ชัยวัฒน์ คงมั่นกลาง : การสังเคราะห์ซิลิกาไลท์ และซิลิกาไลท์เมมเบรนจากแกลบข้าว โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล สำหรับการแยกเอทานอลออกจากสารละลายในน้ำ (HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF SILICALITE AND SILICALITE MEMBRANE FROM RICE HUSK FOR ETHANOL SEPARATION FROM AQUEOUS SOLUTION) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กุลวดี รังษีวัฒนานนท์, 97 หน้า.

ในการศึกษานี้ สามารถสังเคราะห์ซีโอไลท์ชนิดซิลิกาไลท์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 187 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันออโตจีเนียสจากเจลที่ประกอบด้วย ซิลิกา ด่าง น้ำ และแคตไอออนเอมีนอินทรีย์ที่ใช้เป็นเทมเพลต เถ้าแกลบความบริสุทธิ์สูงที่ใช้เป็นแหล่งของซิลิกาเตรียมได้จากการชะละลายแกลบข้าวด้วยกรดที่เหมาะสม และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซิลิกาเจลที่ได้จากเถ้าแกลบเตรียมขึ้นเพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์ และเพิ่มพื้นที่ผิวของซิลิกา ซิลิกาไลท์ที่มีความเป็นผลึกสูงสุดเตรียมได้เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ $NaOH/SiO_2$ $H_2O/NaOH$ และ $SiO_2/TPABr$ มีค่าเท่ากับ 0.24 1.55 และ 30 ตามลำดับ โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์เพียง 6 ชั่วโมง ซิลิกาไลท์ที่ได้จากซิลิกาเจลมีขนาดเล็กกว่าที่ได้จากเถ้าแกลบ และซิลิกาไลท์ที่เตรียมได้ทั้งหมดมีรูปร่างผลึกเป็นคอฟฟินและรูปลูกบาศก์

ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาไลท์ให้มีขนาดผลึกต่าง ๆ กันจากเถ้าแกลบ การสังเคราะห์ใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัลอย่างง่าย โดยใช้แหล่งซิลิกาจากเถ้าแกลบ โซเดียมซิลิเกตและโพแทสเซียมซิลิเกต ซึ่งโซเดียมซิลิเกตและโพแทสเซียมซิลิเกต เตรียมได้จากการละลายเถ้าแกลบด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ขนาดผลึกของซิลิกาไลท์สามารถเตรียมได้ในช่วง 3 ถึง 23 ไมครอน โดยการปรับอัตราส่วนโมล $NaOH:SiO_2$ หรือ $KOH:SiO_2$ ในระบบของ SiO_2-TPABr-NaOH/KOH-H_2O ผ่านกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 187 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ด้วยคุณสมบัติของซิลิกาไลท์ที่ดูดซับสารอินทรีย์ได้ดีจึงสามารถนำมาใช้ในการดูดซับและการแยกสารอินทรีย์ได้ จึงได้ศึกษาการแยกเอทานอลจากสารละลายผสมระหว่างเอทานอลน้ำด้วยซิลิกาไลท์เมมเบรนด้วยวิธีเพอเวพอเรชัน ได้สังเคราะห์ซิลิกาไลท์เมมเบรนบนแผ่นรองรับมัลไลท์รูพรุนจากสารละลายที่มีองค์ประกอบเจล $0.80KOH:SiO_2:0.03TPABr:123H_2O$ การเกิดผลึกของซิลิกาไลท์ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 2 ขั้น ที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 17 ชั่วโมง และ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการเพิ่มคุณสมบัติในการดูดซับสารอินทรีย์ซิลิกาไลท์เมมเบรนได้ถูกดัดแปรด้วย phenyltriethoxysilane (PhTES) โดยการรีฟลักซ์ซิลิกาไลท์เมมเบรนด้วย PhTES ในโทลูอีน ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้นำมาวิเคราะห์ลักษณะด้วยเทคนิค XRD XRF SEM N_2 adsorption-desorption analysis FT-IR laser particle size analysis และ ^{29}Si ^{27}Al NMR การแยกเอทานอลจากสารผสมเอทานอล/น้ำ ด้วยซิลิ-

กาไลท์เมมเบรนด้วยกระบวนการเพอเวพอเรชันของสารละลายเอทานอลที่มีความเข้มข้น ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าแฟคเตอร์การแยกและฟลักซ์ มีค่า 8.43 และ 0.42 $kg/m^2.h$ ตามลำดับ

สาขาวิชาเคมี ลายมือชื่อนักศึกษา_____

ปีการศึกษา 2557 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา_____

CHAIWAT KONGMANKLANG : HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF SILICALITE AND SILICALITE MEMBRANE FROM RICE HUSK FOR ETHANOL SEPARATION FROM AQUEOUS SOLUTION.
THESIS ADVISOR : ASST. PROF. KUNWADEE RANGSRIWATANANON, Ph.D. 97 PP.

RICE HUSK ASH/ SILICALITE/ ZSM-5/ SIZE CONTROLLED/ SILICALITE MEMBRANE

In this study, silicalite was hydrothermally synthesized at 187°C under autogeneous pressure from a gel composed of silica, alkaline, water and organic amine cation, which was used as a template. High purity rice husk ash (RHA), used as a silica source, was obtained from appropriate acid leaching and burning of the husk at 700°C for 4 h. Silica gel (SG) produced from rice husk ash was prepared to increase the purity and surface area. Silicalite with the highest crystallinity was obtained at a reaction time of only 6 h with the mole ratios of $NaOH/SiO_2$, $H_2O/NaOH$, and $SiO_2/TPABr$ of 0.24, 155, and 30, respectively. The particle size of the silicalite obtained from SG was smaller than that from RHA. The morphologies of all silicalite samples were coffin and cubic-like shape.

The facial hydrothermal synthesis of size-controlled silicalite crystals from rice husk ash was further studied. The silicalite was successfully obtained through the simplest hydrothermal method with the following materials as silica RHA, sodium silicate and potassium silicate (prepared by dissolving RHA with NaOH and KOH, respectively). Its crystal size could be easily tuned from 3 μm to 23 μm by adjusting

the molar ratio of $NaOH:SiO_2$ or $KOH:SiO_2$ in the system of SiO_2-TPABr-$NaOH/KOH-H_2O$ through the synthesis process with the temperature at 187°C for 6 h.

Due to the high hydrophobicity and organophilicity of silicalite, it is a promising material as a high capacity adsorbent in adsorption and separation processes. A pure silicalite membrane was hydrothermally synthesized on a porous support of mullite discs from clear solutions with a gel compositions of $0.80KOH:SiO_2:0.03TPABr:123H_2O$. Crystallization was carried out with 2 temperature stage of 90°C for 12 h and 170°C for 24 h. To improve the hydrophobicity, a modified silicalite membrane was prepared by refluxing silicalite membrane with PhTES in toluene at 80°C for 6 h. All of the products were characterized by XRD, XRF, SEM, N_2 adsorption-desorption analysis, FT-IR, laser particle size analysis, and ^{29}Si, ^{27}Al NMR. Separation of ethanol/water mixtures through the silicalite membrane was carried out by pervaporation. High ethanol permselectivity with a separation factor of 8.43 and flux of 0.42 kg/m^2h was achieved for a 5 wt% aqueous ethanol solution at 60°C.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

School of Chemistry Student's Signature_____

Academic Year 2014 Advisor's Signature_____