

การพัฒนาเยื่อแผ่น โขติยมอะลูมินาซีไอไลต์เพื่อแยกน้ำจากเอทานอล



นาย ประเสริฐ สวาราชย์

สถาบันวิทยบริการ

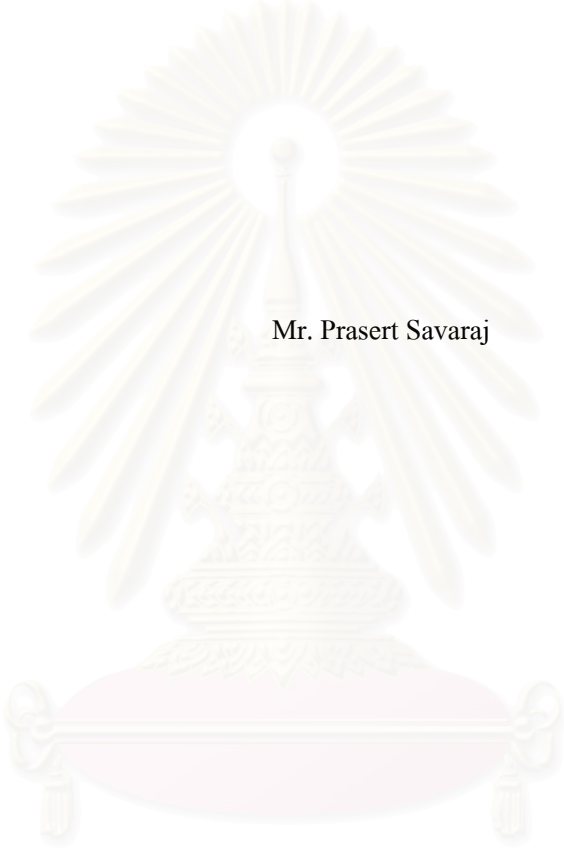
วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเทคโนโลยีชีวภาพ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2549

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

DEVELOPMENT OF SODIUM ALUMINA ZEOLITE MEMBRANE  
FOR DEHYDRATION OF ETHANOL



Mr. Prasert Savaraj

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science Program in Biotechnology

Faculty of Science  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2006



ประเสริฐ สวราชย์ : การพัฒนาเยื่อแผ่นโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เพื่อแยกน้ำจากเอทานอล  
(DEVELOPMENT OF SODIUM ALUMINA ZEOLITE MEMBRANE FOR DEHYDRATION  
OF ETHANOL) อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. สุรพงศ์ นวังคสัตถุศาสน์, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร. ศิริลักษณ์  
ธีระदार, จำนวนหน้า 103 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลโดยกระบวนการเพอร์เวป  
พอร์ชัน โดยใช้เมมเบรนที่มีซีโอไลต์เอเป็นตัวกลางอยู่บนอะลูมินาที่เป็นชั้นรองรับ ซึ่งสภาวะที่เหมาะสม  
ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอด้วยวิธีการแบบไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) คือที่อุณหภูมิ 80  
องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง หรือที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง และมีขนาดของผลึกอยู่ที่  
 $8.17 \pm 0.02$  ไมโครเมตรและ  $4.50 \pm 0.02$  ไมโครเมตร ตามลำดับ สำหรับผลึกซีโอไลต์เอที่ทำการสังเคราะห์ที่  
อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ที่  $40.6473 \pm 0.1304$  ตารางเมตรต่อกรัม  
และปริมาณของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 1.48 ส่วนผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศา  
เซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ที่  $51.1537 \pm 0.1891$  ตารางเมตรต่อกรัม และปริมาณของ  
ซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 1.31 สำหรับงานวิจัยนี้ได้สร้างโมดูลที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอก เมมเบรนที่  
ใช้มีพื้นที่เท่ากับ 84.86 ตารางเซนติเมตร เมมเบรนที่ใช้ในการทดลองมีโครงสร้างเป็นแบบเชิงประกอบ โดย  
มีซีโอไลต์ทำหน้าที่ในการเลือกผ่านอยู่บนชั้นรองรับที่เป็นอะลูมินาที่มีรูพรุน ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมในการ  
สังเคราะห์โซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนจากสารละลายที่มีลักษณะเป็นสารละลายใสด้วยวิธีการ  
ไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แต่อย่างไรก็ตามเมมเบรนที่เตรียมได้ยังพบ  
ปัญหาการแตกของซีโอไลต์ทำหน้าที่ในการเลือกผ่านบนผิวของชั้นรองรับ ซึ่งเมื่อนำเมมเบรนไปทดสอบ  
กระบวนการเพอร์เวปพอร์ชันพบว่ามีการรั่วของเอทานอลผ่านไปยังส่วนเพอร์มิเอต แต่ความเข้มข้นของเอ  
ทานอลทางด้านเพอร์มิเอตก็มีปริมาณมากขึ้นจาก 521.10 กรัมต่อลิตร เป็น 539.11 กรัมต่อลิตร นอกจากนี้  
ในงานวิจัยนี้ยังนำซีโอไลต์เอที่ได้จากการสังเคราะห์มาทำการศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาต่อ  
ความสามารถในการแยกน้ำออกจากเอทานอล โดยพบว่าที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลาในการทดลอง 30  
นาที จะสามารถเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลจาก  $671.72 \pm 9.08$  กรัมต่อลิตร ไปเป็น  $747.15 \pm 2.36$  กรัมต่อ  
ลิตร (เพิ่มขึ้น 11.23%) และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลาในการทดลอง 60 นาที จะสามารถเพิ่มความ  
เข้มข้นของเอทานอลจาก  $474.68 \pm 0.11$  กรัมต่อลิตร ไปเป็น  $614.63 \pm 2.35$  กรัมต่อลิตร (เพิ่มขึ้น 29.48%)

สาขาวิชา.....เทคโนโลยีชีวภาพ..... ลายมือชื่อนิสิต..... ประเสริฐ สวราชย์  
ปีการศึกษา.....2549..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... ผศ.ดร. สุรพงศ์ นวังคสัตถุศาสน์  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... ดร. ศิริลักษณ์ ธีระदार

# # 467 23255 23 : MAJOR BIOTECHNOLOGY

KEY WORD : PERVAPORATION / ZEOLITE A

PRASERT SAVARAJ : DEVELOPMENT OF SODIUM ALUMINA ZEOLITE MEMBRANE FOR DEHYDRATION OF ETHANOL. THESIS ADVISOR : ASSIST. PROF. SURAPONG NAVANKASATTUSAS, Ph. D., THESIS COADVISOR : SIRILUK TEERADAKORN, Ph. D. 103 pp.

The purpose of this research was to concentrate ethanol in ethanol-water mixture by pervaporation using zeolite A membrane on alumina support. Zeolite A was prepared by hydrothermal synthesis. The conditions for zeolite A synthesis are crystallization temperature at 80 °C for 3 h or crystallization temperature at 90 °C for 3 h. The zeolite A synthesized at 80 °C, 3 h had crystal size of  $8.17 \pm 0.02 \mu\text{m}$ , specific surface area of  $40.6473 \pm 0.1304 \text{ m}^2/\text{g}$  and silicon/aluminium molar ratio of 1.48. The zeolite A synthesized at 90 °C, 3 h had crystal size of  $4.50 \pm 0.02 \mu\text{m}$ , specific surface area of  $51.1537 \pm 0.1891 \text{ m}^2/\text{g}$  and silicon/aluminum molar ratio of 1.31. A cylindrical membrane module was built in this study with an effective membrane area of  $84.86 \text{ cm}^2$ . The membrane used in this research was synthesized in a composite form, consisted of zeolite that was a selective layer on a porous alumina support. The optimum condition for synthesis of sodium alumina zeolite membrane from clear solution using hydrothermal synthesis was 90 °C and for 3 h. The scanning electron microscope revealed that the surface of support was covered with polycrystalline zeolite A with cracking defect. The zeolite A composite membrane was used for the separation of ethanol-water mixture by using pervaporation but the membrane was leaked in some area. However concentration of ethanol was increased from 521.10 g/l to 539.11 g/l. Finally the effect of temperature and time of synthesized zeolite A in dehydration of ethanol were investigated. The concentration of ethanol was increased from  $671.72 \pm 9.08 \text{ g/l}$  to  $747.15 \pm 2.36 \text{ g/l}$  ( 11.23% increase) at 90 °C for 30 minutes. Meanwhile the concentration of ethanol was increased from  $474.68 \pm 0.11 \text{ g/l}$  to  $614.63 \pm 2.35 \text{ g/l}$  (29.48% increase) at 90 °C for 60 minutes.

Field of study.....Biotechnology.....Student's signature.....*ปราเสริฐ สวรรค์ชัย*.....  
 Academic year ...2006.....Advisor's signature.....*สุรพงษ์ นวนกาสัตตusas*.....  
 Co-advisor's signature.....*ศิริลук เตียรากอร์น*.....



## กิตติกรรมประกาศ

การศึกษาระดับปริญญาโทและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จด้วยความ  
สมบูรณ์โดยได้รับความกรุณาจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุรพงศ์ นวังคสัตถุศาสน์ และ  
ดร. ศิริลักษณ์ ชีระดากร ที่กรุณารับเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์  
ตลอดจนให้คำแนะนำแนวทางการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณอย่างสูงไว้ ณ  
ที่นี้

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. อมร เพชรสม, รองศาสตราจารย์ ดร.  
นาตยา งามโรจนวิชัย และ รองศาสตราจารย์ ดร. พลกฤษณ์ แสงวิช ที่กรุณารับเป็นประธาน  
กรรมการและกรรมการในการสอบป้องกันวิทยานิพนธ์ เพื่อความสมบูรณ์แห่งปริญญาวิทยาศาสตร  
มหาบัณฑิตในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ดร. จุฑาทัย พงษ์เก่า คະชีมา ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะ  
วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือต่างๆในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ตะวัน สุขน้อย ภาควิชาเคมี คณะ  
วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือต่างๆใน  
การทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ให้  
ความช่วยเหลือต่างๆในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณบุคลากรทุกท่านในสถาบันเทคโนโลยีชีวภาพและวิศวกรรมพันธุ  
ศาสตร์ แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือต่างๆในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ ของหลักสูตรเทคโนโลยีชีวภาพ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
สำหรับการช่วยเหลือและคำแนะนำต่างๆ

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อและคุณแม่ และครอบครัวที่ให้การ  
สนับสนุนและเป็นกำลังใจสำคัญในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จสมบูรณ์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
คำย่อ.....	ณ

### บทที่

1	บทนำ.....	1
	1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
	1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
	1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
	1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	3
2	เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
	2.1 แนวคิดและทฤษฎี.....	4
	2.1.1 เอทานอล.....	4
	2.1.2 การผลิตเชื้อเพลิงเอทานอล.....	5
	2.1.3 กระบวนการเพอร์เวปอเรชัน.....	7
	2.1.4 การผลิตเยื่อแผ่นเพื่อใช้ในการแยกสาร.....	21
	2.1.5 เยื่อแผ่นสมมาตร/ไม่สมมาตร.....	23
	2.2 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซีโอไลต์.....	23
	2.2.1 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์.....	24
	2.2.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์.....	30
	2.2.3 ทฤษฎีการดูดซับ.....	32
	2.2.4 ประโยชน์ของซีโอไลต์.....	34
	2.2.5 การกำจัดโมเลกุลน้ำในโครงสร้างซีโอไลต์.....	35
	2.2.6 ซีโอไลต์เอ.....	37
	2.3 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	38

บทที่	หน้า
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....40
3.1	อุปกรณ์และสารเคมี.....40
3.1.1	อุปกรณ์.....40
3.1.2	สารเคมี.....41
3.2	วิธีการทดลอง.....41
3.2.1	การทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์.....41
3.2.2	การทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอ ในการแยกน้ำออกจากเอทานอล.....42
3.2.3	การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน.....42
3.2.3.1	การเตรียมชั้นรองรับ.....42
3.2.3.2	การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน.....43
3.2.4	การวิเคราะห์คุณลักษณะของซีโอไลต์และโซเดียมอะลูมินา ซีโอไลต์เมมเบรน.....44
3.2.4.1	X-Ray diffraction.....44
3.2.4.2	Scanning electron microscope.....44
3.2.4.3	การวิเคราะห์ขนาดของผลึกซีโอไลต์.....44
3.2.4.4	การวิเคราะห์ห่าอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม.....44
3.2.5	การทดสอบกระบวนการเพอร์แวกพอร์ชัน.....45
3.2.6	การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี.....46
4	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....47
4.1	โมดูลของเมมเบรน.....47
4.2	ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซีโอไลต์เอ.....48
4.2.1	ขนาดผลึกซีโอไลต์เอ.....59
4.2.2	ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม.....59
4.3	ผลึกซีโอไลต์เอในการแยกน้ำออกจากเอทานอล.....60
4.4	การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน.....62
4.5	กระบวนการเพอร์แวกพอร์ชัน.....71
5	สรุปผลการวิจัย.....72
	ข้อเสนอแนะ.....74



บทที่	หน้า
รายการอ้างอิง.....	75
ภาคผนวก.....	79
ภาคผนวก ก.....	80
ภาคผนวก ข.....	81
ภาคผนวก ค.....	84
ภาคผนวก ง.....	85
ภาคผนวก จ.....	87
ภาคผนวก ฉ.....	102
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	103



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	คุณสมบัติของ fuel-grade ethanol สำหรับผสมในน้ำมัน.....5
2.2	Typical utility requirement to produce 1000 liters of absolute alcohol (99%v/v).....7
2.3	ข้อเปรียบเทียบสำหรับ โมดูลของเยื่อแผ่นในแต่ละแบบ.....21
2.4	ตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ใช้ในกระบวนการเพอร์เวปอเรชัน.....22
2.5	ชนิดของซีโอไลต์ตามลักษณะ โครงสร้างทุดิยภูมิ.....26
2.6	ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์แบ่งตามขนาดของช่องว่าง.....28
2.7	ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์แบ่งตามสัดส่วนของซิลิกากับอะลูมิเนียม.....29
4.1	แสดงขนาดของผลึกและพื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับ NaA zeolite ของบริษัท พีคิว เคมิคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด.....59
4.2	แสดงปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของผลึกซีโอไลต์เอที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับ NaA zeolite ของบริษัท พีคิว เคมิคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด.....60
ข.1	ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเอทานอลกับค่าสัดส่วนของพื้นที่ได้กราฟ.....81
ค.1	ข้อมูลการทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอในการแยก น้ำออกจากเอทานอล เวลาที่ใช้ในการทดลอง 30 นาที.....84
ค.2	ข้อมูลการทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอในการแยก น้ำออกจากเอทานอล เวลาที่ใช้ในการทดลอง 60 นาที.....84

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	กระบวนการเพอร์แวกพอร์ชันร่วมกับการกลั่นเพื่อผลิตเอทานอลบริสุทธิ์.....	8
2.2	กระบวนการเพอร์แวกพอร์ชัน.....	8
2.3	เกรเดียนต์ศักย์ทางเคมี, ความดัน และแอกติวิตีผ่านเยื่อแผ่น.....	9
2.4	การเกิด concentration polarization ทางด้านสารป้อนและเพอร์มิเอต.....	16
2.5	โมดูลแบบแผ่นเรียบและกรอบ.....	18
2.6	โมดูลแบบม้วน.....	19
2.7	โมดูลแบบเส้นใยกลาง.....	19
2.8	โมดูลแบบท่อ.....	20
2.9	รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียม ในหน่วยเล็กๆ ของซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ).....	24
2.10	โครงสร้าง 2 มิติของอะลูมิโนซิลิเกต.....	25
2.11	หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์.....	25
2.12	หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ.....	26
2.13	ลักษณะหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าขนาดใหญ่.....	27
2.14	ประจุลบในโครงสร้างตาข่ายที่เกิดประจุ.....	27
2.15	ลักษณะไอโซเทิร์มของการดูดซับ.....	33
2.16	แสดง DTA curve ของซีโอไลต์ X และ Y.....	36
2.17	โครงสร้างของซีโอไลต์ A.....	37
3.1	แสดงวิธีการเตรียมเมมเบรน.....	43
3.2	แสดงกระบวนการเพอร์แวกพอร์ชัน.....	45
4.1	โมดูลของเมมเบรน.....	47
4.2	กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....	49
4.3	กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....	49
4.4	กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง.....	50
4.5	กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง.....	50

รูปที่	หน้า
4.6 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 1.5 ชั่วโมง.....	51
4.7 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง.....	51
4.8 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....	52
4.9 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....	52
4.10 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง.....	53
4.11 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง.....	53
4.12 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 1.5 ชั่วโมง.....	54
4.13 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง.....	54
4.14 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....	55
4.15 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....	55
4.16 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง.....	56
4.17 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง.....	56
4.18 กราฟ XRD ของซีโอไลต์เอ.....	57
4.19 ภาพ SEM ของผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....	57
4.20 ภาพ SEM ของผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....	58

รูปที่	หน้า
4.21	ภาพ SEM ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด).....58
4.22	ผลของอุณหภูมิต่อซีโอไลต์ในการแยกน้ำจากเอทานอล ที่เวลาในการทดลอง 30 นาที.....61
4.23	ผลของอุณหภูมิต่อซีโอไลต์ในการแยกน้ำจากเอทานอล ที่เวลาในการทดลอง 60 นาที.....61
4.24	โซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนบนชั้นรองรับ cristobalite .....63
4.25	โซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนบนชั้นรองรับ corundum.....64
4.26	กราฟ XRD ของชั้นรองรับ cristobalite.....64
4.27	กราฟ XRD ของชั้นรองรับ corundum.....65
4.28	ภาพ SEM ของชั้นรองรับ cristobalite.....65
4.29	ภาพ SEM ของชั้นรองรับcorundum.....66
4.30	กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....66
4.31	กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....67
4.32	กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....67
4.33	กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....68
4.34	ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....68
4.35	ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....69
4.36	ภาพ SEM ของรอยแตกโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....69
4.37	ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง.....70
4.38	ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง.....70



รูปที่	หน้า
ข.1	กราฟมาตรฐานเอทานอลสัมบูรณ์.....81
ข.2	ตัวอย่างโครมาโทแกรมของเอทานอลสัมบูรณ์มาตรฐาน เมื่อใช้โพรพานอลเป็น สารมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน วิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี.....82
ข.3	ตัวอย่างโครมาโทแกรมของเอทานอลที่ทำการแยกด้วยซีโอไลต์เมื่อใช้โพรพานอลเป็น สารมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน วิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี.....83
ง.1	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง XRF แสดงปริมาณของ ซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของซีโอไลต์.....85
ง.2	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง XRF แสดงปริมาณของ ซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของซีโอไลต์ (ต่อ).....86
จ.1	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1).....87
จ.2	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2).....88
จ.3	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3).....89
จ.4	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1).....90
จ.5	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2).....91
จ.6	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3).....92

รูปที่	หน้า
จ.7	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1).....93
จ.8	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2).....94
จ.9	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3).....95
จ.10	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1).....96
จ.11	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2).....97
จ.12	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3).....98
จ.13	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1).....99
จ.14	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2).....100
จ.15	ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3).....101

## คำย่อ

$S_i$	สัมประสิทธิ์การกระจายของสาร $i$
$J_i$	อัตราการแพร่ผ่านขององค์ประกอบ $i$ หรือค่าฟลักซ์ (flux)
$D_i$	สัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient)
$J_i$	ฟลักซ์ขององค์ประกอบ $i$ ผ่านเยื่อแผ่น
$L_i$	ค่าคงที่หรือ phenomenological coefficient
$\mu_i$	ศักย์ภาพเคมีขององค์ประกอบ $i$ (chemical potential)
$x$	ระยะทางการแพร่ในเยื่อแผ่น
$a_i$	แอกติวิตีขององค์ประกอบ $i$ (activity)
$P_i$	ความดันย่อยขององค์ประกอบ $i$
$P_i^0$	ความดันไออิ่มตัวขององค์ประกอบ $i$
$\delta_m$	ความหนาของเยื่อแผ่น
$x_i$	เศษส่วนโมลของสาร $i$ ในสารป้อน
$\gamma_i$	สัมประสิทธิ์แอกติวิตีขององค์ประกอบ $i$
$P_p$	ความดันรวมด้านเพอร์มิเอต
$y_i$	เศษส่วนโมลของสาร $i$ ด้านเพอร์มิเอต
$D_i^0$	สัมประสิทธิ์การแพร่ของสาร $i$
$k_{ii}, k_{jj}$	สัมประสิทธิ์ plasticization ขององค์ประกอบ $i$ และ $j$
$k_{ij}, k_{ji}$	สัมประสิทธิ์ coupling ระหว่าง $i$ และ $j$ และระหว่าง $j$ และ $i$
$E_p$	พลังงานกระตุ้นปรากฏของการซึมผ่าน
$\alpha$	ค่าการเลือก (selectivity)
$\beta$	แฟกเตอร์การแยก
$R$	ค่าคงที่ของก๊าซ (gas constant)

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัญหาในเรื่องของเชื้อเพลิงและพลังงานนับว่าเป็นปัญหาสำคัญยิ่งของประเทศมาโดยตลอด ทั้งนี้เนื่องจากเรามีแหล่งทรัพยากรธรรมชาติด้านพลังงานน้อย ไม่พอต่อความต้องการใช้ภายในประเทศ ซึ่งนับวันความต้องการก็จะสูงขึ้นเรื่อยๆ สอดคล้องกับสภาพเศรษฐกิจและอุตสาหกรรมที่เจริญเติบโตอย่างต่อเนื่อง แม้ว่าในช่วง พ.ศ. 2539 ประเทศไทยต้องประสบกับภาวะวิกฤติทางเศรษฐกิจ แต่อัตราการใช้เชื้อเพลิงและพลังงานภายในประเทศก็มิได้มีแนวโน้มลดลงมากมายแต่อย่างใด ในปัจจุบันอัตราการใช้พลังงานเฉพาะน้ำมันสำเร็จรูปมีปริมาณโดยเฉลี่ยสูงถึงประมาณ 6.16 แสนบาร์เรล/วัน และจากอัตราการใช้ดังกล่าวทำให้ในปี พ.ศ. 2539 ประเทศไทยสูญเสียเงินตราต่างประเทศในการนำเข้าน้ำมันดิบกว่า 168,000 ล้านบาท ซึ่งสูงกว่ารายได้จากการส่งออกข้าว, มันสำปะหลัง, น้ำมันปาล์ม และยางพารา รวมกันเสียอีก นอกจากนี้ปัญหาค่าใช้จ่ายในการนำเข้าน้ำมันก็คือ ใช้จ่ายราคาซึ่งมีแนวโน้มสูงขึ้นตลอดมาอันเป็นอุปสรรคอย่างยิ่งในการแก้ไขปัญหาเศรษฐกิจของประเทศไทย โดยที่รัฐบาลก็ไม่อาจต่อรองหรือใช้มาตรการในการบรรเทาปัญหาราคาน้ำมันเชื้อเพลิงได้อย่างยั่งยืน

จากปัญหาดังกล่าวข้างต้นทำให้การแสวงหาแหล่งเชื้อเพลิงและพลังงานจากแหล่งทรัพยากรภายในประเทศเพื่อทดแทนการนำเข้าน้ำมันนับว่า หากสามารถทดแทนการนำเข้าน้ำมันเชื้อเพลิงได้ แม้เพียงบางส่วนก็จะยังประโยชน์อันมหาศาลแก่ภาคเศรษฐกิจในการลดราคา การขาดดุลเงินตราต่างประเทศ ซึ่งปัจจุบันสิ่งที่ประเทศไทยดำเนินการเป็นหลักก็คือ การใช้ก๊าซธรรมชาติจากอ่าวไทย และฝั่งทะเลอันดามัน ทดแทนการใช้เชื้อเพลิงในการผลิตไฟฟ้า แต่สิ่งที่น่าสนใจอีกประการหนึ่งก็คือ การผลิตเชื้อเพลิงจากผลผลิตทางการเกษตร โดยการนำผลผลิตทางการเกษตรที่มีปัญหาราคาคต่ำ แปรรูปเป็นน้ำมันเชื้อเพลิง หรือสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงคุณภาพน้ำมันเชื้อเพลิง เช่น การผลิตเอทานอล (ethanol) จากมันสำปะหลัง อ้อย หรือธัญพืชต่างๆ นำไปผสมกับน้ำมันเบนซิน หรือดีเซล หรือใช้เป็นเชื้อเพลิงทดแทน โดยตรงซึ่งมีตัวอย่างการใช้งานมาแล้ว ทั้งในสหรัฐอเมริกา และในกลุ่มประเทศประชาคมเศรษฐกิจยุโรป หรือการผลิตน้ำมันดีเซลชีวมวล (biodiesel) จากน้ำมันปาล์ม น้ำมันละหุ่ง และน้ำมันถั่วเหลือง ซึ่งมีผลการวิจัยและการใช้งานมาแล้ว ในหลายประเทศเช่นกัน การใช้เชื้อเพลิงจากผลผลิตทางการเกษตรนั้น นอกจากจะช่วยลดการนำเข้าน้ำมันเชื้อเพลิงลงได้แล้ว ยังจะช่วยแก้ไขปัญหาผลผลิตทางการเกษตรล้นตลาดได้บางส่วน เช่น มันสำปะหลัง และอ้อย ซึ่งสามารถนำมาผลิตเป็นเอทานอล หรือน้ำมันปาล์มที่สามารถนำมาผลิตเป็น

น้ำมันดีเซลชีวมวลได้ นอกจากนี้การใช้เชื้อเพลิงจากผลผลิตทางการเกษตรทดแทนพลังงานจากปิโตรเลียมนั้น ยังส่งผลทำให้ลดมลภาวะในอากาศโดยเฉพาะ คาร์บอนมอนอกไซด์ และ unburnt hydrocarbon นอกจากนี้ยังจะช่วยลด carbondioxide ซึ่งมีผลกระทบโดยตรงต่อสภาวะเรือนกระจกในชั้นบรรยากาศ (green house effect) ซึ่งมีพันธกรณีระหว่างประเทศตาม Kyoto protocol 1997 ให้ประเทศภาคีลดอัตราการปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์สู่บรรยากาศ

เอทานอล (ethanol) หรือ เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) เป็นแอลกอฮอล์ที่แปรรูปมาจากพืชจำพวกน้ำตาล รวมทั้งเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส โดยผ่านกระบวนการหมัก (fermentation) วัตถุดิบที่สามารถนำมาใช้ผลิตเอทานอลมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด เช่น อ้อย, ข้าว, ข้าวฟ่าง, ข้าวโพด และ มันสำปะหลัง เอทานอลซึ่งมีส่วนผสมของน้ำอยู่ 5% (hydrated ethanol 95%) สามารถใช้เป็นเชื้อเพลิงโดยตรงให้กับเครื่องยนต์สันดาปภายใน ที่เป็นเครื่องยนต์ที่มีส่วนการอัดสูงได้ ส่วนเอทานอลบริสุทธิ์ 99.5% โดยมากจะนำไปผสมกับเบนซิน (gasoline) เพื่อให้กลายเป็นแก๊ซโซฮอล์ (gasohol) ด้วยอัตราการผสมสูงถึง 22% ในลักษณะของสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงค่า oxygenates และเพิ่มค่าออกเทนของน้ำมันเบนซิน ทั้งนี้สามารถนำใช้งานกับเครื่องยนต์โดยทั่วไปได้โดยไม่จำเป็นต้องดัดแปลงเครื่องยนต์แต่อย่างใด การแปรรูปเอทานอลให้เป็น ethyl-tertiary-butyl-ether (ETBE) นั้นสามารถนำมาทดแทน methyl-tertiary-butyl-ether (MTBE) ซึ่งเป็นสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงค่า oxygenate ของน้ำมันเบนซิน ในอัตราส่วน 8% ถึง 15% ได้ ซึ่งส่งผลให้สามารถเพิ่มปริมาณออกซิเจน ในน้ำมันเชื้อเพลิงได้ 1.2% ถึง 2.3% อันจะส่งผลให้ช่วยลดปัญหาที่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมด้วย

การผลิตเชื้อเพลิงเอทานอล (fuel ethanol) หรือแอลกอฮอล์สัมบูรณ์ (absolute ethanol) ทำได้โดยการขจัดน้ำออกจาก rectified spirit หรือ industrial alcohol ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่ได้รับความนิยมคือ การเพิ่มความเข้มข้นเอทานอลด้วยกระบวนการเพอร์เวปพอเรชัน (pervaporation) ซึ่งเป็นกระบวนการแยกเหลวผสม โดยผ่านเยื่อเลือกผ่าน (permselective membrane) โดยจะป้อนของเหลวผสมให้สัมผัสโดยตรงกับเยื่อเลือกผ่านทางด้านหนึ่งและดึงสารเพอร์มิเอต (permeate) ออกทางด้านตรงข้ามของเยื่อในรูปของไอระเหย โดยการทำให้เกิดภาวะสูญญากาศ ข้อดีของกระบวนการเพอร์เวปพอเรชันคือ วิธีการนี้ใช้พลังงานต่ำ ภาวะในการดำเนินการไม่รุนแรง อุปกรณ์ที่ใช้ไม่ยุ่งยาก และไม่ก่อให้เกิดมลพิษ สำหรับตัวแปรที่แสดงความสามารถในการแยกคือ อัตราการไหลผ่านเยื่อแผ่นหรือฟลักซ์ (flux) โดยฟลักซ์ที่ผ่านเยื่อแผ่นมักลดลงตามระยะเวลาที่ดำเนินการ และฟลักซ์มีหน่วยเป็นน้ำหนักต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่และหนึ่งหน่วยเวลา นอกเหนือจากค่าฟลักซ์ ความสามารถในการแยกอาจพิจารณาจากค่าการเลือกผ่าน (separation factor) ซึ่งเป็นค่าเปรียบเทียบถึงสมรรถนะในการเลือกผ่านสารองค์ประกอบหนึ่งเทียบกับสารอีกองค์ประกอบหนึ่ง ส่วนเยื่อแผ่นที่ใช้ในกระบวนการเพอร์เวปพอเรชันส่วนใหญ่จะใช้เป็นเยื่อแผ่นเชิงประกอบ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าเยื่อแผ่นที่เตรียมขึ้นจาก โพลีเมอร์อินทรีย์จะมี



ข้อจำกัดในเรื่องของการทนทานต่อความร้อน สารเคมีและสมบัติทางกล จึงมีความสนใจพัฒนาเยื่อแผ่นชนิดใหม่ขึ้น ในงานวิจัยนี้จึงเป็นการพัฒนาเยื่อแผ่นโพลีเอไมด์อะลูมินาซีโอไลต์เพื่อเพิ่มความเข้มข้นของ เอทานอลให้มากกว่าร้อยละ 95 และหาภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการเพอร์เวปพอเรชัน (pervaporation) รวมทั้งการนำเยื่อแผ่นกลับมาใช้ใหม่เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้ในระดับอุตสาหกรรม

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 ศึกษาวิธีการเตรียมซีโอไลต์เอเพื่อใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลให้ได้มากกว่า 95% โดยปริมาตรต่อปริมาตร

1.2.2 ศึกษาวิธีการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลโดยการพัฒนาเยื่อแผ่นโพลีเอไมด์อะลูมินาซีโอไลต์เพื่อเพิ่มความเข้มข้นเอทานอลอะซิโโทริกให้เป็นเอทานอลสมบูรณ์

## 1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.3.1 สามารถเตรียมซีโอไลต์เอเพื่อใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลได้

1.3.2 สามารถทำการเตรียมเมมเบรนที่มีความสามารถในการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลให้ได้มากกว่าร้อยละ 95 และทราบภาวะที่เหมาะสมในการใช้ในกระบวนการเพอร์เวปพอเรชันเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอล

## 1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

1.4.1 ทำการศึกษาวิธีการเตรียมซีโอไลต์เอเพื่อใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอล

1.4.2 ทำการศึกษาวิธีการเตรียมโพลีเอไมด์อะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนเพื่อใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอล

1.4.3 ทำการศึกษาการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลด้วยกระบวนการเพอร์เวปพอเรชัน

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 แนวคิดและทฤษฎี

##### 2.1.1 เอทานอล

เอทานอล (ethanol) เป็นชื่อทางเคมีของแอลกอฮอล์ที่ใช้กันอยู่ทั่วไปซึ่งรู้จักกันในชื่อ “เอทิลแอลกอฮอล์” นอกจากนี้ยังมีชื่ออื่นๆ ของเอทานอลอีก ได้แก่ spirit, rectified spirit และ extra neutral alcohol

การผลิตเอทานอลสามารถทำได้ 2 แบบ คือ การสังเคราะห์ทางเคมี (synthetic route) โดยใช้เอทิลีน (ethylene) เป็นสารตั้งต้นแต่วิธีนี้ใช้ต้นทุนสูงจึงไม่เป็นที่นิยมและอีกวิธีคือการหมัก (fermentation route) โดยใช้ยีสต์ (yeast) หมักน้ำตาลหรือแป้ง สิ่งที่ได้จากการหมักจะมีทั้งเอทานอลและสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ (พุลพร, 2544)

rectified spirit ผลิตได้จากการนำเอทานอลที่ได้จากการหมักกลั่น (distillation) โดยปกติ rectified spirit จะมีความเข้มข้นเอทานอลประมาณ 95% ปริมาตรต่อปริมาตร เพราะเอทานอลจะเกิดอะซีโอโทรป (azeotrope) กับน้ำที่ความเข้มข้นประมาณ 95% ปริมาตรต่อปริมาตร ดังนั้นจึงไม่สามารถแยกน้ำออกจากจุดนี้ได้ด้วยวิธีการกลั่นธรรมดา เอทานอลถูกนำมาใช้เป็นสารเติมแต่ง (additive) ในน้ำมันเชื้อเพลิง โดยการนำมาผสมรวมกับน้ำมันสำหรับใช้ในยานยนต์จะเรียกว่า เชื้อเพลิงเอทานอล (fuel ethanol) การใช้เอทานอลสามารถลดปริมาณก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ลงได้เนื่องจากการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ นอกจากนี้ยังนำเชื้อเพลิงเอทานอลมาใช้เป็นสารเพิ่มออกซิเจน (oxygenate) ในน้ำมันจึงสามารถทดแทนการใช้สารเพิ่มออกซิเจนบางตัวซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ตัวอย่างเช่น tetraethyl lead ซึ่งเป็นสารที่ก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศ, MTBE (methyl-tert-butyl-ether) และ ETBE (ethyl-tert-butyl-ether) เป็นสารซึ่งเป็นสาเหตุให้เกิดมลพิษทางน้ำ เอทานอลจะยังคงรักษาวัฏจักรคาร์บอน (carbon cycle) ของธรรมชาติจึงลดปัญหาปรากฏการณ์เรือนกระจก (green house effect) อีกทั้งเอทานอลผลิตจากผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สามารถสร้างทดแทนใหม่ได้ (renewable source) จึงไม่เกิดปัญหาการมีจำกัดของแหล่งเชื้อเพลิงฟอสซิลเช่นเดียวกับน้ำมัน การผสมเอทานอลลงในน้ำมันสามารถเติมได้ในหลายอัตราส่วน โดยทั่วไปจะเติมในปริมาณตั้งแต่ 5-10% แล้วแต่ตามจุดประสงค์การใช้งาน ในประเทศบราซิลมีการเติมเอทานอลลงในน้ำมันถึง 24% สำหรับน้ำมันดีเซลมักจะเติมเอทานอลประมาณ 3% แต่สามารถเติมได้ถึง 10% โดยที่เครื่องยนต์ยังทำงานได้ตามปกติ ตารางที่ 2.1 แสดงคุณสมบัติของเอทานอลที่ใช้เติมลงในน้ำมัน

เอทานอลที่เติมลงในน้ำมันจะหมายถึง

1. Absolute alcohol
2. Anhydrous alcohol
3. Dehydrated alcohol
4. Power alcohol etc.

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของ fuel-grade ethanol สำหรับผสมในน้ำมัน (Aventine, 2007)

Component	Unit	Standard
Water content, max	mass%	0.82 %w/w
Methanol, max	vol%	0.5
Chloride ion content, max.,	mg/l	32
Copper content, max.,	mg/kg	0.08
Acidity (as acetic acid, CH <sub>3</sub> COOH), max.,	mass%	0.007 %w/w
Appearance		Clear and bright, visibly free of suspended and/or settled contaminants

### 2.1.2 การผลิตเชื้อเพลิงเอทานอล (Abhay, 2000)

การผลิตเชื้อเพลิงเอทานอล (fuel ethanol) หรือแอลกอฮอล์สัมบูรณ์ (absolute ethanol) ทำได้โดยการขจัดน้ำออกจาก rectified spirit หรือ industrial alcohol ในทางอุตสาหกรรมการขจัดน้ำออกจาก rectified alcohol สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 หัวข้อใหญ่ๆ คือ

1. Molecular sieve technology
2. Pervaporation (membrane technology)
3. Azeotropic distillation

#### 2.1.2.1 Molecular sieve technology

การทำงานของ molecular sieve technology จะอาศัยหลักการของ pressure swing adsorption ซึ่งน้ำจะถูกแยกออกจากเอทานอลโดยที่จะถูกดูดซับไว้ที่ผิวหน้า

ของ molecular sieve หลังจากนั้นจึงกำจัดน้ำออกโดยใช้ความร้อนจากไอน้ำ molecular sieve ที่ใช้คือ zeolite ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความผูกพัน (affinity) กับน้ำมาก zeolite จะดูดซับ (adsorb) น้ำไว้ในสถานะที่อุณหภูมิต่ำและจะปล่อยน้ำ (desorb) ออกมาเมื่ออยู่ในสถานะที่อุณหภูมิสูง หลักการนี้ถูกใช้เพื่อแยกน้ำออกจากเอทานอล โครงสร้างที่เป็นผลึกของ zeolite นั้นซับซ้อน ความสามารถที่จะดูดซับหรือไม่ดูดซับสารของ zeolite ขึ้นอยู่กับขนาดโมเลกุลของสาร โมเลกุลของน้ำซึ่งมีขนาดเล็กสามารถที่จะเข้าไปใน sieve และถูกดูดซับไว้ได้ในขณะที่โมเลกุลของเอทานอลซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าไม่สามารถเข้าไปใน sieve ได้ จึงถูกแยกออกไป อย่างไรก็ตามวิธีนี้ต้องใช้เงินลงทุนสูงและราคาของ molecular sieve ก็ค่อนข้างสูงเช่นกัน

### 2.1.2.2 Pervaporation

กระบวนการเพอร์เวปอเรชันเป็นกระบวนการแยกสารผสมของเหลว (liquid mixture separation) โดยผ่านเยื่อเลือกผ่าน (permselective membrane) โดยจะป้อนสารผสมให้สัมผัสโดยตรงกับเยื่อเลือกผ่านทางด้านหนึ่งและดึงสารเพอร์มิเอต (permeate) ออกทางด้านตรงข้ามของเยื่อในรูปของไอระเหย โดยการทำให้เกิดภาวะสุญญากาศ สำหรับเยื่อแผ่นที่ใช้มักเป็นเยื่อแผ่นที่ชอบน้ำ (hydrophilic membrane) โดยถูกนำมาใช้ในการแยกน้ำออกจากสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทานอล ซึ่งขนาดของเยื่อแผ่นนี้จะขึ้นอยู่กับอัตราการแพร่ผ่านของโมเลกุลน้ำที่ผ่านเยื่อแผ่น กระบวนการเพอร์เวปอเรชันเป็นกระบวนการที่ใช้พลังงานต่ำ, ภาวะในการดำเนินการไม่รุนแรง และอุปกรณ์ที่ใช้ไม่ยุ่งยากซับซ้อน อย่างไรก็ตามเยื่อแผ่นมักจะเสียหายหลังจากการใช้งาน เพราะฉะนั้นค่าใช้จ่ายในเรื่องการดูแลรักษาเยื่อแผ่นจึงค่อนข้างสูง

### 2.1.2.3 Azeotropic distillation

เนื่องจากเอทานอลจะเกิดอะซีโอโทรป (azeotrope) กับน้ำที่ความเข้มข้นประมาณ 95% ปริมาตรต่อปริมาตร ดังนั้นการกลั่นแบบธรรมดา (simple binary distillation) จึงไม่สามารถแยกน้ำออกได้ การกลั่นแยกน้ำออกจากเอทานอลจึงต้องมีการเติมองค์ประกอบที่สามลงไปซึ่งเรียกว่า entrainer ตัวอย่างองค์ประกอบที่สามได้แก่ cyclohexane, benzene, toluene, ether และ ketone เป็นต้น สาร entrainer จะเข้าไปแยกจุดอะซีโอโทรป (azeotropic point) ของน้ำและเอทานอล ทำให้น้ำมีการระเหยมากขึ้น อย่างไรก็ตามวิธีนี้คือ เอทานอลที่ได้ต้องนำมาแยกองค์ประกอบที่สามออกภายหลังซึ่งก็อาจมีการปนเปื้อนของสาร entrainer นอกจากนี้การใช้เบนซีนยังก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย ในตารางที่ 2.2 แสดงสิ่งๆที่ต้องใช้ในการผลิตแอลกอฮอล์สัมบูรณ์ (absolute alcohol) 1000 ลิตร

ตารางที่ 2.2 Typical utility requirement to produce 1000 liters of absolute alcohol (99%v/v)  
(Abhay, 2000)

1. Feed	:	1064 liters of Rectified spirit or Industrial alcohol with 95% v/v alcohol
2. Stream	:	1.8 MT.
3. Energy	:	60 kwh
4. Cooling water	:	4.0 m <sup>3</sup>
5. Entrainer	:	1.8 kg (This could vary depending on climatic condition)

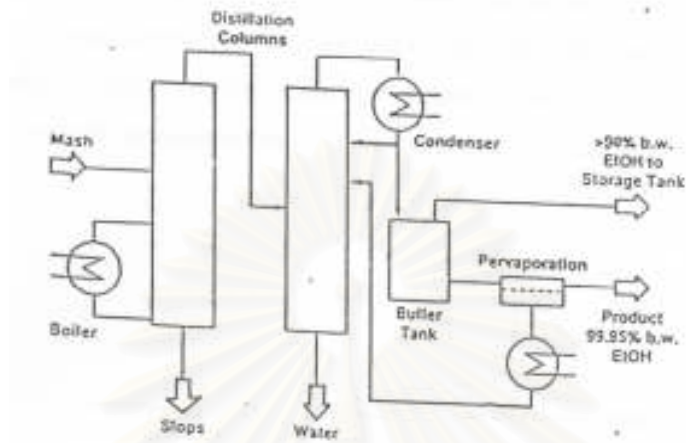
### 2.1.3 กระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชัน

กระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชัน ถูกค้นพบครั้งแรกในปี 1917 โดย Kober ต่อมาในปี 1935 มีการบันทึกถึงประโยชน์ของของกระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชัน ในการแยกและเพิ่มความเข้มข้นโดย Faber ในปี 1935 กระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชัน ได้เริ่มมีการศึกษาอย่างเป็นระบบโดย Binning และผู้ร่วมงานในช่วงระหว่างปี 1958-1962 และได้รับความสนใจมีการพัฒนาเป็นโรงงานจำลองในช่วงปี 1960 แต่เนื่องจากไม่สามารถขยายให้เป็นระดับอุตสาหกรรมได้เพราะเยื่อแผ่นที่ใช้มีค่าการเลือกและอัตราการแพร่ผ่านต่ำทำให้ความสนใจต่อกระบวนการนี้ลดลง อย่างไรก็ตามในปี 1976 และ 1983 Aptel, Neel และผู้ร่วมงานแห่งมหาวิทยาลัย Toulouse ได้ร่วมกันพัฒนาเยื่อที่มีคุณภาพมากขึ้นจึงทำให้กระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชัน ได้รับความสนใจอีกครั้งหนึ่ง และในปี 1982 บริษัท Gesellschaft für Trenntechnik (GFT) Co. ได้สร้างโรงงานเพิ่มความเข้มข้นของแอลกอฮอล์โดยแยกน้ำเป็นแห่งแรก (Ballweg และคณะ, 1982) รูปที่ 2.1 เป็นแผนภาพแสดงกระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชันร่วมกับการกลั่นของบริษัท GFT เพื่อผลิตเอทานอลบริสุทธิ์

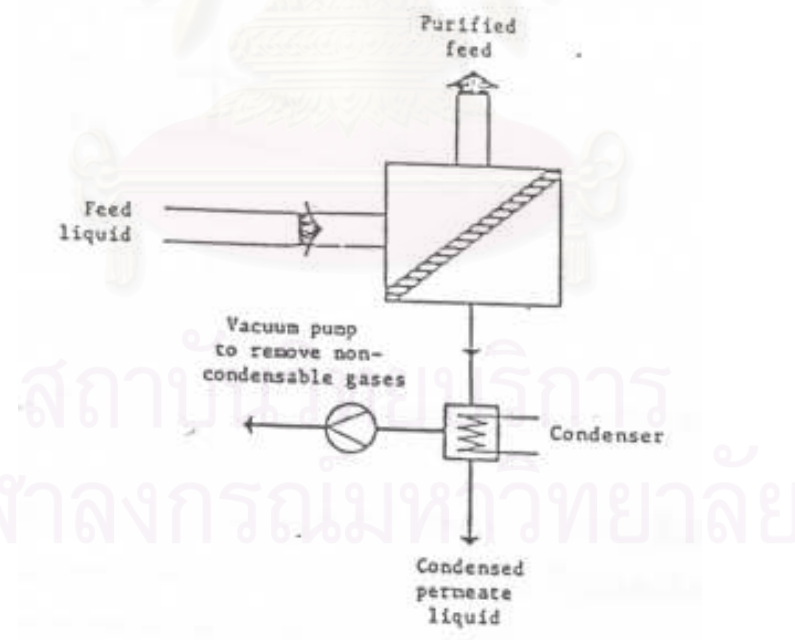
กระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชันเป็นกระบวนการแยกของเหลวผสมที่มีหลายองค์ประกอบผ่านเยื่อแผ่น ซึ่งจะผ่านเยื่อแผ่นไปได้หนึ่งหรือมากกว่าหนึ่งองค์ประกอบ โดยของเหลวผสมจะป้อนเข้าทางด้านป้อนของเยื่อแผ่น (upstream) และองค์ประกอบที่ผ่านออกทางด้านขาออกของเยื่อแผ่น (downstream) ในรูปของไอ เรียกว่าเพอร์มิเอต (permeate) มีการควบคุมความดันไอ (vapor pressure) ด้านเพอร์มิเอตให้ต่ำโดยใช้ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) หรือใช้แก๊สเฉื่อยเป็นตัวพาเพอร์มิเอตออกไป ในกระบวนการเพอร์แวกพอร์เรชันจะมีการเปลี่ยนเฟสของเพอร์มิเอตจากของเหลวไปเป็นไอดีด้วยพลังงานสำหรับการกลายเป็นไอ (heat of vaporization) ซึ่งได้มาจากของเหลวที่ป้อนเข้า หรือให้โดยตรงจากแหล่งความร้อนภายนอกกับเยื่อแผ่น การถ่ายโอนมวลผ่านเยื่อแผ่นทางด้านที่เป็นของเหลว (liquid phase) มีความเข้มข้นเป็นแรงขับ ส่วนการถ่าย



ไอonomวลผ่านเยื่อแผ่นทางด้านที่เป็นแก๊ส (gas phase) จะเกิดขึ้น โดยการควบคุมความดัน ไอด้านเพอร์มิเอตให้ต่ำกว่าความดันย่อย (partial pressure) ของของเหลวผสม (ขั้นตอน, 2547) ดังแสดงในรูปที่ 2.2



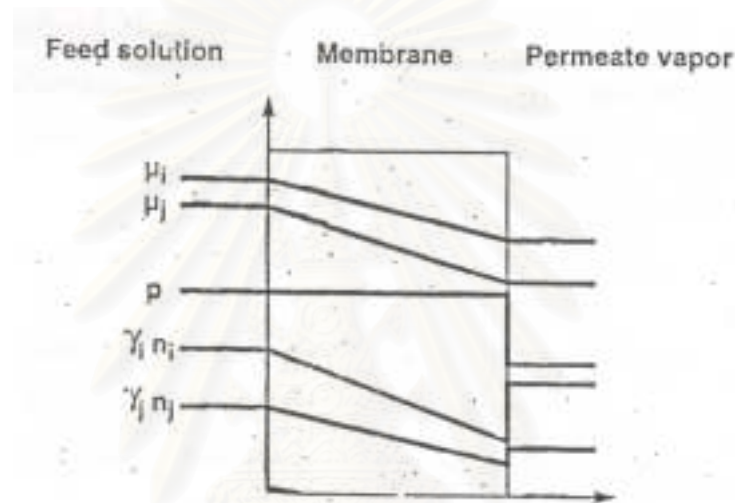
รูปที่ 2.1 กระบวนการเพอร์เวปพอเรชั่นร่วมกับการกลั่น เพื่อผลิตเอทานอลบริสุทธิ์ (Ballweg และคณะ, 1982)



รูปที่ 2.2 กระบวนการเพอร์เวปพอเรชั่น (Ballweg และคณะ, 1982)

### 2.1.3.1 ทฤษฎีของกระบวนการเพอร์เวปอเรชัน

เพอร์เวปอเรชันเป็นกระบวนการแยกซึ่งจะทำให้ของเหลวที่ประกอบด้วยองค์ประกอบหลายชนิด (multicomponent liquid) แพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านโดยที่ด้านเพอร์มิเอตของเยื่อแผ่นจะเป็นสุญญากาศ ดังนั้นองค์ประกอบที่แพร่ผ่านออกไปจะถูกดึงออกในรูปแบบของผสมที่เป็นไอ การแพร่ผ่านเยื่อแผ่นนี้ถูกเหนี่ยวนำโดยทำให้ความดันไอของด้านเพอร์มิเอตของเยื่อต่ำกว่าด้านสารป้อน เกรเดียนต์ของศักยทางเคมี (chemical potential gradient), ความดัน และแอกติวิตี (activity) ผ่านเยื่อแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 เกรเดียนต์ศักยทางเคมี, ความดัน และแอกติวิตีผ่านเยื่อแผ่น (Baker, 2000)

กลไกการถ่ายเทมวลสารของกระบวนการเพอร์เวปอเรชัน สามารถอธิบายได้ด้วยกลไกการละลายและการแพร่ (solution-diffusion mechanism) (Baker, 2000) กลไกนี้ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ

1. การละลายของสารป้อนที่ผิวสัมผัสเยื่อแผ่น-สารป้อน
2. การแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่าน
3. การระเหยของสารจากผิวเยื่อด้านเพอร์มิเอต

2.1.3.1.1 การละลายหรือการดูดซึมของสารป้อนที่ผิวสัมผัสเยื่อแผ่น-สารป้อน

ที่ผิวสัมผัสเยื่อแผ่น-สารป้อน ของเหลวในเยื่อแผ่นจะสมดุลกับของเหลวในสารป้อนความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารในเยื่อแผ่นและในของเหลวที่สัมผัสกับเยื่อแผ่นแสดงได้ด้วยสัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient)

$$S_i = \frac{x_{im}}{x_{il}} \quad (2.1)$$

เมื่อ	$S_i$	คือ สัมประสิทธิ์การกระจายของสาร $i$
	$x_{im}$	คือ ความเข้มข้นของสาร $i$ ในเยื่อแผ่น
	$x_{il}$	คือ ความเข้มข้นของสาร $i$ ในของเหลวที่สัมผัสเยื่อแผ่น

#### 2.1.3.1.2 การแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่าน

จากกลไกการละลายและการแพร่ อัตราการแพร่ ( $J_i$ ) ขององค์ประกอบเดี่ยว (single component,  $i$ ) ผ่านเยื่อในกระบวนการเพอร์เมอเรนชันสามารถอธิบายได้ด้วยกฎของฟิคส์ (Fick's law)

$$J_i = \frac{-D_i dC_i}{dx} \quad (2.2)$$

โดยที่	$J_i$	คือ อัตราการแพร่ผ่านขององค์ประกอบ $i$ หรือค่าฟลักซ์ (flux)
	$D_i$	คือ สัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient)
	$dC_i/dx$	คือ ศักยความเข้มข้น (concentration gradient) ขององค์ประกอบ $i$ ในเยื่อ

ของเหลวจะประพฤติตัวเป็นพลาสติกไซเซออร์ (plasticizer) จึงทำให้ส่วนของพอลิเมอร์เคลื่อนไหวได้มากขึ้นมีผลให้การแพร่เกิดได้ง่าย แต่ในบางกรณีสัมประสิทธิ์การแพร่อาจลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เพราะสารเกิดการรวมตัวเป็นกระจุกแทนที่จะรวมกับพอลิเมอร์ซึ่งการที่โมเลกุลรวมตัวกันนั้นจะทำให้สายพอลิเมอร์เคลื่อนที่ได้น้อยลง สัมประสิทธิ์การแพร่จะเป็นฟังก์ชันของความเข้มข้นของทุกองค์ประกอบ ในขั้นตอนการแพร่นั้น การแพร่ของสารจะขึ้นกับขนาดและรูปร่างของโมเลกุลของสารที่แพร่ โดยส่วนใหญ่สารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือมีขนาดรูปร่างเล็กกว่าจะแพร่ได้เร็วกว่า การแพร่และการละลายของสารในเยื่อแผ่นนั้นมีความสัมพันธ์กัน โดยที่การเกิดแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของเหลวกับเยื่อแผ่นพอลิเมอร์ด้วยแรงกระทำระหว่างขั้วและพันธะไฮโดรเจนนั้นมีความแข็งแรงของพันธะค่อนข้างสูง ซึ่งมีผลทำให้คุณสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์เปลี่ยนแปลงไป เช่นความยืดหยุ่น เป็นต้น หรือก็คือพอลิเมอร์เกิดการพองตัวซึ่งมีผลทำให้การแพร่ของสารในเยื่อแผ่นเปลี่ยนแปลงไปเช่นกัน ในลักษณะนี้โมเลกุลของของเหลวจะเปรียบเสมือนเป็น plasticizing agent การเกิดแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของเหลวกับเยื่อแผ่นที่มีผลให้สมบัติของเยื่อแผ่นเปลี่ยนแปลงไปเรียกว่า plasticizing effect

โดยปกติผลกระทบของพลาสติกไซซิ่งนี้ทำให้เยื่อแผ่นเกิดการพองตัวซึ่งทำให้สัมประสิทธิ์การแพร่ของสารในเยื่อแผ่นสูงขึ้นไปด้วย เนื่องจาก

1. สารพอลิเมอร์จะเคลื่อนไหวหรือหมุนได้อย่างอิสระทำให้พลังงานกระตุ้นของการแพร่ลดลง
2. มีช่องว่างสำหรับการแพร่มากขึ้น
3. เยื่อแผ่นจะอึดตัวด้วยของเหลว การแพร่ของสารผ่านของเหลวนี้จะเร็วกว่าการแพร่ผ่านพอลิเมอร์

ในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันของของเหลวผสม 2 องค์ประกอบ องค์ประกอบ  $j$  ที่เพิ่มเข้ามาย่อมมีผลกระทบต่อทั้งค่าการละลายและการแพร่ของสาร  $i$  องค์ประกอบ  $j$  จะเข้าไปบังและแย่งพื้นที่ในการละลายของสาร  $i$  ในเยื่อแผ่น ดังนั้นการละลายขององค์ประกอบของสาร  $i$  จึงลดลง สำหรับการแพร่นั้น plasticizing effect จะทำให้การแพร่ของสาร  $i$  เพิ่มขึ้นถ้าสาร  $j$  เป็นสารที่ทำให้เยื่อแผ่นพองตัว การเกิดแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของสาร  $i$  และสาร  $j$  ในพอลิเมอร์ หรือเรียกว่า coupling effect อาจมีผลทำให้การแพร่ของสาร  $i$  เพิ่มขึ้นหรือลดลงก็ได้ ทั้งนี้เป็นเพราะการเกิด coupling จะทำโมเลกุลใหญ่ขึ้น ดังนั้น โมเลกุลที่เกิด coupling จึงแพร่ผ่านเยื่อแผ่นได้ช้าลง แต่ในเยื่อแผ่นที่มีการพองตัวสูงจะมีช่องว่างใหญ่พอที่จะให้โมเลกุลที่เกิด coupling แพร่ผ่านไปได้ในกรณีนี้จะทำให้การแพร่ของสาร  $i$  เพิ่มขึ้น

#### 2.1.3.1.3 การระเหยของสารจากผิวเยื่อด้านเพอร์มิเอต

เป็นขั้นตอนที่เกิดเร็วเมื่อเทียบกับขั้นตอนอื่นๆ จากแบบจำลองของการละลายและการแพร่ ความสามารถในการซึมผ่านเป็นผลมาจากความสามารถในการละลายและการแพร่ของสารในเยื่อแผ่นภายใต้แรงขับเนื่องจากเกรเดียนต์ของศักย์ทางเคมีที่ผิวสัมผัสระหว่างของไหลกับเยื่อแผ่น ของไหลในเยื่อแผ่นจะสมดุลกับของไหลที่สัมผัสเยื่อแผ่น ความเข้มข้นของสารในเยื่อแผ่นจะแปรผันตามศักย์ทางเคมีของสารในของไหลที่อยู่ถัดไป

กระบวนการเพอร์แวกพอเรชันแตกต่างจากกระบวนการแยกสารด้วยเยื่อแผ่นอื่นๆ คือมีการเปลี่ยนแปลงสถานะเข้ามาเกี่ยวข้อง ดังนั้นจึงต้องมีการให้ความร้อนแก่ระบบพลังงานที่จะใช้เท่ากับปริมาณความร้อนที่ใช้ในการกลายเป็นไอของสารที่แพร่ ซึ่งเป็นการแพร่ผ่านเยื่อแผ่นแบบไม่มีพุนจิ่งให้ค่าฟลักซ์ต่ำ แต่ค่าการเลือกของกระบวนการสูง เพราะฉะนั้นเพอร์แวกพอเรชันจึงถูกนำมาใช้เมื่อการแยกด้วยวิธีอื่นใช้ไม่ได้ผล หรือต้องใช้พลังงานสูง หรือค่าใช้จ่ายในการลงทุนสูง เช่นการแยกสารอะซิโโทโรป หรือสารที่มีจุดเดือดใกล้เคียงกัน เป็นต้น

### 2.1.3.2 การประเมินสมรรถนะของระบบเพอร์แวกพอร์เรชัน

การประเมินสมรรถนะของระบบเพอร์แวกพอร์เรชันมีความคล้ายคลึงกับกระบวนการเยื่ออื่นๆ คือสามารถประเมินได้จากค่าฟลักซ์และการเลือกผ่าน

2.1.3.2.1 ฟลักซ์ (flux) ค่าฟลักซ์ขององค์ประกอบ  $i$  ผ่านเยื่อแผ่นแบบแน่นสามารถอธิบายได้โดยใช้กฎของฟิคส์ ดังสมการ

$$J_i = -L_i \frac{d\mu_i}{dx} \quad (2.3)$$

เมื่อ	$i$	คือ สารที่ผ่านเยื่อแผ่นได้ดีกว่าสารอื่นในของผสม
	$J_i$	คือ ฟลักซ์ขององค์ประกอบ $i$ ผ่านเยื่อแผ่น
	$L_i$	คือ ค่าคงที่หรือ phenomenological coefficient
	$\mu_i$	คือ ศักยภาพเคมีขององค์ประกอบ $i$ (chemical potential)
	$x$	คือ ระยะทางการแพร่ในเยื่อแผ่น

และ 
$$\mu_i = \mu_i^o + RT \ln a_i \quad (2.4)$$

$\mu_i^o$	คือ ศักยภาพเคมีขององค์ประกอบ $i$ ที่ความเข้มข้นสถานะอ้างอิง
$a_i$	คือ แอคติวิตี (activity) = $P_i/P_i^o$
$P_i$	คือ ความดันย่อยขององค์ประกอบ $i$
$P_i^o$	คือ ความดันไออิ่มตัวขององค์ประกอบ $i$

แทนค่าสมการ 2.4, 2.5 ในสมการ 2.3 จะได้

$$J_i = -\frac{L_i RT}{P_i} \frac{dP_i}{dx} \quad (2.6)$$

ให้  $\bar{P}_i = \frac{L_i RT}{P_i}$  ซึ่งคือสัมประสิทธิ์การซึมผ่านขององค์ประกอบ  $i$

อินทิเกรตสมการที่ 2.6 จะได้

$$J_i = \frac{\bar{P}_i \Delta P_i}{\delta_m} \quad (2.7)$$

เมื่อ	$\delta_m$	คือ ความหนาของเยื่อแผ่น
-------	------------	-------------------------



กระบวนการเพอร์แวกเพอร์ชัน ผลของอันตรกิริยาระหว่างสารกับเยื่อแผ่น  
ค่อนข้างสำคัญ จึงทำให้ขึ้นอยู่กับส่วนประกอบและอุณหภูมิ สำหรับในกรณีเป็นของผสมสอง  
องค์ประกอบจะได้ว่า

$$\bar{P}_i = D_i(c_i^m, c_j^m) S_i(c_i^m, c_j^m) \quad (2.8)$$

เมื่อ  $S_i$  คือ สัมประสิทธิ์การกระจายของสาร  $i$

การเกิดอันตรกิริยาในรูปของ coupling และ plasticizing จากสมการที่ 2.7 จะได้

$$J_i = \frac{\bar{P}_i}{\delta_m} (x_i \gamma_i P_i^o - y_i P_p) \quad (2.9)$$

เมื่อ  $x_i$  คือ เศษส่วนโมลของสาร  $i$  ในสารป้อน

$\gamma_i$  คือ สัมประสิทธิ์แอกติวิตี

$P_p$  คือ ความดันรวมด้านเพอร์มิเอต

$y_i$  คือ เศษส่วนโมลของสาร  $i$  ด้านเพอร์มิเอต

ถ้าเป็นระบบอุดมคติ (ideal system) สามารถเปลี่ยนสมการ 2.6 และ 2.7 ให้อยู่ใน  
รูปการแพร่ของฟิกส์ ดังนี้

$$J_i = -L_i RT \frac{d \ln a_i}{dx} \quad (2.10)$$

หรือ

$$J_i = -L_i RT \frac{d \ln a_i}{dC_i^m} \frac{dC_i^m}{dx}$$

กำหนดให้

$$D_i(C_i^m) = -L_i RT \frac{d \ln a_i}{dC_i^m} \quad (2.11)$$

ดังนั้น

$$J_i = -D_i(C_i^m) \frac{dC_i^m}{dx} \quad (2.12)$$

โดยที่  $D_i$  คือ สัมประสิทธิ์การแพร่ซึ่งขึ้นอยู่กับความเข้มข้น เนื่องจากสารอินทรีย์ของเหลวหรือน้ำ  
นั้นสามารถเกิด plasticization กับเยื่อแผ่นได้ ทำให้เยื่อแผ่นเกิดการพองตัวขึ้น การพองตัวเกิดขึ้นไม่  
สม่ำเสมอ ก็จะเกิดการพองตัวมากด้านสารป้อน และลดลงเทียบกับความหนาของเยื่อแผ่นจนมีค่า  
ใกล้ศูนย์ทางด้านเพอร์มิเอต

2.1.3.2.2 ค่าการเลือกผ่าน (selectivity) ในกระบวนการเพอร์แวก  
 พอเรชัน ความสามารถในการเลือกผ่านนิยามแสดงในรูปของค่าการแยก (separation factor,  $\alpha$ )  
 หรืออาจพิจารณาค่า enrichment factor ( $\beta_i$ ) ค่าการแยกคำนวณได้จากส่วนประกอบของสารละลาย  
 ด้านสารป้อนและด้านเพอร์มิเอตและเป็นค่าที่ไม่ขึ้นกับหน่วยความเข้มข้น

$$\alpha_{ij} = \frac{(c_{ip}/c_{jp})}{(c_{if}/c_{jf})} \quad (2.13)$$

และ

$$\beta_i = \frac{c_{ip}}{c_{if}}$$

เมื่อ  $i$  คือ องค์ประกอบของสารป้อนที่ผ่านเยื่อแผ่นได้ดีกว่า  
 $j$  คือ องค์ประกอบของสารป้อนที่ผ่านเยื่อแผ่นได้น้อยกว่า  
 ซึ่ง  $\beta_i$  คือ อัตราส่วนความเข้มข้นของสาร  $i$  ทางด้านเพอร์มิเอตเทียบกับทางด้านสารป้อน  
 ในการแยกสารโดยเยื่อแผ่น เยื่อแผ่นที่ให้ค่า สูงแสดงว่าเยื่อแผ่นที่ใช้มีประสิทธิภาพในการแยก  
 สารได้ดี เนื่องจากความเข้มข้นของสารที่ต้องการแยกทางด้านเพอร์มิเอตมีค่าสูงกว่าทางด้านสาร  
 ป้อน

#### 2.1.3.2.3 Pervaporation separation index (PSI)

เนื่องจากฟลักซ์และค่าการเลือกผ่านเป็นค่าที่แปรผันในทิศ  
 ทางตรงข้าม คือเมื่อค่าฟลักซ์สูง ค่าการเลือกผ่านจะต่ำ ทำให้ไม่สามารถประเมินสมรรถนะของ  
 เพอร์แวกพอเรชัน จากค่าฟลักซ์หรือค่าการแยกตัวใดตัวหนึ่งได้ ในปี 1990 Huang และ Yeom จึง  
 ได้เสนอตัวแปรที่รวมทั้งฟลักซ์และค่าการเลือกผ่านไว้ด้วยกันซึ่งเรียกว่า pervaporation separation  
 index หรือ PSI

$$\text{โดยที่} \quad PSI = J_i (\alpha_{ij} - 1) \quad (2.14)$$

หน่วยของ PSI นั้นจะขึ้นอยู่กับหน่วยของ  $J_i$  ซึ่งเมื่อ  $PSI = 0$  แสดงว่า ฟลักซ์ = 0 หรือค่าการแยก = 1

2.1.3.3 ตัวแปรที่มีผลต่อการกระทำของกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน  
 (รัตนานา, 2541)

#### 2.1.3.3.1 สมบัติทางกายภาพและเคมี

การดูดซึมของตัวทำละลายจะเกิดขึ้นที่ผิวสัมผัสเยื่อแผ่น-สาร  
 ป้อน ปริมาณการดูดซึมของตัวทำละลายแต่ละชนิดถูกกำหนดโดยสมบัติทางเคมีของพอลิเมอร์และ

ตัวทำลาย องค์ประกอบที่มีแรงกระทำต่อสายโซ่พอลิเมอร์สูงจะมีผลทำให้พอลิเมอร์พังตัวได้มาก แต่ถ้าแรงกระทำนี้สูงกว่าแรงดึงคู่ระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ พอลิเมอร์ก็จะถูกละลายในตัวทำลายนั้น การพังตัวมากหรือน้อยของพอลิเมอร์ขึ้นกับปัจจัยหลัก 2 อย่างคือ องค์ประกอบเป็นตัวทำลายที่ดีของพอลิเมอร์หรือไม่ และความยืดหยุ่นของสายโซ่พอลิเมอร์มีแรงต้านการพังตัวมากหรือน้อย

สัมประสิทธิ์การแพร่ของสารในระบบที่มีตัวทำลาย 2 ชนิด เขียนได้ในรูป

$$D_i = D_i^0 \exp(k_{ii}C_i^m + k_{ij}C_j^m) \quad (2.15)$$

$$D_j = D_j^0 \exp(k_{jj}C_j^m + k_{ji}C_i^m) \quad (2.16)$$

$D_i^0, D_j^0$  คือ สัมประสิทธิ์การแพร่ของสาร  $i$  และ  $j$  เมื่อไม่มีตัวทำลายในพอลิเมอร์ เป็นฟังก์ชัน

ของโครงสร้างพอลิเมอร์ ขนาดและรูปร่างโมเลกุลที่แพร่ผ่าน

$k_{ii}, k_{jj}$  คือ สัมประสิทธิ์ plasticization ขององค์ประกอบ  $i$  และ  $j$  ตามลำดับ

$k_{ij}, k_{ji}$  คือ สัมประสิทธิ์ coupling ระหว่าง  $i$  และ  $j$  และระหว่าง  $j$  และ  $i$  ตามลำดับ

การซึมผ่านเยื่อแผ่นด้วยอัตราที่ต่างกันของแต่ละองค์ประกอบทำให้เกิดความสามารถในการเลือก ซึ่งอาจเป็นผลจากความแตกต่างของการดูดซึมหรือการแพร่หรืออาจเกิดจากทั้งสอง ปรากฏการณ์ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของระบบ ระบบที่มีตัวทำลายมีขนาดและรูปร่างใกล้เคียงกันการดูดซึมที่ต่างกันจะทำให้เกิดค่าการเลือก ในขณะที่การแพร่ทำให้เกิดค่าการเลือกเมื่อขนาดและรูปร่างโมเลกุลต่างกันมากๆ

#### 2.1.3.3.2 ความหนาของเยื่อแผ่น

ฟลักซ์ของสารเป็นสัดส่วนผกผันกับความหนาของเยื่อแผ่น ดังนั้นเยื่อแผ่นที่บางจึงให้ค่าฟลักซ์สูง อย่างไรก็ตามเยื่อแผ่นที่บางมากๆ จะทำให้ความต้านทานการแพร่ของเยื่อลดลง ตัวทำลายจะแพร่ออกมาได้มาก เพราะฉะนั้นในระบบสารผสมการเพิ่มขึ้นของฟลักซ์ของทุกองค์ประกอบจึงมีผลทำให้ค่าการเลือกของเยื่อลดลง

#### 2.1.3.3.3 ความเข้มข้นของสารป้อน

ความเข้มข้นของสารป้อน หมายถึง ความเข้มข้นของสารที่ซึมผ่านได้มากกว่าซึ่งมีผลโดยตรงต่อการดูดซึมที่ผิวสัมผัสระหว่างเยื่อแผ่นและสารป้อน เมื่อปริมาณขององค์ประกอบที่ถูกดูดซึมได้ง่ายในเยื่อแผ่นมีมากขึ้น เยื่อแผ่นก็จะพองมากขึ้นทำให้พอลิเมอร์มีขนาดใหญ่ ดังนั้นองค์ประกอบอื่นๆ ที่ถูกดูดซึมได้ยากกว่าก็จะซึมเข้ามาได้มากขึ้นมีผลทำให้ค่าการ

เลือกของเยื่อลดลง แต่ถ้าหากความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซึมได้ง่ายต่ำ อัตราการแพร่ต่ำและความเข้มข้นของสารที่ผิวด้านเพอร์มิเอตของเยื่อต่ำ ผิวเยื่อแผ่นจะแห้ง เพราะฉะนั้น โครงสร้างพอลิเมอร์ที่แน่นจึงยอมให้ห้องค้ประกอบที่มีความชอบต่ำซึมผ่านได้ยาก มีผลให้ค่าการเลือกของเยื่อสูงขึ้น การเกิดขึ้นขอบเขตที่ผิวเยื่อแผ่น ความเข้มข้นของสารในชั้นขอบเขตจะมีค่าต่างจากความเข้มข้นในของเหลวปรากฏการณ์นี้เรียกว่า คอนเซนเตรชัน โพลารีเซชัน (concentration polarization) ความเข้มข้นขององค์ประกอบที่ถูกดูดซึมได้ง่ายที่ลดลงในชั้นขอบเขตจะจำกัดการดูดซึมของเยื่อแผ่น แสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 การเกิด concentration polarization ทางด้านสารป้อนและเพอร์มิเอต (รัตนนา, 2543)

- $x_{if}, c_{if}$  คือ ความเข้มข้นในส่วน bulk ของสารป้อน
- $x_{if}^s, c_{if}^s, x_{ip}^s, c_{ip}^s$  คือ ความเข้มข้นที่ผิวเยื่อแผ่นด้านสารป้อนและด้านเพอร์มิเอตตามลำดับ
- $x_{ip}, c_{ip}$  คือ ความเข้มข้นในส่วน bulk ของเพอร์มิเอต
- $\delta_f, \delta_p$  คือ ความหนาของชั้นขอบเขต

#### 2.1.3.3.4 อุณหภูมิ

อุณหภูมิมีผลต่อทุกขั้นตอนการถ่ายเทมวลในกระบวนการเพอร์แวกเปอเรชัน ผลของอุณหภูมิต่อค่าฟลักซ์ของการซึมผ่าน สัมประสิทธิ์การแพร่และสัมประสิทธิ์การกระจาย สามารถเขียนได้ในรูปแบบอาร์เรเนียส (Arrhenius-type)

$$J_i = A_i \exp(-E_p/RT) \quad (2.17)$$

เมื่อ  $A_i$  คือ ค่าคงที่

$E_p$  คือ พลังงานกระตุ้นปรากฏของการซึมผ่าน

การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิจะทำให้ฟลักซ์เพิ่มขึ้นและมักทำให้ค่าการเลือกลดลง อุณหภูมิมีผลต่อกระบวนการเพอร์แวกเปอเรชันเป็นอย่างมากเพราะมีการกลายเป็นไอของเพอร์มิเอต ฟลักซ์รวมและฟลักซ์ของแต่ละองค์ประกอบจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ผลของอุณหภูมิต่อค่าการเลือกของเยื่อนั้นขึ้นกับพลังงานกระตุ้นของการซึมผ่านของสารที่ซึมผ่านเยื่อ ถ้าสารที่ซึมผ่านได้เร็วมีพลังงานกระตุ้นของการซึมผ่านสูงกว่า ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจึงมีผลทำให้ค่าการเลือกของเยื่อลดลง (รัตน, 2543) กล่าวว่าการเพิ่มอุณหภูมิมีผลต่อการเพิ่มค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ และทำให้ plasticizing effect มีอิทธิพลเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นทำให้เยื่อแผ่นเกิดการพองตัวมากขึ้นเนื่องจากเยื่อแผ่นสามารถดูดซับสารที่ต้องการแยกได้มากขึ้นทำให้สารแพร่ผ่านเยื่อแผ่นได้เร็วขึ้น แต่อย่างไรก็ดีการเพิ่มของอุณหภูมิทำให้ความสามารถในการเลือกกลายขององค์ประกอบจากสารป้อนมีค่าลดลง

#### 2.1.3.3.5 ความดันเพอร์มิเอต

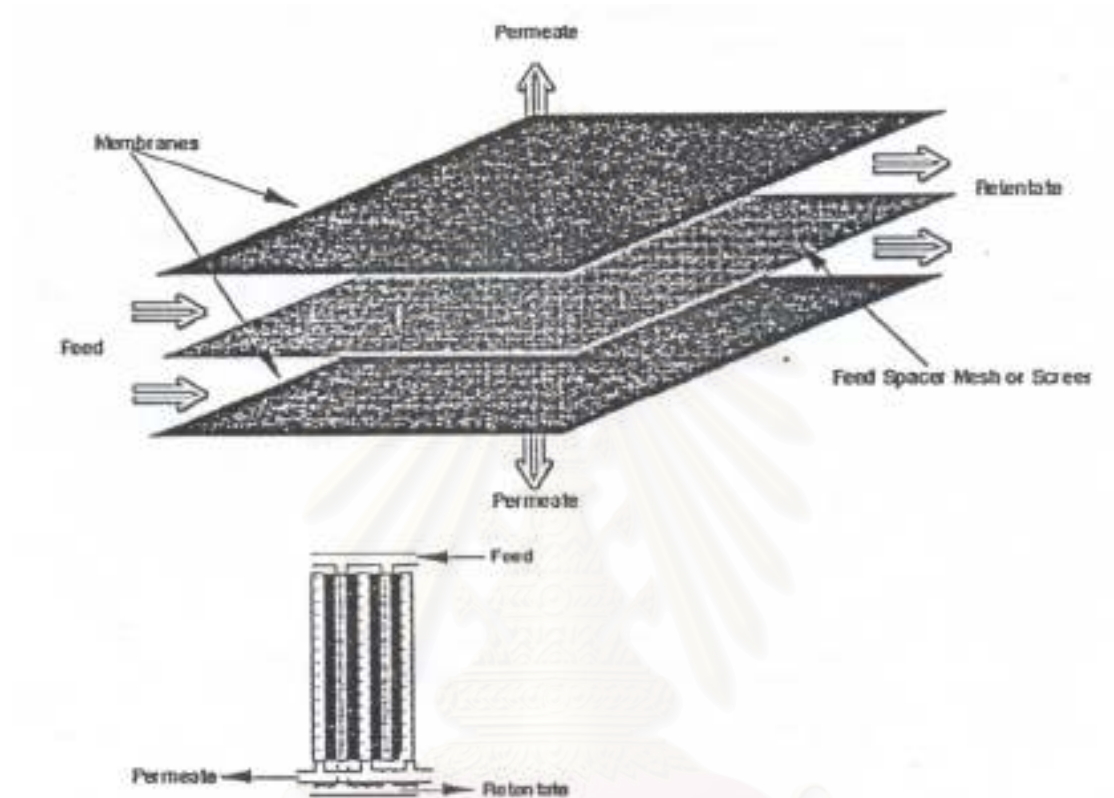
ความดันเพอร์มิเอต คือความดันรวมของไอที่สัมผัสเยื่อแผ่น เป็นผลลัพธ์จากไอของสารที่ซึมผ่านและไอที่ถูกดึงไปยังปั๊มสุญญากาศ การเพิ่มความดันด้านเพอร์มิเอตจะไปลดแรงขับของการถ่ายเทมวล ดังนั้นฟลักซ์ของสารจึงลดลง การใช้ปั๊มสุญญากาศที่มีกำลังมากจะทำให้ความดันเพอร์มิเอตมีค่าต่ำ ดังนั้นเยื่อแผ่นด้านเพอร์มิเอตจึงไม่มีการพองตัว จึงมีผลให้ค่าการเลือกของเยื่อสูงขึ้น

#### 2.1.3.4 โมดูลของเยื่อแผ่น (membrane module)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการบรรจุเยื่อแผ่นในกระบวนการเพอร์แวกเปอเรชัน คือ โมดูล (Module) มี 4 แบบคือ

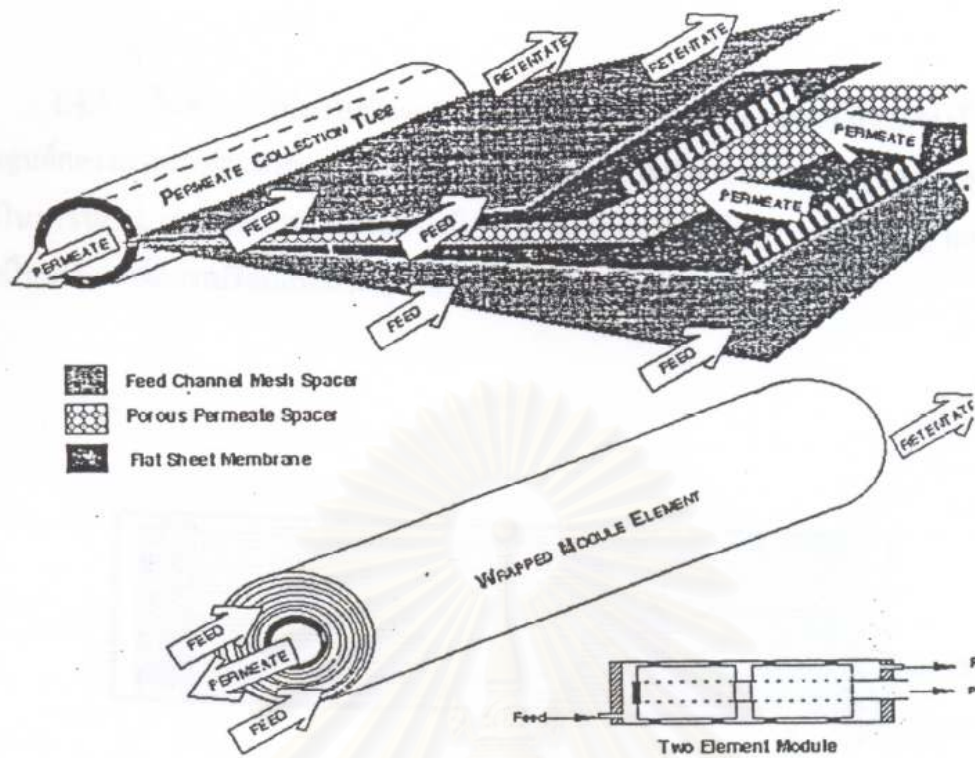


2.1.3.4.1 โมดูลแบบแผ่นเรียบและกรอบ (plate and frame membranes module) เยื่อแผ่นที่ใช้กับโมดูลนี้เป็นแผ่นเรียบ การเปลี่ยนเยื่อแผ่นและการทำความสะอาดนั้นทำได้ง่าย การถ่ายเทความร้อนจากสารป้อนไปยังเยื่อแผ่นดี แต่โมดูลประเภทนี้ให้พื้นที่ถ่ายเทมวลต่อปริมาตรค่อนข้างต่ำ และค่าใช้จ่ายในการติดตั้งและดูแลรักษาสูง (รูปที่ 2.5)



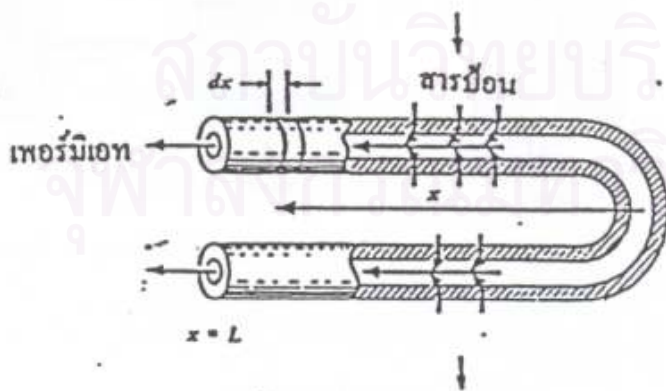
รูปที่ 2.5 โมดูลแบบแผ่นเรียบและกรอบ (Abhay, 2000)

2.1.3.4.2 โมดูลแบบม้วน (spiral wound membranes module) รูปของโมดูลแสดงในรูปที่ 2.6 เยื่อแผ่นและชั้นรองรับที่วางซ้อนกันถูกม้วนรอบท่อกลางบรรจุภายในภาชนะทรงกระบอก โมดูลประเภทนี้ให้พื้นที่ถ่ายเทมวลต่อปริมาตรค่อนข้างสูงและค่าใช้จ่ายไม่สูงมาก



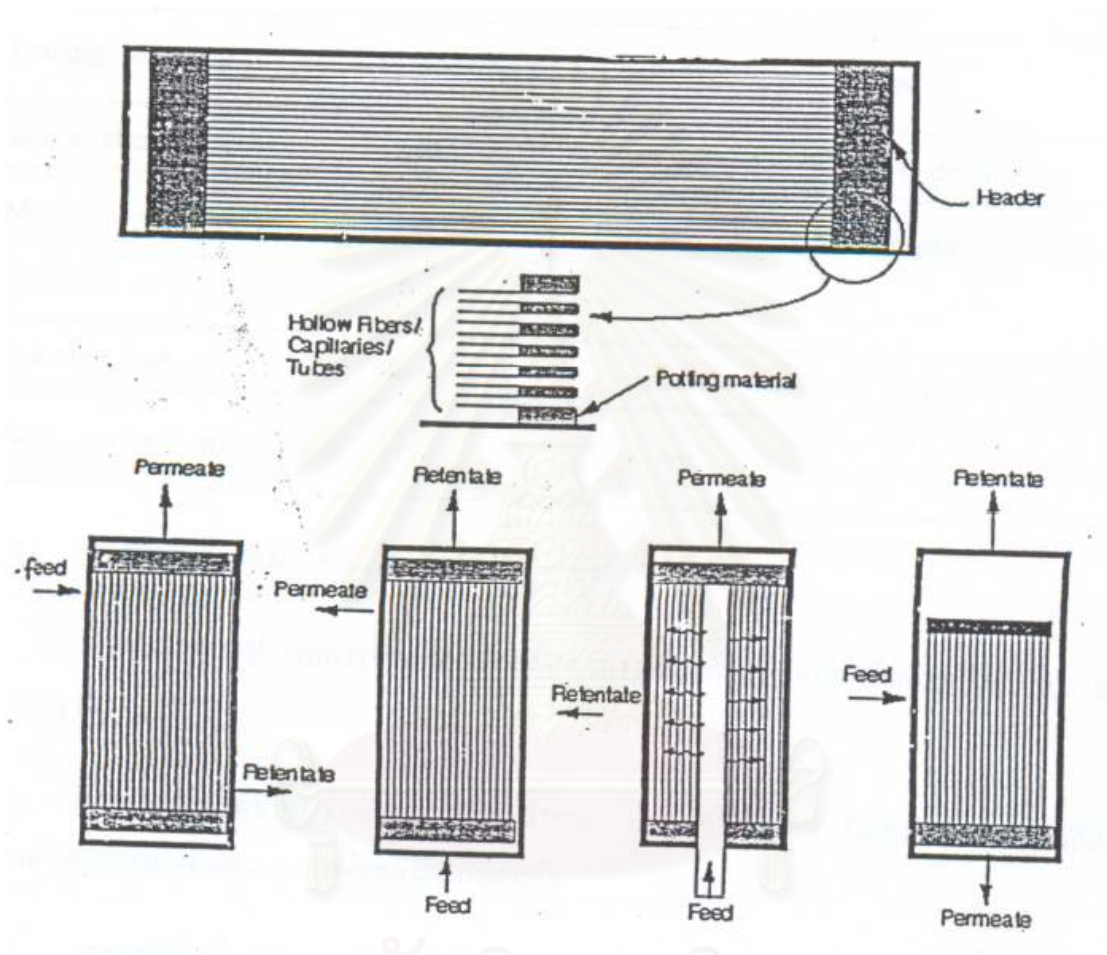
รูปที่ 2.6 โมดูลแบบม้วน (Abhay, 2000)

2.1.3.4.3 โมดูลแบบเส้นใยกลวง (hollow fiber/capillary membranes module) เส้นใยขนาดเล็กมากประมาณ 100 นาโนเมตร และแข็งแรงมากจึงไม่ต้องใช้รองรับ ชั้นเยื่อแผ่นที่ไม่มีรูพรุนซึ่งอยู่ภายนอกเส้นใยจะถูกมัดรวมกันและงอเป็นรูปเกือกม้าบรรจุอยู่ภายในท่อทรงกระบอก พื้นที่ถ่ายเทมวลต่อปริมาตรของโมดูลประเภทนี้สูงมาก รูปของโมดูลแสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 โมดูลแบบเส้นใยกลวง (Abhay, 2000)

2.1.3.4.4 โมดูลแบบท่อ (tubular module) ประกอบด้วยท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 1-2 มิลลิเมตร มีชั้นรองรับที่แข็งแรงอาจมีเพียงท่อเดียวหรือหลายท่อภายในภาชนะ โมดูลประเภทนี้เหมาะสำหรับของเหลวที่มีความหนืดสูง (รูปที่ 2.8) และในตารางที่ 2.3 เป็นการแสดงการเปรียบเทียบโมดูลของเชื้อในแต่ละแบบ



รูปที่ 2.8 โมดูลแบบท่อ (Abhay, 2000)

สถาบันวิจัยพืชไร่  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.3 ข้อเปรียบเทียบสำหรับโมดูลของเยื่อแผ่นในแต่ละแบบ (Winston และ Sirkar, 1992)

Characteristics	Plate and Frame	Spiral Wound	Tubular	Hollow Fiber
Representative packing density ( $m^2/m^3$ )	500	800	70	6000
Capital cost	high	high	high	low
Fouling tendency	low to moderate	med-high	low	high
Ease of cleaning	good	poor to good	good to excellent	poor
Membrane replacement (yes/no)	yes	no	sometimes	no
Operation cost	high	moderate	high	low
Feed stream prefiltration	yes	yes	no	yes

#### 2.1.4 การผลิตเยื่อแผ่นเพื่อใช้ในการแยกสาร (Huang, 1991 และ Cabasso, 1983)

เมื่อพิจารณารูปแบบการแยกโดยผ่านเยื่อสามารถแบ่งการแยกสารผสมของเยื่อออกเป็น 2 รูปแบบอย่างหยาบๆ คือ

2.1.4.1 การแยกซึ่งเกิดจากความแตกต่างของน้ำหนักหรือรูปร่างของเพอร์มิเอต มีผลทำให้เกิดความแตกต่างของค่าคงที่ของการแพร่ของสารแต่ละตัว

2.1.4.2 การแยกซึ่งเกิดจากความแตกต่างของธรรมชาติทางเคมีของสารแต่ละชนิด ดังนั้นการแยกในลักษณะนี้จึงขึ้นอยู่กับความแตกต่างของการเกิดแรงกระทำระหว่างสารแต่ละชนิดกับเยื่อแผ่น (Feng และ Huang, 1997)

เยื่อแผ่นพอลิเมอร์ที่ใช้ในกระบวนการเพอร์เวปเพอเรนซ์แบ่งได้เป็น 3 ประเภท ดังนี้ (Masuda และคณะ, 1990) ประเภทแรกคือ พอลิเมอร์คล้ายแก้ว (glassy polymer membrane) ซึ่งมีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition temperature,  $T_g$ ) สูงกว่าอุณหภูมิใช้งาน เป็นเยื่อแผ่นที่มักยอมให้น้ำผ่านได้มากกว่าสารอินทรีย์ ประเภทที่สองคือพอลิเมอร์พวยยาง (rubbery polymer membrane) ซึ่งมีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำกว่าอุณหภูมิใช้งาน สายโซ่พอลิเมอร์มีกลุ่มข้างเคียงขนาดเล็ก (side group) และไม่มีขั้วเป็นผลให้มีโครงสร้างที่ยืดหยุ่น พอลิเมอร์ประเภท



นี้ชอบที่จะแยกสารประกอบอินทรีย์ออกจากน้ำ อย่างไรก็ตามอนุพันธ์ของ polyacetylene บางจำพวกซึ่งเป็นพอลิเมอร์คล้ายแก้ว กลับชอบที่จะให้สารประกอบอินทรีย์ผ่านมากกว่าน้ำ หรือ poly(1-trimethylsilyl-1-propene) (PTMSP) กลับชอบให้แอลกอฮอล์ผ่านมากกว่า poly(dimethylsiloxane) (PDMS) ซึ่งเป็นเยื่อแผ่นที่ชอบสารประกอบอินทรีย์ ดังนั้นการแยกสารผสมอินทรีย์จึงไม่มีความชัดเจนว่าพอลิเมอร์คล้ายแก้วหรือพวกขงมีความเหมาะสมมากกว่ากัน และพอลิเมอร์ประเภทสุดท้ายคือ พอลิเมอร์ที่มีประจุ (ionic polymer membrane) เยื่อแผ่นประเภทนี้แบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่มคือ เยื่อแผ่นที่มีประจุบวก (cationic membrane) และเยื่อแผ่นที่มีประจุลบ (anionic membrane) โดยทั่วไปเยื่อแผ่นประเภทนี้มักจะชอบน้ำ และพบว่า ionic polysaccharide เป็นวัสดุที่มีศักยภาพสูงในการนำมาทำเป็นเยื่อแผ่นที่ใช้ในการทำให้ตัวทำละลายบริสุทธิ์โดยการแยกน้ำออก (dehydration membrane) ในตารางที่ 2.4 จะแสดงตัวอย่างของพอลิเมอร์ที่ใช้ในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน

ตารางที่ 2.4 ตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ใช้ในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Baker, 2000)

#### Dehydration of organics

Water/ethanol Water/isopropanol Water/glycol etc.	Microporous polyacrylonitrile coated with a 5- to 20- $\mu\text{m}$ layer of crosslinked poly (vinyl alcohol) is the most commonly used commercial material.(Watanabe และคณะ, 1992) Chitosan (Wenzlaff และคณะ,1985) and polyelectrolyte membranes such as Nafion (Cabasso และ Liu, 1985) have equivalent
---	--

#### Volatile organic component (VOC)/water separation

Toluene/water Trichloroethylene/water	Membrane comprising silicone rubber coated onto polyimides, polyacrylonitrile, or other microporous support membranes are widely used. Other rubbers such as ethylene-propylene methylene chloride/water terpolymers have been reported to have good properties also. Polyamide-polyether block copolymers have also been used for pervaporation of some polar VOCs.
--	--



## Organic separation

Organic/organic separation	The membrane used depends on the nature of the organics. Poly(vinyl alcohol) and cellulose acetate have been used to separate alcohols from ethers. Polyurethane-polyimide block copolymers have been used for aromatic/aliphatic separations.
----------------------------	--

## 2.1.5 เยื่อแผ่นสมมาตร/ไม่สมมาตร (symmetric/asymmetric membrane)

ในการพัฒนาเยื่อแผ่นเพื่อให้ได้ค่าฟลักซ์สูงๆ มักจะทำให้เยื่อแผ่นมีโครงสร้างไม่สมมาตรเพื่อที่จะลด effective thickness ของเยื่อ การทำเยื่อแผ่นให้มีโครงสร้างสมมาตรหรือไม่สมมาตรนั้นขึ้นอยู่กับวิธีการผลิต เยื่อแผ่นสมมาตรจะมีโครงสร้างสม่ำเสมอหรือเหมือนกันตลอดชั้นความหนา ในทางตรงกันข้ามเยื่อแผ่นไม่สมมาตรจะประกอบด้วยชั้นผิวที่มีโครงสร้างแน่นกว่าชั้นล่าง โดยที่ชั้นผิวทำหน้าที่กักสาร ส่วนชั้นล่างทำหน้าที่เสริมความแข็งแรง สำหรับเยื่อแผ่นไม่สมมาตรอาจแบ่งออกเป็น 2 ลักษณะคือ

2.1.5.1 เยื่อแผ่นมีชั้นผิว (skinned membrane) เป็นเยื่อแผ่นที่มีชั้นผิวกับชั้นล่างเป็นวัสดุชนิดเดียวกัน

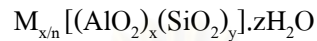
2.1.5.2 เยื่อแผ่นเชิงประกอบ (composite membrane) ชั้นผิวกับชั้นล่างของเยื่อแผ่นลักษณะนี้จะเป็นวัสดุคนละชนิดกันโดยชั้นล่างเป็นชั้นรองรับ และมีการสร้างชั้นผิวบนชั้นรองรับ ในปัจจุบันการเคลือบสารละลายพอลิเมอร์โดยตรงลงบนชั้นรองรับเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างกว้างขวางในการผลิตเยื่อแผ่นเชิงประกอบ

## 2.2 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซีโอไลต์

ซีโอไลต์ (zeolite) เป็นผลึกของสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกต (aluminosilicate) ของโลหะอัลคาไลน์หรืออัลคาไลน์เอิร์ท เช่น โซเดียม (sodium) โพแทสเซียม (potassium) แคลเซียม (calcium) เป็นต้น โครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุนสม่ำเสมอจำนวนมาก สามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายขึ้นกับคุณสมบัติของซีโอไลต์แต่ละประเภท เช่น ใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange resin) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) และเป็นตัวดูดซับสาร (adsorbent)

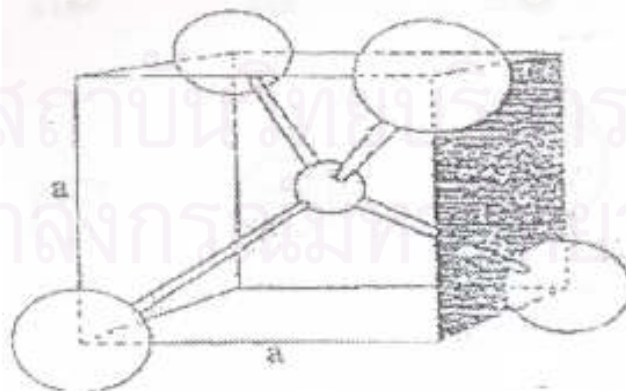
### 2.2.1 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์

โครงสร้างของซีโอไลต์จะมีลักษณะเป็น โครงร่าง 3 มิติของรูปทรงสี่หน้าของ อะลูมิเนียม-ออกซิเจน ( $\text{AlO}_4$  tetrahedral) และรูปทรงสี่หน้าของซิลิกอน-ออกซิเจน ( $\text{SiO}_4$  tetrahedral) ซึ่งประกอบกันเป็นอะลูมิโนซิลิเกตโดยการเชื่อมต่อของออกซิเจนอะตอมแบบไม่มีที่ สิ้นสุด ซีโอไลต์มีสูตรโมเลกุลดังนี้

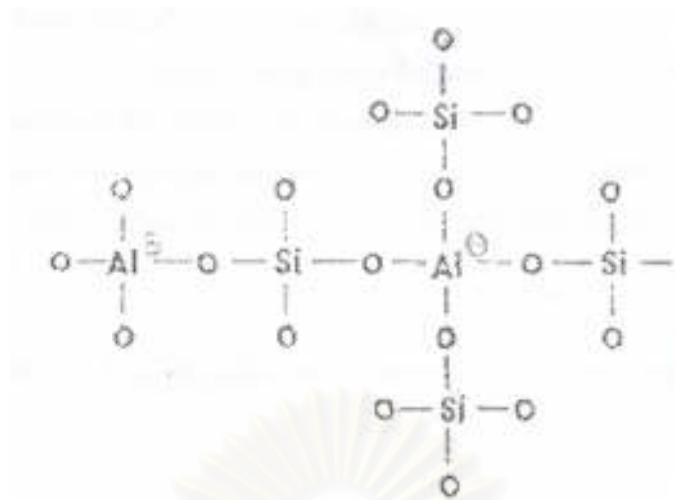


- โดยที่
- x,y เป็นเลขจำนวนเต็ม (ค่า x/y มากกว่าหรือเท่ากับ 1 ซึ่งมักใช้เป็นตัวชี้ตัว หนึ่งสำหรับแบ่งชนิดของซีโอไลต์)
  - z เป็นจำนวน โมเลกุลของน้ำที่มีอยู่ในผลึกของซีโอไลต์
  - M เป็นโลหะหมู่ I หรือ II ซึ่งมีประจุบวกเท่ากับ n เพื่อดุลประจุลบ ณ ตำแหน่งของอะตอมอะลูมิเนียม

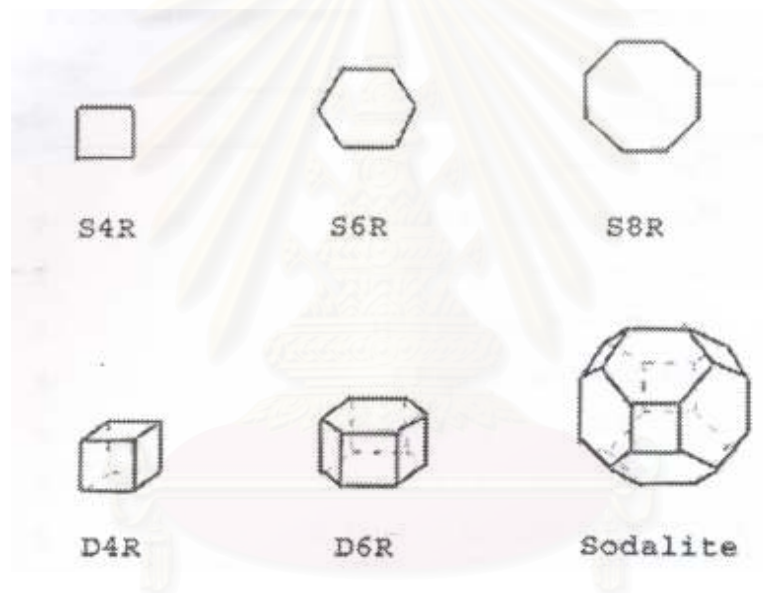
หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ประกอบด้วยรูปทรงสี่หน้า (tetrahedral) ของ  $\text{AlO}_4$  และ  $\text{SiO}_4$  ดังรูปที่ 2.9 ซึ่งแต่ละหน่วยจัดเรียงต่อกันโดยใช้ออกซิเจนร่วมกันดังรูปที่ 2.10 เกิด เป็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นวงอะตอมออกซิเจน และต่อกันเป็น โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นรูปทรง หลายเหลี่ยมดังรูปที่ 2.11 โดยตำแหน่งมุมในรูปแทนอะตอมซิลิกอนหรืออะตอมอะลูมิเนียม ในขณะที่เส้นตรงแทนอะตอมออกซิเจนซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอะตอมซิลิกอนหรืออะตอมอะลูมิเนียม และ โครงสร้างที่เป็นรูปหลายเหลี่ยมดังกล่าวจะประกอบเข้าด้วยกันในลักษณะ 3 มิติเป็น โครงสร้าง ผลึกของซีโอไลต์ชนิดต่างๆ



รูปที่ 2.9 รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจน โคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมในหน่วยเล็ก ๆ ของ ซีโอไลต์ (หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ) (เลิศ, 2545)



รูปที่ 2.10 โครงสร้าง 2 มิติของอะลูมิเนียมซิลิเกต (เลิศ, 2545)



รูปที่ 2.11 หน่วยโครงสร้างของผลึกซีโอไลต์ (เลิศ, 2545)

2.2.1.1 หน่วยโครงสร้างของซีโอไลต์ สามารถแบ่งออกได้เป็น

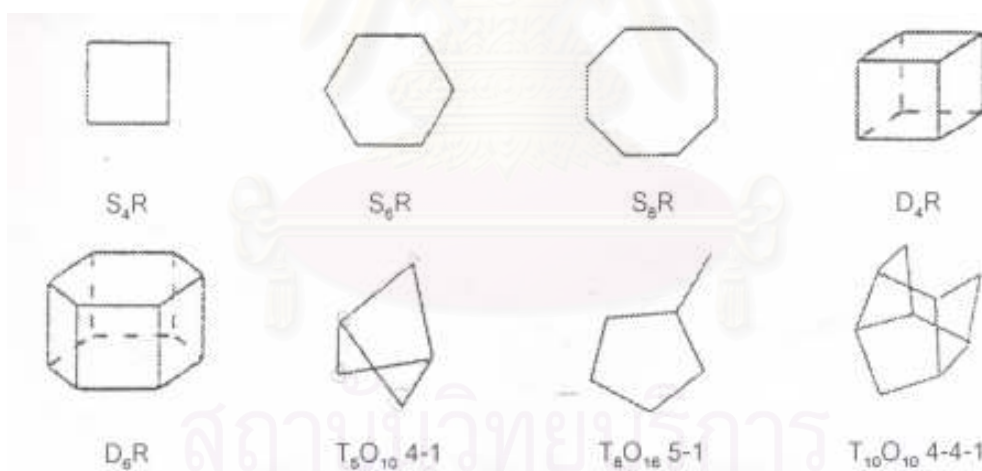
2.2.1.1.1 หน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ (primary units) ซึ่งเป็นหน่วยเล็ก ๆ รูปทรงสี่หน้าของออกซิเจนโคออร์ดิเนตกับซิลิกอนหรืออะลูมิเนียม ดังรูปที่ 2.9

2.2.1.1.2 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ (secondary building units : SBU) เกิดจากโครงสร้างปฐมภูมิต่อกันเป็นรูปเหลี่ยมต่างๆ เป็นวงเดี่ยว เช่น  $S_4R$ ,  $S_6R$  และ  $S_8R$  หรือต่อเป็นวงคู่ เช่น  $D_4R$ ,  $D_6R$  ดังรูปที่ 2.11 หรือ 2.12

ในปี 1974 Breck ได้ทำการแบ่งชนิดของซีโอไลต์ตามโครงสร้างทุติยภูมิได้ 8 ชนิด ตามตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ชนิดของซีโอไลต์ตามลักษณะโครงสร้างทุติยภูมิ (Breck, 1974)

ชนิด	ลักษณะหน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ
1	วงเดี่ยว 4 มุม (single 4-ring : $S_4R$ )
2	วงเดี่ยว 6 มุม (single 6-ring : $S_6R$ )
3	วงเดี่ยว 8 มุม (single 8-ring : $S_8R$ )
4	วงคู่ 4 มุม (double 4-ring : $D_4R$ )
5	วงคู่ 6 มุม (double 6-ring : $D_6R$ )
6	วงเชิงซ้อน 4-1 (complex 4-1 : $T_5O_{10} 4-1$ )
7	วงเชิงซ้อน 5-1 (complex 5-1 : $T_8O_{16} 5-1$ )
8	วงเชิงซ้อน 4-1-1 (complex 4-1-1 : $T_{10}O_{10} 4-1-1$ )



รูปที่ 2.12 หน่วยโครงสร้างทุติยภูมิ (เลิศ, 2545)

#### 2.2.1.1.3 หน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้า (polyhedral units)

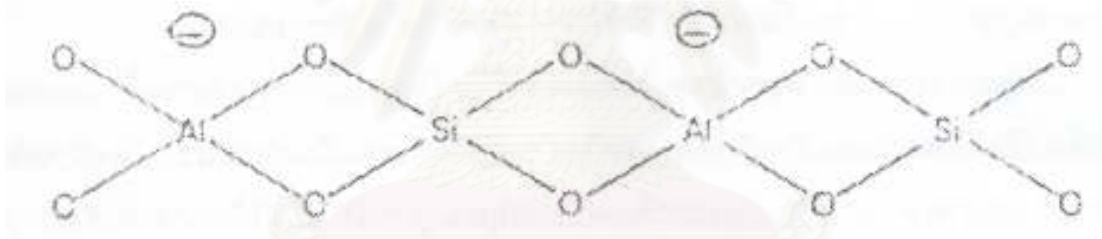
เป็นรูปทรงสมมาตรขนาดใหญ่ ซึ่งเกิดขึ้นจากโครงสร้างปฐมภูมิหลายโครงสร้างต่อกันเป็นรูปทรงที่สลับซับซ้อนมากยิ่งขึ้น ดังตัวอย่างในรูปที่ 2.13

1. รูปทรงเหลี่ยมแปดหน้ามุมตัด หรือ  $\beta$  (truncated octahedral type)
2. รูปทรงยี่สิบหกหน้า หรือ  $\alpha$  (truncate cubooctahedron)
3. รูปทรงสิบแปดหน้า หรือ  $\gamma$  (18-hedron)
4. รูปทรงสิบเอ็ดหน้า หรือ  $\epsilon$  (11-hedron)



รูปที่ 2.13 ลักษณะหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้าขนาดใหญ่ (เลิศ, 2545)

เมื่อพิจารณาหน่วยโครงสร้างปฐมภูมิ พบว่าถ้าทุกหน่วยเป็น  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  สูตรเอมพิริคัลของสารนี้คือ  $\text{SiO}_2$  นั่นเอง ซึ่งมีสภาพประจุเป็นกลาง แต่ถ้าแทนที่  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  ด้วย  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  จะได้สูตรเอมพิริคัลคือ  $(\text{AlO}_2)^{-}$  ดังนั้นจึงมีประจุลบสำหรับทุกหน่วยของ  $(\text{AlO}_2)^{-}$  หรือ  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  ดังแสดงในรูปที่ 2.14 (Breck, 1974)



รูปที่ 2.14 ประจุลบในโครงสร้างตาข่ายที่เกิดประจุ (เลิศ, 2545)

ตำแหน่งประจุลบที่เกิดขึ้นจะอยู่บริเวณรอบ  $(\text{AlO}_2)^{-}$  หรือ  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  ซึ่งเป็นที่อยู่ของประจุบวก (cation) โดยยึดเหนี่ยวกันด้วยแรงคูลอม (coulombic force) เพื่อให้เกิดสมดุลทางประจุ ดังนั้นจำนวนประจุบวกที่พบในซีโอไลต์จะขึ้นกับจำนวนของหน่วย  $(\text{AlO}_2)^{-}$  หรือ  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  และเลขออกซิเดชันของประจุบวก ดังนั้นซีโอไลต์จึงมีสมบัติในการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้ ประจุบวกและโมเลกุลของน้ำ เป็นส่วนที่อยู่นอกโครงสร้างตาข่ายของซีโอไลต์ ดังนั้นการแลกเปลี่ยนประจุบวก หรือการกำจัดโมเลกุลน้ำออกจากโครงสร้างซีโอไลต์จึงไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เปลี่ยนแปลง

#### 2.2.1.2 สมบัติที่สำคัญของซีโอไลต์มีดังนี้

1. การแลกเปลี่ยนไอออน ซีโอไลต์สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนประจุบวกได้ โดยกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุบวกนี้เป็นกระบวนการแบบผันกลับได้



2. การดูดซับน้ำ ซีโอไลต์สามารถดูดซับน้ำให้เข้าไปอยู่ในช่องว่างบริเวณผนังด้านในของโพรงชนิดต่างๆ ได้ และสามารถกำจัดน้ำออกได้ที่อุณหภูมิที่สูงพอ

3. การคัดขนาดและรูปร่างของโมเลกุลที่ผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ ภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ประกอบด้วยโพรงขนาดต่างๆ กัน มีทางให้โมเลกุลของสารอื่นผ่านเข้าออกได้เรียกว่า “ปากโพรง” (aperture) โดยที่โมเลกุลที่มีรูปร่างและขนาดพอเหมาะสำหรับปากโพรงเท่านั้นจึงจะสามารถผ่านเข้าออกจากโพรงของซีโอไลต์ได้ ทำให้ซีโอไลต์มีสมบัติในการกรองแยกโมเลกุลได้ (molecular sieve)

นอกจากนี้สมบัติที่สำคัญอื่นๆ ก็คือ ปริมาณของส่วนที่แสดงความเป็นกรด (acid site density), ความรุนแรงของกรด (acid strength) และขนาดของช่องว่าง (pore size) ภายในผลึก ซึ่งรวมถึงลักษณะรูปร่าง และขนาดของทางเข้าออกของช่องว่าง (pore entrance) ตารางที่ 2.6 แสดงถึงลักษณะของช่องว่างทั้งขนาดและระบบ สำหรับซีโอไลต์ซึ่งมีระบบของช่องว่างที่ทำให้ขนาดช่องว่างแตกต่างกัน การแบ่งประเภทของมันตามขนาดของช่องว่างให้คำนึงถึงขนาดของช่องว่างที่ใหญ่ที่สุด เช่น มอร์ดีนไนต์ เป็นต้น

ตารางที่ 2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์แบ่งตามขนาดของช่องว่าง (คงศักดิ์, 2543)

ซีโอไลต์	ระบบช่องว่าง* (channel System)	โพรง** (cavity)
รูขนาดใหญ่ฟอรัจไซต์ (Faujasite) มอร์ดีนไนต์ (Mordenite)	(2) 7.4, 3 มิติ (dimension) (8) 2.9 × 5.7, 1 มิติ (12) 6.7 × 7.0, 1 มิติ (12) 7.1, 1 มิติ	$\beta = 6.6 \text{ \AA}$ , $\alpha = 11.4 \text{ \AA}$ มีระบบเชื่อมต่อกันระหว่าง ช่องว่าง (inter connected channels) ระบบเดี่ยว (unidimension)
รูขนาดปานกลางเพนตาซิล (ZSM-5) เฟอร์ไรต์จากการสังเคราะห์ (Synthetic Ferricrite)	(10) 5.4 × 5.6, 1 มิติ (10) 5.1 × 5.6, 1 มิติ (8) 3.4 × 4.8, 1 มิติ (10) 4.3 × 5.5, 2 มิติ	มีระบบเชื่อมต่อกันระหว่าง ช่องว่าง มีระบบเชื่อมต่อกันระหว่าง ช่องว่าง
รูขนาดเล็กเออร์โอไนต์	(8) 3.6 × 5.2, 2 มิติ	6.3 × 13

\* ตัวเลขในวงเล็บ คือ จำนวนของอะตอมออกซิเจนต่อ 1 วงแหวน, ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรู (pore) ของวงแหวน 1วง หน่วยเป็นอังสตรอม, และทิศทางของช่องว่าง (channels)

\*\* ขนาดของโพรงหน่วยเป็นอังสตรอม

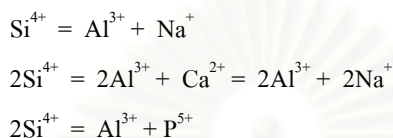
สำหรับปริมาณของส่วนที่แสดงความเป็นกรดและความรุนแรงของกรดนั้น ขึ้นอยู่กับปัจจัยของความหนาแน่นของหน่วยรูปทรงสี่หน้าซึ่งมีโลหะที่มีตัวเลขออกซิเดชันเท่ากับ 3 (เช่น  $Al^{3+}$ ) ในโครงสร้างผลึก และตำแหน่งของหน่วยรูปทรงสี่หน้าในผลึก รวมทั้งชนิดของโลหะประจุบวกซึ่งมีหน้าที่ให้เกิดความสมดุลทางประจุไฟฟ้าด้วย เพราะฉะนั้นบางครั้งซีโอไลต์จะถูกแบ่งตามสัดส่วนของซิลิกาต่ออะลูมิเนียม ถ้ามีซิลิกาสูงแล้วจะมีเสถียรภาพดีขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น อย่างไรก็ตามสมบัติต่างๆ ของซีโอไลต์ ที่เป็นผลสืบเนื่องจากการเพิ่มสัดส่วนของซิลิกาต่ออะลูมิเนียม ยังสรุปเป็นทฤษฎีที่แน่นอนไม่ได้ ตามตารางที่ 2.7 แบ่งซีโอไลต์ตามสัดส่วนของซิลิกาต่ออะลูมิเนียม

ตารางที่ 2.7 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์แบ่งตามสัดส่วนของซิลิกากับอะลูมิเนียม (คงศักดิ์, 2543)

ระดับ	สัดส่วนของซิลิกาต่ออะลูมิเนียม (Si/Al ratio)	ชนิดของซีโอไลต์ (types)
ต่ำ	1.0-1.5	A, X
ปานกลาง	2.0-2.5	ก) จากธรรมชาติ เช่น เออร์ริโอไนต์ (Erionite), ชาบาไซต์ (Chabazite) และมอร์ดไนต์ (Mordenite) ข) จากการสังเคราะห์ เช่น ฟอ์จาไซต์แบบ Y (Faujasite type Y) และมอร์ดไนต์แบบรูขนาดใหญ่ (large pore mordenite)
สูง	10-100	ก) ปรับปรุงโดยอาศัยความร้อน เช่น ฟอ์จาไซต์, มอร์ดไนต์ และเออร์ริโอไนต์ ข) จากการสังเคราะห์ เช่น เพนตาซิล (ZSM-5)

ถ้าเราคิดจะปรับปรุงสมบัติบางอย่างของซีโอไลต์ โดยการเปลี่ยนจากการที่หน่วยรูปทรงสี่หน้ามีธาตุซิลิกอนเป็นศูนย์กลางของออกซิเจนทั้งสี่อะตอมก็ย่อมได้ แต่ขนาดของโลหะชนิดนั้น (แสดงประจุบวก) จะต้องไม่มีขนาดใหญ่เกินไปจนอะตอมของออกซิเจนไม่สามารถจะอยู่ได้เพื่อรักษาสภาพของหน่วยรูปทรงสี่หน้า (คือจะมีความเครียดแล้วสลายพันธะ) ในการแทนที่ธาตุซิลิกอนด้วยอะลูมิเนียม ปัญหาที่ตามมาคือความไม่มีความสมดุลทางประจุไฟฟ้า โดยการหาไอออนบวกซึ่งมีความอิสระ คือไม่ได้สร้างพันธะถาวรกับธาตุอื่นใดเลย ตัวอย่างเช่น ไอออนของธาตุโซเดียมมาบรรจุในตำแหน่งใกล้เคียงกับอะลูมิเนียมในช่องว่างของผลึกซีโอไลต์ เพราะว่าไอออนบวกที่นำมา เพื่อให้เกิดความสมดุลทางประจุไฟฟ้า ไม่ได้รวมตัวกับธาตุอื่น เช่น ถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนสี่อะตอมเป็นต้น ดังนั้นจึงมีความอิสระที่จะเคลื่อนที่ไปในตำแหน่งใดๆ ได้

เมื่อโค่นกระตุ้น เนื่องด้วยสมบัติข้อนี้ทำให้เราสามารถที่จะเปลี่ยนไอออนบวกจากชนิดหนึ่งไปเป็นอีกชนิดหนึ่งได้ ซึ่งสมบัติข้อนี้มีประโยชน์มากในการปรับปรุงลักษณะเฉพาะของซีโอไลต์ เพื่อความเหมาะสมในปฏิกิริยาเคมีต่างๆ และเมื่อไรก็ตามอะตอมของซิลิกอนถูกแทนที่ด้วยโลหะที่มีค่าตัวเลขไอออนลบต่ำกว่า เช่น อะลูมิเนียมไอออน ( $Al^{3+}$ ) หรือแกลเลียมไอออน ( $Ga^{3+}$ ) มากขึ้นเท่าไร ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนจะมากขึ้นเท่านั้น กระบวนการแลกเปลี่ยนไอออนที่สามารถจะเลือกไอออนลบตัวไหนก็ได้ที่มีประจุรวมกันแล้วเท่าเดิมนี้เรียกว่า กระบวนการแทนที่ไอโซมอร์ฟัส (isomorphous substitution) ตัวอย่างเช่น



### 2.2.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

การสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยทั่วไปจะใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) ซึ่งการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นจะทำให้แหล่งของอะลูมินา ซิลิกา และอัลคาไลน์ รวมตัวกันเป็นเจลที่มีลักษณะไม่เป็นสารเนื้อเดียวกันและก่อตัวขึ้นเป็นผลึกอย่างช้าๆ ภายในช่วงเวลาที่เกิดปฏิกิริยา อุณหภูมิการเกิดผลึกจะอยู่ในช่วง 150 องศาเซลเซียสหรือสูงกว่านั้นที่ความดันเท่ากับความดันของไอน้ำอิ่มตัวในขณะนั้น บางครั้งอาจเกิดเป็นผลึกซีโอไลต์ได้มากกว่าหนึ่งชนิด

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล องค์ประกอบของอะลูมินา ซิลิกา ประจุบวก สารอินทรีย์ และน้ำ จะรวมตัวกันเป็นเจลซึ่งอยู่ในสภาพสารละลายด่างอิ่มตัวยวดยิ่ง (an alkaline super saturated solution) แปลงสภาพเป็นโครงสร้างรูพรุนของผลึกอะลูมิโนซิลิเกต (microporous crystalline aluminosilicate) ซึ่งเรียกกระบวนการทางเคมีนี้ว่า กระบวนการซีโอไลทิเซชัน (zeolitization) เป็นการกระตุ้นโดยความร้อนภายในช่วงเวลาที่เหมาะสม อุณหภูมิที่ใช้โดยปกติจะอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่สูงเพื่อที่จะให้ได้ผลผลิตสูง ขั้นตอนสำคัญในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ได้แก่

#### 2.2.2.1 ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (the ageing period)

ระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (the ageing period) หมายถึง ช่วงเวลาและปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นภายหลังการเตรียมเจล โดยที่อุณหภูมิของเจลมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature) สิ่งหนึ่งที่สำคัญในระหว่างระยะเวลาการปล่อยให้ตกผลึก (the ageing period) คือ การละลายหรือดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (depolymerization) ของซิลิกาโดยด่าง ซึ่งการละลายดังกล่าวเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของซิลิกา ผลิตภัณฑ์เริ่มแรกอยู่ในรูปของโมโนเมอร์

ซิลิเกตแอนไอออน (monomeric silicate anions) หลังจากนั้น โมโนเมอร์ซิลิเกตแอนไอออนจะถูกเปลี่ยนไปเป็นโอลิโกเมอร์ (oligomeric species) โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น (condensation-polymerization)

สารละลายดังกล่าวข้างต้น ประกอบไปด้วยอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์  $\text{Al(OH)}_4^-$  (tetrahedral  $\text{Al(OH)}_4^-$  species) ซึ่งโอลิโกเมอร์ซิลิเกตจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์  $\text{Al(OH)}_4^-$  เกิดเป็นโครงสร้างอะลูมิโนซิลิเกต

2.2.2.2 กลไกการเกิดผลึก (mechanism of crystallization) แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่

2.2.2.2.1 การอิ่มตัวด้วยยิ่ง (achievement of supersaturation)

เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นระหว่างช่วงของการตกผลึก (aging) และชัดเจนมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งเป็นขั้นตอนที่ความเข้มข้นขององค์ประกอบที่ถูกละลาย (dissolved component : aluminosilicate species) เพิ่มมากขึ้น การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของสารละลาย จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของสารละลายจากสารละลายที่มีเสถียรภาพไปเป็นสารละลายที่มีความเสถียรภาพไม่แน่นอน (metastable solution) และสุดท้ายอยู่ในสภาพที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ (labile solution)

2.2.2.2.2 การเกิดนิวเคลียส (nucleation)

การเกิดนิวเคลียสขั้นปฐมภูมิ (primary nucleation) ของสารละลายอิ่มตัวด้วยยิ่ง สามารถแบ่งออกเป็น การเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อเดียว และแบบเนื้อผสม (homogeneous and heterogeneous nucleation) ซึ่งการเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อผสมเกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของสิ่งแปลกปลอมที่มีอยู่ในสารละลาย (impurities or foreign particles) ต่อมาการเกิดนิวเคลียสขั้นทุติยภูมิ (secondary nucleation) เกิดขึ้นจากการเหนี่ยวนำของผลึกที่เกิดขึ้น

2.2.2.2.3 การเจริญผลึกซีโอไลต์ (crystal growth)

การเจริญผลึกซีโอไลต์เริ่มเกิดขึ้นหลังจากการเกิดนิวเคลียส โดยนิวเคลียสที่เกิดขึ้นจะเกิดการเติบโตโดยการเพิ่มหรือควบแน่นขององค์ประกอบข้างต้นกลายเป็นผลึกซีโอไลต์ที่สมบูรณ์ลักษณะของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งประกอบไปด้วยอัตราส่วนของ  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  ของสารตั้งต้น อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ปริมาณน้ำที่เติมเข้าไป ช่วงระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อัตราเร็วในการกวน และ

ปริมาณของประจุบวกของทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ปะปนอยู่ โดยปกติการก่อตัวของซีโอไลต์มีความสลับซับซ้อนมาก

### 2.2.3 ทฤษฎีการดูดซับ

การดูดซับ (adsorption) เป็นการใช้ประโยชน์บนพื้นผิวของของแข็งที่เรียกว่า ตัวดูดซับ (adsorbent) โดยโมเลกุลหรืออะตอมของสารที่ถูกดูดซับเรียกว่า ตัวถูกดูดซับ (adsorbate) จะเกาะติดบนพื้นผิว และปลดปล่อยพลังงานออกมา ซึ่งการเกาะติดบนพื้นผิวดังกล่าวสามารถจำแนกออกเป็นการเกาะติดด้วยแรงทางฟิสิกส์หรือด้วยพันธะเคมี ซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของตัวถูกดูดซับ และคุณสมบัติของพื้นผิวตัวดูดซับ

#### 2.2.3.1 ประเภทของการดูดซับ

การดูดซับสามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ได้แก่ การดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี

##### 2.2.3.1.1 การดูดซับทางกายภาพ (physical/van der waals

adsorption) เป็นผลมาจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ได้แก่ แรงดึงดูดระหว่างมวลหรือระหว่างโมเลกุล หรือแรงดึงดูดระหว่างขั้วสำหรับกรณีที่มีโมเลกุลตัวถูกดูดซับและพื้นผิวตัวดูดซับมีความเป็นขั้ว ตัวอย่างเช่น กรณีการดูดซับก๊าซ ซึ่งการดูดซับเกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดที่เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับกันเอง มีผลทำให้ก๊าซเกิดการควบแน่นอยู่บนพื้นผิวของตัวดูดซับ และมีการปลดปล่อยความร้อนออกมา การดูดซับชนิดนี้สามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้น กล่าวคือโมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะควบแน่นอยู่บนชั้นโมเลกุลของตัวถูกดูดซับที่ถูกดูดซับไว้ก่อนแล้ว

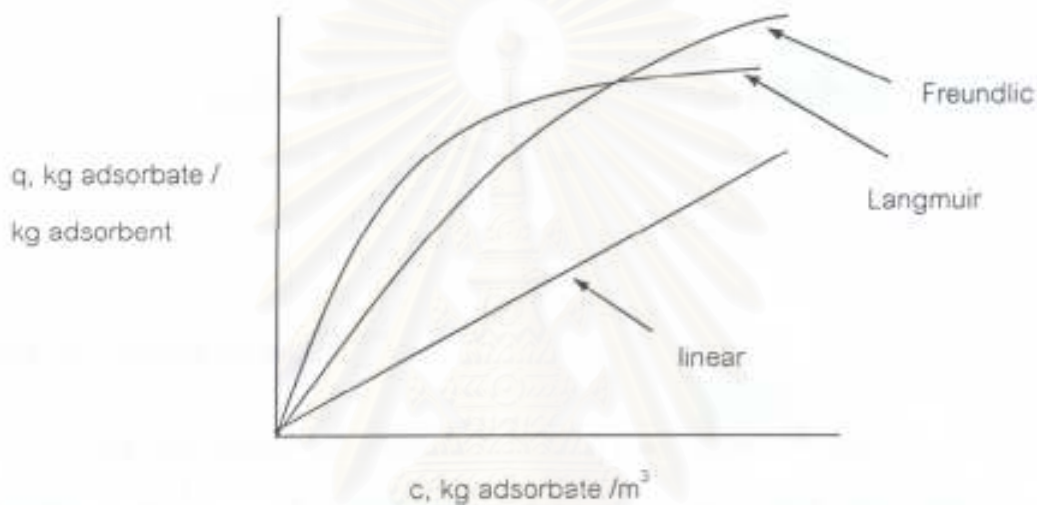
##### 2.2.3.1.2 การดูดซับทางเคมี (chemisorption/activated

adsorption) เป็นผลมาจากการดูดซับเนื่องจากพันธะทางเคมีระหว่างตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ซึ่งเป็นการใช้อิเล็กตรอนร่วมกันหรือการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน แรงดึงดูดที่เกิดขึ้นจะแรงกว่าการดูดซับทางกายภาพและพลังงานที่ปล่อยออกมาจะมีค่ามากกว่าเนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี การดูดซับชนิดนี้สามารถดูดซับโมเลกุลได้เพียง 1 ชั้น เนื่องจากโมเลกุลของตัวถูกดูดซับต้องสัมผัสกับผิวของตัวดูดซับ



### 2.2.3.2 สมดุลการดูดซับ (Adsorption Equilibrium)

เมื่อปล่อยให้ตัวถูกดูดซับสัมผัสกับตัวดูดซับในช่วงระยะเวลาที่นานอย่างเพียงพอจะเกิดภาวะที่เรียกว่า สมดุลการดูดซับ ซึ่งสมดุลการดูดซับเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณหรือความเข้มข้นของตัวดูดซับกับปริมาณหรือความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับนั้น ในวิชาของไหล สมดุลการดูดซับที่อุณหภูมิของระบบคงที่เรียกว่า ไอโซเทิร์ม (Isotherm) ดังรูปที่ 2.15 โดยที่  $q$  คือ ปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อปริมาณของตัวดูดซับ (kg adsorbate/kg adsorbent) และ  $c$  คือ ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับในวิชาของไหลที่จุดสมดุล (kg adsorbate/m<sup>3</sup> fluid)



รูปที่ 2.15 ลักษณะไอโซเทิร์มของการดูดซับ (เลิศ, 2545)

### 2.2.3.3 ลักษณะเฉพาะของตัวดูดซับ (characteristics of adsorbent)

2.2.3.3.1 ความจุของการดูดซับ (adsorptive capacity) เป็นความจุขององค์ประกอบสกัดต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรของตัวดูดซับยังมีความจุมากเท่าไร ประสิทธิภาพของการแยกก็จะยิ่งมากขึ้นซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์และผลได้ (yield) ที่สูงขึ้นด้วย และปริมาณของตัวดูดซับและต้นทุนการผลิตก็จะลดน้อยลงด้วย

2.2.3.3.2 selectivity ความสามารถในการแยกองค์ประกอบต่างๆ ภายในสารผสมป้อนหรือเป็นการเลือกดูดซับขององค์ประกอบหนึ่ง เมื่อเปรียบเทียบกับองค์ประกอบอื่นๆ ภายในสารป้อน selectivity ไม่เพียงแต่แสดงอยู่ในรูปองค์ประกอบหนึ่งเปรียบเทียบกับองค์ประกอบอื่นในสารผสมป้อนเท่านั้น แต่ยังสามารถแสดงเปรียบเทียบได้กับทุกๆ องค์ประกอบภายในสารป้อนรวมทั้ง desorbent ด้วย ในรูปของสัดส่วนของความเข้มข้นของสององค์ประกอบ ในวิชาดูดซับหารด้วยสัดส่วนของความเข้มข้นของสององค์ประกอบเดียวกัน ในวิชาที่ไม่ได้ดูดซับที่ภาวะสมดุล



2.2.3.3.3 อัตราการดูดซับ (rate of adsorption) อัตราการดูดซับ และ desorption ขององค์ประกอบสกัดต้องไวต่อเพียงพอกำทำให้ความเร็วในแต่ละรอบของการแยกมีมากขึ้น ยังผลให้ประสิทธิภาพในการแยกดีขึ้น

โดยทั่วไปคุณสมบัติของซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับสัดส่วนของอะตอมซิลิกอนต่ออะตอมอะลูมิเนียมที่เป็นองค์ประกอบของผลึกหรือเรียกว่าสัดส่วน Si/Al ซึ่งมีค่าตั้งแต่ 1 ขึ้นไป โดยความมีขั้วจะลดลงเมื่อสัดส่วน Si/Al เพิ่มขึ้น เนื่องจากจำนวนประจุของอะลูมิเนียมลดลง ดังนั้นสัดส่วน Si/Al จึงเป็นดัชนีหนึ่งที่กำหนดคุณสมบัติในการดูดซับของซีโอไลต์แต่ละชนิด ซึ่งการดูดซับพื้นผิวซีโอไลต์ที่มีสัดส่วน Si/Al น้อยกว่า 8-10 มักได้รับอิทธิพลของแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิต เนื่องจากประจุลบของอะตอมอะลูมิเนียม และสมบัติการถูกเหนี่ยวนำให้เกิดความเป็นขั้ว (polarization property) ของโมเลกุลสารประกอบแต่ละชนิด นอกจากนี้ลักษณะการจัดเรียงตัวของผลึก  $\text{SiO}_4$  ผลึก  $\text{AlO}_4$  และชนิดของโลหะประจุบวกที่ดุลประจุลบ ณ ตำแหน่งของอะลูมิเนียม อะตอมก็มีผลต่อคุณสมบัติการดูดซับของซีโอไลต์แต่ละชนิดด้วยเหมือนกัน

#### 2.2.4 ประโยชน์ของซีโอไลต์

จะเห็นได้ว่า นอกจากลักษณะที่สำคัญดังกล่าวแล้ว ซีโอไลต์ยังมีสมบัติที่น่าสนใจ และเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมอีกหลายประการ

1. มีรูปแบบโครงสร้างของผลึกที่แน่นอนและสม่ำเสมอ
2. มีพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) สูงมาก (400-800 ตารางเมตร/กรัม)
3. มีเสถียรภาพต่ออุณหภูมิสูง
4. พื้นผิวมีสมบัติที่เป็นกรด
5. สามารถทำการแลกเปลี่ยนไอออนได้
6. ไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

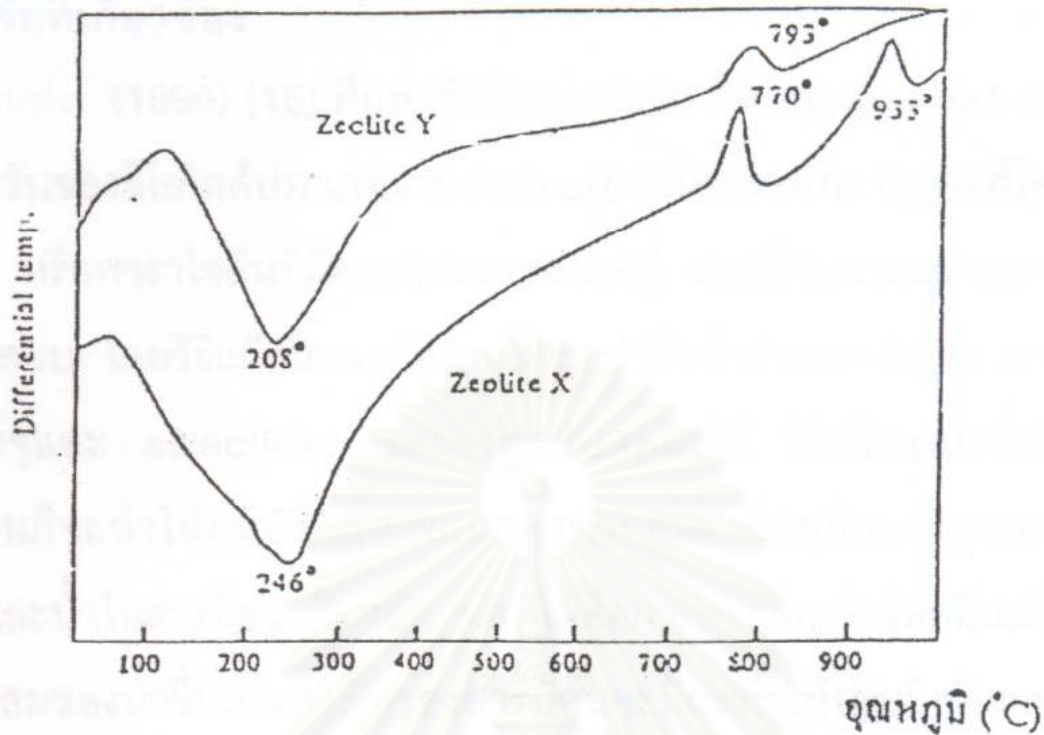
ด้วยสมบัติดังกล่าว จึงได้มีการนำซีโอไลต์ไปใช้ในวงการอุตสาหกรรมต่างๆ ทั้งในรูปของตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst), สารดูดซับ (adsorbent), สารเติมผสม (binder) และอื่นๆ ดังตัวอย่างต่อไปนี้

1. Fluid Catalytic Cracking
  2. Hydrocracking
  3. Catalytic Reforming
  4. Isomerization
  5. Shape Selectivity Catalysis
  6. Dewaxing
  7. Methanol to Gasoline
  8. LPG to Aromatics
  9. Toluene Disproportionation
  10. Ethylbenzene Synthesis
  11. Liquid Fuel Synthesis
  12. Detergent
  13. Nutrition
- และอื่นๆ

## 2.2.5 การกำจัดโมเลกุลน้ำในโครงสร้างซีโอไลต์

### 2.2.5.1 เสถียรภาพต่อความร้อน

โดยปกติแล้วซีโอไลต์ Y ทนความร้อนได้สูงกว่าซีโอไลต์ X และ A เนื่องจากมีสัดส่วนโมลของ Si/Al สูงกว่าจึงมีอะตอม Al ซึ่งเป็น active site ต่อปฏิกิริยาต่างๆ จำนวนน้อยกว่า เช่น ไฮโดรไลซิสทำให้ Al ถูกแยกออกจากโครงสร้างซีโอไลต์ เมื่อพิจารณา differential thermal analysis (DTA) curve ของซีโอไลต์ X และ Y ในรูปที่ 2.16 แสดงให้เห็นว่า ซีโอไลต์ X มีการสูญเสียอย่างต่อเนื่องเป็นช่วงกว้าง ระหว่างอุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิห้องเล็กน้อยจนถึงที่อุณหภูมิ 350 °C จะมีพีค DTA สูงสุดที่อุณหภูมิ 243 °C เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 770 °C และ 993 °C มีการเปลี่ยนแปลงของซีโอไลต์ X กล่าวคือถ้ามีการให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์ X สูงถึงอุณหภูมิ 760 °C เป็นเวลา 36 ชั่วโมง ซีโอไลต์ X จะเปลี่ยนเฟสเป็น amorphous phase เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 800 °C จะเกิดผลึกใหม่อีกครั้งเป็น Carnegeite-like Phase และที่อุณหภูมิ 1,000 °C จะกลายเป็น Nepheline-like Phase ส่วนซีโอไลต์ Y มีการสูญเสียอย่างต่อเนื่องเป็นช่วงกว้างตั้งแต่อุณหภูมิ 150 °C จนถึงที่อุณหภูมิ 400 °C จะมีพีค DTA สูงสุดที่อุณหภูมิ 208 °C และที่อุณหภูมิ 793 °C มีการเปลี่ยนแปลงของซีโอไลต์ Y



รูปที่ 2.16 แสดง DTA curve ของซีโอไลต์ X และ Y (Breck, 1974)

#### 2.2.5.2 เสถียรภาพต่อความดัน

ที่ความดันสูง ซีโอไลต์สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นสารประกอบอะลูมิโนซิลิเกตที่มีความหนาแน่นสูงได้ขึ้นอยู่กับภาวะที่ใช้ เช่น ซีโอไลต์ Y อาจเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นซีโอไลต์ P หรือเป็น โครงสร้างชนิด Analcime หรือเป็น Jadeite หรือเป็น Feldspar ที่มีโครงสร้างชนิด Albite ขึ้นอยู่กับความดัน

#### 2.2.5.3 เสถียรภาพต่อสารละลายกรดแก่และเบสแก่

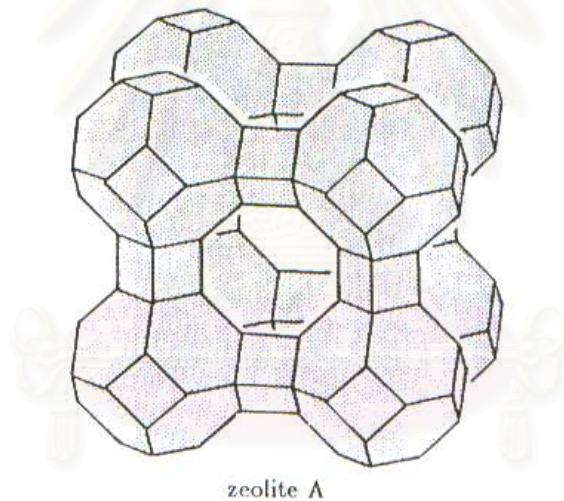
ในสารละลายกรดแก่ ซีโอไลต์ที่มีสัดส่วนโมล Si/Al ต่ำกว่าหรือเท่ากับ 1.5 จะเกิดการสลายตัวเป็นเจลหรือสารประกอบ hydrous silica แต่ถ้ามีสัดส่วนของ Si/Al สูงกว่า 1.5 ซีโอไลต์จะสลายตัวเกิดเป็นตะกอนของกรดซิลิซิกจะเห็นได้ว่าการสลายตัวของซีโอไลต์ในสารละลายกรดจะสัมพันธ์กับจำนวนอะตอมอะลูมิเนียมใน โครงสร้าง เนื่องมาจากการที่อะตอมอะลูมิเนียมเป็นตำแหน่งที่ไวต่อการเกิดไฮโดรไลซิสในกรด แต่มีซีโอไลต์บางชนิดสามารถทนต่อภาวะที่เป็นกรด เช่น Mordenite, Zeolon และ Erionite แต่แคตไอออนของซีโอไลต์เหล่านี้จะต้องอยู่ในรูปไฮโดรเจน ดังนั้นจึงสังเคราะห์ซีโอไลต์ในสารละลายที่เป็นเบส อย่างไรก็ตามซีโอไลต์

จัดเป็นสารประเภท metastable ถ้าเกิดเป็นผลึกซีโอไลต์แล้วไม่แยกออกจากสารตั้งต้น แต่แช่ทิ้งไว้ นานๆ อาจเปลี่ยนรูปไปเป็นซีโอไลต์ชนิดอื่นหรือสารชนิดอื่นได้

### 2.2.6 ซีโอไลต์เอ

ซีโอไลต์จะแบ่งชนิดออกเป็น 8 กลุ่มใหญ่ๆ ตามโครงสร้างในธรรมชาติมีซีโอไลต์ อยู่ทั้งหมดกว่า 30 ชนิด นอกจากนั้นอีกกว่า 100 ชนิดจะได้ออกมาจากการสังเคราะห์ขึ้นซึ่งจะมีความ บริสุทธิ์สูงกว่าที่เกิดขึ้นเองธรรมชาติจึงเป็นที่นิยมในการนำไปใช้มากกว่า

ซีโอไลต์เอ เป็นซีโอไลต์ที่สามารถสังเคราะห์ขึ้นได้ มีอัตราส่วนของซิลิกอนต่อ อะลูมิเนียมเท่ากับ 0.7-1.5 ซึ่งเป็นซีโอไลต์ที่พบได้ในธรรมชาติ มีโครงสร้างที่ประกอบด้วยโพรง แบบโซดาไลซ์ต่อเชื่อมด้วย D4R (double-4-ring) เป็น 3 มิติเกิดเป็นโพรงขนาดใหญ่ตรงกลาง เรียกว่า โพรงแบบอัลฟา ซึ่งมีขนาดโพรงเท่ากับ 12 อังสตรอม และมีปากโพรงกว้าง 4.2 อังสตรอม จึงทำให้เหมาะที่จะนำซีโอไลต์เอไปใช้ในประโยชน์ต่างๆ เช่น ใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออน



รูปที่ 2.17 โครงสร้างของซีโอไลต์ A

### 2.3 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Jafar และ Budd (1997) ทำการศึกษากระบวนการเพอร์แวกพอเรชันเพื่อนำมาทำการแยกน้ำออกจาก isopropanol โดยใช้ NaA zeolite membrane และทำการแลกเปลี่ยนไอออนเพื่อให้ได้ KA zeolite membrane ซึ่งพบว่าเมมเบรนทั้งสองชนิดให้ค่า separation factor ประมาณ 10000 ที่อุณหภูมิในการทดลองคือ  $70^{\circ}\text{C}$  และปริมาณน้ำในสารละลายไม่เกิน 2%

Morigami และคณะ (2001) ทำการสังเคราะห์โซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง จำนวน 125 อันมาประกอบเข้ากับโมดูลที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอกเพื่อทำการขยายระดับสเกลโดยนำมาใช้ในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันเพื่อทำการแยกน้ำออกจากสารละลายเอทานอลความเข้มข้น 90% ที่อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  ได้ปริมาตร 530 l/h และความสามารถในการแยกมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย

Xu และคณะ (2001) ศึกษาการเตรียม NaA zeolite membrane จากลักษณะของสารละลายที่มีลักษณะเป็น clear solution และทำการทดลองเพิ่มคุณภาพของเมมเบรนโดยใช้เป็น multi stage synthesis ผลการวิจัยพบว่าเมื่อนำเมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่เวลา 2 ชั่วโมง และเป็น two-stage synthesis จะให้ค่า permselectivities ในกระบวนการ gas permeation ของ  $\text{H}_2/n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  และ  $\text{O}_2/\text{N}_2$  เท่ากับ 19.1 และ 1.8 ตามลำดับ

Lizon และคณะ (2002) ศึกษาการแยกน้ำของผสมระหว่าง water/t-butanol โดยทำการเปรียบเทียบเมมเบรน 3 ชนิด คือ polymeric (PERVAP 2202, PERVAP 2510, Sulzer Chemtech GmbH), microporous silica (PERVAP SMS, Sulzer Chemtech GmbH) และ zeolite pervaporation membranes (NaA type, SMART Chemical Company Ltd. (UK)) ด้วยกระบวนการ vapor permeation ซึ่งพบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ฟลักซ์ของน้ำที่ใช้ polymeric และ silica membrane ก็จะมีค่ามากขึ้น และเมื่อทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ปริมาณน้ำเริ่มต้น 10 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนัก) พบว่าฟลักซ์ของ microporous silica membrane จะให้ค่าสูงสุดคือ  $3.5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$  ตามด้วยของ zeolite membrane  $1.5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$  และของ polymeric membrane เท่ากับ  $0.5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$  แต่ความสามารถในการแยกน้ำของ zeolite membrane จะให้ค่าสูงสุดคือ 16000 ตามด้วยของ polymeric membrane 3615 และ microporous silica 144 ตามลำดับ

Mansoor และคณะ (2004) ทำการเตรียม NaA zeolite membrane ด้วยวิธี hydrothermal method เพื่อนำมาทำการแยกน้ำออกจากของผสมระหว่าง น้ำกับ 1-1-ไดเมทิลไฮโดรราซีน โดยกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน ซึ่งผลการทดลองพบว่าสามารถทำการแยกของผสมที่ความเข้มข้นของไดเมทิลไฮโดรราซีน 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักได้ค่า separation factor สูงถึง 10000 และได้ค่า flux อยู่ในช่วงระหว่าง  $1.05\text{-}0.2 \text{ kg}/(\text{m}^2\text{-h})$



Afshin และ Toraj (2006) ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียม NaA zeolite membrane โดยใช้กระบวนการเพอร์แวกพอเรชันในการประเมินสมรรถนะของเมมเบรนซึ่งพบว่า molar ratio ของ เมมเบรนที่ใช้ในการสังเคราะห์ควรอยู่ที่  $3\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:2\text{SiO}_2:200\text{H}_2\text{O}$  และสภาวะที่ใช้ในการ crystallization อยู่ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

Zah และคณะ (2006) ศึกษาการเกิด polycrystalline ของ zeolite A membranes โดยทำการเตรียม NaA zeolite บนชั้นรองรับที่เป็น  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  จากสารละลายที่มีลักษณะเป็น clear solution แล้วสังเกตผลของการทดลองในช่วงเวลา 1-4 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าลักษณะรูปร่างการเจริญของผลึกจะปรากฏเป็น 2 ช่วงเวลา โดยช่วงแรกระหว่างการสังเคราะห์ที่ 2.5 ชั่วโมง ผลึกจะมีลักษณะเป็น semicrystalline และ hemisphere อย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นผลึกจะมีการเจริญอย่างช้าๆ จนมีรูปร่างเป็น cubic อย่างสมบูรณ์



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

##### 3.1.1 อุปกรณ์

- เกจความดันสุญญากาศ (vacuum gauge) ช่วงความดันตั้งแต่ 0 ถึง -760 มิลลิเมตรปรอท
- เกจความดัน (pressure gauge) ช่วงความดันตั้งแต่ 0 ถึง 2.0 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร
- เครื่องกวนควบคุมอุณหภูมิ (hot plate stirrer) รุ่น HS-115 บริษัท ทริกูล กรุ๊ป จำกัด ประเทศไทย
- เครื่องกวนควบคุมอุณหภูมิ (hot plate stirrer) รุ่น PC-101 บริษัท CORNING
- เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (gas chromatography) รุ่น 163 พร้อมเครื่องตรวจวัดแบบ flame ionization detector (FID) บริษัท Hitachi ประเทศญี่ปุ่น
- เครื่องควบแน่น (condenser) รุ่น PD-102 บริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น
- เครื่องชั่งแบบหยาบ (electronic balance) รุ่น FX-3000 บริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น
- เครื่องชั่งแบบละเอียด (electronic balance) รุ่น FX-180 บริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น
- เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) รุ่น JSM-5410LV
- เครื่อง X-Ray Diffraction รุ่น JDX-8030
- เครื่อง X-Ray Fluorescence Model ED2000 บริษัท Oxford
- เครื่อง Laser particle size distribution analyzer รุ่น Mastersizer-S
- ตู้อบ (oven) รุ่น UL-80 ของบริษัท Memmert ประเทศเยอรมัน
- เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer) ในช่วงอุณหภูมิ 0-100 องศาเซลเซียส
- แท่งเซรามิก (ceramic tube) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 3.5 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 5 เซนติเมตรยาว 23.5 เซนติเมตร และ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.8 เซนติเมตรยาว 15 เซนติเมตร
- บีกเกอร์พลาสติก (plastic beaker)

ปั๊มสุญญากาศ (vacuum aspirator) รุ่น RE-52 บริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น  
 ปั๊มป้อนสารแบบปริต (peristaltic pump) รุ่น pump P-1 บริษัท Pharmacia LKB และ  
 รุ่น 2312-002 บริษัท LKB Bromma ประเทศสวีเดน

โมดูลของเยื่อ (membrane module) ทำจากสแตนเลส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5.5  
 เซนติเมตร ยาว 27.5 เซนติเมตร

อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (water bath) ช่วงอุณหภูมิ 0-120 องศาเซลเซียส รุ่น G-86  
 ของบริษัท New Brunswick Scientific Co., Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

ออโตคลีฟ (autoclave) ทำจากสแตนเลส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6.5 เซนติเมตร  
 ยาว 31.5 เซนติเมตร

### 3.1.2 สารเคมี

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
เอทานอล 95% (95% ethanol)	กรมสรรพาสามิต
เอทานอลสัมบูรณ์ (absolute ethanol)	CARLO ERBA
โพรพานอล (aropropanol)	CARLO ERBA
วุ้นผง (agar)	พัฒนาสินเอ็นเตอร์ไพรส์
สารละลายโซเดียมซิลิเกต (sodium silicate solution)	Grand Chemical Far East Ltd.
อะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminum foil)	Diamond
ซีโอไลต์เอ (zeolite A)	บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ จำกัด
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide)	Mallinckrodt

## 3.2 วิธีการทดลอง

### 3.2.1 การทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

#### 3.2.1.1 การเตรียมสารละลายซิลิเกต

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 68.20 กรัม ในน้ำ DI 318.00 กรัม เติมน้ำ  
 สารละลายโซเดียมซิลิเกต 41.20 กรัม ลงในสารละลาย ทำการกวนจนได้สารละลายใส สารละลายที่  
 ได้คือสารละลายซิลิเกต

### 3.2.1.2 การเตรียมสารละลายอะลูมินेट

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 80.00 กรัม ในน้ำ DI 318.00 กรัม ใส่ อะลูมินัมฟอสเฟต 2.00 กรัมลงไป ทำการกวนจนได้สารละลายใส สารละลายที่ได้คือ สารละลาย อะลูมินेट

### 3.2.1.3 การเตรียมซีโอไลต์เอ (Xu และคณะ, 2001)

ทำการให้ความร้อนกับสารละลายอะลูมินेटจนมีอุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส เติมสารละลายอะลูมินेटที่ให้ความร้อนแล้วลงในสารละลายซิลิเกต ทำการกวน สารละลายอย่างแรง สารละลายที่ได้คือ Solution Mixture

นำ Solution Mixture ที่เตรียมได้เทใส่ลงในขวดพลาสติก ทำการปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปเข้าตู้อบ ทำการแปรความร้อนที่อุณหภูมิ 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส และเวลา 1.5, 2, 2.5, 3, 4 และ 6 ชั่วโมง ทำการแยกผลึกที่เกิดขึ้น นำผลึกมาทำการล้างด้วยน้ำ DI

### 3.2.2 การทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอในการแยกน้ำออกจากเอทานอล

ทำการชั่งน้ำหนักของผลึกซีโอไลต์เอที่เตรียมได้ในขั้นตอนที่ 3.2.1.3 มา 2.0 กรัม และ ผลึก NaA zeolite (จากบริษัท พีคิว เคมิคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) และ molecular sieve จำนวน 2.0 กรัม เช่นกัน ใส่ลงในขวดปริมาตร 10 มิลลิลิตร ทำการเติมเอทานอล 95 เปอร์เซ็นต์ (โดยปริมาตร) ลงไปจนถึงขีดของขวดปริมาตร เขย่าแล้วนำไปทำการให้ความร้อนในอ่างควบคุมอุณหภูมิเป็นเวลา 30 นาที ซึ่งอุณหภูมิในการทดลองจะแปรอยู่ในช่วง 70-100 องศาเซลเซียส ทำการเก็บตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลด้วยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี

### 3.2.3 การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน

#### 3.2.3.1 การเตรียมชั้นรองรับ

ชั้นรองรับที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย 2 ลักษณะ คือ อันแรกเป็นชั้นรองรับที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 5 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 3.5 เซนติเมตร ยาว 23.5 เซนติเมตร อันที่สองเป็นชั้นรองรับที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอกเช่นกัน แต่มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.8 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1 เซนติเมตร ยาว 15 เซนติเมตร ทำการล้างชั้นรองรับทั้งสองอันด้วยน้ำกลั่น แล้วทำการอบให้แห้ง จากนั้นนำชั้นรองรับมาทำการ

อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนักต่อปริมาตร) หลังจากนั้นจึงนำชั้นรองรับมาทำการล้างด้วยน้ำและอบให้แห้ง

### 3.2.3.2 การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน

การเตรียมสารละลายซิลิเกต, อะลูมินต และซีโอไลต์

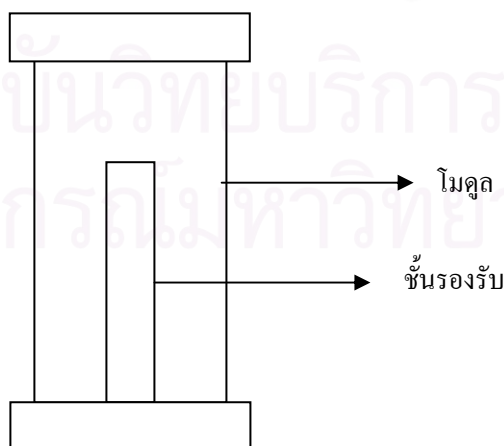
เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1.1, 3.2.1.2 และ 3.2.1.3

#### 3.2.3.2.1 การเตรียมสารหล่อผลึก

ชั่ง NaA zeolite มา 8 กรัม ละลายในน้ำ 100 มิลลิลิตร ทำการชุบชั้นรองรับในสารแขวนลอย NaA zeolite 8 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนัก) แล้วนำชั้นรองรับมาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

#### 3.2.3.2.2 การเตรียมเมมเบรน

วางชั้นรองรับที่ทำการล่อให้เกิดผลึกในแนวตั้งใน autoclave (รูปที่ 3.1) เทสารละลาย solution mixture ลงใน autoclave จนท่วมชั้นรองรับ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 หรือ 2.5 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2.5 หรือ 3 ชั่วโมง (อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1 องศาเซลเซียส/นาที) หลังจากอบเสร็จก็นำเมมเบรนออกจาก autoclave แล้วทำการล้างเมมเบรนด้วยน้ำ DI จากนั้นจึงทำการอบเมมเบรนให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1 องศาเซลเซียส/นาที)



รูปที่ 3.1 แสดงวิธีการเตรียมเมมเบรน



### 3.2.4 การวิเคราะห์คุณลักษณะของซีโอไลต์และโซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรน

#### 3.2.4.1 X-Ray diffraction (XRD)

นำตัวอย่างผลึกของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1 และเมมเบรนที่ทำการเตรียมในขั้นตอนที่ 3.2.3 มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง X-Ray diffraction (รุ่น JDX-8030, ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของซีโอไลต์เอจากเครื่อง X-Ray diffraction

#### 3.2.4.2 Scanning electron microscope (SEM)

นำตัวอย่างผลึกของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1 และเมมเบรนที่ทำการเตรียมในขั้นตอนที่ 3.2.3 มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง scanning electron microscope (รุ่น JSM-5410LV, ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ทำการวิเคราะห์ลักษณะผลึกของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้น, ลักษณะของพื้นผิวชั้นรองรับของเมมเบรนและผลึกของซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นอยู่ด้านบนของชั้นรองรับ

#### 3.2.4.3 การวิเคราะห์ขนาดของผลึกซีโอไลต์

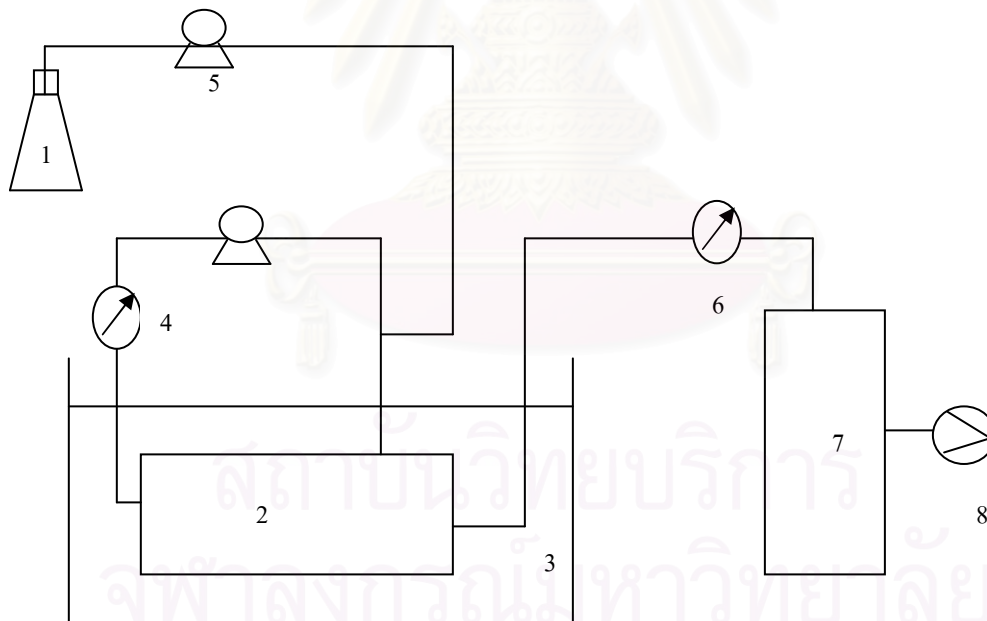
นำตัวอย่างผลึกของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1 มาทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Laser particle size distribution analyzer (รุ่น Mastersizer-S, ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ทำการวิเคราะห์หาขนาดของผลึก

#### 3.2.4.4 การวิเคราะห์หาอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม (Si/Al ratio)

นำตัวอย่างผลึกของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1 มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง X-Ray fluorescence spectrometer (Model ED2000 บริษัท Oxford, ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม

### 3.2.5 การทดสอบกระบวนการเพอร์เวปอเรชัน

สารป้อนในพลาสติกที่เป็นเอทานอล 95% จะถูกปั๊มผ่านมายังโมดูลซึ่งควบคุมอุณหภูมิอยู่ในอ่างน้ำจมน้ำได้อุณหภูมิคงที่ ซึ่งอุณหภูมิในการทดลองจะแปรอยู่ในช่วง 70-100 องศาเซลเซียส ความดันด้านสารป้อนจะถูกวัดโดยใช้เกจวัดความดันก่อนที่สารป้อนจะเข้า โมดูล สารป้อนจะผ่านเมมเบรนออกจากโมดูลแล้ววกกลับไปยังโมดูลอีกอย่างต่อเนื่อง สำหรับด้านบนของโมดูลจะถูกทำให้เป็นสุญญากาศโดยการใช้ปั๊มสุญญากาศ โดยที่ความดันด้านเพอร์มิเอต (permeate) ที่ใช้ในการทดลอง คือ -300, -350, -400, -450 และ -500 มิลลิเมตรปรอท และทำการวัดความดันด้านเพอร์มิเอตโดยใช้เกจวัดความดันสุญญากาศ สำหรับไอทางด้านเพอร์มิเอตจะถูกดึงออกและเก็บไว้ในเครื่องควบแน่น อุณหภูมิของเครื่องควบแน่นจะตั้งไว้ที่ประมาณ -98 องศาเซลเซียส เพอร์มิเอตที่ได้จะนำไปชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลด้วยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี และการเก็บรีเทนเตต (retentate) ทำโดยนำพลาสติกไปแช่ในน้ำแข็งก่อน เพื่อให้อุณหภูมิจึงของสารป้อนลดลง แล้วจึงทำการเก็บรีเทนเตตให้เร็วที่สุด หลังจากนั้นจึงนำมาทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลด้วยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟีเช่นกัน ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงกระบวนการเพอร์เวปอเรชัน

(หมายเลขที่ 1 คือสารป้อน (เอทานอล 95%), 2 คือ โมดูล, 3 คืออ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ, 4 คือ เกจวัดความดันสารป้อน, 5 คือ ปั๊มป้อนสารแบบรีด, 6 คือเกจวัดความดันสุญญากาศ, 7 คือเครื่องควบแน่น และ 8 คือปั๊มสุญญากาศ)

### 3.2.6 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

ปีเปตตัวอย่างของเพอร์มิเอตและรีเทนเทรตที่ผ่านกระบวนการเพอร์แวลพอเรชันแล้ว 1.0 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดเกลียว เติมสารละลายโพรพานอล (n-propanol) เข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร เป็นสารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบกับภายใน (internal standard) ผสมให้เข้ากันและฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี 1.0 ไมโครลิตร จำนวนปริมาณเอทานอลจากกราฟมาตรฐานของสารละลายเอทานอลสัมบูรณ์ช่วงความเข้มข้น 0-100 กรัมต่อลิตร ผลการวิเคราะห์จะบอกปริมาณเอทานอลโดยน้ำหนักหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟี

ชนิดของตัวดูดซับ	:	Porapaktype Q ขนาด 80-100 mesh
ขนาดของคอลัมน์แก้ว	:	เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 2 มิลลิเมตร ยาว 2 เมตร
อุณหภูมิของคอลัมน์ (column)	:	190 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ (injector)	:	220 องศาเซลเซียส
ดีเทคเตอร์ (detector)	:	FID (flame-ionize detector)
ก๊าซพา (carrier gas)	:	ไนโตรเจน
ความดันเกจ (pressure gauge)	:	1.2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 โมดูลของเมมเบรน

โมดูลที่ใช้ในการทดลองนี้ทำจากสแตนเลสมีลักษณะเป็นทรงกระบอก ประกอบด้วย 2 ชั้น ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ในชั้นแรกจะเป็นส่วนบนสุดของโมดูล ทำขึ้นจากสแตนเลสซึ่งทำเป็นลักษณะฝาปิดโมดูล โดยตรงกลางจะเจาะรูเพื่อให้มีท่อส่งเพอร์มิเอตต่อไปยังเครื่องควบแน่นซึ่งตั้งอุณหภูมิของเครื่องไว้ที่ -98 องศาเซลเซียสและบริเวณด้านบนของฝาปิดจะต่อท่อเพื่อติดเกจความดันสุญญากาศใช้ในการวัดความดันด้านเพอร์มิเอตของระบบ ส่วนชั้นที่สองจะเป็นส่วนกลางของโมดูลซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกระบอกประกอบด้วยช่องอยู่สองส่วน ส่วนแรกอยู่ด้านบนจะมีข้อต่อ 2 ทิศทางติดอยู่ โดยที่ข้อต่อแรกจะมีไว้ต่อเข้ากับสารป้อนที่เป็น 95% เอทานอล และในข้อต่ออีกส่วนจะมีไว้เพื่อวนสารป้อนกลับเข้าไปยังส่วนโมดูลด้านล่างที่เป็นช่องส่วนที่สอง ซึ่งบริเวณที่วนสารป้อนเข้าไปยังโมดูลจะติดเกจความดันเพื่อวัดความดันด้านสารป้อนไว้ และมีข้อต่ออีกหนึ่งตัวเพื่อใช้สำหรับเก็บตัวอย่าง



รูปที่ 4.1 โมดูลของเมมเบรน

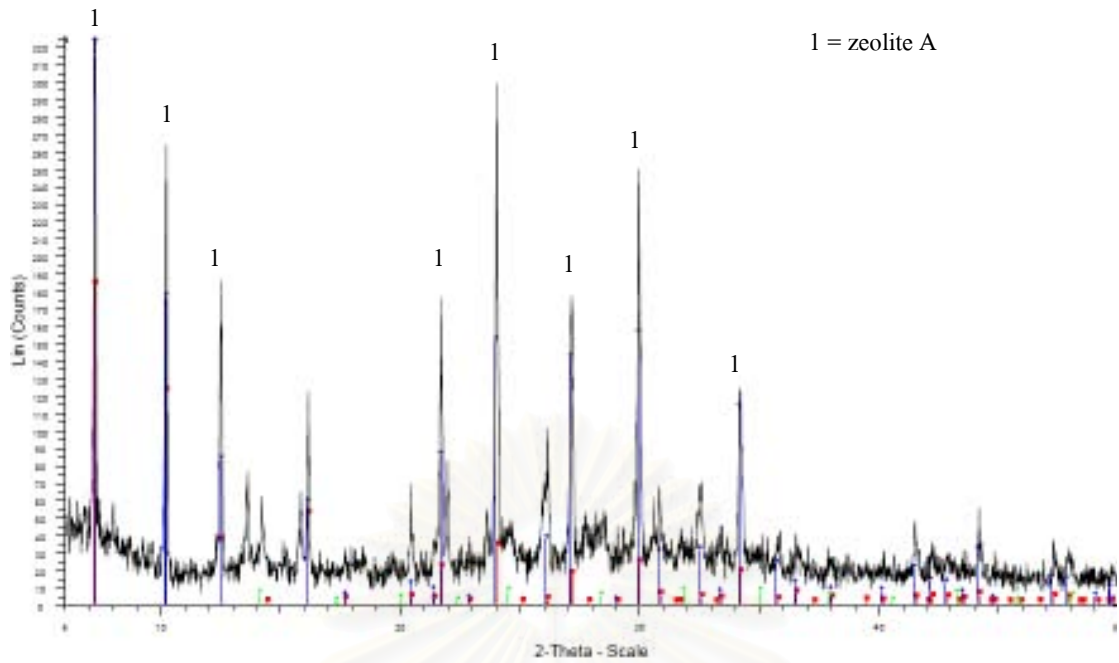
## 4.2 ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซีโอไลต์เอ

ซีโอไลต์เอจะถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลในสารละลายที่มีลักษณะเป็นสารละลายใส โดยศึกษาผลของอุณหภูมิในช่วง 80-100 องศาเซลเซียส และเวลา 1.5-6 ชั่วโมง ในการสังเคราะห์เป็นซีโอไลต์เอ ซึ่งผลการทดลองจะแสดงดังกราฟ XRD รูปที่ 4.2-4.17

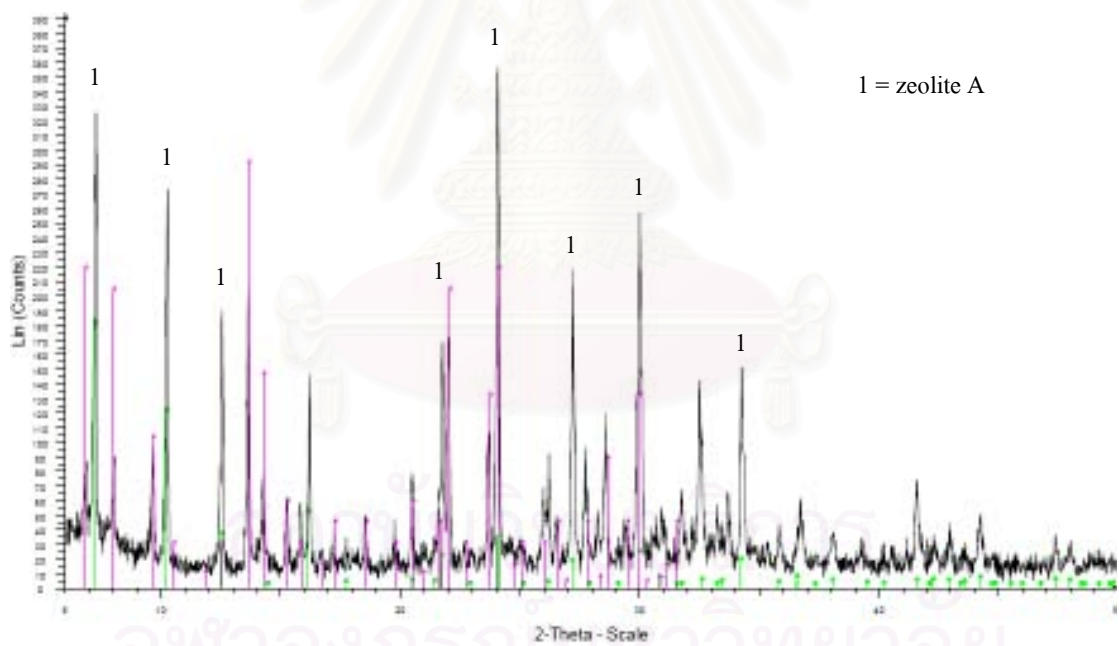
การสังเคราะห์ซีโอไลต์เอโดยทั่วไปเกิดภายใต้ภาวะที่เป็น non equilibrium โดยปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ คือ ชนิดของสาร, การเกิด nucleation, อุณหภูมิและเวลา (Breck, 1974) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองดังรูปที่ 4.2-4.17 โดยพบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์มากขึ้น ความสามารถในการเกิดผลึกของซีโอไลต์เอก็จะมากขึ้นตามไปด้วย โดยสังเกตได้จากกราฟ XRD เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นในแต่ละเวลาที่ทำการสังเคราะห์ จะปรากฏตำแหน่งของพีคจากเครื่อง XRD มากขึ้น ในขณะที่เมื่อสังเกตจากอุณหภูมิเดียวกันจะพบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้น พีคที่ได้จากเครื่อง XRD ก็จะมีมากขึ้นเรื่อยๆ เช่นกัน แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบกับตำแหน่งพีคมาตรฐานของซีโอไลต์เอ (ตำแหน่งพีคของ  $2\theta$  ที่ 7.2, 10.2, 12.5, 16.0, 24.0, 30.0 และ 34.0) จะพบว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง (รูปที่ 4.2-4.3 และ 4.8-4.9) จะเป็นภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เอ และยังพบอีกว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้นที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 80 และ 90 องศาเซลเซียส ตำแหน่งของพีคจากกราฟ XRD จะปรากฏเป็นซีโอไลต์ชนิดอื่นเกิดขึ้นซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Xu และคณะ ในปี 2001

ผลของลักษณะผลึกซีโอไลต์เอที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง เมื่อทำการศึกษาด้วยเครื่อง SEM ผลแสดงดังรูปที่ 4.19-4.20 พบว่าผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง จะมีลักษณะของผลึกที่เป็นทั้งแบบทรงกลม, cubic และรูปร่างที่ไม่แน่นอนเกิดขึ้น ในขณะที่เมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าผลึกจะมีลักษณะเป็น cubic ที่ชัดเจน รวมทั้งแบบทรงกลมเกิดขึ้นด้วยในปริมาณเล็กน้อย นอกจากนี้ยังนำ NaA zeolite จากบริษัท ฟิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ซึ่งผลแสดงดังรูปที่ 4.21

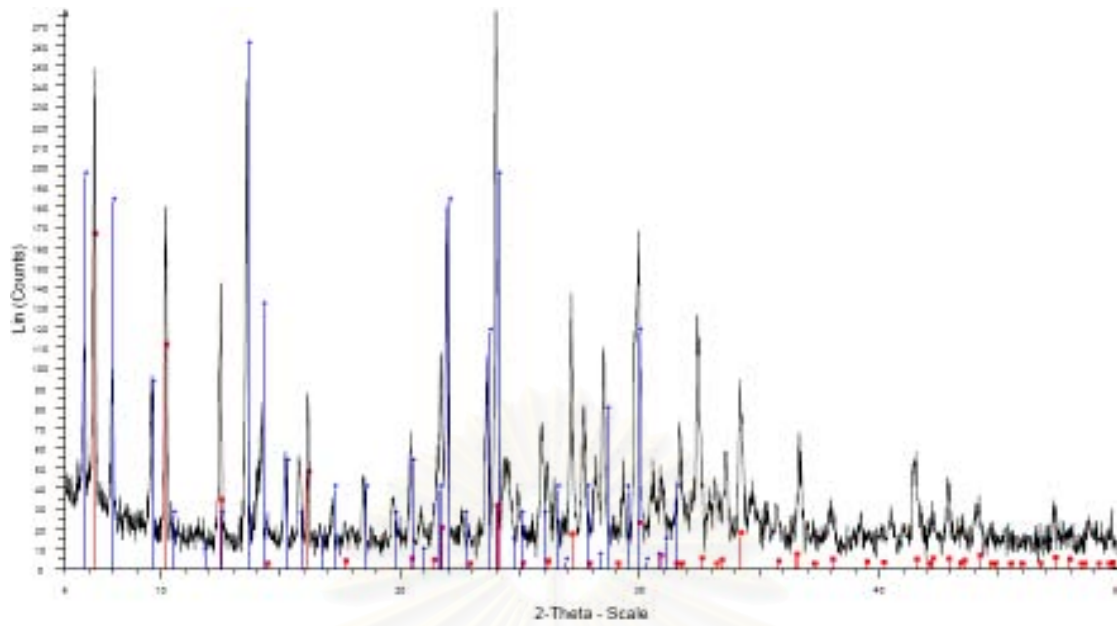




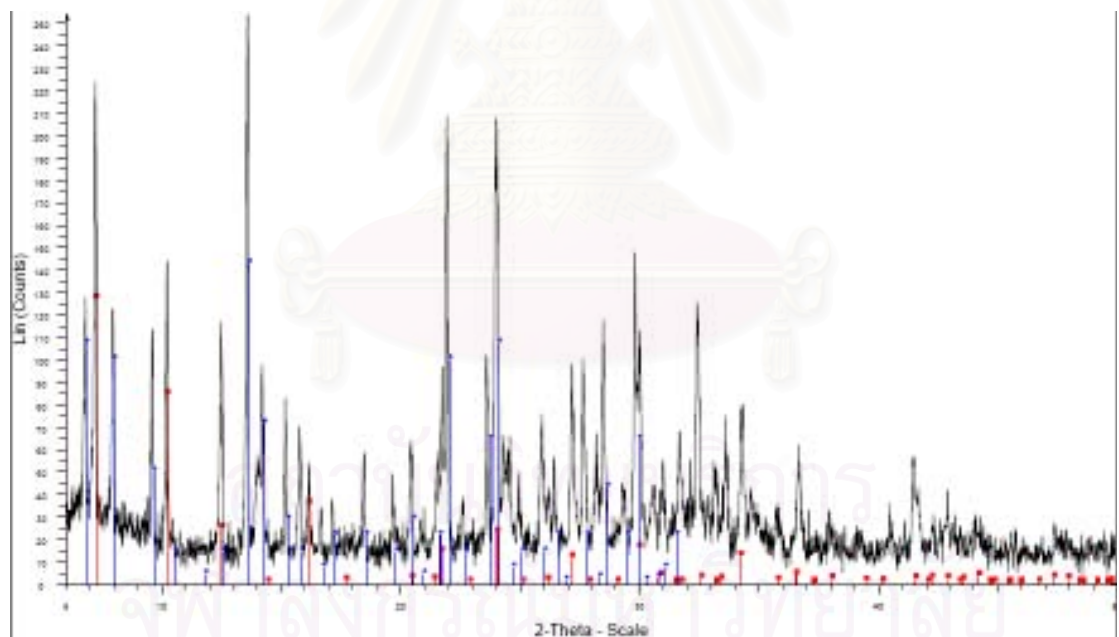
รูปที่ 4.2 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง



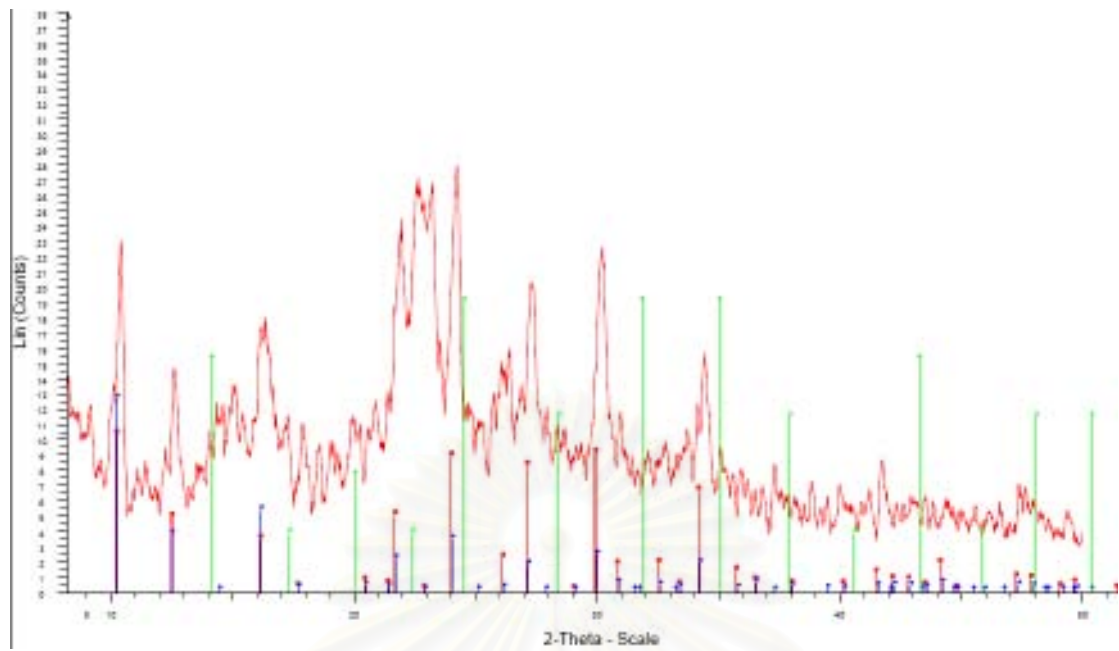
รูปที่ 4.3 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง



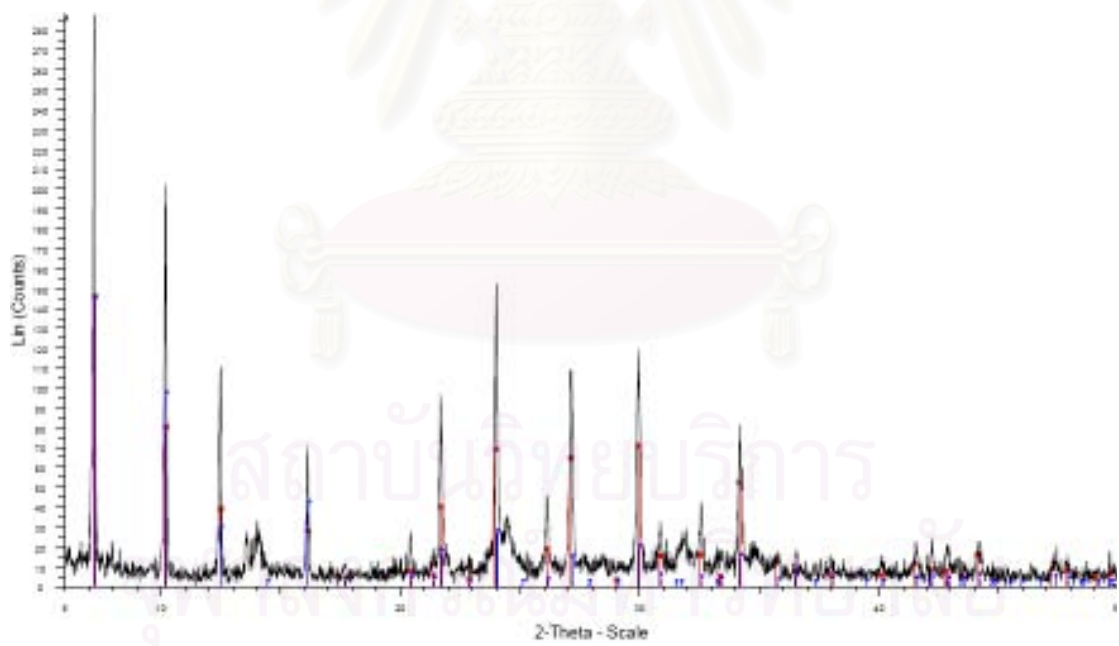
รูปที่ 4.4 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง



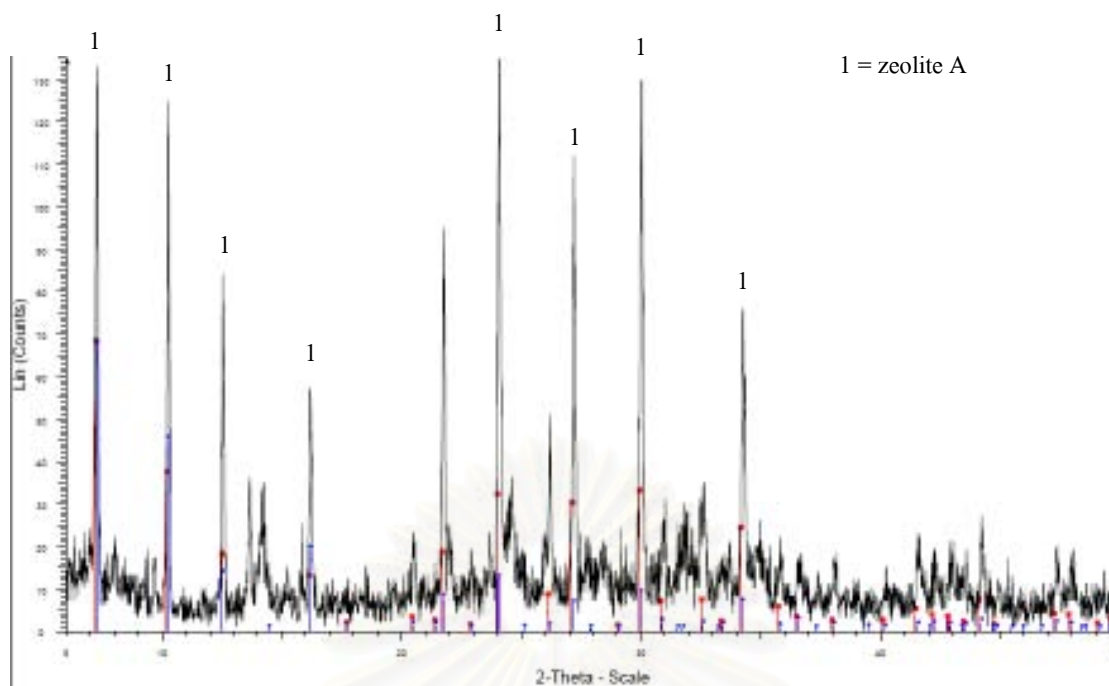
รูปที่ 4.5 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง



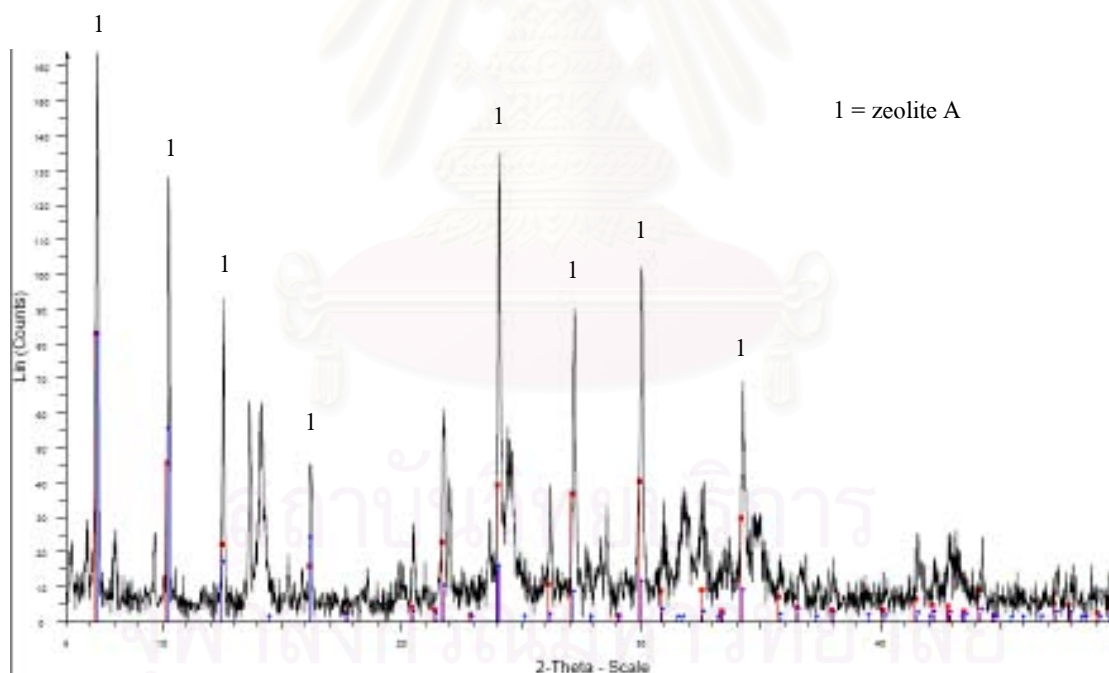
รูปที่ 4.6 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 1.5 ชั่วโมง



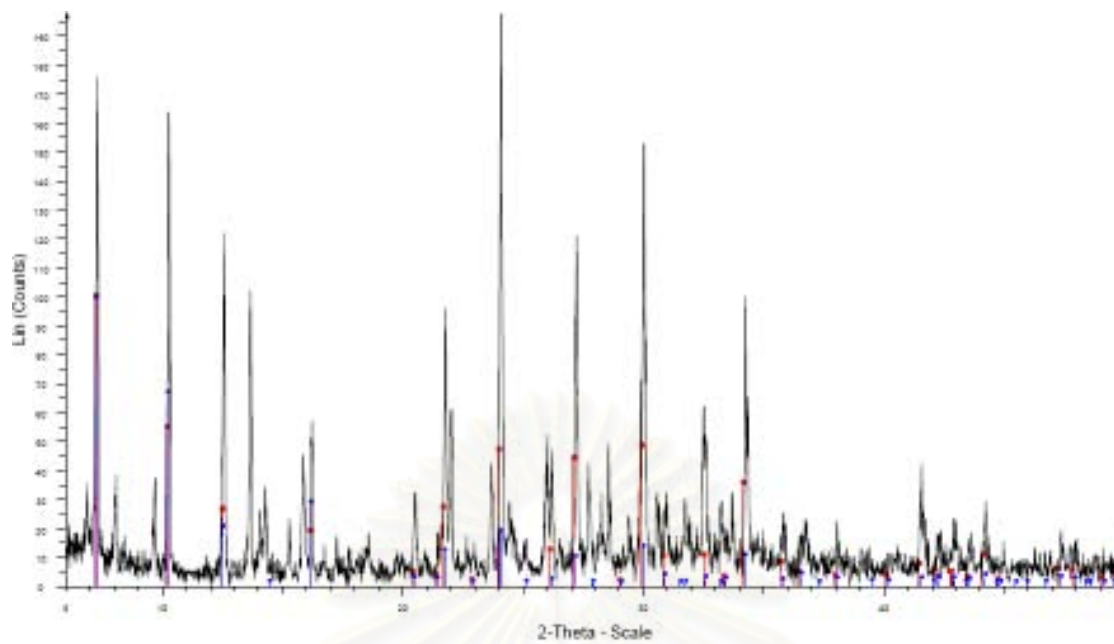
รูปที่ 4.7 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง



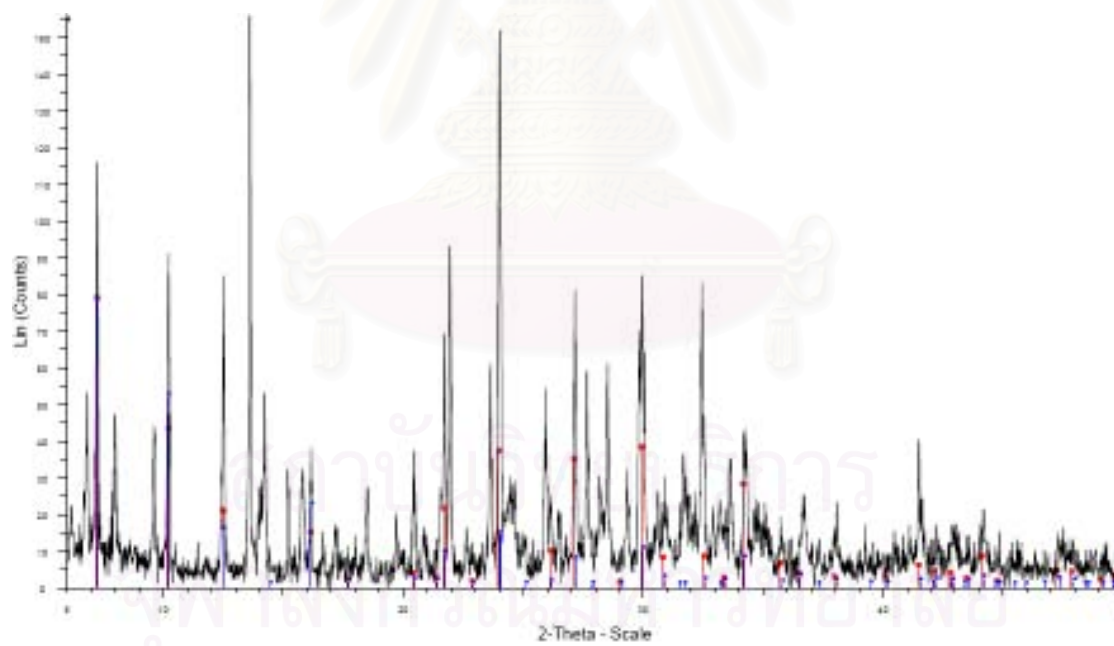
รูปที่ 4.8 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง



รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง

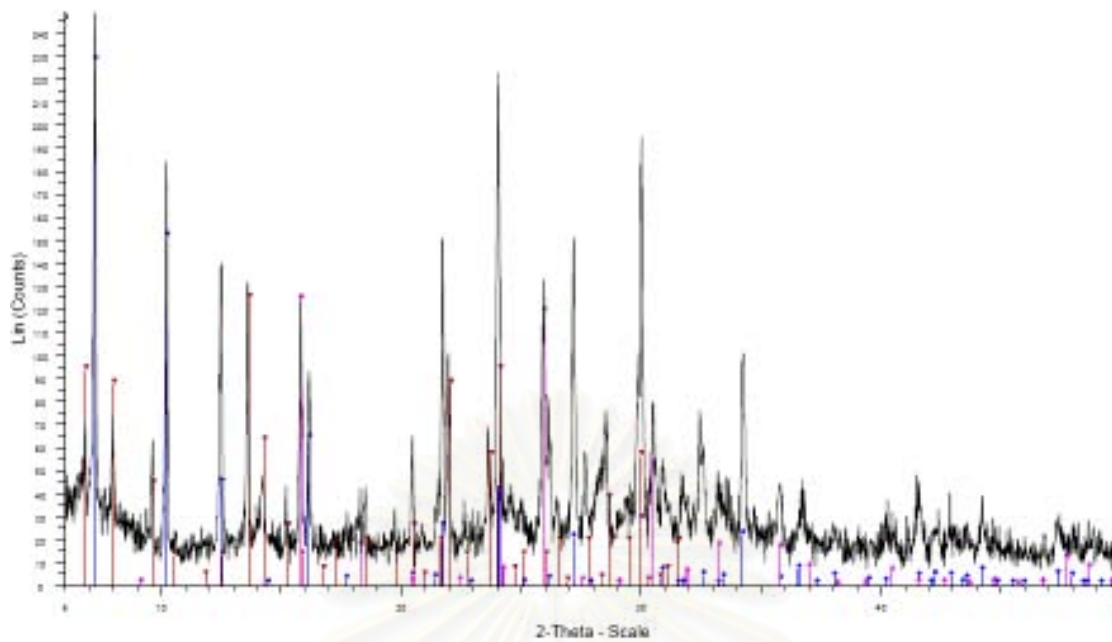


รูปที่ 4.10 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง

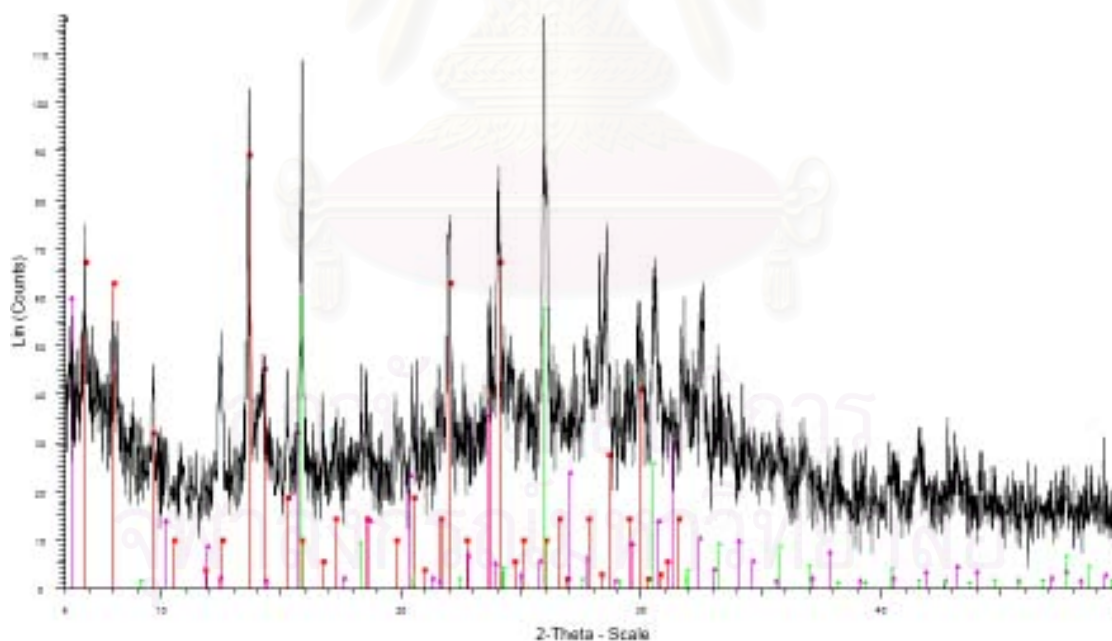


รูปที่ 4.11 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง

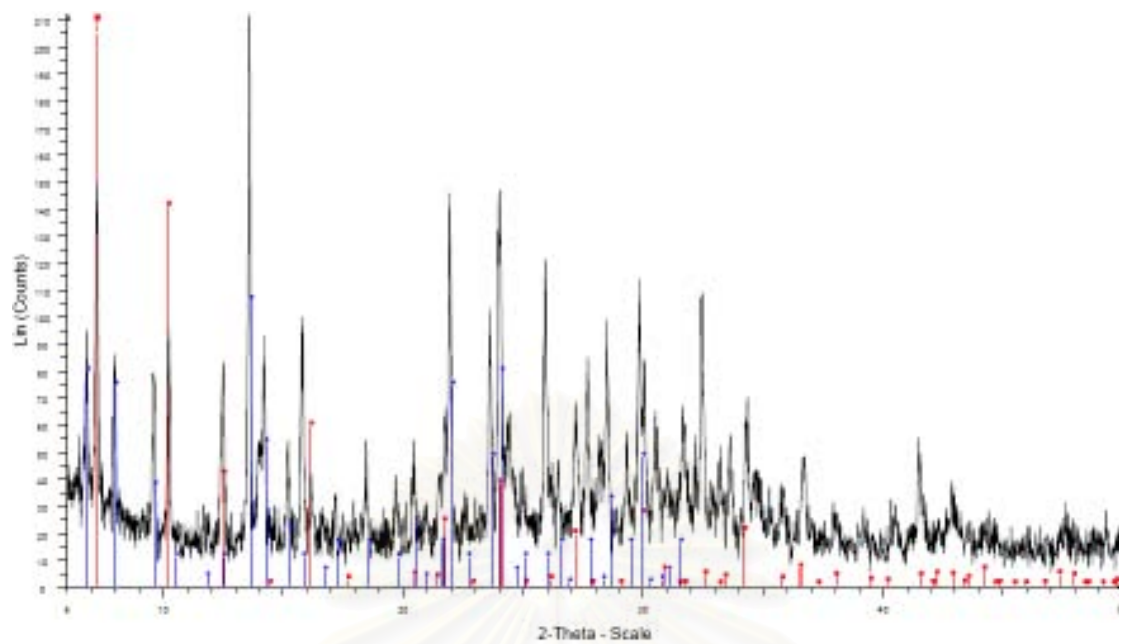




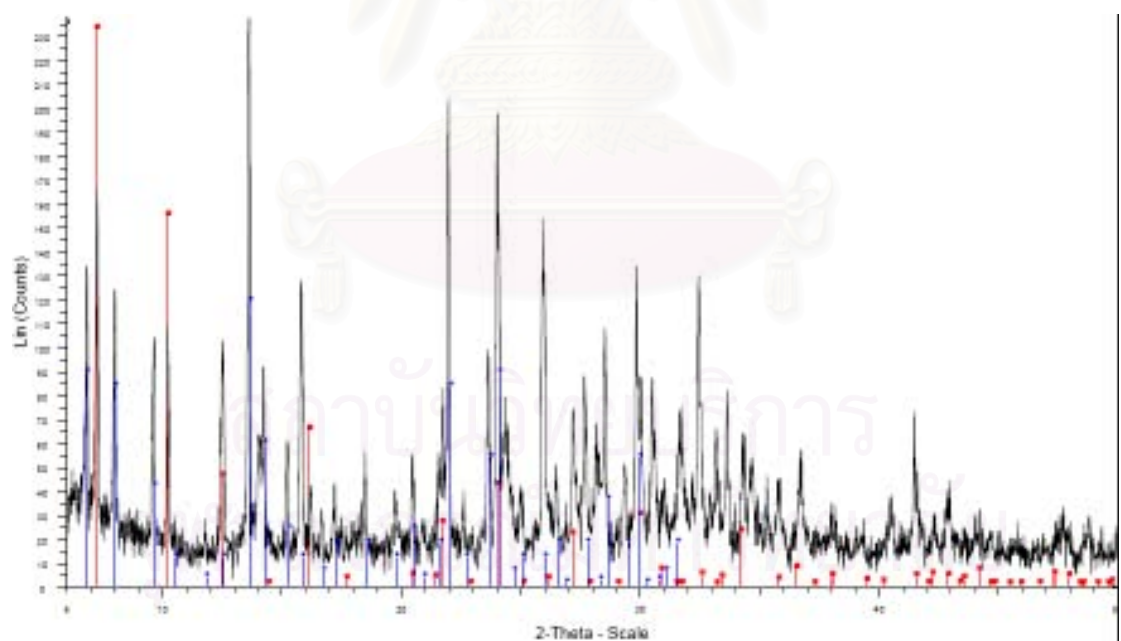
รูปที่ 4.12 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 1.5 ชั่วโมง



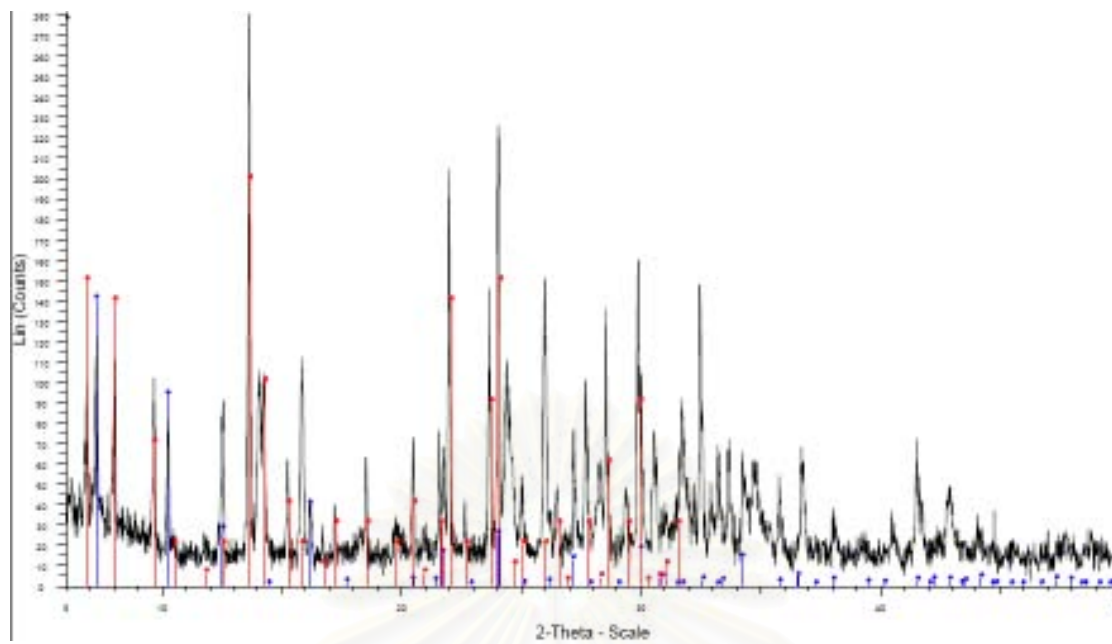
รูปที่ 4.13 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง



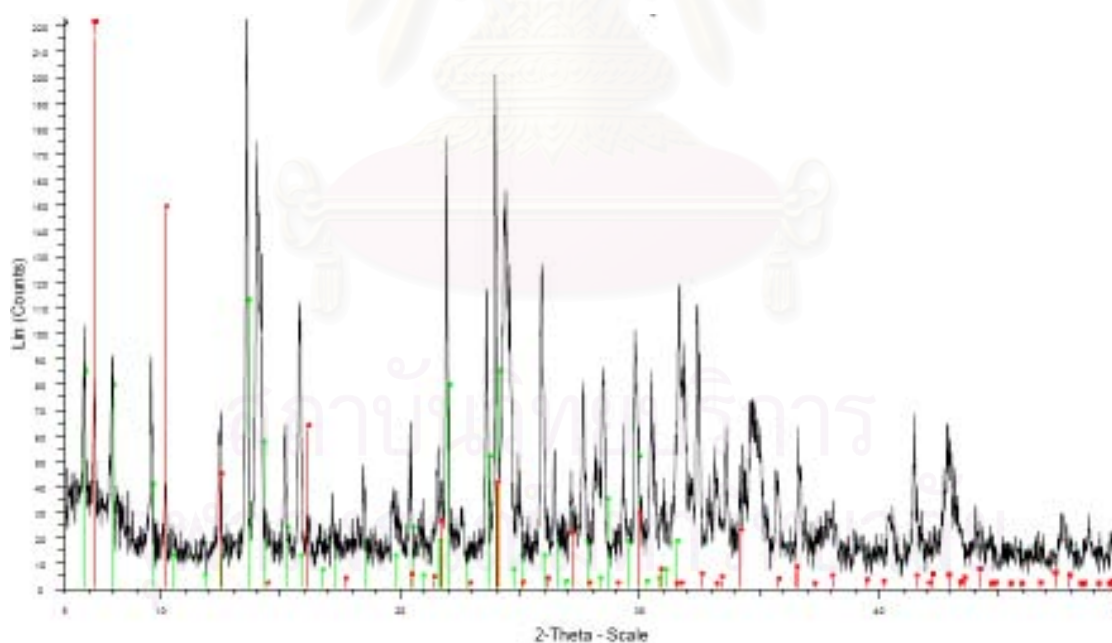
รูปที่ 4.14 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง



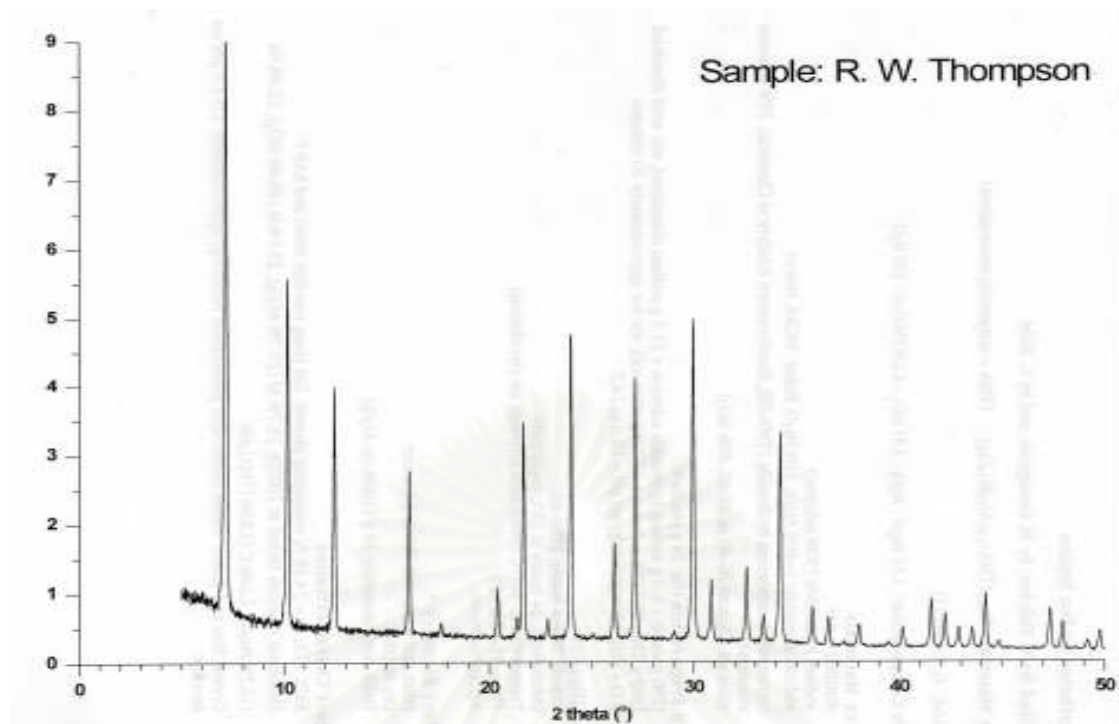
รูปที่ 4.15 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง



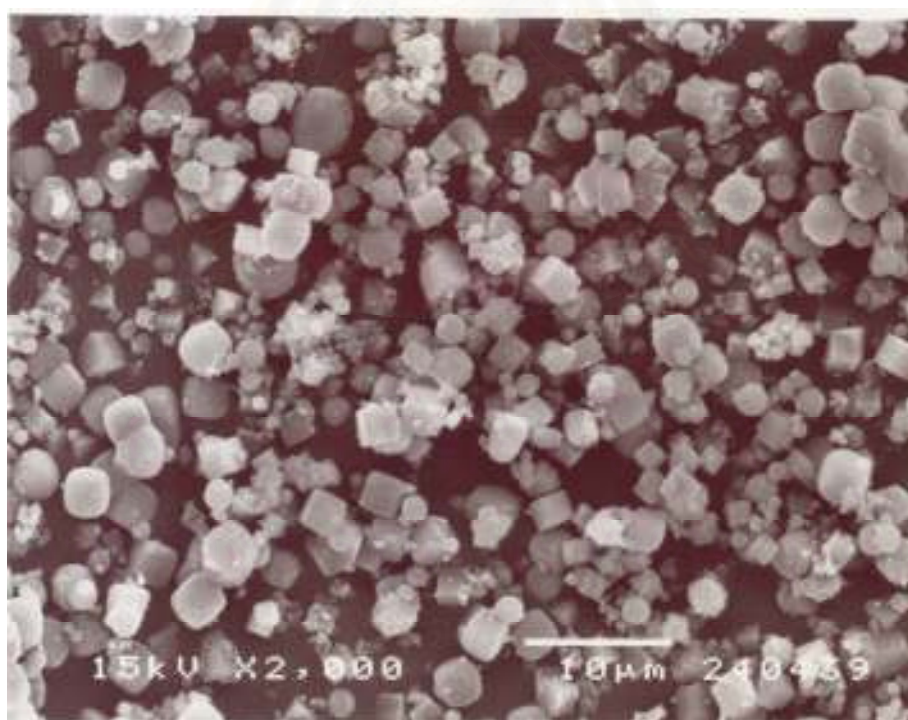
รูปที่ 4.16 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.17 กราฟ XRD ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง

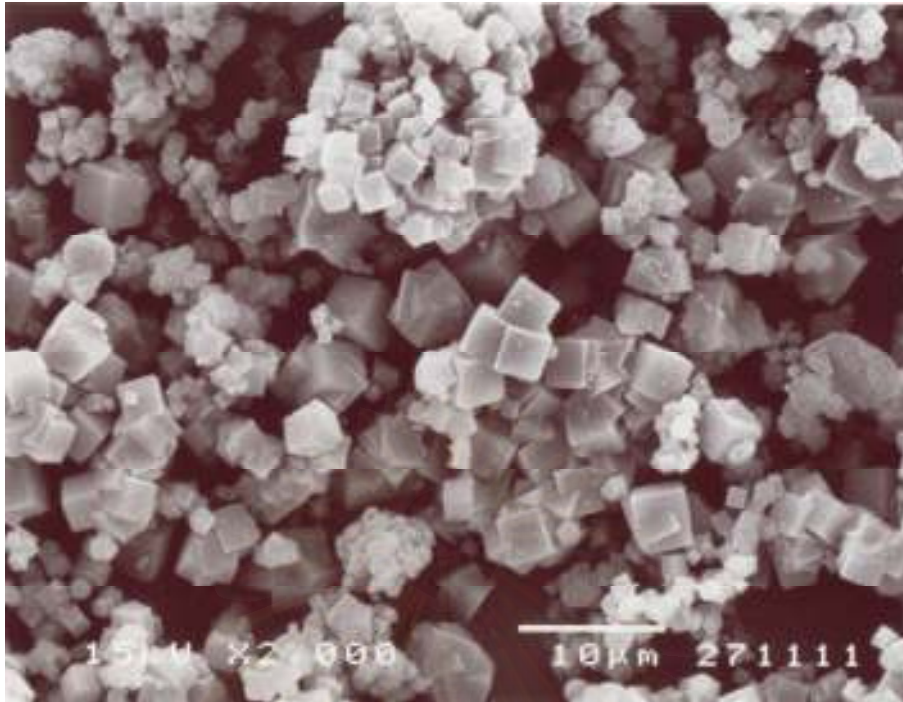


รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของซีโอไลต์เอ

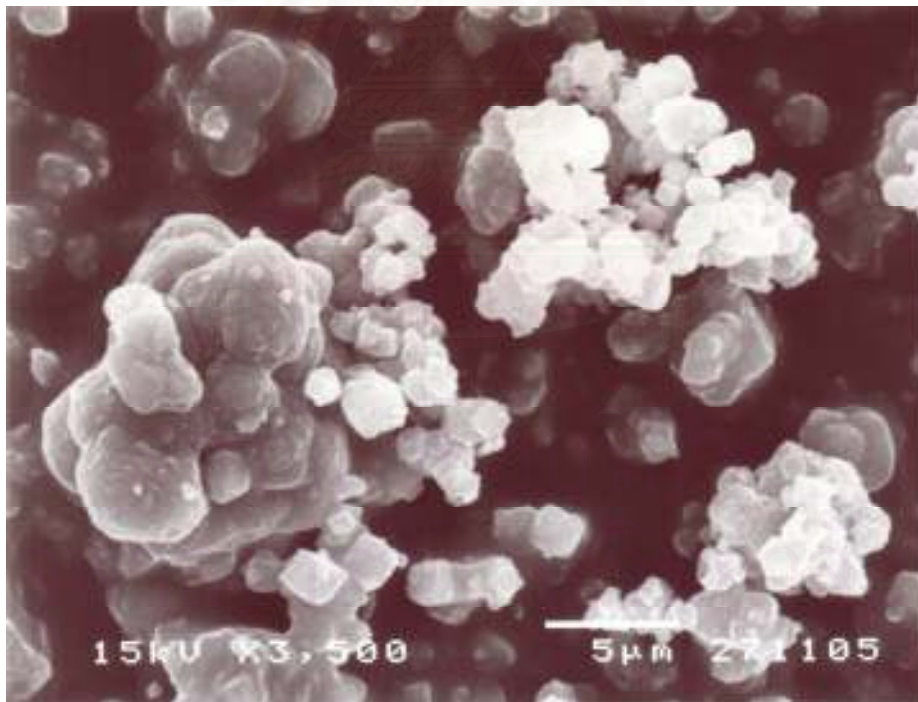


รูปที่ 4.19 ภาพ SEM ของผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง





รูปที่ 4.20 ภาพ SEM ของผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 4.21 ภาพ SEM ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด)



#### 4.2.1 ขนาดผลึกซีโอไลต์เอ

ขนาดของผลึกซีโอไลต์เอที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง ผลแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงขนาดของผลึกและพื้นที่ผิวจำเพาะของซีโอไลต์เอที่เตรียมได้  
เปรียบเทียบกับ NaA zeolite ของบริษัท พีคิว เคมีคอลล์ (ประเทศไทย) จำกัด

ภาวะในการสังเคราะห์ซีโอไลต์	ขนาดของผลึก (ไมโครเมตร)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)
อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง	2.18±0.01	60.3721±0.5323
อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง	4.50±0.02	51.1537±0.1891
อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง	6.05±0.01	2.4041±0.0393
อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง	8.17±0.02	40.6473±0.1304
NaA zeolite	0.88±0.01	67.3486±0.5326

จากตารางที่ 4.1 จะพบว่าที่อุณหภูมิ 80 และ 90 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้น ขนาดของผลึกจะมีขนาดใหญ่ขึ้น และยังพบอีกว่าที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 90 องศาเซลเซียส เมื่อผลึกมีขนาดเล็ก จะส่งผลให้ซีโอไลต์มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่มากขึ้น ซึ่งผลการทดลองที่ได้ให้ผลในลักษณะเดียวกันกับการทดลองของ Gora และ Thompson ในปี 1995 ที่พบว่าขนาดของผลึกซีโอไลต์ขึ้นอยู่กับเวลาในการสังเคราะห์ โดยที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง ขนาดของผลึกจะอยู่ที่ 5.0 ไมโครเมตร

#### 4.2.2 ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม

ปริมาณของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมในซีโอไลต์เอที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง สามารถวิเคราะห์ได้จากการใช้เครื่อง X-Ray fluorescence ผลแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของผลึกซีโอไลต์เอทีเตรียมได้  
เปรียบเทียบกับ NaA zeolite ของบริษัท พีคิว เคมิคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด

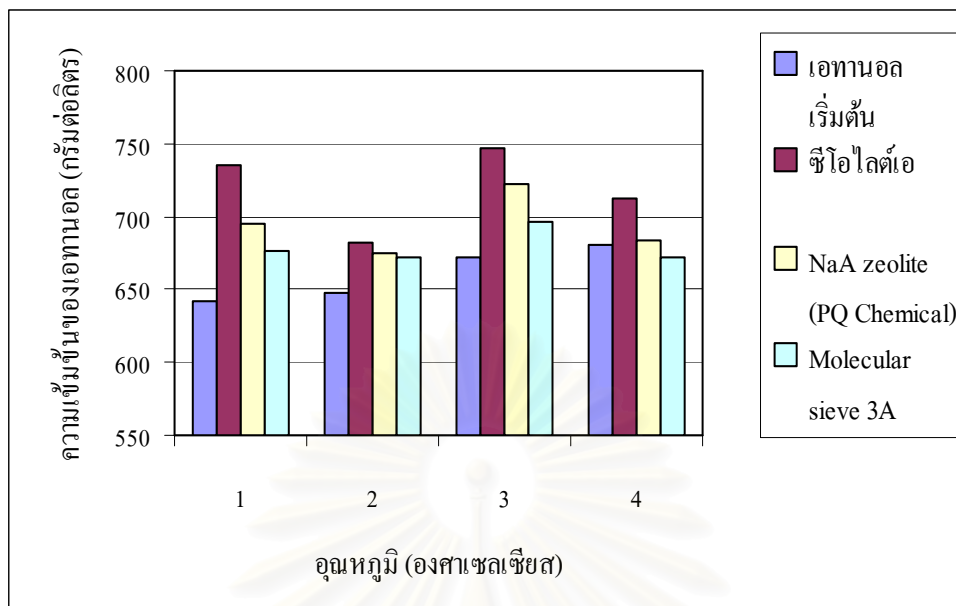
ภาวะในการสังเคราะห์ซีโอไลต์	ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม
อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง	1.29
อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง	1.31
อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง	1.36
อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง	1.48
NaA zeolite	1.43

จากตารางที่ 4.2 จะพบว่าที่อุณหภูมิ 80 และ 90 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้น ปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมจะมีปริมาณที่เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน

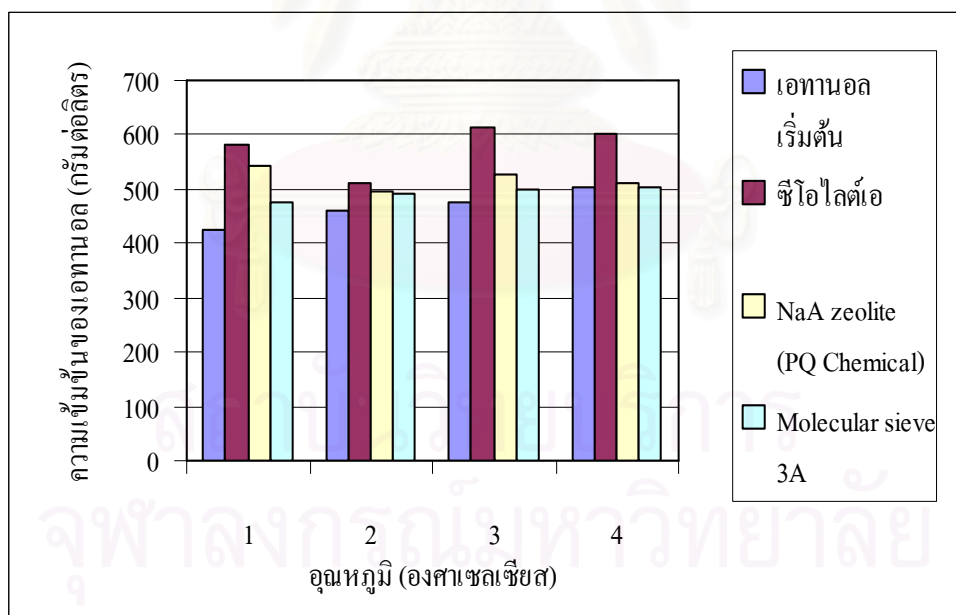
#### 4.3 ผลึกซีโอไลต์เอทีในการแยกน้ำออกจากเอทานอล

นำซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์มาทำการแยกน้ำออกจากเอทานอลที่อุณหภูมิ 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที และ 60 นาที แล้วนำมาหาความเข้มข้นของเอทานอล ผลการทดลองแสดงดังกราฟรูปที่ 4.22-4.23

จากกราฟรูปที่ 4.22-4.23 แสดงผลของอุณหภูมิต่อซีโอไลต์ในแบบต่างๆ พบว่าเมื่อนำมาทำการทดสอบที่เวลา 30 นาที ซีโอไลต์เอทีเตรียมขึ้นในวิธีการทดลองที่ 3.2.1 จะให้ความเข้มข้นของเอทานอลเพิ่มขึ้นมากที่สุดในทุกอุณหภูมิที่ทำการทดลองเมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของเอทานอลเริ่มต้นและความเข้มข้นของเอทานอลที่ผ่านการแยกน้ำจากเอทานอลด้วย NaA zeolite และ molecular sieve 3A โดยที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสจะให้ความเข้มข้นของเอทานอลสูงสุดคือ  $747.15 \pm 2.36$  กรัมต่อลิตร (เพิ่มขึ้น 11.23%) สำหรับเวลาทำการทดสอบ 60 นาที ก็พบว่าซีโอไลต์เอทีเตรียมขึ้นในวิธีการทดลองที่ 3.2.1 จะให้ความเข้มข้นของเอทานอลเพิ่มขึ้นมากที่สุดในทุกอุณหภูมิที่ทำการทดลองเมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของเอทานอลเริ่มต้นและความเข้มข้นของเอทานอลที่ผ่านการแยกน้ำจากเอทานอลด้วย NaA zeolite และ molecular sieve 3A เช่นกัน โดยที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสจะให้ความเข้มข้นของเอทานอลสูงสุดเช่นกันคือ  $614.63 \pm 2.35$  กรัมต่อลิตร (เพิ่มขึ้น 29.48%) ดังแสดงในตารางที่ ค.1-2 (ภาคผนวก ค)



รูปที่ 4.22 ผลของอุณหภูมิต่อซีโอไลต์ในการแยกน้ำจากเอทานอลที่เวลาในการทดลอง 30 นาที (โดยที่ 1, 2, 3 และ 4 คือ อุณหภูมิ 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส)



รูปที่ 4.23 ผลของอุณหภูมิต่อซีโอไลต์ในการแยกน้ำจากเอทานอลที่เวลาในการทดลอง 60 นาที (โดยที่ 1, 2, 3 และ 4 คือ อุณหภูมิ 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส)

#### 4.4 การเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์แมมเบรน

โซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์แมมเบรนที่ใช้ในการทดลองนี้มีโครงสร้างแบบเชิงประกอบ (composite membrane) แสดงดังรูปที่ 4.24-4.25 ซึ่งประกอบด้วยชั้นรองรับคือเซรามิกที่เป็น cristobalite มีขนาดความยาว 23.5 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 3.5 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 5 เซนติเมตร และมีรูพรุน 0.3 ไมครอนหรือ corundum ที่มีขนาดความยาว 15 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.8 เซนติเมตร และมีรูพรุน 0.3 ไมครอน ซึ่งเมื่อนำชั้นรองรับไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray diffraction ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.26-4.27 และเมื่อนำไปทำการศึกษาถึงพื้นผิวของชั้นรองรับด้วยเครื่อง scanning electron microscope (SEM) จะได้ผลดังรูปที่ 4.28-4.29

สำหรับชั้นรองรับที่ผ่านกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 และ 3 ชั่วโมง แสดงดังกราฟ XRD รูปที่ 4.30-4.33 ซึ่งพบว่าแมมเบรนที่มีชั้นรองรับเป็น cristobalite ที่ทำการ synthesis ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมงจะปรากฏตำแหน่งของพีค XRD ตรงกับตำแหน่งของชั้นรองรับที่เป็น cristobalite และมีตำแหน่งของพีคซึ่งตรงกับซีโอไลต์เอขึ้นบ้างเล็กน้อย (รูปที่ 4.30) ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะที่สังเกตได้จากการใช้เครื่อง SEM ที่มีลักษณะของผลึกเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย (รูปที่ 4.34) แต่เมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้นคือที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง ตำแหน่งของพีคที่ได้จากกราฟ XRD จะปรากฏทั้งของชั้นรองรับและของซีโอไลต์เอที่มี intensity สูงมากขึ้น แต่ก็ยังปรากฏตำแหน่งพีคอื่นๆ ปะปนขึ้นมาด้วย (รูปที่ 4.31) รวมทั้งผลึกที่ได้จากการใช้เครื่อง SEM ก็มีลักษณะเป็น cubic ขึ้นปกคลุมชั้นรองรับมากขึ้น (รูปที่ 4.35) แต่อย่างไรก็ตาม แมมเบรนทั้งสองอันที่เตรียมขึ้นยังพบปัญหาการละลายและหลุดร่อนของพื้นผิวชั้นรองรับ รวมทั้งการแตก (cracking) ของผลึกที่เกิดขึ้นบนชั้นรองรับด้วย (รูปที่ 4.36 ตามตำแหน่งของลูกศร) ในการทดลองจึงทำการเปลี่ยนชั้นรองรับที่เป็น corundum มาใช้แทน ซึ่งแมมเบรนที่มีชั้นรองรับเป็น corundum ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมงจะปรากฏตำแหน่งของพีค XRD ตรงกับตำแหน่งของชั้นรองรับและมีตำแหน่งของพีค XRD ซึ่งตรงกับซีโอไลต์เอ แต่ก็ยังมีตำแหน่งของพีค XRD ที่ตำแหน่งอื่นๆ ปะปนขึ้นมาด้วย (รูปที่ 4.32) ซึ่งสังเกตได้จากผลึกที่เกิดขึ้น การใช้เครื่อง SEM ที่มีลักษณะของผลึกทั้งที่เป็น cubic เกิดขึ้นและมีผลึกรูปร่างแบบอื่นปรากฏขึ้นเช่นกัน (รูปที่ 4.37) แต่เมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้นคือที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมงจะปรากฏตำแหน่งของพีค XRD ที่เป็นของชั้นรองรับที่เป็น corundum และพีค XRD ที่เป็นของซีโอไลต์เอปรากฏอยู่ (รูปที่ 4.33) ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากเครื่อง SEM ที่มีผลึกของซีโอไลต์เอที่มีรูปร่างเป็น cubic ขึ้นปกคลุมทั่วทั้งชั้นรองรับ (รูปที่ 4.38) ซึ่งผลการทดลองที่ได้ให้ผลในลักษณะเดียวกันกับการทดลองของ Xu และคณะ ในปี 2001 ที่ทำการสังเคราะห์โซเดียมอะลูมินา

ซีโอไลต์เมมเบรนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง และได้เมมเบรนที่มีลักษณะของผลึกเป็น cubic ที่สมบูรณ์ แต่อย่างไรก็ตามปัญหาของการแตกของผลึกก็ยังปรากฏอยู่ รวมทั้งผลึกที่เกิดขึ้นก็ยังพบอีกว่าจะปรากฏลักษณะแบบอื่นๆ ขึ้นแตกต่างกันออกไปในแต่ละส่วนของชั้นรองรับ แต่ก็พบเพียงปริมาณเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเกิดจากการควบคุมอุณหภูมิของตู้อบที่ไม่สม่ำเสมอ รวมทั้งชั้นรองรับที่อาจไม่มีความเหมาะสมต่อการเกิดของผลึกซีโอไลต์ ซึ่งเมื่อทำการเปรียบเทียบกับผลการทดลองของ Kondo และคณะ ในปี 1997 หรือ Mansoor และคณะ ในปี 2004 ที่ทำการสังเคราะห์โซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนที่มีชั้นรองรับเป็น mullite จะมีความสมบูรณ์ของเมมเบรนมากขึ้น และมีลักษณะของผลึกที่เป็น cubic ปรากฏมากขึ้นด้วย



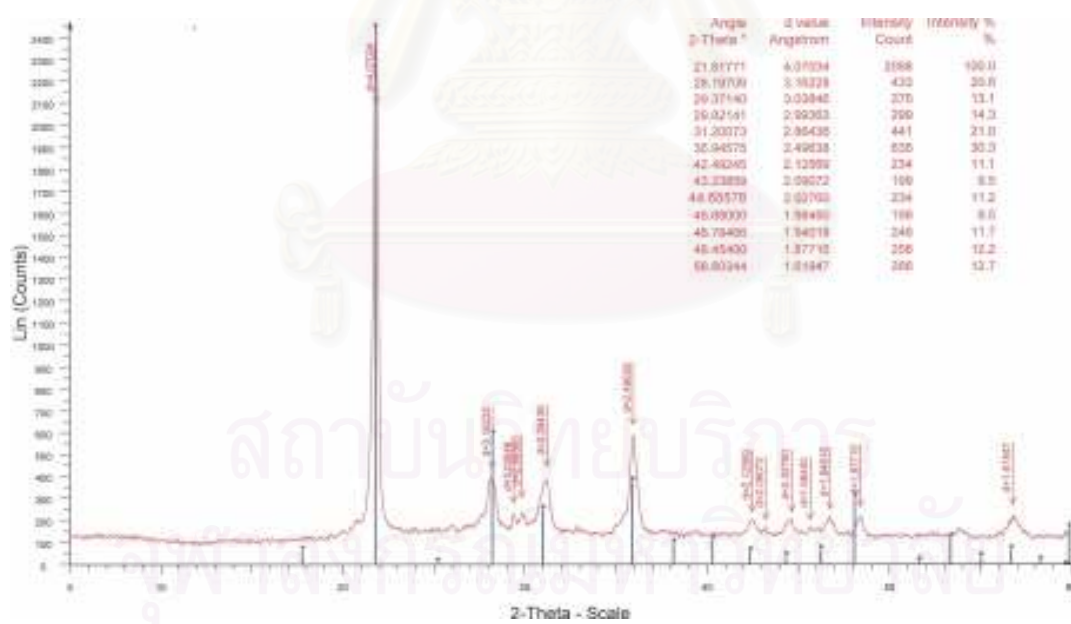
รูปที่ 4.24 โซเดียมอะลูมิโนซีโอไลต์เมมเบรนบนชั้นรองรับ cristobalite

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

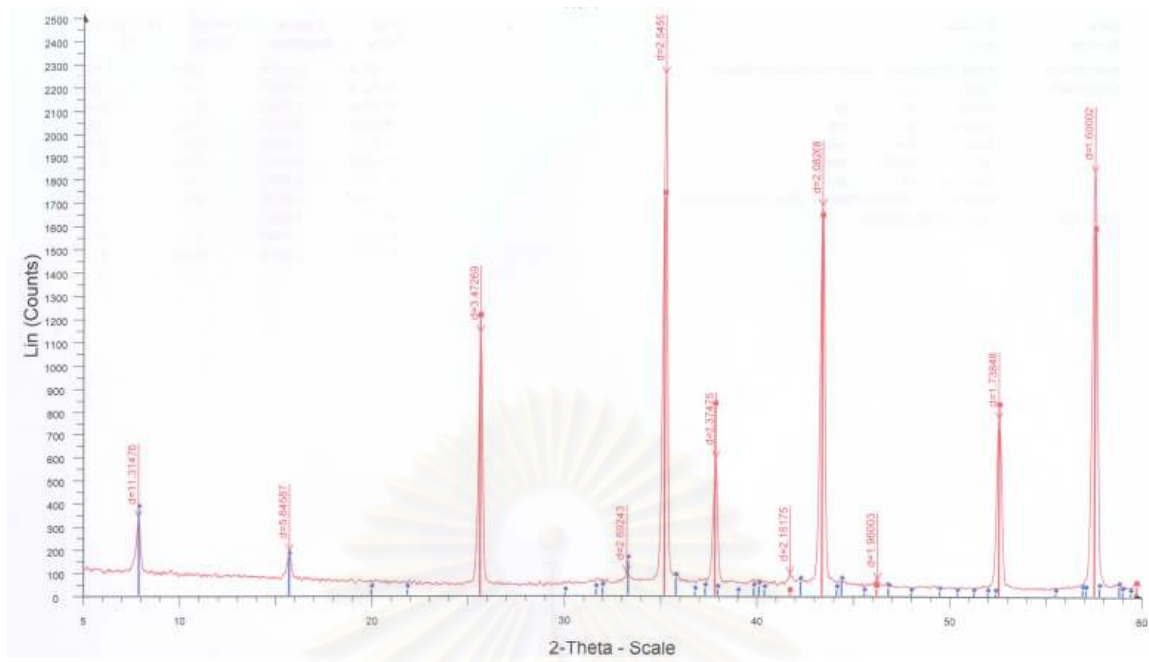




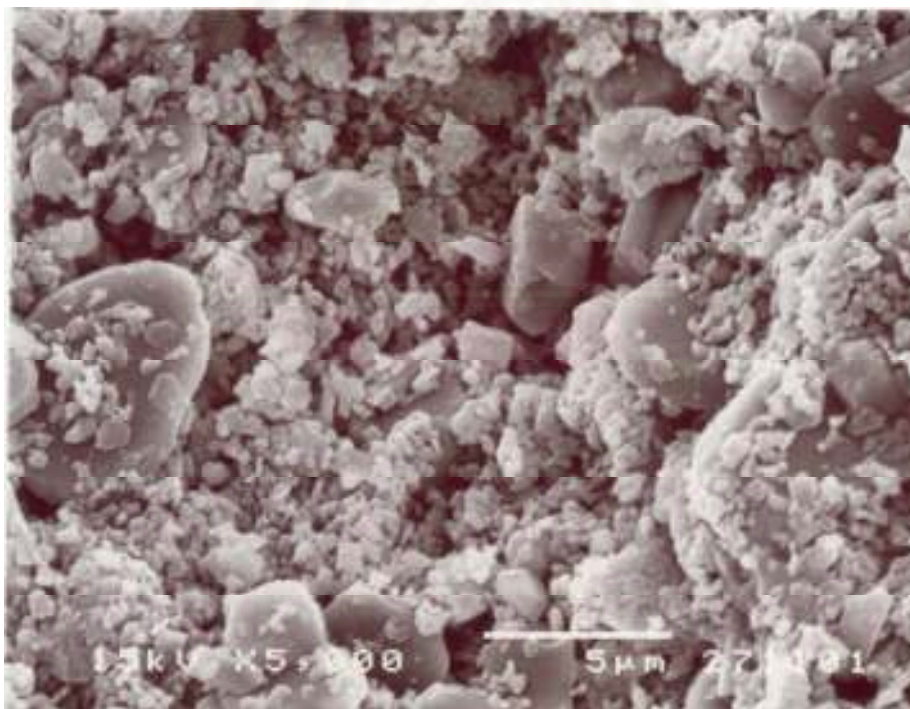
รูปที่ 4.25 โขเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนบนชั้นรองรับ corundum



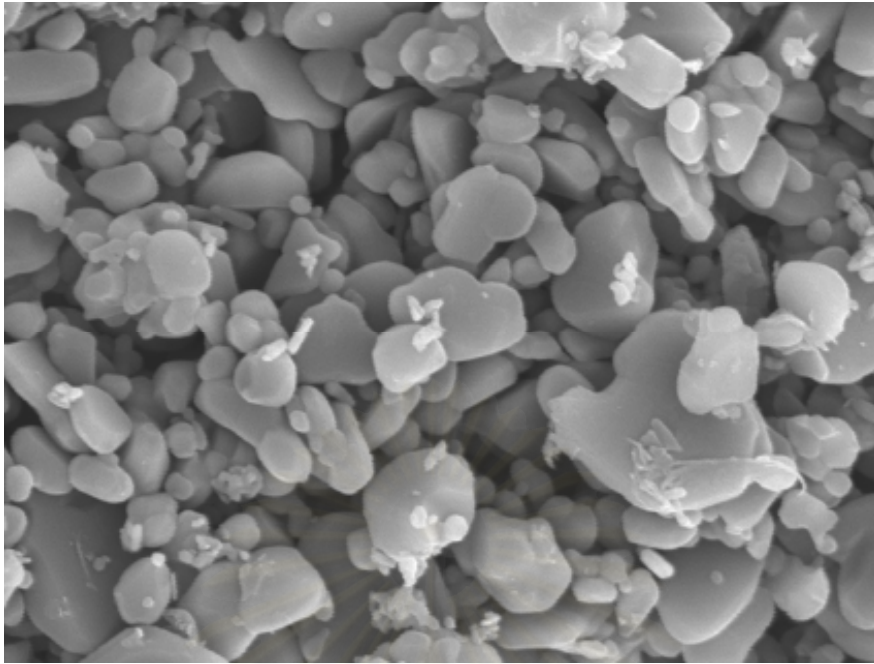
รูปที่ 4.26 กราฟ XRD ของชั้นรองรับ cristobalite



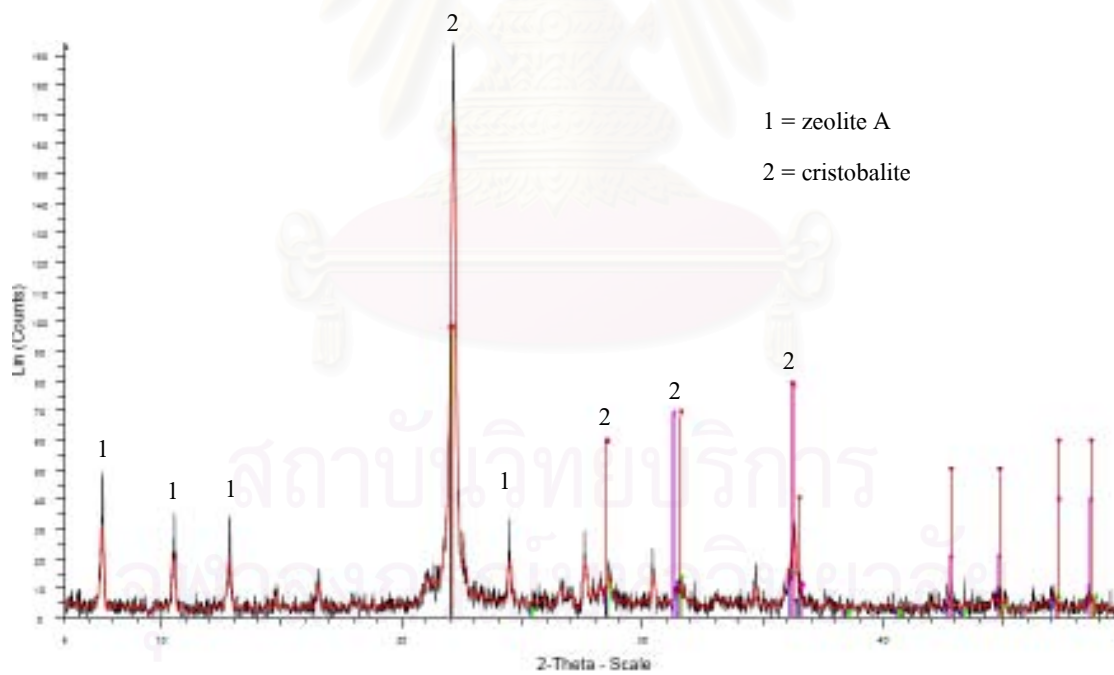
รูปที่ 4.27 กราฟ XRD ของชั้นรองรับ corundum



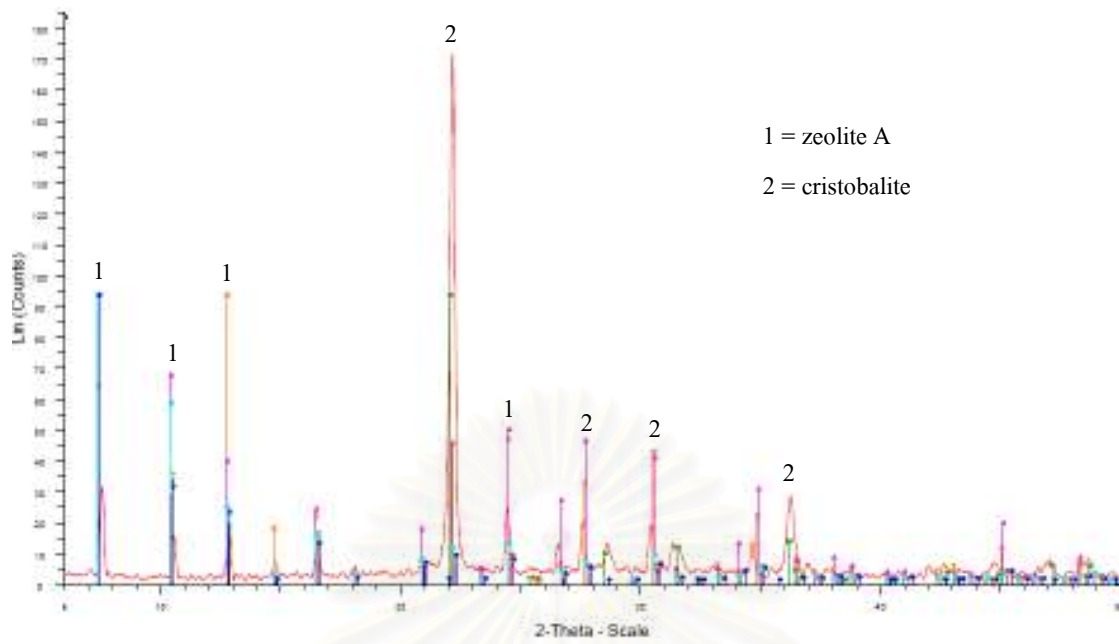
รูปที่ 4.28 ภาพ SEM ของชั้นรองรับ cristobalite



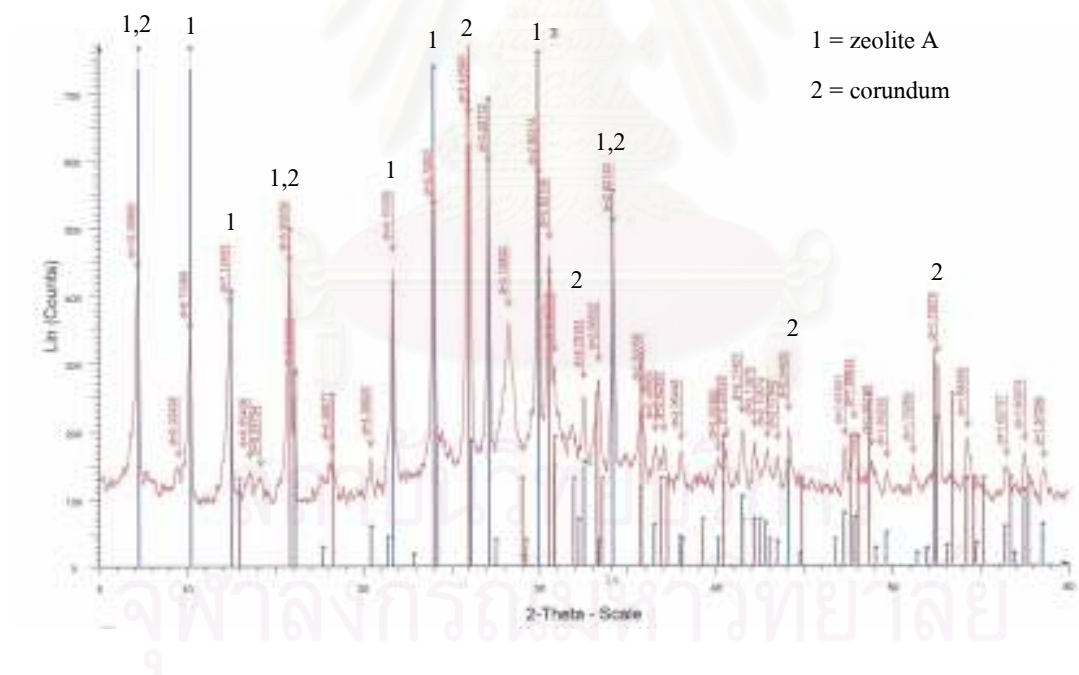
รูปที่ 4.29 ภาพ SEM ของชั้นรองรับ corundum



รูปที่ 4.30 กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมิโนซิลิเกตที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง

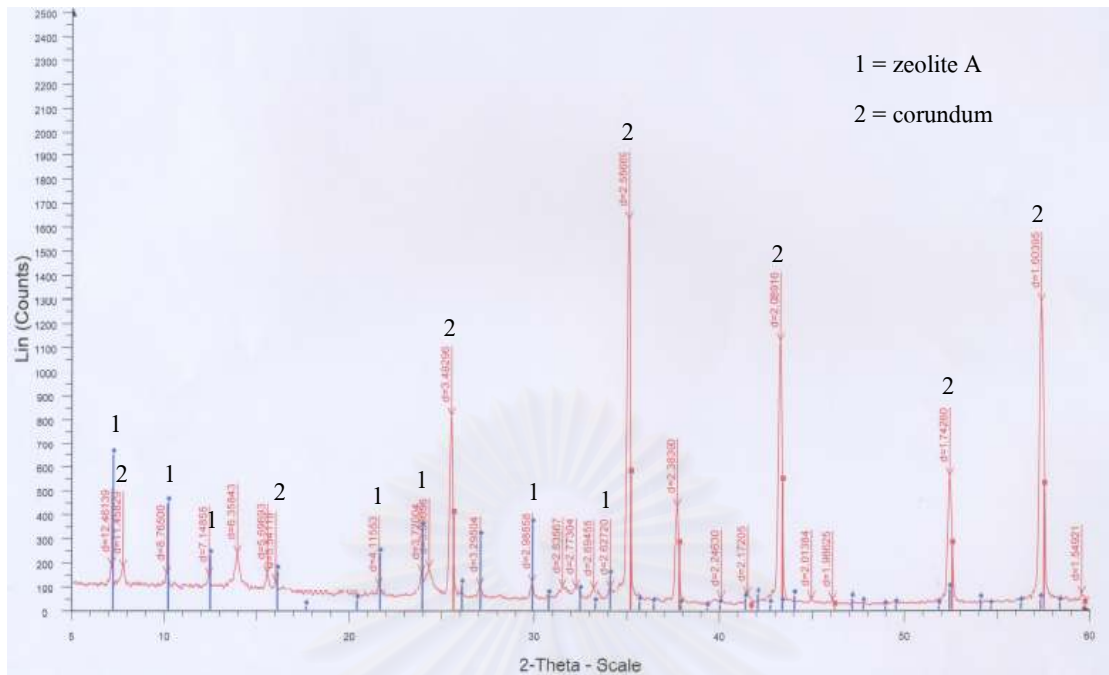


รูปที่ 4.31 กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง

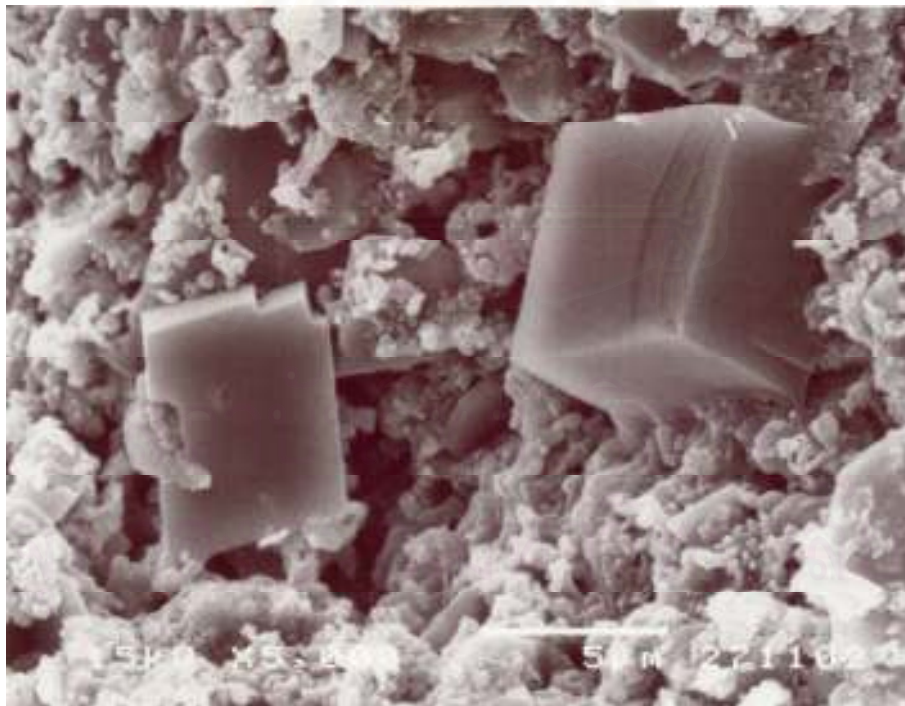


รูปที่ 4.32 กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง



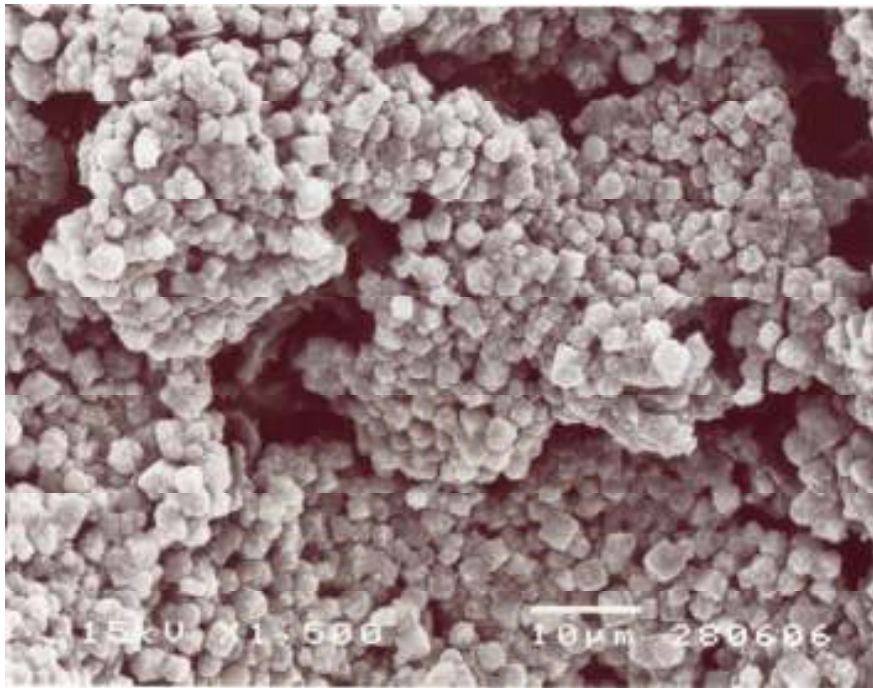


รูปที่ 4.33 กราฟ XRD ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง

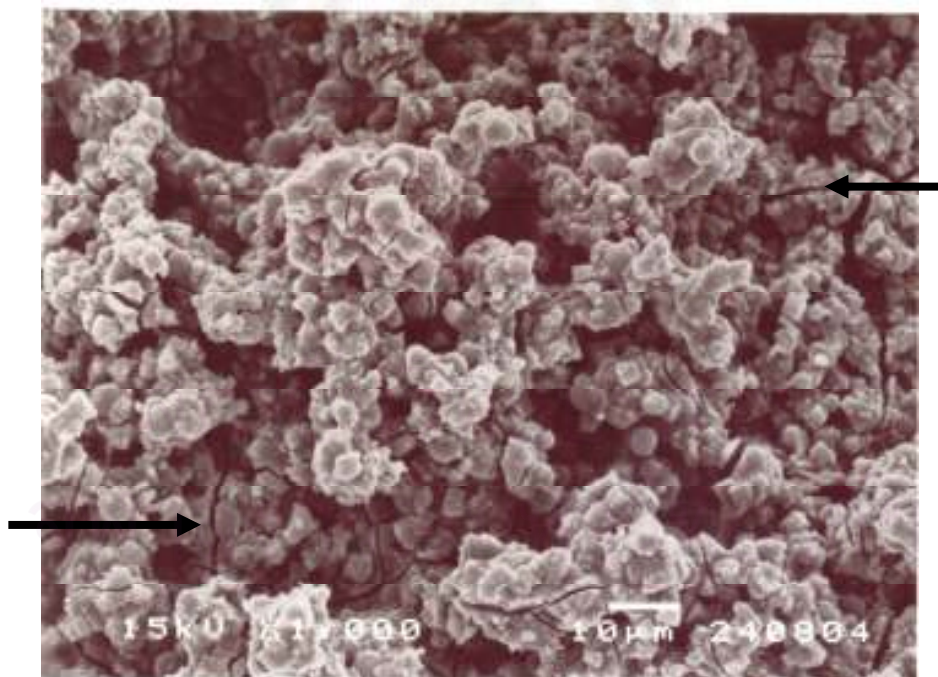


รูปที่ 4.34 ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง

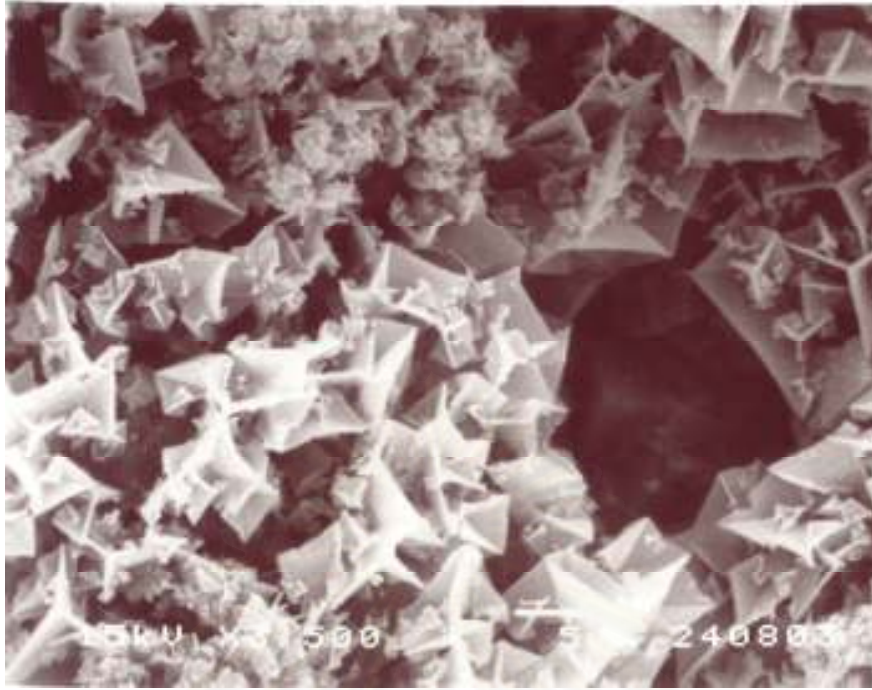




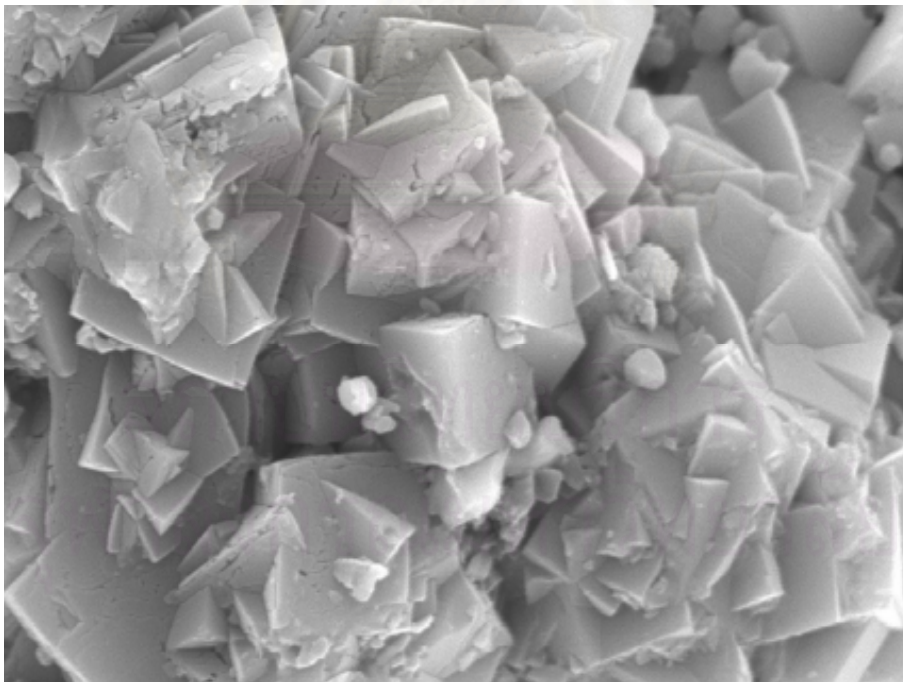
รูปที่ 4.35 ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมินาซีโอดีเมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 4.36 ภาพ SEM ของรอยแตกโซเดียมอะลูมินาซีโอดีเมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 4.37 ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง



รูปที่ 4.38 ภาพ SEM ของโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง

#### 4.5 กระบวนการเพอร์แวกพอร์ซัน

ในการทดลองนี้ทำการเลือกโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง มาใช้ในการทดสอบกระบวนการเพอร์แวกพอร์ซัน ซึ่งพบว่าเมื่อทำการป้อนสารที่เป็นเอทานอล 95% ผ่านเข้าไปยังโมดูลจนเต็ม โมดูล แล้วทำการเปิดปั๊ม สูญญากาศพบว่ามีเอทานอลในสถานะของเหลวผ่านไปยังด้านเพอร์มิเอตของระบบตลอดในระยะเวลาที่ทดสอบกระบวนการเพอร์แวกพอร์ซันเป็นเวลา 30 นาที จึงคาดว่าเมมเบรนน่าจะมี defect จากการ cracking ซึ่งสังเกตได้จากการนำเมมเบรนไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM นอกจากนี้การที่เอทานอลสามารถผ่านไปยังด้านเพอร์มิเอตอาจเกิดจากอีกหนึ่งสาเหตุ คือการที่เมมเบรนมีผลึกของซีโอไลต์เอซึ้นปกคลุมไม่ทั่วทั้งชั้นรองรับ อีกทั้งมีลักษณะของผลึกชนิดอื่นซึ้นปกคลุมด้วย จึงทำให้ไม่สามารถแยกเอทานอลกับน้ำออกจากกันได้ แต่อย่างไรก็ตามได้ทำการนำเอทานอลที่วนอยู่ในระบบทั้งด้านรีเทนเทรตและด้านเพอร์มิเอตไปทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลพบว่าด้านรีเทนเทรตมีความเข้มข้นของเอทานอลสูงซึ้นแต่ไม่มากนักคือ จากความเข้มข้นของเอทานอลเริ่มต้น 521.10 กรัมต่อลิตร ส่วนด้านรีเทนเทรตมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเป็น 539.11 กรัมต่อลิตร ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองของ Mansoor และคณะในปี 2004 ที่ทำการสังเคราะห์โซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนหลายครั้ง (multistage synthesis) พบว่าจะทำให้มีความสามารถในการแยกน้ำจากตัวทำละลายได้ดีมากขึ้น



## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย

1. ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซีโอไลต์เอจากสารละลายที่มีลักษณะเป็น clear solution ด้วยวิธี hydrothermal method อยู่ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง หรือที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งสังเกตได้จากตำแหน่งของกราฟ XRD เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน XRD ของซีโอไลต์เอ โดยพบว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมงหรือที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง จะให้ค่า intensity ของฟลักซีโอไลต์เอที่สูงกว่าช่วงเวลาอื่นๆ รวมทั้งรูปร่างของผลึกก็มีลักษณะเป็น cubic ชัดเจนกว่าในช่วงเวลาอื่นๆ

2. ซีโอไลต์เอที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมงจะมีขนาดของผลึกอยู่ที่  $8.17 \pm 0.02$  ไมโครเมตร มีพื้นที่ผิวเท่ากับ  $40.6473 \pm 0.1304$  ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 1.48 สำหรับผลึกที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง ที่เตรียมขึ้นจะมีขนาดของผลึกอยู่ที่  $2.18 \pm 0.01$  ไมโครเมตร มีพื้นที่ผิวเท่ากับ  $60.3721 \pm 0.5323$  ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาณซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 1.31

3. โซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่มีชั้นรองรับเป็น cristobalite ที่ผ่านการสังเคราะห์จากสารละลาย clear solution ใน autoclave ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง เมมเบรนจะมีปัญหาของการหลุดร่อนของชั้นรองรับ ทำให้สถานะของสารละลายไม่เหมาะสมต่อการเกิดซีโอไลต์ รวมทั้งยังเกิด defect ของเมมเบรนที่เกิดจากการแตกของผลึกบนชั้นรองรับด้วย ซึ่งสังเกตได้จากการใช้เครื่อง SEM สำหรับเมมเบรนที่ผ่านการสังเคราะห์จากสารละลาย clear solution ใน autoclave ที่มีชั้นรองรับเป็น corundum ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าเมมเบรนจะมีความเป็นซีโอไลต์สูงมากขึ้น รวมทั้งผลึกก็ขึ้นปกคลุมทั่วทั้งชั้นรองรับ แต่ผลึกที่เกิดขึ้นก็ยังมีขนาดแตกต่างกันในแต่ละส่วนของชั้นรองรับ ซึ่งอาจเกิดจากการให้ความร้อนที่ไม่สม่ำเสมอภายในตู้อบ

4. การทดสอบกระบวนการเพอร์แวกพอร์ชันด้วยเมมเบรนที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าไม่สามารถทำการทดสอบได้ เพราะเมมเบรนไม่สามารถแยกน้ำกับเอทานอลได้ ทั้งนี้อาจเกิดจากการเตรียมเมมเบรนที่มีผลึกที่ไม่ใช่ซีโอไลต์เอเกิดขึ้นด้วย อีกทั้งชั้นรองรับที่ใช้ในการทดลองก็ไม่สามารถทำให้เกิดผลึกขึ้นบนชั้นรองรับได้ และการก่อให้เกิดผลึก (seeding) อาจเป็นการจับตัวแบบทางกายภาพ ทำให้เกิดไม่ทั่วทั้งชั้นรองรับ อันจะ

ส่งผลให้เกิดผลึกของซีโอไลต์ที่ไม่สม่ำเสมอ รวมทั้งสารละลายที่เตรียมอาจไม่เหมาะสมกับการเกิดผลึก (polycrystallization) ที่สามารถขึ้นปกคลุมชั้นรองรับด้วย

5. ผลึกซีโอไลต์เอสามารถนำมาแลกเปลี่ยนกับเอทานอลได้ โดยพบว่าที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลาในการทดลอง 30 นาที สามารถเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลจาก  $671.72 \pm 9.08$  กรัมต่อลิตร ไปเป็น  $747.15 \pm 2.36$  กรัมต่อลิตร ซึ่งเพิ่มขึ้นคิดเป็น 11.23% ในขณะที่เมื่อเพิ่มเวลาในการทดสอบเป็น 60 นาที ซีโอไลต์เอที่เตรียมขึ้นสามารถทำการแยกน้ำจากเอทานอลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สามารถเพิ่มความเข้มข้นได้จากความเข้มข้นของเอทานอลเริ่มต้น  $474.68 \pm 0.11$  กรัมต่อลิตรไปเป็น  $614.63 \pm 2.35$  กรัมต่อลิตรหรือเพิ่มขึ้น 29.48%



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## ข้อเสนอแนะ

1. ในการทดลองนี้นำซีโอไลต์มาทดสอบความสามารถในการแยกน้ำออกจากเอทานอล แต่เป็นระบบแบบไม่ต่อเนื่อง ดังนั้นหากสามารถนำซีโอไลต์เอามาเตรียมให้มีลักษณะเป็นแผ่นหรือแท่งได้ ก็จะสามารถทำการแยกน้ำจากเอทานอลแบบระบบต่อเนื่องได้
2. ในขั้นตอนการเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรน ชั้นรองรับของเมมเบรนเป็นส่วนสำคัญในการเตรียมเมมเบรน ซึ่งในการทดลองได้ใช้ชั้นรองรับที่เป็น cristobalite หรือ corundum ซึ่งพบว่าเมมเบรนที่เตรียมได้จะมีผลึกของซีโอไลต์ขึ้นปกคลุมไม่ทั่วทั้งชั้นรองรับและไม่จับตัวกับชั้นรองรับทั้งหมด โดยจะไปเกิดในสารละลายด้วย แสดงให้เห็นว่าชั้นรองรับไม่มีสามารถในการจับกับสารละลายที่จะส่งผลให้เกิดการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ดังนั้นหากสามารถเตรียมชั้นรองรับที่มีประจุหรือมีปริมาณของซีโอไลต์เอเข้าไปผสมอยู่ในชั้นรองรับด้วย คาดว่าน่าจะทำการเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนที่มีข้อบกพร่องได้น้อยลง
3. ระบบที่ใช้ในการเตรียมโซเดียมอะลูมินาซีโอไลต์เมมเบรนมีข้อบกพร่องในเรื่องของ autoclave ที่น่าจะมีการเคลือบด้วย teflon เพื่อไม่ให้มีปริมาณของอะลูมิเนียมปนเข้ามาในสารละลาย ซึ่งอาจจะส่งผลต่อการเกิดซีโอไลต์หรืออาจทำ teflon เพื่อสวมทับลงไปภายใน autoclave ทั้งนี้ต้องควบคุมให้ภายใน autoclave ปิดให้สนิทด้วย เพื่อให้เกิดความดันขึ้นเอง (autogeneous pressure) ในระบบของการสังเคราะห์
4. ระบบที่ใช้ในการทดลองเพอร์เวปอเรชันมีข้อบกพร่องในขั้นตอนการเก็บรีเทนเทรต เพื่อนำมาวิเคราะห์หาปริมาณเอทานอล ซึ่งในการเก็บจะทำการเปิดนอตตรงบริเวณข้อต่อที่เชื่อมอยู่กับด้านล่างของโมดูล การเก็บในลักษณะนี้อาจจะมีการระเหยของเอทานอลบางส่วนและเมื่อนำมาวิเคราะห์หาปริมาณเอทานอลจะได้น้อยกว่าความเป็นจริง ดังนั้นหากสามารถต่อท่อจากข้อต่อของระบบเข้าเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีได้โดยตรง คาดว่าน่าจะสามารถแก้ปัญหาข้างต้นได้

## รายการอ้างอิง

### ภาษาไทย

ชั้นทอง สุนทรภา, 2547. เทคโนโลยีการแยกด้วยเมมเบรน. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. หน้า 70.

คงศักดิ์ วัฒนวงศ์พิทักษ์, 2543. การแยกโซลีนไอโซเมอร์ผสมโดยการดูดซับบนซีโอไลต์.

วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. ภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

ณัฐทิพย์ โล่ห์สถาพรพิพิธ, 2544. การพัฒนาเยื่อแผ่นเชิงประกอบแอลจีเนต/เซลโลเฟนเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลให้มากกว่าร้อยละ 95. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต.

สาขาวิชาเทคโนโลยีชีวภาพ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

พลพร แสงบางปลา. มกราคม-กุมภาพันธ์ 2544. Ethanol พลังงานทดแทนในยานยนต์จริงหรือ?. ส.อ.ท.: 44.

รัตนา จิระรัตนานนท์, 2543. กระบวนการแยกด้วยเยื่อแผ่นสังเคราะห์. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์ไทยเส็ง.

เลิศ รักสันติชาติ, 2545. การฟื้นฟูสภาพซีโอไลต์ชนิดเอกซ์ที่ใช้แล้วสำหรับการดูดซับเอทีเอ็นไกลคอล. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. ภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

สุวรรณ ยานวงศ์, 2539. การแยกของผสมแอลกอฮอล์-น้ำ โดยกระบวนการเพอร์เวปเปอร์เรชั่น.

วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

### ภาษาอังกฤษ

Abhay Chudhari. 2000. Fuel-ethanol a technology perspective. [online]. Available from:

<http://www.cleantechindia.com/newcic/fuel.html> [18.10.2000]

Afshin, P. and Toraj, M. 2006. Zeolite NaA membranes synthesis. Desalination 200: 68-70.

Aptel, P., Challard, N., Cuny, J., and Martin, E. C. 1976. Application of the pervaporation process to separate azeotropic mixtures. Journal of membrane science 1: 271-287.

Aventine Renewable Energy. 2007. Fuel-Grade Ethanol Specifications. [online]. Available from:

[http://www.aventinerei.com/pdfs/fuel\\_grade\\_spec.pdf](http://www.aventinerei.com/pdfs/fuel_grade_spec.pdf) [12.03.2007]

Baker, R. W. 2000. Membrane technology and application. New York: McGraw-Hill.

Ballweg, A.H., Broschke, H.E.A., Schneider, W.H., Tusel, G.F. and Boddeker, K.W. 1982.

Pervaporation membranes in Processing of Fifth International Alcohol Fuel Technology Symposium. Auckland: New Zealand.

- Binning, R.C. and James, J.F. 1958. Permeation A new commercial separation tool. Pet.Eng 30: 14.
- Binning, R.C., Lee, R.J., Jennings, J.F., and Martin, E.C. 1961. Separation of liquid mixtures by Permeation. Industrial engineering chemistry 53: 45-50.
- Binning, R.C., Lee, R.J., Jennings, J.F., and Martin, E.C. 1962. Removal of water from organic chemicals. U.S.Patent 3: 035062.
- Breck, D. W. 1974. Zeolite molecular sieve. New York: Wiley.
- Cabasso, I. 1983. Organic liquid mixtures separation by permselective polymer membranes. I. Selection and characteristics of dense isotopic membranes employed in the pervaporation process. Industrial & engineering chemistry product research development 22: 313-319.
- Cabasso, I. and Liu, Z. Z. 1985. The Permselectivity of ion-exchange membrane for nonelectrolyte liquid mixtures. Journal of membrane science 24(1): 101-119.
- Faber, L. 1935. Application of pervaporation. Science 82: 158-168.
- Feng, X. and Huang, R.Y.M. 1997. Liquid separation by membrane pervaporation: A review. Industrial & engineering chemistry research 36: 1048-1066.
- Gao, Z., Yue, Y. and Li, W. 1996. Application of zeolite-filled pervaporation membrane. Zeolite 16: 70-74.
- Gora, L. and Thompson, W. R. 1995. Investigations of secondary nucleation by initial breeding in clear solution zeolite NaA systems. Zeolites 15: 526-534.
- Huang, R.Y.M. and Yeom, C. K. 1990. Pervaporation separation of aqueous mixture using crosslinked polyvinyl alcohol; 2 Permeation of ethanol water mixture. Journal of membrane science 51(3): 273-292.
- Huang, R.Y.M. 1991. Pervaporation membrane separation process. Amsterdam: Elsevier.
- Karakane, H., Tsuyumoto, M., Maeda, Y. and Honda, Z. 1991. Separation of Water-Ethanol by Pervaporation Through Polyion Complex Composite Membrane. Journal of applied polymer science 42(2): 3229-3239.
- Jafar, J. J. and Budd, M. P. 1997. Separation of alcohol/water mixtures by pervaporation through zeolite A membranes. Microporous materials 12: 305-311.
- Kober, P.A. 1917. Pervaporation, perstillation, and percrystallization. Journal american chemistry society 39: 944-948.
- Kondo, M., Komori, M., Kita, H. and Okamoto, K. 1997. Tubular-type pervaporation module with zeolite NaA membrane. Journal of membrane science 133: 133-141.

- Lizon, G. T., Edwards, E., Lobiundo, G., and Santos, F. L. 2002. Dehydration of water/t-butanol mixtures by pervaporation: comparative study of commercially available polymeric, microporous silica and zeolite membranes. Journal of membrane science 197(1-2): 309-319.
- Mansoor, K., Afshin, P., and Toraj, M. 2004. Dehydration of water/1-1-dimethylhydrazine mixtures by zeolite membranes. Microporous and mesoporous materials 70(1-3): 127-134.
- Masuda, T., Takatsuka, M., Tang, B.Z. and Higashimura, T. 1990. Pervaporation of organic liquid-water mixtures through substituted polyacrylene membranes. Journal of membrane science 49(1): 69-83.
- Morigami, Y., Kondo, M., Abe, J. and Kita, H. 2001. The first large-scale pervaporation using tubular-type module with zeolite NaA membrane. Separation and purification technology 25: 251-260.
- Neel, J., Nguyen, Q. T., Clement, R. and Le, B. L. 1983. Fractionation of a binary liquid mixture by continuous pervaporation. Journal of membrane science 15(1): 43-62.
- Scott, M. A., Kathleen, A. C., Prabir, K. D. 2003. Handbook of Zeolite Science and Technology. United States of America.
- Urutiaga, A., Gorri, E.D., Casado, C. and Ortiz, I. 2003. Pervaporation dehydration of industrial solvents using a zeolite NaA commercial membrane. Separation and purification technology 32: 207-213.
- Wang, X., Li, N. and Wang, W. 2001. Pervaporation properties of novel alginate composite membranes for dehydration of organic solvents. Journal of membrane science 193: 85-95.
- Watanabe, K. and Kyo, S. 1992. Pervaporation performance of Hollow-Fiber Chitosan-Poly Acrylonitrile Composite Membrane in Dehydration of Ethanol. Journal of chemical engineering 25(1): 17-21.
- Wenzlaff, A., Boddeker, K. W. and Hattenbach, A. 1985. Pervaporation of water-ethanol through ion exchange membranes. Journal of membrane science 22(2-3): 333-344.
- Winston, W.S. and Sirkar, K.K. eds. 1992. Membrane handbook. New York: Van Nostrand Reinhold.
- Xu, X., Yang, W., Liu, J. and Lin, L. 2001. Synthesis of NaA zeolite membranes from clear solution. Microporous and mesoporous materials 43(3): 299-311.

Zah, J., Krieg, M. H. and Breytenbach, C. J. 2006. Layer development and growth history of polycrystalline zeolite A membranes synthesized from a clear solution. Microporous and mesoporous materials 92: 141-150.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ก

### การเตรียมสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

#### 1. สารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน (internal standard)

สารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบภายในที่ใช้ในการทดลองคือ โพรพานอล (n-propanol) เข้มข้น 30 กรัมต่อลิตร ซึ่งสารละลายโพรพานอลบริสุทธิ์ที่ใช้ (99.5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มีน้ำหนักเท่ากับ 0.8040 กรัม ดังนั้นปิเปตสารละลายโพรพานอลบริสุทธิ์ 1.875 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำจืด ไอออนให้ครบ 50 มิลลิลิตร

#### 2. สารละลายเอทานอลสัมบูรณ์มาตรฐานเข้มข้น 0-100 กรัมต่อลิตร

สารละลายเอทานอลสัมบูรณ์ (absolute ethanol, 99.8%) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มีน้ำหนักเท่ากับ 0.7908 กรัม ดังนั้นปิเปตสารละลายเอทานอลสัมบูรณ์มา 0.253, 0.507, 0.760, 1.014 และ 1.267 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร 10 มิลลิลิตร จะได้สารละลายเอทานอลสัมบูรณ์มาตรฐานเข้มข้น 20, 40, 60, 80 และ 100 กรัมต่อลิตรตามลำดับ ปิเปตสารละลายเอทานอลสัมบูรณ์มาตรฐานที่ความเข้มข้นระดับต่างๆ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลองเดิมสารละลายมาตรฐาน เปรียบเทียบภายในจากข้อ 1 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันและฉีดตัวอย่าง 1 ไมโครลิตรเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

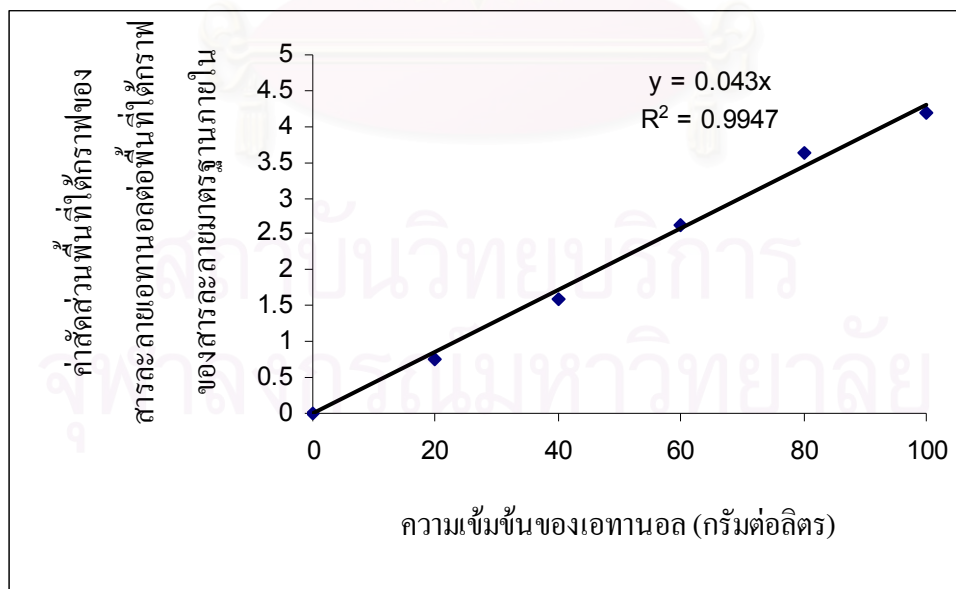
## ภาคผนวก ข

## กราฟมาตรฐาน

## 1.กราฟมาตรฐานของสารละลายเอทานอลสัมบูรณ์

ตารางที่ ข.1 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเอทานอลกับค่าสัดส่วนของพื้นที่ใต้กราฟ

ความเข้มข้นของเอทานอล (กรัมต่อลิตร)	ค่าสัดส่วนพื้นที่ใต้กราฟของสารละลายเอทานอลต่อพื้นที่ใต้กราฟของสารละลายมาตรฐานภายใน
0	0
20	0.7615
40	1.5988
60	2.6140
80	3.6283
100	4.1957



รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานเอทานอลสัมบูรณ์

จากกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณเอทานอลมี

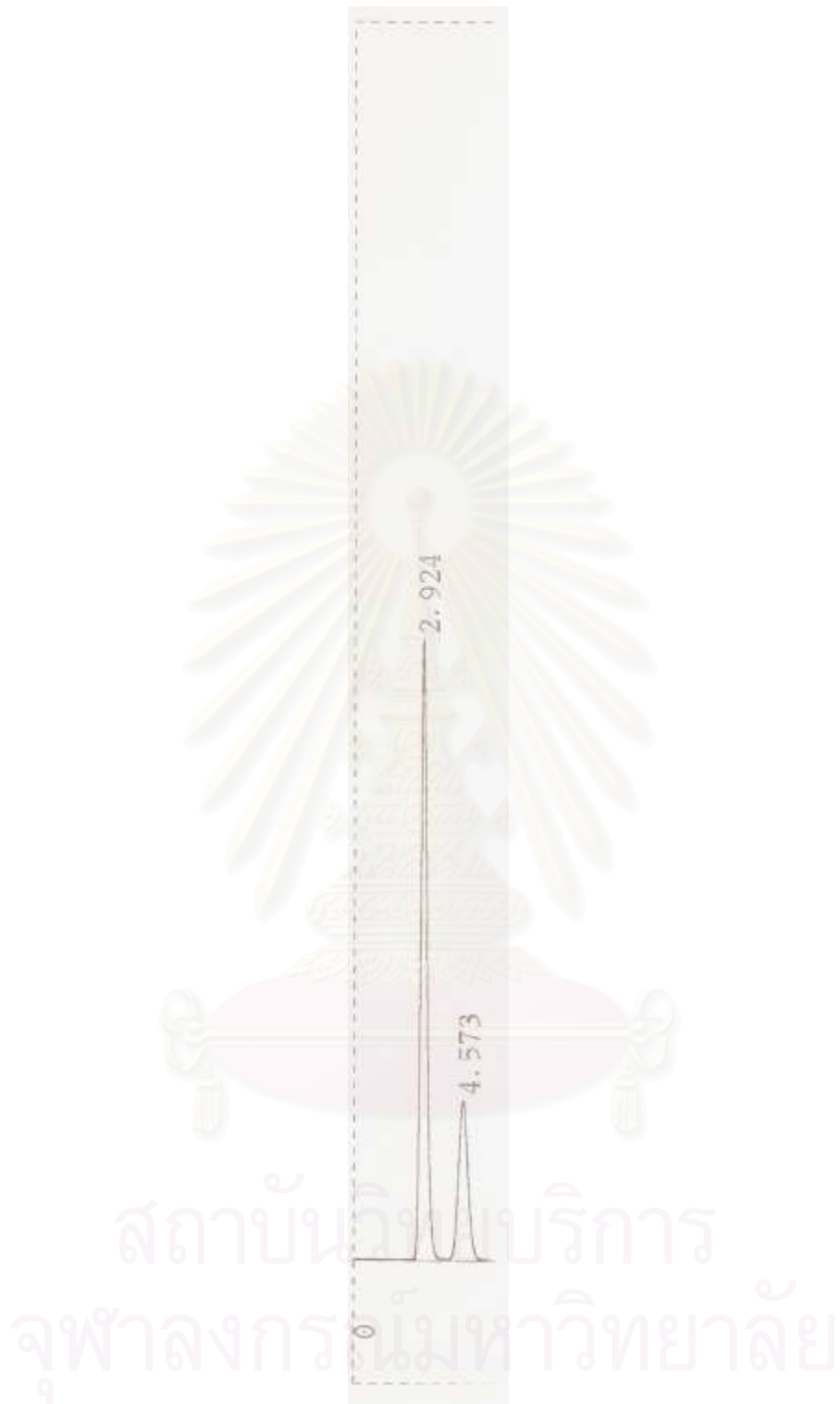
$$\text{ค่าสหสัมพันธ์ (R}^2\text{)} = 0.9947$$

$$\text{ค่าความชัน (Slope)} = 0.0430$$

$$\text{ดังนั้นปริมาณเอทานอล (กรัมต่อลิตร)} = \text{ค่าสัดส่วนพื้นที่ใต้กราฟ} \times 1/\text{ความชัน}$$



รูปที่ ข.2 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของเอทานอลสัมบูรณ์มาตรฐานเมื่อใช้โพรพานอลเป็นสารมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน วิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี



รูปที่ ข.3 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของเอทานอลที่ทำการแยกด้วยซีโอไลต์เอเมื่อใช้โพรพานอลเป็นสารมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน วิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี



### ภาคผนวก ก

ตารางที่ ค.1 ข้อมูลการทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอในการแยกน้ำออกจากเอทานอล เวลาที่ใช้ในการทดลอง 30 นาที

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความเข้มข้นของเอทานอล			
	เริ่มต้น (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย NaA zeolite (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย molecular sieve 3A (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย zeolite A ที่ เตรียมขึ้นเอง (กรัม/ลิตร)
70	642.55±1.77	695.31±1.41	676.89±2.24	735.73±2.47
80	647.13±2.83	674.55±2.59	671.64±8.49	681.97±2.59
90	671.72±9.08	722.07±6.48	696.98±0.94	747.15±2.36
100	680.55±18.98	684.22±4.84	671.723±3.12	712.89±12.61

ตารางที่ ค.2 ข้อมูลการทดสอบความสามารถของผลึกซีโอไลต์เอในการแยกน้ำออกจากเอทานอล เวลาที่ใช้ในการทดลอง 60 นาที

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความเข้มข้นของเอทานอล			
	เริ่มต้น (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย NaA zeolite (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย molecular sieve 3A (กรัม/ลิตร)	ทดสอบด้วย zeolite A ที่ เตรียมขึ้นเอง (กรัม/ลิตร)
70	424.75±3.07	544.20±2.95	475.60±1.89	580.28±2.83
80	459.93±3.30	493.77±2.35	492.85±13.32	511.77±12.49
90	474.68±0.11	525.69±2.72	497.94±0.94	614.63±2.35
100	504.61±8.25	510.69±14.02	504.44±1.89	600.79±15.80

## ภาคผนวก ง

STD

Sample: Sample\_500626\_No.1  
Tue 3/06/2007 at 11:30:12 AM  
Method Name: Method\_500626

Analyte	Concentration	Intensity
Cl	123 ppm	3.0
K2O	0.35 wt %	206.0
CaO	0.36 wt %	399.7
TiO2	165 ppm	57.6
Fe2O3	246 ppm	24.5
NiO	53 ppm	3.2
CuO	168 ppm	14.3
ZnO	193 ppm	22.9
SrO	37 ppm	7.9
ZrO2	247 ppm	69.5
Al2O3	25.73 wt %	867.5
SiO2	73.44 wt %	4147.0

Sample: Sample\_500626\_No.2  
Tue 3/06/2007 at 11:37:34 AM  
Method Name: Method\_500626

Analyte	Concentration	Intensity
Cl	4 ppm	0.1
K2O	0.27 wt %	141.4
CaO	11.78 wt %	10627.0
TiO2	221 ppm	47.3
Fe2O3	1106 ppm	135.3
NiO	188 ppm	13.8
CuO	147 ppm	15.3
ZnO	216 ppm	31.3
SrO	425 ppm	82.5
ZrO2	623 ppm	158.4
Al2O3	24.27 wt %	740.7
SiO2	63.39 wt %	3650.1

Sample: Sample\_500626\_No.3  
Tue 3/06/2007 at 11:44:52 AM  
Method Name: Method\_500626

Analyte	Concentration	Intensity
Cl	1135 ppm	24.8
K2O	1.26 wt %	643.5
CaO	12.60 wt %	10566.6
TiO2	827 ppm	162.9
Fe2O3	0.25 wt %	301.5
NiO	539 ppm	39.6
CuO	172 ppm	17.7
ZnO	0.44 wt %	635.1
SrO	399 ppm	70.2
ZrO2	364 ppm	83.6
Al2O3	23.74 wt %	676.1
SiO2	61.37 wt %	3438.7

Sample: Sample\_500626\_No.4  
Tue 3/06/2007 at 11:52:17 AM  
Method Name: Method\_500626

Analyte	Concentration	Intensity
Cl	153 ppm	3.8

Page 1

รูปที่ ง.1 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง XRF แสดงปริมาณของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของซีโอไลต์

Analyte	Concentration	Intensity
Cl	982 ppm	19.4
K2O	502 ppm	24.1
CaO	695 ppm	62.8
TiO2	197 ppm	56.6
Fe2O3	1088 ppm	134.5
NiO	302 ppm	22.3
CuO	133 ppm	13.9
ZnO	73 ppm	10.7
SrO	11 ppm	2.2
ZrO2	561 ppm	148.8
Al2O3	25.15 wt %	668.3
SiO2	74.39 wt %	3332.1

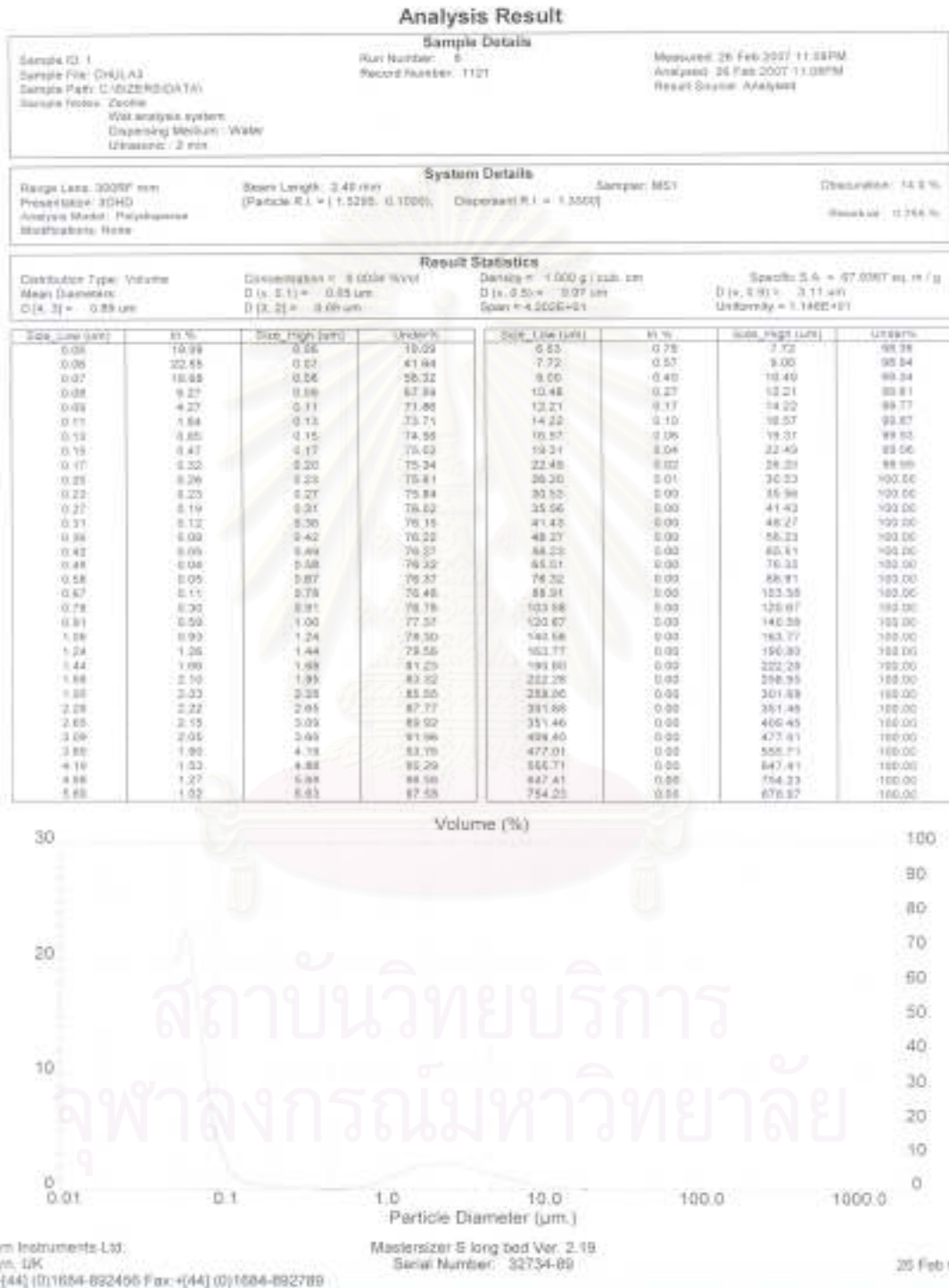
Analyte	Concentration	Intensity
K2O	245 ppm	14.8
CaO	0.24 wt %	277.3
TiO2	1057 ppm	381.1
Fe2O3	1540 ppm	270.6
NiO	422 ppm	44.2
CuO	91 ppm	13.5
ZnO	108 ppm	22.4
SrO	27 ppm	6.6
ZrO2	569 ppm	183.9
Al2O3	26.75 wt %	866.5
SiO2	72.58 wt %	3889.4

Sample: Sample\_500626\_No.5  
 Tue 3/06/2007 at 11:59:21 AM  
 Method Name: Method\_500626

รูปที่ ง.2 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง XRF แสดงปริมาณของซิลิกอนต่ออะลูมิเนียมของซีโอไลต์ (ต่อ)

สถาบันวิทยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ



รูปที่ จ.1 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 1		Run Number: 11		Measured: 28 Feb 2007 11:04PM			
Sample File: CHULA3		Recent Number: 1124		Analyzed: 28 Feb 2007 11:05PM			
Sample Path: C:\SIZER\DATA\				Result Source: Analyst			
Sample Notes: Zeolite							
Nal analysis system							
Dispersion Medium: Water							
Ultrasound: 2 min							
System Details							
Range Lens: 300RF zen		Bezel Length: 2.40 mm		Sampler: M01		Circulation: 14.1 %	
Presentation: 3DHD		[Particle R.I. = 1.5298, 0.1000] [Dispersion R.I. = 1.3300]				Residual: 0.276 %	
Analysis Model: Polydisperse							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0034 %Vol		Density = 1.000 g / cub cm		Specific S.A. = 65.8887 sq m / g	
Mean Diameter:		D [v, 0.1] = 0.05 um		D [v, 0.5] = 0.07 um		D [v, 0.9] = 0.24 um	
D [A, 0] = 0.07 um		D [D, 2] = 0.02 um		Span = 4.052E+01		Uniformity = 1.334E+01	
Bin Low (um)	%	Bin High (um)	Under%	Bin Low (um)	%	Bin High (um)	Under%
0.05	17.64	0.06	17.65	0.03	0.78	1.73	88.83
0.06	21.06	0.07	38.70	7.72	0.57	8.00	98.98
0.07	18.88	0.08	88.12	9.00	0.48	10.48	99.40
0.08	0.94	0.09	89.05	10.48	0.27	12.21	99.96
0.09	4.88	0.11	79.97	12.21	0.18	14.22	99.83
0.11	2.23	0.13	73.20	14.22	0.09	16.57	99.92
0.13	1.07	0.15	74.28	16.57	0.05	19.24	99.97
0.15	0.80	0.17	74.98	18.31	0.03	22.48	100.00
0.17	0.41	0.20	75.26	20.48	0.02	26.20	100.00
0.20	0.23	0.23	75.02	26.20	0.01	30.53	100.00
0.23	0.28	0.27	73.90	30.53	0.00	35.58	100.00
0.27	0.23	0.31	75.13	35.58	0.00	41.43	100.00
0.31	0.16	0.38	78.29	41.43	0.00	48.27	100.00
0.38	0.18	0.42	78.39	48.27	0.00	56.23	100.00
0.42	0.08	0.49	78.47	56.23	0.00	65.01	100.00
0.49	0.07	0.58	78.54	65.01	0.00	74.52	100.00
0.58	0.06	0.67	78.63	74.52	0.00	84.81	100.00
0.67	0.18	0.78	78.78	84.81	0.00	95.88	100.00
0.78	0.34	0.91	77.12	95.88	0.00	107.67	100.00
0.91	0.68	1.06	77.75	107.67	0.00	120.88	100.00
1.06	0.98	1.24	78.71	120.88	0.00	135.77	100.00
1.24	1.28	1.44	80.03	135.77	0.00	152.00	100.00
1.44	1.83	1.68	81.04	152.00	0.00	169.58	100.00
1.68	2.04	1.90	81.98	169.58	0.00	188.44	100.00
1.90	2.17	2.28	82.85	188.44	0.00	208.58	100.00
2.28	2.18	2.65	83.02	208.58	0.00	230.00	100.00
2.65	2.08	3.09	83.11	230.00	0.00	252.71	100.00
3.09	2.00	3.60	82.11	252.71	0.00	276.81	100.00
3.60	1.78	4.19	80.87	276.81	0.00	302.31	100.00
4.19	1.51	4.88	80.38	302.31	0.00	329.31	100.00
4.88	1.28	5.69	80.63	329.31	0.00	357.81	100.00
5.69	0.81	6.60	81.94	357.81	0.00	387.81	100.00



Malvern Instruments Ltd  
Malvern, UK  
Tel: +[44] (0)1534-852435 Fax: +[44] (0)1534-892789

MasterSizer S long bed Ver. 2.10  
Serial Number: 32734-89

P. 2  
28 Feb 07 11:08

รูปที่ จ.2 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2)



### Analysis Result

Sample Details		
Sample ID: 1	Run Number: 12	Measured: 25 Feb 2007 11:05PM
Sample File: D:\L\A3	Record Number: 1125	Analyzed: 26 Feb 2007 11:34PM
Sample File: C:\QSER0\DATA		Result Source: Analyst
Sample Notes: Zeolite		
Wet analysis system: Dispersing Medium: Water Ultrasonic: 2 min		

System Details			
Range Lens: 200RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: 9501	Concentration: 14.2 %
Presentator: 3CHD	(Particle R.I. = 1.5285, 0.1000)	Dispersion R.I. = 1.3200	Refract: 1.228 %
Analysis Model: Polysphere			
Multiscattering: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0050 %/vol	Density = 1.000 g / ml, cm <sup>3</sup>	Specific S.A. = 87.2100 m <sup>2</sup> / m <sup>3</sup>
Mean Diameter:	D [x, 0.1] = 0.02 um	D [x, 0.5] = 0.07 um	D [x, 9.0] = 0.67 um
D [4, 3] = 0.89 um	D [3, 2] = 0.59 um	Span = 4.882E+01	Uniformity = 1.185E+01

Size, Low (um)	%	Size, High (um)	Volume %	Size, Low (um)	%	Size, High (um)	Uniform
0.05	18.03	0.06	18.04	0.03	0.74	7.72	88.33
0.06	21.51	0.07	20.96	7.72	0.88	9.00	96.90
0.07	16.81	0.08	20.70	9.00	0.41	10.48	96.37
0.08	0.78	0.09	20.01	10.48	-0.27	12.21	99.84
0.09	4.72	0.11	21.23	12.21	0.17	14.22	88.81
0.11	2.11	0.12	22.35	14.22	-0.68	16.87	90.91
0.12	1.62	0.15	24.37	16.87	0.05	19.21	96.94
0.15	0.57	0.17	24.94	19.21	0.02	22.49	90.91
0.17	0.39	0.25	25.39	22.49	0.81	26.20	100.00
0.25	0.32	0.22	25.65	26.20	0.88	30.58	100.00
0.22	0.26	0.27	26.94	30.58	-0.00	30.64	100.00
0.27	0.22	0.21	26.17	30.64	-0.00	41.43	100.00
0.21	0.16	0.26	28.33	41.43	-0.00	48.27	100.00
0.26	0.11	0.42	25.42	48.27	-0.00	60.23	100.00
0.42	0.08	0.43	26.21	60.23	-0.00	85.51	100.00
0.43	0.08	0.58	26.54	85.51	-0.00	70.52	100.00
0.58	0.06	0.67	26.88	70.52	0.00	89.51	100.00
0.67	0.15	0.78	28.83	89.51	0.00	103.98	100.00
0.78	0.20	0.81	27.19	103.98	-0.00	120.87	100.00
0.81	0.89	1.09	27.82	120.87	-0.00	140.88	100.00
1.09	0.94	1.34	28.79	140.88	-0.00	165.77	100.00
1.34	1.28	1.44	80.00	165.77	0.00	190.80	100.00
1.44	1.84	1.68	81.89	190.80	-0.00	222.28	100.00
1.68	3.02	1.66	83.72	222.28	-0.00	256.83	100.00
1.66	3.19	2.29	82.88	256.83	-0.00	301.88	100.00
2.29	2.19	2.44	88.02	301.88	-0.00	408.48	100.00
2.44	2.88	3.29	80.10	408.48	0.00	477.51	100.00
3.29	1.88	3.63	92.09	477.51	-0.00	566.71	100.00
3.63	1.70	4.18	83.83	566.71	-0.00	647.41	100.00
4.18	1.55	4.89	83.24	647.41	0.00	754.23	100.00
4.89	1.25	5.69	89.68	754.23	-0.00	879.87	100.00
5.69	1.01	6.97	87.60	879.87	-0.00		



รูปที่ 3.3 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของ NaA zeolite (บริษัท พีคิว เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด) แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 2		Run Number: 0		Measured: 25 Feb 2007 11:37PM			
Sample File: CHULAD		Record Number: 1155		Analyzed: 26 Feb 2007 11:17PM			
Sample Path: C:\SIZER\DATA				Result Source: Analyzed			
Sample Name: Sacchar							
Wet analysis system							
Dispensing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 300PF mm		Beam Length: 2.40 mm		Sampler: MS1		Obscuration: 17.4 %	
Presentation: 30HD		[Particle R.I. = (-1.5255, 0.1000)]		Dispersion R.I. = 1.3300		Refract: 0.001 %	
Analysis Model: Polystyrene							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0052 %Vol		Density = 1.032 g/ml at 20°C		Specific G.A. = 91.2338 kg/m <sup>3</sup>	
Mean Diameter:		D(v, 0.1) = 3.06 µm		D(v, 0.5) = 0.09 µm		D(v, 0.9) = 15.78 µm	
D [µ, 2] = 4.48 µm		D [D, 2] = 8.12 µm		Span = 1.652E+02		Uniformity = 4.699E+01	
Size_Low (µm)	n %	Size_High (µm)	Under%	Size_Low (µm)	n %	Size_High (µm)	Under%
0.05	0.033	0.06	10.84	0.05	2.71	7.72	73.26
0.06	0.047	0.07	25.89	7.72	0.25	9.03	81.51
0.07	0.143	0.08	26.33	9.03	0.35	16.49	83.84
0.08	0.38	0.09	48.72	16.49	2.36	12.21	85.18
0.09	0.91	0.11	54.22	12.21	0.36	14.22	86.94
0.11	2.06	0.13	67.18	14.22	2.22	18.57	88.76
0.13	1.90	0.16	88.79	18.57	2.05	14.31	92.81
0.16	0.66	0.17	20.74	14.31	1.60	22.48	94.93
0.17	0.60	0.20	60.89	22.48	1.06	20.20	96.19
0.20	0.52	0.23	60.81	20.20	1.27	33.53	97.46
0.23	0.45	0.27	61.26	33.53	0.36	31.56	98.44
0.27	0.39	0.31	61.74	31.56	0.70	41.43	99.14
0.31	0.34	0.36	62.68	41.43	0.46	48.27	99.60
0.36	0.30	0.42	62.38	48.27	0.27	56.23	99.87
0.42	0.21	0.49	62.89	56.23	0.13	66.61	99.98
0.49	0.04	0.56	63.62	66.61	0.00	74.30	99.99
0.56	0.08	0.67	63.42	74.30	0.00	88.91	99.99
0.67	0.47	0.78	69.89	88.91	0.00	103.26	99.99
0.78	0.98	0.91	64.47	103.26	0.00	120.67	99.99
0.91	0.70	1.00	65.17	120.67	0.00	140.28	99.99
1.00	0.77	1.24	66.94	140.28	0.00	163.77	99.99
1.24	0.79	1.44	66.83	163.77	0.00	190.86	99.99
1.44	0.71	1.68	67.49	190.86	0.00	222.28	99.99
1.68	0.61	1.96	66.99	222.28	0.00	258.86	99.99
1.96	0.69	2.28	65.73	258.86	0.00	301.88	99.99
2.28	0.68	2.65	66.41	301.88	0.00	361.46	99.99
2.65	0.76	3.09	70.17	361.46	0.00	409.45	99.99
3.09	0.91	3.60	71.99	409.45	0.00	477.61	99.99
3.60	1.12	4.18	73.23	477.61	0.00	556.71	99.99
4.18	1.38	4.86	73.68	556.71	0.00	647.41	99.99
4.86	1.65	5.64	75.23	647.41	0.00	754.23	99.99
5.64	1.94	6.53	77.14	754.23	0.00	878.67	100.00



รูปที่ จ.4 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: Z		Run Number: 13		Measured: 26 Feb 2007 11:18PM			
Sample File: DRULA2		Record Number: 1136		Analyzed: 26 Feb 2007 11:18PM			
Sample Path: C:\92E\9\DATA				Result Source: Analyzed			
Sample Notes: Zeckle							
Wet analysis system							
Dispensing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 3000F mm		Beam Length: 2.40 mm		Sample: MS1		Obscuration: 17.3 %	
Presentation: 1(H)		[Particle R] = ( ± 2285, 0.1000)		Dispersion [R] = 1.35000		Residual: 0.495 %	
Analysis Model: Polystyrene							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 8.0062 %v/v		Density = 1.000 g/cm <sup>3</sup> cm		Specific S.A. = 81.2888 m <sup>2</sup> /g	
Mean Diameter		D [x, S, Z] = 0.36 um		D [x, S, Z] = 0.03 um		D [x, S, Z] = 16.88 um	
D [x, Z] = 4.49 um		D [S, Z] = 0.12 um		Span = 1.857E+02		Uniformity = 4.802E+01	
Size [Low (um)]	n %	Size High (um)	Volume%	Size Low (um)	n %	Size High (um)	Volume%
0.05	11.78	0.08	11.78	0.03	2.14	7.72	79.18
0.06	15.43	0.07	28.21	0.10	3.28	6.93	81.44
0.07	13.43	0.06	41.64	0.00	2.35	12.48	83.80
0.08	9.27	0.09	48.92	0.00	2.38	12.21	85.17
0.09	5.24	0.11	54.28	0.00	2.97	14.20	88.94
0.11	2.84	0.13	57.39	0.00	2.24	16.37	93.76
0.13	1.95	0.15	58.82	0.00	2.99	18.01	92.94
0.15	0.91	0.17	59.54	0.00	1.82	22.42	94.87
0.17	0.65	0.20	60.17	0.00	1.98	24.20	94.22
0.20	0.51	0.23	60.68	0.00	1.27	26.53	97.49
0.23	0.44	0.27	61.12	0.00	0.97	28.94	96.47
0.27	0.38	0.31	61.52	0.00	0.70	41.42	98.18
0.31	0.24	0.36	61.88	0.00	0.43	48.27	96.63
0.36	0.21	0.42	62.17	0.00	0.28	56.23	99.88
0.42	0.21	0.49	62.47	0.00	0.12	60.51	100.00
0.49	0.24	0.59	62.80	0.00	0.05	78.32	100.00
0.59	0.26	0.67	63.21	0.00	0.00	88.91	100.00
0.67	0.48	0.78	63.68	0.00	0.00	100.00	100.00
0.78	0.58	0.91	64.28	0.00	0.00	120.07	100.00
0.91	0.71	1.06	64.88	0.00	0.00	140.58	100.00
1.06	0.73	1.24	65.78	0.00	0.00	161.77	100.00
1.24	0.76	1.44	66.52	0.00	0.00	180.82	100.00
1.44	0.71	1.68	67.24	0.00	0.00	222.28	100.00
1.68	0.63	1.95	67.91	0.00	0.00	258.44	100.00
1.95	0.65	2.28	68.58	0.00	0.00	301.68	100.00
2.28	0.67	2.64	69.24	0.00	0.00	361.48	100.00
2.64	0.78	3.09	70.00	0.00	0.00	408.43	100.00
3.09	0.91	3.63	70.81	0.00	0.00	477.61	100.00
3.63	1.13	4.19	72.04	0.00	0.00	555.71	100.00
4.19	1.23	4.83	73.43	0.00	0.00	647.41	100.00
4.83	1.07	5.69	75.09	0.00	0.00	754.23	100.00
5.69	1.82	6.63	77.02	0.00	0.00	878.47	100.00



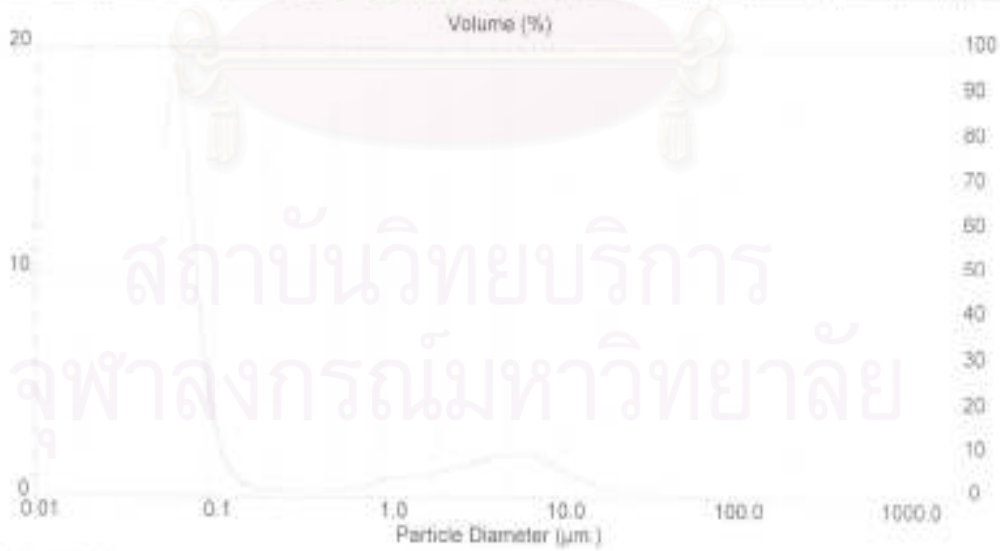
รูปที่ จ.5 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2)

Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 2		Run Number: 14		Measured: 28 Feb 2007 11:18PM			
Sample File: CHULAI		Resend Number: 1145		Analyzed: 28 Feb 2007 11:18PM			
Sample Part: D:\GZRD\DATA				Result Source: Analyst			
Sample Notes: Zinkite							
Wet Analysis system:							
Dispensing Method: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 200RF mm		Beam Length: 2.43 mm		Sampler VS1		Observation: 17.2%	
Preselector: 3C4E		[Particle R] = ( 1.5295, 8.1000)		Dispenser R: = 1.3300		Recover: 9.526%	
Analysis Model: Polydisperse							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0083 %/wt		Density = 1.000 g/sub. cm <sup>3</sup>		Specific S.A. = 33.9377 sq. m/g	
Mean Diameter:		D(v, 0.1) = 3.00 um		D(v, 0.5) = 9.10 um		D(v, 0.9) = 15.72 um	
D[4, 3] = 4.52 um		D[3, 2] = 9.12 um		Span = 1.641E+02		Uniformity = 4.634E+01	
Size, Low (um)	%	Size, High (um)	Under%	Size, Low (um)	%	Size, High (um)	Under%
0.05	19.88	0.06	10.88	0.05	3.16	7.72	78.88
0.06	14.57	0.07	25.72	0.06	2.31	9.85	81.28
0.07	12.24	0.08	39.06	0.07	1.78	15.48	83.65
0.08	9.72	0.09	49.36	0.08	1.42	12.21	85.07
0.09	7.48	0.11	57.88	0.09	1.11	14.22	86.48
0.11	5.99	0.13	66.81	0.11	0.87	16.57	87.79
0.13	4.81	0.15	73.42	0.13	0.68	19.31	88.83
0.15	3.98	0.17	78.38	0.15	0.54	22.49	89.67
0.17	3.27	0.20	82.08	0.17	0.43	26.23	90.23
0.20	2.69	0.23	84.78	0.20	0.34	30.51	90.53
0.23	2.22	0.27	86.74	0.23	0.27	35.36	90.67
0.27	1.84	0.31	88.15	0.27	0.21	40.77	90.77
0.31	1.52	0.36	89.10	0.31	0.17	46.77	90.83
0.36	1.25	0.42	89.62	0.36	0.14	53.27	90.86
0.42	1.02	0.49	90.04	0.42	0.11	60.27	90.88
0.49	0.83	0.58	90.38	0.49	0.09	67.77	90.89
0.58	0.69	0.67	90.65	0.58	0.07	75.77	90.90
0.67	0.58	0.79	90.86	0.67	0.06	84.27	90.90
0.79	0.49	0.91	91.03	0.79	0.05	93.27	90.90
0.91	0.41	1.08	91.17	0.91	0.04	102.77	90.90
1.08	0.34	1.24	91.28	1.08	0.03	113.77	90.90
1.24	0.28	1.44	91.37	1.24	0.03	126.27	90.90
1.44	0.23	1.69	91.44	1.44	0.02	140.27	90.90
1.69	0.19	1.99	91.49	1.69	0.02	155.77	90.90
1.99	0.15	2.34	91.53	1.99	0.02	172.77	90.90
2.34	0.12	2.74	91.56	2.34	0.01	191.27	90.90
2.74	0.09	3.19	91.58	2.74	0.01	211.27	90.90
3.19	0.07	3.69	91.60	3.19	0.01	232.77	90.90
3.69	0.06	4.24	91.61	3.69	0.01	255.77	90.90
4.24	0.04	4.84	91.62	4.24	0.01	281.27	90.90
4.84	0.03	5.49	91.62	4.84	0.01	309.27	90.90
5.49	0.02	6.29	91.62	5.49	0.01	340.27	90.90
6.29	0.01	7.24	91.62	6.29	0.00	374.27	90.90
7.24	0.01	8.34	91.62	7.24	0.00	421.27	90.90
8.34	0.00	9.59	91.62	8.34	0.00	481.27	90.90
9.59	0.00	11.09	91.62	9.59	0.00	554.27	90.90
11.09	0.00	12.84	91.62	11.09	0.00	641.27	90.90
12.84	0.00	14.84	91.62	12.84	0.00	744.27	90.90
14.84	0.00	17.19	91.62	14.84	0.00	874.27	90.90
17.19	0.00	19.99	91.62	17.19	0.00	1034.27	90.90
19.99	0.00	23.24	91.62	19.99	0.00	1229.27	90.90
23.24	0.00	27.04	91.62	23.24	0.00	1464.27	90.90
27.04	0.00	31.49	91.62	27.04	0.00	1744.27	90.90
31.49	0.00	36.59	91.62	31.49	0.00	2074.27	90.90
36.59	0.00	42.44	91.62	36.59	0.00	2464.27	90.90
42.44	0.00	49.14	91.62	42.44	0.00	2919.27	90.90
49.14	0.00	56.79	91.62	49.14	0.00	3449.27	90.90
56.79	0.00	65.49	91.62	56.79	0.00	4069.27	90.90
65.49	0.00	75.24	91.62	65.49	0.00	4804.27	90.90
75.24	0.00	86.04	91.62	75.24	0.00	5679.27	90.90
86.04	0.00	97.89	91.62	86.04	0.00	6719.27	90.90
97.89	0.00	110.79	91.62	97.89	0.00	7949.27	90.90
110.79	0.00	125.74	91.62	110.79	0.00	9399.27	90.90
125.74	0.00	142.74	91.62	125.74	0.00	11099.27	90.90
142.74	0.00	161.79	91.62	142.74	0.00	13099.27	90.90
161.79	0.00	182.89	91.62	161.79	0.00	15449.27	90.90
182.89	0.00	206.04	91.62	182.89	0.00	18199.27	90.90
206.04	0.00	231.24	91.62	206.04	0.00	21409.27	90.90
231.24	0.00	258.49	91.62	231.24	0.00	25149.27	90.90
258.49	0.00	287.79	91.62	258.49	0.00	29479.27	90.90
287.79	0.00	319.14	91.62	287.79	0.00	34479.27	90.90
319.14	0.00	352.54	91.62	319.14	0.00	40199.27	90.90
352.54	0.00	388.04	91.62	352.54	0.00	46699.27	90.90
388.04	0.00	425.64	91.62	388.04	0.00	54049.27	90.90
425.64	0.00	465.34	91.62	425.64	0.00	62309.27	90.90
465.34	0.00	507.14	91.62	465.34	0.00	71549.27	90.90
507.14	0.00	551.04	91.62	507.14	0.00	81849.27	90.90
551.04	0.00	597.04	91.62	551.04	0.00	93279.27	90.90
597.04	0.00	645.14	91.62	597.04	0.00	105919.27	90.90
645.14	0.00	695.34	91.62	645.14	0.00	120849.27	90.90
695.34	0.00	747.64	91.62	695.34	0.00	138149.27	90.90
747.64	0.00	802.04	91.62	747.64	0.00	157899.27	90.90
802.04	0.00	858.54	91.62	802.04	0.00	180199.27	90.90
858.54	0.00	917.14	91.62	858.54	0.00	205199.27	90.90
917.14	0.00	977.84	91.62	917.14	0.00	233099.27	90.90
977.84	0.00	1040.64	91.62	977.84	0.00	264199.27	90.90
1040.64	0.00	1105.54	91.62	1040.64	0.00	308899.27	90.90
1105.54	0.00	1172.54	91.62	1105.54	0.00	367699.27	90.90
1172.54	0.00	1241.64	91.62	1172.54	0.00	441199.27	90.90
1241.64	0.00	1312.84	91.62	1241.64	0.00	530999.27	90.90
1312.84	0.00	1386.14	91.62	1312.84	0.00	638699.27	90.90
1386.14	0.00	1461.54	91.62	1386.14	0.00	765899.27	90.90
1461.54	0.00	1539.04	91.62	1461.54	0.00	914299.27	90.90
1539.04	0.00	1618.64	91.62	1539.04	0.00	1086699.27	90.90
1618.64	0.00	1700.34	91.62	1618.64	0.00	1286099.27	90.90
1700.34	0.00	1784.14	91.62	1700.34	0.00	1515499.27	90.90
1784.14	0.00	1870.04	91.62	1784.14	0.00	1777999.27	90.90
1870.04	0.00	1958.04	91.62	1870.04	0.00	2077999.27	90.90
1958.04	0.00	2048.14	91.62	1958.04	0.00	2420999.27	90.90
2048.14	0.00	2140.34	91.62	2048.14	0.00	2812999.27	90.90
2140.34	0.00	2234.64	91.62	2140.34	0.00	3260999.27	90.90
2234.64	0.00	2331.04	91.62	2234.64	0.00	3771999.27	90.90
2331.04	0.00	2429.54	91.62	2331.04	0.00	4353999.27	90.90
2429.54	0.00	2529.14	91.62	2429.54	0.00	5013999.27	90.90
2529.14	0.00	2629.84	91.62	2529.14	0.00	5759999.27	90.90
2629.84	0.00	2731.64	91.62	2629.84	0.00	6599999.27	90.90
2731.64	0.00	2834.54	91.62	2731.64	0.00	7549999.27	90.90
2834.54	0.00	2938.54	91.62	2834.54	0.00	8629999.27	90.90
2938.54	0.00	3043.64	91.62	2938.54	0.00	9849999.27	90.90
3043.64	0.00	3149.84	91.62	3043.64	0.00	11219999.27	90.90
3149.84	0.00	3257.14	91.62	3149.84	0.00	12759999.27	90.90
3257.14	0.00	3365.54	91.62	3257.14	0.00	14489999.27	90.90
3365.54	0.00	3475.04	91.62	3365.54	0.00	16429999.27	90.90
3475.04	0.00	3585.64	91.62	3475.04	0.00	18609999.27	90.90
3585.64	0.00	3697.34	91.62	3585.64	0.00	21069999.27	90.90
3697.34	0.00	3810.14	91.62	3697.34	0.00	23849999.27	90.90
3810.14	0.00	3924.04	91.62	3810.14	0.00	26999999.27	90.90
3924.04	0.00	4039.04	91.62	3924.04	0.00	31569999.27	90.90
4039.04	0.00	4155.14	91.62	4039.04	0.00	37719999.27	90.90
4155.14	0.00	4272.34	91.62	4155.14	0.00	45599999.27	90.90
4272.34	0.00	4390.64	91.62	4272.34	0.00	55399999.27	90.90
4390.64	0.00	4510.04	91.62	4390.64	0.00	67399999.27	90.90
4510.04	0.00	4630.54	91.62	4510.04	0.00	81899999.27	90.90
4630.54	0.00	4752.14	91.62	4630.54	0.00	99299999.27	90.90
4752.14	0.00	4874.84	91.62	4752.14	0.00	119999999.27	90.90
4874.84	0.00	5008.64	91.62	4874.84	0.00	144499999.27	90.90
5008.64	0.00	5143.54	91.62	5008.64	0.00	173399999.27	90.90
5143.54	0.00	5279.54	91.62	5143.54	0.00	207399999.27	90.90
5279.54	0.00	5416.64	91.62	5279.54	0.00	247399999.27	90.90
5416.64	0.00	5554.84	91.62	5416.64	0.00	294399999.27	90.90
5554.84	0.00	5694.14	91.62	5554.84	0.00	349399999.27	90.90
5694.14	0.00	5834.54	91.62	5694.14	0.00	413399999.27	90.90
5834.54	0.00	5976.04	91.62	5834.54	0.00	487399999.27	90.90
5976.04	0.00	6118.64	91.62	5976.04	0.00	572399999.27	90.90
6118.64	0.00	6262.34	91.62	6118.64	0.00	669399999.27	90.90
6262.34	0.00	6407.14	91.62	6262.34	0.00	779399999.27	90.90
6407.14	0.00	6553.04	91.62	6407.14	0.00	903399999.27	90.90
6553.04	0.00	6700.04</					

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 3		Run Number: 1		Measured: 26 Feb 2007 11:22PM			
Sample File: CHIL33		Record Number: 1143		Analyzed: 26 Feb 2007 11:22PM			
Sample Path: C:\SIZER\DATA\				Result Source: Analyzed			
Sample Name: Zerite							
Wet analysis system							
Dispersing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 200K v01		Beam Length: 2.40 v01		Sampler MB1		Obstruction: 15.3 %	
Presentation: SCHD		(Particle R.I. = 1.5295, 0.1000)		Dispersion R.I. = 1.2300		Refract: 0.534 %	
Analysis Mode: Polydisperse							
Modification: none							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0040 %/col		Density = 1.000 g / cm3 cm		Specific G.A. = 80.9071 mg / g	
Mean Diameter:		D [x, 0.1] = 0.98 um		D [x, 0.5] = 5.02 um		D [x, 2.0] = 5.46 um	
D [4, 0] = 2.17 um		D [2, 2] = 0.70 um		Span = 8.130E+01		Uniformity = 2.672E+01	
Bin Low (um)	in %	Bin High (um)	Count	Bin Low (um)	in %	Bin High (um)	Under%
0.05	15.48	0.06	19.46	0.63	1.31	7.72	32.23
0.06	18.34	0.07	34.82	7.72	1.48	9.00	65.95
0.07	15.31	0.08	52.35	9.85	1.88	10.48	85.28
0.08	9.47	0.09	69.90	10.49	1.10	12.21	96.38
0.09	4.79	0.11	84.00	12.21	0.88	14.23	97.53
0.11	3.23	0.13	68.82	14.23	0.63	16.57	97.88
0.13	1.88	0.15	67.90	16.57	0.47	19.31	98.34
0.15	0.95	0.17	68.30	18.31	0.38	22.40	98.71
0.17	0.41	0.20	89.01	20.43	0.38	26.20	98.98
0.20	0.34	0.23	89.25	25.20	0.23	30.83	99.21
0.23	0.31	0.27	65.56	30.83	0.20	35.58	99.41
0.27	0.28	0.31	69.85	35.58	0.18	41.43	99.59
0.31	0.26	0.38	70.10	41.43	0.12	46.27	99.71
0.38	0.24	0.43	75.34	46.27	0.09	50.21	99.79
0.43	0.23	0.49	75.50	50.21	0.06	65.81	99.95
0.49	0.22	0.58	75.89	65.81	0.03	76.32	99.97
0.58	0.20	0.67	71.25	76.32	0.01	88.91	99.99
0.67	0.47	0.78	71.72	88.91	0.01	103.58	99.99
0.78	0.63	0.91	72.03	103.58	0.02	120.67	99.92
0.91	0.83	1.06	73.18	120.67	0.02	140.38	99.94
1.06	0.93	1.24	74.07	140.38	0.02	163.77	99.95
1.24	0.97	1.44	75.03	163.77	0.02	190.80	99.98
1.44	1.03	1.69	75.03	190.80	0.01	222.29	100.00
1.69	1.04	1.98	77.11	222.29	0.00	258.95	100.00
1.98	1.17	2.33	78.29	258.95	0.00	301.68	100.00
2.33	1.33	2.69	75.56	301.68	0.00	351.46	100.00
2.69	1.45	3.09	81.05	351.46	0.00	408.45	100.00
3.09	1.64	3.60	82.67	408.45	0.00	477.01	100.00
3.60	1.89	4.18	84.46	477.01	0.00	555.71	100.00
4.18	1.92	4.84	86.39	555.71	0.00	647.41	100.00
4.84	1.98	5.69	88.36	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	1.97	6.63	89.53	754.23	0.00	878.67	100.00



รูปที่ จ.7 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1)



### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 3	Run Number: 1	Measured: 24 Feb 2007 11:24PM					
Sample File: CHULAK	Reset Number: 1151	Analysis: 26 Feb 2007 11:24PM					
Sample Path: C:\L2\DR0\DATA		Result Source: Analyst					
Sample Name: Zwitter							
Wet analysis system Dispensing Medium: Water Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 200RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: M01	Concentration: 14.2 %				
Preselector: ACHD	Particle R.I.: ± 1.5295, 0.1000	Dispenser R.I.: ± 1.3302	Refractor: 0.332 %				
Analysis Model: Polydisperse							
Modulators: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume	Concentration: 0.0027 W/W	Density: 1.000 g/cc cm	Specific S.A.: 60.2607 sq. m/g				
Mean Diameter	D (v, 0.1) = 0.86 um	D (s, 0.5) = 0.88 um	D (v, 0.8) = 4.63 um				
D (s, 2) = 2.19 um	D (z, 2) = 0.10 um	Span = 8.221E+01	Uniformity = 2.852E+01				
Size, Low (um)	U %	Size, High (um)	Under%	Size, Low (um)	U %	Size, High (um)	Under%
0.05	14.33	0.06	14.33	0.05	1.85	7.72	91.50
0.06	18.83	0.07	33.51	7.72	1.72	9.00	92.67
0.07	10.58	0.08	49.03	9.00	1.46	10.48	95.70
0.08	3.67	0.09	66.38	10.48	1.19	12.21	98.25
0.09	4.20	0.11	84.78	12.21	0.88	14.22	99.13
0.11	2.50	0.13	86.87	14.22	0.66	16.67	99.79
0.13	1.34	0.15	87.93	16.67	0.45	18.31	99.98
0.15	0.89	0.17	88.59	18.31	0.37	22.49	99.99
0.17	0.46	0.20	89.35	22.49	0.29	28.20	99.94
0.20	0.36	0.23	89.40	28.20	0.24	33.53	99.18
0.23	0.32	0.27	89.73	33.53	0.20	38.56	94.38
0.27	0.28	0.31	70.82	38.56	0.17	41.43	93.15
0.31	0.26	0.36	70.27	41.43	0.15	48.27	99.89
0.36	0.23	0.42	70.30	48.27	0.10	55.25	99.79
0.42	0.26	0.49	70.74	55.25	0.07	64.51	99.95
0.49	0.29	0.58	71.33	64.51	0.04	76.32	99.89
0.58	0.28	0.67	71.38	76.32	0.02	88.91	99.91
0.67	0.45	0.78	71.83	88.91	0.02	103.58	99.83
0.78	0.98	0.91	72.43	103.58	0.02	120.47	99.94
0.91	0.77	1.06	73.12	120.47	0.02	140.88	99.88
1.06	0.88	1.24	74.29	140.88	0.02	163.77	99.88
1.24	0.82	1.44	75.02	163.77	0.01	190.89	99.99
1.44	0.95	1.68	75.97	190.89	0.01	222.28	100.00
1.68	1.03	1.96	77.00	222.28	0.00	258.95	100.00
1.96	1.11	2.28	78.42	258.95	0.00	301.88	100.00
2.28	1.24	2.64	79.55	301.88	0.00	361.46	100.00
2.64	1.40	3.02	80.75	361.46	0.00	409.41	100.00
3.02	1.59	3.40	82.34	409.41	0.00	477.51	100.00
3.40	1.77	4.18	84.11	477.51	0.00	550.71	100.00
4.18	1.80	4.88	86.01	550.71	0.00	647.41	100.00
4.88	1.88	5.68	88.00	647.41	0.00	764.23	100.00
5.68	2.05	6.63	89.09	764.23	0.00	878.87	100.00



Malvern Instruments Ltd  
 Malvern, UK  
 Tel: +[44] (0)1684-892458 Fax: +[44] (0)1684-892788

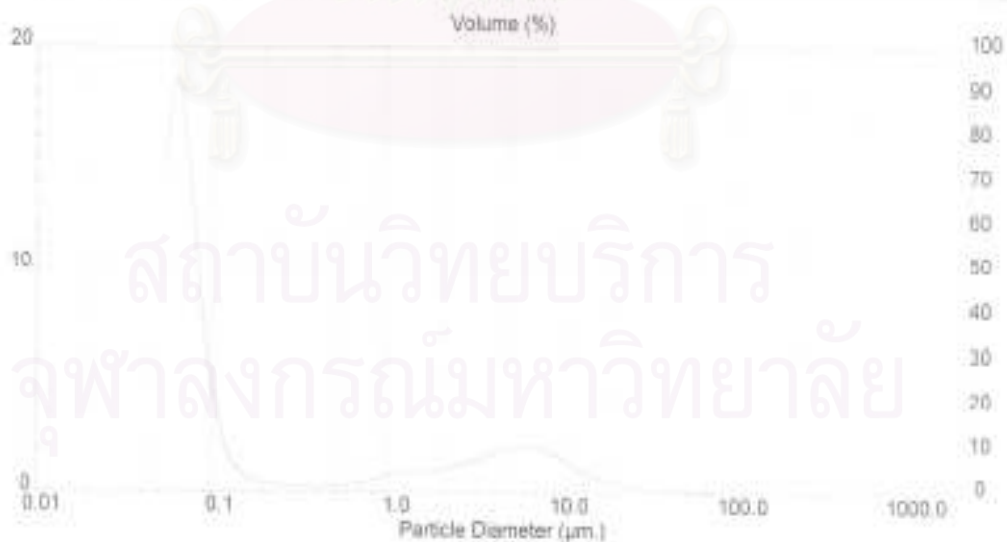
Mastersizer S long bed Ver: 2.19  
 Serial Number: 32734-88

p. 8  
 26 Feb 07 11:26

รูปที่ จ.8 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 1		Run Number: 12		Measured: 26 Feb 2007 11:28 PM			
Sample File: CHULIAJ		Record Number: 1164		Analyzed: 26 Feb 2007 11:25 PM			
Sample Path: C:\MSZSR0\DATA\				Result Source: Analyzed			
Sample Name: Zircon							
Wet analysis system							
Dispersing Medium: Water							
Dispersant: 2 mm							
System Details							
Range/Cent: 100RF mm		Beam Length: 2.40 mm		Detector: MS1		Obscuration: 11.0 %	
Presentation: 3ChD		[Particle R.I.] = 1.18295, 0.10000		[Refract R.I.] = 1.23300		Residual: 0.357 %	
Analysis Method: Fuchs/Debye							
MultiPasses: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0036 W/W		Density = 1.000 g/cm <sup>3</sup> on		Specific S.A. = 35.8406 sq. m/g	
Max Diameter:		D [V, D.1] = 0.08 um		D [V, D.2] = 0.08 um		D [V, D.3] = 0.02 um	
D [A, Z] = 2.19 um		D [Z, Z] = 0.10 um		Span = 8.4110461		Uniformity = 2.6442101	
Size, Low (um)	Hi (%)	Size, High (um)	Weight%	Size, Low (um)	Hi (%)	Size, High (um)	Weight%
0.03	14.69	0.09	14.59	0.03	2.00	7.72	91.88
0.06	18.82	0.07	22.23	7.79	1.64	9.00	82.52
0.07	15.42	0.08	48.05	9.00	1.54	10.49	90.56
0.09	5.77	0.09	50.42	10.49	1.22	12.21	90.28
0.02	3.14	0.11	83.98	12.21	0.93	14.20	97.21
0.11	2.49	0.13	88.04	14.23	0.89	16.37	97.88
0.13	1.23	0.15	87.27	16.37	0.81	19.21	98.49
0.15	0.99	0.17	87.95	19.21	0.76	22.49	98.78
0.17	0.49	0.20	88.42	22.49	0.70	26.20	99.27
0.20	0.37	0.23	88.79	26.20	0.64	30.55	99.26
0.23	0.32	0.27	89.11	30.55	0.59	35.66	99.32
0.27	0.28	0.31	89.40	35.66	0.56	41.42	99.33
0.31	0.28	0.36	89.65	41.42	0.51	48.27	99.79
0.36	0.24	0.42	89.89	48.27	0.47	56.25	99.83
0.42	0.23	0.49	90.14	56.25	0.44	65.91	99.88
0.49	0.22	0.58	90.44	65.91	0.42	76.32	99.90
0.58	0.20	0.67	90.80	76.32	0.41	88.61	99.91
0.67	0.17	0.78	91.25	88.61	0.41	103.58	99.92
0.78	0.16	0.91	91.87	103.58	0.41	120.47	99.93
0.91	0.15	1.06	92.64	120.47	0.41	140.58	99.95
1.06	0.15	1.24	93.54	140.58	0.41	163.77	99.97
1.24	0.14	1.44	94.48	163.77	0.41	180.30	99.98
1.44	0.13	1.69	95.39	180.30	0.41	202.29	99.99
1.69	0.13	1.93	96.40	202.29	0.40	228.99	100.00
1.93	0.12	2.28	97.48	228.99	0.40	261.68	100.00
2.28	0.12	2.65	98.69	261.68	0.40	301.49	100.00
2.65	0.12	3.09	99.06	301.49	0.40	351.49	100.00
3.09	0.11	3.60	99.67	351.49	0.40	409.45	100.00
3.60	0.11	4.19	99.95	409.45	0.40	477.01	100.00
4.19	0.10	4.88	99.92	477.01	0.40	555.71	100.00
4.88	0.09	5.69	99.91	555.71	0.40	647.41	100.00
5.69	0.11	6.63	99.89	647.41	0.40	754.23	100.00
				754.23	0.40	879.87	100.00



Mahern Instruments Ltd.  
 Mahern, UK  
 Tel: +44 (0)1684-892456 Fax: +44 (0)1684-892788

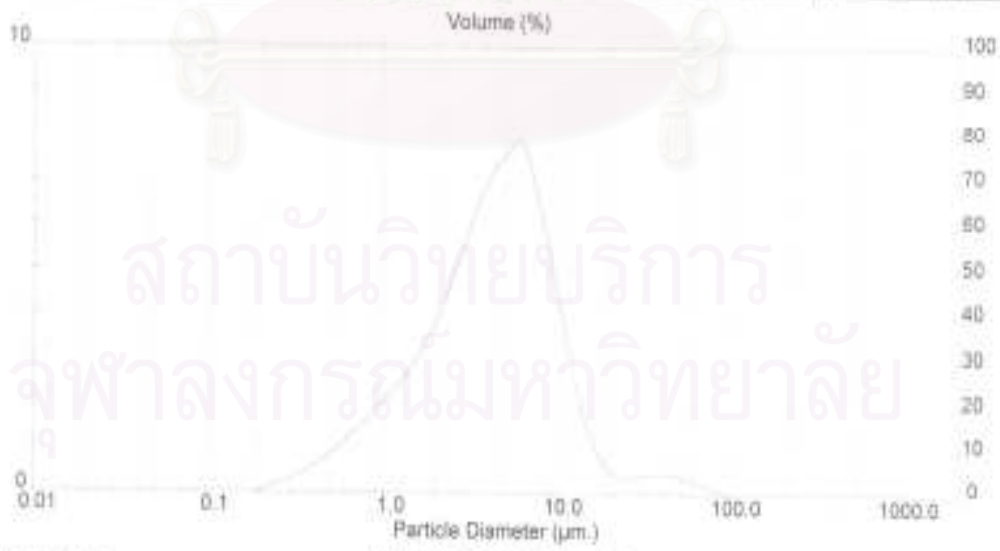
MasterSizer 5 long bed Ver. 2.19  
 Serial Number: 32734-88

p. 8  
 26 Feb 07 11:26

รูปที่ จ.9 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3)

### Analysis Result

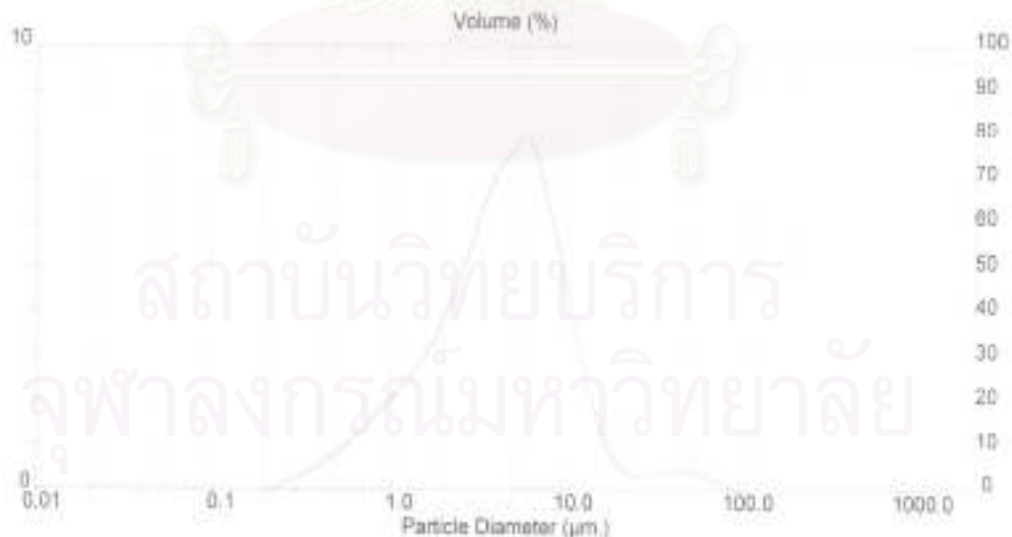
Sample Details							
Sample ID: 4		Run Number: 8		Measured: 26 Feb 2007 13:08PM			
Sample Path: CHILL4		Record Number: 1164		Analyzed: 28 Feb 2007 13:00PM			
Sample Path: C:\SIZE\DATA\				Result Source: Analyzed			
Sample Name: Zwole							
Wet analysis system							
Dispersing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Limit: 10000 µm		Beam Length: 2.40 mm		Sample MS1		Obstruction: 10.0 %	
Presentation: 30°D		Particle R.I.: ( 1.5285, 0.1000); (Refract R.I.: 1.3300)				Residual: 0.711 %	
Analysis Mode: Foldapaper							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration: 0.0065 %Vol		Density: 1.000 g / (cm <sup>3</sup> )		Specific S.A.: 2.4435 sq m / g	
Mean Diameter		D [x, 0.1]: 1.08 µm		D [x, 0.5]: 4.33 µm		D [x, 0.9]: 10.86 µm	
D [4, 0]: 0.03 µm		D [3, 2]: 2.46 µm		Span: 2.258E+03		Uniformity: 0.726E-01	
Size (µm)	n %	Size (µm)	µm/cm	Size (µm)	n %	Size (µm)	µm/cm
0.06	0.03	0.06	0.00	6.63	7.19	7.72	76.43
0.06	0.03	0.07	0.00	7.72	8.39	8.30	84.42
0.07	0.03	0.08	0.00	8.00	4.88	10.48	89.10
0.08	0.03	0.09	0.00	10.48	5.35	12.21	92.48
0.09	0.03	0.11	0.00	12.21	2.19	14.22	94.65
0.11	0.03	0.13	0.00	14.22	1.31	16.57	96.95
0.13	0.03	0.15	0.00	16.57	0.73	19.31	98.69
0.15	0.03	0.17	0.00	18.31	0.43	22.40	97.12
0.17	0.03	0.20	0.00	22.40	0.34	26.29	97.40
0.20	0.03	0.23	0.00	26.29	0.37	30.93	97.85
0.23	0.10	0.27	0.26	30.93	0.43	36.96	98.29
0.27	0.29	0.31	0.66	35.08	0.49	41.40	98.71
0.31	0.42	0.36	0.87	41.40	0.44	48.27	98.18
0.36	0.59	0.42	1.56	48.27	0.37	55.25	98.63
0.42	0.78	0.49	2.30	55.25	0.20	63.51	99.76
0.49	0.95	0.58	3.29	63.51	0.16	73.10	99.94
0.58	1.20	0.67	4.48	73.10	0.06	84.91	100.00
0.67	1.46	0.78	5.82	84.91	0.00	103.58	100.00
0.78	1.76	0.91	7.47	103.58	0.00	120.87	100.00
0.91	2.03	1.06	9.78	120.87	0.00	140.58	100.00
1.06	2.33	1.24	13.02	140.58	0.00	162.77	100.00
1.24	2.64	1.44	14.87	162.77	0.00	190.93	100.00
1.44	3.01	1.68	17.88	190.93	0.00	222.28	100.00
1.68	3.48	1.98	21.14	222.28	0.00	256.85	100.00
1.98	4.03	2.34	25.18	256.84	0.00	301.49	100.00
2.34	4.71	2.85	29.90	301.68	0.00	361.46	100.00
2.85	5.47	3.00	35.50	351.40	0.00	409.41	100.00
3.00	6.22	3.60	41.57	409.49	0.00	477.01	100.00
3.60	6.88	4.19	48.45	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	7.39	4.88	55.62	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	7.67	5.89	63.46	647.41	0.00	754.23	100.00
5.89	7.88	6.60	71.33	754.33	0.00	878.67	100.00



รูปที่ จ.10 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอโคดีที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 4		Run Number: 15		Measured: 26 Feb 2007 13:09PM			
Sample File: CHU/LA3		Record Number: 1172		Analyzed: 26 Feb 2007 13:08PM			
Sample Path: C:\G2\ERS\DATA\				Result Source: Analyzed			
Sample Notes: Zaxite							
Wet analysis system							
Dispensing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 300PF 800		Beam Length: 2.45 mm		Sample: MS1		Detection: 12.3 %	
Preselector: 30HC		[Particle R.I. = (-1.5285, 0.1606)]		Dispersion R.I. = 1.3300		Refract: 0.000 %	
Analysis Mode: Polyspersive							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0064 %/vol		Density = 1.000 g / cc (air)		Specific S.A. = 2.3865 sq m / g	
Mean Diameter: D [4.3] = 6.06 um		D [x, 0.1] = 1.32 um		D [y, 0.5] = 4.37 um		D [x, 0.9] = 19.87 um	
		D [3, 2] = 3.82 um		Span = 0.230E+00		Uniformity = 6.676E-01	
Size_Low (um)	n %	Size_High (um)	Under%	Size_Low (um)	n %	Size_High (um)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	0.03	7.19	7.19	16.24
0.06	0.00	0.07	0.00	1.72	6.39	9.56	64.32
0.07	0.00	0.08	0.00	0.30	4.78	10.48	69.58
0.08	0.00	0.09	0.00	10.05	3.43	12.21	92.58
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	2.25	14.22	94.79
0.11	0.00	0.12	0.00	14.22	1.34	16.57	96.59
0.12	0.00	0.15	0.00	16.57	0.74	18.31	98.09
0.15	0.00	0.17	0.00	18.31	0.42	22.48	97.24
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	0.32	26.20	97.59
0.20	0.01	0.25	0.01	26.20	0.24	30.89	97.91
0.25	0.13	0.27	0.14	30.55	0.40	35.58	98.29
0.27	0.25	0.31	0.39	35.58	0.43	41.48	98.77
0.31	0.38	0.36	0.77	41.43	0.42	48.27	99.15
0.36	0.84	0.42	1.31	48.27	0.36	56.23	99.51
0.42	0.72	0.46	2.03	56.23	0.28	65.51	99.77
0.46	0.93	0.58	2.96	65.51	0.16	76.32	99.89
0.58	1.17	0.67	4.13	76.32	0.07	88.81	100.00
0.67	1.42	0.78	5.56	88.81	0.00	100.58	100.00
0.78	1.72	0.91	7.28	100.58	0.00	120.67	100.00
0.91	2.39	1.06	9.28	120.67	0.00	140.58	100.00
1.06	2.39	1.24	11.67	140.58	0.00	162.77	100.00
1.24	2.81	1.44	14.10	162.77	0.00	190.89	100.00
1.44	2.98	1.68	17.16	190.89	0.00	229.28	100.00
1.68	3.45	1.95	20.61	229.28	0.00	288.99	100.00
1.95	4.02	2.28	24.63	288.99	0.00	361.88	100.00
2.28	4.71	2.62	29.38	361.88	0.00	451.48	100.00
2.62	5.48	3.09	34.83	451.48	0.00	568.88	100.00
3.09	6.25	3.60	41.07	568.88	0.00	717.81	100.00
3.60	6.82	4.19	47.99	717.81	0.00	895.71	100.00
4.19	7.41	4.98	55.40	895.71	0.00	1107.41	100.00
4.98	7.73	5.84	64.18	1107.41	0.00	1354.23	100.00
5.84	7.92	6.82	73.03	1354.23	0.00	1636.87	100.00



Malvern Instruments Ltd  
 Malvern, UK  
 Tel: +[44] (0)1694-892456 Fax: +[44] (0)1694-892788

MasterSizer S long bed Ver. 2.19  
 Serial Number: 32734-89

Page 11  
 26 Feb 07 13:10

รูปที่ จ.11 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอไลด์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2)

### Analysis Result

Sample Details			
Sample ID: 4	Run Number: 17	Measured: 20 Feb 2007 13:18PM	
Sample File: CHL6A3	Record Number: 1174	Analyzed: 20 Feb 2007 13:09PM	
Sample Path: C:\GERSIG\DATA\		Result Source: Analyst	
Sample Name: Zeolite			
Dist analysis system			
Dispensing Medium: Water			
Ultrasonic: 2 min			

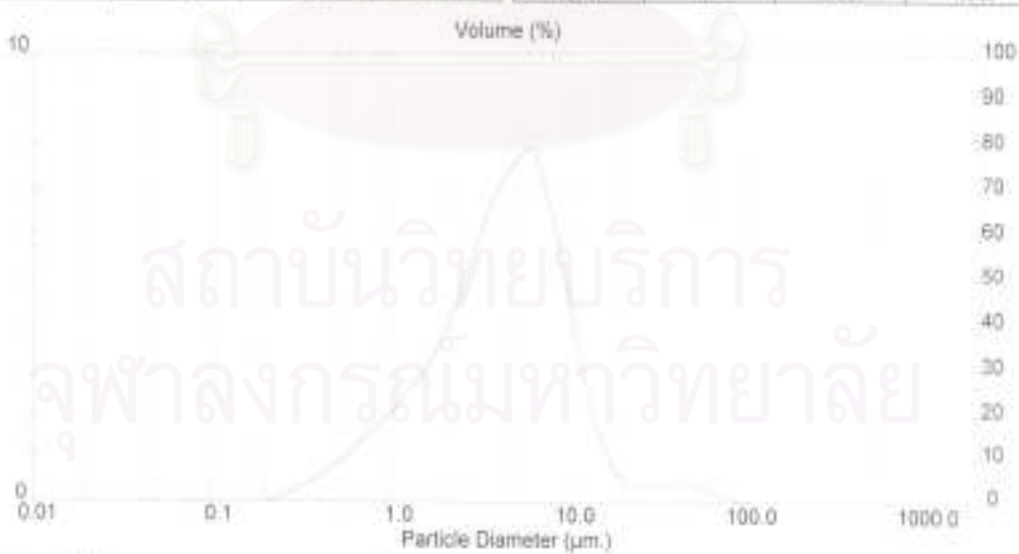
System Details			
Range Lens: 3SERF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sample MS1	Concentration: 13.1 %
Reference: 3CHD	(Particle R.I. = 1.5200, 0.1000)	Dispersion R.I. = 1.3300	Refract: 0.000 %
Analysis Mode: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Oxidation Type: Volume	Concentration = 0.0054 %vol	Density = 1.000 g/cm <sup>3</sup> (0)	Specific S.A. = 2.3824 sq.m./g
Mean Diameter:	D [v, 0.1] = 1.11 um	D [v, 0.5] = 4.39 um	D [v, 0.9] = 10.95 um
O [4, 3] = 0.05 um	D [3, 2] = 2.92 um	Span = 2.2385+60	Uniformity = 8.5045-01

Size_Low (um)	It %	Size_High (um)	Under%	Size_Low (um)	It %	Size_High (um)	Under%
0.05	0.00	0.05	0.00	0.05	7.21	7.12	78.00
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	8.11	8.00	84.50
0.07	0.00	0.08	0.00	8.00	4.80	10.46	89.00
0.08	0.00	0.08	0.00	10.48	3.48	13.21	93.48
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	3.28	14.22	94.74
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	1.26	16.57	96.10
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	0.76	19.31	95.85
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	0.44	22.49	97.30
0.17	0.00	0.20	0.00	22.48	0.33	26.20	97.82
0.20	0.02	0.23	0.02	26.20	0.24	30.53	97.81
0.23	0.12	0.27	0.16	30.53	0.40	35.56	99.37
0.27	0.25	0.31	0.40	35.56	0.45	41.45	98.79
0.31	0.38	0.38	0.79	41.45	0.41	48.27	99.20
0.38	0.58	0.42	1.33	48.27	0.34	56.23	99.54
0.42	0.73	0.45	2.06	56.23	0.25	65.31	99.79
0.45	0.85	0.52	2.94	65.31	0.18	76.32	99.94
0.49	1.16	0.67	4.17	76.32	0.06	89.91	100.00
0.50	1.44	0.78	5.64	89.91	0.00	103.58	100.00
0.67	1.72	0.91	7.32	103.58	0.00	120.07	100.00
0.78	2.08	1.06	9.32	120.07	0.00	140.00	100.00
0.91	2.29	1.24	11.61	140.00	0.00	163.77	100.00
1.06	2.80	1.44	14.21	163.77	0.00	190.00	100.00
1.24	2.87	1.68	17.17	190.00	0.00	222.29	100.00
1.44	3.42	1.98	20.89	222.29	0.00	258.93	100.00
1.68	3.94	2.28	24.70	258.93	0.00	301.00	100.00
1.98	4.48	2.65	28.20	301.00	0.00	351.46	100.00
2.28	5.44	3.09	34.71	351.46	0.00	409.49	100.00
2.65	6.22	3.60	40.92	409.49	0.00	477.01	100.00
3.09	6.88	4.19	47.82	477.01	0.00	555.71	100.00
3.60	7.40	4.85	55.22	555.71	0.00	647.41	100.00
4.19	7.72	5.69	62.96	647.41	0.00	754.23	100.00
4.85	7.72	6.63	70.68	754.23	0.00	878.07	100.00



รูปที่ จ.12 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอโคดีที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 2.5 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3)



### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: S	Run Number: 15	Master/00_28 Feb 2007 13:21PM					
Sample File: CHLAL3	Record Number: 1191	Analyzed: 28 Feb 2007 13:21PM					
Sample Path: C:\MSERS\DATA\		Result Source: Analyzed					
Sample Notes: Zrod Wet analysis system Dispersing Medium: Water Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 3.4E mm	Sample: MS1	Dispersion: 14.1 %				
Presentation: F0HD	(Particle #) = 1.8295, 0.1000	Dispersion #1 = 1.3200	Refract: 0.625 %				
Analysis Model: Polydisperse							
Multiscan: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0050 %/Vol	Density = 1.000 g / (cub. cm)	Sample S.A. = 48.7790 sq. m / g				
Mean Diameter: D [4,3] = 6.19 um	D [x,0.1] = 0.99 um	D [x,0.5] = 0.23 um	D [x,3.0] = 25.70 um				
	D [3,2] = 0.16 um	Span = 1.132E+02	Uniformity = 3.66E+01				
Size_Low (um)	%	Size_High (um)	Volume	Size_Low (um)	%	Size_High (um)	Volume
0.05	7.97	0.08	7.61	0.05	2.08	1.72	64.48
0.06	11.09	0.07	18.78	0.06	2.44	4.00	86.92
0.07	10.69	0.08	39.46	0.07	2.80	10.48	60.72
0.08	6.73	0.09	37.59	0.08	3.12	12.21	72.84
0.09	5.23	0.11	42.83	0.09	3.38	14.22	76.22
0.11	3.87	0.12	45.93	0.11	3.64	16.67	78.78
0.12	1.78	0.15	47.66	0.12	3.83	18.31	80.38
0.15	1.98	0.17	48.70	0.15	3.84	20.48	87.98
0.17	0.75	0.20	49.81	0.17	3.35	26.25	90.41
0.20	0.97	0.23	50.08	0.20	3.80	30.50	93.32
0.23	0.47	0.27	50.83	0.23	2.37	35.58	95.70
0.27	0.48	0.31	50.95	0.27	1.79	41.43	97.49
0.31	0.34	0.35	51.28	0.31	1.23	48.27	98.71
0.35	0.30	0.42	51.58	0.35	0.75	56.21	99.48
0.42	0.28	0.48	51.87	0.42	0.38	65.51	99.85
0.48	0.30	0.55	52.11	0.48	0.14	76.32	100.00
0.55	0.32	0.67	52.49	0.55	0.00	88.91	100.00
0.67	0.37	0.78	52.80	0.67	0.00	103.58	100.00
0.78	0.43	0.91	53.29	0.78	0.00	120.67	100.00
0.91	0.56	1.06	53.79	0.91	0.00	140.58	100.00
1.06	0.83	1.24	54.35	1.06	0.00	163.77	100.00
1.24	0.82	1.44	54.84	1.24	0.00	190.90	100.00
1.44	0.48	1.68	55.32	1.44	0.00	222.28	100.00
1.68	0.45	1.95	55.77	1.68	0.00	258.99	100.00
1.95	0.42	2.28	56.18	1.95	0.00	301.60	100.00
2.28	0.43	2.65	56.61	2.28	0.00	351.46	100.00
2.65	0.48	3.08	57.09	2.65	0.00	408.46	100.00
3.08	0.58	3.60	57.58	3.08	0.00	477.01	100.00
3.60	0.77	4.19	58.40	3.60	0.00	555.71	100.00
4.19	1.31	4.88	59.45	4.19	0.00	647.41	100.00
4.88	1.31	5.69	60.71	4.88	0.00	754.23	100.00
5.69	1.87	6.63	62.09	5.69	0.00	878.67	100.00



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ จ.13 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 1)

### Analysis Result

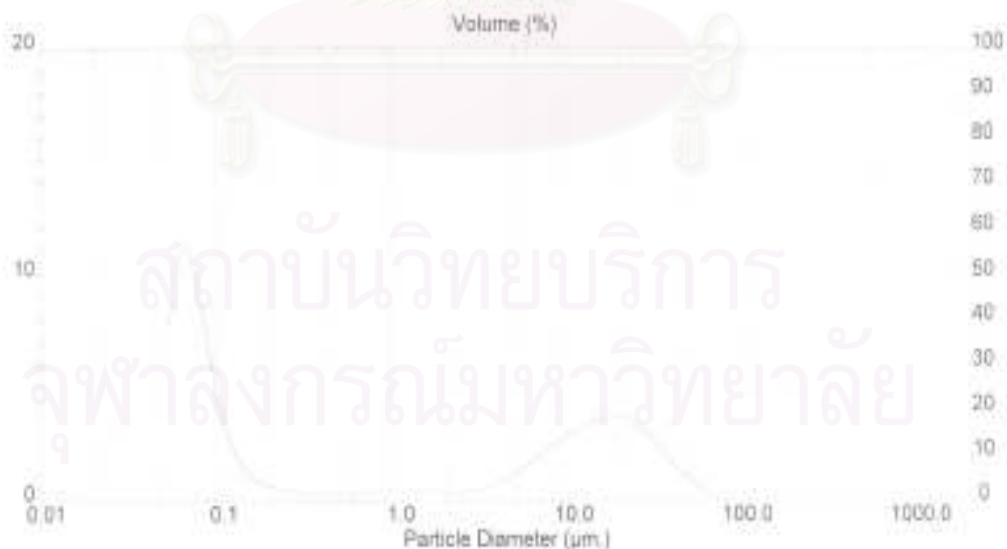
Sample Details							
Sample ID: 8		Run Number: 16		Measured: 26 Feb 2007 13:21PM			
Sample File: CHSLAZ		Record Number: 1190		Analyst: 26 Feb 2007 13:21PM			
Sample Path: D:\DATA\DATA\				Result Source: Analyst			
Sample Name: Zeolite							
Wet Analysis System							
Dispensing Medium: Water							
Ultrasonic: 2 min							
System Details							
Range Lens: 300V Lens		Beam Length: 2.40 mm		Scatter: MS1		Dispersal: 14.2 %	
Presentation: 30HD		(Particle R.I. = 1.5265, 0.1000)		(Dispersion R.I. = 1.3300)		Refract: 11.63 %	
Analysis Mode: Polydisperse							
Modifications: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration: 0.0050 %/Vol		Density: 1.0000 g / cm <sup>3</sup>		Specific S.A.: 40.6000 sq m / g	
Mean Diameter: D[4,3] = 8.18 um		D (x, 0.1) = 0.09 um		D (x, 0.5) = 0.23 um		D (x, 0.9) = 25.73 um	
		D [3,2] = 0.15 um		Span = 1.101E+02		Uniformity = 3.471E+01	
Size (um)	wt %	Size (um)	Under%	Size (um)	wt %	Size (um)	Under%
0.05	7.93	0.06	7.93	0.05	2.35	7.32	84.35
0.06	11.04	0.07	16.07	0.06	2.44	9.00	86.79
0.07	10.68	0.08	26.75	0.07	2.61	10.46	89.40
0.08	8.11	0.09	34.86	0.08	3.14	12.21	92.54
0.09	0.22	0.11	42.07	0.09	3.28	14.22	95.82
0.11	2.07	0.12	46.74	0.11	3.68	16.51	99.14
0.13	1.78	0.15	47.52	0.13	3.65	19.21	99.34
0.15	1.10	0.17	48.62	0.15	3.67	22.49	99.67
0.17	0.79	0.20	49.38	0.17	3.37	26.20	99.38
0.20	0.58	0.25	49.95	0.20	2.93	30.00	99.31
0.23	0.48	0.27	50.44	0.23	2.28	33.58	99.69
0.27	0.41	0.31	50.84	0.27	1.80	37.43	99.49
0.31	0.34	0.36	51.18	0.31	1.24	41.27	99.72
0.36	0.20	0.42	51.48	0.36	0.79	44.33	99.46
0.42	0.20	0.49	51.78	0.42	0.38	46.91	99.88
0.49	0.20	0.58	52.09	0.49	0.14	48.32	100.00
0.58	0.32	0.67	52.40	0.58	0.06	48.91	100.00
0.67	0.37	0.78	52.78	0.67	0.00	49.58	100.00
0.78	0.42	0.91	53.21	0.78	0.00	49.87	100.00
0.91	0.30	1.06	53.70	0.91	0.00	49.86	100.00
1.06	0.53	1.24	54.23	1.06	0.00	49.37	100.00
1.24	0.91	1.44	54.75	1.24	0.00	48.80	100.00
1.44	0.48	1.68	55.23	1.44	0.00	47.28	100.00
1.68	0.44	1.98	55.67	1.68	0.00	45.90	100.00
1.98	0.41	2.28	56.08	1.98	0.00	44.65	100.00
2.28	0.42	2.65	56.50	2.28	0.00	43.40	100.00
2.65	0.47	3.09	56.97	2.65	0.00	42.45	100.00
3.09	0.38	3.60	57.36	3.09	0.00	41.71	100.00
3.60	0.78	4.10	57.32	3.60	0.00	40.71	100.00
4.10	1.00	4.68	57.32	4.10	0.00	40.41	100.00
4.68	1.31	5.25	57.63	4.68	0.00	39.23	100.00
5.25	1.01	5.93	57.20	5.25	0.00	37.67	100.00



รูปที่ จ.14 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอโคดีที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 2)

### Analysis Result

Sample Details							
Sample ID: 3		Run Number: 10		Measured: 26 Feb 2007 13:22PM			
Sample File: CHULA3		Record Number: 1194		Analysis: 26 Feb 2007 13:22PM			
Sample Path: C:\SIZER3\DATA				Result Source: Analyzed			
Sample Name: Zovite							
Wet analysis system							
Dispersing Medium: Water							
Ultrasonic: 2.min							
System Details							
Range (Laser): 2000F-500		Beam Length: 2.49 mm		Sampler: M01		Detectable: 14.2 %	
Presentation: 30HD		(Particle R.I.) = (1.5205, 0.1000)		Dispersion R.I.: 1.0000		Refract: 0.028 %	
Analysis Method: Polydisperse							
Wavelengths: None							
Result Statistics							
Distribution Type: Weyhle		Concentration: 3.0000 %Vol		Density: 1.0000 g / cm <sup>3</sup> ref		Sample S.A. = 48.6102 mg / g	
Mean Diameter:		D [x, 0.1] = 0.88 um		D [x, 0.5] = 0.94 um		D [x, 0.9] = 25.87 um	
D [4, 0] = 8.18 um		D [0, 2] = 0.15 um		Span = 1.062E+02		Uncertainty = 3.357E+01	
Size (Low um)	is %	Size (High um)	Under%	Size (Low um)	is %	Size (High um)	Under%
0.03	7.52	0.06	7.52	8.65	2.05	7.72	94.17
0.03	10.88	0.07	18.55	7.72	2.45	9.00	98.61
0.07	10.81	0.08	29.38	3.00	2.83	12.48	95.44
0.08	8.09	0.09	37.38	10.40	3.17	12.21	72.61
0.08	3.23	0.11	40.48	12.21	1.43	14.23	75.04
0.11	3.08	0.12	45.57	14.23	3.80	18.07	74.64
0.13	1.80	0.16	47.37	14.87	3.83	19.21	83.23
0.15	1.11	0.17	48.48	18.21	3.71	23.49	87.03
0.17	0.77	0.20	49.25	23.49	3.49	26.20	88.40
0.20	0.59	0.23	49.84	28.20	2.94	30.53	83.37
0.23	0.49	0.27	50.33	32.53	3.38	35.58	86.78
0.27	0.41	0.31	50.75	35.58	1.79	41.43	87.54
0.31	0.35	0.36	51.10	41.43	1.22	48.27	88.71
0.36	0.31	0.42	51.41	48.27	0.74	56.23	86.50
0.42	0.28	0.48	51.70	56.23	0.37	65.51	88.87
0.48	0.21	0.56	52.01	65.51	0.13	76.12	100.00
0.56	0.13	0.67	52.34	76.12	0.00	88.91	100.00
0.67	0.07	0.79	52.71	88.91	0.00	103.58	100.00
0.79	0.02	0.91	53.14	103.58	0.00	120.47	100.00
0.91	0.00	1.06	53.94	120.07	0.00	140.58	100.00
1.06	0.00	1.24	54.98	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	0.00	1.44	54.87	163.77	0.00	190.89	100.00
1.44	0.00	1.66	55.14	190.89	0.00	222.28	100.00
1.66	0.00	1.90	55.58	222.28	0.00	258.94	100.00
1.90	0.00	2.25	55.95	258.95	0.00	301.88	100.00
2.25	0.00	2.62	56.28	301.88	0.00	351.48	100.00
2.62	0.00	3.08	56.89	351.48	0.00	409.45	100.00
3.08	0.00	3.60	57.43	409.45	0.00	477.81	100.00
3.60	0.00	4.19	58.18	477.81	0.00	556.71	100.00
4.19	0.00	4.83	59.18	556.71	0.00	647.41	100.00
4.83	0.00	5.54	60.48	647.41	0.00	754.23	100.00
5.54	0.00	6.32	62.12	754.23	0.00	878.87	100.00



รูปที่ จ.15 ข้อมูลผลการทดลองจากเครื่อง Laser particle size distribution analyzer ของซีไอโคด์ที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง แสดงขนาดของผลึก (ครั้งที่ 3)

## ภาคผนวก ฉ

## Certificate of NaA zeolite

## PRODUCT CERTIFICATE

DATE : 08/08/2006 TESTED BY : 

LOT NO. : 66074 CHECKED BY : 

CUSTOMER : As Sample

CHARACTERISTIC	RESULT
FORM	FREE-FLOWING POWDER
COLOR (HUNTER "L" SCALE)	WHITE 98.6
CEC (mg CaCO <sub>3</sub> per g of anhydrous zeolite)	282 *
pH of 1% DISPERSION	11.35
AVERAGE BULK DENSITY ( g/l )	332
MEDIAN PARTICLE SIZE ( μm )	3.43
MOISTURE LOSS AT 800 °C ( % BY WEIGHT)	19.80

NOTE : \* Measure at 21.1 °C, 0.02 N and 10 meq calcium per anhydrous gram of zeolite.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

QP009F10.1

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายประเสริฐ สวราชย์ เกิดวันที่ 25 พฤษภาคม พ.ศ. 2522 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จ การศึกษาระดับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี เมื่อปีการศึกษา 2544 ต่อมาได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตร มหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2546



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย