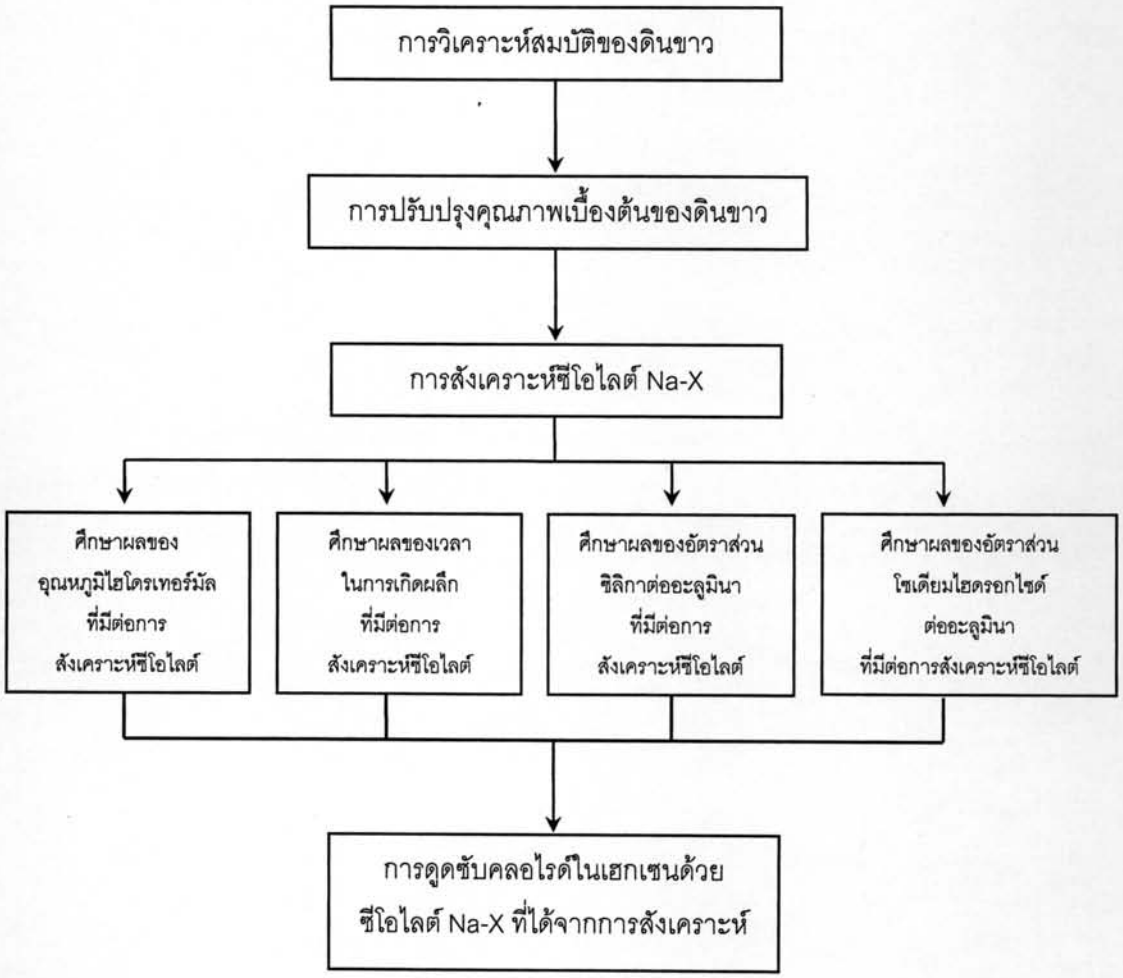
บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีดำเนินการวิจัย

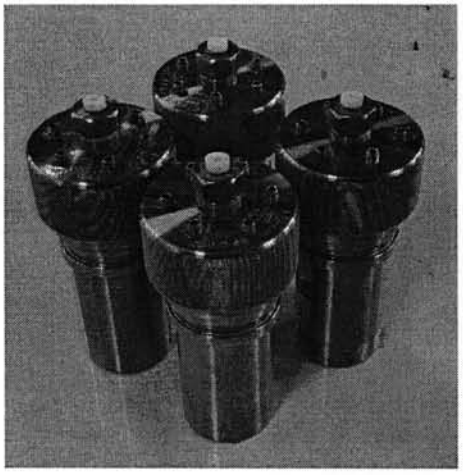
งานวิจัยนี้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X จากดินขาวธรรมชาติ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 4 ส่วนคือ การวิเคราะห์สมบัติของดินขาวที่ใช้ในการทดลอง การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว การสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X และการดูดซับคลอไรด์ในเฮกเซนด้วยซีโอไลต์ Na-X ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยขั้นตอนการวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.1

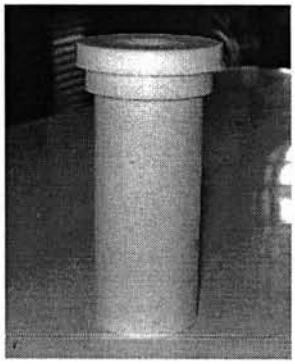


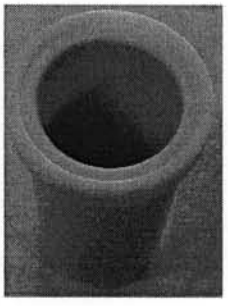
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการวิจัย

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

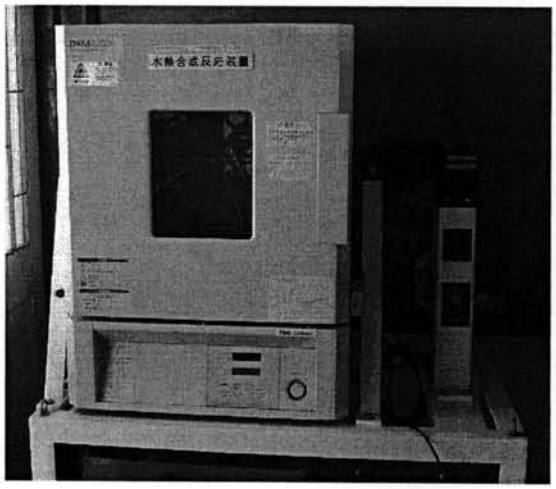
1. ชุดเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล ภายนอกทำจากเหล็กไร้สนิม (stainless steel) เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 เซนติเมตร ยาว 11.5 เซนติเมตร ภายในทำจากเทฟลอน (teflon) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร ยาว 11 เซนติเมตร พร้อมตู้อบแบบแกว่งได้ ดังรูปที่ 3.2 และรูปที่ 3.3
2. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven) ดังรูปที่ 3.4
3. เตาเผาไฟฟ้า (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. เครื่องวัดความเป็นกรดด่าง (pH meter)
10. ชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศ (suction flask and vacuum pump)
11. โถปลอดความชื้น (desiccator)
12. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
13. โกร่งบดสาร (mortar)
14. กระดาษกรองเบอร์ 93 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 110 มิลลิเมตร
15. บีกเกอร์เทฟลอน (teflon beaker) ขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร
16. ขวดพลาสติกสำหรับเก็บสารเคมี
17. ชุดเครื่องแก้ว ประกอบด้วย บีกเกอร์ ขวดรูปชมพู่ ขวดวัดปริมาตร ปิเปต บิวเรต แท่งแก้ว ขวดเก็บสาร กระจกนาฬิกา ถ้วยกระเบื้องทนความร้อน ฯลฯ







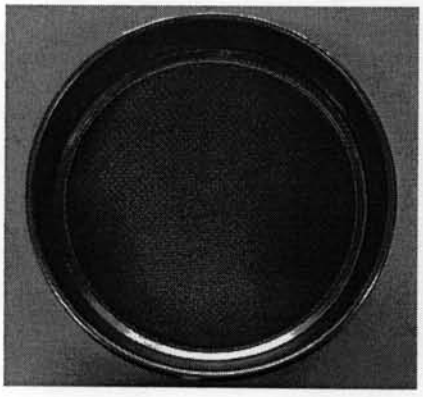
<u>รูปที่ 3.2</u> ชุดเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล



<u>รูปที่ 3.3</u> ตู้อบแบบแกว่งได้รุ่น KH-02A ยี่ห้อ Hiro

รูปที่ 3.4 ตู้อบ (Hot Air Oven)

รูปที่ 3.5 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace)

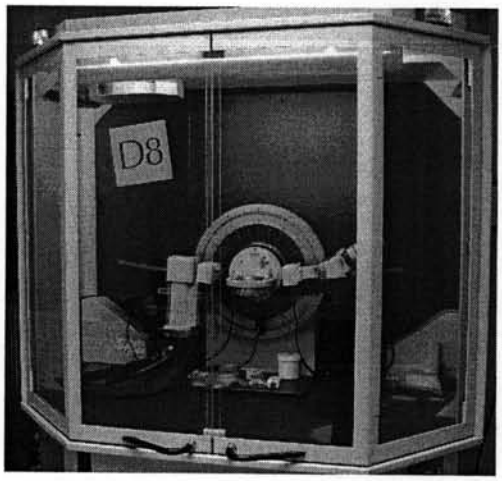


รูปที่ 3.6 ตะแกรงร่อน 325 mesh

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)

เทคนิค X-ray diffraction (XRD) (รูปที่ 3.7) เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์พลังงานสูงที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงานจะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่วงในของอะตอมอนุภาคที่เป็นเป้าหลุดออกมา ทำให้เกิดออร์บิทัลว่างขึ้น อะตอมจะมีเสถียรภาพต่ำลง อิเล็กตรอนในชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าก็จะเข้ามาแทนที่ออร์บิทัลที่ว่างอยู่ การเข้ามาแทนที่นี้จะเกิดการคายพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปความร้อน และรังสีเอกซ์ และเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวดีเทคเตอร์เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่มีองศาต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆ ของปริมาณความเป็นผลึกได้



รูปที่ 3.7 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ รุ่น JDX-8030 ยี่ห้อ JEOL

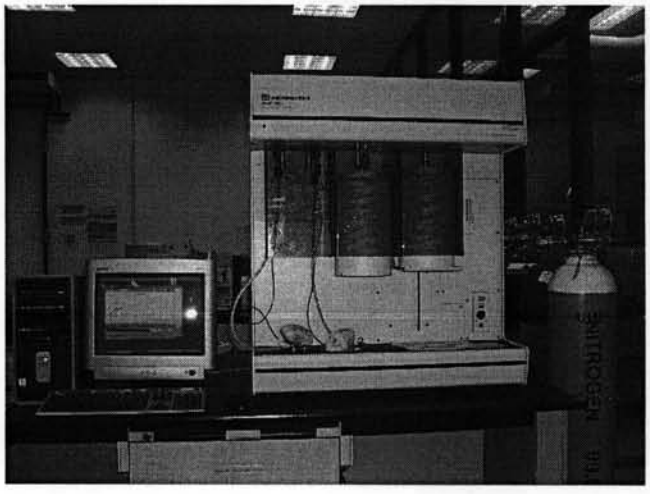
2. เครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence : XRF)

เทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการที่เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูงไปกระทบชิ้นงานทำ ให้ชิ้นงานเกิดการปล่อย photon ออกมา (fluoresced) เนื่องจาก photon ที่ถูกปล่อยออกมากจากธาตุต่างชนิดในชิ้นงานจะมีความยาว

คลื่นและพลังงานต่างกัน และเนื่องจากปริมาณของ photon ที่เปล่งออกมาขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารนั้นๆ ข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุและธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่างได้

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

เครื่อง Surface area and porosity analyzer (รูปที่ 3.8) เป็นเครื่องมือที่ใช้ เพื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิว (surface area) ขนาดรูพรุน (pore diameter) และปริมาตรรูพรุน (pore volume) ด้วยเทคนิคการวัดการดูดซับไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) โดยอาศัยหลักการวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET)

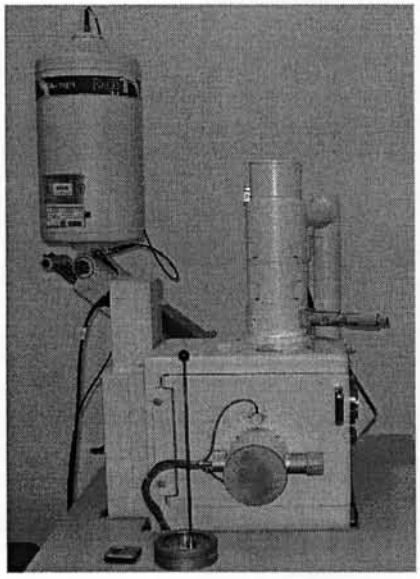


รูปที่ 3.8 เครื่องตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ

4. เครื่องสแกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป (scanning electron microscope : SEM)

เครื่อง SEM (รูปที่ 3.9) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน (morphology) และขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเทคนิคที่ใช้ในช่วยให้เห็นลักษณะผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาถึงระดับอะตอม ซึ่งใช้ลำอิเล็กตรอนแทนแสง โดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ปล่อยอิเล็กตรอนปฐมภูมิโดยมีเลนส์รวมแสง (condenser lens) ทำหน้าที่บังคับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดและความเข้มเหมาะสมกับตัวอย่าง โดยมีขดลวดการส่องกราด (scanning coil) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวนอนและแนวตั้งบนระนาบของตัวอย่าง โดยเลนส์ใกล้วัตถุเป็นเลนส์อิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดภาพชัดขึ้นและตัวตรวจวัด (detector) เป็นตัว

เปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพของข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะผิวหน้าและลักษณะตัวอย่าง



รูปที่ 3.9 เครื่องสแกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป รุ่น JSM-5800 LV ยี่ห้อ JEOL

3.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. ดินขาวธรรมชาติจากแหล่งจังหวัดเพชรบูรณ์
2. โซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminate (anhydrous); $NaAlO_2$) 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. กรดไฮโดรคลอริก บริสุทธิ์ร้อยละ 37 โดยน้ำหนัก ผลิตโดยบริษัท AnalaR
5. กรดซัลฟิวริก บริสุทธิ์ร้อยละ 96.60 โดยน้ำหนัก ผลิตโดยบริษัท Fisher Chmicals
6. เฮกเซนจากกระบวนการผลิตโพลิเอทิลีน จากบริษัท ไทยโพลีเอทิลีน จำกัด
7. น้ำกลั่น

3.4 การดำเนินการวิจัย

เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X ตัวแปรที่มีผลในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X ได้แก่ อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล เวลาในการเกิดผลึก อัตราส่วนซิลิกาต่ออูมินา และอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินา โดยทำการศึกษาตัวแปรต่างๆ ดังนี้

1. ศึกษาผลของอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัลที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ภาวะ : เวลาในการเกิดผลึก 24 ชั่วโมง

อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 2.0

อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาเท่ากับ 8

ตัวแปร คือ อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส

2. ศึกษาผลของเวลาในการเกิดผลึก 24 ชั่วโมงที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 90 องศาเซลเซียส

อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 2.0

อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาเท่ากับ 8

ตัวแปร คือ เวลาในการเกิดผลึก 6, 12, 24, 48, 72, 96, 120, 144, 192 และ 240 ชั่วโมง

3. ศึกษาผลของอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 90 องศาเซลเซียส

เวลาในการเกิดผลึก 24 ชั่วโมง

อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาเท่ากับ 8

ตัวแปร คือ อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 และ 6.0

4. ศึกษาผลของอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาที่มีต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ภาวะ : อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 90 องศาเซลเซียส

เวลาในการเกิดผลึก 24 ชั่วโมง

อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 2.0

ตัวแปร คือ อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินา 2, 4, 8, 12, 16, 20 และ 24

3.5 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.5.1 การวิเคราะห์สมบัติของดินขาว

1. วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุต่างๆ ในดินขาวธรรมชาติด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence: XRF)
2. วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของดินขาวธรรมชาติด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction: XRD)
3. วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูปทรงของผลึกของดินขาวธรรมชาติด้วยเครื่องสแกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโครป (scanning electron microscope : SEM)

3.5.2 การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาว (pretreatment)

เนื่องจากดินขาวที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X เป็นวัตถุดิบที่มาจากธรรมชาติ จึงต้องนำมาผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพก่อนทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในวัตถุดิบ การปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของดินขาวประกอบด้วย การปรับปรุงคุณภาพทางกายภาพ (physical treatment) และทางความร้อน (thermal treatment) การปรับปรุงคุณภาพด้วยสารเคมี (chemical treatment) และการสลายพันธะควอตซ์ (breaking quartz) ซึ่งขั้นตอนของการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้น ทำได้โดย

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

3.5.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ทำขึ้นภายหลังกระบวนการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นของขาวด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยตัวแปรและค่าที่ทำการศึกษาในวิทยานิพนธ์แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ทำการศึกษาในวิทยานิพนธ์ และค่าที่กำหนด

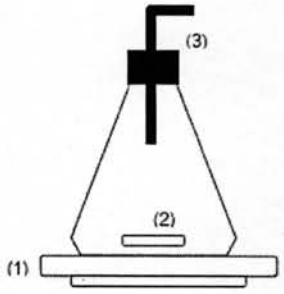
ตัวแปรที่ทำการศึกษา	ค่าที่กำหนด
อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล	80, 90, 100 องศาเซลเซียส
เวลาในการเกิดผลึก	6, 12, 24, 48, 72, 96, 120, 144, 192, 240 ชั่วโมง
อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินา	1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0
อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินา	2, 4, 8, 12, 16, 20, 24

ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์ Na-X ทำได้โดย

1. นำดินขาวที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพเบื้องต้นกวนผสมในสารละลายเบสโดยให้ปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับอัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ออะลูมินาที่ต้องการ ปรับอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาด้วยโซเดียมอะลูมิเนต
2. นำสารละลายใส่เครื่องปฏิกรณ์ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (aging)
3. ให้อุณหภูมิกับเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งอุณหภูมินี้เรียกว่าอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล และระยะเวลาในขั้นตอนนี้เรียกว่าเวลาในการเกิดผลึก
4. จากนั้นทำการกรองและล้างซีโอไลต์ที่ได้จนมี pH น้อยกว่า 9 หรือเป็นกลาง อบซีโอไลต์ Na-X ที่สังเคราะห์ได้ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง

3.5.4 การดูดซับคลอไรด์ในเฮกเซน

1. ชั่งน้ำหนักซีโอไลต์ Na-X ที่สังเคราะห์ได้ โดยให้มีอัตราส่วนของซีโอไลต์ต่อเฮกเซนเท่ากับ 1 กรัมต่อ 20 มิลลิลิตร
2. แช่ซีโอไลต์ในเฮกเซน กวนตลอดเวลา 24 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.10 ตรวจหาปริมาณคลอไรด์ด้วย potentiometric titration (UOP method 588-94)



(1) Stirrer bar (2) Magnetic bar
(3) จุกยาง และท่อนำก๊าซ

รูปที่ 3.10 ชุดการดูดซับคลอไรด์ในเฮกเซนแบบแบตช์