

ผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันของนาโนคาร์บอน
จากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่าจากปาล์มน้ำมันและการประยุกต์ใช้ใน
กระบวนการดูดซับ

EFFECT OF HYDROTHERMAL CARBONIZATION (HTC) ON NANOCARBON
MATERIALS FROM MALE INFLORESCENCE (FLOWERS) AND EMPTY FRUIT
BUNCH OF OIL PALM FOR ADSORPTION APPLICATION



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2562

KMITL-2019-NT-M-001-002

ผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันของนาโนคาร์บอน
จากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่าจากปาล์มน้ำมันและการประยุกต์ใช้ใน
กระบวนการดูดซับ

EFFECT OF HYDROTHERMAL CARBONIZATION (HTC) ON NANOCARBON
MATERIALS FROM MALE INFLORESCENCE (FLOWERS) AND EMPTY FRUIT
BUNCH OF OIL PALM FOR ADSORPTION APPLICATION



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2562

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
KMITL-2019-NT-M-001-002

EFFECT OF HYDROTHERMAL CARBONIZATION (HTC) ON
NANOCARBON MATERIALS FROM MALE INFLORESCENCE (FLOWERS)
AND EMPTY FRUIT BUNCH OF OIL PALM FOR ADSORPTION
APPLICATION



KANOGPAN GUNTAGERNG

THIS THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT
FOR THE MASTER'S DEGREE OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2019

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

KMITL-2019-NT-M-001-002



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
COPYRIGHT 2019
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

โครงการพิเศษเรื่อง

ผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน
ของนาโนคาร์บอนจากดอกปาล์มเทศผู้และทะลายปาล์ม
เปล่า

จากปาล์มน้ำมันและการประยุกต์ใช้ในกระบวนการดูดซับ

นักศึกษา

นางสาวกนกพรรณ กุลเถิง

รหัสประจำตัว

59607017

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา

นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

พ.ศ.

2562

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.อภิสิทธิ์ เอียดเอื้อ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ดร. กษิติศ พนมสุวรรณ

บทคัดย่อ

ปัจจุบันชีวมวลได้รับความสนใจเป็นอย่างยิ่ง เนื่องจากปัญหาทางสิ่งแวดล้อมและปรากฏการณ์โลกร้อนที่เพิ่มขึ้น โดยประเทศไทยเป็นประเทศที่มีแหล่งผลิตทางการเกษตรกรรมที่มากมาย และมีชีวมวลที่หลากหลาย ดังนั้นชีวมวลจึงเป็นตัวเลือกที่น่าสนใจที่จะถูกนำมาพิจารณาใช้ โดยดอกปาล์มตัวผู้ และทะลายปาล์มเปล่า เป็นวัสดุทางการเกษตรที่เหลือใช้จากภาคเกษตรกรรมและอุตสาหกรรมการแปรรูปผลผลิตทางการเกษตรทางภาคใต้อยู่เป็นจำนวนมาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุคาร์บอนของดอกปาล์มตัวผู้และทะลายปาล์มเปล่าผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 160–200 องศาเซลเซียส และเวลา 4-12 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 300–900 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะไนโตรเจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยทำการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพด้วย เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), พูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FTIR), และ เครื่องวัดการดูดซับคายซับ จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าผลของการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน และอุณหภูมิของกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ทำให้วัสดุคาร์บอนที่ได้มีพื้นที่ผิวความเป็นรูพรุนและปริมาณความเป็นคาร์บอนสูงขึ้น จากผลการทดลองพบว่าคาร์บอนที่ได้จากดอกปาล์มตัวผู้และทะลายปาล์มเปล่า จากกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันในสภาวะที่เหมาะสมที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง และการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง จะแสดงให้เห็นถึงโครงสร้างของวัสดุรูพรุนมีพื้นที่ผิวที่สูงที่สุดซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับกระบวนการการดูดซับได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่า คำสำคัญ : ดอกปาล์มตัวผู้, ทะลายปาล์มเปล่า, กระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน, กระบวนการดูดซับ

Special Project	Effect of Hydrothermal Carbonization (HTC) on Nanocarbon Materials from Male Inflorescence (Flowers) and Empty Fruit Bunch of Oil Palm for Adsorption application.
Student	Miss Kanogpan Guntagerng
Student ID	59607017
Degree	Master of Science
Program	Nanoscience and Nanotechnology
Year	2019
Thesis Advisor	Asst. Prof Dr. Apiluck Eiad-ua
Thesis Co-advisor	Dr. Gasidit Panomsuwan

Abstract

The utilization of biomass has recently gained great attention in recent years owing to growth of global environmental concerns. Oil male palm flowers and oil palm empty fruit bunch are one of agricultural waste materials produced from palm oil processing. The aim of this work was to study the morphology of carbon materials derived from biomass oil male palm flower (OMPF) and empty fruit bunch (EFB) via hydrothermal carbonization (HTC) at different temperatures 160–200°C and 4-12 h followed by carbonization at 300–900°C under nitrogen atmosphere for 2 h. The physiochemical properties of carbon sample were characterized by scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), and sorption analyzer. The results demonstrated that the increase of hydrothermal temperature, hydrothermal time, and carbonization temperature resulted in the formation of carbon materials with higher surface area, porosity and carbon content. Our results revealed that carbon derived from OMPF and EFB via HTC at temperatures 200°C for 12 h and carbonization at temperature 700°C for 2 h optimal condition exhibited porous structure with highest surface area, which can be further applied for absorbent applications

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
Keywords : oil male palm flowers, empty fruit bunch, hydrothermal carbonization, adsorption.
 ไม่ว่าจะตีพิมพ์ที่ไหน อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การศึกษาและเรียบเรียงโครงการพิเศษการศึกษาวัสดุคาร์บอนที่ได้จากดอกปาล์มตัวผู้ และทะลายปาล์มเปล่าผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันเพื่อนำมาประยุกต์ใช้กับกระบวนการการดูดซับได้นี้ สามารถทำสำเร็จลุล่วงได้ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณ ผศ.ดร.อภิสิทธิ์ เอียดเอื้อ วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และ ดร. กษิติศ พนมสุวรรณ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่คอยดูแลให้คำปรึกษาตลอดการทำโครงการวิจัย และนางสาวปานชีวา อุดมทรัพย์ ที่คอยดูแลและให้คำปรึกษาด้านการทดลองและการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือต่างๆตลอดการทำโครงการวิจัย ขอขอบพระคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ สำหรับการเอื้อเฟื้ออุปกรณ์ต่างๆและสถานที่ในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณความเข้าใจ คำปรึกษา และกำลังใจอันอบอุ่นเสมอจากมารดา และบิดา ซึ่งเป็นหัวใจสำคัญในการผลักดันให้โครงการพิเศษนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี และหวังเป็นอย่างยิ่งว่าเนื้อหาความรู้ จากโครงการพิเศษฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่ท่านผู้อ่านไม่มากก็น้อย สำหรับคุณงามความดีที่เกิดขึ้นจากโครงการพิเศษเล่มนี้ ข้าพเจ้าขอใช้บูชาคุณแก่มารดา บิดา ครูบาอาจารย์และผู้มีพระคุณทุกท่าน

กนกพรรณ กุลเถกิง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ	I
Abstract	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VIII
สารบัญรูปภาพ	IX
คำย่อและสัญลักษณ์	XIV
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ความสำคัญของงานวิจัย	3
1.4 สมมติฐานงานวิจัย	3
1.5 ขอบเขตการดำเนินการ	3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 ปาล์มน้ำมัน	4
2.1.1 ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ของปาล์มน้ำมัน	5
2.1.1.1 ราก	5
2.1.1.2 ลำต้น	5
2.1.1.3 ใบ	6
2.1.1.4 ช่อดอก	6
2.1.1.5 เมล็ด	6
2.1.1.6 ผลของปาล์มน้ำมัน	7
2.1.1.7 ทะลายปาล์ม	7
2.1.2 ประโยชน์ของปาล์มน้ำมัน	7
2.2 ชีวมวล (Biomass)	8
2.2.1 องค์ประกอบของชีวมวล (Biomass compositions)	10
2.2.2 องค์ประกอบสารชีวมวล	10
2.2.2.1 เซลลูโลส (Cellulose)	10
2.2.2.2 เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose)	10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแบบสงวนเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.2.2.3 ลิกนิน (Lignin)	11
2.2.2.4 แป้ง	12
2.2.2.5 โปรตีน	12
2.2.2.6 สารอื่นๆ (อินทรีย์และอนินทรีย์)	12
2.3 สีย้อม	13
2.3.1 เมทิลีนบลู	13
2.3.2 เมทิลออเรนจ์	14
2.3.3 เมทิลเรด	14
2.4 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	15
2.4.1 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิส	15
2.4.2 ปฏิกริยาดีไฮเดรชัน	15
2.4.3 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชัน	16
2.4.4 กระบวนการดีพอลิเมอไรเซชัน	16
2.5 กระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน (Pyrolysis)	16
2.5.1 กลไกการแยกสลายด้วยความร้อน	17
2.5.2 ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน	17
2.5.3 ประโยชน์ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน	18
2.6 กระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization)	19
2.6.1 อุณหภูมิ	19
2.6.2 อัตราความร้อน	19
2.6.3 ตัวกลางของปฏิกริยา	19
2.6.4 ธรรมชาติของวัสดุดิบ	20
2.6.5 โครงสร้างทางเคมีของพื้นที่ผิวหลังทำปฏิกริยาคาร์บอนไนเซชัน	20
2.7 การกระตุ้น (Activation)	20
2.7.1 การกระตุ้นทางกายภาพ	21
2.7.2 การกระตุ้นทางเคมี	22
2.8 การจำแนกขนาดรูพรุนตามมาตรฐาน IUPAC (International Union of pure And Applied Chemistry)	23
2.8.1 ไมโครพอร์ (Micropore)	23
2.8.2 มีโซพอร์ (Mesopore)	23

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.8.3 แมคโครพอร์ (Macropore)	24
2.9 กระบวนการดูดซับ (Adsorption Process)	24
2.9.1 กลไกการดูดซับ 24	24
2.9.2 ประเภทการดูดซับ	25
1. การดูดซับทางกายภาพ	25
2. การดูดซับทางเคมี	25
3. ไอโซเทอมการดูดซับ	25
2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	28
2.11 เทคนิคและเครื่องมือ	32
2.11.1 การศึกษาสัณฐาน (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM)	32
2.11.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยวิธีฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	35
2.11.3 ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี (Ultraviolet-visible spectroscopy)	37
2.11.4 การวัดพื้นที่ผิว ขนาด และปริมาตรของรูพรุนโดยวิธีบลูเออร์เอลเม็ทเทลเลอร์ (Brunauer Emmett Teller, BET)	40
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	47
3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ดำเนินการในงานวิจัย	47
3.1.1 วัสดุตั้งต้นและสารเคมีที่เกี่ยวข้องในงานวิจัย	47
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	47
3.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	48
3.2 สถานที่ในการดำเนินงานวิจัย	48
3.2.1 ห้องปฏิบัติการวิจัยวัสดุรูพรุนนาโนเมตร (Nanoporous Material Research-Laboratory)	48
3.2.2 ศูนย์นวัตกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ (Materials Innovation Center - , MIC)	48
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	48
3.3.1 การเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์เป็นเส้นใยนาโนคาร์บอนและสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนแบบไม่เต็มตัวเร่งปฏิกิริยา	48
3.3.2 การสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนแบบเต็มตัวเร่งปฏิกิริยาโดยอาศัยกระบวนการไฮโดเทอร์มัลและคาร์บอนไนเซชัน	50

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.3.3 การทดสอบการดูดซับสีย้อม	53
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	47
3.4 การตรวจวัดและวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ	55
3.4.1 การศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด (Scanning electron microscopy; SEM)	55
3.4.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชัน (Function group) โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรด- สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)	55
3.4.3 การศึกษาพื้นที่ผิว (Surface area) โดยวิธี Brunauer-Emtte-Teller,BET)	56
3.4.4 การศึกษาการดูดซับสีย้อมด้วยเครื่องยูวีวิส (Ultraviolet-visible spectroscopy; UV-Vis)	57
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	58
4.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน	58
4.1.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันที่ 200 องศาเซลเซียส และเวลาที่แตกต่างกัน	64
4.2 ผลของอุณหภูมิกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน	66
4.3 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)	69
4.3.1 ผลกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลของดอกปาล์มเทศผู้ที่เติมชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)	69
4.3.2 ผลกระบวนการคาร์บอนไนเซชันของดอกปาล์มเทศผู้ที่เติมชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)	76
4.4 การศึกษาประสิทธิภาพของการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง)	81
4.4.1 ผลของปริมาณตัวดูดซับ	82
4.4.2 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเมทิลีนบลูและผลของกรดเบส	86
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา	92
5.1 สรุปผลการทดลอง	92
5.2 แนวทางการพัฒนา	92
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา	92
เอกสารอ้างอิง	94
ภาคผนวก	
ประวัติผู้เขียน	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ทางวิชาการเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ผู้อื่นไปใช้ซ้ำหรือฉีกส่วนการคัด
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
ประวัติผู้เขียน

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1	พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดรูพรุนของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดร- เทอมัล (200°C, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสที่แตกต่างกัน (HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄ , NaOH, KOH, Na ₂ CO ₃ และ K ₂ CO ₃) แล้วทำปฏิกิริยาคาร์บอน ไนเซชันที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน	69
--------------	---	----



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1	ลักษณะของปาล์มน้ำมัน4
รูปที่ 2.2	โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสที่ประกอบโมเลกุลของกลูโคส10
รูปที่ 2.3	โครงสร้างโมเลกุลของไซแลน11
รูปที่ 2.4	โครงสร้างของ (a) tran-pcoumaryl alcohol (b) trans-coniferylalcohol และ (c) trans-p-sinapyl alcohol12
รูปที่ 2.5	โครงสร้างของสีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue)14
รูปที่ 2.6	โครงสร้างของสีย้อมเมทิลออเรนจ์(Methyl orange)14
รูปที่ 2.7	โครงสร้างของสีย้อมเมทิลเรด (Methyl red)15
รูปที่ 2.8	ไอโซเทอมการดูดซับ26
รูปที่ 2.9	การทำงานของ SEM33
รูปที่ 2.10	การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน35
รูปที่ 2.11	รูปองค์ประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์37
รูปที่ 2.12	UV-Vis spectrum38
รูปที่ 2.13	องค์ประกอบของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer.....39
รูปที่ 2.14	องค์ประกอบของเครื่อง (a) Single-Beam spectrophotometer และ (b) Double- Beam Spectrophotometer.....40
รูปที่ 2.15	การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ41
รูปที่ 2.16	การดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้น ๆ41
รูปที่ 2.17	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์42
รูปที่ 2.18	เครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน44
รูปที่ 3.1	แผนภาพแสดงขั้นตอนการวิจัย48
รูปที่ 3.2	ลักษณะของทะเลลายปาล์มเปล่าและ ดอกปาล์มเพศผู้ (ผงและเส้นใย) ที่ผ่านการปั่นลด ขนาด (เรียงจากซ้ายไปขวา)49
รูปที่ 3.3	ลักษณะของถังปฏิกรณ์และเตาปฏิกรณ์สำหรับการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน49
รูปที่ 3.4	ตัวอย่างลักษณะดอกปาล์มเพศผู้(ผง)ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล(ขวา) ดอกปาล์มเพศผู้(ผง) ผ่านการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ซ้าย) 50
รูปที่ 3.5	ลักษณะของทะเลลายปาล์มเปล่าและดอกปาล์มเพศผู้ (ผงและเส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการ การผ่านการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน (เรียงจากซ้ายไปขวา) 50

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.6	แสดงลักษณะการเตรียมดอกปาล์มเพศผู้(ผง)มาทำกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนในเซชันที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง51
รูปที่ 3.7	แสดงกรดที่ใช้ทำปฏิกิริยา (HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ และ H ₃ PO ₄) (บนจากซ้ายไปขวา) และเบส ใช้ทำปฏิกิริยา (NaOH, KOH, Na ₂ CO ₃ , และ K ₂ CO ₃) (ล่างจากซ้ายไปขวา)52
รูปที่ 3.8	เข้าเรือเซรามิกส์ สำหรับการคาร์บอนในเซชันภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน52
รูปที่ 3.9	เตาเผาสำหรับการคาร์บอนในเซชันภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน53
รูปที่ 3.10	แสดงเส้นใยนาโนคาร์บอนของดอกปาล์มเพศผู้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 0.1, 0.2, และ 0.3 กรัม53
รูปที่ 3.11	แสดงลักษณะของเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.1, 0.2, และ 0.3 กรัม ที่ความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลา 5 นาที54
รูปที่ 3.12	แสดงลักษณะของเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.3 กรัม ที่ความเข้มข้น 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลา 10 และ 15 นาที (จากซ้ายไปขวา) 54
รูปที่ 3.13	แสดงการกรองสารด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และลักษณะของสารตัวอย่างที่ได้หลังจากการดูดซับด้วยสีย้อม เมทิลีนบลู (จากซ้ายไปขวา) 55
รูปที่ 3.14	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด55
รูปที่ 3.15	เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์56
รูปที่ 3.16	เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวและความพรุนของวัสดุ56
รูปที่ 3.17	เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรสโคปี57
รูปที่ 4.1	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้ (A) ดอกปาล์ม(ผง) (B) ดอกปาล์ม(เส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน59
รูปที่ 4.2	กราฟ FT-IR ของทะเลาะปาล์ม ทะเลาะปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน60
รูปที่ 4.3	ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ดอกปาล์มเพศผู้ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน61
รูปที่ 4.4	ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ดอกปาล์มที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน62

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.5	ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของทะเลาะปาล์ม (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ทะเลาะปาล์มที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ ทะเลาะปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน62
รูปที่ 4.6	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้ (ผงและเส้นใย) (A) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 200°C และเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) (ii) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) 200 °C เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200 °C เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 °C เวลา 12 ชั่วโมง (B) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (ii) ทะเลาะปาล์ม 200 °C เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200 °C เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 °C เวลา 12 ชั่วโมง65
รูปที่ 4.7	กราฟ FT-IR ของทะเลาะปาล์ม (A) ทะเลาะปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 160°C และเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ทะเลาะปาล์ม (ii) ทะเลาะปาล์ม 200 °C เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200°C เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 °C เวลา 12 ชั่วโมง66
รูปที่ 4.8	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกันภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน (A) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันโดย (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) 300 °C เวลา 2 ชั่วโมง (ii) 500 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 700 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 900 °C เวลา 2 ชั่วโมง (B) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) 300 °C เวลา 2 ชั่วโมง (ii) 500 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 700 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 900 °C เวลา 2 ชั่วโมง68
รูปที่ 4.9	กราฟ FT-IR ของทะเลาะปาล์ม ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกันภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน โดย (i) ทะเลาะปาล์ม (ii) ทะเลาะปาล์ม ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน 300 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 500 °C เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 700 °C เวลา 2 ชั่วโมง และ (v) 900 °C เวลา 2 ชั่วโมง69
รูปที่ 4.10	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้(ผง) ที่ผ่านการไฮโดรเทอมัลที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดที่อุณหภูมิ 200 °C เวลา 12 ชั่วโมง (A) HCl, (B) HNO ₃ , (C) H ₂ SO ₄ และ (D) H ₃ PO ₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M71
รูปที่ 4.11	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้(ผง) ที่ผ่านการไฮโดรเทอมัลที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบสที่อุณหภูมิ 200 °C เวลา 12 ชั่วโมง (A) NaOH, (B) KOH, (C) Na ₂ CO ₃ และ (D) K ₂ CO ₃ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M73

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.12	รูปที่ 4.12 ภาพ SEM ของ ดอกปาล์ม(ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200°C, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด (a) 0.5M HCl, (b) 0.7M HCl, (c) 1M HCl, (d) 0.5M HNO ₃ , (e) 0.7M HNO ₃ , (f) 1M HNO ₃ , (g) 0.5M H ₂ SO ₄ , (h) 0.7M H ₂ SO ₄ , (i) 1M H ₂ SO ₄ , (j) 0.5M H ₃ PO ₄ , (k) 0.7M H ₃ PO ₄ , (l) 1M H ₃ PO ₄74	74
รูปที่ 4.13	ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง)ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200°C, 12ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส (a) 0.5M NaOH, (b) 0.7M NaOH, (c) 1M NaOH, (d) 0.5M KOH, (e) 0.7M KOH, (f) 1M KOH, (g) 0.5M Na ₂ CO ₃ , (h) 0.7M Na ₂ CO ₃ , (i) 1M Na ₂ CO ₃ , (j) 0.5M K ₂ CO ₃ , (k) 0.7M K ₂ CO ₃ , (l) 1M K ₂ CO ₃75	75
รูปที่ 4.14	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้(ผง) ของกรด HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ และ H ₃ PO ₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M ที่ผ่านปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2h ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน77	77
รูปที่ 4.15	กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ของเบส NaOH, KOH, Na ₂ CO ₃ และ K ₂ CO ₃ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M ที่ผ่านปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน77	77
รูปที่ 4.16	ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200°C, 12ชั่วโมง) ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ (700°C, 2 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด (a) 0.5M HCl, (b) 0.7M HCl, (c) 1M HCl, (d) 0.5M HNO ₃ , (e) 0.7M HNO ₃ , (f) 1M HNO ₃ , (g) 0.5M H ₂ SO ₄ , (h) 0.7M H ₂ SO ₄ , (i) 1M H ₂ SO ₄ , (j) 0.5M H ₃ PO ₄ , (k) 0.7M H ₃ PO ₄ , (l) 1M H ₃ PO ₄78	78
รูปที่ 4.17	ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200°C, 12ชั่วโมง) ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ (700°C, 2 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส (a) 0.5M NaOH, (b) 0.7M NaOH, (c) 1M NaOH, (d) 0.5M KOH, (e) 0.7M KOH, (f) 1M KOH, (g) 0.5M Na ₂ CO ₃ , (h) 0.7M Na ₂ CO ₃ , (i) 1M Na ₂ CO ₃ , (j) 0.5M K ₂ CO ₃ , (k) 0.7M K ₂ CO ₃ , (l) 1M K ₂ CO ₃79	79
รูปที่ 4.18	เส้นโยนาโนคาร์บอนที่ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) และที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 และ 15 นาที โดยที่ (A) HCl, (B) HNO ₃ , (C) H ₂ SO ₄ , และ (D) H ₃ PO ₄84	84

สารบัญรูปร่างภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.19	เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) และที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 นาที โดยที่ (A) NaOH, (B) KOH, (C) Na ₂ CO ₃ , และ (D) K ₂ CO ₃86
รูปที่ 4.20	เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ(B) เบสชนิดต่างๆ87
รูปที่ 4.21	เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ88
รูปที่ 4.22	เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ89
รูปที่ 4.23	เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ90

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อและสัญลักษณ์

%	ร้อยละ
% wt	ร้อยละน้ำหนักโดยน้ำหนัก
ML	มิลลิลิตร
hr	ชั่วโมง
°C	องศาเซลเซียส
CC/min	ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
cm ⁻¹	เลขคลื่น
μm	ไมโครเมตร
nm	นาโนเมตร
m ² g ⁻¹	ตารางเมตรต่อกรัม
cm ³ g ⁻¹	ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม
MJ/kg	เมกะจูลต่อกิโลกรัม
OMPF	ดอกปาล์มเทศผู้
OMPF-P	ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง)
OMPF-F	ดอกปาล์มเทศผู้ (เส้นใย)
EFB	ทะลายปาล์มเปล่า
SEM	Scanning electron microscopy
FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy
UV-Vis	Ultraviolet-visible spectroscopy
BET	Brunauer-Emmett-Teller

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันประเทศไทยให้ความสนใจในการนำเศษวัสดุเหลือทิ้งชีวมวล (Waste biomass) มาแปรเปลี่ยน เพื่อใช้ประโยชน์มากขึ้น เนื่องจากชีวมวลเป็นแหล่งพลังงานที่ทดแทนได้ มีราคาถูก และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ประเทศไทยเป็นประเทศที่มีแหล่งเกษตรกรรมที่ใหญ่ และมีศักยภาพทางการเกษตรมากมาย ไม่ว่าจะเป็นการปลูกพืชหรือเลี้ยงสัตว์ และพืชผลทางการเกษตรที่หลากหลาย เช่น อ้อย ฟางข้าว ข้าวโพด ปาล์มน้ำมัน เป็นต้น ในขณะที่เดียวกันก็จะเกิดเศษวัสดุที่เหลือใช้จากกระบวนการในการผลิต หรือไม่ได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์อยู่ ซึ่งวัสดุเหลือใช้เหล่านี้สามารถนำมาแปรรูปและพัฒนาคุณภาพได้ โดยความหมายของ “ชีวมวล” คือ สารอินทรีย์จากธรรมชาติ ที่จะสะสมพลังงานเก็บเอาไว้ในตัวของมันเอง และสามารถนำพลังงานของมันที่เก็บสะสมเอาไว้มาใช้ประโยชน์ได้ ชีวมวลเป็นพลังงานที่มาจากแหล่งที่ไม่มีวันหมดไป เพราะวงจรการผลิตชีวมวลคือวงจรของพืชระยะสั้นและยังสามารถผลิตภายในประเทศได้ ทำให้เกษตรกรจึงมีรายได้เพิ่มและยังช่วยลดการนำเข้าพลังงานได้ ตัวอย่างของสารอินทรีย์เหล่านี้ เช่น เศษหญ้า และไม้ เศษวัสดุเหลือทิ้งที่ทิ้งจากการเกษตรหรือจากกระบวนการอุตสาหกรรม [1-3] เช่น ฟาง แกลบ ชานอ้อย เป็นต้น ภายในโครงสร้างของชีวมวลจะประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เป็นองค์ประกอบหลัก และสารประกอบอื่นๆอีกเล็กน้อย

ปาล์มน้ำมันเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศไทยและของโลก รวมถึงเป็นพืชที่สร้างความมั่นคงทางด้านอาหาร และ ด้านพลังงาน จึงทำให้มีการเพิ่มพื้นที่การผลิตปาล์มน้ำมันเป็นจำนวนมาก ปาล์มน้ำมันเป็นพืชยืนต้นที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจ และมีศักยภาพทางเศรษฐกิจสูงกว่าพืชน้ำมันชนิดอื่นๆ ทั้งด้านการผลิตและการตลาด [4-5] โดยปาล์มน้ำมันสามารถเพาะปลูกได้เฉพาะพื้นที่เขตร้อนชื้นของโลกที่อยู่ระหว่างเส้นละติจูดที่ 10 องศาเหนือ ถึง 10 องศาใต้ [6] ซึ่งปัจจุบันมีเพียง 42 ประเทศ จากจำนวนทั้งหมด 223 ประเทศทั่วโลกที่สามารถผลิตปาล์มน้ำมันได้

ปาล์มน้ำมัน นั้นมีคุณสมบัติมากมาย โดยน้ำมันปาล์มนั้นได้จาก 2 ส่วนของปาล์ม คือ ส่วนเปลือกนอกประมาณ 16-25 % ของน้ำหนักทะลาย และส่วนเนื้อในประมาณ 3-5 % ของน้ำหนักทะลาย นอกจากนี้ทุกๆ ส่วนของปาล์มน้ำมัน ยังนำมาใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมเครื่องอุปโภคบริโภค อุตสาหกรรมพลังงาน เป็นต้น แต่ส่วนที่เป็นทะลายปาล์มและดอกปาล์มเพศผู้นั้นเป็นเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรถูกทิ้งเป็นจำนวนมากในสวนปาล์มน้ำมัน และจากอุตสาหกรรม

การแปรรูปผลผลิตปาล์มน้ำมัน ทะลายปาล์มเปล่า เป็นส่วนของทะลายที่สกัดผลปาล์มออกแล้วในอดีต ทะลายปาล์มเปล่ามีปัญหาที่มีผลต่อสิ่งแวดล้อมมาก เนื่องจากเป็นที่วางไข่ของตัวแตนซึ่งเป็นแมลงที่กัดกิน ยอดปาล์มและมะพร้าว ดังนั้นโรงงานส่วนใหญ่จะต้องเผาทำลายทะลายปาล์มเปล่า ซึ่งทำได้ยากเนื่องจากมีความชื้นสูง แต่ปัจจุบันได้มีการใช้ทะลายปาล์มเปล่าเป็นวัสดุในการเพาะเห็ดบ้าง แต่ก็ยังไม่แพร่หลาย [7] งานวิจัยนี้ได้เลือกที่จะนำมาใช้ให้เกิดประโยชน์ได้มากกว่าที่ทำปุ๋ยและที่กล่าวข้างต้น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาศึกษาโดยการนำทะลายปาล์มและดอกปาล์มเพศผู้มาทำเป็นตัวดูดซับหรือประยุกต์ใช้ในวัสดุอื่นได้หรือไม่ ซึ่งวิธีทำกระบวนการดูดซับและอื่นๆ มีวิธีหลัก ก็คือ กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน เพราะว่าเป็นกระบวนการที่ง่าย, ใช้พลังงานต่ำ, และมีการสลายตัวของโครงสร้างต่ำ เมื่อเทียบกับวิธีอื่นๆ โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันจะไปสลายพันธะของสารในชีวมวล เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความเป็นรูพรุนและมีพื้นที่ผิวมากขึ้น เหมาะสำหรับนำไปทำเป็นวัสดุดูดซับ

โดยงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาควบคุมอุณหภูมิ เวลา และปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน ที่มีผลต่อคุณสมบัติต่าง ๆ ของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการศึกษาคูโครงสร้างสัณฐาน และลักษณะของพื้นผิวด้วยเครื่องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) การศึกษาวิเคราะห์พื้นผิว ขนาดของรูพรุน และปริมาตรของรูพรุน ด้วยเครื่องบลูเนอเอลเม็ท เทลเลอร์ (Brunauer Emmett Teller, BET) การศึกษาดูหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ด้วยเครื่อง (Fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) และ หลังจากนั้นนำมาประยุกต์ใช้ในการดูดซับสารพวกสีย้อม เช่น เมทิลีนบลู (methylene blue) จากนั้นนำไปคำนวณหาความเข้มข้นที่ได้จากการดูดซับด้วยเครื่องยูวีวิส (UV-Vis spectrophotometer; UV-Vis)

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อการสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มโดยอาศัยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
2. เพื่อศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มโดยอาศัยกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน
3. เพื่อศึกษาชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มโดยอาศัยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
4. เพื่อศึกษาคุณสมบัติต่างๆของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ส่งผลต่อการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลู (methylene blue)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ความสำคัญของงานวิจัย

ทราบถึงปัจจัยที่จะส่งผลกระทบต่อกระบวนการการสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายปาล์มโดยอาศัยกระบวนการคาร์บอนไนเซชันและปัจจัยที่จะส่งผลกระทบต่อกระบวนการดูดซับสีย้อม

1.4 สมมติฐานงานวิจัย

ถ้าอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันที่สูงขึ้น จะส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของเส้นใยคาร์บอน และจะทำให้มีพื้นที่ผิวมากขึ้น ถ้าเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบสลงไป จะทำให้ได้เส้นใยคาร์บอนที่มีรูพรุน ค่าพื้นที่ผิวสูงขึ้น และความเป็นคาร์บอนเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้เกิดการดูดซับพวกสีย้อมได้ดีมากขึ้น

1.5 ขอบเขตการดำเนินการ

งานวิจัยนี้จะจำกัดขอบเขตของงานในส่วนการวิจัยพัฒนาการทดลอง เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายปาล์ม โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน เงื่อนไขที่จะทำการทดลองเพื่อศึกษาอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน และผลของตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบสที่มีผลต่อการดูดซับสีย้อม สามารถพัฒนาความเป็นรูพรุนของดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายเปล่าที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นฐานรองรับของตัวเร่งปฏิกิริยาได้อย่างมีประสิทธิภาพ

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตร
2. สามารถปรับปรุงคุณสมบัติของดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายปาล์ม เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการดูดซับสีย้อมได้
3. สามารถประยุกต์ใช้ดูดซับสีย้อม (เมทิลีนบลู) และสามารถประยุกต์ใช้ในการดูดซับได้อย่างมีประสิทธิภาพ

เอกสาร 4. สร้างคุณค่าและเพิ่มมูลค่าให้กับทรัพยากรที่เหลือใช้ให้มีประโยชน์มากขึ้น นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ปาล์มน้ำมัน



รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะของปาล์มน้ำมัน [8]

ชื่อวิทยาศาสตร์ : African Oil Palm (*Elaeis guineensis*.)

ชื่อสามัญ : Oil Palm

การจำแนกชั้นทางวิทยาศาสตร์ ปาล์มน้ำมัน

หมวด : Magnoliophyta

ชั้น : Angiospermae

อันดับ : Palmales

วงศ์ : Arecaceae

สกุล : *Elaeis*

ชนิด : *Guineensis*

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1 ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ของปาล์มน้ำมัน

ปาล์มน้ำมันเป็นพืชใบเลี้ยงเดี่ยว (Monocotyledon) และเป็นพืชอายุยาว (Perennial crop) มีลำต้นตั้งตรง ปาล์มน้ำมันมีความสูงได้มากกว่า 30 เมตร และมีอายุยืนนานมากกว่า 100 ปี แต่การปลูกปาล์มน้ำมันทางการค้า ไม่ควรมีความสูงเกิน 15–18 เมตร หรืออายุประมาณ 25 ปี ปาล์มน้ำมันประกอบไปด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้ [9]

2.1.1.1 ราก

ปาล์มน้ำมันมีระบบแบบรากฝอย ประกอบไปด้วยรากชุดต่างๆ 4 ชุด เป็นระบบรากสานกันอย่างหนาแน่นอยู่บริเวณผิวดินระดับลึก 30-50 เซนติเมตร ทำหน้าที่ช่วยลำต้นดูดน้ำ, ดูดซึบ และธาตุอาหาร รากชุดแรก (Primary roots) เป็นรากแรกที่เกิดจากฐานของลำต้นรูปกรวย มีการเจริญเติบโต 2 แนว คือ แนวดิ่งลง (Descending) และแนวระนาบ (Horizontal) รากมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 6-10 มิลลิเมตร. ความยาว 3-4 เมตร และอาจยาวได้มากกว่านี้ส่วนของรากที่ทำหน้าที่ดูดน้ำและธาตุอาหารอยู่ตรงบริเวณส่วนกลางของราก สำหรับรากชุดที่สอง (Secondary roots) เป็นรากที่เกิดจากรากชุดแรก ในชั้นของ Pericycle รากชุดที่ 2 เกิดในแนวระนาบมากกว่า ในแนวตั้ง ทิศทางของการแตกแขนงของรากชุดที่สอง มี 2 ประเภทด้วยกันคือ รากที่สองที่แตกแขนงในแนวตั้งขึ้นเรียกว่า Ascending secondary roots และในแนวตั้งลงเรียกว่า Descending secondary roots ทั้ง 2 ประเภทจะตั้งฉากกับรากแรกขนาดเล็กกว่า รากชุดที่สาม (Tertiary roots) เกิดจากชั้นของ Pericycle ของรากที่สอง มีทิศทางของการเกิดตั้งฉากกับรากที่สองแต่ขนานกับรากแรก รากชุดที่สี่ (Quaternary roots) อาจจะมีหรือไม่มี ถ้ามีจะมีการเจริญหรือพัฒนาการมารากรากชุดที่สาม

2.1.1.2 ลำต้น

ปาล์มน้ำมันมีลำต้นตั้งตรง ประกอบขึ้นจากเนื้อเยื่อเส้นใย มียอดเดี่ยวรูปกรวยฝังอยู่ในลำต้น ประกอบด้วยใบอ่อน และฐานใบที่มัน เรียกว่า Cabbage มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10-12 เซนติเมตร มีความสูงประมาณ 2.5-4 เซนติเมตร ซึ่งประกอบด้วยใบอ่อนและเนื้อเยื่อเจริญ ในระยะสามปีแรก ต้นปาล์มน้ำมันจะพัฒนาทางด้านกว้างโดยลำต้นจะขยายส่วนฐานให้มีขนาดใหญ่ขึ้นหลังจากผ่านไปสามปีแล้วปล้องของลำต้นจะยึดตัวขึ้นทำให้การเจริญเติบโตทางด้านกว้างนั้นหยุดไปหรือมีน้อยมาก ลำต้นของปาล์มมีหน้าที่สำคัญคือ ชูใบให้รับแสงเพื่อสังเคราะห์อาหาร ลำเลียงน้ำและอาหาร โดยผ่านกลุ่มมัดท่อน้ำและท่ออาหารภายในลำต้น ระบบเนื้อเยื่อลำเลียงภายในประกอบด้วยกลุ่มมัดท่อน้ำ ท่ออาหารถึง 20,000 หน่วย เป็นเนื้อเยื่อที่มีชีวิตได้แก่ Phloem ทำหน้าที่เคลื่อนย้ายทางลงส่วนมาก ส่วนระบบเนื้อเยื่อลำเลียงภายนอกประกอบด้วยเส้นใยที่ไม่มีชีวิตจำนวนมากทำหน้าที่เคลื่อนย้ายทางขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1.3 ใบ

ใบของปาล์มน้ำมันเป็นใบประกอบรูปขนนก (Pinnate) ซึ่งเรียกว่า ทางใบ แต่ละทางใบสามารถแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือส่วนแกนกลางที่มีใบย่อยอยู่ 2 ข้าง และส่วนก้านทางใบ ซึ่งมีขนาดสั้นกว่าส่วนแรก และมีหนามสั้นเล็กๆอยู่ 2 ข้าง แต่ละทางใบมีใบย่อยยาว 100-160 คู่ แต่ละใบย่อยยาว 100-120 เซนติเมตร กว้าง 4-6 เซนติเมตร ความยาวฐานถึงยอดทางใบประมาณ 6-8 เมตร ทางใบจะเกิดในลักษณะเป็นเกลียวรอบลำต้นโดยลักษณะการเวียนของทางใบของปาล์มน้ำมันมี 2 แบบ แบบแรกคือการเกิดทางใบแบบเวียนซ้าย แบบที่สองคือการเกิดทางใบแบบเวียนขวา ส่วนของก้านใบ (Petiole) จะสั้นกว่าทางใบ แต่มีขนาดใหญ่กว่า ประกอบด้วยเส้นใยที่แข็งแรงและมากกว่าในปาล์มบางพันธุ์ หนามที่ก้านใบมี 2 ชนิด คือ หนามขนาดเล็กที่ประกอบขึ้นจากเส้นใยของก้านทางใบ (Fiber spine) และหนามขนาดใหญ่ที่เกิดจากก้านใบย่อยที่ยังไม่พัฒนา (Midrib spine) ทางใบแต่ละทางใช้เวลาพัฒนาจากระยะตาใบจนโผล่ออกมาจากยอดเป็นเวลา 2 ปี จากนั้นจะเจริญพุ่งขึ้นเป็นรูปแหลมยาวคล้ายหอกและคลี่กลางออกอย่างรวดเร็ว จำนวนทางใบที่มองเห็นอยู่ติดกับลำต้นมีประมาณ 45-50 ทางใบ ปริมาตรทางใบที่ปาล์มน้ำมันสามารถสร้างได้ขึ้นอยู่กับอายุ สภาพแวดล้อม และพันธุกรรม

2.1.1.4 ช่อดอก

ปาล์มน้ำมันเป็นพืชใบเลี้ยงเดี่ยวที่มีดอกเพศผู้และเพศเมียอยู่ในต้นเดียวกัน (Monoecious) ดอกแต่ละเพศจะรวมกันเป็นช่อ ช่อดอกตัวผู้และดอกตัวเมียจะเกิดสลับกันทางใบของแต่ละทางจะมีตาดอกหนึ่งตา ซึ่งสามารถพัฒนาไปเป็นช่อดอกตัวผู้หรือตัวเมีย และในบางครั้งจะพบว่ามีช่อดอกกระเทยซึ่งมีทั้งดอกตัวผู้และตัวเมียรวมกันอยู่ ช่อดอกตัวเมียจะพัฒนาไปเป็นทะลายที่สุกแก่เต็มที่ ช่อดอกตัวผู้และดอกตัวเมียมีลักษณะทั่วไปคล้ายกัน คือ มีแกนกลางที่ประกอบขึ้นจากเส้นใยหรือที่เรียกว่า ก้านช่อดอก มีกาบหุ้ม 2 ใบที่ฐานช่อดอก กาบนี้จะหุ้มช่อดอกทั้งหมดไว้จนกระทั่ง 2-3 วันก่อนดอกบานจึงเปิดออก ดอกตัวเมียจะมีกาบหุ้ม (Bract) เจริญเป็นหนามยาว 1 อัน กาบรอง (Bractiole) 2 แผ่น และมีกลีบดอก (Perianth) 2 ชั้นๆ ละ 3 กลีบ ห่อหุ้มรังไข่ 3 พูไว้ ยอดเกสรตัวเมียมี 3 แฉกเมื่อดอกบานแฉกนี้จะโค้งเปิดออก ดอกตัวผู้ที่เจริญเต็มที่ก่อนที่จะบานมีขนาด กว้าง 1.5-2 มิลลิเมตร ยาว 3-4 มิลลิเมตร ถูกห่อหุ้มด้วยกาบหุ้มรูปสามเหลี่ยม 1 แผ่น มีกลีบดอก 2 ชั้นๆ ละ 3 กลีบ มีเกสรตัวผู้ 6 อัน รวมกันอยู่เป็นท่อตรงกลางดอกอับ เกสรตัวผู้มี 2 พู เมื่อดอกเจริญเต็มที่ช่อดอกย่อยตัวผู้จะมีขนาดความยาว 10-20 เซนติเมตร หนา 0.8-1.5 เซนติเมตร มีลักษณะคล้ายนิ้วมือ ต้นปาล์มน้ำมันที่โตเต็มที่จะมีช่อดอกตัวผู้ 1 ดอกซึ่งมีช่อดอกย่อยมากกว่า 160 ช่อ

2.1.1.5 เมล็ด

เมล็ดของปาล์มน้ำมันมีลักษณะแข็ง ซึ่งพบหลังจากการลอกเปลือกนอกและส่วนที่ให้น้ำมันออกมา เมล็ดประกอบไปด้วยส่วนของ กะลา (Endocarp) และเนื้อใน ซึ่งเจริญมาจากไขมี 1-3 อันบางครั้งพบ 4 อัน บนกะลาจะมีช่องสำหรับงอก (Germ pore) 3 ช่อง ในกะลานั้นประกอบด้วยอาหารต้นอ่อน

(Endosperm) หรือเนื้อในสีขาวอมเทาซึ่งมีน้ำมันสะสมอยู่ และมีเยื่อ (Testa) สีน้ำตาลแก่หุ้มอยู่ โดยมีเส้นใยรองรับระหว่างเยื่อหุ้มกับกะลาอีกชั้นหนึ่ง ภายในเนื้อในตรงกันข้ามกับช่องสำหรับงอกมีต้นอ่อนฝังตัวอยู่ มีลักษณะตรง ยาวประมาณ 3 มิลลิเมตร เมล็ดจะงอกเมื่อได้รับการกระตุ้นโดยอุณหภูมิและความชื้นที่เหมาะสม แต่ละเมล็ดจะใช้เวลาในการงอกแตกต่างกัน ต้นอ่อนในเมล็ดเริ่มมีการเจริญเติบโตขึ้น ยอดของใบเลี้ยงจะขยายใหญ่ขึ้นมีสีเขียว เรียกว่า จาว (Haustorium) และยังคงฝังตัวอยู่ในเนื้อใน ทำหน้าที่ดูดอาหารมาเลี้ยงต้นอ่อน จาวจะผลิตเอนไซม์ออกมาย่อยอาหารต้นอ่อนให้เป็นของเหลวไปเลี้ยงต้นอ่อนเป็นเวลาประมาณ 3 เดือน จนกระทั่งต้นอ่อนสามารถสังเคราะห์แสงเองได้

2.1.1.6 ผลของปาล์มน้ำมัน

ผลปาล์มน้ำมันจะลักษณะเป็นผลเมล็ดแข็งไม่มีก้านผล (Sessile drup) รูปร่างมีหลายแบบ ทั้งแบบเรียวยาวแหลม รูปไข่ หรือรูปยาวรี ความยาวผลอยู่ระหว่าง 2-5 เซนติเมตร. น้ำหนักผลประมาณ 3-30 กรัม ผลปาล์มประกอบด้วยผิวเปลือกนอก (Endocarp) ลักษณะเป็นสีเขียวหรือดำเมื่อยังอ่อนและเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเมื่อสุกแล้ว ชั้นเปลือกนอก (Mesocarp) มีลักษณะเป็นเนื้อเยื่อเส้นใย มีสีส้มแดงเมื่อสุก และมีน้ำมันอยู่ในชั้นนี้ซึ่งมีคุณสมบัติคล้ายน้ำมันมะพร้าว

2.1.1.7 ทะลายปาล์ม

ทะลายปาล์มน้ำมัน ประกอบด้วย ก้านทะลาย ช่อทะลายย่อย และผล แต่ละทะลายมีน้ำหนักผล 45-70 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทะลายปาล์มน้ำมันเมื่อสุกแก่เต็มที่มือน้ำหนักประมาณ 1-60 กิโลกรัม แปรไปตามอายุของปาล์มน้ำมันและปัจจัยสิ่งแวดล้อม โดยทั่วไปปาล์มน้ำมันที่ดีควรผลิตทะลายได้ไม่ต่ำกว่า 12 ทะลายต่อต้นต่อปี มีน้ำหนักต่อหนึ่งทะลายประมาณ 10-30 กิโลกรัม จำนวนผลทั้งหมดต่อทะลายรวมแล้วประมาณ 500-4,000 ผล โดยเฉลี่ยมีจำนวน 1,600 ผลต่อทะลาย

2.1.2 ประโยชน์ของปาล์มน้ำมัน

ปาล์มน้ำมัน นั้นมีคุณประโยชน์มากมาย โดยน้ำมันปาล์มนั้นได้จาก 2 ส่วนของปาล์ม คือ ส่วนเปลือกนอกประมาณ 16-25 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักทะลาย และส่วนเนื้อในประมาณ 3-5 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักทะลาย นอกจากนี้ทุกๆ ส่วนของปาล์มน้ำมัน ยังนำมาใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมเครื่องอุปโภคบริโภค อุตสาหกรรมพลังงาน เป็นต้น โดยผลิตภัณฑ์จากปาล์มน้ำมัน นั้นเกิดจากการกระบวนการแปรรูปซึ่งได้ผลที่ทั้งทางตรงและทางอ้อม นอกจากนี้จากอุตสาหกรรมจากการกระบวนการแปรรูปปาล์มน้ำมันยังสามารถนำกลับมาใช้ประโยชน์ใหม่ได้อีกด้วย ซึ่งสามารถแยกประโยชน์จากส่วนต่างๆของปาล์มน้ำมัน ได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- น้ำมันปาล์มดิบ (Crude Palm Oil)

1. ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่น น้ำมันปาล์มดิบ นำไปใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมอาหาร เช่น อุตสาหกรรมการผลิตเบหมีกึ่งสำเร็จรูป เนยเทียม ไอศกรีม นมข้นหวาน สบู่ เป็นต้น
2. ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแยกไขปาล์มบริสุทธิ์ออกจากน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ (RPO) ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมอาหารที่เกี่ยวกับการทอดทุกชนิด เช่น ขนมขบเคี้ยว อาหารทอดสำเร็จรูป อุตสาหกรรมการผลิตเนยเทียม เนยขาว ครีมฉาบหน้าขนม ฯลฯ
3. ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากการกลั่น น้ำมันปาล์มดิบ ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมการผลิตสบู่ อุตสาหกรรมโพลีเอเคมีคอล การผลิตวิตามิน E รวมถึง อุตสาหกรรมการผลิตไบโอดีเซล

- น้ำมันเมล็ดในปาล์ม (Palmkernel oil)

1. ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่น น้ำมันเมล็ดในปาล์ม ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมการผลิตสบู่ อุตสาหกรรมอาหาร เช่น นมข้นหวาน ไอศกรีม เนยขาว ฯลฯ ใช้ในอุตสาหกรรมโพลีเอเคมีคอล อุตสาหกรรมโพลีเอเคมีคอล รวมถึง อุตสาหกรรมการผลิตไบโอดีเซล
2. ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแยกไขปาล์มบริสุทธิ์ออกจากน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมอาหาร เช่น อุตสาหกรรมการผลิตเนยเทียม เนยขาว ครีมฉาบหน้าขนม ฯลฯ รวมถึง อุตสาหกรรมการผลิตสบู่โพลีเอเคมีคอล
3. ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากการสกัดน้ำมันออกจากเมล็ดในปาล์ม ได้กากเมล็ดในปาล์ม ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมอาหารสัตว์

- ทะลายปาล์มเปล่า (Empty Bunch) สามารถนำไปเป็นเชื้อเพลิงสำหรับหม้อไอน้ำ
- เส้นใย (Fiber) สามารถนำไปเป็นเชื้อเพลิงสำหรับหม้อไอน้ำ
- กะลา (Shell) สามารถนำไปเป็นเชื้อเพลิงสำหรับหม้อไอน้ำ
- น้ำเสีย จากกระบวนการแปรรูปปาล์มน้ำมัน สามารถหมუნเวียนนำมาผลิตแก๊สชีวภาพเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้า
- กากตะกอนน้ำมัน (Cake Decanter) สามารถนำมาผลิตเป็นปุ๋ยอินทรีย์
- ใบปาล์ม/ทางใบ ใช้ประโยชน์ในการคลุมผิวดินภายในสวนปาล์มน้ำมัน เพื่อรักษาความชื้นในดิน นอกจากนี้ หลัง 6 เดือน ทางใบจะย่อยสลายกลายเป็นอินทรีย์วัตถุที่เป็นประโยชน์ต่อดันปาล์มน้ำมันได้อีกด้วย

2.2 ชีวมวล (Biomass)

ชีวมวล (biomass) เป็นแหล่งพลังงานหมุนเวียนที่กักเก็บพลังงานจากดวงอาทิตย์ซึ่งมาจากการสังเคราะห์ด้วยแสงและเกิดการหมუნเวียนซ้ำแล้วซ้ำอีกได้ในธรรมชาติ สามารถนำมาผลิตเป็นพลังงานเพื่อใช้ทดแทนพลังงานที่ได้จากแหล่งพลังงานฟอสซิลซึ่งมีอยู่อย่างจำกัดและอาจหมดลงได้ ซึ่งชีวมวลนั้นเป็นสารอินทรีย์ที่ได้จากสิ่งมีชีวิต พืช และสัตว์ หรือกระบวนการทางชีวภาพที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ ชีวมวลเป็นพลังงานที่ไม่มีวันหมด สามารถนำมาผลิตเป็นพลังงานได้ โดยที่ชีวมวลนั้นประกอบไปด้วยธาตุหลัก คือ

คาร์บอน ไฮโดรเจน ออกซิเจน รวมทั้งมีปริมาณของไนโตรเจนและธาตุอื่นๆรวมด้วยอยู่อีกเล็กน้อย ชีวมวลนั้นมียู่มากมายทั้งที่ได้จากสิ่งมีชีวิต ทั้งนี้ยังรวมไปถึงสิ่งต่างๆ ที่มีธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลักในรูปแบบอื่นๆ ทั้งนี้จะสามารถจำแนกแหล่งที่มาของชีวมวลได้ [10-11] ดังนี้

- เศษไม้ (Wood Residues) เป็นแหล่งพลังงานชีวมวลที่อยู่ในรูปของแข็งที่เกิดขึ้นมากในอุตสาหกรรมป่าไม้ ซึ่งส่วนใหญ่ต้องการใช้เพียงแค่ส่วนของลำต้นหรือเนื้อไม้ ส่วนที่เหลือ คือ ใบและกิ่งก้านต่างๆรวมถึงขี้เลื่อยจากกระบวนการแปรรูปไม้ ที่ไม่สามารถนำมาใช้ตามวัตถุประสงค์สามารถนำมาใช้ผลิตพลังงานได้

- เศษพืชผลทางการเกษตร (Agricultural Wastes) เป็นเศษวัสดุต่างๆที่เกิดจากพืชผลทางการเกษตร เช่น ฟางข้าว ชังข้าวโพด ชานอ้อย แกลบ และเศษผัก เป็นต้น เศษวัสดุเหลือใช้เหล่านี้มีจำนวนมากและสามารถนำมาผลิตพลังงานได้เช่นกัน

- สิ่งปฏิกูลจากสัตว์ (Animal Wastes) สิ่งปฏิกูลจากสัตว์มีปริมาณมาก ซึ่งเกิดจากการเลี้ยงสัตว์ในลักษณะที่เป็นฟาร์ม การรวบรวมสิ่งปฏิกูลได้มากพอจะสามารถผลิตเป็นพลังงานได้

- ของเหลือใช้จากชุมชน (Municipal Waste) หรืออาจเรียกว่าขยะชุมชน เป็นผลจากการบริโภคของมนุษย์ที่มีการทิ้งของที่เหลือใช้ในสภาพขยะ ซึ่งในเมืองใหญ่หรือในที่ที่มีปริมาณประชากรหนาแน่นจะยังมีปริมาณของเหลือทิ้งชนิดนี้มาก

2.2.1 องค์ประกอบของชีวมวล (Biomass Compositions)

องค์ประกอบของชีวมวลหรือสสารทั่วไปจะแบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลัก คือ

1. ความชื้น (Moisture) หมายถึง ปริมาณน้ำที่สะสมอยู่ในชีวมวล ส่วนมากจะมีความชื้นค่อนข้างสูงเพราะเป็นผลผลิตทางการเกษตร ถ้าต้องการนำชีวมวลเป็นพลังงานโดยการเผาไหม้ความชื้นไม่ควรเกิน 50 เปอร์เซ็นต์

2. ส่วนที่เผาไหม้ได้ (Combustible substance) ส่วนที่เผาไหม้ได้จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

- สารระเหย (Volatiles Matter) คือ ส่วนที่ลุกเผาไหม้ได้ง่าย ดังนั้นชีวมวลใดที่มีค่า Volatiles Matter สูงแสดงว่าจะสามารถติดไฟได้ง่าย

- คาร์บอนคงที่ (Fixed carbon) คือ ส่วนที่เสถียรของโครงสร้างโมเลกุลของชีวมวลประกอบด้วยคาร์บอนเป็นส่วนใหญ่ ชีวมวลที่มีเปอร์เซ็นต์คาร์บอนคงที่ต่ำหรือน้อยจะสันดาปได้ไม่ดี มีอุณหภูมิการจุดติดไฟต่ำ ความรวดเร็วในการติดไฟจะช้า

3. ส่วนที่เผาไหม้ไม่ได้ หรือ ขี้เถ้า (Ash) คือ ส่วนประกอบอนินทรีย์ที่มีอยู่ในชีวมวลที่ถูกออกซิไดส์สมบูรณ์ ชีวมวลส่วนใหญ่จะมีขี้เถ้าประมาณ 1-3 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งขี้เถ้าของชีวมวลแต่ละประเภทจะมีสัดส่วนของปริมาณขี้เถ้าแตกต่างกัน ยกเว้นพวกแกลบและฟางข้าว จะมีสัดส่วนขี้เถ้าที่มากกว่าประมาณ 10-20 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจะมีปัญหาในการเผาไหม้และกำจัด

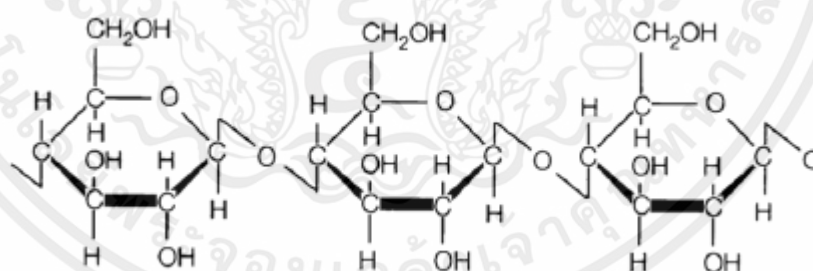
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2 องค์ประกอบของสารชีวมวล

สารชีวมวลนั้นมีหลากหลายชนิดซึ่งมีองค์ประกอบต่างกัน องค์ประกอบเบื้องต้นได้แก่ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน แป้ง และโปรตีน ต้นไม้มีองค์ประกอบหลักได้แก่ เซลลูโลส ลิกนิน รวมถึงพืชสมุนไพร เพียงแต่ปริมาณขององค์ประกอบที่จะแตกต่างกัน สารชีวมวลต่างชนิดกัน ย่อมมีองค์ประกอบต่างกัน เช่น ธัญพืชมีแป้งมาก ในขณะที่ของเสียจากปศุสัตว์มีโปรตีนมาก เนื่องจากมีโครงสร้างทางเคมีที่แตกต่างกัน จากทัศนคติของการใช้พลังงานสารชีวมวลที่ประกอบด้วย ลิกโนเซลลูโลส จะประกอบไปด้วย เซลลูโลสและ ลิกนินจำนวนมาก เช่น ต้นไม้ ซึ่งมีจำนวนมากและมีศักยภาพมาก ซึ่งองค์ประกอบของสารชีวมวลมีดังนี้ [12]

2.2.2.1 เซลลูโลส

เซลลูโลส (Cellulose) เป็นส่วนประกอบหลักที่สำคัญของเซลล์ในผนังพืช ส่วนใหญ่จะพบในผนังเซลล์ของพืช อยู่ร่วมกับเฮมิเซลลูโลส และลิกนิน โดยจัดเป็น พอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ปริมาณที่พบแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับชนิดและส่วนของพืช เซลลูโลสเป็นโฮโมโพลิเมอร์ มีลักษณะเป็นเส้นตรง ไม่มีกิ่งก้าน เซลลูโลสประกอบด้วยหน่วยย่อยคือ เบต้า-D-กลูโคไพราโนส (β -D-Glucopyranose) เชื่อมต่อกันด้วยพันธะเบต้า 1,4-ไกลโคซิดิก (β -1,4-glycosidic bond) เกิดเป็นโพลิเมอร์ กลูแคน (glucan) มีความยาวตามธรรมชาติประมาณ 10,000 หน่วย ยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจน เซลลูโลสมีโครงสร้างเป็นผลึก นอกจากนี้เซลลูโลสที่พบในทั้งไม้เนื้ออ่อนและเนื้อแข็งมีความทนต่อการกัดได้มากกว่า เฮมิเซลลูโลส โดยเซลลูโลสจะสามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ และสามารถแตกตัวออกเป็นหน่วยย่อยของกลูโคสได้โดยการเตรียมทางเคมีโดยใช้กรดหรือเบสที่มีความเข้มข้นและอุณหภูมิสูง [13-14]

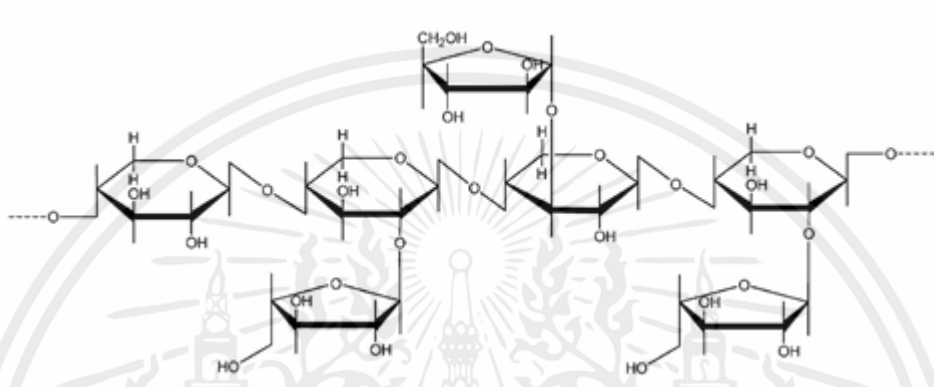


รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสที่ประกอบโมเลกุลของกลูโคส [14]

2.2.2.2 เฮมิเซลลูโลส

เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) เป็นองค์ประกอบในผนังเซลล์ของพืช ซึ่งอยู่ร่วมกับเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรต (carbohydrate) ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide) โมเลกุลของเฮมิเซลลูโลส เป็น heteropolysaccharide เฮเทอโรโพลิเมอร์ ของน้ำตาลชนิดต่างๆ หลายชนิดผสมกัน เช่น กลูโคส (glucose) แมนโนส (mannose) ไชโลส (xylose) และอะราบินโนส (arabinose) ซึ่งพบอยู่ในรูป

โพลีเมอร์ไซแลน แมนแนน กาแลกแตน และอะราบิแนนมีความยาวเฉลี่ยประมาณ 200 หน่วย โดยในโพลีเมอร์ไวแลน ดี-ไซโลส มีปริมาณมากที่สุดคือ ร้อยละ 85-93 ส่วนองค์ประกอบอื่น เช่น กลูโคส กรดกลูควิโรนิก กรดกาแลคตุโรนิก จะพบปริมาณน้อย โดยไซโลสที่พบจะเชื่อมด้วยพันธะเบต้า 1,4 ไกลโคซิดิก สูตรโมเลกุลโดยเฉลี่ย คือ $(C_5H_8O_4)_n$ เนื่องจากดิกิริโพลีเมอร์ไรเซชันของเฮมิเซลลูโลสเท่ากับ 50-200 โดยมีขนาดเล็กกว่าเซลลูโลสจึงสามารถสลายพันธะได้ง่ายกว่าเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสเป็นจำนวนมากสามารถละลายได้ในสารละลายเบส [15-16]

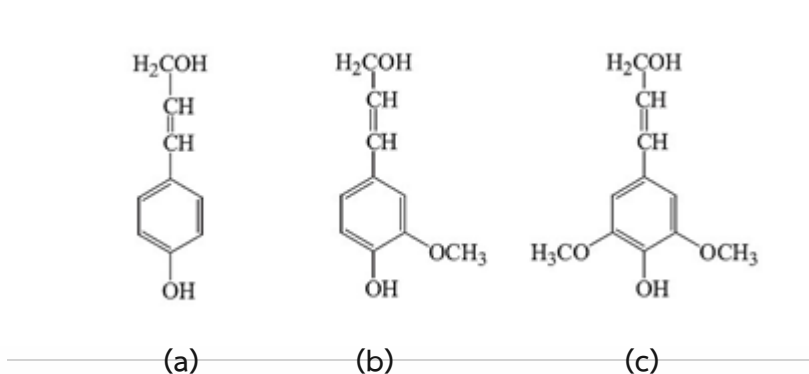


รูปที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของไซแลน [15]

2.2.2.3 ลิกนิน

ลิกนิน (lignin) โครงสร้างโมเลกุลของลิกนิน เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ที่มีขนาดโมเลกุลขนาดใหญ่ และเป็นสารประกอบประเภทอะโรมาติกที่พบในส่วนผนังเซลล์ของพืช พบในปริมาณที่แตกต่างไปตามชนิดพืชในธรรมชาติ ลิกนินเป็นส่วนป้องกันเซลลูโลสไม่ให้ถูกย่อยสลายได้ง่ายโดยเอนไซม์ของจุลินทรีย์ และไม่สลายทั้งในกรดและด่างแก่ แหล่งที่พบ ลิกนินเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของเนื้อเยื่อพืช โดยพบในส่วนของผนังเซลล์ ทำให้ผนังเซลล์พืชแข็งแรง อยู่ร่วมกับเซลลูโลส (Cellulose) และ เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) ลิกนินเป็นเฮทเทอโรพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างแบบ 3 มิติ ไม่แตกผลึก ประกอบด้วย สารประกอบอะโรมาติก 3ชนิด ประกอบด้วย tran-p-coumaryl alcohol, trans-coniferyl alcohol และ trans-p-sinapyl alcohol นอกจากนี้โมเลกุลของลิกนินยังเชื่อมต่อกับสารประกอบอะโรมาติกอื่นอีกมากมาย เช่น vanillin และ syringaldehyde สูตรโครงสร้างของ tran-p-coumaryl alcohol, trans-coniferyl alcohol และ trans-p-sinapyl alcohol [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของ (a) trans-pcoumaryl alcohol (b) trans-coniferylalcohol และ (c) trans-p-sinapyl alcohol [16]

2.2.2.4 แป้ง

แป้ง จะมีคล้ายเซลลูโลส เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่เกิดจากกลูโคสจำนวนหลายพันโมเลกุลมาต่อกัน มีโครงสร้างเป็นทั้งแบบสายยาวและกิ่งก้านสาขา ที่ประกอบด้วย ยูนิทของดีกซ์โทรส แต่ถูกเชื่อมกันโดยพันธะแอลฟาไกลโคไซด์ิก เนื่องจากความแตกต่างของโครงสร้างพันธะเซลลูโลสละลายน้ำ แต่บางส่วนของแป้งจะละลายในน้ำร้อน (อะไมโลสที่มีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 10,000 จนถึง 50,000 ประมาณ 10-20 เปอร์เซ็นต์ของแป้ง) และบางส่วนที่ไม่ละลายน้ำ (อะไมโลเพกซิน ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 50,000 ถึง 100,000 ประมาณ 80-90 เปอร์เซ็นต์ ของแป้ง) โดยที่แป้งถูกพบบริเวณในเมล็ด ราก และลำต้น

2.2.2.5 โปรตีน

โปรตีน (Protein) เป็นสารประกอบโมเลกุลขนาดใหญ่ซึ่งกรดอะมิโนหลายตัวถูกโพลิเมอร์ไรซ์เข้าด้วยกัน คุณสมบัติต่างกันขึ้นกับชนิดของกรดอะมิโนและอัตราส่วนขององค์ประกอบของกรดอะมิโนและลำดับของโพลิเมอร์ไรซ์เช่น โปรตีนไม่ใช่สารประกอบพื้นฐานของสารชีวมวลและมีสัดส่วนน้อยกว่าสามเท่าของสารตั้งต้นที่กล่าวมา

2.2.2.6 สารอื่นๆ (อินทรีย์และอนินทรีย์)

ปริมาณของสารประกอบอินทรีย์อื่นๆมีได้หลากหลายขึ้นกับชนิด สารอินทรีย์ที่มีจำนวนมาก ได้แก่ กลีเซอรอล (ตัวอย่าง เช่น น้ำมันผักกาดก้านขาว น้ำมันปาล์ม และน้ำมันจากพืชชนิดต่างๆ) และซูโครส ในอ้อยและต้นบีท ตัวอย่างอื่นๆ เช่น อัลคาลอยด์ รงควัตถุ เทอร์ปีน และซีผึ้ง ถึงแม้ว่าจะพบสารเหล่านี้ได้น้อยแต่คุณค่ามากเนื่องจากใช้เป็นส่วนผสมของยาสารชีวมวลนั้นประกอบไปด้วยสารประกอบอินทรีย์โมเลกุลขนาดใหญ่ แต่ยังคงประกอบด้วยสารอนินทรีย์เช่น ซีลีเนียมในจำนวนน้อย ธาตุโลหะพื้นฐานได้แก่ แคลเซียม โพแทสเซียม ฟอสฟอรัส แมกนีเซียม ซิลิกอน อลูมิเนียม เหล็กและโซเดียม สารและปริมาณขึ้นกับชนิดของวัตถุดิบตั้งต้น

2.3 สีย้อม

สีย้อม (Dye) คือ สีชนิดหนึ่งที่ใช้ในการย้อมเส้นใยของผ้า อาจจะเป็นสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ก็ได้ มีลักษณะเป็นผลึกหรือผงละเอียด สีย้อมบางชนิดละลายน้ำได้ บางชนิดจะไม่สามารถละลายน้ำแต่จะละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ เมื่อนำสีย้อมไปใช้ในกระบวนการย้อมจะทำให้โมเลกุลของสีย้อมซึมผ่านเข้าไปในโมเลกุลของเส้นใยโดยจะทำลายโครงสร้างผลึกของวัตถุนั้นชั่วคราว ซึ่งอาจเกิดพันธะไอออนิก (Ionic bond) หรือพันธะโควาเลนต์ (Covalent bond) กับวัตถุที่ต้องการย้อมโดยตรง สีที่เห็นจากสีย้อมนั้นเกิดจากอิเล็กตรอนในพันธะคู่ซึ่งอยู่ในโมเลกุลของสีย้อมนั้นมีความสามารถดูดกลืนพลังงานในช่วงสเปกตรัมต่างกัน พลังงานแสงที่สายตามองเห็นจะมีความยาวคลื่นช่วง 400 -700 นาโนเมตร สีย้อมที่มีโครงสร้างทางโมเลกุลต่างกันจะมีความสามารถในการดูดกลืนพลังงานแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ กันไป ซึ่งสายตาสสามารถรับภาพได้ จึงทำให้โมเลกุลสีย้อมต่างโทนสีกันแสดงสีให้เราเห็นด้วยสายตาสออกมาเป็นต่างกันไป ทั้งนี้เราสามารถแบ่งสีย้อมออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ

1. สีย้อมธรรมชาติ (Natural dye)

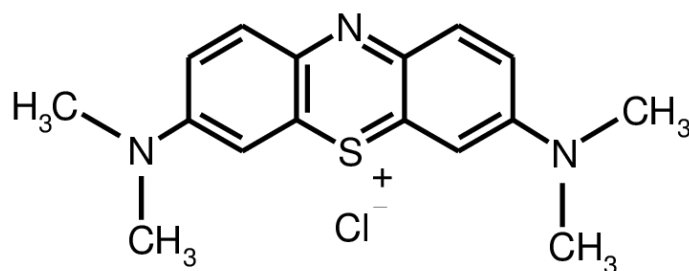
เป็นสีย้อมที่มาจากแหล่งธรรมชาติ โดยเฉพาะพืชและสัตว์ สีย้อมที่มาจากส่วนประกอบพืช เช่น ส่วนลำต้น ส่วนดอก ส่วนที่เป็นเปลือก ส่วนที่เป็นใบ เป็นต้น ตัวอย่างเช่น สีดำจากลูกมะเกลือ สีน้ำเงินจากต้นคราม สีเหลืองจากเนื้อไม้โอ๊ค สีแดงจากดอกกรรณิการ์ สีแดงจากรากต้นเข็ม ส่วนสีย้อมที่มาจากสัตว์ เช่น สีม่วงแดงของครั่ง สีม่วงจากหอยสังข์หนาม เป็นต้น

2. สีย้อมสังเคราะห์ (Synthetic dye)

เป็นสีย้อมที่เกิดขึ้นจากกระบวนการทางเคมี สีย้อมสังเคราะห์ส่วนมากมีโมเลกุลเล็กและสามารถละลายได้ในสารละลาย ใช้ย้อมวัสดุพวกสิ่งทอ กระดาษ หนังสัตว์ ขี้ผึ้ง หรือขนสัตว์ [17]

2.3.1 เมทิลีนบลู

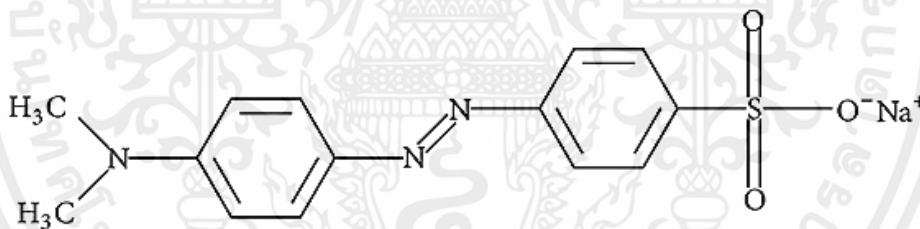
เมทิลีนบลู (Methylene blue) เป็นสีย้อมที่เป็นด่าง (Basic dye) และเป็นสารเคมีที่ไม่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา (Chemically inert) ซึ่งมีไอออนบวกเป็นตัวให้สี เมื่อนำไปย้อมรวมกับส่วนประกอบของเซลล์ที่อยู่บนผิว หรือภายในเซลล์ ไอออนบวกของสีจะจับกับไอออนลบของกรดนิวคลีอิก โดยจับกันด้วยพันธะหลายชนิด เช่น พันธะไอออนิก พันธะไฮโดรเจน และแรงแวนเดอร์วาล เมทิลีนบลูมีความเป็นพิษ และเสถียร (Stable) ในสิ่งแวดล้อมนั้นไม่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ พบมากที่สุดในอุตสาหกรรมน้ำเสีย จึงเป็นเรื่องยากที่จะแยกออกจากน้ำเสีย เพราะละลายน้ำได้ดี ทำให้เกิดผลเสียต่อระบบนิเวศและมนุษย์โดยตรง เมทิลีนบลูเป็นประเภทดีสเพิร์ส (Disperse dye) มีสถานะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง ไม่มีกลิ่น และมีสีเขียวเข้มเมื่อละลายน้ำจะให้สารละลายสีน้ำเงินสารละลายเมทิลีนบลูถูกนำไปใช้งานได้หลากหลาย เช่น สีในกระดาษ สีย้อมในทางการแพทย์ ใช้เป็นดัชนีรีดอกซ์ในเคมีวิเคราะห์ เป็นต้น ดังนั้นงานวิจัยนี้เลือกใช้สารละลายเมทิลีนบลูเป็นตัวอยางของสีย้อมในการศึกษาการดูดซับ [18]



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของสีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue) [19]

2.3.2 เมทิลออเรนจ์

เมทิลออเรนจ์ (Methyl orange) เป็นสีย้อมที่เป็นกรด (Acid Dye) และสีย้อมประเภทรีแอคทีฟ (Reactive dyes) ซึ่งมีไอออนลบเป็นตัวให้สี มีสูตรเคมีคือ $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ พลิกสีส้มละลายได้ในแอลกอฮอล์ เมทิลออเรนจ์แตกต่างจากยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์คือ ไม่ได้เปลี่ยนสีครบสเปกตรัม แต่จะเปลี่ยนสีเมื่อถึงจุดยุติ สารละลายของเมทิลออเรนจ์ร้อยละ 0.01 ใช้เป็นอินดิเคเตอร์ซึ่งมีช่วงการเปลี่ยนสีในสารละลายที่มี pH 3 - 4 เมื่ออยู่ในสารละลายที่มี pH ต่ำกว่า 3 จะมีสีแดงและสูงกว่า 4 จะมีสีเหลือง และจะกลับกันเมื่อสารละลายมีความเป็นกรดมากขึ้น เมทิลออเรนจ์มีค่า pH 3.47 ในน้ำอุณหภูมิ 25 °C เมื่ออยู่ในสารละลายที่มี pH ต่ำกว่า 3 จะมีสีแดงและสูงกว่า 4 จะมีสีเหลือง (Bejarano-Pérez & Suárez-Herrera, 2007) [20]

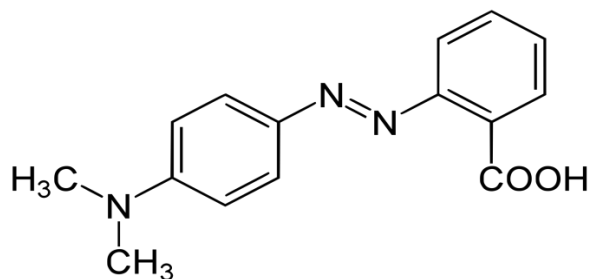


รูปที่ 2.6 โครงสร้างของสีย้อมเมทิลออเรนจ์ (Methyl orange) [21]

2.3.3 เมทิลเรด

เมทิลเรด (Methyl red) หรือ (2-(N, N-dimethyl-4-aminophenyl) azobenzenecarboxylic acid) เรียกอีกอย่างว่า Acid Red 2 เป็นตัวบ่งชี้สีสีย้อมสีแดงที่กลายเป็นกรดในโซลูชัน เป็นสีย้อมอาโซและมีลักษณะเป็นผงพลิกสีแดงคล้ำ เมทิลเรดเป็นตัวบ่งชี้ค่า pH ถ้าเป็นสีแดง pH จะต่ำกว่า 4.4 เป็นสีเหลือง pH มากกว่า 6.2 และ methyl red เป็นสารปฏิชีวนะที่มีแนวโน้มในการทำลายสารปนเปื้อนไฮโดรคาร์บอนจากคลอรีน Methyl red ถูกจัดกลุ่มโดย IARC ให้อยู่ในกลุ่มที่ 3 ที่ไม่ได้รับการจำแนกเป็นสารก่อมะเร็งกับ

เอกสาร [22] การที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 โครงสร้างของสีย้อมเมทิลเรด (Methyl red) [23]

2.4 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล จะเหมือนกับกระบวนการ wet torrefraction ซึ่งเป็นกระบวนการทางเคมีและความร้อนของการเปลี่ยนแปลงวัตถุดิบสารอินทรีย์ตั้งต้นไปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นคาร์บอนสูง และเป็นกระบวนการสลายสารคาร์โบไฮเดรต (carbohydrates) ในรูปของน้ำ (มีน้ำเป็นตัวทำปฏิกิริยา) โดยอาศัยความร้อนและความดันในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิที่ใช้ระหว่าง 180 - 260 องศาเซลเซียสในถังปฏิกรณ์ (ระบบปิด) และจะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 5-240 นาที [24] และใช้ความดันอากาศประมาณ 2-6 เมกะปาสคาล และกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ 3 ชนิดคือ ของแข็ง (hydrochar) ของเหลว (bio-oil ที่มีน้ำผสมอยู่) และก๊าซ (ส่วนใหญ่เป็นก๊าซ CO₂) ซึ่งคุณสมบัติและเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จะขึ้นอยู่กับขั้นตอนเงื่อนไขจากกระบวนการ ถึงแม้ว่าทั้งอุณหภูมิและเวลาในการเกิดปฏิกิริยาจะส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพเคมีของผลิตภัณฑ์ แต่แท้จริงแล้วอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยายังคงเป็นพารามิเตอร์หลักในการควบคุม [24]

กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อยดังนี้

2.4.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

ไฮโดรไลซิสโดยทั่วไป หมายถึง ปฏิกิริยาของสารกับน้ำ เป็นการให้โมเลกุลของน้ำ (H₂O) ไปทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างเช่น ชีวมวล เป็นต้น โดยโมเลกุลของน้ำ จะเข้าไปทำลายพันธะ (Break bond) ของลิกนิน, เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ซึ่งเป็นส่วนประกอบในชีวมวล จากพันธะที่ต่อกันเป็นสายโซ่ยาว (โมเลกุลใหญ่) ก็จะทำให้เกิดการแยกเป็นสายโซ่สั้นหรือโมเลกุลที่มีขนาดเล็กลง [25]

2.4.2 ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration)

เป็นการกำจัดโมเลกุลของน้ำ (H₂O) ออก ส่งผลให้มีปริมาณคาร์บอน (Carbon content, %C) มากขึ้น หรืออีกในแง่หนึ่งคือเป็นการกำจัดออกซิเจนในรูปของน้ำ [26] นุญาคให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization)

เป็นการรวมตัวกันของโมเลกุลที่มีขนาดเล็กหรือพันธะสั้นๆ (ซึ่งยังไม่เสถียร) ไปเป็นโมเลกุลขนาดใหญ่ที่มีความเสถียรมากขึ้น [27]

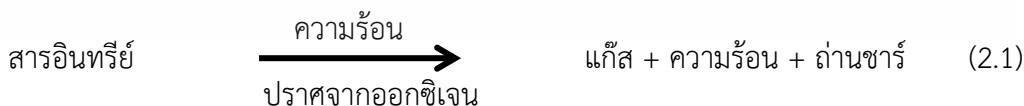
2.4.4 กระบวนการดีพอลิเมอไรเซชัน (Depolymerization)

คือการสลายตัวของโครงสร้างโมเลกุลที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศที่มีออกซิเจนซึ่งโดยทั่วไปกระบวนการเปลี่ยนแปลงนี้มักเกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า 550 องศาเซลเซียสทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่เป็นไฮโดรคาร์บอนที่เป็นน้ำมันจากนั้นจึงนำไปสู่กระบวนการกลั่นเพื่อนำมาใช้กับเครื่องยนต์นอกจากนี้ยังได้ผลิตภัณฑ์อีกส่วนหนึ่งที่เป็นแก๊สซึ่งสามารถนำกลับมาใช้เป็นเชื้อเพลิงในกระบวนการผลิตในระบบ Polymer Energy ได้อีกครั้งหนึ่งด้วยเทคโนโลยีนี้สามารถรองรับการปนเปื้อนของพลาสติกได้ประมาณ 25-30 เปอร์เซ็นต์ [28]

2.5 กระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน (Pyrolysis)

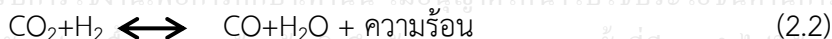
ไพโรไลซิส (pyrolysis) มีนิยามว่าเป็นกระบวนการเปลี่ยนแปลงทางเคมีแบบย้อนกลับไม่ได้ทำให้ชีวมวลเกิดการแตกตัวด้วยความร้อนภายในบรรยากาศแบบไร้ออกซิเจน เป็นกระบวนการที่ทำให้สารประกอบอินทรีย์ขนาดใหญ่ ที่ต่อกันเป็นสายโซ่ยาวแตกออกเป็นโมเลกุลที่มีขนาดเล็กหรือต่อกันเป็นสายโซ่สั้นลง โดยถูกย่อยสลายทางเคมีด้วยความร้อน ณ อุณหภูมิสูงๆ โดยใช้การแยกสลายด้วยความร้อนอยู่ในช่วงระหว่าง 400-700 องศาเซลเซียส ในระหว่างกระบวนการไพโรไลซิสเชื้อเพลิงชีวมวลจะเกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพเป็นขั้นๆ ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นส่วนของก๊าซ ของเหลว และของแข็งออกมา กระบวนการนี้แตกต่างกับกระบวนการเผาทิ้งเป็นแล้ว (Incineration) ในเตาเผา ทั้งนี้เพราะการเผาทิ้งในเตาเผาเป็นกระบวนการสันดาปแบบปฏิกิริยาคายความร้อนโดยตรงกับอากาศ แต่การแยกสลายด้วยความร้อนเป็นกระบวนการแบบปฏิกิริยาคูดความร้อนที่ต้องใช้ความร้อนเป็นพลังงานเพื่อแยกองค์ประกอบต่างๆ ซึ่งจะระเหย กลายเป็นไอออกจากสารอินทรีย์ ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นสารประกอบที่มีคุณค่ามาก ปฏิกิริยาทางเคมีที่เกิดขึ้นในกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อนทุกๆ ไปจะเป็นดังนี้ [29]

ปฏิกิริยามูลฐาน



ปฏิกิริยารอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า





2.5.1 กลไกการแยกสลายด้วยความร้อน

1. ช่วงก่อนการแยกสลายด้วยความร้อน

ในช่วงอุณหภูมิจาก 120 - 200 องศาเซลเซียสช่วงนี้จะมีการจัดองค์ประกอบภายในวัตุดิบใหม่คือองค์ประกอบน้ำในวัตุดิบจะระเหยออกไปมีการทำลายพันธะในโมเลกุลของวัตุดิบบางส่วนและเริ่มมีอนุมูลอิสระ (Free radical) เกิดขึ้นรวมทั้งยังมีการเกิดหมู่คาร์บอนิล (Carbonyl group) หมู่คาร์บอกซิล (Carboxyl group) และหมู่ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (Hydro peroxide group) เมื่อชีวมวลได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ (น้อยกว่า 200 องศาเซลเซียส) เป็นเวลานานโครงสร้างภายในของชีวมวลจะมีการเปลี่ยนแปลงทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความแตกต่างกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแยกสลายตัวด้วยความร้อนวัตุดิบชนิดเดียวกันแต่ไม่มีช่วงก่อนการแยกสลายด้วยความร้อนดังนั้นขั้นตอนของช่วงก่อนการแยกสลายด้วยความร้อนจึงมีความสำคัญต่อกระบวนการทั้งหมด

2. ช่วงการสลายส่วนที่เป็นของแข็ง

เป็นขั้นตอนหลักของกระบวนการเกิดการแยกสลายด้วยความร้อนขั้นตอนนี้จะมีอัตราการเกิดที่เร็วมากและจะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ของกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อนโดยที่อุณหภูมิที่เหมาะสมอยู่ระหว่าง 300-600 องศาเซลเซียสในการเปลี่ยนแปลงทางเคมีนั้นโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่เป็นสายโซ่ยาวจะเกิดการแตกตัวของพันธะ C-C, C-S และ C-O พร้อมกับการเกิดสารผลิตภัณฑ์ระหว่างปฏิกิริยา (Intermediate) สารผลิตภัณฑ์เหล่านี้จะตั้งไฮโดรเจนออกจากสารอื่นแล้วกลับตัวเองเกิดเป็นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ถ่านโค้กในขณะที่ถ่านนี้ไม่เกิดปฏิกิริยาก็จะกลายเป็นถ่านชาร์ไปในที่สุดเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นน้ำมันนาร์จะผ่านกระบวนการแตกตัว (Cracking) และถูกทำให้เป็นแก๊สซึ่งผลิตภัณฑ์มีเทนไฮโดรเจนและคาร์บอนมอนอกไซด์ต่อไป [30]

2.5.2 ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ

1. แก๊สในการทำลายพันธะด้วยความร้อนแก๊สที่ได้ส่วนใหญ่จะประกอบด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ร้อยละ 53 โดยน้ำหนักคาร์บอนมอนอกไซด์ร้อยละ 39 โดยน้ำหนักสารประกอบไฮโดรคาร์บอนร้อยละ 6.7 โดยน้ำหนักและไฮโดรเจนร้อยละ 4 โดยน้ำหนักตามสภาวะเงื่อนไขที่อยากให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สมากจะมีการเติมอากาศลงไปในการเผาไหม้เพื่อทำให้คาร์บอนบางส่วนเกิดการเผาไหม้ทำให้ได้แก๊สจากการเผาไหม้มากขึ้นและทำให้เกิดแก๊สผสมระหว่างไฮโดรเจนกับคาร์บอนมอนอกไซด์มากจะเรียกแก๊สผสมนี้ว่าแก๊สสังเคราะห์ (Synthesis gas) สำหรับกระบวนการเปลี่ยนองค์ประกอบทางเคมีด้วยความร้อนเพื่อให้ได้แก๊สเป็นส่วนใหญ่นี้เรียกว่าแก๊สซิฟิเคชัน (Gasification) กระบวนการแก๊สซิฟิเคชันจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง

ประมาณ 1,500-1,600 องศาเซลเซียสซึ่งต้องเติมอากาศหรือออกซิเจนเข้าไปบางส่วนเพื่อรักษาสภาพของ อุณหภูมิสูงๆนี้ได้สารอินทรีย์ที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนจะเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนไอน้ำและ คาร์บอนไดออกไซด์ได้แก๊สเชื้อเพลิงเป็นผลิตภัณฑ์หลัก

2. ของเหลว ของเหลวที่ได้จากการทำลายพันธะด้วยความร้อนมีชื่อเรียกว่าน้ำมันชีวภาพ Pyrolysis oil หรือ Bio - oil ของเหลวนี้นี้ประกอบด้วยน้ำและสารอินทรีย์ซึ่งควบแน่นออกมาจาก กระบวนการนอกจากนี้อาจจะประกอบด้วยเซลลูโลสและลิกนิน ซึ่งหลุดออกจากกระบวนการได้โดยการ ระเหยสำหรับเงื่อนไขที่ไม่มีอากาศหรือว่าออกซิเจนเลยในระบบและมีการให้ความร้อนกับระบบในอัตรา ที่สูงและเร็ว จึงทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำมันชีวภาพมากที่สุดเรียกกระบวนการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบ โดยความร้อนเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวเป็นส่วนใหญ่นี้ว่าการแยกสลายด้วยความร้อน

3. ของแข็ง ของแข็งที่ได้จากกระบวนการทำลายพันธะด้วยความร้อนนี้จะเรียกว่าชาร์ (Char) ซึ่ง จะมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับคาร์บอนซึ่งเงื่อนไขสภาวะที่เหมาะสมคือไม่มีการให้อากาศหรือว่าออกซิเจนเลย ในระบบและมีอัตราการให้ความร้อนอย่างช้าๆและสม่ำเสมอเป็นขั้นตอนเริ่มต้นของการทำให้โครงสร้างมีรู พูนโดยทำให้เกิดการแตกตัวทางเคมีของสารที่ไม่ใช่คาร์บอน (เช่น ไฮโดรเจน ออกซิเจน ไนโตรเจน) ออกมาในรูปของแก๊สคาร์บอนอิสระที่มีอยู่จะรวมตัวกันในรูปของชาร์จึงทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็ง มาก เรียกกระบวนการการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบเพื่อให้ได้ของแข็งเป็นส่วนใหญ่นี้ว่า คาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ชาร์ที่ได้จากกระบวนการคาร์บอนไนเซชันควรมีลักษณะดังต่อไปนี้

- มีสีดำตลอด (Uniformly black)
- เมื่อหักดูส่วนที่หักจะมีผิวที่เป็นมันเงา (Shiny surface)
- ปลายที่หักจะแหลมคม (Sharp)
- ปราศจากผงฝุ่นและขี้เถ้า

ชาร์ที่ได้จากขั้นตอนการคาร์บอนไนเซชันนี้ มีความสามารถในการดูดซับต่ำเพราะการทำให้เกิดชาร์จะใช้ อุณหภูมิประมาณ 400 - 600 องศาเซลเซียสซึ่งยังคงมีน้ำมันทาร์ตกค้างอยู่ภายในช่องว่าง (Pore) หรือ เกาะอยู่ตามผิวจึงจำเป็นต้องนำไปผ่านกระบวนการพัฒนาโครงสร้างไปในทิศทางเดียวกับการเกิดคาร์บอน ไนเซชันหรือก็คือการทำการกระตุ้นนั่นเอง [30]

2.5.3 ประโยชน์ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อนสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ดังนี้

- ผลิตภัณฑ์แก๊ส: ค่าความร้อนของแก๊สที่ได้มีค่าสูงเทียบได้กับเชื้อเพลิงหลายชนิดสามารถนำไปใช้ เป็นเชื้อเพลิงได้

- ผลิตภัณฑ์ของเหลว: สมบัติของน้ำมันชีวภาพที่ได้จากการแยกสลายด้วยความร้อนมีคุณสมบัติอยู่ ระหว่างน้ำมันดีเซลและน้ำมันเตากล่าวคือมีค่าความถ่วงจำเพาะความหนืดและการกลั่นลำดับส่วนใกล้เคียง กับน้ำมันดีเซลในขณะที่คุณค่าเชิงความร้อนใกล้เคียงกับน้ำมันเตา แต่มีปริมาณซัลเฟอร์น้อยกว่าน้ำมันเตา

ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นพลังงานใหม่ได้ผลิตภัณฑ์ของแข็ง:ใช้เป็นตัวดูดซับได้โดยต้องนำคาร์ที่ได้ทำการกระตุ้นอีกครั้งหนึ่งก่อนเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับ [30]

2.6 กระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization)

คาร์บอนไนเซชันเป็นกระบวนการทางไพโรไลซิส (Pyrolysis) ทำโดยการเผาวัตถุบิในที่อับอากาศ ในที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1000 องศาเซลเซียส ขึ้นอยู่กับชนิดของวัตถุบิทำให้เกิดผลิตภัณฑ์สามประเภทได้แก่ ถ่านที่มีลักษณะสีดำ เรียกว่าชาร์ (Char) ส่วนที่เป็นของเหลวเรียกว่า ทาร์ (Tar) และส่วนที่เป็นแก๊ส ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันจัดว่าเป็นขั้นตอนหนึ่งที่มีความสำคัญมากที่สุด เนื่องจากในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันจะมีการเริ่มสร้างโครงสร้างของรูพรุนโดยในระหว่างการทำปฏิกิริยา ธาตุและองค์ประกอบต่างๆที่ไม่ใช่คาร์บอนรวมถึงสารระเหยต่างๆ เช่น ไฮโดรเจน ออกซิเจน ไนโตรเจน และน้ำ จะถูกกำจัดออกจากโครงสร้างของวัตถุบิในรูปของแก๊สและน้ำมันทาร์จากนั้นจะได้ชาร์ (คุณสมบัติใกล้เคียงกับ คาร์บอน) ที่มีการจัดตัวของโครงสร้างผลึกที่ไม่เป็นระเบียบซึ่งจะมีช่องว่างและรูพรุนระหว่างผลึกโดยมีตัวแปรในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันได้แก่ [31]

2.6.1 อุณหภูมิ

อุณหภูมิจะมีผลต่อปริมาณผลิตภัณฑ์มากที่สุดคือเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นปริมาณการเกิดชาร์จะลดลง ส่วนน้ำมันทาร์และแก๊ส ที่ได้เพิ่มมากขึ้นและคุณสมบัติของน้ำมันทาร์ จะมีกลุ่มโครงสร้างเปลี่ยนแปลงไปด้วยเพราะการเพิ่มอุณหภูมิเป็นการเพิ่มพลังงานเพื่อทำลายพันธะภายในโครงสร้างของวัตถุบิ [31]

2.6.2 อัตราความร้อน

อัตราความร้อนจะมีผลต่อคุณสมบัติและปริมาณของน้ำมันทาร์และสารระเหยการเพิ่มอัตราการให้ความร้อนอย่างรวดเร็ว จะมีผลทำให้ปริมาณสารระเหยถูกปลดปล่อยอย่างรวดเร็ว ทำให้คาร์บอนที่ได้มีรูพรุนขนาดใหญ่ความว่องไวในการทำปฏิกิริยาสูงกว่าคาร์บอนที่ได้จากการให้ความร้อนด้วยอัตราที่ต่ำกว่า เพราะคาร์บอนที่ได้จากการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิสูงคาร์บอนจะเรียงตัวเป็นระเบียบน้อยกว่า ทำให้เกิดช่องว่างเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ เมื่อทำการกระตุ้นสารกระตุ้นจะเข้าไปทำปฏิกิริยาได้ง่าย [31]

2.6.3 ตัวกลางของปฏิกิริยา

ตัวกลางของปฏิกิริยา (Medium of reaction) จะมีผลกระทบต่อปฏิกิริยาถ้าแก๊สและไอที่เกิดระหว่างไพโรไลซิสถูกพาออกไปอย่างรวดเร็วโดยแก๊สที่เป็นตัวกลาง เช่น แก๊สไนโตรเจน (เฉื่อยต่อปฏิกิริยาการเผาไหม้ของคาร์บอน) และแก๊สจากการเผาไหม้ ถ้าตัวกลางเป็นแก๊สที่ได้จากการเผาไหม้ปริมาณคาร์บอนที่ได้จะน้อยกว่าตัวกลางที่เป็นแก๊สไนโตรเจนแต่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยากับตัวกระตุ้นสูงกว่า [31]

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.4 ธรรมชาติของวัสดุคืบ

วัสดุคืบแต่ละชนิดจะมีภาวะที่เหมาะสมแตกต่างกันในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันโดยวัสดุคืบที่แตกต่างกันอาจมีวิธีการกระตุ้นที่แตกต่างกันเพื่อให้ได้คาร์บอนที่มีคุณภาพดีที่สุดซึ่งเหมาะแก่การนำไปใช้งานในระบบที่เหมาะสมต่อไป [31]

2.6.5 โครงสร้างทางเคมีของพื้นผิวหลังทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชัน

จากการทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันอะตอมต่างๆที่ไม่ใช่คาร์บอน เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจน และไฮโดรเจน จะถูกกำจัดออกในรูปของแก๊สอะตอมคาร์บอนที่เหมือนจะเรียงตัวเป็นชั้นๆแต่ละชั้นประกอบไปด้วยวงแหวนอะโรมาติก (Aromatic ring) เชื่อมโยงกันอย่างไม่เป็นระเบียบและเกิดช่องว่างหรือโพรงซึ่งจะเป็นที่อยู่ของพวกพวกรวมและสารอื่นที่ได้จากการเผาผลาญช่องว่างเหล่านี้จะกลายเป็นรูพรุนที่มีความสามารถในการดูดซับด้วยกระบวนการที่เรียกว่าการกระตุ้นโดยการล้างพวกพวกรวมและสารต่างๆที่ได้จากการเผาผลาญออกจากช่องว่างหรือโพรง และสร้างหมู่ฟังก์ชันใหม่ขึ้นมาแทนความสามารถในการดูดซับของผลิตภัณฑ์ที่ได้จึงเป็นผลสืบเนื่องมาจากโครงสร้างทางเคมีด้วยความสามารถในการดูดซับเกิดจากอิเล็กตรอนอิสระซึ่งอยู่ในสภาพที่ไม่เสถียร คือ วาเลนซ์ไม่อิ่มตัว (Unsaturated valencies) จึงพยายามที่จะเกาะกับอะตอม หรือโมเลกุลอื่นเช่นออกซิเจนในอากาศหรืออะตอมต่างๆที่อยู่ในสารตั้งต้น กระบวนการกระตุ้นจะช่วยให้การเกาะของอะตอมคาร์บอนกับอะตอมอื่นกลายเป็นพันธะเคมีที่แข็งแรงมักจะเกิดกับอะตอมคาร์บอนที่อยู่ที่ขอบของวงแหวนอะโรมาติกสามารถดูดซับแบบเคมี (Chemisorption) กับออกซิเจนที่อุณหภูมิ 400 - 500 องศาเซลเซียส และ กลายสภาพเป็นออกไซด์เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นนอกจากนี้พบว่ายังสามารถสร้างพันธะที่แข็งแรงกับอะตอมไฮโดรเจนซึ่งจะไม่หลุดออกมา แม้จะใช้อุณหภูมิสูงถึง 1,000 องศาเซลเซียสและสามารถดึงอะตอมไนโตรเจนออกจากโมเลกุลแอมโมเนีย และซัลเฟอร์ ออกจากโมเลกุลไฮโดรเจนซัลไฟด์ และดึงอะตอมกลุ่มแฮโลเจน (Halogen) ออกจากโมเลกุลแฮโลเจนทั้งที่อยู่ในสภาพแก๊สหรือของเหลวก็ได้ จึงเกิดเป็นหมู่ฟังก์ชันต่างๆบนผิวของตัวอย่างแต่ที่สำคัญคือผิวที่เกิดจากอะตอมของคาร์บอนและออกซิเจนหรือที่เรียกว่าผิวออกไซด์ [31]

2.7 การกระตุ้น (Activation)

การกระตุ้นหมายถึงการทำให้คาร์บอนมีความสามารถในการดูดซับสูงขึ้นทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มพื้นที่ผิวและการทำให้คาร์บอนมีความว่องไวมากขึ้นความหมายของการกระตุ้นมี 3 ลักษณะคือ

- เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวว่องไว (Active surface area) โดยเกิดปฏิกิริยาเคมีทำให้โมเลกุลบางกลุ่มหลุดออกไปและส่วนที่มีอำนาจดูดซับขึ้นมาแทน

- เป็นการเพิ่มความว่องไวในการดูดซับให้กับผิวที่มีอยู่แล้วซึ่งหมายถึงทำให้อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานศักย์สูงขึ้นโดยจัดเปลี่ยนโครงสร้างใหม่เพื่อให้มีความว่องไวในการดูดซับสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารต้นฉบับไว้สำหรับการใช้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุผลบางประการและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของลิขสิทธิ์ทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เป็นการกำจัดสารอินทรีย์วัตถุหรืออินทรีย์วัตถุต่างๆซึ่งเป็นสารปนเปื้อนออกจากบริเวณที่ทำหน้าที่ดูดซับ (Active center) การกระตุ้นแบ่งตามกลไกวิธีการกระตุ้นที่ใช้สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธีใหญ่ๆคือ [32]

2.7.1 การกระตุ้นทางกายภาพ

วิธีการกระตุ้นทางกายภาพเป็นการทำให้พื้นผิวของคาร์บอนเกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ เช่น ให้มีรูพรุนขนาดต่างๆให้มีพื้นที่ผิวมากขึ้นและคาร์บอนมีการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ซึ่งจะเพิ่มความสามารถในการดูดซับให้สูงขึ้นโดยทั่วไปสารที่ใช้ในการกระตุ้นทางกายภาพ ได้แก่ ไอน้ำ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ อากาศ แก๊สออกซิเจน และแก๊สไอเสียจากการเผา ซึ่งเรียกรวมกันว่าแก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gas) โดยใช้ร่วมกับการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800-1000°C ขึ้นกับชนิดของวัตถุดิบแก๊สพวกนี้จะไปทำปฏิกิริยากับคาร์บอนที่เหลืออยู่และคาร์บอนอะตอมเกิดการแก๊สซิฟิเคชัน (Gasification) ทำให้คาร์บอนอะตอมหลุดออกไปส่งผลให้เกิดรูพรุนด้วยกลไกที่ต่างหาก คือการเปิดรูพรุนที่ปิดการทำให้รูพรุนขนาดเล็กใหญ่ขึ้นและการสร้างรูพรุนใหม่ทำให้คาร์บอนมีรูพรุนและมีพื้นที่ผิวที่มีอิเล็กตรอนอิสระมากขึ้นจึงส่งผลให้มีความสามารถในการดูดซับสูงขึ้น ข้อดีของการกระตุ้นวิธีนี้ คือ ไม่มีสารเคมีตกค้างอยู่ในผลิตภัณฑ์ที่ได้แต่มีข้อเสีย คือ ต้องใช้อุณหภูมิในการกระตุ้นสูงตัวแปรที่มีผลต่อการกระตุ้นด้วยแก๊สออกซิไดซ์ได้แก่ชนิด และปริมาณขององค์ประกอบที่มีอยู่ในวัตถุดิบชนิดของแก๊สออกซิไดซ์อัตราส่วนของแก๊สที่ใช้ อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการกระตุ้นตัวอย่างการกระตุ้นโดยวิธีทางกายภาพคือ

1. การกระตุ้นด้วยไอน้ำโดยการใช้ไอน้ำเป็นตัวออกซิไดซ์คาร์บอนจัดว่าเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อน ดังนั้นจึงต้องหาการกระตุ้นที่อุณหภูมิสูงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการที่ 2.7



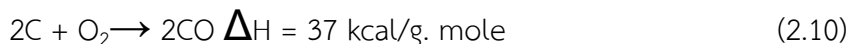
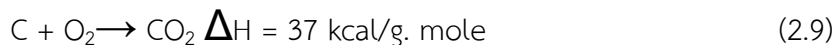
อัตราการออกซิไดซ์เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วแต่ไม่ควรให้อุณหภูมิสูงเกิน 1,000 องศาเซลเซียสเพราะปฏิกิริยาจะกลายเป็น Diffusion controlled rate ซึ่งอะตอมของคาร์บอนที่อยู่ชั้นนอกจำนวนมากจะถูกเผาไหม้ให้มีขนาดและความพรุนของอนุภาคเล็กลง

2. การกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์โดยการใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวออกซิไดซ์คาร์บอนจัดว่าเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อนเช่นกันปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการที่ 2.8



จากค่า ΔH จะเห็นได้ว่าปฏิกิริยานี้ต้องการพลังงานความร้อนมากกว่าวิธีการกระตุ้นด้วยไอน้ำ ดังนั้นจึงใช้อุณหภูมิกระตุ้นสูงกว่าการกระตุ้นด้วยไอน้ำ โดยทั่วไปมักจะใช้อุณหภูมิในการกระตุ้นประมาณ 850-1,100 องศาเซลเซียสทั้งนี้อุณหภูมิที่ใช้จะขึ้นอยู่กับวัตถุดิบที่ใช้ด้วย แต่ในทางปฏิบัติแล้วจะใช้แก๊สเชื้อเพลิงเผาไหม้ซึ่งจะให้ทั้งไอน้ำและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และอาจมีแก๊สออกซิเจนส่วนเกินบ้างเล็กน้อยหรืออาจจะมีการเติมไอน้ำเข้าไปด้วยเพื่อเป็นการกระตุ้นโดยใช้ทั้งสองวิธีร่วมกัน

- การกระตุ้นด้วยอากาศโดยการใช้ออกซิเจนในอากาศเป็นตัวออกซิไดซ์คาร์บอน เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และคาร์บอนมอนอกไซด์จัดเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการ 2.9 และ 2.10



การใช้อากาศเพื่อทำการกระตุ้นมีการใช้กันน้อยมากทั้งนี้เพราะว่าการควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในสภาวะที่ต้องการทำได้ยากอีกทั้งแก๊สออกซิเจนอาจจะทำให้เกิดการเผาไหม้ที่ผิวของถ่านทำให้เกิดความเสียหายได้ด้วย [32]

2.7.2 การกระตุ้นทางเคมี

วิธีการกระตุ้นทางเคมีเป็นการทำปฏิกิริยาคาร์บอนในเซชันวัตถุบดที่ผสมกับสารเคมีที่ใช้เป็นสารกระตุ้นที่อุณหภูมิ 500 - 900 องศาเซลเซียสขึ้นกับชนิดของวัตถุบดและสารเคมีที่ใช้ สารเคมีที่ใช้เป็นสารกระตุ้นโดยทั่วไปเป็นสารประเภทแอลคาลีนโลหะ แอลคาลีนสารประกอบคาร์บอเนตสารประเภทเบสและกรดบางชนิด เช่น โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ซิงค์คลอไรด์ ($ZnCl_2$) และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เป็นต้น สารเคมีที่เติมลงไปจะช่วยทำลายโครงสร้างของวัตถุบดและขณะที่ทำปฏิกิริยาคาร์บอนในเซชันจะเกิดการสลายตัวของสารอินทรีย์ในวัตถุบดและเกิดการเชื่อมโยงกัน (Cross-link) ของโครงสร้างทำให้ผลิตภัณฑ์เกิดรูพรุนขึ้นสารระเหยบางตัวในโครงสร้างของวัตถุบดไม่สามารถหลุดออกไปได้เนื่องจากเกิดการเชื่อมโยงกันนี้ ทำให้ปริมาณคาร์บอนที่ได้เพิ่มขึ้นและการเกิดทาร์ลดลงการเชื่อมโยงกันประกอบกับสารเคมีที่ใช้มีความคงทนต่อการสลายตัวที่อุณหภูมิสูงๆจึงยังคงสภาพหุ้มอยู่รอบๆ และแทรกตัวอยู่ภายในทำให้เกิดการหดตัวน้อย เมื่อนำคาร์บอนที่ได้มาล้างสารเคมีออกด้วยน้ำ หรือกรด จะเกิดช่องว่างหรือรูพรุนเพิ่มขึ้นอีก ข้อดีของวิธีนี้ คือใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนัก แต่มีข้อเสียคือมีสารตกค้างในผลิตภัณฑ์ทำให้ต้องเสียเวลาและค่าใช้จ่ายในการล้างสารเคมีรวมทั้งเครื่องมือที่ใช้ต้องเป็นชนิดพิเศษที่สามารถต้านทานการกัดกร่อนได้เพราะสารเคมีบางชนิดเป็นสารกัดกร่อนตัวแปรที่มีผลต่อการกระตุ้นด้วยวิธีทางเคมีได้แก่ชนิดและปริมาณขององค์ประกอบที่มีอยู่ในวัตถุบดชนิดของสารเคมีอัตราส่วนของสารเคมีต่อวัตถุบดอุณหภูมิและเวลาปัจจุบันนิยมใช้วิธีการกระตุ้นทางเคมีมากกว่าเนื่องจากให้ข้อดีดังต่อไปนี้

1. อุณหภูมิที่ใช้ในการกระตุ้นต่ำและใช้เวลาน้อย
2. ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงได้รูพรุนขนาดเล็กและมีขนาดที่ใกล้เคียงกัน
3. ช่วยลดการเกิดทาร์และสารอื่น ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการดั่งนั้นร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้จึง

ค่อนข้างสูง

4. องค์ประกอบเก่าของสารตั้งต้นไม่เป็นอุปสรรคต่อการกระตุ้น

-การกระตุ้นด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)

เมื่อนำเอาวัตถุดิบที่ต้องการทำเป็นถ่านกัมมันต์มาผสมกับสารละลายที่มีไอออนของโพแทสเซียม ไอออนของธาตุดังกล่าวจะแทรกเข้าไปอยู่ธาตุดังกล่าวจะแทรกเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของวัตถุดิบเมื่อให้ความร้อนโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้ได้ถ่านกัมมันต์พื้นผิวสูงแสดงดังนี้



สมการที่ 2.11 และ 2.12 เป็นการสลายตัวของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เกิดเป็นโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) และน้ำซึ่งเป็นสารทำให้คาร์บอนในถ่านหินเกิดปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชันจากนั้นโพแทสเซียมออกไซด์ถูกรีดิวซ์ด้วยไฮโดรเจน หรือคาร์บอนกลายเป็นโลหะโพแทสเซียมดังสมการที่ 2.13 และ 2.14ตามลำดับ



ที่อุณหภูมิสูงโพแทสเซียมเป็นโลหะที่อ่อนตัวจึงทำให้แทรกเข้าไปในชั้นของอะตอมคาร์บอนทำให้เกิดรูพรุนได้มากขึ้น [32]

2.8 การจำแนกขนาดรูพรุนตามมาตรฐาน IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry)

เราสามารถจำแนกรูพรุนได้เป็น 3 ประเภทได้แก่

2.8.1 ไมโครพอร์ (Micropore)

รูพรุนประเภทแรกเป็นรูพรุนที่มีขนาดความกว้างไม่เกิน 2 นาโนเมตร โครงสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์นี้ถ้ามีอยู่จำนวนมากจะส่งผลให้วัสดุดังกล่าวมีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะสูงมากและเนื่องจากความกว้างของรูพรุนแบบไมโครพอร์ มีขนาดที่โตกว่าขนาดของโมเลกุลทั่วไปไม่มากนัก ผลที่ตามมาคือเมื่อมีโมเลกุลใดๆเคลื่อนที่เข้ามาอยู่ในรูพรุนแล้วโมเลกุลเหล่านั้นจะตกอยู่ภายใต้อิทธิพลของแรงอันตรกิริยาจากผนังของรูพรุนเราเรียกแรงอันตรกิริยานี้ว่า “แรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals interaction)” และแรงแวนเดอร์วาลส์ นี้เองที่ทำให้โครงสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์ สามารถกักเก็บโมเลกุลบางชนิดเอาไว้ได้ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งเมื่อนำวัสดุที่มีรูพรุนแบบไมโครพอร์ไปประยุกต์ใช้ในเทคโนโลยีการดูดซับ (Adsorption) หรือวัสดุสำหรับตรึงรูปตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีในงานวิจัยด้านวัสดุที่มีรูพรุน ในอดีตนักวิจัยมักจะมุ่งเน้นความสำคัญไปที่การสังเคราะห์รูพรุนขนาดไมโครพอร์เป็นหลักเนื่องด้วยต้องการเพิ่มขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุเท่านั้นตัวอย่างของตัวดูดซับที่มีขนาดของรูเป็นไมโครพอร์คือซีโอไลต์ (Zeolite) [33]

2.8.2 มีโซพอร์ (Mesopore)

รูพรุนประเภทที่สองซึ่งมีขนาดรูพรุนที่มีขนาดความกว้างในช่วง 2 ถึง 50 นาโนเมตร โดยเฉพาะอย่างยิ่งรูพรุนแบบมีโซพอร์ขนาดเล็ก (ขนาดความกว้างอยู่ระหว่าง 2 ถึง 10 นาโนเมตร) จะมีประโยชน์คล้ายกับรูพรุนแบบไมโครพอร์ในด้านความสามารถในการกักเก็บโมเลกุลโดยเฉพาะอย่างยิ่งโมเลกุลขนาด

ใหญ่จากพวกสารชีวโมเลกุล เช่นเอนไซม์ หรือดีเอ็นเอ เป็นต้น เนื่องจากสารชีวโมเลกุลโดยมากมีขนาดโมเลกุลที่ใหญ่ในระดับนาโนเมตร จึงทำให้แรงแวนเดอร์วาลส์จากผนังของมีโซพอร์ยังคงมีอิทธิพลต่อโมเลกุลขนาดใหญ่เหล่านี้ผลที่ตามมาทำให้โครงสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์ขนาดเล็กยังคงมีศักยภาพในการกักเก็บสารชีวโมเลกุลเหล่านี้ได้เป็นอย่างดีด้วยลักษณะดังกล่าวจึงทำให้โครงสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์นั้นมักถูกนิยมนำมาใช้เป็นวัสดุสำหรับการตรึงรูปร่างเอนไซม์สำหรับรูพรุนแบบมีโซพอร์ขนาดใหญ่ (ขนาดความกว้างตั้งแต่ 10 นาโนเมตร) ตัวอย่างสารดูดซับที่มีขนาดของรูเป็นมีโซพอร์ได้แก่ซิลิกาเจล (Silica gel) อลูมินาเจล (Alumina gels) อะมิโนซิลิเกตอะตอะลิสท์ (Amino silicate catalyst) [33]

2.8.3 แมคโครพอร์ (Macrospore)

รูพรุนประเภทที่สามคือรูพรุนที่มีขนาดความกว้างตั้งแต่ 50 นาโนเมตรขึ้นไปเดิมทีในอดีตนั้นโครงสร้างรูพรุนขนาดใหญ่เหล่านี้ (ทั้งมีโซพอร์ขนาดใหญ่และแมคโครพอร์) ไม่ได้ได้รับความสนใจมากนักเนื่องจากไม่ได้มีส่วนช่วยโดยตรงต่อการเพิ่มขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุรูพรุน รวมถึงการมีขนาดความกว้างของรูพรุนที่ใหญ่กว่าโมเลกุลทั่วไปมาก (หลายร้อยเท่า) จึงทำให้แรงแวนเดอร์วาลส์ ไม่มีอิทธิพลภายในรูพรุนเหล่านี้ อย่างไรก็ตามในปัจจุบันนักวิจัยด้านวัสดุที่มีรูพรุนได้มุ่งความสำคัญไปยังการมีอยู่ของโครงสร้างรูพรุนขนาดใหญ่เหล่านี้ในวัสดุเนื่องจากโครงสร้างรูพรุนดังกล่าวมีประโยชน์เป็นอย่างมาก ในด้านการเป็นช่องทางลำเลียงขนาดใหญ่สำหรับการเคลื่อนที่ของโมเลกุลต่างๆไปยังรูพรุนแบบไมโครพอร์ที่มีขนาดเล็กกว่าได้ง่ายและรวดเร็วขึ้น เนื่องจากช่วยลดความต้านทานที่เกิดจากการแพร่ผ่านรูพรุนของโมเลกุลของของไหลที่เคลื่อนที่เข้ามาได้ [33]

2.9 กระบวนการดูดซับ (Adsorption Process)

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสารหรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิวหรือระหว่างผิวหน้า (Interface) กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สภาวะใดๆ เช่น ของเหลวกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็ง โดยโมเลกุลหรือคอลลอยด์ ที่ถูกดูดซับเรียกว่าสารถูกดูดซับ (Adsorbate) ส่วนสารที่ทำหน้าที่ดูดซับเรียกว่าสารดูดซับ (Adsorbent) [34]

2.9.1 กลไกของกระบวนการดูดซับ

การดูดซับ (Adsorption) เป็นกระบวนการกักเก็บสารจากสารละลายหรือสารแขวนลอยขนาดเล็กซึ่งละลายอยู่ในน้ำให้อยู่บนผิวของสารอีกชนิดหนึ่งโดยที่สารละลายหรือสารแขวนลอยขนาดเล็กนี้เรียกว่า Adsorbate ส่วนของแข็งที่มีผิวเป็นที่เกาะจับของสารที่ถูกดูดซับเรียกว่า Adsorbent การดูดซับนี้จะเป็นการดูดซับแบบระหว่างสถานะ (Phase) ต่างๆทั้งสามสถานะคือของเหลว (Liquid) ก๊าซ (Gas) และของแข็ง (Solid) ซึ่งมีได้ทั้งแบบของเหลว-ของเหลว ก๊าซ-ของเหลว ก๊าซ-ของแข็ง และของเหลว-ของแข็ง โดยในที่นี้จะพิจารณาถึงเฉพาะแบบของเหลว-ของแข็ง (Liquid-Solid Interface) ในการดูดซับ

โมเลกุลของสารละลายหรือสารแขวนลอยก็จะถูกกำจัดออกจากน้ำ และไปเกาะติดอยู่บนตัวดูดซับโมเลกุลของสารส่วนใหญ่จะเกาะจับอยู่กับผิวภายในโพรงของตัวดูดซับและมีเพียงส่วนน้อยเท่านั้น ที่เกาะอยู่ที่ผิวภายนอกการถ่ายเทโมเลกุลจากน้ำไปหาตัวดูดซับเกิดขึ้นได้จนถึงสมดุลจึงหยุด ณ จุดสมดุลความเข้มข้นของโมเลกุลในน้ำจะเหลือน้อย เพราะโมเลกุลส่วนใหญ่เคลื่อนที่ไปเกาะจับอยู่กับตัวดูดซับโดยในการเกาะติดจะมี Driving Force อยู่ 2 แบบคือการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี [34]

2.9.2 ประเภทของการดูดซับ

ปัจจัยสำคัญในการบอกชนิดของกระบวนการดูดซับ จะพิจารณาจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับถ้าแรงยึดเหนี่ยวเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals Forces) จะเป็นการดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption) แต่ถ้าแรงยึดเหนี่ยวทำให้เกิดพันธะเคมีระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับจะเรียกว่าการดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption) [34]

1. การดูดซับทางกายภาพ

เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน คือแรงแวนเดอร์วาลส์ (Vander Waals Forces) ซึ่งเกิดจากการรวมแรง 2 ชนิด คือแรงกระจาย (London dispersion force) และแรงไฟฟ้าสถิต (Electrostatic force) การดึงดูดด้วยแรงที่อ่อนทำให้การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนค่อนข้างน้อยคือต่ำกว่า 20 กิโลจูลต่อโมล และสามารถเกิดการผันกลับของกระบวนการได้ง่ายซึ่งเป็นข้อดีเพราะสามารถฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับได้ง่าย ด้วยสารที่ถูกดูดซับสามารถเกาะอยู่รอบๆผิวของสารดูดซับได้หลายชั้น (Multilayer) หรือในแต่ละชั้นของโมเลกุลสารที่ถูกดูดซับจะติดอยู่กับชั้นของโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับในชั้นก่อนหน้าโดยจำนวนชั้นจะเป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับและจะเพิ่มมากขึ้นตามความเข้มข้นที่สูงขึ้นของตัวถูกละลายในสารละลาย [34]

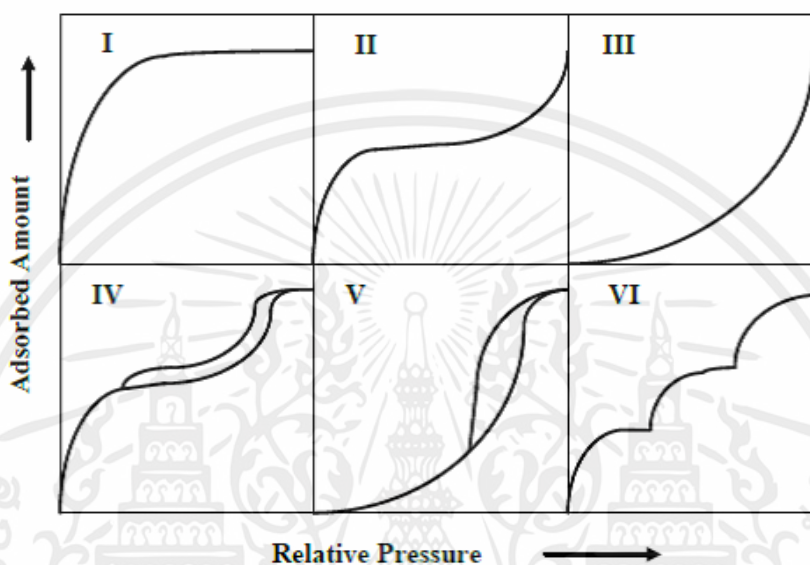
2. การดูดซับทางเคมี

การดูดซับประเภทนี้เกิดขึ้นเมื่อตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับทำปฏิกิริยาเคมีกันซึ่งส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวถูกดูดซับเดิม คือมีการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมหรือกลุ่มอะตอมเดิมแล้วมีการจัดเรียงอะตอมไปเป็นสารประกอบใหม่ ขึ้นโดยมีพันธะเคมีซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรงมีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้องทำให้ความร้อนของการดูดซับมีค่าสูงประมาณ 50 - 400 กิโลจูลต่อโมล หมายความว่า การกำจัดตัวถูกดูดซับออกจากผิวตัวดูดซับจะทำได้ยาก คือไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ (Irreversible) และการดูดซับประเภทนี้จะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) เท่านั้นซึ่งการดูดซับทางกายภาพและทางเคมีมีข้อแตกต่างกันหลายอย่าง [34]

3. ไอโซเทอมการดูดซับ

การดูดซับเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ คือความดัน หรือความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับอุณหภูมิชนิดของสารที่ถูกดูดซับและสารดูดซับดังนั้นในการดูดซับจะต้องคำนึงถึงปัจจัยเหล่านี้ด้วยโดยทั่วไปมักจะควบคุมให้อุณหภูมิของการดูดซับให้คงที่ และศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของ

ตัวถูกดูดซับกับความดัน หรือความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุลของการดูดซับโดยเส้นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ดังกล่าว เรียกว่า ไอโซเทอม (Isotherm) ดังแสดงในรูปที่ซึ่งเป็นการจำแนกไอโซเทอมการดูดซับแก๊สตามระบบ IUPAC โดยไอโซเทอม 5 ชนิดแรก (Type I ถึง Type V) ได้ถูกจำแนกไว้ตั้งแต่ปี ค.ศ. 1940 โดยนักวิทยาศาสตร์ 4 ท่านได้แก่ S. Brunauer, L.S. Deming, W.S. Diming and E. Teller หรืออาจเรียกการจำแนกไอโซเทอม 5 ชนิดแรกว่าเป็นการจำแนกตามแบบของ BDDT



รูปที่ 2.8 ไอโซเทอมการดูดซับ [35]

แบบ I เป็นไอโซเทอมสำหรับการดูดซับที่เป็นแบบชั้นเดียว (Monolayer adsorption) หรือว่าแบบแลงเมียร์ (Langmuir) เป็นแบบที่ง่ายที่สุดเป็นปรากฏการณ์การดูดซับของสารที่ไม่มีความพรุนหรือมีรูพรุนขนาดเล็กเป็นจำนวนมากเช่นถ่านกัมมันต์หรือซีโอไลต์ พบทั้งในการดูดซับทางเคมีและการดูดซับทางกายภาพซึ่งปริมาณการดูดซับจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่ความดันสัมพัทธ์ (Relative pressure) ต่ำๆและที่ความดันสัมพัทธ์สูงเข้าใกล้ 1 จะมีการดูดซับเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย

แบบ II เป็นรูปแบบปกติของไอโซเทอมที่เกิดในสารดูดซับที่ไม่มีรูพรุน (nonporous) หรือตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ (microporous) โดยในแบบนี้จะเกิดการดูดซับที่ต่อเนื่องจากการเรียงตัวโมเลกุลเพียงชั้นเดียว (monolayer) อย่างสมบูรณ์ก่อนจึงเกิดเป็นหลายชั้น (multilayer) ในต่อมา จากไอโซเทอมตรงบริเวณจุดเปลี่ยนโค้งหรือจุด B (break through) จะแสดงถึงการดูดซับแบบชั้นเดียวนั้นเสร็จสมบูรณ์จากนั้นที่ความดันสูงขึ้นจะเกิดการดูดซับที่ต่อเนื่องจากชั้นแรกต่อไป และจะเกิดการดูดซับเสร็จสมบูรณ์ที่ความดันย่อยสูงๆ ไอโซเทอมแบบนี้บางครั้งเรียกว่า Sigmoid หรือ S-shape isotherm)

แบบ III เป็นไอโซเทอมที่ไม่มีจุดเปลี่ยนกราฟมีรูปร่างคล้ายกระจกเงา ไอโซเทอมแบบนี้ไม่ค่อยพบมากนักจะเกิดกับเป็นการดูดซับที่ไม่แข็งแรงเป็นการดูดซับที่เกิดขึ้นกับของแข็งที่ไม่มีรูพรุน (Nonporous solid) และของแข็งที่มีรูพรุนขนาดเล็กเป็นส่วนใหญ่ แต่เป็นพวกที่มีแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับที่ไม่แข็งแรงทำให้ดูดซับได้น้อย เกิดการดูดซับแบบขั้นเดียวที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำ แต่เมื่อเกิดการดูดซับแบบหลายขั้นจะเกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับด้วยกันเองทำให้เกิดการดูดซับได้มากขึ้นที่ความดันสัมพัทธ์ที่มีค่าสูง

แบบ IV เป็นไอโซเทอมที่พบมากในวัสดุที่มีรูพรุนส่วนใหญ่เป็นรูพรุนขนาดกลาง mesopore (ขนาดรูพรุนระหว่าง 2-50 นาโนเมตร) ในช่วงแรกซึ่งมีค่าความดันสัมพัทธ์ต่ำเส้นไอโซเทอมจะเหมือนกับไอโซเทอมชนิดที่ 2 จากนั้นการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อความดันสัมพัทธ์สูงขึ้นเนื่องจากเกิดการควบแน่นคาปิลลารี (Capillary condensation) ขึ้นในรูพรุนซึ่งทำให้เกิด Hysteresis loop ในช่วง Desorption ซึ่งข้อมูลของการเกิดการควบแน่นในช่วงคาปิลลารี สามารถนำมาคำนวณหาค่าการกระจายขนาดของรูพรุน (Pore size distribution) ในได้การควบแน่นคาปิลลารีทำให้ช่วง Desorption มีปริมาณการดูดซับที่สูงกว่าการเกิดการดูดซับที่ความดันเท่ากัน

แบบ V เป็นไอโซเทอมรูปแบบพิเศษ มีความคล้ายกับแบบ III เกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับมีค่าน้อย ซึ่งจะพบในสารดูดซับที่มีขนาดรูพรุนในช่วงเดียวกับไอโซเทอมแบบ IV สำหรับไอโซเทอมแบบ III และแบบ V นี้จะคำนวณหาพื้นที่ผิวได้ยากเนื่องจากขั้นการดูดซับขั้นที่ 2 จะถูกสร้างขึ้นก่อนที่ขั้นแรกจะเสร็จสมบูรณ์

แบบ VI เป็นไอโซเทอมแบบขั้นบันได (Stepped isotherm) ไอโซเทอมแบบนี้จะพบบ่อยนักโดยมากพบในระบบที่เป็นการดูดซับแบบขั้นต่อขั้นบนพื้นที่ผิวที่ค่อนข้างคล้ายกัน (Uniform) โดยรูปร่างของไอโซเทอมจะขึ้นอยู่กับระบบและอุณหภูมิในการดูดซับ [34]

2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Lei Zhang และคณะ [36] ได้ทำการศึกษากระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันจากข้าวโพดเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ไฮโดรชาร์ (Hydrochar) ที่มีค่า HHV (High heating value) ที่สูงขึ้น โดยทำการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันที่ อุณหภูมิ 210 230 330 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง หลังจากนั้นก็นำตัวอย่างไปวิเคราะห์คุณสมบัติและลักษณะ FT-IR, TG/DTG, และ XRD จากการศึกษาพบว่า กากข้าวโพดมีค่า HHV (High heating value) ที่เพิ่มขึ้นเป็น 47 เปอร์เซ็นต์หลังจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส เวลา 1.5 ชั่วโมง และพบว่าค่าอัตราส่วน H/C และ O/C นั้นลดลงเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยา reduction ของ C และ O ในขณะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งจากการศึกษานี้การปรับปรุงกากข้าวโพดให้มีค่า HHV (High heating value) ที่สูงขึ้น สามารถทำได้ภายใต้เงื่อนไขสภาวะที่ไม่รุนแรง

Abdul Rahim Yacob และคณะ [37] ได้ทำการศึกษาเปลือกเมล็ดในปาล์ม และ commercial activated carbon ไปเป็นถ่าน (Coal) โดยการใช้กระบวนการกระตุ้นทางเคมี และทางกายภาพ โดยกระบวนการกระตุ้นทางเคมีจะใช้ ซิงค์ คลอไรด์ (Zinc chloride) และ โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate) ในการกระตุ้น หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติและลักษณะ จาก FT-IR, Single point BET, และ FESEM จากการศึกษาพบว่า เปลือกเมล็ดในปาล์มสามารถเปลี่ยนเป็นคาร์บอนได้และมีค่าพื้นที่ผิวของรูพรุนที่สูงขึ้น $1100.071 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ของการกระตุ้นทางเคมีด้วยคลอไรด์ (Zinc chloride) ที่ 4 ชั่วโมง ซึ่งมีค่าสูงกว่า commercial activated carbon ซึ่งจากการศึกษา งานวิจัยนี้ เปลือกเมล็ดในปาล์มสามารถนำมาเป็นแหล่งสารที่มีพื้นที่ผิวของคาร์บอนสูงได้

Katsiri Laowachirasuwan [38] ได้ทำการศึกษาถ่านกัมมันต์ที่ได้จากเปลือกและเมล็ดลิ้นจี่โดยการคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้นทางเคมี ด้วย ZnCl_2 , H_3PO_4 , H_2SO_4 , KOH , NaOH และ Na_2CO_3 ที่อุณหภูมิ 400-800 องศาเซลเซียส เวลา 2-5 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์องค์ประกอบ (Proximate analysis) และ BET อัตราส่วนระหว่างสารเคมีต่อเปลือกต่อเมล็ดลิ้นจี่ 1:1 ถึง 4:1 จากการศึกษาพบว่า ชนิดของสารเคมีกระตุ้นที่ดีที่สุดต่อคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ คือ H_3PO_4 โดยสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกและเมล็ดลิ้นจี่ คือ อัตราส่วน 3:1 ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวของรูพรุน $1195.47 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนรวม $0.85 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุนเฉลี่ย 2.83 nm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

Jakaphong Kongpanya และคณะ [39] ได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันของทะเลสาบปาล์มเปล่า โดยการทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100, 150, และ 200 องศาเซลเซียส เวลา 30-90 นาที ที่ความดัน 1.00-15.538 บาร์ หลังจากนั้นนำ

ตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติองค์ประกอบด้วยเครื่อง CHNS/O analyzer จากการศึกษาพบว่า คุณสมบัติทางเคมีและกายภาพเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จากการศึกษาพบว่าไฮโดรซาร์ (Hydrochar) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 30-90 นาที พบการสลายตัวของ เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) มีค่ามากที่สุดในช่วง 76.28-81.41 เปอร์เซ็นต์ แต่ เซลลูโลส (Cellulose) มีค่าเพิ่มขึ้น 57.09-59.14 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากองค์ประกอบหลักของชีวมวลมีความเสถียรลดลงขณะภายใต้การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน ส่งผลให้เกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นอุณหภูมิต่ำที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลสามารถผลิตไฮโดรซาร์ (hydrochar) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

Daniel Scheider และคณะ [40] ได้ทำการศึกษาคุณสมบัติของไบโอซาร์ (Biochar) ที่ได้จากการกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันของไม้ โดยทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง และความดันที่ 2.2 MPa แล้วนำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์คุณสมบัติและองค์ประกอบด้วย Atomic adsorption และ SEM จากการศึกษาพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งไบโอซาร์ (Biochar) พบว่ามีพื้นที่ผิวของสารตัวอย่างมีความขรุขระและมีโครงสร้างเป็นรูพรุน และสามารถทำการไฮโดรเทอร์มัลได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลว พบว่ามีความเข้มข้นของไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียม อยู่สูง สามารถนำไปทำเป็นปุ๋ยได้ จากการศึกษาแสดงให้เห็นว่าไผ่นั้นเป็นวัสดุที่น่าสนใจและเป็นชีวมวลที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้ในงานอื่นๆ

Ying Guo และคณะ [41] ได้ทำการศึกษาการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันจากผักตบชวา (Water hyacinth) โดยทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที ถึง 24 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์ ไฮโดรซาร์ (Hydrochar) จากนั้นจึงนำตัวอย่างมาศึกษาและวิเคราะห์คุณสมบัติและโครงสร้างด้วย Elemental analysis, TGA, FT-IR, XRD, XPS, SEM และ TEM จากการศึกษาพบว่า เมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพิ่มขึ้น ค่า HHV (High heating value) เพิ่มขึ้นจาก 16.83 MJ/Kg ถึง MJ/Kg ผักตบชวาจะมีความเป็นผลึกมากขึ้น มีโครงสร้างที่เป็น core-shell ที่มีหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนเป็นจำนวนมาก เกิดการ ดีไฮเดรชัน (dehydration) และพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) เซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ในไฮโดรซาร์ทำให้มีปริมาณ carbon microsphere มากและที่เงื่อนไขเวลาไฮโดรเทอร์มัลที่ 24 ชั่วโมง จะพบโครงสร้าง Mesoporous ที่มีความเสถียร และผลการทำ TGA แสดงให้เห็นถึงไฮโดรซาร์ที่ใช้เวลาในการไฮโดรเทอร์มัลที่ 4 ชั่วโมงจะมีพฤติกรรมคล้ายกระบวนการไพโรไลซิส

Gustan Pari และคณะ [42] ได้ทำการศึกษาถ่านกัมมันต์ที่ได้จากมันสำปะหลังและแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน และกระตุ้นด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โดยทำการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง และกระตุ้นด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้อัตราส่วนไฮโดรซาร์ (hydrochar) ต่อ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3:1 (w/w) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำตัวอย่างที่ได้มาศึกษาและวิเคราะห์

คุณสมบัติด้วย XRD, SEM และ BET จากการศึกษาพบว่า ไฮโดรชาร์ (hydrochar) ของแป้งมันสำปะหลังมีคุณสมบัติที่ดีที่สุดในการเป็นวัสดุบิสสารตั้งต้น พบมีพื้นผิววัสดุเป็น carbon sphere โดยมีพื้นที่ผิวรูพรุน $986 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนรวม 0.57 cc/g ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดของรูพรุนเป็น 1.6 นาโนเมตร จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบคาร์บอนในถ่านกัมมันต์ที่เกิดขึ้นพบว่าปริมาณคาร์บอนคงที่ในถ่านกัมมันต์จากการให้ความร้อนนั้นดีกว่าที่ได้จากการกระตุ้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์แสดงให้เห็นว่าโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์นั้นมีบทบาทการเกิดออกซิเจนได้ดีกว่า

Sabzoi Nizamuddin และคณะ [43] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์กะลาปาล์มจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันโดยทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ $220\text{-}290$ องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที อัตราส่วนชีวมวลต่อน้ำ 0.15 g/g (15 wt. \%) หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบคุณสมบัติจาก FT-IR, TGA, FESEM และ BET จากการศึกษาพบว่าเปอร์เซ็นต์ของไฮโดรชาร์ (hydrochar) ลดลงจาก 62.4 ถึง 43 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 220 ถึง 290 องศาเซลเซียส อัตราส่วนเปอร์เซ็นต์คาร์บอนเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 26.93 (กะลาปาล์ม) เป็น 63.77 เปอร์เซ็นต์ (ผลิตภัณฑ์ไฮโดรชาร์ที่อุณหภูมิ 290 องศาเซลเซียส) ค่า HHV (High heating value) มีแนวโน้มค่าสูงขึ้นจาก 12.24 MJ/kg (กะลาปาล์ม) ไปเป็น 26.80 MJ/kg (ผลิตภัณฑ์ไฮโดรชาร์) และจากการศึกษาพบว่า ค่าพื้นที่ผิวของรูพรุนและปริมาตรของรูพรุนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก $0.316 \text{ m}^2/\text{g}$, $0.00129 \text{ cm}^3/\text{g}$ ไปเป็น $12.5996 \text{ m}^2/\text{g}$, $0.0557 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตามลำดับที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส

Katsiri Laowachirasuwan [44] ได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสภาวะการกระตุ้นและคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์จากกากกาแฟโดยวิธีการกระตุ้นทางเคมีด้วย ZnCl_2 , H_3PO_4 , H_2SO_4 , KOH , และ NaOH โดยการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ $500\text{-}700$ องศาเซลเซียส เวลา $2\text{-}4$ ชั่วโมง และอัตราส่วนระหว่างสารกระตุ้นต่อปริมาณกากกาแฟที่ใช้ $1:1 - 4:1$ หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์องค์ประกอบ (Proximate analysis) และลักษณะพื้นที่ผิว (BET) จากการศึกษาพบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากกาแฟ คือ การใช้ ZnCl_2 เป็นตัวกระตุ้นและอัตราส่วนระหว่างสารกระตุ้นต่อปริมาตรกากกาแฟที่ใช้ คือ $3:1$ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวของรูพรุนสูงถึง $1218.18 \text{ m}^2/\text{g}$ และปริมาตรรูพรุนรวม $0.86 \text{ cm}^3/\text{g}$

Azharul Islam. Md และคณะ [45] ได้ทำการศึกษาถ่านกัมมันต์ (Mesoporous active carbon, HAC) โดยการเตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันของหยาที่เหลือจากการทำเฟอร์นิเจอร์ด้วยการกระตุ้นด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยศึกษาลักษณะพื้นผิววัสดุและความสามารถในการดูดซับ HAC ของสีย้อมเมทิลีนบลู หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติ FT-IR, SEM, BET และการทดสอบการดูดซับสีย้อม จากการศึกษาพบว่าผลการดูดซับสีย้อมและการกำจัดเมทิลีนบลูได้มีประสิทธิภาพสูงถึง 96 เปอร์เซ็นต์ ความเข้มข้นที่ 25 mg/l สารละลาย pH ที่ 7 อุณหภูมิ 30 องศา

เซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง และการดูดซับได้มากถึง 359 mg/g โดยจะแสดงสมการที่ดีที่สุดคือสมการไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) และสมการอัตราเร็วปฏิกิริยาเทียมอันดับสอง (pseudo-second order) สำหรับการศึกษาการดูดซับเมทิลลีนบลู (MB-HAC) และในการเตรียม HAC พบว่ามีพื้นที่ผิวสูงถึง 1135 m²/g มีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 35.5 nm ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้อย่างมีประสิทธิภาพในการบำบัดสีย้อมในน้ำเสีย

Mallika Thabuot [46] ได้ทำการศึกษาถ่านกัมมันต์จากกากงา โดยการนำกากงามากระตุ้นทางเคมีด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) นำไปผ่านกระบวนการเผาแบบไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วกระตุ้นด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์อีกครั้ง โดยถ่านกัมมันต์จากกากงาที่ผ่านกระบวนการเผาแบบไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่การกระตุ้นด้วยเบส โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อัตราส่วน 1:2 มาใช้ในการดูดซับสีย้อมเมทิลลีนบลูที่มีความเข้มข้น 100 ppm ค่า pH 11 ที่ปริมาณ 0.2 เปอร์เซ็นต์คาร์บอน ที่เวลา 24 ชั่วโมง พบว่า ค่าประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมเมทิลลีนบลูสูงที่สุดถึง 35.95 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของถ่านกัมมันต์ 1.0 เปอร์เซ็นต์เป็น 4.0 เปอร์เซ็นต์ ประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมเมทิลลีนบลูที่สภาวะเดิม เพิ่มขึ้นเป็น 20-30 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณถ่านกัมมันต์ 4 เปอร์เซ็นต์ จะมีค่าประสิทธิภาพสูงสุด 66 เปอร์เซ็นต์ที่เวลา 24 ชั่วโมง โดยลักษณะการดูดซับเป็นแบบพหุนตรีชมากกว่าแบบจำลองของแลงเมียร์ โดยมีค่า $R^2 = 0.997$ มีค่าความเข้มข้นสมดุลของสารละลายเมทิลลีนบลูบนถ่านกัมมันต์เท่ากับ 379 mg/g

Pacharawan Ouengsirirawad [47] ได้ทำการศึกษาความสามารถในการดูดซับสีย้อมเมทิลลีนบลูในสารละลายโดยใช้เปลือกหน่อไม้อบแห้งเป็นวัสดุดูดซับ โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับ ได้แก่ ความเป็นกรด-เบส ของสารละลาย (pH 3-9) เวลาที่ใช้ในการดูดซับ (0.10-0.3 กรัม) และความเข้มข้นเริ่มต้นของสีย้อมเมทิลลีนบลู (50-300 mg/l) จากการศึกษาความสามารถในการดูดซับสีย้อมด้วยเปลือกหน่อไม้แห้งมีค่า 29.24 mg/g ที่ pH เท่ากับ 7 เมื่อทำการใช้ตัวดูดซับที่ปริมาตร 0.15 กรัม การดูดซับเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ภายในเวลา 60 นาที ที่เขย่าสารผสมด้วยอัตราความเร็ว 250 รอบ/นาที นอกจากนี้ยังพบว่าไอโซเทอมของการดูดซับนี้สอดคล้องกับสมการแบบพหุนตรีชมากกว่าแบบจำลองของแลงเมียร์ โดยมีค่า $R^2 = 0.988$ แสดงว่าการดูดซับสีย้อมเมทิลลีนบลูเป็นการดูดซับแบบกายภาพซึ่งสามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้นผิวและยังสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับสีย้อมในน้ำทิ้งได้อย่างดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.11 เทคนิคและเครื่องมือวัด

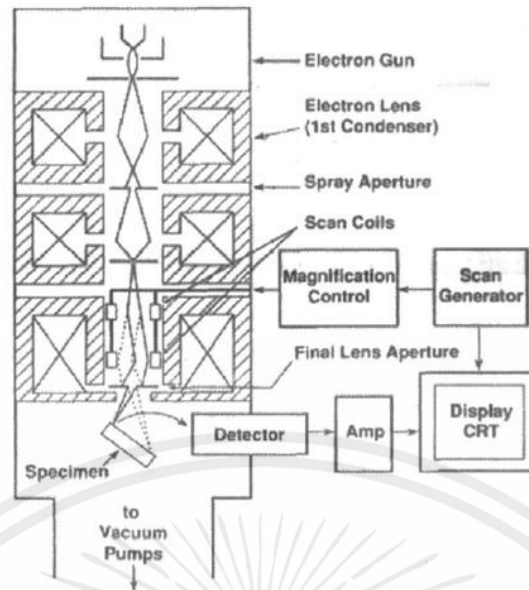
2.11.1 การศึกษาสัณฐาน (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM)

เป็นเทคนิคที่เกิดจากการคิดค้นเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการมองเห็นวัตถุของกล้องจุลทรรศน์ให้สามารถแจจจายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิมโดยการประกยุดนำเอาอิเล็กตรอนให้สามารถแจจจายรายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิม ที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสงและใช้เลนส์สนามไฟฟ้ามาแทนเลนส์กระจกและมีตัวตรวจวัดที่จะมาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่างจากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณภาพที่ปรากฏบนจอรับภาพต่อไป เทคนิคนี้มีการใช้งานอย่างกว้างขวางในหลายสาขา เช่นวัสดุศาสตร์ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ธรณีวิทยา ชีววิทยา และการแพทย์ ซึ่งมีจุดเด่นที่สำคัญ 3 ประการได้แก่สามารถให้ภาพที่มีความชัดลึกสูงสามารถให้กำลังแยกแยะและเชิงสูงสามารถใช้ร่วมกับเทคนิคอื่นเช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) เพื่อเป็นข้อมูลเชิงเคมีโดยเครื่องมือที่ใช้เรียกว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) [48]

1. หลักการทำงาน

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Gun) ซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน เพื่อป้อนให้กับระบบโดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าจากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser Lens) ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอน (Electron Beam) ให้มีขนาดแคบลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ (Objective Lens) ซึ่งมีหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดีและลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตรโดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (Scanning Coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนพื้นผิวที่ระดับต่างๆทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณชนิดต่างๆออกมา [48]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 แสดงการทำงานของ SEM [49]

สัญญาณที่ได้รับจากอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นคือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ ประมาณ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์เกิดที่ผิวระดับไมล์ก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวที่ผิวอิเล็กตรอนต่ำ
2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่เสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมาซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตรโดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง
3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีพลังงานสูงกว่าโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อให้ตัวเองมีพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงจรรอบมาทำให้อิเล็กตรอนต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างภายในอะตอมโดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีระดับพลังงานสูงกว่าโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่เข้ามาแทนที่ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้ มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุจึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุตามลำดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

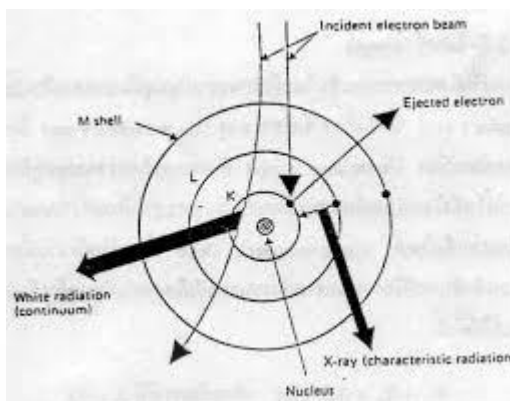
2. ส่วนประกอบ

ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปที่ 2.4 และมีส่วนประกอบสำคัญอยู่ในท่อสุญญากาศโดยหน้าที่ของส่วนประกอบแต่ละอันมีรายละเอียดดังนี้

- แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (Electron Gun) โดยทั่วไปใช้ขดลวดทั้งสเตนอิเล็กตรอนที่ใช้ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด คืออิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ และอิเล็กตรอนทุติยภูมิ
- เลนส์รวมแรง (Condenser Lens) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนมีขนาดและความเข้มข้นเหมาะสมกับตัวอย่างเพื่อให้ได้ภาพที่ชัดที่สุดที่กำลังขยายที่ต้องการการลดขนาดของลำอิเล็กตรอนจะช่วยเพิ่มขนาดของกำลังขยาย
- ขดลวดสำหรับการส่องกราด (Scanning Coil) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนในแนวนอนและแกนตั้งบนระนาบของตัวอย่าง
- เลนส์วัตถุ (Objective Lens) เป็นเลนส์ที่ทำให้อิเล็กตรอนเกิดภาพขั้นต้นอาศัยอำนาจสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กสามารถปรับเปลี่ยนกำลังขยายความคมชัดของภาพได้โดยการปรับปริมาณกระแสไฟฟ้าในขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของเส้นแรงแม่เหล็ก
- ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอน (detector) ตัวเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพโดยเก็บสัญญาณแต่ละจุดจากปลายอิเล็กตรอนปรากฏเป็นภาพบนจอภาพ

ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ต้องเป็นตัวอย่างที่นำไฟฟ้าและต้องทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้น ถ้าตัวอย่างไม่นำไฟฟ้าต้องนำมาทาเคลือบ เพื่อให้หน้าไฟฟ้าการเคลือบจะช่วยลดการสะสมของประจุและเพิ่มปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ส่วนมากใช้ทองเป็นโลหะเคลือบ เทคนิคที่นิยมใช้ได้แก่ การสปัตเตอร์ (Sputtering) การวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์สำหรับ SEM ในระบบวิเคราะห์แบบ Energy Dispersive Spectrometry (EDS) มีหลักการวิเคราะห์ คือเมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรในชั้นของอะตอมเช่นชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่ อิเล็กตรอนทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของชั้นโคจรจึงหลุดออกจากวงโคจรและทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรจากนั้นอะตอมของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอ็กซ์แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับ ความแตกต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและเฉพาะของธาตุนั้นๆจึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่าเรียกรังสีเอ็กซ์ชนิดนี้ว่ารังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวซึ่งแสดงกระตุ้นให้เกิดรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน [50]

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือหัววัดรังสีแบบ Si(Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัว ที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ หรือหัววัดชนิดเจอร์มาเนียม ความบริสุทธิ์สูงซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวในช่วงกว้างคือ 3 ถึง 200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ทั้งนี้หัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสองแบบจะเปลี่ยนแปลงพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้าโดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะแปรผันตรงกับพลังงานของรังสีที่ตกกระทบบนหัววัดจากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลการวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัมพร้อมทั้งผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพโดยโปรแกรมสำเร็จรูป [49]

2.11.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยวิธีฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุลอินฟราเรดเป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีเลขคลื่น (Wave number) อยู่ในช่วงประมาณ $12,800$ ถึง 10 cm^{-1} หรือช่วงความยาวคลื่นจาก $0.78 - 1000 \mu\text{m}$ ช่วงของอินฟราเรดแบ่งได้เป็น 3 ช่วง คือ

- ช่วงใกล้อินฟราเรด (Near IR region) เป็นช่วงที่อยู่ใกล้กับช่วงวิสิเบิลพบว่าแถบการดูดกลืน (Absorption band) ที่ได้ค่อนข้างต่ำมีประโยชน์ในการวิเคราะห์สารประกอบอะโรมาติก (Aromatic compounds)

- ช่วงกลางอินฟราเรด (Middle IR region) ช่วงนี้แบ่งออกเป็น Group frequency region อยู่ระหว่าง $4000-1300 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่ได้จากพวกหมู่ฟังก์ชัน (Functional groups) แต่ไม่ให้โครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์และ Finger print region อยู่ระหว่าง $1300-200 \text{ cm}^{-1}$ สเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่เกิดจากโครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์ดังนั้นสเปกตรัมที่ได้จึงค่อนข้างยุ่งยากการวิเคราะห์จึงต้องใช้วิธีเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารที่ทราบโครงสร้างแล้ว

- ช่วงไกลอินฟราเรด (Far IR region) ช่วงนี้ไม่ค่อยได้ใช้ในการวิเคราะห์เนื่องจากสเปกตรัมช่วงนี้มักจะเกิดจากการสั่นของโครงสร้างหรือเกิดการหมุนของโมเลกุลช่วงนี้อยู่ระหว่าง $200-10\text{ cm}^{-1}$ สำหรับช่วงเลขคลื่นที่ใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์นั้นเป็นช่วงกลางอินฟราเรดเป็นส่วนใหญ่คือ $4000-400\text{ cm}^{-1}$ กระบวนการดูดกลืนแสงอินฟราเรดโมเลกุลของสารจะดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ต้องมี ลักษณะและสภาวะที่เหมาะสม คือรังสีหรือแสงนั้นจะต้องมีพลังงานพอเหมาะพอดีที่จะทำให้เกิดทรานซิชันต้องเกิดการคู่ควบ (Coupling) พอดีระหว่างสนามไฟฟ้าจากการแผ่รังสีกับสารนั้น เมื่อมีการดูดกลืนพลังงานแล้วจะทำให้เกิดโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุลนั้นเปลี่ยนไปดังนั้นเมื่อแสงอินฟราเรดผ่านเข้าไปในโมเลกุลของสารใดก็ตามแล้วเกิดปรากฏการณ์ทั้งสองอย่างข้างบนนี้เรียกสารนั้นว่า IR active ถ้าไม่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่แสดงว่าสารนั้นเป็น IR inactive ถือว่าไม่มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรด ถ้ามีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่มากจะได้พีคแถบดูดกลืนสูงถ้าเปลี่ยนแปลงน้อยจะได้พีคแถบดูดกลืนต่ำ [49]

1. การเตรียมสารตัวอย่าง

1.1 เทคนิคมัลล์ (Mull technique) เป็นวิธีการเตรียมสารโดยการบดสารใน Mineral oil เช่น นูจอล (Nujol) การเตรียมสารที่เป็นของแข็งมักมีปัญหาเกี่ยวกับการกระเจิงแสงจึงแก้ปัญหาโดยการบดสารตัวอย่างให้เป็นผงละเอียดและให้แขวนลอยในของเหลวที่มีดัชนีหักเหใกล้เคียงกับของแข็งเพื่อตัดการกระเจิงแสง

1.2 วิธีการอัดเม็ด (Pellet method) วิธีนี้ใช้ของแข็งแขวนลอยในเม็ดโพแทสเซียมโบรไมด์ ซึ่งถูกอัดด้วยความดันสูงด้วยเครื่องไฮดรอลิกเม็ดของสารตัวอย่างโปร่งแสงจึงใช้วิเคราะห์คุณภาพและปริมาณได้

1.3 เทคนิคฟิล์ม (Film technique) ทำได้โดยตัดวางตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆโดยใช้เครื่องตัดหรือหลอมสารตัวอย่างแล้วทิ้งให้แห้งจนได้เป็นแผ่นฟิล์ม

1.4 วิธีเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นของเหลวในตัวทำละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมโดยมีของแข็งประมาณ 5 เปอร์เซ็นต์สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวตัวอย่างที่เป็นของเหลววิเคราะห์ได้ในสภาพของเหลวที่บริสุทธิ์โดยเตรียมใส่เซลล์ที่มีความหนาพอประมาณถ้าใช้ตัวทำละลายต้องเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วเพื่อป้องกันไม่ให้ตัวทำละลายดูดกลืนแสงอินฟราเรดสารตัวอย่างที่เป็นแก๊สตัวอย่างที่เป็นแก๊สใส่ในเซลล์บรรจุแก๊สที่เป็นหลอดแก้วคล้ายท่อมีหน้าต่างทำด้วย โซเดียมคลอไรด์โพแทสเซียมโบรไมด์ หรือ แคลเซียมฟลูออไรด์ [49]

2. ประเภทของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

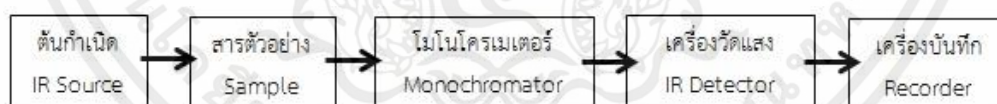
เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบ่งออกเป็น 2 แบบคือ

2.1 เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้ระบบกระจายแสง (Dispersive infraredspectrop Hotometer) ซึ่งมีทั้งลำแสงเดี่ยว (Single beam) และชนิดลำแสงคู่ (Double beam) แต่ลำแสงคู่เป็นเครื่องที่ได้รับความนิยมมากกว่าและพบเห็นโดยทั่วไปเพราะแบ็คกราวด์ (Background) ที่เกิดจากแก๊สในบรรยากาศเช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำ จะหมดปัญหาไป

2.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานซฟอร์หมอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FT-IR) โดยทั่วไปเครื่องมือทางสเปกโทรสโกปีนั้น มักใช้หลักการกระจายแสงของสเปกตรัมการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงที่สนใจเป็นตัวกำหนดเช่นในช่วงของอินฟราเรดจากการบันทึกผลของค่าความเข้มข้นของแสงต่อความถี่หรือความยาวคลื่นซึ่งได้ออกมาเป็นสเปกตรัมเรียกว่า Frequency-domain spectrum ดังที่เป็นกันอยู่แต่ถ้าใช้วิธีการวัดต่างไปโดยวัดความเข้มข้นของแสงหรือกำลังของแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆกันอย่างต่อเนื่องเทียบกับเวลาเรียกว่า Time-domain spectroscopy หรือโดยทั่วไปเรียก Fourier Transform Spectroscopy ซึ่งจะให้สเปกตรัมที่ได้จากการวัดการดูดกลืนแสงที่ความถี่ต่างๆพร้อมกันหมดดังนั้นจึงสามารถช่วยให้การวิเคราะห์รวดเร็วขึ้นการแยก (Resolution) ก็ดีขึ้นหรือเป็นการทำให้ Signal-to-noise ratio ดีขึ้นกว่าวิธีธรรมดา

ข้อดีของการใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานซฟอร์หมที่เห็นได้ชัดๆก็คือช่วยให้การวิเคราะห์หรือการวัดสเปกตรัมของสารตัวอย่างทำได้เร็วกว่า เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ธรรมดาหลายเท่าเพราะการวัดด้วยเครื่องธรรมดาจะเป็นแบบวัดทีละความถี่ส่วน FT-IR วัดที่ความถี่ต่างๆอย่างต่อเนื่องนอกจากนี้ยังสามารถช่วยให้การวิเคราะห์ง่ายและสะดวกขึ้นด้วยการใช้คอมพิวเตอร์ควบคุมการทำงาน ส่วนข้อเสียคือ FT-IR เป็นเครื่องมือที่มีราคาแพงและต้องเสียค่าบำรุงรักษาสูงส่วนประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์โดยทั่วไปมีส่วนประกอบสำคัญคือ

- ต้นกำเนิดแสงอินฟราเรด (IR Source)
- เซลล์ที่ใส่ตัวอย่าง (Sample Cell)
- โมโนโครเมเตอร์ (Monochromator)
- เครื่องวัดแสงอินฟราเรด (IR Detector)
- เครื่องบันทึกสเปกตรัม (Recorder หรือ Readout Devices)

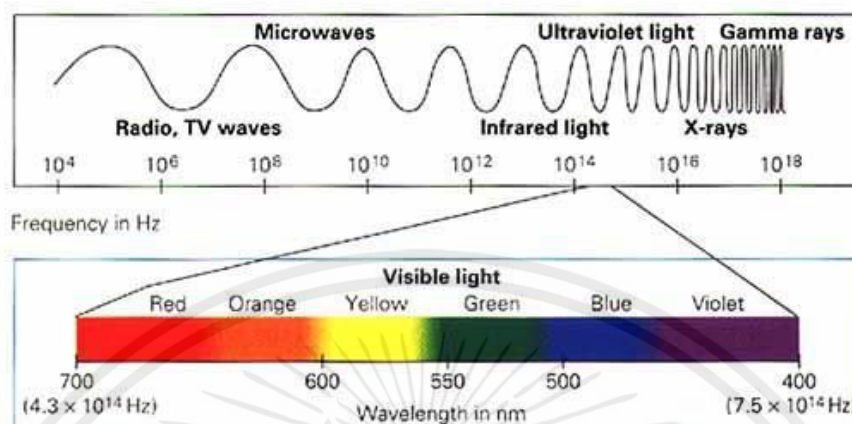


รูปที่ 2.11 รูปองค์ประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ [51]

2.11.3 ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (Ultraviolet-visible spectroscopy)

เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการของการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultraviolet (UV) และ Visible (VIS) ความยาวคลื่นประมาณ 190 - 1000 นาโนเมตรส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์สารประกอบเชิงซ้อนหรือสารอนินทรีย์ทั้งที่มีสีและไม่มีสีสารแต่ละชนิดจะดูดกลืนรังสี ในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกันและปริมาณการดูดกลืนรังสีก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารนั้นการดูดกลืนแสงของสารต่างๆเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารจึงสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพและปริมาณเป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดีและใช้กันอย่างแพร่หลายผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะแสดง

ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) และค่าความยาวคลื่น (Wavelength) ซึ่งเรียกว่าสเปกตรัม (Spectrum)

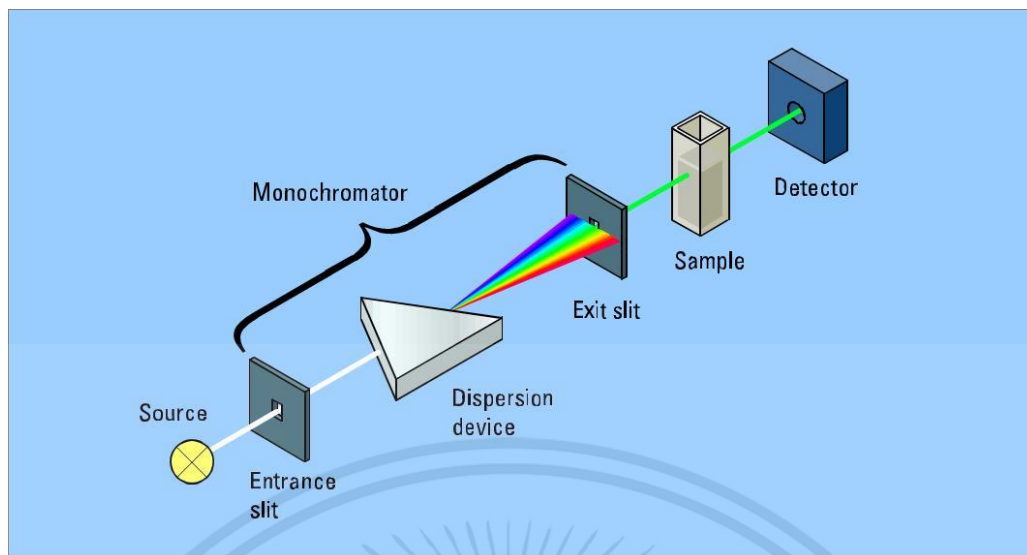


รูปที่ 2.12 แสดง UV-Vis spectrum [52]

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ประกอบไปด้วย

1. Light source แหล่งกำเนิดรังสีเป็นส่วนที่ให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการออกอย่างต่อเนื่องและคงที่รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอหลอดกำเนิดรังสีมีหลายชนิดตามความยาวคลื่นรังสีที่เปล่งออกมาเช่นช่วง UV จะใช้หลอด H₂ and D₂ lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160 - 380 นาโนเมตรและช่วง Visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240 -2,500 นาโนเมตร เป็นต้น
2. Monochromator เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสงซึ่งเป็นพหุโครเมติกให้เป็นแสงโมโนโครเมติกซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียวใช้ฟิลเตอร์ปริซึม หรือเกรตติง
3. Cell sample เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่างบางครั้งอาจเรียกว่า Cuvettes ที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วจะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิลเพราะแก้วจะดูดกลืนรังสีในช่วงยูวีได้และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกาและควอร์ซ ซึ่งใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล
4. Detector ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องวัดรังสีมีหลายชนิดที่นิยมได้แก่ Photomultiplier tube และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด Silicon diode detector [46]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



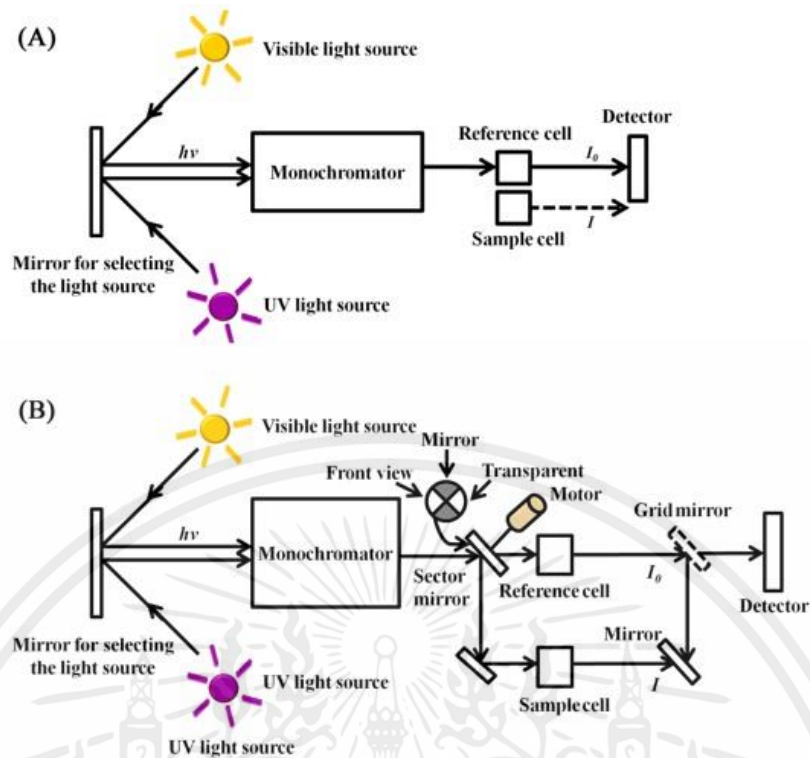
รูปที่ 2.13 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer [53]

เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภทได้แก่

1. Single-Beam spectrophotometer เมื่อลำรังสีออกจากแหล่งกำเนิดรังสีจะผ่านเลนส์โมโนโครเมเตอร์ที่เป็น Grating ผ่านสารตัวอย่างแล้วจึงเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจรับสัญญาณเนื่องจากสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ประเภทนี้ใช้ลำรังสีเพียงลำเดียวผ่านจากโมโนโครเมเตอร์ไปสู่สารละลายที่ต้องการวัดลำรังสีนี้จะเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจรับสัญญาณโดยการวัดแต่ละครั้งจึงต้องใช้เซลล์ 2 เซลล์ให้ลำรังสีผ่านสลับกัน [51]

2. Double-Beam Spectrophotometer ลำรังสีจะผ่านโมโนโครเมเตอร์ 2 ครั้งด้วยกันทำให้ได้ลำรังสีความยาวคลื่นเดียวอย่างมีประสิทธิภาพและความละเอียดมากขึ้นเมื่อออกจาก Exit slit แล้วลำรังสีจะไปสู่อุปกรณ์ตัดลำรังสี (Beam chopper) ก็จะสะท้อนไปผ่านสารตัวอย่างในขณะเดียวกันลำรังสีจะผ่านไปผ่านสารอ้างอิงด้วยวิธีนี้ลำรังสีลำเดียว ที่ผ่านโมโนโครเมเตอร์จะถูกอุปกรณ์ตัดลำรังสีแยกออกเป็นลำรังสีสองลำที่มีความเข้มเท่ากันตลอดเวลาเมื่อลำรังสีทั้งสองนี้ไปตกกระทบบ phototube ความแตกต่างของความเข้มจะกลายเป็นสัญญาณส่งต่อไปยังอุปกรณ์บันทึกสัญญาณต่อไปในการใช้สเปกโตรโฟโตมิเตอร์แบบลำรังสีคู่ [54]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง (a) Single-Beam spectrophotometer และ (b) Double-Beam Spectrophotometer [55]

2.11.4 การวัดพื้นที่ผิว ขนาด และปริมาตรของรูพรุนโดยวิธีบรูเนอร์เอลเม็ท เทลเลอร์ (Brunauer Emmett Teller, BET)

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุ เป็นสมบัติทางกายภาพที่มีความสำคัญต่อการนำไปใช้ประกอบการพิจารณาเพื่อนำวัสดุนั้นไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ที่มีคุณภาพตามที่ต้องการหรือตามที่มาตรฐานกำหนด การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะทำได้หลายวิธีแต่วิธีที่จะกล่าวในที่นี้เป็น การวัดปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุ แล้วนำมาคำนวณเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุ

ทฤษฎีพื้นฐานและหลักการเบื้องต้น

บรูเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ได้ศึกษาการดูดซับแก๊สไนโตรเจนทั้งบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุดังแสดงในภาพที่ 2.12 พบว่าแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับนั้นจะมีส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิวก่อน จากนั้นแก๊สไนโตรเจนที่เหลือแพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลหลายชั้น ดังแสดงในภาพที่ 2.13 ซึ่งจากผลการศึกษานี้สามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง

ปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้น เป็นสมการที่เรียกว่า “สมการของ BET” ได้ดังนี้

$$\frac{1}{w\left[\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0}\right)$$

โดย W = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0

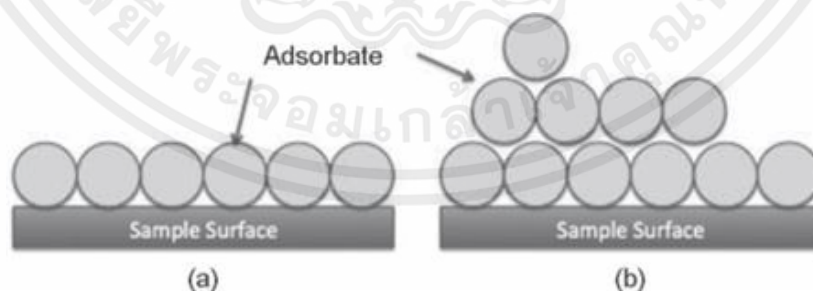
W_m = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

P_0 = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

C = ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ

รูปที่ 2.15 แสดงการดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ



รูปที่ 2.16 แสดงการดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้น ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

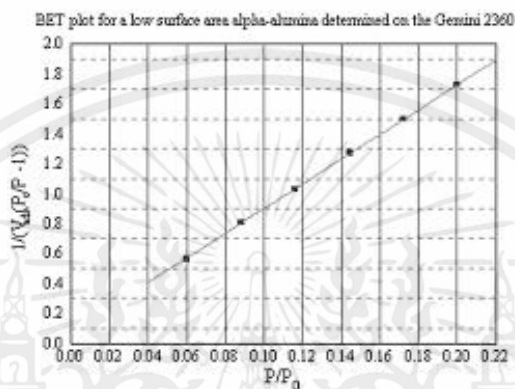
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $\frac{1}{w\left[\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right]}$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง

ดังแสดงใน ภาพที่ 2.14 มีความชัน (slope, s) ดังสมการ ;

$$S = \frac{C - 1}{W_m C}$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการ ;

$$i = \frac{1}{W_m C}$$



รูปที่ 2.17 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว (W_m) คำนวณโดยนำ s และ i แทนค่าในสมการ

$$W_m = \frac{1}{s + i}$$

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุ คำนวณโดยนำ W_m แทนค่าในสมการ

$$S_t = \frac{W_m N A_{cs}}{M}$$

โดย S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุ (หน่วยเป็นตารางเมตร)

N = เลขอาโวกราโดร (6.023×10^{23}) (หน่วยเป็นโมเลกุลต่อโมล)

M = น้ำหนักโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจน (28 กรัมต่อโมล)

A_{cs} = พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (16.2×10^{-23}) (หน่วยเป็นตารางเมตร)

นอกจากนี้ในเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกนั้นยังมีให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ ค่า S_t ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (w) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ หน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$S = \frac{S_t}{W}$$

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (\bar{r}_p) ของวัสดุ คำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

$$V_p = \frac{W_s}{\rho}$$

$$\bar{r}_p = \frac{2V_p}{S_t}$$

โดย W_s = ปริมาณของแก๊ส ไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1

ρ = ความหนาแน่นของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1

S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทดสอบได้ในการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและ

ปริมาตรรูพรุน

ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุวัสดุตัวอย่างที่ต้องการทดสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ ส่วนอีกเซลล์ไม่ใส่วัสดุตัวอย่างแต่ทำหน้าที่เป็นเซลล์อ้างอิง ก่อนการทดสอบต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างเพื่อไล่ความชื้นและโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับชนิดอื่นให้ออกจากผิวหน้าของวัสดุตัวอย่าง จากนั้นทำให้เซลล์ทั้งสองเป็นสุญญากาศ เพื่อให้ภายในเซลล์ไม่มีโมเลกุลของแก๊สชนิดอื่น ก่อนจุ่มเซลล์ทั้ง 2 ลงในภาชนะที่บรรจุไนโตรเจนเหลวเพื่อให้เซลล์ทั้งสองอยู่ในภาวะอุณหภูมิต่ำ จากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้ามาในเซลล์ทั้ง 2 โดยแก๊สไนโตรเจนที่เข้ามาในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างจะถูกดูดซับบนผิวของวัสดุทำให้ความดันภายในเซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างลดลงจนกระทั่งคงที่ (P) ในขณะที่เซลล์ที่ไม่มีวัสดุตัวอย่างความดันของแก๊สไนโตรเจนจะคงที่ (P_0) ข้อมูลที่เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (W) โดยวัสดุตัวอย่าง จากนั้นเครื่องจะปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้ามาอีกเช่นเดียวกับครั้งแรก และแก๊สไนโตรเจนถูกดูดซับจนความดันคงที่อีกเป็นเช่นนี้จนกระทั่งความดันภายในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไม่ลดลง ($P/P_0 \cong 1$) แสดงว่าไม่เกิดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนอีกแล้ว จากข้อมูลค่าความดันสัมพัทธ์และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ได้ เครื่องทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผลออกมาเป็น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและ

ปริมาตรของรูพรุน [53] ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 แสดงเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน

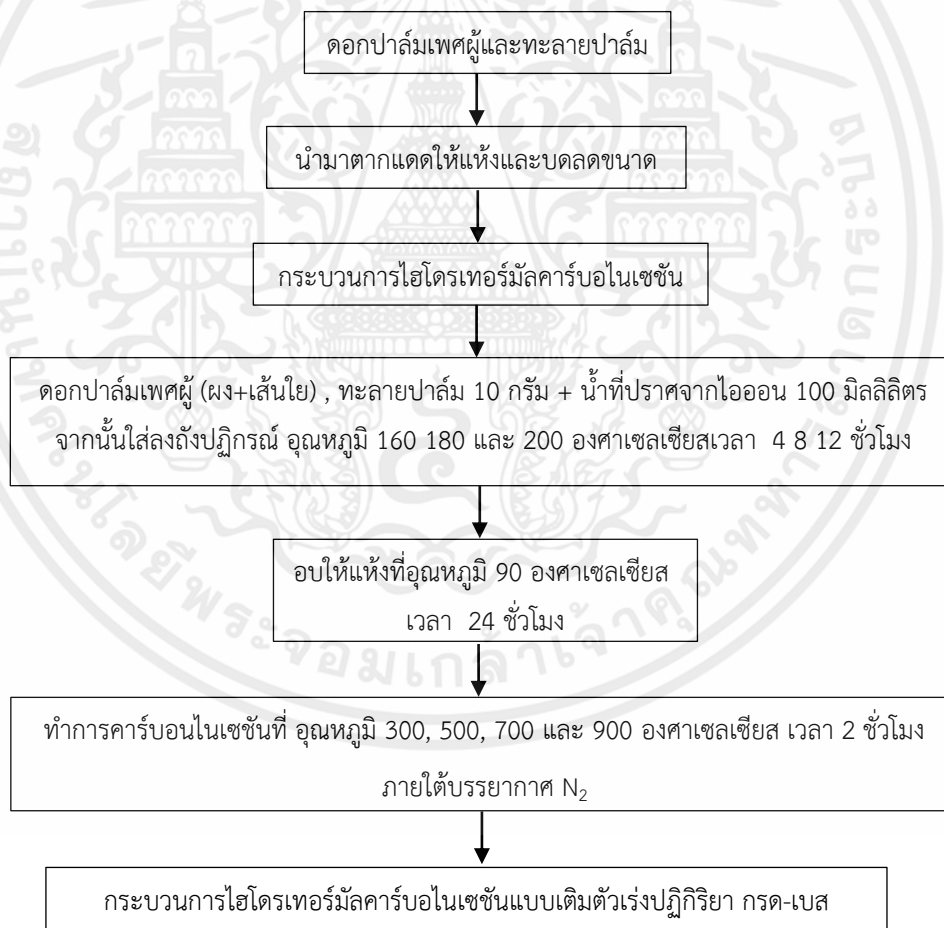


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

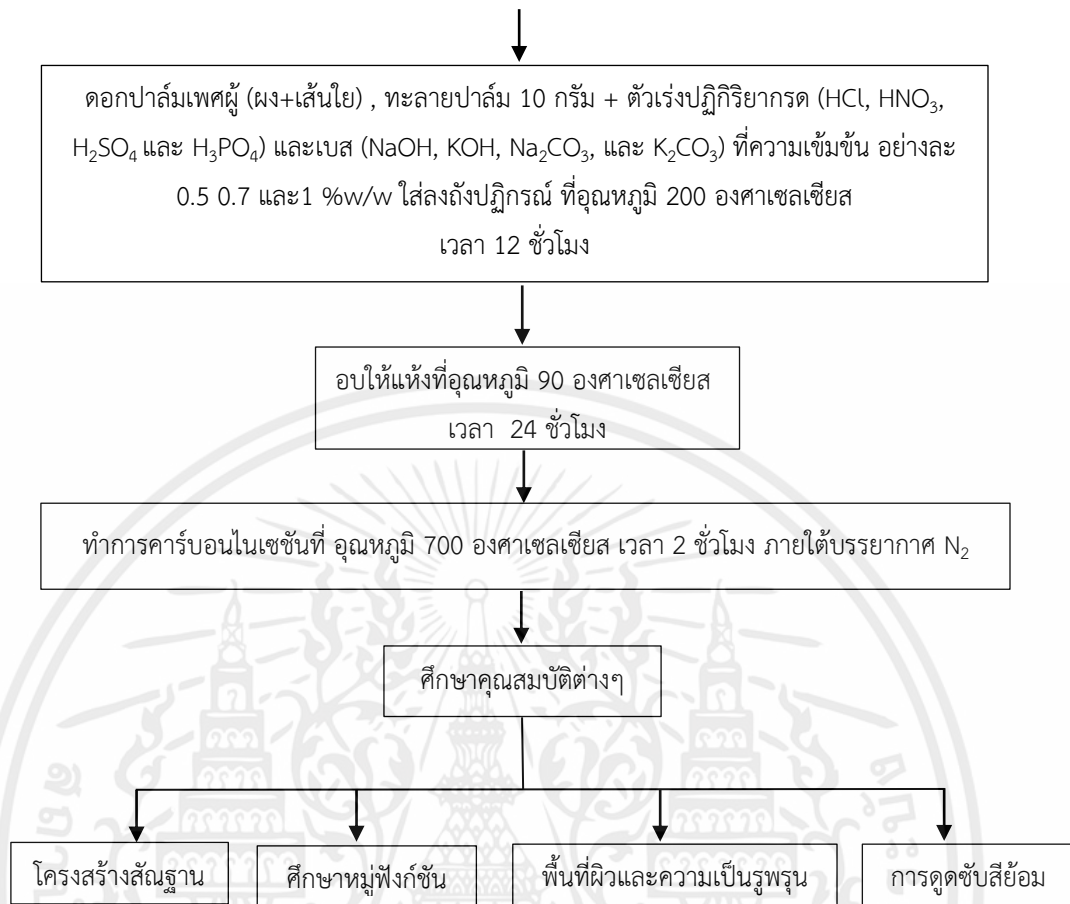
บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์ม โดยวิธีการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านการดูดซับและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยจะศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน และผลของตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบส จากนั้นทำการเปรียบเทียบเงื่อนไขที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน ต่อความเป็นรูพรุนของพื้นผิวและการดูดซับน้ำเสีย โดยงานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วน ประกอบด้วยวัสดุและอุปกรณ์ที่ดำเนินการในงานวิจัย สถานที่ในการดำเนินงานวิจัยและขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย จากรายละเอียดทั้งหมดซึ่งสามารถสรุปแสดงออกเป็นแผนผังขั้นตอนในการทดลองได้ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ดำเนินในงานวิจัย

วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาวิจัยในครั้งนี้ ประกอบด้วย สารเคมีที่ใช้ในการศึกษางานวิจัย อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.1.1 วัสดุตั้งต้นและสารเคมีที่เกี่ยวข้องในงานวิจัย

3.1.1.1 ดอกปาล์มเพศผู้ และทะลายปาล์มเปล่า จากสวนปาล์มส่วนตัว

3.1.1.2 สารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากรดประกอบไปด้วย กรดไฮโดรคลอริก 37% (HCl) จากบริษัท กรดไนตริก 65% (Nitric acid, HNO_3) จากบริษัท Carlo Erba Reagents, กรดซัลฟิวริก (Sulphuric acid, H_2SO_4) กรดจากบริษัท Carlo Erba Reagents และ ฟอสฟอริก 85% (Orthophosphoric acid, H_3PO_4)

3.1.1.3 สารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเบสประกอบไปด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) จากบริษัท Carlo Erba Reagents, โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide, KOH) จากบริษัท Carlo Erba Reagents, โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate, Na_2CO_3) กรดจากบริษัท Carlo Erba Reagents และ โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate, K_2CO_3)

จากบริษัท Carlo Erba Reagents

3.1.1.4 สารที่ใช้ทดสอบการดูดซับสีย้อม เมทิลีนบลู (Methylene blue) จากบริษัท Carlo Erba Reagents

3.1.1.5 น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water) จากห้องปฏิบัติการนาโนพอร์ส (Nanoporous Materials Research Laboratory)

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.2.1 ถังปฏิกรณ์แบบภาชนะปิด (Closed Reactor)

3.1.2.2 กระจกสำหรับตวงปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.1.2.3 เตาปฏิกรณ์สำหรับการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน สามารถตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 300 องศาเซลเซียส

3.1.2.4 ปีกเกอร์ขนาด 100 และ 250 มิลลิลิตร

3.1.2.5 เครื่องให้ความร้อน (Hot Plate Magnetic Stirrer, รุ่น C-MAG HS 7, ยี่ห้อ IKA)

3.1.2.6 แผงแม่เหล็กสำหรับการปั่นกวนสาร

3.1.2.7 ข้อนตักสาร

3.1.2.8 ปีเปต ขนาด 5 มิลลิลิตร

3.1.2.9 ขวดปรับปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.1.2.10 หลอดทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุผลเบี่ยงเบนเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.1.2.11 กระจกนาฬิกา
- 3.1.2.12 กรวยกรองสาร
- 3.1.2.13 กระดาษกรอง เบอร์ 1 (ขนาด 125 mm, ยี่ห้อ Whatman)
- 3.1.2.14 ถูซับลิ้นค สำหรับใส่ชิ้นงาน
- 3.1.2.15 เบ้าเรือเซรามิกส์ ขนาด A กว้าง 35 mm ยาว 100 mm สูง 18 mm
- 3.1.2.16 เตาเผาปฏิกรณ์แบบท่อ สำหรับการคาร์บอนไนเซชัน ที่สามารถทนอุณหภูมิได้ถึง 1200 องศาเซลเซียส
- 3.1.2.17 ถังแก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.99%

3.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 3.1.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) EVO[®]MA10
- 3.1.3.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR) PerkinElmer UATR TWO
- 3.1.3.3 เครื่องชั่งมวลสาร
- 3.1.3.4 เครื่องวิเคราะห์คุณลักษณะพื้นที่ผิว (Surface Area Analyzer) 3Flex Micromeritics
- 3.1.3.5 เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโคปี (Ultraviolet-visible spectroscopy; UV-Vis)

3.2 สถานที่ในการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 ห้องปฏิบัติการวิจัยวัสดุรูพรุนนาโนเมตร (Nanoporous Material Research Laboratory)

ที่อยู่ : อาคารวิจัยนาโนเทคโนโลยีสิรินธร วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ถนนฉลองกรุง แขวงลาดกระบัง เขตลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร 10520

3.2.2 ศูนย์นวัตกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ (Materials Innovation Center, MIC)

ศูนย์นวัตกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ 50 ถ.งามวงศ์วาน จตุจักร กรุงเทพฯ 10900

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์เป็นเส้นใยนาโนคาร์บอนและสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนแบบไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ซึ่งในเอกสารนี้อาจมีเนื้อหาที่ไม่ถูกต้องหรือไม่ครบถ้วนหรือไม่ตรงกับข้อมูลจริงในเอกสารฉบับนี้ หากมีข้อผิดพลาดประการใดขออภัยเป็นอย่างสูงและขอสงวนสิทธิ์ในเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1.1 นำดอกปาล์มเทศผู้และทะลายปาล์มเปล่าๆไปตากแดดให้แห้งเพื่อไล่ความชื้นเป็นเวลา 2-3 วัน จากนั้นนำเอาดอกปาล์มเทศผู้และทะลายปาล์มเปล่าๆที่แห้งแล้วมาตัดและบดด้วยเครื่องปั่น ให้มีขนาดเล็กลงประมาณ ≈ 80 (μm) ไมโครเมตร โดยเมื่อทำการปั่นลดขนาดแล้ว จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น 3 แบบ โดยแบ่งเป็นดอกปาล์มเทศผู้ จะได้เป็นลักษณะ ผง (powder) และ เส้นใย (fiber) ส่วนทะลายปาล์มเปล่าๆจะได้เป็นลักษณะเส้นใย (fiber)



รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะของทะลายปาล์มเปล่าๆและ ดอกปาล์มเทศผู้ (ผงและเส้นใย) ที่ผ่านการปั่นลดขนาด (เรียงจากซ้ายไปขวา)

3.3.1.2 ทำการชั่งดอกปาล์มเทศผู้ (ผงและเส้นใย) และทะลายปาล์มเปล่าๆ (เส้นใย) มาจำนวนอย่างละ 10 กรัมมาผสมกับน้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ใส่ลงในถังปฏิกรณ์แบบปิด คิดเป็นสัดส่วนของวัสดุตั้งต้นกับน้ำปราศจากไอออนเท่ากับ 1:10

3.3.1.3 นำดอกปาล์มเทศผู้ (ผงและเส้นใย) และทะลายปาล์มเปล่าๆ (เส้นใย) บรรจุลงในถังปฏิกรณ์แบบปิดเข้าเตาปฏิกรณ์ดังรูปที่ 3.13 เพื่อทำการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 160, 180 และ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4, 8 และ 12 ชั่วโมง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใด รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะของถังปฏิกรณ์และเตาปฏิกรณ์สำหรับการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน

3.3.1.4 หลังจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน นำถึงปฏิกิริยาไปลดความร้อนด้วยน้ำเย็น จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้งสนิท



รูปที่ 3.4 แสดงตัวอย่างลักษณะดอกปาล์มเทศผู้(ผง)ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล (ขวา), ดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ผ่านการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ซ้าย)

3.3.1.5 นำวัสดุคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน มาทำการคาร์บอนไนเซชันเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและความเป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 300, 500, 700 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ใช้อัตราการให้ความร้อน (Heart rate) เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อ นาที

3.3.1.6 เมื่อทำการคาร์บอนไนเซชันตัวอย่างเสร็จเรียบร้อยแล้ว รวบรวมให้เบาเร็วเย็นแล้วทำการเก็บสารตัวอย่างใส่ถุงซิปล็อค



รูปที่ 3.5 แสดงลักษณะของทะเลาะปาล์มเปล่าและ ดอกปาล์มเทศผู้ (ผงและเส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน (เรียงจากซ้ายไปขวา)

3.3.2 การสังเคราะห์เส้นใยคาร์บอนแบบเต็มตัวเร่งปฏิกิริยาโดยอาศัยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลและคาร์บอนไนเซชัน

3.3.2.1 ทำการซังดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) มาปริมาณ 10 กรัมมาผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยากรด (HCl, HNO₃, H₂SO₄ และ H₃PO₄) และเบส (NaOH, KOH, Na₂CO₃, และ K₂CO₃) ที่ความเข้มข้น 0.5 0.7 และ 1

%w/w โดยทำการปิเปตสารละลายกรดและเบสแล้วจึงปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) ในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วผสมใส่ใส่ลงในถังปฏิกรณ์แบบปิด



รูปที่ 3.6 แสดงลักษณะการเตรียมดอกปาล์มเทศผู้(ผง)มาทำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนเซชันที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.2.2 นำดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบสแล้ว บรรจุลงในถังปฏิกรณ์แบบปิดเข้าเตาปฏิกรณ์ เพื่อทำการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนเซชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.2.3 หลังจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนเซชัน นำถังปฏิกรณ์ไปลดความร้อนด้วยน้ำเย็น จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้งสนิท



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น มิอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 แสดงกรดที่ใช้ทำปฏิกิริยา (HCl , HNO_3 , H_2SO_4 และ H_3PO_4) (บนจากซ้ายไปขวา) และเบสที่ใช้ทำปฏิกิริยา (NaOH , KOH , Na_2CO_3 , และ K_2CO_3) (ล่างจากซ้ายไปขวา)

3.3.2.4 นำวัสดุคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน มาทำการคาร์บอนไนเซชัน เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและความเป็นคาร์บอนโดยการนำตัวอย่างจากข้อ 3.3.2.3 โดยการชั่งน้ำหนักวัสดุคาร์บอน จำนวน 5 กรัม ใส่ลงไปในเบ้าเรือเซรามิกส์ ขนาด A ดังรูปที่ 3.16 และนำเข้าเตาคาร์บอนไนเซชันที่ อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ใช้อัตราการให้ความร้อน (Heart rate) เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ดังรูปที่ 3.17

3.3.2.5 เมื่อทำการคาร์บอนไนเซชันตัวอย่างเสร็จเรียบร้อยแล้ว แล้วรอให้เบ้าเรือเย็นแล้วจึงทำการเก็บ สารตัวอย่างใส่ถุงซิปล็อค



รูปที่ 3.8 เบ้าเรือเซรามิกส์ สำหรับการคาร์บอนไนเซชันภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

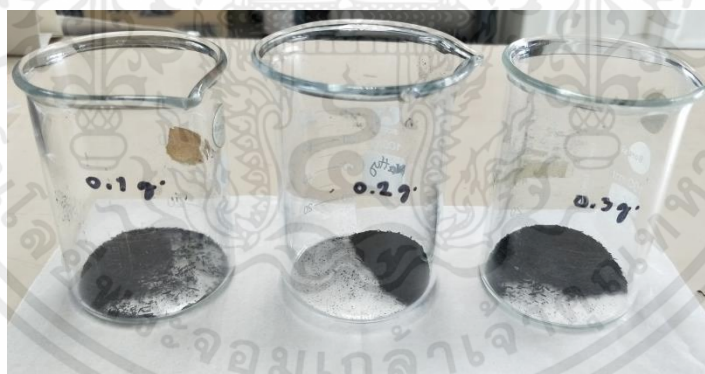


รูปที่ 3.9 เตาเผาสำหรับการคาร์บอนเซชันภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

3.3.3 การทดสอบการดูดซับสี้อม

การนำดอกปาล์มเทศผู้ที่เป็นเส้นใยนาโนคาร์บอน จากการผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันด้วยกรดและเบส และการคาร์บอนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง มาทดสอบการดูดซับสี้อม ในการทดลองการดูดซับสี้อมทำโดยใช้เมทิลีนบลู (Methylene blue)

3.3.3.1 นำเส้นใยนาโนคาร์บอนของดอกปาล์มเทศผู้มาทดสอบการดูดซับสี้อม ในการทดลองการดูดซับสี้อมโดยใช้สี้อมเมทิลีนบลู ที่ความเข้มข้น 25, 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยทำการชั่งเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.1, 0.2, และ 0.3 กรัม เทลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ดังรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.10 แสดงเส้นใยนาโนคาร์บอนของดอกปาล์มเทศผู้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 0.1, 0.2, และ 0.3 กรัม

3.3.3.2 ตวงสี้อมเมทิลีนบลู ที่ความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร เทลงในบีกเกอร์ที่มีการชั่งเส้นใยนาโนคาร์บอนไว้แล้วใส่แท่งแม่เหล็กสำหรับปั่นกวนสารปิดฝาด้วยกระจกนาฬิกา จากนั้นนำไป Stirrer โดยใช้ความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาที, อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส, เวลา 5 นาที ดังรูปที่ 3.19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะของเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.1, 0.2, และ 0.3 กรัม ที่ความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลา 5 นาที

3.3.3.3 ทำการชั่งเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.3 กรัม เทลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร และวางสีย้อมเมทิลีนบลู ที่ความเข้มข้น 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรลงในบีกเกอร์ใส่แท่งแม่เหล็กสำหรับปั่น กวนสารปัดผัดด้วยกระจกนาฬิกา จากนั้นนำไป Stirrer โดยใช้ความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาที, อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส, เวลา 10 และ 15 นาที ดังรูปที่ 3.21



รูปที่ 3.12 แสดงลักษณะของเส้นใยนาโนคาร์บอน 0.3 กรัม ที่ความเข้มข้น 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลา 10 และ 15 นาที (จากซ้ายไปขวา)

3.3.3.4 แล้วทำการกรองโดยใช้กรวยกรองและกระดาษกรอง เบอร์ 1 นำน้ำที่ได้จากการกรองไป เทใส่หลอดทดลอง ดังรูปที่ 3.22 และนำไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง (Ultraviolet-visible spectroscope; UV-Vis) โดยการเท น้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) ปรับเทียบ standard และจากนั้นก็ทำการวัด สารละลายเมทิลีนบลู โดยได้ λ_{max} เท่ากับ 667 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 แสดงการกรองสารด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และลักษณะของสารตัวอย่างที่ได้หลังจากการดูดซับด้วยสีย้อมเมทิลีนบลู (จากซ้ายไปขวา)

3.4 การตรวจวัดและวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ

นำตัวอย่างของเส้นใยนาโนคาร์บอนจากดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายปาล์มเปล่า ทั้งก่อนและหลังการทำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันเพื่อทำการวิเคราะห์ลักษณะและสมบัติต่างๆ ดังต่อไปนี้

3.4.1 การศึกษาโครงสร้างอณูฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างของสารตัวอย่างจากดอกปาล์มเพศผู้และทะเลายปาล์มเปล่าที่เปลี่ยนแปลงทั้งก่อนและหลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันและรวมถึงหลังการทำกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน สารตัวอย่างจะต้องทำ การเคลือบด้วยทอง (Au) โดยการ Sputtering ก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ด้วย เครื่อง SEM เพื่อให้พื้นผิวของตัวอย่างนั้นนำไฟฟ้า เมื่อทำการยิงอิเล็กตรอนไปยังพื้นผิวของสารตัวอย่าง ก็จะทำให้พื้นผิวของสารตัวอย่างมีความคมชัดขึ้นในการตรวจวัด โดยทำการใช้กำลังขยายที่ 500X และ 1000X ตามลำดับ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้... อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของวัสดุคาร์บอนด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด เรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) เพื่อศึกษาแนวโน้มของหมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชันโดยจะใช้หัวเพชรของเครื่องและโหมด Transmission ในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ทำการสแกนในช่วง 400 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1} และ Scan rate เท่ากับ 16



รูปที่ 3.15 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

3.4.3 การศึกษาพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาวัสดุคาร์บอนด้วยเทคนิคการดูดซับไนโตรเจน (Brunauer-Emmett-Teller; BET) เพื่อศึกษาแนวโน้มของพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน จากวัสดุเส้นใยนาโนคาร์บอน ทำโดยการชั่งสารตัวอย่างประมาณ 1 กรัม แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง BET โดยทำการ degas ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อกำจัดโมเลกุลของน้ำออกจากสารตัวอย่าง ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของสารตัวอย่าง



รูปที่ 3.16 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของวัสดุ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการ... อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และตั้งอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 การศึกษาการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างโดยเครื่อง (UV-VIS Spectrophotometer; UV-Vis) เพื่อศึกษาการดูดกลืนแสงของวัสดุเส้นใยนาโนคาร์บอน ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบส และการคาร์บอนไนเซชัน แล้วจึงนำมาทดสอบการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูโดยนำมาทดสอบโดยการเปรียบเทียบ blank ในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง โดยทำการวัดค่าดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 400 ถึง 700 นาโนเมตร



รูปที่ 3.17 เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรสโคปี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

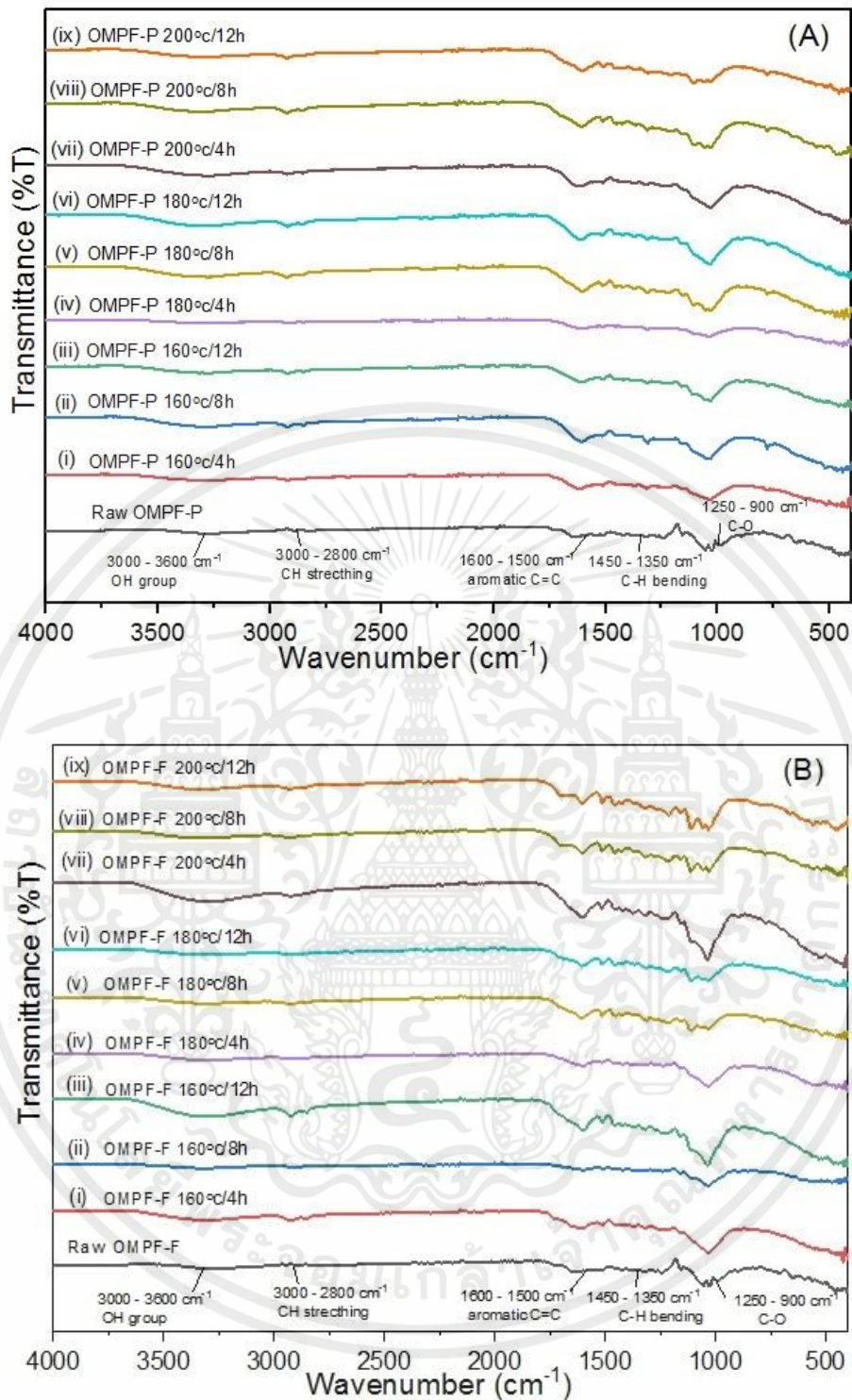
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน

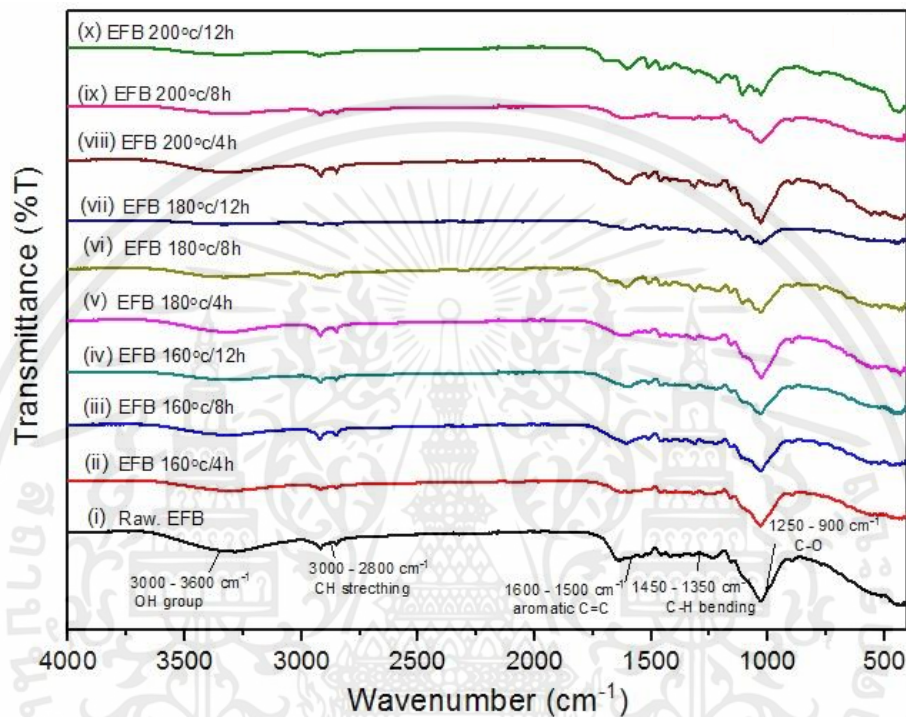
จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 แสดงผลของกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันแบบไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปล้า แล้วนำมาวิเคราะห์ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันเกิดขึ้นหลังจากกระบวนการไฮโดรเทอมัลในอุณหภูมิและเวลาต่างๆ โดยพบว่า ช่วงความยาวคลื่นในช่วง $3680-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ -OH stretching ในหมู่ไฮดรอกซิล หรือคาร์บอนิล [58] ช่วงความยาวคลื่นที่ 2925 cm^{-1} และ 2850 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ C-H stretching ในพอลิแซ็กคาไรด์ ประกอบไปด้วยเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ช่วงความยาวคลื่นที่ 1740 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่เอสเทอร์ของเฮมิเซลลูโลสหรือคาร์บอกซิลิกของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส [59] ในช่วงความยาวคลื่นที่ 1600 cm^{-1} และ 1512 cm^{-1} เป็นเป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน aromatic -C=C- stretching เป็น aromatic ring ของลิกนิน ช่วงความยาวคลื่นที่ 1460 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -CH₂- bending และช่วงความยาวคลื่นที่ $1200-950\text{ cm}^{-1}$ เป็นหมู่การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -C-O พิกช่วงนี้มีค่าลดลงเนื่องจากการแตกตัวของหมู่ฟังก์ชัน -C-O ขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า เมื่ออุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันมากขึ้น การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -OH stretching จะมีปริมาณลดลง เนื่องมาจากผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่เพิ่มขึ้น โดยขณะทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิด กระบวนการกำจัดน้ำออก (Dehydration), ดีคาร์บอกซิเลชัน (Decarboxylation) และกระบวนการควบแน่น (Condensation) เกิดขึ้นพร้อมกัน [60,61] ทำให้สมบัติทางเคมีของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปล้า หลังกระบวนการไฮโดรเทอมัล มีความเป็นคาร์บอนเพิ่มมากขึ้นหรือสามารถอธิบายได้อีกอย่าง คือ สารกลุ่มลิกโนเซลลูโลส ซึ่งประกอบด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน จะสลายตัวเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและเวลาที่สูงขึ้น ดังนั้นผลของอุณหภูมิและเวลาจะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปล้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 กราฟ FT-IR ของดอกปาล์ม(ผง) (A) ดอกปาล์ม(ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ และเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ดอกปาล์ม(ผง) 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (ii) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iii) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (iv) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (v) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (vi) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (vii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (viii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง และ (ix) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง, (B) ดอก

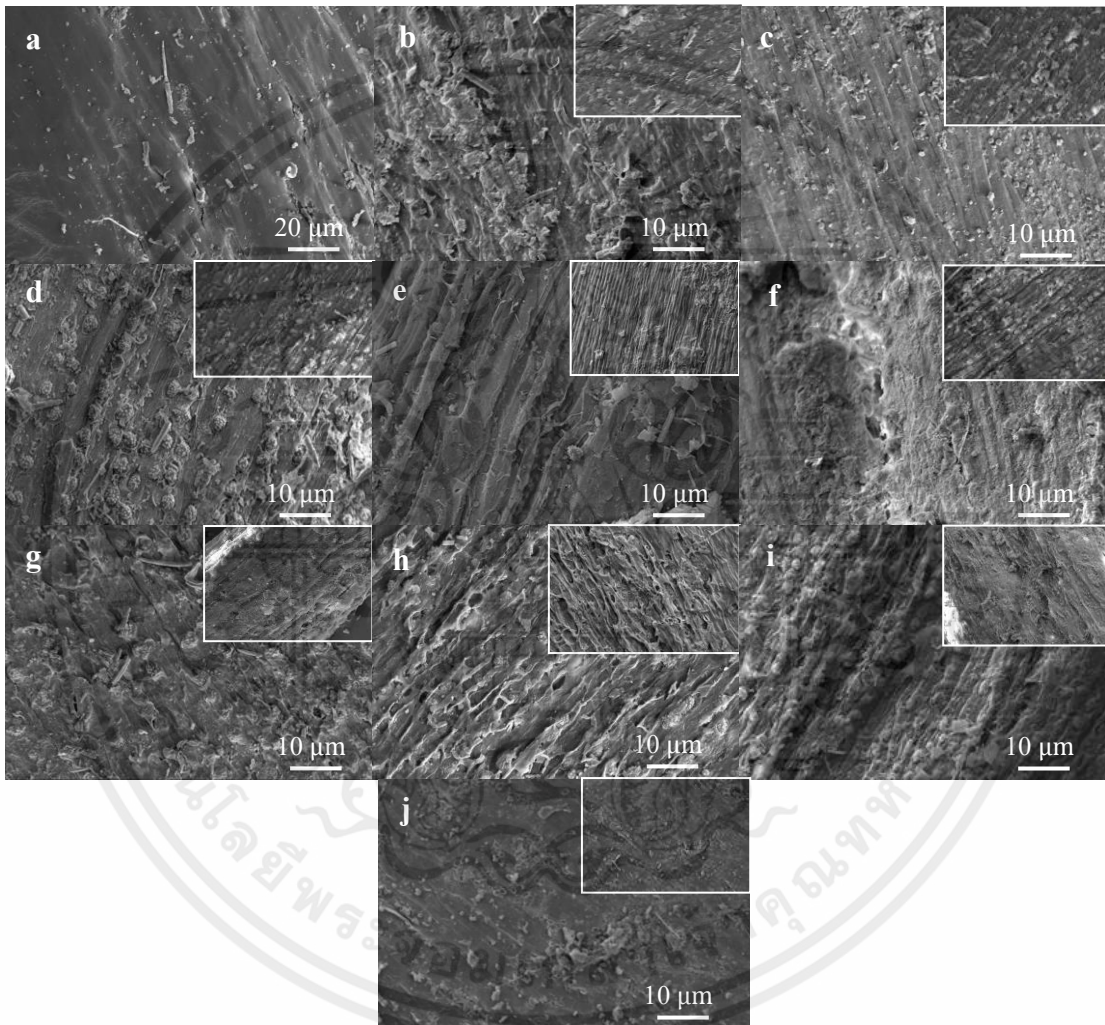
ปาล์ม(เส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ดอกปาล์ม(เส้นใย) 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (ii) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iii) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (iv) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (v) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (vi) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (vii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (viii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง และ (ix) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง



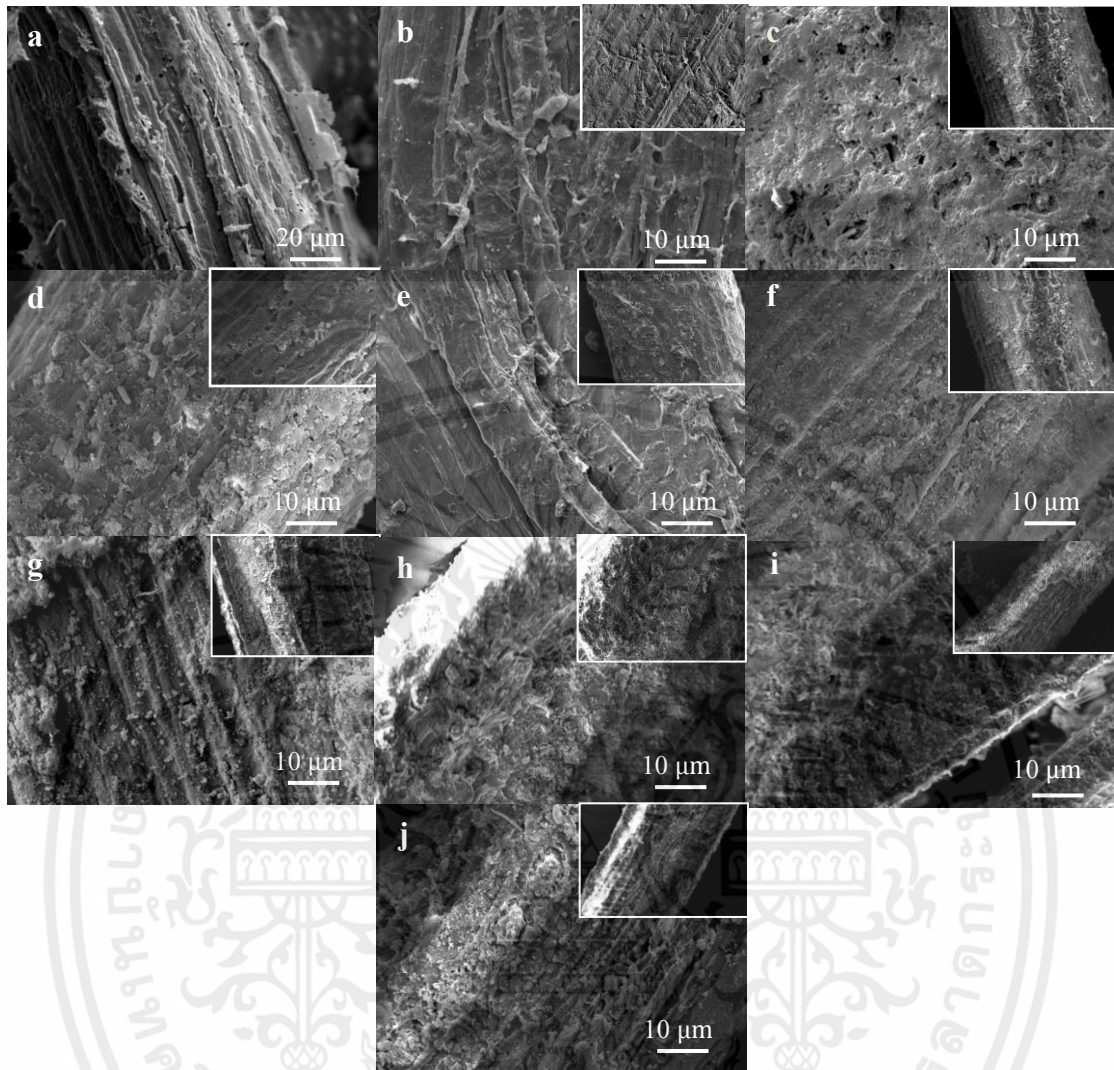
รูปที่ 4.2 กราฟ FT-IR ของทะลายปาล์ม ทะลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ทะลายปาล์ม (ii) ทะลายปาล์ม 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (v) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (vi) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (vii) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (viii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (ix) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (x) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.3, 4.4 และ 4.5 แสดงผลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนเซชันแบบไม่เต็มตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆของดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่า แล้วนำมาวิเคราะห์ศึกษาลักษณะโครงสร้างพื้นที่ผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์คุณลักษณะพื้นที่ผิว (Surface Area Analyzer) แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างพื้นที่ผิวของดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่า โดยลักษณะโครงสร้างของดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มก่อนการไฮโดรเทอร์มัล มีลักษณะโครงสร้างเป็นผิวเรียบที่มีความขรุขระน้อย เมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 160-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-12 ชั่วโมง พบว่า ดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่า มีโครงสร้างบริเวณพื้นที่ผิวที่มีความขรุขระและแสดง

การแตกตัวมากขึ้นหลังจากกระบวนการไฮโดรเทอมัลความเป็นรูปพรุนของพื้นผิวของผลิตภัณฑ์ไฮโดรซาร์จะเพิ่มขึ้นส่งผลให้มีพื้นที่ผิวนั้นเพิ่มขึ้นและเกิดช่องว่างเล็กบนพื้นผิว โดยช่องว่างเหล่านี้ทำให้สลายสารประกอบจากชีวมวลง่ายขึ้น [59] เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลอุณหภูมิสูงขึ้น คือที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จะสามารถสังเกตเห็นบริเวณโครงสร้างพื้นผิวเกิดการเปลี่ยนแปลงได้อย่างชัดเจน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษากระบวนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 4-12 ชั่วโมง ในขั้นตอนต่อไปเพื่อเปรียบเทียบหาเงื่อนไขที่ดีที่สุด

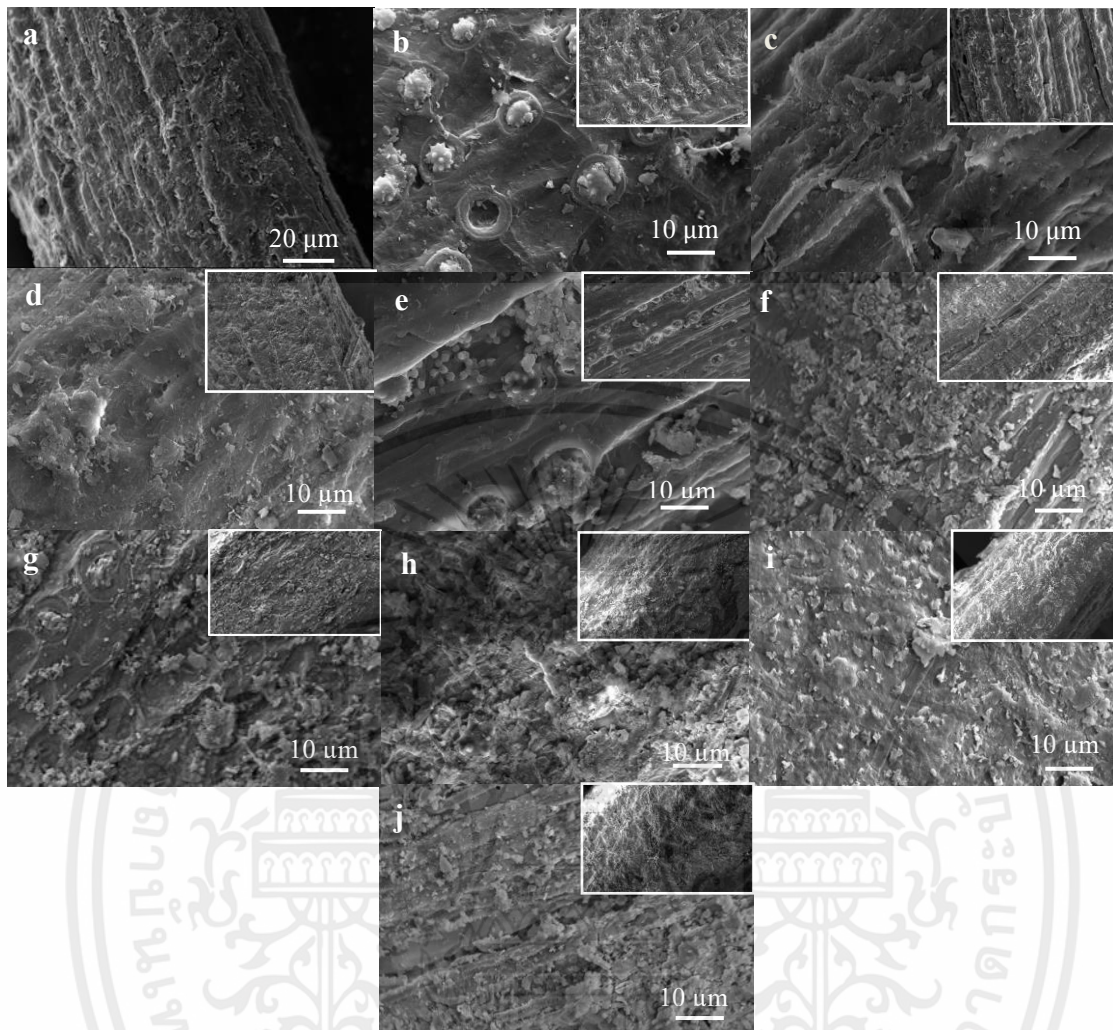


รูปที่ 4.3 ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ดอกปาล์มเทศผู้ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (b) 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (c) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (d) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (e) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (f) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (g) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (h) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (i) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (j) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ดอกปาล์มเพศผู้ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และ ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (b) 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (c) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (d) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (e) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (f) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (g) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (h) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (i) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (j) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X และ 1000X) ของทะเลยปาล์ม (a) ภาพ SEM (กำลังขยาย 500X) ทะเลยปาล์มที่ยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ ทะเลยปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (b) 160 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (c) 160 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (d) 160 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (e) 180 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (f) 180 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (g) 180 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (h) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (i) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (j) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

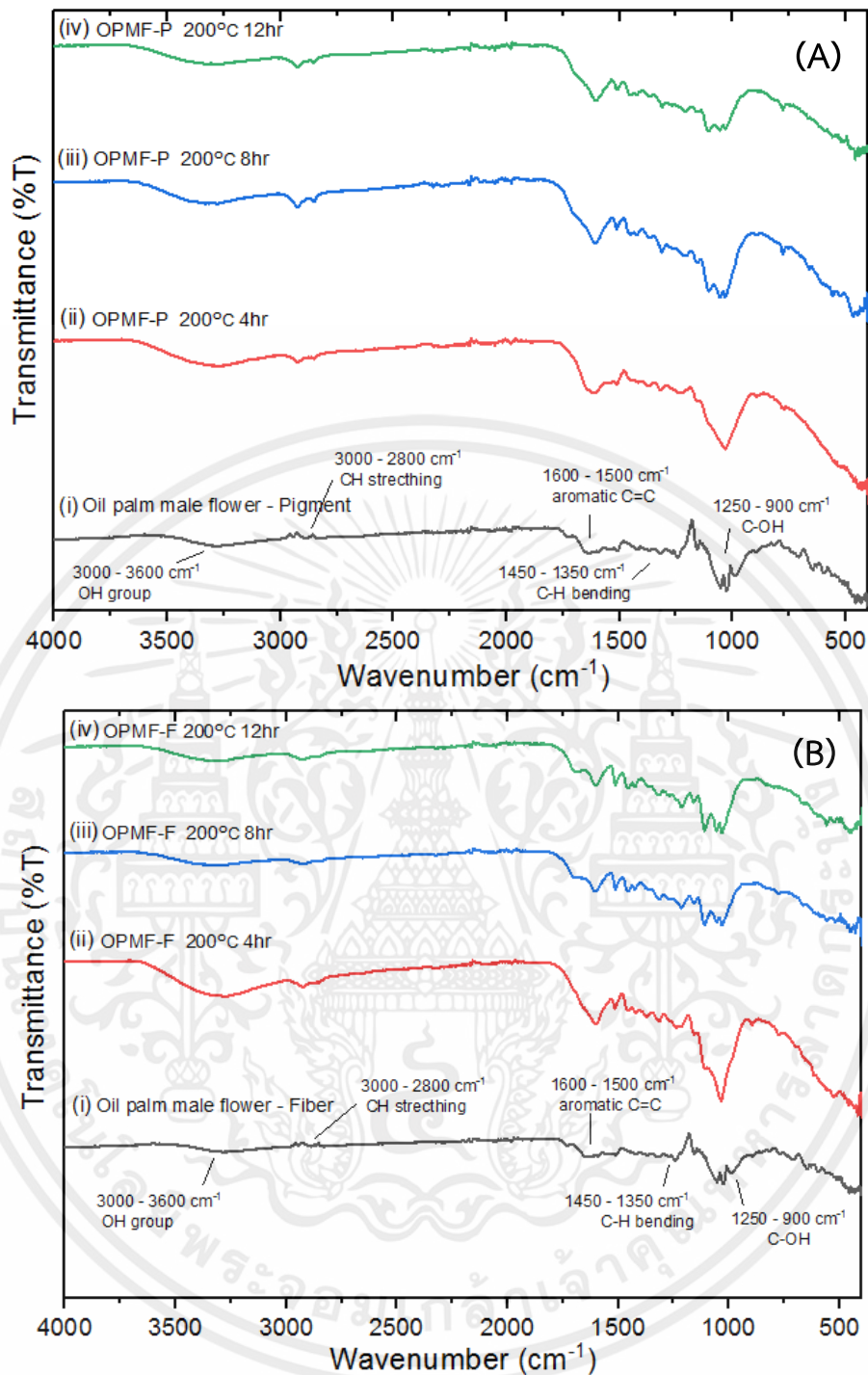
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาในการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่ 200 องศาเซลเซียสและเวลาที่แตกต่างกัน

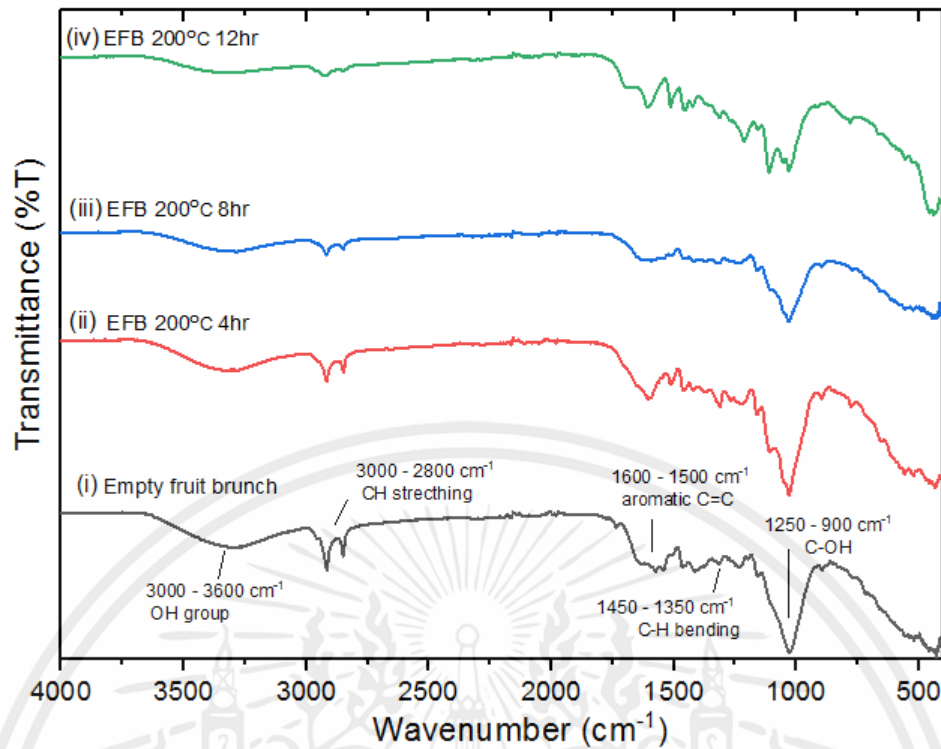
จากรูปที่ 4.6 และ 4.7 แสดงผลของกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันแบบไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเวลาที่แตกต่างกันของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปล่านั้นนำมาวิเคราะห์ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันเกิดขึ้นหลังจากกระบวนการไฮโดรเทอมัล โดยพบว่า เมื่อทำการศึกษาและเปรียบเทียบหาผลของเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส แต่เวลาที่ใช้แตกต่างกัน โดยช่วงความยาวคลื่น ในช่วง $3680-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ -OH stretching ในหมู่ไฮดรอกซิล หรือคาร์บอนิล โดยหลังจากกระบวนการไฮโดรเทอมัล พบว่ามีค่าลดลงเนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันจะเกิดกระบวนการกำจัดน้ำออก (Dehydration) [56] ช่วงความยาวคลื่นที่ 2925 cm^{-1} และ 2850 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ C-H stretching ในพอลิแซ็กคาไรด์ ประกอบไปด้วยเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ช่วงความยาวคลื่นที่ 1740 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่เอสเทอร์ของเฮมิเซลลูโลสหรือคาร์บอซีลิกของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส [57] ในช่วงความยาวคลื่นที่ 1600 cm^{-1} และ 1512 cm^{-1} เป็นเป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน aromatic -C=C- stretching เป็น aromatic ring ของลิกนินและ aromatic group ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชัน ช่วงความยาวคลื่นที่ 1460 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -CH₂- bending และช่วงความยาวคลื่นที่ $1200-950\text{ cm}^{-1}$ เป็นหมู่การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -C-O โดยพีคช่วงนี้มีค่าลดลงเนื่องจากการแตกตัวของหมู่ฟังก์ชัน -C-O ขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน

จากผลการวิเคราะห์กราฟ FT-IR ข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า กระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะทำให้โครงสร้างของลิกโนเซลลูโลส เกิดการแตกตัวจากเส้นใยขนาดใหญ่ให้มีขนาดเล็กลงได้ดีที่สุด และทำให้วัสดุลิกโนเซลลูโลสและลิกนินจะเกิดการสลายตัวได้ในกระบวนการนี้ซึ่งสอดคล้องกับผลของ SEM ที่ได้จากรูปที่ 4.3, 4.4 และ 4.5 ที่แสดงลักษณะโครงสร้างของพื้นที่ผิวเกิดการแตกตัวมากที่สุดที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้ (ผงและเส้นใย) (A) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) (ii) ดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (B) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (i) ดอกปาล์มเพศผู้ (เส้นใย) (ii) ทะลายปาล์ม 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง



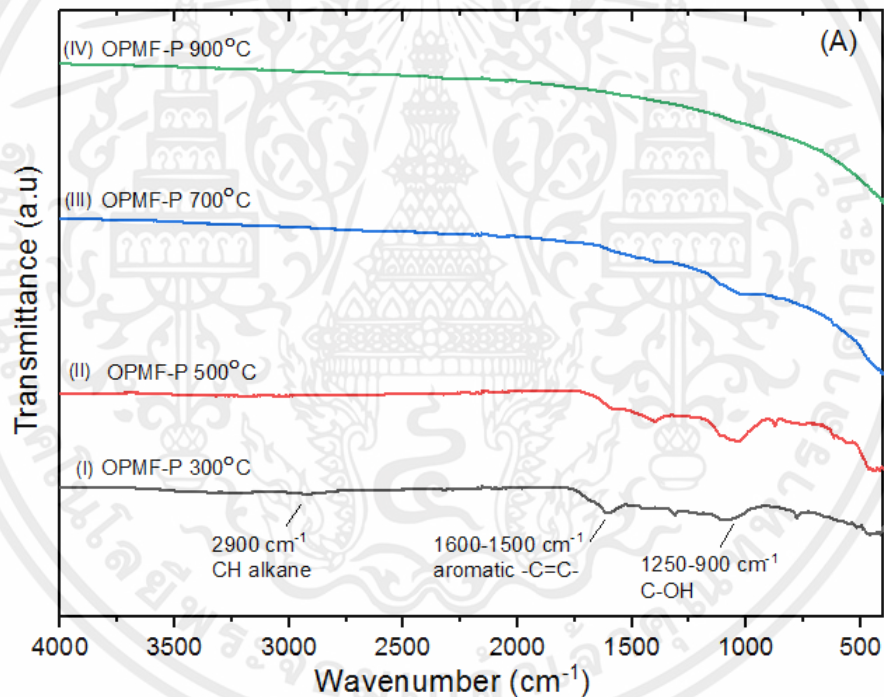
รูปที่ 4.7 กราฟ FT-IR ของทะเลาะปาล์ม (A) ทะเลาะปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส และเวลาที่แตกต่างกัน โดย (i) ทะเลาะปาล์ม (ii) ทะเลาะปาล์ม 200 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง (iii) 200 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง (iv) 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

4.2 ผลของอุณหภูมิของกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

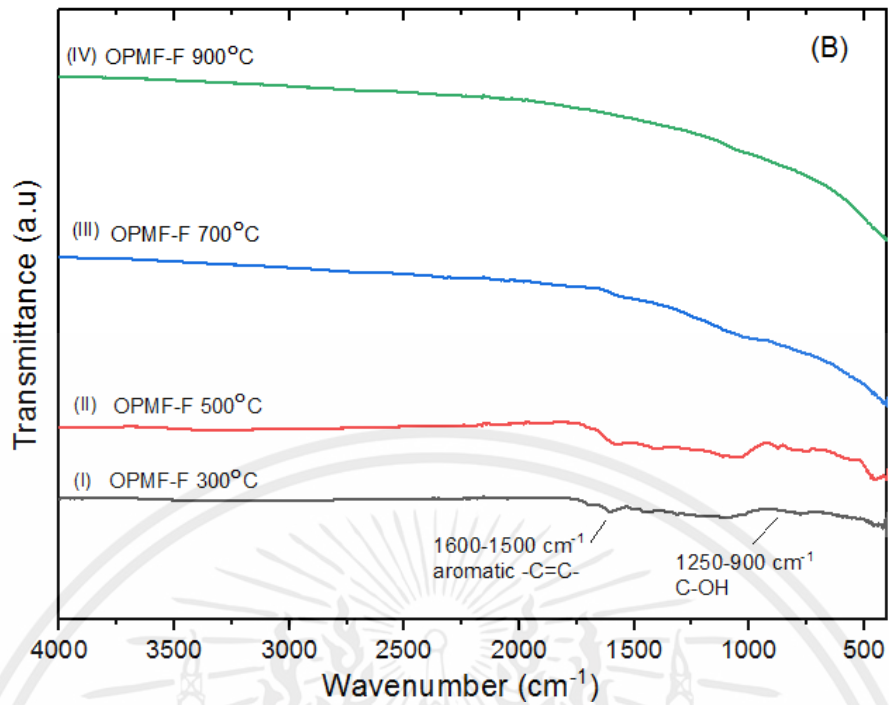
จากรูปที่ 4.8 และ 4.9 แสดงผลของกระบวนการคาร์บอนไนเซชันแบบไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆของดอกปาล์มเพศผู้และทะเลาะปาล์มเปล่าภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน แล้วนำมาวิเคราะห์ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันเกิดขึ้นหลังจากกระบวนการคาร์บอนไนเซชันในอุณหภูมิและเวลาต่างๆ โดยพบว่า ดอกปาล์มเพศผู้ และทะเลาะปาล์มเปล่าที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 300 และ 500 องศาเซลเซียส ยังคงมีหมู่ฟังก์ชันเหลืออยู่ เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการคาร์บอนไนเซชันยังไม่สูงมากพอที่จะทำให้หมู่ฟังก์ชันนั้นหายไป โดยที่อุณหภูมิคาร์บอนไนเซชันที่ 300 และ 500 °C พบว่ายังคงปรากฏหมู่ฟังก์ชัน aromatic $-C=C-$ stretching ช่วงความยาวคลื่นที่ 1600 cm^{-1} และหมู่ฟังก์ชัน $-C-O$ ช่วงความยาวคลื่นที่ $1250 - 950\text{ cm}^{-1}$ ของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนินยังคงเหลืออยู่ปริมาณเพียงเล็กน้อย เนื่องจากโครงสร้างของลิกนินยังคงย่อยสลายไปไม่หมดยังคงเหลืออยู่ ส่วนหมู่ฟังก์ชัน OH stretching และ หมู่ฟังก์ชัน C-H blending นั้นจะหายไป เนื่องจากไม่สามารถทนต่ออุณหภูมิความร้อนที่สูงได้ ส่วนที่อุณหภูมิคาร์บอนไนเซชันที่ 700 และ 900 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณของหมู่ฟังก์ชันนั้น

ลดลงมากจนไม่เหลือหมู่ฟังก์ชันนั้นอยู่ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างลิกโนเซลลูโลสอย่างเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ถูกความร้อนย่อยสลายหมดแล้ว เนื่องมาจากผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่เพิ่มสูงขึ้น จากผลการวิเคราะห์ข้างต้น สามารถสรุปได้ว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาระบวนการคาร์บอนไนเซชันเพิ่มขึ้น ปริมาณของหมู่ฟังก์ชันต่างๆจะลดลง เนื่องจากผลิตภัณฑ์ของสารตัวอย่างมีคุณสมบัติที่เป็นคาร์บอนเพิ่มมากขึ้น ด้วยเหตุผลนี้จึงน่าจะมีสามารถในการดูดซับสีย้อมได้ดี

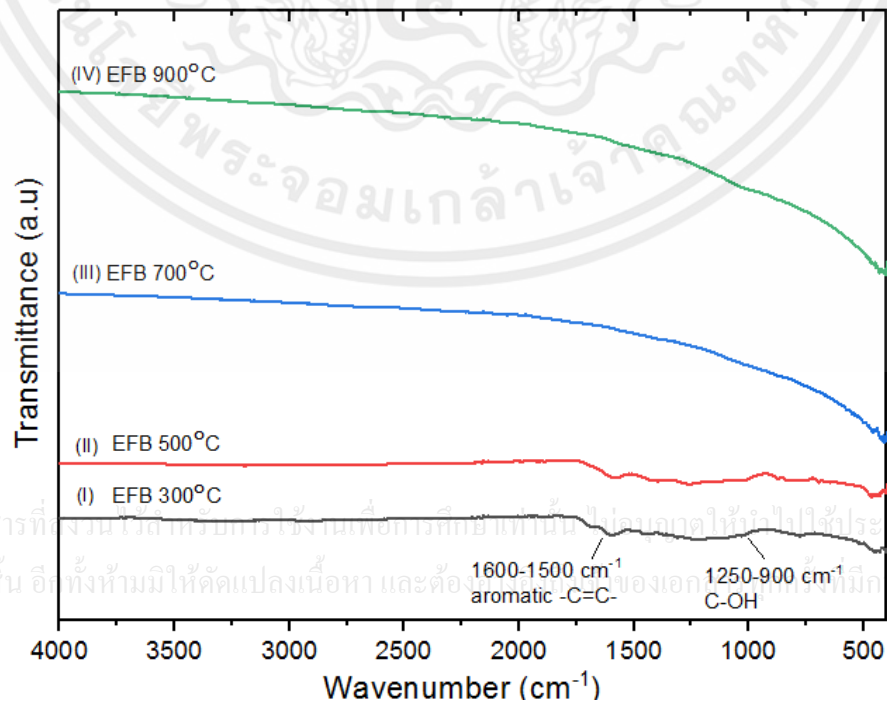
ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสังเกตเห็นที่จะนำ ดอกปาล์มเทศผู้ที่เป็นผง มาทำปฏิกิริยาระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดและเบส แล้วทำการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน เนื่องจากดอกปาล์มเทศผู้ที่เป็นผง แสดงให้เห็นว่าลักษณะของผง มีบริเวณผิวหน้าโครงสร้างจะเกิดการแตกหักแยกออกจากกัน และมีลักษณะความเป็นขรุขระมีรูพรุนปริมาณเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น และส่งผลให้ผลิตภัณฑ์นั้นมีความเป็นคาร์บอนสูงขึ้น จึงน่าจะเหมาะนำมาเป็นวัสดุดูดซับ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 กราฟ FT-IR ของของดอกปาล์มเทศผู้ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกันภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน (A) ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดย (i) ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) 300 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (ii) 500 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 900 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (B) ดอกปาล์มเทศผู้ (เส้นใย) (i) ดอกปาล์มเทศผู้ (เส้นใย) 300 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (ii) 500 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 900 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์การใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่ขอสงวนสิทธิ์ในการนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องขอสงวนสิทธิ์ของเอกสารฉบับนี้ไว้

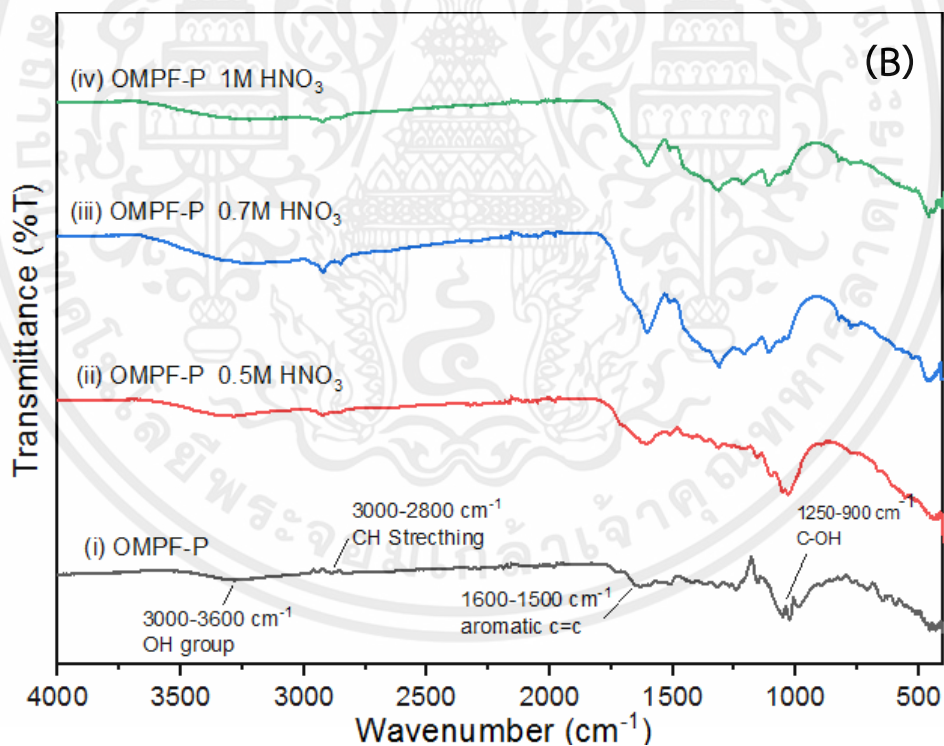
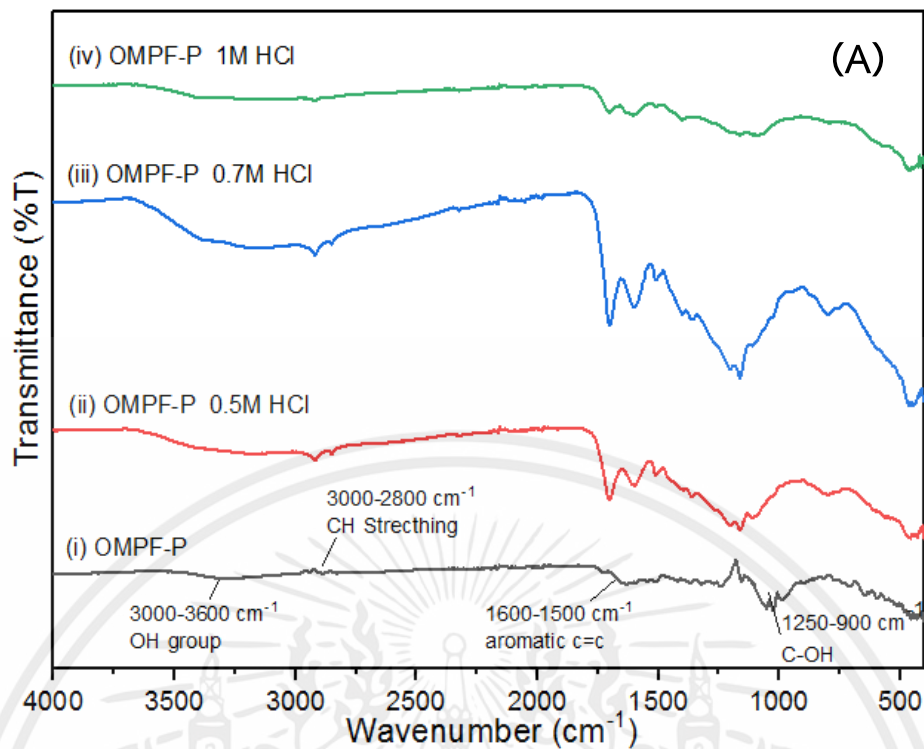
รูปที่ 4.9 กราฟ FT-IR ของทะเลาะปาล์ม ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกันภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน โดย (i) ทะเลาะปาล์ม (ii) ทะเลาะปาล์ม ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน 300 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iii) 500 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง (iv) 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง และ (v) 900 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง

4.3 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)

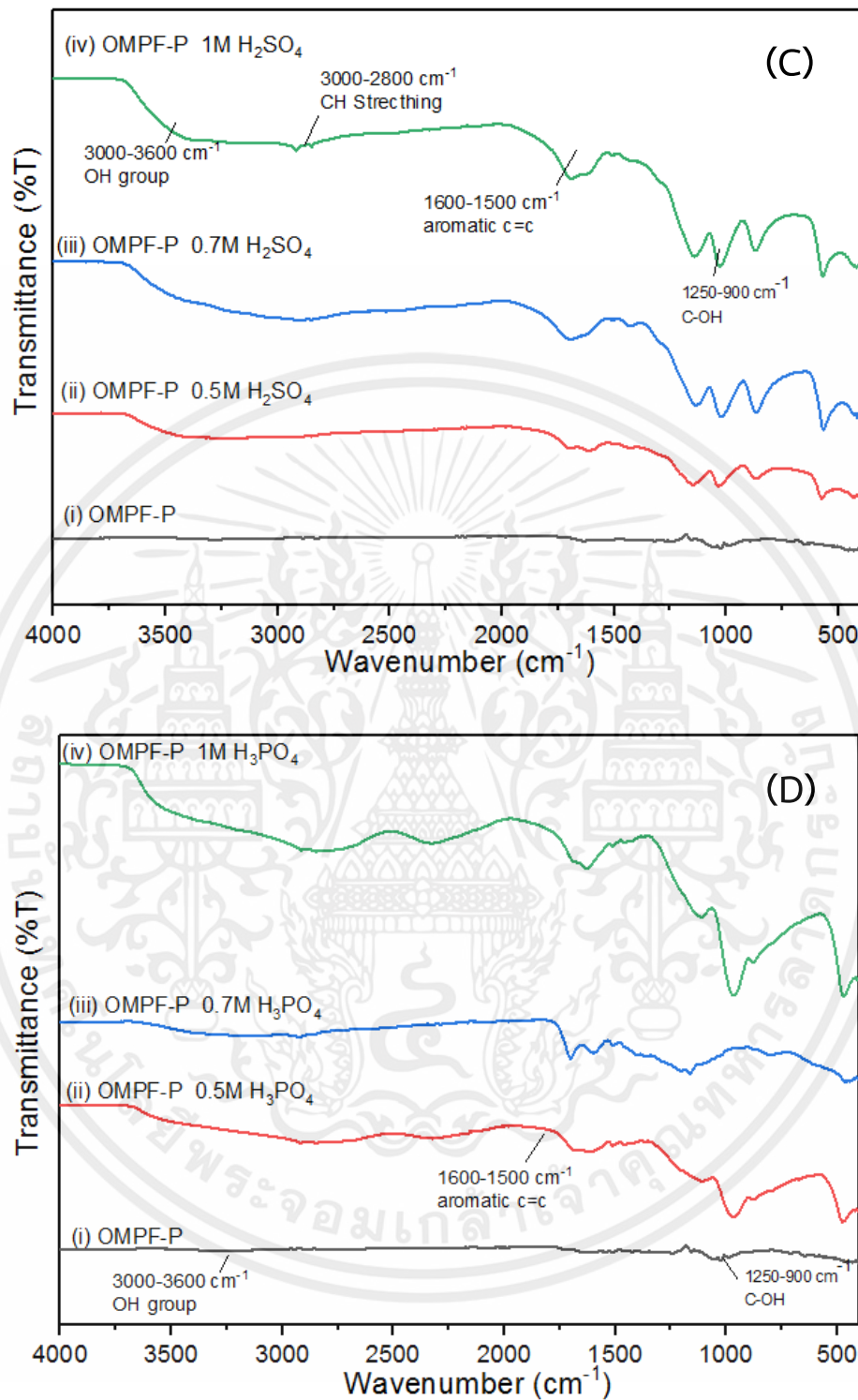
4.3.1 ผลกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลของดอกปาล์มเพศผู้ที่เติมชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)

จากรูปที่ 4.10 และ 4.11 แสดงผลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอนไนเซชันแบบเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบสที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) แล้วนำมาวิเคราะห์ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ จากกราฟแสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันเกิดขึ้นหลังจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลในอุณหภูมิและเวลาต่างๆ โดยพบว่า ช่วงความยาวคลื่น ในช่วง $3680-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ -OH stretching ในหมู่ไฮดรอกซิล หรือคาร์บอนิล [56] ช่วงความยาวคลื่นที่ 2925 cm^{-1} และ 2850 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ C-H stretching ในพอลิแซ็กคาไรด์ ประกอบไปด้วยเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ช่วงความยาวคลื่นที่ 1740 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่เอสเทอร์ของเฮมิเซลลูโลสหรือคาร์บอกซิลิกของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส [57] ในช่วงความยาวคลื่นที่ 1600 cm^{-1} และ 1512 cm^{-1} เป็นเป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน aromatic -C=C- stretching เป็น aromatic ring ของลิกนิน ช่วงความยาวคลื่นที่ 1460 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -CH₂- bending และช่วงความยาวคลื่นที่ $1200-950\text{ cm}^{-1}$ เป็นหมู่การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -C-O พิคช่วงนี้มีค่าลดลงเนื่องจากการแตกตัวของหมู่ฟังก์ชัน -C-O ขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอนไนเซชัน จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า เมื่ออุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอนไนเซชันมากขึ้น การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน -OH stretching จะมีปริมาณลดลง เนื่องมาจากผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอนไนเซชันที่เพิ่มขึ้น โดยขณะทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิด กระบวนการการกำจัดน้ำออก (Dehydration), ดีคาร์บอกซิเลชัน (Decarboxylation) และกระบวนการควบแน่น (Condensation) รวมถึงปฏิกิริยากรดเบสที่เกิดขึ้นพร้อมกัน [58] ทำให้สมบัติทางเคมีของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล มีความเป็นคาร์บอนเพิ่มมากขึ้น โดยสารกลุ่มลิกโนเซลลูโลส ซึ่งประกอบด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน จะสลายตัวเมื่ออุณหภูมิเวลาที่สูงขึ้น และอาจเป็นเพราะกรดและเบสเป็นตัวทำลายสลายโครงสร้างวัสดุเซลลูโลสทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความเป็นคาร์บอนมากขึ้นมีพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนเพิ่มมากขึ้น

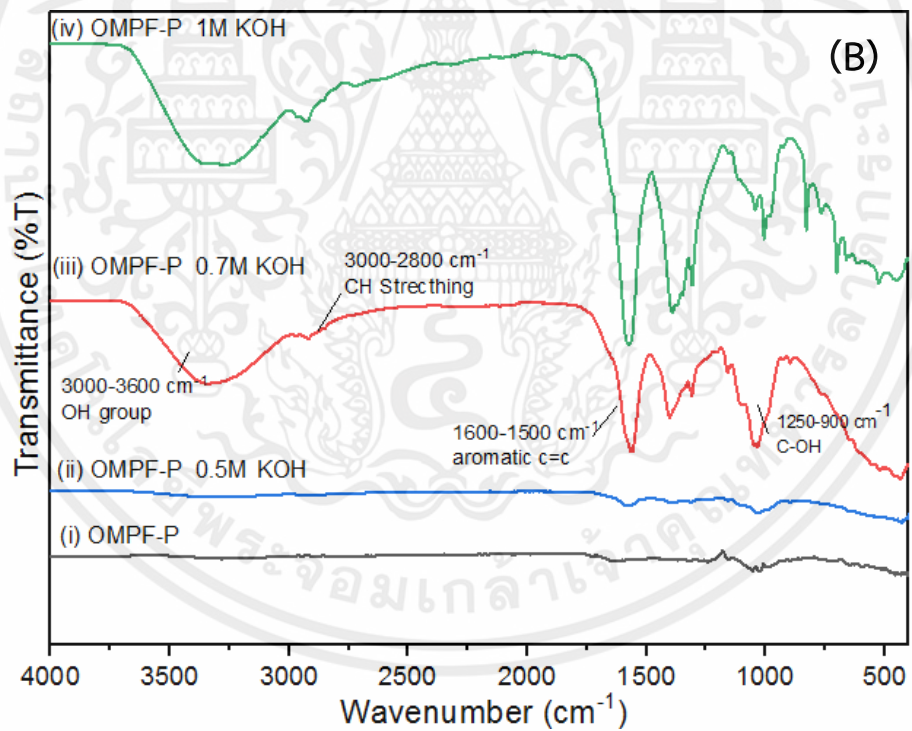
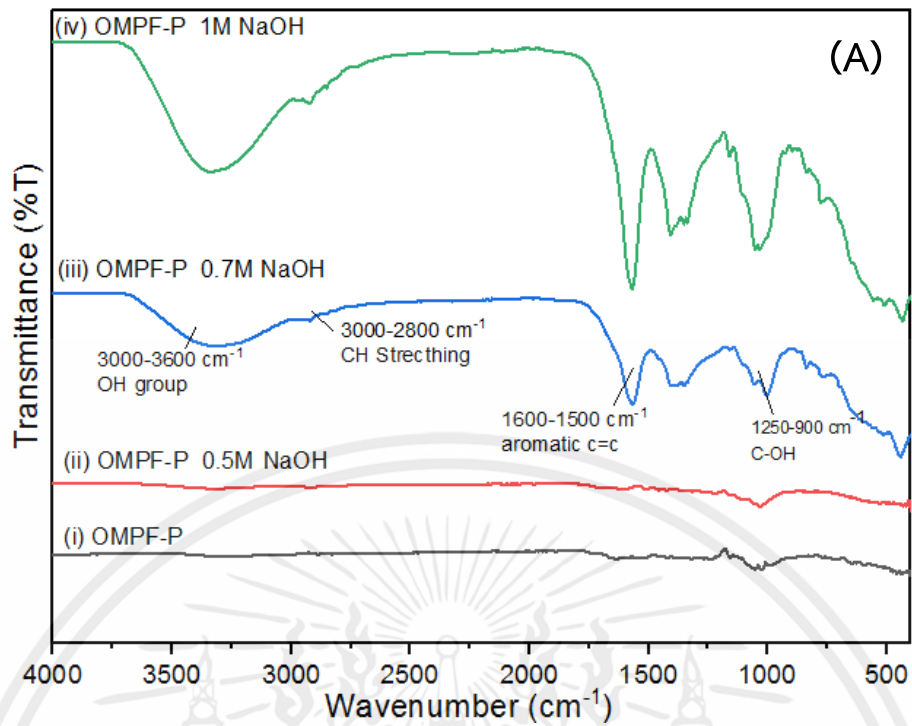
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



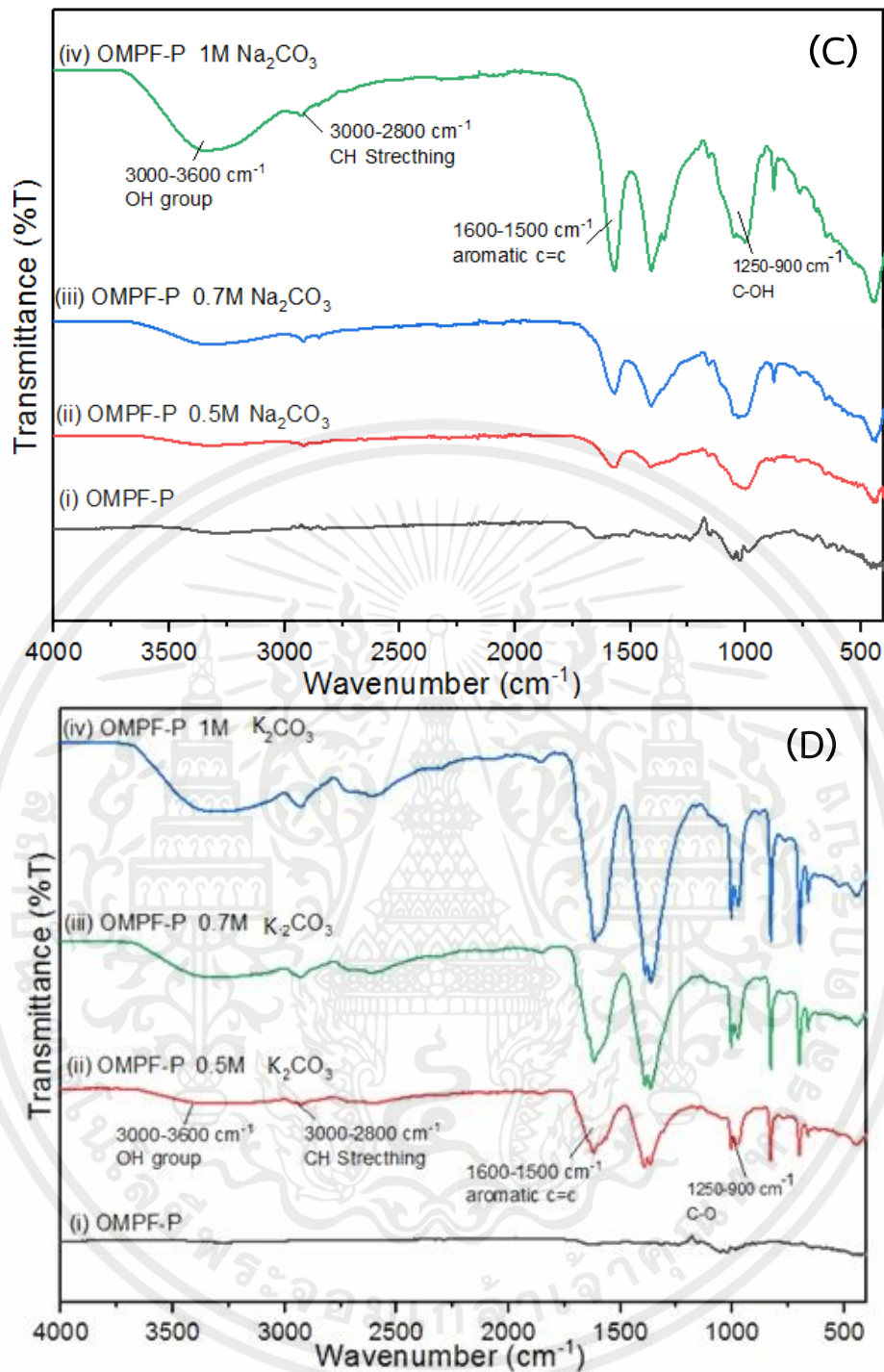
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ที่ผ่านการไฮโดรเทอมัลที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (A) HCl, (B) HNO₃, (C) H₂SO₄ และ (D) H₃PO₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M



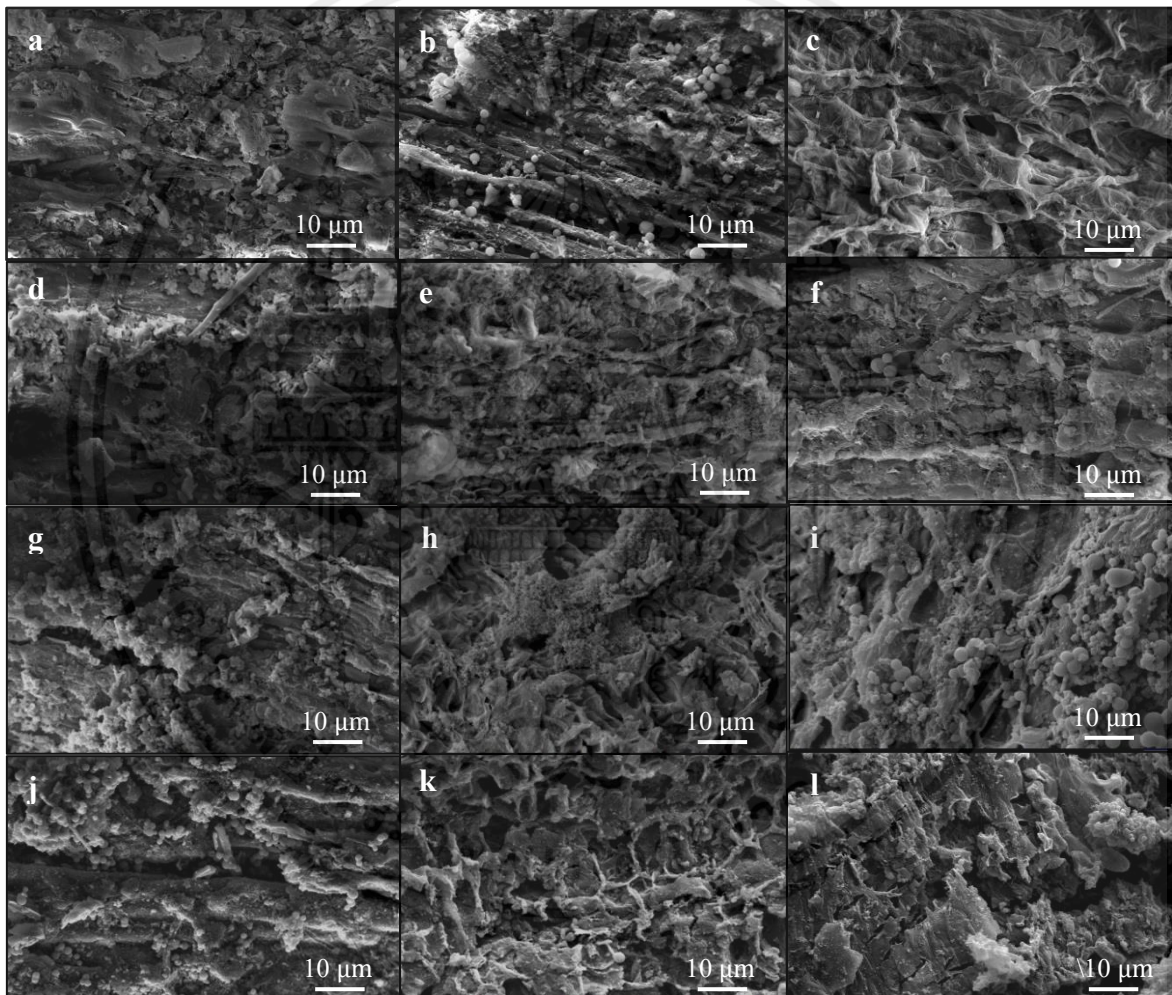
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 กราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเพศผู้(ผง) ที่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบสที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง (A) NaOH, (B) KOH, (C) Na_2CO_3 และ (D) K_2CO_3 ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M

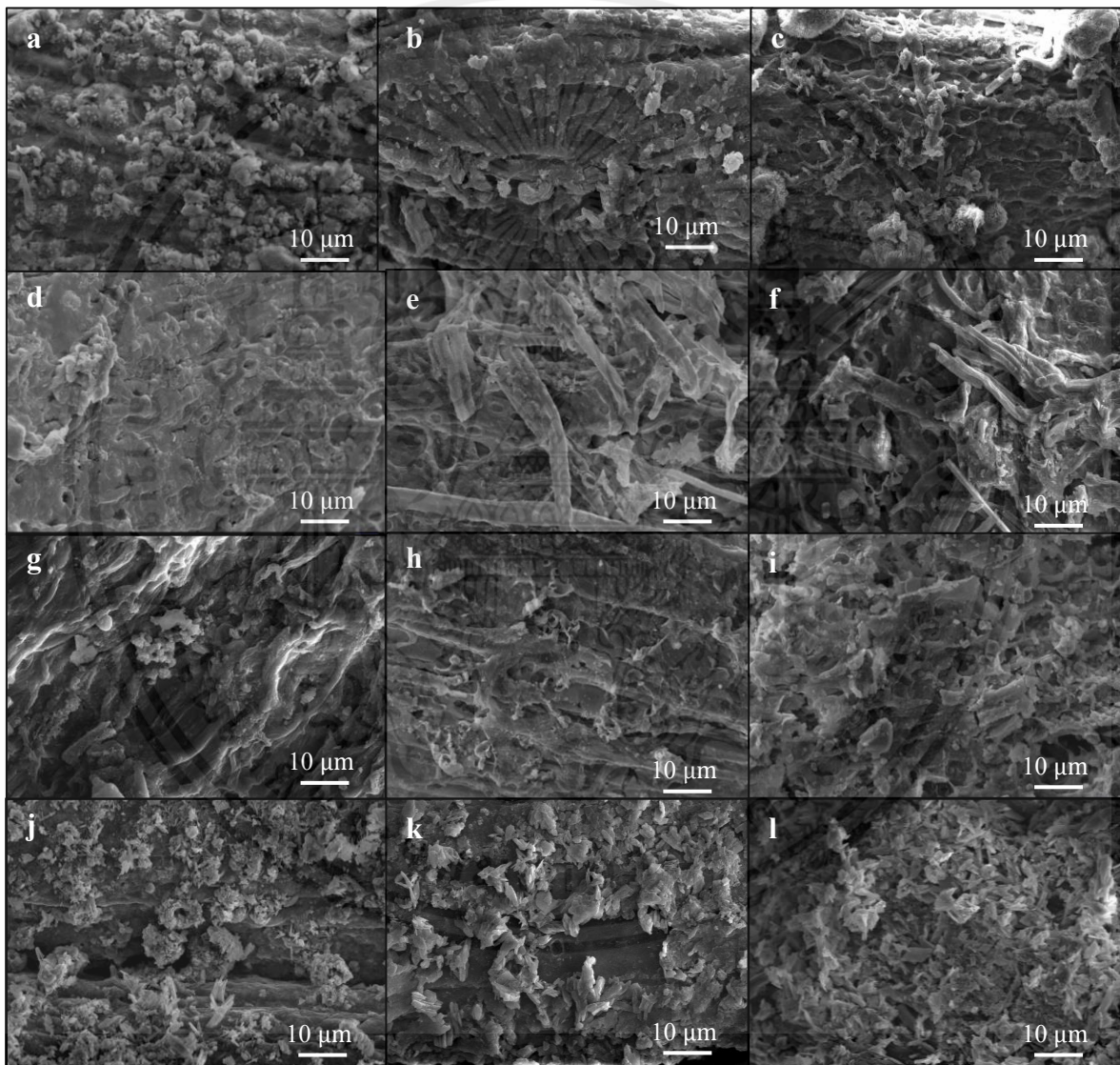
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.12 แสดงภาพ SEM ให้เห็นว่าดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมงโดยเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด HCl, HNO₃, H₂SO₄ และ H₃PO₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M จากรูปที่ (a-l) พบว่าโครงสร้างของดอกปาล์มเพศผู้ (ผง) นั้นเกิดการแตกตัว มีลักษณะขรุขระ สามารถสังเกตเห็นโครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์ที่ชัดเจนขึ้น และยังปรากฏคาร์บอนที่มีรูปทรงกลม (Carbon Sphere) ที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวมีลักษณะที่เป็นทรงกลมโดยขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและรูพรุนประมาณ 2µm ส่งผลทำให้ผลิตภัณฑ์มีความเป็นคาร์บอนที่เพิ่มขึ้น และนอกจากนี้จะเห็นได้ว่า ความเข้มข้นของกรดที่เพิ่มขึ้นนั้นส่งผลให้โครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์แตกตัวและมีลักษณะขรุขระมากขึ้น



รูปที่ 4.12 ภาพ SEM ของ ดอกปาล์ม(ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด (a) 0.5M HCl, (b) 0.7M HCl, (c) 1M HCl, (d) 0.5M HNO₃, (e) 0.7M HNO₃, (f) 1M HNO₃, (g) 0.5M H₂SO₄, (h) 0.7M H₂SO₄, (i) 1M H₂SO₄, (j) 0.5M H₃PO₄, (k) 0.7M H₃PO₄, (l) 1M H₃PO₄

จากรูปที่ 4.13 แสดงภาพ SEM ให้เห็นว่าดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมงโดยเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส NaOH, KOH, Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M จากรูปที่ (a-l) พบว่าโครงสร้างของดอกปาล์มเทศผู้(ผง)เกิดการแตกตัว มีลักษณะขรุขระ สามารถสังเกตเห็นโครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์ที่ชัดเจนขึ้น และปรากฏคาร์บอนที่มีรูปทรงกลม (Carbon Sphere) ที่เกิดขึ้นเล็กน้อยโดยมีลักษณะที่เป็นทรงกลมขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและรัศมีประมาณ $2 \mu\text{m}$ และนอกจากนี้จะเห็นได้ว่า ความเข้มข้นของเบสที่เพิ่มขึ้นนั้นส่งผลให้โครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์แตกตัวและมีลักษณะขรุขระมากขึ้น



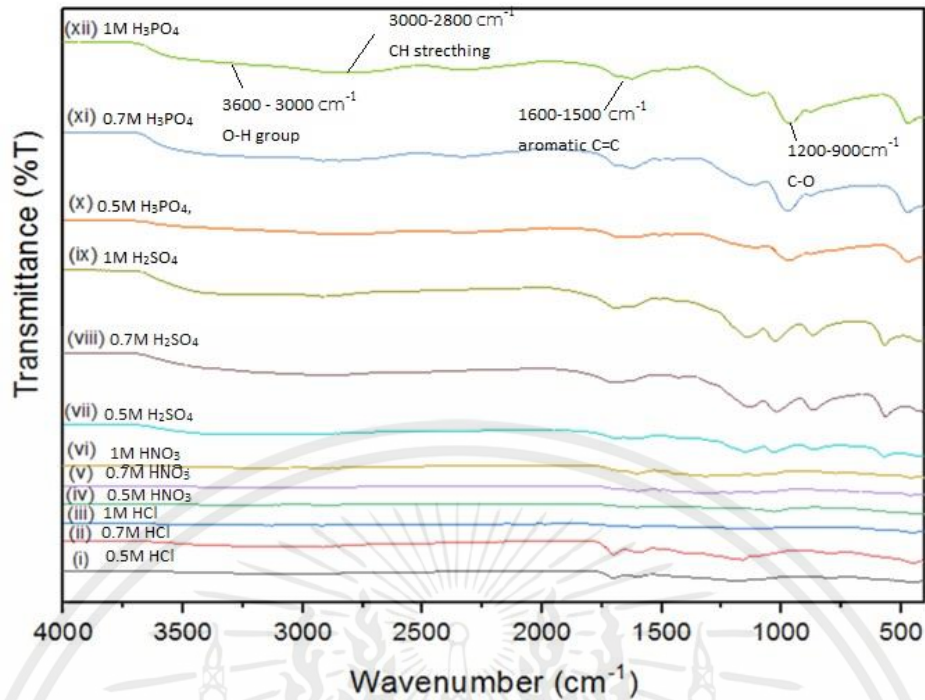
รูปที่ 4.13 ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส (a) 0.5M NaOH, (b) 0.7M NaOH, (c) 1M NaOH, (d) 0.5M KOH, (e) 0.7M KOH, (f) 1M KOH, (g) 0.5M Na_2CO_3 , (h) 0.7M Na_2CO_3 , (i) 1M Na_2CO_3 , (j) 0.5M K_2CO_3 , (k) 0.7M K_2CO_3 , (l) 1M K_2CO_3

4.3.2 ผลกระทบของการคาร์บอนไนเซชันของดอกปาล์มเทศผู้ที่เติมชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (กรด-เบส)

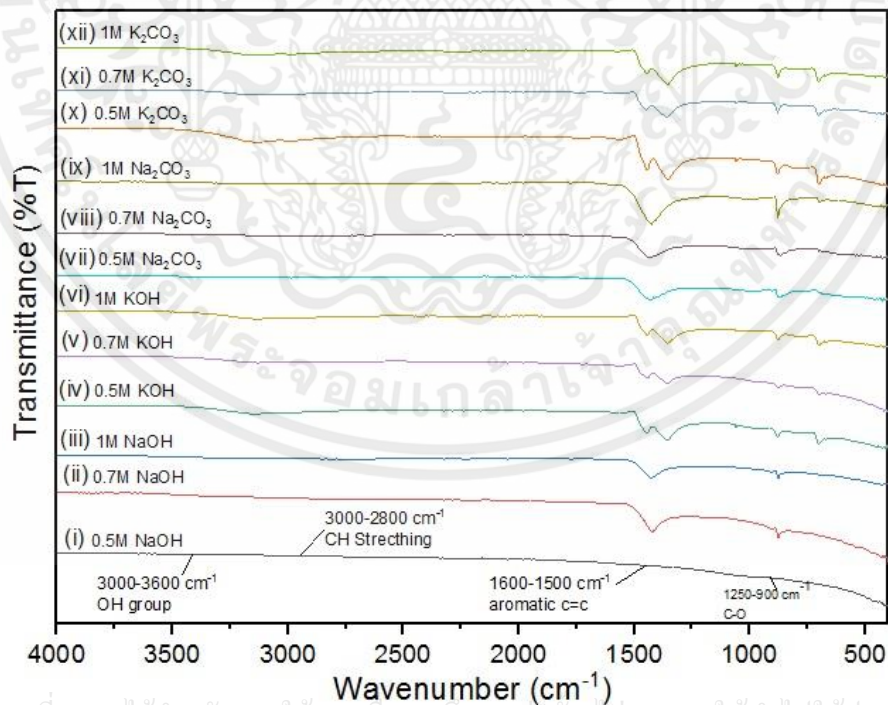
จากรูปที่ 4.14 และ 4.15 แสดงให้เห็นว่าเกิดพีค broad band ในช่วง $3680-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชัน -OH stretching ในหมู่ไฮดรอกซิลหรือคาร์บอนิล [58] พีคที่ 2925 cm^{-1} และ 2850 cm^{-1} เป็นหมู่ฟังก์ชัน C-H stretching ในพอลิแซ็กคาไรด์ หรือ bicarbonate [59] พีคที่ 1740 cm^{-1} เป็นหมู่ฟังก์ชันเอสเทอร์ของเฮมิเซลลูโลสหรือคาร์บอซีลิกของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส ในช่วงพีคที่ 1600 cm^{-1} และ 1512 cm^{-1} เป็นหมู่ฟังก์ชัน aromatic -C=C- stretching เป็น aromatic ring ของลิกนิน พีคที่ 1460 cm^{-1} เป็นหมู่ฟังก์ชัน -CH₂- bending พีคช่วง $1200-950\text{ cm}^{-1}$ เป็นหมู่ -C-O [60] จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า เมื่ออุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลคาร์บอนไนเซชันมากขึ้น หมู่ฟังก์ชัน -OH stretching จะมีปริมาณลดลง เนื่องจากสารกลุ่มลิกโนเซลลูโลส ซึ่งประกอบด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน จะสลายตัวเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น

ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน (รูปที่ 4.14 และ 4.15) แสดงหมู่ฟังก์ชันส่วนใหญ่หายไป ปริมาณหมู่ฟังก์ชันนั้นลดลงเป็นจำนวนมาก ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความเป็นคาร์บอนมากขึ้น ผลิตภัณฑ์ที่ถูกกระตุ้นด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดและแต่ละความเข้มข้นจะแสดงการเกิดพีคในปริมาณที่แตกต่างกัน ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ถูกกระตุ้นด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบส จะมีปริมาณของหมู่ฟังก์ชัน -OH ที่น้อยกว่าการที่ไม่ได้ถูกกระตุ้นด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



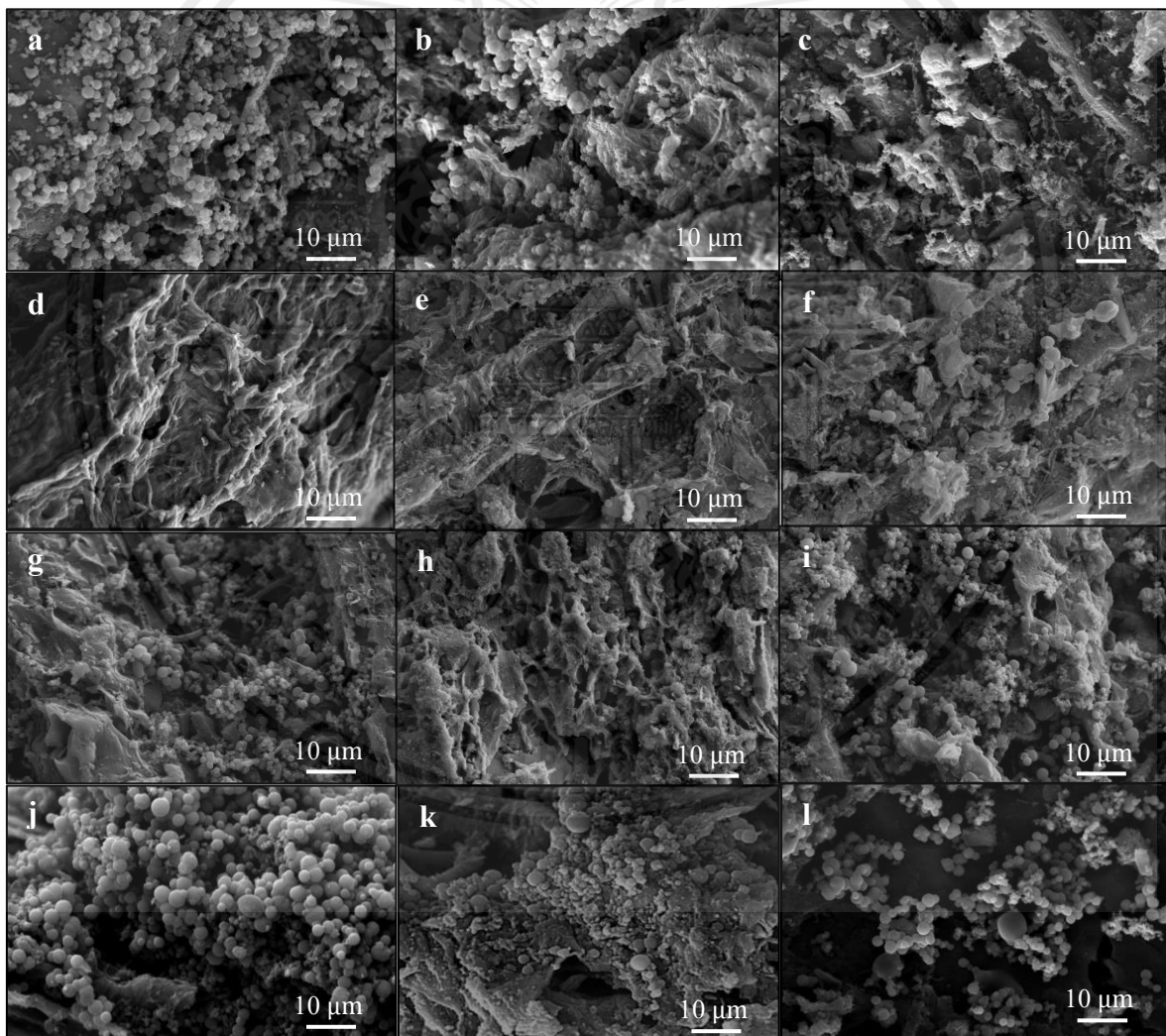
รูปที่ 4.14 แสดงกราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ของกรด HCl, HNO₃, H₂SO₄ และ H₃PO₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M ที่ผ่านปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

รูปที่ 4.15 แสดงกราฟ FT-IR ของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ของเบส NaOH, KOH, Na₂CO₃ และ K₂CO₃ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M ที่ผ่านปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน

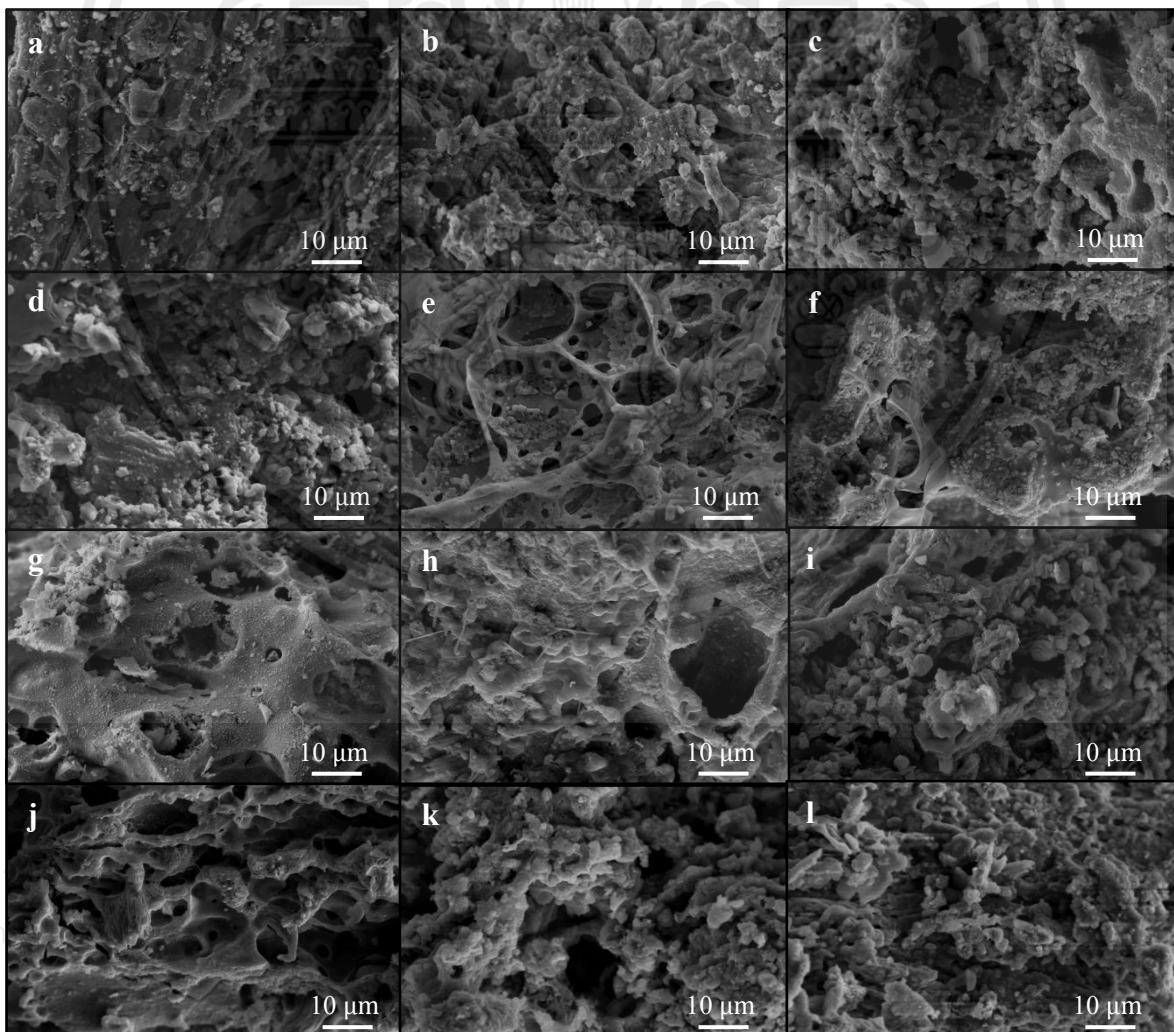
จากรูปที่ 4.16 ภาพ SEM แสดงให้เห็นว่าดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมงและผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด HCl, HNO₃, H₂SO₄ และ H₃PO₄ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M จากรูปที่ (a-l) พบว่าโครงสร้างของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) นั้นเกิดการแตกตัวบริเวณพื้นผิวและมีลักษณะขรุขระ สามารถสังเกตเห็นโครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์ที่ชัดเจนมากขึ้น และปรากฏคาร์บอนที่มีรูปทรงกลม (Carbon Sphere) ที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวเป็นบริเวณกว้างโดยมีลักษณะที่เป็นทรงกลมโดยขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและรูพรุนประมาณ 2 μm ส่งผลให้มีความเป็นคาร์บอนที่เพิ่มขึ้น และนอกจากนี้จะเห็นได้ว่า ความเข้มข้นของกรดที่เพิ่มขึ้นนั้นส่งผลให้โครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์แตกตัวและมีลักษณะขรุขระมากขึ้นและปรากฏคาร์บอนที่มีรูปทรงกลม (Carbon Sphere) มากขึ้นตามด้วย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจากรูปที่ 4.16 ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ (700°C, 2 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่ง

ปฏิกิริยากรด (a) 0.5M HCl, (b) 0.7M HCl, (c) 1M HCl, (d) 0.5M HNO₃, (e) 0.7M HNO₃, (f) 1M HNO₃, (g) 0.5M H₂SO₄, (h) 0.7M H₂SO₄, (i) 1M H₂SO₄, (j) 0.5M H₃PO₄, (k) 0.7M H₃PO₄, (l) 1M H₃PO₄

จากรูปที่ 4.17 ภาพ SEM แสดงให้เห็นว่าดอกปาล์มเพศผู้(ผง)ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง และผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส NaOH, KOH, Na₂CO₃ และ K₂CO₃ ที่ความเข้มข้น 0.5, 0.7 และ 1M จากรูปที่ (a-l) พบว่าโครงสร้างของดอกปาล์ม(ผง)เกิดการแตกตัว มีลักษณะขรุขระ สามารถสังเกตเห็นโครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์ที่ชัดเจนขึ้น และปรากฏคาร์บอนที่มีรูปร่างกลม (Carbon Sphere) ที่เกิดขึ้นเป็นจำนวนมากโดยมีลักษณะที่เป็นทรงกลมขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและรูพรุนประมาณ 2 μm และนอกจากนี้จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นของเบสที่เพิ่มขึ้นนั้นส่งผลต่อโครงสร้างของผนังเซลล์และรอยต่อของผนังเซลล์ของแตกตัวมีลักษณะพื้นผิวที่มีความเป็นขรุขระและปรากฏคาร์บอนที่มีรูปร่างกลม (Carbon Sphere) มากขึ้นตามลำดับความเข้มข้นของเบส



รูปที่ 4.17 ภาพ SEM ของ ดอกปาล์มเทศผู้(ผง)ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิที่ (700 องศาเซลเซียส, 2 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเบส (a) 0.5M NaOH, (b) 0.7M NaOH, (c) 1M NaOH, (d) 0.5M KOH, (e) 0.7M KOH, (f) 1M KOH, (g) 0.5M Na₂CO₃, (h) 0.7M Na₂CO₃, (i) 1M Na₂CO₃, (j) 0.5M K₂CO₃, (k) 0.7M K₂CO₃, (l) 1M K₂CO₃

ตารางที่ 4.1 พื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดรูพรุนของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสที่แตกต่างกัน (HCl, HNO₃, H₂SO₄, H₃PO₄, NaOH, KOH, Na₂CO₃ และ K₂CO₃) 1 โมลาร์ (M) แล้วทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน

Parameter	S _{BET} (m ² g ⁻¹)	Pore Volume (cm ³ g ⁻¹)	Pore diameter (nm)
HCl	161	0.11	2.85
HNO ₃	27	0.05	7.68
H ₂ SO ₄	185	0.12	2.49
H ₃ PO ₄	31	0.05	6.91
NaOH	11	0.03	9.24
KOH	5	0.01	9.07
Na ₂ CO ₃	8	0.02	10.71
K ₂ CO ₃	5	0.01	7.34

จากตารางที่ 4.1 แสดงพื้นที่ผิว ปริมาตรและขนาดของรูพรุนของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสที่แตกต่างกัน แล้วทำปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน พบว่า ดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่เติมกรดซัลฟิวริก (H₂SO₄) มีค่าพื้นที่ผิวมากที่สุด (~ 185 m² g⁻¹) จากตารางพบว่า ค่าพื้นที่ผิวของดอกปาล์มเทศผู้ ที่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดนั้น มีแนวโน้มที่จะมีค่าพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น เนื่องจาก ตัวเร่งปฏิกิริยาพวกกรดนั้นจะเข้าไปทำลายพันธะในตัวของดอกปาล์มเทศผู้ โมเลกุลหรือพันธะสั้นๆที่อยู่ภายในก็จะเกิดการกำจัดหรือสลายตัว หรือเกิดการ polymerization เกิดขึ้นทำให้เกิดปริมาตรและขนาดของรูพรุนที่เพิ่มขึ้น เกิดคาร์บอนที่เป็นรูปทรงกลม (Carbon sphere) ที่มีขนาดเล็กและมีจำนวนมากว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น ส่งผลให้มีค่าพื้นที่ผิวมากขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.16 ภาพ SEM ของดอกปาล์มเทศผู้(ผง) ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

4.4 การศึกษาประสิทธิภาพของการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูของดอกปาล์มเทศผู้(ผง)

ทำการชั่งเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) และนำไปทำการปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5, 10, 15 นาที จากนั้นทำการกรอง เส้นใยนาโนคาร์บอนออก ด้วยกระดาษกรองขนาด 125 ไมโครเมตร แล้วนำสารละลายที่เหลือไปคำนวณหาความเข้มข้นที่เหลือจากการดูดซับด้วยเครื่องยูวีวิชิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยคำนวณได้จากความแตกต่างระหว่างความเข้มข้นสารละลายสีย้อมเมทิลีนบลูเริ่มต้นและสุดท้าย นั่นคือ ปริมาณของสีย้อมเมทิลีนบลูที่ถูกดูดซับไว้ ณ สมดุลของการดูดซับ q_e

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{(w/v)}$$

เมื่อ C_0 = ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_e = ความเข้มข้นที่สมดุลของการดูดซับของสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)

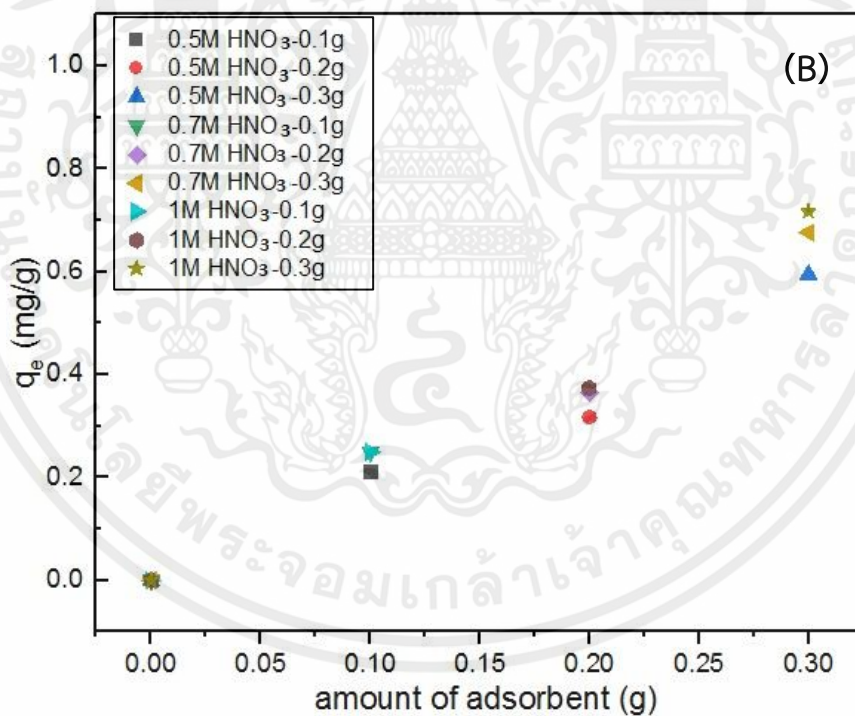
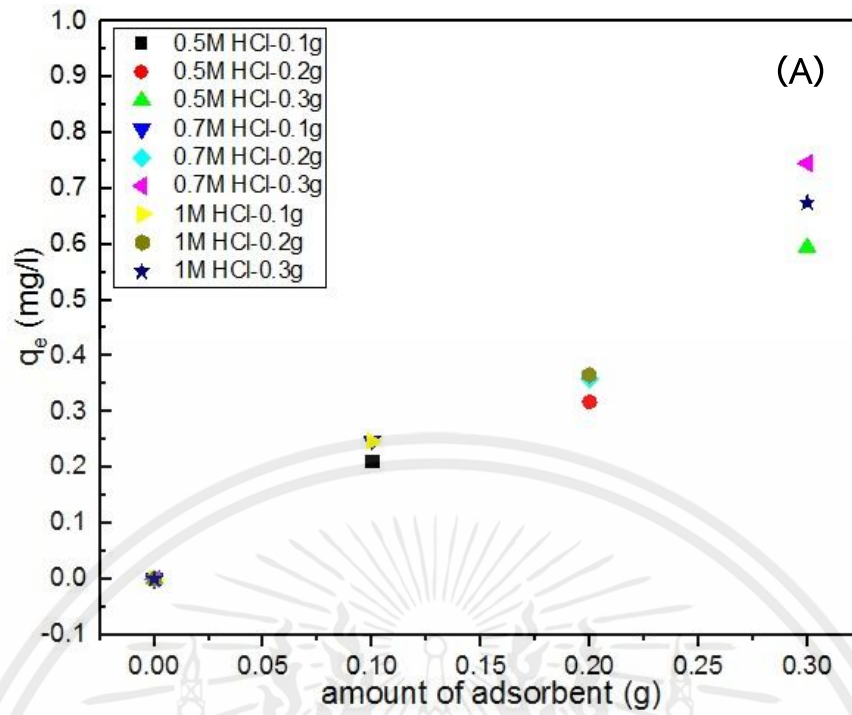
w = น้ำหนักของถ่านกัมมันต์ที่ใช้ (มิลลิกรัม)

v = ปริมาตรของสารละลายเมทิลีนบลูที่ใช้ (มิลลิลิตร)

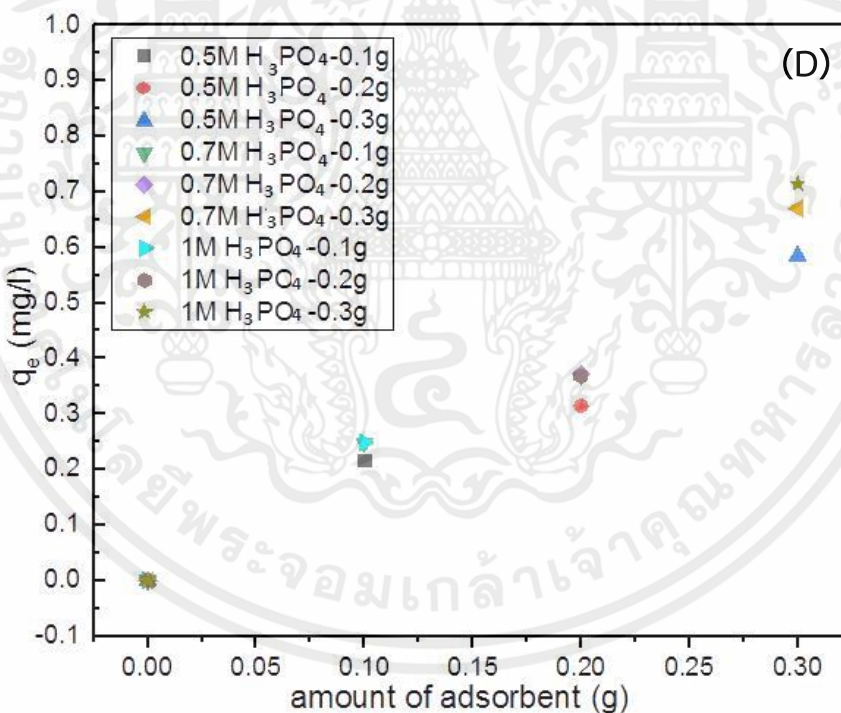
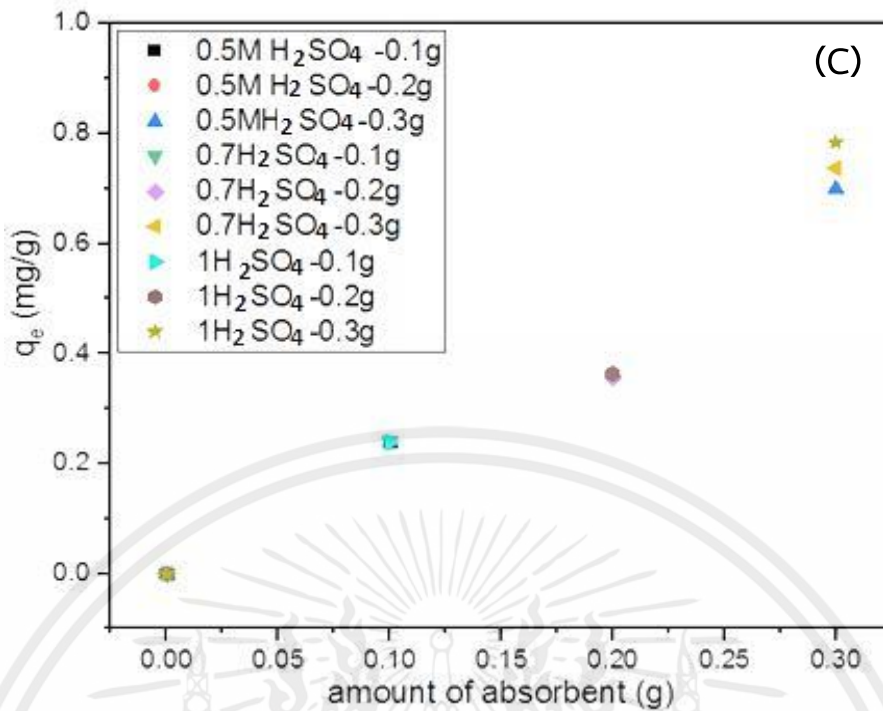
4.4.1 ผลของปริมาณตัวดูดซับ

จากรูปที่ 4.18 และ 4.19 แสดงผลการใช้เส้นใยนาโนคาร์บอนปริมาณ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่ 25 มิลลิกรัม/ลิตร ที่เวลา 5 นาที พบว่ามีค่าความสามารถดูดซับเมทิลีนบลูที่ปริมาณ 0.1 กรัม นั้นได้ถึง 20-25 เปอร์เซ็นต์ ที่ปริมาณ 0.2 กรัม ได้ถึง 30-40 เปอร์เซ็นต์ และที่ปริมาณ 0.3 กรัม ได้ถึง 60-80 เปอร์เซ็นต์ โดยการใช้น้ำหนักตัวดูดซับที่ 0.3 กรัม สามารถดูดซับเมทิลีนบลูได้มากที่สุด การเพิ่มปริมาณของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) มีผลทำให้การดูดซับเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้น เนื่องจากพื้นที่ผิวของตัวดูดซับมีมากขึ้น และบริเวณที่เกิดการดูดซับมีสูงขึ้น ดังนั้นการเพิ่มปริมาณของดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) มีผลทำให้สามารถดูดซับเมทิลีนบลูได้เพิ่มสูงขึ้นในการทดลองลำดับต่อไป จึงเลือกใช้น้ำหนักตัวดูดซับดังกล่าวสำหรับทำการศึกษาผลของความเข้มข้นและเวลา ตามลำดับ

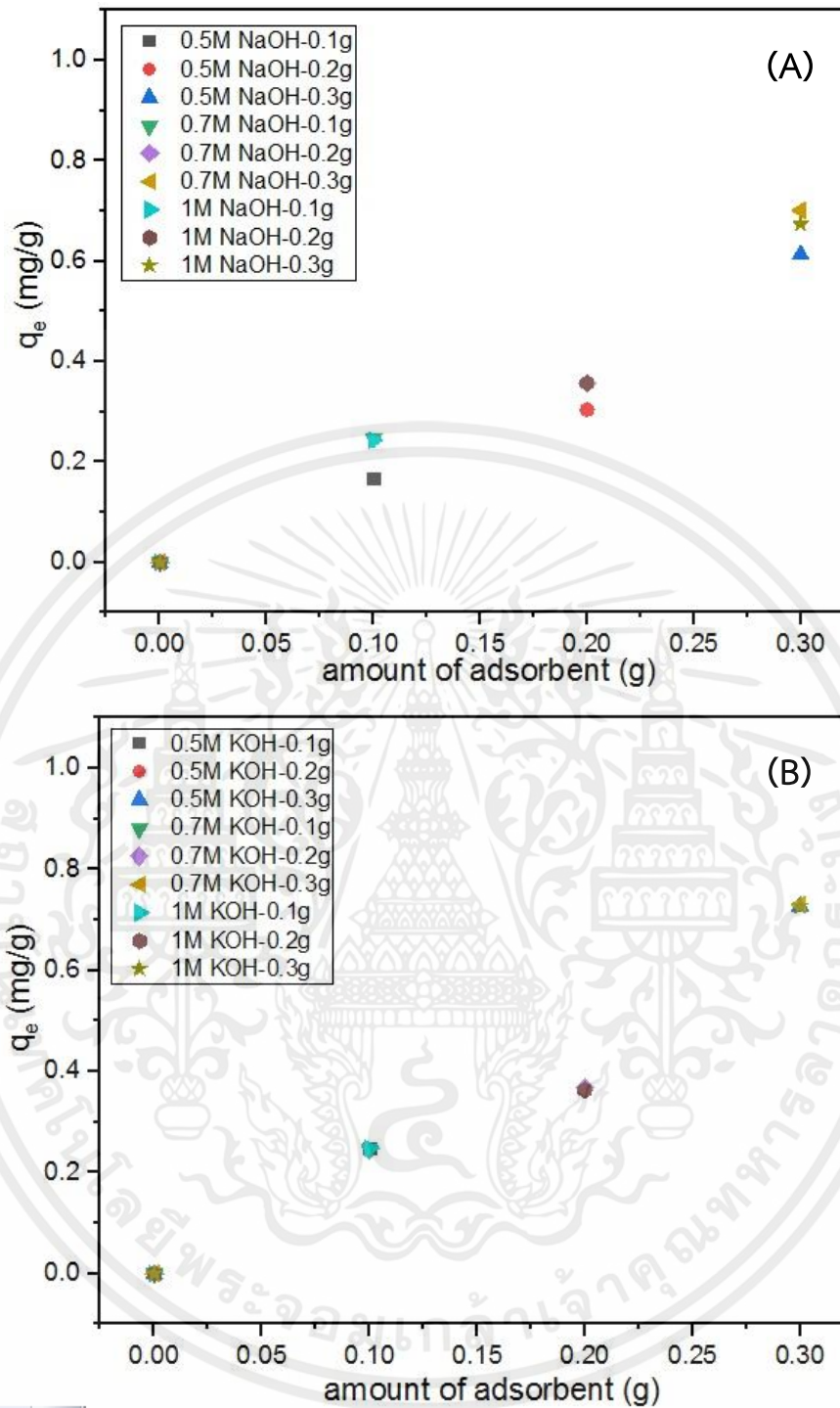
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



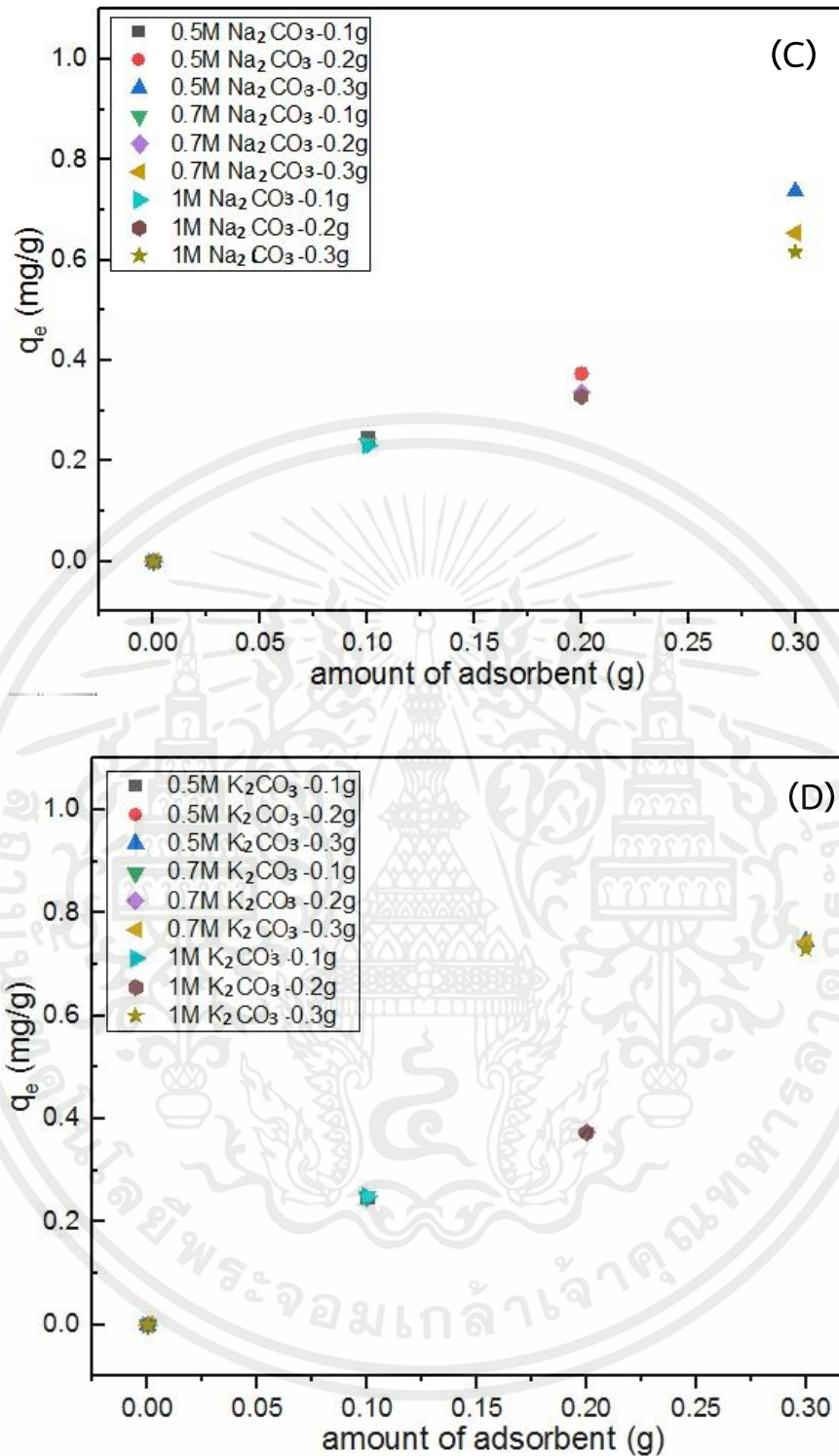
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 แสดงเส้นไยนาโนคาร์บอนที่ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) และที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 และ 15 นาที โดยที่ (A) HCl, (B) HNO₃, (C) H₂SO₄, และ (D) H₃PO₄,



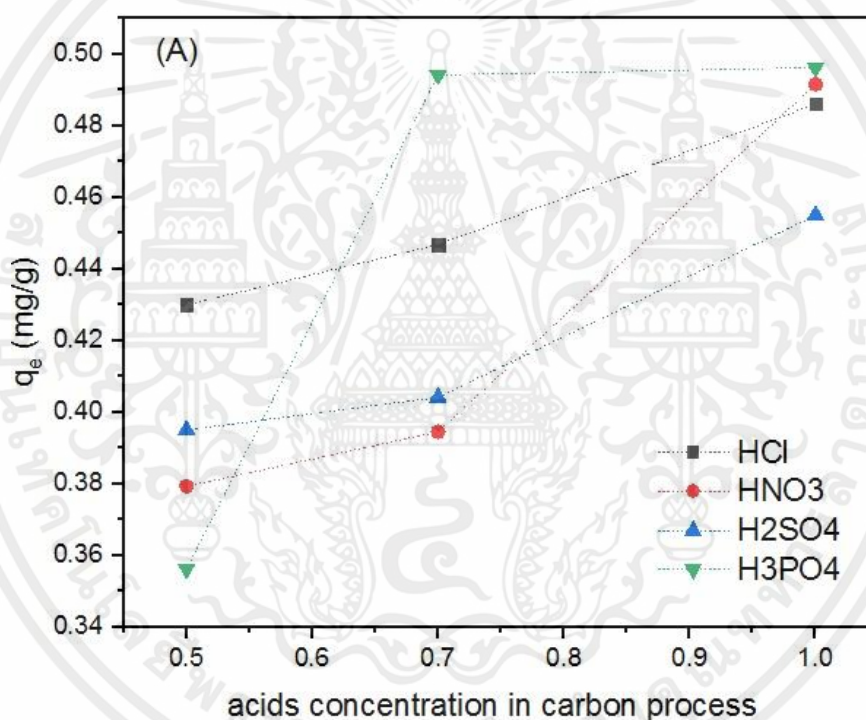
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



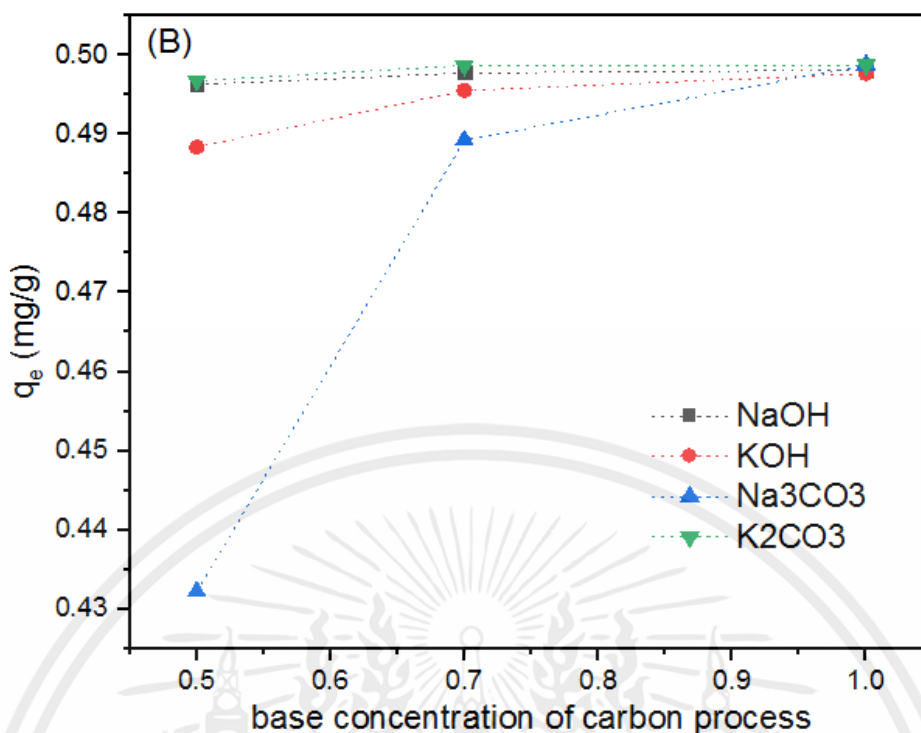
รูปที่ 4.19 แสดงเส้นโยนาโนคาร์บอนที่ 0.1, 0.2 และ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) และที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 นาที โดยที่ (A) NaOH, (B) KOH, (C) Na₂CO₃, และ (D) K₂CO₃,

4.4.2 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเมทิลีนบลูและผลของกรดเบส

จากรูปที่ 4.20- 4.21 แสดงเส้นโยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากัด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 และ 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ พบว่า ที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) เวลา 10 และ 15 นาที กรด ฟอสฟอริก (H_3PO_4) ค่าความสามารถดูดซับได้ดีที่สุด ถึงประมาณ 45 - 50 เปอร์เซ็นต์, เบส โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) มีค่าความสามารถดูดซับได้ดีที่สุด ถึงประมาณ 40 - 50 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการกระตุ้นทางเคมีจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงได้รูพรุนที่มีขนาดใหญ่ mesopore จึงทำให้สามารถเกิดการดูดซับทางกายภาพ แบบ multilayer ซึ่งสามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้นผิว



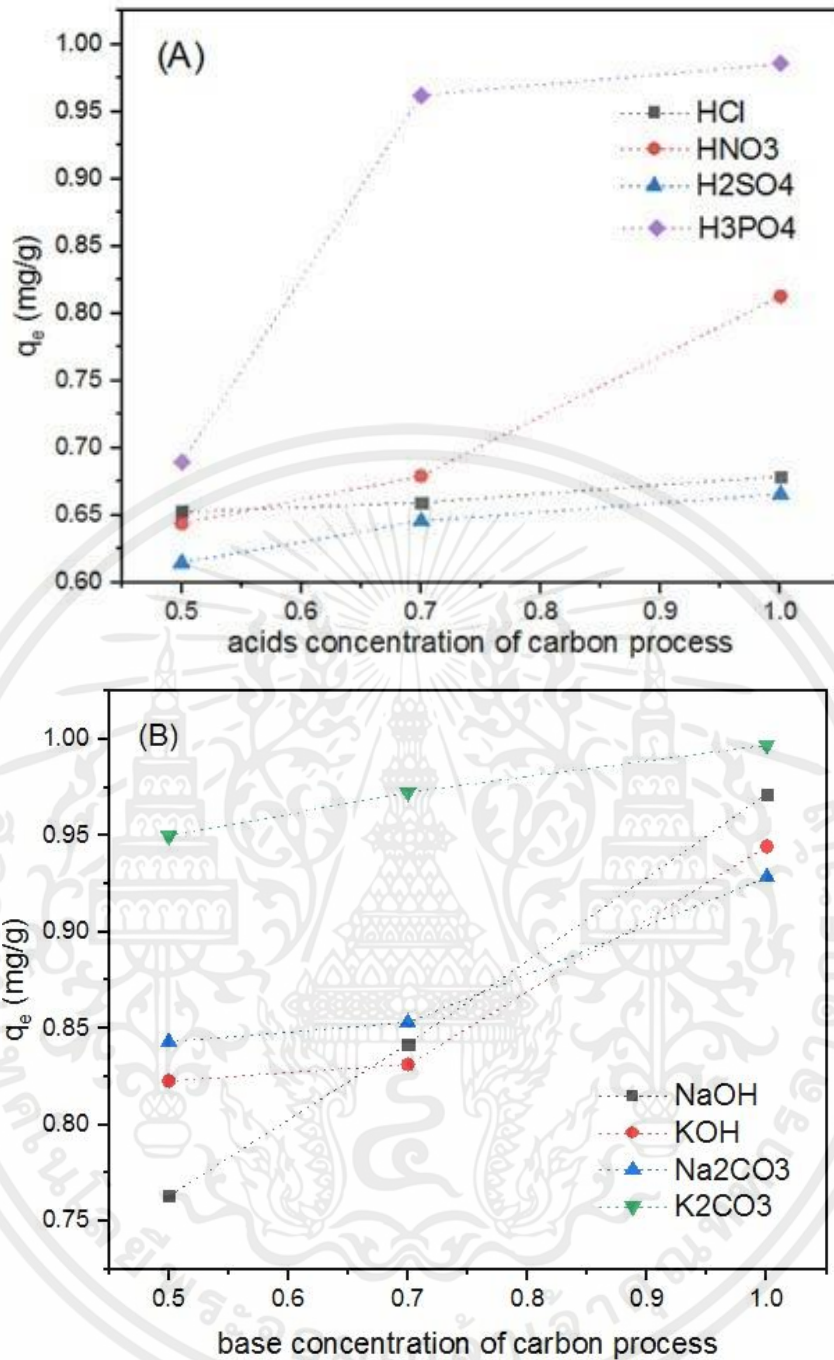
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



จากรูปที่ 4.21 แสดงเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ

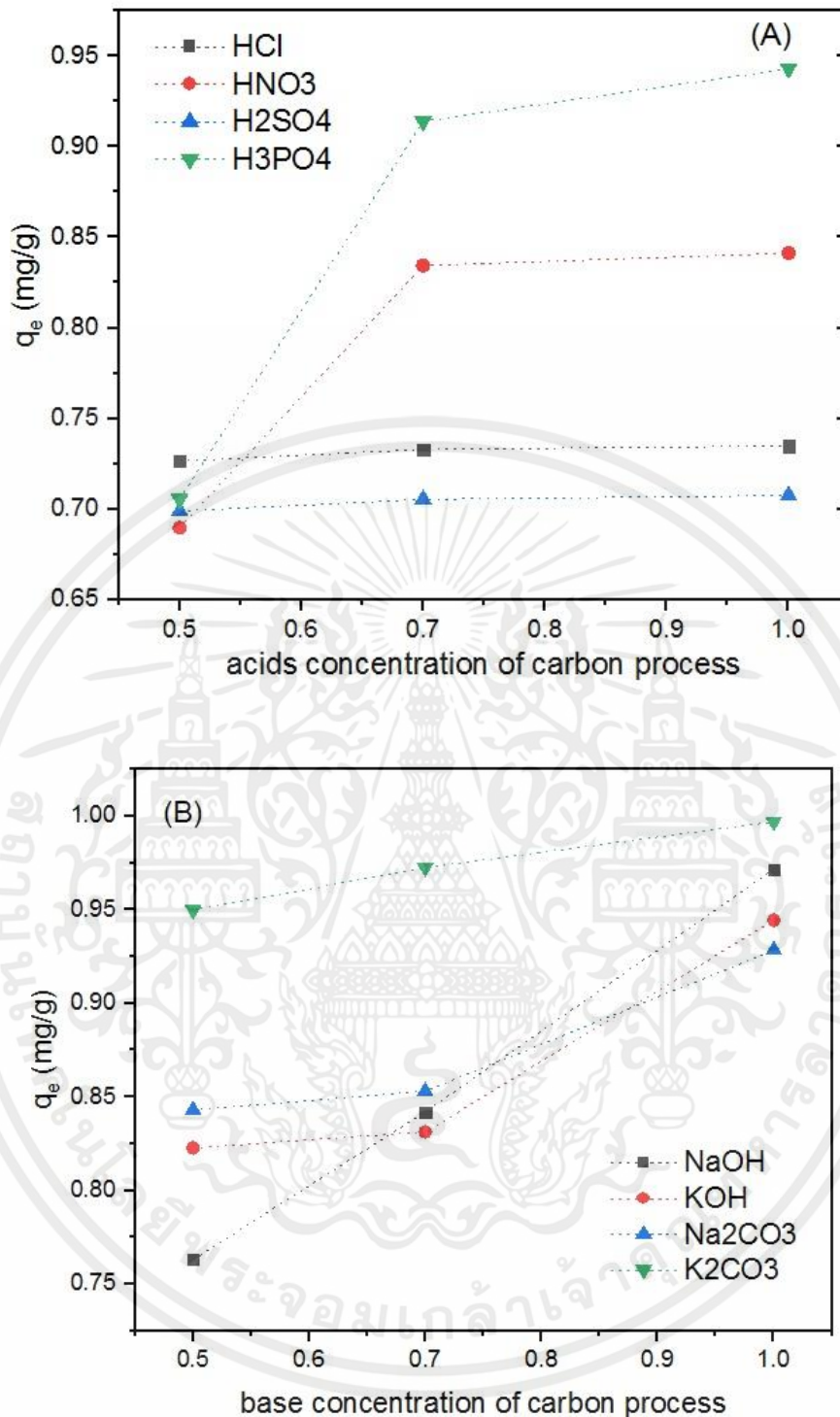
จากรูปที่ 4.22- 4.23 แสดงเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 และ 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ พบว่า ที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) เวลา 10 และ 15 นาที กรด ฟอสฟอริก (H_3PO_4) ค่าความสามารถดูดซับได้ดีที่สุด ถึงประมาณ 70 - 95 เปอร์เซ็นต์, เบส โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) มีค่าความสามารถดูดซับได้ดีที่สุด ถึงประมาณ 95- 100 เปอร์เซ็นต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.22 แสดงเส้นไยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลินบลูที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.23 แสดงเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ 0.3 กรัม มาผสมกับสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบสแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างกันและนำไปปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 15 นาที โดยที่ (A) กรดชนิดต่างๆ (B) เบสชนิดต่างๆ เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา

5.1 สรุปผลการทดลอง

ดอกปาล์มเทศผู้ (ผงและเส้นใย) และทะเลายปาล์มเปลา ที่ทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง มีความเป็นคาร์บอนได้ดีที่สุด เนื่องจากเมื่อทำการทดสอบด้วยกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 160 -200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-12 ชั่วโมง และทำปฏิกิริยากระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 300-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะอากาศไนโตรเจน พบว่าเมื่ออุณหภูมิปฏิกิริยาการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันและการคาร์บอนไนเซชันสูงขึ้น จะแสดงให้เห็นว่าลักษณะของเส้นใยและผง ของดอกปาล์มเทศผู้ และ ทะลายปาล์มเปลา พบว่าบริเวณโครงสร้างและพื้นที่ผิวหน้าของสารตัวอย่างจะเกิดการแตกหักแยกออกจากกัน และมีลักษณะขรุขระ มีขนาดของรูพรุนที่เล็กลง พื้นที่ผิวสัมผัสและความเป็นรูพรุนมีปริมาณเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น เนื่องจากกระบวนการไฮโดรเทอมัลจะช่วยทำให้การปรับปรุงคุณสมบัติของสารตัวอย่างโดยจะให้น้ำ (H₂O) และความร้อน มีส่วนช่วยเข้าไปทำลายพันธะ (Break bond) ของลิกนิน, เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ซึ่งเป็นส่วนประกอบของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปลาทำให้ปริมาณคาร์บอนเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งโครงสร้างของน้ำจะเข้าไปเปิดรูพรุน (Pore) ของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปลา ส่งผลทำให้ผลิตภัณฑ์มีพื้นที่ผิว (Surface area) มากขึ้น และความเป็นคาร์บอนที่สูงขึ้น ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า อุณหภูมิ, เวลา และสารละลายความเข้มข้นกรดเบส ที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันนั้น จะส่งผลต่อปริมาณคาร์บอน และพื้นที่ผิวหรือความเป็นรูพรุนของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปลา และเมื่อนำดอกปาล์มเทศผู้ (ผง) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันโดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยากรดเบส ที่อุณหภูมิ (200 องศาเซลเซียส, 12 ชั่วโมง) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ (700 องศาเซลเซียส, 2 ชั่วโมง) มาทำการทดสอบการดูดซับสีด้วยเมทิลีนบลู พบว่าที่ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู 25, 50 และ 100 ppm ได้ดีที่สุดถึง 80-90 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากด้วยพื้นที่ผิวสัมผัสและความรูพรุนที่มากขึ้นเนื่องจากผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชันและจากการกระตุ้นทางเคมีจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงได้รูพรุนที่มีขนาดใหญ่ mesopore จึงทำให้สามารถเกิดการดูดซับทางกายภาพ แบบ multilayer ซึ่งสามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้นผิว

5.2 แนวทางการพัฒนา

ควรทำการศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดและเบสเพิ่มเติม เนื่องจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดและเบสมาทำการกระตุ้น จะช่วยในการเกิดความเป็นรูพรุนและค่าพื้นที่ผิวที่มากขึ้น และควรทดสอบหรือการทำการปรับปรุงสภาพของดอกปาล์มเทศผู้และทะเลายปาล์มเปลาด้วยกรดหรือเบส ก่อนที่จะลงมือทำในขั้นตอนกระบวนการไฮโดรเทอมัลคาร์บอนไนเซชัน เพราะจะช่วยให้เกิดความเป็นรูพรุนและค่าเพิ่มที่

ผิวอาจจะเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการปรับสภาพจะไปสลายพันธะ ลิกนิน, เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส บางส่วนที่อยู่ในดอกปาล์มเพศผู้และทะลายปาล์มเปล่า และอีกแนวทางการพัฒนาก็คือ ควรจะทำการทดสอบด้วยสีย้อมชนิดอื่นๆหรือน้ำมันชนิดอื่นๆเพิ่มเติม เนื่องจากสีย้อมและน้ำมันทุกชนิดมีส่วนประกอบที่แตกต่างกัน ส่งผลให้เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ได้ก็จะดูดซับในปริมาณที่ได้ก็จะมีค่าต่างกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] P. Kumar, Diane M. Barrett, Michael J. Delwiche, P. Stroeve, “Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 48, pp. 3713–3729, 2016.
- [2] C. Nitsos, T. Papadopoulou, Konstantinos A. Matis, Kostas S. Triantafyllidis, “Optimization of Hydrothermal Pretreatment of Hardwood and Softwood Lignocellulosic Residues for Selective Hemicellulose Recovery and Improved Cellulose Enzymatic Hydrolysis”, DOI: 10.1021/acssuschemeng.6b00535 *ACS Sustainable Chem, Eng.* vol. 4, pp. 4529–4544, 2016.
- [3] T. Gungoren, M. glu, M. Sa glam, M. Yuksel, L. Ballice, “Hydrothermal gasification of biomass model compounds (cellulose and lignin alkali) and model mixtures”, *J. Supercritical Fluids*, vol. 115, pp. 79–85. 2016.
- [4] D. Fougere, S. Nanda, K. Clarke, Janusz A. Kozinski, K. Li, “Effect of acidic pretreatment on the chemistry and distribution of lignin in aspen wood and wheat straw substrates”, *Biomass and Bioenergy*, vol. 91 pp. 56-68, 2017.
- [5] R. Demir-Cakan, N. Baccile, M. Antonietti, and M.M. Titirici, “Carboxylate-Rich Carbonaceous Materials via One-Step Hydrothermal Carbonization of Glucose in the Presence of Acrylic Acid”, *Chem. Mater.*, vol. 21, pp. 484-490, 2009.
- [6] วิกีพีเดีย. “การหมัก”. [Online] เข้าถึงได้จาก : <https://th.wikipedia.org/wiki/การหมัก>.2556.
- [7] วิกีพีเดีย. “แก๊สชีวภาพ”. [Online] เข้าถึงได้จาก : <https://th.wikipedia.org/wiki/แก๊สชีวภาพ>. 2556.

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินของกระทรวงพลังงาน. “การสันดาป”. [Online] เข้าถึงได้จาก: <http://www.dede.go.th>. 2554.
 “ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [9] Tao Kan, Vladimir Strezov, Tim J. Evans, “Lignocellulosic biomass pyrolysis: A review of product properties and effects of pyrolysis parameters”, Renewable and Sustainable Energy Reviews, Vol 57, pp. 1126-1140, 2016.
- [10] M. Asifa, T. Muneer, “Renewable and Sustainable Energy Reviews”, Energy supply its demand and security issue for developed and emerging economics, vol.11, pp. 1388-1413, 2007.
- [12] T. Ogi. Biomass Handbook. (2002) Japan Institute of Ed. Ohm-sha. pp. 12-15.
- [13] P. Kumar and et al. Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production. Ind. Eng. Chem. Res 2009; 48:3713-3729.
- [14] P. Kumar, Diane M. Barrett, Michael J. Delwiche, P. Stroeve, “Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production”, Ind. Eng. Chem. Res., vol. 48, pp. 3713–3729, 2017.
- [15] กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม. “การเผาไหม้โดยตรง” เข้าถึงได้จาก: http://www.pcd.go.th/info_serv/Datasmell/l4combustion.htm.2551.
- [16] Smith power. “การเผา”. [Online] เข้าถึงได้จาก: <http://www.smithpower.co.th/pyrolysis-machine/> 2554.
- [17] WRITER. “สีย้อม”. [Online] เข้าถึงได้จาก: http://www.tpa.or.th/writer/read_this_book_topic.php?bookID=370&pageid=3&red=ture&count=ture2557.
- [18] T. Rager A. Geoffroy, R. Hilfikera and J.M.D. Storeyb, “The crystalline state of methylene blue: a zoo of hydrates”, Phys. Chem, Vol. 14, pp.8074-8082, 2012.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[19] S. Hassan Sharifi, S. Archin, and G. Asadpour, "Optimization of Process Parameters by Response Surface Methodology for Methylene Blue Removal Using Cellulose Dusts", Civil Engineering Journal, vol. 3, pp. 620-634, 2018.

[20] วิกีพีเดีย. "Methylene blue" [Online]. เข้าถึงได้จาก:
https://en.wikipedia.org/wiki/Methylene_blue

[21] W. Szeto, C. Kan, C. W. M. Yuen, S. W. Chan, and K. Hung Lam, "Effective Photodegradation of Methyl Orange Using Fluidized Bed Reactor Loaded with Cross-Linked Chitosan Embedded Nano-CdS Photocatalyst", International Journal of Chemical Engineering, Vol. 2014, pp. 1-16.

[22] วิกีพีเดีย. "เมทิลออเรนจ์" [Online]. เข้าถึงได้จาก:
<https://th.wikipedia.org/wiki/เมทิลออเรนจ์>

[23] T. Kuwabara, H. Nakajima, M. Nanasawa, and A.Ueno, "Color Change Indicators for Molecules Using Methyl Red-Modified Cyclodextrins". Anal. Chem., Vol 71, pp. 2844-2849, 1999.

[24] S Fan, P Zhang, F Li, S Jin, S Wang, S Zhou, "A Review of Lignocellulose Change during Hydrothermal Pretreatment for Bioenergy Production", Organic chemistry, Vol. 20, pp. 1-11. 2016.

[25] R. Demir-Cakan, N. Baccile, M. Antonietti, M. Titirici, "Carboxylate-Rich Carbonaceous Materials via One-Step Hydrothermal Carbonization of Glucose

[26] Pobpad. "Dehydration". [Online]. เข้าถึงได้จาก:
<https://www.pobpad.com/Dehydration> 2557.

[27] Polymer society. "ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ (Polymerization)". [Online]. เข้าถึงได้จาก :
<http://polymersociety.blogspot.com/2010/09/Polymerization.html>. 2553.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [28] Polymer society. “ปฏิกิริยาการเกิดดีพอลิเมอร์ (Depolymerization)”. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <http://polymersociety.blogspot.com/2010/09/Depolymerization.html>.2553.
- [29] M. Miura, H. Kaga, A. Sakurai, K. Takahashi, “Rapid pyrolysis of wood block by microwave heating”, *Anal. Appl. Pyrolysis*, vol. 71, pp. 187-199, 2004.
- [30] A. V. Bridgwater, S. A. Bridge, “Biomass Pyrolysis Liquids Upgrading and Utilization”, Elsevier Applied Science, pp. 2, 1991.
- [31] [2] T.P. Feller. Hydrothermal and Ionothermal Carbon Structures: From carbon negative materials to energy applications. (2011) Institutional Repository of the University of Potsdam.
- [32] วิกีพีเดีย. “การกระตุ้น” [Online]. เข้าถึงได้จาก: <http://www.vcharkarn.com/varticle/43065> 2554.
- [33] อติศักดิ์ ไสยสุข. 2557. วัสดุที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นความสำคัญและประโยชน์. เชียงใหม่. สำนักพิมพ์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [34] G. Q. Lu and X.S. Zhao, Nanoporous materials: an overview. (2004) Nanoporous Materials: Science and Engineering, Imperial College Press.
- [35] Zeid A. AlOthman, “A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials”, *Materials*, 2012, 5, 2874-2902; doi: 10.3390/ma5122874
- [36] Lei Zhang, Qiang Wang, Baobin Wang, Guihua Yang, Lucian A. Lucia, Jiachuan Chen, “Hydrothermal carbonization of corncob residues for hydrochar production”, *Energy & Fuels*, DOI: 10.1021/ef502462p, 2014
- [37] Abdul Rahim Jacob, Zaiton Abdul Majid, Ratna Sari Dewi Dasril, Vicinisvarri a/p Inderan, “Comparison of various sources of high surface area carbon prepared by different types of activation”, *The Malaysian Journal of Analytical sciences*, vol. 12 , 2008

- [38] Katsiri Laowachirasuwan “Preparation and Characterization of activated carbons from Litchi Chinensis Shells and Seeds by Chemical activation method”, วารสารวิชาการ มหาวิทยาลัยหอการค้าไทย, ปีที่ 31, ฉบับที่ 3, หน้า 83-102, 2554.
- [39] Jakaphong Kongpanya, Kanokorn Hussaro, Sombat Teekasap. “Influence of reaction temperature and reaction time on product from hydrothermal treatment of biomass residue”, American Journal of Environmental Sciences, vol 10, pp. 324-335, 2014.
- [40] Daniel Schneider, Marina Escala, Kawain Supawittayayothin, Nakorn Tipayawong, “Characterization of biochar from hydrothermal carbonization of bamboo”, Energy and Environment, vol. 2, pp. 647-652, 2011.
- [41] Ying Guo, Xianhua Wang, Jun Wang, Xiangpeng Li, Jianjun Cheng, Haiping Yang, Hanping Chen, “Effect of residence time on chemical and structural properties of hydrochar obtained by hydrothermal carbonization of water hyacinth”, Energy, vol. 58, pp. 376-383, 2013.
- [42] Gustan Pari, Saptadi Darmawan, Bambang Prihandoko, “Porous carbon spheres from hydrothermal carbonization and KOH activation on cassva and Tapioca flour raw material”, Procedia Environmental Sciences, vol. 20, pp. 342-351, 2014.
- [43] Sabzoi Nizamuddin, Natesan Subramanian Jaya Kumar, Jaya Narayan Sahu, Poobalan Ganesan, Nabisab Mujawar Mubarak, Shaukat Ali Mazari, “Synthesis and characterization of hydrochars produced by hydrothermal carbonization of oil palm shell”, The Canadian journal of chemical engineering, vol 93, pp. 1916-1920, 2015.
- [44] Katsiri Laowachirasuwan “Preparation and Characterization of activated carbons from Coffee residue by Chemical activation method”, วารสารวิชาการ มหาวิทยาลัยหอการค้าไทย, ปีที่ 29, ฉบับที่ 2, หน้า 116-131, 2552.

- [45] Md. Azharul Islam, M.J. Ahmed, W.A. Khanday, M. Asif, B.H. Hameed, “Mesoporous active carbon prepared from NaOH activation of rattan (*Lacosperma secundiflorum*) hydrochar for methylene blue removal”, *Ecotoxicology and Environmental Safety*, vol. 138, pp. 279-285, 2017.
- [46] Mallika Thabuot “Activated Carbon from Sesame Residue”, *Engineering Journal of Siam University*, ฉบับที่ 2, หน้า 18, 2553.
- [47] Pacharawan Ouengsirirawad “Adsorption of Methylene Blue Dye using Dried Shell of Bamboo Shoots”, *The National and International Graduate Research Conference 2016*, หน้า 343-350, 2552.
- [48] หัสวีภา หมายมั่น. “Scanning Electron Microscope :SEM.” [Online].เข้าถึงได้จาก: <http://www.mfu.ac.th>
- [49] C.A. Andrade, F.Ruiz, JR. Martinez-Mendoza, H. Terrones, “Infrared and Raman spectra, conformational stability, ab initio calculations of structure, and vibrational assignment of alpha and beta glucose”, *J Mol Struct THEOCHEM*, vol. 714, pp. 143-146, 2005.
- [50] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2539. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. ชวนพิมพ์ หน้า 108-192.
- [51] Wikipedia. [Online] เข้าถึงได้จาก: <http://elec.chandra.ac.th/courses/ELEC2101/termwork/sem/scan6/sem6.html>
- [52] Wikipedia. “SEM”. [Online]. เข้าถึงได้จาก : https://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope 2557.
- [53] Cole Parmer. “visible-and-uv-vis-spectroscopy”. [Online]. เข้าถึงได้จาก: <https://www.coleparmer.com/tech-article/visible-and-uv-vis-spectroscopy2551>.

- [54] [Online] เข้าถึงได้จาก:
http://faculty.sdmiramar.edu/fgarces/LabMatters/Instruments/UV_Vis/Cary50.htm
- [55] Cole Parmer. “visible-and-uv-vis-spectroscopy”. [Online]. เข้าถึงได้จาก:
<https://www.coleparmer.com/tech-article/visible-and-uv-vis-spectroscopy25>
- [56] [Online] เข้าถึงได้จาก: <http://nptel.ac.in/courses/102103044/module2/lec4/3.html>
- [57] สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล, “การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ”, วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ ปีที่ 60 ฉบับที่ 189
- [58] W Lili, G Yupeng, Z Yanchao, L Ying, Q Yuning, R Chunguang, M Xiaoyu and W Zichen. A new route for preparation of hydrochars from rice husk. *Biores. Tech.* 2010; 101, 9807-10.
- [59] W Ru, L Guoqiang, L Min, Z Jianchun and H Xinmin. Preparation and N₂, CO₂ and H₂ adsorption of super activated carbon derived from biomass source hemp (*Cannabis sativa L.*) steam. *Micorpor. Mesopor. Mater.* 2012; 158, 108-16.
- [60] Y. Huang, E. Ma and G. Zhao, “Thermal and structure analysis on reaction mechanism during the preparation of activated carbon fibers by KOH activation from liquefied wood-based fibers “, *Industrial Crops and Products*, vol.69, pp. 447-455, 2015.
- [61] B. Viswanathan, P. Indra Neel and T. K. Varadarajan. *Methods of activation and Specific Applications of Carbon Materials.* (2009) National Center for Catalysis Research Department of Chemistry Indian Institute of Technology Madras Chennai, India.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Fundamental study of carbon materials from empty fruit bunch via hydrothermal carbonization

Kanogpan Guntagerng^a, Gasidit Panomsuwan^b, Apiluck Eiad-ua^{c*}

^{a,c} College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology, Ladkrabang, Bangkok Thailand

^b Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University, Bangkok, Thailand

*Corresponding author's e-mail: apiluck.ei@kmitl.ac.th



Introduction



The utilization of biomass has recently gained great attention in recent years owing to growth of global environmental concerns. Lignocellulosic biomass materials are derived from a variety of plants, agricultural crop residues and animals such as husk, wheat straw and Moreover, it is a renewable source of energy that can help improving environment, economy and energy security. Thailand is an agricultural country that produces a large amount of biomass residues every day. Empty fruit bunch (EFB) is the major waste product in oil palm industry. Therefore, it would be worth if we can find the effective strategy to increase the value of oil palm wastes by converting them to carbon materials.

Experiment



Result & Discussion

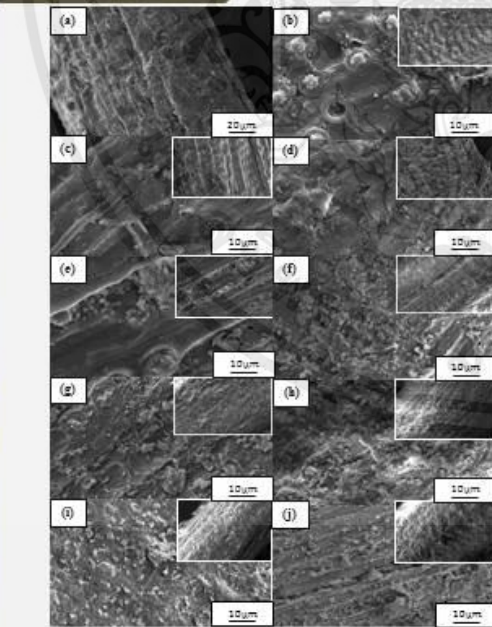


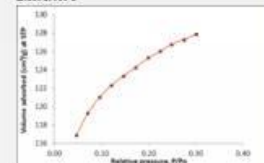
Figure 1. Scanning Electron Microscope (SEM) of (a) (150°C) HT at 150°C for 4 h, (b) HT at 150°C for 5 h, (c) HT at 150°C for 12 h, (d) HT at 180°C for 4.5 h, (e) HT at 180°C for 12 h, (f) HT at 200°C for 4.5 h, (g) HT at 200°C for 12 h, (h) HT at 300°C for 2 h, (i) HT at 500°C for 2 h, (j) HT at 700°C for 2 h.

Nanoporous Material Research Laboratory, College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)

Table 1. BET surface area of hydrochar (180°C/12h)

	Raw empty fruit bunch	Hydrochar (180°C/12h)
BET surface area (m ² /g)	0.002	288.002
Pore volume (cc/g)	0.013	0.428

Figure 2. N₂ adsorption-desorption isotherm of hydrochar at 180°C



The hydrochar sample was carbonization at 900°C which showed the BET surface area of 386.655 m²/g with a total pore volume of 0.469 cc/g and pore diameter 3.952 nm. The N₂ adsorption isotherms of the hydrochar sample is shown in Figure 2. Hydrochar sample display type I isotherm, it indicates that the hydrochar sample is microporous. Type I isotherm display a convex curve and the platform of this type come out horizontal. As can be seen in initial stage, the volumes adsorbed increase sharply at low relative pressure region (P/P₀ < 0.1). This means that nitrogen molecules are adsorbed mainly in the microporous structure.

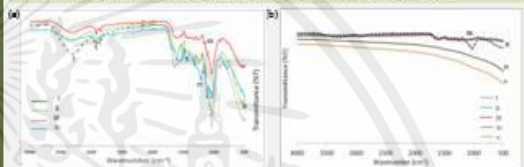


Figure 3. FTIR spectra of raw EFB and hydrochar synthesized from EFB at various temperatures and times: (a) EFB, (b) Hydrochar-HT at 150°C for 4 h, (c) Hydrochar-HT at 150°C for 5 h, (d) Hydrochar-HT at 150°C for 12 h, (e) HT at 180°C for 4.5 h, (f) HT at 180°C for 12 h, (g) HT at 200°C for 4.5 h, (h) HT at 200°C for 12 h, (i) Hydrochar-Carbonization at 300°C for 2 h, (j) Hydrochar-Carbonization at 500°C for 2 h, (k) Hydrochar-Carbonization at 700°C for 2 h.

Figure 3(a). Functional group determination by FTIR shows the most complicated and clear spectrum. It observed a broad absorption peak of EFB at 3000 and 3600 cm⁻¹ which attributed to O-H stretching functional group. The bands at 1620 and 1720 cm⁻¹ are attributed to C=O and C=C functional group (aromatic groups). The EFB sample also shows two important absorption peaks at 1230 cm⁻¹ and 1330 cm⁻¹ which refers to C-O stretching functional group. The amount of bands decrease after hydrothermal carbonization treatment at 1000 - 1600 cm⁻¹ and the bands at 3000 - 3600 cm⁻¹ suggest that dehydration and decarboxylation occurred during hydrothermal carbonization.

For activated carbon EFB (Figure 3b) obviously, during the carbonization and activation process most of the absorption peaks of functional groups were disappeared. This is because the functional groups from the raw material spectrum were vaporized as volatile materials when heat was supplied to the sample. This proved that the activation process has taken place successfully.

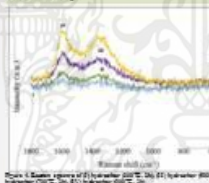


Figure 4. Raman spectra of hydrochar synthesized from EFB at various temperatures and times: (a) EFB, (b) Hydrochar-HT at 150°C for 4 h, (c) Hydrochar-HT at 150°C for 5 h, (d) Hydrochar-HT at 150°C for 12 h, (e) HT at 180°C for 4.5 h, (f) HT at 180°C for 12 h, (g) HT at 200°C for 4.5 h, (h) HT at 200°C for 12 h, (i) Hydrochar-Carbonization at 300°C for 2 h, (j) Hydrochar-Carbonization at 500°C for 2 h, (k) Hydrochar-Carbonization at 700°C for 2 h.

hydrochar was analyzed to determine the content of functional groups in material. In order to check the aromatic structures in hydrochar products, Raman spectroscopy analysis was performed in Figure 3. Therefore, the carbonized samples exhibit two broad overlapping bands around 1360 and 1600 cm⁻¹, which relative to benzene or condensed benzene rings of amorphous carbon [1-3], thus small aromatic must be in hydrochar samples. This Raman spectra presence aromatic structures in hydrochar materials and also confirms the results from FT-IR.

Conclusion

Hydrochar was influenced with reaction temperature and time in hydrothermal carbonization process. The surface morphology of hydrochar product prepared from hydrothermal carbonization at 200 °C for 12 h and carbonization at 900°C for 2h are highest porosity and surface area. Furthermore FTIR spectrum confirm that the functional group of hydrochar was decreased when the temperature and time higher, the composition of hydrochar suggests that both dehydration and decarboxylation occurred during hydrothermal carbonization. For these conditions, hydrochar derived from empty fruit bunch could be desirable carbonaceous functional materials for variety of applications.

Acknowledgements

The authors are thankful to the College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University for supporting.

Reference

- [1] Kanogpan G., Panomsuwan G., Eiad-ua A., Chemical structure and morphology characteristics of carbonaceous products obtained by hydrothermal carbonization of palm empty fruit bunches. *Greenhouse Technology*, 102 (2017) 283-289.
- [2] Kanogpan G., Eiad-ua A., Panomsuwan G., Raman spectroscopy an amorphous carbon from J Appl Polym Sci (2018) 139-147.
- [3] Kanogpan G., Eiad-ua A., Panomsuwan G., The production of carbon nanotube by hydrothermal carbonization of cellulose. *Carbon*, 171 (2021) 122-133.

เอกส

ก้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ รูปที่ 1 โปสเตอร์เผยแพร่ในงานวิจัยในงาน 1st MRS Thailand International Conference

(MRS Thailand 2017) ระหว่างวันที่ 31 ตุลาคม-3 พฤศจิกายน 2560



Fundamental study of carbon materials from oil male palm flower via hydrothermal carbonization

Kanogpan Guntagerng¹, Gasidit Panomsuwan², Apiluck Eiad-ua^{1*}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology, Ladkrabang, Bangkok Thailand

²Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University, Bangkok, Thailand

*Email address: apiluck.ei@kmitl.ac.th



INTRODUCTION



The utilization of biomass has recently gained great attention in recent years owing to growth of global environmental concerns. Lignocellulosic biomass materials are derived from a variety of plants, agricultural crop residues and animals such as husk, wheat straw and Moreover, it is a renewable source of energy that can help improving environment, economy and energy security. Thailand is an agricultural country that produces a large amount of biomass residues every day. Oil male palm flower (OMPF) is the major waste product in oil palm industry. Therefore, it would be worth if we can find the effective strategy to increase the value of oil palm wastes by converting them to carbon materials.

OBJECTIVE

This work studied the morphology of carbon materials from biomass OMPF (Oil male palm flower) via hydrothermal at temperature (160–200°C) and time (4–12hr.)

EXPERIMENT



RESULTS & DISCUSSIONS

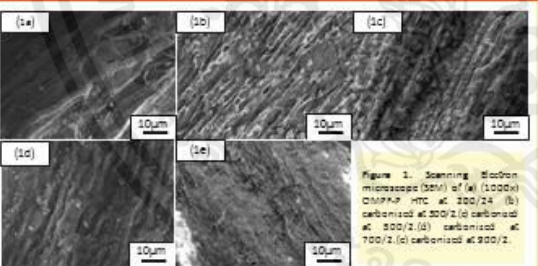


Figure 1. Scanning Electron microscope (SEM) of (a) (1000x) OMPF HTC at 200/24 (b) carbonized at 300/2 (c) carbonized at 300/2 (d) carbonized at 700/2 (e) carbonized at 300/2.

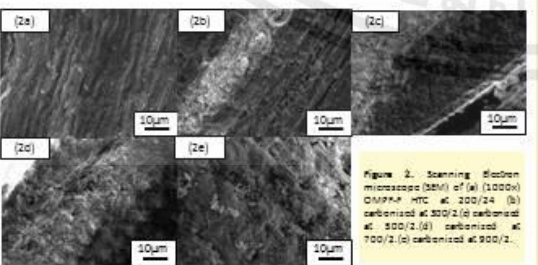


Figure 2. Scanning Electron microscope (SEM) of (a) (1000x) OMPF HTC at 200/24 (b) carbonized at 300/2 (c) carbonized at 300/2 (d) carbonized at 700/2 (e) carbonized at 300/2.

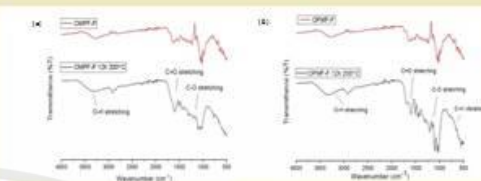


Figure 3. FTIR spectra of OMPF (Powder and Fiber) hydrochars synthesized from HTC process (2a) OMPF, and OMPF HTC at 200/24, (2b) OMPF, and OMPF HTC at 300/2.

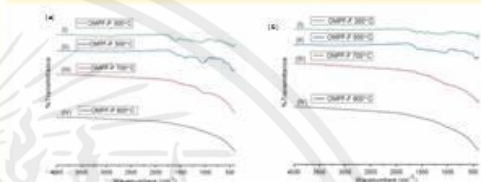


Figure 4. FTIR spectra of OMPF (Powder and Fiber) (4a) OMPF carbonization at 300/2, (4b) OMPF carbonization at 300/2, (4c) OMPF carbonization at 700/2, and (4d) OMPF carbonization at 900/2, (4e) OMPF carbonization at 300/2, (4f) OMPF carbonization at 300/2, (4g) OMPF carbonization at 700/2, and (4h) OMPF carbonization at 900/2.

For activated carbon OMPF (Figure 4a and b) observed, during the carbonization and activation process most of the absorption peaks of functional groups were disappeared. This is because the functional groups from the raw material spectrum were vaporized as volatile materials when heat was supplied to the sample. This proved that the activation process has taken place successfully.

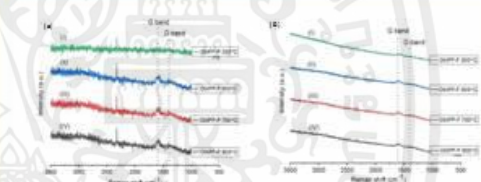


Figure 5. Raman spectra of OMPF (Powder and Fiber) (5a) OMPF 300/2, (5b) OMPF 300/2, (5c) OMPF 700/2, and (5d) OMPF 900/2, (5e) OMPF 300/2, (5f) OMPF 300/2, (5g) OMPF 700/2, and (5h) OMPF 900/2.

All high temperature carbonization strongly indicate the oxygen content and other functional groups in material. In order to check the aromatic structure in hydrochar products, Raman spectroscopy analysis was performed in Figure 5. Therefore, the carbonized samples exhibit two broad overlapping bands around 1400 and 1600 cm⁻¹, which relative to G band or disordered benzene rings of amorphous carbon [1-3], thus small aromatic moieties in hydrochar samples. The Raman spectroscopy can determine structure in hydrochar materials and also confirm the results from FT-IR.

CONCLUSIONS

Hydrochar was influenced with reaction temperature and time in hydrothermal carbonization process. The surface morphology of hydrochar product prepared from hydrothermal carbonization at 200°C for 12 h and carbonization at 900°C for 2h. Furthermore FTIR spectrums confirm that the functional group of hydrochar was decreased when the temperature and time higher, the composition of the hydrochars suggests that both dehydration and decarboxylation occurred during hydrothermal carbonization. For these conditions, hydrochar derived from oil male palm flower could be classified carbonaceous functional materials for variety of applications.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are thankful to the College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University for supporting.

REFERENCE

1. Kublay, T., Solhan, K., Soma, S. *RENEW SUST ENERG* 2014, 40, 675-687.
2. Liu, W., Yucong, S., Yanhong, Z., Ying, L., Yuming, Q., Chunguang, X., Xueyu, M., Sohan, W. *SCIENTIFIC DATA* 2016, 3, 020792.
3. Xu, W., Guoqing, L., Min, L., Jianjun, Z., Ximou, H. *MICROPOR MESOPOR MAT* 2012, 152, 108-116.



Fundamental study of carbon materials from empty fruit bunch via hydrothermal carbonization with H_3PO_4 and $NaOH$ activation



Kanogpan Guntagern¹, Gasidit Panomsuwan², Masayoshi Fuji³
and Apiluck Eiad-ua^{1*}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology, Ladkrabang, Bangkok Thailand

²Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University, Bangkok, Thailand

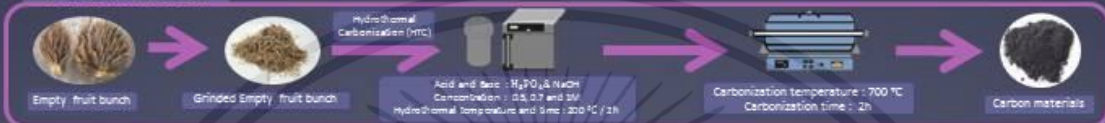
³Advanced Ceramic Research center, Nagoya Institute of Technology (Nagoya), Tajimi, Gifu 507-0033, Japan

*Email address: apiluck.ei@kmitl.ac.th

INTRODUCTION

Lignocellulosic biomass materials are derived from a variety of plants, agricultural crop residues and animals such as husk, wheat straw and Moreover, it is a renewable source of energy that can help improving environment, economy and energy security. Thailand is the agricultural base country that produces a large amount of biomass residues every day. Empty fruit bunch (EFB) is the major waste product in oil palm industry. Therefore, it would be worth if we can find the effective strategy to increase the value of oil palm wastes by converting them to carbon materials

EXPERIMENTAL



RESULTS & DISCUSSIONS

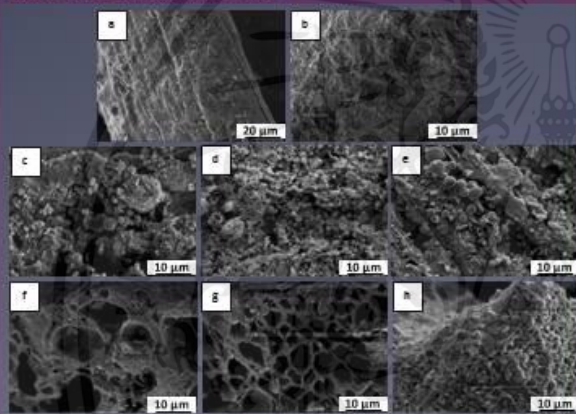


Figure 1. Scanning Electron microscope (SEM) of (a) (1000x) of EFB, (b) (1000x) of EFB via carbonization 700°C/2. (c) 0.5 M H_3PO_4 , (d) 0.7 M H_3PO_4 , (e) 1.0 M H_3PO_4 , (f) 0.5 M $NaOH$, (g) 0.7 M $NaOH$ and (h) 1.0 M $NaOH$.

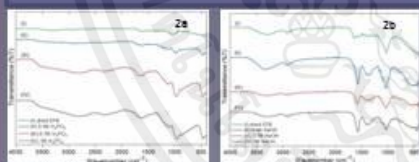


Figure 2. FTIR spectra of EFB and hydrochars hydrothermally treated at 200°C/12 h, (a) H_3PO_4 and (b) $NaOH$ activations.

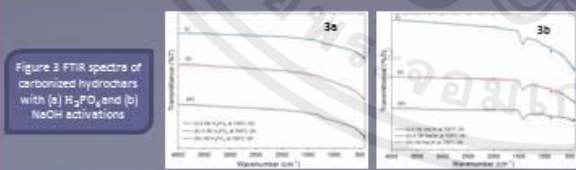


Figure 3. FTIR spectra of carbonized hydrochars with (a) H_3PO_4 and (b) $NaOH$ activations.

For activated carbon EFB (Figure. 3a and b) obviously, during the carbonization and activation process most of the adsorption peaks of functional groups were disappeared. This is because the functional groups from the raw material spectrum were vaporized as volatile materials when heat was supplied to the sample. This proved that the activation process has taken place successfully.

REFERENCE

- [1] Jansen, S.S., and Hovav, J.M. (2011). The effect of the hydrothermal carbonization process on palm oil empty fruit bunch. *Biomass Bioenerg.*, 47, 89-90.
- [2] Hu, W., Qiu, S., Min, L., Jiao, L., Xu, M., H. *MICROPOROUS MESOPOROUS MAT.* 2012, 156, 108-118.
- [3] Bonilla, M., and Fuertes, A.B. (2008). The production of carbon materials by hydrothermal carbonization of cellulose. *Carbon*, 47, 2205-2209.

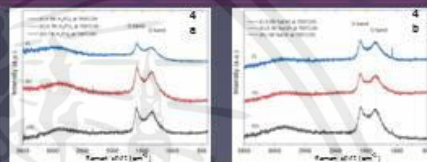


Figure 4. Raman spectra of carbonized hydrochars with (a) H_3PO_4 and (b) $NaOH$ activations.

In order to check the aromatic structures in hydrochar products, Raman spectroscopy analysis was performed in (Figure. 4a and b). Therefore, the carbonized samples exhibit two broad overlapping bands around 1400 and 1600 cm^{-1} , which relative to benzene or condensed benzene rings of amorphous carbon [12], thus small aromatic must be in hydrochar samples. This Raman spectra presence aromatic structures in hydrochar materials and also confirms the results from FTIR.

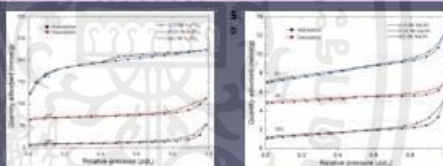


Figure 5. (a) N_2 adsorption-desorption isotherms of hydrochar after carbonization (a) H_3PO_4 and (b) $NaOH$ activations.

Table 1. Experimental BET data of hydrochar carbonized at 700 °C

Sample	Surface area (m^2/g)	Mean pore size (nm)	Pore volume (cm^3/g)
0.5M H_3PO_4	27.3	12.0	0.017
0.7M H_3PO_4	34.3	10.9	0.020
1.0M H_3PO_4	339.8	9.1	0.032
0.5M $NaOH$	1.5	1.5	0.002
0.7M $NaOH$	1.6	1.2	0.002
1.0M $NaOH$	1.8	1.2	0.002

Activated carbon with $NaOH$ found to be very low about 1-4 m^2/g by low surface area show that pore structure was not developed. However, H_3PO_4 concentration increased to 1.0 M, the surface area of activated carbon increased to 339.8 m^2/g . It confirms that hydrothermal treatment with high H_3PO_4 concentration is greatly required for the pore development of carbon samples. The N_2 adsorption-desorption isotherms of hydrochars after carbonization are shown in (Figure 5a) 1M H_3PO_4 type I isotherms with microporous structure (Figure 5b) it exhibited type II or IV isotherms with a hysteresis feature, indicating its hierarchical pore structure, including of non-porous or meso and macropores materials.

CONCLUSIONS

The concentration of acid and base in HTC process are the significant factors in controlling physicochemical properties of carbon products. The FTIR spectra confirmed that the functional groups on hydrochars were disappeared after carbonization, indicating both dehydration and decarboxylation at high temperature.

Hydrothermal process of 1.0 M H_3PO_4 at 200 °C for 12 h and carbonization at 700 °C for 2 h is an optimal condition to obtain porous carbon with high surface area of 339 m^2/g . We anticipate that porous carbon materials prepared from EFB via HTC with H_3PO_4 activation can potentially applied for adsorbents for dye removal or related applications

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are thanful to the College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering Kasetsart University for supporting

Nanoporous Material Research Laboratory, College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

เอกส

กั

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
รูปที่ 3 โปสเตอร์เผยแพร่ในงาน International Conference on Science and Technology
of Emerging Materials (STEMa 2018) ระหว่างวันที่ 18-20 กรกฎาคม 2561

Fundamental Study of Carbon Materials Derived from Empty Fruit Bunch via Hydrothermal Carbonization

Kanogpan GUNTAGERNG¹, Gasidit PANOMSUWAN² and Apiluck EIAD-UA^{1,*}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

²Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University, Bangkok 10900, Thailand

(*Corresponding author's e-mail: apiluck.ei@kmitl.ac.th)

Received: 31 October 2017, Revised: 23 January 2018, Accepted: 5 March 2018

Abstract

The utilization of biomass has recently gained great attention in recent years owing to growth of global environmental concerns. The aim of this work is to study the morphology of carbon materials derived from biomass oil palm empty fruit bunch (EFB) via hydrothermal carbonization (HTC) at different temperatures (160 - 200 °C) and times (4 - 12 h) followed by carbonization at 300 - 900 °C under nitrogen atmosphere for 2 h. The physiochemical properties of carbon sample were characterized by scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy and surface area analysis. The results demonstrated that the increase of hydrothermal temperature, hydrothermal time, and carbonization temperature resulted in the formation of carbon materials with higher surface area, porosity and carbon content. Our results revealed that carbon derived from EFB via HTC at optimal condition exhibited porous structure with high surface area, which can be further applied for absorbent applications.

Keywords: Biomass, empty fruit bunch, hydrochar, hydrothermal carbonization

Introduction

Lignocellulosic biomass materials are derived from a variety of plants, agricultural crop residues and animals, such as husk [1], wheat straw [2] and bagasse [3]. Moreover, they are renewable sources of energy that can help in improving environment, economy and energy security [4]. Thailand is an agricultural country that produces a large amount of biomass residues every day. Among several agricultural products, oil palm is one of the major economic crops in Thailand. Empty fruit bunch (EFB) is the major waste product in oil palm industry. Therefore, it would be worth if we can find the effective strategy to increase the value of oil palm wastes by converting them to higher-value added product like carbon materials.

Hydrothermal carbonization (HTC) is a thermochemical conversion process from biomass into smokeless, high carbon content and more valuable products (i.e., solid fuel) [5]. The HTC is usually performed at temperatures ranging from 180 - 280 °C and pressures higher than water saturation pressure to against water into liquid state, under an inert atmosphere. Reaction time has been reported in a broad range from 1 min to several hours [6]. Additives, such as acids or bases, can also affect the formation of carbons, which are then physically or chemically activated to obtain carbons with high porous structure [7].

In this work, EFB was employed as a precursor in the synthesis of carbon materials via HTC process. The temperature and time used in hydrothermal reaction were varied in the range of 160 - 180 °C

and 4 - 12 h, respectively. The best hydrothermally treated samples were selected for subsequent carbonization at 300 - 900 °C for 2 h under nitrogen atmosphere. The effects of hydrothermal and carbonization conditions on the properties of carbons synthesized were characterized by several techniques, including scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy and surface area analysis.

Materials and methods

Preparation of carbon materials from EFBs via HTC

EFBs were obtained from the Krabi province of the Southern Thailand. Prior to use, EFBs were dried at 90 °C overnight and then reduced their size by using a blender machine, followed by sieving with a 700 µm mesh. 10 g of grinded EFBs was mixed with 100 mL of DI water and transferred into a Teflon-lined stainless-steel reactor. The hydrothermal reaction was performed at different temperatures (i.e., 160, 180, and 200 °C) and times (i.e., 4, 8, and 12 h). Subsequently, the resultant hydrochars were quenched in water and dried at 90 °C overnight. The experimental conditions and the respective samples prepared are shown in **Table 1**. The best hydrochar sample obtained from hydrothermal process was selected and carbonized at 300 - 900 °C for 2 h under N₂ flow. **Figure 1** displays a scheme of the synthesis procedure of carbon materials derived from EFBs via HTC.

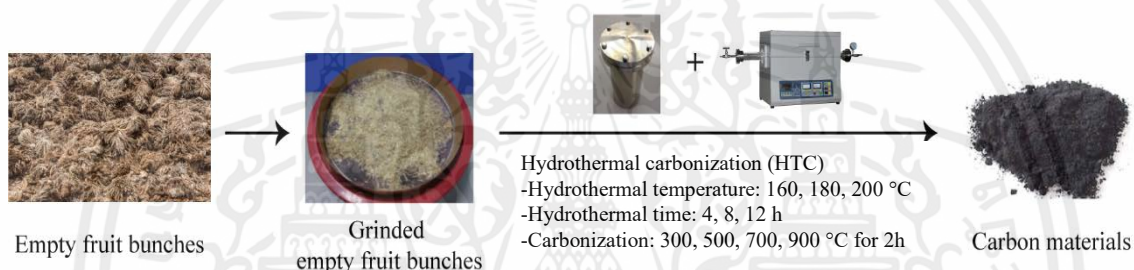


Figure 1 Scheme showing the synthesis procedure of carbon materials derived from EFBs via HTC.

Table 1 Experimental conditions for hydrothermal process.

Condition	Temperature (°C)	Time (h)
1	160	4
2	160	8
3	160	12
4	180	4
5	180	8
6	180	12
7	200	4
8	200	8
9	200	12

Characterization

The proximate and ultimate analyses were carried out to evaluate the chemical and elemental compositions of EFBs according to the standard method [8]. SEM images were taken on a Zeiss EVO 50 microscope operated at an accelerating voltage of 10 kV. The presence of functional group on carbon samples were confirmed with a Thermo Scientific Nicolet 6700 FTIR spectrometer. N₂ adsorption-desorption isotherms were measured on a 3Flex Micromeritics surface analyzer at liquid N₂ temperature (-196 °C) to investigate specific surface area, pore volume and pore size distribution of the catalysts.

Prior to the measurement, all samples were degassed at 150 °C for 6 h under vacuum. The specific surface area was determined by the Brunauer-Emmett-Teller (BET) method at relative pressures (p/p_0) between 0.05 and 0.30. The pore volume and pore size distribution were determined by the Barrett-Joyner-Halenda (BJH) method. XRD patterns were recorded on a Philips X'Pert PRO MPD diffractometer operated at 40 kV and 30 mA with monochromatic Cu K α radiation ($\lambda = 0.154$ nm). Raman spectra were recorded on a Thermo Scientific DXR SmartRaman spectrometer with a laser-excitation wavelength of 532.1 nm.

Results and discussion

The results of proximate and ultimate analyses of EFB are shown in **Table 1**. It was found that as-received EFB was mainly composed of moisture of 63.49 ± 0.53 wt% and volatile of 32.56 ± 0.24 wt% as two major components, while fixed carbon and volatile were found to be only 2.96 ± 0.08 and 1.00 ± 0.04 wt%, respectively. In case of EFBs after drying, C, H, N and O obtained from elemental analysis were 43.78 ± 0.05 , 6.06 ± 2.02 , 0.56 ± 0.01 and 49.67 ± 0.04 wt%, respectively.

The SEM images of EFB and hydrochars are shown in **Figure 2**. It was clearly observed the significant difference in morphology of hydrochars hydrothermally treated at different temperatures and times. Hydrochars derived from hydrothermal process at 160, 180 and 200 °C showed rougher surfaces with more rupturing structure as compared to EFB, which suggests the decomposition of the lignocellulosic structure of EFB [9,10].

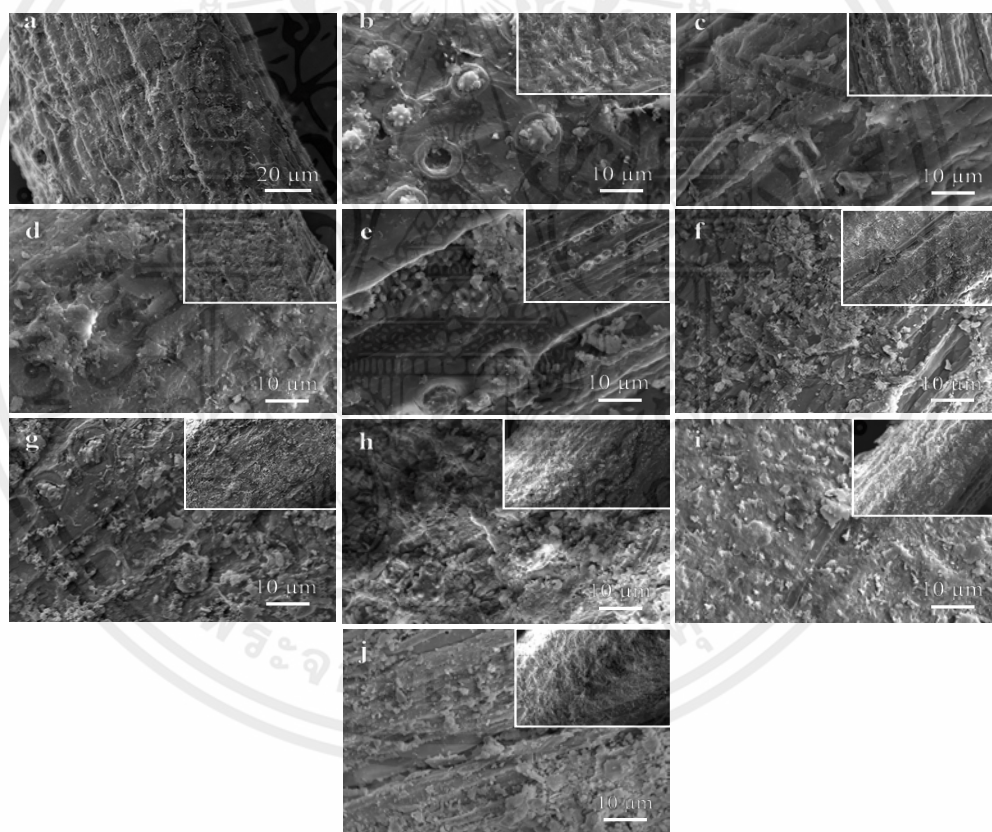


Figure 2 (a) SEM images (500 \times) of EFB. SEM images (1000 \times) of EFB hydrothermally treated at different conditions: (b) 160 °C for 4 h, (c) 160 °C for 8 h, (d) 160 °C for 12 h, (e) 180 °C for 4 h, (f) 180 °C for 8 h, (g) 180 °C for 12 h, (h) 200 °C for 4 h, (i) 200 °C for 8 h and (j) 200 °C for 12 h.

To identify the presence of functional groups, the FTIR spectra of EFB and hydrochars after hydrothermal at 200 °C for 4, 8 and 12 h were collected and are shown in **Figure 3**. A broad absorption band at 3000 - 3600 cm^{-1} and a small sharp peak at 2850 - 2950 cm^{-1} are attributed to stretching vibration of OH (hydroxyl) and C-H stretching vibration, respectively. The absorption bands at 1620 and 1720 cm^{-1} are attributed to C=O and C=C functional groups in aromatic structure, respectively. The bands in the range of 1250 - 1350 cm^{-1} suggests the presence of C-O and OH bending vibrations. In addition, the emergence of bands at between 950 and 1000 cm^{-1} is assigned to C-H vibration in aromatic structure [11-14]. As the hydrothermal time increased, the peak of C-H stretching vibration and C-H vibration in aromatic structure decreased progressively, whereas other absorption peaks were almost unchanged.

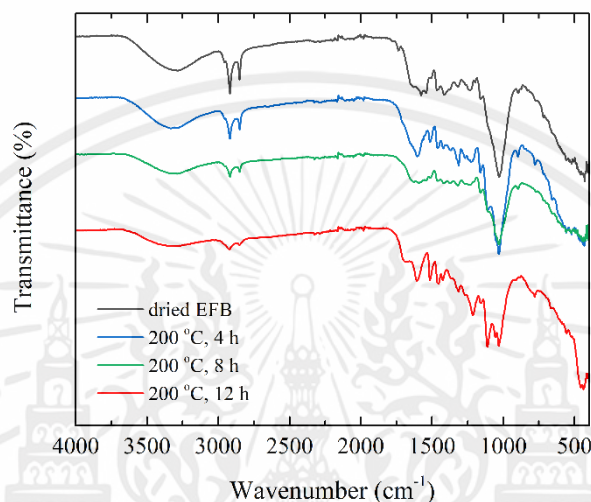


Figure 3 FTIR spectra of: (a) EFB and hydrochars derived from hydrothermal process at 200 °C for 4, 8 and 12 h.

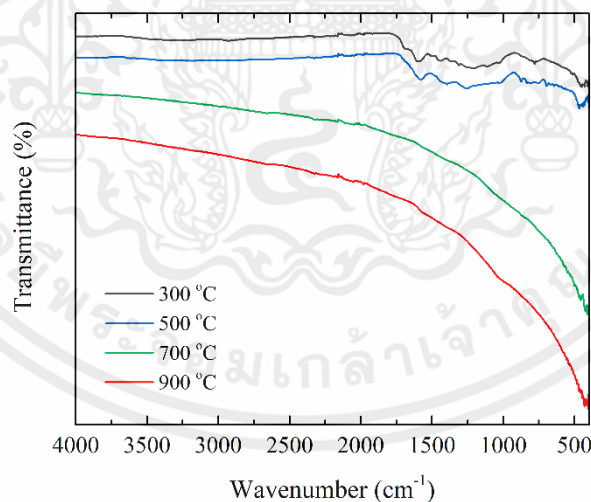


Figure 4 FTIR spectra of hydrochars derived from hydrothermal process at 200 °C for 12 h after carbonization at 300, 500, 700 and 900 °C for 2 h.

The hydrochar obtained from hydrothermal process at 200 °C for 12 h was selected for further carbonization process owing to its most rough and rupturing surface. **Figure 4** present the FTIR spectra of hydrochars after carbonization at different temperatures. As can be seen, all absorption bands decreased significantly with increasing temperature. The FTIR spectra became featureless at carbonization temperature of 700 °C. The disappearance of absorption bands at 1000 - 1600 cm^{-1} and 3000 - 3600 cm^{-1} indicated that decarboxylation and dehydration occurred during carbonization, respectively [15]. According to the FTIR results, it allows us to conclude that carbonization at high temperatures under inert atmosphere could lead to a strong reduction of the oxygen content through decomposition of functional groups.

The XRD measurement was investigated to examine the phase structure of carbon materials carbonized at different temperatures, as shown in **Figure 5a**. It should be noted that the sharp diffraction peaks at 37.9° and 44.1° and a small peak at 64.5° were originated from an Al holder used in the measurement, which is not related to the samples. The broad diffraction at 2 θ angle around 20 - 30° was evidently noticed for all carbon samples, corresponding to the carbon. The broad characteristic feature indicates the major presence of amorphous phase. As the carbonization temperature increased, the (002) diffraction peak of carbon phase became narrower. In addition, a significant shift of the 002 peak from 21.1° to 24.4° was also observed. The d_{002} lattice spacing of carbons carbonized at 900 °C was estimated to be about 0.364 nm, which was lower than that of ideal graphite (0.335 nm). The shift of the 002 peak to higher 2 θ angle concomitant with its narrower feature are evidence that the carbon samples were more graphitized and the size of crystalline graphite was larger at high carbonization temperatures.

To further evaluate more detailed information on the structure of carbons, Raman spectroscopic analysis was carried out, as shown in **Figure 5b**. The Raman spectra of carbonized samples was comprised of two pronounced peaks centered at 1360 and 1600 cm^{-1} , which are related with the D band and G band, respectively. The D band is related to the breaking of symmetry caused by structural disorders and defects, whereas the G band refers to the in-plane bond stretching motion of the pair of sp^2 carbon atoms [16,17]. These two characteristic peaks had low intensity with broad feature at carbonization temperature of 300 - 700 °C, indicating an amorphous nature of carbons. Additionally, it was evidently seen that the intensity of both D and G bands increased significantly at 900 °C. This result confirmed that high carbonization temperature could lead to more graphitization of carbon samples, which are in accordance with aforementioned XRD results.

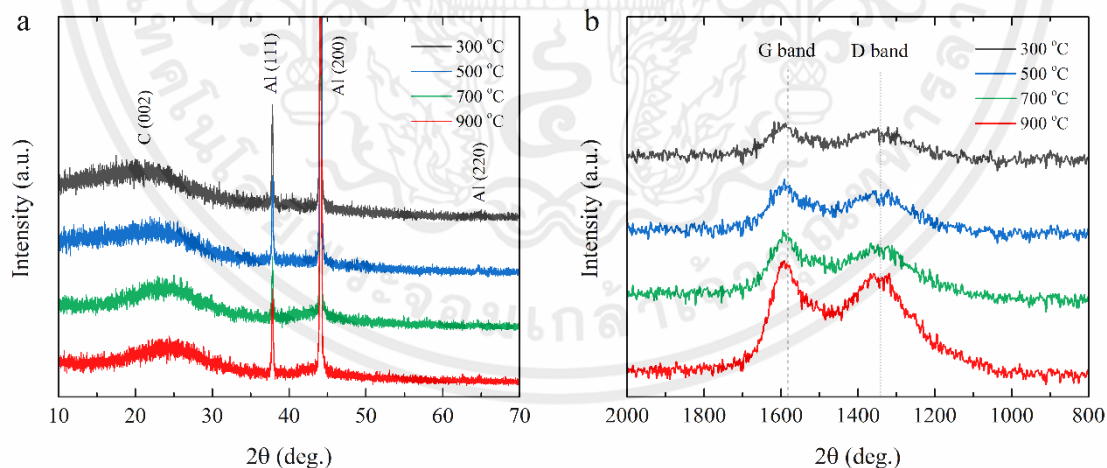


Figure 5 (a) XRD patterns and (b) Raman spectra of hydrochars carbonized at 300, 500, 700 and 900 for 2 h.

Furthermore, surface area, pore volume, and pore diameter of hydrochars carbonized at different temperatures were examined using N₂ adsorption-desorption isotherm. For the hydrochars carbonized at 300, 500 and 700 °C, their surface area were found to be very low about 3 m²/g. The low surface area of carbonized hydrochars suggests that pore structure was not developed at low carbonization temperatures. However, the surface area abruptly increased to 190 m²/g when carbonization was done at 900 °C, confirming that high carbonization temperature of 900 °C is greatly required for the pore development. The N₂ adsorption-desorption isotherms of hydrochar carbonized at 900 °C is displayed in **Figure 6**. It exhibited type II isotherms with a hysteresis feature, indicating its hierarchical pore structure, including micro-, meso and macropores. From the *t*-plot, the micropore and external (meso and macropores) surface areas were estimated to be 141.4 and 48.3 m²/g, respectively. This result indicates that the surface area of such carbon sample is mainly contributed by micropores (74.6 %), while the meso and macropores are minor contribution (35.4 %). The surface area, mean pore size and pore volume of all samples are summarized in **Table 2**. Although surface area obtained in this study is still relatively low when compared to other works, there are a plenty of room for further improvement by combination with thermal and chemical activation method [18].

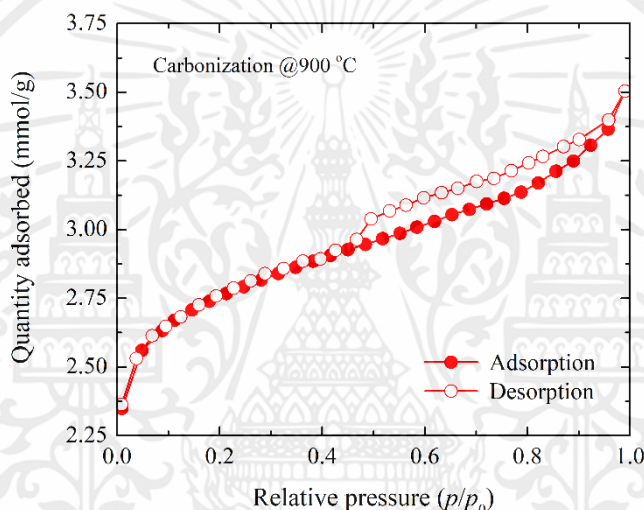


Figure 6 N₂ adsorption-desorption isotherms of hydrochar carbonized at 900 °C.

Table 2 Experimental BET data of hydrochars carbonized at 300, 500, 700 and 900 °C.

Sample	Surface area (m ² /g)	Mean pore size (nm)	Pore volume (cm ³ /g)
EFB-300	3.3	10.2	0.006
EFB-500	3.0	11.9	0.006
EFB-700	2.6	27.6	0.007
EFB-900	189.7	31.7	0.039

Conclusions

The reaction temperature and time in HTC process are the significant factors in controlling physicochemical properties of carbon products. The FTIR spectra confirmed that the functional groups on hydrochars decreased as the carbonization temperature increased. The disappearance of functional groups in hydrochars was evidenced that both dehydration and decarboxylation occurred during carbonization. The XRD and Raman spectroscopy data showed that carbons became more graphitized at high carbonization temperature; however, they were mainly composed of amorphous phase. Among a series of conditions investigated, we found that hydrothermal process at 200 °C for 12 h and further carbonization at 900 °C for 2 h is an optimal condition to obtain hierarchically porous carbon with surface area as high as 190 m²/g. We anticipate that carbon materials prepared from EFB via HTC at optimal HTC condition can be further applied for absorbent applications.

Acknowledgements

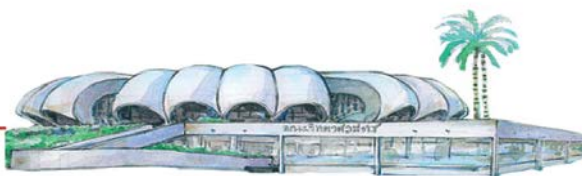
The authors are thankful to the College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University for supporting this work.

References

- [1] D Kalderis, MS Kotti, A Méndez and G Gasco. Characterization of hydrochars produced by hydrothermal carbonization of rice husk. *Solid Earth* 2014; **5**, 477-83.
- [2] M Toufiq Reza, J Mumme and A Ebert. Characterization of hydrochar obtained from hydrothermal carbonization of wheat straw digestate. *Biomass Convers. Biorefin.* 2015; **5**, 425-32.
- [3] MT Reza, X Yang, CJ Coronella, H Lin, U Hathwaik, D Shintani, BP Neupane and GC Miller. Hydrothermal carbonization (HTC) and pelletization of two arid land plants bagasse for energy densification. *ACS Sustain. Chem. Eng.* 2016; **4**, 1106-14.
- [4] HS Kambo and A Dutta. A comparative review of biochar and hydrochar in terms of production, physico-chemical properties and applications. *Renew. Sustain. Energ. Rev.* 2015; **45**, 359-78.
- [5] HPS Abdul Khalil, MS Alwani, R Ridzuan, H Kamarudin and A Khairul. Chemical composition, morphological characteristics, and cell wall structure of Malaysian oil palm fibers. *Polym. Plast. Tech.* 2008; **47**, 273-80.
- [6] M Toufiq Reza, A Janet, W Bejamin, B Daniela, P Judith, GL Joan and M Jan. Hydrothermal carbonization of biomass for energy and crop production. *Bioenerg. Res.* 2014; **1**, 11-29.
- [7] S Nizamuddin, S Shrestha, S Athar, B Si Ali and MA Siddiqui. A critical analysis on palm kernel shell from oil palm industry as a feedstock for solid char production. *Rev. Chem. Eng.* 2015; **32**, 489-505.
- [8] SS Jamari and JR Howse. The effect of the hydrothermal carbonization process on palm oil empty fruit bunch. *Biomass Bioenerg.* 2012; **47**, 82-90.
- [9] AB Fuertes, MC Arbestain, M Sevilla, JA Macia-Agullo, S Fiol, R Lopez, RJ Smernik, WP Aitkenhead, F Arce and F Macias. Chemical and structural properties of carbonaceous products obtained by pyrolysis and hydrothermal carbonisation of corn stover. *Aust. J. Soil Res.* 2010; **48**, 618-26.
- [10] AT Mursito, T Hirajima, K Sasaki, Upgrading and dewatering of raw tropical peat by hydrothermal treatment. *Fuel* 2010; **89**, 635-41.
- [11] T Kubilay, K Selhan, B Sema. A review of hydrothermal biomass processing. *Renew. Sust. Energ. Rev.* 2014; **40**, 673-87.
- [12] W Lili, G Yupeng, Z Yanchao, L Ying, Q Yuning, R Chunguang, M Xiaoyu and W Zichen. A new route for preparation of hydrochars from rice husk. *Biores. Tech.* 2010; **101**, 9807-10.
- [13] W Ru, L Guoqiang, L Min, Z Jianchun and H Xinmin. Preparation and N₂, CO₂ and H₂ adsorption of super activated carbon derived from biomass source hemp (*Cannabis sativa L.*) steam. *Micropor. Mesopor. Mater.* 2012; **158**, 108-16.

- [14] K Ganesh, S Parshetti, H Kent and B Rajasekhar. Chemical structural and combustion characteristics of carbonaceous products obtained by hydrothermal carbonization of palm empty fruit bunches. *Biores. Tech.* 2013; **135**, 683-9.
- [15] LL Wang, YP Guo, B Zou, CG Rong, XY Ma, YN Qu, Y Li and ZC Wang. High surface area porous carbons prepared from hydrochars by phosphoric acid activation. *Biores. Tech.* 2010; **102**, 1947-950.
- [16] J Schwan, S Ulrico, V Batori and H Ehrhardt. Raman spectroscopy on amorphous carbon films. *J. Appl. Phys.* 1996; **80**, 440-7.
- [17] M Sevilla, AB Fuertes, The production of carbon materials by hydrothermal carbonization of cellulose. *Carbon* 2009; **47**, 2281-9.
- [18] M Sevilla, AB Fuertes and R Mokaya. High density hydrogen storage in superactivated carbons from hydrothermally carbonized renewable organic materials. *Energ. Environ. Sci.* 2011; **4**, 1400-10.





Fundamental study of carbon materials from oil male palm flowers via hydrothermal carbonization

Kanogpan Guntagerng¹, Gasidit Panomsuwan², Apiluck Eiad-ua^{3*}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology, Ladkrabang, Bangkok Thailand

²Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University, Bangkok, Thailand

*Email address: apiluck.ei@kmitl.ac.th

Abstract:

This application of biomass-derived energy is gaining in importance due to growing environmental concerns. Oil male palm flowers were agricultural waste materials from palm oil processing. This research was carried out in order to study the morphology of hydrochar obtained via hydrothermal treatments of oil male palm flowers at 160–200°C for 4–12 h, followed by carbonization at the temperature range between 300 to 900 °C under a nitrogen atmosphere for 2 hours. The samples have been characterized by scanning electron microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, Raman spectroscopy and specific surface area. The results indicated that the hydrochar from carbonization at these optimum conditions; 900°C temperature and 2 hour time, possesses a large apparent surface area ($S_{\text{BET}} = 385 \text{ m}^2/\text{g}$), total pore volume ($0.46 \text{ cm}^3/\text{g}$) with pore diameter of 3.75 nm. FT-IR results indicate that all oil male palm flowers were converted to carbon.

1. Introduction

Lignocellulosic biomass materials are derived from a variety of plants, agricultural crop residues and animals, such as corn¹, husk², wheat straw³, and bagasse⁴. Moreover, it is enormous and renewable energy source that can help to reduce the greenhouse gas emission and improving, economy and energy security⁵. Thailand is an agricultural country that produces a large amount of biomass residues every day. Among several agricultural products, oil palm one of the major economic crops in Thailand. Oil male palm flower (OMPF) is one of the major waste products in oil palm industry. However, no report is available concerning the hydrochar derived oil male palm flower by applying thermo-chemical methods till now. Therefore, it would be worth if we can find the effective strategy to increase the value of oil palm wastes by converting them to carbon materials.

Hydrothermal carbonization (HTC) is a thermochemical conversion process

from biomass into smokeless, high carbon content and more valuable products (i.e., solid fuel)⁶. The HTC usually performed at temperatures ranging from 180–280°C and pressures higher than water saturation pressure to against water into liquid state, under an inert atmosphere. Reaction time has been reported in a broad range from 1 min to several hours⁷. Additives, such as acids or bases, can be affect the carbon formation, which is then physically or chemically activated to obtain a porous carbon structure⁸. Carbonization of biomass has a number of advantages when compared with common biological treatment. It generally takes only hours, instead of the days or months required for biological processes, permitting more compact reactor design⁹.

In this work, oil male palm flower was employed as precursor in the synthesis of carbon materials via HTC process. The temperature and time used in hydrothermal reaction were varied in the range of reaction temperature from 160–180°C and

reaction time 4–12h, respectively. The effects of hydrothermal carbonization parameters on the properties of carbons synthesized were characterized by scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and Raman spectroscopy.

2. Materials and Methods

Preparation of Sample

Oil male palm flowers (OMPF) was obtained from Krabi province, South Thailand, dried at 90°C for overnight and reduce size by using blender then sieving (size 700 μm), after sieving we'll received OMPF-P (Pigment) and OMPF-F (Fiber) then 10 g of OMPF was mixed with 100 ml of DI water and transferred into Teflon mold and stainless-steel reactor at different reaction temperature (160-180°C) and reaction (4-12h). Then, the hydrochar was quenched via water and dried at 90°C for overnight. Hydrochar sample was carbonized at 300 - 900°C for 2h by N₂ flow. For characterization compositions of OMPF physical morphology and surface functional group of hydrochar were characterized by Scanning Electron Microscope (SEM), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Raman spectroscopy.

3. Results & Discussion

The hydrothermal carbonization experiment were organized for investigate separately the effect of process temperature and time. The experimental conditions and the respective samples prepared are shown in Table 1.

Table1. Experimental conditions of hydrothermal carbonization (HTC)

Condition	Temperature(°C)	Time (h)
1	160	4
2	160	8
3	160	12
4	180	4
5	180	8
6	180	12
7	200	4
8	200	8
9	200	12

The SEM image of surface change among hydrochars obtained at different time and temperature, suggest the rupturing of the lignocellulosic structure in hydrothermal carbonization process¹⁰. Hydrochars via hydrothermal carbonization at 160°C, 180°C and 200°C in Figure 1 (b-j) and Figure 2 (b-j) show that at high temperature and time causing a rough and rupturing on surface owing to mainly degradation of the cellulose, hemicellulose and lignin component during HTC¹¹ when compared with raw OMPF (fiber and pigment) as observed in the SEM image.

To identify the presence of functional groups, the FT-IR spectra of OMPF (Pigment and Fiber) and hydrochars after hydrothermal. HTC were collected as shown in Figure 3(a), (b) and 4(a), (b), respectively. As shown in Figure 3(a) and (b), it can be observed broad absorption band at 3000 and 3600 cm^{-1} and a small sharp peak at 2800–2950 cm^{-1} corresponding to stretching vibration of O–H (hydroxyl) and C–H stretching vibrations, respectively. The absorption bands at 1650 and 1720 cm^{-1} are attributed to C=O and C=C functional groups reflecting their aromatic nature¹², respectively. The bands in range of 1150–1250 cm^{-1} suggests the presence of C–O and O–H bending vibrations. In addition, the small emergence of bands at between 950–1000 cm^{-1} is assigned to C–H vibration in aromatic structure^{13,14,15,16}.

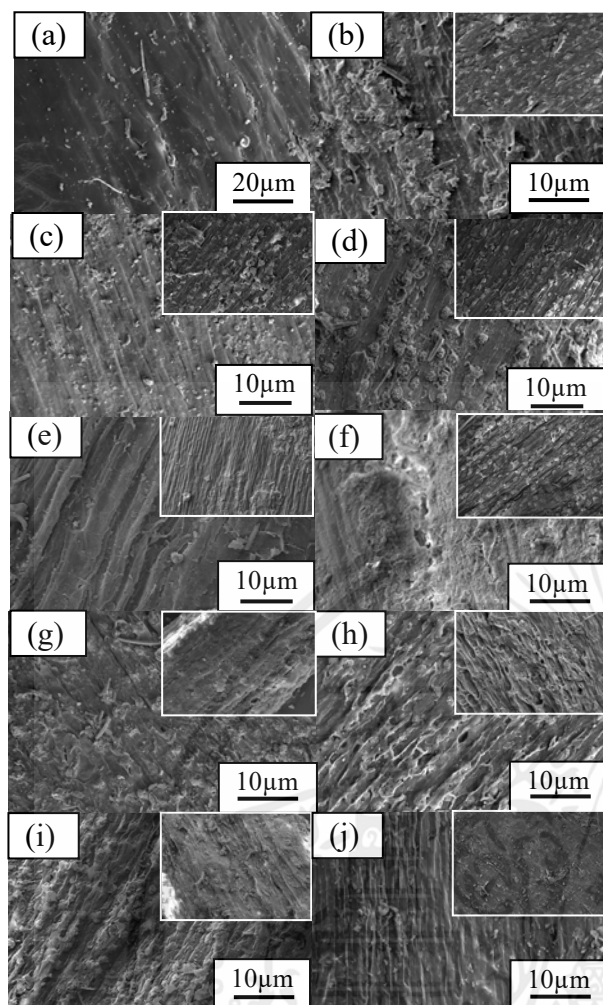


Figure 1. Scanning Electron microscope (SEM) of (a) (500x) OMPF-P untreated HTC (b) (1000x) HTC at 160°C for 4h (c) HTC at 160°C for 8h (d) HTC at 160°C for 12h (e) HTC at 180°C for 4h (f) HTC at 180°C for 8h (g) HTC at 180°C for 12h (h) HTC at 200°C for 4h (i) HTC at 200°C for 8h (j) HTC at 200°C for 12h.

However, after calcination treatment the absorption bands were disappeared and the FTIR spectra became featureless as depicted in Figure 4(a) and (b). The absence of absorption bands at $1000\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$ and $3000\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ suggests that dehydration and decarboxylation occurred during carbonization¹⁷. According to the FTIR results, it indicates that carbonization at high temperatures under inert atmosphere could lead to strong reduction of the oxygen content through decomposition of functional groups.

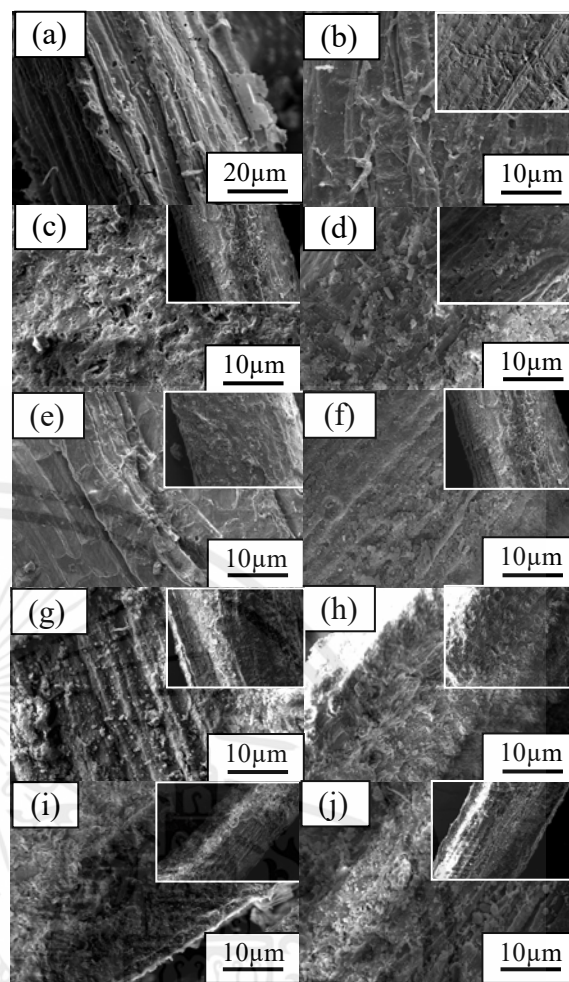


Figure 2. Scanning Electron microscope (SEM) of (a) (500x) OMPF-F untreated HTC (b) (1000x) HTC at 160°C for 4h (c) HTC at 160°C for 8h (d) HTC at 160°C for 12h (e) HTC at 180°C for 4h (f) HTC at 180°C for 8h (g) HTC at 180°C for 12h (h) HTC at 200°C for 4h (i) HTC at 200°C for 8h (j) HTC at 200°C for 12h.

Furthermore, to evaluate the aromatic structures in hydrochar products, Raman spectroscopy analysis was performed, as shown in Figure 5(a) and (b). The Raman spectra of carbonized samples had two broad overlapping bands about 1350 cm^{-1} (D peak) and 1600 cm^{-1} (G peak), which are related to benzene or condensed benzene rings of amorphous carbons^{18,19}. This result indicates the existence of small aromatic structure which consistent with the above mentioned FTIR results.

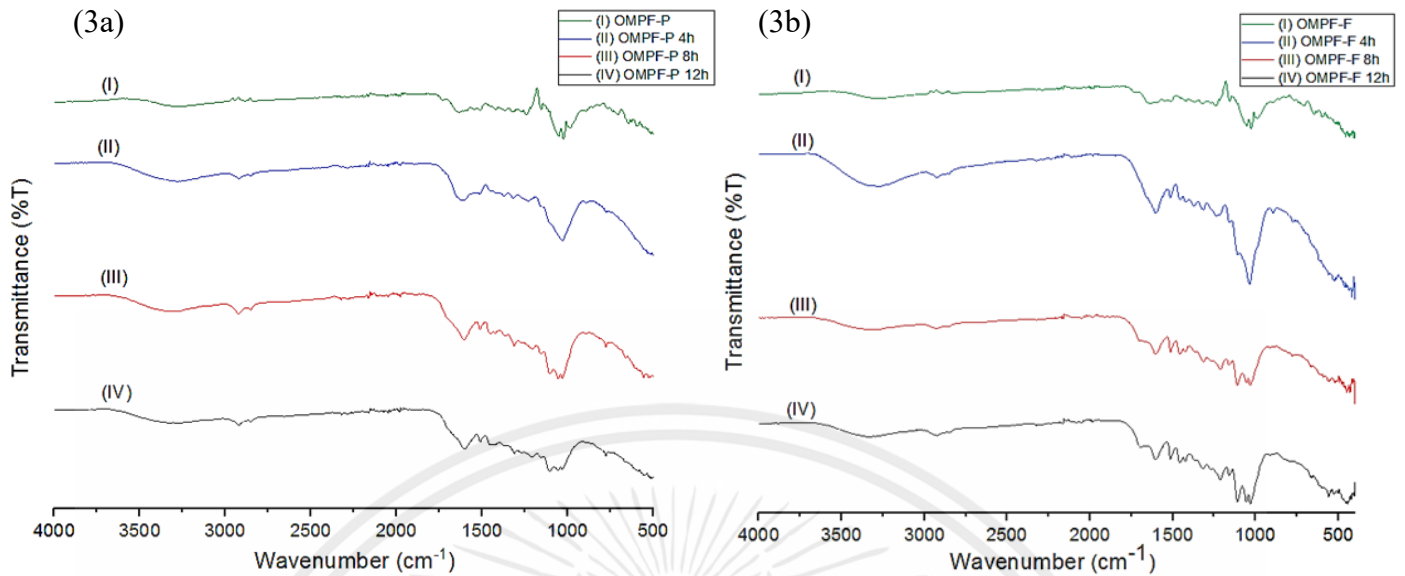


Figure 3. FTIR spectra of OMPF (Pigment and Fiber) hydrochars synthesized from HTC process (Ia) OMPF-P, (IIa) OMPF-P HTC at 200°C for 4 h, (IIIa) OMPF HTC at 200°C for 8 h, (IVa) OMPF-P HTC at 200°C for 12 h, (Ib) OMPF-F, (IIb) OMPF-F HTC at 200°C for 4 h, (IIIb) OMPF-F HTC at 200°C for 8 h, (IVb) OMPF-F HTC at 200°C for 12 h.

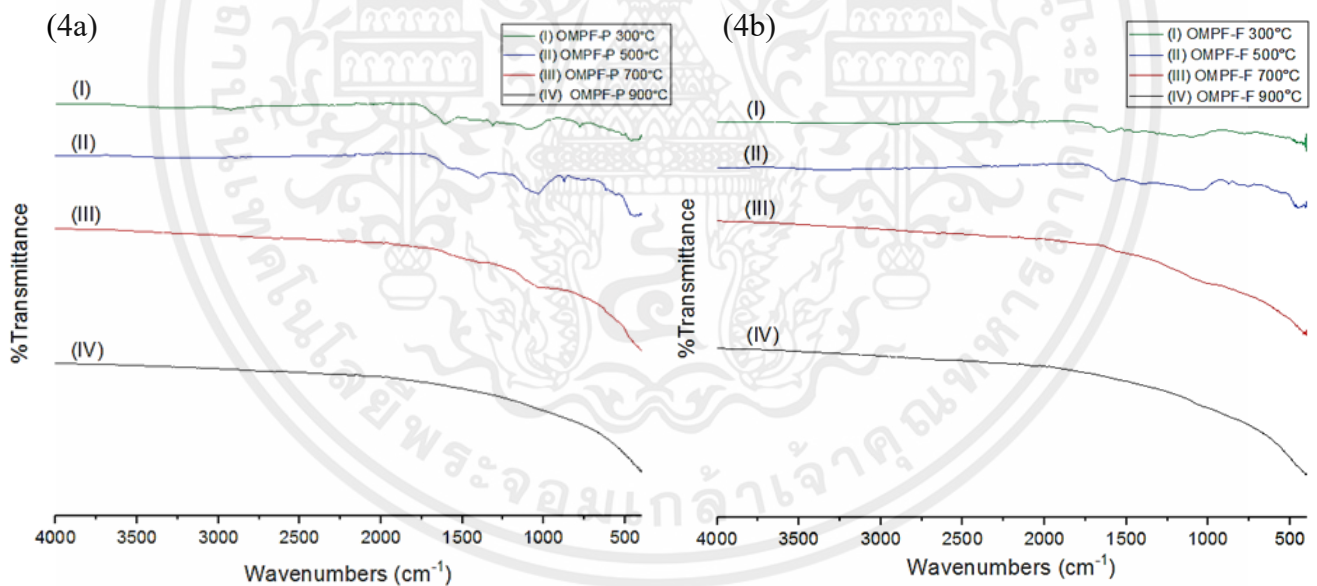


Figure 4. FTIR spectra of OMPF (Pigment and Fiber) (Ia) OMPF-P carbonization at 300°C, (IIa) OMPF-P carbonization at 500°C, (IIIa) OMPF-P carbonization at 700°C, and (IVa) OMPF- carbonization at 900°C, (Ib) OMPF-F carbonization at 300°C, (IIb) OMPF-F carbonization at 500°C, (IIIb) OMPF-F carbonization at 700°C, and (IVb) OMPF-F carbonization at 900°C.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

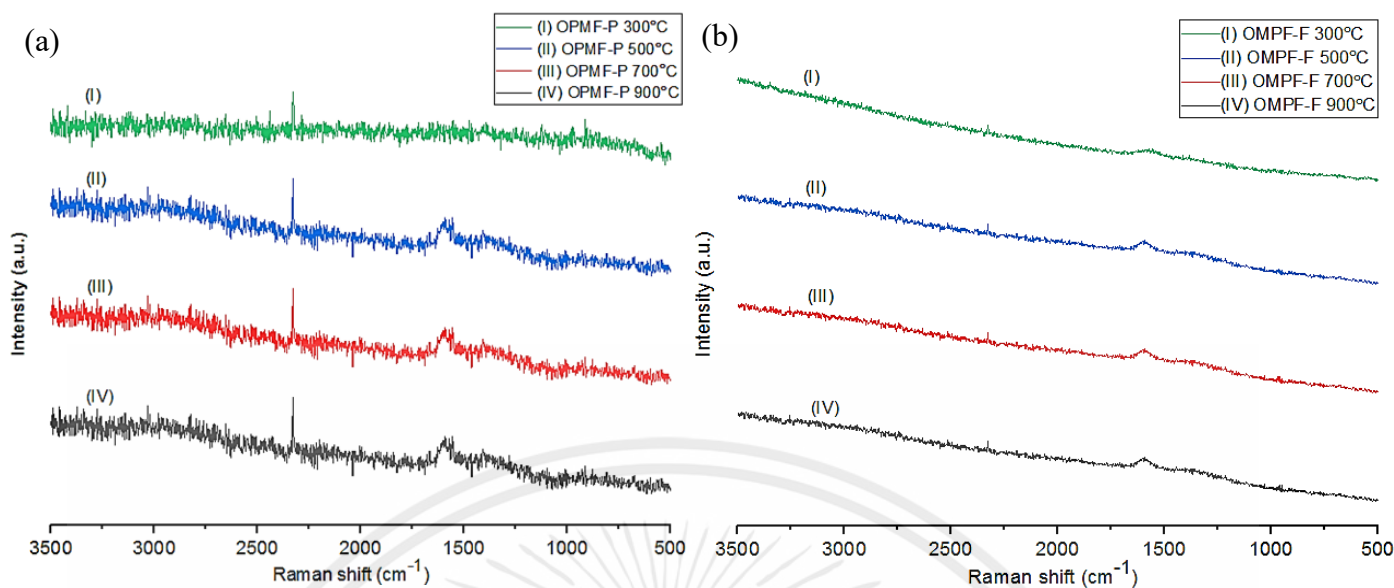


Figure 5. Raman spectra of OMPF (Pigment and Fiber) (Ia) OMPF-P 300°C, (IIa) OMPF-P 500°C, (IIIa) OMPF-P 700°C, and (IVa) OMPF-P 900°C, (Ib) OMPF-F 300°C (IIb) OMPF-F 500°C, (IIIb) OMPF-F 700°C, and (IVb) OMPF-F 900°C.

4. Conclusion

HTC of OMPF was performed by varying process residence time (4-12h) and temperature (160–200°C). The reaction temperature and time in HTC process play the significant roles in controlling the properties of hydrochar products. Among several condition investigated, we found that the hydrochar product prepared from hydrothermal process at 200 °C for 12 h and further carbonization at 900°C for 2 h had signification of the highest porosity and surface area. The functional group of hydrochars decreased as the temperature and time increased. The disappearance of functional groups in hydrochars suggests that both dehydration and decarboxylation occurred during the hydrothermal carbonization. We conclude that hydrochars were successfully derived from oil male palm flower (pigment and fiber) via HTC process, which can be further applied for absorbent, energy storage application or energy source in an environmentally friendly.

Acknowledgements

The authors are thankful to the College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University for supporting this work.

References (In ACS style)

1. Kamonwat, N.; Bunyarit, P.; Vorapot, K.; Nawin, V.; Wasawat, K.; Prasert, P. *Biomass Conv.* **2017**, 1-12.
2. Kalderis, D.; Kotti, MS.; Méndez, A.; Gasco, G. *Solid Earth.* **2014**; *5*, 477-483.
3. Toufiq, M.; Mumme, J.; Ebert, *Biomass Conv.* **2015**; *5*, 425-432.
4. Toufiq, M.; Yang, X.; Coronella, C.J.; Lin, H.; Hathwaik, U.; Shintani, D.; Neupane, B.P.; Miller, G.C. *ACS SUSTAIN CHEM ENG.* **2016**; *4*, 1106-1114.
5. Hanwu, L.; Iwona, C.; James, J. *J SUBST BIOENERG.* **2013**, *3*, 250-259.

6. Abdul, K.; Alwani, M.S.; Ridzuan, R.; Kamarudin, H.; Khairul, A. *POLYMER PLAST TECHNOL.* **2008**, *47*, 273-280.
7. Toufiq, M.; Janet, A.; Benjamin W.; Daniela, B.; Judith, P.; Joan, L.; Jan, M. *BIOENERG RES.* **2014**, *1*, 11-29.
8. Nizamuddin, S.; Shrestha, S.; Athar, S.; Ali, B.; Siddiqui, M. *ADV ENG RES.* **2015**, *32*, 489-505.
9. Oliveira, I.; Dennis, B.; Ramke, H. *BIORESOURCE TECHNOL.* **2013**, *142*, 138-146.
10. Fuertes, B.; Arbestain, C.; Sevilla, M.; Macia-Agullo, A.; Fiol, S.; Lopez, R.; Smernik, J.; Aitkenhead, P.; Arce, F.; Macias, F. *AUST J SOIL RES.* **2010**, *48*, 618-626.
11. Mursito, T.; Hirajima, T.; Sasaki, K. *Fuel.* **2010**, *89*, 635-41.
12. Guo, Y.; Bustin, M. *INT J COAL GEOL.* **1998**, *37*, 29-53.
13. Kubilay, T.; Selhan, K.; Sema, B. *RENEW SUST ENERG REV.* **2014**, *40*, 673-687.
14. Lili, W.; Yupeng, G.; Yanchao, Z.; Ying, L.; Yuning, Q.; Chunguang, R.; Xiaoyu, M.; Zichen, W. *BIORESOURCE TECHNOL.* **2010**, *101*, 9807-9810.
15. Ru, W.; Guoqiang, L.; Min, L.; Jianchun, Z.; Xinmin, H. *MICROPOR MESOPOR MAT.* **2012**, *158*, 108-116.
16. Ganesh, K.; Parshetti, S.; Kent, H.; Rajasekhar, B. *BIORESOURCE TECHNOL.* **2013**, *135*, 683-689.
17. Wang, L.L.; Guo, Y.P.; Zou, B.; Rong, C.G.; Ma, X.Y.; Qu, Y.N.; Li, Y.; Wang, Z.C. *BIORESOURCE TECHNOL.* **2010**, *102*, 1947-1950.
18. Schwan, J.; Ulrico, S.; Batori, V.; Ehrhardt, H. *J APPL PHYS.* **1996**, *80*, 440-447.
19. Sevilla, M.; Fuertes, A.B.; *CARBON.* **2009**, *47*, 2281-2289.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1 **Fundamental study of carbon materials from empty fruit**
2 **bunch via hydrothermal carbonization with H₃PO₄ and**
3 **NaOH activation**

4 Kanogpan Guntagerng¹, Gasidit Panomsuwan², Masayoshi Fuji³ and
5 Apiluck Eiad-ua^{1*}

6
7 ¹*College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology, Ladkrabang,*
8 *Bangkok 10520, Thailand*

9 ²*Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University,*
10 *Bangkok 10900, Thailand*

11 ³*Advanced Ceramic Research Center, Nagoya Institute of Technology, Tajimi,*
12 *Gifu 507-0033, Japan*

13 **Email address: apiluck.ei@kmitl.ac.th*

14
15
16 **Abstract**

17 **Lignocellulosic biomass has great potential as an energy source or feedstock**
18 **for further conversion. Empty fruit bunches (EFBs) were agricultural waste**
19 **materials from palm oil production. In this research, we aim to study the**
20 **morphology of hydrochars derived from EFBs via hydrothermal treatments**
21 **with phosphoric acid (H₃PO₄) and sodium hydroxide (NaOH) activation at**
22 **different concentrations (i.e., 0.5, 0.7 and 1 M) at 200 °C for 12 h, followed by**
23 **carbonization at 700 °C under nitrogen atmosphere for 2 h. The samples**
24 **were characterized by scanning electron microscopy (SEM), Fourier**
25 **transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy and specific**
26 **surface analysis. After carbonization, the hydrochar activated by 1.0 M**
27 **H₃PO₄ possessed the highest surface area of 590 m²/g with the dominance of**
28 **micropores. Hydrothermal carbonization with acid–base activation showed**
29 **an effective method in preparing high porous activated carbon from EFB.**

30
31 **Keywords: Hydrothermal carbonization, Empty fruit bunch, Hydrochar,**
32 **Acid/Base Activation.**

33
34
35
36
37
38
39
40
41 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
42 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

43 **Introduction**

44

45 Thailand is the agricultural country where there are a lot of agricultural
46 crops, such as sugarcane, cassava, rice hush and palm oil. Palm oil is known as
47 major economic crops. Empty fruit brunch (EFB) is the agricultural residue and
48 available in abundance and no economical value from palm oil industries [1].
49 Hydrothermal carbonization (HTC) is a thermochemical process to convert
50 biomass into a coal-like material with higher carbon content at temperature
51 between 180 °C and 250 °C in a pressure vessel for several hours. The products
52 obtained from HTC are composed of solid hydrochar, a water-soluble and a gas
53 consisting of carbon dioxide [2-4].

54 Activated carbon is a common term used to describe carbon-based
55 materials that have developed high surface area with an internal porous structure
56 and have a wide spectrum of oxygenated functional groups [5]. Activated carbon
57 is widely used for many applications, such as separation of gases, recovery of
58 solvents and adsorbents in various industrial sectors. In general, the activated
59 carbons are prepared either by physical or chemical activation (or both). For
60 physical activation, the raw material is carbonized (carbonization step) and the
61 prepared char subsequently reacted with steam or CO₂ (activation step) [6-8]. In
62 contrast, chemical activation can complete in a single step by carrying out thermal
63 decomposition of raw material mixed with chemical reagents, such as H₃PO₄,
64 KOH, NaOH, and Na₂CO₃ [9]. Among several acid reagents, activation by H₃PO₄
65 can be achieved at lower temperatures with higher yield. In addition, most of
66 H₃PO₄ can be recovered after the process is finished [10]. For base reagents,
67 NaOH activation has several advantages over other base reagents, such as (i)
68 lower dosage, (ii) cheaper, (iii) more environmentally friendly, and (iv) less
69 corrosive [11]. Therefore, H₃PO₄ and NaOH were herein chosen as acid and base
70 reagent for chemical activation.

71 In this work, EFB was employed as a precursor in the synthesis of carbon
72 materials via HTC process with H₃PO₄ and NaOH activation. The temperature,
73 time, and concentration of acid–base used in hydrothermal reaction were in the
74 range of 0.5–1.0 M at 200 °C and 12 h, respectively. The subsequent
75 carbonization of hydrochars was carried out at 700 °C for 2 h under nitrogen
76 atmosphere. The effects of concentration acid–base hydrothermal and
77 carbonization conditions on the properties of carbons synthesized were
78 characterized by several techniques, including scanning electron microscopy
79 (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy and
80 surface area analysis.

81

82

83 **Materials and Methods**

84

85 Preparation of carbon materials from EFBs via HTC

86 EFBs were obtained from the Krabi province of the Southern Thailand.

87 EFBs were dried at 90 °C overnight and then reduced their size using a blender

88 machine, followed by sieving with a 700 μm mesh. 10 g of grinded EFBs was
 89 mixed with 100 mL of DI water and transferred into a Teflon-lined stainless-steel
 90 reactor. The hydrothermal reaction was performed at temperatures of 200 $^{\circ}\text{C}$ for 2
 91 h under acid and base conditions (0.5–1.0 M concentration of H_3PO_4 and NaOH).
 92 The resultant hydrochars were quenched in water and dried at 90 $^{\circ}\text{C}$ overnight.
 93 The experimental conditions and the respective samples prepared are shown in
 94 Table 1.

95
 96 **Table 1** Experimental conditions for hydrothermal process.
 97

Condition	Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Time (h)
0.5 M H_3PO_4	200	12
0.7 M H_3PO_4	200	12
1.0 M H_3PO_4	200	12
0.5 M NaOH	200	12
0.7 M NaOH	200	12
1.0 M NaOH	200	12

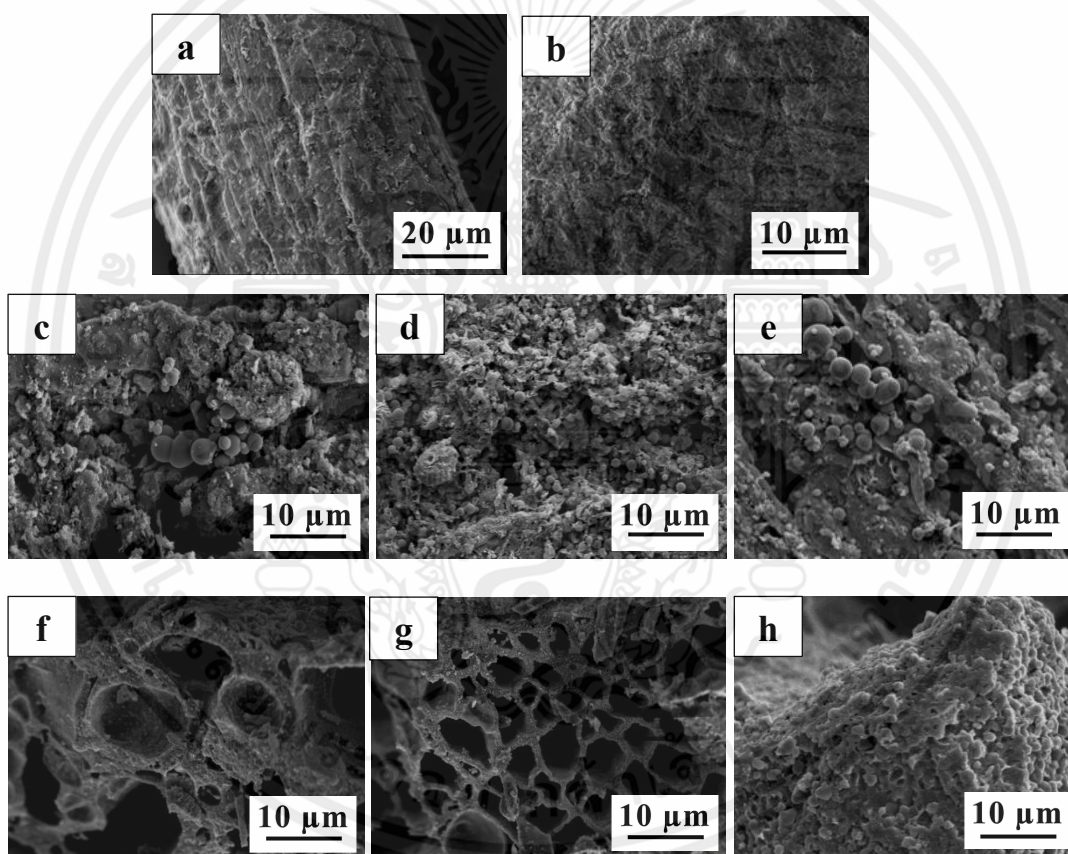
98
 99 **Characterization**

100
 101 The proximate and ultimate analyses were carried out to evaluate the
 102 chemical and elemental compositions of EFBs according to the standard method
 103 [12]. SEM images were taken on a Zeiss EVO 50 microscope operated at an
 104 accelerating voltage of 10 kV. The presence of functional group on samples was
 105 confirmed with a Thermo Scientific Nicolet 6700 FTIR spectrometer. N_2
 106 adsorption–desorption isotherms were measured on a 3Flex Micromeritics surface
 107 analyzer at liquid N_2 temperature (-196 $^{\circ}\text{C}$) to investigate textural structure,
 108 including specific surface area, pore volume and pore size distribution. Prior to
 109 the measurement, all samples were degassed at 150 $^{\circ}\text{C}$ for 6 h under vacuum. The
 110 specific surface area was determined by the Brunauer–Emmett–Teller (BET)
 111 method at relative pressures (p/p_0) between 0.05 and 0.30. The pore volume and
 112 pore size distribution were determined by the Barrett–Joyner–Halenda (BJH)
 113 method. Raman spectra were recorded on a Thermo Scientific DXR SmartRaman
 114 spectrometer with a laser-excitation wavelength of 532.1 nm.
 115

116 **Results and discussion**

117
 118 The results of proximate and ultimate analyses of EFB showed that as-
 119 received EFB was mainly composed of moisture of 63.49 ± 0.53 wt% and volatile
 120 of 32.56 ± 0.24 wt% as two major components, while fixed carbon and volatile
 121 were found to be only 2.96 ± 0.08 wt% and 1.00 ± 0.04 wt%, respectively. In case
 122 of EFBs after drying, C, H, N and O obtained from elemental analysis were 43.78
 123 ± 0.05 wt%, 6.06 ± 2.02 wt%, 0.56 ± 0.01 wt% and 49.67 ± 0.04 wt%,
 124 respectively.

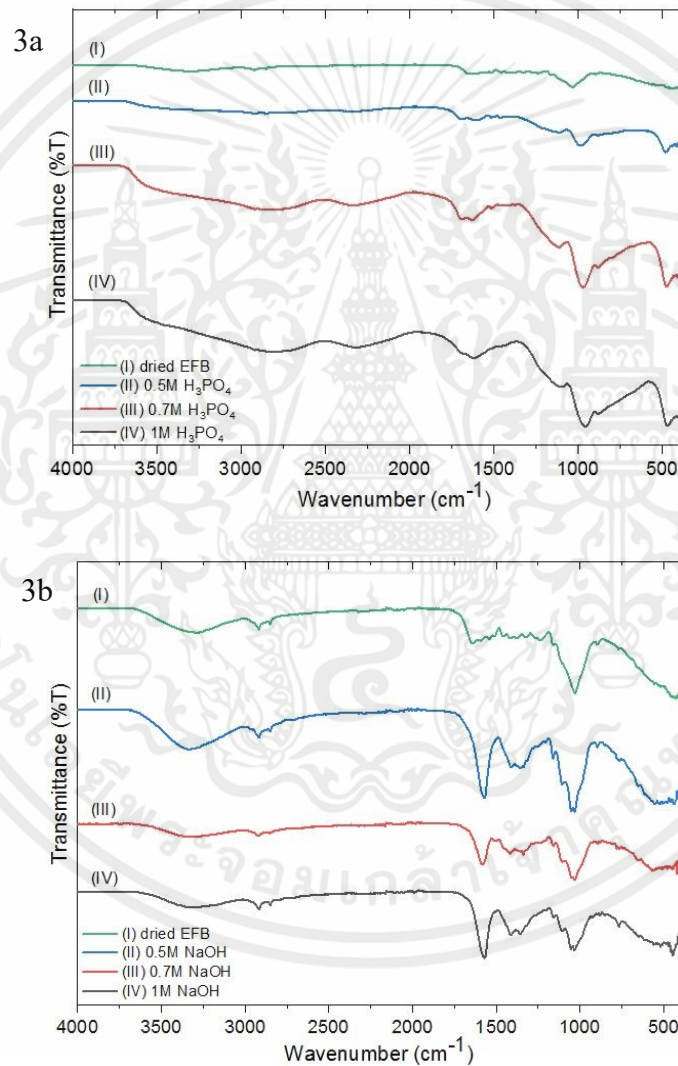
125 The SEM images of EFB and hydrochars after carbonization are displayed
126 in Figure 2. Based on the results obtained in the previous report by Yu *et al*, the
127 percentage of fixed carbon content was decreased when the carbonization
128 temperature increased to 800–900 °C [13]. Therefore, carbonization was
129 performed at 700 °C for 2 h in this work. From the SEM images, it was clearly
130 observed a significant difference in morphology of hydrochars hydrothermally
131 treated at different H₃PO₄ and NaOH concentrations. A major change was
132 observed at the surface of the hydrochars particles activated by H₃PO₄, where
133 sphere-like microparticles adhered to the surface of hydrochar in Figure 2c–2e.
134 This feature suggests the decomposition of the lignocellulosic structure of EFB
135 [14]. Figure 2f–2h show that the macrocellular morphology of base hydrochars
136 remain unchanged with appearance of smooth and large pores on the surface.
137



163 **Figure 2** (a) SEM images at a magnification of 500× of EFB. (b) SEM images
164 (1000×) of EFB via carbonization. SEM images at a magnification of 1000× of
165 EFB hydrothermally treated at different acid and base concentrations after
166 carbonization: (c) 0.5 M H₃PO₄, (d) 0.7 M H₃PO₄, (e) 1.0 M H₃PO₄, (f) 0.5 M
167 NaOH, (g) 0.7 M NaOH and (h) 1.0 M NaOH.

168
169 To investigate the presence of functional groups, the FTIR spectra of EFB
170 and hydrochars after hydrothermal treatment at different acid and base

171 concentrations were collected and are shown in Figure 3a and 3b. A weak and
172 broad band at $3000\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ are visible for both acid and base conditions,
173 confirming the presence of hydroxyl groups. The weak broad peak around 2000--
174 2400 cm^{-1} in acidic condition can be attributed to the carbon–oxygen and ketene
175 groups. The band near $1615\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ corresponds to carbonyl stretching $\text{C}=\text{O}$
176 for acetyl groups in hemicellulose and carbonyl aldehyde in lignin [15,16]. The
177 band at $1170\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ can be assigned to $\text{C}=\text{O}$ stretching of the carboxylic
178 groups in hemicellulose [17]. The emergence of bands at between 950 and 1000
179 cm^{-1} in acidic condition is associated with the $\text{C}\text{--}\text{H}$ vibration in aromatic group in
180 lignin [18–20].
181



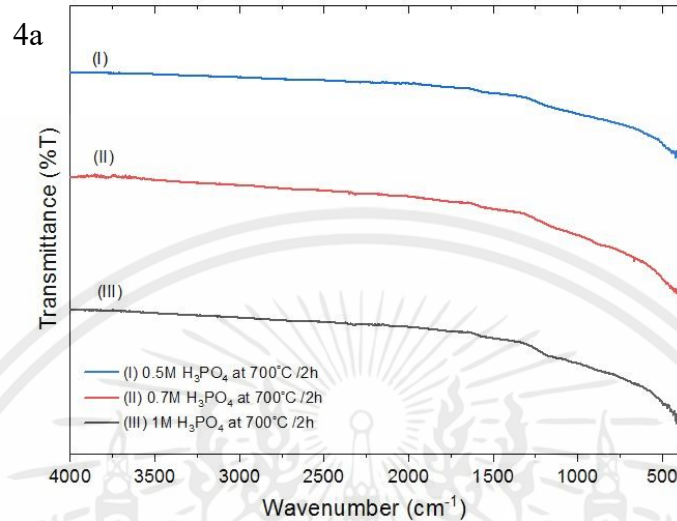
182
183

184
185

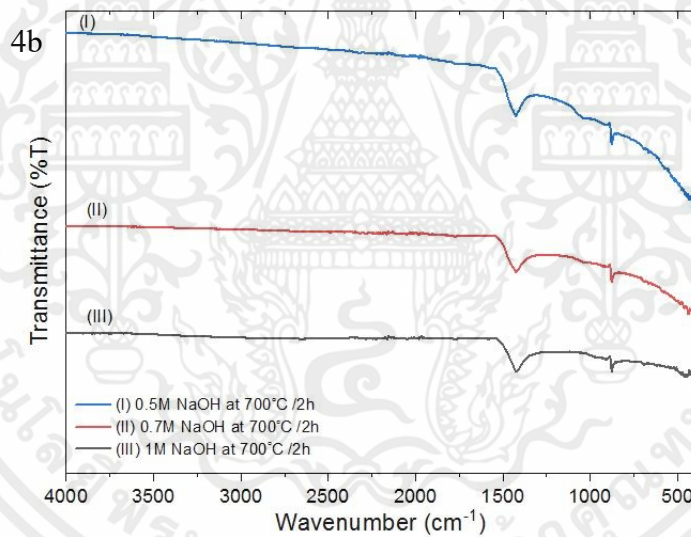
186 **Figure 3** FTIR spectra of EFB and hydrochars hydrothermally treated at $200\text{ }^{\circ}\text{C}$
187 for 12 h with: (a) H_3PO_4 and (b) NaOH activations.

188 This is an abstract for the journal article for the study of the effect of the concentration of the
189 Figure 4a and b present the FTIR spectra of hydrochars after carbonization
190 at different concentrations of acid and base. Compared to those before

191 carbonization due to evaporation and decomposition of function groups into
192 volatile products at high temperature [21,22]. This also proves that the activation
193 process have taken place successfully [23].
194



195
196



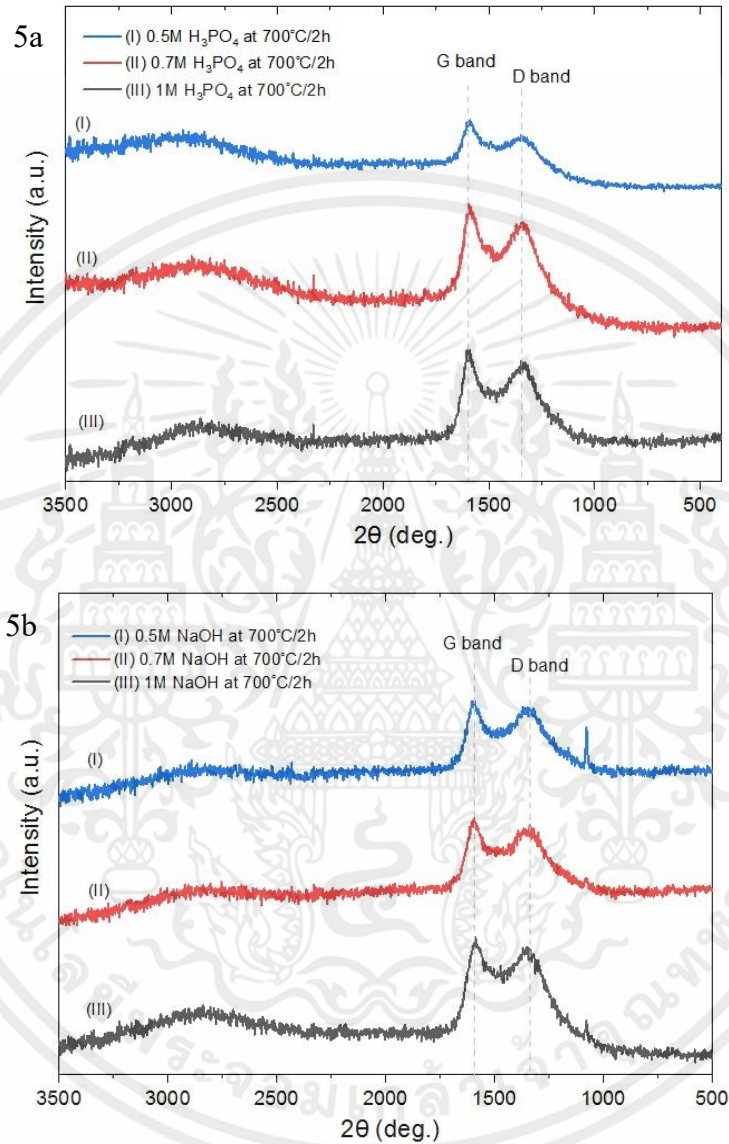
197
198

199 **Figure 4** FTIR spectra of carbonized hydrochars with (a) H₃PO₄ and (b) NaOH
200 activations.

201

202 To further evaluate more detailed information on the structure of carbons,
203 Raman spectroscopic analysis was carried out, as shown in Figure 5a and 5b. The
204 Raman spectra of carbonized samples were comprised of two pronounced peaks
205 centered at 1360 and 1600 cm⁻¹, which are related with the D band and G band,
206 respectively. The D band is related to the breaking of symmetry caused by
207 structural disorders and defects, whereas the G band refers to the in-plane bond
208 stretching motion of the pair of sp² carbon atoms [24,25]. These two characteristic
209 peaks had low intensity with broad feature, indicating an amorphous nature of

210 carbons. Additionally, it was seen that the intensity of both D and G bands
211 increased at higher H_3PO_4 and NaOH concentrations. This result confirmed that
212 activation by higher concentration of acid and base could lead to more
213 graphitization of carbon samples.
214



215
216

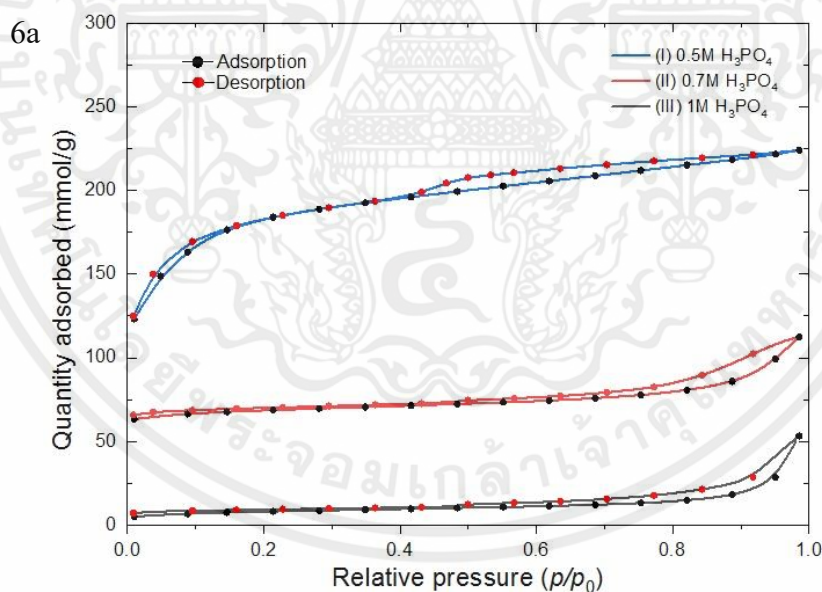
217
218

219 **Figure 5** Raman spectra of carbonized hydrochars with (a) H_3PO_4 and (b) NaOH
220 activations.

221

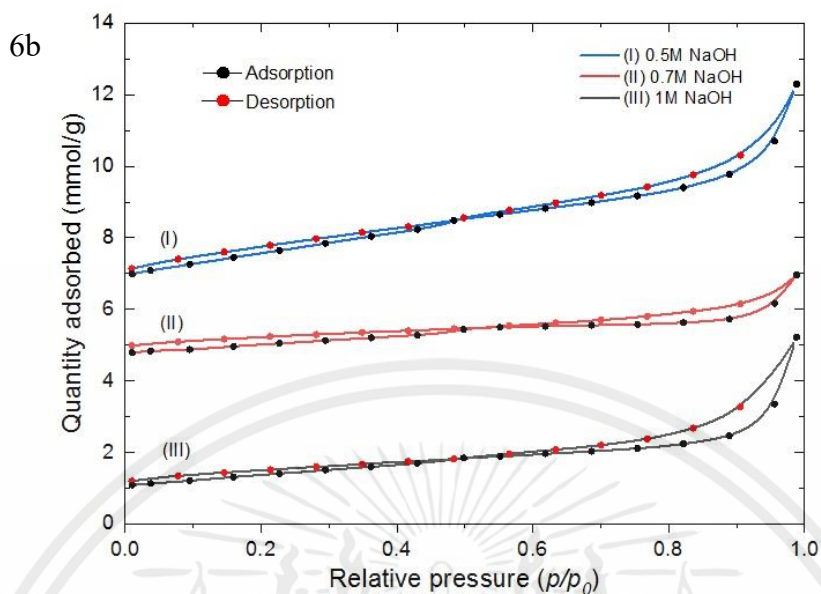
222 Furthermore, surface area, pore volume and pore diameter of carbonized
223 hydrochars were examined using N_2 adsorption–desorption isotherm. For the
224 samples activated with NaOH, their surface area was found to be very low about
225 1–4 m^2/g . Their low surface area indicates that pore structure was not developed.
226 However, when H_3PO_4 concentration increased to 1.0 M, the surface area of
227 activated sample immediately increased to 589 m^2/g . This confirms that

228 hydrothermal treatment with high H_3PO_4 concentration is greatly required for the
 229 pore development of carbon samples. The N_2 adsorption–desorption isotherms of
 230 hydrochars after carbonization are displayed in Figure 6. It exhibited type II or IV
 231 isotherms with a hysteresis feature, indicating its hierarchical pore structure,
 232 including of non-porous or meso and macropores materials. From the t -plot of
 233 carbon with H_3PO_4 activation at 1.0 M, the micropore and external (meso and
 234 macropores) surface areas were estimated to be 319.5 and 279.3 m^2/g ,
 235 respectively. This result indicates that its surface area is dominated by
 236 microporous structure. Significant improvement of surface area at high H_3PO_4
 237 concentration can be explained that H_3PO_4 is assumed as a dehydration agent role
 238 during activation. With a satisfactory high concentration, it can inhibit the
 239 formation of tars and any other liquids, thus facilitating the pore development of
 240 the samples. Moreover, the movement of volatiles through the pore channels will
 241 not be hindered and volatiles will be released easily from the carbon surface
 242 during activation. The surface area, mean pore size and pore volume of all
 243 samples and some commercial activated carbons are summarized in Table 2.
 244 Although surface area of porous carbons obtained in this study is still relatively
 245 low when compared to most of commercially available activated carbons [27,28],
 246 it shows the opportunity to further improve surface area of porous carbons
 247 through the optimization of acid concentration, carbonization temperature and
 248 hydrothermal conditions.
 249



250
 251

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



252
253

254 **Figure 6** (a) N_2 adsorption–desorption isotherms of hydrochar after carbonization
255 with (a) H_3PO_4 and (b) NaOH activations.

256

257 **Table 2** Experimental BET data of hydrochars carbonized at 700 °C and
258 commercial activated carbons.

Sample	Surface area (m^2/g)	Mean pore size (nm)	Pore volume (cm^3/g)
0.5 M H_3PO_4	27.5	18.0	0.077
0.7 M H_3PO_4	54.1	10.9	0.080
1.0 M H_3PO_4	589.8	2.4	0.122
0.5 M NaOH	4.1	7.7	0.008
0.7 M NaOH	1.4	9.1	0.003
1.0 M NaOH	1.9	13.0	0.006
Fagron	514	-	0.990
Panreac	296	-	0.540
Kothmex AM-1131	1131	-	0.403
Challenge OAM-1001	1140	-	0.457
Zorflex FM-10	939	-	0.561

259

260 Conclusions

261

262 The concentration of acid and base in HTC process are the significant
263 factors in controlling physicochemical properties of carbon products. The FTIR
264 spectra confirmed that the functional groups on hydrochars were disappeared after
265 carbonization, indicating both dehydration and decarboxylation at high
266 temperature. The Raman spectroscopy data showed that carbons became more
267 graphitized at high concentration of acid and base; however, they were mainly
268 composed of amorphous phase. Among a series of conditions investigated, we
269 found that hydrothermal process of 1.0 M H_3PO_4 at 200 °C for 12 h and further

270 carbonization at 700 °C for 2 h is an optimal condition to obtain porous carbon
271 with high surface area of 590 m²/g. We anticipate that porous carbon materials
272 prepared from EFB via HTC with H₃PO₄ activation can potentially applied for
273 adsorbents for dye removal or related applications.

274

275 **Acknowledgements**

276

277 The authors are thankful to the College of Nanotechnology, King
278 Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Department of Materials
279 Engineering, Faculty of Engineering, Kasetsart University for supporting this
280 work.

281

282 **References**

283

284 [1] Katamane, A. (2006). Appropriate technology evaluation for oil palm product
285 utilization in Krabi province. Available from: www.li.mahidol.ac.th/thesis/2549-
286 [cd388/4637145.pdf](http://www.li.mahidol.ac.th/thesis/2549-cd388/4637145.pdf). Accessed date: Feb1, 2011.

287

288 [2] Matson, T.D., Barta, K., Iretskii, A.V., and Ford, P.C. (2011). One-Plot
289 Catalytic Conversion of cellulose and woody biomass solid to liquid fuels. *J. Am.*
290 *Chem. Soc.*, 133:14090-14097.

291

292 [3] Falco, C., Marco-Lozar, J.P., Salinas-Torres, D., Morallon, E., Carzorta-
293 Amoros, D., Titirici, M.M., and Lozano-Castello, D. (2013). Tailoring the porosity
294 of chemically activated hydrothermal carbons: Influence of the precursor and
295 hydrothermal carbonization temperature. *Carbon*, 62:346-355.

296

297 [4] Libra, J.A., Ro, K.S., Kammann, C., Funke, A., Neubauer, N.D., Titirici,
298 M.M., Fuhner, C., Bens, O., Kearn, J., and Emmerich, K.H. (2011). Hydrothermal
299 carbonization of biomass residuals: a comparative review of the chemistry,
300 processes and applications of wet and dry pyrolysis. *Biofuels*, 2:89-124.

301

302 [5] Gonzalez, G.P. (2018). Activated carbon from lignocellulosics precursors: A
303 review of the synthesis methods, characterization techniques and application.
304 *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 82:1393-1414.

305

306 [6] Caturla, F., Molina-Sabio, M., and Rodriguez-Reinoso, F. (1991). Preparation
307 of activated carbon by chemical activation with zinc chloride. *Carbon*, 29(7):999-
308 1007.

309

310 [7] Torregrosa, R., and Martin-Martinez, J.M. (1991). Activation of
311 lignocellulosic materials a comparison between chemical, physical and combined
312 activation in terms of porous texture. *Fuel*, 70(10):1173-80.

313

กรุณาแจ้งให้ทราบล่วงหน้าเพื่อขอสงวนสิทธิ์ในการนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 314 [8] Botha, F.D., and McEnaney, B. (1993). Chemical activation of a South
315 African coal using phosphoric acid. *Adsorp. Sci. Technol.*, 10(1-4):181-92.
316
- 317 [9] Nethaji, S., and Sivasamy, A. (2011). Adsorptive removal of an acid dye by
318 lignocellulosic waste biomass activated carbon: Equilibrium and kinetic studies.
319 *Chemosphere*, 82:1367-1372.
320
- 321 [10] Castro, J.B., Bonelli, P.R., Cerrella, E.G., and Cukierman, A.L. (2000).
322 Phosphoric acid activation of agricultural residues and bagasse from sugar cane:
323 Influence of the experimental conditions on adsorption characteristics of activated
324 carbons. *Ind. Eng. Chem. Res.* 39(11):4166-4172.
325
- 326 [11] Tseng, R.L. (2006). Mesopore control of high surface area NaOH-activated
327 carbon. *J. Colloid Interface Sci.*, 303:494-502.
328
- 329 [12] Jamari, S.S., and Howse, J.R. (2012). The effect of the hydrothermal
330 carbonization process on palm oil empty fruit bunch. *Biomass Bioenerg.*, 47:82-
331 90.
332
- 333 [13] Yu, Q., Li, M., Ning, P., Yi, H., and Tang, X. (2014). Preparation and
334 phosphine adsorption of activated carbon prepared from walnut shells by KOH
335 chemical activation. *Sep. Sci. Technol.*, 49:2366-2375
336
- 337 [14] Sevilla, M., and Fuertes, A.B. (2009). Chemical and structural properties of
338 carbonaceous products obtained by hydrothermal carbonization of saccharides.
339 *Chem. Euro. J.*, 15:4195-4203.
340
- 341 [15] Guo, Y.P., and David, A. (2007). Rock straw, activated carbons prepared
342 from rice hull by one-step phosphoric acid activation. *Microp. Mesop. Mater.*,
343 100:12-19.
344
- 345 [16] Kazayawoko, M., Balatinecz, J.J., and Woodhans, R.T. (1997). Diffuse
346 reflectance Fourier transform infrared spectra of wood fibres treated with
347 maleated PP. *J. Appl. Polym. Sci.*, 66:1163-1173.
348
- 349 [17] Mwaikambo, L.Y., and Ansell, M.P. (2002). Chemical modification of hemp
350 sisal jute and kapok fibers by alkalization. *J. Appl. Polym. Sci.*, 84:2222-2234.
351
- 352 [18] Himmelsbach, D.S., Khalili, S., and Akin, D.E. (2002). The use of FT-IR
353 microspectroscopic mapping to study the effects of enzymatic retting of flax
354 (*Linum usitatissimum L.*) stems. *J. Sci. Food Agric.*, 82:685-696.
355
- 356 [19] Lili, W., Yupeng, G., Yanchao, Z., Ying, L., Yuning, Q., Chunguang, R.,
357 Xiaoyu, M., and Zichen, W. (2010). A new route for preparation of hydrochars
358 from rice husk. *Biores. Technol.*, 101:9807-9810.
359

- 360 [20] Ru, W., Guoqiang, L., Min, L., Jianchun, Z., and Xinmin, H. (2012).
361 Preparation and N₂, CO₂ and H₂ adsorption of super activated carbon derived
362 from biomass source hemp (*Cannabis sativa L.*) steam. *Microp. Mesop. Mater.*,
363 158:108-116.
364
- 365 [21] Román, S., Valente Nabais, J.M., Ledesma, B., González, J.F., Laginhas, C.,
366 and Titirici, M.M. (2013). Production of low-cost adsorbents with tunable surface
367 chemistry by conjunction of hydrothermal carbonization and activation processes.
368 *Microp. Mesop. Mater.*, 165:127-133.
369
- 370 [22] Sakina, H., Sarani, Z., and Khairul Zaman, D. Chemical characterisation of
371 benzylated oil palm empty fruit bunches. *Symposium on Utilisation of Oil Palm*
372 *Tree. Oil Palm Biomass: Opportunities and Challenges in Commercial*
373 *Exploitation, Kuala Lumpur, 2000.*
374
- 375 [23] Wang, L.L., Guo, Y.P., Zou, B., Rong, C.G., Ma, X.Y., Qu, Y.N., Li, Y., and
376 Wang, Z.C. (2010). High surface area porous carbons prepared from hydrochars
377 by phosphoric acid activation. *Biores. Technol.*, 102:1947-1950.
378
- 379 [24] Schwan, J., Ulrico, S., Batori, V., and Ehrhardt, H. (1996). Raman
380 spectroscopy on amorphous carbon films. *J. Appl. Phys.*, 80:440-447.
381
- 382 [25] Sevilla, M., and Fuertes, A.B. (2009). The production of carbon materials by
383 hydrothermal carbonization of cellulose. *Carbon*, 47:2281-2289.
384
- 385 [26] Sevilla, M., Fuertes, A.B., and Mokaya, R. (2011). High density hydrogen
386 storage in superactivated carbons from hydrothermally carbonized renewable
387 organic materials. *Energy Environ. Sci.*, 4:1400-1410.
388
- 389 [27] Kaiser, R., Kulczyk, A., Rich, D., Willey, R.J., Minicucci, J., and Maclver,
390 B. (2007). Effect of pore size distribution of commercial activated carbon fabrics
391 on the adsorption of CWA simulants from the liquid phase. *Ind. Eng. Chem. Res.*,
392 46(19):6126-6132.
393
- 394 [28] Martins, A. and Nunes, N. (2015). Adsorption of a textile dye on commercial
395 activated carbon: A simple experiment to explore the role of surface chemistry
396 and ionic strength. *J. Chem. Educ.* 92(1):143-147.
397

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน



Name: Kanogpan Guntagerng
ชื่อ-นามสกุล: นางสาวกนกพรรณ กุลเถกิง
Date of Birth: Dec 7, 1992
วัน เดือน ปีเกิด: 7 ธันวาคม 2535
Address: 647/29 Ladprao Rd, Chomphol, Jatujak, Bangkok
10900
ที่อยู่: 647/29 ถ.ลาดพร้าว แขวงจอมพล เขตจตุจักร กรุงเทพฯ
10900
E-mail address: guntagerng@gmail.com
ประวัติการศึกษา: จบการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต คณะ
วิทยาศาสตร์ประยุกต์ สาขาเคมีอุตสาหกรรม
ประวัติการฝึกงาน: การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย ภาคใต้ จังหวัดกระบี่
แผนก เคมีและสิ่งแวดล้อม
Work experience: Electricity Generating Authority of Thailand (Krabi),
Chemical and Environment Department

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

[1] Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, and Apiluck Eiad-ua, Fundamental Study of Carbon Materials Derived from Empty Fruit Bunch via Hydrothermal Carbonization, Walailak J Sci & Tech, Vol 15, No 11, pp. 779-786, 2018

[2] Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, and Apiluck Eiad-ua, Fundamental study of carbon materials from empty fruit bunch via hydrothermal carbonization with H_3PO_4 and NaOH activation, Suranaree J Sci & Tech, (2018) (Accepted)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลงานที่ได้นำเสนองานประชุมวิชาการ

[1] Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, and Apiluck Eiad-ua, Fundamental Study of Carbon Materials from empty fruit bunch via Hydrothermal Carbonization, 1st MRS Thailand International Conference (MRS Thailand 2017), 31 October - 3 November, 2018, Chiang mai Thailand (Poster Presentation).

[2] Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, and Apiluck Eiad-ua, Fundamental Study of Carbon Materials Derived from Oil male palm flower via Hydrothermal Carbonization, Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON2018), February 7-9, 2018, Hat Yai, Songkla Thailand (Poster Presentation).

[3] Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, Masayoshi Fuji and Apiluck Eiad-ua, Fundamental study of carbon materials from empty fruit bunch via hydrothermal carbonization with H_3PO_4 and NaOH activation, International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa 2018), July 18-20, 2018, Pattaya, Chonburi, Thailand (Poster Presentation).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้