การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

จิรประภา อัศวบุญมี
ภัสรา วัฒนวิกูลทร

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

จิรประภา อัศวบุญมี
ภัสรา วัฒนวิกูลพร

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Synthesis of Na-A type zeolite by microwave irradiation for iron ion from synthetic wastewater

Jiraprapa Assawabunmee
Patsara Wattanawikulporn

A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILMENT OF THE REQUIREMENT
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2013

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

โดย นางสาวจิรประภา อัศวบุญมี
นางสาวภัสรา วัฒนวิกูลพร

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์)

.....กรรมการ
(อ.ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์)

.....กรรมการ
(ดร.ญาณีพร พัชรวรโชติ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์
จัดทำโดย	นางสาวจิรประภา อัศวบุญมี รหัสประจำตัว 53010212
	นางสาวภัสรา วัฒนวิกูลพร รหัสประจำตัว 53011225
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์
ปริญญานิพนธ์	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี
	คณะวิศวกรรมศาสตร์
	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา	2556

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการกระตุ้นด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์ ในการทดลองแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ การสังเคราะห์ซีโอไลต์ และการทดสอบการกำจัดเหล็กไอออน ในส่วนของการสังเคราะห์ซีโอไลต์ใช้ Ludox HS-40 และ Aluminum triisopropylate เป็นสารตั้งต้นของซิลิกาและอะลูมินา ให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 100, 300, 500 และ 700 วัตต์ เป็นเวลา 10, 15 และ 20 นาที จากการศึกษาพบว่าที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10, 15, และ 20 นาที และที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10 และ 15 นาที ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ได้ เนื่องจากสารละลายยังไม่เกิดเป็นผลึกอะลูมิโนซิเกต สารที่สังเคราะห์ได้จึงเป็นอสัณฐาน สภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A คือที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลา 20 นาที, 500 วัตต์ 10 นาที และ 700 วัตต์ 10 นาที แต่สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A คือ ที่กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ ที่เวลาในการตกผลึก 10 นาที เนื่องจากมีค่าความเป็นผลึกสูง มีขนาดรูพรุน 5.64 นาโนเมตร พื้นที่ผิว 15.72 m^2/g ปริมาตรรูพรุน 0.02 cm^3/g และอัตราส่วนโดยโมลของ SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 2.07 ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์ที่ความเข้มข้น 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 mg/L โดยใช้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ในสภาวะที่ 500 วัตต์ 10 นาที พบว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการดูดซับเหล็กไอออน โดยมีปริมาณการดูดซับเหล็กไอออนที่สภาวะสมดุลเท่ากับ 9.79, 13.29, 16.29, 20.16, 31.07 และ 38.25 มิลลิกรัมเหล็กไอออนต่อกรัมซีโอไลต์ ตามลำดับ จากการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ พบว่าไอโซเทอมการดูดซับไอออนเหล็กบนซีโอไลต์สอดคล้องกับสมการของ Langmuir

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Report Title	Synthesis of Na-A type zeolite by microwave irradiation for removal of iron ion from synthetic wastewater
By	Miss Jiraprapa Assawabunmee ID.NO. 53010212
	Miss Patsara wattanawikulporn ID.NO. 53011225
Advisor	Dr. Pornsawan Assawasaengrat
Report for	Bachelor Degree of Chemical Engineering
	Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering
	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Year	2013

Abstract

This research studied the synthesis of Na-A type zeolite by microwave irradiation, which would be used for removal of iron ion from synthetic wastewater. The experiments were separated into two parts: synthesis of zeolite and testing of iron ion removal efficiency. The synthesis of zeolite was carried out by using Ludox HS-40 as a source of silica and Aluminum triisopropylate as a source of alumina. The solution was radiated in a conventional microwave at 100, 300, 500 and 700 watts for 10, 15 and 20 minutes. The experimental result showed that the condition of 100 watts for 10, 15, 20 minutes and 300 watts for 10, 15 minutes did not produce zeolite Na-A. The solution did not crystallize to form aluminosilicate structure but rather it was amorphous solids. The suitable conditions for the synthesis of zeolite Na-A were 300 watts 20 minutes, 500 watts 10 minutes and 700 watts 10 minutes. In addition, the optimum condition used to synthesize zeolite Na-A was at 500 watts for 10 minutes. The characterization results of synthesized zeolite Na-A at 500 watts for 10 minutes indicated the following: 5.64 nm pore size, 15.72 m^2/g surface area, 0.02 cm^3/g total pore volume and 2.07 SiO_2/Al_2O_3 molar ratio. The efficiency to remove iron ion from synthetic wastewater was tested at 50, 60, 80, 100, 160 and 200 mg/L by using zeolite Na-A synthesized at 500 watts and 10 minutes. The amount of iron ion adsorbed at the equilibrium were 9.79, 13.29, 16.29, 20.16, 31.07 and 38.25 mg of iron/g of zeolite. For adsorption isotherm, Langmuir model was observed to be the best-fit isotherm model.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ผู้จัดทำขอขอบพระคุณ

ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ซึ่งชี้แนะแนวทางในการวิจัย การศึกษาค้นคว้าและการทดลอง คอยให้คำปรึกษาและการสนับสนุนมาโดยตลอด อีกทั้งยังแนะนำและแก้ไขข้อผิดพลาดในการเขียนเล่มปริญญานิพนธ์ฉบับนี้

คณาจารย์ และเจ้าหน้าที่วิจัยทุกท่านในภาควิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้มอบความรู้อันมีค่า และอบรมสั่งสอนให้ผู้จัดทำได้รู้จักคิด วิเคราะห์ และทำงานอย่างมืออาชีพ

คุณสุรินทร์ เหล่าพระจันทร์ เจ้าหน้าที่วิจัย ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์สละเวลาส่วนตัว มาคอยช่วยเหลือ และให้คำแนะนำ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยฉบับนี้

ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่กรุณาวิเคราะห์ผลการทดลองในงานวิจัยครั้งนี้

บิดาและมารดา ผู้ซึ่งเปรียบเสมือนผู้สร้าง และเป็นผู้ให้ ทั้งความรัก ความห่วงใย คอยช่วยเหลือ สนับสนุน ผลักดันให้ผู้จัดทำประสบความสำเร็จมาได้จนถึงวันนี้ ผู้จัดทำรู้สึกซาบซึ้งใจและขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

จิรประภา อัศวบุญมี
ภัสรา วัฒนวิกูลพร

ผู้จัดทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ II
กิตติกรรมประกาศ III
สารบัญ IV
สารบัญตาราง VI
สารบัญรูป VII
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ที่มาและความสำคัญ 1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน 2
1.3 ขอบเขตการศึกษา 2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 4
2.1 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 4
2.2 ทฤษฎีการดูดซับ 7
2.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ 10
2.4 การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ 11
2.5 เทคนิคการวิเคราะห์ 13
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 14
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน 16
3.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ 16
3.2 การทดสอบการกำจัดไอออนเหล็กในน้ำเสียสังเคราะห์ 18
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง 20
4.1 การวิเคราห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของซีโอไลต์ 21
4.2 การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการกำจัดเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ในน้ำเสียสังเคราะห์ 28
บทที่ 5 สรุปผลการจำลองกระบวนการและข้อเสนอแนะ 31
5.1 สรุปผลการจำลองกระบวนการ 31
5.2 ข้อเสนอแนะ 31
เอกสารอ้างอิง 32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ภาคผนวก 34
ภาคผนวก ก ข้อมูลผลการทดลอง 35
ภาคผนวก ข วิธีการคำนวณ 41
ภาคผนวก ค รูปภาพประกอบการทดลอง 43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่ **หน้า**

2.1 สมบัติของการดูดซับทางเคมีและทางกายภาพ 8

4.1 ลักษณะทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อปรับเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าและเวลาในการตกผลึก 20

4.2 ผลการวิเคราะห์หาขนาดรูพรุน พื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ ด้วยเทคนิค Brumeur-Emmet-Teller (BET) 26

4.3 ผลการวิเคราะห์หาอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาของซีโอไลต์ ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF) 26

4.4 ค่าคงที่จากการคำนวณตามสมการของ Langmuir และ Freundlich 30

ก.1 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 50 ppm 35

ก.2 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 60 ppm 36

ก.3 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 80 ppm 37

ก.4 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 100 ppm 38

ก.5 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 160 ppm 39

ก.6 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 200 ppm 40

ข.2.1 ปริมาณ Ferric chloride hexahydrate และความเข้มข้นของเหล็กไอออน (Fe3+) ที่เริ่มต้น (จากการคำนวณ) และที่สภาวะสมดุล 42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่ **หน้า**

2.1 โครงสร้างสามมิติ (a) และสองมิติ (b) ของผลึกอะลูมิโนซิลิเกต 4
2.2 โครงสร้างซีโอไลต์ที่เชื่อมต่อกันในลักษณต่างๆ 5
2.3 ลักษณะ polyhedral ที่ประกอบกันเป็นซีโอไลต์ชนิด A 6
2.4 ขั้นตอนการเกิดผลึก 10
2.5 แบบจำลองหลักการให้ความร้อนของคลื่นไมโครเวฟ 12
4.1 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ชนิด Na-A ในเชิงพาณิชย์ 22
4.2 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 100 วัตต์ 20 นาที 23
4.3 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 300 วัตต์ 15 นาที 23
4.4 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 300 วัตต์ 20 นาที 24
4.5 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 500 วัตต์ 10 นาที 24
4.6 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 500 วัตต์ 15 นาที 25
4.7 กราฟแสดงผล XRD ของซีโอไลต์ที่ 700 วัตต์ 10 นาที 25
4.8 กราฟแสดงอินฟาเรดสเปคตรัมของซีโอไลต์ชนิด Na-A 27
4.9 ความสามารถในการดูดซับเหล็กไอออนที่ความเข้มข้นและเวลาต่างๆ 28
4.10 ไอโซเทอมการดูดซับ 29
4.11 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับของซีโอไลต์ด้วยสมการของ Langmuir 30
4.12 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับของซีโอไลต์ด้วยสมการของ Freundlich 30
ก.1 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 50 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 35
ก.2 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 60 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 36
ก.3 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 80 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 37
ก.4 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 100 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 38
ก.5 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 160 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 39

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ **หน้า**

ก.6 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 200 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ 40
ค.1 เครื่องชั่ง (Mettler Toledo รุ่น AX 205 ที่มีความแม่นยำ ±0.0001 กรัม) 43
ค.2 เครื่องกวนสารให้ความร้อน 43
ค.3 ไมโครเวฟ (รุ่น ME711K) 44
ค.4 เตาอบ 44
ค.5 เตาเผา 44
ค.6 เครื่องเขย่า (GEMMY รุ่น PLC-012 series) 45
ค.7 เครื่องกรองสุญญากาศ 45
ค.8 Universal Indicator 45
ค.9 เครื่องปั่นเหวี่ยง 45
ค.10 Atomic Adsorption Spectrophotometer (รุ่น AAS-680) 45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงงาน

เหล็กเป็นโลหะที่กระจายอยู่ทั่วไปตามผิวโลก ทั้งผืนน้ำและผืนดิน ในรูปของสารละลายและตะกอน และเป็นวัตถุดิบพื้นฐานที่สำคัญสำหรับอุตสาหกรรมต่อเนื่อง เพราะมีความเชื่อมโยงกับอุตสาหกรรมประเภทอื่นๆ เช่น อุตสากรรมก่อสร้าง, เครื่องจักรกล, เครื่องใช้ไฟฟ้า, อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และอุตสาหกรรมยานยนต์ เป็นต้น แต่อุตสาหกรรมเหล็กนับว่าเป็นแหล่งกำเนิดมลพิษที่ส่งผลกระทบหลายด้าน อาทิเช่น อากาศ กากของเสีย และน้ำเสีย ซึ่งก่อให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตในแหล่งน้ำและเป็นอันตรายต่อมนุษย์ ดังนั้นจึงต้องมีมาตรการควบคุมสารพิษเหล่านี้เพื่อไม่ให้ปนเปื้อนลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ

การกำจัดโลหะเหล็กในน้ำเสียมีหลากหลายวิธีที่เป็นที่นิยม ได้แก่ การตกตะกอน, การกรอง, การแลกเปลี่ยนไอออน และการดูดซับด้วยวัสดุดูดซับ เป็นต้น สำหรับวิธีการดูดซับ ซีโอไลต์ (zeolite) นับว่าเป็นวัสดุดูดซับที่ได้รับความสนใจอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีโครงสร้างรูพรุนขนาดเล็กสม่ำเสมอทั่วทั้งพื้นผิว มีช่องว่างที่เชื่อมต่อกันอย่างเป็นระเบียบ จึงคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับ (adsorbent) และยังมีแคทไอออนอยู่ระหว่างช่องว่างของแต่ละโมเลกุล ทำให้ซีโอไลต์มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange), มีคุณสมบัติเป็นตะแกรงร่อนโมเลกุล (molecular sieve), และซีโอไลต์ยังถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ในอุตสาหกรรมเคมีทั่วไป

ปัจจุบันมีการสังเคราะห์ซีโอไลต์ทั้งรูปแบบที่ปรากฏในธรรมชาติและรูปแบบใหม่มากมาย ซึ่งซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์จะสามารถควบคุมขนาดและโครงสร้างที่เฉพาะต่อการใช้งานได้ โดยทั่วไปซีโอไลต์มักถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) ปฏิกิริยาเกิดภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง อีกทั้งยังใช้เวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลานาน การสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยวิธีการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ (microwave method) จึงเป็นอีกหนึ่งวิธีที่ได้รับความสนใจในภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากใช้เวลาในการเกิดผลึกเพียงไม่นาน โดยขึ้นอยู่กับชนิดของซีโอไลต์ จึงเป็นวิธีที่ประหยัดพลังงานมากกว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอล และด้วยคุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟที่ให้ความร้อนออกมาอย่างสม่ำเสมอและทั่วถึง ทำให้ผลึกซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุนขนาดเล็กทั่วทั้งพื้นผิวและมีความบริสุทธิ์สูง จึงมีประสิทธิภาพในการนำไปใช้งานมากกว่าซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซีโอไลต์ชนิด Na-A ได้รับความสนใจอย่างแพร่หลาย เนื่องจากการสังเคราะห์ทำได้ง่าย ไม่ยุ่งยากและไม่ซับซ้อน และด้วยคุณสมบัติที่โดดเด่นของซีโอไลต์ชนิดนี้คือ มีอัตราส่วนระหว่าง Si/Al ต่ำ จึงมีความเป็นประจุสูง ทำให้มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน และยังมีรูพรุนขนาดเล็กเหมาะแก่กระบวนการดูดซับ

งานวิจัยนี้จึงเลือกศึกษาวิธีการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ (Microwave method) ศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟและเวลาในการตกผลึก เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน

ศึกษาสภาวะในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ เพื่อใช้ในการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

1.3 ขอบเขตของโครงงาน

1. สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยวิธีการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ

2. ศึกษาผลกระทบต่อขนาดรูพรุนและปริมาตรพื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์ชนิด Na-A ได้แก่ คลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 100, 300, 500 และ 700 วัตต์ และเวลาในการเกิดผลึกที่ 10, 15 และ 20 นาที

3. ศึกษาคุณลักษณะและสมบัติของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

   3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction หรือ XRD)

   3.2 วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุน ด้วยเทคนิค Brunauer-Emmet-Teller หรือ BET

   3.3 วิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบภายในโครงสร้าง ด้วยเทคนิคการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Fluorescence หรือ XRF)

   3.4 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟาเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy หรือ FT-IR)

4. ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์ ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน ดังนี้ 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 ppm โดยใช้ซีโอไลต์ 0.5 กรัม ต่อน้ำเสียสังเคราะห์ 100 มิลลิลิตร วิเคราะห์หาปริมาณเหล็กไอออนด้วยเครื่อง Atomic Adsorption Spectrometer (AAS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ได้ขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวที่สามารถกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์ได้

2. ทราบสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A เพื่อเป็นแนวทางในการนำไปปรับปรุงและประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์เชิงพาณิชย์ สำหรับใช้ในการกำจัดโลหะไอออนในน้ำเสีย

3. มีความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับทฤษฎีการดูดซับและกระบวนการดูดซับบนซีโอไลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

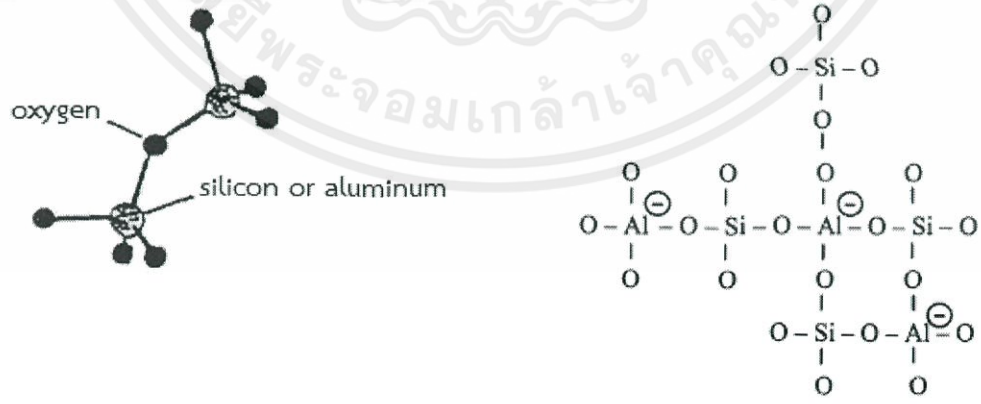
บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ซีโอไลต์

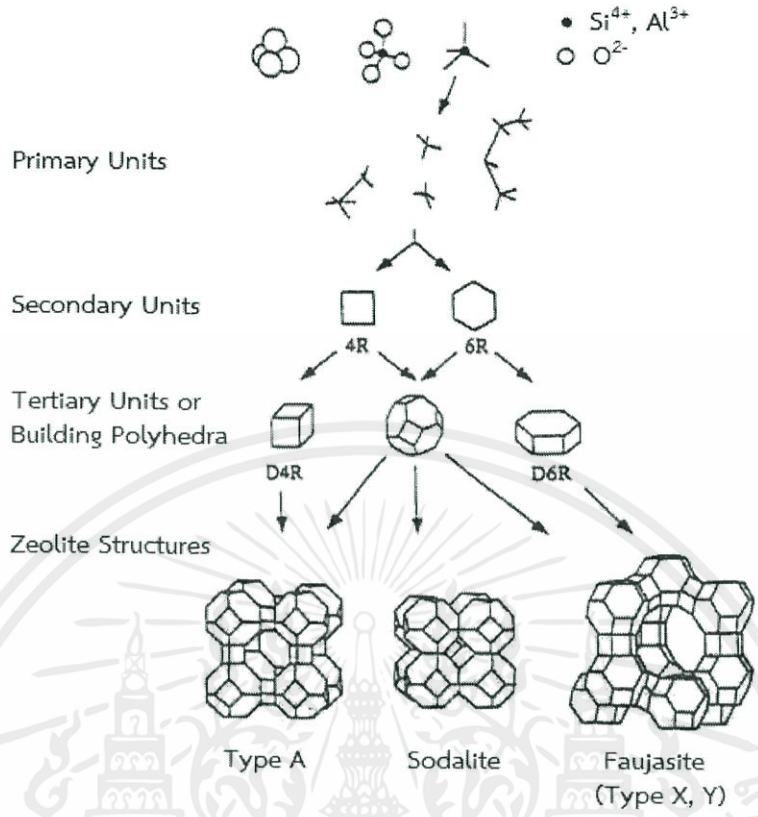
ซีโอไลต์ ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อปี ค.ศ.1756 ในรูปแร่ธรรมชาติ โดยนักแร่วิทยาชาวสวีเดน ต่อมาได้มีการศึกษาพบว่า แร่ซีโอไลต์สามารถดูดซับแอมโมเนียได้ จึงทำการทดลองเพื่อทดสอบสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนและการเลือกจับโมเลกุลสารอินทรีย์ของซีโอไลต์ จนกระทั่งในปี ค.ศ.1940 สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ได้ทั้งรูปแบบที่ปรากฏในธรรมชาติและรูปแบบใหม่มากมายที่มีสมบัติเฉพาะต่อการใช้งาน และได้มีการเริ่มประชุกต์ใช้ซีโอไลต์ในการดูดซับแบะกระบวนการสังเคราะห์

ซีโอไลต์เป็นผลึกอะลูมิโนซิลิเกต (crystalline aluminosilicate) โครงสร้างผลึกของซีโอไลต์เกิดจากการเชื่อมต่อกันของซิลิกา (SiO_4) และอะลูมินา (AlO_4) เป็นรูปสามเหลี่ยมทรงสี่หน้า (tetrahedral) โดยมีออกซิเจนล้อมรอบอะตอมของซิลิกอนและอะตอมของอะลูมินัม ดังรูปที่ 2.1 โครงสร้างสามเหลี่ยมทรงสี่หน้านี้จะเชื่อมต่อกันโดยใช้ออกซิเจนร่วมกัน ดังรูปที่ 2.2 Primary Units ก่อให้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกร่างตาข่ายที่มีขนาดใหญ่และมีช่องว่างระหว่างโมเลกุลเรียงตัวกันเป็นรูปทรงต่างๆกัน ดังรูปที่2.2 Secondary Units และ Tertiary Units และยังมีแคทไอออนของโลหะอัลคาไลน์และโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธ อาทิเช่น โซเดียม (Na), โพแทสเซียม (K), แคลเซียม (Ca) และแมกนีเซียม (Mg) อยู่ในโครงสร้างผลึก ทำให้โครงสร้างซีโอไลต์เป็นผลึกที่มีรูพรุน โดยมีขนาดรูตั้งแต่ 2-10 อังสตรอม ขึ้นอยู่กับจำนวนของออกซิเจนที่เชื่อมต่อกัน



รูปที่ 2.1 โครงสร้างสามมิติ (a) และสองมิติ (b) ของผลึกอะลูมิโนซิลิเกต [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น



รูปที่ 2.2 โครงสร้างซีโอไลต์ที่เชื่อมต่อกันในลักษณต่างๆ [7]

สูตรทั่วไปของซีโอไลต์คือ

$$M_{x/m}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y]nH_2O$$

โดยที่

$M_{x/m}$: ไอออนโลหะอัลคาไลน์ หรือ อัลคาไลน์เอิร์ธ เช่น Na^+, K^+, Ca^{2+}, Mg^{2+} เป็นส่วนที่เรียกว่า non-framework cation สามารถแลกเปลี่ยนแคทไอออนกับสารอื่นในสารละลายได้

m : เวเลนซีของแคทไอออน $(AlO_2)_x$ และ $(SiO_2)_y$: เป็นองค์ประกอบของโครงสร้างซีโอไลต์ (framework component)

y, x : จำนวนหน่วยโครงสร้างสามเหลี่มทรงสี่หน้าต่อหนึ่งหน่วยเซลล์

n : จำนวนโมเลกุลของน้ำต่อหนึ่งหน่วยเซลล์

การจำแนกชนิดของซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับลักษณะทางโครงสร้างและองค์ประกอบภายในผลึก ได้แก่ จำนวนหน่วยโครงสร้างสามเหลี่มทรงสี่หน้า, จำนวนออกซิเจนที่เชื่อมต่อกัน, จำนวนโมเลกุลของน้ำ, อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมินัม (Si/Al ratio) และชนิดแคทไอออนของโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธที่อยู่ภายในโครงสร้าง ซึ่งจะสัมพันธ์กับสมบัติต่างๆ ดังนี้ สมบัติการดูดซับ สมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนและสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการใช้

2.1.2 สมบัติของซีโอไลต์

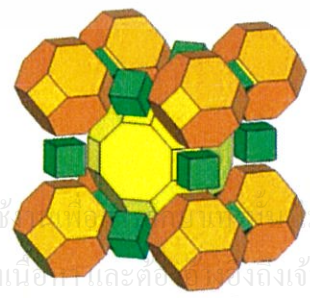
1. การดูดซับ (adsorption) ซีโอไลต์แต่ละชนิด มีลักษณะโครงสร้างและขนาดรูพรุนที่แตกต่างกัน ซึ่งซีโอไลต์นั้นจะเลือกทำปฏิกิริยาตามลักษณะทางกายภาพ โดยสามารถเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุล จึงมีการนำซีโอไลต์ไปใช้ในการแยกและการทำให้บริสุทธิ์ เช่น กระบวนการแยกก๊าซ เพื่อใช้ในการกำจัดสารปนเปื้อนออกจากก๊าซผสม และกระบวนการแยกของเหลว โดยนำซีโอไลต์มาเรียงเป็นชั้นๆในเบดนิ่ง (fixed bed) เพื่อแยกของเหลวที่มีขนาดโมเลกุลต่างกัน เป็นต้น

2. การแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange) โครงสร้างภายในของซีโอไลต์มีไอออนบวกของโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธเกาะอยู่อย่างหลวมๆ ซึ่งสามารถแลกเปลี่ยนไอออนกับสารอื่นได้เมื่ออยู่ในสารละลาย จึงนิยมนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ในอุตสาหกรรมผงซักฟอก เมื่อใส่ซีโอไลต์ลงในสารซักล้าง ไอออนบวกในซีโอไลต์จะเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนกับ Ca^{2+} และ Mg^{2+} ซึ่งจะช่วยลดความกระด้างของน้ำ นอกจากนี้ซีโอไลต์ยังใช้ในการบำบัดและกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย

3. การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) เช่น ซีโอไลต์ชนิด X และซีโอไลต์ชนิด Y เนื่องจากมีปริมาณซิลิกาอยู่มาก อัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาสูง ส่งผลให้มีเสถียรภาพทางความร้อนสูง จึงนิยมนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี

2.1.2 ซีโอไลต์ชนิด Na-A

ซีโอไลต์ชนิด Na-A เป็นซีโอไลต์ A ชนิดหนึ่ง ที่มีลักษณะโครงสร้างเป็นโพรงสามมิติ เกิดจาก 2 polyhedral ประกอบกัน คือ apolyhedral มีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ ซึ่งเกิดจากการเชื่อมต่อกันของสามเหลี่ยมทรงสี่หน้า จำนวน 8 โมเลกุล และ octahedral ซึ่งเกิดจากการเชื่อมต่อกันของสามเหลี่ยมทรงสี่หน้า จำนวน 24 โมเลกุล ดังรูปที่ 2.3 ภายในโครงสร้างมีประจุบวกของโลหะ Na เกาะอยู่อย่างหลวมๆ และมีโมเลกุลของน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ในช่องว่างของโครงผลึก โดยทั่วไปซีโอไลต์ชนิด Na-A มีสูตรโครงสร้างโมเลกุล คือ $Na_{12}[Al_{12}Si_{12}O_{48}]27H_2O$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนประมาณ 4.2 อังสตรอม และมีเสถียรภาพทางความร้อนสูงถึง 700 องศาเซลเซียส แต่จะเสียสภาพเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส จึงนิยมนำซีโอไลต์ชนิด Na-A มาประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกริยา, ตัวแลกเปลี่ยนประจุและตัวดูดซับ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.3 ลักษณะ polyhedral ที่ประกอบกันเป็นซีโอไลต์ชนิด A [14]

2.2 ทฤษฎีการดูดซับ (Theory of adsorption) [10, 15]

การดูดซับ (adsorption) หมายถึง การที่โมเลกุลของสารถูกดึงเข้ามาติดผิวของสารดูดซับ หรือการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารที่พื้นผิวของสารถูกดูดซับ (adsorbate) ที่สัมผัสโดยตรงกับสารดูดซับ (adsorbent) โดยสารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวต่ำจะถูกดูดซับได้ แต่สารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวสูงจะไม่ถูกดูดซับ พลังงานอิสระที่ผิวของสารดูดซับจะมีความสัมพันธ์กับแรงตึงผิวและพื้นที่ผิว ดังสมการที่ 2.1 เมื่อความตึงผิว (surface tension) หรือพื้นที่ผิว (surface area) เปลี่ยนไปจะมีผลทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของพลังงานอิสระที่ผิว ($\Delta G_{surface}$)

$$\Delta G_{surface} = \gamma A \qquad (2.1)$$

เมื่อ $\Delta G_{surface}$ = พลังงานอิสระที่ผิว

γ = ความตึงผิว

A = พื้นที่ผิว

ปริมาณสารถูกดูดซับขึ้นอยู่กับอุณหภูมิสัมบูรณ์ ความดันและพลังงานศักย์ของอันตรกิริยา (interaction potential energy) ระหว่างสารถูกดูดซับ ซึ่งอาจเป็นของแข็ง ของเหลวหรือก๊าซ กับสารดูดซับซึ่งอาจเป็นของเหลวหรือของแข็ง ดังนั้นเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความดันหรือความเข้มข้นและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะทำให้ปริมาณการดูดซับเปลี่ยนแปลง

2.2.1 การดูดซับบนพื้นผิวของแข็ง (Adsorption on solid surface)

การดูดซับบนพื้นผิวของแข็ง แบ่งได้เป็น 2 ชนิด ตามแรงที่ดูดซับระหว่างพื้นผิวโมเลกุล คือ การดูดซับทางเคมี (chemical adsorption) และการดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption)

1. การดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption หรือ Chemisorption)

แรงที่ใช้ดูดซับเป็นพันธะโคเวเลนต์ มักเกิดขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตของสารที่ถูกดูดซับ โดยมีค่าพลังงานสูงมากในการเกิดพันธะและการดูดซับทางเคมีเป็นการดูดซับอย่างแท้จริง

2. การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption หรือ Physisorption)

แรงที่ใช้ดูดซับเป็นแรงแวนเดอวาลส์ (van der Waals) เนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างสารที่อยู่ในของเหลวกับสารดูดซับมีมากกว่าแรงดึงดูดระหว่างสารในของเหลวกับของเหลว ทำให้สารที่อยู่ในของเหลวติดอยู่ที่สารดูดซับแทน ตัวอย่างเช่น การดูดซับของถ่านกัมมันต์ ซึ่งภายในโครงสร้างของพื้นที่ผิวมีรูพรุนมาก ทำให้มีการดูดซับบนพื้นที่ผิวของสารดูดซับสูงขึ้น ดังนั้นรูพรุนของสารดูดซับจึงมีความสำคัญ สมบัติการดูดซับทางเคมีและทางกายภาพแสดงไว้ในตาราง 2.1

เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ห้ามการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น

ตาราง 2.1 สมบัติของการดูดซับทางเคมีและทางกายภาพ [10]

ค่าความร้อนของการดูดซับ 100-500 kJ/mol	ค่าความร้อนของการดูดซับประมาณ 20 kJ/mol หรือน้อยกว่า
เกิดได้ที่อุณหภูมิสูง	เกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำ
ไม่เกิดการผันกลับ	เกิดการผันกลับเป็นส่วนใหญ่
เกิดการดูดซับเพียงชั้นเดียว	เกิดการดูดซับหลายชั้น
มีพลังงานก่อกัมมันต์เกี่ยวข้อง	ไม่มีพลังงานก่อกัมมันต์ในกระบวนการ
แรงดึงดูดของสารดูดซับกับสารถูกดูดซับเป็นแรงดึงดูดอย่างแข็งแรง	แรงดึงดูดของสารดูดซับกับสารถูกดูดซับเป็นแรงดึงดูดอย่างอย่างอ่อนๆ

2.2.2 การดูดซับไอออนจากสารละลาย

การดูดซับไอออนขึ้นกับชนิดของสารดูดซับโดยตรง ไอออนที่สามารถโพลาไรส์จะถูกดูดซับบนผิวของของแข็งที่ประกอบด้วยโมเลกุลที่มีขั้วหรือไอออน ดังนั้นการดูดซับไอออนจึงมักเรียกว่าการดูดซับโพลาร์ ที่บริเวณผิวที่มีประจุจะดูดซับไอออนที่มีประจุตรงข้าม ส่วนไอออนที่มีประจุอีกชนิดหนึ่งจะไม่ถูกดูดซับแต่จะเข้ามาดึงดูดใกล้กับไอออนที่ถูกดูดซับเกิดเป็นชั้นประจุสองชั้น (electrical double layer) บนผิวของสารดูดซับ

2.2.3 ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption isotherm)

ไอโซเทอมการดูดซับเปนความสัมพันธระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับที่พื้นผิวกับความดันของก๊าซหรือความเขมขนของสารละลายที่อุณหภูมิคงที่ สำหรับการดูดซับตัวถูกละลายบนผิวแข็ง จะเปนความสัมพันธระหวางปริมาณการดูดซับกับความเขมขนของสารละลายที่ภาวะสมดุลที่อุณหภูมิใดๆ ไอโซเทอมการดูดซับแบงออกไดเปน ดังนี้

1. ไอโซเทอมแบบแลงเมียร (Langmuir isotherm)

ในป ค.ศ.1916 เออรวิง แลงเมียร (Irving Langmuir) ไดเสนอไอโซเทอมแบบงายสุด โดยมีสมมติฐานคือ 1) ใชสำหรับการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer adsorption) 2) โมเลกุลที่ถูกดูดซับ มีจำนวนที่แนนอนและมีตำแหนงของการดูดซับที่แนนอน 3) ในแตละโมเลกุลของสารดูดซับ จะดูดซับโมเลกุลของสารถูกดูดซับไดเพียงหนึ่งโมเลกุลเทานั้น ในแตละตำแหนงคาความรอนของการดูดซับเทากันและคงที่ ไมมีแรงกระทำระหวางโมเลกุลที่อยูในตำแหนงใกลกัน

จากการศึกษาไอโซเทอมของแลงเมียรที่สภาวะสมดุล สามารถแสดงความสัมพันธของการดูดซับสารละลายไดดังสมการ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$q_e = \frac{q_0 K_L C_e}{1+K_L C_e} \quad (2.2)$$

เมื่อ q_e = ปริมาณของสารถูกดูดซับบนสารดูดซับหนักหนึ่งกรัม

C_e = ความเขมขนของสารละลายที่สภาวะสมดุล

q_0 = ปริมาณสูงสุดของสารถูกดูดซับอิ่มตัวแบบชั้นเดียว

K_L = คาคงที่แลงเมียรที่อุณหภูมิหนึ่งๆ

หรือ
$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_0} + \frac{1}{K_L q_0}\frac{1}{C_e} \quad (2.3)$$

เมื่อพลอตกราฟระหวาง $1/q_e$ กับ $1/C_e$ จะไดกราฟเสนตรง มีจุดตัดแกน $1/q_e$ เปน $1/q_0$ และมีความชันเทากับ $1/K_L q_0$

2. ไอโซเทอมแบบฟรอยดลิค (Freundlich isotherm)

ในป ค.ศ. 1880-1941 นักฟสิกส-เคมี ชาวเยอรมัน Herbert Max Finlay Freundlich ไดเสนอสมการแสดงความสัมพันธปริมาณของสารถูกดูดซับกับความเขมขนของสารละลาย ดังสมการ (2.4)

$$q_e = \frac{X}{m} = K_F C_e^{\frac{1}{n_F}} \quad (2.4)$$

เมื่อ Ce = ความเขมขนของสารละลายที่เหลือหลังการดูดซับที่ภาวะสมดุล

X/m = ปริมาณของตัวถูกละลายที่ถูกดูดซับต่อน้ำหนักของสารดูดซับ

K_F และ n = คาคงที่ที่อุณหภูมิหนึ่งๆ

จากสมการฟรอยดลิช เมื่อใสลอการิทึม (logarithm) จะไดสมการ

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n_F}\log C_e \quad (2.5)$$

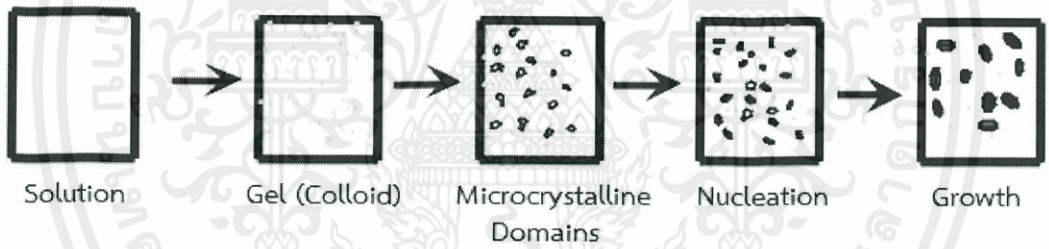
เมื่อพล็อตกราฟระหวาง log X/m กับ log C_e ที่อุณหภูมิคงที่ จะไดกราฟเสนตรงจุดตัดแกนสามารถนำมาหาคา K_F ได และความชันของกราฟเปน $1/n_F$

บางกรณีที่พลอตกราฟระหวาง log X/m กับ log C_e แลวไมไดเสนตรงแสดงวาเกิดการเบี่ยงเบนไปจากสมการของฟรอยดลิช เชน การดูดซับสารละลายที่ไมไดวัดจากฐ้าหนักจริงของสารดูดซับ แตคาจากสารถูกดูดซับในตัวทำละลายปริมาณมาก ทำใหสารถูกดูดซับที่เหลือที่ความเขมขนสูงจึงมีปริมาณลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

โดยทั่วไปนิยมสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) สารตั้งต้นประกอบด้วยสารประกอบซิลิกาและสารประกอบอะลูมินา เมื่อผสมสารทั้งสองชนิด และเติมสารประกอบโลหะอัลคาไลน์หรือโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปั่นกวนจะได้เป็นสารละลายเจล เมื่อให้ความร้อนในระหว่างนี้สารละลายเจลจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นผลึกอย่างช้าๆ อุณหภูมิในการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วง 80 – 180 องศาเซลเซียส และเกิดการแลกเปลี่ยนแคทไอออน ทำให้ผลึกซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้ยังไม่เสถียร โดยจะมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างตลอดเวลา เรียกช่วงนี้ว่า ช่วงเหนี่ยวนำ เกิดการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างนิวเคลียส (nucleation) หลังจากนั้นจึงเป็นช่วงการเติบโตของผลึก (crystal growth) โดยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ถูกกำหนดจากขั้นตอนการจัดเรียงตัวเป็นนิวเคลียส จึงจำเป็นต้องมีการควบคุมปัจจัยต่างๆที่มีผลกระทบขั้นตอนนี้ ได้แก่ ความเป็นเบส, อุณหภูมิ, ความดัน และเวลาที่ใช้ในการเกิดผลึกและการเกิดนิวเคลียสให้เหมาะสม เพื่อให้ได้ผลึกซีโอไลต์ที่มีลักษณะเฉพาะตามที่ต้องการ หลังจากนั้นนำผลึกซีโอไลต์ที่ได้ไปอบเพื่อระเหยน้ำออกจากผลึก แล้วจึงนำไปเผาที่ความร้อนสูง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่ยังคงอยู่ออกไป ซึ่งในขั้นตอนนี้จะทำให้ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการเกิดผลึก [18]

ปัจจุบันกระบวนการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยวิธีการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ (microwave method) เป็นอีกหนึ่งวิธีที่ได้รับความสนใจอย่างแพร่หลายในภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากใช้เวลาในการเกิดผลึกเพียงไม่นาน โดยขึ้นอยู่กับชนิดของซีโอไลต์ จึงประหยัดพลังงานมากกว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอล และด้วยคุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟที่ให้ความร้อนออกมาอย่างทั่วถึงและสม่ำเสมอ ทำให้ผลึกซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุนขนาดเล็กสม่ำเสมอทั่วทั้งพื้นผิวและมีความบริสุทธิ์สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1 ปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซีโอไลต์

1. องค์ประกอบของสารตั้งต้น ได้แก่

- อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมินัม (Si/Al ratio) เป็นปัจจัยที่สำคัญมาก เนื่องจากเป็นตัวกำหนดโครงสร้างผลึก เช่น สารละลายเจลอะลูมิโนซิลิเกตที่มีอัตราส่วนระหว่าง Si/Al ต่ำ จะเกิดโครงสร้างแบบ cage structure เช่น ซีโอไลต์ชนิด A และซีโอไลต์ชนิด X ส่วนสารละลายเจลอะลูมิโนซิลิเกตที่มีอัตราส่วนระหว่าง Si/Al สูง จะเกิดโครงสร้างแบบ channel structure เช่น ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 และ ซีโอไลต์ชนิด Beta

- สารเหนี่ยวนำการเกิดผลึก (template) หรือสารละลายด่าง และชนิดของแคทไอออน แบ่งได้ 2 ประเภทคือ สารอินทรีย์เหนี่ยวนำการเกิดผลึก (organic template) และสารอนินทรีย์เหนี่ยวนำการเกิดผลึก (inorganic template)

2. ความเป็นเบส (pH) หากสารละลายเจลอะลูมิโนซิลิเกตมีความเป็นเบสมากเกินไป เบสจะสลายพันธะไฮโดรเจนของหมู่ silanal (Si-OH) ทำให้ซิลิกาละลายได้ดีเกินไป จนไม่เกิดเป็นผลึก หรืออาจจะได้ผลึกที่มีขนาดเล็ก

3. อุณหภูมิ หากสูงเกินไป สารละลายเจลอะลูมิโนซิลิเกตจะมีประจุสูง สามารถละลายน้ำได้ดี ส่งผลให้สารประกอบอะลูมิโนซิลิเกตเสถียรอยู่ในรูปของสารละลาย จึงไม่เกิดเป็นผลึกซีโอไลต์หรือเกิดได้น้อยมาก โดยทั่วไปอุณหภูมิในการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วง 80 – 180 องศาเซลเซียส มีเพียงบางชนิดเท่านั้นที่สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 องศาเซลเซียส เช่น analcine, clinoptilolite, ferrierite และ mordenite เป็นต้น

4. เวลาในการเกิดผลึก เป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่สำคัญ เนื่องจากซีโอไลต์แต่ละชนิดใช้เวลาในการเกิดผลึกแตกต่างกัน ในกรณีของผลึกที่ไม่เสถียร เมื่อสารละลายก่อตัวเกิดเป็นผลึกเรียบร้อยแล้วปล่อยผลึกทิ้งไว้ในสารละลายต่อไป ผลึกที่ได้จะเปลี่ยนไปเป็นสารชนิดอื่นที่ไม่ต้องการ เช่น ผลึกซีโอไลต์ชนิด X พบว่าถ้าปล่อยผลึกไว้ ผลึกที่ได้จะเปลี่ยนไปเป็น hydroxysodalite เป็นต้น

2.4 การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ [1]

ปัจจุบันได้มีการนำเทคโนโลยีการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆมากมาย เช่น การอบแห้ง, การฆ่าเชื้อโรค, กระบวนการวัลคาไนเซชันของยางพารา การเร่งปฏิกิริยาเคมีและการสังเคราะห์สารเคมี เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1 คลื่นไมโครเวฟ

เตาไมโครเวฟมีส่วนประกอบการทำงานหลักคือ แหล่งกำเนิดคลื่นไมโครเวฟ (แมกนีตรอน) และส่วนกระจายคลื่นไปยังสารและส่วนโครงสร้างเตา หลักการทำงานโดยทั่วไปของเตาไมโครเวฟจะใช้แมกนีตรอนเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นคลื่นไมโครเวฟ ส่งผ่านท่อนำคลื่นไปยังสารที่ต้องการให้ความร้อน โดยคลื่นไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า มีความถี่อยู่ในช่วง 300 MHz ถึง 300 GHz แต่ในระดับอุตสาหกรรม การใช้เตาไมโครเวฟในการให้ความร้อนแก่สาร นิยมใช้ขนาดความถี่ที่ 915 MHz, 2.45 GHz และ 5.8 GHz โดยความถี่ของคลื่นไมโครเวฟ มีความสัมพันธ์กับความร้อนที่ให้แก่สาร ในเชิงแปรผันโดยตรง

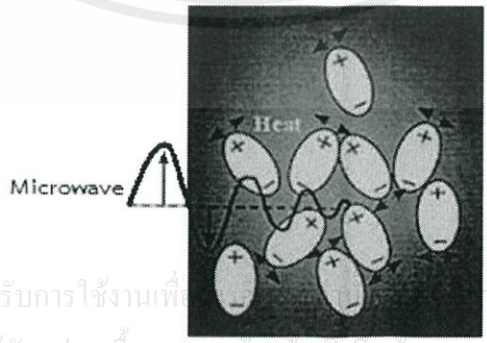
2.4.2 คุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟ มีลักษณะเด่น 2 ประการคือ

1. **การสะท้อนกลับ (reflection)** เมื่อคลื่นไมโครเวฟตกกระทบวัตถุที่เป็นโลหะหรือมีส่วนผสมของโลหะ คลื่นจะไม่สามารถทะลุผ่านวัตถุดังกล่าวได้ และจะเกิดการสะท้อนกลับหมด ทำให้ไม่สามารถให้ความร้อนแก่สารได้

2. **การส่งผ่าน (transmission)** คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านภาชนะที่ทำด้วยแก้ว, กระดาษ, ไม้และพลาสติกได้

2.4.3 หลักการให้ความร้อน

สารที่ต้องการให้ความร้อนส่วนใหญ่มักจะมีน้ำเป็นองค์ประกอบ เมื่อสารดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟ จะเกิดความร้อนขึ้นโดยตรงภายในสารนั้นๆ กล่าวคือ สนามของคลื่นไมโครเวฟจะเกิดการสั่นตลอดเวลาเป็นจำนวนล้านๆครั้งใน 1 วินาที เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟก็จะสั่นตามไปด้วย เกิดเป็นพลังงานความร้อน ดังรูปที่ 2.5 ทำให้การกระจายความร้อนเป็นไปอย่างสม่ำเสมอทั่วถึงภายในเนื้อสารพร้อมๆกัน จึงช่วยลดระยะเวลาในการทำปฏิกริยาและได้ผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อ[illegible]ตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.5 แบบจำลองหลักการให้ความร้อนของคลื่นไมโครเวฟ [1]

2.5 เทคนิคการวิเคราะห์

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD) [6]

XRD เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อรังสีตกกระทบสารตัวอย่าง จะเกิดการหักเหของรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคในสารตัวอย่างเท่ากับมุมของรังสีที่ตกกระทบ โดยองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารตัวอย่าง ข้อมูลที่วิเคราะห์ได้จึงสามารถนำมาหาความสัมพันธ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์กับองค์ประกอบของสารได้ โดยการนำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน ก็จะสามารถบ่งบอกชนิดของผลึกได้

2.5.2 Brunauer-Emmett-Teller (BET) [8]

BET เป็นเทคนิคการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการแทนที่พื้นที่ผิว หรือรูพรุนด้วยก๊าซไนโตรเจน สารตัวอย่างจะดูดซับก๊าซไนโตรเจนไว้ จากนั้นเครื่องจะทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผลออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุน

2.5.3 X-Ray Fluorescence (XRF) [13]

XRF เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่าง สามารถตรวจสอบได้ทั้งสารที่มีสถานะเป็นของแข็ง, ของเหลว และสารแขวนลอย โดยอาศัยหลักการยิงรังสีเอ็กซ์ ที่มีพลังงานสูงไปกระทบสารตัวอย่าง ทำให้สารตัวอย่างปล่อยโฟตอนออกมา ซึ่งโฟตอนที่ถูกปล่อยออกมานี้จะมีความยาวคลื่น (พลังงาน) เฉพาะสำหรับธาตุนั้นๆ จึงทำให้สามารถบ่งชี้ชนิดของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้

2.5.4 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) [5]

FT-IR spectrometer เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์สารทางคุณภาพ ใช้หาโครงสร้างของสารอินทรีย์ เช่น หาหมู่ฟังก์ชัน โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด ช่วงเลขคลื่น (wave number) ประมาณ 12800 - 10 cm^{-1} เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเข้าไปจะทำให้พันธะในโมเลกุลเกิดการสั่นและการหมุน โดยที่สารอินทรีย์แต่ละชนิดจะมีค่าความถี่ของการสั่นที่จำเพาะและแตกต่างกันไป ซึ่งจะปรากฏออกมาที่ความถี่ต่างกัน ทำให้สามารถวิเคราะห์โครงสร้างและชนิดของสารอินทรีย์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.5 Atomic Adsorption Spectroscopy (AAS) [9]

AAS เป็นเทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในสารละลาย สามารถทำได้โดยใช้เครื่อง Atomic Adsorption Spectrometer โดยนำสารละลายตัวอย่างที่ต้องการวัดหาปริมาณโลหะหนักมาดูดเข้าไปในเปลวไฟของเครื่อง Atomic Adsorption Spectrometer พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดการแตกตัวเป็นอะตอมอยู่ในสภาวะพื้น อะตอมที่สภาวะพื้นจะเปลี่ยนสถานะไปสู่สภาวะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงที่ผ่านมาจากแหล่งกำเนิดภายนอก (Hollow Cathode lamp) ที่ความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจง ขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุโลหะนั้นๆ เช่น อะตอมของธาตุเหล็ก จะดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 248.3 นาโนเมตร สำหรับการวัดค่าการดูดกลืนแสง จะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ซึ่งความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่าง หาได้โดยเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

N. Sapawe [19] และคณะ (2013) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับเมทิลีนบูล โดยใช้แหล่งของซิลิกอนเป็น Ludox HS-30 และแหล่องของอะลูมินัมเป็น Sodium aluminate สังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยการให้ความร้อนที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เป็นเวลา 15 นาที และวิธีไฮโดรเทอร์มอล ภายใต้อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้าง, คุณสมบัติและประสิทธิภาพการดูดซับเมทิลีนบูลของซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่สังเคราะห์ได้ โดยการวิเคราะห์ใช้เทคนิค Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), XRD, FTIR และ BET และวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการดูดซับเมทิลีนบูลด้วย central composite design-based (CCD) และ response surface methodology (REM) ซึ่งผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่า ซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ มีรูพรุนขนาดเล็กและมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่า ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อีกทั้งยังมีประสิทธิภาพในการดูดซับเมทิลีนบูลได้ดีกว่า

Esmaeili, Nazila และคณะ (2011) [11] ได้ทำการสังเคราะห์นาโนซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยใช้สารตั้งต้นที่ใช้เป็นแหล่งซิลิกอนและอลูมินัมจาก tetra ethyl ortho silicate และ terea methyl ammonium hydroxide ตามลำดับ สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 98 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 ชั่วโมง และควบคุม pH ให้มีค่าน้อยกว่า 8 ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่สังเคราะห์ได้ พบว่ามีอัตราส่วน Si/Al เป็น 1.66 วิเคราะห์ด้วย Scanning electron microscopy (SEM) พบว่ามีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 60-170 นาโนเมตร และพื้นที่ผิวที่วัดได้จาก BET เป็น 421 ตารางเมตรต่อกรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กุลวดี รังสีวัฒนานนท์ (2002) [2] ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยพิจารณาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ เช่น ความเข้มข้นของด่าง, ความเข้มข้นของโซเดียมซิลิเกตและความเข้มข้นของโซเดียมอะลูมิเนต โดยการเตรียมองค์ประกอบโดยโมลของ SiO_2 : Al_2O_3 : Na_2O : H_2O ที่แตกต่างกัน สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้สารตั้งต้นเป็นอะลูมิโนซิลิเกตเจล ผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส องค์ประกอบที่เหมาะสมของสารตั้งต้นคือ SiO_2 : Al_2O_3 : Na_2O : H_2O เท่ากับ 2 : 1 : 5 : 300 ซึ่งให้ซีโอไลต์ชนิด Na-A ร้อยละ 85

และยังได้ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยใช้ดินขาวเป็นสารตั้งต้น ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง 15 นาที และใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 10-25 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A คือ 80 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ได้ผลึกซีโอไลต์ชนิด Na-A ร้อยละ 90

Saeedeh Hashemian และคณะ (2013) [12] ศึกษาการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) โดยใช้ซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่สังเคราะห์จาก sodium aluminate และ sodium metasilicate ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค FTIR, XRD, XRF และ SEM แล้วนำซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่สังเคราะห์ได้นำไปดูดซับสารละลายเหล็กที่สภาวะแตกต่างกัน เช่น ระยะเวลาการดูดซับ, pH และความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก เป็นต้น ผลการศึกษาพบว่าสภาวะที่สามารถดูดซับได้ดีที่สุดคือ สารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 70 ppm เวลาการดูดซับ 60 นาที และ pH ประมาณ 6

เรวดี อนุวัฒนา (2007) [3] ได้ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด A และ ZSM-5 ในสารละลายด่างโดยใช้ตะกรันจากเตาคิว ด้วยกระบวนการฟิวชัน แล้วกระตุ้นด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและไมโครเวฟ เพื่อเพิ่มผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้วัตุดิบตะกรัน ตะกอนน้ำทิ้งอะลูมิเนียมและโซเดียวไฮดรอกไซด์มารวมกันในอัตราส่วน 1:1:3 จากการศึกษาพบว่าจากการกระตุ้นสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์เอได้ปริมาณมากขึ้น และวิธีการกระตุ้นด้วยไมโครเวฟสามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดเอได้เร็วกว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอลประมาณ 9 เท่า สามารถสังเคราะห์ซีโอต์ชนิด ZSM-5 ได้เร็วกว่า 6 เท่า แต่จากการกระตุ้นทั้ง 2 วิธี ให้ผลึกที่มีลักษณะแบบเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3
วิธีการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

3.1.1 สารเคมี

1. LUDOX® HS-40 colloidal silica, 40 wt. %
2. Aluminum triisopropylate ($C_9H_{21}AlO_3$)
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์
4. น้ำกลั่น

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น AX205
2. ไมโครเวฟขนาด 20 ลิตร ยี่ห้อ SAMSUNG รุ่น ME 711K ความถี่ 2450 MHz
3. เครื่องให้ความร้อนและปั่นกวน ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS 7
4. เตาอบ ยี่ห้อ redLINE รุ่น RL11-10541
5. เตาเผา
6. เครื่อง X-ray diffraction (XRD)
7. เครื่อง X-ray fluorescence (XRF)
8. เครื่อง Brunauer-Emmet-Teller (BET)
9. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)
10. เครื่องปฏิกรณ์ชนิดเทฟลอนขนาด 250 mL
11. กระดาษยูนิเวอร์ซัล
12. ถ้วยกระเบื้อง
13. อลูมิเนียมฟอยด์
14. กระดาษกรองวัตแมนซ์เบอร์ 93
15. เครื่องกรองสูญญากาศ
16. เดสิกเคเตอร์
17. เครื่องแก้วต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.3 การเตรียมสารเคมี

1. ส่วนที่ 1 ชั่งสารโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวน 1.88 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 75 มิลลิลิตร
2. นำสารละลายโซเตรียมไฮดรอกไซด์ผสมกับ LUDOX® HS-40 ปริมาตร 2.4 มิลลิลิตร
3. ส่วนที่ 2 ชั่งสารโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวน 5.64 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร
4. นำสารละลายโซเตรียมไฮดรอกไซด์ผสมกับ Aluminum triisopropylate ปริมาตร 7.2 มิลลิลิตร
5. นำสารละลายทั้งสองส่วนผสมเข้าด้วยกันและความร้อนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ต่อไป

3.1.4 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ

1. นำสารที่เตรียมไว้บรรจุลงในเครื่องปฏิกรณ์ชนิดเทฟลอน
2. ทำการทดลอง โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 100, 300, 500 และ 700 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที
3. นำสารที่ผ่านการให้ความร้อนแล้ว มากรองแบบสูญญากาศ และล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งค่า pH น้อยกว่า 9 ทำการวัดค่า pH ด้วยกระดาษยูนิเวอร์ซัล
4. นำสารไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
5. นำผลึกที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที) ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์
6. นำผลึกที่ผ่านการเผาไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD), วิเคราะห์หาขนาดรูพรุน พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนด้วยเครื่อง Brunauer-Emmet-Teller (BET), วิเคราะห์หาอัตราส่วนโดยโมลของ SiO_2/Al_2O_3 ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR)
7. ทำการทดลองข้อที่ 1-6 ซ้ำ โดยเปลี่ยนเวลาในการตกผลึกเป็น 15 และ 20 นาที ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การทดสอบการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

3.2.1 สารเคมี

1. Ferric chloride hexahydrate ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)
2. สารละลายมาตรฐานเหล็ก 1,000 ppm
3. น้ำกลั่น

3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)
2. เครื่องเขย่า
3. เครื่องแก้วต่างๆ
4. ไมโครปิเปต
5. ตัวกรองเข็มฉีดยา ขนาดรู 0.45 ไมครอน

3.2.3 การเตรียมสารเคมี

1. เตรียมสารละลายเหล็กความเข้มข้น 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 ppm โดยชั่ง Ferric chloride hexahydrate จำนวน 0.1936, 0.2904, 0.3872, 0.4840, 0.7280 และ 0.9680 กรัม ตามลำดับ ละลายด้วยน้ำกลั่น และปรับปริมาตรแต่ละขวดเป็น 500 มิลลิลิตร
2. ชั่งซีโอไลต์ จำนวน 0.1 กรัม แบ่งใส่ขวดรูปชมพู่ จำนวน 9 ขวด และเติมสารละลายเหล็ก ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ในแต่ละขวด
3. นำเข้าเครื่องเขย่า โดยตั้งความเร็วรอบ เท่ากับ 180 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และจับเวลาทันที
4. เก็บสารละลายตัวอย่างที่เวลา 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40 และ 60 นาที
5. นำสารละลายตัวอย่างกรองด้วยตัวกรองเข็มฉีดยา
6. เก็บสารละลายตัวอย่าง และนำไปเจือจางให้ความเข้มข้นเป็น 10 ppm เพื่อนำไปหาปริมาณเหล็กไอออนที่เหลือต่อไป

3.2.4 การหาปริมาณเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์

1. ทำกราฟ Calibration curve ของเหล็กไอออน (Fe^{3+}) โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1,000 ppm ให้มีความเข้มข้นเป็น 2, 4, 6, 8 และ 10 ppm
2. วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 248.3 นาโนเมตร เพื่อหาค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ ... ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น ... ใช้

3. คำนวณหาความเข้มข้นของเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ในตัวอย่างน้ำเสียสังเคราะห์เป็นหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร (ppm)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการเตรียมจาก Ludox HS-40 และ Aluminum triisopropylate เป็นสารตั้งต้นของแหล่งซิลิกาและอลูมินา ตามลำดับ ทำการสังเคราะห์โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ ที่กำลังไฟฟ้า 100, 300, 500 และ 700 วัตต์ เป็นเวลา 10, 15 และ 20 นาที ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อปรับเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าและเวลาในการตกผลึก

กำลังไฟฟ้า (วัตต์)	เวลาในการตกผลึก (นาที)	ลักษณะทางกายภาพ	ผลการวิเคราะห์จาก XRD
100	10	เป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง	อสันฐาน
	15	เป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง	อสันฐาน
	20	เป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง	อสันฐาน
300	10	เป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง	อสันฐาน
	15	เป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง	อสันฐาน
	20	เป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม	ซีโอไลต์ชนิด Na-A
500	10	เป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม	ซีโอไลต์ชนิด Na-A
	15	เป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม	ไม่ตรงกับซีโอไลต์ชนิดใด
	20	เป็นของแข็ง ไหม้ติดเครื่องปฏิกรณ์	-
700	10	เป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม	ซีโอไลต์ชนิดNa-A
	15	เป็นของแข็ง ไหม้ติดเครื่องปฏิกรณ์	-
	20	-*	-*

หมายเหตุ : * สภาวะการสังเคราะห์ที่ 700 วัตต์ 20 นาที ไม่ได้ทำการสังเคราะห์ต่อ เนื่องจากทำการสังเคราะห์ที่เวลาในการตกผลึก 15 นาที เกิดของแข็งไหม้ติดเครื่องปฏิกรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.1 พบว่าที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10, 15 และ 20 นาที และที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10 และ 15 นาที สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว หยาบและค่อนข้างแข็ง จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าเป็นอสัณฐาน เนื่องจากสารละลายยังไม่เกิดเป็นผลึกอะลูมิโนซิลิเกต กราฟจึงไม่ปรากฏพีคที่สามารถระบุได้ว่าเป็นผลึกซีโอไลต์ชนิดใด จึงสามารถสรุปได้ว่าที่สองสภาวะนี้ยังไม่เกิดเป็นซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลา 20 นาที, 500 วัตต์ 10 นาที และ 700 วัตต์ 10 นาที สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า ปรากฏพีคหลักตรงกับตำแหน่งพีคมาตรฐานความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด Na-A ในเชิงพาณิชย์ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และที่กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ 15 นาที สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว ละเอียด นุ่ม เหมือนกับทั้งสามสภาวะที่กล่าวมาข้างต้น แต่เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าพีคหลักที่ปรากฏไม่ตรงกับตำแหน่งพีคมาตรฐานของซีโอไลต์ชนิด Na-A

การวิเคราะห์ผลการทดลองแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ในส่วนแรก คือ การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของซีโอไลต์ โดยการวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกของซีโอไลต์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์โดยเทคนิค BET การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบในซีโอไลต์ โดยวิธีการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (XRF) การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซีโอไลต์โดยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟาเรด (FT-IR) และในส่วนที่สอง เป็นการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของซีโอไลต์ในการดูดซับเหล็กไอออน (Fe^{3+})

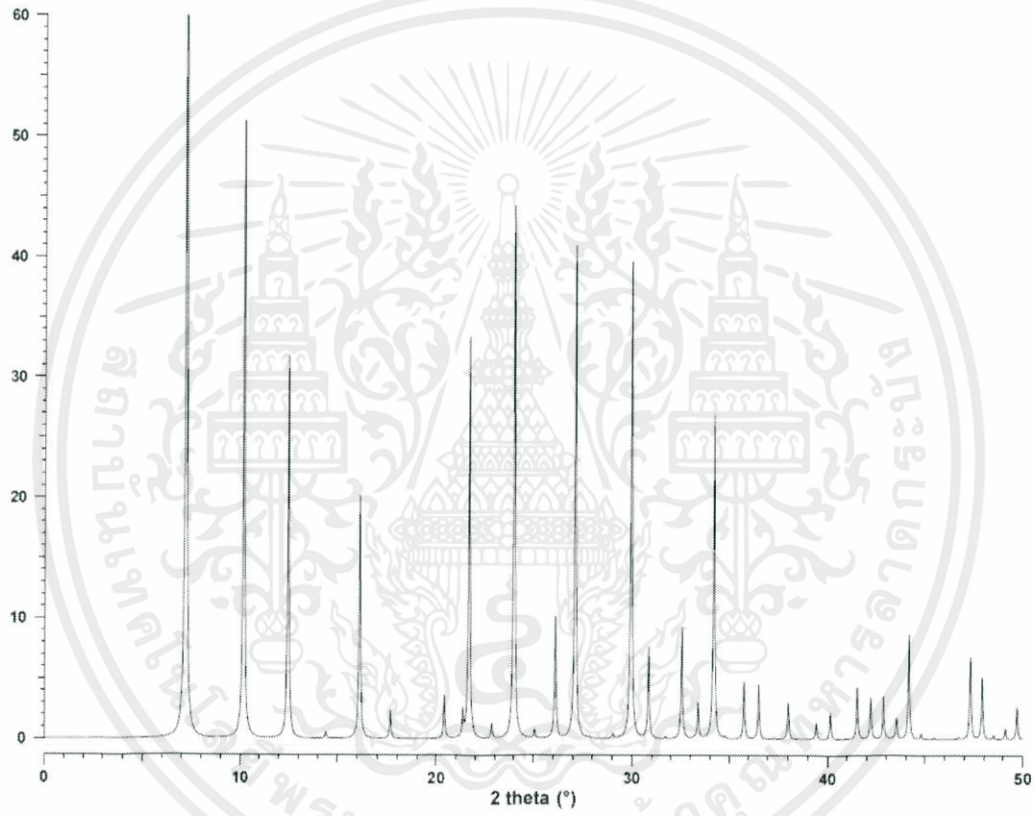
4.1 การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของซีโอไลต์

4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกของซีโอไลต์ โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction หรือ XRD)

ความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด Na-A ในเชิงพาณิชย์ วิเคราะห์โดยเทคนิค XRD มุมสแกน 2θ อยู่ในช่วง 5°-50° แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าซีโอไลต์ชนิด Na-A มีพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 7.2° 10.2° 12.5° 16.6° 21.7° 24° 27.1° 30° 34.2° รูปที่ 4.2 และ 4.3 แสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ 20 นาที และ 300 วัตต์ 15 นาที ตามลำดับ ซึ่งพบว่าเป็นอสัณฐาน รูปที่ 4.4 แสดงผล XDR ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 20 นาที ปรากฏพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 7.2° 10.2° 12.5° 13.9° 21.7° 24° 27.2° 30° 34° รูปที่ 4.5 แสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ 10 นาที ปรากฏพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 7.2° 10.2° 12.5° 16.6° 21.7° 24° 27.1° 30° 34.2° และรูปที่ 4.7 แสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังไฟฟ้า 700 วัตต์ 10 นาที ปรากฏพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 7.2° 10.1° 12.5° 13.9° 21.7° 24° 27.1° 29.9° 34.2° โดยสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งสามสภาวะปรากฏตำแหน่งพีคหลักตรงกับตำแหน่งพีคมาตรฐานความเป็นผลึกของซีโอไลต์ชนิด Na-A ในเชิงพาณิชย์

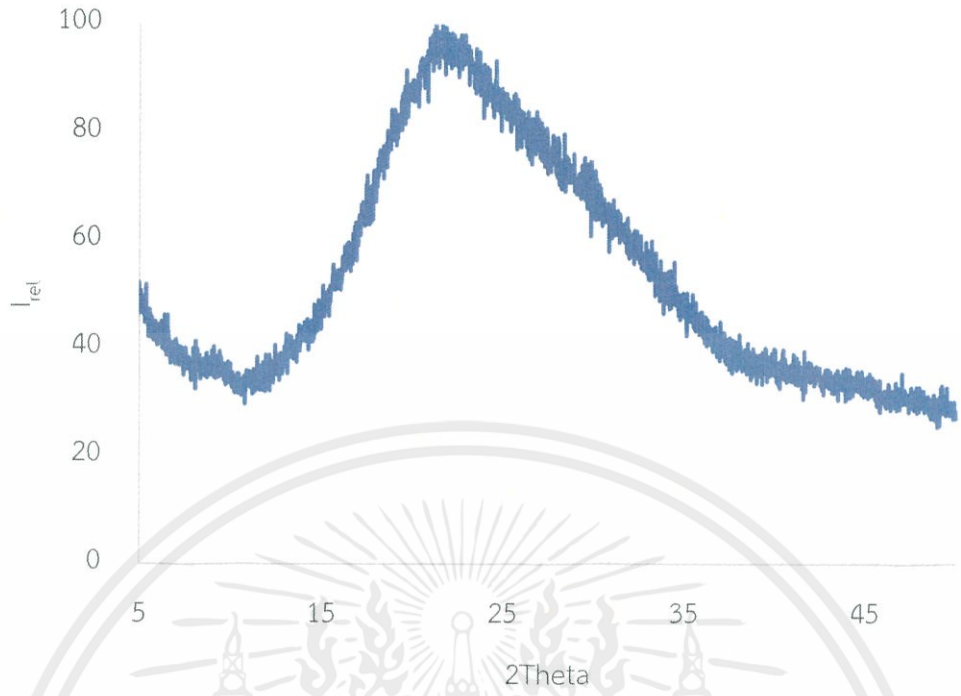
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และรูปที่ 4.6 แสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ 15 นาที ปรากฏพีคหลักที่ตำแหน่ง 13.8° และ 24.1° ซึ่งไม่ตรงกับพีคมาตรฐานของซีโอไลต์ชนิด Na-A

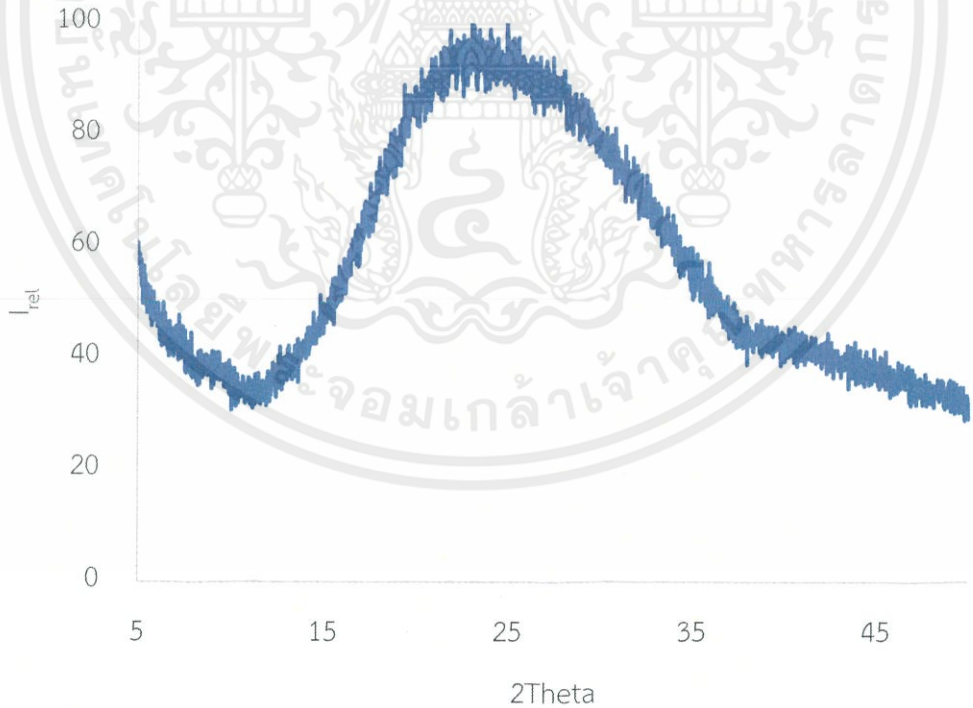


รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ชนิด Na-A ในเชิงพาณิชย์ [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

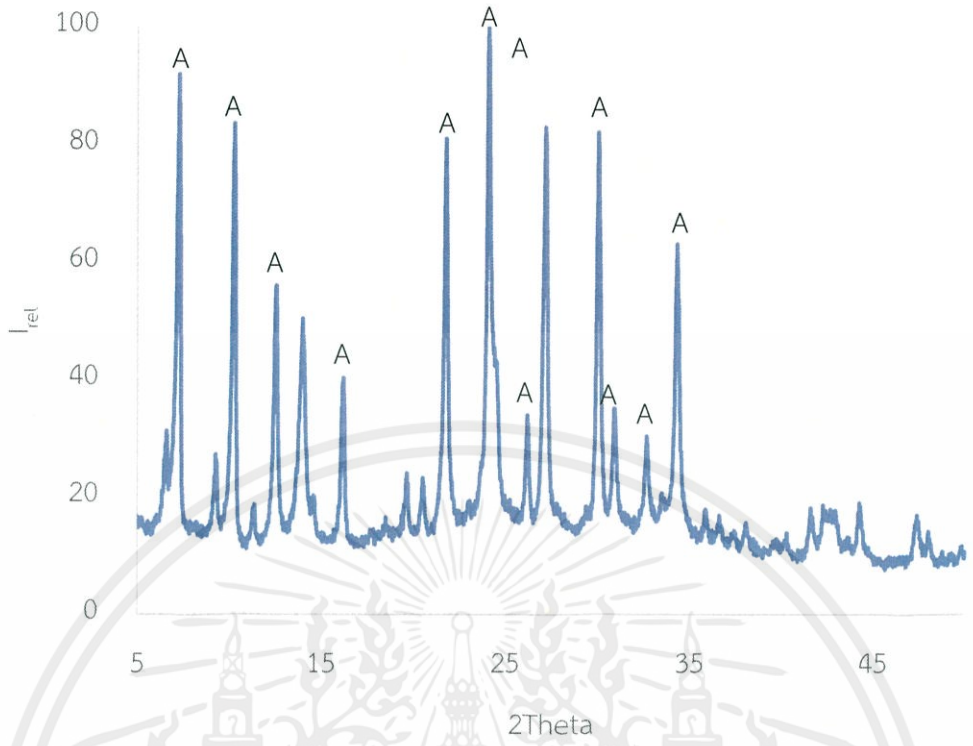


รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 100 วัตต์ 20 นาที

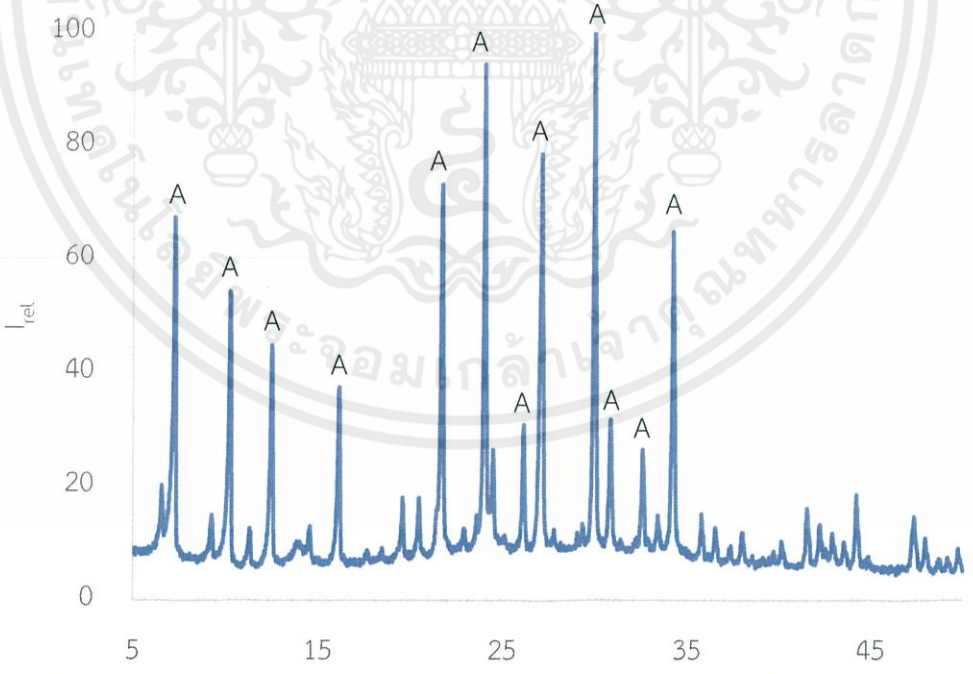


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 300 วัตต์ 15 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

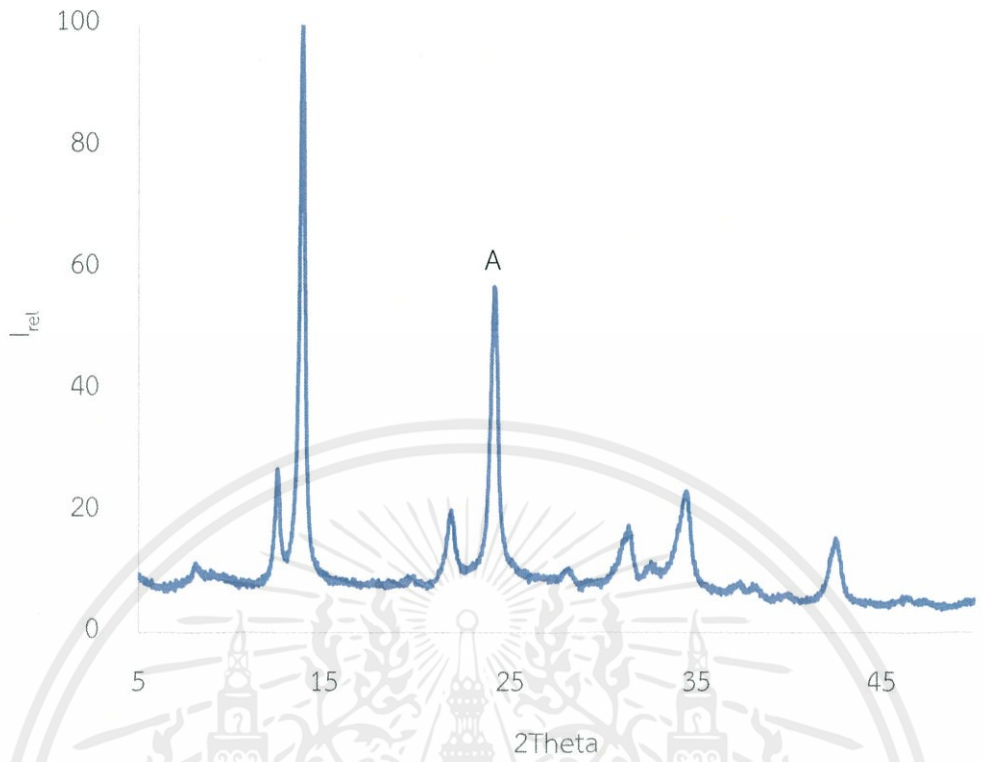


รูปที่ 4.4 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 300 วัตต์ 20 นาที

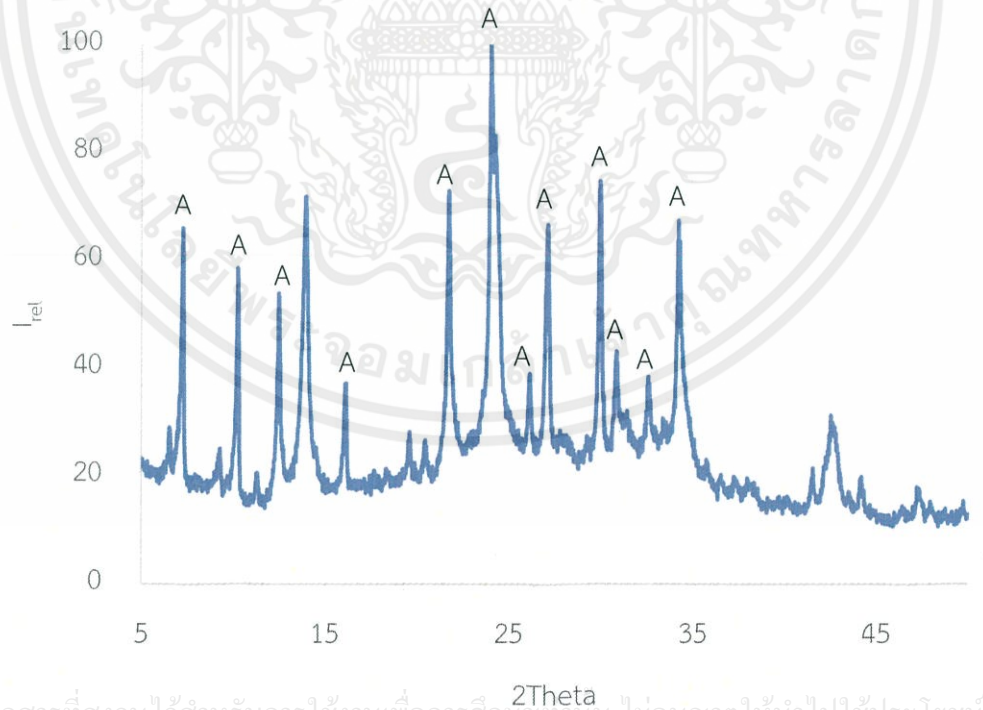


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.5 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 500 วัตต์ 10 นาที



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 500 วัตต์ 15 นาที



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.7 กราฟแสดงผล XRD ของสารที่สังเคราะห์ได้ที่ 700 วัตต์ 10 นาที

4.1.2 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว, ขนาดรูพรุน, และปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ โดยเทคนิค (Brunauer-Emmet-Teller หรือ BET)

การวิเคราะห์ขนาดรูพรุน พื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ ที่สภาวะในการสังเคราะห์ดังนี้ กำลังไฟฟ้า 300, 500 และ 700 วัตต์ ที่เวลา 20, 10, และ 10 นาที ตามลำดับ ด้วยเครื่อง Brumeur-Emmet-Teller (BET) แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์หาขนาดรูพรุน พื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนของซีโอไลต์ ด้วยเทคนิค Bruneur-Emmet-Teller (BET)

สภาวะในการสังเคราะห์		ขนาดรูพรุน	พื้นที่ผิว	ปริมาตรรูพรุน
กำลังไฟฟ้า (วัตต์)	เวลา (นาที)	(nm)	(m^2/g)	(cm^3/g)
300	20	6.31	12.98	0.0205
500	10	5.64	15.72	0.0221
700	10	5.95	13.05	0.0194

จากตารางที่ 4.2 พบว่า สภาวะในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เหมาะสมที่สุด คือ กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ เวลา 10 นาที เนื่องจากการให้ความร้อนด้วยกำลังไฟฟ้าและเวลาที่เหมาะสมต่อการเกิดผลึก จะทำให้มีขนาดรูพรุนเล็กลง มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากขึ้น โดยมีขนาดรูพรุน 5.64 นาโนเมตร พื้นที่ผิว 15.72 m^2/g และปริมาตรรูพรุน 0.0221 cm^3/g

4.1.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบในซีโอไลต์ ด้วยวิธีการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence หรือ XRF)

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของซีโอไลต์ สภาวะในการสังเคราะห์ คือ กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ เวลา 10 นาที ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) แสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์หาอัตราส่วนโดยโมลของซิลิกาต่ออะลูมินาของซีโอไลต์ ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF)

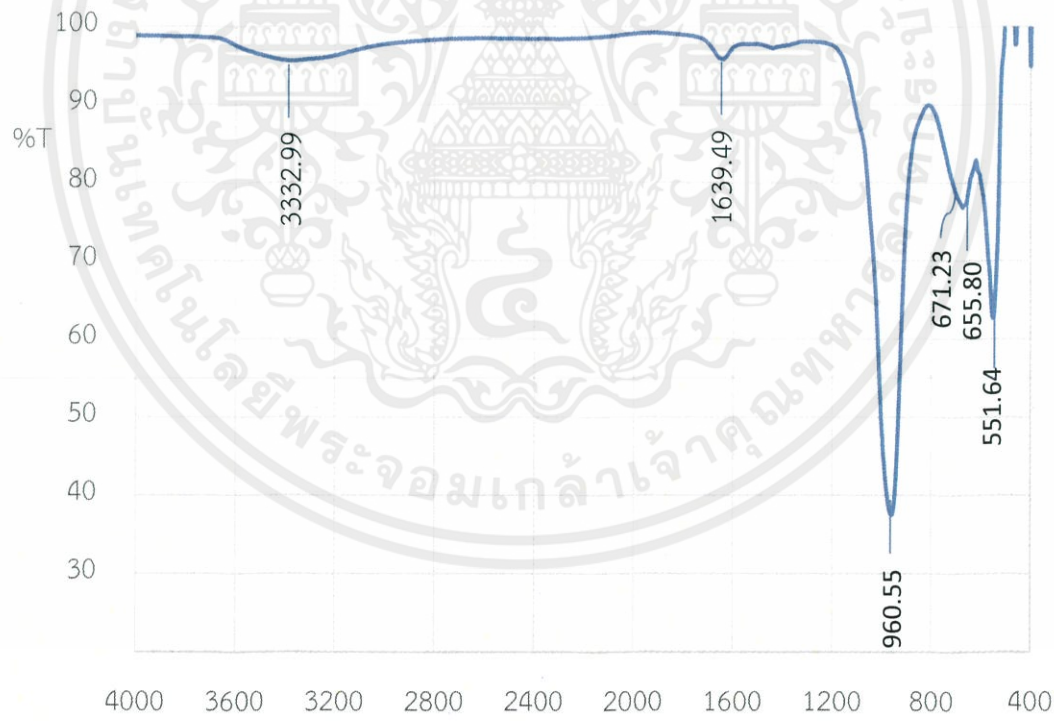
องค์ประกอบ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	โมลต่อ 100 กรัมของซีโอไลต์
ซิลิกา (SiO_2)	43.30	0.722
อะลูมินา (Al_2O_3)	35.60	0.349
โซเดียมออกไซด์ (Na_2O)	21.00	0.339
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	0.07	0.001
เฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3)	0.02	< 0.001
เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2)	0.01	< 0.001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.3 พบว่า ซีโอไลต์ชนิด Na-A มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นซิลิกา (SiO_2) 43.30, อะลูมินา (Al_2O_3) 35.60 และโซเดียมออกไซด์ (Na_2O) 21.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งสามารถหาอัตราส่วนโดยโมลของ SiO_2/Al_2O_3 ได้เท่ากับ 2.07

4.1.4 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซีโอไลต์โดยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟาเรด (Fourier Transform Infrared spectroscopy หรือ FT-IR)

การวิเคราะห์หาหมูฟังก์ชันของซีโอไลต์ โดยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟาเรด (Fourier Transform Infrared spectroscopy หรือ FT-IR) โดยทำการวิเคราะห์ในช่วงแสงคลื่น (Wave number) 400 ถึง 4000 cm^{-1} ผลการวิเคราะห์แสดงได้ดังรูปที่ 4.8 ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3332.99 cm^{-1} แสดงพีคของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (OH stretching) ที่บ่งบอกถึงความมีขั้วบนพื้นผิวของซีโอไลต์ ตำแหน่งเลขคลื่นถัดมา 1639.49 cm^{-1} เป็นตำแหน่งพีคของ H_2O ส่วนในตำแหน่งเลขคลื่น 960.55 cm^{-1} เป็นตำแหน่งพีคของ (Si, Al)-O asymmetric stretching ในช่วงเลขคลื่นประมาณ 450-1200 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน Si-O-Al, Si-O-Si, Si-O, Si-Al และ T-O [11] และในตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 671 cm^{-1} เป็นตำแหน่งที่แสดงถึงพันธะระหว่าง Si-O-M ซึ่ง M ในที่นี้ก็คือ โซเดียมไอออน



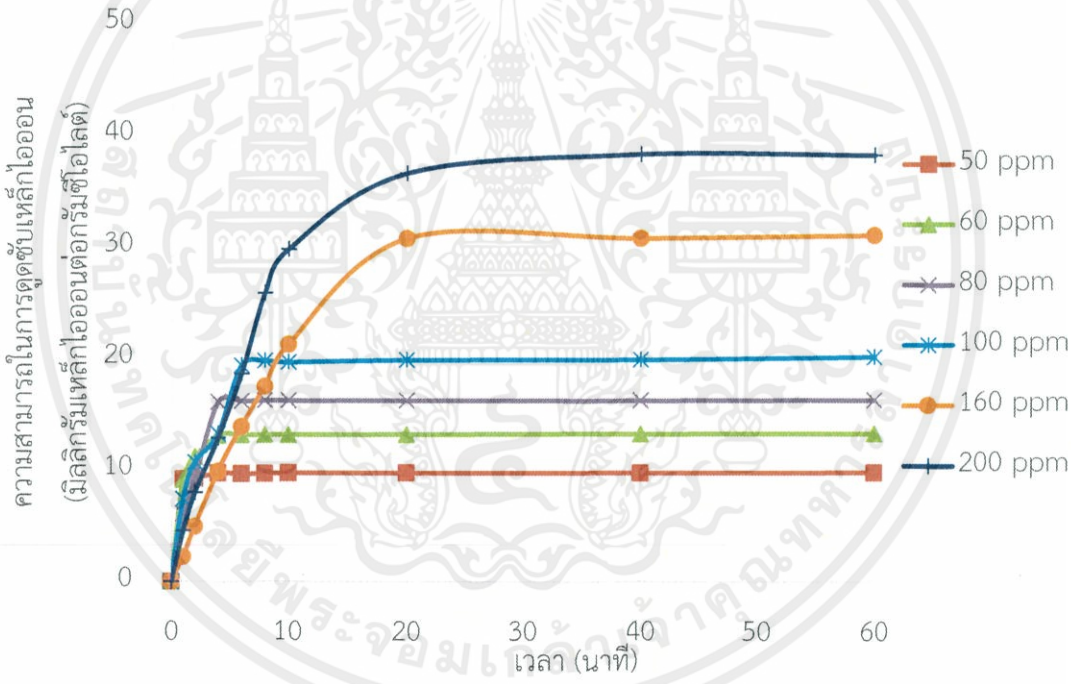
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงอินฟาเรดสเปคตรัมของซีโอล์ชนิด Na-A

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการกำจัดเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ในน้ำเสียสังเคราะห์

4.2.1 การศึกษาเวลาในการเข้าสู่สมดุลการดูดซับเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ในน้ำเสียสังเคราะห์

การศึกษาเวลาในการเข้าสู่สมดุลของการดูดซับเหล็กไอออน โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวดูดซับปริมาณ 0.1 กรัม น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของเหล็กไอออน 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณ 20 มิลลิลิตร เขย่าที่ความเร็ว 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40 และ 60 นาที ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าสมดุลการดูดซับของความเข้มข้น 50, 60, 80 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เกิดขึ้นที่เวลา 10 นาที และสมดุลการดูดซับของความเข้มข้น 160 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร เกิดขึ้นที่เวลา 20 นาที มีปริมาณการดูดซับ 9.79, 13.29, 16.29, 20.16, 31.07 และ 38.25 มิลลิกรัมเหล็กไอออนต่อกรัมซีโอไลต์ตามลำดับ



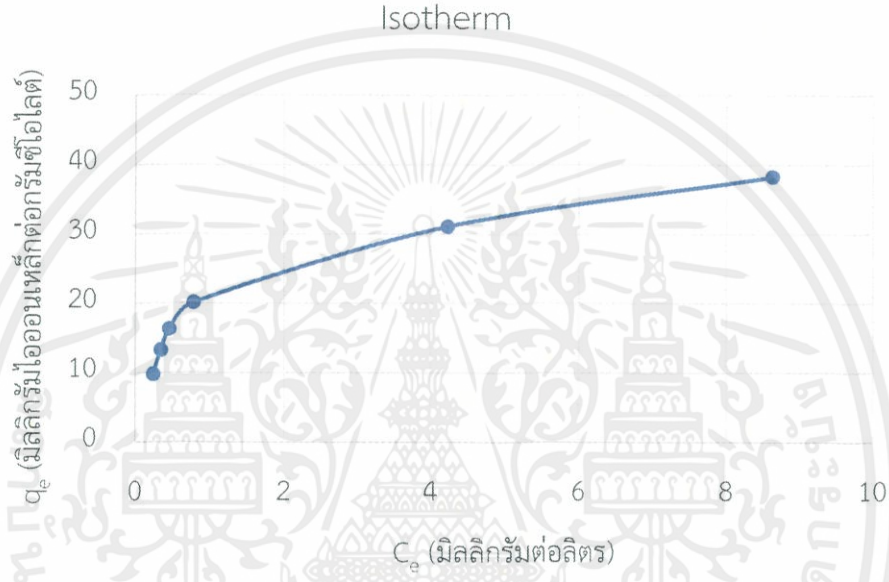
รูปที่ 4.9 ความสามารถในการดูดซับเหล็กไอออนที่ความเข้มข้นและเวลาต่างๆ

4.2.2 การศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับ

การศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับเหล็กไอออน โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวดูดซับปริมาณ 0.1 กรัม น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของเหล็กไอออน 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตรปริมาณ 20 มิลลิลิตร เขย่าด้วยความเร็ว 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40 และ 60 นาที ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.10 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล (q_e, มิลลิกรัมต่อกรัมตัวดูดซับ) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล (C_e, มิลลิกรัมต่อลิตร) พบว่าเมื่อความเข้มข้นของเหล็กไอออนเพิ่มขึ้น ปริมาณการดูดซับเหล็กไอออนต่อกรัมซีโอไลต์จะเพิ่มขึ้นด้วย โดยการเพิ่มความเข้มข้นของเหล็กไอออน มีผลทำให้ความสามารถในการดูดซับเหล็กไอออนเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากการเพิ่มความเข้มข้นของเหล็กไอออน เป็นผลทำให้เกิดความแตกต่างระหว่างความเข้มข้นของเหล็กไอออนในสารละลายกับผิวของซีโอไลต์เพิ่มสูงขึ้น เกิดแรงขับดัน (Driving Force) ที่เพิ่มสูงขึ้น ความสามารถในการดูดซับเหล็กไอออนของซีโอไลต์จึงสูงขึ้น

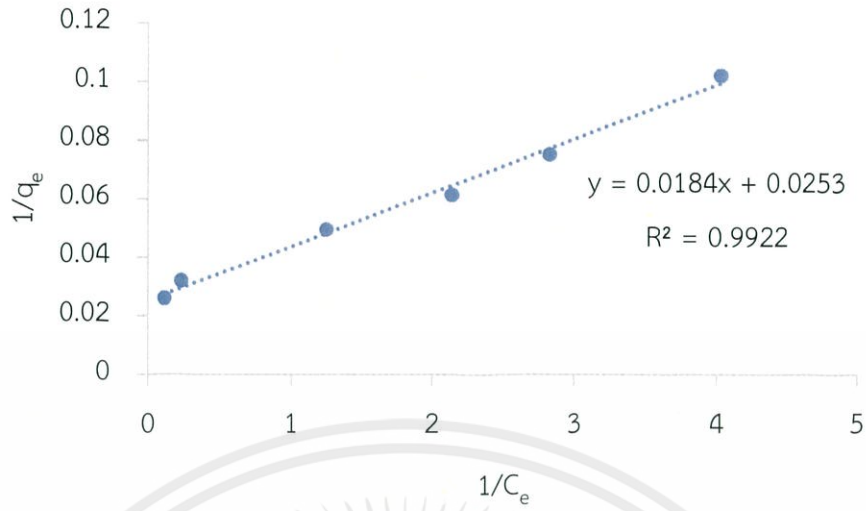


รูปที่ 4.10 ไอโซเทอมการดูดซับ

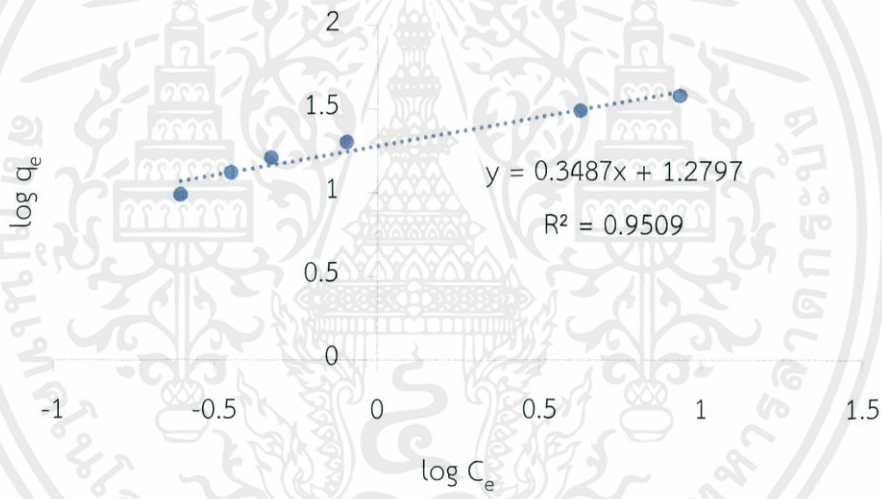
4.2.3 การวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับโดยใช้สมการของ Langmuir และ Freundlich

ไอโซเทอมของการดูดซับเหล็กไอออนด้วยซีโอไลต์ เป็นการหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวดูดซับกับความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ที่สภาวะสมดุล ณ อุณหภูมิคงที่ เพื่อหาไอโซเทอมที่เหมาะสม และใช้อธิบายลักษณะการดูดซับเหล็กไอออนของซีโอไลต์ โดยวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับไอออนเหล็กที่ความเข้มข้นต่างๆ ด้วยสมการของ Langmuir และ Freundlich แสดงดังรูปที่ 4.11 และ 4.12 ตามลำดับ จากกราฟหาค่าความชันและจุดตัดแกน เพื่อใช้ในการคำนวณปริมาณสูงสุดของเหล็กไอออนที่สามารถดูดซับแบบชั้นเดียวต่อน้ำหนักซีโอไลต์ ($q_{0,}$ มิลลิกรัมต่อกรัม) และค่าคงที่ ($K_{L,}$ ลิตรต่อมิลลิกรัม) ของสมการ Langmuir รวมทั้งค่าคงที่การดูดซับ (K_F, ลิตรต่อมิลลิกรัม) และค่าคงที่ (n_F) ของสมการ Freundlich

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับของซีโอไลต์ด้วยสมการของ Langmuir



รูปที่ 4.12 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับของซีโอไลต์ด้วยสมการของ Freundlich

ตารางที่ 4.4 ค่าคงที่จากการคำนวณตามสมการของ Langmuir และ Freundlich

สภาวะในการสังเคราะห์	Langmuir			Freundlich		
	q_0	K_L	R^2	K_F	n_F	R^2
500W 10 min	39.5257	1.3750	0.9922	19.0414	2.8678	0.9509

จากค่าคงที่ของสมการ Langmuir และ Freundlich แสดงดังตาราง 4.4 ความถูกต้องของไอโซเทอมจากการดูดซับ พิจารณาจากค่าสัมประสิทธิสหสัมพันธ์ (R^2) มีความใกล้เคียง 1 มากที่สุด พบว่าสอดคล้องกับสมการของ Langmuir มากกว่า Freundlich

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A โดยการให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ ที่กำลังไฟฟ้า 100, 300, 500 และ 700 วัตต์ ที่เวลาในการตกผลึก 10, 15 และ 20 นาที ตามลำดับ จากการทดลองพบว่าที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10, 15, และ 20 นาที และที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลาในการตกผลึก 10 และ 15 นาที ไม่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A ได้ เนื่องจากสารละลายยังไม่เกิดเป็นผลึกอะลูมิโนซิเกต สารที่สังเคราะห์ได้จึงเป็นอสัณฐาน สภาวะที่สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A คือที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เวลา 20 นาที, 500 วัตต์ 10 นาที และ 700 วัตต์ 10 นาที แต่สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด Na-A คือ ที่กำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ ที่เวลาในการตกผลึก 10 นาที เนื่องจากมีค่าความเป็นผลึกสูง มีขนาดรูพรุน 5.64 นาโนเมตร พื้นที่ผิว 15.72 m^2/g มีปริมาตรรูพรุน 0.02 cm^3/g และอัตราส่วนโดยโมลของ SiO_2/Al_2O_3 เท่ากับ 2.07

ทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดเหล็กไอออนในน้ำเสียสังเคราะห์ที่ความเข้มข้น 50, 60, 80, 100, 160 และ 200 mg/L พบว่าเข้าสมดุลการดูดซับของความเข้มข้น 50, 60, 80 และ 100 mg/L ที่เวลา 10 นาที และความเข้มข้น 160 และ 200 mg/L ที่เวลา 20 นาที สามารถดูดซับเหล็กไอออนที่สภาวะสมดุลได้ 9.79, 13.29, 16.29, 20.16, 31.07 และ 38.25 มิลลิกรัมเหล็กไอออนต่อกรัมซีโอไลต์ ตามลำดับ จากการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับโดยใช้สมการของ Langmuir และ Freundlich ได้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวดูดซับ (q_e) กับความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ที่สภาวะสมดุล (C_e) ณ อุณหภูมิคงที่ คือ $q_e = \frac{54.348C_e}{1+1.375C_e}$ และ $q_e = 19.041C_e^{0.349}$ ตามลำดับ โดยค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) เท่ากับ 0.9922 และ 0.9509 ตามลำดับ ดังนั้นไอโซเทอมการดูดซับเหล็กไอออนบนซีโอไลต์สอดคล้องกับสมการของ Langmuir

5.2 ข้อเสนอะแนะ

1. ควรศึกษาการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อคุณลักษณะของซีโอไลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ควรศึกษาการผลของความเข้มข้นและอุณหภูมิที่มีผลต่อการกำจัดไอออนเหล็ก

เอกสารอ้างอิง

[1] กิตติศักดิ์ เกื้อเกตุ. 2551. **"เทคโนโลยีไมโครเวฟ (Microwave technology)"**, [Online]. Available: http://www.memagazine.co.th/guru-microwave.html

[2] กุลวดี รังษีวัฒนานนท์. 2545. **"การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของซีโอไลท์เอ เพื่อเป็นสารแลกเปลี่ยนอิออนเจาะจง"**, รายงานการวิจัย สาขาวิชาเคมี สำนักวิชาวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.

[3] เรวดี อนุวัฒนา. 2550. **"การสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่ได้จากกากของเสียของโรงงานอุตสาหกรรมหล่อหลอมเหล็กและโรงงานขุบอลูมิเนียม"**, ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม คณะพลังงานและวัสดุ, มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี.

[4] ศิรินุช ลอยหา. **"ซีโอไลต์และเทคโลยีซีโอไลต์"**, วารสารวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น. 42 (1), 56-66.

[5] ศูนย์เครื่องมือฯ มทส. 2557. **"FT-IR Perkin Elmer Spectrum GX"**, [Online]. Available: http://cste.sut.ac.th/articles/?p=294

[6] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. **"X-ray Diffactometer (XRD)"**, [Online]. Available: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm

[7] สุดาพร ตั้งควนิช. **"การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากเพอร์ไลต์และการศึกษาสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนของซีโอไลต์"**, ปริญญานิพนธ์วิทยาศาสตร์ดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเคมี, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

[8] สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล. **"การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ"**, วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ 60 (198), 22-24.

[9] สุรินทร์ เหล่าพระจันทร์. 2555. **"เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชั่น สเปกโตรโฟโตมิเตอร์"**, [Online]. Available: http://www.kmitl.ac.th/~klsurin

[10] อรอนงค ปญโญ. 2537. **"เคมีพื้นผิว"**, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. เชียงใหม่.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[11] Esmaeili Nazila, Kazemian Hossein and Bastani Dariush, **"Controlled crystallization of LTA zeolite nanopraticles from a clear solution using organic template"**, No.2, 2011, Vol.30, pp 9-14.

[12] Saeedeh Hashemian, Seyed Hossien Hossieni, Hamila Salehifar, Khaterah Salari. (2013). **"Adsorption of Fe(III) from aqueous solution by Linde type-A zeolite"**, American Journal of Analytical Chemistry, 4, 123-126.

[13] Syntech innovation co.,ltd. **"ทฤษฎีและหลักการวิเคราะห์ X-ray fluorescence spectrophotometry (XRF)"**, [Online]. Available: http://www.bestsci.com/index.php?lay=show&ac=article&Id=538907996&Ntype=17

[14] Hideki Hayashi, Adrien P. Cote, Hiroyasu Furukawa, Michael O'Keeffe and Omar M. Yaghi, **"Zeolite A imidazolate frameworks, Department of Chemistry and Biochemistry"**, Center for Reticular Chemistry, University of Califormia, Los Angeles, 2001.

[15] K.J. Laidler, J.H. Meiser and B.C Sanctuary. 2003. **"Physical Chemistry"**, 4th ed. Houghton Mifflin: Boston.

[16] Mathavee Sathupunya, Erdogan Gulari and Sujitra Wongkasemjit, **"Na-A (LTA) zeolite synthesis directly from alumatrane and silitrane by sol-gel microwave techniques"**, (2003), Journal of the european ceramic society, 23, 1293-1303.

[17] M.M.J. Treacy and J.B. Higgins, (2001). **"XRD Powder patterns for zeolite"**, Elsevier journal, 214-217.

[18] Murad Ghribeh, **"Microwave reactor engineering of zeolites synthesis"**, Department of chemical engineering, university of Massachusetts, 2009.

[19] Sapawe N., Jalil A.A., Triwahyono S., Shah M.I.A., Jusoh R., Salleh N.M.F., Hammed B.H. and Karim A.H., (2013), **"Cost-effective microwave rapid synthesis of zeolite NaA for removal of methylene blue"**, Chemical Engineering Journal, 229, 388-398.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

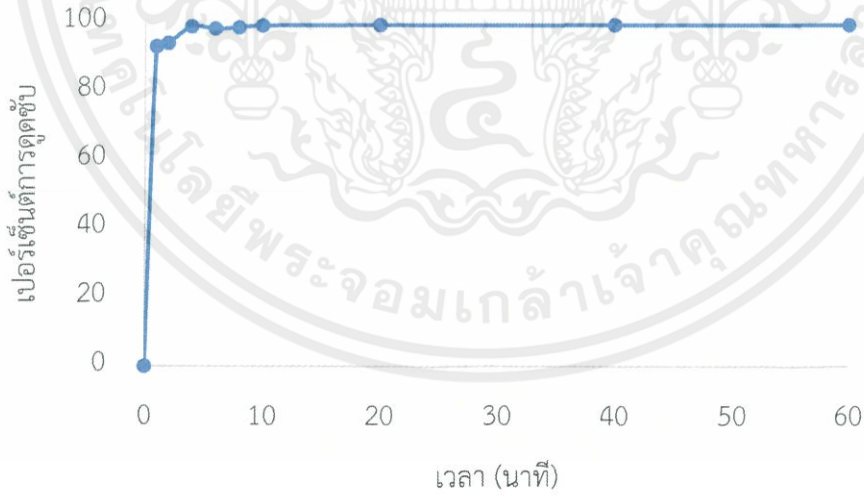
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ข้อมูลผลการทดลอง

ตารางที่ ก.1 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 50 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.590	49.200	0	0
1	0.063	3.528	92.83	9.134
2	0.055	3.064	93.77	9.227
4	0.013	0.692	98.60	9.702
6	0.018	1.004	97.96	9.639
8	0.015	0.808	98.36	9.678
10	0.010	0.548	98.89	9.730
20	0.008	0.440	99.11	9.752
40	0.007	0.412	99.16	9.758
60	0.003	0.248	99.30	9.790

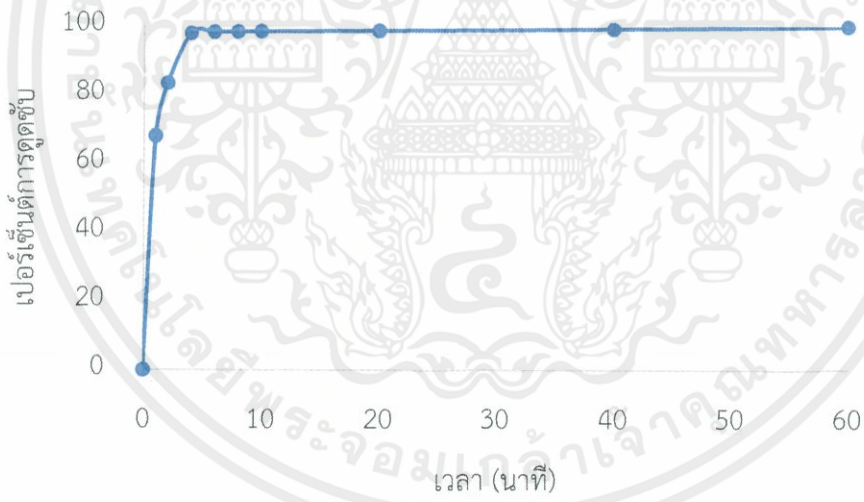


รูปที่ ก.1 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 50 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.2 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 60 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.548	66.780	0	0
1	0.221	21.330	68.06	9.090
2	0.100	11.160	83.29	11.124
4	0.013	1.422	97.87	13.072
6	0.011	1.146	98.28	13.127
8	0.010	1.074	98.40	13.141
10	0.010	1.044	98.44	13.147
20	0.008	0.894	98.66	13.177
40	0.005	0.522	99.21	13.252
60	0.003	0.354	99.87	13.285

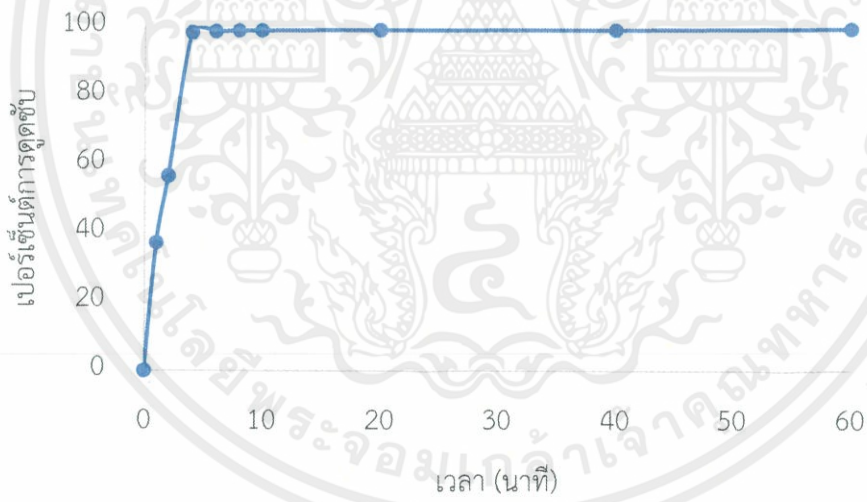


รูปที่ ก.2 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 60 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.3 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 80 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.515	81.920	0	0
1	0.360	51.480	37.16	6.088
2	0.267	35.568	56.58	9.270
4	0.013	1.408	98.28	16.102
6	0.010	1.112	98.64	16.162
8	0.008	0.920	98.88	16.200
10	0.008	0.896	98.91	16.205
20	0.007	0.736	99.10	16.237
40	0.006	0.704	99.14	16.243
60	0.003	0.468	99.55	16.290

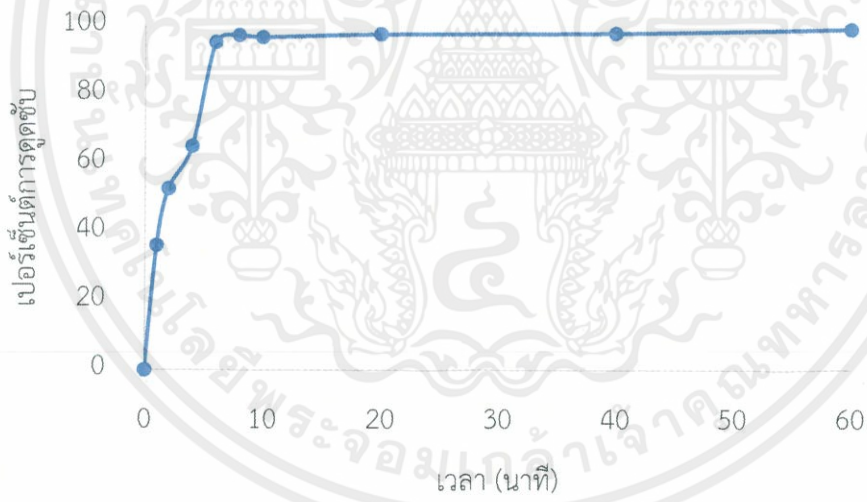


รูปที่ ก.3 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 80 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.4 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 100 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.512	101.600	0	0
1	0.362	64.760	36.26	7.368
2	0.285	48.130	52.63	10.694
4	0.221	35.550	65.01	13.210
6	0.035	4.830	95.25	19.354
8	0.020	2.780	97.26	19.764
10	0.024	3.320	96.73	19.656
20	0.018	2.430	97.61	19.834
40	0.015	2.110	97.92	19.898
60	0.006	0.800	99.21	20.160

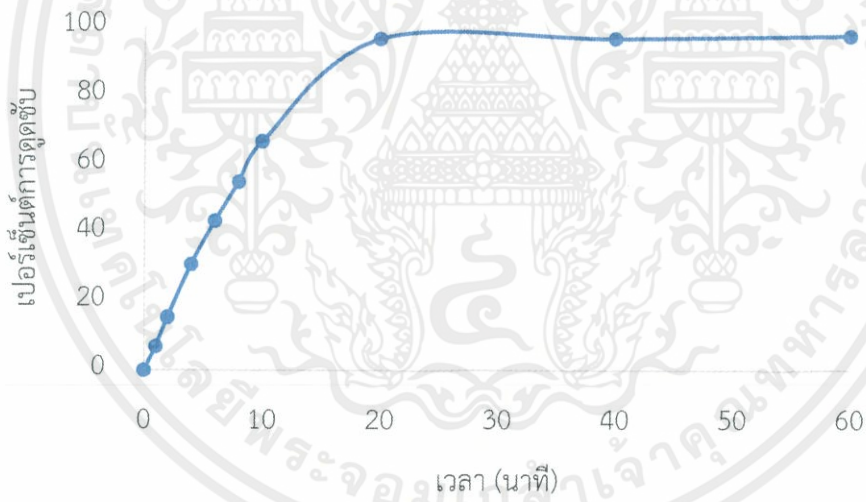


รูปที่ ก.4 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 100 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.5 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 160 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.604	159.600	0	0
1	0.460	148.560	6.92	2.208
2	0.424	135.000	15.41	4.920
4	0.358	110.460	30.79	9.828
6	0.301	90.330	43.40	13.854
8	0.285	72.190	54.77	17.482
10	0.221	53.320	66.59	21.256
20	0.022	5.760	96.39	30.768
40	0.021	5.520	96.54	30.816
60	0.016	4.230	97.35	31.074

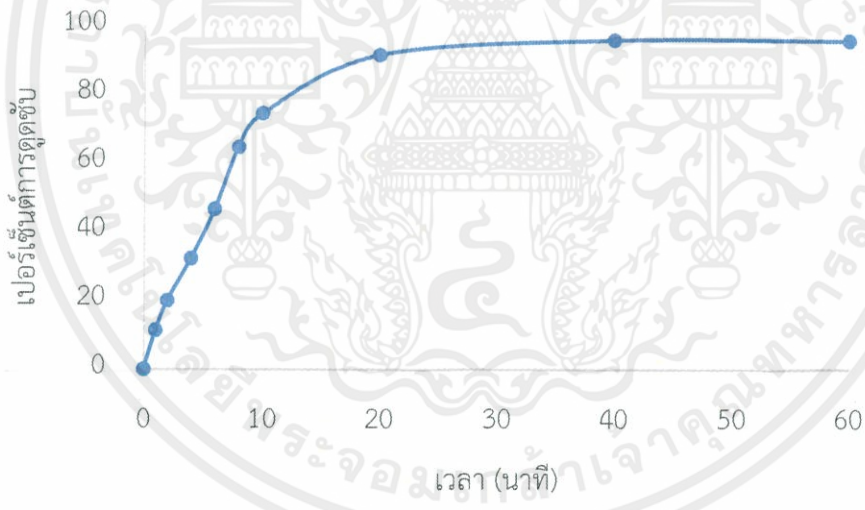


รูปที่ ก.5 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 160 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.6 ค่าการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 200 ppm

เวลา (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง (ABS)	ความเข้มข้น (ppm)	%การดูดซับ	q (mg/g)
0	0.461	199.86	0	0
1	0.419	177.18	11.35	4.536
2	0.400	160.00	19.94	7.972
4	0.333	135.54	32.18	12.864
6	0.252	106.88	46.52	18.596
8	0.220	70.70	64.63	25.832
10	0.124	51.08	74.44	29.756
20	0.048	16.98	91.50	36.576
40	0.024	8.36	95.82	38.300
60	0.024	8.62	95.69	38.248



รูปที่ ก.6 กราฟแสดงผลการดูดซับสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) ที่ความเข้มข้น 200 ppm ด้วยซีโอไลต์ชนิด Na-A ที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

วิธีการคำนวณ

ข.1 การละลาย Ferric chloride ในน้ำ

โดยพื้นฐาน สารละลาย Ferric chloride ในน้ำจะแตกตัวเป็น iron ion (ferric ion) และ chloride ion ขณะที่น้ำจะแตกตัวเป็น hydrogen และ hydroxyl ion ดังสมการที่ (1) และ (2) ตามลำดับ

$$FeCl_3 \leftrightarrow Fe^{3+} + 3Cl^- \quad (1)$$

$$H_2O \leftrightarrow H^+ + OH^- \quad (2)$$

Ferric ion บางส่วนจะรวมตัวกับ hydrogen และ hydroxyl ion กลายเป็น ferric hydroxide สารประกอบซึ่งลายได้น้อยและตกตะกอนในสารละลายเป็นของแข็งสีน้ำตาล ดังสมการที่ (3)

$$Fe^{3+} + 3OH^- \leftrightarrow Fe(OH)_3 \quad (3)$$

จะเห็นได้ว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ การเตรียมความเข้มข้นจึงต้องพิจารณาที่ความเข้มข้นเริ่มต้นและความเข้มข้นที่สภาวะสมดุล (ช่วงความเข้มข้นต่ำๆจะเกิดการรวมตัวของ hydrogen และ hydroxyl ion กลายเป็น ferric hydroxide ได้น้อยมาก)

ข.2 วิธีการคำนวณเตรียมสารละลายเหล็กไอออน (Fe^{3+}) จาก Ferric chloride hexahydrate ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)

Ferric chloride hexahydrate มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 270.29

เหล็กไอออน (Fe^{3+}) มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 55.845

เทียบหาปริมาณเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ในสารละลาย Ferric chloride hexahydrate

ยกตัวอย่างความเข้มข้น 50 ppm

ชั่งสาร $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 270.29 กรัม จะมีปริมาณเหล็กไอออน (Fe^{3+}) อยู่ 55.845 กรัม

ถ้าชั่งสาร $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 0.1937 กรัม จะมีปริมาณเหล็กไอออน (Fe^{3+}) อยู่ 0.0400 กรัม

ละลายในน้ำ 500 มิลลิลิตร จะสามารถคำนวณความเข้มข้นเริ่มต้นของเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ได้ดังนี้

$$\text{ความเข้มข้นเหล็กไอออนเริ่มต้น} = \frac{0.0400 \text{ กรัม}}{0.5 \text{ ลิตร}} \times \frac{1{,}000 \text{ มิลลิกรัม}}{1 \text{ กรัม}} = \frac{80.04 \text{ มิลลิกรัม}}{\text{ลิตร}} = 80.04 \text{ ppm}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.2.1 ปริมาณ Ferric chloride hexahydrate และความเข้มข้นของเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ที่เริ่มต้น (จากการคำนวณ) และที่สภาวะสมดุล

ขวดที่	ปริมาณ $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (กรัม)	ความเข้มข้นเหล็กไอออน, Fe^{3+} (ppm)	
		เริ่มต้น (จากการคำนวณ)	สภาวะสมดุล
1	0.1937	80.04	49.20
2	0.2902	119.92	66.78
3	0.3887	160.62	81.92
4	0.4840	200.00	101.60
5	0.7280	300.83	159.60
6	0.9680	400.00	199.86

จากข้อมูลดังตารางที่ ข.2.1 จะพิจารณาความเข้มข้นเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ที่สภาวะสมดุลเป็นความเข้มข้นเริ่มต้นในการทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

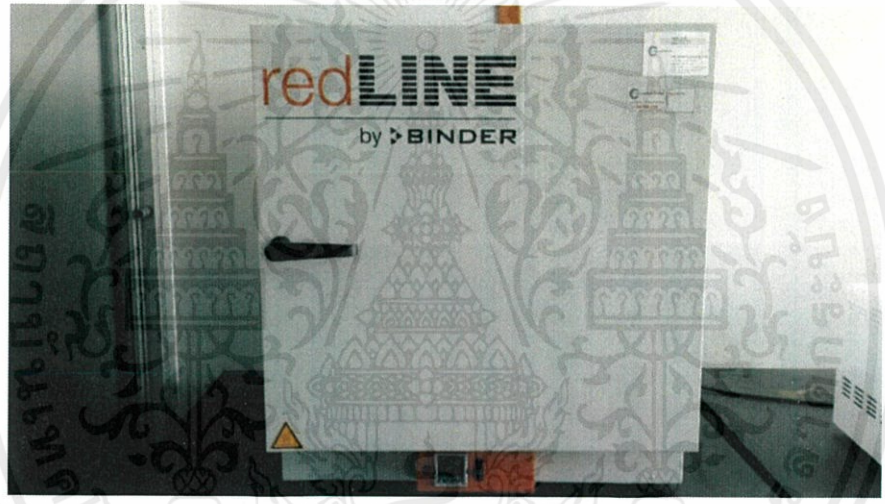
รูปภาพประกอบการทดลอง

รูปที่ ค.1 เครื่องชั่ง (Mettler Toledo รุ่น AX 205 ที่มีความแม่นยำ ±0.0001 กรัม)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำห ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ ค.2 เครื่องกวนสารให้ความร้อน

รูปที่ ค.3 ไมโครเวฟ

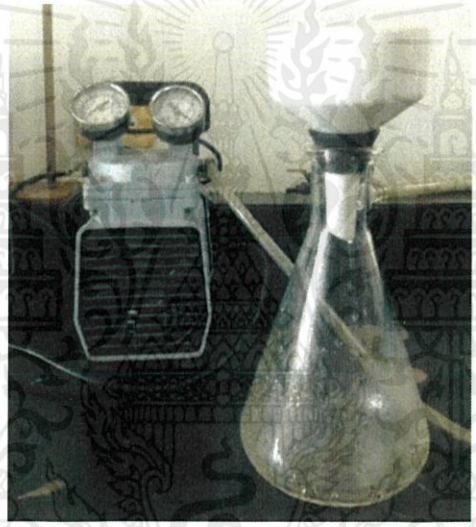


รูปที่ ค.4 เตาอบ

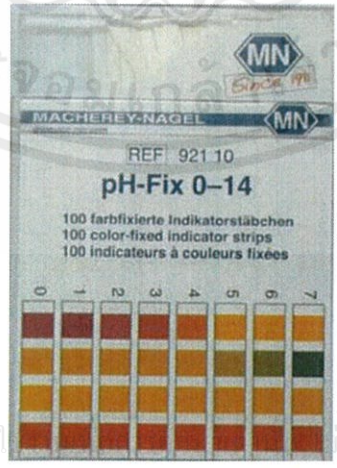
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ ... โยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ ค.5 เตาเผา

รูปที่ ค.6 เครื่องเขย่า (ZHICHENG รุ่น ZHWY-100B)



รูปที่ ค.7 เครื่องกรองสุญญากาศ



รูปที่ ค.8 Universal Indicator

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ ค.9 เครื่องปั่นเหวี่ยง

รูปที่ ค.10 Atomic Adsorption Spectrophotometer (รุ่น AAS-680)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้