

# รายงานฉบับสมบูรณ์



โครงการ

การผลิตซีดีกาเจลดูดความชื้นจากซีเอ็มแอล

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พฤษภาคม 2540

๓ 1 ค.ค. 2544

I19497830

# รายงานฉบับสมบูรณ์

## โครงการ

การผลิตซีดีกาเจลดูดความชื้นจากซีเมนต์

เสนอ

ฝ่ายวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สถาบันวิทยบริการ  
คณะผู้วิจัย  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวหน้าโครงการ : รศ.ดร.โสภณ เรืองสำราญ  
ผู้ร่วมโครงการ : นางสาวสุพิน ต่างวิวัฒน์  
: นายศรีไฉล ขุนทนต์

## กิตติกรรมประกาศ

รายงานฉบับสมบูรณ์ของโครงการ การผลิตซีดีกาเจลดูความชื้นจากซีดีเก่า  
แกลบ ซึ่งได้รับเงินสนับสนุนการวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (งบประมาณ  
แผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2539) สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยใคร่ขอขอบคุณ  
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เล็ก อุตตมะศีล ที่ให้ความช่วยเหลือด้านข้อมูลซึ่งเป็นแนวทางสำหรับ  
งานวิจัย

ขอขอบคุณคุณสุพิน ต่างวิวัฒน์ และ คุณศรีโฉล ขุนทน ผู้ร่วมวิจัยประจำ  
โครงการ นอกจากนี้ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ทุกท่านที่มีส่วนช่วยในการวิจัยครั้งนี้ ตลอดจนผู้มีพระคุณทุกท่านที่ได้กล่าวถึงในที่นี้

รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เริงสำราญ  
หัวหน้าโครงการ  
20 พฤษภาคม 2540

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เลขหมู่ กฟ  
คว 15  
เลขทะเบียน 010511  
วัน,เดือน,ปี 24พค.44

## สารบัญ

	หน้า
สารบัญตาราง	(1)
สารบัญรูป	(2)
บทที่ 1      บทนำ	1
บทที่ 2      ทฤษฎี	4
บทที่ 3      การทดลอง	12
บทที่ 4      ผลการทดลองและวิจารณ์	15
บทที่ 5      สรุป	24
เอกสารอ้างอิง	



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 2.1	แสดงสมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่าง ๆ	8
ตารางที่ 4.1	แสดงองค์ประกอบของซีเมนต์แกลบที่ถูกใช้เป็นสารตั้งต้น	15
ตารางที่ 4.2	แสดงผลที่เกิดจากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	16
ตารางที่ 4.3	แสดงผลที่เกิดจากการใช้ระยะเวลาที่ไปเท่ากันในการรีฟลักซ์	17
ตารางที่ 4.4	แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด	18
ตารางที่ 4.5	แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบที่ไม่ได้บดภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด	18
ตารางที่ 4.6	แสดงความบริสุทธิ์ของซิลิกา	19
ตารางที่ 4.7	แสดงองค์ประกอบของซิลิกาที่ได้จากการทดลอง	19
ตารางที่ 4.8	แสดงการเปรียบเทียบความบริสุทธิ์ของซิลิกาเกรดการค้า ก่อนและหลังเตรียมเป็นซิลิกาเจล	20
ตารางที่ 4.9	แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะเฉลี่ยของซิลิกาที่ได้เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดห้องปฏิบัติการ (Laboratory grade)	22
ตารางที่ 4.10	แสดงค่า Rf ของ Tripatmitin ด้วยวิธี TLC	22

## สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 2.1	แสดงรูปแบบต่าง ๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO <sub>4</sub> Tetrahedra ในโครงสร้างพื้นฐาน	5
รูปที่ 2.2	พฤติกรรม การ Polymerization ของซิลิกา	9
รูปที่ 2.3	ผลของ pH ต่อ Colloidal Silica-Water System	10
รูปที่ 4.1	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมที่ใช้และร้อยละของซิลิกาที่ได้	16
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์และร้อยละของซิลิกาที่ได้	17
รูปที่ 4.3	แสดง X-ray diffraction pattern ของซิลิกา	21
รูปที่ 4.4	แสดงซีเมนต์แกลบ (ซ้าย) และซิลิกาที่แยกได้จากซีเมนต์แกลบ (ขวา)	22

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทคัดย่อ

วิธีการหนึ่งที่สามารถใช้แยกซิลิกาจากซีเมนต์เก่าเคลือบคือ ทำซิลิกาในซีเมนต์เก่าเคลือบผ่านการเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยใช้ซีเมนต์เก่าเคลือบดลอะเอียงดริฟลักซ์กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะได้ซิลิกาประมาณร้อยละ 80

ซิลิกาที่ได้จากการทดลองเป็นซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) โดยดูจากผลของ XRD ความบริสุทธิ์  $99.91 \pm 2\%$  พื้นที่ผิวจำเพาะประมาณ  $600 \text{ m}^2/\text{g}$  ใช้ในงานกั้นเลเยอร์โครมาโตกราฟีได้



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## Abstract

Sodium silicate solution route is a way to separate silica from rice husk ash. Using rice husk ash was refluxed with sodium hydroxide solution to obtain 80% silica.

The XRD pattern showed that silica from this experiment is amorphous silica with  $99.91 \pm 2\%$  purity and  $600 \text{ m}^2/\text{g}$  specific surface area. It can be used as stationary phase for TLC.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## บทที่ 1

### บทนำ

ตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันข้าวและผลิตภัณฑ์จากข้าว ถือเป็นอาหารหลักที่สำคัญของคนทั่วโลกมาโดยตลอด โดยเฉพาะประเทศในแถบเอเชียรวมทั้งประเทศไทยซึ่งบริโภคข้าวเป็นอาหารหลัก และเป็นผู้ผลิตข้าวรายใหญ่ของโลก ดังนั้นในปีหนึ่ง ๆ ข้าวจะถูกผลิตขึ้นเป็นปริมาณมาก ขั้นตอนที่สำคัญที่ได้ข้าวซึ่งสามารถนำมาบริโภคได้คือ การสีข้าว เพื่อแยกเปลือกข้าวออกจากเมล็ดข้าว ในกระบวนการสีข้าวนี้สิ่งที่เป็นผลพลอยได้จากการผลิตคือ แกลบข้าว ซึ่งแกลบข้าวในบางโรงสีจะนำไปเผาเพื่อนำพลังงานความร้อนที่ได้ไปใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้าใช้ในโรงงาน เมื่อเผาแกลบจะได้ซีเถ้าแกลบประมาณร้อยละ 15 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก ซีเถ้าแกลบที่เกิดขึ้นจากกระบวนการดังกล่าวนี้มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบถึงร้อยละ 95 จึงนับว่าเป็นแหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิกาที่สำคัญอีกแหล่งหนึ่ง นอกเหนือจากทราย และจากการสำรวจพบว่าในปัจจุบันประเทศไทยมีการส่งซีเถ้า ๆ ไปขายยังประเทศต่าง ๆ เช่น เยอรมัน ญี่ปุ่น ฯลฯ ซีเถ้าแกลบที่ถูกส่งไปขายนั้นมีราคาประมาณ กิโลกรัมละ 4 บาท แต่ถ้านำซีเถ้าแกลบไปผ่านกระบวนการทางเคมี หรือโดยการเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และมีมูลค่าเพิ่มขึ้นถึง 5 เท่าตัว เป็นอย่างน้อย ดังนั้นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ จะเป็นแนวทางสำหรับการผลิตซิลิกาจากซีเถ้าแกลบในระดับอุตสาหกรรมได้ ซึ่งถ้าสามารถทำการผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้จริง ก็จะเป็นการลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาบริสุทธิ์จากต่างประเทศ และจากซิลิกาที่ได้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ทั้งทางตรงและทางอ้อม อาทิ ใช้เป็นตัวดูดซับ (adsorbent) ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิต  $\text{SiCl}_4$   $\text{Si}_3\text{N}_4$  Catalyst base เป็นต้น

#### 1.1 งานวิจัยเกี่ยวกับแกลบข้าวและซีเถ้าแกลบในอดีต

จากผลการวิจัยเกี่ยวกับแกลบข้าวนี้พบว่าแกลบข้าวสามารถนำไปใช้ประโยชน์ต่างๆ มากมาย เช่น ใช้ผสมอาหารสัตว์ ใช้ทำปุ๋ย ใช้เป็นเชื้อเพลิง เป็นต้น ด้วยประโยชน์ที่มีมากมายของแกลบจึงมีการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกลบข้าวพบว่าแกลบข้าวประกอบด้วยความชื้น ซีเถ้า (ส่วนใหญ่เป็นซิลิกา) ลิกนิน เซลลูโลส เพนโตซาน โปรตีน และวิตามิน สารประกอบเหล่านี้อยู่ในรูปอินทรีย์สาร มีประมาณร้อยละ 72 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก ซึ่งความแตกต่างขององค์ประกอบต่างๆ ในแกลบข้าวขึ้นอยู่กับเงื่อนไขใน

การเพาะปลูก ปัจจัยทางภูมิศาสตร์ ปีเพาะปลูก การเตรียมตัวอย่าง และวิธีวิเคราะห์ ปริมาณความชื้นส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับความชื้นของอากาศที่ล้อมรอบ จากการสำรวจแถบข้าว จากแหล่งต่าง ๆ ทั่วโลกสามารถสรุปองค์ประกอบต่าง ๆ เป็นค่าเฉลี่ยไว้ดังนี้ ชี้เถ้า 20 % (ใน ชี้เถ้ามีซิลิกาประมาณ 95%) ลิกนิน 22% เซลลูโลส 38% เพนโตซาน 18% และอินทรีย์สาร อื่น ๆ 2% ปริมาณความชื้น 9% เมื่อความชื้นในอากาศประมาณ 50% (V.M.H Govindarao 1980)

จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าแถบข้าว และชี้เถ้าแถบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่สูง ดังนั้นจึงมีงานวิจัยมากมายที่พยายามนำข้อได้เปรียบดังกล่าวมาใช้ให้เกิดประโยชน์ทั้งทางตรงและทางอ้อม ไม่ว่าจะเป็นการเตรียมซิลิกานบริสุทธิ์ จากแถบข้าวด้วยวิธีการเผาและล้างด้วยกรด (A.Chakraverty 1988) หรือเป็นการเตรียมและศึกษาคุณสมบัติของซิลิกาจากแถบข้าวโดยการเผาแถบข้าวระหว่าง  $400-1500^{\circ}\text{C}$  (Y. Nakata 1981) ส่วนในกรณีของการใช้ชี้เถ้าแถบเพื่อเตรียมเป็นซิลิกานั้นพบว่าการทดลองเตรียมซิลิกาเจล จากชี้เถ้าแถบเพื่อใช้ในงานโครมาโตกราฟฟี โดยการรีฟลักซ์ชี้เถ้าแถบกับสารละลายต่าง (O.K. Guha 1987) นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยทางด้านนี้ในประเทศไทยด้วยเช่นกัน คือ การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแถบ (นางสาวอุไรวรรณ ลือดิศร 2535)

นอกจากประโยชน์ทางตรงที่ได้จากการแยกซิลิกานบริสุทธิ์จากแถบข้าว และชี้เถ้าแถบแล้วทั้งแถบข้าวและชี้เถ้าแถบยังสามารถใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตสารอื่น ๆ อาทิ ใช้ในการเตรียมโซเดียมซิลิเกตโดยการนำชี้เถ้าแถบผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ และน้ำในหม้ออัดความดันที่อุณหภูมิ  $100-225^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 0.5-5 ชั่วโมง (El.Bouseity 1975) หรือใช้เตรียมซิลิกอนซึ่งมีวิธีการเตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีแรก เผาแถบข้าวที่  $300^{\circ}\text{C}$  ล้างด้วยกรด หลังจากนั้นไปทำปฏิกิริยากับแมกเนเซียม และแมกเนเซียมออกไซด์ (H.D. Banerjee 1982) วิธีที่สองโดยการเผาแถบข้าวที่อุณหภูมิมากกว่า  $800^{\circ}\text{C}$  ล้างด้วยกรด แล้วนำซิลิกาที่ได้ไปเผากับคาร์บอน (J.A. Amick 1982, L.P. Hunt 1984) วิธีที่สามเป็นการเตรียม polycrystalline silicon โดยใช้ชี้เถ้าแถบทำปฏิกิริยารีดักชันกับแมกเนเซียม (D.N.Bose 1982) นอกจากนี้ยังสามารถใช้เตรียมซิลิกอนไนไตรด์โดยการเผาแถบข้าวที่อุณหภูมิ  $1260-1450^{\circ}\text{C}$  ภายใต้บรรยากาศที่มีไนโตรเจน 95% และไฮโดรเจน 5% (I.A Rahman 1989) หรือใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจากการทำปฏิกิริยาระหว่างชี้เถ้าแถบกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (J.James (Cement and Concrete Research) 1986,

D.J. Cook 1987) หรือใช้สังเคราะห์ ZSM-5 Zeolite โดยใช้ซิลิกาจากซีเถ้าแกลบ (A.V. Rawtani 1989)

ในส่วนของการตรวจสอบคุณสมบัติของซิลิกาจากซีเถ้าแกลบมีการตรวจสอบ  
ทั้งองค์ประกอบด้วยวิธีทางเคมี ภูมิภาคที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction  
และการเปลี่ยนแปลงทางอุณหภูมิโดยการวิเคราะห์ด้วย TG DTG และ DTA (J. James  
(Am. Ceram. Soc. Bull) 1988, D.M. Ibrahim 1981, J. James (Therm. Acta) 1986)



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 2

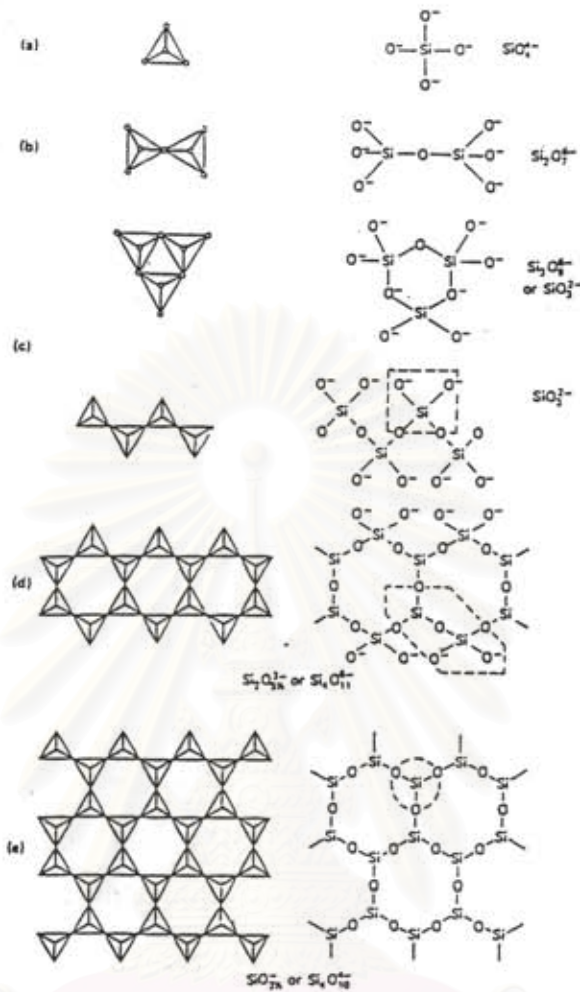
### ทฤษฎี

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ ) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวระหว่างซิลิกอนและออกซิเจน ซึ่งธาตุทั้งสองมีอยู่มากที่สุดในโลก ซิลิกาเป็นองค์ประกอบประมาณ 60% ของเปลือกโลก ในทางการค้าซิลิกาถูกใช้เป็นแหล่งสำหรับการผลิตซิลิกอน และถูกใช้เป็นปริมาณมากในฐานะที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุก่อสร้าง ส่วนซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ถูกใช้เป็นสารดูดความชื้น (desiccant) สารดูดซับ (adsorbent) สารเพิ่มความแข็งแรง (reinforcing material) สารเติมแต่ง (filler) และองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst component) ซิลิกาเป็นวัสดุพื้นฐานของอุตสาหกรรมแก้ว เซรามิกส์และอิฐทนไฟ นอกจากนี้ยังเป็นแหล่งวัตถุดิบสำคัญสำหรับการผลิตซิลิเกต ซิลิกอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ และซิลิโคน

### 2.1 โครงสร้าง

หน่วยย่อยพื้นฐานทางโครงสร้างของซิลิกาและเกลือซิลิเกต ส่วนใหญ่เป็นการจัดเรียงตัวแบบ tetrahedral ของออกซิเจน 4 อะตอม ล้อมรอบซิลิกอนซึ่งเป็นอะตอมกลาง โดยทางโครงสร้างซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ (infinite three dimensional network) ที่เกิดจากออกซิเจนในอะตอมทั้งหมดซึ่งให้ tetrahedron กับ กลุ่มข้างเคียง

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.1 แสดงรูปแบบต่าง ๆ ของการเชื่อมต่อของ  $\text{SiO}_4$  tetrahedra ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิเกต

หมายเหตุ : จากรูปที่ 2.1 ซิลิกอนอะตอมในรูป (d) และ (e) นั้น ปรากฏให้เห็นว่าเชื่อมต่อกับออกซิเจนเพียง 3 อะตอมเท่านั้นแต่ความจริงแล้วซิลิกอนอะตอมเชื่อมต่อกับออกซิเจนอะตอมตำแหน่งที่สี่ด้วย ซึ่งอยู่ในระนาบที่เหนือระนาบของรูป

## 2.2 คุณลักษณะ

ที่อุณหภูมิปกติซิลิกาเป็นสารที่ทนต่อสารเคมีหลายชนิด แต่อย่างไรก็ตามซิลิกาเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีได้หลายรูปแบบภายใต้สภาวะที่เหมาะสมโดยเฉพาะอย่างยิ่งที่อุณหภูมิสูงหรือ เมื่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ผลิตภัณฑ์ที่กลายเป็นไอออกจากปฏิกิริยา ความ

ว่องไวเป็นสิ่งที่ขึ้นอยู่กับ form pretreatment และ state ของส่วนย่อยของสารตัวอย่าง มีหลายสภาวะการณที่ amorphous silica มีความว่องไวกว่า crystalline silica ความว่องไวของพื้นที่ผิวมีมากกว่าของ amorphous silica เนื่องจาก amorphous silica มีพื้นที่ผิวของ hydroxyl (silanol) group ซึ่งครึ่งหนึ่งของ hydroxyl group จะยังคงอยู่แม้จะให้ความร้อนถึง  $400^{\circ}\text{C}$

กรดทั่วไปไม่สามารถทำให้ซิลิกาเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ ยกเว้น hydrofluoric acid ซึ่งจะให้ เป็น fluorosilicate anion เช่น  $\text{SiF}_6^{2-}$  อัตราเร็วสำหรับการเปลี่ยนรูปแบบซิลิกาซึ่งละลายอยู่ใน aqueous HF จะลดลงเมื่อซิลิกามีความหนาแน่น ( $\rho$ ) มากขึ้น ลำดับความหนาแน่นเป็นดังนี้ vitreous silica

(  $\rho = 2.2 \text{ g/cm}^3$  ) < tridymite (  $\rho = 2.22 \text{ g/cm}^3$  )  $\cong$  cristobalite

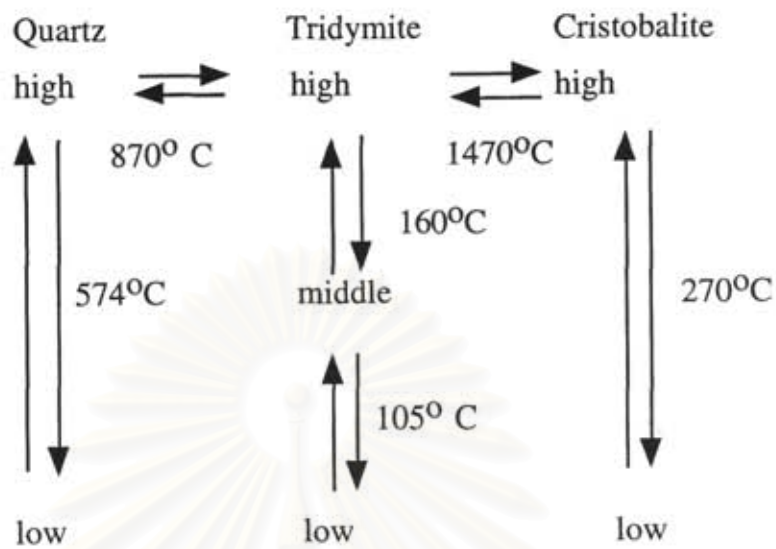
(  $\rho = 2.33 \text{ g/cm}^3$  ) < quartz (  $\rho = 2.65 \text{ g/cm}^3$  ) และ coesite (  $\rho = 3.01 \text{ g/cm}^3$  )

ไม่ละลายใน aqueous HF ส่วนกรดฟอสฟอริก สามารถทำปฏิกิริยากับ vitreous silica ได้ที่อุณหภูมิสูง เกิดเป็นผลึกของ silicophosphate การละลายของซิลิกาจะดีขึ้นในกรดฟอสฟอริกที่เจือจาง quartz และ vitreous silica เกิดปฏิกิริยาได้เล็กน้อยในสารละลายต่างๆที่อุณหภูมิห้อง และจะเกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

## 2.3 รูปแบบของซิลิกา

### 2.3.1 Crystalline silica

ที่ความดันบรรยากาศ crystalline silica มี 3 รูปแบบคือ quartz เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $870^{\circ}\text{C}$  tridymite เสถียรที่อุณหภูมิประมาณ  $870-1470^{\circ}\text{C}$  และ cristobalite เสถียรที่อุณหภูมิ  $1470^{\circ}\text{C}$  ถึงจุดหลอมเหลวที่ ประมาณ  $1723^{\circ}\text{C}$  ซึ่งรูปแบบทั้งหมดทุกโครงสร้างมีพื้นฐานเป็น  $\text{SiO}_4$  tetrahedra ซึ่งเชื่อมอยู่กับออกซิเจนทุกอะตอม โดยเป็นการใช้ออกซิเจนร่วมกันระหว่างซิลิกอน 2 อะตอม แต่อย่างไรก็ตามโครงสร้างเหล่านี้จะมีความแตกต่างกันในรายละเอียด



ทั้ง quartz tridymite และ cristobalite เป็นรูปแบบที่เกิดขึ้นในธรรมชาติ สำหรับ crystalline silica ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้แก่ Keatite Coesite, Stishovite และ silica W

### 2.3.2 Microcrystalline Silica

พบได้ตามแหล่งหินธรรมชาติซึ่งอาจมาจาก amorphous silica ของสิ่งมีชีวิต ซึ่งต่อมาเกิดการจับตัวกันมากขึ้นจึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก amorphous silica เป็น microcrystalline silica โดยใช้ระยะเวลาในทางธรณี

### 2.3.3 Noncrystalline Silica

รูปแบบของ Noncrystalline Silica จะรวมถึง Vitreous Silica และ amorphous silica ชนิดต่าง ๆ

#### 2.3.3.1 Vitreous Silica (Silica glass)

เตรียมได้โดยการหลอม Crystalline quartz หรือ quartz sand ให้เป็น liquid silica จากนั้นจึงทำ supercooling

โครงสร้างของ Vitreous เป็นโครงตาข่ายอย่างต่อเนื่องแบบสุ่มของ SiO<sub>4</sub> tetrahedra ซึ่งเชื่อมต่อกันเป็นมุม

สมบัติของ Vitreous silica คุณภาพสูงคือ high chemical resistant, low coefficient of thermal expansion, high thermal shock resistant, high electrical resistivity และ high optical transmission โดยเฉพาะ ultraviolet

### 2.3.3.2 Amorphous silica

Amorphous silica ใช้แทน silica ซึ่งโครงสร้างขาดลักษณะทางผลึก สามารถตรวจสอบได้โดย X-ray diffraction

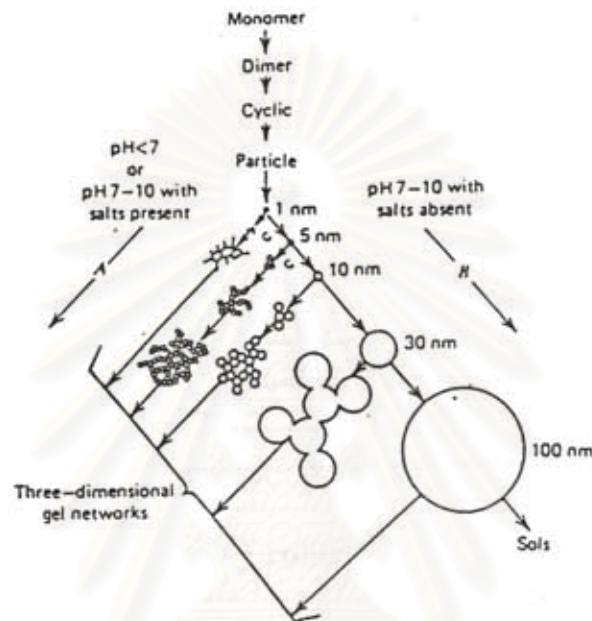
Amorphous silica สามารถแบ่งได้เป็น 3 พวกใหญ่ ๆ คือ Vitreous silica, silica M ซึ่งเกิดจากการ irradiate amorphous silica หรือ crystalline silica ด้วย high speed neutron และพวกสุดท้ายคือ microamorphous silica ซึ่งรวมถึง Sols, gels powder และ porous glasses ซึ่งทั้งหมดมีขนาดอนุภาคน้อยกว่า 1  $\mu\text{m}$  และมีพื้นที่ผิวสูงโดยทั่วไปพื้นที่ผิวจะมากกว่า 3  $\text{m}^2/\text{g}$

### ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่าง ๆ

Property	Silica sols	Dry silica gels	Silica precipitated from solution	Pyrogenic silica
SiO <sub>2</sub> , %	10-50	96.5-99.6	80-90	99.7-99.9
CaO, %	na	na	0.1-4	na
Na <sub>2</sub> O, %	0.1-0.8	0-1	0-1.5	na
wt loss, %				
at 105°C	50-80	na	5-7	0.5-2.5
at 1200°C	50-90	2-17.5	10-14	0.5-2.5
ultimate particle size, nm	5-100	1-100	10-25	1-100
aggregate particle size, $\mu\text{m}$		3-25	1-10	2-3
surface area, $\text{m}^2/\text{g}$	50-700	200-700	45-700	15-400
pH, aqueous suspension	3-5, 8-11	2.3-7.4	4-9	3.5-8
apparent or bulk density, $\text{g}/\text{cm}^3$	1.2-1.4	0.1-0.8	0.03-0.3	0.03-0.12
true density, $\text{g}/\text{cm}^3$	2.2-2.3	2.22	2.0-2.1	2.16
refractive index, $n_D$	1.35-1.45	1.35-1.45	1.45	1.45
oil absorption, $\text{g}/\text{g}$		0.9-3.15	1-3	0.5-2.8



ซิลิกาเป็นสารที่สามารถเกิดการ Polymerization ได้โดยการเกาะเกี่ยวของ particle เชื่อมต่อกันจนเป็นโซ่และโครงตาข่าย กระบวนการเกิดปฏิกิริยา 3 ขั้นตอนคือ polymerization of monomers to form particles ขั้นที่สองคือ growth of particles และขั้นตอนสุดท้ายคือ linking particle เพื่อให้เกิดเป็นโซ่และโครงตาข่าย

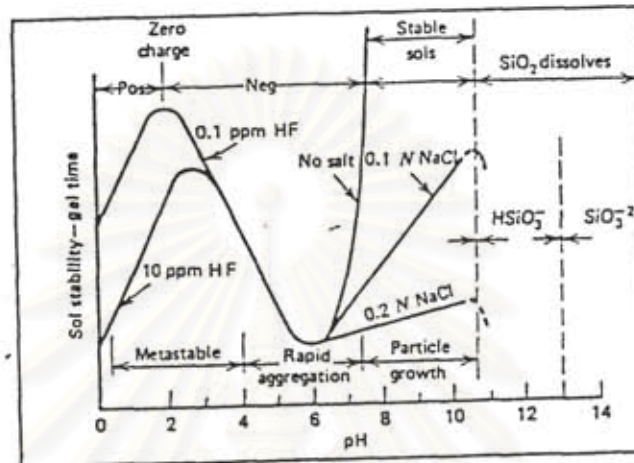


### รูปที่ 2.2 พฤติกรรมการ polymerization ของซิลิกา

**หมายเหตุ :** ในสารละลายต่าง (B) particle ในโซลจะโตขึ้น ดังนั้นจำนวนจึงลดลง ในสารละลายกรดหรือใน flocculating salts (A) พบว่า particle จะจับตัวเป็นโครงตาข่ายสามมิติแล้วจึงเกิดเป็นเจล

Silica sols และ colloidal silica ซิลิกาโซลขนาด colloid-size particle ของ amorphous silica จะกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในสารละลายซิลิกาโซลจะไปเป็นเจลหรือตกตะกอนแม้ถูกทิ้งไว้เป็นเวลาหลายปี โซลมีซิลิกาอยู่มากกว่า 50% ขึ้นไป และอนุภาคจะมีขนาดถึง 300 nm อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า 70 nm จะเกิดการตกตะกอนอย่างช้าๆ สถานภาพของโซลขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย (รูปที่ 2.3) pH จะต้องมากกว่าจึงจะคงสภาพประจุกับขนาดอนุภาคซิลิกา ซึ่งเป็นการป้องกันการจับตัวประจุที่ผิวจะต้องถูกทำให้เป็นกลางโดยเกลือที่ละลายซึ่งจะเป็นไอออน และทำให้เกิด double layer รอบผิวของซิลิกา สิ่งนี้ทำให้เกิดการจับ ดังนั้นโซลจะเสถียรที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำ ในบริเวณที่ pH ต่ำโซลจะอยู่ในสภาพ metastable การเกิดเจลและการจับตัวจึงถูกเร่งให้เกิดการจับตัวจึงถูกเร่งให้

เกิดได้ง่ายแม้มี fluoride ion เพียงเล็กน้อย ในบริเวณที่ pH ต่ำนี้ ตัวทำละลายอินทรีย์ที่รวมกับน้ำได้ เช่น แอลกอฮอล์ จะต้านการเกิดเจล อย่างไรก็ตามการเกิดเจลจะเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูง ยิ่งปริมาณซิลิกาในโซลสูง การเกิดเจลก็ยิ่งง่าย ส่วนลักษณะผิวของอนุภาคซิลิกาก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งในการควบคุมเสถียรภาพของโซล



รูปที่ 2.3 ผลของ pH ต่อ colloidal silica-water system

Silica gel แบ่งได้เป็น 3 ชนิด คือ Regular-density gel ซึ่งเตรียมได้โดยการทำให้ acid medium จะได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กมากและพื้นที่ผิวสูง (750-800 m<sup>2</sup>/g) ค่าเฉลี่ยของ pore diameter เท่ากับ 2.2-2.6 nm และ pore volume ประมาณ 0.37-2.40 ml/g Regular - density gel มีน้ำประมาณ 6% น้ำจะเกาะอยู่ที่ผิวซึ่งมี hydroxyl group อยู่ ดังนั้นจะดูดซับน้ำได้มาก ชนิดที่สองคือ Intermediate - density silica มีพื้นที่ผิวดำ (300-350 m<sup>2</sup>/g) แต่ pore volume (0.9-1.1 ml/g) ค่าเฉลี่ยของ pore size ประมาณ 12-16 nm ขนาดของอนุภาคใหญ่กว่า regular - density gel ด้วยเหตุผลที่มี pore size ใหญ่ intermediate - density silica gel จึงดูดซับน้ำได้ดีที่ความชื้นสูง ชนิดสุดท้าย คือ Low-density silica gel (เช่น aerogel) มีพื้นที่ผิวดำ (100-200 m<sup>2</sup>/g) pore diameter ประมาณ 18-22 nm และ pore volume ประมาณ 1.4-2.0 ml/g

Precipitated silica (หรือ particulate silica) เกิดจากการรวมตัวของ Ultimate particle ของ colloidal size ซึ่งยังไม่เชื่อมโยงจนเป็นโครงตาข่ายขนาดใหญ่ ระหว่างกระบวนการเตรียม precipitated silica เกิดได้จากทั้ง Vapor phase และโดยการตกตะกอนจากสารละลาย

การนำ amorphous silica ไปใช้นั้นขึ้นอยู่กับรูปแบบและความบริสุทธิ์ที่ถูกใช้มากเป็น filler และ reinforcing materials สำหรับยาง ใช้ปรับปรุง ink retention ของกระดาษใช้เป็น pigment และ filler ใช้สีและ coating ใช้เป็นสารขัดถู (abrasive) ตัวดูดซับ (adsorbent) catalyst base และ ใช้ในงาน electrical insulation สำหรับซิลิกาเจลนั้นส่วนมากจะใช้เป็น desiccant adsorbent และ catalyst base

## 2.4 แนวทางการวิจัย

แกลบข้าวมีองค์ประกอบพื้นฐานอยู่ 3 ส่วนใหญ่ๆ คือ ซิลิกา โลหะออกไซด์ และสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งการเตรียมซิลิกาให้มีความบริสุทธิ์สูงนั้นสามารถทำได้โดยการกำจัดโลหะออกไซด์ และสารประกอบอินทรีย์ออกจากซิลิกาให้ได้มากที่สุด จากงานวิจัยที่ผ่านมาในอดีตจะเห็นได้ว่าการกำจัดออกไซด์ออกจากแกลบทำได้โดยการล้างแกลบด้วยกรด ต่อจากนั้นจึงนำแกลบที่ล้างด้วยกรดแล้วไปเผาเพื่อกำจัดสารประกอบอินทรีย์ โดยการเผาจะทำให้อุณหภูมิและเวลาที่ทำให้สารประกอบอินทรีย์ในแกลบเปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ทั้งหมด

ส่วนงานวิจัยในครั้งนี้นำสารตั้งต้นที่ใช้คือ ซีเมนต์แกลบซึ่งหมายถึงสิ่งที่เหลือจากการเผาแกลบข้าวโดยการเผานั้นสารอินทรีย์ทั้งหมดในแกลบข้าวจะถูกเผาจนเป็นคาร์บอน ดังนั้นซีเมนต์แกลบจึงมีคาร์บอนปนเปื้อนอยู่กับซิลิกา เนื่องจากเป็นแกลบที่ถูกเผาเพื่อนำพลังงานความร้อนที่ได้ไปใช้ประโยชน์ในโรงงาน ดังนั้นการวิจัยในครั้งนี้จะไม่ใช่วิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมซิลิกาจากแกลบคือ วิธีการล้างแกลบด้วยกรดแล้วนำแกลบไปเผาเพื่อให้ได้ซิลิกา แต่จะใช้วิธีทางเคมีซึ่งเป็นอีกแนวทางที่น่าสนใจในการศึกษาถึงซิลิกาที่ได้จากวิธีการดังกล่าว โดยมีกระบวนการดังนี้



### บทที่ 3

#### การทดลอง

### 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.1.1 ตรวจสอบองค์ประกอบของซี้เก่าแก่ได้แก่ ปริมาณคาร์บอน ปริมาณซิลิกา และปริมาณออกไซด์ต่างๆ

3.1.2 ทดลองหาสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการแยกซิลิกาจากซี้เก่าแก่ โดยดูจากร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเกณฑ์ โดยการเปลี่ยนปริมาณความเข้มข้นของสารละลายโซเดียม-ไฮดรอกไซด์ที่ใช้

3.1.3 ตรวจสอบคุณลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้ ได้แก่ องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ พื้นที่ผิวจำเพาะ การกระจายตัวของขนาดอนุภาค และความสามารถในการดูดซึมสารเมื่อใช้เป็นตัวดูดซับสำหรับงานทินเลเยอร์โครมาโตกราฟี

### 3.2 การทดลอง

#### 3.2.1 ตรวจสอบองค์ประกอบของซี้เก่าแก่ อุปกรณ์และสารเคมี

1. Platinum crucible
2. Platinum tong
3. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Riedel-de Haen Laboratory grade
4. HF Merck Laboratory grade

#### วิธีทดลอง

1. ชั่ง Pt crucible ที่สะอาด 5 ครั้งในน้ำหนักเริ่มต้นมีความเที่ยงตรง
2. ชั่งสารตัวอย่างซี้เก่าแก่ประมาณ 0.2 g ใส่ลงใน Pt crucible นำไปเผาที่ 1000° C เป็นเวลา 15 นาที เพื่อไล่น้ำที่ถูกดูดซับอยู่ในสารตัวอย่าง
3. Pt crucible ถูกทำให้เย็นลงทันที และถูกเก็บไว้ในเดสซิเคเตอร์ เป็นเวลา 15 นาที นำไปชั่งน้ำหนัก

4. เติมน้ำ 1-2 หยด  $H_2SO_4$  (1:1) 1 มิลลิลิตร และ HF (40%) 5 มิลลิลิตร ลงในสารตัวอย่าง วาง crucible ไว้ในอ่างทราย เพิ่มอุณหภูมิอย่างช้า ๆ ตั้งแต่ 95 ถึง  $150^\circ C$  จนกระทั่งของเหลวส่วนใหญ่ถูกไล่ออกไป เพิ่มอุณหภูมิจนถึง  $350^\circ C$  จนกระทั่งไม่มีควัน

5. นำ crucible ไปเผาที่  $1000^\circ C$  เป็นเวลา 15 นาที แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก (เช่นเดียวกับ ข้อ 3)

- $m_1$  = Pt crucible ที่สะอาด  
 $m_2$  = Pt crucible กับสารตัวอย่าง  
 $m_3$  = Pt crucible กับซีเถ้าแกลบหลังการเผาที่  $1000^\circ C$  เป็นเวลา 15 นาที  
 $m_4$  = Pt crucible กับสิ่งที่เหลืออยู่หลังการเติม HF และเผา

จากข้อมูลทั้งหมดสามารถคำนวณเชิงปริมาณได้ดังนี้

- น้ำหนักสารตัวอย่าง :  $m_2 - m_1$   
น้ำหนักอ้างอิง :  $m_3 - m_1$   
ปริมาณซิลิกา :  $m_3 - m_4$   
ระดับสิ่งปนเปื้อนสูงสุด :  $m_4 - m_1$

ต่อจากนั้นล้างสิ่งที่เหลืออยู่ใน crucible ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่ร้อน 10 มิลลิลิตร แล้วทำให้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์หาปริมาณไอออนของโลหะด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy

### 3.2.2 เตรียมซิลิกาเจลจากซีเถ้าแกลบ อุปกรณ์และสารเคมี

- |              |                |                  |
|--------------|----------------|------------------|
| 1. NaOH      |                | Commercial grade |
| 2. $H_2SO_4$ | Reidel de-Haen | Laboratory grade |
| 3. $NH_4OH$  | Fluka          | Laboratory grade |

### วิธีทดลอง

ชั่งซี้เก่าแกลบ 25 กรัม เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 20% 200 มิลลิลิตร นำไปรฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองเพื่อแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกต และตะกอนออกจากกัน ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน 50 มิลลิลิตร กรองเพื่อแยกตะกอนและน้ำล้าง ตะกอน นำน้ำล้างตะกอนไปรวมกับสารละลายโซเดียมซิลิเกต เติม 5N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ลงในสารละลายผสมใน pH เท่ากับ 10 ตั้งทิ้งไว้จนเกิดเจลเติม 5N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ลงในเจลจน pH เป็น 2 จะได้เป็น slurry เติม cone NH<sub>4</sub>OH ลงใน slurry ใน pH เป็น 8.5 ตั้งทิ้งไว้ 3  $\frac{1}{2}$  ชั่วโมง แล้วกรอง อบซิลิกาเจลข้ามคืนที่อุณหภูมิ 150 ° C บดซิลิกาเจลที่แห้งแล้ว ล้างซิลิกาเจลด้วยน้ำประปา 100 มิลลิลิตร ล้างด้วยน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร นำซิลิกาเจลไปอบที่อุณหภูมิ 200 ° C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

### ทดลองสภาวะที่ดีที่สุด

1. ทดลองเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ ที่ความเข้มข้น 5% 10% 15% 20% และ 25% ตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เปลี่ยนไป
2. ทดลองเปลี่ยนเวลาในการรฟลักซ์ตั้ง 1, 2, 3, และ 4 ชั่วโมง ตามลำดับเปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้เมื่อเวลาที่ใช้ในการรฟลักซ์เปลี่ยนไป

### 3.2.3 ตรวจสอบคุณลักษณะของซิลิกาที่ได้

#### 3.2.3.1 องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาเจลที่ได้

ใช้วิธีเดียวกับการทดลองหาองค์ประกอบทางเคมีของซี้เก่าแกลบ

#### 3.2.3.2 การกระจายตัวของขนาดอนุภาค

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง particle size analyzer ของ Micromeritics รุ่น Sedigraph 5100

#### 3.2.3.3 พื้นที่ผิวจำเพาะ

วิเคราะห์ด้วยวิธี BET ด้วยเครื่องของ Micromeritics รุ่น Flowsorb 2300

#### 3.2.3.4 วัฏภาค

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction ของ Philip รุ่น X's pert

#### 3.2.3.5 ค่า Rf จากเทคนิคทินเลเยอร์โครมาโตกราฟี

เปรียบเทียบค่า Rf ของซิลิกาเจลที่แยกได้กับค่า Rf ของซิลิกาเจล TLC grade ของ Merck

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 องค์ประกอบของซีเมนต์

ตารางที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบของซีเมนต์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น

องค์ประกอบ	%
SiO <sub>2</sub>	88.28
moisture	1.143
C	6.004
K <sub>2</sub> O	3.3
CaO	2.54
MnO <sub>2</sub>	0.225
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.049
MgO	0.27
Na <sub>2</sub> O	0.134
ZnO	0.005
CuO	0.01
อื่นๆ	0.04

จากตารางที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าสิ่งที่เจือปนอยู่ในซิลิกาคือคาร์บอนและออกไซด์ของโลหะต่าง ๆ โดยเป็นคาร์บอนถึงร้อยละ 6 ส่วนที่เหลือจะเป็นโลหะออกไซด์และความชื้นประมาณร้อยละ 5

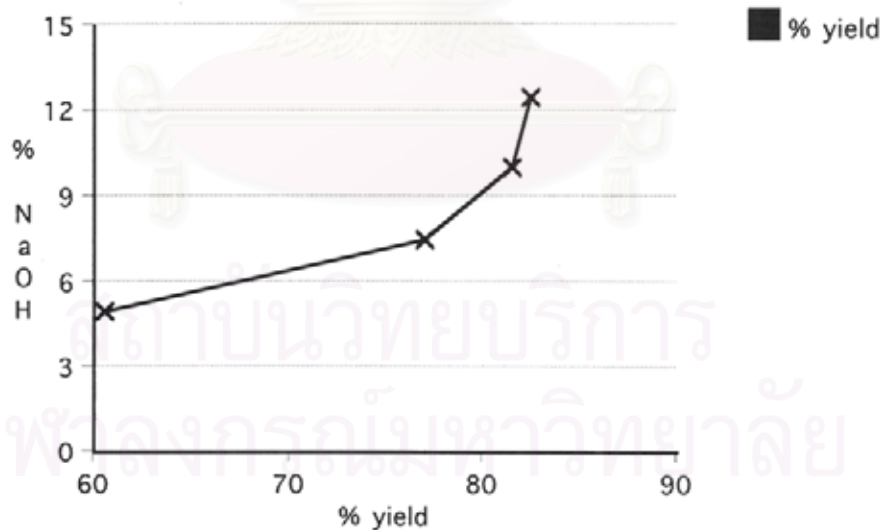
## 4.2 สภาวะที่เหมาะสม

### 4.2.1 ปริมาณ NaOH ที่ใช้

**ตารางที่ 4.2** แสดงผลที่เกิดจากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

ครั้งที่	ซีดีแกลบ (g)	NaOH (%)	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนักตะกอน (g)	น้ำหนักซิลิกา (g)	ร้อยละของซิลิกาที่ได้
1	25	5	2	8.83	15.12	60.48
2	25	7.5	2	4.61	19.24	76.96
3	25	10	2	3.79	20.46	81.84
4	25	12.5	2	3.38	20.60	82.40

จากตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้สารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10% และ 12.5% จะให้ผลร้อยละของซิลิกามากกว่า 80 แต่อย่างไรก็ตามทั้งที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 10% และ 12.5% นั้นจะให้ผลร้อยละของซิลิกาไม่แตกต่างกันมาก ดังนั้นการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 10



**รูปที่ 4.1** กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมที่ใช้ และร้อยละของซิลิกาที่ได้

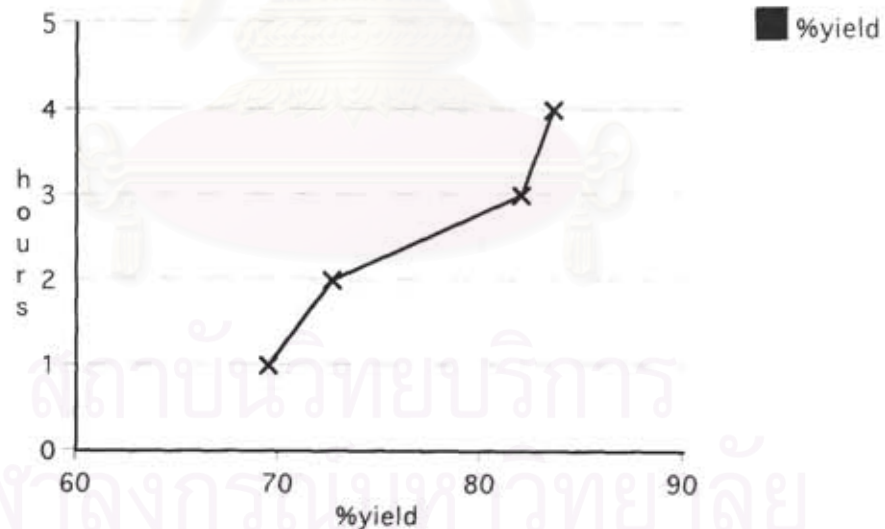


### 4.2.3 เวลาที่ใช้

**ตารางที่ 4.3** แสดงผลที่เกิดจากการใช้ระยะเวลาที่ไม่เท่ากันในการรีฟลักซ์

ครั้งที่	ขี้เถ้าแกลบ (g)	NaOH (%)	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนักตะกอน (g)	น้ำหนักซิลิกา (g)	ร้อยละของซิลิกาที่ได้
1	25	10	1	5.90	17.38	69.52
2	25	10	2	5.40	18.17	72.68
3	25	10	3	3.92	20.50	82.00
4	25	10	4	3.80	20.88	83.52

จากตารางที่ 4.3 พบว่าการเพิ่มเวลาในการรีฟลักซ์มีผลให้ปริมาณซิลิกาที่ได้เพิ่มขึ้น ระยะเวลาที่ให้ซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 คือ การรีฟลักซ์ที่ระยะเวลาที่มากกว่า 3 ชั่วโมง และจากผลการทดลองระยะเวลา 3 และ 4 ชั่วโมงนั้นให้ปริมาณซิลิกาที่ไม่ต่างกันมากนัก ดังนั้นสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการทดลองในครั้งนี้คือ การรีฟลักซ์ขี้เถ้าแกลบ 25 กรัม กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10% เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



**รูปที่ 4.2** กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์และร้อยละของซิลิกาที่ได้

**ตารางที่ 4.4 แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด**

ครั้งที่	ซีเมนต์แกลบ (g)	NaOH (%)	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนักตะกอน (g)	น้ำหนักซิลิกา (g)	ร้อยละของซิลิกาที่ได้
1	25	10	3	3.92	20.50	82.00
2	25	10	3	3.43	20.20	80.80
3	25	10	3	3.79	20.34	81.36
เฉลี่ย						81.39

จากตารางที่ 4.4 เมื่อทำการทดลองแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด 3 ครั้ง พบว่าทั้ง 3 ครั้งให้ร้อยละของซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 และค่าเฉลี่ยเท่ากับร้อยละ 81.39

**ตารางที่ 4.5 แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบที่ไม่ได้บดภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด**

ครั้งที่	ซีเมนต์แกลบ (g)	NaOH (%)	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนักตะกอน (g)	น้ำหนักซิลิกา (g)	ร้อยละของซิลิกาที่ได้
1	25	10	3	9.23	15	60
2	25	10	3	9.30	16	64
3	25	10	3	9.06	14.86	59.44
เฉลี่ย						61.15

จากตารางที่ 4.5 จะเห็นได้ว่าซีเมนต์ที่ไม่ได้บดให้ร้อยละของซิลิกาที่ได้ต่ำกว่าของซีเมนต์แกลบที่บดแล้วมาก ทั้งนี้เนื่องจากซีเมนต์แกลบที่บดแล้วมีพื้นที่ผิวสูงกว่าดังนั้นโอกาสที่ซิลิกาในซีเมนต์แกลบจะเข้าทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์จึงมีมากกว่า ซึ่งในกรณีที่ต้องการให้ได้ซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 จึงควรบดซีเมนต์แกลบก่อน



### 4.3 ตรวจสอบคุณภาพคุณลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้

#### 4.3.1 องค์ประกอบของซิลิกา

**ตารางที่ 4.6 แสดงความบริสุทธิ์ของซิลิกา**

ครั้งที่	%yield	ร้อยละของความบริสุทธิ์
1	82.00	99.93
2	80.80	99.87
3	81.36	99.93
ค่าเฉลี่ย		99.91
ค่าความเบี่ยงเบน		0.02

หมายเหตุ ซิลิกาที่นำมาหาความบริสุทธิ์นั้นเป็นซิลิกาที่ให้ค่าร้อยละของซิลิกาที่ได้สูงสุด 3 ครั้ง (ดูตารางที่ 4.5)

**ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบของซิลิกาที่ได้จากการทดลอง**

องค์ประกอบ	%
SiO <sub>2</sub>	99.93
K <sub>2</sub> O	0.006
CaO	<0.0125
MnO <sub>2</sub>	<0.005
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.0019
MgO	0.00085
Na <sub>2</sub> O	0.00905
ZnO	0.001
CuO	<0.01
อื่นๆ	0.02

จากตารางที่ 4.6 และ ตารางที่ 4.7 ซิลิกาที่ได้จากการเตรียมโดยการแยกซิลิกาให้อยู่ในรูปสารละลายโซเดียมซิลิเกตนั้น จะทำให้ได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.93% และโลหะออกไซด์ที่ปนเปื้อนอยู่ในซิลิกานั้นลดลงอย่างมากเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณโลหะออกไซด์ที่ปนเปื้อนอยู่ในซีเมนต์แกลบ และสูงกว่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่ได้จากการล้างแกลบด้วยกรดแล้วจึงนำไปเผา วิธีการดังกล่าวจะให้ค่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาเพียง 99.8 % อย่างไรก็ตามทั้งวิธีการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบโดยผ่านทางสารละลายโซเดียมซิลิเกต หรือการแยกซิลิกาโดยการเผา นั้น จะให้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าซิลิกาเจลจากทรายเสมอ ดังผลที่แสดงในตารางที่ 4.8

**ตารางที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบความบริสุทธิ์ของซิลิกาเกรดการค้าก่อนและหลังเตรียมเป็นซิลิกาเจล**

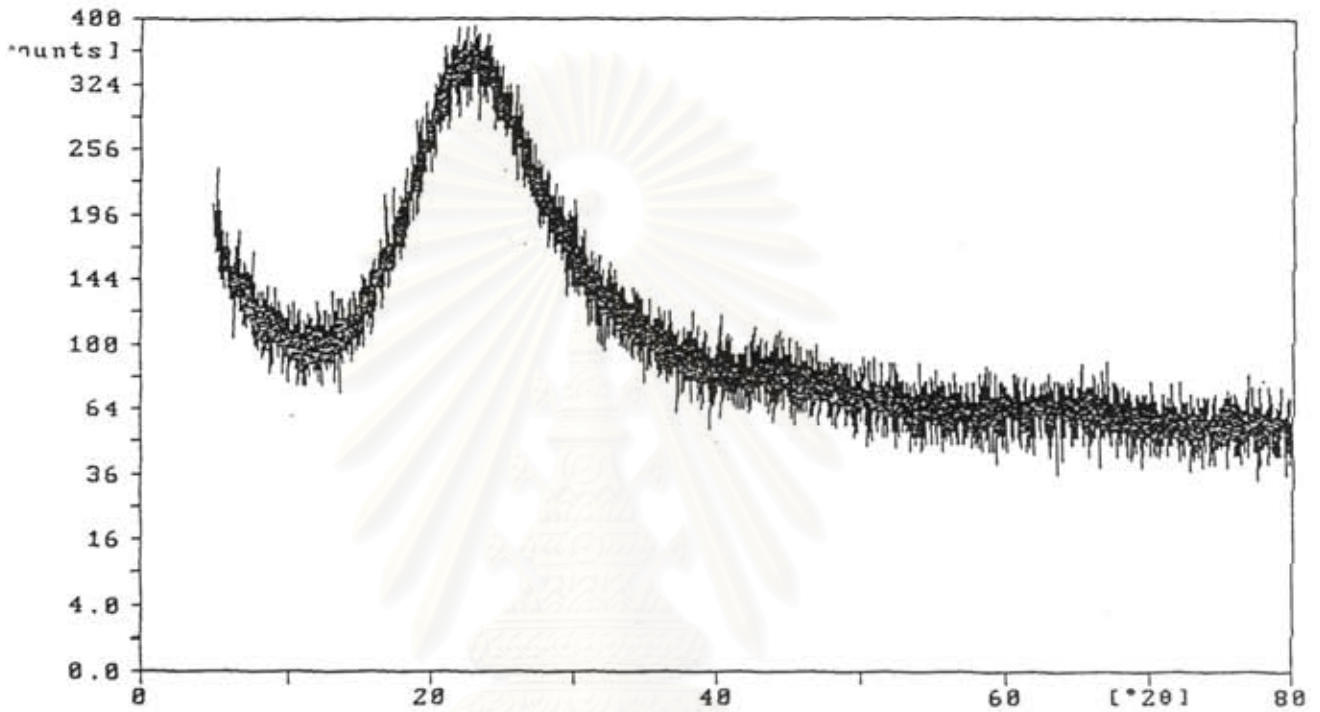
สารตัวอย่าง	ร้อยละของความบริสุทธิ์
SiO <sub>2</sub> (ก่อน)	96.49
SiO <sub>2</sub> (หลัง)	98.02

หมายเหตุ SiO<sub>2</sub> (ก่อน) = ซิลิกาอสังฐานเกรดการค้า

SiO<sub>2</sub> (หลัง) = ซิลิกาเจลที่เตรียมจากซิลิกาเกรดการค้า

จากตารางที่ 4.8 ซิลิกาเกรดการค้าที่นำมาทำการทดลองนั้นเป็นซิลิกาอสังฐานที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 96 นำมาเตรียมเป็นซิลิกาเจลด้วยวิธีการผ่านทางสารละลายโซเดียมซิลิเกต ภายใต้สภาวะที่ดีที่สุดจากการทดลองข้างต้นซึ่งผลที่ได้เป็นการยืนยันได้ว่าซิลิกาจากซีเมนต์แกลบเป็นซิลิกาที่สามารถถูกแยกจากสิ่งปนเปื้อนได้ง่ายกว่าซิลิกาจากทรายซึ่งในที่นี้คือซิลิกาเกรดการค้า เนื่องจากเมื่อเตรียมเป็นซิลิกาเจลด้วยวิธีการและสภาวะเดียวกันผลที่ได้คือ ซิลิกาเจลจากซีเมนต์แกลบให้ความบริสุทธิ์สูงกว่า นอกจากนี้วิธีการผลิตซิลิกาเจลในทางอุตสาหกรรมนิยมใช้วิธีการหลอมทรายกับโซดาแอชภายใต้อุณหภูมิสูง ซึ่งเป็นวิธีการที่ค่อนข้างยุ่งยากเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมซิลิกาเจลดังกล่าว ดังนั้นค่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมได้และกระบวนการที่ไม่ซับซ้อน จึงเป็นข้อได้เปรียบของซีเมนต์แกลบอย่างเห็นได้ชัด

### 4.3.2 ภูมิภาค



**รูปที่ 4.3** แสดง X-ray diffraction pattern ของซิลิกา

จากรูปที่ 4.3 peak ของ X-ray diffraction pattern ที่ปรากฏมีลักษณะ broad ไม่เป็น peak ที่ sharp แสดงว่าซิลิกาที่ได้เป็น amorphous silica เมื่อนำซิลิกาเจล ดูดความชื้นมาตรวจสอบด้วย XRD เพื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาที่ได้จากการทดลอง พบว่า ซิลิกาเจลดูดความชื้นให้ลักษณะของ XRD pattern เช่นเดียวกับ XRD pattern ของ ซิลิกาที่ได้จากการทดลอง

### 4.3.3 พื้นที่ผิวจำเพาะ

**ตารางที่ 4.9** แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะเฉลี่ยของซิลิกาที่ได้ เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดห้องปฏิบัติการ ( Laboratory grade )

สารตัวอย่าง	Average BET Surface area (M <sup>2</sup> /g)
SiO <sub>2</sub> (exp.)	661.21
SiO <sub>2</sub> (Merck)	159.27
SiO <sub>2</sub> (pyr.)	>500

**หมายเหตุ** : SiO<sub>2</sub> (exp.) คือ ซิลิกาเจลที่ได้จากการทดลอง  
SiO<sub>2</sub> (Merck) คือ ซิลิกา TLC grade ของ Merck  
SiO<sub>2</sub> (pyr.) คือ ซิลิกาอสังฐานจากงานวิจัยในอดีตตามวิธีการล้างด้วยกรดแล้วนำไปเผา

จากตารางที่ 4.8 และ 4.9 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเฉลี่ยของซิลิกาที่ได้จากการทดลองนั้น สูงกว่าของซิลิกาเจล TLC grade ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการและของซิลิกาอสังฐานจากงานวิจัยในอดีต ดังนั้นซิลิกาที่ได้จากการทดลองจึงเหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวดูดซับ (adsorbent) เนื่องจากพื้นที่ผิวมาก

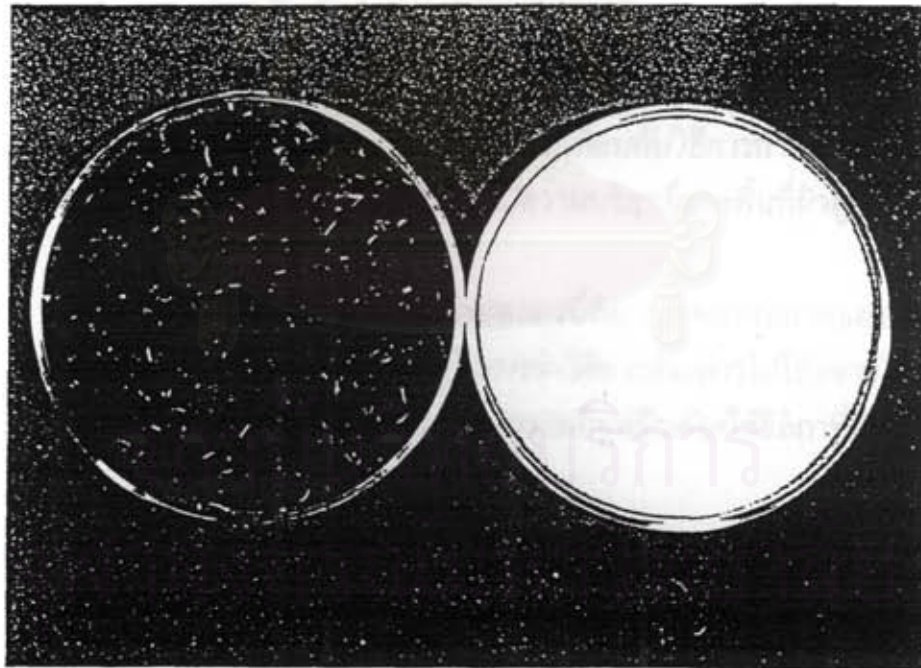
### 4.3.4 ค่า R<sub>f</sub> ด้วยวิธี TLC (Thin layer chromatography)

**ตารางที่ 4.10** แสดงค่า R<sub>f</sub> ของ Tripatmitin ด้วยวิธี TLC

สารตัวอย่าง	R <sub>f</sub>			เฉลี่ย
	1	2	3	
SiO <sub>2</sub> (exp.)	0.79	0.78	0.76	0.77
SiO <sub>2</sub> (Merck)	0.82	0.80	0.80	0.80

**หมายเหตุ** : mobile phase ที่ใช้คือ Chloroform

จากตารางที่ 4.10 ค่า Rf ของ Tripalmitin เมื่อใช้ซิลิกาเป็น Stationary phase พบว่าค่า Rf ที่ได้จากซิลิกาทั้งสองชนิดใกล้เคียงกันดังนั้นซิลิกาเจล ที่ได้รับการทดลองนี้จึงสามารถนำไปใช้เป็น Stationary phase สำหรับ TLC ได้ แต่อย่างไรก็ตามจากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าค่า Rf เมื่อใช้ซิลิกาที่ได้จากการทดลอง นั้นมีค่าต่ำกว่าค่า Rf เมื่อใช้ซิลิกา TLC grade ของ Merck ซึ่งเป็นการชี้ให้เห็นถึงความสอดคล้องกับผลของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกา ที่ได้จาก การทดลองมีค่ามากกว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกา TLC grade ของ Merck จึงดูดซับ Tripalmitin ได้ดีกว่า ดังนั้นค่า Rf ที่ได้จึงต่ำกว่า



**รูปที่ 4.4** แสดงซีโต้กลบ (ซ้าย) และซิลิกาที่แยกได้จากซีโต้กลบ (ขวา)

## บทที่ 5

### สรุป

การทดลองนี้เป็นการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบซึ่งมีคาร์บอนและโลหะออกไซด์ปนเปื้อนอยู่ด้วยวิธีการทำให้ซิลิกาที่อยู่ในซีเมนต์แกลบเปลี่ยนเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต แล้วจึงทำสารละลายโซเดียมซิลิเกตให้อยู่ในสภาพกรดซึ่งจะมีผลทำให้สารละลายโซเดียมซิลิเกตเปลี่ยนไปเป็นซิลิกาเจล จากการทดลองพบว่าสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการเตรียมซิลิกาจากซีเมนต์แกลบด้วยวิธีข้างต้น คือ ใช้ซีเมนต์แกลบบดละเอียด 25 กรัม รีฟลักซ์กับ 10% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 200 มิลลิลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ซิลิกาประมาณร้อยละ 80 ของ ซีเมนต์แกลบ

สำหรับคุณลักษณะของซิลิกาที่ได้มีดังนี้คือ มีความบริสุทธิ์ถึง  $99.91 \pm 2\%$  มีโลหะออกไซด์ปนเปื้อนในปริมาณน้อยมาก ส่วนผลของ XRD ทำให้ทราบว่าซิลิกาที่ได้เป็นซิลิกาอสัณฐาน โดยมีพื้นที่ผิวประมาณ  $600 \text{ m}^2/\text{g}$  สามารถใช้เป็นซิลิกาเจล TLC grade ได้

ข้อได้เปรียบของวิธีการนี้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการล้างแกลบข้าวด้วยกรดแล้วนำไปเผาคือให้ผลิตภัณฑ์ซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์และพื้นที่ผิวสูงกว่า

งานวิจัยที่ควรทำต่อจากการทดลองนี้คือ การขยายขนาดของการทดลองให้มีขนาดใหญ่ขึ้นเพื่อให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการนำวิธีการดังกล่าวไปใช้ขยายให้ถึงระดับขนาดอุตสาหกรรมเพื่อเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมที่จำเป็นต้องใช้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง

สถาบันวิจัยปอแก้ว  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## เอกสารอ้างอิง

- A. Chakraverty, P. Mishra, and H.D. Banerjee, Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica, J. Mat. Sci. 23 (1988) : 21-24.
- A.M. El Bouseily and T.M. El Shamy, Wet preparation of " Water glass" from hull ash of Egyptian rice, Chem Abs no 89 : 165573q. 89 (1978) : 117.
- A. V. Rawtani, M.S. Rao, and K.V. G. V. Gokhale, Synthesis of ZSM-5 zeolite Using Silica From Rice Husk Ash, Ind. Eng. Chem Res. 28 (1989) : 1411-1414.
- D.J. Cook. A discussion of the paper " Reaction product of lime and silica from rice husk ash " by J. James and M. Subba Rao, Cem. Con. Res. 17 (1987) : 685-686
- D.M. Ibrahim, Crystalline Growth of Rice Husk Ash Silica, Thermochim. Acta 45 (1981) : 79-85.
- D.N. Bose, P.A. Govindacharyulu and H.D. Banerjee, Large Grain Polycrystalline Silicon from Rice Husk, Solar Energy Mat. 7 (1982) : 319-321
- H.D. Banerjee and S. Sen Investigations on the Production of Silicon from Rice Husks by the Magnesium Method, Mat. Sci Eng. 52 (1982) : 173-179
- I. A. Rahman & F.L Riley, The control of Morphology in Silicon Nitride, J. Eu Ceram. Soc. 5 (1989) : 11-22

J. James and M.S. Rao, Reaction Product of Lime and Silica from Rice Husk Ash, Cem. Con. Res. 16 (1986) : 67-73

J. A. Amick, Purification of Rice Hulls as a source of solar Grade silicon for solar cells, J. Electrochem. Soc. 129 (1982) : 864-866

L.P Hunt, J. P Dismukes, and J. A. Amick, Rice Hulls as a Raw Material for Producing silicon, J. Electrochem. Soc., 131 (1984) : 1683-1686

O.K. Gula and J. Roy, Gas Chromatographic grade silica gel from paddy husk ash, J. Chromatography 437 (1988) : 245-248

V. M. H. Govindarao, Utilization of Rice Husk- A Preliminary Anlysis, J. Sci. Ind. Res. 39 (1980) : 495-515

Y. Nakata, M. Suzuki, T. Okutani, M. Kikuchi and T. Akiyama, Preparation and Properties of SiO<sub>2</sub> from Rice Hulls, Nippon Ceramics Kyokai Gakujutsu-Rongunsh 97 (1989) : 842-849

นางสาวอุไรวรรณ ลีลาอดิศร, การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารธุรกิจ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



J. James and M.S. Rao, Reaction Product of Lime and Silica from Rice Husk Ash, Cem. Con. Res. 16 (1986) : 67-73

J. A. Amick, Purification of Rice Hulls as a source of solar Grade silicon for solar cells, J. Electrochem. Soc. 129 (1982) : 864-866

L.P Hunt, J. P Dismukes, and J. A. Amick, Rice Hulls as a Raw Material for Producing silicon, J. Electrochem. Soc. 131 (1984) : 1683-1686

O.K. Gula and J. Roy, Gas Chromatographic grade silica gel from paddy husk ash, J. Chromatography 437 (1988) : 245-248

V. M. H. Govindarao, Utilization of Rice Husk- A Preliminary Anlysis, J. Sci. Ind. Res. 39 (1980) : 495-515

Y. Nakata, M. Suzuki, T. Okutani, M. Kikuchi and T. Akiyama, Preparation and Properties of SiO<sub>2</sub> from Rice Hulls, Nippon Ceramics Kyokai Gakujutsu-Rongunsh 97 (1989) : 842-849

นางสาวอุไรวรรณ ติลาอดิศร, การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## เอกสารอ้างอิงทั่วไป

J. D. Willey, amorphous silica, Encyclopedia of Chemical Technology  
(Kirk-Othmer), 3 rd ed 20 (1982) : 766-781

R.V. Iler, The Chemistry of Silica, New York : John Wiley and Sons, 1979

T.V Coyle, Silica (Introduction), Encyclopedia of Chemical Technology (Kirk-  
Othmer) , 3rd ed. 20 (1982) : 748-766



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย