

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 อุปกรณ์

1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FTIR (TENSOR 27)
2. X-ray Diffractometer: XRD (Bruker axs D5005)
3. Scanning electron microscope: SEM (JEOL JSM-6400)
4. UV-VIS Spectrophotometer (JASCO V-650)
5. ชุดการสกัด
6. ชุดเครื่องกรองสุญญากาศ
7. กระดาษกรอง (เบอร์ 93, 42 Ashless)
8. กระดาษวัด pH
9. เครื่องชั่ง
10. เตาเผา (Nabertherm GmbH)
11. ตู้อบ
12. Teflon-lined autoclave
13. Hot plate stirrer
14. Magnetic stirrer, Magnetic bar
15. เครื่องแก้วพื้นฐานที่มีในห้องปฏิบัติการ เช่น ปีกเกอร์ แ่งแก้วคนสาร
16. ขวดโพลีโพรพิลีน: PP (Poly Propylene)

3.1.2 สารเคมี

1. Sodium aluminates (NaAlO_2 , Sigma-Aldrich)
2. Potassium hydroxide, reagent grade (KOH 85% Grade AR)
3. Sodium hydroxide, reagent grade (NaOH 97%, Grade AR)
4. Hydrochloric acid (HCl 37 %, Grade AR)

3.1.3 วัตถุดิบ

แกลบข้าว

3.2 วิธีการดำเนินการวิจัย

โครงการวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 4 ตอน ได้แก่ การเตรียมแกลบข้าว การสกัดซิลิกาจากแกลบข้าว การเตรียมโซเดียมซิลิเกต (Sodium silicate) จากซิลิกาแกลบข้าว และการสังเคราะห์ซีโอไลต์ LSX

3.2.1 การเตรียมแกลบข้าว

นำแกลบข้าวมาแยกสิ่งแปลกปลอมที่ปะปนมาออกด้วยมือ แล้วนำไปล้างด้วยน้ำประปาหลายๆ ครั้ง เพื่อไล่ฝุ่น จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ($^{\circ}\text{C}$) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดก็นำไปสกัดต่อในขั้นต่อไป

3.2.2 การสกัดซิลิกาจากแกลบข้าว

ชั่งแกลบข้าว 100 กรัม ใส่ขวดก้นกลมแล้วเติมสารละลาย HCl เข้มข้น 3.0 โมลาร์ (M) ปริมาตร 500 มิลลิลิตร (ml) ลงในขวดก้นกลมขนาด 1000 ml ทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำแกลบที่ผ่านการรีฟลักซ์แล้วไปล้างด้วยน้ำประปาจน pH เป็นกลาง และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้ของแข็งสีขาวออกมาแล้วนำไปวิเคราะห์คุณลักษณะด้วยเทคนิค XRD และ FTIR

3.2.3 การเตรียม Sodium silicate จากซิลิกาแกลบข้าว

ชั่งซิลิกาที่ได้จากแกลบข้าว 135 กรัม ละลายใน 14% w/w ของ NaOH 500 ml กวนจนละลายเมื่อละลายจะได้ Sodium silicate เพื่อนำไปสังเคราะห์ซีโอไลต์ในขั้นต่อไป

3.2.4 การสังเคราะห์ Zeolite LSX

เตรียมเจลให้มีอัตราส่วนเท่ากับ $5.5 \text{ Na}_2\text{O} : 1.65 \text{ K}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 2.2 \text{ SiO}_2 : 122 \text{ H}_2\text{O}$ โดยการละลาย Sodium aluminates 22.37 กรัมในน้ำกลั่น 30 กรัม (สาร A) และละลาย Potassium hydroxide 21.53 กรัม กับ Sodium hydroxide 31.09 กรัม ในน้ำกลั่น 70 กรัม (สาร B) จากนั้นนำสาร A และ สาร B ผสมกันจนเป็นเนื้อเดียวกัน (สาร C) และเติมสารละลายผสมระหว่าง sodium silicate solution 46.0 กรัม กับน้ำกลั่น 71.8 กรัม ผสมจนเข้ากันจะได้เจลที่มีลักษณะสีขาวขุ่นเหมือนนม จากนั้นแบ่งสารละลายเป็น 2 ส่วน เพื่อนำไปตกผลึกในภาชนะแตกต่างกัน ตกผลึกขวด PP จะเรียกว่า Zeolite LSX (A) และ ตกผลึกใน Teflon-lined autoclave จะเรียกว่า Zeolite LSX (B) ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแล้วให้เพิ่มอุณหภูมิและเวลาเป็น 100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมากรองและล้างด้วยน้ำกลั่นจน pH เท่ากับ 10 แล้วล้างด้วย 0.01 M NaOH นำไปอบที่ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์คุณลักษณะด้วย XRD BET SEM XRF และ FT-IR