

การสังเคราะห์ซีไอไลต์ได้จากกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว

นายรัชชา สามพิมพ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF Na-A ZEOLITE FROM SPENT SILICA - ALUMINA

Mr. Tatcha Sampim

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

Department of Environmental Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2010

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากชิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว
โดย	นายรัชชา สามพิมพ์
สาขาวิชา	วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.เพ็ชรพร เชาวกิจเจริญ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร. ดวงกมล นันทศรี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์  
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศหิรัญวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร. อรทัย ชวาลภาฤทธิ์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(รองศาสตราจารย์ ดร.เพ็ชรพร เชาวกิจเจริญ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม  
(อาจารย์ ดร. ดวงกมล นันทศรี)

..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิบูลย์ลักษณะ ฟุ้งรัมย์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงรัตน์ อินทร)

รัชชา สามพิมพ์ : การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว.  
(SYNTHESIS OF Na-A ZEOLITE FROM SPENT SILICA - ALUMINA)  
อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ.ดร.เพ็ชรพร เชาวกิจเจริญ, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์  
ร่วม อ.ดร. ดวงกมล นันทศรี, 134 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว ซึ่งปรับสภาพด้วยการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มาใช้เป็นแหล่งของซิลิกา-อะลูมินาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ การทดลองนี้จะใช้องค์ประกอบเริ่มต้นเดียวกันตามสัดส่วนโดยโมลดังนี้  $Al_2O_3 : 1.926 SiO_2 : 3.165 Na_2O : 128 H_2O$  โดยแบ่งวิธีการสังเคราะห์ออกเป็น 3 ส่วนคือ ศึกษาการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ศึกษาการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ และศึกษาการสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ คือ การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยละลายกากที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการรอกกากที่ไม่ละลายทิ้งจากนั้นผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที สุดท้ายสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 และ 4 ชั่วโมง ผลการศึกษาพบว่าซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้มีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 97.03 และ 100 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะโครงสร้างภายนอกเป็นทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ที่ชัดเจนจากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และพบว่ามีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม เท่ากับ 277.01 และ 293.50 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส ตามลำดับ ซึ่งพบว่าผ่านเกณฑ์มาตรฐานอุตสาหกรรม (มอก. 1422/2540) ทั้งสองสภาวะ โดยได้กำหนดมาตรฐานไว้ที่ 270 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส

ภาควิชา วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม .....ลายมือชื่อ.....  
สาขาวิชา วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม .....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก .....  
ปีการศึกษา 2553 .....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม .....

# # 5170327221 : MAJOR ENVIRONMENTAL ENGINEERING

KEYWORDS : ALUMINA-SILICA WASTE/ Na-A ZEOLITE / WASTE UTILIZATION/  
HYDROTHERMAL/ MICROWAVE

TATCHA SAMPIM : SYNTHESIS OF Na-A ZEOLITE FROM SPENT  
SILICA- ALUMINA. THESIS ADVISOR : ASSOC.PROF. PETCHPORN  
CHAWAKITCHAREON, Ph.D., THESIS CO-ADVISOR : DUANGAMOL  
NUNTASRI, Ph.D., 134 pp.

This research investigated the synthesis of Na-A zeolite by using spent silica-alumina, that submitted to screening at 200 mesh and to calcination at 700 °C, were used as a silica-alumina source for Na-A zeolite synthesis. This experiment using the same starting material following composition:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 1.926  $\text{SiO}_2$  : 3.165  $\text{Na}_2\text{O}$  : 128  $\text{H}_2\text{O}$ . The method of synthesis was divided into 3 parts. Part I, the effects of hydrothermal synthesis. Part II, the effects of microwave synthesis. Part III, the effects of mixed synthesis. The optimum conditions to synthesize Na-A zeolite was reported. Pretreated Silica-alumina was dissolved with sodium hydroxide solution at 60 °C for 24 h. Then, filtered the insoluble waste left. After that, Mixed the reactant rapidly at 60 °C for 10 min. Finally, synthesized at 90 °C for 3 and 4 h, The result indicated that the synthesize Na-A zeolite giving the crystallinity of 97.03 % and 100 % respectively. The scanning electron microscope reported that the synthesize Na-A zeolite were obviously cubic in shape. The cation exchange capacities were found at 277.01 and 293.50 mg of calcium/g of zeolite anhydrous respectively. The both values still within the TIS 1422/2540 (270 mg of calcium/g of zeolite anhydrous).

Department : Environmental Engineering..... Student's Signature .....

Field of Study : Environmental Engineering..... Advisor's Signature .....

Academic Year : 2010..... Co-Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยความอนุเคราะห์ช่วยเหลือจากบุคคลหลายท่าน ผู้วิจัย  
จึงขอกราบขอบพระคุณต่อผู้ที่ให้ความอนุเคราะห์ดังต่อไปนี้

รองศาสตราจารย์ ดร.เพ็ชรพร เซาวกิจเจริญ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ให้  
คำปรึกษา แนะนำทาง หลักการในการดำเนินงานวิจัย และแก้ไขในสิ่งที่บกพร่องมาตลอด  
ระยะเวลาการทำงานวิจัย ซึ่งมีส่วนสำคัญมากในการทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

อาจารย์ ดร. ดวงมล นันทศรี อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผู้ให้คำปรึกษา เอื้อเพื่อ  
อุปกรณ์ในการทำงานวิจัย แนะนำทาง หลักการในการดำเนินงานวิจัย และแก้ไขในสิ่งที่บกพร่อง  
มาตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัย ซึ่งมีส่วนสำคัญมากในการทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

รองศาสตราจารย์ ดร.อรทัย ชวาลภาฤทธิ์ ที่กรุณาเป็นประธานในการสอบวิทยานิพนธ์  
ตลอดจน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิบูลย์ลักษณะ ฝั่งรัมย์ และ รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงรัตน์  
อินทร ที่ได้ให้คำปรึกษาจนวิทยานิพนธ์สำเร็จได้ด้วยดี

คณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์  
มหาวิทยาลัย ทุกท่านที่ได้อบรมสั่งสอนและให้ความรู้

ขอขอบคุณ ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์ ปีการศึกษา 2553 จากบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์  
มหาวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนค่าใช้จ่ายจนวิทยานิพนธ์สำเร็จได้ด้วยดี

ขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ และน้องๆ ทั้งที่คณะวิทยาศาสตร์และคณะวิศวกรรมศาสตร์ทุกคนที่  
ให้ความช่วยเหลือ ให้กำลังใจ ให้คำปรึกษา และดูแลกันและกันในระหว่างการทำวิจัยมาโดย  
ตลอด

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ .....	ฉ
สารบัญ .....	ช
สารบัญตาราง .....	ฎ
สารบัญภาพ .....	ณ

## บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา .....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย .....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ .....	3

## บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ซีโอไลต์ .....	4
2.2 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์ .....	6
2.3 ซีโอไลต์เอ .....	18
2.4 การเกิดซีโอไลต์ .....	18
2.4.1 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ.....	18
2.4.2 ซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมี.....	19
2.5 กระบวนการสังเคราะห์ของซีโอไลต์ .....	20
2.5.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล .....	20
2.5.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไมโครเวฟ.....	21
2.6 กลไกการเกิดผลึก.....	21
2.6.1 การอิมิตัววดยิ่ง .....	22
2.6.2 การเกิดนิวเคลียส .....	22
2.6.3 การเติบโตของผลึกซีโอไลต์ .....	22

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.7 สมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์ .....	23
2.7.1 การแลกเปลี่ยนไอออน .....	24
2.7.2 การดูดซับน้ำ .....	24
2.7.3 การัดขนาดและรูปร่างของโมเลกุลที่ผ่านเข้าออก .....	24
2.7.4 สมบัติที่สำคัญอื่นๆ .....	24
2.8 การประยุกต์ใช้ซีโอไลต์ในปัจจุบัน .....	24
2.8.1 สารลดความกระด้างของน้ำ (water softener).....	24
2.8.2 ตัวแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange resin).....	25
2.8.3 ตัวดูดซับ (adsorption) .....	25
2.8.4 ตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวแยกโมเลกุล .....	25
2.8.5 ประโยชน์อื่นๆ .....	26
2.9 กระบวนการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ .....	26
2.9.1 สารแอนทราควิโนน .....	28
2.9.2 ความเป็นพิษของสารแอนทราควิโนน .....	28
2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	28
2.10.1 งานวิจัยการนำกากซีลิกา-อะลูมินาไปใช้ประโยชน์ .....	28
2.10.2 งานวิจัยการสังเคราะห์ซีโอไลต์ .....	29

### บทที่ 3 แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุประสงค์ .....	35
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง .....	35
3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย .....	35
3.3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย .....	35
3.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ .....	38
3.4 การดำเนินงานวิจัย .....	39
3.4.1 ศึกษาลักษณะสมบัติของกากซีลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น..	39
3.4.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ได้ด้วยวิธีต่างๆ .....	39



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.4.2.1	ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล .....	40
3.4.2.1.1	ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น.....	40
1)	ศึกษาผลของการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซีลิกา- อะลูมินาในขั้นตอนเดียว .....	41
2)	ศึกษาการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ.....	42
3)	ศึกษาการละลายกากที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ.....	43
3.4.2.1.2	ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผสมสารตั้งต้น.....	44
1)	ศึกษาผลของเวลาในการผสมสารตั้งต้น .....	44
2)	ศึกษาผลของการกรองกากที่ไม่ละลายก่อนการผสมสารตั้งต้น ....	45
3)	ศึกษาผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น .....	46
3.4.2.1.3	ศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล .....	47
3.4.2.2	ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไมโครเวฟ .....	48
3.4.2.3	ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีแบบผสม .....	49
3.4.2.3.1	ศึกษาผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	49
3.4.2.3.2	ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	50
3.4.2.4	ศึกษาการปรับปรุงขั้นตอนการละลายในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	51
3.4.2.4.1	ศึกษาผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ...	51
3.4.2.4.2	ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ .....	52
3.4.3	ศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์แต่ละวิธี.53	

### บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1	วิเคราะห์สมบัติของกากซีลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น .....	54
4.1.1	วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF).....	55

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.1.2 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกในกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD).....	
56	
4.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีต่างๆ .....	57
4.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล .....	57
4.2.1.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินา..	57
1) ศึกษาผลของการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซีลิกา-อะลูมินาในขั้นตอนเดียว .....	58
2) ศึกษาการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	59
3) ศึกษาการละลายกากที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	60
4.2.1.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผสมสารตั้งต้น.....	61
1) ศึกษาผลของเวลาในการผสมสารตั้งต้น .....	61
2) ศึกษาผลของการรอกกากที่ไม่ละลายในการผสมสารตั้งต้น .....	62
3) ศึกษาผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น .....	63
4.2.1.3 ศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล.....	63
4.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไมโครเวฟ .....	71
4.2.3 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีแบบผสม .....	73
4.2.3.1 ศึกษาผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	73
4.2.3.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	75
4.2.4 ศึกษาการปรับปรุงขั้นตอนการละลายในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	78
4.2.4.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ .....	78
4.2.4.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ .....	79
4.3 ศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์แต่ละวิธี .....	80
4.4 การคำนวณพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์แต่ละวิธี.....	82
4.4.1 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการปรับปรุงกากซีลิกา-อะลูมินา.....	82

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.4.2 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาด้วยเครื่อง กวนแบบให้ความร้อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง .....	83
4.4.3 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาด้วย ไมโครเวฟเป็นเวลา 2 ชั่วโมง .....	83
4.4.4 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการผสมสารตั้งต้นด้วยเครื่องกวนแบบให้ ความร้อนเป็นเวลา 1/6 ชั่วโมง .....	83
4.4.5 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยตู้อบไฟฟ้า เป็นเวลา 3 ชั่วโมง .....	84
4.4.6 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยตู้อบไฟฟ้า เป็นเวลา 4 ชั่วโมง .....	84
4.5 ผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมในงานวิจัยนี้ .....	85
<b>บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ</b>	
5.1 สรุปผลการทดลอง .....	87
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	89
<b>รายการอ้างอิง .....</b>	<b>90</b>
<b>ภาคผนวก .....</b>	<b>93</b>
ภาคผนวก ก การหาค่าประกอบของวอเตอร์กลาสโดยการไทเทรต .....	94
ภาคผนวก ข การคำนวณองค์ประกอบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	97
ภาคผนวก ค วิธีวิเคราะห์ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม .....	99
ภาคผนวก ง วิธีวิเคราะห์ความค่าความเป็นผลึก .....	99
<b>ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....</b>	<b>134</b>

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ขนาดของช่องเปิดของซีโอไลต์ชนิดต่างๆ.....	10
ตารางที่ 2.2 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน.....	12
ตารางที่ 2.3 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและที่สามารถสังเคราะห์ได้.....	20
ตารางที่ 2.4 ส่วนประกอบของซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว .....	27
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น .....	56
ตารางที่ 4.2 ตารางเปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ระหว่างงานวิจัยต่างๆกับงานวิจัยนี้ .....	69
ตารางที่ 4.3 แสดงเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายที่อุณหภูมิห้องและที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	78
ตารางที่ 4.4 แสดงเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6, 12 และ 24 ชั่วโมง .....	80
ตารางที่ 4.5 แสดงสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากแต่ละสภาวะ.....	81
ตารางที่ 4.6 ค่า work index สำหรับแร่ทั่วไป .....	82
ตารางที่ 4.7 แสดงพลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอในการสังเคราะห์แต่ละวิธี.....	84
ตารางที่ ก.1 แสดงค่าค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ .....	94
ตารางที่ ก.2 แสดงค่าค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณโซเดียมออกไซด์.....	95
ตารางที่ ก.3 แสดงค่าค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณซิลิกอนออกไซด์ .....	96
ตารางที่ ข.1 แสดงการคำนวณองค์ประกอบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ .....	97
ตารางที่ ข.2 แสดงปริมาณน้ำหนักของสารตั้งต้นแต่ละชนิดในการสังเคราะห์สารทั้งหมด 90 กรัม .....	98
ตารางที่ ค.1 แสดงค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน อีดีทีเอ .....	100
ตารางที่ ค.2 แสดงค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของน้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผาที่สภาวะที่ 1-4 .....	102
ตารางที่ ค.3 แสดงค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมที่สภาวะที่ 1-4 .....	104





## สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ ง.28 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้ คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 1 ชั่วโมง.....	131
ตารางที่ ง.29 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้ คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 2 ชั่วโมง .....	132
ตารางที่ ง.30 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้ คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 3 ชั่วโมง .....	133

## สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 โครงสร้างทรงสี่หน้าของซิลิกอน $[\text{SiO}_4]^{4-}$ และอะลูมิเนียม $[\text{AlO}_4]^{5-}$ และการเชื่อมต่อ ในผลึกซีโอไลต์.....	6
ภาพที่ 2.2 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมในหน่วยย่อย ของซีโอไลต์ .....	7
ภาพที่ 2.3 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์.....	7
ภาพที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าของซีโอไลต์.....	8
ภาพที่ 2.5 การเกิดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ.....	9
ภาพที่ 2.6 โครงสร้างสามมิติของซีโอไลต์ Linde Type A (LTA) ซีโอไลต์ฟูจาไซต์ Faujasite และ ซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI).....	11
ภาพที่ 2.7 โครงสร้างของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5.....	11
ภาพที่ 2.8 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน .....	12
ภาพที่ 2.9 โครงสร้างของ Analcite Group .....	14
ภาพที่ 2.10 โครงสร้างของ Natrolite Group .....	14
ภาพที่ 2.11 โครงสร้างของ Chabazite Group.....	14
ภาพที่ 2.12 โครงสร้างของ Phillipsite Group.....	15
ภาพที่ 2.13 โครงสร้างของ Heulandite Group.....	15
ภาพที่ 2.14 โครงสร้างของ Modernite Group.....	15
ภาพที่ 2.15 โครงสร้างของ Mordenite Group.....	16
ภาพที่ 2.16 โครงสร้างของ Faujasite Group.....	17
ภาพที่ 2.17 โครงสร้างของ Melanophlogite Group.....	17
ภาพที่ 2.18 โครงสร้างของ Lovdarite Group.....	17
ภาพที่ 2.19 โครงสร้างของซีโอไลต์เอ.....	18
ภาพที่ 2.20 การเกิดซีโอไลต์จากอนุภาคของเจล.....	22
ภาพที่ 2.21 ประจุลบที่เกิดจากการแทนที่ด้วย $(\text{AlO}_2)^-$ หรือ $(\text{AlO}_5)^{5-}$ ในโครงสร้างของซีโอไลต์..	23
ภาพที่ 2.22 ผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ).....	27
ภาพที่ 2.23 สูตรโครงสร้างของสารแอนทราควินอน.....	28
ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนการวิจัย .....	34
ภาพที่ 3.2 ชุดประกอบเหล็กไร้สนิม .....	36



## สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 3.3 เทฟลอน.....	36
ภาพที่ 3.4 ชุดเครื่องแก้วรีฟลักซ์ต่อกับเครื่องไมโครเวฟ.....	36
ภาพที่ 3.5 ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven).....	37
ภาพที่ 3.6 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace).....	37
ภาพที่ 3.7 แผนผังแสดงการศึกษาลักษณะสมบัติของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุง เบื้องต้น .....	39
ภาพที่ 3.8 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีต่างๆ.....	39
ภาพที่ 3.9 แผนผังแสดงการศึกษากการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล .....	40
ภาพที่ 3.10 แผนผังแสดงสภาวะต่างๆ ในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุง เบื้องต้น .....	40
ภาพที่ 3.11 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของการสังเคราะห์ในขั้นตอนเดียว .....	41
ภาพที่ 3.12 แผนผังแสดงการศึกษากการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้อง .....	42
ภาพที่ 3.13 แผนผังแสดงการศึกษากการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส .....	43
ภาพที่ 3.14 แผนผังแสดงละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้อง .....	44
ภาพที่ 3.15 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของการกรองกากที่ไม่ละลายก่อนการผสมสารตั้งต้น....	45
ภาพที่ 3.16 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น .....	46
ภาพที่ 3.17 แผนผังแสดงการศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ด้วยวิธี ไฮโดรเทอร์มัล .....	47
ภาพที่ 3.18 แผนผังแสดงการศึกษากการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไมโครเวฟ .....	48
ภาพที่ 3.19 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	49
ภาพที่ 3.20 แผนผังแผนผังแสดงการศึกษาคผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	50
ภาพที่ 3.21 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์.....	51
ภาพที่ 3.22 แผนผังแสดงการศึกษาคผลของเวลาในการละลายด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ .....	52
ภาพที่ 3.23 แผนผังแสดงการศึกษากเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ แต่ละวิธี .....	53
ภาพที่ 4.1 กากซิลิกา-อะลูมินาก่อนทำการปรับปรุงเบื้องต้น.....	54
ภาพที่ 4.2 กากซิลิกา-อะลูมินาหลังทำการปรับปรุงเบื้องต้น.....	54

## สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.3	ดิฟแฟรกโทแกรมของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น...	57
ภาพที่ 4.4	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยขั้นตอนเดียว ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5, 1, 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง .....	58
ภาพที่ 4.5	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการละลายที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาทีแล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง .....	59
ภาพที่ 4.6	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง .....	60
ภาพที่ 4.7	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที และ 2 ชั่วโมง แล้วทำการสังเคราะห์ ที่ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง .....	61
ภาพที่ 4.8	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการไม่กรองและกรองกากซิลิกา- อะลูมินาที่ไม่ละลายก่อนผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ....	62
ภาพที่ 4.9	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิห้องและ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง .....	63
ภาพที่ 4.10	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากอุณหภูมิและเวลาต่างๆ .....	65
ภาพที่ 4.11	กราฟแสดงค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากอุณหภูมิและเวลา ต่างๆ .....	66
ภาพที่ 4.12	โครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 90 100 และ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 3, 4 และ 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า.....	68
ภาพที่ 4.13	แสดงโครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากงานต่างๆ (ก) Hiroaki และ Sridhar (ข) งานวิจัยนี้ .....	70
ภาพที่ 4.14	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ .....	72
ภาพที่ 4.15	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วย วิธีไมโครเวฟกับเวลาที่ใช้ละลายต่อเวลาที่ใช้สังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	73

## สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.16	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟ ในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลาต่างๆ .....	74
ภาพที่ 4.17	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วย วิธีแบบผสม กับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ .....	75
ภาพที่ 4.18	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟ ในขั้นตอนการละลาย ที่เวลาต่างๆ.....	76
ภาพที่ 4.19	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วย วิธีแบบผสมกับเวลาที่ใช้ในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	77
ภาพที่ 4.20	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ โดยละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องและ ที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง .....	79
ภาพที่ 4.21	ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ โดยละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 12 และ 24 ชั่วโมง .....	80
ภาพที่ 4.22	โครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากแต่ละสภาวะดังนี้ (ก) สภาวะที่ 1 (ข) สภาวะที่ 2 (ค) สภาวะที่ 3 และ (ง) สภาวะที่ 4 .....	82
ภาพที่ 4.23	แผนผังผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมในงานวิจัยนี้ .....	85

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

จากการพัฒนาด้านอุตสาหกรรมอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้ประเทศไทยประสบปัญหาเกี่ยวกับการจัดการของเสียที่มีปริมาณเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ซึ่งหากไม่สามารถจัดการของเสียได้อย่างมีระบบของเสียเหล่านี้จะก่อปัญหาต่อสภาวะแวดล้อม ดังปัญหาในอดีตที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นที่ชายฝั่งทะเลตะวันออกที่มีอุตสาหกรรมหลากหลายประเภท ได้มีการลักลอบนำของเสียอุตสาหกรรมไปทิ้งในที่สาธารณะหรือตามแนวเขตป่า หรือการปล่อยของเสียลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ เช่น ทะเล แม่น้ำ เป็นต้น ในปัจจุบันหน่วยงานต่างๆ เริ่มให้ความสำคัญในการจัดการของเสีย ไม่ว่าจะเป็นการรับรององค์การด้วยมาตรฐานต่างๆ ซึ่งจะตรวจสอบกระบวนการการผลิตโดยไม่ให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม การแข่งขันทางการค้าซึ่งบังคับเรื่องการจัดการของเสียโดยผู้ผลิตจะต้องรับภาระในการจัดการของเสียที่เกิดขึ้น และที่สำคัญคือแนวโน้มการบังคับใช้กฎหมายในการจัดการของเสียที่เคร่งครัดขึ้น โรงงานต่างๆ จึงพยายามจัดการของเสียที่เกิดขึ้น แต่เนื่องจากการจัดการของเสียโดยการฝังกลบมีข้อจำกัดหลายด้าน เช่น พื้นที่ที่เหมาะสมแก่การทำเป็นหลุมฝังกลบมีจำนวนลดลง อีกทั้งภาระการกำจัดค่อนข้างสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้พยายามจัดการกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วจากอุตสาหกรรมผลิตไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีนำของเสียกลับมาใช้ใหม่ (waste recycling) เพื่อลดปริมาณของเสียที่ต้องกำจัดตามหลักการจัดการของเสีย โดยผ่านกระบวนการให้ได้วัสดุใหม่ซึ่ง ได้แก่ ซีโอไลต์เอ

ซีโอไลต์ (zeolite) เป็นผลึกของสารอะลูมิโนซิลิเกต (aluminosilicate) โครงสร้างของซีโอไลต์เป็นผลึกที่มีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ และมีความพรุนสม่ำเสมอตลอดทั้งโครงสร้าง ประโยชน์ของซีโอไลต์มี 3 ด้านหลัก คือ ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเป็นตัวดูดซับ ปัจจัยสำคัญในการประยุกต์ใช้ซีโอไลต์ในอุตสาหกรรมคือ ขนาดของโพรงซีโอไลต์ และสมบัติทางเคมีของอะตอมที่ล้อมรอบ เนื่องจากซีโอไลต์มีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างอันเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล ซีโอไลต์จึงเป็นตัวดูดซับในกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ (purification) และการแยกสาร (separation) และเนื่องจากประจุบวกของโลหะที่เกาะกับซีโอไลต์เกาะกันอย่างหลวมๆ จึงพร้อมที่จะแลกเปลี่ยนกับโลหะอื่นเมื่ออยู่ในสารละลายได้ นอกจากนั้นซีโอไลต์ยังถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเคมีโดยเฉพาะในการทำไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลใหญ่แตกออกกลายเป็นโมเลกุลที่เล็กลง (hydrocarbon cracking)

งานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการพยายามนำกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วมาพัฒนาเพื่อประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ เช่น นำมาใช้ในการทำวัสดุปูพื้น (ไลทิพย์ อภิธรรมวิริยะ, 2542) นำมาใช้ในการทำเป็นตัวทนไฟในเซรามิก (สาโรจน์ ปัสโชติพงษ์, 2545) และนำมาใช้ในการทำคอนกรีตบล็อกประสานปูพื้น (ฤกษ์ ธิตินันท์, 2546) จากงานวิจัยที่ผ่านมาส่วนใหญ่จะเป็นนำกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วไปประยุกต์ใช้ในงานทางด้านโยธา หากสามารถนำกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอื่นๆ จะเป็นการเพิ่มทางเลือกในการจัดการของเสียโดยซีโอไลต์ได้ถูกใช้เป็นตัวดูดซับอย่างแพร่หลาย เนื่องจากซีโอไลต์ที่ใช้เป็นตัวดูดซับส่วนใหญ่ที่ใช้เป็นวัสดุที่มีราคาแพงและประเทศไทยยังต้องพึ่งพาการนำเข้าจากต่างประเทศเป็นหลัก จึงมีผู้วิจัยพยายามสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเศษวัสดุต่างๆ อย่างหลากหลาย เช่น การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าลอยถ่านหิน (มนตรี ทองคำ, 2542) การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าลอยถ่านหินและจากเถ้าขานอ้อย (อนรรฆอร พันธุไพศาล, 2549) การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ็กซ์จากดินขาวธรรมชาติ (มนธวัล บุญส่งประเสริฐ, 2550) ดังนั้นการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจจากกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่ง เพื่อที่จะลดการสั่งซื้อซีโอไลต์เอจจากต่างประเทศได้

## 1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 ศึกษาผลของการปรับปรุงกากซีลิกา-อะลูมินาเบื้องต้นด้วยการบด ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส
- 1.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจด้วยวิธีต่างๆ ได้แก่ วิธีไฮโดรเทอร์มัล วิธีไมโครเวฟ และวิธีแบบผสม
- 1.2.3 ศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆ ได้แก่ ค่าความเป็นผลึก ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมของซีโอไลต์เอจที่สังเคราะห์ได้แต่ละวิธี
- 1.2.4 ศึกษาเปรียบเทียบพลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอจ (หน่วยกิโลวัตต์ต่อกรัม) ในการสังเคราะห์แต่ละวิธี

## 1.3 ขอบเขตการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจจากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วโดยนำกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วจากโรงงานผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ดำเนินการทดลองในส่วนการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจ ที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และดำเนินการทดลองในส่วนการทดสอบเปรียบเทียบสมบัติระหว่าง ซีโอไลต์เอจที่สังเคราะห์กับซีโอไลต์เอจทางการค้า ที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีขอบเขตการศึกษาดังนี้

1.3.1 การปรับปรุงเบื้องต้นกากซิลิกา-อะลูมินาด้วยการบดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

1.3.2 กระบวนการในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอแบ่งเป็น 3 วิธี ได้แก่ วิธีไฮโดรเทอร์มัล วิธีไมโครเวฟ และ วิธีแบบผสม

1.3.3 ลักษณะสมบัติที่ใช้เปรียบเทียบระหว่างซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ที่ได้คุณภาพสูงจากแต่ละสภาวะ ได้แก่ ค่าความเป็นผลึก ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม

1.3.4 เปรียบเทียบพลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอในการสังเคราะห์แต่ละวิธี

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว

1.4.2 ได้ข้อสรุปในการเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆ ซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้

1.4.3 เป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว อีกทั้งเป็นการลดการนำเข้าสู่ซีโอไลต์เอจากต่างประเทศ

1.4.4 เป็นการเพิ่มทางเลือกในการจัดการขยะของเสียประเภทกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วจากงานวิจัยในปัจจุบัน เช่น การทำเป็นตัวทนไฟในเซรามิก และ การทำคอนกรีตบล็อกประสานปูพื้น

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 ซีโอไลต์ (อ้างถึงใน มลธวัล บุญส่งประเสริฐ, 2550)

ซีโอไลต์มีรากศัพท์มาจากภาษากรีก zein แปลว่า to boil และ lithos แปลว่า stone รวมความหมายก็คือ boiling stone หรือ หินเดือด เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์ธรรมชาติแล้วสามารถเห็นการระเหยของน้ำได้ ซีโอไลต์ (zeolite) เป็นผลึกของสารประกอบอะลูมิโนซิลิเกต (aluminosilicate) ของโลหะแอลคาไลน์ ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Rb}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ ) โลหะแอลคาไลน์เอิร์ท ( $\text{Mg}^+$ ,  $\text{Ca}^+$ ) หรือไอออนบวกอื่นๆ เช่น  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{H}_3\text{O}^+$ ,  $\text{H}^+$ ,  $\text{TMA}^+$  (tetramethylammonium ion) เป็นต้น โครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุนสม่ำเสมอจำนวนมาก ซีโอไลต์สามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายขึ้นกับโครงสร้าง รูพรุนและสมบัติของซีโอไลต์แต่ประเภท เช่น ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange resin) เป็นเร่งปฏิกิริยา (catalyst) และเป็นตัวดูดซับ (adsorbent)

ประวัติซีโอไลต์ถูกพบครั้งแรกโดย Cronstedt ในปี ค.ศ. 1756 ซึ่งเป็นซีโอไลต์ธรรมชาติชนิดสไตไบท์ (stilbite) ต่อมาในปี ค.ศ. 1777 Fontana ได้อธิบายปรากฏการณ์การดูดซับของถ่านชาร์ ในปี ค.ศ. 1840 Damour ได้ค้นพบว่าน้ำที่อยู่ในโครงผลึกของซีโอไลต์ จะถูกกำจัดไปด้วยกระบวนการดีไฮเดรชัน (dehydration) แล้วจะทำให้ได้ซีโอไลต์ที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนคล้ายฟองน้ำ (spongy-framework) ซึ่งสามารถดูดซับแอลกอฮอล์ เบนซีน คลอโรฟอร์ม คาร์บอนไดออกไซด์ และปรอทได้ ในปี ค.ศ. 1845 Thomson ได้ทดลองพบว่าดินสามารถดูดซับเกลือแอมโมเนียได้ เมื่อเทสารละลายของเกลือแอมโมเนียบนดินและกรองจะได้สารละลายของแคลเซียมผ่านลงมา ส่วนเกลือแอมโมเนียมถูกดินดูดซับไว้ ต่อมา Way ได้แสดงให้เห็นว่าการดูดซับที่เกิดขึ้น เกิดจากสารประกอบซิลิเกตไฮเดรตในดิน

ในปี ค.ศ. 1862 Claire Deville ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดเลวีไนท์ (Levynite) โดยให้ความร้อนแก่สารละลายผสมของโพแทสเซียมซิลิเกตกับโซเดียมอะลูมิเนตที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และในปี ค.ศ. 1882 Schulten สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดอะนาลิม (Analcime) ได้ ในปี ค.ศ. 1909 Grandjean ได้ทดลองการดูดซับแก๊สของซีโอไลต์ชนิดซาบาไซท์ (Chabazite) พบว่า ซีโอไลต์ชนิดนี้สามารถดูดซับแอมโมเนีย อากาศ ไฮโดรเจน คาร์บอนไดออกไซด์ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ไอโอดีน โบรมีน และไอปรอทที่อุณหภูมิสูง ในปี ค.ศ. 1925 Weigel และ Steinhof ค้นพบว่าซีโอไลต์มีสมบัติในการเลือกดูดซับสารอินทรีย์โมเลกุลขนาดเล็ก

และปล่อยสารอินทรีย์โมเลกุลใหญ่ออกมา ซึ่งปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้โดย McBain ในปี ค.ศ. 1932 และเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Molecular sieving หรือตะแกรงร่อนโมเลกุล (Szostak, 1989)

ปี ค.ศ. 1930 ได้มีการอธิบายโครงสร้าง และสมบัติของซีโอไลต์ในการเปลี่ยนไอออนการดูดซับ และตะแกรงร่อนโมเลกุล และในปีเดียวกันนี้ Barrer และ Sameshima ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์ขึ้นเป็นครั้งแรก และในปี ค.ศ. 1933 Dent Smith ได้ตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์ชนิดชาบาไซต์ (Chabazite) ในปี ค.ศ. 1940 Milton ได้เริ่มทำการศึกษากการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อใช้ในกระบวนการแยกแก๊สและการทำอากาศให้บริสุทธิ์ และในปี ค.ศ. 1954 Union Carbide Corporation สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อใช้ในอุตสาหกรรมเป็นครั้งแรก โดยใช้ในกระบวนการแยกและการทำให้สารบริสุทธิ์ ต่อมา Reed และ Breck ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์สำหรับใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออนเป็นครั้งแรก ต่อมาในปี ค.ศ. 1956 ได้มีรายงานเกี่ยวกับโครงสร้างที่เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมของ Faujasite ซึ่งเกิดจากธรรมชาติ และซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น และในปี ค.ศ. 1962 บริษัท Mobil oil ได้มีการนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้นไปใช้ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม

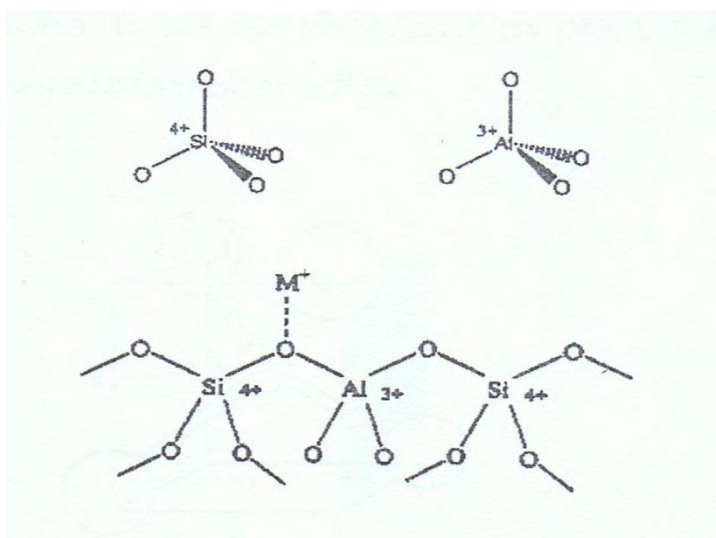
หลังจากนั้นการพัฒนาซีโอไลต์เพื่อตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดำเนินไปอย่างรวดเร็ว ในปี ค.ศ. 1980 มีการค้นพบซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติกว่า 40 ชนิด และซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์กว่า 100 ชนิด ซีโอไลต์ที่พบตามธรรมชาติ (natural or mineral zeolite) อาจอยู่ในรูปของแร่ธาตุส่วนมากค้นพบจากการทำเหมืองแร่ในพื้นที่หลายแห่งของโลก เป็นกลุ่มผลึกอะลูมิเนียมซิลิเกตของโลหะแอลคาไลน์ ตัวอย่างเช่นซีโอไลต์ชนิดฟุจาไซต์ (Faujasite), อีริโอนท์ (Erionite), ชาบาไซต์ (Chabazite) และออฟเฟอร์ไทท์ (Offertite) เป็นต้น ซีโอไลต์ธรรมชาติเดิมนำมาใช้ประโยชน์ในงานก่อสร้าง หลังจากได้ค้นพบว่าซีโอไลต์มีสมบัติของตะแกรงร่อนโมเลกุลและการแลกเปลี่ยนไอออน จึงได้นำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวดูดซับในการแยกแอมโมเนียในกระบวนการกำจัดน้ำเสีย สำหรับซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้นในช่วงแรกการสังเคราะห์ทำขึ้นภายใต้ความดันและอุณหภูมิสูง ซึ่งส่งผลให้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เป็นชนิดเดียวกันกับที่พบในหินบะซอลต์ ต่อมาในปี ค.ศ. 1959 Milton และคณะทำงานของบริษัท Union Carbide Corporation ได้พัฒนาวิธีในการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ สารตั้งต้นในการสังเคราะห์มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง ทำปฏิกิริยาในภาชนะปิด หรือระบบปิด ซึ่งกระบวนการและเทคนิคนี้ได้มีการพัฒนาและขยายออกไปเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal Process) โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส และความดันสูง ตามระยะเวลาที่กำหนดภายใต้ปริมาณน้ำที่มีมากเกินพอ อย่างไรก็ตามได้มีวิธีการใหม่ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยใช้อุณหภูมิต่ำตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงจุดเดือดของน้ำ ตัวอย่างเช่น ซีโอไลต์เอ เอกซ์ และ วาย เป็นต้น ซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์สามารถ



นำไปใช้งานแพร่หลายในเชิงพาณิชย์มากกว่าซีโอไลต์ที่เกิดตามธรรมชาติเนื่องจากมีองค์ประกอบที่แน่นอนและมีความบริสุทธิ์สูงกว่า (Dyer, 1988)

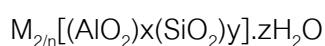
## 2.2 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์

โครงสร้างของซีโอไลต์มีลักษณะเป็นโครงร่าง 3 มิติ หน่วยย่อยของซีโอไลต์ประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) หนึ่งอะตอม และออกซิเจนสี่อะตอม สร้างพันธะกันเป็นรูปสามเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) โดยอะตอมของซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) อยู่ตรงกลางล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจนที่มุมทั้งสี่ ซึ่งโครงร่างสามเหลี่ยมสี่หน้านี้อาจเชื่อมต่อกันที่มุม (ใช้ออกซิเจนร่วมกัน) ก่อให้เกิดเป็นโครงร่างที่ใหญ่ขึ้นและเกิดเป็นช่องว่างระหว่างโมเลกุล ดังภาพที่ 2.1 ทำให้ซีโอไลต์เป็นผลึกแข็งมีรูพรุนและช่องว่างหรือโพรงที่ต่อเชื่อมกันอย่างเป็นระเบียบในสามมิติขนาดตั้งแต่ 2-10 อังสตรอม ( 1 อังสตรอมเท่ากับ  $1 \times 10^{-10}$  เมตร) (Szostak, 1989)



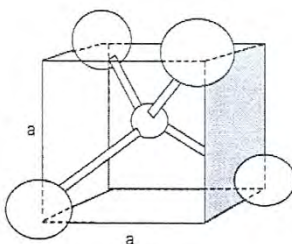
ภาพที่ 2.1 โครงสร้างทรงสี่หน้าของซิลิกอน  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  และอะลูมิเนียม  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  และการเชื่อมต่อในผลึกซีโอไลต์ (Szostak, 1989)

นอกจากซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) และออกซิเจนแล้ว ในโครงร่างโมเลกุลของซีโอไลต์ยังมีประจุบวกของโลหะ เช่น โซเดียม โพแทสเซียม แคลเซียม เกาะอยู่อย่างหลวมๆ และยังมีโมเลกุลของน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ในช่องว่างในโครงผลึก ซึ่งสามารถกำจัดออกได้โดยให้ความร้อน ซีโอไลต์มีสูตรโมเลกุลทั่วไปดังนี้ (Szostak, 1989)

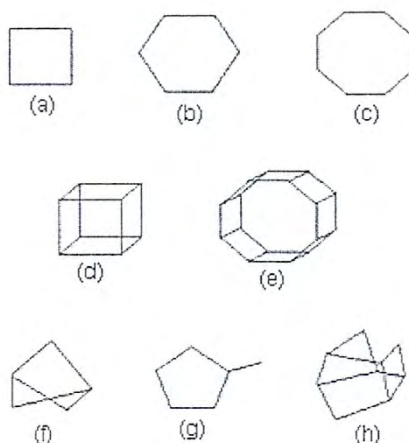


- โดยที่  $n$  คือ จำนวนวาเลนซ์อิเล็กตรอนของไอออนบวก ( $M$ )  
 $x, y$  คือ เป็นเลขจำนวนเต็ม ( $x/y$  มากกว่าหรือเท่ากับ 1 ซึ่งมักใช้เป็นตัวชี้ตัว  
 หนึ่งสำหรับแบ่งชนิดของซีโอไลต์)  
 $z$  คือ เป็นจำนวนโมลของน้ำที่มีอยู่ในผลึกของซีโอไลต์  
 $M$  คือ เป็นโลหะหมู่ I หรือหมู่ II ซึ่งมีประจุบวกเท่ากับ  $n$  เพื่อดุลประจุลบ ณ  
 ตำแหน่งของอะตอมอะลูมิเนียม

หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ (primary units) ของซีโอไลต์คือ รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอน ( $\text{SiO}_4$ ) หรืออะลูมิเนียม ( $\text{AlO}_4$ ) ดังภาพที่ 2.2 และเมื่อหลายหน่วยของโครงสร้างปฐมภูมิจับตัวกันกลายเป็นหน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ (secondary building units) เกิดเป็นรูปสี่เหลี่ยมต่างๆ เป็นวงเดี่ยว เช่น  $\text{S4R}$ ,  $\text{S6R}$  หรือต่อเป็นวงคู่ เช่น  $\text{D4R}$ ,  $\text{D6R}$  ดังภาพที่ 2.3 ตำแหน่งมุมแทนซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมเส้นตรงแทนอะตอมของออกซิเจน



ภาพที่ 2.2 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมในหน่วยย่อยของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ) (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)

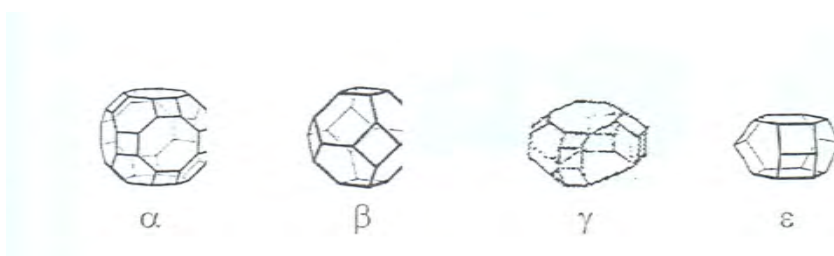


ภาพที่ 2.3 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์ (Dyer, 1988)

- (a) single four ring (S4R)
- (b) single six ring
- (c) single eight ring (S8R)
- (d) double four ring (D4R)
- (e) double six ring (D6R)
- (f) complex 4-1
- (g) complex 5-1
- (h) complex 4-4-1

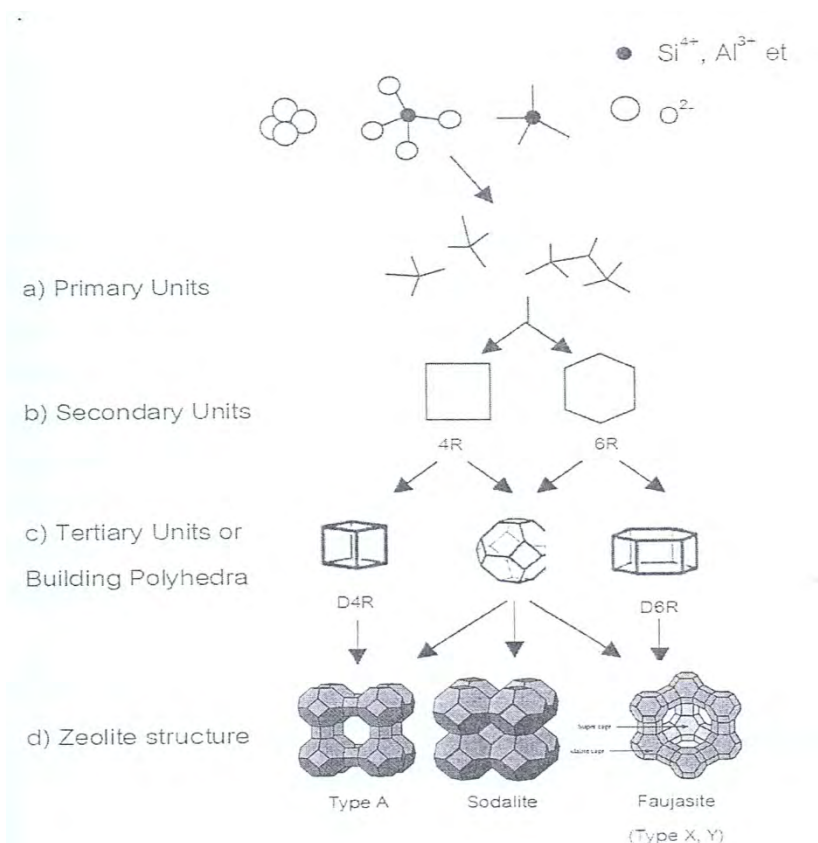
หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้า (polyhedral units) เป็นรูปทรงสมมาตรขนาดใหญ่ซึ่งเกิดขึ้นจากโครงสร้างปฐมภูมิหลายโครงสร้างต่อกันเป็นรูปทรงที่สลับซับซ้อนมากยิ่งขึ้นดังตัวอย่างในภาพที่ 2.4

- ทรงเหลี่ยมยี่สิบหกหน้า หรือ แอลฟา  $\alpha$  (truncated cuboctahedron)
- ทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ เบต้า  $\beta$  (truncated octahedron type)
- ทรงเหลี่ยมสิบแปดหน้า หรือ แกมมา  $\gamma$  (18-hedron)
- ทรงเหลี่ยมสิบเอ็ดหน้า หรือ แอพลอน  $\epsilon$  (11-hedron)



ภาพที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าของซีโอไลต์ (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)

เมื่อหน่วยโครงสร้างปฐมภูมิทั้งแบบวงเดี่ยวและวงคู่และหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้ามารวมกันจะเกิดเป็นโครงสร้างซีโอไลต์ ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์จะประกอบด้วยโพรง (cavity) หรือช่องว่างซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3-10 อังสตรอมดังภาพที่ 2.5 ตัวอย่างโครงสร้างซีโอไลต์ได้แก่ ซีโอไลต์ชนิดฟูจาไซต์ Faujasite ซึ่งเกิดจากทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ  $\beta$  cage ที่มีโพรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 8 อังสตรอม เชื่อมต่อกันด้วยปริซึมทรงหกเหลี่ยม (hexagonal prism) เป็นโครงสร้างทรงลูกบาศก์ (cubic structure) ทำให้เกิดโพรงขนาดใหญ่หรือซูเปอร์เคจ (super cage) (จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547)



ภาพที่ 2.5 การเกิดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ (Farrauto และ Bartholomew, 1997)

โครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยรูพรุนหรือช่องเปิดที่มีขนาดและรูปร่างที่แน่นอนซึ่งประกอบด้วยอะตอมออกซิเจนจัดเรียงเป็นวงแหวนขนาดของวงแหวนแทนด้วยสัญลักษณ์  $n\text{OR}$  เมื่อ  $n$  คือจำนวนของอะตอมออกซิเจนซึ่งต่อกันเป็นวง และ  $\text{OR}$  คือ โครงสร้างของออกซิเจนที่ต่อกันเป็นวง ตัวอย่างเช่น  $10\text{CR}$  คือวงแหวนที่ประกอบด้วยอะตอมออกซิเจนจำนวน 10 อะตอม และเนื่องจากขนาดอะตอมของออกซิเจนใหญ่กว่าอะตอมของซิลิกอนและ อะลูมิเนียม ดังนั้นผิวภายใน (internal surface) โพรงของซีโอไลต์จึงประกอบด้วยอะตอมของออกซิเจนเกือบทั้งหมด ขนาดของรูพรุนหรือช่องเปิดในซีโอไลต์ซึ่งแสดงด้วยตารางที่ 2.1 แบ่งออกได้เป็น 3 ขนาด คือ (Szostak, 1989)

1. รูพรุนขนาดเล็ก (ขนาดรูพรุนน้อยกว่า 5 อังสตรอม หรือ 8OR) เช่น ซีโอไลต์ชนิด Na - A (LTA) ที่มีโครงสร้างประกอบด้วยโพรงสามมิติ (3-dimension channel) เกิดจากการเชื่อมต่อกันของรูปทรงสี่หน้าของซิลิเกตและอะลูมินตเป็นทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด ( $\beta$  or sodalite cage) ซึ่งจะเชื่อมต่อกันผ่าน D4R (double 4-rings) ดังภาพที่ 2.5

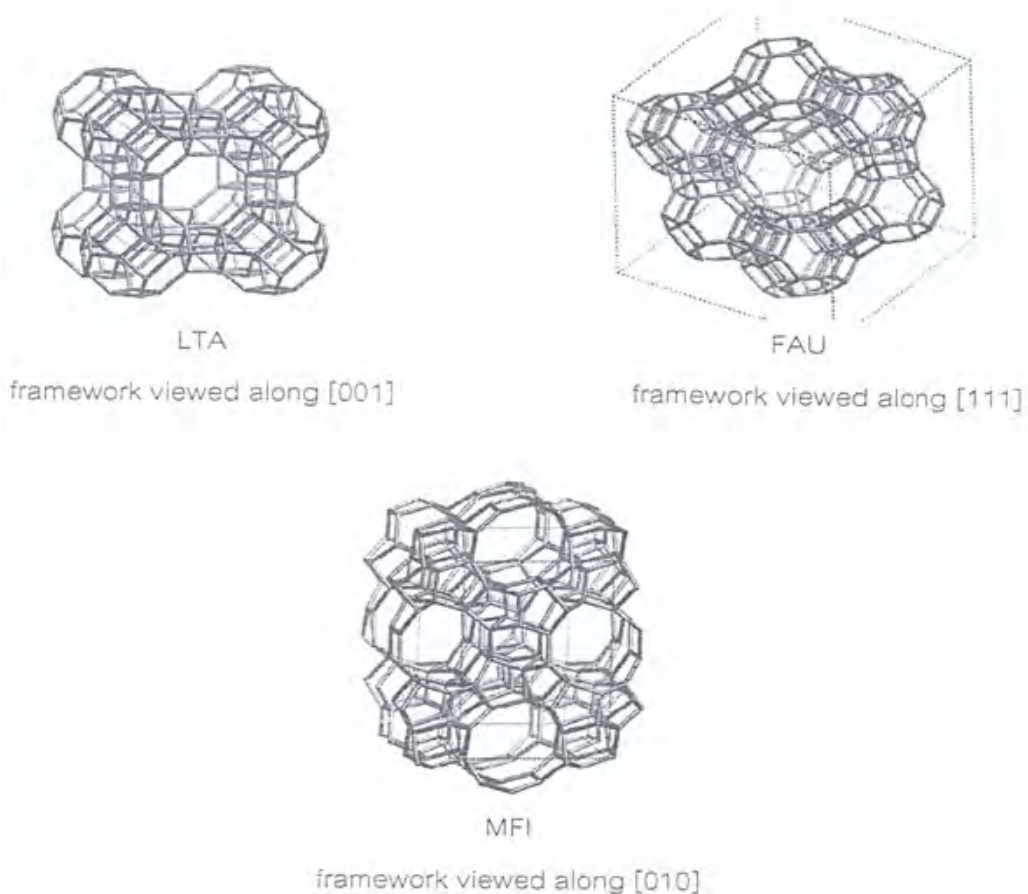
2. รูพรุนขนาดกลาง (ขนาดรูพรุน 5-6 อังสตรอม หรือ 10OR) เช่น ซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI) โครงสร้างของซีโอไลต์ ZSM-5 ประกอบด้วยช่องเปิดสองระบบเชื่อมต่อกัน ช่องเปิดระบบแรกมีลักษณะเป็น sinusoidal วางตัวในทิศแกน  $z$  [001] มีขนาดเท่ากับ  $5.4 \times 5.6$  อังสตรอม และช่อง

เปิดอีกระบบเป็นท่อตรงในทิศแกน  $y$  [010] มีขนาดเท่ากับ  $5.1 \times 5.6$  อังสตรอม โดยช่องเปิดทั้งสองระบบประกอบด้วยอะตอมออกซิเจน 10 อะตอม เชื่อมต่อเป็นวงรี (elliptical)

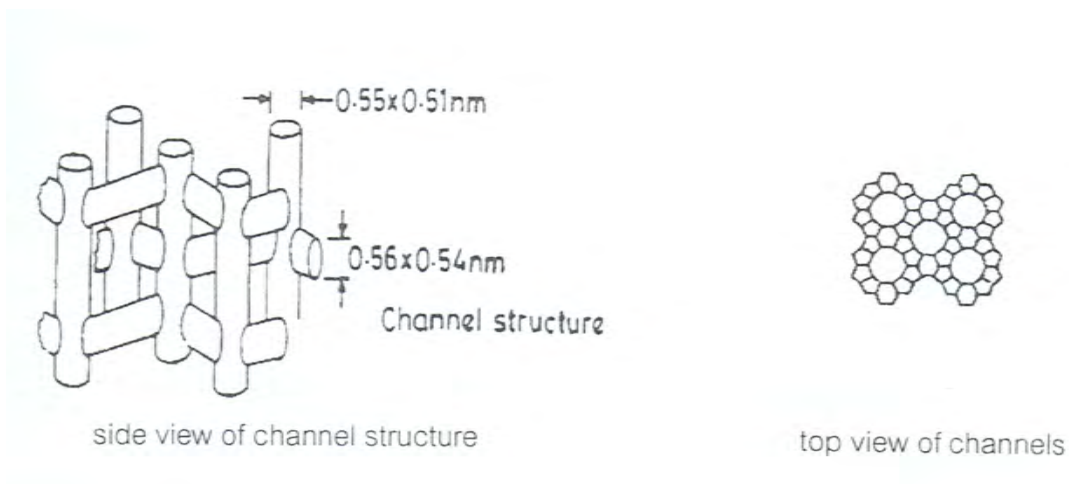
3. รูพรุนขนาดใหญ่ (ขนาดของรูพรุน 7-8 อังสตรอม หรือ 12OR) เช่น ซีโอไลต์ฟุจาไซต์ (Faujasite) ชนิดเอกซ์และวายช่องเปิดของซีโอไลต์กลุ่มนี้เป็นวงแหวนที่ประกอบด้วยออกซิเจนทั้งหมด 12 อะตอม โดยโครงสร้างเกิดการเชื่อมต่อกันของทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัดผ่าน D6R (double 6-rings) ทำให้เกิดโพรงขนาดใหญ่ (supercage) หรือ โพรงแอลฟา ( $\alpha$  cage) ที่มีออกซิเจนล้อมรอบ 12 อะตอม ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของโพรงเท่ากับ 13 อะตอม

ตารางที่ 2.1 ขนาดของช่องเปิดของซีโอไลต์ชนิดต่างๆ (Szostak, 1989)

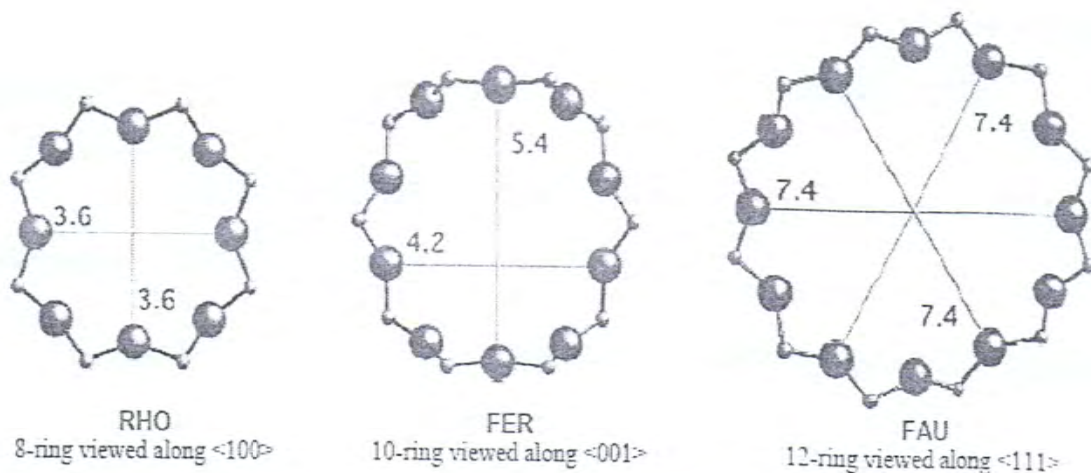
Zeolite	Number of Rings	Pore diameter (Å)	Pore Chennal Structure
Zeolite A	8-membered oxygen ring	4.1	Intersection
ZSM - 48	10-membered oxygen ring	5.3 x 5.6	Intersection
ZSM - 5	10-membered oxygen ring	5.3 x 5.6 5.1 x 5.3	Intersection
Zeolite Y	12-membered oxygen ring	7.4	One dimensional
AlPO <sub>4</sub> - 5	12-membered oxygen ring	7.3	Intersection



ภาพที่ 2.6 โครงสร้างสามมิติของซีโอไลต์ Linde Type A (LTA)  
ซีโอไลต์ฟิวจาไซต์ Faujasite และ ซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI) (Baerlocher และคณะ, 2001)



ภาพที่ 2.7 โครงสร้างของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (Bhatia, 1990)



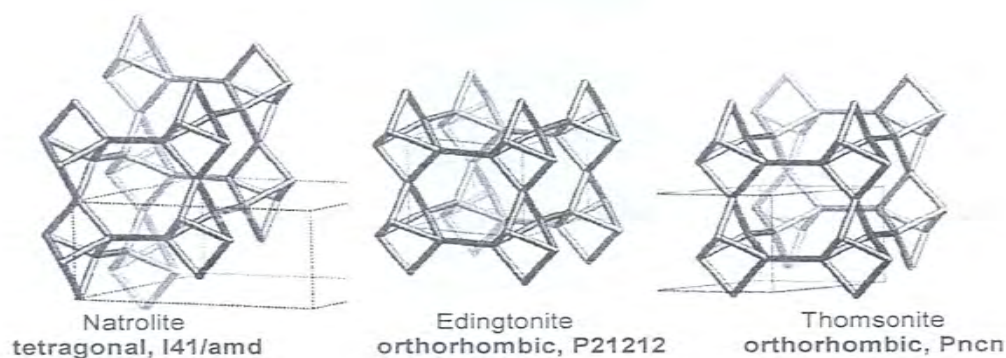
ภาพที่ 2.8 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน (Szostak, 1989)

ตารางที่ 2.2 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน (Szostak, 1989)

12-membered oxygen ring	10-membered oxygen ring	8-membered oxygen ring
Faujasite (Type X , Y)	ZSM-5 (Silicate)	Type A, ZK-5
Mordenite	ZSM-11	Bikitate
Cancrinite	Dachiardite	Brewsterite
Gmelinite	Epistilbite	Charbrzite
Type L	Ferrierite	TMA-E (AB)
Mazzite	Laumontite	Edingtonite
Offretite	Stilbite	Erionite
Omega	ZSM-23	Gismondine
ZSM-12	Theta-1 (ZSM-22)	Heulandite
Beta	Eu-1 (ZSM-50)	Levyne
	ZSM-48 (Eu-2)	Merlinoite
		Natrolite
		Phillipsite
		Paulingite
		Rho
		Thomsonite
		Yugawaralite

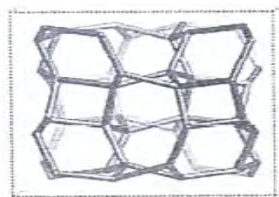
นอกจากนี้หน่วยโครงสร้างทีตติยภูมิของซีโอไลต์ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้นสามารถใช้เป็นเกณฑ์ในการแบ่งประเภทของซีโอไลต์ตามลักษณะการเชื่อมต่อกันดังนี้ (Breck, 1974) ประเภทของซีโอไลต์ที่แบ่งตามลักษณะการเชื่อมต่อของหน่วยโครงสร้างทีตติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์ได้แก่

1. Analcite Group เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-rings กับ 6-rings โดยมี 2 รูปแบบ คือ Analcite และ Laumontite ดังภาพที่ 2.9
2. Natrolite Group มีลักษณะโครงสร้างเป็นสายโซ่ที่เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-rings จำนวน 4 วง โดยการเชื่อมต่อกันจะมี 3 รูปแบบ คือ Natrolite, Edingtonite และ Thomsonite ดังภาพที่ 2.10
3. Chabazite Group โครงสร้างประกอบไปด้วย 6-rings ต่อขนานกันซึ่งมีการเชื่อมต่อกันหลายรูปแบบ เช่น Offretite และ Reionite ดังภาพที่ 2.11
4. Phillipsite Group โครงสร้างประกอบไปด้วย 4-rings ต่อขนานกัน ดังภาพที่ 2.12
5. Heulandite Group โครงสร้างเกิดจาก 5-rings 4 วงเชื่อมต่อกันกับ 4-rings 2 วง ซึ่งเป็นโครงสร้างกลางของกลุ่ม ดังภาพที่ 2.13
6. Mordenite Group โครงสร้างเกิดจาก 5-rings 4 วงเชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างกลางของกลุ่ม โครงสร้างใน Mordenite Group มีทั้งหมด 7 รูปแบบ คือ mordenite, epistilbite, ferrierite, bikitaite, dachiardite, ZSM-5 และ ZSM-11 ดังภาพที่ 2.14
7. Faujasite Group ซีโอไลต์ในกลุ่มนี้แบ่งออกเป็น Sodalite และ ZK-5 ดังภาพที่ 2.15
8. Melanophlogite Group ในกลุ่มนี้ประกอบไปด้วย ZSM-39 และ melanophlogite ซึ่งแต่ละหน่วยที่ประกอบเป็น ZSM-39 และ melanophlogite จะมีหลายรูปแบบ เช่น 12-hedron, 12-hedron, 12-hedron, และ 12-hedron ดังภาพที่ 2.16
9. Lovdarite Droup เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-rings และ 8-rings ดังภาพที่ 2.17

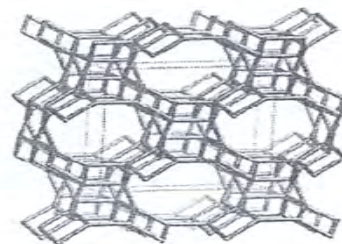


ภาพที่ 2.9 โครงสร้างของ Analcite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



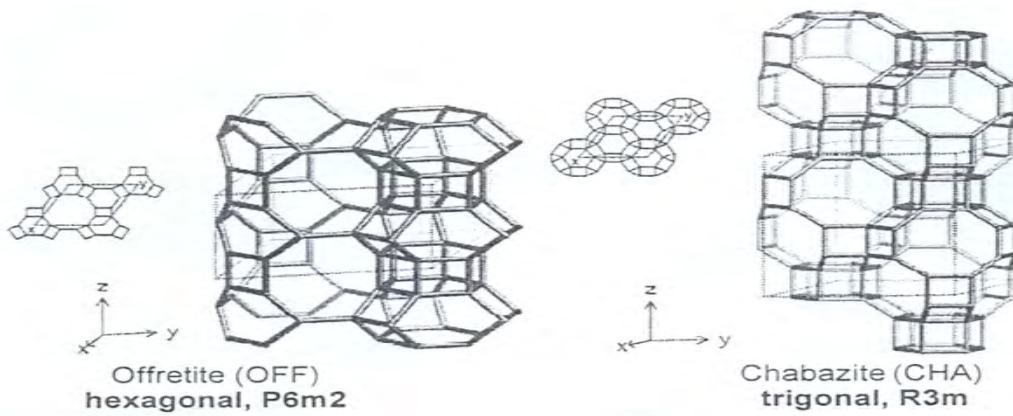


Analcite (ANA)  
cubic,  $Ia3d$



Laumontite (LAU)  
monoclinic,  $C2/m$

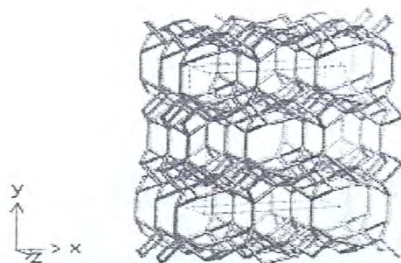
ภาพที่ 2.10 โครงสร้างของ Natrolite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



Offretite (OFF)  
hexagonal,  $P6m2$

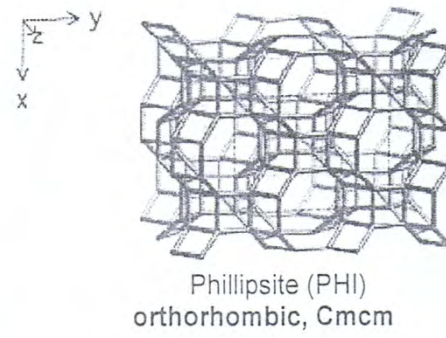
Chabazite (CHA)  
trigonal,  $R3m$

ภาพที่ 2.11 โครงสร้างของ Chabazite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)

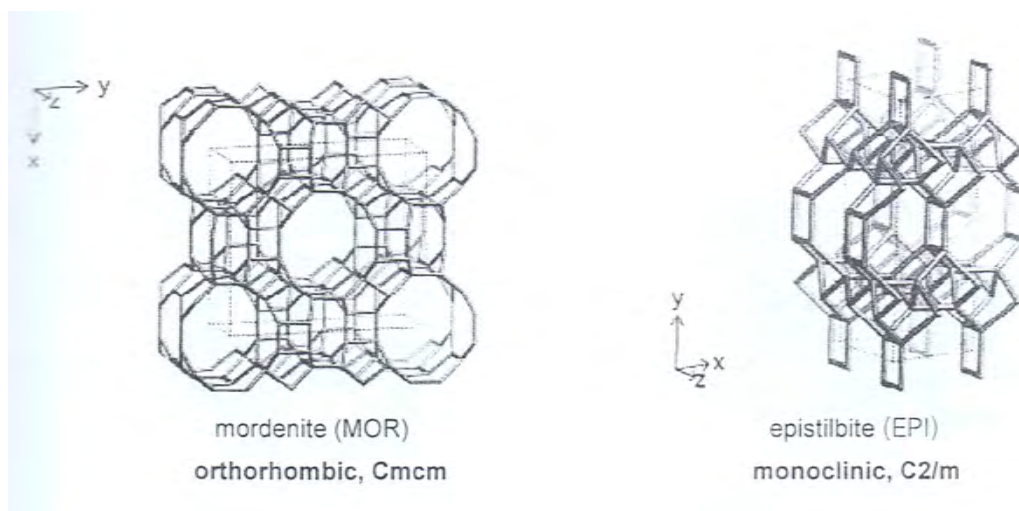


Heulandite (HEU)  
monoclinic,  $C2/m$

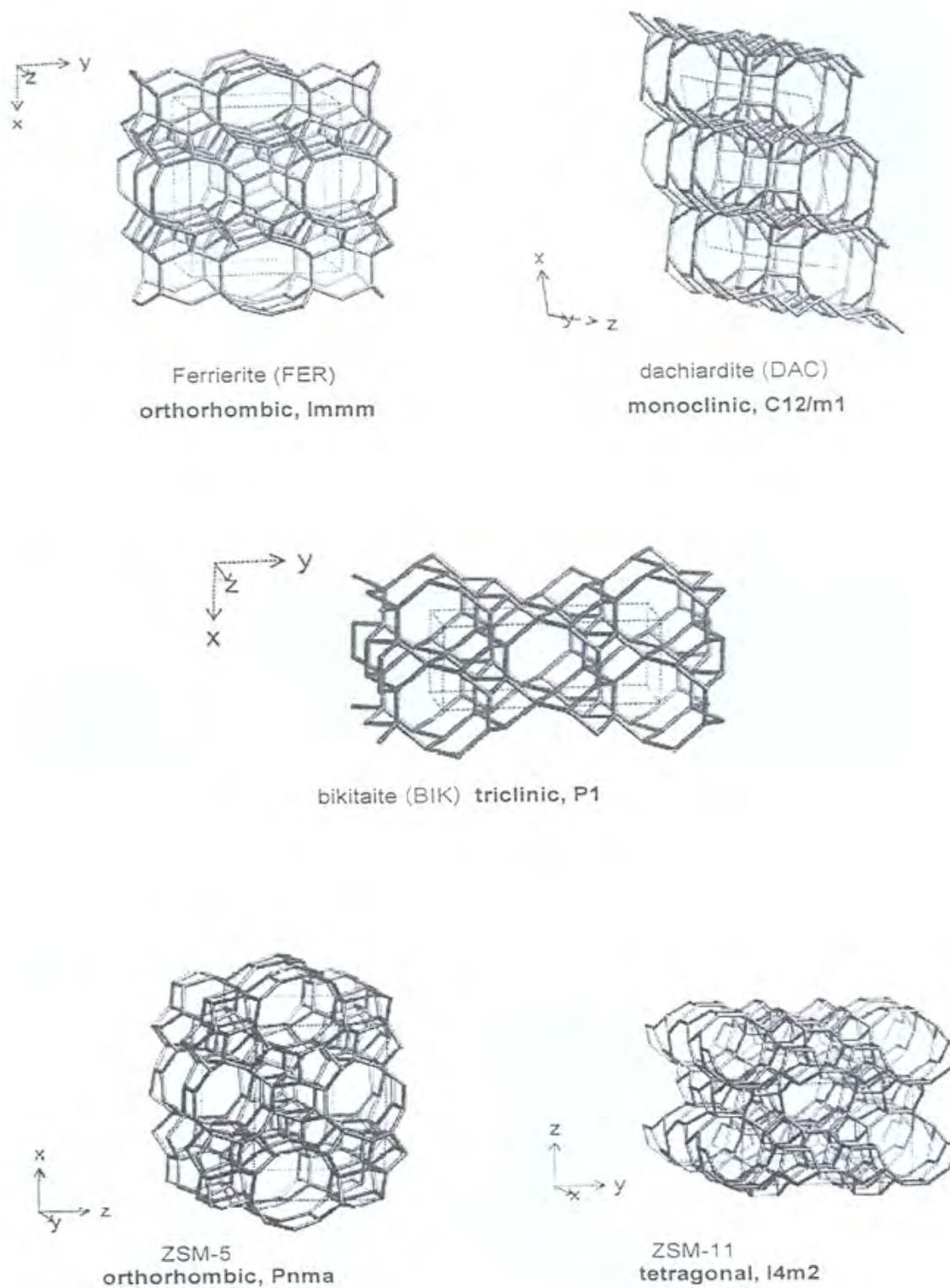
ภาพที่ 2.12 โครงสร้างของ Phillipsite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



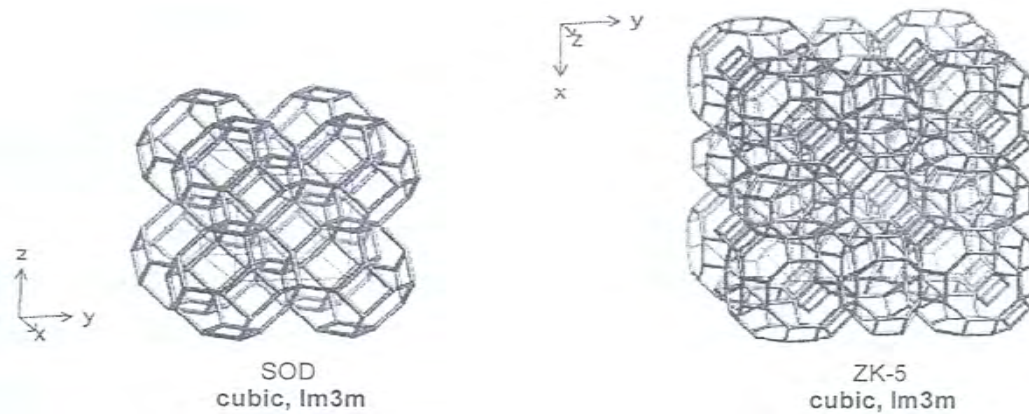
ภาพที่ 2.13 โครงสร้างของ Heulandite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



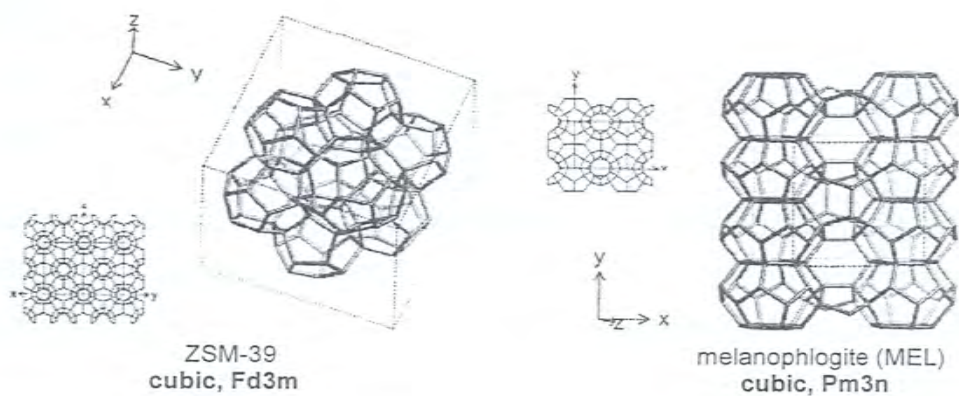
ภาพที่ 2.14 โครงสร้างของ Modernite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



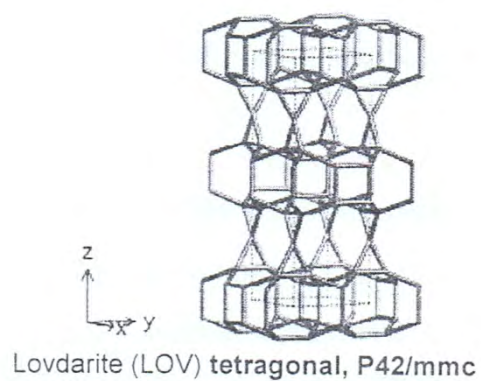
ภาพที่ 2.15 โครงสร้างของ Mordenite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



ภาพที่ 2.16 โครงสร้างของ Faujasite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



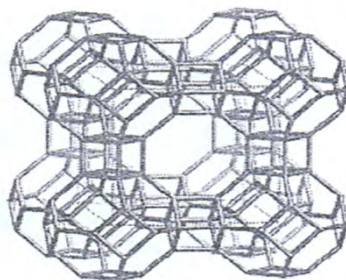
ภาพที่ 2.17 โครงสร้างของ Melanophlogite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)



ภาพที่ 2.18 โครงสร้างของ Lovdarite Group (Baerlocher และคณะ, 2001)

### 2.3 ซีโอไลต์เอ

เป็นซีโอไลต์ที่มีโครงสร้าง 3 มิติ โดยมีช่องว่างเป็นโพรงอยู่ตรงกลาง โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของช่องว่างจะขึ้นกับอะตอมของออกซิเจนที่เชื่อมที่ล้อมรอบซึ่งมีขนาดประมาณ 4.2 อังสตรอม โดยบริเวณมุมทั้งสี่จะมีช่องที่เรียกว่า ไฮดราไลต์ เชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างทรงลูกบาศก์ ดังภาพที่ 2.19



ภาพที่ 2.19 โครงสร้างของซีโอไลต์เอ (Baerlocher และคณะ, 2001)

### 2.4 การเกิดซีโอไลต์ (จตุพร วิทยาคูณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547)

ซีโอไลต์แบ่งตามการกำเนิดได้ 2 วิธี คือ ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ และซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมี

2.4.1 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ (mineral zeolite or natural occurring zeolite) ส่วนมากค้นพบจากการทำเหมืองแร่ซีโอไลต์จากธรรมชาติเป็นกลุ่มผลึกอะลูมิโนซิลิเกตของโมโนหรือไดวาเลนต์เบส (mono or divalent bases) อาจมีการสูญเสียน้ำในผลึกบ้างบางส่วนหรือทั้งหมด โดยที่โครงสร้างจะไม่มีเปลี่ยนแปลงตัวอย่างซีโอไลต์จากธรรมชาติได้แก่ Faujasite, Erionite, Chabazite, offertite, Gmelinite, Mordenite และ Heulandite เป็นต้น โดยประเภทของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติสามารถแบ่งได้ตาม Hydrological system ดังนี้

1. Saline, Alkaline Lakes ซีโอไลต์ชนิดนี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ตามการเปลี่ยนแปลงของผิวโลก คือ arid region และ semiarid region การตกตะกอนในลักษณะนี้จะทำให้เกิดระบบ close resin และควบคุมการเปลี่ยนแปลงของ clastic material และ basin edge
2. Saline, Alkaline Soils ภาวะภูมิอากาศเป็นตัวควบคุมการเกิดซีโอไลต์ชนิดนี้ การก่อตัวใน arid region และ semiarid region เกิดจากการระเหยของน้ำผิวดินที่เกิดจากไฮเดียมคาร์บอเนตและไฮเดียมไบคาร์บอเนต โดยน้ำฝนจะไหลซึมผ่านชั้นดิน แล้วจะละลายไฮเดียมคาร์บอเนตและไฮเดียมไบคาร์บอเนต ทำให้ค่าความเป็นกรด-เบสสูงขึ้นและทำให้เกิดอะลูมิโนซิลิเกตในพื้นที่ดินชั้น

3. Marine Sediments ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากการตกตะกอนที่อยู่ในทะเลภายใต้อุณหภูมิต่ำ และค่าความเป็นกรด-เบสที่เป็นกลาง

4. Open Hydrologic System ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากการเปลี่ยนแปลงของน้ำใต้ดินที่ไหลผ่าน porous pyroclastic ซึ่งทำปฏิกิริยากับ vitric ash

5. Hydrothermal System ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากระบบที่มีแอลคาไลน์กับสารละลายกรดอ่อน การตกตะกอนถูกกำหนดจากปัจจัยของอุณหภูมิ ความสามารถในการเปียกได้ของแร่หิน และลักษณะของของไหลที่ไหลผ่าน ในส่วนที่ต้นและเย็นที่สุดจะเกิดซีโอไลต์ชนิด mordenite และ clinoptilolite สำหรับในส่วนที่ลึกและร้อนกว่าจะเกิดซีโอไลต์ชนิด analcime และ laumontite

6. Burial Diagenetic System ซีโอไลต์ชนิดนี้จะอยู่ในตะกอนที่เกิดจากภูเขาไฟ (volcanolastic sediment)

7. Magmatic System ซีโอไลต์ชนิดนี้เป็นซีโอไลต์ที่ตกผลึกอยู่ระหว่างชั้นของหินแมกมาที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาของของเหลวกับหินที่อยู่ล้อมรอบซีโอไลต์ ส่วนมากจะพบในหินอัคนีและอาจพบบ้างใน interstitial และ globules

8. ซีโอไลต์ที่พบบนปากปล่องภูเขาไฟเป็นซีโอไลต์ในประเทศเยอรมันนี ช่องว่างภายในผลึกจะเต็มไปด้วย analcime, clinoptilolite, erionite, harmotome และ phillipsite

#### 2.4.2 ซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมี (synthetic zeolite)

เกิดจากการทำปฏิกิริยาของออกไซด์พื้นฐานต่างๆ เช่น  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $Na_2O$  และ  $K_2O$  ในระบบที่มีน้ำ การสังเคราะห์ทำได้ทั้งในลักษณะที่เป็นเจล เป็นรูปรูพรุน และลักษณะที่คล้ายเม็ดทราย ซึ่งเป็นประโยชน์ในการที่จะได้ซีโอไลต์ที่มีองค์ประกอบและโครงสร้างตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน ตัวอย่างซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติและที่ได้จากการสังเคราะห์ ดังตารางที่ 2.3

องค์ประกอบหลักในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ประกอบด้วย

1. อะลูมิเนียม การสังเคราะห์ซีโอไลต์ในการทดลองโดยทั่วไปจะใช้สารประกอบของโลหะอะลูมิเนียม (metal aluminates) เป็นสารตั้งต้น ส่วนใหญ่ที่นิยมใช้กัน คือ ไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมหรือบางครั้งอาจใช้แหล่งแร่อะลูมิเนียมตามธรรมชาติ เช่น แก้ว (feldspar) เฟลด์สปาร์ (felspatoides) อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ( $Al(OH)_3$ ) และ อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ( $AlO(OH)$ )

2. ซิลิกอน โดยทั่วไปจะใช้สารละลายของซิลิกา เช่น ซิลิกาไฮลเจล โดยมีซิลิการ้อยละ 30 โดยน้ำหนัก บางครั้งอาจใช้ซิลิกาเจล แก้ว ทราयर เป็นต้น

3. ไออกอนบวก ได้แก่ ไออกอนของโลหะหมู่หนึ่งและหมู่สองที่อยู่ในรูปของไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้สามารถได้จากสารประกอบออกไซด์และเกลือชนิดอื่นๆ ของโลหะหมู่หนึ่งและหมู่สองได้

4. สารเคมีอื่นๆ เช่น สารประกอบอินทรีย์ (organic compounds) ที่แตกตัวให้อิออนบวก ซึ่งเรียกว่า สารโครงสร้าง (template) โดยใส่ในเจลเพื่อช่วยในการตกผลึกของซีโอไลต์ เช่น เตตระเอทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เตตระโพรพิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและที่สามารถสังเคราะห์ได้ (Smith, 1976)

ชื่อ	รูปแบบผลึก	องค์ประกอบทางเคมี
A	isometric	$\text{Na}_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}\cdot 27\text{H}_2\text{O}$
Cancrinite	hexagonal	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Charbazite	rhombohedral	$(\text{Ca},\text{Na})_2\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}\cdot 13\text{H}_2\text{O}$
Erionite	hexagonal	$(\text{Ca},\text{K}_2,\text{Na}_2)_4\text{Al}_8\text{Si}_{26}\text{O}_{72}\cdot 27\text{H}_2\text{O}$
Faujasite	isometric	$\text{Na}_{13}\text{Ca}_{11}\text{Mg}_9\text{K}_2\text{Al}_{55}\text{Si}_{37}\text{O}_{364}\cdot 235\text{H}_2\text{O}$
X	isometric	$\text{Na}_{86}\text{Al}_{86}\text{Si}_{106}\text{O}_{384}\cdot 264\text{H}_2\text{O}$
Y	isometric	$\text{Na}_{56}\text{Al}_{56}\text{Si}_{136}\text{O}_{384}\cdot 250\text{H}_2\text{O}$
Gemlinite	hexagonal	$(\text{Na}, \text{etc})_8\text{Al}_6\text{Si}_{16}\text{O}_{48}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
L	hexagonal	$\text{K}_9\text{Al}_9\text{Si}_{127}\text{O}_{72}\cdot 22\text{H}_2\text{O}$
Mazzite	hexagonal	$\text{K}_{2.5}\text{Mg}_{2.1}\text{Ca}_{1.4}\text{Na}_{0.3}\text{Al}_{10}\text{Si}_{26}\text{O}_{72}\cdot 28\text{H}_2\text{O}$
Mordenite	orthorombic	$\text{Na}_8\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{90}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Offretite	hexagonal	$\text{K Ca Mg Al}_{15}\text{Si}_{13}\text{O}_{30}\cdot 15\text{H}_2\text{O}$
Sodalite	isometric	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\cdot 2\text{NaCl}$
ZK-5	isometric	$\text{Na}_{30}\text{Al}_{30}\text{Si}_{66}\text{O}_{192}\cdot 98\text{H}_2\text{O}$

## 2.5 กระบวนการสังเคราะห์ของซีโอไลต์

### 2.5.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal process) โดยใช้สารประกอบอะลูมินา เช่น โซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminates) หรือ โซเดียมซัลเฟต (aluminum sulfate) และซิลิกา เช่น โซเดียมวอเตอร์กลาส (sodium water glass) สารละลายซิลิกา (silica solution) ทำปฏิกิริยากับเบส เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์หรือควอเตอร์นารีแอมโมเนียมแคทไอออน (Quaternary ammonium cations :  $\text{NR}_4^+$ ) เกิดเป็นเจลที่มีลักษณะเป็นสารเนื้อเดียวกันซึ่งอยู่ในสภาพสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (analkaline supersaturated solution) และแปลงสภาพเป็นโครงสร้างรูพรุนของผลึกอะลูมิโนซิลิเกต (microporous crystalline aluminosilicate) ภายในเวลาที่กำหนด อุณหภูมิการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วงประมาณ 150 องศา

เซลเซียสหรือสูงกว่านั้น และความดันเท่ากับความดันของไอน้ำอิ่มตัวในขณะนั้น บางครั้งในระบบ อาจเกิดเป็นผลึกซีโอไลต์มากกว่าหนึ่งชนิด ซึ่งเรียกกระบวนการทางเคมีนี้ว่ากระบวนการซีโอไลทืเซชัน (zeolitization) ขั้นตอนสำคัญในการเกิดซีโอไลทืเซชันได้เป็นซีโอไลต์ที่ต้องการได้แก่ ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (aging period) และกลไกการเกิดผลึก (mechanism of crystallization)

ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก คือช่วงเวลาและปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นภายหลังการเตรียมเจล โดยที่อุณหภูมิของเจลมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก สิ่งหนึ่งที่สำคัญในช่วงระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก คือการละลายหรือดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (depolymerization) ของซิลิกาด้วยเบส ซึ่งการละลายดังกล่าวเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของซิลิกาผลิตภัณฑ์เริ่มแรกที่ได้ อยู่ในรูปของโมโนเมอร์ซิลิเกตแอนไอออน (monomeric silicate anions) หลังจากนั้นจะถูกเปลี่ยนไปเป็นโอลิโกเมอร์ (oligomeric species) โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (condensation polymerization) ระหว่างโอลิโกเมอร์ซิลิเกตกับโมโนเมอร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ไอออน ( $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ ) เกิดเป็นโครงสร้างอะลูมิโนซิลิเกต

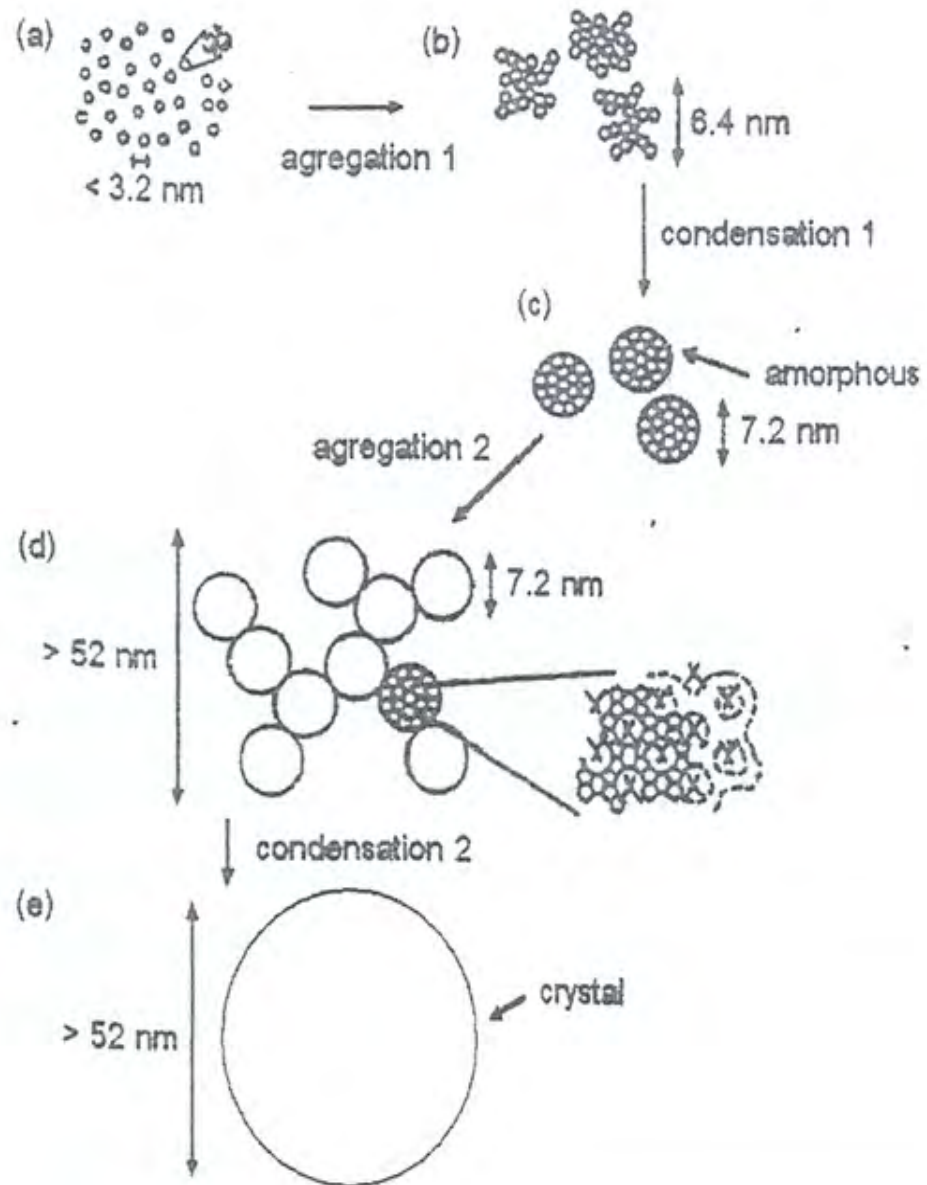
### 2.5.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไมโครเวฟ

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไมโครเวฟ (microwave process) เป็นวิธีการสังเคราะห์ซีโอไลต์อีกรูปแบบหนึ่งที่ได้มีการนำมาประยุกต์ใช้ซึ่งในขั้นตอนการเกิดซีโอไลต์จะคล้ายคลึงกับการสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal process) แต่วิธีการนี้มีความต่างกันในรูปแบบของพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไมโครเวฟจะใช้พลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปกระตุ้นโมเลกุลให้เกิดความร้อนแทนการใช้ตู้อบ โดยไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่สูงมากถึง 2,450 ล้านรอบต่อวินาที มีลักษณะคล้ายกับคลื่นวิทยุแต่มีความถี่ที่สูงกว่า หัวใจสำคัญของเตาไมโครเวฟ คือตัวแมกนีตรอนที่จะเป็นตัวเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นคลื่นไมโครเวฟ ระบบการทำงานของเตาไมโครเวฟ คลื่นไมโครเวฟจะพุ่งเข้าสู่สารจากทุกทิศทุกทางโดยรอบของผนังเตาด้านในแล้วแผ่กระจายไปสู่สาร เมื่อคลื่นไปกระทบสารทำให้โมเลกุลของสารเกิดการสั่นและเสียดสีกัน ก่อให้เกิดเป็นพลังงานความร้อนแก่สาร ทำให้ทุกโมเลกุลได้รับพลังงานอย่างทั่วถึงและสม่ำเสมอทั้งบริเวณที่เป็นพื้นผิวและบริเวณที่อยู่ภายใน ซึ่งจะสามารถลดความแปรผันของอุณหภูมิเนื่องจากการนำความร้อนและลดระยะเวลาในการสังเคราะห์ ซึ่งช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการลดพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้

## 2.6 กลไกการเกิดผลึก

กลไกการเกิดผลึกแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่การอิ่มตัวยวดยิ่ง (supersaturation) การเกิดนิวเคลียส (nucleation) และการเติบโตของผลึกซีโอไลต์ (crystal growth) ดังภาพที่ 2.20





ภาพที่ 2.20 การเกิดซีโพลิต์จากอนุภาคของเจล (จตุพร วิทยาคณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547)

2.6.1 การอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturation) เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นระหว่างตกผลึก และเกิดได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ในขั้นตอนนี้ความเข้มข้นขององค์ประกอบอะลูมิเนียมและซิลิกอนที่ถูกละลายจะเพิ่มมากขึ้น ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของสารละลายจากสารละลายที่มีเสถียรภาพไปเป็นสารละลายที่มีเสถียรภาพไม่แน่นอน (metastable solution) และสุดท้ายอยู่ในสภาพที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ (labile solution)

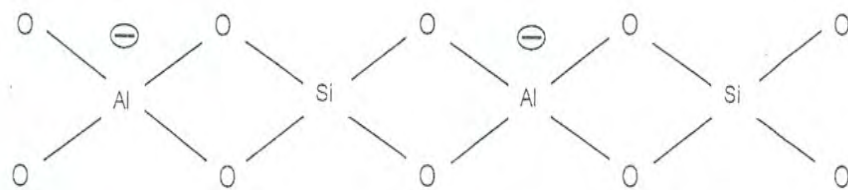
2.6.2 การเกิดนิวเคลียส (nucleation) ของสารละลายอิมิตัววดยิ่งแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรก คือ การเกิดนิวเคลียสขั้นปฐมภูมิ (primary nucleation) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น การเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อเดียว (homogeneous nucleation) และแบบเนื้อผสม (heterogeneous nucleation) โดยที่การเกิดนิวเคลียสแบบหลังเกิดจากการเหนี่ยวนำของสิ่งแปลกปลอมที่มีอยู่ในสารละลาย (impurities or foreign particles) และขั้นตอนที่สองคือการเกิดนิวเคลียสขั้นทุติยภูมิ (secondary nucleation) ซึ่งเกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของผลึกที่เกิดขึ้น

2.6.3 การเติบโตของผลึกซีโอไลต์เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นหลังจากการเกิดนิวเคลียส โดยนิวเคลียสจะเกิดการเติบโตโดยการเพิ่มหรือควบแน่นขององค์ประกอบที่ละลายอยู่ กลายเป็นผลึกซีโอไลต์ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นและสมบูรณ์มากขึ้น

ลักษณะของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งประกอบไปด้วยอัตราส่วนของโมลาร์ซิลิกอนออกไซด์ต่อโมลาร์อะลูมิเนียมออกไซด์ ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ของสารตั้งต้น อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ปริมาณน้ำที่เติมเข้าไป ช่วงระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อัตราเร็วในการกวน และปริมาณของประจุบวกของทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ปะปนอยู่ โดยปกติการต่อตัวของซีโอไลต์มีความสลับซับซ้อนมาก

## 2.7 สมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์ (Bruce, 1991)

เมื่อพิจารณาหน่วยโครงสร้างพื้นฐานของซีโอไลต์ พบว่าถ้าทุกหน่วยเป็น  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  สูตรอย่างง่าย (empirical) ของสารนี้คือ  $\text{SiO}_2$  นั่นเอง ซึ่งมีสภาพประจุเป็นกลาง แต่ถ้าแทนที่  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  ด้วย  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  จะได้สูตรอย่างง่ายคือ  $(\text{AlO}_2)^-$  ดังนั้นจึงมีประจุลบสำหรับทุกหน่วยของ  $(\text{AlO}_2)^-$  หรือ  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  ดังแสดงในภาพที่ 2.21



ภาพที่ 2.21 ประจุลบที่เกิดจากการแทนที่ด้วย  $(\text{AlO}_2)^-$  หรือ  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  ในโครงสร้างของซีโอไลต์ (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)

ตำแหน่งประจุลบที่เกิดขึ้นจะอยู่บริเวณรอบอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $(\text{AlO}_2)^-$ ,  $(\text{AlO}_5)^{5-}$ ) ซึ่งจะมีไอออนประจุบวกของโลหะ (metal cation) มายึดเหนี่ยวด้วยแรงคูลอมบ์ (Coulombic force) เพื่อให้เกิดสมดุลในโครงสร้างทางประจุ ดังนั้นจำนวนประจุบวกที่พบในซีโอไลต์จะขึ้นกับจำนวนหน่วย อะลูมิเนียมออกไซด์ ( $(\text{AlO}_2)^-$ ,  $(\text{AlO}_5)^{5-}$ ) และเลขออกซิเดชันของประจุบวก (ประจุบวกหนึ่งสำหรับโลหะแอลคาไลน์ และประจุบวกสองสำหรับโลหะแอลคาไลน์เอิร์ท) ดังนั้นซีโอไลต์จึงมีสมบัติในการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้ ประจุบวกและโมเลกุลของน้ำเป็นส่วนที่อยู่นอกโครงสร้างตาข่าย (framework network) ของซีโอไลต์ ดังนั้นการแลกเปลี่ยนประจุบวกหรือการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างของซีโอไลต์จึงไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เสียหาย

2.7.1 การแลกเปลี่ยนไอออน ซีโอไลต์สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวกของโลหะที่อยู่ในผลึกกับไอออนประจุบวกอื่นๆ ในสารละลายได้ โดยกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุนี้ผันกลับได้

2.7.2 การดูดซับน้ำ ซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำเข้าไปในช่องว่างบริเวณผนังด้านในของโพรงชนิดต่างๆ ได้ และสามารถกำจัดน้ำออกได้ที่อุณหภูมิสูงพอ

2.7.3 การคัดขนาดและรูปร่างของโมเลกุลที่ผ่านเข้าออก ภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยโพรงซึ่งมีทางให้โมเลกุลของสารใดๆ ผ่านเข้าออกได้เรียกว่าปากโพรง (aperture) โดยที่โมเลกุลที่มีรูปร่างและขนาดเล็กกว่าหรือขนาดเดียวกับปากโพรงเท่านั้นจึงจะสามารถผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ได้ ทำให้ซีโอไลต์มีสมบัติในการกรองแยกโมเลกุล

2.7.4 สมบัติที่สำคัญอื่นๆ ได้แก่ ความหนาแน่นของตำแหน่งกรด (acid site density) ความแรงของกรด (acid strength) และขนาดรูพรุน (pore size)

## 2.8 การประยุกต์ใช้ซีโอไลต์ในปัจจุบัน (จรัส ลิ้มตระกูล, 2540)

จากสมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์จึงได้มีการนำซีโอไลต์ไปใช้งานในด้านต่างๆ ซึ่งการใช้ประโยชน์จากซีโอไลต์ถูกกำหนดด้วยสมบัติพื้นฐานในระดับโมเลกุลของสาร ซึ่งมีอยู่สามด้านหลักๆ ด้วยกัน ได้แก่ เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange) เป็นตัวดูดซับ (adsorption) และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysis)

### 2.8.1 สารลดความกระด้างของน้ำ (water softener)

เนื่องจากประจุบวกของโลหะที่เกาะกับซีโอไลต์นั้นเกาะอยู่อย่างหลวมๆ จึงพร้อมที่จะแลกเปลี่ยนประจุกับโลหะอื่นเมื่ออยู่ในสารละลายได้ โดยโลหะแอลคาไลน์ เช่น โซเดียม หรือโพแทสเซียมที่เกาะกับซีโอไลต์จะแลกเปลี่ยนประจุกับแคลเซียม และแมกนีเซียม ซึ่งเป็นประจุของโลหะในน้ำที่เป็นตัวการทำให้น้ำกระด้าง นอกจากนี้ยังมีการนำซีโอไลต์มาใช้เป็นส่วนผสมในผงซักฟอกแทนฟอสเฟต เนื่องจากฟอสเฟตเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม

### 2.8.2 ตัวแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange resin)

จากสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวกของซีโอไลต์จึงมีการนำซีโอไลต์ไปใช้ในเรซินเพื่อแลกเปลี่ยนประจุกับไอออนบวกต่างๆ ได้แก่  $Zn^{2+}$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$  และ  $Ma^{2+}$  เป็นต้น โดยการแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวกของซีโอไลต์ขึ้นกับชนิดและความเข้มข้นของไอออนบวกที่ทำการแลกเปลี่ยนประจุกับซีโอไลต์ คุณสมบัติที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนประจุ ตัวทำละลาย และโครงสร้างของซีโอไลต์

### 2.8.3 ตัวดูดซับ (adsorption)

เนื่องจากซีโอไลต์มีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างอันเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล โดยสามารถเลือกให้มีการเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุลและเนื่องจากซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำได้ดีและสามารถเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับได้เมื่อมีการให้ความร้อน จึงได้มีการนำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวดูดซับในกระบวนการทำสารให้บริสุทธิ์ (purification) และการแยกสาร (separation) เมื่อซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำหรือไอในสารที่ต้องการทำให้บริสุทธิ์หรือสารที่ต้องการแยก และน้ำในซีโอไลต์จะระเหยออกเมื่อมีการให้ความร้อน นอกจากนี้ซีโอไลต์ยังใช้ในการดูดซับสารอื่น เช่น แก๊สไฮโดรเจน ตะกั่ว หรือแอมโมเนีย ซึ่งเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับเช่นเดียวกับการดูดซับน้ำ และซีโอไลต์บางชนิดจะไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำแต่จะดูดซับเฉพาะโมเลกุลอินทรีย์เท่านั้น

### 2.8.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวแยกโมเลกุล (catalysis and molecular sieve)

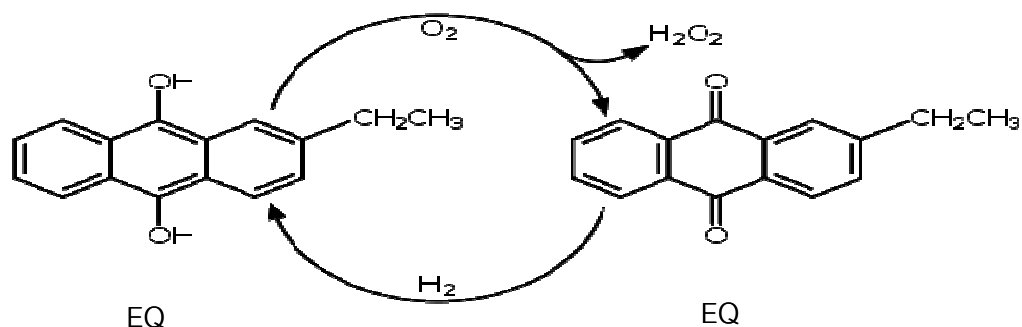
การใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จัดว่าเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับซีโอไลต์อย่างมาก โดยเฉพาะในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ในแต่ละปีประเทศไทยต้องนำเข้าตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมเคมีกว่าพันล้านบาท และมากกว่าร้อยละ 80 ของตัวเร่งปฏิกิริยาคือซีโอไลต์ ด้วยเหตุที่ข้อดีของซีโอไลต์มีสถานะเป็นของแข็งที่มีจุดหลอมเหลวสูงทำให้คงทนกว่า และนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่ายกว่าสารเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะของเหลวหรือแก๊ส ทำให้ไม่สิ้นเปลืองพลังงานและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม สมบัติการเป็นตัวแยกโมเลกุล (molecular sieve) ของซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับขนาดของช่องว่างที่อยู่ระหว่างโครงสร้างหน่วยย่อยและสามารถควบคุมขนาดของช่องนี้ โดยควบคุมคุณสมบัติและไอออนประจุบวกที่อยู่ภายในหรืออยู่รอบๆ ช่องว่าง ทำให้บางช่องว่างนี้ไว้บางส่วน และนักเคมีสามารถเพิ่มหรือลดขนาดช่องว่างนี้ได้ โดยการปรับปัจจัยสองประการดังกล่าว จึงมีการสังเคราะห์สารที่มีโครงสร้างคล้ายซีโอไลต์ และใช้สารกลุ่มนี้เป็นตัวแยกโมเลกุลและใช้สารดังกล่าวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ซึ่งนอกจากจะเป็นการประหยัดพลังงานและลดขั้นตอนเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาเคมีเร็วขึ้นแล้วยังสามารถสร้างมูลค่าของสารตั้งต้นให้ออกมาเฉพาะผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ เช่น เพิ่มค่าออกเทนของน้ำมัน โดยกำจัดองค์ประกอบที่เป็นสารตรงหรือแยกสารไฮโดรคาร์บอนชนิดอิ่มตัวออกจากชนิดไม่อิ่มตัว เป็นต้น

### 2.8.5 ประโยชน์อื่นๆ

การใช้งานซีโอไลต์ในประโยชน์ด้านอื่นๆ เช่น ใช้ในการเกษตร การเลี้ยงสัตว์ และการก่อสร้างในเชิงการเกษตรนั้น เป็นวิธีการที่เรียกว่า ซีโอพอนิก (Zeoponic) หมายถึง การนำซีโอไลต์ธรรมชาติมาปรับเปลี่ยนองค์ประกอบบริเวณที่มีการแลกเปลี่ยนประจุ ใส่ประจุบวกที่เป็นสารอาหารของพืชลงไปแทน ทำให้โมเลกุลของซีโอไลต์กลายเป็นแหล่งอาหารของพืช ซึ่งสารอาหารนั้นๆ จะค่อยๆ ถูกปลดปล่อยออกมาทำให้สารอาหารไม่ถูกชะล้างไปโดยง่าย เป็นการประหยัดสารอาหารได้

### 2.9 กระบวนการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

กระบวนการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างก๊าซไฮโดรเจนและก๊าซออกซิเจน โดยมีสาร Working Solution (EQ) เป็นสารที่ทำให้เกิดการรวมตัวของก๊าซทั้งสองชนิด ได้เป็นสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยมีปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการผลิตดังภาพ 2.23



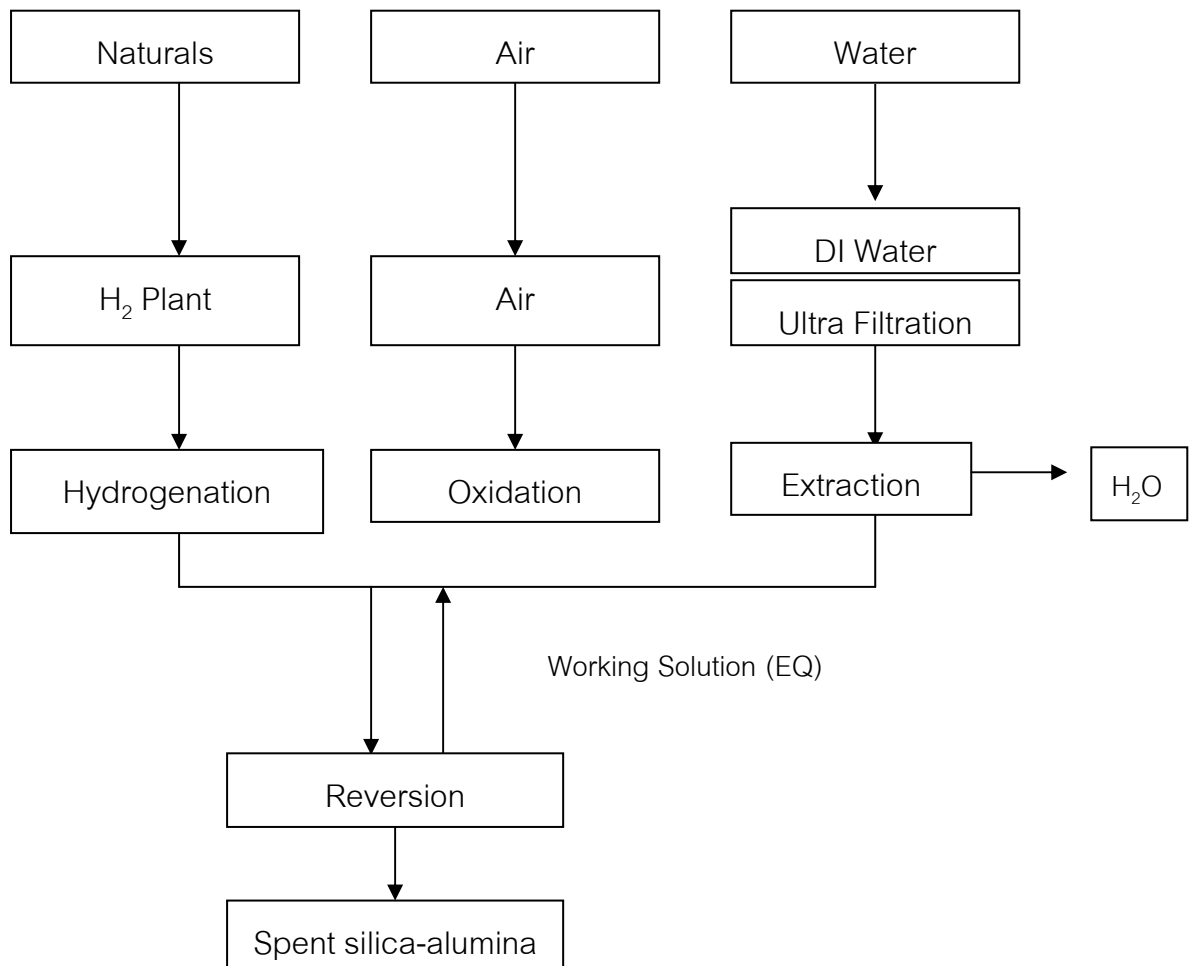
ภาพที่ 2.23 แสดงปฏิกิริยาการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

([http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen\\_peroxide](http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen_peroxide)., 2553 : ออนไลน์)

ในขณะที่สาร Working Solution (EQ) เมื่อใช้ครบ 1 รอบการทำงานจะเกิดความชื้นและมีสิ่งสกปรกปนเปื้อน จึงมีการใช้สารซิลิกา-อะลูมินาในการดูดความชื้นและสิ่งสกปรกออก สำหรับสาร Working Solution (EQ) ที่ใช้เป็นสารประเภทแอนทราควิโนน ซึ่งมีสีน้ำตาลแดง ส่งผลให้กากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วมีสีน้ำตาลแดงเนื่องจากการปนเปื้อนสารแอนทราควิโนน ซึ่งในกระบวนการนี้จะก่อให้เกิดของเสียประเภทสารประกอบซิลิกา-อะลูมินา โดยประมาณการได้ว่าจะเกิดของเสียซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วเป็นจำนวนมากกว่า 100 ตันต่อปี ดังนั้นนอกจากจะทำให้เกิดของเสียซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วทางโรงงานอุตสาหกรรมที่ผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ยังต้องรับภาระค่าใช้จ่ายในการกำจัดกากของเสียซิลิกา - อะลูมินาที่ใช้แล้วอีกด้วย

ตารางที่ 2.4 ส่วนประกอบของซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว (สารโจนัน ปัทโชติพงษ์, 2545)

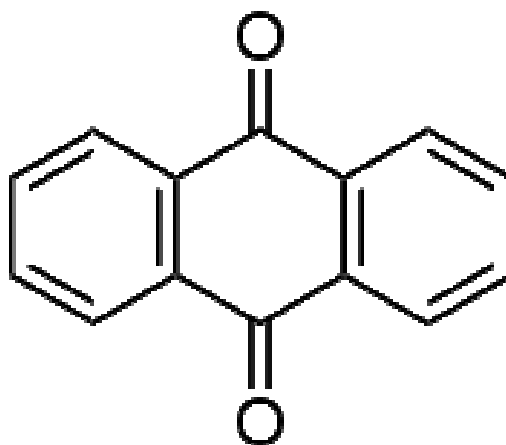
ส่วนประกอบ	ปริมาณ	
	มิลลิกรัม/กรัม	เปอร์เซ็นต์
อะลูมิเนียมออกไซด์	550-630	55.0-63.0
ซิลิกอนออกไซด์	120-160	12.0-16.0
เกลือละลายน้ำ	70-130	7.0-13.0
ความชื้น	100	10
เอทิลเทตระไฮโดรแอนทราควิโนน	23.08	2.31
เอทิลแอนทราควิโนน	9.85	0.99
เอทิลไดไฮดรอกซิลแอนทราควิโนน	6.61	0.66



ภาพที่ 2.23 การผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) (ไถทีพย์ อภิธรรมวิริยะ, 2542)

### 2.9.1 สารแอนทราควิโนน (Anthraquinone) (สาโรจน์ ปัทยพิงษ์, 2545)

สารแอนทราควิโนนที่ใช้เป็น Working Solution (EQ) ในกระบวนการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีสูตรทางเคมีทั่วไปคือ  $C_{14}H_{10}O_2$  มวลโมเลกุลเท่ากับ 208.21 กรัมต่อโมล มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็ม มีจุดหลอมเหลวที่ 286 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวที่ 379.8 องศาเซลเซียส ถูกใช้ในการอุตสาหกรรมผลิตสีย้อมและเม็ดสี ให้เป็นสารเพิ่ม (additive) ในการผลิตกระดาษ ใช้เป็นสารเร่งปฏิกิริยาในการผลิตน้ำมันพืช ใช้เป็นตัวเร่งในการเคลือบนิกเกิลด้วยไฟฟ้า และใช้เป็นสารไล่นก โดยมีสูตรโครงสร้างดังภาพที่ 2.24



ภาพที่ 2.24 สูตรโครงสร้างของสารแอนทราควิโนน

(<http://en.wikipedia.org/wiki/Anthraquinone>., 2553 : ออนไลน์)

### 2.9.2 ความเป็นพิษของสารแอนทราควิโนน (สาโรจน์ ปัทยพิงษ์, 2545)

การศึกษาความเป็นพิษของแอนทราควิโนน โดยการนำสารแอนทราควิโนนให้หนูและลูกหนูทั้งเพศผู้และเพศเมียกินในปริมาณและระยะเวลาต่างๆ ซึ่งแบ่งออกเป็นการศึกษาในระยะเวลา 14 สัปดาห์ ให้หนูและลูกหนูทั้งเพศผู้และเพศเมียอย่างละ 50 ตัว และ 60 ตัว แล้วศึกษาการรอดชีวิต น้ำหนักตัว และการกินอาหาร พบว่า หนูในชุดควบคุมและชุดทดลองให้ผลการทดลองที่คล้ายคลึงกัน หรืออาจกล่าวสรุปได้ว่าสารแอนทราควิโนนไม่มีความเป็นพิษ

## 2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.10.1 งานวิจัยการนำกากชิลิกา-อะลูมินาไปใช้ประโยชน์

สาโรจน์ ปัทยพิงษ์ (2545) ศึกษาการนำกากชิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วมาเป็นวัตถุดิบผลิตเซรามิกโดยใช้แทนอะลูมินาบริสุทธิ์ซึ่งทำหน้าที่ร่วมกับดินดำและหินฟันม้า ผลปรากฏว่าเซรามิกที่ผลิตได้จากกากชิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วมีคุณสมบัติที่ดีที่สุดที่อัตราส่วนของกากชิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว 40 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้ขนาด 100 เมช ณ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา 1100

องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเป็น 3 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยมีค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังเผาเท่ากับ 11.42 เปอร์เซ็นต์ ค่าความหนาแน่นหลังเผาเท่ากับ 2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ค่าการดูดซึมน้ำของน้ำเท่ากับ 11 เปอร์เซ็นต์ และค่ากำลังรับแรงดัดหลังเผาเท่ากับ 247.34 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการลดการชะละลายพบว่าค่าที่ได้ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน ผลการตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นโดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ พบว่าแท่งทดสอบเซรามิกมีความแข็งแรงสูงเนื่องจากพบเฟสของคอร์รันดัม แต่ไม่พบเฟสของมัลไลต์ ซึ่งเป็นเฟสที่ให้ความแข็งแรงสูง นอกจากนี้ ผลการประมาณการค่าใช้จ่ายเบื้องต้น พบว่าในการผลิตเซรามิกจากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว มีค่าใช้จ่าย 94 บาทต่อกิโลกรัมของเซรามิกที่ผลิตได้

หฤษฎี ธิตินันท์ (2546) ศึกษาการนำกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วมาใช้ประโยชน์เป็นวัสดุแทนที่ในซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เพื่อผลิตคอนกรีตบล็อกประสานปูพื้น โดยทำการทดลองศึกษาปัจจัยต่างๆ ได้ผลการทดลองดังนี้ ความสามารถทำงานได้ของคอนกรีตลดลงตามสัดส่วนการเพิ่มขึ้นของวัสดุผสมและอัตราส่วนกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วต่อวัสดุประสานโดยสัดส่วนซีเมนต์ต่อทรายต่อหินเกล็ดที่เหมาะสมต่อการผลิตคอนกรีตบล็อกประสานปูพื้น คือ 1:1.2:1.8 และการบดกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วให้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 150 ไมครอน โดยไม่จำเป็นต้องเผาจะทำให้ได้วัสดุที่มีความเหมาะสมที่สุด เนื่องจากสามารถแทนที่ซีเมนต์ได้ในปริมาณมากขึ้น โดยที่สภาวะเหมาะสมต่อการผลิตสามารถแทนที่ซีเมนต์ด้วยกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วขนาดอนุภาคเล็กกว่า 150 ไมครอนได้ในสัดส่วน 0.15 เท่าของวัสดุประสาน ทำให้คอนกรีตบล็อกประสานปูพื้นมีสมบัติทางกายภาพที่ระยะเวลาบ่ม 28 วัน ผ่านเกณฑ์มาตรฐานผลิตภัณฑ์คอนกรีตบล็อกประสานปูพื้นของกระทรวงอุตสาหกรรม โดยคอนกรีตบล็อกปูพื้นที่กล่าวข้างต้นมีราคา 2.74 บาทต่อก้อนและมีน้ำหนัก 4.40 กิโลกรัม

#### 2.10.2 งานวิจัยการสังเคราะห์ซีโอไลต์

Kolay และคณะ (2001) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากซีเถ้าที่มาจากกาบเผาตะกอนจากบ่อบำบัดน้ำเสีย โดยการทดลองนี้ได้นำซีเถ้ามาสังเคราะห์โดยไปทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 3.5 นอร์มัล พบว่า ซีเถ้าผ่านการทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 3.5 นอร์มัล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง มีโครงสร้างเป็นมัลไลต์และควอตซ์ ซึ่งเป็นโครงสร้างเดียวกับซีเถ้าจากการเผา แสดงว่าที่สภาวะนี้ไม่เกิดโครงสร้างของซีโอไลต์ แต่เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 24, 36 และ 48 ชั่วโมง พบว่าเกิดโครงสร้างของซีโอไลต์พี โดยเกิดโครงสร้างซีโอไลต์พีสูงที่สุดเมื่อสังเคราะห์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



Lucio และ Edoardo (2003) ศึกษาพบว่าซีโอไลต์เอบริสุทธิสามารถเกิดขึ้นได้ในกระบวนการสังเคราะห์ด้วยเวลาแค่ 1 ชั่วโมง โดยการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่ความดันบรรยากาศ ข้อดีของการสังเคราะห์โดยวิธีไมโครเวฟคือการลดปริมาณน้ำในซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้อีกทั้งลดเวลาในการสังเคราะห์ ซึ่งเป็นข้อดีในด้านของพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์ลดลง แต่อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟมีข้อจำกัดจากการใช้เวลาในการให้ความร้อนที่สั้นส่งผลให้ผลึกที่ได้ไม่สมบูรณ์อีกทั้งเกิดเฟสปนเปื้อน เช่น เฟสของไฮดรอกซีโซดาไลต์ เนื่องจากเวลาที่สั้นเกินไปจะทำให้ขั้นตอนการเกิดผลึกตั้งต้นเกิดไม่สมบูรณ์ สำหรับในขั้นตอนการสังเคราะห์พบว่า การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนเดียวนั้นไม่เหมาะสม จึงพัฒนาการสังเคราะห์เป็นสามขั้นตอน คือ ขั้นที่หนึ่งเป็นการละลายสารตั้งต้นทั้งหมดโดยพยายามให้เป็นเนื้อเดียวกันมากที่สุดเพื่อพร้อมที่จะเกิดเป็นผลึกตั้งต้นในขั้นต่อไป เพราะฉะนั้นในขั้นตอนนี้จึงใช้คลื่นไมโครเวฟที่มากเกินไปเพื่อให้เกิดการสั่นของโมเลกุลจนเกิดความร้อนเพียงพอที่จะละลายและผสมสารตั้งต้นจนเป็นเนื้อเดียวกัน ในขั้นตอนนี้ถือเป็นขั้นตอนสำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ นอกจากนี้ในงานวิจัยได้ทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพการสังเคราะห์ด้วยรีแอกเตอร์รูปทรงต่างกันพบว่ารีแอกเตอร์ทรงกระบอกสามารถสังเคราะห์ได้ดีกว่ารีแอกเตอร์ทรงกลม ในขั้นที่สองและขั้นที่สามเป็นการให้ความร้อนเพื่อให้ผลึกที่ได้จากขั้นที่หนึ่งเกิดผลึกตั้งต้นและสามารถเหนี่ยวนำให้ผลึกโตขึ้นเป็นซีโอไลต์ จากการทดลองพบว่าในขั้นที่หนึ่งการใช้กำลังไมโครเวฟเท่ากับ 360 วัตต์ เป็นเวลา 50 นาที และในขั้นที่สองใช้กำลังไมโครเวฟเท่ากับ 900 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที จะให้ผลึกที่ดีที่สุด ได้ค่าความเป็นผลึก 99 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดพบว่า ผลึกที่ได้มีขนาด 1-4 ไมโครเมตร ซึ่งไม่ต่างกับการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มัลแต่การสังเคราะห์แบบไมโครเวฟพบผลึกขนาด 0.1 ไมโครเมตร แสดงว่า ในการสังเคราะห์ที่ได้ผ่านการเกิดผลึกตั้งต้นจริง แต่ผลึกเหล่านี้ไม่สามารถเหนี่ยวนำให้โตได้ จึงมีขนาดเล็กกว่าผลึกของโครงสร้างอื่นที่เกิดขึ้น

Fernandes และ Malachinh (2005) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอกซ์และซีโอไลต์เอ โดยนำเปลือกหอยมาปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้น โดยการบดคัดขนาดเล็กลงกว่า 0.044 มิลลิเมตร จากนั้นนำมาย่อยด้วยกรดเพื่อกำจัดโลหะอื่นๆ เช่น เหล็ก และเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ จากนั้นชั่งน้ำหนักมา 2 กรัม ผสมกับโซเดียมอะลูมิเนต 0.95 กรัม และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 กรัม ใส่อบโตเครฟ อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ทำการแปรค่าเวลาการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 6 ถึง 12 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้เย็น ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชัน จนค่าความเป็นกรด-เบสเป็นกลาง สภาวะที่เหมาะสมคือ 12 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ผลึกที่เกิดขึ้นพบว่าเกิดซีโอไลต์เอ 20.9 เปอร์เซ็นต์ และพบซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ 71.9 เปอร์เซ็นต์

Takaaki และคณะ (2006) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากตะกอนกระดาษจากการรีไซเคิลเป็นซีโอไลต์ โดยทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 3 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยซีโอไลต์จากกระดาษนี้มีปริมาณของซิลิกาอยู่ในปริมาณที่น้อย ในงานวิจัยนี้จึงเติมดินเบาเพื่อเพิ่มปริมาณของซิลิกาให้เหมาะสมแก่การสังเคราะห์ซีโอไลต์ ซึ่งในการผสมดินเบา นั้นจะทำการละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 3 โมลาร์ แล้วทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งก่อนจากนั้นจึงนำมาทำปฏิกิริยากับตะกอนกระดาษจากการทดลองพบว่า การไม่เติมดินเบาเมื่อวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้พบว่าเป็นโครงสร้างของไฮดรอกซีโซดาไลต์ แต่เมื่อเติมดินเบาในปริมาณ 20 กรัมต่อลิตร พบว่าสามารถเกิดซีโอไลต์ได้ แต่ก็ยังเกิดเฟสอื่นปนเปื้อน

Ivan และคณะ (2007) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอกซ์จากดินขาวที่ผ่านการกำจัดอะลูมิเนียมด้วยกรดซัลฟิวริกเพื่อปรับให้อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินามีค่าสูงขึ้น โดยตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ อุณหภูมิ เวลา ความเร็วรอบในการกวน อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา และอัตราส่วนโซเดียมออกไซด์ต่อซิลิกา พบว่าภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนของการเกิดเจล (Gel formation Step) มีความเร็วที่ใช้ในการกวนเท่ากับ 450 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในขั้นตอนปล่อยให้ตกผลึก (Aging Step) ภาวะที่เหมาะสมคือ ที่อุณหภูมิเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน และในขั้นตอนของการเกิดผลึก (Crystallization Step) ภาวะที่เหมาะสมคืออุณหภูมิเท่ากับ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยที่อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 3.2 และอัตราส่วนโซเดียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 1 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอกซ์

Anuwattana และคณะ (2008) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แซดเอสเอ็มห้าจากกากของเสียจากการถลุงเหล็กด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและไมโครเวฟ โดยสภาวะที่เหมาะสมจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล คือ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในส่วนการสังเคราะห์แบบไมโครเวฟนั้นจำเป็นต้องทำให้เวลาในการผสมก่อนทำการสังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียสก่อน เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นให้ความร้อนด้วยเครื่องไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดโครงสร้างของซีโอไลต์แซดเอสเอ็มห้าหลังจากทำปฏิกิริยาไปแล้วอย่างต่ำ 4 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามขนาดผลึกที่ได้จากทั้งสองวิธีต่างกันโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลสามารถสังเคราะห์ได้ผลึกที่มีขนาดประมาณ 3 ไมโครเมตร ซึ่งโตกว่าการสังเคราะห์แบบไมโครเวฟที่มีขนาดประมาณ 0.3 ไมโครเมตร

Anuwattana และ Khummongkol (2009) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากของเสียอุตสาหกรรม 2 แหล่ง ได้แก่ ตะกรันเตาหลอมจากโรงงานหล่อเหล็กซึ่งมีปริมาณซิลิกาสูง และกากของเสียจากโรงงานเคลือบอะลูมิเนียมซึ่งมีปริมาณอะลูมินาสูง นำมาปรับปรุงคุณสมบัติเบื้องต้น

โดยการแช่กรดและเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดโลหะปนเปื้อนอื่นๆ และสารอินทรีย์ตามลำดับ จากนั้นนำมาสังเคราะห์เจลโดยผสมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 3 โมล ทำการศึกษาโดยแปรค่าสัดส่วนความเข้มข้นต่อโมลาร์ของ ซิลิกาออกไซด์ต่อน้ำ เป็น 2.36 4.17 5.07 5.46 7.88 และ 35.47 ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ ซีโอไลต์เอโดยนำมาเผาที่ 90 องศาเซลเซียส ทำการแปรค่าเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 1 ถึง 9 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลานำมาตั้งให้อุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วล้างด้วยน้ำดีไอออนในเซชันจนเป็นเบสอ่อนๆ ค่าความเป็นกรด-เบสประมาณ 8 จึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ผลการทดลองปรากฏว่า สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เจลโดยแปรค่าสัดส่วนความเข้มข้นต่อโมลของซิลิกาออกไซด์ต่อน้ำเป็น 4.17 และสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ โดยเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

Hiroaki และ Sridhar (2009) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ หรือซีโอไลต์เอกซ์ โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยนำแอลกอฮอล์ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนที่อุณหภูมิเท่ากับ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำมาสังเคราะห์ซีโอไลต์แต่ละชนิดโดยปรับอัตราส่วนต่อโมล สำหรับซีโอไลต์เออัตราส่วนเป็นดังนี้ สัดส่วนโมลของซิลิกาออกไซด์ต่อโมลของอะลูมินาออกไซด์ เท่ากับ 2 สัดส่วนโมลของน้ำต่อโมลของโซเดียมออกไซด์ เท่ากับ 40 และสัดส่วนโมลของโซเดียมออกไซด์ต่อโมลของซิลิกาออกไซด์ เท่ากับ 2.7 สำหรับซีโอไลต์เอกซ์ อัตราส่วนเป็นดังนี้ สัดส่วนโมลของซิลิกาออกไซด์ต่อโมลของอะลูมินาออกไซด์ เท่ากับ 1.9 สัดส่วนโมลของน้ำต่อโมลของโซเดียมออกไซด์ เท่ากับ 37 และสัดส่วนโมลของโซเดียมออกไซด์ต่อโมลของซิลิกาออกไซด์ เท่ากับ 23.3 นำแอลกอฮอล์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมอะลูมิเนตและน้ำดีไอออนในเซชันมาผสมตามอัตราส่วนให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ทำการแปรค่าเวลาการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 2 ถึง 6 ชั่วโมง สำหรับซีโอไลต์เอเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และสำหรับซีโอไลต์ชนิดเอกซ์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เมื่อนำซีโอไลต์ทั้งสองชนิดมาทดสอบปรากฏว่าซีโอไลต์เอวัดค่าความสามารถการแลกเปลี่ยนประจุบวก เท่ากับ 317 มิลลิอิกวาเลนต์ต่อ 100 กรัม พื้นที่ผิว เท่ากับ 171 ตารางเมตรต่อกรัม ซีโอไลต์เอกซ์วัดค่าความสามารถการแลกเปลี่ยนประจุบวก เท่ากับ 506 มิลลิอิกวาเลนต์ต่อ 100 กรัม พื้นที่ผิวเท่ากับ 676 ตารางเมตรต่อกรัม

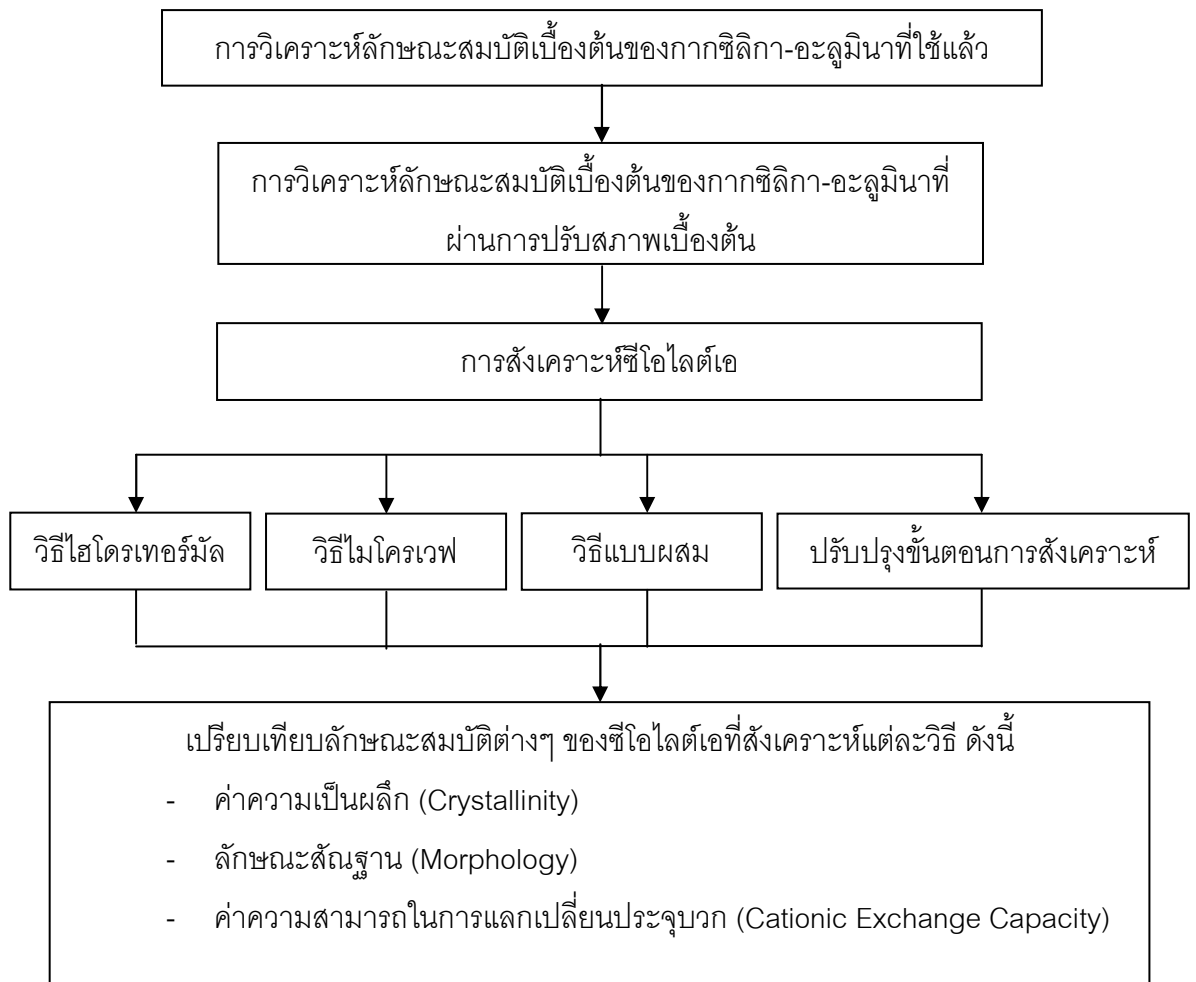
มนธวัล บุญส่งประเสริฐ (2550) ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอกซ์ จากดินขาวธรรมชาติ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal) ซึ่งได้ทำการปรับปรุงคุณภาพโดยบดและคัดขนาดด้วยตะแกรงขนาด 325 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นรีฟลักซ์กับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และหลอมเหลวดินขาวกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3

ชั่วโมง เมื่อปรับสภาพแล้ว จากนั้นทำการศึกษานหาสภาวะที่เหมาะสมได้ดังนี้ อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล คือ 90 องศาเซลเซียส เวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอกซ์ 48 ชั่วโมง อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาที่ดีที่สุด คือ 3.0 และอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาที่เหมาะสม คือ 12 ซีโอไลต์เอกซ์ที่เกิดขึ้นมีร้อยละผลได้เท่ากับ 88.4 มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 395.30 และซีโอไลต์เอกซ์ใช้ในอุตสาหกรรมมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 473.37 และจากการทดลองการดูดซับ คลอไรด์ในเฮกเซนมีร้อยละการกำจัดเท่ากับ 30.24 และมีความสามารถในการดูดซับเท่ากับ 293.3 มิลลิกรัมต่อกรัมของตัวดูดซับ

### บทที่ 3

#### แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซีลิกา - อะลูมินาที่ใช้แล้วด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มัล วิธีไมโครเวฟ และวิธีแบบผสม เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ โดยเปรียบเทียบลักษณะสมบัติของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้ และปริมาณพลังงานที่ใช้ในแต่ละวิธี โดยขั้นตอนการวิจัยแสดงดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนการวิจัย

### 3.1 วัสดุดิบ

กากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วจากกระบวนการดูดซับสิ่งสกปรกและความชื้นจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในกระบวนการผลิตไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จากโรงงานอุตสาหกรรม

### 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารวอเตอร์กลาส (water glass) จากโรงงานผลิตวอเตอร์กลาส (มีรายละเอียดการหาค่าประกอบทางเคมีของวอเตอร์กลาสโดยการไทเทรต ดังแสดงในภาคผนวก ก)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
3. น้ำดีไอออนไนเซชัน

### 3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

#### 3.3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. ชุดออสโตเครฟ ภายนอกทำจากเหล็กไร้สนิมภายในทำจากเทฟลอน (ภาพที่ 3.2)
2. เทฟลอน (ภาพที่ 3.3)
3. ชุดเครื่องแก้วรีฟลักซ์สำหรับเครื่องไมโครเวฟ (ภาพที่ 3.4)
4. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven) (ภาพที่ 3.5)
5. เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace) (ภาพที่ 3.6)
6. เตาไมโครเวฟ
7. ตะแกรงร้อน 200 เมช
8. ชุดเครื่องกวนแม่เหล็ก (stirring bar)
9. เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (Hot Plate stirrer)
10. ชุดกรองสุญญากาศ
11. เครื่องชั่งน้ำหนักความละเอียด 4 ตำแหน่ง
12. เครื่องวัดความเป็นกรดต่าง (pH-meter)
13. เครื่องบดสาร (tube mill)
14. เทอร์โมมิเตอร์
15. กระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 1



ภาพที่ 3.2 ชุดประกอบเหล็กไร้สนิม



ภาพที่ 3.3 เทฟลอน



ภาพที่ 3.4 ชุดเครื่องแกว่งฟลักซ์ต่อกับเครื่องไมโครเวฟ



ภาพที่ 3.5 ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven)



ภาพที่ 3.6 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace)



### 3.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

#### 1. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ยี่ห้อ Rigaku D/MAX-220 Ultima<sup>+</sup> โดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์พลังงานสูงที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงานจะทำให้เกิดการรบกวนที่อยู่ในวงของอะตอมอนุภาคที่เป็นเป้าหมายออกมา ทำให้เกิดออร์บิทัลว่างขึ้น อะตอมจะมีเสถียรภาพต่ำลง อิเล็กตรอนในชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าก็จะเข้ามาแทนที่ออร์บิทัลที่ว่างอยู่ การเข้ามาแทนที่จะเกิดการคายพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปความร้อนและรังสีเอกซ์ ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวดีเทคเตอร์เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนเป็นมุมที่มิต้องต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆ ของปริมาณความเป็นผลึกได้

#### 2. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF)

เทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF) เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูงไปกระทบชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานเกิดการปล่อยโฟตอนออกมา เนื่องจากโฟตอนที่ถูกปล่อยออกมาจากธาตุต่างชนิดในชิ้นงานจะมีความยาวคลื่นและพลังงานที่ต่างกัน และเนื่องจากปริมาณของโฟตอน (photon) ที่เปล่งออกมาขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารนั้นๆ ข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุและธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่างได้

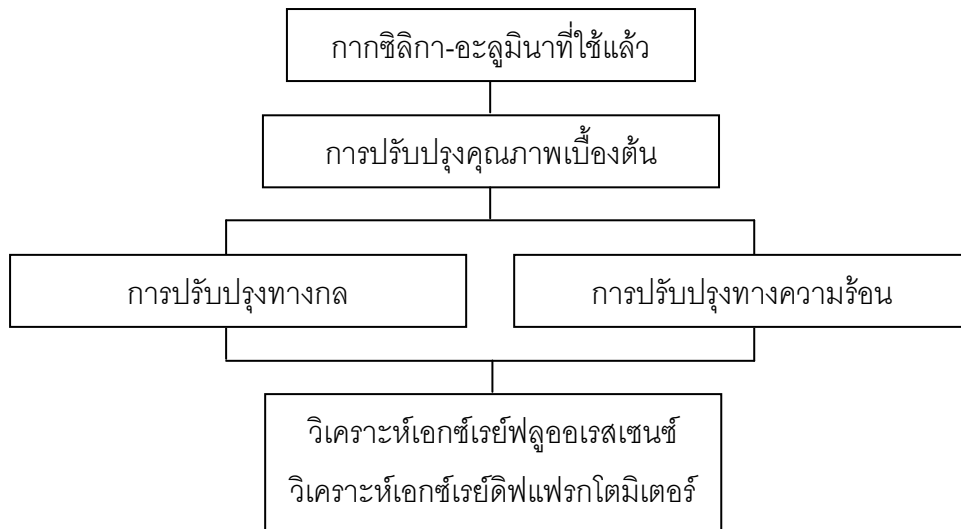
#### 3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน (morphology) และขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเทคนิคที่ใช้ในการช่วยให้เห็นลักษณะผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาถึงระดับอะตอม ซึ่งใช้ลำอิเล็กตรอนแทนแสง โดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ปล่อยอิเล็กตรอนปฐมภูมิโดยมีเลนส์รวมแสง (condenser lens) ทำหน้าที่บังคับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดและความเข้มเหมาะสมกับตัวอย่าง โดยมีขดลวดการส่องกราด (scanning coil) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวนอนและแนวตั้งบนระนาบของตัวอย่าง โดยเลนส์ใกล้วัตถุเป็นเลนส์อิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดภาพชัดขึ้นและตรวจวัด (detector) ทำหน้าที่เปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพของข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะผิวหน้าและลักษณะตัวอย่าง

### 3.4 การดำเนินงานวิจัย

#### 3.4.1 ศึกษาลักษณะสมบัติของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

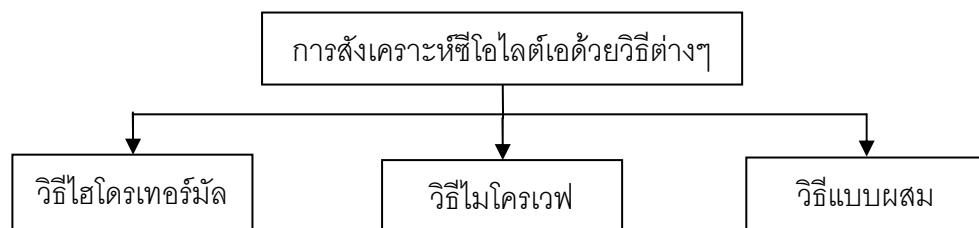
โดยบดด้วยเครื่องบด(Tube Mill) ทำการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF) และเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังภาพที่ 3.7 โดยเปรียบเทียบกับกากที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ



ภาพที่ 3.7 แผนผังแสดงการศึกษาลักษณะสมบัติของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

#### 3.4.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีต่างๆ

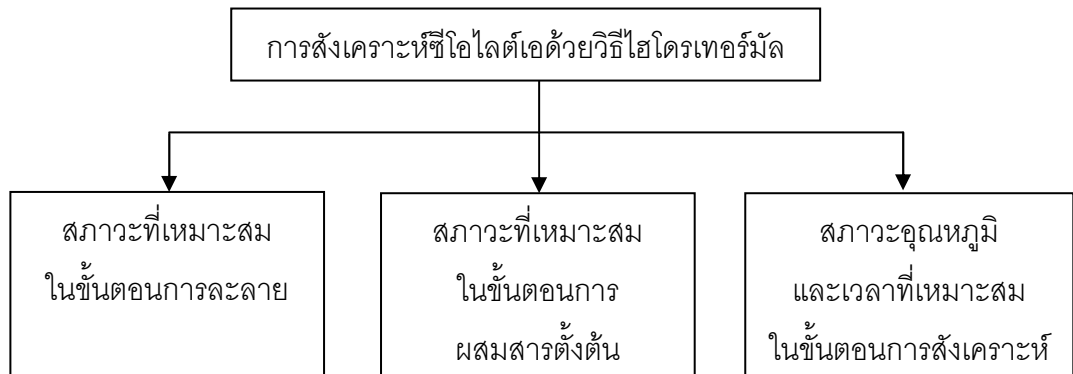
ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดจะสังเคราะห์ด้วยกัน 3 วิธี ดังภาพที่ 3.8 คือ วิธีไฮโดรเทอร์มัล วิธีไมโครเวฟ และวิธีแบบผสม สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ประกอบด้วย กากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น วอเตอร์กลาส โซเดียมไฮดรอกไซด์ และน้ำดีไอออนไนเซชัน โดยควบคุมสัดส่วนโมลเป็น  $3.165 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 1.926 \text{ SiO}_2 : 128 \text{ H}_2\text{O}$  ทำการคำนวณน้ำหนักที่ใช้ในการสังเคราะห์ของสารตั้งต้นแต่ละชนิด ดังภาคผนวก ข ซึ่งจะใช้กากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น 3.98 กรัม วอเตอร์กลาส 8.16 กรัม โซเดียมไฮดรอกไซด์ 10.67 กรัม และน้ำ 67.19 กรัม



ภาพที่ 3.8 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีต่างๆ

### 3.4.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

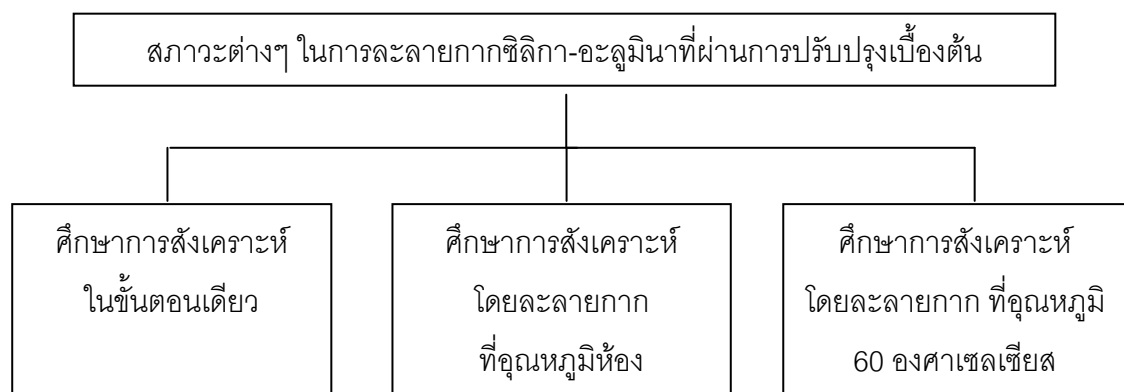
วิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นการสังเคราะห์วิธีหนึ่งที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์อย่างแพร่หลาย งานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนออกเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนแรกเป็นการละลายกากซิลิกา-อะลูมินา ขั้นตอนที่สองเป็นการผสมสารตั้งต้น โดยในสองขั้นตอนแรกนี้จะใช้เครื่องกวนแบบให้ความร้อนในการให้ความร้อนและปั่นกวนปฏิกิริยา ส่วนขั้นตอนสุดท้ายเป็นการสังเคราะห์โดยใช้ตู้อบลมร้อนเป็นแหล่งให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยา ดังแสดงในภาพที่ 3.9



ภาพที่ 3.9 แผนผังแสดงการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

#### 3.4.2.1.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

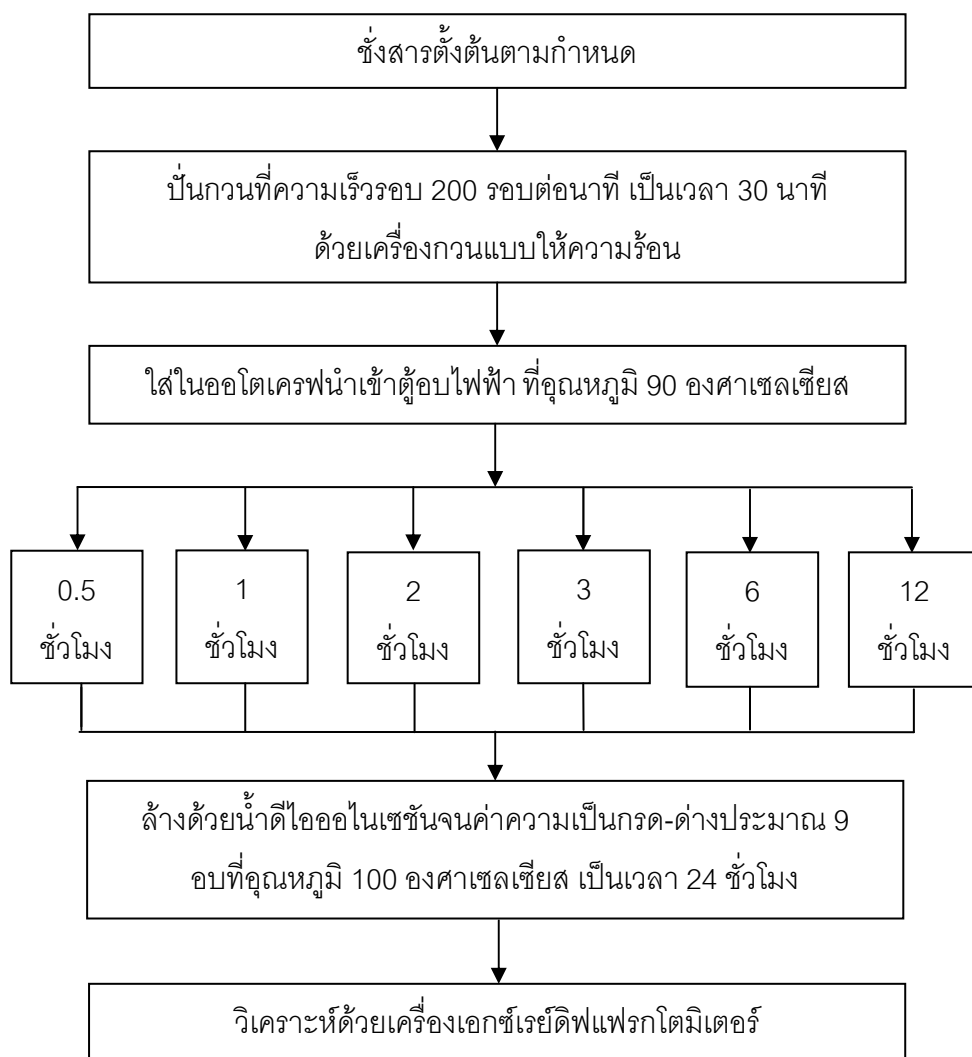
ในขั้นตอนการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่แบ่งออกมาสามในสี่ส่วน โดยแบ่งการทดลองย่อยออกเป็นสามส่วน ดังแสดงในภาพที่ 3.10



ภาพที่ 3.10 แผนผังแสดงสภาวะต่างๆ ในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

### 1) ศึกษาผลของการสังเคราะห์ในขั้นตอนเดียว

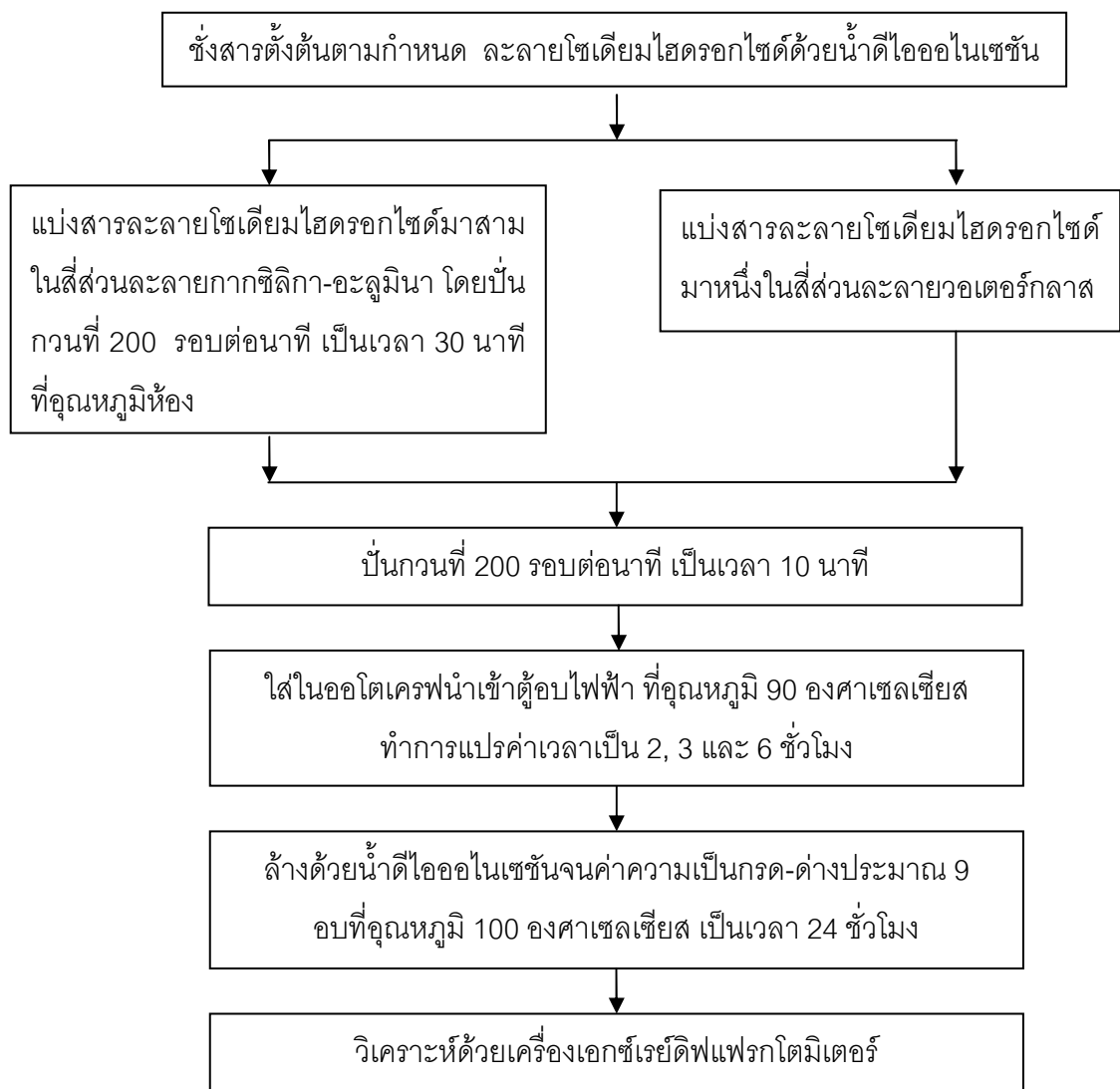
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ผสมสารตั้งต้นทั้งหมดโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อน จากนั้นใส่ในออโตเคิร์ฟ นำเข้าตู้อบไฟฟ้า ทำการแปรค่าเวลาเป็น 0.5, 1, 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.11



