

การฟื้นฟูสภาพซีไอไลท์ชนิดเอกซิทใช้แล้วสำหรับการดูดซับเอทีเอ็นไกลคอล



นายเลิศ รักสันติชาติ

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2545

ISBN 974-172-221-4

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

REGENERATION OF SPENT X-TYPE ZEOLITE FOR ETHYLENE GLYCOL ADSORPTION



Mr. Lert Ruksuntichart

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2002

ISBN 974-172-221-4

เลิศ รักสันติชาติ : การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้วสำหรับการดูดซับเอทีเอ็นไกลคอล (REGENERATION OF SPENT X-TYPE ZEOLITE FOR ETHYLENE GLYCOL ADSORPTION), อ. ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.ประเสริฐ ภวสันต์, อ. ที่ปรึกษาร่วม: นายพิสิฐ หงษ์สิทธิวงศ์ , 75 หน้า. ISBN 974-172-221-4.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาหาวิธีการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการดูดซับเอทีเอ็นไกลคอล ในขั้นตอนการอบแห้งของกระบวนการผลิตเส้นใยสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ประเภทพอลิเอทีลีนเทรฟทาเลต โดยวิธีการฟื้นฟูสภาพที่ศึกษาได้แก่ (1) การให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน (2) การเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน (3) การล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา (4) การล้างด้วยไซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา โดยมีการควบคุมสภาวะ ได้แก่ ปริมาณออกซิเจน อุณหภูมิ และระยะเวลา ในการให้ความร้อน

ผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่า การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจนไม่สามารถกำจัดโมเลกุลของตัวถูกดูดซับให้ออกจากซีโอไลต์ได้อย่างสมบูรณ์ ยังคงมีคาร์บอนเหลืออยู่ ส่วนการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนปนอยู่สามารถกำจัดโมเลกุลของคาร์บอนที่เหลืออยู่บนซีโอไลต์ได้สมบูรณ์ขึ้น โดยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาได้แก่ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง จากการศึกษายังพบอีกว่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้ไม่ควรสูงเกินไป เพราะทำให้เกิดปฏิกิริยาเผาไหม้รุนแรง ซึ่งส่งผลให้พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ลดลง ทำให้ประสิทธิภาพของซีโอไลต์ลดลงด้วย สำหรับวิธีการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา พบว่าทำให้เกิดการเสื่อมสภาพของซีโอไลต์โดยมีพื้นที่ผิวน้อยลง และวิธีการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยไซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา ได้ผลการฟื้นฟูสภาพใกล้เคียงกับการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์สามารถฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้สภาวะออกซิเจนและนำกลับมาใช้ใหม่ได้ 2 ครั้ง โดยมีคุณสมบัติไม่แตกต่างจากซีโอไลต์ใหม่มากนัก ส่วนการนำไปฟื้นฟูสภาพครั้งที่สามด้วยวิธีเดียวกันนี้ทำให้เกิดการเสียหายต่อสภาพของซีโอไลต์

ภาควิชา	วิศวกรรมเคมี	ลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา	2545	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4271465121 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD: ZEOLITE / REGENERATION / ETHYLENE GLYCOL / ADSORPTION

LERT RUKSUNTICHART : REGENERATION OF SPENT X-TYPE ZEOLITE FOR ETHYLENE GLYCOL ADSORPTION. THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR PRASERT PAVASANT, Ph.D., THESIS COADVISOR : PISITH HONGSITTIWONG , 75 pp. ISBN 974-172-221-4.

This research investigated the regeneration methods for the spent X-type zeolite used in the adsorption of ethylene glycol in the drying step of the polyethylene terephthalate (PET) production process. The regeneration methods of concerns included: (1) high temperature in N₂ atmosphere, (2) calcination, (3) pretreatment with pure water prior to calcination, and (4) pretreatment with NaOH and pure water prior to calcination. The controlling parameters for these experiments were oxygen concentration, temperature, and regeneration time.

The results illustration that X-type zeolite could not be successfully regenerated using a high temperature but without oxygen (N₂ filled atmosphere). Calcination provided a better result with a large quantity of absorbent being removed from the zeolite. This might be due to a more complete oxidation process that converted most of the carbon contaminants to carbon dioxide and water. The best regeneration result was obtained when the calcination was performed at 600 °C for 6 hours. However, a high oxygen content in the calcination atmosphere could lead to a damage in the zeolite structure resulting in a low adsorption capability after the regeneration. The pretreatment of spent X-type zeolite with pure water was found to adversely affect the structure of X-type zeolite where the specific surface area was reduced significantly. The use of sodium hydroxide prior to water could prevent this and the results indicated that the X-type zeolite after the regeneration with sodium hydroxide pretreatment had similar characteristics to those calcined-regenerated zeolite.

It was also found that the number of calcinations at 600°C (6 h) that did not lead to a significant alteration of X-type zeolite properties was two. Further regeneration using this method caused the zeolite to lose its integrity resulting in a lower adsorption capacity.

Department	Chemical Engineering	Student's signature.....
Field of study	Chemical Engineering	Advisor's signature.....
Academic year	2002	Co-advisor's signature.....

กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ ผศ.ดร.ประเสริฐ ภาวสันต์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และคุณพิสิฐ หงษ์สิทธิวงศ์ ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำตักเตือนและช่วยเหลือในการทำวิจัยครั้งนี้ให้ลุล่วงด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร.ปิยะสาร ประเสริฐธรรม และกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร.ธรรร มงคลศรี และอาจารย์ ดร.วรัญ แต่ไพสิฐพงษ์ สำหรับความช่วยเหลือตั้งแต่การตรวจสอบโครงร่างวิทยานิพนธ์ ตลอดจนวิทยานิพนธ์ รวมถึงข้อเสนอแนะต่าง ๆ ในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณ บริษัท โทเรโนล่อนไทย จำกัด ที่กรุณาเอื้อเฟื้อสถานที่ห้องปฏิบัติการ ทดลอง วัสดุอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบคุณ คุณวีระ การณะศาสตร์ ที่กรุณาช่วยจัดทำเครื่องมือและอุปกรณ์ สำหรับใช้ในงานวิจัยนี้ ขอขอบคุณ คุณสมบัติ สุพิทักษ์ ที่กรุณาช่วยแนะนำและสอนใช้เครื่องมือ วิจัยในห้องปฏิบัติการทดลอง และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ บุคลากรทุกท่านในห้องปฏิบัติการทดลอง ที่อำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการโดยตลอด

ขอขอบคุณ พี่ ๆ เพื่อน ๆ และน้อง ๆ ในบริษัทโทเรโนล่อนไทย จำกัด ที่ให้ความช่วยเหลือ จัดเตรียมและแก้ไขอุปกรณ์ งานงานวิจัยเสร็จสิ้น

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้ความช่วยเหลือ สนับสนุนและเป็นกำลังใจเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
บทที่ 2 ข้อมูลพื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซีไอไลต์.....	3
2.1.1 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีไอไลต์.....	3
2.1.2 การสังเคราะห์ซีไอไลต์	8
2.1.3 ซีไอไลต์ชนิดเอกซ์.....	10
2.2 ทฤษฎีการดูดซับก๊าซ.....	12
2.2.1 ประเภทของการดูดซับ	12
2.2.2 สมดุลการดูดซับ.....	13
2.2.3 จลนพลศาสตร์ของการดูดซับ	14
2.2.4 การดูดซับบนตัวดูดซับซีไอไลต์	16
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง : การฟื้นฟูสภาพซีไอไลต์ที่ใช้แล้วเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่	17
2.3.1 การฟื้นฟูสภาพโดยใช้น้ำ สารละลายน้ำ และก๊าซที่มีน้ำรวมอยู่.....	17
2.3.2 การฟื้นฟูสภาพโดยใช้สารละลายไฮเดียมคาร์บอเนต	17
2.3.3 การฟื้นฟูสภาพโดยการจ่ายสนามไฟฟ้าที่มีความถี่ต่ำและความต่างศักย์สูง	19
2.3.4 การฟื้นฟูสภาพโดยการบำบัดด้วยน้ำ-แอมโมเนีย การเผาให้เป็นเถ้า และ รีไซเคิลบางส่วน.....	19
2.3.5 การฟื้นฟูสภาพด้วยสารละลายต่าง	20

2.3.6 การฟื้นฟูสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์-แพลทินัมโดยการออกซิไดเซชัน ในสภาวะที่มีน้ำ	20
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	21
3.1 ที่มาของซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว	21
3.2 การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น	23
3.3 การทดลองฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์	23
3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้	23
3.3.2 ขั้นตอนการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์	23
3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ	27
3.4.1 ลักษณะทางกายภาพ	27
3.4.2 คุณสมบัติการดูดซับ	27
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล	29
4.1 การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น	29
4.2 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน	31
4.3 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	32
4.3.1 ผลของการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนต่อลักษณะของซีโอไลต์	36
4.3.2 ผลของระยะเวลาในการเผา	40
4.3.3 ผลของอุณหภูมิ	41
4.3.4 ผลของปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผา	42
4.4 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา	43
4.4.1 ผลของการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาต่อลักษณะซีโอไลต์	44
4.5 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และเผา	47
4.5.1 ผลของการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาต่อ ลักษณะของซีโอไลต์	48
4.6 ผลของการฟื้นฟูสภาพต่อการดูดซับเอทิลีนไกลคอล	51
4.7 ผลของจำนวนครั้งในการฟื้นฟูสภาพ	52

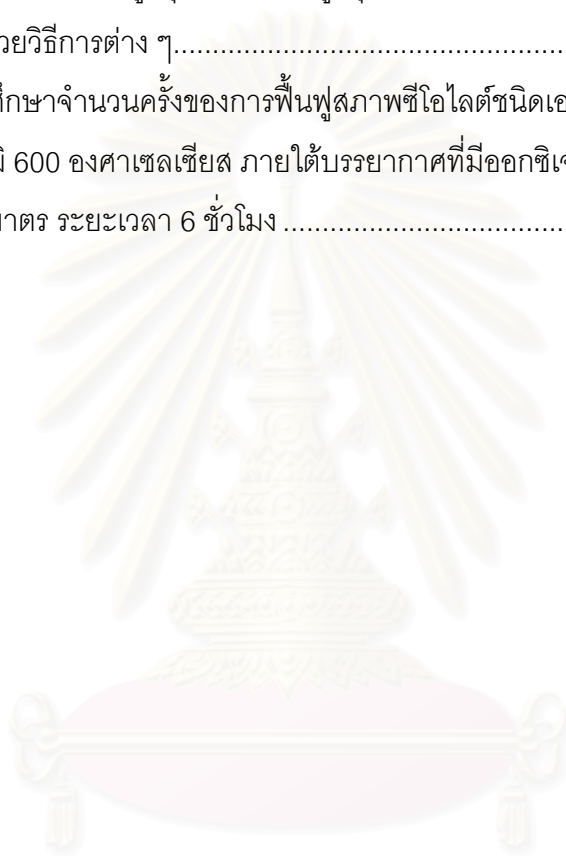
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....	54
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	54
5.2 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัยนี้.....	54
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	55
รายการอ้างอิง.....	56
ภาคผนวก.....	58
ภาคผนวก ก คุณสมบัติของเอทีดีนไกลคคอล.....	59
ภาคผนวก ข ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน	60
ภาคผนวก ค ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์.....	68
ภาคผนวก ง วิธีการเปรียบเทียบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์	74
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	75

สารบัญตาราง

10

ตาราง		หน้า
2.1	ชนิดของซีโอไลต์แบ่งตามโครงสร้างทุดิยภูมิ.....	6
2.2	ผลการฟื้นฟูสภาพโดยการใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต	18
3.1	ตัวแปรที่ทำการศึกษสำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยให้ความร้อนในสภาพ บรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน.....	24
3.2	ตัวแปรที่ทำการศึกษสำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศ ที่มีออกซิเจน.....	25
3.3	ตัวแปรที่ทำการศึกษา สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและ เผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	26
3.4	ตัวแปรที่ทำการศึกษา สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอก ไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	27
4.1	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาพ บรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน.....	31
4.2	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร.....	33
4.3	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร.....	34
4.4	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร.....	35
4.5	ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟู สภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน.....	40
4.6	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 5.0% โดยปริมาตร.....	42
4.7	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศ ที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	44
4.8	ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟู สภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	46
4.9	ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วย น้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส.....	47

ตาราง	หน้า
4.10 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	50
4.11 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพด้วยวิธีการต่าง ๆ.....	51
4.12 ผลการศึกษาจำนวนครั้งของการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5 % โดยปริมาตร ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	53



2.1	รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอน หรืออะลูมิเนียมในหน่วยเล็ก ๆ ของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ) โดยที่อะตอมกลางแทนซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมและอะตอมมุมแทนออกซิเจน	4
2.2	โครงสร้าง 2 มิติ ของอะลูมิโนซิลิเกต	4
2.3	หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ [ตำแหน่งมุมแทน Si หรือ Al เส้นตรงแทนอะตอมออกซิเจน]	5
2.4	หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ	6
2.5	ลักษณะหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าขนาดใหญ่	7
2.6	ประจุลบในโครงสร้างตาข่ายที่เกิดประจุ	7
2.7	ลักษณะหน่วยโครงสร้างของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	10
2.8	ลักษณะปากโพรงซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	11
2.9	ตำแหน่งของประจุบวกภายในหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	12
2.10	ลักษณะไอโซเทิร์มของการดูดซับ	13
2.11	ปรากฏการณ์ดูดซับของตัวดูดซับในหอดูดซับขณะที่ของไหลซึ่งประกอบด้วยตัวถูกดูดซับไหลผ่าน	15
3.1	ลักษณะซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน	22
3.2	ลักษณะซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว	22
3.3	ลักษณะอุปกรณ์สำหรับการทดลอง	23
4.1	กราฟ TG/DTA ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	29
4.2	น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส	32
4.3	ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน	37
4.4	ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง	38
4.5	น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	43

4.6	น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส.....	48
4.7	น้ำหนักเอทีลินไกลคอลที่ถูกดูดซับโดยซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส	52
ข.1	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	61
ข.2	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน.....	62
ข.3	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว	63
ข.4	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง.....	64
ข.5	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง.....	65
ข.6	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง.....	66
ข.7	ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	67
ค.1	พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน.....	68
ค.2	พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว	69
ค.3	พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผา ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง	70

รูป

หน้า

- ค.4 พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผา
ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600
องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง 71
- ค.5 พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้าง
ด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร
อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง 72
- ค.6 พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้าง
ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้
บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศา
เซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง 73

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

กระบวนการแยก เป็นกระบวนการหนึ่งที่มีความจำเป็นในกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรมเคมี เพราะมีความต้องการที่จะทำให้วัตถุดิบซึ่งเป็นสารตั้งต้นของกระบวนการผลิตหรือผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้มีความบริสุทธิ์ตามกำหนด ซึ่งกระบวนการแยกที่ใช้ในปัจจุบันมีมากมายหลายวิธี เช่น การกลั่น (Distillation) การสกัด (Extraction) การแยกด้วยเยื่อแผ่น (Membrane Separation) การดูดซับ (Adsorption) เป็นต้น

การดูดซับเป็นกระบวนการแยกที่เกิดจากโมเลกุลของตัวถูกดูดซับเกาะติดบนพื้นผิวของตัวดูดซับ จึงเป็นการใช้ประโยชน์จากพื้นผิวของตัวดูดซับ ดังนั้นตัวดูดซับที่ดีจึงต้องมีรูพรุนขนาดเล็กเป็นจำนวนมากเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการดูดซับ¹ ตัวอย่างในอุตสาหกรรมที่ประยุกต์ใช้หลักการดูดซับ ได้แก่ การแยกอากาศเพื่อผลิตก๊าซไนโตรเจนด้วยตัวดูดซับชนิดคาร์บอนโมเลกุลาร์ซีฟ (CMS)² การดูดซับไอตัวทำละลายอินทรีย์ (เมทานอล ไซลีน) ด้วยตัวดูดซับซีโอไลต์ชนิด ZSM-5³ การดูดซับก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) ด้วยตัวดูดซับซีโอไลต์ชนิด Y⁴ เป็นต้น

การเลือกตัวดูดซับเพื่อนำมาใช้งาน โดยส่วนใหญ่จะพิจารณาจากสมบัติของตัวดูดซับแต่ละชนิด ความสามารถในการดูดซับสารแต่ละประเภท สมดุลการดูดซับ หรืออัตราการดูดซับของก๊าซแต่ละชนิด⁵ ตัวดูดซับที่นิยมนำมาใช้งานได้แก่ ถ่านกัมมันต์ ซิลิกาเจล ซีโอไลต์ เป็นต้น ตัวดูดซับประเภทซีโอไลต์เป็นที่นิยมใช้เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นผลึกที่มีรูพรุนสม่ำเสมอและการควบคุมขนาดรูพรุนในกระบวนการสังเคราะห์ทำได้ง่ายกว่าตัวดูดซับชนิดอื่น ๆ¹

ในอุตสาหกรรมการผลิตเส้นใยสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ประเภทพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene Terephthalate : PET) มีการใช้ตัวดูดซับประเภทซีโอไลต์ชนิดเอกซ์เพื่อดูดซับเอทิลีนไกลคอลและความชื้นออกจากก๊าซไนโตรเจนในขั้นตอนการอบแห้ง ถึงแม้ว่าซีโอไลต์สามารถดูดซับสารต่าง ๆ ได้ แต่เมื่อการดูดซับดำเนินไปได้ในช่วงเวลาหนึ่ง ประสิทธิภาพของการดูดซับของซีโอไลต์จะลดลง จนกระทั่งไม่สามารถทำการดูดซับได้อีกต่อไป และจำเป็นต้องเปลี่ยนซีโอไลต์ใหม่เข้ามาใช้งานแทน

เนื่องจากซีโอไลต์ที่นำมาใช้งานโดยส่วนใหญ่ นำเข้าจากต่างประเทศซึ่งมีราคาแพง รวมถึงซีโอไลต์ที่ใช้แล้วยังเป็นของเสียอันตรายที่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม ทำให้ไม่อาจทิ้งหรือกำจัดได้เหมือนขยะทั่วไป จำเป็นต้องได้รับการบำบัดที่ถูกต้อง ซึ่งผลให้ต้องมีการเสียค่าใช้จ่ายในการบำบัด แนวทางการแก้ปัญหาดังกล่าวคือ การนำซีโอไลต์ที่ผ่านการใช้งานแล้วมาทำการฟื้นฟูสภาพเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ (Regeneration of Spent Zeolite)

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้ในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ใช้งานในกระบวนการดูดซับสารอินทรีย์
2. ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว ได้แก่ ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ อุณหภูมิที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ สภาพบรรยากาศที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของการฟื้นฟูสภาพ

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว มีลักษณะเป็นเม็ด ชื่อว่า Zeolum F9 (Zeolite X type) (ชื่อทางการค้า)⁶ ซึ่งผ่านการดูดซับสารอินทรีย์เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol ; HOCH₂CH₂OH) และ ความชื้นจากขั้นตอนการอบแห้ง
2. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว ทำโดยใช้วิธีทางความร้อน โดยการเผาสารประกอบคาร์บอนที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวของซีโอไลต์ภายใต้สภาวะควบคุม ได้แก่ ความเข้มข้นของก๊าซออกซิเจน อุณหภูมิ และระยะเวลาของการเผา
3. ศึกษาคุณสมบัติของซีโอไลต์ภายหลังจากการฟื้นฟูสภาพ ได้แก่
 - 3.1 ลักษณะทางกายภาพ ได้แก่
 - โครงสร้างของซีโอไลต์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer : XRD)
 - พื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์ด้วยวิธี BET
 - ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ด้วยเครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope : SEM)
 - 3.2 คุณสมบัติการดูดซับ โดยวิเคราะห์ปริมาณของเอทิลีนไกลคอลที่ถูกดูดซับ ณ เวลาต่าง ๆ โดยกำหนดสภาวะการดูดซับที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส (ซึ่งเป็นอุณหภูมิจริงที่ใช้ในกระบวนการดูดซับของกระบวนการผลิต PET) และความดันบรรยากาศ

บทที่ 2

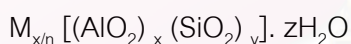
ข้อมูลพื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซีโอไลต์

ซีโอไลต์ (Zeolite) เป็นผลึกของสารประกอบอะลูมิโนซิลิเกต (Aluminosilicate) ของโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ท เช่น โซเดียม (Sodium) โพแทสเซียม (Potassium) แคลเซียม (Calcium) เป็นต้น โครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุนสม่ำเสมอจำนวนมาก ซีโอไลต์สามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายขึ้นกับคุณสมบัติของซีโอไลต์แต่ละประเภท เช่น ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange resin) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) และเป็นตัวดูดซับสาร (Adsorbent)^{7,8}

2.1.1 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์^{1,9}

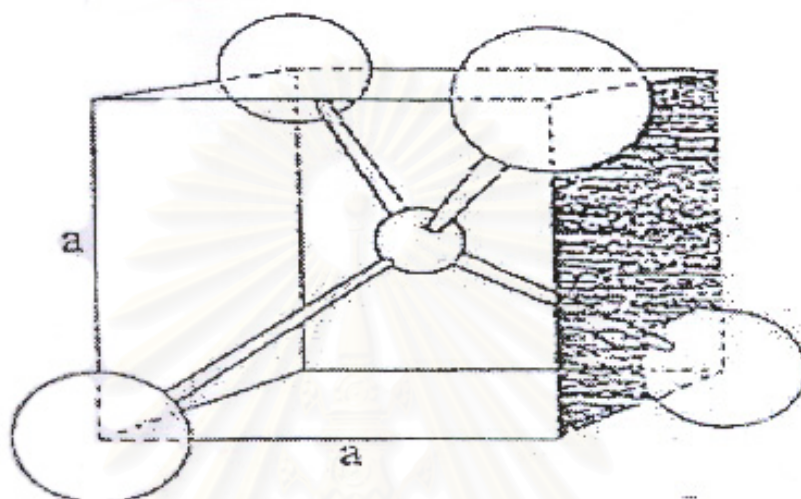
โครงสร้างของซีโอไลต์จะมีลักษณะเป็นโครงร่าง 3 มิติของรูปทรงสี่หน้าของอะลูมิเนียม-ออกซิเจน (AlO_4 Tetrahedral) และรูปทรงสี่หน้าของซิลิกอน-ออกซิเจน (SiO_4 Tetrahedral) ซึ่งประกอบกันเป็นอะลูมิโนซิลิเกตโดยการเชื่อมต่อของออกซิเจนอะตอมแบบไม่มีสิ้นสุด ซีโอไลต์มีสูตรโมเลกุลดังนี้



โดยที่	x, y	เป็นเลขจำนวนเต็ม (ค่า x/y มากกว่าหรือเท่ากับ 1 ซึ่งมักใช้เป็นดัชนีตัวหนึ่งสำหรับแบ่งชนิดของซีโอไลต์)
	z	เป็นจำนวนโมเลกุลของน้ำที่มีอยู่ในผลึกของซีโอไลต์
	M	เป็นโลหะหมู่ I หรือ II ซึ่งมีประจุบวกเท่ากับ n เพื่อดุลประจุลบ ณ ตำแหน่งของอะตอมอะลูมิเนียม

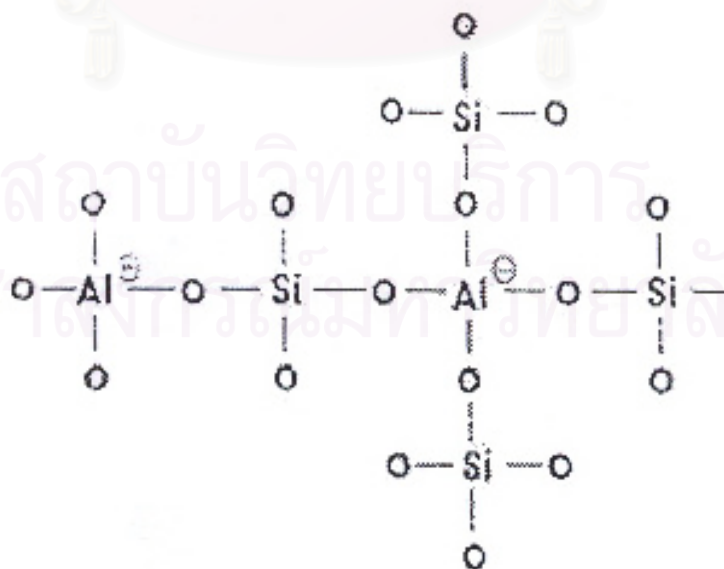
หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ประกอบด้วยรูปทรงสี่หน้า (Tetrahedral) ของ SiO_4 และ AlO_4 ดังรูปที่ 2.1 ซึ่งแต่ละหน่วยจัดเรียงต่อกันโดยใช้ออกซิเจนร่วมกันดังรูปที่ 2.2 เกิดเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นวงของอะตอมออกซิเจน และต่อกันเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยมดังรูปที่ 2.3 โดยตำแหน่งมุมในรูปแทนอะตอมซิลิกอนหรืออะตอมอะลูมิเนียม ใน

ขณะที่เส้นตรงแทนอะตอมออกซิเจนซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอะตอมซิลิกอนหรืออะตอมอะลูมิเนียม และโครงสร้างที่เป็นรูปหลายเหลี่ยมดังกล่าวจะประกอบเข้าด้วยกันในลักษณะ 3 มิติเป็นโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดต่าง ๆ

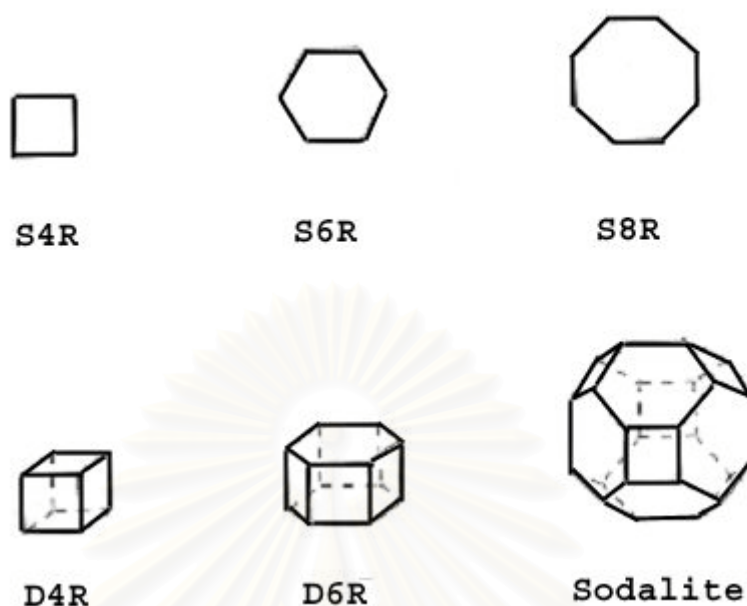


รูปที่ 2.1 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมในหน่วยเล็ก ๆ ของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ)

โดยที่อะตอมกลางแทนซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมและอะตอมมุมแทนออกซิเจน⁹



รูปที่ 2.2 โครงสร้าง 2 มิติของอะลูมิเนียมซิลิเกต⁹



รูปที่ 2.3 หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์

[ตำแหน่งมุมแทน Si หรือ Al เส้นตรงแทนอะตอมออกซิเจน]¹

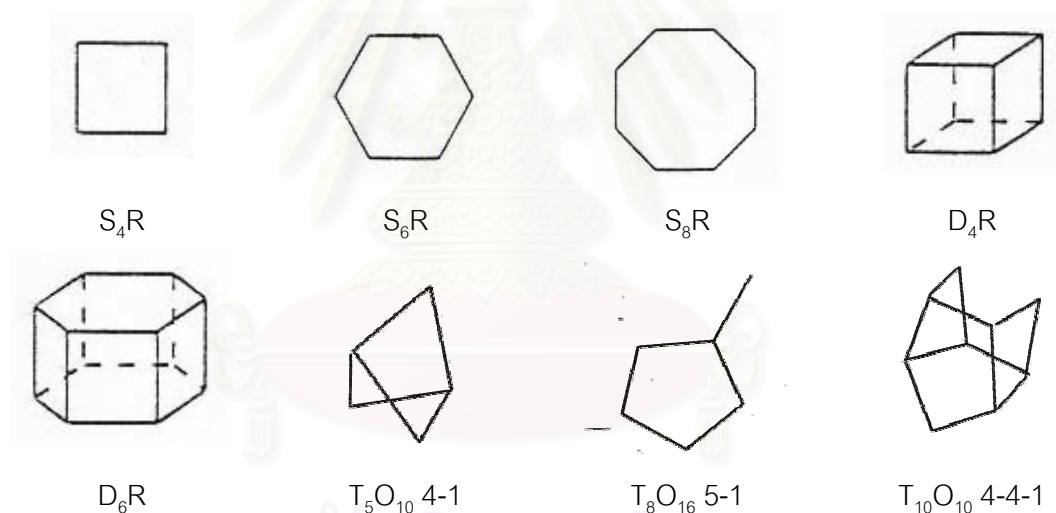
หน่วยโครงสร้างของซีโอไลต์^๑ สามารถแบ่งออกได้เป็น

1. หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ (Primary Units) ซึ่งเป็นหน่วยเล็ก ๆ รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียม ดังรูปที่ 2.1
2. หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary Building Units : SBU) เกิดจากโครงสร้างปฐมภูมิต่อกันเป็นรูปเหลี่ยมต่างๆ เป็นวงเดี่ยว เช่น S_4R , S_6R หรือต่อเป็นวงคู่ เช่น D_4R , D_6R ดังรูปที่ 2.3 หรือ 2.4

Breck (1974) (อ้างถึงใน [9]) ได้ทำการแบ่งชนิดของซีโอไลต์ตามโครงสร้างทุติยภูมิได้ 8 ชนิดตามตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ชนิดของซีโอไลต์ตามการแบ่งของ Breck (1974) (อ้างถึงใน [9]) ตามลักษณะโครงสร้างทุติยภูมิ

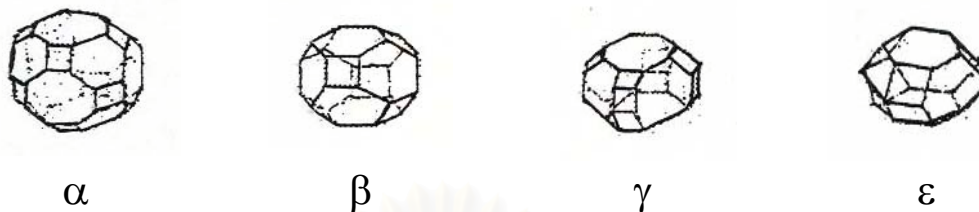
ชนิด	ลักษณะหน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ
1	วงเดี่ยว 4 มุม (single 4-ring : S_4R)
2	วงเดี่ยว 6 มุม (single 6-ring : S_6R)
3	วงเดี่ยว 8 มุม (single 8-ring : S_8R)
4	วงคู่ 4 มุม (double 4-ring : D_4R)
5	วงคู่ 6 มุม (double 6-ring : D_6R)
6	วงเชิงซ้อน 4-1 (complex 4-1 : T_5O_{10} 4-1)
7	วงเชิงซ้อน 5-1 (complex 5-1 : T_8O_{16} 5-1)
8	วงเชิงซ้อน 4-1-1 (complex 4-1-1 : $T_{10}O_{10}$ 4-1-1)



รูปที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ⁹

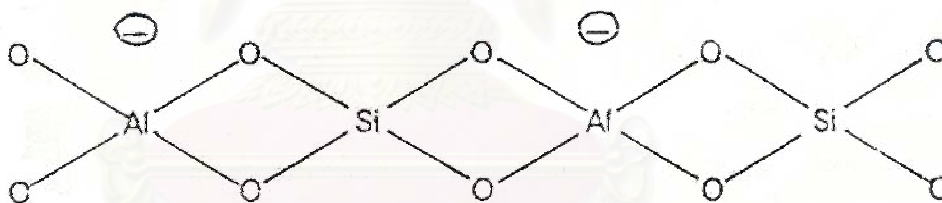
3. หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้า (Polyhedral Units) เป็นรูปทรงสมมาตรขนาดใหญ่ สมมาตร ซึ่งเกิดขึ้นจากโครงสร้างปฐมภูมิหลายโครงสร้างต่อกันเป็นรูปทรงที่สลับซับซ้อน มากยิ่งขึ้น ดังตัวอย่างในรูปที่ 2.5
- รูปทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ β (truncated octahedral type)
 - รูปทรงยี่สิบหกหน้า หรือ α (truncate cubooctahedron)
 - รูปทรงสิบแปดหน้า หรือ γ (18-hedron)

- รูปทรงสิบเอ็ดหน้า หรือ ϵ (11-hedron)



รูปที่ 2.5 ลักษณะหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าขนาดใหญ่⁹

เมื่อพิจารณาหน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ พบว่าถ้าทุกหน่วยเป็น $(\text{SiO}_4)^{4-}$ สูตรเอมพิริคัลของสารนี้คือ SiO_2 นั่นเอง ซึ่งมีสภาพประจุเป็นกลาง แต่ถ้าแทนที่ $(\text{SiO}_4)^{4-}$ ด้วย $(\text{AlO}_4)^{5-}$ จะได้สูตรเอมพิริคัลคือ $(\text{AlO}_2)^{-}$ ดังนั้นจึงมีประจุลบสำหรับทุกหน่วยของ $(\text{AlO}_2)^{-}$ หรือ $(\text{AlO}_4)^{5-}$ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 (Breck (1974) อ้างถึงใน [15])



รูปที่ 2.6 ประจุลบในโครงสร้างตาข่ายที่เกิดประจุ¹⁵

ตำแหน่งประจุลบที่เกิดขึ้นจะอยู่บริเวณรอบ $(\text{AlO}_2)^{-}$ หรือ $(\text{AlO}_4)^{5-}$ ซึ่งเป็นที่อยู่ของประจุบวก (Cation) โดยยึดเหนี่ยวกันด้วยแรงคูลอมบ (Coulombic force) เพื่อให้เกิดสมดุลทางประจุ ดังนั้นจำนวนประจุบวกที่พบในซีโอไลต์จะขึ้นกับจำนวนของหน่วย $(\text{AlO}_2)^{-}$ หรือ $(\text{AlO}_4)^{5-}$ และเลขออกซิเดชันของประจุบวก ดังนั้นซีโอไลต์จึงมีสมบัติในการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้

ประจุบวกและโมเลกุลของน้ำ เป็นส่วนที่อยู่นอกโครงสร้างตาข่ายของซีโอไลต์ ดังนั้นการแลกเปลี่ยนประจุบวก หรือการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างซีโอไลต์จึงไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เปลี่ยนแปลง

สมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์¹⁵ มีดังนี้

1. การแลกเปลี่ยนไอออน ซีโอไลต์สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้ โดยกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุบวกนี้เป็นกระบวนการแบบผันกลับได้
2. การดูดซับน้ำ ซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำให้เข้าไปอยู่ในช่องว่างบริเวณผนังด้านในของโพรงชนิดต่าง ๆ ได้ และสามารถกำจัดน้ำออกได้ที่อุณหภูมิที่สูงพอ
3. การคัดขนาดและรูปร่างของโมเลกุลที่ผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ ภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยโพรงขนาดต่าง ๆ กัน มีทางให้โมเลกุลของสารอื่นผ่านเข้าออกได้ เรียกว่า ปากโพรง (aperture) โดยที่โมเลกุลที่มีรูปร่างและขนาดพอเหมาะสำหรับปากโพรงเท่านั้นจึงจะสามารถผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ได้ ทำให้ซีโอไลต์มีสมบัติในการกรองแยกโมเลกุลได้ (molecular sieve)
4. สมบัติที่สำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความหนาแน่นของตำแหน่งที่เป็นกรด (acid site density) ความรุนแรงของกรด (acid strength) และขนาดของรูพรุน (pore size) ภายในผลึก ซึ่งรวมถึงลักษณะรูปทรง และขนาดของทางเข้าออกของรูพรุน (pore entrance)

2.1.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

การสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยทั่วไปจะใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal Treatment) ซึ่งการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นจะทำให้แหล่งของอลูมินา ซิลิกา และอัลคาไลน์ รวมตัวกันเป็นเจลที่มีลักษณะไม่เป็นสารเนื้อเดียวกันและก่อตัวขึ้นเป็นผลึกอย่างช้า ๆ ภายในช่วงเวลาที่เกิดปฏิกิริยา อุณหภูมิการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วง 150 องศาเซลเซียสหรือสูงกว่านั้นที่ความดันเท่ากับความดันของไอน้ำอิ่มตัวในขณะนั้น บางครั้งอาจเกิดเป็นผลึกซีโอไลต์ได้มากกว่าหนึ่งชนิด^{9,10}

ในการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล องค์ประกอบของอะลูมินา ซิลิกา ประจุบวก สารอินทรีย์ และน้ำ จะรวมตัวกันเป็นเจลซึ่งอยู่ในสภาพสารละลายต่างอิ่มตัววดยิ่ง (an alkaline super-saturated solution) แปลงสภาพเป็นโครงสร้างรูพรุนของผลึกอะลูมิโนซิลิเกต (microporous crystalline aluminosilicate) ซึ่งเรียกกระบวนการทางเคมีนี้ว่า กระบวนการซีโอไลติเซชัน (zeolitization) เป็นการกระตุ้นโดยความร้อนภายในช่วงเวลาที่เหมาะสม อุณหภูมิที่ใช้โดยปกติจะอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่สูงเพื่อที่จะให้ได้ผลผลิตสูง ขั้นตอนสำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลต์¹¹ ได้แก่

2.1.2.1 ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (The Ageing Period)

ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (The ageing period) หมายถึง ช่วงเวลาและปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นภายหลังการเตรียมเจล โดยที่อุณหภูมิของเจลมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature) สิ่งหนึ่งที่สำคัญในระหว่างระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (the ageing period) คือ การละลายหรือดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (depolymerization) ของซิลิกาโดยต่าง ซึ่งการละลายดังกล่าวเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของซิลิกา ผลิตภัณฑ์เริ่มแรกอยู่ในรูปของโมโนเมอร์ซิลิเกตแอนไอออน (monomeric silicate anions) หลังจากนั้นโมโนเมอร์ซิลิเกตแอนไอออน จะถูกเปลี่ยนไปเป็น โอลิโกเมอร์ (oligomeric species) โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น (condensation-polymerization)

สารละลายต่างดังกล่าวข้างต้น ประกอบไปด้วยอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ได้แก่ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (tetrahedral $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ species) ซึ่งโอลิโกเมอร์ซิลิเกตจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ เกิดเป็นโครงสร้างอะลูมิโนซิลิเกต

2.1.2.2 กลไกการเกิดผลึก (Mechanism of Crystallization) แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่

1. การอิ่มตัววดยิ่ง (Achievement of Supersaturation)

เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นระหว่างช่วงของการตกผลึก (ageing) และชัดเจนมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งเป็นขั้นตอนที่ความเข้มข้นขององค์ประกอบที่ถูกละลาย (dissolved components : aluminosilicate species) เพิ่มมากขึ้น การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของสารละลาย จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของสารละลายจากสารละลายที่มีเสถียรภาพไปเป็นสารละลายที่ความเสถียรภาพไม่แน่นอน (metastable solution) และสุดท้ายอยู่ในสภาพที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ (labile solution)

2. การเกิดนิวเคลียส (Nucleation)

การเกิดนิวเคลียสขั้นปฐมภูมิ (primary nucleation) ของสารละลายอิ่มตัววดยิ่งสามารถแบ่งออกเป็น การเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อเดียว และแบบเนื้อผสม (homogeneous and heterogeneous nucleation) ซึ่งการเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อผสมเกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของสิ่งแปลกปลอมที่มีอยู่ในสารละลาย (impurities or foreign particles) ต่อมาการเกิดนิวเคลียสขั้นทุติยภูมิ (secondary nucleation) เกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของผลึกที่เกิดขึ้น

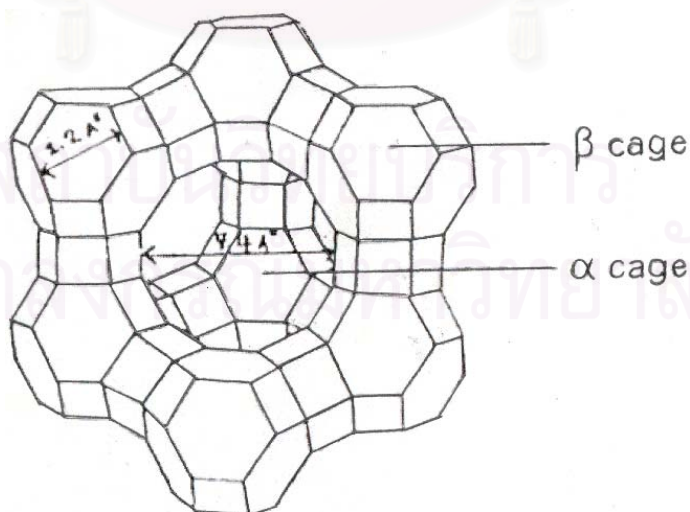
3. การเจริญผลึกซีโอไลต์ (Crystal Growth)

การเจริญผลึกซีโอไลต์เริ่มเกิดขึ้นหลังจากการเกิดนิวเคลียส โดยนิวเคลียสที่เกิดขึ้นจะเกิดการเติบโตโดยการเพิ่มหรือควบแน่นขององค์ประกอบข้างต้นกลายเป็นผลึกซีโอไลต์ที่สมบูรณ์

ลักษณะของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งประกอบไปด้วย อัตราส่วนของ $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ของสารตั้งต้น คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ปริมาณน้ำที่เติมเข้าไป ช่วงระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อัตราเร็วในการกวน และปริมาณของประจุบวกของทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ปะปนอยู่ โดยปกติการก่อตัวของซีโอไลต์มีความสลับซับซ้อนมาก¹¹

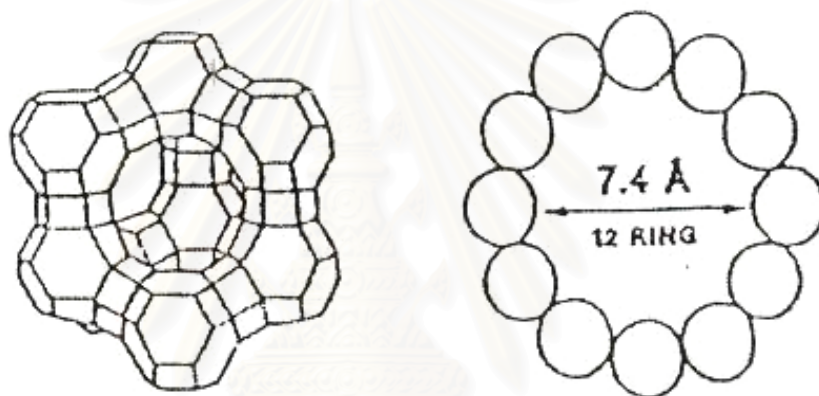
2.1.3 ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ (X-Type Zeolite)

ลักษณะโครงสร้างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์เหมือนกับโครงสร้างซีโอไลต์ชนิดเฟอร์จาชิต (Faujasite) ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ โดยลักษณะโครงสร้างประกอบด้วยหน่วยที่เรียกว่า รูปทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด (β -cage) หรือ โซดาไลต์ (Sodalite unit) มีขนาดกว้างประมาณ 1.2 อังสตรอม เชื่อมต่อโดยวงคู่ 6 มุม (D_6R) เกิดเป็นการเชื่อมต่อแบบหน้าหกเหลี่ยม (hexagonal face) เกิดเป็นโพรงขนาดใหญ่เรียกว่า " α -cage" หรือ "supercage" มีปากโพรงกว้างประมาณ 7.4 อังสตรอม ดังรูปที่ 2.7



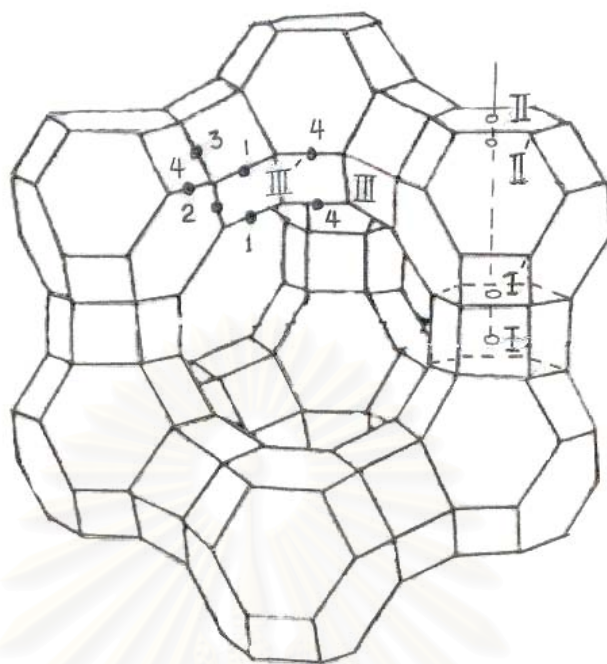
รูปที่ 2.7 ลักษณะหน่วยโครงสร้างของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์¹⁵

แต่ละหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ จะประกอบไปด้วยรูปทรงสี่หน้าของ อะลูมิเนียม-ออกซิเจน (AlO_4 Tetrahedral) และรูปทรงสี่หน้าของซิลิกอน-ออกซิเจน (SiO_4 Tetrahedral) รวมทั้งสิ้น 192 หน่วย โดยจำนวนของอะลูมิเนียมไอออนต่อหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ ชนิดเอกซ์มีค่าอยู่ระหว่าง 96~77 หรืออัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมมีค่าอยู่ระหว่าง 1~1.49 หนึ่งหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์เมื่อเกิดการอิมิตัวด้วยน้ำประกอบด้วยโมเลกุลน้ำในโครงสร้างประมาณ 235 โมเลกุล ซึ่งโดยส่วนใหญ่อยู่บริเวณส่วนกลางของโพรง ปากโพรง (aperture) เกิดจากวงแหวนอะตอมของออกซิเจนทั้งหมด 12 อะตอม ดังรูปที่ 2.8 ซึ่งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ อีตระประมาณ 7.4 อังสตรอม



รูปที่ 2.8 ลักษณะปากโพรงซีโอไลต์ชนิดเอกซ์¹⁵

ตำแหน่งของประจุบวกที่ใช้เพื่อดุลประจุลบ ณ ตำแหน่งของอะลูมิเนียมอะตอม ส่วนใหญ่พบบริเวณ 3 ตำแหน่งหลัก ได้แก่ ตำแหน่งแรกบริเวณกลางของวงคู่ 6 มุม (D_6R) (I) และ ตรงกันข้ามกับ I ซึ่งอยู่ในหน่วยไซดาไลท์ (I') ตำแหน่งที่สองคล้ายกับ I และ I' แต่ไกลออกไปจาก ศูนย์กลางของโพรง (II และ II') ตำแหน่งที่สามอยู่บริเวณปากโพรงที่เกิดจากวงแหวนอะตอมของ ออกซิเจนทั้ง 12 อะตอม (III และ III') ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ตำแหน่งของประจุบวกภายในหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์²²

2.2 ทฤษฎีการดูดซับก๊าซ

การดูดซับ (adsorption) เป็นการใช้ประโยชน์บนพื้นผิวของของแข็งที่เรียกว่า “ตัวดูดซับ (adsorbent)” โดยโมเลกุลหรืออะตอมของสารที่ถูกดูดซับเรียกว่า “ตัวถูกดูดซับ (adsorbate)” จะเกาะติดบนพื้นผิว และปลดปล่อยพลังงานออกมา ซึ่งการเกาะติดบนพื้นผิวดังกล่าวสามารถจำแนกออกเป็นการเกาะติดด้วยแรงทางฟิสิกส์หรือด้วยพันธะเคมี ซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของตัวถูกดูดซับและคุณสมบัติของพื้นผิวดูดซับ¹

2.2.1 ประเภทของการดูดซับ

การดูดซับสามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ได้แก่ การดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี

2.2.1.1 การดูดซับทางกายภาพ (Physical/Van der Waals adsorption)

เป็นผลมาจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ได้แก่ แรงดึงดูดระหว่างมวลหรือระหว่างโมเลกุล หรือแรงดึงดูดระหว่างขั้วสำหรับกรณีที่มีโมเลกุลตัวถูกดูดซับ และพื้นผิวดูดซับมีความเป็นขั้ว¹ ตัวอย่างเช่น กรณีการดูดซับก๊าซ ซึ่งการดูดซับเกิดขึ้นเมื่อแรง

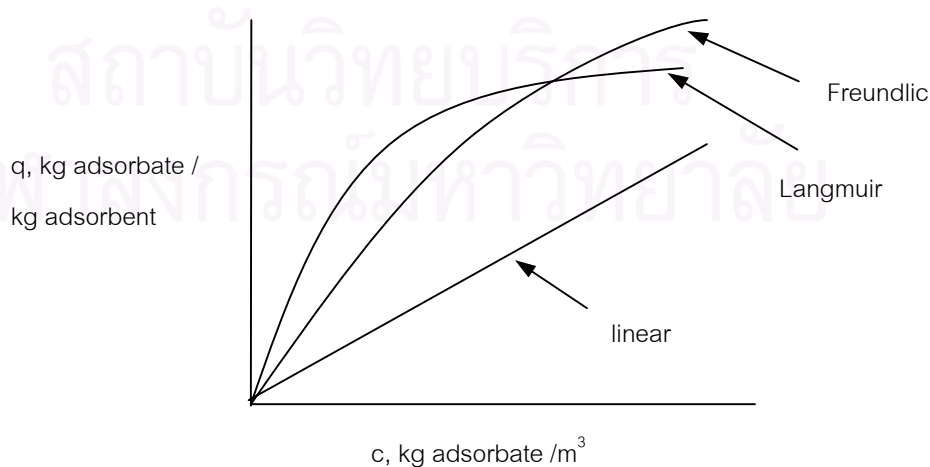
ดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดที่เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับกันเอง มีผลทำให้ก๊าซเกิดการควบแน่นอยู่บนพื้นผิวของตัวดูดซับ และมีการปลดปล่อยความร้อนออกมา¹² การดูดซับชนิดนี้สามารถเกิดการดูดซับโมเลกุลได้หลายชั้น กล่าว คือ โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะควบแน่นอยู่บนชั้นโมเลกุลของตัวถูกดูดซับที่ถูกดูดซับไว้ก่อนแล้ว¹³

2.2.1.2 การดูดซับทางเคมี (Chemisorption/Activated adsorption)

เป็นผลมาจากการดูดซับเนื่องจากพันธะทางเคมีระหว่างตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ซึ่งเป็นการใช้อิเล็กตรอนร่วมกันหรือการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน แรงดึงดูดที่เกิดขึ้นจะแรงกว่าการดูดซับทางกายภาพและพลังงานที่ปล่อยออกมาจะมีค่ามากกว่าเนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาเคมี¹² การดูดซับชนิดนี้สามารถดูดซับโมเลกุลได้เพียง 1 ชั้น เนื่องจากโมเลกุลของตัวถูกดูดซับต้องสัมผัสกับพื้นผิวของตัวดูดซับ¹³

2.2.2 สมดุลการดูดซับ¹⁴ (Adsorption Equilibrium)

เมื่อปล่อยให้ตัวถูกดูดซับสัมผัสกับตัวดูดซับในช่วงระยะเวลาที่นานอย่างเพียงพอ จะเกิดภาวะที่เรียกว่า “สมดุลการดูดซับ” ซึ่งสมดุลการดูดซับเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณหรือความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่ถูกดูดซับไว้ กับปริมาณหรือความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับนั้นในวัฏภาคของไหล สมดุลการดูดซับที่อุณหภูมิของระบบคงที่เรียกว่า “ไอโซเทอรัม (Isotherm)” ดังรูปที่ 2.10 โดยที่ q คือ ปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อปริมาณของตัวดูดซับ (kg adsorbate / kg adsorbent) และ c คือ ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับในวัฏภาคของไหลที่จุดสมดุล (kg adsorbate/m³ fluid)



รูปที่ 2.10 ลักษณะไอโซเทอรัมของการดูดซับ¹⁴

2.2.2.1 ไอโซเทิร์มเชิงเส้น (Linear Isotherm)

ไอโซเทิร์มเชิงเส้น คือ ลักษณะที่ q แปรผันโดยตรงกับ c เป็นเชิงเส้น ซึ่งประยุกต์ใช้ได้ดีสำหรับกรณีที่ระบบที่สารถูกดูดซับมีความเข้มข้นเจือจาง ซึ่งสมดุลการดูดซับจะคล้ายคลึงกับกฎของเฮนรี่ (Henry's Law) ดังสมการ

$$q = Kc$$

โดยที่ K คือ ค่าคงที่ของการดูดซับ (m^3/kg adsorbent)

2.2.2.2 ไอโซเทิร์มแลงเมียร์ (Langmuir Isotherm)

แนวความคิดของการดูดซับตั้งอยู่บนสมมติฐานที่ว่า การดูดซับเสมือนการเกิดปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวที่มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับจึงเกาะติดบนพื้นผิวของตัวดูดซับเท่านั้น หรือเป็นการดูดซับเพียงชั้นเดียว และโมเลกุลที่ถูกดูดซับไว้แล้วไม่มีผลกระทบต่อการดูดซับโมเลกุลอื่น ไอโซเทิร์มสำหรับการดูดซับสามารถเขียนได้ดังสมการ

$$q = \frac{q_0 c}{K + c}$$

โดยที่ q_0 คือ ปริมาณดูดซับสูงสุด (kg adsorbate/ kg adsorbent)

K คือ ค่าคงที่แลงเมียร์ (kg adsorbent/ m^3)

2.2.2.3 ไอโซเทิร์มฟรอยดิกซ์ (Freundlich Isotherm)

เป็นแบบจำลองสมดุลการดูดซับ เหมาะสมสำหรับระบบการดูดซับทางกายภาพ ซึ่งเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น สามารถเขียนสมการได้ดังนี้

$$q = Kc^n$$

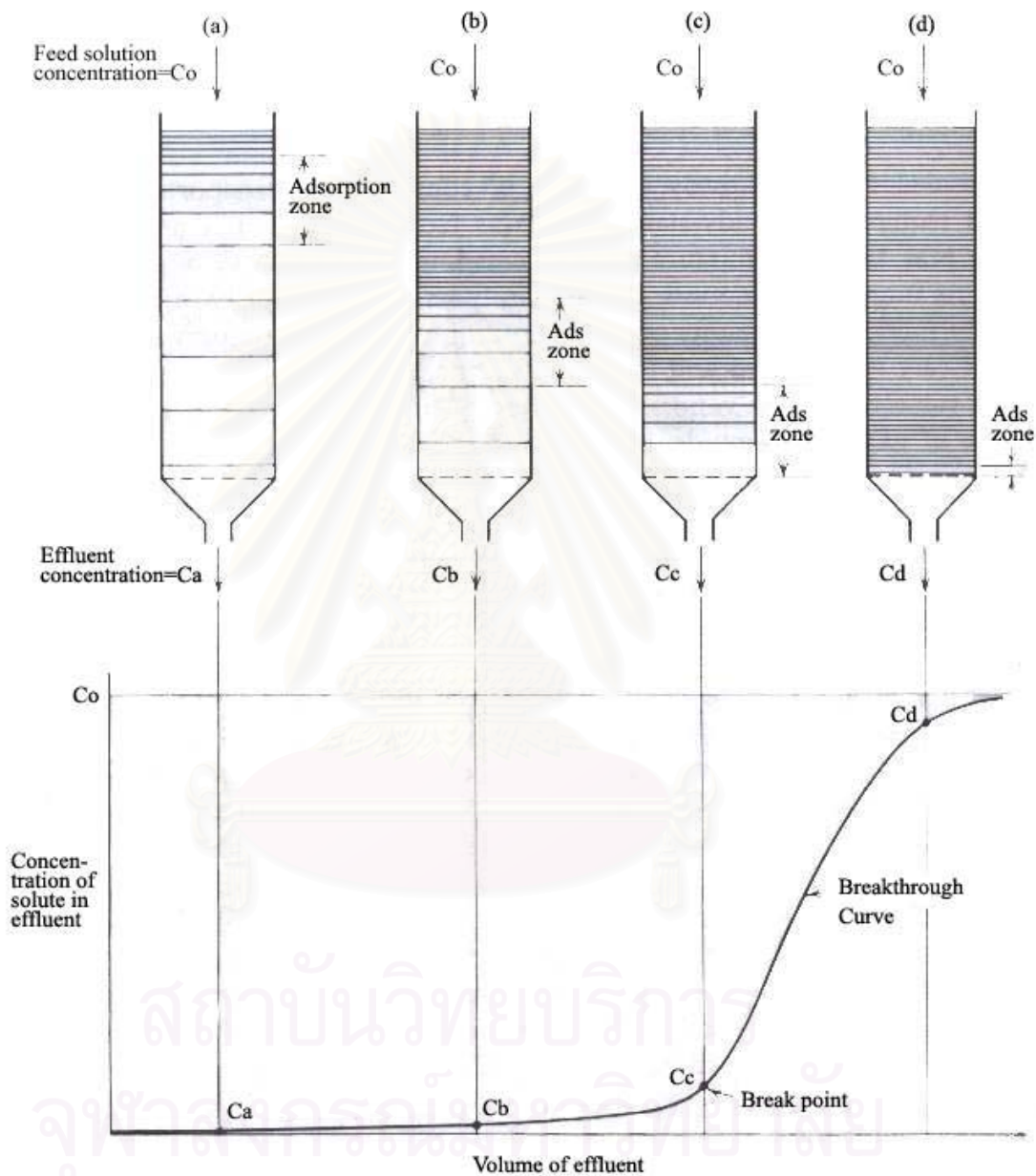
โดยที่ K คือ ค่าคงที่ฟรอยดิกซ์ (หน่วยของ K จะขึ้นกับค่า n)

n คือ ค่าคงที่ (ไม่มีหน่วย)

2.2.3 จลนพลศาสตร์ของการดูดซับ¹²

พิจารณาระบบการดูดซับแบบเบดนิ่ง (Fixed Bed) ซึ่งตัวดูดซับถูกบรรจุอยู่ในคอลัมน์ และของไหลที่ประกอบด้วยตัวถูกดูดซับที่มีความเข้มข้นสม่ำเสมอ (C_0) ไหลเข้าทางด้าน

บนและไหลออกทางด้านล่างของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องด้วยอัตราเร็วคงที่ ปรากฏการณ์ดูดซับที่เกิดขึ้นในคอลัมน์ภายใต้สภาวะคงที่สามารถอธิบายได้ตามรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ปรากฏการณ์ดูดซับของตัวดูดซับในหลอดดูดซับ

ขณะที่ของไหลซึ่งประกอบด้วยตัวถูดูดซับไหลผ่าน¹²

เริ่มต้นเมื่อของไหลไหลเข้าคอลัมน์ทางด้านบน ตัวถูกดูดซับจะถูกจับและเกาะติดบนตัวดูดซับซึ่งมีประสิทธิภาพและความไวต่อการดูดซับ โดยทั่วไปปริมาณตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ในของไหลที่ไหลออกในช่วงแรกจะมีค่าน้อยมากหรือเท่ากับศูนย์ (C_a) ตามรูป 2.11(a) ในเวลาต่อมาตัวดูดซับที่อยู่ส่วนบนของคอลัมน์เกิดการอิ่มตัว แต่ตัวถูกดูดซับยังคงถูกดูดซับโดยตัวดูดซับที่อยู่ในช่วงถัดมาของคอลัมน์ ส่งผลให้ปริมาณตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ในของไหลที่ไหลออกยังคงมีน้อยมากหรือเท่ากับศูนย์ (C_b) ตามรูป 2.11(b) จนกระทั่งเมื่อการดูดซับเกิดขึ้นบริเวณส่วนล่างของคอลัมน์ซึ่งใกล้ทางออก ตามรูป 2.11(c) เมื่อปริมาณของตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ในของไหลมีค่าเท่ากับค่าสูงสุดที่ยอมให้ตัวถูกดูดซับเหลืออยู่ในของไหลที่ไหลออก (C_c) เป็นครั้งแรก เรียกจุดนี้ว่า “จุดไหลผ่านทะลุ (Break point)” ซึ่งหลังจากนั้นปริมาณของตัวถูกดูดซับที่เหลืออกมากเกิดการเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว (C_d) จนกระทั่งมีค่าเท่ากับความเข้มข้นเริ่มต้นที่เข้า (C_0) เมื่อตัวดูดซับที่อยู่ภายในคอลัมน์เกิดการอิ่มตัวทั้งหมด ตามรูป 2.11(d) จากรูป 2.11 ส่วนโค้งของความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่มีค่าระหว่าง C_c กับ C_d เรียกว่า “เส้นโค้งไหลผ่านทะลุ (Breakthrough Curve)”

2.2.4 การดูดซับบนตัวดูดซับซีโอไลต์¹

โดยทั่วไปคุณสมบัติของซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับสัดส่วนของอะตอมซิลิกอนต่ออะตอมอะลูมิเนียมที่เป็นองค์ประกอบของผลึกหรือเรียกว่าสัดส่วน Si/Al ซึ่งมีค่าตั้งแต่ 1 ขึ้นไป โดยความมีขั้วจะลดลงเมื่อสัดส่วน Si/Al เพิ่มขึ้น เนื่องจากจำนวนประจุของอะลูมิเนียมลดลง ดังนั้นสัดส่วน Si/Al จึงเป็นดัชนีหนึ่งที่กำหนดคุณสมบัติในการดูดซับของซีโอไลต์แต่ละชนิด ซึ่งการดูดซับบนพื้นผิวซีโอไลต์ที่มีสัดส่วน Si/Al น้อยกว่า 8-10 มักได้รับอิทธิพลของแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิตย์ เนื่องจากประจุลบของอะตอมอะลูมิเนียม และสมบัติการถูกเหนี่ยวนำให้เกิดความเป็นขั้ว (polarization property) ของโมเลกุลสารประกอบแต่ละชนิด นอกจากนี้ลักษณะการจัดเรียงตัวของผลึก SiO_4 ผลึก AlO_4 และชนิดของโลหะประจุบวกที่ดุลประจุลบ ณ ตำแหน่งของอะลูมิเนียมอะตอมก็มีผลต่อคุณสมบัติการดูดซับของซีโอไลต์แต่ละชนิดด้วยเหมือนกัน

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง : การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ใช้แล้วเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ (Regeneration of Spent Zeolite)

2.3.1 การฟื้นฟูสภาพโดยใช้ น้ำ สารละลายน้ำ และก๊าซที่มีน้ำรวมอยู่ (Regeneration by water, aqueous solutions and water-containing gases)¹⁶

Reif และคณะ¹⁶ ได้ทำการฟื้นฟูสภาพ (Reactivate) ของซีโอไลต์ชนิด 5A ซึ่งใช้เป็นตัวดูดซับในกระบวนการแยกพาราฟิน (Normal paraffins) ออกจากของผสมสารไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbon Mixture) โดยใช้ซีโอไลต์ชนิด 5A ดูดซับพาราฟินไว้ จากนั้นนำซีโอไลต์ดังกล่าวไปทำการคายการดูดซับ (desorption) พาราฟินด้วยไอของแอมโมเนียที่มีน้ำรวมอยู่ ซึ่งภายหลังจากการคายการดูดซับ ซีโอไลต์จะเกิดการเสื่อมสภาพ ทำให้ต้องได้รับการฟื้นฟูสภาพเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่

ขั้นตอนการฟื้นฟูสภาพทำโดยขั้นตอนแรกให้ซีโอไลต์สัมผัสกับน้ำหรือก๊าซที่มีน้ำรวมอยู่ที่อุณหภูมิระหว่าง 25-250 องศาเซลเซียส จากนั้นให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์โดยให้ก๊าซ (อากาศ ไฮโดรเจน หรือออกซิเจน) ไหลผ่านที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 องศาเซลเซียส ภายหลังจากการฟื้นฟูสภาพพบว่าความจุของการดูดซับ (adsorption capacity) ของซีโอไลต์มีค่าเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 1.2 เป็นร้อยละ 4.7 โดยน้ำหนัก (ความจุของการดูดซับของซีโอไลต์ใหม่เท่ากับร้อยละ 5.2)

Reif และคณะ¹⁶ ยังได้ศึกษาการฟื้นฟูสภาพโดยใช้สารละลายเกลือของโลหะกลุ่ม IIA ตัวอย่างเช่น แมกนีเซียมหรือแคลเซียมซัลเฟต แมกนีเซียมหรือแคลเซียมคลอไรด์ เป็นต้น หรือฟื้นฟูสภาพโดยใช้สารละลายของสารประกอบไนโตรเจน เช่น แอมโมเนีย ยูเรีย เป็นต้น ตัวอย่างการฟื้นฟูสภาพประกอบด้วย ขั้นตอนแรกการนำซีโอไลต์ที่เสื่อมสภาพสัมผัสกับสารละลายเกลือหรือสารละลายของสารประกอบไนโตรเจนความเข้มข้น 10% โดยน้ำหนักเป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง และขั้นตอนที่สองให้ความร้อนโดยให้ก๊าซ (อากาศ ไฮโดรเจน หรือออกซิเจน) ไหลผ่านที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 องศาเซลเซียส ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์พบว่าความจุของการดูดซับมีค่าเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 1.2 เป็นร้อยละ 5.0 โดยน้ำหนัก

2.3.2 การฟื้นฟูสภาพโดยใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Reclaiming by Sodium carbonate)¹⁷

Yamamoto และคณะ¹⁷ ได้แสดงการนำซีโอไลต์ที่ผ่านการดูดซับสารประเภทแอมโมเนียจากน้ำเสียชุมชน มาทำการกำจัดสารประเภทแอมโมเนียออกจากซีโอไลต์เพื่อนำซีโอ

ไคลต์มาใช้งานใหม่ โดยอาศัยหลักการของการแลกเปลี่ยนไอออน โดยการนำซีโอไคลต์มาสัมผัสกับ สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตที่มีค่าความเป็นกรดต่าง (pH) เท่ากับ 11 ± 1

การทดลองกระทำโดย นำซีโอไคลต์หลังจากผ่านการดูดซับสารประเภทแอมโมเนีย ในน้ำเสียชุมชน (ความเข้มข้นของสารประเภทแอมโมเนีย 20-30 ppm) มาฟื้นฟูสภาพด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 0.25 N จากนั้นนำซีโอไคลต์ที่ฟื้นฟูสภาพแล้วไปใช้งานใหม่อีกครั้งและเมื่อเสื่อมสภาพแล้วก็ทำการฟื้นฟูสภาพใหม่อีก ประสิทธิภาพของการดูดซับสามารถหาได้โดยวัดปริมาณสารประเภทแอมโมเนียที่ถูกดูดซับ

ตารางที่ 2.2 ผลการฟื้นฟูสภาพโดยการใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต¹⁷

จำนวนครั้ง การฟื้นฟูสภาพ	ค่าความเป็นกรดต่างของสาร ละลายโซเดียมคาร์บอเนต	ร้อยละการกำจัด สารประเภทแอมโมเนีย (%)
1	10.25	79.7
2	10.09	70.3
3	9.90	65.3
4	9.74	62.5
5	9.44	58.9
6	9.20	48.0
7	8.77	49.2
8	8.49	31.0

Yamamoto และคณะ¹⁷ พบว่าเมื่อทำการฟื้นฟูสภาพโดยใช้สารละลายเดิมที่ไม่มี การปรับค่าความเป็นกรดต่างอย่างเหมาะสมหรือเปลี่ยนใช้ของใหม่ ส่งผลทำให้ค่าความเป็นกรดต่างของสารละลายมีค่าลดลง และร้อยละการกำจัดสารประเภทแอมโมเนียออกจากน้ำเสียหลังจากฟื้นฟูสภาพลดลงเมื่อค่าความเป็นกรดต่างมีค่าต่ำกว่า 10 (ตามตารางที่ 2.2)

จากนั้น Yamamoto และคณะ¹⁷ ได้ทำการศึกษาผลของค่าความเป็นกรดต่าง โดยการรักษาค่าความเป็นกรดต่าง ให้มีค่าเท่ากับ 11.0 โดยการเพิ่มเติม Na_2CO_3 ความเข้มข้น 0.25 N พบว่าร้อยละการกำจัดสารประเภทแอมโมเนียออกจากน้ำเสียเฉลี่ยของซีโอไคลต์หลังการ ฟื้นฟูสภาพมีค่า 80.8% และยังพบว่ากรณีที่ควบคุมค่าความเป็นกรดต่างสูงกว่า 12.0 จะส่งผลทำให้โครงสร้างของซีโอไคลต์เกิดการเสียหาย

2.3.3 การฟื้นฟูสภาพโดยการจ่ายสนามไฟฟ้าที่มีความถี่ต่ำและความต่างศักย์สูง (Electro desorption Process)¹⁸

Lowther¹⁸ ได้อธิบายถึงการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ใช้เป็นตัวกระตุ้นในขั้นตอนการแยกสลายโอโซน (ozone decomposition) เพื่อจำกัดโอโซนส่วนเกินที่ใช้ในกระบวนการปรับสภาพน้ำ (water treatment process) โดยกระบวนการแยกสลายโอโซนทำโดยป้อนก๊าซโอโซนส่วนเกินจากกระบวนการปรับสภาพน้ำให้ไหลผ่านเบดซีโอไลต์ เมื่อก๊าซโอโซนไหลผ่านเบดจะถูกแยกสลายกลายเป็นก๊าซออกซิเจน แต่เนื่องจากก๊าซโอโซนที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพน้ำมีความชื้นปนอยู่ มีผลทำให้ประสิทธิภาพของซีโอไลต์ลดลงไม่สามารถใช้งานได้ต่อไป ดังนั้นจำเป็นต้องได้รับการฟื้นฟูสภาพ

วิธีการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ที่ Lowther ศึกษาเรียกว่า “กระบวนการคายการดูดซับเชิงไฟฟ้า” (Electrodesorption process) ซึ่งกระทำโดยการจ่ายสนามไฟฟ้าที่มีความถี่ต่ำและความต่างศักย์สูงเข้าสู่อนุภาคซีโอไลต์โดยตรง ซึ่งสนามไฟฟ้าที่จ่ายให้ต้องมีศักย์ไฟฟ้าเพียงพอสำหรับแยกโมเลกุลที่ถูกดูดซับไว้ เช่น โมเลกุลน้ำ จากการศึกษาโดยการเปรียบเทียบพลังงานที่ใช้ในการแยกโมเลกุลของน้ำที่ถูกดูดซับไว้ด้วยวิธีการดังกล่าวกับวิธีการแบบดั้งเดิม (การให้ความร้อน) พบว่าพลังงานที่ใช้มีค่าลดลงจาก 277 เป็น 106 แคลอรี/กรัมของน้ำ

2.3.4 การฟื้นฟูสภาพโดยการบำบัดด้วยน้ำ-แอมโมเนีย การเผาให้เป็นเถ้า และรีไฮเดชันบางส่วน (Hydration-Ammoniation, Calcinations and Partial rehydration)¹⁹

Ward¹⁹ ได้แสดงการฟื้นฟูสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด Group VIII noble metal-Y ซึ่งใช้ในกระบวนการไฮโดรแครกกิง (Hydrocracking) โดยขั้นตอนการฟื้นฟูสภาพประกอบด้วยขั้นตอนแรกนำตัวเร่งปฏิกิริยาสัมผัสกับน้ำหรือไอของน้ำและแอมโมเนียที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศาฟาเรนไฮต์ ซึ่งน้ำและแอมโมเนียที่ถูกดูดซับภายในซีโอไลต์จะทำให้ส่วนของซีโอไลต์ที่เกิดการกำจัดประจุบวก (decationized) ถูกเปลี่ยนไปเป็นซีโอไลติกแอมโมเนียมไอออน (zeolitic ammonium ions) ซึ่งส่งผลให้โลหะโนเบิล (noble metal) ที่รวมตัวกันเป็นก้อนเกิดการกระจายตัวใหม่อีกครั้ง (redistribution)

ขั้นตอนถัดมาเป็นการทำให้แห้ง และการเผาให้เป็นเถ้า (calcinations) อุณหภูมิระหว่าง 600~850 องศาฟาเรนไฮต์ เพื่อกำจัดแอมโมเนีย ปัจจัยที่สำคัญในขั้นตอนนี้ได้แก่ การควบคุมปริมาณน้ำที่อยู่ในซีโอไลต์ เพื่อป้องกันการหลอมติดกันของโลหะโนเบิล ขั้นตอนถัดไปเป็นการทำรีไฮเดชันบางส่วน (partial rehydration) ซึ่งเป็นการกระตุ้นให้เกิดการจัดวางของโลหะโน

เบิล และขั้นตอนสุดท้ายเป็นการทำปฏิกิริยารีดักชัน (reduction reaction) เพื่อเปลี่ยนสารประกอบออกไซด์ของโลหะโนเบิลให้เป็นโลหะโนเบิล

2.3.5 การฟื้นฟูสภาพด้วยสารละลายต่าง (Regeneration by Caustic Solution)²⁰

Cannan²⁰ ทำการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิด A ที่ผ่านการใช้งานในกระบวนการทำให้ก๊าซธรรมชาติแห้ง โดยขั้นตอนฟื้นฟูสภาพประกอบด้วย เริ่มต้นให้ซีโอไลต์สัมผัสกับสารละลายต่าง ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เป็นระยะเวลา 1-48 ชั่วโมง อุณหภูมิ 20-110 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นล้างซีโอไลต์ด้วยน้ำสะอาด และทำให้แห้งและเผาให้เป็นเถ้า (calcinations) ที่อุณหภูมิ 500-700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1-24 ชั่วโมง จากการศึกษพบว่าประสิทธิภาพของซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพด้วยวิธีการดังกล่าวอยู่ระหว่าง 90-95% เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ใหม่

Cannan²⁰ พบว่าสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ ทำหน้าที่ 2 ประการ ได้แก่ ประการแรกช่วยให้คาร์บอนที่เกาะอยู่กับซีโอไลต์เกิดการเผาไหม้ในขั้นตอนการเผาให้เป็นเถ้าได้ง่ายกว่าปกติ และประการที่สองโลหะอัลคาไลที่อยู่ในสารละลายต่าง เกิดการแทรกกลับเข้าไปยังอะตอมอะลูมิเนียม ทำให้อะตอมอะลูมิเนียมที่ไม่เป็นโครงร่างกลับเป็นโครงร่างดั้งเดิม ซึ่งเป็นการรักษาผลึกของซีโอไลต์ที่เสียหายให้ดีขึ้น

2.3.6 การฟื้นฟูสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์-แพลทินัม โดยการออกซิไดเซชันในสภาวะที่มีน้ำ (Regeneration of platinum-containing zeolite catalysts which includes oxidation of coke in the presence of water)²¹

McHale²¹ ศึกษาการฟื้นฟูสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ซึ่งมีโลหะแพลทินัมอยู่ในโครงร่างของซีโอไลต์ โดยสาเหตุของการเสื่อมสภาพเกิดขึ้นเนื่องจากมีโค้ก (coke) เกาะอยู่บนพื้นผิวโลหะแพลทินัม

ขั้นตอนการฟื้นฟูสภาพประกอบด้วย การให้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์สัมผัสกับก๊าซออกซิเจนที่มีน้ำปนอยู่และควบคุมให้อยู่ในสภาวะออกซิไดส์เพื่อกำจัดคาร์บอนที่เกาะอยู่ หลังจากนั้นทำการรีดิวส์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์โดยการให้สัมผัสกับก๊าซไฮโดรเจนภายใต้สภาวะรีดิวส์

จากการศึกษา McHale²¹ พบว่าภายใต้สภาวะออกซิไดส์ การใช้ก๊าซออกซิเจนที่มีน้ำปนอยู่ด้วย น้ำจะช่วยป้องกันไม่ให้โลหะแพลทินัมที่อยู่ภายในโครงร่างซีโอไลต์เกิดการหลอมรวมกันเข้าเป็นก้อนติดกัน (agglomeration)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยเชิงทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการฟื้นฟูสภาพโดยความร้อน ได้แก่ อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ สภาพบรรยากาศที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ และจำนวนครั้งที่สามารถนำมาฟื้นฟูสภาพได้ และนำซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพแล้วมาทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติการดูดซับ

การทดลองประกอบด้วยขั้นตอนต่าง ๆ ได้แก่ การจัดหาซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น การทดลองฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยวิธีการฟื้นฟูสภาพโดยความร้อน และการวิเคราะห์คุณสมบัติของซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพแล้ว ซึ่งมีรายละเอียดเกี่ยวกับอุปกรณ์และวิธีการทดลองดังนี้

3.1 ที่มาของซีโอไลต์ที่ใช้แล้ว

ซีโอไลต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นซีโอไลต์ที่ผ่านการใช้งานแล้ว ในกระบวนการผลิตเส้นใยสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ประเภทพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต ซึ่งข้อมูลและรายละเอียดมีดังนี้

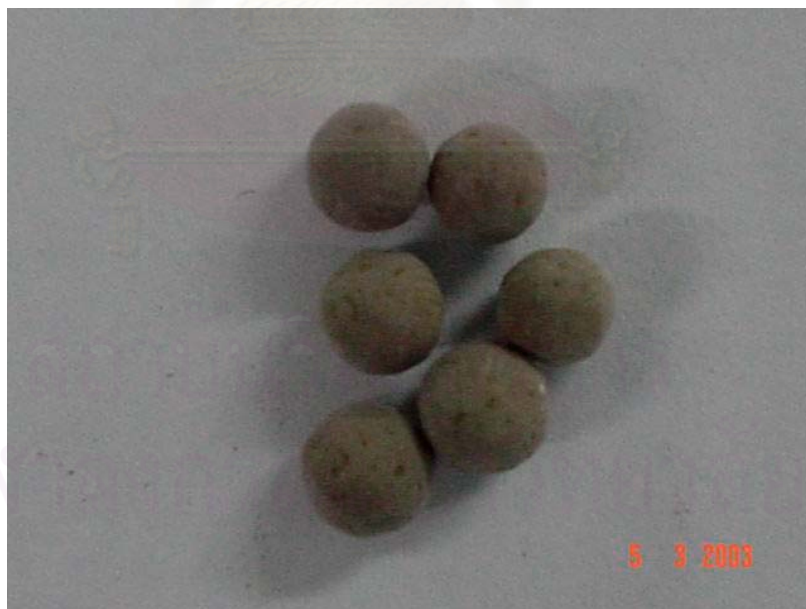
ก. เป็นซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ ชื่อ Zeolum F9 (ชื่อทางการค้า) มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5-6 มิลลิเมตร ลักษณะทางกายภาพเป็นสีน้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ 3.1

ข. นำไปใช้งานในกระบวนการอบแห้ง สำหรับดูดซับสารอินทรีย์เอทิลีนไกลคอลและความชื้นออกจากก๊าซไนโตรเจน

ค. ซีโอไลต์ที่นำมาทดลองในครั้งนี้เป็นซีโอไลต์ที่ได้จากกระบวนการอบแห้งดังกล่าวหลังจากการใช้งานเป็นระยะเวลา 6 เดือน มีลักษณะทางกายภาพเป็นสีเทา ดังรูปที่ 3.2 การเก็บรักษาซีโอไลต์ทำได้โดยนำซีโอไลต์ที่ใช้แล้วบรรจุลงในถุงพลาสติก ทำการปิดผนึกให้มิดชิด เก็บไว้ในที่ร่ม อุณหภูมิห้องและความดันปกติ



รูปที่ 3.1 ลักษณะซีโอดีชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน



รูปที่ 3.2 ลักษณะซีโอดีชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว

3.2 การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น

การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น มีวัตถุประสงค์เพื่อประมาณค่าอุณหภูมิเริ่มต้นสำหรับการทดลองฟื้นฟูสภาพ การศึกษาทำได้โดยใช้เครื่องเทอร์มอลกราฟิเมตริก/ดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอานาลิซิส (Thermal Gravimetric/Differential Thermal Analysis : TG/DTA) ซึ่งเป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของซีโอไลต์และการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน เมื่อทำการเผาตัวอย่างของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้วภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 21% โดยปริมาตร และค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิขึ้นอย่างต่อเนื่อง

3.3 การทดลองฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์

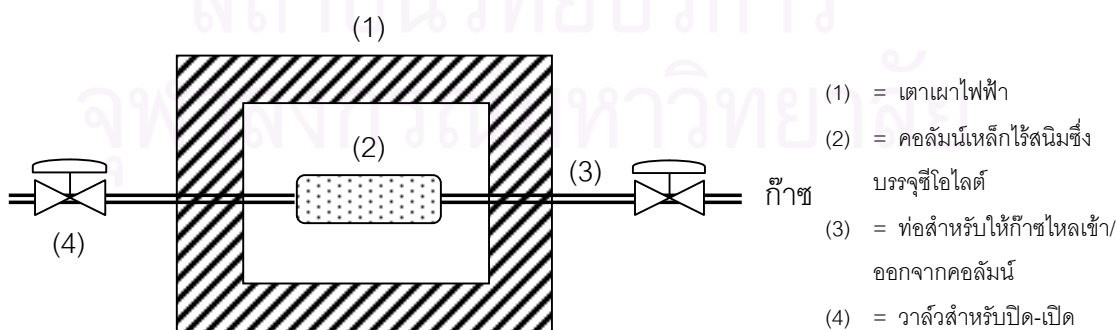
3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้

- เตาเผาไฟฟ้า (Electrical Furnace)
- ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99 % และก๊าซออกซิเจนบริสุทธิ์ 99.80 % โดยปริมาตร
- เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนและออกซิเจนชนิดโรตاميเตอร์ (Rotameter)
- คอลัมน์เหล็กไร้สนิม (Stainless steel) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร ยาว 150 มิลลิเมตร

3.3.2 ขั้นตอนการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ มีดังนี้

3.3.2.1 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน

- นำซีโอไลต์ที่เตรียมไว้ซึ่งน้ำหนักประมาณ 15 กรัม (ซึ่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ลงในคอลัมน์เหล็กไร้สนิม (เต็มคอลัมน์) และนำคอลัมน์ที่บรรจุซีโอไลต์แล้วใส่เข้าไปในเตาเผาไฟฟ้า ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ลักษณะอุปกรณ์สำหรับการทดลอง

2. เปิดก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์ (เข้าทางวาล์ว (3) และออกทางวาล์ว (4)) และควบคุมอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนโดยการปรับโรตاميเตอร์ให้คงที่เท่ากับ 3000 ซม.³/นาที่
3. ตั้งอุณหภูมิของเตาเผา (อุณหภูมิที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ) ซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษา โดยเมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดไว้ จึงเริ่มนับเป็นเวลาของการฟื้นฟูสภาพซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษาอีกตัวแปรหนึ่ง
4. เมื่อครบระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ ทำการปิดตัวให้ความร้อน (heater) ของเตาเผา และให้ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง จากนั้นปิดวาล์ว (3) และ (4) ทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องในเตาเผาไฟฟ้า
5. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ภายหลังการฟื้นฟูสภาพ และเก็บใส่ขวดแก้ว ปิดฝาให้มิดชิด เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติ
6. เปลี่ยนแปลงตัวแปรที่ทำการทดลอง ดังตารางที่ 3.1
7. นำซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพไปวิเคราะห์คุณสมบัติตามข้อ 3.4

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ทำการศึกษาลำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีไนโตรเจน

ตัวแปรที่ทำการศึกษา	ค่าที่กำหนด
อุณหภูมิที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพ (°C)	600
ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	4, 6

3.3.2.2 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

1. นำซีโอไลต์ที่เตรียมไว้ซึ่งน้ำหนักประมาณ 15 กรัม (ซึ่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ลงในคอลัมน์เหล็กไร้สนิมและนำคอลัมน์ที่บรรจุซีโอไลต์แล้วใส่เข้าไปในเตาเผาไฟฟ้า ดังรูปที่ 3.3
2. เปิดก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และก๊าซออกซิเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์ (เข้าทางวาล์ว (3) และออกทางวาล์ว (4)) และควบคุมให้ความเข้มข้นของก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 2.5% โดยปริมาตร โดยการปรับโรตاميเตอร์ของออกซิเจนและไนโตรเจน และควบคุมอัตราการไหลของก๊าซผสมให้คงที่เท่ากับ 3000 ซม.³/นาที่
3. ตั้งอุณหภูมิของเตาเผาซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษา โดยเมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดไว้ จึงเริ่มนับเป็นเวลาของการฟื้นฟูสภาพซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษาอีกตัวแปรหนึ่ง

4. เมื่อครบระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ ทำการปิดตัวให้ความร้อน (heater) ของเตาเผา และให้ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง จากนั้นปิดวาล์ว (3) และ (4) ทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องในเตาเผาไฟฟ้า

5. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ภายหลังการฟื้นฟูสภาพ และเก็บใส่ขวดแก้ว ปิดฝาให้มิดชิด เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติ

6. เปลี่ยนแปลงตัวแปรที่ทำการทดลอง ดังตารางที่ 3.2

7. นำซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพไปวิเคราะห์คุณสมบัติตามข้อ 3.4

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรที่ทำการศึกษาสำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

ทดลอง	ความเข้มข้นของออกซิเจน (% โดยปริมาตร)	อุณหภูมิที่ใช้ในการ ฟื้นฟูสภาพ ($^{\circ}\text{C}$)	ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)
1	2.5	400	1, 2, 5, 6, 7, 8, 9, 10
2	2.5	500	1, 2, 4, 6, 7, 8
3	2.5	600	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12
4	5.0	600	3, 4, 5

3.3.2.3 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา

- นำซีโอไลต์ที่เตรียมไว้ซึ่งน้ำหนักประมาณ 15 กรัม (ซึ่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง)
- ล้างซีโอไลต์ด้วยน้ำกลั่น โดยนำซีโอไลต์ที่ซั่งแล้วใส่ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลบ. ซม. เติมน้ำกลั่นลงในขวดเป็นจำนวน 50 ลบ. ซม. เขย่า 1 นาที และตั้งทิ้งไว้ 1 นาที จากนั้นนำไปกรองแยกซีโอไลต์ออกจากน้ำด้วยกระดาษกรอง และทำซ้ำอีก 3 ครั้ง
- หลังจากล้างซีโอไลต์ด้วยน้ำกลั่นเสร็จเรียบร้อยแล้ว นำซีโอไลต์ใส่ลงในคอลัมน์เหล็กไร้สนิมและนำคอลัมน์ที่บรรจุซีโอไลต์แล้วใส่เข้าไปในเตาเผาไฟฟ้า ดังรูปที่ 3.3
- เปิดก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และก๊าซออกซิเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์ (เข้าทางวาล์ว (3) และออกทางวาล์ว (4)) และควบคุมให้ความเข้มข้นของก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 2.5% โดยปริมาตร โดยการปรับโรตاميเตอร์ของออกซิเจนและไนโตรเจน และควบคุมอัตราการไหลของก๊าซผสมให้คงที่เท่ากับ 3000 ซม.³/นาที

5. ตั้งอุณหภูมิของเตาเผา 600 องศาเซลเซียส โดยเมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดไว้ จึงเริ่มนับเป็นเวลาของการฟื้นฟูสภาพซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษา
6. เมื่อครบระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ ทำการปิดตัวให้ความร้อน (heater) ของเตาเผา และให้ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง จากนั้นปิดวาล์ว (3) และ (4) ทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องในเตาเผาไฟฟ้า
7. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ภายหลังการฟื้นฟูสภาพ และเก็บใส่ขวดแก้ว ปิดฝาให้มิดชิด เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติ
8. เปลี่ยนแปลงตัวแปรที่ทำการทดลอง ดังตารางที่ 3.3
9. นำซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพไปวิเคราะห์คุณสมบัติตามข้อ 3.4

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรที่ทำการศึกษา สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

ตัวแปรที่ทำการศึกษา	ค่าที่กำหนด
ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	2, 3, 4, 5, 6,7,8,10,11,12

3.3.2.4 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา

1. นำซีโอไลต์ที่เตรียมไว้ชั่งน้ำหนักประมาณ 15 กรัม (ซึ่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง)
2. ล้างซีโอไลต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยนำซีโอไลต์ที่ชั่งแล้วใส่ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลบ.ซม. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1.0 N ลงในขวดเป็นจำนวน 50 ลบ.ซม. เขย่า 1 นาที และตั้งทิ้งไว้ 5 นาที จากนั้นนำไปกรองแยกซีโอไลต์ด้วยกระดาษกรอง
3. ล้างซีโอไลต์ด้วยน้ำกลั่น โดยนำซีโอไลต์ที่ชั่งแล้วใส่ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่นลงในขวดเป็นจำนวน 50 ลบ.ซม. เขย่า 1 นาที และตั้งทิ้งไว้ 1 นาที จากนั้นนำไปกรองแยกซีโอไลต์ออกจากน้ำด้วยกระดาษกรอง และทำซ้ำอีก 3 ครั้ง
4. หลังจากล้างซีโอไลต์ด้วยน้ำกลั่นเสร็จเรียบร้อยแล้ว นำซีโอไลต์ใส่ลงในคอลัมน์เหล็กไร้สนิมและนำคอลัมน์ที่บรรจุซีโอไลต์แล้วใส่เข้าไปในเตาเผาไฟฟ้า ดังรูปที่ 3.3
5. เปิดก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และก๊าซออกซิเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์ (เข้าทางวาล์ว (3) และออกทางวาล์ว (4)) และควบคุมให้ความเข้มข้นของก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 2.5% โดยปริมาตร โดยการปรับโรตاميเตอร์ของออกซิเจนและไนโตรเจน และควบคุมอัตราการไหลของก๊าซผสมให้คงที่เท่ากับ 3000 ซม.³/นาที

6. ตั้งอุณหภูมิของเตาเผา 600 องศาเซลเซียส โดยเมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดไว้ จึงเริ่มนับเป็นเวลาของการฟื้นฟูสภาพซึ่งเป็นตัวแปรที่ทำการศึกษา

7. เมื่อครบระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ ทำการปิดตัวให้ความร้อน (heater) ของเตาเผา และให้ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ไหลผ่านคอลัมน์เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง จากนั้นปิดวาล์ว (3) และ (4) ทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องในเตาเผาไฟฟ้า

8. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ภายหลังการฟื้นฟูสภาพ และเก็บใส่ขวดแก้ว ปิดฝาให้มิดชิด เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติ

9. เปลี่ยนแปลงตัวแปรที่ทำการทดลอง ดังตารางที่ 3.4

10. นำซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพไปวิเคราะห์คุณสมบัติตามข้อ 3.4

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรที่ทำการศึกษา สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

ตัวแปรที่ทำการศึกษา	ค่าที่กำหนด
ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	4, 5, 6

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ

3.4.1 ลักษณะทางกายภาพ

ก. สังเกตด้วยสายตาโดยพิจารณาสภาพซีโอไลต์เมื่อทำการบดว่ามีสีดำคล้ำถ่านหรือไม่

ข. โครงสร้างของซีโอไลต์ ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer : XRD)

ค. พื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์ด้วยวิธี BET

ง. ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ด้วยเครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope : SEM)

3.4.2 คุณสมบัติการดูดซับ

โดยวัดปริมาณของเอทีลินไกลคอลที่ถูกดูดซับ ณ เวลาต่าง ๆ โดยกำหนดสภาวะการดูดซับที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส (ซึ่งเป็นอุณหภูมิจริงที่ใช้ในกระบวนการดูดซับของกระบวนการผลิต PET) และความดันบรรยากาศ

3.4.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้

1. เตาอบไฟฟ้า
2. อ่างน้ำร้อน (Water bath)
3. โถดูดความชื้น (desiccator)
4. หลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร
5. ตะแกรงสแตนเลส
6. จุกยางสำหรับปิดปากหลอดแก้ว โดยเจาะรูเพื่อเสียบเทอร์โมมิเตอร์
7. เทอร์โมมิเตอร์แบบปรอท

3.4.2.2 ขั้นตอนการวัดปริมาณการดูดซับ

1. นำซีโอไลต์ที่ต้องการวัดปริมาณการดูดซับไปอบไล่ความชื้นในเตาอบที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นเก็บใส่ขวด ปิดฝาให้สนิทและทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น
2. เท เอทีลินไกลคอลล ปริมาตร 10 ลบ.ซม. ลงหลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร ปิดด้วยจุกยางที่เสียบเทอร์โมมิเตอร์ให้สนิท และนำไปแช่ลงในอ่างน้ำร้อนที่ควบคุมอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส รอจนกระทั่งอุณหภูมิภายในหลอดแก้วเท่ากับอ่างน้ำร้อน
3. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ 0.5 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) บันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้
4. นำซีโอไลต์ที่ชั่งน้ำหนักใส่ลงในตะแกรงสแตนเลส และนำไปใส่ไว้ในหลอดแก้ว โดยแขวนไว้เหนือผิวของเหลวในหลอดแก้ว ปิดฝาให้แน่นสนิท
5. เริ่มนับเวลาในการดูดซับ
6. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำซีโอไลต์ออกมาชั่งน้ำหนัก (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง)
7. คำนวณร้อยละการดูดซับเอทีลินไกลคอลลตามสมการ 3.1

$$\text{ร้อยละการดูดซับเอทีลินไกลคอลล} = \frac{(W2 - W1)}{W1} \times 100 \quad (3.1)$$

W1

โดยที่ W1 = น้ำหนักซีโอไลต์ก่อนดูดซับ
W2 = น้ำหนักซีโอไลต์หลังดูดซับ

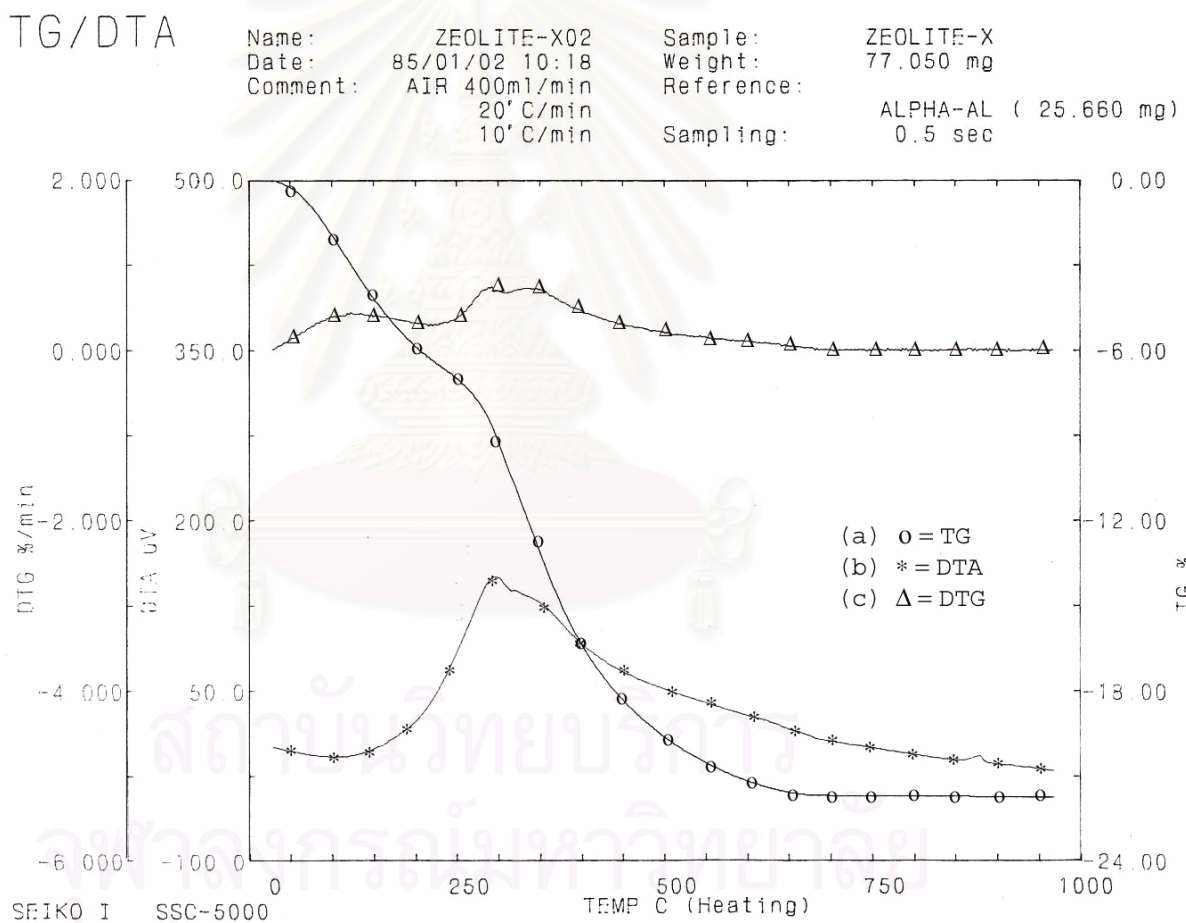
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้น

การหาสภาวะในการทดลองเบื้องต้นด้วยเครื่อง TG/DTA ได้ผลการทดลองดังรูป

รูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟ TG/DTA ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์

เส้นโค้ง TG% (a) ในรูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ใช้แล้วมีการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่องเป็นช่วงกว้างตั้งแต่อุณหภูมิ 30 จนถึง 650 องศาเซลเซียส และเมื่อพิจารณาอัตราการเปลี่ยนแปลงความร้อนจากเส้นโค้ง DTA (b) พบว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ มีค่าสูงกว่าอัตราการให้ความร้อนโดยปกติ (heating rate) ซึ่งกำหนดไว้ที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที แสดงว่าน่าจะมีการเกิดความร้อนที่เพิ่มขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีของตัวอย่างที่ใส่ไว้ในเครื่อง TG/DTA ในช่วงอุณหภูมิ 110 ถึง 325 องศาเซลเซียส และเมื่อพิจารณาคุณสมบัติด้านการติดไฟของเอทีลินไกลคอลล (ภาคผนวก ก) พบว่าจุดวาบไฟของเอทีลินไกลคอลลเท่ากับ 116.1 องศาเซลเซียส ดังนั้นอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่สูงขึ้นอาจเป็นผลเนื่องมาจากพลังงานที่ได้จากการเผาไหม้เอทีลินไกลคอลลในซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ใช้แล้ว และแนวโน้มเส้นโค้งสูงขึ้นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิประมาณ 325 องศาเซลเซียส เป็นจุดที่เส้นโค้งสูงสุด จากนั้นเส้นโค้งมีแนวโน้มลดลง และเมื่อพิจารณาเส้นโค้ง DTG (c) พบว่ามีช่วงการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักเกิดขึ้น 2 ช่วง ได้แก่ช่วงแรกคือช่วงระหว่างอุณหภูมิประมาณ 30 องศาเซลเซียส ถึง 260 องศาเซลเซียส มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส โดยช่วงดังกล่าวส่วนใหญ่เป็นการระเหยน้ำออกจากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที แต่ก็มีการระเหยและเผาไหม้สารที่ถูกดูดซับอยู่บางส่วน (เอทีลินไกลคอลล) โดยสังเกตจากเส้นโค้ง DTA (b) ที่สูงขึ้น และช่วงที่สองตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป และมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 325 องศาเซลเซียส โดยช่วงนี้จะเป็นช่วงที่เกิดการเผาไหม้สารที่คงเหลืออยู่

ดังนั้นเมื่อพิจารณาจากผลการทดลอง สภาวะที่ควรใช้ในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์เบื้องต้นควรกำหนดให้อุณหภูมิที่ใช้อุณหภูมิที่ 260 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นช่วงอุณหภูมิที่ทำให้เอทีลินไกลคอลลเผาไหม้ได้ แต่เนื่องจากในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TG/DTA ออกซิเจนที่ใช้ได้มาจากอากาศมีความเข้มข้นของออกซิเจนประมาณ 21% โดยปริมาตร และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส/นาที ส่งผลให้ปฏิกิริยาการเผาไหม้เกิดขึ้นอย่างรุนแรงมีผลให้อัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิต่ำกว่า ส่วนในการศึกษาการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที ปริมาณออกซิเจนจะถูกควบคุมให้อยู่ในช่วง 2.5% โดยปริมาตร เพื่อป้องกันอันตรายที่อาจเกิดจากการเผาไหม้อย่างรุนแรง และเพื่อให้สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงต่าง ๆ ในช่วงระยะเวลาที่ทำการศึกษา ดังนั้นอุณหภูมิเริ่มต้นที่ศึกษาจึงจำเป็นต้องกำหนดไว้ค่าสูงกว่า 260 องศาเซลเซียส โดยกำหนดให้อุณหภูมิเริ่มต้นของการเผาไหม้อยู่ที่ 400 องศาเซลเซียสเป็นต้นไป

4.2 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน

การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาด้วยก๊าซไนโตรเจน เป็นการฟื้นฟูสภาพโดยใช้ความร้อนไล่โมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับไว้ ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.1 ซึ่งผลการทดลองพบว่า การให้ความร้อนในสภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจนภายในระยะเวลาที่ใช้ไม่สามารถฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ได้ (เมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองในข้อ 4.3) น้ำหนักของซีโอไลต์ที่หายไปน่าจะเกิดจากการระเหยของตัวถูกดูดซับบางส่วน นอกจากนี้เมื่อสังเกตสภาพซีโอไลต์ด้วยสายตาพบว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ภายหลังการให้ความร้อนนี้จะมีสภาพเป็นสีดำคล้ายถ่าน ทั้งนี้เนื่องจากสารอินทรีย์ที่เหลืออยู่เมื่อถูกความร้อนในสภาพไร้ออกซิเจนจะเกิดการสลายตัวแบบ Pyrolysis และอาจเป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้น้ำหนักบางส่วนหายไปเช่นกัน

สิ่งที่น่าสนใจประการหนึ่งจากการทดลองนี้คือ ผลการทดลองซึ่งแสดงว่าความร้อนไม่สามารถทำให้เอทีลินไกลคอลที่เกาะอยู่บนผิวของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์หลุดออกไปได้ จึงเป็นไปได้ว่าลักษณะการดูดซับบนพื้นผิวของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ศึกษานี้ไม่เพียงแต่เป็นการดูดซับทางกายภาพเท่านั้น ยังมีการดูดซับทางเคมีเข้ามาเกี่ยวข้องอีกด้วย

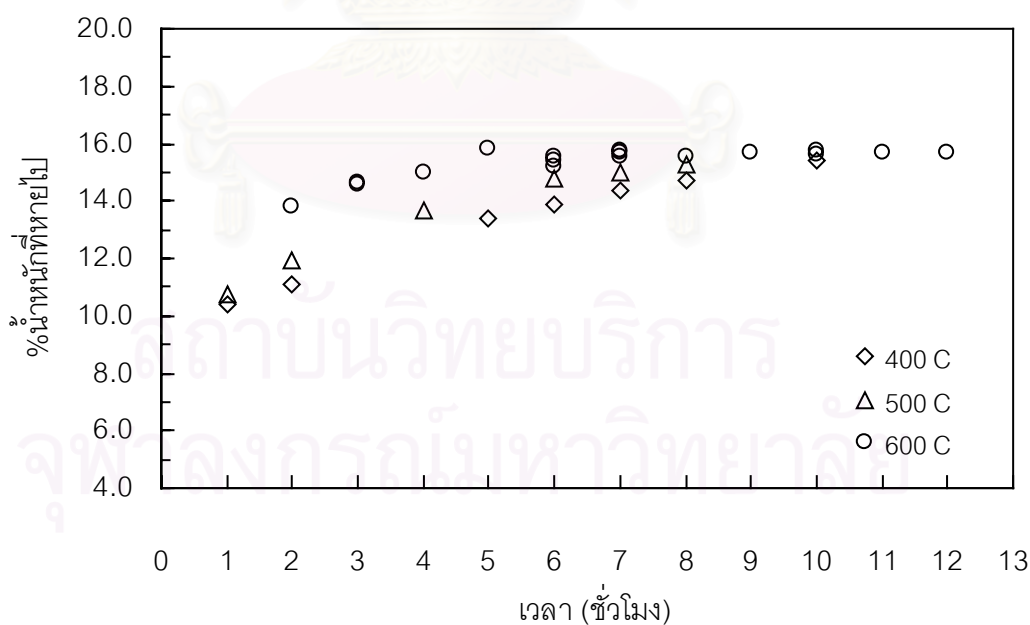
ตารางที่ 4.1 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาพบรรยากาศที่มีแต่ไนโตรเจน

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป	สภาพซีโอไลต์โดยการสังเกตด้วยสายตา
เผาโดยควบคุมปริมาณก๊าซไนโตรเจน 100 %	4:00	6.99	มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	8.05	มีสีดำคล้ายถ่าน

4.3 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.2 ถึง 4.4 ซึ่งเป็นตารางที่แสดงผลของการเผาที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และรูปที่ 4.2

ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า การเผาซีโอไลต์ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนสามารถฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ได้ เนื่องจากออกซิเจนที่มีอยู่ช่วยเผาไหม้คาร์บอนที่ยังเหลืออยู่บนพื้นผิวและภายในของซีโอไลต์ และจากการสังเกตสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพด้วยสายตาพบว่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไปซึ่งทำให้ไม่พบสีดำคล้ายถ่านมีค่าตั้งแต่ 15% โดยน้ำหนักที่หายไปส่วนใหญ่เป็นน้ำหนักของน้ำ และเอทีลินไกลคอลที่เกาะอยู่บนพื้นผิวของซีโอไลต์และอาจมีซีโอไลต์บางส่วนหายไปจากการเผานี้ด้วย ความสมบูรณ์ของการฟื้นฟูสภาพจะขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่น ๆ เช่น อุณหภูมิและระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ โดยจะได้กล่าวถึงปัจจัยเหล่านี้ในหัวข้อถัดไป



รูปที่ 4.2 น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากกาฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.2 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการ ฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำ หนักที่หายไป	สภาพซีโอไลท์โดย การสังเกตด้วย สายตา
เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน ความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร	1:00	10.38	มีสีดำคล้ายถ่าน
	2:00	11.07	มีสีดำคล้ายถ่าน
	5:00	13.36	มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	13.86	มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	14.39	มีสีดำคล้ายถ่าน
	8:00	14.74	มีสีดำคล้ายถ่าน
	9:00	15.15	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	10:00	15.39	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.3 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการ ฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำ หนักที่หายไป	สภาพซีโอไลท์โดย การสังเกตด้วย สายตา
เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน ความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร	1:00	10.72	มีสีดำคล้ายถ่าน
	2:00	11.96	มีสีดำคล้ายถ่าน
	4:00	13.69	มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	14.77	มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	15.02	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	8:00	15.24	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร

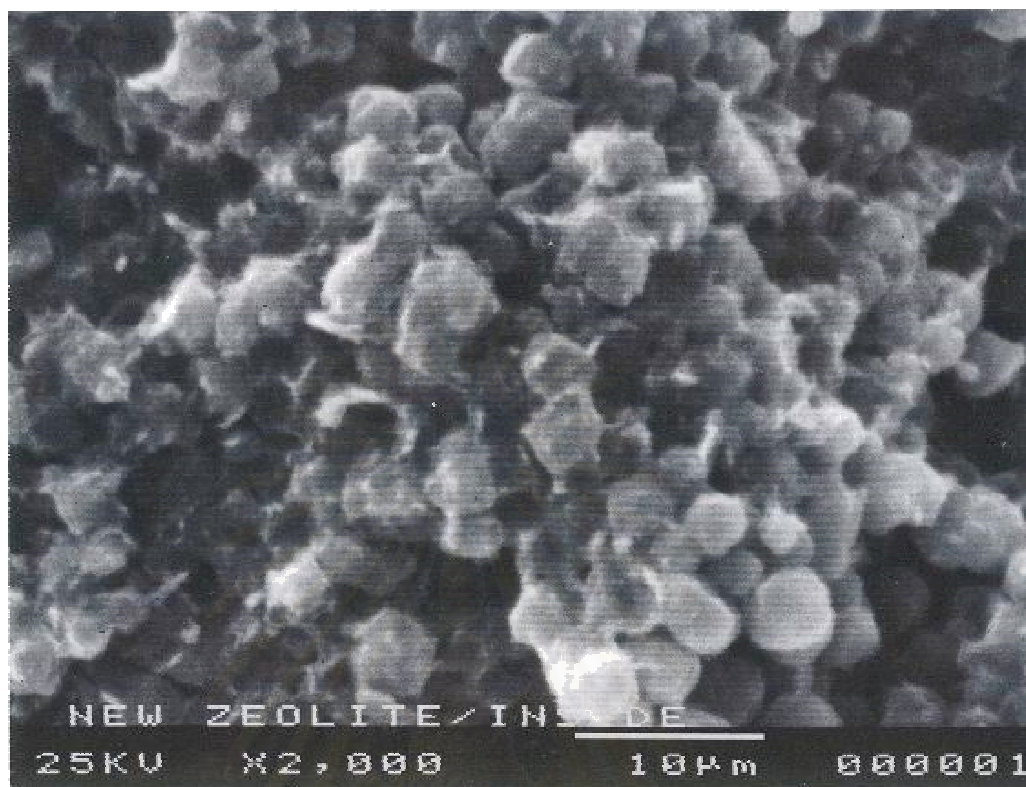
เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป	สภาพซีโอไลท์โดยการสังเกตด้วยสายตา
เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	2:00	13.81	มีสีดำคล้ายถ่าน
ความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร	3:00	14.65	มีสีดำคล้ายถ่าน
	3:00	14.55	มีสีดำคล้ายถ่าน
	4:00	14.98	มีสีดำคล้ายถ่าน
	5:00	15.84	มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	15.22	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	15.39	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	15.55	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	15.61	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	16.02	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	15.56	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	15.74	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	15.67	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	8:00	15.56	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	9:00	15.70	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	10:00	15.59	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	10:00	15.76	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	11:00	15.69	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	12:00	15.72	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน

4.3.1 ผลของการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนต่อลักษณะของซีโอไลต์

1. โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ด้วยเครื่อง XRD (ภาคผนวก ข) พบว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง (รูปที่ ข.4) และที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง (รูปที่ ข.5) เมื่อเปรียบเทียบกับลักษณะฟีก XRD ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ข.2) มีสภาพใกล้เคียงกัน โดยมีฟีกที่เกิดขึ้นตามแนวแกนนอน (2θ) ที่ตำแหน่งเดียวกันตลอด ถึงแม้ว่าความสูงของกราฟ (Intensity) อาจจะต่างกันบ้างเล็กน้อย แสดงว่าโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้สภาวะการทดลองข้างต้นไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง

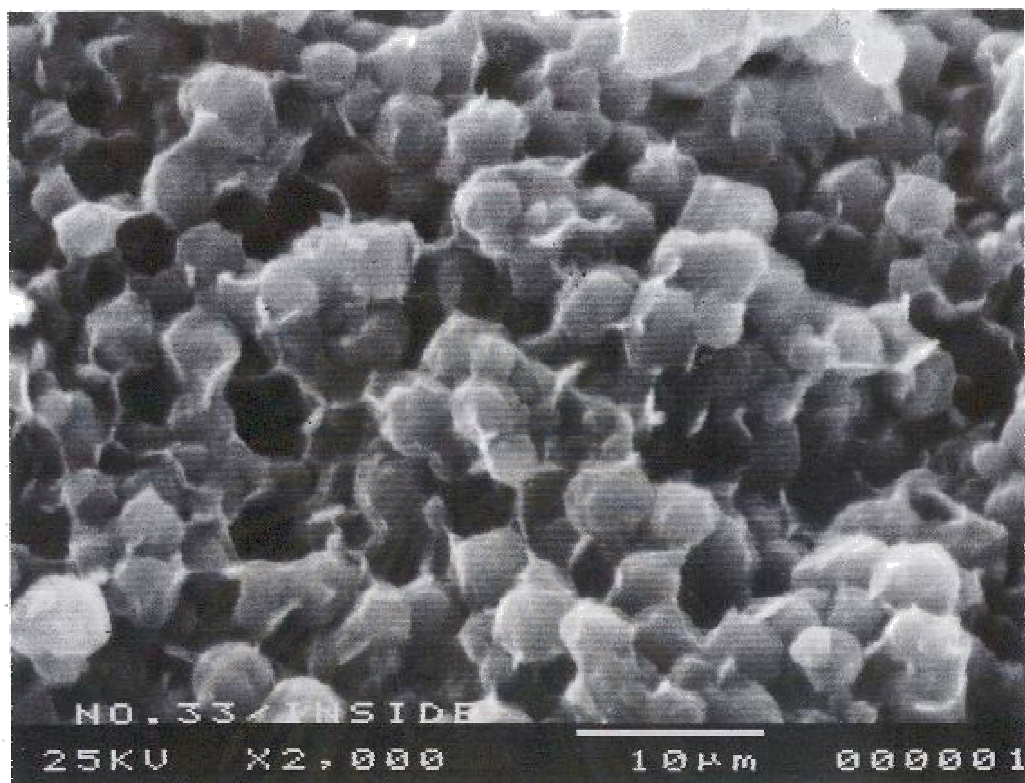
นอกจากนี้จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์จะเห็นได้ว่าลักษณะสีดำคล้ายถ่านที่เหลืออยู่บนซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง (รูปที่ ข.4) ไม่มีผลต่อโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์

2. ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึก ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกด้วยเครื่อง SEM (ภาคผนวก ค) แสดงว่าลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง (รูปที่ ค.3) และที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง (รูปที่ ค.4) เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ค.3) มีลักษณะคล้ายคลึงกัน (เป็นรูปร่างหกเหลี่ยม) แต่ไม่สามารถแยกความแตกต่างได้อย่างชัดเจนเนื่องจากกำลังขยายของเครื่อง SEM ที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างอยู่ที่ 2000 เท่า ทำให้ไม่สามารถเห็นลักษณะพื้นผิว รูปร่างผลึก และขนาดโพรงของซีโอไลต์ที่มีขนาดเป็นอังสตรอมได้



รูปที่ 4.3 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอ็กซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.4 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ
โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5 % โดยปริมาตร
ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3. พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน สรุปผลการวิเคราะห์ BET เปรียบเทียบระหว่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งานและซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ได้ผ่านการฟื้นฟูสภาพแล้ว ดังตารางที่ 4.5 และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ตามภาคผนวก ง พบว่า

การฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าทั้งค่าพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ภายนอกค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ (ตัวอย่างเช่น พื้นที่ผิว BET เท่ากับ 331.0 แต่ค่าที่ยอมรับอยู่ในช่วง 340.2-415.8 m^2/g) ถึงแม้ว่าค่าขนาดรูพรุนจะอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ก็ตามแต่ถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพดังกล่าวมีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

การฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ภายในค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ จึงถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพดังกล่าวไม่มีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

การฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 5.0% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ภายนอกค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ จึงถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพดังกล่าวมีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน และจะเห็นได้ค่าพื้นที่ผิวและปริมาตรของซีโอไลต์ลดลงอย่างชัดเจน และขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้น โดยสาเหตุที่เป็นเช่นนี้จะได้อธิบายถึงในหัวข้อถัดไป

ตารางที่ 4.5 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

ตัวอย่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	พื้นที่ผิว BET (m ² /g)	ปริมาตร รูพรุน (cc/g)	ขนาด รูพรุน (Å)
1. ไม่ผ่านการใช้งาน - ค่าเฉลี่ย [#]	378.0	0.1730	16.99
- ค่าต่ำสุดที่ยอมรับ [#]	340.2	0.1557	15.29
- ค่าสูงสุดที่ยอมรับ [#]	415.8	0.1903	18.69
2. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง	331.0	0.1521	18.29
3. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	406.5	0.1876	16.95
4. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 5.0% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 5 ชั่วโมง	99.9	0.0306	28.89

หมายเหตุ ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพตามตาราง เป็นค่าที่ได้จากการวิเคราะห์โดยมีจำนวนตัวอย่างเท่ากับ 1

คูภาคผนวก ง

4.3.2 ผลของระยะเวลาในการเผา

เมื่อพิจารณาผลของระยะเวลาในการเผาคู่การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ ในตารางที่ 4.2 ถึง 4.4 และรูปที่ 4.2 พบว่า เมื่อระยะเวลาในการเผานานขึ้น ร้อยละของน้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้น และจากการสังเกตสภาพซีโอไลต์ด้วยสายตาจะเห็นได้ว่าถ้าให้ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพที่นานพอจะสามารถเผาไหม้คาร์บอนที่ยังคงเหลืออยู่

นอกจากนี้ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ร้อยละของน้ำหนักที่หายไปมีค่าค่อนข้างสูง (9.9-13.8 เปอร์เซ็นต์) ในช่วง 1 ชั่วโมงแรกของการเผา ทั้งนี้ น้ำหนักที่หายไปในส่วนนี้น่าจะเกิดเนื่องจากน้ำที่ระเหยและการเผาไหม้เอทีลินไกลคอล ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TG/DTA ในข้อ 4.1

4.3.3 ผลของอุณหภูมิ

เมื่อพิจารณาผลของอุณหภูมิต่อการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์พบว่า เมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้น ระยะเวลาที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพจะลดลง ดังผลการทดลองที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลาที่น้อยที่สุดที่ทำให้ซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพอยู่ในลักษณะไม่มีสีดำ คัลายถ่านโดยการสังเกตด้วยสายตามีค่าเท่ากับ 9, 7 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ (ตารางที่ 4.2-4.4) สาเหตุที่อุณหภูมิมิผลต่อการฟื้นฟูสภาพเนื่องจากประการแรกอัตราการเกิดปฏิกิริยา (reaction rate) มีค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิจากปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้นซึ่งเป็นไปตามสมการของอาร์เรเนียส²³ และประการที่สองเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอัตราการแพร่ของออกซิเจนเข้าไปในรูพรุนของซีโอไลต์สูงกว่าอุณหภูมิต่ำกว่า ดังสมการ 4.1²² ทำให้เกิดการเผาไหม้ภายในรูพรุนของซีโอไลต์ได้ดีขึ้น

$$D = D_0 e^{-E_a/RT} \quad (4.1)$$

โดยที่ D = อัตราการแพร่ (rate of diffusion)

D_0 = ตัวประกอบพรีเอกซ์โพเนนเชียล
(pre-exponential factor)

E_a = พลังงานกีดขวาง (energy barrier)

R = ค่าคงที่ของแก๊ส (gas constant)

T = อุณหภูมิ (K)

สิ่งที่ต้องคำนึงประการหนึ่งได้แก่ อุณหภูมิที่ใช้สำหรับฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ต้องไม่สูงจนเกินไปจนกระทั่งสามารถทำลายโครงสร้าง หรือทำให้เกิดการแปลงสภาพของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ได์ ซึ่งจากการศึกษาของ Breck (1974) อ้างถึงใน [9] พบว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ได์สามารถทนต่ออุณหภูมิสูงถึง 770 องศาเซลเซียส และจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อให้อุณหภูมิสูงถึง 993 องศาเซลเซียส

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3.4 ผลของปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผา

ตารางที่ 4.4 และ 4.6 แสดงให้เห็นถึงการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศความเข้มข้นของออกซิเจนที่ต่างกันที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยเมื่อควบคุมให้ปริมาณออกซิเจนมากขึ้นจาก 2.5% เป็น 5.0% ระยะเวลาที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพที่ทำให้ไม่มีสีดำคล้ายถ่านเหลืออยู่จะลดลงจากเวลา 6 ชั่วโมงเหลือเพียงเวลา 3 ชั่วโมง ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณออกซิเจนที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเผาไหม้เพิ่มมากขึ้น

แต่ถึงแม้ว่าระยะเวลาที่ใช้ในการฟื้นฟูสภาพจะลดลงในสภาวะการเผาที่ความเข้มข้นของออกซิเจนสูง ๆ เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ลักษณะของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ตามตารางที่ 4.5 จะเห็นว่าค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนลดลง และขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นค่อนข้างมากเมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณออกซิเจนที่มากขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาเผาไหม้อย่างรุนแรง ความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยานี้ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เกิดการเสียหาย ดังนั้นในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนจึงจำเป็นต้องมีการควบคุมปริมาณออกซิเจนอย่างเหมาะสม

ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้ไม่ควรเกิน 2.5% โดยปริมาตร (ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส) เพราะจะทำให้ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์เกิดการเสื่อมสภาพ แต่การทดลองนี้ยังไม่สามารถบ่งบอกให้ทราบถึงปริมาณออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับการฟื้นฟูสภาพของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ในการทดลองต่อ ๆ ไปจะไม่ใช้ออกซิเจนเกิน 2.5% โดยปริมาตร

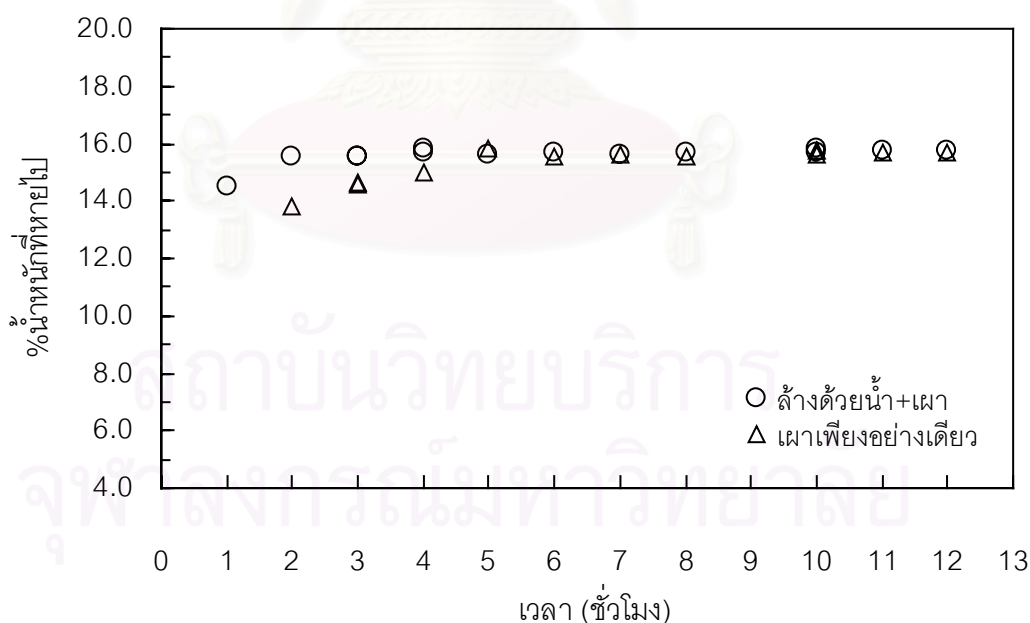
ตารางที่ 4.6 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 5.0% โดยปริมาตร

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป	สภาพซีโอไลต์โดยการสังเกตด้วยสายตา
เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	2:00	15.54	มีสีดำคล้ายถ่าน
ความเข้มข้น 5.0% โดยปริมาตร	3:00	15.84	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	4:00	15.84	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	5:00	15.98	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน

4.4 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผา

สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น ก่อนที่ทำการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน มีวัตถุประสงค์เพื่อให้โมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับไว้ (เอทีลีนไกลคอลล) ถูกแทนที่ด้วยโมเลกุลของน้ำ โดยเมื่อพิจารณาคุณสมบัติด้านความสามารถในการละลายของเอทีลีนไกลคอลลในน้ำ (ภาคผนวก ก) พบว่าเอทีลีนไกลคอลลสามารถละลายในน้ำได้ 100 เปอร์เซ็นต์ จึงเป็นไปได้ว่าการนำซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้วมาล้างด้วยน้ำก่อนจะสามารถละลายเอทีลีนไกลคอลลที่ถูกดูดซับบางส่วนออกมาได้

การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.5 ซึ่งผลการทดลองพบว่า ระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์มีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน แต่ไม่มีการล้างด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ตามผลการทดลองจากตารางที่ 4.4 จากเวลา 6 เหลือเพียงเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.5 น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.7 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป	สภาพซีโอไลต์โดย การสังเกตด้วย สายตา
1. ล้างด้วยน้ำกลั่นก่อนนำไปเผา	1:00	14.49	มีสีดำคล้ายถ่าน
2. เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน	2:00	15.56	มีสีดำคล้ายถ่าน
ความเข้มข้น 2.5 % โดยปริมาตร	3:00	15.58	มีสีดำคล้ายถ่าน
	3:00	15.54	มีสีดำคล้ายถ่าน
	4:00	15.72	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	4:00	15.81	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	5:00	15.61	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	6:00	15.71	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	7:00	15.61	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	8:00	15.69	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	10:00	15.82	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	10:00	15.66	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
11:00	15.74	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน	
12:00	15.78	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน	

4.4.1 ผลของการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาต่อลักษณะของซีโอไลต์

1. โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ด้วยเครื่อง XRD (ภาคผนวก ข) พบว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง (รูปที่ ข.6) เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพีก XRD ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ข.2) มีลักษณะใกล้เคียงกัน โดยมีพีกที่เกิดขึ้นตามแนวแกนนอน (2θ) ที่ตำแหน่งเดียวกันตลอด ถึงแม้ว่าความสูงของกราฟ (Intensity) อาจจะต่างกันบ้างเล็กน้อย แสดงว่าโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้สภาวะการทดลองข้างต้นไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง

2. ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึก ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกด้วยเครื่อง SEM (ภาคผนวก ค) แสดงว่าลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง (รูปที่ ค.5) เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ค.1) มีลักษณะคล้ายคลึงกัน (เป็นรูปร่างหกเหลี่ยม) แต่ไม่สามารถแยกความแตกต่างได้อย่างชัดเจนเนื่องจากกำลังขยายของเครื่อง SEM ที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างอยู่ที่ 2000 เท่า ทำให้ไม่สามารถเห็นลักษณะพื้นผิว รูปร่างผลึก และขนาดโพรงของซีโอไลต์ที่มีขนาดเป็นอังสตรอมได้

3. พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน สรุปผลการวิเคราะห์ BET เปรียบเทียบระหว่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน และซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ได้ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน ดังตารางที่ 4.8 และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนตามภาคผนวก ง พบว่า

การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ภายนอกค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ (ตัวอย่างเช่น พื้นที่ผิว BET เท่ากับ 209.4 แต่ค่าที่ยอมรับอยู่ในช่วง 340.2-415.8 m^2/g) จึงถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพดังกล่าวมีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนส่งผลให้พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ลดลง แต่ขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้น สาเหตุเนื่องจากการล้างด้วยน้ำทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไฮโดรเนียมไอออน (hydronium ion exchange) ขึ้นกับซีโอไลต์ โดยไฮโดรเนียมไอออนที่เกิดขึ้นทำให้เกิดการชะล้างอะตอมของอะลูมิเนียมออกจากโครงสร้างรูปร่างสี่หน้าของซีโอไลต์ และเมื่ออะลูมิเนียมเกิดการหลุดออกจากโครงสร้างจะทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์ไม่เสถียรส่งผลให้เกิดการเสียหาย²²

ตารางที่ 4.8 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

ตัวอย่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์	พื้นที่ผิว BET (m ² /g)	ปริมาตร รูพรุน (cc/g)	ขนาด รูพรุน (Å ^o)
1. ไม่ผ่านการใช้งาน - ค่าเฉลี่ย [#]	378.0	0.1730	16.99
- ค่าต่ำสุดที่ยอมรับ [#]	340.2	0.1557	15.29
- ค่าสูงสุดที่ยอมรับ [#]	415.8	0.1903	18.69
2. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : ล้างด้วยน้ำกลั่น เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	209.4	0.0881	21.44

หมายเหตุ ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพตามตาราง เป็นค่าที่ได้จากการวิเคราะห์โดยมีจำนวนตัวอย่างเท่ากับ 1

ดูภาคผนวก ง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 การฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผา

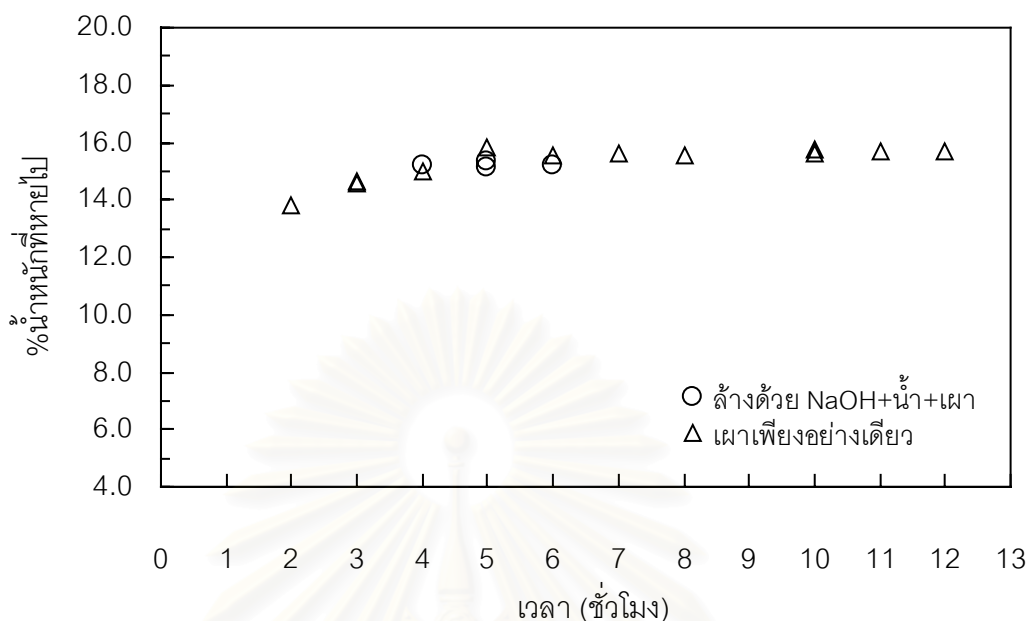
สำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 N และล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.9 และรูปที่ 4.6

จากผลการทดลองพบว่า การฟื้นฟูสภาพด้วยวิธีการดังกล่าวสามารถลดระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์ลงจากเวลา 6 ชั่วโมงเหลือเพียงเวลา 5 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (จากผลการทดลองตารางที่ 4.4)

เนื่องจากการศึกษาในครั้งนี้ มีวัตถุประสงค์เพียงเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ดังนั้นจึงกำหนดให้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ศึกษามีค่า 1.0 N เท่านั้น และยังไม่ได้ศึกษาผลของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์

ตารางที่ 4.9 ผลการฟื้นฟูสภาพซีโอไลท์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

เงื่อนไขการฟื้นฟูสภาพ	เวลาของการฟื้นฟูสภาพ (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป	สภาพซีโอไลท์โดยการสังเกตด้วยสายตา
1. ล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 N	4:00	15.17	มีสีดำคล้ายถ่าน
	5:00	15.15	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
2. ล้างด้วยน้ำกลั่นก่อนนำไปเผา	5:00	15.35	ไม่มีสีดำคล้ายถ่าน
	3. เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5 % โดยปริมาตร	6:00	15.21



รูปที่ 4.6 น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และเถ้าภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

4.5.1 ผลของการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และเถ้าต่อลักษณะของซีโอไลต์

1. โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ด้วยเครื่อง XRD (ภาคผนวก ข) พบว่าซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเถ้าภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง (รูปที่ ข.7) เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพีก XRD ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ข.2) มีลักษณะใกล้เคียงกัน โดยมีพีกที่เกิดขึ้นตามแนวแกนนอน (2θ) ที่ตำแหน่งเดียวกันตลอด ถึงแม้ว่าความสูงของกราฟ (Intensity) อาจจะต่างกันบ้างเล็กน้อย แสดงว่าโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเถ้าภายใต้สภาวะการทดลองข้างต้นไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง

2. ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึก ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึกด้วยเครื่อง SEM (ภาคผนวก ค) แสดงว่าลักษณะพื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง (รูปที่ ค.6) เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (รูปที่ ค.1) มีลักษณะคล้ายคลึงกัน (เป็นรูปทรงหกเหลี่ยม) แต่ไม่สามารถแยกความแตกต่างได้อย่างชัดเจนเนื่องจากกำลังขยายของเครื่อง SEM ที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงอยู่ที่ 2000 เท่า ทำให้ไม่สามารถเห็นลักษณะพื้นผิว รูปทรงผลึก และขนาดโพรงของซีโอไลต์ที่มีขนาดเป็นอังสตรอมได้

3. พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน สรุปผลการวิเคราะห์ BET เปรียบเทียบระหว่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ยังไม่ผ่านการใช้งานและซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ได้ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน ดังตารางที่ 4.10 และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ตามภาคผนวก ง พบว่า

การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 5 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ภายนอกค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ (ตัวอย่างเช่น พื้นที่ผิว BET เท่ากับ 312.8 แต่ค่าที่ยอมรับอยู่ในช่วง 340.2-415.8 m^2/g) ถึงแม้ว่าค่าขนาดรูพรุนจะอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ก็ตามแต่ถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพภายใต้เงื่อนไขดังกล่าวมีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพมีค่าอยู่ในค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดที่ยอมรับได้ จึงถือว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพดังกล่าวไม่มีความแตกต่างของค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

จากผลการทดลอง แม้ว่าคาร์บอนฟูสฟอสฟอรัสไอโอดีชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส สามารถลดระยะเวลาในการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัสไอโอดีชนิดเอกซ์หลังจากเวลา 6 ชั่วโมงเหลือเพียงเวลา 5 ชั่วโมง ก็ตาม แต่จากผลการวิเคราะห์ BET พบว่าการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัสไอโอดีชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง ทั้งค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีไอโอดีชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัสมีค่าอยู่ภายในช่วงที่ยอมรับได้เท่านั้น

ตารางที่ 4.10 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีไอโอดีชนิดเอกซ์ ที่ผ่านการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัสโดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน

ตัวอย่างซีไอโอดีชนิดเอกซ์	พื้นที่ผิว	ปริมาตร	ขนาด
	BET (m ² /g)	รูพรุน (cc/g)	รูพรุน (Å ⁰)
1. ไม่ผ่านการใช้งาน - ค่าเฉลี่ย [#]	378.0	0.1730	16.99
- ค่าต่ำสุดที่ยอมรับ [#]	340.2	0.1557	15.29
- ค่าสูงสุดที่ยอมรับ [#]	415.8	0.1903	18.69
2. ผ่านการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัส : ล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 5 ชั่วโมง	312.8	0.1468	16.16
3. ผ่านการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัส : ล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น เผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	362.0	0.1702	15.86

หมายเหตุ ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีไอโอดีชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูฟูสฟอสฟอรัสตามตาราง เป็นค่าที่ได้จากการวิเคราะห์โดยมีจำนวนตัวอย่างเท่ากับ 1

ดูภาคผนวก ง

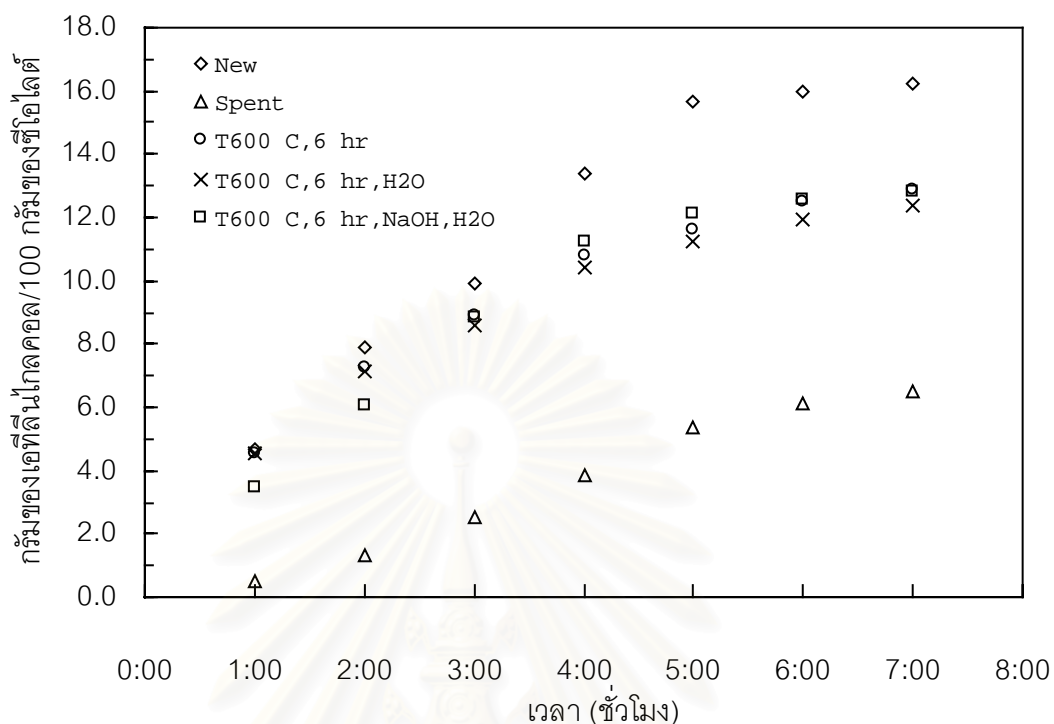
4.6 ผลของการฟื้นฟูสภาพต่อการดูดซับเอทีลินไกลคอลล

ความสามารถในการดูดซับเอทีลินไกลคอลลที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีผ่านการฟื้นฟูสภาพด้วยวิธีการ เมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน การล้างด้วยน้ำกลั่นและเมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน การล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ล้างด้วยน้ำกลั่นและเมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน แสดงดังรูปที่ 4.7 เมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับเอทีลินไกลคอลลที่ระยะเวลาการดูดซับ 7 ชั่วโมง ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยวิธีการต่าง ๆ กับซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งานพบว่ามีความน้อยกว่า โดยมีค่าเท่ากับ 79.39%, 76.07% และ 78.91% ตามลำดับ

จากข้อมูลข้างต้น พบว่าการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีโดยการเมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนสามารถดูดซับเอทีลินไกลคอลลได้สูงที่สุด (79.39%) รองลงมาได้แก่การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่นและเมา (78.91%) และน้อยที่สุดได้แก่การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเมา (76.07%) และเมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ BET ในตารางที่ 4.11 จะพบว่า การฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเมานั้นทำให้เกิดความเสียหายกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีมากที่สุด ในขณะที่การเมาและการปรับปรุงคุณภาพด้วยต่างไม่ก่อให้เกิดผลเสียต่อโครงสร้างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีมากนัก

ตารางที่ 4.11 ค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีผ่านการฟื้นฟูสภาพด้วยวิธีการต่าง ๆ

ตัวอย่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที	พื้นที่ผิว	ปริมาตร	ขนาด
	BET (m ² /g)	รูพรุน (cc/g)	รูพรุน (Å ^o)
1. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : เมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	406.5	0.1876	16.95
2. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : ล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำกลั่น เมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	362.0	0.1702	15.86
3. ผ่านการฟื้นฟูสภาพ : ล้างด้วยน้ำกลั่นและเมาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง	209.4	0.0881	21.44



รูปที่ 4.7 น้ำหนักเอทิลีนไคลด์ที่ถูกดูดซับโดยซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

4.7 ผลของจำนวนครั้งในการฟื้นฟูสภาพ

ตารางที่ 4.12 แสดงผลของจำนวนครั้งในการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง พบว่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพครั้งที่หนึ่ง และครั้งที่สองมีค่าอยู่ภายในช่วงที่ยอมรับได้เมื่อเทียบกับซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (ภาคผนวก ง) แต่เมื่อทำการมาฟื้นฟูสภาพครั้งที่สาม พบว่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ มีค่าอยู่นอกช่วงที่ยอมรับได้ โดยค่าพื้นที่ผิวมีค่าลดลงจากซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน 25-30 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตรรูพรุนมีค่าลดลง 30-38 เปอร์เซ็นต์ และขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นมากกว่า 12 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อพิจารณาน้ำหนักซีโอไลต์ที่หายไปในแต่ละครั้งของการฟื้นฟูสภาพ จะเห็นได้ว่าในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ครั้งที่สามน้ำหนักซีโอไลต์ที่หายไปมีค่ามาก (มากกว่า 5.1 เปอร์เซ็นต์) ซึ่งอาจเป็นไปได้ว่าในการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ในครั้งที่สามโครงสร้างของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์เกิดความเสียหายมาก

นอกจากนี้เมื่อความสามารถในการดูดซับเอทีลินไกลคอลลของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพในครั้งที่สามมีค่าลดลงเหลือเพียง 72.19-79.71 เปอร์เซ็นต์เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน ในขณะที่ความสามารถในการดูดซับเอทีลินไกลคอลลของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพในครั้งที่หนึ่งและสองมีค่ามากกว่า 92 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 4.12 ผลการศึกษาจำนวนครั้งของการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ทีโดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร ระยะเวลา 6 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	ครั้งที่ฟื้นฟูสภาพ	ร้อยละของน้ำที่หายไป	ร้อยละของซีโอไลต์ที่หายไป	ปริมาณเอทีลินไกลคอลลที่ถูกดูดซับ (กรัม) ต่อ 100 กรัมซีโอไลต์	พื้นที่ผิว BET (m ² /g)	ปริมาตรรูพรุน (cc/g)	ขนาดรูพรุน (Å)
ไม่ผ่านการใช้งาน	-	-	-	18.06	351.5	0.1642	16.20
	-	-	-	18.13	404.5	0.1818	17.77
1	1	15.56	-	16.96	395.6	0.1827	16.25
	2	15.04	3.58	17.41	364.2	0.1717	16.13
	3	15.82	6.28	14.42	265.8	0.1144	19.82
2	1	15.61	-	16.68	-	-	-
	2	14.73	2.91	17.03			
	3	15.33	5.10	13.06			

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

ภายใต้ขอบเขตการทดลองที่ได้ศึกษาในงานวิจัยนี้ สามารถสรุปผลได้ดังนี้

1. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการใช้อุณหภูมิสูงในสภาวะที่ไม่มีออกซิเจน ไม่สามารถกำจัดโมเลกุลของตัวถูกละลายออกจากซีโอไลต์ได้อย่างสมบูรณ์ ยังคงเหลือคาร์บอนเกาะอยู่ที่บนผิวของซีโอไลต์
2. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน สามารถกำจัดโมเลกุลของตัวถูกละลายออกจากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ได้ โดยที่ อุณหภูมิ ระยะเวลาในการเผา และปริมาณออกซิเจน ล้วนมีอิทธิพลต่อการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์
3. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร พบว่าสภาวะที่เหมาะสมได้แก่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพ 6 ชั่วโมง
4. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสไม่เหมาะสมสำหรับการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ เพราะการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยวิธีการดังกล่าวส่งผลให้ พื้นที่ผิว ปริมาตร และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ มีค่าลดลง
5. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์โดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ล้างด้วยน้ำและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน 2.5% โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง สามารถกำจัดโมเลกุลของตัวถูกละลายออกจากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ได้ โดยที่ลักษณะโครงสร้างผลึก พื้นที่ผิว ปริมาตร และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ภายหลังจากการฟื้นฟูสภาพมีค่าใกล้เคียงกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน
6. จำนวนครั้งที่สามารถนำกลับมาใช้งานได้ เมื่อทำการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์โดยการเผาภายใต้สภาวะออกซิเจน 2.5 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง เท่ากับ 2 ครั้ง

5.2 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัยนี้

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นถึงผลในการฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ ซึ่งเป็นตัวดูดซับที่ใช้ในการบำบัดก๊าซที่มีองค์ประกอบของเอทีลีนไกลคอล โดยวิธีการฟื้นฟูสภาพที่ต่างกันนั้นจะให้ผลการฟื้นฟูสภาพที่ไม่เหมือนกัน ซึ่งข้อมูลจากงานวิจัยนี้ได้แสดงให้เห็นถึงข้อเด่น ข้อด้อยของวิธีต่าง ๆ ทั้งสามวิธีที่ได้กล่าวถึงในรายละเอียดในหัวข้อข้างต้น นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยยังมีประโยชน์สำหรับใช้เป็นข้อมูลเบื้องต้นเพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาเพิ่มเติม หรือการขยายขนาดเชิงอุตสาหกรรมอีกด้วย

ในเชิงการปฏิบัติงานจริงแล้ว ผลที่ได้รับจากงานวิจัยนี้นับว่ามีประโยชน์สูง เนื่องจากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ในปัจจุบันนั้นจำเป็นต้องนำเข้าจากประเทศญี่ปุ่น และนับว่าเป็นวัตถุดิบที่มีราคาค่อนข้างแพง มีอายุการใช้งานไม่นาน ดังนั้นการฟื้นฟูสภาพของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์จะทำให้เราสามารถใช้งานซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น เป็นการลดปริมาณนำเข้า และลดการเสียเปรียบทางการค้า

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาถึงผลกระทบเมื่อทำการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ
2. เนื่องจากการศึกษาผลของการฟื้นฟูสภาพต่อการดูดซับเอทีลีนไกลคอล มีข้อจำกัดทางด้านวิธีการและอุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษา โดยเฉพาะการวัดความสามารถในการดูดซับแบบพลวัต (dynamic adsorption) เพื่อศึกษาผลของอัตราเร็วในการดูดซับของซีโอไลต์ภายหลังจากการฟื้นฟูสภาพ ดังนั้นควรศึกษาหาวิธีการวัดความสามารถในการดูดซับเอทีลีนไกลคอลเพิ่มเติมต่อไป
3. ควรศึกษาถึงผลกระทบด้านสิ่งแวดล้อม อันเกิดจากการฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ ได้แก่ มลภาวะทางน้ำเสียที่เกิดจากการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำหรือล้างด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ มลภาวะทางอากาศที่เกิดจากการเผาไหม้
4. เนื่องจากข้อมูลส่วนใหญ่ที่ได้จากการศึกษานี้มาจากการทดลองเพียงครั้งเดียว ทำให้ไม่สามารถแสดงความมีนัยสำคัญทางสถิติได้อย่างชัดเจน ข้อเสนอที่ได้จึงแสดงเพียงแนวโน้มที่เกิดขึ้นเท่านั้น จึงควรศึกษาเพิ่มเติมโดยศึกษาช่วงของอุณหภูมิและระยะเวลาในการฟื้นฟูสภาพที่ละเอียดขึ้น และทดลองซ้ำ

รายการอ้างอิง

1. ยงยุทธ แสนสุพรรณ. 2541. ไอโซเทิร์มการดูดซับของก๊าซไฮโดรคาร์บอนเข้มข้นด้วยซีโอไลต์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
2. Sircar, S. Sep. 1998. Air Fractionation by Adsorption. Sci. Tech. 23 (14,15) : p. 2379-2396.
3. Jansen, J.C., Stocker, M., Karge, H.G., and Weitkamp, J., eds. 1994. Advanced Zeolite Science and Applications. Studies in Surface Science and Catalysis. Vol.85. Elsevier Science.
4. Jeanette Scott. 1980. Zeolite Technology and Applications Recent Advances. Chemical Technology Review No.170. Park Ridge, New Jersey, U.S.A. : Noyes Data Corporation.
5. McCabe, W.L., Smith, J.C., and Harriott, P. 1993. Unit Operations of Chemical Engineering. 5th ed.. Singapore : McGraw-Hill, Inc.
6. เอกสารประกอบทางการค้าของบริษัทผู้ขาย Toyo Soda Manufacturing Co.,Ltd., 1998
7. อุษา อ้นทอง และปัจจุมา ชูรัตน์. 2542. การบำบัดมลพิษทางอากาศโดยซีโอไลต์. วารสารปริชาต ปีที่ 12 ฉบับที่ 1 (เมษายน – กันยายน) : 1-2.
8. จำรัส ลิ่มตระกูล. 2540. เคมีของซีโอไลต์. วารสารวิทยาศาสตร์ ปีที่ 51 ฉบับที่ 6 (พฤศจิกายน – ธันวาคม) : 420-423.
9. มนตรี ทองคำ. 2542. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าลอยถ่านหิน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
10. เฉลิมชาญ เกษมปรากฏ และรัฐศักดิ์ เจริญไทยประเสริฐ. 2542. การแลกเปลี่ยนไอออนของซีโอไลต์ ZSM-5. โครงการระดับปริญญาตรี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
11. Weitkamp, J., Karge, H.G., Pfeifer, H., and Holderich, W., eds. 1994. Zeolites and Related Microporous Materials: State of the Art 1994. Studies in Surface Science and Catalysis, Vol.84. U.S.A : Elsevier Science B.V..
12. Robert E. Treybal. 1981. Mass-Transfer Operations. 3rd ed.. Singapore : McGraw-Hill, Inc.

13. วารุณี ศุภเสวตหิรัญ. 2542. การคืนสภาพถ่านกัมมันต์ที่ใช้แล้ว. วิทยานิพนธ์ปริญญา
มหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
14. Christie J. Geankoplis. 1997. Transport Processes and Unit Operations. 3rd ed. India
: Prentice-Hall.
15. คงศักดิ์ วัฒนวงศ์พิทักษ์. 2543. การแยกโซลีนไอโซเมอร์ผสมโดยการดูดซับบนซีโอไลต์. วิทยา
นิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย.
16. Reif, H.-H., and others. 1997. Reactivating Zeolites after Paraffin Separation. U.S.
Patent 4,043,938. United States.
17. Yamamoto, T., and others. 1978. Reclaiming of Zeolite Used to Adsorb Ammoniacal
Nitrogen Contained in Sewage. U.S. Patent 4,122,007. United States.
18. Lowther, F.E. 1978. Electrodesorption Process. U.S. Patent 4,101,296. United
States.
19. Ward, J.W. 1977. Oxidative Combustion, Ammonia Treatment and Calcinations. U.S.
Patent 4,002,575. United States.
20. Cannan, T.R. 2002. Regeneration of Spent Zeolite compositions. U.S. Patent
6,362,122. United States.
21. McHale, W.D. 1986. Regeneration of Platinum-containing zeolite catalysts which
includes oxidation of coke in the presence of water. U.S. Patent 4,600,700.
United States.
22. Alan Dyer. 1988. An Introduction to Zeolite Molecular Sieves. 1st ed.. India : John
Wiley & Sons Ltd.
23. Fogler, H. Scott. 1992. Elements of Chemical Reaction Engineering. 2nd ed.. New
Jersey : Prentice-Hall PTR.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

คุณสมบัติของเอทิลีนไกลคอล

ชื่อสารเคมี (Chemical Name)	เอทิลีนไกลคอล (ETHYLENE GLYCOL)
สูตรโมเลกุล (Formular)	$\text{HOCH}_2\text{H}_4\text{OH}$
น้ำหนักโมเลกุล (Molecular Weight)	62.07 กรัม/โมล
ความเป็นกรดต่าง (pH)	8.65
จุดวาบไฟ (Flash Point)	116.1 องศาเซลเซียส (ASTM D56)
จุดลุกติดไฟได้เอง (Autoignition Temperature)	400 องศาเซลเซียส
ความเข้มข้นต่ำที่สุดที่สูดในอากาศที่สามารถติดไฟได้ (Lower Flammable Limits in Air : LFL)	ประมาณ 3.2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร
จุดเดือด (Normal Boiling Point)	197 องศาเซลเซียส (760 มิลลิเมตรปรอท)
จุดเยือกแข็ง (Freezing Point)	-13 องศาเซลเซียส
น้ำหนักจำเพาะ (Specific Gravity)	1.115 (เปรียบเทียบกับน้ำที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส)
ความดันไอ (Vapor Pressure)	0.06 มิลลิเมตรปรอท (ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส)
อัตราการระเหย (Evaporation Rate)	0.01 (เปรียบเทียบกับ Butyl Acetate=1)
ความสามารถในการละลายในน้ำ (Solubility in Water)	100 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

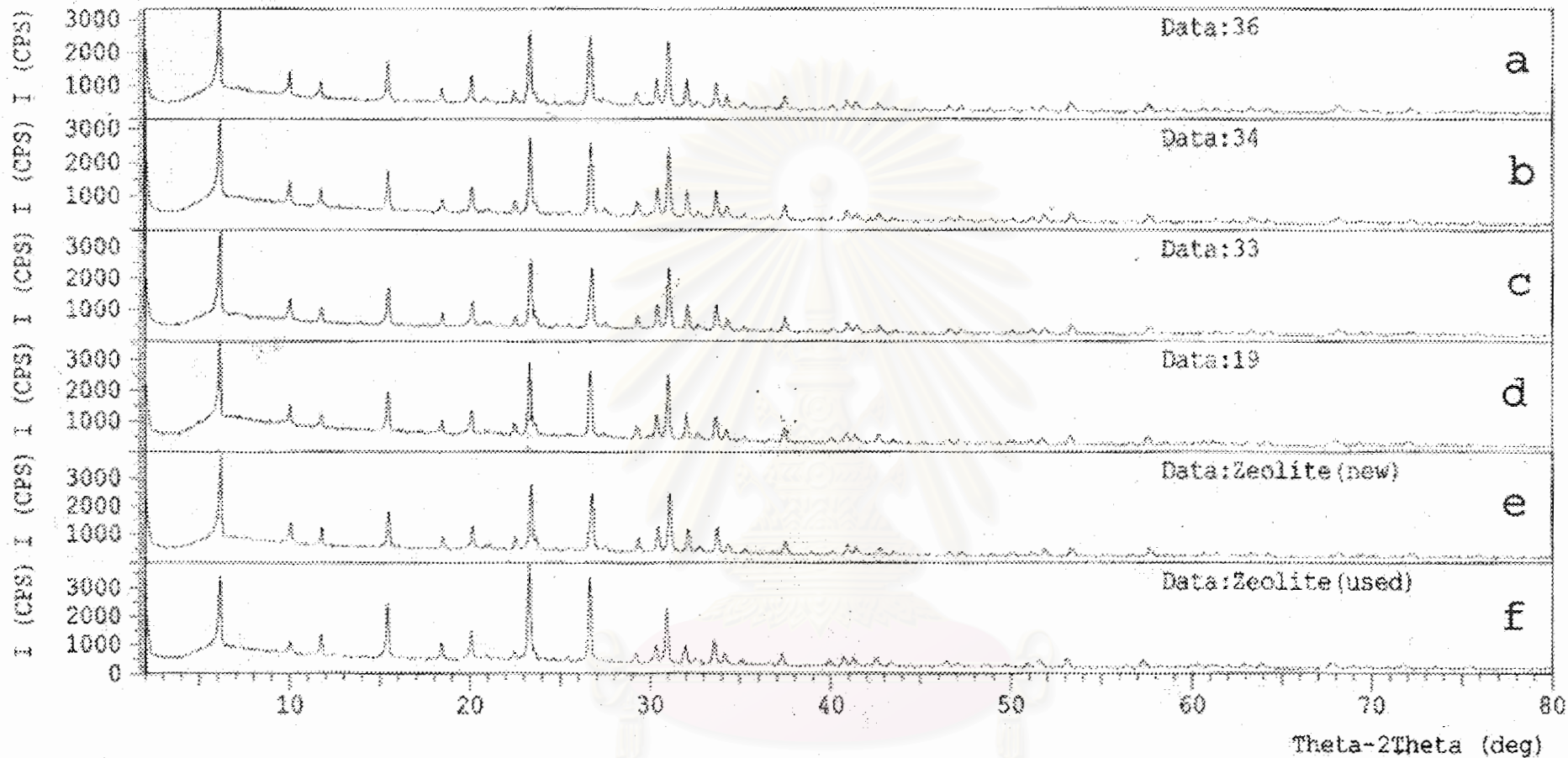
ภาคผนวก ข

ผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

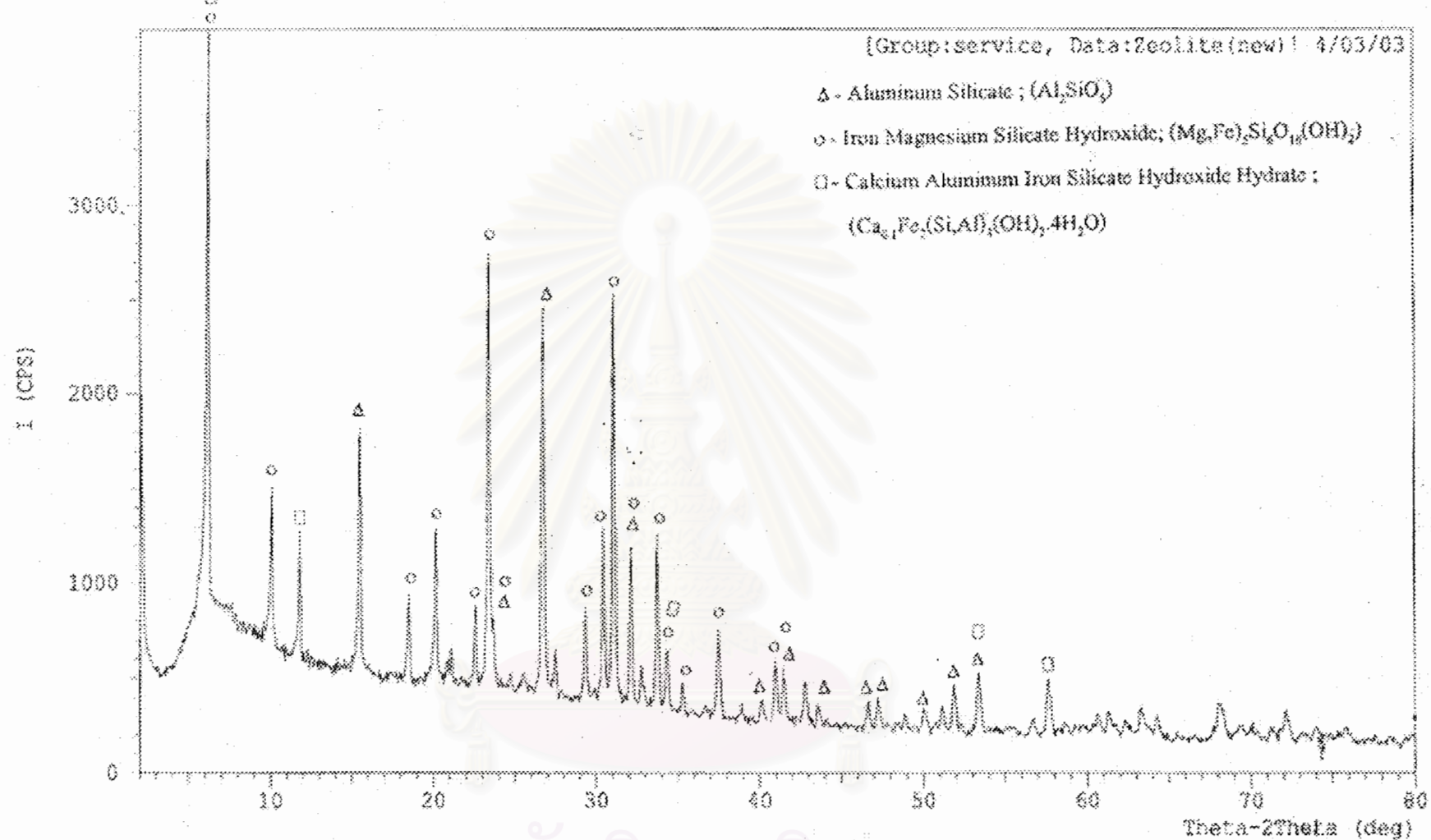
รูปที่ ข.1 - ข.7 แสดงผลวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

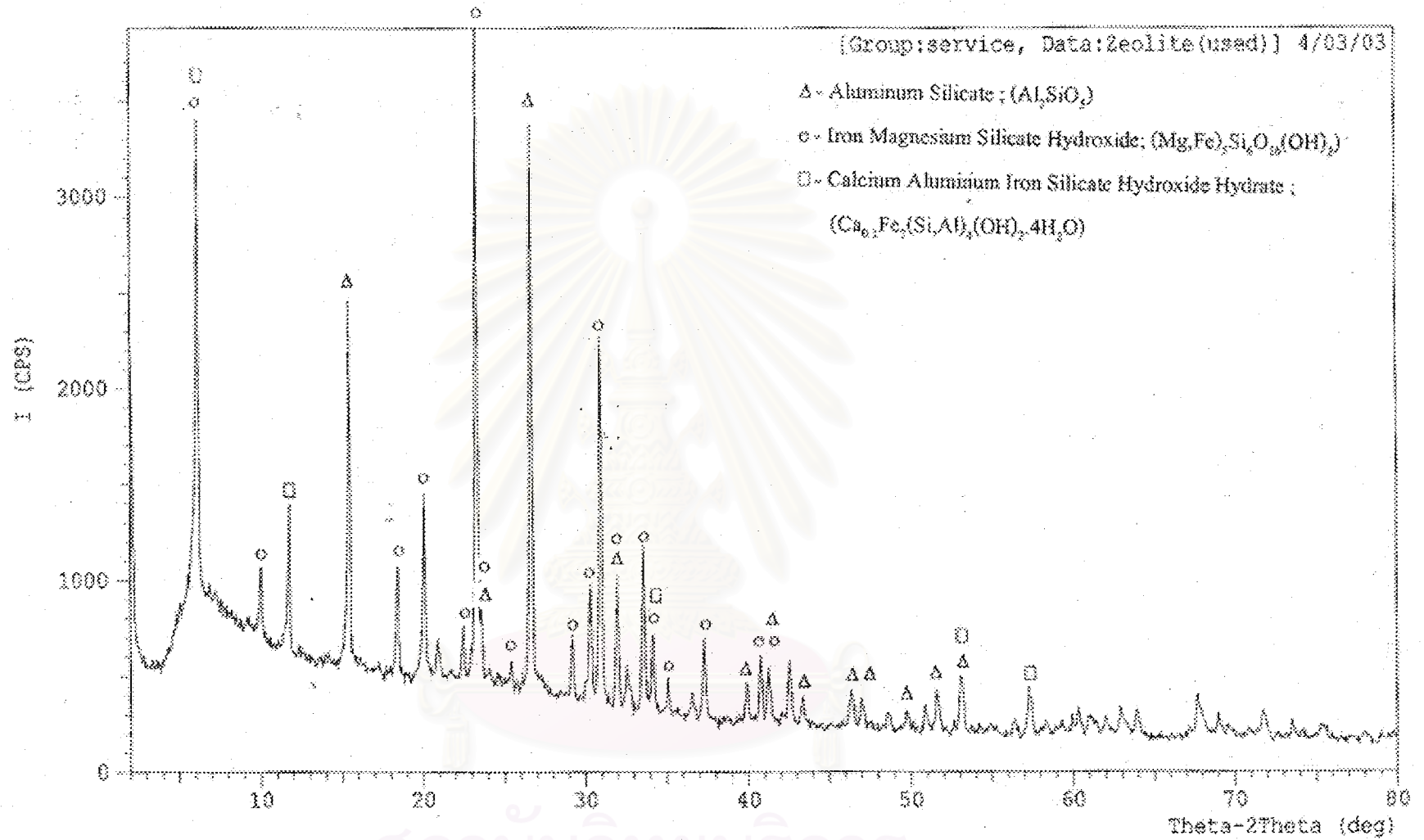


รูปที่ ข.1 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ a : พื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์
 b : พื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น c : พื้นฟูสภาพโดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส
 d : พื้นฟูสภาพโดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส e : ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน f : ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว

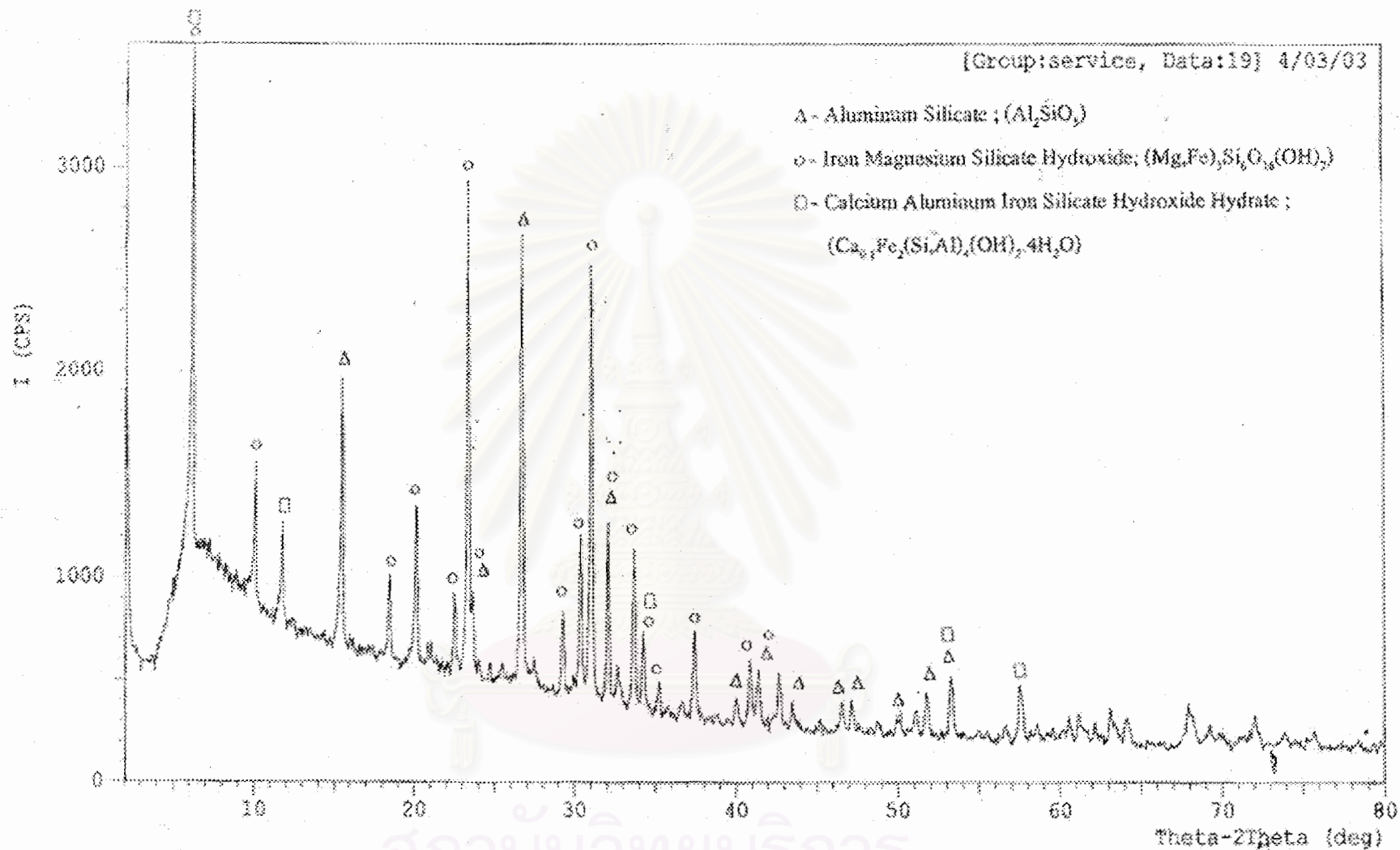


รูปที่ ข.2 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอ็กซ์ทีที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

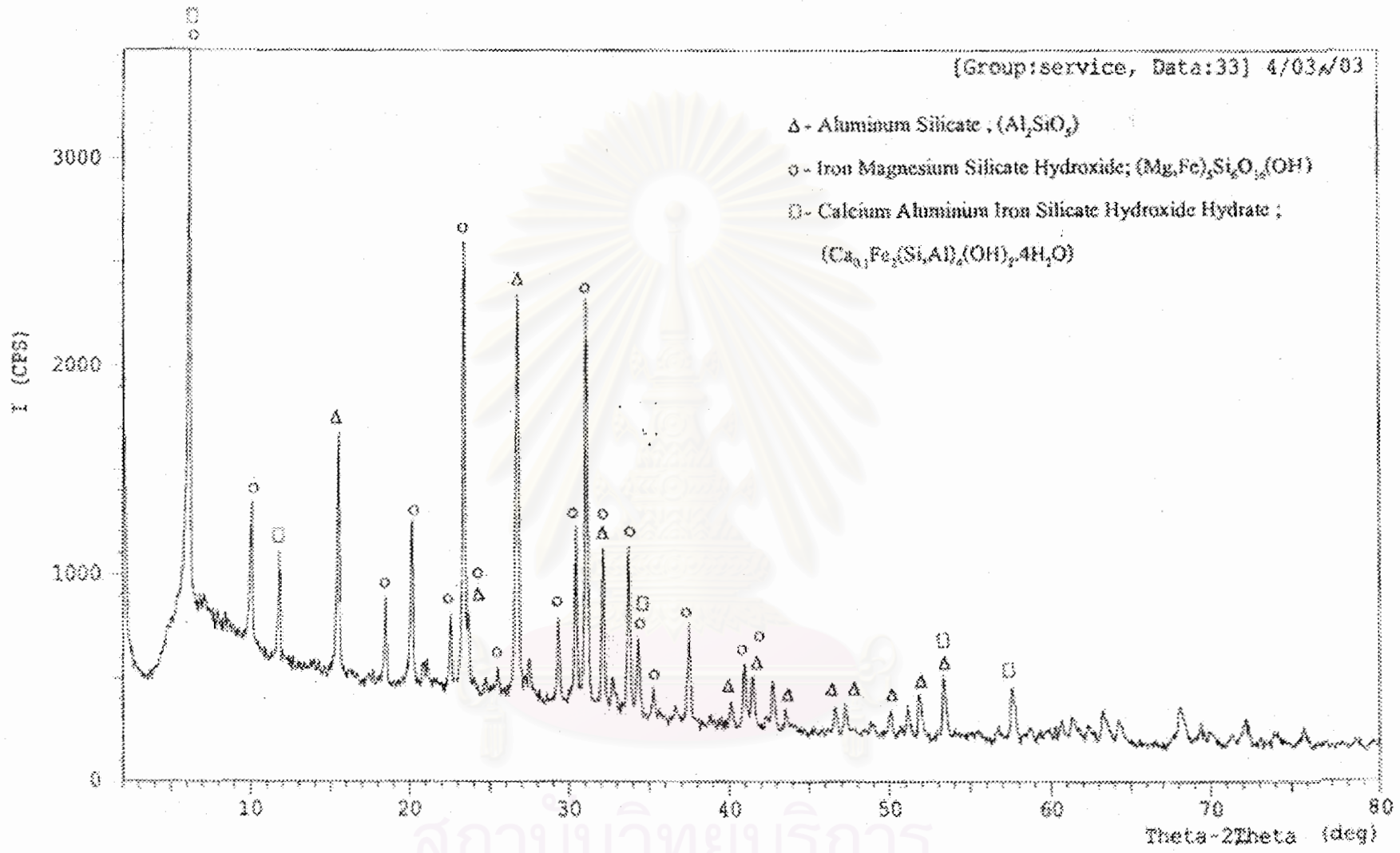
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



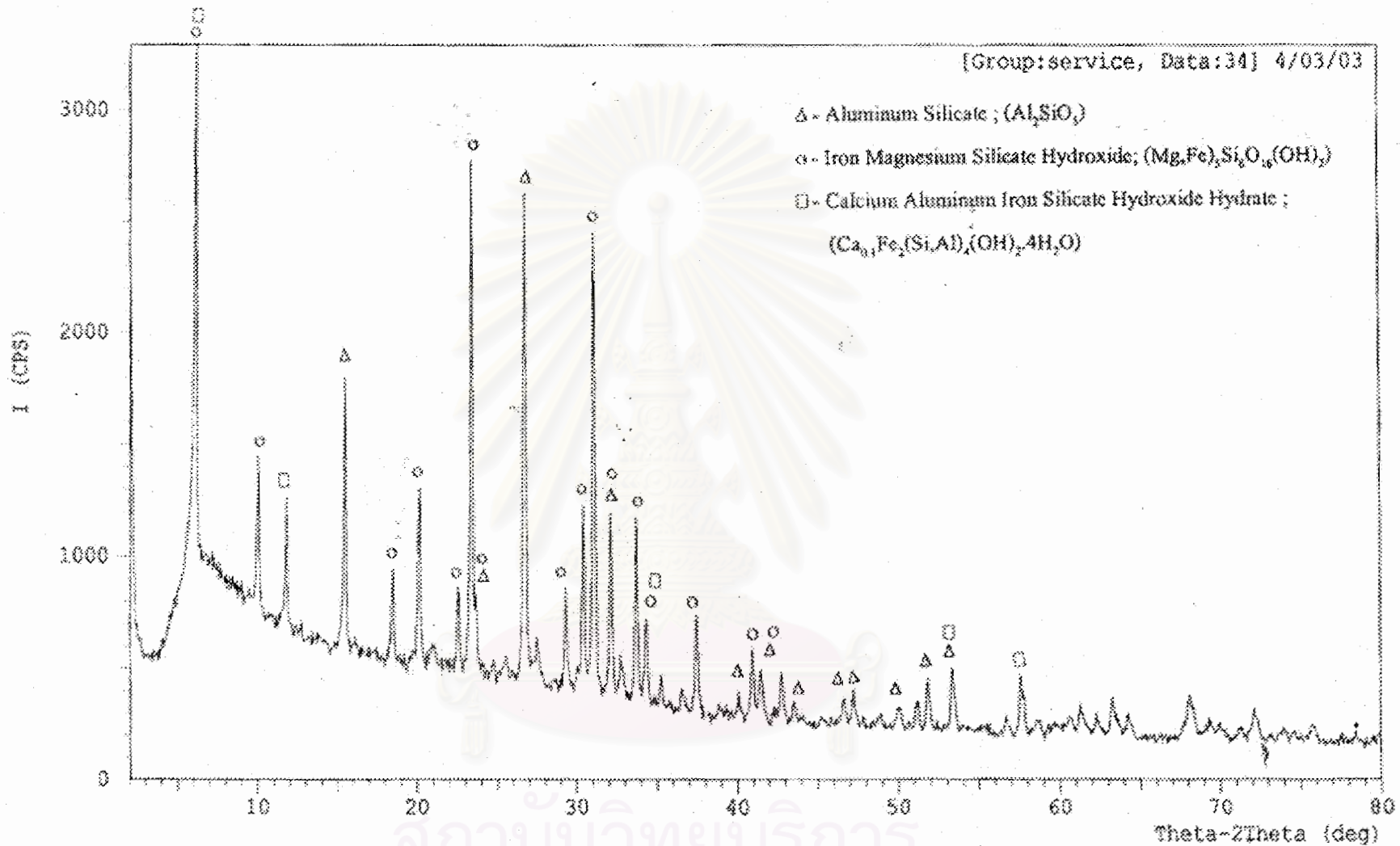
รูปที่ ข.3 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซที่ใช้แล้ว



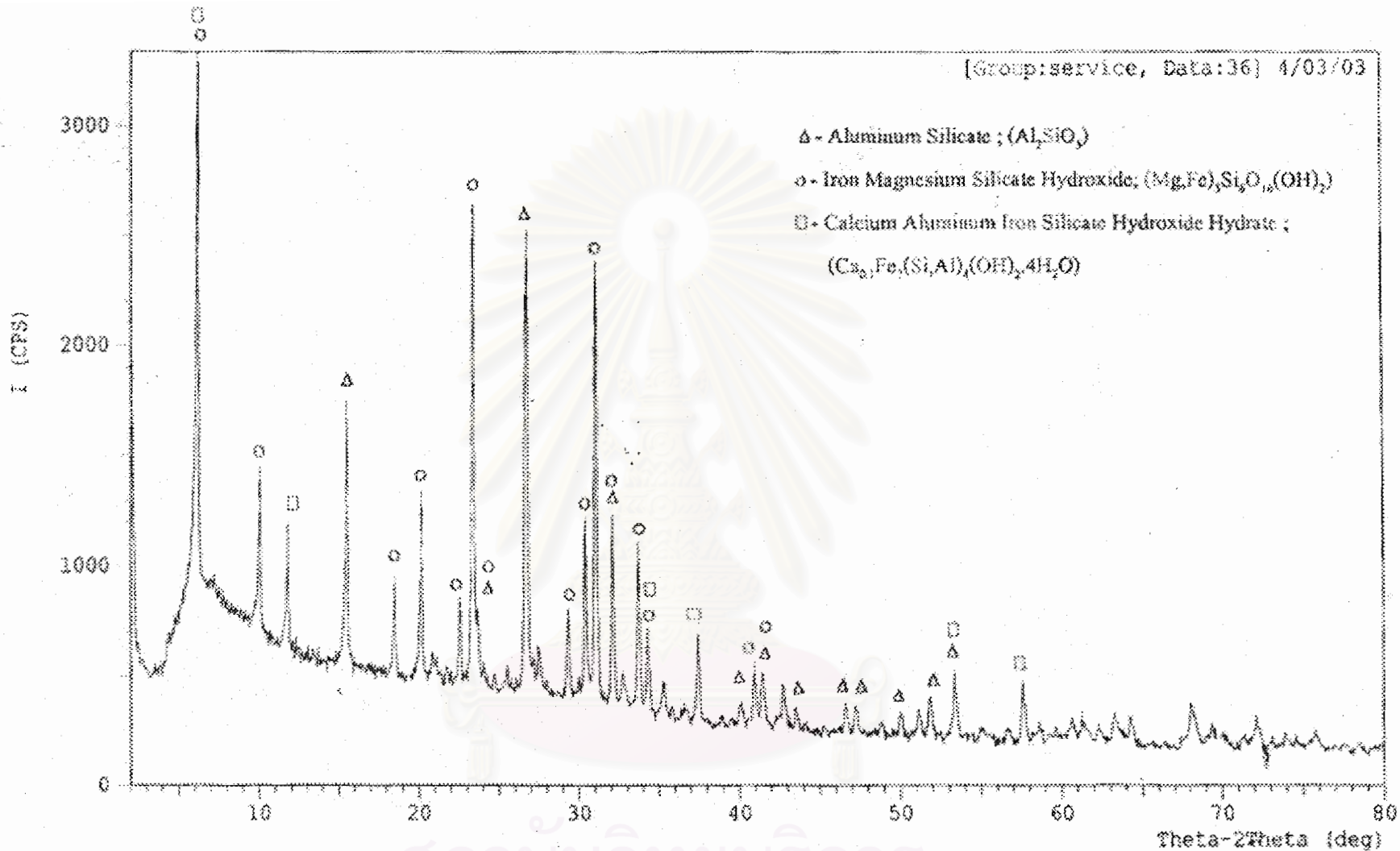
รูปที่ ข.4 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้
 บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ ข.5 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอดีชนิดเอกซที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการเผาภายใต้
 บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง



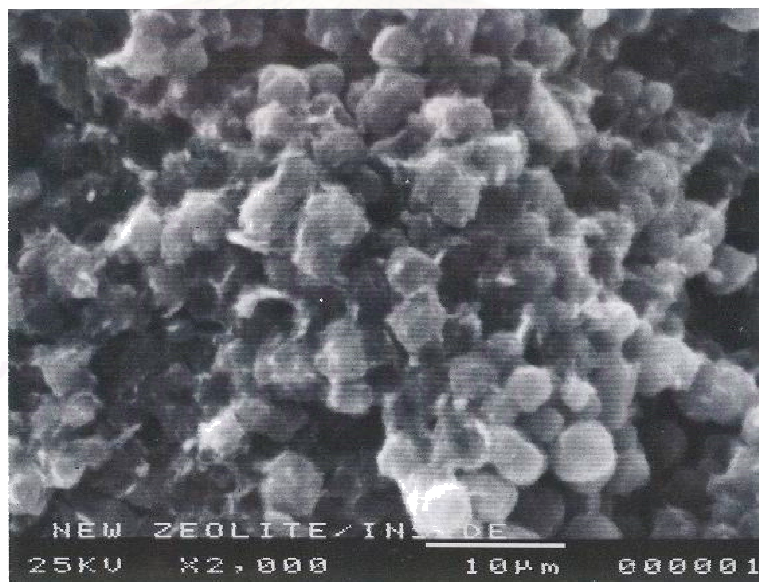
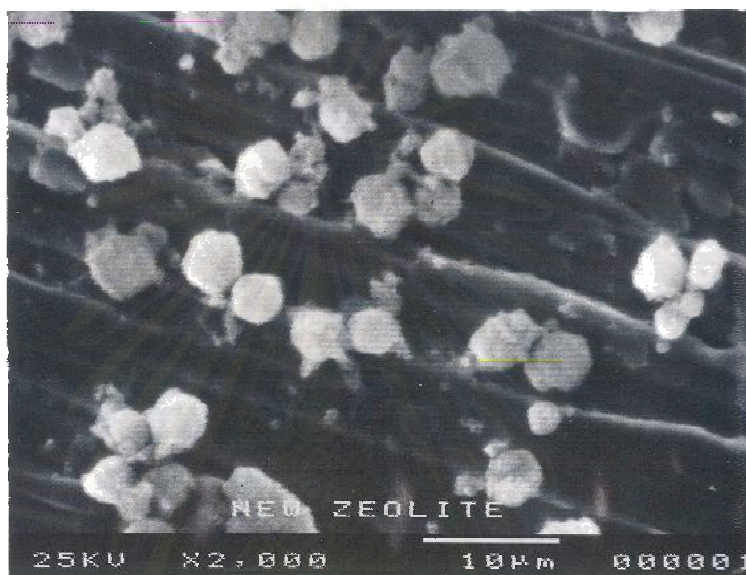
รูปที่ ข.6 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง



รูปที่ ข.7 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพโดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่น และเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง

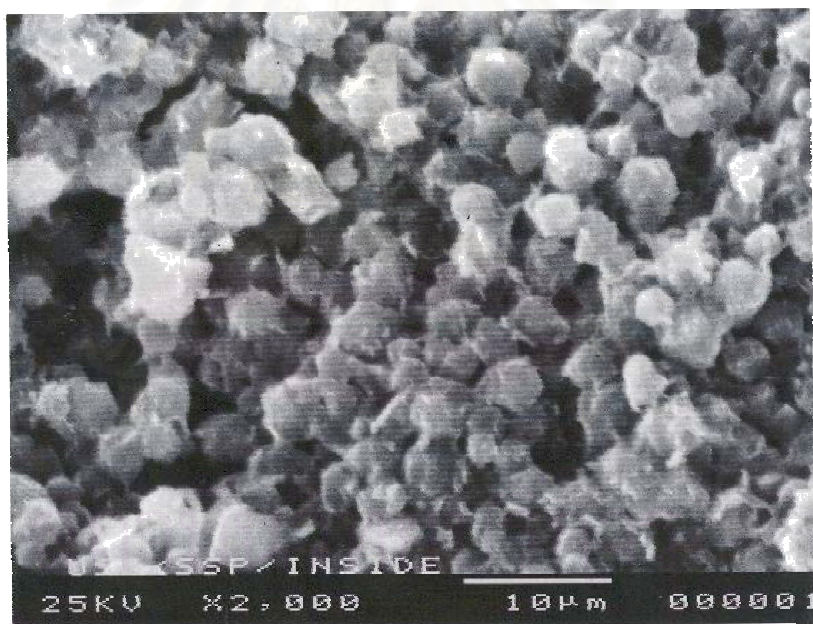
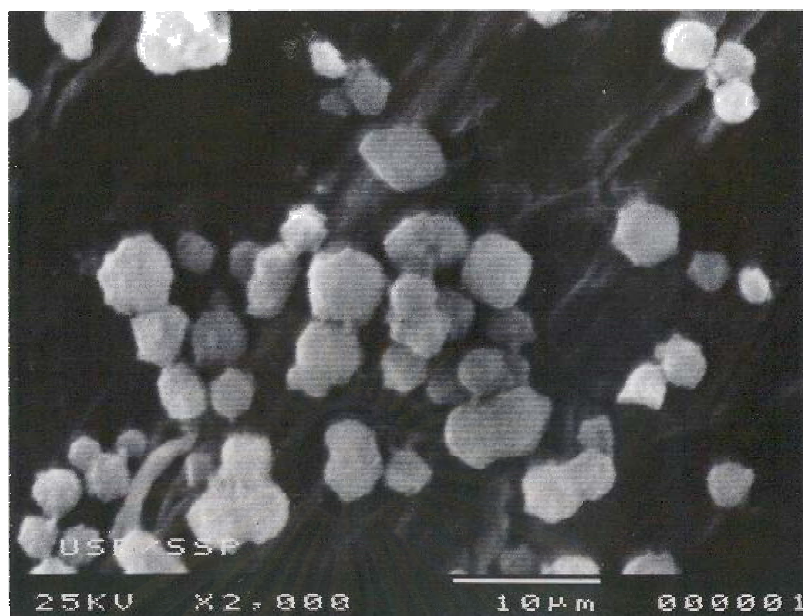
ภาคผนวก ค

ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์จาก
เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (SEM)



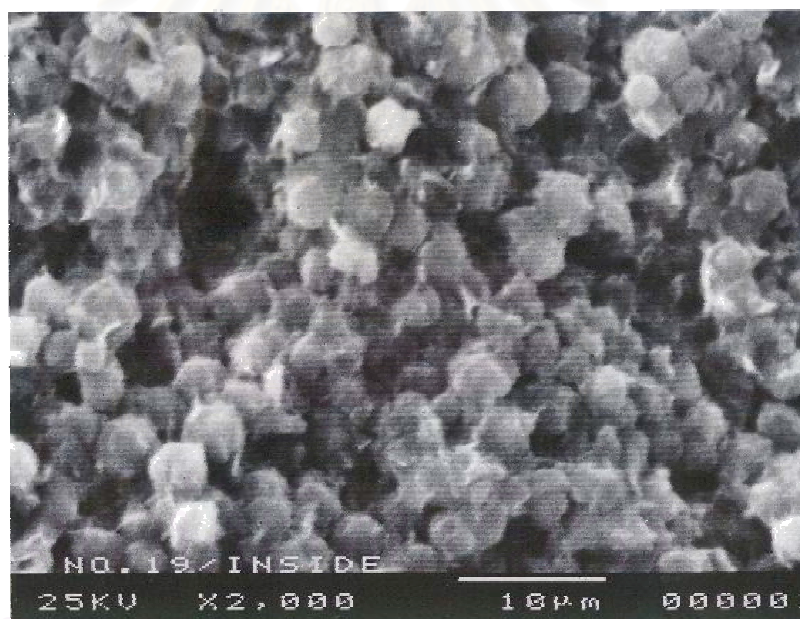
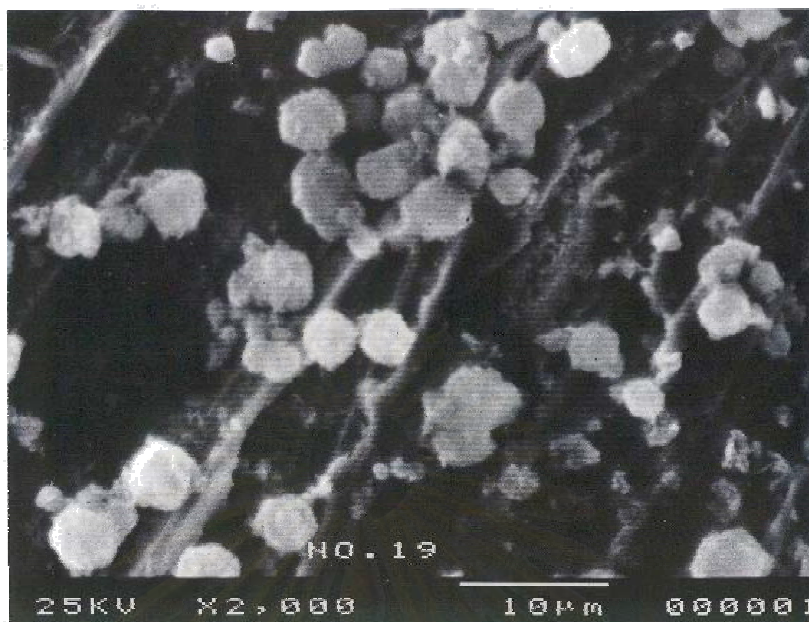
รูปที่ ค.1 บน : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (ไม่ผ่านการบำบัด)

ล่าง : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน (บำบัดให้ละเอียด)



รูปที่ ค.2 บน : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว (ไม่ผ่านการบด)

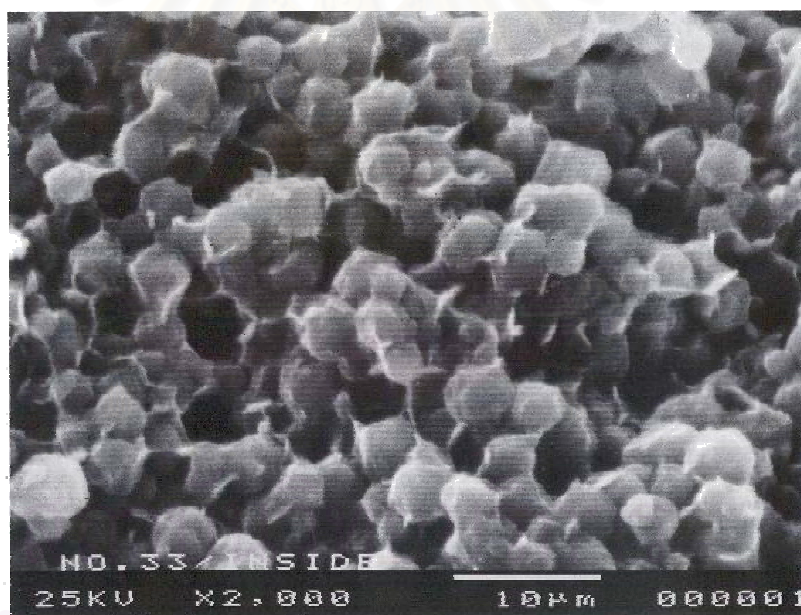
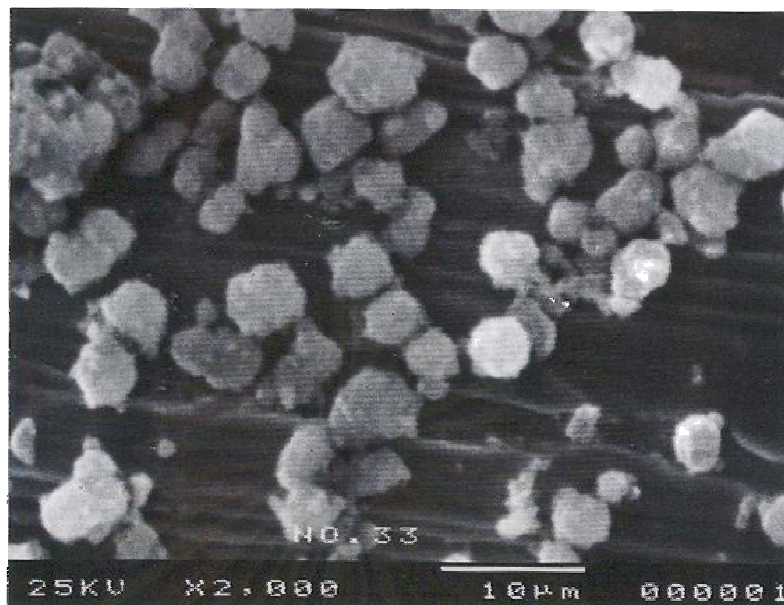
ล่าง : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้ว (บดให้ละเอียด)



รูปที่ ค.3 บน : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (ไม่ผ่านการบด)

ล่าง : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (บดให้ละเอียด)

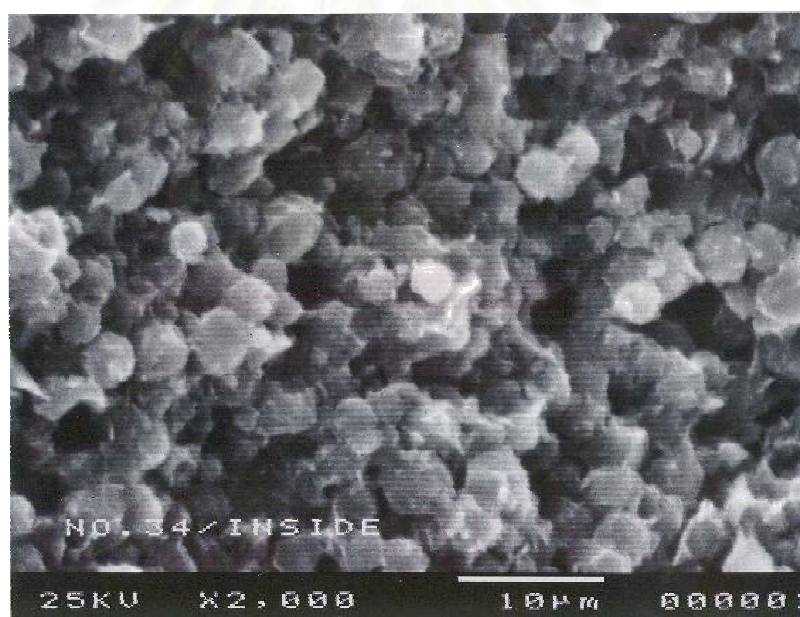
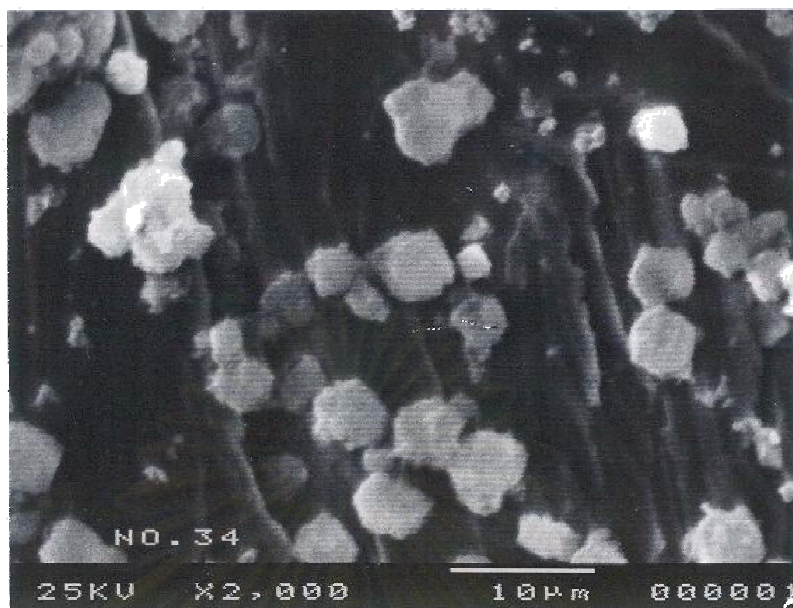
โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ ค.4 บน : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซิลไดออกไซด์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการพ่นพลาสมา (ไม่ผ่านการบด)

ล่าง : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซิลไดออกไซด์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการพ่นพลาสมา (บดให้ละเอียด)

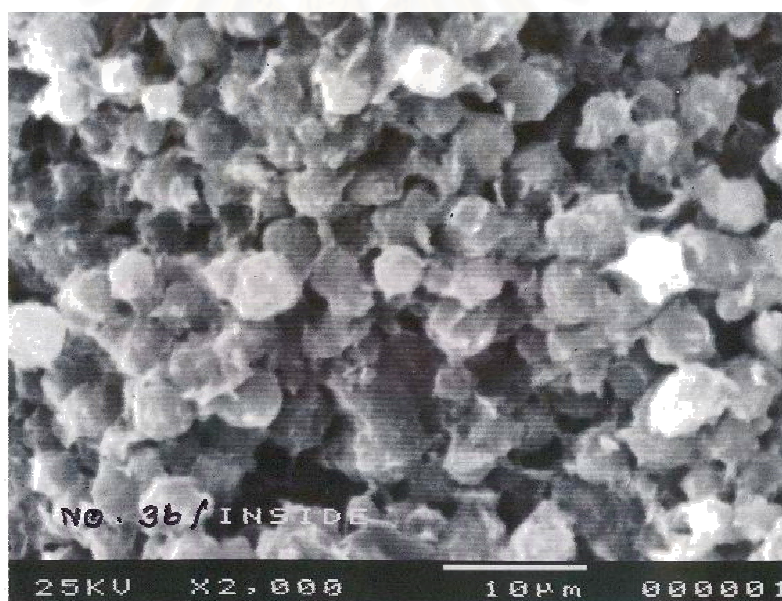
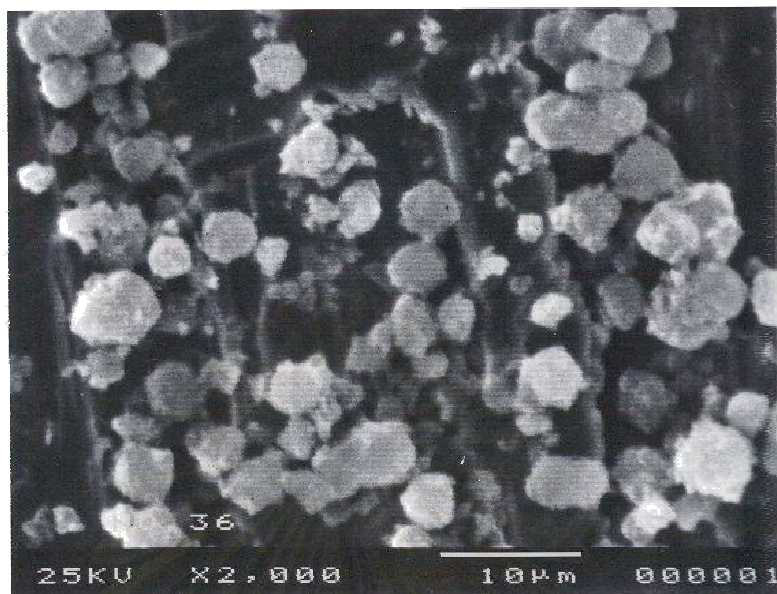
โดยการเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง



รูปที่ ค.5 บน : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (ไม่ผ่านการอบ)

ล่าง : พื้นผิวและรูปทรงผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (อบให้ละเอียด)

โดยการล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 7 ชั่วโมง



รูปที่ ค.6 บน : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (ไม่ผ่านการอบ)

ล่าง : พื้นผิวและรูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ (อบให้ละเอียด)

โดยการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ล้างด้วยน้ำกลั่นและเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนความเข้มข้น 2.5% โดยปริมาตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง

ภาคผนวก ง

วิธีการเปรียบเทียบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซีโอไลต์

การบ่งชี้ประสิทธิภาพของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ โดยพิจารณาจากผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ด้วยวิธี BET ทำได้โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ระหว่างซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพกับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน ดังนี้

- ถ้าผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ **มีค่าอยู่ระหว่างช่วงการยอมรับ** ถือว่า ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ **ไม่แตกต่าง** จากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

- ถ้าผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ **มีค่าอยู่นอกช่วงการยอมรับ** ถือว่า ซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ผ่านการฟื้นฟูสภาพ **แตกต่าง** จากซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

โดยที่ ช่วงการยอมรับ มีค่าเท่ากับ 10% ของค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

ตัวอย่างที่	พื้นที่ผิว BET (m ² /g)	ปริมาตรรูพรุน (cc/g)	ขนาดรูพรุน (A ^o)
1	351.5	0.1642	16.20
2	404.5	0.1818	17.77
ค่าเฉลี่ย	378.0	0.1730	16.99
10 % ของค่าเฉลี่ย	37.8	0.0173	1.70
ค่าต่ำสุดที่ยอมรับ	340.2	0.1557	15.29
ค่าสูงสุดที่ยอมรับ	415.8	0.1903	18.69

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายเลิศ รักสันติชาติ เกิดวันที่ 1 มีนาคม พุทธศักราช 2518 ที่จังหวัด นครราชสีมา สำเร็จการศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สำนักวิชา เทคโนโลยีทรัพยากร มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปีการศึกษา 2539 และเข้าศึกษาต่อใน หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2542



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย