

## The application of rice husk ash for silicagel adsorbent production

Srichalai KHUNTHON<sup>1</sup>, Supin TANGWIWAT<sup>1</sup>, Sophon ROENGSUMRAN<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Metallurgy and Materials Science Research Institute Chulalongkorn University, <sup>2</sup>Chemical Department Faculty of Science Chulalongkorn University

### Abstract

The X-Ray diffraction pattern showed that silicon from this experiment is amorphous silicon with  $99.91 \pm 2\%$  purity and  $600 \text{ m}^2/\text{g}$  specific surface area. It can be used as stationary phase for Thin layer chromatography sodium silicate solution route is a way to separate silica from rice husk ash. By reflux the grinded rice husk ash with sodium hydroxide solution, silica with 80% yield can be obtained. The advantages of this method compare with the method of purification of rice hulls with acid before ignition is that amorphous silica product from this method will be at higher purity and more surface area.

This experiment in laboratory scale could be a route for silica production from rice husk in industrial scale. If it is possible, the import level of high purity silica can be reduced and also helps the negative balance trade.

## ประโยชน์ของซีเถ้าแกลบต่อการผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้น

ศรีฉไล ขุนทอง<sup>1</sup>, สุพิน ต่างวิวัฒน์<sup>1</sup>, โสภณ เรืองสำราญ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, <sup>2</sup>ภาควิชาเคมี 2 คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### บทคัดย่อ

ซิลิกาที่ได้จากการทดลองเป็นซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous silica) โดยดูจากผลของ X-ray diffraction มีความบริสุทธิ์  $99.91 \pm 2\%$  พื้นที่ผิวจำเพาะประมาณ  $600 \text{ m}^2/\text{g}$  ซึ่งใช้ในงาน Thin layer chromatography ได้ วิธีการแยกซิลิกาจากซีเถ้าแกลบนั้นอาศัยหลักการแปรรูปของซิลิกาในซีเถ้าแกลบให้เป็น สารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยการใช้ซีเถ้าแกลบดละเอียดรีฟลักซ์กับละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะได้ซิลิกาประมาณร้อยละ 80 ของซีเถ้าแกลบ ซึ่งข้อได้เปรียบของวิธีการนี้เมื่อเทียบกับวิธีการล้างแกลบข้าวด้วยกรดแล้ว นำไปเผา คือจะได้ผลิตภัณฑ์ซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์ และพื้นที่ผิวสูงกว่า

ดังนั้นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการจะเป็นแนวทางสำหรับการผลิตซิลิกาจากซีเถ้าแกลบในระดับอุตสาหกรรมได้ ซึ่งหากสามารถทำการผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้จริง ก็จะเป็นการลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงจากต่างประเทศและช่วยลดการขาดดุลการค้าได้เช่นกัน

## คำนำ

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรมอาชีพส่วนใหญ่ของประชาชนประกอบอาชีพการเกษตร ดังนั้นในปีหนึ่งๆ ข้าวจะถูกผลิตขึ้นเป็นปริมาณมาก ซึ่งผลพลอยได้จากการสีหรือนวดข้าวคือ แกลบ โรงสีข้าวบางแห่งก็นำแกลบไปเผาเพื่อนำพลังงานความร้อนที่ได้ไปใช้ในการผลิตไฟฟ้าขึ้นในโรงงาน เมื่อเผาแกลบจะได้ซีเถ้าแกลบประมาณร้อยละ 15 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก ซีเถ้าแกลบที่เกิดขึ้นจากกระบวนการดังกล่าวนี้มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบถึงร้อยละ 95 นับว่าเป็นแหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิกาที่สำคัญอีกแห่งหนึ่งนอกเหนือจากทราย ปัจจุบันประเทศไทยมีการส่งซีเถ้าไปขายยังต่างประเทศ เช่น เยอรมัน ญี่ปุ่น ฯลฯ ราคาประมาณ 4 บาท/ก.ก. แต่ถ้านำซีเถ้าแกลบไปผ่านกระบวนการทางเคมี หรือโดยการเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และมีมูลค่าเพิ่มขึ้นถึง 5 เท่าตัวเป็นอย่างน้อย ดังนั้นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการจะเป็นแนวทางสำหรับการผลิตซิลิกาจากซีเถ้าแกลบในระดับอุตสาหกรรมได้

ซึ่งถ้าสามารถทำการผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้จริง ก็จะเป็นการลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาบริสุทธิ์จากต่างประเทศ และจากซิลิกาที่ได้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ทั้งทางตรงและทางอ้อมเช่น ใช้เป็นตัวดูดซับ (Adsorbent) ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตซิลิเกต ซิลิกอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ และซิลิโคน

แกลบข้าวสามารถนำไปใช้ประโยชน์ต่างๆ มากมายเช่น ใช้ผสมอาหารสัตว์ ทำปุ๋ย และเชื้อเพลิง เป็นต้น ด้วยประโยชน์ต่างๆ มากมายของแกลบจึงมีการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกลบข้าวพบว่าแกลบข้าวประกอบด้วยความชื้น ซีเถ้า (ส่วนใหญ่เป็นซิลิกา) ลิกนิน เซลลูโลส เพนโตซาน โปรตีน และวิตามิน สารประกอบเหล่านี้อยู่ในรูปอินทรีย์สารประมาณร้อยละ 72 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก ความแตกต่างขององค์ประกอบต่างๆ ในแกลบข้าวขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาของการปลูกข้าวด้วย

จากการสำรวจแกลบข้าวจากแหล่งต่างๆ ทั่วโลกสามารถสรุปองค์ประกอบต่างๆ เป็นค่าเฉลี่ยไว้ดังนี้ ซีเถ้า 20% (ในซีเถ้ามีซิลิกา ประมาณ 95%) ลิกนิน 22% เซลลูโลส 38% เพนโตซาน 18% และอินทรีย์สารอื่นๆ 2% ปริมาณความชื้น 9% เมื่อความชื้นในอากาศประมาณ 50%<sup>1</sup>

ซีเถ้าแกลบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่สูงดังนั้นจึงมีงานวิจัยที่พยายามนำเอาข้อได้เปรียบดังกล่าวมาใช้ให้เกิดประโยชน์ทั้งทางตรงและทางอ้อมไม่ว่าจะเป็นการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากแกลบข้าวด้วยวิธีการเผาและล้างด้วยกรด<sup>2</sup> หรือการเตรียมและศึกษาคุณสมบัติของซิลิกาจากแกลบข้าวโดยการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิระหว่าง 400–1500 °C<sup>3</sup> ส่วนในกรณีของการใช้ซีเถ้าแกลบเพื่อเตรียมเป็นซิลิกานั้นพบว่า มีการทดลองเตรียมซิลิกาเจลจากซีเถ้าแกลบเพื่อใช้ในงานโครมาโตกราฟี โดยการรีฟลักซ์ซีเถ้าแกลบกับสารละลายต่างๆ<sup>4</sup> นอกจากนี้ยังมีรายงานวิจัยทางด้านนี้ในประเทศไทยด้วยเช่นกันคือ การเตรียม และศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ<sup>5</sup>

นอกจากประโยชน์ทางตรงที่ได้จากการแยกซิลิกาบริสุทธิ์จากแกลบข้าวและซีเถ้าแกลบแล้วยังสามารถใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตสารอื่นๆ เช่น ใช้ในการเตรียมโซเดียมซิลิเกต โดยการนำซีเถ้าแกลบผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์และน้ำในหม้อหนึ่งความดันที่อุณหภูมิ 100–225 °C เป็นเวลา 0.5–5.0 ชั่วโมง<sup>6</sup> หรือใช้เตรียมซิลิกอนซึ่งมีวิธีเตรียมได้หลายวิธี เช่น **วิธีแรก** เผาแกลบข้าวที่ 300 °C ล้างด้วยกรดหลังจากนำไปทำปฏิกิริยากับแมกเนเซียม และแมกเนเซียมออกไซด์ **วิธีที่สอง** โดยการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิมากกว่า 800 °C ล้างด้วยกรดแล้วนำซิลิกาที่ได้ไปเผากับคาร์บอน<sup>7</sup> **วิธีที่สาม** เป็นการเตรียม Polycrystalline silicon โดยใช้ซีเถ้าแกลบทำปฏิกิริยารีดักชันกับ แมกนีเซียม<sup>8</sup>

นอกจากนี้ยังสามารถใช้เตรียมซิลิกอนไนไตรด์ โดยการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิ 1260 - 1450 °C ภายใต้บรรยากาศที่มีไนโตรเจน 95% และไฮโดรเจน 5%<sup>10</sup> หรือใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจากการทำปฏิกิริยาระหว่างซีเถ้าแกลบกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์<sup>11</sup> หรือใช้สังเคราะห์ ZSM-5 Zeolite โดยใช้ซิลิกาเจลจากซีเถ้าแกลบ<sup>12</sup>

ในส่วนของการตรวจสอบคุณสมบัติของซิลิกาจากซีเถ้าแกลบมีการตรวจสอบทั้งองค์ประกอบด้วยวิธีทางเคมี วิทยาศาสตร์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction และการเปลี่ยนแปลงทางอุณหภูมิโดยการวิเคราะห์ด้วย TG DTG และ DTA<sup>13</sup>

แกลบข้าวมีองค์ประกอบพื้นฐานอยู่ 3 ส่วนคือ ซิลิกา โลหะออกไซด์ และสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งการเตรียมซิลิกาให้มีความบริสุทธิ์สูงนั้นสามารถทำได้ โดยการกำจัดโลหะออกไซด์ และสารประกอบอินทรีย์ออกจากซิลิกาให้ได้มากที่สุด ซึ่งจากรายงานการวิจัยที่ผ่านมาในอดีตการกำจัดออกไซด์ออกจากแกลบทำได้โดยการล้างแกลบด้วยกรด จากนั้นจึงนำแกลบที่ล้างด้วยกรดแล้วไปเผาเพื่อกำจัดสารประกอบอินทรีย์โดยการเผาจะทำที่อุณหภูมิและเวลาที่ทำให้สารประกอบอินทรีย์ในแกลบเปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ทั้งหมด

สำหรับงานวิจัยครั้งนี้สารตั้งต้นที่ใช้คือ ซีเถ้าแกลบ ซึ่งหมายถึงสิ่งที่เหลือจากการเผาแกลบข้าว โดยการเผานั้นสารอินทรีย์ทั้งหมดในแกลบข้าวจะถูกเผาจนเป็นคาร์บอน ดังนั้นซีเถ้าแกลบจึงมีคาร์บอนปนเปื้อนอยู่กับซิลิกา เนื่องจากเป็นแกลบที่ถูกเผาเพื่อนำพลังงานความร้อนที่ได้ไปใช้ประโยชน์ในโรงงาน ดังนั้นการวิจัยในครั้งนี้จะไม่ใช้วิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมซิลิกาจากแกลบคือ วิธีการล้างแกลบด้วยกรดแล้วนำแกลบไปเผาเพื่อให้ได้ซิลิกา แต่จะใช้วิธีทางเคมีซึ่งเป็นอีกแนวทางที่น่าสนใจในการศึกษาถึงซิลิกาที่ได้จากวิธีการดังกล่าวโดยมีกระบวนการดังนี้

ซีเถ้าแกลบ ⇒ สารละลายโซเดียมซิลิเกต ⇒ ซิลิกาเจล

## วิธีการทดลอง

ทำการตรวจสอบองค์ประกอบของซีเถ้าแกลบ ได้แก่ ปริมาณคาร์บอน ซิลิกาและออกไซด์ต่างๆ ซึ่งเป็นการตรวจสอบทางเคมี อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ ได้แก่ Platinum Crucible, Platinum tong, กรดซัลฟลูริก ( $H_2SO_4$ , Riedel-de Haen Laboratory grade), กรดไฮโดรฟลูออริก (HF 40% Merck Laboratory grade) ทดลองหาสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการแยกซิลิกาจากซีเถ้าแกลบ โดยดูจากร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเกณฑ์ โดยการเปลี่ยนปริมาณความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้สารเคมีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH Commercial grade) กรดซัลฟลูริก ( $H_2SO_4$  Reidel-de Haen Laboratory grade) แอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ( $NH_4OH$  Fluka Laboratory grade) ซึ่งใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 5,10,15,20 และ 25 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ และเวลาในการรีฟลักซ์ตั้งแต่ 1, 2, 3 และ 4 ชม.ตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และเวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์เปลี่ยนไป นอกจากนั้นยังตรวจสอบคุณลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้ ได้แก่ องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์โดยใช้วิธีเดียวกับการทดลองหาองค์ประกอบทางเคมีของซีเถ้าแกลบ

วัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Particle size analyzer ของ Micromeritics รุ่น Sedigraph 5100 วัดพื้นที่ผิวจำเพาะวิเคราะห์ด้วยวิธี BET ด้วยเครื่องของ Micromeritics รุ่น Flowsorb 2300 วิเคราะห์วิทยาศาสตร์ วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction ของ Philip รุ่น X's pert และทดสอบความสามารถในการดูดซึ่มสารเมื่อใช้เป็นตัวดูดซับสำหรับงานทิลเลเยอร์ โครมาโตกราฟฟี โดยเปรียบเทียบค่า Rf ของซิลิกาเจลที่แยกได้กับค่า Rf ของซิลิกาเจล TLC grade ของ Merck

## ผลการทดลอง

### 1. องค์ประกอบของซีเมนต์

ตารางที่ 1. แสดงองค์ประกอบของซีเมนต์ที่ถูกใช้เป็นส่วนตั้งต้น

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 1 จะเห็นว่าสิ่งที่เจือปนอยู่ในซิลิกาคือ คาร์บอนและออกไซด์ของโลหะต่างๆ โดยเป็น คาร์บอนถึงร้อยละ 6 ส่วน ที่เหลือจะเป็นโลหะออกไซด์และความชื้นประมาณร้อยละ 5

### 2. สภาวะที่เหมาะสม

#### 2.1 ปริมาณ NaOH ที่ใช้

ตารางที่ 2. แสดงผลที่เกิดจากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ครั้งที่	ซีเมนต์ (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 2. พบว่าเมื่อใช้ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 10% และ 12.5% จะให้ผลร้อยละของซิลิกามากกว่า 80 และที่มีระดับความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ทั้งสองนั้นจะใช้ผลร้อยละของซิลิกาไม่แตกต่างกันมาก ดังนั้นการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นเท่ากับ 10

## 2.2 เวลาที่ใช้

ตารางที่ 3. แสดงผลที่เกิดจากการใช้ระยะเวลาที่ไม่เท่ากันในการรีฟลักซ์

ครั้งที่	ซีเถ้าแกลบ (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 3. พบว่าการเพิ่มเวลาในการรีฟลักซ์มีผลทำให้ปริมาณซิลิกาที่ได้เพิ่มขึ้นระยะเวลาที่ให้ซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 คือ การรีฟลักซ์ที่ระยะเวลาที่มากกว่า 3 ชั่วโมง และจากผลการทดลองระยะเวลา 3 และ 4 ชั่วโมงนั้น ให้ปริมาณซิลิกาที่ไม่แตกต่างกันมากนัก ดังนั้นสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการทดลองในครั้งนี้คือ การรีฟลักซ์ซีเถ้าแกลบ 25 กรัม กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10% เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 4. แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเถ้าแกลบภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด

ครั้งที่	ซีเถ้าแกลบ (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
<b>เฉลี่ย</b>						<b>81.39</b>

จากตารางที่ 4 เพื่อทำการทดลองแยกซิลิกาจากซีเถ้าแกลบภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด 3 ครั้ง ให้ร้อยละของซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 และค่าเฉลี่ยเท่ากับร้อยละ 81.39

**ตารางที่ 5.** แสดงผลการแยกซิลิกาจากซีเมนต์ที่บดแล้วภายใต้สภาวะที่ดีที่สุด

ครั้งที่	ซีเมนต์ (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
<b>เฉลี่ย</b>						<b>61.15</b>

จากตารางที่ 5 จะเห็นว่าซีเมนต์ที่บดแล้วให้ร้อยละของซิลิกาที่ได้ต่ำกว่าของซีเมนต์ที่บดแล้วมาก ทั้งนี้เนื่องจากซีเมนต์ที่บดแล้วมีพื้นที่ผิวสูงกว่า ดังนั้นโอกาสที่ซิลิกาในซีเมนต์จะเข้าทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์จึงมีมากกว่า ซึ่งในกรณีที่ต้องการให้ได้ซิลิกามากกว่าร้อยละ 80 จึงควรบดซีเมนต์ก่อน

### 3. การตรวจสอบคุณภาพคุณลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้

#### 3.1 องค์ประกอบของซิลิกา

**ตารางที่ 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 (ดูจากตารางที่ 5)

ตารางที่ 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 6 และ 7 ซิลิกาที่ได้จากการเตรียมการแยกซิลิกาให้อยู่ในรูปสารละลายโซเดียมซิลิเกตนั้น จะทำให้ได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.93% และโลหะออกไซด์ที่ปนเปื้อนอยู่ในซิลิกานั้นลดลงอย่างมาก เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณโลหะออกไซด์ที่ปนเปื้อนอยู่ในซีเมนต์ และสูงกว่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่ได้จากการล้างแกลบด้วยกรดแล้วจึงนำไปเผา วิธีดังกล่าวจะให้ค่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาเพียง 99.8% อย่างไรก็ตามทั้งวิธีการแยกซิลิกาจากซีเมนต์แกลบโดยผ่านทางสารละลายโซเดียมซิลิเกต หรือการแยกซิลิกาโดยการเผานั้น จะให้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าซิลิกาเจลจากทรายเสมอ ดังแสดงผลในตารางที่ 8

ตารางที่ 8 แสดงการเปรียบเทียบความบริสุทธิ์ของซิลิกาเกรดการค้า ก่อนและหลังเตรียมเป็นซิลิกาเจล

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

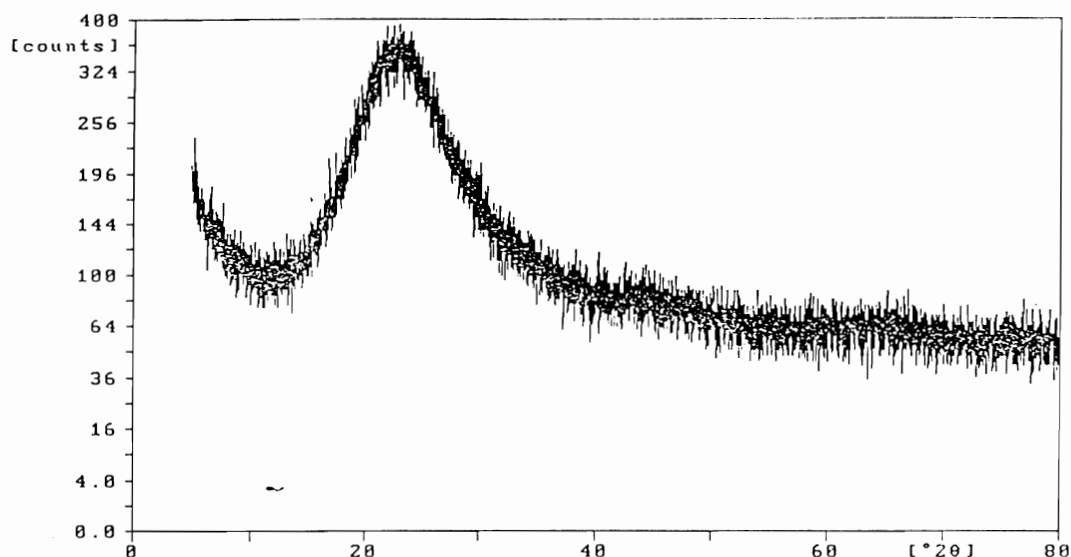
หมายเหตุ SiO<sub>2</sub> (ก่อน) = ซิลิกาอสังฐานเกรดการค้า

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

จากตารางที่ 8 ซิลิกาเกรดการค้าที่นำมาทำการทดลองนั้นเป็นซิลิกาอสังฐานที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 96 นำมาเตรียมเป็นซิลิกาเจลด้วยวิธีการผ่านทางสารละลายโซเดียมซิลิเกต ภายใต้สภาวะที่ดีที่สุดจากการทดลองข้างต้น ซึ่งผลที่ได้เป็นการยืนยันได้ว่าซิลิกาจากซีเมนต์แกลบเป็นซิลิกาที่สามารถถูกแยกจากสิ่งปนเปื้อนได้ง่ายกว่าซิลิกาจากทราย ซึ่งในที่นี้คือ ซิลิกาเกรดการค้า เนื่องจากเมื่อเตรียมเป็นซิลิกาเจลด้วยวิธีการและสภาวะเดียวกันผลที่ได้คือ ซิลิกาเจลจากซีเมนต์แกลบให้ความบริสุทธิ์สูงกว่า

นอกจากนี้ วิธีการผลิตซิลิกาเจลในทางอุตสาหกรรม นิยมใช้วิธีการหลอมทรายกับโซดาแอชภายใต้อุณหภูมิสูง ซึ่งเป็นวิธีการที่ค่อนข้างยุ่งยากเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมซิลิกาเจลจากการทดลองนี้ ดังนั้นค่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมได้ และกระบวนการที่ไม่ซับซ้อนจึงเป็นข้อได้เปรียบของซีเมนต์แกลบอย่างเห็นได้ชัด

### 3.2 ภูมิภาค



รูปที่ 1. แสดง X-ray diffraction pattern ของซิลิกา

จากรูปที่ 1. จะเห็นว่า peak ของ X-ray diffraction pattern ที่ปรากฏมีลักษณะ broad ไม่เป็น peak ที่ sharp แสดงว่าซิลิกาที่ได้เป็น Amorphous silica เมื่อนำซิลิกาเจลดูดความชื้นมาตรวจสอบด้วย XRD เพื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาที่ได้จากการทดลองพบว่า ซิลิกาเจลดูดความชื้นให้ลักษณะของ XRD pattern เช่นเดียวกับ XRD pattern ของซิลิกาที่ได้จากการทดลอง

### 3.3 พื้นที่ผิวจำเพาะ

ตารางที่ 9. แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะเฉลี่ยของซิลิกาที่ได้เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดห้องปฏิบัติการ (Laboratory grade)

สารตัวอย่าง	Average BET Surface
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 ซิลิกาอสัณฐานจากงานวิจัยในอดีตตามวิธีการล้างด้วยกรดแล้วนำไปแยก

จากตารางที่ 9. จะเห็นว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเฉลี่ยของซิลิกาที่ได้จากการทดลองนั้นสูงกว่าของซิลิกาเจล TLC grade ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการและของซิลิกาอสัณฐานจากงานวิจัยในอดีต ดังนั้นซิลิกาที่ได้จากการทดลองจึงเหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวดูดซับ (Adsorbent) เนื่องจากพื้นที่ผิวมาก



## 3.4 ค่า Rf ด้วยวิธี TLC (Thin Layer chromatography)

ตารางที่ 10. แสดงค่า Rf ของ Tripalmitin ด้วยวิธี TLC

สารตัวอย่าง	Rf			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 10 จะเห็นว่าค่า Rf ของ Tripalmitin เมื่อใช้ซิลิกาเป็น Stationary phase พบว่าค่า Rf ที่ได้จากซิลิกาทั้งสองชนิดใกล้เคียงกัน ดังนั้นซิลิกาเจลที่ได้จากการทดลองนี้ จึงสามารถนำไปใช้เป็น Stationary phase สำหรับ TLC ได้แต่อย่างไรก็ตามจากการทดลองจะเห็นได้ว่าค่า Rf เมื่อใช้ซิลิกาที่ได้จากการทดลองนั้นมีค่าต่ำกว่าค่า Rf เมื่อใช้ซิลิกา TLC grade ของ Merck ซึ่งเป็นการชี้ให้เห็นถึงความสอดคล้องกับผลของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกาที่ได้จากการทดลองมีค่ามากกว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกา TLC grade ของ Merck จึงดูดซับ Tripalmitin ได้ดีกว่าดังนั้นค่า Rf ที่ได้จึงต่ำกว่า

## สรุป

การทดลองนี้เป็นการศึกษาแยกซิลิกาจากซีเถ้าแกลบซึ่งมีคาร์บอนและโลหะออกไซด์ปนเปื้อนอยู่ด้วยวิธีการทำให้ซิลิกาซึ่งอยู่ในซีเถ้าแกลบเปลี่ยนเป็นสารละลายโซเดียม-ซิลิเกต แล้วจึงทำสารละลายโซเดียมซิลิเกตให้อยู่ในสภาพกรดซึ่งจะมีผลทำให้สารละลายโซเดียมซิลิเกตเปลี่ยนไปเป็นซิลิกาเจล จากการทดลองครั้งนี้พบว่า

1. สภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการเตรียมซิลิกาจากซีเถ้าแกลบด้วยวิธีข้างต้น คือ ใช้ซีเถ้าแกลบบดละเอียด 25 กรัม รีฟลักซ์กับ 10% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 200 มิลลิลิตรเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ซิลิกาประมาณร้อยละ 80 ของซีเถ้าแกลบ

2. คุณลักษณะของซิลิกาที่ได้พบว่า มีความบริสุทธิ์ถึง  $99.91 \pm 2\%$  มีโลหะออกไซด์ปนเปื้อนในปริมาณน้อยมาก ส่วนผลของ XRD ทำให้ทราบว่าซิลิกาที่ได้เป็นซิลิกาอสัณฐาน โดยมีพื้นที่ผิวประมาณ 600 m<sup>2</sup>/g สามารถใช้เป็นซิลิกาเจล TLC grade ได้

3. ข้อได้เปรียบของวิธีนี้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการล้างแกลบข้าวด้วยกรดแล้วนำไปเผาคือให้ผลิตภัณฑ์ ซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์และพื้นที่ผิวสูงกว่า

งานวิจัยที่ควรทำต่อจากการทดลองนี้ คือการขยายขนาดของการทดลองให้มีขนาดใหญ่ขึ้นเพื่อให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการนำวิธีการ ดังกล่าวไปใช้ขยายอุตสาหกรรม เพื่อเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมที่จำเป็นต้องใช้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง

## เอกสารอ้างอิง

- Amick, J.A. 1982. Purification of Rice Hulls as a source of solar Grade silicon for solar cells. *J. Electrochem. Soc.* 129 : 864-866.
- Banerjee, H.D. and Sen S. 1982. Investigations on the Production of Silicon from Rice Husks by the Magnesium Method. *Mat. Sci. Eng.* 52 : 173-179.
- Bose, D.N., Govindacharyulu, P.A. and Banerjee, H.D. 1982. Large Grain Polycrystalline Silicon from Rice Husk. *Solar Energy Mat.* 7 : 319-321.
- Chakraverty, A., Mishra, P. and Banerjee, H.D. 1988. Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica. *J. Mat. Sci.* 23 : 21-24.
- Cook, D.J. 1987. 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 : 685-686.
- El Bouseily, A.M. and El Shamy, T.M. 1978. Wet preparation of "Water glass" from hull ash of gyptian rice. *Chem. Abs.* no 89 : 165573q. 89 : 117.
- Govindarao, V.M.H. 1980. Utilization of Rice Husk-A Preliminary Analysis. *J. Sci. Ind. Res.* 39 : 495-515.
- Gula, O.K. and Roy, J. 1988. Gas Chromatographic grade silica gel from paddy husk ash. *J. Chromatography.* 437 : 245-248.
- Ibrahim, D.M. 1981. Crystalline Growth of Rice Husk Ash Silica. *Thermochim. Acta.* 45 : 79-85.
- James, J. and Rao M.S. 1986. Reaction product of Lime and Silica from Rice Husk Ash. *Cem. Con. Res.* 16 : 67-73.
- Nakata, Y., Suzuki, M., Okutani, T. Kikuchi, M. and Akiyama, T. 1989. Preparation and Properties of SiO<sub>2</sub> from Rice Hulls, Nippon Ceramics Kyokai Gakujutsu-Rongunsh. 97 : 842 - 849.
- Rahman, I.A. and Riley, F.L. 1989. The control of Morphology in Silicon Nitride. *J. Eu. Ceram. Soc.* 5 : 11-22.
- Rawtani, A.V., Rao, M.S. and Gokhale, K.V.G.V. 1989. Synthesis of ZSM-5 zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Ind. Eng. Chem. Res.* 28 : 1411-1414.
- อุไรวรรณ ลีลาอดิศร. 2535. "การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ", วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.