



การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจากเศษเปลือกไข่ไก่

ทีปกร พรไชย

เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม

กุมภาพันธ์ 2561

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม



การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจากเศษเปลือกไข่ไก่

ทีปกร พรไชย

เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม

กุมภาพันธ์ 2561

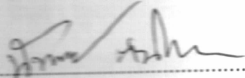
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม






คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของนายทีปกร พรไชย
แล้วเห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม


คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


.....
(ผศ.ดร.นิพนธ์ ดันไพบูลย์กุล)

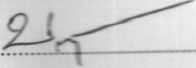
ประธานกรรมการ
(อาจารย์บัณฑิตศึกษาประจำคณะ)


.....
(ผศ.ดร.อภิพงษ์ ทุมคำ)

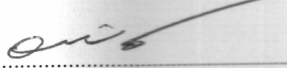
กรรมการ
(อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก)


.....
(อาจารย์ ดร.ยุติ ไชยเชษฐ์)

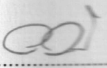
กรรมการ
(อาจารย์บัณฑิตศึกษาประจำคณะ)


.....
(อาจารย์ ดร.มลฤดี เขารัตน์)

กรรมการ
(อาจารย์บัณฑิตศึกษาภายนอกคณะ)



.....
(ผศ.ดร.วุฒิกกร สายแก้ว)

กรรมการ
(ผู้ทรงคุณวุฒิ)



.....
(อาจารย์ ดร.อัจฉรา อิ่มคำ ทุมคำ)

กรรมการ
(ผู้ทรงคุณวุฒิ)

มหาวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม


.....
(ผศ.ดร.ยรรยงค์ อินทร์ม่วง)

คณบดีคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์


.....
(ศ.ดร.ประดิษฐ์ เทอดทูล)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่ 15 เดือน ก.พ. พ.ศ. 2561



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ได้รับทุนจากบริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) ร่วมกับโครงการพัฒนานักวิจัยและงานวิจัยเพื่ออุตสาหกรรม (พวอ.) ระดับปริญญาโทปีงบประมาณ 2557 และทุนอุดหนุนการวิจัยระดับบัณฑิตศึกษา มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ปีงบประมาณ 2559

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความกรุณาและความช่วยเหลืออย่างสูงยิ่งจากผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิพงษ์ พุฒคำ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลักผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิพนธ์ ตันไพบูลย์กุล ประธานกรรมการ และอาจารย์บัณฑิตศึกษาประจำคณะ อาจารย์ ดร.ยุวดี ไชยเชษฐ์ อาจารย์บัณฑิตศึกษาประจำคณะ อาจารย์ ดร.มลฤดี เขาวรัตน์ อาจารย์บัณฑิตศึกษาภายนอกคณะ อาจารย์ดร.อัจฉรา อิมคำ พุฒคำ ผู้ทรงคุณวุฒิ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วุฒิกกร สายแก้ว ผู้ทรงคุณวุฒิ ที่กรุณาให้คำปรึกษา ชี้แนะการดำเนินงานวิจัยตลอดจนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณโรงผลิตลูกไก่เนื้อในเครือบริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการนำเปลือกไข่ไก่มาใช้เป็นวัตถุดิบหลักในงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ คณะเภสัชศาสตร์ และคณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยมหาสารคาม และคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวรที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือและอุปกรณ์วิทยาศาสตร์

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณทุกท่านที่ให้ความเอื้อเฟื้อในด้านต่างๆ ตลอดงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ทีปกร พรไชย



ชื่อเรื่อง	การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจากเศษเปลือกไข่ไก่		
ผู้วิจัย	นายทีปกร พรไชย		
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	สาขาวิชา	เทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิพงษ์ พุฒคำ		
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม	ปีที่พิมพ์	2561

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากเศษเปลือกไข่ไก่จากอุตสาหกรรมเพาะพันธุ์ไก่พ่อ-แม่พันธุ์เพื่อนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสในสถานะที่มีอากาศระยะเวลา 1 ถึง 4 ชั่วโมง โดยวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่ ผลจากการศึกษาสารประกอบออกไซด์ (X-Ray Fluorescence: XRF) และโครงสร้างผลึกออกไซด์ (X-Ray Diffraction: XRD) แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนจากไข่ไก่เป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์จากระยะเวลาแคลไซน์ 1 ถึง 4 ชั่วโมง โดยมีความบริสุทธิ์ของแคลเซียมออกไซด์ที่ร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์เปลือกไข่ไก่ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) พบว่าแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จะมีลักษณะพื้นผิวเป็นรูปทรงคล้ายแท่งดัมเบลล์ การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Brunauer-Emmett-Teller Method: BET) ของแคลเซียมออกไซด์ด้วยการดูดซับแก๊สไนโตรเจนที่ -195 องศาเซลเซียส พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแคลเซียมออกไซด์ลดลงเมื่อระยะเวลาแคลไซน์ที่นานขึ้น โดยมีพื้นที่ผิวจาก 11.4 ± 0.07 ตารางเมตรต่อกรัม ลดลงเหลือเพียง 1.5 ± 0.03 ตารางเมตรต่อกรัม จากระยะเวลาที่นานขึ้น 1 ถึง 4 ชั่วโมง พื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) คือ 15.9 ± 0.08 ตารางเมตรต่อกรัม และพื้นที่ผิวที่ได้จากวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis) สูงที่สุดคือ 47.9 ± 0.32 ตารางเมตรต่อกรัม ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าระยะเวลาการแคลไซน์เป็นหนึ่งในปัจจัยที่กำหนดคุณสมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ นอกจากนี้การศึกษานี้ยังเป็นสถานะใหม่ที่เหมาะสมในการผลิตแคลเซียมออกไซด์จากเศษเปลือกไข่ไก่ซึ่งเป็นของเสียอุตสาหกรรมซึ่งมีคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่เปรียบได้กับแคลเซียมออกไซด์ทางการค้า

คำสำคัญ: เปลือกไข่ไก่, แคลเซียมออกไซด์, ตัวเร่งปฏิกิริยา



TITLE Synthesis of High Specific Surface Area of Calcium Oxide (CaO) from Chicken Eggshell Waste

AUTHOR Mr. Teepakorn Pornchai

DEGREE Master of Science **MAJOR** Environmental Technology

ADVISORS Assist. Prof. Apipong Putkam, PhD

UNIVERSITY Mahasarakham University **YEAR** 2018

ABSTRACT

In this study, eggshell wastes from hatchery industrial plant were carefully-calcined under air-atmosphere at 800 °C in the ranges of 1 to 4 hour. Then both physical and chemical properties of calcium oxide derived from calcination of eggshell wastes. The X-Ray Fluorescence results and the X-Ray Diffraction patterns indicate that all calcination times completely transformed the eggshell wastes to be a crystalline calcium oxide phase with about 98 % w/w purity of calcium oxide. The Scanning Electron Microscope characterization results indicate rod-liked porous surface on the obtained calcium oxide and size of surface pore are slightly increased with increasing of calcination times. The Brunauer-Emmett-Teller Method surface area of the obtained calcium oxides was determined by N₂ adsorption experiment at -195 °C. This experiment showed that surface area of the obtained calcium oxides is rapidly decreased from 11.4±0.07 to 1.5±0.03 m²/g with increasing of calcination times from 1 to 4 hour surface area of calcium oxide form Hierarchical Structure 15.9±0.08 m²/g and surface area from Template Synthesis with the highest 47.9±0.32 m²/g. These results indicate that calcination time is one of the factors determining both physical and chemical properties of calcium oxide. Additionally, this present study also provides a new optimum condition to produce calcium oxide from industrial-eggshell wastes with both physical and chemical properties comparable to commercial calcium oxide.

Keywords: Eggshell, Calcium oxide, Catalyst



สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญประกอบภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ไข่ (Egg)	5
2.2 คุณสมบัติและการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์	9
2.3 การปรับปรุงพื้นที่ผิวโดยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)	19
2.4 การปรับปรุงพื้นที่ผิวโดยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)	21
2.5 เครื่องมือและการวิเคราะห์คุณสมบัติ	24
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	31
3.1 เศษเปลือกไข่ไก่	31
3.2 สารเคมี	31
3.3 อุปกรณ์	31
3.4 การเตรียมเศษเปลือกไข่ไก่	32
3.5 การแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่	33
3.6 การศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้าง แบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)	34
3.7 การศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)	36



สารบัญ

	หน้า
3.8 เครื่องมือและการวิเคราะห์คุณลักษณะ	40
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปราย	42
4.1 การเตรียมเศษเปลือกไข่	42
4.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 °C ต่อคุณลักษณะทางกายภาพและเคมีของแคลเซียมออกไซด์	44
4.3 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)	56
4.4 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)	58
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	66
5.1 สรุปผลการวิจัย	66
5.2 ข้อเสนอแนะ	67
เอกสารอ้างอิง	68
ภาคผนวก	72
ภาคผนวก ก ตัวอย่างภาพประกอบในงานวิจัย	73
ภาคผนวก ข วารสารงานวิจัย	78
ประวัติย่อผู้วิจัย	91



สารบัญตาราง

	หน้า	
ตาราง 2.1	คุณสมบัติทั่วไปของแคลเซียมออกไซด์	9
ตาราง 2.2	พิกของผลึกแคลเซียมออกไซด์โดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) จากวัสดุดิบต่างๆ	15
ตาราง 2.3	เปรียบเทียบสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์	18
ตาราง 4.1	สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างในการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์ เศษเปลือกไข่ไก่	44
ตาราง 4.2	ผลการวิเคราะห์ของการหาพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน	51
ตาราง 4.3	พิกของเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์โดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction	52
ตาราง 4.4	องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์โดยวิเคราะห์ด้วย เครื่อง X-ray fluorescence spectrophotometer	53
ตาราง 4.5	แสดงช่วงเลขที่คลื่น Infrared (IR) เทียบหมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมออกไซด์	54
ตาราง 4.6	ผลการวิเคราะห์ความแรงเบสโดยการเทียบสี	56
ตาราง 4.7	สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอล	58
ตาราง 4.8	ผลการศึกษาพื้นที่ผิวการสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เอทิลีนไกลคอล	59
ตาราง 4.9	สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างที่ใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ	60
ตาราง 4.10	ผลการศึกษาขนาดโมเลกุลแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากการใช้ แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ	61
ตาราง 4.11	ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่จะส่งผลต่อพื้นที่ผิวตัวอย่าง จากการใช้ไอโซโพรพานอล	62
ตาราง 4.12	พิกของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction	64



สารบัญภาพประกอบ

	หน้า
ภาพประกอบ 2.1 โครงสร้างของไข่	5
ภาพประกอบ 2.2 ภาพตัดขวางของโครงสร้างเปลือกไข่ไก่	7
ภาพประกอบ 2.3 กราฟ TGA และ DTG ของ (a) เปลือกไข่, (b) หอยเชอร์รี่ และ (c) หอยตลับลาย	11
ภาพประกอบ 2.4 (a) อุณหภูมิและเวลาในการให้ความร้อนต่อขนาดอนุภาคแคลเซียมออกไซด์ (b) อุณหภูมิและเวลาในการให้ความร้อนต่อพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์	12
ภาพประกอบ 2.5 SEM ของแคลเซียมออกไซด์จาก (a) เปลือกไข่, (b) หอยเชอร์รี่, (c) หอยตลับลาย และ (d) หินปูน	13
ภาพประกอบ 2.6 XRD ของเปลือกไข่ไก่แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200 – 1000 °C	14
ภาพประกอบ 2.7 XRD ของเปลือกหอยตลับลายแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700 – 1000 °C	15
ภาพประกอบ 2.8 FTIR spectra ของ (a) CM-CaO, (b) Ca(OH) ₂ และ (c) CaO-500	16
ภาพประกอบ 2.9 FTIR spectra ของเปลือกไข่แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 900 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง	16
ภาพประกอบ 2.10 ปริมาณเอสเทอร์โดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยตลับลายแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700 – 1000 °C	17
ภาพประกอบ 2.11 การปรับปรุงพื้นผิวของ MgO โดยวิธีการรวมตัวเป็น โครงสร้างแบบลำดับชั้น	19
ภาพประกอบ 2.12 แผนผังการปรับปรุงพื้นผิวของ MgO โดยวิธีการรวมตัวเป็น โครงสร้างแบบลำดับชั้น	20
ภาพประกอบ 2.13 แสดงแนวคิดการสังเคราะห์แบบปรับด้วยตัวแม่แบบ	21
ภาพประกอบ 2.14 การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวเป็นตัวแม่แบบ	22
ภาพประกอบ 2.15 รูปแบบการจัดเรียงตัวของโมเลกุลโดยใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวแม่แบบ	22
ภาพประกอบ 2.16 กลไกปฏิกิริยาไฮเดรชัน (a) วิธีใช้เฉพาะน้ำแบบธรรมดา, (b) วิธีใช้น้ำร่วมกับแอลกอฮอล์ และ (c) วิธีใช้น้ำร่วมกับสารลดแรงตึงผิว	23
ภาพประกอบ 2.17 แสดงการดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ	26
ภาพประกอบ 2.18 แสดงการดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ	26
ภาพประกอบ 2.19 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ กับความดันสัมพัทธ์	27
ภาพประกอบ 3.1 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเศษเปลือกไข่	32



สารบัญภาพประกอบ

	หน้า
ภาพประกอบ 3.2 แผนผังการทดลองการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์ เศษเปลือกไข่	33
ภาพประกอบ 3.3 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็น โครงสร้างแบบลำดับขั้น	35
ภาพประกอบ 3.4 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1	36
ภาพประกอบ 3.5 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 2	37
ภาพประกอบ 3.6 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 3	39
ภาพประกอบ 4.1 ลักษณะของเศษเปลือกไข่ไก่อ่อนและหลังกระบวนการแยก เฉพาะเปลือกไข่ไก่	43
ภาพประกอบ 4.2 ลักษณะของเศษเปลือกไข่ไก่ในกระบวนการบดและหลัง จากการร่อนผ่านตะแกรง	43
ภาพประกอบ 4.3 ลักษณะแคลเซียมออกไซด์ที่ได้หลังจากการแคลไซน์	44
ภาพประกอบ 4.4 กราฟ TGA thermogram ของเปลือกไข่	45
ภาพประกอบ 4.5 ภาพถ่ายเปลือกไข่จากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 8,000 เท่า	46
ภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 8,000 เท่าของ a) CaO[1hr], b) CaO[2hr], c) CaO[3hr] และ d) CaO[4hr]	47
ภาพประกอบ 4.7 ขนาดอนุภาคของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	48
ภาพประกอบ 4.8 การกระจายตัวขนาดอนุภาคของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	48
ภาพประกอบ 4.9 การกระจายตัวของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	49
ภาพประกอบ 4.10 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของเปลือกไข่ไก่ และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	50



สารบัญภาพประกอบ

	หน้า
ภาพประกอบ 4.11 พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี BET ของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	50
ภาพประกอบ 4.12 XRD ของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	52
ภาพประกอบ 4.13 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ด้วยเครื่อง FTIR	54
ภาพประกอบ 4.14 ภาพแสดงผลการวิเคราะห์ความแรงเบสโดยการเทียบสี	55
ภาพประกอบ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมออกไซด์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) กำลังขยาย 8,000 เท่า	57
ภาพประกอบ 4.16 พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี BET ของสารประกอบแคลเซียมออกไซด์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นก่อนการแคลไซน์ (สัญลักษณ์CaO[SNC]) และหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง (สัญลักษณ์CaO[SN800])	57
ภาพประกอบ 4.17 การกระจายตัวขนาดรูพรุนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากการใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ วิธีที่ 3	61
ภาพประกอบ 4.18 กราฟ TGA thermogram ของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล	63
ภาพประกอบ 4.19 XRD ของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล	64
ภาพประกอบ ก-1 สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (เติมก๊าซ)	74
ภาพประกอบ ก-2 สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (ให้ความร้อน)	74
ภาพประกอบ ก-3 ลักษณะตัวอย่างหลังจากการกรองวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น	75
ภาพประกอบ ก-4 ตัวอย่างหลังจากสังเคราะห์วิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น	75
ภาพประกอบ ก-5 วิธีทำวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)	76
ภาพประกอบ ก-6 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA)	76
ภาพประกอบ ก-7 เครื่องวิเคราะห์ Laser Diffraction Particle Size Analyzer	77
ภาพประกอบ ก-8 เครื่องวิเคราะห์ X-Ray Diffraction (XRD)	77



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ในปัจจุบันความเจริญก้าวหน้าทางอุตสาหกรรมการผลิตได้พัฒนาอย่างรวดเร็ว สินค้าที่มีคุณภาพตามมาตรฐานสากลคงไม่เพียงพอ เนื่องจากปัจจุบันได้มีการคำนึงถึงสิ่งแวดล้อมในขั้นตอนการผลิตสินค้า เพราะนอกจากจะเป็นการลดปัญหามลพิษในกระบวนการผลิตยังช่วยส่งเสริมภาพลักษณ์ของผู้ผลิตและตัวผลิตภัณฑ์ ซึ่งทำให้เพิ่มประสิทธิภาพในการแข่งขันกับผลิตภัณฑ์อื่นๆ อีกด้วย เช่น ผลิตภัณฑ์ติดฉลากเขียว (Green label) (สำนักงานสิ่งแวดล้อมภาคที่ 16, 2557) และฉลากรอยเท้าคาร์บอน (องค์การบริหารจัดการก๊าซเรือนกระจก, 2557) เป็นต้น

กากของเสียอุตสาหกรรมที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิตการบำบัดและการกำจัดมักจะถูกนำมาใช้ในการแก้ปัญหา แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการบำบัดและกำจัดนั้นต้องมีค่าใช้จ่ายจึงทำให้ต้นทุนการผลิตนั้นสูงขึ้นทำให้ปัจจุบันมีแนวทางที่จะลดของเสียจากกระบวนการผลิตหรือแปรรูปของเสียเพื่อกลับมาใช้ประโยชน์ในกระบวนการอื่นๆ ควบคู่กับการบำบัดและการกำจัดของเสีย โดยอุตสาหกรรมผลิตลูกไก่เนื้อในปี 2557 บริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) ตำบลพลับพลา อำเภอลำทะเมนชัย จังหวัดนครราชสีมา มีการผลิตไก่เนื้อประมาณ 90 ล้านตัว พบว่าของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตก็คือเปลือกไข่ไก่ประมาณ 660 ตัน/ปี และต้องใช้งบประมาณในการกำจัดโดยวิธีการฝังกลบประมาณ 8,000,000 บาท/ปี อีกทั้งยังเกิดปัญหาในการสรรหาพื้นที่ฝังกลบ และหากฝังกลบสิ่งที่เกิดขึ้นคือก๊าซมีเทนซึ่งส่งผลกระทบต่อรอยเท้าคาร์บอนในผลิตภัณฑ์อีกด้วย จึงเป็นสิ่งสำคัญที่จะต้องมีความรู้ใหม่ในการจัดการปัญหาเปลือกไข่ไก่

เปลือกไข่ไก่มีส่วนประกอบที่สำคัญคือ ผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) เป็นองค์ประกอบหลักถึง 96.0% ของน้ำหนักเปลือกไข่ (Hincke et al., 2012) จึงทำให้เปลือกไข่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายรูปแบบ เช่น ในอุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมยาง เป็นส่วนผสมอาหารสัตว์ในอุตสาหกรรมปศุสัตว์ เป็นต้น (กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและเหมืองแร่, 2547) แต่หากนำเปลือกไข่ไก่ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ก็จะได้แคลเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ (Wei et al., 2009) สามารถใช้ประโยชน์ได้หลายรูปแบบ เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล (Viriya-empikul et al., 2012) ใช้เป็นตัวดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (พนิชาติพวรรณ และอมรชัยอารมณ์วิชานพ, 2559) สารดูดความชื้น สารปรับสภาพของดินและน้ำที่เป็นกรด (วิชัย ดำรงโกคภณธ์, 2555) เป็นต้นโดยข้อดีในส่วนของ การนำแคลเซียมออกไซด์ไปใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซลก็คือ แคลเซียมออกไซด์นั้นเป็นตัวเร่ง



ปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์จึงสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้หลายครั้ง ง่ายต่อการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ ลดน้ำเสียในขั้นตอนการล้างแยกผลิตภัณฑ์ ส่วนข้อดีของการนำมาใช้เป็นตัวดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ก็คือ ขนาดผลึกของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกไข่มีขนาดเล็กกว่าแคลเซียมออกไซด์เชิงพาณิชย์ และอัตราในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้แคลเซียมออกไซด์เชิงพาณิชย์ช้ากว่าและให้ค่าการดูดซับที่ต่ำกว่าแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกไข่ (พนิชา ทิพวรรณ และอมรชัย อารณณ์วิชานพ, 2559) แต่อย่างไรก็ตามการใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นตัวดูดซับและอื่นๆ ยังมีข้อด้อยหรือข้อจำกัดโดยวิธีการที่จะเพิ่มประสิทธิภาพแคลเซียมออกไซด์อาจทำได้โดยการสังเคราะห์ให้มีขนาดอนุภาคระดับนาโน เพิ่มพื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) วิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างลำดับชั้น (Hierarchical Structure) และวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis) เป็นต้น โดยข้อมูลที่ได้จากการศึกษาการปรับปรุงพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Tian et al., 2013) พบว่าพื้นที่ผิวแมกนีเซียมออกไซด์ที่ได้จากการปรับปรุงสูงถึง 148 ตารางเมตร/กรัม จึงทำให้วิธีนี้เป็นที่น่าสนใจที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นกระบวนการปรับปรุงพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์เนื่องจากแมกนีเซียมออกไซด์และแคลเซียมออกไซด์อยู่ในกลุ่มของโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธ (Alkaline-earth Metals) จึงเป็นที่คาดหวังว่าจะทำให้แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวที่สูงใกล้เคียงกับแมกนีเซียมออกไซด์จากการศึกษา และอีกวิธีที่น่าสนใจในการปรับปรุงพื้นที่ผิวแคลเซียมออกไซด์ก็คือ กระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis) เนื่องจากสามารถออกแบบพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นด้วยตัวแม่แบบที่นำมาใช้ในการศึกษา

จากข้อมูลที่ได้ผู้วิจัยมีความสนใจศึกษาระยะเวลาในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เนื่องจากยังไม่มีการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมก่อนที่จะนำแคลเซียมออกไซด์เข้าสู่วิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างลำดับชั้น (Hierarchical Structure) และวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis) เพื่อให้ได้แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่มีประสิทธิภาพที่จะนำไปใช้ประโยชน์ให้ด้านต่างๆ อีกทั้งยังช่วยลดปัญหาสิ่งแวดล้อมและเพิ่มมูลค่าของเปลือกไข่ไก่

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

1.2.2 เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)

1.2.3 เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)



1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 เปลือกไข่ไก่ นำมาจากบริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) ตำบลพลับพลา อำเภอลำทะเมนชัย จังหวัดนครราชสีมา

1.3.2 ระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสได้แก่ 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

1.3.3 ใช้แคลไซน์ออกไซด์ที่ได้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์แคลไซน์ออกไซด์โดยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) และวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)

1.3.4 วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีโดยมีรายละเอียดดังนี้

1.3.4.1 คุณลักษณะทางกายภาพ

1) วิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนของเปลือกไข่ไก่ด้วยเครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)

2) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) โดยใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

3) ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Laser Diffraction Particle Size Analyzer)

4) วิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิคการดูดซับก๊าซไนโตรเจนและคำนวณด้วยวิธี Brunauer-Emmett-Teller Method (BET)

1.3.4.2 คุณลักษณะทางเคมี

1) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction; XRD)

2) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrophotometer; XRF)

3) วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer; FTIR)

4) วิเคราะห์ความแรงเบสด้วยวิธี Hammett Indicators Method



1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงอิทธิพลของระยะเวลาต่อคุณสมบัติขนาดอนุภาค และพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

1.4.2 ทราบถึงคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) และวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)

1.4.3 สามารถนำเปลือกไข่ไก่ที่เป็นวัสดุเหลือทิ้งสังเคราะห์เป็นแคลเซียมออกไซด์ที่มีประสิทธิภาพและนำไปใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด

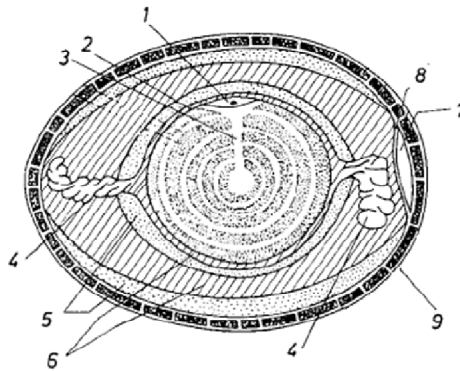


บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไข่ (Egg)

ไข่เป็นวัตถุดิบที่สำคัญในกระบวนการผลิตอาหารทั้งในระดับครัวเรือนและในระดับอุตสาหกรรมเนื่องจากไข่มีราคาถูกกว่าเนื้อสัตว์และอุดมไปด้วยสารอาหาร ได้แก่ โปรตีน 16.68% ไขมัน 13.26% เกลือแร่ 1.09% วิตามินบี 0.58% รวมทั้งวิตามินอีและดี (วิชัย ดำรงโกคภักดิ์, 2555) จึงเป็นที่นิยมในการบริโภคไข่เนื่องจากสามารถนำมาปรุงอาหารโดยตรงหรือเป็นวัตถุดิบร่วมในเมนูอาหารต่างๆ โดยข้อมูลในปี พ.ศ. 2556 ประเทศไทยมีการผลิตไข่ไก่สู่ผู้บริโภคและอุตสาหกรรมอาหารถึง 11,086 ล้านฟอง และยังไม่รวมถึงเปลือกไข่จากการผลิตลูกไก่เนื้อ โดยมีการผลิตไก่เนื้อ 1,104.05 ล้านตัว (สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร, 2557) ซึ่งองค์ประกอบและโครงสร้างของไข่ไก่นั้นแบ่งเป็น 3 ส่วนหลักๆก็คือ ไข่แดง ไข่ขาว และเปลือกไข่ โดยใช้ประโยชน์จากไข่แดงและไข่ขาวคิดเป็น 89% ของน้ำหนักไข่ทั้งฟอง และส่วนที่เหลือทั้งคือเปลือกไข่ร้อยละ 11% ของน้ำหนักไข่ทั้งฟอง (ศิริประภา ชัยเนตร และคณะ, 2556) ที่ประกอบไปด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต 96% สารอินทรีย์ 2% แมกนีเซียม ฟอสฟอรัส และธาตุอื่นๆ อีก 2% ของน้ำหนักเปลือกไข่แห้ง (Hincke et al., 2012)



ที่มา: วิชัย ดำรงโกคภักดิ์ (2555)

- (1) จุดเจริญ (germinal disc), (2) เยื่อหุ้มไข่แดง (yolk membrane), (3) ไข่แดง (egg yolk),
- (4) ขั้วไข่ (chalaza), (5) ไข่ขาวชั้นนอกและชั้นใน (albumen thin gel), (6) ไข่ขาว (albumen thick gel), (7) ช่องอากาศ (air cell), (8) เยื่อเปลือกไข่ (shell membrane), (9) เปลือกไข่ (egg shell)

ภาพประกอบ 2.1 โครงสร้างของไข่



2.1.1 โครงสร้างและองค์ประกอบของเปลือกไข่

เปลือกไข่มีลักษณะโค้งลดหลั่นกันตามแนวรัศมีจากศูนย์กลางไข่ ประกอบด้วย 2 ส่วนคือ ส่วนอินทรีย์สารทำหน้าที่เชื่อมต่อระหว่างเซลล์ (Organic Matter) เป็นโปรตีนแบบเดียวกับพังผืดและกระดูก (Collagen-like) อีกส่วนเป็นส่วนประกอบของอนินทรีย์สารพวกแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึก 6 เหลี่ยม และส่วนประกอบของแมกนีเซียมกับฟอสฟอรัส เมื่อขยายภาพเปลือกไข่ทำให้แบ่งโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ได้เป็นส่วนๆ จากด้านบนลงล่าง ได้ดังนี้

2.1.1.1 เคลือบผิวไข่ (Cuticle) เป็นชั้นที่อยู่บนผิวนอกของเปลือกไข่หนาประมาณ 0.5-12.8 ไมโครเมตร เมื่อขยายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนจะปรากฏรอยแยกจำนวนมากบนพื้นผิว เพราะเคลือบผิวไข่มีหน้าที่อุดรูพรุนที่ผิวด้านนอกป้องกันการสูญเสียน้ำและการบุกรุกของจุลินทรีย์ ประกอบด้วยโปรตีนร้อยละ 85-87 คาร์โบไฮเดรตร้อยละ 3.5-4.4 ไขมันร้อยละ 2.5-3.5 และเถ้าร้อยละ 3.5 ประกอบกันเป็นอินทรีย์สารทรงกลมเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 ไมโครเมตร

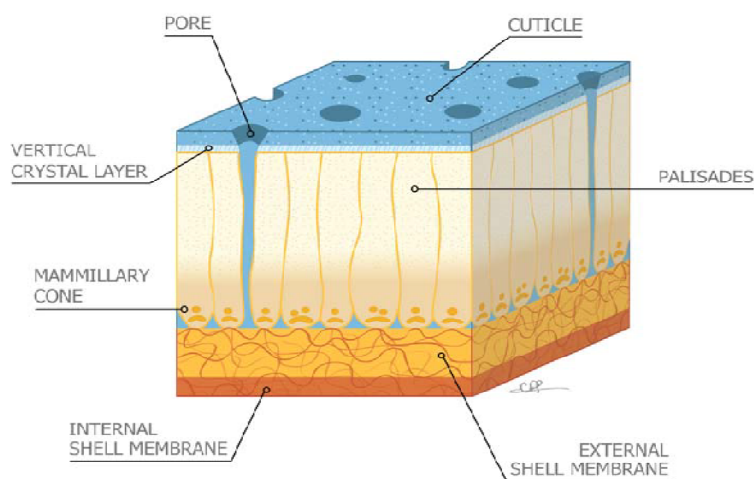
2.1.1.2 เปลือกไข่ชั้นนอก (Palisade Layer) เป็นชั้นที่แคลเซียมคาร์บอเนตเรียงตัวกันอย่างหนาแน่นในรูปของผลึก Calcite และจัดเรียงตัวตามแนวตั้งอยู่บนเมตริกซ์อินทรีย์ (Organic Matrix) ซึ่งเป็นสารพวก Protein Acid Mucopolysaccharide Complex ที่ประกอบด้วยโปรตีนร้อยละ 70 พอลิแซคคาไรด์ประมาณร้อยละ 11 ที่แบ่งเป็น Chondroitin Sulphate A และ B ประมาณร้อยละ 35 และกรดยูโรนิกในรูปกรดไฮยาลูโรนิกประมาณร้อยละ 20 โดยองค์ประกอบเหล่านี้ทำให้เมตริกซ์อินทรีย์ประกอบของหมู่คาร์บอกซิล (COOH) หมู่เอมีน (NH₃) และหมู่ซัลเฟต (SO₃) สามารถจับไอออนของโลหะหนักได้ (Chelating ions) เช่น เมตริกซ์อินทรีย์ของไข่ไก่จับไอออนเหล็กด้วยหมู่คาร์บอกซิล (COOH) ที่พบมากใน Mucopolysaccharide ของเยื่อเปลือกไข่โดยปกติเมตริกซ์อินทรีย์จะประกอบกันเป็นเส้นใยละเอียด (fine fibrils) หนา 0.01 ไมโครเมตร ยาว 10 ไมโครเมตร พบกระจายอยู่ทั่วทั้งเปลือกแต่จะพบมากที่สุดที่ใกล้กับส่วน Mammillary Core หรือส่วนเยื่อเปลือกไข่ประมาณ 2/3 ของเมตริกซ์ทั้งหมดและจะน้อยลดหลั่นกันออกมาจนถึงชั้นนอกซึ่งมีเส้นใยเมตริกซ์น้อยที่สุดเปลือกไข่ชั้นนอกมีลักษณะคล้ายฟองน้ำเพราะประกอบด้วยรูพรุนจำนวนมากตั้งแต่ 7,000-17,000 รู ที่เชื่อมโยงจากผิวนอกเข้าไปถึงเยื่อเปลือกไข่เพื่อเป็นทางผ่านของอากาศโดยที่แต่ละบริเวณของเปลือกไข่จะมีจำนวนรูด้านปานด้านกลาง 50 และด้านแหลมมีจำนวนรูเท่ากับ 125.6, 106.1-113.4 และ 73.7 รูต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ และขนาดของรูขนาดใหญ่เท่ากับ 0.022-0.029 มิลลิเมตร รูขนาดเล็กเท่ากับ 0.0038-0.0054 มิลลิเมตร

2.1.1.3 เปลือกไข่ชั้นใน (Mammillary Layer) เป็นปุ่มครึ่งทรงกลมของผลึกแคลเซียมคาร์บอเนตรูป 6 เหลี่ยม (hexagonal Plates) สูง 1/3 ของความหนาเปลือกไข่ภายในมี Mammillary Core ซึ่งเป็นมวลสารอินทรีย์ขนาดเล็กและเป็นจุดเริ่มต้นของการสร้างผลึกที่เรียกว่า Seeding Sites ประกอบด้วย Protein Acid Mucopolysaccharide Complex ที่มี Neutral Sugar และ Neutral



Mucopolysaccharide ถูกล้อมรอบด้วย Sialomucin ซึ่งเป็นสารที่มีกรดอ่อนและ Mammillary Core ยังจับแน่นกับชั้นเยื่อเปลือกไข่ด้วยการสร้างพันธะไดซัลไฟด์และไฮโดรเจนกับเส้นใยของเยื่อเปลือกไข่ชั้นนอก

2.1.1.4 เยื่อเปลือกไข่ (Shell Membrane) เป็นชั้นบาง 2 ชั้นแนบติดกันโดยตลอด ยกเว้นด้านป้านของไข่ที่ถูกแยกกันด้วยช่องอากาศ (Air Sac) หนาประมาณ 70 ไมโครเมตร ประกอบด้วยโปรตีน คาร์โบไฮเดรต และไขมันร้อยละ 95, 2 และ 3 ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วย ฟอสฟอรัส แคลเซียม โบแทสเซียม แมกนีเซียม โซเดียม สังกะสี แมงกานีส เหล็ก ทองแดง โบรอน และ อลูมิเนียม อีกประมาณร้อยละ 2 โดยเยื่อเปลือกไข่แต่ละชั้นประกอบด้วยเส้นใยโปรตีน เคราติน อิลาสติน และคอลลาเจน เชื่อมต่อกันแล้วถูกห่อหุ้มด้วยชั้น Mucopolysaccharide หนาประมาณ 0.5 ไมโครเมตร แบ่งย่อยได้เป็น 2 ชั้นคือเยื่อเปลือกไข่ชั้นนอก (Outer Shell Membranes) อยู่ติดกับ ส่วน True Shell จึงมีเส้นใยบางส่วนยื่นเข้าไปในส่วนฐานของเปลือกไข่ชั้นในแล้วรวมตัวเป็น Mammillary Core เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่สุดเท่ากับ 3 ไมโครเมตร เฉลี่ยประมาณ 1.3 ไมโครเมตร ยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร เยื่อเปลือกไข่ชั้นใน (Inner shell Membranes) มีผิวเรียบ บาง หนาประมาณ 2.7 ไมโครเมตร เส้นใยยาวมากกว่า 23 ไมโครเมตร เพราะปลายเส้นใยที่เรียวยแหลม สามารถซ้อนเกย (Overlap) รวมกับเส้นใยใกล้เคียงภายใต้ชั้นห่อหุ้มเดียวกันมีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่สุด เท่ากับ 1.5 ไมโครเมตร เฉลี่ย 0.9 ไมโครเมตร เป็นชั้นที่แยกไข่ขาวออกจากส่วนของเปลือกเรียกว่า "Limiting Membrane" ทั้ง 2 ชั้นมีรูพรุนที่ผิวจำนวนมากเพื่อเป็นทางผ่านของอากาศโดยเยื่อชั้นในมีรูพรุนมากกว่าเยื่อชั้นนอก



ที่มา: Hincke et al. (2012)

ภาพประกอบ 2.2 ภาพตัดขวางของโครงสร้างเปลือกไข่ไก่

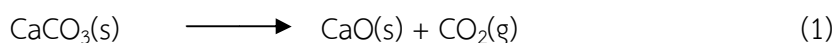


2.1.2 เทคโนโลยีการใช้ประโยชน์เปลือกไข่

เทคโนโลยีที่ใช้ในการเปลี่ยนแปลงเปลือกไข่เหลือทิ้งให้อยู่ในรูปที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้แบ่งออกเป็นกลุ่มใหญ่ๆตามผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแปรรูปเปลือกไข่ ดังนี้

2.1.2.1 แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นองค์ประกอบที่มีอยู่แล้วในเปลือกไข่ การนำไปใช้อาศัยเพียงเทคโนโลยีชาวบ้านคือการตากแห้งแล้วนำเปลือกไข่ไปบดเปลือกไข่บดสามารถใช้ทำปุ๋ยหรือใช้ไล่แมลงเนื่องจากมีธาตุกำมะถันเป็นองค์ประกอบ เปลือกไข่บดสามารถใช้ปรับสภาพดินหรือน้ำที่เป็นกรดให้เป็นกลางมากขึ้นได้ นอกจากนี้ยังมีรายงานการใช้เปลือกไข่บดเป็นตัวดูดซับโลหะหนักบางชนิด เช่น แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) เป็นต้น (วิชัย ดำรงโกภักดิ์, 2555) ส่วนในภาคอุตสาหกรรมแคลเซียมคาร์บอเนตยังสามารถใช้เป็นตัวเติม (Filler) ในอุตสาหกรรมผลิตกระดาษ อุตสาหกรรมผลิตสีอุตสาหกรรมผลิตพลาสติก อุตสาหกรรมยาง เป็นต้น (กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและเหมืองแร่, 2547)

2.1.2.2 แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แคลเซียมออกไซด์ได้จากการใช้เทคโนโลยีการเผาเปลือกไข่ที่อุณหภูมิสูงในสภาวะที่ไม่มีออกซิเจนเรียกว่าระบบไพโรไลซิส (Pyrolysis) ทำให้เกิดปฏิกิริยาที่เรียกว่ากระบวนการแคลไซน์ชัน (Calcination) ดังสมการที่ 1



แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกไข่มีคุณสมบัติเหมือนกับแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการเผาหินปูนหรือที่รู้จักกันในชื่อปูนขาว (Lime) ที่มีจำหน่ายทั่วไปจึงสามารถนำไปใช้ปรับสภาพของดินและน้ำที่เป็นกรด ใช้ในการผลิตโซดาไฟ สารฟอกขาว และเป็นส่วนผสมของปูนฉาบ นอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นสารดูดความชื้นและสารเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ในการผลิตไบโอดีเซลได้อีกด้วย (วิชัย ดำรงโกภักดิ์, 2555)

2.1.2.3 แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) การผลิตแคลเซียมคลอไรด์จากเปลือกไข่ต้องอาศัยเทคโนโลยีการสกัดด้วยกรดโดยแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่จะทำปฏิกิริยากับกรดเกลือ (HCl) ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแคลเซียมคลอไรด์โดยมีปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการที่ 2



แคลเซียมคลอไรด์ใช้ประโยชน์ได้หลายอย่าง เช่น ใช้เป็นสารเพิ่มความแน่นเนื้อในผลไม้เช่น แคนตาลูป ฝรั่ง และผสมในไอศกรีมเพื่อทำให้เนื้อสัมผัสดีขึ้น นอกจากนี้ในด้านสิ่งแวดล้อม



แคลเซียมคลอไรด์ยังมีความสามารถในการจับโลหะหนักได้ดีอีกด้วยตัวอย่างเช่น การชะล้างแคลเซียมที่ปนเปื้อนในดิน (วิชัย ดำรงโกคภักดิ์, 2555)

2.1.2.4 คอลลาเจน (Collagen) คอลลาเจนเป็นโปรตีนชนิดหนึ่งที่พบมากในร่างกายของสัตว์เลี้ยงลูกด้วยน้ำนม (ประมาณร้อยละ 25 ของปริมาณโปรตีนทั้งหมดในร่างกาย) คอลลาเจนทำหน้าที่เป็นเส้นใยเชื่อมโยงและพยุงเนื้อเยื่อต่างๆ เช่น ผิวหนัง เส้นเอ็น กล้ามเนื้อ กระดูก และฟัน ด้วยประโยชน์ที่มากมายส่งผลให้คอลลาเจนเป็นที่ต้องการของอุตสาหกรรมยาและเครื่องสำอาง เยื่อหุ้มภายในเปลือกไข่มีคอลลาเจนเป็นองค์ประกอบอยู่สูงถึงร้อยละ 10 จึงเป็นแหล่งวัตถุดิบที่น่าสนใจในการผลิตคอลลาเจนราคาถูก การผลิตคอลลาเจนจากเยื่อหุ้มภายในเปลือกไข่อาศัยเทคโนโลยีการสกัดโดยการย่อยด้วยกรดและเอนไซม์ (Acid-pepsin Digestion) จากนั้นจึงแยกคอลลาเจนออกมาโดยการตกตะกอนด้วยเกลือ (วิชัย ดำรงโกคภักดิ์, 2555)

2.2 คุณสมบัติและการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์

ตาราง 2.1 คุณสมบัติทั่วไปของแคลเซียมออกไซด์

คุณสมบัติ	
สูตรโมเลกุล	CaO
น้ำหนักโมเลกุล	56.077 g/mol
ลักษณะทางกายภาพ	ผงสีขาวหรือเหลืองอ่อน
ความหนาแน่น	3.35 g/cm ³
จุดหลอมเหลว	2,572 °C (2,845K)
จุดเดือด	2,850 °C (3,123K)
ความสามารถในการละลายกลีเซอรอล	ละลายได้ดี

ที่มา: ชัยวุฒิ นาคเวียง (2553)

2.2.1 คุณสมบัติทั่วไป

แคลเซียมออกไซด์ (CaO) สามารถสังเคราะห์ได้โดยการสลายตัวทางความร้อนของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) โดยการเผา (Calcination) ซึ่งจะทำให้โมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์หลุดออกเกิดเป็นแคลเซียมออกไซด์ (สมการที่1) ปฏิกิริยานี้สามารถย้อนกลับได้โดยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) จะรวมตัวกับแคลเซียมออกไซด์แล้วกลับไปเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตได้เนื่องจากความดันที่ได้จากแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อยู่ในสมดุลระหว่างแคลเซียมออกไซด์กับแคลเซียมคาร์บอเนต



นั่นเอง ซึ่งความดันแปรผันตรงกับอุณหภูมิ ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความดันจึงเพิ่มสูงขึ้นด้วย (ธนธรรณ ปวงแก้ว, 2555)

ปัจจุบันการนำแคลเซียมออกไซด์ไปใช้ประโยชน์ เช่น ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล แคลเซียมออกไซด์ได้ถูกนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์เนื่องจากมีความแรงเบสที่สูงให้ผลผลิตไบโอดีเซลได้สูงถึงร้อยละ 95 สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ถึง 20 รอบ (Liu X et al., 2007) ละลายในเมทานอลได้น้อยเพียงร้อยละ 0.035 (Gryglewicz et al., 1999) ทำให้ง่ายแต่การแยกผลิตภัณฑ์ และยังทำให้ปริมาณการสูญเสียตัวเร่งหลังจากการแยกผลิตภัณฑ์น้อยลงตามไปด้วยหากนำไปใช้เป็นตัวดูดซับ เช่น งานวิจัยของเสาวภา ไวยสุศรี (2558) ได้มีการศึกษาคุณสมบัติการดูดซับฟอสฟอรัสในรูปของออร์ฟอสเฟตจากแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกไข่ไก่ พบว่าเมื่อดูดซับโดยค่าพีเอชเริ่มต้นอยู่ในช่วง 4-11 ในเวลาการดูดซับ 30 นาที ปริมาณการดูดซับ 0.1 และ 0.5 กรัม โดยประสิทธิภาพในการดูดซับออร์ฟอสเฟตมากกว่าร้อยละ 97 จากการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับเชิงเส้นตรงของฟรุนดิชและแลงเมียร์ พบว่าสอดคล้องกับไอโซเทอมของแลงเมียร์มากกว่าฟรุนดิช ตัวดูดซับเรียงตัวเพียงชั้นเดียวบนพื้นที่ผิวดูดซับ ในการศึกษาความสามารถการดูดซับออร์ฟอสเฟตในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมอาหารและโรงงานอุตสาหกรรมผลิตเหล็ก โดยการใช้สภาวะที่เหมาะสมจากการศึกษาน้ำตัวอย่างสังเคราะห์ พบว่าการทดลองมีความสอดคล้องกันโดยมีประสิทธิภาพในการดูดซับมากกว่าร้อยละ 99 และจากรายงานการศึกษาของ Liu C et al. (2008) พบว่าการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สาร PEG ในสภาวะอุณหภูมิ 240 °C ระยะเวลา 72 ชั่วโมง แล้วนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวสูงถึง 257 m²/g และมีการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้ถึง 770 μmol CO₂/g

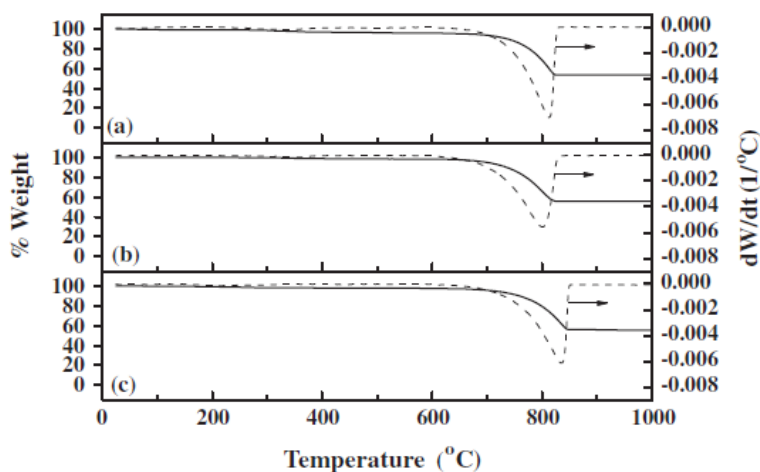
จากการศึกษาการใช้ประโยชน์ของแคลเซียมออกไซด์ในรูปแบบดังกล่าวไม่ว่าจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล ตัวดูดซับ เป็นต้น ทางผู้วิจัยได้พิจารณาแล้วว่าประสิทธิภาพของแคลเซียมออกไซด์ปัจจัยหลักก็คือ พื้นที่ผิวจำเพาะของแคลเซียมออกไซด์ จึงมีแนวคิดที่จะพัฒนาพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่โดยการศึกษาด้วยวิธีและสภาวะต่างๆ เพื่อให้ได้แคลเซียมออกไซด์ที่มีคุณลักษณะที่ดีและพื้นที่ผิวจำเพาะสูง สามารถใช้ประโยชน์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2.2.2 คุณสมบัติจากการวิเคราะห์ทางกายภาพและเคมีของแคลเซียมออกไซด์

2.2.2.1 การสลายตัวด้วยความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA ในกระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ (CaO) เพื่อให้วัตถุดิบซึ่งเป็นสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) เปลี่ยนแปลงเป็นแคลเซียมออกไซด์นั้นจำเป็นต้องผ่านกระบวนการสลายตัวด้วยความร้อน (Thermal decomposition) เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนต่างๆที่ไม่ต้องการเพื่อสลายตัวเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่าง



สมบูรณ์ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษาการใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมในการให้ความร้อนเพื่อเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของแคลเซียมคาร์บอเนตให้เปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์



ที่มา: Viriya-empikul et al. (2012)

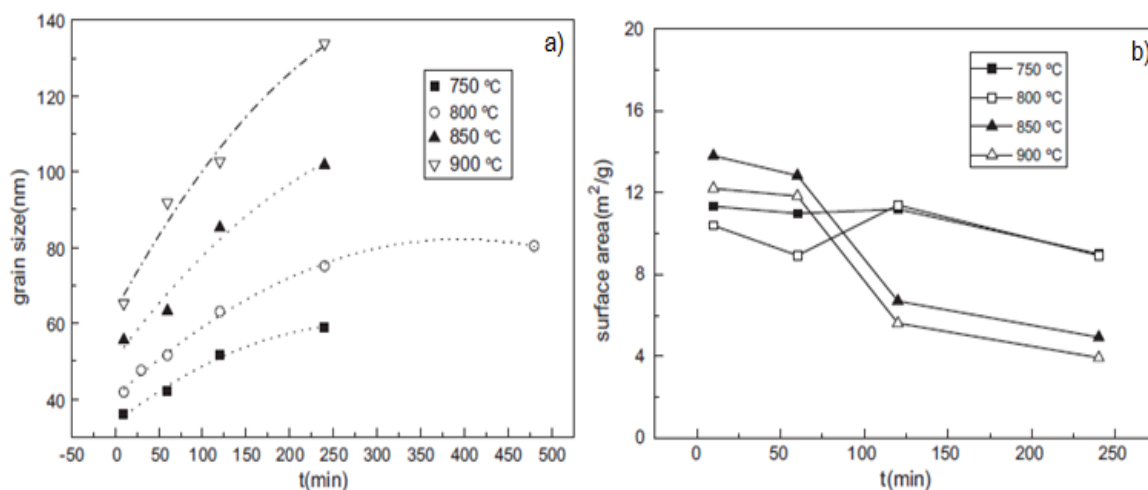
ภาพประกอบ 2.3 กราฟ TGA และ DTG ของ (a) เปลือกไข่, (b) หอยเชอรี่ และ (c) หอยตลับลาย

จากการศึกษาของ Viriya-empikul et al. (2012) ดังภาพประกอบที่ 2.3 พบว่า เปลือกไข่ หอยเชอรี่ และหอยตลับลาย มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิ 700–850°C อยู่ที่ประมาณร้อยละ 50 ของน้ำหนัก ซึ่งจะสามารถบอกได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จะอยู่ที่ประมาณร้อยละ 50 ของน้ำหนัก เริ่มต้น โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้คือแคลเซียมออกไซด์จากการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนตดังสมการที่ 1

2.2.2.2 อิทธิพลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการให้ความร้อน อุณหภูมิและระยะเวลาในการให้ความร้อนเป็นปัจจัยที่จะส่งผลถึงคุณสมบัติของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยขนาดและพื้นที่ผิวเป็นปัจจัยหลักของการใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ และการดูดซับ ดังนั้นเราจึงต้องคำนึงถึงอุณหภูมิและระยะเวลาที่จะส่งผลต่อขนาดและพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์และตัวดูดซับนั้นต้องอาศัยพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาและการดูดซับ จากการศึกษาพบว่าแคลเซียมออกไซด์ที่ได้มาจากการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตขนาดนาโนจะให้สมรรถนะในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ได้ดีกว่าแคลเซียมออกไซด์ขนาดปกติ (พนิชา ทิพวรรณ และอมรชัย อารมณ์วิชานพ, 2559) และการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการให้ความร้อนในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้าที่มีขนาดนาโนเมตรสลายตัวเป็นแคลเซียมออกไซด์ของ Zhu et al. (2011) พบว่าขนาดของอนุภาคแคลเซียมออกไซด์จะมีขนาดใหญ่ขึ้น



เมื่อเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในการให้ความร้อนดังภาพประกอบ 2.4(a) และระยะเวลาในการให้ความร้อนที่สั้นจะทำให้แคลเซียมออกไซด์มีพื้นที่ผิวที่สูงกว่าการให้ความร้อนที่ระยะเวลานานกว่าเมื่อเทียบกับช่วงอุณหภูมิเดียวกัน ดังภาพประกอบ 2.4(b)



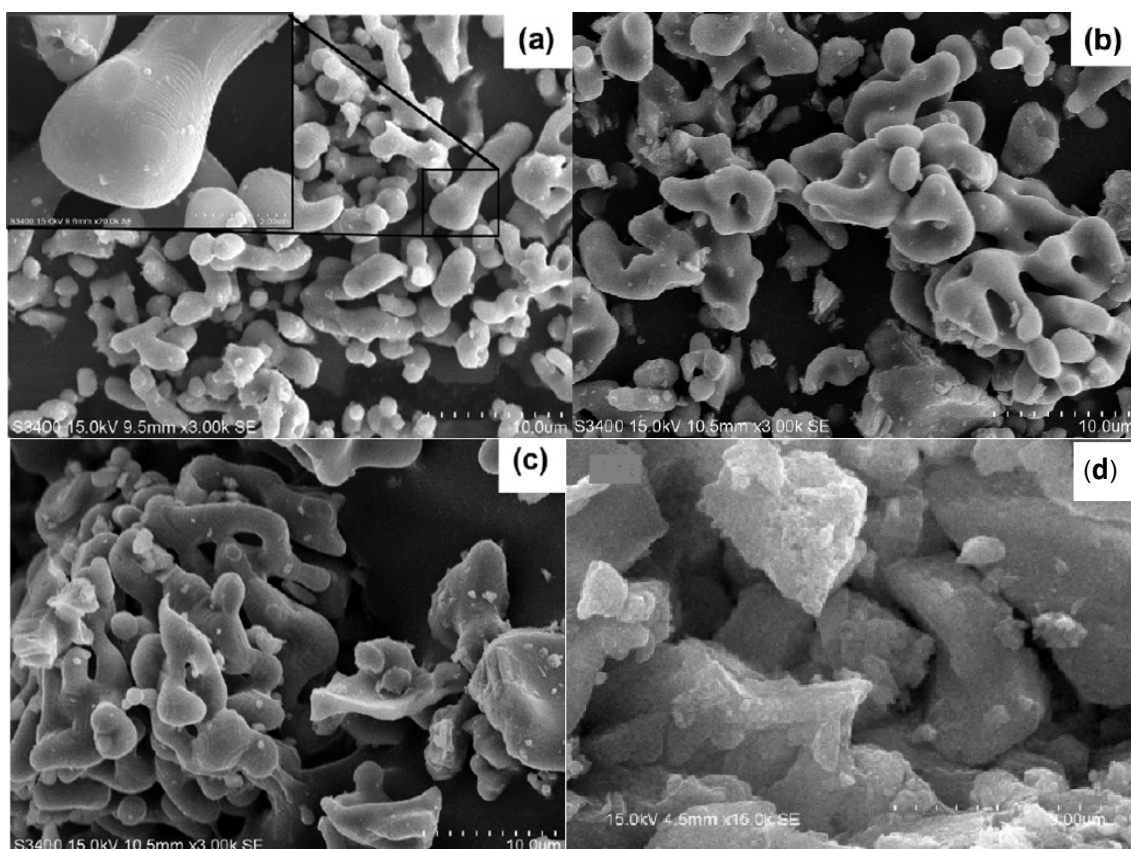
ที่มา: Zhu et al. (2011)

ภาพประกอบ 2.4 a) อุณหภูมิและเวลาในการให้ความร้อนต่อขนาดอนุภาคแคลเซียมออกไซด์

b) อุณหภูมิและเวลาในการให้ความร้อนต่อพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์

2.2.2.3 ลักษณะพื้นฐานของแคลเซียมออกไซด์ การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) และขนาดของเปลือกไข่ เปลือกหอยเชอร์รี่ และเปลือกหอยตลับลาย โดยแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 4 ชั่วโมง จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 3,000 เท่า ดังภาพประกอบ 2.5 แสดงให้เห็นสัณฐานวิทยาของเปลือกไข่พบว่าเป็นอนุภาคที่มีรูปทรงกระบอกและมีบางส่วนเป็นเส้นรวมตัวกันอยู่ เปลือกหอยเชอร์รี่และเปลือกหอยตลับลายแสดงให้เห็นถึงลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่คล้ายกับเปลือกไข่ แต่อย่างไรก็ตามขนาดอนุภาคก็ยังคงมีความแตกต่างกัน โดยที่ขนาดอนุภาคเปลือกไข่อยู่ที่ 1-10 ไมครอน ในขณะที่เปลือกหอยเชอร์รี่และเปลือกหอยตลับลายนั้นมีการรวมตัวกันของอนุภาคขนาดเล็กจึงทำให้มีอนุภาคหลายสิบไมครอน ในส่วนของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากหินปูนนั้นมีลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่แตกต่างไปอย่างสิ้นเชิง โดยมีลักษณะเป็นก้อนเหลี่ยมและมีความหนาแน่นสูง หรือมีช่องว่างน้อยกว่า เปลือกไข่ เปลือกหอยเชอร์รี่ และเปลือกหอยตลับลาย



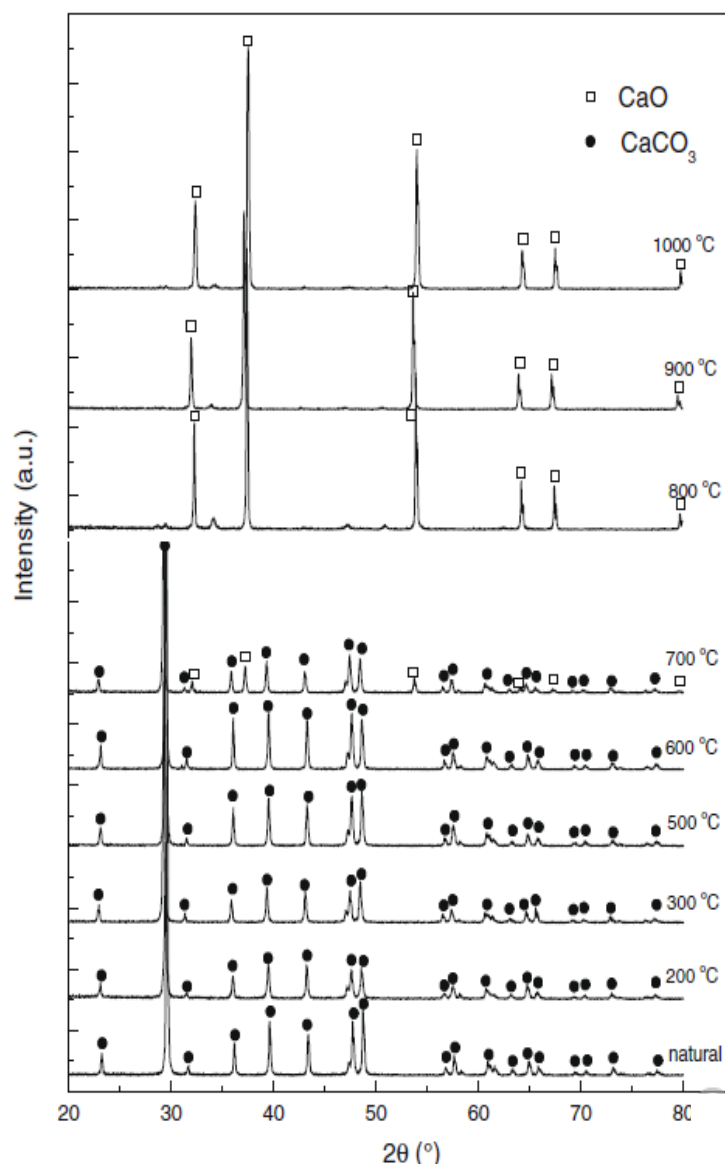


ที่มา : Viriya-empikul et al. (2012), Yoosuk et al. (2010)

ภาพประกอบ 2.5 SEM ของแคลเซียมออกไซด์จาก (a) เปลือกไข่, (b) หอยเชอรี่, (c) หอยตลับลาย และ (d) หินปูน

2.2.2.4 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์สามารถสังเคราะห์ได้จากวัตถุดิบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ เช่น หินปูน หินอ่อน หินแคลไซต์ ซึ่งเป็นวัตถุดิบหลักในการผลิตแคลเซียมออกไซด์ในอุตสาหกรรม หรือสังเคราะห์จากของเสียเหลือทิ้ง เช่น เปลือกไข่ เปลือกหอย เป็นต้น โดยนำไปบดและให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง จากการวิจัยของ Wei et al. (2009) ผลการศึกษาช่วงอุณหภูมิการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่พบว่า ผลกราฟ XRD ของเปลือกไข่ไก่ (ประกอบภาพ 2.6) เริ่มมีเปลี่ยนแปลงจากแคลเซียมคาร์บอเนตอยู่ในรูปของแคลเซียมออกไซด์ในช่วง 700 °C และเปลี่ยนแปลงเป็นแคลเซียมออกไซด์ทั้งหมดเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นไปถึง 800 °C ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาการแคลไซน์เปลือกหอยตลับลายที่อุณหภูมิ 700-1000 °C ของ Viriya-empikul et al. (2012) ซึ่งมีการเกิดแคลเซียมออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิ 700 °C และเปลี่ยนแปลงเป็นแคลเซียมออกไซด์

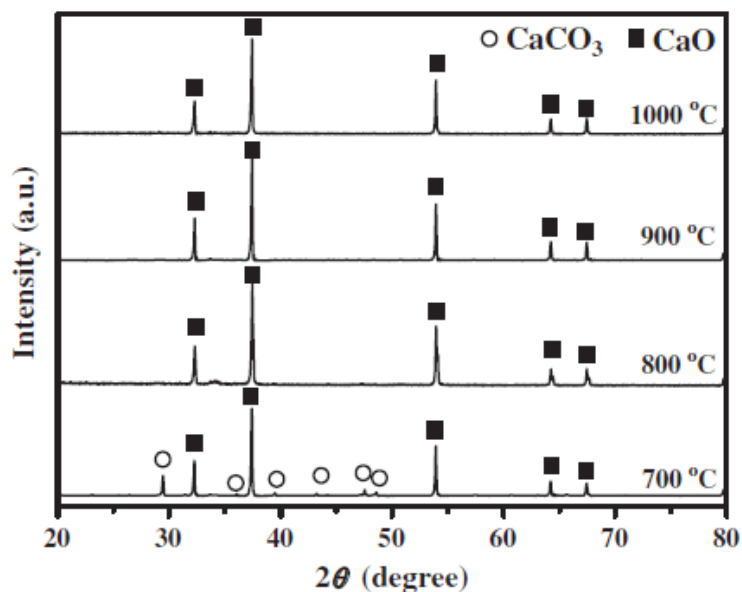
ทั้งหมดเมื่ออุณหภูมิ 800 °C เช่นเดียวกัน (ดังภาพประกอบที่ 2.7) จึงสามารถสรุปได้ว่าการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ต้องใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800°C ขึ้นไป



ที่มา : Wei et al. (2009)

ภาพประกอบ 2.6 XRD ของเปลือกไข่ไก่แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200–1000 °C





ที่มา: Viriya-empikul et al. (2012)

ภาพประกอบ 2.7 XRD ของเปลือกหอยตลับลายแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700–1000 °C

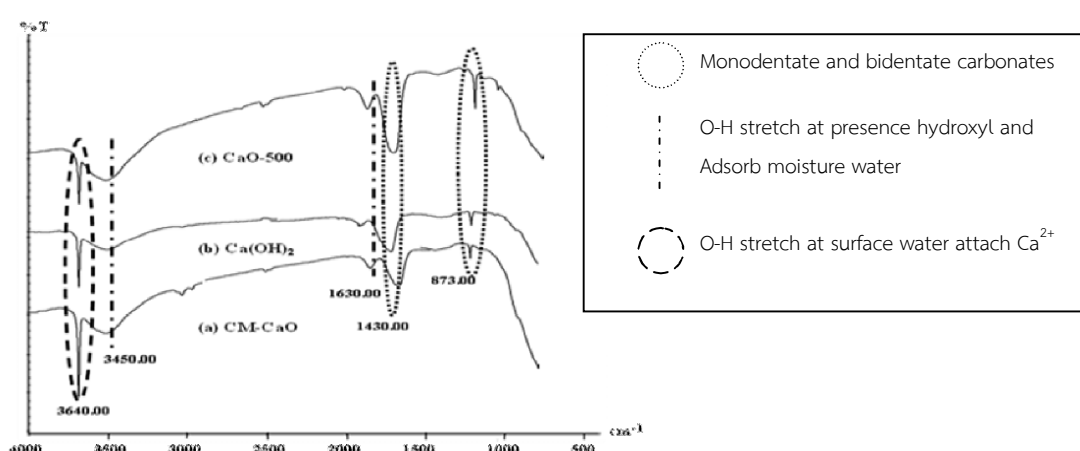
ตาราง 2.2 พิกของผลึกแคลเซียมออกไซด์โดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) จากวัสดุต่างๆ

แหล่งวัสดุ	2θ	อ้างอิง
JCPDS data (CaO)	32.2° 37.3° 58.3° 64.1° 67.3°	Lesbani et al. (2013)
หินปูน	32° 37° 54° 64° 67°	Yoosuk et al. (2010)
เปลือกไข่	32° 37° 54° 64° 67°	Viriya-empikul et al. (2012)
เปลือกหอยเชอร์รี่	32° 37° 54° 64° 67°	Viriya-empikul et al. (2012)
เปลือกหอยตลับลาย	32° 37° 54° 64° 67°	Viriya-empikul et al. (2012)

จากตาราง 2.2 ผลการศึกษาพิกของผลึกแคลเซียมออกไซด์จากวัสดุต่างๆ คือ หินปูน เปลือกไข่ เปลือกหอยเชอร์รี่ และเปลือกหอยตลับลาย โดยการแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 °C พบว่า แหล่งที่มาต่างๆที่เป็นสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเมื่อผ่านการแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 °C สามารถเปลี่ยนแปลงเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์และมีโครงสร้างผลึกที่คล้ายคลึงกัน

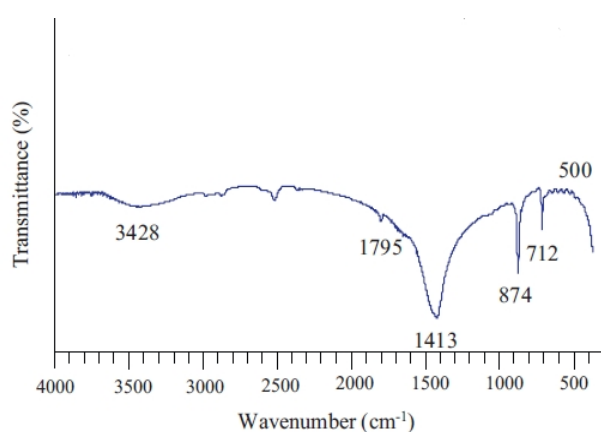


2.2.2.5 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) จากการวิเคราะห์คลื่นความถี่ด้วยเครื่อง FTIR จะสามารถทราบถึงคุณสมบัติของตัวอย่างโดยวิเคราะห์จากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่แสดงถึงค่าปริมาณรังสีอินฟราเรดถูกดูดกลืนในรูปแบบเปอร์เซ็นต์ทรานสมิตแตนซ์ (%transmittance) ซึ่งหมายถึงปริมาณรังสีที่สามารถทะลุผ่านตัวอย่างออกไปได้เทียบกับเวฟนัมเบอร์อยู่ในช่วง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแต่ละแถบการดูดกลืนจะสามารถบอกลักษณะเฉพาะโดยพันธะแต่ละแบบก็จะมีค่าความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แตกต่างกันออกไป ซึ่งนำมาใช้ประกอบพิจารณาโครงสร้างของโมเลกุล (แสดงในภาพประกอบ 2.8 และ 2.9)



ที่มา: Yacob et al. (2011)

ภาพประกอบ 2.8 FTIR spectra ของ (a) CM-CaO, (b) $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ (c) CaO-500



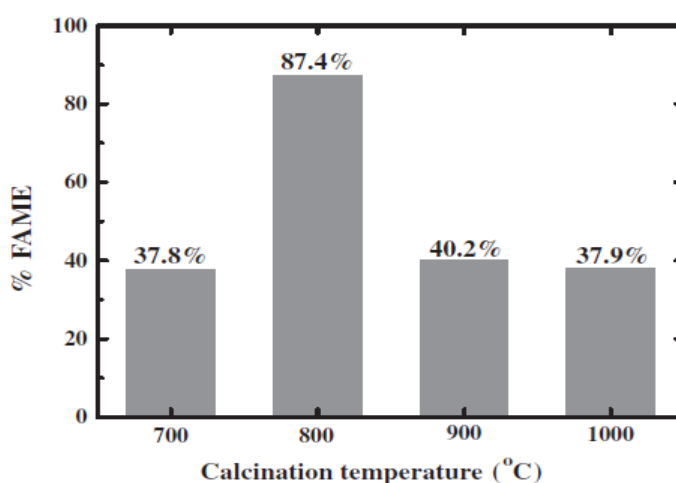
ที่มา: Witoon (2011)

ภาพประกอบ 2.9 FTIR spectra ของเปลือกไข่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลา 1 ชั่วโมง



จากการศึกษาแคลเซียมออกไซด์ของ Yacob et al. (2011) เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากแคลเซียมออกไซด์เชิงการค้าด้วยวิธีฟลักซ์ ก่อนจะแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C และการศึกษาของ Witoon (2011) ที่สังเคราะห์และแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ที่สภาวะอุณหภูมิ 900 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ในก๊าซไนโตรเจน เมื่อเปรียบเทียบพิกัดกราฟ FTIR แล้วพบว่า หมู่ฟังก์ชันมีความใกล้เคียงกันเนื่องจากเป็นแคลเซียมออกไซด์เช่นเดียวกัน แต่อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นและสภาวะในการสังเคราะห์ที่แตกต่างก็ส่งผลถึงความแรงของพิกของหมู่ฟังก์ชันที่ได้

2.2.2.6 อิทธิพลของความแรงเบส (Basic Strength) อิทธิพลของความแรงเบสมีผลต่อการใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล โดยความแรงเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาจะส่งผลถึงอัตราทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันจนนำไปสู่ปริมาณของผลิตภัณฑ์ โดยปัจจัยที่จะส่งผลถึงความแรงเบสของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ก็คืออุณหภูมิในการสังเคราะห์ ซึ่งงานวิจัยของ Viriya-empikul et al. (2012) ได้ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ต่อผลผลิตของ Fatty acid methyl ester โดยการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยตลับลายที่อุณหภูมิ 700–1000 °C ระยะเวลาในการแคลไซน์ 4 ชั่วโมง โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันที่สภาวะอุณหภูมิ 60 °C ระยะเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าปริมาณของ Fatty acid methyl ester (FAME) ในช่วงที่ใช้แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์อุณหภูมิ 800 °C มีปริมาณสูงกว่าช่วงอุณหภูมิอื่นๆอย่างชัดเจนจึงแสดงให้เห็นว่าแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 °C มีความแรงเบสที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาที่สุด ดังภาพประกอบ 2.10



ที่มา: Viriya-empikul et al. (2012)

ภาพประกอบ 2.10 ปริมาณเอสเทอร์โดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยตลับลายแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 – 1000 °C



2.2.2.7 สภาวะการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ จากการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ในสภาวะที่แตกต่างกันไม่ว่าจะเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการสังเคราะห์ อุณหภูมิในการแคลไซน์ ระยะเวลาการแคลไซน์ รวมถึงสภาวะที่ใช้อากาศ พบว่า แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีความแตกต่างกัน โดยตาราง 2.3 ได้เปรียบเทียบสภาวะวิธีต่างๆที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นที่ผิว จะเห็นได้ว่าโดยทั่วไปพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้อยู่ที่ไม่เกิน $20 \text{ m}^2/\text{g}$ ซึ่งต่างจากแมกนีเซียมออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์แบบลำดับชั้นพื้นที่ผิวสูงถึง $148 \text{ m}^2/\text{g}$ จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะนำวิธีสังเคราะห์แบบลำดับชั้นมาศึกษาในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์เพื่อปรับปรุงพื้นที่ผิว

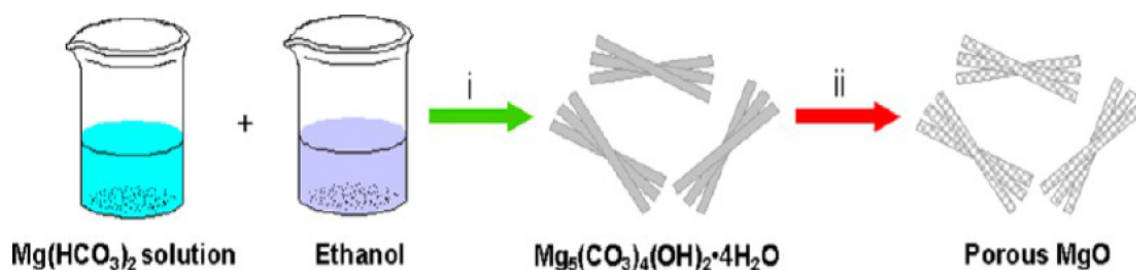
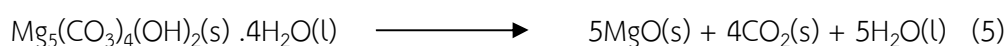
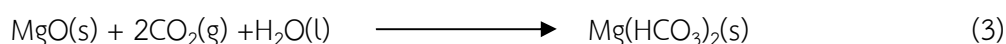
ตาราง 2.3 เปรียบเทียบสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์

แหล่งที่มาของ CaO	พื้นที่ผิว (m^2/g)	อุณหภูมิในการแคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	เวลา (ชั่วโมง)	Calcination environment	อ้างอิง
หินปูน	13	900	1.5	นำ CaO ใส่ในก๊าซฮีเลียมที่มีความชื้น	Kouzu et al. (2008)
เปลือกไข่	13.45	900	1	ใช้ก๊าซไนโตรเจน	Witoon (2011)
CaCO_3	19.04	900	1	ใช้ก๊าซไนโตรเจน	Witoon (2011)
เปลือกไข่	1.1	800	4	ใช้อากาศ	Viriya-empikul et al. (2012)
เปลือกหอย ตลับลาย	0.9	800	4	ใช้อากาศ	Viriya-empikul et al. (2012)
เปลือกไข่	8.01	บดเฉลี่ย $11 \mu\text{m}$ ให้ความร้อน $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$	1	ใช้อากาศ	Mosaddegh et al. (2014)
CaCO_3	3.54	บดเฉลี่ย $26 \mu\text{m}$ ให้ความร้อน $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$	1	ใช้อากาศ	Mosaddegh et al. (2014)
Hierarchical MgO	148	เตรียมจาก MgO และ CO_2 ให้ความ ร้อน $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$	-	ใช้อากาศ	Tian et al. (2013)



2.3 การปรับปรุงพื้นที่ผิวโดยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)

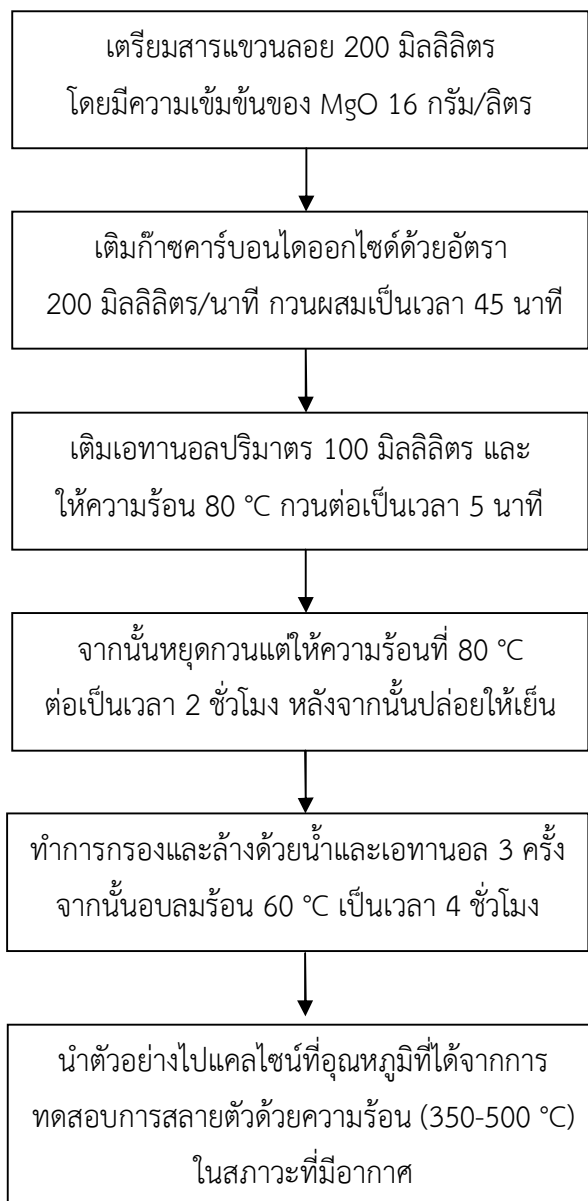
จากงานวิจัยของ Tian et al. (2013) ได้ศึกษาปรับปรุงพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) โดยทำให้เกิดการรวมตัวเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) มีขั้นตอนคือ เติมน้ำคาร์บอนไดออกไซด์ลงในน้ำที่มีแมกนีเซียมออกไซด์ที่เป็นแขวนลอยอยู่จะทำให้ได้ $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2^{2+}$ จากนั้นเติมเอทานอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 °C พร้อมกวนระยะเวลา 5 นาที จากนั้นหยุดกวนและให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้ได้ $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งสามารถจัดวางโมเลกุลให้เป็นระเบียบเกิดเป็นโครงสร้างลำดับชั้น (Hierarchical Structure) ดังสมการ 3 ถึง 5 และภาพประกอบ 2.11 เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 °C จะทำให้ $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ สลายตัวและเปลี่ยนรูปเป็นแมกนีเซียมออกไซด์เพื่อง่ายต่อการศึกษาวิธีจึงแสดงเป็นแผนผังดังภาพประกอบ 2.12 ผลของแมกนีเซียมออกไซด์โดยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นให้พื้นที่ผิวสูงถึง $148 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะนำกระบวนการนี้มาดัดแปลงเพื่อพัฒนาพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ ต่อไป



ที่มา: Tian et al. (2013)

ภาพประกอบ 2.11 การปรับปรุงพื้นที่ผิวของ MgO โดยวิธีการรวมตัวเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น



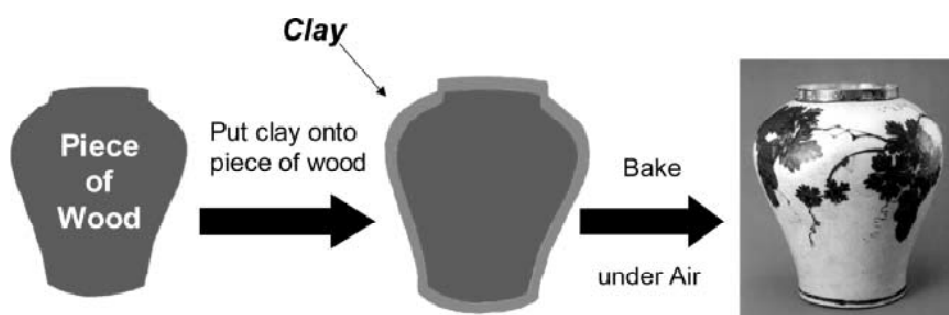


ภาพประกอบ 2.12 แผนผังการปรับปรุงพื้นผิวของ MgO โดยวิธีการรวมตัวเป็นโครงสร้างแบบลำดับขั้น



2.4 การปรับปรุงพื้นที่ผิวโดยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)

วิธีปรับปรุงพื้นที่ผิวโดยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบหลักการคือ ใช้สารที่ทราบถึงขนาดและรูพรุนของอนุภาคที่ต้องการเป็นแม่แบบเพื่อออกแบบขนาดอนุภาคและรูพรุนของผลิตภัณฑ์ที่เราต้องการ เนื่องจากขนาดและรูพรุนของผลิตภัณฑ์ที่แตกต่างกัน สามารถใช้ประโยชน์ในงานได้แตกต่างกัน ยกตัวอย่างเช่น เป็นตัวดูดซับซึ่งจำเป็นอย่างมากที่จะต้องออกแบบพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนให้เหมาะสม สารที่ต้องการดูดซับดังภาพประกอบที่ 2.13 ได้แสดงถึงทฤษฎีแม่แบบเพื่อให้เข้าใจง่าย โดยเปรียบเทียบไม้คือตัวแม่แบบที่ต้องการสร้างโหระพารวมโดยทำให้ไม้เป็นลักษณะโหระพารวมที่ต้องการ จากนั้นใช้ดินเหนียวที่เปรียบเหมือนสารตั้งต้นที่เราต้องการออกแบบเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์แปรรอบๆไม้ ต่อมาใช้กระบวนการเผาไหม้เพื่อสร้างโหระพารวม โดยที่ไม้ตัวแม่แบบก็จะสลายตัวทางความร้อน และในส่วนของดินเหนียวก็จะเปลี่ยนรูปกลายเป็นเซรามิก (Lee et al., 2004)



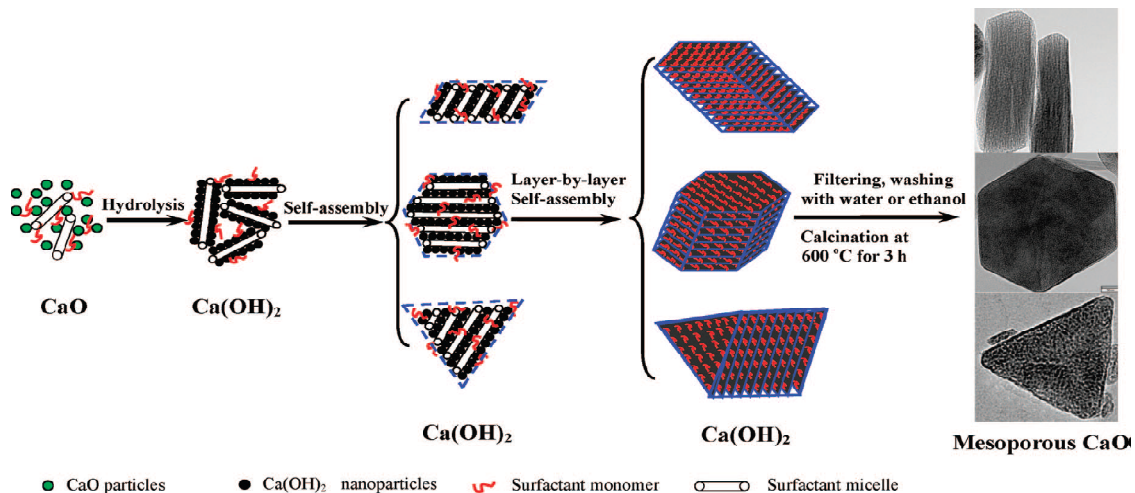
ที่มา: Lee et al. (2004)

ภาพประกอบ 2.13 แสดงแนวคิดการสังเคราะห์แบบปรับด้วยตัวแม่แบบ

Liu C et al. (2008) ศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ระดับนาโนด้วยเทคนิคที่ใช้สารลดแรงตึงผิว (surfactant) โดยใช้ (P123, CTAB หรือ PEG) ที่แตกต่างกัน พบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิวนั้นมีผลต่อสัณฐานวิทยาและโครงสร้างรูพรุนของตัวอย่างแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ และในกระบวนการสังเคราะห์เมื่อใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นและเวลายาวนานขึ้นจะช่วยให้แคลเซียมออกไซด์มีพื้นที่ผิวสูงกว่าปกติในบรรดาสารลดแรงตึงผิวที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ PEG มีประสิทธิภาพมากที่สุดในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์โดยใช้ PEG เป็นส่วนผสมในกระบวนการภายใต้สภาวะของไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) 240°C และระยะเวลา 72 ชั่วโมง และหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งมีพื้นที่ผิว 257 m²/g อีกทั้งยังสามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์สูงสุดจากแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากสภาวะอื่นที่ โดยสามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้ถึง 770 μmol CO₂/g



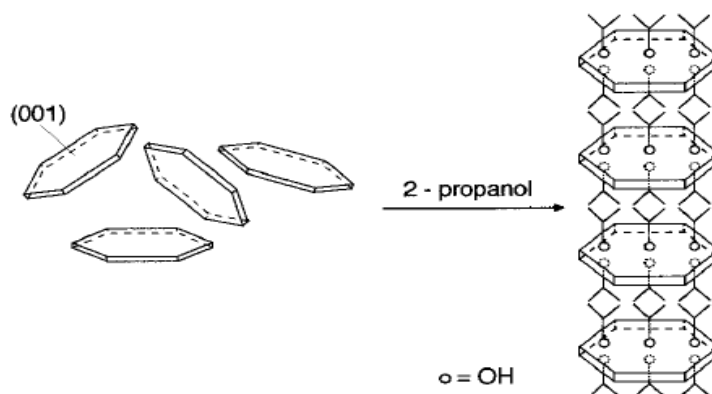
เพื่ออธิบายขั้นตอนและหลักการที่สังเคราะห์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่ต่างชนิดกันเป็นตัวแม่แบบ จึงแสดงดังภาพประกอบที่ 2.14



ที่มา: Liu C et al. (2008)

ภาพประกอบที่ 2.14 การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวเป็นตัวแม่แบบ

Salvadori and Dei (2001) ได้ทำเสนอการนำไอโซโพรพานอล (2-propanol) ซึ่งเป็นกลุ่มของแอลกอฮอล์มาใช้เป็นตัวแม่แบบในการสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังภาพประกอบ 2.15



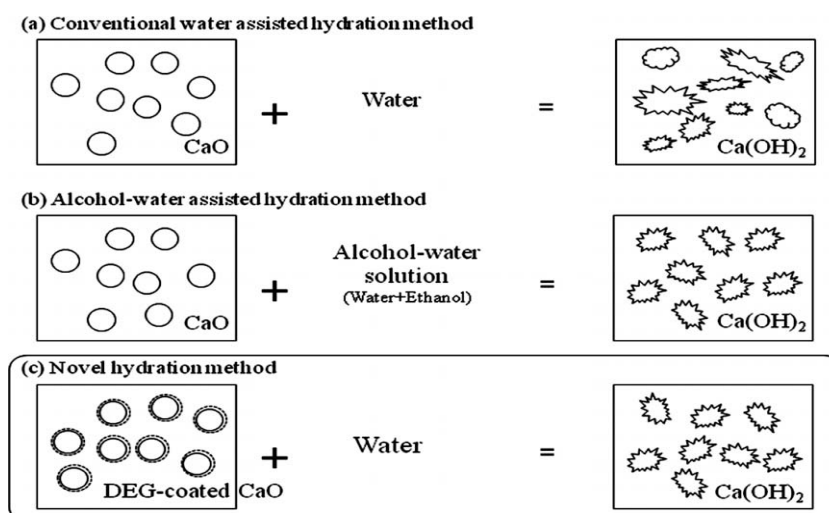
ที่มา: Salvadori and Dei (2001)

ภาพประกอบ 2.15 รูปแบบการจัดเรียงตัวของโมเลกุลโดยใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวแม่แบบ



Shin et al. (2009) ได้อธิบายถึงกลไกการเพิ่มพื้นที่ผิวในการสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์โดยใช้แอลกอฮอล์และสารลดแรงตึงผิวเป็นแม่แบบในการสังเคราะห์ ดังภาพประกอบ 2.16 โดย (a) ได้แสดงถึงการทำปฏิกิริยาไฮเดรชันระหว่างอนุภาคแคลเซียมออกไซด์และน้ำ โดยผลที่ได้คือแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีอนุภาคลักษณะแตกต่างกันไปเนื่องจากการทำปฏิกิริยาที่รุนแรงเกินจึงเกิดการรวมตัวระหว่างอนุภาค จนนำมาสู่พื้นที่ผิวที่น้อย ซึ่งแตกต่างจาก (b) และ (c) จะใช้แคลเซียมออกไซด์ทำปฏิกิริยากับน้ำและแอลกอฮอล์ และใช้แคลเซียมออกไซด์ทำปฏิกิริยากับน้ำและสารลดแรงตึงผิวตามลำดับ ผลที่ได้จะสามารถทำให้แคลเซียมไฮดรอกไซด์นั้นมีพื้นที่ผิวที่สูงขึ้น เนื่องจากแอลกอฮอล์หรือสารลดแรงตึงผิวจะเข้าไปช่วยชะลอการทำปฏิกิริยาไฮเดรชัน ช่วยลดแรงตึงผิว ป้องกันการรวมตัวของอนุภาค ทำให้ลดขนาดอนุภาค จนนำมาสู่พื้นที่ผิวที่สูงขึ้น

ผลของการศึกษาวิธีสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีไฮเดรชันเปรียบเทียบระหว่างการใช้แคลเซียมออกไซด์ร่วมกับน้ำเพียงอย่างเดียว ร่วมกับน้ำและแอลกอฮอล์ (Ethanol) ร่วมกับน้ำและสารลดแรงตึงผิว (Di-Ethylene Glycol) โดยใช้อัตราส่วนแคลเซียมออกไซด์และน้ำเท่ากัน พบว่าแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากแคลเซียมออกไซด์ร่วมกับน้ำมีพื้นที่ผิว $20.13 \text{ m}^2/\text{g}$ แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากแคลเซียมออกไซด์ร่วมกับน้ำและแอลกอฮอล์มีพื้นที่ผิว $41.23 \text{ m}^2/\text{g}$ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากแคลเซียมออกไซด์ร่วมกับน้ำและสารลดแรงตึงผิวมีพื้นที่ผิว $47.65 \text{ m}^2/\text{g}$ จึงสรุปได้ว่าการใช้แอลกอฮอล์หรือสารลดแรงตึงผิวเข้าทำปฏิกิริยาร่วมกับน้ำจะสามารถช่วยให้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้มีพื้นที่ผิวที่สูงขึ้น เมื่อเทียบกับการใช้น้ำทำปฏิกิริยาเพียงอย่างเดียว



ที่มา: Shin et al. (2009)

ภาพประกอบ 2.16 กลไกปฏิกิริยาไฮเดรชันของแคลเซียมออกไซด์ (a) วิธีใช้น้ำแบบธรรมดา

(b) วิธีใช้น้ำร่วมกับแอลกอฮอล์ และ (c) วิธีใช้น้ำร่วมกับสารลดแรงตึงผิว



2.5 เครื่องมือและการวิเคราะห์คุณสมบัติ

2.5.1 การวิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัว

การวิเคราะห์ขนาดและการกระจายตัวด้วยเครื่อง Laser Diffraction Particle Size Analyzer รุ่น Beckman Coulter LS 230 หลักการของเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง (Laser Diffraction Technique) คือเมื่อแสงเดินทางผ่านอนุภาคที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลางที่เป็นของเหลวจะทำให้เกิดปรากฏการณ์เชิงแสง คือ การเลี้ยวเบนแสง แสงที่เลี้ยวเบนจากอนุภาคจะมีรูปแบบของความเข้มที่เป็นรูปแบบเฉพาะโดยความเข้มของแสงขึ้นอยู่กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคและความถี่ของคลื่นแสง นอกจากนี้ลำแสงที่ส่องผ่านไปยังอนุภาคที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวจะถูกกระเจิงโดยอนุภาค ทำให้เกิดภาพปรากฏเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนแบบฟาร์ฟิลด์ (Far field diffraction pattern) ที่อุปกรณ์วัดแสง (Photocell detector) ซึ่งวางตั้งฉากกับเส้นเดินของแสงมีลักษณะเป็นวงมืดและสว่างที่มีความเข้มสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคสามารถวัดอนุภาคตั้งแต่ 0.04–2,000 ไมครอน

2.5.2 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนโดยใช้เครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) ยี่ห้อ TA Instruments รุ่น TA SDTQ 600 เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊ส การระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (Decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันหรือ ปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry) ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็กซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

2.5.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น Leo 1455VP เป็นกล้องแบบส่องกราดที่มีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ Thermionic Emission [Hairpin tungsten filament] ศักย์เร่งอิเล็กตรอนปรับเปลี่ยนได้ในช่วง 1-30 kV ทำงานในภาวะสุญญากาศสูงและสุญญากาศต่ำ ในช่วง 1-400 กล้อง LEO 1455VP มีความแยกชัด (Resolution) ในภาวะสุญญากาศต่ำเท่ากับ 4.5 nm ซึ่งงานขนาดใหญ่ที่สุดที่สามารถบรรจุได้คือ 20 cm ติดตั้งพร้อม Secondary Electron Detector,



Backscattered Electron Detector และ Energy dispersive X-ray Microanalyser ระบบ Energy dispersive X-ray Microanalyser ที่ติดตั้งกับกล้อง ควบคุมการทำงานด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ LEO32 ของบริษัท ZEISS ทำงานภายใต้ Microsoft Windows หลักการของSEM จะประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จาก แหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่ หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษาหลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทาง อิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอ โทรทัศน์ได้เลย

2.5.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวโดยใช้เทคนิค Brunauer-Emmett-Teller Method (BET)

ศึกษาการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ด้วยเครื่อง BET ยี่ห้อ TriStar II 3020 จากศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ โดย หลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจนทั้งบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุตั้งแสดงในภาพที่ 2.17 พบว่าแก๊ส ไนโตรเจนที่ถูกดูดซับนั้นจะมีส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็ม พื้นที่ผิวก่อนจากนั้นแก๊สไนโตรเจนที่เหลือจะแพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็น โมเลกุลหลายชั้นดังแสดงในภาพที่ 2.18 ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้นเป็นสมการที่เรียกว่า “สมการของ BET” ได้ดังนี้

$$\text{โดย} \quad \frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right) - 1\right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (6)$$

W = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0

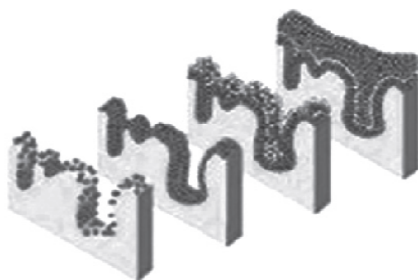
W_m = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะที่ทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

P_0 = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

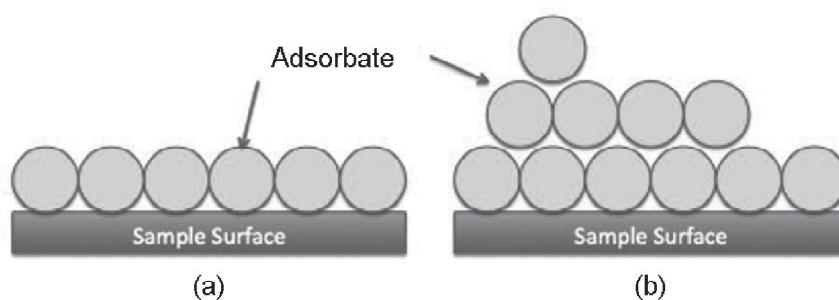
C = ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ





ที่มา: สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล (2555)

ภาพประกอบ 2.17 แสดงการดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ



ที่มา: สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล (2555)

ภาพประกอบ 2.18 แสดงการดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ

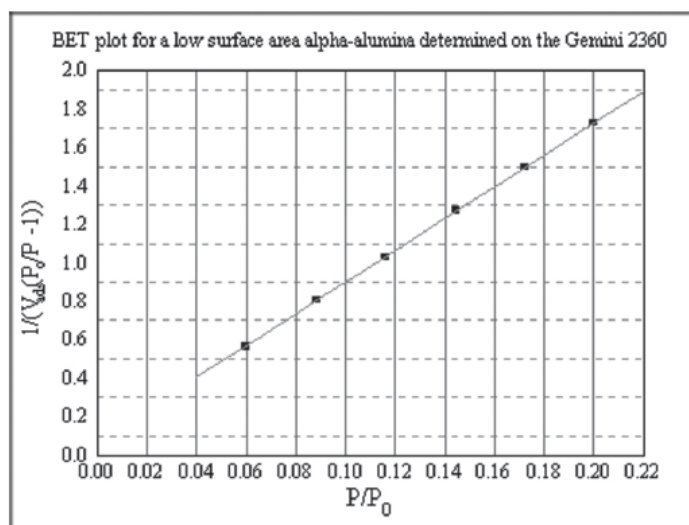
จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $1/W[(P_0/P) - 1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรงดังแสดงในภาพที่ 2.19 มีความชัน (Slope, S) ดังสมการ

$$S = \frac{C - 1}{W_m C} \quad (7)$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการ

$$i = \frac{1}{W_m C} \quad (8)$$





ที่มา: สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล (2555)

ภาพประกอบ 2.19 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์

ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว (W_m) คำนวณโดยนำ s และ i แทนค่าในสมการ

$$W_m = \frac{1}{s + i} \quad (9)$$

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุคำนวณโดยนำ W_m แทนค่าในสมการ

$$S_t = \frac{W_m N A_{cs}}{M} \quad (10)$$

โดย

S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุ (หน่วยเป็นตารางเมตร)

N = เลขอาโวกราโดร (6.023×10^{23}) (หน่วยเป็นโมเลกุลต่อโมล)

M = น้ำหนักโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจน (28 กรัมต่อโมล)

A_{cs} = พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (16.2×10^{-23}) (หน่วยเป็นตารางเมตร)



ค่า S_t ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (W) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (S) หน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$S = \frac{S_t}{W} \quad (11)$$

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (\bar{r}_p) ของวัสดุคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

$$V_p = \frac{W_s}{\rho} \quad (12)$$

$$\bar{r}_p = \frac{V_p}{S_t} \quad (13)$$

โดย W_s = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1
 p = ความหนาแน่นของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1
 S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทดสอบได้

ในการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนจะใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (Sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุวัสดุตัวอย่างที่ต้องการทดสอบพื้นที่ผิวจำเพาะส่วนอีกเซลล์ไม่ใส่วัสดุตัวอย่างแต่ทำหน้าที่เป็นเซลล์อ้างอิงก่อนการทดสอบต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างเพื่อไล่ความชื้นและโมเลกุลของสารถูกดูดซับชนิดอื่นให้ออกจากผิวหน้าของวัสดุตัวอย่างจากนั้นทำให้เซลล์ทั้งสองเป็นสุญญากาศเพื่อให้ภายในเซลล์ไม่มีโมเลกุลของแก๊สชนิดอื่นก่อนจุ่มเซลล์ทั้ง 2 ลงในภาชนะที่บรรจุไนโตรเจนเหลวเพื่อให้เซลล์ทั้งสองอยู่ในภาวะอุณหภูมิต่ำ จากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้ามาในเซลล์ทั้ง 2 โดยแก๊สไนโตรเจนที่เข้ามาในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างจะถูกดูดซับบนผิวของวัสดุทำให้ความดันภายในเซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างลดลงจนกระทั่งคงที่ (P) ในขณะที่เซลล์ที่ไม่มีวัสดุตัวอย่างความดันของแก๊สไนโตรเจนจะคงที่ (P_0) ข้อมูลที่เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (W) โดยวัสดุตัวอย่างจากนั้นเครื่องจะปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้ามาอีกเช่นเดียวกับครั้งแรกและแก๊สไนโตรเจนถูกดูดซับจนความดันคงที่อีกเป็นเช่นนี้จนกระทั่งความดันภายในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไม่ลดลง ($P/P_0 \cong 1$) แสดงว่าไม่เกิดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนอีกแล้วจากข้อมูลค่าความดันสัมพัทธ์และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ได้เครื่องทำ



การประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผลออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรของรูพรุน

2.5.5 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD)

เครื่อง X-Ray Diffraction (XRD) ที่ใช้ในการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW 3040/60 X'PERT PRO Console จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอ็กซ์ที่ทราบความยาวคลื่น (λ) ไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัวใจเป็นตัวรับข้อมูลองศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง การทดลองนี้ทดลองที่มุมหุ้มนุมองศาจาก 2θ ตั้งแต่ 20–80 องศา ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้จะนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่างสามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg law) ดังสมการ 14

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (14)$$

โดย n = จำนวนเต็มที่เรียกว่าอันดับของการสะท้อน

λ = ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้

d = ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

θ = มุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

หลักการทำงานคือ เมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยังขั้วแคโทดซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อนเพื่อให้ไส้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมา ขั้วแอโนดคือทองแดงและโมลิบดีนัม โดยหลอดที่ใช้ทองแดงจะเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่เหมาะสมกับผลึกขนาดเล็กหรือมีขนาดหน่วยเซลล์ใหญ่ ส่วนโมลิบดีนัมเหมาะสำหรับผลึกขนาดใหญ่หรือผลึกที่มีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้ดีจึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมา เมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่นเข้าไปแทนที่ออร์บิทัลที่ว่าง แอโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์ รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมามีทั้งรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (Characteristic) ที่เป็น $K\alpha$ และ $K\beta$ จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการ กำจัดเอาฟีกของ $K\beta$ ออกไปเพื่อให้เหลือรังสีเอ็กซ์ $K\alpha$ ที่มีการเลี้ยวเบน ซึ่งจะถูกตรวจวัดโดยดีเทกเตอร์ (Detector) สามารถวัดรังสีกระเจิงได้ ณ มุมต่างๆ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไป



2.5.6 การวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF)

เครื่อง X-Ray Fluorescence Spectrometer (XRF) รุ่น Bruker S4 Explorer เป็นเครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบธาตุองค์ประกอบที่มีในสารตัวอย่างและวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุโดยอาศัยหลักการที่รังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานสูงไปกระทบชิ้นงานทำให้ชิ้นงานเกิดการปล่อยโฟตอนออกมา (fluoresced) เนื่องจากโฟตอนที่ถูกปล่อยออกมาจากธาตุต่างชนิดในชิ้นงานจะมีความยาวคลื่น (พลังงาน) เฉพาะสำหรับธาตุนั้นๆ จึงทำให้สามารถบ่งชี้ชนิดของธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ ทั้งนี้ปริมาณโฟตอนเปล่งออกมาขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารตัวอย่างข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุแต่ละชนิดได้

2.5.7 วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum GX เทคนิคนี้เป็นวิธีการทาง spectroscopy ชนิดหนึ่งที่ใช้ศึกษาการดูดกลืนแสงของสสารในย่านความถี่ของแสงซึ่งโดยการวิเคราะห์โครงสร้างสารจะอาศัยการดูดกลืนที่แตกต่างกันของแต่ละโมเลกุลซึ่งโมเลกุลแต่ละชนิดจะมีการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดที่แตกต่างกันโดยช่วง wave numbers 4000–400 โดยจะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันนอลของโมเลกุล เช่น OH, C=O, N-H, CH₃ เป็นต้น

2.5.8 การวิเคราะห์ความแรงของเบสด้วยวิธี Hammett indicators method

การวิเคราะห์ความแรงเบสด้วยวิธี Hammett indicators method เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ความแรงเบส (Basic strength) โดยการเทียบสีจากอินดิเคเตอร์ที่มีค่า pH ที่ต่างกัน ทั้งหมด 4 ช่วงก็คือ Bromothymol blue (H_{7.2}), Phenolphthaline (H_{9.8}), 2,4 Dinitroaniline (H₁₅) และ 4-Nitroaniline (H_{18.4}) โดยเตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์ 0.1% (w/v) ละลายในเมทานอล 1,000 มิลลิลิตรจากนั้นนำตัวอย่าง 25 มิลลิกรัมเติมสารละลายอินดิเคเตอร์ 5 มิลลิลิตร เขย่าที่ความเร็ว 250 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเกตการเปลี่ยนสีของตัวอย่างตัวเพื่อเทียบสี (Xue et al., 2009)



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เศษเปลือกไข่ไก่

เศษเปลือกไข่ไก่ที่นำมาศึกษาเป็นเศษเปลือกไข่ไก่ที่เกิดจากการฟักตัวของไข่จากโรงผลิตลูกไก่เนื้อในเครือบริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) หมู่ที่ 6 ถนนสีคิ้ว-โชคชัย ตำบลพลับพลาอำเภอโชคชัย จังหวัดนครราชสีมา

3.2 สารเคมี

- 3.2.1 เมทานอล (Methanol; CH_3OH) absolute บริษัท Merck
- 3.2.2 เอทานอล (Ethanol; $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) absolute บริษัท Merck
- 3.2.3 ไอโซโพรพานอล (2-Propanol; $\text{C}_2\text{H}_8\text{O}$) absolute บริษัท Merck
- 3.2.4 1-บิวทานอล (1-Butanol; $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$) 99.4% บริษัท Fisher Chemical
- 3.2.5 3-เพนทานอล (3-Pentanol; $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$) บริษัท Merck
- 3.2.6 เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol; $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) 99.5% บริษัท lobachemie
- 3.2.7 แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide; CO_2) 99.8% บริษัท กษิติศ เทรตติ้ง จำกัด
- 3.2.8 น้ำกลั่น (H_2O)

3.3 อุปกรณ์

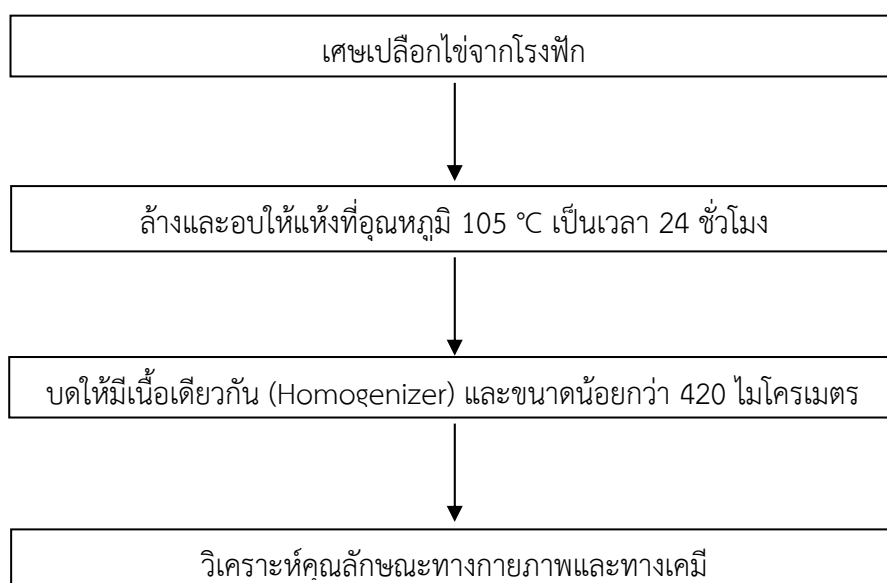
- 3.3.1 เครื่องแก้วสำหรับการทดลองชนิดและขนาดต่างๆ (General glassware)
- 3.3.2 ขวด 3 คอ (Three neck flask)
- 3.3.3 ขวดเก็บตัวอย่างพลาสติกขนาด 100 มิลลิลิตร (Reagent bottle 100ml)
- 3.3.4 โถดูดความชื้น แบบสุญญากาศ (Desiccator)
- 3.3.5 เครื่องปั่นยี่ห้อ Panasonic รุ่น MX-AC 400
- 3.3.6 ตะแกรงร่อนขนาดต่างๆ (Sieve)
- 3.3.7 เครื่องชั่งสารทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Weight Balance)
- 3.3.8 เตาเผาความร้อนสูง (Muffle Furnace)
- 3.3.9 เบ้ากระเบื้องทนความร้อนสูงพร้อมฝา (Crucible porcelain)



- 3.3.10 ชุดปรับอัตราการไหลของแก๊ส (Rotameter)
- 3.3.11 เครื่องวัดพีเอช (pH Meter)
- 3.3.12 เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum Pump)
- 3.3.13 เตาอบลมร้อน (Hot air oven)
- 3.3.14 เครื่องให้ความร้อน (Hot Plate) ยี่ห้อ Yellow line รุ่น yellow MAG HS 7
- 3.3.15 แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.3.16 เครื่องล้างความถี่สูง (Ultrasonic Cleaner) ยี่ห้อ Kunos รุ่น HP Series 53 kHz
- 3.3.17 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) ยี่ห้อ Centurion Scientific รุ่น K2080

3.4 การเตรียมเศษเปลือกไข่ไก่

นำเศษเปลือกไข่ไก่ล้างด้วยน้ำประปาให้สะอาด อบให้แห้งในเตาอบลมร้อนที่ 105 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปบดให้มีขนาดน้อยกว่า 420 ไมโครเมตร (40 mesh) ด้วยเครื่องบดยี่ห้อ Panasonic รุ่น MX-AC 400 สุ่มตัวอย่าง 3 ชุดแล้วไปวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมี



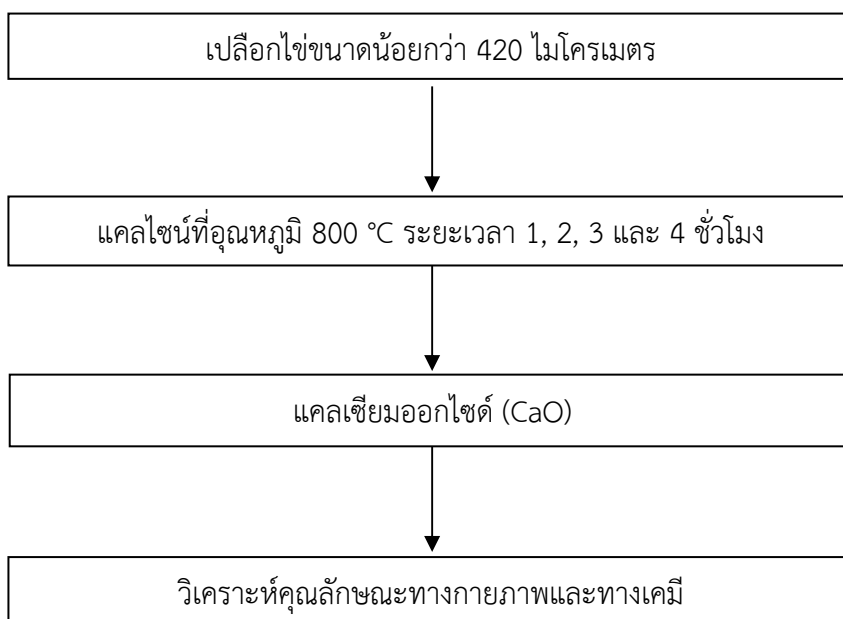
ภาพประกอบ 3.1 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเศษเปลือกไข่



3.5 การแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่

ศึกษาระยะเวลาต่างๆที่มีผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

นำเศษเปลือกไข่ที่ผ่านการล้างและบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน (Homogenizer) ใส่เข้ากระบะเบี่ยง แล้วนำไปให้ความร้อนในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 50 °C ต่อนาที ในสภาวะมีอากาศ ระยะเวลาให้ความร้อนเป็นเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ใช้ตัวอย่าง 3 ซ้ำต่อ 1 ชุดการทดลองรวมทั้งหมด 12 ชุดการทดลอง โดยเมื่อครบระยะเวลาการให้ความร้อนและปล่อยตัวอย่างในเตาให้เย็นลงแล้ว นำแคลเซียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้นแบบสุญญากาศเพื่อรอการวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมี ซึ่งผลการศึกษจะทำให้ทราบสภาวะที่เหมาะสมในการแคลไซน์เพื่อให้ได้แคลเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์และมีพื้นที่ผิวสูง ก่อนนำไปใช้ในข้อ 3.6 และ 3.7 ต่อไป

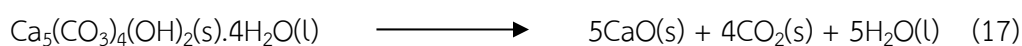
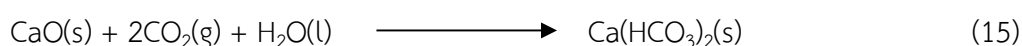


ภาพประกอบ 3.2 แผนผังการทดลองการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่



3.6 การศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)

ขั้นตอนนี้เป็นเตรียมแคลเซียมออกไซด์ให้อยู่ในรูป $\text{Ca}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ โดยดัดแปลงมาจากรายงานวิจัยของ Tian et al. (2013) ซึ่งได้ใช้แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นสารตั้งต้นในวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) ทางผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะใช้แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ซึ่งเป็นโลหะออกไซด์เช่นเดียวกับแมกนีเซียมออกไซด์นำมาเป็นสารตั้งต้น โดยมีสมการดังนี้



โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

- 1) เตรียมสารแขวนลอย 200 มิลลิลิตร โดยมีความเข้มข้นของแคลเซียมออกไซด์ 4.37 กรัม ต่อน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร ในขวด 3 คอ
- 2) จากนั้นเติมแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยอัตรา 200 มิลลิลิตรต่อนาที ลงไปน้ำที่มีแคลเซียมออกไซด์แขวนลอยอยู่และกวนผสมเป็นระยะเวลา 45 นาที
- 3) หลังจากนั้นเติมเอทานอลปริมาตร 20 มิลลิลิตรลงไปเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจากนั้นให้ความร้อนที่ 80°C กวนต่อเป็นเวลา 5 นาที
- 4) หยุดกวนแต่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800°C ต่อเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 5) ปล่องให้เย็นและหลังจากนั้นทำการกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum Pump) โดยล้างด้วยน้ำและเอทานอล 3 ครั้ง
- 6) นำไปอบลมร้อนที่ 60°C เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง
- 7) นำตัวอย่างที่ได้ไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้นแบบสุญญากาศเพื่อวิเคราะห์คุณลักษณะต่อไป

3.6.1 การวิเคราะห์ช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์

นำตัวอย่างในโถดูดความชื้นแบบสุญญากาศไปตรวจการสลายตัวด้วยความร้อน ด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) ผลการวิเคราะห์จะทำให้ทราบอุณหภูมิขั้นต่ำที่ $\text{Ca}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ สลายตัวและเปลี่ยนรูปเป็นแคลเซียมออกไซด์และเป็นช่วงอุณหภูมิที่จะใช้ในการแคลไซน์เพื่อเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ต่อไป





ภาพประกอบ 3.3 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับขั้น



3.7 การศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)

3.7.1 การวิเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1 (Method 1)

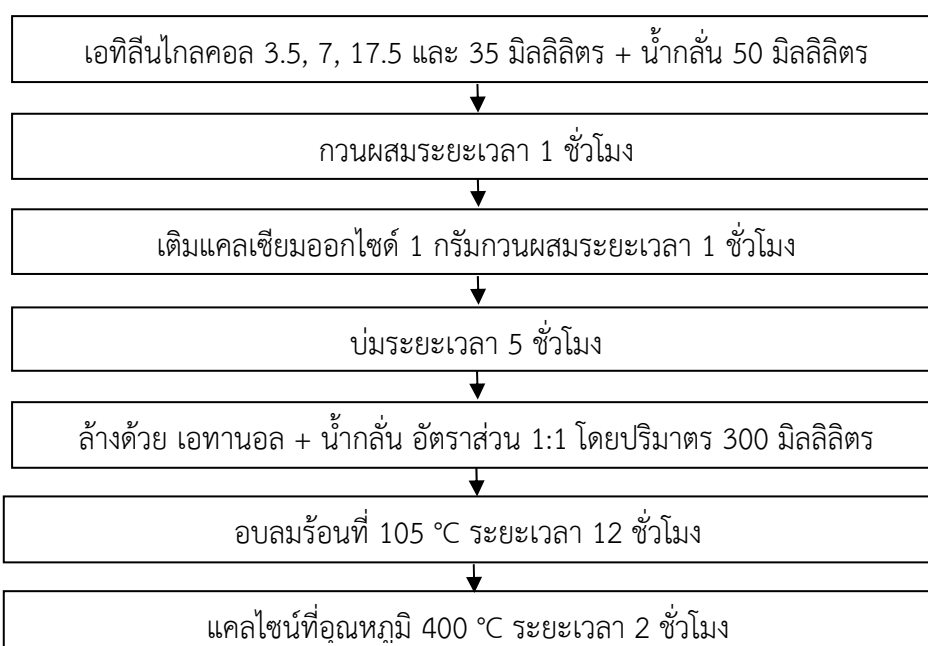
ขั้นตอนนี้เป็นการเตรียมแคลเซียมออกไซด์ให้อยู่ในรูปแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ก่อนที่จะแคลไซน์กลับไปเป็นแคลเซียมออกไซด์ดั้งเดิมโดยศึกษาสภาวะต่างๆ ที่มีผลต่อแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังต่อไปนี้

ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ : ศึกษาผลของปริมาณแคลเซียมออกไซด์ต่อคุณสมบัติแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับ โดยใช้ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ที่ 1, 3 และ 6 กรัม

ความเข้มข้นของเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) : ศึกษาผลของความเข้มข้นเอทิลีนไกลคอลต่อคุณสมบัติแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับ โดยใช้ปริมาณเอทิลีนไกลคอลที่ความเข้มข้น 1, 2, 5 และ 10 โมลาร์

มีการเตรียมขั้นตอน ดังนี้

- 1) นำน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร กวนผสมเอทิลีนไกลคอลที่ความเข้มข้นตามที่ต้องการ ศึกษาระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- 2) เติมแคลเซียมออกไซด์ตามที่ต้องการศึกษาลงไปและกวนผสมต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 3) ต่อมาทำการบ่มเป็นเวลา 5 ชั่วโมง
- 4) นำไปล้างด้วยเอทานอลผสมน้ำกลั่นที่อัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร 300 มิลลิลิตร
- 5) นำไปอบลมร้อนที่ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
- 6) แคลไซน์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- 7) นำตัวอย่างที่ได้ไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้นแบบสุญญากาศเพื่อวิเคราะห์คุณลักษณะ



ภาพประกอบ 3.4 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1



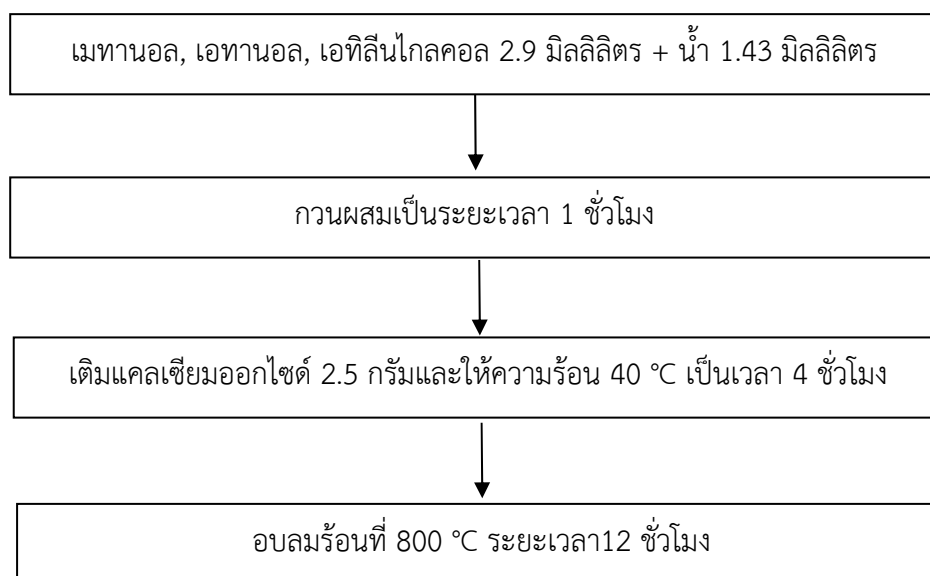
3.7.2 การวิเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 2 (Method 2)

ขั้นตอนนี้เป็นการเตรียมแคลเซียมออกไซด์ให้อยู่ในรูปแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) โดยศึกษาสถานะต่างๆ ที่มีผลต่อแคลเซียมไฮดรอกไซด์ดังต่อไปนี้

ชนิดของแอลกอฮอล์ : ศึกษาผลของชนิดแอลกอฮอล์ที่ใช้คือ เมทานอล, เอทานอล และ เอทิลีนไกลคอล ต่อคุณสมบัติของแคลเซียมไฮดรอกไซด์

มีการเตรียมขั้นตอนดังนี้

- 1) นำเมทานอล เอทานอล และเอทิลีนไกลคอล อย่างใดอย่างหนึ่ง ที่ปริมาตร 2.9 มิลลิลิตร ผสมกับน้ำกลั่นปริมาตร 1.43 มิลลิลิตร
- 2) กวนผสมระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- 3) หลังจากนั้นเติมแคลเซียมออกไซด์ลงไป 2.5 กรัม ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 40°C ระยะเวลา 4 ชั่วโมง
- 4) จากนั้นนำไปอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 80°C ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
- 5) นำตัวอย่างที่ได้เก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อวิเคราะห์คุณสมบัติ



ภาพประกอบ 3.5 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 2



3.7.3 การวิเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 3 (Method 3)

ขั้นตอนนี้เป็นเตรียมแคลเซียมออกไซด์ให้อยู่ในรูปแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) โดยมีความคล้ายคลึงกับวิธีที่ 2 ซึ่งวิธีนี้จะสามารถเห็นข้อแตกต่างระหว่างสารที่ใช้และกระบวนการที่เพิ่มขึ้น อาจนำไปสู่ผลิตภัณฑ์ที่ดียิ่งขึ้นโดยศึกษาสภาวะต่างๆที่มีผลต่อแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังต่อไปนี้

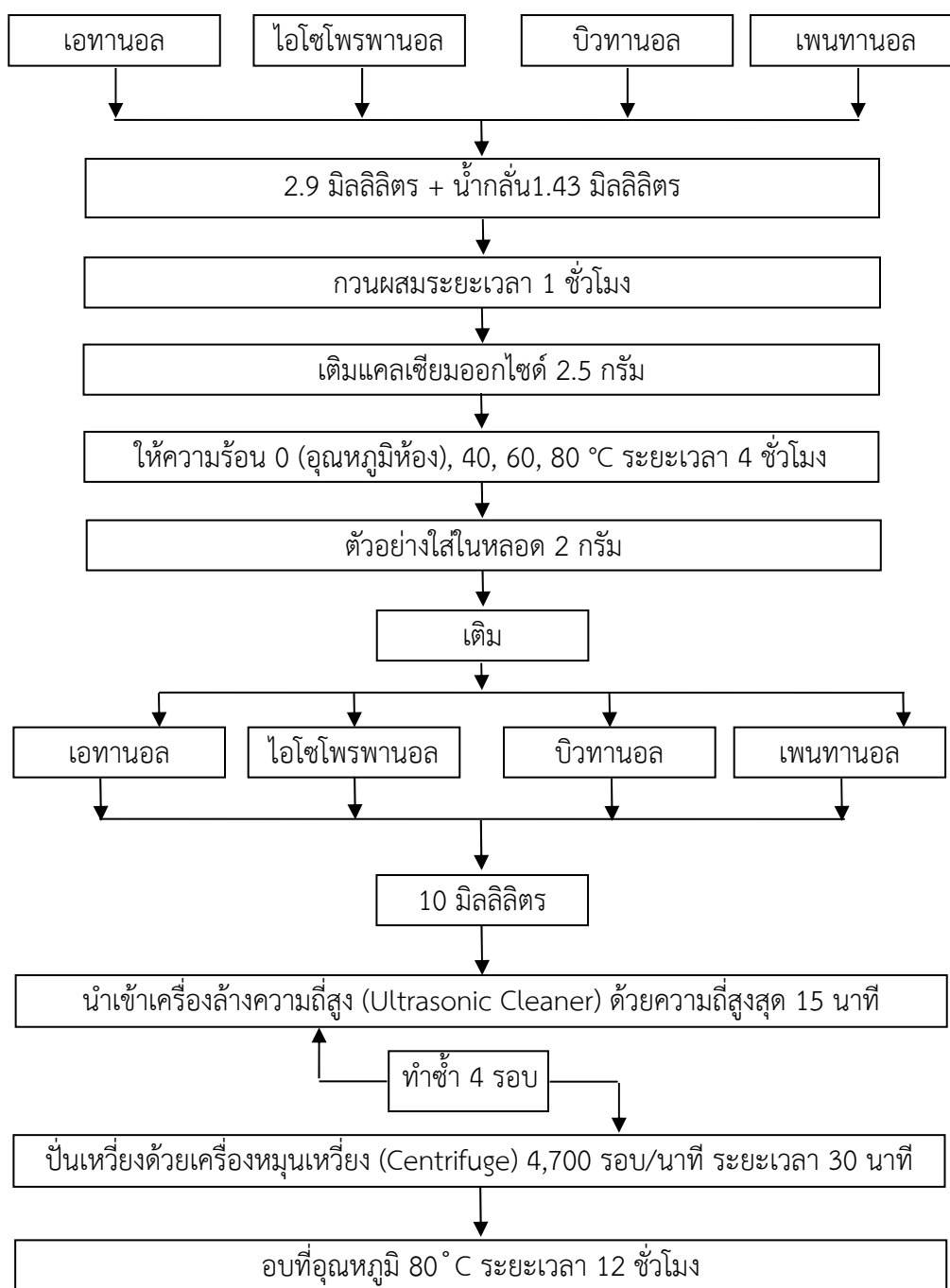
ชนิดของแอลกอฮอล์ : ศึกษาผลของชนิดแอลกอฮอล์ที่ใช้คือ เอทานอล, ไอโซโพรพานอล, บิวทานอล และ เพนทานอล ต่อคุณสมบัติของแคลเซียมไฮดรอกไซด์

อุณหภูมิ : ศึกษาอุณหภูมิที่ทำปฏิกิริยาโดยใช้ อุณหภูมิห้อง, 30, 40, 60, 80 °C

มีการเตรียมขั้นตอน ดังนี้

- 1) นำชนิดแอลกอฮอล์ที่ต้องการศึกษาปริมาตร 2.9 มิลลิลิตร ผสมกับน้ำกลั่นปริมาตร 1.43 มิลลิลิตร กวนผสมระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- 2) จากนั้นเติมแคลเซียมออกไซด์ลงไป 2.5 กรัม ให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่ต้องการศึกษาเป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง
- 3) นำตัวอย่างใส่ในหลอดตัวอย่างละ 2 กรัม และเติมชนิดแอลกอฮอล์ที่ต้องการศึกษาในข้อที่ 1) ลงไปหลอดละ 10 มิลลิลิตร
- 4) นำเข้าเครื่องล้างความถี่สูง (Ultrasonic Cleaner) ยี่ห้อ Kunos รุ่น HP Series 53kHz ที่ความถี่สูงสุดเป็นเวลา 15 นาที
- 5) นำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) ยี่ห้อ Centurion Scientific รุ่น K2080 ด้วยความเร็ว 4,700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที
- 6) ทำซ้ำข้อที่ 4) และ 5) รวมทั้งหมด 4 รอบ
- 7) จากนั้นนำส่วนที่เป็นตะกอนตัวอย่างไปอบลมร้อนที่ 80 °C ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
- 8) นำตัวอย่างไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้นแบบสุญญากาศเพื่อวิเคราะห์คุณลักษณะต่อไป





ภาพประกอบ 3.6 แผนผังการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 3



3.8 เครื่องมือและการวิเคราะห์คุณลักษณะ

3.8.1 วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพ

3.8.1.1 ขนาดและการกระจายตัว

นำเปลือกไข่ที่ผ่านการบดแล้วและแคลเซียมออกไซด์ที่ได้หลังจากการแคลไซน์ไปผสมน้ำให้เกิดเป็นสารแขวนลอยก่อนจะนำไปวิเคราะห์ เพื่อป้องกันไม่ให้อนุภาคของเปลือกไข่หรือแคลเซียม-ออกไซด์จับตัวเป็นก้อนจนทำให้การวิเคราะห์เกิดการล้นเหลว จากนั้นนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Laser Diffraction Particle Size Analyzer รุ่น Beckman Coulter LS 230 คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม เมื่ออนุภาคแขวนลอยที่อยู่ในตัวกลางของเหลวมีมากพอที่โปรแกรมเครื่องกำหนด ก็ทำการกดโปรแกรมเริ่มการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค โดยเครื่องวิเคราะห์ก็จะทำการวิเคราะห์ค่าโดยอัตโนมัติ โดยมีการวิเคราะห์ทั้งหมด 3 ซ้ำ ต่อ 1 ตัวอย่าง เมื่อโปรแกรมวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงกดบันทึกข้อมูล

3.8.1.2 ลักษณะสัณฐาน

เตรียมตัวอย่างเปลือกไข่หรือแคลเซียมออกไซด์ที่จะนำมาวิเคราะห์ โดยการอบไล่ความชื้นที่ 105 องศาเซลเซียส จากนั้นนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) รุ่น Leo 1455 VP จากศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

3.8.1.3 พื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller Method (BET)

นำตัวอย่างเปลือกไข่หรือแคลเซียมออกไซด์มาศึกษาการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P₀) ด้วยเครื่อง BET ยี่ห้อ TriStar II 3020 จากศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวรแล้วนำผลที่ได้ไปคำนวณหาขนาดรูพรุนโดยใช้สมการ BET (Brunauer-Emmett-Teller equation) และหาพื้นที่ผิวจากสมการ BJH (Barrett-Joyner-Halenda equation)

3.8.1.4 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน

นำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เชิงความร้อนใส่เข้ากระเบื้องเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermogravimetric Analysis: TGA) ยี่ห้อ TA Instruments รุ่น TA SDTQ 600 จากภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

3.8.2 วิเคราะห์คุณลักษณะทางเคมี

3.8.2.1 โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD)

การศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวอย่าง ทำโดยนำตัวอย่างบดให้ละเอียดจากนั้นเกลี่ยให้ละเอียดทั่วแผ่นกระจก จากนั้นนำไปสแกนค่าเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffraction ของ Phillips รุ่น PW 3040/60 X'PERT PRO Console จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า



ขั้นตอนการทดลองนี้ตรวจวัดในช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ 20 – 80 องศา Step size เท่ากับ 0.02 deg/step ผลพิกที่ได้นำไปเปรียบเทียบกับมาตรฐาน JCPDS

3.8.2.2 สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF)

การวิเคราะห์หาสารประกอบของตัวอย่าง อาศัยหลักการของการที่รังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูงไปกระทบตัวอย่างทำให้ตัวอย่างเกิดการปล่อยโฟตอนออกมา (Fluoresced) เนื่องจากโฟตอนที่ถูกปล่อยออกมาจากธาตุต่างชนิดในตัวอย่างจะมีความยาวคลื่นเฉพาะสำหรับคลื่นนั้นๆ โดยใช้เครื่อง X-Ray Fluorescence รุ่น Bruker S4 Explorer จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

3.8.2.3 ความแรงของเบสด้วยวิธี Hammett indicators method

คุณสมบัติความเป็นเบสวิเคราะห์ด้วยวิธี Hammett indicators method โดยการเทียบสีจากอินดิเคเตอร์ที่มีค่าฟังก์ชันความเป็นกรด Hammett ของอินดิเคเตอร์ (H_{-}) ที่ต่างกันทั้งหมด 4 ช่วงก็คือ Bromothymol blue $H_{-}7.2$, Phenolphthaline $H_{-}9.8$, 2,4-Dinitroaniline $H_{-}15$ และ 4-Nitroaniline $H_{-}18.4$ โดยเตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์ 0.1% (w/v) โดยใช้อินดิเคเตอร์ 0.5 ในเมทานอล 500 มิลลิลิตร จากนั้นนำตัวอย่าง 25 มิลลิกรัม เติมสารละลายอินดิเคเตอร์ 5 มิลลิลิตร เขย่าที่ความเร็ว 250 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง และสังเกตการเปลี่ยนสีของตัวอย่างตัวเพื่อเทียบสี (Xue et al., 2009)

3.8.2.4 วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของตัวอย่างโดยการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum GX ของศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร



บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปราย

งานวิจัยนี้เป็นศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากเศษเปลือกไข่ไก่จากอุตสาหกรรมเพาะพันธุ์ไก่พ่อแม่พันธุ์เนื้อ โดยเตรียมเศษเปลือกไข่ไก่ให้มีขนาดน้อยกว่า 420 ไมโครเมตร (40 mesh) แล้วนำมาวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีจากนั้นนำเศษเปลือกไข่ไก่เข้าสู่กระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 50 °C ต่อนาที ในสภาวะมีอากาศระยะเวลาให้ความร้อนเป็นเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง จากนั้นวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้ทั้ง 4 ชั่วโมง เพื่อคัดเลือกสภาวะที่เหมาะสมในการแคลไซน์เพื่อให้ได้แคลเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์และมีพื้นที่ผิวสูงก่อนจะนำไปเป็นสารตั้งต้นที่ดีในการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ทั้ง 2 การศึกษาคือ การศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) และการศึกษาแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis) โดยแต่ละขั้นตอนได้มีการศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีดังนี้ การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermogravimetric Analysis:TGA) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Laser Diffraction Particle Size Analyzer) การศึกษาพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller Method (BET) การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) การวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF) การศึกษาความแรงของเบสด้วยวิธี Hammett indicators method และการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) โดยมีผลการศึกษาดังต่อไปนี้

4.1 การเตรียมเศษเปลือกไข่

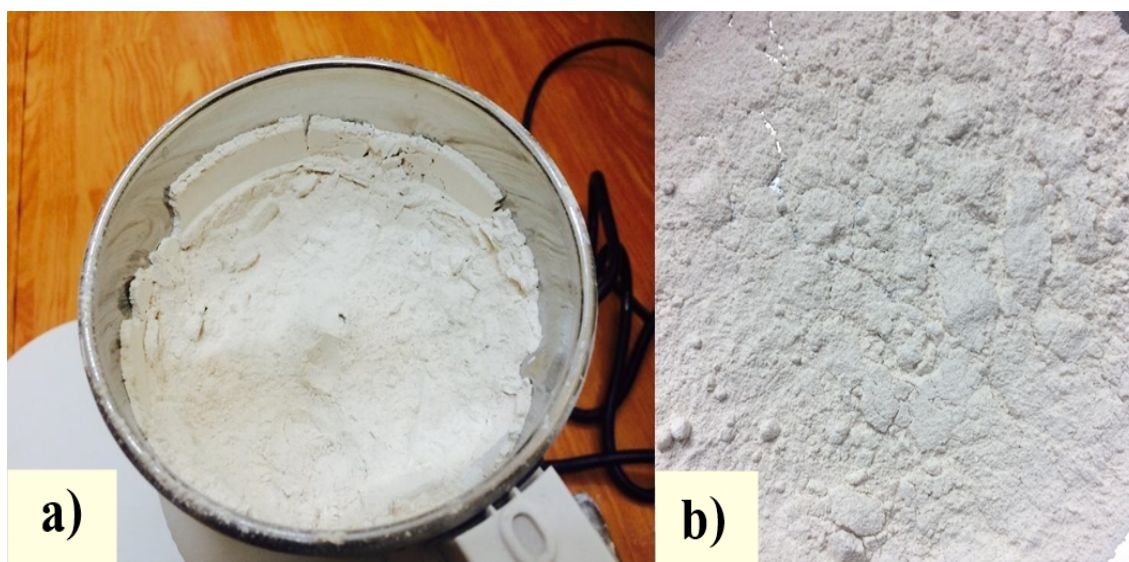
เศษเปลือกไข่ไก่ที่ศึกษาจากการฟักตัวของไก่ภายในโรงผลิตลูกไก่เนื้อในเครือบริษัท ซีพีเอฟ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน) หมู่ที่ 6 ถนนสีคิ้ว-โชคชัย ตำบลพลับพลา อำเภอโชคชัย จังหวัดนครราชสีมา โดยลักษณะของเศษเปลือกไข่ไก่ที่ได้มานั้นมีลักษณะที่เป็นเปลือกไข่ติดกับเยื่อเปลือกไข่ และมีสิ่งปนเปื้อนอยู่ เช่น มูลไก่ ขนไก่ เป็นต้น จึงต้องนำมาทำความสะอาดโดยผ่านการล้างด้วยน้ำและอบให้แห้งในเตาอบลมร้อนที่ 105 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพประกอบ 4.1 จากนั้นทำการแยกเยื่อเปลือกไข่ออกจากเปลือกไข่ ก่อนนำเพียงเปลือกไข่ไปบดให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องปั่นที่ความเร็ว 19,000 รอบต่อนาที หลังจากนั้นเป็นการร่อนผ่านตะแกรงร่อนให้ได้ขนาดน้อยกว่า



420 ไมโครเมตร ซึ่งเศษเปลือกไข่ไก่ที่ได้จะมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวอมน้ำตาลอ่อน ดังภาพประกอบ 4.2



a) เศษเปลือกไข่ไก่ภายในโรงผลิตลูกไก่เนื้อก่อนทำความสะอาด
 b) เศษเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านกระบวนการล้าง อบ และแยกเยื่อเปลือกไข่ออก
 ภาพประกอบ 4.1 ลักษณะของเศษเปลือกไข่ไก่ก่อนและหลังกระบวนการแยกเฉพาะเปลือกไข่ไก่



a) ลักษณะเศษเปลือกไข่ไก่ในกระบวนการอบ
 b) ลักษณะเศษเปลือกไข่ไก่หลังจากการร่อนผ่านตะแกรง
 ภาพประกอบ 4.2 ลักษณะของเศษเปลือกไข่ไก่ในกระบวนการอบและหลังจากการร่อนผ่านตะแกรง

4.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 °C ต่อคุณลักษณะทางกายภาพและเคมีของแคลเซียมออกไซด์

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านการร่อนตะแกรงให้ได้ขนาดน้อยกว่า 420 ไมโครเมตร (40 Mesh) โดยนำเศษเปลือกไข่ไก่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 50 °C ต่อนาที ในสภาวะมีอากาศ ระยะเวลาให้ความร้อนเป็นเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ลักษณะของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากแคลไซน์ทั้ง 4 ชั่วโมง มีลักษณะเหมือนกัน คือมีสีขาวบริสุทธิ์ เป็นผงละเอียด และเป็นเนื้อเดียวกัน ดังภาพประกอบ 4.3 จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพและเคมี โดยมีสัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างเพื่อง่ายต่อการศึกษาดังตาราง 4.1

ตาราง 4.1 สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างในการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เศษเปลือกไข่ไก่

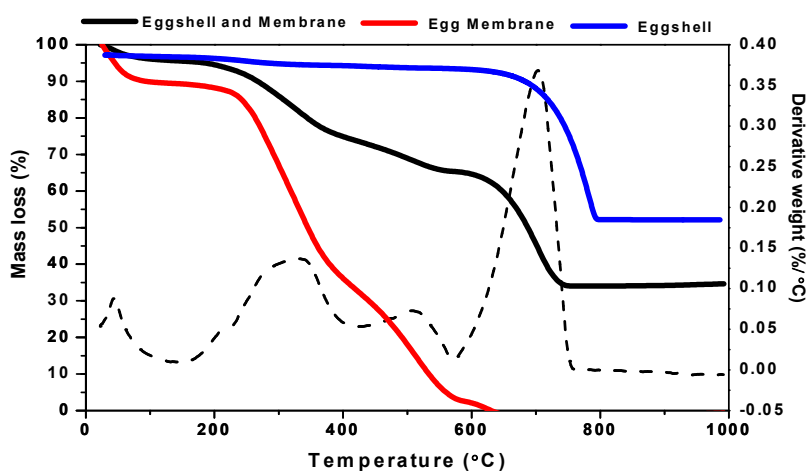
Symbol	Samples	Temperature (°C)	Time (hr)
Eggshell	Eggshell	-	-
CaO[1hr]	Eggshell	800	1
CaO[2hr]	Eggshell	800	2
CaO[3hr]	Eggshell	800	3
CaO[4hr]	Eggshell	800	4



ภาพประกอบ 4.3 ลักษณะแคลเซียมออกไซด์ที่ได้หลังจากการแคลไซน์

4.2.1 คุณลักษณะทางกายภาพ

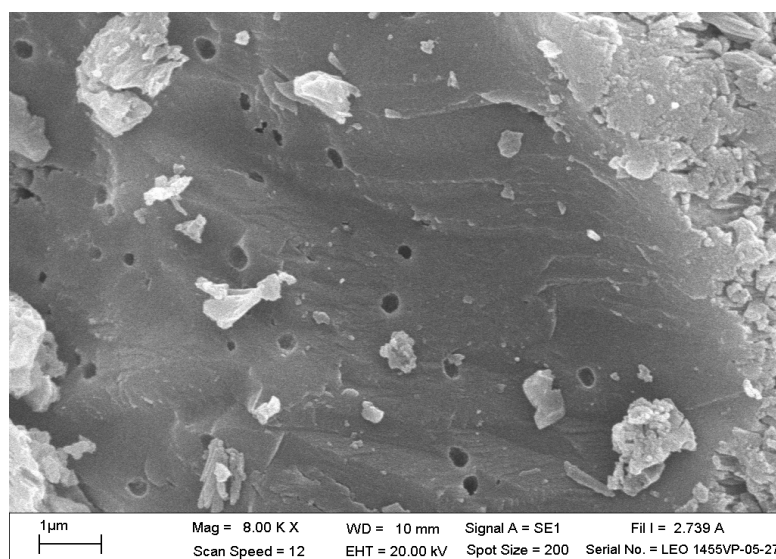
4.2.1.1 การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermogravimetric Analysis: TGA) จากภาพประกอบ 4.4 แสดงการสลายตัวของเปลือกไข่ไก่ใน 3 รูปแบบเพื่อให้เห็นผลจากการวิเคราะห์ได้อย่างชัดเจนโดยมีอยู่ทั้งหมด 3 ตัวอย่าง คือ 1) เปลือกไข่ที่มีเยื่อติดอยู่ 2) เฉพาะเยื่อเปลือกไข่ และ 3) เปลือกไข่ล้วน โดยพบว่าเปลือกไข่ที่มีเยื่อติดอยู่มีการสลายตัวทางความร้อนอยู่ทั้งหมด 3 ช่วง โดยมีการสลายตัวในช่วงแรกประมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิประมาณ 100 °C เนื่องจากสูญเสียความชื้น หลังจากนั้นที่อุณหภูมิ 200 °C จนถึง 600 °C เป็นการสลายตัวของเยื่อเปลือกไข่ไก่ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ประมาณร้อยละ 30 ของน้ำหนัก และที่อุณหภูมิ 600 °C จนถึง 770 °C เป็นการปลดปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) โดยสูญเสียมวลที่ประมาณร้อยละ 30 ของน้ำหนักเปลือกไข่ไก่ซึ่งเป็นสารประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) จนกระทั่งเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ (CaO) สูญเสียมวลโดยรวมที่ไม่ใช่แคลเซียมออกไซด์อยู่ที่ประมาณร้อยละ 65 และเหลือมวลที่เป็นแคลเซียมออกไซด์ที่ประมาณร้อยละ 35 ของน้ำหนัก ส่วนผลการศึกษาของเฉพาะเยื่อเปลือกไข่เป็นในทิศทางเดียวกันคือมีการสูญเสียมวลเนื่องจากสูญเสียความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C หลังจากนั้นที่อุณหภูมิ 200 °C จนถึง 620 °C เป็นการสลายตัวของตัวของเยื่อเปลือกไข่ซึ่งเป็นสารอินทรีย์จนสูญเสียมวลทั้งหมด และการศึกษาเปลือกไข่ล้วนผลที่ได้คือ มีการสลายตัวอยู่ 2 ช่วง โดยในช่วงแรกสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิประมาณ 100 °C หลังจากนั้นที่อุณหภูมิ 600 °C จนถึง 795 °C เป็นการปลดปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ประมาณร้อยละ 43 ของน้ำหนัก และได้ผลผลิตแคลเซียมออกไซด์จากการสังเคราะห์อยู่ที่ร้อยละ 52 ของน้ำหนัก เมื่อเปรียบเทียบการสลายตัวทางความร้อนของเปลือกไข่จากการศึกษาของ Khemthong et al. (2012) พบว่าได้ผลผลิตแคลเซียมออกไซด์จากการสังเคราะห์อยู่ที่ร้อยละ 55 ของน้ำหนัก โดยมีการสลายตัวทางความร้อนที่อุณหภูมิ 830 °C ดังนั้นช่วงอุณหภูมิที่สามารถแคลไซน์เปลือกไข่ให้สลายตัวเป็นแคลเซียมออกไซด์จึงอยู่ในช่วง 795-830 °C และแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงร้อยละ 52 ถึง 55 ของน้ำหนักเปลือกไข่



ภาพประกอบ 4.4 กราฟ TGA thermogram ของเปลือกไข่ไก่

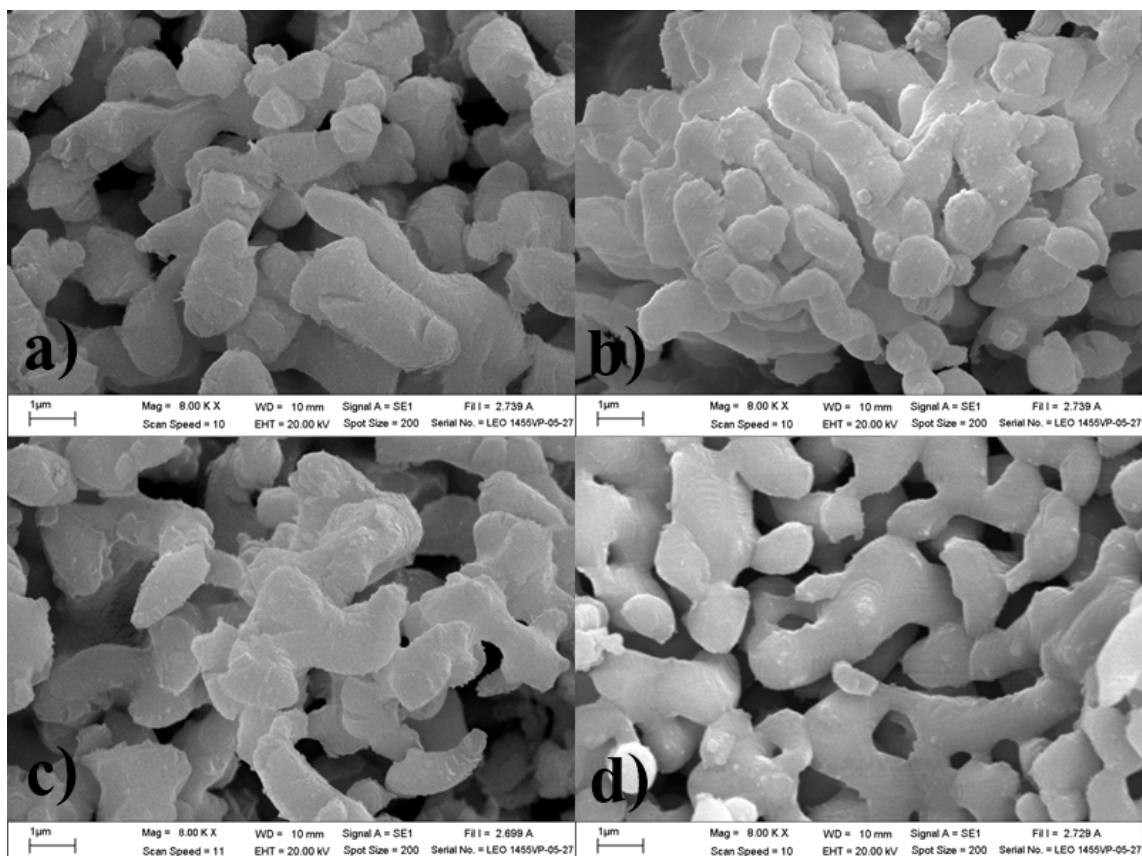


4.2.1.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) โดยใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ดังภาพประกอบ 4.5 และภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 8,000 เท่า แสดงให้เห็นสัณฐานวิทยาของเปลือกไข่พบว่ามีลักษณะผิวเรียบและมีรูพรุนเพียงเล็กน้อยกระจายอยู่ทั่วไป และภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 8,000 เท่าของแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง (ภาพประกอบ 4.6a) อนุภาคมีรูปร่างกระบอกขนาดเล็กกระจายตัวกันทั่วไป ส่วนแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 2 ชั่วโมง (ภาพประกอบ 4.6b) อนุภาคมีรูปร่างกระบอกที่ยาวขึ้นกว่าแคลเซียมระยะเวลา 1 ชั่วโมง และมีลักษณะซ้อนทับกันอยู่ ส่วนแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง (ภาพประกอบ 4.6 c) มีลักษณะรูปร่างกระบอกที่ซ้อนทับแต่มีการกระจายตัวมากกว่าที่แคลเซียมระยะเวลา 2 ชั่วโมง และแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 4 ชั่วโมง (ภาพประกอบ 4.6 d) นั้นมีลักษณะรูปร่างกระบอกต่อกันคล้ายท่อ



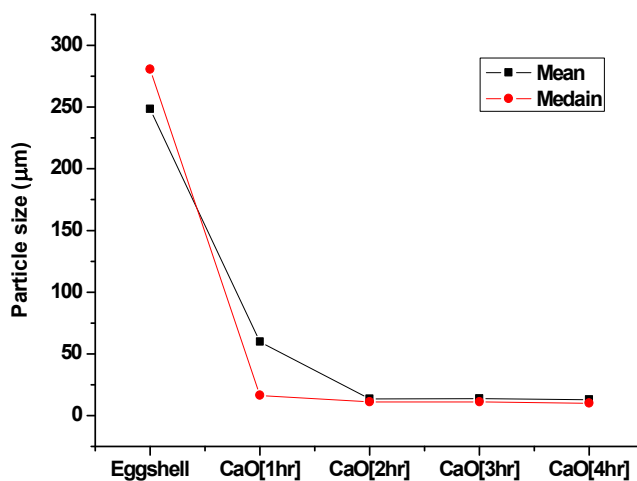
ภาพประกอบ 4.5 ภาพถ่ายเปลือกไข่จากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 8,000 เท่า



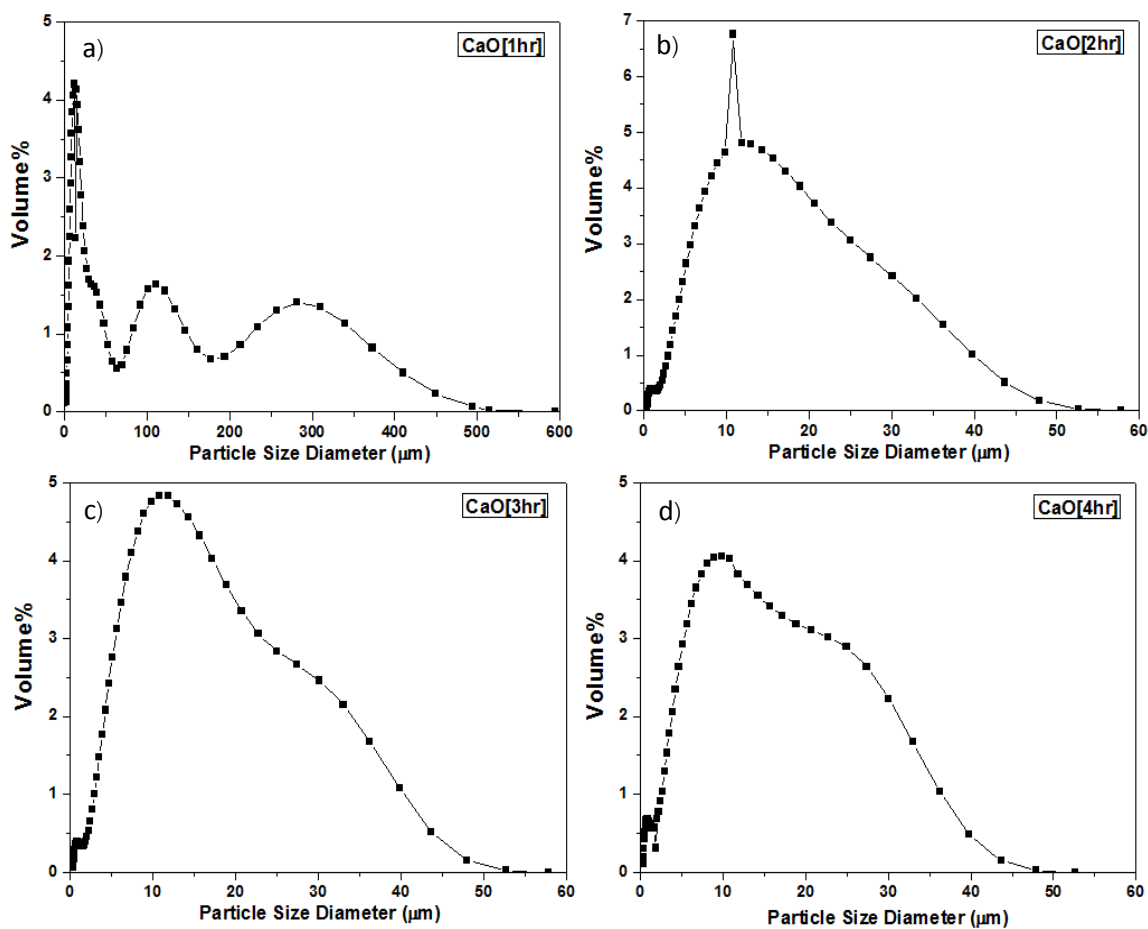


ภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 8,000 เท่าของ
a) CaO[1hr], b) CaO[2hr], c) CaO[3hr] และ d) CaO[4hr]

4.2.1.3 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Laser Diffraction Particle Size Analyzer) เปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมงตรวจวัดขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่อง Laser Diffraction Particle Size Analyzer พบว่าเปลือกไข่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 248.4 ไมครอน และค่ามัธยฐานที่ 280.6 ไมครอน ในส่วนของแคลเซียมออกไซด์แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่ามีค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 59.8, 13.4, 13.7, และ 12.8 ไมครอน ตามลำดับ และค่ามัธยฐานอยู่ที่ 16.2, 11.0, 11.1 และ 9.9 ไมครอน ตามลำดับ ผลที่ได้พบว่าการแคลไซน์ในระยะเวลาที่นานขึ้นจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลงดังภาพประกอบ 4.7 ในส่วนของภาพประกอบ 4.8 แสดงให้เห็นถึงขนาดอนุภาคแคลเซียมออกไซด์ส่วนใหญ่ที่ได้รับจากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ที่ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง และจากการศึกษาการกระจายตัวขนาดรูพรุนของแคลเซียมออกไซด์พบว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาการแคลไซน์ที่นานขึ้นจะส่งผลทำให้ขนาดรูพรุนเล็กลงโดยขนาดของรูพรุนของแคลเซียมออกไซด์ที่แคลไซน์ 800 °C ที่ระยะเวลา 1 ถึง 4 ชั่วโมง จะมีขนาดเล็กลงตามลำดับเวลาที่เพิ่มขึ้น ดังภาพประกอบ 4.9

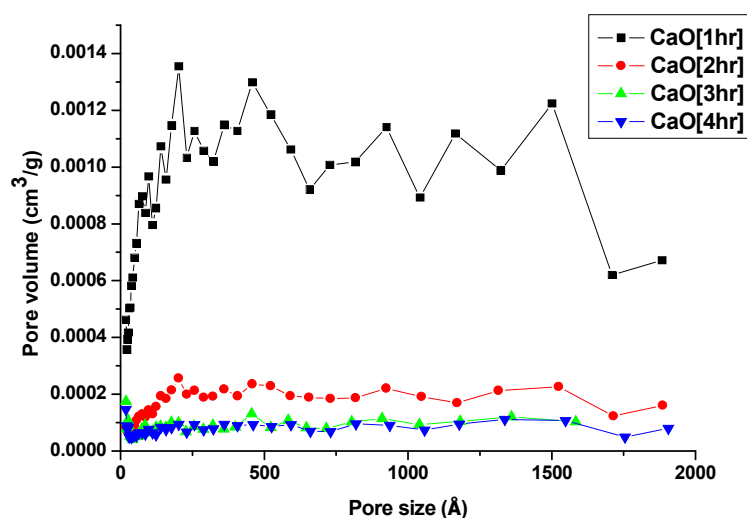


ภาพประกอบ 4.7 ขนาดอนุภาคของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 4.8 การกระจายตัวขนาดอนุภาคของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง





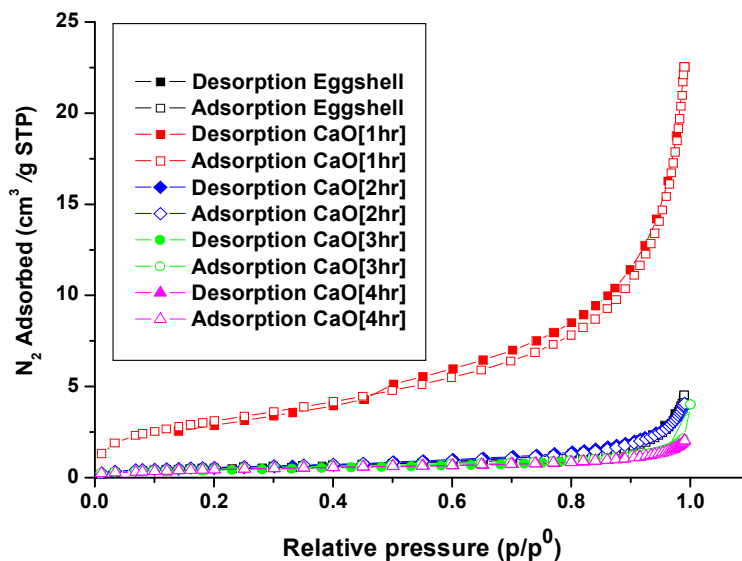
ภาพประกอบ 4.9 การกระจายตัวของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

4.2.1.4 การศึกษาพื้นที่ผิวของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์เศษเปลือกไข่ไก่

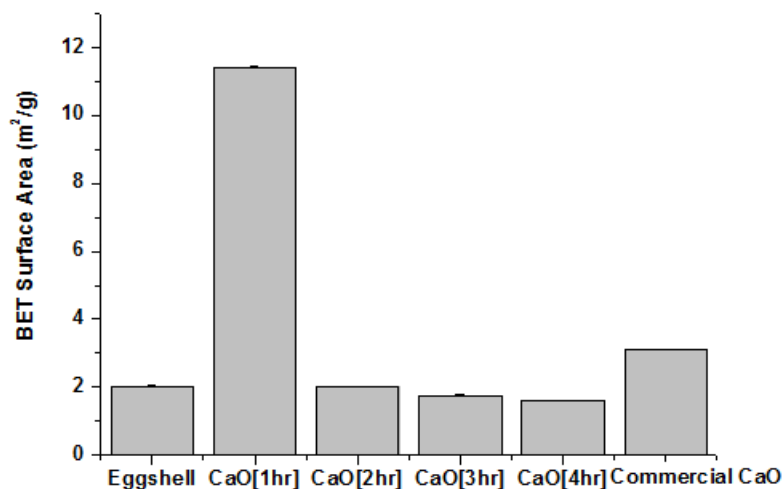
แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ไปวิเคราะห์พื้นที่ผิวของเปลือกไข่โดยอาศัยการดูดซับด้วยแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -195 °C จากภาพประกอบ 4.10 เป็นไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่ากราฟการดูดและคายซับมีลักษณะเป็นไอโซเทอมประเภทที่ 3 (Type III isotherm) จากการจำแนกของ IUPAC โดยขนาดรูพรุนของแคลเซียมออกไซด์ทั้ง 4 ชั่วโมง เป็นขนาดกลาง (Mesopore) และเมื่อคำนวณด้วยสมการ Multipoint BET (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ผลที่ได้พบว่าพื้นที่ผิวของเปลือกไข่ที่ได้คือ 2.0 m²/g แคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง คือ 11.4 m²/g, 2.0 m²/g, 1.7 m²/g และ 1.5m²/g ตามลำดับ

ผลที่ได้จากการศึกษาแสดงให้เห็นถึงระยะเวลาในการแคลไซน์ที่นานขึ้นจะส่งผลต่อพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ ซึ่งเกิดจากการหลอมรวมของแคลเซียมออกไซด์ทำให้แคลเซียมออกไซด์มีพื้นที่ผิวที่ลดน้อยลงตามระยะเวลาที่แคลไซน์ที่นานขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบผลของแคลเซียมออกไซด์แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ต่อแคลเซียมออกไซด์เชิงพาณิชย์ (Commercial CaO) พบว่าแคลเซียมออกไซด์แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวที่สูงกว่าอย่างเห็นได้ชัด ทำให้มีนัยสำคัญต่อการเป็นสารตั้งต้นในกระบวนการทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น และวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบต่อไป





ภาพประกอบ 4.10 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 4.11 พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี BET ของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

จากตาราง 4.2 เมื่อคำนวณหาพื้นที่ผิวตามทฤษฎีสมการดูดซับของแลงเมียร์และวิธีวิเคราะห์บีอีทีพบว่า แคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างอื่นๆ ซึ่งมีค่าพื้นที่ผิวด้วยวิธีบีอีที 11.4 m²/g จากสมการแลงเมียร์ 14.9 m²/g ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.01024 cm³/g ปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก 0.000669cm³/g และขนาดรูพรุน 110.6 Å ผลที่ได้แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าสภาวะการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์



ตาราง 4.2 ผลการวิเคราะห์ของการหาพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน

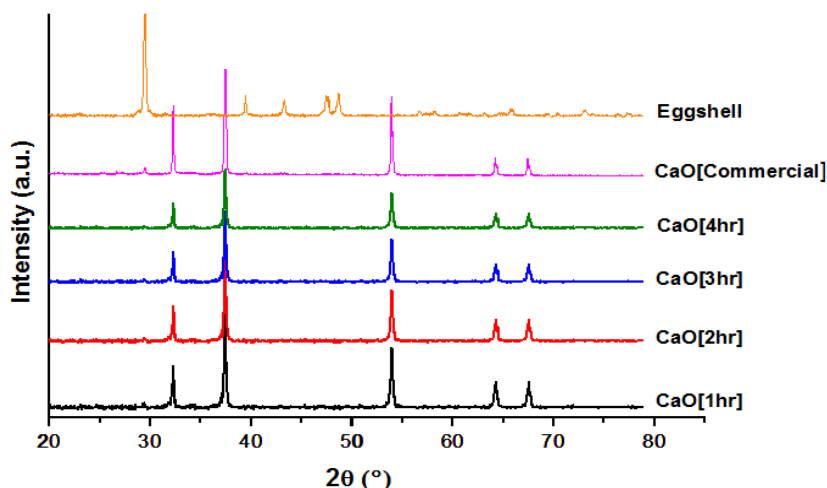
Samples	BET (m ² /g)	Langmuir Surface Area (m ² /g)	Total pore volume (cm ³ /g)	Micropore volume (cm ³ /g)	Pore size (Å)
Eggshell	2.0±0.04	2.73	0.0021	0.00036	119
CaO[1hr]	11.4±0.07	14.98	0.0102	0.00066	110
CaO[2hr]	2.0±0.01	2.64	0.0014	0.00009	110
CaO[3hr]	1.7±0.04	2.29	0.0006	0.00023	70
CaO[4hr]	1.5±0.03	2.08	0.0004	0.00019	70

4.2.2 คุณลักษณะทางเคมี

4.2.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD)

จากภาพประกอบ 4.9 ผลการทดลองด้วยเครื่อง X-ray Diffraction ของเศษเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าเศษเปลือกไข่ไก่มีโครงสร้างผลึกเป็นแคลไซด์ของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเมื่อเทียบกับมาตรฐาน JCPDS และแคลเซียมออกไซด์ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าเป็นผลึกของสารประกอบแคลเซียมออกไซด์ โดยมีพีกของแคลเซียมออกไซด์เกิดที่ตำแหน่ง 32.2°, 37.4°, 53.9°, 64.2° และ 67.4° เหมือนกันทั้ง 4 ชั่วโมงและไม่พบพีกของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C จะทำให้เปลือกไข่ไก่ที่อยู่ในรูปของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wei (2009) ที่ศึกษาอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากเปลือกไข่ที่อุณหภูมิแตกต่างกันระหว่าง 200 °C ถึง 1000 °C ผลที่ได้คือเมื่อแคลไซน์เปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 800 °C ขึ้นไปจะพบเฉพาะผลึกของแคลเซียมออกไซด์





ภาพประกอบ 4.12 XRD ของเปลือกไข่และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

ตาราง 4.3 พีกของเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์โดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction

Samples	Temperature (°C)	Time (hr)	2θ
Eggshell	-	-	23.1° 29.4° 31.5° 36.1° 39.5° 43.2° 47.6° 48.6° 57.4° 60.9° 64.7°
CaO[1hr]	800 °C	1	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
CaO[2hr]	800 °C	2	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
CaO[3hr]	800 °C	3	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
CaO[4hr]	800 °C	4	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
JCPDS data (CaO)	-	-	32.2° 37.3° 58.3° 64.1° 67.3°
JCPDS data(CaCO ₃)	-	-	29.4° 39.4° 43.2° 47.4° 48.5°

หมายเหตุ: JCPDS data (CaO) และ JCPDS data (CaCO₃) อ้างอิงจาก Lesbani et al. (2013)

4.2.2.2 การวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF)

ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอ็กซ์ X-ray fluorescence spectrophotometer (XRF) พบว่าแคลเซียมออกไซด์เป็นองค์ประกอบที่มีมากที่สุดซึ่งมีอยู่ในเปลือกไข่ไก่ถึงร้อยละ 68.2 และมีอยู่ในแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง สูงถึงร้อยละ 97.9, 98, 97.9 และ 97.4 ตามลำดับ และมีธาตุ



MgO อยู่ที่ร้อยละ 0.977–1.01, P₂O₅ อยู่ที่ร้อยละ 0.530–0.579, Na₂O อยู่ที่ร้อยละ 0.161-0.223, SO₃ อยู่ที่ 0.107-0.120% และ K₂O อยู่ที่ 0.034-0.065 เมื่อเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีจากงานวิจัยของ Witoon (2011) ที่แคลไซน์เปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 900 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง มีแคลเซียมออกไซด์อยู่ที่ร้อยละ 97.42 ซึ่งมีความบริสุทธิ์ใกล้เคียงกันกับผลการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ทั้งยังมีองค์ประกอบของ MgO, P₂O₅, Na₂O, SO₃ และ K₂O ที่ใกล้เคียงกันดังตาราง 4.4 จึงแสดงให้เห็นว่าการแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่ 800 °C และ 900 °C ไม่มีความแตกต่างของความบริสุทธิ์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

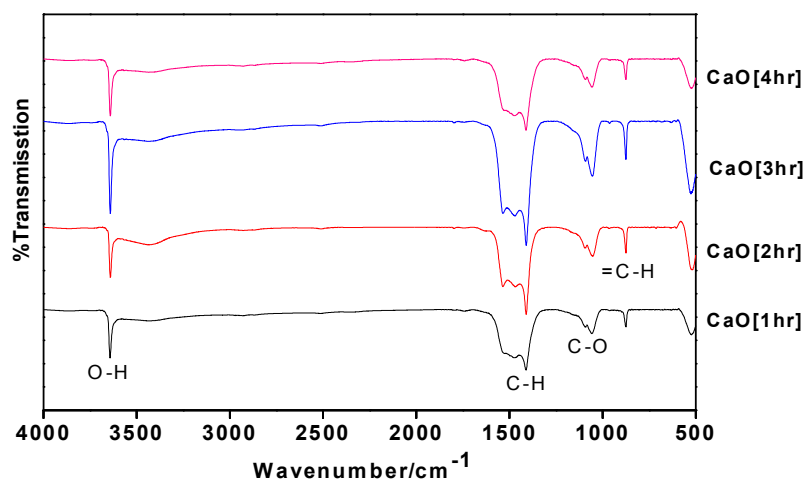
ตาราง 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ไก่และแคลเซียมออกไซด์โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrophotometer

Element (%)	Eggshell	CaO[1hr]	CaO[2hr]	CaO[3hr]	CaO[4hr]	CaO*
CaO	68.2	97.9	98.0	97.9	97.9	97.42
MgO	0.459	0.977	0.984	1.01	1.01	1.63
P ₂ O ₅	0.396	0.543	0.530	0.579	0.532	0.52
Na ₂ O	0.103	0.223	0.162	0.171	0.161	-
SO ₃	0.105	0.111	0.107	0.116	0.120	0.26
K ₂ O	0.0622	0.065	0.034	0.045	0.036	0.08

หมายเหตุ: CaO* อ้างอิงจาก Witoon (2011)

4.2.2.3 วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer ของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง โดยการวัดการดูดกลืนแสงของสารในช่วง Infrared (IR) ซึ่งมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงแต่ละหมู่ฟังก์ชันฟิสิกส์ช่วงเลขคลื่น 4000–450 cm⁻¹ แสดงในภาพประกอบ 4.13





ภาพประกอบ 4.13 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ด้วยเครื่อง FTIR

ผลการทดสอบพบว่าในช่วงเลขที่คลื่น 875 cm^{-1} พบหมู่ฟังก์ชันของ =C-H ในช่วงเลขที่คลื่น 1,053 cm^{-1} พบหมู่ฟังก์ชันของ C-O ในช่วงเลขที่คลื่น 1,410 cm^{-1} พบหมู่ฟังก์ชันของ C-H ในช่วงเลขที่คลื่น 3,642 cm^{-1} พบหมู่ฟังก์ชันของ O-H แต่ละตัวอย่างมีหมู่ฟังก์ชันในช่วงความยาวคลื่นที่ใกล้เคียงกันและตาราง 4.5

ตาราง 4.5 แสดงช่วงเลขที่คลื่น Infrared (IR) เทียบหมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมออกไซด์

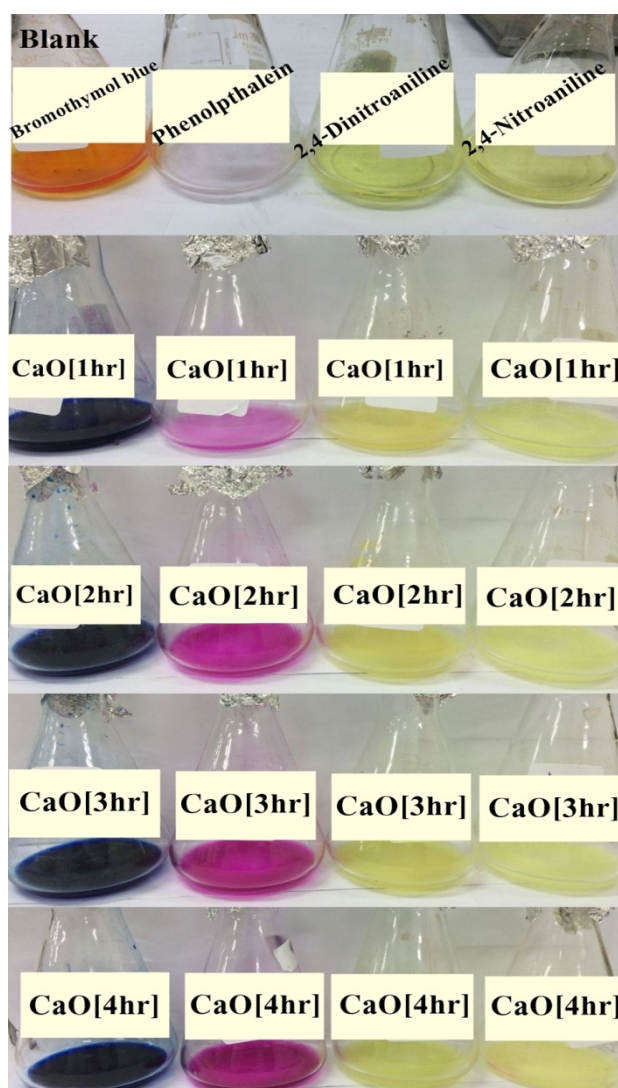
CaO[1hr]	CaO[2hr]	CaO[3hr]	CaO[4hr]	CaO**	Assignments
3641	3641	3642	3642	3643	-O-H
1409	1410	1410	1411	1417	-C-H
1053	1053	1055	1057	-	-C-O
875	875	875	875	866	=C-H

หมายเหตุ: CaO** อ้างอิงจาก Ruiz et al. (2009)

4.2.2.4 วิเคราะห์ความแรงเบสด้วยวิธี Hammett indicators method การวิเคราะห์ความแรงเบสด้วยวิธี Hammett indicators method โดยการเทียบสีจากอินดิเคเตอร์ที่มีค่า H_{ind} ที่ต่างกันทั้งหมด 4 ช่วงก็คือ Bromothymol blue $H_{\text{ind}} 7.2$, Phenolphthaline $H_{\text{ind}} 9.8$, 2,4-Dinitroaniline $H_{\text{ind}} 15$ และ 4-Nitroaniline $H_{\text{ind}} 18.4$ โดยเตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์ 0.1% (w/v) ละลายใน



เมทานอล 1,000 มิลลิลิตร จากนั้นนำตัวอย่าง 25 มิลลิกรัม เติมสารละลายอินดิเคเตอร์ 5 มิลลิลิตร เขย่าที่ความเร็ว 250 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเกตการเปลี่ยนสีของ ตัวอย่างตัวเพื่อเทียบสี ผลการวิเคราะห์ความแรงเบสพบว่าแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ถึง 4 ชั่วโมง มีความแรงเบสอยู่ในช่วง $15 < H_+ < 18.4$ เนื่องจากการ เปลี่ยนแปลงสีจากการใช้สาร 2,4-Dinitroaniline โดยเปลี่ยนจากสีเหลืองใสเป็นสีชมพูอ่อน แต่ไม่ เปลี่ยนแปลงสีจากการใช้สาร 4-Nitroaniline ดังภาพที่ประกอบ 4.14 จึงสรุปได้ว่าระยะเวลาในการ แคลไซน์ไม่มีผลต่อความแรงเบสที่ได้รับ แต่อย่างไรก็ตามผลของความแรงเบสที่ได้มีผลต่อความเร็วใน การทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมออกไซด์กับน้ำในกระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ โดยส่งผล ต่อการเรียงตัวของโมเลกุลของแคลเซียมออกไซด์ระหว่างทำปฏิกิริยาจนนำมาสู่พื้นที่ผิวของแคลเซียม ออกไซด์ที่ได้



ภาพประกอบ 4.14 ภาพแสดงผลการวิเคราะห์ความแรงเบสโดยการเทียบสี



ตาราง 4.6 ผลการวิเคราะห์ความแรงเบสโดยการเทียบสี

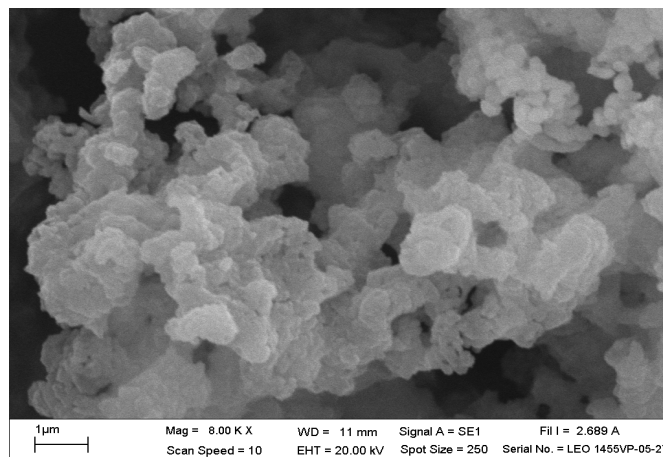
Symbol	Basic strength (H ₊)	Reference
CaO[1hr]	15<H ₊ <18.4	(this study)
CaO[2hr]	15<H ₊ <18.4	(this study)
CaO[3hr]	15<H ₊ <18.4	(this study)
CaO[4hr]	15<H ₊ <18.4	(this study)
Commercial CaO	15<H ₊ <18.4	Masato et al. (2008)

4.3 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)

4.3.1 คุณลักษณะทางกายภาพ

4.3.1.1 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) โดยใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นโดยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 8,000 เท่า ดังภาพประกอบ 4.15 แสดงให้เห็นสัณฐานวิทยาของแคลเซียมออกไซด์ที่มีลักษณะทรงกระบอกขนาดเล็กกระจายตัวและซ้อนทับกันอยู่ ตามลักษณะสัณฐานของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นแสดงให้เห็นว่าลักษณะสัณฐานของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีการเปลี่ยนแปลงจากแคลเซียมออกไซด์ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นนั้นมีนัยสำคัญต่อคุณลักษณะของแคลเซียมออกไซด์ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ที่เป็นตัวต้นแบบ

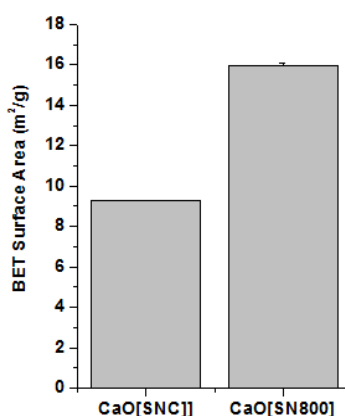




ภาพประกอบ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมออกไซด์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) กำลังขยาย 8,000 เท่า

4.3.1.2 วิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิคBrunauer-Emmett-Teller Method (BET)

แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) ไปวิเคราะห์พื้นที่ผิวโดยอาศัยการดูดซับด้วยแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -195°C เมื่อคำนวณด้วยสมการ Multipoint BET (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) พบว่าพื้นที่ผิวของสารประกอบแคลเซียมออกไซด์ก่อนการแคลไซน์ที่ได้คือ $9.2 \pm 0.03 \text{ m}^2/\text{g}$ และแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง คือ $15.9 \pm 0.08 \text{ m}^2/\text{g}$ จึงกล่าวได้ว่าปฏิกิริยาการเรียงตัวใหม่ของอนุภาคแคลเซียมออกไซด์โดยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นมีอิทธิพลส่งผลต่อพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์จากเดิมให้มีพื้นที่ผิวที่สูงขึ้น



ภาพประกอบ 4.16 พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี BET ของสารประกอบแคลเซียมออกไซด์จากวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นก่อนการแคลไซน์ (สัญลักษณ์ CaO[SNC]) และหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ CaO[SN800])



4.4 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis)

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาคุณลักษณะต่างๆของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบโดยมีอยู่ทั้งหมด 3 วิธี ซึ่งอธิบายขั้นตอนไว้ในหัวข้อที่ 3.5 โดยผลการศึกษาที่ได้นั้นแบ่งออกเป็น 2 หัวข้อ โดยแบ่งเป็นการศึกษากลุ่มตัวอย่างที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอล และกลุ่มตัวอย่างที่ใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ

4.4.1 การศึกษาตัวอย่างที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอล

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาตัวอย่างที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอลในการสังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ เพื่อให้ง่ายต่อการศึกษาจึงใช้สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างดังตาราง 4.7

ตาราง 4.7 สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอล

Samples	Sample condition	Method
EG2M1	EG 2M + CaO 1g + H ₂ O 50ml	1
EG5M1	EG 5M + CaO 1g + H ₂ O 50ml	1
EG10M1	EG 10M + CaO 1g + H ₂ O 50ml	1
EG20M1	EG 20M + CaO 1g + H ₂ O 50ml	1
EG2M3	EG 2M + CaO 3g + H ₂ O 50ml	1
EG10M3	EG 10M+ CaO 3g + H ₂ O 50ml	1
EG10M6	EG 10M+ CaO 6g + H ₂ O 50ml	1
EG80	EG 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 50ml	2

4.4.1.1 วิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller Method (BET)

แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)₂) ที่ได้จากวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated Synthesis of Calcium Oxide) ไปวิเคราะห์พื้นที่ผิวโดยอาศัยการดูดซับด้วยแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -195°C แสดงในตาราง 4.8 พบว่า ตัวอย่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) ด้วยวิธีที่ 1 โดยใช้ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ในกระบวนการ 1 กรัม ต่อสารเอทิลีนไกลคอลที่มีความเข้มข้น 2, 5, 10 และ 20 โมลาร์ พื้นที่ผิวที่ได้คือ 15.4, 20.7, 23.6 และ 20.2 m²/g ตามลำดับ



พื้นที่ผิวตัวอย่างที่ใช้แคลเซียมออกไซด์ในกระบวนการ 3 กรัม ต่อสารเอทิลีนไกลคอลที่ความเข้มข้น 2 และ 10 โมลาร์ คือ 18.7 และ 21.7 m²/g พื้นที่ผิวตัวอย่างที่ใช้แคลเซียมออกไซด์ในกระบวนการ 6 กรัม ต่อสารเอทิลีนไกลคอลที่ความเข้มข้น 10 โมลาร์ คือ 17.3 m²/g และพื้นที่ผิวของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้สารเอทิลีนไกลคอลในวิธีที่ 2 คือ 13.9 m²/g จึงกล่าวได้ว่าวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 มีอิทธิพลต่อพื้นที่ผิวของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ โดยพื้นที่ผิวของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารเอทิลีนไกลคอลต่อปริมาณแคลเซียมออกไซด์ที่เหมาะสม ซึ่งอัตราส่วนที่แสดงผลพื้นที่ผิวดีที่สุดคือ แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1 ที่ใช้แคลเซียมออกไซด์ในกระบวนการ 1 กรัม และใช้สารเอทิลีนไกลคอลที่ความเข้มข้น 10 โมลาร์ พื้นที่ผิวเท่ากับ 23.61 m²/g จึงสรุปได้ว่าสารเอทิลีนไกลคอลสามารถช่วยในการจัดเรียงโมเลกุลของแคลเซียมออกไซด์อันนำไปสู่พื้นที่ผิวที่สูงขึ้นไปจากเดิม

ตาราง 4.8 ผลการศึกษาพื้นที่ผิวการสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เอทิลีนไกลคอล

Samples	BET (m ² /g)	Langmuir Surface Area (m ² /g)	Vtotal (cm ³ /g)	Pore Size (Å)	Micropore volume (cm ³ /g)	Method
EG2M1	15.47±0.08	20.14	0.0174	205.05	0.000589	1
EG5M1	20.79±0.11	27.16	0.0266	213.30	0.000600	1
EG10M1	23.61±0.12	30.84	0.0284	216.03	0.000679	1
EG20M1	22.20±0.10	28.85	0.0253	219.11	0.001041	1
EG2M3	17.83±0.12	23.34	0.0226	212.93	0.000505	1
EG10M3	21.72±0.19	28.40	0.0297	230.49	0.001006	1
EG10M6	17.37±0.15	22.69	0.0199	226.74	0.000832	1
EG80	13.9±0.13	18.18	0.0032	66.29	0.000652	2



4.4.2 การศึกษาตัวอย่างที่ใช้สารกลุ่มแอลกอฮอล์

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาตัวอย่างที่ใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆในการสังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ เพื่อให้ง่ายต่อการศึกษาลงใช้สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างดังตาราง 4.9

ตาราง 4.9 สัญลักษณ์แทนชื่อตัวอย่างที่ใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ

Samples	Sample condition	Method
Metha80	Methanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml	2
Etha80	Ethanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml	2
Ethanol	Ethanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml	3
2-pro0	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml(Heat 0 °C)	3
2-pro40	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml(Heat 40 °C)	3
2-pr60	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml(Heat 60 °C)	3
2-pro80	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml(Heat 80 °C)	3
2-Pro0(400)	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml (Heat 0 °C + Calcinations 400 °C)	3
2-Pro0(650)	2-Propanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml (Heat 0 °C + Calcinations 650 °C)	3
Butanol	1-Butanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml	3
Pentanol	3-Pentanol 2.9ml + CaO 2.5g + H ₂ O 1.43ml	3

4.4.2.1 อิทธิพลของแอลกอฮอล์ต่อขนาดโมเลกุล การศึกษาอิทธิพลของชนิดแอลกอฮอล์ต่างๆ ที่ใช้ในกระบวนการวิธีปรับด้วยแม่แบบต่อขนาดของโมเลกุลแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้ โดยมีเมทานอล เอทานอล ไอโซโพรพานอล บิวทานอล และเพนทานอล ดังตาราง 4.10 ผลที่ได้จากวิธีที่ 2 พบว่า ตัวอย่างที่ใช้เมทานอล (Metha80) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ $27.6 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด $0.049 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 168.50 \AA ปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก $0.000643 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตัวอย่างที่ใช้เอทานอล(Etha80) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ $26.0 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด $0.037 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 182.2 \AA ปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก $0.000226 \text{ cm}^3/\text{g}$ ในส่วนของวิธีที่ 3 พบว่า ตัวอย่างที่ใช้เอทานอล(Ethanol) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ $39.3 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด $0.076 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 148.07 \AA ปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก $0.000721 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล (2-Pro0) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ $47.9 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด $0.093 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 163.59 \AA ตัวอย่างที่ใช้บิวทานอล (Butanol) มีพื้นที่

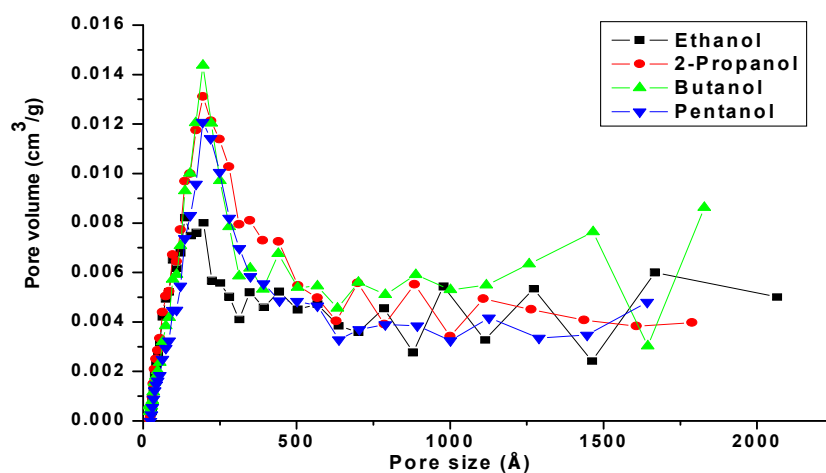


ผิวเท่ากับ $44.2 \text{ m}^2/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 166.56 \AA และตัวอย่างที่ใช้เพนทานอล (Pentanol) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ $35.7 \text{ m}^2/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 171.85 \AA ปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก $0.001128 \text{ cm}^3/\text{g}$ ผลที่ได้แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของแอลกอฮอล์อย่างชัดเจนโดยที่ ตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล (2-pro0) มีพื้นที่ผิวที่สูงที่สุดซึ่งมีค่าเท่ากับ $47.9 \text{ m}^2/\text{g}$ และเมื่อศึกษาขนาดรูพรุนของตัวอย่างจากวิธีที่ 3 จะเห็นได้ชัดว่า ขนาดโมเลกุลของแอลกอฮอล์ที่ใช้นั้นมีผลต่อขนาดรูพรุนโดยที่ตัวอย่างที่ใช้เอทานอลมีขนาดที่เล็กที่สุดคือ 148.07 \AA และตัวอย่างที่ใช้เพนทานอล (Pentanol) มีขนาดใหญ่ที่สุดคือ 171.85 \AA

ตาราง 4.10 ผลการศึกษาขนาดโมเลกุลแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากการใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ

Samples	BET (m^2/g)	Vtotal (cm^3/g)	Pore Size (\AA)	Micropore volume (cm^3/g)	Method
Metha80	27.69 ± 0.24	0.049	168.50	0.000643	2
Etha80	26.01 ± 0.11	0.037	182.20	0.000226	2
Ethanol	39.38 ± 0.46	0.076	148.07	0.000721	3
2-pro0	47.96 ± 0.32	0.093	163.59	N/A	3
Butanol	44.21 ± 0.15	N/A	166.56	N/A	3
Pentanol	35.71 ± 0.28	N/A	171.85	0.001128	3

หมายเหตุ : N/A คือ คำนวณค่าไม่ได้



ภาพประกอบ 4.17 การกระจายตัวขนาดรูพรุนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากการใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่างๆด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ วิธีที่ 3



4.4.2.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อพื้นที่ผิวตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล จากการศึกษา อิทธิพลของแอลกอฮอล์แสดงให้เห็นว่า ตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลนั้นมีพื้นที่ผิวสูงสุดในกลุ่มของ แอลกอฮอล์ที่ศึกษา จึงนำมาสู่การศึกษาการให้ความร้อนในกระบวนการสังเคราะห์ตัวอย่างซึ่งจะส่งผล ต่อพื้นที่ผิวที่ได้รับ โดยมีสภาวะการให้ความร้อนที่ อุณหภูมิห้อง, 40, 60 และ 80 °C และตัวอย่างที่ไม่ได้ให้ความร้อนในกระบวนการแต่นำไปแคลไซน์ที่ 400 และ 650 °C รวมทั้งหมด 6 ตัวอย่าง ผลที่ได้ พบว่าพื้นที่ผิวของ 2-Pro0 เท่ากับ 47.9 m²/g, 2-Pro40 เท่ากับ 37.8 m²/g, 2-Pro60 เท่ากับ 44 m²/g, 2-Pro80 เท่ากับ 31 m²/g, 2-Pro0(400) เท่ากับ 19.5m²/g และ 2-Pro0(650) เท่ากับ 16.8 m²/g ดังตาราง 4.11 ผลที่ได้จากการศึกษาแสดงให้เห็นถึงการสูญเสียพื้นที่ผิว เมื่อเพิ่มอุณหภูมิใน กระบวนการสังเคราะห์ ซึ่งทำให้ 2-Pro0 นั้นมีพื้นที่ผิวสูงสุด คือ 47.9m²/g และจากการนำตัวอย่าง ไปแคลไซน์ที่ 400 และ 650 °C พบว่า พื้นที่ผิวจะลดลงตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น เนื่องจากการ สลายตัวทางความร้อนของพันธะไฮโดรเจน

ตาราง 4.11 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่จะส่งผลต่อพื้นที่ผิวตัวอย่างจากการใช้ไอโซโพรพานอล

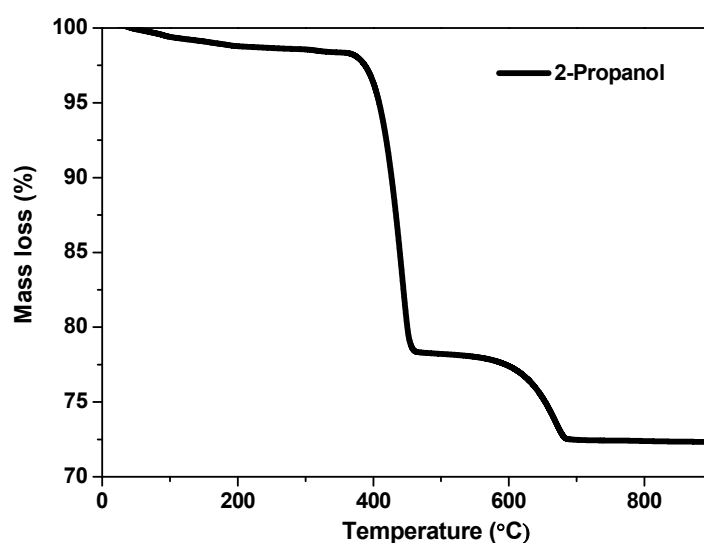
Samples	Heat (°C)	BET (m ² /g)	Langmuir Surface Area (m ² /g)	Vtotal (cm ³ /g)	Pore Size (Å)	Micropore volume (cm ³ /g)
2-Pro0	0	47.9±0.32	63.58	0.093	163.59	N/A
2-Pro40	40	37.8±0.17	49.69	0.070	178.23	N/A
2-Pro60	60	44±0.4	58.06	0.088	136.60	0.000328
2-Pro80	80	31±0.13	41.15	0.056	183	N/A
2-Pro0(400)	400	19.5±0.11	25.46	0.020	194.64	0.000920
2-Pro0(650)	650	16.8±0.07	22.04	0.017	205.47	0.000226
2-Pro0(800)	800	6.85	22.82	N/A	N/A	N/A

หมายเหตุ : N/A คือ คำนวณค่าไม่ได้

4.4.2.3 วิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล จาก ภาพประกอบ 4.17 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล พบว่าตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลสลายตัวทางความร้อนอยู่ทั้งหมด 3 ช่วง โดยมีการสลายตัวทางความร้อนในช่วงแรก ร้อยละ 3 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิประมาณ 100 °C เนื่องจากสูญเสียความชื้น หลังจากนั้นที่อุณหภูมิ



200 °C จนถึง 420 °C ได้สลายตัวทางความร้อนประมาณร้อยละ 20 ของน้ำหนัก และที่อุณหภูมิ 420 °C จนถึง 660 °C ได้สลายตัวทางความร้อนอีกประมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนัก โดยทั้งสองช่วงนี้เกิดจากการสลายตัวของพันธะไฮโดรเจนทำให้ตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลซึ่งเป็นแคลเซียมไฮดรอกไซด์เปลี่ยนรูปเป็นแคลเซียมออกไซด์ในที่สุด แต่อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนเพียงอย่างเดียวไม่สามารถยืนยันได้ว่าจะจะเป็นไปตามการอภิปรายผล จึงจำเป็นต้องศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ทั้ง 3 ช่วง เพื่อยืนยันการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล



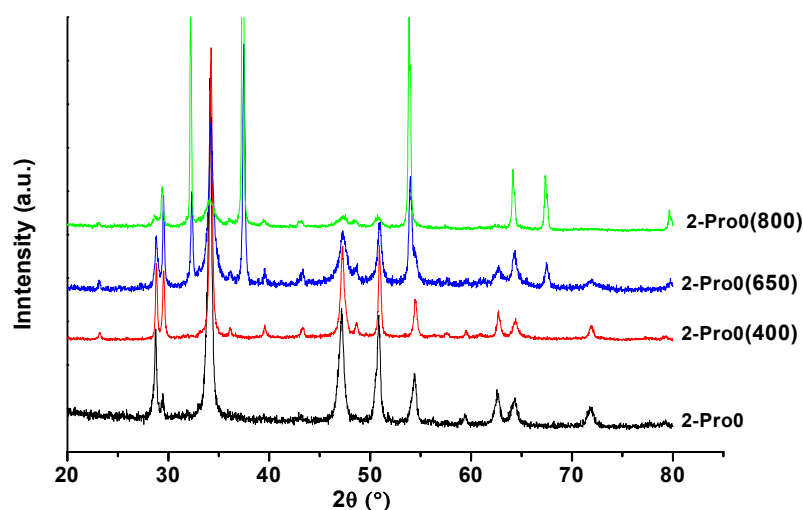
ภาพประกอบที่ 4.18 กราฟ TGA thermogram ของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล

4.4.2.4 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอลโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) จากภาพประกอบที่ 4.18 ผลการทดลองด้วยเครื่อง X-ray Diffraction ของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล พบว่า 2-Pro0 และ 2-Pro0(400) มีโครงสร้างผลึกเป็นแคลไซต์ของสารประกอบแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เมื่อเทียบกับมาตรฐาน JCPDS (Lesbani et al., 2013) โดยมีพีกของแคลเซียมไฮดรอกไซด์เกิดที่ตำแหน่ง 28.7°, 34.1°, 47.1° และ 50.8° เหมือนกันทั้ง 2 ตัวอย่าง ในส่วนของ 2-Pro0(650) มีโครงสร้างผลึกเป็นแคลไซต์ของสารประกอบแคลเซียมไฮดรอกไซด์และสารประกอบแคลเซียมออกไซด์โดยมีพีกเกิดที่ตำแหน่ง 28.7°, 32.2°, 34.1°, 37.4°, 47.1°, 50.8°, 53.9°, 64.2° และ 67.4° ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °C ยังไม่สามารถทำให้ตัวอย่างที่อยู่ในรูปของสารประกอบแคลเซียมไฮดรอกไซด์เปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์ และ 2-Pro0(800) มีโครงสร้างผลึกเป็นแคลไซต์ของแคลเซียมออกไซด์โดยมีพีกเกิดที่ตำแหน่ง 29.4°, 32.2°, 37.3°, 53.9°, 64.1° และ 67.3° จึงสามารถสรุปได้ว่าการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C สามารถทำให้ตัวอย่างเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์



ตาราง 4.12 พีคของตัวอย่างที่ใช้ไฮโซพรพานอลโดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction

Samples	2θ	Reference
2-Pro0	28.7° 34.1° 47.1° 50.8°	(this study)
2-Pro0(400)	28.7° 34.1° 47.1° 50.8°	(this study)
2-Pro0(650)	28.7° 34.1° 37.4° 47.1° 50.8° 53.9° 64.2° 67.4	(this study)
JCPDS data(CaO)	32.2° 37.3° 58.3° 64.1° 67.3°	Lesbani et al. (2013)
JCPDS data Ca(OH) ₂	28.6° 34.1° 47.1° 50.8°	Lesbani et al. (2013)



ภาพประกอบ 4.19 XRD ของตัวอย่างที่ใช้ไฮโซพรพานอล

4.4.1 พื้นที่ผิวที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ

จากการศึกษาพื้นที่ผิวที่สังเคราะห์โดยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบพบว่าแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับจากกระบวนการนี้สูงที่สุดคือ 2-Pro0 ซึ่งมีพื้นที่ผิวเท่ากับ $47.96 \text{ m}^2/\text{g}$ เนื่องจากไฮโซพรพานอลนั้นมีโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole Moments) ที่ต่ำ จึงทำให้เกิดปฏิกิริยาการเรียงตัวของโมเลกุลนั้นดีขึ้นจนนำไปสู่พื้นที่ผิวที่สูงขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นแคลเซียมออกไซด์ที่อุณหภูมิ 400, 650 และ 800 °C จะทำให้พื้นที่ผิวลดลงเกินครึ่งของพื้นที่ผิวแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากความร้อนได้สลายพันธะไฮโดรเจนที่เข้าไปจัดเรียงโมเลกุลในโครงสร้างจนเกิดการสูญเสียพื้นที่ผิวไปด้วย แต่อย่างไรก็ตามแคลเซียมออกไซด์ที่ได้รับก็ยังมีพื้นที่ผิวที่สูงเมื่อเทียบกับแคลเซียมออกไซด์เชิงการค้าทำ



ให้แคลเซียมออกไซด์ในงานวิจัยนี้ยังคงมีมูลค่าและประสิทธิภาพที่สูง และในกรณีของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ก็ยังใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลได้เช่นเดียวกับแคลเซียมออกไซด์ เนื่องจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลนั้น แคลเซียมออกไซด์ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับน้ำที่มีอยู่ในกระบวนการจนเกิดเป็นแคลเซียมไฮดรอกไซด์เช่นเดิม จึงสามารถสรุปได้ว่าไม่มีความแตกต่างเมื่อใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์หรือแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการแคลไซน์เปลือกไข่ไก่ที่อุณหภูมิ 800 °C

5.1.1.1 ผลการศึกษาทำให้ทราบว่าระยะเวลาแคลไซน์นั้นมีผลต่อลักษณะทางกายภาพของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้รับ โดยระยะเวลาแคลไซน์ที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาค ขนาดรูพรุน และพื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ลดลงซึ่งแสดงให้เห็นว่าระยะเวลาการแคลไซน์ที่นานขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาคของแคลเซียมออกไซด์เกิดการหดตัวของโมเลกุลจนทำให้สูญเสียขนาดรูพรุน จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้พื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ลดลง

5.1.1.2 ผลการศึกษาลักษณะทางเคมีของแคลเซียมออกไซด์ด้วยเทคนิค XRD และ XRF พบว่าเศษเปลือกไข่ไก่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C จะสามารถทำให้เปลือกไข่ไก่ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตเปลี่ยนเป็นผลึกแคลเซียมออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์ โดยที่ความบริสุทธิ์ของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้รับจากระยะเวลาการแคลไซน์ 1 ถึง 4 ชั่วโมง มีความบริสุทธิ์อยู่ที่ร้อยละ 9.79-98 ซึ่งมีความบริสุทธิ์เทียบเท่าเกรดการค้า

5.1.1.3 การวิเคราะห์ประเภทสารและพันธะเคมีด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) ของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ทั้งหมดมีหมู่ฟังก์ชันของ =C-H, C-O, C-H และ O-H เหมือนกันทั้งหมด

5.1.1.4 การวิเคราะห์ความแรงเบสด้วยวิธี Hammett indicators method โดยการเทียบสีของแคลเซียมออกไซด์พบว่า แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ถึง 4 ชั่วโมง มีความแรงเบสทั้งหมดอยู่ในช่วง $pH_{15} < H_{-} < 18.4$

5.1.2 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure)

พื้นที่ผิวของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้นโดยแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมงได้เท่ากับ $15.9 \pm 0.08 \text{ m}^2/\text{g}$



5.1.3 ผลการวิเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)

5.1.3.1 พื้นที่ผิวที่ดีที่สุดของการสังเคราะห์แคลเซียมไฮดรอกไซด์จากตัวอย่างที่ใช้เอทิลีนไกลคอลด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 1 คือ EG10M1 ซึ่งมีพื้นที่ผิวเท่ากับ $23.6 \pm 0.12 \text{ m}^2/\text{g}$

5.1.3.2 แอลกอฮอล์ที่ส่งผลต่อพื้นที่ผิวสูงสุดคือ ไอโซโพรพานอล (2-proO) ซึ่งมีพื้นที่ผิวเท่ากับ $47.9 \pm 0.32 \text{ m}^2/\text{g}$ และเมื่อเปรียบเทียบขนาดรูพรุนของแอลกอฮอล์โดยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบวิธีที่ 3 พบว่า ขนาดของรูพรุนน้อยที่สุดคือ Ethanol เท่ากับ 148.07 \AA และขนาดรูพรุนมากที่สุดคือ Pentanol เท่ากับ 171.85 \AA จึงสรุปได้ว่าจำนวนคาร์บอนของโครงสร้างแอลกอฮอล์มีผลต่อขนาดของรูพรุนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับ แต่อย่างไรก็ตามขนาดของรูพรุนก็ไม่มีผลต่อพื้นที่ผิวที่ได้รับ

5.1.3.3 จากการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อพื้นที่ผิวของตัวอย่างที่ใช้ไอโซโพรพานอล ตัวอย่างที่มีพื้นที่ผิวที่สูงที่สุดก็คือ 2-ProO โดยมีพื้นที่ผิวสูงสุดถึง $47.9 \pm 0.32 \text{ m}^2/\text{g}$

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการทดลองพบว่าการสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (Hierarchical Structure) มีพื้นที่ผิวน้อยกว่าที่คาดหวังไว้ เนื่องจากการเข้าทำปฏิกิริยาที่เร็วเกินไปจากผลของความแรงเบสของแคลเซียมออกไซด์ที่สูง ดังนั้นจึงควรหาวิธีที่จะชะลอการทำปฏิกิริยาเพื่อให้การทำปฏิกิริยาช้าลง จึงจะทำให้การเรียงตัวของโมเลกุลดีขึ้นและส่งผลถึงพื้นที่ผิว และจากการศึกษาสังเคราะห์ด้วยวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis) ควรศึกษาในการเติมสารลดแรงตึงผิวประเภทอื่นๆ ซึ่งอาจนำไปสู่การสังเคราะห์แคลเซียมออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวที่สูงขึ้น



เอกสารอ้างอิง



เอกสารอ้างอิง

- กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่. (2547). *แคลเซียมคาร์บอเนต*. กรุงเทพฯ, บริษัท ประชาชน จำกัด.
- ชัยวุฒิ นาคเวียง. (2553). *การผลิตเชื้อเพลิงไบโอดีเซลโดยใช้คาร์บอนกัมมันต์และแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิธีพ่น*. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- ธนธรณ์ ปวงแก้ว. (2555). *การเตรียมแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูงจากเปลือกหอยแครงเพื่อการผลิตผงไฮดรอกซีอะพาไทต์*. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- พนิชา ทิพวรรณ และอมรชัย อารณวิธานพ. (2559). การลดการปลดปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากโรงไฟฟ้าด้วยตัวดูดซับแคลเซียมออกไซด์. *Technology & InnoMAg*, (247), 22-25.
- วิชัย ดำรงโภคภัณฑ์. (2555). เทคโนโลยีการนำเปลือกไข่มาใช้ประโยชน์. *วารสารวิทยาศาสตร์ประยุกต์*, (11)2, 75-83.
- ศิริประภา ชัยเนตร, ภัทรา วงษ์พันธ์กมล, ครรชิต คงคำเงิน. (2556). *การดูดซับเมทิลลิโนเลอิกในน้ำเสียโดยใช้เปลือกไข่*. รายงานการวิจัยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา.
- สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. (2556). *สถานการณ์สินค้าเกษตรที่สำคัญและแนวโน้มปี 2557*. กรุงเทพฯ, อักษรสยามการพิมพ์.
- สำนักงานสิ่งแวดล้อมภาคที่ 16. *สินค้าฉลากเขียว*. [ออนไลน์]. ได้จาก: <http://reo16.mnre.go.th/reo16/knowledge/detail/99> [สืบค้นเมื่อ 10 ธันวาคม 2557].
- สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล. (2555). การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ. *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ*, (189), 23-24.
- เสาวภา ไวยสุศรี. (2558). *การกำจัดฟอสเฟตในน้ำเสียโดยการดูดซับด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตและแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่*. รายงานผลการวิจัยมหาวิทยาลัยธุรกิจบัณฑิต. มหาวิทยาลัยธุรกิจบัณฑิต.
- องค์การบริหารจัดการก๊าซเรือนกระจก. *คาร์บอนฟุตพริ้นท์ของผลิตภัณฑ์*. [ออนไลน์]. ได้จาก: <http://www.tgo.or.th/2015/thai/content.php?s1=18&s2=61> [สืบค้นเมื่อ 10 ธันวาคม 2557].
- Gryglewicz S. (1999). Rapeseed oil methyl esters preparation using heterogeneous catalysts. *Bioresource Technology*, (70), 249-253.



- Hincke MT, NysY, GautronJ, Mann K, Rodriguez-Navarro AB, McKee MD. (2012). The eggshell: structure, composition and mineralization. *Frontiers in Bioscience*, 17, 1266-1280.
- KouzuM, KasunoT, TajikaM, SugimotoY, Yamanaka S and Hidaka J. (2008). Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production. *Fuel*, 87, 2798–2806.
- Lee J, Han S and Hyeon T. (2004). Synthesis of new nanoporous carbon materials using nanostructured silica materials as templates. *Journal of Materials Chemistry*, 14, 478-486.
- Lesbani A, Tamba P, Mohadi R and Fahmariyanti. (2013). Preparation of calcium oxide from *Achatinafulica* as catalyst for production of biodiesel from waste cooking oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13 (2), 176 –180.
- Liu C, Zhang L, Deng J, Mu Q, Dai H and He H. (2008). Surfactant-Aided Hydrothermal Synthesis and Carbon Dioxide Adsorption Behavior of Three-Dimensionally Mesoporous Calcium Oxide Single-Crystallites with Tri-, Tetra-, and Hexagonal Morphologies. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(49), 19248–19256.
- Liu X, He H and Wang Y. (2008). Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. *Fuel*, 87, 216–221.
- Mosaddegh E and Hassankhani A. (2014). Preparation and characterization of nano-CaO based on eggshell waste: Novel and green catalytic approach to highly efficient synthesis of pyrano[4,3-*b*]pyrans. *Chinese Journal of Catalysis*, 35, 351–356.
- Salvadori B and Dei L. (2001). Synthesis of Ca(OH)₂ Nanoparticles from Diols. *Langmuir*, 17(8), 2371-2374.
- Shin H, Kim H, Kim Y and Lee H. (2009). Preparation and characterization of high surface area calcium hydroxide sorbent for SO₂ removal. *Current Applied Physics*, 9, 276–279.
- Tian P, Han X, Ning G, Fang H, Ye J, Gong W and Lin Y. (2013). Synthesis of Porous Hierarchical MgO and Its Superb Adsorption Properties. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 5(23), 12411-12418.



- Viriya-empikul N, Krasae P, Nualpaeng W, Yoosuk B and Faungnawakij K. (2012). Biodiesel production over Ca-based solid catalysts derived from industrial wastes. *Fuel*, 92, 239–244.
- Wei Z, Xu C and Li B. (2009). Application of waste eggshell as low-cost solid catalyst for biodiesel production. *Bioresource Technology*, 100, 2883–2885.
- Witoon T. (2011). Characterization of calcium oxide derived from waste eggshell and its application as CO₂ sorbent. *Ceramics International*, 37, 3291–3298.
- Yacob AR, Noordin NP, Sulaima NF and Mustajab MKAA. (2011). Single Step Transesterification of Palm Oil Using Prepared Calcium Oxide. *Journal of Materials Science and Engineering A*, 1, 1004-1009.
- Yoosuk B, Udomsap P, Puttasawat B and Krasae P. (2010). Modification of calcite by hydration–dehydration method for heterogeneous biodiesel production process: The effects of water on properties and activity. *Chemical Engineering Journal*, 162, 135–141.
- Xue W, Zhou Y, Song B, Shi X, Wang J, Yin S, Hu D, Jin L and Yang S. (2009). Synthesis of biodiesel from *Jatropha curcas* L. seed oil using artificial zeolites loaded with CH₃COOK as a heterogeneous catalyst. *Natural Science*, 1,55-62.
- Zhu Y, Wu S and Wang X. (2011). Nano CaO grain characteristics and growth model under calcination. *Chemical Engineering Journal*, 175, 512– 518.



ภาคผนวก



ภาคผนวก ก
ตัวอย่างภาพประกอบในงานวิจัย





ภาพประกอบ ก-1 สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (เติมก๊าซ)

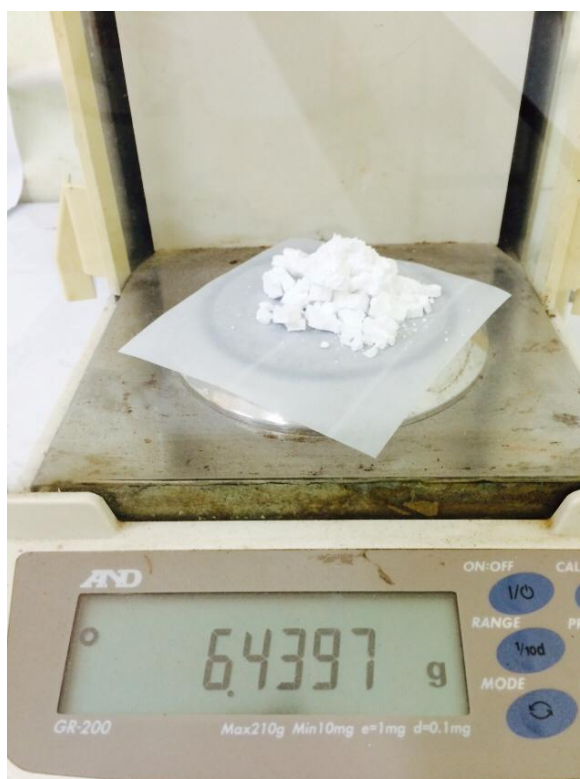


ภาพประกอบ ก-2 สังเคราะห์ด้วยวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น (ให้ความร้อน)



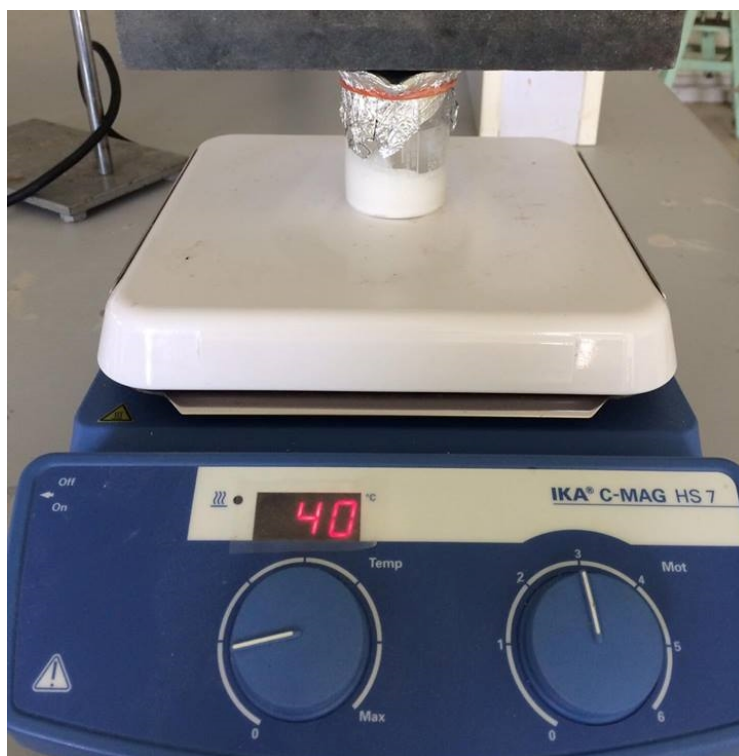


ภาพประกอบ ก-3 ลักษณะตัวอย่างหลังจากการกรองวิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น

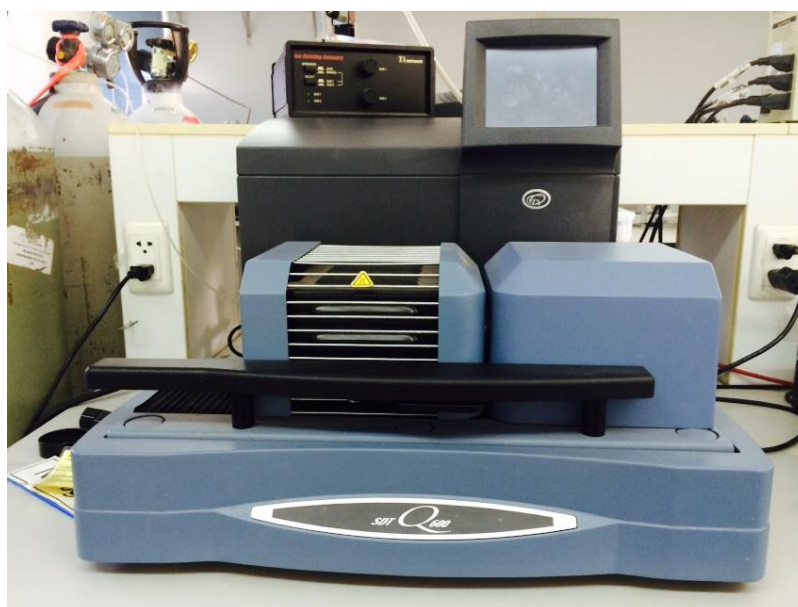


ภาพประกอบ ก-4 ตัวอย่างหลังจากสังเคราะห์วิธีทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบลำดับชั้น





ภาพประกอบ ก-5 วิธีทำวิธีปรับด้วยตัวแม่แบบ (Templated synthesis)

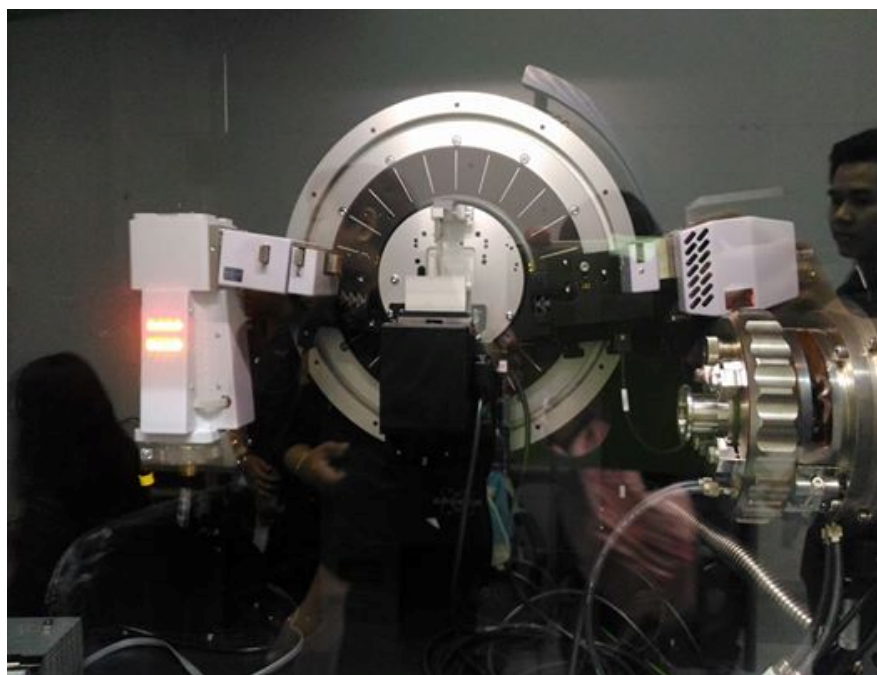


ภาพประกอบ ก-6 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA)





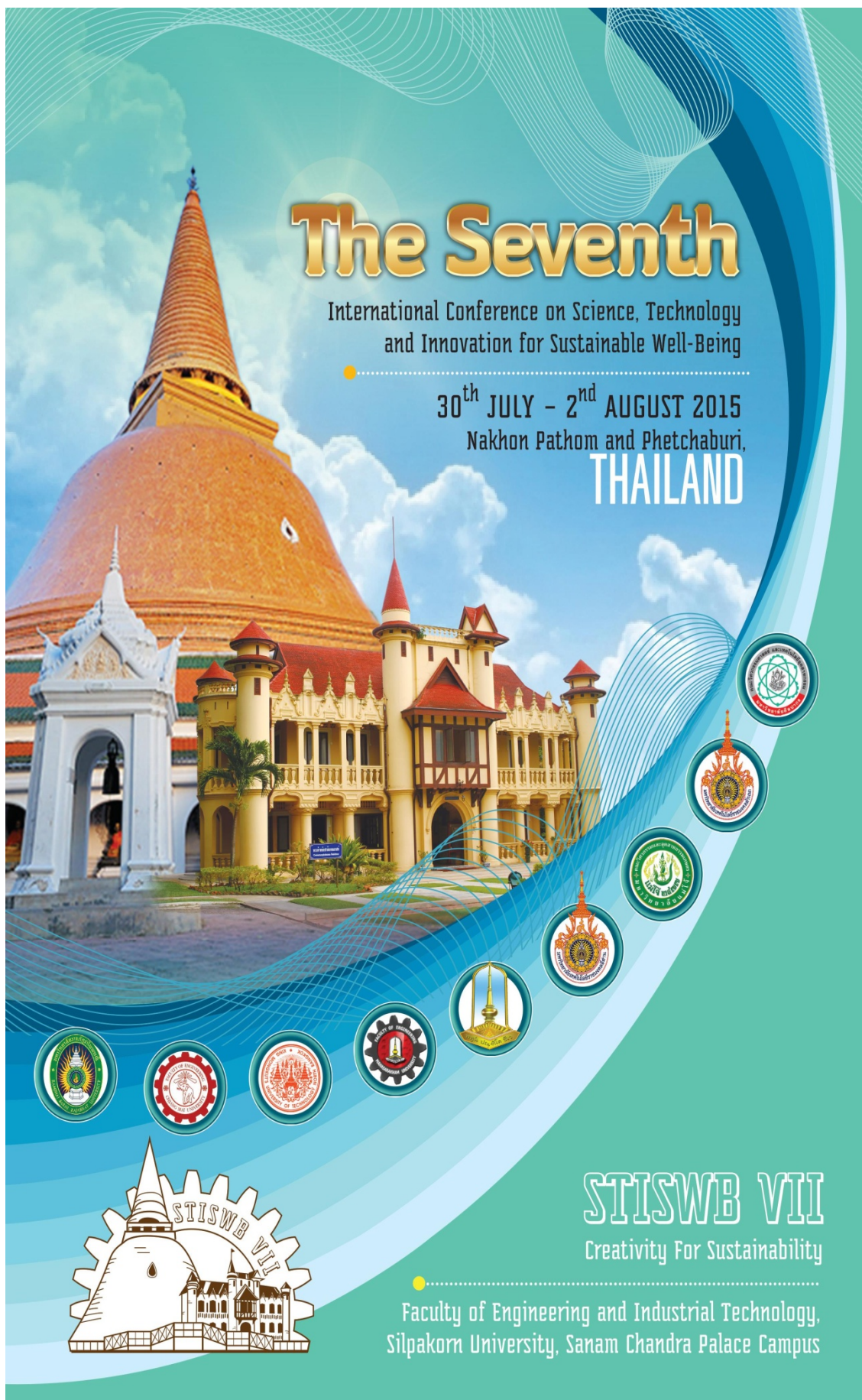
ภาพประกอบก-7 เครื่องวิเคราะห์ Laser Diffraction Particle Size Analyzer



ภาพประกอบ ก-8 เครื่องวิเคราะห์ X-Ray Diffraction (XRD)

ภาคผนวก ข
ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่







The Seventh

International Conference on Science, Technology
and Innovation for Sustainable Well-Being

30th JULY - 2nd AUGUST 2015
Nakhon Pathom and Phetchaburi,
THAILAND



STISWB VII

Creativity For Sustainability

Faculty of Engineering and Industrial Technology,
Silpakorn University, Sanam Chandra Palace Campus



Content

MEE-001	Development of an Intake Manifold for the Student Formula CMU F-914 Using Theoretical and Simulating Designs Niti Kammuang-lue, and Worawit Borikhut	1
MEE-002	Texture of Cooked Selected KDML 105 Rice Mutants and Its Related Variables Wiwat Wangcharoen, Chaveewon Phanchaisri, Wichittra Daengprok, Rimruthai P huttawong, Tawan HangSoongnern, Songchao Insomphunand Boonrak Phanchaisri	11
MEE-003	The Application of the Environmental Adaptation Concept to A Collector Road in KKU, Thailand Pongrid Klungboonong, Monsicha Bejrananda, Natthapoj Faiboun	20
MEE-004	Predictive Suspension Control System by Inclinator and Accelerometer Jarut Kunanoppadol	29
MEE-005	More Efficient Rooftop Ventilation Wind Generators with Topping Vertical Blades Chonlatee Photong, Prompong Munmee, Adirek Wanthong	37
MEE-008	Relationship and Forecasting Equation Between Academic Outcome and Admission Test Scores of King Mongkut's University of Technology North Bangkok Jumrean Srikamta	42
MEE-009	Experimental Investigation of Closed Loop Oscillating Heat Pipe at Startup Condition S. Promdan , P. Sakulchangsattajai , N. Kammuang-lue and P. Terdtoon	48
MEE-010	Ultraviolet Radiation Reduces Microbial Contaminants While Increases Antioxidant Activities in Black Jasmine Rice Pericarp Beverage Kanokwan Tandee, Suthaya Phimphilai, Somkiat Jaturonglumert, Aphiwat Teerawutgulrag, Jatuphon Varith, Surat Nuglor, and Kajorndaj Phimphilai	54
MEE-011	Imaging Red Light Runner Piriya Polhan and John Morris	60
MEE-012	Current-mode Sinusoidal Oscillator Based-on CCCCTAs and Grounded Capacitors with Amplitude Controllable Phanida Srakaew, Atthapon Muenthom, Suphaphorn Panikhom, Adirek Jantakun	67
MEE-013	The Study Mechanical Properties of Stainless CB-30 by Addition Ferro Boron W. Phromsoongnoen, A. Moonkan , P. Saenpong	73



MEE-014	Study the Mechanical Properties of Aluminum Copper Alloy Hannarong Sintorn , Nuntanut Supati , Bhuriphat Saenpong,	78
MEE-015	Improvement on Corrosion Resistance of 94 Silver Alloys in Artificial Sweat Jirutthitikalpongsri Hirunyagird, Yuttana Srilamai and Krisada Supatthana	82
MEE-017	Experimental Investigations on Thermal Performance of Small Closed End Heat Pipes with Special Vapor Chamber K. Saehang, N. Srihajong	87
MEE-018	Heat Transfer Correlations for Small Closed End Heat Pipe with Special Vapor Chamber D. Hemathurin, N. Srihajong, P. Kumthong and J. Silon	94
MEE-019	Heat Transfer Characteristics of Thermo-syphon: A Case of Modifying the Inclination Angle of Evaporator and Condenser Section K. Khaongam, N. Srihajong	105
MEE-020	Prediction Sugar Content of Sugarcane Based on Stalk Cross Sectional Scanning using FT-NIR Reflectance Spectroscopy Panuwat Supprung, Surasak Ratre and Saknarin Treesoon	114
MEE-021	3 Phase Series Active Power Filter for Microgrid Using a Fuzzy Sliding Mode Control Somporn Tiacharoen, Theerayuth Chatchanayuenyong	120
MEE-022	The Continuous Process of Biodiesel Production with Water Heater Assist Thibordin Sansawang, Chanjira Chimmanee and Trakan Butsing	128
MEE-023	Thermal Performance Enhancement in a Heat Exchanger Square-Duct with V-Shaped Fins Supattarachai Suwannapan, Suriya Chokphoemphun, Panuwat Hoonpong, Pongjet Promvonge	134
MEE-024	Study of Heat Transfer Characteristics of Bent Heat Pipe with Multiple Heat Sources by Using Finite Element Method N. Sangpab, P. Sakulchangsattajai, N. Kammuang-lue, and P. Terdtoon	141
MEE-025	Effect of Working fluids on Thermal Performance of Vertical Closed-loop Pulsating Heat pipe P. Suvunnajun, N. Kammuang-lue, P. Sakulchangsattajai, and P. Terdtoon	147
MEE-026	FEM Study of Velocity Profile of Flattening Heat Pipe with Multiple Heat Sources S. Sinsang and N. Kammuang-lue	154
MEE-027	Effect of Defatted Rice Bran, Calcium Carbonate and Clay on Properties of Cellular Natural Rubber Darinya Moonchai, Pattaporn Juntamui and Rungtiwa Ruankum	163



MEE-028	Effect of Defatted Rice Bran, Calcium Carbonate and Clay on Properties of Cellular Natural Rubber K. On-ai, N. Kammuang-lue, P. Sakulchangsattajai and P. Terdtoon	170
MEE-029	Properties of Lightweight Concrete Containing Recycled Aggregate Patcharapol Posi, Prinya Chindapasirt	179
MEE-030	Performance of carbide cutting tool coated DLC and TiAlN to wear protection on cutting edge Paramet Baowan	187
MEE-031	Power Plant Efficiency Improvement by Optimizing Main Influential Control Parameters Polachate Tosomboon and Thosapon Katejanekarn	191
MEE-032	Hybrid Condenser for Split Type Air Conditioner Pracha Yeunyongkul, Passawat Watcharadumrongsak	197
MEE-033	The Physical Properties of Sawdust Briquette and the Thermal Performance of Biomass Briquette Stove Nat Thuchayapong, Weeranut Inthagun	203
MEE-034	Antidiabetic Property of Seed Extract from <i>Leucaena leucocephala</i> (Lam.) de Wit Pichaya Chowtivannakul, Buavaroon Srichaikul, Chusri Talubmook	209
MEE-035	Development of a Model on Health Caring Process for the Hepatitis B Virus Patients through Thai Traditional Medicine Kanda Chamchumrus	217
MEE-036	Acute and Sub-Acute Toxicity Studies of Hawm Nil Brown Rice Kefir Powder Supaporn Chunchom, Chusri Talubmook	223
MEE-037	Effect of Calcination Time on Physical and Chemical Properties of Cao- Catalyst Derived From Industrial-Eggshell Wastes Teepakorn Pornchai, Ajchara Imkum Putkham, Apipong Putkham	231
MEE-038	Process Optimization for Microbial Reduction in Durian Juice by Using Pulsed Electric Field Chaiwut Bourneow and Somyod Santimalai	237
MEE-039	Model of EQ and MQ Integrated with Environmental Education Affecting Environmental Behavior Direk Borvornsakulcharoencharoen	244
MEE-040	Model of Ecological Footprint and Environmental Education Puripat Mukpradab	258
MEE-041	Model of IQ, AQ and Four Noble Truths Affecting Environmental Behavior Nongnapas Thiengkamol	266



MEE-042	Development of Phanan Pandanus Handicraft Design for Furniture Industry in Promotion of Creative-Based Economy Payomrat Ruangrit	275
MEE-043	Experimental Investigation of Solid Holdup in a Twin-Cyclone Combustor Kasama Sirisomboon and Nuttachai Kummun	280
MEE-044	Heat Transmission of Double-Pane Windows with Horizontal Slats for Thailand Vichuda Mettanant, Pipat Chaiwiwatworakul	286
MEE-045	Snubber Circuit Used as the Temperature Dissipation of Mosfet for Electric Car Drive System Sakrawee Raweekul	294
MEE-046	NIR Enhancement of LSU Dryer for Maize Chanat Vipattaporn, Suphan Yangyuen and Juckamas Laohavanich	301
MEE-047	Traffic-Related Noise and Air Pollution in Mahasarakham University Campus Thabtim Chatsuvan, Neeranud Rodmayu, Akkani Schumucka, Maneerat Ongwandee	305
MEE-049	Photovoltaic Performance of Dye-Sensitized Solar Cell Based Pigments Derived From Heartwood of Jackfruit Sunan Turapha, Phromphak Chaiamornnugool, Samarn Saekow, Wichien Sang-aron, Vittaya Amornkitbamrung	310
MEE-050	Photovoltaic Performance of Dye-Sensitized Solar Cell Based Pigments Derived from Red Cabbage as Sensitizer and Biopolymer Gel Derived From Alo Vera as Electrolyte Prapatsorn Wilat, Sarawut Tontapha, Samarn Saekow, Wichien Sang-aron, Vittaya Amornkitbamrung	311
MEE-051	Comparison of the Worthiness between Renting and Purchasing a Photocopier Chadaporn Chompoosang, Sansanee Kaokhangplue, Chongrug Pariwatnanont, Thosapon Katejanekarn	312
MEE-052	Pulse Wave Propagation and Velocity in Aneurysmal Aorta Using FSI Model Tipapon Khamdaeng, Numpon Panyoyai, Thanasit Wongsiriamnuay and Pradit Terdtoon	321
MEE-053	Drying Characteristics of Paddy Dried by Thermosyphon Heat Pipe Heat Exchanger Numpon Panyoyai, Paramet Pathike, Thanasit Wongsiriamnuay, Tipapon Khamdeang and Yardfon Tanongkankit	328
MEE-054	Comparison Study on Customer's Attitude towards Services from Traditional and Modern Building Material Retail Stores in Nakhon Pathom Province Chantana Sangvornyotin and Dechaphan Ratsanasart	335



MEE-055	Influential Factors on Behavior of Purchasing Used Car of Customer Dechaphan Ratsanasart and Chantana Sangvornyotin	341
MEE-056	Design and Development of a Small 3D Scanner Sivapong Phetsong	347
MEE-057	Cost Estimation of a Case Study in How to Apply Sugar Manufacturing Industry for ISO 50001 Kittisak Khuwaranyu and Duangkamol Ruen-ngam	356
MEE-058	Life Cycle Cost and Energy Analysis of Roof Systems for a Single-Family House Vichuda Mettanant, Chanikan Boonthep and Vipada Jaroenrat	364
MEE-059	Ways of Development of Bike Trail of Tourist Attraction in the Area of Community Forest of Ban Nonhinphueng, Tambon Dongbang, Amphoe Prachantakam, Prachin Buri Province Supisa Phumdej, Uthumporn Rueangrit	373
MEE-060	The Effect of Particle Size on the Bulk Density and Durability of Pellets: Sugarcane Bagasse and Eucalyptus Bark Weeranut Intagun and Nattawut Tarawadee	380
MEE-061	Energy Saving Potential in Fresh Market of Nakhon Sawan Province, Thailand Kittisak Khuwaranyu and Pongsiri Jaruyanon	388
MEE-062	Factors Affecting the Behavior and Attitudes towards Safety at Work: a Case Study among Employees of Thai Toray Textile Mills Public Company Limited Supachai Wasananon and Poramet Arromdee	396
MEE-063	The Use of Hedges and Boosters in the Introduction and Conclusion Sections of Linguistic and Science and Technology Research Articles Ada Raimaturapong, Laksana Puenchompu and Naweewat Thongmou	402
MEE-064	Static Pile Load Test in Rajamangala University of Technology Khonkaen campus Pongsagorn Pongchompu, Sorasak Seawsirikul	412
MEE-065	The Effect of Torrefaction Process on Physical Properties and Operating Cost of Biomass Powder Nattawut Tharawadee, Nat Thuchayapong	418



Effect of calcination time on physical and chemical properties of CaO- catalyst derived from industrial-eggshell wastes

Teepakorn PORNCHAI¹, Ajchara Imkum PUTKHAM² Apipong PUTKHAM^{1,3*}

¹Division of Environmental technology, Mahasarakham University, Mahasarakham, 44150, Thailand

²Department of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand

³Sustainable Environment and Energy Research Unit, Faculty of Environment and Resource Studies, Mahasarakham University, Mahasarakham, 44150, Thailand

*Corresponding author E-mail: apipong.p@msu.ac.th

Abstract

In this study, eggshell wastes from hatchery industrial plant were carefully-calcined under air-atmosphere at 800 °C in the ranges of 1 to 4 hour. Then both physical and chemical properties of calcium oxide derived from calcination of eggshell wastes were systematically characterized by XRF, XRD, SEM, particle size analyzer and gas adsorption experiment. The XRF results and the XRD patterns indicate that all calcination times completely transformed the eggshell wastes to be a crystalline calcium oxide phase with about 98 % w purity of calcium oxide. The SEM characterization results indicate rod-like porous surface on the obtained calcium oxide and size of surface pore are slightly increased with increasing of calcination times. The Langmuir surface area of the obtained calcium oxides was determined by N₂ adsorption experiment at -195 °C. This experiment showed that surface area of the obtained calcium oxides is rapidly decreased from 14.9 to 2.0 m²/g with increasing of calcination times from 1 to 4 hour. These results indicate that calcination time is one of the factors determining both physical and chemical properties of calcium oxide. Additionally, this present study also provides a new optimum condition to produce calcium oxide from industrial-eggshell wastes with both physical and chemical properties comparable to commercial calcium oxide.

Keywords: Calcium oxide, Catalyst, Eggshell

1. Introduction

In Thailand, large hatchery farms are possible generate eggshell wastes about 6.6 tons per annum and this waste normally goes to landfill site. This waste management scheme leads to several environmental concerns e.g. landfill leachate, odor and methane emission from landfill. Furthermore, landfill site normally cause a crucial conflict between hatchery farms and their neighbors. So, large amount of eggshell wastes have to be managed properly. Recently, eggshell has been extensively studied as a starting material for preparing low-cost calcium oxide. This is because of calcium oxide is normally used as an environmentally-friendly heterogeneous catalyst in a wide range of processes, e.g. chemical synthesis, petrochemical industry and biodiesel production process. In addition, calcium oxide can be separated from product and can be regenerated/reused in several cycles of production process. Currently, researchers reported that high purity of calcium oxide can be produced from eggshells due to it contain with high content of CaCO₃. Thermal decomposition of eggshell above 700 °C is a facile method to decompose eggshell in to carbon dioxide and calcium oxide. Several synthesis conditions on thermal decomposition of eggshell at different temperatures and under different atmospheric conditions were reported. However, the effect of calcination time on surface properties of calcium oxide has not been clearly reported. In this work, the effect of calcination time



on physical and chemical properties of CaO-catalyst derived from Industrial-Eggshell wastes was investigated in order to find the optimum condition to produce calcium oxide from industrial-eggshell wastes.

2. Experimental

2.1 Raw Material

Chicken eggshell wastes used in this study obtained from one of the largest hatchery farm in Nakhon Ratchasima province, Thailand. The eggshell wastes were rinsed with water to remove dirt and other impurities and were dried in an oven at 105 °C for 24 hour. The egg-shell membranes were separated manually. Then, the eggshell wastes were crushed in to powder with Panasonic MX-AC400 crushing machine followed by screening through a set of sieves to get a grain size lower than 425 micrometer.

2.2 Sample Preparation and Characterization

Calcium Oxides (CaO) were prepared by thermal decomposition method. The eggshell powders were calcined in muffle furnace from room temperature to 800 °C with a heating rate of 50 °C/min. Furnace temperature was maintained at 800 °C for 1 to 4 hour under air atmosphere. Then, the furnace was left to cooled down to 120 °C before calcined eggshell wastes were taken to desiccator. All calcined eggshell samples were kept in the vacuum desiccator to avoid the sample reacting with moisture and carbon dioxide in the atmosphere. Crystal structures and elemental composition of the calcined eggshells were determined by X-ray diffractometer (XRD – PW 3040/60 X'PERT PRO Console) with Cu-K radiation and X-ray fluorescence analyzer (XRF- Bruker S4 Explorer), respectively. Surface morphology of calcined eggshells were investigated by scanning electron microscopy (SEM – LEO 1455VP). Particle size diameter of the samples was analyzed by laser diffraction particle size analyzers (Beckman Coulter LS 230). In addition, Langmuir surface area of the samples was measured by N₂ adsorption/desorption isotherm at -195 °C (Micromeritics- TriStar II 3020).

3. Results and Discussions

3.1 Effect of calcination time on chemical properties of CaO derived from industrial- eggshell wastes

XRD patterns and their major peaks of both calcined eggshells from various temperatures and commercial calcium carbonate are presented in Figure 1 and Table 1, respectively. The XRD pattern of commercial calcium oxide match with peak data collected from Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). This indicated that crystal phase of commercial calcium oxide is in both calcite and aragonite form. The XRD patterns and peaks obtained from calcined eggshells are similar to calcium oxide data collected by JCPDS. The results of XRF showed that CaO was the most abundant component in eggshell wastes (68.2 % w). Table 2 shows the eggshell wastes also contained small amounts of Mg, P₂O₅, Na₂O, SO₃, and K₂O. However, high purity of CaO (about 98.0 % w) can be obtained after eggshell wastes were calcined at 800 °C at various times. Both XRD and XRF results showed that calcined eggshells at 800 °C from 1 to 4 hour, thermally decomposed calcium carbonate in eggshells to carbon dioxide and calcium oxide.



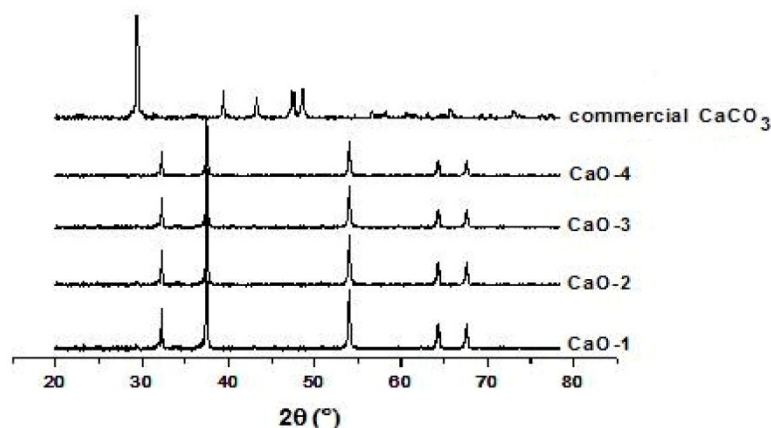


Fig. 1 : XRD patterns of commercial CaCO_3 and calcined eggshell waste at $800\text{ }^\circ\text{C}$ for 1 to 4 hr

Table 1: Major diffraction peaks of commercial CaO and calcined eggshell waste collected by XRD technique.

Sample	Decomposition temperature	Compound	2θ
JCPDS data [1]	-	CaCO_3	29.4° 39.4° 43.2° 47.4° 48.5°
Egg-shell wastes[2]	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 2h	CaO	32.2° 37.3° 58.3° 64.1° 67.3°
		CaO	32.3° 37.42° 53.92° 64.22° 67.42°
Egg-shell wastes (this study)	As received	CaCO_3	29.4° 39.5° 43.2° 47.6° 48.6°
	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 1h	CaO	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 2h	CaO	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 3h	CaO	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°
	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 4h	CaO	32.2° 37.4° 53.9° 64.2° 67.4°

Table 2: Chemical composition of the samples determined by X-ray fluorescence spectrophotometer.

Element (%w)	CaO-1	CaO-2	CaO-3	CaO-4	CaO [3]	Eggshell
CaO	97.9	98.0	97.9	97.9	97.42	68.2
MgO	0.977	0.984	1.01	1.01	1.63	0.459
P_2O_5	0.543	0.530	0.579	0.532	0.52	0.396
Na_2O	0.223	0.162	0.171	0.161	-	0.103
SO_3	0.111	0.107	0.116	0.120	0.26	0.105
K_2O	0.065	0.034	0.045	0.036	0.08	0.0622

3.2 Effect of calcination time on physical properties of CaO derived from industrial-eggshell wastes

Fig. 2-3 shows SEM photographs of eggshell and calcined eggshell wastes, respectively. It expressed the rough surface of eggshell with some small pores while calcined eggshell waste obtained from different calcination times showed similar micromorphology of rod-like or dumbbell shaped. This rod-like shape occurred during thermal decomposition of carbonate contained in eggshell and this rod-like shape possibly provides higher surface area than original eggshell waste.

Particle size diameter of the samples is shown in Fig. 4. Initially, particle size diameter of crushed eggshell waste was about 248.4 micron but particle size diameter of the sample gradually

reduced to 59.82, 13.43, 13.75, 12.87 micron for CaO-1 to CaO-4, respectively. This indicated that particle size diameter of the sample decreased with increasing of calcination time.

The Langmuir surface areas of CaO derived from different calcination time were shown in Fig.5. It appeared that surface area of the sample significantly increased about 5.7 times after the eggshell sample was calcined at 800 °C for 1 hour. However, the surface area of the calcined samples significantly decreased from 14.9 m²/g to 2.0 m²/g with increasing calcination time from 1 to 4 hour. Additionally, the surface area of calcined eggshell waste at 800 °C for 1 hour is remarkably higher than surface area of commercial calcium oxide.[4]

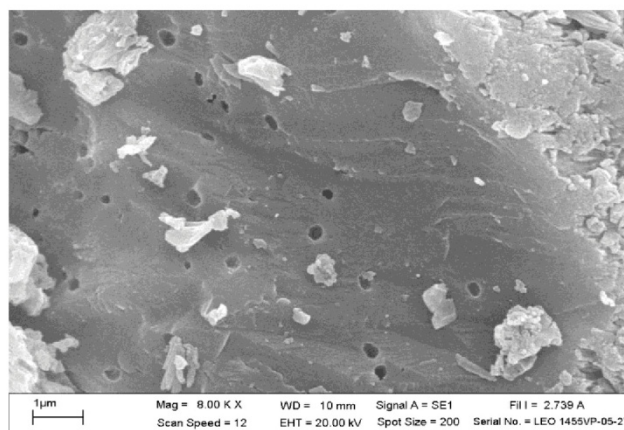


Fig. 2: SEM photograph of eggshell waste with 8,000x magnification.

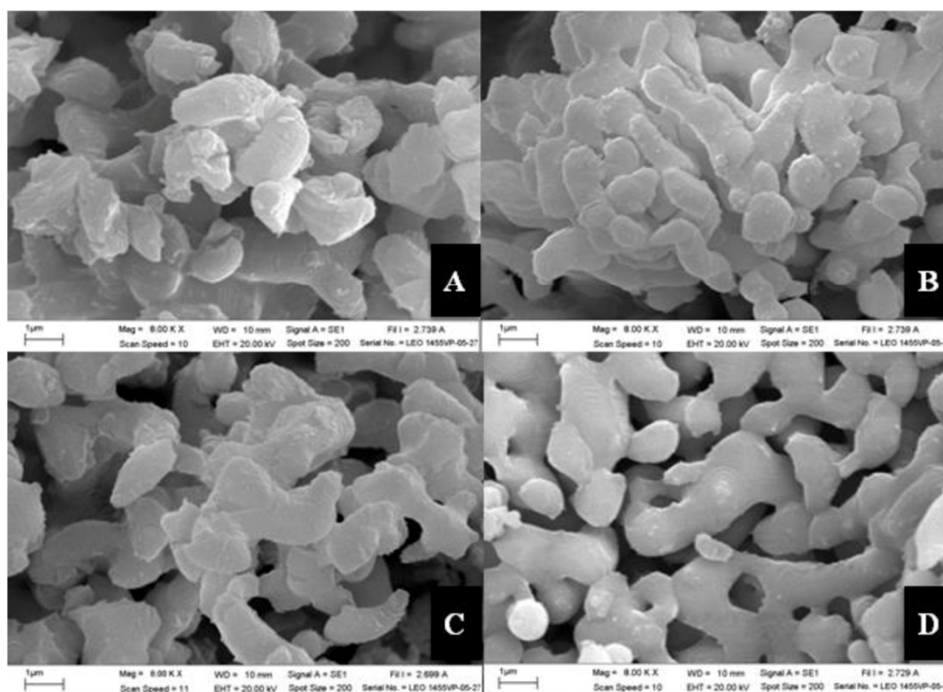


Fig. 3: SEM photographs of calcined eggshell wastes at 800 °C for 1 to 4 h with 8,000x magnification, CaO-1 (A), CaO-2 (B), CaO-3 (C) and CaO-4 (D)

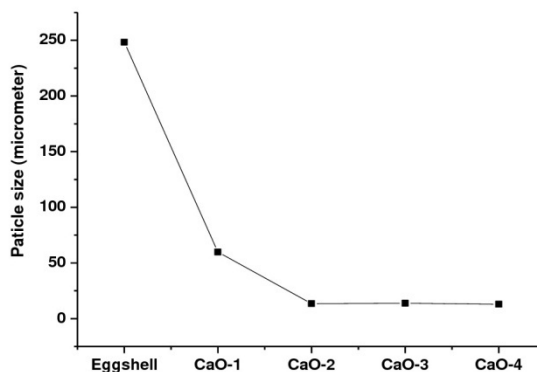


Fig. 4: Particle size diameter of samples obtained from various calcination conditions.

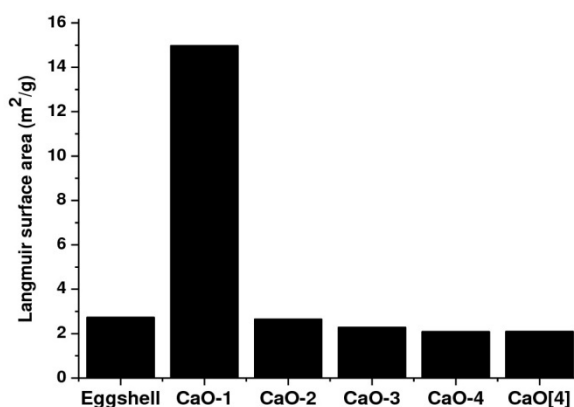


Fig. 5: Langmuir surface area of various samples.

4. Conclusion

In this work, effect of different calcination times on both chemical and physical characteristics of calcium dioxide derived from eggshell wastes was reported. The results indicated that both particle size and surface area decrease with increasing of calcination time. In terms of energy conservation, calcination of industrial-eggshell wastes at 800 °C for 1 hour is enough to produce high purity of calcium oxide. In addition, high surface area of calcium oxide can also obtained at this optimum calcination temperature and time. This studied also indicated that both physical and chemical properties of calcium oxide obtained from eggshell waste is comparable to commercial calcium oxide.

5. Acknowledgement

Authors gratefully acknowledge financial support from Research and Researchers for Industries project (RRI) - Thailand research Fund (TRF) and Charoen Pokphand Foods Public Company Limited (CPF). In addition, we wish to thank Mahasarakham University for conference funding.



6. References

- [1] Aldes Lesbani, Palita Tamba, Risfidian Mohadi, Fahmariyanti., Preparation of calcium oxide from *Achatina fulica* as catalyst for production of biodiesel from waste cooking oil, *Indo.J.chem.* Vol.13, No.2 ,pp.176-180, 2013.
- [2] Park Heung Jai1, Jeong Seong Wook, Yang jae kyu, Kim boo gil, Lee seung mok., Removal of heavy metals using waste eggshell, *Journal of Environmental Sciences* 19 , pp.1436–1441, 2007.
- [3] Thongthai Witoon., Characterization of calcium oxide derived from waste eggshell and its application as CO₂ sorbent, *Ceramics International* 37, pp.3291–3298, 2011.
- [4] Masato Kouzu, Takekazu Kasuno, Masahiko Tajika, Yoshikazu Sugimoto, Shinya Yamanaka, Jusuke Hidaka., Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production, *Fuel* 87, pp.2798–2806, 2008.



ประวัติย่อผู้วิจัย



ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ-นามสกุล นายทีปกร พรไชย
วันเดือนปีเกิด วันที่ 19 มิถุนายน พ.ศ. 2534
ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 192 หมู่ 1 ตำบลนิคมคำสร้อย อำเภอนิคมน้ำอ้อย
จังหวัดมุกดาหาร 49130
E-mail: Teamzeroll@hotmail.com

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2548 มัธยมศึกษาตอนต้น จากโรงเรียนมุกดาหาร จังหวัดมุกดาหาร
พ.ศ. 2552 มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนมุกดาหาร จังหวัดมุกดาหาร
พ.ศ. 2556 ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม
คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
จังหวัดมหาสารคาม
พ.ศ. 2561 ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม
คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
จังหวัดมหาสารคาม

ทุนการศึกษา

ปีงบประมาณ 2557: ได้รับทุนจากโครงการพัฒนานักวิจัยและงานวิจัยเพื่อ
อุตสาหกรรม (พวอ.) ระดับปริญญาโท
ปีงบประมาณ 2559: ได้รับทุนจากโครงการทุนอุดหนุนการวิจัยระดับ
บัณฑิตศึกษา มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

ผลงานทางวิชาการ

Pornchai T, Putkham A and Putkham Al. (2015). Effect of Calcination Time on Physical and Chemical Properties of CaO- catalyst Derived from Industrial-eggshell Wastes. The 7th International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Well-Being (STISWB VII), 30 July - 2 August, 2015, Nakhonpathom-Phetburi ,Thailand.