ภาพที่ 3.11 แผนผังแสดงการศึกษาค่าผลของการสังเคราะห์ในขั้นตอนเดียว

## 2) ศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้อง

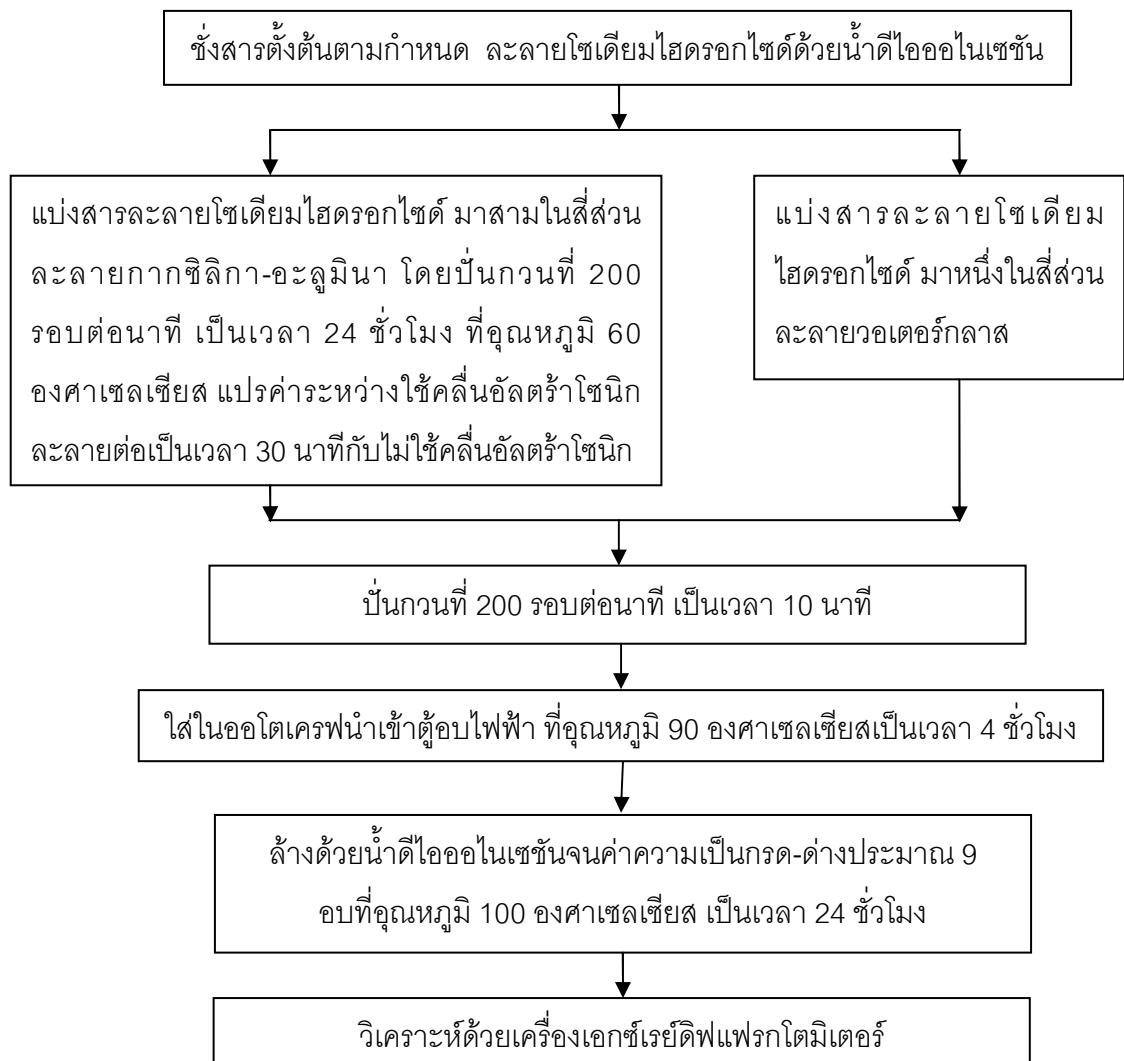
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ ปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออโตเครฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า ทำการแปรค่าเวลาเป็น 2, 3 และ 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.12



ภาพที่ 3.12 แผนผังแสดงการศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้อง

### 3) ศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการแปรค่าระหว่างใช้คลื่นอัลตราโซนิกละลายเป็นเวลา 30 นาที กับไม่ใช้คลื่นอัลตราโซนิก จากนั้นผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที ใส่ในอโตเคิร์ฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้องล่าง ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.13

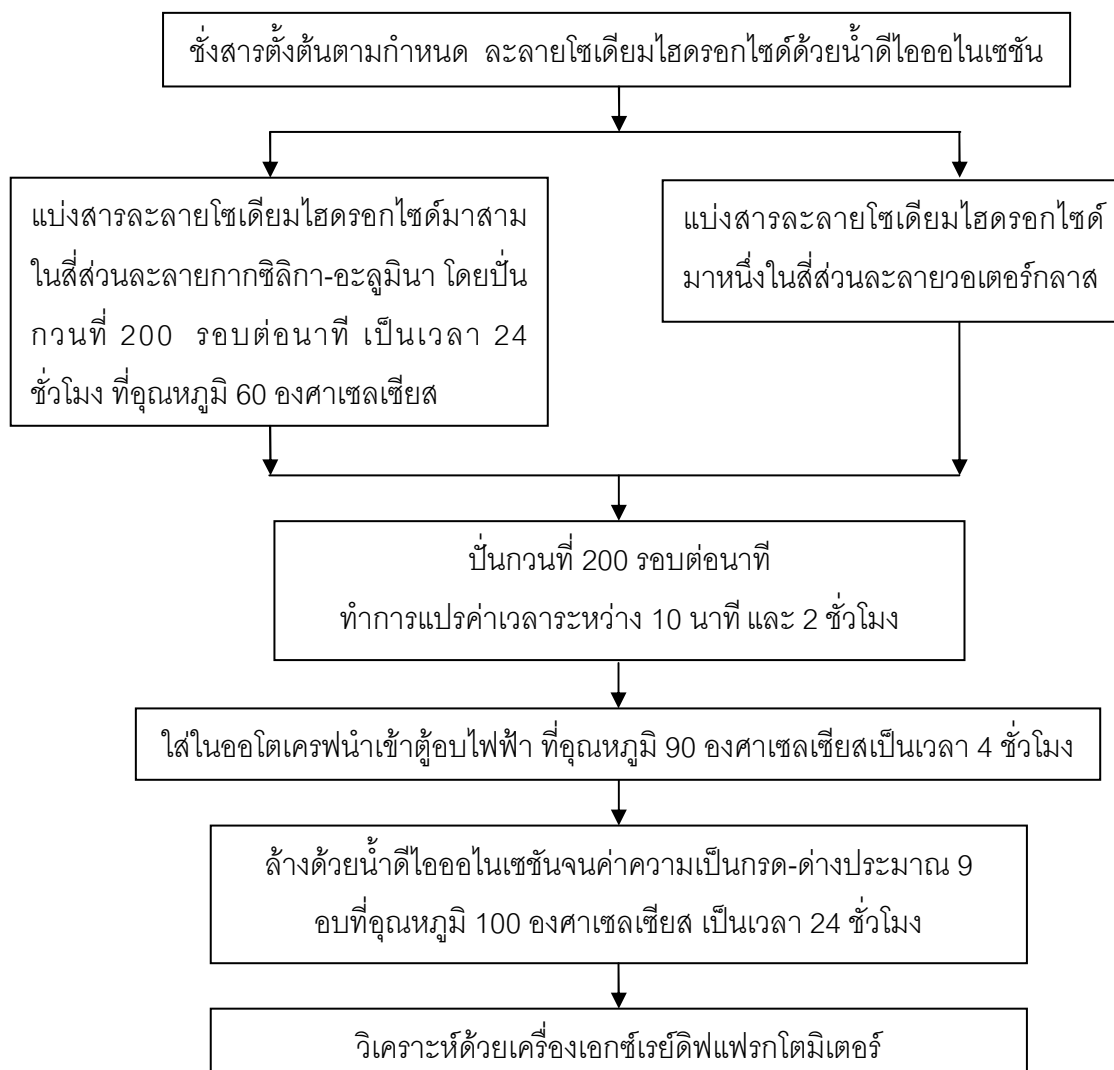


ภาพที่ 3.13 แผนผังแสดงการศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

### 3.4.2.1.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผสมสารตั้งต้น

#### 1) ศึกษาผลของเวลาในการผสมสารตั้งต้น

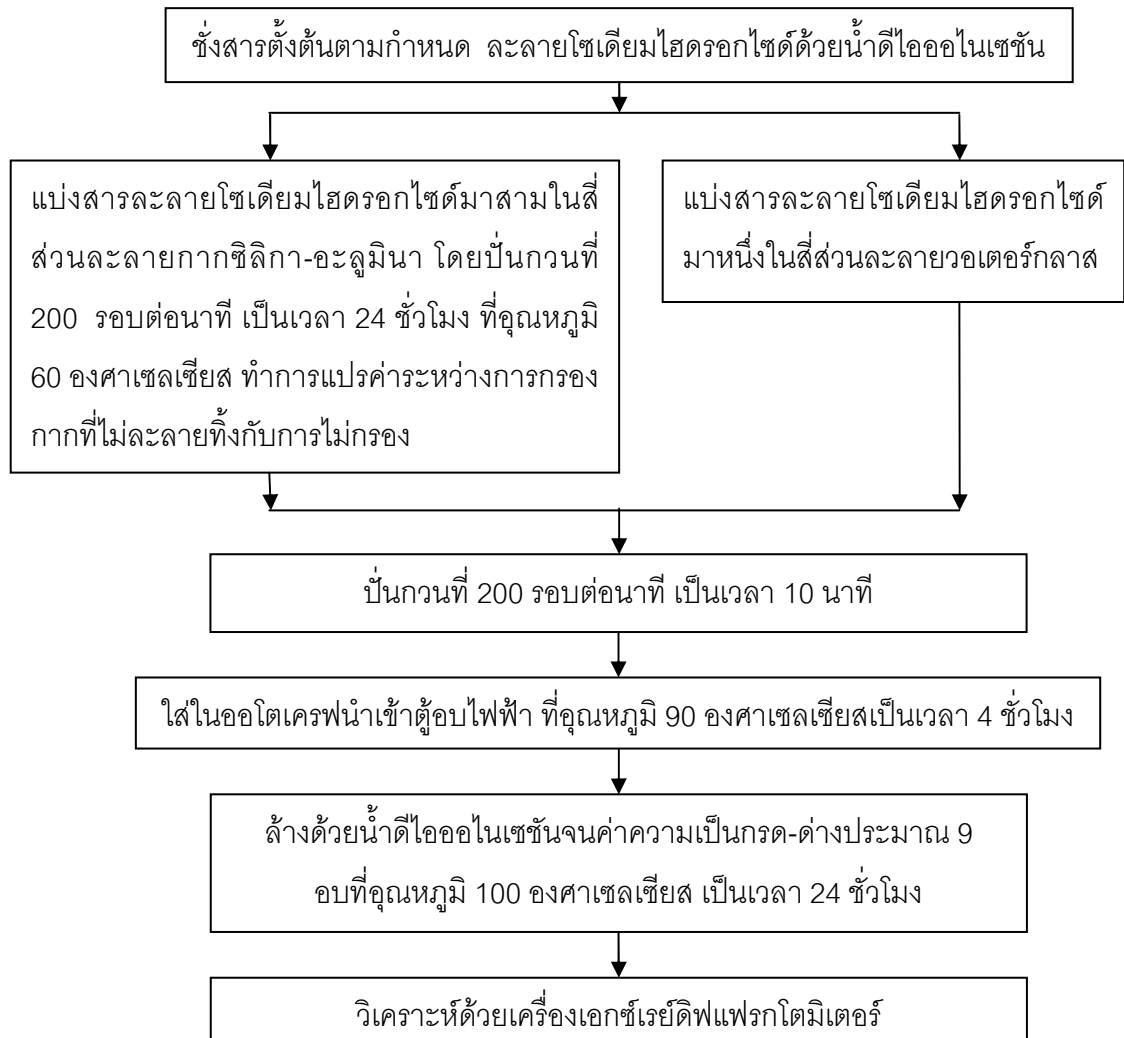
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นผสมกับวอลเตอร็กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ ทำการแปรค่าเวลาในการผสมระหว่าง 10 นาทีกับ 2 ชั่วโมง โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที ใส่ในออโตเครฟนำเข้าสู่อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.14



ภาพที่ 3.14 แผนผังแสดงละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้อง

## 2) ศึกษาผลของการกรองกากที่ไม่ละลายก่อนการผสมสารตั้งต้น

ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการแปรค่าระหว่างกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งกับการไม่กรอง จากนั้นผสมกับวอลเตอร็กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออตโครฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้องล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.15

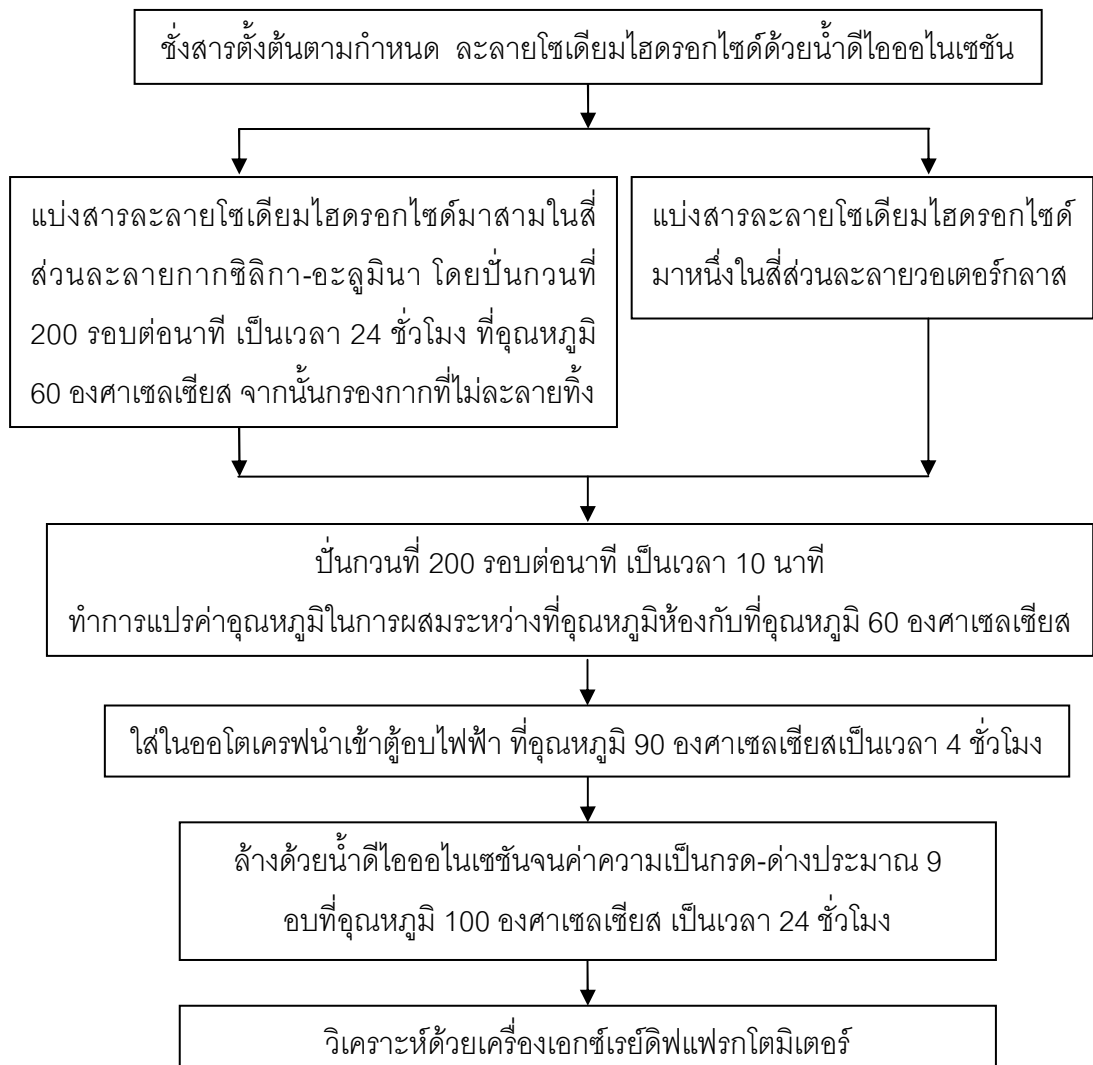


ภาพที่ 3.15 แผนผังแสดงการศึกษาค่าผลของการกรองกากที่ไม่ละลายก่อนการผสมสารตั้งต้น



### 3) ศึกษาผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น

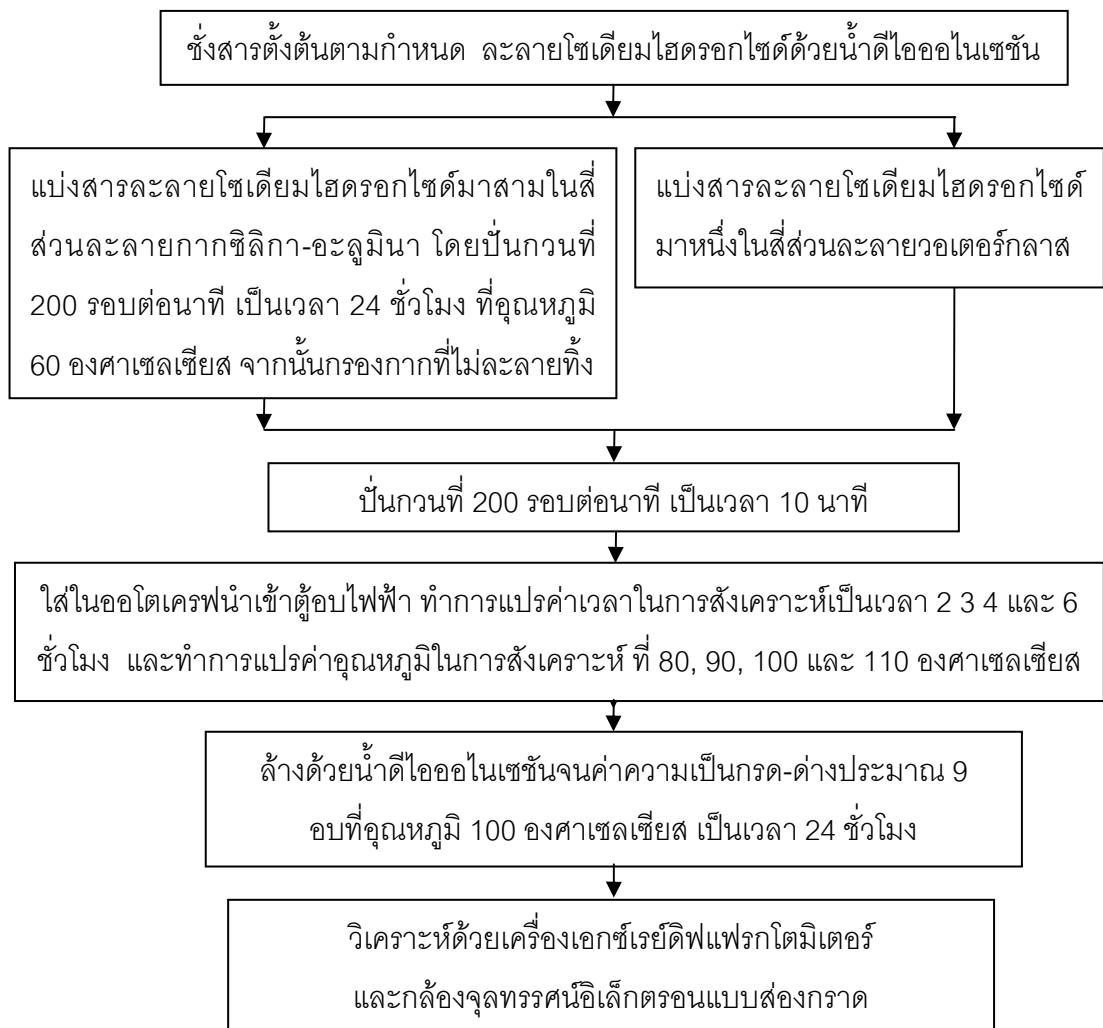
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นผสมกับวอเทอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ โดยทำการแปรค่าอุณหภูมิในการผสมระหว่างที่อุณหภูมิห้องกับที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออโตเครฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.16



ภาพที่ 3.16 แผนผังแสดงการศึกษาค่าผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น

### 3.4.2.1.3 ศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

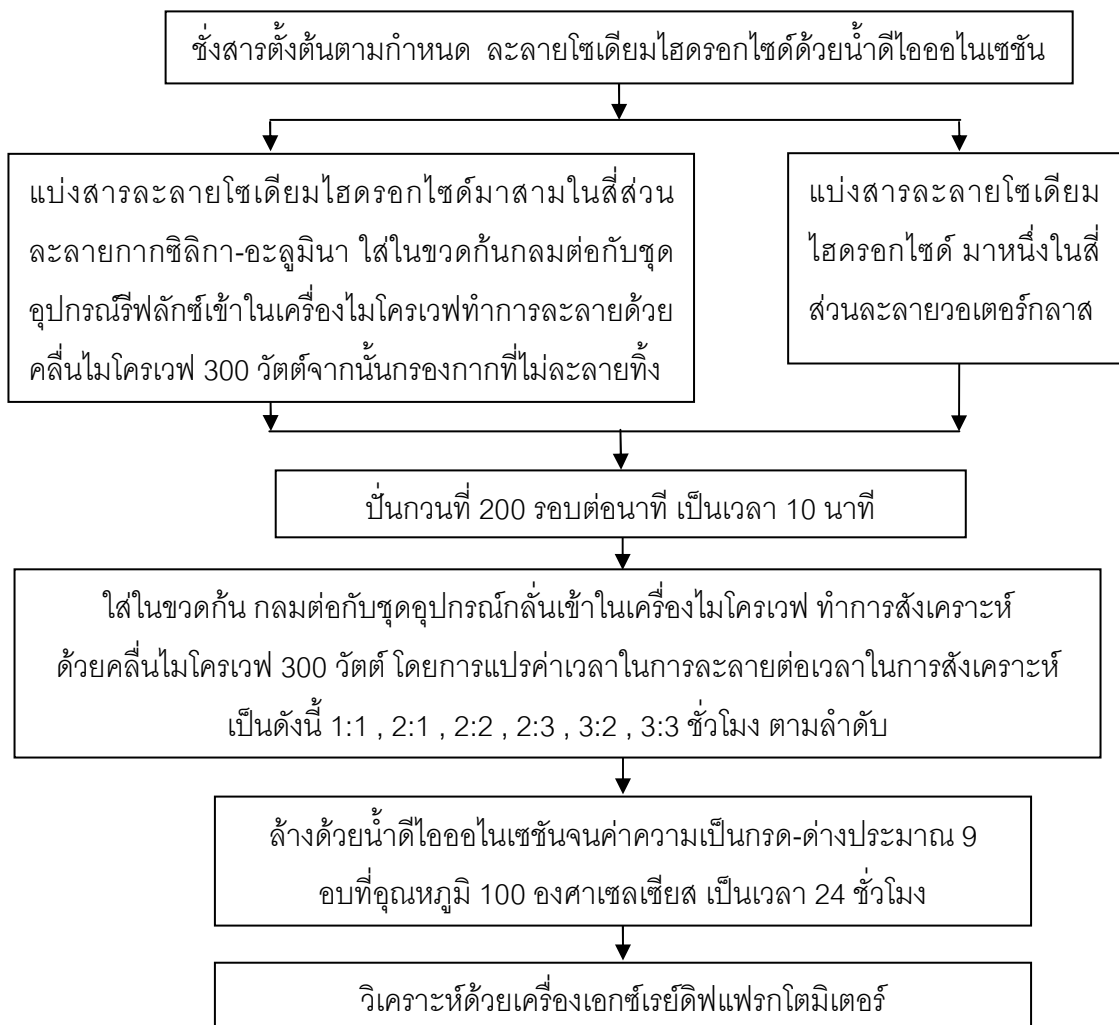
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออนในเซชัน จากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นผสมกับวอเทอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออโตเครฟ นำเข้าตู้อบไฟฟ้า ทำการแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลา 2, 3, 4 และ 6 ชั่วโมง และทำการแปรค่าอุณหภูมิในการสังเคราะห์ เป็น 80, 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออนในเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.17



ภาพที่ 3.17 แผนผังแสดงการศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

### 3.4.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไมโครเวฟ

ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นใส่ในขวดก้นกลมต่อกับชุดอุปกรณ์รีฟลักซ์ไว้ในเครื่องไมโครเวฟ ทำการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เมื่อครบตามเวลาทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง จากนั้นผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที ใส่ในขวดก้นกลมต่อกับชุดอุปกรณ์รีฟลักซ์ไว้ในเครื่องไมโครเวฟ ทำการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ โดยการแปรค่าเวลาในการละลายต่อเวลาในการสังเคราะห์เป็นดังนี้ 1:1 , 2:1 , 2:2 , 2:3 , 3:2 , 3:3 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.18

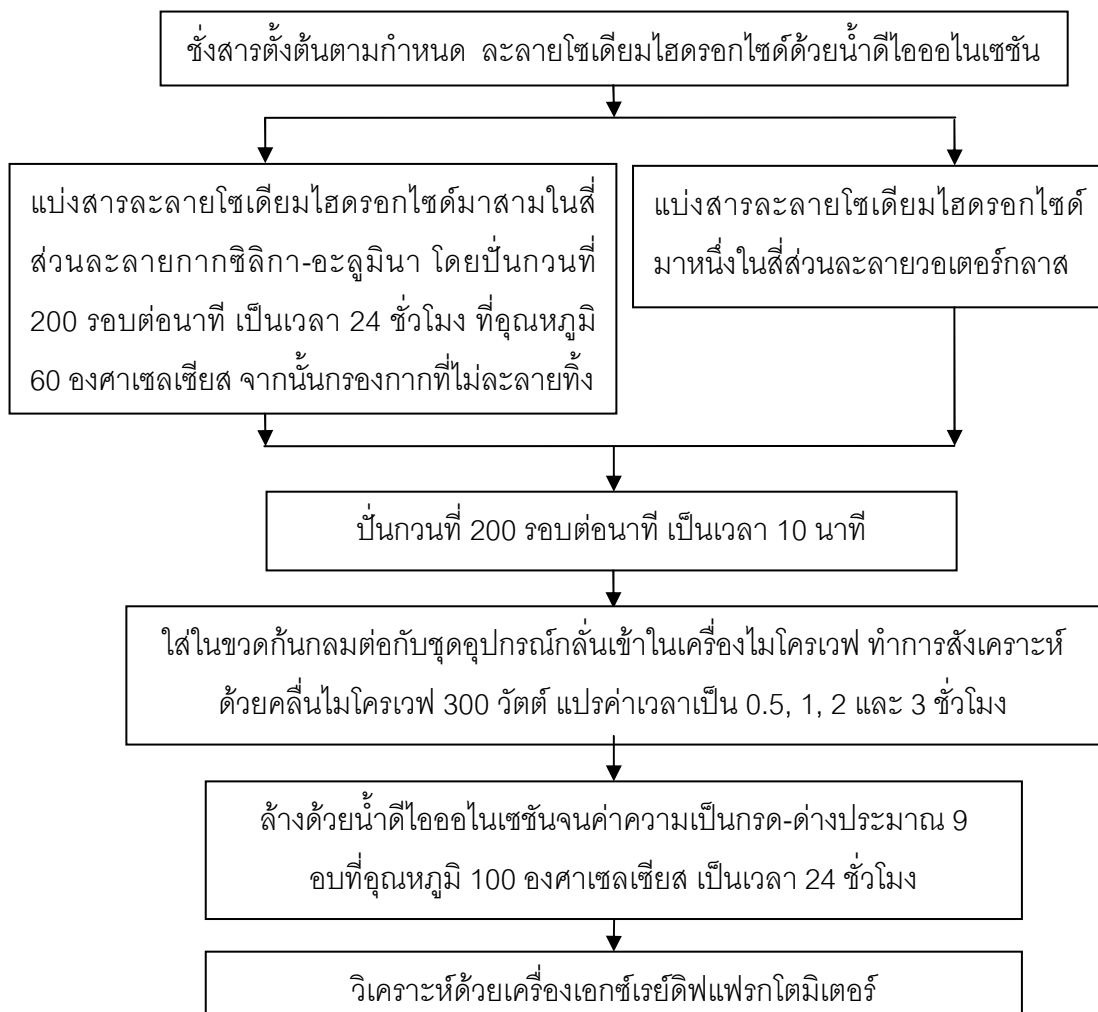


ภาพที่ 3.18 แผนผังแสดงการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไมโครเวฟ

### 3.4.2.3 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอมโมเนียมด้วยวิธีแบบผสม

#### 3.4.2.3.1 ศึกษาผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

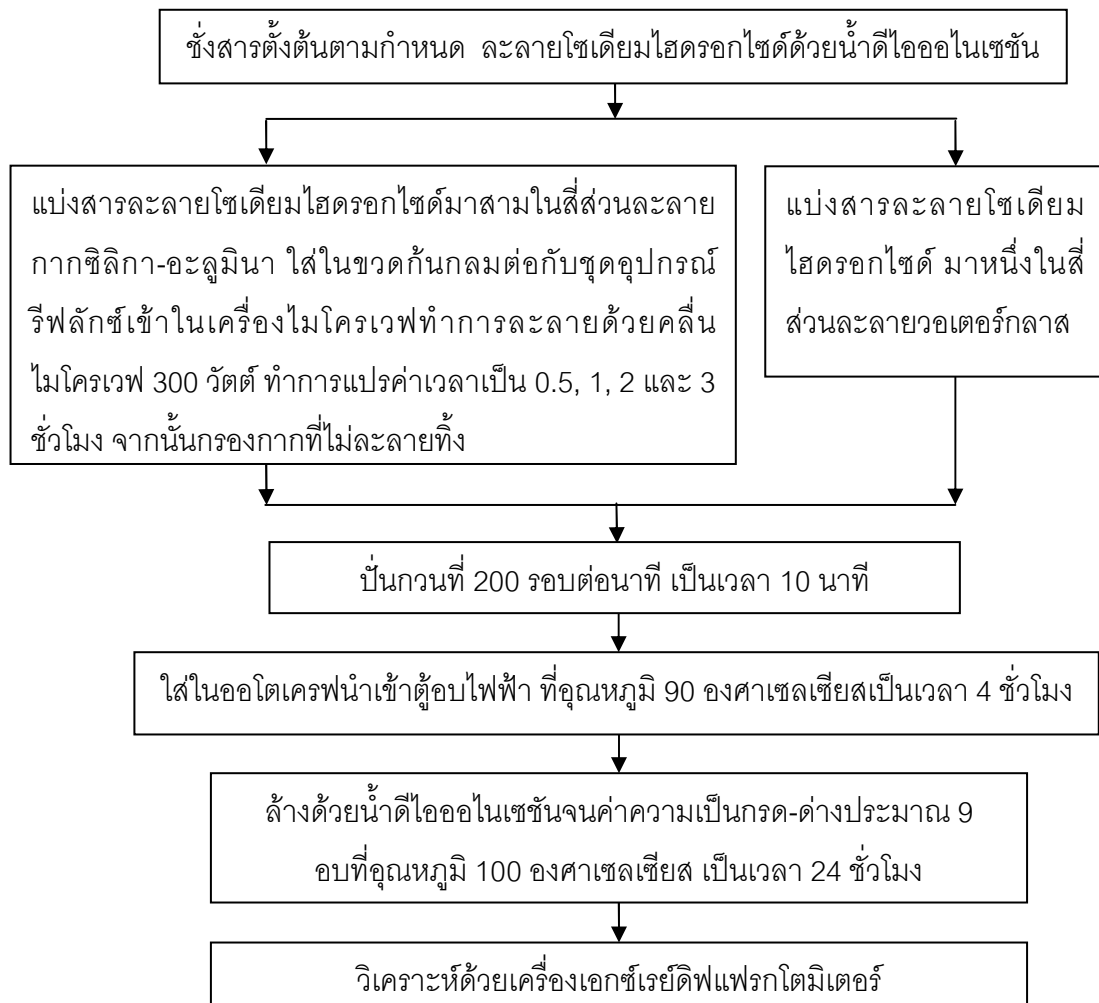
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายซีโอไลต์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายซีโอไลต์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส การกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง จากนั้นผสมกับวอลเตอร็กลาสที่ละลายด้วยสารละลายซีโอไลต์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ใส่ในขวดกั้นกลมต่อกับชุดอุปกรณ์กลั่นเข้าในเครื่องไมโครเวฟ ทำการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ แปรค่าเวลาเป็น 0.5, 1, 2 และ 3 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.19



ภาพที่ 3.19 แผนผังแสดงการศึกษาค้นคว้าผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

### 3.4.2.3.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ

ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นใส่ในขวดกั้นกลมต่อกับชุดอุปกรณ์รีฟลักซ์เข้าในเครื่องไมโครเวฟ ทำการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ แปรค่าเวลาเป็น 0.5, 1, 2 และ 3 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง จากนั้นผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออโตเครฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.20



ภาพที่ 3.20 แผนผังแผนผังแสดงการศึกษามผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ

### 3.4.2.4 ศึกษาการปรับปรุงขั้นตอนการละลายในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

#### 3.4.2.4.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยไซเตียมไฮดรอกไซด์

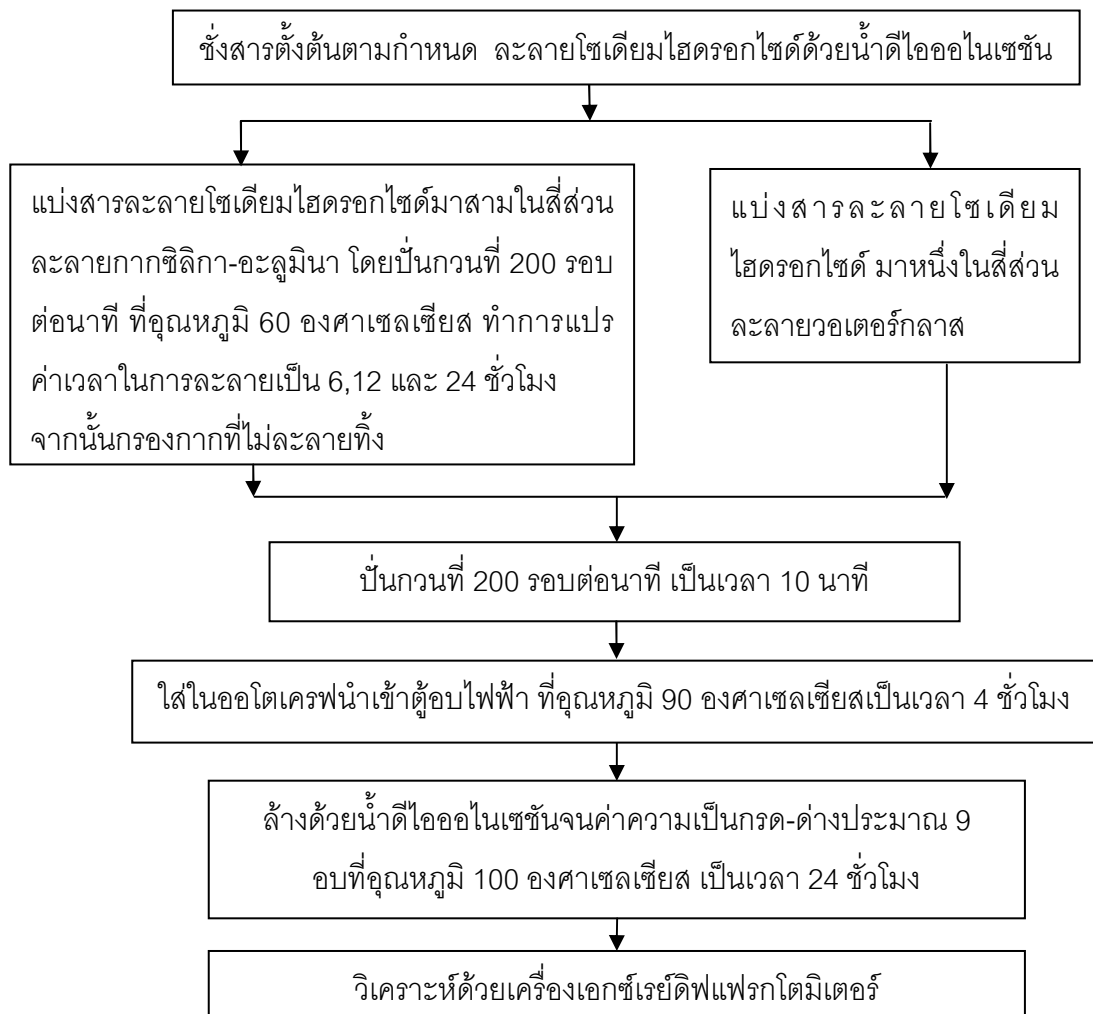
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการละลายระหว่างที่อุณหภูมิห้องกับ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง จากนั้นผสมกับวอเทอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสโดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออโตเครฟ นำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้ อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่าง ประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.21



ภาพที่ 3.21 แผนผังแสดงการศึกษาค่าผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยไซเตียมไฮดรอกไซด์

### 3.4.2.4.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

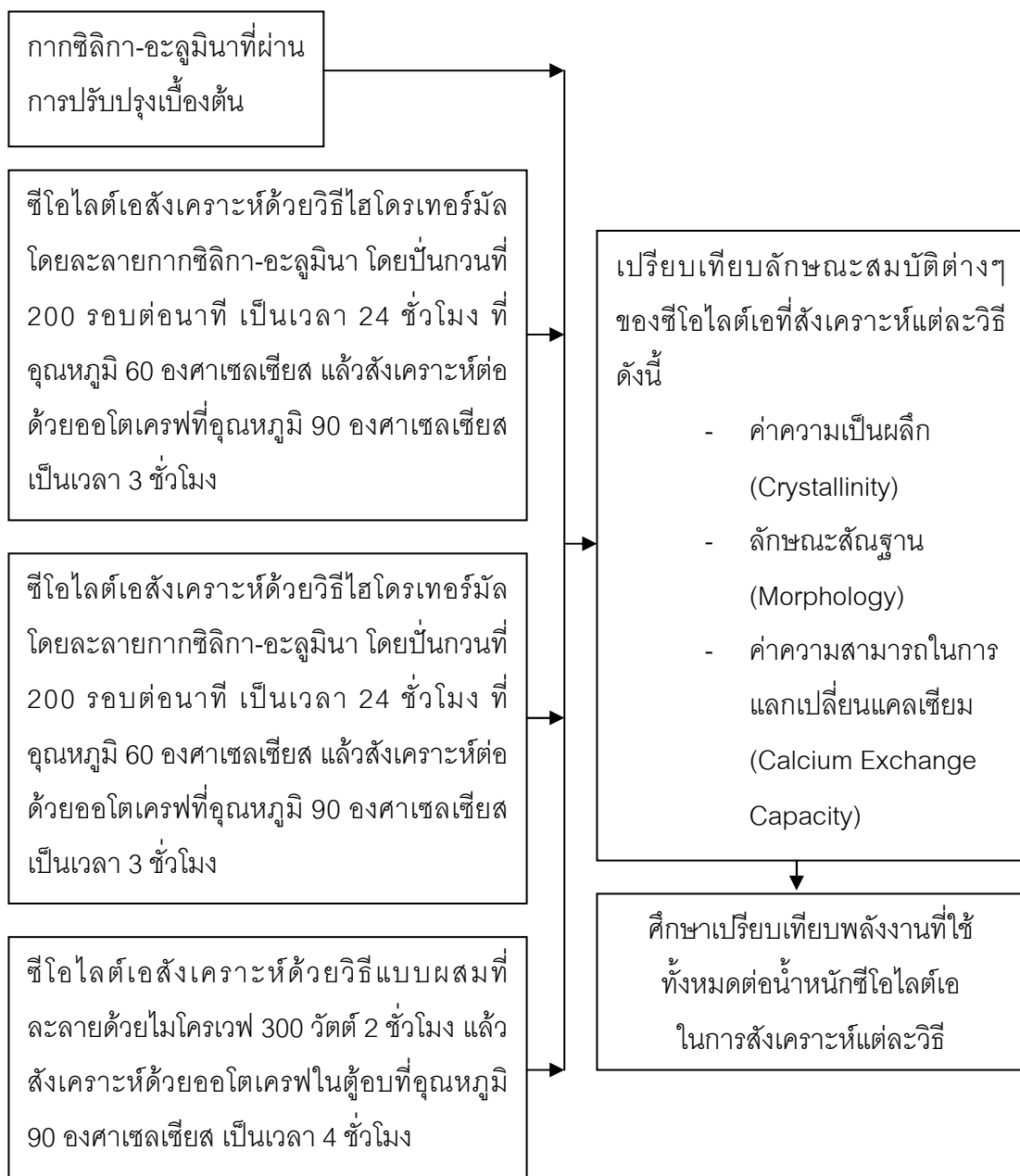
ซึ่งสารตั้งต้นตามกำหนด ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจากนั้นแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกมาสามในสี่ส่วนเพื่อละลายกับกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที ทำการแปรค่าเวลาในการละลายเป็นเวลา 6, 12 และ 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง จากนั้นผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยปั่นกวนที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ใส่ในออตโครฟนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง ล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันจนค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 9 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.22



ภาพที่ 3.22 แผนผังแสดงการศึกษามลของเวลาในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

### 3.4.3 ศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์แต่ละวิธี

นำซีโอไลต์เอที่สภาวะที่ดีที่สุดจากการสังเคราะห์แต่ละวิธีมาวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ได้แก่ ลักษณะโครงสร้างของผลึกและค่าความเป็นผลึก (Crystallinity) ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ลักษณะสัณฐาน (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM) ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวก (Cationic Exchange Capacity) (มอก.1422-2540) ดังแสดงขั้นตอนในภาพที่ 3.23



ภาพที่ 3.23 แผนผังแสดงการศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆของซีโอไลต์เอที่

สังเคราะห์แต่ละวิธี



## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของกากซีลีกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

งานวิจัยนี้ศึกษาการนำกากซีลีกา-อะลูมินามาสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์เอ กากซีลีกา-อะลูมินาเป็นกากของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของโรงงานผลิตไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ มีลักษณะทางกายภาพเป็นเกล็ดสีน้ำตาลแดงขนาดเฉลี่ยประมาณ 1-3 เซนติเมตร ดังภาพ 4.1 หลังจากนำกากซีลีกา-อะลูมินามาปรับปรุงเบื้องต้นโดยการบดด้วยเครื่องบด (Tube Mill) ทำการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าลักษณะทางกายภาพเปลี่ยนไปเป็นผงสีขาว ดังภาพ 4.2



ภาพที่ 4.1 กากซีลีกา-อะลูมินาก่อนทำการปรับปรุงเบื้องต้น



ภาพที่ 4.2 กากซีลีกา-อะลูมินาหลังทำการปรับปรุงเบื้องต้น

#### 4.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF)

เนื่องจากในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากซิลิกา-อะลูมินานั้น จำเป็นต้องละลายองค์ประกอบภายในกากออกมาในรูปของสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ การบดและร่อนทำให้กากซิลิกา-อะลูมินามีขนาดเล็กกลงจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสทำให้ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการละลายกาก นอกจากนี้ ในขั้นตอนการกำจัดความชื้นและสิ่งสกปรกออกจาก working solution (EQ) ซึ่งเป็นสารประเภทแอนทราควิโนนโดยใช้กากซิลิกา-อะลูมินาเป็นตัวดูดซับนั้น จะทำให้กากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วปนเปื้อนด้วยความชื้นและสิ่งสกปรกและสารแอนทราควิโนนซึ่งมีสีน้ำตาลแดง ดังนั้นในการสังเคราะห์หากไม่กำจัดสารแอนทราควิโนนออกก่อน จะทำให้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีสีน้ำตาลแดงปนเปื้อนจากสารแอนทราควิโนน นอกจากนี้พบว่าสารอินทรีย์เป็นตัวรบกวนการสังเคราะห์ทำให้ได้ซีโอไลต์ที่ไม่บริสุทธิ์ ในงานวิจัยนี้จะทำการกำจัดสารแอนทราควิโนนและสารอินทรีย์ต่างๆ โดยการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นเปรียบเทียบกับกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นโดยการบด ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF) แสดงผลในรูปร้อยละโดยน้ำหนักของสารประกอบออกไซด์ของธาตุ ดังตาราง 4.1 พบว่าอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) เพิ่มขึ้นจาก 54.02 เปอร์เซ็นต์ เป็น 74.68 เปอร์เซ็นต์และซิลิกา ( $Si_2O$ ) เพิ่มขึ้นจาก 11.70 เปอร์เซ็นต์ เป็น 14.74 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้พบว่าสารอินทรีย์ลดลงจาก 26.15 เปอร์เซ็นต์เป็น 0.09 เปอร์เซ็นต์ โดยผลของร้อยละอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และซิลิกา ( $Si_2O$ ) ที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากหลังปรับปรุงเบื้องต้นมีสัดส่วนน้ำหนักของสารอินทรีย์ที่ลดลง

จากการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอในงานวิจัยนี้ จะใช้สัดส่วนโดยโมลเป็น  $3.165 Na_2O : Al_2O_3 : 1.926 SiO_2 : 128 H_2O$  ซึ่งจากการปรับปรุงกากซิลิกา-อะลูมินา พบว่ามีองค์ประกอบของซิลิกาต่ำกว่าสัดส่วนที่ต้องการอยู่ค่อนข้างมาก ในการสังเคราะห์จึงต้องเติมสารที่มีองค์ประกอบของซิลิกาในปริมาณที่สูงเพื่อให้ได้สัดส่วนโดยโมลตามกำหนด ในงานวิจัยนี้ได้เลือกวอเตอร์กลาสซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิกาในปริมาณที่สูง ซึ่งการคำนวณสัดส่วนปริมาณของสารตั้งต้นแสดงในภาคผนวก ข

สำหรับวอเตอร์กลาสที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์ได้จากโรงงานผลิตวอเตอร์กลาส โดยทำการละลายทรายซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิกาด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิสูง เมื่อทำการลดอุณหภูมิในภายหลังจะได้วอเตอร์กลาสเป็นของเหลวใสมีลักษณะค่อนข้างหนืด ซึ่งข้อดี

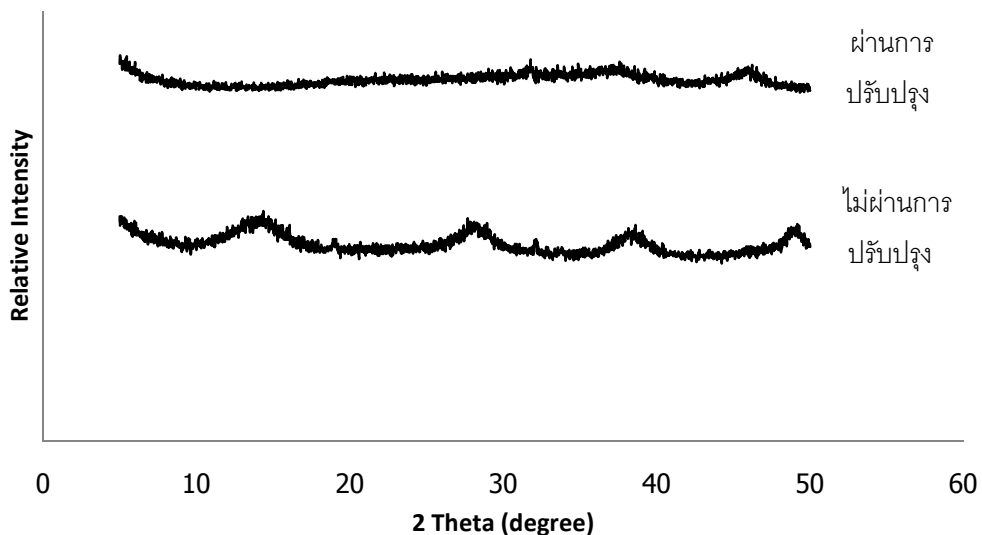
ของวอลเตอร์กลาส คือ เป็นสารอยู่ในสถานะของเหลวหนืดซึ่งทำให้สามารถละลายได้ง่ายกว่าสารที่อยู่สถานะของแข็ง เช่น ดินเบา (Diatomite) นอกจากนี้ต้นทุนการผลิตวอลเตอร์กลาสไม่สูงนักเมื่อเทียบกับสารเคมี สำหรับวิธีการวิเคราะห์และปริมาณองค์ประกอบต่างๆ ในวอลเตอร์กลาส ได้แสดงในภาคผนวก ก

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ก่อนและหลังผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

องค์ประกอบทางเคมี	ก่อนปรับปรุงเบื้องต้น (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)	หลังปรับปรุงเบื้องต้น (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	54.02	74.68
Si <sub>2</sub> O	11.70	14.74
SO <sub>3</sub>	4.41	5.71
Na <sub>2</sub> O	3.17	4.13
CaO	0.42	0.52
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.05	0.09
K <sub>2</sub> O	0.08	0.03
Cl	-	0.01
Organic	26.15	0.09

#### 4.1.2 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกในกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นเปรียบเทียบกับกากซิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) พบว่าก่อนทำการปรับปรุงเบื้องต้นปรากฏพีคความเข้มขั้นต่ำ ซึ่งลักษณะพีคนี้ไม่สูงพอที่จะสรุปว่ากากมีโครงสร้างเป็นผลึก แสดงว่ากากก่อนการปรับปรุงเบื้องต้นเป็นของแข็งอสัณฐาน เพราะฉะนั้นลักษณะพีคที่เกิดขึ้นเป็นผลมาจากสารอินทรีย์ต่างๆ โดยเฉพาะสารแอนทราควิโนนในกากที่อาจจับตัวกับเป็นชั้นๆ ซึ่งส่งผลต่อการวิเคราะห์ทำให้เกิดพีคเล็กๆ แต่เมื่อทำการปรับปรุงเบื้องต้น ซึ่งสามารถกำจัดสารอินทรีย์ออกไปได้ ลักษณะพีคเล็กๆ ความเข้มต่ำก็หายไปเช่นกัน ดังภาพที่ 4.3



ภาพที่ 4.3 ดิฟแฟร็กโทแกรมของกากชิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น

#### 4.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีต่าง ๆ

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์จะสังเคราะห์จากกากชิลิกา-อะลูมินาที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น ด้วย 3 วิธี คือ วิธีไฮโดรเทอร์มัล วิธีไมโครเวฟ และวิธีแบบผสม

##### 4.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

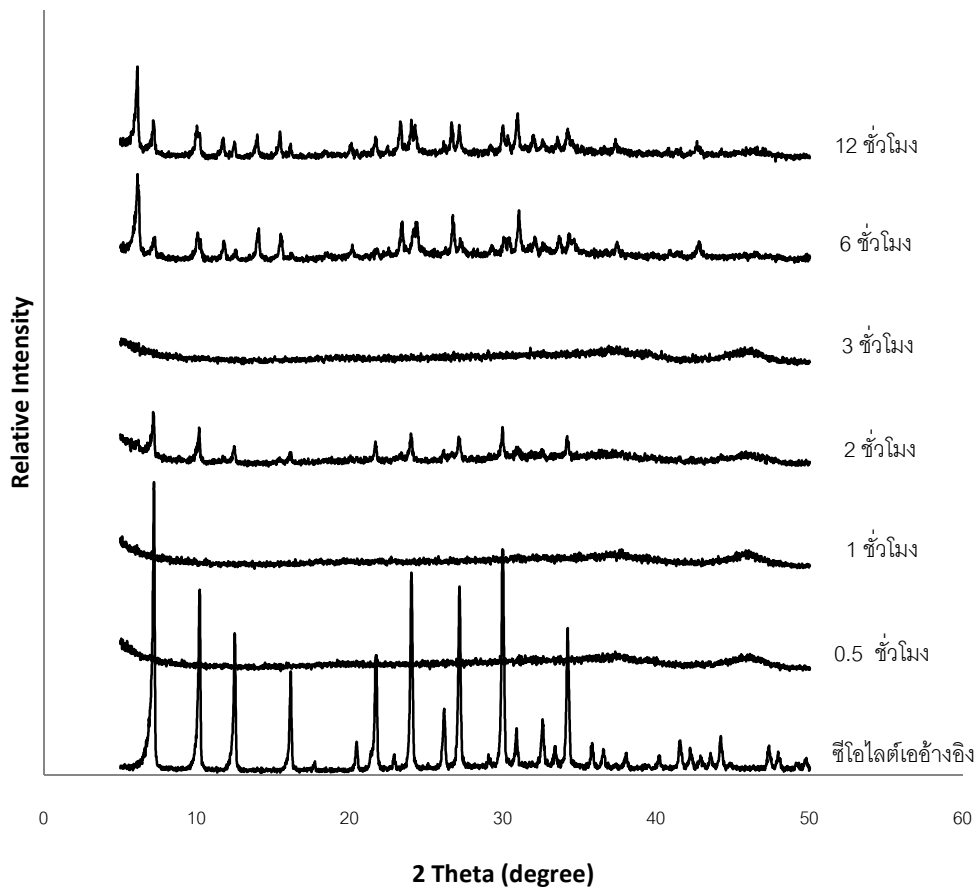
วิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นการสังเคราะห์วิธีหนึ่งที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์อย่างแพร่หลาย ซึ่งทำการสังเคราะห์โดยบรรจุสารในออโตคลีฟและใช้ตู้อบเป็นแหล่งให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยา ในการสังเคราะห์วิธีนี้ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินา ขั้นตอนการผสมสารตั้งต้น และขั้นตอนการสังเคราะห์

##### 4.2.1.1 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินา

ในขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินาเป็นขั้นตอนที่สำคัญอย่างยิ่งเนื่องจากซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จะเกิดจากองค์ประกอบที่อยู่ในรูปของเหลวที่ถูกละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่านั้น ซึ่งในการละลายจะให้ความร้อนและปั่นกวนด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อน ดังนั้นขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินาจึงต้องการสถานะที่กากชิลิกา-อะลูมินาละลายได้ องค์ประกอบทางเคมีที่เหมาะสมที่จะสามารถเกิดโครงสร้างซีโอไลต์เอได้

### 1) ศึกษาผลของการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากชิลิกา-อะลูมินาในชั้นตอนเดียว

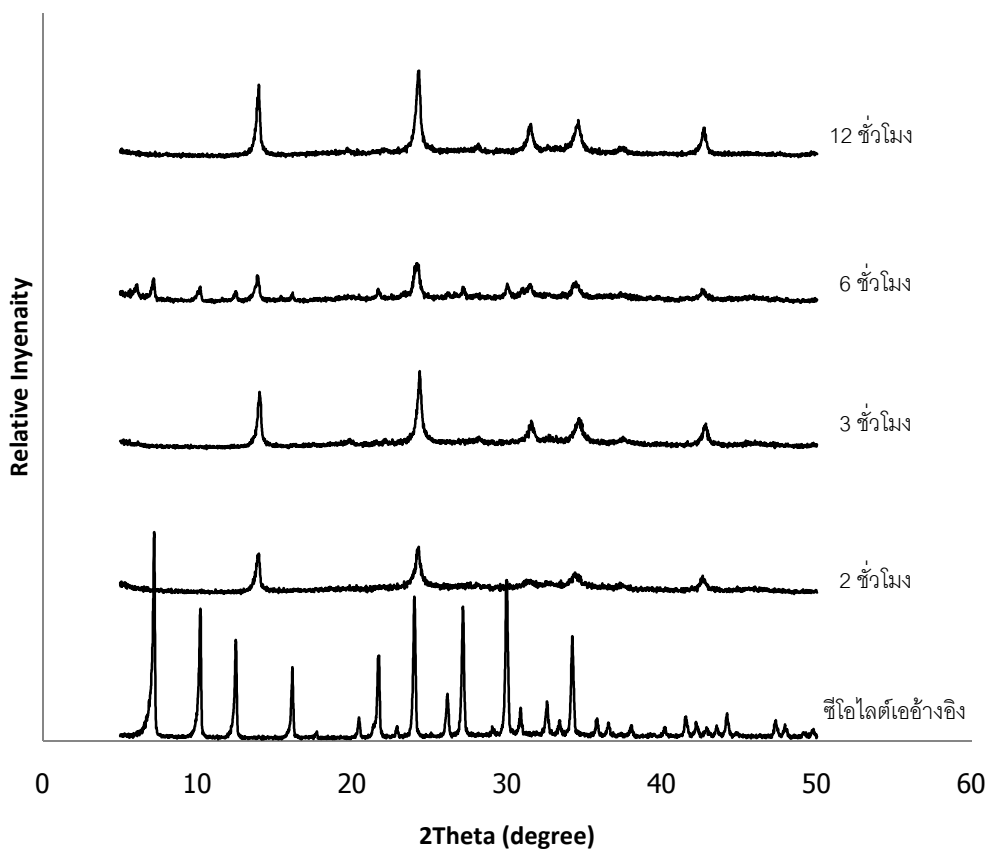
ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากชิลิกา-อะลูมินาด้วยชั้นตอนเดียว ซึ่งเป็นการผสมสารตั้งต้นทั้งหมดในชั้นตอนเดียวโดยไม่มีขั้นตอนการละลาย จากนั้นทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5, 1, 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่อนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ดังภาพ 4.4 พบว่าทุกสภาวะปรากฏพีคไม่ตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิง แสดงว่าเกิดโครงสร้างซีโอไลต์เอไม่สมบูรณ์เนื่องจากวิธีนี้ไม่มีขั้นตอนการละลายทำให้กากชิลิกา-อะลูมินา ทำให้กากชิลิกา-อะลูมินาละลายได้ไม่เพียงพอที่จะเกิดโครงสร้างซีโอไลต์เอที่สมบูรณ์



ภาพที่ 4.4 ดิฟแฟรคโทแกรมของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยชั้นตอนเดียว ที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5, 1, 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง

## 2) ศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องในการสังเคราะห์ ซีโอไลต์เอ

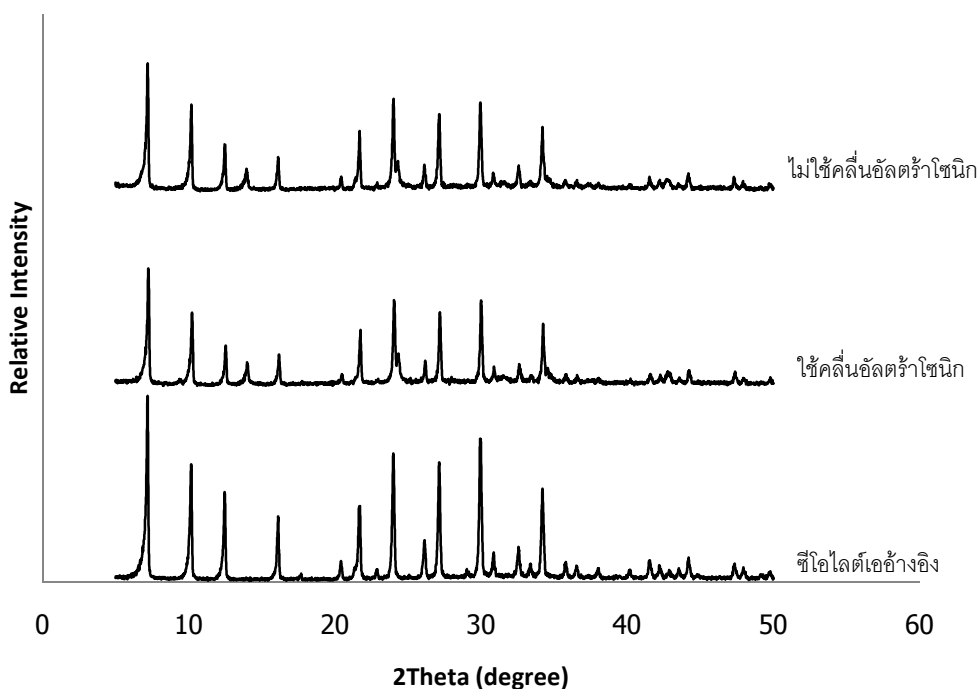
ศึกษาการละลายกากซิลิกา-อะลูมินา โดยแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มาสามในสี่ส่วนละลายกากซิลิกา-อะลูมินา ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที แล้วผสมกับวอเตอร์กลาสที่ ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง ดังภาพ 4.5 พบว่าทุกสภาวะปรากฏพีคไม่ตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิง แสดงว่าการละลายกากที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที ยังมีอุณหภูมิและเวลาที่ต่ำเกินไปซึ่งไม่สามารถละลายองค์ประกอบในกากซิลิกา-อะลูมินาให้เพียงพอต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ



ภาพที่ 4.5 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากการละลายที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 3, 6 และ 12 ชั่วโมง

### 3) ศึกษาการละลายกากที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสในการสังเคราะห์ ซีโอไลต์เอ

ศึกษาการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาโดยแบ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มาสามในสี่ส่วนละลายกากซิลิกา-อะลูมินา ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นละลายต่อด้วยคลื่นอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที เปรียบเทียบกับการไม่ใช้คลื่นอัลตราโซนิก แล้วผสมกับวอเตอร์กลาสที่ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 4.6 พบว่าเกิดพีคตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิงค่อนข้างสมบูรณ์แต่ก็ปรากฏพีคไม่ตรงกับโครงสร้างซีโอไลต์เอที่  $2\theta$  ประมาณ 14 degree ทั้งที่ใช้และไม่ใช้คลื่นอัลตราโซนิก ดังนั้นสรุปได้ว่าสภาวะที่เหมาะสมในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเพื่อสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ คือ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เนื่องจากสามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้ องค์ประกอบทางเคมีที่เพียงพอต่อการเกิดซีโอไลต์เอ อย่างไรก็ตามยังคงมีโครงสร้างอื่นเกิดร่วมด้วย ในส่วนของการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วยละลายนั้นไม่มีผลต่อการเกิดซีโอไลต์เอ



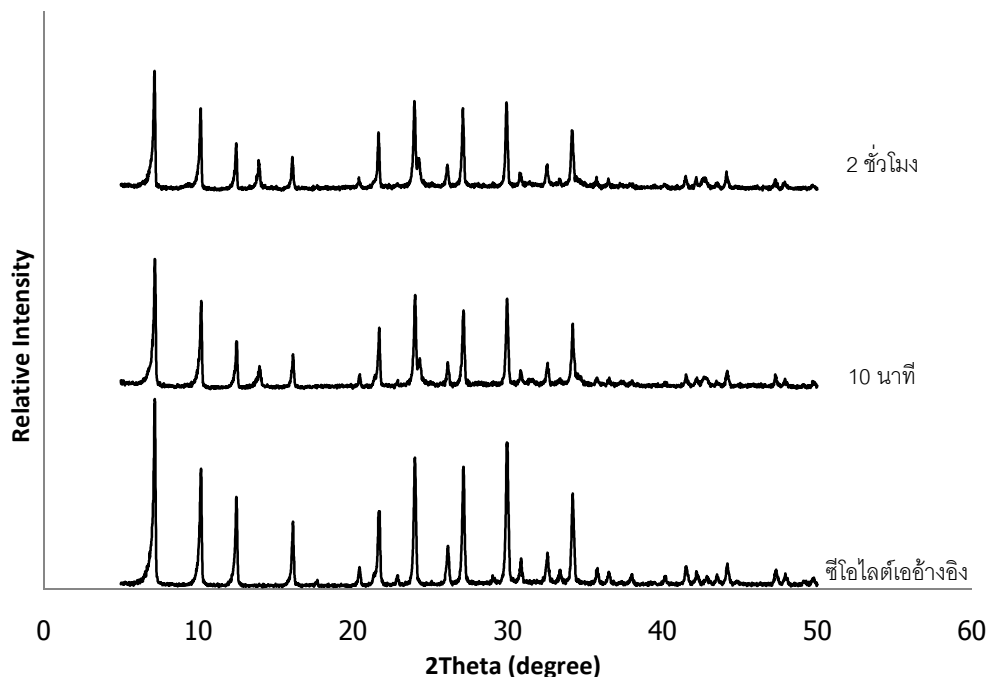
ภาพที่ 4.6 ดิฟแฟรคโทแกรมของซีโอไลต์เอจากการละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

#### 4.2.1.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผสมสารตั้งต้น

หลังจากได้สภาวะในการละลายที่เหมาะสมแล้วซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ ซีโอไลต์เอที่ค่อนข้างสมบูรณ์แต่ก็มีโครงสร้างอื่นที่ไม่ใช่ซีโอไลต์เอเกิดร่วมด้วย ในขั้นตอนการผสมนี้จึงศึกษาหาวิธีการกำจัดโครงสร้างที่ไม่ใช่ซีโอไลต์เอ รวมทั้งศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาในการผสมสารตั้งต้นที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

##### 1) ศึกษาผลของเวลาในการผสมสารตั้งต้น

หลังจากได้สภาวะละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในการทดลองนี้ศึกษาการผสมสารตั้งต้นที่เหลือคือวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยหนึ่งในสี่ส่วนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ 60 องศาเซลเซียส โดยการแปรค่าเวลาในการผสมเป็น 10 นาที เปรียบเทียบกับ 2 ชั่วโมง แล้วทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 4.7 พบว่าเกิดพีคตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิงค่อนข้างสมบูรณ์แต่ก็ปรากฏพีคไม่ตรงกับโครงสร้างซีโอไลต์เอที่  $2\theta$  ประมาณ 14 degree โดยทั้งสองสภาวะได้พีคไม่แตกต่างกัน ดังนั้นสรุปได้ว่าระยะเวลาในการผสมสารตั้งต้นไม่มีผลต่อการเกิดซีโอไลต์เอ

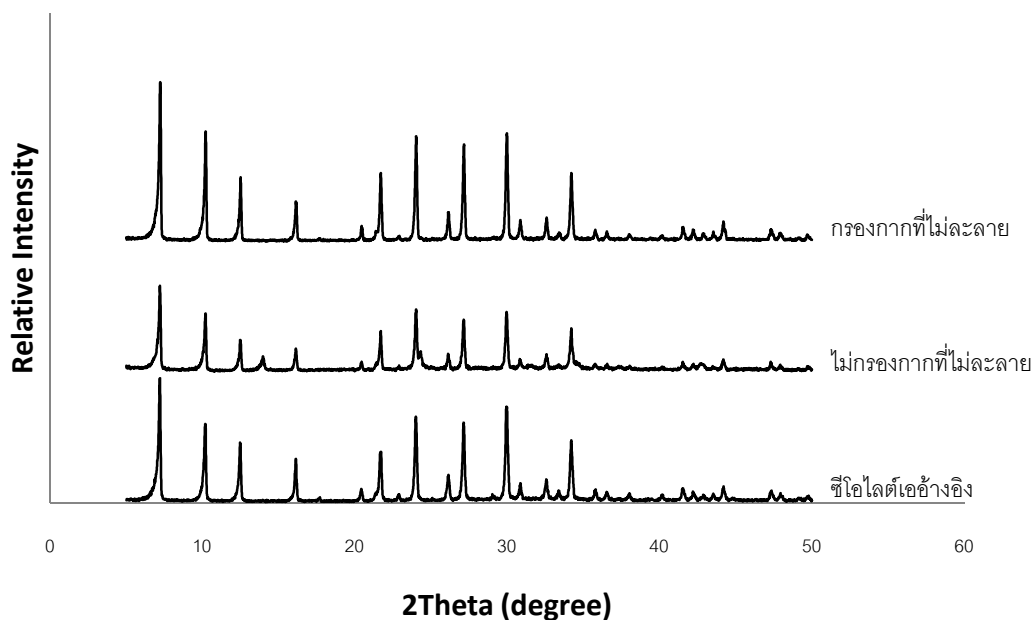


ภาพที่ 4.7 ดิฟแฟร็กโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที และ 2 ชั่วโมง แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



## 2) ศึกษาผลของการกรองกากที่ไม่ละลายในการผสมสารตั้งต้น

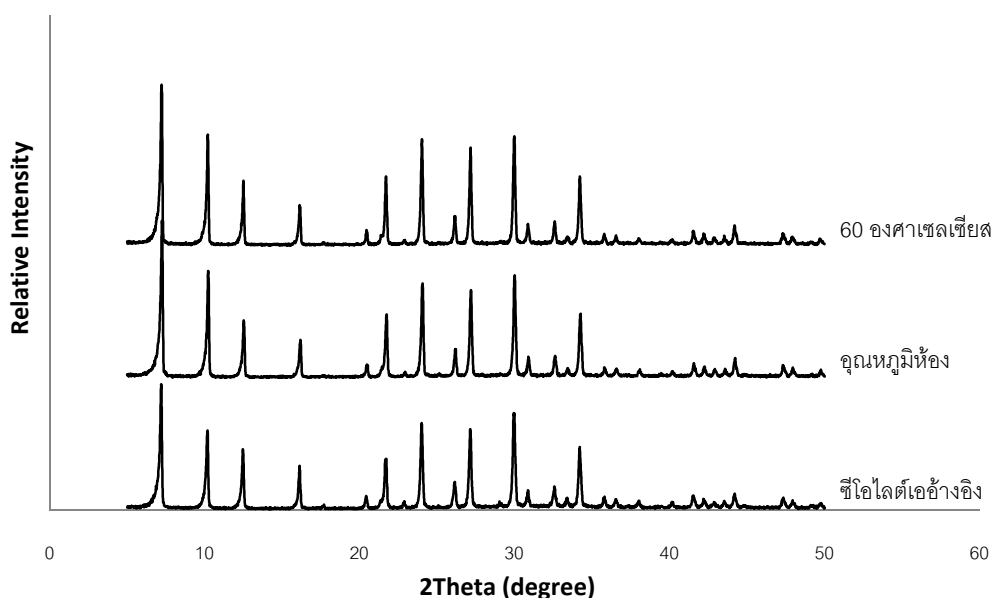
หลังจากได้สภาวะการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในการทดลองนี้พยายามกำจัดโครงสร้างที่ไม่ใช่ซีโอไลต์เอ โดยทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งเปรียบเทียบกับกรอกไม่กรอง ก่อนทำการผสมสารตั้งต้นที่เหลือคือวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยหนึ่งในสี่ส่วนของสารละลายไฮดรอกไซด์ ที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 4.8 พบว่าที่สภาวะการไม่กรองกากที่ไม่ละลายยังคงปรากฏพีคไม่ตรงกับโครงสร้างซีโอไลต์เออ้างอิงที่  $2\theta$  ประมาณ 14 degree แต่ที่สภาวะการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งก่อนผสมกับสารตั้งต้นที่เหลือปรากฏว่าพีคที่เกิดขึ้นตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิงโดยสมบูรณ์ แสดงว่าพีคที่  $2\theta$  ประมาณ 14 degree ซึ่งไม่ตรงกับซีโอไลต์เออ้างอิงเกิดจากกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ละลาย โดยในงานวิจัยอื่นๆ เช่น (Takaaki, 2006) พบว่าในการเพิ่มปริมาณของซิลิกอนออกไซด์โดยการเติมดินเบนนั้นจะต้องทำการละลายด้วยสารละลายไฮดรอกไซด์ แล้วทำการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งจะนำเอาเฉพาะสารละลายมาผสมเพื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เท่านั้น นอกจากนี้ (Breck, 1974) กล่าวไว้ในหนังสือ Zeolite Molecular Sieves. Structure, chemistry and use ว่าในขั้นตอนการผสมสารตั้งต้นนั้นควรอยู่ในรูปของสถานะของเหลว เนื่องจากสถานะของเหลวจะช่วยให้การผสมให้เป็นสารเนื้อเดียวและเกิดผลึกตั้งต้นที่เสถียรส่งผลให้ผลึกโตได้ดีกว่าการผสมในสถานะอื่นๆ



ภาพที่ 4.8 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการไม่กรองและกรองกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ละลายก่อนผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

### 3) ศึกษาผลของอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้น

หลังจากได้สภาวะการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและต้องทำการกรองกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ละลายก่อนการผสมสารตั้งต้นแล้ว ในการทดลองนี้ศึกษาการผสมสารตั้งต้นที่เหลือคือวอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยหนึ่งในสี่ส่วนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิในการผสมที่อุณหภูมิห้องเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 4.8 พบว่าผลการทดลองที่ได้ของทั้งสองสภาวะไม่แตกต่างกัน คือ เกิดพีดตรงทับกับซีโอไลต์เออ้างอิงทุกพีด แสดงว่าอุณหภูมิในการผสมสารตั้งต้นไม่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

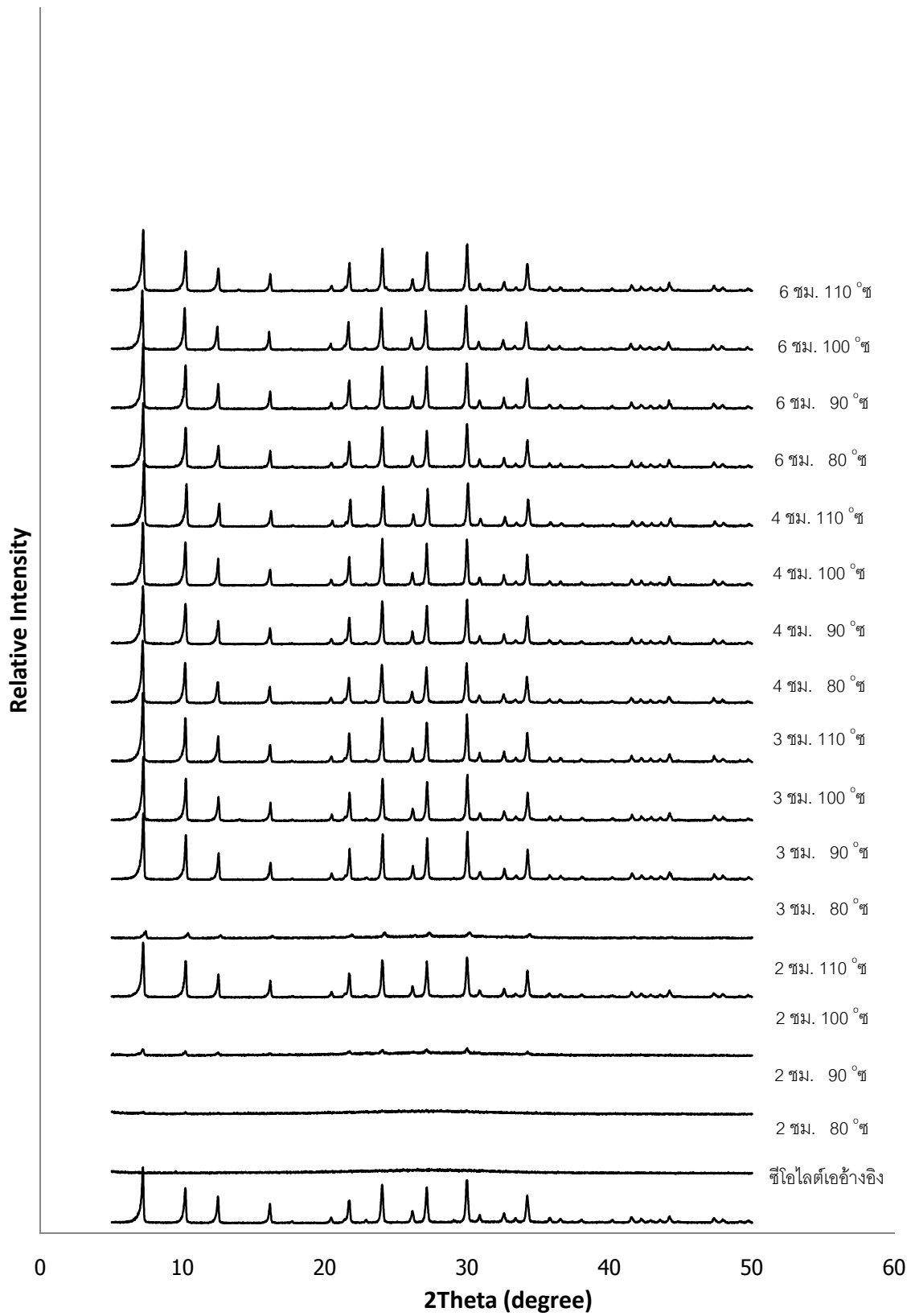


ภาพที่ 4.9 ดิฟแฟร็กโทแกรมของซีโอไลต์เอจากสภาวะการผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

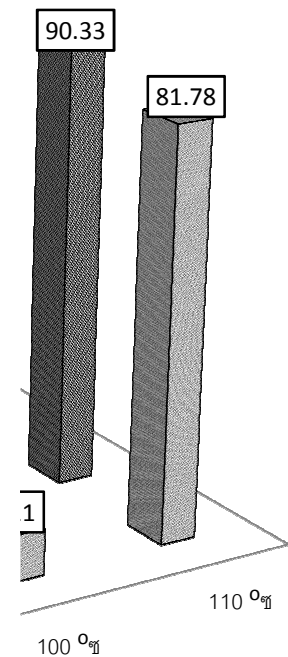
#### 4.2.1.3 ศึกษาสภาวะอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

หลังจากทำการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และกรองกากที่ไม่ละลายทิ้งแล้วผสมสารตั้งต้นที่เหลือ คือ วอเตอร์กลาสที่ละลายด้วยหนึ่งในสี่ส่วนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที ในการทดลองนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ โดยทำการแปรค่าเวลา

ในการสังเคราะห์เป็น 2 3 4 และ 6 ชั่วโมง และแปรค่าอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 80, 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส ดังภาพ 4.10 พบว่ามีเพียง 4 สภาวะที่เกิดพิกซีโอไลต์เอที่ไม่สมบูรณ์ ได้แก่ ที่อุณหภูมิ 80, 90, 100 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ อุณหภูมิที่ 80 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ส่วนสภาวะที่เหลือเกิดพิกซีโอไลต์เอโดยสมบูรณ์ทั้งหมด เมื่อวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่างๆ จากภาพ 4.9 พบว่าที่สภาวะที่เกิดพิกซีโอไลต์เอที่ไม่สมบูรณ์มีค่าความเป็นผลึกที่ต่ำมาก เท่ากับ 0, 1.28, 9.21 และ 5.88 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลจากขั้นตอนการเกิดผลึกนั้นต้องการเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมเพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกและโตเป็นผลึกที่สมบูรณ์แต่ในสภาวะทั้งสี่นี้ใช้เวลาและอุณหภูมิต่ำเกินไปทำให้ไม่เพียงพอต่อการเกิดผลึกสำหรับสภาวะอื่นๆ นอกเหนือจาก 4 สภาวะนี้ มีค่าความเป็นผลึกอยู่ระหว่าง 80 -100 เปอร์เซ็นต์ แต่สภาวะที่มีค่าความเป็นผลึกสูงที่สุด คือ การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งมีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 100 เปอร์เซ็นต์ เพราะฉะนั้นที่สภาวะการทดลองนี้จึงเป็นสภาวะดีที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอโดยค่าความเป็นผลึกในภาพ 4.11 มีความสัมพันธ์แบบทิศทางเดียวกับกับความเข้มของดิฟแฟรกโทแกรมในภาพ 4.10 ซึ่งหากความเข้มของดิฟแฟรกโทแกรมสูงขึ้นจะส่งผลให้ค่าความเป็นผลึกมีค่าสูงตามไปด้วยและจะแสดงถึงซีโอไลต์เอที่เกิดมีความสมบูรณ์เช่นกัน



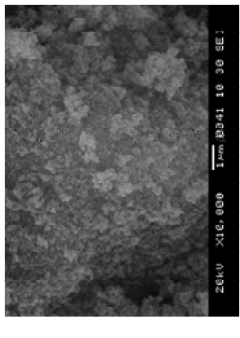
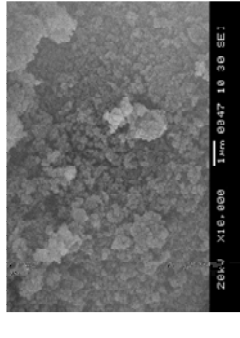
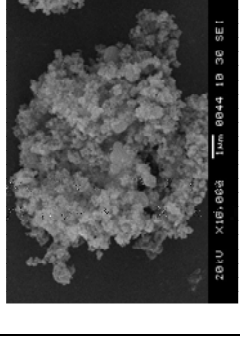
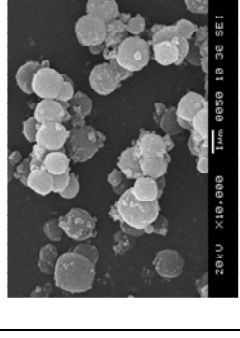
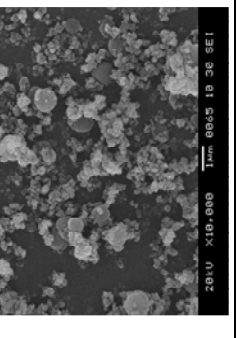
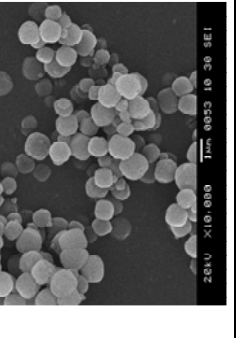
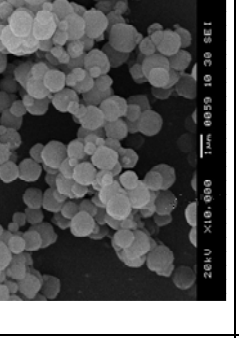
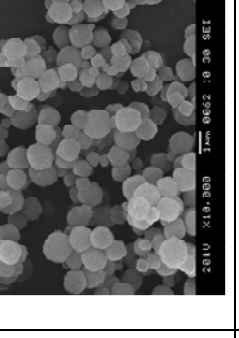
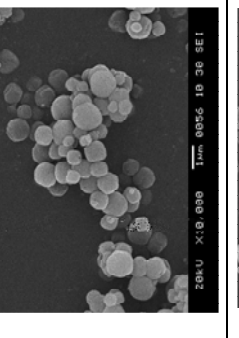
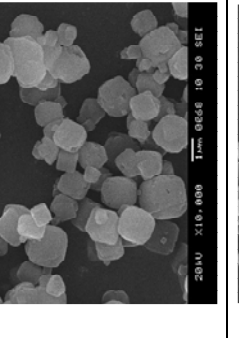
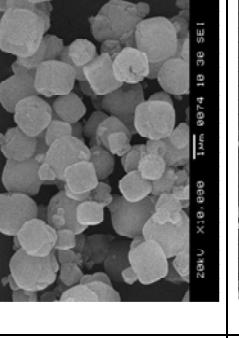
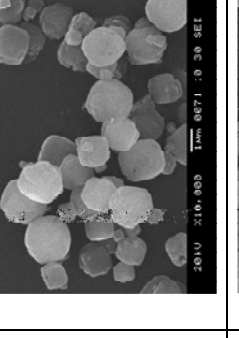
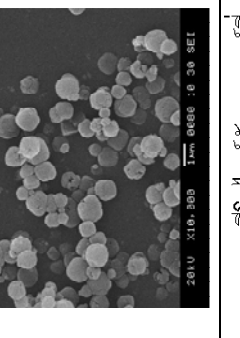
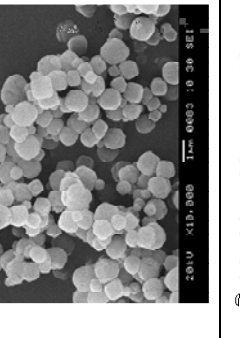
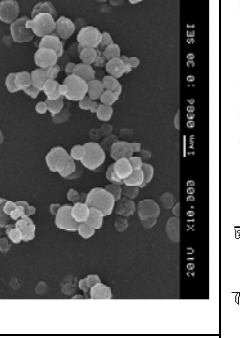
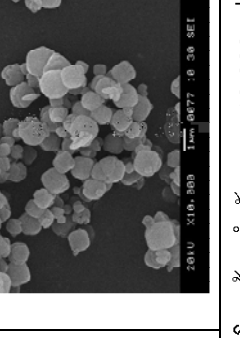
ภาพที่ 4.10 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไซด์ที่สังเคราะห์จากอนุหุมิและเวลาต่างๆ



ภาพที่ 4.11 กราฟแสดงค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากอุณหภูมิและเวลาต่างๆ

การวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า โดยตามทฤษฎีซีโอไลต์เอจะมีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ การวิเคราะห์วิธีนี้สามารถบ่งบอกลักษณะซีโอไลต์เอที่เกิดขึ้นได้ว่ามีความสมบูรณ์ตามทฤษฎีมากน้อยเพียงใด ดังภาพ 4.12 เป็นการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส ไม่พบโครงสร้างใดๆ แสดงว่าที่สภาวะนี้ไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ เนื่องจากเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในปฏิริยาน้อยเกินไปไม่เพียงพอต่อการเกิดผลึก แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดโครงสร้างทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ขนาดประมาณ 1 ไมโครเมตร แต่ลักษณะเหลี่ยมมุมที่ปรากฏไม่ชัดเจน เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เป็น 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ไม่พบโครงสร้างใดๆ เนื่องจากเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในปฏิริยาน้อยเกินไปไม่เพียงพอต่อการเกิดผลึก แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์เป็นที่อุณหภูมิ 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส ปรากฏว่าเกิดโครงสร้างทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ขนาดประมาณ 1 ไมโครเมตร และ

ลักษณะเหลี่ยมมุมที่ปรากฏชัดเจนขึ้นกว่าการสังเคราะห์ที่เวลา 2 ชั่วโมง แสดงว่าการเพิ่มเวลาจาก 2 ชั่วโมงเป็น 3 ชั่วโมง ทำให้ได้ซีโอไลต์เอที่มีความสมบูรณ์ขึ้น จากนั้นทำการเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ขึ้นอีกเป็น 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกที่เกิดขึ้น พบว่าเกิดโครงสร้างทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ของซีโอไลต์เอที่ทุกอุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ได้รูปทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ไม่ชัดเจนและมีขนาดที่เล็กกว่าสภาวะอื่น ส่วนที่อุณหภูมิ 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส พบโครงสร้างรูปทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ที่ชัดเจน ขนาดใหญ่กว่า 1 ไมโครเมตร และพบว่าโครงสร้างซีโอไลต์เอเกิดชัดเจนที่สุดที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส แสดงว่า เวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเกิดและโตเป็นผลึกที่สมบูรณ์โดยมีขนาดที่ใหญ่และโครงสร้างเหลี่ยมที่ชัดเจน คือ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ขึ้นอีกเป็น 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าทุกสภาวะเกิดโครงสร้างรูปทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ที่ชัดเจน แต่มีขนาดประมาณ 1 ไมโครเมตร แสดงว่าเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง เป็นเวลาที่เกินช่วงที่เหมาะสม ทำให้ได้ซีโอไลต์เอที่มีโครงสร้างเล็กลงเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ที่ 4 ชั่วโมง ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอต้องการเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมเท่านั้น หากปัจจัยอย่างใดอย่างหนึ่งน้อยเกินไปจะส่งผลให้ไม่เกิดซีโอไลต์เอ ในทางกลับกันหากปัจจัยอย่างใดอย่างหนึ่งมากเกินไปจะส่งผลให้ได้ผลึกซีโอไลต์เอที่มีขนาดเล็กลง ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสม คือ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

สภาวะ	80 °ซ	90 °ซ	100 °ซ	110 °ซ
2 ชั่วโมง				
3 ชั่วโมง				
4 ชั่วโมง				
6 ชั่วโมง				

ภาพที่ 4.12 โครงสร้างภายนอกของซีไอไดต์สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80, 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 3, 4 และ 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า

เมื่อทำการเปรียบเทียบการสังเคราะห์ซีโอไลต์กับงานวิจัยอื่น ดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าในปี 2001 Kolay และคณะทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์พีจากขี้เถ้าจากการเผาตะกอนบึงบ่าบัต (Lagoon ash) พบว่าสภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ คือ การทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แต่ในการสังเคราะห์เกิดเฟสปนเปื้อน ได้แก่ ควอตซ์ และมัลไลต์ ซึ่งเป็นเฟสเดียวกับขี้เถ้าจากการเผาตะกอนบึงบ่าบัต (Lagoon ash) ต่อมาในปี 2006 Takaaki และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์พีจากตะกอนกระดาษ (Paper Sludge) ได้เป็นซีโอไลต์พี โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เกิดเฟสปนเปื้อน ได้แก่ เจเลนไนท์ ซึ่งเป็นเฟสเดียวกับตะกอนกระดาษที่นำมาสังเคราะห์ ต่อมาในปี 2009 Anuwattana และคณะ ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากตะกอนเตาหลอมเหล็ก (Cupola slag) และตะกอนอะลูมิเนียม (Aluminium sludge) โดยทำปฏิกิริยาที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เกิดเฟสปนเปื้อน ได้แก่ ไฮดรอกซีโซดาไลต์และของแข็งอสังฐาน โดยไฮดรอกซีโซดาไลต์เกิดจากในการสังเคราะห์เกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ ส่วนของแข็งอสังฐานเกิดจากกากของเสียที่ไม่ละลายด้วยสารละลายเบส

ตารางที่ 4.2 ตารางเปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ระหว่างงานวิจัยต่างๆ กับงานวิจัยนี้

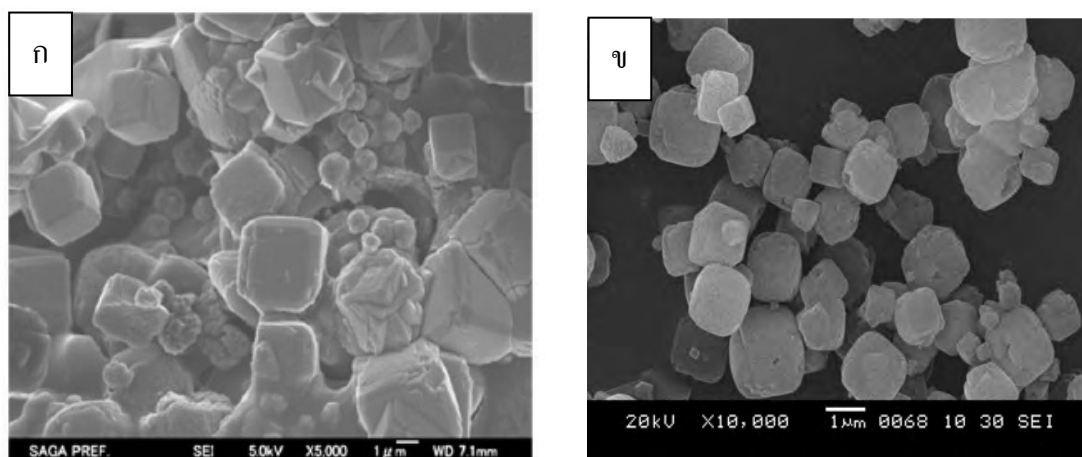
งานวิจัย	สังเคราะห์จาก	ซีโอไลต์ ที่ได้	เฟสปนเปื้อน	สภาวะ ที่ได้
Kolay และคณะ (2001)	Lagoon ash	ซีโอไลต์พี	ควอตซ์ และ มัลไลต์	100 °ซ 48 ชม.
Takaaki และคณะ (2006)	Paper sludge	ซีโอไลต์พี	เจเลนไนท์	90 °ซ 24 ชม.
Anuwattana และคณะ (2009)	Cupola slag, Aluminium sludge	ซีโอไลต์เอ	ไฮดรอกซีโซดาไลต์, ของแข็งอสังฐาน	90 °ซ 3 ชม.
Hiroaki และ Sridhar (2009)	Carbonize rice husk	ซีโอไลต์เอ	ไม่พบเฟสปนเปื้อน	90 °ซ 3 ชม.
งานวิจัยนี้ (2010)	Silica - Alumina waste, waterglass	ซีโอไลต์เอ	ไม่พบเฟสปนเปื้อน	90 °ซ 4 ชม.



จากงานวิจัยที่กล่าวไปข้างต้นมีข้อจำกัดในเรื่องของการเกิดเฟสปนเปื้อนอื่นๆ ที่เกิดร่วมกับซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ ซึ่งงานวิจัยทั้งหมดที่กล่าวข้างต้นพบว่าเฟสที่ปนเปื้อนเกิดจากกากที่นำมาสังเคราะห์ที่ไม่สามารถละลายในสารละลายเบสได้ทำให้ผสมกับซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ภายหลัง

แต่งานวิจัยของ Hiroaki และ Sridhar ในปี 2009 ได้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากแกลบข้าวที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ โดยทำปฏิกิริยาที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าได้ซีโอไลต์เอที่ไม่มีเฟสอื่นปนเปื้อน เนื่องจากแกลบข้าวที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์สามารถละลายได้ดีในสารละลายเบสทำให้ไม่พบเฟสปนเปื้อนจากกากที่ไม่ละลาย

ในงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เอโดยไม่มีเฟสอื่นผสมซึ่งเป็นข้อดีเหนืองานวิจัยดังกล่าวข้างต้นที่พบเฟสปนเปื้อน โดยพบว่าขั้นตอนสำคัญในการกำจัดเฟสปนเปื้อนคือการกรองกากที่ไม่ละลายทิ้ง สำหรับปฏิกิริยาทำที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และเมื่อทำการเปรียบเทียบโครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้กับงานวิจัยของ Hiroaki และ Sridhar ซึ่งไม่พบเฟสปนเปื้อนเช่นเดียวกับงานวิจัยนี้ พบว่าซีโอไลต์เอจากงานวิจัยนี้เกิดโครงสร้างที่เป็นทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ที่ชัดเจนกว่าซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากงานวิจัยของ Hiroaki และ Sridhar ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 แสดงโครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากงานต่างๆ (ก) Hiroaki และ Sridhar (ข) งานวิจัยนี้

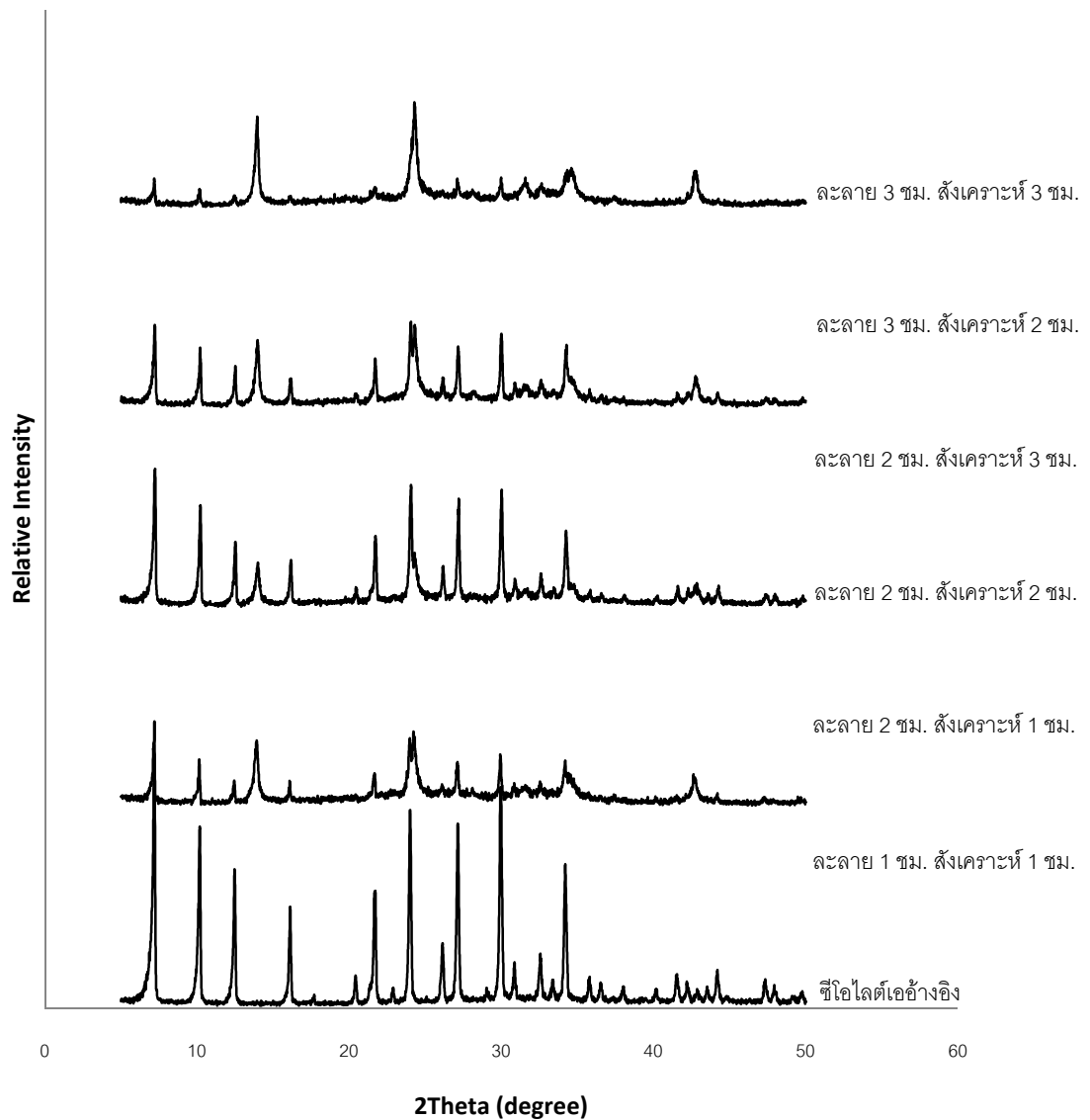
#### 4.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไมโครเวฟ

การทดลองนี้ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีไมโครเวฟ ซึ่งเป็นทางเลือกในการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดนอกเหนือจากวิธีไฮโดรเทอร์มัล ในงานวิจัยนี้จะประยุกต์เครื่องไมโครเวฟชนิดที่ใช้ในบ้านเรือนทั่วไปโดยติดตั้งอุปกรณ์ในการรีฟลักซ์ชุดกลั่นและเครื่องกวน โดยจะใช้คลื่นไมโครเวฟกำลัง 300 วัตต์ เป็นแหล่งให้พลังงานแก่ปฏิกิริยาในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาและขั้นตอนการสังเคราะห์แทนการใช้เครื่องกวนแบบให้ความร้อนและตุ๋น ในการสังเคราะห์ได้แปรค่าเวลาในการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ ดังนี้ 1:1, 2:1, 2:2, 2:3, 3:2 และ 3:3 ชั่วโมง ตามลำดับ จากภาพ 4.14 พบว่าทุกสภาวะเกิดพิกซีโอไลต์เอที่ไม่สมบูรณ์ มีความเข้มของพิกค้ำ อีกทั้งปรากฏพิกไม่ตรงกับโครงสร้างซีโอไลต์เอที่  $2\theta$  ประมาณ 14 degree

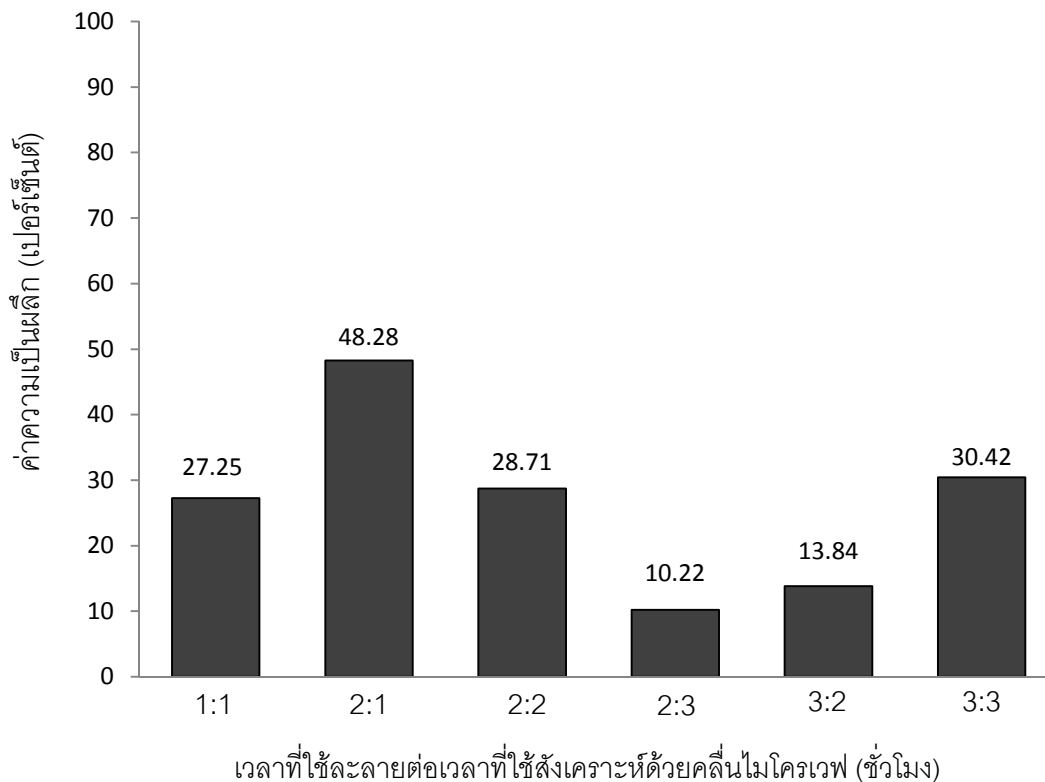
เมื่อวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ จากภาพ 4.15 พบว่าซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่ทุกสภาวะมีค่าความเป็นผลึกอยู่ในช่วงประมาณ 10-50 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสอดคล้องกับดิฟแฟรคโทแกรม ดังภาพ 4.15 พบว่าซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้มีความเข้มของพิกค้ำค่อนข้างต่ำ อีกทั้งเกิดโครงสร้างอื่นร่วมกับซีโอไลต์เออีกด้วย ดังนั้นการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟจึงไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอเมื่อเทียบกับวิธีไฮโดรเทอร์มัล สาเหตุเนื่องจากอุปกรณ์เครื่องไมโครเวฟที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีข้อจำกัดในเรื่องของการที่สามารถปล่อยพลังงานได้เฉพาะ 300 วัตต์ ซึ่งไม่ทราบค่าอุณหภูมิแท้จริงในการทำปฏิกิริยา โดยอุณหภูมิที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาจริงอาจไม่ใช่อุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเกิดซีโอไลต์เอจากการทดลองตอนที่ผ่านมาก็ 90 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ลักษณะพลังงานที่ปล่อยออกมาเป็นช่วงๆ ไม่สม่ำเสมอ ให้ความร้อนที่ให้แก่ปฏิกิริยาไม่คงที่ ส่งผลให้การเกิดผลึกจึงไม่สมบูรณ์ เพราะฉะนั้นการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟด้วยเครื่องมือในงานวิจัยนี้จึงได้ผลไม่ดีเท่าการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มัล แต่หากสามารถเปลี่ยนเครื่องไมโครเวฟในการสังเคราะห์ให้เป็นชนิดสำหรับสังเคราะห์สารโดยเฉพาะ ซึ่งจะสามารถควบคุมอุณหภูมิและกำลังคลื่นที่ปล่อยให้คงที่ได้ อาจสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เอที่สมบูรณ์กว่าในงานวิจัยนี้

จากงานวิจัย Lucio และ Edoardo (2003) ได้ทำการเปรียบเทียบการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอระหว่างวิธีไฮโดรเทอร์มัลกับวิธีไมโครเวฟ พบว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟมีข้อดีที่สามารถลดเวลาในการสังเคราะห์ปฏิกิริยา เนื่องจากการวิธีไมโครเวฟเป็นการใช้คลื่นไมโครเวฟไปกระตุ้นให้เกิดการสั่นของโมเลกุลจนเกิดความร้อนในระดับโมเลกุลทำให้ปฏิกิริยาเกิดความร้อนอย่างรวดเร็ว ส่วนวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นการให้ความร้อนโดยการแผ่รังสีของตุ๋นบอาจเกิดการสูญเสียความร้อนรวมถึงความร้อนที่ให้แก่ปฏิกิริยาไม่มีความสม่ำเสมอที่สำคัญปฏิกิริยาจะเกิดความร้อนช้ากว่า อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟก็มีข้อเสียในเรื่องของการลดเวลานั้นจะส่งผลให้เวลาในการเติบโตของผลึกลดลงเช่นกันทำให้การสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟนั้นได้ผลึกที่มี

ขนาดเล็กกว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลอีกทั้งอาจเกิดเฟสอื่นปนเปื้อนได้ ซึ่งให้ผลเช่นเดียวกับงานวิจัยของAnuwattana และคณะ(2008) ที่ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์แซตเอชเอ็มห้า (ZSM-5) โดยเปรียบเทียบการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอระหว่างวิธีไฮโดรเทอร์มัลกับวิธีไมโครเวฟ พบว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟมีขนาดเล็กกว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.14 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ



ภาพที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟกับเวลาที่ใช้ละลายต่อเวลาที่ใช้สังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

#### 4.2.3 ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดด้วยวิธีแบบผสม

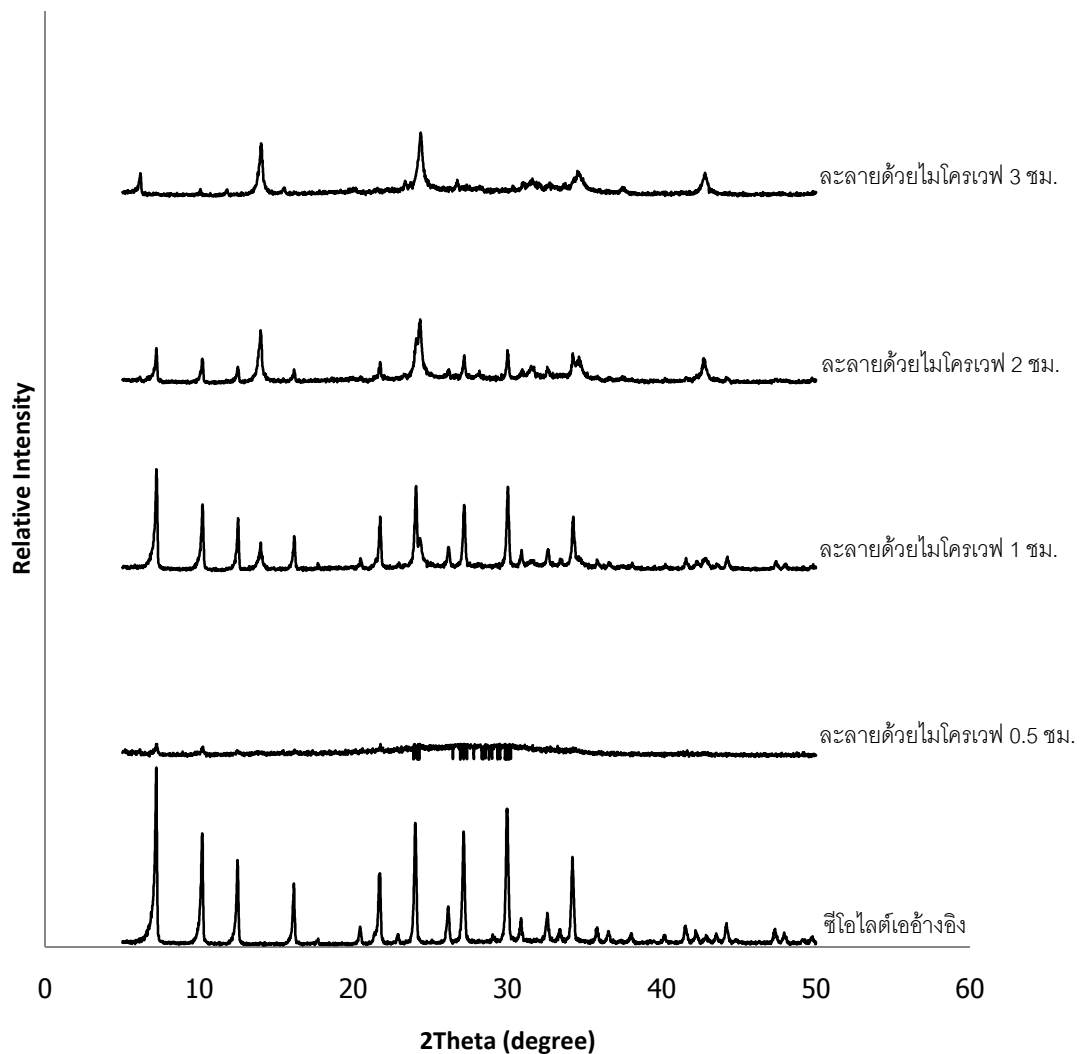
จากการทดลองที่ผ่านมา ผลปรากฏว่าการใช้ไมโครเวฟเพียงอย่างเดียวไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดเนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้ดังกล่าวไปแล้วนั้น ดังนั้นการทดลองในตอนนี้ จึงพยายามทดลองปรับเปลี่ยนการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดเป็นวิธีแบบผสม ซึ่งเป็นการผสมการสังเคราะห์วิธีไฮโดรเทอร์มัลกับวิธีไมโครเวฟ โดยแบ่งการทดลองเป็นสองขั้นตอนดังนี้

1. ทำการละลายตามวิธีไฮโดรเทอร์มัล จากนั้นสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ
2. ทำการละลายตามวิธีไมโครเวฟ จากนั้นสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

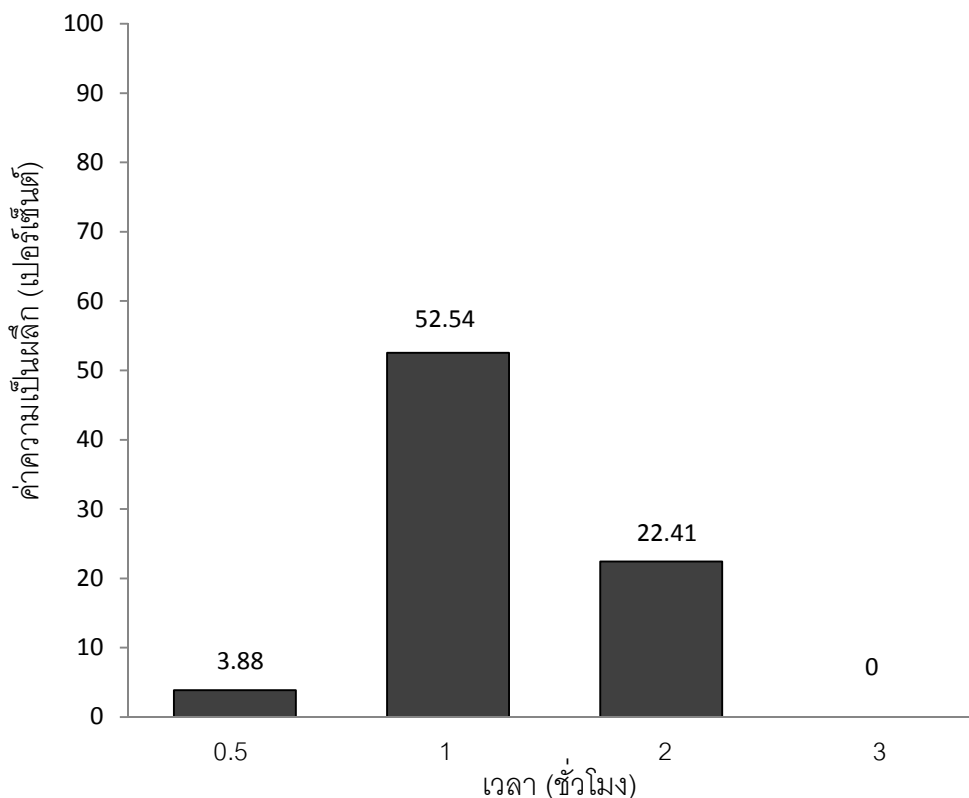
##### 4.2.3.1 ศึกษาผลของเวลาในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

ในขั้นตอนการละลายทำการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์แอดตามวิธีไมโครเวฟ ด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นเวลา 0.5, 1, 2 และ 3 ชั่วโมง จากภาพ 4.16 พบว่าเกิดโครงสร้างซีโอไลต์แอดไม่สมบูรณ์ทุกสภาวะ

เมื่อวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึก จากภาพ 4.17 พบว่าเมื่อสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ได้ค่าความเป็นผลึกสูงสุดเพียงแค่ 52.44 เปอร์เซ็นต์ แสดงว่าการสังเคราะห์แบบผสมโดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ จะได้ค่าความเป็นผลึกต่ำและยังเกิดเฟสอื่นปนเปื้อนอีกด้วย เป็นผลอันเนื่องมาจากสาเหตุเดียวกันกับการทดลองตอนที่แล้วที่กล่าวถึงข้อจำกัดของเครื่องไมโครเวฟในงานวิจัยนี้ ดังนั้นการเลือกใช้วิธีแบบผสมโดยใช้คลื่นไมโครเวฟในการสังเคราะห์จึงไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ



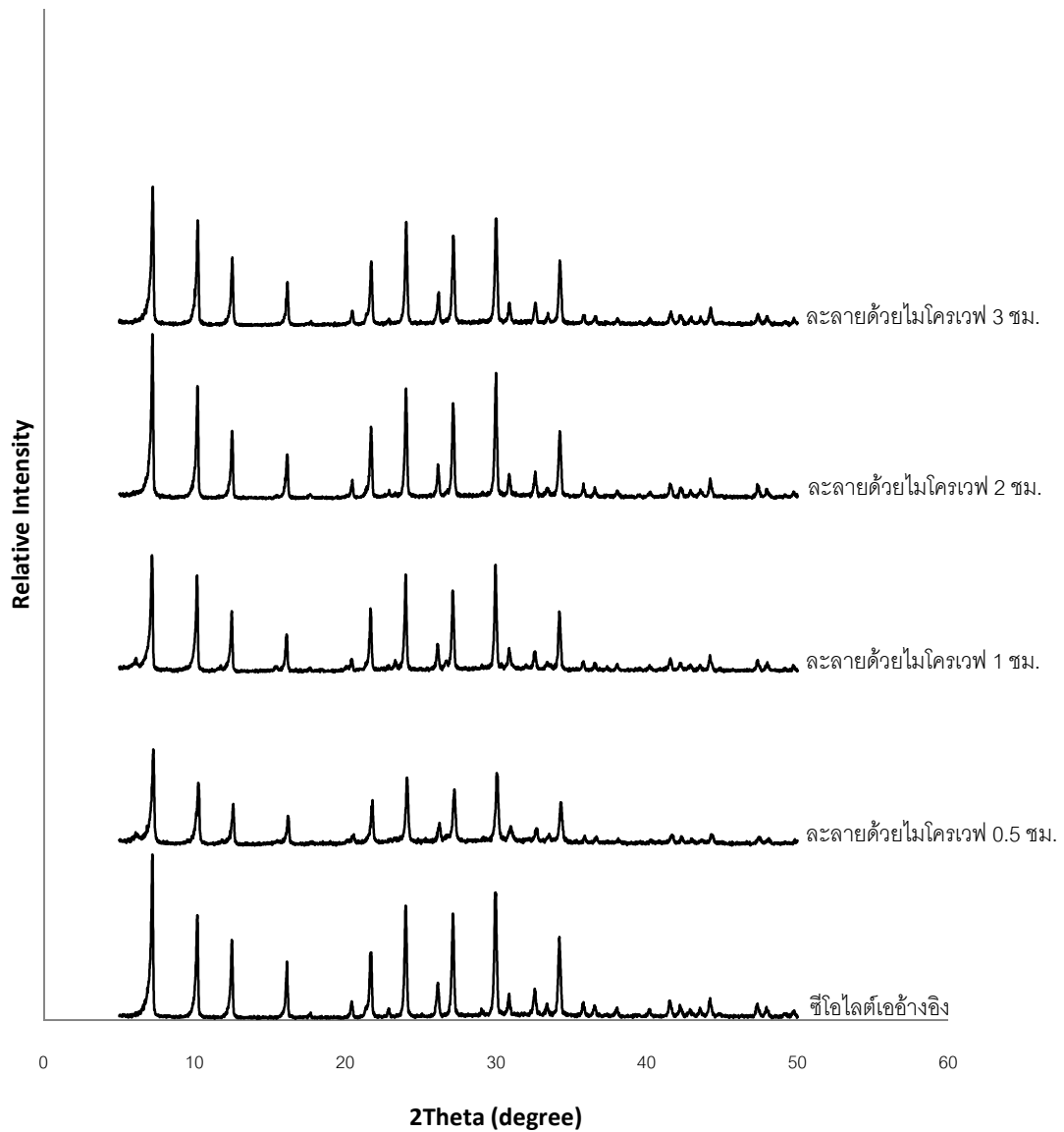
ภาพที่ 4.16 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลาต่างๆ



ภาพที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอดีที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม กับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

#### 4.2.3.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ

หลังจากทำการทดลองใช้คลื่นไมโครเวฟในการสังเคราะห์แล้วไม่ได้ผลที่ดี ในการทดลองนี้ จึงได้เปลี่ยนมาใช้คลื่นไมโครเวฟในการละลายแทน โดยทำการแปรค่าเวลาในการละลายจากซิลิกา-อะลูมินาตามวิธีไมโครเวฟ ด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นเวลา 0.5, 1, 2 และ 3 ชั่วโมง จากนั้นทำการสังเคราะห์ตามวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากภาพ 4.18 พบว่าเกิดโครงสร้าง ซีโอดีในทุกสภาวะการทดลอง

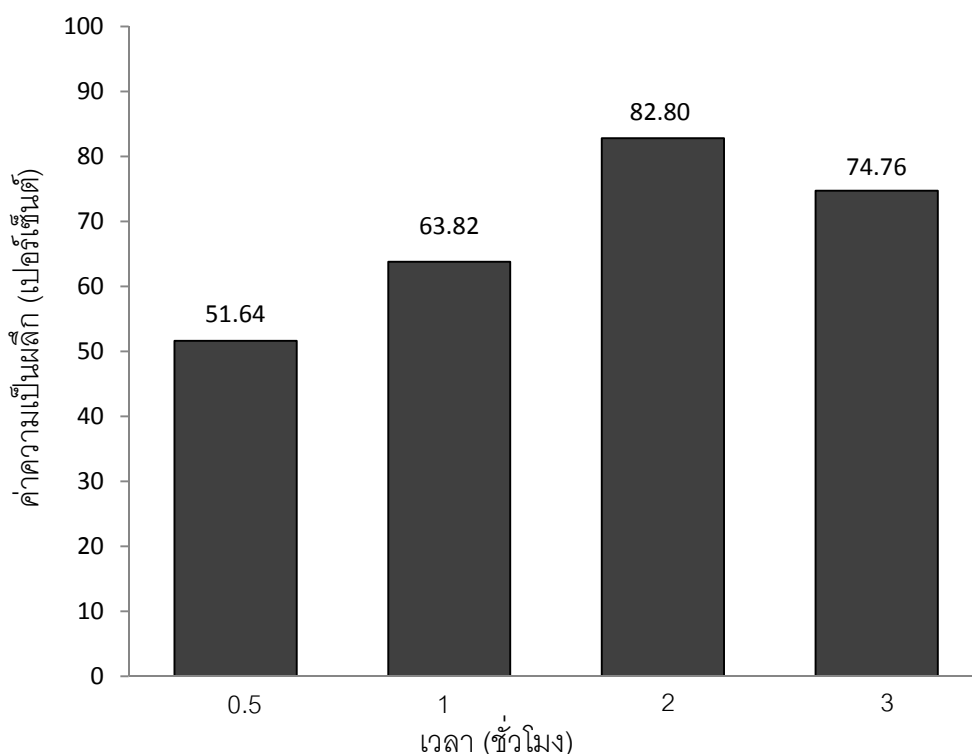


ภาพที่ 4.18 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลาต่างๆ

เนื่องจากในวิธีนี้ไม่ใช้เครื่องไมโครเวฟการสังเคราะห์จึงไม่มีข้อจำกัดเหมือนในการทดลองที่แล้ว สำหรับการทดลองนี้จะใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลายจากที่เวลาต่างแทนการละลายด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หากพิจารณาในแง่ของการละลายซึ่งเป็นตัวแปรในการทดลองนี้ หลักสำคัญก็คืออุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการละลาย หากทำการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการละลายย่อมส่งผลให้การละลายเพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนถึงจุดขีดสุดซึ่งไม่สามารถละลายจากเพิ่มได้อีกต่อไป จากดังกล่าวสำหรับการสังเคราะห์

ซีโอไลท์โดยละลายด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ถือเป็นสภาวะการละลายที่เป็นขีดสุดในการทดลองนี้ พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์เอมีค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 100 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปลี่ยนเป็นใช้คลื่นไมโครเวฟในการละลายที่เวลาต่างๆ จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึก จากภาพ 4.19 พบว่าค่าความเป็นผลึกสูงขึ้นตามเวลาที่ใช้ จนที่ได้ค่าความเป็นผลึกสูงสุด เท่ากับ 85.39 เปอร์เซ็นต์ ที่สภาวะการละลายกากซิลิกาอะลูมินาด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 3 ชั่วโมง ค่าความเป็นผลึกควรจะเพิ่มขึ้น แต่จากภาพที่ 4.19 พบว่าค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 74.76 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งลดลงเล็กน้อยไม่ถึง 10เปอร์เซ็นต์ อย่างไรก็ตามค่าความเป็นผลึกที่ลดลงนี้ถือว่าแตกต่างอย่างไม่มีนัยสำคัญ เนื่องจากในการวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกนั้นอาจเกิดความผิดพลาดจากการเตรียมสารรวมถึงเครื่องมือในการวิเคราะห์ซึ่งในการวิเคราะห์หากค่าความเป็นผลึกแตกต่างกันไม่เกิน 10 เปอร์เซ็นต์ ถือว่าสารที่วิเคราะห์มีลักษณะใกล้เคียงกัน

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าที่สภาวะการละลายกากซิลิกาอะลูมินาด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ค่าความเป็นผลึกสูงสุด เท่ากับ 85.39 เปอร์เซ็นต์ ใกล้เคียงกับสภาวะที่ดีที่สุดจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่ 100 เปอร์เซ็นต์ วิธีนี้จึงอาจเป็นทางเลือกหนึ่งในการสังเคราะห์ซีโอไลท์เอจากกากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว



ภาพที่ 4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นผลึกของซีโอไลท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสมกับเวลาที่ใช้ในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาด้วยคลื่นไมโครเวฟ



#### 4.2.4 ศึกษาการปรับปรุงขั้นตอนการละลายในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

จากการทดลองด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลได้ทำการละลายกากเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นสภาวะที่สามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้สูงที่สุด ในการทดลองนี้ ได้ทำการปรับปรุงขั้นตอนการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาในแง่ของการลดพลังงานของการสังเคราะห์ โดยศึกษาผลของการลดอุณหภูมิและเวลาในขั้นตอนการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

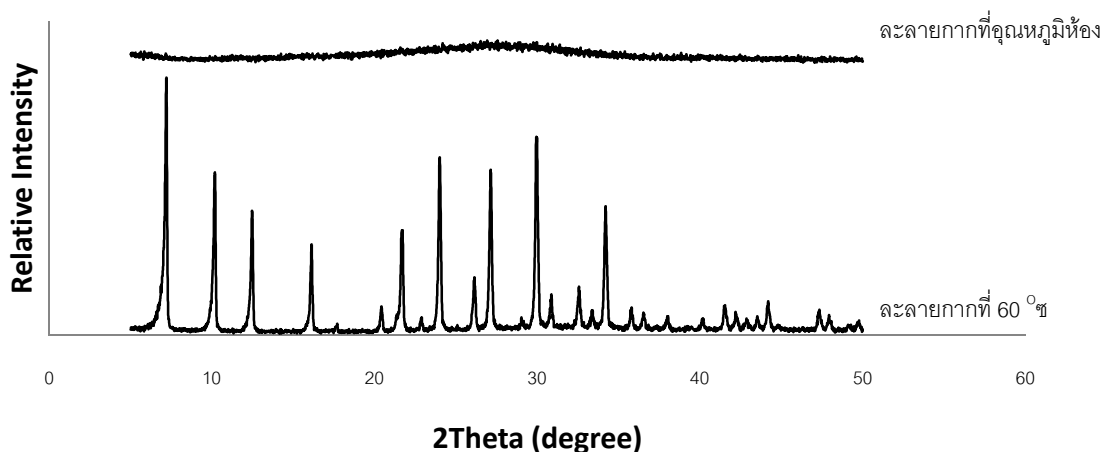
##### 4.2.4.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

ทำการปรับปรุงการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาโดยลดอุณหภูมิการละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ดังตาราง 4.3 พบว่าเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายลดลงจาก 43.71 เปอร์เซ็นต์ เป็น 21.61 เปอร์เซ็นต์ แสดงว่าการลดอุณหภูมิในการละลายทำให้กากซิลิกา-อะลูมินาละลายได้ลดลง

เมื่อนำไปทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ดังภาพ 4.20 ปรากฏว่าที่สภาวะการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องไม่พบพีคของซีโอไลต์เอ โดยมีค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 0 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องไม่สามารถละลายองค์ประกอบของกากซิลิกา-อะลูมินาออกมาได้เพียงพอต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

ตารางที่ 4.3 แสดงเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายที่อุณหภูมิห้องและที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

สภาวะการละลาย	กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลาย (เปอร์เซ็นต์)	ค่าความเป็นผลึก (เปอร์เซ็นต์)
24 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส	43.71	100
24 ชั่วโมง ที่ อุณหภูมิห้อง	21.61	0



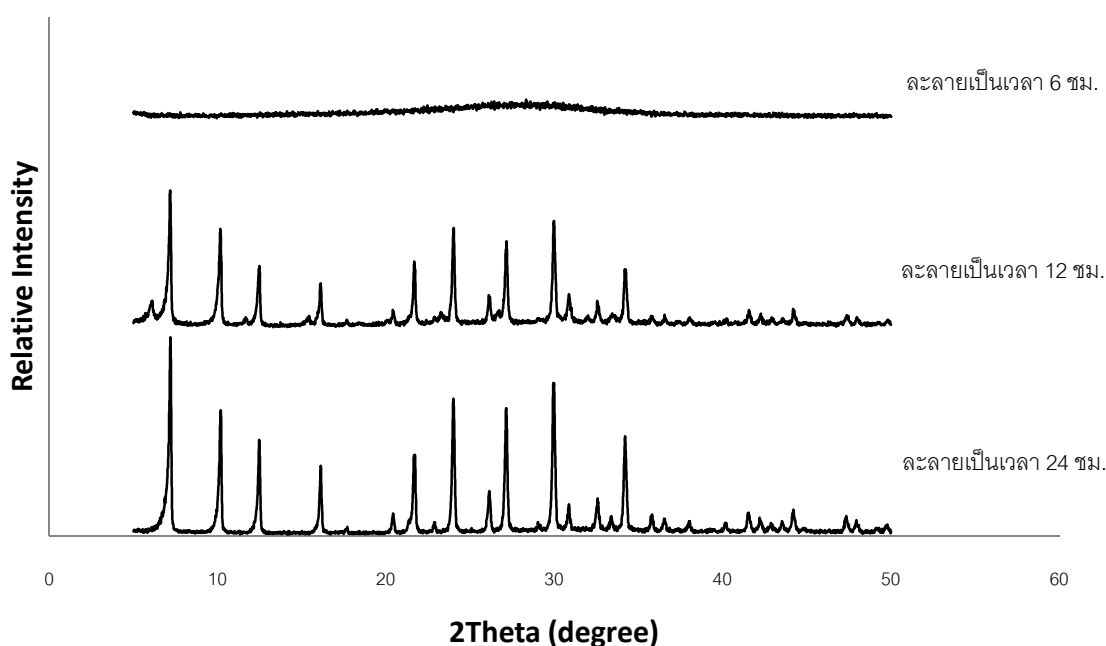
ภาพที่ 4.20 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ โดยละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่อุณหภูมิห้องและที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

#### การทดลองตอนที่ 2.4.2 ศึกษาผลของเวลาในการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

หลังจากทำการปรับลดอุณหภูมิในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาแล้วพบว่าไม่สามารถละลายองค์ประกอบในกากซิลิกา-อะลูมินาได้เพียงพอต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ ในการทดลองนี้ จึงได้ปรับลดเวลาในการละลายเป็น 12 ชั่วโมง และ 6 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับการละลาย 24 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส ดังตาราง 4.4 พบว่าการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส สามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้ 26.63 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งค่อนข้างแตกต่างกับการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส ส่วนการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 12 ชั่วโมง สามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้ 41.71 เปอร์เซ็นต์ พบว่าการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส สามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้ใกล้เคียงกับการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แต่เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอต่อ ดังภาพ 4.21 ปรากฏว่าพบพิกซีโอไลต์เอที่สภาวะการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส แต่มีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 60.77 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งลดลงไปกว่า 40 เปอร์เซ็นต์ ส่วนที่สภาวะการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส ไม่พบพิกใดโดยมีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 0 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสอดคล้องกับเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายที่มีค่าต่ำทำให้ไม่สามารถละลายองค์ประกอบของกากซิลิกา-อะลูมินาออกมาได้เพียงพอต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

ตารางที่ 4.4 แสดงเปอร์เซ็นต์กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลายที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6, 12 และ 24 ชั่วโมง

สภาวะการละลาย	กากซิลิกา-อะลูมินาที่ละลาย (เปอร์เซ็นต์)	ค่าความเป็นผลึก (เปอร์เซ็นต์)
24 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส	43.71	100
12 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส	41.71	60.77
6 ชั่วโมง ที่ 60 องศาเซลเซียส	26.63	0



ภาพที่ 4.21 ดิฟแฟรกโทแกรมของซีโอไลต์ โดยละลายกากซิลิกา-อะลูมินาที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6, 12 และ 24 ชั่วโมง

#### 4.3 ศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์แต่ละวิธี

ในการทดลองนี้จะทำการเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ได้ โดยเปรียบเทียบที่สภาวะดังนี้ สภาวะที่ 1 กากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น สภาวะที่ 2 ซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สภาวะที่ 3 ซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สภาวะที่ 4 ซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสมที่ละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ 2 ชั่วโมง จากนั้นสังเคราะห์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส

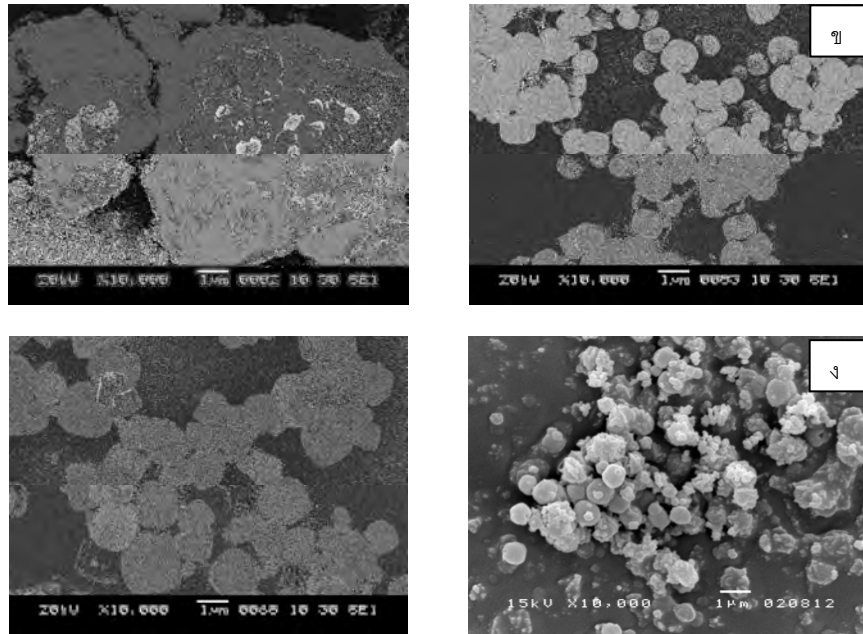
เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกและค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม ดังตาราง 4.5 พบว่าสภาวะที่ 3 มีค่าความเป็นผลึกสูงสุด คือ 100 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมสูงสุดเช่นกัน คือ 293.5 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส ซึ่งผ่านมาตรฐานกำหนดที่ 270 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส นอกจากนี้พบว่าที่สภาวะที่ 2 มีค่าความเป็นผลึก คือ 97.03 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม คือ 277.01 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส ซึ่งผ่านมาตรฐานกำหนดที่ 270 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัสเช่นกัน แต่ที่สภาวะ 1 และ 4 มีค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 0 และ 85.93 เปอร์เซ็นต์ โดยทั้งสองสภาวะนี้มีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม ไม่ผ่านมาตรฐานกำหนด จะเห็นค่าทั้งสองมีความสัมพันธ์ไปในทิศทางเดียวกันคือเมื่อค่าความเป็นผลึกสูงขึ้นจะมีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมสูงขึ้นตามไปด้วย ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าที่สภาวะ 2 และ 3 เท่านั้นที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ ซึ่งทั้งสองสภาวะได้ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล แสดงว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีอื่นๆ ไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

ตารางที่ 4.5 แสดงสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากแต่ละสภาวะ

สภาวะที่	ค่าความเป็นผลึก (เปอร์เซ็นต์)	ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม (มก.ของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อก.ของซีโอไลต์แอนไฮดรัส) *
1	0	67.04
2	97.03	277.01
3	100	293.50
4	85.39	219.86

\* ค่ามาตรฐานของความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมต้องไม่ต่ำกว่า 270 มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีโอไลต์แอนไฮดรัส

ทำการวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ดังภาพ 4.22 เมื่อทำการเปรียบเทียบโครงสร้างซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากสภาวะต่างๆ พบว่าเกิดโครงสร้างที่สมบูรณ์คือเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ชัดเจนที่สุดที่สภาวะที่ 3 คือการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งส่งผลให้คุณสมบัติอื่น ได้แก่ ค่าความเป็นผลึก ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมมีค่าสูงสุดตามไปด้วย



ภาพที่ 4.22 โครงสร้างภายนอกของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์จากแต่ละสภาวะดังนี้  
(ก) สภาวะที่ 1 (ข) สภาวะที่ 2 (ค) สภาวะที่ 3 และ (ง) สภาวะที่ 4

#### 4.4 การคำนวณพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์แต่ละวิธี

##### 4.4.1 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการปรับปรุงกากซีลิกา-อะลูมินา

- ปริมาณพลังงานในการบดกากซีลิกา-อะลูมินา (Charles, 1957)

พลังงานสำหรับการบดกากซีลิกา-อะลูมินา  $2 \times 10^{-4}$  ตัน/ชั่วโมง ถ้า 80% ของสารตั้งต้นผ่านตะแกรง 5 มิลลิเมตร และ 80% ของผลิตภัณฑ์ผ่านตะแกรง 0.075 มิลลิเมตร  
วิธีทำ

ตารางที่ 4.6 ค่า work index สำหรับแร่ทั่วไป

Materail	Specific gravity	Work Index, $W_i$
Bauxite	2.20	8.78
Coke	1.31	15.13
Limestone	2.66	12.74
Shale	2.63	15.87

จากสมการ

$$\frac{P}{\dot{m}} = 0.3162 W_i \left( \frac{1}{\sqrt{D_{pb}}} - \frac{1}{\sqrt{D_{pa}}} \right)$$

จากตาราง 4.6 Work index ของกากซีลิกา-อะลูมินาประมาณเท่ากับแร่บอกไซต์ (bauxite) เท่ากับ 8.78 ค่าอื่น ๆ ที่จะแทนในสมการ 6.10 ได้แก่

$$m = \text{ปริมาณสารที่บด, } 2 \times 10^{-3} \text{ ตัน/ชั่วโมง}$$

$$D_{pa} = \text{ขนาดของสารก่อนบด, } 20 \text{ มิลลิเมตร}$$

$$D_{pb} = \text{ขนาดของสารหลังบด, } 0.075 \text{ มิลลิเมตร}$$

กำลังที่ต้องใช้ คือ

$$P = 2 \times 10^{-3} \times 0.3162 \times 8.78 \left( \frac{1}{\sqrt{0.075}} - \frac{1}{\sqrt{20}} \right) \\ = 0.02 \text{ หน่วย}$$

4.4.1 ปริมาณพลังงานในการเผากากซีลิกา-อะลูมินาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เมื่อใช้อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้าสูงสุด 8,000 วัตต์

ขั้นตอนนี้ใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้า  $\frac{8,000 \times 700}{1200}$  วัตต์

$$\text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย) = } 4666 \times 3 / 1000 \\ = 14 \text{ หน่วย}$$

4.4.2 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เมื่อใช้อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้าสูงสุด 1,520 วัตต์

ขั้นตอนนี้ใช้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้า  $\frac{1,520 \times 60}{200}$  วัตต์

$$\text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย) = } 456 \times 24 / 1000 \\ = 11 \text{ หน่วย}$$

4.4.3 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาด้วยไมโครเวฟ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ไมโครเวฟมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์

$$\text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย) = } 300 \times 2 / 1000 \\ = 0.6 \text{ หน่วย}$$

4.4.4 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการผสมสารตั้งต้นด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนเป็นเวลา 1/6 ชั่วโมง

เมื่อใช้อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้าสูงสุด 1,520 วัตต์

ขั้นตอนนี้ใช้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เตาเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้า  $\frac{1,520 \times 60}{200}$  วัตต์

เครื่องกวนแบบให้ความร้อนมีกำลังไฟฟ้า 456 วัตต์

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย)} &= 1520 \times 1/6 / 1000 \\ &= 0.08 \text{ หน่วย} \end{aligned}$$

4.4.5 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยตู้อบไฟฟ้า เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เมื่อใช้อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เต้าเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้าสูงสุด 1,200 วัตต์

$$\text{ขั้นตอนนี้ใช้อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เต้าเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้า } \frac{1,200 \times 90 \text{ วัตต์}}{250}$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย)} &= 432 \times 3 / 1000 \\ &= 1.3 \text{ หน่วย} \end{aligned}$$

4.4.6 ปริมาณพลังงานในขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยตู้อบไฟฟ้า เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อใช้อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เต้าเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้าสูงสุด 1,200 วัตต์

$$\text{ขั้นตอนนี้ใช้อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เต้าเผาไฟฟ้ามีกำลังไฟฟ้า } \frac{1,200 \times 90 \text{ วัตต์}}{250}$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น พลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วย)} &= 432 \times 4 / 1000 \\ &= 1.8 \text{ หน่วย} \end{aligned}$$

ตาราง 4.7 แสดงพลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอในการสังเคราะห์แต่ละวิธี

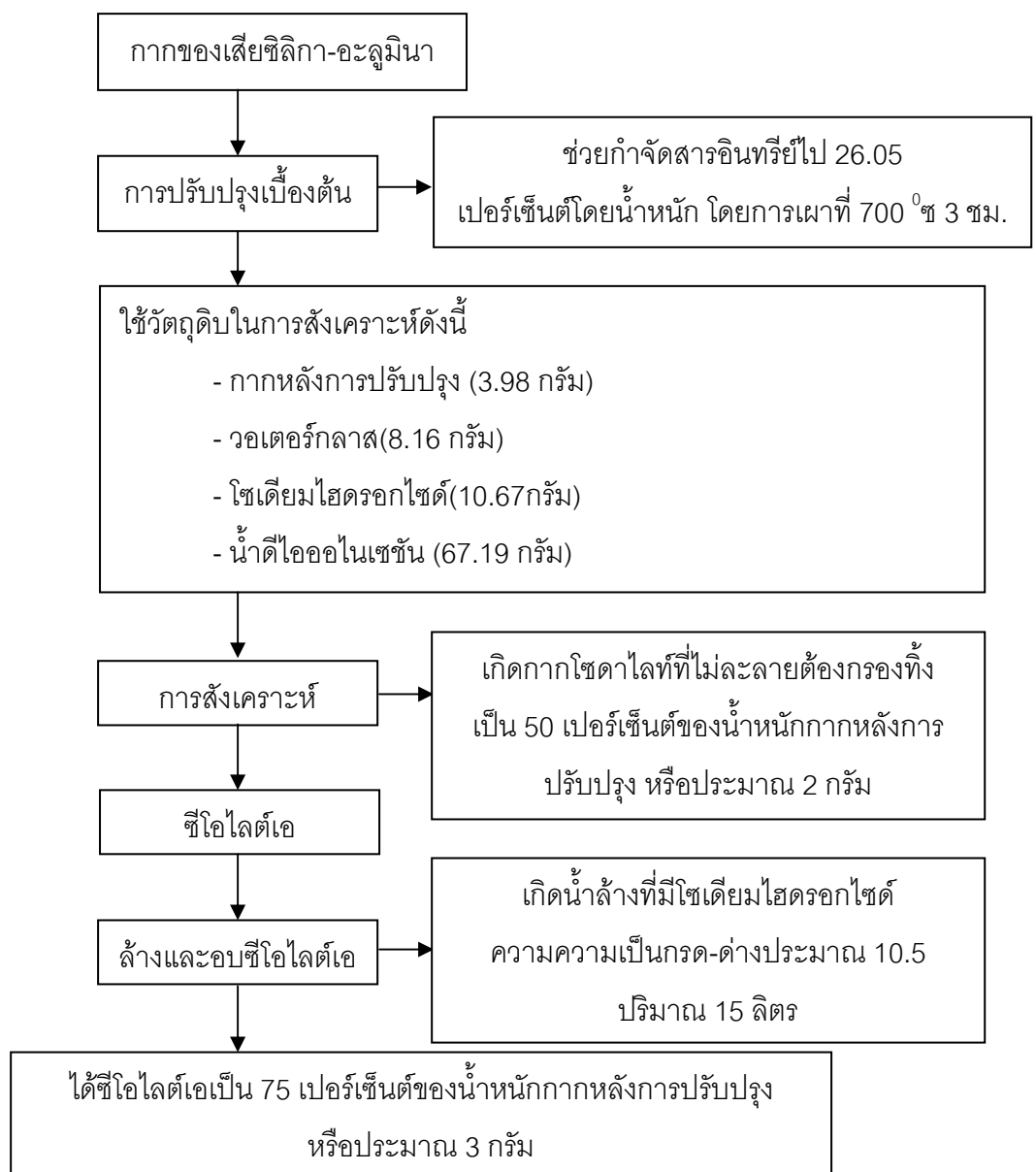
สภาวะ ที่	ปริมาณพลังงานไฟฟ้าที่ใช้ (หน่วยหรือยูนิิต)					น้ำหนัก ซีโอไลต์เอ ที่ได้ (กรัม)	พลังงานที่ใช้ ทั้งหมดต่อ น้ำหนัก ซีโอไลต์เอ (หน่วยต่อ กรัม)
	การ ปรับปรุง เบื้องต้น	การ ละลาย กาก	การผสม สารตั้งต้น	การ สังเคราะห์	รวม		
1	14.02	-	-	-	14.02	100	0.1578
2	14.02	11.48	0.08	1.3	26.88	40	0.6720
3	14.02	11.48	0.08	1.8	27.38	40	0.6845
4	14.02	0.6	0.08	1.8	16.50	8	2.0625

การคำนวณพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอในแต่ละวิธี โดยคิดจากเครื่องมือที่ใช้จริงระดับการทดลองในงานวิจัยนี้ ซึ่งสามารถสรุปการใช้พลังงานแบบคร่าวๆ จากตารางที่ 4.7 ในสภาวะที่ 2 และ 3 นั้นได้ค่าการใช้พลังงานใกล้เคียงกัน เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยวิธี

ไฮโดรเทอร์มัลเช่นเดียวกัน ซึ่งค่าที่ได้น้อยกว่าสภาวะที่ 4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ เป็นผลมาจากข้อจำกัดของเครื่องมือ โดยสภาวะที่ 4 มีการใช้พลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอเป็นกรัมค่อนข้างสูง เนื่องจากวิธีไมโครเวฟนี้สามารถสังเคราะห์ได้สารเพียง 8 กรัมต่อครั้ง แต่ในสภาวะที่ 2 และ 3 มีการใช้พลังงานที่ใช้ทั้งหมดต่อน้ำหนักซีโอไลต์เอเป็นกรัมที่ต่ำกว่าเนื่องจากวิธีไฮโดรเทอร์มัลสามารถสังเคราะห์ได้สารในปริมาณที่มากกว่าเท่ากับ 40 กรัมต่อครั้ง

#### 4.5 ผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมในงานวิจัยนี้

ผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมในงานวิจัยนี้ได้แสดงปริมาณวัตถุดิบที่ใช้ไปรวมถึงผลิตภัณฑ์และของเสียที่เกิดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ ดังภาพที่ 4.23



ภาพที่ 4.23 แผนผังผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมในงานวิจัยนี้



จากกระบวนการการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ ดังแสดงในภาพที่ 4.23 เมื่อนำกากของเสีย ซิลิกา-อะลูมินามาทำการปรับปรุงเบื้องต้นเพื่อกำจัดสารอินทรีย์ ส่งผลให้น้ำหนักหายไปประมาณ 26 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับกากของเสียเริ่มต้น จากนั้นนำกากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้นมาสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ พบว่าเกิดกากโซดาไลต์ที่ไม่ละลายต้องทำการกรองทิ้งเป็น 50 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักกากหลังการปรับปรุงหรือคิดเป็นน้ำหนักประมาณ 2 กรัม ต่อมานำซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ได้ไปล้างด้วยน้ำดีไอออไนเซชันซึ่งจะเกิดน้ำล้างมีค่าความเป็นกรด-เบส ประมาณ 10.5 ปริมาตร 15 ลิตร และได้ซีโอไลต์เอจากการสังเคราะห์เป็น 75 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักกากหลังการปรับปรุงหรือประมาณ 3 กรัม

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากชิลิกา-อะลูมินาด้วยวิธีต่างๆ เพื่อหาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ ได้ข้อสรุปโดยแบ่งเป็นขั้นตอนดังนี้



##### 5.1.1 การปรับปรุงกากชิลิกา-อะลูมินาเบื้องต้น

การปรับปรุงกากชิลิกา-อะลูมินาเบื้องต้นโดยนำกากชิลิกา-อะลูมินามาบดด้วยเครื่องบด(Tube Mill) จากนั้นนำไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) เพิ่มจาก 54.02 เปอร์เซ็นต์ เป็น 74.68 เปอร์เซ็นต์และซิลิกา ( $Si_2O$ ) เพิ่มจาก 11.70 เปอร์เซ็นต์ เป็น 14.74 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้พบว่าสารอินทรีย์ลดลงจาก 26.15 เปอร์เซ็นต์เป็น 0.09 เปอร์เซ็นต์

##### 5.1.2 สถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

สถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้ในขั้นตอนเดียว จำเป็นต้องแบ่งขั้นตอนการสังเคราะห์ออกเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินา ขั้นตอนการผสมสารตั้งต้น และขั้นตอนการสังเคราะห์ แต่ละขั้นตอนมีข้อสรุปดังนี้

- สถานะที่เหมาะสมในขั้นตอนการละลายกากชิลิกา-อะลูมินา คือ การละลายกากชิลิกา-อะลูมินาด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปั่นกวนที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที

- สถานะที่เหมาะสมในขั้นตอนการผสมสารตั้งต้น คือ การผสมสารตั้งต้นด้วยเครื่องกวนแบบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที ปั่นกวนที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที

- สถานะที่เหมาะสมในขั้นตอนการสังเคราะห์ คือ การสังเคราะห์ในอโตเครฟต์ด้วยตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

### 5.1.3 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไมโครเวฟ

จากการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีไมโครเวฟโดยใช้คลื่นไมโครเวฟขนาด 300 วัตต์ เป็นแหล่งพลังงานแทนการใช้เครื่องกวนแบบให้ความร้อนและตู้อบไฟฟ้าสรุปได้ว่าวิธีนี้ไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ เนื่องจากไม่มีสภาวะใดที่สังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้ค่าความเป็นผลึกเกิน 50 เปอร์เซ็นต์ โดยสภาวะที่สังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้ค่าความเป็นผลึกสูงสุด คือ การละลายด้วยไมโครเวฟ 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ต่อด้วยไมโครเวฟ 1 ชั่วโมง มีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 48.28 เปอร์เซ็นต์

### 5.1.4 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีแบบผสม

การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีผสมเป็นการสังเคราะห์ที่ผสมจากวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีไมโครเวฟ โดยการใช้คลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ เป็นแหล่งพลังงานในการสังเคราะห์ขั้นตอนใดขั้นตอนหนึ่ง โดยแบ่งเป็น 2 แบบ แบบแรก คือ การใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์แบบที่สอง คือ การใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ได้ข้อสรุปดังนี้

- การใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ได้สภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ คือ การใช้เวลาในสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง มีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 52.44 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นการสังเคราะห์วิธีนี้ไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ เนื่องจากค่าความเป็นผลึกที่ได้มีค่าต่ำ

- การใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ได้สภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ คือ การใช้เวลาในละลาย 2 ชั่วโมง มีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 85.39 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นการใช้ไมโครเวฟในขั้นตอนการละลายสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้ค่าความเป็นผลึกสูงกว่าการใช้ไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์

### 5.1.5 การปรับปรุงขั้นตอนการละลายในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

จากการปรับปรุงขั้นตอนการละลายโดยการปรับลดอุณหภูมิและเวลา ได้ข้อสรุปดังนี้

- การปรับลดจากอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นที่อุณหภูมิห้อง พบว่าน้ำหนักที่ละลายได้ลดลงจาก 43.74 เปอร์เซ็นต์ เป็น 21.61 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อทำการสังเคราะห์ไม่พบโครงสร้างซีโอไลต์เอ ดังนั้นไม่สามารถปรับลดอุณหภูมิในขั้นตอนการละลายได้

- การปรับลดเวลาจาก 24 ชั่วโมง เป็น 12 และ 6 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักที่ละลายได้ลดลงจาก 43.74 เปอร์เซ็นต์ เป็น 41.71 เปอร์เซ็นต์ และ 26.63 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และเมื่อทำการสังเคราะห์ต่อพบโครงสร้างซีโอไลต์เอเฉพาะที่สภาวะการละลายเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ดังนั้นการปรับลดเวลาที่เหมาะสม คือการละลายเป็นเวลา 12 ชั่วโมงเท่านั้น แต่ก็ส่งผลให้ค่าความเป็นผลึก

ลดลงจาก 100 เปอร์เซ็นต์ เป็น 60.77 เปอร์เซ็นต์ ส่วนการละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมงไม่เหมาะสมต่อการละลายกากซิลิกา-อะลูมินา

#### 5.1.6 การเปรียบเทียบลักษณะสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์แต่ละวิธี

- เมื่อทำการเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์แต่ละวิธี ได้สภาวะที่มีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมผ่านค่ามาตรฐาน คือ การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 และ 4 ชั่วโมง โดยมีค่าความเป็นผลึกเท่ากับ 97.03 และ 100 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ส่วนการสังเคราะห์วิธีอื่นไม่ผ่านมาตรฐานค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม

จากที่สรุปผลการทดลองในแต่ละขั้นตอนดังที่กล่าวมา สามารถกล่าวโดยรวมได้ว่า งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ได้ซีโอไลต์เอที่บริสุทธิ์ โดยวิธีที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ คือ วิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่สภาวะดังนี้ ละลายกากที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการกรองซึ่งในขั้นตอนนี้สามารถกำจัดเฟสปนเปื้อนทำให้ได้ซีโอไลต์เอที่บริสุทธิ์ จากนั้นผสมสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามวิธีการสังเคราะห์แบบอื่นก็สามารถที่จะสังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้เช่นกันแต่ได้ค่าความเป็นผลึกที่ต่ำกว่า โดยสภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟได้ค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 48.28 เปอร์เซ็นต์ และสภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสมได้ค่าความเป็นผลึก เท่ากับ 85.39 เปอร์เซ็นต์

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรศึกษาการแปรค่าปริมาณกากซิลิกา-อะลูมินาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ เนื่องจากในงานวิจัยนี้ไม่สามารถละลายกากซิลิกา-อะลูมินาได้เท่ากับที่คำนวณไว้ จึงอาจปรับโดยเพิ่มปริมาณกากเริ่มต้นให้มีปริมาณสูงขึ้นเพื่อให้ได้น้ำหนักที่สามารถละลายได้เท่ากับที่คำนวณไว้

5.2.2 ควรศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจากกากของเสียชนิดอื่นๆ ที่มีองค์ประกอบของซิลิกาและอะลูมินา

5.2.3 ควรศึกษาการปรับลดอุณหภูมิในการเผากากซิลิกา-อะลูมินาจากเดิมเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อหาสภาวะการปรับลดอุณหภูมิที่ได้องค์ประกอบทางเคมีไม่แตกต่างจากเดิม เพื่อช่วยลดพลังงานในกระบวนการสังเคราะห์

5.2.4 ควรศึกษาการนำกากซิลิกา-อะลูมินาที่ไม่ละลายที่ได้จากการกรองทิ้ง โดยวิเคราะห์ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม และนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆต่อไป เช่นดูดซับโลหะหนัก ดูดซับแก๊สแอมโมเนีย เป็นต้น

## รายการอ้างอิง

### ภาษาไทย

- จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดาอนุรักษ์. 2547. การเร่งปฏิกิริยาพื้นฐานและการประยุกต์.  
กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.
- จำรัส ลิ้มตระกูล. 2540. เคมีของซีโอไซด์. วารสารวิทยาศาสตร์ 51, 6 (พฤศจิกายน-ธันวาคม) :  
420-423.
- ประเสริฐ เรืองยศสกุล และ ปิยะวัฒน์ แสงพิ้วะ. 2551. การเตรียมซีโอไซด์จากวัตถุดิบในประเทศ  
เพื่ออุตสาหกรรมผงซักฟอก. ปริญญานิพนธ์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ภาพสูตรโครงสร้างของสารแอนทราควิโนนินอน. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา:  
<http://en.wikipedia.org/wiki/Anthraquinone>. [2553, มกราคม 15]
- ภาพแสดงปฏิกิริยาการผลิตสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา:  
[http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen\\_peroxide](http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen_peroxide). [2553, มกราคม 15]
- มนตรี ทองคำ. 2542. การสังเคราะห์ซีโอไซด์จากเถ้าลอยถ่านหิน. วิทยานิพนธ์ปริญญา  
มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- มนต์วัล บุญส่งประเสริฐ. 2550. การสังเคราะห์ซีโอไซด์Na-X จากดินขาวธรรมชาติ. วิทยานิพนธ์  
ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- เลิศ รักสันติชาติ. 2545. การฟื้นฟูสภาพซีโอไซด์ชนิดเอ็กซ์ที่ใช้แล้วสำหรับดูดซับเอทีลินไกลคอล.  
วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ไลทิพย์ อภิธรรมวิริยะ. 2542. การนำซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้วมาใช้ประโยชน์ในการทำวัสดุปูพื้น.  
วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สาโรจน์ ปัทมาพิงษ์ 2545. การนำซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้วมาใช้ประโยชน์เป็นตัวทนไฟในการทำ  
เซรามิก. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะ  
วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- หฤษฎ์ รัตนันท์. 2546. การนำซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้วมาใช้ประโยชน์เพื่อการผลิตคอนกรีตบล็อก.  
วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

อนรรฆอร พันธุ์ไพศาล. 2549. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าลอยถ่านหินและจากเถ้าลอยซังข้าว  
อ้อยเพื่อกำจัดตะกั่วในน้ำเสียอุตสาหกรรม. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารธุรกิจ ภาควิชา  
วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

อุตสาหกรรม, กระทรวง. 2540. มาตรฐานกระทรวงอุตสาหกรรม 1422-2540 (พ.ศ. 2540). กำหนด  
มาตรฐานผลิตภัณฑ์ อุตสาหกรรมซีโอไลต์สำหรับอุตสาหกรรมสารซักฟอก.

### ภาษาอังกฤษ

Anuwattana, R. Kenneth, J.B. Asavapisit, S. and Khummongkol, P. 2008. Conventional and microwave hydrothermal synthesis of zeolite ZSM-5 from the cupola slag. Microporous and Mesoporous Materials. 111 : 260-266.

Anuwattana, R. and Khummongkol, P. 2009. Conventional hydrothermal synthesis of Na-A zeolite from cupola slag and aluminum sludge. Journal of Hazardous Materials. 166 : 227-232.

Baerlocher, Ch. Meier, W.M. and Olson, D.H. 2001. Atlas of Zeolite Structure Types. 5<sup>th</sup> ed. Zurich Switzerland : ELSEVIER.

Bhatia, S. 1990. Zeolite Catalysis. Principles and applications. Boca Raton, Florida : CRC Press, inc.

Breck, D.W. 1974. Zeolite Molecular Sieves. Structure, chemistry and use. New York : John Wiley & Sons.

Bruce, C. Gates. 1991. Catalytic Chemistry. New York : John Wiley & Sons.

Charles, R.J. 1957. Energy Size Reduction Relationships in Comminution. Min.Engg.

Dyer A. 1988. An Introduction to Zeolite Molecular Sieves. New York : John Wiley & Sons.

Farrauto, R.J. and Bartholomew, C.H. 1997. Fundamentals of industrial catalytic process. London ; Blackie Academic & Professional.

Fernandes Machado, N.R.C. and Malachinh Miotto, D.M. 2005. Synthesis of Na-a and Na-X zeolites from oil shale ash. Fuel. 84 : 2289-2294.

Hiroaki, A. and Sridhar, K. 2009. Synthesis of Na-a and/ or Na-X zeolite/porous carbon composites from carbonized rice husk. Journal of solid State Chemistry. 182 : 1749-1753.

- Ivan, C. Fernando, G.C. and Jose, C. 2007. Synthesis of X-type Zeolite from Dealuminated Kaolin by Reaction with Sulfuric Acid at High Temperature. Ind. Eng. Chem. Res. 46 : 1029-1038.
- Kolay, P.K. Singh, D.N. and Muti, M.V.R. 2001. Synthesis of zeolites from a lagoon ash. Fuel. 80 : 739-745.
- Lucio, B. and Edoardo, P. 2003. Microwave assisted crystallization of zeolite A from dense gels. Journal of crystal Growth. 247 ; 555-562.
- Smith, J.V. 1976. Zeolite Chemistry and Catalysis. J.A. Rabo Ed. ACS Monograph 171,
- Szostak, R. 1989. Molecular sieves principles of synthesis and identification. New York : Van Nostrand Reinhold.
- Takaaki, W. Miokok, H. Keiko, K. Hiroji, I. Osamu, T. Kashiko, I. Takashi, N. Robert, T.D. and John, F.R. 2006. Zeolitesynthesis from paper sludge ash low temperature (90°C) with addition of diatomite. Journal of Hazardous Materials. B132 : 244-252.

ภาคผนวก



ภาคผนวก ก การหาค่าประกอบของวอเตอร์กลาสโดยการไทเทรต (ประเสริฐ เรืองยศสกุล และ ปิยะวัฒน์ แปงพิ้วะ., 2551)

ตอนที่ 1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของไฮโดรคลอริก

ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

ชั่งโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 7.080 กรัม ในขวดวัดปริมาตร 250.00 มิลลิลิตร

สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5047 โมลาร์

นำสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ไทเทรตกับสารละลายไฮโดรคลอริก 10.00 มิลลิลิตร ได้ผลดังตาราง ก.1

ตารางที่ ก.1 แสดงค่าเฉลี่ย ± ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

ขวดที่	ปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)		ปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)
	เริ่มต้น	สิ้นสุด	
1	0.00	9.80	9.80
2	10.00	19.80	9.80
3	20.00	29.80	9.80
	ค่าเฉลี่ย ± ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน		9.80 ± 0.00

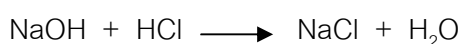
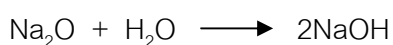
ความเข้มข้นของสลล.ไฮโดรคลอริก = 
$$\frac{\text{ปริมาตร} \times \text{ความเข้มข้นของสลล.โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์}}{\text{ปริมาตรของสลล.ไฮโดรคลอริก}}$$

$$= 9.83 \times 0.5047 / 10.00 \text{ โมลาร์}$$

$$= 0.4946 \text{ โมลาร์}$$

ตอนที่ 2 หาปริมาณโซเดียมออกไซด์ในวอเตอร์กลาส

ชั่งวอเตอร์กลาสประมาณ 0.50 กรัม เติมน้ำดีไอออนไนเซชัน 50 มิลลิลิตร ใช้เมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ไทเทรตด้วยสารละลายไฮโดรคลอริกจากสารละลายสีเหลืองให้เป็นสีส้ม



จากปฏิกิริยาดังกล่าวเป็นปฏิกิริยาสะเทินซึ่งเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ เปลี่ยนสารละลายจากสีเหลืองในช่วงเบสไปเป็นสีส้มในช่วงกรด

ตารางที่ ก.2 แสดงค่าเฉลี่ย ± ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณโซเดียมออกไซด์

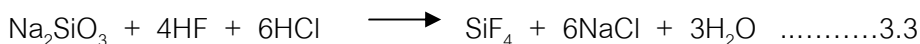
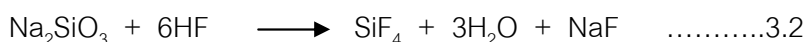
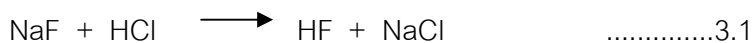
ขวดที่	ปริมาตรของไฮโดรคลอริก (มิลลิลิตร)		ปริมาตร ไฮโดรคลอริกที่ใช้ (มิลลิลิตร)	น้ำหนัก วอเตอร์กลาส (กรัม)	โซเดียมออกไซด์ (ร้อยละ)
	เริ่มต้น	สิ้นสุด			
1	0.00	3.70	3.70	0.50	11.35
2	5.00	8.60	3.60	0.50	11.04
3	10.00	13.45	3.45	0.51	10.37
ค่าเฉลี่ย ± ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน					10.92 ± 0.50

หาปริมาณโซเดียมออกไซด์จากสูตร

$$\begin{aligned} \%Na_2O &= (3.1 \times V_{HCl} \times [HCl]) / (\text{water glass weight}) \\ &= 10.92 \pm 0.50 \% \end{aligned}$$

ตอนที่ 3 หาปริมาณซิลิกอนออกไซด์ในวอเตอร์กลาส

ซึ่งวอเตอร์กลาสประมาณ 0.50 กรัม เติมน้ำดีไอออนในเซชัน 50 มิลลิลิตร และเติมโซเดียมฟลูออไรด์ 2.5 กรัม คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันไทเทรตด้วยสารละลายไฮโดรคลอริกใช้เมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ จากสารละลายสีเหลืองให้เปลี่ยนชมพู โดยในขั้นแรกจะเกิดกรดไฮโดรฟลูออริก ดังสมการที่ 3.1 ซึ่งกรดไฮโดรฟลูออริกที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาต่อกับโซเดียมซิลิเกต ทำให้ได้ซิลิกอนฟลูออไรด์ (Silicon fluoride) และสามารถคำนวณโดยเปรียบเทียบอัตราส่วนโมลของสารละลายไฮโดรคลอริกกับโซเดียมซิลิเกตจากสมการเพื่อหาปริมาณของซิลิกอนออกไซด์ จากสารตัวอย่าง



หลังจากนั้นไทเทรตกลับด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จนสารละลายเป็นสีเหลืองดังสมการที่ 3.4 ทั้งนี้ในสมการที่ 3.1 จะใส่กรดไฮโดรคลอริกที่มากพอเพื่อให้แน่ใจว่าจะเกิด

กรดไฮโดรฟลูออริกที่สามารถทำปฏิกิริยากับซิลิเคตได้อย่างพอดี ดังนั้นจึงมีการไทเทรตกลับเพื่อให้ทราบปริมาณที่แน่นอนของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในปฏิกิริยา



ตารางที่ ก.3 แสดงค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณซิลิกอนออกไซด์

หมวด ที่	ปริมาตรของ ไฮโดรคลอริก ที่ใช้ (มิลลิลิตร)		ปริมาตร ไฮโดรคลอ ริกที่ใช้ (มิลลิลิตร)	ปริมาตรของ โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)		ปริมาตร โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ ที่ใช้ (มิลลิลิตร)	น้ำหนัก วอเตอร์ กลาส (กรัม)	ซิลิกอน ออกไซด์ (ร้อยละ)
	เริ่มต้น	สิ้นสุด		เริ่มต้น	สิ้นสุด			
1	0.00	27.50	27.50	0.00	1.50	1.50	0.52	37.11
2	0.00	28.00	28.00	0.00	1.70	1.90	0.52	37.53
3	0.00	27.90	27.90	0.00	1.35	1.35	0.52	37.90
ค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน								37.51 $\pm$ 0.40

หาปริมาณซิลิกอนออกไซด์จากสูตร

$$\begin{aligned} \% \text{SiO}_2 &= 1.5022 \times ((V_{\text{HCl}} \times [\text{HCl}]) - V_{\text{KOH}} \times [\text{KOH}]) / (\text{water glass weight}) \\ &= 37.51 \pm 0.40 \% \end{aligned}$$

### ภาคผนวก ข การคำนวณองค์ประกอบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

ซีโอไลต์เอต้องมีองค์ประกอบต่อโมเลกุลดังนี้  $1\text{Al}_2\text{O}_3 : 1.926\text{SiO}_2 : 3.165\text{Na}_2\text{O} : 128\text{H}_2\text{O}$

ตารางที่ ข.1 แสดงการคำนวณองค์ประกอบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ

สาร	น้ำหนัก สาร (กรัม)	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%Na <sub>2</sub> O	%H <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O
กาก ซีลิกา- อะลูมินา	125.87	74.68	14.68	4.13	-	1	0.31	0.08	-
วอเตอร์ กลาส	258.00	-	37.51	10.92	51.48	-	1.616	0.45	7.37
โซเดียม ไฮดรอก ไซด์	337.28	-	-	50	50	-	-	2.64	2.64
น้ำ	2123.82	-	-	-	100	-	-	-	117.99
						1	1.926	3.17	128

#### 1. หาปริมาณกากซีลิกา-อะลูมินาที่ใช้

ต้องการ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1 mol x 94 g/mol = 94 กรัม

มี Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 74.68 กรัม จากกากซีลิกา-อะลูมินา 100 กรัม

ต้องการ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 94.00 กรัม ต้องใช้กากซีลิกา-อะลูมินา =  $[100 \times 94/74.68] = 125.87$  กรัม

- จะมี SiO<sub>2</sub> =  $[14.68 \times 125.87 / 100 \times 60] = 0.31$  โมล

- จะมี Na<sub>2</sub>O =  $[4.13 \times 125.87 / 100 \times 62] = 0.08$  โมล

#### 2. หาปริมาณวอเตอร์กลาสที่ใช้

ต้องการ SiO<sub>2</sub> (1.926-0.31) = 1.616 mol x 60 g/mol = 96.96 กรัม

มี SiO<sub>2</sub> 37.51 กรัม จากวอเตอร์กลาส 100 กรัม

ต้องการ SiO<sub>2</sub> 96.96 กรัม ต้องใช้วอเตอร์กลาส =  $[100 \times 96.96/37.58] = 258.00$  กรัม

- จะมี Na<sub>2</sub>O = 0.45 โมล  $[10.92 \times 258.00 / 100 \times 62]$

- จะมี H<sub>2</sub>O = 7.37 โมล  $[51.48 \times 258.00 / 100 \times 18]$

## 3. หาปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

ต้องการ  $\text{Na}_2\text{O}$   $(3.165-0.37-0.08) = 2.72 \text{ mol} \times 62 \text{ g/mol} = 168.64 \text{ กรัม}$

มี  $\text{Na}_2\text{O}$  50.00 กรัม จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ 100.00 กรัม

ต้องการ  $\text{Na}_2\text{O}$  168.64 กรัม ต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์  $= [100 \times 168.64/50.00] = 337.28 \text{ กรัม}$

- จะมีน้ำ = 2.72 โมล

## 4. หาปริมาณน้ำที่ใช้

ต้องการน้ำ  $(128-6.01-2.72) = 117.99 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} = 2123.82 \text{ กรัม}$

ตารางที่ ข.2 แสดงปริมาณน้ำหนักของสารตั้งต้นแต่ละชนิดในการสังเคราะห์สารทั้งหมด 90 กรัม

สาร	น้ำหนักสาร จากการคำนวณ (กรัม)	น้ำหนักสารในการ สังเคราะห์ 90กรัม
กากซิลิกา-อะลูมินา	125.87	3.98
วอลเตอร่ากลาส	258.00	8.16
โซเดียมไฮดรอกไซด์	337.28	10.67
น้ำ	2123.82	67.19
น้ำหนักรวม	2844.97	90

ดังนั้นในการสังเคราะห์สารปริมาณ 90 กรัมจะต้องใช้สารตั้งต้นดังต่อไปนี้

- กากซิลิกา-อะลูมินา = 3.98 กรัม

- วอลเตอร่ากลาส = 8.16 กรัม

- โซเดียมไฮดรอกไซด์ = 10.67 กรัม

- น้ำ = 67.19 กรัม

### ภาคผนวก ค วิธีวิเคราะห์ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม (มอก. 1422-2540)

วิธีวิเคราะห์ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม ตามกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมซีโอไลต์สำหรับอุตสาหกรรมสารซักฟอก มาตรฐานกระทรวงอุตสาหกรรม 1422-2540 (พ.ศ. 2540) มีรายละเอียดของการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

#### เครื่องมือที่ใช้

1. เครื่องกวนไฟฟ้าพร้อมแท่งแม่เหล็ก
2. นาฬิกาจับเวลา
3. กระบอกจืดยา (ปราศจากเข็มจืดยา) ขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร
4. เครื่องกรองสุญญากาศ
5. กระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 42
6. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร

#### วิธีเตรียมสารละลาย

##### สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

- สารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียม (calcium exchange solution) 1000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ซึ่งแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต 2.938 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอน ละลายด้วยน้ำกลั่นถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 2000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปรับความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้ได้ 10.0 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 28 โดยน้ำหนัก และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ซึ่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

- สารละลายบัพเฟอร์

ซึ่งแอมโมเนียมคลอไรด์ 67.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 28 โดยน้ำหนัก 570 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

- ไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์

- สารละลายมาตรฐานอิตีทีเอ 0.005 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ซึ่งไดโซเดียมเอทิลีนไดแอมีนเททราอะซีเตตไดไฮเดรต (disodium ethylenediamine tetraacetate dihydrate) 3.734 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตร 2000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

สอบเทียบความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอโดยซังแคลเซียมคาร์บอเนต(ที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์แล้ว) ประมาณ 0.5 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอนจนถึง 0.0001 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร 0.8 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ปล่อยให้เปิดดูสารละลายนี้ 10.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์ 0.1 กรัม นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอจนถึงจุดยุติเมื่อสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอ

ตารางที่ ค.1 แสดงค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอ

ขวดที่	ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร		ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
	เริ่มต้น	สิ้นสุด	
1	0.00	19.20	19.20
2	20.00	29.25	19.25
3	0.00	19.20	19.20
	ค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน		19.21 $\pm$ 0.03

$$\frac{\text{สารละลายมาตรฐานอิตีทีเอ}}{\text{โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร}} = \frac{m}{V \times 100.09 \times 50}$$

เมื่อ  $m$  คือ มวลของแคลเซียมคาร์บอเนต เป็นมิลลิกรัม

$V$  คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอที่ใช้ไทเทรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลายมาตรฐานอิตีทีเอ = 0.0052 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

### วิธีวิเคราะห์

สภาวะในการทดลองได้แก่ สภาวะที่ 1 กากที่ผ่านการปรับปรุงเบื้องต้น สภาวะที่ 2 ซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สภาวะที่ 3 ซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สภาวะที่ 4 ซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสมที่ละลายด้วยคลื่นไมโครเวฟ 300 วัตต์ 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์เป็นเวลา 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส

1. ชั่งซีโอไลต์ 0.5 กรัม ในครุชชีเบลพร้อมฝา ให้ทราบมวลแน่นอน แล้วนำครุชชีเบลไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส  $\pm$  20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปิดฝาครุชชีเบลนำออกจากเตาเผา ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซีเคเตอร์จนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วชั่ง คำนวณหาน้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา จากสูตร

$$\text{น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา ร้อยละ} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100$$

เมื่อ  $M_1$  คือ มวลตัวอย่างก่อนเผา เป็นกรัม

$M_2$  คือ มวลตัวอย่างหลังเผา เป็นกรัม

2. ใส่สารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียม 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่แท่งแม่เหล็ก ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ตั้งไว้ในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส  $\pm$  1 องศาเซลเซียส ซึ่งตั้งอยู่บนเครื่องกวนไฟฟ้า เปิดเครื่องกวนไฟฟ้าให้หมุนด้วยอัตราเร็วเกิน 600 รอบต่อนาที เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 15 นาที

3. ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอน แล้วถ่ายลงในสารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียมอย่างรวดเร็วพร้อมกับจับเวลาด้วยนาฬิกาจับเวลาทันที เมื่อครบเวลา 15 นาที ใช้กระบอกฉีดยาดูดสารละลายแขวนลอย 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร มากรองอย่างรวดเร็ว โดยใช้เวลาไม่เกิน 15 วินาที ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศและกระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 42 ให้ส่วนปลายของกรวยยื่นเข้าไปในคอขวดกรองขนาด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยมีหลอดทดลองบรรจุอยู่เพื่อเก็บสารละลายส่วนใสไว้ ถอดเครื่องกรองสุญญากาศ สารละลายที่กรองได้ต้องใส ถ้าไม่ใสให้ทำการกรองใหม่อีกครั้ง



ตารางที่ ค.2 แสดงค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของน้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผาที่สภาวะที่ 1-4

สภาวะที่	ครั้งที่	มวลตัวอย่าง เป็นกรัม		น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา ร้อยละ	ค่าเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
		ก่อนเผา	หลังเผา		
1	1	0.5000	0.4341	13.18	13.30 $\pm$ 0.63
	2	0.4999	0.4300	13.98	
	3	0.5000	0.4363	12.74	
2	1	0.5001	0.4350	13.02	14.51 $\pm$ 1.42
	2	0.4999	0.4207	15.84	
	3	0.4999	0.4265	14.68	
3	1	0.5000	0.4296	14.08	15.17 $\pm$ 1.01
	2	0.5000	0.4196	16.08	
	3	0.5001	0.4234	15.34	
4	1	0.5000	0.4371	12.58	11.42 $\pm$ 1.19
	2	0.4999	0.4489	10.20	
	3	0.5000	0.4427	11.46	

4. ใช้ปิเปตดูดสารละลายส่วนใสที่กรองได้ 10.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์ 0.1 กรัม ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอจนถึงจุดยุติเมื่อสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน

5. ทำแบลนด์เปรียบเทียบ ถ้าปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอที่ใช้ในการไทเทรต 2 ครั้ง ต่างกันเกิน 0.10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ทำแบลนด์เปรียบเทียบใหม่

วิธีคำนวณ

คำนวณหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม จากสูตร

$$\text{ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม} = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 100.09 \times 25 \times 100}{m \times (100-L)}$$

มิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัม  
ของซีไอไลต์แอนไฮดรัส

เมื่อ  $V_1$  คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ ที่ใช้ไทเทรตกับสารละลายตัวอย่าง  
เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

$V_2$  คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ ที่ใช้ไทเทรตกับแบลงค์  
เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

$c$  คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ เป็นโมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

100.09 คือ น้ำหนักโมเลกุลของแคลเซียมคาร์บอเนต

$m$  คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

$L$  คือ น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา เป็นร้อยละ

ตารางที่ ค.3 แสดงค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมที่สภาวะที่ 1-4

สภาวะ	% LOI (L)	Wt. of sample (m)	Blank ( $V_2$ )	Volume of EDTA ( $V_1$ )	CEC	average $\pm$ SD.
1	13.30	0.4999	20.50	18.25	67.55	67.04
		0.5000	20.50	18.30	66.03	
		0.5000	20.50	18.25	67.53	
2	14.51	0.5000	20.45	11.30	278.53	277.01
		0.4999	20.45	11.40	275.54	
		0.5001	20.45	11.35	276.95	
3	15.17	0.4999	20.55	11.00	293.03	293.50
		0.5000	20.55	10.90	296.03	
		0.5000	20.55	11.05	291.43	
4	11.42	0.4999	20.30	12.80	220.38	219.86
		0.5000	20.30	12.80	220.34	
		0.5000	20.30	12.85	218.87	

โดยที่ % LOI (L) คือ น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา เป็นร้อยละ

Wt. of sample (m) คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

Blank ( $V_2$ ) คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอที่ใช้ไทเทรตกับแบลงค์ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

Volume of EDTA ( $V_1$ ) คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอที่ใช้ไทเทรตกับแบลงค์ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

CEC คือ ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม เป็นมิลลิกรัมของแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมของซีไอไลต์แอนไฮไดรต์

average  $\pm$  SD. คือ ค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

### ภาคผนวก ง วิธีวิเคราะห์ความค่าความเป็นผลึก

การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ได้ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ยี่ห้อ Rigaku D/MAX-220 Ultima<sup>+</sup> จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึก (Crystallinity) ตามสมการด้านล่าง

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{\text{ผลรวมของพื้นที่ใต้กราฟที่ } 2\theta \text{ ของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ได้}}{\text{ผลรวมของพื้นที่ใต้กราฟที่ } 2\theta \text{ ของซีโอไลต์เอทีจากสภาวะที่ดีที่สุด}} \times 100$$

โดยตำแหน่ง  $2\theta$  ของซีโอไลต์เอทีใช้คิดค่าความเป็นผลึกได้จากการเลือกพีคที่มีความสูงสุดห้าอันดับแรก ได้แก่ ที่ 7.2, 10.2, 24.0, 27.2, 29.9 ของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์จากสภาวะที่ดีที่สุด คือ การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ตารางที่ ง.1 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์เอทีสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (3 Peaks, Max P/N = 2.0)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:07p
FILE: 2 h 80
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=118,
12/28/09 13:55
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
9.507	9.2956	35	37	100.0	118	28.5	0.054	>100
25.746	3.4547	76	33	89.2	414	100.0	0.213	43
36.349	2.4695	38	26	70.3	153	37.0	0.100	>100

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(0 + 0 + 0 + 0 + 0)}{50261} \times 100 = 0\%$$

50261

ตารางที่ ง.2 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (3 Peaks, Max P/N = 2.0)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:07p
FILE: 2 h 90
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=118,
12/28/09 13:55
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.238</b>	<b>12.2028</b>	<b>44</b>	<b>36</b>	<b>100.0</b>	<b>222</b>	<b>94.9</b>	<b>0.105</b>	<b>&gt;100</b>
<b>10.198</b>	<b>8.6664</b>	<b>37</b>	<b>33</b>	<b>91.7</b>	<b>234</b>	<b>100.0</b>	<b>0.121</b>	<b>&gt;100</b>
<b>24.000</b>	<b>3.7048</b>	<b>77</b>	<b>33</b>	<b>91.7</b>	<b>188</b>	<b>80.3</b>	<b>0.097</b>	<b>&gt;100</b>

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(222 + 234 + 188) \times 100}{50261} = 1.28 \%$$

ตารางที่ ง.3 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (9 Peaks, Max P/N = 4.6)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:06p
FILE: 2 h 100
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=180,
12/28/09 14:15
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.164</b>	<b>12.3297</b>	<b>40</b>	<b>113</b>	<b>100.0</b>	<b>1366</b>	<b>100.0</b>	<b>0.206</b>	<b>44</b>
<b>10.182</b>	<b>8.6804</b>	<b>35</b>	<b>83</b>	<b>73.5</b>	<b>782</b>	<b>57.2</b>	<b>0.160</b>	<b>63</b>
12.495	7.0784	39	50	44.2	516	37.8	0.175	55
16.175	5.4753	45	27	23.9	157	11.5	0.099	>100
21.737	4.0852	63	53	46.9	536	39.2	0.172	57
<b>24.039</b>	<b>3.6989</b>	<b>73</b>	<b>69</b>	<b>61.1</b>	<b>732</b>	<b>53.6</b>	<b>0.180</b>	<b>54</b>
<b>27.156</b>	<b>3.2810</b>	<b>84</b>	<b>66</b>	<b>58.4</b>	<b>799</b>	<b>58.5</b>	<b>0.206</b>	<b>45</b>
<b>29.980</b>	<b>2.9781</b>	<b>78</b>	<b>102</b>	<b>90.3</b>	<b>951</b>	<b>69.6</b>	<b>0.159</b>	<b>66</b>
34.208	2.6190	49	60	53.1	601	44.0	0.170	60

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(1366 + 782 + 732 + 799 + 951) \times 100}{50261} = 9.21 \%$$

ตารางที่ ง.4 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 16.3)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:07p  
 FILE: 2 h 110  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1126,  
 12/28/09 14:25  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.203</b>	<b>12.2629</b>	<b>33</b>	<b>1093</b>	<b>100.0</b>	<b>12165</b>	<b>100.0</b>	<b>0.189</b>	<b>49</b>
<b>10.183</b>	<b>8.6792</b>	<b>26</b>	<b>728</b>	<b>66.6</b>	<b>7584</b>	<b>62.3</b>	<b>0.177</b>	<b>54</b>
12.499	7.0760	17	464	42.5	4306	35.4	0.158	65
16.140	5.4869	20	339	31.0	2845	23.4	0.143	78
17.732	4.9979	20	25	2.3	211	1.7	0.143	78
20.456	4.3380	24	105	9.6	835	6.9	0.135	88
21.683	4.0953	32	468	42.8	4671	38.4	0.170	59
22.917	3.8775	24	32	2.9	332	2.7	0.176	55
<b>24.003</b>	<b>3.7044</b>	<b>32</b>	<b>735</b>	<b>67.2</b>	<b>7145</b>	<b>58.7</b>	<b>0.165</b>	<b>61</b>
26.139	3.4063	36	210	19.2	1821	15.0	0.147	75
<b>27.141</b>	<b>3.2828</b>	<b>41</b>	<b>706</b>	<b>64.6</b>	<b>6340</b>	<b>52.1</b>	<b>0.153</b>	<b>70</b>
<b>29.962</b>	<b>2.9799</b>	<b>41</b>	<b>783</b>	<b>71.6</b>	<b>7873</b>	<b>64.7</b>	<b>0.171</b>	<b>59</b>
30.825	2.8984	37	118	10.8	1234	10.1	0.178	56
32.562	2.7475	34	159	14.5	1529	12.6	0.163	64
33.379	2.6822	37	50	4.6	387	3.2	0.132	97
34.217	2.6184	37	523	47.8	4976	40.9	0.162	65
35.759	2.5089	30	66	6.0	528	4.3	0.136	90
36.504	2.4594	27	55	5.0	503	4.1	0.155	70
37.987	2.3667	26	44	4.0	432	3.6	0.167	62
40.197	2.2416	27	34	3.1	245	2.0	0.123	>100
41.521	2.1731	25	101	9.2	1057	8.7	0.178	57
42.236	2.1379	29	62	5.7	624	5.1	0.171	61
42.880	2.1073	29	44	4.0	342	2.8	0.132	98
43.538	2.0770	29	43	3.9	377	3.1	0.149	77
44.196	2.0476	31	126	11.5	1269	10.4	0.171	61
47.338	1.9187	25	70	6.4	811	6.7	0.197	51
47.920	1.8968	25	60	5.5	615	5.1	0.174	60
49.115	1.8534	21	26	2.4	160	1.3	0.105	>100

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(12165 + 7584 + 7145 + 6340 + 7873)}{50261} \times 100 = 81.78 \%$$

50261

ตารางที่ ง.5 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (9 Peaks, Max P/N = 4.6)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:06p
FILE: 3 h 80
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=180,
12/28/09 14:15
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.218</b>	<b>12.2375</b>	<b>48</b>	<b>69</b>	<b>90.8</b>	<b>764</b>	<b>100.0</b>	<b>0.188</b>	<b>49</b>
<b>10.180</b>	<b>8.6819</b>	<b>38</b>	<b>76</b>	<b>100.0</b>	<b>662</b>	<b>86.6</b>	<b>0.148</b>	<b>73</b>
12.477	7.0885	39	45	59.2	408	53.4	0.154	68
21.682	4.0954	66	39	51.3	313	41.0	0.136	87
<b>23.999</b>	<b>3.7049</b>	<b>75</b>	<b>59</b>	<b>77.6</b>	<b>495</b>	<b>64.8</b>	<b>0.143</b>	<b>79</b>
26.097	3.4117	82	40	52.6	209	27.4	0.089	>100
<b>27.139</b>	<b>3.2831</b>	<b>92</b>	<b>50</b>	<b>65.8</b>	<b>385</b>	<b>50.4</b>	<b>0.131</b>	<b>96</b>
<b>29.904</b>	<b>2.9855</b>	<b>80</b>	<b>50</b>	<b>65.8</b>	<b>650</b>	<b>85.1</b>	<b>0.221</b>	<b>41</b>
34.183	2.6209	51	39	51.3	455	59.6	0.198	48

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(764 + 662 + 495 + 385 + 650)}{50261} \times 100 = 5.88 \%$$

50261

ตารางที่ 6 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (26 Peaks, Max P/N = 18.0)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:11p
FILE: 3 h 90
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1348,
01/08/10 01:52
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.218</b>	<b>12.2377</b>	<b>25</b>	<b>1323</b>	<b>100.0</b>	<b>14242</b>	<b>100.0</b>	<b>0.183</b>	<b>51</b>
<b>10.198</b>	<b>8.6672</b>	<b>19</b>	<b>876</b>	<b>66.2</b>	<b>8858</b>	<b>62.2</b>	<b>0.172</b>	<b>57</b>
12.481	7.0859	14	503	38.0	4850	34.1	0.164	61
16.138	5.4876	18	348	26.3	3048	21.4	0.149	72
20.438	4.3418	18	120	9.1	993	7.0	0.141	81
21.697	4.0926	25	568	42.9	5267	37.0	0.158	66
22.877	3.8840	21	46	3.5	301	2.1	0.111	>100
<b>24.001</b>	<b>3.7047</b>	<b>25</b>	<b>850</b>	<b>64.2</b>	<b>7949</b>	<b>55.8</b>	<b>0.159</b>	<b>65</b>
26.139	3.4063	31	237	17.9	2002	14.1	0.144	79
<b>27.138</b>	<b>3.2831</b>	<b>29</b>	<b>846</b>	<b>63.9</b>	<b>7226</b>	<b>50.7</b>	<b>0.145</b>	<b>77</b>
<b>29.959</b>	<b>2.9801</b>	<b>36</b>	<b>898</b>	<b>67.9</b>	<b>8565</b>	<b>60.1</b>	<b>0.162</b>	<b>64</b>
30.840	2.8970	34	153	11.6	1315	9.2	0.146	77
32.559	2.7479	38	205	15.5	1470	10.3	0.122	>100
33.401	2.6805	35	60	4.5	427	3.0	0.121	>100
34.198	2.6198	34	595	45.0	5719	40.2	0.163	64
35.762	2.5087	28	70	5.3	587	4.1	0.143	82
36.521	2.4583	26	69	5.2	581	4.1	0.143	81
37.984	2.3669	25	53	4.0	451	3.2	0.145	80
40.176	2.2427	22	56	4.2	422	3.0	0.128	>100
41.521	2.1731	28	116	8.8	1029	7.2	0.151	75
42.181	2.1406	28	71	5.4	648	4.5	0.155	71
42.878	2.1074	24	55	4.2	520	3.7	0.161	67
43.497	2.0788	25	60	4.5	463	3.3	0.131	>100
44.160	2.0492	27	161	12.2	1379	9.7	0.146	81
47.317	1.9195	24	93	7.0	1012	7.1	0.185	55
47.921	1.8967	24	68	5.1	681	4.8	0.170	63

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(14242 + 8858 + 7949 + 7226 + 8565)}{50261} \times 100 = 93.19\%$$

50261



ตารางที่ ง.7 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (27 Peaks, Max P/N = 17.1)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:11p
FILE: 3 h 100
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1220,
01/08/10 02:20
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.157</b>	<b>12.3409</b>	<b>28</b>	<b>1192</b>	<b>100.0</b>	<b>12936</b>	<b>100.0</b>	<b>0.184</b>	<b>51</b>
<b>10.137</b>	<b>8.7189</b>	<b>20</b>	<b>842</b>	<b>70.6</b>	<b>8395</b>	<b>64.9</b>	<b>0.169</b>	<b>58</b>
12.434	7.1126	26	462	38.8	4110	31.8	0.151	70
16.061	5.5138	20	364	30.5	2866	22.2	0.134	90
20.396	4.3507	18	123	10.3	953	7.4	0.132	94
21.637	4.1037	27	555	46.6	4921	38.0	0.151	71
22.836	3.8910	23	30	2.5	216	1.7	0.122	>100
<b>23.957</b>	<b>3.7113</b>	<b>32</b>	<b>834</b>	<b>70.0</b>	<b>7402</b>	<b>57.2</b>	<b>0.151</b>	<b>71</b>
26.062	3.4162	27	235	19.7	2019	15.6	0.146	76
<b>27.063</b>	<b>3.2921</b>	<b>30</b>	<b>774</b>	<b>64.9</b>	<b>6778</b>	<b>52.4</b>	<b>0.149</b>	<b>74</b>
<b>29.917</b>	<b>2.9842</b>	<b>34</b>	<b>878</b>	<b>73.7</b>	<b>8153</b>	<b>63.0</b>	<b>0.158</b>	<b>67</b>
30.781	2.9023	35	143	12.0	1170	9.0	0.139	85
32.503	2.7525	30	185	15.5	1667	12.9	0.153	71
33.317	2.6870	33	64	5.4	468	3.6	0.124	>100
34.122	2.6254	34	540	45.3	5205	40.2	0.164	64
35.704	2.5127	25	79	6.6	630	4.9	0.136	91
36.477	2.4612	24	70	5.9	585	4.5	0.142	82
37.963	2.3682	25	47	3.9	389	3.0	0.141	84
40.101	2.2467	25	33	2.8	266	2.1	0.137	90
41.494	2.1745	24	111	9.3	1020	7.9	0.156	70
42.123	2.1434	25	78	6.5	660	5.1	0.144	82
42.817	2.1103	25	50	4.2	503	3.9	0.171	61
43.479	2.0797	25	51	4.3	494	3.8	0.165	65
44.119	2.0510	25	146	12.2	1386	10.7	0.161	67
47.260	1.9217	21	93	7.8	964	7.5	0.176	59
47.856	1.8992	21	68	5.7	703	5.4	0.176	60
49.674	1.8338	21	49	4.1	397	3.1	0.138	92

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(12936 + 8395 + 7402 + 6778 + 8153)}{50261} \times 100 = 86.87\%$$

50261

ตารางที่ 8 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 17.4)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:11p
FILE: 3 h 110
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1258,
01/08/10 02:30
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.219</b>	<b>12.2353</b>	<b>27</b>	<b>1231</b>	<b>100.0</b>	<b>13770</b>	<b>100.0</b>	<b>0.190</b>	<b>49</b>
<b>10.183</b>	<b>8.6793</b>	<b>18</b>	<b>803</b>	<b>65.2</b>	<b>8779</b>	<b>63.8</b>	<b>0.186</b>	<b>50</b>
12.499	7.0762	20	453	36.8	4402	32.0	0.165	60
13.907	6.3624	16	29	2.4	245	1.8	0.144	77
16.141	5.4867	18	342	27.8	2811	20.4	0.140	82
17.643	5.0227	15	22	1.8	197	1.4	0.152	70
20.459	4.3374	19	101	8.2	906	6.6	0.152	70
21.716	4.0890	25	560	45.5	5196	37.7	0.158	66
22.882	3.8833	20	34	2.8	293	2.1	0.147	75
<b>24.019</b>	<b>3.7019</b>	<b>31</b>	<b>845</b>	<b>68.6</b>	<b>8037</b>	<b>58.4</b>	<b>0.162</b>	<b>63</b>
26.156	3.4041	28	228	18.5	2050	14.9	0.153	70
<b>27.157</b>	<b>3.2809</b>	<b>38</b>	<b>763</b>	<b>62.0</b>	<b>6527</b>	<b>47.4</b>	<b>0.145</b>	<b>77</b>
<b>29.977</b>	<b>2.9784</b>	<b>36</b>	<b>929</b>	<b>75.5</b>	<b>8291</b>	<b>60.2</b>	<b>0.152</b>	<b>72</b>
30.877	2.8935	35	125	10.2	1213	8.8	0.165	62
32.579	2.7462	31	170	13.8	1629	11.8	0.163	64
33.436	2.6778	33	57	4.6	367	2.7	0.109	>100
34.200	2.6196	38	529	43.0	5343	38.8	0.172	59
35.779	2.5076	26	72	5.8	636	4.6	0.150	74
36.538	2.4572	25	59	4.8	598	4.3	0.172	59
38.021	2.3647	23	56	4.5	464	3.4	0.141	84
40.160	2.2435	24	49	4.0	299	2.2	0.104	>100
41.521	2.1731	25	108	8.8	1030	7.5	0.162	66
42.183	2.1405	31	80	6.5	541	3.9	0.115	>100
42.881	2.1073	33	56	4.5	456	3.3	0.138	89
43.538	2.0770	32	54	4.4	277	2.0	0.087	>100
44.179	2.0483	27	159	12.9	1448	10.5	0.155	72
47.336	1.9188	25	99	8.0	896	6.5	0.154	74
47.954	1.8955	23	64	5.2	563	4.1	0.150	78

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(13770 + 8779 + 8037 + 6527 + 8291)}{50261} \times 100 = 90.33 \%$$

50261

ตารางที่ 9 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 17.8)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:11p  
 FILE: 4 h 80  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1329, 01/08/10 01:29  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.117</b>	<b>12.3061</b>	<b>30</b>	<b>1219</b>	<b>100.0</b>	<b>13376</b>	<b>100.0</b>	<b>0.187</b>	<b>50</b>
<b>10.159</b>	<b>8.6999</b>	<b>21</b>	<b>827</b>	<b>67.8</b>	<b>8873</b>	<b>66.3</b>	<b>0.182</b>	<b>52</b>
12.442	7.1085	25	473	38.8	4307	32.2	0.155	67
16.101	5.5001	21	304	24.9	2904	21.7	0.162	62
17.675	5.0137	17	19	1.6	169	1.3	0.151	70
20.384	4.3533	20	110	9.0	968	7.2	0.150	72
21.382	4.1522	23	76	6.2	1133	8.5	0.253	34
21.677	4.0964	30	503	41.3	4990	37.3	0.169	59
22.874	3.8847	29	32	2.6	200	1.5	0.106	>100
<b>23.963</b>	<b>3.7105</b>	<b>30</b>	<b>792</b>	<b>65.0</b>	<b>7741</b>	<b>57.9</b>	<b>0.166</b>	<b>61</b>
26.101	3.4113	27	215	17.6	1928	14.4	0.152	70
<b>27.118</b>	<b>3.2855</b>	<b>34</b>	<b>723</b>	<b>59.3</b>	<b>6713</b>	<b>50.2</b>	<b>0.158</b>	<b>66</b>
<b>29.939</b>	<b>2.9821</b>	<b>40</b>	<b>854</b>	<b>70.1</b>	<b>7953</b>	<b>59.5</b>	<b>0.158</b>	<b>67</b>
30.804	2.9002	34	144	11.8	1219	9.1	0.144	79
32.523	2.7508	31	178	14.6	1672	12.5	0.160	66
33.360	2.6837	32	57	4.7	469	3.5	0.140	84
34.179	2.6212	34	523	42.9	5441	40.7	0.177	57
35.738	2.5104	28	72	5.9	667	5.0	0.157	68
36.464	2.4620	26	68	5.6	628	4.7	0.157	69
37.982	2.3670	24	54	4.4	458	3.4	0.144	80
40.103	2.2466	23	41	3.4	450	3.4	0.187	53
41.483	2.1750	27	104	8.5	1005	7.5	0.164	65
42.162	2.1415	27	66	5.4	604	4.5	0.156	71
42.858	2.1084	26	51	4.2	417	3.1	0.139	88
43.512	2.0782	27	43	3.5	447	3.3	0.177	58
44.124	2.0507	27	137	11.2	1383	10.3	0.172	61
47.279	1.9210	26	91	7.5	917	6.9	0.171	62
47.895	1.8977	27	55	4.5	502	3.8	0.155	73
49.695	1.8331	23	38	3.1	363	2.7	0.162	68

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(13376 + 8873 + 7741 + 6713 + 7953)}{50261} \times 100 = 88.65\%$$

50261

ตารางที่ 10 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 18.1)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:07p
FILE: 4 h 90
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1366,
12/28/09 15:08
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.236</b>	<b>12.2073</b>	<b>19</b>	<b>1347</b>	<b>100.0</b>	<b>16698</b>	<b>100.0</b>	<b>0.211</b>	<b>42</b>
<b>10.217</b>	<b>8.6507</b>	<b>17</b>	<b>903</b>	<b>67.5</b>	<b>9312</b>	<b>55.8</b>	<b>0.175</b>	<b>55</b>
12.517	7.0660	15	538	49.9	4917	29.4	0.155	67
16.159	5.4806	12	345	25.6	3299	19.8	0.163	62
17.708	5.0046	14	25	1.9	241	1.4	0.164	61
20.458	4.3375	16	128	9.5	1039	6.2	0.138	84
21.401	4.1484	17	83	46.3	1605	9.6	0.329	25
21.719	4.0885	18	623	3.0	5809	34.8	0.159	65
22.917	3.8774	19	41	2.9	402	2.4	0.167	60
<b>24.039</b>	<b>3.6989</b>	<b>22</b>	<b>916</b>	<b>68.0</b>	<b>8116</b>	<b>48.6</b>	<b>0.151</b>	<b>72</b>
26.160	3.4036	28	269	20.0	2018	12.1	0.128	>100
<b>27.161</b>	<b>3.2804</b>	<b>28</b>	<b>831</b>	<b>61.7</b>	<b>7459</b>	<b>44.7</b>	<b>0.153</b>	<b>70</b>
<b>29.997</b>	<b>2.9764</b>	<b>36</b>	<b>954</b>	<b>70.8</b>	<b>8676</b>	<b>52.0</b>	<b>0.155</b>	<b>69</b>
30.896	2.8918	34	136	10.1	1311	7.9	0.164	63
32.582	2.7460	29	208	15.4	1985	11.9	0.162	64
33.434	2.6779	31	66	4.9	588	3.5	0.151	72
34.221	2.6181	30	601	44.6	5719	34.2	0.162	65
35.765	2.5085	28	79	5.9	556	3.3	0.120	>100
36.541	2.4570	27	66	4.9	552	3.3	0.142	82
38.055	2.3627	24	52	3.9	498	3.0	0.163	65
40.145	2.2415	24	39	2.9	390	2.3	0.170	61
41.561	2.1711	26	119	8.8	1253	7.5	0.179	57
42.224	2.1385	30	71	5.3	674	4.0	0.161	67
42.886	2.1070	26	57	4.2	510	3.1	0.152	74
43.543	2.0761	24	59	4.4	639	3.8	0.184	55
44.198	2.0475	24	141	10.5	1574	9.4	0.190	53
44.881	2.0179	23	22	1.6	150	0.9	0.116	>100
47.323	1.9193	25	102	7.6	1017	6.1	0.170	63
47.939	1.8961	23	77	5.8	753	4.5	0.166	65
49.153	1.8520	21	24	1.8	119	0.7	0.084	>100

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(16698 + 9312 + 8816 + 7459 + 8676)}{50261} \times 100 = 100 \%$$

50261

ตารางที่ ง.11 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 17.8)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:10p
FILE: 4 h 100
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1316,
12/28/09 15:29
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
6.601	13.3799	38	57	4.4	1256	9.0	0.375	22
<b>7.220</b>	<b>12.2338</b>	<b>33</b>	<b>1283</b>	<b>100.0</b>	<b>13913</b>	<b>100.0</b>	<b>0.184</b>	<b>51</b>
<b>10.217</b>	<b>8.6507</b>	<b>19</b>	<b>851</b>	<b>66.3</b>	<b>8907</b>	<b>64.0</b>	<b>0.178</b>	<b>54</b>
12.501	7.0751	16	483	37.6	4695	33.7	0.165	60
13.960	6.3385	12	33	2.6	545	3.9	0.281	30
16.158	5.4810	15	367	28.6	3184	22.9	0.147	74
17.698	5.0072	16	22	1.7	134	1.0	0.104	>100
20.464	4.3364	17	126	9.8	1093	7.9	0.147	74
21.402	4.1483	20	78	6.1	1306	9.4	0.285	30
21.702	4.0916	21	563	43.9	5406	38.9	0.163	62
22.917	3.8774	24	35	2.7	246	1.8	0.119	>100
<b>24.038</b>	<b>3.6991</b>	<b>25</b>	<b>842</b>	<b>65.6</b>	<b>8162</b>	<b>58.7</b>	<b>0.165</b>	<b>62</b>
24.316	3.6574	25	36	2.8	811	5.8	0.383	22
26.142	3.4060	28	232	18.1	2134	15.3	0.156	67
<b>27.160</b>	<b>3.2806</b>	<b>28</b>	<b>777</b>	<b>60.6</b>	<b>7029</b>	<b>50.5</b>	<b>0.154</b>	<b>69</b>
29.073	3.0689	29	29	2.3	211	1.5	0.124	>100
<b>29.996</b>	<b>2.9765</b>	<b>35</b>	<b>913</b>	<b>71.2</b>	<b>8379</b>	<b>60.2</b>	<b>0.156</b>	<b>68</b>
30.881	2.8932	35	133	10.4	1328	9.5	0.170	60
32.563	2.7475	30	177	13.8	1780	12.8	0.171	59
33.404	2.6802	33	74	5.8	498	3.3	0.114	>100
34.221	2.6181	34	552	43.0	5410	38.9	0.167	62
35.781	2.5074	30	75	5.8	488	3.5	0.111	>100
36.540	2.4571	24	87	6.8	589	4.2	0.115	>100
38.056	2.3626	25	46	3.6	419	3.0	0.155	71
40.215	2.2406	26	44	3.4	335	2.4	0.129	>100
41.559	2.1712	27	112	8.7	931	6.7	0.141	85
42.203	2.1395	33	74	5.8	521	3.7	0.120	>100
42.917	2.1056	31	66	5.1	479	3.4	0.123	>100
43.579	2.0751	26	56	4.4	559	4.0	0.170	62
44.216	2.0467	24	147	11.5	1490	10.7	0.172	61
47.339	1.9187	22	98	7.6	1103	7.9	0.191	53
47.943	1.8959	25	73	5.7	583	4.2	0.137	92
49.669	1.8340	25	32	2.5	332	2.4	0.176	60

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(13913 + 8907 + 8162 + 7029 + 8379)}{\text{Total Area}} \times 100 = 92.29 \%$$

ตารางที่ 12 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (26 Peaks, Max P/N = 18.6)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:10p
FILE: 4 h 110
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1425,
12/28/09 15:39
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.199</b>	<b>12.2689</b>	<b>21</b>	<b>1404</b>	<b>100.0</b>	<b>16237</b>	<b>100.0</b>	<b>0.197</b>	<b>47</b>
<b>10.164</b>	<b>8.6954</b>	<b>19</b>	<b>886</b>	<b>63.1</b>	<b>8999</b>	<b>55.4</b>	<b>0.173</b>	<b>56</b>
12.479	7.0871	15	522	37.2	5033	31.0	0.164	61
13.950	6.3432	13	19	1.4	141	0.9	0.126	>100
16.137	5.4882	13	347	24.7	3324	20.5	0.163	62
17.638	5.0241	14	25	1.8	293	1.8	0.199	46
20.441	4.3412	16	107	7.6	1100	6.8	0.175	56
21.382	4.1523	19	81	5.8	1990	12.3	0.418	19
21.682	4.0954	20	577	41.1	5589	34.4	0.165	61
22.879	3.8839	23	39	2.8	269	1.7	0.117	>100
<b>24.002</b>	<b>3.7046</b>	<b>22</b>	<b>884</b>	<b>63.0</b>	<b>8380</b>	<b>51.6</b>	<b>0.161</b>	<b>64</b>
26.139	3.4063	26	269	19.2	2121	13.1	0.134	91
<b>27.140</b>	<b>3.2830</b>	<b>27</b>	<b>786</b>	<b>55.8</b>	<b>7519</b>	<b>46.3</b>	<b>0.163</b>	<b>63</b>
29.025	3.0738	30	26	1.9	87	0.5	0.057	>100
<b>29.960</b>	<b>2.9800</b>	<b>34</b>	<b>951</b>	<b>67.7</b>	<b>8717</b>	<b>53.7</b>	<b>0.156</b>	<b>68</b>
30.857	2.8954	35	169	12.0	1361	8.4	0.137	88
32.577	2.7463	30	200	14.2	1722	10.6	0.146	77
33.396	2.6809	31	73	5.2	582	3.6	0.136	90
34.200	2.6197	30	578	41.2	5738	35.3	0.169	61
35.778	2.5076	25	81	5.8	731	4.5	0.153	71
36.555	2.4561	24	72	5.1	868	5.3	0.205	46
38.017	2.3649	23	52	3.7	516	3.2	0.169	61
40.159	2.2436	25	39	2.8	533	3.3	0.232	40
41.537	2.1723	28	114	8.1	1011	6.2	0.151	75
42.215	2.1389	29	68	4.8	650	4.0	0.162	66
42.863	2.1081	31	60	4.3	249	1.5	0.071	>100
43.539	2.0769	27	51	3.6	431	2.7	0.144	82
44.197	2.0475	28	147	10.5	1426	8.8	0.165	65
47.319	1.9195	21	118	8.4	1272	7.8	0.183	56
47.923	1.8967	20	56	4.0	718	4.4	0.218	44
49.139	1.8582	20	39	2.8	323	2.0	0.141	88
49.735	1.8317	19	48	3.4	583	3.6	0.206	48

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(16237 + 8999 + 8380 + 7519 + 8717)}{50261} \times 100 = 99.18 \%$$

ตารางที่ 13 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่

อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.179</b>	<b>12.3028</b>	<b>29</b>	<b>1254</b>	<b>100.0</b>	<b>14044</b>	<b>100.0</b>	<b>0.190</b>	<b>49</b>
<b>10.160</b>	<b>8.6989</b>	<b>22</b>	<b>811</b>	<b>64.7</b>	<b>8427</b>	<b>60.0</b>	<b>0.177</b>	<b>54</b>
12.442	7.1083	22	418	33.3	4327	30.8	0.176	55
16.117	5.4949	20	327	26.1	2878	20.5	0.150	72
17.658	5.0187	17	20	1.6	170	1.2	0.145	77
20.420	4.3455	21	105	8.4	894	6.4	0.145	77
21.662	4.0991	27	502	40.0	4991	35.5	0.169	59
22.827	3.8925	26	41	3.3	240	1.7	0.100	>100
<b>23.981</b>	<b>3.7078</b>	<b>30</b>	<b>760</b>	<b>60.6</b>	<b>7490</b>	<b>53.3</b>	<b>0.168</b>	<b>60</b>
26.102	3.4110	30	220	17.5	2053	14.6	0.159	66
<b>27.119</b>	<b>3.2854</b>	<b>35</b>	<b>710</b>	<b>56.6</b>	<b>6970</b>	<b>49.6</b>	<b>0.167</b>	<b>61</b>
<b>29.939</b>	<b>2.9821</b>	<b>44</b>	<b>784</b>	<b>62.5</b>	<b>7957</b>	<b>56.7</b>	<b>0.173</b>	<b>58</b>
30.822	2.8986	43	128	10.2	1098	7.8	0.146	77
32.541	2.7493	35	161	12.8	1494	10.6	0.158	67
33.378	2.6822	32	58	4.6	530	3.8	0.155	69
34.178	2.6213	32	517	41.2	5415	38.6	0.178	56
35.777	2.5077	27	68	5.4	632	4.5	0.158	68
36.520	2.4584	26	59	4.7	579	4.1	0.167	62
37.982	2.3671	26	59	4.7	409	2.9	0.118	>100
40.157	2.2437	24	37	3.0	441	3.1	0.203	48
41.500	2.1742	27	96	7.7	990	7.0	0.175	59
42.165	2.1414	28	66	5.3	544	3.9	0.140	86
42.838	2.1093	26	58	4.6	430	3.1	0.126	>100
43.556	2.0762	29	38	3.0	367	2.6	0.164	65
44.158	2.0493	27	117	9.3	1351	9.6	0.196	50
47.281	1.9209	25	99	7.9	851	6.1	0.146	81
47.903	1.8974	26	63	5.0	536	3.8	0.145	83
49.718	1.8323	23	28	2.2	238	1.7	0.145	83

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(14044 + 8427 + 7490 + 6970 + 7957)}{50261} \times 100 = 89.31 \%$$

50261

ตารางที่ 14 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (26 Peaks, Max P/N = 16.9)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:12p
FILE: 6 h 90
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1199,
01/08/10 02:49
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.201</b>	<b>12.2666</b>	<b>30</b>	<b>1169</b>	<b>100.0</b>	<b>13843</b>	<b>100.0</b>	<b>0.201</b>	<b>45</b>
<b>10.181</b>	<b>8.6814</b>	<b>18</b>	<b>818</b>	<b>70.0</b>	<b>9364</b>	<b>67.6</b>	<b>0.195</b>	<b>47</b>
12.481	7.0859	15	475	40.6	4807	34.7	0.172	57
16.121	5.4933	17	323	27.6	2950	21.3	0.155	67
20.440	4.3413	19	101	8.6	1025	7.4	0.173	57
21.698	4.0924	25	530	45.3	5216	37.7	0.167	60
22.859	3.8872	21	34	2.9	268	1.9	0.134	90
<b>24.002</b>	<b>3.7046</b>	<b>27</b>	<b>860</b>	<b>73.6</b>	<b>8007</b>	<b>57.8</b>	<b>0.158</b>	<b>66</b>
26.124	3.4082	30	246	21.0	2054	14.8	0.142	81
<b>27.140</b>	<b>3.2829</b>	<b>33</b>	<b>764</b>	<b>65.4</b>	<b>7120</b>	<b>51.4</b>	<b>0.158</b>	<b>66</b>
<b>29.976</b>	<b>2.9784</b>	<b>40</b>	<b>882</b>	<b>75.4</b>	<b>8395</b>	<b>60.6</b>	<b>0.162</b>	<b>64</b>
30.859	2.8952	35	146	12.5	1213	8.8	0.141	82
32.559	2.7478	32	185	15.8	1655	12.0	0.152	72
33.365	2.6832	35	58	5.0	424	3.1	0.124	>100
34.216	2.6184	34	553	47.3	5606	40.5	0.172	59
35.758	2.5090	29	70	6.0	596	4.3	0.145	79
36.503	2.4595	24	66	5.6	601	4.3	0.155	70
38.036	2.3638	22	48	4.1	532	3.8	0.188	52
40.125	2.2454	25	37	3.2	331	2.4	0.152	73
41.538	2.1723	29	116	9.9	997	7.2	0.146	79
42.217	2.1389	29	78	6.7	612	4.4	0.133	96
42.876	2.1075	30	58	5.0	301	2.2	0.088	>100
43.555	2.0762	27	43	3.7	435	3.1	0.172	61
44.161	2.0491	27	147	12.6	1432	10.3	0.166	64
47.303	1.9201	26	93	8.0	839	6.1	0.153	74
47.954	1.8955	24	65	5.6	589	4.3	0.154	74

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(13843 + 9364 + 8007 + 7120 + 8395)}{50261} \times 100 = 92.97 \%$$

50261



ตารางที่ 15 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (26 Peaks, Max P/N = 17.6)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:12p  
 FILE: 6 h 100  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1290,  
 01/08/10 02:59  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.183</b>	<b>12.2965</b>	<b>24</b>	<b>1266</b>	<b>100.0</b>	<b>14169</b>	<b>100.0</b>	<b>0.190</b>	<b>49</b>
<b>10.180</b>	<b>8.6825</b>	<b>19</b>	<b>873</b>	<b>69.0</b>	<b>8861</b>	<b>62.5</b>	<b>0.173</b>	<b>56</b>
12.479	7.0871	14	546	43.1	4933	34.8	0.154	68
16.137	5.4882	18	316	25.0	3013	21.3	0.162	62
20.406	4.3486	21	109	8.6	935	6.6	0.146	76
21.696	4.0928	29	564	44.5	5001	35.3	0.151	71
22.866	3.8859	24	35	2.8	182	1.3	0.088	>100
<b>24.017</b>	<b>3.7022</b>	<b>27</b>	<b>939</b>	<b>74.2</b>	<b>7988</b>	<b>56.4</b>	<b>0.145</b>	<b>77</b>
26.137	3.4065	29	245	19.4	2155	15.2	0.150	73
<b>27.139</b>	<b>3.2831</b>	<b>30</b>	<b>836</b>	<b>66.0</b>	<b>7250</b>	<b>51.2</b>	<b>0.147</b>	<b>75</b>
<b>29.960</b>	<b>2.9800</b>	<b>36</b>	<b>916</b>	<b>72.4</b>	<b>8347</b>	<b>58.9</b>	<b>0.155</b>	<b>69</b>
30.842	2.8968	36	137	10.8	1213	8.6	0.151	73
32.543	2.7491	29	196	15.5	1776	12.5	0.154	70
33.396	2.6809	33	63	5.0	454	3.2	0.123	>100
34.183	2.6209	30	610	48.2	5708	40.3	0.159	67
35.760	2.5089	26	76	6.0	668	4.7	0.149	75
36.555	2.4561	25	71	5.6	579	4.1	0.139	87
38.017	2.3649	24	59	4.7	497	3.5	0.143	82
40.140	2.2446	26	37	2.9	298	2.1	0.137	90
41.522	2.1731	28	106	8.4	993	7.0	0.159	68
42.202	2.1396	29	86	6.8	682	4.8	0.135	94
42.859	2.1083	30	49	3.9	335	2.4	0.116	>100
43.535	2.0771	27	44	3.5	433	3.1	0.167	63
44.163	2.0490	26	159	12.6	1540	10.9	0.165	65
47.318	1.9195	27	97	7.7	889	6.3	0.156	72
47.936	1.8962	26	68	5.4	567	4.0	0.142	86

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(14169 + 8861 + 7988 + 7250 + 8347)}{50261} \times 100 = 92.74 \%$$

50261

ตารางที่ 16 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (27 Peaks, Max P/N = 18.0)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:14p  
 FILE: 6 h 110  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1345,  
 01/08/10 03:34  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.261</b>	<b>12.1638</b>	<b>25</b>	<b>1320</b>	<b>100.0</b>	<b>14389</b>	<b>100.0</b>	<b>0.185</b>	<b>51</b>
<b>10.259</b>	<b>8.6156</b>	<b>16</b>	<b>863</b>	<b>65.4</b>	<b>8688</b>	<b>60.4</b>	<b>0.171</b>	<b>57</b>
12.558	7.0431	12	465	35.2	4681	32.5	0.171	57
16.199	5.4671	18	314	23.8	2725	18.9	0.148	74
17.744	4.9944	15	28	2.1	194	1.3	0.118	>100
20.503	4.3281	17	116	8.8	980	6.8	0.144	78
21.776	4.0779	23	539	40.8	5097	35.4	0.161	64
22.942	3.8732	21	36	2.7	305	2.1	0.144	78
<b>24.080</b>	<b>3.6927</b>	<b>29</b>	<b>802</b>	<b>60.8</b>	<b>7381</b>	<b>51.3</b>	<b>0.156</b>	<b>67</b>
26.184	3.4006	28	232	17.6	2040	14.2	0.149	73
<b>27.201</b>	<b>3.2757</b>	<b>31</b>	<b>753</b>	<b>57.0</b>	<b>6677</b>	<b>46.4</b>	<b>0.151</b>	<b>72</b>
<b>30.038</b>	<b>2.9725</b>	<b>35</b>	<b>857</b>	<b>64.9</b>	<b>8276</b>	<b>57.5</b>	<b>0.164</b>	<b>63</b>
30.919	2.8898	34	136	10.3	1258	8.7	0.157	67
32.622	2.7427	29	183	13.9	1626	11.3	0.151	73
33.458	2.6760	30	61	4.6	508	3.5	0.142	82
34.243	2.6164	33	531	40.2	5373	37.3	0.172	59
35.820	2.5048	28	73	5.5	613	4.3	0.143	81
36.585	2.4542	28	52	3.9	453	3.1	0.148	76
38.081	2.3611	24	50	3.8	427	3.0	0.145	79
40.224	2.2401	24	46	3.5	339	2.4	0.125	>100
41.584	2.1700	26	96	7.3	950	6.6	0.168	62
42.279	2.1359	24	75	5.7	750	5.2	0.170	62
42.941	2.1045	25	62	4.7	505	3.5	0.138	89
43.599	2.0742	28	71	5.4	443	3.1	0.106	>100
44.258	2.0448	29	148	11.2	1322	9.2	0.152	75
47.380	1.9171	27	91	6.9	821	5.7	0.153	74
47.981	1.8945	26	65	4.9	556	3.9	0.145	82

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(14389 + 8688 + 7381 + 6677 + 8276)}{50261} \times 100 = 90.35 \%$$

50261

ตารางที่ ง.17 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 1:1 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (29 Peaks, Max P/N = 16.7)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:16p
FILE: MW 1h 1h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=1177,
12/09/09 16:24
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.159</b>	<b>12.3380</b>	<b>30</b>	<b>223</b>	<b>95.5</b>	<b>2612</b>	<b>45.9</b>	<b>0.191</b>	<b>49</b>
<b>10.141</b>	<b>8.7155</b>	<b>25</b>	<b>171</b>	<b>70.1</b>	<b>1384</b>	<b>24.3</b>	<b>0.138</b>	<b>84</b>
12.441	7.1091	26	85	34.8	798	14.0	0.160	64
13.920	6.3569	34	238	97.5	4489	78.8	0.321	26
16.083	5.5064	31	78	32.0	559	9.8	0.122	>100
21.660	4.0995	43	97	39.8	1325	23.3	0.232	38
<b>23.980</b>	<b>3.7078</b>	<b>65</b>	<b>216</b>	<b>88.5</b>	<b>4648</b>	<b>81.6</b>	<b>0.366</b>	<b>23</b>
24.222	3.6714	64	244	100.0	5694	100.0	0.397	21
26.099	3.4114	59	37	15.2	312	5.5	0.143	79
<b>27.119</b>	<b>3.2854</b>	<b>60</b>	<b>125</b>	<b>51.2</b>	<b>1116</b>	<b>19.6</b>	<b>0.152</b>	<b>71</b>
<b>29.924</b>	<b>2.9835</b>	<b>50</b>	<b>165</b>	<b>67.6</b>	<b>1424</b>	<b>25.0</b>	<b>0.147</b>	<b>76</b>
31.671	2.8228	58	30	12.3	570	10.0	0.323	26
32.545	2.7490	58	49	20.1	514	9.0	0.178	56
34.198	2.6198	58	133	54.5	3137	55.1	0.401	21
34.539	2.5947	54	81	33.2	2624	46.1	0.551	15
42.721	2.1148	32	92	37.7	2148	37.7	0.397	22
44.196	2.0476	25	35	14.3	276	4.8	0.134	96
47.316	1.9196	22	22	9.0	335	5.9	0.259	36

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(2612 + 1384 + 4648 + 1116 + 1424)}{50261} \times 100 = 22.25 \%$$

50261

ตารางที่ ง.18 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 2:1 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (28 Peaks, Max P/N = 11.2)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:16p  
 FILE: MW 2h 1h  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=560,  
 12/09/09 16:55  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.237</b>	<b>12.2044</b>	<b>28</b>	<b>532</b>	<b>100.0</b>	<b>6092</b>	<b>91.0</b>	<b>0.195</b>	<b>47</b>
<b>10.219</b>	<b>8.6490</b>	<b>27</b>	<b>388</b>	<b>72.9</b>	<b>3582</b>	<b>53.5</b>	<b>0.157</b>	<b>65</b>
12.519	7.0646	23	245	46.1	2335	34.9	0.162	62
14.000	6.3206	39	146	27.4	1976	29.5	0.230	38
16.176	5.4748	25	170	32.0	1566	23.4	0.157	66
20.444	4.3405	32	55	10.3	347	5.2	0.107	>100
21.720	4.0882	40	251	47.2	2546	38.1	0.172	57
<b>24.059</b>	<b>3.6959</b>	<b>49</b>	<b>447</b>	<b>84.0</b>	<b>6691</b>	<b>100.0</b>	<b>0.254</b>	<b>34</b>
24.301	3.6597	73	151	28.4	2585	38.6	0.291	29
26.177	3.4015	50	121	22.7	954	14.3	0.134	91
<b>27.196</b>	<b>3.2763</b>	<b>47</b>	<b>393</b>	<b>73.9</b>	<b>3518</b>	<b>52.6</b>	<b>0.152</b>	<b>71</b>
<b>30.019</b>	<b>2.9743</b>	<b>45</b>	<b>432</b>	<b>81.2</b>	<b>4385</b>	<b>65.5</b>	<b>0.173</b>	<b>58</b>
30.884	2.8929	57	63	11.8	417	6.2	0.113	>100
32.616	2.7431	53	88	16.5	804	12.0	0.155	69
33.443	2.6772	51	35	6.6	220	3.3	0.107	>100
34.242	2.6165	47	265	49.8	3056	45.7	0.196	49
34.780	2.5773	43	56	10.5	1158	17.3	0.352	24
35.838	2.5036	36	40	7.5	322	4.8	0.137	89
36.563	2.4556	32	31	5.8	313	4.7	0.172	60
38.084	2.3609	30	26	4.9	195	2.9	0.127	>100
40.265	2.2379	24	29	5.5	269	4.0	0.158	69
41.602	2.1691	29	63	11.8	580	8.7	0.157	70
42.277	2.1359	46	37	7.0	184	2.7	0.085	>100
42.835	2.1094	44	59	11.1	790	11.8	0.228	41
43.570	2.0755	31	31	5.8	148	2.2	0.081	>100
44.277	2.0440	27	65	12.2	623	9.3	0.163	66
47.399	1.9164	25	33	6.2	420	6.3	0.216	45
48.056	1.8917	23	27	5.1	336	5.0	0.212	46

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(6092 + 3582 + 6691 + 3518 + 4385)}{50261} \times 100 = 48.28 \%$$

50261

ตารางที่ ง.19 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 2:2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (22 Peaks, Max P/N = 8.5)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:15p
FILE: MW 2h 2h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=350,
02/04/10 10:13
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.220</b>	<b>12.2342</b>	<b>24</b>	<b>314</b>	<b>100.0</b>	<b>3595</b>	<b>78.0</b>	<b>0.195</b>	<b>47</b>
<b>10.201</b>	<b>8.6641</b>	<b>26</b>	<b>221</b>	<b>70.4</b>	<b>1918</b>	<b>41.6</b>	<b>0.148</b>	<b>73</b>
12.516	7.0662	25	148	47.1	1240	26.9	0.142	78
13.981	6.3291	45	232	73.9	3294	71.4	0.241	36
16.176	5.4748	26	97	30.9	993	21.5	0.174	56
20.462	4.3367	31	32	10.2	299	6.5	0.159	65
21.702	4.0916	48	155	49.4	1396	30.3	0.153	69
<b>24.058</b>	<b>3.6960</b>	<b>60</b>	<b>290</b>	<b>92.4</b>	<b>4611</b>	<b>100.0</b>	<b>0.270</b>	<b>32</b>
24.303	3.6594	92	245	78.0	3957	85.8	0.275	31
26.142	3.4059	52	75	23.9	630	13.7	0.143	80
<b>27.161</b>	<b>3.2804</b>	<b>53</b>	<b>198</b>	<b>63.1</b>	<b>1920</b>	<b>41.6</b>	<b>0.165</b>	<b>62</b>
28.182	3.1639	46	27	8.6	379	8.2	0.239	37
<b>30.000</b>	<b>2.9761</b>	<b>47</b>	<b>255</b>	<b>81.2</b>	<b>2388</b>	<b>51.8</b>	<b>0.159</b>	<b>66</b>
30.896	2.8919	56	50	15.9	369	8.0	0.125	>100
32.616	2.7431	55	62	19.7	735	15.9	0.202	47
34.274	2.6141	83	174	55.4	1893	41.1	0.185	53
35.801	2.5061	38	42	13.4	323	7.0	0.131	99
36.621	2.4518	32	25	8.0	167	3.6	0.114	>100
41.578	2.1702	29	34	10.8	366	7.9	0.183	55
42.761	2.1129	47	86	27.4	1233	26.7	0.244	38
44.218	2.0466	25	42	13.4	442	9.6	0.179	57
47.400	1.9164	25	23	7.3	197	4.3	0.146	82

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(3595 + 1918 + 4611 + 1920 + 2388)}{50261} \times 100 = 28.71 \%$$

50261

ตารางที่ ง.20 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 2:3 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (14 Peaks, Max P/N = 8.3)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:15p  
 FILE: MW 2h 3h  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=429,  
 02/04/10 10:28  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.183</b>	<b>12.2969</b>	<b>26</b>	<b>98</b>	<b>29.2</b>	<b>895</b>	<b>15.4</b>	<b>0.155</b>	<b>67</b>
<b>10.165</b>	<b>8.6948</b>	<b>21</b>	<b>61</b>	<b>18.2</b>	<b>495</b>	<b>8.5</b>	<b>0.138</b>	<b>83</b>
12.445	7.1067	23	33	9.8	291	5.0	0.150	71
13.958	6.3395	51	320	95.2	4344	75.0	0.231	38
21.677	4.0964	48	41	12.2	491	8.5	0.204	45
<b>24.103</b>	<b>3.6893</b>	<b>97</b>	<b>130</b>	<b>38.7</b>	<b>2621</b>	<b>45.2</b>	<b>0.343</b>	<b>24</b>
24.282	3.6624	93	336	100.0	5794	100.0	0.293	29
<b>27.104</b>	<b>3.2872</b>	<b>57</b>	<b>67</b>	<b>19.9</b>	<b>528</b>	<b>9.1</b>	<b>0.134</b>	<b>91</b>
28.102	3.1727	52	28	8.3	310	5.4	0.188	51
<b>29.980</b>	<b>2.9781</b>	<b>49</b>	<b>79</b>	<b>23.5</b>	<b>602</b>	<b>10.4</b>	<b>0.130</b>	<b>99</b>
31.580	2.8308	66	62	18.5	805	13.9	0.221	42
32.637	2.7414	58	47	14.0	614	10.6	0.222	41
34.324	2.6105	87	71	21.1	1606	27.7	0.385	22
34.637	2.5876	91	70	20.8	1443	24.9	0.350	24
42.699	2.1158	45	109	32.4	1894	32.7	0.295	30

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(895 + 495 + 2621 + 528 + 602)}{50261} \times 100 = 10.22 \%$$

ตารางที่ ง.21 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซิลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 3:2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (24 Peaks, Max P/N = 6.4)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:15p
FILE: MW 3h 2h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=298,
02/04/10 10:39
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
6.087	14.5085	38	57	28.1	513	11.8	0.153	68
<b>7.214</b>	<b>12.2437</b>	<b>37</b>	<b>183</b>	<b>90.1</b>	<b>1466</b>	<b>33.6</b>	<b>0.136</b>	<b>86</b>
<b>10.197</b>	<b>8.6676</b>	<b>27</b>	<b>113</b>	<b>55.7</b>	<b>992</b>	<b>22.8</b>	<b>0.149</b>	<b>72</b>
12.480	7.0868	27	71	35.0	660	15.1	0.158	65
13.921	6.3561	45	198	97.5	3655	83.9	0.314	26
16.123	5.4928	31	58	28.6	380	8.7	0.111	>100
21.715	4.0892	44	100	49.3	816	18.7	0.139	84
<b>24.058</b>	<b>3.6961</b>	<b>103</b>	<b>141</b>	<b>69.5</b>	<b>2584</b>	<b>59.3</b>	<b>0.312</b>	<b>27</b>
24.301	3.6596	95	203	100.0	4357	100.0	0.365	23
26.179	3.4012	56	45	22.2	347	8.0	0.131	96
<b>27.160</b>	<b>3.2805</b>	<b>58</b>	<b>104</b>	<b>51.2</b>	<b>790</b>	<b>18.1</b>	<b>0.129</b>	<b>&gt;100</b>
28.089	3.1741	54	29	14.3	198	4.5	0.116	>100
<b>30.000</b>	<b>2.9761</b>	<b>51</b>	<b>126</b>	<b>62.1</b>	<b>1128</b>	<b>25.9</b>	<b>0.152</b>	<b>71</b>
30.938	2.8880	65	35	17.2	260	6.0	0.126	>100
31.431	2.8438	74	36	17.7	350	8.0	0.165	62
31.643	2.8253	69	38	18.7	623	14.3	0.279	31
32.652	2.7402	61	33	16.3	303	7.0	0.156	69
34.260	2.6152	83	82	40.4	1200	27.5	0.249	36
34.597	2.5905	77	71	35.0	1769	40.6	0.424	20
34.717	2.5818	53	68	33.5	1862	42.7	0.465	18
36.568	2.4553	32	25	12.3	98	2.2	0.067	>100
37.540	2.3939	34	27	13.3	182	4.2	0.115	>100
41.655	2.1664	27	25	12.3	201	4.6	0.137	91
42.802	2.1110	42	78	38.4	1417	32.5	0.309	29

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(1466 + 992 + 2584 + 790 + 1128)}{50261} \times 100 = 13.84 \%$$

50261

ตารางที่ ง.22 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่สภาวะ  
เวลาในการละลายกากซีลิกา-อะลูมินาต่อการสังเคราะห์ 3:3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (18 Peaks, Max P/N = 9.8)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:15p
FILE: MW 3h 3h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=442,
02/04/10 11:03
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.181</b>	<b>12.3007</b>	<b>29</b>	<b>413</b>	<b>100.0</b>	<b>4250</b>	<b>96.9</b>	<b>0.175</b>	<b>55</b>
<b>10.161</b>	<b>8.6981</b>	<b>29</b>	<b>260</b>	<b>63.0</b>	<b>2171</b>	<b>49.5</b>	<b>0.142</b>	<b>79</b>
12.458	7.0994	29	146	35.4	1097	25.0	0.128	>100
13.941	6.3472	46	199	48.2	2795	63.7	0.239	36
16.085	5.5057	24	108	26.2	1110	25.3	0.175	56
20.434	4.3426	32	37	9.0	331	7.5	0.152	70
21.678	4.0962	47	167	40.4	1300	29.6	0.132	93
<b>23.998</b>	<b>3.7051</b>	<b>58</b>	<b>285</b>	<b>69.0</b>	<b>4387</b>	<b>100.0</b>	<b>0.262</b>	<b>33</b>
24.317	3.6572	107	174	42.1	2562	58.4	0.250	35
26.085	3.4133	53	78	18.9	597	13.6	0.130	98
<b>27.102</b>	<b>3.2874</b>	<b>50</b>	<b>209</b>	<b>50.6</b>	<b>1995</b>	<b>45.5</b>	<b>0.162</b>	<b>63</b>
<b>29.957</b>	<b>2.9803</b>	<b>46</b>	<b>263</b>	<b>63.7</b>	<b>2489</b>	<b>56.7</b>	<b>0.161</b>	<b>65</b>
30.857	2.8954	63	35	8.5	203	4.6	0.099	>100
32.557	2.7480	57	61	14.8	497	11.3	0.139	86
34.178	2.6213	85	177	42.9	1265	28.8	0.121	>100
42.780	2.1120	44	68	16.5	997	22.7	0.249	37
44.162	2.0491	26	50	12.1	307	7.0	0.104	>100
47.340	1.9186	21	24	5.8	306	7.0	0.217	45

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(4250 + 2171 + 4387 + 1995 + 2489)}{50261} \times 100 = 30.42 \%$$

50261



ตารางที่ ง.23 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim									
JADE: Peak Search Report (6 Peaks, Max P/N = 3.2)									
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:18p									
FILE: overnight MW 0.5h									
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=116, 06/21/10 12:37									
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/0.5, Peak-Top=Summit									
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)									
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)	
<b>7.234</b>	<b>12.2091</b>	<b>36</b>	<b>63</b>	<b>100.0</b>	<b>595</b>	<b>85.9</b>	<b>0.161</b>	<b>63</b>	
<b>10.224</b>	<b>8.6449</b>	<b>34</b>	<b>48</b>	<b>76.2</b>	<b>396</b>	<b>57.1</b>	<b>0.140</b>	<b>81</b>	
21.739	4.0848	55	44	69.8	291	42.0	0.112	>100	
<b>23.946</b>	<b>3.7130</b>	<b>73</b>	<b>35</b>	<b>55.6</b>	<b>394</b>	<b>56.9</b>	<b>0.191</b>	<b>49</b>	
<b>24.239</b>	<b>3.6688</b>	<b>69</b>	<b>38</b>	<b>60.3</b>	<b>693</b>	<b>100.0</b>	<b>0.310</b>	<b>27</b>	
30.057	2.9706	78	38	60.3	567	81.8	0.254	35	

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(595 + 396 + 394 + 693) \times 100}{50261} = 3.88 \%$$

ตารางที่ ง.24 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่น  
ไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลา 1 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (27 Peaks, Max P/N = 12.3)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:18p  
 FILE: overnight MW 1h  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=659,  
 06/21/10 12:48  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.202</b>	<b>12.2645</b>	<b>26</b>	<b>633</b>	<b>100.0</b>	<b>7183</b>	<b>100.0</b>	<b>0.193</b>	<b>48</b>
<b>10.199</b>	<b>8.6661</b>	<b>19</b>	<b>416</b>	<b>65.7</b>	<b>4408</b>	<b>61.4</b>	<b>0.180</b>	<b>53</b>
12.500	7.0756	23	324	51.2	2685	37.4	0.141	80
13.977	6.3309	27	163	25.8	1924	26.8	0.201	46
16.142	5.4864	27	205	32.4	1720	23.9	0.143	78
17.689	5.0098	22	37	5.8	154	2.1	0.071	>100
20.443	4.3407	28	63	10.0	519	7.2	0.140	82
21.720	4.0884	38	318	50.2	2873	40.0	0.154	69
22.941	3.8734	35	28	4.4	132	1.8	0.080	>100
<b>24.057</b>	<b>3.6962</b>	<b>68</b>	<b>484</b>	<b>76.5</b>	<b>5941</b>	<b>82.7</b>	<b>0.209</b>	<b>44</b>
24.301	3.6596	70	149	23.5	2504	34.9	0.286	30
26.159	3.4037	43	119	18.8	1139	15.9	0.163	63
<b>27.161</b>	<b>3.2804</b>	<b>43</b>	<b>388</b>	<b>61.3</b>	<b>3868</b>	<b>53.8</b>	<b>0.169</b>	<b>59</b>
<b>30.001</b>	<b>2.9760</b>	<b>43</b>	<b>504</b>	<b>79.6</b>	<b>4958</b>	<b>69.0</b>	<b>0.167</b>	<b>61</b>
30.899	2.8915	50	93	14.7	654	9.1	0.120	>100
32.602	2.7443	50	96	15.2	875	12.2	0.155	69
33.509	2.6721	48	35	5.5	257	3.6	0.125	>100
34.257	2.6154	60	296	46.8	3240	45.1	0.186	53
35.835	2.5038	33	38	6.0	451	6.3	0.202	47
36.545	2.4567	30	35	5.5	334	4.6	0.162	65
38.074	2.3615	29	33	5.2	183	2.5	0.094	>100
41.563	2.1710	26	65	10.3	586	8.2	0.153	73
42.296	2.1351	40	32	5.1	283	3.9	0.150	75
42.842	2.1091	41	50	7.9	747	10.4	0.254	36
44.256	2.0449	27	73	11.5	657	9.1	0.153	74
47.415	1.9158	24	48	7.6	506	7.0	0.179	58
48.015	1.8932	25	31	4.9	252	3.5	0.138	91

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(7183 + 4408 + 5941 + 3868 + 4958)}{50261} \times 100 = 52.44 \%$$

50261

ตารางที่ ง.25 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลา 2 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (20 Peaks, Max P/N = 8.2)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:19p
FILE: overnight MW 2h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=421,
06/21/10 12:58
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
6.139	14.3859	30	24	7.4	118	2.0	0.084	>100
<b>7.200</b>	<b>12.2676</b>	<b>21</b>	<b>216</b>	<b>66.7</b>	<b>2318</b>	<b>40.0</b>	<b>0.182</b>	<b>52</b>
<b>10.182</b>	<b>8.6807</b>	<b>21</b>	<b>149</b>	<b>46.0</b>	<b>1412</b>	<b>24.3</b>	<b>0.161</b>	<b>63</b>
12.480	7.0865	22	95	29.3	895	15.4	0.160	63
13.962	6.3378	42	309	95.4	4212	72.6	0.232	38
16.140	5.4871	24	76	23.5	738	12.7	0.165	61
21.721	4.0881	46	102	31.5	840	14.5	0.140	82
<b>24.061</b>	<b>3.6956</b>	<b>55</b>	<b>245</b>	<b>75.6</b>	<b>4590</b>	<b>79.1</b>	<b>0.318</b>	<b>26</b>
24.319	3.6570	97	324	100.0	5801	100.0	0.304	28
26.175	3.4017	53	49	15.1	354	6.1	0.123	>100
<b>27.177</b>	<b>3.2785</b>	<b>51</b>	<b>140</b>	<b>43.2</b>	<b>1239</b>	<b>21.4</b>	<b>0.150</b>	<b>72</b>
28.158	3.1665	45	48	14.8	477	8.2	0.169	60
<b>29.983</b>	<b>2.9778</b>	<b>42</b>	<b>182</b>	<b>56.2</b>	<b>1705</b>	<b>29.4</b>	<b>0.159</b>	<b>66</b>
30.937	2.8881	56	46	14.2	378	6.5	0.140	84
31.696	2.8206	61	57	17.6	963	16.6	0.287	30
32.563	2.7475	58	59	18.2	442	7.6	0.127	>100
34.222	2.6180	58	146	45.1	2833	48.8	0.330	26
34.655	2.5863	62	97	29.9	2770	47.8	0.485	17
42.720	2.1149	48	124	38.3	1797	31.0	0.246	37
44.277	2.0440	22	23	7.1	279	4.8	0.206	47

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(2318 + 1412 + 4590 + 1239 + 1705)}{50261} \times 100 = 22.41 \%$$

50261

ตารางที่ ง.26 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่เวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (13 Peaks, Max P/N = 8.2)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:19p
FILE: overnight MW 3h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=418,
06/21/10 13:08
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS (nm)
6.162	14.3325	33	124	37.8	1072	19.6	0.147	73
10.059	8.7866	19	38	11.6	256	4.7	0.115	>100
11.795	7.4967	18	36	11.0	288	5.3	0.136	86
14.000	6.3207	45	305	93.0	4401	80.4	0.245	35
15.501	5.7117	29	38	11.6	332	6.1	0.149	73
21.537	4.1226	39	25	7.6	247	4.5	0.168	59
23.343	3.8076	65	44	13.4	236	4.3	0.091	>100
24.341	3.6537	90	328	100.0	5477	100.0	0.284	30
26.721	3.3334	59	56	17.1	352	6.4	0.107	>100
31.604	2.8287	78	46	14.0	418	7.6	0.154	70
34.521	2.5960	80	93	28.4	1841	33.6	0.337	25
37.577	2.3916	32	34	10.4	493	9.0	0.247	37
42.801	2.1110	58	103	31.4	1490	27.2	0.246	38

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(0 + 0 + 0 + 0 + 0)}{50261} \times 100 = 0.00 \%$$

50261

ตารางที่ ง.27 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (24 Peaks, Max P/N = 12.4)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:17p
FILE: MW 0.5h HT 4h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=675,
06/07/10 14:45
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
6.192	14.2617	59	32	5.0	380	4.7	0.202	45
<b>7.259</b>	<b>12.1683</b>	<b>31</b>	<b>644</b>	<b>100.0</b>	<b>8152</b>	<b>100.0</b>	<b>0.215</b>	<b>41</b>
<b>10.241</b>	<b>8.6302</b>	<b>38</b>	<b>406</b>	<b>63.0</b>	<b>4727</b>	<b>58.0</b>	<b>0.198</b>	<b>46</b>
12.558	7.0430	30	268	41.6	2531	31.0	0.161	63
16.185	5.4720	27	187	29.0	1903	23.3	0.173	56
20.556	4.3171	36	52	8.1	366	4.5	0.120	>100
21.798	4.0739	38	285	44.3	2826	34.7	0.169	59
<b>24.082</b>	<b>3.6924</b>	<b>48</b>	<b>432</b>	<b>67.1</b>	<b>4500</b>	<b>55.2</b>	<b>0.177</b>	<b>55</b>
26.238	3.3937	52	115	17.9	1008	12.4	0.149	73
<b>27.221</b>	<b>3.2733</b>	<b>61</b>	<b>337</b>	<b>52.3</b>	<b>3579</b>	<b>43.9</b>	<b>0.181</b>	<b>54</b>
<b>30.042</b>	<b>2.9721</b>	<b>64</b>	<b>448</b>	<b>69.6</b>	<b>4997</b>	<b>61.3</b>	<b>0.190</b>	<b>51</b>
30.962	2.8859	49	94	14.6	1255	15.4	0.227	40
32.662	2.7394	46	82	12.7	806	9.9	0.167	61
33.519	2.6713	46	45	7.0	364	4.5	0.138	87
34.283	2.6135	45	263	40.8	3021	37.1	0.195	49
35.880	2.5008	31	47	7.3	360	4.4	0.130	>100
36.659	2.4494	31	41	6.4	329	4.0	0.136	90
38.108	2.3595	29	31	4.8	210	2.6	0.115	>100
41.676	2.1654	31	53	8.2	634	7.8	0.203	48
42.286	2.1355	30	44	6.8	349	4.3	0.135	94
42.974	2.1029	29	27	4.2	252	3.1	0.159	69
44.298	2.0431	31	55	8.5	643	7.9	0.199	49
47.440	1.9148	28	41	6.4	503	6.2	0.209	47
48.095	1.8903	27	34	5.3	271	3.3	0.135	95

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(8152 + 4727 + 4500 + 3579 + 4997)}{50261} \times 100 = 51.64 \%$$

50261

ตารางที่ 28 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 1 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (30 Peaks, Max P/N = 13.8)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:17p
FILE: MW 1h HT 4h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=817,
06/07/10 14:55
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS (nm)
6.102	14.4731	52	56	7.1	524	5.7	0.159	64
<b>7.161</b>	<b>12.3340</b>	<b>28</b>	<b>789</b>	<b>100.0</b>	<b>9263</b>	<b>100.0</b>	<b>0.200</b>	<b>46</b>
<b>10.159</b>	<b>8.7002</b>	<b>22</b>	<b>657</b>	<b>83.3</b>	<b>6587</b>	<b>71.1</b>	<b>0.170</b>	<b>57</b>
11.733	7.5362	28	29	3.7	210	2.3	0.123	>100
12.459	7.0985	18	414	52.5	3872	41.8	0.159	64
16.100	5.5006	21	250	31.7	2314	25.0	0.157	66
17.671	5.0148	18	24	3.0	174	1.9	0.123	>100
20.419	4.3458	24	77	9.8	829	8.9	0.183	52
21.664	4.0988	31	419	53.1	3793	40.9	0.154	69
<b>23.999</b>	<b>3.7050</b>	<b>37</b>	<b>648</b>	<b>82.1</b>	<b>5631</b>	<b>60.8</b>	<b>0.148</b>	<b>74</b>
26.105	3.4107	37	167	21.2	1403	15.1	0.143	80
26.713	3.3344	60	30	3.8	216	2.3	0.122	>100
<b>27.122</b>	<b>3.2850</b>	<b>55</b>	<b>519</b>	<b>65.8</b>	<b>4496</b>	<b>48.5</b>	<b>0.147</b>	<b>75</b>
<b>29.960</b>	<b>2.9800</b>	<b>54</b>	<b>699</b>	<b>88.6</b>	<b>6103</b>	<b>65.9</b>	<b>0.148</b>	<b>75</b>
30.861	2.8951	41	135	17.1	1356	14.6	0.171	59
32.561	2.7477	39	112	14.2	1032	11.1	0.157	68
33.368	2.6830	37	41	5.2	467	5.0	0.194	50
34.184	2.6209	37	392	49.7	3774	40.7	0.164	64
35.799	2.5062	27	58	7.4	433	4.7	0.127	>100
36.524	2.4581	24	49	6.2	423	4.6	0.147	77
37.361	2.4049	25	26	3.3	122	1.3	0.080	>100
38.042	2.3635	25	41	5.2	266	2.9	0.110	>100
40.180	2.2425	22	37	4.7	334	3.6	0.153	72
41.556	2.1714	28	77	9.8	732	7.9	0.162	66
42.204	2.1395	29	41	5.2	411	4.4	0.170	61
42.916	2.1056	26	30	3.8	312	3.4	0.177	58
43.538	2.0770	27	33	4.2	218	2.4	0.112	>100
44.182	2.0482	24	103	13.1	981	10.6	0.162	67
47.356	1.9181	22	72	9.1	685	7.4	0.162	68
47.998	1.8939	24	54	6.8	425	4.6	0.134	97

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(9263 + 6587 + 5631 + 4496 + 6103)}{50261} \times 100 = 63.82 \%$$

50261

ตารางที่ ง.29 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่น  
ไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 2 ชั่วโมง

USER: Tatcha Sampim  
 JADE: Peak Search Report (13 Peaks, Max P/N = 5.1)  
 DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:17p  
 FILE: MW 2h HT 4h  
 SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=204,  
 06/07/10 15:06  
 PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,  
 BG=3/0.5, Peak-Top=Summit  
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute  
 d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha)

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.199</b>	<b>12.2690</b>	<b>37</b>	<b>1113</b>	<b>100.0</b>	<b>12124</b>	<b>100.0</b>	<b>0.185</b>	<b>51</b>
<b>10.181</b>	<b>8.6811</b>	<b>21</b>	<b>770</b>	<b>69.2</b>	<b>8045</b>	<b>66.4</b>	<b>0.178</b>	<b>54</b>
12.480	7.0866	19	462	41.5	4600	37.9	0.169	58
16.139	5.4872	16	302	27.1	3329	27.5	0.187	50
17.662	5.0176	18	25	2.2	233	1.9	0.158	65
20.461	4.3369	20	122	11.0	1067	8.8	0.149	73
21.701	4.0919	24	485	43.6	5003	41.3	0.175	56
22.904	3.8797	31	41	3.7	256	2.1	0.106	>100
<b>24.020</b>	<b>3.7018</b>	<b>31</b>	<b>744</b>	<b>66.8</b>	<b>7074</b>	<b>58.3</b>	<b>0.162</b>	<b>64</b>
26.142	3.4060	35	214	19.2	1837	15.2	0.146	76
26.778	3.3264	38	39	3.5	436	3.6	0.190	50
<b>27.142</b>	<b>3.2827</b>	<b>37</b>	<b>634</b>	<b>57.0</b>	<b>6370</b>	<b>52.5</b>	<b>0.171</b>	<b>59</b>
<b>29.997</b>	<b>2.9765</b>	<b>40</b>	<b>842</b>	<b>75.7</b>	<b>8007</b>	<b>66.0</b>	<b>0.162</b>	<b>64</b>
30.863	2.8949	39	142	12.8	1330	11.0	0.159	66
32.598	2.7446	40	159	14.3	1354	11.2	0.145	79
33.404	2.6802	39	48	4.3	395	3.3	0.140	84
34.221	2.6181	35	443	39.8	4827	39.8	0.185	53
35.797	2.5064	28	88	7.9	688	5.7	0.133	95
36.542	2.4569	28	62	5.6	413	3.4	0.113	>100
38.023	2.3646	25	42	3.8	514	4.2	0.208	46
40.022	2.2404	23	36	3.2	414	3.4	0.196	50
41.542	2.1721	33	82	7.4	664	5.5	0.138	89
42.240	2.1377	36	51	4.6	460	3.8	0.153	73
42.902	2.1063	30	42	3.8	258	2.1	0.104	>100
43.545	2.0767	35	40	3.6	209	1.7	0.089	>100
44.201	2.0473	22	129	11.6	1998	16.5	0.263	35
47.324	1.9193	22	90	8.1	1032	8.5	0.195	51
47.957	1.8954	23	56	5.0	630	5.2	0.191	53
49.729	1.8319	27	32	2.9	298	2.5	0.158	71

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(12124 + 8045 + 7074 + 6370 + 8007)}{50261} \times 100 = 82.80 \%$$

50261

ตารางที่ ง.30 การวิเคราะห์ค่าความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีแบบผสม โดยใช้คลื่น  
ไมโครเวฟในขั้นตอนการละลาย ที่เวลา 3 ชั่วโมง

```

USER: Tatcha Sampim
JADE: Peak Search Report (25 Peaks, Max P/N = 15.2)
DATE: Thursday, Jul 29, 2010 01:18p
FILE: MW 3h HT 4h
SCAN: 5.0/50.0/0.02/0.24(sec), Cu(40kV,30mA), I(max)=974,
06/07/10 15:16
PEAK: 21-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,
BG=3/0.5, Peak-Top=Summit
NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(deg), Wavelength to Compute
d-Spacing = 1.54056Å (Cu/K-alpha1)

```

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(nm)
<b>7.219</b>	<b>12.2356</b>	<b>28</b>	<b>946</b>	<b>100.0</b>	<b>10672</b>	<b>100.0</b>	<b>0.192</b>	<b>48</b>
<b>10.199</b>	<b>8.6657</b>	<b>33</b>	<b>707</b>	<b>74.7</b>	<b>7013</b>	<b>65.7</b>	<b>0.169</b>	<b>58</b>
12.499	7.0762	15	468	49.5	4675	43.8	0.170	58
16.157	5.4813	19	293	31.0	2681	25.1	0.156	67
20.459	4.3373	21	92	9.7	882	8.3	0.163	62
21.719	4.0885	31	424	44.8	4399	41.2	0.176	55
<b>24.039</b>	<b>3.6990</b>	<b>31</b>	<b>697</b>	<b>73.7</b>	<b>6737</b>	<b>63.1</b>	<b>0.164</b>	<b>62</b>
26.194	3.3992	33	207	21.9	1891	17.7	0.155	68
<b>27.162</b>	<b>3.2804</b>	<b>43</b>	<b>591</b>	<b>62.5</b>	<b>5741</b>	<b>53.8</b>	<b>0.165</b>	<b>62</b>
<b>29.983</b>	<b>2.9778</b>	<b>42</b>	<b>709</b>	<b>74.9</b>	<b>7414</b>	<b>69.5</b>	<b>0.178</b>	<b>56</b>
30.879	2.8934	36	133	14.1	1266	11.9	0.162	64
32.601	2.7444	36	133	14.1	1224	11.5	0.156	68
33.437	2.6776	37	62	6.6	378	3.5	0.104	>100
34.223	2.6180	36	424	44.8	4377	41.0	0.175	57
35.819	2.5049	26	56	5.9	584	5.5	0.177	57
36.563	2.4556	26	50	5.3	474	4.4	0.161	66
38.053	2.3628	26	36	3.8	265	2.5	0.125	>100
40.202	2.2413	23	41	4.3	329	3.1	0.136	91
41.600	2.1692	27	82	8.7	872	8.2	0.181	56
42.259	2.1368	26	56	5.9	661	6.2	0.201	49
42.951	2.1040	27	46	4.9	371	3.5	0.137	91
43.565	2.0758	29	45	4.8	258	2.4	0.097	>100
44.239	2.0457	27	108	11.4	1064	10.0	0.167	63
47.379	1.9172	26	66	7.0	670	6.3	0.173	61
47.996	1.8940	23	52	5.5	521	4.9	0.170	63

$$\text{ค่าความเป็นผลึก} = \frac{(10672 + 7013 + 6737 + 5741 + 7414)}{50261} \times 100 = 74.76 \%$$

50261



## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายรัชชา สามพิมพ์ เกิดเมื่อวันที่ 13 เดือนพฤศจิกายน พ.ศ.2528 ที่จังหวัด นครศรีธรรมราช สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2550 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย เมื่อปี พ.ศ. 2551

### การเผยแพร่วิทยานิพนธ์

- [1] รัชชา สามพิมพ์ เพ็ชรพร เซาวกิจเจริญ และดวงกมล นันทศรี. การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอจาก กากซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว (Synthesis of Na-A Zeolite from Spent Silica – Alumina). เอกสารประกอบการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์ วิศวกรรมและการจัดการสิ่งแวดล้อม ครั้งที่ 2. 18-19 มีนาคม 2553 ณ อาคารสถาบัน 2 ชั้น 2 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [2] Tatcha Sampim Petchporn Chawakitchareon and Duangamol Nuntasri. "Utilization of Alumina-Silica Waste as for Synthesis of Zeolite NaA". Proceedings of the 4th International Workshop and Conference on Earth Resource Technology "Georesources for green society: Development, Recovery and Recycling". 11-13 May 2010, Royal Paradise Hotel & Spa, Patong, Phuket, Thailand.