

สมบัติพื้นผิวของถ่านกัมมันต์ที่เตรียมจากลำต้น เหง้าและเปลือกมันสำปะหลัง
เนตร ธรรมมี มณฑาทิพย์ เก็กจ้วน และสัมฤทธิ์ โม่พวง*

**The Surface Properties of Activated Carbon Prepared from the Trunk, Root and
Peel of Cassava**

Nate Thammee, Montatip Kekngoun and Sumrit Mopoung*

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร พิษณุโลก 65000

*Corresponding author. E-mail: sumritm@nu.ac.th

บทคัดย่อ

การวิจัยนี้ เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตถ่านและถ่านกัมมันต์จากลำต้น เหง้า และเปลือกของมันสำปะหลัง โดยศึกษาผลของอุณหภูมิในการผลิตถ่าน อุณหภูมิและอัตราส่วนของถ่านต่อกรดฟอสฟอริก ในการกระตุ้นให้เกิดกัมมันต์ ผลลัพธ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมี ได้แก่ความชื้น การดูดซับไอโอดีน และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR SEM และ XRD จากการศึกษาพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการผลิตถ่าน คือ 700°C ซึ่งจากข้อมูล FTIR พบว่าหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ได้สลายไปเกือบหมด และในการกระตุ้นถ่านให้เกิดกัมมันต์ ด้วย 85% H₃PO₄ ในอัตราส่วนถ่านต่อกรดฟอสฟอริกเท่ากับ 1:1 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่อุณหภูมิ 700°C และ 800°C พบว่าถ่านกัมมันต์จากเหง้ามันสำปะหลังมีความชื้นเท่ากับร้อยละ 6.23 และ 1.17 เลขไอโอดีนเท่ากับ 609.6 mg/g และ 602.9 mg/g ตามลำดับ ถ่านกัมมันต์จากเปลือกมันสำปะหลังมีความชื้นเท่ากับร้อยละ 5.23 และ 6.64 เลขไอโอดีนเท่ากับ 910.2 mg/g และ 904.0 mg/g ตามลำดับ และผลการตรวจสอบถ่านกัมมันต์ด้วย FTIR พบว่ามีหมู่ฟังก์ชันเจือปนน้อยกว่าถ่าน ส่วนผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย SEM พบว่าถ่านที่ยังไม่ได้กระตุ้นจะมีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ เกิดรูพรุนไม่มาก แต่หลังจากผ่านกระบวนการกระตุ้นด้วยกรดจะเกิดรูพรุนขนาดไมโครเพิ่มมากขึ้น และการตรวจสอบด้วย XRD ได้แสดงว่าถ่านกัมมันต์ที่ได้เป็นคาร์บอนอสัณฐานและมีสารประกอบฟอสเฟตบางส่วน

คำสำคัญ: ถ่าน ถ่านกัมมันต์ มันสำปะหลัง ลำต้น เหง้า เปลือก

Abstract

This research studied to appropriate condition for production of activated carbon from trunk, root, and peel of cassava. The effects of carbonized and activated temperature and ratio of the charcoal per the phosphoric acid were studied. The products were analyzed for physical and chemical properties, eg. moisture, iodine number, and by FTIR, SEM and XRD. It was found that the appropriate temperature for carbonization to obtain low functional group of charcoal is 700°C. The production of activated carbon from trunk, root and peel charcoal were activated with 85% H₃PO₄ (charcoal : acid = 1:1 by the weight by volume) and activated temperatures at 700°C and 800°C. After the produces were demineralized with concentrated HCl and HF solution, the moisture content and iodine number of activated carbon from cassava root at 700°C and 800°C are 6.23% and 609.6 mg/g and 1.17% and 602.9 mg/g respectively, and for cassava peel activated carbon are 5.23% and 910.2 mg/g and 0.64% and 904.0 mg/g respectively. From FTIR spectra, the functional group of activated carbon is lesser than the charcoal. It was found that the charcoal showed regular particle size with a few riddled holes. However, after activation process, the micropore of activated carbon was increased. The result of XRD was showed that the activated carbon is amorphous carbon with some phosphate.

Keywords: charcoal, activated carbon, cassava, trunk, root, peel

บทนำ

รายงานผลการสำรวจประจำปี 2550/2551 ของคณะสำรวจภาวะการผลิตและการค้ามันสำปะหลัง (อรอุมา เผือกชาย, 2552) พบว่ามีผลผลิตมันสำปะหลังเท่ากับ 27.619 ล้านตัน โดยจังหวัดกำแพงเพชรจัดเป็นพื้นที่ที่มีการคาดการณ์ผลผลิตสูงถึง 1,629,320 ตัน ซึ่งเข้าสู่อุตสาหกรรมการผลิตมันเส้น มันเม็ดและแป้งมัน จากข้อมูลดังกล่าวจะเห็นได้ว่าการปลูกมันสำปะหลังนั้นมีปริมาณที่มาก จึงทำให้มีเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรอยู่เป็นจำนวนมากได้แก่ลำต้น เหง้าและเปลือกของมันสำปะหลัง โดยได้มีการนำเศษวัสดุเหล่านี้มาใช้ทำปุ๋ย วัสดุเพาะเห็ดฟาง ถ่านจากเหง้ามัน ส่วนของลำต้นจะเก็บไว้ทำพันธุ์ในการปลูกครั้งต่อไป แต่ก็ยังมีเศษวัสดุเหลืออยู่เป็นจำนวนมาก

ในการใช้วัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรหรืออุตสาหกรรมไม้ สำหรับเตรียมถ่านกัมมันต์ที่ใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำเพื่อขจัดสารอินทรีย์ที่เป็นพิษ สีขุ่น สารอินทรีย์ระเหยได้และโลหะหนัก โดย

เพิ่มความสามารถในการดูดซับให้สูงขึ้นนั้น สามารถทำการกระตุ้นได้ทั้งทางเคมีและทางกายภาพ การกระตุ้นทางเคมี ได้มีการใช้สารเคมีต่างๆ หลายชนิด เพื่อไปทำให้เกิดการดึงน้ำออกและเกิดการสลายตัวของถ่าน ซึ่งคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ที่ได้ขึ้นอยู่กับวัตถุดิบที่ใช้และกระบวนการกระตุ้น สารเคมีที่มีใช้ในการกระตุ้นได้แก่ H_3PO_4 , KOH และ $ZnCl_2$ (Dias *et al.*, 2007) ในการผลิตถ่านกัมมันต์จากเปลือกมันสำปะหลังที่กระตุ้นด้วย KOH (Sudaryanto *et al.*, 2006) พบว่าเวลาในการกระตุ้นไม่มีผลต่อโครงสร้างรูพรุน ส่วนอัตราส่วนของเปลือกมันสำปะหลัง: KOH ที่ 5:2 มีผลทำให้ได้ปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวสูงสุด เมื่อกระตุ้นที่อุณหภูมิ $750^\circ C$ (Sudaryanto *et al.*, 2006) และจากการศึกษาของ Rajeshwarisivaraj และคณะ (2001) พบว่าการผลิตคาร์บอนจากเปลือกมันสำปะหลังที่กระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกในอัตราส่วน 1:1 แล้วเผาที่อุณหภูมิ $120^\circ C$ เป็นเวลา 14 ชั่วโมง จะให้คาร์บอนที่มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีและโลหะไอออนออกจากสารละลายน้ำได้ดีกว่า

ในการศึกษาครั้งนี้ได้ใช้ถ่าน เหว้า และเปลือกมันสำปะหลังสำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์ โดยศึกษาผลของอุณหภูมิในการผลิตถ่าน อุณหภูมิในการกระตุ้นและอัตราส่วนของกรดฟอสฟอริก ให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับสูงเพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุดูดซับต่อไป

วัสดุและวิธีการทดลอง

การเตรียมถ่าน

ล้างทำความสะอาดถ่าน เหว้า เปลือกมันสำปะหลังด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด ตัดเป็นชิ้นขนาดประมาณ 2-3 เซนติเมตร แล้วตากให้แห้งเป็นเวลา 1 สัปดาห์ จากนั้นทำการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ $800^\circ C$ โดยบรรจุลงในถ้วยกระเบื้องพร้อมฝาปิด เพิ่มอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้วทำการแช่ไว้อีก 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นแล้วเก็บในโถดูดความชื้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพ ได้แก่ ปริมาณสารระเหย ตามวิธี ASTM D 5832 - 95 (1996) ปริมาณเถ้า ตามวิธี ASTM D 2867 - 95 (1996) และปริมาณคาร์บอนคงตัว โดยวิธี ASTM D 3172-89 (1994) การดูดซับไอโอดีนโดยวิธี AWWA B604-74 (1974) วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR (Perkin Elmer, FT-IR System Spectrum GX), SEM (LEO 1455 VP electron microscopy) และ XRD (PW 3040/60, X' Pert Pro MPD)

การเตรียมถ่านกัมมันต์

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าถ่าน เหว้า เปลือกมันสำปะหลังที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ มีกราฟสเปกตรัมของ FTIR ที่ค่อนข้างเรียบ (รูป 1-3) แสดงถึงการขจัดสารระเหยออกไปเกือบหมด จึงได้เลือกมาเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการผลิตถ่านกัมมันต์ โดยนำถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่ $700^\circ C$ มากระตุ้นด้วย 85 wt% H_3PO_4 (UNIVAR, AR) ด้วยอัตราส่วน 1:0.5, 1:1.0 และ 1:1.5 โดยน้ำหนัก

ต่อปริมาตร (ถ่าน: H_3PO_4) ทำการผสมให้ทั่วแล้วทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบให้แห้ง ตัวอย่างที่ได้นำไปไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 และ 800 °C ในถ้วยกระเบื้องปิดฝา เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการทำการแช่ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง ทำการล้างถ่านกัมมันต์ที่ได้ด้วย 5N HCl (BDH, AR.) ตามด้วย 22N HF (MERCK, pro analysi) (Mopoung *et al.*, 2008) และสุดท้ายล้างด้วยน้ำร้อนจนกระทั่งมี pH เป็นกลาง จากนั้นล้างด้วยน้ำเย็น เพื่อขจัดสารประกอบฟอสเฟตที่เหลือผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์เช่นเดียวกับถ่าน

ผลการทดลองและวิจารณ์

องค์ประกอบทางเคมีโดยประมาณ

องค์ประกอบทางเคมีโดยประมาณ (ร้อยละน้ำหนักแห้ง) ของลำต้น เหง้า เปลือกมันสำปะหลัง (ตาราง 1) มีคาร์บอนคงตัวร้อยละ 19.21, 14.41 และ 18.29 ตามลำดับ ปริมาณสารระเหยมีร้อยละ 78.76, 78.00 และ 78.07 ส่วนปริมาณของเถ้าแสดงถึงปริมาณสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนมีร้อยละ 2.12, 7.59 และ 3.64 ตามลำดับ การที่เหง้ามีปริมาณเถ้าสูงเนื่องจากเป็นส่วนที่อยู่ติดกับพื้นดินจึงมีปริมาณแร่ธาตุสูง และเมื่อทำการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 500–800°C พบว่าจะมีปริมาณเถ้าอยู่ในช่วงร้อยละ 4.54–11.42 ซึ่งเพิ่มขึ้นกว่าตัวอย่างที่ไม่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ สาเหตุเกิดจากการระเหยไปของสารระเหยง่าย แต่เถ้าไม่มีการระเหยจึงทำให้มีร้อยละเพิ่มขึ้นและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ ซึ่งแสดงถึงการกำจัดสารระเหยออกไปได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิคาร์บอนไนซ์สูงขึ้น (Lua and Yang, 2004) แต่เมื่อนำตัวอย่างที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่ 700°C มากระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกแล้วไฟโรไลซิสที่ 700–800°C แล้วล้างด้วยกรด HCl และ HF พบว่าปริมาณเถ้าเหลือน้อยอยู่ระหว่างร้อยละ 0.13–1.42 (ตาราง 2) แสดงถึงผลของกรดที่ใช้ล้าง ซึ่งสามารถละลายพวกแร่ธาตุต่างๆ ออกจากถ่านเป็นไปด้วยดี ซึ่งโดยปกติ ธาตุต่างๆ เช่น แคลเซียม โพแทสเซียม สามารถทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริก เกิดเป็นสารประกอบฟอสเฟต ที่สามารถถูกขจัดออกไปได้ด้วยกรด ยกเว้น ซิลิกอน เมื่อเกิดเป็นสารประกอบฟอสเฟตมีความสามารถในการละลายน้อย (Li *et al.*, 2011b) สำหรับปริมาณคาร์บอนพบว่าเพิ่มขึ้นเมื่อองค์ประกอบสารระเหยง่ายถูกขจัดออกไป และพบว่าก่อนมีค่าคงที่สำหรับอุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ตั้งแต่ 500°C ซึ่งเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นอีกจนถึง 800°C ปริมาณคาร์บอนยังคงเกือบเท่าเดิม สอดคล้องกับการศึกษาของ Guo and Rockstraw (2007)

ค่าการดูดซับไอโอดีน

การดูดซับไอโอดีนของถ่านคาร์บอนไนซ์ในช่วงอุณหภูมิ 500–800°C พบว่าการดูดซับไอโอดีนของถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่ 700–800°C มีค่าสูงกว่า 500 mg/g (ตาราง 1) แสดงถึงอุณหภูมิมีผล

ทำให้เกิดรูพรุนขึ้น เนื่องจากสารระเหยง่ายหรือน้ำมันดินถูกขจัดออกไป และมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิการคาร์บอนไนซ์สูงขึ้น และเมื่อนำถ่านคาร์บอนไนซ์ที่ 700°C ไปทำการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก พบว่าค่าการดูดซับไอโอดีนสูงกว่าถ่านที่คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C (ตาราง 2) แสดงถึงผลของกรดฟอสฟอริกและอุณหภูมิมีต่อการเกิดรูพรุนบนผิวถ่าน โดยถ่านกัมมันต์เปลือกมันสำปะหลังที่กระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกอัตราส่วน 1:1.0 ไพโรไลซิสที่ 700 และ 800°C มีค่าการดูดซับไอโอดีนสูงสุด เท่ากับ 910.2 และ 904.0 mg/g ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิการไพโรไลซิสเมื่อเพิ่มจาก 700 ไปเป็น 800°C การดูดซับไอโอดีนมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อยในถ่านทุกชนิด ทั้งนี้อาจเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิไปเป็นที่ 800°C ทำให้เกิดการเผาไหม้ที่มากเกินไป ซึ่งไปทำลายโครงสร้างรูพรุนที่เกิดจากการยุบตัวของผนังรูพรุนและรูพรุนมีการขยายกว้างขึ้น เป็นผลทำให้ปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นและพื้นที่ผิวลดลง (Li *et al.*, 2011a) ดังนั้นอุณหภูมิสูงสุดสำหรับการกระตุ้นคือที่ 700°C

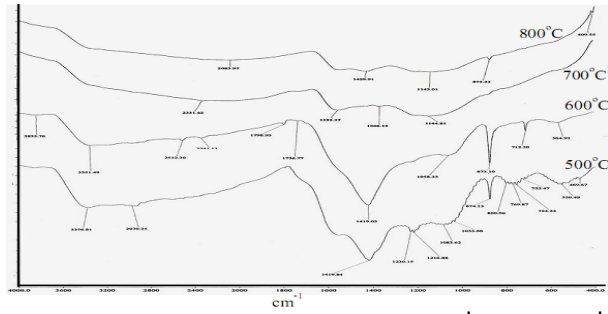
ตาราง 1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบ ร้อยละผลผลิตและค่าเลขไอโอดีนของถ่าน ถ่าน เปลือก และถ่านถ่าน เหน้และเปลือกมันสำปะหลัง ที่คาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 500-800°C

รายการ	ถ่าน % DW	สารระเหย % DW	คาร์บอนคงตัว % DW	ร้อยละผลผลิต % DW	ค่าเลขไอโอดีน mg/g
ถ่าน	2.12	78.76	19.21	-	-
เหน้	7.59	78.00	14.41	-	-
เปลือก	3.64	78.07	18.29	-	-
ถ่านถ่าน ที่ 500°C	4.54	25.93	69.53	50.85	263.1
ถ่านถ่าน ที่ 600°C	5.74	17.01	77.25	50.32	294.1
ถ่านถ่าน ที่ 700°C	6.28	13.40	80.32	48.69	582.2
ถ่านถ่าน ที่ 800°C	6.43	10.60	82.97	46.49	542.9
ถ่านเหน้ ที่ 500°C	10.75	9.12	80.13	51.60	227.2
ถ่านเหน้ ที่ 600°C	11.32	7.61	81.07	51.26	330.2
ถ่านเหน้ ที่ 700°C	11.34	6.07	82.59	51.06	509.6
ถ่านเหน้ ที่ 800°C	11.42	5.93	82.74	50.73	525.2
ถ่านเปลือกที่ 500°C	6.48	12.40	81.12	53.60	129.5
ถ่านเปลือกที่ 600°C	7.82	7.01	85.17	52.95	153.2
ถ่านเปลือกที่ 700°C	8.32	6.18	85.50	52.31	529.1
ถ่านเปลือกที่ 800°C	9.36	5.13	85.51	51.17	385.0

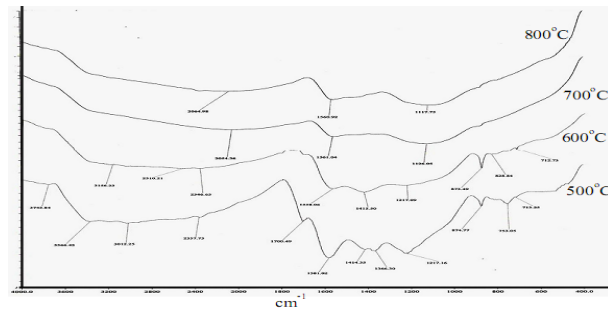
DW = dried weight (น้ำหนักแห้ง)

ตาราง 2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบ ร้อยละผลผลิต และค่าเลขไอโอดีนของถ่านกัมมันต์ลำต้น เหง้า และเปลือกมันสำปะหลัง ที่กระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกอัตราส่วน 1:0.5-1:1.5 และไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700-800°C

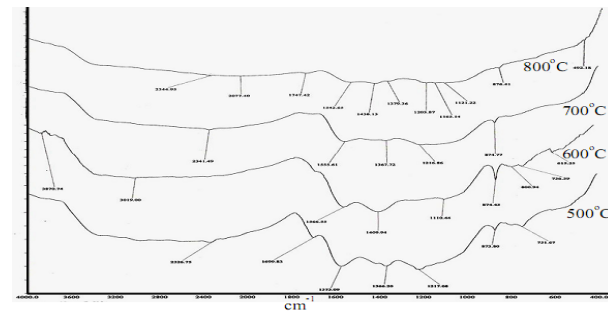
รายการ	เถ้า % DW	สารระเหย % DW	คาร์บอนคงตัว % DW	ร้อยละผลผลิต % DW	ค่าเลขไอโอดีน mg/g
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:0.5					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 700°C	0.28	2.62	97.10	96.18	548.9
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 700°C	0.81	2.48	96.71	95.70	482.6
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 700°C	0.29	2.13	97.58	95.23	504.6
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:0.5					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 800°C	0.19	2.21	97.60	60.61	490.9
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 800°C	1.42	2.85	97.73	53.18	477.4
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 800°C	0.37	2.09	97.54	67.90	499.2
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:1.0					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 700°C	0.23	1.45	98.32	94.26	570.7
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 700°C	0.75	2.65	96.60	91.89	609.6
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 700°C	0.39	1.40	98.21	89.60	913.4
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:1.0					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 800°C	0.17	1.29	98.54	36.39	564.9
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 800°C	0.99	2.71	96.30	53.26	602.9
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 800°C	0.74	1.28	98.25	63.54	904.0
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:1.5					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 700°C	0.13	1.56	98.31	92.73	584.6
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 700°C	0.51	2.67	96.82	91.05	601.4
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 700°C	0.27	1.07	98.66	90.22	460.3
ถ่าน:H₃PO₄ = 1:1.5					
ถ่านกัมมันต์ลำต้นที่ 800°C	0.18	1.40	98.42	33.42	578.5
ถ่านกัมมันต์เหง้าที่ 800°C	0.75	2.91	96.34	35.46	595.1
ถ่านกัมมันต์เปลือกที่ 800°C	0.57	0.67	98.76	30.55	455.2



รูป 1 ทรานสมิแตนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านต้นมันสำปะหลังที่คาร์บอนไนต์ที่ 500 ถึง 800°C



รูป 2 ทรานสมิแตนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านแห้งมันสำปะหลังที่คาร์บอนไนต์ที่ 500 ถึง 800°C



รูป 3 ทรานสมิแตนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านเปลือกมันสำปะหลังที่คาร์บอนไนต์ที่ 500 ถึง 800°C

สำหรับผลของกรดฟอสฟอริกเมื่อมีอัตราส่วนมากขึ้น มีแนวโน้มของการดูดซับไอโอดีนมากขึ้นด้วย โดยอาจมีการเพิ่มพื้นที่ที่เกิดจากการยึดเหนี่ยวระหว่างวัตถุติดกับสารกระตุ้น มีผลทำให้การจัดสารระเหยง่ายมากขึ้นและเพิ่มพื้นที่รูพรุน แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนสารกระตุ้นมากขึ้น(มากกว่า 1.1.0) กลับไปลดความจุการดูดซับลง จากผลที่ได้นี้ อาจเกิดจากการหดตัวของโครงสร้างรูพรุน ที่เกิดจากการแตกสลายทางความร้อนของฟอสเฟตเอสเทอร์ที่อัตราส่วนของสารกระตุ้นสูงๆ (Liou, 2010)

สเปกตรัม FT-IR

จากรูป 1 เป็นสเปกตรัม FTIR ของถ่านจากลำต้นมันสำปะหลังที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่ 500-800°C พบว่ามีพีคกว้างที่ $\sim 3400 \text{ cm}^{-1}$ เกี่ยวข้องกับหมู่ไฮดรอกซิล (V(O-H)) หรือน้ำที่ถูกดูดซับ

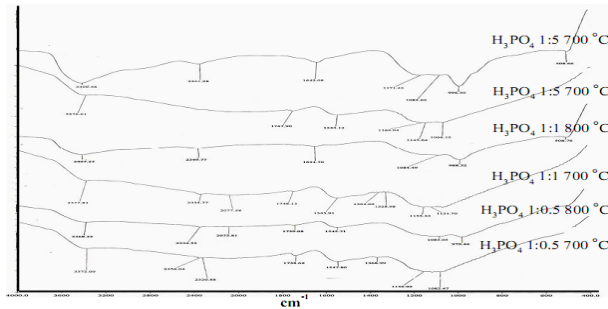
(Prahas *et al.*, 2008) รวมถึงหมู่ซัลโฟนิกด้วย (Guo and Rockstraw, 2007) แต่พีคลดลงเมื่ออุณหภูมิคาร์บอนเพิ่มขึ้น จนเกือบหมดที่อุณหภูมิ 700-800°C แสดงว่าหมู่ OH ถูกสลายไป มีพีคกว้างและเข้มเล็กน้อยที่ $\sim 1500-1600 \text{ cm}^{-1}$ ในถ่านที่คาร์บอน 500-800°C ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสั่นของ $\nu(\text{C}=\text{C})$ ในวงอะโรมาติก (Lua and Yang, 2004; Liou, 2010; Nabais *et al.*, 2010) หรือพันธะอะโรมาติก-ออกซิเจน ในอะโรมาติกอีเทอร์ (Ioannidou *et al.*, 2010) ส่วนพีคก่อนกว้างช่วงที่ $\sim 1400 \text{ cm}^{-1}$ ในถ่านที่คาร์บอน 500-600°C สัมพันธ์กับหมู่ไพโรน (Nabais *et al.*, 2010) หรือการสั่น $\delta(\text{O}-\text{H})$ ของหมู่ฟีนอลิก หรือการสั่น $\delta_{\text{sym}}(\text{C}-\text{H})$ ในหมู่เมทิล (Ioannidou *et al.*, 2010) ซึ่งจะหายไปเมื่อคาร์บอนไนซ์ที่ 700-800°C นอกจากนี้ยังพบพีคที่แหลมที่ 873 cm^{-1} ในถ่านที่คาร์บอน 500-600°C ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสั่นของ $\delta(\text{C}-\text{H})$ ที่มาจากเบนซีน (Lua and Yang, 2004; Oh *et al.*, 2005) โดยจะหายไปเมื่ออุณหภูมิคาร์บอนเพิ่มเป็น 700-800°C เช่นกัน ส่วนพีคที่ประมาณ 1100 cm^{-1} คาดว่าเกี่ยวข้องกับการสั่นของแถบ Si-O แสดงถึงการมีซิลิกา (Guo and Rockstraw, 2007; Ros *et al.*, 2006)

ในการทำงานเดียวกัน สำหรับถ่านจากเหง้าและเปลือกมันสำปะหลัง ที่คาร์บอนไนซ์ที่ 500-800°C แสดงสเปกตรัม FTIR เช่นเดียวกับถ่านต้นมันสำปะหลัง (รูป 2-3) ยกเว้นในกรณีของถ่านจากเปลือกมันสำปะหลัง (รูป 3) มีความเข้มของพีคที่ต่ำกว่าของถ่านจากลำต้นและเหง้าในทุกอุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ แสดงว่าเปลือกมันสำปะหลังมีแนวโน้มในการเกิดเป็นถ่านได้ดีกว่า และจากผล FTIR ซึ่งให้เห็นว่าพีคของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ หายไปในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 700°C ขึ้นไป ซึ่งคาดว่ากระบวนการระเหยของสารระเหยง่ายหมดไปในกระบวนการคาร์บอนไนซ์ จึงได้เลือกอุณหภูมิ 700°C สำหรับใช้ในการผลิตถ่านจากต้น เหง้าและเปลือกมันสำปะหลัง เพื่อนำไปผลิตเป็นถ่านกัมมันต์ต่อไป

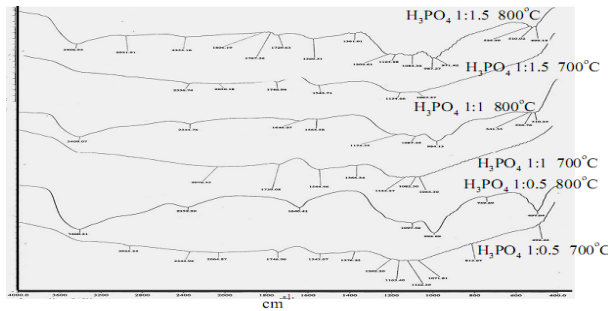
ในรูป 4-6 เป็นสเปกตรัม FTIR ของถ่านกัมมันต์จากถ่านต้น เหง้าและเปลือกมันสำปะหลังที่ผ่านการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกที่อัตราส่วนถ่านต่อกรดฟอสฟอริก 1:0.5-1:1.5 ในการไพโรไลซิสที่ 700°C และ 800°C ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 700°C ในทุกอัตราส่วนของกรดฟอสฟอริก มีพีคสเปกตรัม FTIR คล้ายคลึงกับถ่านเริ่มต้นทุกชนิด ยกเว้น พีคในช่วง $3600-3200 \text{ cm}^{-1}$ ที่กว้างขึ้นเล็กน้อย และกว้างและเข้มมากขึ้นเมื่ออัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกและอุณหภูมิมากขึ้น ส่วนพีคในช่วง $1500-1400 \text{ cm}^{-1}$ หดหายไป และเลื่อนไปที่ $1600-1700 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสั่น $\nu(\text{C}=\text{C})$ ของวงอะโรมาติกที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วหรือเกิดจากการสั่นของ $\nu(\text{C}=\text{O})$ ในคีโตน อัลดีไฮด์ แลคโตน และคาร์บอกซิล นอกจากนี้การไพโรไลซิสที่ 800°C ยังพบว่ามีพีคกว้างปานกลางเกิดในช่วง $\sim 1100-1200 \text{ cm}^{-1}$ และมีแนวโน้มมากขึ้นเมื่ออัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกมากขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากการสั่น $\nu(\text{P}=\text{O})$, $\nu(\text{O}-\text{C})$ ที่เกิดพันธะกับไฮโดรเจนใน P-O-C แบบเชื่อมไขว้ และ P=OOH และไหลที่เกิดขึ้นอาจเกิดจากการเชื่อมไขว้ไอออนิก P^+-O^- ในกรดฟอสเฟตเอสเทอร์และการสั่นสมมาตรไนซ์ P-O-P ซึ่งสอดคล้องกับถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากเปลือกขนุนที่กระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกเช่นกัน (Prahas

et al., 2008) นอกจากนี้พีคที่ $\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ กับ 500 cm^{-1} ที่คาดว่าเกี่ยวข้องกับการสันสารอนินทรีย์ฟอสเฟต (ซิลิกอนฟอสเฟต) (Ros *et al.*, 2006) ซึ่งจะเห็นได้ชัดเจนเมื่อไพโรไลซิสที่ 800°C และพบว่ามีความเข้มของพีคมากขึ้นเมื่ออัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกเพิ่มขึ้น ในถ่านกัมมันต์ทุกชนิด

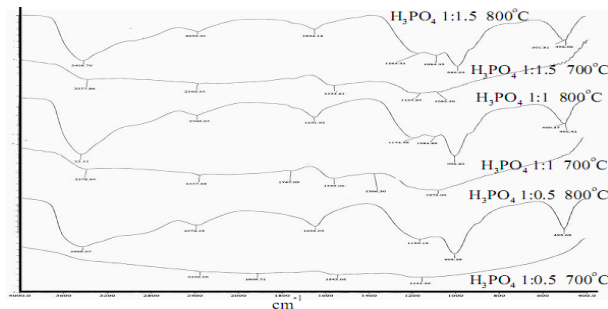
จากผลของ FTIR ซึ่งให้เห็นว่าคาร์บอนกัมมันต์ที่ผลิตได้มีหมู่ฟังก์ชันพื้นผิวจำนวนมาก แสดงถึงสมบัติที่ดีสำหรับการเป็นตัวดูดซับ (Sun and Webley, 2010)



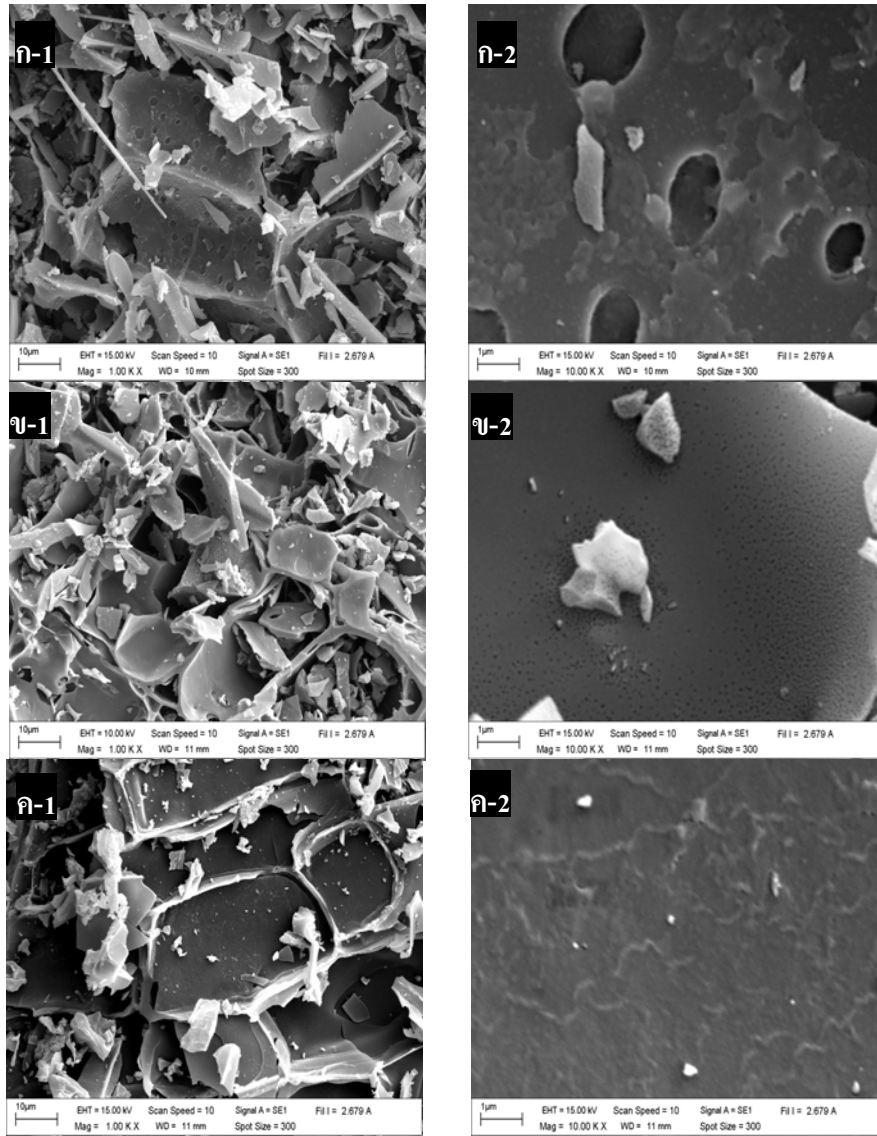
รูป 4 ทรานสมิเทนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านกัมมันต์ต้นมันสำปะหลังที่ผ่านการไพโรไลซิสที่ 700 – 800°C



รูป 5 ทรานสมิเทนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านกัมมันต์เหง้ามันสำปะหลังที่ผ่านการไพโรไลซิสที่ 700– 800°C



รูป 6 ทรานสมิเทนซ์สเปกตรัม FTIR ของถ่านกัมมันต์เปลือกมันสำปะหลังที่ผ่านการไพโรไลซิสที่ 700– 800°C



รูป 7 พื้นผิวถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ที่ 700°C ของถ่านลำต้นมันสำปะหลัง (ก-1 (ขยาย 1000 เท่า) และ ก-2 (ขยาย 10000 เท่า)) ถ่านเหง้ามันสำปะหลัง (ข-1 (ขยาย 1000 เท่า) ข-2 (ขยาย 10000 เท่า)) และ ถ่านเปลือกมันสำปะหลัง (ค-1 (ขยาย 1000 เท่า) และ ค-2 (ขยาย 10000))

ผลการศึกษาด้วย SEM

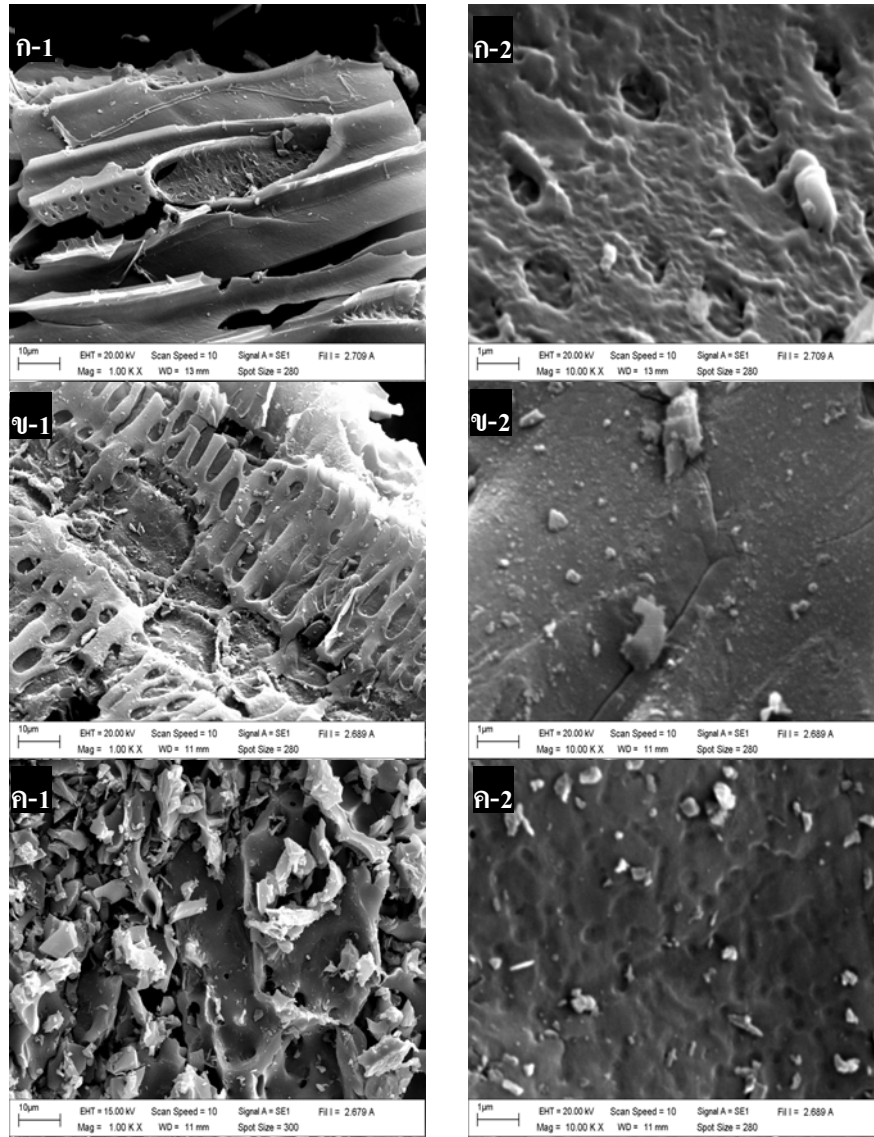
จากผลของสเปกตรัม FTIR มีเส้นสเปกตรัมที่ราบเรียบที่อุณหภูมิคาร์บอน 700°C แสดงถึงการมีหมู่ฟังก์ชันหรือสารอินทรีย์บนผิวน้อยมากหรือเกือบไม่มีเลย เมื่อตรวจสอบสภาพพื้นผิวด้วย SEM ดังรูป 7 จะเห็นได้ว่าถ่านมีลักษณะของเซลล์ที่สม่ำเสมอและมีรูพรุนไม่มาก โดยเฉพาะเมื่อขยาย 10,000 เท่า มีอนุภาคขนาดเล็กๆ ปกคลุมอยู่บนพื้นผิว แต่หลังจากการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกจะเกิดรูพรุนเปิดที่ไม่เป็นระเบียบบนพื้นผิวจำนวนมาก (รูป 8-9) โดยเฉพาะที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 700°C (รูป 8) โดยจะพบว่าพื้นผิวของถ่านกัมมันต์ทุกชนิดสะอาดมากขึ้น และเมื่อเพิ่มกำลังขยายเป็น 10,000 เท่า จะเห็นว่าพื้นผิวมีรอยคลื่นและหลุมบ่อจำนวนมาก เมื่อเทียบกับถ่าน (รูป 7) ซึ่งอาจเป็นผลจากการแพร่กระจายของกรดฟอสฟอริกเข้าไปในถ่านที่ผ่านการไพโรไลซิสได้ดี (Toles *et al.*, 1996) และการที่พื้นผิวภายนอกของถ่านกัมมันต์มีรูพรุนที่สะอาด น่าจะเกิดจากการระเหยของกรดฟอสฟอริกระหว่างการไพโรไลซิสแล้วทำให้เกิดช่องว่างบนผิวถ่านกัมมันต์ (Hsu and Teng, 2000) นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าเมื่ออัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกมากขึ้น รูพรุนบนพื้นผิวมีขนาดเล็กและมีจำนวนมากด้วย แต่เมื่อทำการกระตุ้นที่อุณหภูมิไพโรไลซิสที่ 800°C (รูป 9) จะพบว่าผนังรูพรุนเกิดการยุบตัวและถูกทำลายมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับเลขไอโอดีนที่มีค่าลดลง สรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 700°C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการกระตุ้นถ่านกัมมันต์

ผลการศึกษาด้วย XRD

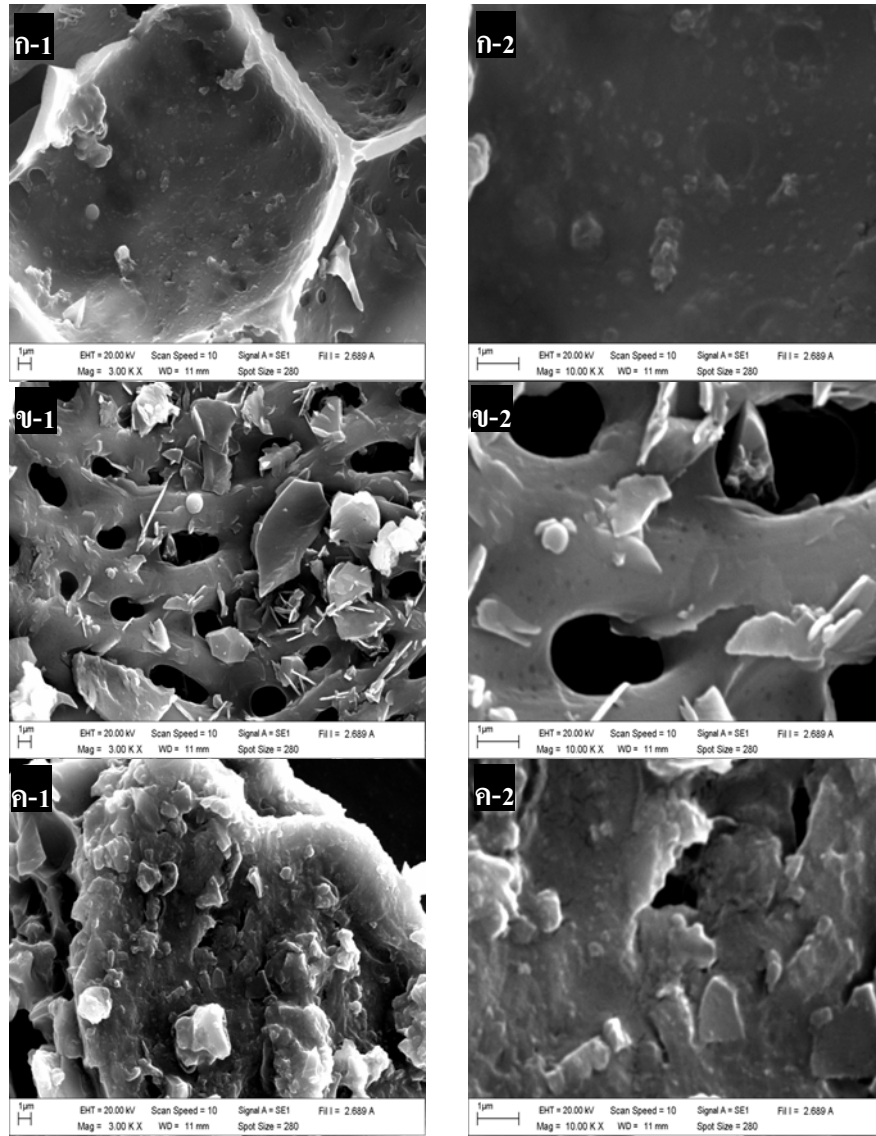
จากผลของ XRD (รูป 10-12) ได้แสดงว่าถ่านเริ่มต้นที่คาร์บอน 700°C ทั้งจากเปลือกมันสำปะหลัง (รูป 10 (ก)) เหง้ามันสำปะหลัง (รูป 11 (ก)) และต้นมันสำปะหลัง (รูป 12 (ก)) มีลักษณะของกราฟ XRD ที่แสดงถึงการมีวัฏภาคอสัณฐานของคาร์บอน โดยมีพิคกว้างที่ประมาณ 26° และ 44° (Tongpoothorn *et al.*, 2011) แต่ก็ยังมีพิคเข้มจำนวนมาก แสดงถึงการมีผลึกในโครงสร้าง ซึ่งคาดว่าเกิดจากการมีโลหะปนเปื้อนที่มาจากวัตถุดิบเริ่มต้น (Qu, 2002) โดยยังคงอยู่ในรูปของแร่ที่เหลือในคาร์บอน (Sun and Webley, 2010) โดยเฉพาะถ่านจากเหง้า มีพิคเข้มจำนวนมาก ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณแร่ที่มีอยู่ในเหง้าสูง ซึ่งคาดว่าน่าจะประกอบด้วย อะลูมิเนียมซิลิเกต (พิคที่ 24.5°) แคลเซียมซิลิเกต (พิคที่ 29°) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (พิคที่ 30°) แมกนีไซด์ (พิคที่ 35°) ไฮดรอกไซด์ (พิคที่ 42°) และแคลไซต์หรือแคลเซียมคาร์บอเนต (พิคที่ 29.4°, 36°, 39.5°, 43°, 47.5° และ 48.5° (Ioannidou *et al.*, 2010) โดยข้อมูลที่ได้อาจสอดคล้องกับผลของ FTIR

สำหรับถ่านที่กระตุ้นด้วย H_3PO_4 และเผาที่ 700-800°C ผลของ XRD (รูป 10-12 (ข) และ (ค)) แสดงพิคกว้างและมีพิคที่มีความเข้มลดลงมาก แสดงโครงสร้างเป็นอสัณฐานที่เด่นชัด ซึ่งเป็นสมบัติที่ดีของสารดูดซับ (Tongpoothorn *et al.*, 2011) แสดงถึงผลของกรดฟอสฟอริกต่อการขจัดแร่ในถ่านให้ลดลงและไปทำลายโครงสร้างผลึกของคาร์บอน แต่ยังคงพบพิคเล็กน้อยที่น่าจะเป็นพิคของสารประกอบ

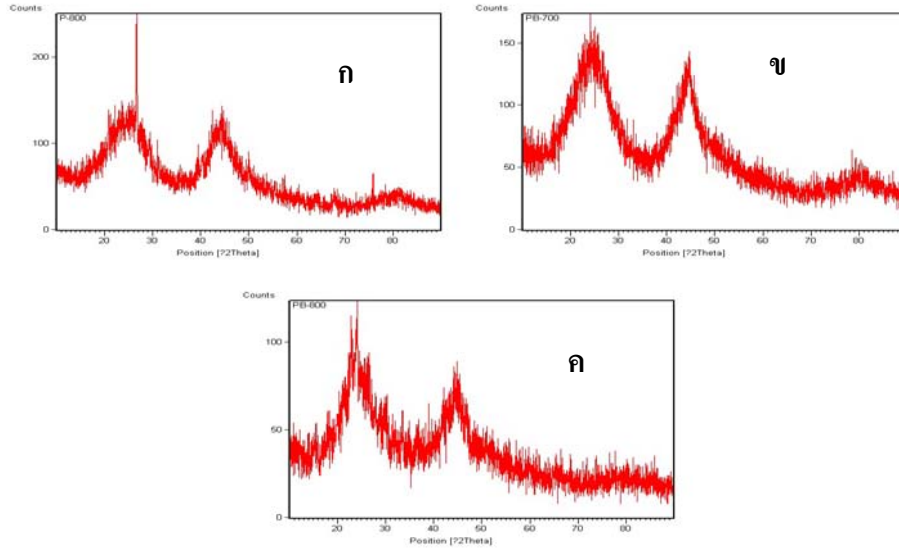
ฟอสเฟตและซิลิกาที่ตกค้างบางส่วนในถ่านกัมมันต์คือของสารประกอบฟอสเฟตที่มีประมาณ 29°, 32°, 37°, 46° และ 50° และซิลิกาที่มีประมาณ 21°, 27°, 36°, 41°, 43°, 50°, 60° และ 68° (Ros *et al.*, 2006) และสารประกอบซิลิกอนฟอสเฟต ที่ที่คประมาณ 24°, 26°, 27°, 32°, 36°, 41°, 42° และ 51° (Li *et al.*, 2011) ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลจาก FTIR



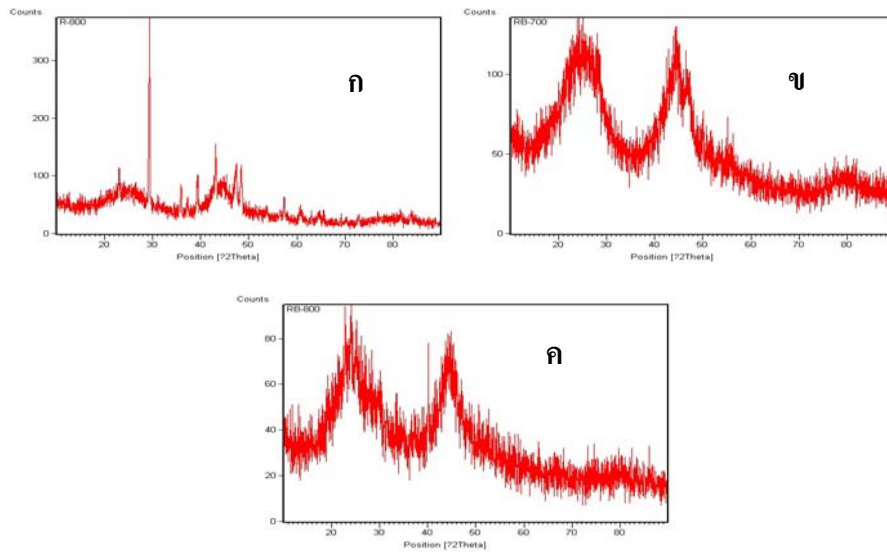
รูป 8 พื้นผิวถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการไพโรไลซิสที่ 700°C ของถ่านกัมมันต์ลำดับชั้นมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ก-1 (ขยาย 1000 เท่า) และ ก-2 (ขยาย 10000 เท่า)) ถ่านกัมมันต์แห้งมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ข-1 (ขยาย 1000 เท่า) และ ข-2 (ขยาย 10000 เท่า)) และถ่านกัมมันต์เปลือกมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ค-1 (ขยาย 1000 เท่า) และ ค-2 (ขยาย 10000 เท่า))



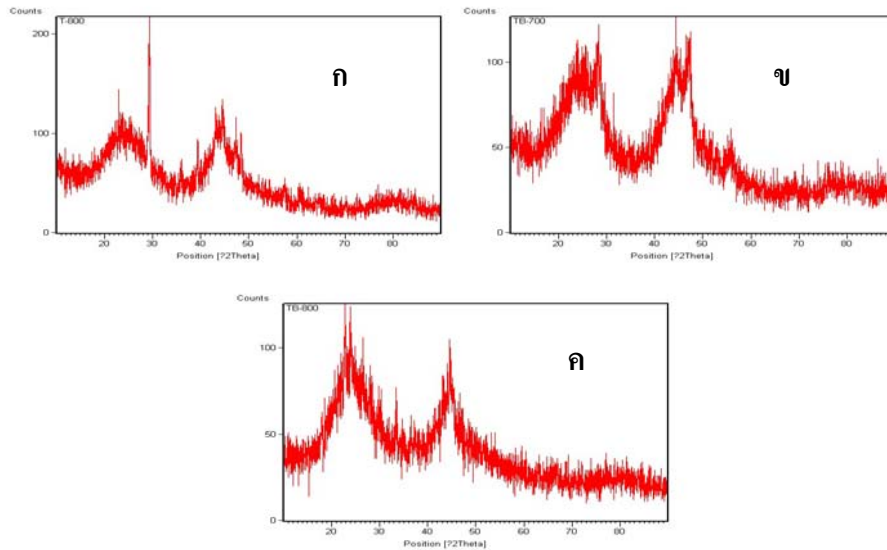
รูป 9 พื้นผิวถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการไพโรไลซิสที่ 800 °C ของถ่านกัมมันต์ลำดับต้นน้ำมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ก-1 (ขยาย 3000 เท่า) และ ก-2 (ขยาย 10000 เท่า)) ถ่านกัมมันต์แห้งน้ำมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ข-1 (ขยาย 3000 เท่า) และ ข-2 (ขยาย 10000 เท่า)) และถ่านกัมมันต์เปลือกมันสำปะหลัง 1:1.0 wt/v (ค-1 (ขยาย 3000 เท่า) และ ค-2 (ขยาย 10000 เท่า))



รูป 10 รูปแบบ XRD ของ (ก) ถ่านเปลือกมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C (ข) ถ่านกัมมันต์จากถ่านเปลือกมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1: 1.0 ไพโรไลซิสที่ 700°C (ค) ถ่านกัมมันต์จากถ่านเปลือกมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1: 1.0 ไพโรไลซิสที่ 800°C



รูป 11 รูปแบบ XRD ของ (ก) ถ่านเหม้ามันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C (ข) ถ่านกัมมันต์จากถ่านเหม้ามันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1:1.0 ไพโรไลซิสที่ 700°C (ค)ถ่านกัมมันต์จากถ่านเหม้ามันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1: 1.0 ไพโรไลซิสที่ 800°C



รูป 12 รูปแบบ XRD ของ (ก) ถ่านต้นมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C (ข) ถ่านกัมมันต์จากถ่านต้นมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1: 1.0 ไพโรไลซิสที่ 700°C (ค) ถ่านกัมมันต์จากถ่านต้นมันสำปะหลัง คาร์บอนไนซ์ที่ 700°C กระตุ้นด้วย H_3PO_4 อัตราส่วน 1:1.0 ไพโรไลซิสที่ 800°C

สรุปผลการทดลอง

ในการผลิตถ่านจากต้น เหง้า และเปลือกมันสำปะหลัง จะเกิดเป็นถ่านไค้ดีที่อุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ที่ 700°C ซึ่งจะพบว่ามีพีค FTIR ที่ราบเรียบ โดยมีผลผลิตถ่านในช่วงร้อยละ 48.69-52.31 ซึ่งยังมีปริมาณเถ้าที่สูง โดยเฉพาะในถ่านจากเหง้า และเมื่อกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก พบว่าอัตราส่วนการกระตุ้นที่เหมาะสมอยู่ที่ 1:1.0 (ถ่าน: H_3PO_4) และอุณหภูมิไพโรไลซิสที่ 700-800°C โดยเฉพาะถ่านกัมมันต์จากเปลือกมันสำปะหลังมีค่าเลขไอโอดีนสูงถึง 904.0-913.4 mg/g แต่คาดว่าถ่านกัมมันต์โดยเฉพาะจากเหง้ายังมีสารประกอบฟอสเฟตและซัลเฟตตกค้างอยู่บ้าง เมื่อใช้อัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกและอุณหภูมิการไพโรไลซิสมากขึ้น

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่สนับสนุนในการใช้สถานที่เครื่องมือ อุปกรณ์ สารเคมีและเครื่องแก้ว สำหรับการศึกษาวิจัยนี้

เอกสารอ้างอิง

- อรอุมา เพ็ถอกษาย, (2552) ข้าวอุตสาหกรรมเกษตร: 2551 ทองมันสำปะหลังไทย ผลผลิต 27 ล้านตันตัน ราคาพุ่ง. http://agro.psu.ac.th/index.php?option=com_content&task=view&id=1251&Itemid=113, 13 มีนาคม 2552.
- American Standard of Testing Material. (1994). Standard Test Method for Fixed Carbon in Activate Carbon ASTM D 3172-89.
- American Standard of Testing Material. (1996). Standard Test Method for Total Ash content of Activate Carbon ASTM D 2867-95.
- American Standard of Testing Material. (1996). Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activate Carbon ASTM D 5832-95.
- American Water Works Association. (1974). Standard Test for Determination of Iodine number of granular Activated Carbon AWWA B604-74.
- Dias, J.M., Alvim-Ferraza, M.C.M., Almeida, M.F., Rivera-Utrillab, J. and Sanchez-Polob. M. (2007). Waste materials for activated carbon preparation and its use in aqueous-phase treatment: A review. *Journal of Environmental Management*, 85, 833–846.
- Hsu, L. –Y. and Teng, H. (2000). Influence of different chemical reagents on the preparation of activated carbons from bituminous coal. *Fuel Processing Technology*, 64(1-3), 155–166.
- Guo, Y. and Rockstraw, D.A. (2007). Activated carbons prepared from rice hull by one-step phosphoric acid activation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 100(1-3), 12-19.
- Ioannidou, O.A., Zabaniotou, A.A., Stavropoulos, G.G., Islam, Md. A., and Albanis, T.A. (2010). Preparation of activated carbons from agricultural residues for pesticide adsorption. *Chemosphere*, 80(11), 1328-1336.
- Li, Y., Ding, Z., Guo, Y., Rong, C., Wang, L., Qu, Y., Ma, X., Wang, Z. (2011a). A new method of comprehensive utilization of rice husk. *Journal of Hazardous Materials*, 186(2-3), 2151-2156.
- Li, Y., Ding, X., Guo, Y., Wang, L., Rong, C., Qu, Y., Ma, X., Wang, Z. (2011b). A simple and highly effective process for the preparation of activated carbons with high surface area. *Materials Chemistry and Physics*, 127(3), 495-500.

- Liou, T.-H. (2010). Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. *Chemical Engineering Journal*, 158(2), 129-142.
- Lua, A.C. and Yang, T. (2004). Effect of activation temperature on the textural and chemical properties of potassium hydroxide activated carbon prepared from pistachio-nut shell. *Journal of Colloid and Interface Science*, 274, 594-601.
- Mopoung, S., Anuwetch, L. and Inkum, S. (2008). Properties of activated carbon from lignite. *Naresuan University Journal*, 16(2), 127-130.
- Nabais, J.M.V., Laginhas, C., Carrott, P.J.M., and Carrott, M.M.L.R. (2010). Thermal conversion of a novel biomass agricultural residue (vine shoots) into activated carbon using activation with CO₂. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 87(1), 8-13.
- Oh, S.Y., Yoo, D.I., Shin, Y., and Seo, G. (2005). FTIR analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide. *Carbohydrate Research*, 340(3), 417-428.
- Qu, D. (2002). Studies of the activated carbons used in double-layer supercapacitors. *Journal of Power Sources*, 109, 403-411.
- Prahas, D., Kartika, Y., Indraswati, N. and Ismadji, S. (2008). Activated carbon from jackfruit peel waste by H₃PO₄ chemical activation: Pore structure and surface chemistry characterization. *Chemical Engineering Journal*, 140(1-3), 32-42.
- Rajeshwarisivaraj, Sivakumar, S., Senthilkumar, P. and Subburam, V. (2001). Carbon from Cassava peel, an agricultural waste, as an adsorbent in the removal of dyes and metal ions from aqueous solution. *Bioresource Technology*, 80(3), 233-235.
- Ros, A., Lillo-Ródenas, M.A., Fuente, E., Montes-Morán, M.A., Martín, M.J and Linares-Solano, A. (2006). High surface area materials prepared from sewage sludge-based precursors. *Chemosphere*, 65(1), 132-140.
- Sudaryanto, Y., Hartono, S.B., Irawaty, W., Hindarso, H. and Ismadji, S. (2006). High surface area activated carbon prepared from cassava peel by chemical activation. *Bioresource Technology*, 97(5), 734-739.
- Sun, Y. and Webley, P.A. (2010). Preparation of activated carbons from corncob with large specific surface area by a variety of chemical activators and their application in gas storage. *Chemical Engineering Journal*, 162(3), 883-892.

- Toles, C., Rimmer, S. and Hower, J.C. (1996). Production of activated carbons from a Washington lignite using phosphoric acid activation. *Carbon*, 34(11), 1419–1426.
- Tongpoothorn, W., Sriuttha, M., Homchan, P., Chanthai, S. and Ruangviriyachai, C. (2011). Preparation of activated carbon derived from *Jatropha curcas* fruit shell by simple thermochemical activation and characterization of their physico-chemical properties. *Chemical Engineering Research and Design*, 89(3), 335-340.