



การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าแกลบ
SYNTHESIS OF ZEOLITE FROM RICE HUSK ASH

นายกรกต คำอินทร์

รหัส 53364154

นายอนุชิต เชิงเขา

รหัส 53364284

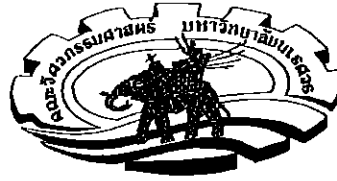
ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์
วันที่รับ..... 25 / 12.0 / 57
เลขทะเบียน..... 16.5.50228
เลขเรียกหนังสือ..... N.S.
มหาวิทยาลัยอัสสัมชัญ 1152/1

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ²⁵⁹⁶

สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยอัสสัมชัญ


ปีการศึกษา 2556




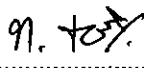
ใบรับรองปริญญาโท

ชื่อหัวข้อโครงการ การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากถ้ำแกลบ
ผู้ดำเนินโครงการ นายกรกต คำอินทร์ รหัส 53364154
 นายอนุชิต เขิงเขา รหัส 53364184
ที่ปรึกษาโครงการ อาจารย์อุปถัมภ์ นาครักษ์
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ
ภาควิชา วิศวกรรมอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา 2556

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร อนุมัติให้ปริญญาโทฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ


.....ที่ปรึกษาโครงการ
(อาจารย์อุปถัมภ์ นาครักษ์)


.....กรรมการ
(อาจารย์ฤชณา พูลสวัสดิ์)


.....กรรมการ
(อาจารย์ทศพล ตริรุจิราภาพงศ์)

ชื่อหัวข้อโครงการ	การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าแกลบ	
ผู้ดำเนินโครงการ	นายกรกต คำอินทร์	รหัส 53364154
	นายอนุชิต เชิงเขา	รหัส 53364284
ที่ปรึกษาโครงการ	อาจารย์อุบลกัมภ์ นาครักษ์	
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ	
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2556	

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเถ้าแกลบ โดยนำเถ้าแกลบที่เป็นวัสดุเหลือใช้ของโรงสีมาทำการใช้ในการทดลองซึ่งจากการศึกษาสมบัติเบื้องต้นของเถ้าแกลบที่ได้จากโรงสีนั้นพบว่าเถ้าแกลบที่ได้มีส่วนประกอบของซิลิกา (SiO_2) มากถึงร้อยละ 99 และผลจากการศึกษาเชิงโครงสร้างพบว่าซิลิกานั้นมีโครงสร้างเป็นเฟสคริสตาโบไลท์ ซึ่งจะพบได้เมื่อเถ้าแกลบถูกเผาด้วยอุณหภูมิมากกว่า 1400 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่าเถ้าแกลบที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์นั้นมีความบริสุทธิ์สูงมาก โดยการสังเคราะห์นั้นจะใช้เตตระโทพิวแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) เป็นสารกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์ โดยมุ่งหวังที่จะทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยในการทดลองนั้นจะทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่ 50 100 200 400 1000 เพื่อศึกษาผลกระทบของอะลูมิเนียมที่น้อยที่สุดที่ทำให้ซีโอไลต์มีประสิทธิภาพสูงสุด หลังจากนั้นจะทำการศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้และศึกษาประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเสียจากซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

จากศึกษาผลการทดลองได้นั้นพบว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เป็นซีโอไลต์ชนิด Analcime ซึ่งเป็นซีโอไลต์ที่พบได้ในธรรมชาติ ผลการทดลองที่ได้จึงผิดไปจากสมมุติฐานตั้งต้นที่ต้องการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ซึ่งมีโครงสร้างแบบสังเคราะห์ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากหลายสาเหตุ อาทิเช่น อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ ปริมาณน้ำ ความชื้น และความดันของระบบ ซึ่งข้อผิดพลาดในการทดลองในงานวิจัยในครั้งนี้จะสามารถเป็นประโยชน์ในการศึกษาเพิ่มเติมและการสังเคราะห์ต่อไป

อย่างไรก็ตามจากการนำซีโอไลต์ชนิด Analcime ที่ได้จากการสังเคราะห์มาทำการทดลองหาประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเสียโดยใช้วิธีการดูดซับสีย้อมนั้นพบว่า Analcime ที่ได้จากการสังเคราะห์ให้ประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมได้ดีกว่าถ่านกัมมันต์ทั่วไป ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ที่จะมีการนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นี้ไปประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสียต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบพระคุณ อาจารย์อุปลักษณ์ นาครักษ์ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการและ อาจารย์วิลาวัลย์ คณิตชัยเดชา ในการทำโครงการวิจัยครั้งนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีและยังให้ความรู้ คำปรึกษา แนวคิด ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการค้นคว้าข้อมูลในการวิเคราะห์ ตลอดจนวิธีการในการ แก้ปัญหา แก้ไขข้อบกพร่อง ตลอดจนให้ความช่วยเหลือทางด้านต่าง ๆ และให้กำลังใจในการทำงาน มาโดยตลอด ผู้จัดทำขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบคุณ อาจารย์ทศพล ตริรุจิราภาพงศ์ และอาจารย์กฤษณา พูลสวัสดิ์ ที่กรุณาเสียสละ เวลามาเป็นคณะกรรมการสอบโครงการ พร้อมทั้งให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ และข้อเสนอแนะในการปรับปรุงแก้ไขโครงการนี้

ขอขอบคุณ นายแพทย์สมเกียรติ ตั้งพิทักษ์กุล (โรงสีเอี่ยมเฮงถั่ง (สระบุรี) จำกัด) สำหรับ ทุนการศึกษาที่ใช้ในระหว่างการศึกษาซึ่งส่งผลให้โครงการนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ ครูช่างประเทือง โมราราย ครูช่างธวัชชัย ชุลบุตร ครูช่างรณภฤต แสงผ่องและ นักวิทยาศาสตร์ คุณอิสริย์ วัตฤภาพ ที่คอยเอื้อเฟื้อสถานที่และอุปกรณ์ในการทำโครงการ รวมไปถึง การแนะนำวิธีใช้อุปกรณ์ และเครื่องมือต่างๆ อย่างถูกวิธี

ขอขอบคุณ คุณธนิศา สุทธะตั้ง นักวิทยาศาสตร์ศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ในการใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer ในการวิเคราะห์ชิ้นงานจนสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี รวมไปถึงการแนะนำวิธีใช้อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ อย่างถูกวิธี

ขอขอบคุณสถานวิจัยเพื่อความเป็นเลิศทางวิชาการ ด้านอนามัยสิ่งแวดล้อมและพิษวิทยา (Center of Excellence for Environmental Health & Toxicology) ในการสนับสนุน สำหรับการโครงการวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวที่คอยสนับสนุนในเรื่องกำลังใจ และค่าใช้จ่าย จนสามารถศึกษาและทำโครงการวิจัยเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

คณะผู้ดำเนินโครงการวิศวกรรม

นายกรกต คำอินทร์

นายอนุชิต เชิงเขา

ธันวาคม 2556

สารบัญ

	หน้า
ใบรับรองปริญญาโท.....	ก
บทคัดย่อ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
สารบัญสัญลักษณ์และอักษรย่อ.....	ซ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	1
1.3 เกณฑ์ชี้วัดผลงาน.....	2
1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลสำเร็จ.....	2
1.5 ขอบเขตการดำเนินโครงการ.....	2
1.6 สถานที่ในการดำเนินโครงการ.....	2
1.7 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ.....	2
1.8 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ.....	3
บทที่ 2 หลักการและทฤษฎี.....	4
2.1 ซีโอไลต์.....	4
2.2 ซี้ได้จากแกลบข้าว.....	23
2.3 ซีโอไลตชนิด ZSM-5.....	24
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	26
2.5 ตัวอย่างเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ซีโอไลต์.....	26
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	29
3.1 วัสดุและอุปกรณ์.....	30
3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	30

สารบัญ (ต่อ)

บทที่ 4	ผลการทดลองและการวิเคราะห์.....	33
4.1	การเตรียมวัตถุดิบ	33
4.2	การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากซีเถ้าจากแกลบข้าว	35
บทที่ 5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	40
5.1	สรุปผลการทดลอง	40
5.2	ข้อเสนอแนะ	41
5.3	ปัญหาที่พบ และแนวทางการแก้ไขปัญหา	41
5.4	การศึกษาเพิ่มเติมในอนาคต.....	41
เอกสารอ้างอิง	42
ภาคผนวก ก	45
ประวัติผู้จัดทำโครงการ	53



สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1	ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ..... 3
2.1	เส้นผ่านศูนย์กลางของช่องเปิดและช่องว่างภายในโครงสร้างซีโอไลต์ที่สำคัญบางชนิด ... 9
2.2	สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของวัสดุซีโอไลต์ 10
2.3	ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม..... 19
2.4	องค์ประกอบของแกลบข้าว..... 23
2.5	องค์ประกอบสารอินทรีย์ของแกลบข้าว..... 24
3.1	อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมและปริมาณสารที่ใช้ในการทดลอง..... 31
4.1	ผลการวิเคราะห์การเรืองแสงของรังสีเอกซ์..... 34



สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างของซีโอไลต์.....	5
2.2	โครงสร้างพื้นฐานของซีโอไลต์.....	5
2.3	โครงสร้างทุติยภูมิของซีโอไลต์.....	6
2.4	หน่วยโครงสร้างหลักของซีโอไลต์เตตระฮีดรอลของหมู่ $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$	7
2.5	ลักษณะพื้นผิวของซีโอไลต์.....	7
2.6	ซีโอไลต์ธรรมชาติชนิด Clinoptilolite.....	8
2.7	ปฏิกิริยาการเตรียมวัสดุซีโอไลต์.....	11
2.8	การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซลเจล.....	13
2.9	แผนผังการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล.....	14
2.10	การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล.....	14
2.11	การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส.....	15
2.12	กราฟแสดงค่าการละลายของผลึกต่าง ๆ.....	16
2.13	กระบวนการที่เกิดขึ้นในการตกตะกอน.....	17
2.14	ลักษณะโครงสร้างย่อยของซีโอไลตชนิด ZSM-5.....	25
2.15	ลักษณะช่องว่างในซีโอไลตชนิด ZSM-5.....	25
2.16	ตัวอย่างเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	27
3.1	ขั้นตอนการดำเนินงาน.....	29
4.1	กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์จากแกลบข้าว.....	33
4.2	เฟสไดอะแกรมของ $\text{Na}_2\text{O} - \text{SiO}_2$	34
4.3	กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารสังเคราะห์.....	35
4.4	การทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม Methylene Blue.....	36
4.5	กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น.....	36
4.6	การดูดกลืนแสงของละลาย UV-VIS Spectrophotometry.....	37
4.7	การทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม Methylene Blue.....	37
4.8	กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น.....	38
ก.1	กราฟ JCPDS no. 00-001-0424 ของ Cristobalite.....	47
ก.2	กราฟ JCPDS no. 01-076-0901 ของ Analcime.....	50
ก.3	กราฟ JCPDS no. 01-085-1208 ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5.....	52

สารบัญสัญลักษณ์และอักษรย่อ

pH	=	power of hydrogen ion concentration
TPABr	=	Tetrapropyl ammonium bromide
UV/VIS	=	Ultraviolet and Visible
XRD	=	X-ray diffraction
mg/l	=	มิลลิกรัมต่อลิตร
mg	=	มิลลิกรัม
g	=	กรัม



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าชาวนั้นเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญอย่างหนึ่งของประเทศไทยและประเทศไทยยังมีการส่งออกข้าวสารเป็นอันดับต้น ๆ ของโลกซึ่งในกระบวนการผลิตข้าวสารนั้นจะมีของเหลือที่สำคัญอย่างหนึ่งนั่นคือเปลือกของข้าวที่เหลือจากการสีข้าวหรือที่เราเรียกกันว่า “แกลบ” โดยในโรงสีขนาดใหญ่จะมีการนำแกลบข้าวมาใช้เป็นเชื้อเพลิงในการผลิตไฟฟ้าโดยการเผาที่ความร้อนสูงหรือทำการเผาแกลบข้าวเพื่อใช้ในระบบทำความร้อน และของเหลือจากการเผาแกลบอันดับสุดท้ายนั้นคือ “ขี้เถ้า” ซึ่งไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ต่อไปได้นอกจากทิ้งให้เป็นขยะ

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าส่วนประกอบที่สำคัญของขี้เถ้าจากแกลบข้าว นั้นคือ ซิลิกอน (Si) [1] ซึ่งซิลิกอนนั้นเป็นที่รู้กันว่าสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย อาทิเช่น สารกึ่งตัวนำ [2] และซีโอไลต์ [3] อย่างไรก็ตามในการนำไปประยุกต์ใช้ในงานทางด้านสารกึ่งนำนั้นจำเป็นต้องใช้ซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์สูงมาก ดังนั้นซิลิกอนที่ได้จากขี้เถ้าจากแกลบข้าว นั้นจึงไม่เหมาะสมในการผลิตสารกึ่งตัวนำ แต่ในขณะที่การนำไปสังเคราะห์ซีโอไลต์นั้นไม่จำเป็นต้องใช้ซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์สูงมากนัก

ซีโอไลต์เป็นวัสดุที่มีความสำคัญอย่างหนึ่งในปัจจุบัน ซึ่งซีโอไลต์นั้นสามารถจำแนกได้หลายชนิดขึ้นอยู่กับส่วนประกอบทางเคมีและโครงสร้าง อาทิเช่น Afghanite, Phillipsite และ ZSM-5 [4] เป็นต้น ซีโอไลต์นิยมนำไปใช้งานกันอย่างแพร่หลายในการนำไปบำบัดน้ำเสียเนื่องจากซีโอไลต์นั้นทำให้เกิดกระบวนการดูดซับ (Adsorption) [5] และกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange) [6] กับสิ่งปนเปื้อนภายในน้ำที่มีสารพิษได้หลายชนิดไม่ว่าจะเป็นโลหะหนัก [7] และสารพิษอินทรีย์

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเป็นการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากขี้เถ้าจากแกลบข้าวโดยใช้กระบวนการทางเคมีโดยมีอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่แตกต่างกันออกไป การระบุชนิดของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ได้และทำการศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นอกจากนี้ยังทำการศึกษานำซีโอไลต์ไปใช้ในการบำบัดน้ำเสียโดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวชี้วัดประสิทธิภาพของซีโอไลต์และผลทางอ้อมของงานวิจัยนี้คือการนำของเหลือใช้จากภาคเกษตรกรรมมาเพิ่มมูลค่า

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.2.1 ทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากขี้เถ้าจากแกลบข้าวโดยมีสัดส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมแตกต่างกันออกไป เพื่อศึกษาผลกระทบของอะลูมิเนียมที่น้อยที่สุดที่ทำให้ซีโอไลต์มีประสิทธิภาพสูงสุด

1.2.2 ศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

1.2.3 ศึกษาประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเสียโดยใช้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

1.3 เกณฑ์ชี้วัดผล

1.3.1 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีสมบัติตรงตามข้อกำหนดมาตรฐาน

1.3.2 ได้ทำการศึกษาสมบัติเฉพาะของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

1.3.3 ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นั้นสามารถใช้ในการบำบัดน้ำเสียได้และให้ประสิทธิภาพที่ดี

1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลสำเร็จ

1.4.1 สามารถนำซีโอไลต์จากแกลบข้าวมาสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์ได้

1.4.2 สามารถศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ได้

1.4.3 สามารถนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ในการบำบัดน้ำเสีย

1.5 ขอบเขตในการดำเนินโครงการ

1.5.1 ศึกษาผลกระทบของอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่มีค่าแตกต่างกันออกไป

1.5.2 ทำการระบุชนิดของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

1.5.3 ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่ได้สังเคราะห์ได้โดยศึกษาโครงสร้างทั่วไป

1.5.4 ศึกษาประสิทธิภาพของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้บำบัดน้ำเสียโดยทำการเปรียบเทียบปริมาณของน้ำเสียสังเคราะห์ก่อนและหลังผ่านชุดปฏิกรณ์ซีโอไลต์

1.6 สถานที่ในการดำเนินโครงการ

1.6.1 ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

1.6.2 ห้อง TC307 อาคารมหาธรรมราชาหน่วยวิจัยวัสดุขั้นสูงเพื่อการประยุกต์ทางด้านพลังงานและสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

1.6.3 ศูนย์ปฏิบัติการเครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

1.7 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ

ตั้งแต่เดือนเมษายน พ.ศ. 2556 ถึง ธันวาคม พ.ศ. 2556

บทที่ 2

หลักการและทฤษฎีเบื้องต้น

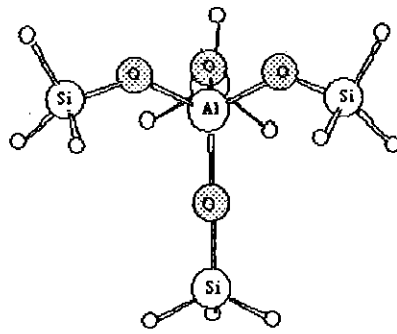
2.1 ซีโอไลต์ (Zeolite)

ซีโอไลต์มาจากภาษากรีกสองคำคือ “zeo” แปลว่า เดือด และ “Lithos” แปลว่า หิน เมื่อทำการรวมคำเข้าด้วยกันแล้วจะมีความหมายว่า หินเดือด ซีโอไลต์ถูกค้นพบในปี พ.ศ. 2299 โดยนักธรณีวิทยาชาวสวีเดนชื่อ Baron Axel Fredrik Cronstedt [8] หลังจากนั้นได้มีนักวิจัยทำการศึกษาและค้นคว้ากันอย่างกว้างขวาง ซีโอไลต์เป็นวัสดุพรุนซึ่งมีโครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบสูงมาก โครงสร้างพื้นฐานของซีโอไลต์จะมีลักษณะเป็นโครงข่ายของอะลูมิโนซิลิเกตที่มีประจุลบ (Anion Aluminosilicate Framework) ที่แข็งแรง มีรูพรุน (Cavities) และมีระบบช่องว่างที่ต่อเนื่องกัน ซึ่งมีขนาดที่เฉพาะเจาะจง โดยภายในรูพรุนและระบบช่องว่างที่ต่อเนื่องกันนั้นจะเป็นที่อยู่ของไอออนบวกของโลหะ เช่น โซเดียม โพแทสเซียม แคลเซียม เกาะอยู่อย่างหลวม ๆ กับโครงข่ายอะลูมิโนซิลิเกตที่มีประจุลบนั้นเมื่ออยู่ในสารละลายไอออนบวกเหล่านี้สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนกับโมเลกุลหรือประจุบวกอื่น ๆ นอกโครงสร้างได้ ซีโอไลต์นั้นอาจเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติในรูปของแร่ธาตุ

หน่วยย่อยของซีโอไลต์ประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอน (หรืออะลูมิเนียม) หนึ่งอะตอมและออกซิเจนสี่อะตอม (SiO_4 หรือ AlO_4) สร้างพันธะกันเป็นรูปสามเหลี่ยมสี่หน้า (Tetrahedron) โดยอะตอมของซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมอยู่ตรงกลาง และล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจนที่มุมทั้งสี่ ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ซึ่งโครงสร้างสามเหลี่ยมสี่หน้านี้จะเชื่อมต่อกันที่มุม (ใช้ออกซิเจนร่วมกัน) ก่อให้เกิดเป็นโครงสร้างที่ใหญ่ขึ้นและเกิดเป็นช่องว่างระหว่างโมเลกุล ส่งผลให้ซีโอไลต์มีลักษณะเป็นผลึกแข็งมีรูพรุนมากและช่องว่างที่ต่อเชื่อมกันอย่างเป็นระเบียบในสามมิติ โดยมีขนาดตั้งแต่ 2-10 อังสตรอม

ซีโอไลต์มีสมบัติที่ดีในการดูดซับน้ำ ดังนั้นเมื่อนำไปใส่ลงในดินจะช่วยทำให้ดินมีความสามารถในการอุ้มน้ำได้สูงขึ้นและทำให้พืชที่ปลูกสามารถใช้น้ำในดินได้มากขึ้น นอกจากนี้ซีโอไลต์ยังมีสมบัติอื่น ๆ ที่มีคุณค่าอีกหลายอย่าง อาทิเช่น มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวกสูงมารวมทั้งความสามารถในการดูดซับโมเลกุลสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ทั้งที่มีพิษและไม่มีพิษ

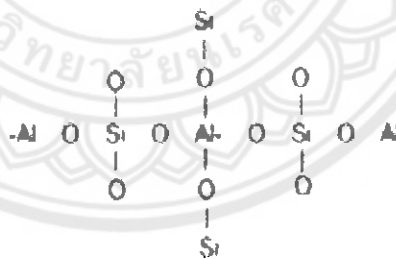
ในธรรมชาตินั้นพบว่ามีซีโอไลต์มากกว่า 600 ชนิด แต่สามารถแบ่งกลุ่มตามชนิดของโครงสร้างได้ประมาณ 40 ชนิด ซึ่งความแตกต่างในโครงสร้างนั้นจะส่งผลต่อสมบัติต่าง ๆ ของซีโอไลต์ เช่น โครงสร้างผลึก ความหนาแน่น ขนาดของโพรง ความแข็งแรงของพันธะ เป็นต้น



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของซีโอไลต์ [9]

2.1.1 โครงสร้างของซีโอไลต์

ซีโอไลต์เป็นแร่ที่ประกอบด้วยผลึกของอะลูมิโนซิลิเกตที่มีน้ำผลึกของโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ทซึ่งโดยมากจะเป็น โลหะ โซเดียม โพแทสเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม สตรอนเชียม และแบเรียม โดยโครงสร้างหลักของซีโอไลต์จะมีลักษณะเป็นโครงสร้างแบบ 3 มิติของสารประกอบอะลูมิเนียมออกซิเจนเตตระฮีดรอล (AlO_4) และซิลิกอนออกซิเจนเตตระฮีดรอล (SiO_4) ซึ่งประกอบด้วยอะลูมิโนซิลิเกตโดยมีการเชื่อมต่อของอะตอมออกซิเจน อะตอมแบบไม่สิ้นสุดคือเป็นโค-พอลิเมอร์ ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างพื้นฐานของซีโอไลต์ [9]

สมการเคมีของซีโอไลต์เป็นดังนี้



เมื่อ n คือ วาเลนซ์ของแคทไอออน (M) โดยส่วนมากเท่ากับ 1 และ 2 ของโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ทตามลำดับ

x คือ จำนวนโมลของซิลิกอนไดออกไซด์โดยมากจะมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 2

y คือ จำนวนโมลของน้ำที่อยู่ในช่องว่างของผลึกซีโอไลต์

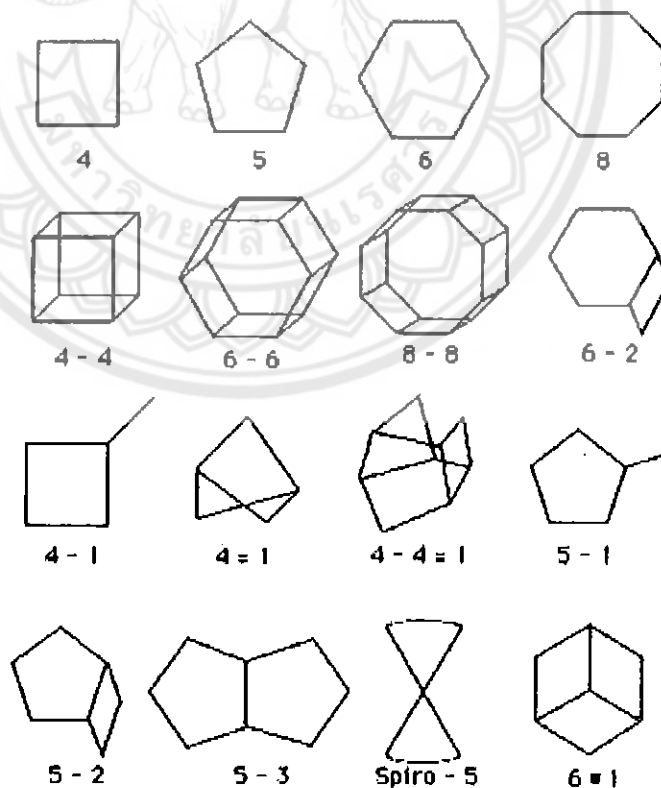
โครงสร้างซีโอไลต์แบ่งออกได้เป็น 3 แบบ

2.1.1.1 โครงสร้างปฐมภูมิ SiO_4 และ AlO_4 แต่ละหน่วยจะจัดเรียงตัวในลักษณะรูปทรงสี่หน้าเชื่อมต่อกัน โดยอะตอมของซิลิกอนและอะลูมิเนียมอยู่ตรงกลางส่วนอะตอมของออกซิเจนอยู่ที่จุดยอดมุมสามเหลี่ยมทรงสี่หน้า

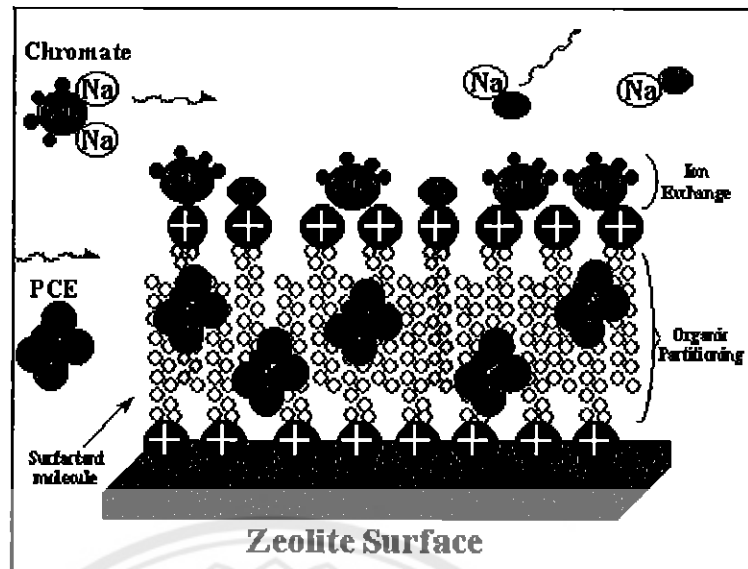
2.1.1.2 โครงสร้างทุติยภูมิ จะเกิดจากโครงสร้างปฐมภูมิแต่ละหน่วยมาเชื่อมต่อกันโดยอาศัยจุดยอดมุมทั้งสี่เป็นจุดเชื่อมต่อเพื่อให้ได้เป็นโครงสร้างที่ซับซ้อนมากขึ้น โดยโครงสร้างที่เกิดจากโครงสร้างขั้นปฐมภูมิมาเชื่อมต่อกันเป็นวงขนาดเล็กอยู่ในรูปแบบต่าง ๆ กัน เช่น สี่เหลี่ยม ห้าเหลี่ยม และแปดเหลี่ยมโดยเป็นวงเดี่ยวหรือวงซ้อนกันเรียกว่า โครงสร้างทุติยภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 2.3

2.1.1.3 โครงสร้างรูปทรงหลายหน้า เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิเชื่อมต่อกันจะเกิดเป็นโพรงที่มีขนาดใหญ่ซีโอไลต์ต่างชนิดกันจะมีโครงสร้างที่แตกต่างกันไปทำให้สมบัติของซีโอไลต์นั้น ๆ มีสมบัติแตกต่างกันไปด้วย

องค์ประกอบอีกส่วนหนึ่งของซีโอไลต์ คือ ไอออนบวกซึ่งทำหน้าที่ดุลประจุลบที่เกิดจากอะลูมิเนียมในรูปทรงหลายหน้าเมื่ออะลูมิเนียมที่มีประจุบวกสามเข้ามาแทนที่ซิลิกอนที่มีประจุบวกในทรงสี่หน้าจึงจำเป็นต้องมีประจุบวกจากภายนอกเข้ามาดุลประจุซึ่งทำให้ซีโอไลต์มีสมบัติเป็นกรด ดังรูปที่ 2.4

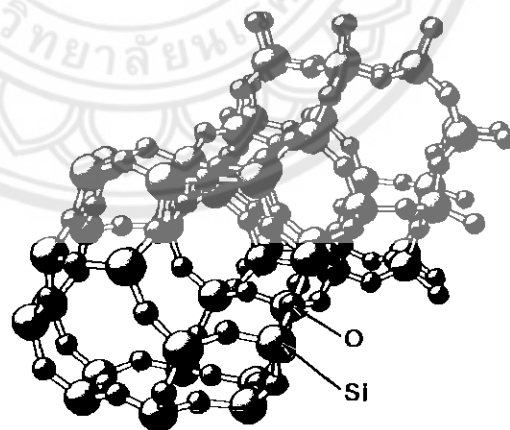


รูปที่ 2.3 โครงสร้างทุติยภูมิของซีโอไลต์ [9]



รูปที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างหลักของซีโอไลต์เตตระอีตรอลของหมู่ SiO_4 ต่อ AlO_4 [10]

เนื่องจากโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เป็นแบบเปิดจะประกอบด้วยช่องว่างและการเชื่อมต่อระหว่างโมเลกุลจำนวนมากซึ่งทำให้มีแคทไอออนและโมเลกุลของน้ำเกาะอยู่ภายในโดยสามารถแลกเปลี่ยนกับแคทไอออนอื่นได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 กล่าวได้ว่ามีสมบัติเป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุซึ่งเหมาะกับการนำไปใช้ในกระบวนการลดความกระด้างของน้ำ และการบำบัดน้ำเสีย



รูปที่ 2.5 ลักษณะพื้นผิวของซีโอไลต์

นอกจากนี้ยังสามารถใช้ในการบำบัดโลหะอื่น ๆ เช่น ตะกั่ว พรอท แคดเมียม และยังแสดงสมบัติเป็นตัวดูดซับที่ดี สามารถแยกแก๊สและไอของผสม เช่น แอมโมเนีย ออกซิเจน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน คาร์บอนไดออกไซด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้ด้วย เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลที่แตกต่างกัน

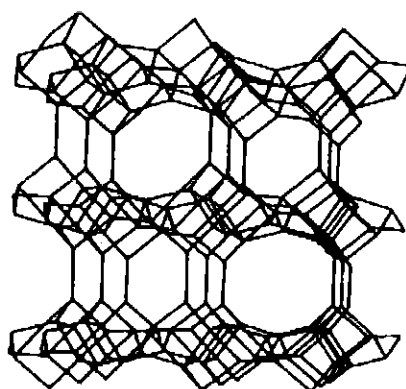
ดังนั้นซีโอไลต์แต่ละชนิดจึงมีสมบัติทางเคมีและสมบัติฟิสิกส์ ที่แตกต่างกันซึ่งโครงสร้างโมเลกุลของซีโอไลต์จะมีความสัมพันธ์กับสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

- ก. มีความสามารถในการดูดซับน้ำสูง
- ข. ความหนาแน่นต่ำและปริมาณช่องว่างมีขนาดใหญ่เมื่อคายน้ำ
- ค. โครงสร้างผลึกมีความเสถียรภาพ
- ง. มีสมบัติของการแลกเปลี่ยนไอออนบวก
- จ. มีช่องของขนาดโมเลกุลที่สม่ำเสมอ
- ฉ. มีสมบัติทางกายภาพต่าง ๆ
- ช. การดูดซับก๊าซและไออน้ำ
- ซ. มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2.1.2 ชนิดของซีโอไลต์

ซีโอไลต์นั้นสามารถเกิดขึ้นได้โดย 2 วิธี คือ ซีโอไลต์ที่พบตามธรรมชาติและซีโอไลต์ที่เกิดการสังเคราะห์ขึ้น โดยซีโอไลต์แต่ละชนิดนั้นจะมีโครงสร้างที่แตกต่างกัน โดยซีโอไลต์ที่พบตามธรรมชาติจะมีมากกว่า 35 ชนิดด้วยกัน ส่วนซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้นมานั้นมีมากกว่า 100 ชนิด [12]

2.1.2.1 ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ ซึ่งส่วนมากค้นพบจากการทำเหมืองแร่ซึ่งเป็นกลุ่มของผลึกอะลูมิโนซิลิเกตของโมโนหรือไดวาเลนต์เบส โดยอาจมีการสูญเสียน้ำไปจากโครงผลึกในบางส่วนหรืออาจทั้งหมดโดยที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้าง อาทิเช่น Faujasite, Erionite, Offretite, Chabazite, Clinoptilolite เป็นต้น ซีโอไลต์ที่กำเนิดตามธรรมชาตินั้นสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการก่อสร้างและในทางอุตสาหกรรม ตัวอย่างเช่น การนำมาใช้เป็นตัวกรองในอุตสาหกรรมกระดาษ การใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำเสียในภาคอุตสาหกรรม ยกตัวอย่างโครงสร้างซีโอไลต์ธรรมชาติชนิด Clinoptilolite ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ซีโอไลต์ธรรมชาติชนิด Clinoptilolite [12]

2.1.2.2 ซีโอไลต์ที่เกิดจากการสังเคราะห์ เกิดจากการทำปฏิกิริยาของสารประกอบออกไซด์ต่าง ๆ เช่น Al_2O_3 , SiO_2 , Na_2O และ K_2O ซึ่งในกระบวนการสังเคราะห์นั้นจะมีน้ำเป็นส่วนประกอบทำให้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างที่หลากหลาย อาทิเช่น มีลักษณะเป็นเจล (Gelatin) มีรูพรุน (Porous) และลักษณะที่คล้ายเม็ดทราย (Sand like) ตัวอย่างซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ เช่น Zeolite-A, Zeolite-Y, Zeolite-F, Zeolite-M เป็นต้น

2.1.3 การแลกเปลี่ยนประจุ

ตำแหน่งและชนิดของไอออนบวกในซีโอไลต์สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนได้ เนื่องจากขนาดของรูพรุนและช่องว่างภายในโครงสร้างของซีโอไลต์สามารถที่จะเปลี่ยนแปลงได้เมื่อขนาดและประจุเปลี่ยนไป อีกทั้งจำนวนของไอออนบวกที่เกิดการแลกเปลี่ยนได้นั้นจะมีผลต่อความสามารถในการดูดซับของซีโอไลต์กับโมเลกุลของตัวถูกดูดซับที่มีขนาดต่างกันโดยการแลกเปลี่ยนของไอออนบวกในรูพรุนหรือช่องว่างของซีโอไลต์จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของการกระจายตัวของประจุภายในรูพรุนหรือช่องว่างนั้นอีกด้วย

2.1.4 รูพรุนและช่องว่างภายในโครงสร้าง

ซีโอไลต์มีลักษณะทางโครงสร้างที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือ ความพรุน โครงสร้างของช่องว่างรูพรุนและช่องว่างเหล่านี้มีขนาดอยู่ในช่วงเดียวกับขนาดของโมเลกุลจึงสามารถดูดซับโมเลกุลที่มีขนาดเล็กกว่าช่องเปิดให้เข้าไปอยู่ในรูพรุนและช่องว่างเหล่านี้ได้ และปัจจัยที่สำคัญที่เป็นตัวกำหนดว่าโมเลกุลใดที่สามารถถูกดูดซับเข้าไปภายในรูพรุนและช่องว่างเหล่านี้ได้หรือไม่ นั่นก็คือขนาดของช่องเปิดโดยจำนวนของเตตระฮีดรอล อะตอมที่มาต่อกันเป็นช่องเปิดที่เป็นปัจจัยในการกำหนดขนาดของช่องเปิดโดยได้แสดงขนาดของช่องเปิดและช่องว่างภายในโครงสร้างชนิดต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 เส้นผ่านศูนย์กลางของช่องเปิดและช่องว่างภายในโครงสร้างซีโอไลต์ที่สำคัญ [13]

ซีโอไลต์	จำนวน T-atom	เส้นผ่านศูนย์กลางของช่องเปิด (พิโคเมตร)	เส้นผ่านศูนย์กลางของช่องว่าง (พิโคเมตร)
โซดาไลต์ (Sodalite)	4	260	
ซีโอไลต์-A (Zeolite)	8	410	
อีริโอนิต์-A (Erionite)	8	360×510	1140
ZSM-5	10	360×510 530×560	
ฟูจัสไซต์ (Faujasite)	12	740	1118

2.1.5 โครงสร้างและความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวกของซีโอไลต์ [14]

ซีโอไลต์นั้นมีความจุในการแลกเปลี่ยนแคตไอออน (Cation Exchange Capacity หรือ CEC) สูงมาก และยังสามารถดูดซับโมเลกุลของแก๊ส น้ำ สารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ต่าง ๆ ได้เป็นอย่างดี และลักษณะของโครงสร้างเป็นผลึก หน่วยสำคัญของโครงสร้างประกอบด้วยธาตุอะลูมิเนียม (Al^{3+}) และซิลิกอน (Si^{4+}) ซึ่งจะจับตัวกับออกซิเจน 4 อะตอม $[(Al, Si)O_4]$ ในแบบเตตระอีตรอล

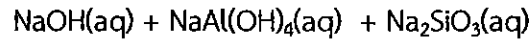
โครงสร้างของซีโอไลต์นั้นยังมีน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ด้วยจำนวนโมเลกุลของน้ำเป็นตัวบ่งชี้ขนาดของช่องว่างภายในผลึกทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของซีโอไลต์เป็นหลัก เมื่อทำการอบซีโอไลต์ที่อุณหภูมิประมาณ 200 องศาเซลเซียส น้ำจะระเหยออกไปหมดแต่ไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เปลี่ยนแปลงแต่อย่างใด จึงสามารถดูดน้ำกลับไปได้อีกหรืออาจดูดซับธาตุหรือสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์เข้าแทนที่โมเลกุลของน้ำที่ระเหยออกไปได้สมบัติทางเคมี และกายภาพของวัสดุซีโอไลต์สรุปได้ดังตารางที่ 2.2 ซึ่งจะแสดงถึงความหลากหลายของทั้งโครงสร้างและสมบัติของวัสดุประเภทนี้

ตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติทางเคมี-กายภาพของวัสดุซีโอไลต์ [15]

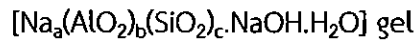
สมบัติ	ขนาดและรูปร่าง
ขนาดรูพรุน	4-13 อังสตรอม
รูปร่างของรูพรุน	วงกลม, วงรี
ระบบของช่องว่างภายในโครงสร้าง	1, 2 และ 3 มิติ
สัณฐานของรูพรุน	ช่องแคบ (Cannels), กรง (Cages)
สมบัติของพื้นผิว	ไฮโดรฟิลิก, ไฮโดรโฟบิก
ปริมาตรของช่องว่าง	น้อยกว่า 50 เปอร์เซ็นต์
องค์ประกอบออกไซด์ของโครงข่าย	Si, Al, P, Ga, B, Be, Zn, Ti, Fe, Co, V, Mg, Mn

2.1.6 การสังเคราะห์วัสดุซีโอไลต์

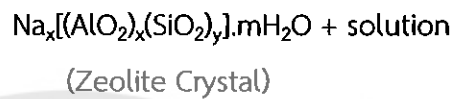
ซีโอไลต์สามารถสังเคราะห์ได้จากสารละลายที่มีไฮดรอกไซด์และไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมซึ่งมีสถานะของสารละลายเป็นต่างผสมกับสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะอัลคาไลหรือสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นเบส เมื่อผสมสารละลายเหล่านี้เข้าด้วยกันจะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ระหว่างหน่วยซิลิกอนกับอะลูมิเนียมทำให้เกิดของผสมที่มีลักษณะเป็นเจล และเจลนี้จะถูกนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิระหว่าง 60-175 องศาเซลเซียสในภาชนะปิดเป็นเวลาประมาณ 2 วัน สภาวะสังเคราะห์นี้เป็นตัวอย่างหนึ่งของสภาวะการสังเคราะห์ที่เรียกว่า “ไฮโดรเทอร์มอล” (Hydrothermal synthesis) ปฏิกิริยาการเตรียมวัสดุซีโอไลต์เป็นดังรูปที่ 2.7 [16]



$T_1 = 25$ องศาเซลเซียส



$T_2 = 25-175$ องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.7 ปฏิกริยาการเตรียมวัสดุซีโอไลต์วิธีไฮโดรเทอร์มอล

2.1.7 การสังเคราะห์วัสดุขนาดต่ำกว่าไมครอนและวัสดุนาโนด้วยกระบวนการทางเคมี

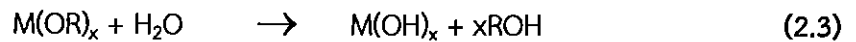
การสังเคราะห์วัสดุขนาดเล็กกว่าระดับไมครอนและวัสดุนาโนด้วยกระบวนการทางเคมี ประกอบด้วย

2.1.7.1 กระบวนการโซลเจล

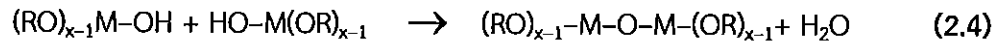
พื้นฐานของการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซลเจลจะเกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของโลหะแอลกอฮอล์ ดังแสดงในรูปที่ 2.7 “โซล” คือสารของแข็งแขวนลอยกระจุกกระจายในของเหลวส่วน “เจล” เป็นของเหลวแขวนลอยชนิดหนึ่ง ซึ่งจับตัวแข็งเป็นก้อนทำให้มีความหนืดและความยืดหยุ่นสูง ที่เป็นเช่นนั้นเนื่องจากโครงข่ายของเฟสที่กระจายและสารตัวกลางทำกระจุกกระจายวนเวียนอยู่ทั่วโครงข่ายนั้น การเปลี่ยนจากโซลเป็นเจล จะทำให้ความหนืดสูงขึ้นในระบบของโซลเจลจะอธิบายได้เป็น 2 แบบซึ่งแตกต่างกัน ดังนี้

ก. ระบบของอนุภาคที่แขวนลอยนั้นจะเกี่ยวข้องกับการกระจายตัวของโลหะออกไซด์หรืออนุภาคของไฮดรอกไซด์ในของเหลวจะเป็นโซล และโซลจะรวมตัวเป็นเจล

ข. ในระบบของพอลิเมอร์นั้นจะเกี่ยวข้องกับการเกิดของพอลิเมอร์ของสารเคมีชนิดอนินทรีย์ของโลหะแอลกอฮอล์ที่จะผลิตเจลได้พอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นโครงข่ายสำหรับระบบของพอลิเมอร์โมเลกุลขนาดใหญ่ที่เป็นโครงข่ายที่ได้จากการเกิดพอลิเมอร์ของโลหะอินทรีย์ เช่น โลหะแอลกอฮอล์ โลหะแอลกอฮอล์จะประกอบด้วยอะตอมโลหะกับหมู่แอลคิลที่ต่อกับออกซิเจนเช่น $-\text{CH}_3$ (เมทิล) $-\text{C}_2\text{H}_5$ (เอทิล) เป็นต้น ปฏิกริยาข้างล่างนี้เป็นโลหะแอลกอฮอล์สายสั้น ๆ สำหรับ M(OR)_x ที่ถูกไฮโดรลิซิส (Hydrolysis) ทั้งหมด [17]



ปฏิกิริยาต่อมาเป็นการต่อสายโซ่ (Chain) จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ (Polycondensation reaction) [17]



ออกไซด์ออกซิเดชัน (Oxolation)

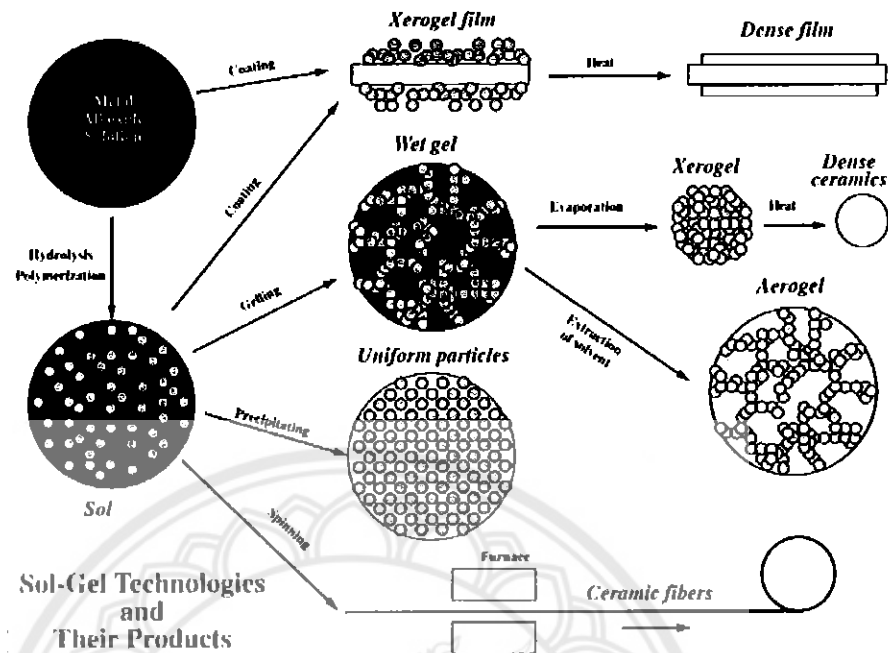


แอลกอฮอล์ออกซิเดชัน (Alcoxolation)

ในระบบนี้จะมีการเจลเลชันเกิดขึ้นเมื่อมีสารที่มีโมเลกุลเป็นสายยาวเป็นผลิตภัณฑ์จากการเกิดไฮโดรลิซิส และพอลิคอนเดนเซชันของแอลคอกไซด์ ผลิตภัณฑ์จะมีลักษณะเป็นโครงข่ายขึ้นอย่างรวดเร็ว และจุดที่เริ่มเป็นเจลเป็นเวลาซึ่งจะเกิดโมเลกุลขนาดใหญ่ที่ล้อมรอบโซล ซึ่งสามารถสังเกตได้จากการทดลองพบว่า ความหนืดเพิ่มขึ้น พฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง และการไหลของเจลที่เหมาะสมนั้นจะสามารถทำเป็นฟิล์มไฟเบอร์หรือการขึ้นรูปต่าง ๆ ได้เป็นอย่างดี

ขั้นตอนในการทำให้เจลแห้ง โดยเจลที่เปียกเมื่อทำให้แห้งจะเกิดมีรูพรุนและเป็นของแข็งอสัณฐาน (Amorphous) ที่อนุภาคของเจลตัวอย่างการทำให้แห้งโดยการระเหย เจลจะอยู่ในรูปของเฮอโรเจลซึ่งจะมีการยุบตัวของผิวหน้าเจลเท่านั้น แต่การทำให้เจลแห้งภายใต้สภาวะวิกฤติ เช่น ที่ความดันวิกฤติและอุณหภูมิวิกฤติเมื่อของเหลวและไออยู่ในสมดุลซึ่งกันและกันสามารถกำจัดของเหลวและไอที่อยู่ระหว่างผิวทั้งสองผลทำให้เกิดรูพรุนทั่วทั้งหมัดซึ่งเรียกว่า “แอโรเจล”

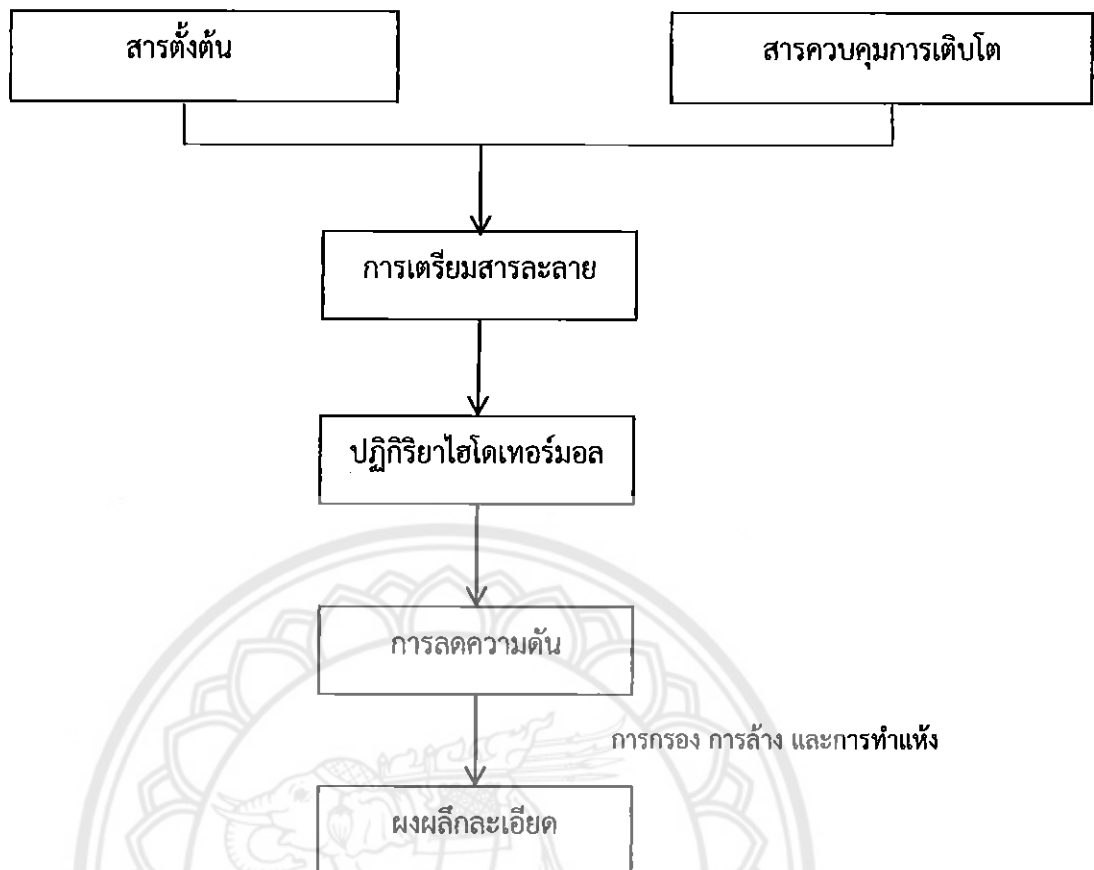
ในกระบวนการโซลเจลได้ใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ เช่น เตตระเอทิลโทซิลิเกต (TEOS) $Si(OC_2H_5)_4$ ซึ่ง Geffcken และ Berger [17] ได้ใช้ในกระบวนการโซลเจลแบบจุ่มเพื่อเคลือบโดยออกไซด์อิสระจากโลหะแอลคอกไซด์ในสารละลายและทำเป็นฟิล์มโดยใช้ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นตัวเคลือบแก้วการเคลือบไม่ทำให้เกิดการสะท้อนแสงและการเตรียมอนุภาคทรงกลมของออกไซด์ที่เป็นพวงรังสีสำหรับหลอดพลังงานนิวเคลียร์



รูปที่ 2.8 การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซลเจล [18]

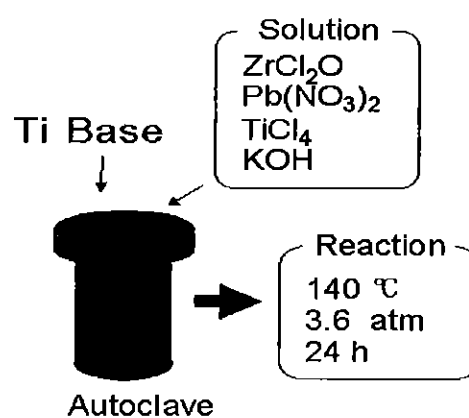
2.1.7.2 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่สารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในน้ำเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิในภาชนะภายใต้ความดันเป็นการสังเคราะห์ทางเคมีของผลึกหรือผงเซรามิกออกไซด์ที่ปราศจากน้ำที่แตกต่างจากกระบวนการอื่นๆ เช่น โซลเจลหรือการตกตะกอนการเกิดปฏิกิริยาจะอาศัยอุณหภูมิและความดัน ดังแสดงในรูปที่ 2.9 และรูปที่ 2.10 อุณหภูมิที่ใช้จะอยู่ระหว่าง 100 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิวิกฤติที่ 374 องศาเซลเซียส และความดัน 15 เมกะปาสคาล สภาวะจำเพาะที่ใช้อุณหภูมิและความดันสูงสำหรับการรักษาเฟสของสารละลายทำให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวลเพื่อเกิดการเปลี่ยนเฟส ผลโดยรวมของความดันและอุณหภูมิสามารถลดพลังงานอิสระสำหรับการเกิดเฟสที่เสถียรซึ่งไม่สามารถทำให้เสถียรที่อุณหภูมิกปกติ กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาคของเซรามิกออกไซด์อธิบายได้เป็น กระบวนการการละลายและกระบวนการการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์สามารถละลายสู่สารละลายเกิดเป็นสารละลายอิ่มตัวเกิดปฏิกิริยาภายใต้สภาวะดังกล่าวข้างต้นและตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์ แรงกระตุ้นที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาจากความแตกต่างของการละลายได้ระหว่างเฟสออกไซด์และสารตั้งต้นที่ละลายได้น้อยที่สุดหรือสารอินทรีย์เดียว



รูปที่ 2.9 แผนผังการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [18]

ในหลายกรณีพบว่าสารตั้งต้นแขวนลอยนั้นไม่สามารถละลายได้พอเพียงในน้ำ จึงต้องมีการเติมมีเนอรัลไลเซอร์ เช่น เบสหรือกรดอนุภาคเซรามิกจะเกิดขึ้นโดยผ่านกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายในที่อนุภาคแขวนลอยเกิดพอลิเมอร์ฟิคหรือการเปลี่ยนแปลงเฟสทางเคมี ในบางกรณีกลไกนี้สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งสองกรณีขึ้นอยู่กับสภาวะการสังเคราะห์

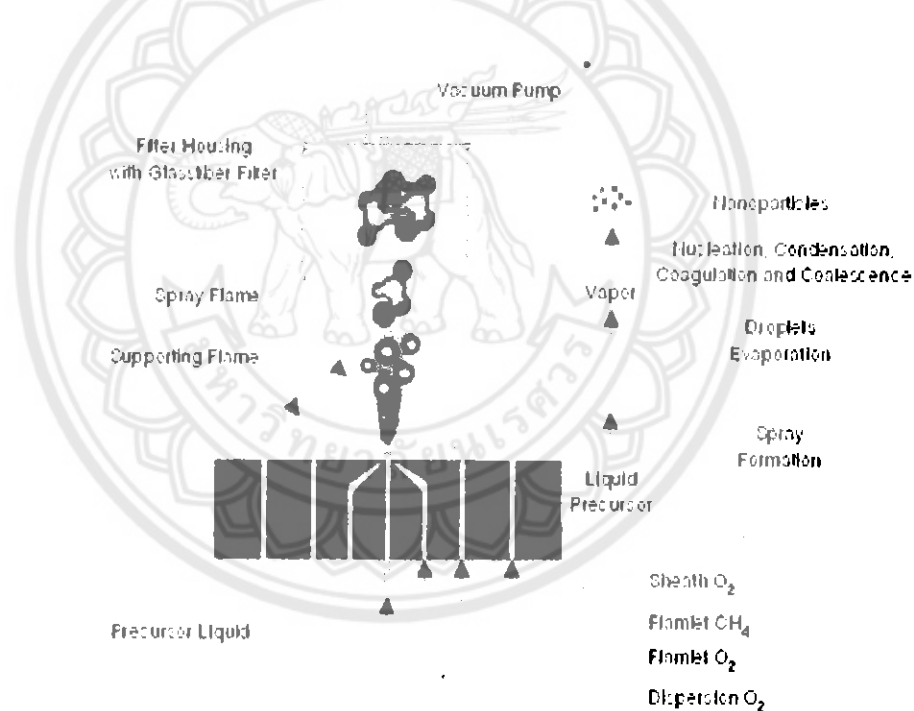


รูปที่ 2.10 การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [19]

ผงอนุภาคเซรามิกที่ใช้เป็นสารตั้งต้นนั้นพบว่ามีราคาไม่แพงโดยเฉพาะ ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอล อาทิเช่น อนุภาคอิเล็กทรอนเซรามิกของ แบเรียมไททาเนต (BNT) บิสมัทแลนทานัมเซโคเนตไทเทเนต (PLZT) บิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) บิสมัทแลนทานัมโซเดียมไทเทเนตซิงค์ออกไซด์และทินออกไซด์

2.1.7.3 กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสเป็นกระบวนการผลิตวัสดุนาโนที่สามารถประยุกต์ใช้ในการผลิตในระดับอุตสาหกรรม ดังแสดงในรูปที่ 2.11 เนื่องจากสามารถสังเคราะห์อนุภาคที่มีขนาดตั้งแต่ 5–20 นาโนเมตร และยังให้อนุภาคที่มีขนาดสม่ำเสมอ มีความบริสุทธิ์สูงในปริมาณมากในระยะเวลาสั้นเพียงขั้นตอนเดียว ปริมาณการผลิตโดยวิธีนี้สามารถผลิตอนุภาคนาโนได้ปริมาณ 1.1 กิโลกรัม โดยใช้เวลาในการผลิตเพียง 1 ชั่วโมง [20] อนุภาคนาโนที่มีการผลิตในระดับอุตสาหกรรมแล้วนั้น มีหลายชนิดด้วยกัน อาทิเช่นซิลิกอนไดออกไซด์ และ อะลูมิเนียมออกไซด์



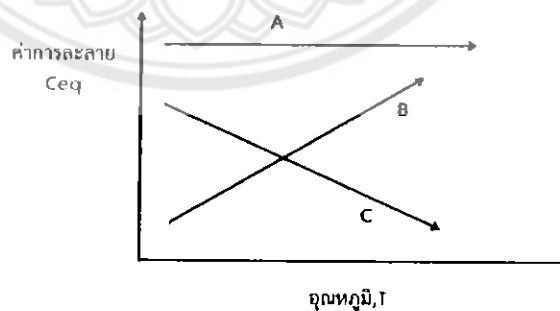
รูปที่ 2.11 การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส [21]

เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสนั้นสามารถผลิตผงโลหะออกไซด์ในขนาดระหว่าง 1–200 นาโนเมตร จากสารตั้งต้นราคาถูก [22] ในอัตราการผลิตถึง 250 กรัมต่อชั่วโมง ในกระบวนการสเปรย์ไพโรลิซิสตั้งเดิมสารละลายของเกลือของโลหะทำให้เป็นฝอยผ่านเข้าไปในรีแอกเตอร์ที่มีผนังภายในร้อน แอโรซอลจะผ่านกระบวนการระเหยทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของตัวถูกละลายที่อยู่ภายในจนทำให้แห้ง อนุภาคเกิดการตกตะกอนที่อุณหภูมิสูงเป็นอนุภาคที่เกิดขึ้นและในที่สุดเกิดการเผาเป็นเซรามิกของโลหะออกไซด์ กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสใช้เปลวไฟ

เป็นแหล่งของความร้อนโดยที่สเปร์ย์เกิดเปลวไฟที่เผาไหม้เองทำให้เกิดการระเหยและการเผาไหม้ของ ละอองฝอย นอกจากนี้ยังมีกระบวนการเฟลมสเปร์ย์โพโรลิซิสอื่นที่มีเชื้อเพลิงอื่นเพิ่มเติมจาก สารละลายตั้งต้น เช่น แก๊สไฮโดรเจนในเปลวไฟออกซิ-ไฮโดรเจน ทำให้เป็นละอองฝอยระเหยอย่าง รวดเร็วสารตั้งต้นสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจน กระบวนการหลังจากนี้นำไปใช้ในการสังเคราะห์ ผงของโลหะออกไซด์ผสม เช่น β - SrMn_2O_4 และ NiMn_2O_4 ตัวนำยิ่งยวดและ BaTiO_3 ในกระบวนการ เหล่านี้จะได้อนุภาคที่มีความหนาแน่นสูงมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 100–500 นาโนเมตร

2.1.7.4 กระบวนการตกตะกอน

การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการตกตะกอนจะอาศัยวิธีการเปลี่ยนแปลง อุณหภูมิหรือความดันของสารละลาย ซึ่งกระบวนการหลักที่เกิดขึ้นในการตกตะกอนนั้นจะ ประกอบด้วยการเกิดนิวเคลียสและการเจริญเติบโตของผลึก โดยทั่วไปแล้วถ้าระบบมีอัตราการเกิด นิวเคลียสที่สูงแต่มีอัตราการเติบโตที่ช้า อนุภาคของตะกอนที่ได้ออกมานั้นจะมีขนาดเล็ก ตัวแปรที่ สำคัญที่มีผลต่อความบริสุทธิ์และลักษณะทางกายภาพของตะกอนที่เตรียมได้ ได้แก่ ความเข้มข้นของ สารตั้งต้น ความเป็นกรด-ด่าง อัตราการผสมสารละลาย และอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ เป็นต้น กระบวนการตกตะกอนนั้นเป็นวิธีการที่ถูกได้มีการนำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคเซรามิกกันอย่าง แพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากทำให้สามารถเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและยังสามารถควบคุม สันฐานวิทยาและการแจกแจงของขนาดอนุภาคได้เป็นอย่างดี อย่างไรก็ตามกระบวนการตกตะกอน ดังกล่าวมีข้อเสียตรงที่จะต้องมีการแยกตะกอนออกจากสารละลายการทำให้แห้งและการให้ความร้อน แก่ตะกอนนั้นทำให้เกิดเป็นผงเซรามิกตามต้องการได้ ซึ่งวิธีการทำให้แห้งและการเผาไหม้ทำให้ ตะกอนและผงเซรามิกเกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นกลุ่มก้อนการทำให้การเกิดสารละลายอิมตัวยิ่งยวดจะ เหนียวนำไปเกิดนิวเคลียสและการเติบโตขึ้นซึ่งการทำให้เกิดสารละลายอิมตัวยิ่งยวดยุคนั้นมีหลายวิธี ดัง แสดงใน รูปที่ 2.12

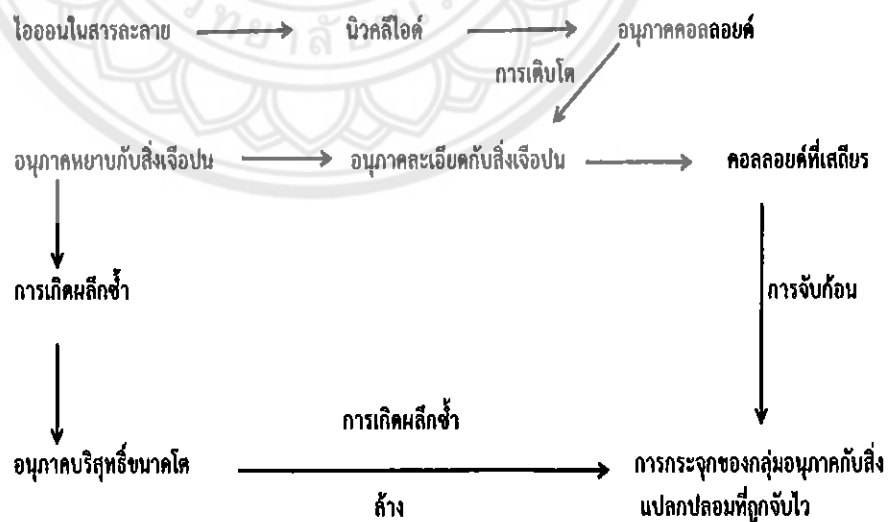


รูปที่ 2.12 กราฟแสดงค่าการละลายของผลึกต่าง ๆ [23]

เมื่อเส้นของกราฟ A เป็นระบบที่พฤติกรรมในการละลายที่ไม่ขึ้นกับการ เปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ การระเหยนั้นจะสามารถทำให้เกิดสารละลายอิมตัวยิ่งยวด กราฟ B เป็นระบบที่มีพฤติกรรมในการละลายเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการลดอุณหภูมิของระบบลงจะทำให้

ให้เกิดสารละลายอิมัลชันแบบอิมัลชันยวดยาวได้ และส่วนกราฟ C เป็นระบบพฤติกรรมในการละลายลดลง เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจึงสามารถทำให้เกิดสารละลายอิมัลชันยวดยาวโดยการเพิ่มอุณหภูมิ นอกจากนี้ยังสามารถทำให้เกิดการอิมัลชันยวดยาวและเกิดการตกตะกอนได้โดยใช้ความดันที่เหมาะสมหรือใช้วิธีการเติมสารเคมีที่เหมาะสมลงไป เรียกว่า สารเคมีที่เติมลงไปเพื่อทำให้เกิดตะกอนนี้ว่า “ตัวตกตะกอน” เมื่อเติมสารเคมีนี้ลงไปจะทำให้เกิดตะกอนขององค์ประกอบที่สามารถละลายได้เล็กน้อย ทำให้การละลายเกิดการอิมัลชันยวดยาวสูงขึ้น ส่งผลทำให้ระบบมีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูงขึ้นจนทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคเล็กลง หรืออาจจะทำให้มีการตกตะกอนของไอออนทั้งหมดอย่างรวดเร็ว ซึ่งก็อาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมเข้ามาในเนื้อของตะกอนได้ ดังนั้นการเติมตัวตกตะกอนจึงควรเติมลงไปอย่างช้า ๆ และคนสารละลายสม่ำเสมอเพื่อให้ระบบมีการตกตะกอนอย่างช้า ๆ และเป็นไปอย่างทั่วถึง นอกจากนี้การให้อุณหภูมิในสารละลายที่เหมาะสมจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นและสะดวกต่อการกรองไปใช้งาน

การควบคุมการตกตะกอนสามารถทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกับอุณหภูมิของสารละลาย ความเข้มข้นของสารละลาย ถ้าความเข้มข้นของสารละลายมากเกินไปจะทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและค่า pH รวมทั้งการคนสารละลาย เช่น ทำการผสมกันในเครื่องอัลตราโซนิก จะทำให้ขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กสม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังต้องมีการตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เกิดตะกอนอย่างสมบูรณ์ บางกรณีจะใช้เวลาเพียง 5 นาที บางกรณีอาจใช้เวลานานกว่า 24 ชั่วโมง ทั้งนี้ขึ้นกับชนิดของปฏิกิริยากระบวนการสังเคราะห์ผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 กระบวนการที่เกิดขึ้นในการตกตะกอน [23]

เทคนิคที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์ผงเซรามิกโดยการตกตะกอนจะใช้สารตั้งต้นที่อยู่ในรูปของเกลือช่วยในการตกตะกอนแล้วผ่านกระบวนการเผาเพื่อให้ได้เป็นสารประกอบ

ออกไซด์ เรียกว่า เทคนิคการตกตะกอนร่วมซึ่งเป็นวิธีการที่สามารถผสมสารให้เข้ากันในระดับอะตอมได้ เริ่มจากการผสมสารละลายของโลหะที่ต้องการสังเคราะห์ หลังจากนั้นจึงเติมสารช่วยตกตะกอน เช่น กรดออกซาลิก กรดซิตริกหรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น เนื่องจากสารประกอบของโลหะเหล่านี้มีความสามารถในการละลายต่ำและจะเรียกชื่อของแต่ละกระบวนการตามชนิดของสารช่วยตกตะกอนที่ใช้ เช่น กระบวนการออกซาเลตหรือกระบวนการซิเตรด เป็นต้น สำหรับกระบวนการที่อาจเกิดขึ้นในการตกตะกอนร่วมนั้นมี 2 ชนิด

ก. การตกตะกอนร่วมแบบที่เรียกว่าการตกตะกอนร่วมแท้ซึ่งเป็นการตกตะกอนของผลึกโลหะผสมด้วยอัตราส่วนที่แน่นอนโดยการนำสารละลาย A และสารละลาย B มาผสมกันจากนั้นจึงตกตะกอนสารละลายทั้งสองโดยการเติมสารละลาย X ลงไปในสารละลายผสมทั้งสองซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 2.4 [23]

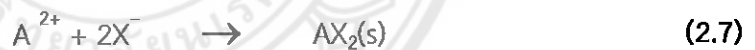


เมื่อ n คือ จำนวนโมลของ B

m คือ จำนวนโมลของ X

จากปฏิกิริยาดังกล่าวสารผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จะมีค่าความสามารถในการละลายขึ้นอยู่กับค่าคงที่ของการละลาย (K_{sp}) ของ AB_nX_m

ข. การตกตะกอนร่วมแบบที่เรียกว่าการตกตะกอนและจับตัวพร้อมกันซึ่งเป็นการแยกตะกอนของอนุภาคของสารให้อยู่ในรูปโลหะออกซาเลตดังสมการที่ 2.5 และ 2.6 [23]



ละลายได้ตามค่า K_{sp} ของ AX_2



ละลายได้ตามค่า K_{sp} ของ BX_3

จากปฏิกิริยาข้างต้นจะเกิด AX_2 และ BX_3 ซึ่งสามารถเกาะกลุ่มกันแล้วตกตะกอนลงมา การตกตะกอนแบบนี้จะต้องคำนึงถึงความสามารถในการละลายของเกลือทั้งสองเพื่อให้ได้ก้อนของตะกอนที่มีสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีที่แน่นอน ซึ่งกระบวนการที่เกิดขึ้นจะเป็นแบบ ก หรือแบบ ข นั้นขึ้นกับพฤติกรรมทางเทอร์โมไดนามิกส์ของสารละลายเป็นสำคัญ

ประโยชน์ของอนุภาคระดับนาโนเมตร

- ข.1 พื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงเพิ่มขึ้นตามขนาดเกรนที่ลดลง
- ข.2 ความหนาแน่นต่อหน่วยบรรจุสูง
- ข.3 ว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมี

ข.4 โปร่งแสง

ข.5 มีผิวสัมผัสระหว่างหน่วยย่อยสูงทำให้แข็งแรงทนทาน

ข.6 สามารถแสดงปรากฏการณ์ทางควอนตัมเด่นชัด

2.1.8 ปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์

2.1.8.1 อัตราส่วนของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม

ก. เจลที่มีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมต่ำจะเกิดโครงสร้างแบบตะแกรง (Cage Structure) เช่น Zeolite-A

ข. อัตราส่วนซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมสูงมักจะเกิดโครงสร้างแบบช่องว่าง (Channel Structure) เช่น ZSM-5 และ Ferrierite

ตารางที่ 2.3 แสดงชนิดต่าง ๆ ของซีโอไลต์ ซึ่งขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของ Si ต่อ Al โดย ซีโอไลต์ที่มีปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมต่ำจะตกผลึกได้เร็วกว่าซีโอไลต์ที่มีปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมสูงเนื่องจากหมู่อะลูมินาในเจลก่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างไอออนลบกับไอออนบวก เช่น Zeolite-A (Si ต่อ Al เท่ากับ 1) ที่ 80-100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการตกผลึก 1 ถึง 2 ชั่วโมง ในขณะที่ Zeolite-Y ที่ 100-110 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการตกผลึก 12 ถึง 48 ชั่วโมงสำหรับพวกที่มีปริมาณ Si ต่อ Al สูงจะเกิดการตกเรียงตัวของหมู่ซิลิกอน การอบสารก่อผลึก (Template) ในกรณีนี้หมู่อะลูมินาจะขัดขวางการจัดเรียงตัวรอบสารก่อผลึกส่งผลทำให้การตกผลึกเป็นไปได้ช้า ตัวอย่างเช่น Silicalite (Si ต่อ Al เท่ากับ อนันต์) ที่ 150-180 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการตกผลึก 2 ถึง 3 วัน ในขณะที่ ZSM-5 (Si ต่อ Al เท่ากับ 15) ใช้เวลา 5 ถึง 7 วัน

ตารางที่ 2.3 ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม [23]

ชนิด	โครงสร้าง	อัตราส่วน Si ต่อ Al
Zeolite-A	LTA	1-1.25
Alpha	LTA	2-3
Ferrierite	BEA	6-12
Beta	FAU	1.5-3
Gmelinite GME 3-4	GME	3-4
ZSM-20	FAU	3.5-5
ZSM-5	MFI	15-อนันต์
EU-1	Novel	50-2500
SSZ-23	CHA	250-750
Beta	BEA	12-อนันต์

2.1.8.2 ความเป็นเบส

เบสจะสลายพันธะไฮโดรเจนของหมู่ Silanol: Si-OH และเร่งให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพื่อให้เกิด Si-O-Si และ Al-O-Al ความเป็นเบสควบคุมการเกิดเมตะสเตเบิลเจล (Metastable gel) และการก่อผลึกหากสูงเกินไป จะทำให้ซิลิกาละลายเกินไปจนไม่ก่อผลึก ในกรณีที่ความเข้มข้นเบสเท่ากัน หากใช้ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมต่างกันจะได้โครงสร้างแตกต่างกัน ในกรณีที่ความเป็นเบสต่างกันจะไม่ทำให้ซีโอไลต์เปลี่ยนโครงสร้างแต่จะมีขนาดเล็กลง เมื่อความเป็นเบสสูงขึ้น เนื่องจากสารละลายเข้าสู่สภาวะอิ่มตัวยิ่งยวดและเมตะสเตเบิลเจล ได้เร็วทำให้มีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูง และเกิดนิวคลีไอมาก ทำให้ผลึกมีขนาดเล็กจำนวนมากเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ที่ pH ต่ำ ที่ pH ต่ำ จำนวนนิวคลีไอเกิดได้น้อย ชนิดอะลูมิเนียมซิลิเกตที่เหลือจึงไปเลี้ยงนิวคลีไอให้โตขึ้น ทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่ ตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์ ZSM-5 ที่ pH 13 จะใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยกว่า ผลึกที่ได้ขนาดจะเล็กกว่าการสังเคราะห์ที่ pH 12 เป็นต้น หากใช้ pH สูงไปผลึกจะมีปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมมากกว่าที่ควรจะเป็น หากความเป็นเบสสูงเกินไปผลึกจะไม่เสถียรและละลายกลับมาเป็นชนิดอะลูมิเนียมซิลิเกต เช่น การสังเคราะห์ Zeolite-A [24]

2.1.8.3 สารโครงสร้าง

สารเหนียวนำช่วยให้เกิดโครงสร้างผลึก คือ สารไอออนบวกมี 2 ชนิดคือ สารโครงสร้างอนินทรีย์ (Inorganic template) สารโครงสร้างอินทรีย์ (Organic Template)

2.1.8.4 อุณหภูมิและเวลา

ที่อุณหภูมิสูงอัตราเร็วในการตกผลึกมากกว่าที่อุณหภูมิต่ำการเพิ่มอุณหภูมิ นั้นมีผลต่อทั้งการเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของผลึกจึงทำให้ได้ผลึกจำนวนมากและขนาดใหญ่ปกติอุณหภูมิจะไม่สูงเกิน 200 องศาเซลเซียส เนื่องจากความดันที่สูงนั้นจะไม่ทำให้เกิดโครงสร้างที่เป็นรูพรุน ที่อุณหภูมิสูงจะได้ผลึกที่มีขนาดใหญ่ แต่หากใช้เวลานานไปอาจเกิดซีโอไลต์อื่นปนมา [25]

2.1.9 การประยุกต์ใช้ซีโอไลต์

เนื่องจากซีโอไลต์นั้นมีลักษณะที่สำคัญ นั่นคือ มีโครงสร้างเป็นเครือข่ายแบบอะลูมิเนียมซิลิเกต ที่มีความแข็งแรงมาก และมีช่องว่างภายในโครงสร้างที่มีช่องเปิดมากมาย ซึ่งมีขนาดเฉพาะภายในแต่ละโครงสร้างและช่องเปิดเหล่านี้สามารถกำหนดขนาดได้อย่างแม่นยำ โดยสรุปแล้วการใช้ประโยชน์จากซีโอไลต์นั้นจะถูกกำหนดด้วยสมบัติพื้นฐานของซีโอไลต์ในระดับโมเลกุลของสารซึ่งมีอยู่สามด้านหลัก ๆ ด้วยกันได้แก่ ตัวแลกเปลี่ยนประจุเป็นตัวดูดซับ และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2.1.9.1 ตัวแลกเปลี่ยนประจุ

เนื่องจากประจุบวกของโลหะที่เกาะกับซีโอไลต์จะเกาะกันอยู่อย่างหลวม ๆ มัน จึงพร้อมที่จะแลกเปลี่ยนกับโลหะอื่นเมื่ออยู่ในสารละลายด้วยหลักการนี้จึงสามารถประยุกต์ใช้กับการลดความกระด้างของน้ำ (น้ำที่ไม่กระด้างหรือน้ำอ่อนนั้นเมื่อเติมผงซักฟอกลงไปก็จะเกิดฟองมากมายหรือจะจำง่าย ๆ ว่าน้ำกระด้างฟอกสบู่ไม่เป็นฟองก็ได้) โดยโลหะอัลคาไล เช่น โซเดียมหรือ

โพแทสเซียมที่เกาะกับซีโอไลต์จะแลกเปลี่ยนประจุกับแคลเซียมและแมกนีเซียม ซึ่งเป็นประจุของโลหะในน้ำที่เป็นตัวการทำให้น้ำกระด้าง และมีการนำซีโอไลต์มาใช้ในการลดความกระด้างของน้ำแทนฟอสเฟตในผงซักฟอกได้ เนื่องจากในฟอสเฟตนั้นถือว่าเป็นพิษและส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

ด้วยหลักการแลกเปลี่ยนประจุนี้ทำให้สามารถใช้ซีโอไลต์ในการกำจัดแอมโมเนียออกจากน้ำเสีย โดยการแลกเปลี่ยนประจุบวกของแอมโมเนียกับโลหะโซเดียมที่อยู่ในโพรงของซีโอไลต์ รวมทั้งสามารถใช้กำจัดก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) จากไอเสียเครื่องยนต์ให้กลายเป็นก๊าซไนโตรเจนและก๊าซออกซิเจนที่ปลอดภัย (อุปกรณ์นี้เรียกว่าคัตตะไลติกคอนเวอร์เตอร์ที่บังคับติดไว้ที่ท่อไอเสียของรถยนต์รุ่นใหม่ ๆ ทุกคัน) และกำจัดไอโซโทปแก๊สมันตรังสีของซีเซียม และสตรอน-เซียมจากกากนิวเคลียร์ได้อีกด้วย

2.1.9.2 ตัวดูดซับ

การใช้ซีโอไลต์เป็นตัวดูดซับนั้นจะใช้ทั้งในกระบวนการทำให้แห้งการทำให้บริสุทธิ์และการแยกสาร ซึ่งซีโอไลต์นั้นมีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างอันเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล โดยสามารถเลือกให้มีการเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุล ส่วนการทำให้แห้งนั้นเนื่องจากซีโอไลต์ที่มีประจุบวกสามารถดูดซับน้ำได้ดีเป็นพิเศษและสามารถเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับได้ กล่าวคือ เมื่อมีการให้ความร้อนน้ำก็จะระเหยออกไปหมดแต่เมื่อซีโอไลต์เหล่านี้สัมผัสกับไอน้ำอีกครั้งก็สามารถดูดซับน้ำกลับมาได้อีกหรืออาจนำไปใช้ดูดซับสารอื่นแทน เช่น ก๊าซไอโอดีน ตะกั่ว หรือแอมโมเนียแบบย้อนกลับได้เช่นกัน นอกจากนี้ยังใช้ในการแยกก๊าซ ซึ่งโมเลกุลของก๊าซต่างชนิดจะมีความแตกต่างกันในเรื่องของปฏิกิริยาทางไฟฟ้าสถิตกับไอออนโลหะ ในทางกลับกันซีโอไลต์บางชนิดจะไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำแต่จะดูดซับเฉพาะโมเลกุลอินทรีย์เท่านั้น [26]

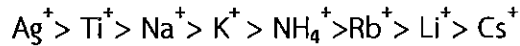
2.1.10 ประโยชน์ของซีโอไลต์ในชีวิตประจำวัน

2.1.10.1 ใช้ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวอย่างเช่น Hydrogenation, Alkylation, Aromatization และ Isomerization เป็นต้น

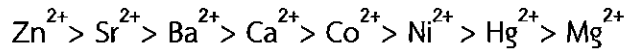
2.1.10.2 ใช้เป็นตัวดูดซับเนื่องจากโครงสร้างที่เป็นรูพรุนของซีโอไลต์นั้นทำให้สามารถดูดซับสารต่าง ๆ ได้ตามขนาดและโครงสร้างของซีโอไลต์แต่ละชนิด เช่น ใช้ในกระบวนการ defying ของแก๊สธรรมชาติแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และสารประกอบซัลเฟอร์จากแก๊สธรรมชาติแยกสารที่ทำให้เกิดสารมลภาวะ เช่น SO_2 NO_2 และ O_2 จากอากาศ เป็นต้น

2.1.10.3 ลดความกระด้างของน้ำเนื่องจากซีโอไลต์สามารถแลกเปลี่ยนไอออนบวกในโครงร่างผลึกกับแคลเซียมไอออนหรือแมกนีเซียมไอออนได้จึงช่วยลดความกระด้างของน้ำ

2.1.10.4 ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ จากสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนบวกของซีโอไลต์ทำให้สามารถนำไปใช้เป็นเรซินเพื่อแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกของ Univalent หรือ Divalent Selectivity ของซีโอไลต์ของไอออนบวกที่เป็น Univalent จากมากไปหาน้อย ดังนี้



สำหรับไอออนบวกที่เป็น Divalent มีดังนี้



พฤติกรรมของการแลกเปลี่ยนไอออนบวกจะขึ้นอยู่กับ

- ก. ธรรมชาติของไอออนบวก เช่น ขนาด ประจุ
- ข. อุณหภูมิ
- ค. ความเข้มข้นของไอออนบวกในสารละลาย
- ง. ชนิดของไอออนบวกที่รวมตัวกับไอออนบวกในสารละลาย
- จ. ตัวทำละลาย (การแลกเปลี่ยนเกิดขึ้นได้ดีในสถานะสารละลาย)
- ฉ. ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์

2.1.10.5 ใช้เป็นส่วนผสมของผงซักฟอก ซีโอไลต์เป็นที่นิยมในต่างประเทศที่เจริญแล้วโดยใช้เป็นส่วนผสมของผงซักฟอกเนื่องจากซีโอไลต์มีสมบัติที่เหมาะสมสำหรับทำผงซักฟอกคือมีค่า Capacity และ Kinetics ซึ่งทำให้การแลกเปลี่ยนไอออนบวกเป็นไปได้มากและเร็ว นอกจากนี้สารซีโอไลต์ยังใช้แทนฟอสเฟตได้อีกด้วย ซึ่งฟอสเฟตทำให้พีชน้ำหรือพวกสิ่งมีชีวิตขนาดเล็ก ๆ เจริญเติบโตอย่างรวดเร็วทำให้มีปัญหาในการกำจัด และเมื่อมีการตายแล้วทับถมกันเข้าจึงทำให้น้ำเน่าเสียและสัตว์น้ำที่จำเป็นลดจำนวนลงได้เนื่องจากขาดออกซิเจนในการย่อยสลาย [27]

โครงสร้างของซีโอไลต์เป็นแบบเปิดประกอบไปด้วยช่องว่างหรือช่องว่างที่เชื่อมต่อกันจำนวนมาก ซึ่งมีไอออนบวกและโมเลกุลของน้ำเกาะเชื่อมอยู่ภายใน ไอออนบวกนี้สามารถเปลี่ยนกับไอออนบวกอื่นได้ คือ มีสมบัติเป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุเมื่อโมเลกุลของน้ำผ่านเข้ามาในช่องว่างทำให้ไอออนที่อยู่ในสารละลายสามารถแลกเปลี่ยนกับไอออนที่อยู่ในโครงสร้างได้ สมบัติดังกล่าวนำไปใช้ในกระบวนการ ลดความกระด้างของน้ำ และบำบัดน้ำเสียปฏิกิริยานี้ซีโอไลต์จะแลกเปลี่ยน Na^+ กับ Ca^{2+} ที่มีอยู่ในน้ำกระด้างในขณะที่ปล่อยให้ น้ำกระด้างไหลผ่านซีโอไลต์ ดังนั้นน้ำที่ผ่านออกมาจะมีปริมาณ Na^+ เพิ่มขึ้นก็จะเป็นการป้องกันการเกิดตะกรันขึ้น นอกจากนี้โลหะหนัก อื่น ๆ ยกตัวอย่างเช่น ตะกั่ว ปรอท แคดเมียม ซิลเวอร์ ไอออนนั้นก็มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนได้เช่นเดียวกัน

ซีโอไลต์ ได้ชื่อว่าเป็นตะแกรงโมเลกุล เนื่องจากโมเลกุลมีช่องว่างที่สม่ำเสมอจำนวนมาก ซึ่งสามารถแสดงสมบัติคล้ายตะแกรงบนโมเลกุลที่มีช่องว่างที่สม่ำเสมอ ลักษณะสำคัญที่ทำให้ซีโอไลต์กลายเป็นสารสารพัดประโยชน์ ก็คือ โครงสร้างที่เป็นรูพรุนอย่างเป็นระเบียบของซีโอไลต์ ซึ่งอาจใช้เป็นตัวกรองสารที่ต้องการโดยโมเลกุลที่เล็กกว่าขนาดโพรงซีโอไลต์ก็จะสามารถผ่านไปได้ในขณะที่โมเลกุลที่มีขนาดใหญ่จะไม่สามารถผ่านออกมาได้และโมเลกุลที่ต้องการซึ่งมีขนาดพอดีกับโพรงซีโอไลต์ก็จะถูกกักไว้ภายในโพรง แต่ในการประยุกต์ใช้ซีโอไลต์ในการกลั่นปิโตรเลียมให้เป็นน้ำมันเชื้อเพลิงและผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมอื่น ๆ นั้นปัจจัยสำคัญมิใช่เรื่องขนาดของโพรงซีโอไลต์อย่างเดียว แต่ยังมีสมบัติทางเคมีของอะตอมที่อยู่รอบ ๆ โครงสร้างผลึกที่มีส่วนทำให้เกิดผลที่ต้องการด้วย เช่น

ในบางกรณีที่เราต้องการทำให้สารไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลใหญ่ (ในกระบวนการปิโตรเคมี) แยกออก กลายเป็นโมเลกุลที่เล็กลงเพื่อให้สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้นั้นการแตกออกของโมเลกุลใหญ่ ๆ ก็ เกิดจากการที่โมเลกุลทำปฏิกิริยากับอะตอมที่อยู่รอบ ๆ โพรงซีโอไลต์นั่นเอง โดยสรุปแล้วการใช้ ประโยชน์จากซีโอไลต์จะถูกกำหนดด้วยสมบัติพื้นฐานในระดับโมเลกุลของสาร ซึ่งมีอยู่สามด้านหลัก ๆ ด้วยกัน ได้แก่ เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุที่ดี มีความสามารถเป็นตัวดูดซับ และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2.1.11 ประโยชน์ด้านอื่น ๆ

ยังมีการใช้งานซีโอไลต์ในประโยชน์ด้านอื่น ๆ อีก เช่น ใช้ในการเกษตร ลดการใช้ปุ๋ย สามารถเก็บกักปุ๋ยอยู่ในดินได้นาน พืชได้ใช้ประโยชน์จากปุ๋ยในดินได้อย่างเต็มที่ สามารถเก็บกักปุ๋ยได้ มากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์ และสามารถดูดซับสารพิษตกค้างในดิน ลดความเป็นพิษให้ดินที่มีสาเหตุจาก สารตกค้างของยาฆ่าหญ้าและยาฆ่าแมลง และช่วยทำให้ดินร่วนดินซึมน้ำได้ง่ายระบายน้ำได้ดี

ในเชิงการเกษตรนั้นจะเป็นการนำเอาซีโอไลต์ธรรมชาติมาปรับเปลี่ยนองค์ประกอบ บริเวณที่มีการแลกเปลี่ยนประจุ ใส่ประจุบวกที่เป็นสารอาหารของพืชลงไปแทนทำให้โมเลกุลของ ซีโอไลต์กลายเป็นแหล่งอาหารของพืชได้ ซึ่งสารอาหารนั้น ๆ จะค่อย ๆ ถูกปลดปล่อยออกมาจาก ซีโอไลต์ ทำให้สารอาหารไม่ถูกชะล้างไปโดยง่ายตาย (เป็นการประหยัดสารอาหารได้อีกทางหนึ่ง)

ในการเลี้ยงสัตว์ ซีโอไลต์สามารถดูดซึมสารพิษออกจากทั้งตัวอาหารสัตว์และอวัยวะ ภายในระบบย่อยอาหารนอกจากนั้นซีโอไลต์ยังมีผลในการกระตุ้นให้ระบบย่อยและดูดซึมอาหารของ สัตว์เหล่านั้นทำงานได้ดีขึ้นอีกด้วยและที่สำคัญยังช่วยลดกลิ่นเหม็นของมูลสัตว์ที่ขับถ่ายออก

2.2 ซีเถ้าจากแกลบข้าว

ในประเทศไทยโรงสีข้าวส่วนใหญ่นั้นจะนำแกลบข้าวที่เหลือจากการสีข้าวไปเผาเพื่อใช้พลังงาน ความร้อนหรือใช้ในเครื่องกำเนิดไฟฟ้า และนอกจากนี้ยังขายแกลบให้กับอุตสาหกรรมอื่น ๆ ได้ที่ ไม่ต้องการซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์มากนัก แต่ถ้ามีการควบคุมการเผาที่เหมาะสม ผลิตภัณฑ์ที่ได้นั้นจะ เป็นซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความละเอียดมาก การเผาไหม้ของแกลบข้าวแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 องค์ประกอบของแกลบข้าว [28]

ส่วนประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก
อินทรีย์สารและความชื้น	73.87
Al ₂ O ₃	1.23
FeO ₃	1.28
CaO	1.24
MgO	0.21

ตารางที่ 2.4 (ต่อ) องค์ประกอบของแกลบข้าว [28]

ส่วนประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก
SiO ₂	22.12
MnO ₂	0.074

หมายเหตุ ตรวจสอบโดยวิธี Atomic Absorption Spectrometry

ตารางที่ 2.5 องค์ประกอบสารอินทรีย์ของแกลบข้าว [28]

สารประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก	
	สารอินทรีย์	คาร์บอน
เซลลูโลส	43.3	19.22
ลิกนิน	22.00	17.93
D-Xylose	17.52	7.008
L-Arabinose	6.53	2.612
Methyl Glucuronic Acid	6.53	1.82
D-Galactose	2.37	0.846

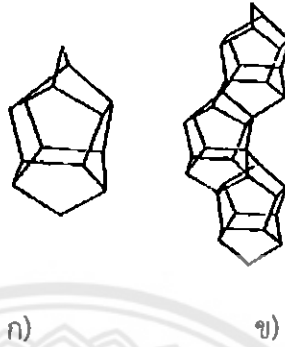
ส่วนประกอบต่าง ๆ ของแกลบข้าวในแต่ละแห่งจะแตกต่างกันเปลี่ยนแปลงตามเงื่อนไขต่าง ๆ เช่น สภาพของดินและธรรมชาติของการเพาะปลูก การวิเคราะห์ทางเคมีของแกลบข้าวจะมี SiO₂ อยู่ร้อยละ 22.12 คาร์บอนและน้ำรวมกันร้อยละ 74 และ Al₂O₃+Al₂O₃+Fe₂O₃+CaO+MgO รวมกันประมาณร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก จำนวนของซิลิกอนไดออกไซด์จากรายงานอื่น ๆ พบว่ามีค่าต่าง ๆ ใกล้เคียงกันประมาณ 15-20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่วนประกอบสารอินทรีย์จะมีพวกเซลลูโลส, ลิกนินและเฮมิเซลลูโลสซึ่งเป็นส่วนผสมของ D-Xylose, L-Arabinose, Methyl Glucuronic Acid และ D-Galactose แสดงในตารางที่ 2.5

องค์ประกอบของแกลบข้าวส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์และความชื้นเมื่อทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิในช่วง 110-260 องศาเซลเซียส จะทำให้ความชื้นหายไปและที่อุณหภูมิ 600-1000 องศาเซลเซียส จะทำให้สารอินทรีย์หลุดออกอย่างสมบูรณ์และ SiO₂ ในหลายลักษณะจะขึ้นกับอุณหภูมิเผาโดยมีการเปลี่ยนแปลงของซิลิกาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

2.3 ซีโอไลตชนิด ZSM-5

ซีโอไลตชนิด ZSM-5 เป็นซีโอไลต์ที่ถูกจัดอยู่ในตระกูล Pentasil โดยมีลักษณะโครงสร้างของซีโอไลตประกอบด้วยหน่วยของโครงสร้างย่อย (Building Unit) ที่เชื่อมระหว่างทรงสี่หน้าเข้าด้วยกัน

ดังรูปที่ 2.14 ก) ซึ่งประกอบไปด้วยวงแหวนห้าเหลี่ยม (Five-Membered Ring) จำนวนแปดวง หน่วยโครงสร้างย่อยของซีโอไลต์ ZSM-5 จะต่อกันตรงบริเวณขอบเรียงกันเป็นสายโซ่ดังรูปที่ 2.14 ข) ซึ่งสายโซ่เหล่านี้เชื่อมโยงต่อกันเป็นแผ่นและเชื่อมโยงจากแผ่นเป็นโครงสร้างสามมิติ ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ลักษณะโครงสร้างย่อยของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

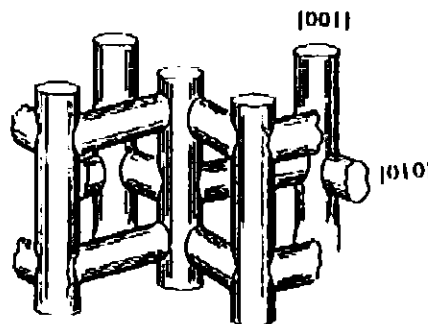
ก) โครงสร้างย่อยของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

ข) การต่อโครงสร้างย่อยซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ตามระนาบ [001]

ผลึกของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 นั้นจะมีลักษณะผลึกเป็น Orthorhombic โดยมีด้าน $a = 20.1$, $b = 19.9$ และ $c = 13.4$ อังสตรอม แต่บางครั้งอาจอยู่ในรูปของ Monoclinic ก็ได้ ซึ่งหน่วยเซลล์ (Unit Cell) ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ประกอบด้วย Na^+ อยู่ในรูปดังสมการที่ 2.9



โดยที่ค่าทั่วไปของ n ประมาณ 3 โครงสร้างของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ประกอบไปด้วยช่องว่างสองช่องเชื่อมต่อกัน โดยที่ช่องว่างแรกจะเป็นลักษณะของ Sinusoidal ซึ่งวางตัวอยู่ในทิศ [001] และช่องว่างอีกส่วนจะเป็นลักษณะตรง [010] ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ลักษณะช่องว่างในซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 สามารถทำการสังเคราะห์ได้ง่ายโดยใช้อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาในช่วงตั้งแต่ 20 เป็นต้นไปจนถึงการใช้ซิลิกาบริสุทธิ์ในการสังเคราะห์ซึ่งจะได้ซิลิกาไลต์ (Silicalite) [29] โดยซิลิกาไลต์นั้นมีลักษณะโครงสร้างเหมือนกับซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แต่ไม่มีอะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ในโครงสร้าง [30] โดยทั่วไปการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ยังต้องใช้สารโครงสร้างซึ่งเป็นไอออนบวกของสารอินทรีย์ ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยสารโครงสร้างนี้จะช่วยในการละลายของอะลูมิเนียม และซิลิเกตไอออน และช่วยในการจัดเรียงโมเลกุลของน้ำเพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของผลึกเพื่อให้เกิดซีโอไลต์ตามชนิดที่ต้องการ

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ธีระพงษ์ นามโท [31] ได้สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 โดยใช้ซิลิกาจากเถ้าลอยของถ่านหินลิกไนต์ (แม่เมาะ จังหวัดลำปาง) โดยใช้สารเตตระโพรพิวแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) เป็นสารโครงสร้าง ซึ่งจะนำเถ้าลอย 3 กรัม มาผสมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.001 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในภาชนะแล้วเติมสารละลายโซเดียมซิลิเกตเพื่อปรับอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาตั้งแต่ 3-200 และใส่สารเตตระโพรพิวแอมโมเนียมโบรไมด์ 0.37 กรัม ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) เพื่อจับแร่เหล็กที่ปะปนอยู่ในเถ้าลอย ขณะทำการกวนอยู่ทำการปรับค่า pH ของสารละลายให้ได้เท่ากับ 11 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร จากนั้นนำเข้าเครื่องปฏิกรณ์ เพื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลโดยทำการอัดความดันเริ่มต้นด้วยก๊าซไนโตรเจนที่ปราศจากออกซิเจน (Oxygen Free Nitrogen) เข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ โดยใช้ความดันตั้งแต่ 1-5 บรรยากาศ ให้ความร้อนจนอุณหภูมิเริ่มจาก 30 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิสุดท้าย 150 180 และ 210 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยใช้เวลาต่าง ๆ กัน แล้วทำการแยกผลึกด้วยเครื่องเหวี่ยงแยกความเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที จากนั้นล้างผลึกด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ที่อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาตั้งแต่ 20-100 ที่ความดันตั้งแต่ 1-5 บรรยากาศ อุณหภูมิตั้งแต่ 180-210 องศาเซลเซียส และใช้ระยะเวลาตั้งแต่ 2-4 ชั่วโมง และที่อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 40-60 จะเกิดผลึก ZSM-5 มากที่สุด อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเท่ากับ 200 ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ได้ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นของแข็งอสัณฐาน

2.5 ตัวอย่างเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ซีโอไลต์

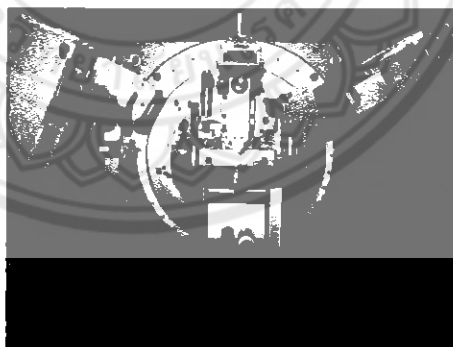
2.5.1 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction, XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง ซึ่งใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุ ข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ประกอบด้วยค่า d-spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจจับได้ซึ่ง

สามารถนำไปใช้การคำนวณค่าคงที่ของโครงสร้างผลึก ขนาดของเกรน และยังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงของโครงสร้างได้ด้วยลักษณะของเครื่อง XRD แสดงในรูปที่ 2.16 [32] รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร เมื่อรังสีเอกซ์เกิดอันตรกิริยากับสสาร จะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การเปล่งแสงการดูดกลืน การกระเจิงแสง หรือการเลี้ยวเบนซึ่งปรากฏเหล่านี้จะมีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิด เนื่องจากของแข็งที่เป็นผลึกจะมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบ เมื่อรังสีเอกซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่าง ๆ ด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้เกิดพฤติกรรมผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้น ซึ่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบ่งออกเป็นสองชนิด คือ สำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-Ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว [32]

2.5.1.1 Powder X-Ray Diffraction ซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้เนื่องจากการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุสามารถบอกเฟสเชิงผลึกของวัสดุได้ว่าเป็นผลึกหรือสัณฐาน เทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยารวมทั้งเฟสภาคของวัสดุได้

2.5.1.2 Single-Crystal X-Ray Diffraction หรือเรียก X-Ray Crystallography สามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะ มุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้เนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ต้องเป็นผลึกเดี่ยว ดังนั้น ขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์นั้น ขนาดความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็งทำให้อะตอมเกิดการเลี้ยวเบน



รูปที่ 2.16 ตัวอย่างเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

2.5.2 เครื่องวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเทคนิคการเรืองแสงรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence, XRF)

เทคนิคการเรืองแสงรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่นิยมใช้แพร่หลายในการวิเคราะห์ธาตุทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพไม่ว่าจะเป็นงานด้านสิ่งแวดล้อม เช่น การวิเคราะห์ธาตุที่มีความเป็นพิษที่อยู่ในอากาศ ด้านธรณีวิทยา เช่น การวิเคราะห์แร่ ดิน หิน โดยไม่ทำลายตัวอย่างมีการเตรียมตัวอย่าง

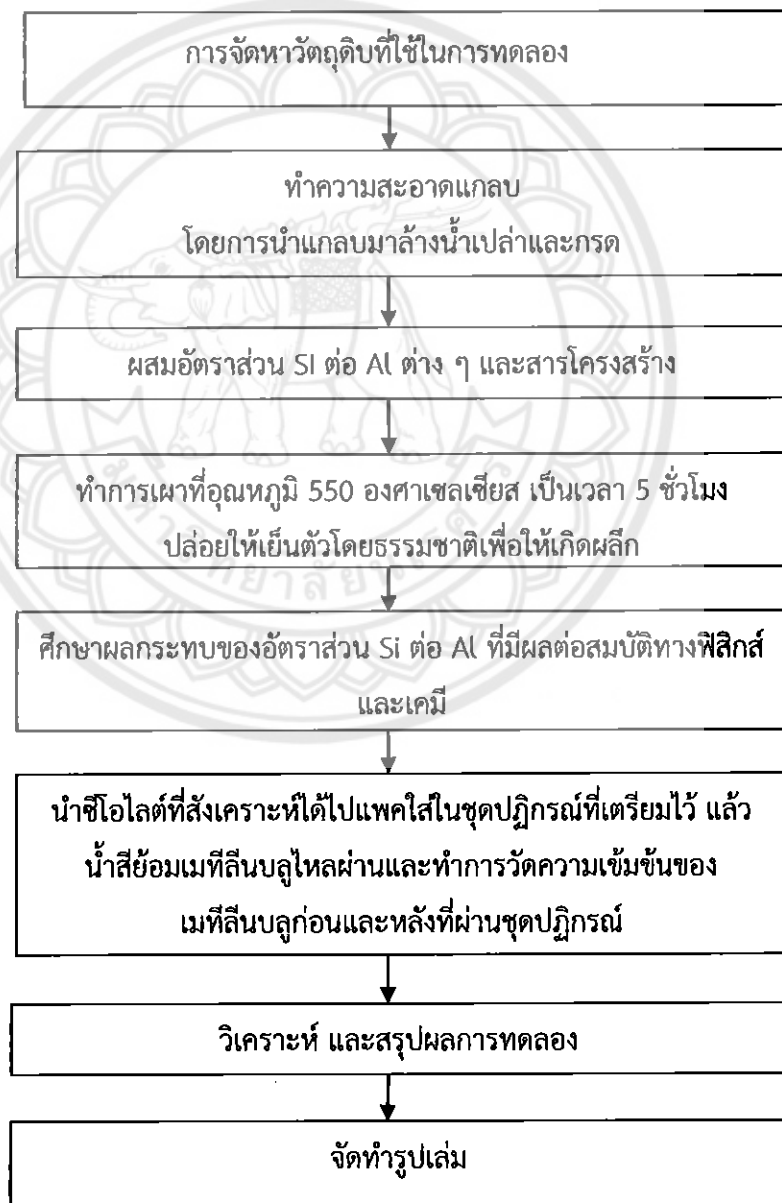
เพียงเล็กน้อยและให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วด้านชีววิทยา ด้านการแพทย์ เช่น การวิเคราะห์สารที่อยู่ในเส้นผมและเล็บ การตรวจวัดโบรมีนในซีรัม ด้านอุตสาหกรรม เช่น ใช้ในการควบคุมกระบวนการและควบคุมคุณภาพ การตรวจวัดตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นพิษในน้ำมันดิบและอื่น ๆ อีกมากมาย โดยทั่วไปแล้วเครื่อง X-Ray Spectrometer จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดรังสี (X-Ray Tube หรือใช้ไอโซโทปกัมมันตรังสี) และเครื่องตรวจวัดรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นเมื่อ X-Ray Tube เร่งอิเล็กตรอนให้มีศักย์สูงพุ่งเข้าชนกับเป้าโลหะแล้วให้รังสีเอกซ์ที่มีความเข้มสูงออกมา ทั้งนี้การเลือกชนิดของเป้าขึ้นอยู่กับตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ซึ่งโดยทั่วไปจะใช้ทั้งสแตนโรเดียมโมลิบดีนัมหรือโครม ส่วนไอโซโทปกัมมันตรังสีที่นิยมใช้เป็นแหล่งกำเนิดรังสี ได้แก่ Fe-55, Co-57, Cd-109 และ Am-241 [33]



บทที่ 3

วิธีดำเนินงาน

สำหรับวิธีการดำเนินงานนี้จะกล่าวถึงลำดับขั้นตอนในการดำเนินงาน วัสดุ และอุปกรณ์ รวมทั้งสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง โดยขั้นตอนการดำเนินงานในการศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่มีผลกระทบต่อสมบัติของซีโอไลต์ เช่น สมบัติทางโครงสร้างโดยทั่วไปของซีโอไลต์ และศึกษาประสิทธิภาพของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ในการใช้บำบัดน้ำเสียของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แสดงดังแสดงในรูปที่ 3.1 ดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.1 วัสดุและอุปกรณ์

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1.1	บีกเกอร์ 1000 ml	2	อัน
3.1.1.2	บีกเกอร์ 500 ml	4	อัน
3.1.1.3	เครื่องคนสารแบบแม่เหล็ก	1	ตัว
3.1.1.4	เตาเผาชนิดกล่อง	1	ตัว
3.1.1.5	แท่งแม่เหล็กเทฟลอน	4	อัน
3.1.1.6	ครกบด	1	อัน
3.1.1.7	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	1	เครื่อง
3.1.1.8	เครื่องวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเทคนิคการเรืองแสงรังสีเอกซ์	1	เครื่อง

3.1.2 สารเคมี

3.1.2.1	ซีเถ้าจากแกลบข้าว	10	กิโลกรัม
3.1.2.2	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)		
3.1.2.3	กรดไฮโดรคลอริก (HCl)		
3.1.2.4	เมทิลีนบลู ($C_{16}H_{18}ClN_3S$)		
3.1.2.5	เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Tetrapropylammoniumbromide)		
3.1.2.6	โซเดียมอะลูมิเนต ($NaAlO_2$)		
3.1.2.7	น้ำปลอดประจุ (Deionised water)		

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.2.1 ศึกษาทฤษฎีและรวบรวมข้อมูล

3.2.1.1 การศึกษาสมบัติของซีเถ้า

ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของซีเถ้าโดยจะใช้วิธีการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในการศึกษา

3.2.1.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสารพิษอินทรีย์

ซีเถ้าที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปปั่นกวนกับน้ำเสียสังเคราะห์ที่ผสมสีย้อมเมทาบลู (Methaglyn blue) เป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นนำน้ำที่ผ่านการปั่นกวนไปกรองแล้วทดสอบการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometry

3.2.2 การจัดหาวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

ในโครงการวิจัยนี้ ได้รับการสนับสนุนแถ้าจากโรงสีข้าวในจังหวัดสระบุรี ซึ่งให้แถ้าที่มีความบริสุทธิ์ของซิลิกอนไดออกไซด์สูงมาก

3.2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์

- 3.2.3.1 นำแก้วกลบข้าวมาล้างด้วยน้ำสะอาด และทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
- 3.2.3.2 นำซีโอไลต์จากแก้วข้าวที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ไปทำการอบให้ละเอียด
- 3.2.3.3 ชั่งสารด้วยอัตราส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยเริ่มจาก 50 100 200 400 และ 1000 ตามลำดับ
- 3.2.3.4 นำสารโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ผสมกับน้ำ 50 มิลลิลิตรแล้วคนให้ละลาย จากนั้นแบ่งสองบีกเกอร์เท่า ๆ กัน
- 3.2.3.5 นำแก้ว (RHA) และสารกำหนดโครงสร้างเตตระโทพิวแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) ผสมลงไปในบีกเกอร์ที่ 1 แล้วคนด้วยเครื่องคนสารแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที
- 3.2.3.6 เมื่อครบ 30 นาที นำสารโซเดียมอะลูมิเนต (NaAlO_2) ผสมลงสารโซเดียมไฮดรอกไซด์ในบีกเกอร์ที่ 2 คนให้ละลายแล้วนำไปเทผสมกันกับบีกเกอร์ที่ 1 แล้วคนด้วยเครื่องคนสารแบบแม่เหล็กต่ออีก 1 ชั่วโมง
- 3.2.3.7 ปรับค่าความเป็นกรด ต่างของสารละลายให้มีค่าประมาณ 11 โดยใช้สารโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร)
- 3.2.3.8 เมื่อครบ 1 ชั่วโมง เพิ่มอุณหภูมิเครื่องคนสารแบบแม่เหล็กที่ 250 องศาเซลเซียส เพื่อให้ น้ำละลายออกหมด
- 3.2.3.9 หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ล้างด้วยน้ำกลั่นและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 3.2.3.10 ทำการเผาตัวอย่างที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมและปริมาณสารที่ใช้ในการทดลอง

อัตราส่วน $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	อัตราส่วน $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	NaAlO_2 (mg)	H_2O (ml)	NaOH (mg)	TPABr (g)	RHA (g)
50	0.194	124.7	49.2	424	0.5	2
100	0.177	60.8	49.2	424	0.5	2
200	0.169	28.9	49.2	424	0.5	2
400	0.165	13.1	49.2	424	0.5	2
1000	0.163	3.3	49.2	424	0.5	2

3.2.4 ศึกษาผลกระทบของอัตราส่วน Si ต่อ Al ที่มีผลต่อสมบัติทางฟิสิกส์

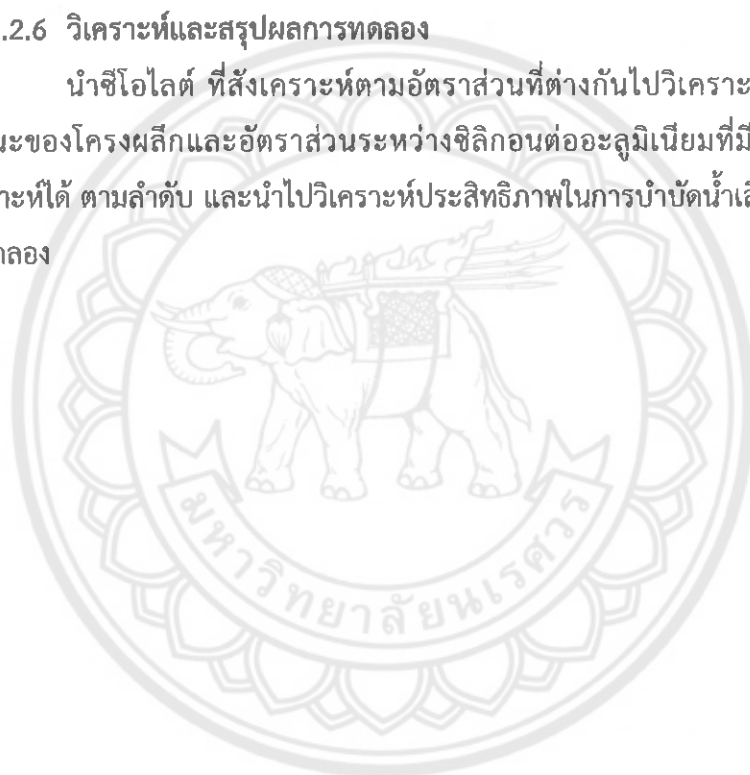
ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของซีโอไลต์ที่ได้สังเคราะห์ คือ ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของโครงผลึกโดยทั่วไปของซีโอไลต์

3.2.5 ทดสอบซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

โอไลต์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปปั่นกวนกับน้ำเสียสังเคราะห์ที่ผสมสีย้อมเมทาบลินบลู (Methaglyn Blue) เป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นนำน้ำที่ผ่านการปั่นกวนไปทดสอบการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometry

3.2.6 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

นำซีโอไลต์ ที่สังเคราะห์ตามอัตราส่วนที่ต่างกันไปวิเคราะห์สมบัติทางฟิสิกส์ เช่น ลักษณะของโครงผลึกและอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมที่มีผลกระทบต่อซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ ตามลำดับ และนำไปวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเสีย จากนั้นทำการสรุปผลการทดลอง



บทที่ 4

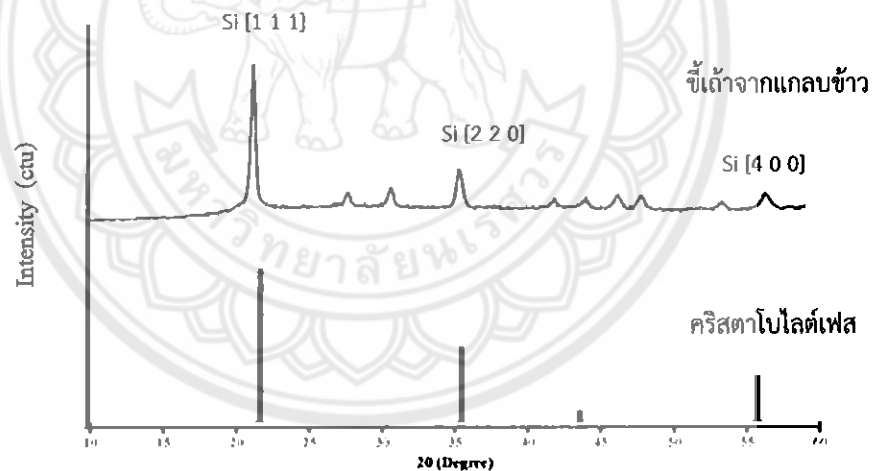
ผลการทดลองและการวิเคราะห์

ในส่วนของการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง จะประกอบไปด้วยการศึกษาสมบัติและการเตรียมวัสดุดิบของแก้วเคลือบข้าวที่มีปริมาณซิลิกาสูง การสังเคราะห์และการศึกษาสมบัติของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ การศึกษาผลหรือประสิทธิภาพของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การเตรียมวัสดุดิบ

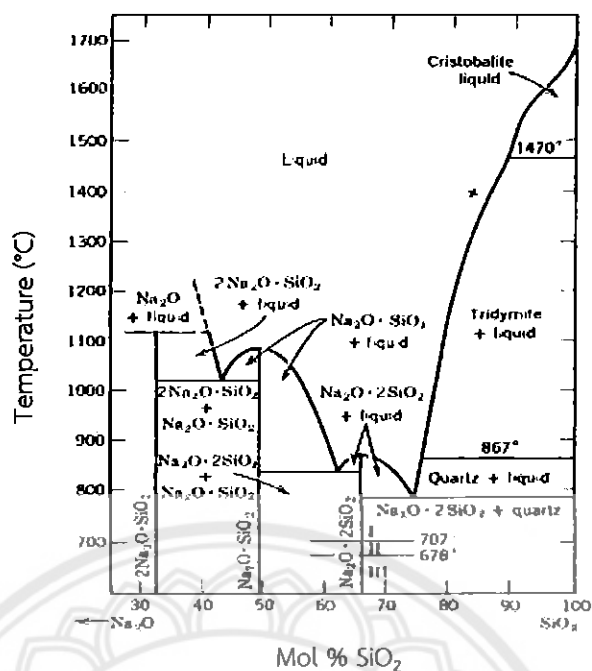
4.1.1 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของซีเถ้าจากเคลือบข้าว

4.1.1.1 ได้ทำการศึกษาซีเถ้าจากเคลือบข้าว โดยการนำเคลือบข้าวไปเผาที่อุณหภูมิที่สูงมาก แล้วนำซีเถ้าจากเคลือบข้าวไปศึกษาสมบัติเพื่อตรวจสอบปริมาณและความบริสุทธิ์ของซิลิกา โดยการนำไปทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) ผลการทดลองที่ได้เป็นไปตามรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซีเถ้าจากเคลือบข้าว

4.1.1.2 จากผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่าซีเถ้าจากเคลือบข้าวที่ได้มานั้นมีปริมาณและความบริสุทธิ์ของซิลิกาสูงมาก เนื่องจากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงถึงเฟสคริสตาโบไลต์ (Cristobalite) ซึ่งเป็นหนึ่งในเฟสของ SiO_2 ที่จะปรากฏที่อุณหภูมิมากกว่า 1400 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.2 นอกจากนี้ไม่ปรากฏการเลี้ยวเบนของสารอื่นปนอยู่เลยอาจเนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้เผาเคลือบข้าวเพื่อให้เกิดซิลิกานั้นจะสูงมากจึงทำให้สารประกอบอินทรีย์อื่นๆ นั้นได้มีการเปลี่ยนสภาพเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ



รูปที่ 4.2 แผนภูมิสมดุลของ Na₂O - SiO₂ [34]

4.1.1.3 ผลการทดลองที่ได้จากการนำตัวอย่างไปทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วเคลือบขาวด้วยเทคนิคการเรืองแสงด้วยรังสีเอกซ์จาก X-Ray Fluorescence (XRF) พบว่าซีเมนต์จากแก้วขาวนั้นประกอบด้วย SiO₂ มากกว่าร้อยละ 99 ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และผลการทดลองนี้สอดคล้องกับผล XRD ช่วงต้นที่บ่งชี้ว่าซีเมนต์จากแก้วขาวเป็น SiO₂ บริสุทธิ์

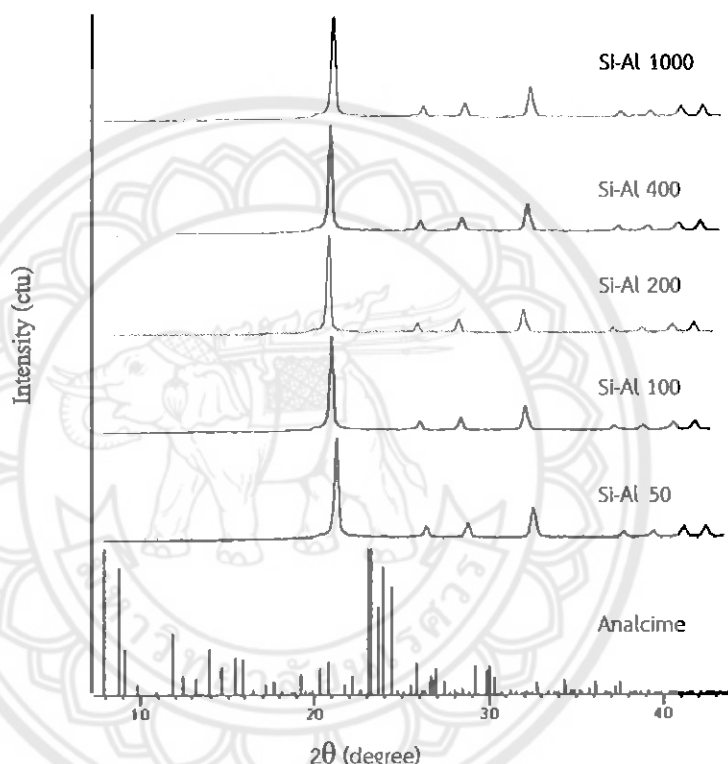
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์การเรืองแสงของรังสีเอกซ์ (XRF)

สารประกอบทางเคมี	ร้อยละโดยน้ำหนัก
SiO ₂	99.64
Al ₂ O ₃	0.08
K ₂ O	0.04
Na ₂ O	0.00
P ₂ O ₅	0.10
CaO	0.04
SO ₃	0.03
Fe ₂ O ₃	0.04
CuO	0.01
MoO ₃	0.01

4.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากซีเถ้าจากแกลบข้าว

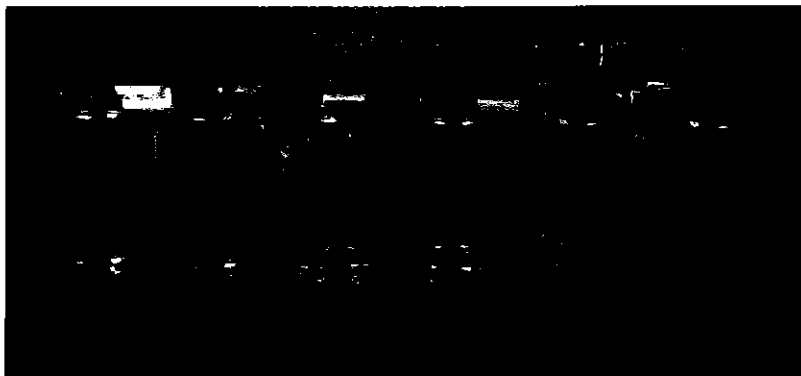
4.2.1 วิธีการสังเคราะห์ซีโอไลต์

4.2.1.1 จากการสังเคราะห์ซีโอไลต์ตัวอย่างขึ้นมาเพื่อศึกษาปริมาณอัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่มีผลต่อสมบัติและประสิทธิภาพของซีโอไลต์ โดยทำการสังเคราะห์ที่อัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่ 50, 100, 200, 400 และ 1000 ตามลำดับ และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปทดสอบวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD แสดงให้เห็นในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ที่อัตราส่วน Si-Al ต่าง ๆ

4.2.1.2 จากผลการทดลองการวัด XRD จะเห็นได้ว่ากราฟที่ได้ไม่เป็นรูปแบบเดียวกันกับรูปแบบของกราฟซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แสดงว่าเราไม่สามารถสังเคราะห์ให้เกิดเป็นซีโอไลต์ขึ้นมาได้เพราะอาจเกิดเนื่องจากความผิดพลาดในการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ เช่น เวลาในการสังเคราะห์ ความร้อนซึ่งมีผลกระทบต่อกระบวนการสังเคราะห์ทั้งสิ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาทำการวัดหาประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม Methylene Blue เพื่อเป็นแนวทางการสังเคราะห์ครั้งต่อไป ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.4

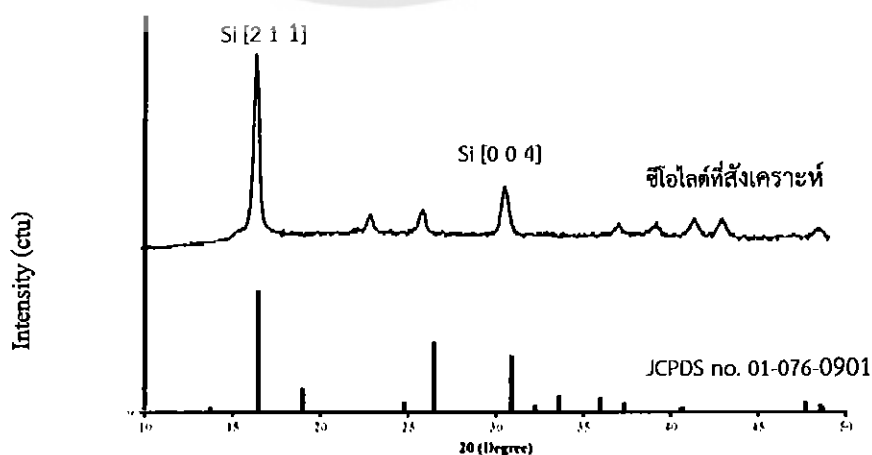


รูปที่ 4.4 การทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม Methylene Blue

4.2.1.3 จากรูปจะเห็นได้ว่าสิ่งที่สังเคราะห์ขึ้นมาที่อัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่ 200 ให้ความเงาและความใสของน้ำสีย้อมเมที่ล้นบวมมากกว่าอัตราส่วนอื่น ๆ แสดงว่าที่อัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่ 200 มีประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลสีที่ดีมากเมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่น ๆ และกลับขาว ซึ่งสามารถดูได้จากตาเปล่าเมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่น ๆ

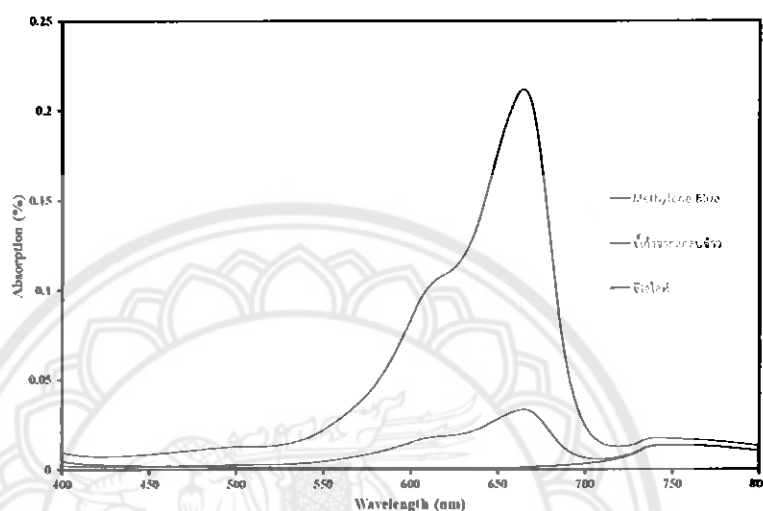
4.2.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ครั้งที่ 2

4.2.2.1 เราทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ขึ้นมาใหม่โดยการมุ่งเน้นไปที่อัตราส่วน SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่ 200 โดยปรับเปลี่ยนสารประกอบดังนี้ ใช้แก้วเคลือบ 6.02 กรัม ผสมใน NaOH 50 มิลลิลิตร กวนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นผสมกับ TPABr 4.66 กรัม + น้ำกลั่น 50 มิลลิลิตรแล้วเทใส่สารละลายที่ผสมไว้ข้างต้น โดยการให้ความร้อนเป็นเวลา 11 วัน ก่อนนำไปเผา จากการสังเกตพบวาระหว่างการทดลองนั้นจะเกิดการระเหยของน้ำและสารละลายอื่น ๆ เราจึงต้องเติมน้ำตลอดเวลาระหว่างการทดลองเมื่อครบ 11 วันจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ซึ่งผลของการทดลองจากการวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD เป็นไปตามรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น

4.2.2.2 เมื่อนำผลการวิเคราะห์ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะตรงกับแฟ้มข้อมูล (Joint Committee on Powder Diffraction Standard: JCPDS) หมายเลข 01-076-0901 แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้นั้น คือ ซีโอไลต์ชนิด Analcime ที่พบได้ในธรรมชาติซึ่งไม่ตรงกับซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ต้องการ



รูปที่ 4.6 แสดงการดูดกลืนแสงของละลาย UV-VIS Spectrophotometry

4.2.2.3 ผลจากการนำเอาซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการวัดหาประสิทธิภาพของการดูดกลืนแสงของละลายด้วยเทคนิค UV-VIS Spectrophotometry พบว่าซีโอไลต์ชนิด Analcime ที่สังเคราะห์ขึ้นมานั้นให้ประสิทธิภาพที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับซีโอไลต์จากแกลบข้าวได้ผลดังรูปที่ 4.6 ซึ่งจะสอดคล้องกับผลการทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อมดังรูปที่ 4.7

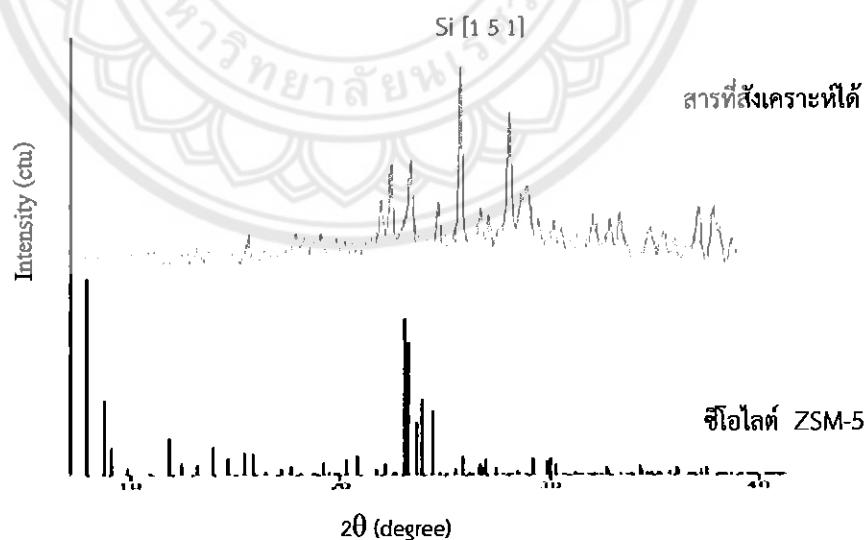


รูปที่ 4.7 การทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อม Methylene Blu

จากรูปที่ 4.7 เมื่อนำซีโอไลต์ไปหาประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสี่ย้อมเมทิลีนบลู พบว่าซีโอไลต์ชนิด Analcime ที่ได้ นั้นจะมีประสิทธิภาพดูดซับโมเลกุลของสี่ย้อมเมทิลีนบลูที่ดีที่สุดเพราะน้ำใสที่สุดเมื่อเทียบกับซีเถ้าแกลบ และ Methylene- Blue อย่างไรก็ตามจากการทดลองในขั้นตอนที่ต้องการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แต่ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ คือ ซีโอไลต์ชนิด Analcime ดังนั้นแล้วจึงสันนิษฐานว่าน่าจะมีการผิดพลาดในขั้นตอนการสังเคราะห์ จากการศึกษาเพิ่มเติมของงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าการเติมน้ำระหว่างการสังเคราะห์ นั้นทำให้ Tetrapropylammonium bromide (TPABr) ซึ่งเป็นสารกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์ ละลายออกมากับน้ำและระเหยออกทำให้ไม่เหลือสารที่เป็นตัวกำหนดโครงสร้าง จึงไม่เกิดเป็นซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

4.2.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ครั้งที่ 3

4.2.3.1 เนื่องจากข้อผิดพลาดจากการเติมน้ำระหว่างการให้ความร้อนในการสังเคราะห์นี้อาจเป็นแนวทางในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ขึ้นมาใหม่ เราจะสังเคราะห์ที่อัตราส่วน SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่ 200 และขั้นตอนการสังเคราะห์เหมือนเดิมทุกอย่าง โดยจะไม่เติมน้ำระหว่างการทดลองแต่จะปรับเปลี่ยนวิธีการให้ความร้อน โดยให้ความร้อนผ่านภาชนะที่มีน้ำมันเพื่อให้ความร้อนโดยทั่วถึง ผลของการทดลองจากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เทียบกับรูปแบบกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์มาตรฐาน JCPDS หมายเลข 01-085-1208 ของซีโอไลต์ ZSM-5 เป็นไปตามรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น

4.2.3.2 จากการเทียบกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้จากการทดลองนั้นยังไม่ประสบความสำเร็จ เพราะไม่ได้ซีโอไลต์ที่ต้องการ เพราะกราฟที่ได้จากการสังเคราะห์ไม่เป็นไปตาม

รูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 01-085-1208 ที่เป็นรูปแบบมาตรฐาน JCPDS ของซีโอไลต์ ZSM-5 ซึ่งการไม่ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์นี้ เกิดจากการควบคุมความร้อนในการสังเคราะห์ เนื่องจากการให้ความร้อนนั้นต้องให้ที่อุณหภูมิที่ 110 องศาเซลเซียส แต่เมื่อให้ความร้อนผ่านถาดน้ำมันนั้นทำให้อุณหภูมิอยู่ระหว่าง 70-80 องศาเซลเซียส ซึ่งไม่ถึงตามที่ต้องการ จึงเป็นผลกระทบทำให้ไม่เกิดเป็นซีโอไลต์ที่ต้องการ ซึ่งปัญหานี้จะเป็นเรื่องที่จะต้องศึกษากันต่อไป



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ในบทนี้จะกล่าวถึงบทสรุปผลการทดลองของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ การศึกษาสมบัติและประสิทธิภาพของการดูดซับโมเลกุลของสารละลายที่สังเคราะห์ขึ้นรวมทั้งข้อเสนอแนะของการทดลอง ปัญหาที่พบระหว่างการทดลองสังเคราะห์ และแนวทางการแก้ไขเพื่อการพัฒนาต่อไปของโครงการวิจัยนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากซีเถ้าแกลบ เราได้ทำการสังเคราะห์ทั้งหมดสามครั้งเพื่อให้ได้ซีโอไลต์ชนิดที่เราต้องการคือซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

5.1.1 จากการทดลองการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากซีเถ้าแกลบข้าวข้างต้นนั้น การทดลองครั้งแรกนั้นเราจะทำการสังเคราะห์โดยการมุ่งเน้นไปที่อัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่อัตราส่วน 50 100 200 400 และ 1000 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์การจากเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) คือ สิ่งที่เราสังเคราะห์ขึ้นยังไม่เกิดเป็นซีโอไลต์เมื่อเทียบกับ XRD Pattern ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 พบว่าการสังเคราะห์ไม่ประสบความสำเร็จตรงตามวัตถุประสงค์ข้างต้น แต่สิ่งที่ได้จากการสังเคราะห์นี้คือที่อัตราส่วน 200 จะมีประสิทธิภาพการดูดซับโมเลกุลของสารละลายเมทิลีนบลูดีที่สุด จึงเป็นแนวทางให้เราทำการสังเคราะห์ขึ้นมาใหม่

5.1.2 จากการทดลองแรกที่ไม่สำเร็จนั้นจึงได้ทำการสังเคราะห์ครั้งที่สองขึ้นมาใหม่ โดยการปรับเปลี่ยนสารกำหนดโครงสร้างและระยะเวลาในการสังเคราะห์และจะเน้นไปที่อัตราส่วนของ SiO_2 ต่อ Al_2O_3 ที่อัตราส่วน 200 โดยใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลา 11 วัน จากผลการวิเคราะห์การจากเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าสิ่งที่เราสังเคราะห์เกิดเป็นซีโอไลต์ชนิด Analcime ซึ่งเทียบได้กับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS: 01-076-0901

5.1.2.1 จากการทดลองข้างต้นนั้น เราสามารถสรุปได้ว่ายังไม่ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ ZSM-5 แต่ได้ผลการทดลองเป็นซีโอไลต์ชนิดอื่นแทน

5.1.2.2 นำซีโอไลต์ Analcime ที่สังเคราะห์ได้นั้นไปทำการหาประสิทธิภาพในการดูดซับโมเลกุลของสีย้อมที่ละลายอยู่ในน้ำ ซึ่งพบว่าซีโอไลต์ Analcime นั้นให้ประสิทธิภาพที่ดีกว่าซีเถ้าแกลบข้าวที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์

5.1.2.3 ความผิดพลาดในการกระบวนการสังเคราะห์อาจเกิดจากสารกำหนดโครงสร้าง (TPABr) ซึ่งสารตัวนี้เป็นตัวกำหนดโครงสร้างซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 เจือจางลงและระเหยออกไปกับน้ำที่เราเติมระหว่างการสังเคราะห์

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 สำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์นั้นสิ่งที่สำคัญที่สุดคือการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ของการสังเคราะห์ให้ละเอียดที่สุดทั้งเรื่องของอุณหภูมิ เวลา และสารกำหนดโครงสร้าง (TPABr)

5.2.2 ทำการศึกษาและเปรียบเทียบซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 กับซีโอไลต์ชนิดอื่น ๆ ที่มีโครงสร้างที่ใกล้เคียงกัน เพื่อเป็นแนวทางในการสังเคราะห์ที่ดี

5.3 ปัญหาที่พบและแนวทางการแก้ไขปัญหา

5.3.1 ในการสังเคราะห์นั้นจะต้องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสแต่เนื่องจากต้องให้ความร้อนผ่านถาดน้ำมันจึงทำให้อุณหภูมิไม่ถึงที่ต้องการ ซึ่งอาจเป็นผลกระทบต่อ การสังเคราะห์ที่ไม่ได้ซีโอไลต์ซึ่งต้องปรับลักษณะการให้ความร้อน

5.3.2 จากปัญหาข้อแรกถ้าทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงและกับเวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลานานหลายวันก็จะทำให้ควบคุมสารละลายและน้ำได้ยากคือสารกำหนดโครงสร้าง (TPABr) และน้ำระเหยออกไปซึ่งเป็นปัจจัยที่ควบคุมได้ยากมากจึงต้องเติมน้ำตลอดการสังเคราะห์แต่ก็เป็นปัญหาที่จะทำให้สารกำหนดโครงสร้างเจือจางลงมาก ซึ่งต้องศึกษาการควบคุมปัจจัยเหล่านี้เพิ่มเติมเวลาในการสังเคราะห์และปรับปรุงอัตราส่วนของสารเคมีเพิ่มเติม

5.4 การศึกษาเพิ่มเติมในอนาคต

เนื่องจากข้อจำกัดด้านเวลาและงบประมาณ จึงทำให้การศึกษาสมบัติบางประการของซีโอไลต์นั้นไม่ได้ดำเนินการ ดังนั้นจึงเป็นแนวทางให้การศึกษาต่อในอนาคต อาทิเช่น

5.4.1 การวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวสัมผัส BET

5.4.2 การวิเคราะห์สภาพพื้นผิวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

5.4.3 การวัดขนาดอนุภาค

5.4.4 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์

เอกสารอ้างอิง

- [1] Yusof, A. M. and Malek, N. A. N. N. (2009). Removal of Cr (VI) and As (V) from aqueous solutions by HDTMA modified zeolite Y. *Journal of Hazardous Materials*, 162(2–3), 1019–1024.
- [2] Cui, Y., Zhong, Z., Wang, D., Wang, W. U. and Lieber, C. M. (2003). High performance silicon nanowire field effect transistors. *Nano Letters*, 3(2), 49–152.
- [3] Lin, C. F. and His, H. C. (1995). Resource recovery of waste fly ash: Synthesis of zeolite-like materials. *Environmental Science and Technology*, 29(4), 1109–1117.
- [4] Frontera, P., Macario, A., Aloise, A., Crea, F., Antonucci, P. L., Nagy, J. B., Frusteri, F. and Gaiodano, G. (2012). Catalytic dry-reforming on Ni-zeolite supported catalyst. *Catalysis Today*, 179(1), 52
- [5] Baerlocher, Ch., McCusker, L. B. and Olson, D. H. (2007). *Atlas of zeolite framework types*, 6th ed., Amsterdam: Elsevier.
- [6] Bailey, S. E., Olin, T. J., Bricka, R. M. and Adrian, D. D. (1999). A review of potentially low-cost sorbents for heavy metals. *Water Research*, 33(11), 2469–2479.
- [7] Wang, S. and Wu, H. (2006). Environmental-benign utilization of fly ash as low cost adsorbents. *Journal of Hazardous Materials*, 136(3), 482–501.
- [8] อภินภัส รุจิวัตร. (2547). การศึกษาเชิงเปรียบเทียบกระบวนการทางเคมีในการแปรสภาพแก้วลอยเป็นวัสดุซีโอไลต์และการสำรวจเบื้องต้นเรื่องความสามารถในการดูดซับไอออนของวัสดุที่สังเคราะห์ได้. รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์สำนักกองทุนสนับสนุนการวิจัย.
- [9] โครงสร้างของซีโอไลต์. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2556, จาก: <http://www.vcharkarn.com/vblog/38694>.
- [10] Hermann, K. (1997). *Theory Department*, Berlin: Fritz-Haber-Institute.
- [11] Zeolite Surface. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. สืบค้นเมื่อ 2 มิถุนายน 2556, จาก <http://hybris-joshua.blogspot.com/2010/01/le-zeoliti.html>
- [12] ชนิดของซีโอไลต์. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2556, จาก <http://www.vcharkarn.com/vblog/38694>.
- [13] อภินภัส รุจิวัตร. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. เอกสารประกอบการสอนรายวิชา 203412 เคมีอินทรีย์ ชั้นสูง 2 เรื่อง โครงสร้างของผลึกซิลิเกตและอะลูมิโนซิลิเกต โครงสร้างและสมบัติทางเคมีของเคลย์และซีโอไลต์, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, เชียงใหม่.

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [14] นงลักษณ์ วิบูลสุข. (2543). การใช้ซีโอไลต์เป็นสารปรับปรุงดิน. วารสารดินและปุ๋ย, 20.
- [15] Auerbach, S. A., Carrado, K. A. and Dutta, P. K. (2003), *Handbook of zeolite science and Technology*. New York: Taylor & Francis.
- [16] Sindhunata. (2006), *A Conceptual Model of Geopolymerisation*. Doctor of Philosophy thesis, Ph.D. (Chemical Engineering), The University of Melbourne, Australia.
- [17] Geffecken W. and Berger E. (1939). Deutsch Reichs, Patent 736411.
- [18] Sol gel technology. (1998). Chemat Technology Co. Ltd. สืบค้นเมื่อ 20 มิถุนายน 2556, จาก http://www.chemat.com/html/sol_gel.html.gif.
- [19] PZT thin films deposited by hydrothermal method. (2007). Department of Informationprocessing, สืบค้นเมื่อ 21 มิถุนายน 2556, จาก <http://www.kurosawa.ip.titech.ac.jp/Research/ht/hydro2.gif>.
- [20] Ananta, S. and Thomas, N. W. (1999). A modified two stage synthesis route to lead magnesium niobate and lead iron niobate. *Journal Europe Ceramic Society*, 19(2), 155–163.
- [21] Droplet and particle dynamics. (2007). สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2556, จาก http://www.ptl.ethz.ch/research/res_top_dynamics.
- [22] Yuhuan, X. (1991). *Ferroelectric materials and their applications*, North Holland: Elsevier Science, North Holland.
- [23] นิตยา ทวดอาจ. (2550). การเตรียมผงนาโนซิลิกาจากเถ้าแกลบข้าว, วิทยานิพนธ์, วท.ม. (เคมีอุตสาหกรรม), มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, เชียงใหม่.
- [24] ความเป็นเบสที่มีผลต่อการสังเคราะห์. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2556, จาก <http://www.vcharkarn.com/vblog/38694>.
- [25] Maihom, T., Wannakao, S., Boekfa, B. and Limtrakul, J. (2013). Density functional study of the activity of gold-supported ZSM-5 zeolites for nitrous oxide decomposition. *Chemical Physics Letters*, 556(29), 217–224.
- [26] นิสากร ปานประสงค์. (2548). ซีโอไลต์เคมีที่ไม่ธรรมดา. สืบค้นเมื่อ 27 มิถุนายน 2556, จาก <http://update.seed.com/192/zeolite.html>.
- [27] ประโยชน์ซีโอไลต์ในชีวิตประจำวัน. ไม่ปรากฏปีที่พิมพ์. สืบค้นเมื่อ 14 มิถุนายน 2556, จาก <http://www.vcharkarn.com/vblog/38694>.

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [28] ก้องเกียรติ ภูเกิด. (2531). การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์จากเถ้าแกลบข้าว. วิทยานิพนธ์, วท.ม. (การสอนฟิสิกส์), มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, เชียงใหม่.
- [29] Szostak, R. 1992. Handbook of Molecular Sieves. Van Nostrand Reinhold, New York. 584 p
- [30] Bhatia, S. 1990. Zeolite Catalysis : Principles and Applications. CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida. 290 p.
- [31] ชีระพงษ์ นามโท. (2542). การผลิตซีโอไลตชนิด ZSM-5 จากเถ้าลอยถ่านหินลิกไนต์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ 77
- [32] บัญชา ธนบุญสมบัติ. (2544). การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดีฟเฟรกชัน, พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี (ไทย-ญี่ปุ่น).
- [33] เครื่องวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเทคนิคการเรืองแสงรังสีเอกซ์. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2556, จาก <http://www.vcharkarn.com/vblog/38694>.





ภาคผนวก ก

รูปแบบ XRD Pattern หรือ Joint Committee on Powder

Diffraction Standard: JCPDS

JCPDS no. 00-001-0424 ของ Cristobalite

Name and Formula

Reference code: 00-001-0424
 Mineral name: Cristobalite
 PDF index name: Silicon Oxide
 Empirical formula: O₂Si
 Chemical formula: SiO₂

Crystallographic Parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fd-3m
 Space group number: 227
 a: 7.1200 อังสตรอม
 b: 7.1200 อังสตรอม
 c: 7.1200 อังสตรอม
 Alpha: 90.0000 องศา
 Beta: 90.0000 องศา
 Gamma: 90.0000 องศา
 Volume of cell (10⁶ pm³): 360.94
 Z: 8.00

Status, Subfiles and Quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Alloy, metal or intermetallic
 Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Nbs recommends delete this card (4-359).
 Devitrification of silica glass.
 Optical data: B=1.466
 Melting point: 1713

References

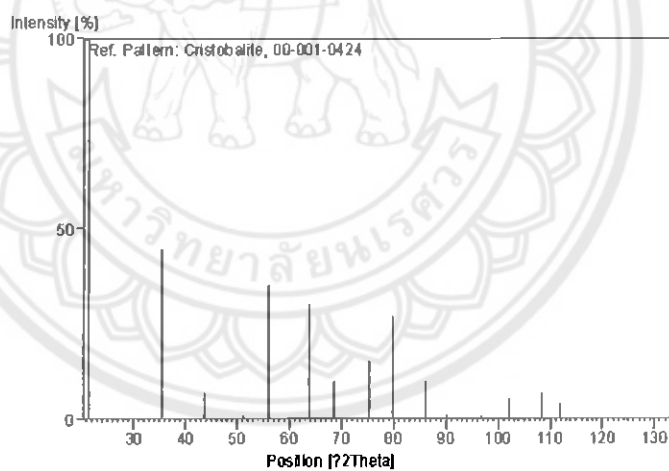
Primary reference: Wyckoff., *Am. J. Sci.*, 9, 448, (1925)
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull.*

Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak List

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	4.14000	21.446	100.0
2	2	2	0	2.53000	35.452	45.0
3	2	2	2	2.07000	43.694	7.0
4	4	0	0	1.78000	51.285	1.0
5	3	3	1	1.64000	56.029	35.0
6	4	2	2	1.46000	63.687	30.0
7	5	1	1	1.37000	68.425	10.0
8	4	4	0	1.26000	75.374	15.0
9	5	3	1	1.20000	79.870	27.0
10	6	2	0	1.13000	85.950	10.0
11	5	3	3	1.09000	89.934	1.0
12	4	4	4	1.03000	96.811	1.0
13	5	5	1	0.99000	102.170	5.0
14	6	4	2	0.95000	108.357	7.0
15	7	3	1	0.93000	111.845	4.0

Stick Pattern



รูปที่ ก.1 กราฟ JCPDS no. 00-001-0424 ของ Cristobalite

JCPDS no. 01-076-0901 ของ Analcime**Name and Formula**

Reference code:	01-076-0901
Mineral name:	Analcime
ICSD name:	Sodium Aluminum Silicate Hydrate
Empirical formula:	$\text{AlH}_2\text{NaO}_7\text{Si}_2$
Chemical formula:	$\text{Na}(\text{AlSi}_2\text{O}_6)(\text{H}_2\text{O})$

Crystallographic Parameters

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	I41/acd
Space group number:	142
a:	13.7230 อังสตรอม
b:	13.7230 อังสตรอม
c:	13.6860 อังสตรอม
Alpha:	90.0000 องศา
Beta:	90.0000 องศา
Gamma:	90.0000 องศา
Calculated density (g/cm^3):	2.25
Volume of cell (10^6 pm^3):	2577.36
Z:	16.00
RIR:	1.40

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Corrosion Modelled additional pattern
Quality:	Calculated (C)

Comments

Sample source:	Specimen from Veseli near Usti nad Labem, Bohemia.
ICSD collection code:	034874

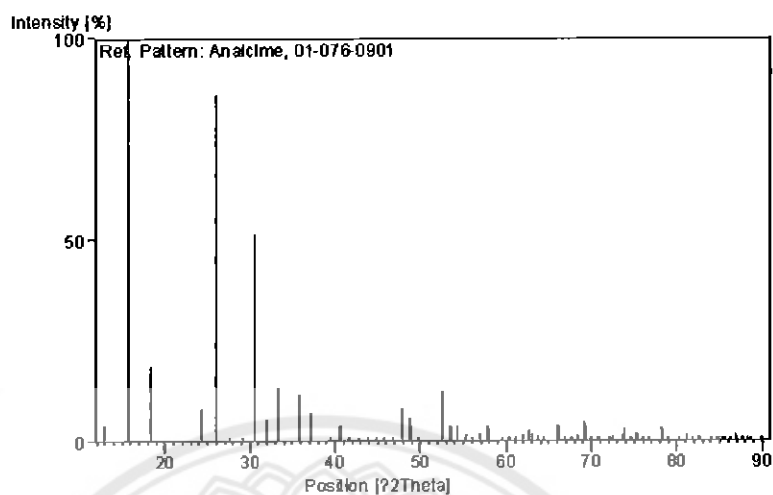
References

Primary reference:	<i>Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)</i>
Structure:	Mazzi, F., Galli, E., <i>Am. Mineral.</i> , 63 , 448, (1978)

Peak List

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	2	0	0	6.86150	12.892	4.0
2	2	1	1	5.59986	15.813	100.0
3	2	2	0	4.84526	18.295	18.7
4	3	1	2	3.66126	24.291	8.2
5	4	0	0	3.43075	25.950	85.9
6	0	0	4	3.42150	26.022	82.4
7	4	1	1	3.23406	27.559	0.2
8	4	2	0	3.06856	29.077	0.4
9	3	3	2	2.92252	30.564	51.4
10	4	2	2	2.79993	31.938	5.3
11	4	1	3	2.68878	33.295	13.3
12	5	2	1	2.50524	35.814	11.0
13	2	1	5	2.49983	35.894	11.5
14	4	4	0	2.42263	37.079	7.1
15	6	0	0	2.28442	39.412	0.5
16	6	1	1	2.22601	40.491	3.8
17	3	2	5	2.22048	40.596	4.2
18	6	2	0	2.16980	41.588	1.1
19	2	0	6	2.16453	41.694	0.9
20	5	1	4	2.11410	42.737	0.6
21	6	2	2	2.06831	43.731	0.1
22	6	3	1	2.02227	44.780	0.9
23	3	1	6	2.01907	44.855	0.6
24	4	4	4	1.97896	45.815	0.2
25	5	4	3	1.93978	46.795	0.7
26	6	0	4	1.89948	47.849	8.2
27	7	1	2	1.86662	48.745	5.7
28	3	3	6	1.86410	48.816	4.2
29	6	2	4	1.83240	49.717	0.7
30	7	3	2	1.74252	52.471	12.4
31	3	2	7	1.73911	52.582	10.2
32	8	0	0	1.71537	53.366	3.6
33	0	0	8	1.71075	53.522	3.6
34	7	4	1	1.68808	54.299	3.6
35	4	1	7	1.68580	54.379	3.6
36	8	0	2	1.66389	55.155	1.1
37	2	0	8	1.65993	55.298	1.5
38	6	5	3	1.63964	56.042	0.1
39	6	0	6	1.61509	56.971	2.0

Stick Pattern



รูปที่ ก.2 กราฟ JCPDS no. 01-076-0901 ของ Analtime

JCPDS no. 01-085-1208 ของซีโอไลต์ชนิด ZSM-5

Name and Formula

Reference code:	01-085-1208
Zeolite name:	Zeolite ZSM-5
ICSD name:	Tetrapropylammonium Aluminum Silicate
Empirical formula:	$C_{12}H_{28}Al_{0.9}NO_{48}Si_{23.1}$
Chemical formula:	$C_{12}H_{28}Al_{0.9}NO_{48}Si_{23.1}$
Second chemical formula:	$Si_{23.1}Al_{0.9}O_{48}N(C_3H_7)_4$

Crystallographic Parameters

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Pnma
Space group number:	62
a:	20.1000 อังสตรอม
b:	19.9590 อังสตรอม
c:	13.4090 อังสตรอม
Alpha:	90.0000 องศา
Beta:	90.0000 องศา
Gamma:	90.0000 องศา
Calculated density (g/cm^3):	2.01

Volume of cell (10^6 pm^3): 5379.37

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Organic
Modelled additional pattern
Zeolite

Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 060674

Test from ICSD: At least one TF implausible.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)*

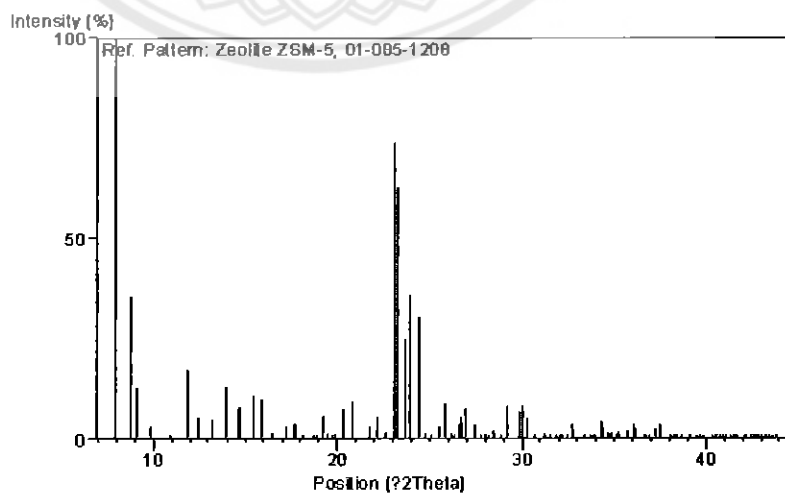
Structure: Chao, K.J., Lin, J.C., Wang, Y., Lee, G.H., *Zeolites*, 6, 35, (1986)

Peak List

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	11.15470	7.920	100.0
2	2	0	0	10.05000	8.792	35.6
3	1	1	1	9.73716	9.075	12.7
4	2	1	0	8.97628	9.846	3.0
5	2	0	1	8.04194	10.993	0.9
6	2	1	1	7.43746	11.890	17.2
7	2	2	0	7.08137	12.490	5.5
8	0	0	2	6.70450	13.195	4.8
9	1	0	2	6.36002	13.913	13.1
10	1	1	2	6.05980	14.606	7.6
11	3	0	1	5.99347	14.769	7.9
12	3	1	1	5.71387	15.496	10.6
13	2	0	2	5.57733	15.877	9.8
14	2	1	2	5.37155	16.490	1.5
15	3	2	1	5.13804	17.245	2.9
16	4	0	0	5.02500	17.636	3.7
17	0	4	0	4.98975	17.761	3.8
18	4	1	0	4.87293	18.191	0.4
19	3	0	2	4.73921	18.708	0.1
20	4	0	1	4.70544	18.844	0.2
21	3	1	2	4.61100	19.234	5.7
22	1	4	1	4.55481	19.473	1.3
23	4	2	0	4.48814	19.765	1.0

24	3	3	1	4.45299	19.923	1.2
25	1	0	3	4.36164	20.344	7.5
26	1	1	3	4.25606	20.855	9.4
27	2	0	3	4.08398	21.744	2.9
28	4	3	0	4.00978	22.151	5.6
29	4	1	2	3.94178	22.538	1.4
30	1	4	2	3.92575	22.632	1.7
31	5	0	1	3.85068	23.079	73.8
32	0	5	1	3.82587	23.231	62.9
33	1	5	1	3.75839	23.654	24.8
34	3	0	3	3.71822	23.913	35.9
35	3	1	3	3.64849	24.377	30.4
36	5	2	1	3.59251	24.763	1.4
37	4	4	0	3.54068	25.131	0.3
38	3	2	3	3.48423	25.545	2.9
39	4	3	2	3.44128	25.869	8.8
40	5	1	2	3.39742	26.209	1.3
41	1	5	2	3.38102	26.339	1.3
42	0	0	4	3.35000	26.587	3.8
43	4	0	3	3.33968	26.671	5.3
44	0	6	0	3.32650	26.778	4.2
45	1	0	4	3.30658	26.943	7.4
46	2	5	2	3.24606	27.455	3.6
47	6	1	1	3.20785	27.788	0.2
48	2	0	4	3.18001	28.037	1.3
49	4	2	3	3.16704	28.154	1.0
50	2	1	4	3.13877	28.413	2.0

Stick Pattern



รูปที่ ก.3 กราฟ JCPDS no. 01-085-1208 ของซีโอไลท์ชนิด ZSM-5