

# สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์  
ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด FAU และ EMT



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

นพ.

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

ก ๕๕๒ ก

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

๒๕๓๑

พ.ศ. ๒๕๓๑

เลขหมู่.....

เลขทะเบียน.....32025

วัน, เดือน, ปี...๕...๑๙๗๕

ฉบับนี้จัดทำขึ้นไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
หากมีให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Study on the Influence of Organic and Inorganic Templates  
for the Synthesis of Zeolite Type FAU and EMT



Miss Kate-Natee Noipin

Mr.Prasert Suesatayasilp

Mr.Parinya Wanwanichai

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of

Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut 's Institute of Technology Ladkrabang

1996

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

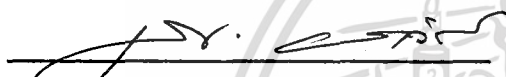
หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์  
ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ชนิด FAU และ EMT

นักศึกษา นางสาวเกศนที น้อยปิ่น  
นายประเสริฐ ชื่อสัตยาศิลป์  
นายปริญญา วรรณวานิชชัย

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครวัฒน์  
ดร. ตะวัน สุขน้อย

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้โครงการพิเศษฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

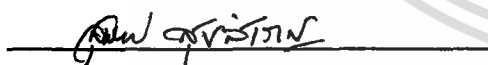
  
( ผศ.ดร.นงนุช มาตราอนุวัฒน์ )

หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ

  
( ผศ.ดร.ศักดา ไตรศักดิ์ )

ประธานกรรมการ

  
( ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ )

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ชนิด FAU และ EMT
นักศึกษา	นางสาวเกศนที น้อยปิ่น นายประเสริฐ ชี้อัสตยาศิลป์ นายปริญญา วรรณวานิชชัย
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครวัฒน์ ดร. ตะวัน สุขน้อย
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	2539

### บทคัดย่อ

การวิจัยนี้เป็นการศึกษาอิทธิพลของสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์และอนินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ที่มีโครงสร้างแบบ EMT และ FAU โดยใช้ 18-คราวน์-6 15-คราวน์-5 เตตระเอทิลลิ้นไกลคอล และไดคลอโรอีเทน เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ส่วนสารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ทั้งสองได้แก่ โซเดียมไอออน และซีเซียมไอออน จากการวิจัยพบว่าซีโอไลท์ไม่สามารถถูกสังเคราะห์ได้เมื่อใช้ซีเซียมไอออน เตตระเอทิลลิ้นไกลคอลและไดคลอโรอีเทนเป็นสารประกอบเทมเพลตในการสังเคราะห์ การศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วในการเกิดผลึกของซีโอไลท์ทั้งสองทำได้โดยการใช้ 15-คราวน์-5 และโซเดียมไอออนเป็นสารประกอบเทมเพลต พบว่าได้เป็นซีโอไลท์ชนิด Chabazite (CHA) เกิดขึ้น จึงทำการวิจัยเพื่อหาสาเหตุการเกิดซีโอไลท์ CHA โดยไม่ใช้เทมเพลตอินทรีย์ในการสังเคราะห์ และ ใช้โซเดียมอลูมิเนียมแทนอลูมิเนียมเอทอกไซด์ พบว่าสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ไม่มีส่วนร่วมในการเกิด CHA

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทำการตรวจสอบสมบัติด้วยเครื่อง X-ray Powder Diffraction (XRD) เครื่อง X-ray Fluorescence (XRF) เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และเครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) จากการศึกษาพบว่า สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์และอนินทรีย์มีอิทธิพลอย่างมากในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ โดยเทมเพลตเป็นสารเหนี่ยวนำการเกิดนิวเคลียสและการเกิดผลึกของซีโอไลท์ ดังนั้นโครงสร้างของซีโอไลท์ชนิดต่าง ๆ สามารถเกิดจากการสังเคราะห์ซีโอไลท์ที่มีองค์ประกอบเจลที่เหมือนกัน แต่ใช้เทมเพลตและระยะเวลาที่ใช้ในการการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเทมเพลตมีอิทธิพลอย่างมากในการกำหนดโครงสร้างซีโอไลท์ นอกจากนั้นระยะเวลาในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ขึ้นกับอัตราเร็วในการเกิดผลึก และโครงสร้างของซีโอไลท์ที่ต้องการสามารถเกิดขึ้นได้ในระยะเวลาการตกผลึกที่เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงแก้ไข และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Special Project Title** Study on the Influence of Organic and Inorganic  
Templates for the Synthesis of Zeolite Type FAU  
and EMT

**Name** Miss Kate-Natee Noipin  
Mr.Prasert Suesatayasilp  
Mr.Parinya Wanwanichai

**Special Project Advisor** Asst.Prof.Dr.Theerawat Mongkolausawarat  
Dr.Tawan Sooknoi

**Department** Chemistry

**Academic Year** 1996

### Abstract

Influence of organic and inorganic templates on the synthesis of zeolite EMT and FAU catalyst are investigated. 18-Crown-6, 15-crown-5, tetraethylene glycol and 1,2-dichloroethane are used as organic templates while  $\text{Na}^+$  and  $\text{Cs}^+$  are used as inorganic templates. It is found that  $\text{Cs}^+$ , tetraethylene glycol, and dichloroethane can not be used as templates for the synthesis of zeolite EMT and FAU.

Study on the influence of rate of crystallization for the synthesis of zeolite shows that zeolite EMT can be formed from its parent gel mixture but zeolite CHA is formed from FAU gel mixture. Consequently, factors influencing on CHA crystallization is investigated by using sodium aluminate as source of alumina.

Crystalline materials from the synthesis are characterized by X-ray powder diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF), Scanning electron microscope (SEM) and Thermal gravimetric analysis (TGA). It is found that organic and inorganic templates are very important for the synthesis of zeolite. The presence of both templates induces nucleation and crystallization. Accordingly, various types of zeolite structures can be formed from the same gel composition, providing that templates and crystallization condition are varied. This leads to the conclusion that organic template plays a structure directing role in synthesis of zeolites. In addition, crystallization time depends largely on rate of crystallization and a certain zeolite structure can be formed within a proper period of crystallization time.

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคคลหลายฝ่ายที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อความสมบูรณ์ของโครงการพิเศษนี้ ทางผู้จัดทำโครงการพิเศษนี้จึงขอขอบพระคุณผู้ให้ความช่วยเหลือ ดังมีรายนามต่อไปนี้

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลัศวรัตน์ ที่ช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการทำโครงการพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบคุณ ดร.ตะวัน สุชน้อย ที่ให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาเป็นอย่างดีในการทำโครงการพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบคุณ ดร.อัญชลีพร วาริตสวัสดิ์ ที่เอื้อเฟื้อข้อมูลที่เป็นประโยชน์ในการทำโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณ คุณสมศักดิ์ แสงศิลา และ เจ้าหน้าที่ฝ่ายหินและแร่ กองวิเคราะห์กรมทรัพยากรธรณี ที่ให้ความเอื้อเฟื้อและความสะดวกในการใช้เครื่อง X-ray Fluorescence

ขอขอบคุณ ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่กรุณาเอื้อเฟื้อและอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope

ขอขอบคุณทุก ๆ คนที่เกี่ยวข้อง ที่ให้ความช่วยเหลือสนับสนุนและเป็นกำลังใจจนสำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี

นางสาวเกศนที น้อยปิ่น  
นายประเสริฐ ชื่อสัตยาศิลป์  
นายปริญญา วรรณวานิชชัย

7 มีนาคม 2540

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	3
โครงสร้างของซีโอไลต์	3
-โครงสร้างปฐมภูมิ ( Primary Buiding Unit )	3
-โครงสร้างทุติยภูมิ ( Secondary Building Units )	4
-โครงสร้างตติยภูมิ ( Tertiary Building Units or Polyhedra )	4
-โครงสร้างหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ ( Unit Cells )	4
ชนิดของซีโอไลต์	6
การสังเคราะห์ซีโอไลต์ ( Zeolite Synthesis )	8
-อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินา ( Silica/Alumina Ratio )	8
-ความเป็นด่าง	9
-อุณหภูมิและความดัน	10
-ระยะเวลาของการเกิดผลึก	12
-สารประกอบเทมเพลต ( Template Compound )	13
สมบัติของซีโอไลต์	17
ประโยชน์และการประยุกต์ใช้งานซีโอไลต์	17
-การใช้ซีโอไลต์สำหรับตัวแลกเปลี่ยนไอออน ( Ion Exchanger )	17
-การใช้เป็นตัวดูดซับ ( Adsorbent )	17
-การใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ( Catalysts )	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ซีโอไลท์ชนิด FAU และ EMT	20
-โครงสร้างของซีโอไลท์ FAU และ EMT	20
-อัตราส่วนของซิลิกอนต่ออลูมิเนียมของซีโอไลท์ FAU และ EMT	21
-ความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นต่าง อัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียม และ ระยะเวลาในการตกผลึกของซีโอไลท์ FAU และ EMT	22
-สารประกอบเทมเพลตสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU และ EMT	23
ซีโอไลท์ชนิด CHABAZITE	24
-การเตรียมซีโอไลท์ชนิด Chabazite	24
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัยและผลการวิจัย	26
3.1 สารเคมี	26
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	27
3.3 ขั้นตอนการวิจัย	28
3.3.1 การศึกษาอิทธิพลของสารอนินทรีย์ ( Inorganic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ( Zeolite Catalyst )	28
3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์ (Organic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ( Zeolite Catalyst )	28
3.3.3 การศึกษาอัตราเร็วของการเกิดผลึก ( Rate of Crystallization ) ของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ชนิด FAU และ EMT	28
3.3.4 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ชนิด Chabazite	29
3.3.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของ ซีโอไลท์ ที่สังเคราะห์ได้	29
3.4 วิธีการวิจัย	
3.4.1 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอนินทรีย์ ( Inorganic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ( Zeolite Catalyst )	30
3.4.2 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์ (Organic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ (Zeolite Catalyst)	32
3.4.3 การศึกษาอัตราเร็วของการเกิดผลึก (Rate of Crystallization) ของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ชนิด FAU และ EMT	33
3.4.4 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ชนิด Chabazite	34
3.4.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของ ซีโอไลท์ ที่สังเคราะห์ได้	36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ผลการวิจัยและสังเคราะห์	37
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	39
ภาคผนวก ก ผลการวิจัยด้วยเครื่อง X-ray Powder Diffraction ( XRD )	46
ภาคผนวก ข ผลการวิจัยด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope ( SEM )	59
ภาคผนวก ค ผลการวิจัยด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence ( XRF )	65
ภาคผนวก ง ผลการวิจัยด้วยเครื่อง Thermal Gravimetric Analysis ( TGA )	68
ภาคผนวก จ ขั้นตอนการคำนวณ	80
ภาคผนวก ฉ วิธีใช้ภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน	91
เอกสารอ้างอิง	93
บรรณานุกรม	94



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
<u>ตารางที่ 2.1</u> แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิ แบบวงออกซิเจนเดี่ยว (Dyer, A.,1988)	6
<u>ตารางที่ 2.2</u> แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิ แบบวงออกซิเจนคู่ (Dyer, A.,1988)	7
<u>ตารางที่ 2.3</u> แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิ แบบ 4-1 (Dyer, A.,1988)	7
<u>ตารางที่ 2.4</u> แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิ แบบ 5-1 (Dyer, A.,1988)	7
<u>ตารางที่ 2.5</u> แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิ แบบ 4-4-1 (Dyer, A.,1988)	8
<u>ตารางที่ 2.6</u> ระบบของไอออนบวกสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลท์	14
<u>ตารางที่ 2.7</u> แสดงความสัมพันธ์ระหว่างไอออนบวกที่ใช้ในการสังเคราะห์กับโครงสร้าง ของซีโอไลท์ (Flanigen. <i>et al.</i> , 1971)	15
<u>ตารางที่ 2.8</u> แสดงไอออนบวกที่มีความจำเพาะเจาะจงกับโครงสร้างทุติยภูมิของซีโอไลท์	15
<u>ตารางที่ 2.9</u> แสดงองค์ประกอบเจลของการสังเคราะห์ซีโอไลท์ CHA	15
<u>ตารางที่ 3.1</u> แสดงผลการวิจัยการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์	38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรรมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1a แสดงโครงสร้างของโครงสร้างปฐมภูมิ ( Primary Building Unit )	4
รูปที่ 2.1b แสดงโครงสร้างทุติยภูมิ ( Secondary Building Units )	4
รูปที่ 2.1c แสดงโครงสร้างตติยภูมิ ( Polyhedra )	4
รูปที่ 2.1d แสดงโครงสร้างหน่วยเซลล์ ( Unit cells )	4
รูปที่ 2.2 แสดงลำดับการเกิดโครงสร้างของซีโอไลต์ ( D.E.W. Vaughan, 1988 )	5
รูปที่ 2.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของความเป็นต่าง และอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ( ตะวัน สุขน้อย, 2539 )	9
รูปที่ 2.4 กราฟแสดงระยะเวลาการตกผลึกและปริมาณการตกผลึกโดยอาศัยการดูดซับก๊าซไนโตรเจนของซีโอไลต์เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่สภาวะความเป็นต่างต่าง ๆ กัน (Dyer, A., 1988)	10
รูปที่ 2.5 แสดงความสัมพันธ์ของปริมาณต่าง, อลูมินาและซิลิกาในรูปของเจลกับอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ (Dyer, A., 1988)	11
รูปที่ 2.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของการโตขึ้นของผลึกกับเวลาในการสังเคราะห์เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์แตกต่างกัน (Kacirec. et al., 1976)	11
รูปที่ 2.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณและชนิดของซีโอไลต์กับระยะเวลาในการเกิดผลึกของซีโอไลต์ที่เปลี่ยนแปลงไป (Vaughan, 1988)	12
รูปที่ 2.8 กราฟแสดงอัตราการเกิดผลึกเมื่อเวลาผ่านไป โดย (1) ไม่มีการ Aging (2) และ (3) มีการ Aging 1 และ 2 วันตามลำดับ (Zhdanov. et al., 1973)	13
รูปที่ 2.9 แสดงการจัดเรียงตัวของ TPA ในการโครงสร้างของ ZSM-5 (Dyer, A., 1988)	16
รูปที่ 2.10 แสดงซีโอไลต์ที่มี Acid site	18
รูปที่ 2.11 แสดงซีโอไลต์ที่มี Basic site	18
รูปที่ 2.12 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์FAUและEMT (Anderson. et al., 1991)	20
รูปที่ 2.13 แสดงโครงสร้าง Type II-26-hedron (Dyer, A., 1988)	20
รูปที่ 2.14 แสดงการจัดเรียงตัวของซีโอไลต์FAUและEMT (Feijen. et al., 1994)	21
รูปที่ 2.15 แสดงอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาที่ตำแหน่งต่าง ๆ ในผลึกของซีโอไลต์EMT (Delprato. et al., 1990)	22
รูปที่ 2.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นต่าง อัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมและระยะเวลาในการตกผลึก (Delprato, et al., 1990)	23
รูปที่ 2.17 แสดงสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์EMTและFAUตามลำดับ	23
รูปที่ 2.18 แสดงการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่าง Crown ether และไอออนบวก	24

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
<u>รูปที่ 2.19</u> แสดงโครงสร้างของ Chabazite	24
<u>รูปที่ 2.20</u> แสดงสารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ Chabazite	25
<u>รูปที่ 4.1</u> แสดงการจัดเรียงตัวของควรวนอีเทอร์ในโครงสร้างของซีโอไลท์ EMT (Delprato. <i>et al.</i> , 1990)	39
<u>รูปที่ 4.2</u> แสดงการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ 15-ควรวน-5 กับ โซเดียมไอออน และเตตระเอทิลลีน ไกลคอลกับโซเดียมไอออน	40
<u>รูปที่ 4.3</u> แสดงปฏิกิริยาการเกิด 15-ควรวน-5 จากเตตระเอทิลลีน ไกลคอล และ ไดคลอโรอีเทน	40
<u>รูปที่ 4.4</u> แสดงช่วงเวลาเหนี่ยวนำ(induction period) การเกิดผลึก ของซีโอไลท์ FAU และ EMT	42
<u>รูปที่ 4.5</u> แสดงซิลิกาอุลุมินาเจลที่ล้อมรอบ 15-ควรวน-5 เมื่อลดอุณหภูมิและแสดงการละลาย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ	44



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

ในปัจจุบันซีโอไลต์มีบทบาทสำคัญอย่างมากต่ออุตสาหกรรมปิโตรเคมี เนื่องจากความเป็นรูพรุนที่มีขนาดเล็ก ( Microporous ) ใกล้เคียงกับขนาดระดับโมเลกุล และ ความเป็นผลึกของโครงสร้าง ประโยชน์ที่ได้จากการใช้รูปร่างเรขาคณิตของโมเลกุลซีโอไลต์ในกระบวนการต่างๆ เช่น การทำการแตกสลายของน้ำมัน (Oil Cracking) การบำบัดขยะนิวเคลียร์ การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในปฏิกิริยาเคมีต่างๆ การแยกสารต่างๆ ออกจากกันอย่างมีประสิทธิภาพ เป็นต้น ยุคแรกซีโอไลต์ ได้จากการขุดพบในธรรมชาติ ซึ่งมีคุณสมบัติไม่เพียงพอที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรม เนื่องจากโครงสร้างผลึกซีโอไลต์ที่ได้ไม่บริสุทธิ์ ด้วยเหตุนี้จึงได้มีการทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ขึ้น โดยจำลองสภาวะแวดล้อม ให้มีลักษณะคล้ายกับสภาวะธรรมชาติที่เหมาะสมในการเกิดซีโอไลต์ กล่าวคือ มีความดันสูง และการควบคุมอุณหภูมิที่เหมาะสม รวมไปถึงอัตราส่วนของซิลิกาต่ออลูมินา และสารประกอบอื่นๆที่จำเป็นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง และสามารถนำมาประยุกต์ใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ มากมาย

ชนิดของซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับโครงสร้างของผลึก โครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ที่ต่างกัน เป็นผล ส่วนหนึ่งจากการใช้สารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์ในการสังเคราะห์ โดยสารประกอบดังกล่าวเป็นตัวเหนี่ยวนำให้ เกิดการเชื่อมโยงและเกิดเป็นโครงสร้างผลึก ด้วยเหตุนี้จึงได้ทำการศึกษาผลกระทบของสารประกอบเทมเพลตที่มีผลต่อซีโอไลต์ โดยศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา ซีโอไลต์ ชนิด EMT และ FAU ที่ใช้สารประกอบเทมเพลต ที่สำคัญ 2 ชนิดคือ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และสารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ นอกจากนี้ได้ศึกษาอิทธิพลของอัตราการเกิดผลึกของโครงสร้างนั้นๆ ซึ่งจะเป็นความรู้พื้นฐานที่สำคัญในการพิจารณาการใช้สารประกอบเทมเพลตในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ต่อไป

## วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของสารประกอบเทมเพลตที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ชนิด EMT และ FAU
3. เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึก ( Rate of Crystallization ) ที่มีต่อการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ชนิด EMT และ FAU

## ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

1. เป็นข้อมูลพื้นฐานที่สำคัญในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์
2. ทำให้ทราบถึงอิทธิพลของสารประกอบเทมเพลตที่มีต่อการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์
3. ทำให้ทราบถึงอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด FAU และ EMT

## ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์ ( Organic template ) และ สารประกอบอนินทรีย์ ( Inorganic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์
2. ศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด FAU และ EMT

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

ซีโอไลต์ (Zeolite) คือ สารประกอบอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างเป็นผลึกที่มีอยู่ในธรรมชาติที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์ของสารจำพวกอลูมิโนซิลิเกต (Aluminosilicate) ที่มีโครงสร้างเป็น 3 มิติเรียงตัวกันเป็นหน่วยใหญ่เรียกว่าพอลิฮีดรา (Polyhedra) ของ  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  และ  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  โดยมีการรวมพันธะ ของออกซิเจน (O) 4 อะตอม กับ ซิลิกอน (Si) หรือ อลูมิเนียม (Al) เรียกอะตอมของซิลิกอน (Si) หรือ อลูมิเนียม (Al) ว่า T-atom ซึ่งโครงสร้างโดยทั่วไปจะมีโครงสร้างแบบเปิดประกอบด้วยโพรง (Cavities or Cage) หรือ ช่อง (Channels) ที่มีโมเลกุลของน้ำและไอออนบวกอยู่ภายใน

โดยปริมาณและตำแหน่งของน้ำในโครงสร้างซีโอไลต์ ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลัก 3 ประการ ได้แก่

1. ลักษณะโครงสร้างของโมเลกุลของซีโอไลต์
    - ขนาดของโพรง น้ำสามารถอยู่ในโพรงของซีโอไลต์ได้ในปริมาณมากเมื่อขนาดของโพรงซีโอไลต์ใหญ่
    - รูปร่างของโพรง รูปร่างที่ต่างกันทำให้มีปริมาณน้ำได้แตกต่างกันคือ ในโครงสร้างแบบ Cage มีปริมาณน้ำมากกว่าแบบ Channels
  2. ความหนาแน่นประจุของไอออนบวกที่อยู่ในโครงสร้างผลึกซีโอไลต์ โดยซีโอไลต์ที่มีไอออนบวกที่มีความหนาแน่นประจุ (Charge density) สูงจะมีการปริมาณน้ำอยู่ในโพรงซีโอไลต์มากกว่าซีโอไลต์ที่มีไอออนบวกที่มีความหนาแน่นประจุต่ำ
  3. องค์ประกอบของซีโอไลต์ (Zeolite Composition) ซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาต่ำ จะมีปริมาณน้ำในโพรงสูงกว่าซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาสูง
- สำหรับปริมาณไอออนบวกที่มีอยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์ขึ้นกับองค์ประกอบของซีโอไลต์

### โครงสร้างของซีโอไลต์

โครงสร้างของซีโอไลต์สามารถจัดตามลักษณะการเกิดได้คือ

#### 1. โครงสร้างปฐมภูมิ ( Primary Building Unit )

โครงสร้างปฐมภูมิเป็นหน่วยพื้นฐานที่สุดของซีโอไลต์ มีลักษณะเป็นโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้าของซิลิกา และ/หรือ อลูมินา โดยความยาวพันธะและมุมระหว่างพันธะของซิลิกอนในออกซิเจน และ/หรือ อลูมิเนียมกับออกซิเจน จะเป็นตัวกำหนดโครงสร้างและชนิดของซีโอไลต์ (Zeolite Structure & type) ดังรูปที่ 2.1a

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. **โครงสร้างทุติยภูมิ ( Secondary Building Units )**

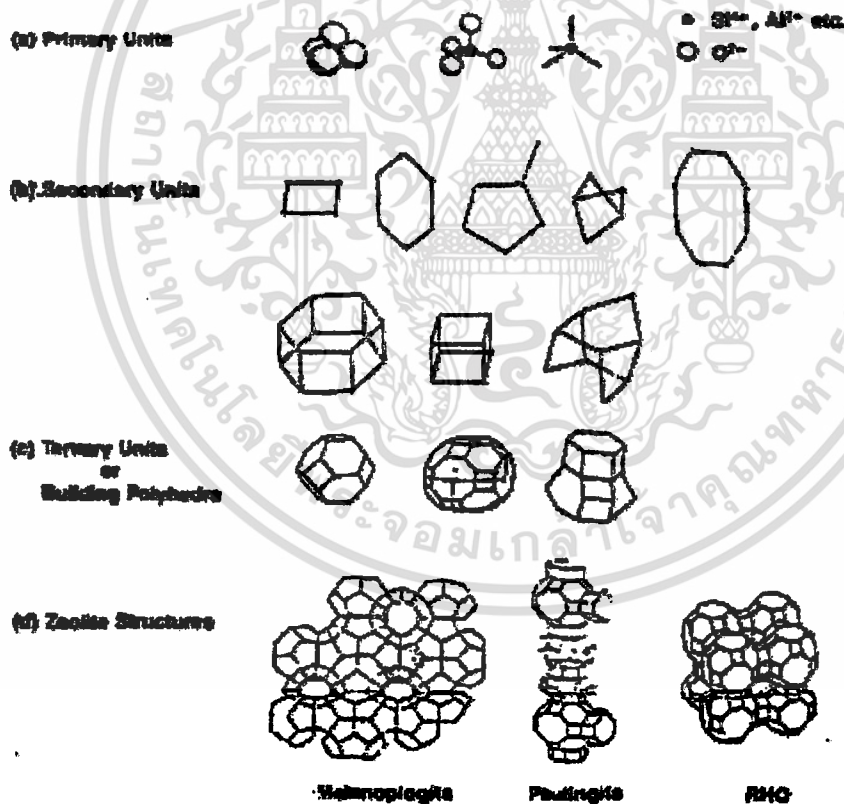
โครงสร้างทุติยภูมิเป็นโครงสร้างที่มีความซับซ้อนมากขึ้นโดยเกิดจากการต่อกันของโครงสร้างปฐมภูมิ ได้แก่ โครงสร้างแบบ S4R, S6R, S8R, D4R, D6R, Complex4-1, Complex5-1 และ Complex4-4-1 ดังรูปที่ 2.1b

3. **โครงสร้างตติยภูมิ (Polyhedra)**

โครงสร้างตติยภูมิเป็นโครงสร้างที่เกิดต่อจากโครงสร้างทุติยภูมิที่มีลักษณะเป็นโพรง (cage) เช่น Sodacage, Cancrinite ดังรูปที่ 2.1c

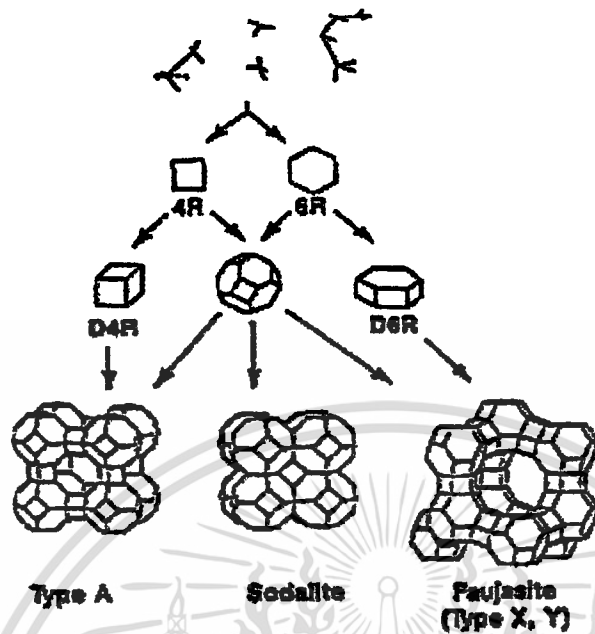
4. **โครงสร้างหน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ (Unit Cells)**

หน่วยเซลล์เป็นโครงสร้างที่มีระเบียบแบบแผนที่เกิดเป็นโครงสร้างของซีโอไลต์ ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ในการสังเคราะห์ โดยหน่วยเซลล์เกิดจากการจัดเรียงหรือประกอบกันของโครงสร้างปฐมภูมิ ทุติยภูมิ และตติยภูมิ และเมื่อหน่วยเซลล์หลาย ๆ หน่วยเซลล์มาประกอบกันเป็นผลทำให้เกิดเป็นโครงสร้างที่เป็นผลึกของซีโอไลต์ ดังรูป 2.1d



รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของ a) โครงสร้างปฐมภูมิ (Primary unit) b) โครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary building units) c) โครงสร้างตติยภูมิ (Polyhedra) และ d) หน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ (Vaughan, 1988)

การเกิดของพอลิอีตรามีหลายชนิด ฉะนั้นการเกิดหน่วยเซลล์ของซีโอไลท์ จึงสามารถเกิดได้หลายชนิดดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แสดงลำดับการเกิดโครงสร้างของซีโอไลท์ (Vaughan, 1988)

โครงสร้างของซีโอไลท์สามารถแบ่งตามลักษณะโครงสร้างได้ 2 แบบคือ

1. โครงสร้างแบบ Cage เช่น ซีโอไลท์ A , FAU EMT CHA เป็นต้น
2. โครงสร้างแบบ Channels เช่น ZSM-5 , Mordenite เป็นต้น

ขนาดของรูพรุนซีโอไลท์ จะขึ้นกับการประกอบกันของโครงสร้างทุติยภูมิและตติยภูมิ ถ้าวงสี่เหลี่ยม (S4R, D4R) และหกเหลี่ยม (S6R, D6R) มาต่อกันจะเกิดเป็นโครงสร้างแบบโพรง (Cage structure) และเป็นโพรงที่มีขนาดใหญ่ แต่ถ้าเป็นวงห้าเหลี่ยม (Complex 5-1) จะเกิดเป็นโครงสร้างแบบช่อง (Channel structure) การเป็นโครงสร้างแบบโพรง หรือโครงสร้างแบบช่องจะขึ้นกับ สัดส่วนของ ซิลิกาต่ออลูมินา (Silica/Alumina Ratio) แต่อย่างไรก็ตามผลึกซีโอไลท์สามารถเกิดขึ้นได้เมื่ออัตราส่วนของซิลิกาต่ออลูมินาต้องมากกว่าหนึ่งเสมอ เนื่องจากถ้าอลูมินามากกว่าซิลิกา จะทำให้เกิดประจุลบหรือความเค้นในโครงสร้างเกิดขึ้นในซีโอไลท์มากเกินไป เป็นผลให้ผลึกไม่เสถียร (Unstable)

## ชนิดของซีโอไลต์

ซีโอไลต์มีหลายชนิดขึ้นอยู่กับการจัดเรียงตัวของโครงสร้างทุติยภูมิและโครงสร้างตติยภูมิของโครงสร้างซีโอไลต์นั้น ๆ ดังตารางที่ 2.1 , 2.2 , 2.3 , 2.4 และ 2.5 ทั้งนี้จะมีองค์ประกอบทางเคมีที่ต่าง ๆ กัน

### ตารางที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิแบบวงออกซิเจนเดี่ยว

(Dyer, A., 1988)

Secondary building unit (sbu)	Structure type	Name	Typical unit cell content	
S4R	ANA	Analcime	$\text{Na}_{16}\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}10\text{H}_2\text{O}$	
	ANA	Wairakite	$\text{Ca}_8\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}16\text{H}_2\text{O}$	
	GIS	Gismondine	$\text{Ca}_4\text{Al}_8\text{Si}_8\text{O}_{32}16\text{H}_2\text{O}$	
	GIS	Amicite	$\text{K}_4\text{Na}_4\text{Al}_8\text{SiO}_{32}10\text{H}_2\text{O}$	
	GIS	Garronite	$\text{NaCa}_{2.5}\text{Al}_8\text{Si}_{10}\text{O}_{32}14\text{H}_2\text{O}$	
	GIS	Gobbinsit	$\text{Na}_9\text{Al}_9\text{Si}_{11}\text{O}_{32}11\text{H}_2\text{O}$	
	GIS	Zeolit NaP-1	$\text{Na}_9\text{Al}_9\text{Si}_{10}\text{O}_{32}12\text{H}_2\text{O}$	
	LAU	Laumontite	$\text{Ca}_4\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}16\text{H}_2\text{O}$	
	MER	Merltonite	$\text{K}_5\text{Ca}_2\text{Al}_9\text{Si}_{23}\text{O}_{64}24\text{H}_2\text{O}$	
	PAU	Paulingite	$(\text{K}_2,\text{Na}_2,\text{Ca},\text{Ba})_{78}\text{Al}_{182}\text{Si}_{320}\text{O}_{1344}700\text{H}_2\text{O}$	
	PHI	Phillipsite	$\text{K}_2\text{Ca}_{1.5}\text{NaAl}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32}12\text{H}_2\text{O}$	
	PHI	Harmotome	$\text{Ba}_2\text{Ca}_{0.5}\text{Al}_3\text{Si}_{11}\text{O}_{32}12\text{H}_2\text{O}$	
	YUG	Yuhawaralite	$\text{Ca}_2\text{Al}_4\text{Si}_{12}\text{O}_328\text{H}_2\text{O}$	
	S6R	CAN	Cancrinite hydrate	$\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}8\text{H}_2\text{O}$
		ERI	Erionite	$\text{Na}_2\text{K}_2\text{Mg}_{0.5}\text{Ca}_2\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}27\text{H}_2\text{O}$
		LEV	Levynite (Levyne)	$\text{NaCa}_3\text{Al}_7\text{Si}_{11}\text{O}_{36}18\text{H}_2\text{O}$
LTL		Zeolite L	$\text{K}_8\text{Na}_3\text{Al}_7\text{Si}_{11}\text{O}_{72}21\text{H}_2\text{O}$	
LOS		Zeolite Losod	$\text{Na}_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}19\text{H}_2\text{O}$	
MAZ		Mazzite (Zeolite Omega)	$\text{Mg}_2\text{K}_3\text{Ca}_{1.5}\text{Al}_{10}\text{Si}_{28}\text{O}_{72}28\text{H}_2\text{O}$	
OFF		Offretite	$\text{KCa}_2\text{Al}_5\text{Si}_{13}\text{O}_{36}15\text{H}_2\text{O}$	
SOD		Sodalite hydrate (HS)	$\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}8\text{H}_2\text{O}$	

**ตารางที่ 2.2 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เกิดจากโครงสร้างทุดิษภูมิแบบวงออกซิเจนคู่ (Dyer, A.,1988)**

Secondary building unit (sbu)	Structure type	Name	Typical unit cell content
D4R	LTA	Zeolite A	$\text{Na}_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}\cdot 27\text{H}_2\text{O}$
D6R	CHA	Chabazite	$\text{Ca}_2\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}\cdot 13\text{H}_2\text{O}$
	CHA	Wilhendersonite	$\text{K}_2\text{Ca}_2\text{Al}_9\text{Si}_9\text{O}_{24}\cdot 10\text{H}_2\text{O}$
	FAU	Faujasite	$\text{Na}_{12}\text{Ca}_{12}\text{Mg}_{11}\text{Al}_{58}\text{Si}_{134}\text{O}_{384}\cdot 235\text{H}_2\text{O}$
	FAU	Zeolite X	$\text{Na}_{88}\text{Al}_{88}\text{Si}_{104}\text{O}_{384}\cdot 220\text{H}_2\text{O}$
	GME	Gmelinite	$\text{Na}_8\text{Al}_{30}\text{Si}_{98}\text{O}_{192}\cdot 98\text{H}_2\text{O}$
	DFI	Zeolite ZK-5	$\text{Na}_{30}\text{Al}_{30}\text{Si}_{98}\text{O}_{192}\cdot 98\text{H}_2\text{O}$
	RHO	Zeolite Rho	$(\text{Na,Cs})_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{36}\text{O}_{96}\cdot 46\text{H}_2\text{O}$

**ตารางที่ 2.3 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เกิดจากโครงสร้างทุดิษภูมิแบบ 4-1 (Dyer, A.,1988)**

Secondary building unit (sbu)	Structure type	Name	Typical unit cell content
4-1	EDI	Edingtonite	$\text{Ba}_2\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{20}\cdot 8\text{H}_2\text{O}$
	NAT	Natrolite	$\text{Na}_{16}\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$
	NAT	Tetranatrolite	$\text{Na}_{16}\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$
	NAT	Paranatrolite	$\text{Na}_{16}\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$
	NAT	Mesolite	$\text{Na}_{16}\text{Ca}_{16}\text{Al}_{48}\text{Si}_{72}\text{O}_{240}\cdot 64\text{H}_2\text{O}$
	NAT	Scolecite	$\text{Ca}_8\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
	THO	Thomsonite	$\text{Na}_4\text{Ca}_8\text{Al}_{20}\text{Si}_{20}\text{O}_{80}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
	THO	Gonnardite	$\text{Na}_3\text{Ca}_2\text{Al}_9\text{Si}_{11}\text{O}_{40}\cdot 14\text{H}_2\text{O}$

**ตารางที่ 2.4 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เกิดจากโครงสร้างทุดิษภูมิแบบ 5-1 (Dyer, A.,1988)**

Secondary building unit (sbu)	Structure type	Name	Typical unit cell content
5-1	BIK	Bikitaite	$\text{Li}_2\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$
	DAC	Dachiardite	$\text{Na}_5\text{Al}_5\text{Si}_{19}\text{O}_{48}\cdot 12\text{H}_2\text{O}$
	EPI	Epistilbite	$\text{Ca}_3\text{Al}_8\text{Si}_{18}\text{O}_{48}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$
	FER	Ferrierite	$\text{NaCa}_{0.8}\text{Mg}_2\text{Al}_8\text{Si}_{30}\text{O}_{72}\cdot 20\text{H}_2\text{O}$
	MFI	Zeolite ZSM-5	$\text{Na}_n\text{Al}_n\text{Si}_{98-n}\text{O}_{192}\cdot \sim 16\text{H}_2\text{O}(n\sim 3)$
	MOR	Mordenite	$\text{Na}_8\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ที่เกิดจากโครงสร้างทุติยภูมิแบบ 4-4-1 (Dyer, A., 1988)

Secondary building unit (sbu)	Structure type	Name	Typical unit cell content
4-4-1	BRE	Brewsterite	$\text{Sr}_2\text{Al}_4\text{Si}_{12}\text{O}_{32}\cdot 10\text{H}_2\text{O}$
	HEU	Heulandite	$\text{Ca}_4\text{Al}_9\text{Si}_{28}\text{O}_{72}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
	HEU	Clinoptilolite	$\text{Na}_6\text{Al}_9\text{Si}_{30}\text{O}_{72}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$
	STI	Stilbite	$\text{Na}_2\text{Ca}_4\text{Al}_{10}\text{Si}_{26}\text{O}_{72}\cdot 34\text{H}_2\text{O}$
	STI	Stellerite	$\text{Ca}_4\text{Al}_{28}\text{O}_{72}\cdot 28\text{H}_2\text{O}$
	STI	Barreite	$\text{Na}_8\text{Al}_9\text{Si}_{28}\text{O}_{72}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$

## การสังเคราะห์ซีโอไลต์ (Zeolite Synthesis)

การสังเคราะห์ซีโอไลต์สามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้วิธีการเปลี่ยนสภาพของดิน (Clay Conversion) หรือกระบวนการย่อยสลาย (Digestion Process) และวิธีไฮโดรเจล (Hydrogel) หรือไฮโดรเจลคริสตัลไลเซชัน (Hydrogel Crystallization)

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาเกี่ยวกับ Hydrothermal Crystallization โดยใช้วิธีทำให้ซีโอไลต์อยู่ในรูปของผลสมที่เรียกว่าเจตกึ่งเสถียร (Metastable) กล่าวคือของผลสมจะต้องไม่เสถียรอยู่ในรูปของของแข็งหรืออยู่ในรูปของสารละลายอย่างใดอย่างหนึ่ง โดยสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ดังกล่าวจะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ ดังต่อไปนี้คือ

1. อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินา (Silica/Alumina Ratio)
2. ความเป็นด่าง
3. อุณหภูมิและความดัน
4. ระยะเวลาของการสังเคราะห์
5. สารประกอบเติมเฟลท

### 1. อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินา (Silica/Alumina Ratio)

อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินามีผลต่อขนาดและโครงสร้างของซีโอไลต์ กล่าวคืออัตราส่วนของซิลิกาต่ออลูมินาเป็นตัวกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์ คือ ถ้าปริมาณของอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาส่งมากจะเป็นผลให้เกิดโครงสร้างที่เป็นช่อง (Channels Structure) เช่น ZSM-5 แต่ถ้ามีปริมาณของอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาต่ำมากจะเป็นผลให้เกิดโครงสร้างแบบโพรง (Cage Structure) เช่น ซีโอไลต์เอ (Zeolite A) , ซีโอไลต์เอ็กซ์ (Zeolite X), ซีโอไลต์ FAU (Zeolite Y) เป็นต้น

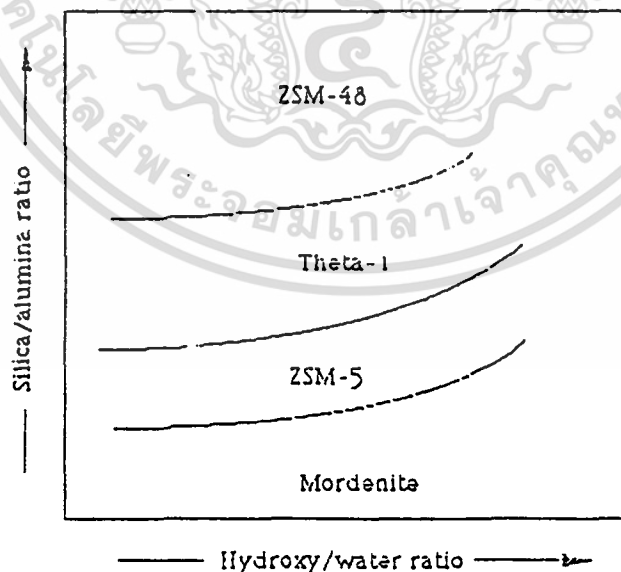
นอกจากนั้นอัตราการเกิดผลึกยังขึ้นกับอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาอีกด้วย กล่าวคือในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาของเจลด้า จะมีอัตราในการตกผลึกเร็ว เนื่องจากอลูมิเนียมในโครงสร้างเป็นทรงเหลี่ยมสี่หน้าจะแสดงประจุลบ จึงถูกเหนี่ยวนำโดยไอออนบวกที่ใช้สังเคราะห์ให้เกิดเป็นนิวเคลียส (nucleus) ของซีโอไลต์ได้ง่ายกว่าเจลที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาสูง

จากการศึกษาพบว่าเมื่ออัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาของเจลมีค่าน้อยกว่า 5 อัตราการเกิดผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาในเจลดลดลงเนื่องจากอลูมินาจะเป็นตัวเร่งการตกผลึก ขณะที่อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินามากกว่า 5 อัตราการเกิดผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาเพิ่มขึ้น เนื่องจากที่ปริมาณของซิลิกาสูง จะเกิดผลึกได้ง่ายเพราะระบบจะไม่มีกรกฎกรบกรวนด้วยสิ่งเจือปนอื่น แต่ถ้ามีปริมาณของอลูมินาเพียงเล็กน้อยอัตราการตกผลึกจะช้าลง (ตะวัน สุขน้อย , 2539)

อย่างไรก็ตามเจลที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาด้าจะมีอัตราการเกิดผลึกสูงกว่าเจลที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาด้าเสมอ

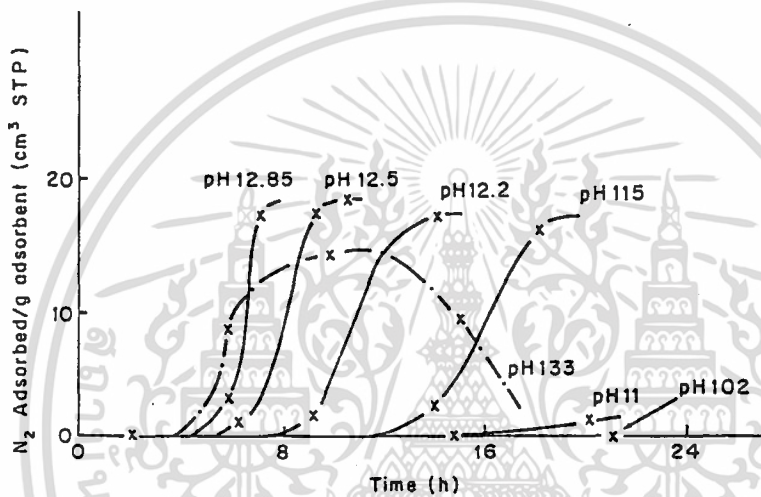
## 2. ความเป็นต่าง

การเพิ่มของปริมาณความเป็นต่างมีผลทำให้สังเคราะห์ได้ซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาน้อยลง เนื่องจากซิลิกาละลายในเบสได้ดีกว่าอลูมินา ดังนั้นจะมีซิลิกาอยู่ในสารละลายมากและทำให้อลูมินาสามารถตกผลึกลงมาก่อน ดังรูปที่ 2.3 เห็นได้ว่าปริมาณของเบสที่เพิ่มขึ้นทำให้ได้ผลึกซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาด้าลง (อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาเรียงลำดับจากน้อยไปมากดังนี้คือ mordenite, ZSM-5, Theta-1, ZSM-48



รูปที่ 2.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของความเป็นต่าง และอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ (ตะวัน สุขน้อย, 2539)

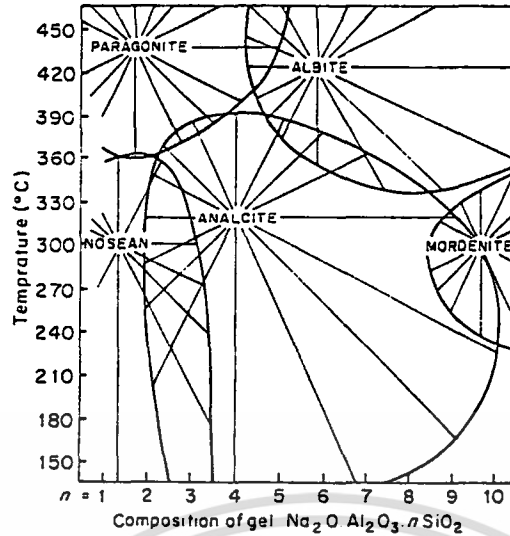
นอกจากนี้ ความเป็นต่างยังมีผลขนาดของผลึกและอัตราการเกิดผลึกโดยเมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลท์ในสภาวะความเป็นต่างสูงจะมีผลให้เวลาในการตกผลึกสั้นลง เนื่องจากปริมาณความเป็นเบสที่สูงขึ้นทำให้ซิลิกาและ/หรืออลูมินาละลายเป็นสารละลายได้เร็วขึ้นเป็นผลให้สารละลายอิ่มตัวและก่อผลึกได้เร็ว แต่เนื่องจากความเป็นต่างสูงทำให้เกิดนิวเคลียสของซีโอไลท์เป็นจำนวนมากผลึกที่ได้จะมีขนาดเล็ก และเมื่อความเป็นต่างสูงถึงจุด ๆ หนึ่งจะเป็นผลในได้ปริมาณการเกิดผลึกลดต่ำลงและถ้าสูงเกินไปจะทำให้ไม่ได้ผลึกซีโอไลท์ เนื่องจากปริมาณต่างที่สูงเกินไปจะทำให้เจลของซีโอไลท์มีความเสถียรและอยู่ในสารละลายได้ดีจึงทำให้ตกผลึกได้ยากหรือไม่เกิดผลึก ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 กราฟแสดงระยะเวลาการตกผลึกและปริมาณการตกผลึกโดยอาศัยการดูดซับก๊าซไนโตรเจนของซีโอไลท์เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลท์ที่สภาวะความเป็นต่างต่าง ๆ กัน (Dyer, A., 1988)

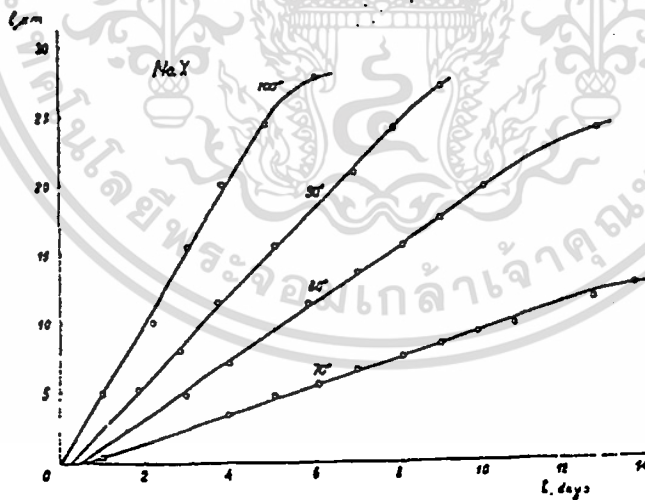
### 3. อุณหภูมิและความดัน

อุณหภูมิเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลท์ โดยพบว่าที่อุณหภูมิและความดันต่างกัน มีผลทำให้ได้ผลึกซีโอไลท์ที่ต่างกัน ดังรูปที่ 2.5 พบว่าที่องค์ประกอบเจล (Gel Composition) เดียวกัน เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลท์ที่อุณหภูมิต่างกันจะทำให้ได้ ซีโอไลท์ที่ต่างชนิดกัน เช่น ที่องค์ประกอบเจลเท่ากับ 6 สามารถสังเคราะห์ ANALCITE ได้ที่ อุณหภูมิ 150 °C แต่ที่องค์ประกอบเจลเดียวกัน ณ. ที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 °C จะได้ ALBITE



**รูปที่ 2.5** แสดงความสัมพันธ์ของปริมาณต่าง, อุณหภูมิและซิลิกาในรูปของเจลกับอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ (A. Dyer, 1988)

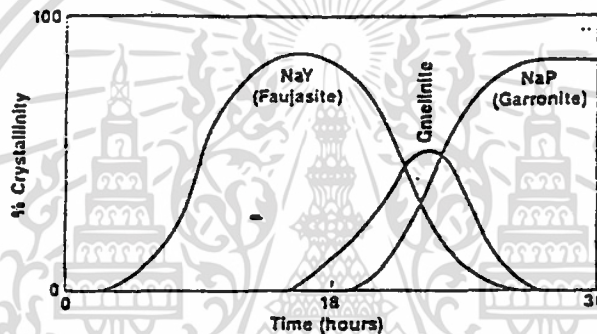
นอกจากนี้อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลท์ยังเป็นตัวกำหนดอัตราเร็วในการเกิดผลึกโดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงจะมีผลให้ระยะเวลาสั้นกว่าการใช้อุณหภูมิต่ำ เช่นในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ X ดังรูปที่ 2.6 พบว่าที่อุณหภูมิเท่ากับ 70 °C ต้องใช้เวลาในการสังเคราะห์ถึง 13 วัน แต่ที่อุณหภูมิเท่ากับ 100 °C ใช้เวลาในการสังเคราะห์ เพียง 2 วันเท่านั้น



**รูปที่ 2.6** กราฟแสดงความสัมพันธ์ของการโตขึ้นของผลึกกับเวลาในการสังเคราะห์เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์แตกต่างกัน (Kacirec. et al., 1976)

#### 4. ระยะเวลาของการเกิดผลึก

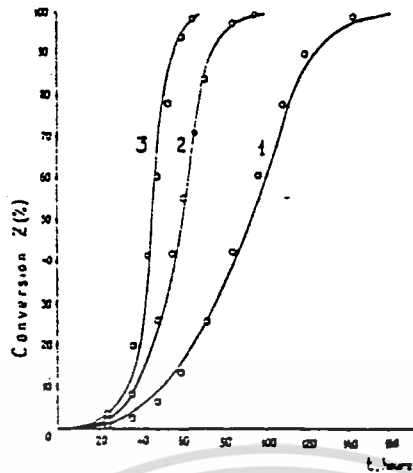
ระยะเวลาในการตกผลึกของซีโอไลต์ต้องอยู่ในช่วงเวลาที่เหมาะสม โดยการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่สภาวะหนึ่งๆ ระยะเวลาจะเป็นตัวกำหนดปริมาณและชนิดของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้น กล่าวคือ มีช่วงเวลาที่หนึ่งเท่านั้นที่เกิดเป็นผลึกที่ต้องการและได้ปริมาณผลึกสูงสุด ดังนั้นจึงต้องมีการกำหนดระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลึกของซีโอไลต์ในปริมาณมาก โดยระยะเวลาในการตกผลึกมีผลทำให้ปริมาณของซิลิกาและอลูมินาในเจล สารละลายและผลึกเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์นานเกินไปจะเกิดซีโอไลต์ชนิดอื่นๆ ขึ้น ดังรูปที่ 2.7 เช่น ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaY มีจุดเกิดผลึกที่มากที่สุดที่เวลา 18 ชั่วโมง แต่เมื่อใช้เวลานานกว่า 18 ชั่วโมงจะทำให้เกิดซีโอไลต์อีกชนิดหนึ่ง คือ Gmelinite แล้วเกิดเป็นซีโอไลต์ P ตามลำดับ หรือถ้าเลือกระยะเวลาไม่เหมาะสมอาจเกิดของผสมของซีโอไลต์ทั้ง 3 ชนิด ซึ่งการเกิดซีโอไลต์หลายชนิดในเวลาเดียวกัน เราเรียกว่า Multiphase Crystallization



รูปที่ 2.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณและชนิดของซีโอไลต์กับระยะเวลาในการเกิดผลึกของซีโอไลต์ที่เปลี่ยนแปลงไป (Vaughan, 1988)

ระยะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์แบ่งได้เป็น 2 ช่วงคือ

1. ช่วงเหนี่ยวนำ (Induction Period) เป็นช่วงเวลาที่ทำให้ของผสมเกิดเป็นนิวเคลียสของผลึกหรือเกิดกระบวนการ Neucleation ในช่วงเวลานี้เป็นตัวกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์ โดยการเกิดนิวเคลียสจะมีการดึงเอา Precursor และโครงสร้างทุติยภูมิจากสารละลายเข้ามารวมกันเป็น นิวเคลียส ถ้านิวเคลียสไม่มีความเสถียรจะละลายกลับไปเป็นสารละลายเช่นเดิม เจลที่ใช้สังเคราะห์มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาสูงจะมีช่วงเวลานี้ยาวนานกว่าเจลที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาต่ำ เนื่องจากมีอัตราการก่อนิวเคลียสต่ำ การกวนของผสมไว้ที่อุณหภูมิห้องก่อนการสังเคราะห์ (Aging) จะช่วยลดเวลาในการเหนี่ยวนำ (Induction Period) ได้ซึ่งจะช่วยลดระยะเวลาของการตกผลึก ดังรูปที่ 2.8 เป็นการศึกษาถึงอิทธิพลของการกวนของผสมก่อนทำการตกผลึกซีโอไลต์ NaA พบว่าที่ปริมาณผลึกขนาดเดียวกัน เจลที่ทำการกวนจะใช้เวลาในการสังเคราะห์เร็วขึ้น



รูปที่ 2.8 กราฟแสดงอัตราการเกิดผลึกเมื่อเวลาผ่านไป โดย (1) ไม่มีการ Aging (2) และ (3) มีการ Aging 1 และ 2 วันตามลำดับ (Zhdanov. et al., 1973)

2. ช่วงก่อผลึก (Crystal Growth) ช่วงเวลานี้เป็นขั้นที่เกิดต่อจากช่วงเหนียวหน้า (Induction Period) โดยผลึกจะต้องมีขนาดวิกฤต (Critical Size) จึงจะเกิดการก่อตัวของผลึกต่อไป อุณหภูมิและความเป็นเบสที่สูงขึ้นจะทำให้อัตราการก่อผลึกเพิ่มขึ้นด้วย

## 5. สารประกอบเทมเพลต (Template Compound)

ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ซึ่งกำหนดโครงสร้างของซีโอไลท์ได้โดยตรงอีกประการหนึ่งคือ สารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์โมเลกุลที่ใช้สังเคราะห์ ซึ่งเรียกว่าเทมเพลต (Template) โดยสารประกอบเทมเพลตสามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ

### 1. สารประกอบอนินทรีย์ (Inorganic Template)

โดยสารประกอบอนินทรีย์ได้แก่ ไอออนบวก (Cation) ต่างๆ ที่อยู่ในรูปเกลือของต่าง ซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งของการสังเคราะห์ซีโอไลท์ ไอออนบวกมีความสำคัญในการกำหนดความแรงของต่าง เมื่อเกลือต่างอยู่ในน้ำจะมีการแตกตัวเป็นไอออนบวกและไฮดรอกไซด์ โดยความแรงของต่างจะขึ้นกับขนาดของ Charge Density ( $Z^2/r$ ) ของไอออนบวก เมื่อ  $Z$  คือ Ionic Charge และ  $r$  คือ Ionic Radius โดยความแรงของต่างจะเพิ่มตาม Charge Density ของไอออนบวก ดังนี้ คือ  $Cs > Rb > K > Na > Li > Ba > Sr > Ca$

ระบบของไอออนบวกสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์สามารถแบ่งได้เป็นหลายประเภทตาม ตารางที่ 2.6 แสดงระบบของไอออนบวกโดยแบ่งเป็น Mono, Binary, Ternary และ Quaternary ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ พบว่าซีโอไลต์บางชนิดสามารถทำการสังเคราะห์ได้ในระบบที่มีชนิดของไอออนบวกที่ต่างกัน ดังใน ตารางที่ 2.7 มีการทำการทดลองใช้ ไอออนบวก ในการสังเคราะห์แบบ Mono cation system พบว่าในโครงสร้างของซีโอไลต์บางชนิดจะมีความจำเพาะเจาะจง กับ Mono cation system และในบางชนิดจะจำเพาะเจาะจงกับ Multi cation system

**ตารางที่ 2.6** ระบบของไอออนบวกสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์

Mono	Binary	Ternary	Quaternary
Li	Na-Li	Na-Li-TMA	Na-K-Li-TMA
Na	Ba-K	Na-K-TMA	
K	Na-Rb	Na-K-BTMA	
Rb			
Cs	K-Ba		
	Ca-TMA		
Ca	Ba-TMA		
Sr			
Ba	Na-R <sub>2</sub> N <sup>+</sup>		
	Na-TMA		
TMA	Na-TEA		
	Na-TPA		
	Na-TBA		
	Na-NTMA		
	Na-MDO		
	Na-DDO		
	NA-BP		
	Na-PP		
	K-TMA		
	K-DDO		
	Na-R <sub>2</sub> P <sup>+</sup>		
	Na-TBP		
	Na-BTPP		

**ตารางที่ 2.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างไอออนบวกที่ใช้ในการสังเคราะห์กับโครงสร้างของซีโอไลต์ (Flanigen. et al., 1971)**

Zeolite Structure Type	Building Units		Synthesis Cation	Cation Specificity for Framework Structure
	Double ring	Polyhedra		
A	D-4	Sodal, $\alpha$	Na, Na-TMA, Na-K, Na-Li	Na
X, Y, FAU	D-6	Sodal	Na, Na-TMA, Na-K	Na
ZK-5	D-6	$\alpha$	Na-DDO, (Ba salts?)	Na-DDo
ZSM-3	D-6	Sodal	Na-Li	Na-Li
Gmelinite	D-6	Gmel	Na, Na-TMA, (Ca-N?)	Na
Omega	-	Gmel	Na-TMA, Na-K-TMA, Na-Li-TMA,	Na-TMA
Offretite	D-6	Gmel, canc	K-TMA, K-Na-TMA	K-TMA
Erionite (with offretite)	D-6	Canc(gmel)	Na-K, Ba-TMA, Na-Rb, Na-TMA, Na-K-TMA, Na-Li-TMA, Na-K-BTMA	Na-K, Na-Rb, Na-TMA, Ba-TMA
L	D-6	Canc	K, K-Na, K-DDO, K-Na-TMA, Ba, Ba-TMA	K or Ba
Chabazite	D-6	-	Na, K, Na-K, Ba-K, Sr, (K-TMA), (K-Na-TMA)	Na, K or Sr

ไอออนบวกยังเป็นตัวกำหนดการเกิดโครงสร้างทุติยภูมิ ตติยภูมิและหน่วยเซลล์ โดยพบว่า ไอออนบวกที่ต่างชนิดกันจะทำให้ได้โครงสร้างที่แตกต่างกัน ดังตาราง 2.8

**ตารางที่ 2.8 แสดงไอออนบวกที่มีความจำเพาะเจาะจงกับโครงสร้างทุติยภูมิของซีโอไลต์ (Aiello. et al, 1970)**

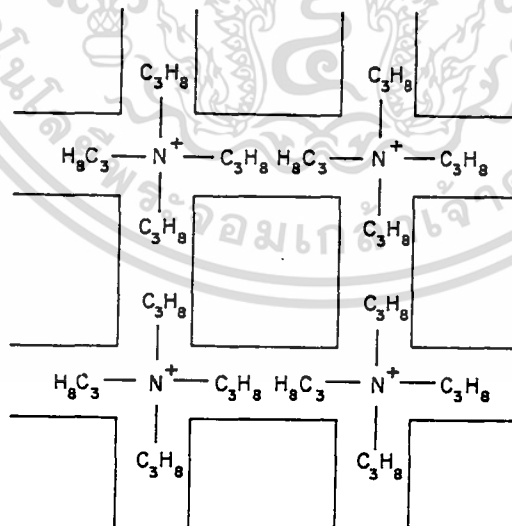
Building Unit	Free Dimension, A	Specific Cation	Diameter, A	
			Anhydrous (Crystal)	Hydrated
D-4	2.3	Na	2.0	7.2
$\alpha$	11.4	Na	2.0	7.2
Sodalite	6.6	Na or TMA	2.0(Na), 6.9(TMA)	7.2(Na), 7.3(TMA)
Gmelinite	6.0 x 7.4	Na or TMA	2.0(Na), 6.9(TMA)	7.2(Na), 7.3(TMA)
Cancrinite	3.5-5.0	K, Ba, or Rb	2.8(K), 2.7(Ba), 3.0(Rb)	6.6(K), 8.1(Ba), 6.6(Rb)
D-6	3.6	Na, K, Sr, or Ba	2.0-2.8	7.2-8.2

นอกจากนี้ หน้าที่ของไอออนบวกที่สำคัญอีกประการหนึ่ง คือ การดูลประจุบนโครงสร้างของซีโอไลท์ เพื่อให้โครงสร้างของซีโอไลท์มีความเสถียรมากขึ้นและมีผลต่อสมบัติการดูดซับ (Adsorption) ของซีโอไลท์ นอกจากนี้ไอออนบวกเหล่านี้สามารถทำการแลกเปลี่ยนได้ด้วยไอออนบวกอื่นๆ เพื่อทำการปรับปรุงสมบัติของซีโอไลท์เพื่อนำไปใช้งาน

## 2. สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ (Organic Template)

สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์มีความสำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาสูง เพราะเป็นตัวช่วยในการเพิ่มความสามารถในการละลายของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) ในเจล และเป็นตัวกำหนดโครงสร้างในขั้นเป็นหน่วยเซลล์ ซีโอไลท์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาที่สูงกว่าปกติก็สามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้เทมเพลตอินทรีย์ นอกจากนี้ยังสามารถใช้สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์หลายชนิดในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ชนิดหนึ่ง ๆ เรียกว่า Multiple Template เช่น ในการสังเคราะห์ ซีโอไลท์ ZSM-5 เทมเพลตอินทรีย์ที่นิยมใช้คือ เตตระพรอพิลแอมโมเนียมไอออน (Tetrapropylammonium Cation , TPA) โดย TPA ที่อยู่ในโครงสร้างของผลึกซีโอไลท์ ZSM-5 มีลักษณะเป็นกิ่งก้านทำให้ได้โครงแบบ Cross หลังจากเกิดผลึก (ดังรูปที่ 2.9) แต่ยังสามารถใช้สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ชนิดอื่นแทน TPA ได้ เช่น Tripropylamine, Glycerol, 1,6-Diaminohexane

เมื่อทำการสังเคราะห์แล้วสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์จะติดอยู่ในโพรงของซีโอไลท์ ทำให้ซีโอไลท์ยังไม่สามารถใช้งานเป็นตัวดูดซับหรือตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ดังนั้น จึงต้องมีการเผาซีโอไลท์เพื่อไล่สารเทมเพลตอินทรีย์ออก ซึ่งการเผาไล่นี้เรียกว่า การคัลไซน์ (Calcination)



รูปที่ 2.9 แสดงการจัดเรียงตัวของ TPA ในการโครงสร้างของ ZSM-5 (Dyer, A.,1998)

## สมบัติของซีโอไลต์

1. ทนความร้อนสูงได้แม้ในสภาวะที่มีไอน้ำ (Thermal and Hydrothermal stability)
2. มีโครงสร้างเป็นผลึกและมีรูพรุนจุลภาคอยู่ภายใน (Microporosity)
3. มีพื้นที่ผิวสูง (High surface area)
4. มีคุณสมบัติในการเลือกสารเข้าออกเพื่อทำปฏิกิริยาเคมี (Shape selectivity)
5. สามารถช่วยทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีได้เร็วขึ้น เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูงในการทำปฏิกิริยา เป็นการลด Activation Energy
6. สามารถปรับปรุงสมบัติได้ง่าย <sup>(1)</sup>

## ประโยชน์และการประยุกต์ใช้งานซีโอไลต์

ซีโอไลต์สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานเพื่อใช้ประโยชน์ได้มากมายเช่น

1. ตัวแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchanger)
2. ตัวดูดซับ (Adsorbents)
3. ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

### การใช้ซีโอไลต์สำหรับตัวแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange)

ไอออนบวกในซีโอไลต์มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกอื่น ๆ ได้ จึงสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้หลายชนิดเช่น ในอุตสาหกรรมผงซักฟอก ไอออนบวกในซีโอไลต์สามารถแลกเปลี่ยนไอออนบวกของแคลเซียม ( $Ca^{2+}$ ) และแมกนีเซียม ( $Mg^{2+}$ ) ที่ผสมละลายอยู่ในน้ำ ซึ่งมีผลทำให้น้ำมีความกระด้าง เมื่ออยู่ในสารประกอบของซัลเฟต ไอออนของ  $Ca^{2+}$  และ  $Mg^{2+}$  สามารถแลกเปลี่ยนกับโซเดียมไอออนเข้าไปในโพรงของซีโอไลต์ ซึ่งเป็นการลดความกระด้างและความตึงผิวของน้ำ นอกจากนี้ ยังใช้ในการบำบัดน้ำเสียหรือสามารถใช้ในการกำจัดโลหะหนักต่าง ๆ และกำจัดแอมโมเนียมไอออนเป็นต้น

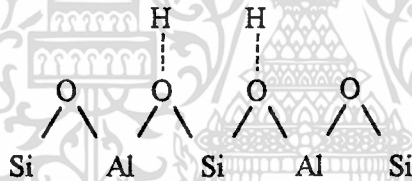
### การใช้เป็นตัวดูดซับ (Adsorbent)

เมื่อทำการไล่น้ำออกจากโพรงของซีโอไลต์จะทำให้เกิดช่องว่างในโพรงของซีโอไลต์ ซึ่งมีความสามารถในการดูดซับโมเลกุลต่าง ๆ เข้าสู่ภายในโพรงได้ แต่ขนาดของโมเลกุลที่จะเข้าสู่โพรงจะถูกกำหนดโดยหน้าตาของโพรง จากสมบัตินี้จึงนำซีโอไลต์มาใช้มากมาย <sup>(2)</sup> เช่น

- ตัวดูดความชื้น (Drying agent) เช่นในการผลิตตู้เย็นจะใช้ซีโอไลท์ในการทำให้สารทำความเย็นประเภทฮาโลคาร์บอน (Halocarbon) แห้ง สำหรับรูพรุนซีโอไลท์ที่มีขนาดเล็กมากจะใช้ในการกำจัดน้ำออกจากไฮโดรเจนและออกซิเจน
- Gas purification ทำได้โดยการดูดซับสารปนเปื้อนออกจากก๊าซ ได้แก่ การกำจัดก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ ออกจาก LPG และใช้ในการบำบัดอากาศให้บริสุทธิ์ โดยซีโอไลท์จะดูดซับกับไฮดรอกซิลเฟอริไดออกไซด์ และก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ ฯลฯ
- Liquid-phase separation เป็นการแยกของผสมที่เป็นของเหลวโดยใช้ซีโอไลท์ที่มีขนาดของโพรงต่าง ๆ กัน โดยนำซีโอไลท์ที่มีขนาดของโพรงต่าง ๆ กันมาเรียงเป็นชั้น ๆ ในหอแยก แล้วทำการผ่านของเหลวที่ต้องการแยกเข้าสู่หอแยก

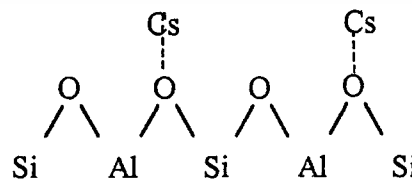
### การใช้ซีโอไลท์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Zeolite catalysts)

ซีโอไลท์ที่ใช้เป็นตัวเร่งสามารถแบ่งได้ตามลักษณะของสมบัติในการทำปฏิกิริยา คือ สมบัติความเป็นกรด ซีโอไลด์ที่มีปริมาณของซิลิกาอยู่ในปริมาณมาก ๆ และมีโปรตอนในการดุลประจุของโครงสร้างดังรูปที่ 2.10 ก็จะมีสมบัติเป็นกรด



รูปที่ 2.10 แสดงซีโอไลท์ที่มีสมบัติเป็นกรด

สมบัติความเป็นต่างเป็นซีโอไลท์ที่มีปริมาณของอลูมินามาก หรือมีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออลูมินาต่ำ จะทำให้โครงสร้างของซีโอไลท์มีประจุลบสูง เมื่อทำการสังเคราะห์หรือทำการแลกเปลี่ยนไอออนด้วยไอออนบวกที่มีความเป็น Soft acid จะได้ซีโอไลท์ที่มีสมบัติเป็นต่างดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แสดงซีโอไลท์ที่มีสมบัติเป็นต่าง

สมบัติของโลหะทรานซิชันเป็นซีโอไลต์ที่มีโลหะทรานซิชันอยู่ในโพรงของซีโอไลต์ ซึ่งจะมีการประยุกต์ใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมปิโตรเคมีเช่น การสังเคราะห์น้ำมันด้วยกระบวนการ Hydrocracking จะใช้ซีโอไลต์ ที่มี Pd และ Pt เป็นองค์ประกอบ

สำหรับการใช้งานโดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีกมากมาย<sup>(3)</sup> เช่น

- ปฏิกิริยา Hydrocracking เป็นกระบวนการที่ทำให้อัลเคนสายโซ่ยาวกลายเป็นอัลเคนที่มีสายโซ่สั้น ในอุตสาหกรรมน้ำมัน Gas oil จะถูกเปลี่ยนเป็นน้ำมันที่มีค่าออกเทนสูงขึ้น น้ำมันดีเซล น้ำมันสำหรับเครื่องยนต์เจ็ท และสารตั้งต้นสำหรับอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ซีโอไลต์จะทำงานได้ดีถึงแม้ว่า Gas oil จะมีส่วนผสมของซัลเฟอร์ ไนโตรเจน และโลหะทรานซิชันปนอยู่ อัลเคนสายสั้นที่ได้จากกระบวนการนี้สามารถใช้ผลิตเบนซีน โทลูอีนและไซลีน ซึ่งเป็นสารตัวกลางที่จะนำไปใช้ในการสังเคราะห์สารชนิดอื่นต่อไป เช่น ผลิตภัณฑ์พลาสติกและพอลิเอสเตอร์ และพอลิเอทีเร็น ซีโอไลต์ที่ใช้เป็นพวกฟูจาไซต์ (Faujasite), มอร์ดไนท์ (Mordenite) และอีริโอไนท์ (Erionite)

- Benzene alkylation ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง เอทิลีน (Ethylene) และ เบนซีน (Benzene) ได้แก่ เอทิลเบนซีน (Ethylbenzene) ซึ่งจะนำไปใช้ในกระบวนการผลิต สไตรีนต่อไป การใช้ Friedel-Craft โดยมีอลูมิเนียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจะมีปัญหาเรื่องการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์ที่ไม่บริสุทธิ์จึงมีการพัฒนาการใช้ซีโอไลต์ที่เป็นกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามากขึ้น

- Xylene isomerization โดยปกติการผลิตไซลีนจะเกิดผ่านปฏิกิริยา Friedel-Craft โดยมีอลูมิเนียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้โทลูอีนและเมทิลคลอไรด์เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซึ่งการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะทำให้ได้ไซลีนที่ไม่บริสุทธิ์และได้ไซลีนหลายชนิดปนกัน ได้แก่ ออโทไซลีน เมทาไซลีน และพาราไซลีน ซึ่งไซลีนที่ได้เหล่านี้จะนำไปผลิตเป็น Terephthalic acid มีความต้องการมากเพื่อนำไปผลิตเป็นพอลิเอสเตอร์ ดังนั้นจึงมีความต้องการพาราไซลีนมากกว่าไอโซเมอร์อื่น ๆ การนำซีโอไลต์เข้ามาใช้ในการทำปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไซลีน สามารถทำได้โดยใช้ซีโอไลต์ FAU และ ZSM-5 ซีโอไลต์จะมีความสามารถในการคัดเลือกเอาเฉพาะพาราไซลีนเท่านั้นที่ออกมาจากโพรงของซีโอไลต์โดยพาราไซลีนจะเกิดจากปฏิกิริยาไอโซเมอไรเซชันของไซลีนชนิดอื่นๆ ทำให้ได้ปริมาณของพาราไซลีนในปริมาณที่มากกว่าไซลีนชนิดอื่น ๆ

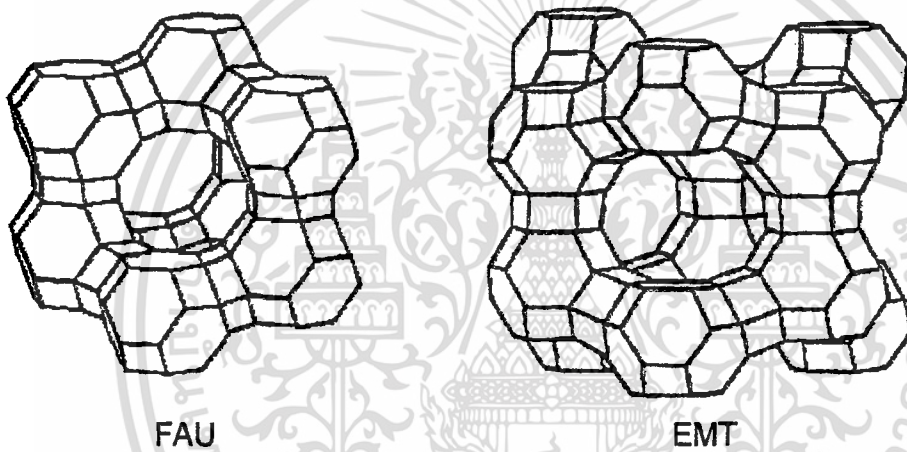
## ซีโอไลท์ชนิด FAU และ EMT

เจลที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ชนิด FAU และ EMT มีอยู่หลายองค์ประกอบ ส่วนใหญ่ต่างกันในปริมาณของด่างและสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

### โครงสร้างของซีโอไลท์ FAU และ EMT

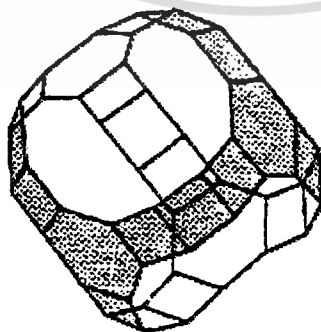
ซีโอไลท์ FAU และ EMT มีขนาดของหน้าต่างเท่ากับ 12-T-ring เหมือนกัน รูปทรงแยในที่ใหญ่ที่สุดของซีโอไลท์ FAU เรียกว่า Supercage ส่วน EMT เรียกว่า Hypercage ดังรูปที่ 2.12

โครงสร้างของซีโอไลท์ Y (Zeolite Y Structure) โครงสร้างผลึกของซีโอไลท์ Y มีลักษณะเหมือนกับซีโอไลท์ X (ดังรูปที่ 2.12) แต่ปริมาณของอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมของซีโอไลท์ Y (~3-5) จะมากกว่าซีโอไลท์ X (~1) โพรงของซีโอไลท์ Y (Cubic Faujasite) มีขนาดประมาณ 7 Angstrom



รูปที่ 2.12 แสดงโครงสร้างของซีโอไลท์ FAU (Y) และ EMT (Anderson. *et al.*, 1991)

พอลิฮีดรา (Polyhedra) ที่ประกอบกันเป็นโครงของ FAU ชนิด FAU ได้แก่ ปริซึมเสกซะโกนอล (D6R) โพรงโซดาไลต์ (Sodalite Cage) และ Type II-26-hedron ดังรูปที่ 2.13 ซึ่งในซีโอไลท์ Y จะมีการเชื่อมโยงกันของพอลิฮีดรา และเกิดเป็นช่องว่างหรือโพรงขึ้น



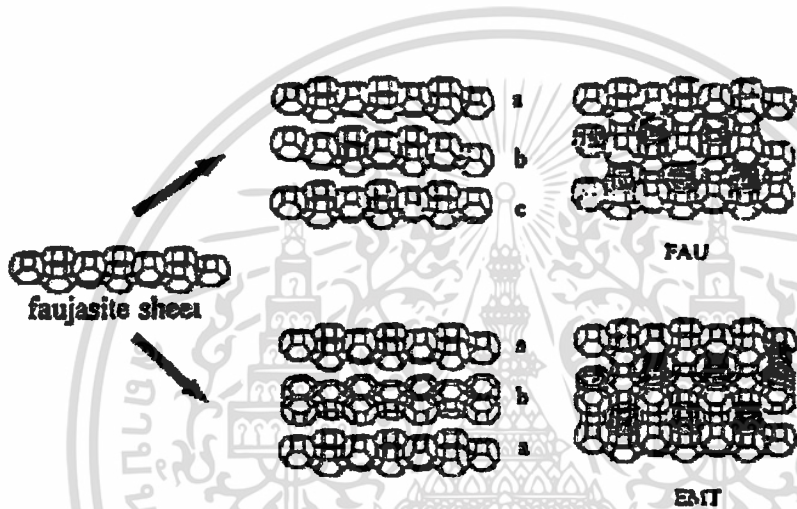
รูปที่ 2.13 แสดงโครงสร้าง Type II-26-hedron (Dyer, A., 1988)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ชนิดนี้เป็นลักษณะของลูกบาศก์ (Cubic) ประกอบด้วยชั้นของโครงสร้าง (Stacking) คือ ABC สลับกันไปเรื่อย ๆ ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.14

โครงสร้างของซีโอไลต์ EMT (Zeolite EMT Structure) โครงสร้างของ EMT มีลักษณะที่แตกต่างไปจากโครงสร้างของซีโอไลต์ Y คือ ตำแหน่งของโพรงโซดาไลต์ (Sodalite Cage) เกิดการบิดเบี้ยวไป (ดังรูปที่ 2.12) ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างที่มีปริมาณที่ว่างของโพรงมากขึ้น และมีการจัดเรียงตัวเป็นชั้น (Stacking) ที่ต่างจากซีโอไลต์ Y โพรงของซีโอไลต์ EMT (Hexagonal Faujasite) มีขนาดประมาณ 8.2 Angstrom

การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกซีโอไลต์ EMT เป็นแบบ Hexagonal Cubic แบบ AB ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 แสดงการจัดเรียงตัวของซีโอไลต์ FAU และ EMT (Feijen. et al., 1994)

### อัตราส่วนของซิลิกอนต่ออลูมิเนียมของซีโอไลต์ FAU และ EMT

ซีโอไลต์ FAU มีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมในช่วงประมาณ 3-5 และซีโอไลต์ EMT มีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมประมาณ 5 ซึ่งในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU ในมีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมเท่ากับ 5 จึงจำเป็นต้องใช้สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ในการวิเคราะห์หาอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมสามารถทำได้โดย

1. X-ray powder diffraction (XRD) โดยทำการเทียบความสูง Intensity ของพีกแรก ของกราฟซีโอไลต์มาตรฐานและตัวอย่างซีโอไลต์ แล้วนำไปแทนในสมการ

$$Si/Al = 192/(112.4(a_0 - 24.233)) \quad (\text{Delprato. et al., 1990})$$

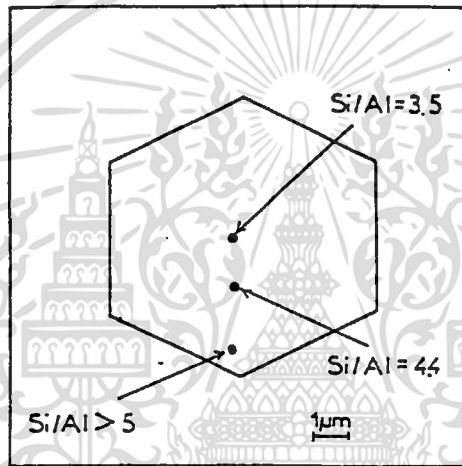
เมื่อ  $a_0$  คือค่าเปรียบเทียบ Intensity ของพีกแรกของกราฟมาตรฐานและตัวอย่าง

การใช้ XRD ในการวิเคราะห์หาอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออลูมิเนียมไม่แน่นอนนักเนื่องจากต้องใช้ซีโอไลต์มาตรฐานที่มีความบริสุทธิ์พอ

2. Atomic Absorption Spectrophotometre (AA) การใช้เครื่อง AA ในการวิเคราะห์หาอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมเป็นเรื่องที่ยุ่งยาก โดยต้องทำการย่อยสลายผลิตภัณฑ์ของซีโอไลต์ด้วยกรด และต้องปรับแต่งสภาวะต่าง ๆ ในเหมาะสม ทั้งนี้เนื่องจาก AA สามารถใช้วิเคราะห์สารที่เป็นสารละลายเท่านั้น ดังนั้นค่าที่ได้จึงทำให้เกิดข้อผิดพลาดในการวิเคราะห์

3. X-ray Fluorescence (XRF) เป็นวิธีที่เหมาะสมในการใช้วิเคราะห์อัตราส่วนของซิลิกอนและอลูมิเนียมของสารที่เป็นของแข็ง

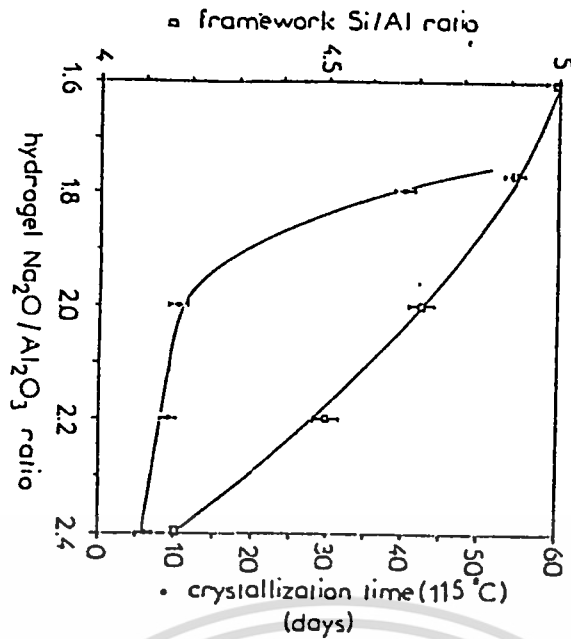
ในโครงสร้างผลึกที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single Crystal) ของซีโอไลต์พบว่า บริเวณกึ่งกลางของผลึกเป็นบริเวณที่มีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมต่ำที่สุดและที่บริเวณผิวมีอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออลูมิเนียมสูงที่สุดดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 แสดงอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมที่ตำแหน่งต่าง ๆ ในผลึกของซีโอไลต์ EMT (Delprato. *et al.*, 1990)

**ความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นต่าง อัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมและระยะเวลาในการตกผลึกของซีโอไลต์ FAU และ EMT**

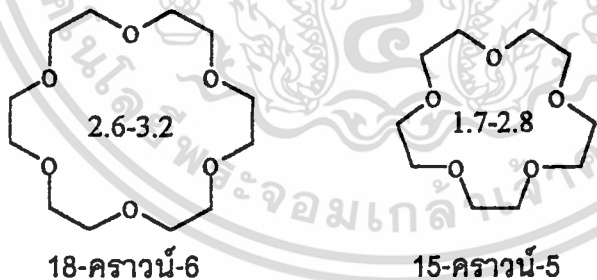
ความเป็นต่างมีผลต่อระยะเวลาในการตกผลึก และอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมของโครงสร้างของซีโอไลต์ FAU และ EMT โดยเมื่อความเป็นต่างมากขึ้น จะส่งผลให้ระยะเวลาในการตกผลึกสั้นลงและอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมต่ำลงด้วย ดังรูปที่ 2.16



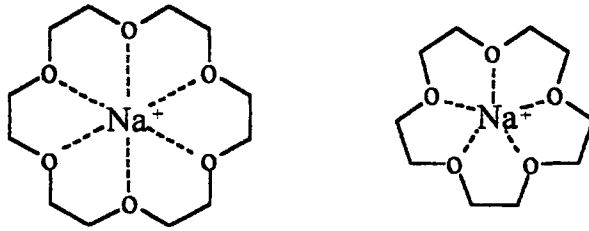
รูปที่ 2.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นด่าง อัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมและระยะเวลาในการตกผลึก (Delprato. et al., 1990)

**สารประกอบเทมเพลตสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU และ EMT**

สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์สำหรับสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU และ EMT ที่มีอัตราส่วนซิลิกอนต่ออลูมิเนียมสูงได้แก่ 15-คราวน์-5 และ 18-คราวน์-6 ตามลำดับ โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของ 15-คราวน์-5 และ 18-คราวน์-6 มีขนาดเท่ากับ 1.7-2.8 Angstrom และ 2.6-3.2 Angstrom ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ EMT และ FAU ตามลำดับ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ สำหรับการสังเคราะห์ได้แก่โลหะอัลคาไลน์หรือธาตุหมู่ที่ 1 ที่อยู่ในรูปของด่างเช่น NaOH, KOH เป็นต้น ซึ่งเป็นสารที่ต้องมีอยู่ในเจลสำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์อยู่แล้ว โดยโลหะอัลคาไลน์สามารถอยู่ในรูปของสารประกอบเชิงซ้อน (Complex) กับสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ (คราวน์อีเทอร์) ดังรูปที่ 2.18

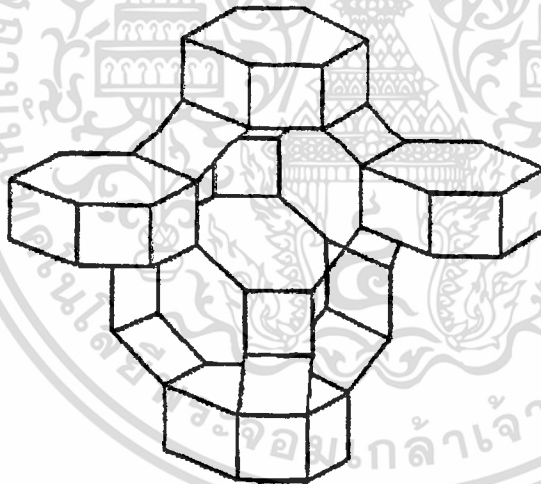


รูปที่ 2.18 แสดงการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่าง คราวน์อีเทอร์และไอออนบวก

ขนาดของ 18-คราวน์-6 (2.6-3.2 Angstrom) มีความจำเพาะเจาะจงกับไอออนบวกของ โซเดียม ( $\text{Na}^+$ ) และ ไอออนบวกของโพแทสเซียม ( $\text{K}^+$ ) ซึ่งมีขนาดเท่ากับ 1.8 และ 2.6 ตามลำดับ แต่สำหรับ 15-คราวน์-5 (มีขนาด 2.2-2.8 Angstrom) มีความจำเพาะเจาะจงกับไอออนบวกของ โซเดียมเท่านั้นเนื่องจาก 15-คราวน์-5 มีขนาดเล็กกว่า 18-คราวน์-6

### ซีโอไลท์ชนิด CHABAZITE

Chabazite เป็นซีโอไลท์ที่ประกอบด้วยโครงสร้างทุติยภูมิแบบวงออกซิเจนเดี่ยวคือ S4R และโครงสร้างทุติยภูมิแบบวงออกซิเจนคู่คือ D6R ดังรูปที่ 2.19 อัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินาของ Chabazite ธรรมชาติมีค่าประมาณ 3 แต่สามารถสังเคราะห์ได้มีค่าซิลิกาต่ออลูมินาที่มีค่าสูงขึ้นไปได้โดยใช้เทมเพลตอินทรีย์



รูปที่ 2.19 แสดงโครงสร้างของ Chabazite

### การเตรียมซีโอไลท์ชนิด Chabazite (CHA)

การเตรียมซีโอไลท์ชนิด CHA โดยทั่วไปจะใช้สารประกอบไอออนอินทรีย์ที่มีอะตอมของ ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบเป็นเทมเพลตอินทรีย์ โดยสามารถสังเคราะห์ได้ CHA ที่มีอัตราส่วน ซิลิกาต่ออลูมินาประมาณ 12:1 ถึง 100:1 ถ้าหากต้องการ CHA ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออลูมินา มากขึ้นสามารถทำได้โดยใช้ chelating agent สกัดอลูมิเนียมออกมา สารจำพวกนี้ เช่น  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  หรืออาจใช้สารประเภทซิลิกอนแฮไลด์และคาร์บอนแฮไลด์ได้เช่นเดียวกัน

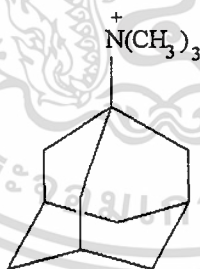
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับสารประกอบแอมเฟลทอนิตรีย์ที่ใช้เตรียม CHA เช่น N,N,N-Trimethyl-Adamantammonium cation เป็นต้น ดังรูป 2.20 โดยอัตราส่วนแอมเฟลทอนิตรีย์ต่อซิลิกาที่ใช้ประมาณ 0.05:1 ถึง 0.5:1 ของผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ควมมีองค์ประกอบในรูปของอัตราส่วนโมลดังนี้

ตารางที่ 2.9 แสดงองค์ประกอบเจลของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ CHA

	Broad	Preferred
SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10-200	20-100
OH <sup>-</sup> /SiO <sub>2</sub>	0.10-1.0	0.20-0.50
template/SiO <sub>2</sub>	0.05-0.50	0.05-0.20
Na <sup>+</sup> /SiO <sub>2</sub>	0.05-0.50	0.15-0.30
H <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	15-300	25-65
template/template+Na <sup>+</sup>	0.20-0.70	0.30-0.67

เมื่อเตรียมของผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์แล้วจึงทำให้เกิดผลึกโดยนำของผสมไว้ที่อุณหภูมิ 150-170 °C เป็นเวลาประมาณ 5-10 วัน ในขณะที่เกิดผลึกควมมีการปั่นกววนของผสมโดยใช้ความเร็วประมาณ 100 รอบต่อนาที และอาจเติมผลึกของ CHA ลงไป (seed) เพื่อช่วยเร่งการเกิดผลึกและลดการเกิดผลึกชนิดอื่นซึ่งเป็นสิ่งเจือปน นอกจากนี้ถ้าเติมผลึกของ CHA ลงในของผสม ความต้องการใช้สารประกอบแอมเฟลทอนิตรีย์จะลดลงด้วยเช่นเดียวกัน



N,N,N-Trimethyl-1-Adamantammonium cation

รูปที่ 2.20 แสดงสารประกอบแอมเฟลทอนิตรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ Chabazite

## บทที่ 3

### การดำเนินการวิจัยและผลการวิจัย

#### 3.1 สารเคมี

1. สารละลายซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) 40% โดยน้ำหนัก : DuPont, Lab grade.
2. อลูมิเนียมไตรเอทอกไซด์ ( $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ) : Fluka, Lab grade.
3. โซเดียมอลูมิเนต ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$ ) : Riedel de Haën
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ ) : EKA Nobel AB
5. ซีเซียมไฮดรอกไซด์ โมโนไฮเดรต ( $\text{CsOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) : Fluka, Lab grade.
6. 18-คราวน์-6 ( $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_6$ ) : Fluka, Lab grade.
7. 15-คราวน์-5 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}_5$ ) : Fluka, Lab grade.
8. เตตระเอทิลลิทเทิลไกลคอล ( $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_5$ ) : Fluka, Lab grade.
9. ไตคลอโรอีเทน ( $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ ) : Fluka, Lab grade.
10. เอทานอล ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) : BDH, Lab grade.
11. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน ( Autoclaves ) ขนาด 45 และ 125 ml
2. ตู้อบ ( 50 - 200°C )
3. บีกเกอร์พอลิพรอพิลีน ขนาด 50, 100 และ 150 cm<sup>3</sup>
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก
5. ช้อนตักสาร
6. เครื่องกวนแม่เหล็ก/แท่งกวนแม่เหล็ก ( Magnetic Stirrer / Magnetic bar )
7. หลอดหยดสาร
8. กระดาษกรองวอทแมน ( Whatman ) เบอร์ 1
9. ชุดกรองลดความดัน
10. กระดาษฟิลา
11. ขวดบรรจุสาร ( Vial )
12. กรวยแยกสาร
13. เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA)  
: Themogravimetric analysis รุ่น TGA51, TA Instrument
14. เครื่อง X-ray Powder Diffraction (XRD)  
: X-ray diffractometer MODEL. JDX-8030, JEOL JAPAN
15. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)  
: JSM-5200. JEOL LTD./JEOL Technics LTD.
16. เครื่อง X-ray Fluorescence (XRF)  
: XRF PHILIPS TW-1400

### 3.3 ขั้นตอนการวิจัย

#### 3.3.1 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอนินทรีย์ (Inorganic template) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ( Zeolite Catalyst )

3.3.1.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์(Zeolite Catalyst) ชนิด EMT โดยใช้ 18-คราวน์-6 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

- ใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์
- ใช้  $\text{Cs}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

3.3.1.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์(Zeolite Catalyst) ชนิด FAU โดยใช้ 15-คราวน์-5 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

- ใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์
- ใช้  $\text{Cs}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

#### 3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์ ( Organic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ( Zeolite Catalyst )

3.3.2.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์(Zeolite Catalyst) ชนิด FAU โดยใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

- ใช้ Tetraethylene glycol เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์
- ใช้ Tetraethylene glycol + Dichloroethane เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

#### 3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึก ( Rate of Crystallization ) ของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst) ชนิด FAU และ EMT

3.3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst)ชนิด EMT - ใช้ 18-คราวน์-6 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ  $\text{Na}^+$  เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

3.3.3.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst)ชนิด FAU - ใช้ 15-คราวน์-5 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ  $\text{Na}^+$  เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

### 3.3.4 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst) ชนิด Chabazite

3.3.4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ชนิด Chabazite โดยใช้  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  ในการสังเคราะห์

- ใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ และ ไม่ใช้ สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์

3.3.4.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ชนิด Chabazite โดยใช้  $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$  แทน  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  ในการสังเคราะห์

- ใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ และ ใช้ Ethanol เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์

- ใช้  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ และ ไม่ใช้ สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์

### 3.3.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เครื่องมือดังต่อไปนี้

- Thermal gravimetric analysis (TGA) เพื่อหาอุณหภูมิที่สาร สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ สลายตัว
- X-ray fluorescence (XRF) เพื่อหา Si/Al ratio ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้
- Scanning electron microscope (SEM) เพื่อตรวจสอบรูปร่างผลึกของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้
- X-ray powder diffraction (XRD) เพื่อตรวจสอบโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

### 3.4 วิธีการวิจัย

#### 3.4.1 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอนินทรีย์ ( Inorganic template ) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ( Zeolite Catalyst )

##### 3.4.1.1 การสังเคราะห์ EMT โดยใช้ 18-คราวน์-6 เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ $\text{Na}^+$ เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ ( EMT- $\text{Na}^+$ )

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 18-คราวน์-6 น้ำหนัก 2.9304 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ ถ้วย เทฟลอนแล้วนำ ถ้วยเทฟลอนใส่ ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ  $115^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ออกจากตุ๋บแล้วนำถ้วย เทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ  $60 - 80^\circ\text{C}$  เพื่อระเหยน้ำ

##### 3.4.1.2 การสังเคราะห์ EMT โดยใช้ 18-คราวน์-6 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ $\text{Cs}^+$ เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ ( EMT- $\text{Cs}^+$ )

- ◆ ละลาย CsOH น้ำหนัก 12.7872 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 24.5298 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 18-คราวน์-6 น้ำหนัก 2.9304 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ถ้วย เทฟลอนแล้วนำถ้วยเทฟลอนใส่ ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ  $115^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)

- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลา นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตู้อบแล้วนำถ้วยเทฟลอน ออกจากภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

#### 3.4.1.3 การสังเคราะห์ FAU โดยใช้ 15-คราวน์-5 เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ และ Na<sup>+</sup> เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ ( FAU-Na<sup>+</sup> )

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Al(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 15-คราวน์-5 น้ำหนัก 2.442 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ถ้วยเทฟลอนแล้วนำถ้วยเทฟลอนใส่ ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ออกจากตู้อบแล้วนำถ้วยเทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

#### 3.4.1.4 การสังเคราะห์ FAU โดยใช้ 15 - คราวน์ - 5 เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ และ Cs<sup>+</sup> เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ ( FAU-Cs<sup>+</sup> )

- ◆ ละลาย CsOH น้ำหนัก 12.7872 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 24.5298 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Al(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 15-คราวน์-5 น้ำหนัก 2.442 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ ถ้วยเทฟลอนแล้วนำ ถ้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง

- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำ ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ออกจากตุ๋บแล้วนำด้วย เทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

### 3.4.2 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบอินทรีย์ (Organic template) ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst)

#### 3.4.2.1 การสังเคราะห์ FAU โดยใช้ Tetraethylene glycol เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ Na<sup>+</sup> เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ ( FAU-Na<sup>+</sup>-TEG )

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Al(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม Tetraethylene glycol น้ำหนัก 2.1534 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ด้วยเทฟลอนแล้วนำ ด้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ออกจากตุ๋บแล้วนำด้วย เทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

**3.4.2.2 การสังเคราะห์ FAU โดยใช้ Tetraethylene glycol และ Dichloroethane เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ ( FAU- $\text{Na}^+$ -TEG-DC )**

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม Tetraethylene glycol น้ำหนัก 2.1534 กรัม และ Dichloroethane น้ำหนัก 1.0878 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ถ้วยเทฟลอนแล้วนำ ถ้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋มที่อุณหภูมิ  $115^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 15 วัน (360 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ออกจากตุ๋มแล้วนำถ้วยเทฟลอนออกจากภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋มที่อุณหภูมิ  $60 - 80^\circ\text{C}$  เพื่อระเหยน้ำ

**3.4.3 การศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึก (Rate of Crystallization) ของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst) ชนิด FAU และ EMT**

**3.4.3.1 การสังเคราะห์ EMT โดยใช้ 18-คราวน์-6 เป็นสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ และ  $\text{Na}^+$  เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์ ( EMT- $\text{Na}^+$ -R )**

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม  $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 18-คราวน์-6 น้ำหนัก 2.9304 กรัม
- ◆ ค่อยๆเติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ถ้วยเทฟลอนแล้วนำถ้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง

- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 62.5 ชั่วโมง จากนั้นจึงหยุดให้ความร้อนเป็นเวลา 5 ชั่วโมงแล้วให้ความร้อนต่อจนครบ 144 ชั่วโมง
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตุ๋บแล้วนำด้วยเทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

### 3.4.3.2 การสังเคราะห์ FAU โดยใช้ 15 - คราวน์ - 5 เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ และ Na<sup>+</sup> เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ ( FAU-Na<sup>+</sup>-R )

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Al(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติม 15-คราวน์-5 น้ำหนัก 2.442 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บั่นกวน สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา ( aging )
- ◆ นำสารใส่ด้วยเทฟลอนแล้วนำด้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 62.5 ชั่วโมง จากนั้นจึงหยุดให้ความร้อนเป็นเวลา 5 ชั่วโมงแล้วให้ความร้อนต่อจนครบ 144 ชั่วโมง
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลา นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตุ๋บแล้วนำด้วยเทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตุ๋บที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C เพื่อระเหยน้ำ

### 3.4.4 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite Catalyst) ชนิด Chabazite

#### 3.4.4.1 การสังเคราะห์ Chabazite โดยใช้ Na<sup>+</sup> เป็นสารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ และไม่ใช่ สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ ( CHA-Na<sup>+</sup>-AE-NO )

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 3.0446 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.8998 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Al(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> น้ำหนัก 5.1377 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ ค่อยๆ เติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ◆ บำบัด สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา (aging)
- ◆ นำสารใส่ถ้วยเทฟลอนแล้วนำถ้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตู้อบแล้วนำถ้วยเทฟลอนออกจากภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 60 - 80°C เพื่อระเหยน้ำ

#### 3.4.4.2 การสังเคราะห์ Chabazite โดยใช้ Ethanol เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ และ Na<sup>+</sup> เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ (CHA-Na<sup>+</sup>-SA-ET)

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 1.776 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.32895 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Na<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> น้ำหนัก 2.6018 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้ เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ เติมหेतานอลน้ำหนัก 2.1906 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บำบัด สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา (aging)
- ◆ นำสารใส่ถ้วยเทฟลอนแล้วนำถ้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลา นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตู้อบแล้วนำถ้วยเทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 60 - 80°C เพื่อระเหยน้ำ

#### 3.4.4.3 การสังเคราะห์ Chabazite โดยใช้ Na<sup>+</sup> เป็นสารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ และไมซี สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ (CHA-SA-NO)

- ◆ ละลาย NaOH น้ำหนัก 1.776 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน น้ำหนัก 25.32895 กรัม
- ◆ ค่อยๆ เติม Na<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> น้ำหนัก 2.6018 กรัม กวนให้ละลายโดยใช้ เครื่องกวนแม่เหล็ก
- ◆ ค่อยๆ เติม Ludox น้ำหนัก 23.7857 กรัม โดยใช้กรวยแยก
- ◆ บำบัด สารที่เตรียมได้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา (aging)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลง 35 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ◆ นำสารใส่ด้วยเทฟลอนแล้วนำด้วยเทฟลอนใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 115 °C เป็นเวลา 6 วัน (144 ชั่วโมง)
- ◆ เมื่อครบกำหนดเวลานำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกจากตู้อบแล้วนำด้วยเทฟลอนออกจาก ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ◆ กรองสารที่สังเคราะห์ได้แล้วล้างน้ำปราศจากไอออน จนเป็นกลาง
- ◆ นำสารใส่ตู้อบที่อุณหภูมิ 60 - 80°C เพื่อระเหยน้ำ

### 3.4.5 การทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของ Zeolite ที่สังเคราะห์ได้

1. การหาอุณหภูมิการสลายตัวของสารประกอบ template ด้วยเครื่อง TGA โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C/min. อุณหภูมิ 0 - 700°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
2. การตรวจสอบโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ โดยใช้เครื่อง XRD โดยใช้องศา 2θ ในช่วง 5 - 50 แหล่งกำเนิดแสง CuKα
3. การหาอัตราส่วนของ Si/Al ด้วยเครื่อง XRF แหล่งกำเนิดแสง CuKα
4. การศึกษารูปร่างพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ ด้วยเครื่อง SEM กำลังขยายในช่วง 700 - 10000 เท่า

## ผลการวิจัยและสังเคราะห์

ในขั้นตอนดำเนินการวิจัยเพื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ จะนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ เพื่อทำการศึกษาอิทธิพลของ Organic และ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ซึ่งเทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ ได้แก่

### 1. X-ray powder diffraction (XRD)

เพื่อตรวจสอบชนิดผลิตภัณฑ์ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์โดยนำข้อมูล X-ray Diffraction ของสารที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูล X-ray Diffraction ของซีโอไลต์มาตรฐาน

### 2. Scanning electron microscope (SEM)

เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่าง ชนิด และ ขนาดของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

### 3. X-ray fluorescence (XRF)

เพื่อทำการหา Si/Al ratio และ Na/Al ratio ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยการวิเคราะห์นี้จะแสดงผลออกมาในรูปของเปอร์เซ็นต์ซิลิกา อลูมินา และ  $\text{Na}_2\text{O}$

### 4. Thermal gravimetric analysis (TGA)

เพื่อหาอุณหภูมิที่ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ สลายตัว โดยการจัดอุณหภูมิสามารถทำได้โดยวัดอุณหภูมิในช่วงที่กราฟ TGA ตกลง ซึ่งช่วงที่กราฟตกลงช่วงแรก (ประมาณ  $100-300^\circ\text{C}$ ) เป็นช่วงที่น้ำระเหยออกจากรูพรุนและช่วงที่กราฟตกลงครั้งที่ 2 (ประมาณ  $350 - 450^\circ\text{C}$ ) เป็นช่วงที่สาร สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ สลายตัวออกจากรูพรุน ถ้าในช่วงกราฟ TGA ที่ได้ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ (กราฟไม่ตกลง) กล่าวได้ว่าไม่มี สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ อยู่ในรูพรุนของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยอุณหภูมิการสลายตัวของ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์นี้สามารถนำไปใช้ในการกำหนดอุณหภูมิการ เผาไล่สารอินทรีย์ ( Calcination ) ที่เหมาะสมต่อไป

ซึ่งผลการทดลองแสดงไว้ในภาคผนวก ก ข ค และ ง โดยสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงผลการวิจัยการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์

การสังเคราะห์ครั้งที่	ผลิตภัณฑ์ที่คาดว่าจะได้	อุณหภูมิการระเหยของน้ำ (°C)	อุณหภูมิในการสลายตัวของเทมเพลต (°C)	ลักษณะของผลึก	Si/Al	โครงสร้าง
1	EMT-Na <sup>+</sup>	~ 100	400	hexagonal	4.282	EMT
2	EMT-Cs <sup>+</sup>	~ 90	-	-	.*	Quartz
3	FAU-Na <sup>+</sup>	~ 100	370	cubic	3.488	FAU
4	FAU-Cs <sup>+</sup>	~ 90	-	-	.*	Quartz
5	FAU-Na <sup>+</sup> -TEG	~ 100	-	-	4.070	อสังฐาน
6	FAU-Na <sup>+</sup> -TEG-DC	~ 100	-	-	4.006	CHA+Quartz
7	EMT-Na <sup>+</sup> -R	~ 100	350	hexagonal	3.848	EMT
8	FAU-Na <sup>+</sup> -R	~ 100	-	รูปเม็ดบ๊วย	3.517	Chabazite
9	CHA-AE-NO	~ 120	-	รูปเม็ดบ๊วย	3.521	Chabazite
10	CHA-SA-ET	~ 100	-	-	.*	อสังฐาน
11	CHA-SA-NO	~ 100	-	รูปเม็ดบ๊วย	.*	Chabazite

\* ไม่มีข้อมูลจาก X-ray Fluorescence

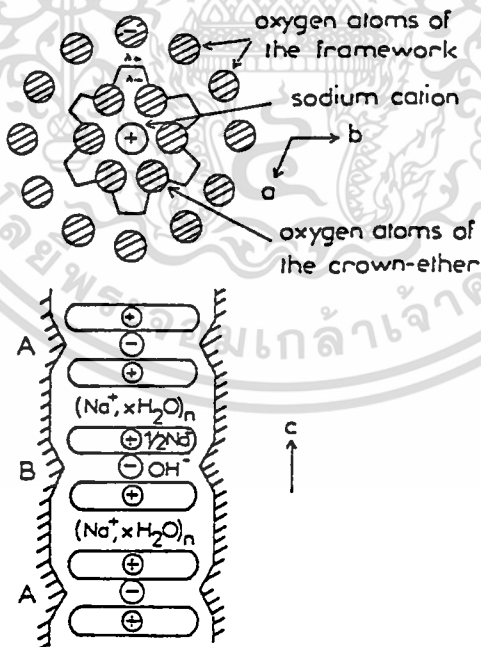
## บทที่ 4

### สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัย

จากผลการทดลองสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

4.1 การศึกษาอิทธิพลของสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์และเทมเพลตอนินทรีย์ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ในการวิจัยจะทำการศึกษาถึงผลกระทบที่เกิดขึ้นเนื่องจากการใช้สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์และเทมเพลตอนินทรีย์ชนิดต่าง ๆ กันในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU สำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU โดยทั่วไปจะใช้ 18-คราวน์-6 และ 15-คราวน์-5 (คราวน์อีเทอร์) เป็นเทมเพลตอินทรีย์ตามลำดับ และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นเทมเพลตอนินทรีย์ โดยในการวิจัยอันดับแรกจะทำการทดลองใช้ซีเตียมไฮดรอกไซด์เป็นเทมเพลตอนินทรีย์แทนโซเดียมไฮดรอกไซด์ ผลที่คาดว่าจะเกิดขึ้นคือสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU ได้ ซึ่งจากการทดลองพบว่าไม่สามารถสังเคราะห์ได้ เนื่องจากซีเตียมไฮดรอกไซด์มีขนาดอะตอมใหญ่เกินไปจนไม่สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับคราวน์อีเทอร์ จึงไม่เกิดการเหนี่ยวนำ ซิลิกาและอลูมินาในสารละลายมาจัดเรียงตัวล้อมรอบสารประกอบเทมเพลตเพื่อเกิดผลึกที่มีโครงสร้างซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU ได้ จึงสรุปได้ว่ามีเพียงโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่านั้นที่สามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับคราวน์อีเทอร์และเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกซีโอไลต์ EMT และ FAU ได้ ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงการจัดเรียงตัวของคราวน์อีเทอร์ในโครงสร้างของซีโอไลต์ EMT (Delprato. et al., 1990)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

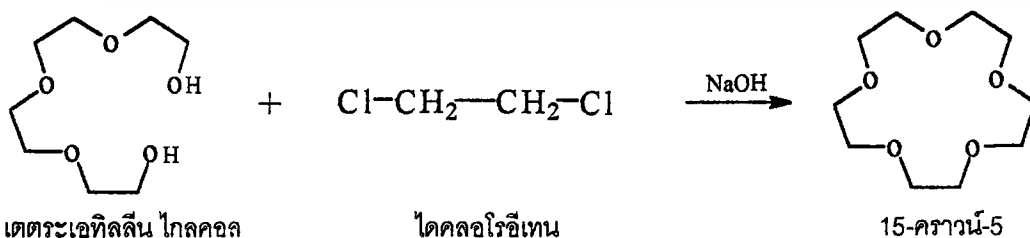
ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU ซึ่งใช้ เตตระเอทิลลีน ไกลคอล ที่มีขนาดใกล้เคียงกับ สารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดกับควานีโอเทอร์ (15-ควานี-5) เป็นเทมเพลตอินทรีย์ คาดว่าในการสังเคราะห์ ไฮเดียมไอออนสามารถเหนี่ยวนำให้โมเลกุลของ เตตระเอทิลลีน ไกลคอล เข้ามาเป็นวงล้อมรอบไฮเดียมไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน ดังรูปที่ 4.2 และเหนี่ยวนำซิลิกาและอลูมินามาจัดเรียงตัวล้อมรอบสารประกอบเชิงซ้อนนั้นจนเกิดผลึก ที่มีโครงสร้างผลึกซีโอไลท์ชนิด FAU ได้ แต่จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU โดยใช้ เตตระเอทิลลีน ไกลคอล เป็นเทมเพลตอินทรีย์ได้ แสดงว่า เตตระเอทิลลีน ไกลคอล ไม่สามารถเข้ามาเป็นวงล้อมรอบไฮเดียมไอออนและเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน ดังนั้น เตตระเอทิลลีน ไกลคอล จึงไม่สามารถนำมาใช้เป็นเทมเพลตอินทรีย์ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ EMT และ FAU ได้



สารเชิงซ้อนของ 15-ควานี-5 กับ  $\text{Na}^+$  สารเชิงซ้อนของเตตระเอทิลลีน ไกลคอล กับ  $\text{Na}^+$

รูปที่ 4.2 แสดงการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ 15-ควานี-5 กับ ไฮเดียมไอออน และเตตระเอทิลลีน ไกลคอลกับไฮเดียมไอออน

สำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU โดยใช้ เตตระเอทิลลีน ไกลคอล และไดคลอโรอีเทน เป็นเทมเพลตอินทรีย์ที่คาดว่าขณะสังเคราะห์คือ เตตระเอทิลลีน ไกลคอล และ ไดคลอโรอีเทนจะเกิดปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนคลอไรด์ (condensation) เกิดเป็น 15-ควานี-5 ดังรูปที่ 4.3 และเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับไฮเดียมไอออนแล้วเหนี่ยวนำซิลิกาและอลูมินามาจัดเรียงตัวรอบ ๆ เทมเพลตอย่างเป็นระเบียบจนได้ผลึกของซีโอไลท์ FAU แต่จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU ได้เช่นกัน เตตระเอทิลลีน ไกลคอล และ ไดคลอโรอีเทน ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็น 15-ควานี-5



รูปที่ 4.3 แสดงปฏิกิริยาการเกิด 15-ควานี-5 จากเตตระเอทิลลีน ไกลคอล และ ไดคลอโรอีเทน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อที่ 40 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการทดลองข้างต้นสามารถกล่าวได้ว่าสารประกอบเทมเพลทอินทรีย์และเทมเพลทอนินทรีย์มีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์อย่างมาก โดยในการเลือกใช้เทมเพลทอินทรีย์และเทมเพลทอนินทรีย์ต้องเลือกให้เหมาะสม คือเทมเพลททั้งสองชนิดมีอันตรกิริยาต่อกันจนสามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้ กล่าวคือ

- คราวนอีเทอร์ และ ไอออนบวก ควรมีขนาดเหมาะสม คือ ไอออนบวกที่ใช้ไม่ควรมีขนาดเล็กหรือใหญ่มากกว่าขนาดวงของคราวนอีเทอร์มากเกินไปโดยเฉพาะอย่างยิ่งขณะทำการสังเคราะห์ ไอออนบวกที่ใช้จะมีโมเลกุลของน้ำมาล้อมรอบ ทำให้ขนาดไอออนบวกใหญ่ขึ้น ถ้าขนาดอะตอมของไอออนบวกใหญ่เกินไปจะไม่สามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับคราวนอีเทอร์ได้

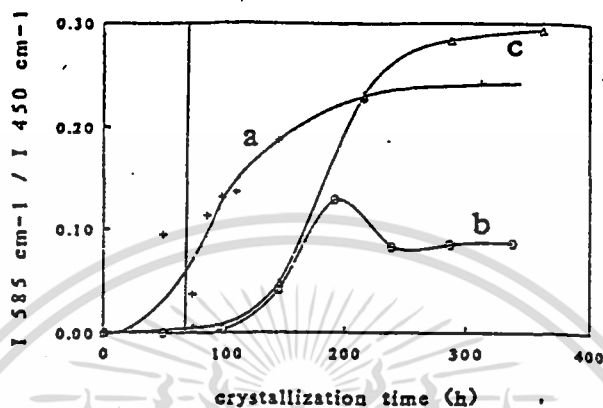
- เทมเพลทอินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดนี้ ควรเป็นคราวนอีเทอร์เท่านั้นจึงสามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับเทมเพลทอนินทรีย์ได้ (ดังตารางที่ 3.1 การสังเคราะห์ครั้งที่ 1 และ 3) นั่นคือถ้าใช้เทมเพลทอินทรีย์ที่เป็นสายโซ่ตรงจะไม่สามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับเทมเพลทอนินทรีย์ได้ เนื่องจากสารทั้งสองชนิดไม่มีอันตรกิริยาต่อกันมากพอจนทำให้เทมเพลทอนินทรีย์เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับเทมเพลทอินทรีย์ได้ ถึงแม้ว่าจะนำสารเคมีที่มีลักษณะโซ่ตรงสองชนิดมาใช้เป็นเทมเพลทอินทรีย์โดยคาดหวังว่าจะให้เกิดปฏิกิริยาได้เทมเพลทอินทรีย์ที่เป็นวงในขณะทำการสังเคราะห์ แต่จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถทำให้สารประกอบทั้งสองเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันได้เทมเพลทอินทรีย์ที่เป็นวงและเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับเทมเพลทอนินทรีย์ เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดซีโอไลต์ EMT และ FAU ได้ตามคาดหมาย

ดังนั้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ EMT และ FAU การเลือกใช้ชนิดของเทมเพลทที่ไม่เหมาะสมทำให้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดนั้นๆ ได้ตามต้องการ

#### 4.2 การศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วของการเกิดผลึก (rate of crystallization) ที่มีต่อการเกิดผลึกซีโอไลต์

ในการวิจัยจะทำการศึกษาอัตราการเกิดผลึกซีโอไลต์ โดยเฉพาะในช่วงเหนี่ยวนำการเกิดผลึก (induction period) ของการเกิดผลึกซีโอไลต์ ซีโอไลต์แต่ละชนิดจะมีอัตราการเกิดผลึกและช่วงเหนี่ยวนำการเกิดผลึกแตกต่างกัน ซึ่งจะส่งผลต่อการกำหนดระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยการวิจัยจะทำการศึกษาอิทธิพลของอัตราการเกิดผลึกของซีโอไลต์ชนิด EMT และ FAU จากการศึกษากราฟแสดงอัตราการเกิดผลึกของซีโอไลต์ทั้งสองชนิดพบว่าซีโอไลต์ EMT มีอัตราการเกิดผลึกเร็วกว่า FAU และ FAU จะมีช่วงเหนี่ยวนำการเกิดผลึกยาวกว่า EMT ดังรูปที่ 4.4 ดังนั้นจึงทำการทดลองโดยให้ความร้อนแก่ของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ทั้งสองชนิด แล้วหยุด

การให้ความร้อนที่เวลาจุดหนึ่งซึ่งในการสังเคราะห์ EMT สามารถเกิดนิวเคลียสของผลึกแล้วขึ้น ขณะที่ FAU ยังไม่เกิด โดยหยุดให้ความร้อนเป็นช่วงระยะเวลาหนึ่ง จากนั้นจึงให้ความร้อนอีกครั้ง จนครบกำหนดเวลาการสังเคราะห์ แล้วนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มาทำการวิเคราะห์ผลว่าจากการทดลองดังกล่าวจะได้ผลเป็นอย่างไร โดยคาดว่าจะสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ EMT ได้แต่ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU เนื่องจากระยะเวลาที่เริ่มทำการให้ความร้อนแก่ของผสมที่ใช้สังเคราะห์จนถึงเวลาที่หยุดการให้ความร้อนที่เพียงพอสำหรับการเกิดเป็นนิวเคลียสของซีโอไลต์ EMT ในขณะที่นิวเคลียสของซีโอไลต์ FAU ยังไม่เกิดขึ้น



รูปที่ 4.4 แสดงช่วงเวลาเนี่ยวนำการเกิดผลึก (induction period) ของซีโอไลต์ FAU (b) และ EMT (a)

ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการสังเคราะห์ซีโอไลต์ EMT สามารถสังเคราะห์ได้ตามที่คาดหมาย สำหรับการสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์คือซีโอไลต์ชนิด Chabazite (CHA) โดยในการหยุดการให้ความร้อนแก่ของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ทั้งสองชนิดนั้น 18-คราวน์-6 และโซเดียมไฮดรอกไซด์ในของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด EMT สามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนและเหนี่ยวนำซิลิกาและอลูมินามาจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบรอบสารประกอบเชิงซ้อนจนเกิดเป็นนิวเคลียสของผลึกซีโอไลต์ EMT ได้ ในขณะที่ของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU ยังไม่เกิดนิวเคลียสของซีโอไลต์ FAU ดังนั้นเมื่อให้ความร้อนอีกครั้ง นิวเคลียสที่เกิดขึ้นในของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลต์ EMT จึงเหนี่ยวนำซิลิกาและอลูมินาในของผสมมาจัดเรียงตัวและการเกิดผลึกยังคงสามารถดำเนินต่อไปได้ แต่ในกรณีของซีโอไลต์ชนิด FAU ของผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ยังไม่เกิดนิวเคลียสนั้นคือยังไม่ถึงที่มีขนาดวิกฤต (Critical size) สำหรับการเกิดผลึก ดังนั้นเมื่อให้ความร้อนอีกครั้งจึงไม่สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการตกผลึกของซีโอไลต์ FAU โดยการวิเคราะห์ผลการสังเคราะห์พบว่าผลึกที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นซีโอไลต์ Chabazite (CHA) แทนซึ่งสาเหตุของการเกิดซีโอไลต์ CHA ในของผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ FAU จะกล่าวในหัวข้อ 5.3 โดยละเอียด

ดังนั้นจากผลการทดลองดังกล่าวสรุปได้ว่าอัตราเร็วของการเกิดผลึกมีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ คือเป็นปัจจัยที่ใช้กำหนดระยะเวลาที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ เนื่องจากซีโอไลต์แต่ละชนิดจะมีอัตราเร็วการเกิดผลึกแตกต่างกันจึงทำให้ระยะเวลาที่ใช้ในการ

สังเคราะห์แตกต่างกันด้วย ถ้าหากกำหนดระยะเวลาการสังเคราะห์ไม่เหมาะสมก็ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ชนิดที่ต้องการได้หรือได้ซีโอไลท์ชนิดอื่นแทน โดยเฉพาะถ้าหยุดการเกิดผลึกก่อนที่จะถึงขนาดวิกฤต (Critical size) ดังในการทดลองนี้ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบระหว่างซีโอไลท์ EMT และ FAU ซึ่งมีอัตราเร็วการเกิดผลึกต่างกัน เมื่อหยุดการเกิดผลึกก่อนระยะเวลาการสังเคราะห์ที่กำหนดไว้ โดยพบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ EMT ได้แต่ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU ได้ ถึงแม้ว่าหลังจากหยุดการเกิดผลึกช่วงระยะเวลาหนึ่งแล้วจะให้ความร้อนต่อจนครบเวลาที่กำหนดไว้ก็ตาม

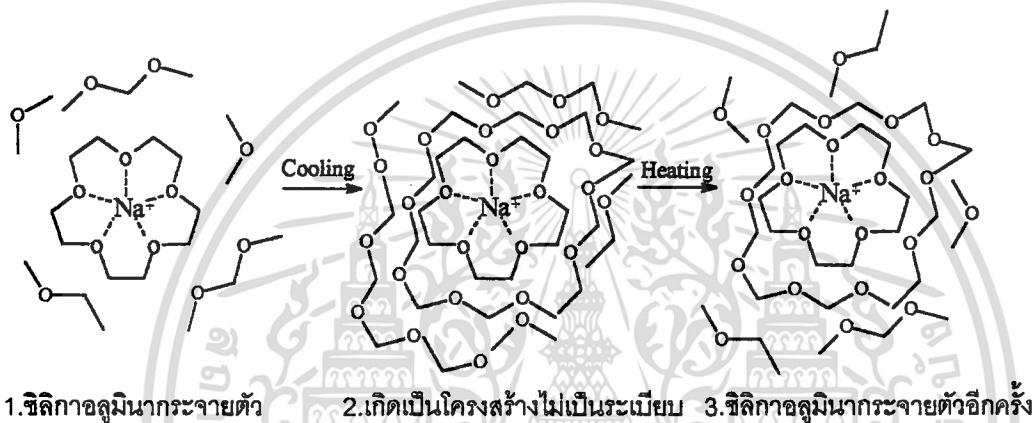
#### 4.3 การศึกษาการเกิดซีโอไลท์ Chabazite (CHA) ในของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU

จากการศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วการเกิดผลึกพบว่าการสังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU ถ้าทำการหยุดการเกิดผลึกก่อนจะเกิดนิวเคลียส แล้วให้ความร้อนอีกครั้ง พบว่าของผสมไม่สามารถเกิดผลึกซีโอไลท์ FAU ได้โดยได้ผลึกของซีโอไลท์ Chabazite แทน ทั้งนี้อนุมานได้ว่าเมื่อให้ความร้อนอีกครั้ง ซิลิกาและอลูมินาจะเกิดการจัดเรียงตัวโดยไม่มีการใช้ 15-คราวน์-5 เป็นเทมเพลตในการเกิดผลึก ผลึกที่ได้จึงเป็นผลึกของซีโอไลท์ชนิด CHA ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองต่อเพื่อหาปัจจัยที่ทำให้เกิดซีโอไลท์ชนิด CHA ในของผสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU โดยจากข้อสันนิษฐานที่ว่า 15-คราวน์-5 ไม่มีส่วนร่วมในการเกิดซีโอไลท์ CHA จึงทำการสังเคราะห์ซีโอไลท์โดยใช้ของผสมที่มีส่วนประกอบของเจลดังสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลท์ EMT และ FAU แต่ไม่ได้ใช้ 18-คราวน์-6 และ 15-คราวน์-5 เป็นเทมเพลตอินทรีย์ ซึ่งจากผลการวิเคราะห์พบว่าสามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ CHA จากนั้นจึงต้องทำการทดลองเพื่อหาปัจจัยที่ทำให้เกิดซีโอไลท์ CHA ได้โดยปราศจากเทมเพลตอินทรีย์ เนื่องจากสารเคมีที่เป็นแหล่งอลูมินาที่ใช้คืออลูมิเนียมเอทอกไซด์  $[Al(OC_2H_5)_3]$  และขณะทำการสังเคราะห์จะได้เอทานอลออกมา ในขั้นแรกจึงสันนิษฐานว่าเอทานอลอาจเป็นปัจจัยที่เหนี่ยวนำให้เกิดซีโอไลท์ CHA (ดังตารางที่ 3.1 การสังเคราะห์ครั้งที่ 9)

จึงทำการทดลอง โดยใช้โซเดียมอลูมิเนตให้เป็นแหล่งอลูมินาแทนอลูมิเนียมเอทอกไซด์ และใช้อัตราส่วนโมลของสารเคมีอื่น ๆ คงเดิม ซึ่งการสังเคราะห์ครั้งแรกเติมเอทานอลเป็นเทมเพลตอินทรีย์ (ดังตารางที่ 3.1 การสังเคราะห์ครั้งที่ 10) และการสังเคราะห์ครั้งต่อมาไม่มีการเติมเอทานอล (ดังตารางที่ 3.1 การสังเคราะห์ครั้งที่ 11) จากผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้พบว่า ผลึกที่ได้จากการเติมเอทานอลไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ CHA ได้ แต่ผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ไม่เติมเอทานอลปรากฏว่าสามารถสังเคราะห์ได้ซีโอไลท์ CHA แสดงให้เห็นว่าในการสังเคราะห์ซีโอไลท์จากของผสมที่มีส่วนประกอบของเจลดังที่ใช้ในการทดลองเป็นสถานะที่มีอัตราส่วนโมลของสารเคมีที่ใช้เหมาะสมสำหรับการเกิดผลึกซีโอไลท์ CHA โดยไม่จำเป็นต้องใช้ เทมเพลตอินทรีย์

ใดๆทั้งสิ้น และเอทานอลที่เติมลงไปของผลสมที่ใช้สังเคราะห์จะเป็นการรบกวนระบบจึงทำให้ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ CHA ได้

ดังนั้น 15-คราวน-5 ที่อยู่ในของผลสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลท์ FAU จึงไม่ควรมีส่วนร่วมในการเกิดผลึกซีโอไลท์ CHA แต่อย่างไรก็ตาม ทั้งนี้อาจเป็นไปได้เมื่อมีการให้ความร้อนเป็นระยะเวลาหนึ่งแล้วหยุดให้ความร้อนก่อนที่จะเกิดขนาดวิกฤต (Critical size) ของผลึก ซิลิกาและอลูมินาที่อยู่ในของผลสมจะเกิดการจับเรียงตัวเป็นเจลล้อมรอบ 15-คราวน-5 อย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิลดลงแต่ไม่เกิดเป็นโครงร่างผลึก เมื่อให้ความร้อนอีกครั้งซิลิกาและอลูมินาเหล่านี้ก็จะละลายออกมาแล้วจัดเรียงตัวกลายเป็นผลึกของ CHA โดย 15-คราวน-5 ยังคงถูกกัก (trapped) อยู่ใน ซิลิกาและอลูมินาเจล เหล่านี้ ดังรูปที่ 4.5 ดังนั้น 15-คราวน-5 จึงไม่มีส่วนร่วมในการเกิดผลึกซีโอไลท์ CHA หลังจากการให้ความร้อนอีกครั้ง



รูปที่ 4.5 แสดงซิลิกาอลูมินาเจลที่ล้อมรอบ 15-คราวน-5 เมื่อลดอุณหภูมิและแสดงการละลายเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ

จากผลการทดลองดังที่กล่าวมา สรุปได้ว่าของผลสมที่ใช้สังเคราะห์ซีโอไลท์ที่มีอัตราส่วนโมลของสารเคมีต่างๆค่าหนึ่ง สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ได้หลายชนิด ซึ่งจะสังเคราะห์ได้ซีโอไลท์ชนิดใดนั้นจะขึ้นอยู่กับเทมเพลตอินทรีย์ที่ใช้ ดังที่ได้จากผลการทดลองคือในของผลสมที่มีองค์ประกอบ เจลดังที่ใช้ในการวิจัย พบว่าถ้าหากสังเคราะห์ซีโอไลท์โดยไม่ใช้เทมเพลตอินทรีย์จะสังเคราะห์ได้ซีโอไลท์ CHA ถ้าใช้ 18-คราวน-6 เป็นเทมเพลตอินทรีย์จะสังเคราะห์ได้ซีโอไลท์ EMT และถ้าใช้ 15-คราวน-5 เป็นเทมเพลตอินทรีย์จะสังเคราะห์ได้ซีโอไลท์ FAU ดังนั้นเทมเพลตอินทรีย์มีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลท์อย่างมาก โดยเป็นสิ่งกำหนดลักษณะโครงสร้างของซีโอไลท์ที่สังเคราะห์ได้

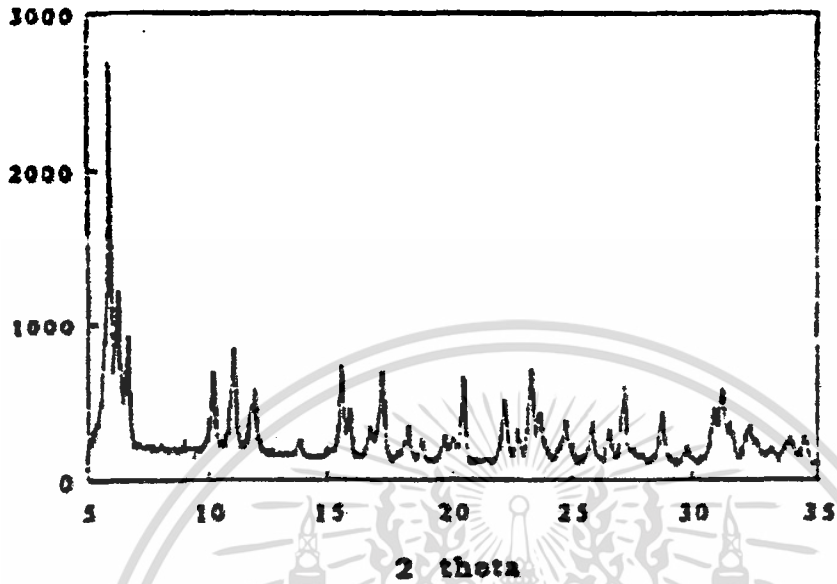
### ข้อเสนอแนะสำหรับการวิจัย

ในการตรวจสอบด้วยเครื่อง X-ray powder diffraction ควรนำซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาทำการเผาไล่สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนของซีโอไลต์ก่อนที่จะนำมาเปรียบเทียบกับกราฟ X-ray powder diffraction ของซีโอไลต์มาตรฐาน และก่อนการประยุกต์ใช้ในการวิจัยอื่น ๆ ต่อไป

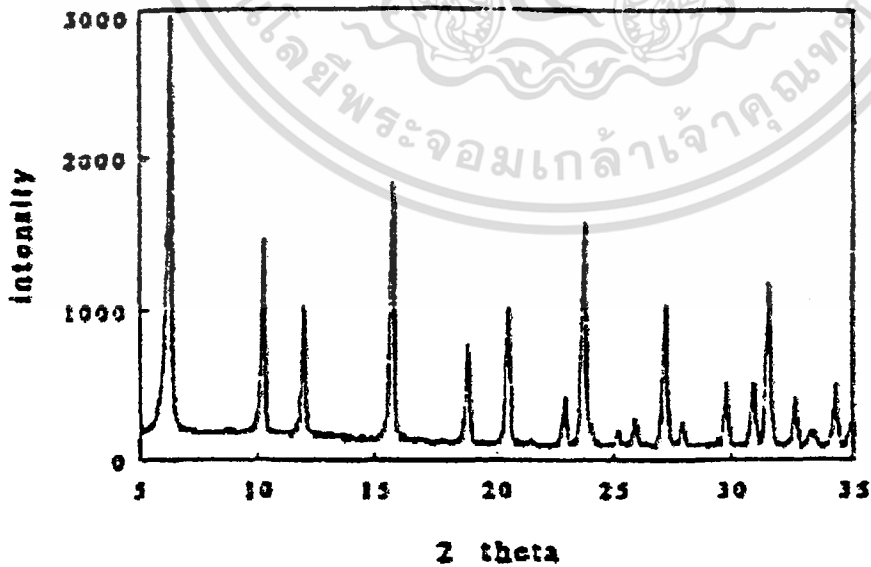


## ภาคผนวก ก

### ผลการวิจัยด้วยเครื่อง X-ray Powder Diffraction ( XRD )



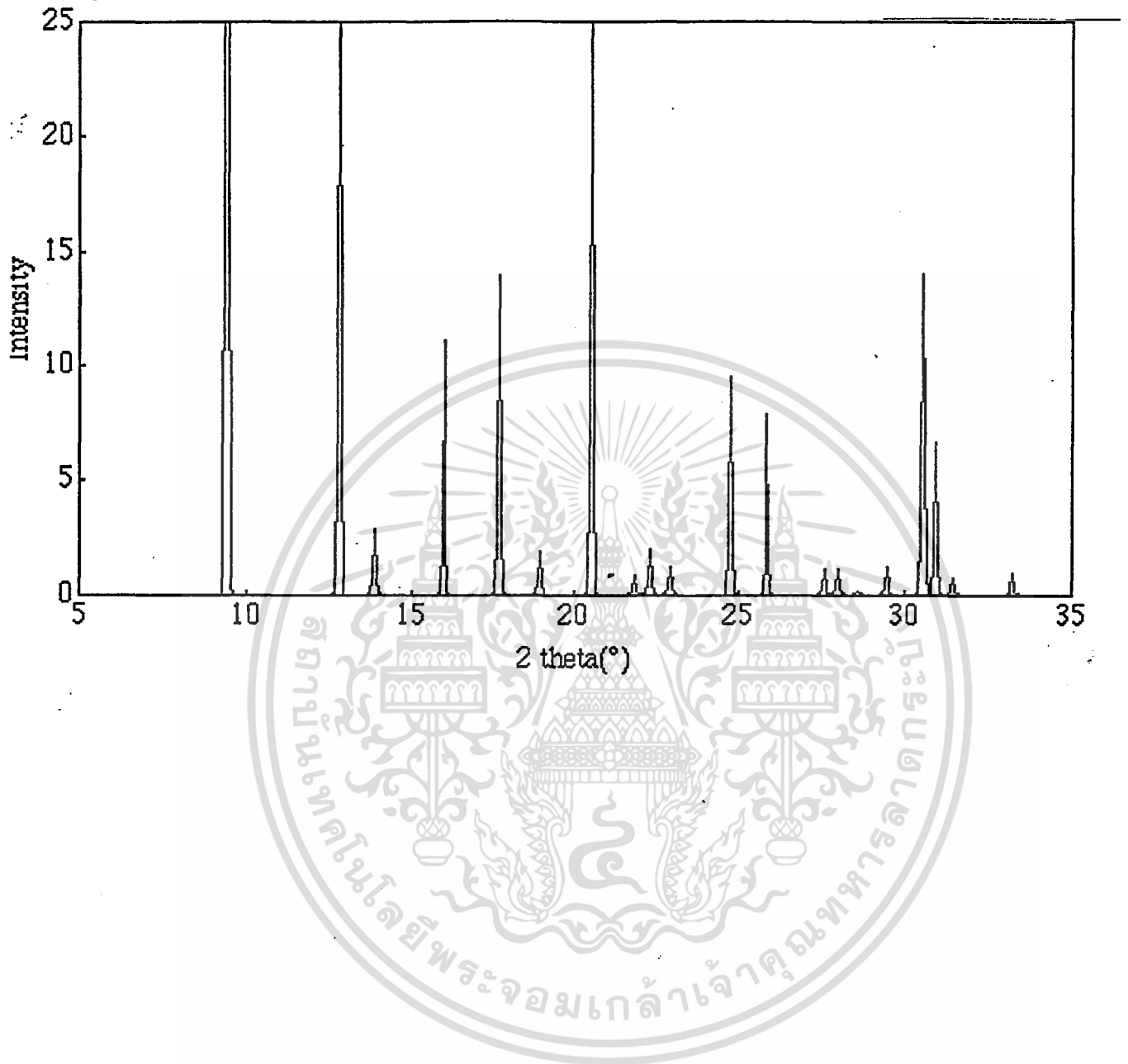
X-ray Powder Diffraction ของมาตรฐานซีไอไลต์ EMT



X-ray Powder Diffraction ของมาตรฐานซีไอไลต์ FAU

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงแก้ไข และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

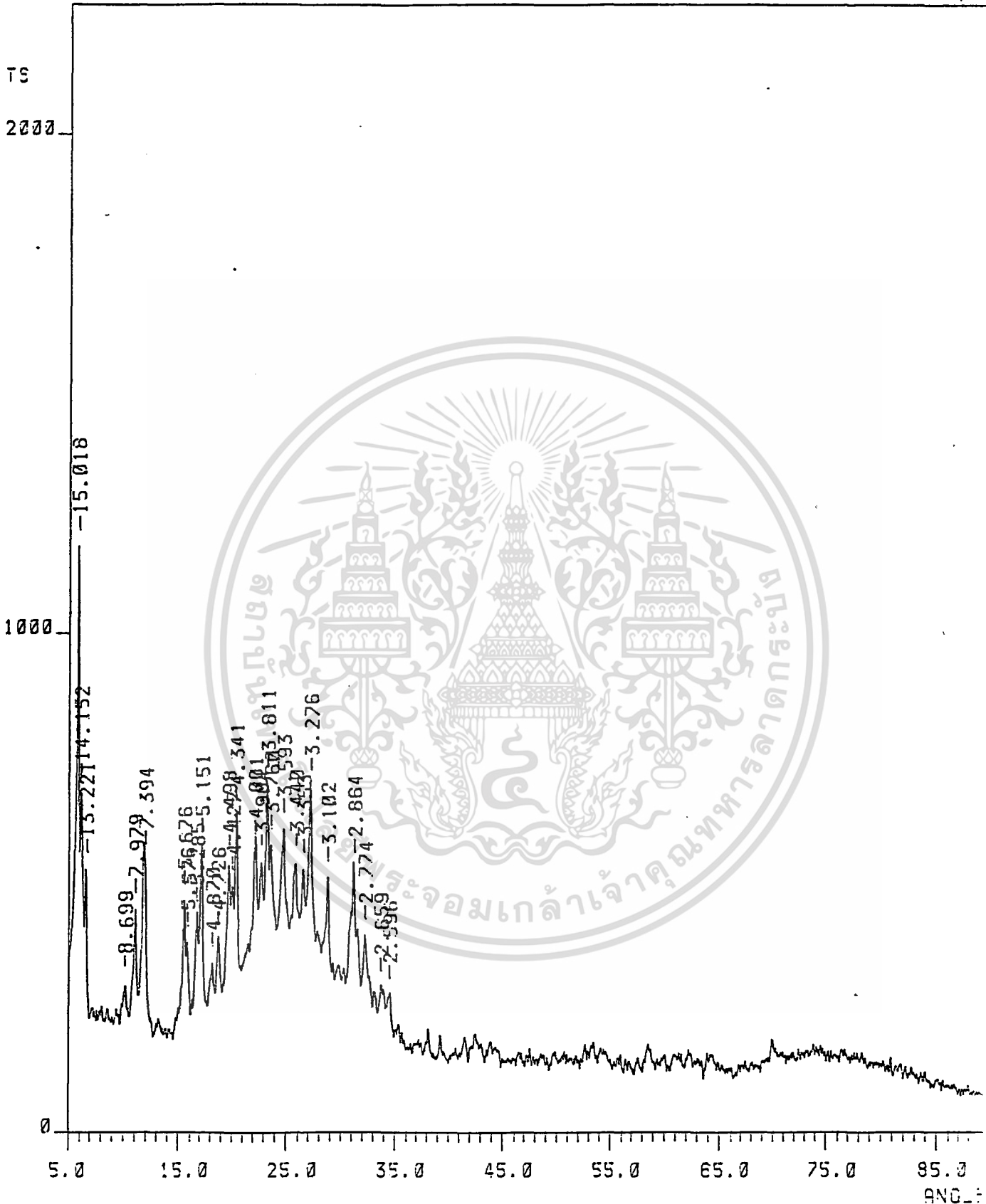
Powder X ray Diffraction Pattern of CHA



X-ray Powder Diffraction ของมาตรฐานซีโอไลท์ CHA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

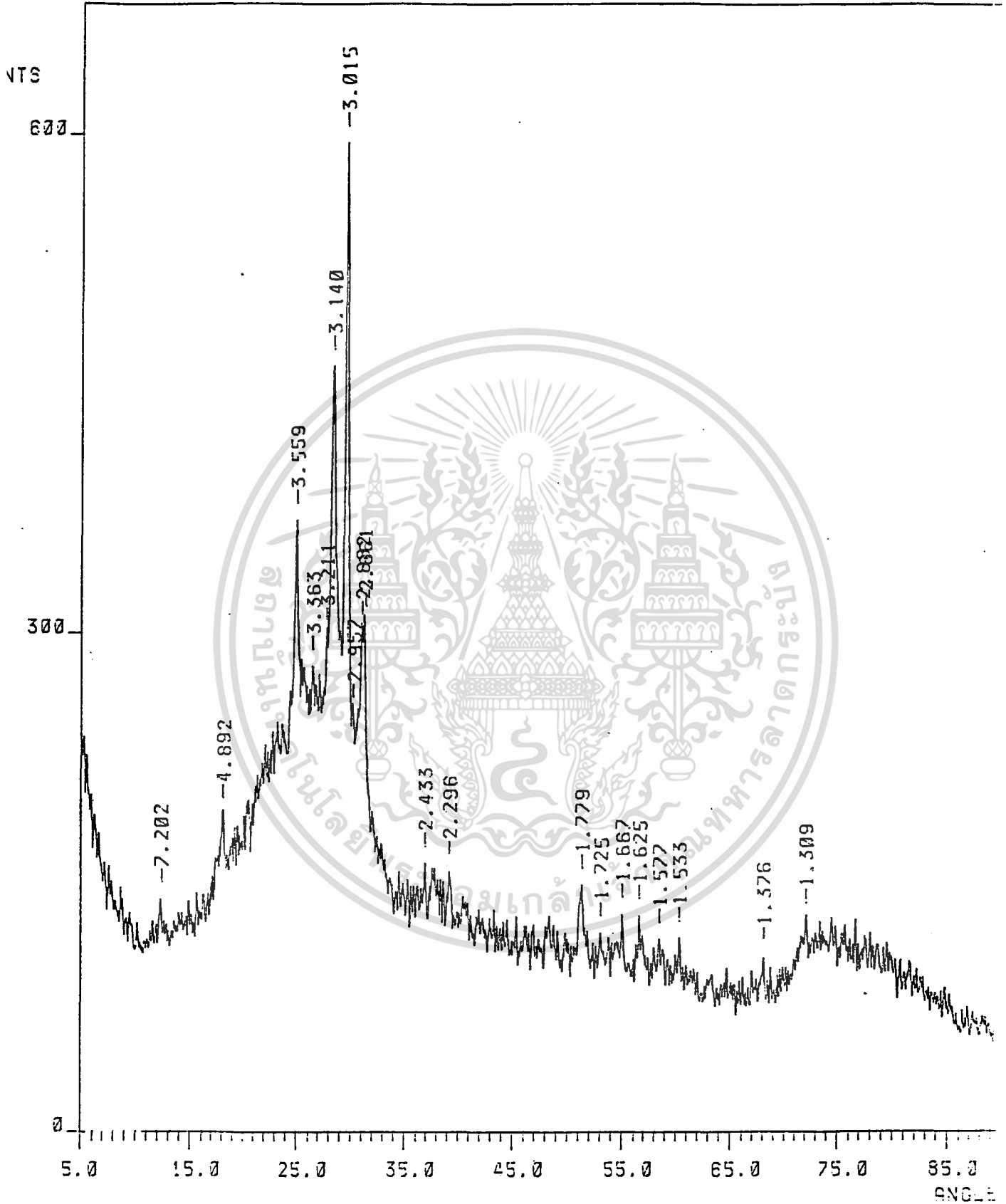
File : EMT(Na).SM  
Date : 12- APR - 1996



X-ray Powder Diffraction Pattern ของซีโอไลท์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup> )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File : EMT(Cs).SM  
Date : 12- DEC - 1996

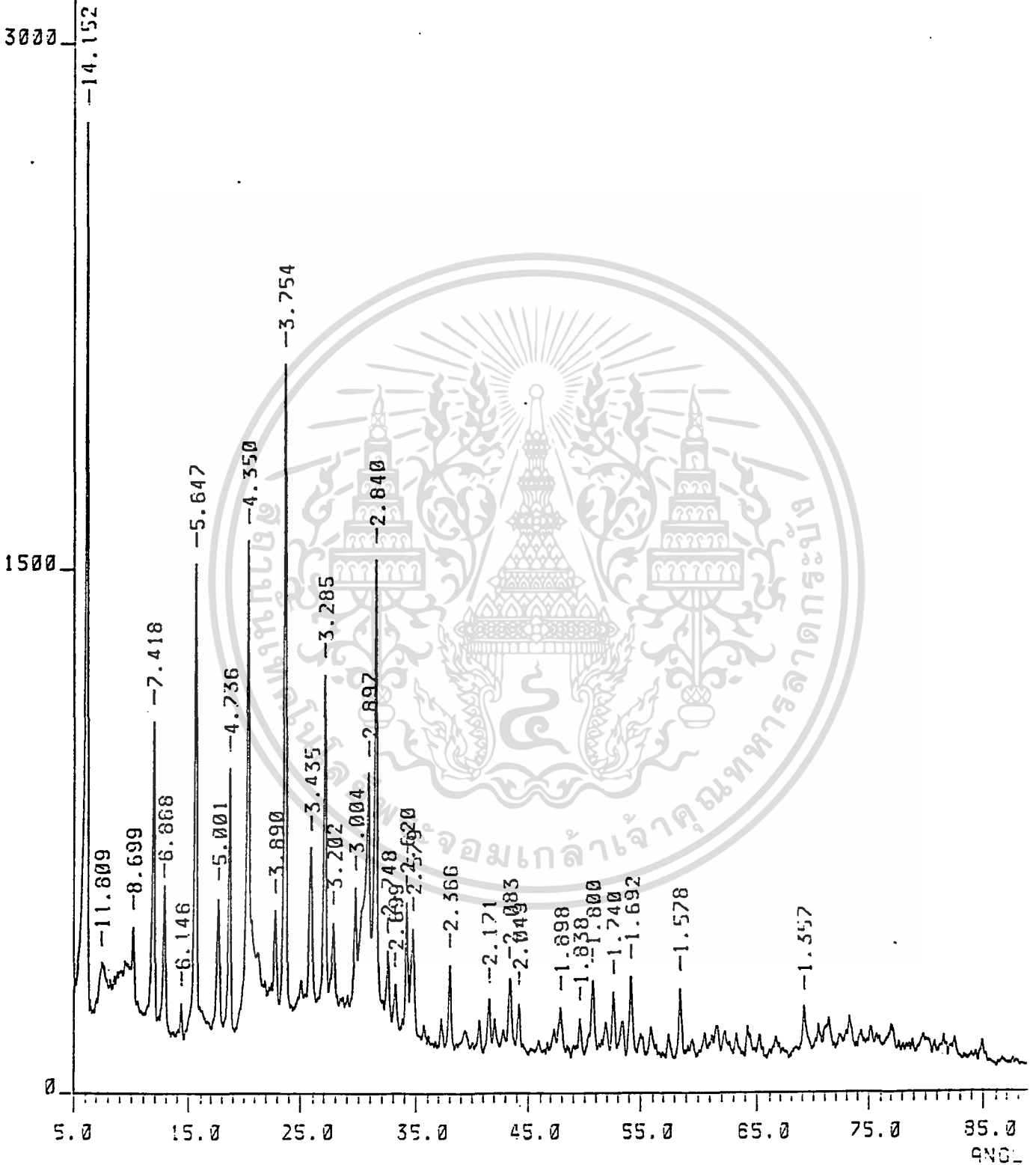


X-ray Powder Diffraction Pattern ของ EMT-Cs<sup>+</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File : FAU(Na).SM  
Date : 12- DEC - 1996

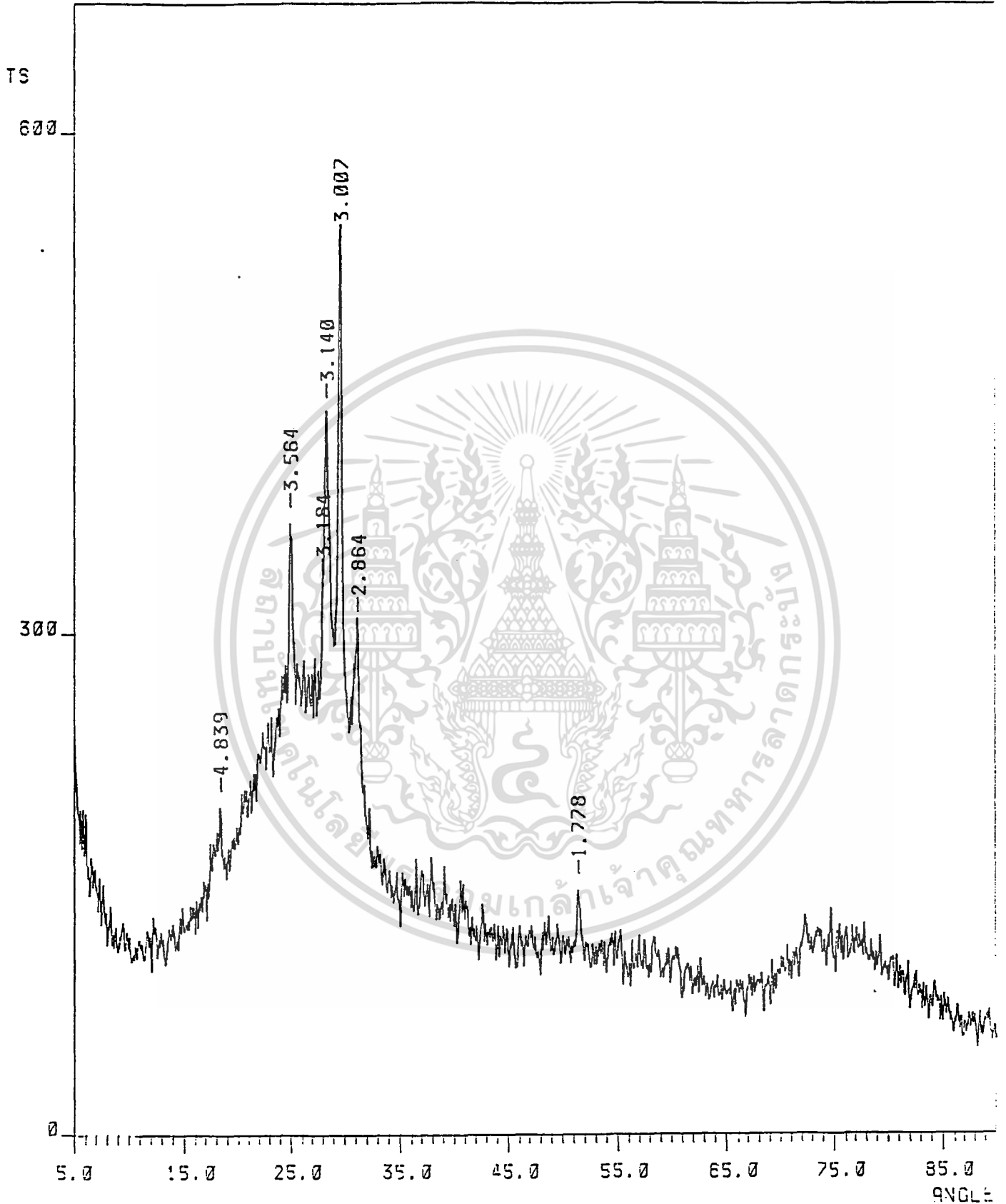
NTS



X-ray Powder Diffraction Pattern ของซีโอไลต์ FAU ( FAU-Na<sup>+</sup> )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

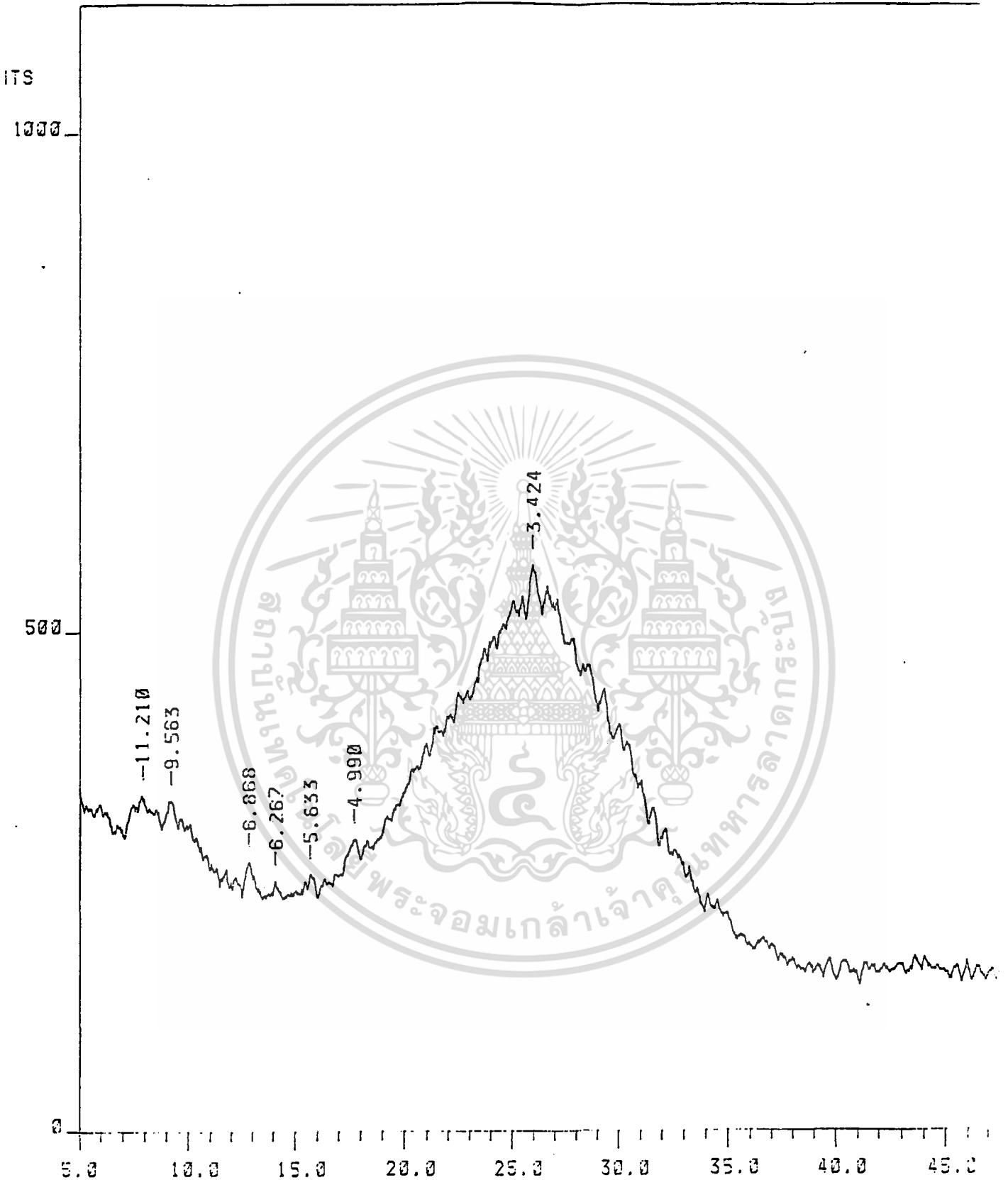
File : FAU(Cs).SM  
Date : 12- APR - 1996



X-ray Powder Diffraction Pattern ของ FAU-Cs<sup>+</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

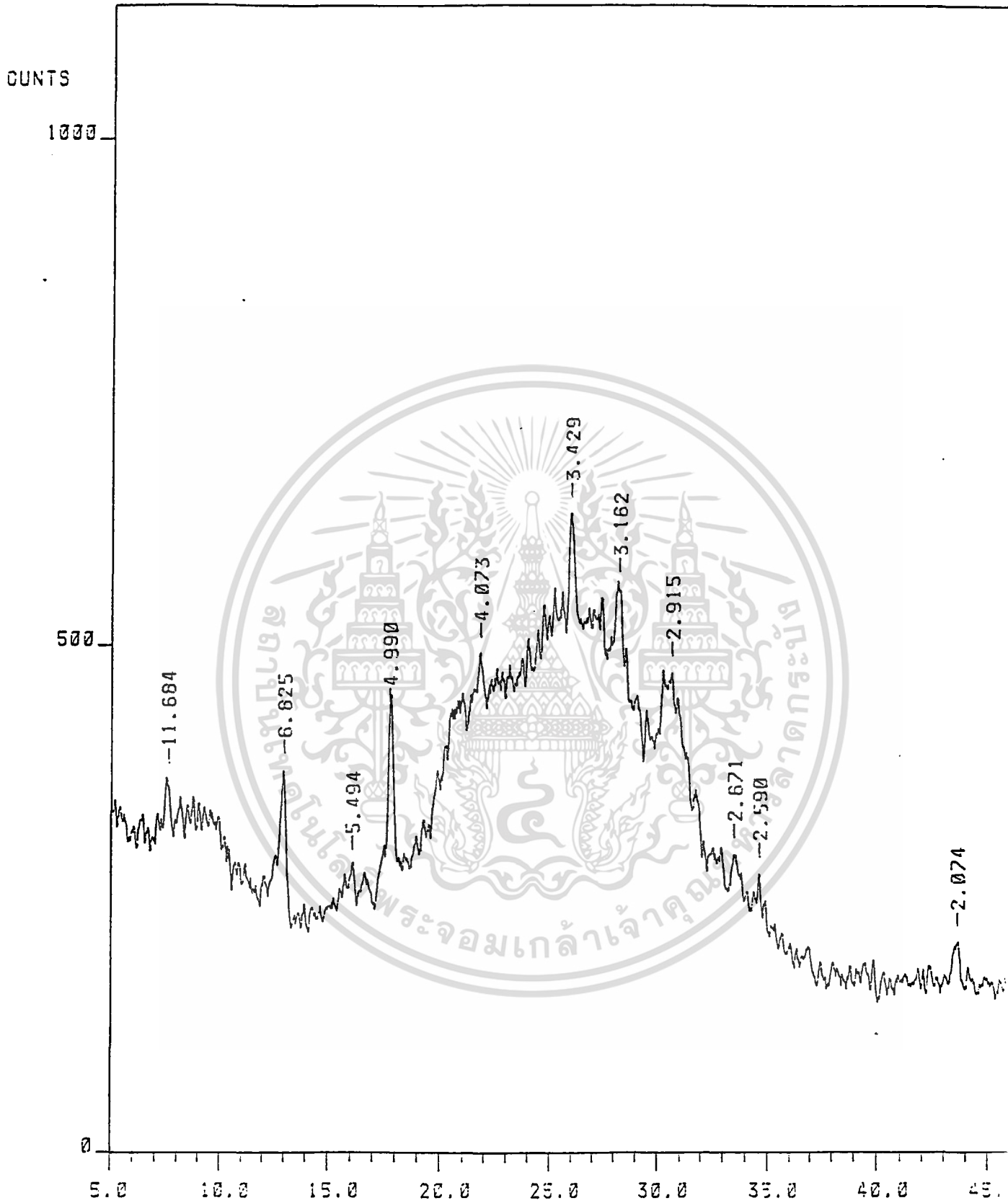
File : TE-NA-FA.SM  
Date : 08- JAN - 1997



X-ray Powder Diffraction Pattern ของ FAU-Na<sup>+</sup>-TEG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File : 61.SM  
Date : 10- FEB - 1997



X-ray Powder Diffraction Pattern ของ FAU- $\text{Na}^+$ -TEG-DC

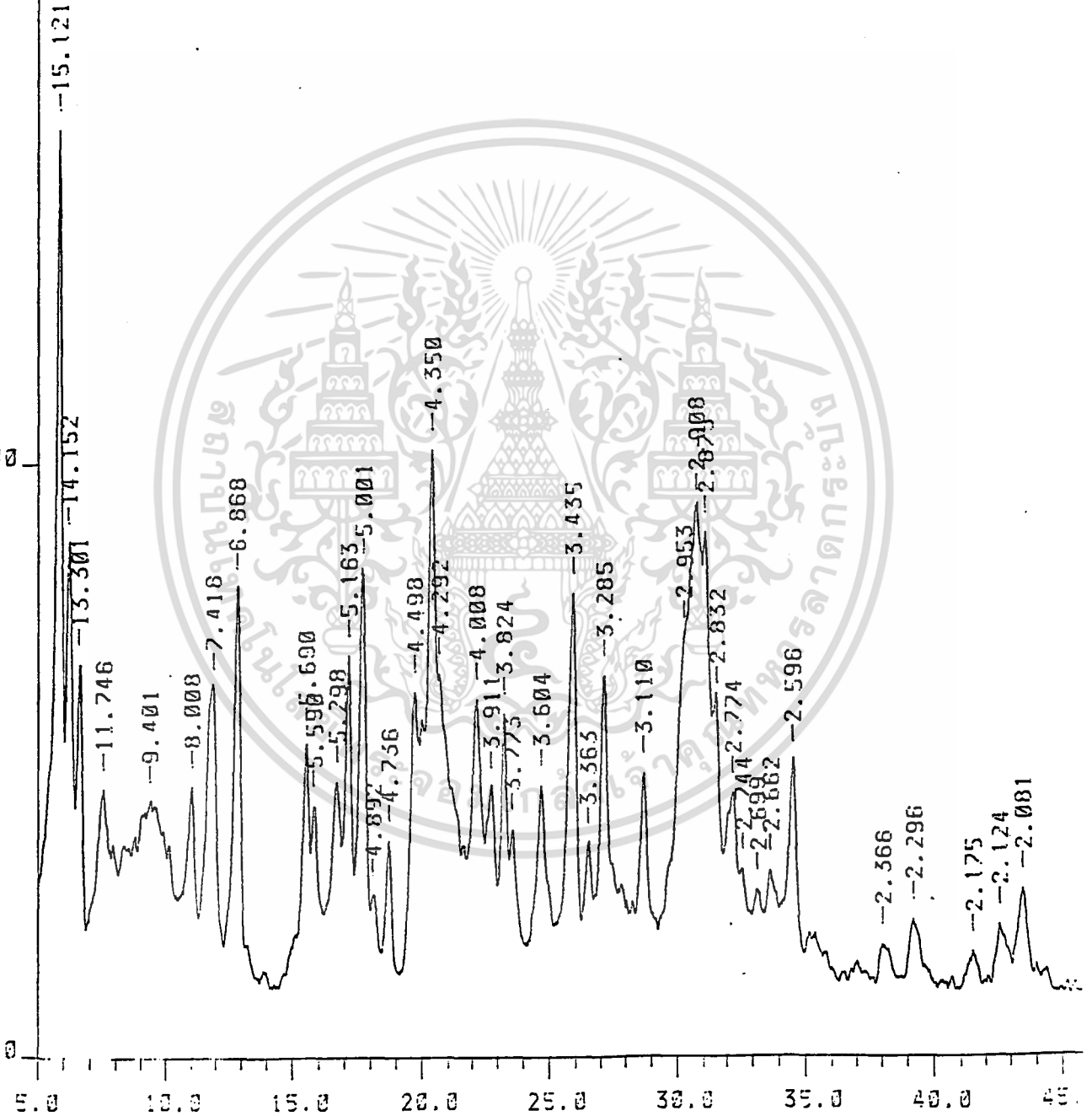
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรรมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File : EMT-Na.SM  
Date : 27- FEB - 1997

COUNTS

2000

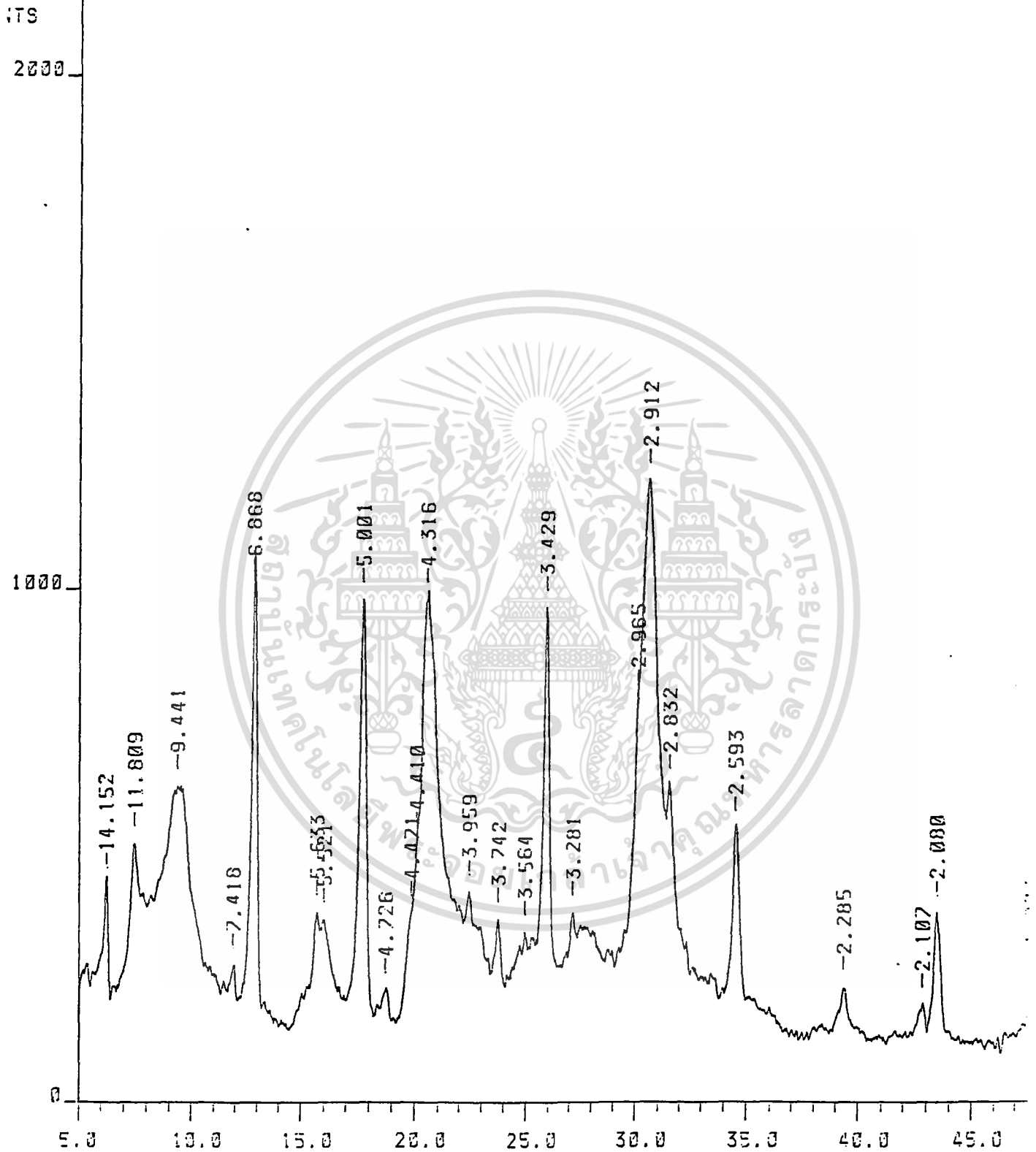
1000



X-ray Powder Diffraction Pattern ของซีโอไลต์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup>-R )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

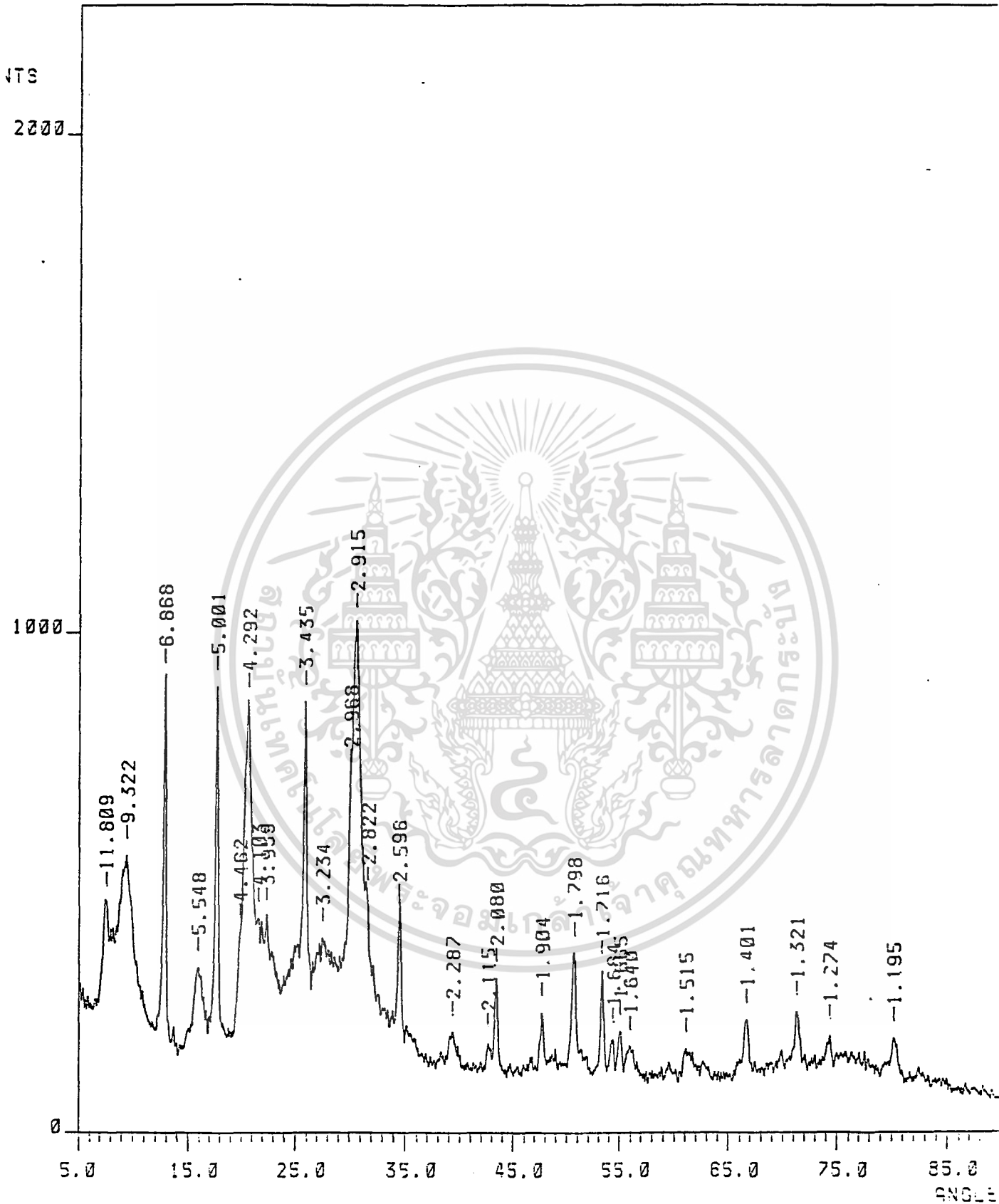
File : FAU-Na.SM  
Date : 27- FEB - 1997



X-ray Powder Diffraction Pattern ของ FAU-Na<sup>+</sup>-R

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

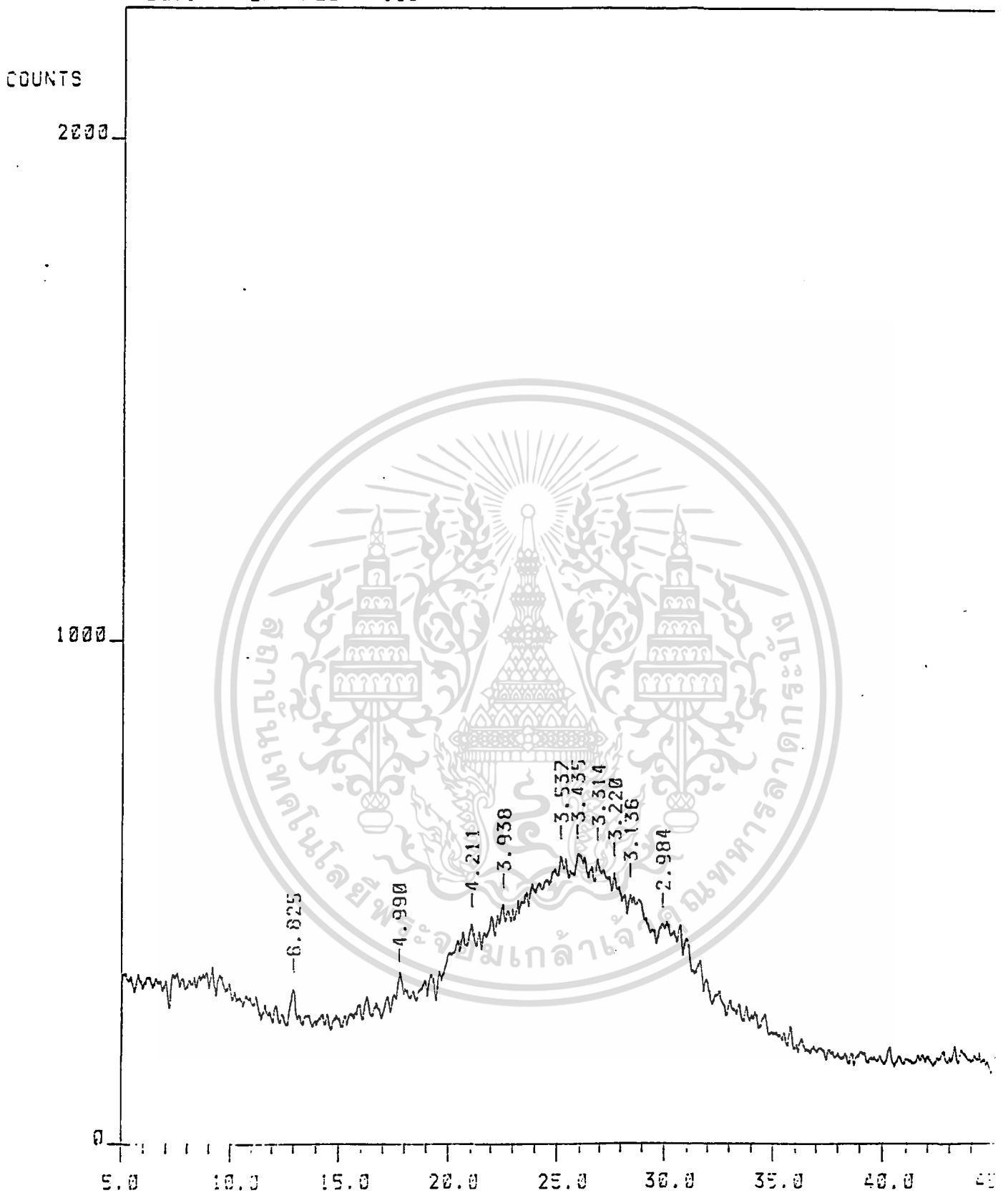
File : Template.SM  
Date : 12- DEC - 1996



X-ray Powder Diffraction Pattern ของซีโอไลท์ CHA (CHA-AE-NO)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

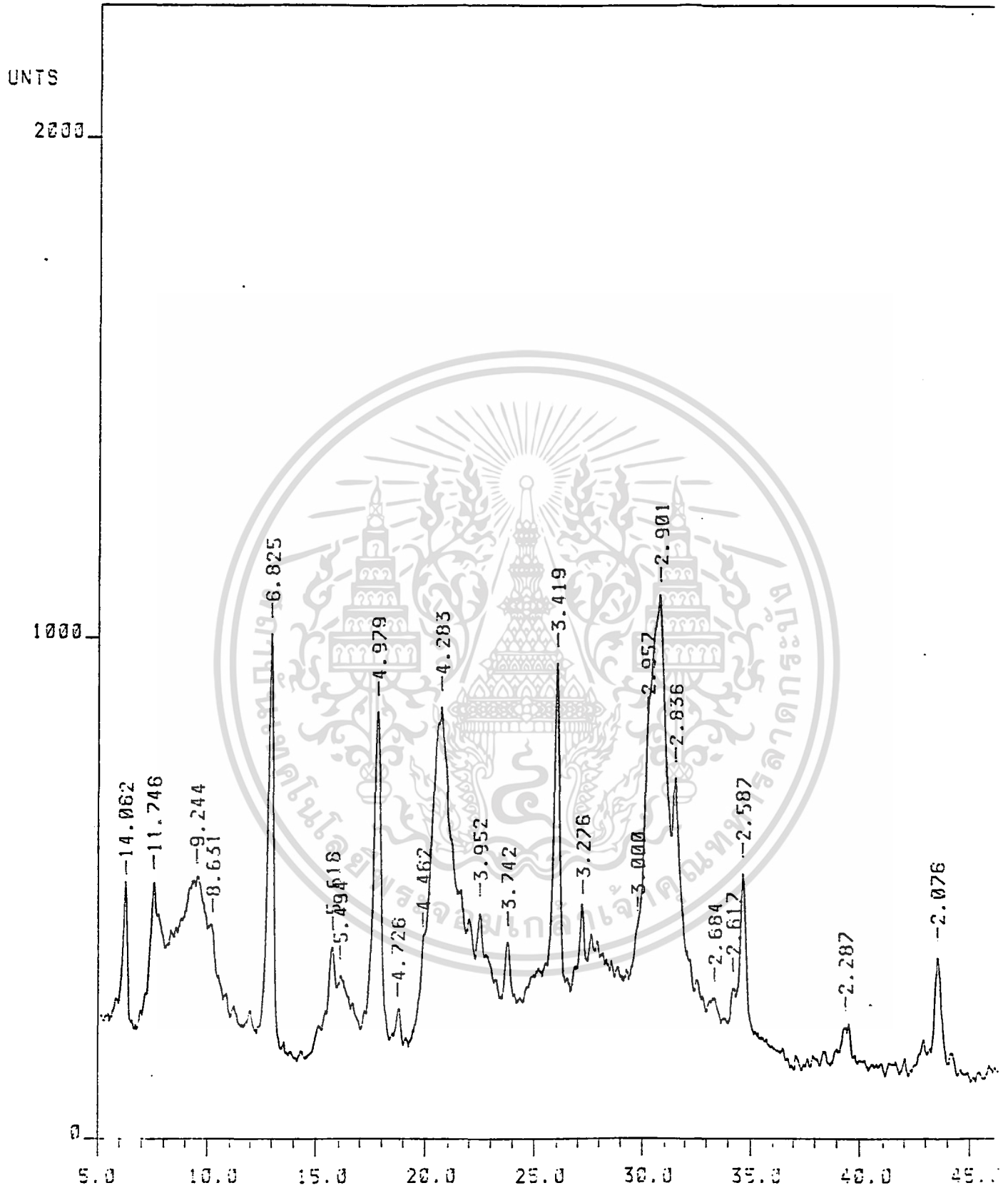
File : CHA-ETH.SM  
Date : 27- FEB - 1997



X-ray Powder Diffraction Pattern ของ CHA-SA-ET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลง<sup>57</sup>เนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกวนนำไปใช้

File : CHA-Nae.SM  
 Date : 27-FEB-1997



X-ray Powder Diffraction Pattern ของซีไอไลท์ CHA (CHA-SA-NO)

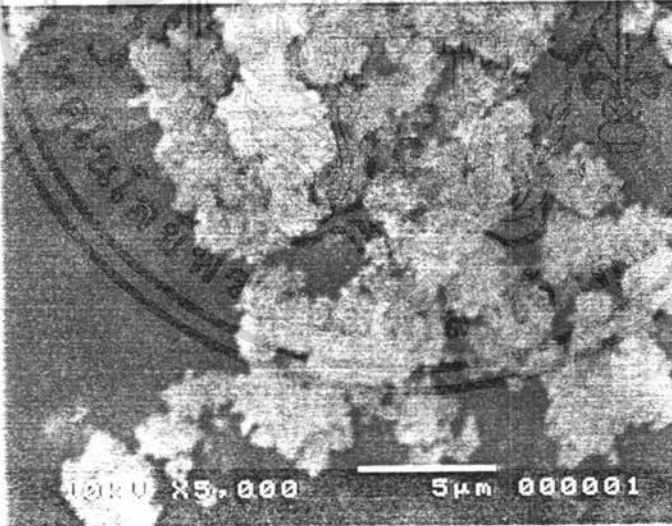
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

ผลการวิจัยด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope ( SEM )

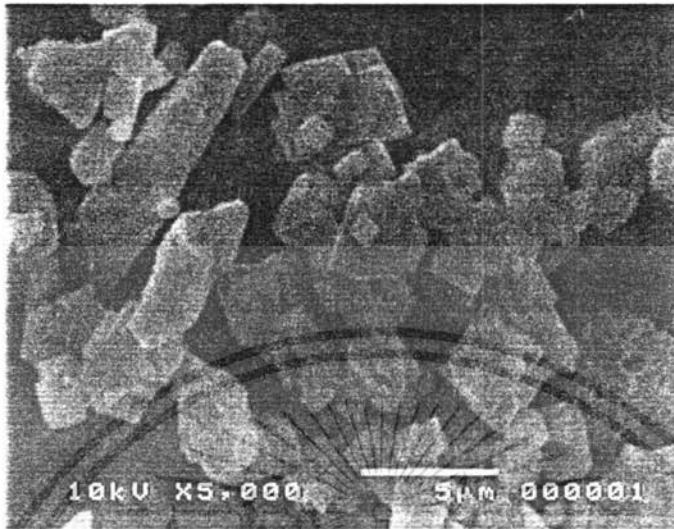


Scanning Electron Microscope ของซีโอไลท์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup> )

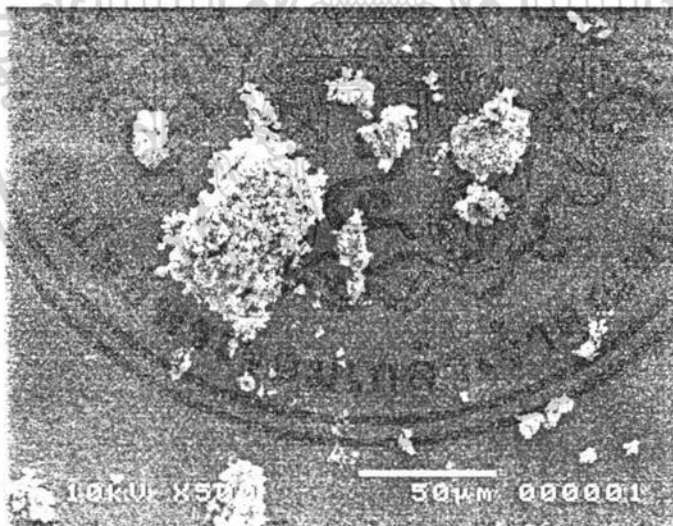


Scanning Electron Microscope ของ EMT-Cs<sup>+</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

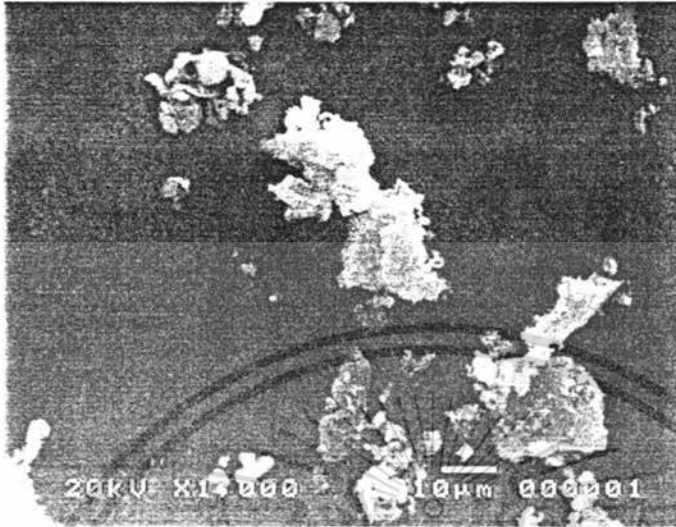


Scanning Electron Microscope ของซีโอไลท์ FAU ( FAU-Na<sup>+</sup> )

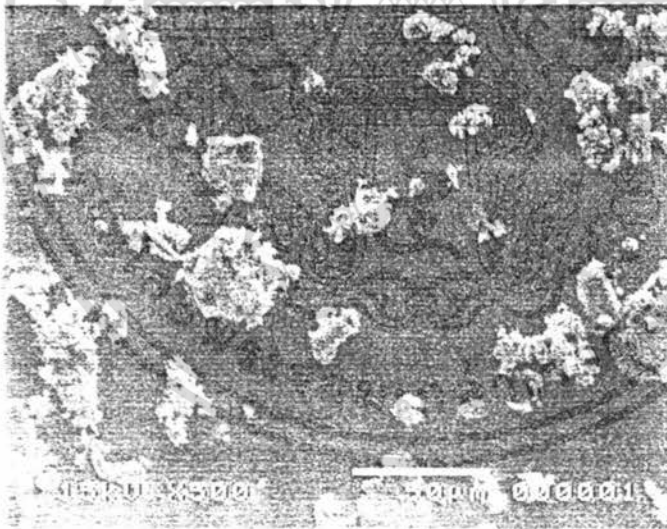


Scanning Electron Microscope ของ FAU-Cs<sup>+</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

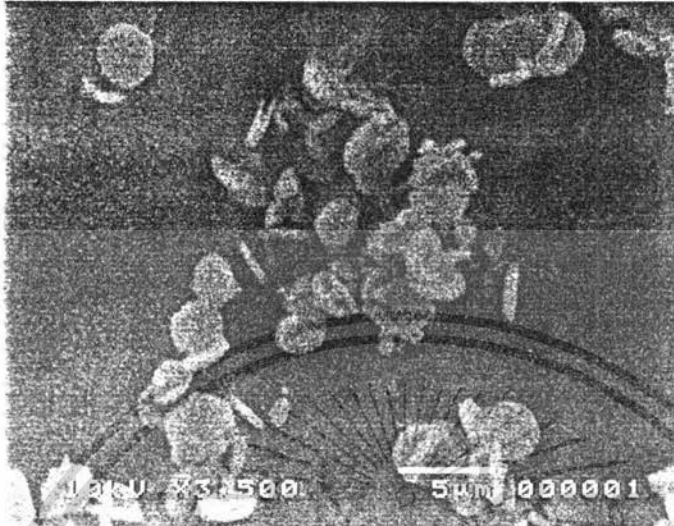


Scanning Electron Microscope ของ FAU-Na<sup>+</sup>-TEG

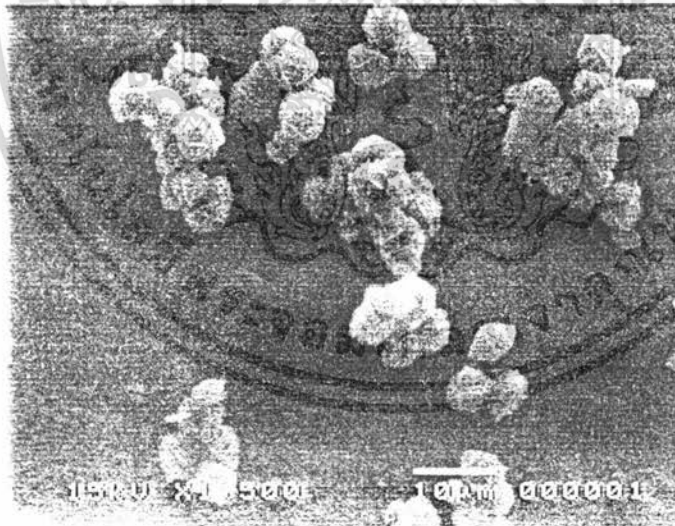


Scanning Electron Microscope ของ FAU-Na<sup>+</sup>-TEG-DC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

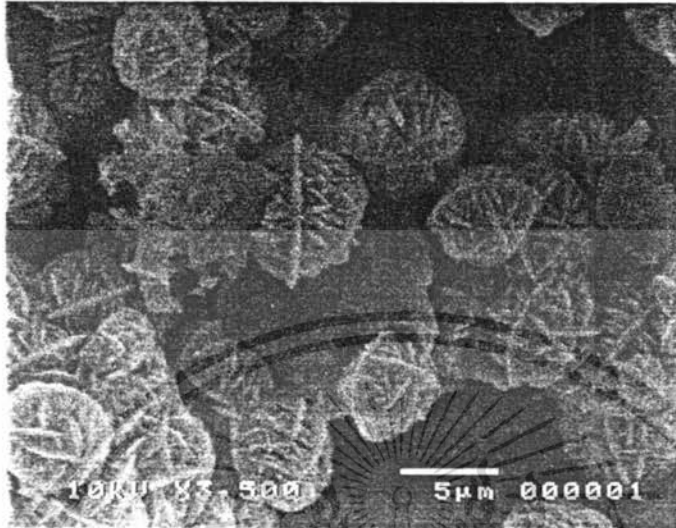


Scanning Electron Microscope ของซีโอไลต์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup>-R )

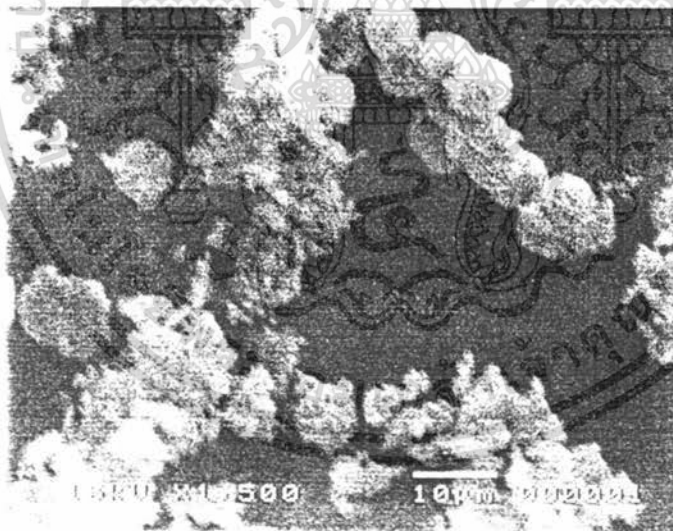


Scanning Electron Microscope ของ FAU-Na<sup>+</sup>-R

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

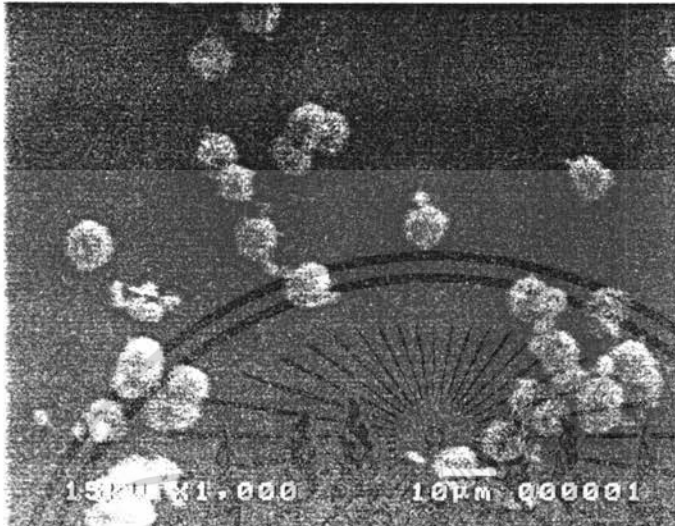


Scanning Electron Microscope ของซีโอไลท์ CHA (CHA-AE-NO)



Scanning Electron Microscope ของ CHA-SA-ET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Scanning Electron Microscope ของซีโอไลท์ CHA (CHA-SA-NO)



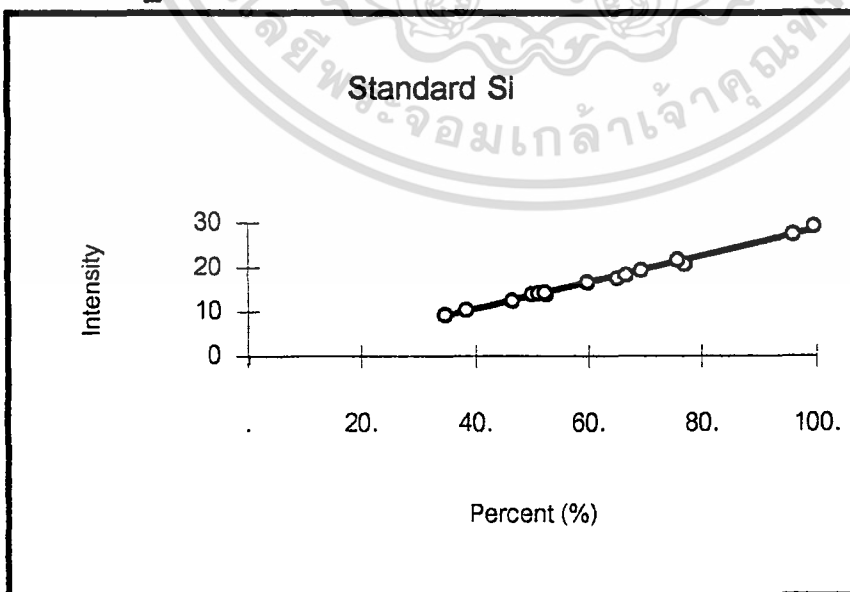
## ภาคผนวก ค

### ผลการวิจัยด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence ( XRF )

#### มาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณด้วย XRF

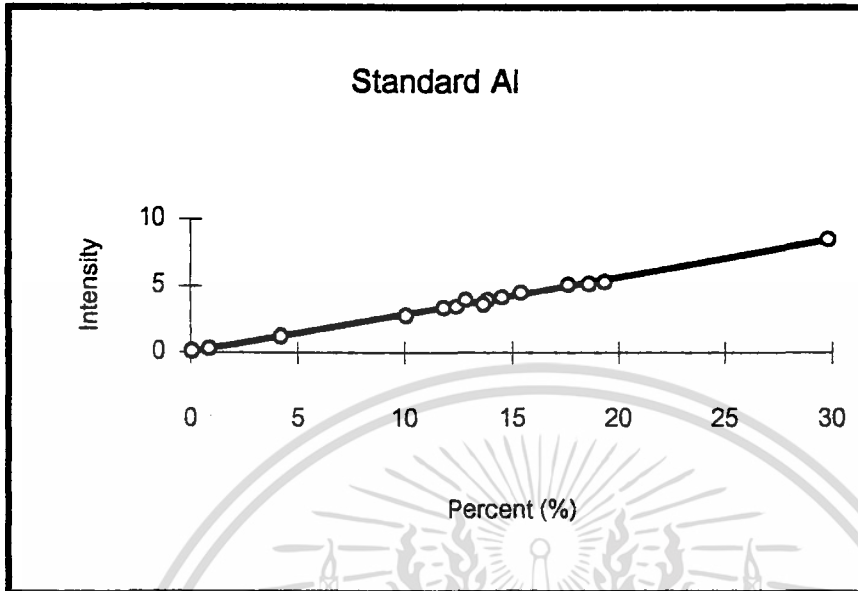
สารมาตรฐานที่	เปอร์เซ็นต์ ( % )			ปริมาณ		
	Si	Al	Na	Si	Al	Na
1	34.55	19.34	0.3	9.3688	5.3524	0.1094
2	38.2	10.07	3.18	10.4476	2.7734	0.1735
3	46.3	29.8	1.63	12.5871	8.5285	0.1355
4	49.9	13.85	2.29	14.0102	3.9674	0.1549
5	51.	4.18	0.37	14.2249	1.2029	0.074
6	52.4	13.64	8.37	13.9827	3.8401	0.3059
7	59.68	11.8	4.15	16.6674	3.3672	0.1781
8	69.22	15.4	4.07	19.4923	4.559	0.2212
9	95.9	0.85	0.06	27.5581	0.3032	0.0679
10	99.5	0.04	0.005	29.3283	0.1142	0.0597
11	52.16	14.51	2.74	14.3604	4.1994	0.1663
12	65.02	18.61	2.58	17.6043	5.1969	0.1718
13	66.8	17.62	5.84	18.4068	5.1491	0.2573
14	76.96	12.41	3.55	20.8076	3.4752	0.1814
15	75.65	12.82	4.03	21.8171	3.9666	0.1814

#### กราฟมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณซิลิกอนด้วย XRF

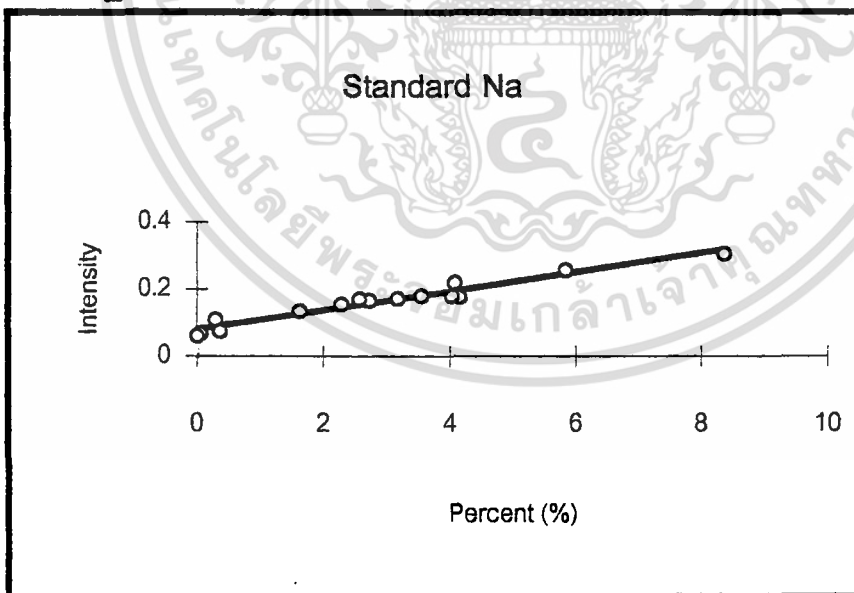


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### มาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณอลูมิเนียมด้วย XRF



### มาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมด้วย XRF



ผลการวิจัยด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence ( XRF )

ตัวอย่างซีโอไลท์	%			Mol			SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si/Al	Na/Al
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O				
FAU-Na	60.7	14.72	8.01	1.00998	.1448	.12982	6.9752	.89658	3.4876	.89658
EMT-Na	71.94	14.21	8.25	1.197	.13978	.13371	8.56351	.95659	4.28176	.95659
CHA-AE	62.41	14.99	8.46	1.03844	.14745	.13712	7.04252	.92989	3.52126	.92989
FAU-Na-TEG-DC	63.75	13.46	7.5	1.06073	.1324	.12156	8.01144	.91808	4.00572	.91808
FAU-Na-TEG	64.67	13.44	7.78	1.07604	.13221	.12609	8.13915	.95377	4.06958	.95377
FAU-Na-R	61.29	14.74	9.73	1.0198	.14499	.1577	7.03344	1.08763	3.51672	1.08763
EMT-Na-R	64.1	14.09	10.51	1.06656	.1386	.17034	7.69525	1.22901	3.84762	1.22901

## ภาคผนวก ง

### ผลการวิจัยด้วยเครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA)



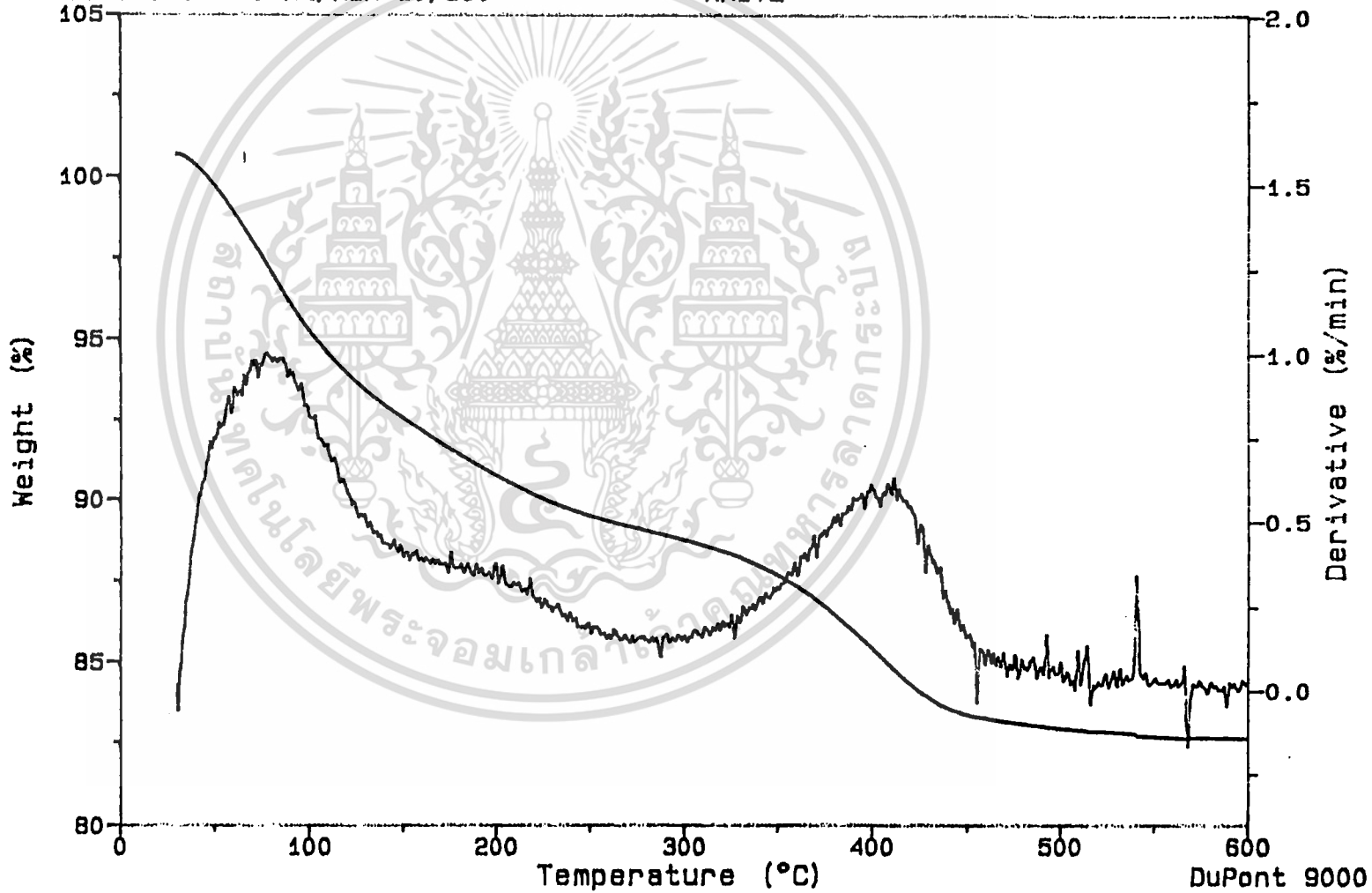
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thermal Gravimetric Analysis ของสารไอโกลท์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup> )

Sample: EMT-NA2  
Size: 12.1066 mg Kcell: 0.9523  
Method: EMT-NA2  
Comment: N2 50 ML/MIN 10/900

TGA

Run: 20  
Operator: TOMMY  
KMITL



Thermal gravimetric analysis

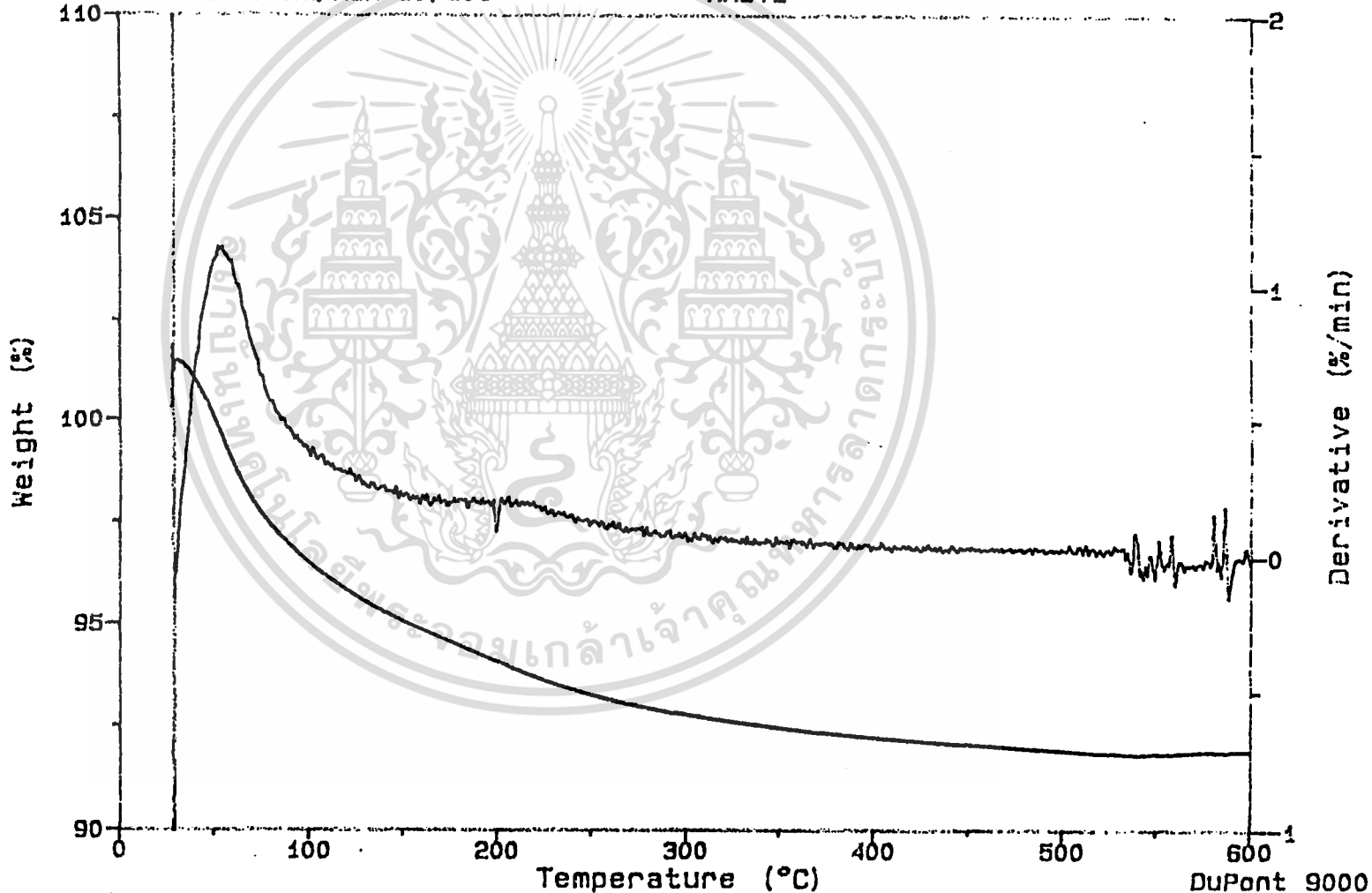
Sample: EMT-CS  
Size: 11.9580 mg Kcell: 0.9523  
Method: EMT-CS  
Comment: N2 50 ML/MIN 10/900

TGA

Run: 26  
Operator: TOMMY

KMITL

Thermal Gravimetric Analysis ของ EMT-CS<sup>+</sup>



Thermal gravimetric analysis

Thermal Gravimetric Analysis ของที่โหล่ FAU ( FAU-Na<sup>+</sup> )

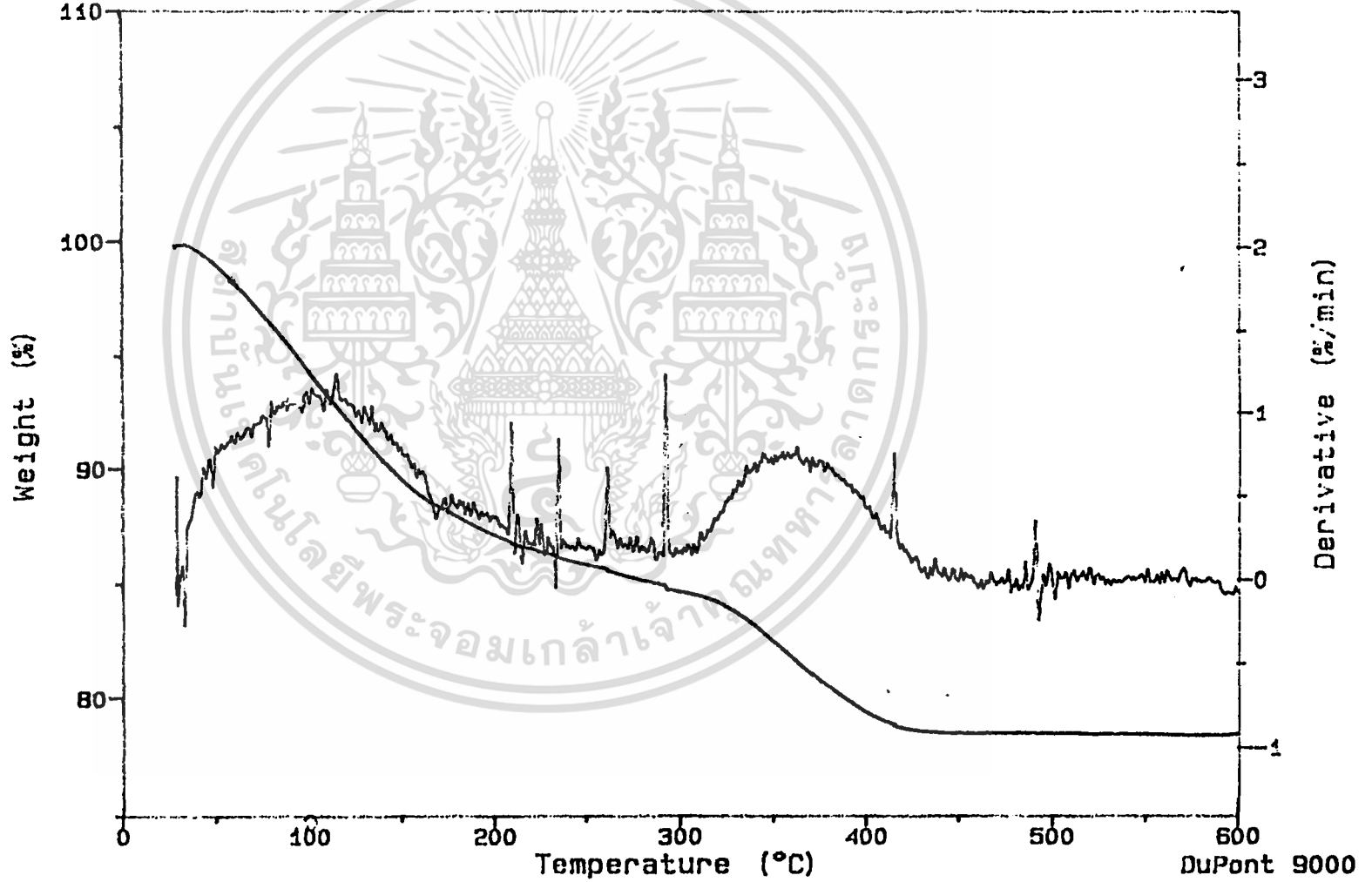
Sample: FAU-NA  
Size: 9.9877 mg Kcell: 0.9523  
Method: FAU-NA2  
Comment: N2 50 ML/MIN 10/900

TGA

Run: 23

Operator: TOMMY

KMITL

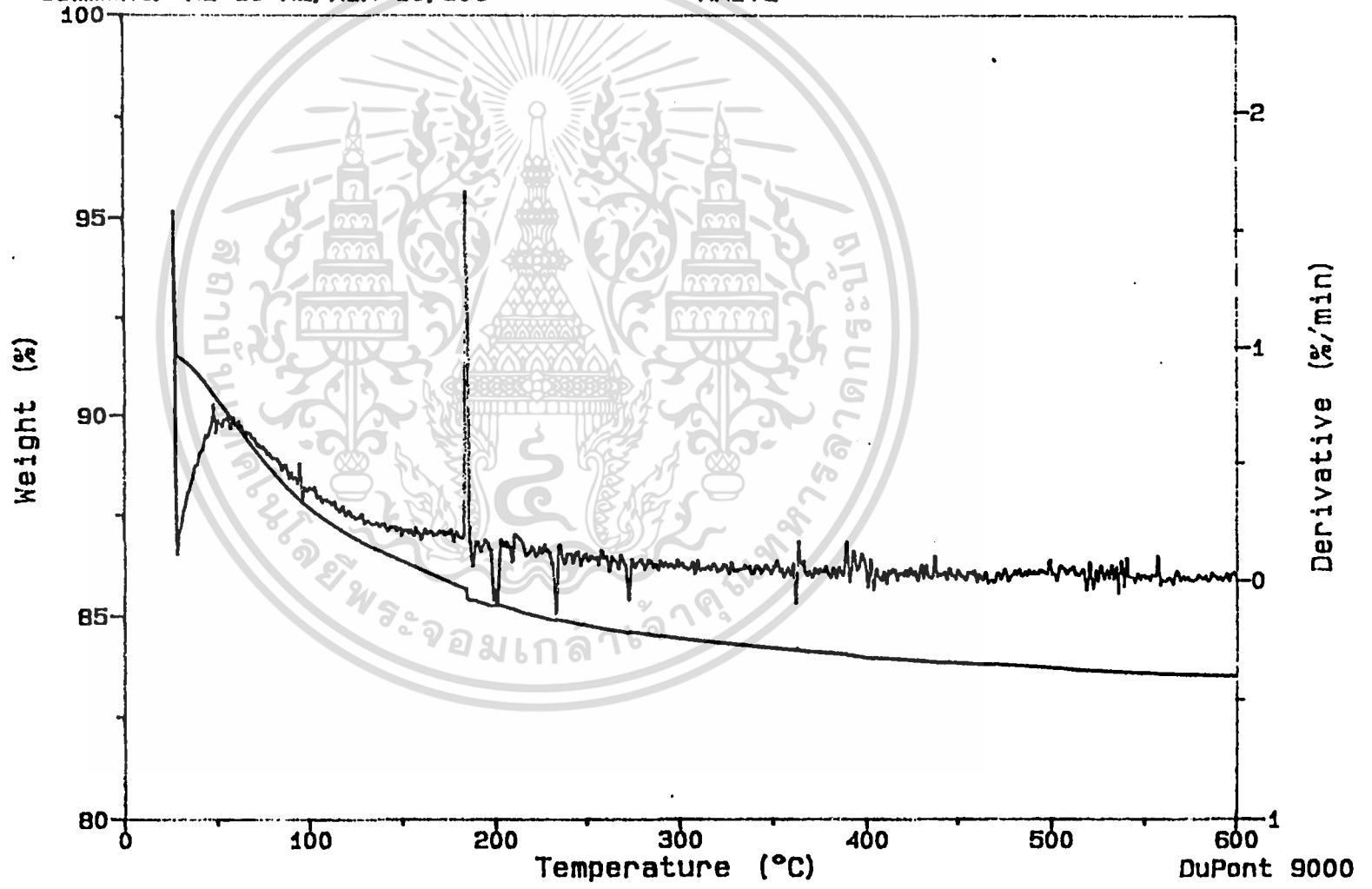


Thermal gravimetric analysis

Sample: FAU-CS  
Size: 9.4792 mg Kcell: 0.9523  
Method: FAU-CS  
Comment: N2 50 ML/MIN 10/900

Run: 21  
TGA Operator: TOMMY  
KMITL

Thermal Gravimetric Analysis ของ FAU-CS<sup>+</sup>



Thermal gravimetric analysis

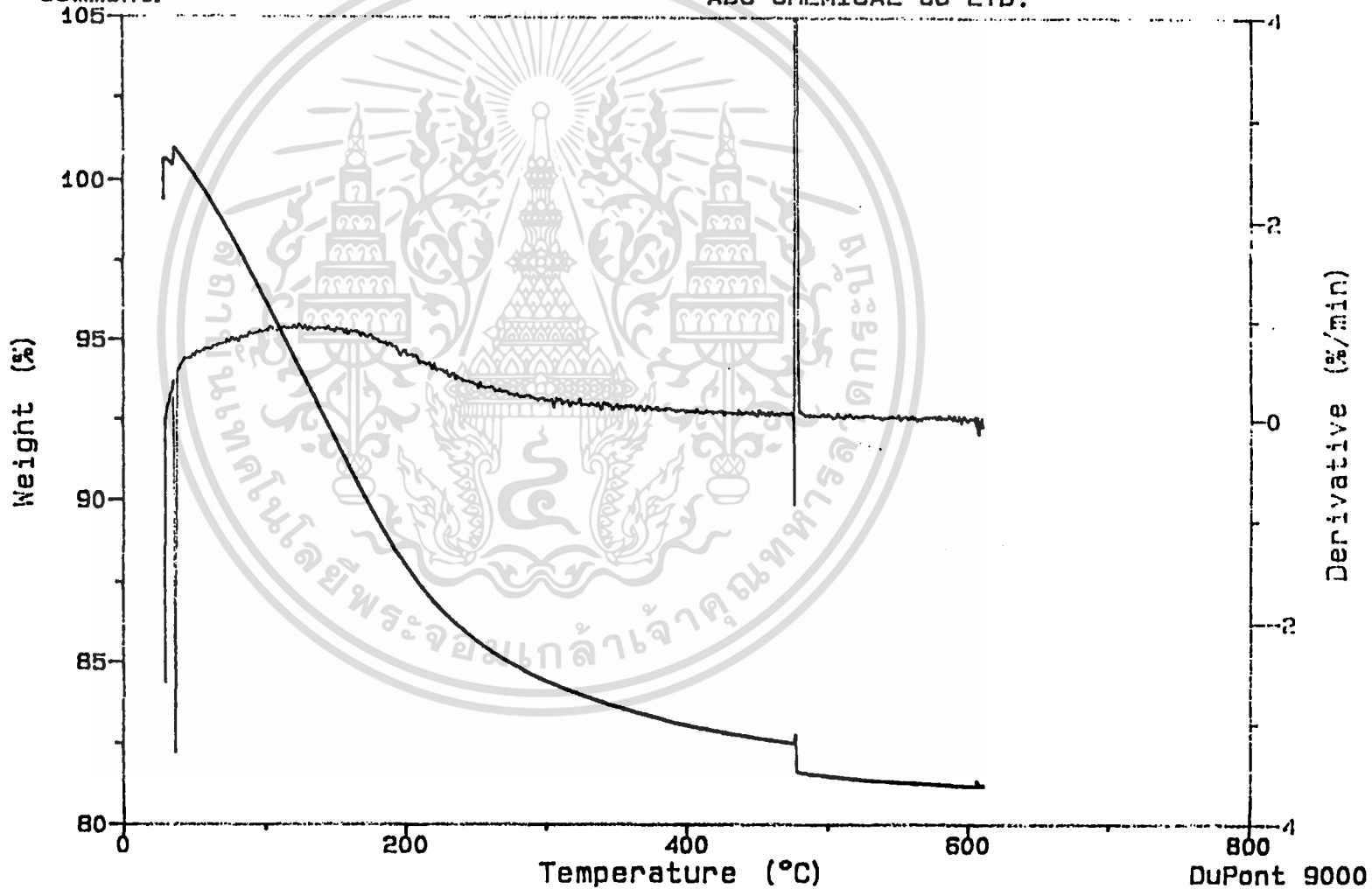
Thermal Gravimetric Analysis ของ FAU-Na<sup>+</sup>-TEG

Sample: TETRA-NA  
Size: 8.3802 mg Kcell: 0.9523  
Method: TE-NA-FAU  
Comment:

TGA

Run: 39

Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.



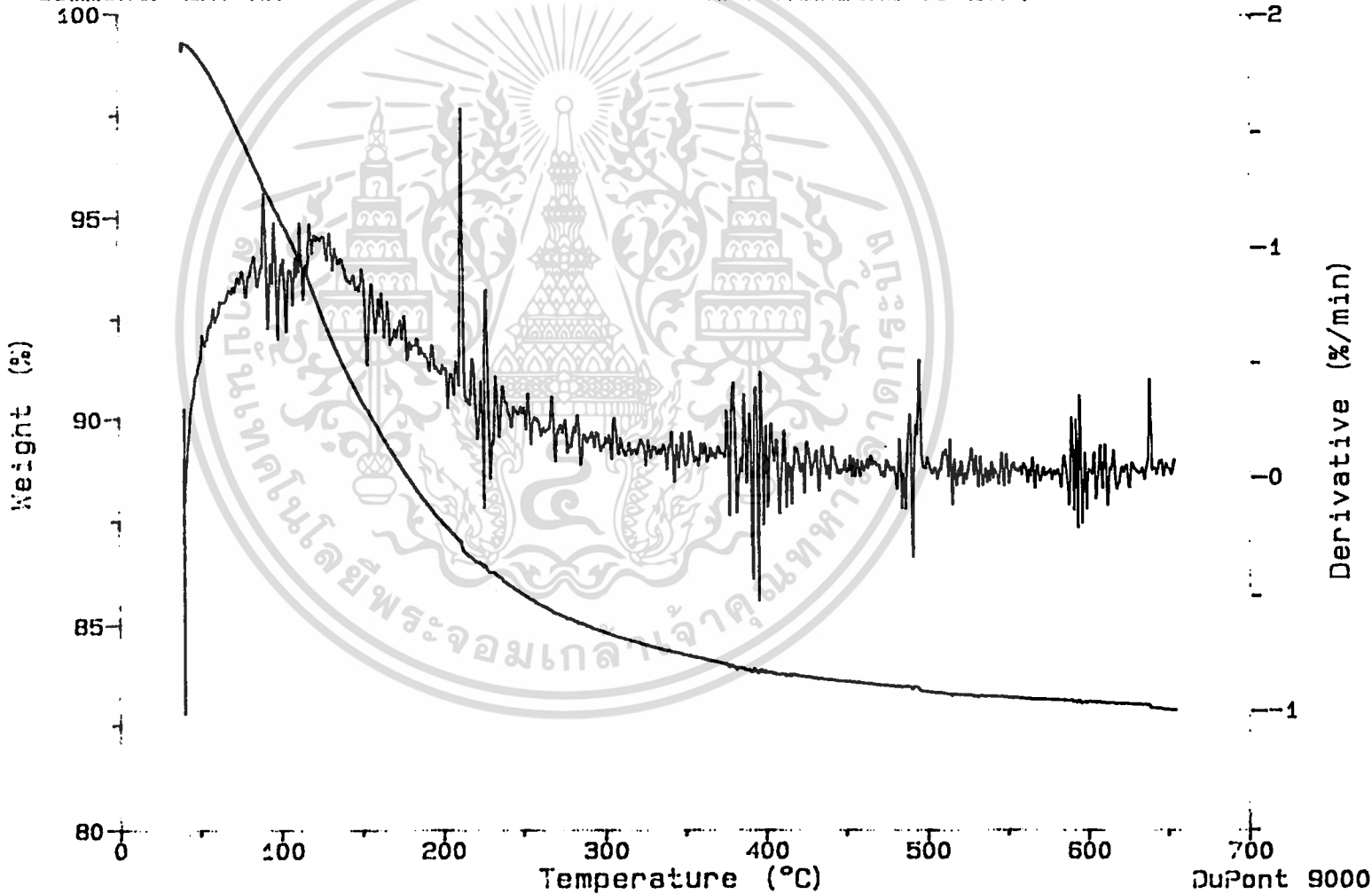
Thermal Gravimetric Analysis ของ FAU- $\text{Na}^+$ -TEG-DC

Sample: TETRA-DI NO SEED  
Size: 10.9334 mg Kcell: 0.9523  
Method: TETRA-DI  
Comment: EMT-NA

TGA

Run: 49

Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.



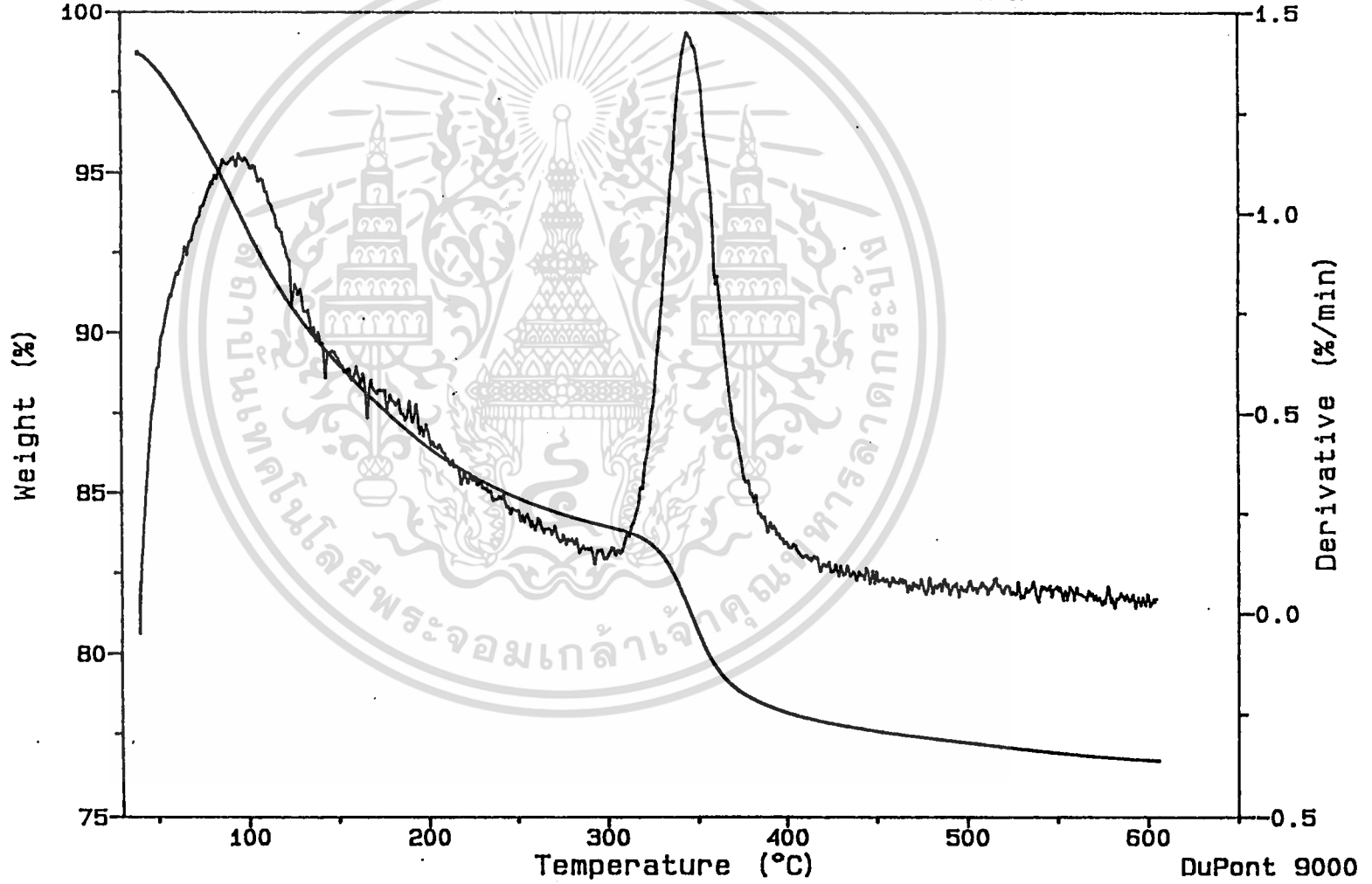
Thermal gravimetric analysis

Thermal Gravimetric Analysis ของสารไอโกลท์ EMT ( EMT-Na<sup>+</sup>-R )

Sample: EMT-NA3  
Size: 10.2772 mg Kcell: 0.9523  
Method: EMT-NA3  
Comment: EMT-NA

TGA

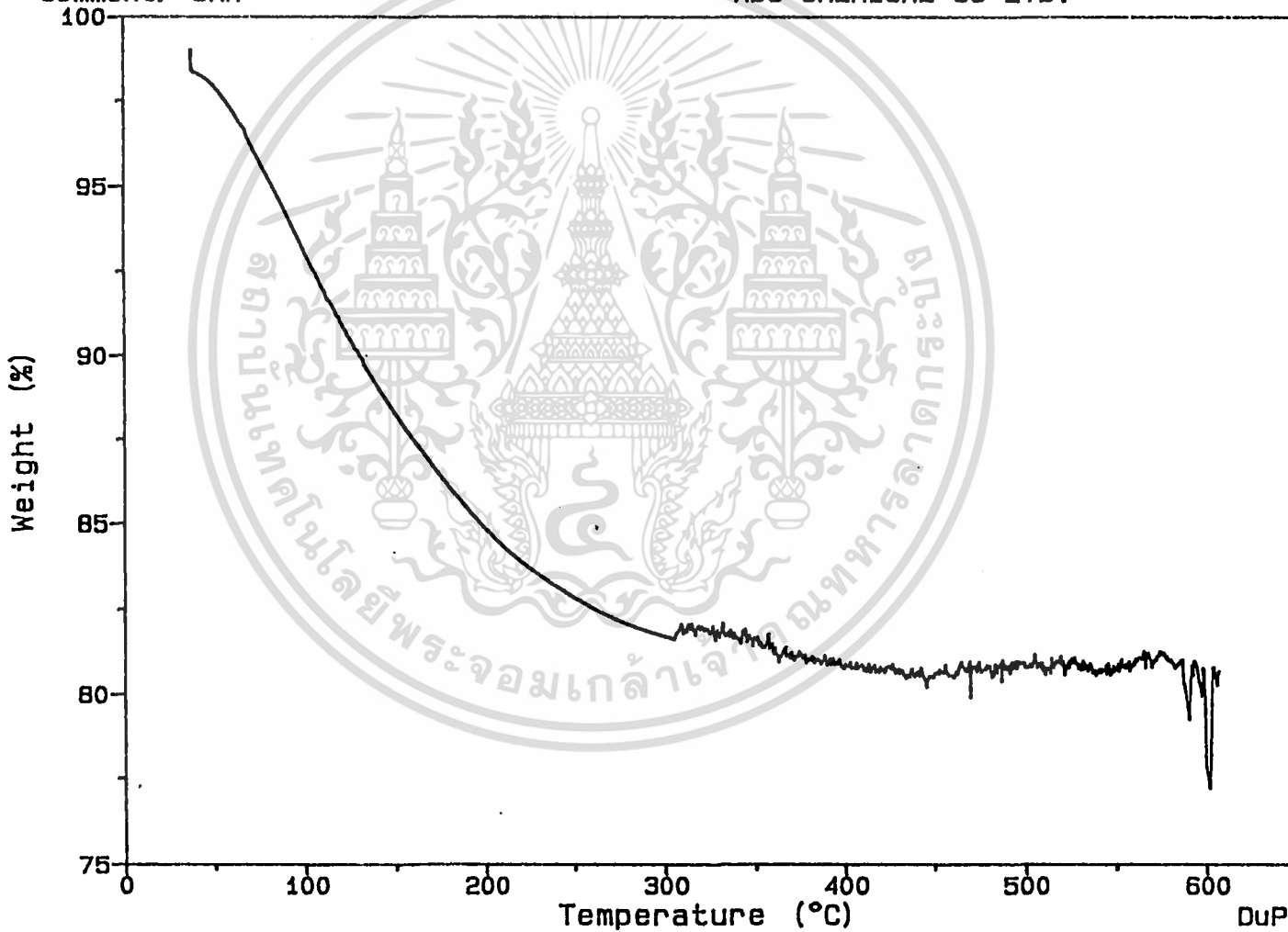
Run: 72  
Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.



Sample: FAU-NA3  
Size: 11.6714 mg Kcell: 0.9523  
Method: FAU-NA3  
Comment: CHA

Run: 73  
TGA Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.

Thermal Gravimetric Analysis ของ FAU-Na<sup>+</sup>-R



DuPont 9000

Thermal Gravimetric Analysis ของตัวอย่าง CHA (CHA-AE-NO)

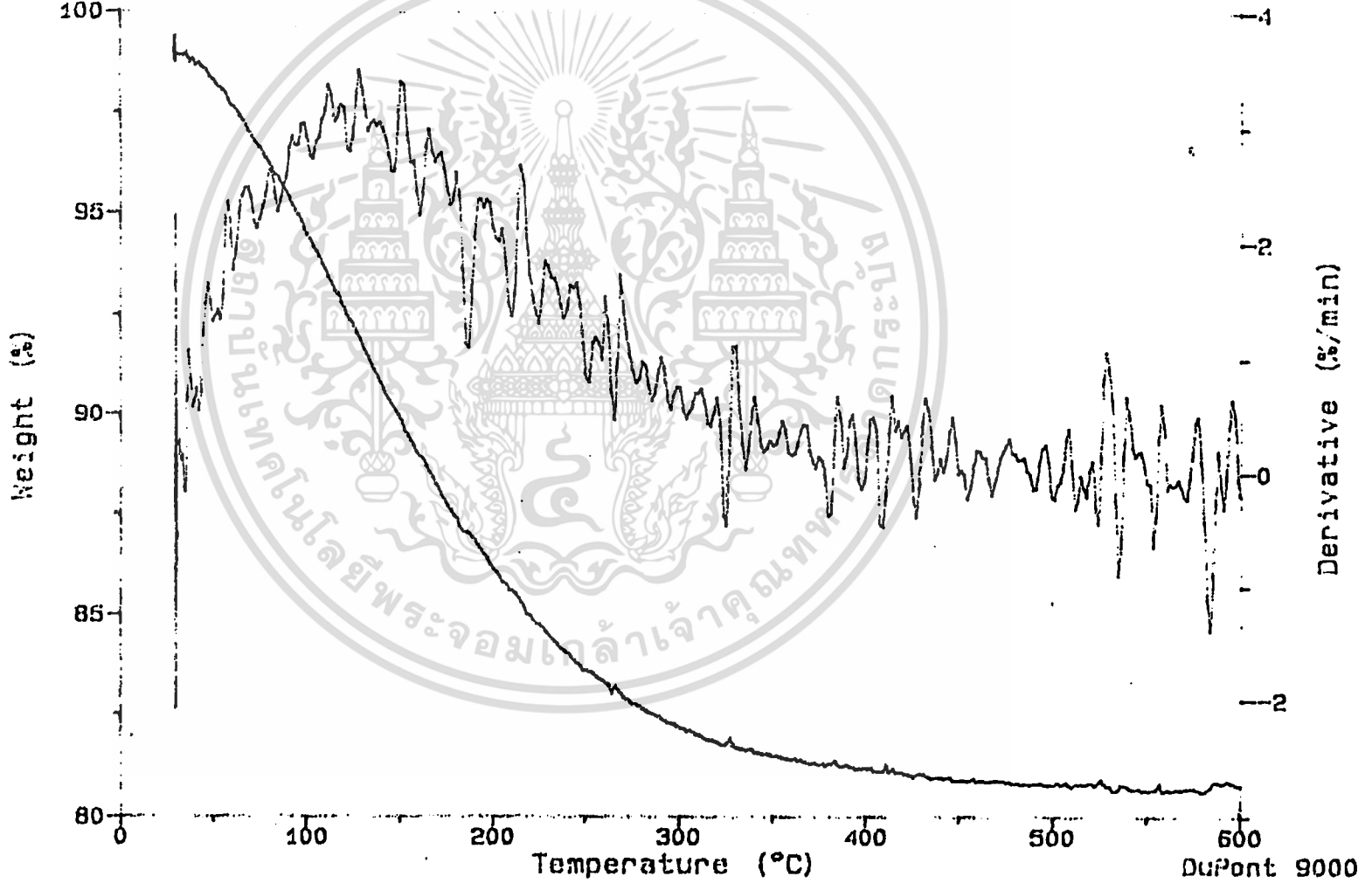
Sample: NO-TEMPLATE-NA  
Size: 11.7790 mg Kcell: 0.9523  
Method: NO-TEMPLATE-NA  
Comment: N2 50 ML/MIN 10/900

TGA

Run: 28

Operator: TOMMY

KMITL.



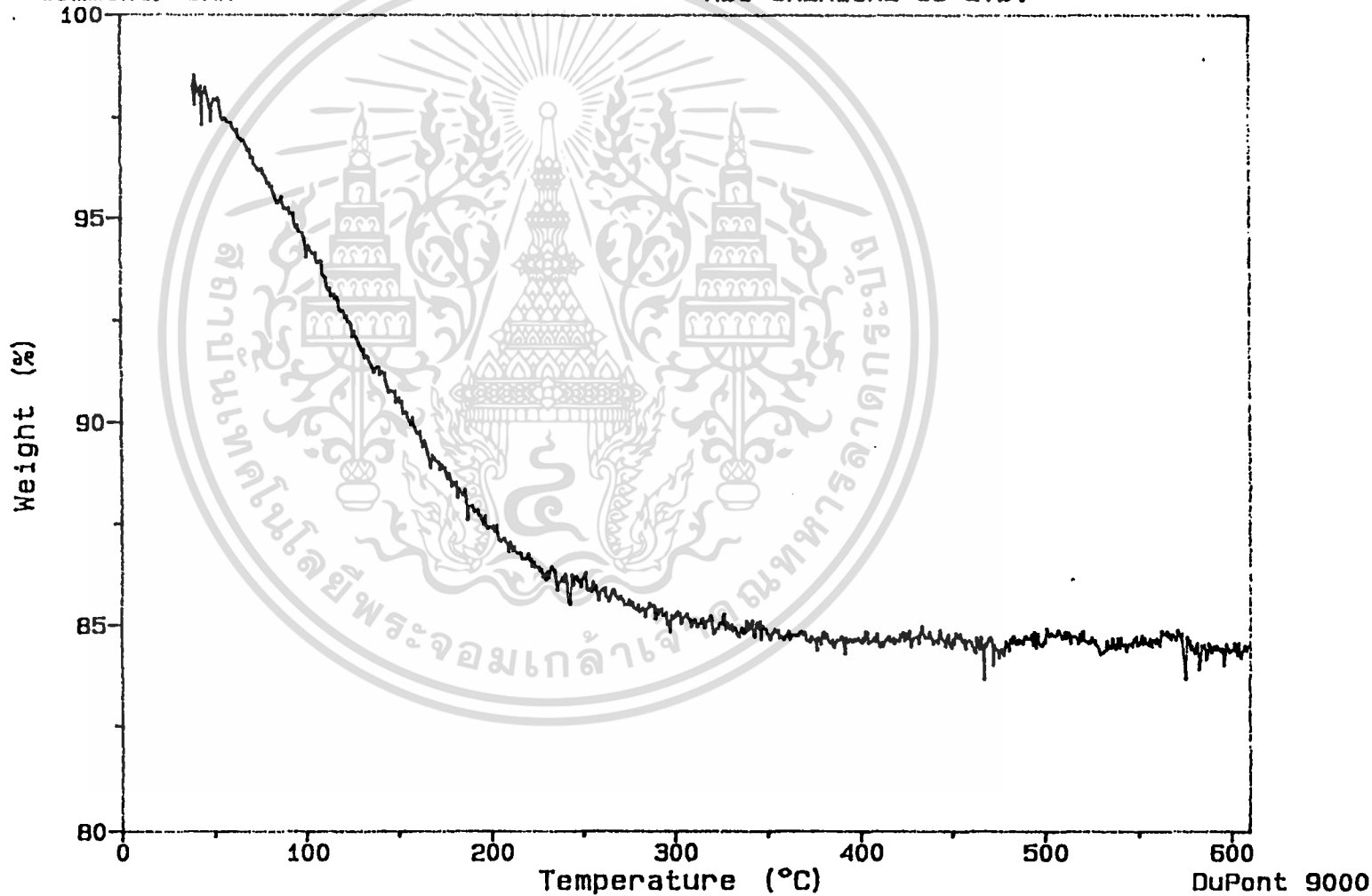
Thermal gravimetric analysis

Sample: CHA-ETH  
Size: 10.6220 mg Kcell: 0.9523  
Method: CHA-ETH  
Comment: CHA

TGA

Run: 83

Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.



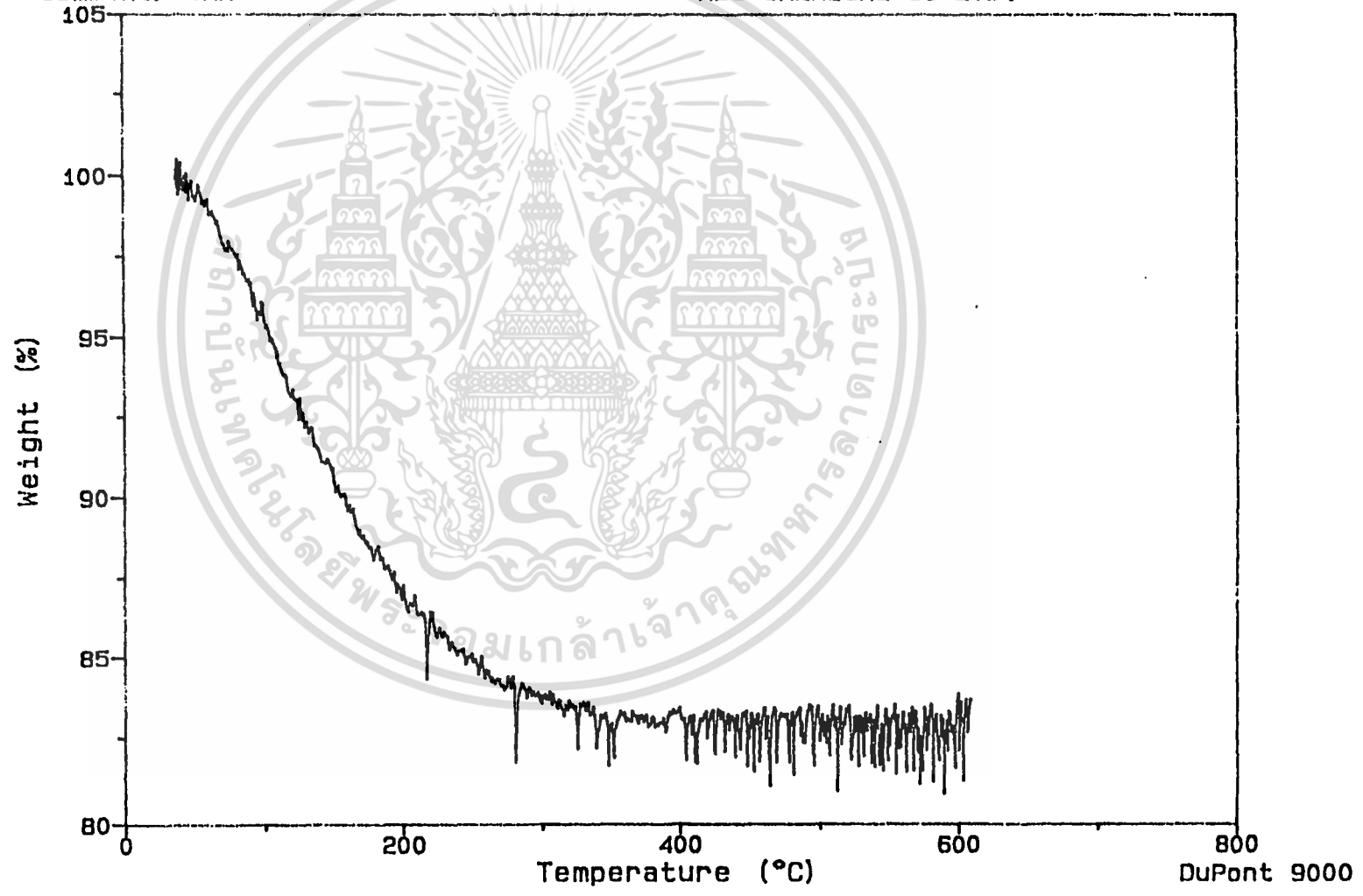
Thermal Gravimetric Analysis ๗๓๑ CHA-SA-ET

Thermal Gravimetric Analysis ของซีไอไลท์ CHA (CHA-SA-NO)

Sample: CHA-NO ETH  
Size: 13.2103 mg Kcell: 0.9523  
Method: CHA-NO ETH  
Comment: CHA

TGA

Run: 82  
Operator: TOMMY  
ABC CHEMICAL CO LTD.



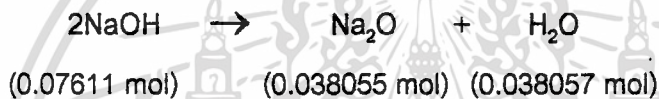
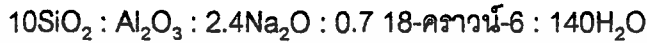
## ภาคผนวก จ

### ขั้นตอนการคำนวณ

#### 1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ EMT

ใช้ 18-คราวน์-6 เป็น สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

SiO <sub>2</sub>	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
NaOH	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	3.0446 g
18-คราวน์-6	0.0111 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	2.9304 g

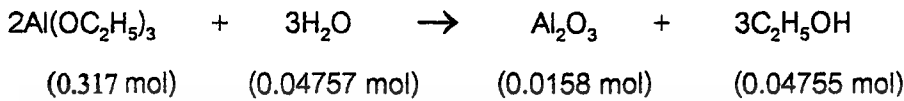
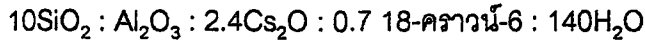
จาก Ludox 40% w/w

∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการให้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	0.685 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 0.685 g
	=	25.8998 g

## 2. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ EMT

ใช้ 18-คราวน์-6 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้ซีเตียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

SiO <sub>2</sub>	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
CsOH · H <sub>2</sub> O	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	12.7872 g
Template	0.0111 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	18-คราวน์-6 2.9304 g

จาก Ludox 40% w/w

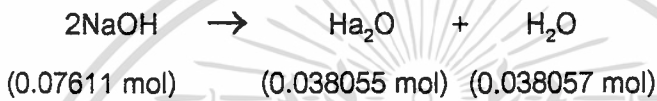
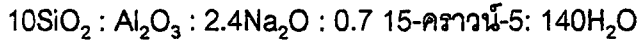
∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	2.055 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 2.055 g
	=	24.5298 g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลง 81 หา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ FAU

ใช้ 15-คราวน์-5 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

$\text{SiO}_2$	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
$\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
NaOH	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	3.0446 g
15-คราวน์-5	0.0111 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	2.442 g

จาก Ludox 40% w/w

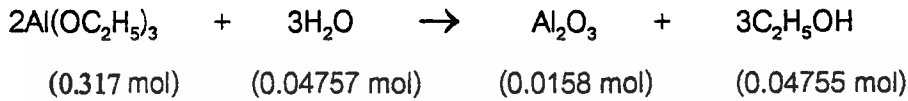
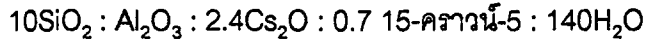
∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	0.685 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 0.685 g
	=	25.8998 g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลท์ FAU

ใช้ 15-คราวน์-5 เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้ซีเซียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

$\text{SiO}_2$	0.15857	mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
$\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	0.0317	mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
$\text{CsOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$	0.07611	mol	คิดเป็นน้ำหนัก	12.7872 g
15-คราวน์-5	0.0111	mol	คิดเป็นน้ำหนัก	2.442 g

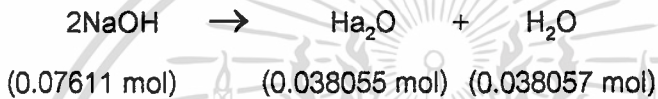
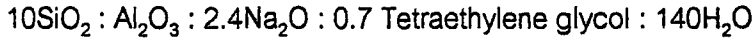
จาก Ludox 40% w/w

∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	2.055 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 2.055 g
	=	24.5298 g

### 5. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ FAU

ใช้ Tetraethylene glycol เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอนินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

SiO <sub>2</sub>	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
NaOH	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	3.0446 g
Tetraethylene glycol	0.0111 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	2.1534 g

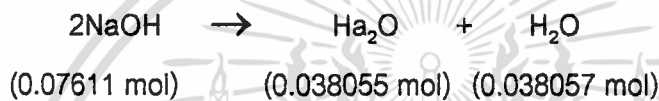
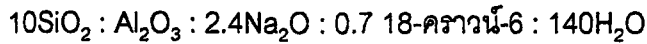
จาก Ludox 40% w/w

∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	0.685 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 0.685 g
	=	25.8998 g

## 6. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ FAU

ใช้ Tetraethylene glycol และ Dichloroethane เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

SiO <sub>2</sub>	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
NaOH	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	3.0446 g
Template	0.0111 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	Tetraethylene glycol 2.1534 g
			Dichloroethane 1.0878 g

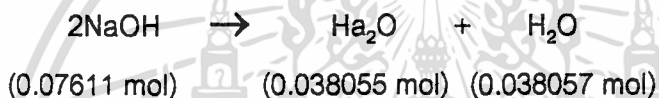
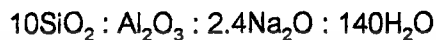
จาก Ludox 40% w/w

∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	0.685 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 0.685 g
	=	25.8998 g

## 7. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ Chabazite

ไม่ใช่ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 mol

$\text{SiO}_2$	0.15857 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	9.5143 g
$\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	0.0317 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	5.1377 g
$\text{NaOH}$	0.07611 mol	คิดเป็นน้ำหนัก	3.0446 g

จาก Ludox 40% w/w

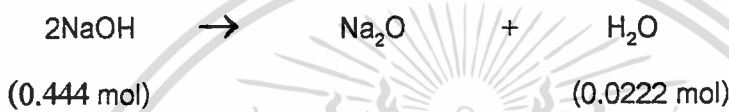
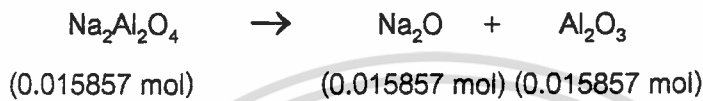
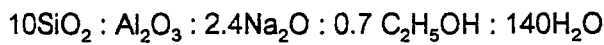
∴ ต้องการใช้ Ludox	=	23.7857 g
จะได้น้ำจาก Ludox	=	14.27145 g
มีการใช้น้ำในปฏิกิริยา	=	0.856285 g
มีน้ำเกิดจากปฏิกิริยา	=	0.685 g
∴ ต้องเติมน้ำอีก	=	40 + 0.856285 - 14.27145 - 0.685 g
	=	25.8998 g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 8. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ Chabazite

โดยใช้ เอทานอล เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 โมล

$\text{SiO}_2$  0.15857 โมล คิดเป็นน้ำหนัก 9.5143 g

$\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$  0.015857 โมล คิดเป็นน้ำหนัก 2.6005 g

$$\begin{aligned} \therefore \text{ต้องการ Na}_2\text{O อีก} &= 0.038055 - 0.015857 \\ &= 0.0222 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{ต้องการ NaOH อีก} &= 0.0444 \text{ mol} \\ &= 1.776 \text{ g} \end{aligned}$$

Template 0.0111 โมล คิดเป็นน้ำหนัก 2.1906 g

ใช้ Ludox 40% w/w = 23.7857 g

มีน้ำเกิดจาก Ludox = 14.27145 g

ได้น้ำจากปฏิกิริยา = 0.3996 g

$$\begin{aligned} \therefore \text{จะต้องเติมน้ำอีก} &= 40 - 14.27145 - 0.3996 \\ &= 25.32895 \text{ g} \end{aligned}$$

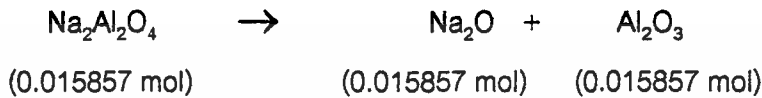
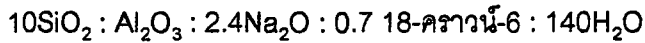
แต่ใน  $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$  ที่ใช้มี  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ~ 0.05%

$$\therefore \text{ต้องเติม Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4 = 2.6018 \text{ g}$$

### 9. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ Chabazite

โดยไม่ใช่ สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น สารประกอบเทมเพลตอินทรีย์



ต้องการน้ำทั้งหมด 40 g คิดเป็นจำนวนโมล 2.22 โมล

$\text{SiO}_2$  0.15857 โมล คิดเป็นน้ำหนัก 9.5143 g

$\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$  0.015857 โมล คิดเป็นน้ำหนัก 2.6005 g

$$\begin{aligned} \therefore \text{ต้องการ } \text{Na}_2\text{O} \text{ อีก} &= 0.038055 - 0.015857 \\ &= 0.0222 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{ต้องการ } \text{NaOH} \text{ อีก} &= 0.0444 \text{ mol} \\ &= 1.776 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{ใช้ Ludox 40\% w/w} = 23.7857 \text{ g}$$

$$\text{มีน้ำเกิดจาก Ludox} = 14.27145 \text{ g}$$

$$\text{ได้น้ำจากปฏิกิริยา} = 0.3996 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{จะต้องเติมน้ำอีก} &= 40 - 14.27145 - 0.3996 \\ &= 25.32895 \text{ g} \end{aligned}$$

แต่ใน  $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$  ที่ใช้มี  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \sim 0.05\%$

$$\therefore \text{ต้องเติม } \text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4 = 2.6018 \text{ g}$$

มวลโมเลกุลที่ใช้

SiO <sub>2</sub>	=	60
Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	=	162
Na <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	=	164
NaOH	=	40
CsOH · H <sub>2</sub> O	=	168
18-คราวน์-6	=	264
15-คราวน์-5	=	220
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	=	46
Tetraethylene Glycol	=	194
Dichloroethane	=	98
H <sub>2</sub> O	=	18

ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ ( หน่วย : กรัม )

1. EMT-Na<sup>+</sup>

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	18-คราวน์-6	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	2.9304	25.8998

2. EMT-Cs<sup>+</sup>

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	CsOH · H <sub>2</sub> O	18-คราวน์-6	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	12.7872	2.9304	24.5298

3. FAU-Na<sup>+</sup>

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	15-คราวน์-5	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	2.442	25.8998

4. FAU-Cs<sup>+</sup>

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	CsOH · H <sub>2</sub> O	15-คราวน์-5	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	12.7872	2.442	24.5298

5. FAU-Na<sup>+</sup>-TEG

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	Tetraethylene glycol	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	2.1534	25.8998

6. FAU-Na<sup>+</sup>-TEG-DC

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	Tetraethylene glycol	Dichloroethane	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	2.1534	1.0875	25.8998

7. EMT-Na<sup>+</sup>-R

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	18-คราวน์-6	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	2.9304	25.8998

8. FAU-Na<sup>+</sup>-R

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	15-คราวน์-5	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0046	2.442	25.8998

9. CHA-AE-NO

Ludox	Al(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	H <sub>2</sub> O
23.7857	5.1377	3.0446	25.8998

10. CHA-SA-ET

Ludox	Na <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	NaOH	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	H <sub>2</sub> O
23.7857	2.6018	1.776	2.1906	25.32895

11. CHA-SA-NO

Ludox	Na <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	NaOH	H <sub>2</sub> O
23.7857	2.6018	1.776	25.32895

## ภาคผนวก จ

### วิธีใช้ภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน

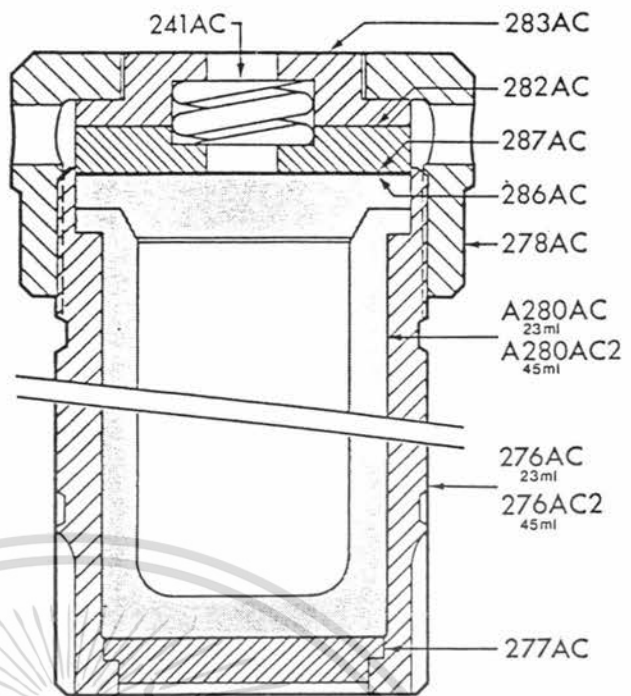
ภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน เป็น Reactor ชนิดหนึ่งที่ทำจากเหล็กสแตนเลส เพื่อใช้ในการสังเคราะห์สารภายใต้ความดันสูง โดยสามารถป้องกันอันตรายจากการเกิดการระเบิดได้ ภายในจะใช้ถ้วยเทฟลอนเป็นภาชนะในการบรรจุสารเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาหรือการกัดกร่อนภาชนะ จากสารที่ใช้ในการสังเคราะห์

#### ขั้นตอนการใช้ภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน

1. นำชิ้นส่วน Body ไปใส่ในตู้อบที่อุณหภูมิมากกว่า  $100^{\circ}\text{C}$  ( เพื่อเป็นการไล่น้ำที่เกาะอยู่ข้างถ้วยเทฟลอนในขณะที่ใส่ถ้วยเทฟลอนลงในตัวภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดัน เนื่องจากน้ำที่เกาะอยู่ข้าง Teflon จะขยายตัวมีปริมาตรมากกว่าเดิม 1000 เท่า ทำให้เกิดความดันสูงทำให้เกิดการระเบิดได้ )
2. ใส่วัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ในถ้วยเทฟลอน ( การใส่จะไม่เต็มถ้วยเทฟลอนเพราะจะมีที่ว่างในการขยายตัวของน้ำขณะเกิดการระเหย ) และปิดฝาให้สนิท
3. เช็ดน้ำที่เกาะข้างถ้วยเทฟลอนออก
4. นำส่วน Body ของภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดันออกจากตู้อบแล้วใส่ถ้วยเทฟลอนลงในตัว Body โดยให้ ถ้วยเทฟลอนไหลลงไปเอง (ไม่ต้องทำการกด) น้ำจะถูกความร้อนจากตัว Body และระเหยออกไป
5. นำแผ่นกันการกัดกร่อนวางปิดบนถ้วยเทฟลอนโดยให้ตัวหนังสือหันหน้าขึ้น
6. นำแผ่น Rupture Disc วางปิดอีกชั้นโดยให้ตัวหนังสือหันหน้าขึ้น
7. นำ Pressure plate , lower วางทับ
8. ใส่สปริงลงในร่องของ pressure plate
9. วาง Pressure plate , upper บนสปริง
10. ปิดฝาภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดันให้แน่นโดยตรวจสอบจากแผ่นด้านล่างว่าเกิดการขยับหรือไม่ถ้าขยับแสดงว่า ยังปิดฝาไม่แน่นพอ
11. นำภาชนะสังเคราะห์ภายใต้ความดันเข้าตู้อบ

PARTS LIST

241AC	Spring
264AC2	Hook spanner
276AC	Bomb body ( 23 ml )
276AC2	Bomb body ( 45 ml )
277AC	Bottom disc
278AC	Screw cap
A280AC	Teflon cup with cover ( 23 ml )
A280AC2	Teflon cup with cover ( 45 ml )
282AC	Pressure plate, lower
283AC	Pressure plate, upper
A284AC	Tumbling ring
A245AC	Holding fixture
286AC	Corrosion disc, .002"
287AC	Rupture disc, .003"



4744



## เอกสารอ้างอิง

1. Davis, E., *Chemtech*, 1994,24(9), 22.
2. Ruthven, M., *Chem. Eng. Prog.*, 1988, 82(2), 42.
3. Chen, N.Y. and Degnan, T.F., *Chem. Eng. Prog.*, 1988, 82(2), 32.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลง 93 หา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บรรณานุกรม

- Aiello R. and Barrer, R.M., *J. Chem. Soc.*, 1970,1470.
- Anderson, W., Pachis, S., Francois Prebin, Stuart, Carr, W., Oasamu Terasaki, Tetsu Ohsuna and Viveka Alfreddson, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1991, vol. 23, 1660-4.
- Anglerot, D., Dougnier, F., Guth, J.L. and Patarin, J., *Zeolite*, 1992, vol.12, 160.
- Delprato, F., Delmotte, L., Guth, J.L. and Huve, L., *Zeolite*, 1990, vol.10, 546.
- Dyer, A., *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*, Types Bath Press Ltd., Bath, 1988.
- Feijen, J.P., Koenraad De Vadder, Bosschaerts, H., Lievens, L., Martens, A., Grobet, J. and Jacobs, A., *J. Am. Chem. Soc.*, 1994, 116(7), 2950-57.
- Flanigen, E.M., Dhatami, H. and Szymanski, H.A., *Advan. Chem. Sem.*, 1997, vol.101, 201.
- Heathcock, C.H., and Streitwieser, A. *Introduction Organic Chemistry*, Berkley, USA, 1985, 222-223.
- Kacirec, H. and Lechert, H., *J. Phys. Chem.*, 1976, vol.30, 1291.
- Vaughan, D.E.W., *Chem. Eng. Prog.*, 1988, 82(2), 25.
- Zhdanov, S.P., *Proc. 3<sup>rd</sup> Intern. Conf. On Molecular Sieves*, Louven Univ. Press 1973, 25.
- Zones, I., U.S Patent No. 4,544,538, 1985.