

การสังเคราะห์ไฮโดรไลต์ เอ็มซีเอ็ม-22 จากดินขาวธรรมชาติ



นางสาวปิยะนุช ภูทองขาว

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF MCM-22 ZEOLITE FROM KAOLIN



Miss Piyanut Phuthongkhao

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

Faculty of [Science]

Chulalongkorn University

Academic Year 2009

Copyright of Chulalongkorn University

ปิยะนุช ภูทองขาว : การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ.
(SYNTHESIS OF MCM-22 ZEOLITE FROM NATURAL KAOLIN) อ. ที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์หลัก : ศ.ดร. สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผศ.ดร.
ชวลิต งามจรุสศรีวิชัย 98หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ โดย
ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของ
ซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ อัตราส่วน
โดยโมลของซิลิกาต่อสารก่อโครงร่างผลึก อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์
มัล ดินขาวที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นดินขาวธรรมชาติจากจังหวัด
เพชรบูรณ์จึงมีสิ่งเจือปนอยู่มาก จำเป็นต้องผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้น ด้วย
กระบวนการทางความร้อน ทางกายภาพและทางเคมี ก่อนนำไปใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์
MCM-22 ส่งผลให้อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาในดินขาวเพิ่มขึ้น ทำการปรับ
อัตราส่วนโดยโมลซิลิกาต่ออะลูมินาโดยใช้ ฟุ่มซิลิกา จากการทดลองพบว่าภาวะที่เหมาะสม
ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 คือ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30
อัตราส่วนโดยมวลโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 อัตราส่วนโดยโมลซิลิกา
ต่อสารก่อโครงร่างผลึก เท่ากับ 0.9 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
เท่ากับ 160 องศาเซลเซียส และ 7 วัน ตามลำดับ และมีค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 10±1
โดยที่ภาวะดังกล่าวสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ได้ร้อยละ 82

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....เคมีเทคนิค..... ลายมือชื่อนิสิต..... ปิยะนุช ภูทองขาว
สาขาวิชา.....เคมีเทคนิค..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....
ปีการศึกษา2552..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

4972385423 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORDS : MCM-22 / KAOLIN / ZEOLITE / HYDROTHERMAL

PIYANUT PHUTHONGKHAO : SYNTHESIS OF MCM-22 ZEOLITE FROM
NATURAL KAOLIN. THESIS ADVISOR : PROF. SOMSAK DAMRONGLERD,
Ph.D., THESIS CO-ADVISOR : ASST. PROF. CHAWALIT
NGAMCHARUSSRIVICHAI, Ph.D., 98 pp.

Zeolite MCM-22 was synthesized from local natural kaolin, Petchaboon Province, Thailand, via a hydrothermal process using hexametheleneimine (HMI) as a templating agent. Many impurities were found in natural kaolin, and the pretreatment was required prior to use as silica and alumina sources. In the first step, kaolin was thermally treated to get rid of volatile matter followed by mechanical treatment to break large particles. Subsequently, the small kaolin particles were treated with acid to remove inorganic impurities. Finally, quartz, as the major form of SiO_2 was broken by fusion with NaOH. $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, the molar ratio of the kaolin was adjusted by adding aerozil-200 up to 30. The optimum synthesis conditions for zeolite MCM-22 were hydrothermal temperature of 160 °C, reaction time of 7 days, NaOH/kaolin mass ratio of 1, SiO_2 /HMI mole ratio of 0.9 and gel pH of 10 ± 1 . The production yield of MCM-22 was 82%

Department : Chemical Technology.....

Field of Study : Chemical Technology.....

Academic Year : 2009.....

Student's Signature *Piyanut Phuthongkhao*

Advisor's Signature *S. D. U.*

Co-Advisor's Signature *Chawalit Minidaw*

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำการทำวิจัย รวมทั้งคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้คำแนะนำและให้ความเห็นเพื่อปรับปรุงแก้ไขการทำวิจัยให้มีความสมบูรณ์สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

กราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรธน ประศาสน์สารกิจ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รวมถึงรอง ศาสตราจารย์ ดร. ธราพงษ์ วิทิตสานต์ และ ดร. .ทรงศักดิ์ กล้าคลัง กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำ เสนอแนะและให้ความคิดเห็นในการจัดทำวิทยานิพนธ์ให้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง ซึ่งให้ทุนการวิจัยสำหรับงานวิจัยชิ้นนี้

ขอขอบคุณบุคลากรในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้อำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการและกรุณาช่วยเหลือพร้อมทั้งอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่อำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา รวมถึงผู้มีพระคุณทุกท่านที่อยู่เบื้องหลังที่คอยให้กำลังใจ ให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือและให้การสนับสนุนเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ	ฎ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตและวิธีการดำเนินการวิจัย	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2. วารสารปริทัศน์	4
2.1 ซีไอไลต์.....	4
2.1.1 ประวัติซีไอไลต์	4
2.1.2 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีไอไลต์.....	6
2.1.3 การสังเคราะห์ซีไอไลต์.....	19
2.1.4 สมบัติที่สำคัญของซีไอไลต์	25
2.1.5 การประยุกต์ใช้ซีไอไลต์ในปัจจุบัน	26
2.2 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับดินขาว	29
2.2.1 การจำแนกดินขาวและแหล่งดินขาวในประเทศไทย	30
2.2.2 สมบัติทางกายภาพของดินขาว	34
2.2.3 สมบัติทางเคมีของดินขาว.....	34
2.2.4 ประโยชน์ของดินขาว	35
2.3 ซีไอไลต์ MCM-22	36
2.3.1 การสังเคราะห์ซีไอไลต์ MCM-22	37
2.3.2 การนำซีไอไลต์ MCM-22 ไปใช้ประโยชน์.....	38
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	39

บทที่	หน้า
3. วิธีดำเนินการวิจัย	42
3.1 รูปแบบการศึกษา	42
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	42
3.3 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	48
3.4 การดำเนินงานวิจัย	49
3.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	
3.5.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาว	50
3.4.2 การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว	50
3.4.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22	51
4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	53
4.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาว	53
4.2 การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว	56
4.2.1 การปรับปรุงคุณภาพทางกายภาพและทางความร้อนของดินขาว	57
4.2.2 การปรับปรุงคุณภาพทางเคมี	58
4.3 ผลของตัวแปรต่างๆ ต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาว	59
4.3.1 ผลของอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา	59
4.3.2 ผลของอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ	62
4.3.3 ผลของเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	64
4.3.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	66
4.3.3 ผลของปริมาณสารก่อโครงสร้างผลึก.....	68
4.4 การเปรียบเทียบสมบัติของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาว ธรรมชาติกับซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากสารเคมีบริสุทธิ์	71
5 สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ	74
5.1 สรุปผลการทดลอง	74
5.1.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาวที่ใช้ในการทดลอง	74
5.1.2 การบำบัดเบื้องต้นของดินขาว	74
5.1.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ	75
5.2 ข้อเสนอแนะ	76
รายการอ้างอิง	77

ภาคผนวก	80
ภาคผนวก ก การคำนวณปริมาณซีลีกาฟุ่มเพื่อปรับอัตราส่วนซีลีกาต่ออะลูมินา	81
ภาคผนวก ข การคำนวณร้อยละผลได้ของซีไอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้.....	83
ภาคผนวก ค รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาวะในการทดลอง ต่างๆ	90
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	98



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 ขนาดของช่องเปิดของซีโอไลต์ชนิดต่างๆ	12
2.2 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน	14
2.3 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและที่สามารถสังเคราะห์ได้	22
3.1 ตัวแปรที่ทำการศึกษาในวิทยานิพนธ์ และค่าที่กำหนด	51
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาว	54
4.2 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวก่อนและหลังการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	58
4.3 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี	58
ข1 ค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 ต่างๆ	79
ข2 ค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30	81



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพประกอบ	หน้า
2.1 โครงสร้างทรงสี่หน้าของซิลิกอน $[\text{SiO}_4]^{4-}$ และอะลูมิเนียม $[\text{AlO}_4]^{5-}$ และการเชื่อมต่อกันในผลึกซีโอไลต์	7
2.2 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมในหน่วยย่อยของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ)	8
2.3 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์	9
2.4 หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าของซีโอไลต์	10
2.5 การเกิดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ	11
2.6 โครงสร้างสามมิติของซีโอไลต์ Linde Type A (LTA) ซีโอไลต์ Faujasite (FAU) และซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI).....	13
2.7 โครงสร้างของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5.....	13
2.8 ขนาดและลักษณะทางเรขาคณิตของช่องเปิดสำหรับซีโอไลต์	13
2.9 โครงสร้างของ Analcite Group	15
2.10 โครงสร้างของ Natrolite Group	16
2.11 โครงสร้างของ Chabazite Group	16
2.12 โครงสร้างของ Phillipsite Group	16
2.13 โครงสร้างของ Heulandite Group	17
2.14 โครงสร้างของ Mordenite Group	17
2.15 โครงสร้างของ Faujasite Group	18
2.16 โครงสร้างของ Melanophlogite Group	19
2.17 โครงสร้างของ Lovdarite Group	19
2.18 การเกิดซีโอไลต์จากอนุภาคของเจล	24
2.19 ประจุลบที่เกิดจากการแทนที่ด้วย $(\text{AlO}_2)^-$ ในโครงสร้างของซีโอไลต์	25
2.20 ลักษณะของดินขาวที่มีสารประกอบอะลูมิเนียมในซิลิเกต	32
2.21 ลักษณะของดินขาวที่มีสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต	33
2.23 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22	37
2.24 แสดงการเปลี่ยนรูปของซีโอไลต์ MCM-22 เมื่อผ่านกระบวนการต่างๆ	38
2.25 รูปแบบ XRD มาตรฐานของซีโอไลต์ MCM-22.....	39
3.1 ชุดเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล	43

ภาพประกอบ	หน้า
3.2 เทพรอนภายในเครื่องปฏิกรณ์.....	44
3.3 ตู้อบแบบแกว่งได้รุ่น KH-02A ยี่ห้อ Hiro.....	44
3.4 ตู้อบ (Hot Air Oven)	45
3.5 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace)	45
3.6 ร่อน 325 mesh.....	46
3.7 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ รุ่น JDX-8030 ยี่ห้อ JEOL.....	46
3.8 เครื่องตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ	47
3.9 เครื่องสแกนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป รุ่น JSM-5800 LV ยี่ห้อ JEOL	48
4.1 ดินขาวธรรมชาติที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22	53
4.2 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันพีคของดินขาวธรรมชาติ	55
4.3 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันพีคของแอลฟาควอตซ์	55
4.4 ภาพถ่าย SEM ของดินขาวธรรมชาติ กำลังขยาย 1,000 เท่า	56
4.5 ดินขาวธรรมชาติก่อนและหลังการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	57
4.6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินาต่างๆ	60
4.7 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจล ที่มีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาต่างๆ	61
4.8 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติต่างๆ	63
4.9 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจล ที่อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติต่างๆ	64
4.10 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	65
4.11 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ	66
4.12 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อุณหภูมิของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ	67

ภาพประกอบ	หน้า
4.13 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ปริมาณของ HMI.....	68
4.14 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ปริมาณ HMI ต่างๆ.....	69
4.15 รูปแบบ XRD ของ ก) ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ข) ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมีบริสุทธิ์.....	70
4.16 ภาพถ่าย SEM ของ ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ เทียบกับ ซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน	71
ข1 รูปแบบ XRD ของดินขาวธรรมชาติ	83
ข2 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก.....	84
ข3 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก.....	84
ข4 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก.....	85
ข5 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก.....	85
ข6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก.....	86
ข7 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า intensity เฉลี่ยกับร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22...	88
ค1 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 25.....	90
ค2 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30.....	91
ค3 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 35.....	91
ค4 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 40.....	92
ค5 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1	92
ค6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1.5	93

ภาพประกอบ	หน้า
ค7 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 2	93
ค8 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 3 วัน	94
ค9 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 5 วัน	94
ค10 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 160 องศาเซลเซียส.....	95
ค11 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 170 องศาเซลเซียส.....	95
ค12 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อ HMI เท่ากับ 0	96
ค13 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อ HMI เท่ากับ 0.5	96
ค14 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อ HMI เท่ากับ 1.2	97

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ซีโอไลต์ คือ สารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกต (Crystalline aluminosilicates) หน่วยย่อยของซีโอไลต์ประกอบด้วยอะตอมของซิลิคอน (หรืออะลูมิเนียม) หนึ่งอะตอม และออกซิเจนสี่อะตอม (SiO_4 หรือ AlO_4) สร้างพันธะกันเป็นรูปสามเหลี่ยมสี่หน้า (Tetrahedron) โดยอะตอมของซิลิคอน (หรืออะลูมิเนียม) อยู่ตรงกลาง ซึ่งโครงสร้างสามเหลี่ยมสี่หน้านี้จะเชื่อมต่อกันที่มุม (ใช้ออกซิเจนร่วมกัน) ก่อให้เกิดเป็นโครงสร้างที่ใหญ่ขึ้นและเกิดเป็นช่องว่างระหว่างโมเลกุล ทำให้ซีโอไลต์เป็นรูพรุนและช่องว่างหรือ อโพรงที่ต่อเชื่อมกันอย่างเป็นระเบียบในสามมิติ นอกจากซิลิคอน (หรืออะลูมิเนียม) และออกซิเจนแล้ว ในโครงสร้างโมเลกุลของซีโอไลต์ยังมีประจุบวกของโลหะ เช่น โซเดียม แคลเซียม เกาะอยู่อย่างหลวมๆ และยังมีโมเลกุลของน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ในช่องว่างในโครงผลึก สูตรอย่างง่ายของซีโอไลต์ คือ $\text{M}_x(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y \cdot n\text{H}_2\text{O}$ โดย M คือไอออนบวกที่มีประจุ +1 (Szostak, 1998)

ดินขาว (Kaolin) เป็นดินที่เกิดจากแร่อะลูมิเนียมซิลิเกต (Aluminosilicates) เป็นวัตถุดิบชนิดหนึ่งที่ใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางเชิงพาณิชย์ และทางด้านอุตสาหกรรม ซึ่งพบได้ทั่วไปในประเทศไทย ดินขาวที่พบในประเทศไทยมี 2 ชนิด ซึ่งจำแนกตามความแตกต่างขององค์ประกอบหลักทางเคมี เช่น สารประกอบของอะลูมิเนียมซิลิเกต ซึ่งเกิดจากการแปรสภาพของหินแกรนิตที่ผุพังโดยบรรยากาศ และสภาพแวดล้อมอื่นๆ และสารประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งเกิดจากการแปรสภาพของหินปูนที่ผุพังโดยบรรยากาศ และภาวะแวดล้อมอื่นๆ จนกลายเป็นดินขาว เนื่องจากองค์ประกอบส่วนใหญ่ของดินขาวเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกต จึงมีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ซึ่งเป็นสารที่มีประโยชน์และมีมูลค่าสูงในอุตสาหกรรมเคมี ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาตัวแปรต่างๆ ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา , อัตราส่วนโดยโมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อ ซิลิกา อัตราส่วนโดยมวลของเฮกซะเมทิลีนไอมีนต่อซิลิกา อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล และเวลาในการเกิดผลึก เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22 โดยใช้ดินขาวที่มีสารประกอบของ อะลูมิเนียมซิลิเกตเป็นวัตถุดิบ

1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิด เอ็มซีเอ็ม 22 จากดินชาวธรรมชาติ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
2. ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22 ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของ ซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนโดยโมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อ ซิลิกา อัตราส่วนโดยโมลของเฮกซะเมทิลีนไอมีนต่อซิลิกา อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล และเวลาในการเกิดผลึก

1.3 ขอบเขตและวิธีการดำเนินการวิจัย

1. ค้นคว้าทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22
2. ปรับปรุงคุณภาพของดินขาวด้วยวิธีการเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และกำจัดสิ่งเจือปน (Fe_2O_3) โดยการรีฟลักซ์ (Reflux) ด้วยสารเคมี ตัวแปรที่ศึกษา คือ
 - ชนิดของสารเคมี
 - กรด ได้แก่ HCl และ H_2SO_4
 - ด่าง ได้แก่ NaOH
 - เบสร่วมกับด่าง ได้แก่ NaOH ร่วมกับ HCl และ NaOH ร่วมกับ H_2SO_4
 - ความเข้มข้นของสารเคมี
 - ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
 - ความเข้มข้น 4 โมลต่อลิตร
3. วิเคราะห์องค์ประกอบของดินขาว ภายหลังจากการปรับปรุงคุณภาพ และภายหลังจากกำจัดสิ่งเจือปน ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)
4. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22 โดยตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา คือ
 - อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา
 - อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินชาวธรรมชาติ
 - อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อสารก่อโครงร่างผลึก (HMI)
 - อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
 - เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
5. วิเคราะห์สมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้
 - องค์ประกอบของธาตุ ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)
 - โครงสร้างของสาร ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction Spectrometer (XRD)
 - พื้นที่ผิวจำเพาะ ด้วยเทคนิค N_2 adsorption/desorption

- ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างผลึก ด้วย Scanning Electron Microscope (SEM)
6. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีไอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22
2. เป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับดินขาวซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่ทั่วไปในประเทศ



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 ซีโอไลต์ (จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547; Szostak, 1998)

ซีโอไลต์ มีรากศัพท์มาจากภาษากรีก zein แปลว่า to boil และ lithos แปลว่า stone รวมความหมายก็คือ boiling stone หรือ หินเดือด เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์ธรรมชาติแล้วสามารถเห็นการระเหยของน้ำได้ชัดเจน ซีโอไลต์ (Zeolite) เป็นผลึกของสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกต (Aluminosilicate) ของโลหะแอลคาไลน์ (Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+) โลหะแอลคาไลน์เอิร์ท (Mg^+ , Ca^{2+}) หรือไอออนบวกอื่นๆ เช่น NH_4^+ , H_3O^+ , H^+ , TMA^+ (Tetramethylammonium ion) เป็นต้น โครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุนสม่ำเสมอจำนวนมาก ซีโอไลต์สามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายขึ้นกับโครงสร้างรูพรุนและสมบัติของซีโอไลต์แต่ละประเภท เช่น ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange resin) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) และเป็นตัวดูดซับ (Adsorbent)

2.1.1 ประวัติซีโอไลต์

Cronstedt (1756) ได้ค้นพบซีโอไลต์ครั้งแรก ซึ่งเป็นซีโอไลต์ธรรมชาติชนิด Stilbite

Fontana (1777) ได้อธิบายปรากฏการณ์การดูดซับของถ่านชาร์

Damour (1840) ได้ค้นพบว่าเมื่อผลึกซีโอไลต์ที่มีน้ำในโครงผลึก (Hydrated zeolites) จะสูญเสียน้ำจากการดีไฮเดรชัน (Dehydration) แล้วจะทำให้ได้ซีโอไลต์ที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนคล้ายฟองน้ำ (Spongy framework) ซึ่งสามารถดูดซับแอลกอฮอล์ เบนซีน คลอโรฟอร์ม คาร์บอนไดออกไซด์ และปรอทได้

Thomson (1845) ได้ทำการทดลองแล้วพบว่าดินสามารถดูดซับเกลือแอมโมเนียได้ เมื่อเทสารละลายของเกลือแอมโมเนียผ่านลงไปบนดิน และเมื่อทำการกรองจะได้สารละลายของแคลเซียมผ่านลงมา ส่วนเกลือแอมโมเนียจะถูกดินดูดซับเอาไว้ ต่อมา Way ได้แสดงให้เห็นว่าซิลิเกตที่มีน้ำในผลึกในดินนี้เป็นตัวทำให้เกิดปรากฏการณ์ดังกล่าวขึ้น

Deville (1862) ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Levynite โดยให้ความร้อนแก่สารละลายผสมของโพแทสเซียมซิลิเกตกับโซเดียมอะลูมิเนตที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส

Schulten (1882) สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Analcime ได้

Grandjean (1909) ได้ทำการทดลองการดูดซับแก๊สของซีโอไลต์ชนิดหนึ่ง คือ Chabazite พบว่าสามารถดูดซับแก๊สแอมโมเนีย อากาศ ไฮโดรเจน ไอโอดีน คาร์บอนไดออกไซด์ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และโบรมีนที่อุณหภูมิสูงได้แม้แต่ไอของปรอทก็อาจถูกดูดซับได้

Weigel และ Steinhof (1925) ค้นพบว่าซีโอไลต์มีสมบัติในการเลือกดูดซับสารอินทรีย์โมเลกุลเล็กๆ และปล่อย สารอินทรีย์โมเลกุลใหญ่ๆ ออกมา ซึ่งปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้โดย Mcbain ในปี ค.ศ. 1932 โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวเรียกว่า “Molecular sieving”

Dent Smith (1933) ได้ตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์ Chabazite

Milton (1940) ได้เริ่มทำการศึกษากการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อ ใช้ในกระบวนการแยกแก๊ส และการทำอากาศให้บริสุทธิ์

Union Carbide Corporation (1954) ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับซีโอไลต์ซึ่งเป็นอุตสาหกรรมแรกและได้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอขึ้นมาโดย Reed และ Breck (1956)

ปี 1956 มีรายงานเกี่ยวกับโครงสร้างที่เป็นรูปทรงเหลี่ยมลูก บาศก์ของ Faujasite ซึ่งเกิดในธรรมชาติ และซีโอไลต์เอที่สังเคราะห์ขึ้น

ในยุคแรกการสังเคราะห์ซีโอไลต์จะทำภายใต้ภาวะที่ใช้ความดันและอุณหภูมิสูง ซึ่งจะทำให้ได้ซีโอไลต์ชนิดเดียวกันกับที่พบในหินบะซอลต์ ต่อมา Milton และคณะทำงาน (1959) ของบริษัทยูเนียนคาร์ไบด์ ได้พัฒนาเทคนิคใหม่ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่อุณหภูมิต่ำโดยใช้สารที่มีความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมีสูงทำปฏิกิริยาในภาชนะปิด หรือระบบปิด ซึ่งกระบวนการและเทคนิคนี้ได้ถูกพัฒนาขยายออกไปมากขึ้นเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

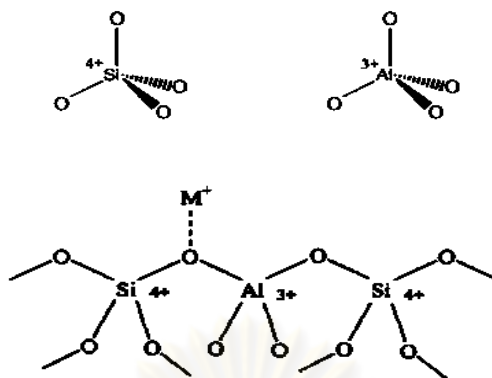
เป็นที่น่าสังเกตว่าตั้งแต่ปี 1948 จนถึงปี 1972 นั้นพบว่ามีผลงานวิจัยเกี่ยวกับด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของซีโอไลต์เอเกิดขึ้นกว่า 7,000 เรื่อง นอกจากนี้ยังมีเอกสารสิทธิบัตรอีกกว่า 2,000 ฉบับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความสำคัญของซีโอไลต์ในการนำไปใช้ประโยชน์ใน อุตสาหกรรมด้านต่างๆ นอกจากนี้มีรายงานว่ากา รสังเคราะห์ซีโอไลต์ทำได้ตั้งแต่ปี 1862 แต่ Breck (1862) ได้ให้ความเห็นว่าสารที่สังเคราะห์ได้ในขณะนั้นไม่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction) และสารบางตัวยังไม่สามารถสร้างแบบจำลองที่แน่นอนได้ด้วย ดังนั้นเขาจึงเชื่อว่าการสังเคราะห์ครั้งแรกที่สามารถพิสูจน์ได้ เป็นการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด analcime โดย Barrer (1951)

หลังจากนั้นการพัฒนาซีโอไลต์เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ดำเนินไปอย่างรวดเร็ว ในปีค.ศ. 1980 มีการค้นพบซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ กว่า 40 ชนิด และซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์กว่า 100 ชนิด ซีโอไลต์ที่พบตามธรรมชาติ (Natural or mineral zeolite) อาจอยู่ในรูปของแร่ธาตุส่วนมากค้นพบจากการทำเหมืองแร่ในพื้นที่หลายแห่งของโลก เป็นกลุ่มผลึกอะลูมิโน

ซิลิเกตของโลหะแอลคาไลน์ ตัวอย่างเช่น ซีโอไลต์ชนิด Faujasite, Erionite, Chabazite และ Offertite เป็นต้น ซีโอไลต์ธรรมชาติเดิมนำมาใช้ประโยชน์ในการก่อสร้าง หลังจากได้ค้นพบว่า ซีโอไลต์มีสมบัติของตะแกรงร่อนโมเลกุลและการแลกเปลี่ยนไอออน จึงได้นำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวดูดซับในการแยกแอมโมเนียในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย สำหรับซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น (Synthetic zeolite) ในช่วงแรกการสังเคราะห์ทำขึ้นภายใต้ความดัน และอุณหภูมิสูง ซึ่งส่งผลให้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เป็นซีโอไลต์ชนิดเดียวกันกับที่พบในหินบะซอลต์ ต่อมาในปี .ศ. 1959 Milton และคณะทำงานของบริษัท ยูเนียนคาร์ไบด์ ได้พัฒนาวิธีในการสังเคราะห์ ซีโอไลต์โดยใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ สารตั้งต้นในการสังเคราะห์มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง ทำปฏิกิริยาในภาชนะปิด หรือระบบปิด ซึ่งกระบวนการและเทคนิคนี้ได้มีการพัฒนาและขยายออกไปเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ซึ่ง สามารถทำได้โดยใช้กระบวนการ ไฮโดร เทอร์มัล (Hydrothermal Process) โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ ประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส และความดันสูง ตามระยะเวลาที่กำหนดภายใต้ปริมาณน้ำที่มีมากเกินไป อย่างไรก็ตามได้มีการคิดค้นวิธีการใหม่ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยใช้อุณหภูมิต่ำตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง จุดเดือดของน้ำ ตัวอย่างเช่น ซีโอไลต์ A, X และ Y เป็นต้น ซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์สามารถนำไปใช้งานแพร่หลายในเชิงพาณิชย์มากกว่าซีโอไลต์ที่ เกิดตามธรรมชาติ เนื่องจากมีองค์ประกอบที่แน่นอน และมีความบริสุทธิ์สูงกว่า (Dyer, 1988)

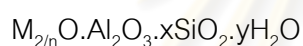
2.1.2 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์

ซีโอไลต์ คือ ผลึกของอะลูมิโนซิลิเกตที่มีน้ำผลึกของโลหะแอลคาไลน์ หรือแอลคาไลน์เอิร์ท ซึ่งโดยมาก มักจะเป็นโลหะโซเดียม (Na) โพแทสเซียม (K) แมกนีเซียม (Mg) แคลเซียม (Ca) สตรอนเทียม (Sr) และแบเรียม (Ba) โครงสร้างของซีโอไลต์มีลักษณะเป็นโครงร่าง 3 มิติ หน่วยย่อยของซีโอไลต์ประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) หนึ่งอะตอม และออกซิเจนสี่อะตอม สร้างพันธะกันเป็นรูปสามเหลี่ยมสี่หน้า (Tetrahedral) โดยอะตอมของซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) อยู่ตรงกลาง ล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจนที่มุมทั้งสี่ ซึ่งโครงร่างสามเหลี่ยมสี่หน้านี้จะเชื่อมต่อกันที่มุม (ใช้ออกซิเจนร่วมกัน) ก่อให้เกิดเป็นโครงสร้างที่ใหญ่ขึ้นและเกิดเป็นช่องว่างระหว่างโมเลกุล ดังรูป 2.1 ทำให้ซีโอไลต์เป็นผลึกแข็ง มีรูพรุนและช่องว่างหรือโพรงที่ต่อเชื่อมกันอย่างเป็นระเบียบในสามมิติ ขนาดตั้งแต่ 2-10 อังสตรอม (1 อังสตรอมเท่ากับ 1×10^{-10} เมตร) (Szostak, 1998)



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทรงสี่หน้าของซิลิกอน $[\text{SiO}_4]^{4-}$ และอะลูมิเนียม $[\text{AlO}_4]^{5-}$ และการเชื่อมต่อกันในผลึกซีโอไลต์ (Szostak, 1998)

สูตรอย่างง่ายของซีโอไลต์ คือ

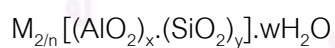


n คือ วาเลนซ์ของแคตไอออน (M) ส่วนมากมีค่าเท่ากับ 1 หรือ 2 ของโลหะแอลคาไล หรือ แอลคาไลเอิร์ท

x คือ จำนวนโมลของ SiO_2 โดยมากจะมีค่ามากกว่า หรือเท่ากับ 2

y คือ จำนวนโมลของน้ำที่อยู่ในช่องว่างของผลึกซีโอไลต์

สูตรแสดงหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์



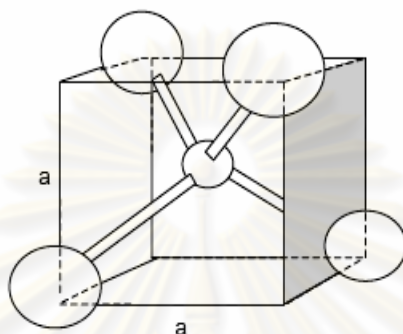
n คือ วาเลนซ์ของไอออนบวก (M)

w คือ จำนวนโมลของน้ำต่อหน่วยเซลล์

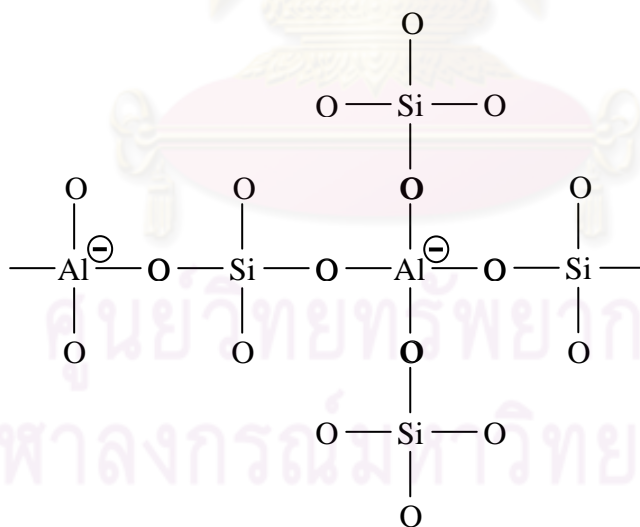
$x + y$ คือ จำนวนรูปทรงเตตระฮีดรอลทั้งหมดของหน่วยเซลล์

y/x มักจะมีค่าตั้งแต่ 1 ถึง 5 โดยขึ้นกับโครงสร้าง

หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ (Primary units) ของซีโอไลต์คือ รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจน โคออร์ดิเนตกับซิลิกอน (SiO_4) หรืออะลูมิเนียม (AlO_4) ดังรูป 2.2 และเมื่อหลายหน่วยของ โครงสร้างปฐมภูมิ จับตัวกันกลายเป็นหน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary building units) เกิด เป็นรูปสี่เหลี่ยมต่างๆ เป็นวงเดี่ยว เช่น S4R, S6R หรือต่อเป็นวงคู่ เช่น D4R, D6R ดังรูป 2.4 ตำแหน่งมุมแทน Si หรือ Al เส้นตรงแทนอะตอมของออกซิเจน



รูปที่ 2.2 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียม ในหน่วยย่อยของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ) (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)



รูปที่ 2.3 โครงสร้าง 2 มิติ ของอะลูมิเนียมซิลิเกต

ซิลิกอน-ออกซิเจนเตตระฮีดรอล (SiO_4) จะมีประจุเป็นลบสี่ และอะลูมิเนียมออกซิเจนเต-
ตระฮีดรอล (AlO_4) มีประจุเป็นลบห้า

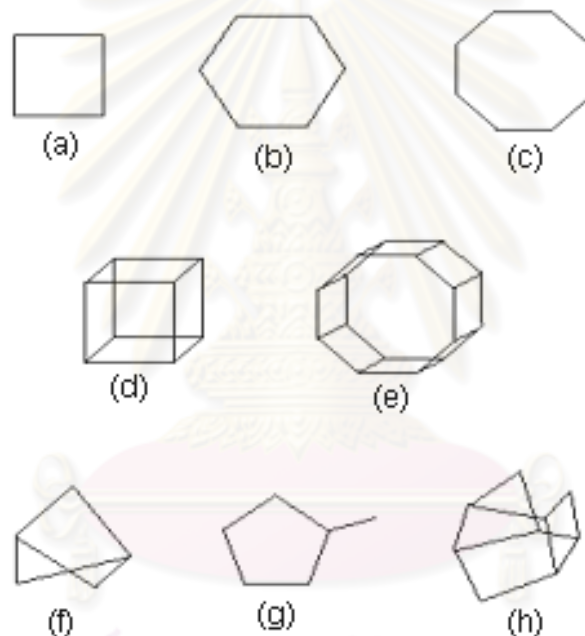
การเชื่อมต่อกันของซิลิกอน- ออกซิเจนเตตระฮีดรอลกับอะลูมิเนียม- ออกซิเจนเตตระฮีดรอลเป็นโครงร่างตาข่ายนั้นทำให้มีประจุลบเกิดขึ้น เนื่องจาก Al^{3+} เข้าไปแทนที่ Si^{4+} ในโครงสร้าง ซึ่งถูกทำให้สมดุลโดยประจุบวกจากแคตไอออนของโลหะแอลคาไล หรือแอลคาไลเอิร์ท ดังสมการ



M คือ แคตไอออนของโลหะที่มีประจุ +m

x คือ จำนวนอะตอมของอะลูมิเนียม (Al)

n คือ จำนวนโมลของ SiO_2



รูปที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างทติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์

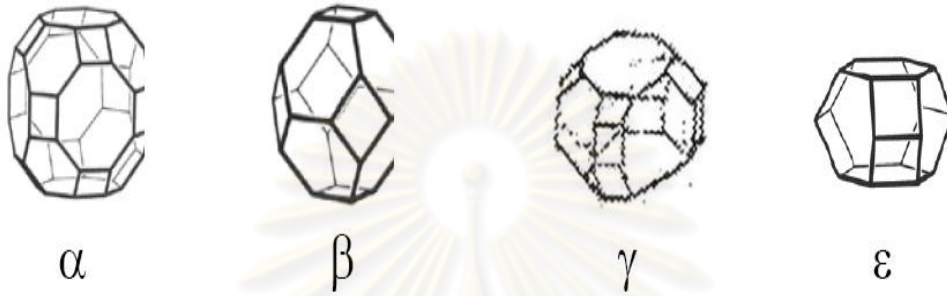
(a) single four ring (S4R), (b) single six ring (S6R), (c) single eight ring (S8R),

(d) double four ring (D4R), (e) double six ring (D6R), (f) complex 4-1,

(g) complex 5-1 และ (h) complex 4-4-1 (Dyer A., 1988)

หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้า (Polyhedral units) เป็นรูปทรงสมมาตรขนาดใหญ่ที่เกิดขึ้นจากโครงสร้างปฐมภูมิหลายโครงสร้างต่อกันเป็นรูปทรงที่สลับซับซ้อนมากยิ่งขึ้นดัง ตัวอย่างในรูป

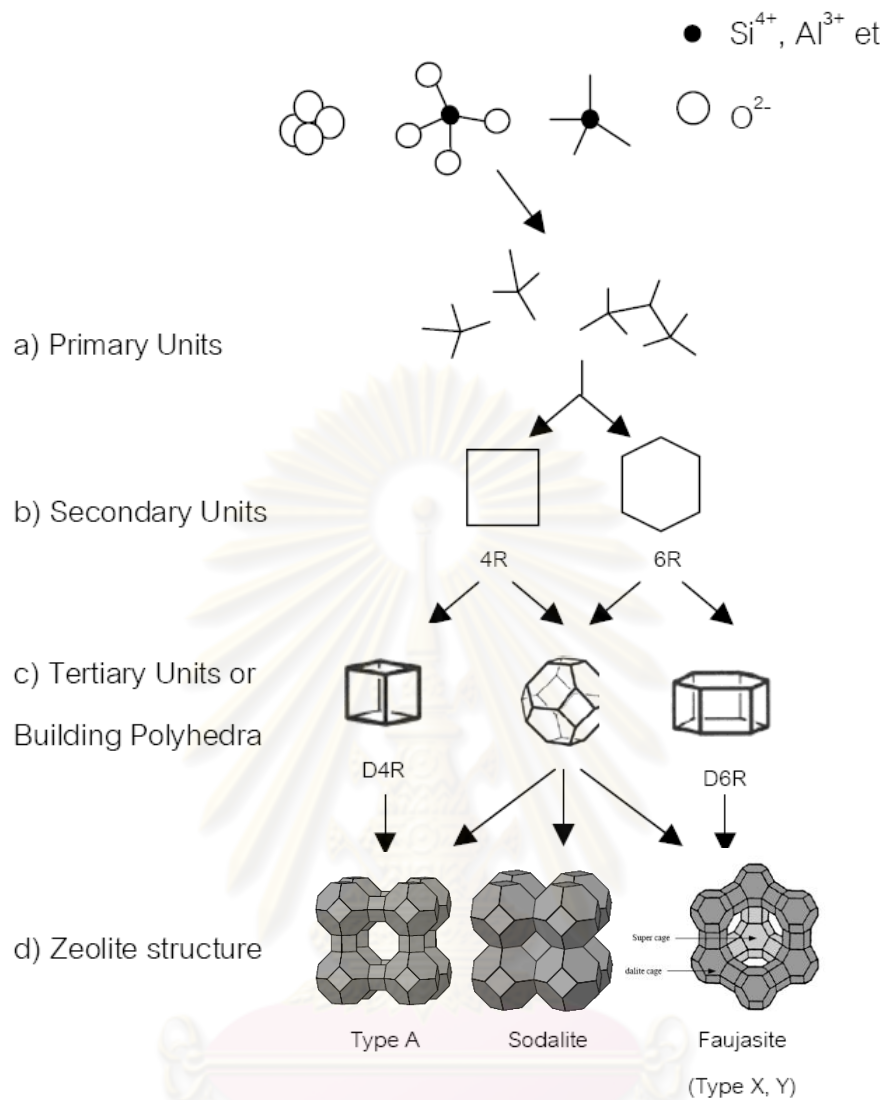
- ทรงเหลี่ยมยี่สิบหกหน้า หรือ α (Truncated cuboctahedron)
- ทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ β (Truncated octahedron type)
- ทรงเหลี่ยมสิบแปดหน้า หรือ γ (18-hedron)
- ทรงสิบเหลี่ยมเอ็ดหน้า หรือ ε (11-hedron)



รูปที่ 2.5 หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าของซีโอไลต์ (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)

เมื่อหน่วยโครงสร้าง ทศนิยมทั้งแบบวงเดี่ยวและวงคู่ และ หน่วยโครงสร้างรูป ทรงหลายหน้ามารวมกันจะเกิดเป็นโครงสร้างซีโอไลต์ ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์จะประกอบด้วยโพรง (Cavity) หรือช่องว่างซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3-10 อังสตรอมดังรูป 2.6 ตัวอย่างโครงสร้างซีโอไลต์ได้แก่ ซีโอไลต์ชนิด Faujasite (FAU) ซึ่งเกิดจากทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ β cage ที่มีโพรงขนาด เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 8 อังสตรอม เชื่อมต่อกันด้วยปริซึมทรงหก octadecahedron เหลี่ยม (Hexagonal prism) เป็นโครงสร้างทรงลูกบาศก์ (Cubic structure) ทำให้เกิดโพรงขนาดใหญ่หรือซูเปอร์เคจ (Super cage) (จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์ , 2547)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.6 การเกิดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ (Farrauto, 1997)

โครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยรูพรุนหรือช่องเปิดที่มีขนาดและรูปร่างที่แน่นอน ซึ่งประกอบด้วยอะตอมออกซิเจนจัดเรียงเป็นวงแหวน ขนาดของวงแหวนแทนด้วยสัญลักษณ์ $n\text{OR}$ เมื่อ n คือ จำนวนของอะตอมออกซิเจนซึ่งต่อกันเป็นวง และ OR คือ โครงสร้างของออกซิเจนที่ต่อกันเป็นวง ตัวอย่างเช่น 10OR คือวงแหวนที่ประกอบด้วยอะตอมออกซิเจนจำนวน 10 อะตอม และเนื่องจากขนาดอะตอมของออกซิเจนใหญ่กว่าอะตอมของซิลิกอนและอะลูมิเนียม ดังนั้นผิวภายใน (Internal surface) โพร่งของซีโอไลต์จึงประกอบด้วยอะตอมของออกซิเจนเกือบทั้งหมด ขนาดของรูพรุนหรือช่องเปิดในซีโอไลต์ซึ่งแสดงดังตารางที่ 2.1 แบ่งออกได้เป็น 3 ขนาด คือ (Szostak, 1998)

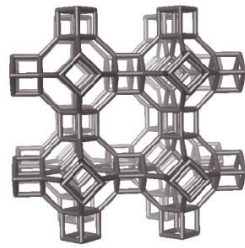
1. รูพรุนขนาดเล็ก (ขนาดรูพรุนน้อยกว่า 5 Å หรือ 8OR) เช่นซีโอไลต์ A (LTA) ที่มีโครงสร้างประกอบด้วยโพรงสามมิติ (3-dimensional channel) เกิดจากการเชื่อมต่อกันของรูปทรงสี่หน้าของซิลิเกตและอะลูมิเนตเป็นทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด (β or sodalite cage) ซึ่งจะเชื่อมต่อกันผ่าน D4R (Double 4-rings) ดังรูปที่ 2.6

2. รูพรุนขนาดกลาง (ขนาดรูพรุน 5-6 Å หรือ 10OR) เช่นซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI) โครงสร้างของซีโอไลต์ ZSM-5 ประกอบด้วยช่องเปิดสองระบบเชื่อมต่อกัน ช่องเปิดระบบแรกมีลักษณะเป็น sinusoidal วางตัวในทิศ [001] มีขนาดเท่ากับ 5.4 x 5.6 อังสตรอมและช่องเปิดอีกระบบเป็นท่อตรงในทิศ [010] มีขนาดเท่ากับ 5.1 x 5.6 อังสตรอม โดยช่องเปิดทั้งสองระบบประกอบด้วยอะตอมออกซิเจน 10 อะตอม เชื่อมต่อเป็นวงรี (Elliptical)

3. รูพรุนขนาดใหญ่ (ขนาดรูพรุน 7-8 Å หรือ 12OR) เช่นซีโอไลต์ Faujasite ชนิด X และ Y ช่องเปิดของซีโอไลต์กลุ่มนี้เป็นวงแหวนที่ประกอบด้วยออกซิเจนทั้งหมด 12 อะตอม โดยโครงสร้างเกิดการเชื่อมต่อกันของทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัดผ่าน D6R (double 6-ring) ทำให้เกิดโพรงขนาดใหญ่ (Supercage) หรือ α cage ที่มีออกซิเจนล้อมรอบ 12 อะตอม ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของโพรงเท่ากับ 13 อังสตรอม

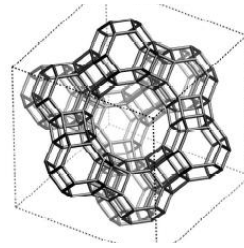
ตารางที่ 2.1 ขนาดของช่องเปิดของซีโอไลต์ชนิดต่าง ๆ (Szostak, 1998)

Zeolite	Number of Rings	Pore diameter (Å)	Pore/Channel 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 5.5	Intersection
Zeolite Y	12-membered oxygen ring	7.4	One dimensional
AlPO ₄ -5	12-membered oxygen ring	7.3	Intersection



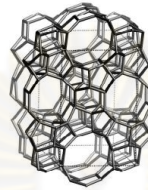
LTA

framework viewed along [001]



FAU

framework viewed along [111]

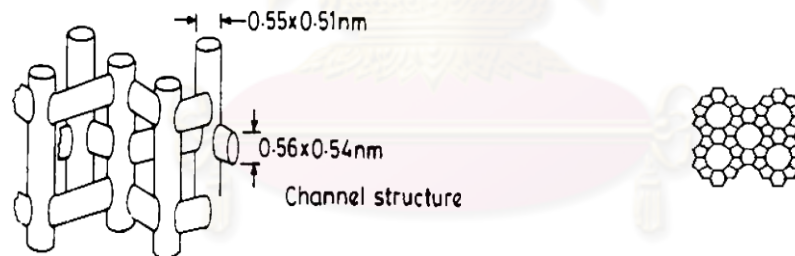


MFI

framework viewed along [010]

รูปที่ 2.7 โครงสร้างสามมิติของซีโอไลต์ Linde Type A (LTA)

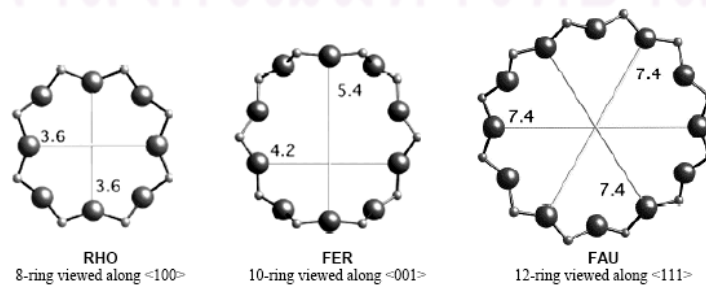
ซีโอไลต์ Faujasite (FAU) และซีโอไลต์ ZSM-5 (MFI) (Baerlocher, 2001)



side view of channel structure

top view of channels

รูปที่ 2.8 โครงสร้างของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 (Bhatia, 1990)



RHO
8-ring viewed along <100>

FER
10-ring viewed along <001>

FAU
12-ring viewed along <111>

รูปที่ 2.9 ขนาดและลักษณะทางเรขาคณิตของช่องเปิดสำหรับซีโอไลต์ (Barrer, 1986)

ตารางที่ 2.2 ซีโอไลต์ต่างๆ แบ่งตามลักษณะโครงสร้างและรูปทรงของวงแหวน (Szostak, 1998)

12-membered ring	10-membered ring	8-membered ring
Faujasite (Type X, Y)	ZSM-5 (Silicate)	Type A, ZK-5
Mordenite	ZSM-11	Bikitate
Cancrinite	Dachiardite	Brewsterite
Gmelinite	Epistilbite	Chabazite
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

นอกจากนี้ หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิของซีโอไลต์ ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้นสามารถใช้เป็นเกณฑ์ในการแบ่งประเภทของซีโอไลต์ตามลักษณะการเชื่อมต่อกันดังนี้ (Breck, 1974)

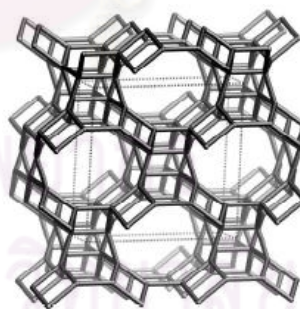
ประเภทของซีโอไลต์ที่แบ่งตามลักษณะการเชื่อมต่อของ หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิในโครงสร้างของซีโอไลต์ ได้แก่

1. Analcite Group เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-ring กับ 6-ring โดยมี 2 รูปแบบ คือ Analcite และ Laumontite ดังรูปที่ 2.10

2. Natrolite Group มีลักษณะโครงสร้างเป็นสายโซ่ที่เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-ring จำนวน 4 วง โดยการเชื่อมต่อกันจะมี 3 รูปแบบ คือ Natrolite, Edingtonite และ Thosonite ดังรูปที่ 2.11
3. Chabazite Group โครงสร้างประกอบไปด้วย 6-ring ต่อขนานกัน ซึ่งมีการเชื่อมต่อกันหลายรูปแบบ เช่น Offretite และ Reionite ดังรูปที่ 2.12
4. Phillipsite Group โครงสร้างประกอบไปด้วย 4-ring ต่อขนานกัน ดังรูปที่ 2.13
5. Heulandite Group โครงสร้างเกิดจาก 5-ring 4 วงเชื่อมต่อกันกับ 4-ring 2 วง ซึ่งเป็นโครงสร้างกลางของกลุ่ม ดังรูปที่ 2.14
6. Mordenite Group โครงสร้างเกิดจาก 5-ring 4 วงเชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างกลางของกลุ่ม โครงสร้างใน Mordenite Group มีทั้งหมด 7 รูปแบบ คือ mordenite, epistilbite, ferrierite, bikitaite, dachiardite, ZSM-5 และ ZSM-11 ดังรูปที่ 2.15
7. Faujasite Group ซีโอไลต์ในกลุ่มนี้แบ่งออกเป็น Sodalite และ ZK-5 ดังรูปที่ 2.16
8. Melanophlogite Group ในกลุ่มนี้ ประกอบไปด้วย ZSM-39 และ melanophlogite ซึ่งแต่ละหน่วยที่ประกอบเป็น ZSM-39 และ melanophlogite จะมีหลายรูปแบบ เช่น 12-hedron, 12-hedron, 12-hedron และ 12-hedron ดังรูปที่ 2.17
9. Lovdarite Group เกิดจากการเชื่อมต่อกันของ 4-ring และ 8-ring ดังรูปที่ 2.18

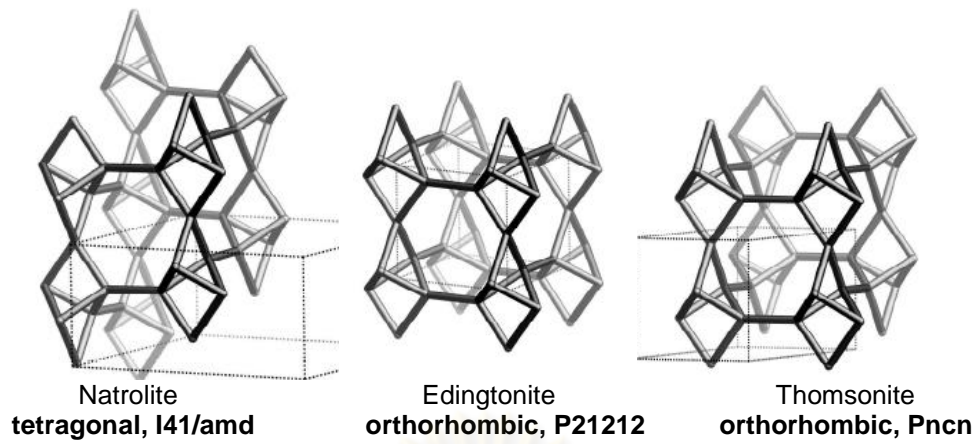


Analcite (ANA)
cubic, $Ia3d$

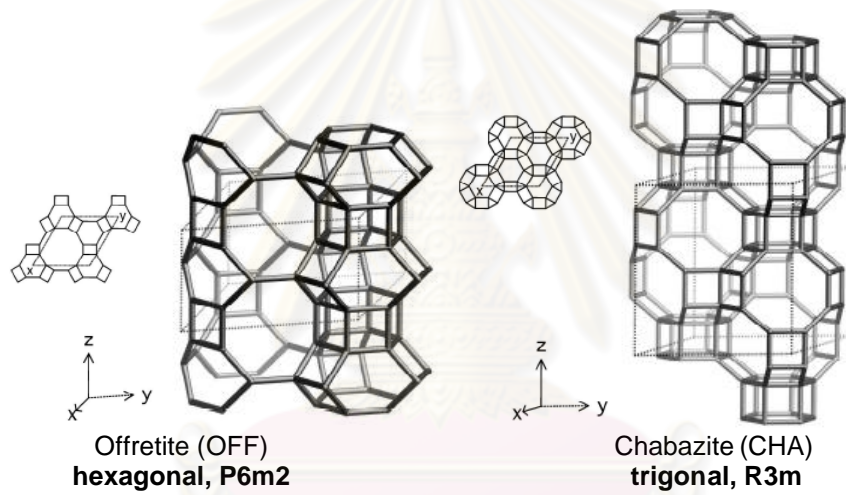


Laumontite (LAU)
monoclinic, $C2/m$

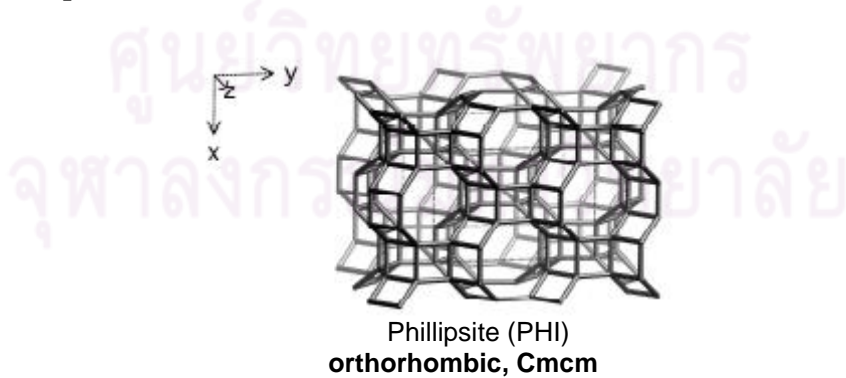
รูปที่ 2.10 โครงสร้างของ Analcite Group (Baerlocher, 2001)



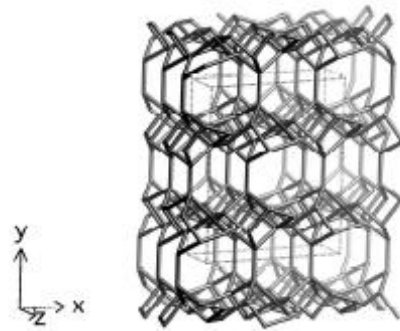
รูปที่ 2.11 โครงสร้างของ Natrolite Group (Baerlocher, 2001)



รูปที่ 2.12 โครงสร้างของ Chabazite Group (Baerlocher, 2001)

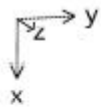


รูปที่ 2.13 โครงสร้างของ Phillipsite Group (Baerlocher, 2001)

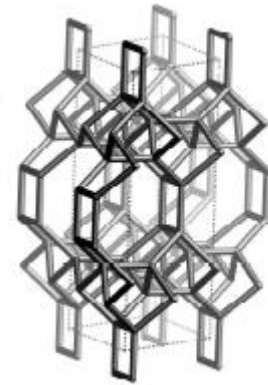


Heulandite (HEU)
monoclinic, $C2/m$

รูปที่ 2.14 โครงสร้างของ Heulandite Group (Baerlocher, 2001)

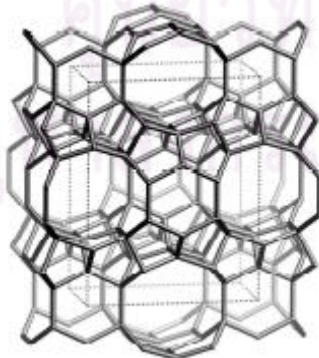
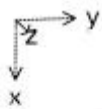


mordenite (MOR)
orthorhombic, $Cmcm$

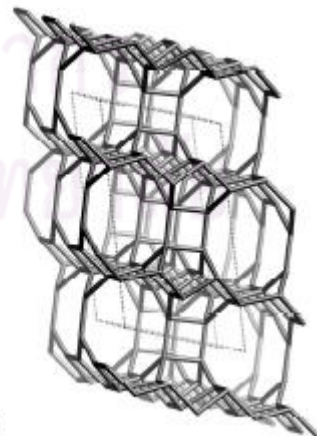


epistilbite (EPI)
monoclinic, $C2/m$

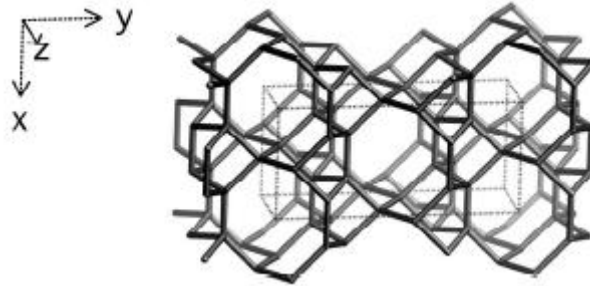
รูปที่ 2.15 โครงสร้างของ Mordenite Group (Baerlocher, 2001)



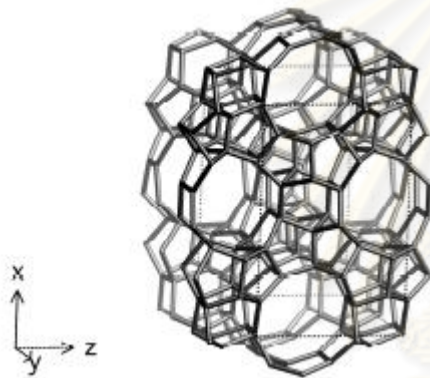
Ferrierite (FER)
orthorhombic, $Immm$



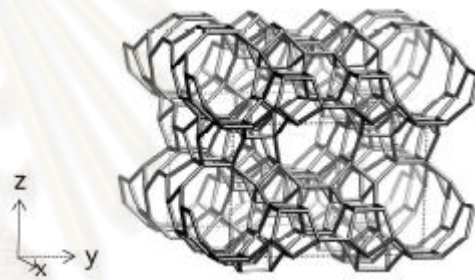
dachiardite (DAC)
monoclinic, $C12/m1$



bikiataite (BIK) **triclinic, P1**

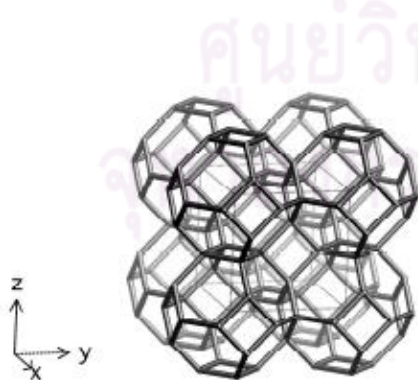


ZSM-5
orthorhombic, Pnma

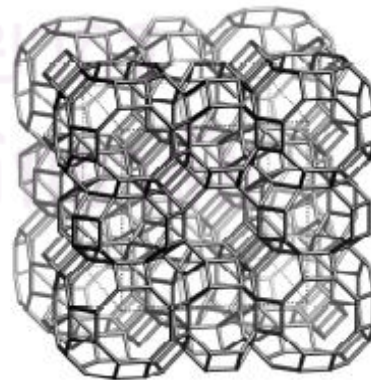
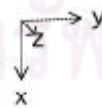


ZSM-11
tetragonal, I4m2

รูปที่ 2.15 โครงสร้างของ Mordenite Group (Baerlocher, 2001) (ต่อ)

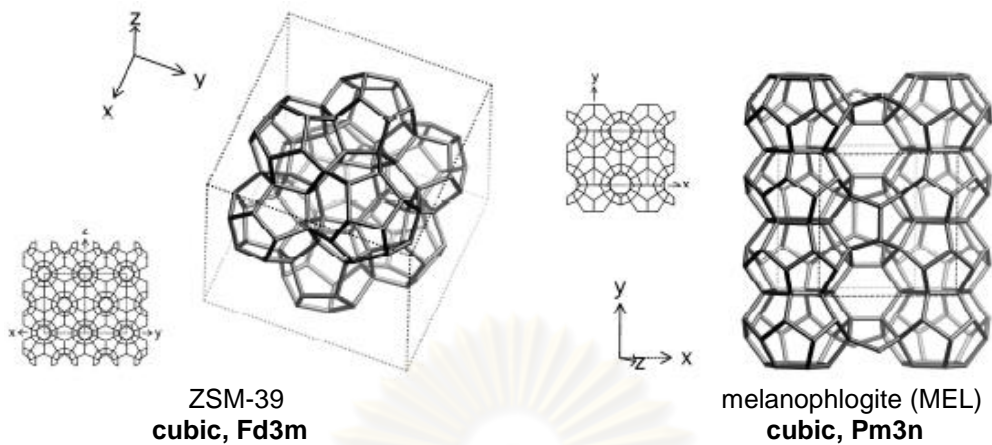


SOD
cubic, Im3m

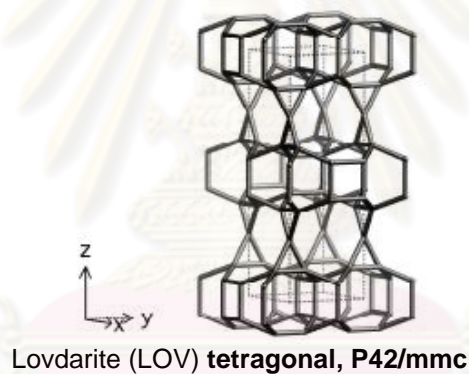


ZK-5
cubic, Im3m

รูปที่ 2.16 โครงสร้างของ Faujasite Group (Baerlocher, 2001)



รูปที่ 2.17 โครงสร้างของ Melanophlogite Group (Baerlocher, 2001)



รูปที่ 2.18 โครงสร้างของ Lovdarite Group (Baerlocher, 2001)

2.1.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ (จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547; Dyer, 1988)

ซีโอไลต์แบ่งตามการกำเนิดได้ 2 วิธี คือ ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ และซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมี

2.1.3.1 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ (Mineral zeolite or natural occurring zeolite) ส่วนมากค้นพบจากการทำเหมืองแร่ ซีโอไลต์จากธรรมชาติเป็นกลุ่มของผลึกอะลูมิเนียมซิลิเกตของโมโนหรือไดวาเลนต์เบส (Mono or divalent bases) อาจมีการสูญเสียน้ำในผลึกบางส่วนหรือทั้งหมด โดยที่โครงสร้างจะไม่มีเปลี่ยนแปลง ตัวอย่างซีโอไลต์จากธรรมชาติได้แก่

Faujasite, Erionite, Chabazite, Offertite, Gmelinite, Mordenite และ Heulandite เป็นต้น โดยประเภทของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติสามารถแบ่งได้ตาม Hydrological system ดังนี้

1. Saline, Alkaline Lakes ซีโอไลต์ชนิดนี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิดตามการเปลี่ยนแปลงของผิวโลก คือ arid region และ semiarid region การตกตะกอนในลักษณะนี้จะทำให้เกิดระบบ close basin และควบคุมการเปลี่ยนแปลงของ clastic material และ basin edge สิ่งเหล่านี้เป็นส่วนสำคัญในการควบคุม lake chemistry
2. Saline, Alkaline Soils ภาวะภูมิอากาศเป็นตัวควบคุมการเกิดซีโอไลต์ชนิดนี้ การก่อตัวใน arid region และ semiarid region เกิดจากการระเหยของน้ำที่ผิวดินที่เกิดจากโซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไบคาร์บอเนต โดยน้ำฝนจะไหลซึมผ่านชั้นดิน แล้วจะละลาย โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไบคาร์บอเนต ทำให้ค่าความเป็นกรด-เบสสูงขึ้น และทำให้เกิดอะลูมิเนียมซิลิเกตในพื้นที่ดินชั้น
3. Marine Sediments ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากตะกอนที่อยู่ในทะเลภายใต้อุณหภูมิต่ำ และค่าความเป็นกรด-เบสที่เป็นกลาง
4. Open Hydrologic System ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากการเปลี่ยนแปลงของน้ำใต้ดินที่ไหลผ่าน porous pyroclastic ซึ่งทำปฏิกิริยากับ vitric ash
5. Hydrothermal System ซีโอไลต์ชนิดนี้เกิดจากระบบที่มีแอลคาไลน์กับสารละลายกรดอ่อน การตกตะกอนถูกกำหนดจาก ปัจจัยของอุณหภูมิ ความสามารถในการเปียกได้ของแร่หิน และ ลักษณะของของไหลที่ไหลผ่าน ในส่วนที่ตื้นและเย็นที่สุดจะเกิดซีโอไลต์ชนิด mordenite และ clinoptilolite สำหรับในส่วนที่ลึกและร้อนกว่าจะเกิดซีโอไลต์ชนิด analcime และ laumontite
6. Burial Diagenetic System ซีโอไลต์ชนิดนี้จะอยู่ในตะกอนที่เกิดจากภูเขาไฟ (Volcanolastic sediment)
7. Magmatic System ซีโอไลต์ชนิดนี้เป็นซีโอไลต์ที่ตกผลึกอยู่ระหว่างชั้นของหินแมกมาที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาของของเหลวกับหินที่อยู่ล้อมรอบซีโอไลต์ ส่วนมากจะพบในหินอัคนี และอาจพบบ้างใน interstitial และ globules

8. ซีโอไลต์ที่พบบนปากปล่องภูเขาไฟ เป็นซีโอไลต์ที่พบบนปากปล่องภูเขาไฟในประเทศเยอรมัน ช่องว่างภายในผลึกจะเต็มไปด้วย analcime, clinoptilolite, erionite, harmotome และ phillipsite

2.1.3.2 ซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมี (Synthetic zeolite) เกิดจากการทำปฏิกิริยาของออกไซด์พื้นฐานต่างๆ เช่น Al_2O_3 , SiO_2 , Na_2O และ K_2O ในระบบที่มีน้ำ การสังเคราะห์ทำได้ทั้งในลักษณะที่เป็นเจล (Gelation) เป็นรูพรุน (Porous) และลักษณะที่คล้ายเม็ดทราย (Sandlike) ซึ่งเป็นประโยชน์ในการที่จะได้ซีโอไลต์ที่มีองค์ประกอบและโครงสร้างตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน ตัวอย่างของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติและที่ได้จากการสังเคราะห์ แสดงดังตารางที่ 2.3

องค์ประกอบหลักในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ประกอบด้วย

1. อะลูมิเนียม การสังเคราะห์ซีโอไลต์ในการทดลองโดยทั่วไปจะใช้ สารประกอบของโลหะอะลูมิเนียม (Metal aluminates) เป็นสารตั้งต้น ส่วนใหญ่ที่นิยมใช้กัน คือ ไฮเดรียมอะลูมิเนียม หรือ บางครั้งอาจใช้แหล่งแร่อะลูมิเนียมตามธรรมชาติ เช่น แก้ว feldspar หรือ feldspatoides หรือ $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$ อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์
2. ซิลิกอน โดยทั่วไปจะใช้สารละลายของซิลิกา เช่น ซิลิกาโซล โดยมี ซิลิการ้อยละ 30 โดยน้ำหนัก บางครั้งอาจใช้ซิลิกาเจล แก้ว ทรายแร่ เป็นต้น
3. ไอออนบวก ได้แก่ ไอออนของโลหะหมู่ I และหมู่ II ที่อยู่ในรูปของไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้สามารถได้จากสารประกอบออกไซด์ และเกลือชนิดอื่นๆ ของโลหะหมู่ I และ II ได้
4. สารเคมีอื่น ๆ เช่น สารประกอบอินทรีย์ (Organic compounds) ที่แตกตัวให้ไอออนบวก 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	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{CaCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Chabazite	rhombohedrol	$(\text{Ca}, \text{Na})_2\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24} \cdot 13\text{H}_2\text{O}$
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	$\text{Na}_{13}\text{Ca}_{11}\text{Mg}_9\text{K}_2\text{Al}_{55}\text{Si}_{37}\text{O}_{384} \cdot 235\text{H}_2\text{O}$
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	$(\text{Na}, \text{etc})_8\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
L	hexagonal	$\text{K}_9\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72} \cdot 22\text{H}_2\text{O}$
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	$\text{KCaMgAl}_{15}\text{Si}_{13}\text{O}_{30} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$
Sodalite	isometric	$\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24} \cdot 2\text{NaCl}$
ZK-5	isometric	$\text{Na}_{30}\text{Al}_{30}\text{Si}_{66}\text{O}_{192} \cdot 98\text{H}_2\text{O}$

โดยทั่วไปการสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal process) โดยใช้สารประกอบอะลูมินา (เช่น sodium aluminates หรือ aluminum sulfate) และซิลิกา (เช่น sodium water glass, silica solution) ทำปฏิกิริยากับเบส เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ NR^{4+} เกิดเป็นเจลที่มีลักษณะเป็นสารเนื้อเดียวกันซึ่งอยู่ในสภาพสารละลายต่างอิ่มตัวยิ่ง (Analkaline supersaturated solution) และแปลงสภาพเป็นโครงสร้างรูพรุนของผลึกอลูมิโนซิลิเกต (Microporous crystalline aluminosilicate) ภายในเวลาที่กำหนด อุณหภูมิการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วงประมาณ 150 องศาเซลเซียส หรือสูงกว่านั้น และความดันเท่ากับความดันของไอน้ำอิ่มตัวในขณะนั้น บางครั้งในระบบอาจเกิดเป็นผลึกซีโอไลต์มากกว่าหนึ่งชนิด ซึ่งเรียกกระบวนการทางเคมีนี้ว่ากระบวนการซีโอไลติเซชัน (Zeolitization) ขั้นตอนสำคัญในการเกิดซีโอไลติเซชัน ได้เป็นซีโอไลต์ที่ต้องการ ได้แก่ ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (Aging period) และกลไกการเกิดผลึก (Mechanism of crystallization)

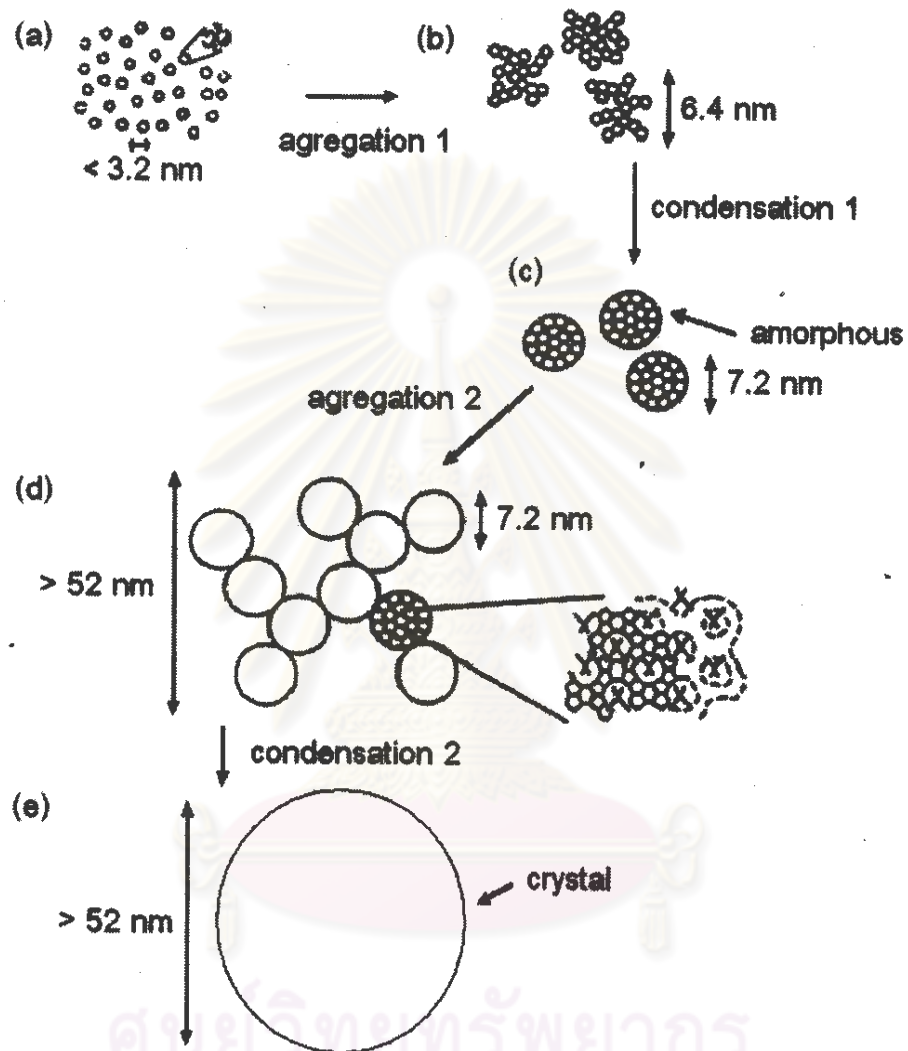
ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก คือช่วงเวลาและปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นภายหลังการเตรียม เจล โดยที่อุณหภูมิของเจลมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (Crystallization temperature) สิ่งหนึ่งที่สำคัญในช่วงระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก คือการละลายหรือดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (Depolymerization) ของซิลิกาด้วยเบส ซึ่งการละลายดังกล่าวเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของซิลิกา ผลิตภัณฑ์เริ่มแรกที่ได้อยู่ในรูปของโมโนเมอร์ซิลิเกตแอนไอออน (Monomeric silicate anions) หลังจากนั้นจะถูกเปลี่ยนไปเป็นโอลิโกเมอร์ (Oligomeric species) โดยผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (Condensation polymerization) ระหว่างโอลิโกเมอร์ซิลิเกตกับโมโนเมอร์ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ เกิดเป็นโครงสร้างอะลูมิโนซิลิเกต

กลไกการเกิดผลึก แบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่การอิ่มตัววดยิ่ง (Supersaturation) การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโตของผลึกซีโอไลต์ (Crystal growth)

1. การอิ่มตัววดยิ่ง เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นระหว่างการตกผลึก และเกิดได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ในขั้นตอนนี้ความเข้มข้นขององค์ประกอบ อะลูมิเนียมและซิลิกอน ที่ถูกละลายจะเพิ่มมากขึ้น ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของสารละลายจาก สารละลายที่มีเสถียรภาพไปเป็นสารละลายที่มีเสถียรภาพไม่แน่นอน (Metastable solution) และสุดท้ายอยู่ในสภาพที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ (Labile solution)
2. การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) ของสารละลายอิ่มตัววดยิ่ง แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกคือ การเกิดนิวเคลียสขั้นปฐมภูมิ (Primary nucleation) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น การเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อเดียว (Homogeneous nucleation) และแบบเนื้อผสม (Heterogeneous nucleation) โดยที่การเกิดนิวเคลียสแบบ หลังเกิดจากการเหนี่ยวนำของสิ่งแปลกปลอมที่มีอยู่ในสารละลาย (Impurities or foreign particles) และขั้นตอนที่สอง คือ การเกิดนิวเคลียสขั้นทุติยภูมิ (Secondary nucleation) ซึ่งเกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของผลึกที่เกิดขึ้น
3. การเติบโตของ ผลึกซีโอไลต์ เป็นปรากฏการณ์ที่ เกิดขึ้นหลังจากการเกิดนิวเคลียส โดยนิวเคลียสจะเกิดการเติบโตโดยการเพิ่มหรือควบแน่นขององค์ประกอบ ที่ละลายอยู่ กลายเป็นผลึกซีโอไลต์ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นและสมบูรณ์มากขึ้น

ลักษณะของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งประกอบไปด้วยอัตราส่วนของ $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ของสารตั้งต้น อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ปริมาณน้ำที่เติมเข้าไป ช่วงระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อัตราเร็วในการกวน และปริมาณของ

ประจุบวกของทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ปะปนอยู่ โดยปกติการก่อตัวของซีโอไลต์มีความสลับซับซ้อนมาก



รูปที่ 2.19 การเกิดซีโอไลต์จากอนุภาคของเจล (จตุพร วิทยาคูณ

และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, 2547)

2.1.4 สมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์ (Bruce, 1991)

เมื่อพิจารณาหน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ ของซีโอไลต์ พบว่าถ้าทุกหน่วยเป็น $[\text{SiO}_4]^{4-}$ สูตรอย่างง่าย (empirical) ของสารนี้คือ SiO_2 นั่นเอง ซึ่งมีสภาพประจุเป็นกลาง แต่ถ้าแทนที่ $[\text{SiO}_4]^{4-}$ ด้วย $[\text{AlO}_4]^{5-}$ จะได้สูตรอย่างง่าย คือ $(\text{AlO}_2)^-$ ดังนั้นจึงมีประจุลบสำหรับทุกหน่วยของ $(\text{AlO}_2)^-$ หรือ $[\text{AlO}_4]^{5-}$ ดังแสดงในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 ประจุลบที่เกิดจากการแทนที่ด้วย $(\text{AlO}_2)^-$ ในโครงสร้างของซีโอไลต์ (เลิศ รักสันติชาติ, 2545)

ตำแหน่งประจุลบที่เกิดขึ้นจะอยู่บริเวณรอบ $(\text{AlO}_2)^-$ หรือ $(\text{AlO}_5)^{5-}$ ซึ่งจะมีไอออนประจุบวกของโลหะ (Metal cation) มายึดเหนี่ยวด้วยแรงคูลอมบ์ (Coulombic force) เพื่อให้เกิดสมดุลในโครงสร้างทางประจุ ดังนั้นจำนวนประจุบวกที่พบในซีโอไลต์จะขึ้นกับจำนวนของหน่วย $(\text{AlO}_2)^-$ หรือ $(\text{AlO}_5)^{5-}$ และเลขออกซิเดชันของประจุบวก (ประจุบวกหนึ่งสำหรับโลหะแอลคาไลน์ และประจุบวกสองสำหรับโลหะแอลคาไลน์เอิร์ท) ดังนั้นซีโอไลต์จึงมีสมบัติในการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้ ประจุบวกและโมเลกุลของน้ำ เป็นส่วนที่อยู่นอกโครงสร้างตาข่าย (Framework network) ของซีโอไลต์ ดังนั้นการแลกเปลี่ยนประจุบวกหรือการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างของซีโอไลต์จึงไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เสียหาย

2.1.4.1 การแลกเปลี่ยนไอออน ซีโอไลต์สามารถเกิดการแลกเปลี่ยน ไอออนประจุบวกของโลหะที่อยู่ในผลึกกับไอออนประจุบวกอื่นๆ ในสารละลาย ได้ โดยกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุบนี้ผันกลับได้

2.1.4.2 การดูดซับน้ำ ซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำเข้าไปในช่องว่างบริเวณผนังด้านในของโพรงชนิดต่างๆ ได้ และสามารถกำจัดน้ำออกได้ที่อุณหภูมิสูงพอ

2.1.4.3 การคัดขนาดและรูปร่างของโมเลกุลที่ผ่าน เข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ ภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยโพรง ซึ่งมีทางให้โมเลกุลของสาร ใดๆ ผ่านเข้าออกได้เรียกว่าปากโพรง (Aperture) โดยที่โมเลกุลที่มีรูปร่างและขนาด เล็กกว่าหรือขนาดเดียวกับ ปากโพรง

เท่านั้นจึงจะสามารถผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ได้ ทำให้ซีโอไลต์มีสมบัติในการกรองแยกโมเลกุล

2.1.4.4 สมบัติที่สำคัญอื่นๆ ได้แก่ ความหนาแน่นของตำแหน่งกรด (Acid site density) ความแรงของกรด (Acid strength) และขนาดรูพรุน (Pore size)

2.1.5 การประยุกต์ใช้ซีโอไลต์ในปัจจุบัน (จรัส ลิมตระกูล, 2540)

จากสมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์ จึงได้มีการนำซีโอไลต์ไปใช้งานในด้านต่าง ซึ่งการนำประโยชน์จากซีโอไลต์ถูกกำหนดด้วยสมบัติพื้นฐานในระดับโมเลกุลของสาร ซึ่งมีอยู่สามด้านหลักๆ ด้วยกัน ได้แก่ เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange) เป็นตัวดูดซับ (Adsorption) และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalysis)

2.1.5.1 สารลดความกระด้างของน้ำ (Water softener)

เนื่องจากประจุบวกของโลหะที่เกาะกับซีโอไลต์นั้นเกาะอยู่อย่างหลวมๆ จึงพร้อมที่จะแลกเปลี่ยนกับโลหะอื่นเมื่ออยู่ในสารละลายได้ โดยโลหะแอลคาไลน์ เช่น โซเดียม หรือ โพแทสเซียมที่เกาะกับซีโอไลต์จะแลกเปลี่ยนประจุกับแคลเซียม และแมกนีเซียม ซึ่งเป็นประจุของโลหะในน้ำที่เป็นตัวการทำให้น้ำกระด้าง นอกจากนี้ยังมีการนำซีโอไลต์มาใช้เป็นส่วนผสม ในผงซักฟอกแทนฟอสเฟต เนื่องจากฟอสเฟตเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม

2.1.5.2 ตัวแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange resin)

จากสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวกของซีโอไลต์จึงมีการนำซีโอไลต์ไปใช้เป็นเรซินเพื่อแลกเปลี่ยนประจุกับไอออนบวกต่างๆ ได้แก่ Zn^{2+} , Sn^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} และ Mn^{2+} เป็นต้น โดยการแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวกของซีโอไลต์ขึ้นกับ ชนิดและความเข้มข้นของไอออนบวกที่ทำการแลกเปลี่ยนประจุกับซีโอไลต์ คุณสมบัติที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนประจุตัวทำละลาย และโครงสร้างของซีโอไลต์

2.1.5.3 ตัวดูดซับ (Adsorption)

เนื่องจากซีโอไลต์มีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างอันเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล โดยสามารถเลือกให้มีการเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุล และเนื่องจาก ซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำได้ดีและสามารถเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับได้เมื่อมีการให้ความร้อน จึงได้มีการนำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวดูดซับในกระบวนการทำ สารให้บริสุทธิ์ (Purification) และการแยกสาร (Separation) เมื่อซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำ หรือ ไออนในสารที่ต้องการทำให้บริสุทธิ์หรือสารที่ต้องการแยก และ น้ำในซีโอไลต์ จะระเหยออก เมื่อมีการให้ความร้อน นอกจากนี้

ซีโอไลต์ยังใช้ในการดูดซับสารอื่น เช่น แก๊สไฮโดรเจน ตะกั่ว หรือแอมโมเนีย ซึ่งเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับเช่นเดียวกับการดูดซับน้ำ และซีโอไลต์บางชนิดจะไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำแต่จะดูดซับเฉพาะโมเลกุลอินทรีย์เท่านั้น

2.1.5.4 ตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวแยกโมเลกุล (Catalysis and molecular sieve)

การใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จัดว่าเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับซีโอไลต์อย่างมาก โดยเฉพาะในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ในแต่ละปีประเทศไทย ต้องนำเข้าตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมเคมีกว่าพันล้านบาท และมากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคือซีโอไลต์ เหตุที่ข้อดีของซีโอไลต์มีสถานะเป็นของแข็งที่มีจุดหลอมเหลวสูงทำให้คงทนกว่า และนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่ายกว่าสารเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะของเหลวหรือแก๊ส ทำให้ไม่สิ้นเปลืองพลังงานและเป็นมิตรกับธรรมชาติ สมบัติการเป็นตัวแยกโมเลกุล (Molecular sieve) ของซีโอไลต์ขึ้นกับขนาดของช่องว่างที่อยู่ระหว่างโครงสร้างหน่วยย่อย และสามารถควบคุมขนาดของช่องนี้โดยควบคุมอุณหภูมิและไอออนประจุบวกที่อยู่ภายในหรืออยู่รอบๆ ช่องว่าง ทำให้บางช่องว่างนี้ไว้บางส่วนและนักเคมีสามารถเพิ่มหรือลดขนาดช่องว่างนี้ได้โดยการปรับปัจจัยสองประการดังกล่าว จึงมีการสังเคราะห์สารที่มีโครงสร้างคล้ายซีโอไลต์ และใช้สารกลุ่มนี้เป็นตัวแยกโมเลกุล และใช้สารดังกล่าวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ซึ่งนอกจากจะเป็นการประหยัดพลังงานและลดขั้นตอนเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาเคมีเร็วขึ้นแล้ว ยังสามารถสร้างมูลค่าของสารตั้งต้นให้ออกมาเฉพาะผลิตภัณฑ์ที่ต้องการเช่น เพิ่มค่าออกเทนของน้ำมัน โดยกำจัดองค์ประกอบที่เป็นสายตรงหรือแยกสารไฮโดรคาร์บอนชนิดอิ่มตัวออกจากชนิดไม่อิ่มตัว เป็นต้น

2.1.5.5 ประโยชน์อื่นๆ

การใช้งานซีโอไลต์ในประโยชน์ด้านอื่นๆ เช่น ใช้ในการเกษตร การเลี้ยงสัตว์ และการก่อสร้าง ในเชิงการเกษตรนั้น เป็นวิธีการที่เรียกว่า Zeoponic หมายถึง การนำซีโอไลต์ธรรมชาติมาปรับเปลี่ยนองค์ประกอบบริเวณที่มีการแลกเปลี่ยนประจุ ใสประจุบวกที่เป็นสารอาหารของพืชลงไปแทน ทำให้โมเลกุลของซีโอไลต์กลายเป็นแหล่งอาหารของพืช ซึ่งสารอาหารนั้นๆ จะค่อยๆ ถูกปลดปล่อยออกมาทำให้สารอาหารไม่ถูกชะล้างไปโดยง่าย เป็นการประหยัดสารอาหารได้

ตัวอย่างการนำสารซีโอไลต์ไปประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ

1. การกำจัดแอมโมเนียจากน้ำเสียของชุมชน

ในการศึกษาช่วงเริ่มต้นโดยใช้หลักการแลกเปลี่ยนไอออนเพื่อกำจัดแอมโมเนียในกระบวนการกำจัดน้ำเสียพบว่า สารอินทรีย์หลายชนิดมีความสามารถเป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออนได้ แต่ก็มีประสิทธิภาพในการดักจับไอออนของแอมโมเนียมได้ต่ำ ทำให้กำจัดแอมโมเนียมได้น้อยและเสียค่าใช้จ่ายสูง นอกจากนี้ยังทำให้เกิดปัญหาเรื่องน้ำเค็มตามมาด้วย

วิธีที่เหมาะสมที่ดีกว่าถูกนำเสนอเป็นรายงานโดย Ames ได้แสดงให้เห็นว่าการใช้ซีโอไลต์หลายชนิดที่สามารถนำมาเป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออนได้ และให้ผลดีกว่าแบบดั้งเดิม ซีโอไลต์ชนิด clinoptilolite และ Union Carbide's 400 เป็นซีโอไลต์ที่เหมาะสมที่สุดหลังจากการทดสอบโดยใช้ในโรงงานต้นแบบพบว่าแอมโมเนียนั้นถูกกำจัดออกไปได้มากถึงร้อยละ 95

2. การเติมซีโอไลต์ชนิดที่ใช้ในการคัดเลือกโมเลกุลสารได้ลงในผงซักฟอก

หน้าที่หลักของฟอสเฟตที่ผสม อยู่ในผงซักฟอก คือ ลดแคลเซียม (Ca^{2+}) และแมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) ที่มีอยู่ในน้ำกระด้างโดยใช้ซีโอไลต์ชนิดผงที่สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้ไปทำการกำจัดแคลเซียมไอออน (Ca^{2+}) และแมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) จากสารละลายแล้วแทนที่ด้วยเกลือโซเดียม โดยที่ผงซักฟอกเหล่านั้นจะรับ โซเดียมจากซีโอไลต์ชนิด Linde ผงซักฟอกที่มีซีโอไลต์เป็นส่วนผสมซึ่งลดปริมาณของฟอสเฟตที่มีอยู่ในระดับต่ำ หรือไม่มีอยู่เลยนั้นสามารถหาซื้อได้ในหลายพื้นที่ของประเทศสหรัฐอเมริกา ยุโรป และในสถานที่อื่นๆ นอกจากนี้การใช้ซีโอไลต์ในรูปแบบนี้มีปริมาณการใช้เพิ่ม ขึ้นอย่างรวดเร็ว จากการสังเกตปริมาณการใช้ซีโอไลต์ในแต่ละปีพบว่ามีความต้องการเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนกระทั่งในปัจจุบันนี้มีการใช้กันอย่างมากมายแล้วทั่วโลก

การนำซีโอไลต์มาประยุกต์ใช้แทนสารฟอสเฟต ในผงซักฟอกนั้นในช่วงแรกนั้นวิธีนี้ถูกพัฒนาขึ้นโดยเหล่านักวิทยาศาสตร์ ที่บริษัท เฮนเกล (Henkel) ในประเทศเยอรมัน และบริษัท พรอคเตอร์ แอนด์ แกมเบล (Procter & Gamble) ในประเทศสหรัฐอเมริกา ซึ่งในปัจจุบันมีการพัฒนาในเรื่องนี้อยู่มากมาย

3. การเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นน้ำมันเบนซินโดยใช้ซีโอไลต์

เนื่องจากได้มีการตระหนักถึงเรื่องของแหล่ง พลังงานทั้งหลายที่มีอยู่ในปัจจุบันที่มีโอกาสจะหมดไปในอนาคต จึงได้เริ่มมีการค้นคว้าเพื่อเสาะหาแหล่งพลังงานใหม่ที่มีไฮโดรเจนและมีศักยภาพเพียงพอที่จะเป็นแหล่งเชื้อเพลิงได้ในอนาคต

เมทานอลเป็นเชื้อเพลิงชนิดหนึ่งที่สามารถนำไปใช้กับเครื่องยนต์ได้ เนื่องจาก สามารถทำการผลิตได้ปริมาณสูงในช่วงเวลาที่สั้นจากถ่านหิน และการสังเคราะห์แก๊สโดยใช้เทคนิคที่มีอยู่ในปัจจุบัน ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงได้ทั้งโดยตรง หรือจะนำไปใช้เป็นแบบผสมกับน้ำมันเบนซินก่อนที่จะใช้กับเครื่องยนต์

กระบวนการแบบใหม่ที่ใช้ในการเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นน้ำมันเบนซิน คือ การใช้ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งกระบวนการนี้ได้ถูกพัฒนาขึ้นโดยบริษัท โมบิลออยล์ ซึ่งได้ตั้งชื่อกระบวนการนี้ว่า กระบวนการ MTG (Method to gasoline process)

บริษัท โมบิลออยล์ ได้สร้างโรงงานที่ใช้กระบวนการ MTG และได้ใช้ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 เป็นแห่งแรกที่ โมทูเนีย ประเทศนิวซีแลนด์ และเริ่มต้นทำการผลิตในปี ค.ศ. 1985 โดยที่โรงงานแห่งนี้ใช้เครื่องปฏิกรณ์ชนิดอยู่นิ่ง (Fixed bed) และที่ประเทศเยอรมันได้มีการพัฒนากระบวนการ MTG เหมือนกัน แต่แตกต่างกันที่ใช้เครื่องปฏิกรณ์ชนิดฟลูอิด ดาไดซ์เบด (Fluidized bed) เพื่อนำไปใช้ผลิตได้จริงในทางการค้า และก็สามารถประสบความสำเร็จ โดยได้มีการสร้างโรงงานต้นแบบไว้ที่เมืองเวสเซลิง (Wesseling) กระบวนการเหล่านี้สามารถเปลี่ยนให้ได้น้ำมันเบนซินถึงร้อยละ 90 และมีค่าออกเทน 90.25 กระบวนการที่ใช้เครื่องปฏิกรณ์ชนิดฟลูอิดดาไดซ์เบดได้มีการปรับปรุงกระบวนการ MTG และทำให้สามารถนำวัตถุดิบอื่นๆ เช่น แก๊สธรรมชาติ มาใช้แทนเมทานอลได้

4. การแยก กำจัด และนำโลหะกลับมาใช้ใหม่

ซีโอไลต์หลายตัวมีความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก ทำให้สามารถนำโลหะที่มีค่าเหล่านี้กลับมาใช้ใหม่ หรือ เอาไว้ใช้กำจัดโลหะหนักที่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรม และโลหะที่ปะปนอยู่ในน้ำเสียเพราะว่าเกิดความคุ้มทุนในการนำโลหะกลับมาใช้ใหม่ ซีโอไลต์ชนิด clinoptilite และ mordenite ถูกศึกษาเพื่อใช้กำจัด โลหะหนัก (โดยเฉพาะ Cd, Cu, Pb และ Zn) ที่มีอยู่ในน้ำเสีย ซีโอไลต์ที่มีความสามารถในการดูดซับโลหะได้จะทำการแลกเปลี่ยนไอออนของโลหะเงิน เพื่อดึงเอาโลหะเงินออกจากน้ำเสีย

2.2 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับดินขาว (กรมทรัพยากรธรณี, 2526; นงลักษณ์ บรรยงวิชัย, 2540)

ดินขาว (Kaolin) ซึ่งมีรากศัพท์มาจากภาษาจีนว่า เกาเลียง (Kao Liang) เป็นชื่อของภูเขาที่มียอดแหลม (High Ridge) บางทีนิยมเรียกว่า China-Clay เพื่อเป็นเกียรติแก่ประเทศจีนซึ่งเป็นผู้ที่นำดินขาวมาใช้เป็นประเทศแรก

ดินขาวเป็นแร่ชนิดหนึ่งในกลุ่มแร่ดิน (Clay) โดยทั่วไปหมายถึงดินที่มีสีขาวซึ่งส่วนใหญ่ประกอบด้วยแร่ดิน ดินขาวเกิดจากแร่อะลูมิเนียมซิลิเกต (Aluminosilicates) ที่เป็นโครงสร้างของหิน

ชนิดต่างๆ เช่น หินฟนมา (Feldspar) ไมกา (Mica) หินควอตซ์ (Quartz) หินปูน (Lime stone) ฯลฯ อยู่ มีสารอินทรีย์ (Organic matters) และออกไซด์ของโลหะต่างๆ ซึ่งทำให้เกิดสี เนื่องจากองค์ประกอบทางแร่และทางเคมีของดินขาวแต่ละแหล่งไม่เหมือนกัน จึงทำให้สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของดินขาวแต่ละแหล่งแตกต่างกันออกไป เช่น ความเป็นกรด -ด่าง การดูดซึมน้ำมัน ความขาว ความคม ความเหนียว และการขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน เป็นต้น ดินขาวมักเกิดบนที่ราบสูงทั่วไป บางแหล่งอาจพบใกล้แหล่งน้ำในที่ราบลุ่ม เนื่องจากการพัดพาของกระแสน้ำ ทำให้มีสีขาวหม่นคอนขาบปนสีเทาบาง สีเหลืองอ่อนบาง เนื่องจากมีสิ่งปนเปื้อนต่างๆ ได้ แก่ แคลเซียม (Calcium) แมกนีเซียม (Magnesium) โซเดียม (Sodium) และโพแทสเซียม (Potassium) ซึ่งทำให้ความบริสุทธิ์ของดินขาวน้อยลง การใช้กล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายสูงหรือเครื่องวิเคราะห์เอกซเรย์ จะพบว่าเม็ดดินขาวมีลักษณะเป็นผลึกแผ่นสีเหลี่ยมขนมเปียกปูนหรือแท่งหกเหลี่ยม

ดินขาวจัดเป็นแร่ที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจและอุตสาหกรรมเพราะนำไปใช้ เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมต่างๆ ได้มากมาย เช่น อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมยางและอุตสาหกรรมยาปราบศัตรูพืช เป็นต้น ปัจจุบันอุตสาหกรรมเซรามิกเป็ นอุตสาหกรรมที่โตเร็วที่สุดและได้ พัฒนาแหล่งภายในประเทศขึ้นมาใช้ กันอย่างแพร่หลายมานานแล้วซึ่งส่งผลให้อุตสาหกรรมภายในประเทศขึ้นมาใช้ กันอย่างแพร่หลายมานานแล้ว ซึ่งส่งผลให้อุตสาหกรรมเซรามิกเกิดการพัฒนายาวมากสามารถผลิตผลิตภัณฑ์ เซรามิกส่งออกทำรายได้ให้แก่ประเทศปละหลายพันล้านบาท ส่วนดินขาวที่ใช ในอุตสาหกรรมกระดาษ สี ยางและยาปราบศัตรูพืช ซึ่งมีแนวโน้มการใช้เพิ่มขึ้นตามการขยายตัวของอุตสาหกรรมดังกล่าว

2.2.1. การจำแนกดินขาวและแหล่งดินขาวในประเทศ

ดินขาวเกิดจากการสลายตัวหรือการผุพังของแร่อะลูมิเนียมซิลิเกตอันเนื่องมาจาก น้ำ ลม และแก๊สธรรมชาติ สำหรับประเทศไทยพบแหล่งดินขาวอยู่ทั่วไปทั้งภาคเหนือ ภาคกลาง ภาคตะวันออก และภาคใต้ แหล่งสำคัญที่มีการผลิตอยู่ในปัจจุบันอยู่ในเขตจังหวัด ลำปาง เชียงราย แพร่ ลำพูน อุทัยธานี อุดรดิตถ์ สุโขทัย กาญจนบุรี ลพบุรี นครนายก ปราจีนบุรี ราชบุรี กระบี่ ระนอง นครศรีธรรมราช นราธิวาส สุราษฎร์ธานี และระยอง เป็นต้น(นงลักษณ์ บรรยงวิจัย, 2540)

2.2.1.1 การจำแนกดินขาวจากแหล่งกำเนิดตามลักษณะทางธรณีวิทยา

จากแหล่งกำเนิดตามลักษณะทางธรณีวิทยาสามารถแบ่งดินขาวออกเป็น 3 ชนิด คือ (นงลักษณ์ บรรยงวิจัย, 2540)

1. แหล่งที่เกิดจากการสะสมตัวของตะกอน (Sedimentary origin) ซึ่งอาจเป็นได้ทั้งดินขาว ดินเหนียว หรือดินสี ขึ้นอยู่กับปัจจัย ที่เกี่ยวข้องหลายประการ เช่น ส่วนประกอบของหินเดิม กระบวนการผุพัง กระบวนการพัดพาและทับถม ตัวอย่างของดินเหล่านี้ ได้แก่ ดินขาวในจังหวัดเชียงราย จังหวัดระยอง จังหวัดนราธิวาส เป็นต้น ดินขาวที่มีการกำเนิดโดยการสะสมตัวของตะกอนนี้มักมี Kaolinite เป็นแร่องค์ประกอบหลัก และยังมี แร่ควอตซ์ Feldspar, Illite, Rhyolite และสารอินทรีย์ปะปนอยู่บ้างในปริมาณที่แตกต่างกันไปขึ้นกับแหล่งกำเนิด
2. แหล่งที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของหินโดยการกระทำของน้ำร้อนและแก๊สธรรมชาติ (Hydrothermal and pneumatolytic origin) โดยหินเดิมซึ่งอาจเป็นหิน ภูเขาไฟ หินแกรนิต หรือหินดินดาน ได้ถูกเปลี่ยนแปลงโดยอิทธิพลของน้ำร้อน และแก๊สที่เกิดขึ้นภายหลังไปเป็นแร่ชนิดใหม่ ดินชนิดนี้ได้แก่ ดินขาวลำปาง ดินขาวอุตรดิตถ์ และดินขาวที่บริเวณหาดส้มแป้น จังหวัดระยอง โดยหินเดิมที่เป็นแกรนิต และหิน Rhyolite เมื่อได้เปลี่ยนแปลงสภาพเป็นดินขาวแล้วจะมี Kaolinite เป็นองค์ประกอบหลัก และสารอินทรีย์ปะปนอยู่บ้างในปริมาณที่แตกต่างกันไปขึ้นกับแหล่งกำเนิดแต่จะมี หรือไม่มีแร่ควอตซ์ หรือ แร่ Illite ก็ได้
3. แหล่งที่เกิดจากการผุพังของหินที่แหล่งกำเนิด (Residual weathering origin) เป็นผลสืบเนื่องโดยตรงจากกระบวนการผุพังทำลายของหินตามธรรมชาติ และยังไม่ถูกพัดพาไปไกลจากแหล่งเดิม ตัวอย่างของดินขาวประเภทนี้ได้แก่ ดินขาวปราจีน ซึ่งจะมี Kaolinite และแร่ควอตซ์เป็นแร่องค์ประกอบหลัก อาจมีแร่ Illite ปนอยู่บ้าง

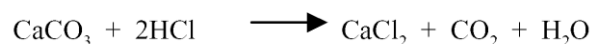
2.2.1.2 การจำแนกดินขาวจากความแตกต่างตามสารประกอบทางเคมี

การจำแนกดินขาว ที่พบในประเทศไทยจาก ความแตกต่างตามสารประกอบทางเคมีที่มีองค์ประกอบหลักที่พบในประเทศมีแบ่งได้ 2 ชนิด ดังนี้ (อายุวัฒน์ สว่างผล, 2543)

1. ดินขาวที่มีสารประกอบของอะลูมิเนียมซิลิเกต

ดินขาวที่มีสารประกอบของอะลูมิเนียมซิลิเกต เกิดจากการแปรสภาพของหินแกรนิตที่ผุพังโดยบรรยากาศ และสภาพแวดล้อมอื่นๆ จนกลายเป็นดินขาวอยู่ในแหล่งเดิม กระบวนการเกิดดินขาวชนิดนี้ มีขั้นตอนของปฏิกิริยาต่างๆ ดังนี้

โซเดียมเจี๊อปน ลักษณะของดินขาวที่มีสารประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต แสดงในรูปที่ 2.22 การตรวจสอบดินขาวที่มีสารประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต ทำโดยการหยดกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้นลงไป จะเกิดฟองแก๊สอย่างรุนแรงเนื่องจากกรดเข้าไปทำปฏิกิริยากับแคลเซียมคาร์บอเนต ทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ดังสมการ



รูปที่ 2.22 ลักษณะของดินขาวที่มีสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต

2.2.1.3 แหล่งดินขาวในประเทศ

แหล่งดินขาวที่มีสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกต แหล่งใหญ่ที่พบในประเทศไทย ได้แก่

1. แหล่งดินขาวอำเภอแจ้ห่ม จังหวัดลำปาง

ดินขาวแหล่งนี้พบที่เขাপางค่า หรือเรียกชื่อตามพื้นบ้านว่า “ม่อนดินขาว” หรือ “ม่อนตีหิน” ที่เรียกเช่นนั้น เนื่องจากเป็นแหล่งที่มีดินขาวเกิดปะปนอยู่กับหินที่ผุพัง และมีหินดินดานค่อนข้างแข็ง ชาวบ้านแถบนั้นนำหินดินดานมาใช้ทำหินลับมีด ดินขาวแหล่งนี้ เกิดจากการผุพังการสลายตัวของหินฟันม้า ที่แปรสภาพมาจากหิน Liperite จึงทำให้มีปริมาณของหินแข็งปะปนอยู่มาก และมีการสะสมตัวอยู่บนไหล่เขาตอบนบน ความหนาไม่เกิน 5 เมตร และมีผิวดินปกปิดตอบนบนหนาประมาณ 0.5 เมตร

ดินขาวอำเภอแจ้ห่ม มีสีและลักษณะที่แตกต่างกันไป เป็นก้อนแข็ง เวลาล้างจมน้ำดี เนื้อดินที่ล้างได้ประมาณ 34-68 เปอร์เซ็นต์ สีของดินมีสีขาวเหลืองถึงสีเทาอ่อน ในช่วงอุณหภูมิ 800-1,300 องศาเซลเซียสมีการหดตัว 3.4-12.0 เปอร์เซ็นต์ และการดูดซึมน้ำ 7.8-22.9 เปอร์เซ็นต์

ขนาดของเม็ดดิน 3-20 ไมครอน ความทนไฟ 1,621 องศาเซลเซียส ความแข็งแรง 136 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เมื่อแขวนลอยในน้ำมีค่าพีเอชเท่ากับ 8.3

2. แหล่งดินขาว ตำบลหาดส้มแป้น จังหวัดระนอง

เป็นดินขาวที่พบอยู่ในบริเวณเหมืองแร่ดีบุก ตำบลหาดส้มแป้น ตำบลบางวัน อำเภอเมือง จังหวัดระนอง ซึ่งเกิดจากการแปรสภาพของหินแกรนิตที่ปะปนอยู่กับหินควอตซ์ และแร่ดีบุก ดินขาวแหล่งนี้เป็นดินขาวชนิดดีที่พบเป็นแหล่งแรกในประเทศไทย โดยมีปริมาณของอะลูมินาสูงและมีปริมาณสิ่งเจือปนน้อย จึงเหมาะที่จะนำมาใช้ประโยชน์ในหลายๆ ดินขาวที่พบในแหล่งนี้เป็นดินร่วน มีสีขาว เวลาล้างจมตัวดีมาก เนื้อดินที่ล้างได้ประมาณ 20 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงอุณหภูมิ 800-1,300 องศาเซลเซียส มีการหดตัว 3.9-7.8 เปอร์เซ็นต์ และการดูดซึมน้ำ 30.0-40.5 เปอร์เซ็นต์ ขนาดของเม็ดดิน 5-30 ไมครอน ความทนไฟ 1785 องศาเซลเซียส ความแข็งแรง 102 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และมีค่าพีเอชเท่ากับ 8.5 เมื่อแขวนลอยในน้ำ

3. แหล่งดินขาว อำเภอเมือง จังหวัดอุดรธานี

ดินขาวแหล่งนี้ พบที่หมู่บ้านวังยาง และจิ้งงาม อำเภอเมือง จังหวัดอุดรธานี ส่วนใหญ่เป็นแร่ Illite ที่เกิดจากการผุพังของหิน Rhyolite มีลักษณะเป็นดินร่วน มีสีขาว ความเหนียวน้อย เนื้อดินที่ล้างได้ประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงอุณหภูมิ 800-1,250 องศาเซลเซียส มีการหดตัว 4.2-11.4 เปอร์เซ็นต์ และการดูดซึมน้ำ 2.1-20.8 เปอร์เซ็นต์ ขนาดของเม็ดดิน 3-20 ไมครอน ความทนไฟ 1,300 องศาเซลเซียส เมื่อแขวนลอยในน้ำมีค่าพีเอชเท่ากับ 8.0

2.2.2 สมบัติทางกาย

2.2.2.1 ขนาดเม็ดดิน (Particle size) เกี่ยวข้องกับความเหนียว (Plasticity) และการหดตัวของดินเมื่อแห้ง (Dried shrinkage) ซึ่งโดยเฉลี่ยขนาดของเม็ดดินที่นำมาใช้ ควรมีขนาดประมาณ 0.05 - 10 ไมครอน ในปัจจุบันที่ใช้นั้นในโรงงานอุตสาหกรรม จะมีขนาดเม็ดดินประมาณ 0.05 ไมครอน

2.2.2.2 ความแข็งแรงเมื่อแห้ง (Green strength) เกี่ยวข้องกับผลิตภัณฑ์ ดิบ (Green ware) มากเพราะดินขาวที่มีความเหนียวน้อย เมื่อขึ้นรูปแล้วจะเปราะง่าย โดยเฉลี่ยความแข็งแรงของดินขาวควรอยู่ระหว่าง 40-120 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว

2.2.2.3 การหดตัวหลังจากการเผา (Fired shrinkage) เกี่ยวข้องกับขนาดรูปร่างของผลิตภัณฑ์ โดยทั่วไปแล้วดินขาวจะหดตัวหลังการเผาเฉลี่ยประมาณ 20 เปอร์เซ็นต์

2.2.3 สมบัติทางเคมีของดินขาว

ดินขาวมีสารประกอบทางเคมีเป็น $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ซึ่งองค์ประกอบหลักดังนี้ คือ SiO_2 , Al_2O_3 และ H_2O เท่ากับ 46.3 39.8 และ 13.9 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ซึ่งองค์ประกอบทางเคมีข้างต้น ถือเป็นหลักสากลในการวิเคราะห์ทางเคมี ซึ่งอาจเปลี่ยนแปลงไป ด้วยเนื่องจากเหตุ 2 ประการ คือ

2.2.3.1 โครงสร้างของดินขาวที่แทนที่ด้วยโลหะที่มีประจุบวก

2.2.3.2 สารประกอบอื่นๆ เจือปน ได้แก่ Quartz, Feldspar, Rutile, Pyrite, Tourmaline, Zircon, Hematite, Magnetite และ Muscovite เป็นต้น

2.2.4 ประโยชน์ของดินขาว (นงลักษณ์ บรรยงวิจัย, 2540)

การใช้ประโยชน์ของดินขาวในอุตสาหกรรมเซรามิกจะมี 2 กลุ่ม กลุ่มแรกเป็นผลิตภัณฑ์ประเภทเซนาแวร์ สโตนแวร์ เครื่องสุขภัณฑ์ กระเบื้องคุณภาพสูง ส่วนกลุ่มที่สองประกอบด้วยผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการก่อสร้าง ได้แก่ อิฐก่อสร้าง อิฐปูพื้น ท่อระบายน้ำ กระเบื้องมุงหลังคา เป็นต้น

ในอุตสาหกรรมกระดาษ มักมีการเติมดินขาวในระหว่างการผลิตเพื่อเข้าไปแทรกในช่องว่างระหว่างเยื่อกระดาษ ทำให้กระดาษมีสมบัติทางกายภาพที่ดีขึ้น มีความขาว ความเรียบ และทึบแสง นอกจากนั้นดินขาวยังช่วยดูดซึมหมึก และช่วยเพิ่มน้ำหนักของกระดาษอีกด้วย ดินขาวที่ใช้เป็นตัวเติม (filter) ในกระดาษจัดเป็นดินขาวที่มีคุณภาพสูง คือเป็นดินขาวที่มีการขัดสีหรือมีความคมต่ำ มีความละเอียดของอนุภาคและความขาวสว่างสูง ซึ่งดินขาวที่ใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษนี้จะช่วยเพิ่มราคาให้กับดินขาว มากกว่าอุตสาหกรรมเซรามิก 2 ถึง 3 เท่าตัว นอกจากนี้ในกระดาษที่ต้องการความขาว และมันมากขึ้น เช่นกระดาษปอนด์หรือกระดาษอาร์ต จะต้องใช้ดินขาวเคลือบบนกระดาษอีกชั้นหนึ่ง โดยจะต้องเป็นดินขาวที่มีความละเอียดและความขาวที่สูงกว่าดินขาวชนิดที่เป็นตัวเติมในเนื้อกระดาษ

ในอุตสาหกรรมสี ในเนื้อสีทาบ้านจะมีการเติมดินขาวเข้าไปแทนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งมีราคาแพง นอกจากนั้นการเติมดินขาวยังเป็นการเพิ่มน้ำหนักของสี ทำให้สีมีราคาถูกลง และช่วยย่นเนื้อสีและน้ำสีผสมเข้ากันเป็นอย่างดี และตกตะกอนช้า ในการนำดินขาวมาใช้ในอุตสาหกรรมสีต้องมีการพิจารณาสมบัติของดินขาวทางด้าน ความละเอียดและความหยาบของอนุภาค ความขาวสว่าง และการดูดซึมน้ำมัน

ในอุตสาหกรรมยาง การเติมดินขาวลงไปจะช่วยเพิ่มความแข็งแรง ลดความเปราะให้กับยาง ทำให้มีความคงทนต่อการขัดสี โดยดินขาวที่ใช้จะต้องมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 2 ไมโครเมตร และต้องมีธาตุแมงกานีสต่ำ

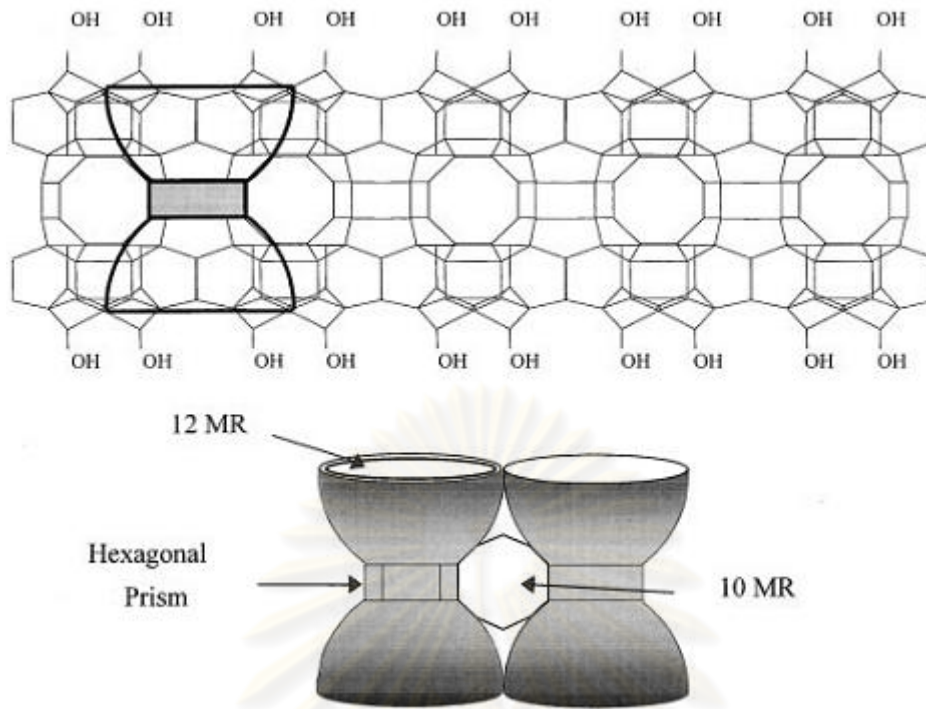
ในอุตสาหกรรมพลาสติก สามารถนำดินขาวไปใช้เป็นตัวเติมในเนื้อพลาสติกหุ้มสายเคเบิล เนื่องจากมีราคาถูกแล้ว ยังช่วยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความราบเรียบ ลดรอยร้าว และลดการหดตัวระหว่างการอบ ช่วยบดบังริ้วรอยในเนื้อพลาสติก นอกจากนี้ยังช่วยเพิ่มสมบัติในการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด และยังช่วยในการเก็บรักษาความร้อนไว้ในเรือนกระจกให้กับพืชผลทางการเกษตรอีกด้วย

ประโยชน์ในทางเภสัชกรรม และเครื่องสำอางในทางเภสัชกรรม ได้มีการนำดินขาวมาใช้ผสมเป็นยารักษาโรคกระเพาะและลำไส้ เนื่องจากดินขาวสามารถดูดซับเชื้อโรคและสิ่งมีพิษเหล่านี้ได้ สำหรับยาใช้ภายนอก ดินขาวถูกใช้ในยาระงับการระคายเคืองจากไฟไหม้น้ำร้อนลวก ในส่วนของเครื่องสำอางนั้นได้มีการผสมดินขาวเข้าไปเพื่อทำให้เกิดความละเอียด นุ่มเนียน และสามารถกลมกลืนกับสารเคมีอื่นในเครื่องสำอางได้เป็นอย่างดี

ประโยชน์ในอุตสาหกรรมอื่นๆ ได้แก่ อุตสาหกรรมปุ๋ยและยาฆ่าแมลง โดยอาศัยหลักของความสามารถในการดูดซึมของดินขาว ช่วยในการยึดจับและใช้เป็นที่อยู่ของสารที่เป็นองค์ประกอบของปุ๋ยและยาฆ่าแมลงชนิดนั้นๆ อีกทั้งยังช่วยเพิ่มน้ำหนักให้กับปุ๋ยและยาฆ่าแมลงให้ยึดกับพื้นที่ที่มีการใช้ งาน นอกจากนี้ดินขาวยังใช้เป็นส่วนผสมในยาทารองเท้าสีขาว ผสมในซีเมนต์เพื่อป้องกันไม่ให้ท้องเสีย และยังใช้ในการทำชอล์ก เป็นต้น

2.3 ซีโอไลต์ MCM-22

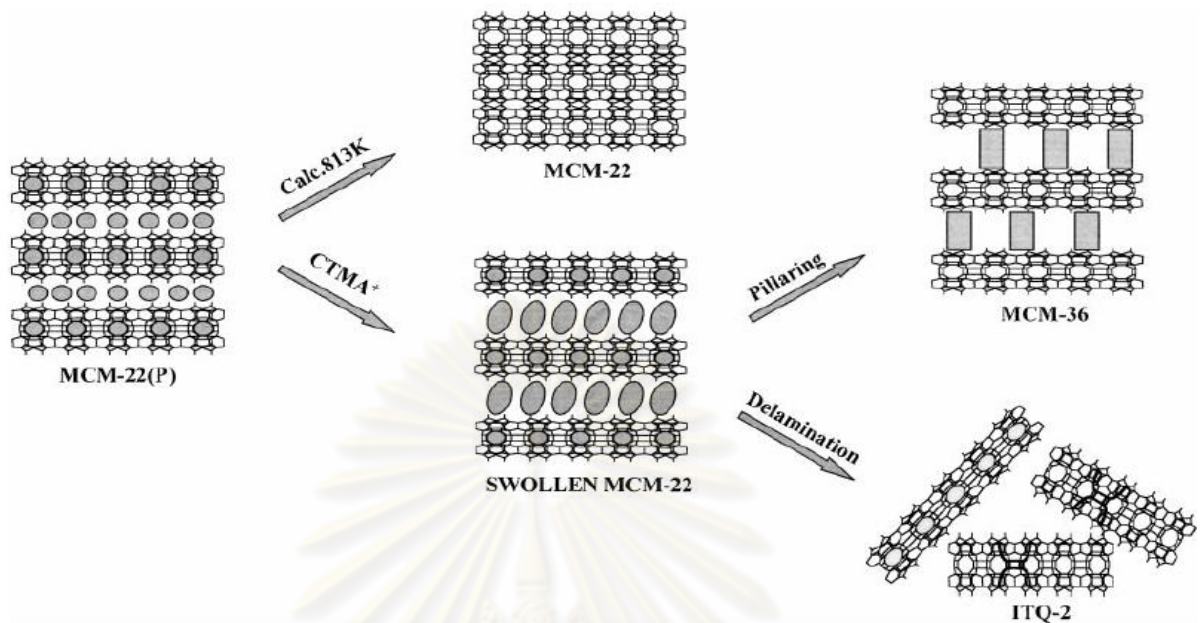
ซีโอไลต์ MCM-22 นั้น ถูกออกแบบให้เป็นโครงสร้าง MWW ซึ่งมีลักษณะเหมือนกันกับ PSH-3, SSZ-25, ERB-1 และ ITQ-1 ซึ่งโครงสร้าง MWW นั้นแสดงในรูปที่ 2 ซีโอไลต์ MCM-22 นั้นจะมีขนาดใหญ่ โดยโครงสร้างโพรงของซีโอไลต์ MCM-22 เป็นแบบ 2 ทิศทาง โดยพื้นที่ผิวภายในมีเส้นผ่านศูนย์กลางยาว 0.71 นาโนเมตร ซึ่งเกิดจากการจัดเรียงตัวของอะตอมออกซิเจน 10 อะตอมเป็นวงกลม และโพรงภายนอกที่มีขนาดรูพรุน 1.82 นาโนเมตร ซึ่งประกอบไปด้วยอะตอมของออกซิเจน 12 อะตอม



รูปที่ 2.23 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22 (Corma, Fornés, Martínez-Triguero, and Pergher, 1999)

2.3.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22

ซีโอไลต์ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22 เป็นสารที่มีรูพรุนขนาดเล็ก เตรียมได้โดยการสังเคราะห์ภายใต้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้เฮกซะเมทิลีน อิมินเป็นสารต้นแบบที่ทำให้เกิดโครงสร้าง จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง Corma และคณะ ใช้อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 Mochida และคณะ ศึกษาการเติม seed ลงไปในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ทำให้เกิดผลึกได้มากขึ้นและใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่น้อยลง และในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 นั้น ที่สภาวะแบบเหวี่ยง จะทำให้เกิดผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 ได้ดีกว่าสภาวะแบบอยู่นิ่ง และการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 นั้น โครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22 สามารถเปลี่ยนไปเป็นสารตัวอื่นได้ เช่น เมื่อเราทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงจะทำให้สารก่อโครงสร้างผลึกหลุดออกไป แต่เมื่อทำการเติม CTMA เข้าไปจะทำให้เกิดเป็น Swollen MCM-22 ออกมา แล้วเมื่อเจ้านำไปทำการ Pallaring ก็จะได้ ซีโอไลต์ MCM-36 ออกมา แล้วหากนำไปทำการ Detarmination ก็จะทำให้ชั้นของซิลิกาซีสแตกออกจากกัน เกิดเป็นซีโอไลต์ ITQ-2 ดังแสดงในรูป



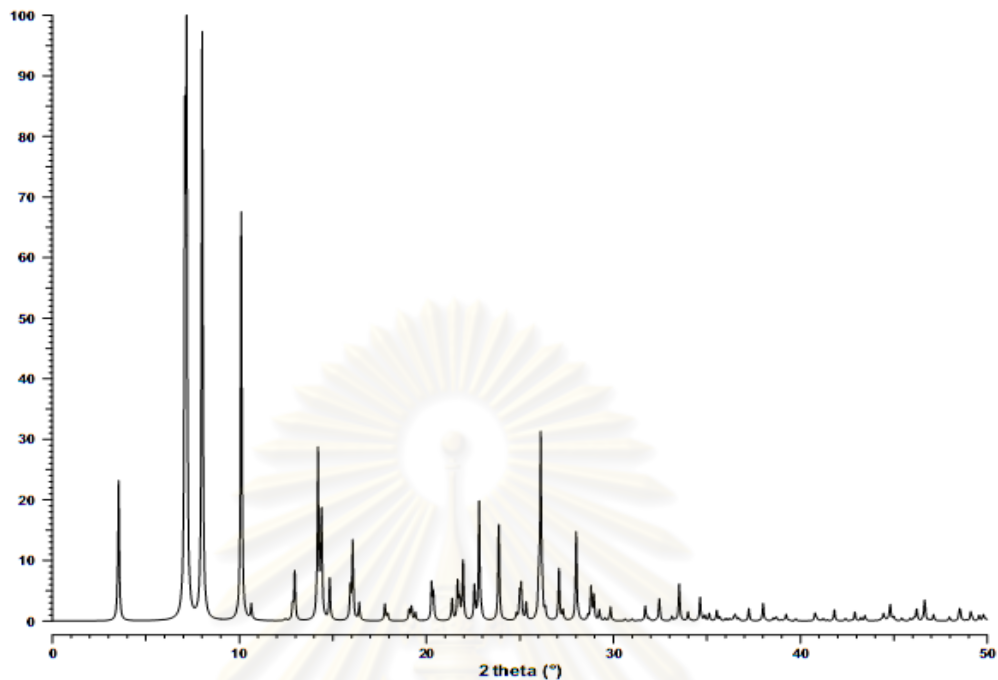
รูปที่ 2.24 แสดงการเปลี่ยนรูปของซีโอไลต์ MCM-22 เมื่อผ่านกระบวนการต่างๆ (Corma, Fornes, Martinez-Triguero, and Pergher, 1999)

2.3.2 การนำซีโอไลต์ MCM-22 ไปใช้ประโยชน์

ตัวอย่างกระบวนการที่นำซีโอไลต์ MCM-22 ไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่

- ก) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตพาราไซลีนจากโทลูอีน โดยผ่านกระบวนการดิสพรอพอร์ชันเนชัน
- ข) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการแอโรแมไทเซชันของนอร์มัลบิวเทน
- ค) เป็นตัวทำลายพันธะในกระบวนการแยกน้ำมัน
- ง) เป็นตัวดูดซับในกระบวนการทางปิโตรเคมีต่างๆ

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 นั้น ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ซึ่งรูปแบบ XRD ที่ได้ แสดงดังรูปที่ 2.25



รูปที่ 2.25 รูปแบบ XRD มาตรฐานของซีโอไลต์ MCM-22 (M.M.J. Treacy, 2001)

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Corma และคณะ ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ชนิดเอ็มซีเอ็ม 22 โดยให้มีอัตราส่วนโดยโมล ของซิลิกาต่ออะลูมินาที่แตกต่างกัน ใช้เฮกซะเมทิลีนไอมินเป็นสารก่อโครงสร้างผลึก จากการศึกษาจะได้ว่าอัตราส่วนโดยมวลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 จะทำให้เกิดผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 ซึ่งมีความบริสุทธิ์ที่สุด

Gu ray และคณะ ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ภายใต้ภาวะการหมุนและภาวะอยู่นิ่ง จากแหล่งซิลิกาที่แตกต่างกัน 3 แหล่ง โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง และใช้เฮกซะเมทิลีนไอมิน เป็นสารก่อโครงสร้างผลึก ผลการทดลองที่ได้ กรดซิลิกสามารถสังเคราะห์ได้ซีโอไลต์ MCM-22 ได้บริสุทธิ์ และได้ร้อยละของการเกิดผลึกสูง ทั้งการสังเคราะห์ภายใต้ภาวะแบบหมุนและแบบอยู่นิ่ง (มีการปล่อยให้ตกตะกอนก่อน) ส่วนแหล่งซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวต่ำ (ซิลิกาเจลและอัลตราซิล) จะสามารถสังเคราะห์ได้ซีโอไลต์ MCM-22 ภายใต้ภาวะแบบหมุนเท่านั้น ไม่สามารถสังเคราะห์ได้ในภาวะแบบอยู่นิ่งได้

Mochida และคณะ ศึกษาผลของการเติม seed ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เมื่อเติมซีดีเข้าไปจะทำให้ได้เกิดผลึกได้เร็วขึ้น และใช้เวลา ในการสังเคราะห์น้อยลง คือ น้อย กว่า 30 ชั่วโมง ในภาวะที่เหมาะสม ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 นั้นจะใช้ช่วงแคบของอัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินา และอัตราส่วนของตัวทำให้เกิดผลึกในสารตั้งต้นผสม ภายใต้ภาวะที่เหมาะสมนั้น

Chandrasekhar และคณะ นำดินขาวมาสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์ โดยจะสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์ชนิดควาย การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดควายนั้น ขั้นตอนแรกจะทำการเตรียมดินขาวก่อน โดยจะนำดินขาวมาทำการเผาที่อุณหภูมิสูง ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้เป็นเมทาควาโอลินออกมา ส่วนสารตั้งต้นอื่นที่เข้าร่วมด้วย ประกอบด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมซิลิเกต และน้ำ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดควายออกมาได้ผลึกสูง และมีความบริสุทธิ์สูงจากดินขาวได้ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 10 และใช้เวลาในการปล่อยให้ตกตะกอน เท่ากับ 10 วัน เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เท่ากับ 16 ชั่วโมง

Danilo และคณะ ทำการศึกษาผลของโซเดียมไฮดรอกไซด์และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 และซีโอไลต์ MCM-49 โดยใช้เฮกซะเมทิลีนอิมินเป็นสารก่อโครงร่างผลึก อุณหภูมิ กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเท่ากับ 150 องศาเซลเซียส ในภาวะแบบหมุนผลที่ได้คือ ที่อัตราส่วนของเฮกซะเมทิลีนอิมินต่อโซเดียม เท่ากับ 2 จะทำให้สังเคราะห์ได้เป็นซีโอไลต์ MCM-22 แต่ที่อัตราส่วนของเฮกซะเมทิลีนอิมินต่อโซเดียมต่ำๆ จะสังเคราะห์ออกมาได้เป็นซีโอไลต์ MCM-49 ส่วนในการใช้ไอออนโพแทสเซียมนั้น จะสามารถสังเคราะห์ได้เฉพาะซีโอไลต์ MCM-22 และในการสังเคราะห์ MCM-22 นั้น ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสังเคราะห์จะทำให้เกิดผลึกได้ดีกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

Delitala และคณะ ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาต่างๆ และศึกษาลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22 ภาวะที่ทำการศึกษาคือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาในช่วง 9-46 นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD SEM และ N_2 physisorption ผลที่ได้ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 21 30 และ 46 นั้น เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ SEM จะได้ว่าเกิดผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 ที่มีความบริสุทธิ์

Shaobin และคณะ ใช้ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นตัวดูดซับเพื่อกำจัดสีย้อมออกจากน้ำเสีย ซึ่งของเหลวประกอบด้วย เมทิลีนบลู คริสตัลไวโอเลต และโรดามีน บี

Guoliang และคณะ ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เพื่อนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสลายพันธะของนอมัลบิวเทนเพื่อให้เกิดเป็นโพรเพน ปฏิกิริยาการสลายพันธะของบิวเทนไป

เป็นโพรเพนนั้น ใช้ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ ซีโอไลต์ MCM-22 ที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินาสูงๆ จะส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ออกมาเป็นโพรเพนและอะโรมาติก โดยอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาที่เหมาะสมที่สุดที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เพื่อนำมาใช้ในกระบวนการสลายพันธะของบิวเทนไปเป็นโพรเพน เท่ากับ 158

Corma และคณะ ทำการเปรียบเทียบซีโอไลต์ MCM-22 ซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสลายพันธะแอลเคน กับ ซีโอไลต์ ZSM-5 และ ปีต้าซีโอไลต์

Kumar และคณะ ทำการสังเคราะห์ ศึกษาลักษณะโครงสร้างและการนำไปใช้ประโยชน์ของซีโอไลต์ H-MCM-22 Ga-MCM-22 และ Zn-MCM-22 ซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการแอโรมาไทเซชันของนอร์มัลบิวเทน โดยทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD SEM และ N_2 -adsorption การศึกษาองค์ประกอบที่เป็นกรดของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะประกอบไปด้วย Bronsted and Lewis acid กระบวนการแอโรมาไทเซชันของนอร์มัลบิวเทน ใช้ซีโอไลต์ H-MCM-22 Ga-MCM-22 และ Zn-MCM-22 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยสิ่งที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงนอร์มัลบิวเทน คือ อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล อัตราเร็วในการเปลี่ยนแปลงนอร์มัลบิวเทน และการเกิดอะโรมาติกคาร์บอน ประเภทและธรรมชาติของการเปลี่ยนแปลงนอร์มัลบิวเทนในกระบวนการแอโรมาไทเซชัน โดยการใส่ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กลไกการเกิดปฏิกิริยาของนอร์มัลบิวเทน จะพบว่าการใช้ Ga-MCM-22 และ Zn-MCM-22 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงนอร์มัลบิวเทนไปอยู่ในรูปอะโรมาติกคาร์บอนสูง ซึ่งอะโรมาติกคาร์บอนนั้น จะประกอบไปด้วย เบนซีน โทลูอีน เอทิลเบนซีน และไอโซเมอร์ของไซลีน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 รูปแบบการศึกษา

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal process) เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วนคือ การวิเคราะห์สมบัติของดินขาวที่ใช้ในการทดลอง การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว และการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 โดยได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบอิทธิพลของตัวแปรที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ได้แก่ อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนของซิลิกาต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล พร้อมทั้งวิเคราะห์สมบัติของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. ชุดเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล ภายนอกทำจากเหล็กไร้สนิม (Stainless steel) เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 เซนติเมตร ยาว 11.5 เซนติเมตร ภายในทำจากเทฟลอน (Teflon) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร ยาว 11 เซนติเมตร พร้อมตู้อบแบบแกว่งได้ ดังรูปที่ 3.2 และรูปที่ 3.3
2. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven) ดังรูปที่ 3.4
3. เตาเผาไฟฟ้า (Muffle furnace) ดังรูปที่ 3.5
4. ชุดการรีฟลักซ์
5. ตะแกรงร่อน 325 mesh ดังรูปที่ 3.6
6. ชุดเครื่องกวนแม่เหล็ก (Stirring bar)
7. หม้อดูดความชื้น (Desiccators)
8. เครื่องชั่งน้ำหนักความละเอียด 4 ตำแหน่ง
9. เครื่องวัดความเป็นกรดต่าง (pH meter)
10. ชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศ (Suction flask and vacuum pump)

11. โถปลอดความชื้น (Desiccator)
12. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
13. โกร่งบดสาร (Mortar)
14. กระจกทรงเบอร์ 93 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 110 มิลลิเมตร
15. ปีกเกอร์เทฟลอน (Teflon beaker) ขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร
16. ขวดพลาสติกสำหรับเก็บสารเคมี
17. ชุดเครื่องแก้ว ประกอบด้วย ปีกเกอร์ ขวดรูปชมพู่ ขวดวัดปริมาตร ปิเปต บิวเรต
แท่งแก้ว ขวดเก็บสาร กระจกนาฬิกา ถ้วยกระเบื้องทนความร้อน ฯลฯ



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องปฏิบัติการไฮโดรเทอร์มัล



รูปที่ 3.2 เทฟรอนภายในเครื่องปฏิกรณ์



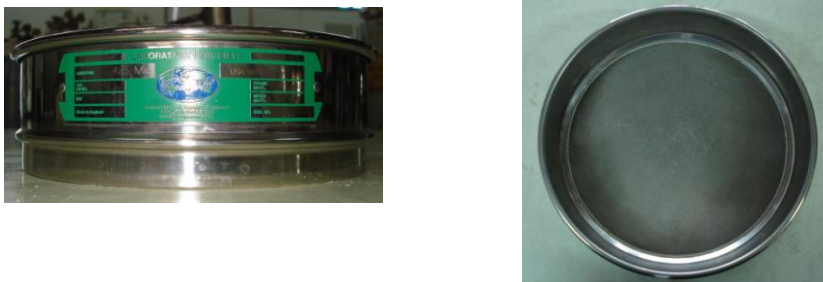
รูปที่ 3.3 ตู้อบแบบแกว่งได้รุ่น KH-02A ยี่ห้อ Hiro



รูปที่ 3.4 ตู้อบ (Hot Air Oven)



รูปที่ 3.5 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace)



รูปที่ 3.6 ตะแกรงร่อน 325 mesh

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)

เทคนิค X-ray diffraction (XRD) ดังรูปที่ 3.7 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ที่ใช้ใน งานวิจัยนี้ คือ เครื่องรุ่น JDX-8030 ยี่ห้อ JEOL เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์ พลังงานสูงที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงานจะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่วงในของอะ ตอม อนุภาคที่เป็นเป้าหลุดออกมา ทำให้เกิดออร์บิทัลว่างขึ้น อะตอมจะมีเสถียรภาพต่ำลง อิเล็กตรอนใน ชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าก็จะเข้ามาแทนที่ออร์บิทัลที่ว่างอยู่ การเข้ามาแทนที่นี้จะเกิดการคาย พลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปความร้อน และรังสีเอกซ์ และเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวดีเทคเตอร์เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้าง ต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่มิต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของ สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยว กับโครงสร้างของ ผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆ ของปริมาณ ความเป็นผลึกได้



รูปที่ 3.7 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ รุ่น JDX-8030 ยี่ห้อ JEOL

2. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF)

เทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูงไปกระทบชิ้นงานทำให้ชิ้นงานเกิดการปล่อยโฟตอนออกมา (Fluoresced) เนื่องจาก photon ที่ถูกปล่อยออกมาจากธาตุต่างชนิดในชิ้นงานจะมีความยาวคลื่นและพลังงานต่างกัน และเนื่องจากปริมาณของโฟตอน ที่เปล่งออกมาขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารนั้นๆ ข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุและธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่างได้

3. เครื่องตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ (Brunauer Emmett-Teller adsorption : BET)

เครื่อง Surface area and porosity analyzer ดังรูปที่ 3.8 เป็นเครื่องมือที่ใช้เพื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Surface area) ขนาดรูพรุน (Pore diameter) และปริมาตรรูพรุน (Pore volume) ด้วยเทคนิคการวัดการดูดซับไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) โดยอาศัยหลักการวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET)



รูปที่ 3.8 เครื่องตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ

4. เครื่องสแกนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning electron microscope : SEM)

เครื่อง SEM ดังรูปที่ 3.9 ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องสแกนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป รุ่น JSM-5800 LV ยี่ห้อ JEOL เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน (Morphology) และขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเทคนิคที่ใช้ในช่วยให้เห็นลักษณะผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาถึงระดับอะตอม ซึ่งใช้ลำอิเล็กตรอนแทนแสง โดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (Electron gun) ปล่อยอิเล็กตรอนปฐมภูมิโดยมีเลนส์รวมแสง (Condenser lens) ทำหน้าที่บังคับให้ลำอิเล็กตรอน

มีขนาดและความเข้มเหมาะสมกับตัวอย่าง โดยมีขดลวดการส่องกราด (Scanning coil) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวอนและแนวตั้งบนระนาบของตัวอย่าง โดยเลนส์ใกล้วัตถุเป็นเลนส์อิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดภาพชัด ขึ้นและตัวตรวจวัด (Detector) เป็นตัวเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพของข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะผิวหน้าและลักษณะตัวอย่าง



รูปที่ 3.9 เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป รุ่น JSM-5800 LV ยี่ห้อ JEOL

3.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. ดินขาวธรรมชาติจากแหล่งจังหวัดเพชรบูรณ์
2. โซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminat (Anhydrous); NaAlO_2) : Fluka Chemical
ประกอบด้วย
 - อะลูมินา (Al_2O_3) ร้อยละ 50 ถึง 56 โดยน้ำหนัก
 - เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก
 - โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) ร้อยละ 40 ถึง 45 โดยน้ำหนัก
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH , 97%) : Carlo Erba
4. ฟุ่มซิลิกา (Aerozil 200)

5. เฮกซะเมทิลีนอิมีน (HMI) : Acros Oronnics
6. กรดซัลฟิวริก บริสุทธิ์ร้อยละ 96.60 โดยน้ำหนัก : Fisher Chmicals
7. น้ำกลั่น
8. Seed MCM-22

3.4 การดำเนินการวิจัย

เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมใน การสังเคราะห์ซีโพลิต MCM-22 ตัวแปรที่มีผลใน การสังเคราะห์ ซีโพลิต MCM-22 ได้แก่ อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนของซิลิกาต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยทำการศึกษาตัวแปรต่างๆ ดังนี้

1. ศึกษาผลของอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัลที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโพลิต MCM-22
ภาวะ : เวลาในการเกิดผลึก 7 วัน
อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30
อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติเท่ากับ 1
ตัวแปร คือ อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 150, 160 และ 170 องศาเซลเซียส
2. ศึกษาผลของเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโพลิต MCM-22
ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส
อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30
อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติเท่ากับ 1
ตัวแปร คือ เวลาในการเกิดผลึก 3, 5 และ 7 วัน
3. ศึกษาผลของอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโพลิต MCM-22
ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส
เวลาในการเกิดผลึก 7 วัน
อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติเท่ากับ 1
ตัวแปร คือ อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา 25, 30, 35 และ 40
4. ศึกษาผลของอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติที่มีต่อการสังเคราะห์

ซีโพลิต MCM-22

ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส

เวลาในการเกิดผลึก 7 วัน

อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30

ตัวแปร คือ อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ 0.25 1 1.5

และ 2

5. ศึกษาผลของปริมาณสารก่อโครงสร้างผลึก (HMI) ที่มีต่อการสังเคราะห์ ซีโอไลต์ MCM-22

ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส

เวลาในการเกิดผลึก 7 วัน

อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30

อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ 1

ตัวแปร คือ ปริมาณสารก่อโครงสร้างผลึก (HMI) 0.00 , 0.05, 0.082 และ 0.1 กรัม

3.5 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.5.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาว

1. วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุต่างๆ ในดินขาวธรรมชาติ ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence: XRF)
2. วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี ของดินขาวธรรมชาติด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction: XRD)
3. วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของผลึก ของดินขาวธรรมชาติด้วย เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (scanning electron microscope : SEM)

3.5.2 การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว (Pretreatment)

เนื่องจากดินขาวที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นวัตถุดิบที่มาจากธรรมชาติ จึงต้องนำมาผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพก่อนทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในวัตถุดิบ การปรับปรุงคุณภาพ เบื้องต้นของดินขาว ประกอบด้วย การปรับปรุง

คุณภาพทางกายภาพ (physical treatment) และทางความร้อน (thermal treatment) การปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี (chemical treatment) และการสลายพันธะควอตซ์ (breaking quartz) ซึ่งขั้นตอนของการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้น (อมลวรรณ, 2549) ทำได้โดย

1. บดดินขาวและร่อนด้วยตะแกรงขนาด 325 mesh เพื่อให้ดินขาวมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.044 มิลลิเมตร
2. นำดินขาวที่ผ่านการบดและร่อนด้วยตะแกรงมาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. นำดินขาวที่ได้จากข้อที่ 2 มาทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส กับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 1 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. ทำการเผาดินขาวจากข้อ 3 กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เพื่อสลายพันธะควอตซ์

3.5.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ทำขึ้นภายหลังกระบวนการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของขาวด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยตัวแปรและค่าที่ทำการศึกษาในวิทยานิพนธ์แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ทำการศึกษาในวิทยานิพนธ์ และค่าที่กำหนด

ตัวแปรที่ทำการศึกษา	ค่าที่กำหนด
อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล	150, 160, 170 องศาเซลเซียส
เวลาในการเกิดผลึก	3, 5, 7 วัน
อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา	25, 30, 35, 40
อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ	0.25, 1, 1.5, 2
ปริมาณ HMI	0, 0.05, 0.082, 0.1

ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ทำได้โดย

1. นำดินขาวที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นจนผสมในสารละลาย เบส โดยให้ปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับอัตรา ส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติที่ต้องการ ปรับอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาด้วยฟุ้งซิลิกา
2. นำสารจากข้อ 1 มาเติมน้ำแล้วกวนด้วยความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 90 นาที
3. เติมสาร HMI ลงไปในสารละลายโดยใช้เวลาในการเติม 30 นาที แล้วกวนต่อไปอีก 90 นาที
4. เติม Seed MCM-22 ลงไป แล้วกวนต่ออีก 90 นาที
5. หลังจากครบ 90 นาทีแล้ว ทำการปรับสารให้มีค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1
6. นำเจลใส่ในเครื่องปฏิกรณ์ แล้วเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ และเวลาที่กำหนด โดยใช้ความเร็วรอบของการหมุนของเครื่องปฏิกรณ์เท่ากับ 15 รอบต่อนาที
7. หลังจากผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล นำสารออกมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-เบส เป็นกลาง นำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อไล่ความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
8. หลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 580 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสารก่อโคร่งร่างผลึก จะได้เป็นซีโอไลต์ MCM-22

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาว

เนื่องจากดินขาวเป็นดินที่สามารถพบได้ในหลายภูมิภาคของประเทศไทย ดังนั้นสมบัติของดินขาวจึงแตกต่างกันไปตามลักษณะภูมิประเทศที่พบ โดย ดินขาวที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้เป็นดินขาวจากจังหวัดเพชรบูรณ์ ซึ่งเป็นดินขาวธรรมชาติ มีลักษณะเป็นผงละเอียด สีของดินมีสีขาว ดังรูปที่ 4.1



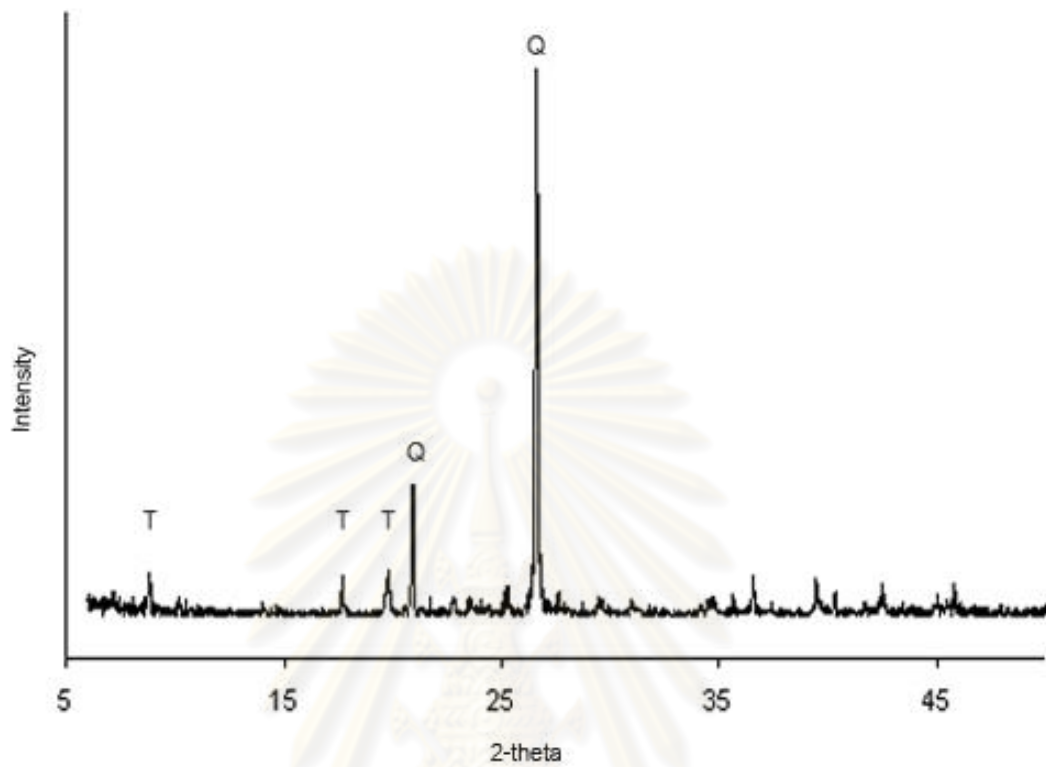
รูปที่ 4.1 ดินขาวธรรมชาติที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของดินขาว สามารถวิเคราะห์ได้จากเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) เพื่อหาชนิดและปริมาณธาตุที่อยู่ในดินขาวธรรมชาติ โดยแสดงผลในรูปแบบของสารประกอบออกไซด์ของธาตุ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าองค์ประกอบหลักของดินขาวธรรมชาติประกอบด้วยซิลิกา (SiO_2) และอะลูมินา (Al_2O_3) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่สำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยปริมาณซิลิกา และอะลูมินาที่มีอยู่ในดินขาวมีค่าเท่ากับร้อยละ 74.17 และ 11.96 โดยน้ำหนักตามลำดับ หรือมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 6.20

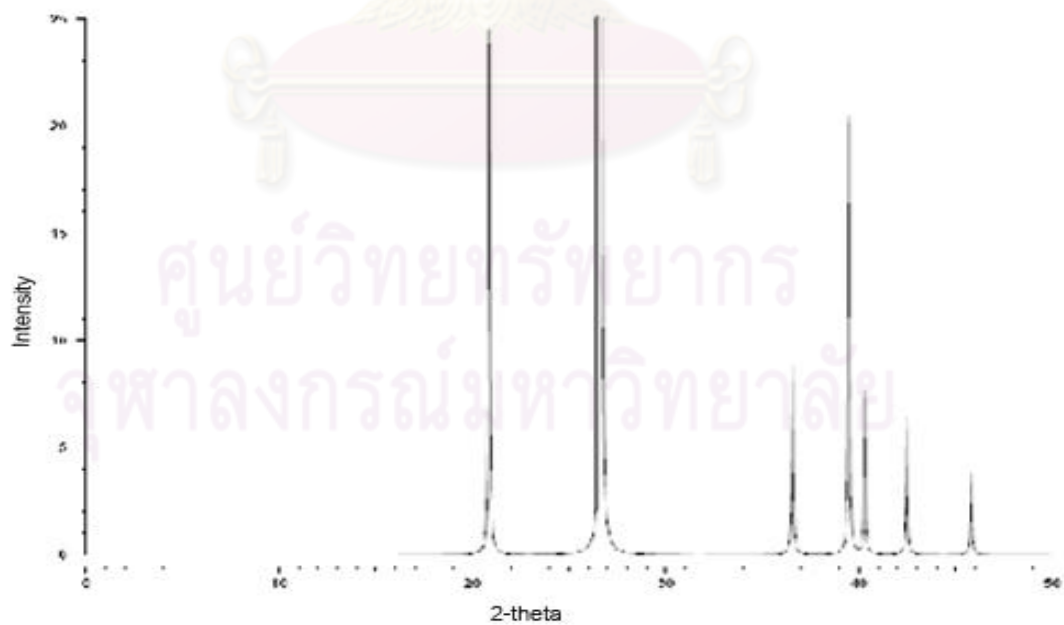
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของดินชาวธรรมชาติ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

Component	Content (% Weight)
SiO ₂	74.17
Al ₂ O ₃	11.96
K ₂ O	4.16
Fe ₂ O ₃	1.19
TiO ₂	0.1336
BaO	0.0437
ZrO ₂	0.0339
Rb ₂ O	0.0301
Y ₂ O ₃	0.0100
MnO	0.0075
ZnO	0.0059
CuO	0.0042
organic matter	8.25

นอกจากนี้เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) แสดงรูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของดินชาวธรรมชาติดังรูปที่ 4.2 ปรากฏเส้นพีคที่มีความคมซึ่งเป็นลักษณะของความเป็นผลึก (crystalline) ของสารตัวอย่าง ดังนั้นจาก รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของดินชาวธรรมชาติ จึงสามารถบอกได้ถึงความเป็นผลึกของดินขาว จากการเปรียบเทียบรูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของดินขาวกับรูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันพีคของ แอลฟาควอตซ์ (alpha quartz) ดังรูป 4.3 พบว่ารูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ปรากฏพีคตามแกน 2 theta ที่ตำแหน่งเดียวกัน ซึ่งแสดงว่าดินขาวมีแอลฟาควอตซ์ เป็นองค์ประกอบ ซึ่งควอตซ์คือรูปหนึ่งของซิลิกาไดออกไซด์ (SiO₂) ที่มีความเสถียรที่สุด ดังนั้น จึงสามารถสรุปได้ว่าซิลิกาในดินขาว อยู่ในรูปของ แอลฟาควอตซ์ และจากรูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ของดินขาวที่ปรากฏพีคในตำแหน่ง 2 theta เท่ากับ 8.8, 17.6 และ 19.8 ซึ่งเป็นตำแหน่งของแร่ Kaolinite ซึ่งเป็น หนึ่งใน กลุ่มแร่ตระกูลของอะลูมิเนียมซิลิเกต แร่ Kaolinite พบอยู่ในดินมากที่สุด จึงจัดได้ว่ามีความสำคัญมากกว่าแร่ดินชนิดอื่นๆ



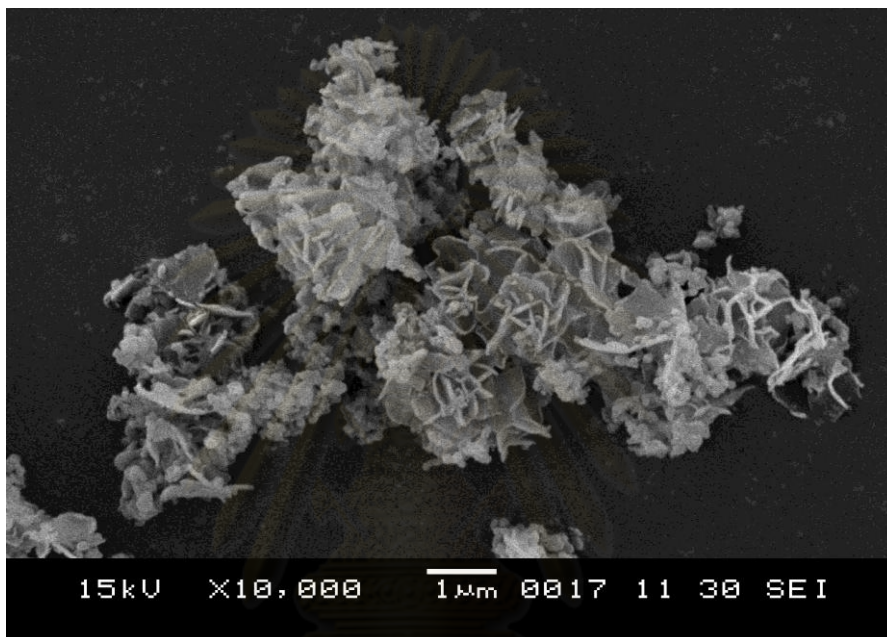
รูปที่ 4.2 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันพีคของดินชาวธรรมชาติ



รูปที่ 4.3 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันพีคของแอลฟาควอตซ์

(M.M.J. Treacy and Higgins, 2001)

เมื่อพิจารณาจากลักษณะโครงสร้างของดินขาว ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า แสดงให้เห็นลักษณะผลึกของ ดินขาว เป็นแผ่น เหลี่ยม บาง ซ้อนกันเป็นชั้น ขนาดของผลึกของดินขาวประมาณ 1.2 ถึง 10 ไมครอน ดังรูป 4.4 และเมื่อพิจารณารูปทรงผลึกของดินขาวจากรูปที่ 4.4 พบว่ามีลักษณะเป็นผลึก มีเหลี่ยม มีมุม ซึ่ง สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่ให้รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ปรากฏเส้นพีคที่มีความคมแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึก (crystalline) ของดินขาว



รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย SEM ของดินขาวธรรมชาติ กำลังขยาย 1,000 เท่า

4.2 การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว

จากผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของดินขาวจะเห็นได้ว่าดินขาวมีองค์ประกอบหลัก เป็นซิลิกาและอะลูมินาจึงมีความเหมาะสมสามารถนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ได้ อย่างไรก็ตามในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จำเป็นต้องใช้อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาสูง แต่ดินขาวที่นำมาใช้ในสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้มีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 6.20 และมีสิ่งเจือปนต่างๆอยู่มาก ดังนั้นจึงจำเป็นต้องกำจัดสิ่งเจือปนต่างๆเหล่านั้นออก ก่อนนำไปใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 นอกจากนั้นซิลิกาส่วนใหญ่ในดินขาวอยู่ในรูปของควอร์ตซ์ซึ่งจะแตกตัวและละลายในสารละลายเบสได้น้อยมากจึงอาจจะส่งผลให้อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาไม่เป็นไปตามที่คำนวณไว้ และไม่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ดังนั้นในขั้นตอนการปรับปรุงคุณภาพดินขาวเบื้องต้น จึงต้องทำการศึกษาการแตกอนุภาคของควอร์ตซ์ในดินขาวด้วย

4.2.1 การปรับปรุงคุณภาพทางกายภาพและทางความร้อนของดินขาว

การปรับปรุงคุณภาพทางกายภาพ ของดินขาวทำได้โดยการบดและคัดขนาดด้วยตะแกรง (sieve) เพื่อให้ดินขาวมีขนาดอนุภาคเล็ก ลง ซิลิกาที่อยู่ในรูปของควอตซ์มีความเสถียรลดลง และสามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายเบสได้ง่ายขึ้น การปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ทำได้โดยเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง การปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ทำขึ้นเพื่อเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในดินขาว และยังเป็นกรเปลี่ยนโครงสร้างของดิน ขาว จาก Kaolin ไปเป็น Metakaolin ซึ่งมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่า เมื่อดินขาวผ่านการปรับปรุงคุณภาพทางความร้อน ดินขาว จะมีสีเข้มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับดินขาวที่ไม่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ดินขาวธรรมชาติก่อนและหลังการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของดินขาวด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.2 พบว่าปริมาณของซิลิกาในดินขาวมีค่าเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 74.17 โดยน้ำหนัก เป็นร้อยละ 79.06 โดยน้ำหนัก หรือมีอัตราส่วนโดยน้ำหนัก ของซิลิกาต่ออะลูมินา ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$) เพิ่มขึ้นจาก 6.20 เป็น 6.94 ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อดินขาวผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง สารประกอบอินทรีย์ที่เจือปนอยู่ในดินขาวจะสลายตัว ทำให้อัตราส่วนของซิลิกาที่มีอยู่ในดินขาวมีค่าสูงขึ้น ปริมาณของซิลิกาในดินขาวที่แสดงในรูปแบบร้อยละโดยน้ำหนักจึงมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวก่อนและหลังการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

Component	Natural Kaolin	Calcined Kaolin
	(wt.%)	(wt.%)
SiO ₂	74.17	79.06
Al ₂ O ₃	11.96	11.40
K ₂ O	4.16	3.98
Fe ₂ O ₃	1.19	1.19
organic matter	8.25	4.10
Others	0.27	0.27

4.2.2 การปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี

การปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมีทำได้ โดยการรีฟลักซ์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กับสารละลายกรดและเบสที่มีความเข้มข้นต่างๆ กันดังนี้ กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อกำจัดเหล็กออกไซด์ (Fe₂O₃) ออกจากดินขาวเนื่องจากเหล็กออกไซด์ เป็นตัวขัดขวางอะลูมินัมในการเกิดเป็นโครงสร้างซีโอไลต์ จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของดินขาวที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมีด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) ดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่ากรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร และ 4 โมลต่อลิตร สามารถลด ปริมาณเหล็กออกไซด์ได้จากร้อยละ 1.19 โดยน้ำหนัก เป็นร้อยละ 0.41 และร้อยละ 0.44 โดยน้ำหนักตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี

Component	(wt.%)							
	1M HCl	4M HCl	1M H ₂ SO ₄	4M H ₂ SO ₄	1M NaOH	1M HCl	1M NaOH	1M H ₂ SO ₄
SiO ₂	82.67	82.64	81.21	80.98	82.11			81.36
Al ₂ O ₃	11.31	11.32	11.35	11.32	11.33			11.34
K ₂ O	3.34	3.43	3.53	3.49	3.45			3.42
Fe ₂ O ₃	0.41	0.44	1.44	1.67	0.42			1.41
Others	2.27	2.17	2.47	2.54	2.69			2.47

การรีฟลักซ์ด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 และ 4 โมลต่อลิตร ไม่สามารถลดปริมาณเหล็กออกไซด์ได้ ซึ่งจะเห็นว่าปริมาณเหล็กออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากการลดลงของโลหะออกไซด์ เช่น TiO_2 , BaO , ZrO_2 และ Rb_2O เป็นต้น ทำให้อัตราส่วนขององค์ประกอบอื่นๆ ในดินขาวมีค่าเพิ่มสูงขึ้น อัตราส่วนของเหล็กออกไซด์จึงมีค่าเพิ่มสูงขึ้นด้วย และการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แล้วตามด้วยสารละลายกรด ไม่ส่งผลต่อปริมาณเหล็กออกไซด์ ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า การลด ปริมาณเหล็กออกไซด์ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของสารเคมี แต่จะขึ้นกับชนิดของสารเคมีเท่านั้น โดยการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ทำให้ปริมาณเหล็กออกไซด์ลดลงมากที่สุด

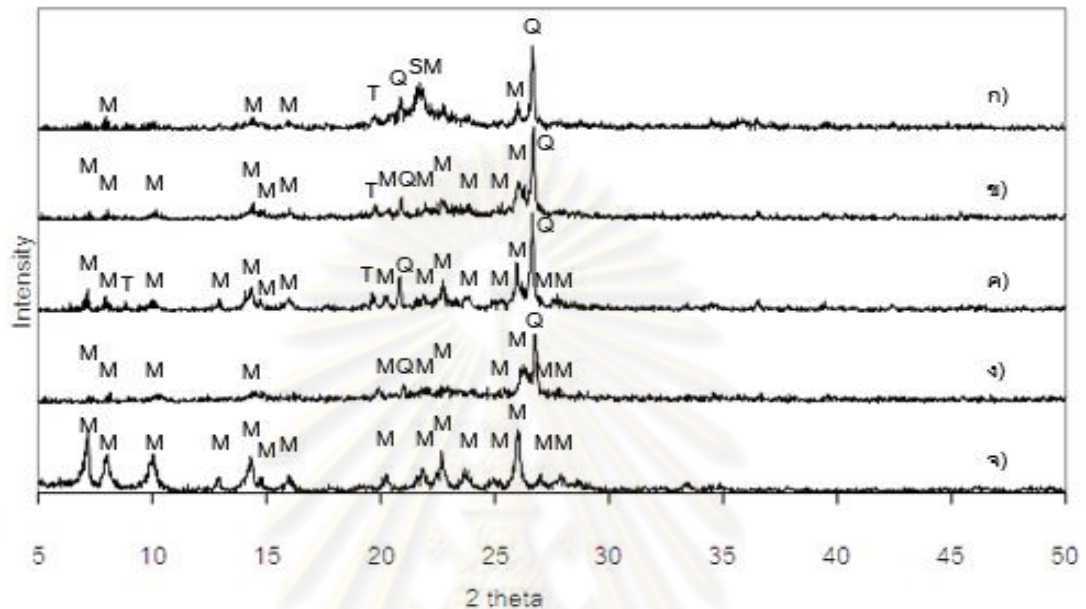
4.3 ผลของตัวแปรต่างๆ ต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาว

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของตัวแปรต่างๆ ต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ 4 ตัวแปร ประกอบด้วย อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลและอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อสาร ก่อโครงสร้าง ผลิตภัณฑ์ก็คือ เฮกซะเมทิลีนอิมีน โดยกำหนดให้ค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 กวนสารละลายด้วยอัตราเร็วคงที่ 500 รอบต่อนาที หมุนเครื่องปฏิกรณ์ด้วยความเร็ว 15 รอบต่อนาที และเติมซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน ปริมาณ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จะนำไปวิเคราะห์ลักษณะสมบัติต่างๆ ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) และ Scanning Electron Microscopy (SEM)

4.3.1 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา

ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาค่อนข้างสูง จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าที่อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาที่ เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 คือ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 [A. Corma และคณะ, 1995] ในงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 โดยศึกษาผลของอัตราส่วน โดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา ในช่วง 25-40 และทำการปรับอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาด้วย ฟุ่มซิลิกา กำหนดให้ อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคงที่ที่ 7 วัน อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 ค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และ

หมุนเครื่องปฏิบัติการที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้ที่อัตราส่วน โดยโมล ของซิลิกาต่ออะลูมินาของเจลต่างๆ พร้อมทั้งเปรียบเทียบกับ รูปแบบ XRD มาตรฐานของซีโอไลต์ MCM-22



รูปที่ 4.6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่มี

อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ ก) 40 ข) 35 ค) 30 ง) 25 จ) Seed MCM-22 ที่อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน เท่ากับ 0.9 ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 7 วัน อุณหภูมิ เท่ากับ 150 องศาเซลเซียส ซีดซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน เท่ากับ ร้อยละ 0.2

ของดินขาวธรรมชาติ

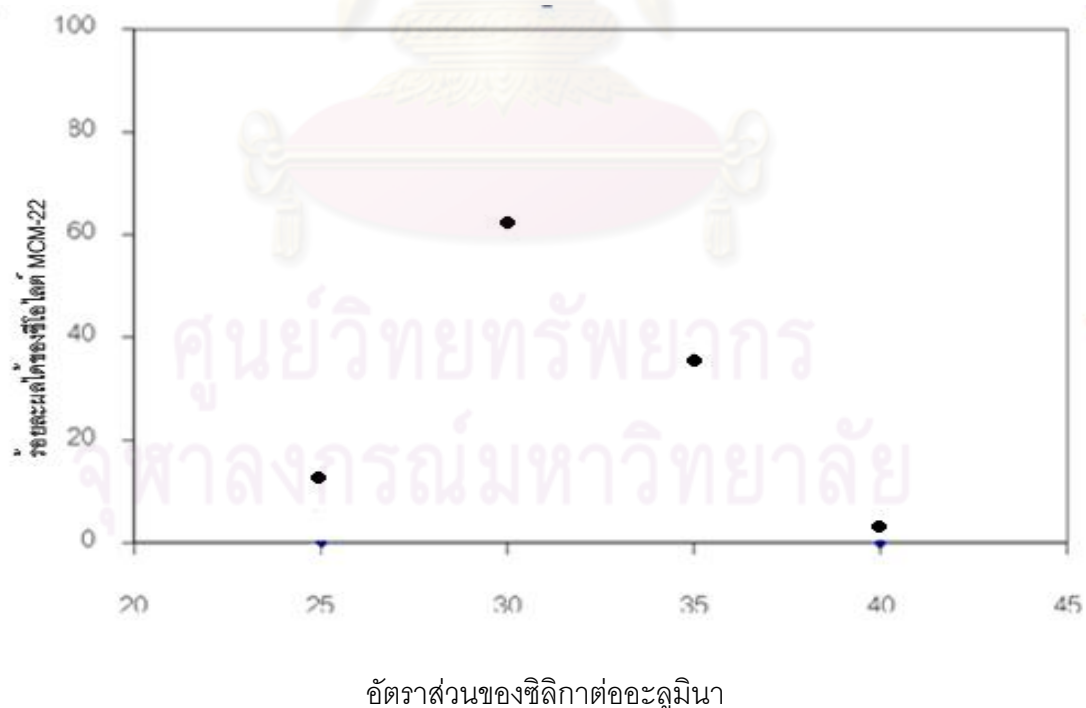
(M, T, Q แสดงตำแหน่งพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 คาโอดินไนต์ และ

ควอร์ตซ ตามลำดับ)

จากรูปที่ 4.6 พบว่ามีพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 เกิดขึ้น โดยที่เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 0.25 จะพบว่ามีพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 เกิดขึ้นบ้างแต่ไม่ครบสมบูรณ์ตามพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน และมีค่า intensity ที่ต่ำมาก แต่เมื่อทำการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาสูงขึ้นเป็น 30 และ 35 จะพบว่า จะเกิดพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ขึ้นทั้งหมดพร้อมทั้งยังมีค่า intensity ที่สูงขึ้น แต่เมื่อทำการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 จะเห็นได้ว่าพีคเอกลักษณ์ที่เกิดขึ้น

นั้นไม่เป็นไปตามพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน โดยพบได้เกิดเป็นซีโอไลต์ swollen MCM-22 (Corma, 1999) ทั้งนี้ในทุกๆอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา จะพบว่า ยังมีพีคเอกลักษณ์ของควออร์ตซ์ และคาโอลินไนต์อยู่ด้วย ทำให้ทราบว่าในการทำการเตรียมดินขาวข้างต้นนั้น สามารถลดปริมาณของควออร์ตซ์ได้น้อยมาก และคาโอลินไนต์นั้นไม่สามารถไปเกิดเป็นซีโอไลต์ MCM-22 ได้หมด และเมื่อสังเกตค่า intensity แล้วนำมาหาร้อยละผลได้ (yield) ของซีโอไลต์ MCM-22 โดยคำนวณได้จากการเปรียบเทียบระหว่าง intensity ของพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้กับรูปแบบมาตรฐานของซีโอไลต์ MCM-22 ดังแสดงในภาคผนวก ข

จากรูปที่ 4.7 แสดงร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 โดยที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 25 นั้น จะให้ร้อยละผลได้ซีโอไลต์ MCM-22 ที่น้อยมาก แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 จะได้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่เพิ่มขึ้น แต่ถ้าอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเพิ่มสูงขึ้นไปอีกร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 จะมีค่าลดลงเนื่องจากสารที่เกิดขึ้นนั้นเกิดเป็นสารอื่นร่วมด้วยไม่ใช่ซีโอไลต์ MCM-22 เพียงอย่างเดียว ดังนั้นจากการหาร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 จะได้ว่า ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 จะให้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 มากที่สุด

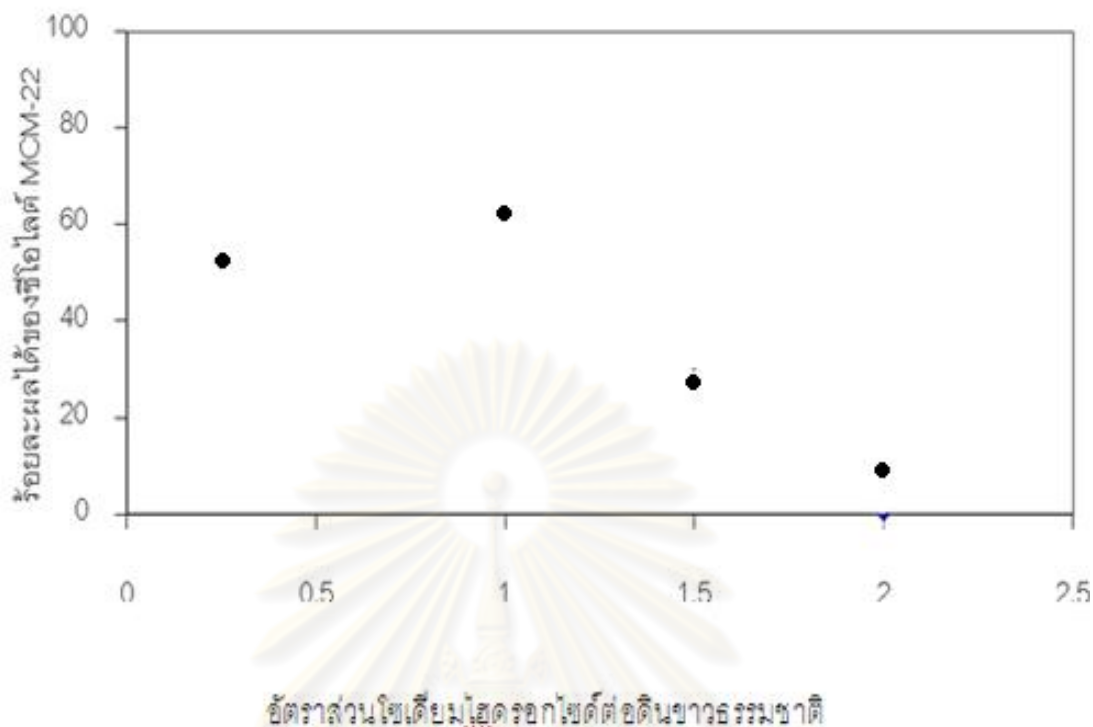


รูปที่ 4.7 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจล ที่มีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาต่างๆ

4.3.2 ผลของอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ

จากรูป XRD ตามรูป 4.6 นั้นจะพบว่าพีคเอกลักษณ์ซีโอไลต์ MCM-22 นั้นมีค่า intensity ไม่สูงมาก และยังมีพีคเอกลักษณ์ของควออร์ตซ์มีค่าสูง ดังนั้น จึงนำโซเดียมไฮดรอกไซด์มาทำการแตกพันธะของควออร์ตซ์เพื่อจะทำให้ซิลิกาที่อยู่ในรูปที่สามารถสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์ MCM-22 โดยทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยมวลโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ 0.25 1 1.5 และ 2 กำหนดให้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างซิลิกาต่ออะลูมินาคงที่เท่ากับ 30 ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคิงที่ 7 วัน อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีน-อิมีน 0.9 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 ปริมาณร้อยละ 2 ของซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน ค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และหมุนเครื่องปฏิกรณ์ที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ใช้อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลิกาต่างๆ แสดงดังรูป 4.8 เห็นได้ว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติเพิ่มขึ้น ส่งผลให้พีคเอกลักษณ์ของควออร์ตซ์มีค่า intensity ลดลง จึงทำให้พีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 มีค่า intensity สูงขึ้น แต่ถ้าใช้อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติมากเกินไปจะทำให้ พีคที่เกิดขึ้นไม่ตรงกับพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ซึ่งอาจจะเกิดเป็นสารหรือซีโอไลต์ตัวอื่นได้ ซึ่งเมื่ออัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 2 จะเกิดเป็นซีโอไลต์ ZSM-5 เป็นส่วนมาก เหตุที่ เกิดเป็นซีโอไลต์ ZSM-5 ได้นั้น เนื่องจากภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 และ ซีโอไลต์ ZSM-5 นั้น มีภาวะในการสังเคราะห์ที่ใกล้เคียงกัน จึงส่งผลให้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ในบางภาวะนั้น จะเกิดเฟสของซีโอไลต์ ZSM-5 เกิดขึ้นด้วย

จากรูปที่ 4.9 แสดงร้อยละของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้ จะพบว่าที่อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติต่างๆนั้น จะได้รับร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 มีค่าน้อยเนื่องจากไม่สามารถทำลายพันธะของควออร์ตซ์ให้มาอยู่ในรูปของคาโอลินไนต์ได้ แต่ถ้าอัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไปจะทำให้ได้รับร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 น้อยเช่นกัน เนื่องจากมีเฟสของซีโอไลต์ ZSM-5 เกิดขึ้นร่วมด้วย ดังนั้นจะได้ว่าร้อยละของซีโอไลต์ MCM-22 มากที่สุด โดยมีค่ามากถึงร้อยละ 62



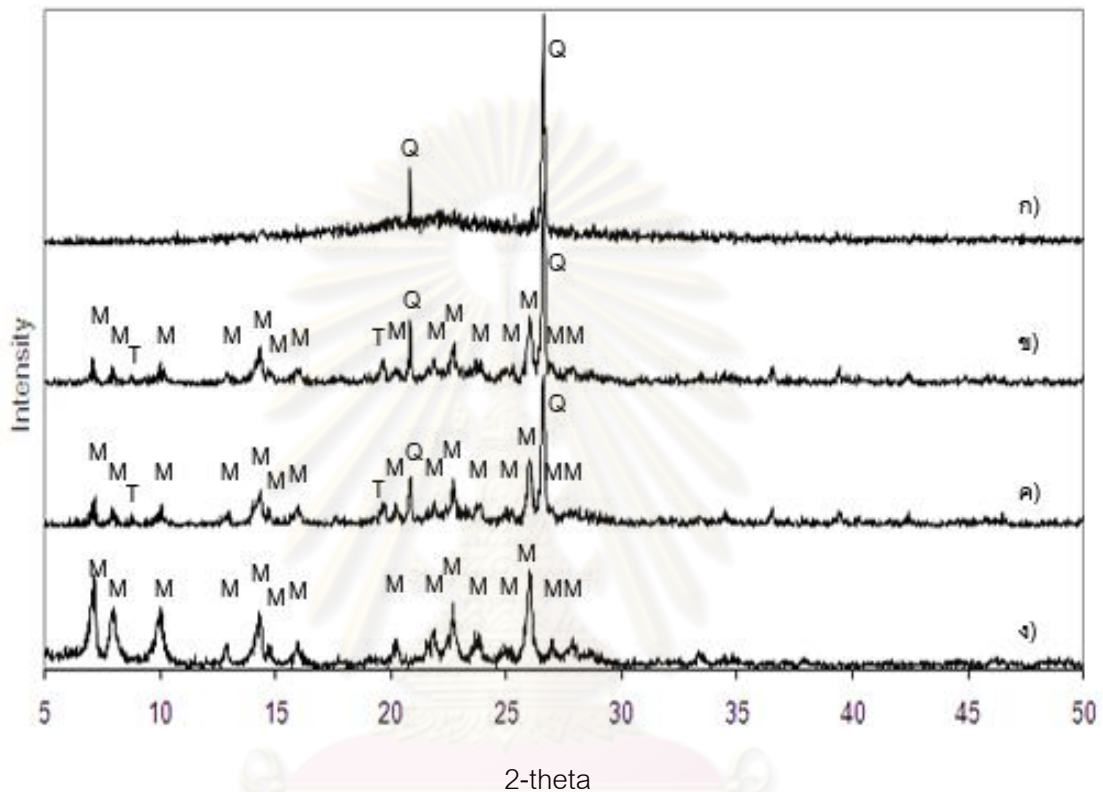
รูปที่ 4.9 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากเจลที่อัตราส่วนโดยมวลของซิลิคียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติต่างๆ

4.3.3 ผลของเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

เวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เป็นตัวแปรที่สำคัญอีกตัวแปรหนึ่งในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เนื่องจากเมื่อนำเจลที่เตรียมได้เข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลแล้ว เจลจะเกิดการตกผลึกเป็นซีโอไลต์ MCM-22 ระยะเวลาที่เหมาะสมนั้นจะส่งผลให้ปริมาณและขนาดของผลึกซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้มีความเหมาะสมมากยิ่งขึ้น

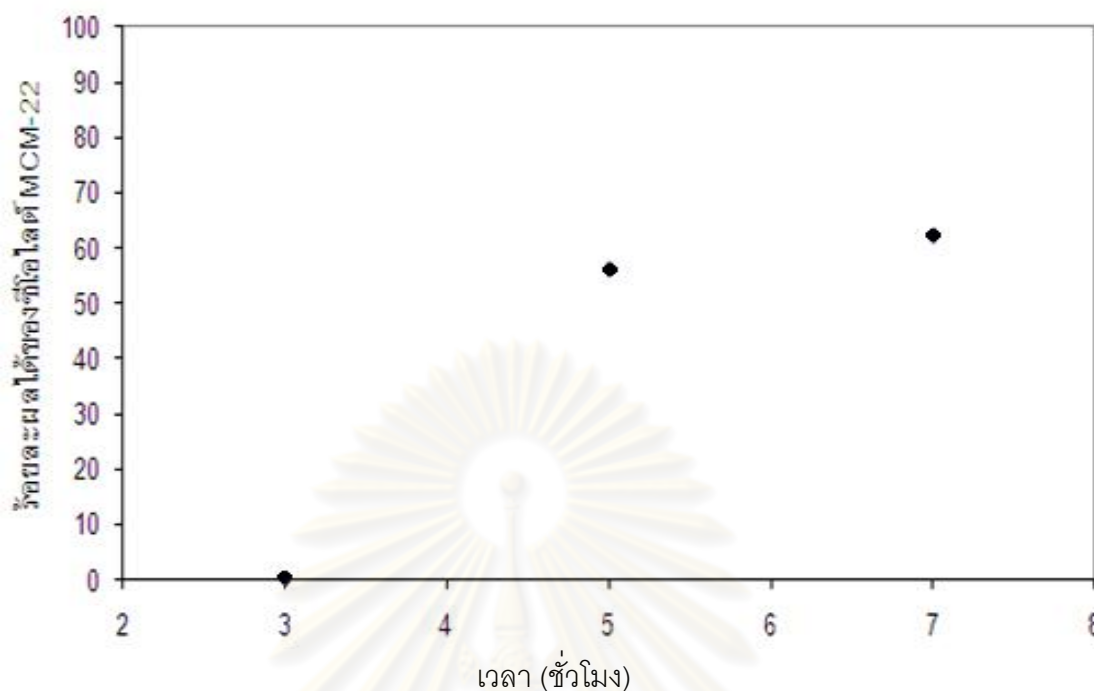
งานวิจัยนี้ได้ศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลตั้งแต่ 3-7 วันโดยกำหนดให้อัตราส่วนโดยมวลของซิลิกาต่ออะลูมินาคงที่ เท่ากับ 30 อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของ ซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน 0.9 อัตราส่วนโดยมวลของซิลิคียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 ค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และหมุนเครื่องปฏิกรณ์ที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติที่ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ กัน สามารถแสดงได้ดังรูป 4.10 เห็นได้ว่าระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 3 วันนั้น

ไม่ปรากฏพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ในรูปแบบ XRD เนื่องจากในเวลา 3 วันนั้น ยังไม่เหมาะสมต่อการเกิดผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 จนกระทั่งที่ ระยะเวลา 5 วัน จึงปรากฏพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 แต่ยังคงให้ค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ที่ค่อนข้างต่ำ แต่เมื่อเราใช้เวลามากขึ้นจนถึง 7 วัน จะปรากฏพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ชัดเจนขึ้น และมีค่า intensity ที่สูงขึ้นด้วย



รูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ก) 3 วัน ข) 5 วัน ค) 7 วัน ง) Seed MCM-22 โดยมีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลซีน-อิมีนเท่ากับ 0.9 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 อุณหภูมิ เท่ากับ 150 องศาเซลเซียส เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ (M, T, Q แสดงตำแหน่งพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 คาโอดินไนต์ และ ควอร์ตซ ตามลำดับ)

รูปที่ 4.11 พบว่าที่ระยะเวลา 3 วัน ซึ่งไม่เกิดพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 นั้น ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ 0 แต่ที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 5 และ 7 วัน จะมีร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 เพิ่มขึ้น โดยร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 มากที่สุดนั้น คือ ระยะเวลาที่ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเท่ากับ 7 วัน



รูปที่ 4.11 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ

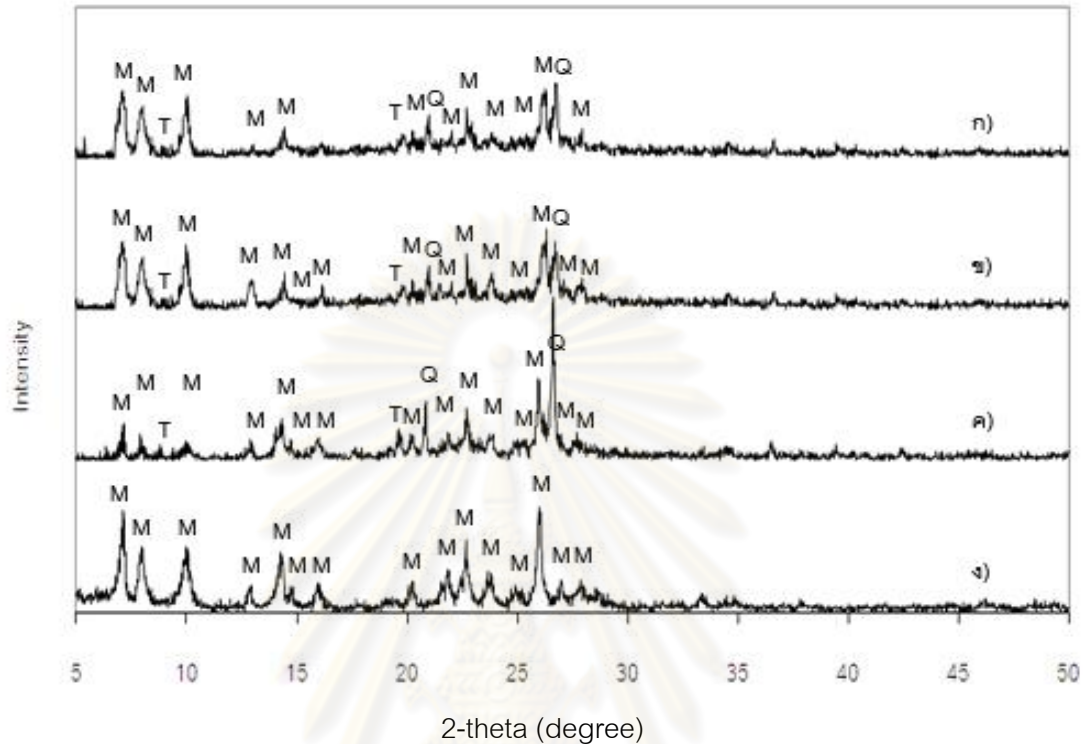
4.3.4 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้อยู่ในช่วง 150-170 องศาเซลเซียส โดยกำหนดอัตราส่วน โดยโมลซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของ โซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 ภายใต้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 วัน อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน 0.9 เต็มซัดซีโอไลต์ MCM-22 ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ ค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และหมุนเครื่องปฏิกรณ์ที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที

เมื่อนำซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติที่อุณหภูมิของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ กัน ไป วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูป 4.12 พบว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่อุณหภูมิ 150 จะมีพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 เกิดขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น จะพบว่าค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ซีโอไลต์ MCM-22 มีค่าเพิ่มขึ้น และพีคเอกลักษณ์ของควอร์ตซ์มีค่าลดลง

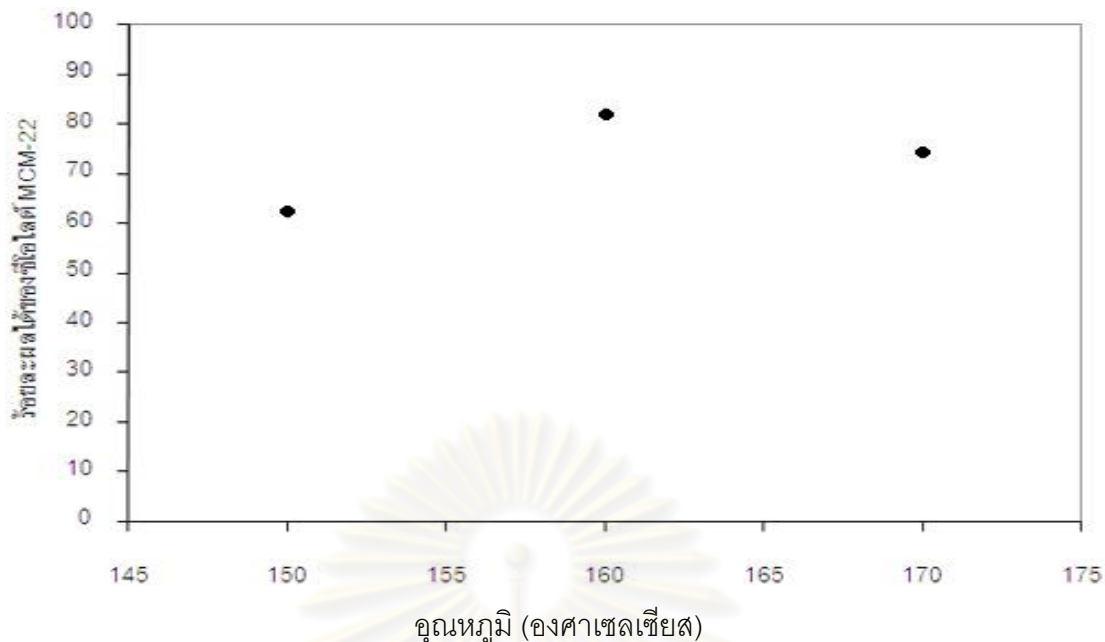
นอกจากนี้เมื่อพิจารณาร่วมกับรูป 4.13 ซึ่งแสดงร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าที่อุณหภูมิของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 160 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละ

ผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 สูงสุด เมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่นๆ ซึ่งได้ร้อยละผล ได้ของซีโอไลต์ MCM-22 สูงถึง ร้อยละ 82



รูปที่ 4.12 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ ก) 170 ข) 160 ค) 150 องศาเซลเซียส และ ง) Seed MCM-22 โดยมีอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 ระยะเวลาของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน 0.9 (M, T, Q แสดงตำแหน่งพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 คาโอลินไนต์ และ ควอร์ตซ ตามลำดับ)

ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

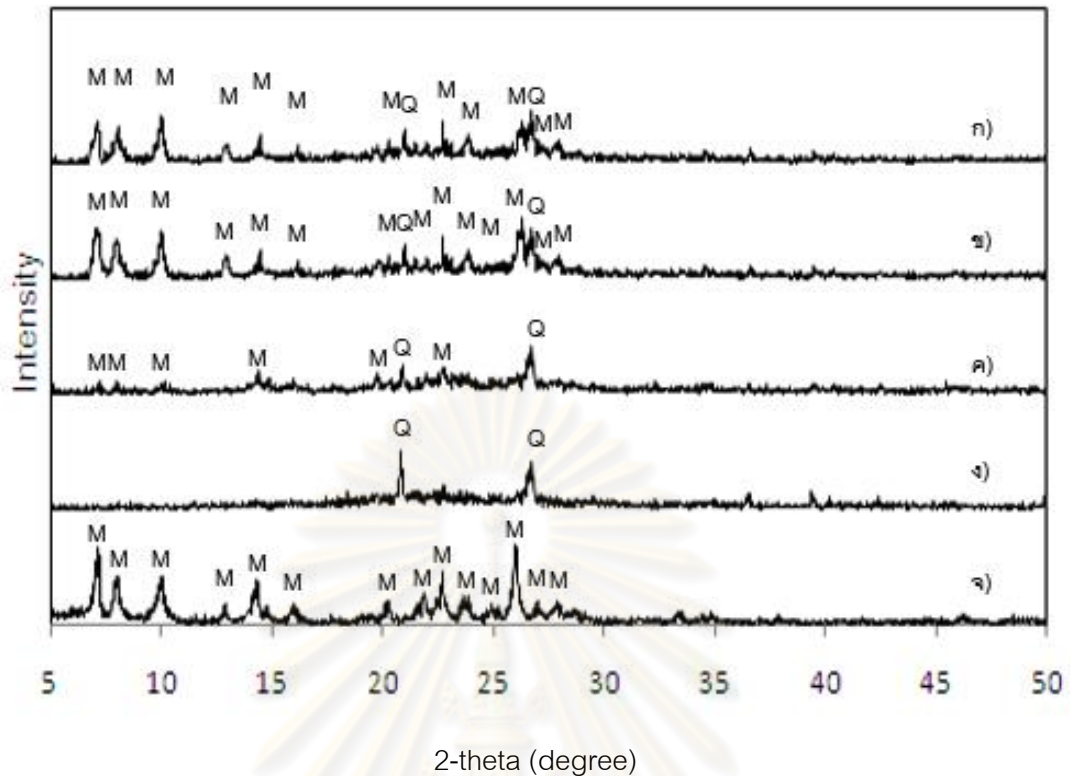


รูปที่ 4.13 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อุณหภูมิของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ

4.3.5 ผลของปริมาณสารก่อโครงสร้างผลึก

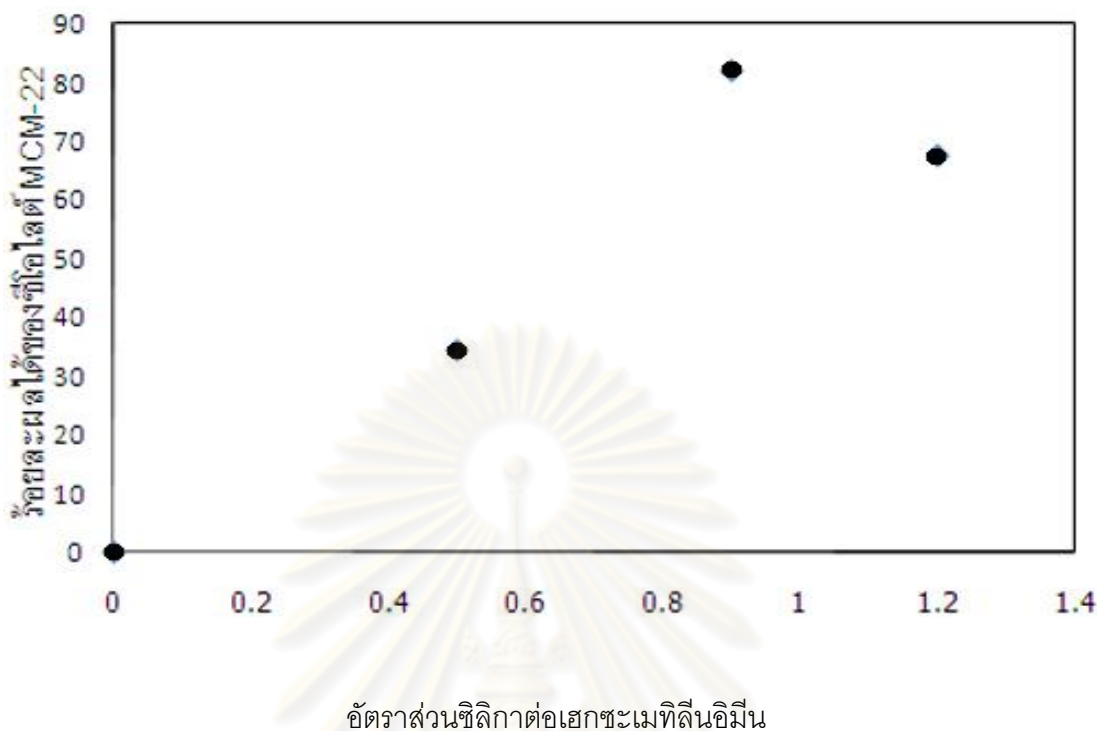
สารก่อโครงสร้างผลึกที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ได้แก่ เฮกซะเมทิลซีนอมีน ซึ่งเป็นสารก่อโครงสร้างผลึกที่เติมลงไปในช่วงขั้นตอนของการสังเคราะห์เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดโครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22 ในช่วงการตกผลึกและช่วยป้องกันการเปลี่ยนแปลงเฟสของผลึกซีโอไลต์ MCM-22 ภายหลังการตกผลึก โดยสารก่อโครงสร้างผลึกนี้จะถูกกำจัดออกจากโครงสร้างของซีโอไลต์ MCM-22 ด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง

อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อสารก่อโครงสร้างผลึกที่ใช้ในการสังเคราะห์ MCM-22 0.0 0.5 0.9 และ 1.2 โดยกำหนดให้อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา คงที่ที่ 30 ภายใต้ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลนาน 7 วัน ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อ ดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ มีค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และหมุนเครื่องปฏิกรณ์ที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที



รูปที่ 4.14 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อ HMI เท่ากับ ก) 1.2 ข) 0.9 ค) 0.5 ง) 0.00 จ) Seed MCM-22 โดยมีอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 ระยะเวลาของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ (M, T, Q แสดงตำแหน่งพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 คาโอลินไนต์ และ ควอร์ตซ ตามลำดับ)

เมื่อนำซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ปรากฏพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 ดังแสดงในรูป 4.14 พบว่าเมื่อไม่ใช้สารก่อโครงสร้างผลึก จะทำให้ไม่เกิดพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของสารก่อโครงสร้างผลึกมากขึ้นจะทำให้เกิดพีคเอกลักษณ์ และค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ของซีโอไลต์ MCM-22 สูงขึ้น รวมทั้งร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้ก็เพิ่มขึ้นด้วย แต่ถ้าเพิ่มปริมาณสารก่อโครงสร้างมากขึ้นไปอีก จะเห็นได้ว่าร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 มีค่าเปลี่ยนแปลงน้อยมาก จึงทำให้ทราบว่าเมื่อเพิ่มสารก่อโครงสร้างผลึกมากจนไปถึงค่าๆหนึ่ง ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ก็คงที่ หรือลดต่ำลงเท่านั้น



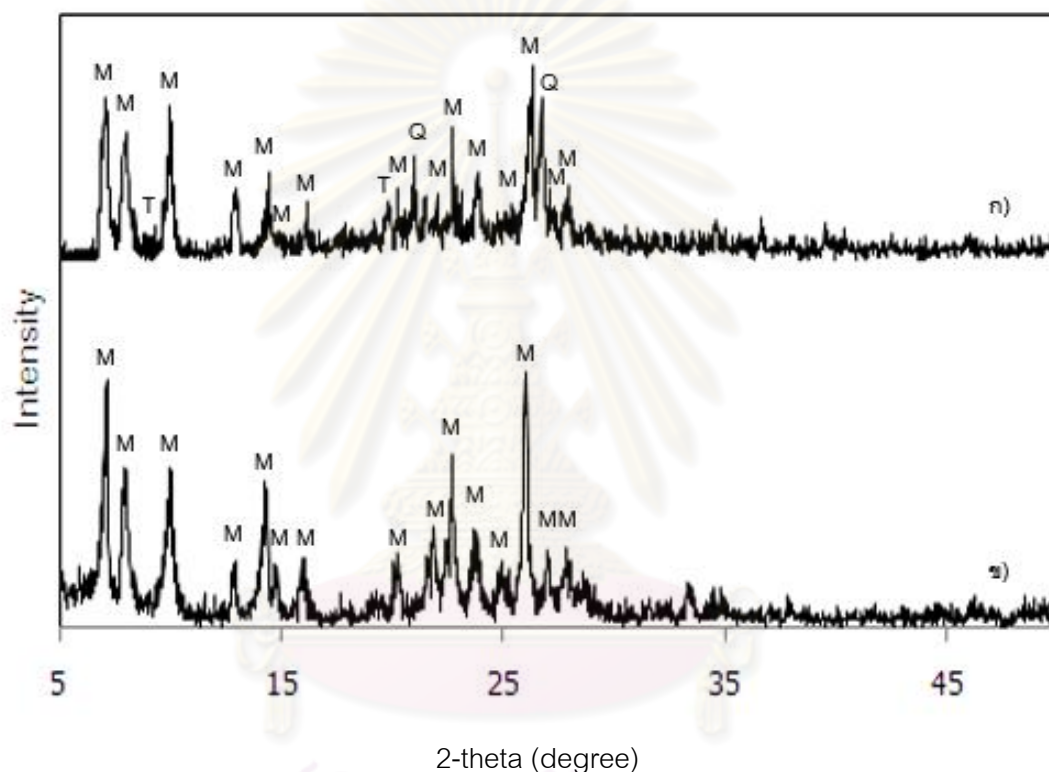
รูปที่ 4.15 ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนซีลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน ต่างๆ

จากรูป 4.15 จะพบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนระหว่างซีลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 จะให้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 สูงสุด คิดเป็นร้อยละ 82

จากการทดลองนี้สรุปได้ว่าภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ คือ อัตราส่วน โดยโมลของซีลิกาต่ออะลูมินาของเจล เท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 ภายใต้ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซีลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เต็มซีดีซีโอไลต์ MCM-22 ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ มีค่าความเป็นกรด-เบสของเจล เท่ากับ 10 ± 1 และหมุนเครื่องปฏิกรณ์ที่ความเร็ว 15 รอบต่อนาที ซึ่งภาวะดังกล่าวสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ได้มากถึงร้อยละ 82

4.4 การเปรียบเทียบสมบัติของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ กับซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมีบริสุทธิ์

ในการเปรียบเทียบสมบัติของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติกับซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมีบริสุทธิ์ ทำการเปรียบเทียบในส่วนของรูปแบบ XRD ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ตลอดจนพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนของซีโอไลต์ MCM-22 ทั้งสองประเภท โดยทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer เห็นได้ว่ารูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติและรูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมีบริสุทธิ์ สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 รูปแบบ XRD ของ ก) ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ

ข) ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมีบริสุทธิ์

(M, T, Q แสดงตำแหน่งพิกเอกลักษณะของซีโอไลต์ MCM-22 คาโอลินไนต์ และ

ควอร์ตซ ตามลำดับ)

จากรูปที่ 4.16 เห็นได้ว่ารูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติและของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากสารเคมีบริสุทธิ์ มีรูปแบบ XRD ที่คล้ายคลึงกัน โดยอาจมีความแตกต่างกันในส่วนของ intensity ที่ตำแหน่งพิกต่างๆ ซึ่งค่า intensity ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติจะต่ำกว่าของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์

จากสารเคมีบริสุทธิ์ เมื่อทำการเปรียบเทียบร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติกับร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 สังเคราะห์จากสารเคมีบริสุทธิ์ พบว่าได้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 82

ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากการที่ดินขาวนั้นเป็นวัตถุดิบทางธรรมชาติ ซึ่งมีสิ่งเจือปนต่างๆ ปะปนอยู่ ถึงแม้ว่าดินขาวธรรมชาติจะผ่านขั้นตอนการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้น ด้วยกระบวนการต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นกระบวนการทางความร้อน กระบวนการทางกายภาพ หรือแม้แต่กระบวนการทางเคมี ก็ไม่สามารถกำจัดสิ่งเจือปนดังกล่าวออกจากดินขาวได้หมด สิ่งเจือปนดังกล่าวซึ่งเปรียบเสมือนตัวกีดขวางการเกิดผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 ส่งผลให้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ที่บริสุทธิ์ได้

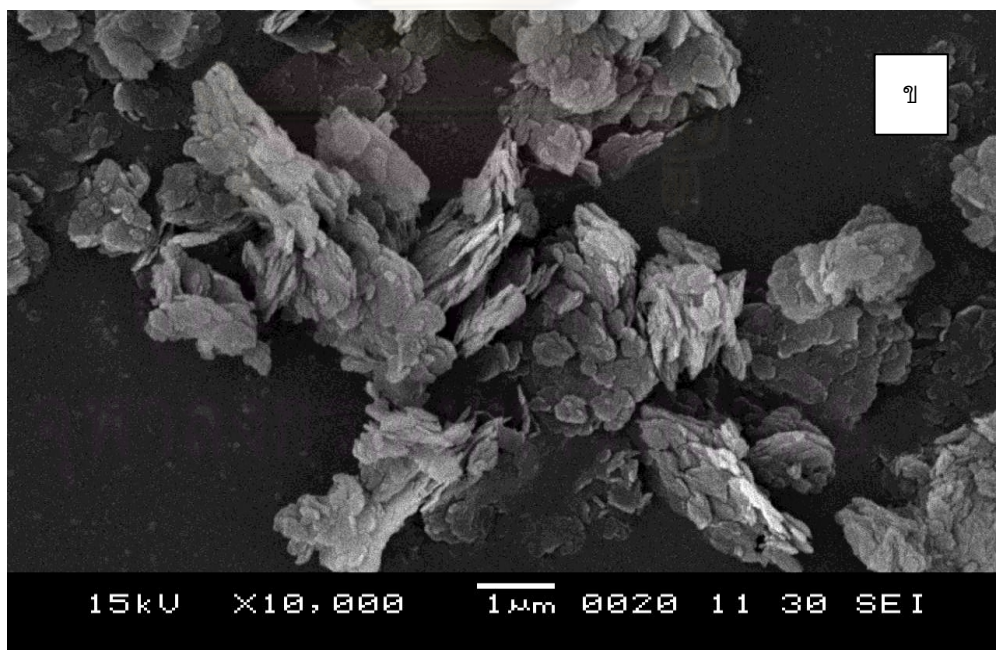
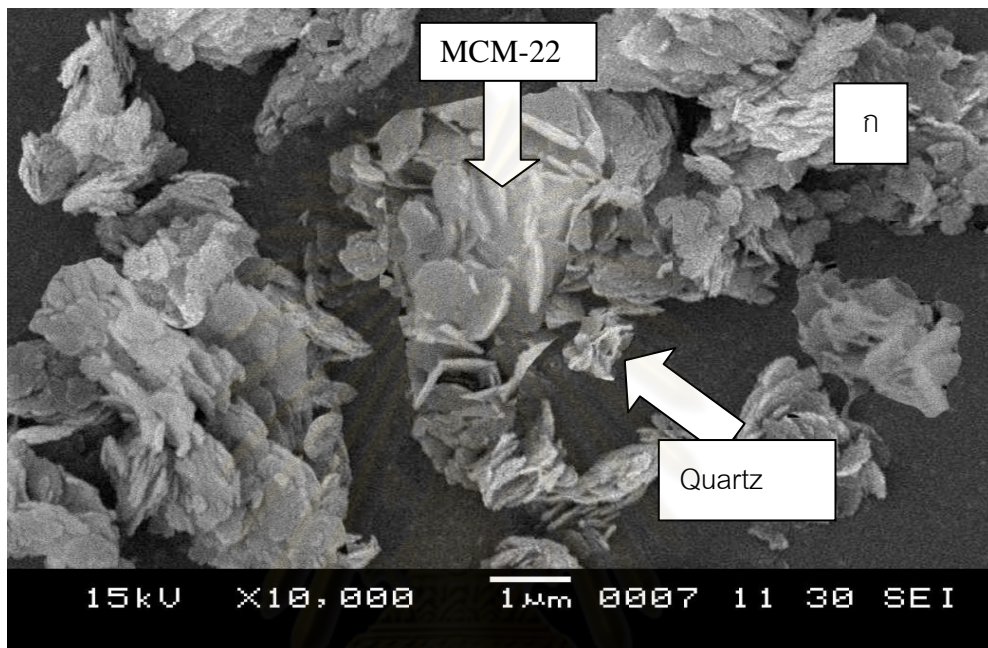
จากการตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน ด้วยเทคนิค N_2 adsorption-desorption measurement พบว่าซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติมีพื้นที่ผิว ดังตารางที่ 4.4 ซึ่งพื้นที่ผิวของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติคิดเป็นร้อยละ 86.97 ของพื้นที่ผิวของซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน เนื่องจากในผลิตภัณฑ์มีปริมาณซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้เท่ากับร้อยละ 82 จึงส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวด้วยเทคนิค N_2 adsorption-desorption measurement มีค่าน้อยกว่าพื้นที่ผิวของซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน

ตารางที่ 4.4 สมบัติของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ และซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากสารเคมีบริสุทธิ์

สมบัติ	ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากสารเคมีบริสุทธิ์	ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติ
BET surface area (m^2/g)	484.31	421.19
Average particle size (μm)	0.85	1
Average micropore size (nm)	1.2	1.4
Total micropore volume (cm^3/g)	0.1542	0.1386

จากการพิจารณาลักษณะ ผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติ ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า เปรียบเทียบกับซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน ดังรูป 4.16 จะเห็นได้ว่ารูปร่างภายนอกมีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ ซ้อนทับกัน เหมือนกัน ซึ่งเป็นไปในทางเดียวกันกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่แสดง

รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ที่มีความคมของพีคซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึก ขนาดของผลึกของ ซีโอไลต์ประมาณ 1 ไมครอน โดยในรูป ก นั้นจะประกอบไปด้วยผลึก 2 ลักษณะ คือ ผลึกบางเรียง ซ้อนทับกันอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งเป็นลักษณะผลึกของซีโอไลต์ MCM-22 และมีผลึกที่มีการจัดเรียง ตัวแบบไขว้กันไปมาซึ่งเป็นลักษณะผลึกของควอร์ตซ์ ซึ่งสอดคล้องกับผลทาง XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติมีพีคของควอร์ตซ์เหลืออยู่ด้วย



รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM ของ ก) ซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติ
ข) ซีโอไลต์ MCM-22 มาตรฐาน ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลในวิทยานิพนธ์นี้ได้ข้อสรุปดังนี้

5.1.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาวที่ใช้ในการทดลอง

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) พบว่าองค์ประกอบหลักของดินขาวธรรมชาติประกอบด้วยซิลิกา (SiO_2) และอะลูมินา (Al_2O_3) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่สำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 6.20 จากการวิเคราะห์ดินขาวด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) ทำให้ทราบว่าซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบหลักในดินขาวอยู่ในรูปของอัลฟาควอตซ์ ซึ่งเป็นรูปหนึ่งของซิลิกาไดออกไซด์ (SiO_2) ที่มีความเสถียรที่สุด และเมื่อพิจารณาจากลักษณะโครงสร้างของดินขาวด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า แสดงให้เห็นความเป็นผลึกของดินขาวซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่ให้รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันปรากฏเส้นพีคที่มีความคม โดยขนาดของผลึกของดินขาวประมาณ 1.2 ถึง 10 ไมครอน

5.1.2 การบำบัดเบื้องต้นของดินขาว

เนื่องจากดินขาวที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 เป็นวัตถุดิบที่มาจากธรรมชาติ จึงต้องนำมาผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพก่อนทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในวัตถุดิบ ซึ่งประกอบด้วย

- การปรับปรุงคุณภาพทางกายภาพ : บดและคัดขนาดด้วยตะแกรงขนาด 325 mesh
- การปรับปรุงคุณภาพทางความร้อนของดินขาว : เผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง

- การปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี : รีฟลักซ์กับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง
- การสลายควอตซ์ (breaking quartz) : หลอมเหลว (fusion) ดินขาวกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

5.1.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ

จากการศึกษาพบว่าสามารถ สังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ โดยใช้ดินขาวธรรมชาติเป็นทั้งแหล่งซิลิกาและอะลูมินาได้

ตัวแปรที่มีผลกระทบต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 ประกอบด้วย อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาของเจลในช่วง 25-40 ระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลตั้งแต่ 3-7 วัน ที่อุณหภูมิ 150-170 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ ในช่วง 0.25-2 ปริมาณเฮกซะเมทิลีนอิมิน ในช่วง 0-0.1 โดยได้ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ คือ

อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30

อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1

อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 160 องศาเซลเซียส

ระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เท่ากับ 7 วัน

อัตราส่วนระหว่างซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมินที่ใช้ เท่ากับ 0.9

ที่สภาวะดังกล่าวให้ร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 สูงที่สุด เท่ากับ ร้อยละ 82

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรศึกษาความเป็นไปได้ทางเศรษฐศาสตร์และเชิงพาณิชย์สำหรับ การสังเคราะห์ ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ รวมทั้งศึกษาการนำมาใช้ได้จริงในอุตสาหกรรม

5.2.2 ควรมีการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวแหล่งอื่นๆด้วย เนื่องจากดินขาวในแต่ละแหล่งมีองค์ประกอบในอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา และปริมาณสิ่งเจือปนไม่เท่ากัน



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

ภาษาไทย

กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม. 2526. แร่. พิมพ์ครั้งที่ 3. กรุงเทพฯ : ศรีเมืองการพิมพ์, จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์. 2547. การเร่งปฏิกิริยา พื้นฐาน และการประยุกต์.

กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.

จำรัส ลิ้มตระกูล. 2540. เคมีของซีโอไลต์. วารสารวิทยาศาสตร์ ปีที่51 ฉบับที่6 (พฤศจิกายน-ธันวาคม 2540) : 420-423.

นงลักษณ์ บรรจงวิจัย. 2540. ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับดินขาวและประโยชน์. วิทยาศาสตร์สำหรับประชาชน ครั้งที่ 549 (ตุลาคม 2540) : 1-5.

นิรุติ วานิชกิจ. 2546. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จากดินขาว. วิทยานิพนธ์ปริญญา
มหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

มนธวีล บุญส่งประเสริฐ. 2550. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X จากดินขาวธรรมชาติ. วิทยานิพนธ์
ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

มนตรี ทองคำ. 2542. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าลอยถ่านหิน. วิทยานิพนธ์ปริญญา
มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

เลิศ รักสันติชาติ. 2545. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอ็กซ์ที่ใช้แล้วสำหรับดูดซับเอทีลินไกคอลล.
วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

ศุภลักษณ์ วรมังครัตน์. 2550. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ ZSM-5 จากดินขาวธรรมชาติ. วิทยานิพนธ์
ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

สุภาภรณ์ คางคำ. 2548. การพัฒนากระบวนการสำหรับการฟื้นฟูสภาพโมเลกุลาร์ซีพีใช้แล้ว.
วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย.

อมลวรรณ พิเศษฐวานิช และวิชัย สังวโรปทานสกุล. กลไกการปรับปรุงคุณภาพของดินขาวด้วย
กลวิธีโพลีเมโรเซชัน. วิศวกรรมสาร มข 33, 6 (2549) : 675-690

อายุวัฒน์ สว่างผล. 2543. วัตถุดิบที่ใช้แพร่หลายในงานเซรามิกส์. พิมพ์ครั้งที่ 1 ภาควิชาหัตถ
ศึกษาและอุตสาหกรรมศิลป์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สถาบันราชภัฏ
กำแพงเพชร.

รายการอ้างอิง

ภาษาอังกฤษ

- A. Corma, C. Corell, and J. Prez-Pariente. 1995. Synthesis and characterization of the MCM-22 zeolite. Zeolite. 15 : 2-8
- A. Corma, V. Fornes, J. Martinez-Triguero, and S. B. Pergher. 1999. Delaminated Zeolites: Combining the Benefits of Zeolites and Mesoporous Materials for Catalytic Uses. Journal of Catalysis. 186 : 57-63
- Baerlocher, Ch. Meier, W.M. and Olson, D.H. 2001. Atlas of Zeolite Structure Types 5th Ed. Zurich Switzerland : ELSEVIER,
- Bhatia, S. 1990. Zeolite Catalysis. Principles and Applications. Boca Raton, Florida : CRC Press, Inc.,
- Breck, D.W., W.G. Eversole and R.M. Milton. 1956. New synthetic crystalline zeolites. Chem. Soc. 28 : 2338-2339
- Breck, D.W. 1974. Zeolite Molecular Sieves. Structure, Chemistry and Use. New York : John Wiley & Sons, Inc. New York,
- Bruce, C. Gates. 1991. Catalytic Chemistry. New York : John Wiley and Sons,
- Chandrasekhar S., 2004. Pramada P.N., 2004. Kaolin-based zeolite Y, a precursor for cordierite ceramics. Applied Clay Science. 27 : 187-198
- Danilo V., Luigi P., Flaviano T., Rosario A., Antonio F., Tamas I., Janos B., 2006. Influence of NaOH and KOH on the synthesis of MCM-22 and MCM-49 zeolites. Microporous and Mesoporous Materials. 97 : 78-87
- Dyer, A. 1988. An Introduction to Zeolite Molecular Sieves. New York : John Wiley & Sons, Inc. New York,
- Farrauto, R.J. and Bartholomew. 1997. Fundamentals of industrial catalytic process. London : Blackie Academic & Professional,
- Gu ray I., Warzywoda J., Bac N., A. Sacco Jr., 1999. Synthesis of zeolite MCM-22 under rotating and static conditions. Microporous and Mesopororous Materials. 31 : 241-251
- J.V. Smith. 1976. Zeolite Chemistry and Catalysis. J.A. Rabo. ACS Monograph 171,

รายการอ้างอิง

- McCabe, W.L., Smith, J.C., and Harriott, P. 1993. Unit Operations of Chemical Engineering. 5th ed. Singapore : McGraw-Hill Inc,
- M.M.J. Treacy and J.B. Higgins. 2001. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites. 4th ed. ELSEVIER,
- Mochida I., Eguchi S., Hiranaka M., Nagao S., Sakanishi K. And Duayne Whitehurst D., 1997. The effects of seeding in the synthesis of zeolite MCM-22 in the presence of hexamethyleneimine. Zeolites. 18 : 142-151
- R.M. Barrer. 1986. Zeolite Structures. Proceeding of the 5th International Conference on Zeolites. Naples,
- Robson, H. And Lillrud, K.P. 2001. Varified Syntheses of Zeolitic Materials. 2th ed. ELSEVIER
- Rouquerol F., Rouquerol J., Sing K. 1999. Adsorption by powders & porous solid: principles, methodology and applications. San Diego: Calif Academic Press,
- Szostak R. 1989. Molecular sieves principles of synthesis and identification. New York : Van Nostrand Reinhold,
- Szostak, R. 1998. Molecular Sieves Principle of Synthesis and Identification. 3st ed., Norstand reinhold., Inc., New York,
- Terzano, R. Spagnuolo, M. Medici, L. Tateo, F. And Ruggiero P. 2005. Zeolite synthesis from pre-treated coal fly ash in presence of soil as a tool for soil remediation. Applied Clay Science. 29 : 99-110



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

การคำนวณปริมาณฟลูมซิลิกาเพื่อปรับอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินา

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ

การหาปริมาณของฟลูมซิลิกาเพื่อปรับอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ ต้องทราบถึงองค์ประกอบ บของซิลิกาและอะลูมินาของดินขาวธรรมชาติที่จะใช้สังเคราะห์ด้วย

องค์ประกอบของซิลิกาในดินขาว	82.67 (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
องค์ประกอบของอะลูมินาในดินขาว	11.67 (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
มวลโมเลกุลของซิลิกา	60.09
มวลโมเลกุลของอะลูมินา	101.96

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ กำหนดให้อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาที่ใช้เป็นอัตราส่วนโดยโมล

ตัวอย่างการคำนวณ

หาปริมาณฟลูมซิลิกาที่ต้องเติมลงไปเพื่อปรับอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาให้เท่ากับ 30 ในการสังเคราะห์ MCM-22

$$\text{SiO}_2 : 0.033 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 40 \text{ HMI}$$

$$\text{ใช้น้ำในกระบวนการสังเคราะห์} = 100 \text{ กรัม}$$

$$\text{ต้องใช้ซิลิกาในกระบวนการ} = (1 \times 60) / 7.2 = 8.33 \text{ กรัม}$$

$$\text{ต้องใช้อะลูมินาในกระบวนการ} = (0.033 \times 102) / 7.2 = 0.468 \text{ กรัม}$$

$$\text{ในดินขาวธรรมชาติมีอะลูมินาอยู่ร้อยละ} 11.67$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น เราต้องใช้ดินขาวธรรมชาติ} &= (0.468 \times 100)/11.67 \\ &= 4.01 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ในดินขาว 4.01 กรัม มีซิลิกาเป็นส่วนประกอบ} &= 4.01 \times 0.8267 \\ &= 3.32 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น เราต้องเติมฟลูมิซิลิกาเพิ่มอีก} &= 8.33 - 3.32 \\ &= 5.01 \text{ กรัม} \end{aligned}$$



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

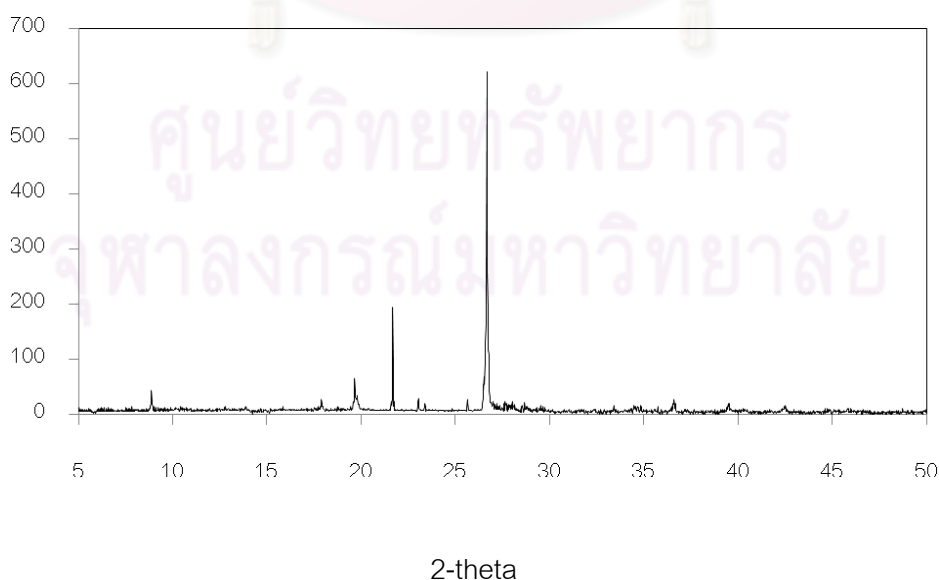
การคำนวณหาร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาว

การหาร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาว ซึ่งวิธีการดังกล่าวทำได้โดยการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างอัตราส่วนผลสมโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ทราบค่าแน่นอนกับค่า intensity ที่ได้จากรูปแบบ XRD โดยมีวัสดุที่ใช้ คือ ซีโอไลต์ MCM-22 บริสุทธิ์ และ ดินขาวธรรมชาติ (ศุภลักษณ์, 2551)

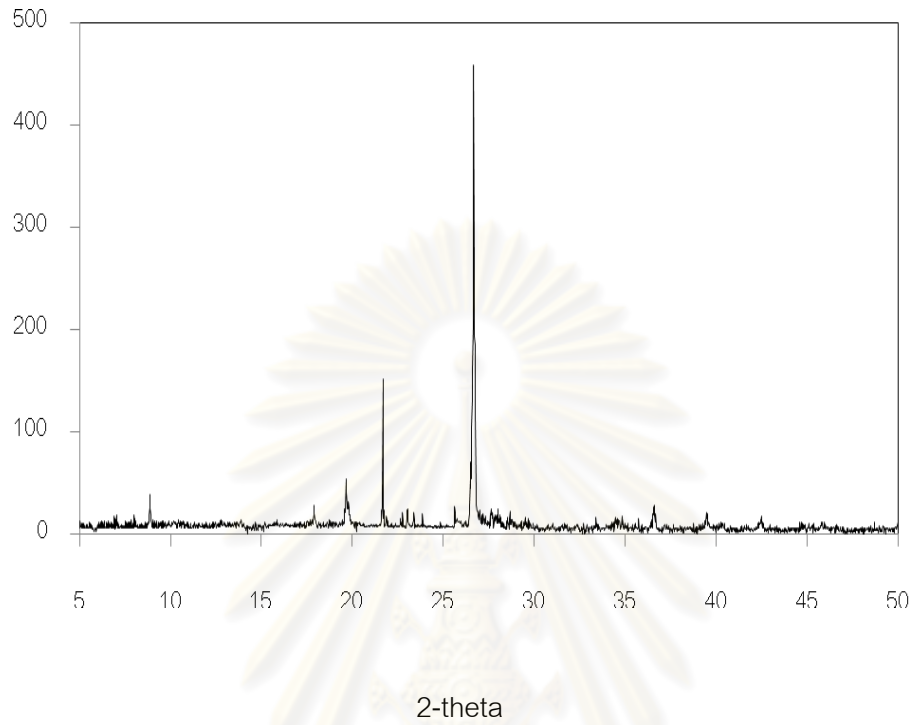
วิธีการ

นำซีโอไลต์ MCM-22 บริสุทธิ์ มาผสมกับดินขาวธรรมชาติที่ร้อยละอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ เท่ากับ 20 40 60 80 และ 100 ตามลำดับ ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน เช่น ที่ร้อยละอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ 40 ต้องใช้ ซีโอไลต์ 0.8 กรัม ผสมกับทรายมาตรฐาน 1.2 กรัม เป็นต้น เหตุที่ใช้ทรายมาตรฐานเป็นส่วนผสม เนื่องจากรูปแบบ XRD มีตำแหน่งพีคเอกลักษณ์ที่ไม่ซ้อนทับกับซีโอไลต์ MCM-22 จากนั้นจึงนำซีโอไลต์ที่ผสมกับทรายมาตรฐานที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ กัน ไปวิเคราะห์โดยเครื่อง X-ray Diffraction เพื่อดูรูปแบบ

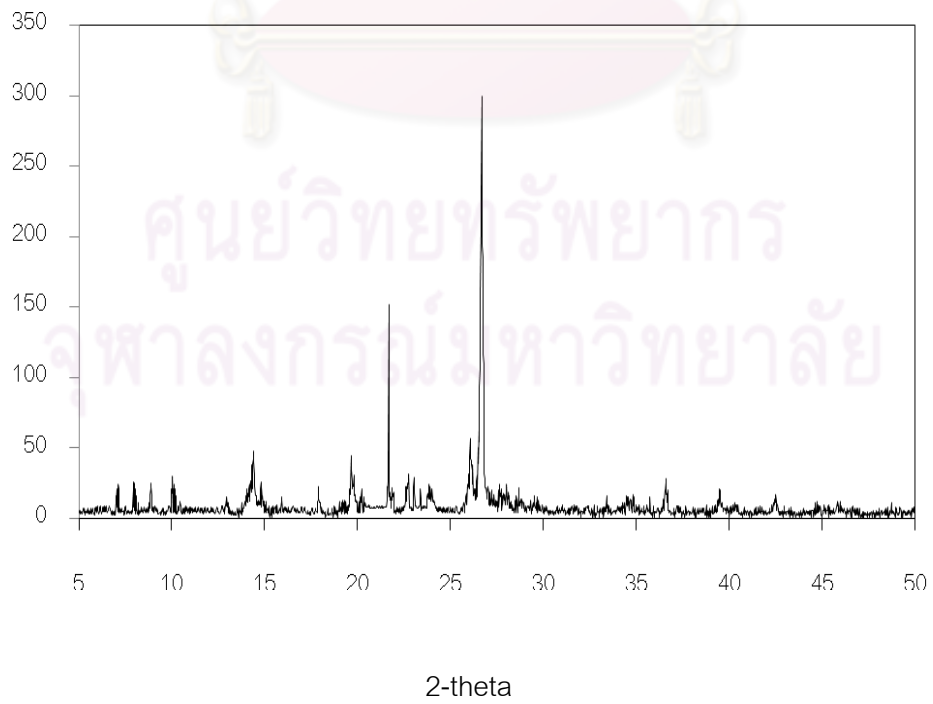
XRD



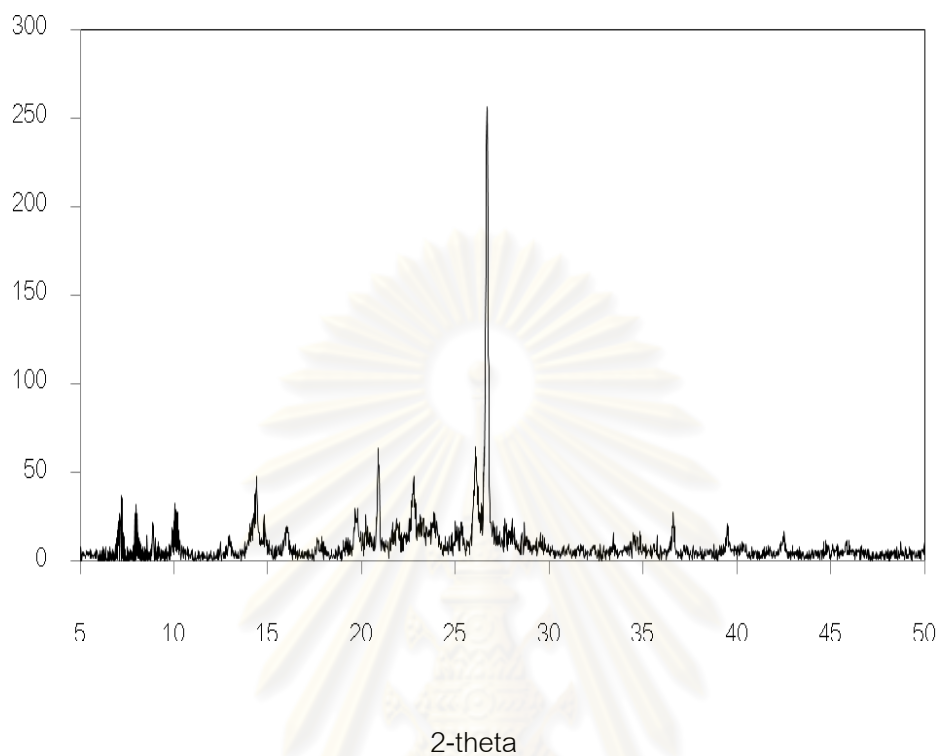
รูป ข1 รูปแบบ XRD ของดินขาวธรรมชาติ



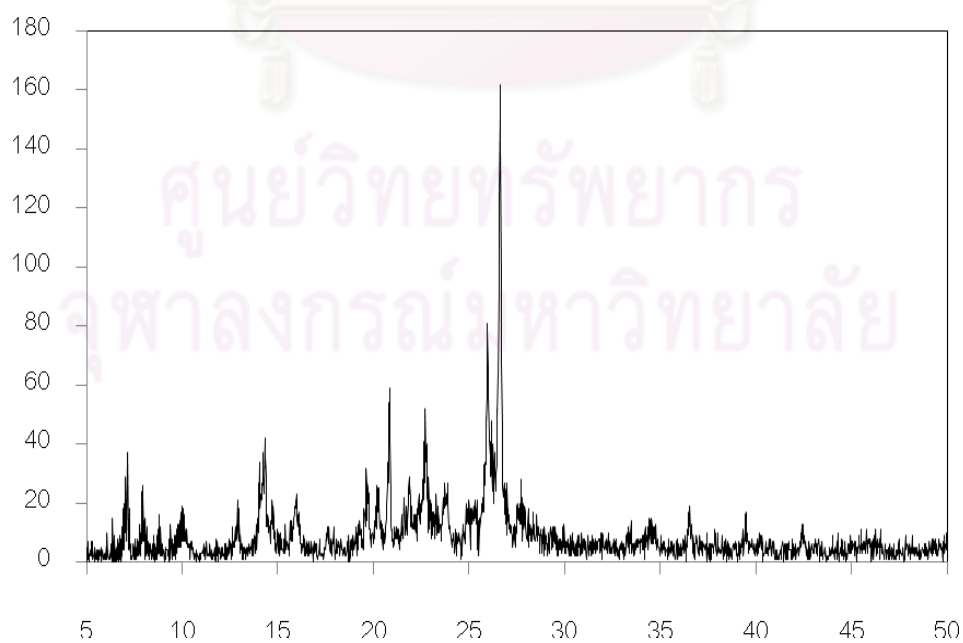
รูป ข2 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก



รูป ข3 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก

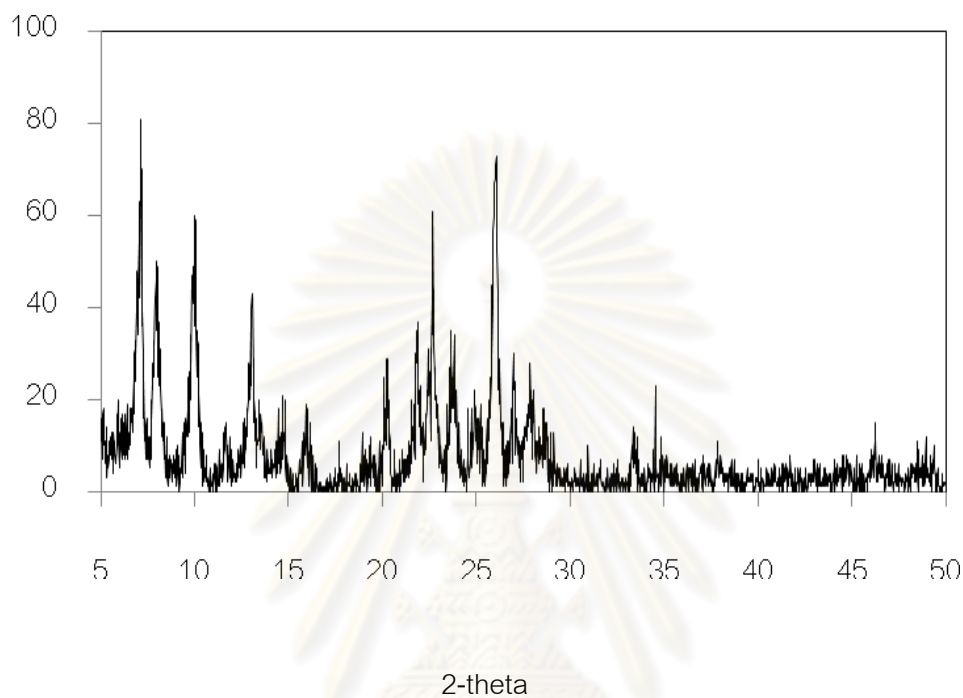


รูป ข4 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก



2-theta

รูป ข5 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก



รูป ข6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก

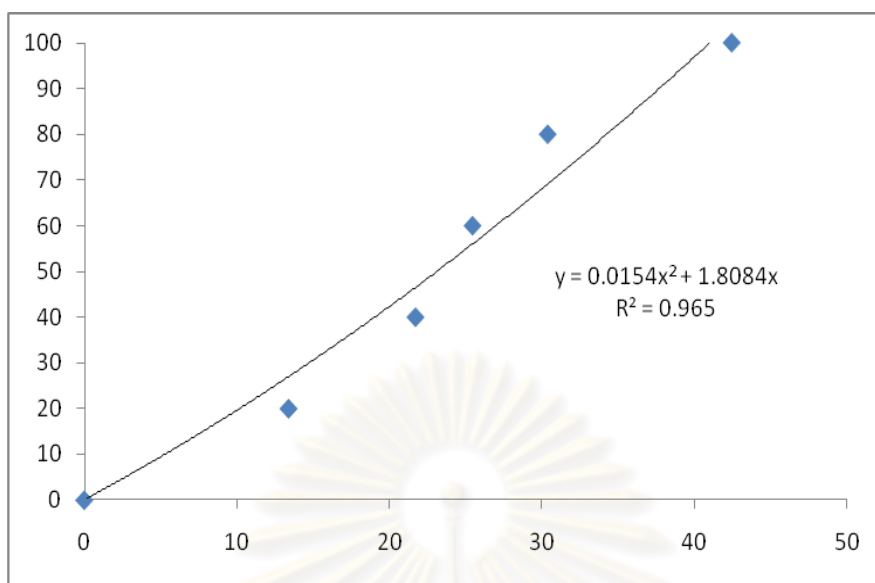
จากนั้นนำค่า intensity ของรูปแบบ XRD ที่ตำแหน่ง 2-theta ในช่วง 5-10 11-18 และ 20-30 ของรูป ข1 - ข6 ซึ่งแสดงรูปแบบ XRD ซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละอัตราส่วนโดยน้ำหนัก ต่างๆกันมาเฉลี่ย ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ ข 1 โดยแสดงค่าเฉลี่ยของรูปแบบ XRD ของ ซีโอไลต์ MCM-22 ที่ร้อยละอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆกัน

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข1 ค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 ต่างๆ

ร้อยละโดย น้ำหนัก ของซีโอไลต์ MCM-22	Intensity ในช่วง 2-theta ต่างๆ															ค่าเฉลี่ย intensity
	5-10			11-18				20-30								
	ตำแหน่งที่			ตำแหน่งที่				ตำแหน่งที่								
	1	2	3	1	2	3	4	1	2	3	4	5	6	7	8	
20	12	10	11	8	12	9	13	11	17	21	20	15	12	11	9	13.40
40	24	22	30	9	15	15	14	21	22	32	24	57	15	13	12	21.73
60	27	27	33	11	15	19	15	24	24	44	25	65	19	18	16	25.47
80	37	29	28	13	21	26	23	26	29	52	27	78	31	24	12	30.40
100	81	50	61	18	42	30	29	31	37	61	34	80	32	30	21	42.47

จากตารางที่ ข 1 นำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22 กับค่า intensity เฉลี่ยของพีคเอกลักษณ์ พร้อมทั้งสร้างสมการทางคณิตศาสตร์ของกราฟมาตรฐาน เพื่อสามารถนำค่า intensity เฉลี่ยของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติไปแทนค่า เพื่อหาปริมาณความเป็นผลึกของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้



Intensity เฉลี่ย

รูป ๗7 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า intensity เฉลี่ยกับร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22

จากกราฟในรูป ๗7 จะได้สมการความสัมพันธ์ $y = -0.0154x^2 + 1.8084x$

เมื่อ y คือ ร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอไลต์ MCM-22

x คือ ค่า intensity เฉลี่ย

การคำนวณหาร้อยละผลได้ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์จากดินขาวธรรมชาติ จากการสังเคราะห์ซีโอไลต์ MCM-22 จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา เท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 ภายใต้อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการ 160 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 สามารถอ่านค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ที่ตำแหน่ง 2-theta ต่างๆ ได้ดังตารางที่ ๗2

ตารางที่ ข2 ค่า intensity ของพีคเอกลักษณ์ที่ตำแหน่งต่างๆของซีโอดี MCM-22 ที่มีอัตราส่วน
ซีลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30

อัตราส่วน ซีลิกาต่อ อะลูมินา	Intensity ในช่วง 2-theta ต่างๆ														ค่าเฉลี่ย intensity	
	5-10			11-18				20-30								
	ตำแหน่งที่			ตำแหน่งที่				ตำแหน่งที่								
	1	2	3	1	2	3	4	1	2	3	4	5	6	7		8
30	67	48	56	15	28	12	13	29	26	54	30	77	25	24	20	34.93

จากตารางที่ ข2 นำค่า intensity เฉลี่ยที่ได้ไปแทนที่ x ในสมการแสดงความสัมพันธ์
ข้างต้น จะได้ค่า y ซึ่งเป็นร้อยละโดยน้ำหนักของซีโอดี MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้

$$y = (-0.0154 \times 34.93^2) + (0.8084 \times 34.93)$$

$$y = 81.96$$

เพราะฉะนั้นร้อยละผลได้ของซีโอดี MCM-22 ที่ภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว คือ ประมาณ

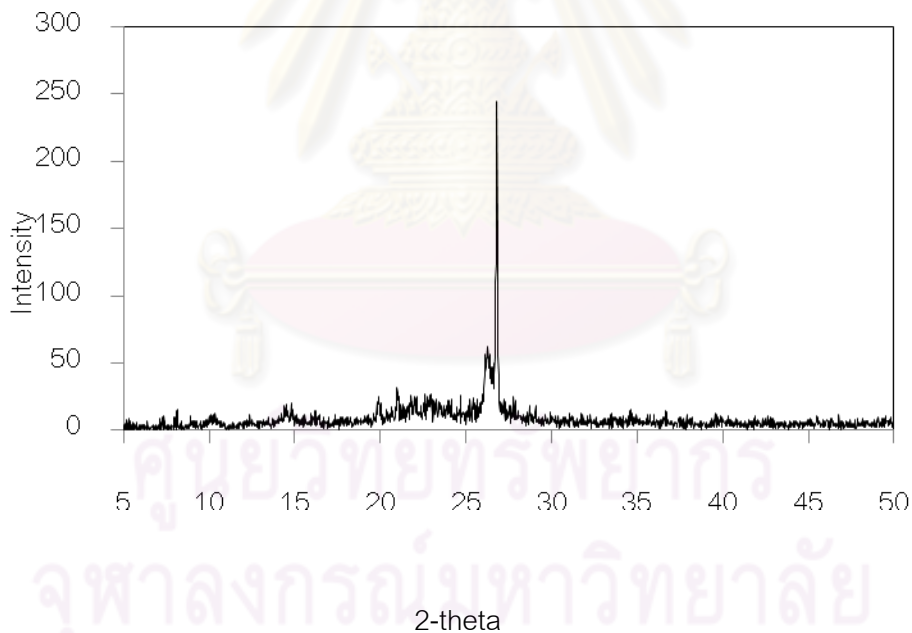
ร้อยละ 82

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

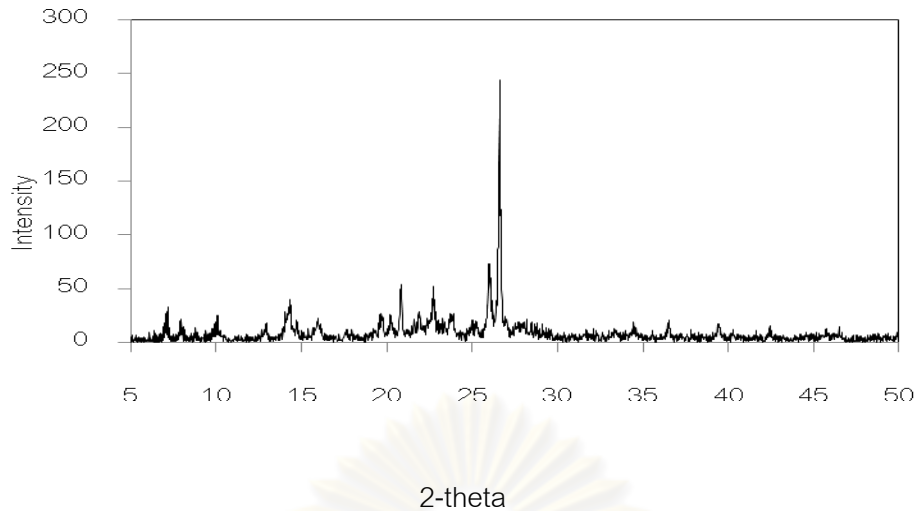
ภาคผนวก ค

รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาวะในการทดลองต่างๆ

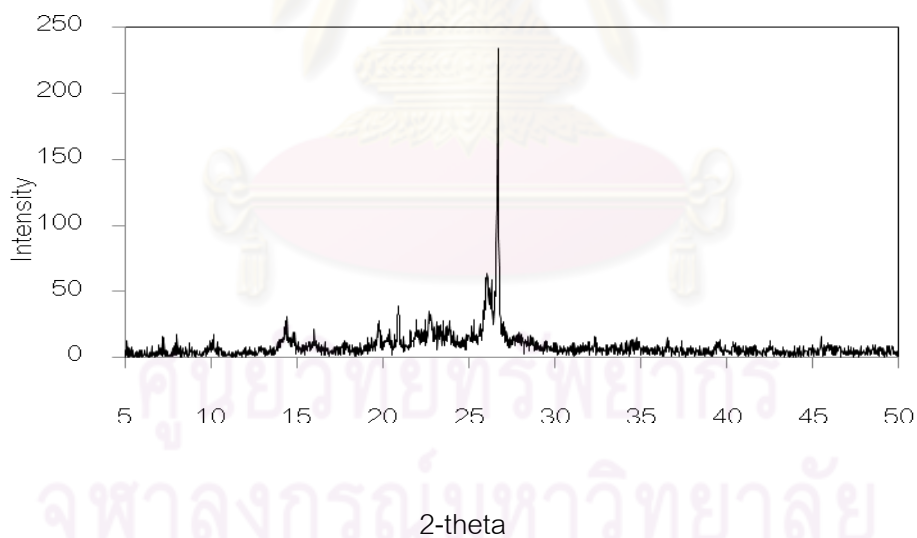
ภาคผนวก ค แสดงรูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่ภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง ซึ่ง เป็นผลของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินา อัตราส่วนโด ยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล คุณสมบัติในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน ที่ค่าคงที่ของการเติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22มาตรฐาน ปริมาณร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ ค่าความเป็นกรด- ต่างของเจลคงที่ในช่วง 10 ± 1 อัตราเร็วของการหมุนเครื่องปฏิกรณ์ เท่ากับ 15 รอบต่อนาที โดยเมื่อทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ปรากฏรูปแบบ XRD ซึ่งสามารถแสดงได้ดังนี้



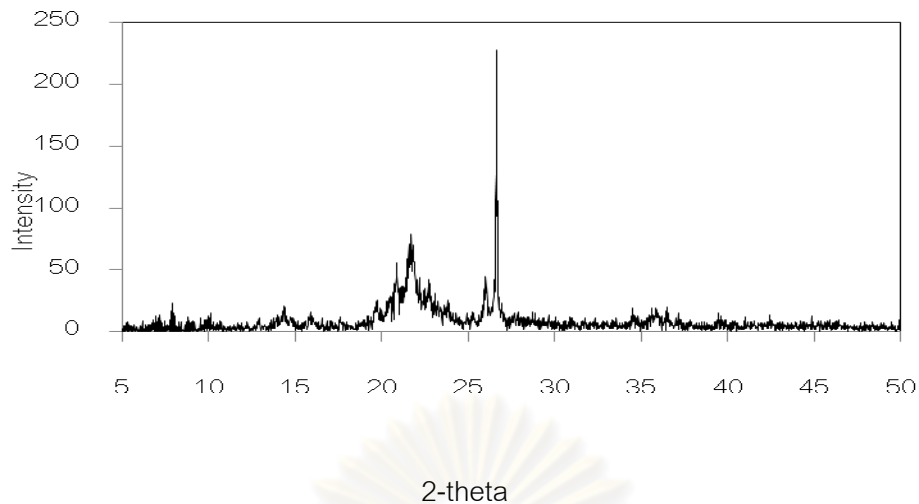
รูป ค1 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 25 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน คุณสมบัติในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน เท่ากับ 0.9 เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



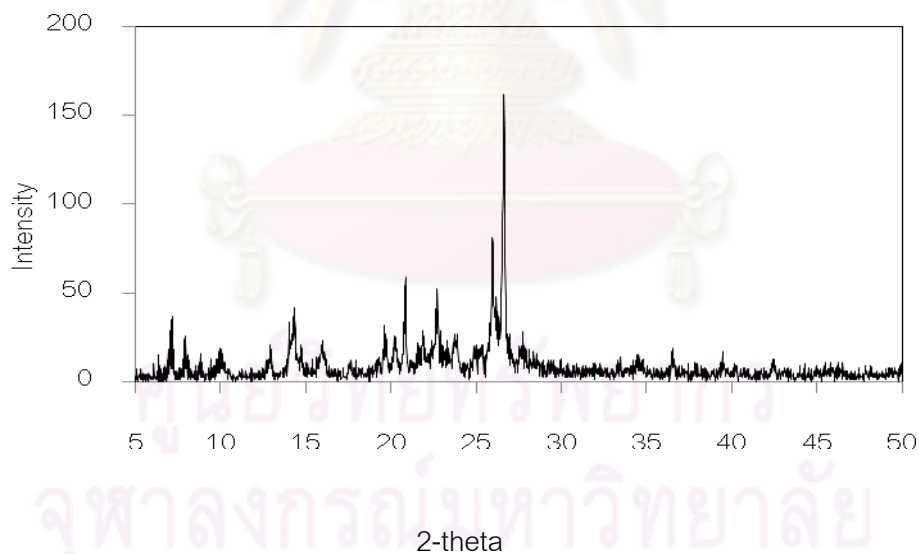
รูป ค2 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



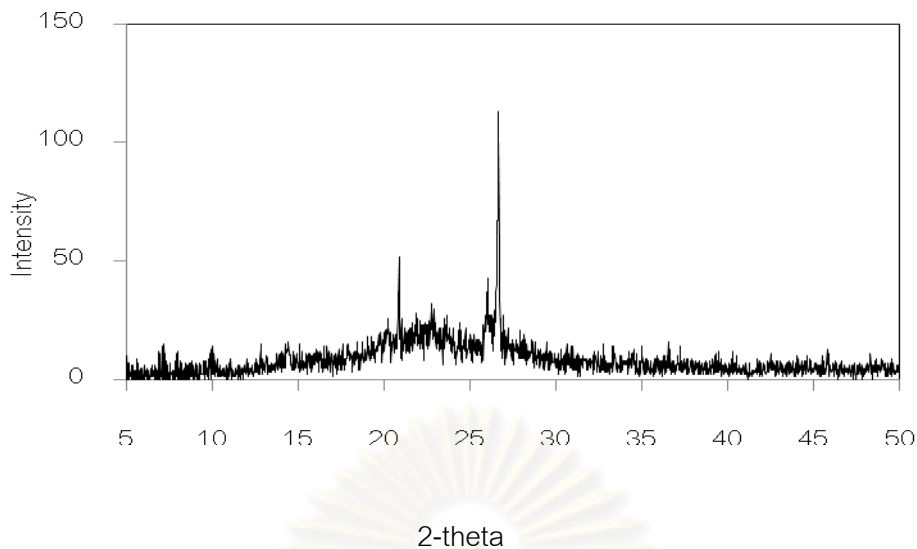
รูป ค3 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 35 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



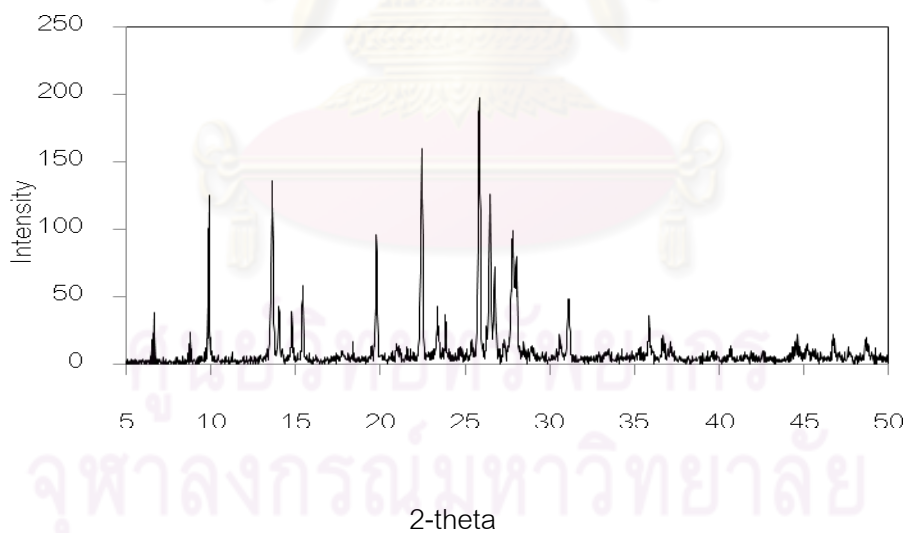
รูป ค4 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 0.25 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



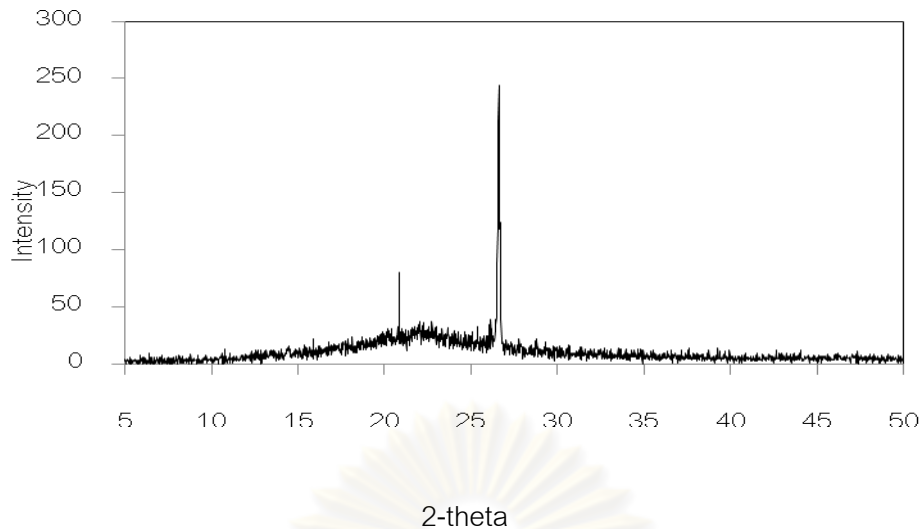
รูป ค5 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



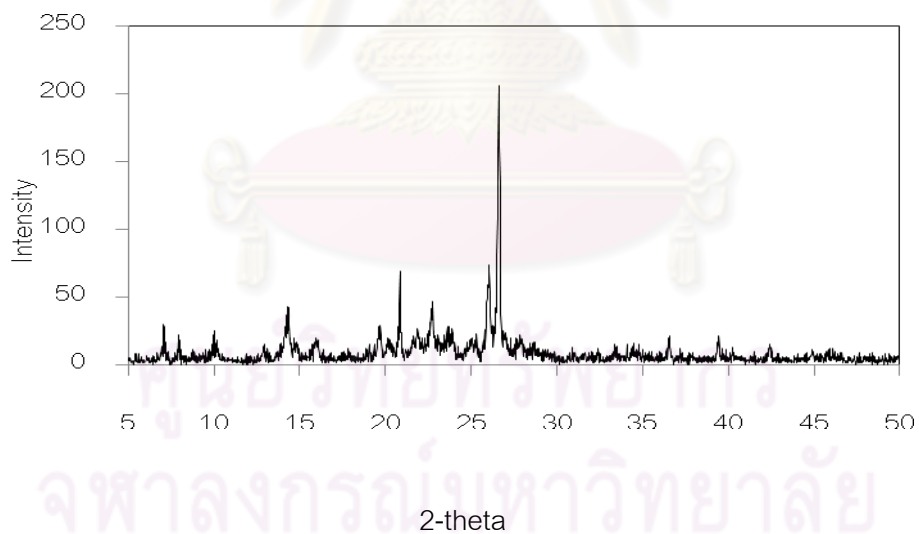
รูป ค6 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1.5 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



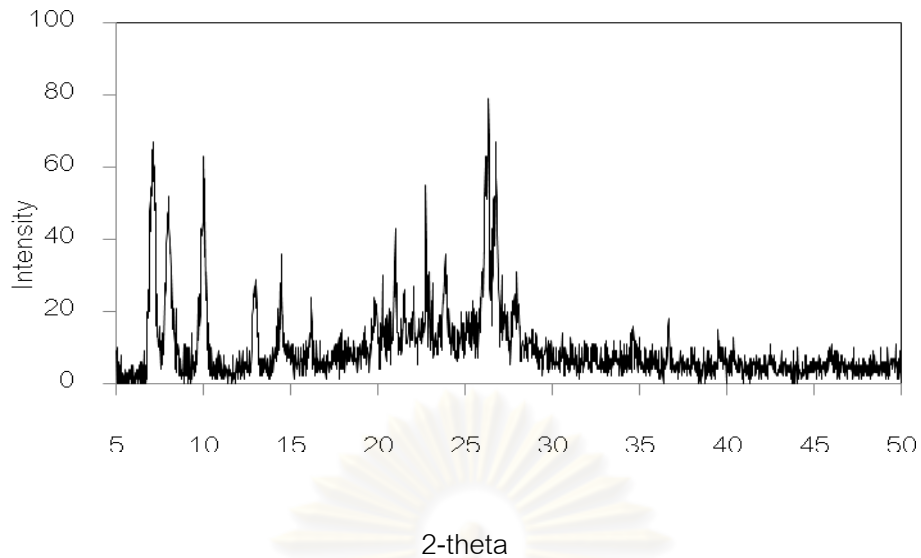
รูป ค7 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 2 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



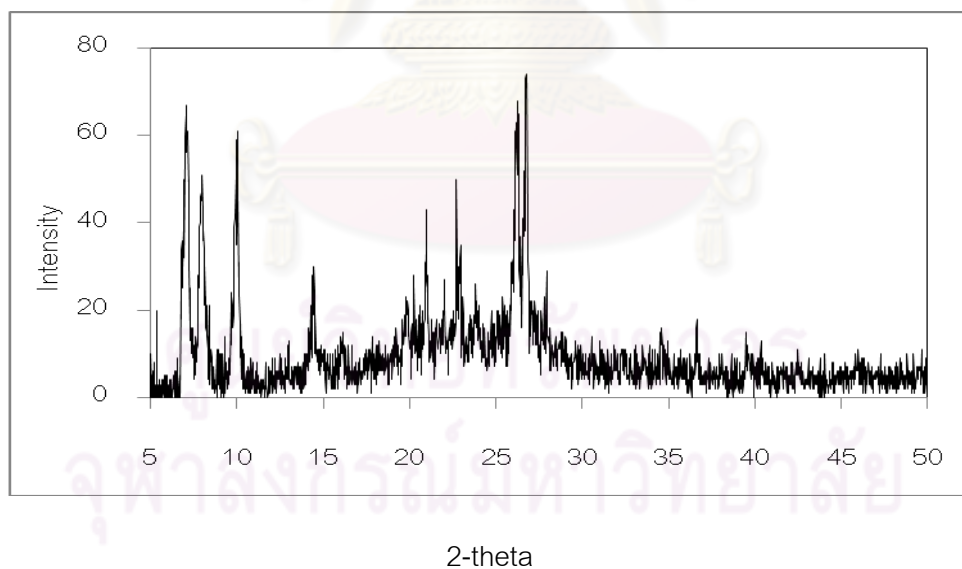
รูป ค8 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 3 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน เท่ากับ 0.9 เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



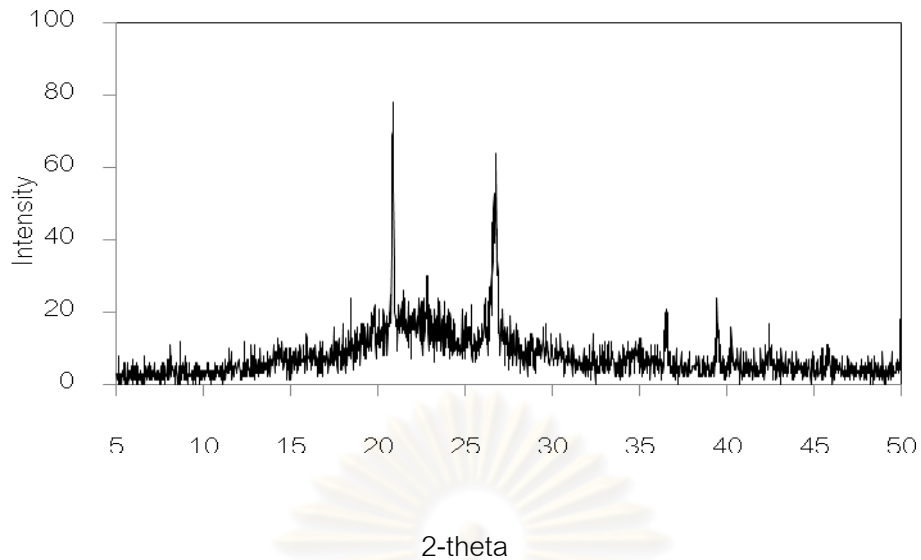
รูป ค9 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 5 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมิน เท่ากับ 0.9 เติมซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



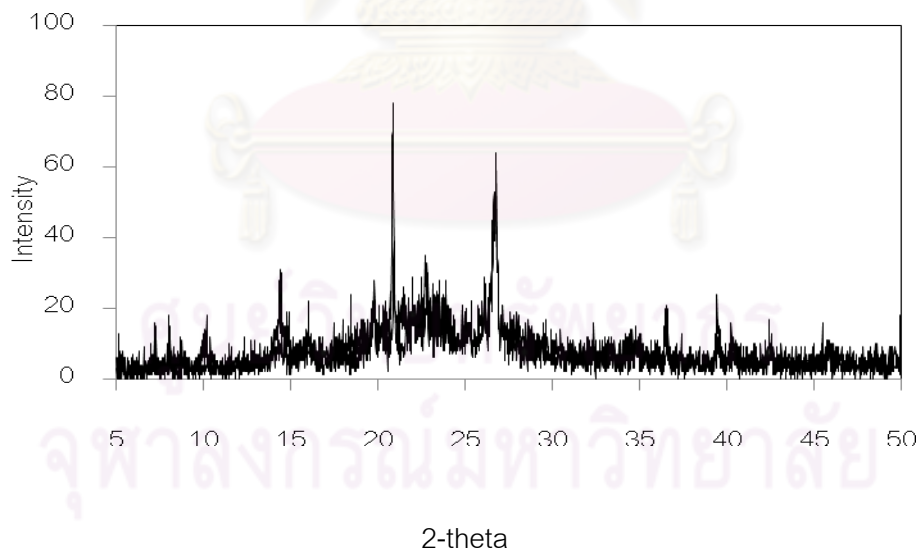
รูป ค10 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 160 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เต็มซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



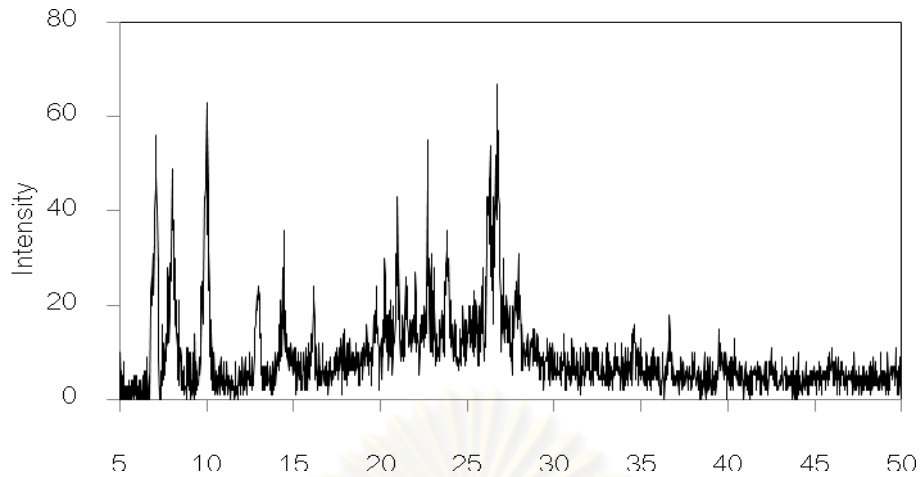
รูป ค11 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.9 เต็มซีดีซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



รูป ค12 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



รูป ค13 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 0.5 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ



รูป ค14 รูปแบบ XRD ของซีโอไลต์ MCM-22 ที่สังเคราะห์ได้จากดินขาวธรรมชาติ ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 30 อัตราส่วนโดยมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดินขาวธรรมชาติ เท่ากับ 1 เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 วัน อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่อเฮกซะเมทิลีนอิมีน เท่ากับ 1.2 เติมซีดซีโอไลต์ MCM-22 เท่ากับ ร้อยละ 2 ของดินขาวธรรมชาติ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวปิยะนุช ภูทองขาว เกิดวันที่ 5 พฤศจิกายน 2526 ที่จังหวัดร้อยเอ็ด สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีวิศวกรรม ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2548 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2549



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย