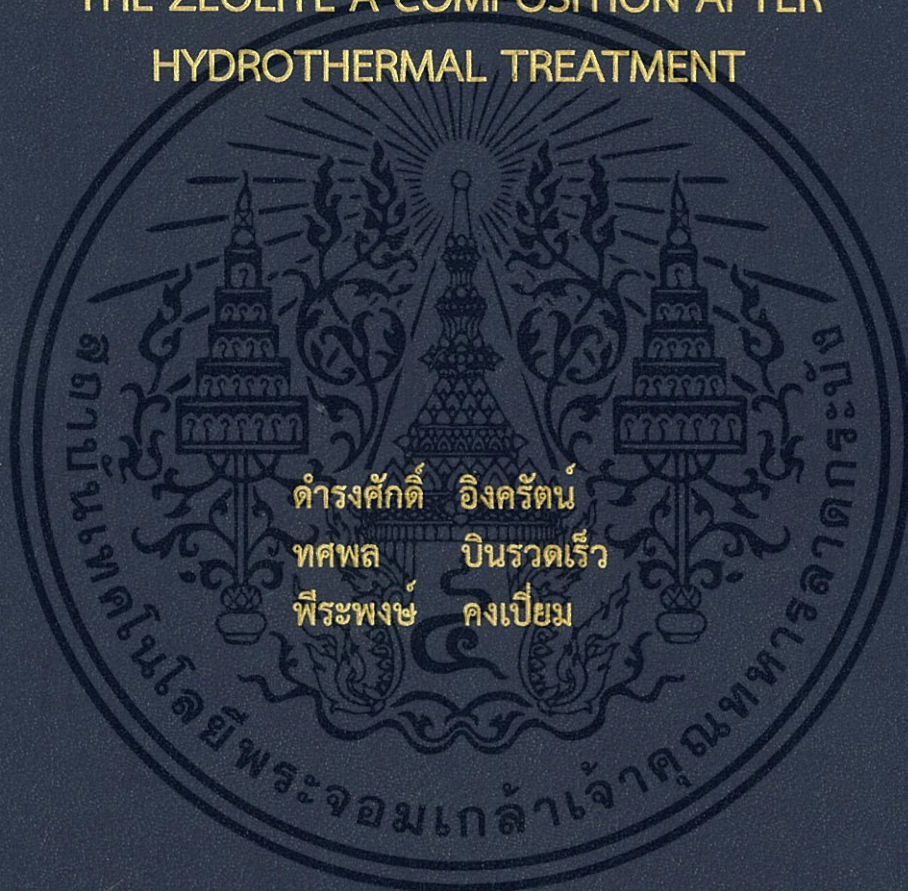


การศึกษาการใช้ดินและเถ้าลอยเป็นตัวผสมเพื่อสร้างเม็ด
ซีโอไลต์เอและเพิ่มปริมาณซีโอไลต์เอหลังจาก
การทำไฮโดรเทอร์มอล

THE STUDIES OF CLAYS AND FLY ASH AS A BINDER
FOR FORMING ZEOLITE A PELLETS AND ENHANCING
THE ZEOLITE A COMPOSITION AFTER
HYDROTHERMAL TREATMENT



ดำรงศักดิ์ อังครินทร์
ทศพล บินรวดเร็ว
พีระพงษ์ คงเปี่ยม

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

การศึกษาการใช้ดินและเถ้าลอยเป็นตัวผสมเพื่อสร้างเม็ด
ซีโอไลต์เอและเพิ่มปริมาณซีโอไลต์เอหลังจาก
การทำไฮโดรเทอร์มอล

THE STUDIES OF CLAYS AND FLY ASH AS A BINDER
FOR FORMING ZEOLITE A PELLETS AND ENHANCING
THE ZEOLITE A COMPOSITION AFTER
HYDROTHERMAL TREATMENT



ดำรงศักดิ์ อิงครัตน์
ทศพล บินรวดเร็ว
พีระพงษ์ คงเปี่ยม

๖.๐๐๒๖๕๔๒๓

TB00128

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE STUDIES OF CLAYS AND FLY ASH AS A BINDER
FOR FORMING ZEOLITE A PELLETS AND ENHANCING
THE ZEOLITE A COMPOSITION AFTER
HYDROTHERMAL TREATMENT



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title The Studies of Clays and Fly Ash as a Binder for Forming Zeolite A Pellets and Enhancing The Zeolite A Composition after Hydrothermal Treatment

Students Mr. Dumrongsak Ingkarat Student ID 55050665
 Mr. Thodsapon Binruadrew Student ID 55050668
 Mr. Peerapong Kongpeiam Student ID 55050753

Degree Bachelor of Science (Industrial Chemistry)

Department Chemistry

Faculty Science

University King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)

Academic Year 2015

Advisor Dr. Kittisak Choojun

Co-advisor Assoc.Prof.Dr. Tawan Sooknoi

Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL), has approved this special project submitted in partial fulfillment of the requirement for the degrees of Bachelor of Science (Industrial Chemistry) in academic year 2015.

Committees	Signatures
Asst.Prof.Dr. Panpailin Seeharaj Chairperson	<i>Panpailin</i>
Dr. Chaval Sriwong Committee	<i>Chaval Sriwong</i>
Dr. Kittisak Choojun Committee and Advisor	<i>not f</i>
Assoc.Prof.Dr. Tawan Sooknoi Committee and Co-advisor	<i>[Signature]</i>

COPYRIGHT 2015

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	The Studies of Clays and Fly Ash as a Binder for Forming Zeolite A Pellets and Enhancing The Zeolite A Composition after Hydrothermal Treatment		
Students	Mr. Dumrongsak	Ingkarat	Student ID 55050665
	Mr. Thodsapon	Binruadrew	Student ID 55050668
	Mr. Peerapong	Kongpeiam	Student ID 55050753
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2015		
Advisor	Dr. Kittisak Choojun		
Co-advisor	Assoc.Prof.Dr. Tawan Sooknoi		

ABSTRACT

This special project aims to study the development of zeolite A powder to zeolite A pellet by using kaolin, fly ash, montmorillonite and ball clay as a binder and increasing amount of zeolite A in pellet from the binder by using hydraulic press and hydrothermal treatment. The mixture of zeolite A and binders was pressed with the hydraulic press at 125 psi to form a pellet. Then, zeolite A pellet was calcined, immersed in NaOH solution and hydrothermal treatment, respectively. The Young's modulus of using kaolin as a binder is 513 MPa. The addition of secondary binder as fly ash, improves the Young's modulus to 570 MPa. However, the use of ball clay and montmorillonite results in the lower Young's modulus. According to XRD, the amount of zeolite A was increased after the treatment. The water adsorption follows ZK20B10-4 > ZK20F10-1 > ZK20M10-1 > ZK20F20-2 > ZK20M10-3 > ZK20B10-1 > ZK20F10-2 > ZK20F20-2 > ZK30-1. In the practical use for water adsorption from ethanol, the results show the similar trend water adsorption as studied by TGA and TPD. However, the ZK20F10-1 has a higher rate of water adsorption than ZK20B10-4.

Keywords: Adsorption, Pellet, Zeolite A

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาการใช้ดินและเถ้าลอยเป็นตัวผสมเพื่อสร้างเม็ดซีโอโลต์เอและเพิ่มปริมาณซีโอโลต์เอหลังจากการทำไฮโดรเทอร์มอล		
ชื่อนักศึกษา	นายดำรงศักดิ์	อิงครัตน์	รหัสนักศึกษา 55050665
	นายทศพล	บินรวดเร็ว	รหัสนักศึกษา 55050668
	นายพีระพงษ์	คงเปี่ยม	รหัสนักศึกษา 55050753
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
คณะ	คณะวิทยาศาสตร์		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)		
ปีการศึกษา	2558		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์		
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ทำการพัฒนาผงซีโอโลต์เอให้เป็นเม็ด โดยใช้ดินขาว (Kaolin) เถ้าลอย (Fly ash) มอนต์มอริลโลไนต์ (Montmorillonite) และดินดำ (Ball clay) เป็นตัวผสม (Binder) และทำการเพิ่มปริมาณซีโอโลต์เอจากตัวผสมภายในเม็ดหลังจากการทำไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal treatment) โดยเริ่มจากการผสมผงซีโอโลต์เอและตัวผสมให้เข้ากัน และนำไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องไฮดรอลิก (Hydraulic press) ด้วยแรง 125 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว จากนั้นนำเม็ดซีโอโลต์เอไปเผาแคลไซน์ แช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH solution) และทำไฮโดรเทอร์มอล ตามลำดับ เม็ดซีโอโลต์เอที่มีดินขาวเป็นตัวผสม มีค่ามอดูลัสของยัง 513 เมกะปาสคาล เมื่อเติมเถ้าลอย ทำให้ค่ามอดูลัสของยังเพิ่มขึ้นเป็น 570 เมกะปาสคาล แต่เมื่อเติมมอนต์มอริลโลไนต์หรือดินดำ ทำให้ค่ามอดูลัสของยังลดต่ำลง จากการศึกษาปริมาณซีโอโลต์เอภายในเม็ดหลังจากการทำไฮโดรเทอร์มอลด้วยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่าซีโอโลต์เอมีปริมาณเพิ่มขึ้น เมื่อนำไปวัดค่าการดูดซับน้ำด้วยเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน สามารถเรียงลำดับเม็ดซีโอโลต์เอที่มีค่าการดูดซับน้ำจากมากไปน้อยดังนี้ ZK20B10-4 > ZK20F10-1 > ZK20M10-1 > ZK20F20-2 > ZK20M10-3 > ZK20B10-1 > ZK20F10-2 > ZK20F20-2 > ZK30-1 อย่างไรก็ตาม เมื่อนำเม็ดซีโอโลต์เอมาทดสอบการดูดซับน้ำจากเอทานอล (ethanol) พบว่า ZK20B10-4 มีค่าการดูดซับน้ำสูงกว่า ZK20F10-1 เล็กน้อย แต่ ZK20F10-1 สามารถดูดน้ำได้เร็วกว่า ZK20B10-4

ACKNOWLEDGEMENTS

For the thesis completion, we would like to appreciatively thank our advisor, Dr. Kittisak Choojun for his supports, supervisions, inspiration, suggestions and encouragements throughout this study. Also, we gratefully thank our Co-advisor, Assoc.Prof.Dr. Tawan Sooknoi for his knowledge and supports as well as his kindness in every aspect.

We also thank Asst.Prof.Dr. Panpailin Seeharaj and Dr. Chaval Sriwong for serving on the committee and for their valuable comments and suggestions.

We appreciate the supports from the Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, and also Catalytic Chemistry Research Unit for the equipment, chemicals and facilities.

We would like to extend our sincere appreciation to all teachers, industrial chemistry generation 31's friends, laboratory's staffs as well as the member of Catalytic Chemistry Research Unit for their constant guidance, advice, valuable supports and encouragement.

Finally, we deeply appreciate and thank our family for their love and kindness.

Dumrongsak Ingkarat
Thodsapon Binruadrew
Peerapong Kongpeiam

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CONTENTS

Page

ABSTRACT	I
ACKNOWLEDGEMENTS	III
CONTENTS	IV
LIST OF TABLES	VII
LIST OF FIGURES	VIII
CHAPTER 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Motivation.....	1
1.2 Objectives.....	2
1.3 Scope of the study.....	2
1.4 Expected results.....	2
CHAPTER 2 THEORY AND LITERATURE REVIEWS.....	3
2.1 Zeolite A.....	3
2.2 Aluminosilicate materials.....	3
2.2.1 Kaolin.....	3
2.2.2 Fly ash.....	4
2.2.3 Montmorillonite.....	4
2.2.4 Ball clay.....	5
2.3 Binders.....	5
2.4 Calcination.....	6
2.5 Hydrothermal treatment.....	6
2.6 Literature review.....	6
CHAPTER 3 EXPERIMENTAL.....	8
3.1 Reagents	8
3.2 Apparatus.....	8
3.3 Preparation of pellets.....	9
3.3.1 Synthesis of zeolite A from 30% kaolin in pellets.....	10
3.3.1.1 Condition 1.....	10
3.3.2 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% fly ash in pellets.....	10
3.3.2.1 Condition 1.....	10
3.3.2.2 Condition 2.....	10
3.3.3 Synthesis of zeolite A from 10% kaolin and 20% fly ash in pellets.....	11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา IV ละต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CONTENTS (CONTINUED)

	Page
3.3.3.1 Condition 1.....	11
3.3.3.2 Condition 2.....	11
3.3.4 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% montmorillonite in pellets.....	11
3.3.4.1 Condition 1.....	11
3.3.4.2 Condition 3.....	12
3.3.5 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% ball clay in pellets.....	12
3.3.5.1 Condition 1.....	12
3.3.5.2 Condition 4.....	12
3.4 Characterization of pellets.....	13
3.4.1 X-Ray diffraction.....	13
3.4.2 Scanning electron microscopy.....	13
3.4.3 Compressive Young's modulus.....	13
3.4.4 Water adsorption.....	14
3.4.4.1 Thermal gravimetric analysis.....	14
3.4.4.2 Temperature programmed desorption.....	14
CHAPTER 4 RESULTS AND DISCUSSION	15
4.1 Pellet Formation.....	15
4.2 Characterization.....	15
4.2.1 X-ray diffraction.....	15
4.2.2 Scanning Electron Microscope.....	18
4.2.3 Compressive Young's Modulus.....	19
4.3 Water adsorption of the Pellet and raw material.....	22
4.4 Water adsorption of zeolite A pellet from ethanol.....	25
CHAPTER 5 CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS	27
5.1 Conclusions.....	27
5.2 Suggestions.....	27
REFERENCES.....	28
APPENDICES.....	29
APPENDIX A.....	30
APPENDIX B.....	35
APPENDIX C.....	47
APPENDIX D.....	64
APPENDIX E.....	70

LIST OF TABLES

Table	Page
3.1 The codes of the pellet composition	9
3.2 The codes of the condition	9
4.1 The average diameter and thickness of pellets	15
4.2 The Young's modulus values of pellets	20
4.3 The water adsorption of raw materials	22
4.4 The water adsorption obtain by TGA, TPD and the predicted value	23



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

LIST OF FIGURES

Figure	Page
2.1 Structure of montmorillonite	5
4.1 XRD pattern before treatment of ZK30 (A) and XRD pattern after treatment of ZK30-1 (B)	16
4.2 XRD pattern of ZK30-1 for 2 h immersion time (A) and XRD pattern of ZK30-1 for 6 h immersion time (B)	16
4.3 XRD pattern after treatment of ZK30-1 (A), ZK20F10-1 (B), ZK20M10-1 (C) and ZK20B10-1 (D)	17
4.4 XRD pattern after treatment of ZK20M10-1 (A) and ZK20M10-3 (B).....	17
4.5 XRD pattern after treatment of ZK20B10-1 (A) and ZK20B10-4 (B).....	18
4.6 SEM images of products prepared under using kaolin, fly ash and ball clay as a secondary binder. By (A), (B), (C) and (D) is ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20F10-2 and ZK20B10-4, respectively	19
4.7 The Young's modulus of ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1	20
4.8 The Young's modulus of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1.....	21
4.9 The Young's modulus of ZK20F10-1 and ZK20F10-2.....	21
4.10 The water adsorption of ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1 by TGA.....	23
4.11 The water adsorption of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1 by TPD	24
4.12 The water adsorption of ZK20F10-1 and ZK20F10-2.....	24
4.13 The water adsorption of ZK20B10-1 and ZK20B10-4.....	25
4.14 The water adsorption of ZK20F10-1 and ZK20B10-4.....	26

CHAPTER 1

INTRODUCTION

1.1 Motivation

Zeolites are microporous aluminosilicate mineral commonly used as adsorbents. There are groups of more than 40 crystalline hydrated aluminosilicate minerals. The structure of each group is based on a three dimensional network of aluminum and silicon tetrahedral linked by shared oxygen atoms. Due to specific pore sizes and large surface areas, zeolites can be used in various applications as molecular sieves, adsorbents, catalysts, etc. Several researchers reported the synthesis of zeolites from a wide variety of starting materials containing high amounts of Si and Al, for example, kaolin [1], fly ash [2], montmorillonite [3], ball clay [4], halloysite [5], interstratified illitesmectite [6] and bentonite [7].

Zeolite A is an available in nature. It can also be synthesized from an aluminosilicate source. Zeolite A can be synthesized from many aluminosilicate sources, such as, kaolin [1], fly ash [2], montmorillonite [3] and ball clay [4]. Kaolin, for example, can be transformed to zeolite A by calcined kaolin at 600 °C for 3 h with heating rate 5 °C/min [1]. Then, it was reacted with 3 M NaOH solution at 50 °C for 3 h. The final step involves the hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. The other aluminosilicate sources have the similar procedure to change to zeolite A via those methods, but some parameters are different, such as, calcination temperature, NaOH concentration, immersion temperature and immersion time.

The synthesized zeolite A; however, is a powder, which is not practical usages. Making the zeolite A in the form of pellets is an attractive alternative use in industry. In order to make a zeolite A pellet, the binder is a key component since zeolite A itself does not have the binding property. There are some binders composing of aluminosilicate which can further changed to zeolite A. Hence, they can increase the percentage of zeolite A in the pellet. With those reasons, in this project, we are interested in forming the zeolite A pellets using binders that can further be converted to zeolite A in order to increase the zeolite A composition in the pellets. The binders used in this project are kaolin, fly ash, montmorillonite and ball clay. The pellet will be investigated its mechanical properties and water adsorption.

1.2 Objectives

- 1.2.1 Make the zeolite A pellets for practical use
- 1.2.2 To transform the binder to the zeolite A while still a pellet
- 1.2.3 To understand parameters that affect on the pellet, reaction time and types of binders, concentration of NaOH

1.3 Scopes of this study

- 1.3.1 Make zeolite and binder pellets
- 1.3.2 Synthesis of Zeolite A from the binders after forming a pellet
- 1.3.3 Characterization of the pellets by X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), Compressive Young's modulus, Water adsorption by Thermal Gravimetric Analysis (TGA) and Temperature Programmed Desorption (TPD), Scanning Electron Microscope (SEM)
- 1.3.4 The effect of binders

1.4 Expected results

- 1.4.1 To obtain the sturdy zeolite A pellet for a practical use
- 1.4.2 To understand the parameters that govern the strength of zeolite A pellets

CHAPTER 2

THEORY AND LITERATURE REVIEWS

2.1 Zeolite A

Zeolite is hydrated aluminosilicates of the alkali and alkaline earth metals. SiO_4 and AlO_4 are the primary building units of the frameworks. The presence of aluminium results a negatively charged framework, which is compensated by cations, mostly sodium ions. The cationic radioisotopes such as cesium and strontium can easily adsorb onto zeolite by replacing sodium ions from the crystals, thus giving significant ion exchange properties to zeolites.

Zeolite A discovered by R. M. Milton and this zeolite is saturated with aluminium in the structure affect to molar ratio of Si/Al about 1, which has a capacity of aluminum in the tetrahedral aluminosilicate. As a result, cation exchange can be balanced with aluminum and highest capacity cation. These characteristic features make a difference in the surface area of porous materials because positively charged hidden in aluminum. The surface area of zeolite A is highly selective for water, polar and polarizable molecules. The applications have adsorbent, molecular sieve, catalyst, ion exchanged and others.

2.2 Aluminosilicate materials

2.2.1 Kaolin

Kaolin is a white powder and soft in natural, which includes kaolinite mineral. Kaolin has hexagonal crystalline ranging from 0.1 micrometer to 10 micrometers. Kaolin in natural is found in several minerals, such as muscovite, quartz, feldspar and anatase. In addition, the raw kaolin is often contaminated with a yellow by iron hydroxide pigments, which requires bleaching kaolin with chemicals to remove the iron hydroxide pigments and water to remove other minerals in preparation for deployment. Kaolin is an important component in the manufacture of industrial ceramics and widely used in paper making, rubber, paints and many other products.

Synthesis of zeolites from kaolin composes of two stages. Firstly, calcination of kaolin at high temperature leads to the chemical structure convert to metakaolin. This process is called “metakaolinization.” Secondly, hydrothermal

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

treatment of metakaolin with NaOH solution to transform metakaolin to zeolite A. The best ratio of Si/Al of the starting kaolin should be 1.

2.2.2 Fly ash

Fly Ash is a by-product of the combustion of pulverized coal. Some of the mineral impurities of clay, shale, feldspars, etc., are fused in suspension and carried out of the combustion chamber in the exhaust gases. As the exhaust gases cool, the fused materials solidify into spherical particles called "fly ash." The size of the fly ash particles varies but tends to be similar to slightly larger than type I Portland cement. The fly ash is collected from the exhaust gases by electrostatic precipitators and chemical makeup of fly ash is primarily silicate glass containing silica, alumina, iron and calcium.

Fly Ash is a pozzolan and aluminosiliceous materials. That, in finely divided form the presence of moisture, chemically reacts with the calcium hydroxide released by the hydration of Portland cement to form additional calcium silicate hydrate and other cementitious compounds. Thus, concrete containing fly ash pozzolan becomes denser, stronger and generally more durable long term as compared to straight Portland cement concrete mixtures.

2.2.3 Montmorillonite

Montmorillonite is a group of clay minerals and its chemical varieties that swell in water and possess high cation exchange capacities. The theoretical formula for montmorillonite is $(OH)_4Si_3Al_4O_{20} \cdot nH_2O$.

The montmorillonite minerals are products of volcanism and hydrothermal activity. It composed of hydrous aluminum silicates in the form of extremely small particles. They take up water between their layers (shown in Figure 2.1), causing swelling and change the interlayer spacing according to the mineral variety. In addition they react with and absorb some organic liquids, such as amines, glycols, glycerol, and other polyhydric alcohols. These minerals are used as bleaching earths for clarifying water and removing color from mineral. They are also used as catalyst supports and absorbents in petroleum refining. Montmorillonites are the principal constituents of bentonite and fuller's earth. It is common in clays, shales, soils, marine sediments and occurs in areas of poor drainage.

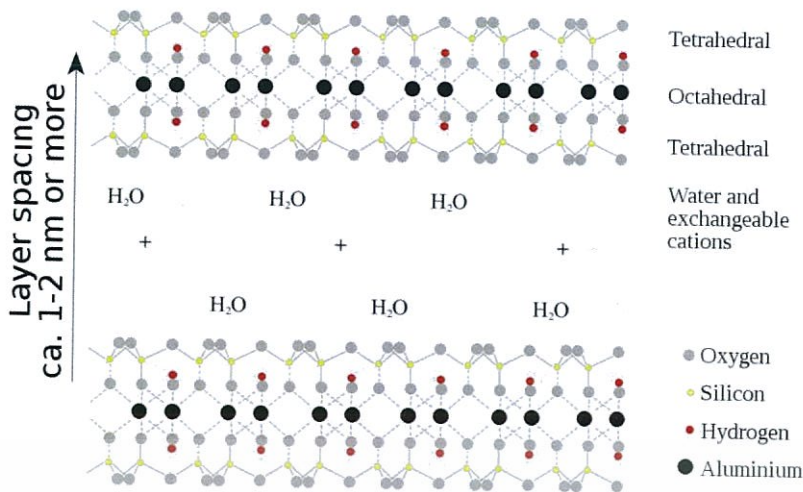


Figure 2.1: Structure of montmorillonite

2.2.4 Ball clay

Ball clays are sedimentary clay of natural origin. It usually contains three dominant minerals from 20 – 80 % kaolinite, 10 – 25 % mica and 6 – 65 % quartz. It is used primarily in the ceramic industry for making such as pottery, dinnerware, stoneware and sanitary ware. Ball clay is composed of poorly crystalline kaolinite with small amounts of illite and smectite. When fired, ball clay becomes dense and vitreous and its temperature of deformation melting is between 1670 °C and 1765 °C. Ball clays require between 40 and 65 percent water of plasticity to become workable. Its plasticity, toughness, high green strength, and adhesion are the outstanding characteristics of ball clay.

2.3 Binders

The binders are materials or substances that cling or pull other materials to stick together. Often the materials are identified the binder in different amounts, or use it to stick together. The function of the binder is typically caused by a chemical reaction to the heat, mix with water or simply exposed to air. The types of binders are inorganic and organic for bind different materials.

The inorganic binders have two very important characteristics which are inexpensive and cannot be destroyed by microorganisms. The organic binders are often made from polymer. Most of the organic binder is dissolved in water and behave like a surfactant (it improves contact between liquid and solid phases). Short chain binders are adsorbed on the surface of particles and during drying water

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

elimination from hydroxyl groups produces tridimensional hydrogen bonds (among the molecules of binder distributed on the surface of the particles).

For example binders, alumina silicate, fly ash, bentonite, bitumen, asphalt cement, lime, Portland cement, clay calcium aluminate, sodium silicate, starch, carboxymethylcellulose, Some mineral, polyacrylate, gypsum, paraffin, polyvinyl alcohol, water, wax.

2.4 Calcination

Calcination is used to a thermal treatment process in the absence of air or oxygen applied to ores and other solid materials to bring about a thermal decomposition, phase transition or removal of a volatile fraction. The calcination reactions usually take place at above the thermal decomposition temperature (decomposition and volatilization reactions) or the transition temperature (phase transitions).

2.5 Hydrothermal treatment

Hydrothermal treatment is based on the ability of water and aqueous solutions to dilute at high temperature and pressure. It substances practically insoluble under normal conditions some oxides, silicates and sulfides. The main parameters of hydrothermal treatment, which define both the processes kinetics and the properties of resulting products, are the initial pH of the medium, the duration and temperature of synthesis, and the pressure in the system.

2.6 Literature review

Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. The kaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) was calcined in air 600°C for 3 h with heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ to become a metakaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$). Crystalline kaolin is converted to metakaolin, amorphous material, by dihydroxylation process at high temperature (600°C) under air. In the next step, hydrothermal synthesis of zeolite A from metakaolin has been conducted. In this study, they tried to study the effect of different synthesis parameters on the crystallinity and shape of the zeolite A crystals. In gel formation step, it consists of the optimization parameters including NaOH concentration (1 M, 2 M, 2.5 M, 3 M, 3.5 M, 4 M), stirred for 10 minutes + static room temperature (1 h, 3 h, 6 h, 12 h, 24 h), stirred 50°C for 1 h + static 50°C (1 h, 3 h, 6 h, 12 h, 24 h). The last step, involves the hydrothermal synthesis 100°C and

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

optimize time (0.5 h, 1.5 h, 2 h, 2.5 h, 3 h, 6 h) for hydrothermal synthesis. It was found the optimized parameters are the concentration of the base NaOH 3 M, the crystallization time 3 h, the gel formation condition 50 °C, 1 h and gel immersion time 3 h.

Qian, T., et al., 2015, studied the synthesis of Na-A zeolite from coal gangue with the in-situ crystallization technique [2]. Coal gangue powder was calcined at 800 °C for 3 h and mixed with NaOH at a certain mass ratio. The concentrations of NaOH were 1 M, 1.5 M, 2 M, 2.5 M, 3 M, 3.5 M. Then, the mixture was ground with an agate mortar for 20 minutes and heated at 400 °C for 2 h. The mixture was cooled to room temperature and dissolved in distilled water, well stirred, aged for 2 h. After that, the mixture to hydrothermal treatment temperature were 80 °C, 85 °C, 90 °C, 95 °C, 100 °C and time was varied at 5 h, 6 h, 7 h, 8 h. Finally, the synthesized was filtered, washed and dried at 105 °C for 12 h before further measurement and characterization. The pure Na-A zeolite with maximum value could be obtained when NaOH concentration, crystallization temperature and crystallization time were 2 M, 90 °C and 5 h, respectively.

Ismail, M. A., et al., 2013, synthesized Zeolite A from montmorillonite [3]. The montmorillonite powder was calcined for 1 h at 750 °C in order to convert clay to amorphous solid. Then, it was reacted with NaOH solution and stirred at 250 rpm at the temperature of 100 °C. The concentrations of NaOH were varied 1-5 M and the reaction times were varied at 1-5 h. After that, the mixture was laid in oven at 100 °C for 10 h for crystallization. In addition, the reaction product was washed to remove excess alkalinity and centrifuged several times with double distilled water for solid-liquid separation. The solid powder was dried overnight at 120 °C.

Neetanut Kuanchertchoo et al., 2013, studied the synthesis of Na-A zeolite using Surathanee's Ball Clay as Si and Al Source [4]. Ball clay was calcined at 700 °C with heating rate of 2 °C/min and hold temperature for 2 h. Then after calcination, ball clay was dissolved in NaOH solution. The concentrations of NaOH solution were 8, 16, 25% wt/V and adjust H₂O/Na₂O ratio to 27, 41, 54.7. The Si/Al ratio were manipulated by adding Al(OH)₃ at 0%, 10%, 15%, 20% by weight of ball clay. The mixtures were stirred and immersed NaOH at various temperatures and times. After immersion, the resulting product was hydrothermal treatment.

CHAPTER 3

EXPERIMENTAL DETAILS

3.1 Reagents

Chemicals	Grade of purity	Manufacturers
1. Zeolite A	-	PQ CHEMICALS
2. Kaolin	-	SIGMA-ALDRICH
3. Fly ash	-	TPI POLENE
4. Montmorillonite	-	-
5. Ball clay	-	-
6. Sodium hydroxide	-	CARLO ERBA
7. Sodium chloride	-	-

3.2 Apparatus

1. Mortar
2. Laboratory glassware
3. Laboratory plastic ware
4. Universal testing machine (UTM; compressive test)
5. Compressive mold (diameter 16.6 mm.)
6. Muffle furnace
7. Clamp
8. Combustion boat
9. Hot plate & stirrer
10. Thermometer
11. Hot air oven
12. X-ray powder diffractometer (XRD) (D8 Advance, Bruker AG) and Shimadzu model XRD-6100
13. Thermal gravimetric analyzer (TGA)
14. Thermal programmed desorption (TPD)
15. Scanning electron microscope (SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 Preparation of pellets

The Zeolite A and binders in each composition were mixed and grinded for 30 minutes. Then, the mixture was compressed to form a pellet using hydraulic press with 125 psi for 2 minutes. Note that mold was greased thoroughly with WD-40 oil prior use. The codes in Table 3.1 represent the composition in each pellet and Table 3.2 represent the condition for synthesis zeolite A pellet.

Table 3.1: The codes of the pellet composition

Pellet	Zeolite A	Kaolin	Fly ash	Montmorillonite	Ball clay	Condition
ZK30-1	70%	30%	-	-	-	1
ZK20F10-1	70%	20%	10%	-	-	1
ZK10F20-1	70%	10%	20%	-	-	1
ZK20M10-1	70%	20%	-	10%	-	1
ZK20B10-1	70%	20%	-	-	10%	1
ZK20F10-2	70%	20%	10%	-	-	2
ZK10F20-2	70%	10%	20%	-	-	2
ZK20M10-3	70%	20%	-	10%	-	3
ZK20B10-4	70%	20%	-	-	10%	4

*Note: conditions show in Table 4.2

Table 3.2: The codes of the condition

Condition		Condition 1	Condition 2	Condition 3	Condition 4
Calcination temperature (°C)		600	400	600	600
Immersion in NaOH	Concentration (M)	3	2	5	2
	Temperature (°C)	50	RT	100	70
	Time (h)	2,6	2	2	24
Hydrothermal treatment	Temperature (°C)	100	90	100	80
	Time (h)	3	5	10	24

*RT = room temperature

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 Synthesis of zeolite A from 30% kaolin in pellets

3.3.1.1 Condition 1

ZK30-1 pellets contain kaolin in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. Zeolite A 0.7700 g and kaolin 0.3300 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C and time was varied at 2 h or 6 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.2 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% fly ash in pellets

3.3.2.1 Condition 1

ZK20F10-1 pellets contain kaolin in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and fly ash 0.1100 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C and time was varied at 2 h or 6 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.2.2 Condition 2

ZK20F10-2 pellets contain fly ash in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Qian, T., et al., 2015 [2]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and fly ash 0.1100 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to a pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 400 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 2 M NaOH solution for 2 h. Finally, the pellet

was treated by hydrothermal treatment at 90 °C for 5 h, washed and dried at 105 °C for 12 h. With this condition the binder can be converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.3 Synthesis of zeolite A from 10% kaolin and 20% fly ash in pellets

3.3.3.1 Condition 1

ZK10F20-1 pellets contain kaolin in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.1100 g and fly ash 0.2200 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C and time was varied at 2 h or 6 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. With this condition the binder can be converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.3.2 Condition 2

ZK10F20-2 pellets contain fly ash in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Qian, T., et al., 2015 [2]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.1100 g and fly ash 0.2200 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to a pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 400 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 2 M NaOH solution for 2 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 90 °C for 5 h, washed and dried at 105 °C for 12 h. With this condition the binder can be converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.4 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% montmorillonite in pellets

3.3.4.1 Condition 1

ZK20M10-1 pellets contain kaolin in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and montmorillonite 0.1100 g were ground with a mortar for

30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C and time was varied at 2 h or 6 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.4.2 Condition 3

ZK20M10-3 pellets contain montmorillonite in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ismail, M. A., et al., 2013 [3]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and montmorillonite 0.1100 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 5 M NaOH solution at 100 °C for 2 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 10 h and dried overnight at 120 °C. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.5 Synthesis of zeolite A from 20% kaolin and 10% ball clay in pellets

3.3.5.1 Condition 1

ZK20B10-1 pellets contain kaolin in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Ayele, L., et al., 2015, studied hydrothermal synthesis of zeolite A from kaolin [1]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and ball clay 0.1100 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C and time was varied at 2 h or 6 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.3.5.2 Condition 4

ZK20B10-4 pellets contain ball clay in the binding component. All pellets were treated to change the binder to zeolite A followed Neetanut เอกสารฉบับนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการวิจัยและพัฒนาเท่านั้น ไม่ควรเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Kuanchertchoo et al., 2013 [4]. Zeolite A 0.7700 g, kaolin 0.2200 g and ball clay 0.1100 g were ground with a mortar for 30 minutes and dried overnight at 150 °C. Then, the mixture was made to pellet with load \approx 125 psi for 2 minutes hydraulic press. After that, the pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 2 °C/minute. Then after the calcination, the pellet was immersed in 2 M NaOH solution at 70 °C for 24 h. Finally, the pellet was treated by hydrothermal treatment at 80 °C for 24 h. With this condition the binder can converted to zeolite A, as shown in Table 3.1 and Table 3.2.

3.4 Characterization of pellets

3.4.1 X-Ray diffraction

X-ray diffraction (XRD) for zeolite A was performed using a X-ray Diffractometer (D8 Advance, Bruker AG) and X-ray Diffractometer, Shimadzu model XRD-6100 and Cu radiation. The sample was prepared by packing the pellets into the sample holder. The sample was scanned over the angle ranged from $2\theta = 5.00-40.00$, 40.0 kV and 30 mA. X-ray Diffraction pattern of the sample was compared with the X-ray Diffraction pattern of standard pellets for structure determination.

3.4.2 Scanning electron microscopy

Scanning electron microscope (SEM) is a type of electron microscope that produces images of a sample by scanning it with a focused beam of electrons. The electrons interact with atoms in the sample, producing various signals that can be detected and that contain information about the pellets surface topography and composition. Scanning Electron Microscope (SEM) image was used to investigate the morphology (cross-section) of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20F10-2 and ZK20B10-4 at 5000X magnification.

3.4.3 Compressive Young's modulus

Young's modulus, which is also known as the elastic modulus, is a mechanical property of linear elastic solid materials. It defines the relationship between stress (force per unit area) and strain (proportional deformation) in a material. All pellets were tested with Universal Testing Machine (UTM) with compressive indenter and load 4000 N with rate 1 millimeter per minute to break the pellet.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 Water adsorption

3.4.4.1 Thermal gravimetric analysis

The water adsorption in each pellet was investigated by using Thermal gravimetric analysis (TGA). In order to study the water adsorption ability, pellets was kept in the saturated NaCl in the control box of 75% humidity for overnight. Then, the pellet was placed in the Thermal gravimetric analysis. The peak area of weight loss in the 50-300 °C which mostly is water content was determined.

3.4.4.2 Temperature programmed desorption

The water adsorption of the pellets were studied using TPD. The column was a 80/100 Porapak Q, 2.0 m x 1/8 inch and TPD conditions for this study were injection temperature at 180 °C, oven temperature at 150 °C, detector temperature 200 °C and carrier gas, Argon with a flow rate of 30 mL/minute. In preparation, the pellets were dried at 300 °C for 3 h and keep in vial which contain Nitrogen gas. Then, 95% ethanol 7 mL was filled in vial.

CHAPTER 4

RESULTS AND DISCUSSION

4.1 Pellet Formation

The zeolite A and binders were compressed to form a pellet. Then, the pellets were calcined and treated with NaOH. Diameter and thickness of pellets were investigated, as shows in Table 4.1.

Table 4.1: The average diameter and thickness of pellets

Pellet	Diameter (mm)	Thickness (mm)
ZK30-1	16.6	4.7
ZK20F10-1	16.6	4.4
ZK10F20-1	16.6	4.5
ZK20M10-1	16.6	4.3
ZK20B10-1	16.6	4.2
ZK20F10-2	16.6	4.5
ZK10F20-2	16.6	4.4
ZK20M10-3	16.6	4.3
ZK20B10-4	16.6	4.3

It can be seen that the diameter of all pellets are similar because it was controlled with the same compressive mold. On the other hand, the thickness of pellets is different due to difference density of the binders.

4.2 Characterization

4.2.1 X-ray diffraction

XRD patterns were used to investigate the relative ratio of zeolite A at $2\theta = 7.25$ [8] to kaolin at $2\theta = 12.5$ [1].

The XRD patterns of ZK30 before and after treatment are compared, as shown in Figure 4.1.

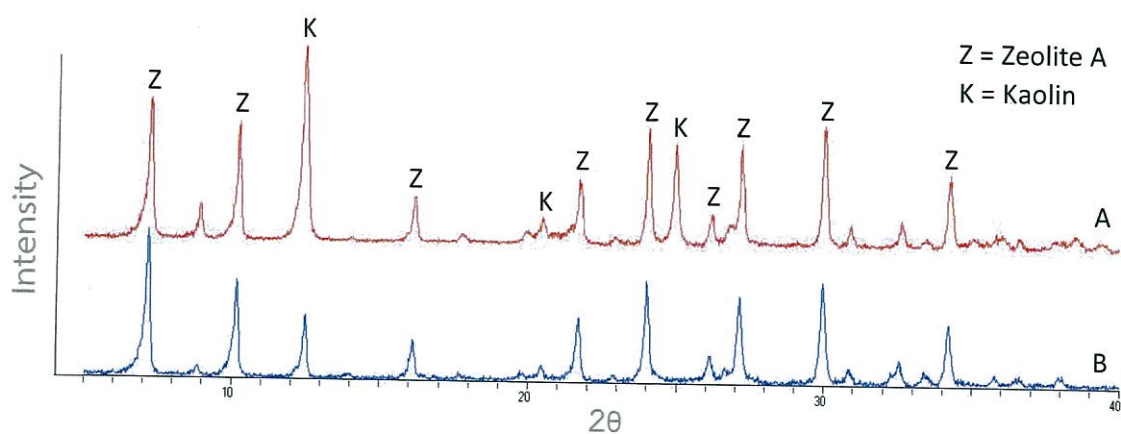


Figure 4.1: XRD pattern before treatment of ZK30 (A) and XRD pattern after treatment of ZK30-1 (B).

It is clear that the intensity of kaolin is dramatically drop and intensity of zeolite A is slightly increased from 577 to 624. It is because the kaolin can be converted to metakaolin prior to the transformation to zeolite A.

Since, the immersion time for the pellets in NaOH solution has an effect towards the formation of zeolite A, the immersion time of the pellets in 3 M NaOH solution at 2 h and 6 h was investigated. The XRD pattern of ZK30-1 with the immersion time of 2 h and 6 h is represented in Figure 4.2 A and B, respectively.

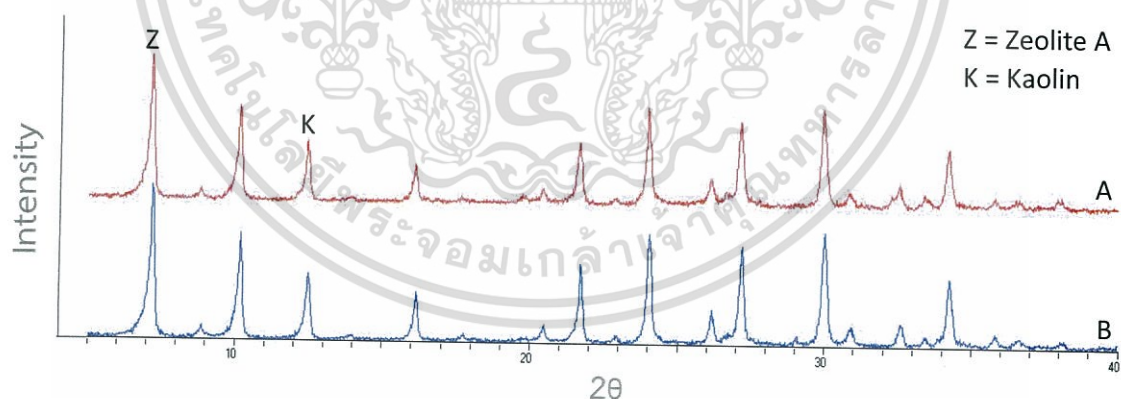


Figure 4.2: XRD pattern of ZK30-1 for 2 h immersion time (A) and XRD pattern of ZK30-1 for 6 h immersion time (B).

It can be seen that the intensity of zeolite A for ZK30-1 for 2 h and 6 h is 624 and 660, respectively. This indicates that this zeolite A can be form after treatment at 2 h and 6 h immersion time. However, ZK30-1 with 6 h immersion time is provided high crystallinity as compared to 2 h immersion time.

In addition to kaolin, the effect of secondary binders namely fly ash, montmorillonite and ball clay in zeolite A pellets were investigated. The XRD pattern of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1 with immersion time 6 h are represented in Figure 4.3 A, B, C and D, respectively.

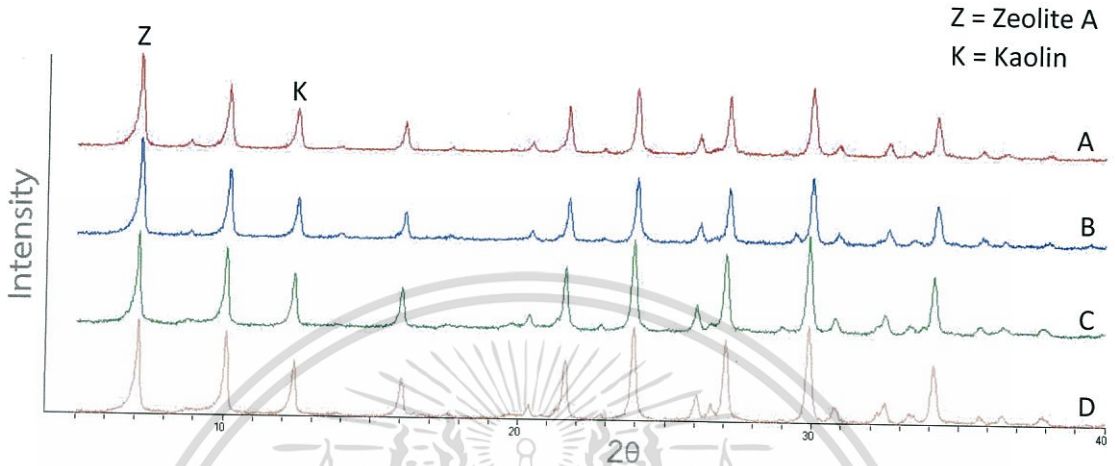


Figure 4.3: XRD pattern after treatment of ZK30-1 (A), ZK20F10-1 (B), ZK20M10-1 (C) and ZK20B10-1 (D).

It is found that the intensity of zeolite A for ZK20F10-1 is 696, it is higher than ZK30-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1. This indicates that using fly ash as a secondary binder give higher amount of zeolite A, as compared to other secondary binders and kaolin alone. It is because fly ash is amorphous aluminosilicate that can also be converted to zeolite A.

In order to improve crystallinity of zeolite A in the pellet that use montmorillonite as a secondary binder (ZK20M10-1), the pellet was calcined at 600 °C for 3 h and immersed in 5 M NaOH at 100 °C for 2 h (ZK20M10-3) [3]. The XRD pattern of ZK20M10-1 and ZK20M10-3 are compared, as shown in Figure 4.4.

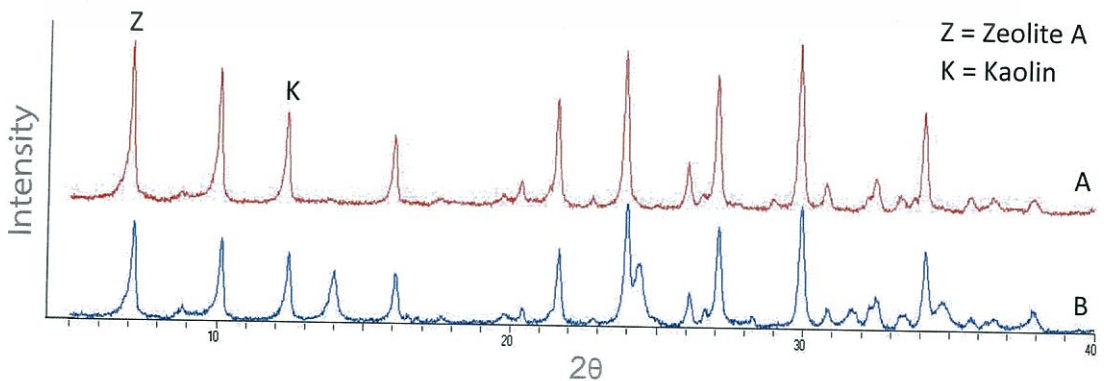


Figure 4.4: XRD pattern after treatment of ZK20M10-1 (A) and ZK20M10-3 (B).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

However, Figure 4.4 shows that the intensity of zeolite A for ZK20M10-3 (B) is 406. The immersion time was decreased from 6 h to 2 h. As a result, zeolite A cannot be readily formed in this condition.

In order to improve crystallinity of zeolite A in the pellet that use ball clay as a secondary binder (ZK20B10-1), the pellet was calcined at 600 °C for 3 h and immersed in 2 M NaOH at 70 °C for 24 h (ZK20B10-4) [4]. The XRD pattern of ZK20B10-1 and ZK20B10-4 are compared, as shown in Figure 4.5.

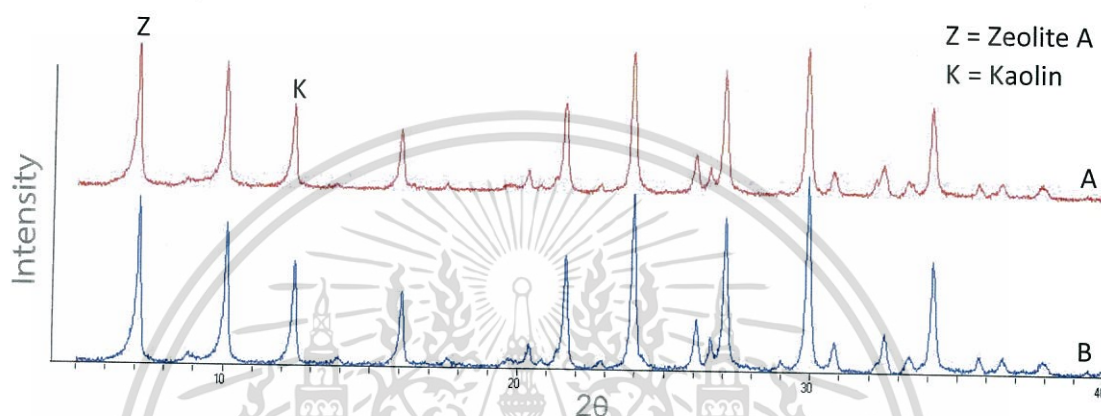


Figure 4.5: XRD pattern after treatment of ZK20B10-1 (A) and ZK20B10-4 (B).

It is found that the intensity of zeolite A for ZK20B10-4 is increase from 652 to 761. Since, the immersion time was increased from 6 h to 24 h, slightly higher crystallinity of zeolite A can be obtain as compare ZK20B10-1 (652).

Although, the pellet that used fly ash as a secondary binder show high intensity of zeolite A with similar conditions increasing immersion time and immersion temperature for the pellet that use ball clay as a secondary binder (ZK20B10-4). But the improvement for the pellet that used ball clay as secondary binder to ZK20B10-4 give highest intensity of zeolite A.

4.2.2 Scanning Electron Microscope

Scanning Electron Microscope (SEM) image was used to investigate the morphology (cross-section) of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20F10-2 and ZK20B10-4 at 5000X magnification, as shown in Figure 4.6.

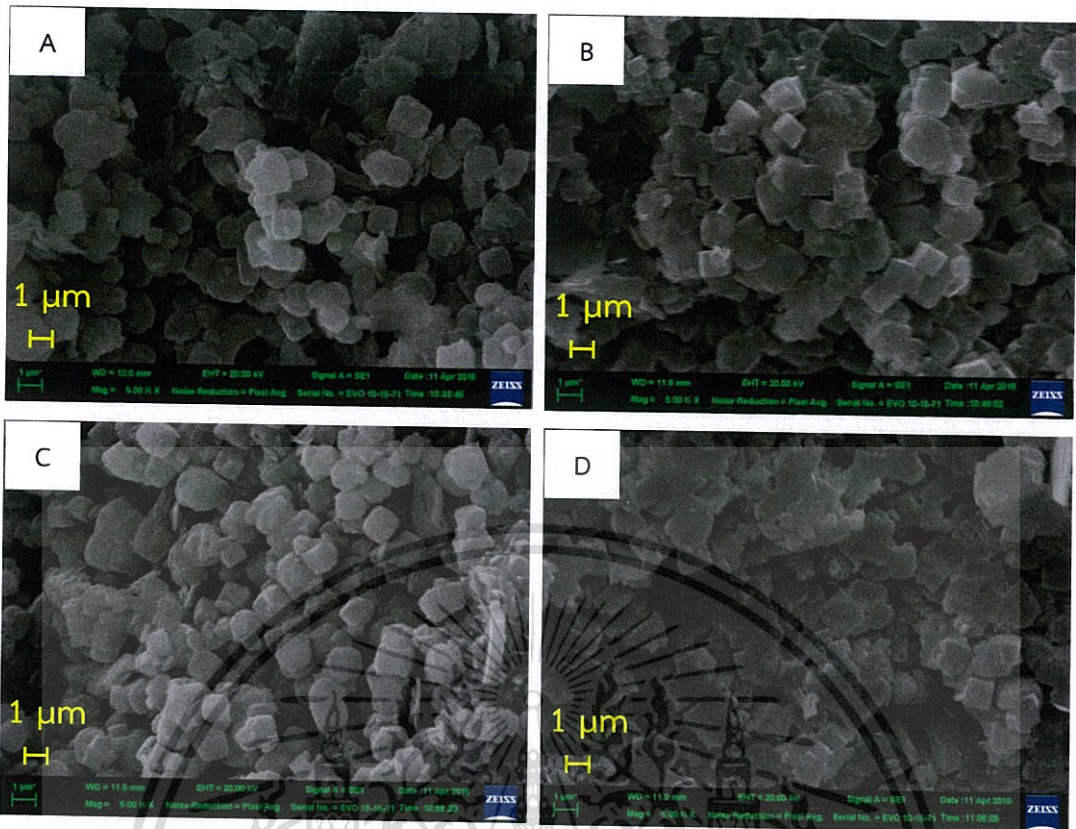


Figure 4.6: SEM images of products prepared under using kaolin, fly ash and ball clay as a secondary binder. By (A), (B), (C) and (D) is ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20F10-2 and ZK20B10-4, respectively.

It can be seen that zeolite A appear as a cubic particle. In Figure 4.6 (A), (B) and (D), zeolite A particles were binded with binder, presumably metakaolin/zeolite A. Since, ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK20B10-4 were calcined at 600°C and treated with NaOH, kaolin would be converted to metakaolin/zeolite A. On the other hand, ZK20F10-2 was calcined only at 400°C . At this temperature, kaolin cannot be converted to metakaolin. Hence, no binding can be observed, as shown in Figure 4.6 (C).

4.2.3 Compressive Young's Modulus

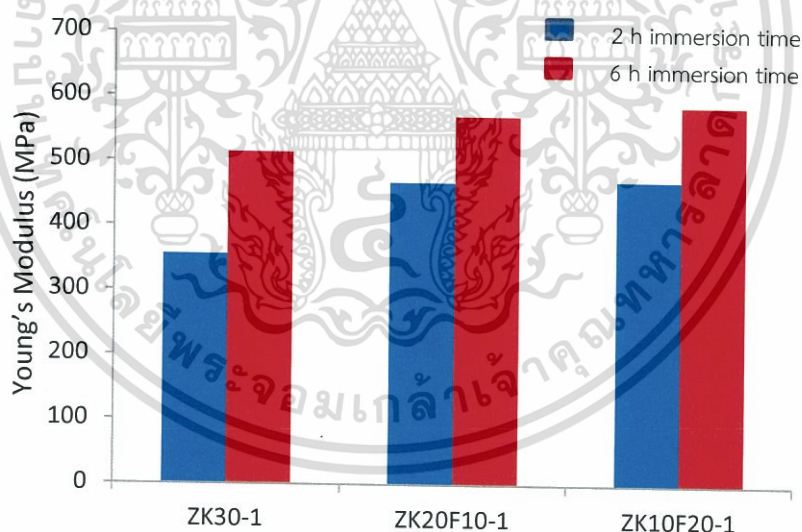
Young's modulus of all pellets was studied using Universal testing machine. The results are shown in Table 4.2.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table 4.2: The Young's modulus values of pellets

Pellet	Immersion time	Young's modulus (MPa)
ZK30-1	2 h	355
	6 h	513
ZK20F10-1	2 h	467
	6 h	570
ZK10F20-1	2 h	470
	6 h	587
ZK20M10-1	6 h	264
ZK20B10-1	6 h	369
ZK20F10-2	2 h	98
ZK10F20-2	2 h	157
ZK20M10-3	2 h	279
ZK20B10-4	24 h	354

The Young's modulus value of ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1 with 2 h and 6 h immersion time are compared, as shown in Figure 4.7.

**Figure 4.7:** The Young's modulus of ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1.

It can be seen that ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1 with 2 h immersion time give the Young's modulus of 355, 467 and 470 MPa, respectively. When the immersion time was increased to 6 h, the Young's modulus was increased to 513, 570 and 587 MPa, respectively. It is because metakaolin can be converted more readily to zeolite A. As zeolite A crystallinity is increased, the Young's modulus of the pellet is also increased.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Moreover, when the amount of fly ash was increased, the Young's modulus would be increased. This is because crystallinity of zeolite A in the pellet was increased. This result is in the similar trend with XRD pattern, as shown in Figure 4.3.

Consistent with the XRD result, fly ash is a binder that can be readily converted to zeolite A. Accordingly, the pellet that use fly ash as a secondary binder shows relatively high Young's modulus, as shown in Figure 4.8.

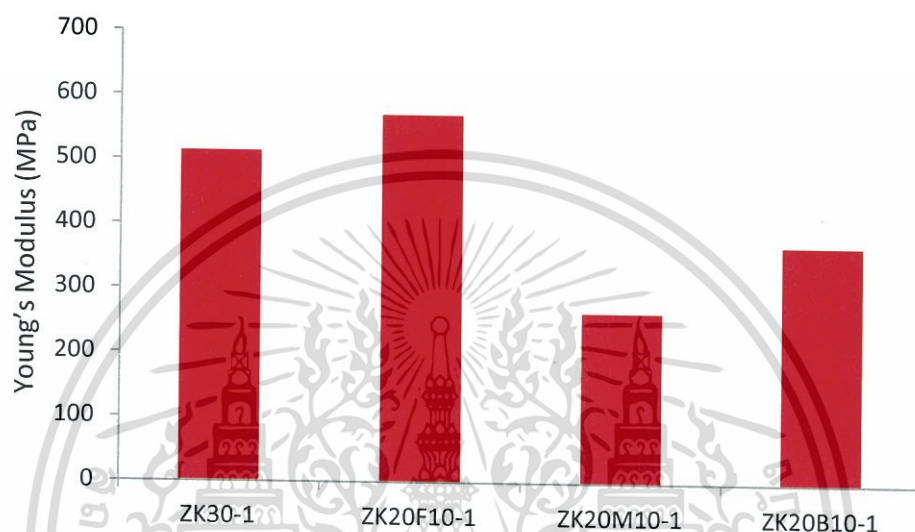


Figure 4.8: The Young's modulus of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1.

ZK20M10-1 and ZK20B10-1 show relatively low Young's modulus. Although the treatment condition was modified ZK20M10-3 and ZK20B10-4 (Chapter3 page 19), the Young's modulus are still low.

The effect of calcination temperature was tested for the pellet that using fly ash as a secondary binder. The Young's modulus of the samples calcined at 600 °C and 400 °C are compared, as shown in Figure 4.9.

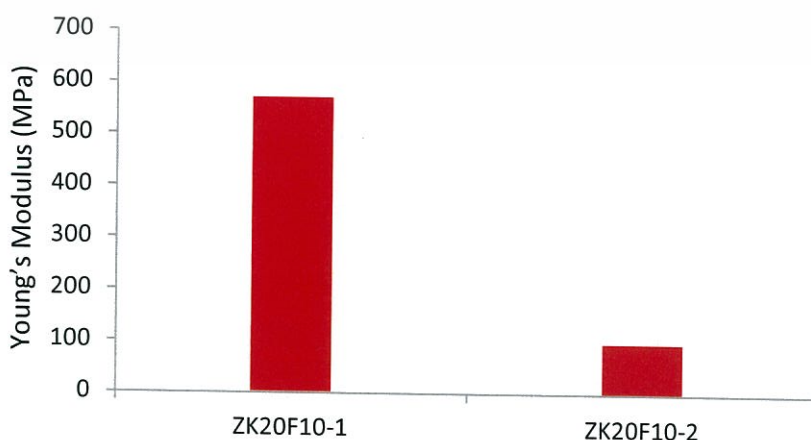


Figure 4.9: The Young's modulus of ZK20F10-1 and ZK20F10-2.

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี โดยขอสงวนสิทธิ์ในการนำข้อมูลไปใช้
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

It can be seen that the Young's modulus of the pellet is dramatically drop from 570 MPa (ZK20F10-1) to 98 MPa (ZK20F10-2). This is because the calcination temperature was decreased from 600 °C to 400 °C. Accordingly, kaolin cannot be readily converted to metakaolin at 400 °C.

4.3 Water adsorption of the pellet and raw material

Water adsorption of raw material, determined by TPD is shown in Table 4.3.

Table 4.3: The water adsorption of raw materials

Raw material	% water adsorption
Zeolite A	28.0
Kaolin	0.2
Fly ash	1.5
Montmorillonite	0.2
Ball clay	< 0.1

This value can be used to predict the water adsorption of the pellet according to their composition, as shown in equation 4.1.

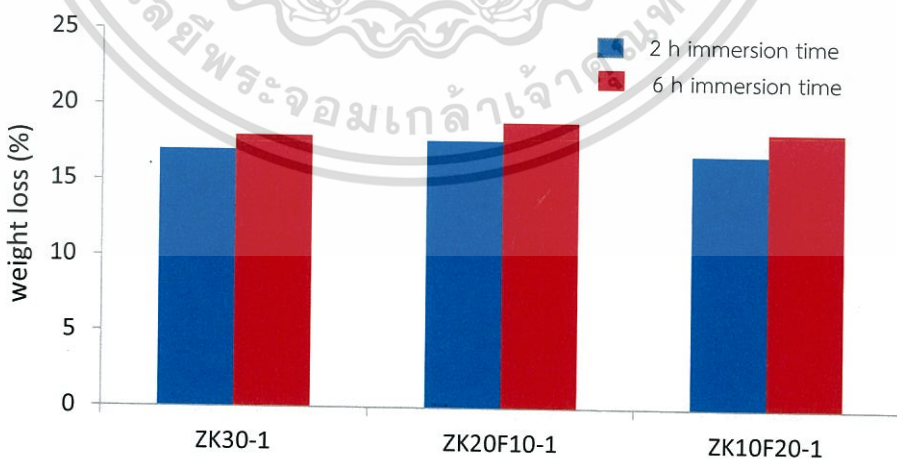
$$\begin{aligned} \text{The predicted percentage of water} &= (0.7) (\text{percentage of water in zeolite A}) \\ &+ (0.2) (\text{percentage of water in primary binder}) + (0.1) (\text{percentage of water in secondary binder}) \text{ ----- (Equation 4.1)} \end{aligned}$$

The water adsorption of the pellet determined by TGA, TPD and the predicted value are shown in Table 4.4.

Table 4.4: The water adsorption obtain by TGA, TPD and the predicted value

Pellet	Immersion time in NaOH solution	Predicted value (wt%)	TGA (wt%)	TPD (wt%)
ZK30-1	2 h	19.6	17.0	-
	6 h	19.6	17.9	13.6
ZK20F10-1	2 h	19.8	17.7	-
	6 h	19.8	18.9	23.4
ZK10F20-1	2 h	19.9	16.8	-
	6 h	19.9	18.3	21.2
ZK20M10-1	6 h	19.6	18.7	22.0
ZK20B10-1	6 h	19.6	18.6	20.1
ZK20F10-2	2 h	19.8	16.0	17.4
ZK10F20-2	2 h	19.9	16.1	15.5
ZK20M10-3	2 h	19.6	18.4	20.3
ZK20B10-4	24 h	19.6	21.0	25.3

It can be seen that increase immersion time with to 6 h provide higher water adsorption as compare to 2 h, as shown in Figure 4.10.

**Figure 4.10:** The water adsorption of ZK30-1, ZK20F10-1 and ZK10F20-1 by TGA.

This is because the metakaolin can be converted to zeolite A more efficiently at longer immersion time. On the other hand, when the amount of fly ash

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

is increased from 10% (ZK20F10-1) to 20% (ZK20F20-1), the water adsorption is decreased. It is because amount of kaolin that used for primary binder, it is decreased.

For the addition of secondary binder in pellets, fly ash is a secondary binder that provides high water adsorption, as shown in Figure 4.11.

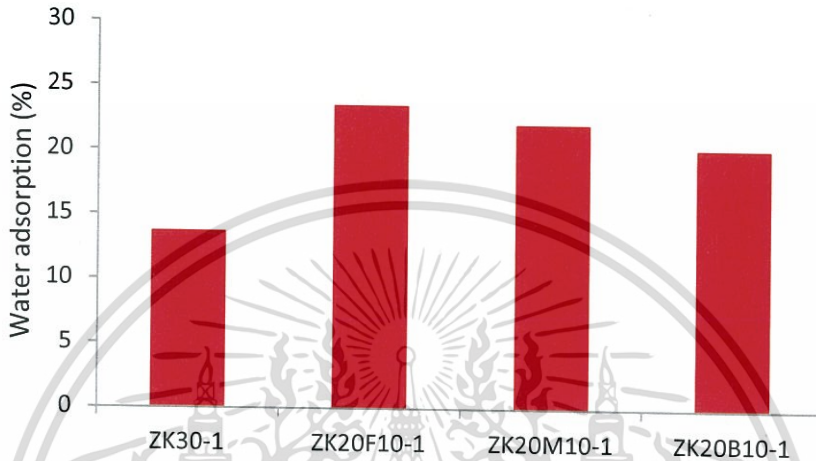


Figure 4.11: The water adsorption of ZK30-1, ZK20F10-1, ZK20M10-1 and ZK20B10-1 by TPD.

It is because the secondary binders help to increase the porosity of the pellets. This result could be related to compressive Young's modulus result in Figure 4.11 except the pellet that used fly ash as a secondary binder. It is because fly ash can be converted to zeolite A with relatively high Young's modulus.

However, calcination temperature dramatically effect water adsorption, as shown in Figure 4.12.

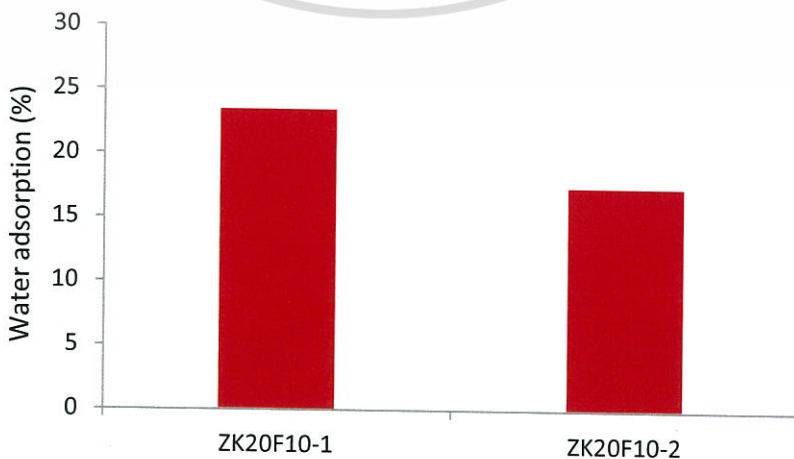


Figure 4.12: The water adsorption of ZK20F10-1 and ZK20F10-2.

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

It can be seen that the Young's modulus of ZK20F10-2 is lower than ZK20F10-1. It is because the calcination temperature of ZK20F10-2 is only 400 °C, at which kaolin cannot be converted to metakaolin.

For ZK20B10-1 that use ball clay as a secondary binder, it show low water adsorption. However, when the pellet was calcined at 600 °C for 3 h and immersed in 2 M NaOH at 70 °C for 24 h (ZK20B10-4), the water adsorption was markedly increase, as shown in Figure 4.13.



Figure 4.13: The water adsorption of ZK20B10-1 and ZK20B10-4.

It is because ZK20B10-4 is high immersion time lead to high crystallinity of zeolite A, as evidenced by XRD Figure 4.5.

The water adsorption by TPD of all pellet are higher than the predicted value It is the secondary binders enhance crystallization of zeolite A in the pellet. However, ZK30-1 was low porosity due to no secondary binder. For ZK20F10-2 and ZK10F20-2, lead to kaolin cannot be converted to zeolite A as a calcination is too low (400 °C).

Since, ZK20F10-1 and ZK20B10-4 provided high water adsorption (23.4% and 25.3%, respectively). These pellets were tested for water adsorption from ethanol in the next section.

4.4 Water adsorption of zeolite A pellet from ethanol

The water adsorption from ethanol of ZK20F10-1 and ZK20B10-4 after dried at 300 °C are compared, as shown in Figure 4.14.

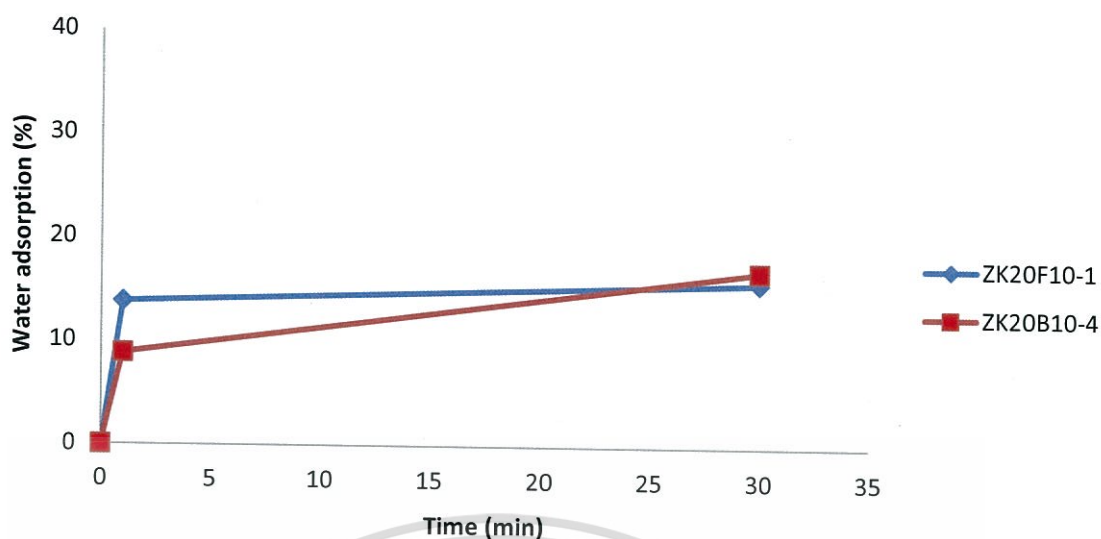


Figure 4.14: The water adsorption of ZK20F10-1 and ZK20B10-4 pellet from ethanol.

It is clear that the water adsorption rate of ZK20F10-1 is higher than that of ZK20B10-4. This result could be related to the higher porosity of the pellet using fly ash as compared to that using ball clay (SEM Figure 4.6). However, the water adsorption capacity at 30 minutes of ZK20B10-4 is higher than that of ZK20F10-1, this suggests that the capacity of adsorption in ZK20B10-4 is slightly higher than ZK20F10-1. It is because ZK20B10-4 has a higher crystallinity of zeolite A, as evident by XRD pattern (Figure 4.5).

CHAPTER 5

CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS

5.1 Conclusions

This special project aims to study the development of zeolite A powder to zeolite A pellet by using kaolin, fly ash, montmorillonite and ball clay as a binder and increasing amount of zeolite A in pellet from the binder by using hydraulic press and hydrothermal treatment. For preparation, the mixture of zeolite A and binders was pressed with the hydraulic press at 125 psi to form a pellet. Then, zeolite A pellet was calcined, immersed in NaOH solution and hydrothermal treatment, respectively. We study factors which relate with the increase of zeolite A in zeolite A pellet. It consist of a kind of secondary binder, amount of secondary binder, calcination temperature and immersion time.

From the experimental, the compressive strength and water adsorption ability were investigated. When the similar factors are controlled, zeolite A pellet having fly ash as a secondary binder has highest Young's modulus and water adsorption ability. As amount of fly ash is increased, the Young's modulus of the pellet is also increased but the water adsorption ability is decreased. With the increase of immersion time, Young's modulus and adsorption ability will increase. Calcination temperature belows than 600 °C, Young's modulus and water adsorption ability will dramatically drop. According to XRD, the amount of zeolite A was increased after the treatment with NaOH solution. From TPD results, it shows that zeolite A pellet can adsorb H₂O from air. The water adsorption follows ZK20B10-4 > ZK20F10-1 > ZK20M10-1 > ZK20F20-2 > ZK20M10-3 > ZK20B10-1 > ZK20F10-2 > ZK20F20-2 > ZK30-1.

In the practical use for water adsorption from ethanol, the results show the similar trend water adsorption as studied by TGA and TPD. However, the ZK20F10-1 has a higher rate of water adsorption than ZK20B10-4.

5.2 Suggestions

5.2.1 This work only investigated the effect of immersion time for 2 h and 6 h. In the next study, the immersion time could be increased more than 6 h.

5.2.2 The pellet composition in the next study could be increased amount of zeolite A in order to increase water adsorption ability.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

REFERENCES

- [1] Ayele, L. Perez-Pariente, J. Chebude, Y. and Diaz, I. 2015. "Synthesis of zeolite A from Ethiopian kaolin." *Microporous and Mesoporous Materials* 215: 29-36.
- [2] Qian, T. and Li, J. 2015. "Synthesis of Na-A zeolite from coal gangue with the in-situ crystallization technique." *Advanced Powder Technology* 26: 98-104
- [3] Ismail, M.A. Eltayeb, M.A.Z. and Abdel Maged, S.A. 2013. "Synthesis of Zeolite A from Sudanese Montmorillonite Clay to remove Nickel and Copper ions from Aqueous Solutions." *International Journal of Chemical and Biochemical Sciences* 4: 46-56
- [4] Neetanut, K. Ekachai, J. and Sujittra, W. 2013. "Synthesis of NaA Zeolite Using Surathanee's Ball Clay as Si and Al Source and Using Secondary Growth Technique." *Ramkhamhaeng research journal sciences and technology*
- [5] Gualtieri, A.F. 2001. "Synthesis of sodium zeolites from a natural halloysite." *Physics and Chemistry of Minerals* 28: 719
- [6] Baccouche, A. Srasra, E. and Maaoui, M.E. 1998. "Preparation of Na-P1 and sodalite octahydrate zeolites from interstratified illite-smectite." *Applied Clay Science* 13: 255-273
- [7] Ruiz, R. Banco, C. Pesquera, C. Gonzalez, F. Benitoand, I. and Lopez, J.L. 1997. "Zeolitization of a bentonite and its application to the removal of ammonium ion from waste water." *Applied Clay Science* 12: 73
- [8] Baerlocher, Ch. and McCusker, L.B. 1996. "The Structure Commission." from the International Zeolite Association (IZA-SC). Web site: <http://www.iza-structure.org/databases>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Appendix A: XRD Results

Figure A.1-A.10 used X-ray Diffractometer (D8 Advance, Bruker AG) and Figure A.11-A.14 using X-ray Diffractometer, Shimadzu model XRD-6100 and Cu radiation

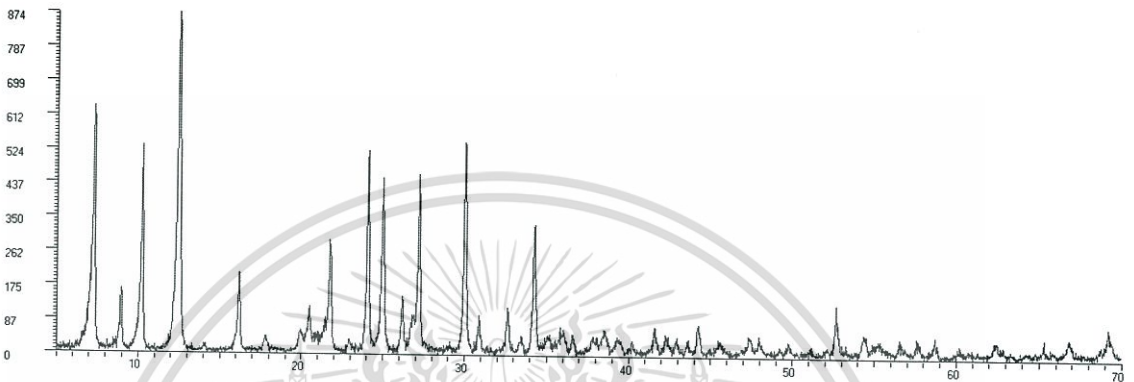


FIGURE A.1: XRD pattern for ZK30-1 before calcination at 2 h

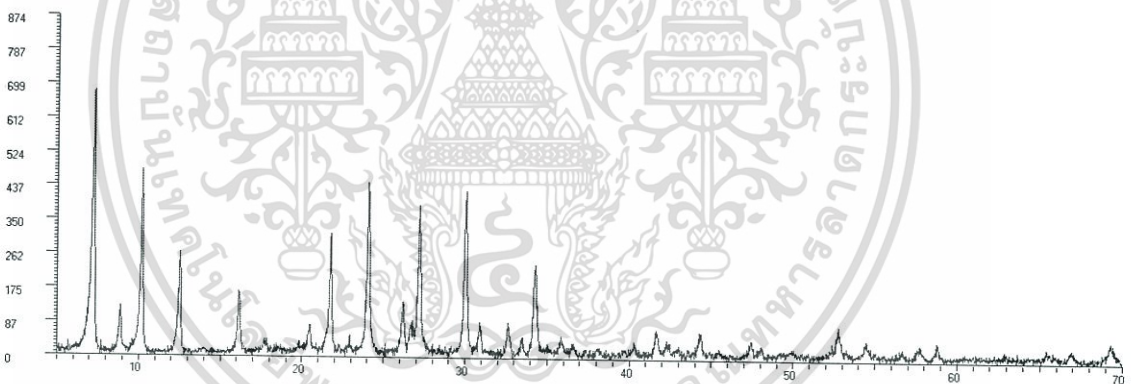


FIGURE A.2: XRD pattern for ZK30-1 after calcination at 2 h

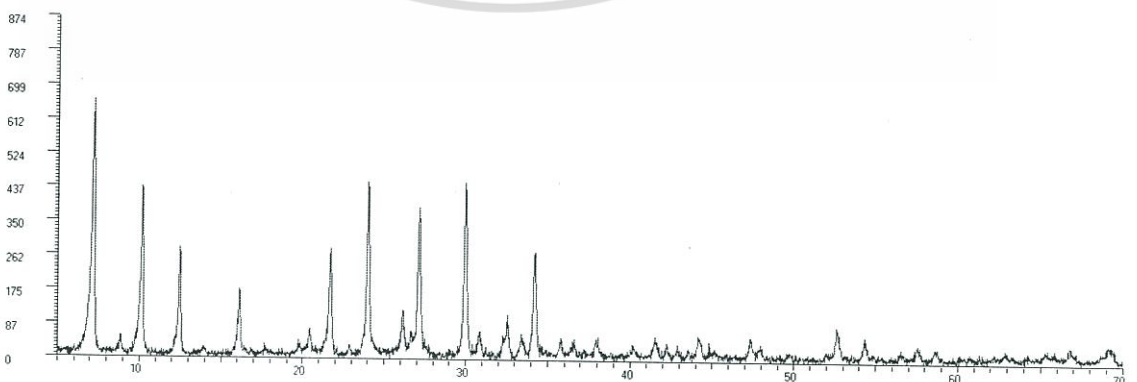


FIGURE A.3: XRD pattern for ZK30-1 after hydrothermal treatment at 2 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

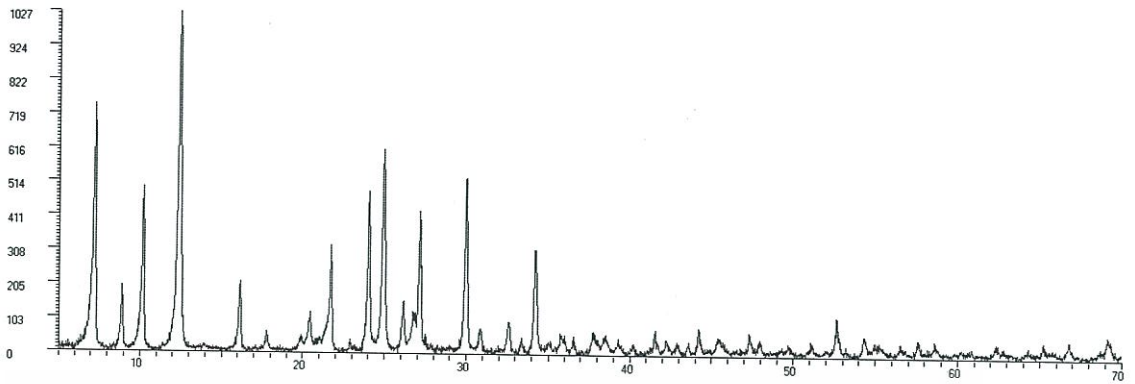


FIGURE A.4: XRD pattern for ZK30-1 before calcination at 6 h



FIGURE A.5: XRD pattern for ZK30-1 after hydrothermal treatment at 6 h

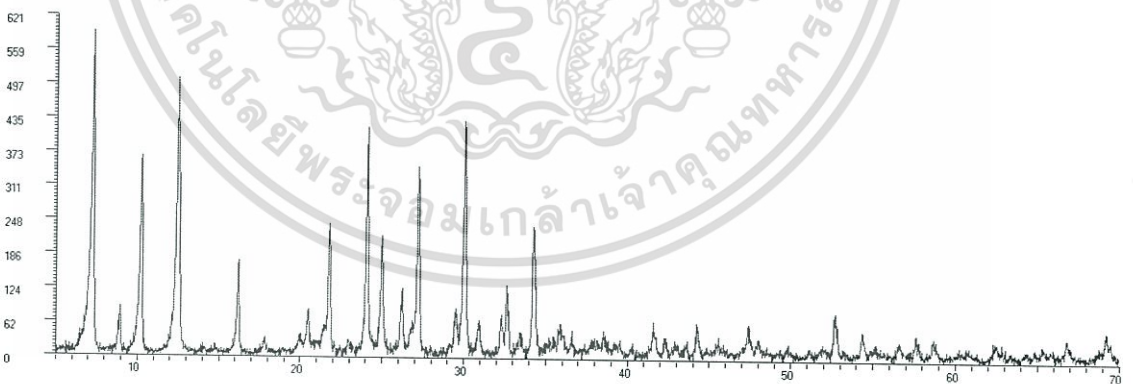


FIGURE A.6: XRD pattern for ZK20F10-1 before calcination at 2 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

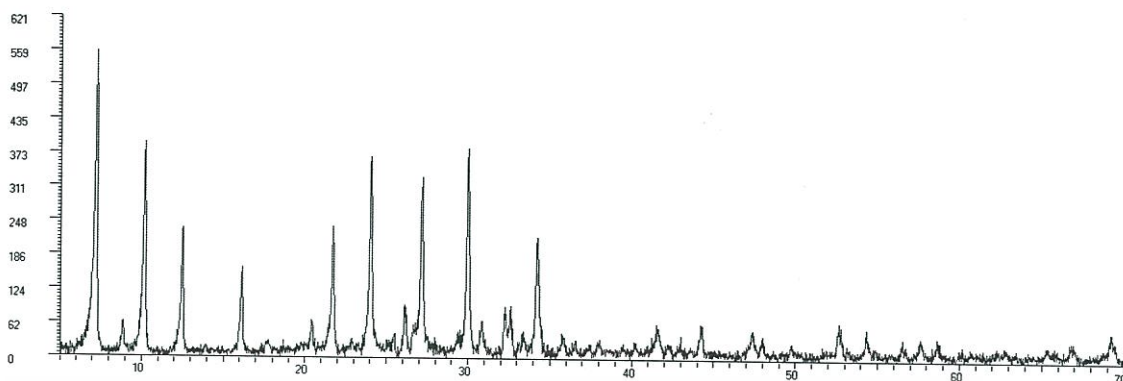


FIGURE A.7: XRD pattern for ZK20F10-1 after calcination at 2 h

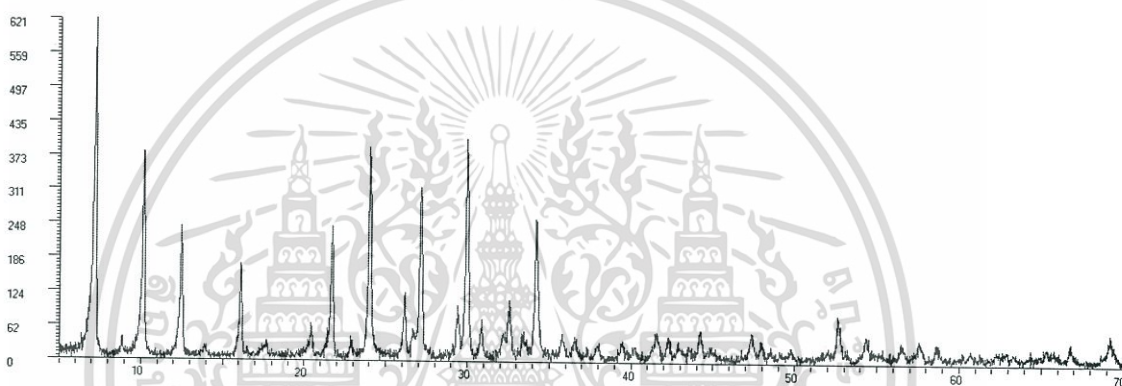


FIGURE A.8: XRD pattern for ZK20F10-1 after hydrothermal treatment at 2 h

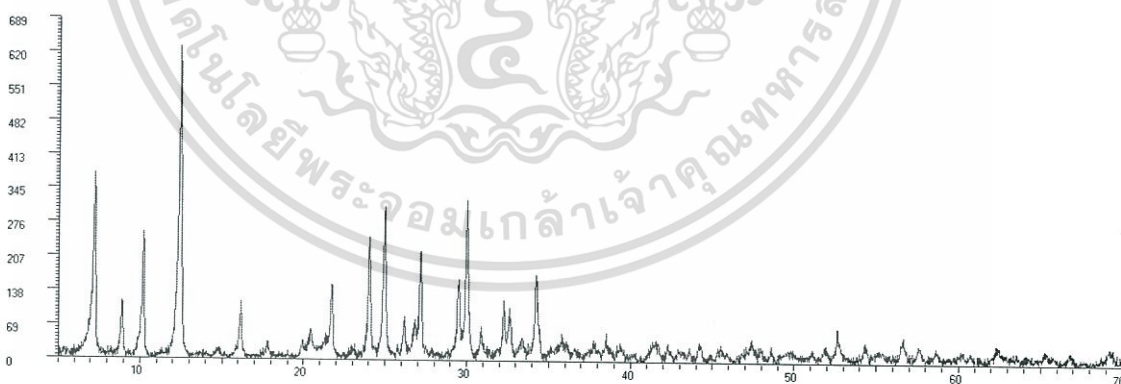


FIGURE A.9: XRD pattern for ZK20F10-1 before calcination at 6 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

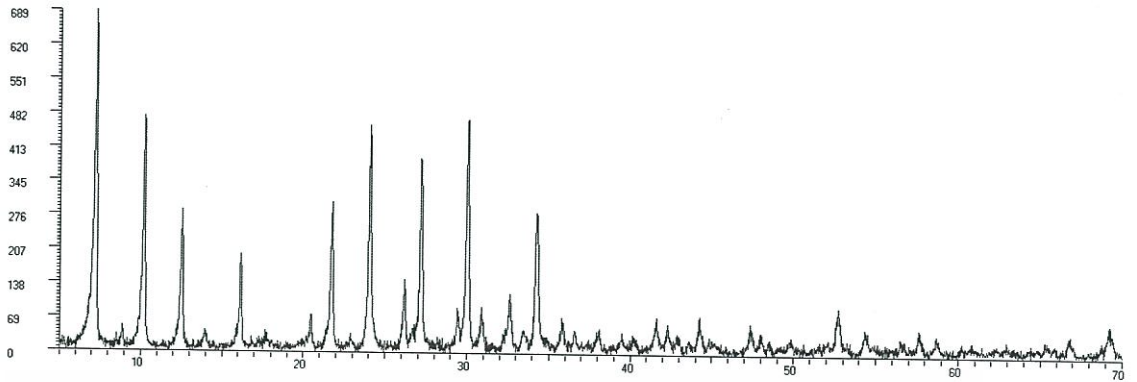


FIGURE A.10: XRD pattern for ZK20F10-1 after hydrothermal treatment at 6 h



FIGURE A.11: XRD pattern for ZK20M10-1 after hydrothermal treatment at 6 h

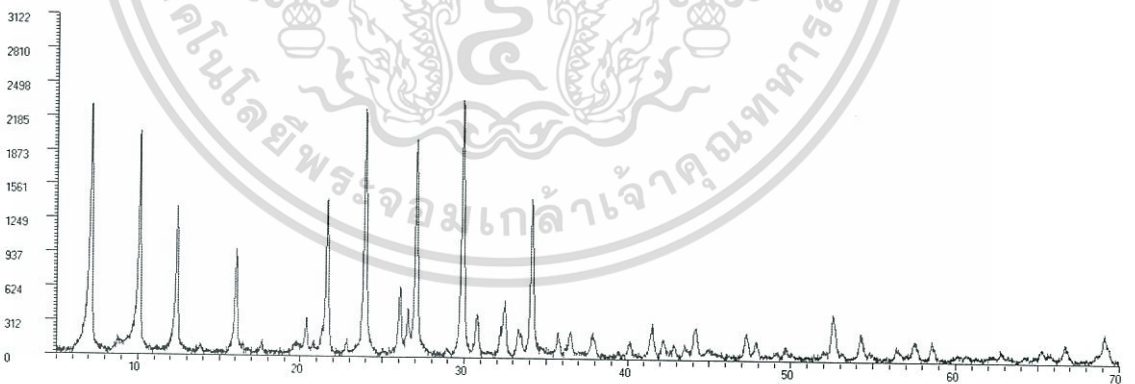


FIGURE A.12: XRD pattern for ZK20B10-1 after hydrothermal treatment at 6 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

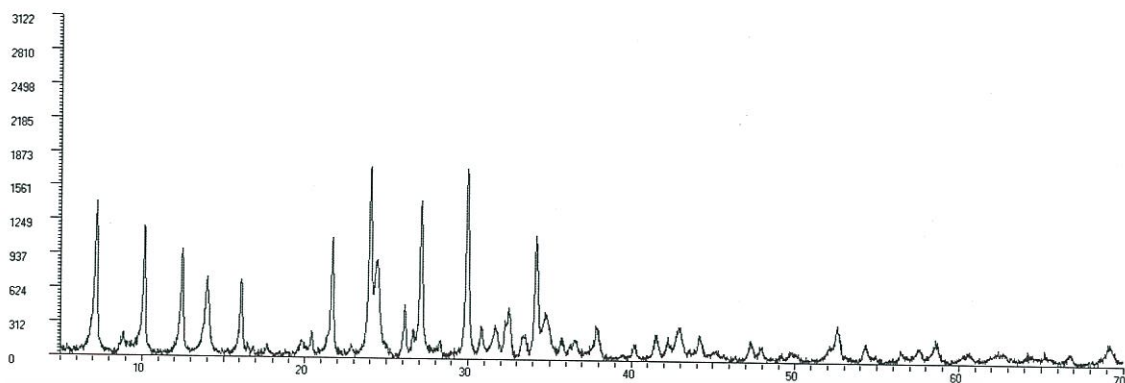


FIGURE A.13: XRD pattern for ZK20M10-3 after hydrothermal treatment at 6 h

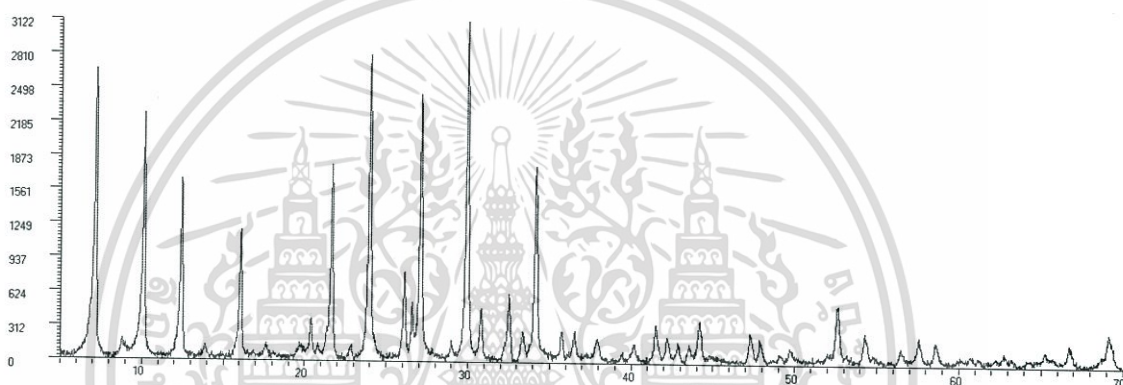
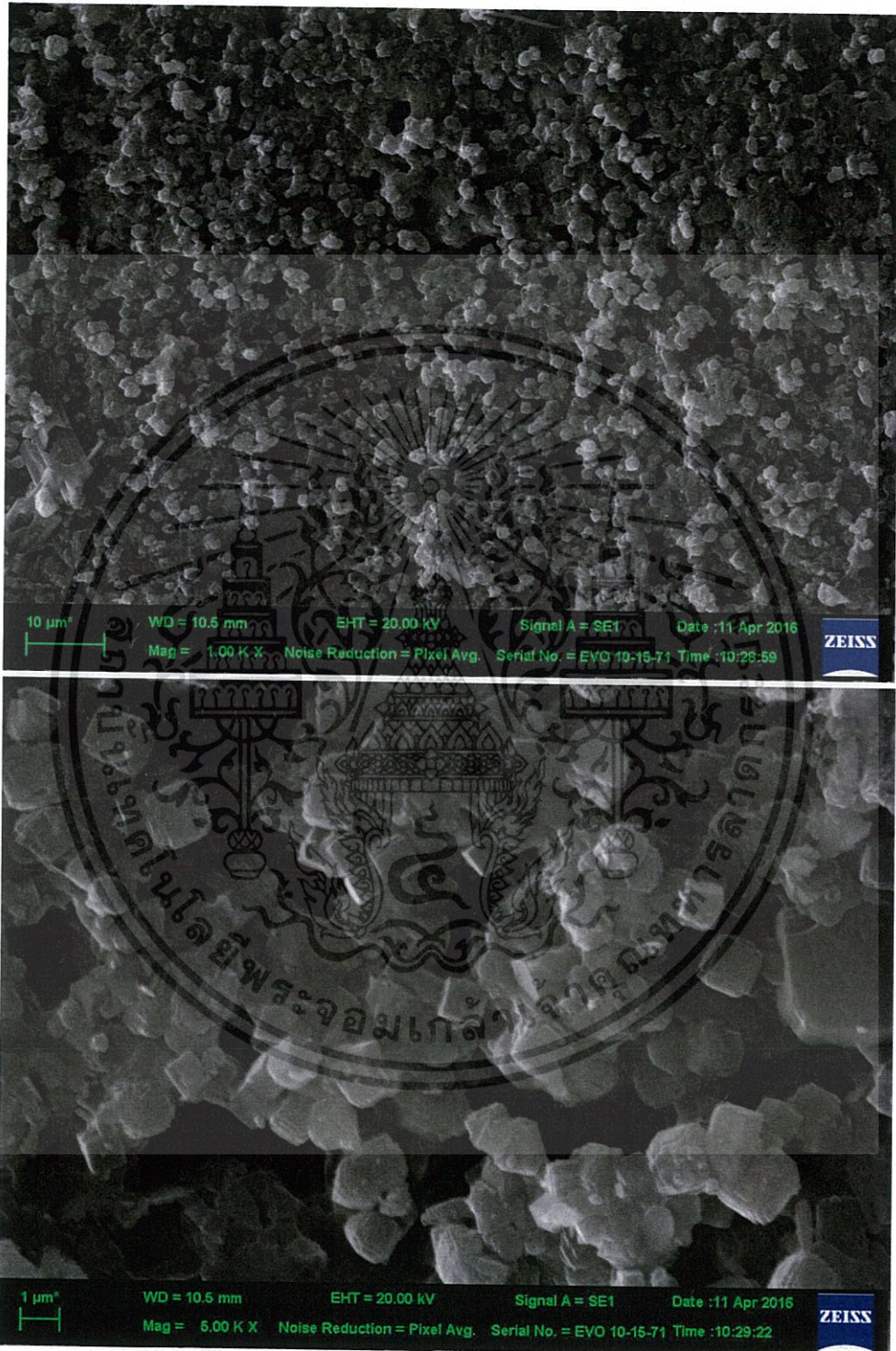


FIGURE A.14: XRD pattern for ZK20B10-4 after hydrothermal treatment at 6 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Appendix B: SEM Results



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

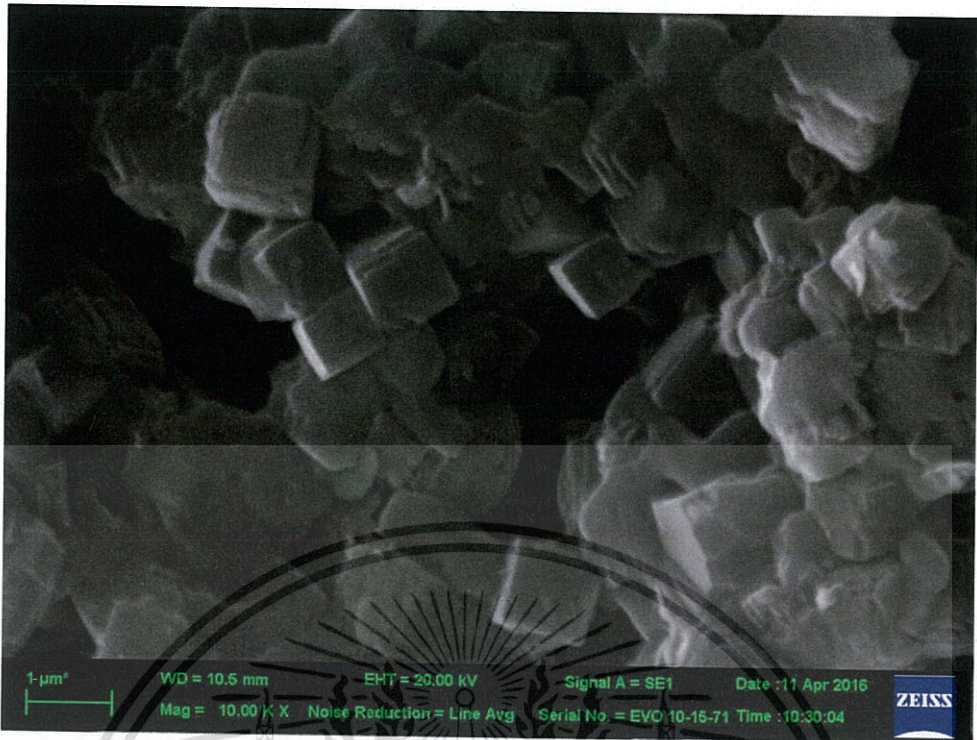
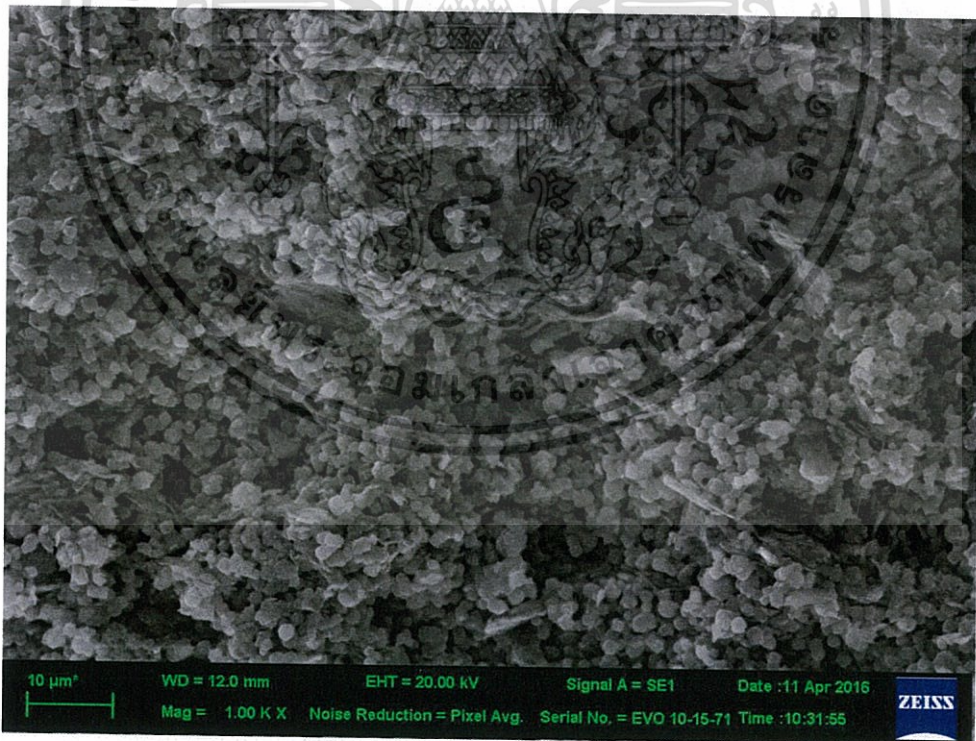


FIGURE B.1: SEM Profiles for ZK30-1 at surface of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

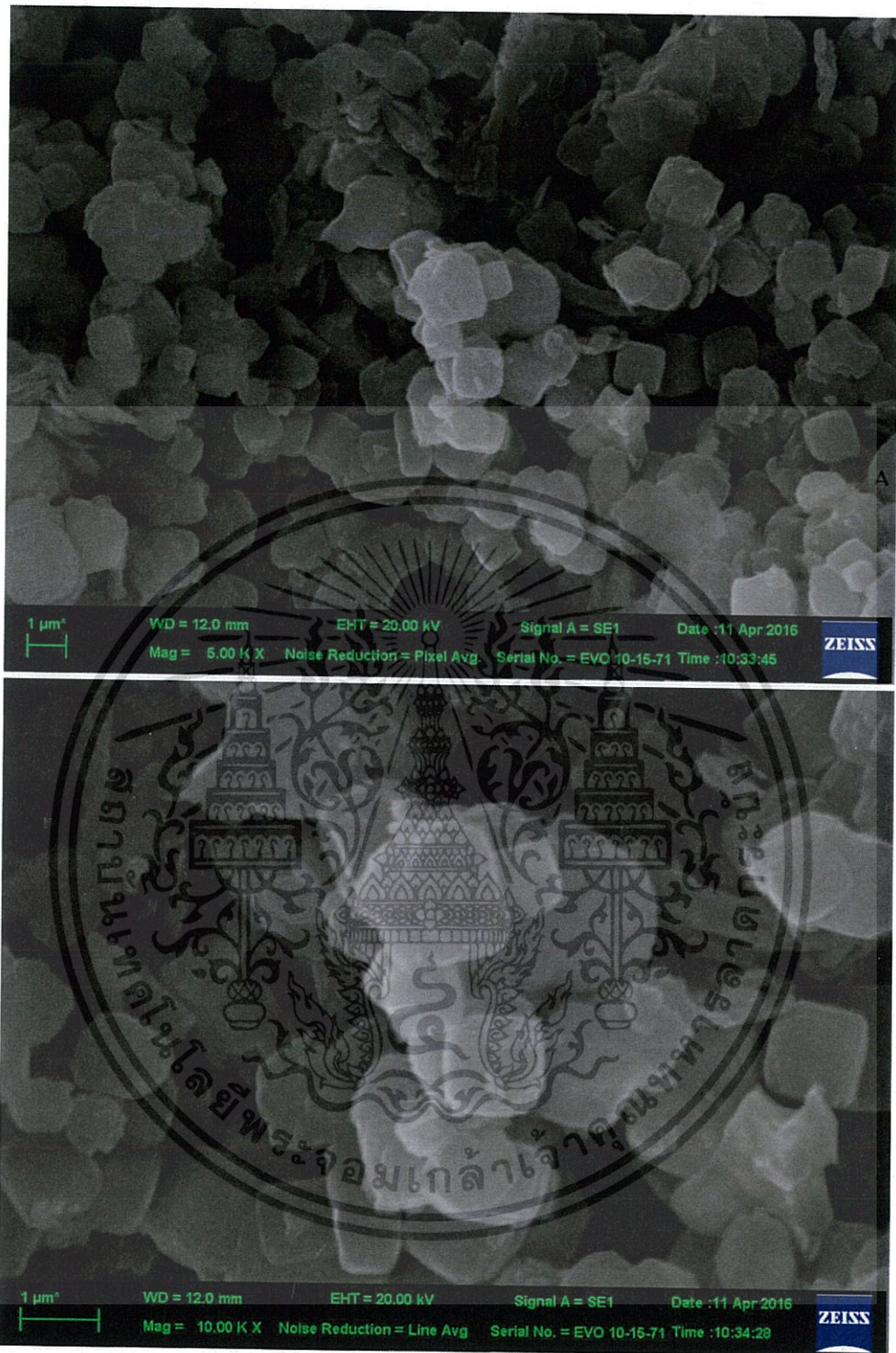
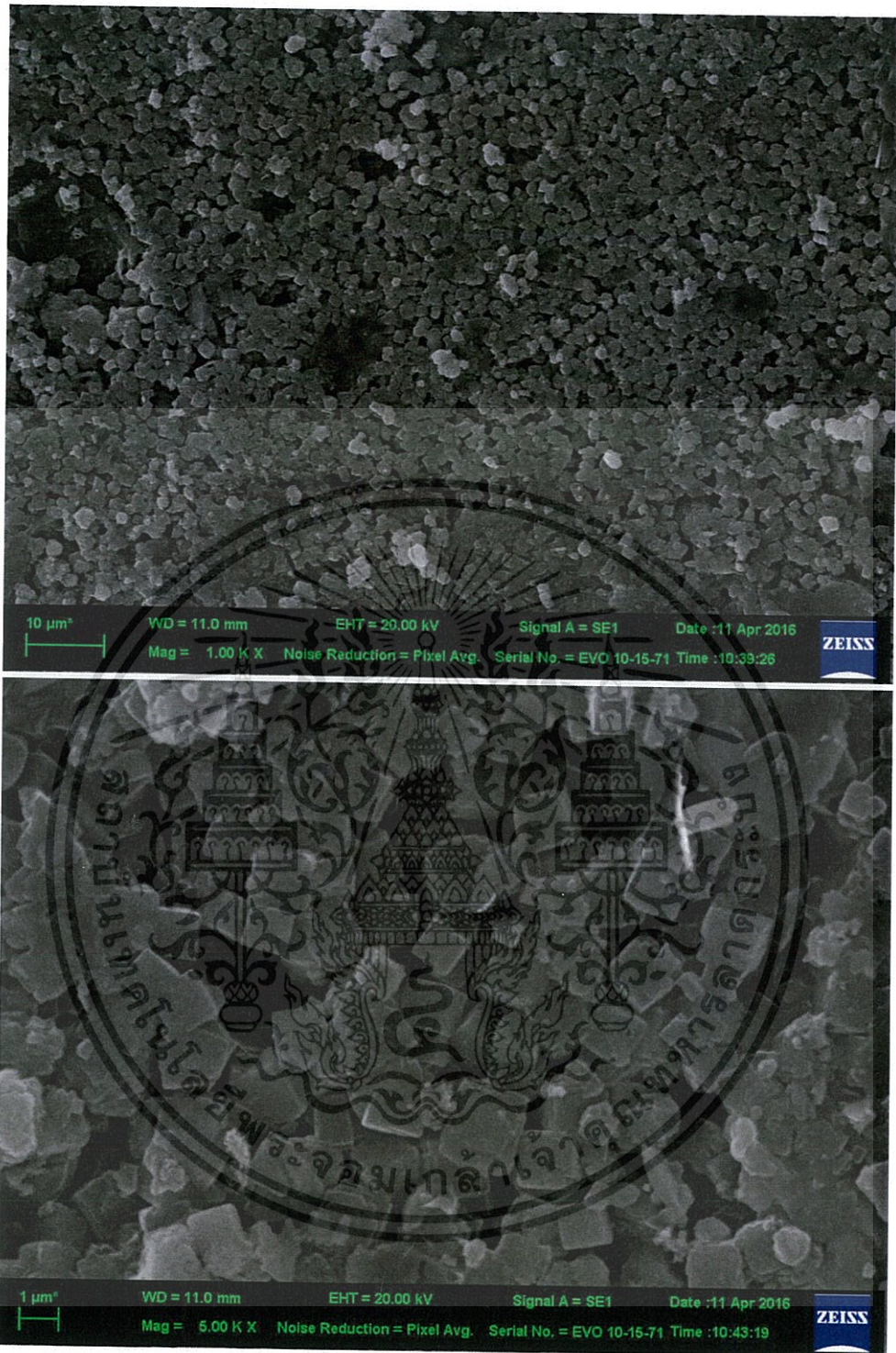


FIGURE B.2: SEM Profiles for ZK30-1 at cross-section of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

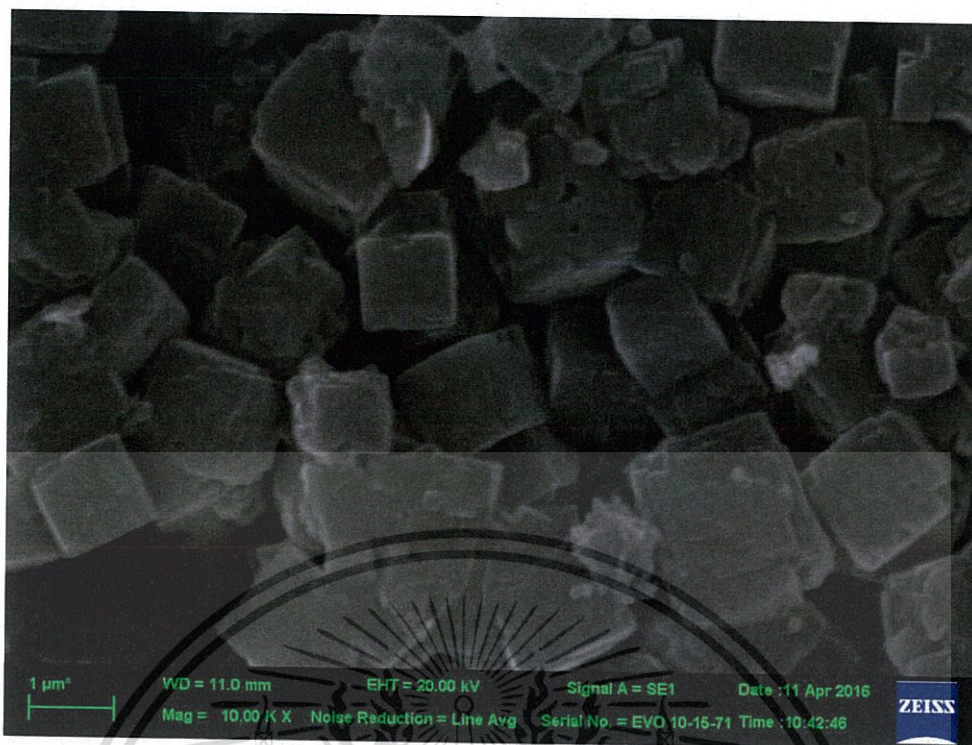
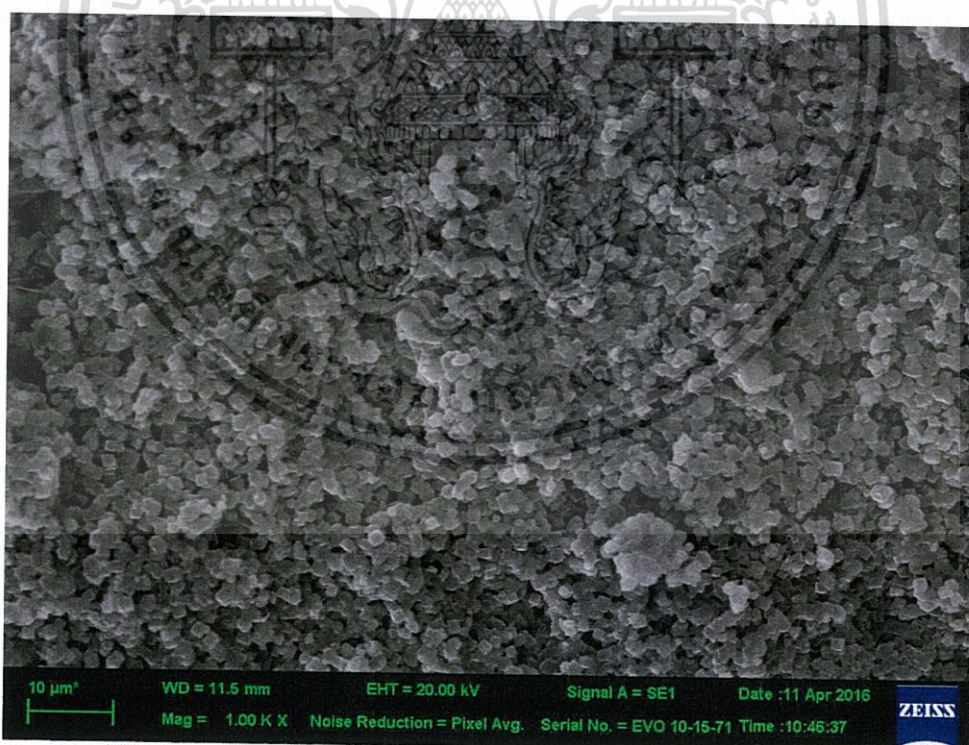


FIGURE B.3: SEM Profiles for ZK20F10-1 at surface of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

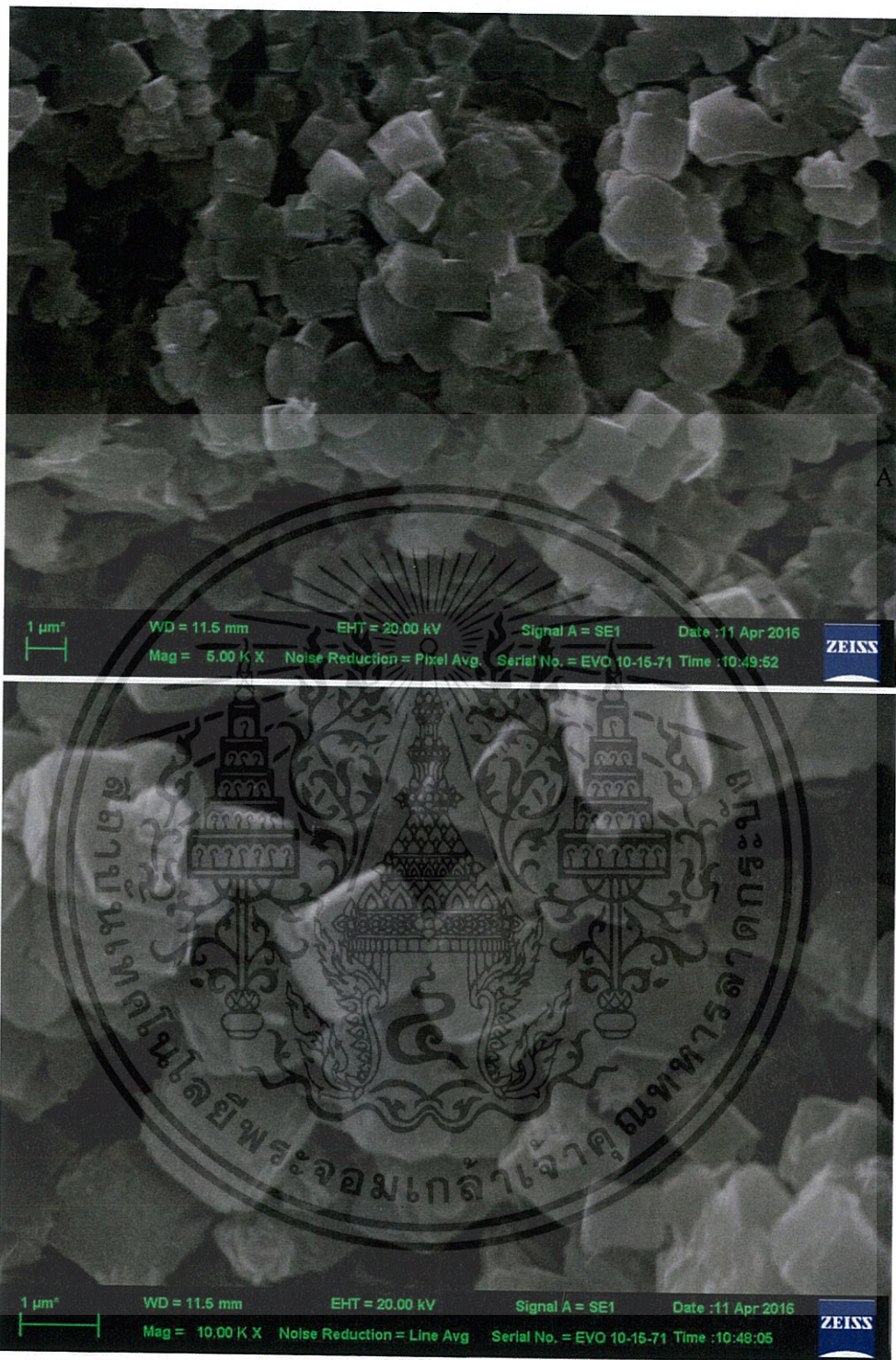
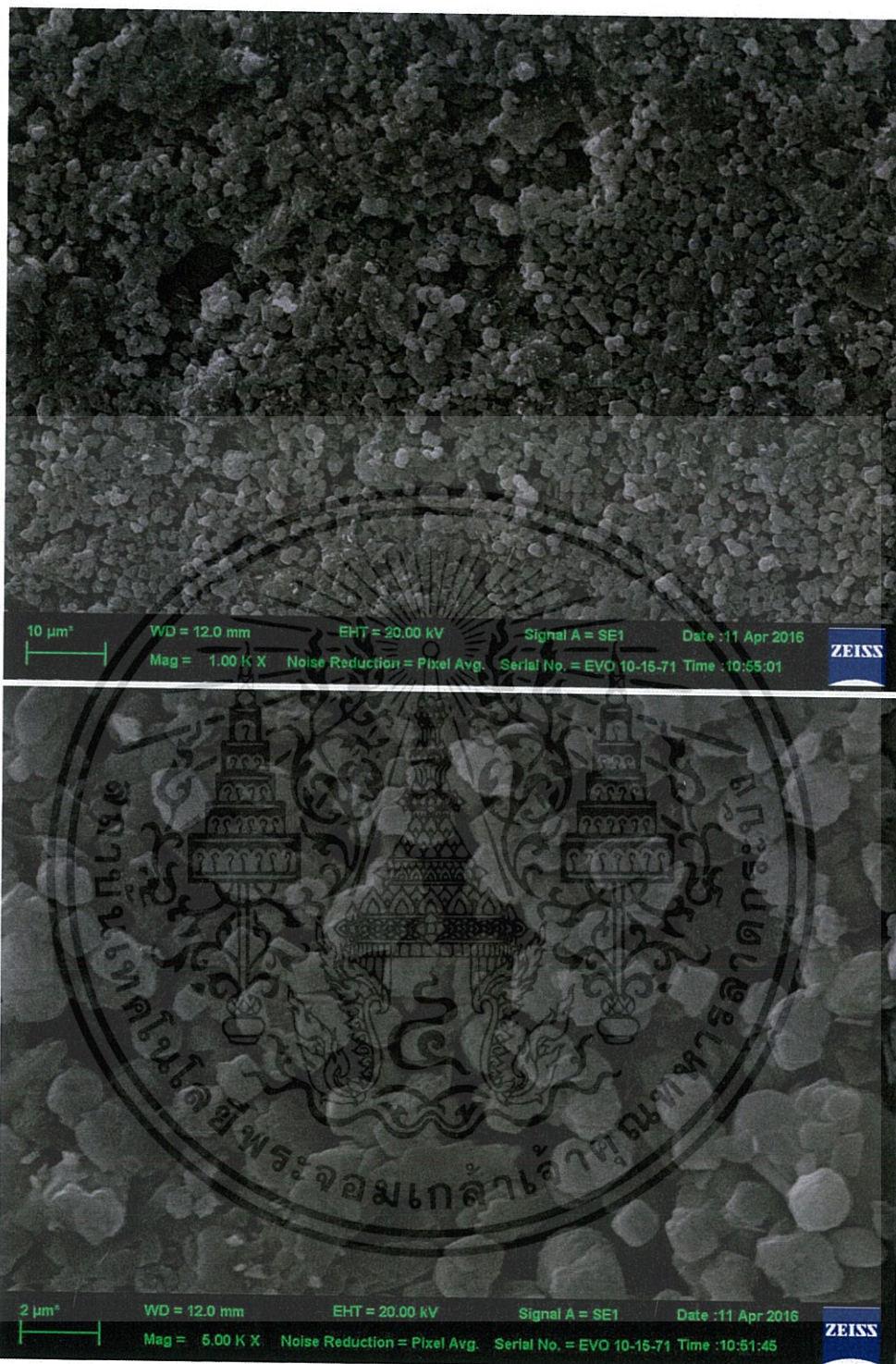


FIGURE B.4: SEM Profiles for ZK20F10-1 at cross-section of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

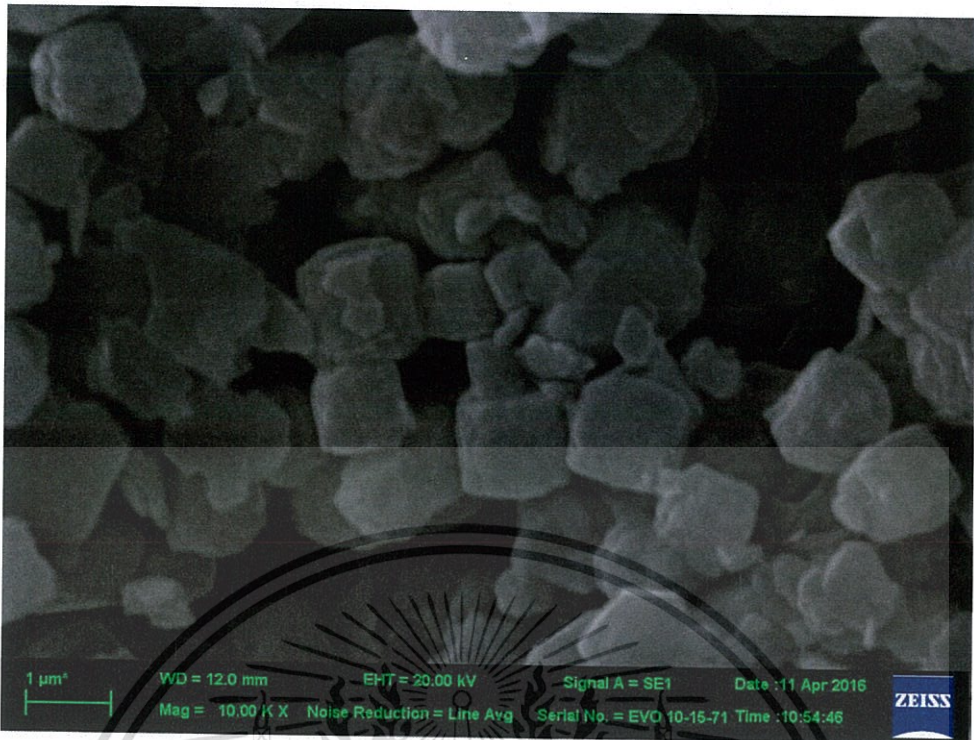
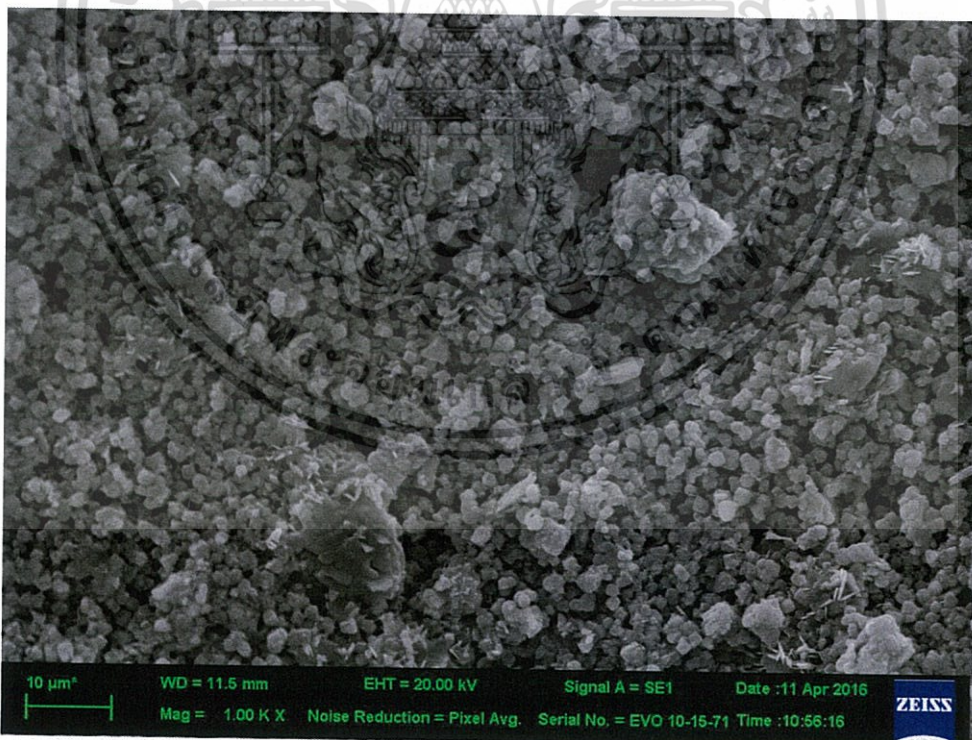


FIGURE B.5: SEM Profiles for ZK20F10-2 at surface of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

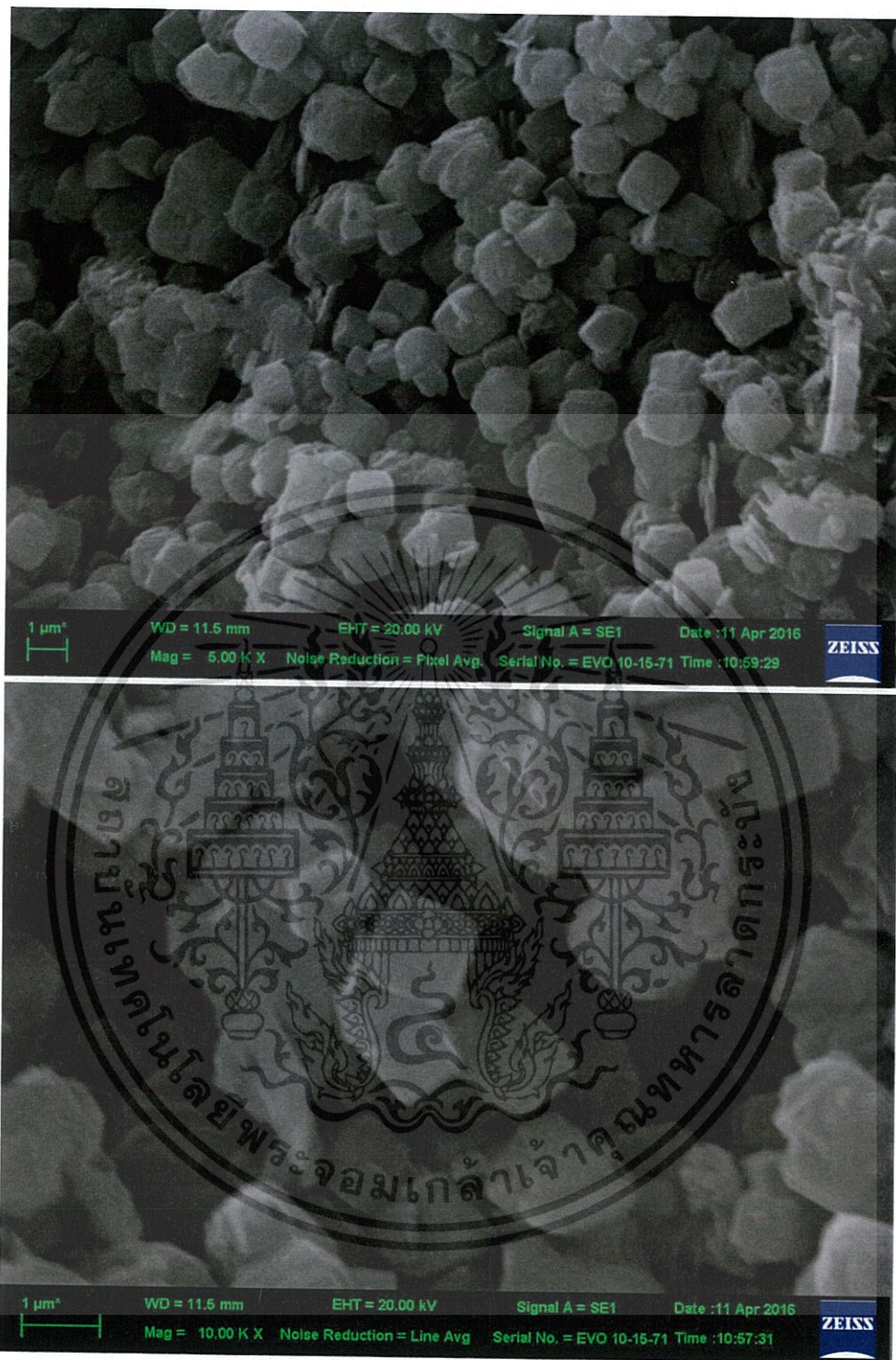
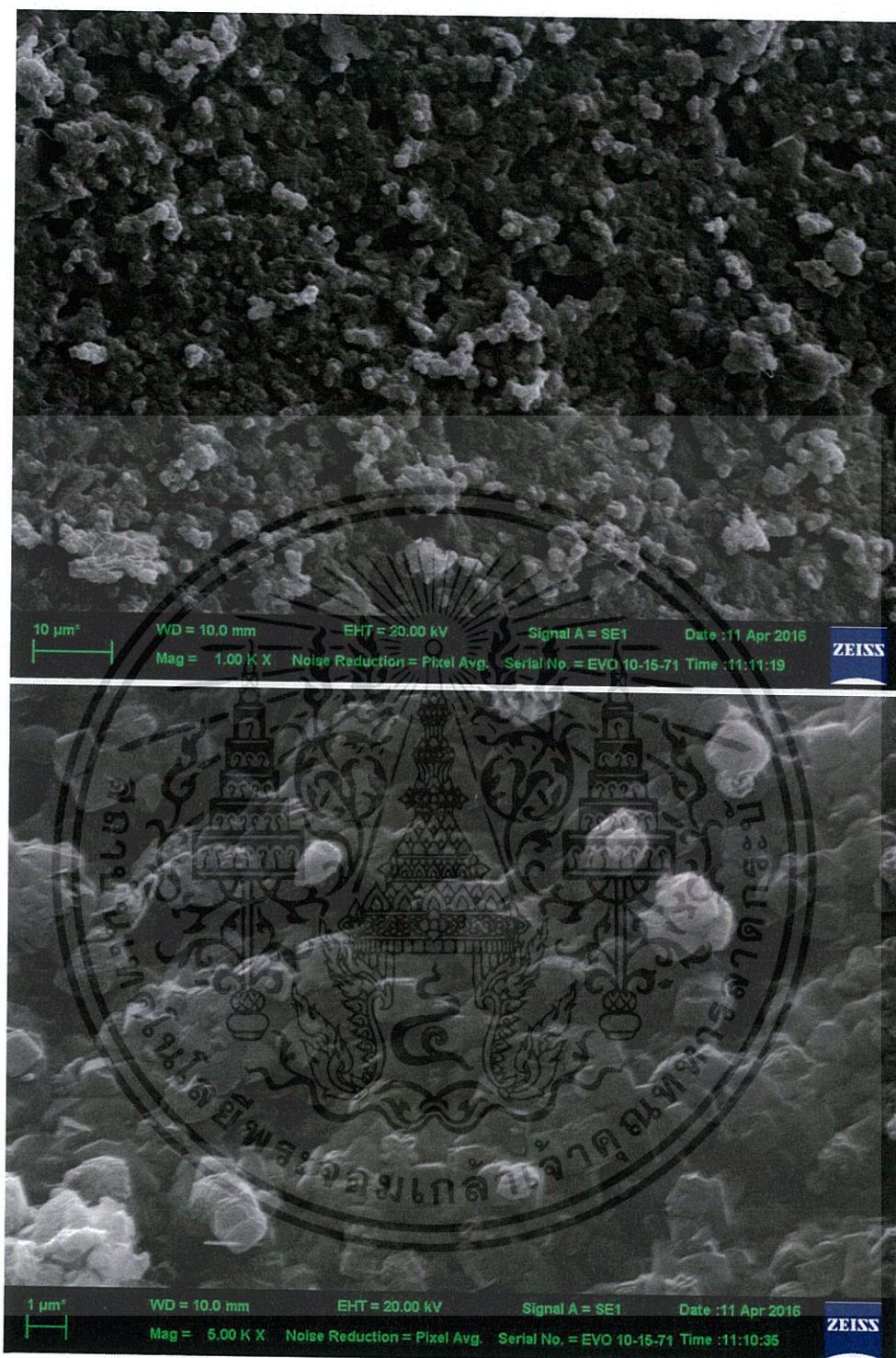


FIGURE B.6: SEM Profiles for ZK20F10-2 at cross-section of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

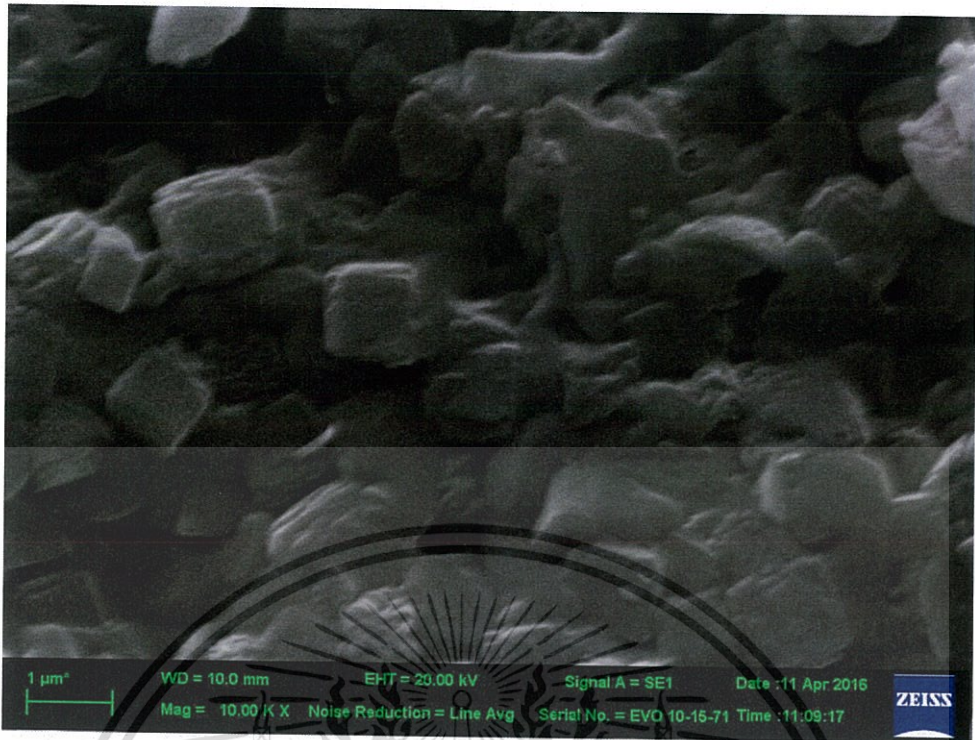


FIGURE B.7: SEM Profiles for ZK20B10-4 at surface of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

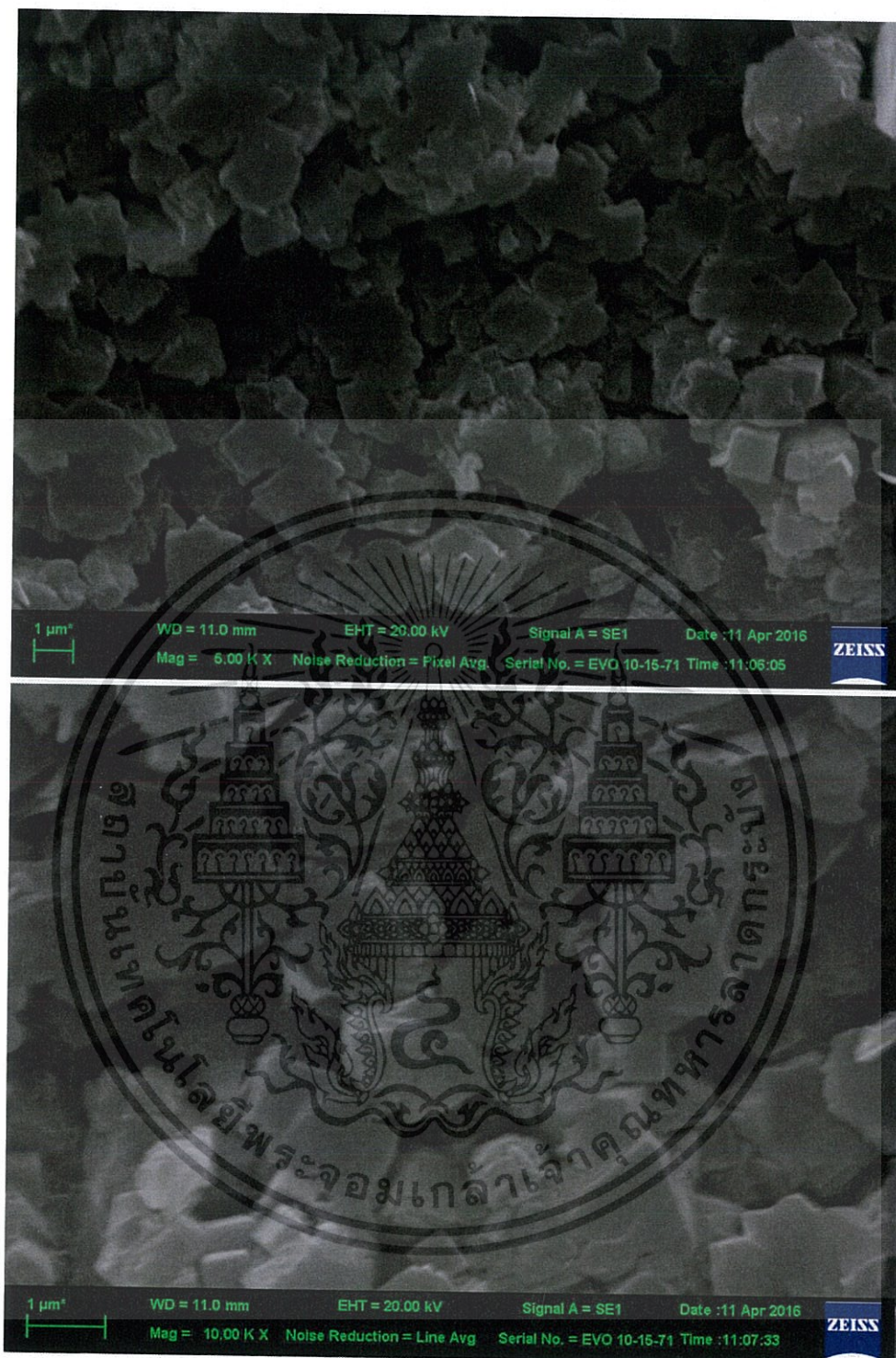


FIGURE B.8: SEM Profiles for ZK20B10-4 at cross-section of 1000X, 5000X and 10000X magnifications, respectively

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Appendix C: Compressive Young's modulus

Compressive Young's modulus conditions for this study were preload 0.1 N, speed 1.0 mm/min, area about 15.0 mm diameter and rupture load drops to 20.0%

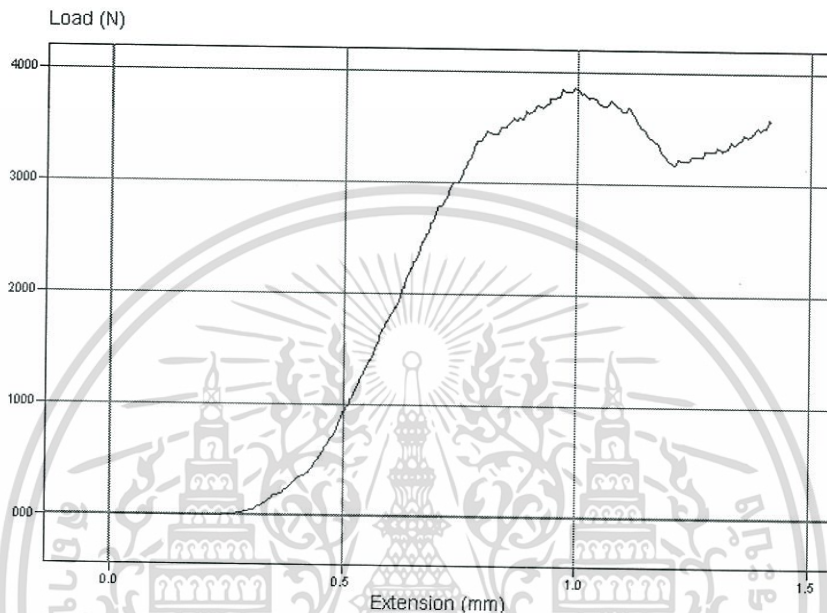


Figure C.1: Compressive Young's modulus Profile for ZK30-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.94 mm

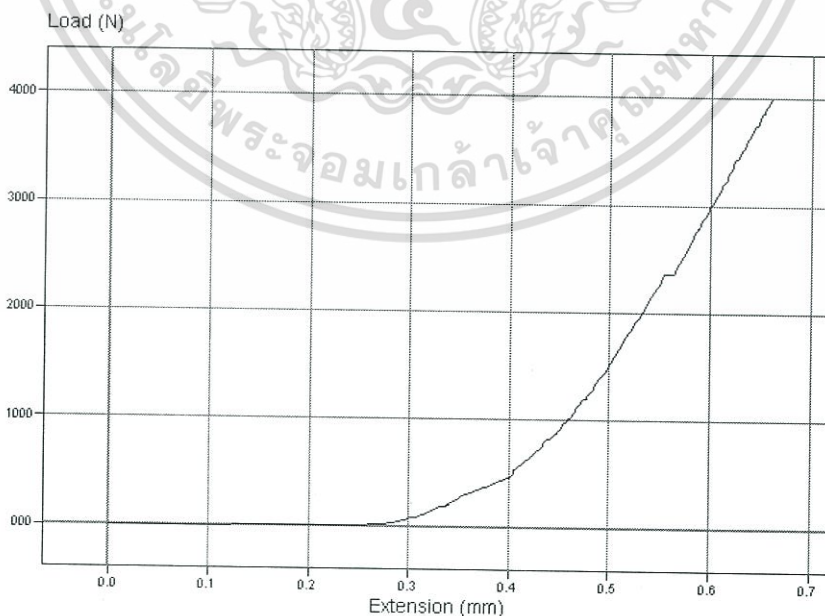


Figure C.2: Compressive Young's modulus Profile for ZK30-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.35 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

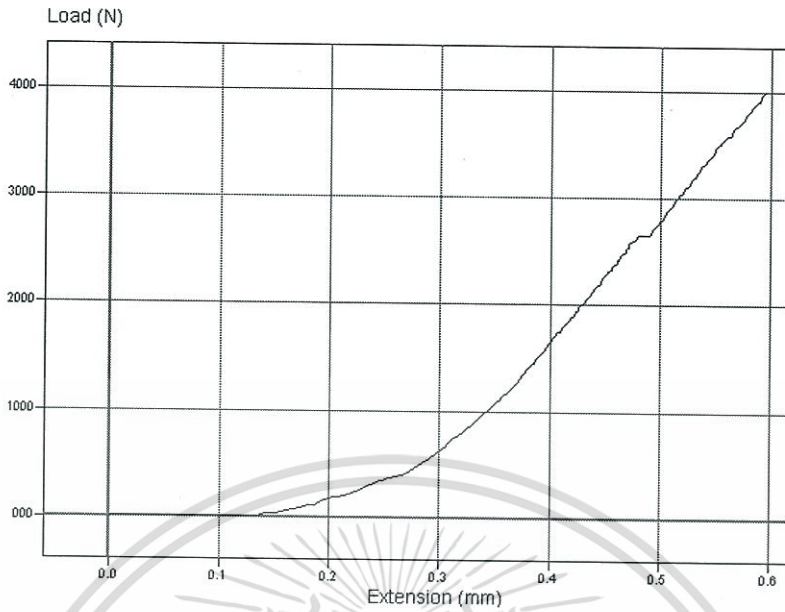


Figure C.3: Compressive Young's modulus Profile for ZK30-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.78 mm

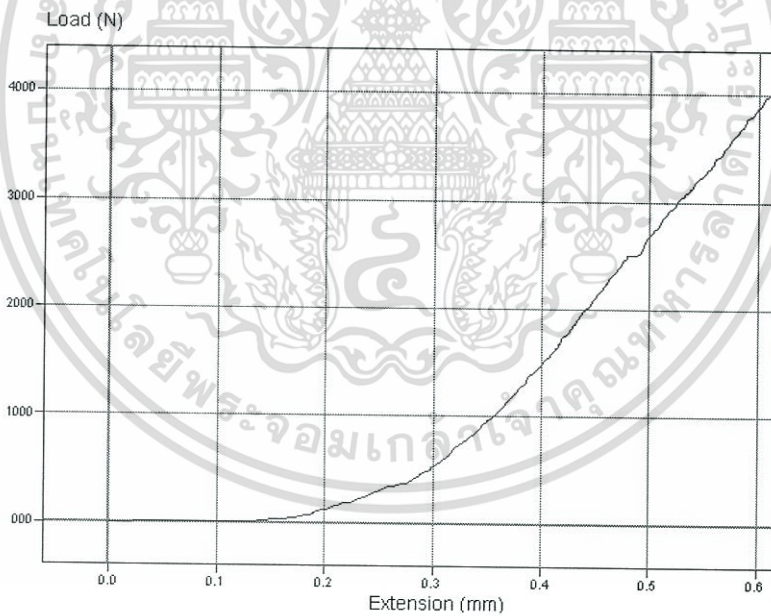


Figure C.4: Compressive Young's modulus Profile for ZK30-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.55 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

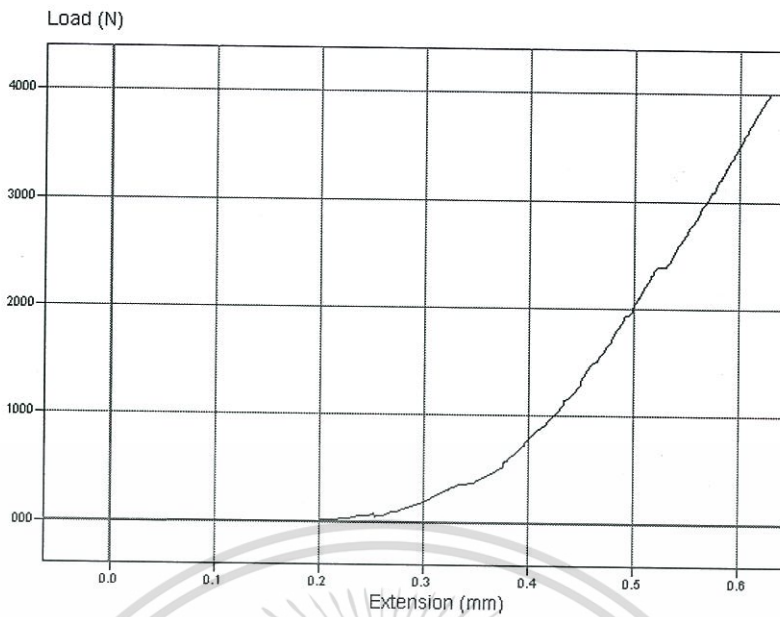


Figure C.5: Compressive Young's modulus Profile for ZK30-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.51 mm

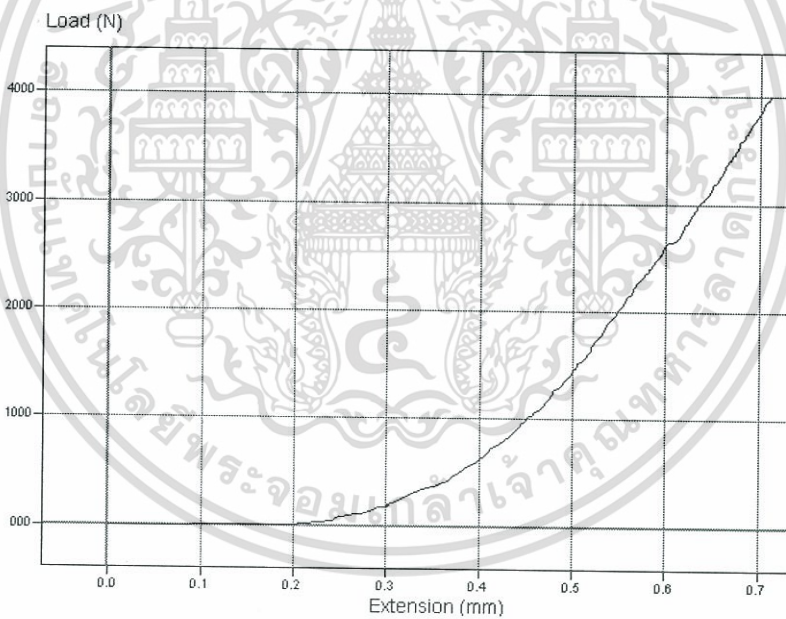


Figure C.6: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.46 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

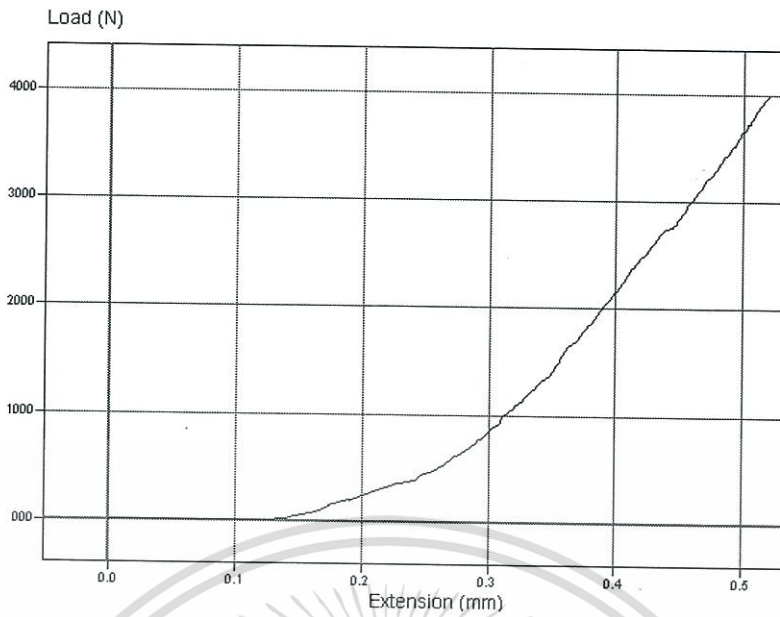


Figure C.7: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.48 mm

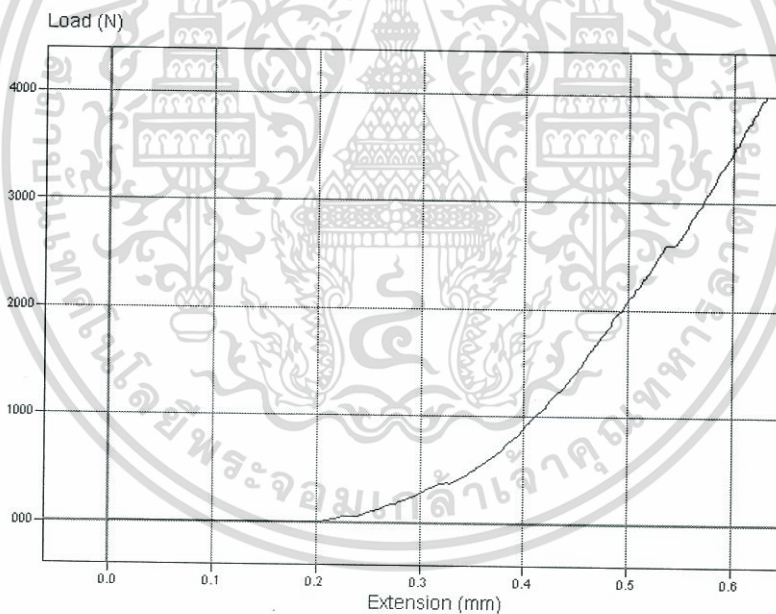


Figure C.8: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.42 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

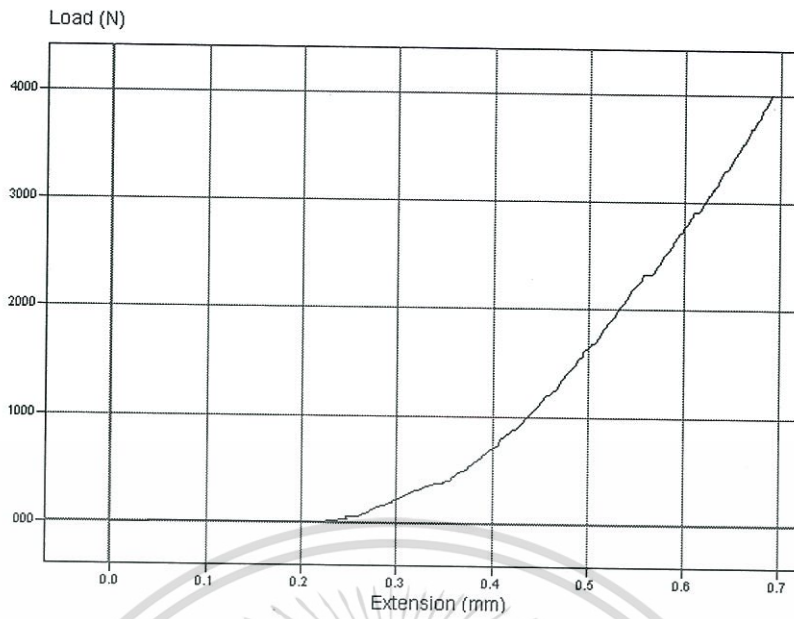


Figure C.9: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.48 mm

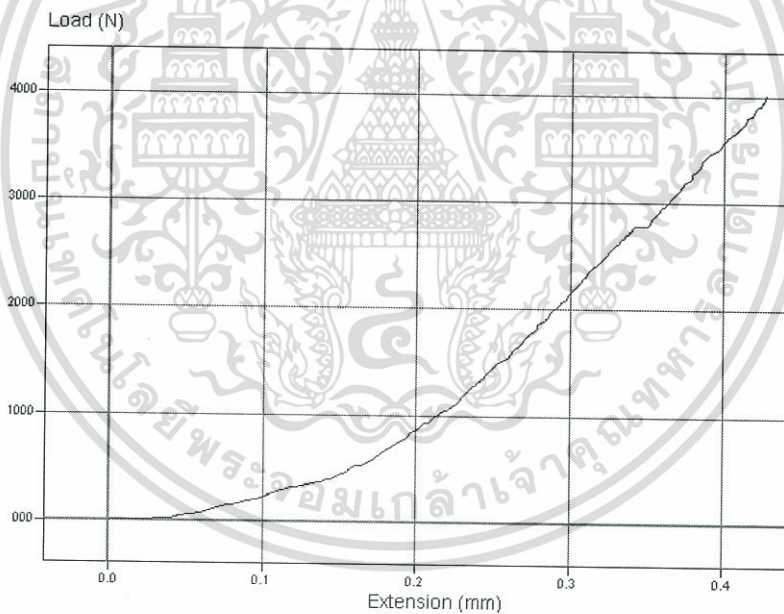


Figure C.10: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.46 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

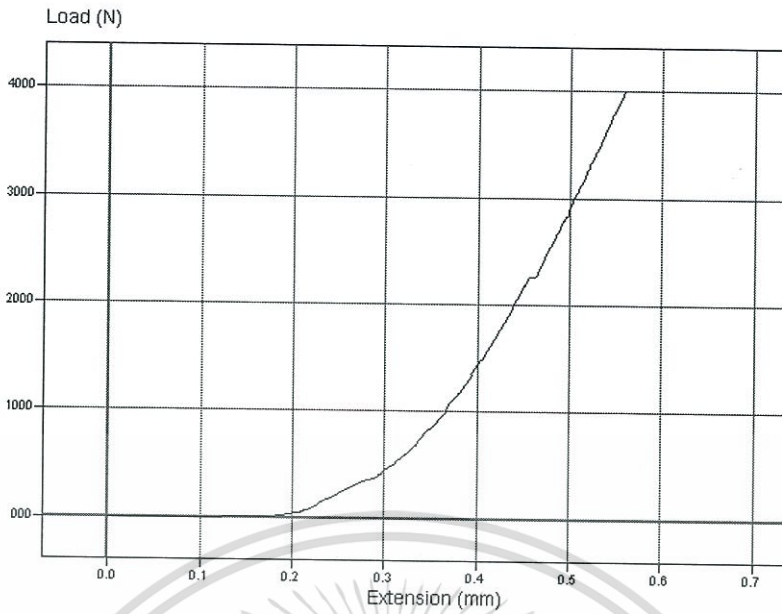


Figure C.11: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.34 mm

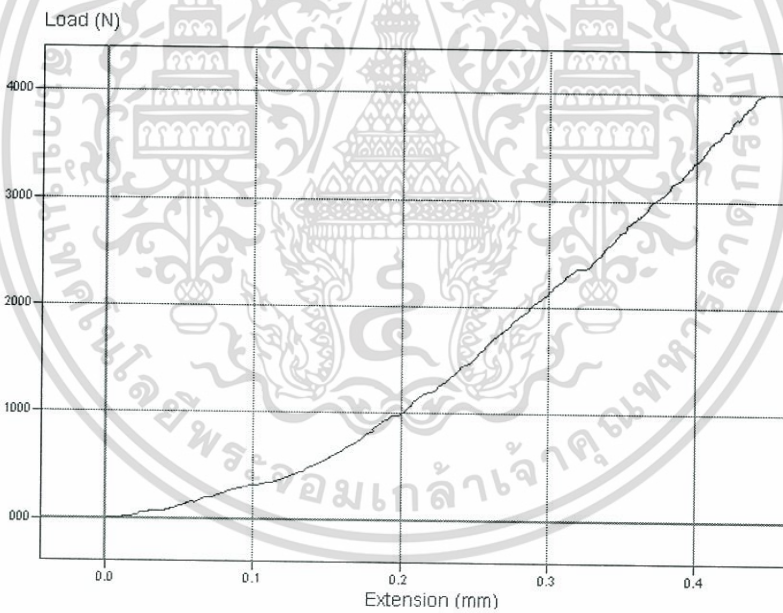


Figure C.12: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.44 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

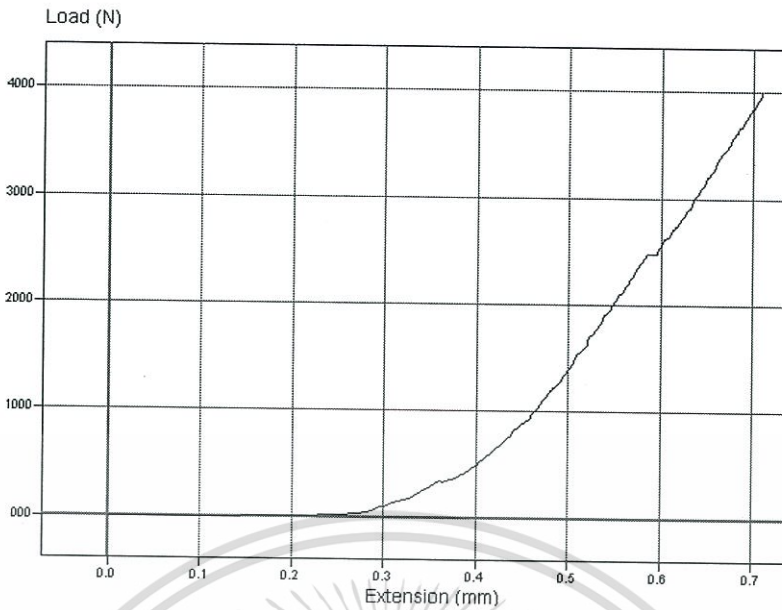


Figure C.13: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.55 mm

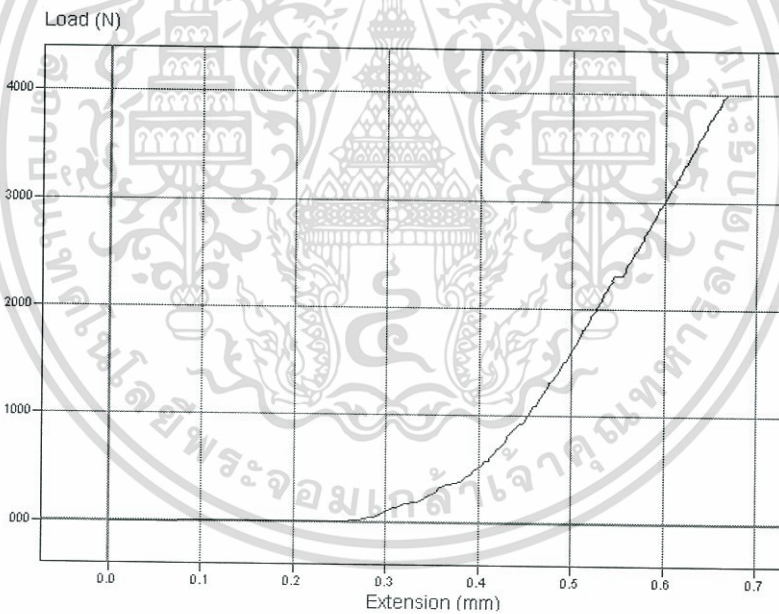


Figure C.14: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 2 h and thickness about 4.56 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

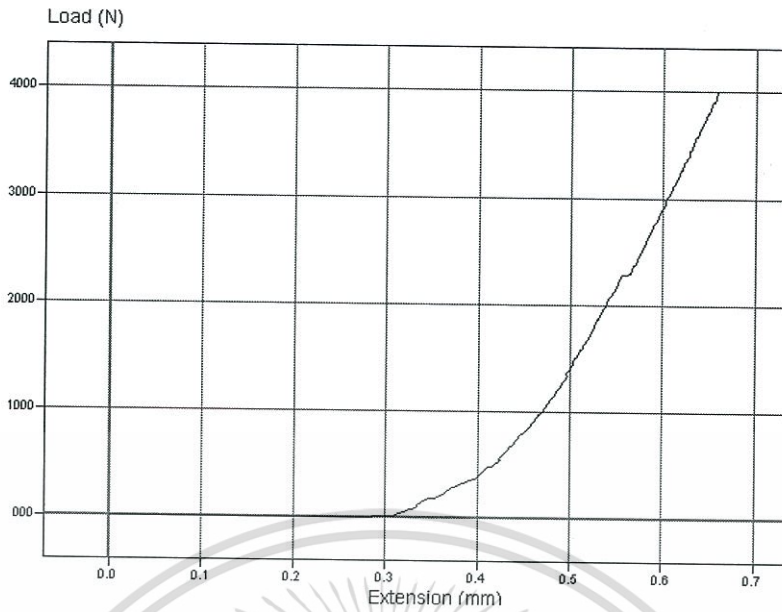


Figure C.15: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.40 mm

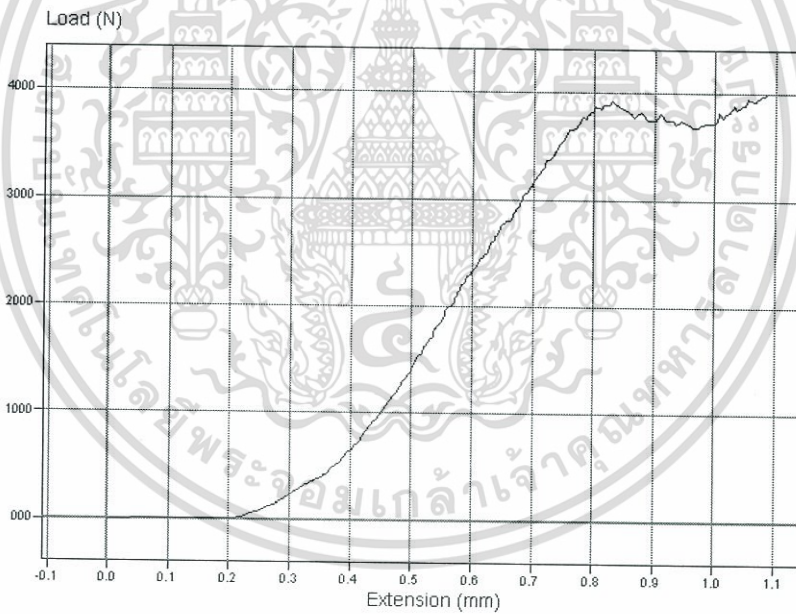


Figure C.16: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.86 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

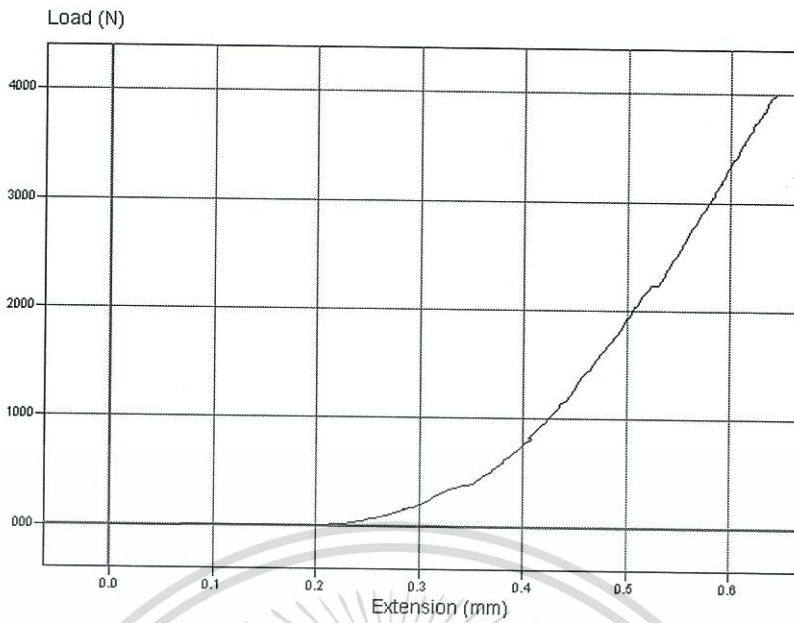


Figure C.17: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.37 mm

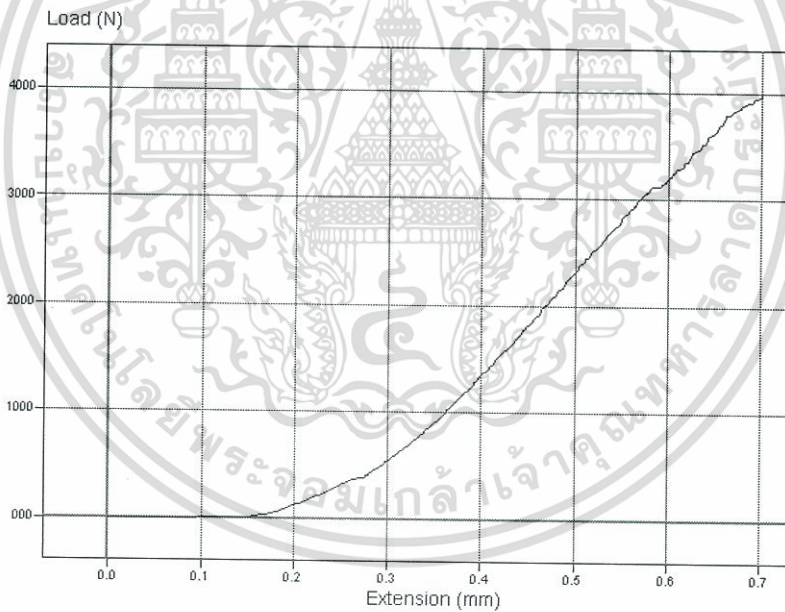


Figure C.18: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

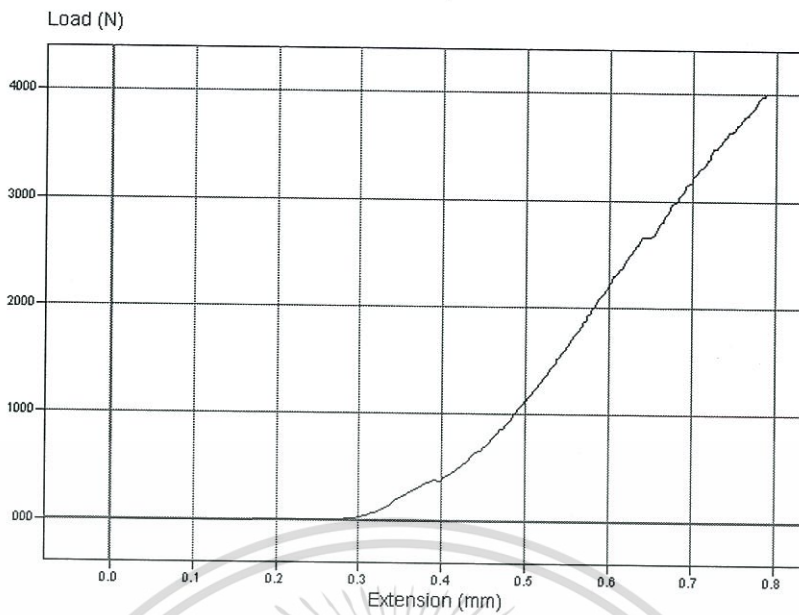


Figure C.19: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

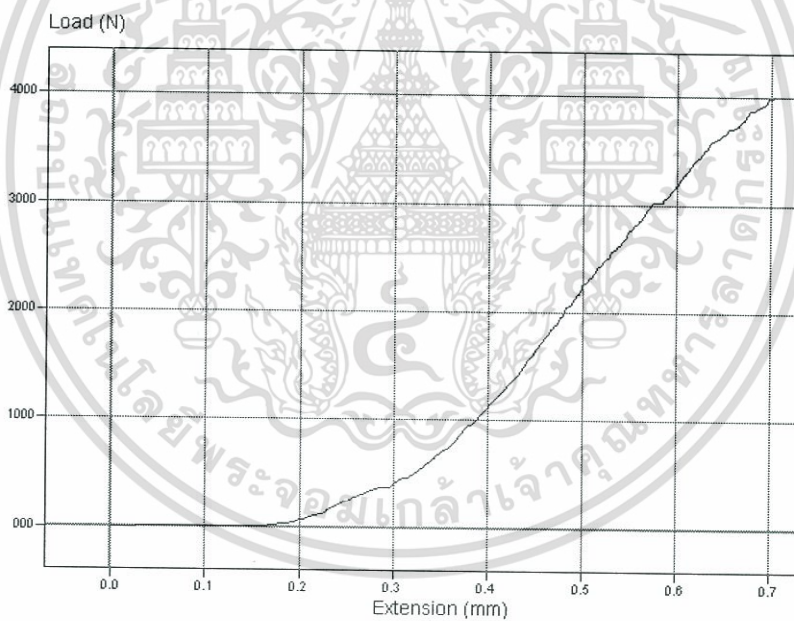


Figure C.20: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

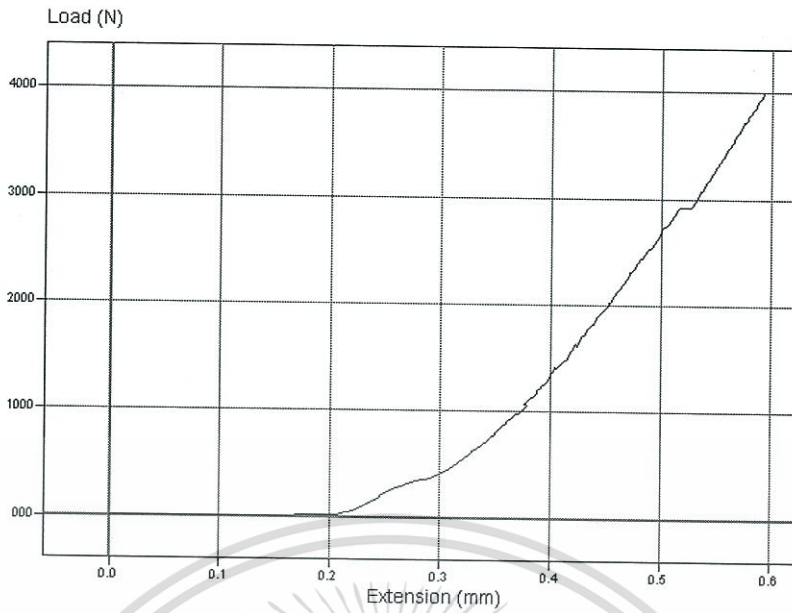


Figure C.21: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

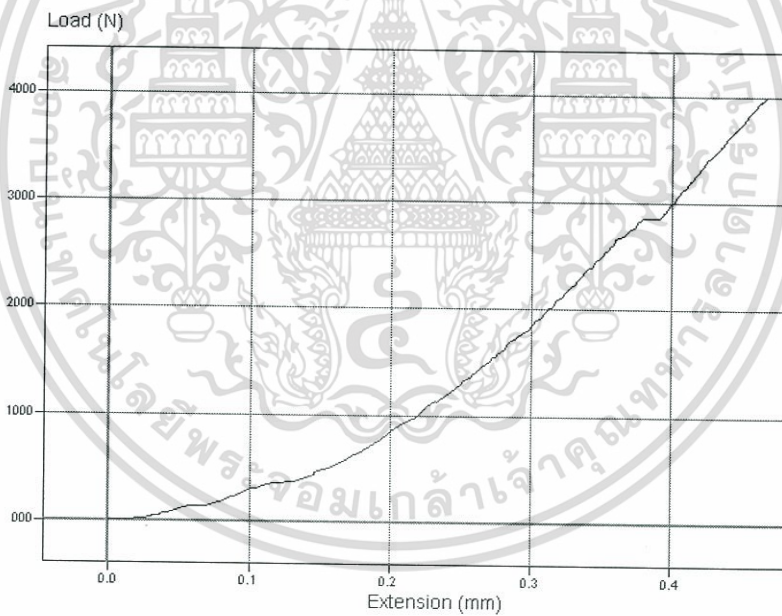


Figure C.22: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

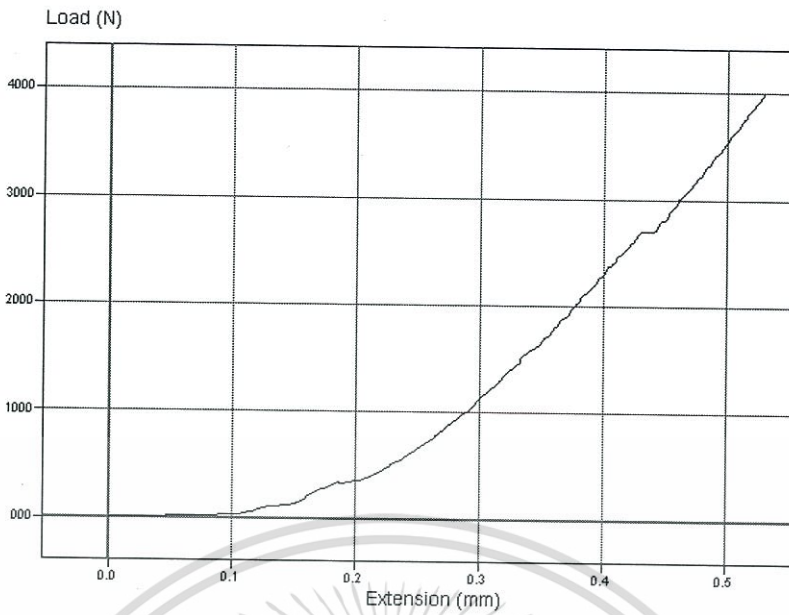


Figure C.23: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-1 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.53 mm

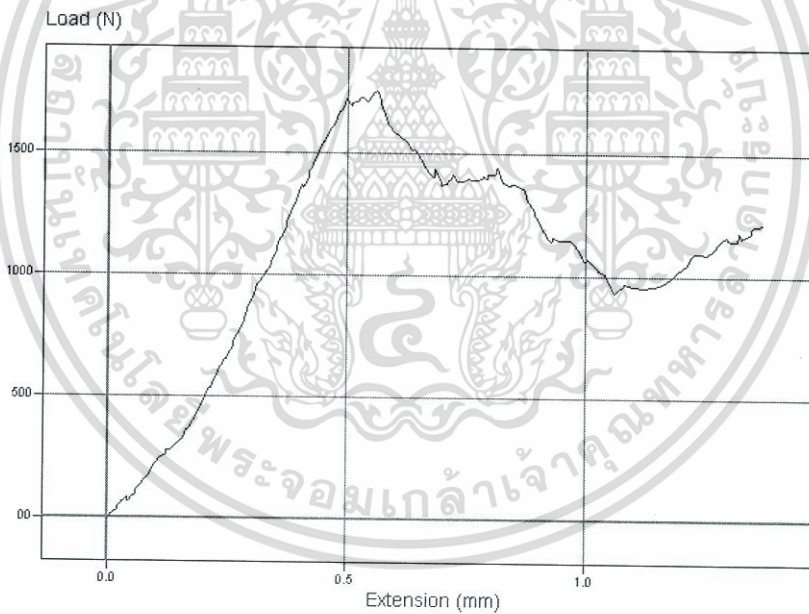


Figure C.24: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-2 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.44 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

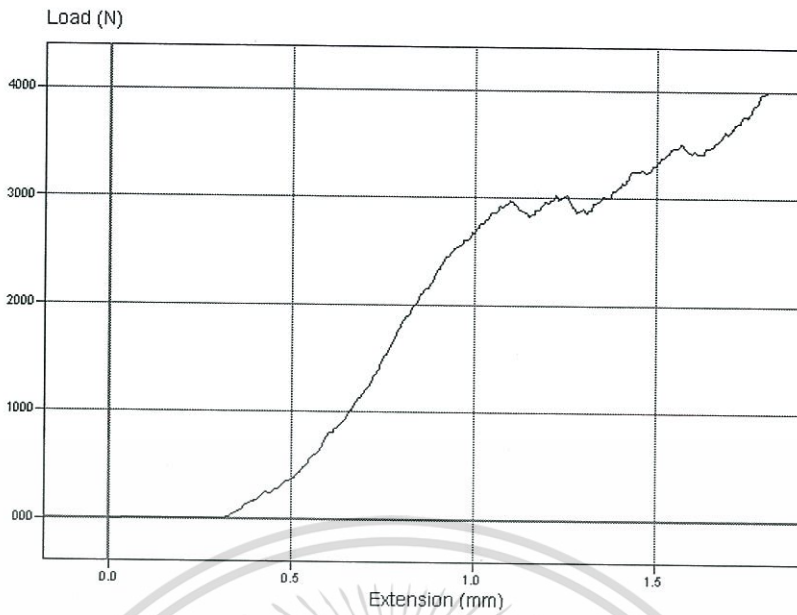


Figure C.25: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-2 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.37 mm

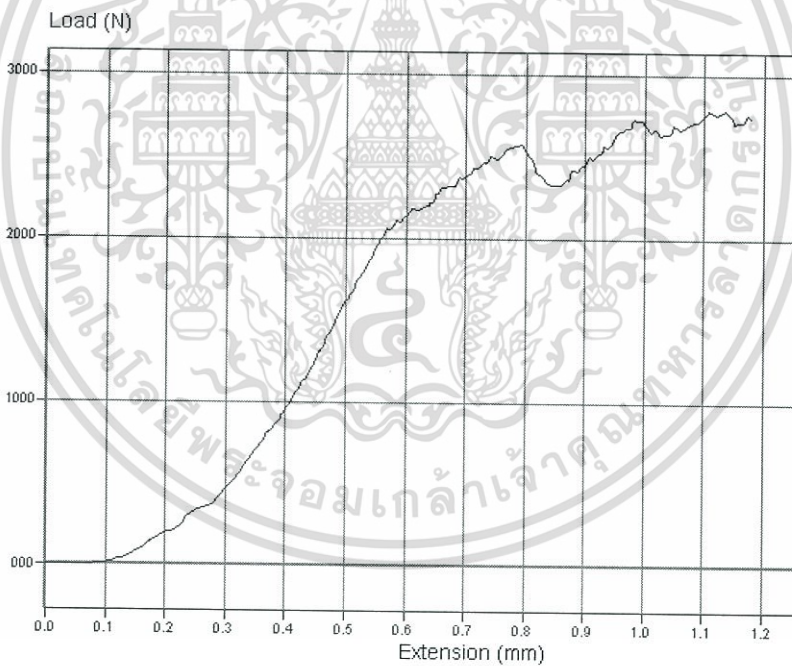


Figure C.26: Compressive Young's modulus Profile for ZK20F10-2 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.26 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

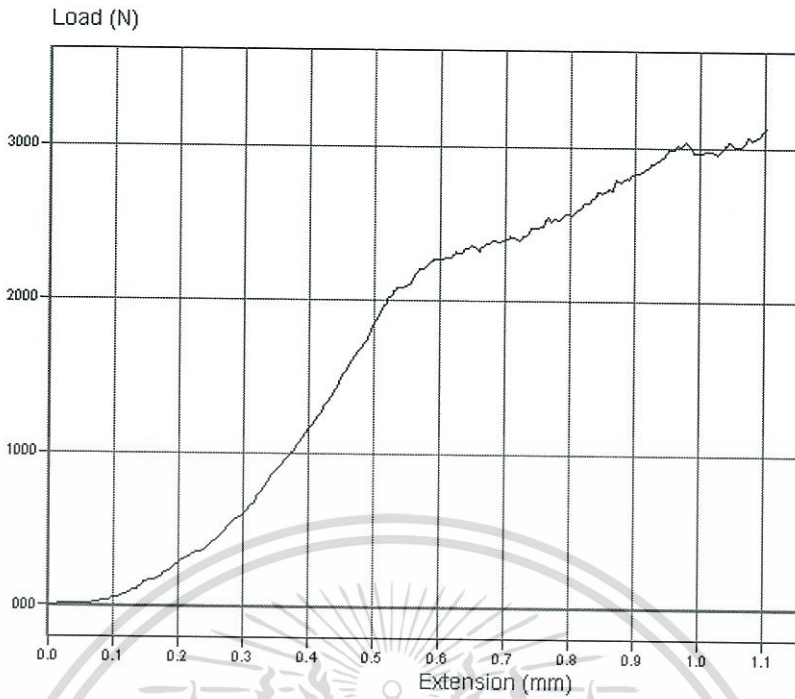


Figure C.27: Compressive Young's modulus Profile for ZK10F20-2 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.41 mm

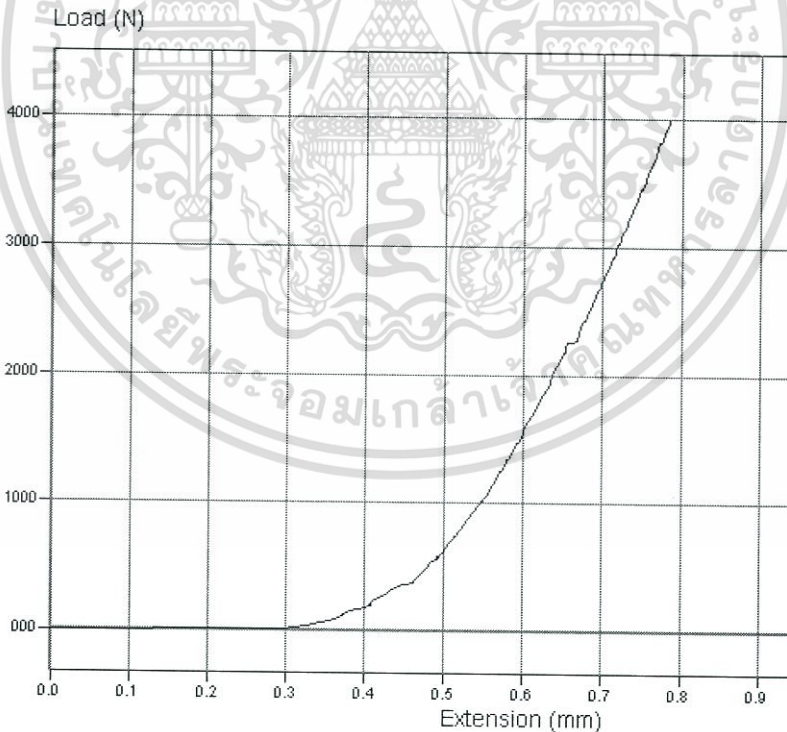


Figure C.28: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-3 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.15 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

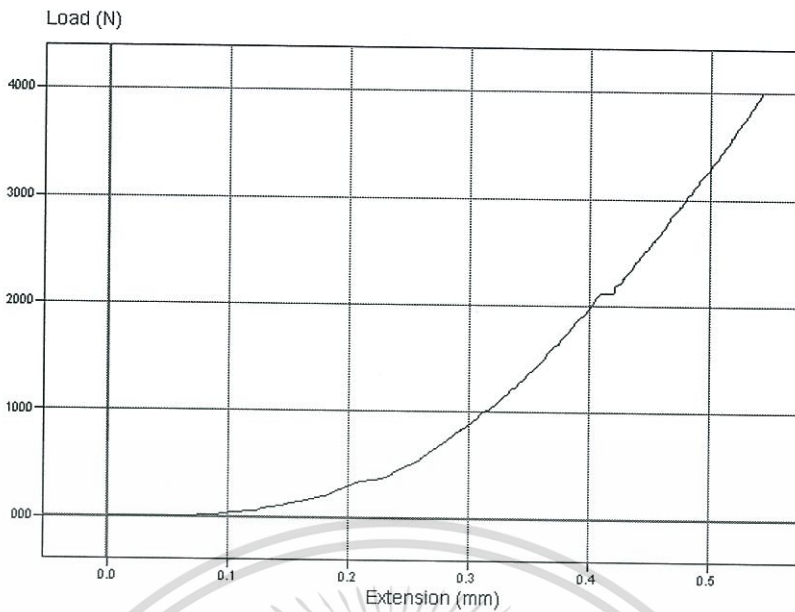


Figure C.29: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-3 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.04 mm

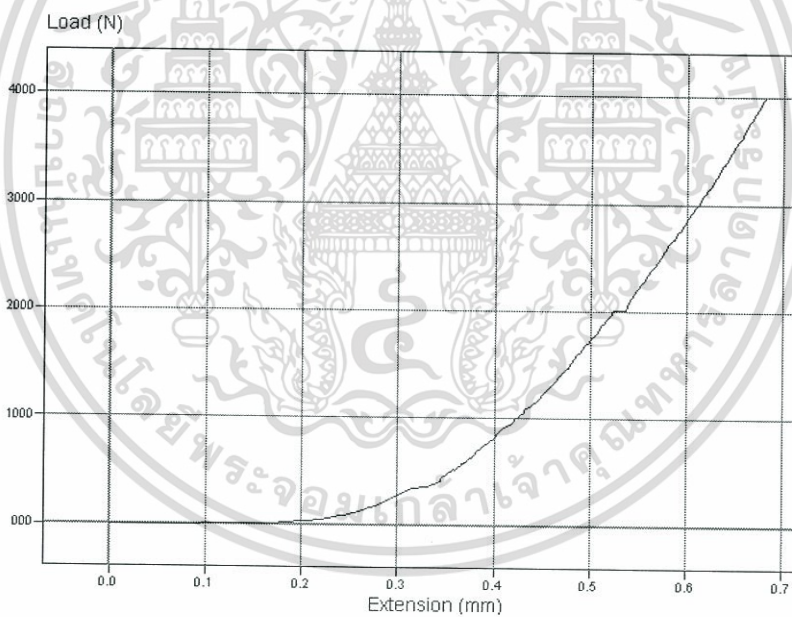


Figure C.30: Compressive Young's modulus Profile for ZK20M10-3 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.00 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

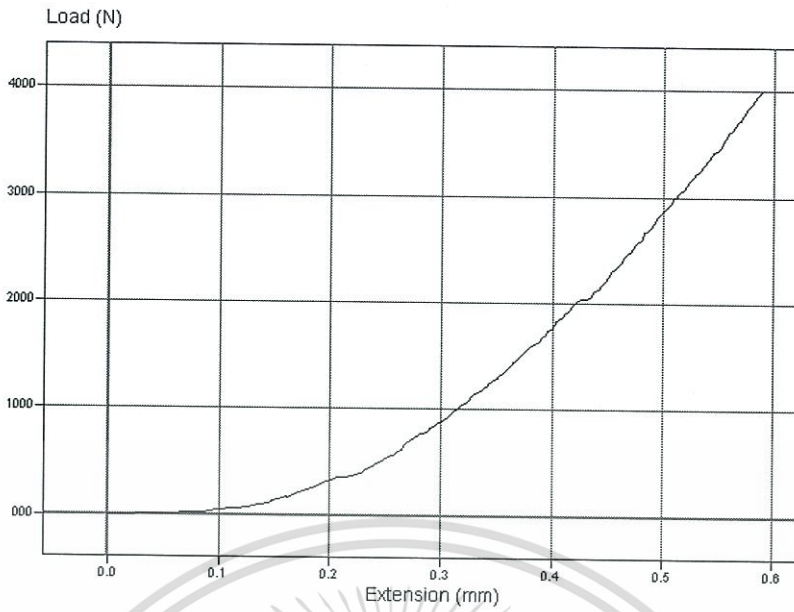


Figure C.31: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-4 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 3.97 mm

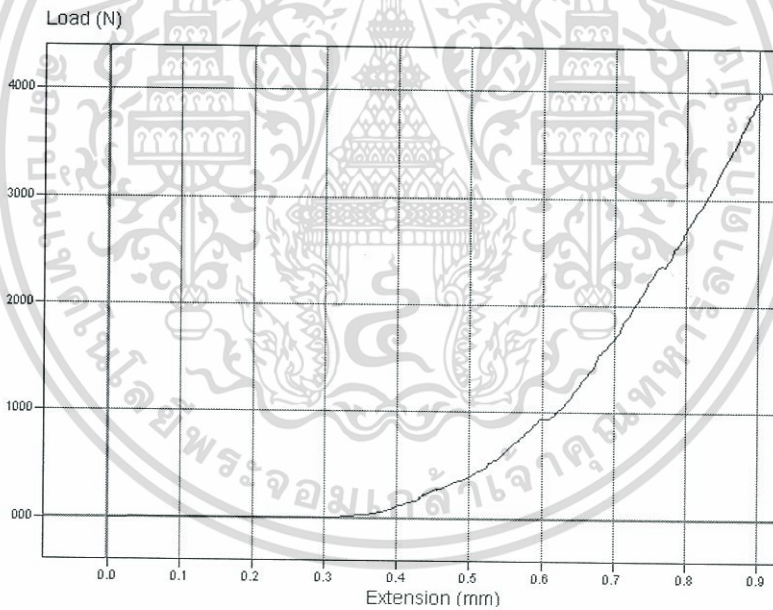


Figure C.32: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-4 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.07 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

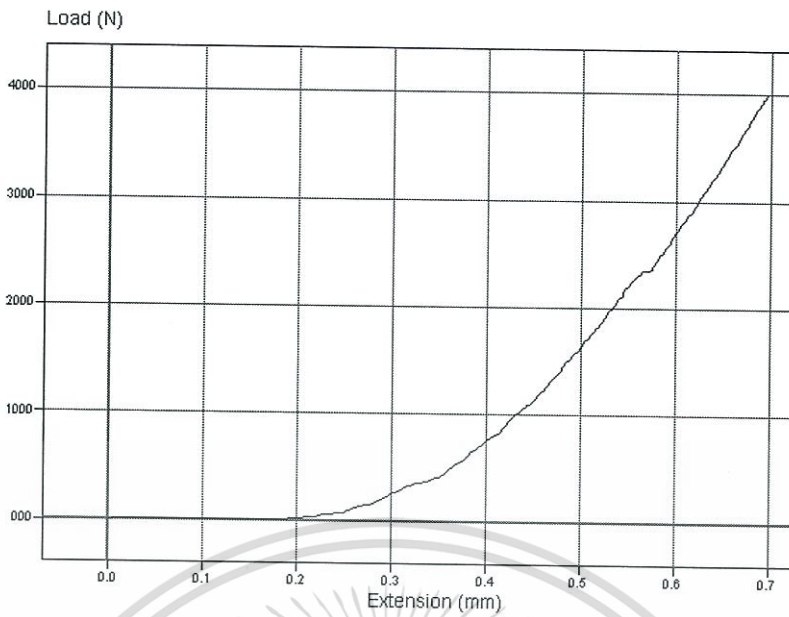
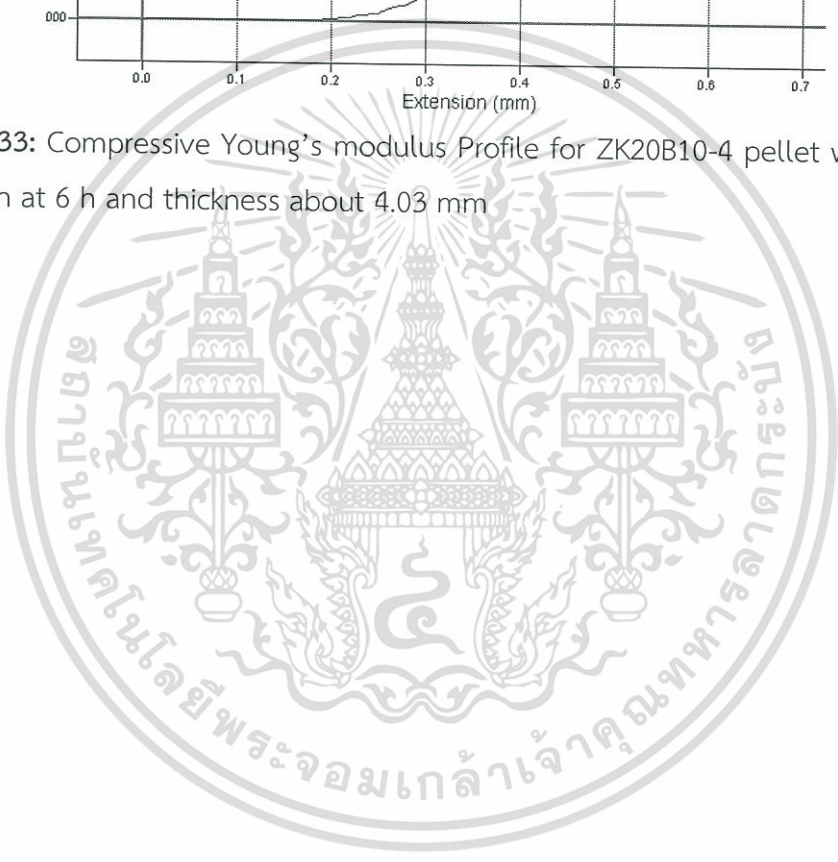


Figure C.33: Compressive Young's modulus Profile for ZK20B10-4 pellet was time of immersion at 6 h and thickness about 4.03 mm



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Appendix D: TGA Results

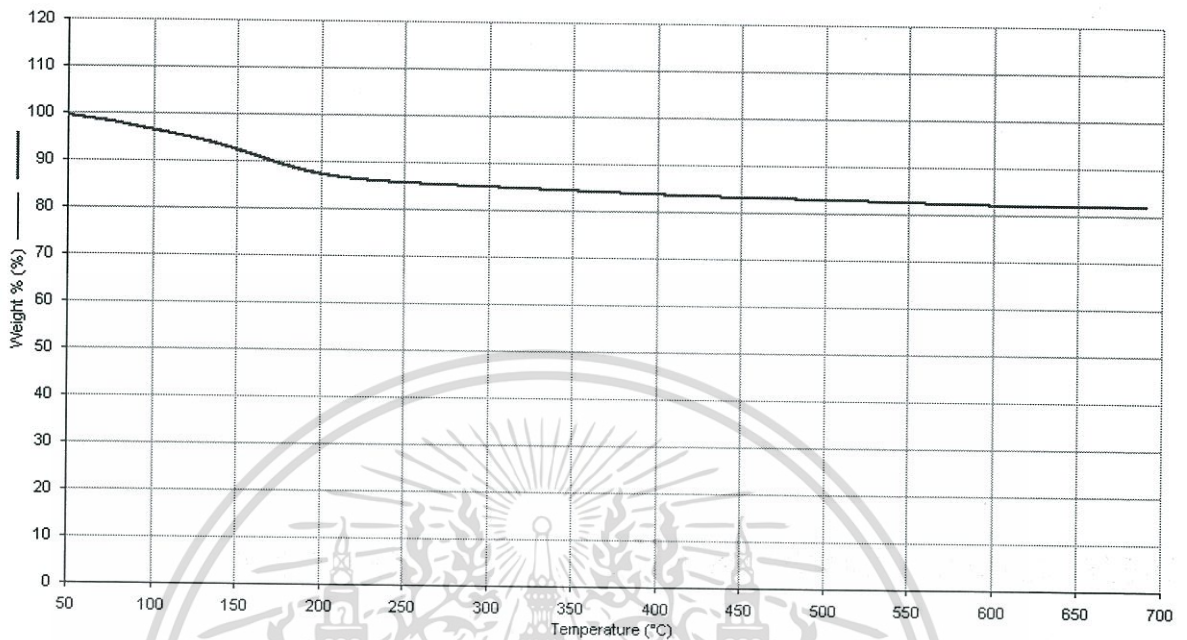


FIGURE D.1: TGA Profiles for ZK30-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 2 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

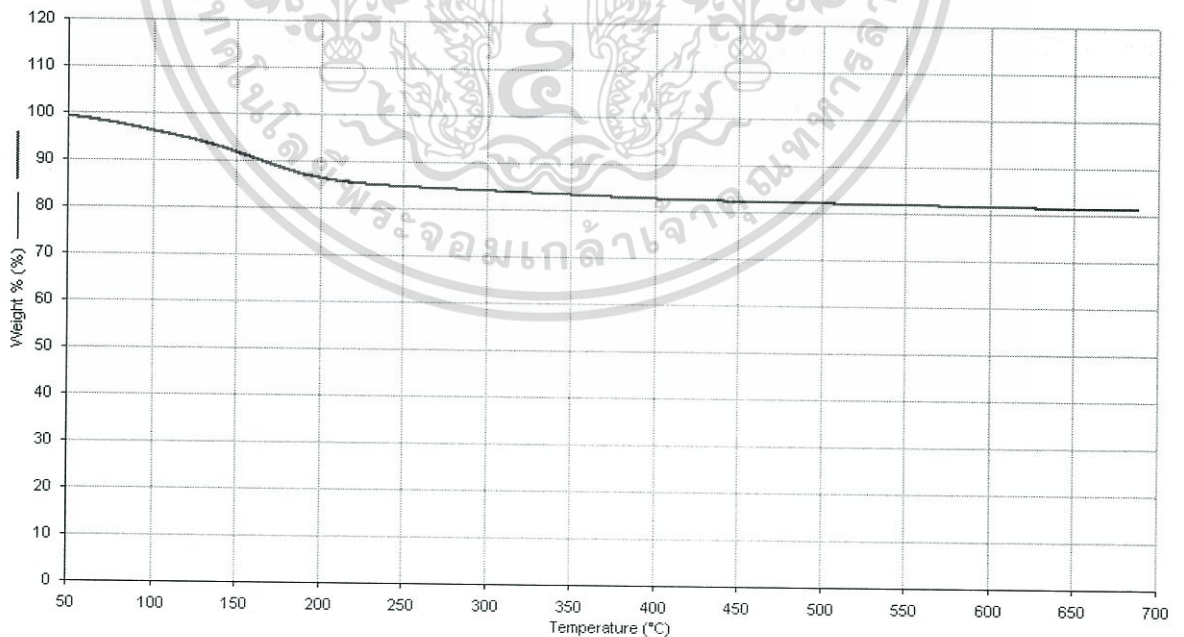


FIGURE D.2: TGA Profiles for ZK30-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 6 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

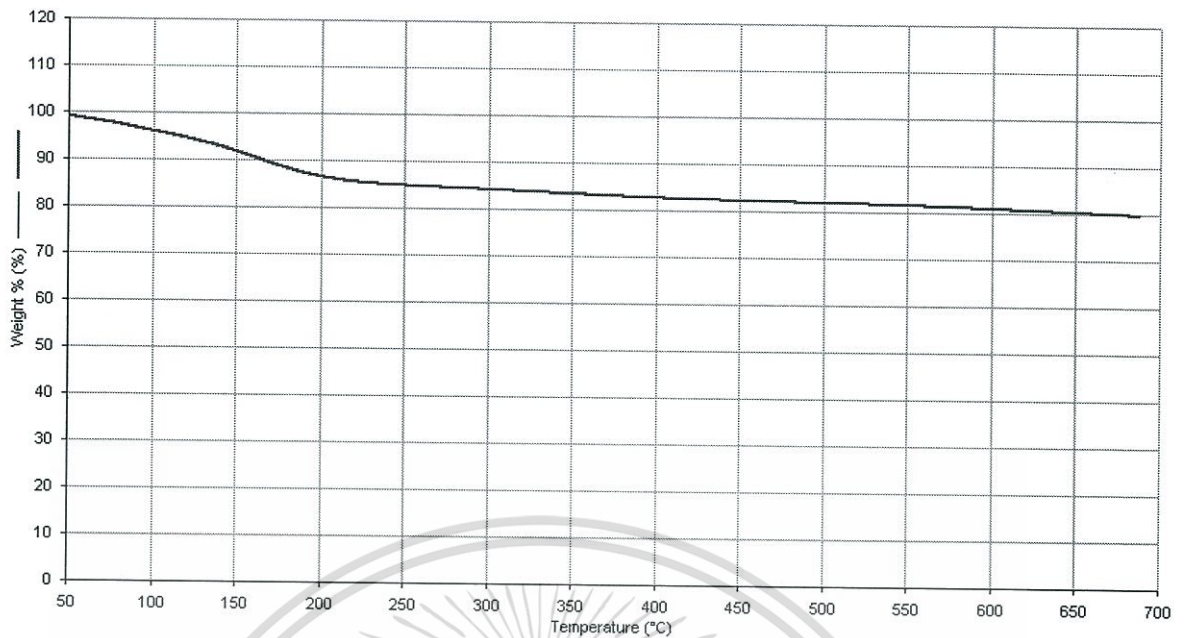


FIGURE D.3: TGA Profiles for ZK20F10-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 2 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

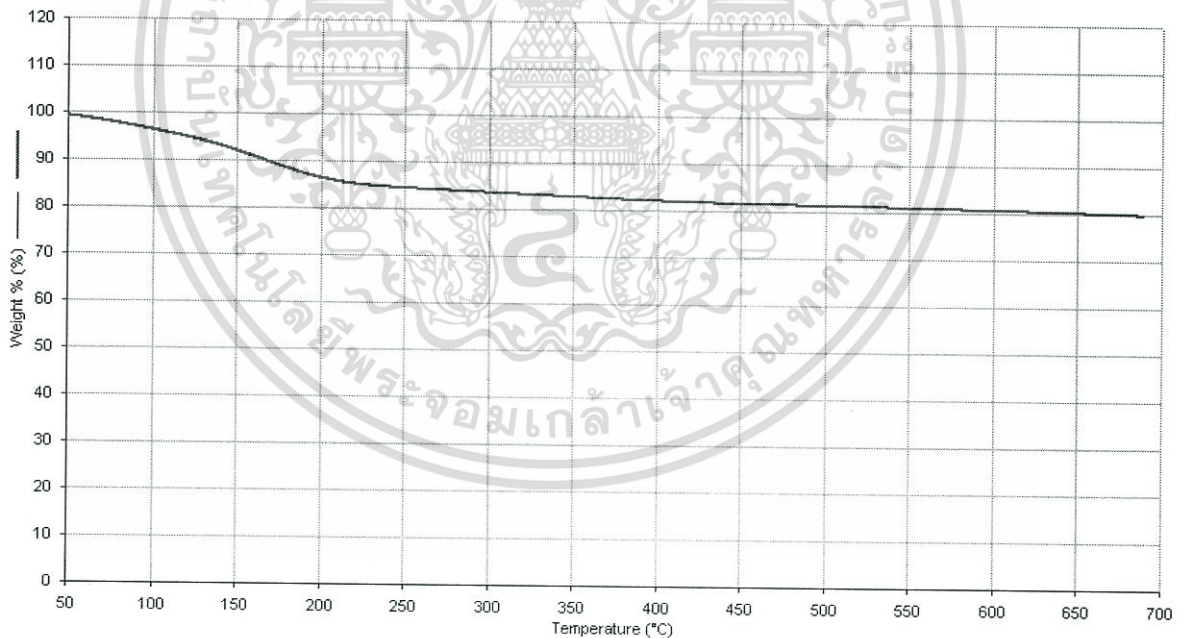


FIGURE D.4: TGA Profiles for ZK20F10-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 6 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

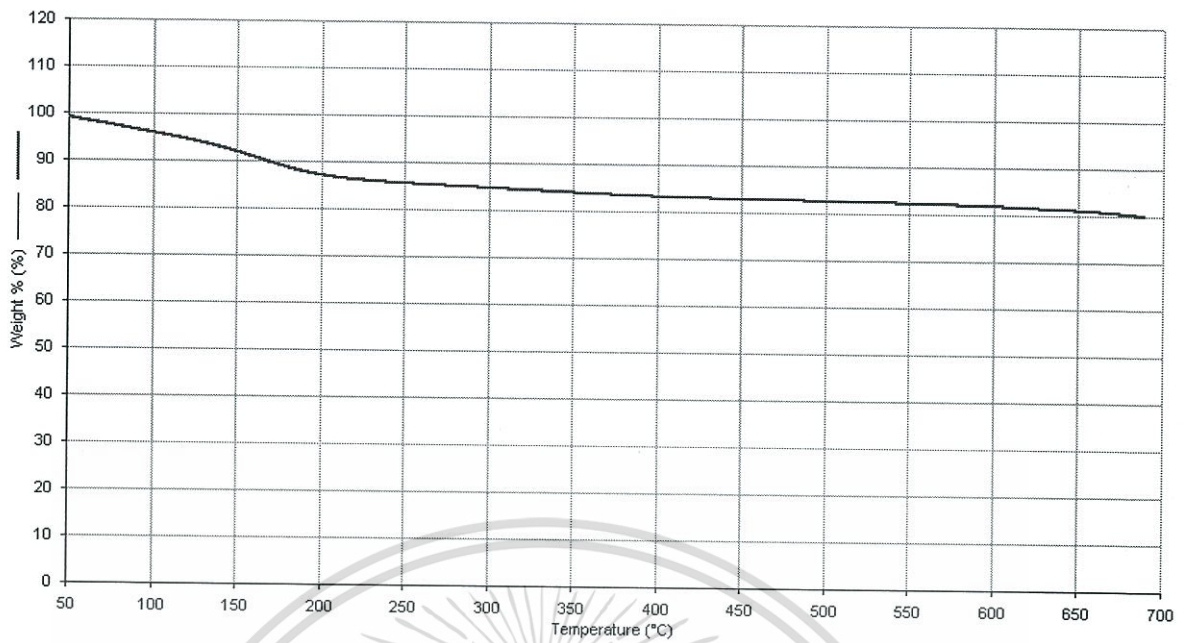


FIGURE D.5: TGA Profiles for ZK10F20-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 2 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

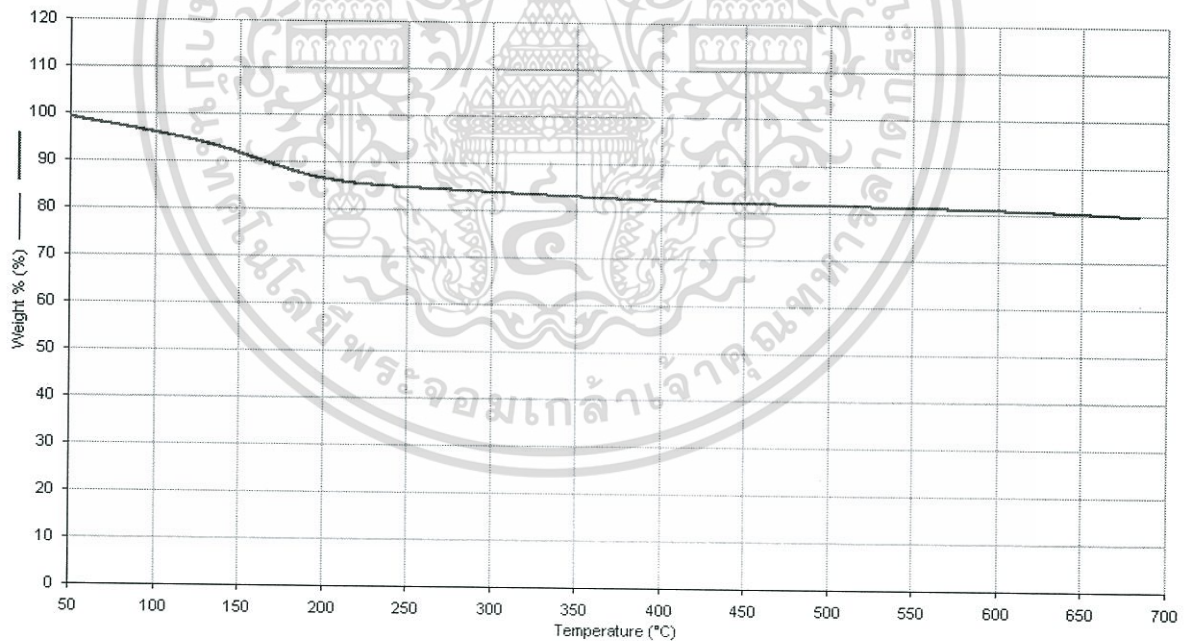


FIGURE D.6: TGA Profiles for ZK10F20-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 6 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

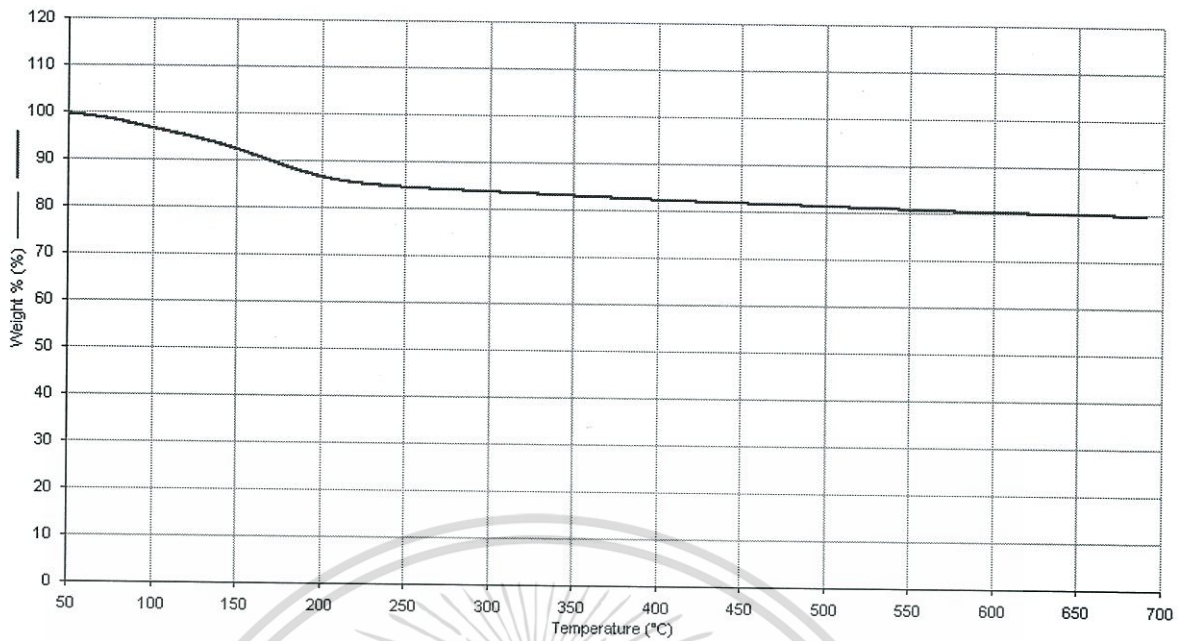


FIGURE D.7: TGA Profiles for ZK20M10-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 6 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

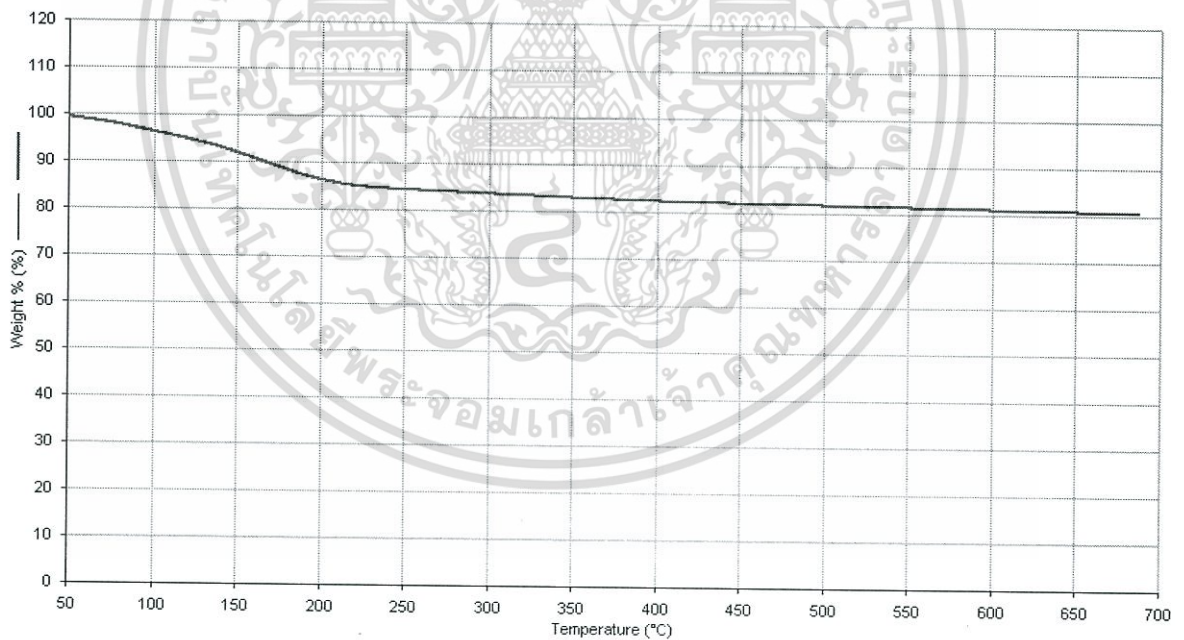


FIGURE D.8: TGA Profiles for ZK20B10-1 pellet was calcined at 600 °C for 3 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 3 M NaOH solution at 50 °C with time of immersion at 6 h and treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

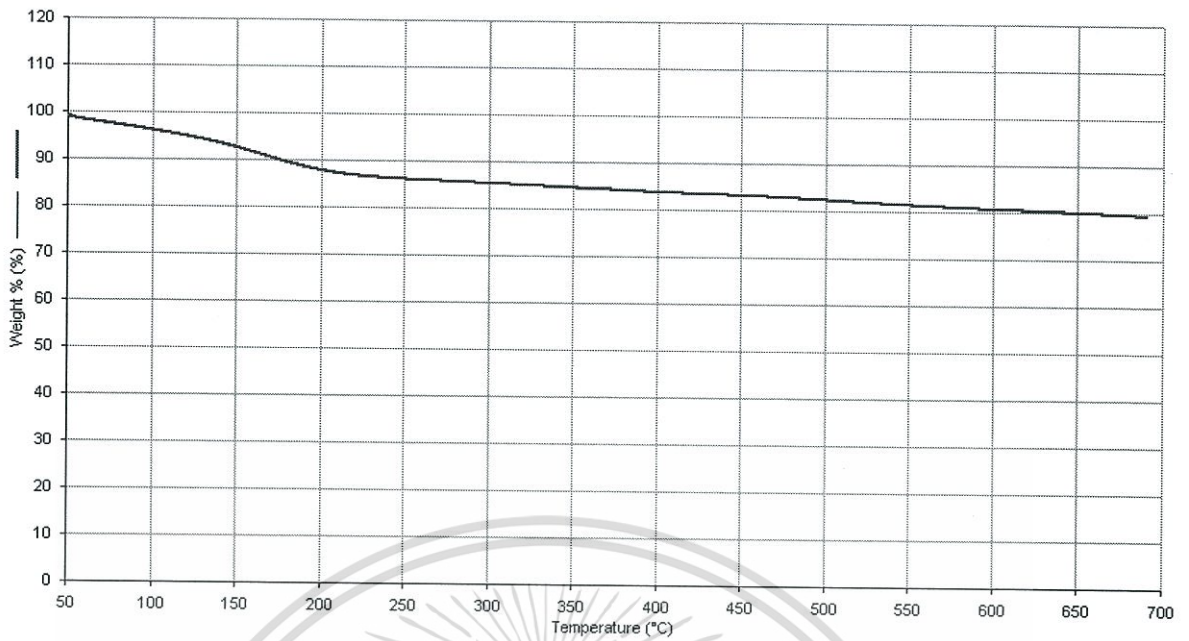


FIGURE D.9: TGA Profiles for ZK20F10-2 pellet was calcined at 400 °C for 2 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 2 M NaOH solution with time of immersion at 2 h, treated by hydrothermal treatment at 90 °C for 5 h, washed and dried at 105 °C for 12 h

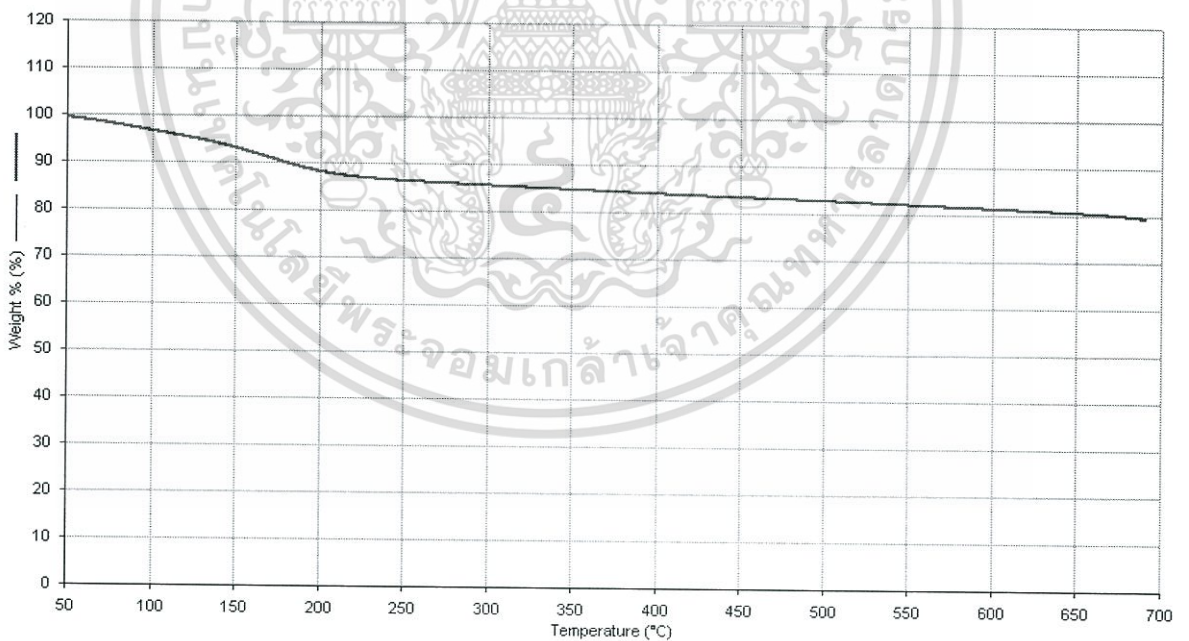


FIGURE D.10: TGA Profiles for ZK10F20-2 pellet was calcined at 400 °C for 2 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 2 M NaOH solution with time of immersion at 2 h, treated by hydrothermal treatment at 90 °C for 5 h, washed and dried at 105 °C for 12 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

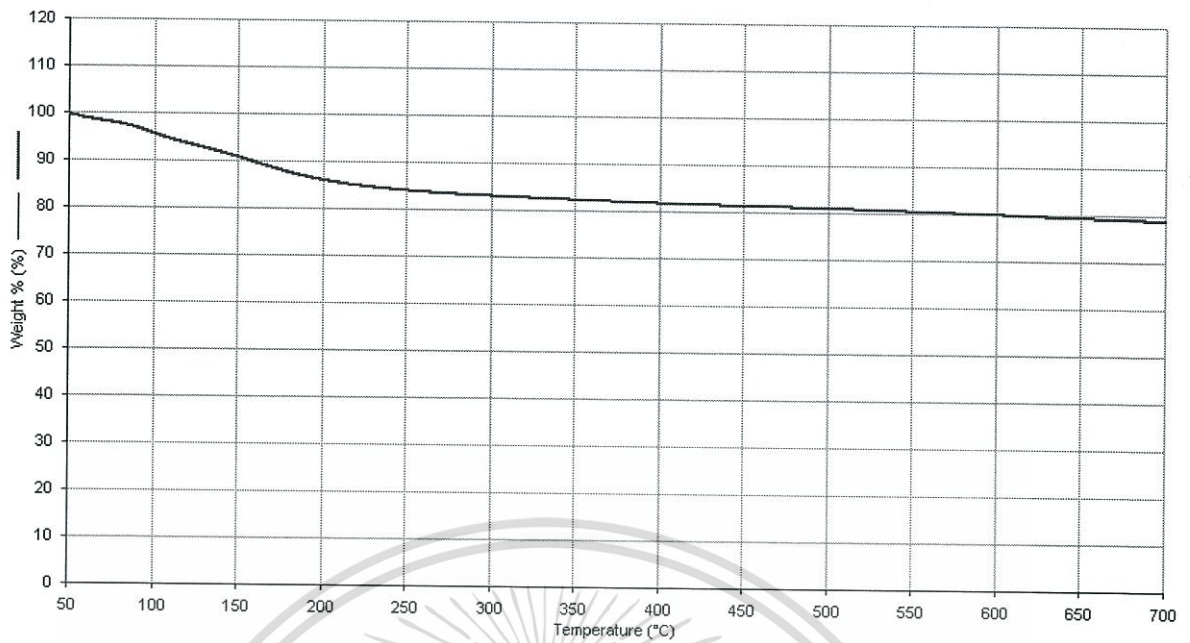


FIGURE D.11: TGA Profiles for ZK20M10-3 pellet was calcined at 600 °C for 1 h with heating rate of 5 °C/min, immersed in 5 M NaOH solution at 100 °C with time of immersion at 2 h, treated by hydrothermal treatment at 100 °C for 10 h and dried overnight at 120 °C

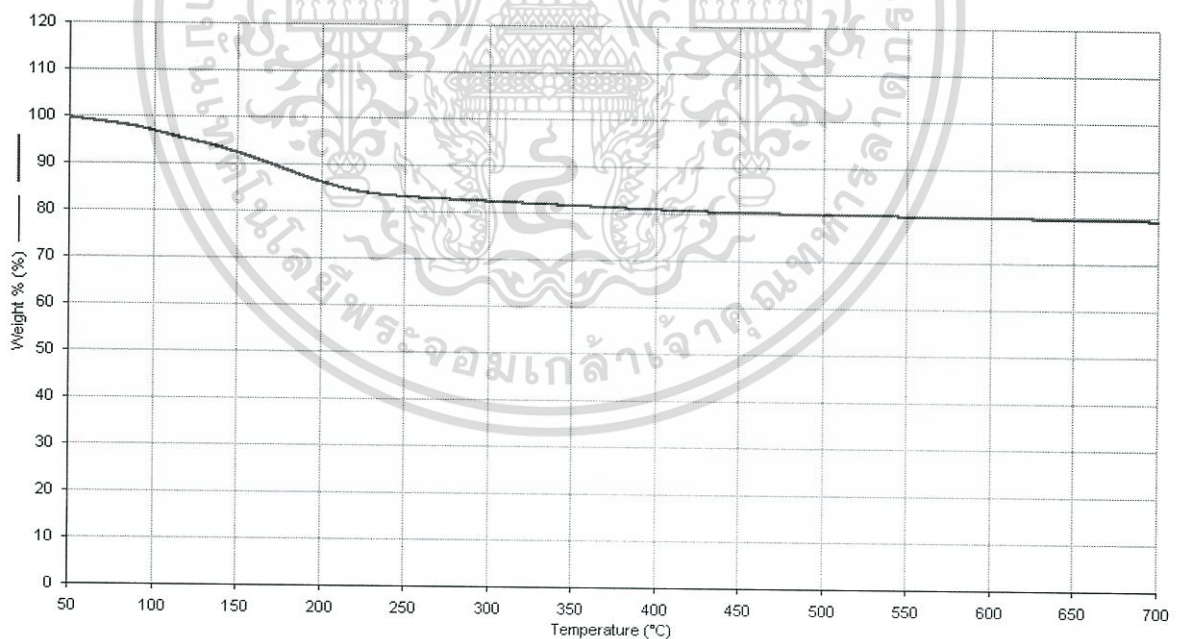


FIGURE D.12: TGA Profiles for ZK20B10-4 pellet was calcined at 600 °C for 2 h with heating rate of 2 °C/min, immersed in 2 M NaOH solution at 70 °C with time of immersion at 24 h and treated by hydrothermal treatment at 80 °C for 24 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Appendix E: Water adsorption of raw materials and pellets by TPD Results

TPD conditions for this study were injection temperature at 180 °C, oven temperature at 150 °C and detector temperature 200 °C

- Water adsorption of pellets

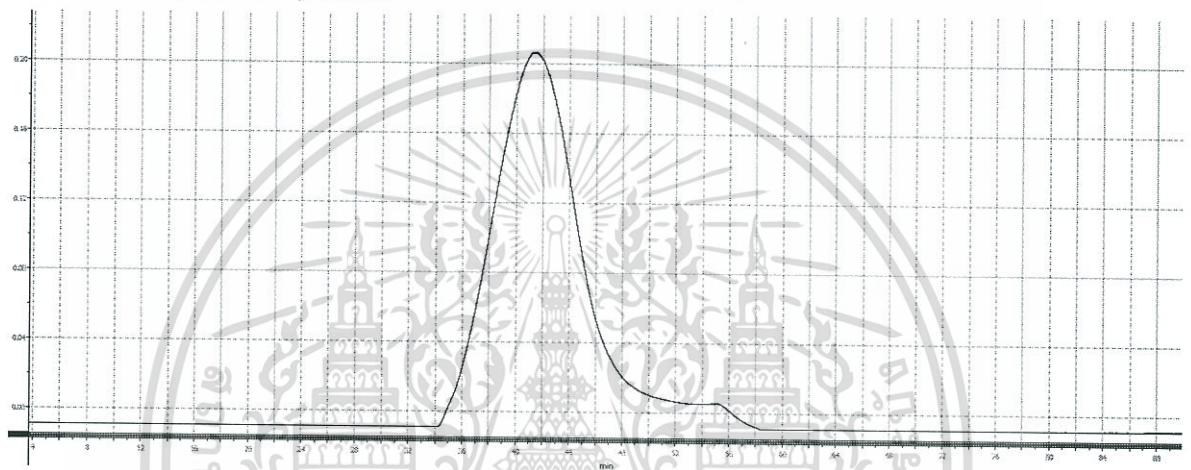


Figure E.1: TPD Profiles for ZK30-1 pellet was dried at 300 °C for 3 h

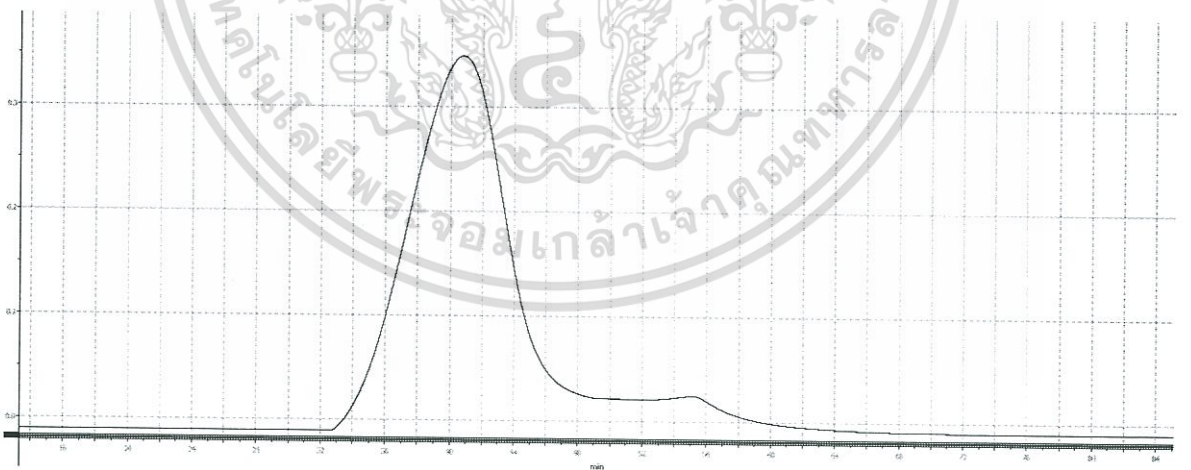


Figure E.2: TPD Profiles for ZK20F10-1 pellet was dried at 300 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

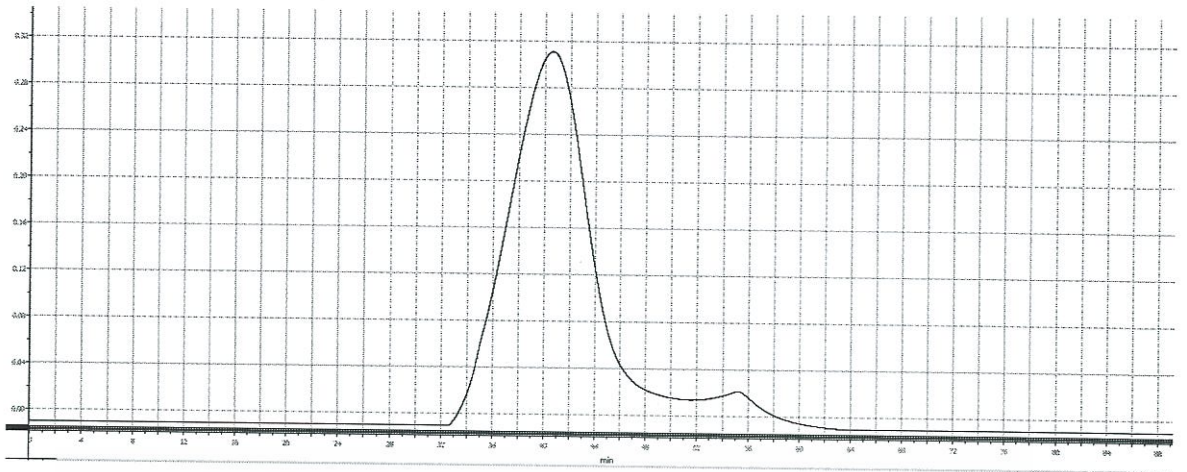


Figure E.3: TPD Profiles for ZK10F20-1 pellet was dried at 300 °C for 3 h

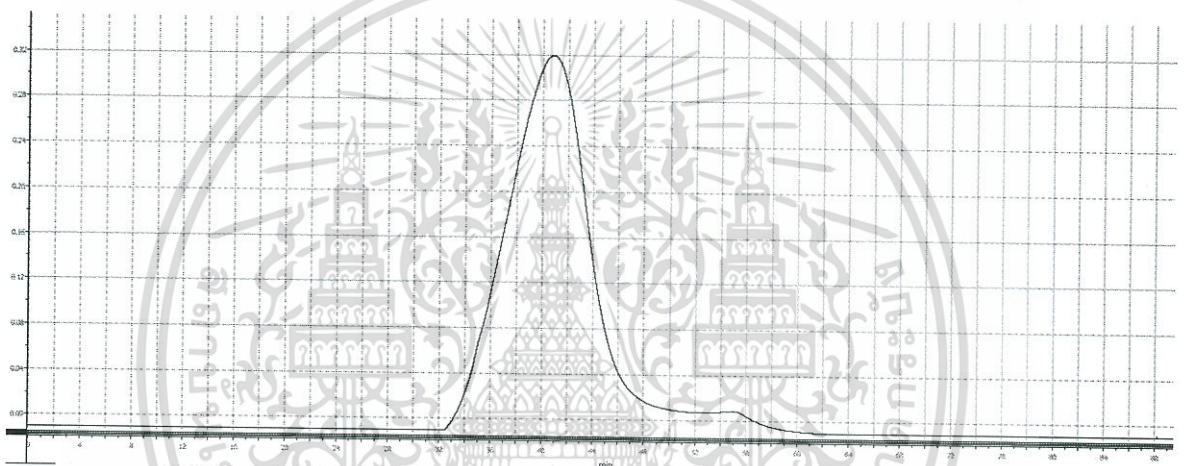


Figure E.4: TPD Profiles for ZK20M10-1 pellet was dried at 300 °C for 3 h

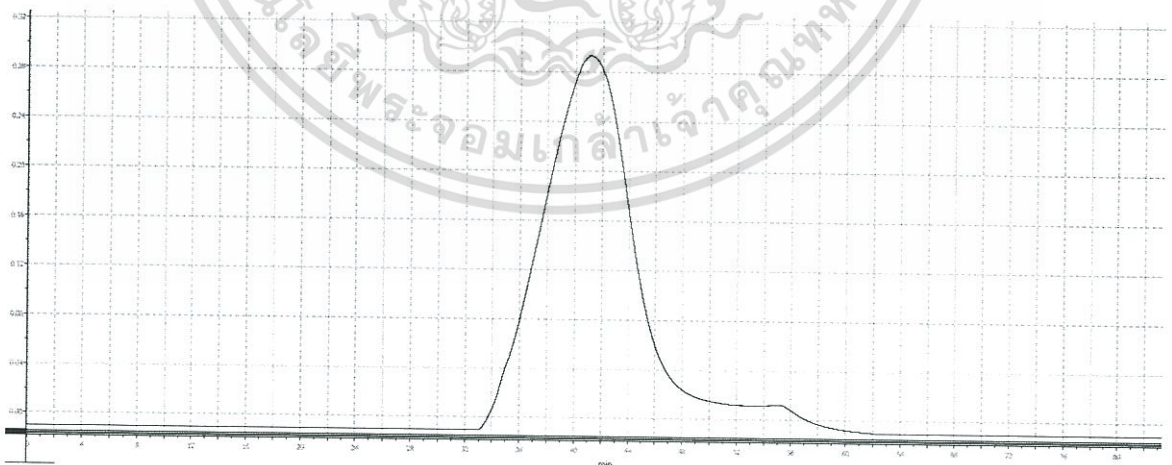


Figure E.5: TPD Profiles for ZK20B10-1 pellet was dried at 300 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

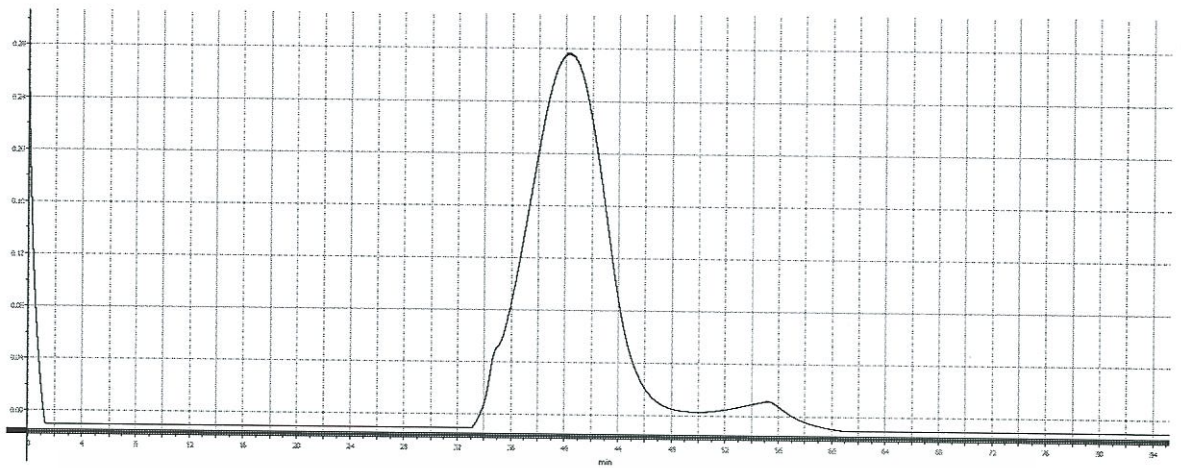


Figure E.6: TPD Profiles for ZK20F10-2 pellet was dried at 300 °C for 3 h

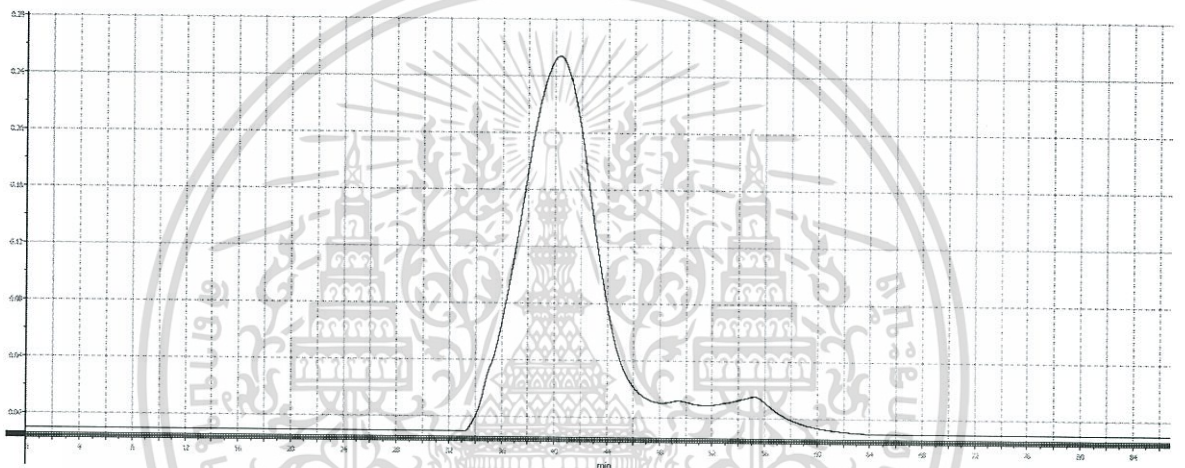


Figure E.7: TPD Profiles for ZK10F20-2 pellet was dried at 300 °C for 3 h

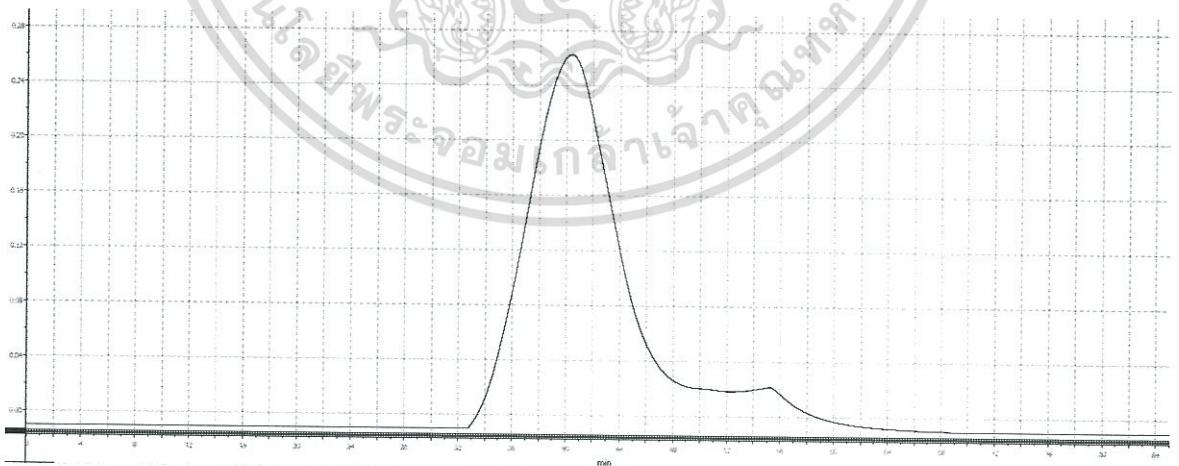


Figure E.8: TPD Profiles for ZK20M10-3 pellet was dried at 300 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

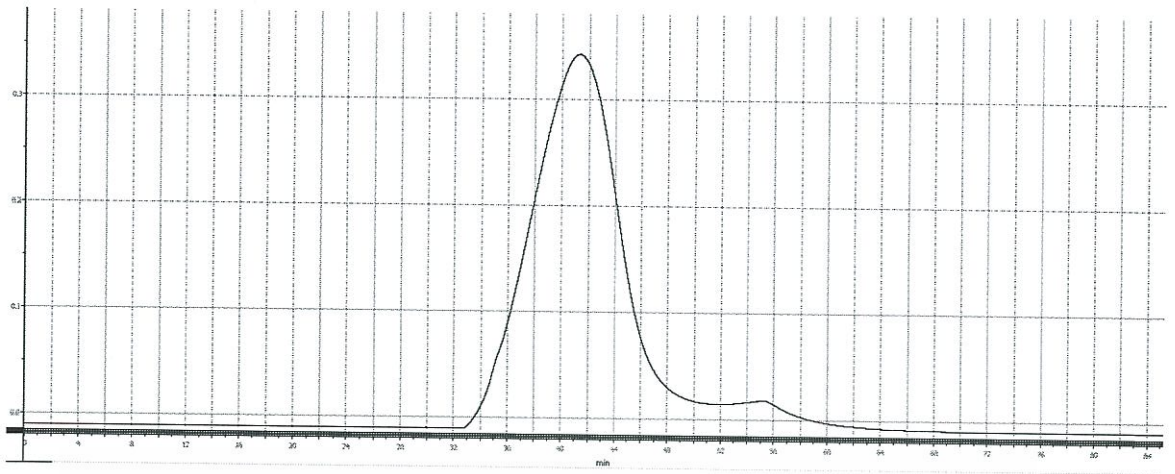


Figure E.9: TPD Profiles for ZK20B10-4 pellet was dried at 300 °C for 3 h

- Water adsorption of raw materials

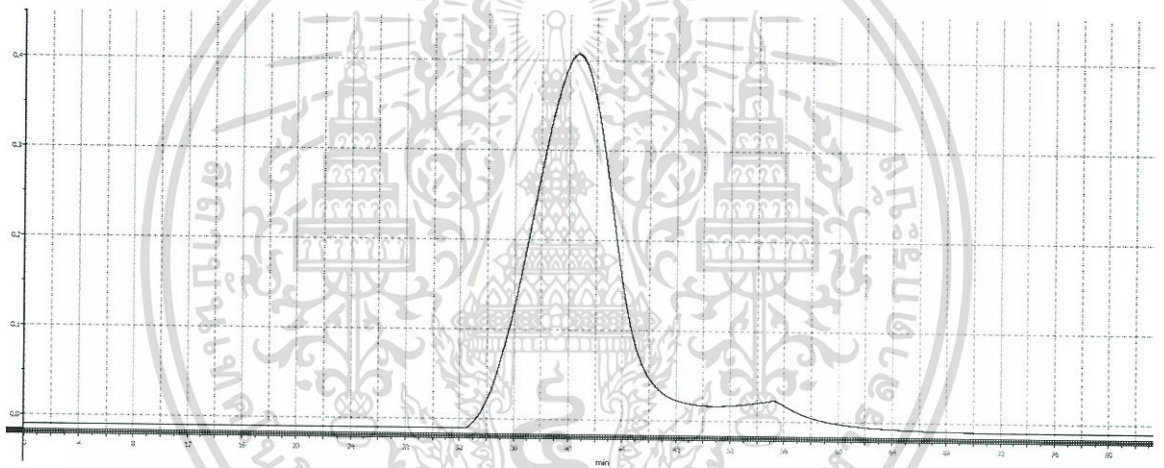


Figure E.10: TPD Profiles for zeolite A was dried at 300 °C for 3 h

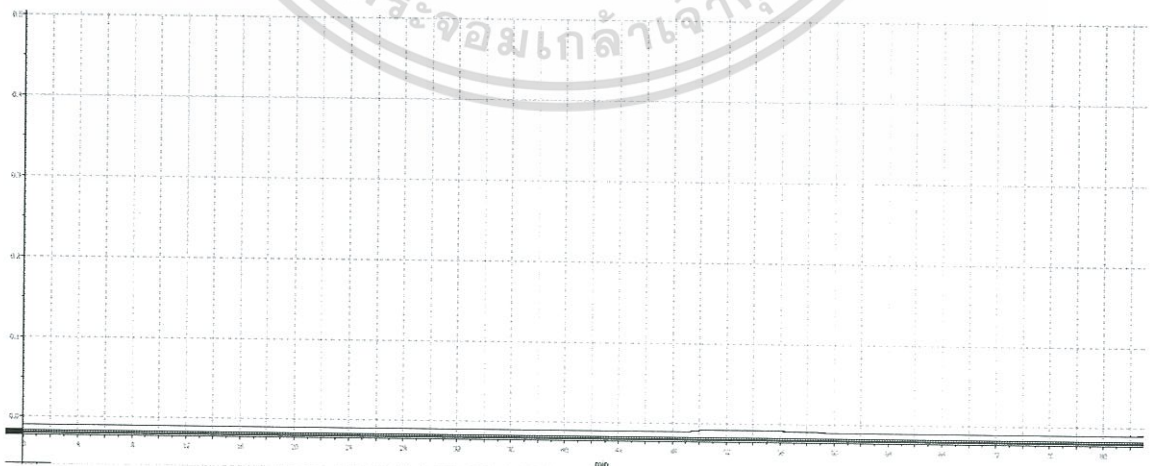


Figure E.11: TPD Profiles for kaolin was dried at 300 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

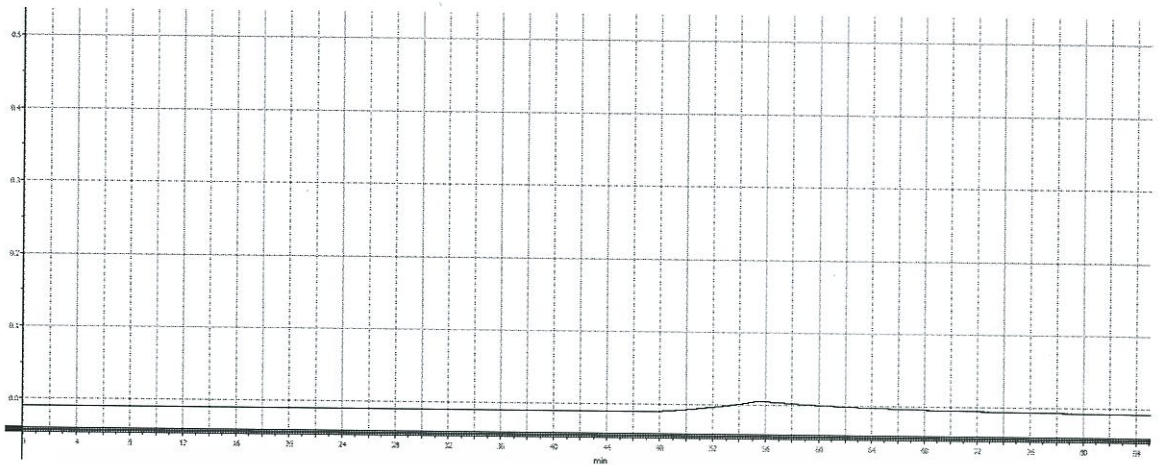


Figure E.12: TPD Profiles for fly ash was dried at 300 °C for 3 h

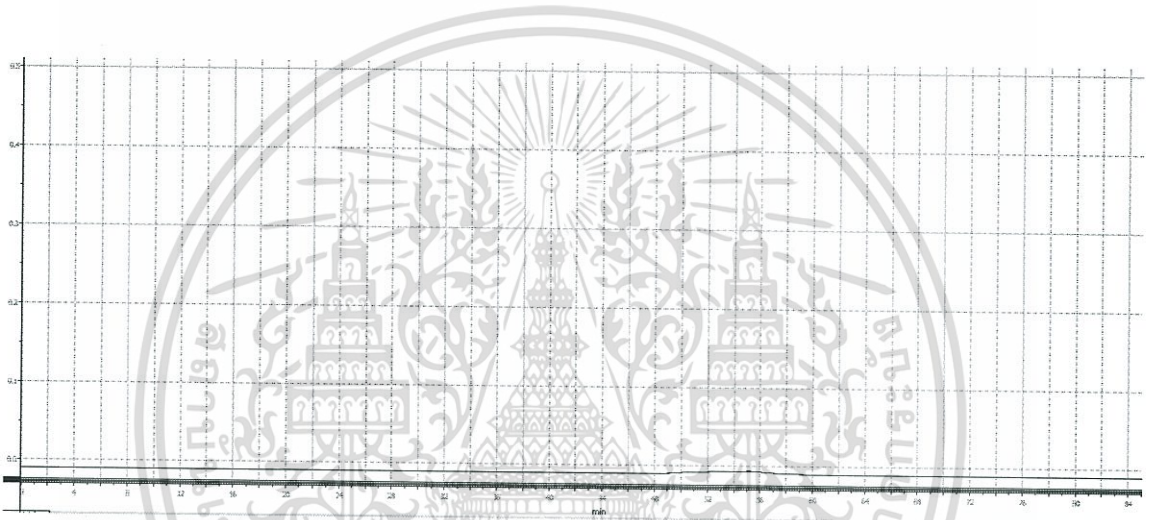


Figure E.13: TPD Profiles for montmorillonite was dried at 300 °C for 3 h

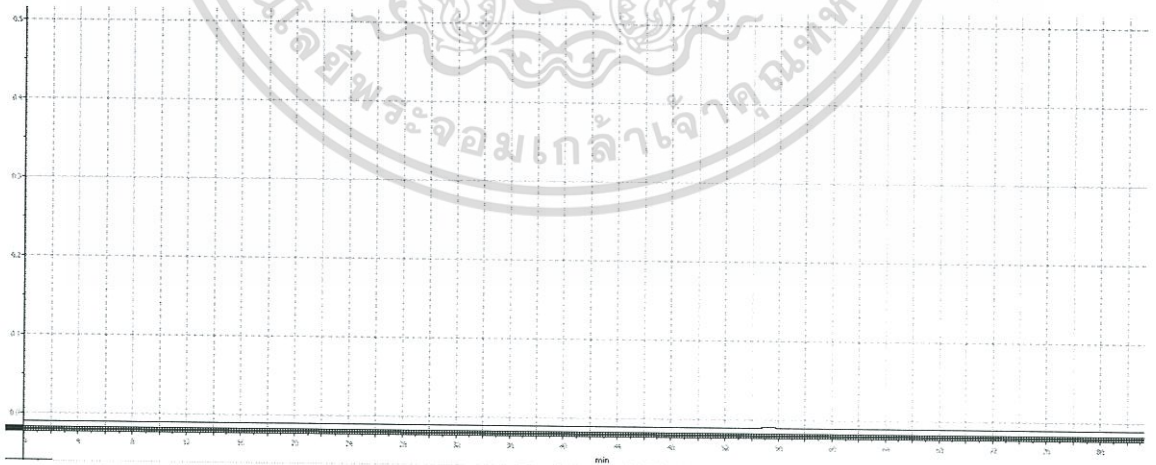


Figure E.14: TPD Profiles for ball clay was dried at 300 °C for 3 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้