

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ สารเคมีและเครื่องมือ

วัสดุอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 500 และ 100 มิลลิลิตร
2. แท่งแก้ว
3. ช้อนตักสาร
4. ภาชนะพลาสติกที่ใช้สำหรับผสม
5. แบบหล่อมอร์ตาร์พลาสติก ขนาด 5 x 5 x 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
6. แบบหล่อเพสต์พลาสติก เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 นิ้ว สูง 1 นิ้ว
7. โกร่งบดสาร
8. ตะแกรง ขนาด 2.36 มิลลิเมตร
9. ตะแกรง ขนาด 325 ไมโครเมตร

สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 15 M (15 M NaOH)
2. สารละลายโซเดียมซิลิเกต (Na_2SiO_3) ที่มี Na_2O ร้อยละ 9, SiO_2 ร้อยละ 31, H_2O ร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก
3. เถ้าลอย (Fly ash) จากโรงงานกระดาษที่เผาลานหินชนิดซับพิทมินัสเป็นเชื้อเพลิง ที่อุณหภูมิ 700-800°C ที่เผาแบบฟลูอิดไคซ์เบด
4. ทรายแม่น้ำกัดขนาด ร้อนผ่านตะแกรงเบอร์ 8 (ขนาดรูเปิด 2.36 มิลลิเมตร)

เครื่องมือ

1. เครื่อง scanning electron microscopy (SEM) รุ่น LEO 1450 VP
2. เครื่องทดสอบกำลังอัด ขนาด 100 KN รุ่น CB-10 M
3. เครื่อง x-ray diffractometer (XRD) รุ่น Panalytical/Expert
4. เครื่อง infrared spectroscopy (IR) รุ่น PERKIN ELMER System 2000 FT-IR

5. เครื่อง thermogravimetric analysis (TGA) รุ่น METTLER TOLEDO TGA/DSC
6. เครื่องชั่งน้ำหนัก (3กก ± 0.5 กรัม) รุ่น EK03
7. เครื่องผสม (hand mixer) Philips รุ่น Mixer HR 1456
8. ตู้อบความร้อน
9. ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$
10. เครื่องสั่นสำหรับไล่ฟองอากาศ
12. เครื่องบด ความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที

3.2 วิธีการทดลอง

วิธีการบดแก้ว

1. นำแก้วล่อยที่เอามาจากโรงงานมาทำการชั่งให้ได้น้ำหนัก 500 กรัม
2. นำแก้วที่ชั่งน้ำหนักแล้วใส่ลงในโถบด ซึ่งในโถบดมีลูกบดเซรามิกซ์สำหรับบดอยู่แล้วปิดฝาให้สนิท
3. นำโถบดที่มีแก้วล่อยไปใส่ในเครื่องบด โดยเครื่องจะทำการบดในแบบราบ 500 รอบ/นาที ทำการบดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้ลูกบดเซรามิกซ์ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 16 มม. น้ำหนักแต่ละครั้งเท่ากับ 1000 กรัม
4. นำแก้วเทออกจากโถบดโดยผ่านตะแกรงขนาด 2.38 มิลลิเมตร เพื่อทำการคัดแยกแก้วออกจากลูกบดเซรามิกซ์ แก้วบดที่ได้นำไปศึกษาจีโอโพลิเมอร์เฟสส์และจีโอโพลิเมอร์ดาร์ต่อไป

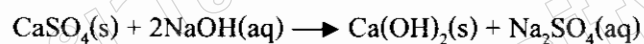
การคัดขนาดแก้วล่อยที่ค้างบนตะแกรงเบอร์ 325 (รูเปิด 45 ไมครอน)

1. ชั่งแก้วล่อยมาประมาณ 15 กรัม (บันทึกน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง)
2. เทแก้วล่อยบนตะแกรงเบอร์ 325 แล้วทำการร่อนผ่านน้ำโดยเปิดน้ำให้ไหลผ่านตะแกรง จนน้ำที่ผ่านตะแกรงใส
3. นำแก้วล่อยที่ค้างอยู่บนตะแกรงเทใส่ถ้วยที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอน (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใช้น้ำกลั่นพาแก้วล่อยที่ค้างอยู่บนตะแกรงลงบนถ้วยให้หมด
4. จากนั้นรินน้ำออกแล้วอบที่อุณหภูมิ $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
5. นำแก้วล่อยออกจากเตาอบ แล้วทิ้งไว้ให้เย็นในถ้วยเคซิเคเตอร์ก่อนชั่งน้ำหนักหาปริมาณการ ค้างบนตะแกรง โดยใช้สูตรต่อไปนี้

$$\text{ร้อยละการค้ำบนตะแกรง} = \left[\frac{\text{เถ้าที่ค้ำตะแกรง}}{\text{น้ำหนักเถ้าก่อนคัดขนาด}} \right] \times 100 \quad (1)$$

มีงานวิจัยได้ศึกษาความเข้มข้นของ NaOH ในการควบคุมการก่อตัวเอททริงไคต์ (ettringite) ในจีโอโพลิเมอร์จากเถ้าลอย FBC ที่ 3 ความเข้มข้นของ NaOH คือ 10, 12 และ 15 M พบว่าความเข้มข้นของ NaOH มีผลกระทบในการเกิดเอททริงไคต์ และความแข็งแรงของ จีโอโพลิเมอร์จากเถ้าลอย FBC ที่ความเข้มข้นของ 15 M NaOH ช่วยในการสลายตัวของแคลเซียม ซัลเฟตและการเกิดของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Chindaprasirt et al., 2013)

มีงานก่อนหน้านี้นี้ (Chindaprasirt et al., 2013; Clark & Broen, 1999) พบว่าเอททริงไคต์เกิด ได้ยากในสารละลายต่างที่มีความเข้มข้นสูง ดังนั้น NaOH ความเข้มข้นสูงสามารถลดปริมาณ ของยิปซัมในเถ้าลอย FBC แสดงดังสมการต่อไปนี้



โซเดียมไฮดรอกไซด์ส่งผลต่อการสลายตัวของยิปซัมและส่งผลต่อการเกิดแคลเซียม ไฮดรอกไซด์ ดังนั้น ปริมาณของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถกำจัดการก่อตัวของ เอททริงไคต์และช่วยในการก่อตัวในขั้นตอนอื่นด้วย (Chindaprasirt et al., 2013)

ผลจากการทดสอบกำลังอัดจีโอโพลิเมอร์ของเถ้าลอย FBC ที่ 7 วัน ที่ความเข้มข้น 10, 12, 15 M ของ NaOH พบว่าค่ากำลังอัดคือ 7, 8 และ 12 เมกะปาสคาล ตามลำดับ การเพิ่มความเข้มข้น ของ NaOH ส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของ NaOH สามารถชะ Si^{4+} และ Al^{3+} ที่ผิวได้ดีขึ้น เกิดการก่อตัวของจีโอโพลิเมอร์ที่ดีขึ้น ที่ความเข้มข้น 15 M NaOH ที่ระยะเวลา 90 วัน ผลการกดกำลังอัด 26 เมกะปาสคาล (Chindaprasirt et al., 2013)

การเตรียมสารละลาย

เนื่องจากสารละลายที่เตรียมเป็นสารละลายทุติยภูมิที่ไม่เสถียรสามารถดูความเข้มข้นได้ จึงทำการเตรียมสารละลายอย่างประมาณดังนี้

1. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สำหรับจีโอโพลิเมอร์เฟสท์ ที่ความเข้มข้น 15 M ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

ชั่ง NaOH (AR grade) 600.0 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์

2. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สำหรับจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์ ที่ความเข้มข้น 15 M ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

ชั่ง NaOH (commercial grade) 600.0 กรัม ละลายด้วยน้ำประปาแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์

3. เตรียมกรดไฮคลอริก (HCl) ที่ความเข้มข้น 2 M ปริมาตร 500 มิลลิลิตร สำหรับวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยา (degree of reaction, DOR)

ตวง HCl (AR grade) ด้วยกระบอกตวง ปริมาตร 86.2 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 500 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์

4. เตรียมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ร้อยละ 5 สำหรับวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยา (Degree of reaction, DOR)

ชั่ง Na_2CO_3 (AR grade) 50.0 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้นร้อยละ 5

5. เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ร้อยละ 3 สำหรับบ่มมอร์ตาร์

ตวง H_2SO_4 (commercial grade) ด้วยกระบอกตวง ปริมาตร 310 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำประปา แล้วปรับปริมาตรเป็น 10 ลิตร

6. เตรียมสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต (MgSO_4) ร้อยละ 5 สำหรับบ่มมอร์ตาร์ ชั่ง MgSO_4 510 กรัม ละลายด้วยน้ำประปา แล้วปรับปริมาตรเป็น 10 ลิตร

วิธีผสมจีโอโพลิเมอร์เพสต์

1. นำเกล็ดลอยที่ทำการบดแล้วมาผสมกับ 15 M NaOH และ Na_2SiO_3 ตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.1 ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องผสมมือเป็นเวลา 1 นาที แล้วเทลงแบบหล่อเพสต์

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมของจีโอโพลิเมอร์เพสต์

ตัวอย่าง	S/T	$\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ (g/g)	เกล็ดลอย (g)	Na_2SiO_3 (g)	15 M NaOH (g)
1	0.60	1.0	60.0	20.0	20.0
2	0.60	1.5	60.0	24.0	16.0
3	0.60	2.0	60.0	27.0	13.0
4	0.60	2.5	60.0	28.5	11.5

*S/T คืออัตราส่วนโดยมวลของเกล็ดลอยต่อสารผสมทั้งหมด (เกล็ดลอยและสารละลาย)

- นำเพสต์ที่ได้เทลงแบบ แล้วเอาเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- เมื่อครบเวลา 24 ชั่วโมง แกะเพสต์ออกจากแบบ นำเพสต์ที่ได้ใส่ถุงพลาสติกที่ทำการเขียนอัตราส่วนไว้ที่ถุง แล้วนำเข้าตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 25°C ให้ครบ 7, 30, 90 วัน
- เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำเพสต์มาบด แล้วนำตัวอย่างเพสต์ที่บดไปทดสอบ DOR, XRD, SEM

วิธีการทำจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์

การผลิตมอร์ตาร์เป็นการเพิ่มทรายเข้าไปในส่วนผสมของเพสต์ โดยเทตัวอย่างจีโอโพลิเมอร์ลงในแบบหล่อมอร์ตาร์ทรงลูกบาศก์ขนาด $5 \times 5 \times 5$ เซนติเมตร³ เอาเข้าเตาอบแล้วบ่มในสภาวะต่าง ๆ เมื่อครบกำหนดตามระยะเวลาในการบ่มตัวอย่าง นำตัวอย่างไปทดสอบกำลังอัด โดยมีวิธีการผสมดังต่อไปนี้

- นำเกล็ดลอยที่ทำการบดแล้วมาผสมกับทรายที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2.36 มิลลิเมตร ให้เข้ากันก่อน จากนั้นจึงเติม 15 M NaOH และ Na_2SiO_3 ตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.2 ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องผสมมือ (hand mixer) Philips รุ่น Mixer เป็นเวลา 1 นาที

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมของจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์

ตัวอย่าง	S/T	$\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ (g/g)	เถ้าลอย (g)	ทราย (g)	Na_2SiO_3 (g)	15 M NaOH (g)
1	0.60	1.0	300.0	600.0	100.0	100.0
2	0.60	1.5	300.0	600.0	120.0	80.0
3	0.60	2.0	300.0	600.0	135.0	65.0
4	0.60	2.5	300.0	600.0	142.5	57.5

อัตราส่วนระหว่าง ทราย ต่อ เถ้าลอย คือ 2 และ S/T คือ อัตราส่วนโดยมวลของเถ้าลอยต่อสารผสมทั้งหมด (เถ้าลอยและสารละลาย)

2. นำจีโอโพลิเมอร์ที่ผสมเข้ากันแล้วเทลงแบบหล่อมอร์ตาร์ ทรงลูกบาศก์ขนาด 5x5x5 เซนติเมตร³ แล้วนำไปวางที่เครื่องสั่นเพื่อทำการไล่ฟองอากาศออกเป็นเวลา 30 วินาที

3. หุ้มด้วยพลาสติกใสเพื่อป้องกันการระเหยของน้ำอย่างรวดเร็วระหว่างการบ่มความร้อน นำตัวอย่างจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์เข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. เมื่อครบเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการแบ่งตัวอย่างออกเป็น 3 กลุ่ม ดังนี้

- เก็บไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ $25\pm 3^\circ\text{C}$ ให้ครบอายุที่ 7, 30 และ 90 วัน
- บ่มในสารละลาย 5% w/v MgSO_4 ให้ครบอายุที่ 90 และ 180 วัน
- บ่มในสารละลาย 3% w/v H_2SO_4 ให้ครบอายุที่ 90 และ 180 วัน

5. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำตัวอย่างจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์มาทำการทดสอบทดสอบกำลังอัด

3.3 การศึกษากำลังอัดของจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์

นำตัวอย่างจีโอโพลิเมอร์มอร์ตาร์ที่เตรียมสำหรับการทดสอบมาทดสอบกำลังอัดตามมาตรฐาน ASTM C 109 ด้วยเครื่อง Universal testing machine โดยผลของการทดสอบกำลังอัดจะคิดค่าเฉลี่ยของมอร์ตาร์ 3 ก้อน

3.4 การศึกษาดัชนีการเกิดปฏิกิริยา (degree of reaction)

ศึกษาดัชนีการเกิดปฏิกิริยาของวัตถุจิโพลิเมอร์จากถ้ำลอย นำวัตถุจิโพลิเมอร์ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เพื่อเป็นการละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca^{2+}) ที่ไม่เกิดปฏิกิริยา จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เพื่อทำการละลายของซิลิกา (SiO_2), อลูมินา (Al_2O_3) และ เหล็ก (Fe_2O_3) จะได้ถ้ำลอยในส่วนที่ไม่เกิดปฏิกิริยา จากนั้นนำไปคำนวณหาดัชนีการเกิดปฏิกิริยาตามสมการที่ 2 ที่มีต่อดัชนีการเกิดปฏิกิริยาเทียบกับจิโพลิเมอร์เพสต์ควบคุม โดยทำการทดลองดังต่อไปนี้ (อุบลลักษณ์ รัตนศักดิ์, 2553)

1. บดจิโพลิเมอร์ในโถรงบดสารและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 150 ไมโครเมตร
2. ชั่งจิโพลิเมอร์เพสต์ให้รู้น้ำหนักแน่นอนถึง 0.1 มิลลิกรัม ประมาณ 5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
3. เติม 2 M HCl 30 มิลลิลิตร ลงในตัวอย่าง
4. นำไปแช่ในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 นาที คนตลอดเวลา
5. นำมากรองด้วยเครื่องสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นและซิโตน
6. นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. นำตะกอนที่ผ่านการอบนำไปละลายด้วย Na_2CO_3 ร้อยละ 5 ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
8. นำไปแช่ในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 นาที คนตลอดเวลา
9. นำมากรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นและซิโตน
10. นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
11. ชั่งน้ำหนักตะกอนสุดท้ายที่เหลือ แล้วคำนวณดังสมการต่อไปนี้

$$\text{Degree of reaction} = \left[\frac{M_{\text{sample}} - M_{\text{residue}}}{M_{\text{sample}}} \right] \times 100 \quad (2)$$

M_{sample} คือ มวลของจิโพลิเมอร์เริ่มต้น (กรัม)

M_{residue} คือ มวลของจิโพลิเมอร์ที่เหลือ (กรัม)

3.5 การทดสอบจิโพลิเมอร์เพสต์โดยเทคนิค infrared spectroscopy

นำตัวอย่างเพสต์ที่ได้มาทำการบดให้เป็นผงละเอียด และนำตัวอย่างที่ผลละเอียดแล้วมาวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค infrared spectroscopy

3.6 การศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy)

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของจีโอโพลิเมอร์เพสต์จากเถ้าลอยที่ผ่านการบดแล้ว เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงที่เกิดจากการบดเถ้าลอยให้มีขนาดเล็กลงที่มีผลต่อโครงสร้างของจีโอโพลิเมอร์ โดยจีโอโพลิเมอร์เพสต์จะทำให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3-4 มิลลิเมตร นำไปติดบนแท่งตัวอย่าง หลังจากนั้นจะเข้าสู่กระบวนการเคลือบตัวอย่าง ด้วยเครื่อง sputter coater และถ่ายภาพจีโอโพลิเมอร์เพสต์จากเถ้าลอยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.7 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค x-ray diffraction

ศึกษาชนิดของอนุภาค ด้วยเครื่อง x-ray diffraction เพื่อตรวจหาผลึกที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาจีโอโพลิเมอร์ไรเซชัน โดยอาศัยคุณสมบัติของการกระเจิงแสงของอนุภาค เมื่อรังสีเอกซ์มีความสามารถในการทะลุทะลวงสูงจะแทรกเข้าไปในโครงสร้างของผลึกซึ่งประกอบไปด้วยอนุภาคเรียงตัวกัน อนุภาคจะกระเจิงลำแสงและหักเหลำแสงไปเป็นมุม 2θ ช่วง 10-50 โดยการนำตัวอย่างจีโอโพลิเมอร์เพสต์ที่บดเป็นผงมา ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง (XRD) ที่ศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

3.8 การศึกษาคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA)

ศึกษาการสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งจะวัดน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทุกช่วงอุณหภูมิ การทดลองจะทำในระบบปิด โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักโดยใช้ความร้อน เครื่องจะประกอบด้วยเตาเผา (furnace) ที่มีโปรแกรมควบคุมอุณหภูมิ (temperature programmer) ควบคุมบรรยากาศความดัน และมีระบบการชั่งน้ำหนักเข้ามาประกอบ ซึ่งโดยทั่วไปการทดสอบด้วยวิธีนี้สามารถทดสอบได้ถึงอุณหภูมิ 1,000°C และข้อมูลที่ได้จากการทดสอบสามารถนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างที่ทดสอบ ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA ที่ศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร