รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

การผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ละเอียดพิเศษจากกากของเสีย

Production of Ultra-fine ZSM-5 Zeolite from Solid Wastes

โดย

ศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ ตัณฑะพานิชกุล และคณะ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายงานวิจัยนี้ได้รับเงินทุนสนับสนุนจากโครงการวิจัยร่วมภาครัฐ-เอกชน
ประจำปีงบประมาณ 2547

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ละเอียดพิเศษจากกากของเสีย

คณะผู้วิจัย		สังกัด
1. ศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ ตัณฑะพานิชกุล	หัวหน้าโครงการ	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. รองศาสตราจารย์ ดร.เมตตา เจริญพานิช	หัวหน้าโครงการย่อย	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
3. รองศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ชรินพานิชกุล	รองหัวหน้าโครงการย่อย	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. นางสาวสุชิดา สารเสวก	ผู้ช่วยวิจัย	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

เลขหมู่
เลขทะเบียน 013597
วัน. เดือน. ปี 20 พ.ค. 51

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยใช้เถ้าแกลบเป็นแหล่งของซิลิกาเพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ในขั้นแรก เป็นการเตรียมเถ้าแกลบ โดยการนำแกลบไปต้มกับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ หลังจากนั้นนำแกลบไปเผาด้วยเตาเผาภายใต้บรรยากาศออกซิเจนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 60 นาที ได้เถ้าแกลบที่มีองค์ประกอบเป็นซิลิกาบริสุทธิ์ 99.7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการหา สภาวะที่เหมาะสมในสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คือ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 และค่า pH เท่ากับ 11 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาเท่ากับ 0.5 อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง โดยสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ 100 % และมีขนาดผลึก 2.7 ไมโครเมตร เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ดังกล่าว จึงทำการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้แก่ ความดันเริ่มต้น ความเข้มข้นของสารละลายเจล และอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา โดยสภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ขนาดเล็กที่สุด โดยที่ผลการวิเคราะห์โดย XRD ยังคงยืนยันความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 คือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 เมื่อใช้อัตราอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาเท่ากับ 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่เพิ่มเข้าไป 200 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ขนาดผลึก 1.7 ไมโครเมตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Abstract

Rice husk from rice harvest process was used as a raw material for pure ZSM-5 zeolite synthesis. The ZSM-5 zeolite synthesis process was operated at high temperature under the saturated steam pressure with high alkaline solution. In the first stage, the rice husk was pretreated with 1 M hydrochloric acid for 3 h before burning in the oxygen atmosphere for 60 min. The purity of silica obtained from this process was 99.7 wt.%. In the second stage, the synthesis of ZSM-5 zeolite from rice husk ash was investigated. The effects of SiO_2/Al_2O_3 molar ratio and the alkalinity on the yield of ZSM-5 zeolite were determined. The optimum condition for synthesis of ZSM-5 zeolite was found at following conditions: SiO_2/Al_2O_3, 40; pH, 11; $TPABr/Al_2O_3$, 0.5; the initial pressure, 3 bar; the heating rate from room temperature to the synthesis temperature, 1.5 °C/min; the synthesis temperature, 210 °C; the holding period at the synthesis temperature, 2 h. At these conditions, the yield of ZSM-5 zeolite was 100% and the crystal size was approximately 2.7 μm. In the last stage, the effects of the initial pressure, dilution and $TPABr/Al_2O_3$ on crystal sizes of ZSM-5 zeolite were investigated. The condition that gave the smallest ZSM-5 zeolite crystal sizes confirmed by XRD analysis was found at following conditions: SiO_2/Al_2O_3, 40; pH, 11; $TPABr/Al_2O_3$, 10; the addition of water content in the synthesis solution, 200 ml; the initial pressure, 3 bar; the heating rate from room temperature to the synthesis temperature, 1.5 °C/min; the synthesis temperature, 210 °C; the holding at the synthesis time temperature, 8 h. At these conditions, the smallest ZSM-5 zeolite crystal size was approximately 1.7 μm.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนบางส่วนจากโครงการร่วมภาครัฐ-เอกชน ของศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีงบประมาณ 2547 โครงการ ADB ของภาควิชาวิศวกรรมเคมี และบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ได้รับการอนุเคราะห์ด้านวัตถุดิบและคำปรึกษาจากคุณชนวัฒน์ นุกูลการ วิศวกรระดับ 10 โรงไฟฟ้าแม่เมาะ เหมืองแม่เมาะ การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย และได้รับการสนับสนุนการวิเคราะห์องค์ประกอบของเถ้าลอยด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) จากหน่วยเทคโนโลยีอนุภาคและวัสดุอนุภาค ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

สารบัญ		i
สารบัญตาราง		ii
สารบัญภาพ		iii
คำนำ		1
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง		3
ผลและวิจารณ์		11
สรุปผลการทดลอง		33
เอกสารอ้างอิง		34
ภาคผนวก		38
ก	ตัวอย่างการคำนวณปริมาณเถ้าแกลบที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต และปริมาณสารโครงสร้างเตตระโพรพิล-แอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)	39

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	สภาวะที่ใช้การทดลองสำหรับการสังเคราะห์	8
2	ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบ ที่อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาต่าง ๆ กัน	14
3	ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ที่ค่า pH ต่างๆ กัน	17
4	ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบที่ความดันเริ่มต้น ๆ ต่างกัน	19
5	ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ที่ความเข้มข้นของสารละลายเจลต่าง ๆ กัน	27
6	ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบที่อัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาต่าง ๆ กัน	30
7	องค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐานที่สังเคราะห์ได้	31

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 20	12
2	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40	12
3	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40	13
4	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 100	13
5	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 100	13
6	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ค่า pH = 8 และระยะเวลา 4 ชั่วโมง	15
7	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ค่า pH = 8 และระยะเวลา 14 ชั่วโมง	15
8	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 และค่า pH = 11	16
9	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 และค่า pH = 11	16
10	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 และค่า pH = 11	16
11	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 และค่า pH = 11	17
12	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.2 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาสังเคราะห์ 14 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	19
13	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ไม่มีเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	20
14	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ไม่มีเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	20

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
15	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 20 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	21
16	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 20 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	21
17	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	22
18	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	22
19	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	23
20	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	24
21	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	24
22	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	24
23	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	25

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
24	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	25
25	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	26
26	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	26
27	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	29
28	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	29
29	XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	29
30	ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ	30
31	Acquisition spectrum ขององค์ประกอบทางเคมีในผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5	32
32	Acquisition spectrum ขององค์ประกอบทางเคมีในของแข็งอสัณฐาน	32

คำนำ

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ (zeolite) การควบคุมขนาดและรูปร่างของผลึกซีโอไลต์มีความจำเป็นต่อการนำเอาซีโอไลต์ไปใช้ประโยชน์ เนื่องจากขนาดของผลึกซีโอไลต์มีผลกระทบต่อความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา (activity) ความจำเพาะเจาะจงในการเกิดปฏิกิริยา (selectivity) สมบัติในการเป็นตัวดูดซับ (adsorbents) และ การแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchangers) เช่น ในปฏิกิริยาเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน และในกระบวนการโอลิโกเมอร์ไรเซชั่นของเอทิลีน (ethylene oligomerization) เมื่อขนาดของผลึกซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ถูกลดขนาดลงให้เป็นขนาดระดับนาโน สามารถส่งผลให้ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น มีปริมาณโค้กต่ำลง และมีอายุการใช้งานในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยายาวนานขึ้น (Zhang *et al.*, 2002)

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ในงานวิจัยนี้ทำโดยใช้กากของแข็งที่มีซิลิกา (silica) และอะลูมินา (alumina) เป็นวัตถุดิบ กากของแข็งนี้ได้แก่ เถ้าแกลบและเถ้าลอยลิกไนต์ ซึ่งเถ้าแกลบได้มาจากการนำแกลบที่เหลือจากการสีข้าวเปลือกซึ่งมีประมาณ 22.5-25.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของข้าวเปลือกมาเผาได้เถ้าแกลบประมาณ 16.4-18.3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งองค์ประกอบทางเคมีส่วนใหญ่ของเถ้าแกลบคือ ซิลิกา โดยมีประมาณ 86.9-97.3 เปอร์เซ็นต์ (สุภาพ และ สุพจน์, 2538) สำหรับเถ้าลอยนั้นได้มาจากการเผาถ่านหินลิกไนต์ที่ใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้าในประเทศไทย เถ้าลอยที่เกิดขึ้นมีปริมาณมากถึงประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของถ่านหินลิกไนต์ที่ใช้ ซึ่งสร้างปัญหาในการจัดหาสถานที่กำจัด และปัญหาด้านอื่น ๆ ที่ตามมา เช่น ปัญหาด้านมลภาวะทางอากาศ (ก.พ.ผ., 2537) แม้ว่าเถ้าลอยส่วนใหญ่จะได้มีการนำไปใช้ประโยชน์ในลักษณะวัสดุผสมสำหรับการก่อสร้าง เช่น ซีเมนต์ แล้วก็ตาม แต่เนื่องจากปริมาณการเกิดเถ้าลอย และความไม่แน่นอนของอุตสาหกรรมก่อสร้าง จึงจำเป็นต้องมีการหาแนวทางการนำไปใช้ประโยชน์อื่น ๆ ที่เหมาะสม

เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีส่วนใหญ่ของเถ้าลอยและเถ้าแกลบ ประกอบด้วยของแข็ง อสัณฐานของซิลิกาและอะลูมินา จึงมีความเหมาะสมที่นำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียมสารประกอบอะลูมิโนซิลิเกตประเภทซีโอไลต์ ซึ่งเป็นสารที่มีประโยชน์และมูลค่าสูงในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าลอยของถ่านหินลิกไนต์ (Chareonpanich *et al.*, 2004) จากเถ้าลอยลิกไนต์โดยใช้แกลบเป็นแหล่งซิลิกา (ประพัฒน์, 2543) และผลิตซีโอไลต์ชนิด Y จากเถ้าลอยของถ่านหินลิกไนต์และเถ้าแกลบ (รสนา, 2545) เป็นต้น ปัจจุบันจึงได้มีการนำเถ้าลอยไปใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าสูงและมีประโยชน์ในอุตสาหกรรมเคมี เช่น ใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออน การดูดซับแก๊ส สารอาหาร น้ำ ตลอดจนโมเลกุลอินทรีย์ และการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นต้น (จำรัส, 2540)

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาการนำเถ้าแกลบและเถ้าลอยลิกไนต์ มาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่มีความเล็กพิเศษในห้องปฏิบัติการ โดยมีตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา ค่าความเป็นกรดด่าง ความดันเริ่มต้น ระยะเวลาในการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของสารละลายเจล และอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ ให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่มีค่าความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดเล็กพิเศษ เพื่อประโยชน์ในการใช้งานเชิงอุตสาหกรรมต่อไป

วัตถุประสงค์

เพื่อนำเอาเถ้าแกลบจากโรงสีข้าวและเถ้าลอยที่เกิดจากกระบวนการเผาถ่านหินและมาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยการใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ละเอียดพิเศษ ที่มีความบริสุทธิ์สูง

ขอบเขตของงานวิจัย

ทำการผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ละเอียดพิเศษ ที่มีความบริสุทธิ์สูง จากเถ้าลอยจากถ่านหินและเถ้าแกลบ (แหล่งของซิลิกา) โดยเริ่มจากกระบวนการทำให้ซิลิกาและอะลูมินาซึ่งเป็นวัตถุดิบหลักมีความบริสุทธิ์สูง จากนั้นจึงนำไปสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ละเอียดพิเศษ ในช่วงของ SiO_2/Al_2O_3 ต่ำมาก (SiO_2/Al_2O_3 <10) ภายใต้อุณหภูมิและความดัน และทำการทดสอบซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ผลิตได้โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ขั้นสูง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

อุปกรณ์

1. เครื่องปฏิกรณ์ทนแรงดันสูง (Parr Series 4560, ประเทศสหรัฐอเมริกา)
2. เครื่องวัดความเป็นกรด ด่าง (pH meter ยี่ห้อ Schott รุ่น CG842, ประเทศเยอรมัน)
3. ตู้อบ (Hot air oven ยี่ห้อ WTB binder รุ่น E.53, ประเทศเยอรมัน)
4. เตาเผา (Furnace ยี่ห้อ Carbolite)
5. เครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer ยี่ห้อ Schott)
6. เครื่องบด (Ball mill)
7. เครื่องตะแกรงร่อน (Sieve analysis)
8. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง (รุ่น AT 400 ยี่ห้อ METTLER TOLEDO)
9. โถดูดความชื้น (Desicator)
10. เตาไฟฟ้า (Electro mantle) ยี่ห้อ Barnstead รุ่น EM1000/C
11. กรวยก้นกลม (Round bottom flask)
12. คอนเดนเซอร์ไส้เกลียว (Condenser)
13. ถาดเหล็กสำหรับเผาแกลบ

เครื่องมือวิเคราะห์

1. เครื่อง X – ray Diffraction (XRD) ยี่ห้อ Phillips รุ่น Analytical X-ray B. V. PW 1830/40
2. เครื่อง X – ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW2404
3. เครื่อง Scanning Electron Energy Dispersive Spectrometer (SEM-EDS) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5300 และรุ่น JSM-5410

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วัตถุดิบและสารเคมี

1. เถ้าลอยของถ่านลิกไนต์จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง
2. เถ้าแกลบ
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ ผลิตโดยบริษัท APS Ajax Finechem
4. โซเดียมซิลิเกตซึ่งเตรียมได้จากแกลบโดยมีองค์ประกอบของซิลิกาและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 27 และ 14 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร
5. โซเดียมซิลิเกต ($Na_2Si_3O_7$) ผลิตโดยบริษัท Fluka ซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิกาและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับโซเดียมซิลิเกตที่เตรียมได้จากแกลบ

6. โซเดียมอะลูมิเนต ($Na_2OAl_2O_3$) ผลิตโดยบริษัท Riedel-deHaen ซึ่งมีองค์ประกอบของอะลูมินาประมาณ 53 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
7. เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ($C_{12}H_{28}BrN$) บริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ ผลิตโดยบริษัท Fluka
8. กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) บริสุทธิ์ 96.6 เปอร์เซ็นต์ ผลิตโดยบริษัท J.T. Baker

วิธีการ

1. การเตรียมเถ้าลอย

เตรียมเถ้าลอยโดยนำตัวอย่างของเถ้าลอยลิกไนต์ที่ถูกเก็บจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง ผ่านการลดและคัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบด (ball mill) และเครื่องตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh จะได้ขนาดของเถ้าลอยต่ำกว่า 74 ไมโครเมตร จากนั้นนำมาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเก็บในโถดูดความชื้นเพื่อรอการใช้งาน

ตัวอย่างของเถ้าลอยถูกนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุด้วยเครื่อง XRF วิเคราะห์ชนิดและความเป็นผลึกด้วยเครื่อง XRD และวิเคราะห์รูปร่างภายนอกของอนุภาคด้วยเครื่อง SEM

2. การเตรียมซิลิกาจากแกลบ

จากการเตรียมซิลิกาจากแกลบ มีวิธีการดังนี้

2.1 นำแกลบไปล้างเพื่อกำจัดเศษกรวด หิน ดินทราย แล้วอบให้แห้ง

2.2 ชั่งน้ำหนักแกลบที่ได้จากข้อ 2.1 น้ำหนัก 100 กรัม ต้มกับกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1 โมล่าร์ ปริมาตร 1 ลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

2.3 นำแกลบที่ได้จากข้อ 2.2 ไปล้างน้ำจนหมดความกรด แล้วนำไปอบให้แห้ง

2.4 นำแกลบที่ได้จากข้อ 2.3 มาทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยมีการเติมก๊าซออกซิเจนเพื่อช่วยในการเผาไหม้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2.5 นำเถ้าแกลบที่ผ่านการลดและคัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดย่อยขนาด และเครื่องตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh เก็บในโถดูดความชื้น เพื่อรอการนำไปใช้งาน

3. การเตรียมซิลิกาจากแกลบให้เป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต

การเตรียมซิลิกาจากแกลบให้เป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต มีวิธีการดังนี้

3.1 ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบ 4.39 กรัม (สำหรับการปรับอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเป็น 40 โดยใช้แกลบจากหัวข้อที่ 2.5 และวิธีการคำนวณแสดงอยู่ในภาคผนวก ก)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 ชั่งน้ำหนักสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.636 กรัม แล้วเติมน้ำ 10.2 มิลลิลิตร (สำหรับปริมาณสารที่ใช้คิดเทียบกับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่มีองค์ประกอบของซิลิกา 27 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 14 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร)

3.3 ผสมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับเถ้าแกลบ แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตรรวมเท่ากับ 100 มิลลิลิตร

3.4 ให้ความร้อนแก่สารละลายโดยควบคุมอุณหภูมิในช่วง 120 องศาเซลเซียส จนน้ำระเหยทำให้ปริมาตรลดเหลือ 50 มิลลิลิตร

4. <u>การเตรียมซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าแกลบ</u>

4.1 นำสารละลายโซเดียมซิลิเกตจากเถ้าแกลบที่เตรียมไว้ ผสมกับโซเดียมอะลูมิเนตน้ำหนัก0.35 กรัม เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์น้ำหนัก 0.049 กรัม (แปรค่าปริมาณเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ตามหัวข้อ 5.2.3) สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.001 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น (แปรค่าปริมาตรน้ำกลั่นตามหัวข้อ 5.2.2)

4.2 ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 30 นาที ซึ่งสารที่ได้คือเจลซึ่งมีลักษณะเป็นสารละลายสีขาวขุ่น

4.3 ทำการปรับ pH ของเจลให้เท่ากับ 11 (แปรค่า pH ตามหัวข้อ 5.1.2)โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร

4.4 เมื่อปรับ pH ของเจลได้เท่ากับ 11 แล้วจึงนำแท่งแม่เหล็กออกจากเจลและเทเจลลงในถ้วยเทฟลอน

4.5 นำถ้วยเทฟลอนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ (autoclave) เพื่อทำการสังเคราะห์ กำหนดความดันเริ่มต้นโดยการอัดด้วยก๊าซไนโตรเจนปราศจากออกซิเจนลงไปในเครื่องปฏิกรณ์ความร้อน (แปรค่าความดันตามหัวข้อที่ 5.2.1) จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิจาก 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 210 องศาเซลเซียสภายใต้ความดันไอน้ำอิ่มตัวโดยใช้เวลา 2 ชั่วโมง และคงที่ที่อุณหภูมิสุดท้าย

4.6 นำสารผลิตผลที่ได้จากเครื่องปฏิกรณ์มาทำการกรองเพื่อแยกผลึกออกมา แล้วนำผลึกที่แยกได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งมีสภาวะเป็นกลางจึงนำไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ในการพิจารณาปัจจัยที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 นั้น เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าแกลบแล้ว ปัจจัยที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลองแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ให้ได้ปริมาณสูง และการหาขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ทำการสังเคราะห์ได้

สำหรับการหาสภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 เนื่องจากถ้าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ไม่เหมาะสม จะไม่เกิดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และถึงแม้จะได้ ก็มีสมบัติที่ไม่เหมาะสม ผลึกจะไม่มีความสม่ำเสมอ เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แล้ว ขั้นตอนต่อมาจึงได้พิจารณาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และทำการแปรค่าตัวแปรที่ศึกษา เพื่อหาสภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ให้ได้ขนาดเล็กที่สุดในขอบเขตของตัวแปรที่ทำการศึกษา

5. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

5.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

5.1.1 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา

การทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ เนื่องจากผลของอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินามีผลต่อผลิตภัณฑ์และรูปร่างของผลึก (Chareonpanich *et al.*, 2004) ดังนั้นเพื่อทำการศึกษาผลของอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา การเตรียมซีโอไลต์จากเถ้าแกลบตามหัวข้อที่ 4 จึงได้ปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาไปที่ 20, 40 และ 100 ตามลำดับ

5.1.2 การศึกษาผลของค่าความเป็นกรดด่าง

ค่าความเป็นกรดด่างที่เหมาะสมนั้นมีผลต่อปริมาณ และขนาดผลึกของซีโอไลต์ การทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาผลของค่าความเป็นกรดด่างต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยวิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4 (ยกเว้นอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา) โดยได้ปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรดด่างเป็น 8 และ 11 ตามลำดับ

5.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

5.2.1 การศึกษาผลของความดันเริ่มต้น

การทดลองนี้เป็นการศึกษาผลของความดันเริ่มต้นต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยวิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4 โดยใช้อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 (ยกเว้นอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา, ความเข้มข้นของสารละลายเจล และระยะเวลาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์) โดยแปรค่าความดันเริ่มต้นเป็น 1 และ 3 บรรยากาศ ตามลำดับ

5.2.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายเจล

การทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายเจลที่มีผลต่อการเกิดซีโอไลต์ โดยวิธีการเตรียมการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4 อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ (ยกเว้นอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา และระยะเวลาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์) โดยได้ปรับเปลี่ยนปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเป็น 20, 50, 60, 70, 90, 110, 130, 150, 180 และ 200 มิลลิลิตร ตามลำดับ

5.2.3 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา

เนื่องจากเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์เป็นตัวแปรที่สำคัญต่อขนาดผลึกของซีโอไลต์ การทดลองนี้จึงมีจุดประสงค์เพื่อศึกษาดูผลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อการเตรียมซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยวิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4 (ยกเว้นระยะเวลาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ และความเข้มข้นของสารละลายเจล) โดยได้ปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาเป็น 0.1, 0.2, 0.5, 2.5, 5 และ 10 ตามลำดับ

เพื่อให้สามารถเข้าใจสภาวะที่ใช้ในการทดลองได้ง่ายขึ้น จึงสรุปสภาวะที่ใช้ในการทดลองทั้งหมดในตารางที่ 1

หลังจากที่สังเคราะห์ซีโอไลต์ตามสภาวะต่าง ๆ แล้ว ซีโอไลต์ที่เตรียมได้จะถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติและลักษณะเฉพาะโดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงได้แก่ การระบุชนิดและปริมาณของผลึกซีโอไลต์โดยเครื่องมือ X – ray Diffraction (XRD) การวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของผลึกซีโอไลต์โดยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) ตลอดจนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์โดยเครื่องมือ Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 1 สภาวะที่ใช้การทดลองสำหรับการสังเคราะห์

การทดลองที่	SiO_2/Al_2O_3	$TPABr/Al_2O_3$	น้ำที่เพิ่มเข้าไป (มิลลิลิตร)	ความดันเริ่มต้น (บรรยากาศ)	ระยะเวลา (ชั่วโมง)	ค่าความเป็นกรดด่าง	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
5.1.1	20	0.1	0	3	4	11	210
	40	0.1	0	3	4	11	210
	100	0.1	0	3	4	11	210
5.1.2	40	0.1	0	3	4	8	210
	40	0.1	0	3	14	8	210
	40	0.1	0	3	4	11	210
	40	0.5	0	3	4	8	210
	40	0.5	0	3	4	11	210
5.2.1	40	0.1	20	1	4	11	210
	40	0.1	20	3	4	11	210
	40	0.2	50	1	14	11	210
	40	0.2	50	3	14	11	210
5.2.2	40	0.1	0	3	4	11	210
	40	0.1	20	3	4	11	210
	40	0.1	50	3	4	11	210

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 1 (ต่อ)

การทดลองที่	SiO_2/Al_2O_3	$TPABr/Al_2O_3$	น้ำที่เพิ่มเข้าไป (มิลลิลิตร)	ความดันเริ่มต้น (บรรยากาศ)	ระยะเวลา (ชั่วโมง)	ค่าความเป็นกรดด่าง	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
5.2.2 (ต่อ)	40	0.5	50	3	4	11	210
	40	0.5	50	3	6	11	210
	40	0.5	60	3	6	11	210
	40	0.5	70	3	6	11	210
	40	0.5	90	3	6	11	210
	40	0.5	110	3	6	11	210
	40	0.5	130	3	6	11	210
	40	0.5	150	3	6	11	210
	40	0.5	180	3	6	11	210
	40	0.5	200	3	6	11	210
	40	0.5	180	3	8	11	210
	40	0.5	200	3	8	11	210
5.2.3	40	0.1	0	3	4	11	210
	40	0.2	0	3	4	11	210
	40	0.5	0	3	4	11	210

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 1 (ต่อ)

การทดลองที่	SiO_2/Al_2O_3	$TPABr/Al_2O_3$	น้ำที่เพิ่มเข้าไป (มิลลิลิตร)	ความดันเริ่มต้น (บรรยากาศ)	ระยะเวลา (ชั่วโมง)	ค่าความเป็นกรดด่าง	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
5.2.3 (ต่อ)	40	2.5	0	3	4	11	210
	40	5	0	3	4	11	210
	40	0.1	200	3	8	11	210
	40	1	200	3	8	11	210
	40	5	200	3	8	11	210
	40	10	200	3	8	11	210

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผลและวิจารณ์

1. ซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ

เมื่อนำซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าแกลบไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray spectroscopy (XRF) พบว่า เถ้าแกลบที่เตรียมได้มีองค์ประกอบเป็นซิลิกาประมาณ 99.7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และอะลูมินา 0.10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

2.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

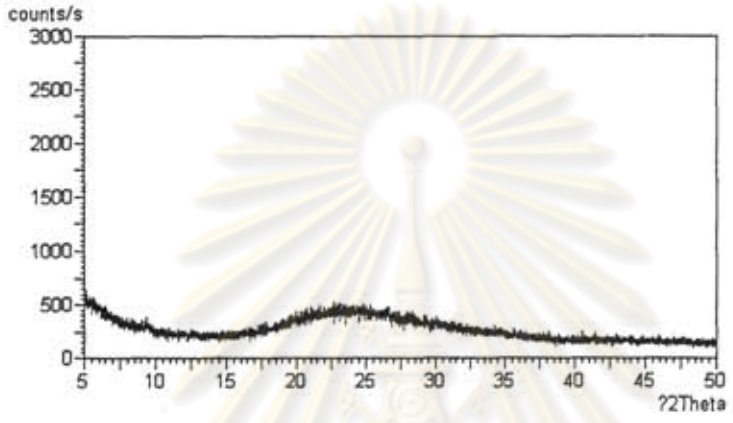
ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาเพื่อการหาสภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่นำมาศึกษานั้นได้แก่ อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 และค่า pH เนื่องจากถ้าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ไม่เหมาะสม จะไม่เกิดผลึกหรือปริมาณของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จะต่ำ และถึงแม้จะได้ ก็มีสมบัติที่ไม่เหมาะสม ดังนั้นจึงทำการหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป เพื่อเป็นแนวทางในการทำการทดลองเพื่อหาตัวแปรที่มีผลต่อขนาด ดังจะกล่าวต่อไปในหัวข้อ 2.2

2.1.1 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา

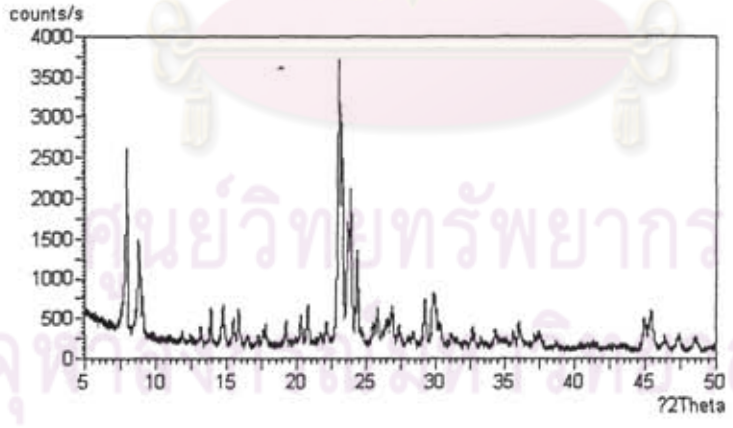
การทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 ที่มีผลต่อสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยได้ปรับเปลี่ยนอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 ไปที่ 20, 40 และ 100 ตามลำดับ อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้นเท่ากับ 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติและคุณลักษณะเฉพาะด้วยเครื่อง XRD และ SEM ดังแสดงผลดังต่อไปนี้

จากการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง XRD และ SEM ดังแสดงในภาพที่ 1-5 เมื่อทำการสังเคราะห์ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 20 พบว่าที่สภาวะนี้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ โดยเมื่อพิจารณาถึง XRD pattern ของสภาวะนี้ ดังแสดงในภาพที่ 1 แล้ว pattern ของ XRD ที่ได้แสดงลักษณะของสารอสัณฐาน ดังนั้นจึงไม่สามารถหาขนาดของผลิตภัณฑ์ได้ ในขณะที่สภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 และ 100 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ โดยแสดง XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ ดังภาพที่ 2 และ 4 เมื่อพิจารณาถึงสภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ และจากภาพที่ 3 จะเห็นได้ว่าซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ มีรูปทรงเป็นทรงเฮกซะโกนอล ผลึกมีความสม่ำเสมอ และขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีค่าประมาณ 3.7 ไมโครเมตร อย่างไรก็ตาม เมื่อในสภาวะที่เพิ่มอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 ให้เท่ากับ 100 ก็สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้เช่นเดียวกัน แต่ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์

ได้มีปริมาณลดลง โดยปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้เท่ากับ 18.5 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อพิจารณาภาพ SEM ดังแสดงในภาพที่ 5 นั้น ผลิตภัณฑ์ที่พบมีทั้งผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่มีรูปทรงเฮกซะโกนอล ทรงกลม ทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า และของแข็งอสัณฐานปะปนกันอยู่ ทั้งนี้เนื่องจากเปอร์เซ็นต์ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณน้อย ดังนั้นผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่จึงเป็นของแข็งอสัณฐาน และไม่สามารถหาขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ เมื่อนำผลการทดลองทั้งหมดมาวิเคราะห์หาปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้แสดงผลในตารางที่ 2 แสดงดังต่อไป

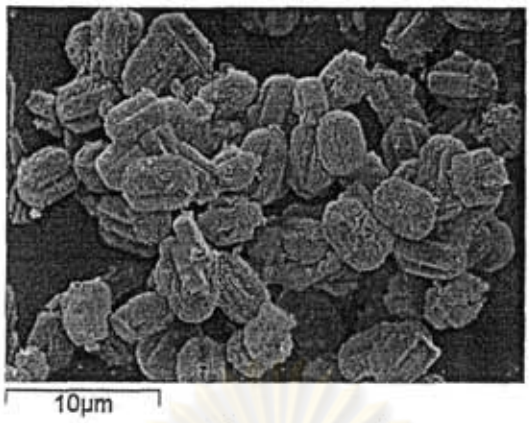


ภาพที่ 1 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 20

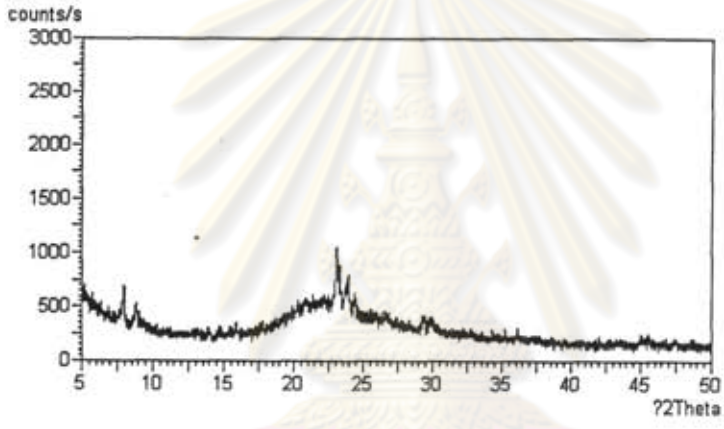


ภาพที่ 2 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40

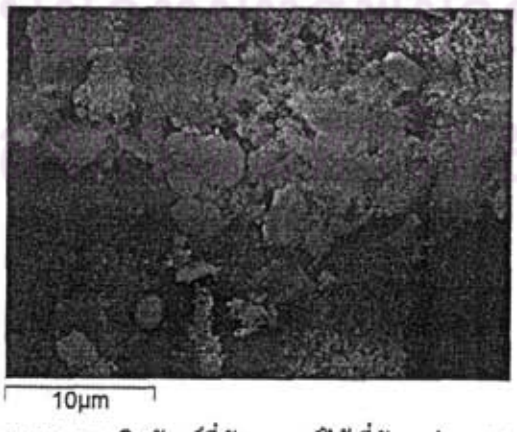
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 3 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน $SiO_2/Al_2O_3 = 40$



ภาพที่ 4 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน $SiO_2/Al_2O_3 = 100$



ภาพที่ 5 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน $SiO_2/Al_2O_3 = 100$

ตารางที่ 2 ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบ ที่อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาต่าง ๆ กัน

อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3	ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (% โดยน้ำหนัก)	ขนาด (ไมโครเมตร)
20	0	-
40	100	3.7
100	18	-

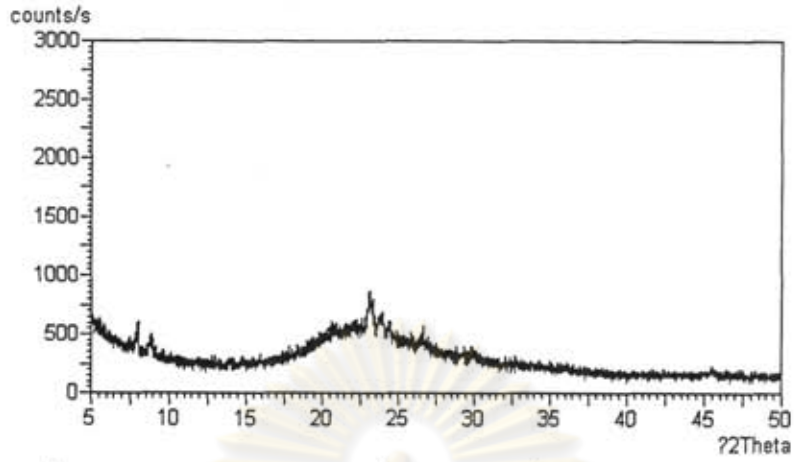
จากสภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ปริมาณสูงที่สุด อาจเนื่องมาจากการที่ปริมาณของซิลิกามีมากเพียงพอในการเกิดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์มีค่าเหมาะสมกับอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 นี้ ในขณะที่สภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 อื่น ๆ ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ดังนั้นควรทำการปรับเปลี่ยนค่า pH

2.1.2 ผลของค่าความเป็นกรดด่างต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

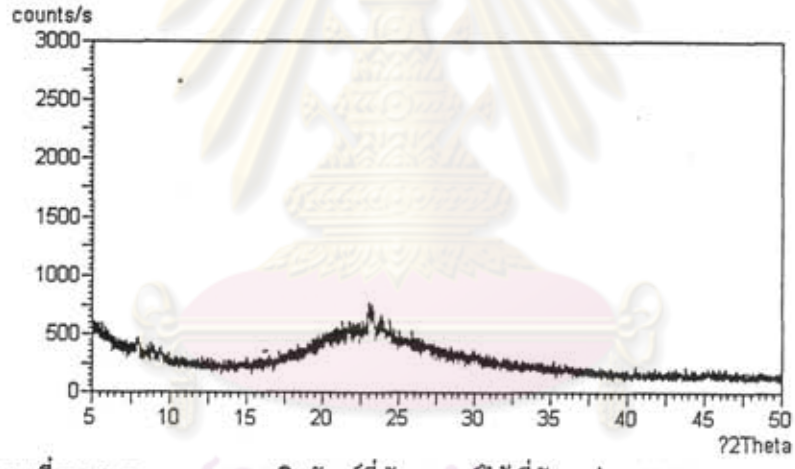
ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าแกลบที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง โดยแปรค่า pH เท่ากับ 8 และ 11 ตามลำดับ และทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่สภาวะเดียวกัน แต่เปลี่ยนอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้เท่ากับ 0.5 และแปรค่า pH เท่ากับ 8 และ 11 ตามลำดับ จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD และเครื่อง SEM ซึ่งมีผลการทดลองดังนี้

จากการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง XRD ดังแสดงในภาพที่ 6-9 จากภาพที่ 6 ในสภาวะที่ ค่า pH เท่ากับ 8 และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ในปริมาณเพียง 6.7 เปอร์เซ็นต์ แม้จะเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เป็น 14 ชั่วโมงแล้วก็ตาม ผลก็ยังไม่น่าพอใจ ดังแสดงใน XRD pattern (ภาพที่ 7) โดยซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณเพียง 7.5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่เป็นของแข็งอสัณฐาน อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มค่า pH ให้เท่ากับ 11 โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 4 ชั่วโมง สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในภาพที่ 8 ซึ่งผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้มีลักษณะเป็นรูปทรงเฮกซะโกนอล ที่มีขนาดประมาณ 3.7 ไมโครเมตร ดังแสดงในภาพที่ 9

ที่ค่า pH เท่ากับ 8 ถึงแม้ว่าเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้เท่ากับ 0.5 พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ปริมาณเพียง 57 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเพิ่มค่า pH ให้เท่ากับ 11 (พิจารณา XRD pattern ในภาพที่ 10) พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ และจากภาพที่ 11 จะเห็นได้ว่าผลึกที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นทรงกลม มีขนาดโดยประมาณ 2.7 ไมโครเมตร ขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ ได้สรุปไว้ในตารางที่ 3

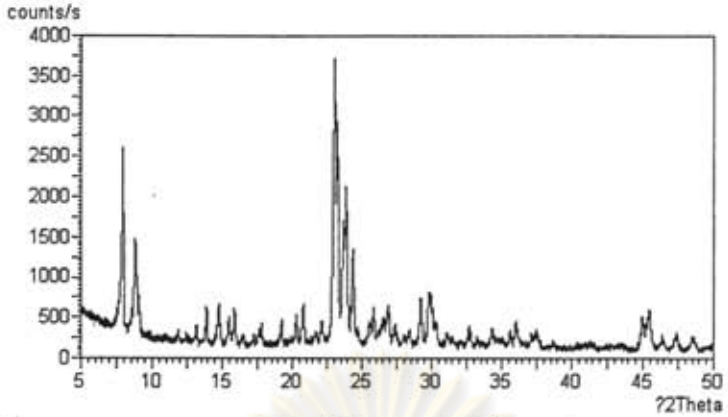


ภาพที่ 6 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ค่า pH = 8 และระยะเวลา 4 ชั่วโมง

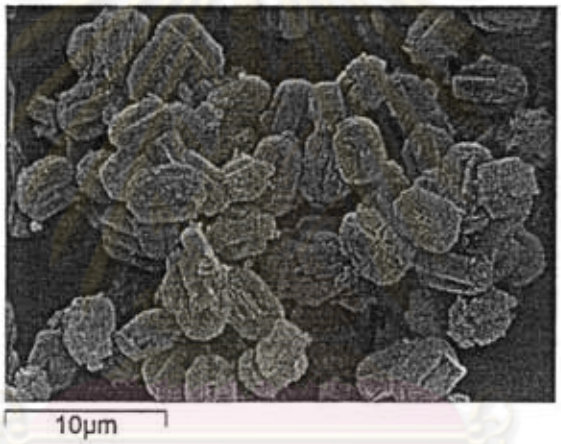


ภาพที่ 7 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ค่า pH = 8 และระยะเวลา 14 ชั่วโมง

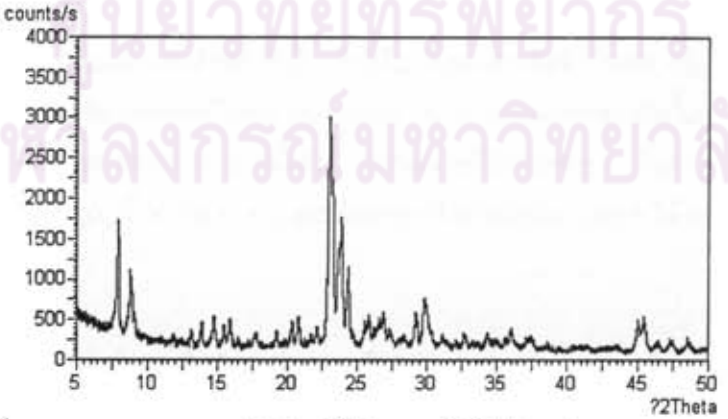
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 8 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 และค่า pH = 11

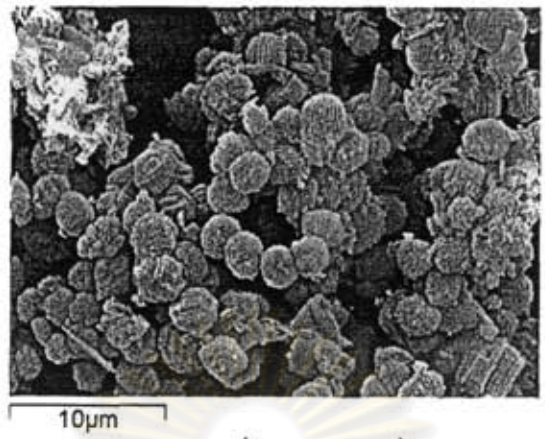


ภาพที่ 9 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 และค่า pH = 11



ภาพที่ 10 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 และค่า pH = 11

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 11 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 และค่า pH = 11

ตารางที่ 3 ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ที่ค่า pH ต่างๆ กัน

อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3	อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$	ค่า pH	ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (% โดยน้ำหนัก)	ขนาด (ไมโครเมตร)
40	0.1	8	7	-
40	0.1	8	8	-
40	0.1	11	100	3.7
40	0.5	8	51	-
40	0.5	11	100	2.7

เมื่อพิจารณาปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และขนาดจากตารางที่ 6 อาจกล่าวได้ว่าที่ค่า pH เท่ากับ 8 ไม่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ทั้งนี้เนื่องมาจากสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์มีค่าความเป็นกรดด่างต่ำเกินไป ทำให้ระดับของการอิ่มตัวยิ่งยวด (degree of supersaturation) และความสามารถในการละลายในเมตาสเตเบิลเฟส (metastable zeolite phases) ลดลง ดังนั้นอัตราการเกิดนิวเคลียสจะลดลงตามไปด้วย เนื่องจากเกิดการขาดแคลนสารตั้งต้นในสารละลายที่ใช้สังเคราะห์ ซึ่งค่า pH ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 นี้ เท่ากับ 11 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ และผลึกที่สังเคราะห์ได้มีความสม่ำเสมอ

อย่างไรก็ตามเมื่อทำการพิจารณาถึงผลการทดลองของสภาวะในการสังเคราะห์ที่ค่า pH เท่ากับ 11 และอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 นี้ เมื่ออัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เพิ่มขึ้นจาก 0.1 เป็น 0.5 จะเห็นได้ว่าที่อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ มากขึ้นผลึกที่ได้จะมีขนาดเล็กลง ดังนั้นอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เป็นตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สำคัญด้วย ดังจะกล่าวถึงต่อไปในหัวข้อที่ 2.2.3

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการทดลองในหัวข้อที่ผ่านมาแล้วนั้น สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการทดลองได้แก่ อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 และ ค่า pH เท่ากับ 11 เนื่องจากผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะนี้มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นในการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 นั้น จะใช้ค่าอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 และ ค่า pH นี้ทุกการทดลองจากนี้ไป

2.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

เมื่อพิจารณาถึงตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ในงานวิจัยนี้ ตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความดันเริ่มต้น ความเข้มข้นของสารละลายเจล และอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา ($TPABr/Al_2O_3$) พบว่าผลที่ได้เป็นดังนี้

2.2.1 ผลของความดันเริ่มต้น

เพื่อทำการศึกษาผลของความดันเริ่มต้นที่มีต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าแกลบที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 20 มิลลิลิตร อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ค่า pH เท่ากับ 11 และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง โดยแปรความดันเริ่มต้นเป็น 1 และ 3 บรรยากาศ จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD และ SEM ซึ่งมีผลการทดลองดังนี้

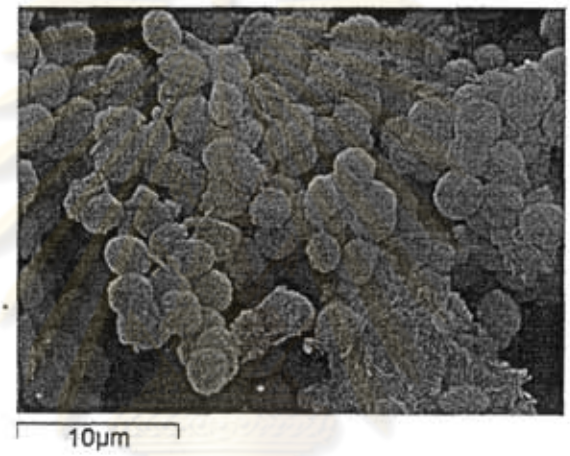
ในสภาวะการสังเคราะห์ที่ความดันเริ่มต้นเท่ากับ 1 บรรยากาศ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ปริมาณเพียง 8 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงไม่สามารถหาขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่ที่ได้เป็นของแข็งอสัณฐาน แต่เมื่อเพิ่มความดันเริ่มต้นของสภาวะการสังเคราะห์ให้เป็น 3 บรรยากาศ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ประมาณ 29 เปอร์เซ็นต์ โดยผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้เป็นรูปทรงเกือบเป็นทรงกลม โดยมีขนาดผลึกประมาณ 2.3 ไมโครเมตร

จากนั้นทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่สภาวะเดียวกัน แต่เปลี่ยนปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเพื่อเจือจางให้เท่ากับ 50 มิลลิลิตร และระยะเวลาที่ใช้ในสังเคราะห์ให้เท่ากับ 14 ชั่วโมง โดยแปรความดันเริ่มต้นเป็น 1 และ 3 บรรยากาศ เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD และ SEM ได้ผลการทดลองดังนี้

ที่ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ โดยมีปริมาณ 72 เปอร์เซ็นต์ ผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เป็นรูปทรงกลม ผลึกมีความสม่ำเสมอ และมีขนาดของผลึกประมาณ 3.9 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มความดันเริ่มต้นของสภาวะการสังเคราะห์ให้เป็น 3 บรรยากาศ ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้เพิ่มขึ้นเป็น 91 เปอร์เซ็นต์ และจากการวิเคราะห์ภาพที่ 12 เห็นได้ว่าผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5ที่สังเคราะห์ได้ มีรูปทรงเป็นทรงกลม ผลึกมีความสม่ำเสมอ และมีขนาดผลึกประมาณ 2.9 ไมโครเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่า

ขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จากความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ เนื่องจากการที่เพิ่มความดันเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จะส่งผลให้ขณะที่มีการเจริญเติบโตของผลึกของซีโอไลต์ ความดันที่มีอยู่ในระบบจะส่งแรงกดไปที่ผลึกที่กำลังเติบโต ดังนั้นผลึกของซีโอไลต์ที่ได้จึงมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มความดันเริ่มต้นของสภาวะการสังเคราะห์ ดังนั้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 เพื่อให้ได้ผลึกที่มีขนาดเล็กตามวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ จึงใช้ความดันเริ่มต้นที่ 3 บรรยากาศ

รายละเอียดของปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ ได้สรุปผลการทดลองไว้ ในตารางที่ 4



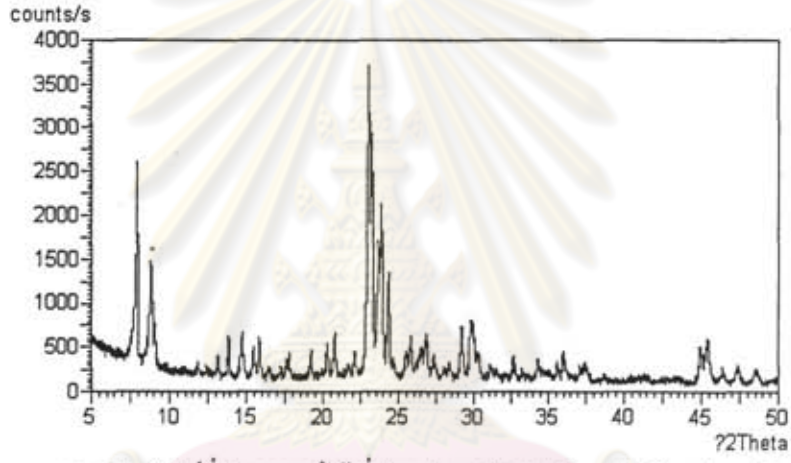
ภาพที่ 12 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.2 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาสังเคราะห์ 14 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3บรรยากาศ

ตารางที่ 4 ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบ ที่ความดันเริ่มต้น ๆ ต่างกัน

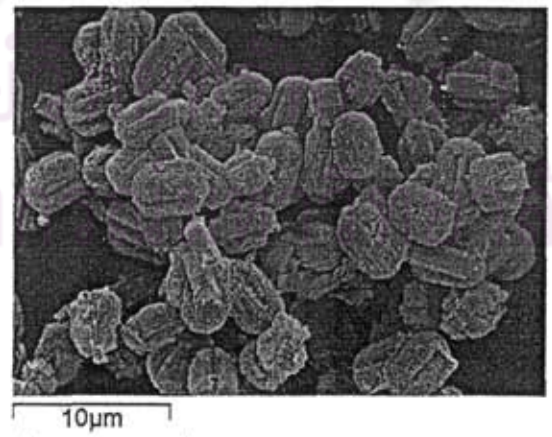
ความดันเริ่มต้น (บรรยากาศ)	อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไป (มิลลิลิตร)	ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (% โดยน้ำหนัก)	ขนาด (ไมโครเมตร)
1	0.1	20	8	-
3	0.1	20	29	2.3
1	0.2	50	72	3.9
3	0.2	50	91	2.9

2.2.2 ผลของความเข้มข้นของสารละลายเจล

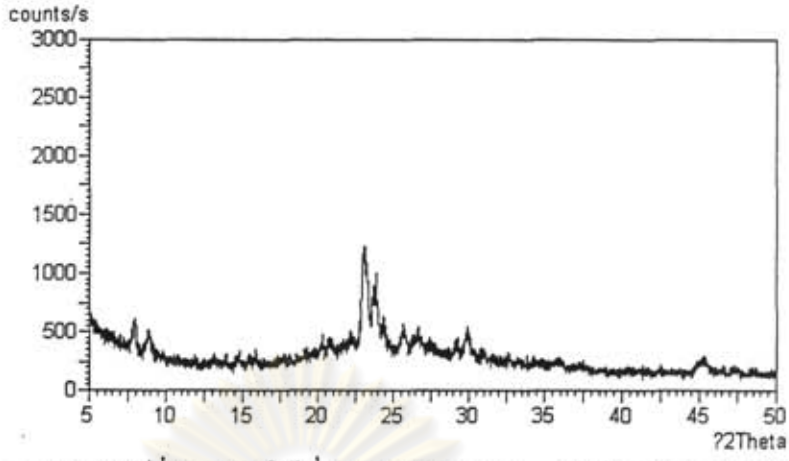
ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงผลของความเข้มข้นของสารละลายเจลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองได้นำผลจากหัวข้อที่ 2.1.1, 2.1.2 และ 2.2.1 มาใช้ ได้แก่ อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ และทำการแปรค่าความเข้มข้นของสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้สังเคราะห์โดยปรับเปลี่ยนปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไป ขั้นแรกทำการสังเคราะห์ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส และทำการแปรค่าความเข้มข้นของสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้สังเคราะห์ โดยเริ่มจากไม่เพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล เพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล 20 และ 50 มิลลิลิตร เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD และ SEM มีผลการทดลองดังนี้



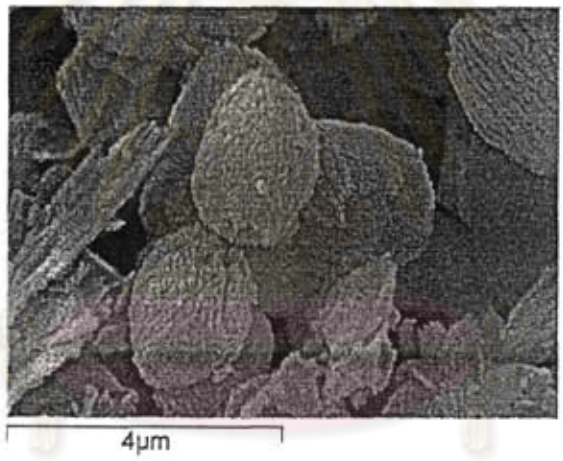
ภาพที่ 13 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ไม่มีเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ



ภาพที่ 14 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ไม่มีเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจล ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

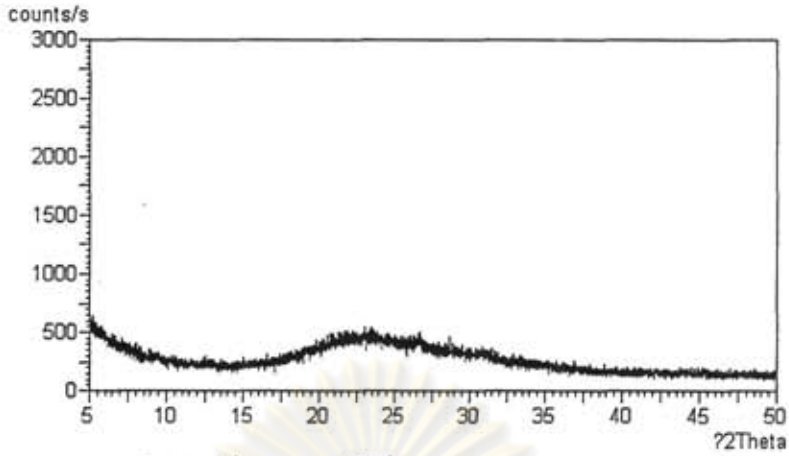


ภาพที่ 15 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 20 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

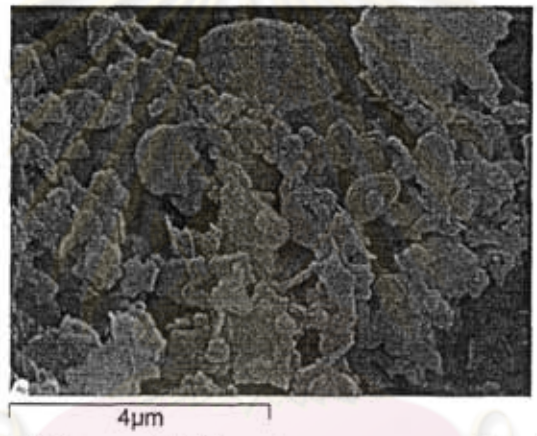


ภาพที่ 16 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 20 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 17 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

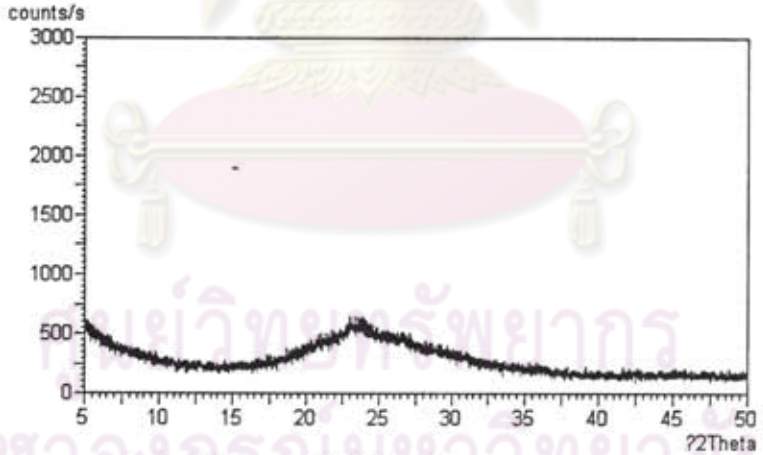


ภาพที่ 18 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 50 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 4 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

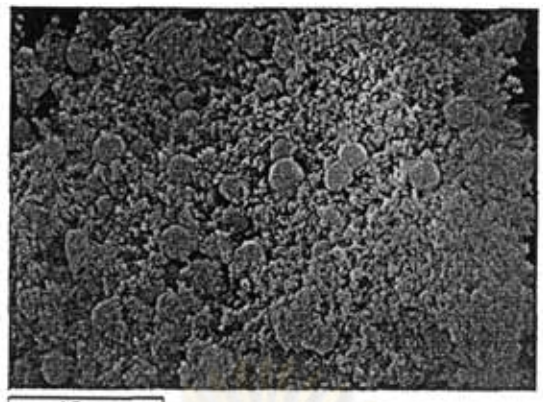
จากการวิเคราะห์ผลการทดลองในภาพที่ 13 จะเห็นได้ว่าเมื่อไม่มีการเจือจางสารละลายเจลเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อพิจารณาภาพที่ 14 จะเห็นได้ว่าซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ มีรูปทรงเป็นทรงเฮกซะโกนอล ผลึกมีความสม่ำเสมอ โดยหาขนาดเฉลี่ยได้ขนาดของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ประมาณ 3.7 ไมโครเมตร อย่างไรก็ตาม จากภาพที่ 15 ซึ่งเป็น XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่ทำการสังเคราะห์จากสภาวะที่มีการเพิ่มน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจลในปริมาณ 20 มิลลิลิตร พบว่าที่สภาวะนี้ก็ยังสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้แต่ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จะมีปริมาณลดลง คือประมาณ 29 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อทำการพิจารณาภาพ SEM ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จากสภาวะนี้ (ภาพที่ 16) พบว่าผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีรูปทรงเกือบกลม โดยขนาดของผลึกประมาณ 2.3 ไมโครเมตร ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จากสภาวะที่ไม่มีการเจือจางสารละลาย พบว่าผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีขนาดเล็กลง แต่ปริมาณของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ ก็จะมีปริมาณลดลงด้วย นอกจากนี้ ในสภาวะที่มีการเพิ่มน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจลในปริมาณ 50 มิลลิลิตร พบว่าที่สภาวะนี้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

ได้ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของแข็งอสัณฐาน ดังแสดงในภาพที่ 17 และ18 จะเห็นได้ว่า จากการที่สารละลายเจลเริ่มต้นในการสังเคราะห์นั้นมีความเจือจางมากเกินไป ทำให้สารตั้งต้นที่ใช้ในการก่อเกิดนิวเคลียสของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีไม่พอเพียง ดังนั้นจึงได้ทำการเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้มากขึ้น โดยเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เป็น 0.5 และใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ไปทำการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่อง XRD และ SEM พบว่า สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ และผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ มีความสม่ำเสมอ มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม และมีขนาดผลึก 4.6 ไมโครเมตร

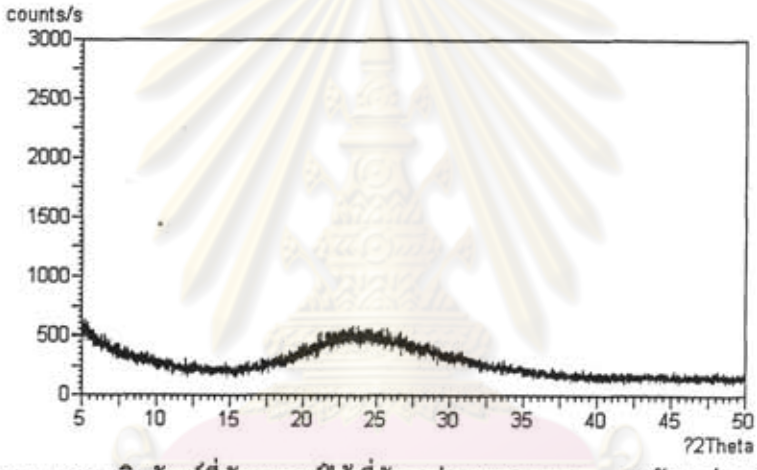
นอกจากนี้ ได้ทำเพิ่มระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ให้เป็น 6 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน $SiO_2/Al_2O_3 = 40$ อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3 = 0.5$ และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ โดยแปรค่าความเจือจางของสารละลายเจลด้วยปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปดังนี้ 50, 60, 70, 90, 110, 130, 150, 180 และ 200 มิลลิลิตร ตามลำดับ จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง XRD และเครื่อง SEM จะสังเกตได้ว่า เมื่อเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปจนถึง 180 และ 200 มิลลิลิตร ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD และ SEM (ดังแสดงในภาพที่ 19-22) แสดงให้เห็นว่าสภาวะในการสังเคราะห์ทั้ง 2 สภาวะนี้ ไม่สามารถยืนยันความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ อย่างไรก็ตามผู้วิจัยคาดว่า ผลึกที่ได้ยังคงเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แต่เนื่องจากขนาดผลึกเล็กมาก การยืนยันปริมาณผลึกโดยใช้ XRD จึงอาจคลาดเคลื่อนได้ (หมายเหตุ การเปรียบเทียบปริมาณของผลึกโดยใช้ความเข้มของพีค XRD จะแม่นยำเมื่อขนาดผลึกที่นำมาวิเคราะห์มีความสม่ำเสมอและเท่ากัน แต่ถ้าหากขนาดผลึกเล็กลงตามลำดับ ความเข้มของพีค XRD ก็จะลดลงตามลำดับเช่นกัน ซึ่งจะส่งผลเสมือนว่า ปริมาณของผลึกลดลงทั้งๆ ที่ปริมาณของผลึกจะยังคงเป็น 100% อยู่)



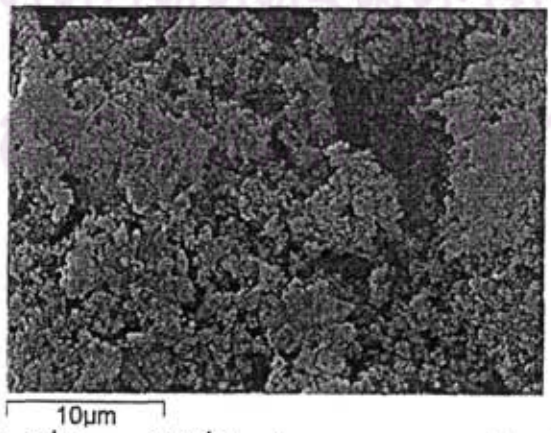
ภาพที่ 19 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน $SiO_2/Al_2O_3 = 40$ อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3 = 0.5$ ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ



ภาพที่ 20 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

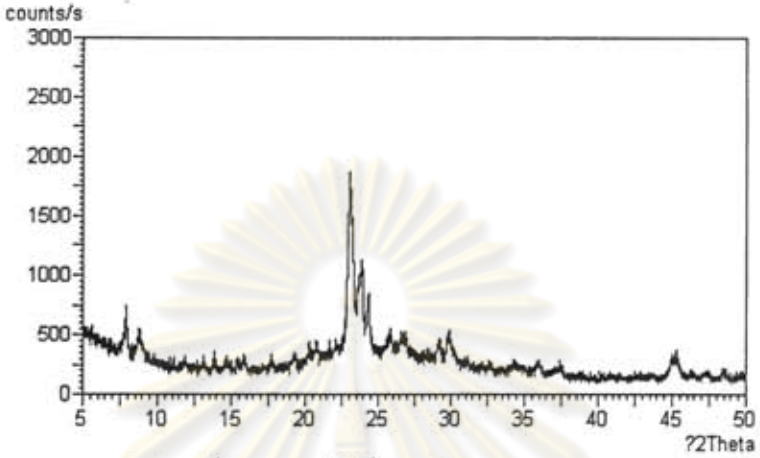


ภาพที่ 21 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

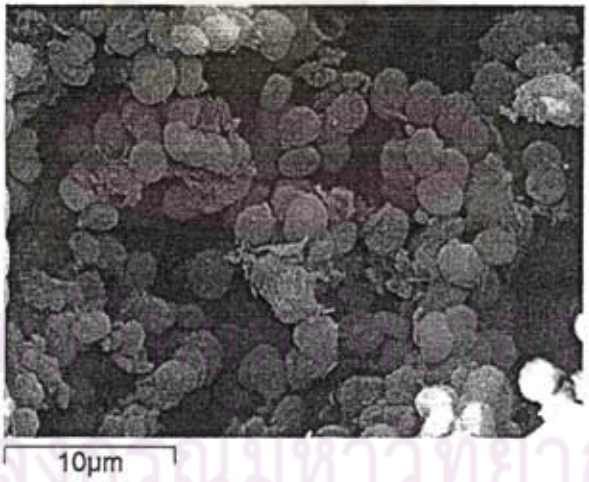


ภาพที่ 22 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

เมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์จาก 6 ชั่วโมงเป็น 8 ชั่วโมง และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และ SEM แสดงผลดังภาพที่ 23-26

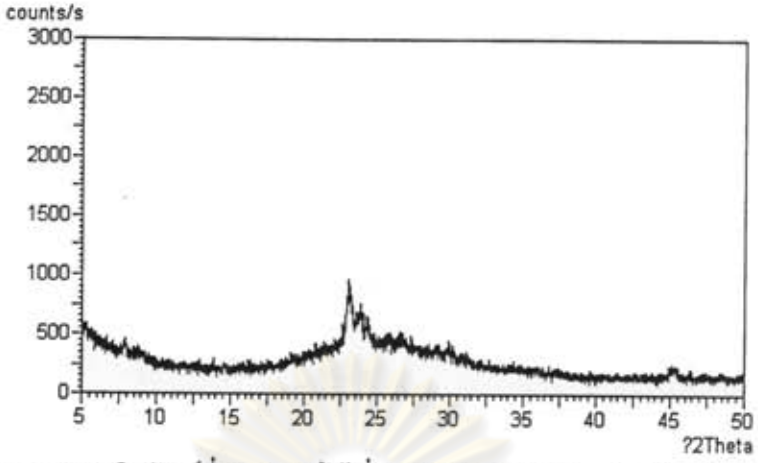


ภาพที่ 23 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

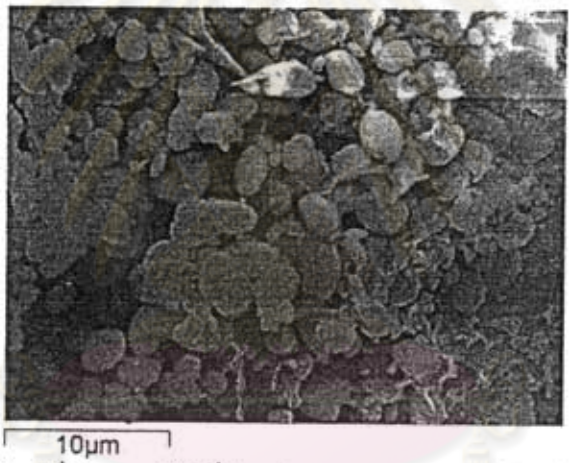


ภาพที่ 24 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 180 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 25 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ



ภาพที่ 26 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 0.5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

จากผลการวิเคราะห์พบว่า เมื่อเพิ่มระยะในการสังเคราะห์ให้เป็น 8 ชั่วโมง ในสภาวะที่ทำการเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไป 180 และ 200 มิลลิลิตร ตามลำดับ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ดังแสดงในภาพที่ 23 และ 25 และจากภาพที่ 24 และ 26 แสดงถึงลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ในภาพที่ 24 มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม ผลึกมีความสม่ำเสมอ และ ผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ในภาพที่ 26 มีลักษณะเป็นรูปทรงกลมรี ผลึกมีความสม่ำเสมอ หลังจากทำการหาปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ของทุกการทดลองที่ทำการทดลองเพื่อศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของสารละลายเจลเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้แสดงผลในตารางที่ 6

ตารางที่ 5 ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้ที่ความเข้มข้นของสารละลายเจลต่าง ๆ กัน

อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไป (มิลลิลิตร)	ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (% โดยน้ำหนัก)	ขนาด (ไมโครเมตร)
0.1	0	4	100	3.7
0.1	20	4	29	2.3
0.1	50	4	0	-
0.5	50	4	100	4.6
0.5	50	6	73	4.0
0.5	60	6	76	4.1
0.5	70	6	100	3.4
0.5	90	6	86	2.9
0.5	110	6	49	3.1
0.5	130	6	21	1.9
0.5	150	6	27	2.5
0.5	180	6	0	-
0.5	200	6	0	-
0.5	180	8	49	2.4
0.5	200	8	25	2.2

จากตารางที่ 5 จะเห็นได้ว่าการเพิ่มน้ำกลั่นเข้าไปเพื่อทำให้สารละลายเจลเริ่มต้นเจือจาง ทำให้ผลึกที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลง จนกระทั่งเมื่อเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจล 50 มิลลิลิตร จะไม่สามารถยืนยันความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ (เพื่อให้มั่นใจในผลการวิจัย ได้แน่นอน ในที่นี้จะถือว่ายังไม่ได้ผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5) เนื่องจากสารละลายเจลเริ่มต้นเจือจางมากเกินไป ทำให้สารตั้งต้นในการเกิดเป็นผลึกของซีโอไลต์มีไม่เพียงพอต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ดังนั้นจึงทำการเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้เท่ากับ 0.5 จากสภาวะดังกล่าวสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ในขณะเดียวกัน ได้ทำการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ให้เป็น 6 ชั่วโมง และทำการแปรค่าความเข้มข้นของสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์โดยการเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจล ซึ่งจะเห็นได้ว่าขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีแนวโน้มที่เล็กลง จนกระทั่งเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้สังเคราะห์จนถึง 180 และ 200 มิลลิลิตร พบว่าที่สภาวะทั้ง 2 สภาวะนี้ ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ดังนั้นจึงเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์ให้เป็น 8 ชั่วโมง และพบว่าสภาวะทั้งสองนี้สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ โดยขนาดของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สภาวะที่ทำการ

เพิ่มปริมาณน้ำกลั่นเข้าไปในสารละลายเจลเริ่มต้น 200 มิลลิลิตร สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ขนาดเล็กที่สุด คือ 2.2 ไมโครเมตร

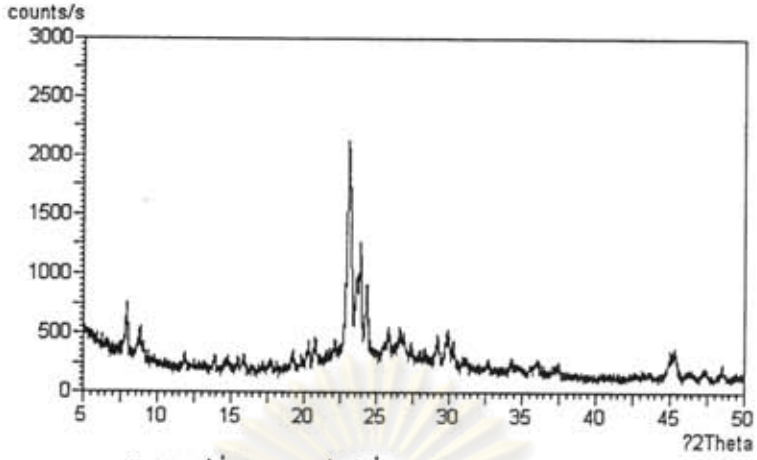
2.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา

ทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยขั้นแรกสภาวะที่ใช้ทำการทดลองได้แก่ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้นเท่ากับ 3 บรรยากาศ อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง และได้เปลี่ยนอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 0.1, 0.2, 0.5, 2.5, และ 5 ตามลำดับ ผลการวิจัยเป็นดังนี้

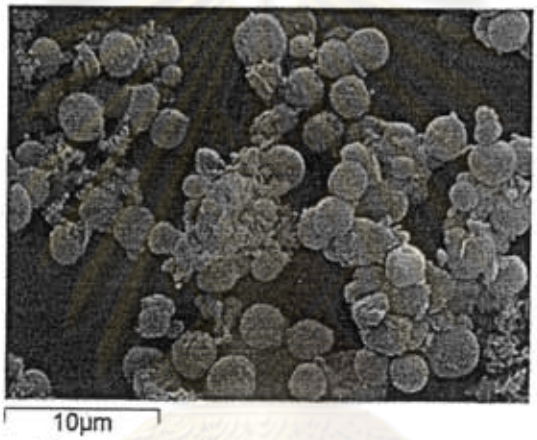
จากสภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้นเท่ากับ 3 บรรยากาศ อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง และได้เปลี่ยนอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 0.1, 0.2, 0.5, 2.5, และ 5 ตามลำดับ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 พบว่าที่อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 ผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีรูปทรงเฮกซะโกนอล และที่อัตราส่วนโดย $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.2, 0.5, 2.5, และ 5 รูปร่างผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม และมีความสม่ำเสมอ โดยขนาดของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลงเมื่ออัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เพิ่มขึ้น

เมื่อเพิ่มปริมาณน้ำเข้าไปในสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ 200 มิลลิลิตร อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.5 อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 8 ชั่วโมง สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ผลึกที่มีขนาดเล็กที่สุด ในสภาวะที่ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายเจล ดังนั้นจึงนำสภาวะนี้มาใช้ในการศึกษาผลของอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ที่มีผลต่อขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยแปรค่าอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เป็น 0.1, 1, 5 และ 10 ตามลำดับ จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติและคุณลักษณะเฉพาะ

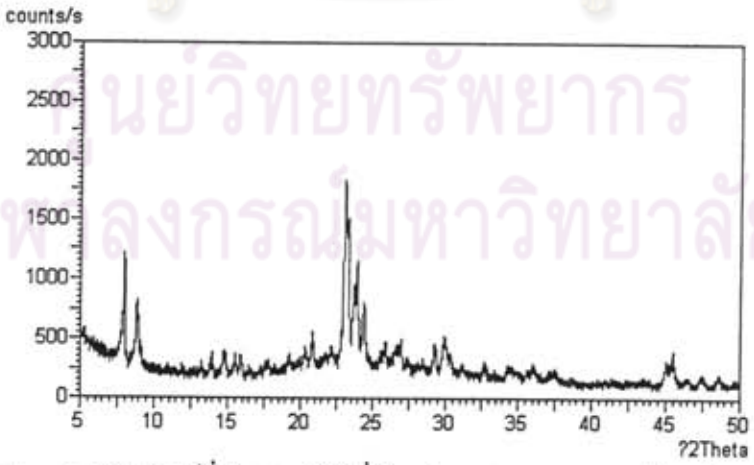
จากผลการวิจัยพบว่า ที่สภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.1 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร และระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของแข็งอสัณฐาน สาเหตุที่สภาวะนี้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้อาจเนื่องมาจากสารละลายเจลเริ่มต้นเจือจางมากเกินไป และสารโครงสร้างในระบบไม่เพียงพอต่อการเกิดนิวเคลียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้ เมื่อเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้มากขึ้น พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ โดยผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มีลักษณะเป็นทรงกลม มีขนาดสม่ำเสมอ และมีขนาดประมาณ 2.1-2.5 ไมโครเมตร (ภาพที่ 27-28) แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เป็น 10 พบว่า ผลึกของซีโอไลต์มีลักษณะของรูปทรงกลม มีขนาดผลึกประมาณ 1.734 ไมโครเมตร อีกทั้งยังมีของแข็งอสัณฐานปะปนอยู่ในผลิตภัณฑ์อีกด้วย (ภาพที่ 29-30) ค่าของปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ได้จากการสังเคราะห์ แสดงในตารางที่ 6



ภาพที่ 27 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

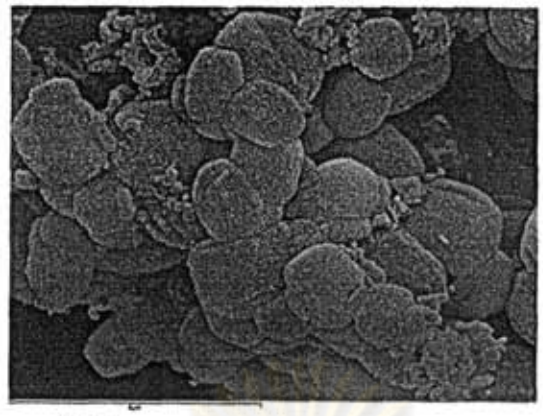


ภาพที่ 28 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 5 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ



ภาพที่ 29 XRD pattern ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 30 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 = 40 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ = 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไปเท่ากับ 200 มิลลิลิตร ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง และความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ

ตารางที่ 6 ปริมาณและขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบ ที่อัตราส่วนโดยโมลของเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินาต่าง ๆ กัน

อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใส่เข้าไป (มิลลิลิตร)	ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ปริมาณซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (% โดยน้ำหนัก)	ขนาด (ไมโครเมตร)
0.1	0	4	100	3.7
0.2	0	4	100	3.3
0.5	0	4	100	2.7
2.5	0	4	81	3.4
5	0	4	71	2.4
0.1	200	8	0	-
1	200	8	57	2.1
5	200	8	62	2.5
10	200	8	51	1.7

จากตารางที่ 6 แนวโน้มขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดเล็กลง เมื่อเพิ่มอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้มากขึ้น เนื่องจากสารโครงสร้างทำหน้าที่ช่วยในการตกผลึกของซีโอไลต์ และเมื่อมีสารโครงสร้างในปริมาณที่มากจะทำให้โอกาสในการเกิดซีโอไลต์มีมากขึ้น ดังนั้นผลึกที่ได้จึงมีขนาดเล็กลง โดยสภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้มีขนาดเล็กที่สุดคือ ที่สภาวะที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

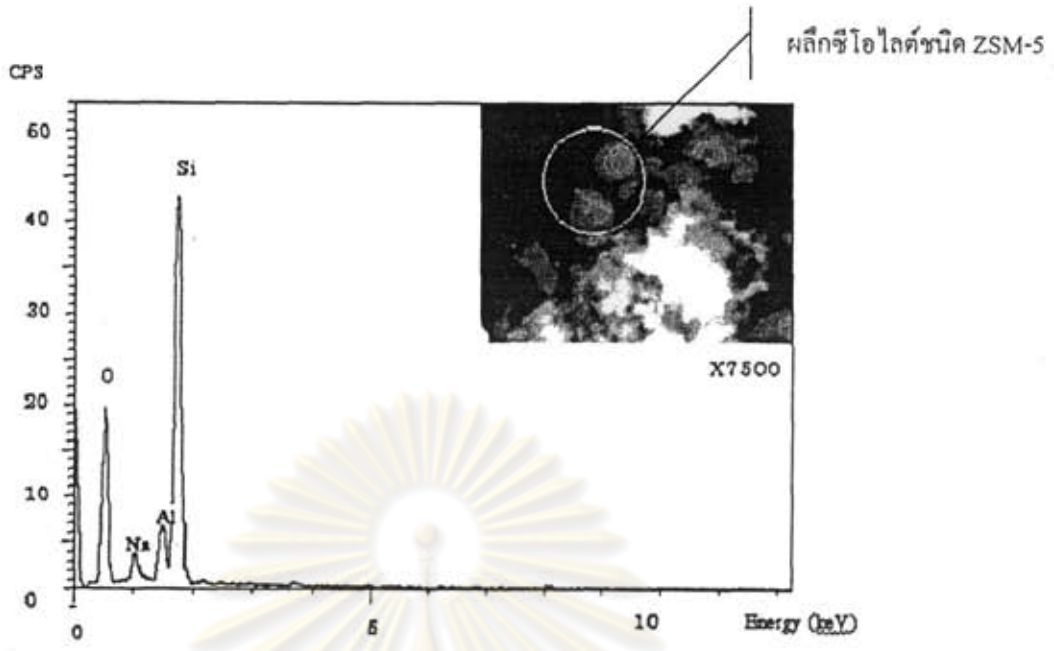
อัตราส่วน TPABr/Al_2O_3 เท่ากับ 10 ปริมาณน้ำที่เพิ่มเข้าไปในสารละลายเจลเริ่มต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ 200 มิลลิลิตร ค่า pH เท่ากับ 11 ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 8 ชั่วโมง โดยขนาดผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้คือ 1.7 ไมโครเมตร และจากการพิจารณาภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะนี้ (ภาพที่ 30) พบว่ามีทั้งผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐานปะปนกันอยู่ในผลิตภัณฑ์ ดังนั้นจึงได้นำซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะนี้ มาทำการหาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง SEM-EDS เพื่อทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐานที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกัน แสดงดังตารางที่ 7 และแสดง Acquisition spectrum ขององค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐาน ดังภาพที่ 31 และ 32 ตามลำดับ

ตารางที่ 7 องค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐานที่สังเคราะห์ได้

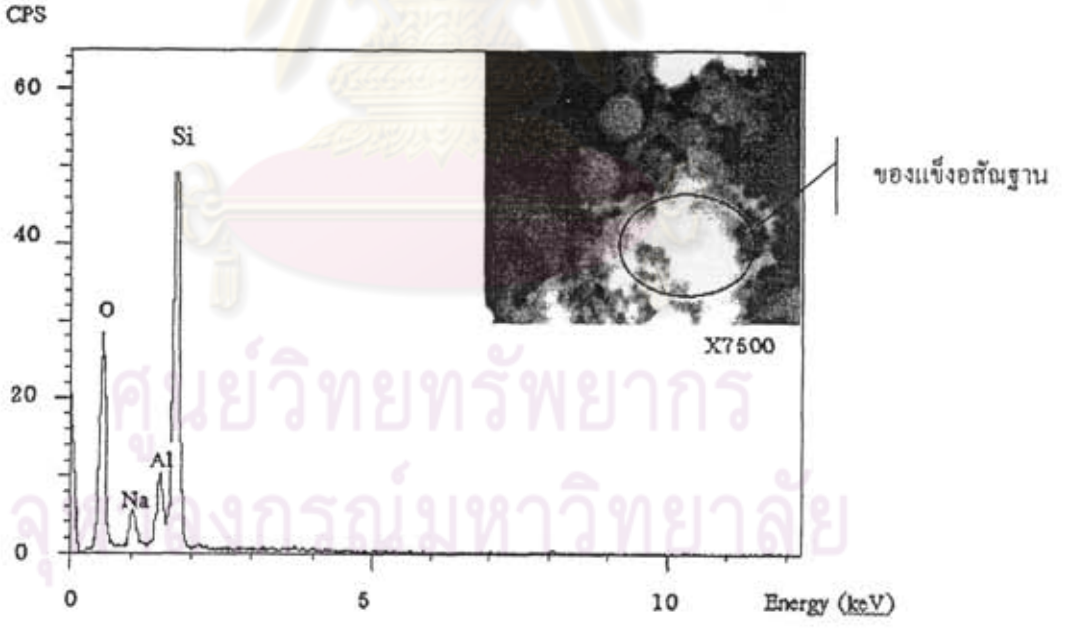
ธาตุ	% ของธาตุแต่ละชนิดในซีโอไลต์ (ส่วนของผลึก)	% ของธาตุแต่ละชนิดในซีโอไลต์ (ส่วนของของแข็งอสัณฐาน)
Si	32.6	30.9
Al	3.7	4.16
Na	4.5	5.3
O	59.1	59.6
Si/Al	8.8	7.4

จากตารางที่ 7 พบว่าองค์ประกอบทางเคมีของผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และของแข็งอสัณฐานที่สังเคราะห์ได้ มีอัตราส่วนของ Si/Al เท่ากับ 8.8 และ 7.4 ตามลำดับ ซึ่งเป็นสัดส่วนที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่า ของแข็งอสัณฐานที่พบในผลิตภัณฑ์นี้ คือ ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 หากแต่มีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก (ประมาณ 220 นาโนเมตร) จึงทำให้ไม่แสดง peak ของ XRD pattern ที่ชัดเจน (จึงให้ผลเป็นของแข็งอสัณฐาน) ซึ่งหากยืดระยะเวลาในการสังเคราะห์ให้มากขึ้น ก็จะมีขนาดใหญ่ขึ้น และสามารถตรวจสอบโดย XRD ได้นั่นเอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 31 Acquisition spectrum ขององค์ประกอบทางเคมีในผลึกซีโอไลต์ชนิด ZSM-5



ภาพที่ 32 Acquisition spectrum ขององค์ประกอบทางเคมีในของแข็งอสัณฐาน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าแกลบ เพื่อหาสภาวะที่สามารถสังเคราะห์ ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ให้มีขนาดเล็กที่สุด ภายใต้ตัวแปรที่ทำการ โดยในขั้นแรกคือการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 และค่า pH สามารถสรุปสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ดังนี้

จากการศึกษาพบว่าที่แต่ละอัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 จะมีค่า pH ค่าหนึ่งที่มีความเหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยในงานวิจัยนี้ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 มีความเหมาะสมกับ ค่า pH เท่ากับ 11 ดังนั้น สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 มากที่สุด ได้แก่ ที่อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่า pH เท่ากับ 11 อัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 0.5 อุณหภูมิเท่ากับ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้นเท่ากับ 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 4 ชั่วโมง พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ผลึกรูปทรงกลมได้ในปริมาณ 100 % และมีขนาดผลึก 2.7 ไมโครเมตร

ขั้นต่อมาคือ สภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ให้มีขนาดเล็กที่สุด โดยตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้แก่ ความดันเริ่มต้น ความเข้มข้นของสารละลายเจล และอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ จากการศึกษาพบว่าสภาวะที่ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้มีขนาดเล็กกว่าสภาวะที่ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ โดยเมื่อเพิ่มปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายเจลเริ่มต้นและอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ ให้มากขึ้นสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ ในแนวโน้มที่มีขนาดเล็กลง ซึ่งสภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ขนาดเล็กที่สุด คือ อัตราส่วน SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 40 ค่าความเป็นกรดด่าง 11 เมื่อใช้อัตราอัตราส่วน $TPABr/Al_2O_3$ เท่ากับ 10 ปริมาณน้ำกลั่นที่เพิ่มเข้าไป 200 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 3 บรรยากาศ และระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ 8 ชั่วโมง โดยสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ขนาดผลึก 1.7 ไมโครเมตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

กองศูนย์ข้อมูลเชื้อเพลิงแข็ง ส่วนสำรวจแหล่งเชื้อเพลิงแข็ง การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. 2537. **ธรรมชาติและคุณสมบัติของถ่านหิน รายงานเลขที่ 702-03-3707.** 71 น.

จำรัส ลิ้มตระกูล. 2540. เคมีของซีโอไลต์. **วารสารวิทยาศาสตร์ของสมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทย** 51(6): 420-423.

ชัย จาตุรพิทักษ์กุล, สุรเชษฐ์ จึงเกษมโชคชัย และ วราภรณ์ คุณาวนากิจ. 2542. คุณสมบัติพื้นฐานทางเคมีและกายภาพของเถ้าลอย. **วารสารการไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย** 4 : 13-24.

เชาวนีย์ ชีวชูเกียรติ. 2544. **การปรับปรุงคุณภาพดินเหนียวอ่อนกรุงเทพฯ โดยซีเมนต์และเถ้าแกลบ.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

ธีรพงษ์ นามโท. 2543. **การผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าลอยของถ่านหินลิกไนต์.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

บุญมาก รุ่งเรือง. 2541. **การศึกษาส่วนผสมของกากแคลเซียมคาร์ไบด์และเถ้าแกลบเพื่อใช้เป็นวัสดุประสาน.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

ประพัฒน์ บุราณจันทร์ และกิตติชัย บุณยฤทธิชัยกิจ. 2543. **การผลิตซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากเถ้าลอยลิกไนต์โดยใช้แกลบเป็นแหล่งซิลิกา.** โครงงานปริญญาตรี, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

รสนา ธานีรัตน์. 2545. **การผลิตซีโอไลต์ชนิด Y จากเถ้าลอยของถ่านหินลิกไนต์และเถ้าแกลบ.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

มณี สำราญ. 2545. **การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากแกลบ.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

สายฝน หาญโยธี. 2547. **การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 บริสุทธิ์สูงจากเถ้าลอยของลิกไนต์และซิลิกาจากเถ้าแกลบ.** วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

สุภาพ ศิลปคัมภีรภาพ และ สุพจน์ อ้วนเจริญกุล. 2538. **การเตรียมและการตรวจสอบคุณภาพของซิลิกาเจลที่ได้จากเถ้าแกลบ.** โครงงานปริญญาตรี, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Amrhein, C., G.H. Haghnia, T.S. Kim, P.A. Mosher, R.C. Gagajena, T. Amgnios and L. De La Tore. 1996. Synthesis and properties of zeolites from coal fly ash. **Environ. Sci. Technol.** 30(3) : 735-742.

Bergaut, V. and A. Singer. 1996. High capacity cation exchanger by hydrothermal zeolitization of coal fly ash. **Appl. Clay Sci.** 10 : 369-378.

Bhatia, S. 1990. **Zeolite Catalysis : Principles and Applications**. CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida. 290 p.

Breck, D.W. 1974. **Zeolite Molecular Sieves : Structure, Chemistry and Use**. John Wiley & Sons, Inc., New York. 711 p.

Chang, H. - L. and W. - H. Shih. 1998. A general method for the conversion of Fly ash into, zeolites as ion exchangers for cesium. **Ind. Eng. Chem. Res.** 37 : 71-78.

_____. 2000. Synthesis of zeolites A and X from fly ashs and their ion-exchange behavior with cobalt ions. **Ind. Eng. Chem. Res.** 39 : 4185-4191.

Chol, C.L., M. Park., D.H. Lee., J.-E. Kim., B.-Y. Park and J. Chol. 2001. Salt-thermal zeolitization of fly ash. **Environ. Sci. Technol.** 35 : 2812-2816.

Chareonpanich, M., Namto, T., Kongkachuichay, P. and Limtrakul, J. 2004. Synthesis of ZSM-5 zeolite from lignite fly ash and rice husk ash. **Fuel Processing Technology** 85(15): pp 1623-1634.

Dyer, A. 1988. **An Introduction to Zeolite Molecular Sieves**. John Wiley & Sons, Inc., New York, New York. 149 p.

Hollman, G.G., G. Steenbruggen and M. Janssen-Jurkovicova. 1999. A two-step process for the synthesis of zeolites from coal fly ash. **Fuel**. 78 : 1225-1230.

Hari, S.N. 2000. **Handbook of nanostructured materials and nanotechnology**. Academic Press, San Diego, California.

Jacobsen, C.J.H., C. Madsen, T.V.W. Janssens, H.J. Jakobsen and J. Skibsted. 2000. Zeolites by confined space synthesis-characterization of the acid sites in nanosized ZSM-5 by ammonia desorption and $^{27}Al/^{29}Si$-MAS NMR spectroscopy. **Microporous and Mesoporous Materials** 39: 393-401.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Jung, K.T. and Y.G. Shul. 2001. Preparation of ZSM-5 zeolite film and its formation mechanism. **Journal of Membrane Science** 191: 189-197.

Kenneth, J.K. 2001. **Nanoscale materials in chemistry**. Wiley-Interscience, New York.

Lin, C. – F. and H. – C. Hsi. 1995. Resource recovery of waste fly ash : Synthesis of zeolite-like materials. **Environ. Sci. Technol.** 29(4) : 1109-1117.

Lopez-Salinas, E., P. Salas, I. Schifter, M. Moran, S. Castillo and E. Mogica. 1997. Reduction of NO by CO using a zeolite catalyst obtained from fly ash. **Progress in zeolite and Microporous Materials Studies in Surface Science and Catalysis**. 105 : 1565-1570.

Mintova, S., M. Wagner and T. Bein. 2002. Crystallisation of Nanosized ZSM-5 Zeolite: Effect of Silica Source, poster. **Deutsche Zeolith Tagung 14th**.

Murayama, N., H. Yamamoto and J. Shibata. 2002. Mechanism of zeolite synthesis from coal fly ash by alkali hydrothermal reaction. **Int. J. Miner. Procrss.** 64 : 1-17.

Querol., X., A. Alastuey, A. LoPez-Soler and F. Plana. 1997a. A fast method for recycling Fly ash Microwave-assisted zeolite synthesis. **Environ. Sci. Technol.** 31(a) : 2527-2533.

_____. 1997b. Synthesis of Na-zeolites from fly ash. **Fuel.** 78(8) : 793-799.

_____. 2001. Synthesis of zeolites from fly ash at pilots plant scale. Examples of potential applications. **Fuel.** 80 : 857-865.

Rawtani, A. V., M.S. Rao and K.V.G.K. Gokhale. 1989. Synthesis of ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. **Ind. Eng. Chem. Res.** 28 : 1411-1414.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณเถ้าแกลบที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต และปริมาณสารโครงสร้างเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. <u>ตัวอย่างการคำนวณปริมาณเถ้าแกลบที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาและอะลูมินาต่าง ๆ กัน</u>

การเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตจากเถ้าแกลบที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาและอะลูมินาต่าง ๆ กัน จำเป็นต้องทราบองค์ประกอบของซิลิกาและอะลูมินาที่มีในเถ้าแกลบ และมวลโมเลกุลของซิลิกากับอะลูมินา ซึ่งสามารถแสดงได้ดังนี้

องค์ประกอบของซิลิกาในเถ้าแกลบ = 99.70 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

องค์ประกอบของอะลูมินาในเถ้าแกลบ = 0.10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

องค์ประกอบของอะลูมินาโซเดียมอะลูมิเนต = 53 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

มวลโมเลกุลของซิลิกา = 60.09

มวลโมเลกุลของอะลูมินา = 101.96

เงื่อนไข

โซเดียมอะลูมิเนต 0.35 กรัม

อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา (SiO_2/Al_2O_3) = 40

โดยที่ x คือ ปริมาณของเถ้าแกลบที่ต้องเติม (กรัม)

การคำนวณ

น้ำหนัก Al_2O_3 ในโซเดียมอะลูมิเนต คิดเป็นกรัมโมล = $\frac{0.35}{101.96} \times 0.53 = 1.8193 \times 10^{-3}$ กรัมโมล

น้ำหนัก SiO_2 ที่ได้จากเถ้าแกลบ = $(x) \times 0.997 = 0.997\,(x)$ กรัม

คิดเป็นกรัมโมล = $\frac{0.997 \times (x)}{60.09} = 0.01659\,(x)$ กรัมโมล

น้ำหนัก Al_2O_3 ที่ได้จากเถ้าแกลบ = $(x) \times 0.001 = 0.001\,(x)$ กรัม

คิดเป็นกรัมโมล = $\frac{0.001 \times (x)}{101.96} = 9.8078 \times 10^{-6}(x)$ กรัมโมล

โดย $\frac{SiO_2}{Al_2O_3} = 40 = \frac{0.01659 \times (x)}{1.8193 \times 10^{-3} + [9.8078 \times 10^{-6}(x)]}$

จากการแก้สมการข้างต้น ค่าของ x เท่ากับ 4.49

∴ น้ำหนักของเถ้าแกลบที่ต้องการเท่ากับ 4.49 กรัม

ในสารละลายโซเดียมซิลิเกตประกอบด้วย SiO_2 27 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)

น้ำหนักของซิลิกาในเถ้าแกลบ = 4.49 x 0.9990 = 4.48551 กรัม

ดังนั้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอยู่ 0.1 คิดเป็นปริมาณ $\frac{4.48551 \times 0.1}{0.27 \times .99} = 1.678$ กรัม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หมายเหตุ NaOH บริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์

และ น้ำที่มีอยู่ 0.63 คิดเป็นปริมาณ $0.63 \times \frac{4.48551}{0.27} = 10.47$ กรัม

หรือคิดเป็น 10.47 มิลลิลิตร

ดังนั้นที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 เตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยใช้เถ้าแกลบ 4.49 กรัม ผสมกับ NaOH 1.678 กรัม และทำการปรับปริมาตรโดยใช้น้ำกลั่นให้ได้ 10.47 มิลลิลิตร

2. <u>การคำนวณหาปริมาณสารโครงสร้างเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) เพื่อปรับอัตราส่วนเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา ($TPABr/Al_2O_3$)</u>

เงื่อนไข

โซเดียมอะลูมิเนต 0.35 กรัม

อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา (SiO_2/Al_2O_3) = 40

เตตระโพพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่ออะลูมินา ($TPABr / Al_2O_3$) = 0.50

x คือ จำนวนโมลของเตตระโพพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (กรัมโมล)

การคำนวณ

น้ำหนัก Al_2O_3 ในโซเดียมอะลูมิเนต คิดเป็นกรัมโมล = $\frac{0.35}{101.96} x0.53 = 1.8193x10^{-3}$ กรัมโมล

น้ำหนัก Al_2O_3 ที่ได้จากเถ้าแกลบ คิดเป็นกรัมโมล = $\frac{4.49}{101.96} x(0.001) = 4.404x10^{-5}$ กรัมโมล

$$\text{โดย } \frac{TPABr}{Al_2O_3} = 0.50 = \frac{x}{(1.8193\times10^{-3}) + (4.404x10^{-5})}$$

จากการแก้สมการข้างต้น ค่าของ x เท่ากับ กรัมโมล $9.3167 x10^{-4}$

เนื่องจาก TPABr มีน้ำหนักโมเลกุล 266.27 กรัมต่อกรัมโมล และมีความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ สามารถคำนวณน้ำหนัก TPABr ที่ต้องการได้ดังนี้

$$(0.00147gr\ ammole)x\left(\frac{266.27gram}{1grammole}\right)x\frac{1}{0.98} = 0.2531 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นต้องใช้สารโครงสร้างเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ปริมาณ 0.2531 กรัม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย