สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อรูปร่าง พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าว ด้วยกระบวนการตกตะกอนในระบบไมเซลล์

นางสาวพิชญา อาจารยางกูร

นางสาวเพชรไพรินทร์ สุกใส

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 107839
วัน,เดือน,ปี 14 พ.ค. 2553

b 12211436
i.....

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

ภาควิชาเคม

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2549

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Study the influence of concentration of surface tension reducer to the shape, surface area, and pore size of the silica particles with the precipitation process in the micelle system

Miss Pichaya Arjarayangkool

Miss Petpairin Sooksai

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of

Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษเรื่อง	**การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อรูปร่าง พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าวด้วยกระบวนการตกตะกอนในระบบไมเซลล์**
นักศึกษา	นางสาวพิชญา อาจารยางกูร
	นางสาวเพชรไพรินทร์ สุกใส
ภาควิชา	**เคมี คณะวิทยาศาสตร์**
	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
สาขาวิชา	**เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์**
อาจารย์ที่ปรึกษา	**ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์**

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้นำโครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี	.....
กรรมการ ผศ.นงนุช ศิวะภิญโญยศ	.....
กรรมการ ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์	.....

.....

(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สภาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษ	**การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อรูปร่าง พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าวด้วยกระบวนการตกตะกอนในระบบไมเซลล์**
นักศึกษา	นางสาวพิชญา อาจารยางกูร รหัสประจำตัว 46050421
	นางสาวเพชรไพรินทร์ สุกใส รหัสประจำตัว 46050423
ภาควิชา	**ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์**
	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
สาขาวิชา	**เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์**
ปีการศึกษา	**2549**
อาจารย์ที่ปรึกษา	**ผศ. ดณิตา ตังคณานุรักษ์**

บทคัดย่อ

โครงงานพิเศษนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อทำการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อรูปร่าง พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกา (silica) ที่เตรียมได้จากแกลบข้าวด้วยกระบวนการตกตะกอนในระบบไมเซลล์ เพื่อให้มีคุณสมบัติเหมาะสมที่จะใช้เป็นของแข็งยึดเกาะ (solid support) ให้เฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ (column) ของเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) โดยปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ทำการศึกษาคือ 1, 5, 10, 20, 30, 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ พบว่าความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์ -100 ที่ต่ำที่สุดที่ทำให้อนุภาคซิลิกาเป็นรูปทรงกลมคือ 30 มิลลิโมลาร์ และให้ค่าพื้นที่ผิวมากที่สุดเท่ากับ 1,092.31 ตารางเมตรต่อกรัม แต่ขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นไม่มากเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์ -100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title Study the influence of concentration of surface tension reducer to the shape, surface area, and pore size of the silica particles with the precipitation process in the micelle system

Name **Miss Pichaya Arjarayangkool**

Miss Petpairin Sooksai

Department **Chemistry**

Program **Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation**

Academic Year 2006

Special Project Advisor Asst. Prof. Kanita Tangkananurak

ABSTRACT

This special project is aimed to study the influence of the concentration of surface tension reducer to the shape, surface area, and pore size of the silica particles that is obtained from the rice husk with the precipitation process in the micelle system in order to make silica partical suitable for being solid support for stationary phase of column of High Performance Liquid Chromatography, HPLC. The study concentrations of Triton X-100 are 1, 5, 10, 20, 30, 45 and 60 mM. It has been found that the minimum concentration of TritonX-100 that make the silica particles round is at 30 mM, which offer the maximum surface area of 1092.31 sq.m/g. However, the increasing in pore size does not seem to be significant as the concentration of TritonX-100 is increased.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงงานพิเศษนี้ สามารถสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี สืบเนื่องมาจากความร่วมมือ และการได้รับการดูแล เอาใจใส่ ช่วยเหลือ แนะนำ รวมถึงความกรุณาของทุก ๆ ท่าน ทั้งท่านอาจารย์ที่ปรึกษา คณะกรรมการ และผู้ที่เกี่ยวข้องกับผู้จัดทำ ที่ให้ความกรุณาติดตาม ตรวจสอบแก้ไข และความเอาใจใส่ดูแลจนโครงงานพิเศษนี้สำเร็จไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ. คณิตา ตังคณานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่คอยให้คำแนะนำปรึกษา ตลอดจนคอยช่วยเหลือ แก้ไขปัญหาในการทำโครงงานพิเศษนี้ตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี และ ผศ.นงนุช ศิวะภิญโญยศ อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงงานพิเศษ ที่ให้ความกรุณาตรวจสอบ แก้ไขโครงงานพิเศษนี้ให้มีความสมบูรณ์ถูกต้องมากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคุณดำรงศักดิ์ เจษฎาภัทรกุล คุณอมรรัศมี จิณรักษ์ ที่คอยให้คำแนะนำแก้ปัญหา และให้ความช่วยเหลือตลอดการดำเนิน โครงงานพิเศษนี้ รวมถึงพี่นักศึกษาปริญญาโทที่ให้การดูแล และในความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ เจ้าหน้าที่ห้องธุรการภาควิชาเคมี เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมี รวมทั้งแม่บ้านที่คอยอำนวยความสะดวก และคอยให้ความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านด้วยดีตลอดมา

สุดท้ายขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ญาติ พี่น้อง และเพื่อน ๆ ตลอดจนรุ่นพี่รุ่นน้องทุก ๆ คนที่ให้กำลังใจ และให้ความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านจนโครงงานพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงในที่สุด

นอกจากนี้ บุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือที่มิได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นางสาวพิชญา อาจารยางกูร
นางสาวเพชรไพรินทร์ สุกใส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ข
กิตติกรรมประกาศ ..... ง
สารบัญ ..... จ
สารบัญตาราง ..... ช
สารบัญภาพ ..... ซ
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ความสำคัญของวิทยานิพนธ์ 1
1.2 จุดประสงค์ของงานวิจัย 2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3
2.1 องค์ประกอบทางเคมีของแกลบข้าวและค่าทางความร้อน 3
2.2 ซิลิกา [3] 4
2.2.1 โครงสร้าง 4
2.2.2 คุณลักษณะ 5
2.2.3 รูปแบบของซิลิกา 5
2.3 วิธีการผลิตซิลิกาเจลจากแกลบข้าว 10
2.4 การเกิดไมเซลล์ 14
2.4.1 ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ 15
2.4.2 โครงสร้างของไมเซลล์ 15
2.4.3 องค์ประกอบที่มีผลต่อความเข้มข้นของวิกฤตของไมเซลล์ในสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย 16
2.4.4 ผลของอิเล็กโทรไลท์ที่เติมลงในสารละลาย 16
2.4.5 ผลของอุณหภูมิ 16
2.4.6 ผลของโครงสร้างของการลดแรงตึงผิว 16
2.5 คุณลักษณะเฉพาะของอนุภาคซิลิกาในคอลัมน์ HPLC 17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 20
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัย 23
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย 23
3.1.1 สารเคมี 23
3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ 23
3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย 24
3.3 วิธีการวิจัย 24
3.3.1 การเตรียมสารละลาย 24
3.3.2 การเตรียมซิลิกาโดยใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 เข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ 26
3.3.3 การเตรียมอนุภาคซิลิกาโดยใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 เข้มข้น 5, 10, 20, 30, 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ 26
3.3.4 วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ 27
3.4 สถานที่ทำงานวิจัย 27
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง 28
4.1 การศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกา 28
4.2 การศึกษาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาหลังจากการสังเคราะห์ โดยวิธี Brauaver Emmett Teller (BET) 34
4.3 การศึกษาโครงสร้างของซิลิกาโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน 39
4.4 การศึกษาโครงสร้างของซิลิกาโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ 41
บทที่ 5 42
สรุป และข้อเสนอแนะ 42
เอกสารอ้างอิง 43
ภาคผนวก 45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 อัตราของการละลายของซิลิกา [9] 11
ตารางที่ 2.2 คุณลักษณะของอนุภาคซิลิกาสำหรับคอลัมน์ HPLC [9] 18
ตารางที่ 2.3 แสดงคุณลักษณะทางกายภาพของซิลิกา (HPLC grade) [9] 18
ตารางที่ 3.1 ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ในแต่ละความเข้มข้น 26
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาหลังจากการสังเคราะห์ โดยใช้เทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี 29
ตารางที่ 4.2 เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของอนุภาคซิลิกา 41

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 แกลบข้าว [14] 3
รูปที่ 2.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสดงพื้นผิวที่มีลักษณะคล้ายข้าวโพดและภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่มีความพรุนสูง [13] 3
รูปที่ 2.3 การจัดเรียงตัวแบบทรงสี่หน้าของซิลิกา [17] 4
รูปที่ 2.4 รูปแบบการจัดเรียงตัวของโครงสร้างแบบผลึก และแบบอสัญฐาน [15] 5
รูปที่ 2.5 แสดงภาคของซิลิกา [16] 6
รูปที่ 2.6 แสดงโครงสร้างสามมิติของควอทซ์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค (flame work) [15] 7
รูปที่ 2.7 แสดงโครงสร้างสามมิติของคริสโตบาไลท์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้าง ทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค [15] 7
รูปที่ 2.8 แสดงโครงสร้างสามมิติของไทรไดไมท์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค [15] 8
รูปที่ 2.9 แสดงโครงสร้างสามมิติของโคไซต์ รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบ เฟลมเวิร์ค [15] 8
รูปที่ 2.10 ความสมารถในการละลายของซิลิกาอสัณฐานเมื่อเทียบกับค่าพีเอช [9] 13
รูปที่ 2.11 ไมเซลล์ [18] 14
รูปที่ 4.1 ระบบไมเซลล์ที่เกิดขึ้นเมื่อใช้ไปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ต่างกัน [19] 34
รูปที่ 4.2 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorb) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาทสังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 30 มิลลิโมลาร์ 35
รูปที่ 4.3 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorb) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาทสังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์ 35
รูปที่ 4.4 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorbs) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาทสังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์ -100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ 36
รูปที่ 4.5 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 30 มิลลิโมลาร์ 37
รูปที่ 4.6 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์ 37
รูปที่ 4.7 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ 38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.8 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 5 มิลลิโมลาร์ 39
รูปที่ 4.9 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์ -100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ 40
รูปที่ 4.10 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์ 40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของวิทยานิพนธ์

เทคนิคโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีอย่างกว้างขวางและมีการผลิตเครื่องมือออกมาจำหน่ายจากหลายๆบริษัทซึ่งส่วนใหญ่เป็นบริษัทต่างชาติ จึงทำให้ชิ้นส่วนต่างๆของเครื่องมือมีราคาสูง จึงได้มีการคิดค้นและพัฒนาการผลิตซิลิกาซึ่งใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ที่ใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) และเทคนิคก๊าซโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC) จากขี้เถ้าแกลบ จากวิทยานิพนธ์ของนายดำรงศักดิ์ เจษฎาภัทรกุล ได้ทำการศึกษาความเป็นไปได้และข้อจำกัดของการใช้ขี้เถ้าแกลบข้าวเป็นวัตถุดิบในการผลิตซิลิกาให้มีความบริสุทธิ์สูงเพื่อใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของแกลบข้าว อิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแกลบข้าวและการเตรียมซิลิกา ต่อมาได้มีงานวิจัยต่อเนื่องโดยนางสาวศิรินลักษณ์ เกิดศิริ ซึ่งได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงที่ได้จากเถ้าแกลบ เพื่อใช้เป็นเฟสอยู่กับที่โดยการตกตะกอนในระบบไมเซลล์ มีการศึกษาภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา ได้แก่ ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสม ค่าพีเอช (pH) ที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา อัตราการปั่นกวนที่เหมาะสม ระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา อุณหภูมิในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาและความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา พบว่าอนุภาคของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยการตกตะกอนในระบบไมเซลล์มีอนุภาคเป็นทรงกลม มีความบริสุทธิ์สูง แต่มีขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวไม่เหมาะกับการนำมาใช้ประโยชน์ในการนำมาใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ HPLC

ดังนั้นทางคณะผู้วิจัยได้มีความสนใจในการศึกษาการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบให้มีความบริสุทธิ์สูง ตลอดจนขนาดอนุภาค ขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวที่เหมาะสมสำหรับการนำมาใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ HPLC โดยทำการศึกษาปริมาณของสารลดแรงตึงผิวในที่นี้คือ ไทรทอนเอ็กซ์-100 (Triton X 100) ซึ่งไทรทอนเอ็กซ์-100 เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ก่อให้เกิดระบบไมเซลล์ในการควบคุมรูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกา ส่วนสารประกอบไอออนิกเป็นสารที่ช่วยควบคุมขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิกา และนำอนุภาคซิลิกาที่เตรียมได้มาตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะ ขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิกาต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 จุดประสงค์ของงานวิจัย

1. เตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง มีรูปร่างเป็นวงกลม และมีพื้นที่ผิว (ประมาณ 600 ตารางเมตรต่อกรัม) และขนาดรูพรุน (ประมาณ 60 อังสตรอม) ที่เหมาะสมสำหรับใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ HPLC
2. ได้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาสำหรับคอลัมน์ HPLC ด้วยกระบวนการตกตะกอนด้วยระบบไมเซลล์
3. เป็นแนวทางในการพัฒนาต่อไปในระดับการผลิตเชิงอุตสาหกรรม
4. เป็นแนวทางในการผลิตซิลิกาที่มีรูปร่าง ขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวที่เหมาะสมสำหรับใช้กับงานทางโครมาโทกราฟีอื่นๆต่อไป

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าว
2. ศึกษาปริมาณของสารลดแรงตึงผิว ที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคซิลิกาให้มีขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวที่เหมาะสมในการใช้งานในคอลัมน์ HPLC
3. ศึกษาการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของอนุภาคซิลิกา

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถผลิตซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง ราคาถูกและมีประสิทธิภาพสูงในการนำไปใช้ในคอลัมน์ HPLC
2. สามารถผลิตซิลิกาที่มีขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวที่เหมาะสมในกับการใช้งานทางโครมาโทกราฟี
3. สามารถเพิ่มมูลค่าวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร

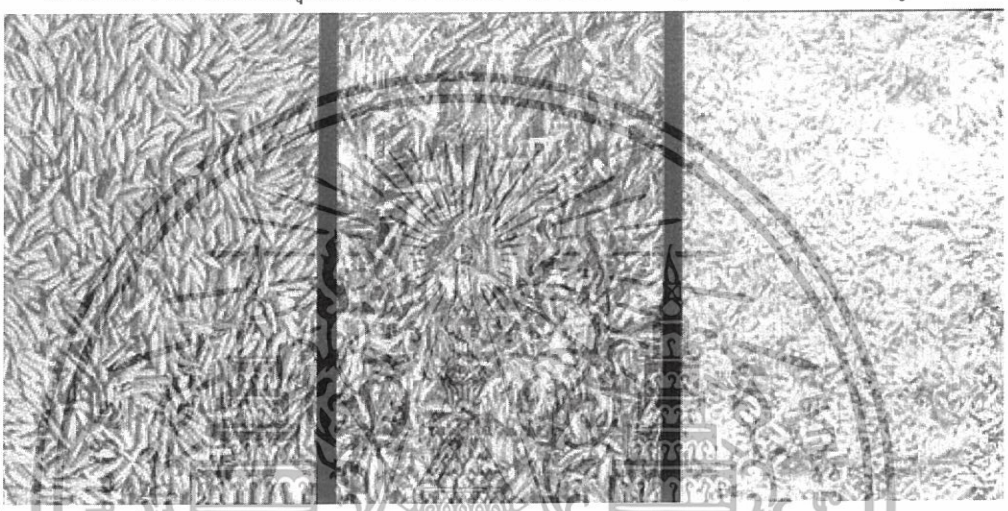
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 องค์ประกอบทางเคมีของแกลบข้าวและค่าทางความร้อน

แกลบข้าว คือ เปลือกหุ้มเมล็ดข้าว พัฒนาจากใบประดับ (bract) ดังแสดงในรูป 2.1



รูปที่ 0.1 แกลบข้าว [14]

เมื่อพิจารณาแกลบให้ชัดขึ้น โดยนำมาส่องดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ จะเห็นพื้นผิวของแกลบมีรูปร่างคล้ายข้าวโพด คือมีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กเรียงกันเป็นแนว และโครงสร้างภายใน มีความพรุนมาก เพื่อใช้เป็นทางลำเลียงน้ำและอาหาร โครงสร้างนี้เกิดจากส่วนสำคัญสองส่วนคือ ส่วนที่เป็นสารอินทรีย์จำพวกเซลลูโลส ลิกนิน และส่วนที่เป็นสารอนินทรีย์ ซึ่งมีซิลิกา (SiO_2) เป็นองค์ประกอบหลัก

รูปที่ 0.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสดงพื้นผิวที่มีลักษณะคล้ายข้าวโพดและภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่มีความพรุนสูง [13]

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าแกลบมีองค์ประกอบคือ เซลลูโลส 32.7 เปอร์เซ็นต์, เฮมิเซลลูโลส 20.5 เปอร์เซ็นต์, ลิกนิน 21.8 เปอร์เซ็นต์, ซิลิกา 15.1 เปอร์เซ็นต์, โซลูเบิล 2.8 เปอร์เซ็นต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

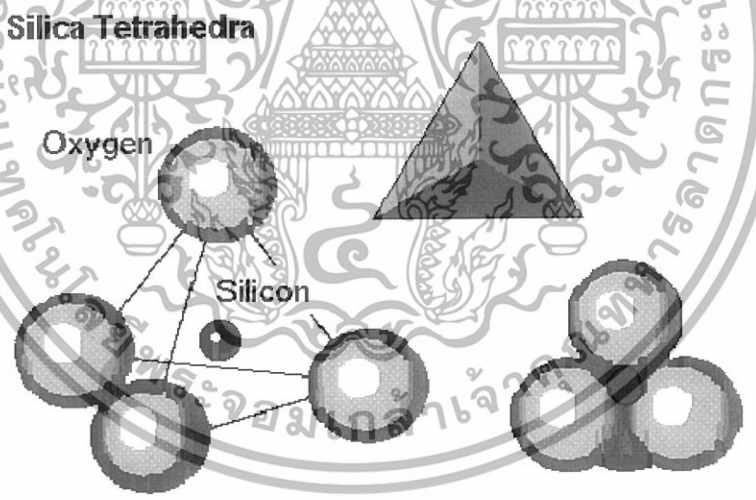
และ มอยส์เจอร์ 7.5 เปอร์เซ็นต์ [2] และมีค่าทางความร้อน (overall gross calorific value of rice husk) ประมาณ 2,900 – 4,560 กิโลแคลลอรี่ต่อกิโลกรัม [1]

2.2 ซิลิกา [3]

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวระหว่างธาตุซิลิกอนและออกซิเจน ซึ่งธาตุทั้งสองนี้มีปริมาณมากที่สุดในโลก ซิลิกาเป็นองค์ประกอบของเปลือกโลกประมาณ 60 เปอร์เซ็นต์

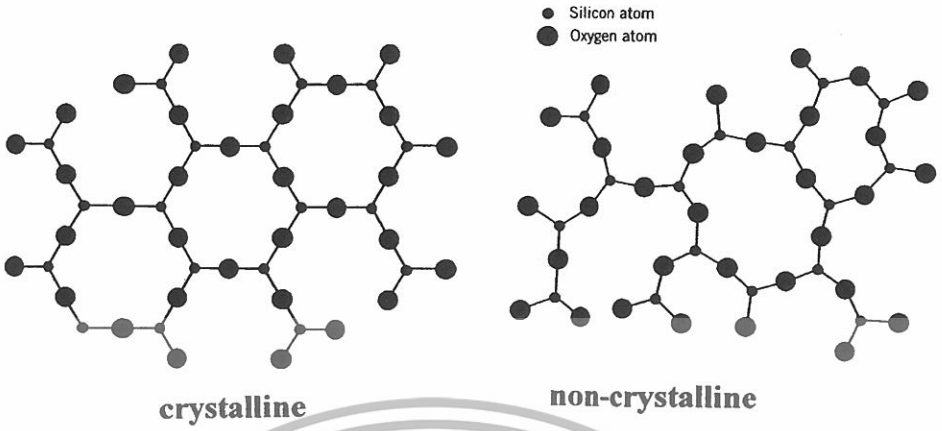
2.2.1 โครงสร้าง

หน่วยย่อยพื้นฐานทางโครงสร้างของซิลิกา และเกลือซิลิเกต ส่วนใหญ่เป็นการจัดเรียงตัวแบบทรงสี่หน้า (Tetrahedral) ของออกซิเจน 4 อะตอมอยู่ล้อมรอบซิลิกอนซึ่งเป็นอะตอมกลาง ดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยโครงสร้างของซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ (infinite three dimension network) รูปแบบการจัดเรียงตัวของโครงสร้างแบบผลึก (crystalline) และแบบอสัณฐาน (amorphous) ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.3 การจัดเรียงตัวแบบทรงสี่หน้าของซิลิกา [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 รูปแบบการจัดเรียงตัวของโครงสร้างแบบผลึก และแบบอสัญฐาน [15]

2.2.2 คุณลักษณะ

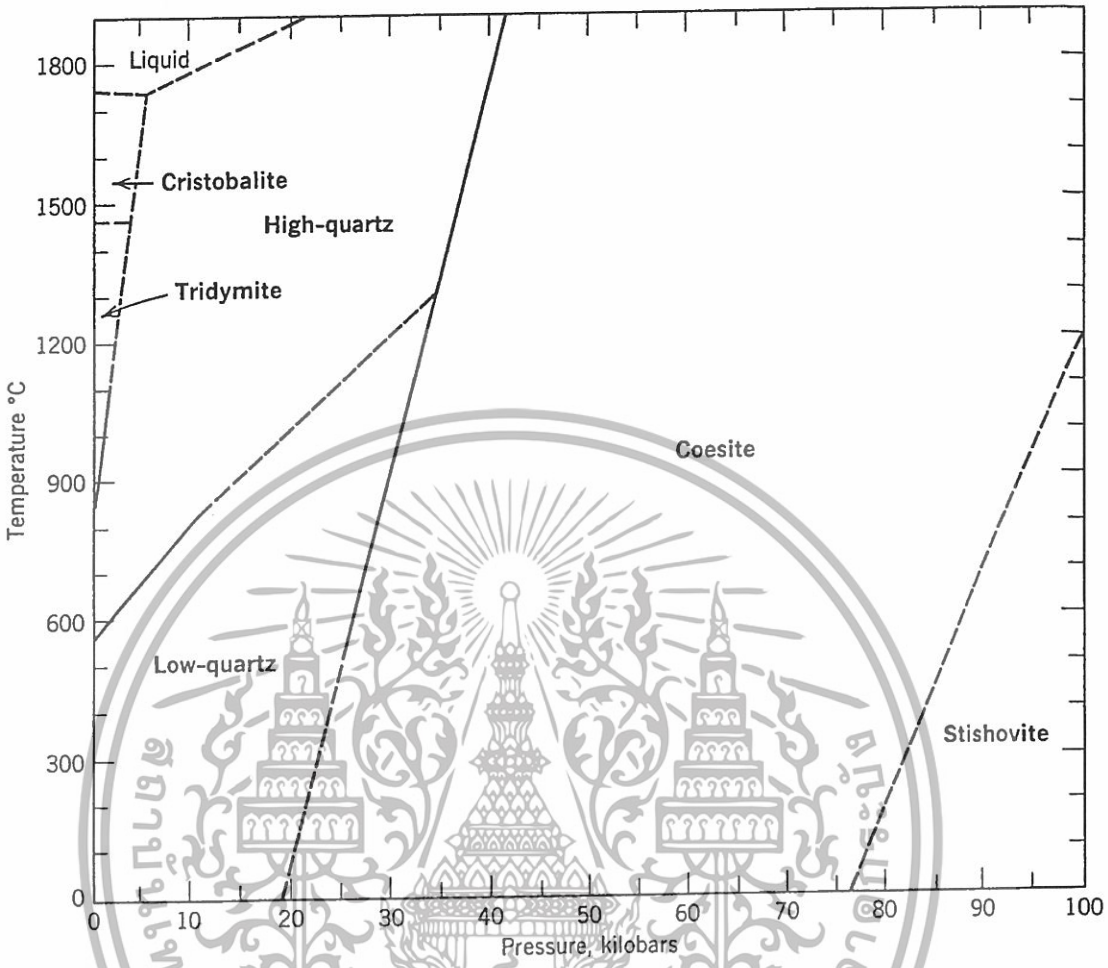
ที่อุณหภูมิปกติที่ทนต่อสารเคมีหลายชนิด แต่ซิลิกาสามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีในหลายรูปแบบ โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่อุณหภูมิสูง หรือเมื่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ผลิตภัณฑ์ที่กลายเป็นไอออน ความว่องไวของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นขึ้นอยู่กับรูปแบบของปฏิกิริยา และสถานะหน่วยย่อยของตัวอย่าง มีหลายสภาวะที่ซิลิกาแบบอสัญฐาน (Amorphous silica) มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยามากกว่าซิลิกาแบบที่เป็นผลึก (crystalline silica) พื้นผิวของซิลิกาแบบอสัญฐานจะมีความว่องไวในการปฏิกิริยา เนื่องจากพื้นผิวของซิลิกาแบบอสัญฐานมีหมู่ไฮดรอกซีไซลานอล (hydroxyl silanol group) ซึ่งครึ่งหนึ่งของหมู่ไฮดรอกซีไซลานอลจะยังคงอยู่แม้จะให้ความร้อนถึง 400 องศาเซลเซียส กรดทั่วไปไม่สามารถทำให้ซิลิกาเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ ยกเว้นกรดไฮโดรฟลูออริก (hydrofluoric acid, HF) ดังสมการที่ (2.1)

2.2.3 รูปแบบของซิลิกา

2.2.3.1 ซิลิกาแบบผลึก (Crystallization Silica)

ที่ความดันบรรยากาศซิลิกาแบบผลึกมี 3 รูปแบบ คือ ควอทซ์ (quartz) เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 องศาเซลเซียส ไตรไดไมท์ (tridymite) เสถียรที่อุณหภูมิประมาณ 870 – 1470 องศาเซลเซียส และ คริสโตบาไลท์ (cristobalite) เสถียรที่อุณหภูมิ 1470 องศาเซลเซียส ถึงจุดหลอมเหลวที่ประมาณ 1723 องศาเซลเซียส ดังแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ และวัฏภาคต่างๆของซิลิกาในรูปที่ 2.5 ซึ่งรูปแบบทั้งหมดทุกโครงสร้างมีหน่วยเป็น ซิลิเกตเตตระฮีดรอน (SiO_4 tetrahedral) ซึ่งเชื่อมอยู่กับออกซิเจนทุกอะตอม โดยเป็นการใช้อะตอมออกซิเจนร่วมกันระหว่างอะตอมซิลิกอน 2 อะตอม อย่างไรก็ตามโครงสร้างเหล่านี้มีความแตกต่างกันในรายละเอียด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 แสดงภาคของซิลิกา [16]

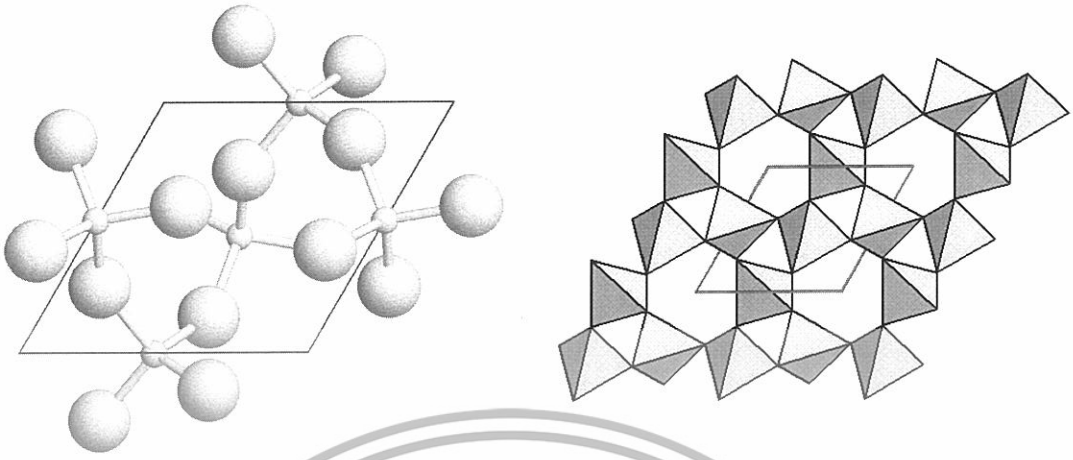
ทั้งควอทซ์, ไตรไดไมท์ และคริสโตบาไลท์ เป็นรูปแบบที่เกิดขึ้นในธรรมชาติ มีรูปแบบของการเปลี่ยนแปลงโมเลกุล (transformation) ระหว่างซิลิกา 3 รูปแบบทั่วไปและรูปวีเทรียส (Vitreous) ดังนี้

870 องศาเซลเซียส 1470 องศาเซลเซียส 1700 องศาเซลเซียส

ควอทซ์ ⇔ ไตรไดไมท์ ⇔ คริสโตบาไลท์ ⇔ วีเทรียส

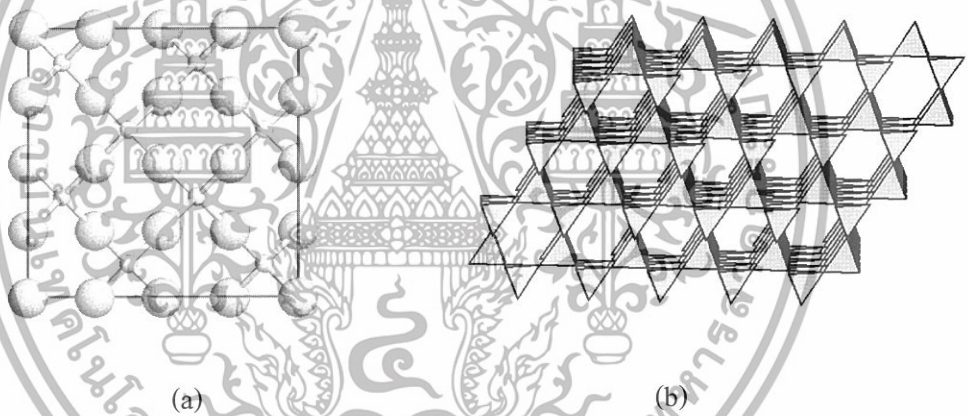
สำหรับซิลิกาแบบที่เป็นผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์ ได้แก่ Keatite, Coesite, Stishovite และ Silica w

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(a) (b)

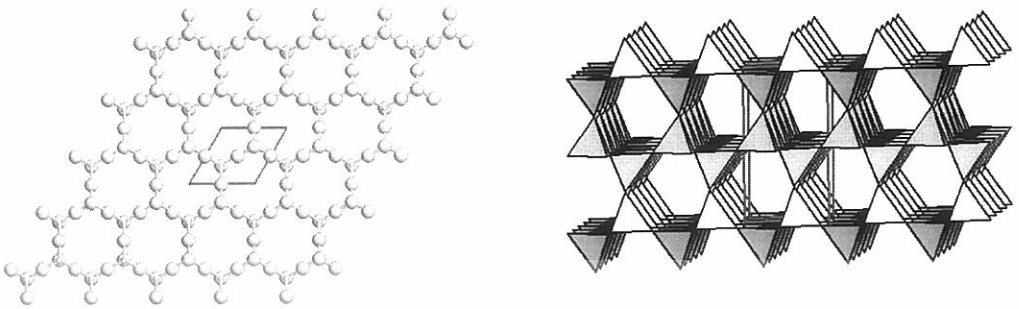
รูปที่ 2.6 แสดงโครงสร้างสามมิติของควอทซ์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค (flame work) [15]



(a) (b)

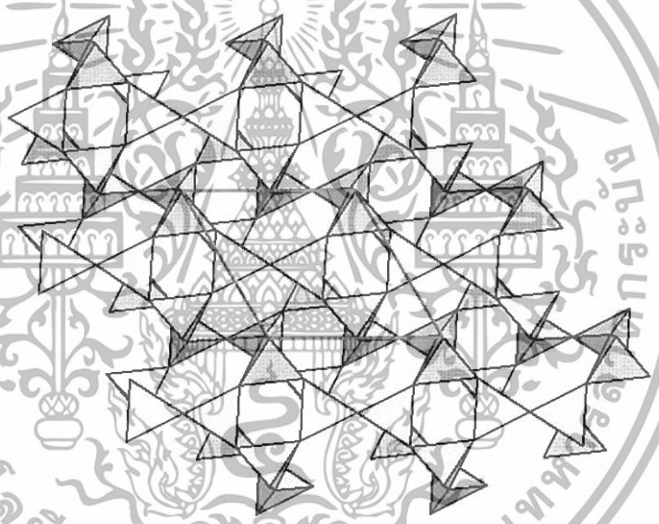
รูปที่ 2.7 แสดงโครงสร้างสามมิติของคริสโตบาไลท์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้าง ทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(a) (b)

รูปที่ 2.8 แสดงโครงสร้างสามมิติของไตรไดไมท์ (a) รูปแบบโครงสร้างโมเลกุล (b) รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบเฟลมเวิร์ค [15]



รูปที่ 2.9 แสดงโครงสร้างสามมิติของโคไซต์ รูปโครงสร้างทรงสี่หน้าแบบ เฟลมเวิร์ค [15]

2.2.3.2 ซิลิกาแบบผลึกขนาดเล็ก (Microcrystallization Silica)

พบได้ตามแหล่งหินธรรมชาติซึ่งอาจมาจากซิลิกาแบบอสัญฐาน ของสิ่งมีชีวิต ซึ่งต่อมาเกิดการจับตัวกันมากขึ้น จึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจากซิลิกาแบบอสัญฐานเป็น ซิลิกาแบบผลึกขนาดเล็ก โดยใช้ระยะเวลาในทางธรณี

2.2.3.3 ซิลิกาแบบอสัณฐาน (Noncrystallization Silica)

รูปแบบของอสัญฐานจะรวมถึงซิลิกาแบบวีเทรียส (Vitreous silica) และซิลิกาแบบอสัญฐาน ชนิดต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.3.3.1 ซิลิกาแบบวีเทรียส (Vitreous silica (Silica glass))

เตรียมด้วยการหลอมซิลิกาแบบผลึก หรือ ควอทซ์แซนด์ ให้เป็นซิลิกาที่เป็นของเหลวจากนั้นจึงทำซุปเปอร์คูลลิ่ง โครงสร้างของวีเทรียสเป็นโครงร่างตาข่ายต่อเนื่องแบบสุ่มของซิลิเกตเตตระฮีดรอนซึ่งเชื่อมต่อกันเป็นมุม สมบัติของซิลิกาแบบวีเทรียสคุณภาพสูง คือ ม ความทนทานต่อสารเคมีสูง, มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ, มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันสูง, มีความต้านทานทางไฟฟ้าสูง และ มีความโปร่งแสงสูงโดยเฉพาะอุลตราไวโอเลต

2.2.3.3.2 ซิลิกาอสัณฐาน

ซิลิกาแบบอสัญฐานใช้ความหมายแทนซิลิกา โครงสร้างขาดลักษณะทางผลึกสามารถตรวจสอบเอกลักษณ์ได้โดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction (XRD))

ซิลิกาแบบอสัญฐานสามารถแบ่งได้เป็น 3 ประเภทใหญ่ๆ คือ วีเทรียส, ซิลิกาเอ็มซึ่งเกิดจากการฉายรังสี (irradiate)ซิลิกาแบบอสัญฐานหรือซิลิกาแบบผลึกด้วยนิวตรอนความเร็วสูง (high speed neutron) และประเภทสุดท้ายคือ ซิลิกาอสัณฐานขนาดเล็ก ซึ่งรวมถึง โซล, เจลพาวเดอร์และ พอรัสกลาส ซึ่งทั้งหมดมีขนาดอนุภาคน้อยกว่าไมครอน และมีพื้นที่ผิวสูง โดยทั่วไปมีพื้นที่ผิวมากกว่า 3 ตารางเมตร/กรัม

ซิลิกาเป็นสารที่สามารถเกิดการเกิดพอลิเมอร์ได้โดยการเกาะเกี่ยวทางอนุภาคเชื่อมต่อกันจนเป็นโซ่และโครงสร้างตาข่าย

ซิลิกาโซล (silica sols) และซิลิกาคอลลอยด์คอล (colloidal silica) ซิลิกาโซลจะหมายถึงอนุภาคคอลลอยด์คอลของซิลิกาอสัณฐานจะกระจายตัวสม่ำเสมอในสารละลายซิลิกาโซลจะมีสภาพเป็นเจล หรือไม่ตกตะกอนแม้ทิ้งไว้เป็นเวลาหลายปี โซลมีซิลิกาอยู่มากกว่า 50 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นไป และอนุภาคจะมีขนาดถึง 300 นาโนเมตร อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า 700 นาโนเมตร จะเกิดการตกตะกอนอย่างช้าๆ สถานภาพของโซลจะขึ้นอยู่กับหลายๆปัจจัย พีเอชจะต้องมากกว่า 11 จึงจะคงสภาพประจุกับขนาดอนุภาคซิลิกา ซึ่งเป็นการป้องกันการจับตัว ประจุที่ผิวจะถูกทำให้เป็นกลางโดยเกลือที่ละลายอยู่ ซึ่งจะเสถียรที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำ ในช่วงพีเอชต่ำโซลจะอยู่ในสภาพกึ่งเสถียร (metastable) การเกิดเจล และการจำตัวจะเกิดข้นได้ง่ายแม้มีไอออนของฟลูออไรด์ (fluoride ion) เพียงเล็กน้อย ในช่วงที่พีเอชต่ำนี้ ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ละลายในน้ำได้ เช่น แอลกอฮอล์ จะต้านการเกิดเจล แต่อย่างไรก็ตามการเกิดเจลจะเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูง ยิ่งถ้ามีปริมาณซิลิกาในโซ,สูง การเกิดเจลก็จะเกิดง่ายขึ้น ส่วนลักษณะผิวของอนุภาคซิลิกาก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งในการควบคุมเสถียรภาพของโซล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิลิกาเจล แบ่งออกเป็น 3 ชนิด คือ เจลความหนาแน่นปกติ (regular-density gel) ซึ่งเตรียมได้โดยการทำในแอซิดมีเดียมจะได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กมากและมีพื้นที่ผิวสูง (750 – 800 ตารางเมตรต่อกรัม) ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (pore diameter) เท่ากับ 2.2 – 2.6 นาโนเมตร และปริมาตรของรูพรุน (pore volume) ประมาณ 0.37 – 2.40 มิลลิลิตรต่อกรัม เจล ความหนาแน่นปกติมีน้ำอยู่ประมาณ 6 เปอร์เซ็นต์ น้ำจะมาเกาะอยู่ที่ผิวซึ่งมีหมู่ไฮดรอกซีอยู่ ดังนั้นจะดูดซับน้ำได้มาก ชนิดที่สองคือ

ซิลิกาความหนาแน่นปานกลาง (intermediate-density gel) มีพื้นที่ผิวต่ำ (300 – 350 ตารางเมตรต่อกรัม) ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน เท่ากับ 12 – 16 นาโนเมตร แต่ปริมาตรของรูพรุนมากประมาณ 0.9– 1.1 มิลลิลิตรต่อกรัม ขนาดของอนุภาคใหญ่กว่าเจลความหนาแน่นปกติ ด้วยเหตุผลที่มีขนาดของรูพรุนใหญ่ ซิลิกาความหนาแน่นปานกลางจึงดูดน้ำได้ดีที่ความชื้นสูง ชนิดสุดท้ายคือ ซิลิกาความหนาแน่นต่ำ (low-density gel) มีพื้นที่ผิวต่ำ (100 – 200 ตารางเมตรต่อกรัม) ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเท่ากับ 18 – 22 นาโนเมตร และปริมาตรของรูพรุนประมาณ 1.4 – 2.0 มิลลิลิตรต่อกรัม

ซิลิกาที่เกิดจากการตกตะกอน (Precipitated silica) เกิดจากการรวมตัวของอนุภาคไม่จำกัด (unlimited particles) ของคอลลอยด์ดอล ซึ่งยังไม่เชื่อมโยงจนเป็นโครงข่ายขนาดใหญ่ในระหว่างกระบวนการเตรียมซิลิกาที่เกิดจากการตกตะกอน เกิดได้จากทั้งวัฏภาคที่เป็นไอ (vapor phase) และโดยการตกตะกอนจากสารละลาย

การนำซิลิกาอสัญฐานไปใช้นั้นขึ้นอยู่กับรูปแบบและความบริสุทธิ์ ส่วนใหญ่ถูกใช้เป็นตัวกรอง และวัสดุเสริมแรง (Reinforce materials) สำหรับยาง ใช้ปรับปรุงในการคงไว้ของหมึกพิมพ์ (ink retention) ของกระดาษ ใช้เป็นเม็ดสี (pigment) และสารกรอง (filter) ในสี และสเคลือบ (coating), ใช้เป็นสารขัดถู (abrasive), ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) และใช้ทำตัวนำไฟฟ้า (electric insulator) เป็นต้น

2.3 วิธีการผลิตซิลิกาเจลจากแกลบข้าว

ซิลิกาอสัญฐานเป็นรูปแบบซิลิกาที่มีความสามารถในการละลาย (ทำปฏิกิริยา) ได้ดีที่สุด จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าอุณหภูมิที่ 700 องศาเซลเซียส เหมาะสมที่สุดในการเผาแกลบ สารมารถกำจัดองค์ประกอบของคาร์บอนในแกลบให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และที่อุณหภูมิดังกล่าวเถ้าแกลบที่ได้ยังคงซิลิกาในรูปอสัญฐานอยู่ และจากข้อมูลความสามารถของการละลายของซิลิกา (Silica solubility) ในน้ำที่พีเอช 0 – 14 ดังแสดงในรูปที่ 2.8 พบว่าซิลิกาอสัญฐานสามารถสามารถ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ละลายได้ดีมากในช่วงพีเอชมากกว่า 10 ขึ้นไป ดังนั้นในงานวิจัยที่ผ่านมาจึงเลือกใช้เบสคือโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ในการละลายซิลิกา, ค่า $\Delta H_{sol.}$ (Enthalpy of solution) มีค่าเป็นลบ (มีประโยชน์คือลดพลังงานที่ต้องใช้ในการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้สามารถเกิดปฏิกิริยากับซิลิกาอสัญฐาน) หลังจากทำปฏิกิริยาแล้วจะให้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลือโซเดียมคลอไรด์ (ทำให้การเกิดเจลที่พีเอชน้อยกว่า 7 มีขนาดอนุภาคเล็กลง) จุดเดือดสูง และราคาไม่สูงมากนัก การละลายของซิลิกาในรูปแบบต่างๆในตัวทำละลายต่างชนิดกันดังแสดงใน**ตารางที่ 2.1**

ตารางที่ 2.1 อัตราของการละลายของซิลิกา [9]

ชนิดของซิลิกา	ตัวทำละลาย	อุณหภูมิ (^{o}C)	Rate(approx.) ($mg\ m^{-2}\ hr^{-1}$)	อ้างอิง
ควอทซ์	Water	25	4×10^{-8}	Van Lier
		90	0.001	
	0.2 M catechol (pH 9.6)	25	0.029	
	Ringer's solution (0.9 % NaCl, 0.1% $NaHCO_3$)	25	0.006	Stöber
	NaOH (0.05-0.4N)	25	0.13[a]	Bergman
		37	0.5[a]	Bergman
		25	0.015[b]	Bergman, Klosre-kotter, and Robock
	0.10 M HF	25	2.8-3.0	Bergman
	1.00 M HF	25	110	Bergman
	Saturated catechol in conc. NH_4OH	90	550	Iler (unpublished)
	0.8 M catechol (pH 8.5)	25	0.008	Baumann, Klosre-kotter, and Robock

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

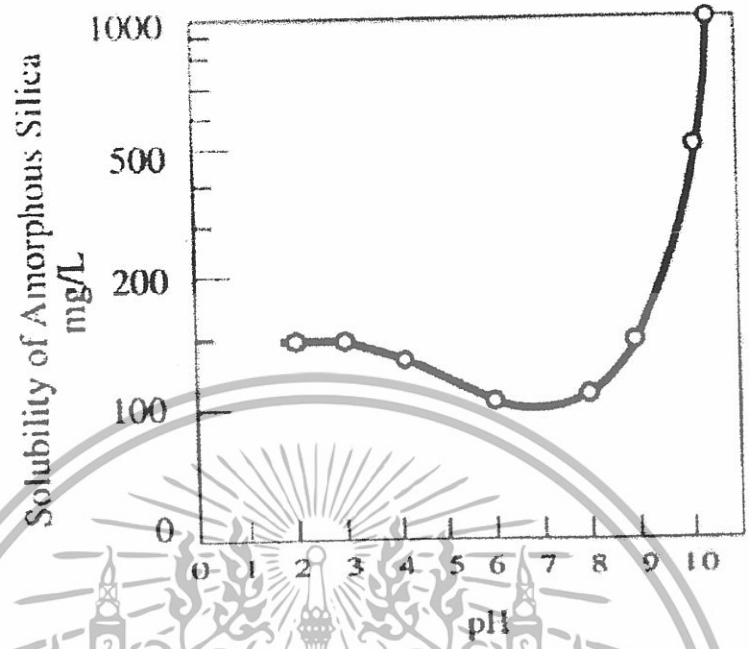
ตารางที่ 2.1 อัตราของการละลายของซิลิกา [9] (ต่อ)

ชนิดของซิลิกา	ตัวทำละลาย	อุณหภูมิ (°C)	Rate(approx.) ($mg\ m^{-2}\ hr^{-1}$)	อ้างอิง
Vitreous	Ringer's solution	25	0.08	Stöber
	NaOH (0.05-0.4N)	25	0.6[a]	Bergman
	1-5% HF	25	$2\text{-}10 \times 10^5$	Strauss and Bauer
	24-14%HF	25	$2\text{-}10 \times 10^5$	Strauss and Bauer
	1.13 M HF 0.34 M HNO_3	25	1600	Pliskin and Lehman
	1.0 HF	32	1800	Blumberg and Stavrinou
Vitreous	0.1 M HF	32	180	Blumberg and Stavrinou
	0.1 M HF	25	136-150	Bergman
	0.8 M catechol (pH 8.5)	25	0.083	Baumann, Klosre-kotter, and Robock
	Stad. Catechol-NH_4OH	90	110	Iler (unpublished)
Cristobalite	0.1 M HF	25	24	Bergman
ไตรไดไมท์	0.1 M HF	25	28	Bergman
Coesite	0.8 M catechol (pH 8.5)	25	0.0025	Baumann, Klosre-kotter, and Robock

[a] Rate for "rapidly soluble" surface layer

[b] Rate after surface layer removed

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 ความสามารถในการละลายของซิลิกาอสัณฐานเมื่อเทียบกับค่าพีเอช [9]

ขั้นตอนต่อไป จะนำเถ้าแกลบที่ได้ไปทำปฏิกิริยารีฟลักซ์ (reflux) กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต (Na_2SiO_3) ดังแสดงในสมการ 2.1

$$2NaOH + SiO_2 \longrightarrow Na_2SiO_3 + H_2O \qquad (2.1)$$

จากงานวิจัยที่ผ่านมาเลือกใช้อุณหภูมิในการรีฟลักซ์ที่ 85 – 95 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ไม่สูงหรือต่ำเกินไปเพราะถ้าเลือกใช้อุณหภูมิสูงจำเป็นต้องมีหม้อต้มอัดความดันและถ้าใช้อุณหภูมิต่ำ ซิลิกาที่ได้อาจไม่สมบูรณ์ หลังจากผ่านขั้นตอนนี้แล้วนำสารละลายที่ได้มากรองเพื่อแยกสารประกอบคาร์บอนที่ไม่ละลายออก และนำสารละลายที่ได้มากวนด้วยเครื่องกวนแบบมีใบพัด ค่อยๆปรับพีเอชของสารละลายลงมาที่พีเอชเท่ากับ 10 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) หรือกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เมื่อทิ้งสารละลายไว้สักครู่จะเกิดสีขาวขุ่น สามารถเขียนอธิบายปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ดังสมการที่ 2.2 และเกิดการโพลีเมอร์ไรเซชัน (polymerization) ของกรดซิลิซิค (silicic) เป็นเจลของซิลิกา

$$Na_2SiO_3 + H_2O + 2HCl \longrightarrow Si(OH)_4 + 2NaCl \qquad (2.2)$$

จากนั้นค่อย ๆ ปรับพีเอชให้ลดลงจนถึงพีเอชเท่ากับ 1 ทิ้งสารละลายไว้ 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายมาปรับพีเอชให้เป็น 7 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) กวนสารละลายตลอดเวลา ทิ้งไว้สักครู่จะเกิดเจล นำเจลที่ได้ไปทำให้เป็นผงด้วย

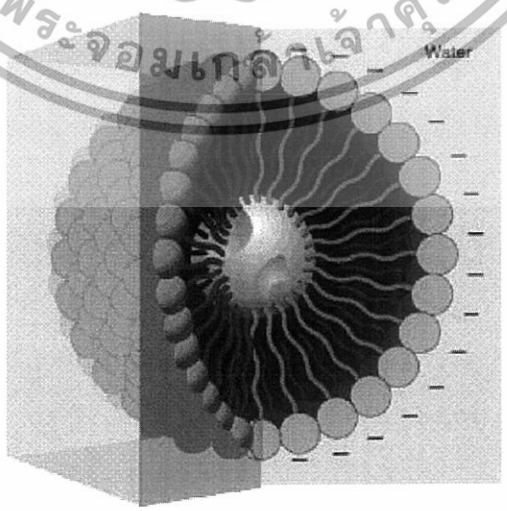
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่องพ่นแห้ง (spray dryer) จะได้ผงซิลิกาเจล นำผงวิลิกาเจลที่ได้มาร่อนด้วยตระแกลงร่อนอนุภาคเพื่อคัดขนาดตามที่ต้องการ

หมายเหตุ : ขนาดของอนุภาคซิลิกาเจลที่ผลิตได้ด้วยวิธีนี้จะมีปัจจัยที่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคของซิลิกาเจลที่ผลิตได้ดังนี้คือ พีเอชในขณะเกิดเจล, ความเร็วของการหมุนใบพัดกวน, อุณหภูมิของสารละลายในขณะเกิดเจล, ความเร็วของการดูดเจลเข้าสู่ส่วนผลิตละอองฝอย (atomizer) ของเครื่องพ่นแห้ง และความเร็วของการหมุนของส่วนผลิตละอองฝอยของเครื่องพ่นแห้ง

2.4 การเกิดไมเซลล์

ในระบบที่มีสารลดแรงตึงผิวในปริมาณสารที่น้อยจะมีสมบัติในการดูดซับพื้นที่ผิว หรือระหว่างพื้นที่ผิว ทำให้พลังงานอิสระที่พื้นที่ผิว หรือระหว่างพื้นที่ผิวเกิดการเปลี่ยนแปลง โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่กระจายตัวอยู่ ทำให้ความเข้มข้นของสารละลายบริเวณผิวกับวัฏภาคที่อยู่ติดกันสูงกว่าสารละลายส่วนใน ที่บริเวณโดยรอบของสารละลาย โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะวางตัวเป็นแนวเส้นตรง ทำให้สมบัติบางอย่างของระบบเกิดการเปลี่ยนแปลง เช่น ทำให้แรงตึงผิว (Interfacial tension) ลดต่ำลง หรือทำให้สมบัติเกี่ยวกับการเปียก (wetting) เปลี่ยนแปลง เป็นต้น เมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มมากขึ้นจนถึงค่าค่าหนึ่งที่เรียกว่า ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ (critical micelle concentration; ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์) ที่ความเข้มข้นนี้สารลดแรงตึงผิวจะรวมตัวกันเกิดเป็นไมเซลล์ (micelle) โดยสารลดแรงตึงผิวจะหันส่วนที่ชอบตัวทำละลายเข้าหาตัวทำละลาย และหันส่วนที่ไม่ชอบเข้าหากัน และหันเข้าทางด้านในของไมเซลล์ ดังแสดงในรูปที่ 2.11



รูปที่ 0.11 ไมเซลล์ [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไมเซลล์สามารถเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของสารต่างๆ ที่ละลายอยู่ในไมเซลล์ดังนี้

1. อยู่ที่บริเวณระหว่างผิวของไมเซลล์ และตัวทำละลาย
2. อยู่ระหว่างหมู่ที่ชอบตัวทำละลาย
3. อยู่ในชั้นของ พาไลเสด เลเยอร์ (palisade layer) ของไมเซลล์ระหว่างหมู่ที่ชอบตัวทำละลาย และอะตอมตัวต้นๆ ของหมู่ที่ไม่ชอบตัวทำละลาย
4. อยู่ชั้นลึกเข้าไปในส่วนของพาไลเสด เลเยอร์
5. อยู่ในชั้นในของไมเซลล์

2.4.1 ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์

ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ (Critical micelle concentration; ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์) เป็นความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่ทำให้เกิดการรวมตัวกันของสารลดแรงตึงผิวเป็นไมเซลล์ขึ้นครั้งแรกในสารละลาย โดยทั่วไปการหาค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ ของสารลดแรงตึงผิว จะหาจากช่วงหรือจุดที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟ ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายของสารลดแรงตึงผิว กับสมบัติทางกายภาพของสารละลาย

สมบัติทางกายภาพโดยทั่วไปที่ใช้ในการศึกษาหาค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ ได้แก่ การดูดกลืนแสง (Light absorption) การกระเจิงแสง (light scattering) ดัชนีหักเหของแสง (refractive index) การนำไฟฟ้า (electrical conductivity) ความหนาแน่น (density) แรงตึงผิว (surface tension) และความดันออสโมติก (osmotic pressure)

2.4.2 โครงสร้างของไมเซลล์

โครงสร้างของไมเซลล์ในสารละลายน้ำโดยทั่วไป ที่มีช่วงความเข้มข้นใกล้เคียงกับค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์และไม่มีการเติมสารอื่นไปในระบบ ไมเซลล์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นทรงกลมที่อยู่ติดกับน้ำจะเป็นส่วนที่ชอบน้ำ ส่วนบริเวณด้านในทรงกลมจะเป็นส่วนที่ไม่ชอบน้ำ ซึ่งขนาดของรัศมีของทรงกลม จะสัมพันธ์กับความยาวของส่วนที่ไม่ชอบน้ำ ของโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว สำหรับสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุส่วนด้านในของไมเซลล์ที่เกิดขึ้นจะถูกล้อมด้วยส่วนที่มีประจุไฟฟ้าขึ้น

ในไมเซลล์ที่เกิดขึ้นจากสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนไอออนิกบริเวณด้านนอกของไมเซลล์จะไม่มีประจุเข้ามาเกี่ยวข้อง แต่รูปร่างและขนาดของไมเซลล์ที่เกิดขึ้นสามารถมีการเปลี่ยนแปลงอันเนื่องมาจากโครงสร้าง และความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่จะรวมกันเป็นไมเซลล์ อุณหภูมิ และสารเติมแต่ง (Additive) ที่เติมลงไปก็เป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของไมเซลล์ อาจเปลี่ยนจากรูปทรงกลมไปเป็นแบบแท่ง รูปทรงกระบอก หรือแบบลาเมลลาร์ (lamellar)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 องค์ประกอบที่มีผลต่อความเข้มข้นของวิกฤตของไมเซลล์ในสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย

ในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวมีน้ำเป็นตัวทำละลาย องค์ประกอบที่ส่งผลต่อค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ของสารละลาย เช่น สารอิเล็กโทรไลต์ที่เติมลงไปในสารละลาย อุณหภูมิ โครงสร้างของสารลดแรงตึงผิว เป็นต้น

2.4.4 ผลของอิเล็กโทรไลท์ที่เติมลงในสารละลาย

อิเล็กโทรไลต์ที่เติมลงไปในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย ส่งผลให้ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์มีค่าลดลง อิทธิพลนี้จะส่งผลเป็นอย่างมากกับสารลดแรงตึงผิวชนิดไอออนบวก และไอออนลบ แต่มีผลน้อยเมื่อสารลดแรงตึงผิวเป็นชนิดนอนไอออนิก โดยอิทธิพลของไอออนบวก และไอออนลบในอิเล็กโทรไลต์นี้จะมีมาก ถ้ารัศมีของไฮเดรตไอออนน้อย มีผลให้ลำดับของความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ลดลง

2.4.5 ผลของอุณหภูมิ

ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์จะลดลงในช่วงอุณหภูมิต่ำช่วงหนึ่ง แต่เมื่ออุณหภูมิเริ่มสูงขึ้นค่า ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ ก็จะมีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้กระบวนการไฮเดชันของหมู่ที่ชอบน้ำลดลง การรวมตัวกันเกิดเป็นไมเซลล์ทำได้ดีขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเรื่อยๆ ก็เป็นสาเหตุทำให้เกิดการขัดขวางโครงสร้างของน้ำโดยรอบหมู่ที่ไม่ชอบน้ำ จึงทำให้เกิดไมเซลล์ได้น้อย

2.4.6 ผลของโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิว

(ก) ส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic part)

โดยทั่วไปค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ของสารละลายของสารลดแรงตึงผิวจะมีค่าลดลง เมื่อโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมีจำนวนคาร์บอนอะตอมในส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพิ่มมากขึ้น และสำหรับสารลดแรงตึงผิวชนิดไอออนิก ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์จะมีค่าลดลงครึ่งหนึ่งเมื่อเติมหมู่เมทธิลิน (methylene group) 1 หมู่ ลงในสายโซ่ตรงของส่วนที่ไม่ชอบน้ำตรงด้านที่ติดกับปลายของส่วนที่ชอบน้ำ สำหรับสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนไอออนิก ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์จะลดลงเมื่อส่วนที่ชอบน้ำของโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมีจำนวนเพิ่มขึ้น สำหรับสารลดแรงตึงผิวที่มีหมู่ไม่ชอบน้ำอยู่ในโมเลกุลเป็นแบบแขนง หรือกิ่ง (branch chain) อะตอมคาร์บอนบนแขนงจะมีอิทธิพลเป็นครึ่งหนึ่งของอะตอมคาร์บอนบนสายโซ่ตรง ถ้าในส่วนที่ไม่ชอบน้ำของโมเลกุลมีพันธะคู่ ที่เกิดบนอะตอมของคาร์บอน ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ของไมเซลล์จะม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

ค่ามากกว่าในโมเลกุลที่ไม่มีพันธะคู่ สำหรับโครงสร้างที่เป็นซิสไอโซเมอร์ (cis-isomer) ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์จะมีค่าสูงกว่าโครงสร้างแบบทรานส์ไอโซเมอร์ (trans-isomer) และถ้าในโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวนั้น มีหมู่ที่มีขั้ว เช่น -O- หรือ –OH อยู่ในส่วนที่ไม่ชอบน้ำ ค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์ของสารละลายจะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน อะตอมคาร์บอนที่อยู่ระหว่างหมู่ที่มีขั้ว และด้านหัวของส่วนที่ชอบน้ำของโมเลกุล จะมีผลต่อค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์เป็นครึ่งหนึ่ง เมื่อเปรียบเทียบกับโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว ที่ไม่มีหมู่ที่มีขั้วอยู่ในส่วนที่ไม่ชอบน้ำในโมเลกุล แต่ถ้าหมู่ที่มีขั้วอยู่ติดกับหมู่ที่ชอบน้ำของโมเลกุลบนอะตอมคาร์บอนตัวเดียวกัน อะตอมคาร์บอนที่ตำแหน่งนี้จะไม่มีผลต่อค่าความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์

(ข) ส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic group)

ในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย สารลดแรงตึงผิวชนิดนอนไอออนิก เช่น โพลีออกซีเอทธีลีเนต (polyoxyethylenate) ความเข้มข้นวิกฤตของไมเซลล์จะมีค่าลดลงเมื่อจำนวนหน่วยของออกซีเอทธีลีน ที่อยู่ในโซ่นั้นลดลง เนื่องจากถ้าในโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมีหน่วยออกซีเอทธีลีนอยู่น้อย จะทำให้มีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามการเปลี่ยนแปลงในส่วนที่ไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวต่อหนึ่งหน่วยของออกซีเอทธีลีน จะน้อยกว่าการเปลี่ยนแปลงต่อหนึ่งหน่วยเมทธี-ลีน แต่ถ้าในส่วนที่ไม่ชอบน้ำในโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวค่าการเปลี่ยนแปลงต่อหน่วยออกซี-เอทธีลีน จะลดลงมากที่สุด เมื่อสายโซ่ของโพลีเอทธีลีนนั้นสั้นและส่วนที่ไม่ชอบน้ำในโมเลกุลนั้นยาว

2.5 คุณลักษณะเฉพาะของอนุภาคซิลิกาในคอลัมน์ HPLC

อนุภาคซิลิกาที่ใช้ในคอลัมน์ HPLC โดยทั่วไปจะมีพื้นที่ผิวอยู่ระหว่าง 50 — 500 ตารางเมตรต่อกรัม และเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 50 — 500 อังสตรอม คุณลักษณะของอนุภาคซิลิกาสำหรับคอลัมน์ HPLC แสดงดัง**ตารางที่ 0.2**

107839

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 0.2 คุณลักษณะของอนุภาคซิลิกาสำหรับคอลัมน์ HPLC [9]

ลักษณะ (Feature)	การใช้งาน (utility)
ขนาดอนุภาค 5 ไมโครเมตร	ใช้แยกสารได้เกือบทุกชนิด (most separation)
ขนาดอนุภาค 3 ไมโครเมตร	ใช้แยกสารที่แยกเร็ว (Fast separation)
ขนาดอนุภาค 1-5 ไมโครเมตร	ใช้แยกสารที่แยกได้เร็วมาก โดยเฉพาะสารพวกแมคโครโมเลกุล (very fast separation (especially macromolecules))
ขนาดความแคบของรูพรุน (narrow pore) 70-120 อังสตรอม, 150-400 ตารางเมตรต่อกรัม	แยกสารจำพวกโมเลกุลเล็ก (small molecule separation)
ขนาดความกว้างของรู (wide pore) 150-1000 อังสตรอม, 10-150 ตารางเมตรต่อกรัม	แยกสารจำพวกแมคโครโมเลกุล

ตารางที่ 0.3 แสดงคุณลักษณะทางกายภาพของซิลิกา (HPLC grade) [9]

ซิลิกา	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ขนาดรูพรุน (อังสตรอม)
Nucleosil® 50	600	50
LiChrosorb® 60	550	60
LiChrosorb® 100	300	100
LiChrospher® 60	650	60
LiChrospher® 100	420	100
ProntoSIL 60	450	100
ProntoSIL 120	300	120
ProntoSIL 200	150	300
Nucleosil® 100	350	100
Partisil®	350	80.5
Hypersil® 100	300	100
Hypersil®	170	120
Hypersil® BDS	170	130
Syมิลลิโมลาร์etry®	335	100
Chemcosorb®	360	100
Kromasil®	340	100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 0.3 แสดงคุณลักษณะทางกายภาพของซิลิกา (HPLC grade) [9] (ต่อ)

ซิลิกา	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ขนาดรูพรุน (อังสตรอม)
μBondapak™	330	100
YMCPro™	330	125
Platinum™	210	100
Resolve™	200	90
Water Spherisorb®	200	80
Inertsil®	320	150
Delta-Pak™ 100	300	100
Nova-Pak®	120	60
Discovery™	200	190
Vydac®	90	300

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. อุไรวรรณ เอี่ยมอดิศร [8] ได้ทำการศึกษาศักยภาพและขีดจำกัดในการแข่งขันของแกลบข้าวเพื่อเป็นแหล่งของซิลิกาที่มีโครงสร้างระดับนาโน แกลบตัวอย่างถูกนำมาผ่านกระบวนการทางเคมีโดยการใช้เอนไซน์เซลลูคลาส และใช้กรดอินทรีย์ชนิดต่างๆ เผาแกลบข้าวให้เป็นเถ้าที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศคงที่ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ได้แก่ ปริมาณซิลิกา, การกระจายของขนาดอนุภาคในระดับต่างๆ และพื้นที่ผิวจำเพาะ แกลบที่ผ่านกระบวนการทางเคมีด้วยกรด (กรดไฮโดรคลอริก (1 : 4) หรือ กรดซัลฟิวริก (1 : 4)) จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณสมบัติอยู่กึ่งกลางระหว่างฟูมซิลิกา (fumed silica) และซีโรเจล (zerogel) การกระจายของอนุภาคที่ระดับทุติยภูมิเป็นระบบ log-normal ด้วย มีขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 50 เป็น 26 นาโนเมตร และอัตราส่วนระหว่างขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 84 ต่อขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 16 เท่ากับ 2 อัตราการรวมตัวของอนุภาคที่ระดับตติยภูมิอยู่ระหว่าง 0.3 ถึง 30 ไมโครเมตร พื้นที่ผิวจำเพาะถูกวัดจากอนุภาคระดับปฐมภูมิมีค่าถึง 250 ตารางเมตรต่อกรัม ความบริสุทธิ์ของซิลิกาเท่ากับ 99.4 เปอร์เซ็นต์
2. ปรีดา พิมพ์ขาวดำและคณะ [3] ศึกษาวิธีการผลิตดีไฟน์ซิลิกาจากแกลบให้มีคุณภาพสูงในเตาเผาแบบฟลูอิไดเซชันขนาดขยายส่วน โดยการนำแกลบมาต้มกับกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนในแกลบ จากนั้นทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 6.6 ลิตรต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที เพื่อลดปริมาณสารระเหย แล้วร่อนแยกแกลบที่มีขนาดใหญ่กว่า 60 เมช มาเผาในเตาฟลูอิไดซ์เบด ได้เถ้าที่มีซิลิกาอยู่สูง จากการศึกษาผลของตัวแปรต่างๆที่มีอิทธิพลต่อคุณภาพผลิตภัณฑ์ ได้แก่ ปริมาณแกลบ อัตราการป้อนอากาศ และเวลาในการเผา พบว่าสภาวะที่ปริมาณแกลบ 100 — 150 กรัม อัตราการป้อนอากาศ 0.15 — 0.27 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที อุณหภูมิเบด 700 องศาเซลเซียส และเวลาในการเผา 3 ชั่วโมง เถ้าที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ในช่วง 400 ถึง 490 ตารางเมตรต่อกรัม มีความบริสุทธิ์ของซิลิกา 99.6 เปอร์เซ็นต์ วิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์พบว่าเป็นซิลิกาอสัญฐาน มีขนาดอนุภาคไม่เกิน 2 นาโนเมตร สิ่งเจือปนที่พบคือ แคลเซียม มีพวกอัลคาไลน์และธาตุอื่นไปนอยู่เล็กน้อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. V.P. Della, I. Kühn, D. Hotza [11] งานวิจัยนี้ทำเพื่อพัฒนาวิธีกีเพื่อให้ได้แอกทีฟซิลิกาที่มีพื้นท่ผิวจำเพาะสูงจากเถ้าของแกลบข้าว ขั้นแรกทำการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส โดยแต่ละอุณหภูมิจะเผาแกลบเป็นเวลา 1, 3 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ เพื่อศึกษาว่าอุณหภูมิในการเผาแกลบข้าวและเวลาในการเผาแกลบข้าวที่เหมาะสมให้ได้ปริมาณซิลิกอนออกไซด์มากที่สุด ลดสารคาร์บอนที่มีอยู่ในตัวอย่างและเผาองค์ประกอบที่ไม่ต้องการได้มากที่สุด มีการบดขี้เถ้าแกลบเพื่อลดขนาดอนุภาคเฉลี่ยและเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ การวิเคราะห์ทางเคมีในงานวิจัยนี้ได้แก่ การวิเคราะห์หาปริมาณซิลิกาในเถ้าของแกลบข้าว การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่างๆในเถ้าของแกลบข้าว การวิเคราะห์การกระจายของขนาดอนุภาค การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะและการวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอน ผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิและเวลาในการเผาแกลบข้าวเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการคงอยู่ของซิลิกาอสัญฐานในแกลบข้าวและการกำจัดคาร์บอน การเผาแกลบที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงได้ปริมาณของซิลิกามากที่สุด ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยลดลงจาก 112 ไมโครเมตร เหลือ 33 ไมโครเมตร และหลังจากลด 80 นาที ขนาดอนุภาคเฉลี่ยลดลงจาก 6 ไมโครเมตร เหลือ 0.68 ไมโครเมตร หลังจากเผาพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 45 ตารางเมตร/กรัม แต่เมื่อทำการบดพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นเป็น 81 ตารางเมตร/กรัม ปริมาณคาร์บอนหลังเผาเท่ากับ 0.14เปอร์เซนต์

4. ศิรินลักษณ์ เกิดศิริ [5] ศึกษาการเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงที่ได้จากเถ้าแกลบเพื่อใช้เป็นเฟสอยู่กับที่ในคอลัมน์ของเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง (HPLC-column) ทำโดยเติมสารละลาย 50 มิลลิลิตร ของ 5 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมเมทาซิลิเกต ลงใน 50 มิลลิลิตร ของ 5 มิลลิโมลาร์ ไทรทอนเอ็กซ์-100 (Triton X 100) ใน 2 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก และทำการปั่นกวน จากนั้นปรับพีเอชด้วย 1 โมลาร์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้เท่ากับ 4.2 และเก็บที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 วัน ตะกอนซิลิการที่ได้จะถูกแยกออกมาโดยการกรองและล้างด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นำซิลิกาที่ได้ไปเผาในบรรยายกาศออกซิเจนที่อัตราการให้ความร้อน 1 องศาเซลเซียสต่อนาที จนกระที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และคงที่ไว้ที่อุณหภูมินี้นาน 2 ชั่วโมง พบว่าซิลิกาที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์โครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5.27 ไมโครเมตร พื้นที่ผิวเฉลี่ย 1542 ตารางเมตรต่อกรัม และมีรูพรุนสูงสุด 25 อังสตรอม ความหนาแน่นที่แท้จริง 1.0052 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ในการบรรจุคอลัมน์ HPLC ใช้เทคนิคการบรรจุแบบเปี่ยก ผลการทดลองสำหรับคอลัมน์ HPLC พบว่า มีค่าความสูงของเพลททางทฤษฎีต่ำสุด 0.00479

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซนติเมตร ที่อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่เท่ากับ 1.3 มิลลิลิตรต่อนาที สำหรับคอลัมน์ขนาด 4.6 (i.d.) x 150 มิลลิโมลาร์ ค่าความสูงของเพลททางทฤษฎีต่ำสุด 0.001637 เซนติเมตร ที่อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่เท่ากับ 1.6 มิลลิลิตรต่อนาที สำหรับคอลัมน์ขนาด 4.6 (i.d.) x 250 มิลลิโมลาร์ (ทดสอบกับสารมาตรฐานไนโตรเบนซีน 6 ส่วนในล้านส่วน ปริมาตร 1.0 ไมโครลิตร และใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น เฮดเซน:อะซิโทรไนไทรล์ (98:2))

5. ดำรงค์ศักดิ์ เจษฎาภัทรกุล [1] ได้ศึกษาความเป็นไปได้ และข้อจำกัดของการใช้ขี้เถ้าแกลบข้าวเป็นวัสดุดิบในการผลิตซิลิกา (silica) ที่มีความบริสุทธิ์เพื่อใช้เป็นของแข็งยึดเกาะ (solid support) ให้เฟสอยู่กับที่ (stationary phase) ที่บรรจุในคอลัมน์ของเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง และนำมาใช้เป็นเฟสอยู่กับที่โดยตรงในเทคนิคก๊าซโครมาโทกราฟี ซึ่งทั้งคอลัมน์ HPLC และ GC นี้มีราคาแพงมาก ดังนั้นจุดประสงค์ของโครงงานวิจัยนี้ จะพัฒนาการเตรียมเฟสอยู่กับที่ คือ DMCS หรือ HMDS-silica สำหรับคอลัมน์ GC โดยอาศัยปฏิกิริยาไซเลไนเซชันกับสารประกอบพวกออร์กาโนคลอโรไซเลน (ในที่นี้ใช้ DMCS;dimethylchlorosilane) และ HMDS (hexamethyldisilazane) และ ODS-silica bonded phase สำหรับคอลัมน์ HPLC โดยอาศัยปฏิกิริยาไซเลไนเซชันกับ ODS (octadecychlorosilane) ซึ่งทำให้ได้เฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ GC และ HPLC ที่ราคาถูก จากนั้นนำคอลัมน์ GC และ HPLC ที่เตรียมได้มาตรวจสอบประสิทธิภาพของคอลัมน์ โดยใช้เทคนิค GC และ HPLC ตามลำดับ

6. U. Kalapthy, A, proctor และ J. Shultz [10] ได้ทำการศึกษาการเตรียม silica xerogels จากขี้เถ้าแกลบ โดยศึกษาอิทธิพลของสภาพพีเอชของการเกิดเจล และความเข้มข้นของซิลิกา ที่มีต่อโครงร่าง ความหนาแน่น และความแข็งแรงเชิงกลของ ซิลิกาเจลที่เกิดขึ้น จากการศึกษาพบว่าที่สภาพพีเอชของการเกิดเจลสูงลักษณะซิลิกาเจลจะมีความแข็งตัวสูง ในขณะที่ความเข้มข้นของซิลิกาสูงจะทำให้เจลที่มีรูพรุนสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 สารเคมี

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck
2. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) เกรดวิเคราะห์ บริษัท J.T. Baker
3. ไทรทอนเอ็กซ์ – 100 (Triton X 100) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fluka
4. อะซีโตน (Acetone) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Carlo Erba reagent

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เตาให้ความร้อนอุณหภูมิสูง, (High temperature furnace) Carbolite Furnaces, Model type : CSF 1200
2. เครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์สเปกโทรสโกปี, (X-ray Fluorescence Spectroscopy;XRF), บริษัท Bruker AG, Model type : SRS 3400
3. เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์, (X-ray Driffraction ;XRD) บริษัท Bruker AG, Model type : D8 Advance
4. เครื่องแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป, (Scanning Electron Microscope;SEM) ยี่ห้อ LEO, Model type : 1455VP
5. เครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค, (Particle size analyzer) ยี่ห้อ Quanta Chrome, Model type : AUTOSORB-1
6. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส, (pH meter) บริษัท Denver Instrument, Model type : 215

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนที่ 1 ทำการผลิตซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแกลบข้าว

- ศึกษาวิธีการผลิตซิลิกาจากเถ้าแกลบโดยใช้วิธีการตกตะกอนในระบบไมเซลล์
- ศึกษาถึงปริมาณของไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่เหมาะสมในการผลิตอนุภาคซิลิกาเพื่อให้ได้อนุภาคซิลิกาที่เป็นทรงกลม ขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวของซิลิกาที่เหมาะสมต่อการนำไปใช้ประโยชน์ทางโครมาโทรกราฟี
- ตรวจสอบลักษณะเฉพาะทางกายภาพและเคมีอนุภาคของซิลิกา เช่น
  - วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่ผลิตได้
  - วิเคราะห์การจัดเรียงตัวของอะตอมภายในซิลิกาที่ผลิตได้
  - วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคซิลิกา
  - วิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกา

ขั้นตอนที่ 2 สรุปผลการทดลองและรายงานผลการทดลอง

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารละลาย

3.3.1.1 สารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต 10 % (w/v)

นำเถ้าแกลบไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง จากนั้นนำแกลบที่เผาแล้วไปบดให้ละเอียด และร่อนผ่านตะแกรงร่อนขนาด 20 ไมครอน แล้วล้างแกลบที่ร่อนด้วย 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก โดยการแช่และคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปกรองด้วนกรวยบุชเนอร์ ล้างด้วยน้ำกลั่นจนน้ำล้างที่ได้เป็นกลาง นำเถ้าแกลบไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ชั่งเถ้าแกลบ แล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน นำไปต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 %(w/v) ที่อุณหภูมิ 80-85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยปริมาตรของน้ำกลั่นที่ใช้ให้คำนวณจากความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 %(w/v) ตามสมการต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$SiO_2 + 2\,NaOH \longrightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$

$$\text{NaOH (required)} = \left(\frac{X \times \left(\frac{Y\,\%}{100} \right)}{M.W.\ SiO_2} \right) \times 2(M.W.\ \text{NaOH})$$

กำหนดให้ X คือ น้ำหนักของเถ้าแกลบ (กรัม)

Y คือ เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาที่มีอยู่ที่มีอยู่ในเถ้าแกลบ (เปอร์เซ็นต์)

M.W. SiO_2 คือ น้ำหนักของโมเลกุลของซิลิคอนไดออกไซด์

M.W. NaOH คือ น้ำหนักของโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์

หลังจากต้มสารละลายแล้ว จะได้สารละลายสีน้ำตาลเหลือง ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง และทำการกรองสารละลายด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ เพื่อส่วนของตะกอนที่ไม่ละลายออกมา จะได้สารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต 10 %(w/v)

3.3.1.2 สารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต 5 %(w/v)

ปิเปตสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต 10 %(w/v) 50 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ครบ 100 มิลลิลิตร และเขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.3 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์

ปิเปตสารละลายกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 165 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร และเขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.4 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์

ชั่งสารโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 กรัม ละลายในน้ำกลั่น เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมซิลิกาโดยใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 เข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์

ชั่งไทรทอนเอ็กซ์ – 100 0.1068 กรัม ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ 50 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วยอัตราเร็ว 100 รอบ/นาที ให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น เติมสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกตความเข้มข้น 5 %(w/v) ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ลงไป ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก ปรับพีเอชของสารละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ ให้สารละลายมีพีเอชเท่ากับ 4.2 จากนั้นเทสารละลายทั้งหมดเก็บไว้ในขวดสังเคราะห์ ปิดฝาให้สนิท นำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

กรองสารละลายที่ได้ แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นให้ค่าพีเอชเป็นกลาง จากนั้นนำตะกอนที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ทำการคัดขนาดอนุภาคซิลิกา โดยการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 20 ไมโครเมตร

นำซิลิกาที่ได้มาล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยการแช่และคนด้วยแท่งแม่เหล็ก และเครื่องกวนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปกรองด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าพีเอชเป็นกลาง นำซิลิกาที่ได้ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อจะนำไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ต่อไป

3.3.3 การเตรียมอนุภาคซิลิกาโดยใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 เข้มข้น 5, 10, 20, 30, 45 และ 60 มิลลิโมลาร์

ทำได้เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2 เพียงแต่เปลี่ยนแปลงปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ดังแสดงใน **ตารางที่ 0.1**

ตารางที่ 0.1 ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ในแต่ละความเข้มข้น

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	น้ำหนักไทรทอนเอ็กซ์-100 (กรัม)
5	0.5338
10	1.0676
20	2.1351
30	3.2027
45	4.8040
60	6.4053

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

1. วิเคราะห์รูปร่างของอนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี
2. วิเคราะห์การจัดเรียงตัวด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน
3. วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์
4. วิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิว และขนาดของรูพรุนด้วยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค

3.4 สถานที่ทำงานวิจัย

- ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

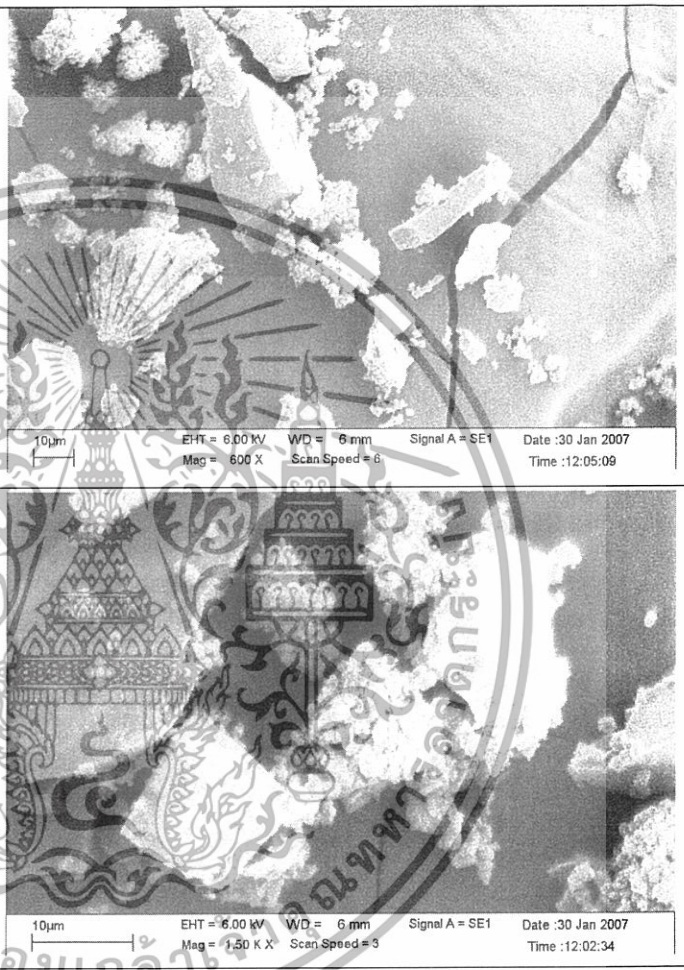
4.1 การศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกา

จากการสังเคราะห์ซิลิกาที่ใช้ปริมาณของไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้น 1, 5, 10, 20, 30, 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ พบว่าที่ความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 เท่ากับ 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ เกิดโครงสร้างไม่เป็นไปตามที่ต้องการ จึงไม่นำมาตรวจสอบคุณลักษณะต่อไป

นำซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ต่างๆกันคือ 1, 5, 10, 20 และ 30 มิลลิโมลาร์ มาศึกษาคุณลักษณะทางด้านรูปร่างด้วยเครื่องแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 0.1

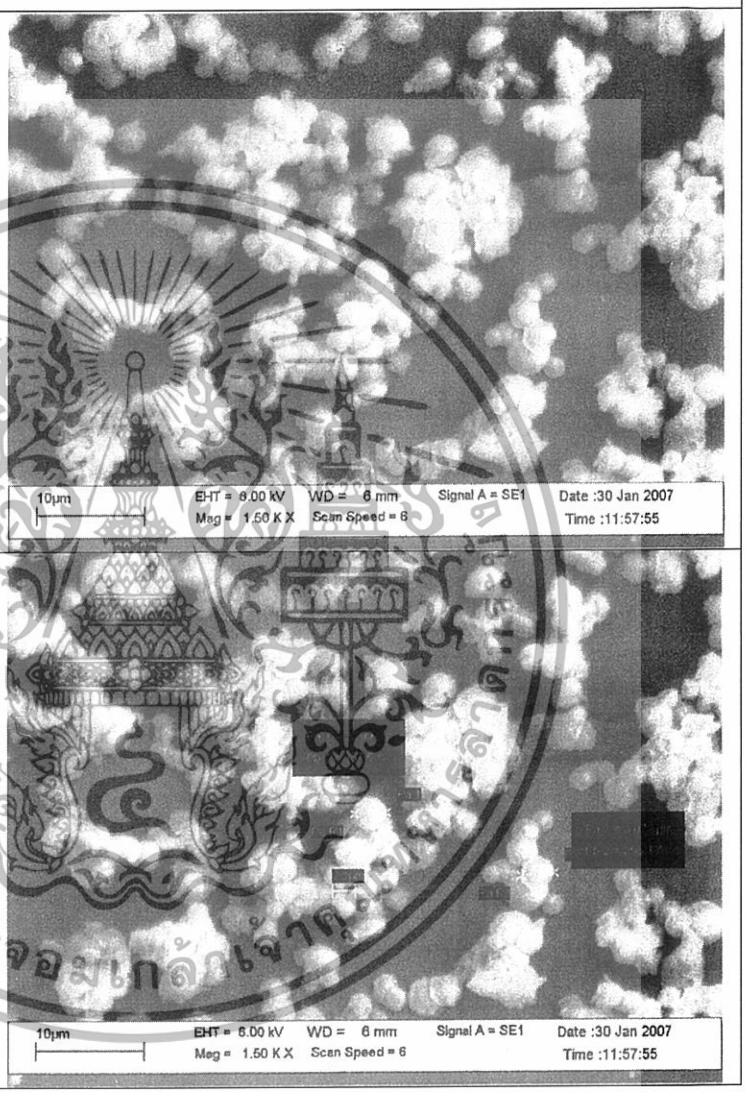
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาหลังจากการสังเคราะห์ โดยใช้เทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	ผลการทดลอง
1	

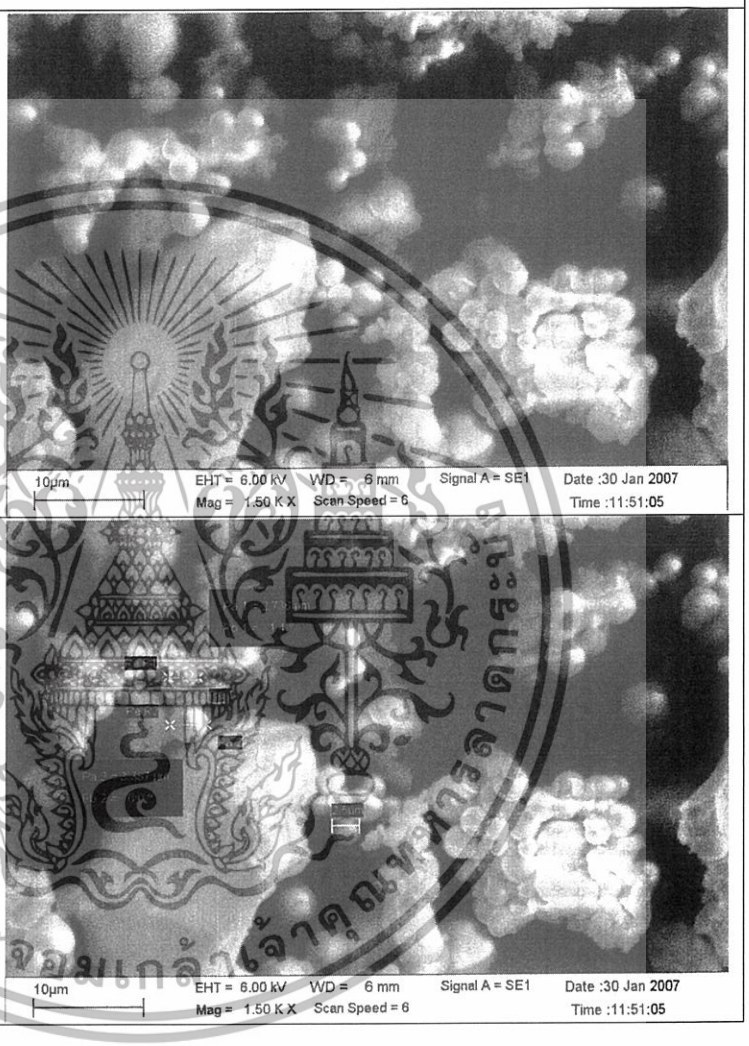
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (ต่อ)

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	ผลการทดลอง
5	

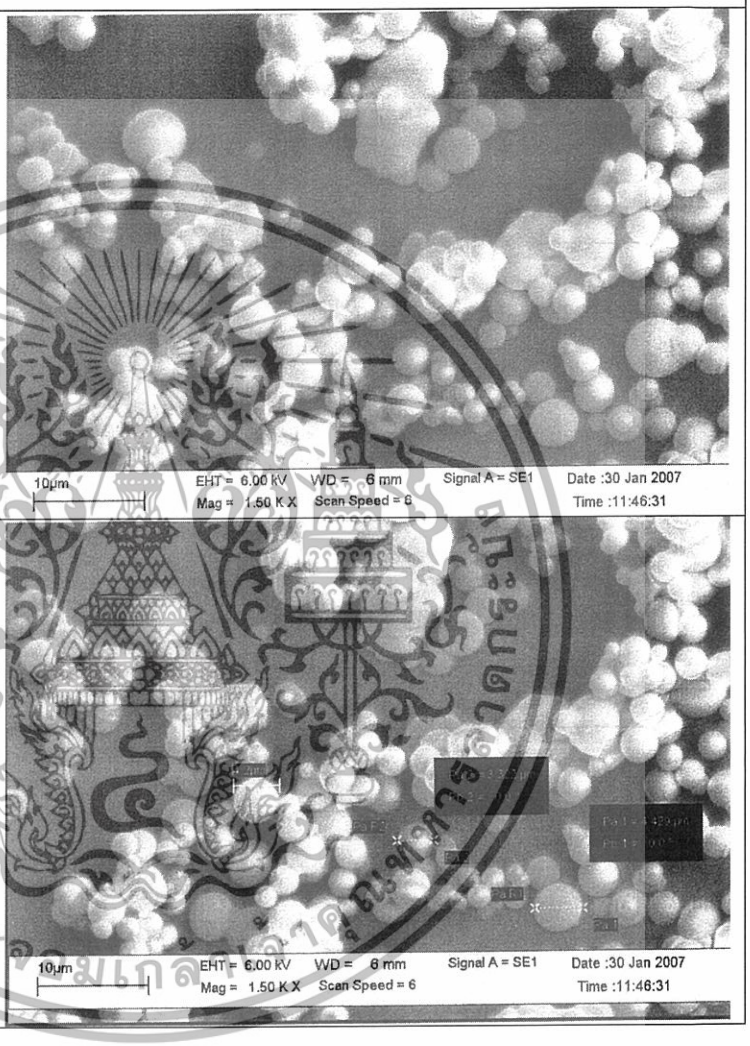
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (ต่อ)

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	ผลการทดลอง
10	

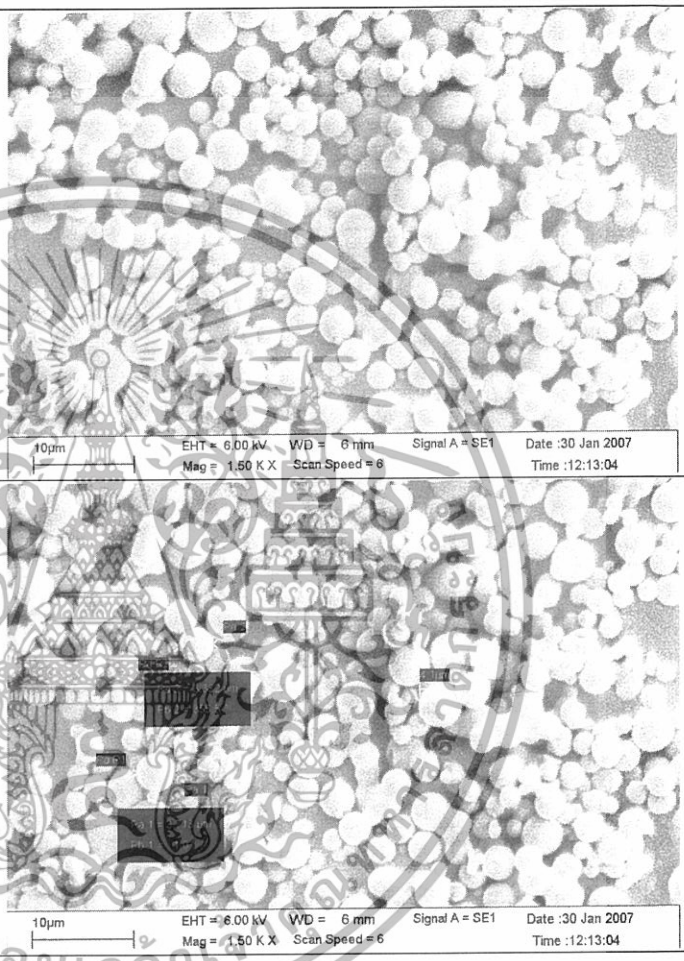
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (ต่อ)

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	ผลการทดลอง
20	

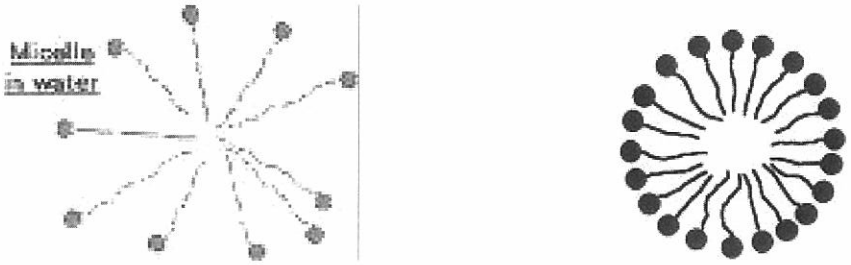
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาคุณลักษณะรูปร่างของอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคแสกนนิงอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (ต่อ)

ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (มิลลิโมลาร์)	ผลการทดลอง
30	

จากตารางที่ 4.1 พบว่าอนุภาคซิลิกาที่เตรียมได้จากการควบคุมโดยระบบไมเซลล์โดยใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่แตกต่างกันมีลักษณะรูปร่างของอนุภาคแตกต่างกัน โดยเมื่อใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์ -100 เพิ่มมากขึ้น ลักษณะรูปร่างของซิลิกามีแนวโน้มที่จะเป็นทรงกลมมากขึ้น เนื่องจากโมเลกุลของไทรทอนเอ็กซ์-100 ทำให้เกิดระบบไมเซลล์ที่หนาแน่น จึงสามารถควบคุมลักษณะรูปร่างได้ดีขึ้น ดังแสดงในแผนภาพการเปรียบเทียบที่ 4.1 เป็นการเปรียบเทียบระบบไมเซลล์ที่เกิดขึ้นจากการใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 น้อยและมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



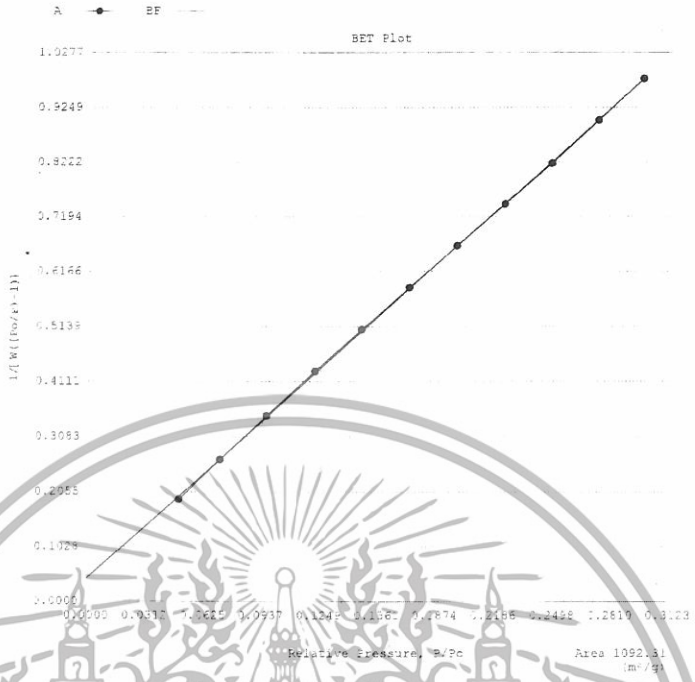
รูปที่ 4.1 ระบบไมเซลล์ที่เกิดขึ้นเมื่อใช้ไปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ต่างกัน [19]

พบว่าที่ความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 เท่ากับ 30 มิลลิโมลาร์ เป็นความเข้มข้นที่ต่ำที่สุด ที่ทำให้อนุภาคซิลิกาเป็นทรงกลม และ ไม่เกาะติดกันเป็นก้อน และ ไม่มีขยะเหลืออยู่

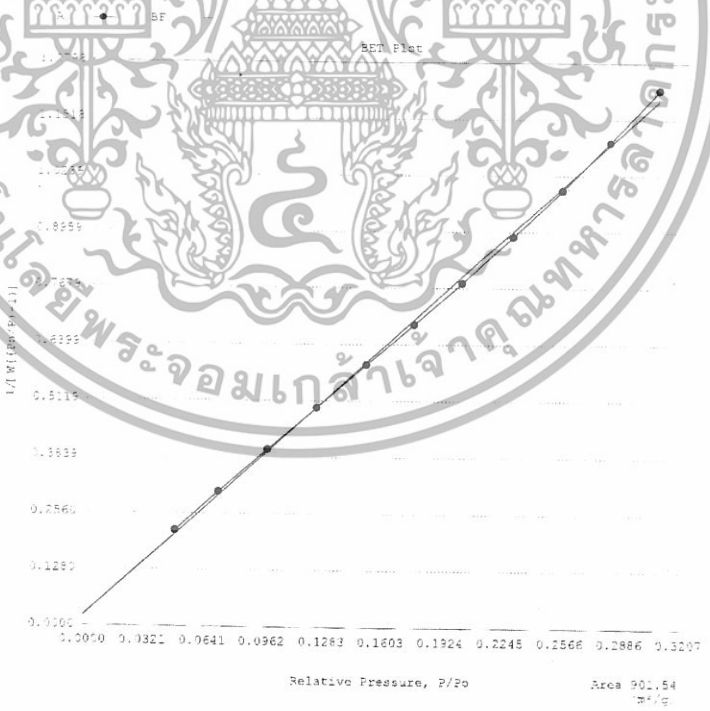
4.2 การศึกษาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาหลังจากการสังเคราะห์ โดยวิธี Brauaver Emmett Teller (BET)

ทำการศึกษาพื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิกาโดยวิธี Brauaver Emmett Teller (BET) ดังแสดงในรูปที่ 4.2, รูปที่ 4.3 และรูปที่ 4.4 พบว่าเมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้น 30, 20 และ 10 มิลลิโมลาร์ (เนื่องจากที่ความเข้มข้นไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ 1 และ 5 มิลลิโมลาร์ มีรูปร่างลักษณะทไม่เป็นทรงกลมดังที่ต้องการจึงไม่นำมาตรวจสอบคุณลักษณะต่อ) อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 1,092.31, 901.54 และ 862.20 ตารางเมตรต่อกรัมตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อลดความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 ลง พื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเมื่อความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 มีค่าน้อยลง ทำให้แรงอัดในการเกิดอนุภาคซิลิกาภายในไมเซลล์มีค่าน้อยลงตามไปด้วย โมเลกุลจะเกาะกันอย่างหลวมๆ ส่งผลให้พื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิกามีขนาดลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

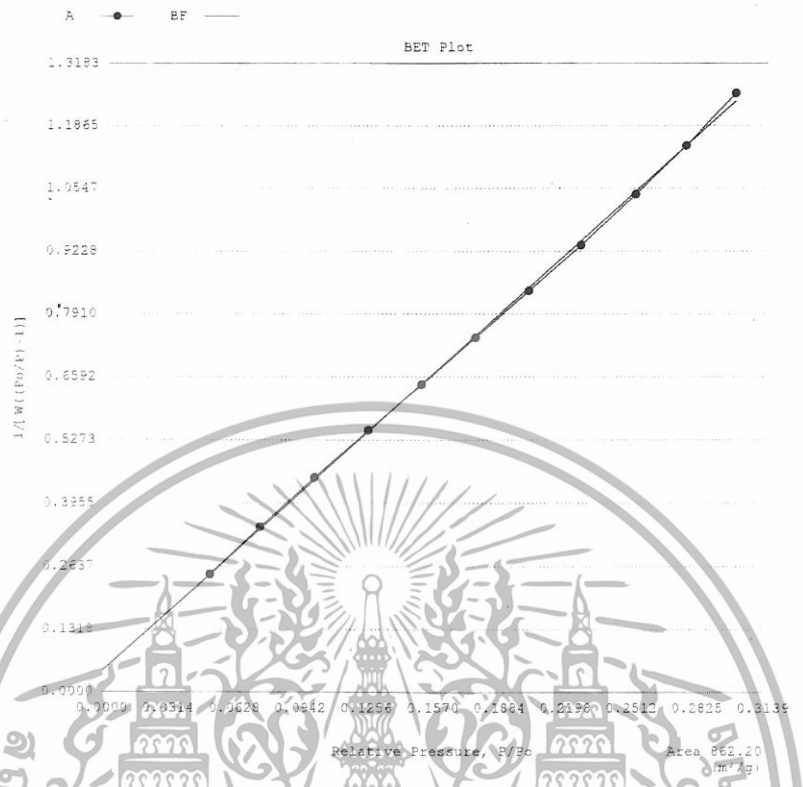


รูปที่ 4.2 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorb) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาท สังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 30 มิลลิโมลาร์



รูปที่ 4.3 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorb) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาท สังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์

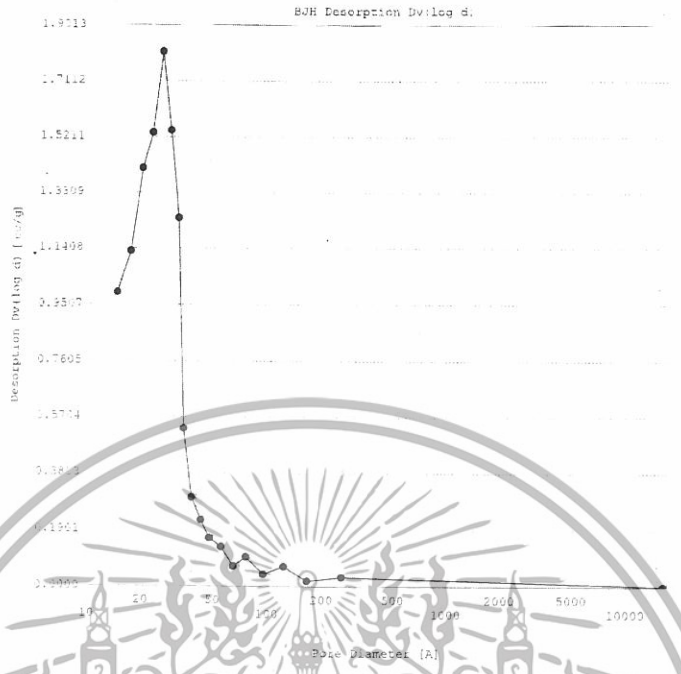
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



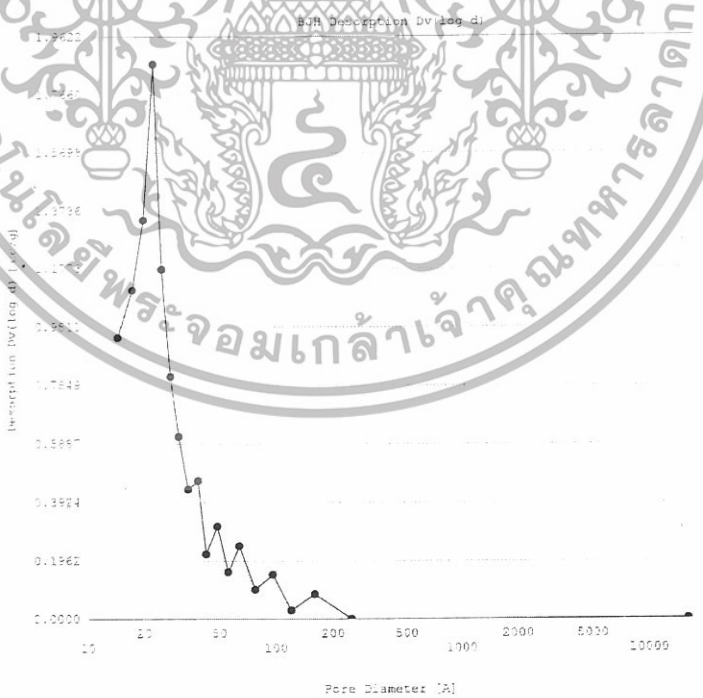
รูปที่ 4.4 ไอโซเทอมที่ได้จากการดูดซับ (adsorb) และคาย (desorbs) แก๊ซไนโตรเจนบนผิวซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์ -100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์

จากการศึกษาขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาโดยวิธี Brauaver Emmett Teller (BET) ดังแสดงในรูปที่ 4.5, รูปที่ 4.6 และรูปที่ 4.7 พบว่าเมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้น 30, 20 และ 10 มิลลิโมลาร์ อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนประมาณ 23 อังสตรอม และ 24 อังสตรอม ตามลำดับ ส่วนไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ เกิดพีกที่แสดงขนาดรูพรุนของซิลิกาถึงสองพีกคือ 20 อังสตรอม และ 75 อังสตรอม ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อลดความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 ลง ขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นแต่ไม่มากนัก เนื่องจากการศึกษาด้วยวิธีดังกล่าว เป็นการควบคุมขนาดของอนุภาคซิลิกาโดยทางอ้อม ไม่สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคซิลิกา ให้มีขนาดตามที่ต้องการได้ทั้งหมด แต่เป็นที่น่าสังเกตว่าเมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ เกิดพีกแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนของซิลิกาถึงสองขนาด อาจมีสาเหตุมาจากที่ความเข้มข้นดังกล่าวอนุภาคซิลิกาเริ่มเสียรูปร่างจากรูปทรงกลม และไม่สามารถควบคุมขนาดรูพรุนของอนุภาคเฉลี่ยให้เท่ากันทั้งหมดได้ จึงเกิดอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยสองขนาดเกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

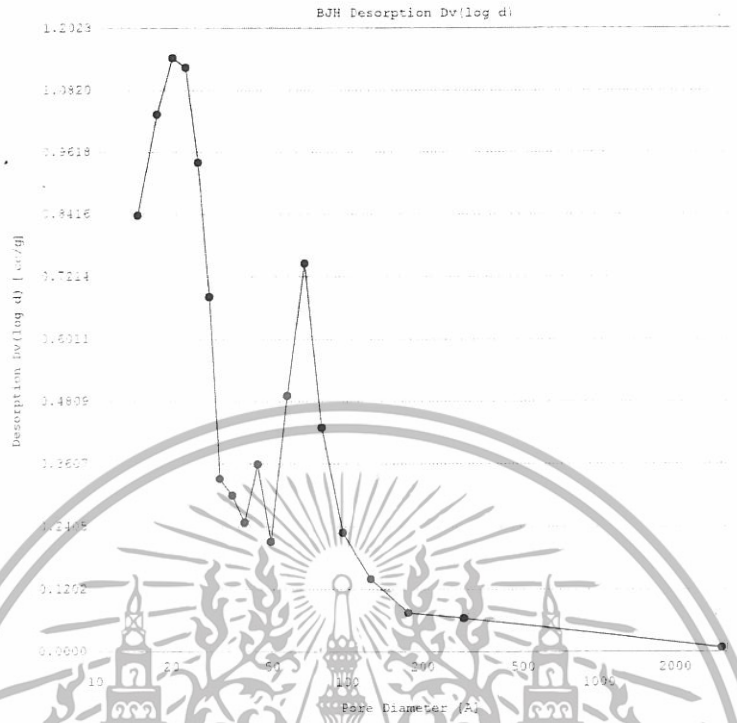


รูปที่ 4.5 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 30 มิลลิโมลาร์



รูปที่ 4.6 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 เคอร์ฟ BJH desorption DV (log d) plot เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์

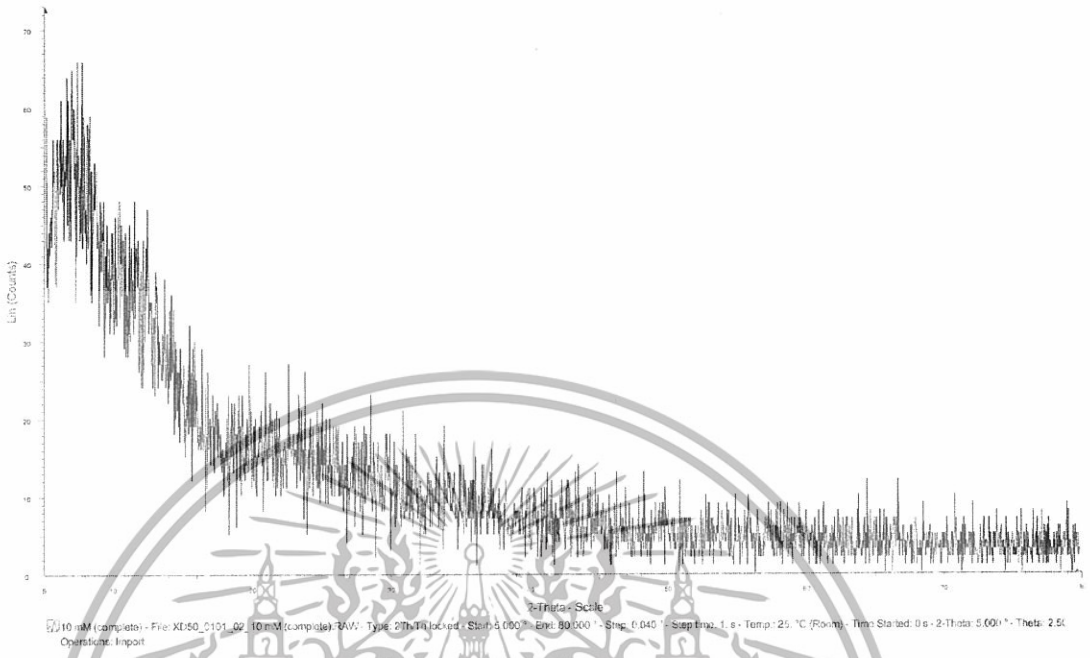
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การศึกษาโครงสร้างของซิลิกาโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

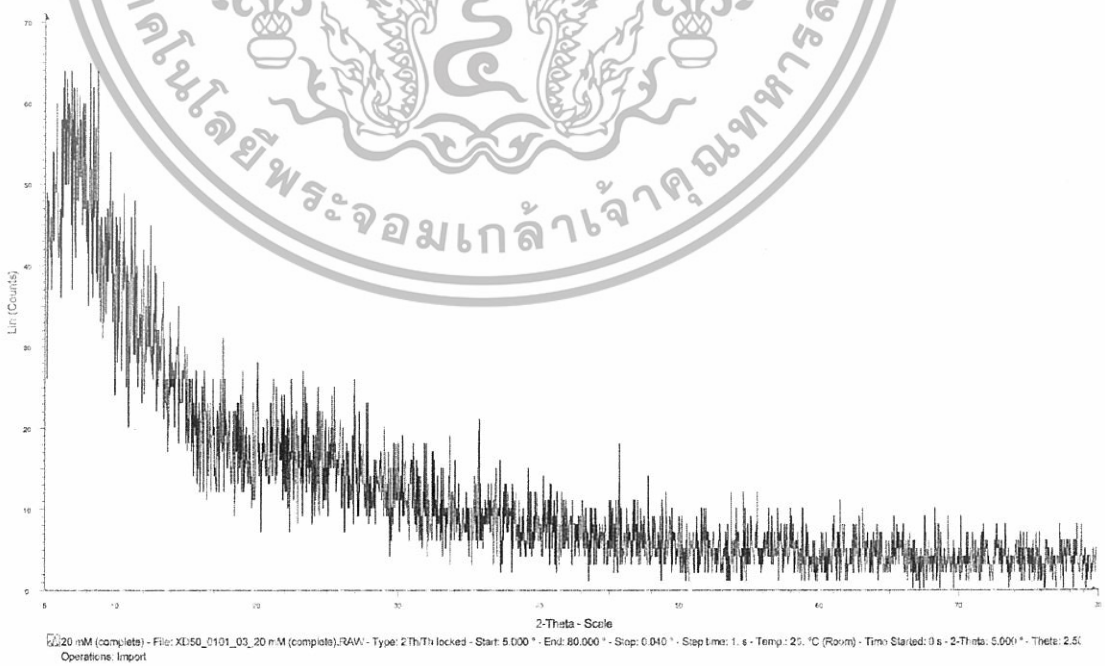
จากสเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 5, 10 และ 20 มิลลิโมลาร์ ดังรูปที่ 4.8, 4.9 และ 4.10 ตามลำดับ พบว่าโครงสร้างของอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ความเข้มข้นต่างๆกัน ทุกความเข้มข้นที่ใช้ในการทดลองซิลิกาเป็นแบบอสัญฐาน

รูปที่ 0.8 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 5 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 0.9 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์ -100 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์



รูปที่ 0.10 สเปกตรัมเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เมื่อใช้ไทรทอนเอ็กซ์-100 ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การศึกษาโครงสร้างของซิลิกาโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์

ความบริสุทธิ์ของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ทำการตรวจสอบโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของซิลิกา ดังแสดงใน**ตารางที่ 0.2**

ตารางที่ 0.2 เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธ์ของอนุภาคซิลิกา

ความเข้มข้นไทรทอนเอ็กซ์-100 มิลลิโมลาร์	SiO_2
5	99.2%
10	99.4%
20	99.7%
30	99.7%

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุป และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อ รูปร่าง พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าว ด้วยกระบวนการตกตะกอนในระบบไมเซลล์พบว่า ผู้วิจัยสามารถเตรียมอนุภาคซิลิกาที่มีรูปร่างทรงกลม มีความบริสุทธิ์สูง และมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน การใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดนอนไอออนิก (Triton X – 100) ในปริมาณที่ต่าง ๆ กันคือ 1, 5, 10, 20, 30, 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ พบว่าที่ความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 เท่ากับ 45 และ 60 มิลลิโมลาร์ ไม่มีโครงสร้างตามที่ต้องการ จึงไม่นำมาตรวจสอบคุณลักษณะต่อได้ ส่วนความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่เหลือคือ 1, 5, 10, 20, และ 30 มิลลิโมลาร์ ส่งผลต่อพื้นที่ผิว และขนาดของรูพรุนคือ เมื่อใช้ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 น้อยลง พบว่าพื้นที่ผิวของอนุภาคซิลิ-กามขนาดลดลง ขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกามีขนาดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และที่ความเข้มข้นของไทร -ทอนเอ็กซ์-100 เท่ากับ 30 มิลลิโมลาร์ เป็นความเข้มข้นที่ต่ำที่สุด ที่ทำให้อนุภาคซิลิกาเป็นทรงกลม ให้ค่าพื้นผิวมากที่สุดคือเท่ากับ 1092.31 ตารางเมตรต่อกรัม ไม่เกาะติดกันเป็นก้อน และไม่มีขยะเหลืออยู่ แต่ปริมาณของไทรทอนเอ็กซ์-100 ไม่มีผลต่อการเพิ่มขนาดของรูพรุนมากนัก และปริมาณของไทรทอนเอ็กซ์-100 ไม่ส่งผลต่อความบริสุทธิ์ของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

ดังนั้นจากผลการทดลองที่กล่าวมาข้างต้น จึงมีข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อๆ ไปคือ ควรออกแบบการทดลองให้สามารถควบคุมขนาด และรูปร่างของอนุภาคซิลิกาได้โดยตรง เช่น การหาโครงสร้างที่ทราบขนาดที่แน่นอน ที่สามารถเผาโครงสร้างออกได้ เพื่อให้อนุภาคซิลิกามาเกาะแล้วทำการเผาโครงสร้างนั้นออก ทำให้อนุภาคซิลิกาที่ได้เกิดรูพรุน จากการทดลองดังกล่าวจะสามารถกำหนดขนาดของรูพรุนได้อย่างแน่นอน และสามารถคำนวณค่าความถูกต้องได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] ดำรงศักดิ์ เจษฎาภัทรกุล, 2547. **การผลิตซิลิกาความบริสุทธิ์สูงจากแกลบ เพื่อใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้กับเฟสอยู่กับที่ของคอลัมน์ HPLC และ GC.** วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี (เคมีวิเคราะห์) คณะวิทยาศาสตร์ บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคบันโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

[2] ทัศนีธร ชื่นประทุม, **"สมดุลเคมีในสารละลายไมเซลล์"** ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 2540

[3] ปรีดา พิมพ์ขาวดำและคณะ. 2537. **"การผลิตดีไฟด์ซิลิกาจากแกลบในฟลูอิไดเบดขนาดขยายส่วน".** รายงานผลการวิจัย สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[4] ไพทิพย์ ธีรเวชญาณ. 1999. **การดูดซับทองโดยขี้เถ้าแกลบ (ระยะที่ 1-2)** [Online]. Available : www.kmutt.ac.th/organization/Reseach/Intellect/huskash2.htm

[5] ศิรินลักษณ์ เกิดศิริ, 2548. **การเตรียมอนุภาคซิลิกาที่ใช้ในทางโครมาโทกราฟีจากเถ้าแกลบโดยใช้การตกตะกอนในระบบไมเซลล์.** วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี (เคมีวิเคราะห์) คณะวิทยาศาสตร์ บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคบันโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

[6] สมศักดิ์ โพธิ์ถวิลเกียรติ์ และคณะ. เมษายน 2544. **"อิทธิพลของขนาดแกลบต่อคุณลักษณะการเผาไหม้."** วารสารพระจอมเกล้าลาดกระบัง.9(1) : 1-6

[7] สรินทร ลิ่มปนาท และคณะ. 2543. **"การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ".** รายงานผลการวิจัย สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[8] อุไรวรรณ ลีลาอดิศร. 2535. **"การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ".** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ บัณฑิตวิทยาลัย, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[9] Ilr R. K. **The chemistry of silica : Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry.** USA. : John Wiley & Sons, Inc. 1979

[10] U. Kalapthy, A, proctor และ J. Shultz., **"Silica xerogels from rice gull ash : structure, density and mechanical strength as affected by gelation pH and silica concentration",** J. Chem. Technol. Biotechnol. Vol 75,2000, pp 464-468

[11] V.P. Della, I. Kühn, D. Hotza. 2002. "Rice husk ash an alternate source for active silica production". **Material Letters**. 57 : 818-821

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[12] การจัดเรียงตัวของโครงสร้างซิลิกา. ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม2549, จาก http://www.benbest.com/cryonics/lessons.html

[13] **แกลบข้าว.** ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม 2549, จาก http://www.mtec.or.th/th/news/cool_stuff/cool4.html

[14] **ข้าว ธัญชาติและผลิตภัณฑ์.** ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม2549, จาก http://food.toryod.com/yodfoodPRODUCTcereal.php

[15] **โครงสร้างสามมิติของเฟสซิลิกา.** ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม2549, จาก http://www.geoclassroom.com/.../tectosilicates.html

[16] **ซิลิกาเฟสไดอะแกรม.** ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม2549, จาก http://www.geoclassroom.com/.../tectosilicates.html

[17] **ซิลิเกตเตตระฮีดรอน.** ค้นเมื่อ 12 ตุลาคม2549, จาก http://www.earthsci.org/.../basicgeol/miner/miner.html

[18] **ไมเซลล์.** ค้นเมื่อ 26 กันยายน 2549, จาก http://www.uic.edu/.../bios100/lecturesf04am/lect02.htm

[19] **ระบบไมเซลล์.** ค้นเมื่อ 26 กันยายน 2549, จาก http:// www.rpi.edu

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

การคำนวณหาน้ำหนักไทรทอนเอ็กซ์-100

การคำนวณหาน้ำหนักไทรทอนเอ็กซ์-100

$$C\ (\text{mol}) = \frac{g\ (g)}{Mw}$$

$$g\ (g) = C\ (\text{mol}) \times Mw$$

โดยกำหนดให้

C คือ ความเข้มข้นของไทรทอนเอ็กซ์-100 (โมล)

g คือ น้ำหนักปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 (กรัม)

Mw คือ มวลโมเลกุลของไทรทอนเอ็กซ์-100 (กรัม / โมล)

ตัวอย่างการคำนวณ

ที่ความเข้มข้น 60 มิลลิโมลาร์

น้ำหนักปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 = 0.06×647

= 38.82 กรัม

60 มิลลิโมลาร์ คือ ปริมาณไทรทอนเอ็กซ์-100 ในสารละลาย 1,000 มิลลิลิตร

เมื่อสารที่ต้องการเตรียมมีปริมาตรทั้งหมด เท่ากับ 165 มิลลิลิตร จะได้ว่า

$$\text{น้ำหนักไทรทอนเอ็กซ์-100 ที่ต้องชั่ง} = \frac{\text{น้ำหนักไทรทอนเอ็กซ์-100} \times \text{ปริมาตรที่ต้องการเตรียมทั้งหมด}}{1000}$$

$$= \frac{38.82 \times 165}{1000}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

= 6.4053 กรัม

จากตัวอย่างการคำนวณข้างต้น ในความเข้มข้นอื่น ๆ ใช้หลักการคำนวณเช่นเดียวกัน ผลการคำนวณแสดงดัง**ตารางที่ 0.1**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้