



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากหอยเชอรี่และแกลบข้าวเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาใน

ไบโอดีเซล

Synthesis of calcium silicate from golden apple snail and rice husk to use as catalyst in
biodiesel

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย

ประจำปี 2557

จำนวน 200,000 บาท

หัวหน้าโครงการ

นางสาวรัชดาภรณ์ ปิ่นทะรส

ผู้ร่วมโครงการ

นางสาวนภัสส์ จันทรมี และ นายณัฐวุฒิ ดุษฎี

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

28 กันยายน 2558

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่องการสังเคราะห์แคลเซียมซิติเลตจากหอยเชอรี่และแกลบข้าวเพื่อใช้เป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยาในไบโอดีเซล งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการ
การเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2557 ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาเคมี คณะ
วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อนุเคราะห์เรื่องสถานที่ และอุปกรณ์บางอย่างที่ใช้ในการ
ดำเนินการวิจัยให้เสร็จสิ้นสมบูรณ์ รวมทั้งขอขอบคุณ คุณชวน จันทะรังสี และศูนย์บริการวิชาการที่
7 จังหวัดเชียงใหม่ ที่อนุเคราะห์ให้คำปรึกษาวิธีการสังเคราะห์ไบโอดีเซล หนังสือ และ
อนุเคราะห์ไบโอดีเซล และการใช้เครื่องเตาเผาชีวมวล

สารบัญ

หน้า

สารบัญตาราง	ข
สารบัญภาพ	ง
บทคัดย่อ	ณ
Abstract	ณ
คำนำ	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
การตรวจเอกสาร	3
อุปกรณ์และวิธีการ	12
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	17
สรุปผลการวิจัย	59
เอกสารอ้างอิง	61
ภาคผนวก	64
ผลงานวิจัยตีพิมพ์	67

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	12
ตารางที่ 2	ผลผลิตร้อยละของแคลเซียมซัลไฟด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แล้วแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	17
ตารางที่ 3	ผลผลิตร้อยละแคลเซียมซัลไฟด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ที่เผาแคลไซน์	18
ตารางที่ 4	ตำแหน่งเลขคลื่นและชนิดการสั่นของพันธะในอินเทอร์มีเดียตของ สารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลไฟด์ที่บดด้วยอูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง	33
ตารางที่ 5	ตำแหน่งเลขคลื่นและชนิดการสั่นของพันธะในสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลไฟด์ บดด้วยอูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง	36
ตารางที่ 6	ผลผลิตร้อยละผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์ ที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นตัวเร่ง	44
ตารางที่ 7	ค่าพีเอชของไบโอดีเซลที่ผลิตได้โดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	45
ตารางที่ 8	ความหนืดของไบโอดีเซลที่ผลิตได้โดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์หลังแคลไซน์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	46
ตารางที่ 9	ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่ได้และน้ำมันปาล์ม	47
ตารางที่ 10	ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส หลังแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	48
ตารางที่ 11	ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส หลังแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	49
ตารางที่ 12	ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซัลไฟด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส หลังแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	50
ตารางที่ 13	ผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดยใช้ แคลเซียมซัลไฟด์ที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	51

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ 14 ค่าพีเอชของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล	53
ตารางที่ 15 ค่าความหนืดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสของผลิตภัณฑ์น้ำมัน ไบโอดีเซล	53
ตารางที่ 16 ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล	54
ตารางที่ 17 ค่าความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส ของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล	55
ตารางที่ 18 ปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในไบโอดีเซล	57

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 หอยเชอรี่ในนาข้าว	1
ภาพที่ 2 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	19
ภาพที่ 3 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	20
ภาพที่ 4 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	20
ภาพที่ 5 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	21
ภาพที่ 6 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	22
ภาพที่ 7 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	22
ภาพที่ 8 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	23
ภาพที่ 9 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	24
ภาพที่ 10 SEM ของ (ก) เปลือกหอยเชอรี่เผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ข) ซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ	24
ภาพที่ 11 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	25
ภาพที่ 12 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	25

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 13 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	26
ภาพที่ 14 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง	26
ภาพที่ 15 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	27
ภาพที่ 16 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	27
ภาพที่ 17 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	28
ภาพที่ 18 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	28
ภาพที่ 19 XRD ของ (ก) แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่ และ (ข) ซิลิกา ที่ได้จากเถ้าแกลบ	29
ภาพที่ 20 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	29
ภาพที่ 21 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	30
ภาพที่ 22 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	31

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 23	XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	31
ภาพที่ 24	FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่บดด้วยอลูมินาบอล เป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ก่อนทำการเผาแคลไซน์	32
ภาพที่ 25	FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอล เป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส	34
ภาพที่ 26	FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอล เป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส	34
ภาพที่ 27	FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอล เป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส	35
ภาพที่ 28	FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอล เป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส	35
ภาพที่ 29	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ 20 ชั่วโมง	38
ภาพที่ 30	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	38
ภาพที่ 31	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซilikเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	39

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 31	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	39
ภาพที่ 32	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	39
ภาพที่ 33	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 15 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	40
ภาพที่ 34	SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 20 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	40
ภาพที่ 35	XRD ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	41
ภาพที่ 36	XRD ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 20 ชั่วโมง และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	42
ภาพที่ 37	ผลการทดสอบด้วยตาของไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซัลเฟตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลหลังแคลไซน์เป็นตัวเร่ง ใช้แคลเซียมซัลเฟตให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 (ค) และ 36 ชั่วโมง ใช้แคลเซียมซัลเฟตให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ง) 12 (จ) 24 และ (ฉ) 36 ชั่วโมง และใช้แคลเซียมซัลเฟตให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ช) 12 (ซ) 24 และ (ฌ) 36 ชั่วโมง	45
ภาพที่ 38	FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซล (ก) น้ำมันปาล์มจากท้องตลาด (ข) ไบโอดีเซลจากศูนย์วิชาการบริการที่ 7 (เชียงใหม่) และ (ค) ไบโอดีเซลที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวย่อยปฏิกิริยา	47

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 39	FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	48
ภาพที่ 40	FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	49
ภาพที่ 41	FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	50
ภาพที่ 42	ผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลที่ใช้ตัวเร่งแคลเซียมซลิเกตที่บดเป็นเวลา (ก) 10 (ข) 15 (ค) 20 ชั่วโมง และ (ง) แคลเซียมซลิเกตบด 10 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ 1:1 (จ) แคลเซียมซลิเกตบด 15 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ 1:1 (ฉ) แคลเซียมซลิเกตบด 20 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ 1:1 และ (ช) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	52
ภาพที่ 43	FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลที่ใช้ตัวเร่ง (ก) แคลเซียมซลิเกตบด 10 ชั่วโมง, (ข) แคลเซียมซลิเกตบด 15 ชั่วโมง (ค) แคลเซียมซลิเกตบด 20 ชั่วโมง (ง) แคลเซียมซลิเกตบด 10 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (จ) แคลเซียมซลิเกตบด 15 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (ฉ) แคลเซียมซลิเกตบด 20 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 และ (ช) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	56

การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากหอยเชอรี่และแกลบข้าวเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในไบโอดีเซล

Synthesis of calcium silicate from golden apple snail and rice husk to use as
catalyst in biodiesel

รัชดาภรณ์ ปันทะรส¹, นภัสธ์ จันทรัมย์¹ และณัฐวุฒิ ดุษฎี²

Ratchadaporn Puntharod¹, Napat Chantaramee¹, and Natthawud Dussadee²

¹คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ. เชียงใหม่ 50290

²วิทยาลัยพลังงานทดแทน มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ. เชียงใหม่ 50290

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่และแกลบด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ผลึกภัณฑ์ของแข็งสีขาวซึ่งนำไปแคลไซน์และหาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ พบว่าวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งให้ผลผลิตร้อยละของแคลเซียมซิลิเกตเท่ากับ 70-76 มากกว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอล จากนั้นนำแคลเซียมซิลิเกตไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันด้วยเมทานอลและน้ำมันปาล์ม แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์จากวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไบโอดีเซลดีกว่าแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาของแข็ง อย่างไรก็ตามแคลเซียมซิลิเกตเพียงอย่างเดียวไม่สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไบโอดีเซลได้ แต่เมื่อนำแคลเซียมซิลิเกตมาผสมรวมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์สามารถให้ผลผลิตร้อยละไบโอดีเซล 76-82 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 90.04-92.08 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งไบโอดีเซลที่ผลิตได้มีมาตรฐานคุณภาพสำหรับไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์

คำสำคัญ: แคลเซียมซิลิเกต วัสดุทางการเกษตร ตัวเร่งปฏิกิริยา ไบโอดีเซล

Abstract

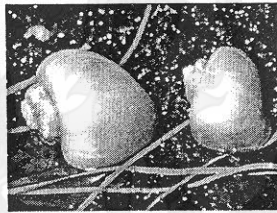
This research was the synthesis of calcium silicate (CaSiO_3) from snail shells and rice husk ash with hydrothermal method and solid state reaction. The white solid products were calcined and characterized by Fourier transformer infrared spectrometer, scanning electron microscopy, X-ray diffractometer. The solid state reaction provided the percentage of yield of calcium silicate as 70-76 as higher than hydrothermal method. Further, calcium silicate was used as biodiesel catalyst in transesterification reaction between methanol and palm oil. Calcium silicate synthesized by hydrothermal method was performed as biodiesel catalyst better than calcium silicate synthesized by solid state reaction. However, only calcium silicate could not be acting as biodiesel catalyst. While, mixed catalyst between calcium silicate and potassium hydroxide could provide biodiesel to 76-82 percent by volume and the purity of biodiesel in the form of methyl esters was 90.04-92.08 percent by weight, which are the quality standards for biodiesel engines.

Keywords: Calcium silicate, Agricultural materials, Catalyst, Biodiesel

คำนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

หอยเชอรี่ ดังภาพที่ 1 นับได้ว่าเป็นศัตรูพืชสำคัญในนาข้าว เพราะหอยชนิดนี้ทำลายกัดกิน ต้นข้าวทำให้ต้นข้าวเสียหาย ได้ปริมาณผลผลิตลดลง ปริมาณหอยเชอรี่มีค่าเฉลี่ย 2.49 ตัว/ตาราง เมตร หรือ 3,984 ตัว/ไร่ มีค่าใช้จ่ายในการกำจัดหอยเชอรี่ประมาณ 50 บาท/ไร่ [1] เกษตรกรมีการ กำจัดหอยเชอรี่หลายวิธี เช่น ใช้สมุนไพรและสารเคมีกำจัด หรือนำหอยเชอรี่ไปทำน้ำหมักชีวภาพ เพื่อใช้เป็นสารบำรุงพืช วิธีเหล่านี้นับเป็นวิธีการกำจัดและใช้ประโยชน์จากหอยเชอรี่ที่ดี แต่วิธีการ ดังกล่าวข้างต้นยังคงมีเศษเปลือกหอยเหลืออยู่ ถ้าเปลือกหอยตกค้างในนาข้าวอาจก่อให้เกิดอันตราย จากการถูกเปลือกหอยบาดได้ หากมีวิธีการอื่นที่สามารถช่วยลดปริมาณหอยเชอรี่และเพิ่มมูลค่าและ สร้างรายได้ให้กับเกษตรกรก็จะเป็นทางเลือกที่ดียิ่งขึ้น เปลือกหอยเชอรี่มีแคลเซียมคาร์บอเนตเป็น องค์ประกอบหลักซึ่งเมื่อนำมาผ่านกระบวนการเผาที่ความร้อนสูง จะเปลี่ยนไปเป็นแคลเซียม ออกไซด์ที่สามารถนำไปทำปฏิกิริยากับซิลิกาเพื่อผลิตเป็นแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ต่อไป



ภาพที่ 1 หอยเชอรี่ในนาข้าว [2]

ประเทศไทยเป็นแหล่งผลิตข้าวรายใหญ่ของโลก จากกระบวนการผลิตข้าวจะมี เปลือกข้าว หรือแกลบเป็นปริมาณมาก ในแต่ละปีมีปริมาณแกลบเฉลี่ยปีละ 7 ล้านตัน [3] มีการใช้ประโยชน์ จากแกลบหลายด้าน เช่น ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการผลิตกระแสไฟฟ้า เชื้อเพลิงหุงต้ม ใช้เป็นเชื้อเพลิง ในการเผาถ่านอิฐ นำมาใช้ในด้านเกษตรต่อ เช่น เป็นวัสดุปลูกพื้นในการเลี้ยงสัตว์ ปุ๋ย วัสดุปลูกต้นไม้ บำรุงดิน ทั้งนี้จากคุณสมบัติทางเคมีของแกลบพบว่าแกลบมีปริมาณซิลิกาอยู่ประมาณ 80-90 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นแกลบจึงเป็นวัสดุธรรมชาติที่เหมาะสมในการเป็นแหล่งให้ซิลิกาเพื่อใช้เตรียม แคลเซียมซิลิเกต

แคลเซียมซิลิเกต (calcium silicate) หรือ แร่วอลลาสโตไนท์ (wallastonite) มีสูตรเคมีคือ CaSiO_3 แร่นี้เป็นวัตถุดิบสำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก เช่น โรงงานผลิตถ้วยชาม โรงงานกระเบื้อง ขนาดใหญ่ โรงงานผลิตบอร์ด ซึ่งมีการใช้ในปริมาณที่มากขึ้นในแต่ละปี โดยวอลลาสโตไนท์นั้น ไม่ได้เป็นแร่ธาตุที่มีปริมาณมากในเปลือกโลก การสังเคราะห์วอลลาสโตไนท์จากวัตถุดิบตั้งต้น ราคาถูกและจากวัตถุดิบเหลือทิ้ง จึงเป็นทางเลือกหนึ่งที่จะผลิตวอลลาสโตไนท์ วัตถุดิบที่ใช้ในการ สังเคราะห์วอลลาสโตไนท์ ได้แก่ วัตถุดิบที่มีซิลิกาและแคลเซียมออกไซด์อยู่ วัตถุดิบที่มีซิลิกาได้แก่

ทราย ดินโคละทอไม้ค้ แกลบ ฟางข้าว ส่วนวัตถุดิบที่มีแคลเซียมได้แก่ หินปูน ชอล์ก เปลือกไข่ เปลือกหอยชนิดต่างๆ วัตถุดิบเหล่านี้สามารถหาได้จากแร่ธรรมชาติและวัตถุดิบเหลือใช้

แร่วอลลาสโตไนต์มีภาพที่ร่างเป็นแบบเข็มเหมาะสมที่ใช้ในอุตสาหกรรมขนาดใหญ่ เช่น อุตสาหกรรมเซรามิก งานก่อสร้าง เพราะภาพที่ร่างแบบเข็มให้ความแข็งแรง ความยืดหยุ่น และความสม่ำเสมอของผลิตภัณฑ์ จึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภาพที่ร่างที่เหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาควรมีภาพที่ร่างเป็นทรงกลม ขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวมาก จากการรายงานสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต ได้แก่ เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต(tetraethyl orthosilicate) อะลูมิเนียมซิลิเกต (aluminiumsilicate) ไอซิลิกา (fumed silica และ ซิลิกาเชิงพาณิชย์ (commercial silica) ซึ่งสารเคมีเหล่านี้เป็นแหล่งให้ซิลิกา ส่วนสารเคมีที่ใช้เป็นแหล่งให้แคลเซียมได้แก่ แคลเซียมไนเตรท (calcium nitrate) สารเหล่านี้มีความบริสุทธิ์สูง ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์และพื้นที่ผิวมาก แต่สารตั้งต้นเหล่านี้มีราคาแพง ในงานวิจัยจะทำการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่และแกลบ โดยจะเตรียมแคลเซียมซิลิเกตให้มีภาพที่ร่างทรงกลม ขนาดเล็ก เพื่อให้พื้นที่ผิวมาก และนำไปใช้เป็นตัวเร่งในน้ำมันไบโอดีเซล

ในวิจัยนี้ได้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal method) เปรียบเทียบกับเป็นวิธีที่ได้ผลิตภัณฑ์เนื้อเดียว และมีขนาดเล็ก อีกหนึ่งวิธีคือปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction) เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดสำหรับการเตรียมและนิยมใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม รายละเอียดของวิธีไฮโดรเทอร์มอลและวิธีปฏิกิริยาของแข็ง

น้ำมันไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงดีเซลที่ผลิตจาก น้ำมันพืช ไขมันสัตว์ หรือสาหร่าย มีคุณสมบัติการเผาไหม้เหมือนดีเซลจากปิโตรเลียมและสามารถใช้แทนกันได้ ไบโอดีเซลสามารถย่อยสลายเองได้ และนำมาใช้ใหม่ได้ จึงเป็นพลังงานทางเลือกที่ดี ตัวเร่งปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันที่ใช้ทั่วไปคือ เบสแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และกรดแก่ เช่น กรดซัลฟิวริก ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสแก่สามารถกักความร้อนขณะที่ใช้ทำปฏิกิริยาและเบสแก่เกิดปฏิกิริยากับกรดไขมันอิสระกลายเป็นสบู่ ซึ่งเป็นสิ่งที่ไม่ต้องการและต้องแยกออก ทำให้สิ้นเปลืองค่าใช้จ่าย ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดนั้นไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ และต้องทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง ทั้งนี้กรดมีฤทธิ์กัดกร่อนและเป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติ ดังนั้นจึงมีการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งที่ง่ายต่อการแยกออกหลังจากปฏิกิริยาเสร็จสิ้น ทั้งยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่มีฤทธิ์กัดกร่อนและไม่เป็นพิษ ในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลนี้ต้องการตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพและราคาถูก เพื่อที่จะทำให้งานทุนการผลิตไบโอดีเซลมีต้นทุนที่ต่ำ แคลเซียมซิลิเกตมีสมบัติดังที่กล่าวข้างต้น ดังนั้นการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตจากหอยเชอรี่และแกลบจึงเหมาะสมที่จะทำการวิจัยต่อไป

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากหอยเชอรี่และแคลบด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ
2. เพื่อสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากหอยเชอรี่และแคลบด้วยวิธีของแข็งและนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ
3. เพื่อใช้แคลเซียมซิลิเกตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ลดปริมาณหอยเชอรี่และเกษตรกรมีรายได้จากการขายเปลือกหอยเชอรี่
2. นำหอยเชอรี่และแคลบไปใช้ประโยชน์และเพิ่มมูลค่า
3. ได้แคลเซียมซิลิเกตที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาราคาถูก ไม่มีฤทธิ์กัดกร่อน
4. นักศึกษาสาขาวิชาเคมี และสาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ ได้ใช้ความรู้เพื่อนำมาสังเคราะห์และวิเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต
5. ศูนย์วิจัยพลังงาน มหาวิทยาลัยแม่โจ้ มีตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากวัสดุธรรมชาติ เพื่อนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล

การตรวจเอกสาร

แคลเซียมซิลิเกต หรือ วอลลาสโตไนต์หรือ มีสูตรทางเคมีคือ CaSiO_3 ซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก เช่น โรงงานกระเบื้องขนาดใหญ่ โรงงานผลิตถ้วยชาม โดยนำไปใช้ทั้งในเนื้อดินและในสีเคลือบ ซึ่งจะช่วยปรับปรุงค่าความแข็งแรงของเคลือบ วอลลาสโตไนต์มีค่า LOI (loss of ignition) ต่ำมาก จึงช่วยปรับปรุงค่าความแข็งแรงของเนื้อดินที่เป็นเนื้อดินดิบและเนื้อเนื้อดินที่เผาแล้ว และในอุตสาหกรรมก่อสร้างวอลลาสโตไนต์สามารถนำมาใช้แทนแมกนีเซียมซิลิเกตหรือแร่ใยหิน ที่ถือว่าเป็นสารก่อมะเร็งได้อีกด้วย ซึ่งในธรรมชาติวอลลาสโตไนต์จะเกิดขึ้นสองชนิดคือ $\beta\text{-CaSiO}_3$ และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ โดยมีองค์ประกอบหลักทางเคมีคือ ซิลิกา 51.72 เปอร์เซ็นต์ แคลเซียมออกไซด์ 48.28 เปอร์เซ็นต์ และมีลทินที่ปะปนมาเล็กน้อย 1.5 เปอร์เซ็นต์ ได้แก่ อะลูมินา แมกนีเซียมออกไซด์ เหล็กออกไซด์ โพแทส เซียมออกไซด์ และโซเดียมออกไซด์ [4] และมีค่าคงที่ทางกายภาพโดยทั่วไป ทั้งนี้วอลลาสโตไนต์มีโครงสร้างเป็นเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite) ในเทอม

ABO_3 วัสดุที่มีโครงสร้างเป็นเพอร์รอฟสไกต์เป็นวัสดุที่มีสมบัติการนำไฟฟ้า ซึ่งนำไปประยุกต์ใช้ได้หลากหลาย ได้แก่ ไบโอแอคทีฟกลาส (bioactive glass) แก้วเซรามิก ส่วนประกอบของสущภัณฑ์ การนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น แก้ว เซรามิก ซีเมนต์ กระดาษ พลาสติก รวมถึงการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ เช่น กระดูกเทียม รากฟันเทียม และโพลิเมอร์ชีวภาพ [6]

นอกจากนี้ยังมีการนำวอลลาสโตไนต์ไปใช้ประโยชน์เป็นในด้านการปรับปรุงสภาพของดิน และยังใช้ผสมกับปุ๋ยสำหรับการเพาะปลูกพืชในพื้นที่ที่มีสถานะดินเป็นกรด ซึ่งตรงข้ามกับปูนขาวหรือแคลไซต์ที่จะมีการนำไปใช้ในการป้องกันการเป็นกรดของดินในระยะยาว นอกจากนี้ยังในบางประเทศยังพบว่ามีมีการนำวอลลาสโตไนต์ไปใช้เป็นสารเนื้อสำหรับสารกำจัดศัตรูพืชและเป็นยาฆ่าแมลง [4]

วอลลาสโตไนต์ที่เกิดในธรรมชาติจะมีอยู่ 2 ชนิด โดยชนิดแรก เมื่อวอลลาสโตไนต์เกิดที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดเป็นวอลลาสโตไนต์ชนิด β - $CaSiO_3$ ซึ่งมีการจัดเรียงตัวกันเป็นแบบไตรคลินิกซินโคไน (triclinic syngony) ส่วนวอลลาสโตไนต์ที่เกิดที่อุณหภูมิสูงจะเกิดเป็นซูโดวอลลาสโตไนต์ (pseudo-wollastonite) ชนิด α - $CaSiO_3$ ซึ่งมีการจัดเรียงตัวกันเป็นแบบไตรคลินิกซินโคไนและมีโครงสร้างเป็นแบบซูโดเฮกซะโกนอล (pseudo hexagonal) ซึ่ง β - $CaSiO_3$ เป็นแร่ซิลิเกตที่เกิดในธรรมชาติ ในขณะที่ α - $CaSiO_3$ เป็นแร่ที่หายาก โครงสร้างของ $CaO-SiO_2$ เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของ β - $CaSiO_3$ และ α - $CaSiO_3$ ที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส (จะเปลี่ยนจากผลึกอสัณฐานเป็น β - $CaSiO_3$) และที่อุณหภูมิ 1,125 องศาเซลเซียส (จะเปลี่ยนจาก β - $CaSiO_3$ เป็น α - $CaSiO_3$) [4]

การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต

การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตมีวิธีอยู่หลายวิธี ได้แก่ การตกผลึกแคลเซียมซิลิเกต การให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน การเตรียมแบบซอล-เจล วิธีเหล่านี้ให้แคลเซียมซิลิเกตที่บริสุทธิ์ แต่ได้ขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ และใช้สารตั้งต้นราคาแพง ในวิจัยนี้จึงได้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal method) เป็นวิธีที่ได้ผลิตภัณฑ์เนื้อเดียว และมีขนาดเล็ก อีกหนึ่งวิธีคือปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction) เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดสำหรับการเตรียมและนิยมใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม รายละเอียดของวิธีไฮโดรเทอร์มอลและวิธีปฏิกิริยาของแข็ง มีดังนี้

1. วิธีไฮโดรเทอร์มอลเกี่ยวข้องกับความร้อนของตัวทำปฏิกิริยาในภาชนะความดันสูง (autoclave) กับน้ำที่ใช้เป็นตัวทำละลาย ภายในภาชนะความดันสูง การเกิดเป็นผลึกของผลิตภัณฑ์ขึ้นกับการละลายของตัวทำละลายในน้ำร้อนภายใต้ความดันสูง ที่สภาวะนี้อุณหภูมิจะสูงขึ้นเหนือจุดเดือดของน้ำและความดันจะสูงขึ้นเหนือความดันบรรยากาศ สภาวะไฮโดรเทอร์มอลได้มีจริงในธรรมชาติ และเกิดแร่ธาตุจำนวนมาก เช่น ในธรรมชาติเกิดซีโอไลต์ (zeolite) ไฮโดรเทอร์มอลได้มีการขยายไปสู่ระบบอื่นๆ ซึ่งใช้ความดันปานกลางและอุณหภูมิต่ำกว่ากระบวนการโดยทั่วไปของ

เซรามิกและซอลเจล อณูหุมีค่าที่ใช้เป็นหนึ่งในข้อได้เปรียบของวิธีนี้ ส่วนประกอบอื่นๆ ในการเตรียมสารประกอบในสถานะออกซิเดชัน และวัฏภาคที่ไม่เป็นปกติถูกทำให้เสถียรโดยเพิ่มอณูหุมีและความดันสูง ซึ่งมีประโยชน์ในโลหะออกไซด์ ที่ออกไซด์ที่ไม่สามารถละลายในน้ำที่ความดันบรรยากาศแต่ละลายในน้ำความร้อนสูง (super-heated water) ของการดำเนินการไฮโดรเทอร์มอล ที่อณูหุมีและความดันนี้สามารถละลายสารตั้งต้นอัลคาไลน์หรือเกลือของโลหะที่เติมลงไป วิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน เนื่องจากผลของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบทางเคมีและขนาดของอนุภาค สามารถเตรียมได้ในขั้นตอนการเตรียมเพียงขั้นตอนเดียวที่อณูหุมีและความดันสูง ปานกลาง โดยที่สารบางชนิดไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ และมีอณูหุมีการเผาลึกที่ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับผลที่เตรียมได้จากวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีอื่นๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า

โดยสารตั้งต้นในการเตรียมวอลลาสโตไนต์ แหล่งของแคลเซียมจะมาจาก แคลเซียมไนเตรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) แคลเซียมไนเตรต เดคาไฮเดรต ($(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$) ส่วนแหล่งของซิลิกาจะมาจากโซเดียมซิลิเกต (Na_2SiO_3) โซเดียมซิลิเกต โนเนไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ไดอะตอมไมด์ ซิลิกา เจล แกลบ ทราย [4,7]

2. วิธีของแข็ง (Solid state reaction) วิธีนี้สามารถเตรียมได้โดยการนำสารตั้งต้นที่เป็นของแข็ง ซึ่งให้ได้สัดส่วนตามที่ต้องการ แล้วนำมาบดและผสมเข้าด้วยกันโดยไม่มีการใช้ตัวทำละลาย แล้วทำการเผาที่อุณหภูมิที่ต้องการ วิธีนี้เตรียมง่ายและค่าใช้จ่ายน้อย แต่มีข้อเสียหลายประการ ได้แก่ ขนาดของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคกว้าง สารตั้งต้นอาจทำปฏิกิริยาได้ไม่สมบูรณ์ ผลผลิตที่ได้ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และมีสิ่งเจือปน นอกจากนี้เพื่อให้ได้ผลผลิตตามที่ต้องการ จะต้องเผาที่อุณหภูมิสูงและใช้เวลาในการเผายาวนาน [4,8]

สารตั้งต้นในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต

สารตั้งต้นในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต แหล่งของแคลเซียมจะมาจากหินปูน ซอล์ก ส่วนแหล่งของซิลิกาจะมาจากฟุ้งซิลิกา และซิลิกาเชิงพาณิชย์

1. แคลเซียมออกไซด์ (calcium oxide; CaO) [9] แคลเซียมออกไซด์มีลักษณะเป็นก้อนหรือเป็นผงสีขาว ได้จากการเผาวัสดุที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) เช่น หินปูน หินอ่อน และเปลือกหอย เป็นต้น แคลเซียมออกไซด์สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ในหลายๆ ด้าน เช่น ด้านการเกษตร แคลเซียมออกไซด์ช่วยปรับค่าความเป็นกรด-ด่างในดิน ทำให้แบคทีเรียบางชนิดในดินเปลี่ยนไนโตรเจนให้อยู่ในภาพที่พืชสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ และช่วยยับยั้งจุลินทรีย์ที่ก่อโรคซึ่งชอบเจริญในดินกรด รวมทั้งช่วยปรับโครงสร้างดินให้ร่วนไผพรวนได้ง่ายขึ้น อุตสาหกรรมก่อสร้าง (building and construction) แคลเซียมออกไซด์

นำไปใช้ในการก่อสร้างโดยตรงเช่น การสร้างถนนใช้เป็นสารตัวเติมในยางแอสฟัลต์สำหรับลาดถนน ใช้ผสมทราย ทำปูนฉาบ ใช้ในการผลิตปูนซีเมนต์ อุตสาหกรรมกระดาษ แคลเซียมออกไซด์ใช้ในการผลิตสารที่ใช้ในการผลิต เช่น ใช้ผลิตโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในกระบวนการย่อย ใช้ผลิตสารฟอกขาว (bleaching liquor) ที่ใช้เคลือบกระดาษ อุตสาหกรรมเคมี แคลเซียมออกไซด์ถูกใช้ในกระบวนการผลิตสารเคมี อุตสาหกรรมอาหาร ยา เครื่องสำอาง แคลเซียมออกไซด์เข้าไปมีบทบาททั้งทางตรงและทางอ้อม ใช้แคลเซียมออกไซด์ดูดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ผักและผลไม้สดปล่อยออกมา เพื่อยืดอายุการเก็บ อุตสาหกรรมเหล็กและเหล็กกล้า ต้องใช้แคลเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง เป็นตัวช่วยดึงสารเจือปนต่างๆ เพื่อผลิตเหล็กคุณภาพสูง นอกจากนี้ยังมีอุตสาหกรรมอื่นๆ ที่แคลเซียมออกไซด์เข้าไปเกี่ยวข้องเช่น แคลเซียมออกไซด์เป็นสารตัวกลางในการผลิตสีย้อมเป็นสารตัวเติมในอุตสาหกรรมยาง เซรามิกส์ เป็นต้น

วัตถุนำมาใช้ผลิตเป็นแคลเซียมออกไซด์มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นแคลเซียมคาร์บอเนต ได้แก่

1. หินปูน (limestone) คือ หินตะกอนชนิดหนึ่งซึ่งมีสารประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนตมากกว่าร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก ได้แก่ แคลเซียม (calcium) อาจมีหรือไม่มีโดโลไมต์ (dolomite) ก็ได้ โดยทั่วไปหินตะกอนชนิดคาร์บอเนตประกอบด้วย แคลไซต์ (calcite) ร้อยละ 95 และโดโลไมต์ ร้อยละ 5 หินปูนอาจเกิดจากการทับถมของซากเปลือกหอย หรือสิ่งมีชีวิตอื่นๆ ที่อาศัยอยู่ทะเล หรือการตกตะกอนทางเคมี การตกผลึก การเกิดผลึกใหม่ หินปูนที่พบส่วนมากจะมีซากดึกดำบรรพ์ปรากฏอยู่ 2 หินปูนมีหลายชนิดขึ้นอยู่กับลักษณะของส่วนประกอบ ปริมาณแร่ธาตุ และอายุ

2. หินอ่อน (marble) คือ หินแปรชนิดหนึ่งที่ประกอบด้วยแคลไซต์ และ/หรือโดโลไมต์ ที่เกิดผลึกใหม่ มีขนาดละเอียดถึงหยาบ โดยปกติจะมีเนื้อผลึกสม่ำเสมอ โดยกำเนิดจากหินปูน (limestone) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงที่แบบโดยความร้อนและความกดดัน หินอ่อน (marble) ประกอบด้วยแคลไซต์ และโดโลไมต์ ที่มีสีขาวและไม่มีสิ่งเจือปน เมื่อมีแร่อื่นๆ มาประกอบจะให้ผลเป็นสีดำ สีน้ำตาล สีชมพู สีเขียวเป็นลายจุดต่างหรือเป็นสาย หินอ่อนที่มีความแข็งสม่ำเสมอสามารถนำมาใช้แกะสลักได้ดีกว่าหินปูน

3. เปลือกหอย (shell) ได้มาจากหอย ซึ่งเป็นสัตว์พวกไม่มีกระดูกสันหลังในไฟลัมมอลลัสคา (phylum mollusca) มีร่างกายอ่อนนุ่ม แต่สามารถสร้างเปลือกแข็งที่เป็นสารประกอบพวกหินปูนหุ้มอยู่รอบตัว บางชนิดไม่มีเปลือกหุ้มแต่สร้างส่วนแข็งไว้ภายใน เช่น หมึก หอยที่มีเปลือกพบทั้งในทะเล ห้วย บึง คลอง แม่น้ำ และบนบก หินของหอยที่เป็นหินปูนแคลเซียมคาร์บอเนต มีการจัดเรียงเป็นชั้น ชั้นนอกมักมีสีสันทและลวดลายต่างๆ ส่วนชั้นในมีลักษณะเป็นนูนเกลือบมัน เปลือกหอยที่

นำมาผลิตเป็นแคลเซียมออกไซด์มีหลายชนิด เช่น หอยนางรม หอยมุก หอยแครง หอยกาบ และ หอยโข่ง เป็นต้น

ขั้นตอนการผลิตแคลเซียมออกไซด์

1. นำวัสดุที่มีส่วนประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) CaCO_3 เช่น หินปูน หินอ่อน และเปลือกหอยที่กล่าวมาข้างต้น เผาด้วยอุณหภูมิ 700-900 องศาเซลเซียส จากนั้น แคลเซียมคาร์บอเนต จะถูกเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ (calcium oxide) หรือ quick lime (CaO) เรียกว่า ปูนดิบ ปูนดิบที่ได้จะมีสีขาวมีลักษณะเป็นก้อนหรือเป็นผง หรือมีภาพที่ร่างไม่แน่นอน

2. นำปูนดิบที่ได้มาแช่น้ำ (slaking) จะทำให้เกิดปฏิกิริยาปูนแตกตัวอย่างรุนแรง น้ำ และปูน ร้อนจัดจนอุณหภูมิถึงจุดเดือด เมื่อปฏิกิริยาหยุดน้ำจะแห้ง สิ่งที่ได้คือแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (calcium hydroxide) หรือ slaked lime ที่มีลักษณะเหนียวคล้ายแป้งเปียก หรือมีลักษณะเป็น ของเหลวคล้ายนม ประกอบด้วยน้ำที่ทำให้ห่อตัว โดยถ้าเพิ่มน้ำให้มากขึ้นจะได้เป็นน้ำปูนขาวที่ใช้ ทาเป็นสีขาว (white wash)

2. ซิลิกา (silica; SiO_2) [10] หรือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide) เป็นสารประกอบ ออกไซด์ของซิลิกอน พบได้ทั่วไปในธรรมชาติในภาพที่ของทราย หรือ ควอตซ์ และในผนังเซลล์ของ ไดอะตอม พบในเกล็ดข้าว และฟางข้าว ซึ่งมีปริมาณซิลิกา 80-90 และ 20 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซิลิกาตามธรรมชาติเกิดขึ้นในภาพที่แบบโครงสร้างผลึก ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเตตระฮีดรอล ส่วนซิลิกา โครงสร้างแบบอสัณฐานจะมีโครงสร้างพื้นฐานของอะตอมเหมือนกัน แต่จะไม่มีการจัดเรียงตัวเป็น ผลึก พื้นผิวของซิลิกามีหมู่ไฮดรอกซิล (silanol, Si-OH) และไซโลเซน (siloxane, Si-O-Si) ยึดเกาะกัน อยู่ มีการนำซิลิกาไปประยุกต์ใช้หลายอย่าง เพราะซิลิกามีความเป็นรูพรุนสูง น้ำหนักเบา ความหนาแน่นต่ำ เป็นฉนวนความร้อนที่ดี ใช้เป็นเตรียม วัสดุเนื้อพรุนเป็นตัวกรอง ฉนวนความร้อน ตัวพาเพื่อเร่งปฏิกิริยาเคมี วัสดุดูดซับ และตัวเริ่มต้นทางชีวภาพ (bioreactor) ซึ่งใช้เป็นช่องนำส่ง เอนไซม์ ปัจจุบันการเตรียมวัสดุเนื้อพรุนสามารถเตรียมวัสดุที่มีขนาดรูพรุน (pore size) ได้ตั้งแต่ ระดับมิลลิเมตรถึงนาโนเมตร ทั้งนี้การนำวัสดุเนื้อพรุนไปประยุกต์ใช้งานขึ้นอยู่กับลักษณะรูพรุน ขนาดรูพรุน และการกระจายตัวของรูพรุนเป็นสำคัญ ซิลิกามีมากในธรรมชาติและราคาถูก

ไบโอดีเซล [11,12,13,14]

ไบโอดีเซลคืออัลคิลเอสเทอร์ (alkyl ester) ของกรดไขมันที่ผลิตได้โดยกระบวนการ ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยนำน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์มาทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ เช่น เมทานอลและเอทานอล ได้ผลิตภัณฑ์คืออัลคิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน หรือไบโอดีเซล และได้กลี เซอรินเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมด้วย ข้อดีของไบโอดีเซล ได้แก่ ลดปริมาณการใช้น้ำมันดิบจาก ต่างประเทศทำให้เงินตราไม่รั่วไหลออกนอกประเทศ ไบโอดีเซลช่วยรักษาสภาพสิ่งแวดล้อมเพราะ

เป็นเชื้อเพลิงสะอาดที่ผลิตจากพืช ไขมันสัตว์ และลดการปล่อยก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์และไฮโดรคาร์บอน เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงที่ปราศจากซัลเฟอร์ ไม่สร้างพิษแก่มนุษย์และสิ่งแวดล้อม

วัตถุดิบที่นำมาผลิตไบโอดีเซล ได้แก่ น้ำมันพืชชนิดต่างๆ ขึ้นกับพืชในพื้นที่นั้นๆ เช่นใน ประเทศอเมริกาใช้น้ำมันถั่วเหลืองเป็นวัตถุดิบ ประเทศในแถบยุโรปใช้น้ำมันจากเมล็ดเรพ ส่วน ประเทศไทยผลิตไบโอดีเซลจาก ปาล์มดิบ สนุ่ด้า น้ำมันที่ใช้แล้ว

ในการผลิตไบโอดีเซลจำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เร็วและสมบูรณ์มากขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ได้แก่

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogeneous catalysts) ที่นิยมใช้กันทั่วไปคือ เบสแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และ กรดแก่ เช่น กรดซัลฟิวริก ข้อดีของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์คือ มีแอกติวิตีสูง ทำปฏิกิริยาไม่รุนแรง ข้อเสียคือ ตัวเร่งที่เป็นเบสแก่สามารถกัดกร่อนภาชนะที่ใช้ทำปฏิกิริยาและเบสแก่เกิดปฏิกิริยากับกรดไขมันอิสระกลายเป็นสบู่ ซึ่งเป็นสิ่งที่ไม่ต้องการและต้องแยกออก ทำให้สิ้นเปลืองค่าใช้จ่าย ส่วนตัวเร่งที่เป็นกรดนั้นไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ และต้องทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้การผลิตไบโอดีเซลได้รวดเร็วและให้ผลผลิตสูง จึงต้องใช้พลังงานในการผลิตสูงตามไปด้วย ทั้งนี้กรดมีฤทธิ์กัดกร่อนและเป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติ โดยพื้นฐานแล้วตัวเร่งปฏิกิริยาเบสจะมีอัตราการเร่งปฏิกิริยาและประสิทธิภาพการผลิต (productivity) ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยากรด

2. ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิพันธ์ (heterogeneous catalysts) ได้แก่ ออกไซด์ของโลหะอัลคาไลและอัลคาไลเอิร์ธ ออกไซด์ของแอกทิไนด์ ซีโอไลต์ เรซิน แร่เคลย์ แคลเซียมออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้สามารถแก้ไขจุดอ่อนของตัวเร่งตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ได้ และสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีก ออกไซด์ของโลหะอัลคาไลเอิร์ธ เช่น แคลเซียมออกไซด์ (CaO) มีข้อเด่นคือ ราคาถูก เตรียมได้ง่าย แต่ละลายในเมทานอล ถูกไฮเดรตเมื่อสัมผัสกับน้ำเปลี่ยนเป็นแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) และเมื่อสัมผัสกับคาร์บอนไดออกไซด์เปลี่ยนเป็นแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ได้

ในการทดลองนี้จึงเตรียมแคลเซียมซิลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่และกลบข้าวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิพันธ์แบบเบสซึ่งเป็นตัวเร่งที่มีประสิทธิภาพดีกว่าแบบกรด โดยที่แคลเซียมซิลิเกตนี้ไม่ละลายในเมทานอล ไม่ถูกไฮเดรตได้ง่าย และยังสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง

Kalapathy และคณะ (2000) [15] กล่าวถึงการเตรียมซิลิกาเจลจากกลบข้าวโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นตัวสกัดซิลิกา ซึ่งเมื่อปรับพีเอชของสารละลาย

หลังการสกัดด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ ซิลิกาที่ได้จะอยู่ในภาพที่ของเจลจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ได้ผงซิลิกา

Lin และคณะ (2006) [7] ทำการศึกษาโมโนดิสเพอร์สเส้นลวดนาโนวอลลาสโตไนต์ ที่เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลไมโครอิมัลชัน ซึ่งทำให้ได้วอลลาสโตไนต์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 20-30 นาโนเมตร แล้วนำผลิตภัณฑ์มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน และ ฟิวด์อิมมิตชันทรานส์มิทชันอิเล็กตรอนไมโครสโกปี ซึ่งในการสังเคราะห์นั้นครั้งแรกได้เส้นลวดนาโนโทเบอโมไลต์ หลังจากนั้นก็นำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เส้นลวดนาโนโทเบอโมไลต์ กลายเป็นเส้นลวดนาโนวอลลาสโตไนต์

Lin และคณะ (2007) [16] ทำการศึกษาการสังเคราะห์เส้นลวดนาโนเบต้าวอลลาสโตไนต์ (β -CaSiO₃) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้โซโนไลต์นาโนไวล์ [Ca₆(Si₆O₁₇)(OH)₂] เป็นสารตั้งต้น แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเส้นลวดนาโนโซโนไลต์จะเปลี่ยนเป็นเส้นลวดนาโนเบต้าวอลลาสโตไนต์ ซึ่งมีลักษณะของโครงสร้างที่คล้ายกัน เส้นลวดนาโนเบต้าวอลลาสโตไนต์ จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10-30 นาโนเมตร โดยทำการตรวจสอบโครงสร้างของเบต้าวอลลาสโตไนต์โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ที่กลุ่มของ $P_{21/a}$ และค่าคงที่ของเซลล์ที่ $a = 15.42 \text{ \AA}$, $b = 7.325 \text{ \AA}$, $c = 7.069 \text{ \AA}$ และ $\beta = 95.381^\circ$ พบว่าการให้ความร้อนในการสังเคราะห์ที่ไม่สูงจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่สูง

Nour และคณะ (2008) [8] ศึกษาการสังเคราะห์วอลลาสโตไนต์จากแคลเซียมคาร์บอเนต เศษผงหินอ่อน ซิลิกาเจล ควอตซ์ และซิลิกาฟุ้ง โดยนำส่วนผสมจากวัตถุดิบดังกล่าวในอัตราส่วนของ CaO:SiO₂ เป็น 1:1 บดเปียกด้วยบอลมิลล์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำให้แห้ง จากนั้นอัดส่วนผสมเป็นชิ้นงานที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร หนา 2 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 20 เมกกะปาสคาล และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1,000-2,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำมาตรวจสอบด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ซึ่งพบว่า กรณีที่ 1 ตัวอย่างที่เตรียมจากส่วนผสมระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนตและซิลิกาเจลพบการฟอร์มตัวของลาไนต์ (larnite, CaSiO₃) แทนที่จะเกิดเป็นวอลลาสโตไนต์ ทั้งยังเกิดคริสโตบาไลต์ จากการตกผลึกของซิลิกาเจล และมีไลม์ (CaO) หลงเหลืออยู่ด้วย กรณีที่ 2 ตัวอย่างที่เตรียมจากส่วนผสมระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนตและควอตซ์ นั้น จะพบวอลลาสโตไนต์เพียงเล็กน้อยในตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส โดยเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้น ปริมาณวอลลาสโตไนต์จะลดลง แต่จะเกิดเป็นลาไนต์ ไลม์ และคริสโตบาไลต์ สำหรับกรณีที่ 3 ตัวอย่างจากส่วนผสมระหว่างเศษผงหินอ่อนและซิลิกาฟุ้ง จะพบวอลลาสโตไนต์ และลาไนต์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1,000-1,100 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 1,150-2,000 องศา

เซลเซียส พบซิลิโควอลลาสโตไนต์ (pseudo wollastonite, α -CaSiO₃) และแรนไคไนต์ (rankinite, Ca₃Si₂O₇) แทน แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วน CaO:SiO₂ เป็น 1:1.125, 1:1.166 และ 1:1.250 สรุปได้ว่าเกิดวอลลาสโตไนต์ได้ดีที่สุดที่อัตราส่วน 1:1.125 ที่อุณหภูมิการเผาที่ 1,500 องศาเซลเซียส

Grigoryan และคณะ (2008) [17] ได้สังเคราะห์แคลเซียมไฮโดรโมโนซิลิเกตด้วยโคอะทอไมต์และแคลเซียมออกไซด์ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100, 150 และ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 150 องศาเซลเซียส ยังคงมีแคลเซียมออกไซด์เหลืออยู่ แม้ว่าได้ทำการแคลไซน์ผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิ 1,150 องศาเซลเซียส แต่ที่อุณหภูมิที่สูงกว่า 150 องศาเซลเซียส แคลเซียมออกไซด์ไม่เหลืออยู่เลย โดยข้อมูลจาก DTA (Differential Thermal Analysis) สังเกตได้ว่าการคายความร้อนที่อุณหภูมิที่ 850 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงที่เป็นวอลลาสโตไนต์ การเปลี่ยนแปลงที่นี้ยืนยันด้วยผลจากเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน

Javed และคณะ (2009) [18] ได้สังเคราะห์วอลลาสโตไนต์ด้วยซิลิกาที่สกัดจากแกลบข้าวที่แช่ในสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที นำซิลิกาที่สกัดได้ผสมกับแคลเซียมออกไซด์ โดยใช้สภาวะที่มีน้ำ และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปเผาต่อที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงเกิดผลึกแคลเซียมซิลิเกตเมื่อยืนยันด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน

Vichaphund และคณะ (2011) [19] ได้สังเคราะห์วอลลาสโตไนต์ด้วยซิลิกาและเปลือกไข่ ด้วยปฏิกิริยาของแข็งและให้ความร้อนด้วยเตาเผาไมโครเวฟ ที่อุณหภูมิ 700 ถึง 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที ที่ความถี่ 2.45 จิกกะเฮิรตซ์ (GHz) จากนั้นนำไปเผาที่ความร้อนสูงต่อที่อุณหภูมิ 1,100 และ 1,250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ข้อมูลจากเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชันพบว่า ที่อัตราส่วนโดยโมลของแคลเซียมออกไซด์และซิลิกาเท่ากับ 1:0.8 และเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1100 องศาเซลเซียส เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วอลลาสโตไนต์ ให้วอลลาสโตไนต์ที่อนุภาคไม่เกาะกลุ่มกัน มีขนาดของอนุภาคกว้างประมาณ 3 ไมครอน มีภาพที่ร่างไม่แน่นอน

Tangboriboon และคณะ (2011) [6] เตรียมแคลเซียมซิลิเกตจากไอซิลิกา (fume silica) และเปลือกไข่ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยวิธีโซล-เจล ในอัตราส่วนความเข้มข้น 1:1 โดยใช้เพื่อเป็นวัสดุทางไฟฟ้า จากนั้นนำสารผสมที่ได้ไปเผาที่ความอุณหภูมิ 500, 700, 900, 1100 และ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าแคลเซียมซิลิเกตที่เผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด เมื่อทำการวัดที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีความกว้าง × ความยาว ประมาณ 5 × 25 ไมครอน ภาพที่ร่างเป็นแบบสี่เหลี่ยมผืนผ้า

Wang และคณะ (2011) [20] ได้ประยุกต์ใช้ลิเทียมซิลิเกต (Li₂SiO₃) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อผสมในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลือง พบว่าลิเทียมซิลิเกตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีมาก

มีความเสถียร ไม่ละลายในเมทานอล มีความทนต่อน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ และต้องไม่ผ่านกระบวนการทำให้แห้งก่อนนำไปใช้

Sun และคณะ (2011) [21] เตรียม $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ได้อนุภาคที่มีรูปร่างที่ร่างคล้ายแท่ง ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาเอสเทอริฟิชั่นน้ำมันถั่วเหลืองเพื่อผลิตไบโอดีเซล เมื่อเปรียบเทียบผลผลิตร้อยละของ fatty acid methyl ester (FAME) เมื่อใช้ตัวเร่ง Ca_3SiO_5 , Ca_4SiO_6 และ NaOH ในอัตราส่วนของน้ำมันพืช 10 กรัม เมทานอล 5 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม (ใช้ NaOH 0.2 กรัม) ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ผลคือ NaOH ให้อัตราการเร่งปฏิกิริยาที่เร็วที่สุด โดยปกติแล้วตัวเร่งแบบเอกพันธ์ให้อัตราเร่งปฏิกิริยาที่เร็วกว่าตัวเร่งแบบวิวิธพันธุ์ แต่แคตาลีติกแอคทิวิตี (catalytic activity) ของ NaOH ไม่แตกต่างจาก Ca_4SiO_6 จึงสามารถใช้ $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในไบโอดีเซลในอุตสาหกรรมได้

ณัฐวุฒิ คุณฤๅและคณะ (2554) [22] ได้รายงานผลการสกัดน้ำมันจากเมล็ดมะเขือเทศด้วยกระบวนการสกัดทางกล โดยใช้เครื่องสกัดแบบสกรูและไฮดรอลิค พบว่าปริมาณน้ำมันสูงสุดเท่ากับร้อยละ 22.16 และร้อยละ 17.79 โดยน้ำหนัก เมื่อให้ความร้อนก่อนการสกัด พบว่าเครื่องสกัดแบบไฮดรอลิค จะให้ปริมาณน้ำมันสูงสุดร้อยละ 33.70 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิการบ่มมะเขือเทศ 80 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ส่วนการสกัดแบบสกรู จะให้ปริมาณน้ำมันสูงสุดร้อยละ 26.20 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิการบ่ม 100 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที ส่วนวิธีการสกัดทางเคมีโดยใช้ตัวทำละลายเฮกเซน พบว่าได้ปริมาณน้ำมันสูงสุดร้อยละ 36.35 โดยน้ำหนัก ที่ระยะเวลาการสกัดน้ำมันไม่ต่ำกว่า 6 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนน้ำหนักน้ำมันต่อปริมาตรตัวทำละลายเท่ากับ 1:12 ส่วนค่าความเป็นกรดและปริมาณกรดไขมันอิสระมีค่าเท่ากับ 2.06 mgKOH/g และร้อยละ 1.03 ตามลำดับ คำนวณร้อยละน้ำมันไบโอดีเซล ดังสมการ

$$\% \text{ Yield of Biodiesel} = \frac{\text{real biodiesel}}{\text{calculated biodiesel}} \times 100$$

อุปกรณ์และวิธีการ

ตารางที่ 1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. กระดาษกรองเบอร์ 1	Whatman	England
2. กระดาษวัดพีเอช	Merck	Germany
3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	Jeol, รุ่น JSM-5410 LV Mettler Toledo	Switzerland
4. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง	รุ่น AB 304-5	USA
5. เครื่องฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	Perkin Elmer รุ่น Spectrum RXI	Netherland
6. เครื่องเอ็กซ์เรย์คิฟแฟรกโตมิเตอร์	Philips X'Pert	Netherlands
7. ชุดไฮโดรเทอร์มอล	สายทิพย์	Thailand
8. ตู้อบ	Gallenkamp	England
9. เตาเผา	Carbolite รุ่น CWF 1300	England

วิธีการ

1. เตรียมสารละลาย
2. การเตรียมแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอร์รี่
3. การเตรียมแคลเซียมซัลเฟตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและหาลักษณะเฉพาะ
4. การเตรียมแคลเซียมซัลเฟตโดยวิธีของแข็งและหาลักษณะเฉพาะ
5. การเตรียมไบโอดีเซลและการทดสอบไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซัลเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน

1. วิธีการเตรียมสาร

1.1 การเตรียมสารละลาย

1.1.1 เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

ซังโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40.00 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนและเทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดวัดปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

1.1.2 เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

ปีเปตสารละลายไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 37.0 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 83.5 มิลลิลิตรลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำปราศจากไอออนอยู่บางส่วน แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดวัดปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

1.2. การเตรียมแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่

นำเปลือกหอยเชอรี่มาล้างทำความสะอาดและนำมาตากให้แห้ง แล้วนำมาบดในโถรงบคให้เป็นชิ้นเล็ก และเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนสารกลายเป็นผงสีขาว ทิ้งไว้ให้เย็น 1 คืน จึงนำออกจากเตา

1.3 การเตรียมแคลเซียมซลิเกตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1.3.1 การเตรียมโซเดียมซลิเกตจากเถ้าแกลบ

ซังเถ้าแกลบ 50.00 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์พลาสติก ขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 500 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนและคน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมากรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ได้สารละลายโซเดียมซลิเกต หาผลผลิตร้อยละของซลิกาโดยการปรับค่าพีเอชของโซเดียมซลิเกตให้อยู่ในช่วง 7-9 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ ตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายจับตัวเป็นเนื้อเจล แล้วนำไปอบให้แห้งจนได้ของแข็ง และคำนวณหาผลผลิตร้อยละของซลิกา ซึ่งมีซลิกา 19 เปอร์เซ็นต์

1.3.2 การเตรียมสารละลายแคลเซียมออกไซด์

ซังเปลือกหอยเชอรี่เผา 1.40 กรัม จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากนั้นปรับด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตร 80 มิลลิลิตร แล้วคนให้เข้ากัน

1.3.3 การเตรียมแคลเซียมซลิเกตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ปีเปตสารละลายโซเดียมซลิเกต 80 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อยๆ หยดสารละลายแคลเซียมปริมาตร 80 มิลลิลิตร คนตลอดเวลาจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเทลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล ปิดฝาให้แน่นแล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60, 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง จากนั้นนำไปแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

1.4 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีของแข็ง

นำเปลือกหอยและเถ้าแกลบที่บดละเอียดแล้ว ผสมกับน้ำในอัตราส่วน 1:1:7 ลงในโถบดผสม ตัวอย่างเดิมถูกบดผสมอูมินาบอลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 และ 10 มิลลิเมตร ชนิดละ 100 กรัม ทำการบดสารตัวอย่างด้วยเครื่องบดผสมตัวอย่างเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง นำสารตัวอย่างที่บดแล้วเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จากเถ้าแกลบและเปลือกหอยเชอรี่

2.1 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

การวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของแคลเซียมซิลิเกตด้วยเครื่องฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ทำได้ ดังนี้ ผสมแคลเซียมซิลิเกตกับโพแทสเซียมโบรไมด์ อัตราส่วน 1:10 ลงไปในโถงบดสารชนิดที่เป็นควอตซ์ ทำการบดสารผสมให้เข้ากันแล้วจึงนำไปอัดด้วยความดันประมาณ 1,500-2,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ให้กลายเป็นแผ่นบาง (KBr pellet) วางลงบนแผ่น (sample holder) ปิดเตปปิดเพื่ออัดสารตัวอย่าง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ในช่วงความถี่ 400-4,000 cm^{-1} ที่รีซลูชัน (resolution) 4 cm^{-1} สแกน (scan) 32 รอบ

2.2 วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแคลเซียมซิลิเกต ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังนี้ นำแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้บดให้ละเอียด อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปผสมกับเมทานอลแล้วทำการอัลตราโซนิกเป็นเวลาครึ่งชั่วโมงเพื่อทำให้อนุภาคสารกระจายตัว จากนั้นดูดสารละลายหยดลงบนสตัปทองแดง แล้วนำสตัปไปเคลือบด้วยอนุภาคทองคำเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต โดยทำการส่งตัวอย่างวิเคราะห์ที่ศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ต.ท่าโพธิ์ อ.เมือง จ.พิษณุโลก 65000

3. การเตรียมไบโอดีเซล

3.1 การไทเทรตหากรดไขมันอิสระ

ชั่งน้ำมันปาล์ม 5.00 กรัม ตวงไอโซโพลฟิล 25.00 มิลลิลิตร นำสารทั้งสองใส่ในขวดชมพู เขย่าให้เข้ากัน หยดฟีนอล์ฟทาลีนความเข้มข้น 0.1 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 3-5 หยด ทำการไทเทรตกับ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.025 โมลาร์ ไตเตรตจนสารเปลี่ยนเป็นสีชมพู

3.2 การเตรียมไบโอดีเซลใช้แคลเซียมซลิเกตเป็นตัวเร่ง

ตั้งชุดรีฟลักซ์ ตวงน้ำมันปาล์ม 100 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมแบบสามคอ อุ่นน้ำมันที่ อุณหภูมิ 60-65 องศาเซลเซียส ประมาณ 5 นาที ผสมแคลเซียมซลิเกต ลงในเมทานอล 25 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน แล้วเทสารผสมลงในน้ำมันปาล์มที่อุ่นไว้ คนสารเป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยควบคุม อุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 60-65 องศาเซลเซียส จากนั้นเทสารผสมลงในกรวยแยก รอให้สารผสมแยก ชั้นแล้วปล่อยสารส่วนข้างล่างออก เก็บของเหลวในส่วนข้างบนเพื่อทดสอบสมบัติไบโอดีเซลต่อไป

3.3 การทดสอบสมบัติไบโอดีเซล

3.3.1 การทดสอบด้วยสายตา

ทำการสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของปฏิกิริยาว่าเกิดหรือไม่เกิด โดยสารละลายผสมจะ แยกเป็นสองชั้นประกอบด้วยชั้นบนคือส่วนของน้ำมันส่วนชั้นล่างคือส่วนของกลีเซอริน น้ำมันที่ดี สังเกตได้จากสีควรมีสีมันวาว ไม่กระด้าง และเมื่อนำไปผสมกับน้ำจะแยกตัวจากน้ำได้อย่างชัดเจน ไม่เกิดเป็นสีขาวขุ่นหรือไม่เกิดเป็นสบู่ น้ำมันซึ่งมีความหนาแน่นต่ำกว่าน้ำเมื่อผสมน้ำเข้าไปจะลอย อยู่เหนือผิวน้ำ

3.3.2 การทดสอบโดยตรวจสอบค่าพีเอช

นำผลิตภัณฑ์น้ำมันที่เตรียมได้มาทดสอบ โดยการใช้กระดาษลิตมัส จุ่มลงในน้ำมัน รอ ประมาณ 30 วินาที เพื่อให้สีของกระดาษวัดพีเอชเปลี่ยนแล้วนำไปเทียบกับสีมาตรฐานข้างกล่องเพื่อ ทำการวิเคราะห์หาค่าพีเอช

3.3.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันไบโอดีเซลด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตร มิเตอร์

นำไบโอดีเซลที่ได้หยดลงบนแผ่นเซลโซเดียมคลอไรด์ 1 หยด ประกอบด้วยแผ่นเซล โซเดียมคลอไรด์ จากวางลงบนแผ่น (sample holder) นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ในช่วงความถี่ 4,000-400 cm^{-1} ที่รีซลูชัน (resolution) 4 cm^{-1} สแกน (scan) 32 รอบ

3.3.4 การหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในน้ำมันไบโอดีเซล

การวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ของ fatty acid methyl ester (FAME) เหมาะสำหรับการหาปริมาณเอสเทอร์ของเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันพืชที่มีมากกว่า 96.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยวิธีการนี้เหมาะสมกับ FAME ที่มีจำนวนเมทิลเอสเทอร์ระหว่าง C_{14} - C_{24} ตามมาตรฐาน EN 14103 (in house method)

การวิเคราะห์นี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์ บริษัท Agilent รุ่น 5973 inert MSD โดยใช้วิธีการเตรียมตัวอย่างและสภาวะในการทดลอง ดังนี้

- ชั่งสาร Internal Standard (Methyl heptadecanoate, C_{17}) น้ำหนัก 0.0500 กรัม . ใส่ในขวดทดลองขนาด 10 มิลลิลิตร
- ชั่งสารตัวอย่างไบโอดีเซล 0.25 กรัมลงในขวดทดลอง
- เติมน้ำมันละลายเฮกเซน ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ปิดฝาเขย่าสารละลายให้เข้ากัน
- นำตัวอย่างปริมาตร 1 ไมโครลิตรฉีดวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์
- ใช้สภาวะในการทดลองดังนี้

คอลัมน์	: HP-INNOWAX (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
แบบการฉีด	: Split 30:1
สภาวะที่ฉีด	: 250 องศาเซลเซียส
ดีเทคเตอร์	: 300 องศาเซลเซียส
ปริมาณตัวอย่างที่ฉีด	: 1 ไมโครลิตร
แก๊ส	: แก๊สฮีเลียม อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที
โปรแกรมอุณหภูมิ	: 100 องศาเซลเซียส (5 นาที), ถึง 190 องศาเซลเซียส ที่ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที (3 นาที), ถึง 220 องศาเซลเซียส ที่ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที (3 นาที), และ 250 องศาเซลเซียส ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (2 นาที)

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

1. ผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์แคลเซียมซัลเฟตที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่และถั่ว แกลบ

จากการทดลองได้เตรียมแคลเซียมซัลเฟต โดยการผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผา และสารละลายโซเดียมซัลเฟตที่เตรียมได้จากถั่วแกลบโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล และวิธีของแข็งที่บดด้วยเครื่องบด ได้ผลผลิตร้อยละ ดังตารางที่ 2 และ 3 ตามลำดับ

ตารางที่ 2 ผลผลิตร้อยละของแคลเซียมซัลเฟตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลแล้วแคลโซนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	ผลผลิตร้อยละของแคลเซียมซัลเฟตที่ สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เวลา (ชั่วโมง)					
	12		24		36	
	ก่อน แคลโซน	หลัง แคลโซน	ก่อน แคลโซน	หลัง แคลโซน	ก่อน แคลโซน	หลัง แคลโซน
60		4.54		4.62		4.72
80		4.25		4.34		4.62
100		4.74		4.88		4.90
120		4.52		4.56		4.58

จากผลการทดลองการสังเคราะห์แคลเซียมซัลเฟตด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เมื่อให้ความร้อนสูงขึ้น พบว่าผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่าใกล้เคียงกัน เนื่องจากอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างสารตั้งต้นมีปริมาณที่เท่ากัน ทำให้ปริมาณผลผลิตมีผลผลิตร้อยละที่ใกล้เคียงกัน แสดงว่าอุณหภูมิที่ให้ความร้อนไม่มีผลต่อผลผลิตร้อยละ

ตารางที่ 3 ผลผลิตร้อยละแคลเซียมซัลเฟตที่สังเคราะห์โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งที่เผาแคลไซต์

เวลาในการบด (ชั่วโมง)	ผลผลิตร้อยละของ ผลิตภัณฑ์	อุณหภูมิที่เผาแคลไซต์ (องศาเซลเซียส)	ผลผลิตร้อยละ แคลเซียมซัลเฟต
1	90.80	800	76.02
		900	73.94
		1,000	71.84
		1,100	70.11
5	91.88	800	75.23
		900	70.42
		1,000	70.19
		1,100	70.02
10	90.80	800	74.97
		900	70.76
		1,000	70.55
		1,100	70.11
15	90.74	800	74.35
		900	70.13
		1,000	71.93
		1,100	70.11
20	90.73	800	75.72
		900	71.3
		1,000	70.50
		1,100	69.58

จากตารางที่ 3 ผลผลิตร้อยละของการเตรียมแคลเซียมซัลเฟตโดยวิธีของแข็งด้วยเครื่องบดผสมด้วยลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง พบว่าผลผลิตร้อยละเตรียมแคลเซียมซัลเฟตก่อนการเผาแคลไซต์อยู่ในช่วงประมาณ 90 ถึง 91 น้ำหนักที่หายไปอาจเกิดจากขั้นตอนการล้างและการกรองสารตัวอย่าง การเตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งจะได้ผลผลิตร้อยละค่อนข้างสูงเมื่อนำไปเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800, 900 และ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผลผลิตร้อยละของแคลเซียมซัลเฟตอยู่ในช่วงประมาณ 69 ถึง 76 แนวโน้มของน้ำหนักที่หายไปอาจจะมา

จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูงนั้นอาจเกิดการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น

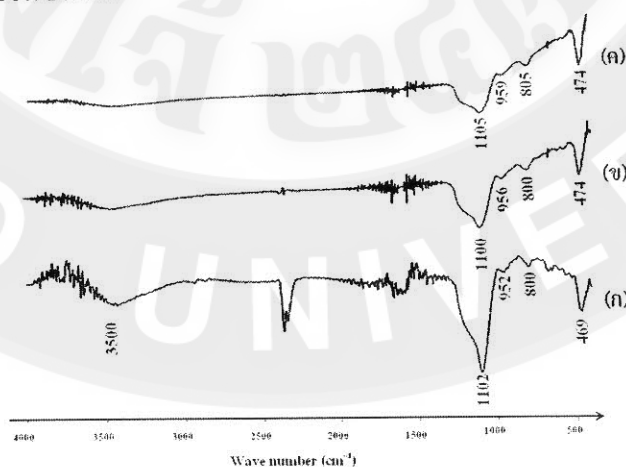
การเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีของแข็งให้ผลผลิตร้อยละแคลเซียมซิลิเกตมากกว่าการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อาจเป็นเพราะวิธีของแข็งนั้นการเกิดปฏิกิริยาจะค่อยๆ เกิด ส่วนวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นปฏิกิริยาเกิดภายใต้แรงดันสูง ทำให้การเกิดปฏิกิริยาในสถานะที่ไม่เหมาะสมในการเกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกต ทำให้ได้ผลผลิตน้อย

ได้หาลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีและเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เพื่อยืนยันผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้คือแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งจะกล่าวต่อไป

2. ผลการวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

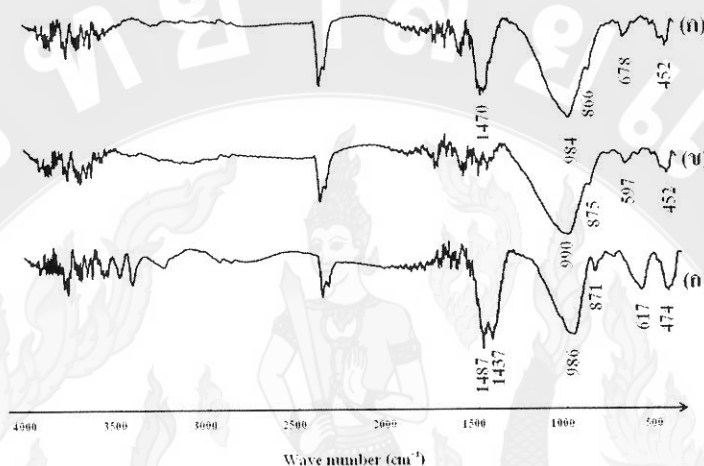
2.1 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ก่อนแคลไซต์

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้าแกลบ ทำปฏิกิริยากันด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR แสดงดังภาพที่ 2 พบว่าที่อุณหภูมิที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง พบพันธะ Si-O-Si ของซิลิกาขึ้นที่ประมาณ 3500 cm^{-1} และพันธะ Ca-OH ของแคลเซียมออกไซด์ที่ความถี่ $952\text{-}959\text{ cm}^{-1}$ แสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันไม่สมบูรณ์ยังไม่เกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกต อย่างไรก็ตามสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์มีความแตกต่างจากสเปกตรัมของสารตั้งต้น จึงเป็นไปได้ว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากัน แต่ยังคงไม่เกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกต



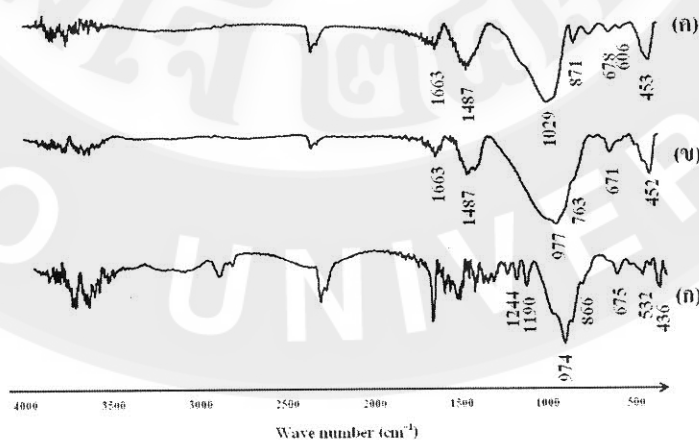
ภาพที่ 2 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เข้ากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้าแกลบทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ดังภาพที่ 3 แสดงการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 986, 990 และ 984 cm^{-1} ตามลำดับ คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต ดังภาพที่ 3 สอดคล้องกับงานงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



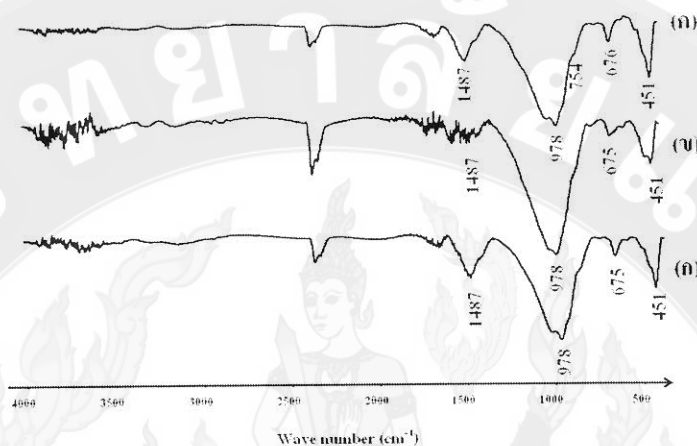
ภาพที่ 3 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าที่อุณหภูมิที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แสดงการเกิดพันธะ Si-O-Ca ที่ 974, 977 และ 871 cm^{-1} คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต ดังภาพที่ 4 สอดคล้องกับงานงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



ภาพที่ 4 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

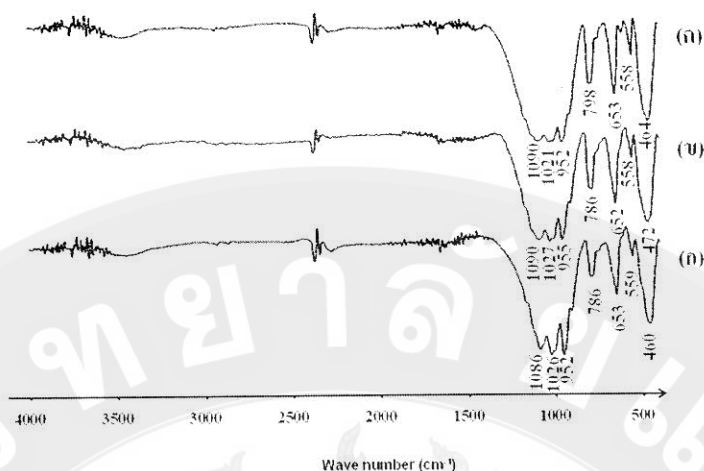
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าที่อุณหภูมิที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แสดงการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 979, 987 และ 979 cm^{-1} คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต ดังภาพที่ 5 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



ภาพที่ 5 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

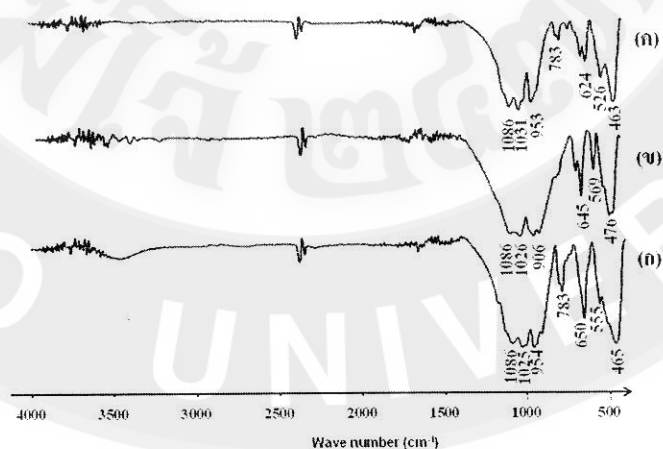
2.2 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ หลังการนำไปเผา

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผา กับ สารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้าแกลบทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์เทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 6 พบการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 952, 955 และ 952 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งผล FTIR เกิดแบนด์ของ Si-O-Ca ขึ้นที่ตำแหน่งใกล้เคียงกัน สเปกตรัมแต่ละเวลาที่ให้ มีความคล้ายคลึงกัน คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกตขึ้น แสดงว่าการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีผลทำให้สารมีความบริสุทธิ์ขึ้นเพราะเห็นแบนด์ของแคลเซียมซิลิเกตที่ชัดเจนขึ้น ดังภาพที่ 6 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



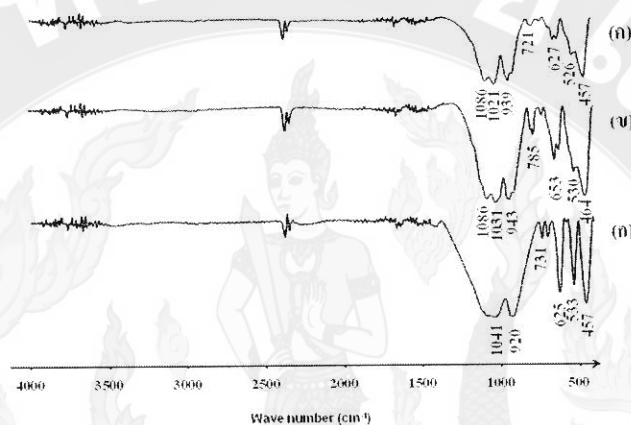
ภาพที่ 6 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เข้ากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากถ้ำกลบทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์เทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 7 พบการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 954, 906 และ 953 cm^{-1} ตามลำดับ คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



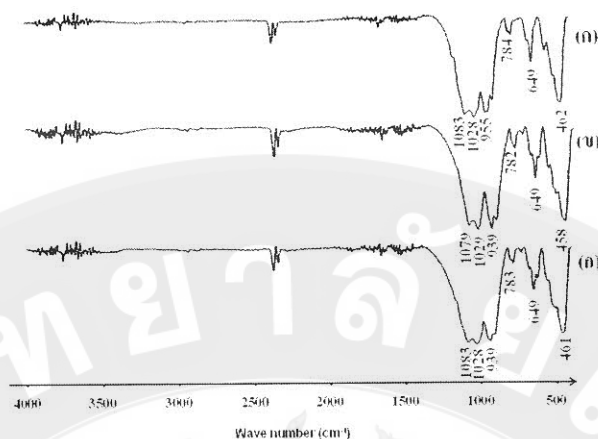
ภาพที่ 7 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากถ้ำเกลือทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 8 พบการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 920, 943 และ 939 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งผล FTIR เกิดแบนด์ของ Si-O-Ca ขึ้นที่ตำแหน่งใกล้เคียงกัน คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]



ภาพที่ 8 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากถ้ำเกลือทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 9 พบการเกิดพันธะ Si-O-Ca ขึ้นที่ 939, 939 และ 955 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งผล FTIR เกิดแบนด์ของ Si-O-Ca ขึ้นที่ตำแหน่งใกล้เคียงกัน คาดว่าเกิดสเปกตรัมของแคลเซียมซิลิเกต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tangboriboon (2011) [23]

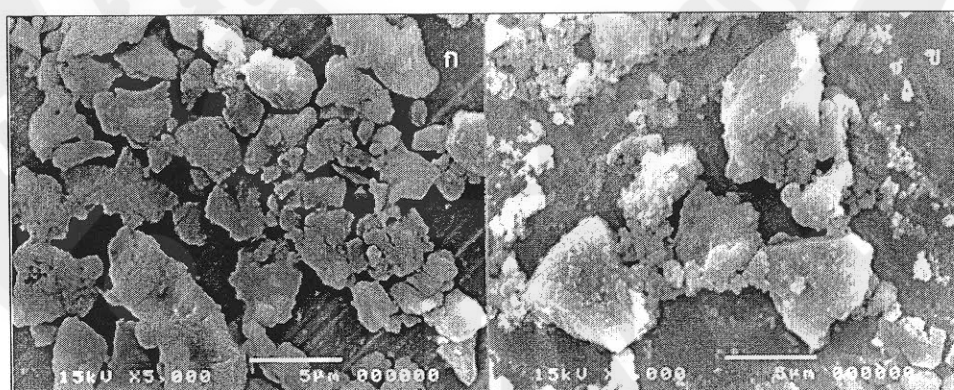


ภาพที่ 9 FTIR สเปกตรัม ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.3 ลักษณะจากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

2.3.1 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่และซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ

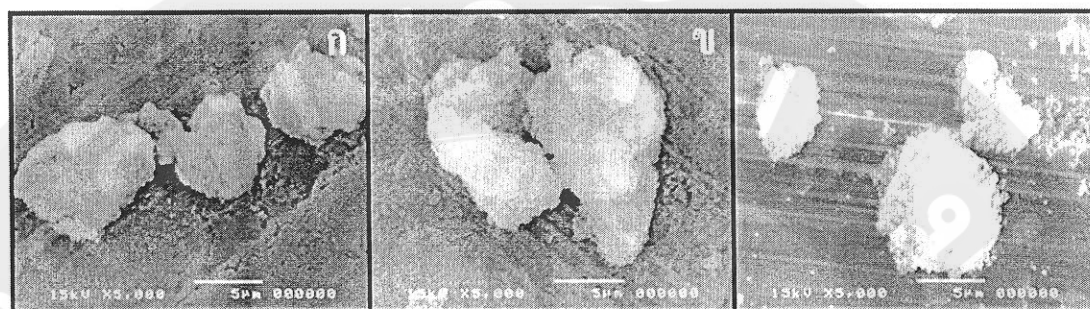
ผลการวิเคราะห์ด้วย SEM ดังภาพที่ 10 ลักษณะที่ได้ของแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นเม็ดๆ มีภาพที่ร่างเป็นเหลี่ยมที่ไม่แน่นอน ดังภาพที่ 10 (ก) และลักษณะของซิลิกาที่ได้จากการสกัดจากเถ้าแกลบมีลักษณะภาพที่ร่างเป็นเกร็ดเล็กๆ ที่มีหน้าตัดเป็นเหลี่ยม ดังภาพที่ 10 (ข)



ภาพที่ 10 SEM ของ (ก) เปลือกหอยเชอรี่เผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ข) ซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ

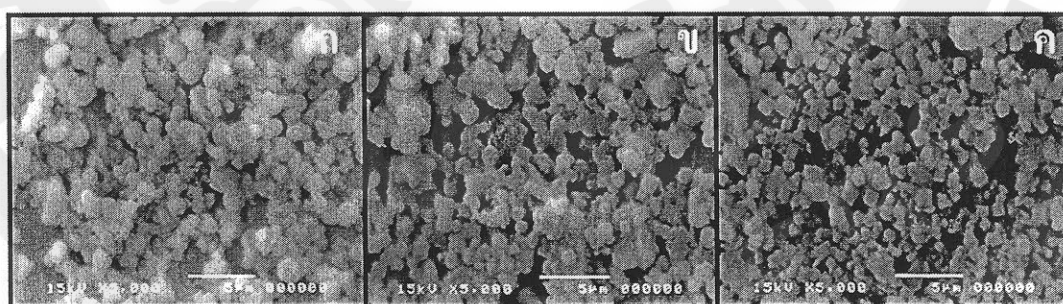
2.3.2 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลก่อนการเผาแคลไซน์

ผลการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นเกล็ดขนาดเล็กๆ ที่มีหน้าตัดเป็นเหลี่ยมคล้ายกับซิลิกาอยู่และยังมีการเกาะรวมกันเป็นก้อนๆ กระจายตัวได้ไม่ดี ดังภาพที่ 11 คาดว่าเกิดจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์



ภาพที่ 11 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

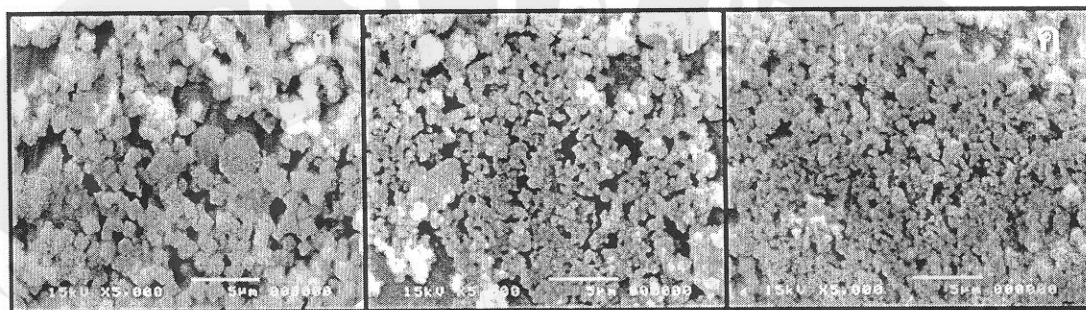
ผลการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะอนุภาคที่ค่อนข้างกลมและมีรูปร่างที่สม่ำเสมอในระยะเวลาการให้ความร้อนที่ 12 และ 24 ชั่วโมง ดังภาพที่ 12(ก) และ ภาพที่ 12(ข) ตามลำดับ เมื่อระยะเวลาการให้ความร้อนที่ 36 ชั่วโมง ดังภาพที่ 12(ค) มีรูปร่างที่เปลี่ยนไปลักษณะอนุภาคเป็นลูกบาศก์เล็กๆ ดังภาพที่ 12



ภาพที่ 12 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

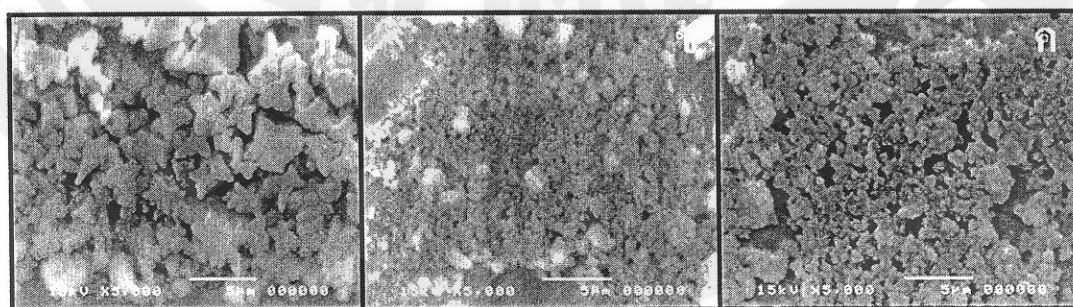
จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เข้ากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากถ่านแกลบทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังภาพที่ 13(ก) มีลักษณะอนุภาค

เป็นสีเหลืองจืดๆ แต่เมื่อเวลาระยะเวลาให้ความร้อนเพิ่มขึ้นเป็น 24 ชั่วโมงและ 36 ชั่วโมง ดังภาพที่ 13(ข) และ ภาพที่ 13(ค) ตามลำดับ ลักษณะของอนุภาคจะเปลี่ยนไปมีลักษณะอนุภาคที่สม่ำเสมอและมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน เมื่อมีการกระจายตัวของอนุภาคมากขึ้นเวลาในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงขึ้นอนุภาคจะเปลี่ยนไป จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง และมีการกระจายตัวที่ดีกว่า



ภาพที่ 13 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

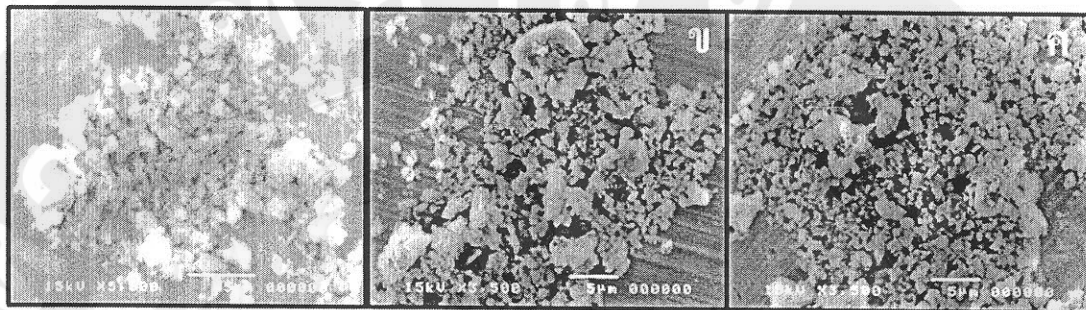
จากการทดลองได้ผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เข้ากับสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้าแกลบทำปฏิกิริยากันภายใต้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังภาพที่ 14 พบว่าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะของอนุภาคที่สม่ำเสมอและมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน คาดว่าเกิดจากการกระจายตัวของอนุภาคเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น อนุภาคจะเปลี่ยนไปจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง



ภาพที่ 14 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง

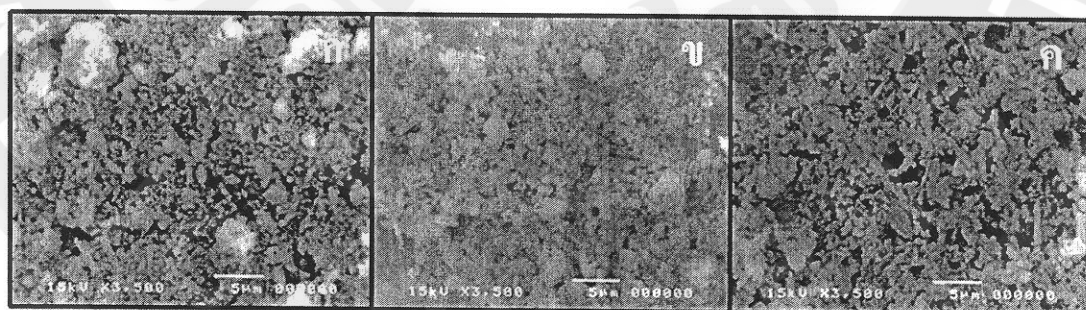
2.3.3 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลหลังการเผาแคลไซต์

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะของเกล็ดเล็กๆ คล้ายกับก่อนเผาแคลไซต์ แต่อนุภาคจะเกิดการกระจายตัวได้ดีกว่าก่อนเผาซึ่งสังเกตได้ ดังภาพที่ 15



ภาพที่ 15 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

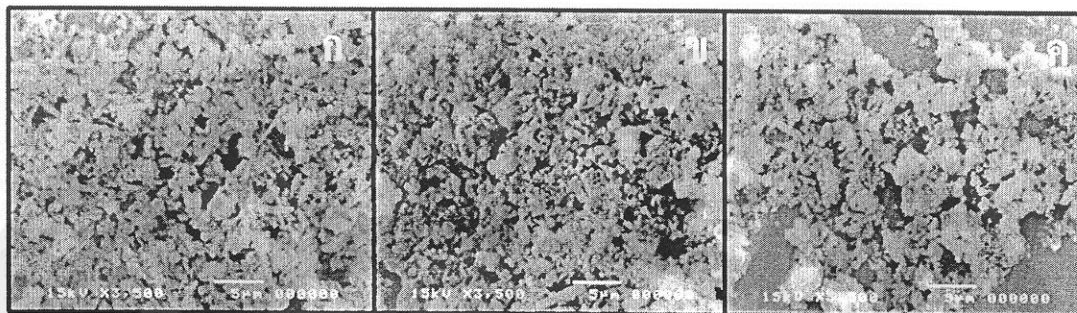
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะรูปร่างที่ไม่แน่นอน มีลักษณะต่างจากก่อนเผา จะมีรูปร่างของอนุภาคที่ไม่แน่นอน มีรูพรุนเหมือนฟองน้ำ คาดว่าเกิดการกระจายตัวและเกิดรูปร่างใหม่ เมื่อได้รับความร้อน ดังภาพที่ 16



ภาพที่ 16 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

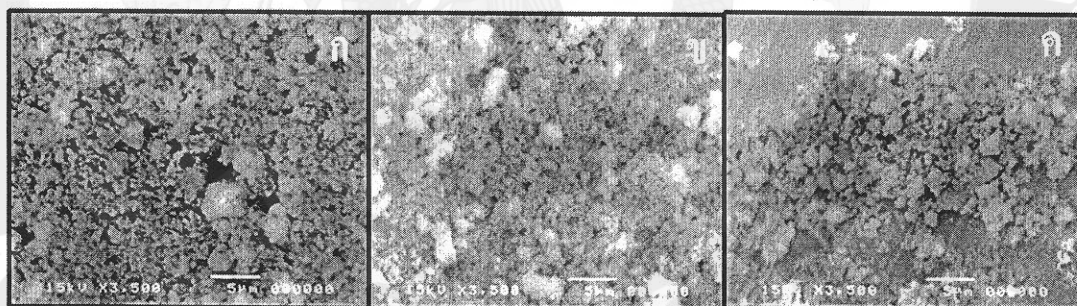
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะรูปร่างที่ไม่

แน่นอน มีรูพรุนเหมือนฟองน้ำ และมีผลึกเริ่มเกิดขึ้น คาดว่าเมื่อได้รับความร้อนสูงขึ้น เกิดการเปลี่ยนแปลงภาพที่ร่างของอนุภาคดังภาพที่ 17



ภาพที่ 17 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เหนือที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะที่ไม่แน่นอน มีความละเอียดของอนุภาคเพิ่มขึ้น มีการกระจายตัวได้ดี ดังภาพที่ 18

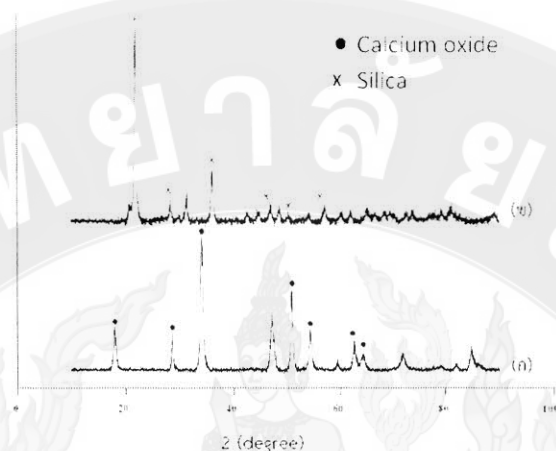


ภาพที่ 18 SEM ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.3 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

2.3.1 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่อง XRD ของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่และซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ

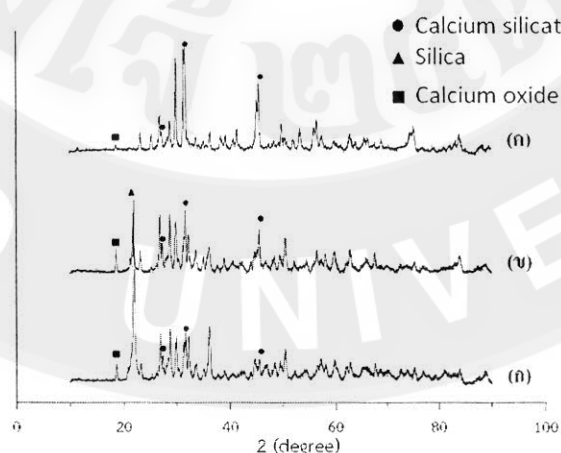
ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของสารตั้งต้น พบว่าแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่ มีการเกิดแคลเซียมออกไซด์ขึ้น (CaO ; JCPDS หมายเลข 82-1690) และซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบมีการเกิดซิลิกาขึ้น (SiO_2 ; JCPDS หมายเลข 05-0492) ดังภาพที่ 19



ภาพที่ 19 XRD ของ (ง) แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกหอยเชอรี่ และ (ข) ซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบ

2.3.2 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ และนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

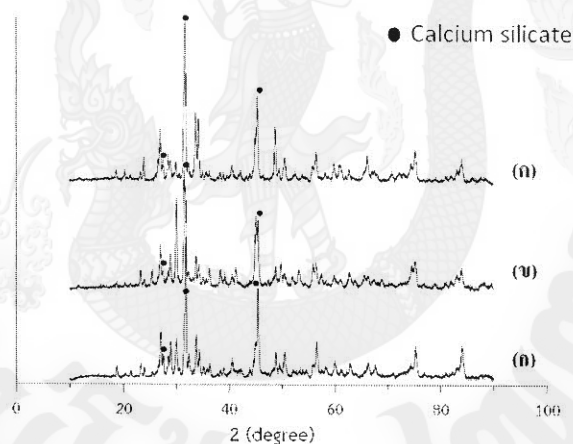
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เมื่อเตรียมผลิตภัณฑ์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีการเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3 ; JCPDS หมายเลข 00-001-0720) แต่ยังไม่สมบูรณ์ เนื่องจากยังมีเฟสของซิลิกาและแคลเซียมออกไซด์เหลืออยู่ ดังภาพที่ 20



ภาพที่ 20 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

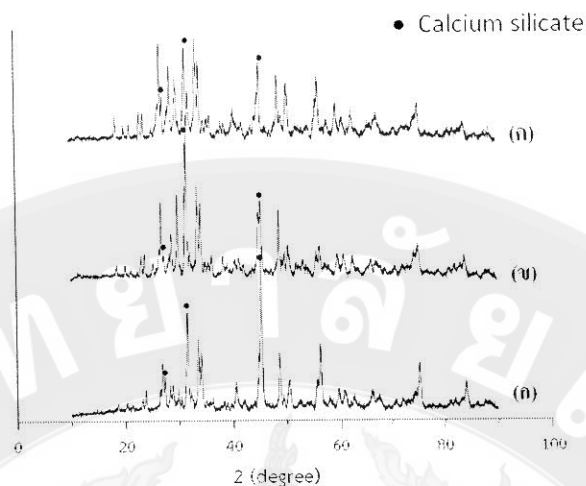
เมื่อใช้เวลาในการให้ความร้อนมากขึ้น ความเข้มของพีคแคลเซียมออกไซด์และ ซิลิกาลดลง เพราะเกิดการทำปฏิกิริยาของแคลเซียมออกไซด์และซิลิกาได้ดีขึ้น จากเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เป็นสถานะที่ไม่เหมาะสมที่ใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่และเถ้าแกลบ

การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง มีการเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3 ; JCPDS หมายเลข 00-001-0720) ดังภาพที่ 21 จากการวิเคราะห์จะสังเกตเห็นว่า การเตรียมไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ พีคของซิลิกาและแคลเซียมออกไซด์ลดลง เมื่อเทียบกับการทำไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แสดงว่าซิลิกากับแคลเซียมออกไซด์ทำปฏิกิริยากันได้ดีขึ้นและได้แคลเซียมซิลิเกตเป็นเฟสหลัก เมื่อเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนมากขึ้น ความเข้มของพีคแคลเซียมซิลิเกตมากขึ้นตาม นั่นคือวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง เกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกตมากที่สุด



ภาพที่ 21 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

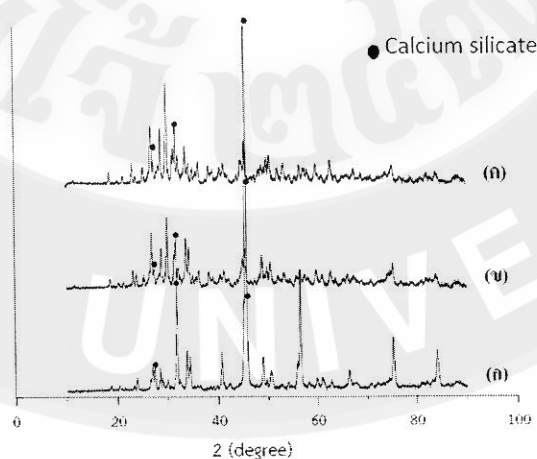
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง และเผาที่ 800 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง มีการเกิดของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3 ; JCPDS หมายเลข 00-001-0720) ดังภาพที่ 22 ได้แคลเซียมซิลิเกตเป็นเฟสหลัก



ภาพที่ 22 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

XRD พบว่า ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง มีการเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3 ; JCPDS หมายเลข 00-001-0720) ดังภาพที่ 23 ได้แคลเซียมซิลิเกตเป็นเฟสหลัก

เมื่อเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนมากขึ้น ความเข้มของฟีกแคลเซียมซิลิเกตจะมีความเข้มมากขึ้น ดังนั้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เป็นสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต



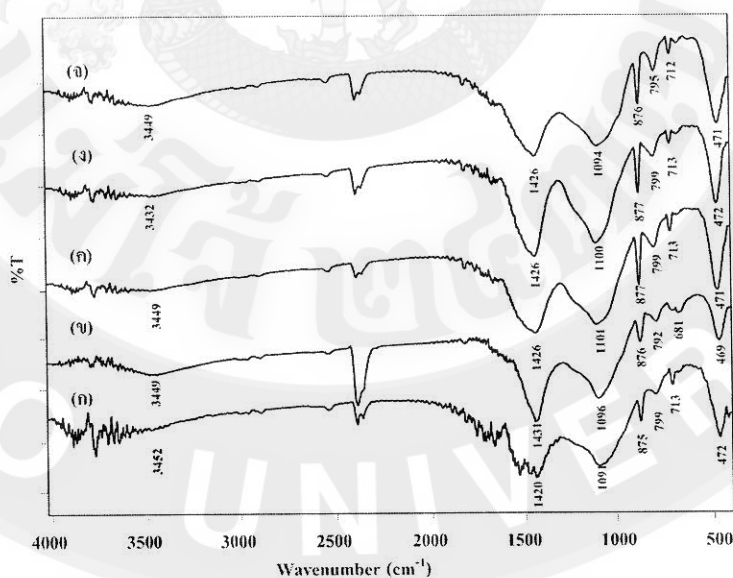
ภาพที่ 23 XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากเปลือกหอยและเถ้าแกลบโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ และเวลาต่างๆ หลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า แคลเซียม ออกไซด์กับซิลิกาจะทำปฏิกิริยากันได้ดี เกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตมากขึ้น สังเกตจากความเข้มของ พีกแคลเซียมซิลิเกตที่สูงขึ้น และเมื่อเพิ่มระยะเวลาเกิดแคลเซียมซิลิเกตที่เพิ่มมากขึ้น ดังนั้น ที่ อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง เป็นสถานะที่ดีที่สุดที่ใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตจาก เปลือกหอยเชอรี่และเถ้าแกลบโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

3. ผลการหาลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีของแข็ง

3.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR)

จากการวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมซิลิเกต ที่เตรียมด้วยวิธี ปฏิกิริยาสถานะของแข็งด้วยการบดเครื่องบดผสมอลูมินาบอล เป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง ก่อนทำการเผาแคลไซน์แสดงผล FTIR สเปกตรัมดังภาพที่ 24 และผล FTIR สเปกตรัมของ ผลิตภัณฑ์ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดง FTIR สเปกตรัมดังภาพที่ 25, 26, 27 และ 28 ตามลำดับ

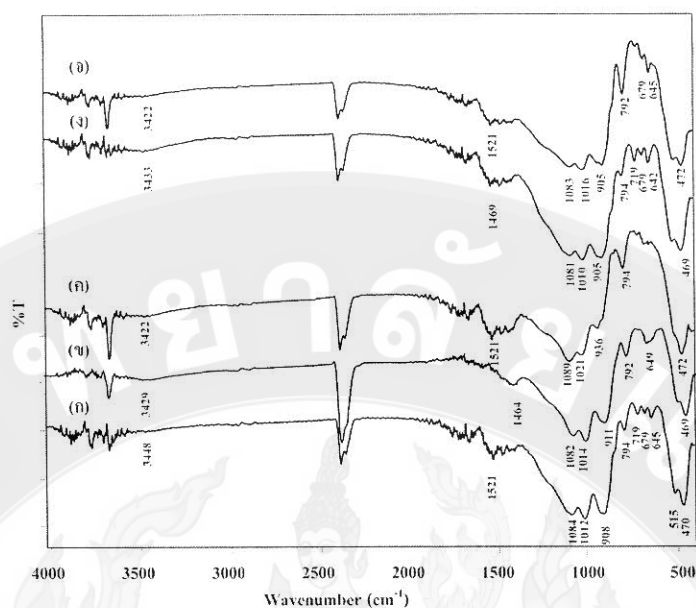


ภาพที่ 24 FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่บดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ก่อนทำการเผาแคลไซน์

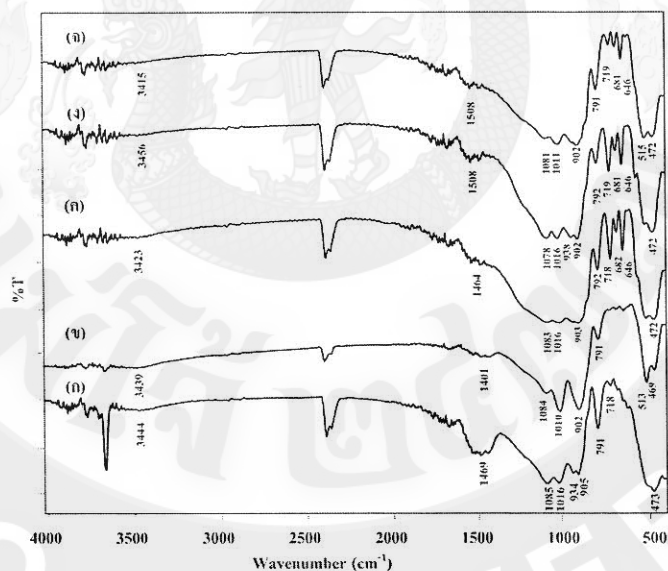
ตารางที่ 4 ตำแหน่งเลขคลื่นและชนิดการสั่นของพันธะในอินเทอร์มีเดียตของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่บดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง

อุณหภูมิ การเผา (°C)	เลขคลื่น (wavenumber, cm ⁻¹) จำนวนชั่วโมงที่ใช้ในการบด					ชนิดการสั่นพันธะ
	1	5	10	15	20	
-	3452	3449	3449	3432	3449	O-H stretching
	1420	1431	1426	1426	1426	C=O stretching (carbonate)
	1091	1096	1101	1100	1094	Si-O-Si bending
	875	876	877	877	876	C-O stretching (CaCO ₃)
	472	469	471	472	471	Si-O stretching

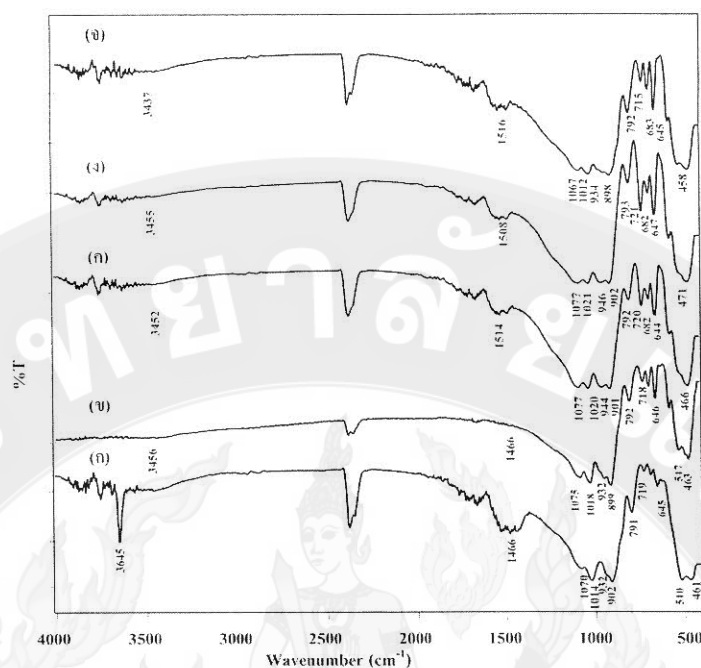
ผล FTIR สเปกตรัมของอินเทอร์มีเดียต และแคลเซียมซิลิเกตที่บดด้วยเครื่องบดผสมอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง พบว่า สเปกตรัมของอินเทอร์มีเดียต ดังภาพที่ 24 และตารางที่ 4 พบการสั่นที่ตำแหน่งประมาณ 3432-3452 cm⁻¹ เกิดจากการสั่นแบบยืดหดของพันธะ O-H ที่เป็นน้ำและความชื้นของ Ca(OH)₂ ที่ตำแหน่ง 1420-1431 cm⁻¹ เกิดจากการสั่นแบบยืดหดของพันธะ C=O ของหมู่คาร์บอเนต CO₃²⁻ ที่ตำแหน่ง 1091-1101 cm⁻¹ เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Si-O-Si ที่ตำแหน่ง 875-877 cm⁻¹ เกิดจากการสั่นแบบยืดหดของพันธะ C-O ของหมู่คาร์บอเนต และที่ตำแหน่ง 469-472 cm⁻¹ เกิดจากการสั่นแบบยืดหดของพันธะ Si-O



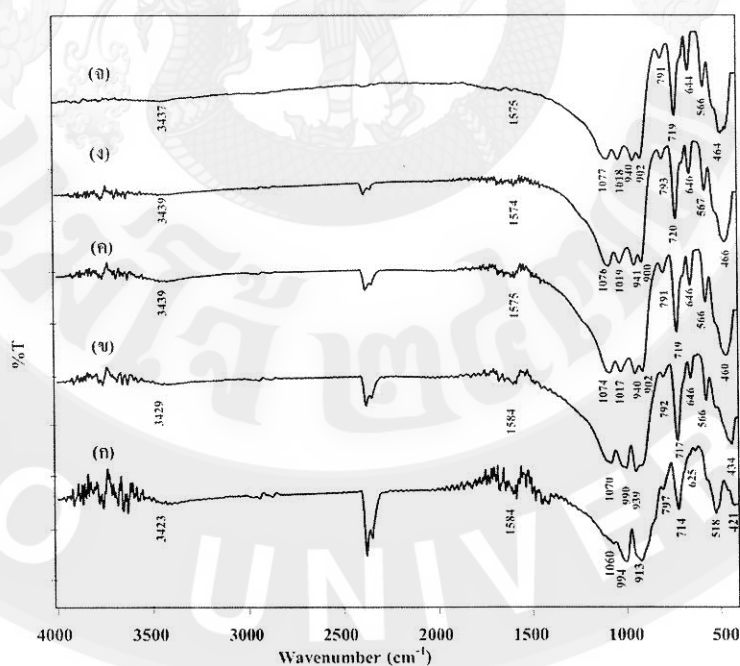
ภาพที่ 25 FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิติเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 26 FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิติเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 27 FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลไฟด์ที่เกิดจากการบดอูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 28 FTIR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลไฟด์ที่เกิดจากการบดด้วยอูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 5 ตำแหน่งเลขคลื่นและชนิดการสั่นของพันธะในสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง

อุณหภูมิ การเผา (°C)	เลขคลื่น (wavenumber, cm ⁻¹) จำนวนชั่วโมงที่ใช้ในการบด					ชนิดการสั่นพันธะ
	1	5	10	15	20	
800	3448	3429	3422	3433	3422	O-H stretching
	1521	1464	1521	1469	1521	C=O stretching (carbonate)
	1084	1082	1089	1081	1083	Si-O-Si bending
	794	792	794	794	792	Si-O-Si bending
	470	469	472	469	472	Si-O stretching
900	3444	3439	3423	3456	3415	O-H stretching
	1469	1401	1404	1508	1508	C=O stretching (carbonate)
	1085	1084	1083	1078	1081	Si-O-Si bending
	791	791	792	792	791	Si-O-Si bending
	473	469	472	472	472	Si-O stretching
1,000	3645	3456	3452	3455	3437	O-H stretching
	932	932	944	946	934	Ca-O-Si (CaSiO ₃)
	791	792	792	793	792	Si-O-Si bending
	719	718	720	721	715	Ca-O stretching
	461	463	466	471	458	Si-O stretching
1,100	3423	3429	3439	3439	3437	O-H stretching
	913	939	940	941	940	Ca-O-Si (CaSiO ₃)
	797	792	791	793	791	Si-O-Si bending
	714	717	719	720	719	Ca-O stretching
	421	434	460	466	464	Si-O stretching

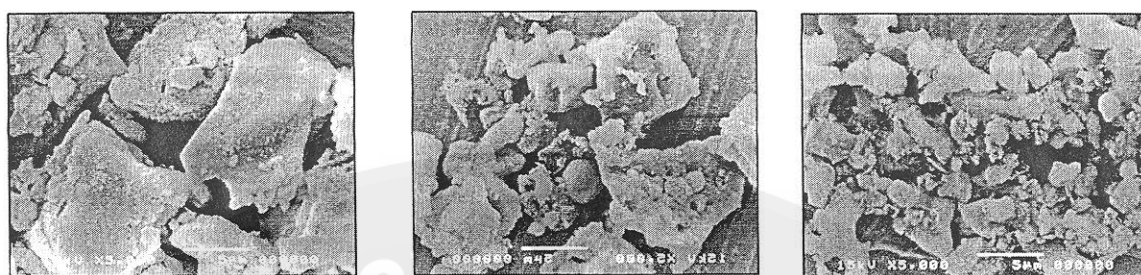
เมื่อนำอินเทอร์มีเดียตของสารผลิตภัณฑ์ที่บดด้วยเครื่องบดผสมอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง ทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส ดังแสดงในภาพที่ 25, 26, 27 และ 28 ตามลำดับ สรุปตำแหน่งเลขคลื่นและชนิดการสั่นของพันธะในแคลเซียมซิลิเกต ดังตารางที่ 5 พบว่าแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการเผาแคลไซต์จะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน

การสั่นของพันธะ O-H ของแคลเซียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยากับน้ำ ที่ตำแหน่งประมาณ $3700-3500\text{ cm}^{-1}$ [24] หมู่ฟังก์ชันของ CO_3^{2-} ที่ตำแหน่ง 1475 cm^{-1} พบว่าสเปกตรัมมีขนาดลดลงหลังจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น [25] หมู่ฟังก์ชันของพันธะ Si-O-Si ที่ตำแหน่ง $1007-1008\text{ cm}^{-1}$ [26] และ $1000-900\text{ cm}^{-1}$ พบว่าหมู่ฟังก์ชันของ Si-O-Ca (แคลเซียมซิลิเกต) ที่ตำแหน่ง $930-940\text{ cm}^{-1}$ จะเห็นชัดเจนขึ้นที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 900 องศาเซลเซียสขึ้นไป และจากภาพที่ 27 ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 1,000 องศาเซลเซียส จะพบว่าที่การบดตั้งแต่ 5 ชั่วโมงขึ้นไป จะเริ่มเห็นพีกที่ตำแหน่ง $930-940\text{ cm}^{-1}$ หมู่ฟังก์ชันของ Si-O-Ca (แคลเซียมซิลิเกต) [26] ได้ชัดเจนมากขึ้น ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์ FTIR สเปกตรัมนั้นแสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้บดสารควรใช้เวลาตั้งแต่ 5 ชั่วโมงขึ้นไป และอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ควรใช้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1,000-1,100 องศาเซลเซียส

เพื่อเป็นการยืนยันผลการทดสอบจึงจะต้องทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์เพื่อยืนยันผลโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ต่อไป

3.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

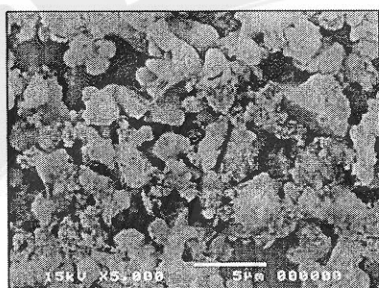
การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งด้วยการบดด้วยเครื่องผสมอลูมินาบอลด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาดังนี้ ภาพ SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่บดผสมเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง ก่อนทำการเผาแคลไซน์ แสดงดังภาพที่ 29 และ ภาพ SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส แสดงดังภาพที่ 30, 31, 32 และ 33 ตามลำดับ



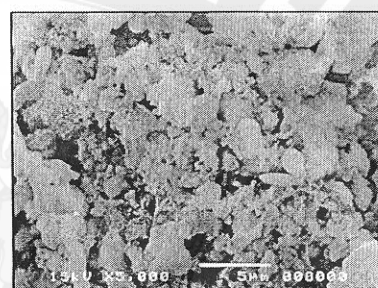
(ก)

(ข)

(ค)

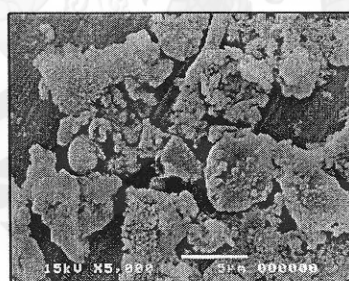


(ง)

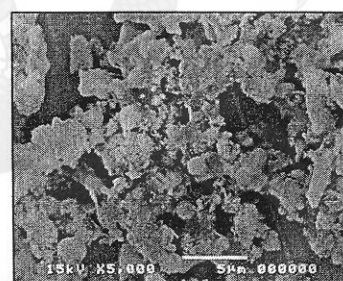


(จ)

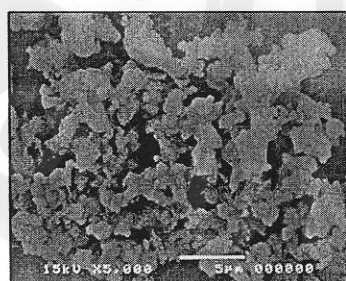
ภาพที่ 29 SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1, (ข) 5, (ค) 10, (ง) 15 และ 20 ชั่วโมง



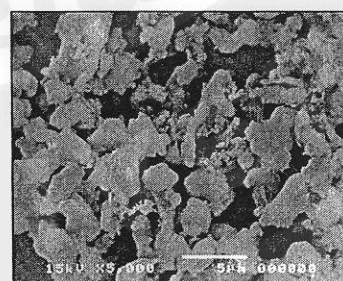
(ก)



(ข)

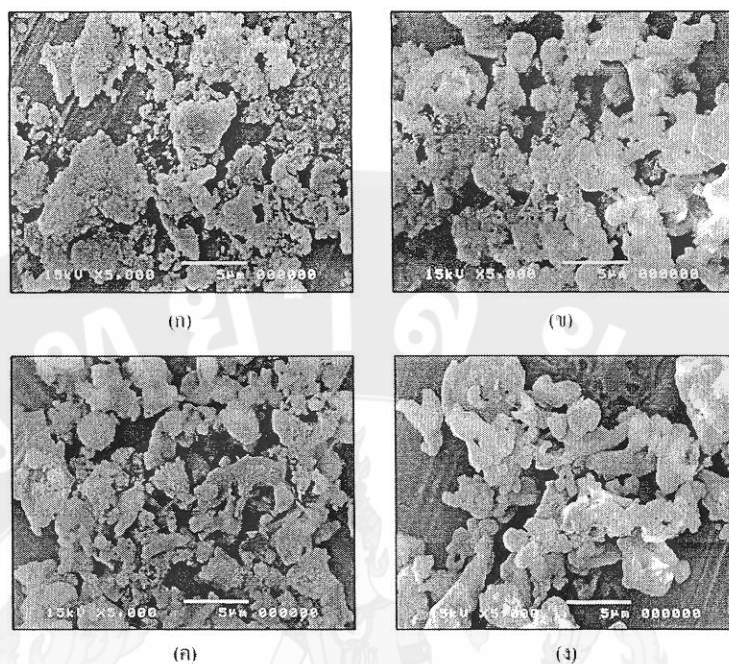


(ค)

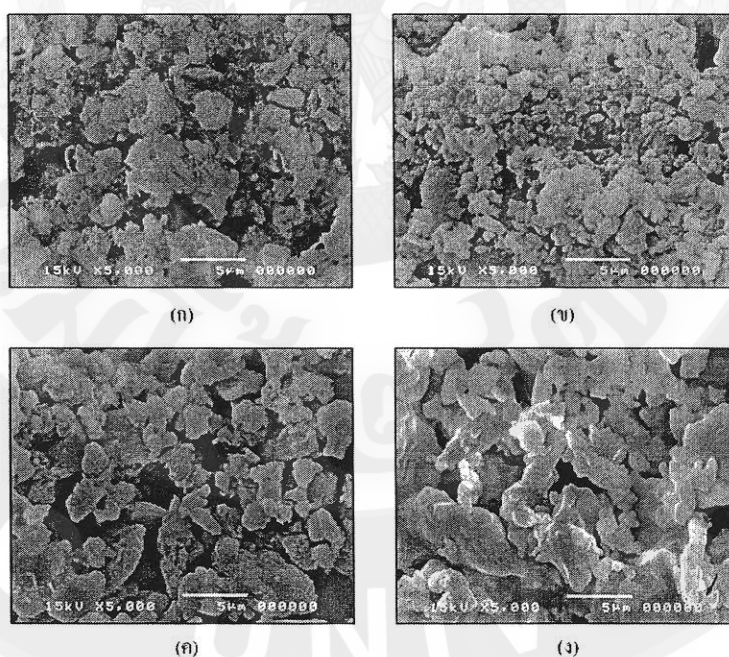


(ง)

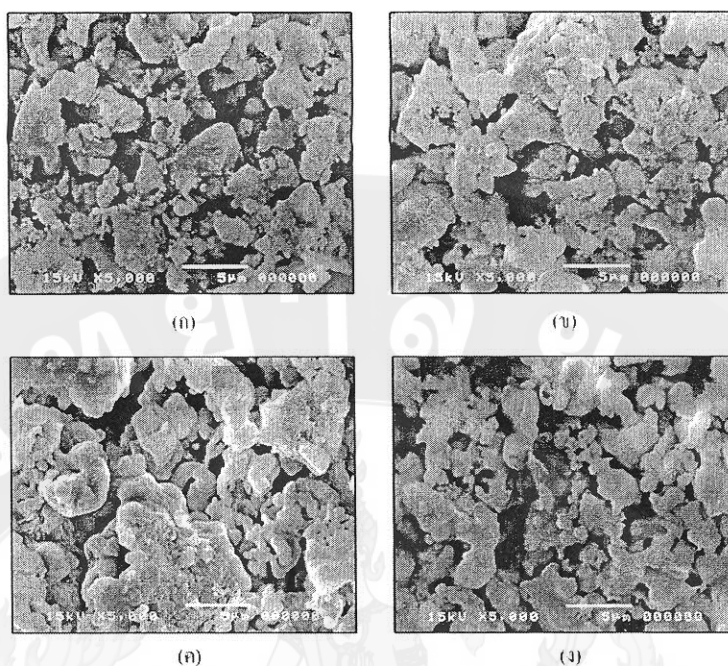
ภาพที่ 30 SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซัลเฟตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



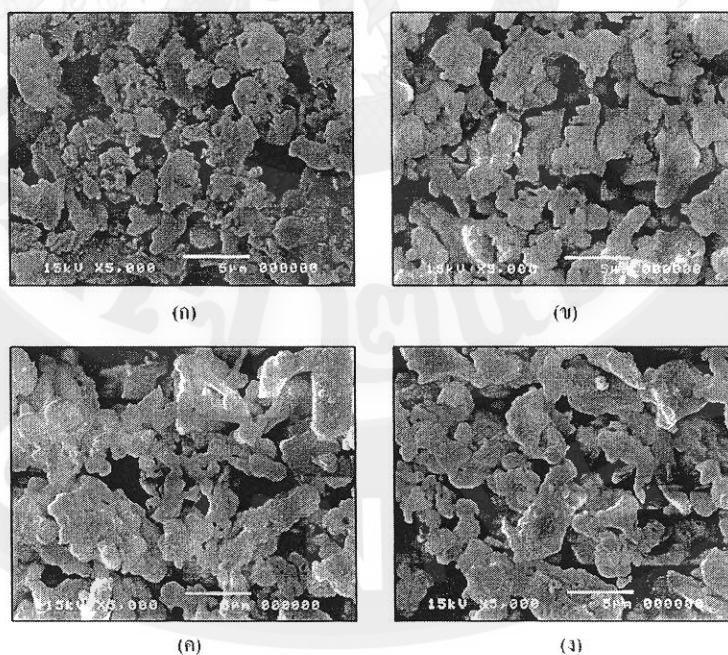
ภาพที่ 31 SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการลดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 32 SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการลดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 33 SEM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 15 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800, (ข) 900, (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

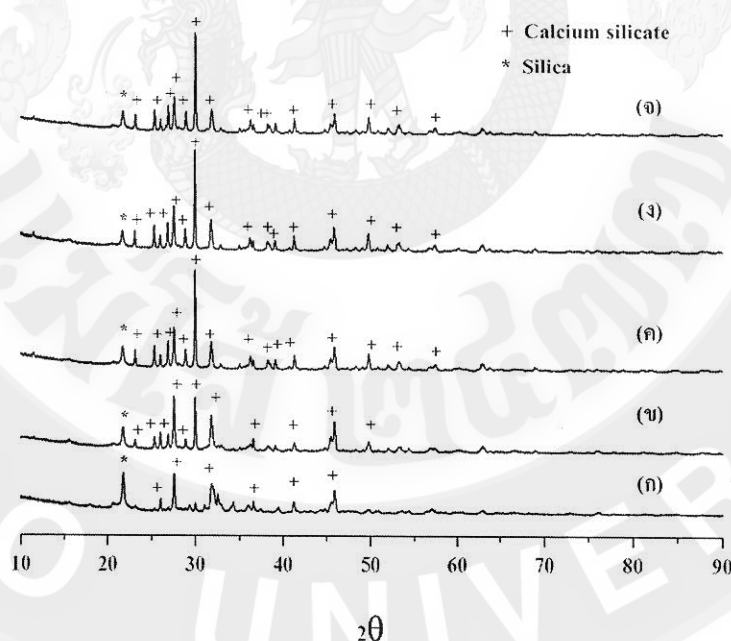


ภาพที่ 34 EM ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 20 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

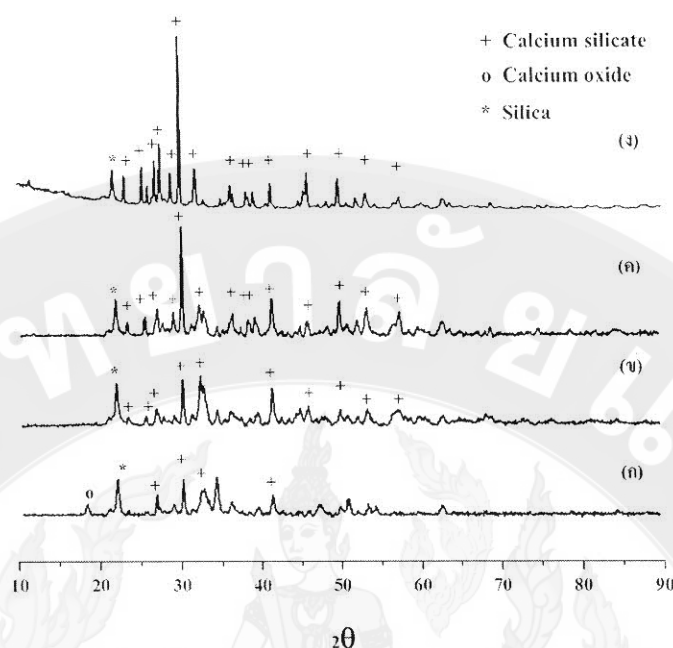
จากภาพที่ 29 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบด 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง ก่อนการเผาแคลไซน์ สังเกตเห็นได้อย่างชัดเจนว่าขนาดอนุภาคของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตมีขนาดลดลงเมื่อทำการบดนานขึ้น และเมื่อนำสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส ดังภาพที่ 30-34 พบว่าขนาดอนุภาคนั้นเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนมีรูปร่างไม่แน่นอนมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นมีขนาดเฉลี่ยน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร จากผลการวิเคราะห์ที่เวลาการบด 20 ชั่วโมงให้ขนาดอนุภาคเล็กที่สุดแต่เมื่อเผาแคลไซน์ลักษณะอนุภาคนั้นเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนมีรูปร่างไม่แน่นอน

3.3 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

ทำการหาลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งด้วยวิธีการบดด้วยเครื่องบดผสมอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำผงแคลเซียมซิลิเกตที่ได้มาศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD แสดงดังภาพที่ 35 และ 36 ตามลำดับ



ภาพที่ 35 XRD ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา (ก) 1 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 36 XRD ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยอลูมินาบอลเป็นเวลา 20 ชั่วโมง และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 800 (ข) 900 (ค) 1,000 และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ผล XRD ในภาพที่ 35 ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยเครื่องบดผสมอลูมินาบอลเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งอธิบายถึงเวลาที่ใช้ในการบดนั้นไม่มีผลต่อเฟสโครงสร้างของผงแคลเซียมซิลิเกตหรือไม่ ซึ่งพบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟสโครงสร้างของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกต เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-027-0088 ที่การบด 1 ชั่วโมงนั้นไม่เกิดการเปลี่ยนเฟสโครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งจะเริ่มเห็นการเปลี่ยนแปลงตั้งแต่ทำการบดเป็นเวลา 5 ชั่วโมงขึ้นไป และที่การบดเป็นเวลา 10, 15 และ 20 ชั่วโมง พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์ intensity ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตมีค่าสูงมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย FTIR ที่จะเริ่มเกิดการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันของ Si-O-Ca (แคลเซียมซิลิเกต) แสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้ในการบดมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของแคลเซียมซิลิเกต

ผล XRD ในภาพที่ 36 ของสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยเครื่องบดผสมอลูมินาบอลเป็นเวลา 20 ชั่วโมง และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นั้นจะเห็นว่าที่อุณหภูมิการเผาที่ 800 องศาเซลเซียสนั้น ปรากฏฟีกของแคลเซียมซิลิเกตเมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-027-0088 แต่ยังไม่ชัดเจน และยังคงปรากฏฟีกของสารตั้งต้นอยู่ จะเริ่มปรากฏฟีกแคลเซียมซิลิเกตอย่างชัดเจนที่อุณหภูมิ 1,000

องศาเซลเซียสขึ้นไปและที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ให้ค่าเปอร์เซ็นต์ intensity ของแคลเซียมซิลิเกตมีค่าสูงที่สุด แต่อย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียสยังคงปรากฏฟิสิกของซิลิกาอยู่เนื่องจากอัตราส่วนโมลของ $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ ในการทดลองนี้คือ 1:1 ดังนั้นปริมาณของซิลิกาอาจมีปริมาณมากเกินไป จากงานวิจัยอื่นรายงานอัตราส่วนที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ เท่ากับ 1: 0.8 [19]

ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์ FTIR และ SEM รวมถึง XRD สามารถยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่ที่เผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและเผาเคลือบผสมกับน้ำ ในอัตราส่วน 1:1:7 โดยใช้เวลาบด 20 ชั่วโมง และเผาแคลเซินที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด

งานวิจัยนี้จะนำแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะนี้คือที่การบด 10, 15 และ 20 ชั่วโมง เผาแคลเซินที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส นำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซลต่อไป

4. ผลการทดสอบสมบัติไบโอดีเซล

4.1 ผลการทดสอบสมบัติไบโอดีเซลเมื่อใช้ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ในการทดลองได้ทำการผลิตไบโอดีเซลโดยการผสมน้ำมันปาล์มกับเมทานอลโดยอัตราส่วน 10:2.1 โดยใช้แคลเซียมซิลิเกตเป็นตัวเร่ง 1.14 กรัม โดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 80, 100, และ 120 องศาเซลเซียส ที่เวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง หลังแคลเซินที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่ง ผล FTIR และ XRD ยืนยันว่าผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ที่สภาวะดังกล่าวเป็นแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งได้ผลผลิตร้อยละไบโอดีเซล ดังตารางที่ 6

จากผลการทดลอง พบว่าปริมาณของไบโอดีเซลที่ได้โดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลได้ 46.5, 48.8 และ 48.8 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เมื่อใช้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลได้ 49.0, 49.0 และ 50.3 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เช่นเดียวกันกับการใช้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ที่เวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมงผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลได้ 50.6, 50.8 และ 51.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลมีปริมาณเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย คาดว่าเป็นเพราะพื้นที่ผิวของตัวเร่งที่ใช้ สังเกตได้จากผล SEM ของแคลเซียมซิลิเกตที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ หลังแคลเซินที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2

ชั่วโมง จะมีความละเอียดน้อยกว่า ซึ่งเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ หลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความละเอียดก็จะเพิ่มขึ้นแต่ไม่ต่างกันมาก ทำให้มีพื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยามากขึ้น

ตารางที่ 6 ผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดยใช้แคลเซียมซilikเกตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

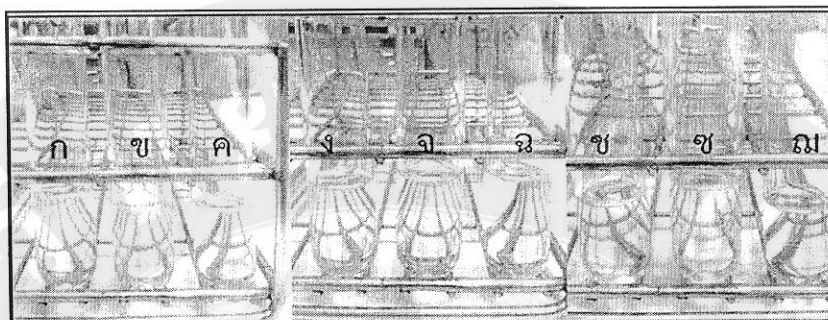
แคลเซียมซilikเกต		ผลผลิตร้อยละ
อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	
80	12	46.5
	24	48.8
	36	48.8
100	12	49.0
	24	49.0
	36	50.3
120	12	50.6
	24	50.6
	36	51.0
วอลลาสโตไนต์เป็นตัวเร่ง		60.0
โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่ง		72.0

เมื่อเทียบกับผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลที่ใช้วอลลาสโตไนต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะให้ผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลเท่ากับ 60 เปอร์เซ็นต์ แสดงว่าวอลลาสโตไนต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าแคลเซียมซilikเกตที่เตรียมได้ เนื่องจากวอลลาสโตไนต์มีความเป็นผลึกมากกว่าแคลเซียมซilikเกตที่เตรียมได้ โดยความเป็นผลึกได้จากข้อมูล XRD ซึ่งความเข้มของพีควอลลาสโตไนต์สูงกว่าแคลเซียมซilikเกต งานวิจัยของ Xiaoming [27] กล่าวว่าความเป็นผลึกสูงมีความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี

4.1.1 การทดสอบลักษณะทางกายภาพของไบโอดีเซล

จากการทดลองการทดสอบลักษณะทางกายภาพของไบโอดีเซลด้วยตา พบว่าการใช้แคลเซียมซilikเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 80, 100 และ 120

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ลักษณะทางกายภาพของไบโอดีเซลที่คล้ายกัน ไบโอดีเซลที่ได้มีสีเหลืองใส มันวาว ดังภาพที่ 37



ภาพที่ 37 ผลการทดสอบด้วยตาของไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลหลังแคลไซน์เป็นตัวเร่ง ใช้แคลเซียมซลิเกตให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 (ค) และ 36 ชั่วโมง ใช้แคลเซียมซลิเกตให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ง) 12 (จ) 24 และ (ฉ) 36 ชั่วโมง และใช้แคลเซียมซลิเกตให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ช) 12 (ซ) 24 และ (ฌ) 36 ชั่วโมง

4.1.2 การทดสอบหาค่าฟิเอช

จากการทดลองได้ทำการวัดค่าฟิเอชด้วยการนำกระดาษวัดฟิเอชจุ่มลงในไบโอดีเซลที่ผลิตได้ รอให้กระดาษวัดฟิเอชเปลี่ยนสีแล้วนำมาเทียบกับแม่สีข้างกล่องให้ผล ดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ค่าฟิเอชของไบโอดีเซลที่ผลิตได้โดยใช้แคลเซียมซลิเกตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

แคลเซียมซลิเกต	ฟิเอช	
อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	
80	12	6
	24	6
	36	6
100	12	6
	24	6
	36	6
120	12	6
	24	6
	36	6

ผลการทดลอง พบว่าไบโอดีเซลที่เตรียมได้ให้ค่าพีเอช เท่ากับ 6 ซึ่งอยู่ในช่วงค่าเกณฑ์ที่ยอมรับได้ของมาตรฐานการผลิตไบโอดีเซลในชุมชน

4.1.3 การทดสอบความหนืดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

ทำการทดสอบความหนืดของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลโดยใช้วิสโคมิเตอร์โดยทำการวัดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส แสดงผลการทดสอบดังตารางที่ 8

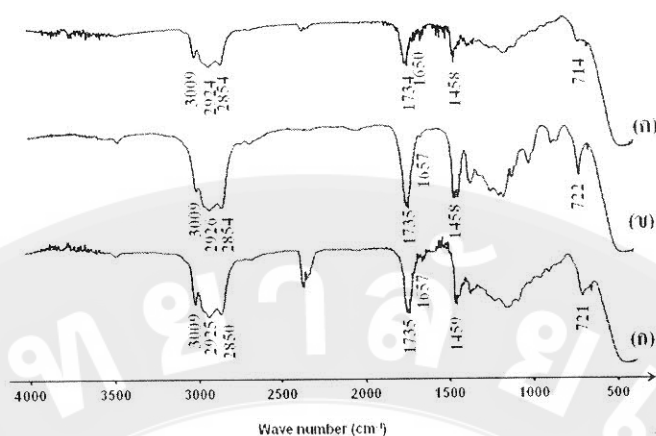
ตารางที่ 8 ความหนืดของไบโอดีเซลที่ผลิตได้โดยใช้แคลเซียมซลิเกตหลังแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

แคลเซียมซลิเกต		ความหนืด (cSt)
อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	
80	12	45.339
	24	45.287
	36	44.486
100	12	43.367
	24	43.446
	36	43.578
120	12	40.539
	24	40.367
	36	39.406

4.1.4 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล

4.1.4.1 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของน้ำมันปาล์มและผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลอ้างอิง

จากการทดลองได้นำน้ำมันปาล์มจากท้องตลาด ไบโอดีเซลอ้างอิงจากศูนย์บริการวิชาการที่ 7 (เชียงใหม่) และไบโอดีเซลที่ใช่วอลลาสโตไนต์เป็นตัวเร่ง มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 38



ภาพที่ 38 FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซล (ก) น้ำมันปาล์มจากท้องตลาด (ข) ไบโอดีเซลจากศูนย์วิชาการบริการที่ 7 (เชียงใหม่) และ (ค) ไบโอดีเซลที่ใช้วอลลาสโตไนต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

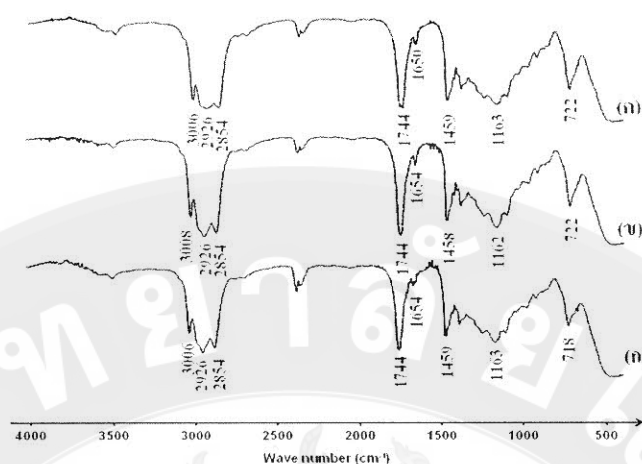
ตารางที่ 9 ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่ได้และน้ำมันปาล์ม

การเกิดพันธะ	ความถี่ (cm^{-1})		
	สเปกตรัม (ก)	สเปกตรัม (ข)	สเปกตรัม (ค)
COO ของ (COO)	1735	1735	1734
C—O ของ (COO)	1459	1458	1458

ตารางที่ 9 เป็นข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่ได้และน้ำมันปาล์ม พบว่าไบโอดีเซลที่เตรียมได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสามชนิดมีการเกิดพันธะที่ตำแหน่งใกล้เคียงๆ เพราะว่าการเกิดไบโอดีเซลเป็นการเข้าไปตัดพันธะของสายโซ่น้ำมัน ดังนั้นการเกิดพันธะจะไม่ต่างกันมาก

4.1.4.2 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้หลังเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน แสดงดังภาพที่ 39

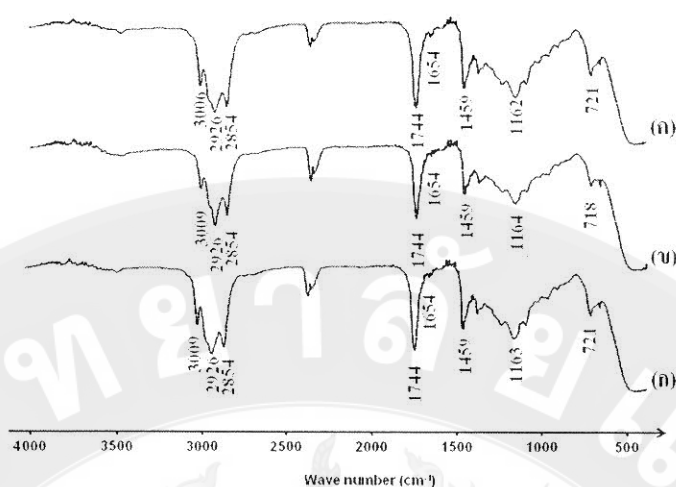


ภาพที่ 39 FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้ แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลโซลที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ตารางที่ 10 ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส หลังแคลโซลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การแปลผล	ความถี่ (cm^{-1})		
	สเปกตรัม (ก)	สเปกตรัม (ข)	สเปกตรัม (ค)
COO ของ (COO)	1744	1744	1744
C—O ของ (COO)	1459	1458	1459

ตารางที่ 10 เห็นว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์มีการเปลี่ยนแปลงไป ต่างจากน้ำมันปาล์มที่ใช้เป็นสารตั้งต้น โดยเกิดแบนด์ที่สำคัญคือ 1744 และ 1459 cm^{-1} แต่ไม่ใช่แบนด์ของ COO และ C—O ของเมทิลเอสเทอร์ ตามลำดับ ลักษณะเฉพาะของไบโอดีเซลเกิดแบนด์เอสเทอร์ที่ 1744 (C=O) และ 1160-1236 (C—O) cm^{-1} และแบนด์หมู่เมทิลของ fatty acid methylester (FAME) ที่ 1462 cm^{-1} [28] แสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ยังไม่เกิดเป็นไบโอดีเซลเกิดขึ้น ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังภาพที่ 40



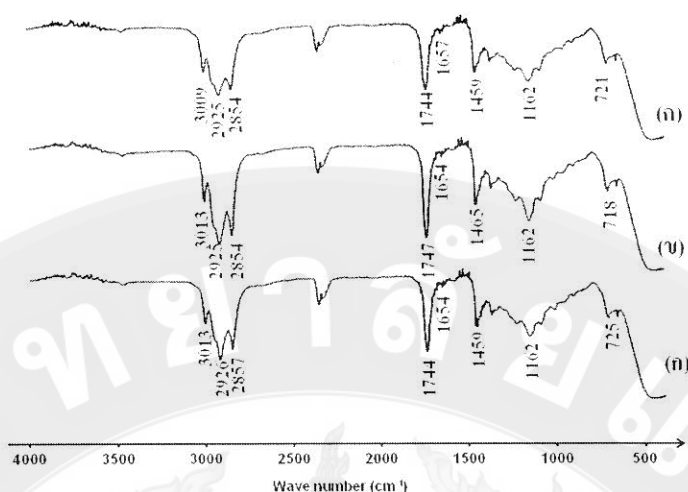
ภาพที่ 40 FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลโซนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ตารางที่ 11 ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส หลังแคลโซนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การแปลผล	ความถี่ (cm^{-1})		
	สเปกตรัม (ก)	สเปกตรัม (ข)	สเปกตรัม (ค)
COO ของ (COO)	1744	1744	1744
C—O ของ (COO)	1459	1459	1459

ตารางที่ 11 เป็นข้อมูลของแบนด์ที่สำคัญคือ 1744 และ 1459 cm^{-1} ซึ่งเป็นแบนด์ของ COO และ C—O ของเมทิลเอสเทอร์ ตามลำดับ เกิดแบนด์ใกล้เคียงกับน้ำมันปาล์มที่ใช้เป็นสารตั้งต้น แต่ไม่ได้เกิดที่ตำแหน่งเดียวกับสารตั้งต้น อย่างไรก็ตามผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นยังไม่ใช่ไบโอดีเซล

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังภาพที่ 41



ภาพที่ 41 FTIR สเปกตรัม ของไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้ แคลเซียมซลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 12 (ข) 24 และ (ค) 36 ชั่วโมง ตามลำดับ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ตารางที่ 12 ข้อมูลการสั่นของพันธะของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส หลังแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การแปลผล	ความถี่ (cm^{-1})		
	สเปกตรัม (ก)	สเปกตรัม (ข)	สเปกตรัม (ค)
COO ของ (COO)	1744	1747	1744
C-O ของ (COO)	1459	1465	1459

ตารางที่ 12 เป็นข้อมูลของแบนด์ที่สำคัญคือ 1744 และ 1459 cm^{-1} ซึ่งเป็นแบนด์ของ COO และ C-O ของเมทิลเอสเทอร์ แต่ไม่แสดงหมู่เมทิลเอสเทอร์ของไบโอดีเซล แสดงว่าแคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์ได้ไม่สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมไบโอดีเซล

จากการทดสอบไบโอดีเซลด้วยวิธีต่างๆ พบว่าไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีคุณสมบัติเป็นไปตามมาตรฐานไบโอดีเซลในชุมชน ได้แก่ ค่าพีเอช สี การไม่รวมตัวกับน้ำ แต่ผล FTIR ยืนยันได้ว่าไม่เกิดไบโอดีเซล และความหนืดของไบโอดีเซลที่เตรียมได้มีความสูงมากจึงไม่เหมาะสมในการนำมาใช้เป็นน้ำมัน นั่นคือแคลเซียมซลิเกตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมไบโอดีเซล

4.2 ผลการทดสอบสมบัติไบโอดีเซลเมื่อใช้ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษาคุณสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไบโอดีเซล ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาคือสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ที่บดด้วยเครื่องบดผสมเป็นเวลา 10, 15 และ 20 ชั่วโมง เหนือที่ความอุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ที่ผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 ซึ่งทำการสังเคราะห์น้ำมันไบโอดีเซลโดยใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำมันกับเมทานอลเป็น 10:3 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาใช้ปริมาณร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักเทียบกับปริมาณน้ำมัน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แสดงผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ดังตารางที่ 13

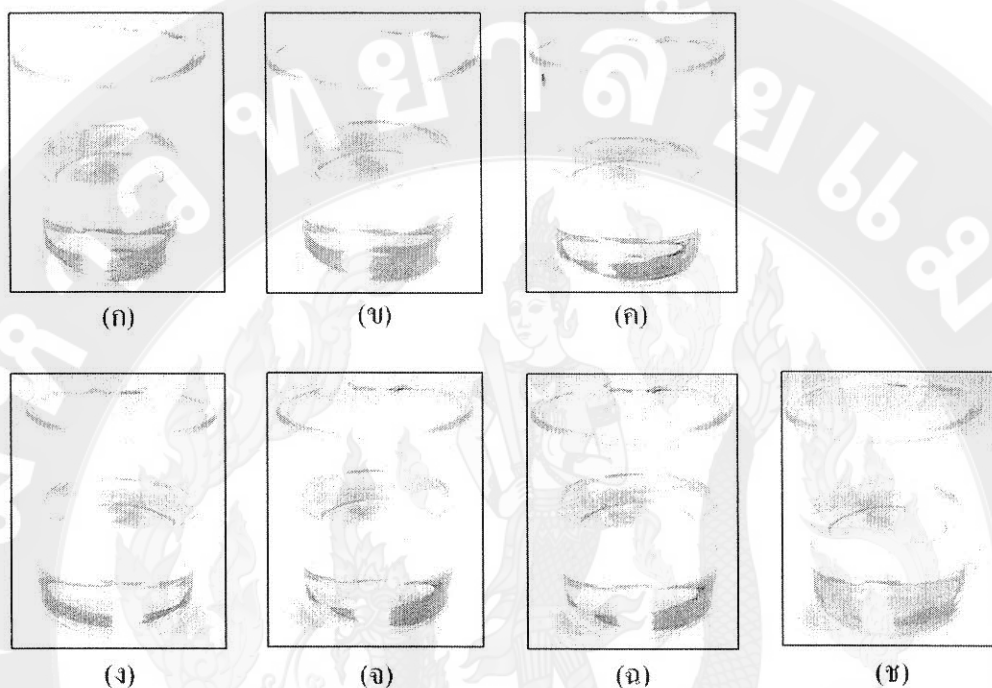
ตารางที่ 13 ผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดยใช้แคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ผลผลิตร้อยละ โดยปริมาตร
KOH	68
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	75
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	72
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	73
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	82
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	76
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	77

จากตารางที่ 13 พบว่าผลผลิตร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ผลผลิต ร้อยละ 68 โดยปริมาตรส่วนการใช้สารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตเป็นตัวเร่ง ได้ผลผลิตอยู่ในช่วงร้อยละ 72-75 โดยปริมาตร และการใช้สารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 พบว่าได้ผลผลิตอยู่ในช่วงร้อยละ 77-82 โดยปริมาตร แสดงว่าการใช้สารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกต และสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลได้ผลผลิตของน้ำมันเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้นิยมใช้ทั่วไปให้ผลไม่แตกต่างกันอีกทั้งยังได้ปริมาณผลผลิตร้อยละที่มากกว่า

4.2.1 การทดสอบลักษณะกายภาพ

จากผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลที่ได้จากการสังเคราะห์เมื่อทดสอบลักษณะกายภาพด้วยตาเปล่าพบว่าไบโอดีเซลที่ได้มีลักษณะเป็นสีเหลืองใส ไม่ขุ่น มีลักษณะมันวาว แสดงดังภาพที่ 42



ภาพที่ 42 ผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลที่ใช้ตัวเร่งแคลเซียมซลิเกตที่บดเป็นเวลา (ก) 10 (ข) 15 (ค) 20 ชั่วโมง และ(ง) แคลเซียมซลิเกตบด 10 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (จ) แคลเซียมซลิเกตบด 15 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (ฉ) แคลเซียมซลิเกตบด 20 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 และ (ช) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

4.2.2 การทดสอบโดยตรวจสอบค่าพีเอช

ทำการวัดค่าพีเอชของไบโอดีเซลโดยใช้กระดาษวัดพีเอช ได้ผลดังนี้

ตารางที่ 14 ค่าพีเอชของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ค่าพีเอช
น้ำมันปาล์ม	6
KOH	6
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	6
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	6
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	6
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	6
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	6
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	6

4.2.3 การทดสอบความหนืด ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

ทำการทดสอบความหนืดของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลโดยใช้วิสโคมิเตอร์โดยทำการวัดที่

อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส แสดงผลการทดสอบดังตารางที่ 15

ตารางที่ 15 ค่าความหนืดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสของผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ความหนืด (cSt)
น้ำมันปาล์ม	50.237
KOH	4.388
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	43.139
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	42.267
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	37.486
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	4.940
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	5.007
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	4.659

จากตารางที่ 15 พบว่าค่าความหนืดของผลิตภัณฑ์ที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งมีค่าความหนืด 4.388 cSt เมื่อใช้แคลเซียมซิลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 มีค่าความหนืดอยู่ในช่วง 4.658-5.007 cSt เมื่อเทียบกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์มีค่าความหนืดใกล้เคียงกัน และเมื่อใช้เฉพาะแคลเซียมซิลิเกตเป็นตัวเร่งพบว่ามีความหนืดอยู่ในช่วง 37.486-43.139 cSt พบว่าเมื่อเทียบกับสารตั้งต้นคือน้ำมันปาล์มค่าความหนืดน้อยกว่าน้ำมันปาล์มที่มีค่าความหนืดเท่ากับ 50.237 cSt จากมาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) พ.ศ. 2549 ค่าความหนืดของน้ำมันไบโอดีเซล ณ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสจะต้องอยู่ในช่วง 1.9-8.0 cSt เมื่อเทียบผลการทดลองจะเห็นว่าตัวเร่งแคลเซียมซิลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 นั้นให้ค่าความหนืดอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนดไว้ แต่หากใช้เฉพาะแคลเซียมซิลิเกตเป็นตัวเร่งนั้นยังไม่เหมาะสมเนื่องจากให้ค่าความหนืดที่มากกว่าเกณฑ์มาตรฐาน

4.2.4 การทดสอบค่าความเป็นกรด

ทำการทดสอบค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซลโดยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แสดงผลการทดสอบดังตารางที่ 16

ตารางที่ 16 ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ค่าความเป็นกรด mg KOH/g	กรดไขมันอิสระ ร้อยละโดยน้ำหนัก
น้ำมันปาล์ม	0.29	0.13
KOH	0.22	0.10
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	0.20	0.09
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	0.25	0.11
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	0.26	0.12
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	0.27	0.12
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	0.27	0.12
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1 (0.75:0.75 กรัม)	0.28	0.13

จากตารางที่ 16 พบว่าค่าความเป็นกรดของน้ำมันปาล์มที่เป็นสารตั้งต้นมีค่า 0.29 mg KOH/g มีปริมาณกรดไขมันอิสระในภาพที่กรดปาล์มมีดึกร้อยละ 0.13 โดยน้ำหนัก และผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมซลิเกตและแคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 มีค่าความเป็นกรดอยู่ในช่วง 0.20-0.28 mg KOH/g จากมาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) พ.ศ. 2549 ค่าความเป็นกรดจะต้องไม่เกิน 0.80 mg KOH/g เมื่อเทียบผลการทดลองจะเห็นว่าตัวเร่งใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์, แคลเซียมซลิเกตและแคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนดไว้และมีปริมาณกรดไขมันอิสระในภาพที่กรดปาล์มมีดึกอยู่ในช่วงร้อยละ 0.09-0.13 โดยน้ำหนัก

4.2.5 การทดสอบค่าความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส

ทำการทดสอบค่าความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลโดยการใช้ขวดพิกโนมิเตอร์ทำการวัดที่อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส แสดงผลการทดสอบดังตารางที่ 17

ตารางที่ 17 ค่าความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส ของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล

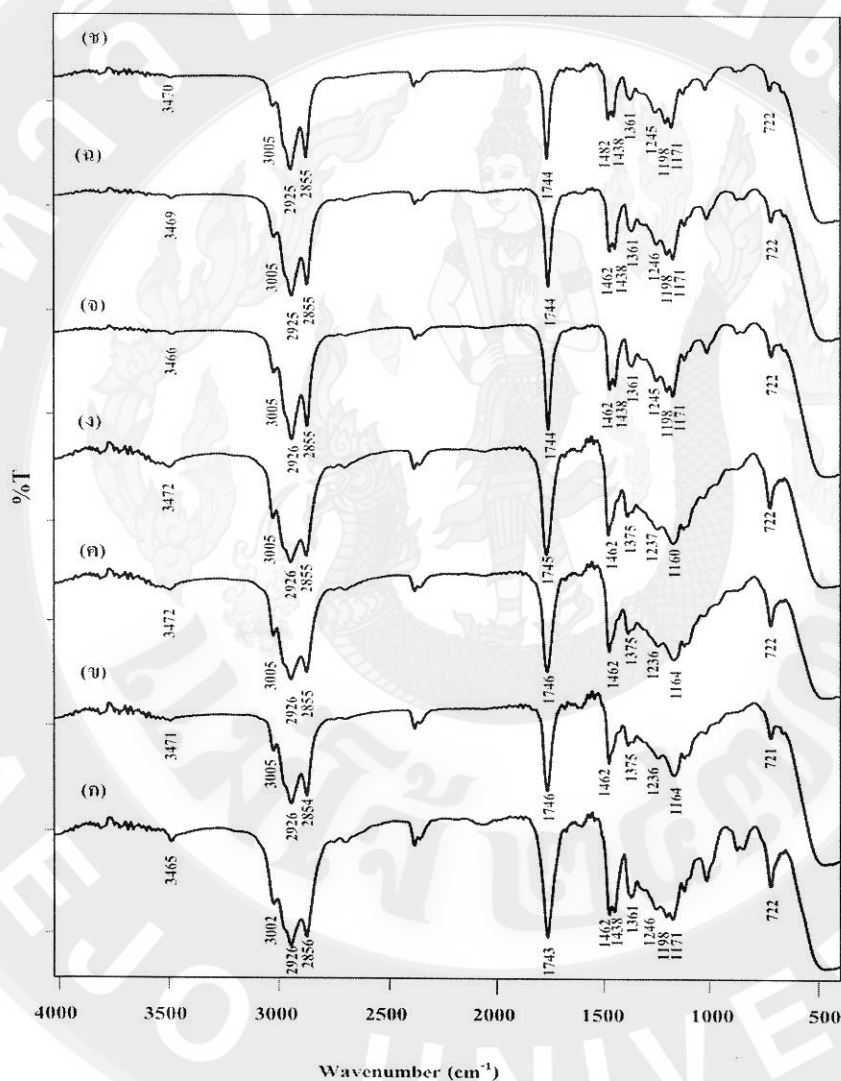
ตัวเร่งปฏิกิริยา	ค่าความหนาแน่น (kg/dm ³)
KOH	886.95
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	894.43
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	893.58
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	892.16
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	861.92
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	870.53
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	894.59

จากตารางที่ 17 พบว่าค่าความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส ของผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์, แคลเซียมซลิเกตและแคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 มีค่าความหนาแน่นอยู่ในช่วง 861.92-894.59 kg/dm³ จากมาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) พ.ศ. 2549 ค่าความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส จะต้องอยู่ระหว่าง 860-900 kg/dm³ เมื่อเทียบผลการ

ทดลองจะเห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมซilikเกตและแคลเซียมซilikเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนดไว้

4.2.6 วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลด้วย FTIR แสดงดังภาพที่ 43



ภาพที่ 43 FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลที่ใช้ตัวเร่ง(ก)แคลเซียมซilikเกตบด 10 ชั่วโมง, (ข) แคลเซียมซilikเกตบด 15 ชั่วโมง (ค) แคลเซียมซilikเกตบด 20 ชั่วโมง (ง) แคลเซียมซilikเกตบด 10 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (จ) แคลเซียมซilikเกตบด 15 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 (ฉ) แคลเซียมซilikเกตบด 20 ชั่วโมง ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 1:1 และ (ช) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

จากภาพที่ 43 FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล พบว่าสเปกตรัมของไบโอดีเซลที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเปรียบเทียบกับน้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์อัตราส่วน 1:1 พบว่าให้ผลสเปกตรัมที่มีความสอดคล้องกัน พบหมู่ฟังก์ชัน CH_3 ซึ่งเป็นการสั่นแบบงอที่ไม่สมมาตร (asymmetric bending) ของ fatty acid methyl ester ที่ตำแหน่ง $1425\text{--}1447\text{ cm}^{-1}$ และพบหมู่ฟังก์ชัน O-CH_3 ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหดของ fatty acid methyl ester ที่ตำแหน่ง $1188\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ [28,29] แต่ไม่พบในสเปกตรัมของน้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตเป็นตัวเร่ง

อย่างไรก็ตามเพื่อยืนยันผลการวิเคราะห์สเปกตรัมผลฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดจึงดำเนินการวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซลโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรมิเตอร์ต่อไป

4.2.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในน้ำมันไบโอดีเซล

จากการวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ของ fatty acid methyl ester จากไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 18

ตารางที่ 18 ปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในไบโอดีเซล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	เมทิลเอสเทอร์ร้อยละโดยน้ำหนัก
KOH	94.15
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง	-
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง	-
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง	-
CaSiO ₃ บด 10 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	92.08
CaSiO ₃ บด 15 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	91.68
CaSiO ₃ บด 20 ชั่วโมง ผสม KOH อัตราส่วน 1:1	90.04

หมายเหตุ – หมายถึง ไม่พบเมทิลเอสเทอร์

จากตารางที่ 18 พบว่าปริมาณเมทิลเอสเทอร์ที่ทำการวิเคราะห์ได้จากผลิตภัณฑ์น้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมซลิเกตและแคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 พบว่าน้ำมันที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่ง

ปฏิกิริยา มีปริมาณเมทิลเอสเทอร์ร้อยละ 94.15 โดยน้ำหนัก น้ำมันที่สังเคราะห์โดยใช้แคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นั้นมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์อยู่ในช่วงร้อยละ 90.04-92.08 โดยน้ำหนัก จากมาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไจมัน พ.ศ. 2549 ตามประกาศกรมธุรกิจพลังงาน จะต้องมีความมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 96.5 โดยน้ำหนัก เปรียบเทียบผลการทดสอบที่ใช้แคลเซียมซลิเกตผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์น้อยกว่าเกณฑ์ที่กำหนดแต่ก็อยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกับค่ามาตรฐาน แต่สำหรับน้ำมันที่สังเคราะห์โดยใช้แคลเซียมซลิเกตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวพบว่าในสภาวะการทดลองที่เหมือนกันนั้นไม่สามารถคำนวณหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในน้ำมันได้เนื่องจากมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์ที่น้อยเกินไป

ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของน้ำมันไบโอดีเซลด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์มีความสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ของ fatty acid methyl ester จากไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งพบว่าถ้าใช้สารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตเพียงชนิดเดียวอาจจะไม่สามารถสังเคราะห์ไบโอดีเซลได้ ซึ่งอาจจะต้องทำการวิเคราะห์หาอิทธิพลในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น เช่น ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้จะต้องใช้ปริมาณมากขึ้น อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ งานวิจัยนี้จะดำเนินแก้ปัญหาโดยใช้การผสมสารผลิตภัณฑ์แคลเซียมซลิเกตผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนักเป็นตัวเร่ง (0.75:0.75 กรัม) ซึ่งพบว่าสามารถสังเคราะห์น้ำมันไบโอดีเซลได้ผลผลิตร้อยละไบโอดีเซลมากกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เพียงอย่างเดียว โดยที่มีปริมาณเมทิลเอสเทอร์ใกล้เคียงกับการใช้สารโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่นิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การสังเคราะห์ไบโอดีเซล ทั้งนี้ยังเป็นการลดปริมาณการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ผลการศึกษาคุณภาพบางรายการทดสอบของน้ำมันไบโอดีเซลอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดของมาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) พ.ศ. 2549

ในการทดลองนี้การเตรียมแคลเซียมซลิเกตจากเปลือกหอยเชอรี่และเกล็ดข้าวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเตรียมไบโอดีเซล พบว่าแคลเซียมซลิเกตสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพื้นฐานแบบเบสได้ เพราะแคลเซียมซลิเกตเป็นผลึกและมีส่วนประกอบของผลึกคือออกไซด์ของแคลเซียมและซิลิกอนซึ่งมีคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี ไม่ดูดความชื้น ไม่รวมตัวกับไบโอดีเซล ทำให้แยกไบโอดีเซลได้ง่ายขึ้น จากความเป็นผลึกและองค์ประกอบของแคลเซียมซลิเกตนี้มีผลต่อความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเตรียมไบโอดีเซล

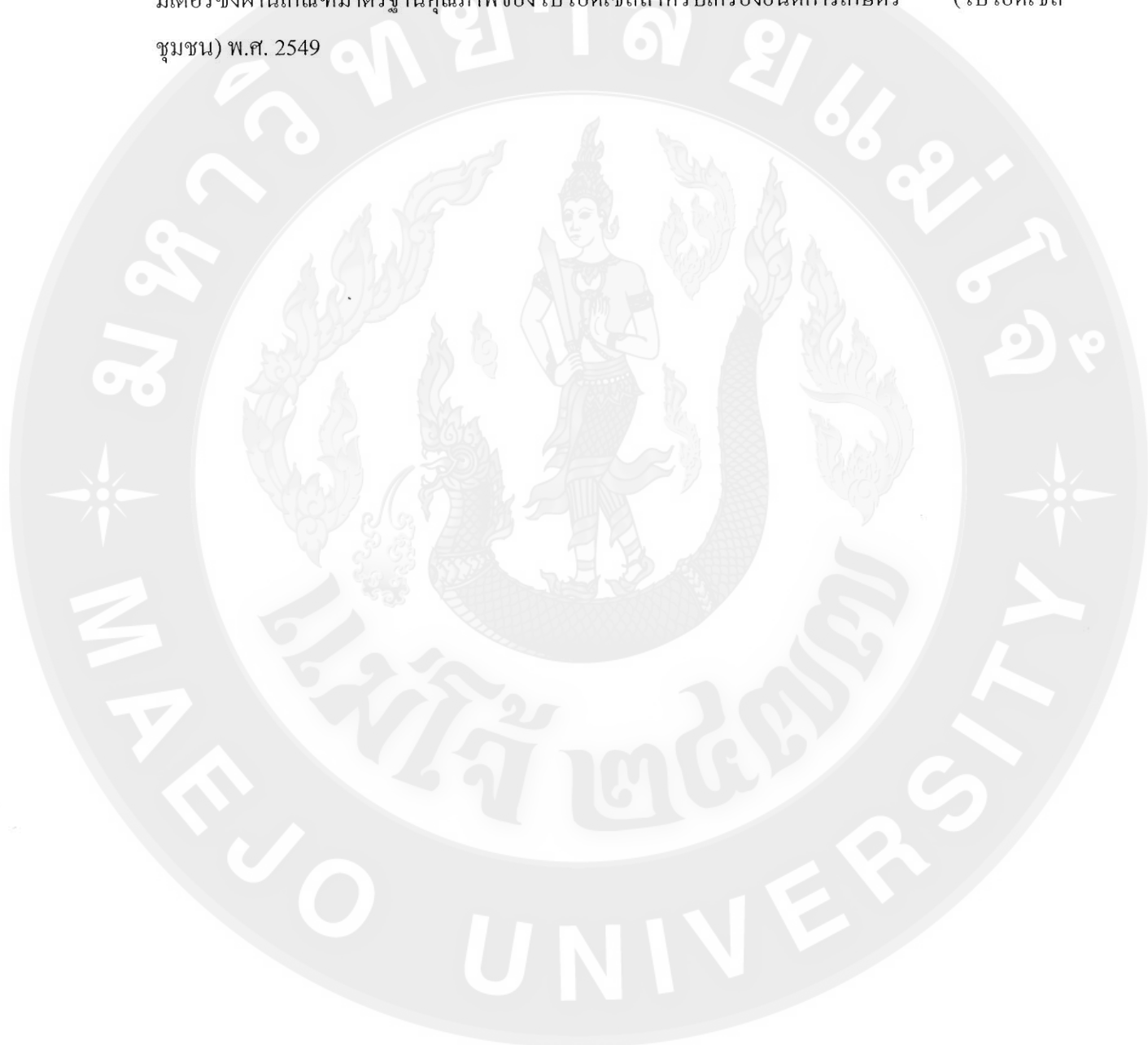
สรุปผลการวิจัย

จากการทดลองได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยผสมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากเปลือกหอยเชอรี่เผาและสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่เตรียมได้จากเถ้าแกลบโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิ 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ตามลำดับ ได้ผลผลิตร้อยละที่ใกล้เคียงกัน จากนั้นทำการหาลักษณะเฉพาะของแคลเซียมซิลิเกตโดยเครื่องฟูรีเยร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) พบว่าการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เกิดแบนด์ Ca-O-Si ของแคลเซียมซิลิเกต จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และผลิตภัณฑ์มีลักษณะเกิดการรวมตัวกัน ลักษณะอนุภาคที่ละเอียดและภาพที่ร่างไม่แน่นอน ความร้อนเพิ่มขึ้นทำให้ลักษณะของผลิตภัณฑ์มีขนาดเล็กลง จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์คิฟแฟรกชัน (XRD) พบว่าการเตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส เวลาต่างๆ หลังแคลไซน์ผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีการเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกต

เมื่อนำแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ให้ความร้อน 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์ม ซึ่งผลผลิตร้อยละของไบโอดีเซลไม่แตกต่างกันมาก ส่วนสมบัติของที่เป็นไปตามมาตรฐานไบโอดีเซลในชุมชนได้แก่ ความมันวาวของน้ำมัน และค่าพีเอช ส่วนค่าความหนืดไม่เป็นไปตามมาตรฐานไบโอดีเซลในชุมชน รวมทั้งผล FTIR ไม่ปรากฏแบนด์ของเมทิลเอสเทอร์ นั่นคือแคลเซียมซิลิเกตเพียงอย่างเดียวไม่สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อเตรียมไบโอดีเซล

ส่วนแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง ที่ทำการบดเถ้าแกลบและเปลือกหอยเชอรี่เผาด้วยเครื่องบดผสมเป็นเวลา 1, 5, 10, 15 และ 20 ชั่วโมง เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 900, 1,000 และ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของแคลเซียมซิลิเกตโดยผล FTIR และ SEM รวมทั้งผล XRD แสดงให้เห็นว่าการบดด้วยเครื่องบดผสมเป็นเวลาตั้งแต่ 10-20 ชั่วโมง เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดแคลเซียมซิลิเกตที่มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก ทำการศึกษาคำเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมซิลิเกตสำหรับผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันกับเมทานอลและน้ำมันปาล์ม ผลจากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมซิลิเกตที่ทำการบดด้วยเครื่องบดผสม เป็นเวลา 10-20 ชั่วโมง เฝ้าที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ผสมร่วมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์อัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก (0.75:0.75 กรัม) ต่อปริมาณของน้ำมันที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ 3:10 ทำ

ปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้ไบโอดีเซลที่เตรียมได้เป็นไปตามมาตรฐานไบโอดีเซลในชุมชนได้แก่ ความมันวาวของน้ำมัน ค่าพีเอช ความหนืด และผล FTIR ระบุการเกิดพันธะของเมทิลเอสเทอร์ ได้ปริมาณไบโอดีเซลร้อยละ 76-82 โดยปริมาตร และวิเคราะห์ได้เมทิลเอสเทอร์ร้อยละ 90.04-92.08 โดยน้ำหนักด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรมิเตอร์ซึ่งผ่านเกณฑ์มาตรฐานคุณภาพของไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) พ.ศ. 2549



เอกสารอ้างอิง

1. <http://krusutee.blogspot.com/2012/07/open-billed-stork.html> สืบค้นเมื่อวันที่ [19 สิงหาคม 2555].
2. <http://www.oknation.net/blog/print.php?id=450690> [19 สิงหาคม 2555].
3. <http://wqm.pcd.go.th/km/images/stories/agriculture/chaff.pdf> [19 สิงหาคม 2555].
4. http://www.thaiceramicsociety.com/rm_paint_wollastonite.php [15 ธันวาคม 2554].
5. <http://www.reade.com> [10 กรกฎาคม 2555].
6. Tangboriboon, N., T. Khongnakhon, S. Kittikul, R. Kunanurksapong and A. Sirivat. 2011. An innovative CaSiO_3 dielectric material from eggshells by sol-gel process. **J. Sol-Gel Sci. Technol.** 59. 33-41.
7. Lin, K., J. Chang and J. Lu. 2006. Synthesis of wollastonite nanowires via hydrothermal microemulsion methods. **Mater. Lett.** 60. 3007-3010.
8. Nour, W.M.N., A.A. Mostafa and D.M. Ibrahim. 2008. Recycled wastes as precursor for synthesizing wollastonite. **Ceram. Int.** 34. 101-105.
9. <http://www.otwothailand.com> [20 มิถุนายน 2555].
10. <http://www.pandsgroup.com/th/silicasand.htm> [5 มกราคม 2555].
11. <http://share.psu.ac.th/blog/eng-biodiesel/21511> [15 สิงหาคม 2555].
12. http://www.research.chula.ac.th/rs_news/2550/N007_02.htm [15 สิงหาคม 2555].
13. Sun, H., J. Duan, P. Chen, H. Lou and X. Zheng. 2011. Room temperature transesterification of soybean oil to biodiesel catalyzed by rod-like $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ solid base. **Catal. Commun.** 12. 1005-1008.
14. Wang, J.X., K.T. Chen, S.T. Huang and C.C. Chen. 2011. Application of LiSiO_3 as a heterogeneous catalyst in the production of biodiesel from soybean oil. **Chin. Chem. Lett.** 22. 1363-1366.
15. Kalapathy, U., A. Proctor and J. Shultz. 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. **Biores. Technol.** 73. 257-262.
16. Lin, K., J. Chang, G. Chen, M. Ruan and C. Ning. 2007. A simple method to synthesize single-crystalline β -wollastonite nanowires. **J. Cryst. Growth.** 300 267-271.

17. Grigoryan, K.H., G.A. Arutunyan, L.G. Baginova and G.O. Grigoryan. 2008. Synthesis of calcium hydromonosilicate from diatomite under hydrothermal conditions and its transformation into wollastonite. **Theor.Found. Chem. Eng.** 42. 583-585.
18. Javed, S.H., S. Naveed, S. Tajwar, M. Shafaq, M., Kazmi and N. Feroze. 2009. Synthesis of wollastonite from agro-waste. **J. Agric.Res.** 47. 319-327.
19. Vichaphund, S., M. Kitiwan, D. Atong and P. Thavorniti. 2011. Microwave synthesis of wollastonite powder from eggshells. **J. Eur. Ceram. Soc.** 31. 2435-2440.
20. Wang, J.X., K.T. Chen, S.T. Huang and C.C. Chen. 2011. Application of LiSiO_3 as a heterogeneous catalyst in the production of biodiesel from soybean oil. **Chin. Chem. Lett.** 22. 1363-1366.
21. Sun, H., J. Duan, P. Chen, H. Lou and X. Zheng. 2011. Room temperature transesterification of soybean oil to biodiesel catalyzed by rod-like $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ solid base. **Catal. Commun.** 12. 1005-1008.
22. ณัฐวุฒิ คุณภู. นิกราน หอมดวง. อุกฤต สมัครสมาน. อัจฉรา แก้วกล้า. สัมฤทธิ์ อัครประเสริฐ และ ณัฐพล อุดเรือน. 2009. วารสารวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 16. 1-12.
23. Nuchnapa, T., K. Tunchanoke, K. Sathapana, K. Ruksapong and S. Anuvat. 2011. An innovation CaSiO_3 dielectric material from eggshells by sol-gel process. **Sol-Gel Sci. Technol.** 58, 33-41.
24. Engin, B. and E.M Demirtaş. 2006. Temperature effects on egg shells investigated by XRD, IR and ESR techniques. **Radiat. Phys. Chem.** 75. 268-277.
25. Baciú, D. and J. Simitzis. Synthesis and characterization of a calcium silicate. 2007. **J. Optoelectron. Adv. Mat.** 9. 3320-3324.
26. Meiszterics, A., L. Rosta, H. Peterlik, J. Rohonczy, S. Kubuki, P. Henits and K. Sinkó. 2010. Structural characterization of gel-derived calcium silicate systems. **J. Phys. Chem. A.** 114. 10403-10411.
27. Xiaoming, H., X. Dingguo, Z. Lei and Z. Jiujiu. 2013. High crystallinity binuclear iron phthalocyanine catalyst with enhanced performance for oxygen reduction reaction. **J. Power Sources.** 231, 91-96.
28. Chakraborty, R., S. Bepari and A. Banerjee. 2010. Transesterification of soybean oil catalyzed by fly ash and egg shell derive solid catalysts. **Chem. Eng. J.** 165. 798-805.

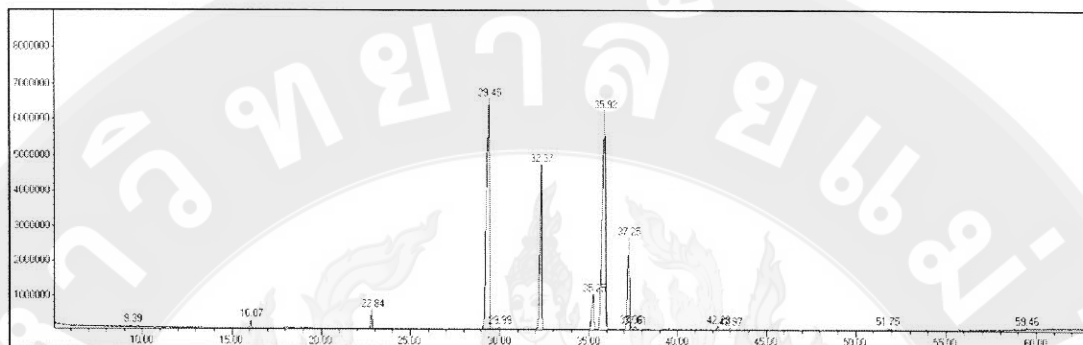
29. Zhang, F., D. Adachi, S. Tamalam, A. Kondo and K. Tominage. 2013. Real-time monitoring of the transesterification of soybean oil and methanol by Fourier-transform infrared spectroscopy. *Energy Fuel*. 27. 5957-5961.





การคำนวณปริมาณเมทิลเอสเทอร์ในน้ำมันไบโอดีเซล

จากน้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตที่บด 10 ชั่วโมง ผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (0.75 กรัม : 0.75 กรัม) โครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์ แสดงดังภาพภาคผนวก 1 และตารางภาคผนวก 1



ภาคผนวก 1 โครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์ของไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตที่บด 10 ชั่วโมง ผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (0.75 กรัม : 0.75 กรัม)

ตารางภาคผนวก 1 ค่า Area และ RT ของโครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์ของน้ำมันไบโอดีเซลที่ใช้แคลเซียมซลิเกตที่บด 10 ชั่วโมง ผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (0.75 กรัม : 0.75 กรัม)

Retention time	Area	Name
16.08	6849902	Dodecanoic acid methyl ester
22.84	15561541	Methyl tetradecanoate
29.44	627286748	Hexadecanoic acid methyl ester
29.99	3464364	Undecanoic acid methyl ester
32.37	327877499	Internal Standard
35.25	72410209	Octadecanoic acid methyl ester
35.92	731564067	6- Octadecanoic acid methyl ester
37.26	163931209	9, 12- Octadecanoic acid methyl ester
37.36	4905505	8, 11- Octadecanoic acid methyl ester
37.61	4670503	9, 12- Octadecanoic acid methyl ester
42.28	6634342	Eicosanoic acid methyl ester
พื้นที่ทั้งหมด	1965155889	

การวิเคราะห์นี้ใช้น้ำหนักน้ำมัน เท่ากับ 0.2506 กรัม และน้ำหนักของ Internal standard เท่ากับ 0.0462 กรัม

$$\text{จากสูตร } C (\%w/w) = [(\Sigma A - A_{EI}) \times M_{EI} \times 100] / (A_{EI} \times M_{SAM})$$

โดยที่ C = ปริมาณเทมิลเอสเทอร์, ร้อยละโดยน้ำหนัก

ΣA = พื้นที่พีคทั้งหมด

A_{EI} = พื้นที่ของ Internal standard

M_{EI} = น้ำหนักของ Internal standard, กรัม

M_{SAM} = น้ำหนักของสารตัวอย่างไปโอคิเซล, กรัม

$$\text{แทนค่า } C (\%w/w) = [(1965155889 - 327877499) \times 0.0462 \times 100]$$

$$(327877499 \times 0.2506)$$

$$= 92.06 \text{ เปอร์เซ็นต์}$$

ผลงานวิจัยตีพิมพ์

1. Rimruthai Phuttawong, Ratchadaporn Puntharod, Snail-shell of *Pomacea Canaliculata* and rice husk ash as raw materials to synthesize calcium silicate by solid state reaction, Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2014), Proceeding PACCON 2104, 569-571.
2. Rimruthai Phuttawong, Napat Chantaramee, Pusit Pookmanee, Ratchadaporn Puntharod, Synthesis of characterization of calcium silicate from rice husk ash and shell of snail pomacea canaliculata by solid state reaction, Advanced Material Research, 1103, 2015, 1-7.

SNAIL-SHELL OF *Pomacea Canaliculata* AND RICE HUSK ASH AS RAW MATERIALS TO SYNTHESIZE CALCIUM SILICATE BY SOLID STATE REACTION

Rimruthai Phuttawong¹, Ratchadaporn Puntharod^{1,2*}

¹ Department of Chemistry, Faculty of Science, Mae Jo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

² Nanoscience and Nanotechnology Laboratory, Mae Jo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

* Author for correspondence; E-Mail: ratchadaporn_p@mju.ac.th, Tel. +66 5387 3530

Abstract: Shells of *Pomacea canaliculata* and rice husk ash were used as starting material to synthesize calcium silicate by solid state reaction. The shell and rice husk ash were manually ground in the molar ratio of 1:1 for 1 and 2 hr. The solid products were calcined at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr in muffle furnace. Fourier transforms infrared spectroscopy and X-ray diffractometry revealed the formation of calcium silicate. In addition, scanning electron microscopy was employed to study the morphology of the synthesized products.

1. Introduction

According to Thailand is agricultural country. There is a huge amount of snail namely *Pomacea canaliculata* in rice field. Its shell consisted with calcium carbonate is up to 90 % by weight [1]. Also there is a huge amount of rice husk as agricultural by product. The weight of silicon dioxide in the rice husk ash was 78.44 % by weight [2]. The shells of snail and rice husk ash are natural source of calcium oxide and silica, respectively.

Calcium silicate or wollastonite which has chemical formula is CaSiO_3 . The reaction between CaO and SiO_2 provides CaSiO_3 as show in equation (1). Calcium silicate can be used in many industries such as ceramics, glasses, electrical insulator [3] and cements [4]. There are several methods to prepared calcium silicate such as sol-gel [5], hydrothermal method [6] and solid-state reaction [3,7,8]. The conventional method is solid-state reaction due to this method is non-toxic, environmental friendly and inexpensive. However, the ball milling consumes large amount of starting materials. The manually grinding by hand is one of solid-state reaction which consumes a few amounts of starting material. Therefore this method is appropriate method in preliminary work to synthesis calcium silicate from shell of snail and rice husk ash.



2. Materials and Methods

2.1. Raw materials

The shell of *Pomacea canaliculata* was washed by tap water and then dried at 100 °C in an oven for 24 hr. The shells of snail and rice husk ash were separately dried at 100 °C in an oven for 24 hr. They were crushed and sieved through 60 mesh.

2.2 Preparation of calcium silicate

The snail-shell powder was mixed with rice husk ash powder in mole ratio of 1:1. The mixed solids were manually ground for 1 and 2 hr. The solid products were calcined in a muffle furnace at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr.

2.3 Characterization of calcium silicate

Calcium silicate was characterized by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffractometry (XRD).

FTIR spectra by Perkin Elmer were recorded on a spectrometer at a spectral resolution of 4 cm^{-1} with 32 scanning and collected over the range of wavenumber 4,000-400 cm^{-1} . The samples were mixed with potassium bromide to prepare pellet. FTIR was characterized the functional group.

SEM by JEOL was characterized the morphology and approximately size of the powders before and after calcination.

XRD by X'Pert PHILIPS was characterized the formation of calcium silicate.

3. Results and Discussion

The appearance color of solid product was gray, as the temperature of calcination increased, the color of powder turned to be pale gray. Figure 1 and 2 were displayed the FTIR spectra of shell and rice husk ash manually milled for 1 and 2 hr, respectively with and without calcination. A feature of FTIR spectra of heating products at 800-1000 °C was appearance the band in range of 3750-3500 cm^{-1} which assigned to the OH group in calcium hydroxide as unreacted calcium oxide with water vapor [9]. The band at 1490 cm^{-1} was assigned to CO_3^{2-} with decreasing after calcination [10]. The intense band at 1096 cm^{-1} assigned to Si-O-Si [11] was disappeared with calcination while The intense bands in range of 1000-900 cm^{-1} were appeared with calcination. The band in range of either 1000-850 cm^{-1} [12] or 950-940 cm^{-1} [11] attributed to Si-O-Ca (calcium silicate) could not be observed in FTIR spectra. It would be suggested that the synthesis of calcium silicate was incompleated at 1000 °C of both manually milling time for 1 and 2 hr.

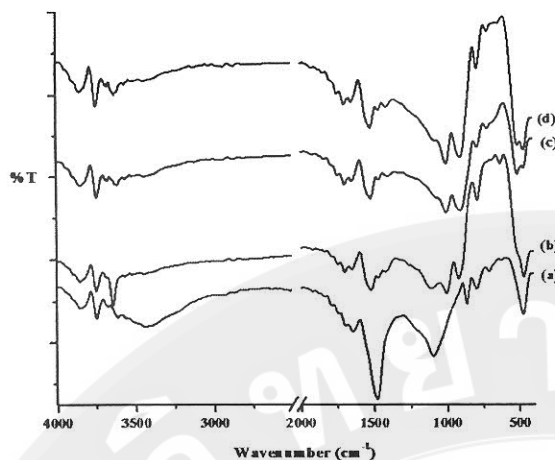


Figure 1. FTIR spectra of (a) snail-shell and rice husk ash milled 1 hr without calcination (b) with calcination for 2 hr at 800, (c) 900, (d) 1,000 °C.

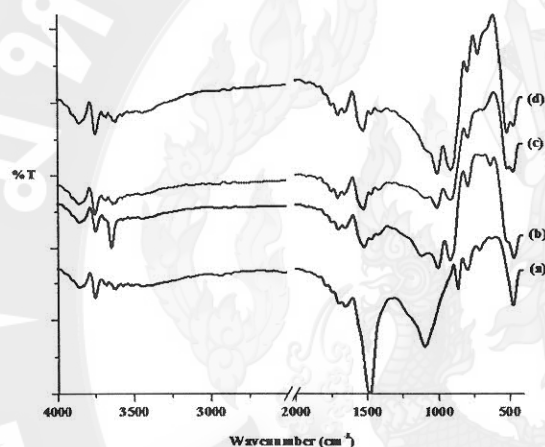


Figure 2. FTIR spectra of (a) snail-shell and rice husk ash milled 2 hr without calcination (b) with calcination for 2 hr at 800, (c) 900, (d) 1,000 °C.

Figure 3 exhibited the scanning electron microscopy (SEM) image of snail-shell and rice husk ash. Figure 4 and 5 displayed SEM morphology of snail-shell and rice husk ash milled 1 and 2 hr, respectively with calcination at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr. The calcination process presented the larger size and more homogeneous particle. The average particle size was less than 5 μm . However, using manually ground solid-state reaction provided the larger particle size of calcium silicate prepared by ball mill and microwave synthesis at 1,100 °C for 10 min [4]. The particle size was smaller as the milling time increased and well homogeneous as the temperature of calcination increased.

Figure 6(a), 6(b) and 6(c) exhibited the X-ray diffractometry (XRD) pattern of snail-shell and rice husk ash milled 1 hr and calcined at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr, respectively. The XRD result provided that calcium oxide from shell and silica from rice husk ash were nearly transformed to calcium silicate with calcination at 900 to 1,000 °C. The XRD

pattern of calcium silicate were characterized as calcium silicate JCPDS no. 00-034-0558.

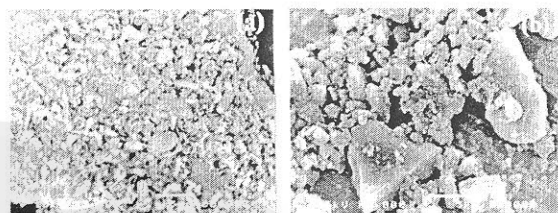


Figure 3. SEM morphology of (a) shell of snail and (b) rice husk ash.

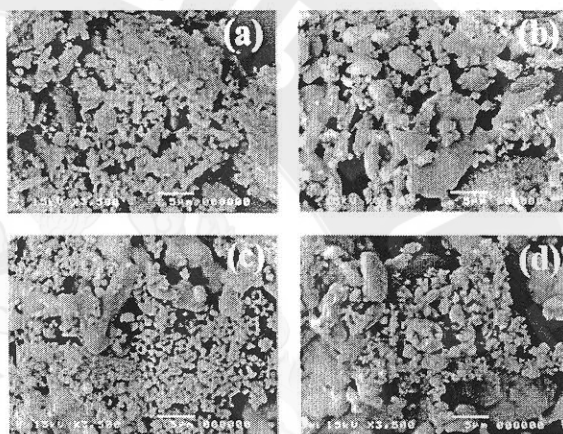


Figure 4. SEM morphology of (a) snail-shell and rice husk ash milled 1 hr without calcination (b) with calcination for 2 hr at 800, (c) 900, (d) 1,000 °C.

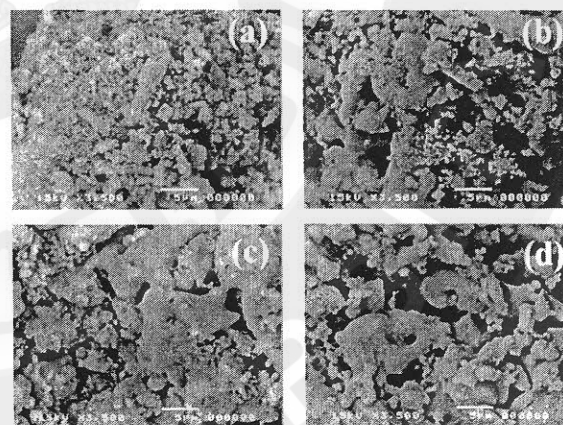


Figure 5. SEM morphology of (a) snail-shell and rice husk ash milled 2 hr without calcination (b) with calcination for 2 hr at 800, (c) 900, (d) 1,000 °C.

Figure 7(a), 7(b) and 7(c) show XRD pattern with milled 2 hr and calcined at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr, respectively. After calcination at 1,000 °C for 2 hr, the percentage of calcium silicate was highest intensity. The XRD pattern of calcium silicate were characterized as calcium silicate JCPDS no. 00-034-0558.

The results of X-Ray diffractometry could be an evidence to present calcium silicate was synthesized

from shell of snail and rice husk ash by manually grinding method. Even this method is not practically as ball milling.

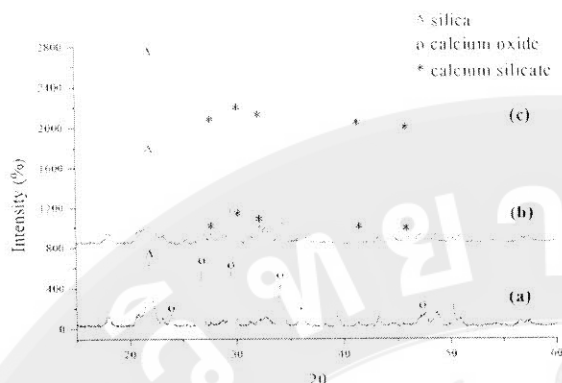


Figure 6. XRD peak pattern of snail-shell and rice husk ash milled 1 hr and calcined 2 hr at (a) 800, (b) 900, (c) 1,000 °C.

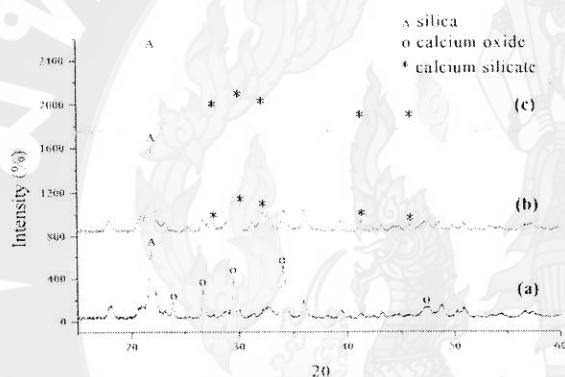


Figure 7. XRD peak pattern of snail-shell and rice husk ash milled 1 hr and calcined 2 hr at (a) 800, (b) 900, (c) 1,000 °C.

4. Conclusions

The calcium silicate was synthesized from shell of snail namely *Pomacea canaliculata* shells and rice husk ash using a solid state reaction by manually grinding and calcined at 1,000 °C for 2 hr. X-ray diffractometry is suitable technique to characterize the formation of calcium silicate. The more benefit of calcium silicate synthesized from snail shell and rice husk ash by manually grinding is not much amount of starting material and inexpensive.

Acknowledgements

This research was supported the financial from The Official of Agricultural Research and Extension, Maejo University.

References

- [1] N. Udomkan and P. Limsuwan, *Mater. Sci. Eng C*. **28** (2008) 316-319.

- [2] D. An, Y. Guo, Y. Zhu and Z. Wang, *Chem. Eng. J.* **162** (2010) 509-514.
- [3] N.S. Negmatov and Zh. Z. Abdullaev, *Glass Ceram.* **58** (2001) 396-397.
- [4] S. Vichaphund, M. Kitiwan, D. Atong and P. Thavorniti, *J. Eur. Ceram. Soc.* **31** (2011) 2435-2440.
- [5] H. Wang, Q. Zhang, H. Yang and H. Sun, *Ceram. Int.* **34** (2008) 1405-1408.
- [6] K. Lin, J. Chang and J. Li, *Mat. Lett.* **60** (2006) 3007-3010.
- [7] K. Lin, J. Chang, Y. Zeng and W. Qian, *Mat. Lett.* **58** (2004) 2109-2113.
- [8] S. P. Singh and B. Karmakar, *Glass Ceram.* **1** (2011) 49-52.
- [9] T. V. Vakalova, N. P. Karionova, V. M. Pogrebenkov, V. I. Vershchagin, and V. V. Gorbatenko, *Refract. Ind. Ceram.* **51** (2010) 295-301.
- [10] D. Baciú and J. Simitzis, *J. Optoelectron. Adv. Mater.* **9** (2007) 3320-3324.
- [11] A. Meissterics, L. Rosta, H. Peterlik, J. Rohonczy, S. Kubuki, P. Henits and K. Sinkó, *J. Phys. Chem. A*. **114** (2010) 10403-10411.
- [12] A. Meissterics and K. Sinkó, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*. **319** (2008) 143-148.

Synthesis and Characterization of Calcium Silicate from Rice Husk Ash and Shell of Snail *Pomacea Canaliculata* by Solid State Reaction

Rimruthai Phuttawong^{1,a}, Napat Chantaramee^{2,b}, Pusit Pookmanee^{1,3,c},
Ratchadaporn Puntharod^{1,3,d*}

¹ Department of Chemistry, Faculty of Science, Mae Jo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

² Department of Material Science, Faculty of Science, Mae Jo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

³ Nanoscience and Nanotechnology Laboratory, Mae Jo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

E-mail: ^arimruthai@mju.ac.th, ^bnapat@mju.ac.th, ^cpusit@mju.ac.th, ^dratchadaporn_p@mju.ac.th*

Keywords : calcium silicate; rice husk ash; shell of snail; solid state reaction

Abstract

Calcium silicate was successfully synthesized using agricultural byproduct such as rice husk ash and shell of snail namely *Pomacea canaliculata* by solid state reaction. Chemical composition of silica in rice husk ash and calcium oxide in shell were 91.50 and 98.25%, respectively by X-ray fluorescent determination. The rice husk ash and shell in molar ratio of 1:1 were milled for 5-8 hr and calcined at 800-1000 °C for 2 hr. The Fourier transforms infrared spectra and X-ray diffractometry pattern were confirmed the formation of calcium silicate as the milling time increased.

Introduction

Calcium silicate or wollastonite is a mineral consisting of calcium, silicon and oxygen. Its molecular formula can be expressed as CaSiO_3 or $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ [1]. Calcium silicate can be used in many industries such as ceramics, glasses, paints, paper, plastic, electrical insulator and cements [2,3]. There are several methods to prepared calcium silicate such as sol-gel [4], hydrothermal method [5] and solid-state reaction [3,6,7]. The conventional method is solid-state reaction due to this method is non-toxic, environmental friendly solvent-free, waste-free synthetic route unlike chemical method and inexpensive. Mostly calcium silicate from agricultural waste, industrial waste and natural materials as starting materials were synthesized from solid state reaction.

Various precursors to synthesis calcium silicate derived from agricultural waste, industrial waste and natural materials have been investigated. Diatomite [8] and rice husk ash [9,10] are sources of silica to prepare calcium silicate. Also sourced of calcium to prepared calcium silicate such as egg shell [2,11] avian egg shell [12] and marble waste [13]. Due to Thailand is agricultural country, there are a large amount of rice husk consisted with silica around 80 % by weight [14] and snail namely *Pomacea canaliculata* in rice field which is the serious problem for farmer. Its shell consisted with calcium carbonate is up to 90 % by weight [15]. Both of agricultural material were used for starting material to synthesize calcium silicate.

In this research, the solid state reaction was method to synthesis calcium silicate from agricultural materials as shell of snail and rice husk ash. The determination of optimum conditions to synthesize calcium silicate was studied. The formation of calcium silicate was considered firstly by Fourier transform infrared spectroscopy. The morphology was investigated by scanning electron microscopy. Also the X-ray diffractometry was confirmed the formation and phase of calcium silicate.

Experimental

1. Raw materials

The shell of snail namely *Pomacea canaliculata* was washed by water and then dried at 100 °C in an oven for 24 hr. The shell was crushed and sieved through 60 mesh. The powder of shell was calcined in a muffle furnace at 800 °C for 2 hr. Rice husk ash was dried in an oven at 100 °C for 24 hr. It was crushed manually and sieved through 60 mesh. The metal oxide composed in raw materials were characterized by X-ray fluorescent (PAN analytical).

2. Preparation of powder

The powder of shell and rice husk ash were mixed with in molar ratio of 1:1. The mixed solids were milled by alumina balls for 5, 6, 7 and 8 hr. The solid products were calcined in a muffle furnace at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr with automatic heating rate.

3. Characterization of calcium silicate

The synthesized products were characterized by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffractometry (XRD).

FTIR spectra by Perkin Elmer was transmission mode recorded on a spectrometer at a spectral resolution of 4 cm⁻¹ with 32 scanning and collected over the range of wavenumber 4,000-400 cm⁻¹. The samples were mixed with potassium bromide to prepare pellet. FTIR was characterized the functional group and investigated the Ca–O–Si of calcium silicate.

SEM by JEOL was characterized the morphology and approximately size of the powders before and after calcination. The samples were deposited on a sample holder with a double stick conducting carbon tape and were coated with gold to improve the surface conductivity.

XRD by PHILIPS X'Pert was characterized the formation and phase of calcium silicate in the region of 2θ = 10–90° using Cu K_α radiation (λ = 1.5406 Å) with a step scan of 0.5°/min.

Results and Discussion

Chemical composition of silica in rice husk ash and calcium oxide in shell were 91.50 and 98.25 % by weight, respectively by XRF determination shown in Table 1.

Table 1. XRF analysis of shell of snail *Pomacea canaliculata* calcined at 800 °C for 2 hr and rice husk ash by % weight .

sample	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	CuO	SrO	Y ₂ O ₃	ZrO ₂	BaO	HfO ₂
shell of snail	0.40	0.62	98.25	0.02	0.05	0.24	0.03	0.19	0.004	0.10	0.09	0.006
rice husk ash	1.9	91.5	1.07	0.017	0.14	0.178	0.02	0.004	0.006	0.004	0.01	0.012

Figure 1 was displayed the FTIR spectra of shell and rice husk ash ball. The mixed solids were milled for 5-8 hr without calcination. The band of –OH group at ~3,400 and dominant band of CO₃²⁻ at 1,431 cm⁻¹ were appeared [16]. Those bands were trend to disappear as the temperature of calcination was increased to 800, 900, and 1,000 °C as shown in Figure 2, 3, and 4, respectively. It indicated that the absorbed water and carbonate were removed at temperature higher than 800 °C. After calcination the intense band at 1,096 cm⁻¹ assigned to Si–O–Si [17] was disappeared. While the intense bands in range of 1,010-900 cm⁻¹ were appeared.

Figure 2 a feature of FTIR spectra of calcined products at 800 °C was appeared the band in range of 3,750-3,500 cm⁻¹ which assigned to the –OH group in calcium hydroxide as unreacted calcium oxide with water vapor [18].

As the milling time was increased and the temperature of calcination was increased up to 900 °C in Figure 3. The bands in range of either 950-940 cm⁻¹ [17] or 1000-850 cm⁻¹ [19] attributed to Ca–O–Si (calcium silicate) could be observed in FTIR spectra. Those bands could be observed clearly in Figure 4 as the temperature of calcination was 1,000 °C. It would be suggested that the calcium silicate was starting to occur at milling time up to 7 hr with calcination at 1000 °C.

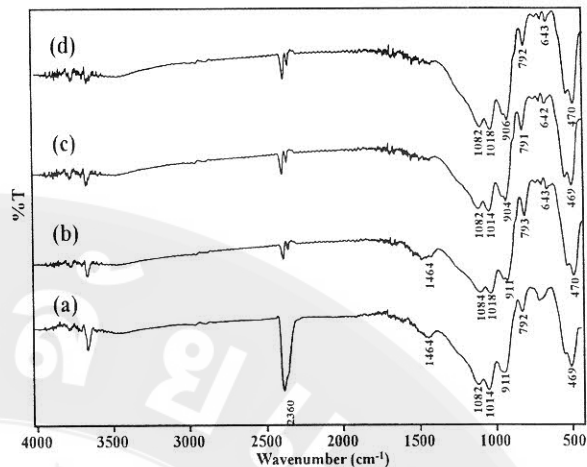


Figure 2. FTIR spectra of samples at milling time for (a) 5, (b) 6, (c) 7, and (d) 8 hr and calcined at 800 °C for 2 hr.

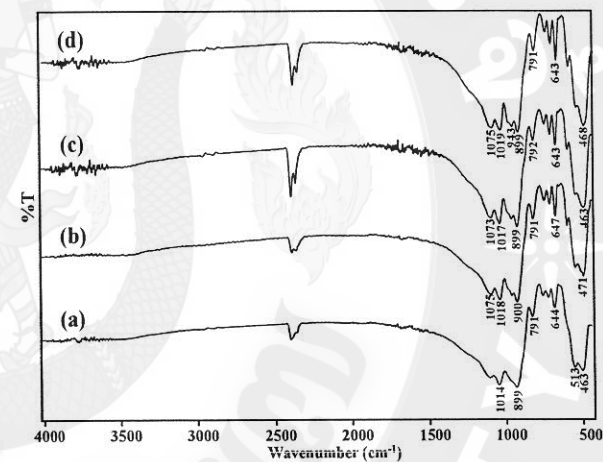


Figure 4. FTIR spectra of samples at milling time for (a) 5, (b) 6, (c) 7, and (d) 8 hr and calcined at 1,000 °C for 2 hr.

Figure 8 was the X-ray diffractometry (XRD) pattern of calcium oxide from calcined shell of snail at 800 °C for 2 hr and silica from rice husk ash. The XRD peaks pattern of calcium oxide were characterized as CaO (JCPDS no.82-1690) and SiO₂ (JCPDS no.01-0438).

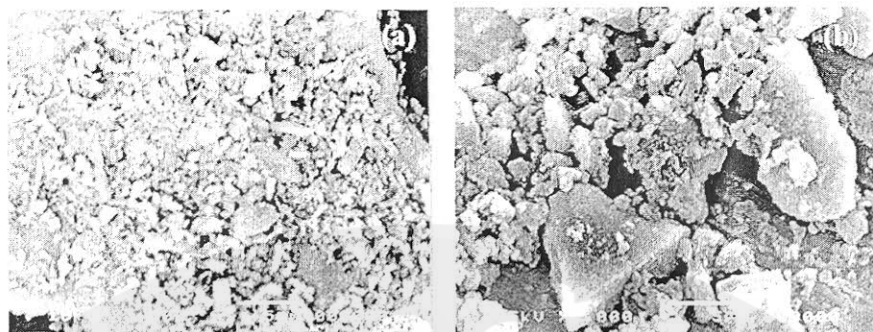


Figure 5. SEM morphology of (a) CaO from shell of snail calcined at 800 °C for 2 hr and (b) rice husk ash.

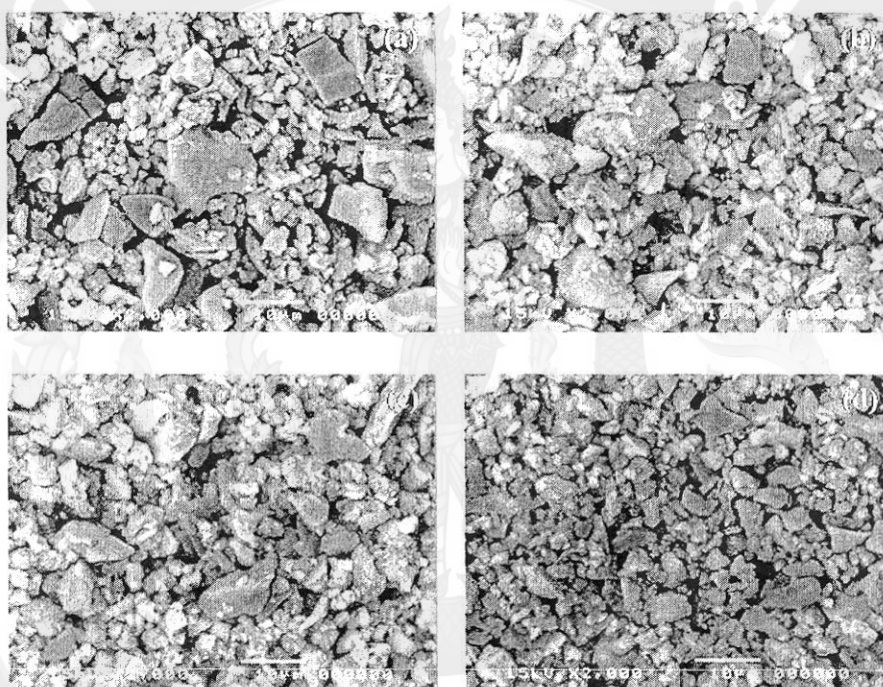


Figure 6. SEM morphology of samples at milling time for (a) 5, (b) 6, (c) 7, and (d) 8 hr.

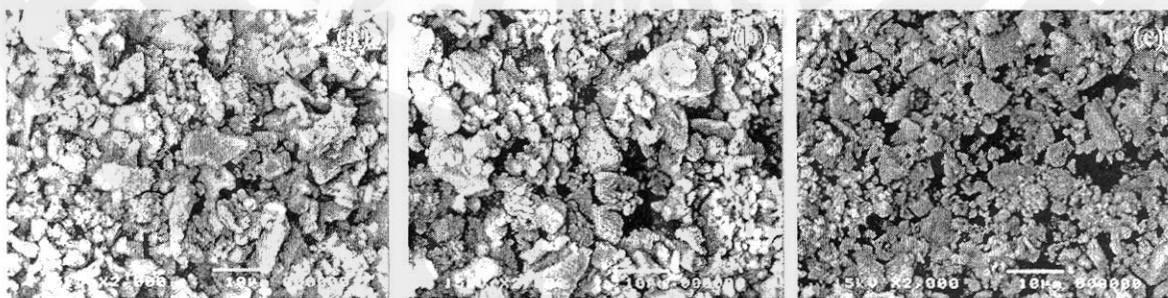


Figure 7. SEM morphology of samples at milling time for 8 hr and calcined for 2 hr at (a) 800, (b) 900, and (c) 1,000 °C.

From the first characterization by FTIR provided that calcium silicate was starting to occur when milling time was up to 7 hr with calcination at 1000 °C for 2 hr. Those conditions were selected to characterize by XRD in further to confirm the formation of calcium silicate. The structure of the XRD pattern of calcium silicate was not changed with increasing the milling time. On the other

hand, the intensity of XRD peaks was increasing while the milling time was increasing. It indicated that milling time has no effect on the phase transformation of calcium silicate. The XRD patterns in Figure 9 correspond to calcium silicate JCPDS no.27-0088.

In order to examine the effect of the heating temperature on the phase transformation, the mixed oxides at milling time for 8 hr were calcined at different temperature for 2 hr. Figure 10 was XRD pattern of sample with milled 8 hr and calcined at 800, 900 and 1,000 °C for 2 hr. The XRD pattern of calcium silicate were characterized as calcium silicate JCPDS no.27-0088. The result clearly show that the calcination at 1,000 °C provided the highest intensity of calcium silicate. Also calcium oxide could completely reacted with silica at this heating temperature. However, silica was still existed due to the mole ratio of $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ in this experiment was 1:1. Therefore, the amount of silica was excess. It has been reported the propriate molar ratio of $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ was 1:0.8 [2]. The temperature of calcination could be effect the intensity of XRD pattern. While the temperature in range 800-1,000 °C could not be effect the phase transformation.

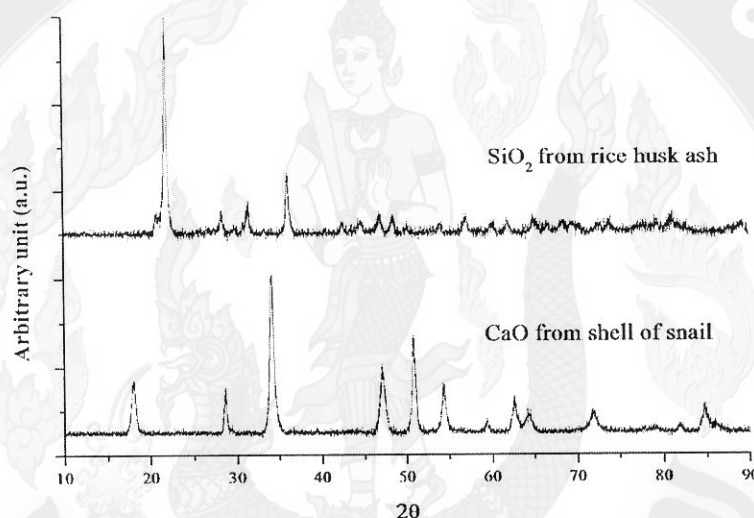


Figure 8. XRD patterns of CaO from calcined shell of snail at 800 °C for 2 hr and SiO_2 from rice husk ash.

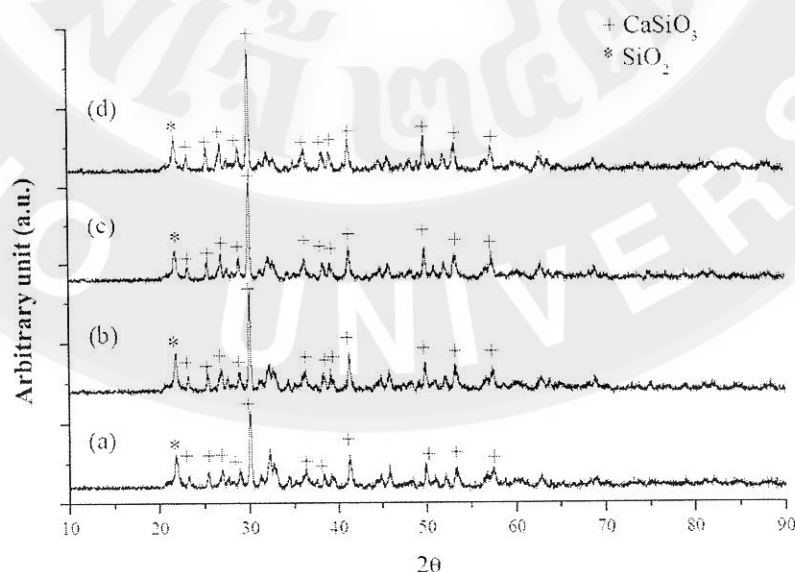


Figure 9. XRD patterns of samples at milling time for (a) 5, (b) 6, (c) 7 and (d) 8 hr and calcination at 1,000 °C for 2 hr.

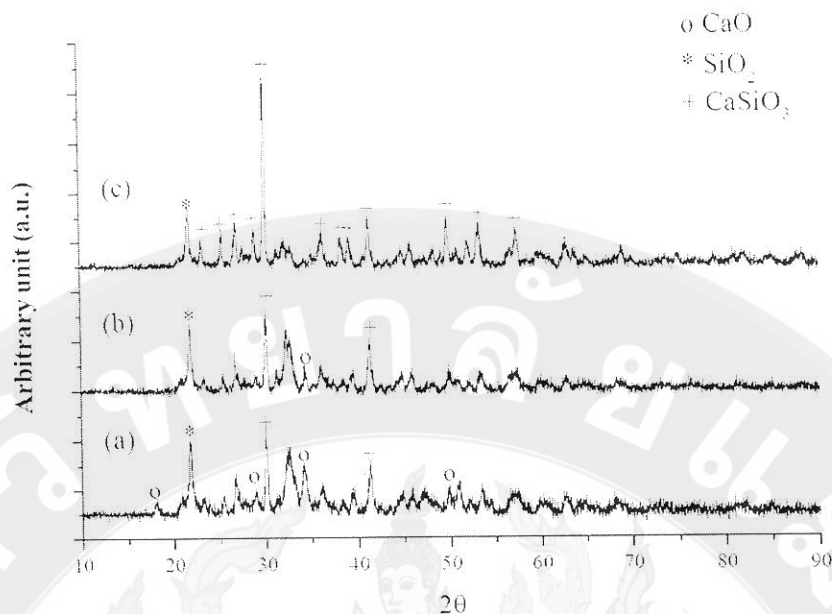


Figure 10. XRD pattern of samples at milling time for 8 hr and calcined 2 hr at (a) 800, (b) 900, and (c) 1,000 °C.

Conclusions

The calcium silicate was successfully synthesized from shell of snail namely *Pomacea canaliculata* and rice husk ash by solid state reaction as conventional synthesis. The optimum conditions to synthesize calcium silicate with milling time for 8 hr and calcination at 1000 °C for 2 hr. The heating temperature in range 800-1,000 °C could not be effect the phase transformation of calcium silicate.

References

- [1] H. G. Karian, Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites, second ed., Marcel Dekker, Inc., 2003, pp. 588.
- [2] S. Vichaphund, M. Kitiwan, D. Atong and P. Thavorniti, Microwave synthesis of wollastonite powder from eggshells, J. Eur. Ceram. Soc. 31 (2011) 2435-2440.
- [3] N. S. Negmatov and Z. Z. Abdullaev, High-voltage electric insulators based on wollastonite, Glass Ceram. 58 (2001) 396-397.
- [4] H. Wang, Q. Zhang, H. Yang and H. Sun, Synthesis and microwave dielectric properties of CaSiO_3 nanopowder by the sol-gel process, Ceram. Int. 34 (2008) 1405-1408.
- [5] K. Lin, J. Chang and J. Li, Synthesis of wollastonite nanowires via hydrothermal microemulsion methods, Mat. Lett. 60 (2006) 3007-3010.
- [6] K. Lin, J. Chang, Y. Zeng and W. Qian, A simple method to synthesize single-crystalline β -wollastonite nanowires, Mat. Lett. 58 (2004) 2109-2113.
- [7] S. P. Singh and B. Karmakar, Mechanochemical synthesis of nano calcium silicate particles at room temperatre, Glass Ceram. 1 (2011) 49-52.
- [8] K. G. Grigoryan, G. A. Arutunyan, L. G. Baginova, and G. O. Grigoryan, Synthesis of calcium hydromonosilicate from diatomite under hydrothermal conditions and its transformation into wollastonite, Theor. Found. Chem. Eng. 42 (2008) 583-585.

- [9] P. Yu, R. James Kirkpatrick, B. Poe, P. F. McMillan and X. Cong, Structure of calcium silicate hydrate (C-S-H):near-, mid-, and far-infrared spectroscopy, *J. Am. Ceram. Soc.* 82 (1999) 742-48.
- [10] M. Mansha, S. H. Javed, M. Kazmi and N. Feroze, Study of rice husk ash as potential source of acid resistance calcium silicate, *Adv. Chem. Engineer. Sci.* 1 (2011) 147-153.
- [11] N. Tangboriboon, T. Khongnakhon, S. Kittikul, R. Kunanuruksapong and A. Sirivat, An innovative CaSiO_3 dielectric material from eggshells by sol-gel process, *J. Sol-Gel Sci. Techno.* 58 (2011) 33-41.
- [12] M. N. Freire and J. N. F. Holanda, Characterization of avian eggshell waste aiming its use in a ceramic wall tile paste, *Ceram.* 52 (2006) 240-244.
- [13] W. M. N. Nour, A. A. Mostafa and D. M. Ibrahim, Recycled wastes as precursor for synthesizing wollastonite, *Ceram. Inter.* 34 (2008) 101-105.
- [14] D. An, Y. Guo, Y. Zhu and Z. Wang, A green route to preparation of silica powders with rice husk ash and waste gas, *Chem. Eng. J.* 162 (2010) 509-514.
- [15] N. Udomkan and P. Limsuwan, Temperature effects on freshwater snail shells: *Pomacea canaliculata* lamark as investigated by XRD, EDX, SEM and FTIR techniques, *Mater. Sci. Eng C.* 28 (2008) 316-319.
- [16] D. Baciú and J. Simitzis, Synthesis and characterization of a calcium silicate bioactive glass, *J. Optoelectron. Adv. Mater.* 9 (2007) 3320-3324.
- [17] A. Meiszterics, L. Rosta, H. Peterlik, J. Rohonczy, S. Kubuki, P. Henits and K. Sinkó, Structural characterization of gel-derived calcium silicate systems, *J. Phys. Chem. A.* 114 (2010) 10403-10411.
- [18] B. Engin, H. Demirtaş, and M. Eken, Temperature effects on egg shells investigated by XRD, IR and ESR techniques, *Radiat. Phys. Chem.* 75 (2006) 268-277.
- [19] A. Meiszterics and K. Sinkó, Sol-gel derived calcium silicate ceramics, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects.* 319 (2008) 143-148.