



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เงินอุดหนุนงบประมาณแผ่นดิน
ประจำปี 2542

รายงานผลการวิจัย

การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ

(Preparation of silica filter disk from rice husk ash)

สถาบันวิทยบริการ
โดย
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ

กุมภาพันธ์ 2543

I19666366 14 พ.ย. 2544

กิตติกรรมประกาศ

รายงานฉบับสมบูรณ์ของโครงการ "การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากซีเถ้าแกลบ" ซึ่งได้รับเงินสนับสนุนการวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (งบประมาณแผ่นดินประจำปีงบประมาณ 2542) สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยใคร่ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เล็ก อุตตมะศีล และรองศาสตราจารย์ ดร. โสภณ เรืองสำราญ ที่ให้ความช่วยเหลือด้านข้อมูล พร้อมทั้งให้คำปรึกษาซึ่งเป็นแนวทางสำหรับงานวิจัยครั้งนี้ รวมถึงบริษัท ปทุมโรสมิลล์แอนด์แกรนารี จำกัด (มหาชน) ที่กรุณาให้เข้าเยี่ยมชมโรงงานและอนุเคราะห์ซีเถ้าแกลบอันเป็นประโยชน์แก่งานวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างมาก

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ได้เอื้อเฟื้อสถานที่และเครื่องมือต่างๆ รวมทั้งเจ้าหน้าที่ สถาบันฯ ทุกท่านที่มีส่วนช่วยในการวิจัยจนบรรลุวัตถุประสงค์ ตลอดจนถึงผู้มีพระคุณทุกท่านที่มีได้เอื้อนามไว้ ณ โอกาสนี้

คณะผู้วิจัย

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผู้อำนวยการวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

มอบให้หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

..... ๒๓ / ๓๓ / ๔๔



ชื่อโครงการวิจัย : การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากซีเถ้าแกลบ
ชื่อผู้วิจัย : สรินทร ลิ้มปนาท, กฤษณา ศิริเลิศมกุล และ ศรีใจล ชุนทน
เดือนและปีที่ทำวิจัยเสร็จ : กุมภาพันธ์ 2543

บทคัดย่อ

การศึกษากระบวนการเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากซีเถ้าแกลบครั้งนี้ เริ่มจากวัตถุดิบที่ได้จากการสกัดซีเถ้าแกลบด้วยวิธีการทางเคมี และทำเป็นผงด้วยเทคนิค spray dry ซึ่งมีค่าความหนาแน่นจำเพาะ 2.098 g/cm^3 มีความบริสุทธิ์สูง 99.8 % ในการศึกษาการขึ้นรูปโดยวิธี gelcasting อาศัยปฏิกิริยา Acrylamide Polymerization ที่สัดส่วนของตัวเริ่มต้น (initiator) ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) และ ปริมาณซิลิกาแตกต่างกัน พบว่า ปริมาณที่ดีที่สุดคือ 1% initiator, 3.8 ml/L catalyst และ 50% Vol. ซิลิกา ซึ่งในอัตราส่วนดังกล่าวจะใช้เวลาในการเกิดเจล 30 นาที เมื่อนำชิ้นงานที่มีส่วนผสมดังกล่าวไปเผาที่อุณหภูมิ และเวลาในการซินเทอร์แตกต่างกัน จะได้ว่าอุณหภูมิในการเผาที่ $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ ใช้เวลาในการซินเทอร์นาน 60 นาที ชิ้นงานจะไม่แตกร้าว

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Project Title : Preparation of silica filter disk from rice husk ash
Name of the Investigation : S. Limpanart, K. Siralermukul and S. Khunthon
Year : February, 2000

Abstract

Aim of this study is to investigate the process of silica filter production from domestic rice husk ash. As a preliminary raw material, the ash was chemically synthesized and then spray dried to produce silica powder with a specific density of 2.098 g/cm^3 and a purity of 99.8 %. The formation of filters was achieved by using a gel casting process accompanying acrylamide polymerization, in which ratios of initiator, catalyst and silica contents were varied. In this study, it was found that the best ratio of those is 1% initiator, 3.8 ml/L catalyst and 50 %Vol. Silica, leading to the gelation time of 30 minutes. After sintering at different temperatures and times, samples without cracking are acquired when sintered at 1300°C for an hour.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อภาษาไทย	ii
Abstract	iii
สารบัญ	iv
รายการตารางประกอบ	v
รายการภาพประกอบ	vi
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎี	7
บทที่ 3 วิธีการวิจัย	28
บทที่ 4 ผลการทดลอง	36
บทที่ 5 อภิปรายและสรุป	51
บทที่ 6 ข้อเสนอแนะ	53
เอกสารอ้างอิง	54

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการตารางประกอบ

	หน้า
ตารางที่ 1.1 ผลผลิตของข้าวจำแนกเป็นรายภาคปีเพาะปลูก 2535/36-2538/39	1
ตารางที่ 1.2 แสดงข้อมูลทางสถิติการส่งออกสินค้าประเภทข้าวตั้งแต่ปี 2539-2542	2
ตารางที่ 1.3 แสดงข้อมูลทางสถิติการส่งออกซีเมนต์กลับตั้งแต่ปี 2539-2542	3
ตารางที่ 2.1 สมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่างๆ	12
ตารางที่ 2.2 แสดงวิธีหาขนาดของอนุภาคของแข็ง	19
ตารางที่ 2.3 ชนิดของตัวกลางกรองแบ่งตามความแข็งของวัสดุกรอง	25
ตารางที่ 4.1 เปอร์เซนต์ธาตุองค์ประกอบของซีเมนต์กลับที่ถูกใช้เป็นสารตั้งต้น	36
ตารางที่ 4.2 เปอร์เซนต์ธาตุองค์ประกอบของซิลิกาที่ได้จากการทดลอง	37
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่นของซิลิกาเจล	37
ตารางที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ initiator, catalyst และค่า idle time	39
ตารางที่ 4.5 ค่าความต้านทานการกรองของแผ่นกรอง	49
ตารางที่ 4.6 ปริมาตรของเบียร์ที่ได้จากการกรองผ่านแผ่นกรอง	49
ตารางที่ 4.7 อัตราการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 480 นาโนเมตร ของเบียร์ที่ได้หลังจากการกรอง	50

รายการภาพประกอบ

		หน้า
รูปที่ 2.1	รูปแบบต่างๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO ₄ tetrahedral ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิเกต	8
รูปที่ 2.2	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและวัฏภาคต่างๆ ของซิลิกา	10
รูปที่ 2.3	พฤติกรรมของการ polymerization ของซิลิกา	13
รูปที่ 2.4	ผลของ pH ต่อ colloidal silica-water system	14
รูปที่ 2.5	แผนภาพแสดงกระบวนการการกรองโดยทั่วไป	15
รูปที่ 2.6	การกรองแบบเกิดเค้ก	16
รูปที่ 2.7	การกรองแบบเบดลึก	17
รูปที่ 2.8	ความสัมพันธ์ระหว่างความดันที่ใช้ในการกรองและอัตราเร็วในการกรองกับเวลา	20
รูปที่ 3.1	แผนผังแสดงขั้นตอนการขึ้นรูปแผ่นกรองซิลิกา	33
รูปที่ 3.2	ชุดอุปกรณ์การกรอง	35
รูปที่ 4.1	Diffractogram แสดงวัฏภาคของผงซิลิกาที่ได้จากการทดลอง	38
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ catalyst และ initiator กับค่า idle time	39
รูปที่ 4.3	แสดงค่า TG, DTG และ DTA ของชิ้นงานเมื่อได้รับความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1400 °C	40
รูปที่ 4.4	แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 30 % ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า	42
รูปที่ 4.5	แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 40 % ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า	43
รูปที่ 4.6	แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 50 % ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า	44
รูปที่ 4.7	แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 60 นาที ที่กำลังขยาย 1000 เท่า	45
รูปที่ 4.8	แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 90 นาที ที่กำลังขยาย 1000 เท่า	46

รายการภาพประกอบ

	หน้า
รูปที่ 4.9 แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 120 นาที ที่กำลังขยาย 1000 เท่า	46
รูปที่ 4.10 แผ่นกรองซิลิกาที่ผลิตขึ้น	47
รูปที่ 4.11 Diffractogram แสดงวัฏภาคของแผ่นกรองซิลิกาที่ได้จากการทดลอง	48
รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาและค่าการดูดกลืนแสง	50



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



บทที่ 1

บทนำ

ในอดีตกาลจนกระทั่งปัจจุบัน เกษตรกรรมยังถือเป็นอาชีพหลักของประชากรในประเทศไทย และเกษตรกรรมหลัก ได้แก่ การทำนาปลูกข้าว เนื่องจากคนไทยนิยมบริโภคข้าวเป็นอาหารหลัก

ตารางที่ 1.1 ผลผลิตของข้าวจำแนกเป็นรายภาคปีเพาะปลูก 2535/36-2538/39

ภาคจังหวัด	2535/36	2536/37	2537/38	2538/39
	ผลผลิต(พันตัน)			
ทั่วราชอาณาจักร	19,917	18,447	21,111	22,015
กรุงเทพมหานครและปริมณฑล	1,218	1,169	1,264	1,136
ภาคกลางส่วนกลาง	1,809	1,692	2,189	2,470
ภาคตะวันออก	1,183	1,351	1,273	1,274
ภาคตะวันตก	1,576	1,558	1,731	1,730
ภาคตะวันออกเฉียงเหนือ	8,227	7,158	8,077	8,587
ภาคเหนือ	4,954	4,525	5,643	5,857
ภาคใต้	950	994	934	961

ที่มา : สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์

จากการสำรวจพื้นที่การเพาะปลูกภายในประเทศโดยกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ดังแสดงในตารางที่ 1.1 พบว่า พื้นที่การเกษตรส่วนใหญ่ใช้ในการทำนาปลูกข้าว ได้ผลผลิตต่อปีเป็นจำนวนหลายล้านตัน แบ่งสัดส่วนตามภาคได้ดังนี้ ภาคเหนือ 25.68 % ภาคกลาง 15.86 % ภาคตะวันออกเฉียงเหนือ 39.35% ภาคตะวันออก 6.27% ภาคตะวันตก 8.11% และภาคใต้ 4.73% ผลผลิตที่ใช้บริโภคภายในประเทศคิดเป็นอัตราส่วน 4:1 เมื่อเทียบกับปริมาณการส่งออกข้าวและผลิตภัณฑ์จากข้าว นับว่าข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจที่นำเงินตราเข้าสู่ประเทศมหาศาล ปีละไม่ต่ำกว่า 50,735 ล้านบาท จากข้อมูลเบื้องต้นในแต่ละปีประเทศไทยสามารถส่งออกข้าวออกได้ในปริมาณเฉลี่ย

5,855,860 ตัน ซึ่งคิดเป็นมูลค่า 11,418.37 บาท/ตัน แสดงรายละเอียดไว้ในตารางที่ 1.2 ข้าวและผลิตภัณฑ์จากข้าวยังคงครองอันดับต้นๆ ของผลิตภัณฑ์ส่งออกตามสถิติที่จัดเก็บโดยกรมศุลกากร

ตารางที่ 1.2 แสดงข้อมูลทางสถิติการส่งออกสินค้าประเภทข้าวตั้งแต่ปี 2539-2542

ปี	ปริมาณข้าว (ตัน/ปี)	มูลค่าข้าว (บาท/ตัน)
2539	5,460,219	9,291.71
2540	5,567,359	11,691.01
2541	6,540,002	13,272.40
2542(1-8 เดือน)	4,161,824	10,696.24
เฉลี่ย	5,855,860	11,418.37

ที่มา : รายงานสถิติข้อมูลนำเข้า-ส่งออก กรมศุลกากร

การให้ได้มาซึ่งข้าวสารที่ใช้ในการบริโภคหรือผลิตภัณฑ์จากข้าว เช่น รำข้าว ปลายข้าว แป้ง เพื่อการบริโภคและการส่งออกนั้น ต้องผ่านกระบวนการขัดสีเพื่อกำจัดเปลือกข้าวหรือที่เราเรียกกันว่า "แกลบ" ออกจากเมล็ดข้าว ดังนั้นในปีหนึ่งๆ แกลบข้าวซึ่งถือเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการสีข้าวจะมีปริมาณมากคิดเป็น 25% ของปริมาณข้าวเปลือก แกลบยังมีประโยชน์อีกมากมายเช่น ใช้เป็นวัสดุรองนอนในเล้าไก่ ใช้ผสมในดินเป็นปุ๋ยช่วยในการเจริญเติบโตของต้นไม้ ในโรงสีบางโรงนำแกลบไปใช้ประโยชน์โดยการเผาเพื่อนำพลังงานความร้อนที่ได้ไปใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้าขึ้นในโรงงาน นับว่าเป็นการช่วยประหยัดพลังงานและต้นทุนในการผลิตอีกทางหนึ่งด้วย แกลบที่เผาแล้วจะให้ซีเมนต์แกลบประมาณร้อยละ 15 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก หรือคิดเป็น 4 % ของปริมาณข้าวเปลือก ซีเมนต์แกลบที่ได้บางส่วนมีการส่งออกในราคากิโลกรัมละ 3-4 บาท รวมค่าระวางเรือและการขนส่งแล้ว ประเทศที่รับซื้อซีเมนต์แกลบรายใหญ่คือประเทศเยอรมัน รองลงมาคือ เกาหลี ปริมาณและมูลค่าการส่งออกได้แสดงไว้ในตารางที่ 1.3

จากรายงานการวิจัยที่ผ่านมาได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณสารต่างๆ ที่มีอยู่ในซีเมนต์แกลบ พบว่า ซีเมนต์แกลบมีสารซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ถึงร้อยละ 95 ซึ่งสารดังกล่าวนับว่าเป็นวัสดุที่มีคุณประโยชน์มาก ในปัจจุบันสารดังกล่าวได้ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลายแขนง ได้แก่

อุตสาหกรรมยา ใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงตึงผิว ช่วยในการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลว, อุตสาหกรรมน้ำมันและปิโตรเคมี ใช้เป็นสารช่วยเร่งให้เกิดปฏิกิริยา หรือใช้เป็นตัวเร่งสารช่วยเร่งปฏิกิริยา, ใช้เป็นฉนวนกันความร้อน, อุตสาหกรรมอาหาร ใช้เป็นตัวดูดจับความชื้น ช่วยยืดอายุการถนอมอาหาร เป็นต้น และในด้านสิ่งแวดล้อม ใช้เป็นตัวดูดซับสารเคมีอันตราย ใช้กรองน้ำดื่ม อากาศที่มีสารพิษหรือฝุ่นละอองขนาดเล็ก จึงถือได้ว่าประเทศไทยมีแหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิกาที่สำคัญอีกแหล่งหนึ่งนอกเหนือจากทราย

ตารางที่ 1.3 แสดงข้อมูลทางสถิติการส่งออกซีเด้าแกลบตั้งแต่ปี 2539-2542

พ.ศ.	ปริมาณซีเด้าแกลบ (กิโลกรัม/ปี)	มูลค่าซีเด้าแกลบ (บาท/กิโลกรัม)
2539	2,800,063	4.03
2540	28,349,828	4.73
2541	25,969,809	5.38
2542(ม.ค.-ส.ค.)	16,230,174	4.58
เฉลี่ย	19,039,900	4.71

ที่มา : รายงานสถิติข้อมูลนำเข้า-ส่งออก กรมศุลกากร

ซีเด้าแกลบที่ถูกส่งไปขายในราคา กิโลกรัมละ 3-4 บาทนั้น ถ้านำมาผ่านกระบวนการทางเคมี หรือโดยการเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และมีมูลค่าเพิ่มขึ้นถึง 5 เท่าตัว เป็นอย่างน้อย ดังนั้นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ จะเป็นแนวทางสำหรับการผลิตซิลิกาจากซีเด้าแกลบในระดับอุตสาหกรรมได้ ซึ่งถ้าสามารถทำการผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้จริง ก็จะเป็นการลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาบริสุทธิ์จากต่างประเทศ และจากซิลิกาที่ได้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย อาทิเช่น ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตอิฐเบา , silica gel , synthetic acid , silicon เป็นต้น ซึ่งผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่ผลิตได้นี้มีมูลค่าสูงกว่าซีเด้าแกลบหลายเท่าตัว ดังนั้นประเทศไทยจึงควรทำการพัฒนาปรับปรุงวิธีการนำวัตถุดิบนี้มาใช้ประโยชน์ให้ได้มากที่สุด เพราะการพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่ได้จากซีเด้าแกลบให้มีมูลค่าสูงขึ้นเป็นการเพิ่มมูลค่าสินค้า ซึ่งสามารถช่วยลดดุลย์การค้าและเพิ่มรายได้ให้กับประเทศชาติได้อีกทางหนึ่งในภาวะที่เศรษฐกิจทรุดตัว

แผ่นกรองซิลิกาเป็นแผ่นกรองเซรามิกชนิดหนึ่ง ปัจจุบันมีการนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายมากขึ้น เนื่องจากมีคุณสมบัติทนต่อการกัดกร่อนได้ดี สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง มีอายุการใช้งานยาวนาน แต่ยังมีข้อจำกัดในการนำมาใช้เพราะอุปกรณ์ดังกล่าวมีราคาแพง ในโครงการนี้จึงมุ่งศึกษาการผลิตแผ่นกรองขึ้นจากวัสดุราคาถูกลงที่มีอยู่ในประเทศ

1.1 งานวิจัยเกี่ยวกับแกลบข้าวและขี้เถ้าแกลบในอดีต

จากผลการวิจัยเกี่ยวกับแกลบข้าวนั้น พบว่าแกลบข้าวสามารถนำไปใช้ประโยชน์ต่างๆ มากมาย เช่น ใช้ผสมอาหารสัตว์ ใช้ทำปุ๋ย ใช้เป็นเชื้อเพลิง เป็นต้น ด้วยประโยชน์ที่มีมากมายของแกลบ จึงมีการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกลบข้าวพบว่าแกลบข้าวประกอบด้วยความชื้น ขี้เถ้า (ส่วนใหญ่เป็นซิลิกา) ลิกนิน เซลลูโลส เพนโตซาน โปรตีน และวิตามิน สารประกอบเหล่านี้อยู่ในรูปอินทรีย์สารมีประมาณร้อยละ 72 ของแกลบข้าวโดยน้ำหนัก ซึ่งความแตกต่างขององค์ประกอบต่างๆ ในแกลบข้าวขึ้นอยู่กับเงื่อนไข การเพาะปลูก ปัจจัยทางภูมิศาสตร์ ปีเพาะปลูก การเตรียมตัวอย่าง และวิธีวิเคราะห์ปริมาณความชื้นส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับความชื้นของอากาศที่ล้อมรอบ จากการสำรวจแกลบข้าวจากแหล่งต่างๆ ทั่วโลกสามารถสรุปองค์ประกอบต่างๆ เป็นค่าเฉลี่ยไว้ดังนี้ ขี้เถ้า 20% (ในขี้เถ้ามีซิลิกาประมาณ 95%) ลิกนิน 22% เซลลูโลส 38% เพนโตซาน 18% และอินทรีย์สารอื่นๆ 2% ปริมาณความชื้น 9% เมื่อความชื้นในอากาศประมาณ 50% (V.M.H Govindarao, 1980)

จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าแกลบข้าว และขี้เถ้าแกลบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่สูง ดังนั้นจึงมีงานวิจัยมากมายที่พยายามนำข้อได้เปรียบดังกล่าวมาใช้ให้เกิดประโยชน์ทั้งทางตรงและทางอ้อม ไม่ว่าจะเป็นการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากแกลบข้าวด้วยวิธีการเผาและล้างด้วยกรด (A.Chakra-verty, 1988) หรือเป็นการเตรียมและศึกษาคุณสมบัติของซิลิกาจากแกลบข้าวโดยการเผาแกลบเพื่อเตรียมเป็นซิลิกานั้น พบว่ามีการทดลองเตรียมซิลิกาเจลจากขี้เถ้าแกลบเพื่อใช้ในงานโครมาโตกราฟี โดยการรีฟลักซ์ขี้เถ้าแกลบกับสารละลายต่าง (O.K. Guha, 1987) นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยทางด้านนี้ในประเทศไทยด้วยเช่นกัน เช่น การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ (นางสาวอุไรวรรณ ลือดิศร, 2535)

นอกจากประโยชน์ทางตรงที่ได้จากการแยกซิลิกาบริสุทธิ์จากแกลบข้าว และขี้เถ้าแกลบแล้ว ทั้งแกลบข้าวและขี้เถ้าแกลบยังสามารถใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตสารอื่นๆ อาทิใช้ใน

การเตรียมไซเดียมซิลิเกตโดยการนำซีเด้าแกลบผสมกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ และน้ำในหม้ออัด ความดันที่อุณหภูมิ 100 - 225 °C เป็นเวลา 0.5-5 ชั่วโมง (El.Bouseity, 1975) หรือ ใช้เตรียม ซิลิกอน ซึ่งมีวิธีการเตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีแรก เเผาแกลบข้าวที่ 300 °C ล้างด้วยกรด หลังจาก นำไปทำปฏิกิริยากับแมกเนเซียมและแมกเนเซียมออกไซด์ (H.D. Banerjee, 1982) วิธีที่สองโดย การเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิมากกว่า 800 °C ล้างด้วยกรดแล้วนำซิลิกาที่ได้ไปเผากับคาร์บอน (J.A. Amick, 1982; L.P. Hunt, 1984) วิธีที่สาม เป็นการเตรียม polycrystalline silicon โดยใช้ ซีเด้าแกลบทำปฏิกิริยารีดักชันกับแมกนีเซียม (D.N. Bose, 1982) นอกจากนี้ยังสามารถใช้เตรียม ซิลิกอนในไตรด์โดยการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิ 1260 - 1450 °C ภายใต้บรรยากาศที่มีไนโตรเจน 95% และไฮโดรเจน 5% (I.A. Rahman, 1989) หรือใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจากการทำ ปฏิกิริยาระหว่างซีเด้าแกลบกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (J.James, 1986; D.J. Cook, 1987) หรือ ใช้สังเคราะห์ ZSM-5 Zeolite โดยใช้ซิลิกาจากซีเด้าแกลบ (A.V. Rawtani, 1989)

ในส่วนของการตรวจสอบคุณสมบัติของซิลิกาจากซีเด้าแกลบ มีการตรวจสอบทั้งองค์ ประกอบด้วยวิธีทางเคมี วัฏภาคที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction และการเปลี่ยนแปลงทางอุณหภูมิโดยการวิเคราะห์ด้วย TG DTG และ DTA (J. James, 1988; D.M. Ibrahim, 1981; J. James, 1986)

1.2 งานวิจัยเกี่ยวกับแผ่นกรองเซรามิกส์ในอดีต

ซิลิกาถูกนำมาใช้เป็นองค์ประกอบในการผลิตแผ่นกรองเซรามิกส์ด้วยเทคนิคต่างๆ โดยผ่านกระบวนการขึ้นรูปและซินเทอร์ให้อนุภาคเชื่อมติดกัน (Reed, 1989) ในปี 1986 Kimura และคณะทำการศึกษาการผลิต แผ่นกรองเซรามิกส์โดยใช้ผงอลูมินาผสมกับสารตัวเติมที่เป็นพวก ไซ (wax) ผ่านการทำแห้งด้วยเครื่อง spray dryer นำผงอนุภาคที่ได้ไปอัดขึ้นรูปด้วยแรงอัด 200 Pa และซินเทอร์ที่ 1600 °C จะได้แผ่นกรองที่มีรูพรุนสม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น ต่อมาในปี 1990 Klein และคณะทำการศึกษาการขึ้นรูปแผ่นกรองเซรามิกส์ด้วยเทคนิคโซล-เจล ใช้ซิลิกาเป็นองค์ประกอบ หลัก แผ่นกรองที่ได้มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 1-5 nm หนา 0.1 mm นำมาใช้ในงานในด้านการแยกก๊าซ สารเริ่มต้นเป็นพวกอัลคอกไซด์ นอกจากนี้ในปี 1996 โดย Morimoto นำเทคนิคการแยกเฟสมาใช้ ในการผลิตแผ่นกรองเซรามิกส์ แทนที่ SiO₂ ใน Na₂O-B₂O₃-SiO₂ ด้วย Al₂O₃ และ P₂O₅ ในอัตรา ส่วนโดยมวลที่เท่ากัน ได้ผลิตภัณฑ์เซรามิกส์ซึ่งมีองค์ประกอบของ SiO₂-AlPO₄ มีพื้นที่ผิวของรู พรุน 50 - 150 m²/g ปัจจุบันนี้การศึกษากระบวนการขึ้นรูปวัสดุชนิดรูพรุนระดับไมครอนโดยวิธี

gelcasting ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากเพราะเป็นเทคนิคที่ง่ายและสามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ พัฒนาขึ้นมาเพื่อเตรียมผลิตภัณฑ์เซรามิกส์ ดังจะเห็นได้จากงานวิจัยของสถาบันวิจัย Oak Ridge National Laboratory ทำการเตรียมสารเซรามิกส์แขวนลอยและใช้โมโนเมอร์ทำปฏิกิริยาโพลีเมอร์ไรส์ เกิดโพลีเมอร์ที่เป็นร่างตาข่าย เกิดเป็นเจลเซ็ดตัวในเวลา 1-30 นาที จากงานวิจัยนี้พบว่า ผลิตภัณฑ์ก่อนเผามีความแข็งแรงมาก และจากรายงานของ Sepulveda ได้นำเทคนิคนี้ไปใช้กับผงเซรามิกส์หลายชนิด เช่น Alumina Zirconia calcined clay และ Hydroxyapatite พบว่าประสบผลสำเร็จเป็นอย่างดี สำหรับ Alumina วัดค่าความแข็งแรงในการตัดโค้งได้ มากขึ้น 2-26 MPa โดยจะแปรผันตามค่าความหนาแน่นที่เปลี่ยนไป 8-30 % จากทฤษฎี

สำหรับประเทศไทยมีการศึกษาวิจัยการผลิตแผ่นกรองที่ใช้ซิลิกาเป็นวัตถุดิบ เมื่อปี 1992 โดย P.Sripiriyawong and C.Pienprasert ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมในขณะซินเทอร์ของซิลิกาจากแกลบ โดยนำซิลิกาที่ได้จากแกลบที่ผ่านการสกัดแล้วเผาที่ 600 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มาบดและอัดขึ้นรูปด้วยแรงดัน 0.5 MPa ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1200 - 1400 °C เป็นเวลานาน 3-6 ชั่วโมง พบว่า เปอร์เซ็นต์การพูนตัวของแผ่นกรองที่ได้เป็นสัดส่วนผกผันกับอุณหภูมิและเวลาในการซินเทอร์

ต่อมาปี 1994 ประภาศรี พันธุจริยา ได้ทำการศึกษาการเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากแกลบ ขึ้นรูปโดยวิธีการอัดที่แรงดัน 1 - 3 Mpa. มีขนาดรูพูนอยู่ในช่วง 1.0 ถึง 2.4 μm สรุปได้ว่าขนาดของอนุภาคซิลิกามีความสัมพันธ์กับขนาดของรูพูนและเปอร์เซ็นต์การพูนตัว

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

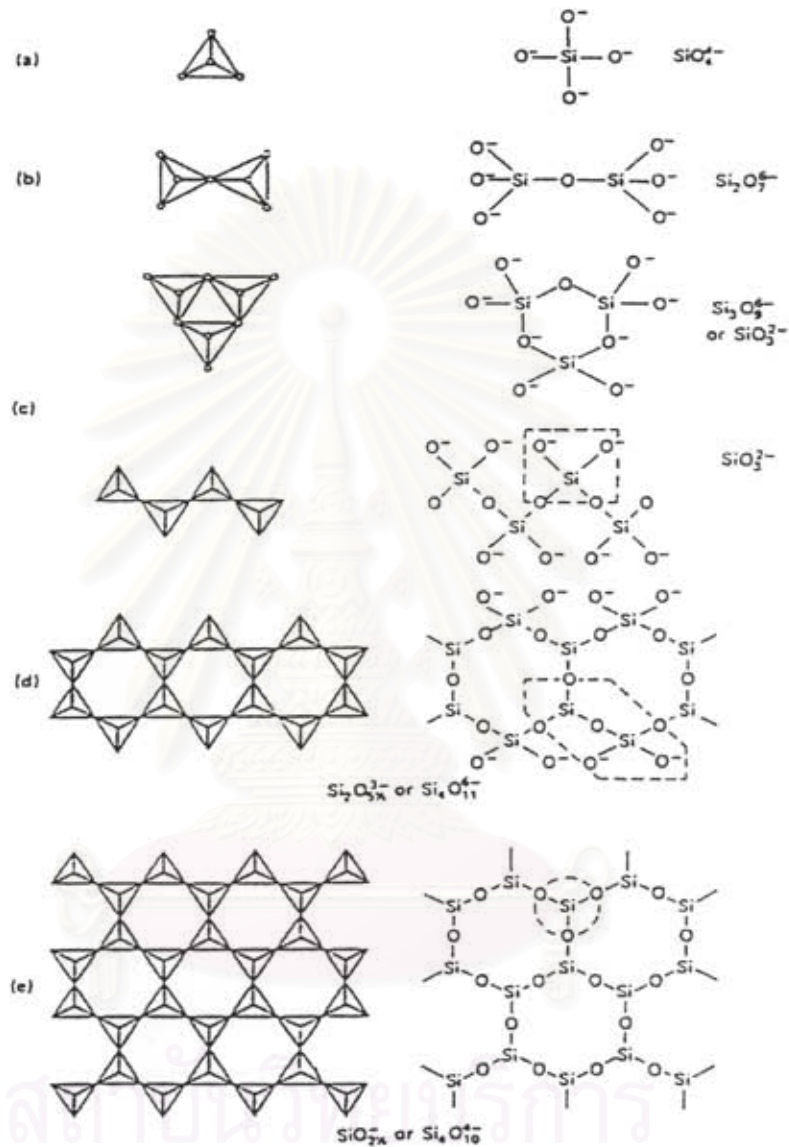
ทฤษฎี

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวระหว่างซิลิกอนและออกซิเจน ซึ่งธาตุทั้งสองมีอยู่มากที่สุดในโลก ซิลิกาเป็นองค์ประกอบประมาณ 60% ของเปลือกโลก ในทางการค้าซิลิกาถูกใช้เป็นแหล่งสำหรับการผลิตซิลิกอนและถูกใช้เป็นปริมาณมากในฐานะที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุก่อสร้าง ส่วนซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ถูกใช้เป็นสารดูดความชื้น (desiccant) สารดูดซับ (absorbant) สารเพิ่มความแข็งแรง (reinforcing agent) สารเติมแต่ง (filler) และองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst component) ซิลิกาเป็นวัสดุพื้นฐานของอุตสาหกรรมแก้ว เซรามิกส์ และอิฐทนไฟ นอกจากนี้ยังเป็นแหล่งวัตถุดิบสำคัญสำหรับการผลิตซิลิเกต ซิลิกอนคาร์ไบด์ และซิลิโคน

2.1 โครงสร้าง

หน่วยย่อยพื้นฐานทางโครงสร้างของซิลิกาและเกลือซิลิเกต ส่วนใหญ่เป็นการจัดเรียงตัวแบบ tetrahedral ของออกซิเจน 4 อะตอม ล้อมรอบซิลิกอนซึ่งเป็นอะตอมกลาง โดยทางโครงสร้างซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ (infinite three dimension network) ที่เกิดจากออกซิเจนในอะตอมทั้งหมดซึ่งให้ tetrahedral กับกลุ่มข้างเคียง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.1 รูปแบบต่างๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO_4 tetrahedral ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิเกต

หมายเหตุ : จากรูปที่ 2.1 ซิลิกอนอะตอมในรูป (d) และ (e) นั้น ปรากฏให้เห็นว่าเชื่อมต่อกับออกซิเจนเพียง 3 อะตอมเท่านั้น แต่ความจริงแล้วซิลิกอนอะตอมเชื่อมต่อกับออกซิเจนอะตอมตำแหน่งที่สี่ด้วย ซึ่งอยู่ในระนาบที่เห็นอระนาบรูป

2.2 คุณสมบัติ

ที่อุณหภูมิปกติซิลิกาเป็นสารที่ทนต่อสารเคมีหลายชนิด แต่อย่างไรก็ตามซิลิกาเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีได้หลายรูปแบบภายใต้สภาวะที่เหมาะสมโดยเฉพาะอย่างยิ่งที่อุณหภูมิสูง หรือ เมื่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ผลิตภัณฑ์ที่กลายเป็นไอออนจากปฏิกิริยา ความว่องไวเป็นสิ่งที่ขึ้นอยู่กับ form pretreatment และ state ของส่วนย่อยของสารตัวอย่าง มีหลายสภาวะการณที่ amorphous silica มีความว่องไวกว่า crystalline silica ความว่องไวของพื้นที่ผิวมีมากกว่าของ amorphous silica เนื่องจาก amorphous silica มีพื้นที่ผิวของ hydroxyl (silanol) group ซึ่งครึ่งหนึ่งของ hydroxyl group จะยังคงอยู่แม้จะให้ความร้อนถึง 400 °C

กรดทั่วไปไม่สามารถทำให้ซิลิกาเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ ยกเว้น hydrofluoric acid ซึ่งจะให้ เป็น fluorosilicate anion เช่น SiF_6^{2-} อัตราเร็วสำหรับการเปลี่ยนรูปแบบซิลิกาซึ่งละลายอยู่ใน aqueous HF จะลดลงเมื่อซิลิกามีความหนาแน่น (ρ) มากขึ้น ลำดับความหนาแน่นเป็นดังนี้

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

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

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

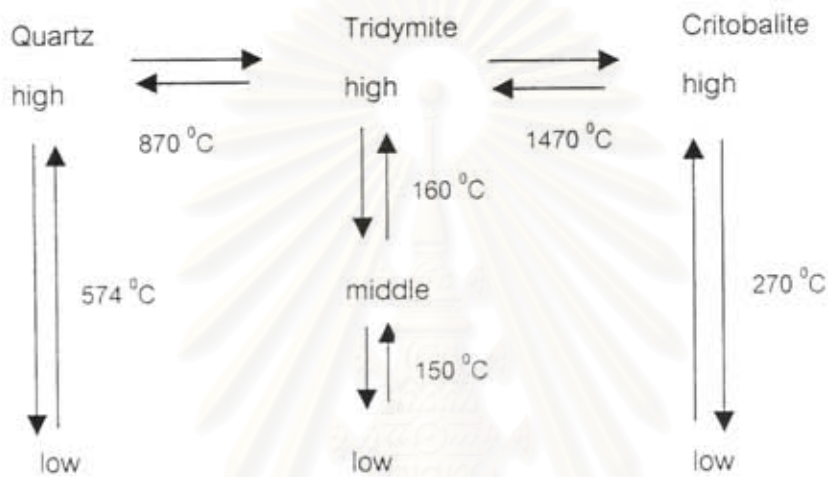
2.3 รูปแบบของซิลิกา

2.3.1 Crystallization silica

- ที่ความดันบรรยากาศ crystalline silica มี 3 รูปแบบ คือ quartz เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 °C tridymite เสถียรที่อุณหภูมิประมาณ 870-1470 °C และ cristobalite เสถียรที่อุณหภูมิ 1470 °C ถึงจุดหลอมเหลวที่ประมาณ 1723 °C ดังแสดง

ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและวัฏภาคต่างๆ ของซิลิกาในรูปที่ 2.2 ซึ่งรูปแบบทั้งหมดทุกโครงสร้าง มีพื้นฐานเป็น SiO_4 tetrahedral ซึ่งเชื่อมอยู่กับออกซิเจนทุกอะตอม

โดยเป็นการใช้ออกซิเจนร่วมกันระหว่างซิลิกอน 2 อะตอม แต่อย่างไรก็ตามโครงสร้างเหล่านั้นจะมีความแตกต่างกันในรายละเอียด



รูปที่ 2.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและวัฏภาคต่างๆ ของซิลิกา

ทั้ง quartz tridymite และ cristobalite เป็นรูปแบบที่เกิดขึ้นในธรรมชาติสำหรับ crystalline silica ที่ได้จากการสังเคราะห์ ได้แก่ Keatite, Coesite, Stishovite และ Silica W

2.3.2 Microcrystalline Silica

พบได้ตามแหล่งหินธรรมชาติซึ่งอาจมาจาก amorphous silica ของสิ่งมีชีวิต ซึ่งต่อมาเกิดการจับตัวกันมากขึ้น จึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก amorphous silica เป็น micro-crystalline silica โดยใช้ระยะเวลาในทางธรณี

2.3.3 Noncrystalline Silica

รูปแบบของ Noncrystalline Silica จะรวมถึง Vitreous Silica และ amorphous silica ชนิดต่างๆ

2.3.3.1 Vitreous Silica (Silica glass)

เตรียมได้โดยการหลอม Crystalline quartz หรือ quartz sand ให้เป็น liquid silica จากนั้นจึงทำ supercooling

โครงสร้างของ Vitreous เป็นโครงตาข่ายอย่างต่อเนื่องแบบสี่มุมของ SiO_4 tetrahedral ซึ่งเชื่อมต่อกันเป็นมุม

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

2.3.3.2 Amorphous silica

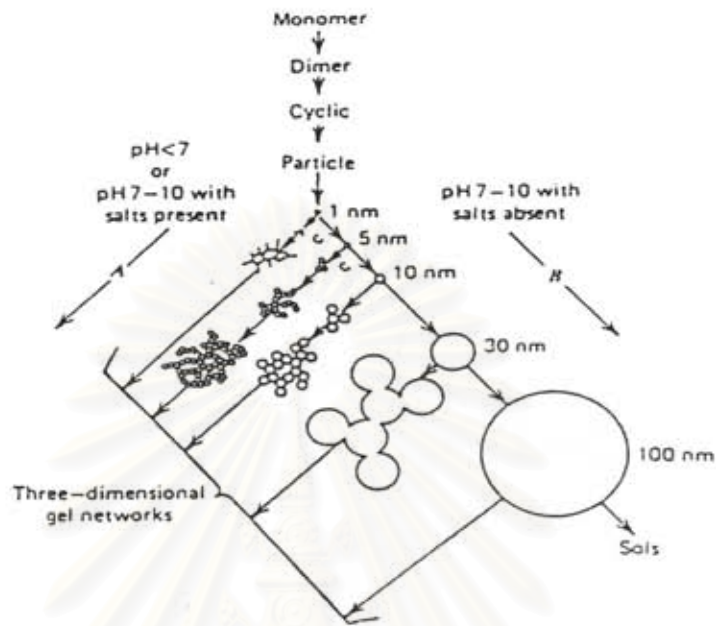
Amorphous silica ใช้แทน silica ซึ่งโครงสร้างขาดลักษณะทางผลึก สามารถตรวจสอบได้โดย X-ray diffraction

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

ตารางที่ 2.1 สมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่าง ๆ

Property	Dry		Silica precipitated	Pyrogenic
	Silica sols	Silica gels	From solution	silica
SiO ₂ , %	10-50	96.5-99.6	80-90	99.7-99.9
CaO, %	na	na	0.1-4	na
Na ₂ O, %	0.1-0.8	0-1	0-1.5	na
wt loss, %				
at 105°C	50-80	na	5-7	0.5-2.5
at 1200°C	50-90	2-17.5	10-14	0.5-2.5
ultimate particle size, nm	50-100	1-100	10-25	1-100
aggregate particle size, μm		3-25	1-10	2-3
surface area, m ² /g	50-700	200-700	45-700	15-400
pH, aqueous suspension	3-5, 8-11	2.3-7.4	4-9	3.5-8
apparent or bulk density, g/cm ³	1.2-1.14	0.1-0.8	0.03-0.3	0.03-0.12
true density, g/cm ³	2.2-2.3	2.22	2.0-2.1	2.16
refractive index, n _D	1.35-1.45	1.35-1.45	1.45	1.45
oil absorption, g/g		0.9-3.15	1-3	0.5-2.8

ซิลิกาเป็นสารที่สามารถเกิดการ Polymerization ได้โดยการเกาะเกี่ยวของ particle เชื่อมต่อกันจนเป็นโซ่และโครงตาข่าย ดังแสดงในรูปที่ 2.3 กระบวนการเกิดปฏิกิริยา 3 ขั้นตอน คือ polymerization of monomers to form particles ขั้นที่สองคือ growth of particles และขั้นตอนสุดท้ายคือ linking particle เพื่อให้เกิดเป็นโซ่และโครงตาข่าย

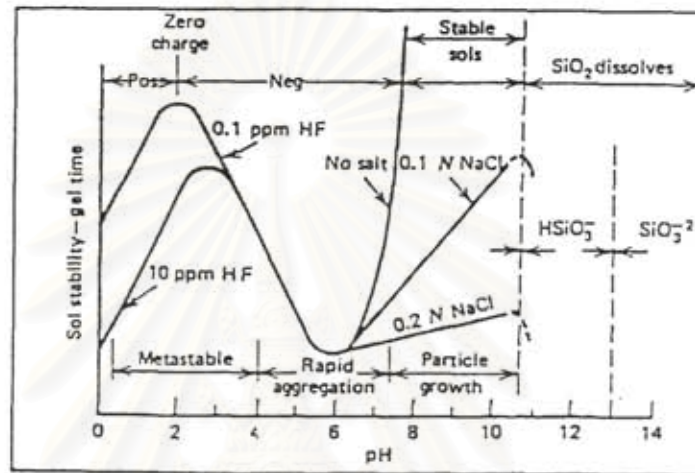


รูปที่ 2.3 พฤติกรรมการ polymerization ของซิลิกา

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

Silica sols และ colloidal silica ซิลิกาโซลขนาด colloid-size particle ของ amorphous silica จะกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในสารละลายซิลิกาโซลจะไปเป็นเจลหรือตกตะกอนแม้ถูกทิ้งไว้เป็นเวลาหลายปี โซลมีซิลิกาอยู่มากกว่า 50% ขึ้นไป และอนุภาคจะมีขนาดถึง 300 nm อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า 70 nm จะเกิดการตกตะกอนอย่างช้าๆ สถานภาพของโซลขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย (รูปที่ 2.4) pH จะต้องมากกว่าจึงจะคงสภาพประจุกับขนาดอนุภาคซิลิกา ซึ่งเป็นการป้องกันการจับตัวประจุที่ผิวจะต้องถูกทำให้เป็นกลางโดยเกลือที่ละลายซึ่งจะเสถียรที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำในบริเวณที่ pH ต่ำโซลจะอยู่ในสภาพ metastable การเกิดเจลและการจับตัวจึงถูกเร่งให้เกิดการจับตัวจึงถูกเร่งให้เกิดได้ง่ายแม้มี fluoride ion เพียงเล็กน้อย ในบริเวณที่ pH ต่ำนี้ ตัวทำลายอินทรีย์ที่รวมกับน้ำได้ เช่น แอลกอฮอล์ จะต้าน

การเกิดเจล อย่างไรก็ตามการเกิดเจลจะเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูง ยิ่งปริมาณซิลิกาในโซลสูง การเกิดเจลก็ยิ่งง่าย ส่วนลักษณะผิวของอนุภาคซิลิกาก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งในการควบคุมเสถียรภาพของโซล



รูปที่ 2.4 ผลของ pH ต่อ colloidal silica-water system

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

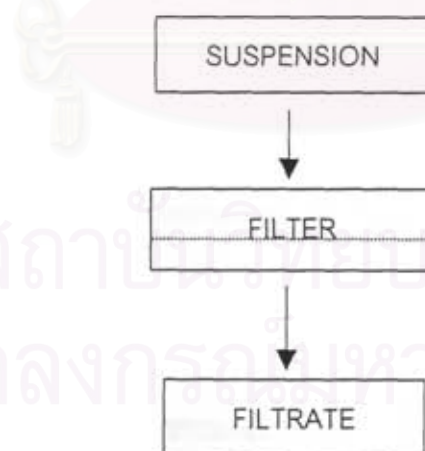
Precipitated silica (หรือ particulate silica) เกิดจากการรวมตัวของ Ultimate particle ของ colloidal size ซึ่งยังไม่เชื่อมโยงจนเป็นโครงตาข่ายขนาดใหญ่ระหว่างกระบวนการ

การเตรียม precipitated silica เกิดได้จากทั้ง Vapor phase และโดยการตกตะกอนจากสารละลาย

การนำ amorphous silica ไปใช้นั้นขึ้นอยู่กับรูปแบบและความบริสุทธิ์ที่ถูกใช้มาก เป็น filler และ reinforcing materials สำหรับยาง ใช้ปรับปรุง ink retention ของกระดาษใช้ เป็น pigment และ filler ใช้สีและ coating ใช้เป็นสารขัดถู (abrasive) ตัวดูดซับ (adsorbent) catalyst base และ ใช้ในงาน electrical insulation สำหรับซิลิกาเจลส่วนมากจะ ใช้เป็น desiccant adsorbent และ catalyst base

2.4 ทฤษฎีการกรอง

กระบวนการแยกสารโดยการกรองเป็นกระบวนการแยกสารประเภทของแข็งออกจากของไหล โดยให้ของไหลนี้ไหลผ่านตัวกลางกรอง (medium) ของแข็งต่างๆ จะถูกดักไว้บนผิวหน้า ส่วนของไหลที่ผ่านตัวกลางกรองไปได้เรียกว่า ฟิลเตรต (filtrate) ของไหลได้แก่ น้ำ, อากาศ เป็นต้น การกรองผ่านตัวกลางกรองอาจไหลผ่านเองซ้ำๆ โดยอาศัยแรงโน้มถ่วงโลกหรือใช้ความดันช่วย กระบวนการกรองแสดงดังรูปที่ 2.5



ที่ 2.5 แผนภาพแสดงกระบวนการกรองโดยทั่วไป

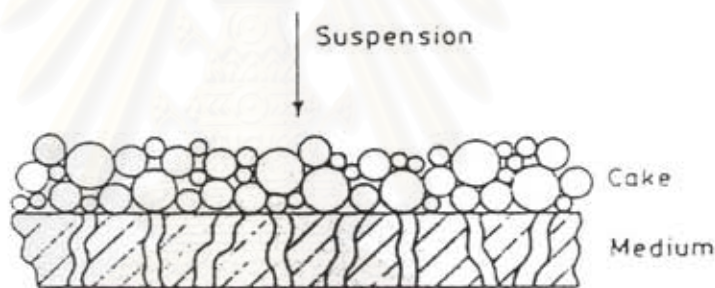
(Cheremisinoff และ Azbel, 1983)

2.4.1 ประเภทของการกรอง

กระบวนการกรองสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ

2.4.1.1 การกรองแบบเกิดเค้ก (Cake filtration)

กระบวนการกรองแบบเกิดเค้ก เป็นกระบวนการที่อนุภาคของแข็งในสารแขวนลอย ถูกกั้นอยู่ที่ผิวหน้าของตัวกลางกรอง โดยจะก่อตัวเป็นชั้นอนุภาคของแข็งขึ้นเรียกว่าเค้ก (cake) ในขณะที่ของไหลสามารถไหลผ่านตัวกลางกรองออกไปได้ ลักษณะการกรองนี้แสดงตามรูป 2.6

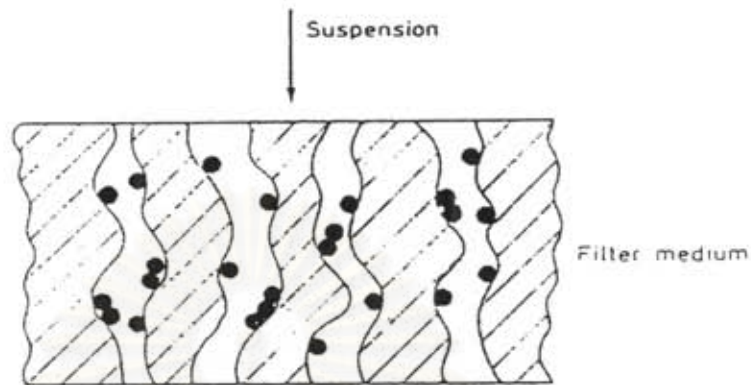


รูปที่ 2.6 การกรองแบบเกิดเค้ก

(Cheremisinoff และ Azbel, 1983)

2.4.1.2 การกรองแบบเบดลึก (deep bed filtration)

กระบวนการกรองแบบเบดลึก เป็นกระบวนการกรองที่อนุภาคของแข็งในสารแขวนลอยถูกดักไว้ในช่องว่างระหว่างของแข็งที่เป็นตัวกลาง ซึ่งทำให้ไม่มีเค้กเกิดขึ้นบนผิวหน้าของตัวกลางกรอง ในขณะที่ของไหลสามารถไหลผ่านตัวกลางกรองออกไปได้ ลักษณะการกรองนี้แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 การกรองแบบเบตลึก

(Cheremisinoff และ Azbel, 1983)

การก่อดัวของเค็กในกระบวนการกรองแบบเบตเค็กจะเกิดขึ้นเป็นชั้นตอต่อเนื่องจากกระบวนการกรองแบบเบตลึก กรณีที่สารแขวนลอยมีความเข้มข้นน้อยมากๆทำให้เวลาในช่วงแรก อนุภาคของแข็งที่มีขนาดเล็กอาจจะเข้าไปแทรกตัวอยู่ในตัวกลางกรอง ก่อนที่จะเกิดการก่อดัวของอนุภาคของแข็งที่มีขนาดใหญ่เป็นชั้นเค็กขึ้นบนแผ่นกรอง โดยทั่วไปแล้ว การกรองแบบเบตลึกจะใช้ในการแยกสิ่งแปลกปลอมที่มีปริมาณน้อยเท่านั้น ส่วนการกรองแบบเบตเค็กจะใช้ในกรณีที่สารแขวนลอยมีความเข้มข้นสูง ทั้งกระบวนการกรองแบบเบตเค็กและกระบวนการกรองแบบเบตลึก มีการนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรมทั่วไป โดยจะนำกระบวนการทั้งสองมาใช้ร่วมกันอยู่เสมอ (Fane, 1987)

2.4.2 ลักษณะโดยทั่วไปของอนุภาคของแข็งและของเหลว

การเลือกระบบการกรองเพื่อแยกของแข็งออกจากของเหลว ต้องคำนึงถึงลักษณะของของเหลวและของแข็งที่ต้องการแยก ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะเป็นตัวกำหนดรูปแบบของระบบที่เหมาะสม

2.4.2.1 ลักษณะของอนุภาค

ลักษณะที่สำคัญของของแข็งมี 3 ประการ คือ รูปร่างของอนุภาค ขนาดอนุภาค และ ความหนาแน่นของอนุภาค

โดยทั่วไปนั้นรูปร่างของหยดของเหลวจะมีลักษณะเป็นทรงกลม ทั้งนี้เนื่องมาจากแรงตึงผิวของของเหลว ดังนั้นของเหลวจึงมักมีรูปร่างที่สม่ำเสมอใกล้เคียงกัน ในทางตรงกันข้ามของแข็งต่างกับของเหลวอย่างชัดเจน ของแข็งจะไม่มีควมสม่ำเสมอในเรื่องของรูปร่างเหมือนของเหลว แม้ว่าของแข็งจะมีรูปร่างซึ่งมีรูปร่างที่แน่นอนแต่การเกิดผลึกนั้นจะเกิดผลสมกันระหว่างรูปร่างแบบต่างๆ รวมทั้งเกิดการกระแทกเสียดสีกัน ทำให้อนุภาคของแข็งมีรูปร่างและขนาดแตกต่างกัน การระบุรูปร่างที่แน่นอนของอนุภาคของแข็งจึงเป็นเรื่องยาก (Purchas, 1971) สำหรับการระบุขนาดของอนุภาคของแข็งนั้น สามารถบอกได้ในลักษณะของค่าเฉลี่ย ซึ่งขนาดที่แท้จริงของอนุภาคของแข็งนั้นมีได้ทั้งขนาดเล็กกว่าค่าเฉลี่ยหรือใหญ่กว่าค่าเฉลี่ย ในการใช้งานนั้นส่วนใหญ่จะแยกขนาดของอนุภาคของแข็งได้ในช่วงสั้นๆ โดยวิธีการต่างๆ เช่น ใช้ตะแกรงร่อนขนาด (U.S. Sieve), การตรวจดูจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน, การคำนวณจากพื้นที่ผิว หรือ จากอัตราการตกตะกอน ทั้งนี้ความเหมาะสมของวิธีการต่างๆ นั้นขึ้นอยู่กับช่วงขนาดอนุภาค ของแข็งที่ต้องการแยก (ปริดา พิมพ์ขาวขำ, 2532) และตารางที่ 2.2 แสดงวิธีหาขนาดโดยเฉลี่ยของอนุภาคของแข็ง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.2 แสดงวิธีหาขนาดของอนุภาคของแข็ง (Purchas,1971)

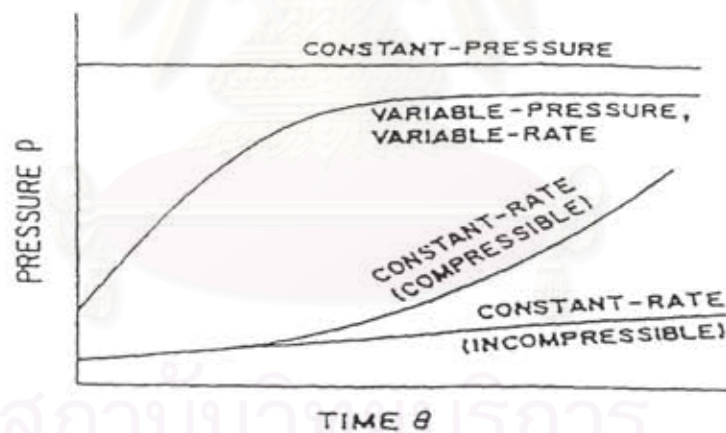
	Size Range (μm)	Parameter Measured
OPTICAL MICROSCOPE Filar Scale Globe and Circle Graticule Image Shearing Device Automatic Counters	0.8 - 150	Linear or projected Diameters against Numbers of particles
SIEVES Wire Sieves Electroformed Sieves	0.4 \rightarrow 5 -40	Sieve diameter against weight or minimum diameter against number
SEDIMENTATION METHODS Pipette Methods Balances and Cumulative Photosedimentometer	5 - 80	Stoke 's diameter against weight Stoke ' s diameter against projected area
COULTER COUNTING	0.3 - 300	Volume against number of particles

2.4.2.2 ลักษณะของของเหลว

ลักษณะที่สำคัญของของเหลวคือความหนืด เป็นคุณสมบัติที่มีผลต่อการกรองเป็นอย่างมาก ความหนืดจะมีการเปลี่ยนแปลงไวเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ สำหรับของเหลวนั้นอัตราเร็วในการกรองจะมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการกรองเพิ่มขึ้น เนื่องจากความหนืดมีค่าลดลง ทำให้การไหลของของเหลวเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น

2.4.3 ชนิดของการกรอง

ในระบบการกรองสามารถแบ่งการกรองเป็น 3 ชนิด ตามการเปลี่ยนแปลงความดันที่ใช้ในการกรองและอัตราเร็วในการกรอง (Matteson และ Orr, 1987) โดยตัวแปรทั้งสองมีความสัมพันธ์กับเวลาดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างความดันที่ใช้ในการกรองและอัตราเร็วในการกรองกับเวลา (Matteson และ Orr, 1987)

2.4.3.1 การกรองที่ความดันคงที่ (constant - pressure filtration)

การกรองที่ความดันคงที่เป็นการกรองในระบบปิด โดยการให้ความดันแก่ระบบและควบคุมความดันภายในระบบให้มีค่าคงที่ ดังนั้นอัตราเร็วในการกรองจะเปลี่ยนแปลงไปเรื่อยๆ โดยจะมีค่าอัตราเร็วในการกรองสูงในช่วงเริ่มต้น

คือช่วงที่ยังไม่เกิดเค้กหรือในช่วงที่ยังไม่เกิดการอุดตันภายในตัวกลางกรอง และมีค่าลดลงเมื่อเวลาผ่านไป เนื่องจากเกิดเค้กหรือเกิดการอุดตันภายในตัวกลางกรอง

2.4.3.2 การกรองที่อัตราเร็วการกรองคงที่ (constant – rate filtration)

การกรองที่อัตราเร็วการกรองคงที่เป็นการกรองที่ระบบปิด โดยควบคุมอัตราเร็วในการกรองให้มีค่าคงที่ ซึ่งได้จากการปรับความดันให้เปลี่ยนแปลง ในช่วงแรกของการกรองเป็นช่วงที่ยังไม่เกิดเค้กหรือไม่เกิดการอุดตันภายในตัวกลางกรอง ทำให้ความดันที่ให้แก่ระบบมีค่าต่ำกว่าความดันที่ให้แก่ระบบเมื่อเวลาผ่านไปเนื่องจากเกิดเค้กหรือเกิดการอุดตันภายในตัวกลางกรอง

2.4.3.3 การกรองที่อัตราเร็วไม่คงที่และความดันไม่คงที่ (variable-pressure and variable-rate filtration)

การกรองที่อัตราเร็วไม่คงที่และความดันไม่คงที่ เป็นการกรองที่มีการเปลี่ยนแปลงทั้งความดันในการกรองและอัตราเร็วในการกรอง เช่น การกรองที่ใช้ปั๊มแบบเซนตริฟิวส์ (centrifugal pump)

จากสมการของ Ruth เปรียบเทียบการไหลของของเหลวที่ได้จากการกรอง (filtrate) ภายในเค้กตามกฎของโอห์มโดยให้อัตราเร็วในการกรองเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความดันลดในการกรอง (pressure drop) และเป็นสัดส่วนผกผันกับความหนืดของของเหลวและความต้านทานการกรอง เนื่องมาจากตัวกลางกรองและอนุภาคในสารแขวนลอย สมการที่ได้คือ

$$\text{อัตราเร็ว} = \frac{\text{ความดันลด}}{\text{ความหนืด (ความต้านทานของเค้ก+ความต้านทานของตัวกลาง)}}$$

$$v = \frac{\Delta P}{\mu (R_c + R_m)} \quad (7)$$

เมื่อ v = อัตราเร็วในการกรอง (m/s)

ΔP = ความดันลดที่สูญเสียไปกับเค้กและตัวกลางกรอง (Pa)

R_c = ความต้านทานการกรองของเค้ก (1/m)

R_m = ความต้านทานการกรองของตัวกลางกรอง (1/m)

μ = ความหนืดของของเหลว (Pa.s)

ความต้านทานการกรองของเค้กในสมการที่ (1) เป็นสัดส่วนโดยตรงกับมวลของแข็งที่อยู่ในเค้ก และกำหนดนิยามของค่าเฉลี่ยความต้านทานการกรองจำเพาะ ดังสมการที่(2)

$$R_c = \alpha_{av} (W/A) = \alpha_{av} w \quad (2)$$

เมื่อ W = มวลของแข็งที่อยู่ในเค้ก (kg)

α_{av} = ค่าเฉลี่ยความต้านทานการกรองจำเพาะ (m/kg)

w = มวลของแข็งที่อยู่ในเค้กต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่การกรอง (kg/m²)

A = พื้นที่การกรอง (m²)

จากสมการที่ (1) และสมการที่ (2) จะได้

$$v = \frac{\Delta P}{\mu (\alpha_{av} w + R_m)} \quad (3)$$

สมการที่ (3) คือ สมการการกรองของรัท (Ruth's filtration rate equation) เป็นสมการพื้นฐานที่สำคัญสำหรับการกรอง ความสัมพันธ์ระหว่างมวลของแข็งในเค้กและปริมาตรของของเหลวที่ได้จากการกรองสามารถหาได้จากสมการมวลสารดังสมการต่อไปนี้

มวลของสารแขวนลอย = มวลของเค้ก + มวลของของเหลวที่ได้จากการกรอง



$$\frac{w}{s} = mw + \rho V \quad (4)$$

- เมื่อ s = มวลของของแข็งต่อมวลของสารแขวนลอย [-]
 ρ = ความหนาแน่นของของเหลวที่ได้จากการกรอง (kg/m^3)
 m = มวลของเค้กเปียกต่อมวลของเค้กแห้ง [-]
 V = ปริมาตรของของเหลวที่ได้จากการกรองต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่การกรอง (m^3/m^2)

จากสมการที่ (4) จะได้

$$w = \frac{\rho s}{(1 - ms)} V \quad (5)$$

พิจารณาสมการแสดงอัตราเร็วการกรองในสมการที่ (3) ถ้าให้ค่า R_m แสดงได้ด้วยมวลสมมติของของแข็งในเค้กที่มีค่าเทียบเท่ากับความต้านทานของตัวกลางกรอง จะได้ความสัมพันธ์ระหว่าง R_m และ w_m ตามแบบสมการที่ (2) ดังนี้

$$R_m = \alpha_m w_m \quad (6)$$

เมื่อ w_m = มวลสมมติของของแข็งในเค้กที่มีค่าเทียบเท่ากับความต้านทานของตัวกลางกรอง (กิโลกรัม/ตารางเมตร)

ดังนั้นปริมาตรของของเหลวที่ได้จากการกรอง ที่ทำให้เกิด w_m นี้มีค่าเท่ากับ V_m จะได้ความสัมพันธ์ระหว่าง V_m และ w_m เขียนแบบสมการที่ (5) ดังสมการต่อไปนี้

$$w_m = \frac{\rho s}{(1 - ms)} V_m \quad (7)$$

แทนค่า สมการที่ (5), (6) และสมการที่(7) ลงในสมการที่ (3) จะได้

$$\frac{\partial V}{\partial t} = \frac{\Delta P(1-ms)}{\mu \rho s \alpha_{av} (V+V_m)} \quad (8)$$

เมื่อ $t =$ เวลาที่ใช้ในการกรอง (sec)

เมื่อนำข้อมูลการทดลองการกรองด้วยความดันคงที่มาเขียนกราฟระหว่าง $\Delta t / \Delta V$ กับ v จะได้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง

2.4.4 ตัวกลางกรอง (Filtrate Medium)

2.4.4.1 ชนิดของตัวกลางกรอง

ชนิดของตัวกลางกรองแบ่งเป็นกลุ่มโดยจัดเรียงตามความแข็ง (Rigidity) ดังแสดงในตารางที่ 2.3 ทั้งนี้เนื่องจากความแข็งของตัวกลางกรองมีผลโดยตรงต่อการออกแบบเครื่องมือที่ใช้ในการกรองให้เหมาะสม ซึ่งบอกประสิทธิภาพของตัวกลางกรองในลักษณะของอนุภาคขนาดเล็กที่สุดที่สามารถดักจับได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.3 ชนิดของตัวกลางกรองแบ่งตามความแข็งของวัสดุกรอง (Purvhas,1971)

Type	Examples	Minimum particle Trapped, microns
1. Solid Fabrications	Scalloped washers, wire-wound tubes	5
2. Rigid porous media	1. Ceramics and Stoneware	1
	2. Sintered metal	3
3. Metal sheets	1. Perforated	100
	2. Woven wire	5
4. Porous plastics	1. Plastic pads, sheets, etc.	3
	2. Membranes	0.005
5. Woven fabrics	Cloths of natural and synthetic fibres	2
6. cartridges	Yarn-wound spools, grade fibres	2
7. Non-Woven Sheets	1. Felts, Lap, etc.	10
	2. Paper	5,2
	3. Sheets and mats	0.5
8. Loose Solids	1. Fibres, e.g. asbestos, cellulose	Submicron
	2. Powders :	
	(i) Diatomaceous earth	Submicron
	(ii) Expanded perlite	Submicron
	(iii) Inactive carbon	Submicron
	(iv) Adsorbent powders	Submicron
(v) Coarse materials	Submicron	
9. Liquids	1. viscous oils	10
	2. Scrubbing liquids	1

จากตารางข้างต้นอาจจำแนกประเภทของตัวกลางกรองตามวัสดุที่ใช้เป็นตัวกลางกรองได้

ดังนี้

ก. ตัวกลางกรองที่ทำจากวัสดุธรรมชาติ

ตัวกลางกรองที่ทำจากวัสดุธรรมชาติ เป็นตัวกลางกรองที่มีลักษณะทอเป็นผืน ซึ่งทำจากวัสดุธรรมชาติ ได้แก่ ฝ้าย ขนสัตว์ ปอและไหม วัสดุต่างๆ เหล่านี้มีความคงทนต่อการใช้งานและง่ายต่อการล้างทำความสะอาดแต่มีการอุดตันของอนุภาคภายในตัวกลางกรองสูง

ข. ตัวกลางกรองที่ทำจากใยสังเคราะห์หรือโพลีเมอร์

ตัวกลางกรองที่ทำจากใยสังเคราะห์หรือโพลีเมอร์เป็นตัวกลางกรองที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นตัวกลางกรองที่ผลิตง่าย และสะดวกในการติดตั้ง ใช้งานรวมทั้งสามารถควบคุมขนาดและการกระจายขนาดของรูพรุน ความหนาของตัวกลางกรองและโครงสร้างภายในตัวกลางกรอง แต่ข้อจำกัดของวัสดุประเภทนี้คือมีความทนทานต่อสารเคมีต่ำ จึงไม่สามารถใช้งานได้ในสภาพที่เป็นกรดหรือด่าง นอกจากนี้ยังไม่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ เนื่องจากมีข้อจำกัดในการใช้งานที่อุณหภูมิไม่เกิน 200 องศาเซลเซียส

ค. ตัวกลางกรองที่ทำจากเซรามิกส์และสโตนแวร์ (stoneware)

ตัวกลางกรองที่ขึ้นรูปจากวัสดุกรองดังกล่าวนี้ เป็นตัวกลางกรองที่มีความทนทานต่อสภาพที่เป็นกรดหรือด่างรวมทั้งสามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูง ทั้งสโตนแวร์ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลักและเซรามิกส์ซึ่งเป็นผงของอนินทรีย์สาร ต่างผ่านขั้นตอนต่างๆ รวมทั้งการเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 1400 องศาเซลเซียส รูปแบบของตัวกลางกรองที่ผลิตตัวกลางกรองที่ทำจากเซรามิกส์ และสโตนแวร์นี้มีข้อเสียในเรื่องความเปราะ นั่นคือตัวกลางกรองนี้สามารถแตกหักได้ง่าย แต่ข้อดีของตัวกลางกรองชนิดนี้คือ มีความทนทานต่อการกัดกร่อนได้ดีกว่าตัวกลางกรองชนิดอื่นๆ และมีช่วงขนาดของรูพรุนให้เลือกใช้งานได้ในช่วงกว้าง ดังแสดงในตารางที่ 2.3 เป็นการสรุปชนิดของเซรามิกส์ที่มีรูพรุนซึ่งผลิตโดยบริษัท ซเมเซอร์ฟิลเตอร์ จำกัด มีช่วงของรูพรุนอยู่ในช่วง 1 ไมครอน ถึง 2,500 ไมครอน

2.4 แนวทางการวิจัย

แนวทางการวิจัยในครั้งนี้สารตั้งต้นที่ใช้คือ ซีเด้าแกลบ ซึ่งมีคาร์บอนปนเปื้อนอยู่กับซิลิกาผ่านกรรมวิธีการสกัดทางเคมีแล้วทำให้เกิดเจล นำเจลที่ได้ผ่านการทำแห้งด้วย spray dryer ได้อนุภาคที่มีรูปร่างกลม แล้วจึงนำอนุภาคที่ได้มาทำการขึ้นรูปด้วยวิธี gel-casting ซึ่งเป็นแนวทางสนใจในการศึกษาผลิตภัณฑ์ที่ได้จากวิธีการดังกล่าว และจะพัฒนาไปสู่การขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างซับซ้อนได้



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

การทดลอง

3.1. อุปกรณ์และสารเคมี

1. Platinum crucible
2. Platinum tong
3. Dessicator
4. Petridish
5. Spray dry
6. H_2SO_4 Riedel-del Haen Laboratory grade
7. HF Merck Laboratory grade
8. Acrylamide
9. N,N' - Methylenebisacrylamide
10. Ammoniumsulfate
11. N,N,N',N' - Tetramethylethylenediamine
12. Ammoniumfluoride
13. NaOH Commercial grade
14. NH_4OH Fluka Laboratory grade

3.2. ขั้นตอนดำเนินการวิจัย มีลำดับดังนี้

- 3.2.1 การเตรียมซิลิกาเจลจากซีเถ้าแกลบ
- 3.2.2 การตรวจสอบคุณลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้ ได้แก่ ขนาดอนุภาค ความหนาแน่น และ
วิภาค
- 3.2.3 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนในซีเถ้าแกลบและซิลิกาเจล
- 3.2.4 การขึ้นรูปแผ่นกรองซิลิกาด้วยวิธี gel Casting และเผาที่อุณหภูมิต่างๆ
- 3.2.5 การทดสอบสมบัติของแผ่นกรองซิลิกาที่ได้หลังจากการเผา

3.2.1 การเตรียมซิลิกาเจลจากซีเถ้าแกลบ

1. นำซีเถ้าแกลบที่ได้จากโรงงานมาทำการบดด้วยโม่ และร่อนผ่านตะแกรงร่อน Mesh No.80
2. ชั่งซีเถ้าแกลบปริมาณ 50 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม เติม 5% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 มิลลิลิตร นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120-130°C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง
3. นำของผสมที่ได้กรองด้วยกระดาษกรอง no.1 เพื่อแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกตและตะกอนออกจากกัน และล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนประมาณ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายโซเดียมซิลิเกตที่มีฤทธิ์เป็นด่าง
4. ค่อย ๆ เติม กรดซัลฟูริกเข้มข้น 5 นอร์มัล จนสารละลายมีค่าความเป็นกรดต่าง เท่ากับ 10 ตั้งทิ้งไว้จนเกิดเจล
5. ทำให้เจลแตกตัว แล้วเติม 5 N H₂SO₄ ต่อ จนกระทั่งค่าความเป็นกรดต่าง เป็น 1 แล้วทิ้งไว้ค้างคืน
6. นำเจลที่ได้มาปรับความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 7 แล้วจึงนำไปทำให้แห้งด้วยเครื่อง Spray dryer
7. ล้างด้วยน้ำประปา และน้ำกลั่นร้อน เพื่อกำจัดเกลือที่ตกค้างอยู่ จากนั้นอบที่ 100 °C อย่างน้อย 3 ชั่วโมง จะได้ ซิลิกาเจล
8. นำซิลิกาเจลที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อน No.200

3.2.2. การตรวจสอบคุณลักษณะซิลิกาเจลที่ได้

- ความหนาแน่น

1. ชั่งน้ำหนักขวดชั่ง และบันทึกผล
2. เติมน้ำในขวดชั่งจนเต็ม ปิดฝา นำไปชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
3. เทน้ำออก หลังจากนั้นทำให้ขวดชั่งแห้งสนิท ใส่สารตัวอย่างปริมาณ 2-3 กรัม ปิดฝาให้สนิทและนำไปชั่งน้ำหนัก บันทึกผล
4. เติมน้ำเล็กน้อยในขวดชั่งที่บรรจุสารตัวอย่าง แล้วนำไปตีลมไล่ฟองอากาศ ประมาณ 30 นาที ตั้งทิ้งให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง เติมน้ำให้เต็มขวด และนำไปชั่งน้ำหนัก บันทึกผล

5. บันทึกอุณหภูมิขณะทดสอบ จากนั้นอ่านค่า ρ_0 ของน้ำจากตาราง บันทึกค่า ρ_0 ที่อุณหภูมิ 25°C ($\rho_0 = 0.99707$)
6. คำนวณหาค่าความหนาแน่นตามสูตรข้างล่างนี้

$$\rho_b = \frac{W_D \times \rho_0}{W_s - W_{ss}}$$

ρ_b = ความหนาแน่นของสาร

W_D = มวลสารตัวอย่าง

W_s = น้ำหนักน้ำ

W_{ss} = น้ำหนักหลังจากต้ม

ρ_0 = ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทดสอบ

- ขนาดอนุภาค

วัดโดยร่อนผ่านตะแกรง mesh no.200 (ขนาดอนุภาค $\leq 75\mu\text{m}$)

- วิฤภาค

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction ของ Phillip รุ่น X's pert ที่ 40 kV; 30 mA
Scan Speed 0.02 2 θ /min มุม 5-80 ° 2 θ

3.2.3. การหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุ

- ตรวจสอบองค์ประกอบของซีเด้าแกลบ

1. นำซีเด้าแกลบ 0.2 กรัม ใส่ไว้ใน Pt crucible ปริมาตร 50 มิลลิลิตร อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 °C นาน 3 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
2. นำซีเด้าแกลบที่ผ่านการอบแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักหลังเผา
3. ใส่ conc. H₂SO₄ 2 มิลลิลิตร และ HF(40%) 5 มิลลิลิตร ใน crucible หลังจากนั้น นำ crucible วางบน hot plate และค่อยๆเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งของ

เหลวในcrucible ระบายไปหมด ทำขั้นตอนนี้ซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อกำจัดซิลิกาออกไป เหลือแต่โลหะ

4. โลหะที่เหลือใน crucible ถูกล้างด้วย conc. HCl 5 มิลลิลิตร และ ล้าง crucible ด้วยน้ำกลั่นไปเรื่อยๆ จนได้ปริมาตรรวม 25 มิลลิลิตร
5. สารละลายที่ได้บรรจุในขวดพอลิเอทิลีน และปิดให้แน่น
6. นำสารละลายที่ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณไอออนของโลหะด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy

3.2.4 การขึ้นรูปแผ่นกรองซิลิกาด้วยวิธี gel Casting และเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

- ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ catalyst และ initiator ของปฏิกิริยา

Polymerization

1. เตรียมสารละลายผสมระหว่าง Acrylamide (AM) เข้มข้น 28 % โดยน้ำหนัก ผสมกับ N,N' – Methylenebisacrylamide (MBAM) เข้มข้น 1.2% โดยน้ำหนัก ในอัตราส่วน 1:1 คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน
2. เติม N,N,N',N'-Tetramethylethylenediamine ปริมาณ 3.8, 5.6 มิลลิลิตร ต่อลิตร และ 5 % Ammoniumpersulfate ปริมาณ 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 และ 1.0 % vol. ของสารละลายผสมในข้อ 1. แล้วคนให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ตั้งทิ้งไว้พร้อมทั้งจับเวลาจนกระทั่งเกิดเจล บันทึกผลการทดลอง

- ศึกษาการขึ้นรูป

1. เตรียมสารละลายผสมระหว่าง Acrylamide(AM) เข้มข้น 28%โดยน้ำหนัก ผสมกับ N,N' - Methylenebisacrylamide(MBAM) เข้มข้น 1.2% โดยน้ำหนัก ในอัตราส่วน 1:1 คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน
2. เติมสารละลายผสมที่ได้ลงในผงซิลิกาที่มีปริมาณต่างๆ กัน (30% 40% และ 50% โดยปริมาตร) และคนให้เข้ากัน
3. เติม Ammoniumfluoride 1.1 มิลลิลิตรต่อผงซิลิกา 100 กรัม ลงในของผสม และคนให้เข้ากัน
4. เติม N,N,N',N'-Tetramethylethylenediamine ปริมาณ 0.076 มิลลิลิตร และ 5%Ammoniumpersulfate ปริมาณ 0.2 กรัม แล้วคนให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

5. เกลงในแบบ ตั้งทิ้งไว้ให้เจลอยู่ตัวในเดซิเคเตอร์
6. แกะแบบแล้วนำชิ้นงานไปอบให้แห้งด้วยตู้อบควบคุมความชื้น ดังแสดงขั้นตอนการขึ้นรูปแผ่นกรองซิลิกาตามรูปที่ 3.1
7. นำชิ้นงานที่ได้ไปทำการซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300, 1400 และ 1500 °C
8. ศึกษาสมบัติของชิ้นงานที่ได้หลังเผา

3.2.5 การทดสอบสมบัติของแผ่นกรองซิลิกาที่ได้หลังจากการเผา

- วิเคราะห์โครงสร้างของแผ่นกรองการกระจายขนาดของรูพรุน และขนาดเฉลี่ยของรูพรุน

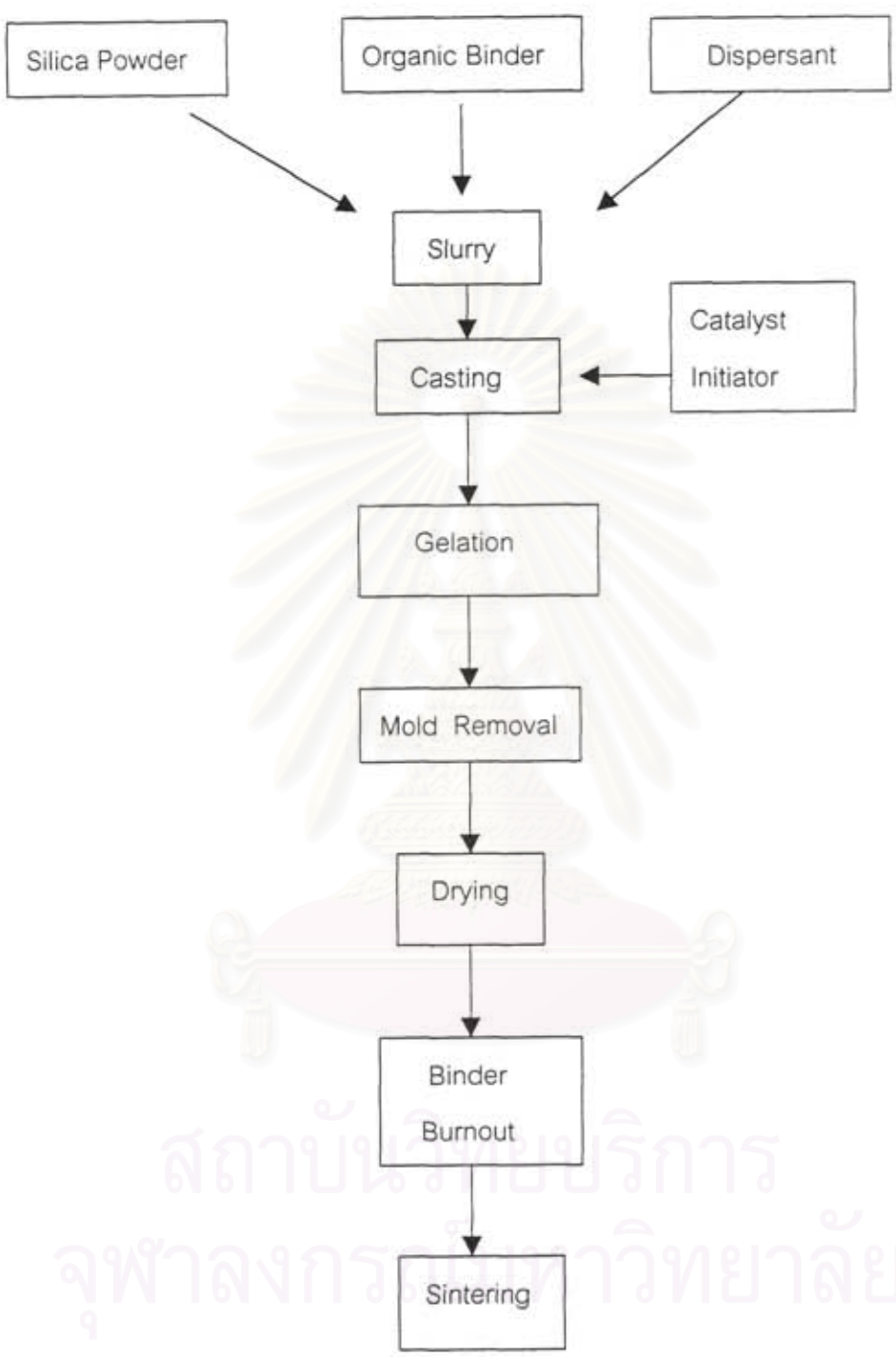
นำแผ่นกรองที่ผลิตได้มาตรวจสอบลักษณะโครงสร้าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope : SEM) รุ่น XL30 CP บริษัท ฟิลิปส์ ประเทศไทย จำกัด ที่กำลังขยาย 500 และ 1,000 เท่า วัดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนและหาค่าเฉลี่ย

- การหาค่าความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์รูพรุนของแผ่นกรอง

นำแผ่นกรองที่ได้มาหาเปอร์เซ็นต์รูพรุนของแผ่นกรอง ตามมาตรฐาน ASTM-D4197-82 โดยต้มแผ่นกรองในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 90 ± 10 °C เป็นเวลานาน 10 -15 นาที นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 ± 5 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำแผ่นกรองใส่ในตู้ดูดความชื้นประมาณ 30 – 60 นาที ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งน้ำหนักแผ่นกรองที่ได้ บันทึกผลการทดลอง แล้วคำนวณหาค่าความหนาแน่นและ %รูพรุนของแผ่นกรอง ดังนี้

1. คำนวณปริมาตรของซิลิกาในแผ่นกรองแต่ละแผ่น (Solid Volume; SV) จากน้ำหนักของแผ่นกรองและความหนาแน่นของซิลิกา
2. คำนวณปริมาตรทั้งหมดของแผ่นกรองโดยใช้ความหนาแน่นเฉลี่ยที่วัดได้ และเส้นผ่านศูนย์กลาง
3. เปอร์เซ็นต์รูพรุนของแผ่นกรอง (%P_o) คือ อัตราส่วนของปริมาตรช่องว่างระหว่างอนุภาคภายในแผ่นกรอง(PV) กับปริมาตรทั้งหมดของแผ่นกรอง (TV)

$$\%P_o = (PV/TV) \times 100$$



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการขึ้นรูปแผ่นกรองซิลิกา

- ทดสอบประสิทธิภาพและความต้านทานการกรองก่อนใช้งาน

1. นำแผ่นกรองที่ได้มาต่อเข้ากับชุดอุปกรณ์กรองดังรูปที่ 3.2 เติมน้ำกลั่น ปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในกรวยกรอง และปรับความดันคงที่ 85 กิโลปาสคาล
2. เมื่อความดันคงที่ เริ่มจับเวลาอ่านค่าปริมาตรของน้ำกลั่นที่ไหลผ่านตัวกลาง กรองทุกๆ 15 วินาที เป็นเวลา 50 วินาที
3. หาค่าเฉลี่ยของน้ำกลั่นที่กรองได้ในเวลา 5 วินาที และคำนวณหาค่าความต้านทานการกรอง

- การคำนวณ

นำมาปริมาตรของน้ำกลั่นที่วัดได้ในทุก 5 วินาที จากการทดลองมา คำนวณหาค่าเฉลี่ย แล้วคำนวณค่าความต้านทานการกรองของแผ่นกรองดัง สมการข้างล่างนี้

$$R_m = (P/\mu)(t)(V/A)$$

เมื่อ R_m = ความต้านทานการกรองของแผ่นกรอง (1/cm)

P = ความดันที่ใช้ในการทดลอง (Pa)

μ = ความหนืดที่อุณหภูมิห้อง (Pa.s)

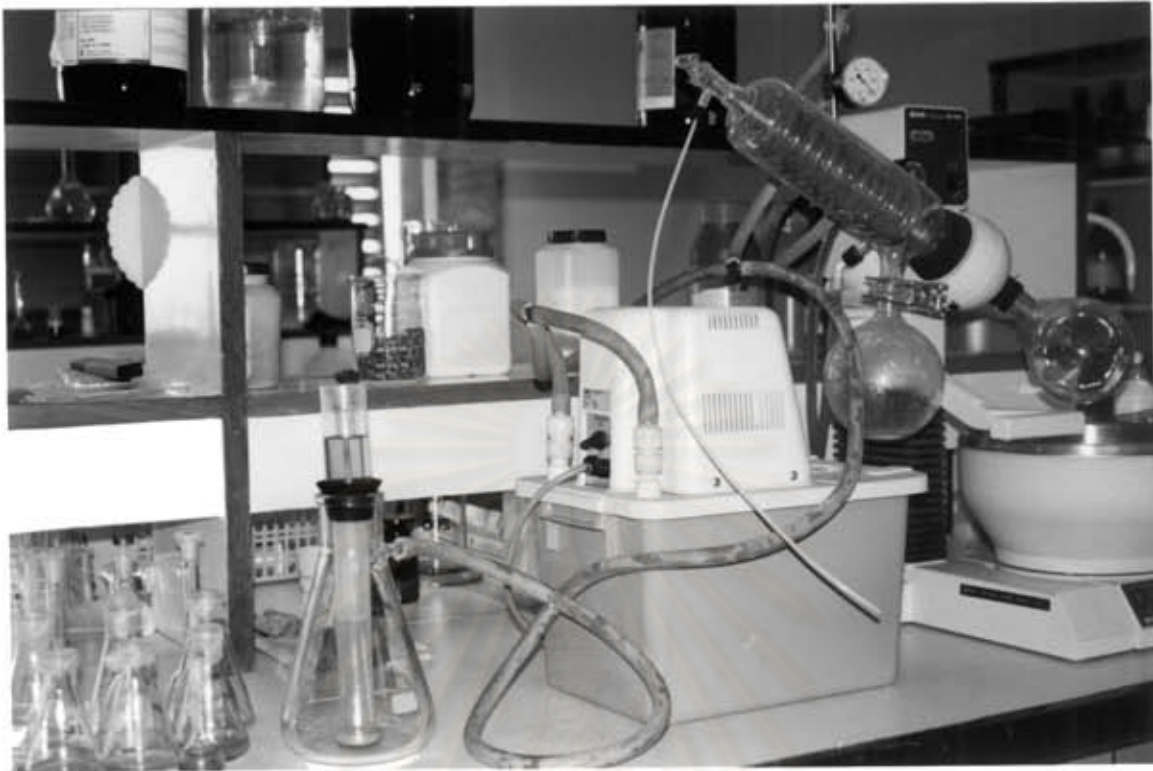
V = ปริมาตรของของเหลวที่กรองได้ในบีกเกอร์ (cm³)

A = พื้นที่การกรอง (cm²)

t = เวลาที่ใช้ในการเก็บของเหลวที่กรองได้ในแต่ละบีกเกอร์ (s)

- ทดสอบประสิทธิภาพและความต้านทานการกรอง

นำเบียร์ที่ยังไม่ผ่านการกรองยีสต์ออก (เบียร์สด) มากรองผ่านแผ่นกรองตาม วิธีการทดสอบประสิทธิภาพและความต้านทานการกรองก่อนใช้งาน และเก็บตัวอย่าง เบียร์ที่ผ่านการกรองในทุกๆ 15 นาที จนครบ 60 นาที แล้วนำไปวัดอัตราการดูดกลืน แสง UV ที่ความยาวคลื่น 480 นาโนเมตร



รูปที่ 3.2 ชุดอุปกรณ์การกรอง

119666366.

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของธาตุ

จากการวิเคราะห์ทดสอบหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุ Atomic Absorption Spectroscopy ของซีเถ้าแกลบและซิลิกาที่สกัดได้จากซีเถ้าแกลบ พบว่า ในซีเถ้าแกลบก่อนทำการสกัดจะมีซิลิกาอยู่ปริมาณ 62.176 %ของน้ำหนักสิ่งเจือปนส่วนใหญ่จะประกอบด้วยโพแทสเซียม ความชื้น คาร์บอน แคลเซียม ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และเมื่อผ่านขั้นตอนการสกัดด้วยกรดและต่างทำให้สิ่งเจือปนโดยเฉพาะคาร์บอนและโพแทสเซียมถูกกำจัดออก จนกระทั่งได้ผงซิลิกาซึ่งมีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.8 ± 2 % ดังจะเห็นได้จากผลการทดลองในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ธาตุองค์ประกอบของซีเถ้าแกลบที่ถูกใช้เป็นสารตั้งต้น

องค์ประกอบ	%
Si	62.176
Moisture	13.28
C	5.23
K	15.55
Ca	1.42
Mn	0.92
Fe	0.04
Mg	0.99
Na	0.38
Zn	0.012
Cu	0.002

ตารางที่ 4.2 เปอร์เซนต์ธาตุองค์ประกอบของซิลิกาที่ได้จากการทดลอง

องค์ประกอบ	%
Si	99.8
K	0.05
Ca	0.156
Mn	0.003
Fe	0.013
Mg	0.011
Na	0.05
Zn	0.004
Cu	0.001

4.2 การวิเคราะห์ความหนาแน่น

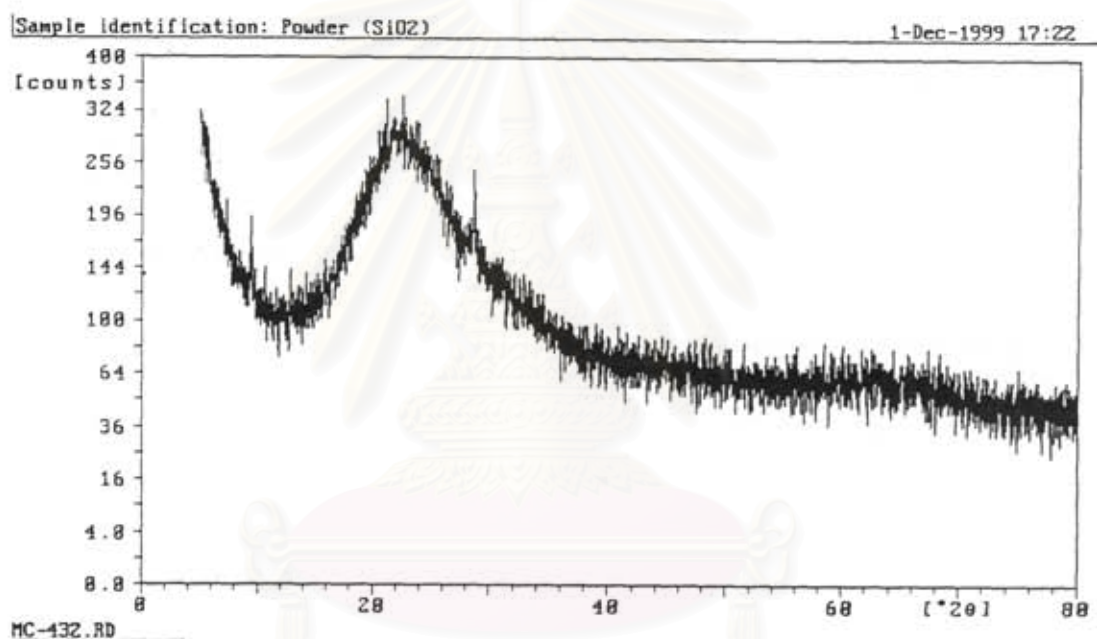
ในการทดสอบหาค่าความหนาแน่นของผงซิลิกาเจลที่ได้จากการสกัด ทั้งหมด 3 ครั้ง จะได้ค่าความหนาแน่นของซิลิกาเจลเฉลี่ย = 2.098 g/cm^3 รายละเอียดแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่นของซิลิกาเจลได้ดังนี้

สารตัวอย่าง	ความหนาแน่น (g/cm^3)
1	2.096
2	2.089
3	2.109
เฉลี่ย	2.098

4.3 การตรวจสอบวัฏภาคของผงซิลิกา

เมื่อนำผงซิลิกามาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer โดยวัดค่ามุม $5-80^{\circ}2\theta$ จะได้ pattern ของ X-ray diffractogram มีลักษณะ board ดังรูปที่ 4.1 แสดงว่าซิลิกาที่ได้จากการสกัดมีโครงสร้างผลึกที่ไม่เป็นระเบียบ อยู่ในรูปของซิลิกาชนิดอสัณฐาน



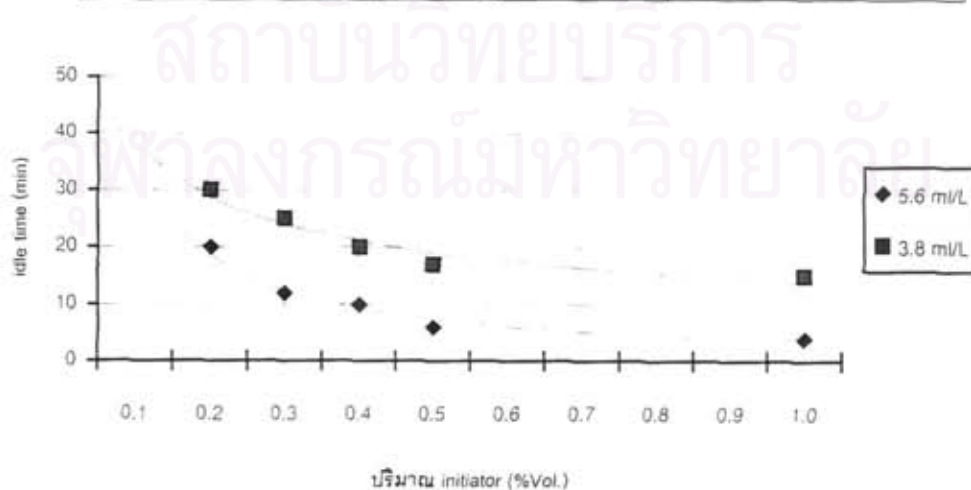
รูปที่ 4.1 Diffractogram แสดงวัฏภาคของผงซิลิกาที่ได้จากการทดลอง

4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ catalyst และ initiator ของปฏิกิริยา polymerization

จากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ catalyst และ initiator กับ ค่า idle time พบว่า ค่า idle time จะเปลี่ยนแปลงตามปริมาณ catalyst และ initiator ที่เปลี่ยนไป โดยที่ปริมาณ catalyst เท่ากัน เมื่อเพิ่มปริมาณ initiator จะทำให้ค่า idle time ลดลง หรือที่ปริมาณ initiator คงที่ เมื่อเพิ่มปริมาณ catalyst มากขึ้น จะเป็นผลให้ค่า idle time ลดลงเช่นกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ catalyst และ initiator ต่อค่า Idle Time

ตารางที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ initiator catalyst และค่า idle time

ปริมาณ initiator (% Vol.)	Idle Time (min)	
	ปริมาณ catalyst	ปริมาณ catalyst
	3.8 ml/L	5.6 ml/L
0.1	-	-
0.2	30	20
0.3	25	12
0.4	20	10
0.5	17	6
1.0	15	4



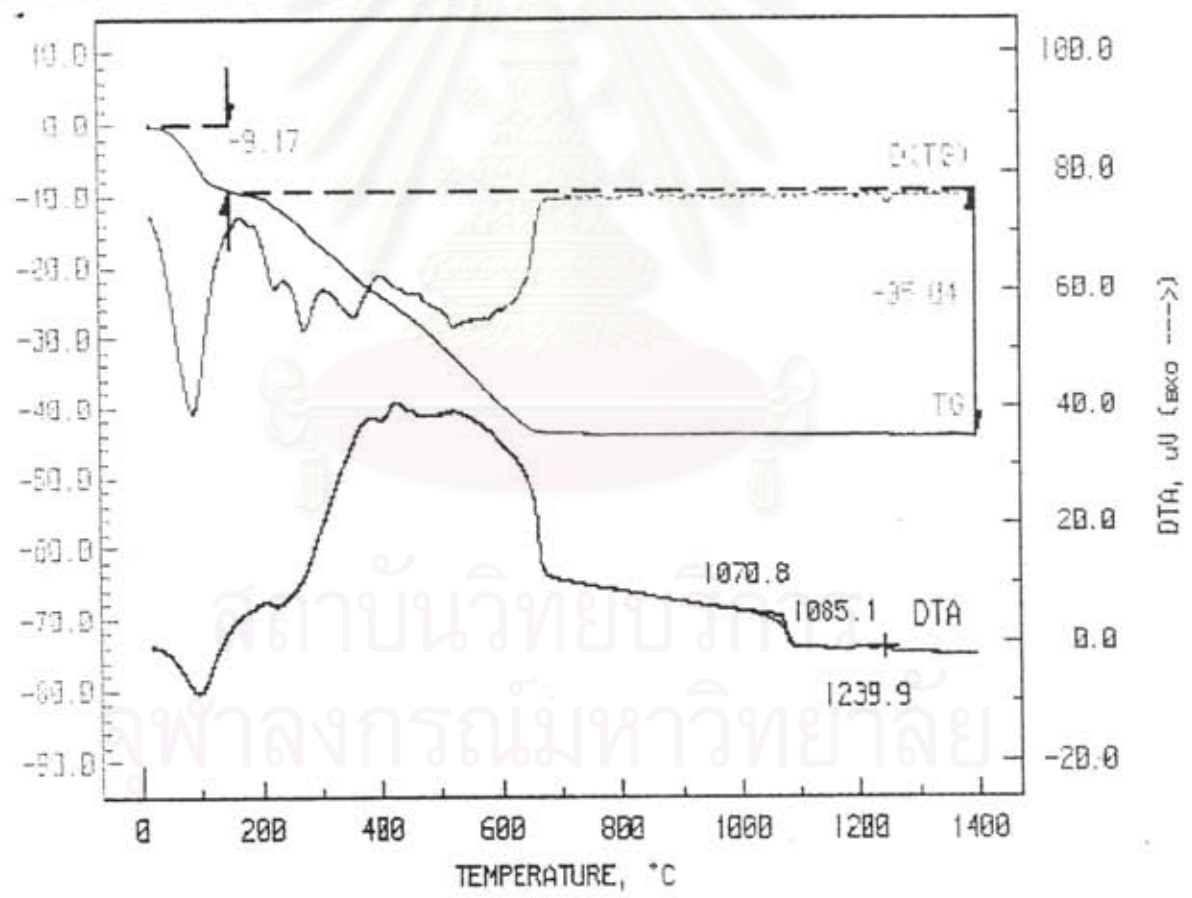
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณ catalyst และ initiator กับค่า idle time

4.5 พฤติกรรมการขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300, 1400 และ 1500 °C

เมื่อนำชิ้นงานมาการศึกษาพฤติกรรมเมื่อได้รับความร้อน ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1400 °C ด้วยวิธี Thermal Gravimetric Analysis เมื่อใช้อัตราการเพิ่มความร้อน 5 °C ต่อนาที ดังแสดงผลในรูปที่ 4.3

DATE : 24 Aug 1999
 TIME : 15:48:42
 PROJECT I.D. : SARINTORN
 TEST I.D. : N25
 SAMPLE : SILICA
 REFERENCE : AL2O3
 HEATING RATE : 5/0/20
 TEMP RANGE : 20/1400
 ATMOSPHERE : AIR/N2
 FLOW RATE : 40/30
 INSTRUMENT : NETZSCH STA 409 C

DESCRIPTION	SAMPLE	REFERENCE
WEIGHT	101.0	101.0
CHANNEL	RAW	COR.
TEMPERATURE	X	
MASS		010000
DTA		010000
d(TG)/dt	X	



รูปที่ 4.3 แสดงค่า TG, DTG และ DTA ของชิ้นงานเมื่อได้รับความร้อน

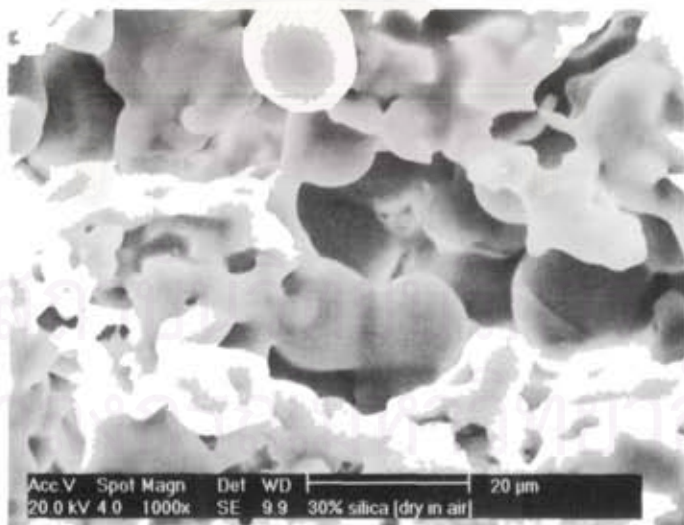
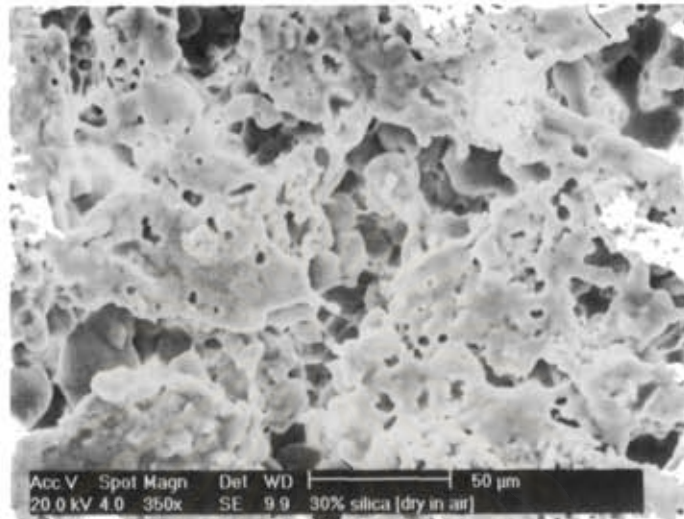
ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1400 °C

จากรูปที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า มวลของชิ้นงานเริ่มลดลงที่อุณหภูมิประมาณ 50 °C และลดลงอย่างรวดเร็วจนกระทั่งถึง 100 °C จากนั้นอัตราการสูญเสียมวลลดลง มวลของชิ้นงานที่ลดลงน่าจะเป็นผลมาจากความชื้นหรือน้ำในชิ้นงานระเหยออกไปเมื่อได้รับความร้อน และเมื่อให้ความร้อนเพิ่มขึ้นจนกระทั่งอุณหภูมิประมาณ 200 °C อัตราการสูญเสียมวลเพิ่มขึ้นอีกครั้งดูได้จากความชันของกราฟที่เพิ่มสูงขึ้น แสดงว่าสารโพลีเมอร์ในชิ้นงานถูกความร้อนเริ่มเกิดการสลายตัวกลายเป็นไอ และสารประกอบดังกล่าวสลายตัวหมดเมื่อได้รับความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 600 °C ดังจะเห็นได้จาก mass% ที่เริ่มคงที่

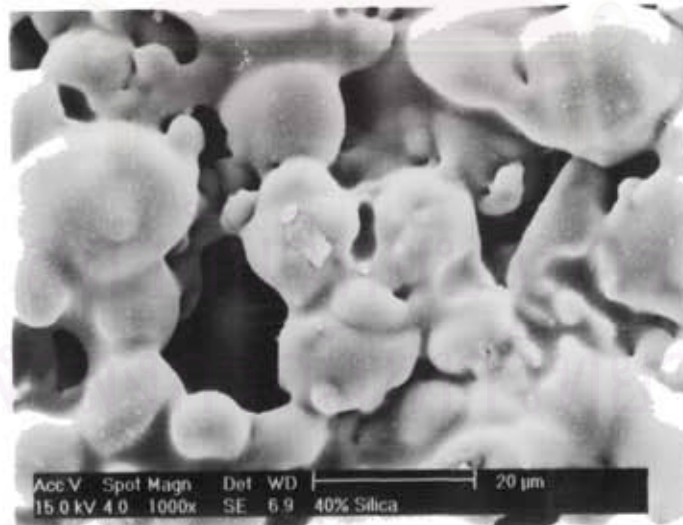
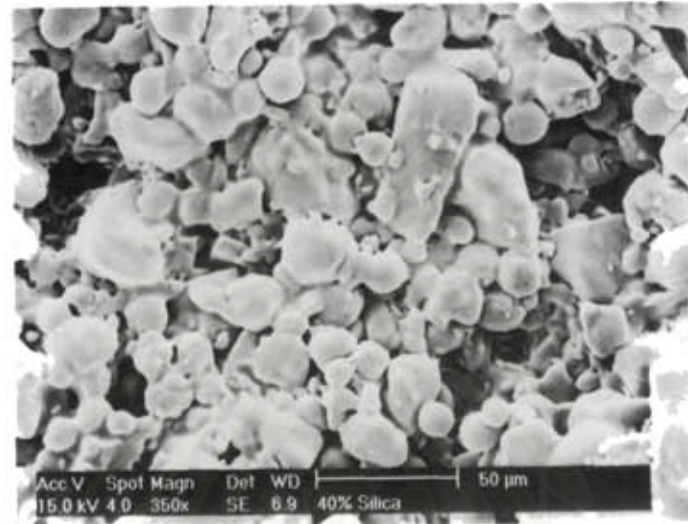
4.6 ผลการศึกษาจุลโครงสร้างของชิ้นงานหลังเผาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

เมื่อนำชิ้นงานที่มีซิลิกาเป็นส่วนผสม 30% 40% และ 50% หลังการซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 1 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาต่อนาที มาตรวจลอบลักษณะจุลโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า ดังรูปที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ

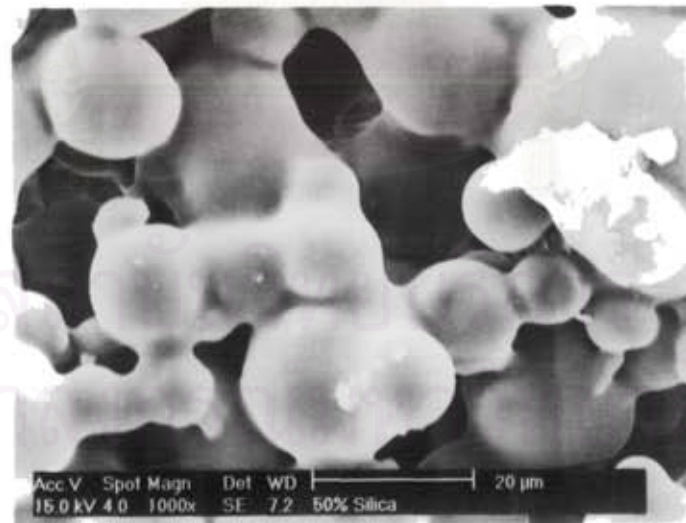
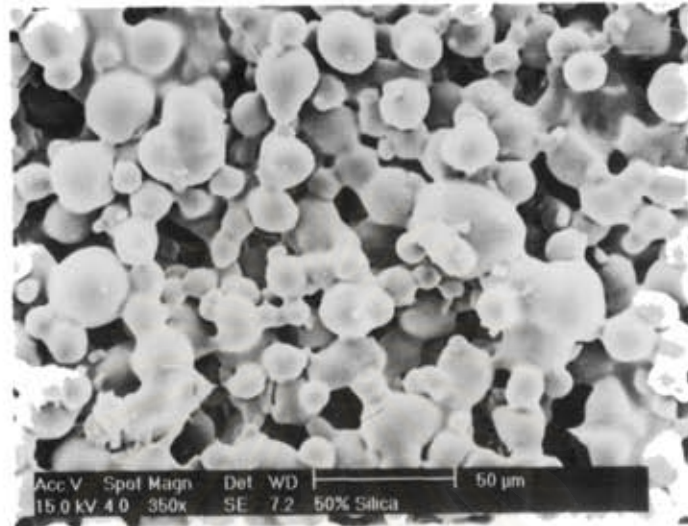
จะเห็นได้ว่า ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1,000 เท่า ชิ้นงานที่มีซิลิกา 30 % มีการกระจายตัวของช่องว่างไม่ดี โดยทั่วไปมีปริมาณช่องว่างมากชิ้นงานที่มีซิลิกา 40 และ 50 % และจากรูปที่ 4.6 ชิ้นงานที่มีซิลิกาผสมอยู่ 50 % การกระจายตัวของช่องว่างค่อนข้างสม่ำเสมอ แม้จะมีบางบริเวณที่มีขนาดช่องว่างมากกว่า 50 ไมครอน



รูปที่ 4.4 ลักษณะจุลโครงสร้างของชิ้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 30% ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า

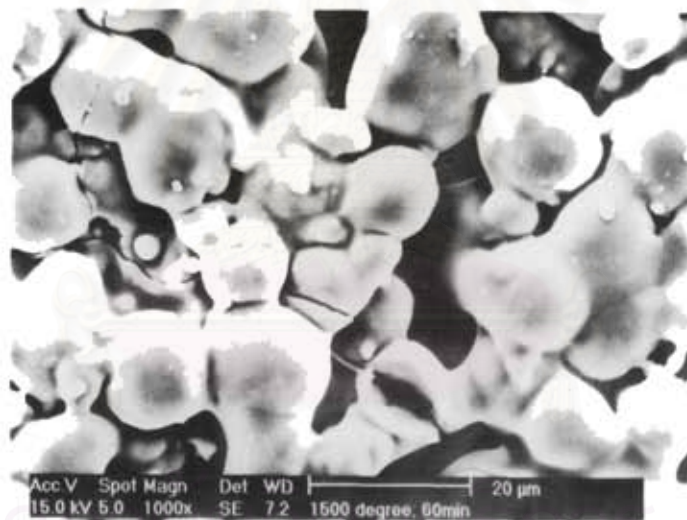


รูปที่ 4.5 ลักษณะจุลโครงสร้างของชั้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 40% ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า



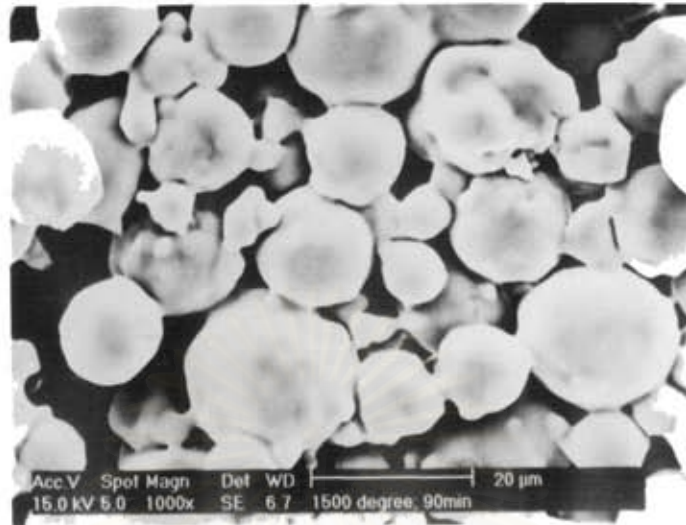
รูปที่ 4.6 ลักษณะจุลโครงสร้างของชั้นงานหลังเผาที่มีซิลิกา 50% ที่กำลังขยาย 350 เท่า และ 1000 เท่า

จากผลการทดลองข้างต้น จะเห็นได้ว่าจุลโครงสร้างของชิ้นงานยังมีช่องว่างไม่สม่ำเสมอ มีจำนวนมากและขนาดใหญ่ ซึ่งสัมพันธ์กับ %ของซิลิกา เมื่อ %ซิลิกาเพิ่มขึ้นขนาดและจำนวนช่องว่างจะลดลงตามลำดับ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้ 50 %Vol. ซิลิกา ในการศึกษาอุณหภูมิในการซินเทอร์ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1300 1400 และ 1500 °C พบว่าที่อุณหภูมิ 1300 °C และ 1400 °C ชิ้นงานหลังเผามีลักษณะเปราะแตกง่าย ในขณะที่เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C ชิ้นงานหลังเผามีลักษณะเรียบ แข็งแรง ไม่มีรอยแตก จึงเลือกเผาซินเทอร์ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500 °C ในการศึกษาเวลาการเผาที่ 60 90 และ 120 นาที ซึ่งแสดงจุลลักษณะดังรูปที่ 4.7, 4.8 และ 4.9 ตามลำดับ

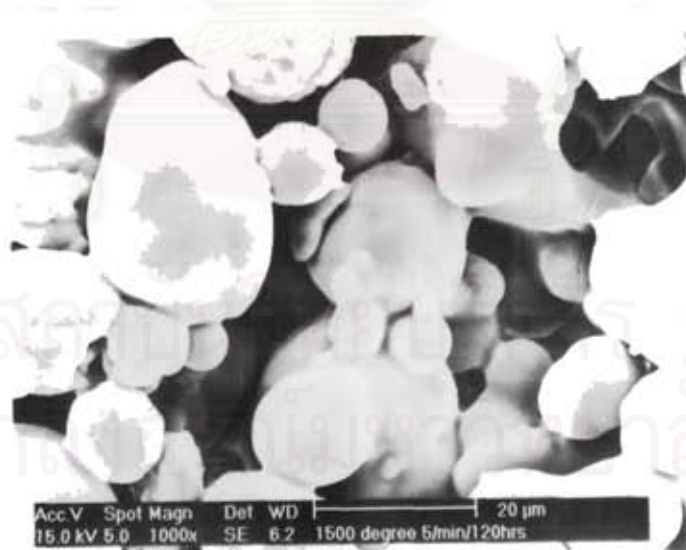


จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.7 แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 60 นาที
ที่กำลังขยาย 1000 เท่า



รูปที่ 4.8 แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 90 นาทีที่กำลังขยาย 1000 เท่า



รูปที่ 4.9 แสดงจุลลักษณะของชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 120 นาทีที่กำลังขยาย 1000 เท่า

จากรูปที่ 4.8 และ 4.9 พบว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C และเผาแช่เป็นเวลานาน 90 และ 120 นาที จะทำให้เกรนใหญ่ขึ้น เริ่มเกิดเฟสของแก้วปิดรูพรุนขนาดเล็ก ซึ่งไม่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานรวมทั้งสิ้นเปลี่ยนพลังงานอีกด้วย ดังนั้นในการศึกษานี้จึงเลือกใช้สภาวะการเผาขึ้นงานที่อุณหภูมิ 1500 °C นาน 60 นาที ในการเตรียมแผ่นกรองซิลิกา ดังจะได้แผ่นกรองขนาด 4.0 mm.หนา 2.5 – 3 mm. แสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 แผ่นกรองซิลิกาที่ผลิตขึ้น

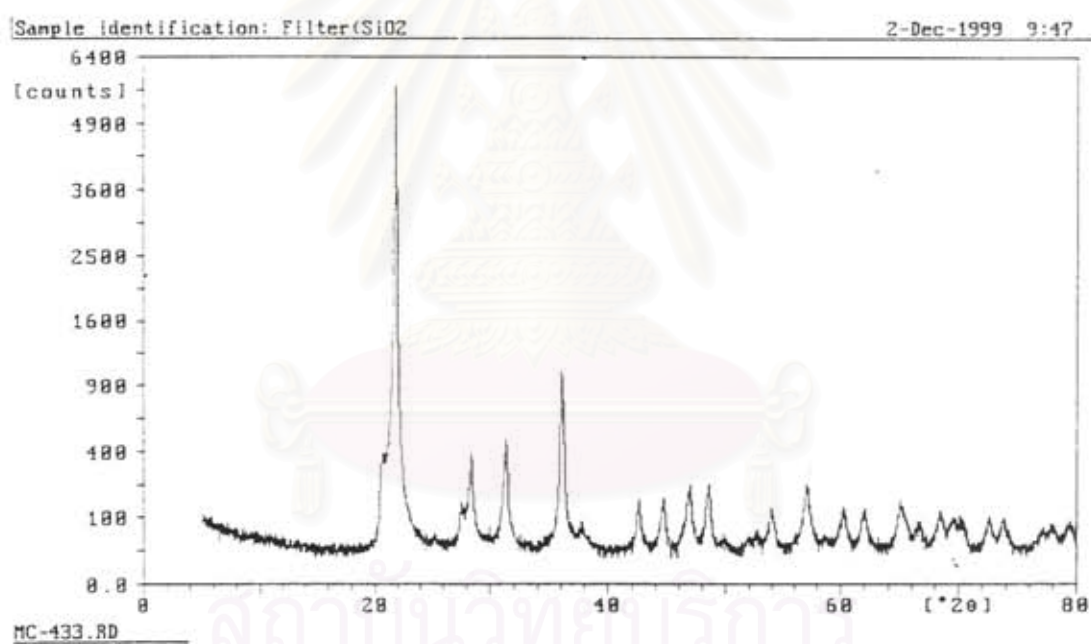
และการหาขนาดของรูพรุนด้วยการสุ่มวัดขนาดช่องว่างระหว่างอนุภาคหรือรูพรุน จากการส่องขยายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนี้ จะเห็นว่า รูพรุน โดยเฉลี่ยมีขนาดอยู่ในช่วงระหว่าง 1 –15 ไมครอน

4.7 ค่า % รูพรุนของแผ่นกรอง

จากการทดสอบและคำนวณหาค่า %รูพรุนของแผ่นกรองหลังเผาที่อุณหภูมิ 1500 °C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง จำนวน 5 ชิ้น จะได้ค่าเฉลี่ย %รูพรุน = 35.93 %

4.8 การตรวจสอบวัฏภาคของแผ่นกรองซิลิกาหลังเผา

เมื่อนำแผ่นกรองซิลิกาซึ่งผ่านการเผาที่ อุณหภูมิ 1500 °C มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer วัดค่าที่มุม 5-80 °2θ จะเห็นได้ว่า pattern ของ X-ray diffractogram ที่มีลักษณะ board ในรูปที่ 4.1 ซึ่งเป็นลักษณะของซิลิกาชนิดออสตรูาน เปลี่ยนไปเป็นพีคแหลมสูงที่มุมต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.11 เมื่อวิเคราะห์เปรียบเทียบกับฐานข้อมูล JCPD พบว่า pattern ดังกล่าวเป็นลักษณะของซิลิกาชนิด Cristoballite



รูปที่ 4.11 Diffractogram แสดงวัฏภาคของแผ่นกรองซิลิกาที่ได้จากการทดลอง

4.9 ผลการทดสอบประสิทธิภาพและความต้านทานการกรอง

จากการทดสอบประสิทธิภาพการกรองด้วยน้ำกลั่น ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ค่าความต้านทานการกรองของแผ่นกรอง

สารตัวอย่าง	ค่าความต้านทานการกรอง (1/cm)
ก่อนการใช้งาน	1.32×10^6
หลังการใช้งาน	2.43×10^6

ประสิทธิภาพในการกรองหลังการใช้งานลดลง 52.09 % โดยค่าความต้านทานการกรองเพิ่มขึ้นเป็น 1.84 เท่า และเมื่อทดสอบกรองเบียร์สดที่เวลาผ่านไปทุก 15 นาที พบว่า ปริมาตรของของเหลวที่ได้หลังการกรองจะลดลงตามลำดับดังแสดงในตารางที่ 4.6 อันเป็นผลเนื่องจากอนุภาคของแข็งเกิดการจับกันเป็นก้อนเล็ก ทำให้ขนาดของรูพรุนเล็กลง ปริมาตรของของเหลวที่ไหลผ่านจึงลดลง

ตารางที่ 4.6 ปริมาตรของเบียร์ที่ได้จากการกรองผ่านแผ่นกรอง

เวลา (min)	ปริมาตรของเบียร์ (ml)
15	8.50 ± 5.13
30	3.75 ± 0.50
45	3.40 ± 0.37
60	2.93 ± 0.41

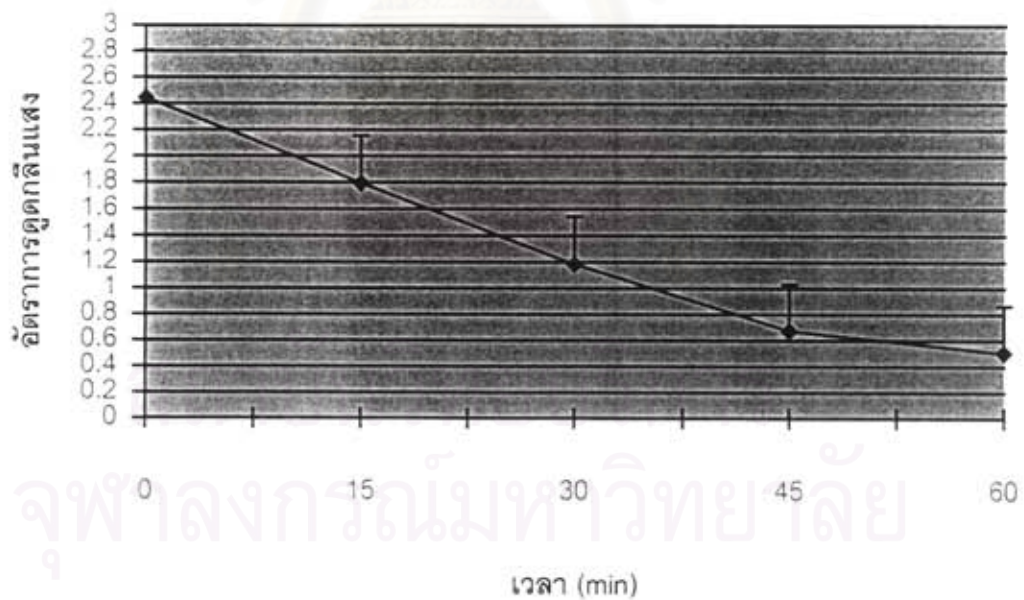
และเมื่อนำเบียร์ที่ผ่านการกรองมาวัดอัตราการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 480 nm จะเห็นว่าค่าการดูดกลืนแสงจะลดลงเมื่อเวลาผ่านไปอันเป็นผลจากการที่เกิดเค้กอุดตันบริเวณผิวหน้าของแผ่นกรอง รูพรุนมีขนาดเล็กลงทำให้อนุภาคที่จะผ่านแผ่นกรองได้ต้องมีขนาดเล็กลง ปริมาณของแข็งในของเหลวที่ผ่านการกรองมีปริมาณน้อยลงเป็นผลให้ค่าการดูดกลืนแสง



UV ที่ 480 nm ลดลงดังแสดงในตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.12 และเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไป 45-60 นาที

ตารางที่ 4.7 อัตราการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 480 nm ของเบียร์ที่ได้หลังจากการกรอง

เวลา (min)	อัตราการดูดกลืนแสง
blank	2.445
15	1.795±0.40
30	1.184±0.33
45	0.672±0.16
60	0.507±0.20



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาและอัตราการดูดกลืนแสง

บทที่ 5

อภิปรายและสรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองสกัดสารซิลิกาและทำให้แห้งโดยวิธีการสเปรย์ จะได้ซิลิกามีความบริสุทธิ์สูง 99.8 % ซึ่งใกล้เคียงกับผลการวิจัยการผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้นจากซีเด้าแกลบ นอกจากนี้ยังพบว่าซิลิกาเจลที่ได้มีความหนาแน่น 2.098 g/cm^3 ซึ่งใกล้เคียงกับทฤษฎี อนุภาคที่ได้มีลักษณะค่อนข้างกลม อยู่ในรูป อัดแน่น เมื่อนำมาขึ้นรูปแผ่นกรองโดยวิธีการ gelcasting ด้วยปฏิกิริยาโพลิเมอร์เซชันของ acryamide และ N N' methylene bis acrylamide จากการทดลองพบว่าช่วงเวลาในการเกิดเจลนั้นเป็นผลจากปริมาณของตัวเริ่มปฏิกิริยาและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเฉพาะตัวเริ่มปฏิกิริยา ดังนั้นปริมาณตัวเร่งและตัวเริ่มปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดเจลในช่วงเวลาประมาณ 30-40 นาที คือ 3.8 ml/L และ 1 % ของปริมาณโมโนเมอร์ ลักษณะของเจลที่เกิดมีความแข็งแรงและยืดหยุ่นได้ สะดวกต่อการถอดแบบ ขึ้นงานก่อนเผาแข็งแรงไม่แตกหักง่าย และปริมาณซิลิกาสูงสุดในส่วนผสม คือ 50 % โดยปริมาตร

ชิ้นงานที่ได้เมื่อนำไปศึกษาพฤติกรรมของการเปลี่ยนแปลงเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 50 - 1400 °C พบว่า เกิดปฏิกิริยาดูดความร้อน มวลของชิ้นงานลดลง เริ่มมีการสลายตัวของโพลีเมอร์ที่อุณหภูมิ ~ 100 °C จนกระทั่ง ~ 600 °C มวลของชิ้นงานคงที่ แสดงว่าการสลายตัวของโพลีเมอร์สิ้นสุดลง ดังนั้นในการเตรียมแผ่นกรองจึงเลือกสภาวะในการเผาแช่ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาการสลายตัวของโพลีเมอร์เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ สำหรับการเผาผืนนั้นได้ทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 1300 1400 และ 1500 °C พบว่า ที่อุณหภูมิ 1300 และ 1400 °C ชิ้นงานหลังเผาไม่มีความแข็งแรง เพราะแตกหักง่าย ชิ้นงานยังไม่สุกตัว แต่ที่อุณหภูมิ 1500 °C ชิ้นงานที่ได้มีผิวเรียบ มัน สุกตัวดี แข็งแรงไม่แตกหักง่าย และเมื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเวลาในการเผาแช่ที่ 60 90 และ 120 นาที พบว่า ที่ 60 นาที อนุภาคซิลิกาที่อยู่ใกล้กันจะเริ่มเกิดการรวมตัว เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 90 และ 120 นาที อนุภาคเกิดการรวมตัวกันมากขึ้นทำให้ขอบเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นดังจะเห็นได้จากผลการทดลอง ซึ่งปรากฏการณ์ดังกล่าวจะส่งผลให้พื้นที่ผิวของชิ้นงานลดลง ดังนั้นเวลาในการเผาแช่ในการศึกษาค้างนี้จึงใช้ 60 นาที

แผ่นกรองที่ได้หลังเผามีลักษณะเป็นแผ่นกลมสีขาว มีการกระจายตัวของรูพรุนอยู่ในช่วง 1-15 ไมครอน มีเปอร์เซ็นต์รูพรุนโดยเฉลี่ย 35.93 %

แผ่นกรองที่ได้เมื่อนำมาทดสอบการกรองเบียร์สด พบว่า ค่าการดูดกลืนแสงจะลดลงเมื่อเวลาในการกรองเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับทฤษฎีการกรองแบบเค้ก ที่ว่าเมื่อเวลาผ่านไปของแข็งที่ผสมอยู่ในของเหลวจะเกิดการจับตัวกันเป็นชั้นเค้กอยู่บนแผ่นกรองทำให้เกิดการอุดตัน ขนาดของรูพรุนเล็กลง อนุภาคที่จะผ่านแผ่นกรองลงไปได้ก็มีขนาดเล็กลงด้วย ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลงดังแสดงผลในหน้า 49 นอกจากนี้ยังทำให้ประสิทธิภาพการกรองลดลง โดยดูจากค่าความต้านทานการกรองเพิ่มขึ้นถึง 1.84 เท่า ดังนั้นในการใช้งานจริงหลังการกรองแล้วควรมีการทำความสะอาด และเพื่อให้ประสิทธิภาพการใช้งานดีควรนำแผ่นกรองดังกล่าวไปเผาไล่สิ่งเจือปนที่อุดตันรูพรุนออก



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 6

ข้อเสนอแนะ

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า สามารถเตรียมแผ่นกรองซีลีกาจากซีเด้ากลับได้ โดยวิธีการหล่อแบบซึ่งอาศัยช่วงเวลาสั้นในการขึ้นรูป หลีกเลี่ยงการใช้ตัวทำละลายออร์แกนิกอันเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมเพราะในกระบวนการขึ้นรูปนี้ใช้ระบบน้ำเป็นตัวทำละลาย รวมทั้งเทคนิคและเครื่องมือที่ใช้ง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่อย่างไรก็ตาม ประสิทธิภาพการกรอง และความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผา ซึ่งควรได้มีการศึกษาวิจัยปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดของรูพรุน และการกระจายของรูพรุน เพื่อใช้ในการควบคุมและเพิ่มประสิทธิภาพของแผ่นกรอง อันจะนำไปสู่การผลิตในเชิงการค้าต่อไป นอกจากนี้เทคนิคการขึ้นรูปดังกล่าว สามารถนำมาพัฒนาเพื่อใช้ในกระบวนการขึ้นรูปเซรามิกส์ที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ด้วย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- A. Chakraverty, P. Mishra and H.D. Banerjee, "Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica" *J.Mat.Sci.* Vol. 23, 21-24, 1988.
- A.C. Young, O.O. Omatete, M.A. Janney, and P.A. Menchhofer, "Gel casting of Alumina" *J.Am.Ceram.Soc.*, Vol. 74, 612-616, 1991.
- G. Bandyopadhyay and K.W. French "Effect of powder characteristics on injection molding and burnout cracking" *Am.Ceram.Soc.Bull.*, Vol. 73, 107-114, 1994.
- G.D. Parfit, *Dispersion of Powders in liquids*. 2nd ed., John Wiley and Sons, New York, 1973.
- G.Y. Onoda, Jr. and L.L. Hench., *Ceramic Processing before firing*. John Wiley and Sons, New York, 1978.
- J.A. Magies *Advances in ceramic* Vol. 9 : Forming of ceramics, U.S.A., 140-149, 1984.
- R.A. Terptrta, P.P.A.C. Pex and A.H. De Vries, *Ceramic Processing* Champman & Hall. U.K., 206-211, 1995.
- R.J. Young and P.A. Lovell *Introduction to Polymers*. 2nd ed., Chamoman & Hall, U.K., 1991.
- R.V. Iler , *The Chemistry of Silica*, John Wiley and Sons, New York, 1979.
- T.V. Coyle, "Silica (Introduction)" *Encyclopedia of Chemical Technology* (Kirk Othmer), 3rd ed., 20, 748-766, 1982.
- นุชนภา ตั้งบริบูรณ์ การผลิตแก้วซิลิกาความบริสุทธิ์สูงโดยเทคนิคไฮโดรเจล ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535
- ประภาศรี พันธุจรรยา การผลิตแผ่นกรองซิลิกาจากแกลบ วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2537
- ศุลกากร,กรม. สถิติการนำเข้าและส่งออกของกรมศุลกากร ปี 2539. กรุงเทพมหานคร : กรมศุลกากร, 2539
- ศุลกากร,กรม. สถิติการนำเข้าและส่งออกของกรมศุลกากร ปี 2540. กรุงเทพมหานคร : กรมศุลกากร, 2540

ศุลกากร,กรม. สถิติการนำเข้าและส่งออกของกรมศุลกากร ปี 2541. กรุงเทพมหานคร : กรมศุลกากร, 2541

สถิติแห่งชาติ,สำนักงาน. ประมวลข้อมูลสถิติที่สำคัญของประเทศไทย พ.ศ.2540. สำนักงานสถิติแห่งชาติ สำนักงานนายกรัฐมนตรี, 2540

โสภณ เริงสำราญ การผลิตชิลิกาเจลดูดความชื้นจากซีเมนต์ แกลบ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2540



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย