

## NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG CỦA MỘT SỐ YẾU TỐ ĐẾN QUÁ TRÌNH ĐIỀU CHẾ $\text{SiO}_2$ TỪ VỎ TRÁU

*Lê Tự Hải, Nguyễn Văn Bình\**

### TÓM TẮT

Ảnh hưởng của một số yếu tố đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ tro trấu, thu được sau khi đốt vỏ trấu ở  $800^\circ\text{C}$ , đã được nghiên cứu như ảnh hưởng của nồng độ NaOH, tỉ lệ rắn/lỏng, nhiệt độ và thời gian phản ứng. Điều kiện tối ưu để điều chế silic đioxit từ tro trấu là nồng độ NaOH 5,0 M; tỉ lệ rắn/lỏng: 1 gam tro trấu/20 ml dung dịch NaOH 5,0 M; nhiệt độ  $100^\circ\text{C}$ ; thời gian phản ứng 4 giờ. Cấu trúc tế vi, dạng tinh thể, diện tích bề mặt của  $\text{SiO}_2$  được khảo sát bằng phương pháp phổ hồng ngoại, ảnh hiển vi điện tử quét, phổ nhiễu xạ tia X và đo hấp phụ BET. Kết quả đo phổ hồng ngoại cho thấy xuất hiện liên kết của nhóm silanol tự do (Si-O-H) và nhóm siloxan (Si-O-Si). Phổ nhiễu xạ tia X và hấp phụ BET cho thấy  $\text{SiO}_2$  điều chế từ vỏ trấu có cấu trúc vô định hình và diện tích bề mặt  $108,96 \text{ m}^2/\text{g}$ .

**Từ khóa:** vỏ trấu, tro trấu, silic đioxit, hấp phụ, môi trường.

### 1. Đặt vấn đề

Vật liệu hấp phụ mao quản trung bình đã được phát hiện vào những năm đầu thập niên 60 của thế kỷ 20 và đến nay nhiều loại vật liệu mao quản trung bình đã được chế tạo và ứng dụng trong các ngành khoa học như: môi trường, nông nghiệp, công nghiệp,... [1, 2]. Trong các loại vật liệu mao quản trung bình thì silica ( $\text{SiO}_2$ ) và các dạng biến tính của nó đã được nghiên cứu và ứng dụng trong hấp phụ xúc tác, xử lý môi trường.

Vật liệu hấp phụ silica có thể được điều chế từ tro trấu, một phế phẩm của ngành nông nghiệp trồng lúa. U. Kalapathy, A. Proctor, J. Shultz đã nghiên cứu điều chế  $\text{SiO}_2$  tinh khiết từ tro trấu bằng phương pháp xử lý kiềm và kết tủa axit [3]. Supitcha Rungrdonimitchai và các cộng sự đã nghiên cứu ảnh hưởng của năng lượng vi sóng đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ tro trấu [4]. Seyed Mahmoud Mehdinia và cộng sự [5] đã tách silica từ vỏ trấu để ứng dụng làm vật liệu hấp phụ khí  $\text{H}_2\text{S}$ . Jong Sung Kim, Soonwoo Chah and Jongheop Yi [6] đã nghiên cứu biến tính silica làm vật liệu hấp phụ một số ion kim loại nặng như  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ , ... trong nước.

Việt Nam là một nước nông nghiệp với ngành nghề truyền thống là chuyên canh cây lúa nước. Hàng năm lượng vỏ trấu trong công nghiệp xay xát lúa thải vào môi trường rất lớn, nên cần có phương án xử lý chúng một cách hợp lý và hiệu quả để tránh gây ô nhiễm môi trường; đồng thời đây cũng là nguồn nguyên liệu tự nhiên dồi dào để chế tạo ra một loại vật liệu hấp phụ có giá trị.

Trong công trình này, chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của một số yếu tố đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu và khảo sát một số đặc tính hóa lý của nó.

## 2. Phương pháp nghiên cứu

Nguyên liệu vỏ trấu lấy ở huyện Hương Trà – tỉnh Thừa Thiên Huế và được rửa sạch.

Quy trình điều chế SiO<sub>2</sub> từ vỏ trấu như sau: Vỏ trấu lấy từ nhà máy xay xát được rửa sạch các tạp chất và phơi khô. Đốt cháy hoàn toàn vỏ trấu thu được tro trấu và nung tro trấu ở 800<sup>0</sup>C đến khối lượng không đổi. Tro trấu được cho vào cốc thủy tinh rồi thêm dung dịch NaOH để tiến hành phản ứng. Sau khi phản ứng xong, lọc lấy dung dịch rồi thêm HCl 3M vào cho đến môi trường axit thì thu được gel. Rửa sạch gel bằng nước cất nhiều lần đến môi trường trung tính để loại bỏ các chất bẩn. Gel được sấy ở 100<sup>0</sup>C trong 24 giờ, rồi nung ở 550<sup>0</sup>C trong 2 giờ sẽ thu được silic đioxit.

Thành phần các nguyên tố trong vỏ trấu, tro trấu sau khi nung ở 800<sup>0</sup>C và silic đioxit điều chế từ vỏ trấu được xác định độ tinh khiết bằng phương pháp phân tích EDX - PYC 406/11 và các đặc tính hóa lý như phổ IR, SEM, XRD, BET tại Viện Khoa học Vật liệu – Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

## 3. Kết quả thảo luận

### 3.1. Thành phần các nguyên tố trong vỏ trấu và tro trấu

Kết quả xác định thành phần các nguyên tố của vỏ trấu và tro trấu được trình bày ở bảng 1.

**Bảng 1.** Thành phần một số nguyên tố của vỏ trấu và tro trấu

Nguyên tố	Phần trăm về khối lượng (%)	
	Vỏ trấu	Tro trấu
C	34,82	1,60
O	51,51	48,69
H	3,34	0,00
Na	0,06	0,17
Mg	0,13	0,31
Si	9,20	45,30
S	0,09	0,05
Cl	0,22	0,19
K	0,26	2,32

Ca	0,12	0,67
Mn	0,11	0,38
Al	0,14	0,32

Bảng 1 cho thấy, trong vỏ trấu hàm lượng của các nguyên tố cacbon, oxi, hiđro và silic tương đối lớn; hàm lượng của các nguyên tố khác không đáng kể.

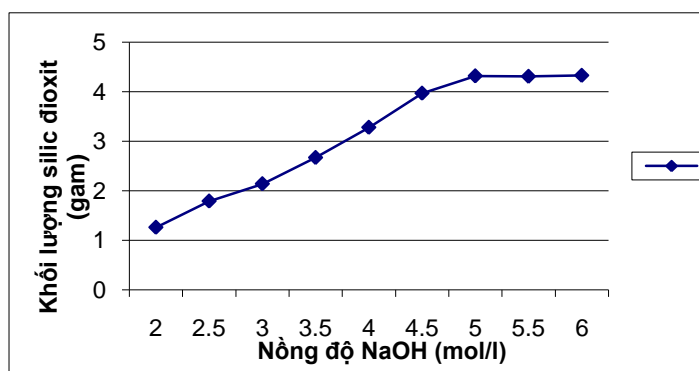
Hàm lượng nguyên tố silic trong vỏ trấu tương đối cao chiếm 9,20% (tương ứng với 19,71%  $\text{SiO}_2$ ), nên thuận lợi cho quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu. Trong tro trấu hàm lượng  $\text{SiO}_2$  97,07%.

### 3.2. Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

#### 3.2.1. Ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

Ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu được tiến hành như quy trình ở trên.

Tiến hành phản ứng với 5,0 gam tro trấu ở  $100^\circ\text{C}$ , thời gian nung 3,5 giờ và 100 ml dung dịch NaOH có nồng độ thay đổi: 2,0M; 2,5M; 3,0M; 3,5M; 4,0M; 4,5M; 5,0M; 5,5M; 6,0M. Kết quả ảnh hưởng của nồng độ NaOH được trình bày ở hình 1.



**Hình 1.** Ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu

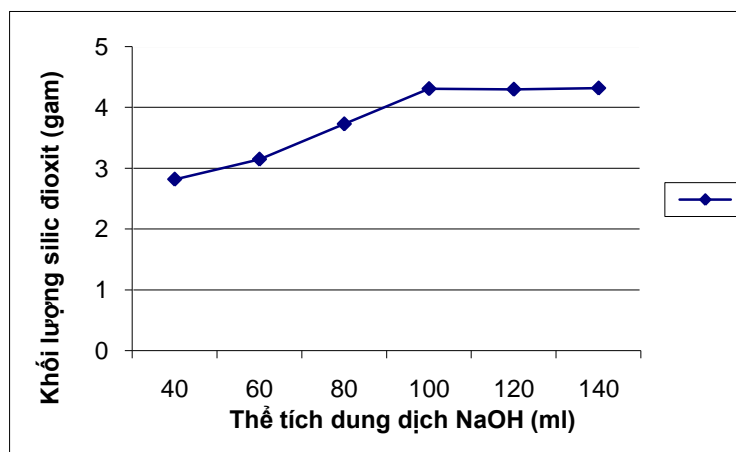
Hình 1 cho thấy, khi tăng nồng độ NaOH (từ 2,0M đến 5,0M) thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được tăng lên nhanh, nhưng khi nồng độ NaOH từ 5,0M trở lên thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được hầu như không đổi. Nguyên nhân là do  $\text{SiO}_2$  tan trong dung dịch NaOH tạo  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  và phản ứng xảy ra mạnh khi tăng nồng độ chất tham gia phản ứng NaOH. Tuy nhiên, khi nồng độ NaOH lớn hơn 0,5 M thì lượng  $\text{SiO}_2$  thu được tăng không đáng kể. Do đó, dung dịch NaOH có nồng độ tối ưu 5,0 M được chọn để điều

chế silic đioxit.

### 3.2.2. Ảnh hưởng của tỉ lệ rắn – lỏng đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

Ảnh hưởng của tỉ lệ rắn – lỏng đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ phản ứng  $100^\circ\text{C}$ , thời gian nung 3,5 giờ và thể tích dung dịch NaOH 5,0 M thay đổi: 40ml, 60ml, 80ml, 100ml, 120ml, 140ml.

Kết quả thu được trình bày ở hình 2.



**Hình 2.** Ảnh hưởng tỉ lệ rắn – lỏng đến quá trình điều chế  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu

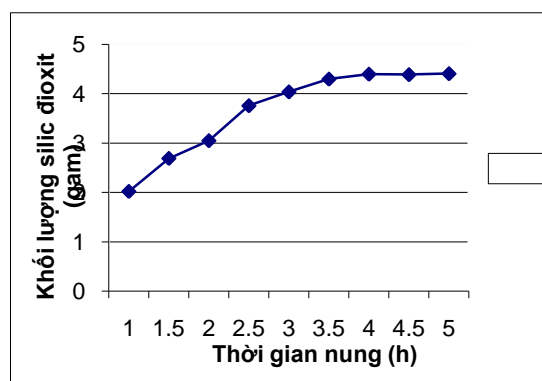
Kết quả thu được cho thấy, khi tăng thể tích dung dịch NaOH (từ 40ml đến 100ml) thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được tăng lên nhanh, nhưng khi thể tích NaOH từ 100ml trở lên thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được hầu như không đổi. Như vậy, tỉ lệ rắn/lỏng tối ưu là 5,0 gam tro trấu/100 ml dung dịch NaOH 5,0 M.

### 3.2.3. Ảnh hưởng của thời gian nung đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

Ảnh hưởng của thời gian nung được thay đổi từ 1,0 giờ, 1,5 giờ, 2,0 giờ, 2,5 giờ, 3,0 giờ, 3,5 giờ, 4,0 giờ, 4,5 giờ, 5,0 giờ trong điều kiện nhiệt độ phản ứng  $100^\circ\text{C}$ , tỉ lệ rắn/lỏng là 5 g tro trấu/100ml NaOH 5,0M.

Kết quả thu được trình bày ở hình 3.

Hình 3 cho thấy, khi tăng thời gian nung (từ 1,0 giờ đến 4,0 giờ) thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được tăng lên nhanh nhưng khi thời gian nung từ 4,0 giờ trở đi thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được hầu như không đổi. Vì vậy, thời gian nung tối ưu để điều chế  $\text{SiO}_2$  từ tro



**Hình 3.** Ảnh hưởng của thời gian nung đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

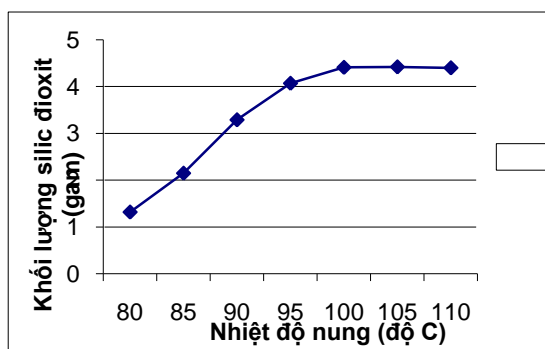
trấu là 4,0 giờ.

### 3.2.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến hiệu suất điều chế  $\text{SiO}_2$  từ tro trấu được khảo sát trong điều kiện tỉ lệ rắn/lỏng là 5 g tro trấu/100ml NaOH 5,0M, thời gian 4 giờ.

Kết quả thu được trình bày ở hình 4.

Hình 4 cho thấy, khi tăng nhiệt độ nung (từ  $80^\circ\text{C}$  đến  $100^\circ\text{C}$ ) thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được tăng lên nhanh nhưng khi nhiệt độ nung từ  $100^\circ\text{C}$  trở lên thì khối lượng  $\text{SiO}_2$  thu được hầu như không đổi. Vì vậy, nhiệt độ nung tối ưu để điều chế  $\text{SiO}_2$  từ tro trấu là  $100^\circ\text{C}$ .



**Hình 4.** Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến quá trình điều chế silic đioxit từ vỏ trấu

### 3.3. Kết quả xác định độ tinh khiết và một số đặc tính hóa lý của silic đioxit

#### 3.3.1. Độ tinh khiết của silic đioxit

Kết quả xác định độ tinh khiết của  $\text{SiO}_2$  được trình bày ở bảng 2.

**Bảng 2.** Kết quả xác định độ tinh khiết của  $\text{SiO}_2$

Nguyên tố	Phần trăm về khối lượng (%)
C	0,06
O	53,25
Si	46,59
Na	0,04
Cl	0,06

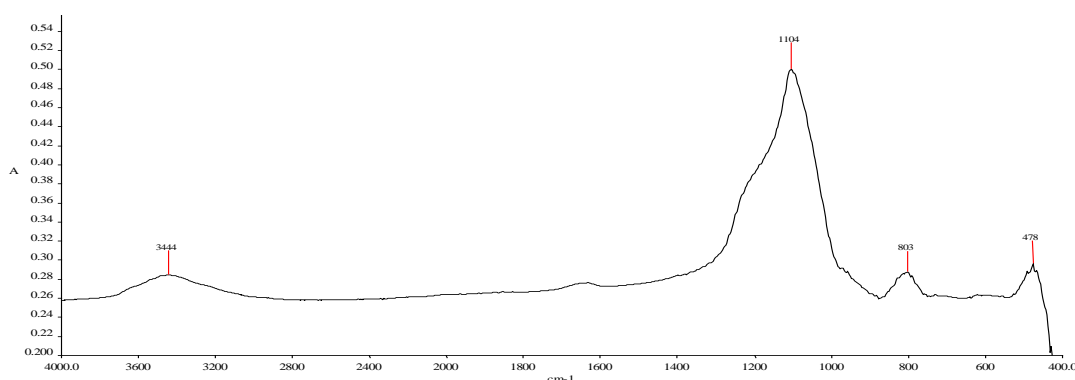
Như vậy, trong mẫu  $\text{SiO}_2$  điều chế được, hàm lượng của các nguyên tố silic và oxi

khá cao và đạt 99,84%.

### 3.3.2. Kết quả xác định một số đặc tính hóa lý của silic đioxit

#### a) Phổ hồng ngoại (IR)

Phổ hồng ngoại của mẫu silic đioxit được đo trên quang phổ kế hồng ngoại GX – PerkinElmer – USA. Kết quả đo phổ được trình bày ở hình 6.



**Hình 6.** Phổ hồng ngoại (IR) của silic đioxit

Phổ IR cho thấy xuất hiện các pic đặc trưng ở  $3444\text{ cm}^{-1}$ ,  $1104\text{ cm}^{-1}$ ,  $803\text{ cm}^{-1}$  và  $478\text{ cm}^{-1}$ . Trong đó pic ở  $3444\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động kéo căng nhóm O-H gắn trong nhóm silanol tự do (Si-O-H). Pic ở  $1104\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của nhóm siloxan (Si-O-Si). Pic ở  $803\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động của cả nhóm SiOH. Pic ở  $478\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động biến dạng góc trong nhóm siloxan (Si-O-Si).

#### b) Ảnh SEM

Ảnh SEM của  $\text{SiO}_2$  được trình bày ở hình 7.

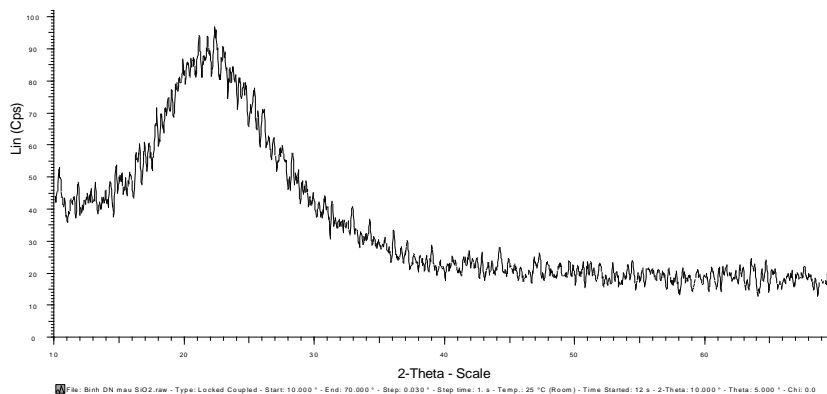


### Hình 7. Ảnh SEM của silic đioxit

Ảnh SEM cho thấy SiO<sub>2</sub> điều chế từ vỏ trấu có cấu trúc xốp cao và có thể dùng làm chất hấp phụ tốt.

#### c) Phổ nhiễu xạ tia X (XRD)

Kết quả đo XRD của SiO<sub>2</sub> được trình bày ở hình 8.

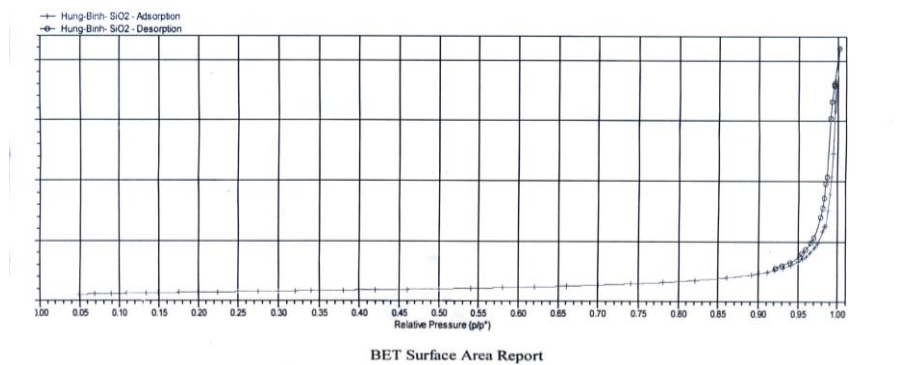


Hình 8. Phổ XRD của silic đioxit

Phổ XRD cho thấy chỉ có một pic xuất hiện ở góc 2θ bằng 22° nhưng cường độ rất thấp (<100cps), nên có thể khẳng định rằng silic đioxit điều chế từ vỏ trấu tồn tại ở dạng vô định hình.

#### d) Kết quả đo BET

Kết quả đo BET của SiO<sub>2</sub> được trình bày ở hình 9.



Hình 9. Giản đồ BET của silic đioxit

Silic đioxit có diện tích bề mặt riêng BET là 108,96 m<sup>2</sup>/g, đường kính mao quản trung bình 311,21 Å<sup>0</sup>. Diện tích bề mặt riêng và đường kính trung bình của silic đioxit là khá lớn nên thuận lợi cho quá trình hấp phụ.

## 4. Kết luận

- Hàm lượng nguyên tố silic trong vỏ trấu tương đối cao 9,20% (tương ứng với 19,71% SiO<sub>2</sub>), nên thuận lợi cho quá trình điều chế SiO<sub>2</sub> từ vỏ trấu.

Trong tro trấu hàm lượng  $\text{SiO}_2$  97,07%.

- Điều kiện tối ưu để điều chế silic đioxit từ tro trấu: nồng độ NaOH 5,0 M; tỉ lệ rắn/lỏng: 1 gam tro trấu/20 ml dung dịch NaOH 5,0 M; thời gian nung 4 giờ; nhiệt độ nung  $100^\circ\text{C}$ .

-  $\text{SiO}_2$  điều chế từ vỏ trấu có độ tinh khiết 99,84%, cấu trúc vô định hình, độ xốp cao, diện tích bề mặt riêng BET  $108,96 \text{ m}^2/\text{g}$ , đường kính mao quản trung bình  $311,21 \text{ \AA}$ .

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Võ Thị Thanh Châu, Phạm Đình Dũ, Đinh Quang Khiếu, Trần Thái Hòa (2008), “Nghiên cứu tổng hợp vật liệu mao quản trung bình MCM-41 với nguồn silic đioxit được điều chế từ vỏ trấu”, *Tạp chí hóa học và ứng dụng*, 5(77), tr. 47-49.
- [2] Nguyễn Hữu Phú (1998), *Giáo trình hấp phụ và xúc tác bề mặt vật liệu xúc tác vô cơ mao quản*, Nhà xuất bản Khoa Học và Kỹ Thuật, Hà Nội.
- [3] U. Kalapathy, A. Proctor, J. Shultz (2000), A simple method for production of pure silica from rice hull ash, *Bioresource Technology* 73, 257-262.
- [4] Supitcha Rungdominitchai et al (2009), Preparation of silica gel from rice husk ash using microwave heating, *Journal of Metals, Materials and Minerals*, Vol.19(2), 45-50.
- [5] Seyed Mahmoud Mehdinia et al (2011), Synthesize and characterization of rice husk silica to remove the hydrogen sulfide through the physical filtration system, *Asian Journal of Scientific Research* 4(3), 246-254.
- [6] Jong Sung Kim, Soon Woo Chah and Jong Heop Yi (2000), Preparation of modified silica for heavy metal removal, *Korean J. Chem. Eng.*, 17(1), 118-121.

## A STUDY ON THE INFLUENCE OF SOME FACTORS ON THE PRODUCTION OF $\text{SiO}_2$ FROM RICE HUSK

*Le Tu Hai, Nguyen Van Binh*

*The University of Danang - University of Science and Education*

### ABSTRACT

The influence of some factors such as NaOH concentration, ratio of rice husk ash (RHA)/NaOH solution, temperature, time of reaction on the production of silica  $\text{SiO}_2$  from rice husk ash, obtained after the heat treatment of rice husk at  $800^\circ\text{C}$ , has been studied. The optimum conditions for preparation of silica from rice husk ash were NaOH 5.0 M; 1 g of RHA/100 ml NaOH 5.0 M; temperature  $100^\circ\text{C}$ ; time of reaction 4 hours. The morphology, crystal structure, surface area of  $\text{SiO}_2$  were investigated by IR, SEM, XRD and BET. The infrared spectra data supported the presence of hydrogen bonded silanol group and the siloxane groups in silica. X-ray diffractograms and diffraction pattern showed that the obtained silica was amorphous. The specific surface area was found to be  $108.96 \text{ m}^2/\text{g}$ .

**Keywords:** Rice husk, rice husk ash, silica, absorption, environment.



\*PGS.TS.Lê Tụ Hải, Khoa Hóa, Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng  
Nguyễn Văn Bình, Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng