

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 รูปแบบการศึกษา

เป็นงานวิจัยเชิงทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ที่อุณหภูมิ ความดัน เวลา และความเข้มข้นของสารละลายเบสต่างๆและนำซีโอไลต์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาศึกษาสมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพ และนำมาเป็นข้อมูลสำหรับการสังเคราะห์และใช้ประโยชน์ที่เหมาะสมต่อไป

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องชั่งละเอียด 0.1 มิลลิกรัม sartorius รุ่น 1702 MP8 หมายเลข 35090125
2. เครื่องชั่งหยาบ 0.1 มิลลิกรัม mettler รุ่น PG5002 หมายเลข 66268110
3. เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace) ของ cabolite 0-1,200 องศาเซลเซียส
4. ตู้อบ (oven) ของ WT binder ช่วงอุณหภูมิ 0-250 องศาเซลเซียส
5. ครุชิลเบิลฟอรัชเลน ความจุ 20 มิลลิลิตร พร้อมฝา
6. กระดาษกรอง whatman เบอร์42 และ เบอร์ 1
7. ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) พร้อมชุดกรอง
8. ชุดเครื่องกวน (stirrer)
9. เดสิคเคเตอร์ (dessicator)
10. ชุดเครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ
11. เครื่องปฏิกรณ์รูปทรงกระบอก ปริมาตร 70 มิลลิลิตร ทำจากเหล็กกล้าเหนียวไร้สนิม SS 316 โดยด้านบนมีชุดฝาปิดทำจากสแตนเลสเหนียวอย่างดี มีชุดอุปกรณ์สำหรับอัดแก๊ส และวาล์วนิรภัย สามารถทำการทดลองภายใต้ภาวะที่ทนความร้อนได้ถึง 500 องศาเซลเซียส และความดัน 10 เมกกะปาสคาล มีชุดสำหรับใส่เทอร์โมคัพเพิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ระหว่างทำการทดลอง ดังแสดงในรูป 3.1
12. เครื่องเขย่าและอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิตอล (Temperature Control) ทำหน้าที่ควบคุมการจ่ายกระแสจากหม้อแปลงไฟฟ้าไปยังขดลวดความร้อนและตัดการจ่ายกระแสเมื่อได้อุณหภูมิตามที่กำหนดไว้ ดังแสดงในรูป 3.2

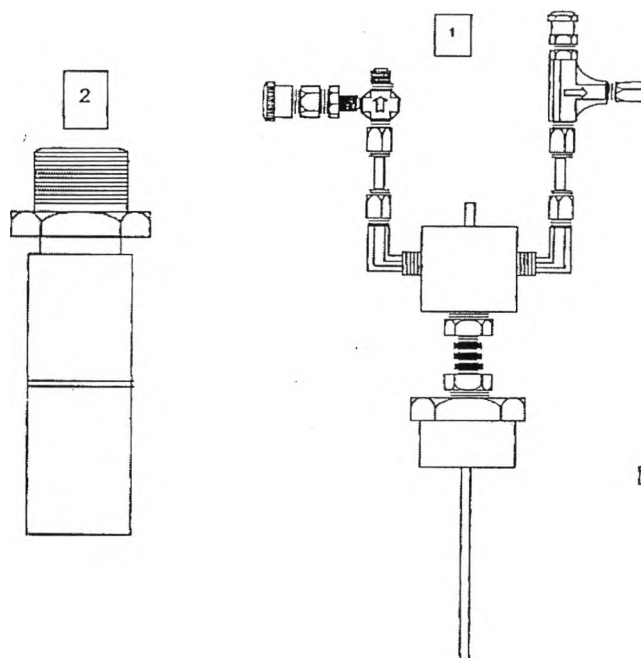
13. หม้อแปลงไฟฟ้า UNION รุ่น TDGC-2 ขนาด 3 KVa ปรับแรงดันได้ 0-250 โวลต์
14. เทอร์โมคัพเพิล สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิ เป็นแบบเค (K-Type) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.6 มิลลิเมตร
15. Scanning Electron Microscopy (SEM) JOEL รุ่น JSM-6400
16. X-rays Diffraction Spectroscopy JOEL รุ่น JDX-8030, JAPAN
17. X-rays Fluorescence Spectroscopy JOEL รุ่น PW 2400 PHILIPS, JAPAN
18. เครื่องวัดพื้นที่ผิวของ Micromeritics รุ่น Flow Sorball 2300

3.3 สารเคมี

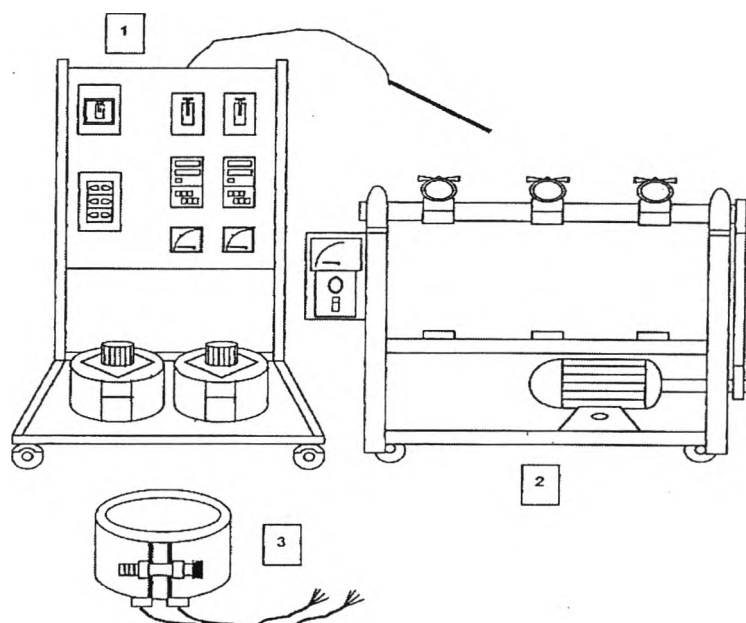
1. SODIUM HYDROXIDE
2. POTASSIUM HYDROXIDE
3. CALCIUM CHLORIDE 2-HYDRATE
4. AMMONIUM HYDROXIDE
5. HYDROCHLORIC ACID
6. AMMONIUM CHLORIDE
7. DI-SODIUM ETHYLENEDIAMINETETRAACETATE
8. CALCIUM CARBONATE
9. HYDROXY NAPHTHOL BLUE
10. HYDROGEN GAS

3.4 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

วัสดุที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้ถ้ำลอยถ่านหิน ที่นำมาจากโรงงานผลิตกระแสไฟฟ้า อ.แม่
เมาะ จังหวัดลำปาง



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์



รูปที่ 3.2 ชุดเครื่องเขย่า (1) ชุดควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิตอล
(2) เครื่องเขย่า
(3) ขดลวดให้ความร้อน (heater)

3.5 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง

3.5.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วลอยโดยวิธี X-rays Fluorescence Spectroscopy (XRF)

- ปริมาณซิลิกา (SiO_2) อะลูมินา (Al_2O_3) เป็นต้น

3.5.2 การเตรียมสารตั้งต้น

การเตรียมแก้วลอยถ่านหิน

นำแก้วลอยที่ได้มาจากโรงงานผลิตไฟฟ้าแม่เมาะเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (สาเหตุที่ทำการเผาเพราะต้องการกระตุ้นให้แก้วลอยถ่านหินอยู่ในสภาพพร้อมคือเป็นสารประกอบของ quartz และ mullite ที่จะนำมาทำปฏิกิริยา) หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นใน desiccator

การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 โมลาร์

3.5.3 วิธีการทดลอง

นำแก้วลอยและสารละลายเบสที่เตรียมได้มาซึ่งใส่ในเครื่องปฏิกรณ์ ในอัตราส่วนระหว่างแก้วลอย : สารละลายเบสคือ 1 : 8 โดยน้ำหนัก

- อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ ที่อุณหภูมิ 100, 120, 150 และ 200°C
- ความดันที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ ที่ความดัน 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 MPa โดยใช้ก๊าซไฮโดรเจน
- สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ความเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 โมลาร์
- เวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ คือ 6, 16, 48 และ 120 ชั่วโมง

3.5.4 ขั้นตอนในการทำปฏิกิริยา

- ชั่งแก้วลอย 5 กรัม และสารละลายเบส 40 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียด
- นำสารทั้งหมดใส่เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก แล้วปิดฝาให้เรียบร้อย
- นำเครื่องปฏิกรณ์ใส่ภาชนะในออกโดยผ่านก๊าซไฮโดรเจนเข้าไปอย่างช้าๆ แล้วอัดก๊าซไฮโดรเจนจนได้ความดันที่กำหนด ทำการทดสอบรอยรั่วของก๊าซโดยใช้น้ำสบู่ทดสอบตามข้อต่อของเครื่องปฏิกรณ์
- นำเครื่องปฏิกรณ์ต่อเข้ากับเครื่องเขย่าและชุดอุปกรณ์ให้ความร้อน หุ้มฉนวนทับเพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนระหว่างการทดลอง ต่อเทอร์โมคัพเปิดเข้ากับเครื่องปฏิกรณ์

- ปรับกระแสไฟฟ้าจากหม้อแปลงไฟฟ้าให้กับขดลวดให้ความร้อน และเปิดสวิตช์เครื่องเขย่า
- เริ่มจับเวลาเมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์คงที่ตามที่กำหนดไว้ เมื่อครบเวลาที่ทำปฏิกิริยาแล้ว ทิ้งไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ในเครื่องปฏิกรณ์ออกมากรองแบบสุญญากาศ
- กรองผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยน้ำกลั่น จนกระทั่งน้ำส่วนที่กรองได้ที่ค่าความเป็นกรดเบสอยู่ระหว่าง 7-8 จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่กรองเรียบร้อยแล้วไปอบแห้งที่ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เก็บไว้ในเดสิคเคเตอร์ เพื่อรอการการวิเคราะห์

3.5.5 การวิเคราะห์

- ทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมไอออน (CEC)
- วิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้ X-rays Diffraction Spectroscopy (XRD)
- วิเคราะห์การเกิดรูปร่างผลึกโดยใช้ Scanning Electron Microscopy (SEM)
- หาพื้นที่ผิวโดยใช้เครื่อง BET