

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1. ปูนซีเมนต์ (Cement)

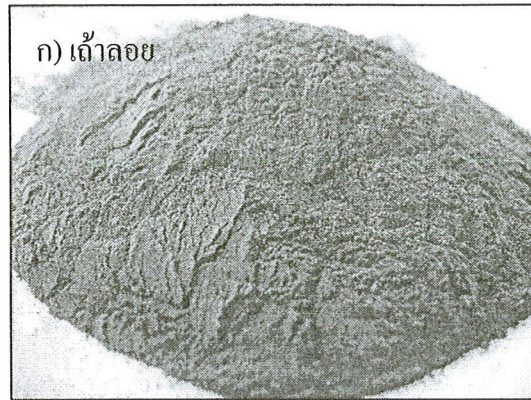
ในการศึกษาครั้งนี้ได้ใช้ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภทที่ 1 และปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภทที่ 5 โดยมีองค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพของปูนซีเมนต์และสารปอซโซลาน

องค์ประกอบทางเคมี (% โดยน้ำหนัก)	ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์		สารปอซโซลาน		
	ประเภทที่ 1	ประเภทที่ 5	เถ้าลอย (Fly ash, F)	เถ้าแกลบ (Rice husk ash, R)	ตะกรันเตาถลุงเหล็ก (Blast furnace slag, S)
SiO ₂	21.5	21.0	37.58	85.42	21.08
Al ₂ O ₃	5.4	3.5	19.49	2.53	5.03
Fe ₂ O ₃	3.0	4.3	13.39	0.40	18.42
CaO	67.3	62.9	18.81	0.70	34.07
MgO	1.5	3.3	1.19	1.58	8.80
SO ₃	2.3	2.1	3.46	1.74	1.91
Na ₂ O	0.1	0.1	0.00	0.18	0.00
K ₂ O	0.3	0.5	4.78	4.73	0.00
Free lime	-	1.0	0.05	0.08	0.35
Loss on ignition (LOI)	2.9	1.2	0.61	2.52	7.66
คุณสมบัติทางกายภาพ					
ความถ่วงจำเพาะ	3.15	3.13	2.27	2.01	2.96
ความละเอียดแบบเบลน (cm ² /g)	3,190	3,760	3,460	7,685	1,634

2. สารปอซโซลาน (Pozzolans)

สารปอซโซลานที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ ได้แก่ เถ้าลอย (Fly ash, F) เถ้าแกลบ (Rice husk ash, R) และตะกรันเตาถลุงเหล็ก (Blast furnace slag, S) โดยมีองค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพดังแสดงในตารางที่ 3.1 และรูปที่ 3.1 แสดงภาพถ่ายสารปอซโซลานที่ใช้



รูปที่ 3.1 สารปอชโซลานที่ใช้

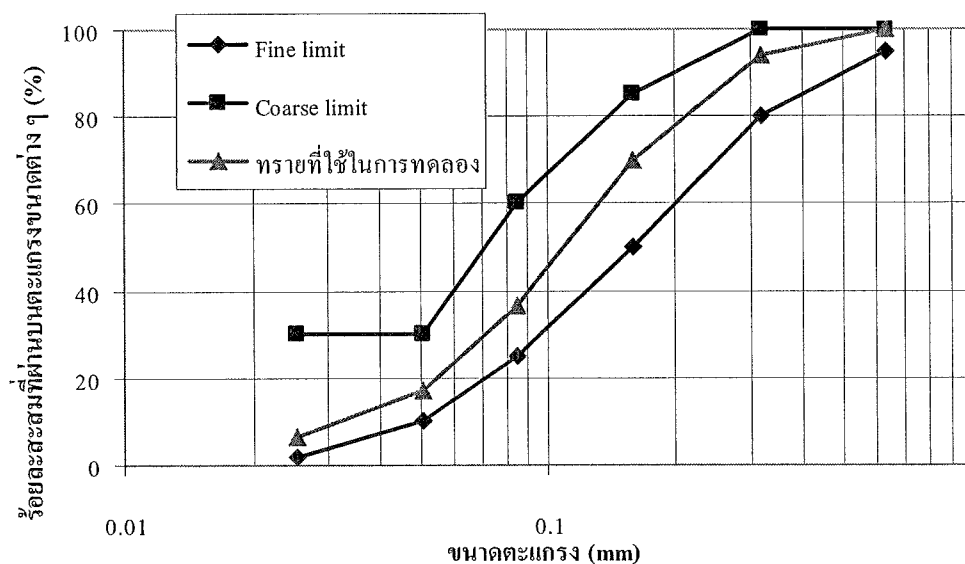
3. ทราย (Sand)

ทรายที่ใช้ในการทดลองเป็นทรายบกในจังหวัดชลบุรี ทำการวิเคราะห์หาขนาดคละ (Sieve analysis) ของทรายตามมาตรฐาน ASTM C33 ตารางที่ 3.2 แสดงผลการวิเคราะห์หาขนาดคละของทราย และรูปที่ 3.2 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของร้อยละสมที่ผ่านตะแกรงขนาดต่างๆ กับขนาดของตะแกรง



ตารางที่ 3.2 ขนาดคละของทราย

ขนาด ตะแกรง (No.)	ขนาด ตะแกรง (mm)	น้ำหนัก หินที่ ค้างบน ตะแกรง (g)	ร้อยละที่ ค้าง บน ตะแกรง (%)	ร้อยละ สะสมที่ ค้าง บน ตะแกรง (%)	ร้อยละ สะสมที่ ผ่าน ตะแกรง (%)	ร้อยละสะสมที่ผ่าน ตะแกรงขนาดต่างๆ (ASTM)	
						Fine limit	Coarse limit
4	0.6350	0	0	0	100	95	100
8	0.3175	289.8	5.8	5.8	94.2	80	100
16	0.1588	1225.9	24.5	30.3	69.7	50	85
30	0.0847	1661.5	33.3	63.6	36.4	25	60
50	0.0508	961.6	19.3	82.9	17.2	10	30
100	0.0254	524.9	10.5	93.4	6.6	2	30
Pan	-	331.8	6.6	-	-	-	-
รวม		4995.5	100	276.0			



รูปที่ 3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละสะสมที่ผ่านตะแกรงขนาดต่างๆของทรายกับขนาดของตะแกรง

4. น้ำ (Water)

น้ำที่ใช้ในการทดลองใช้น้ำประปาในห้องปฏิบัติการ โครงสร้างและวัสดุคอนกรีต ภาควิชา
วิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

5. เกลือแมกนีเซียมซัลเฟต (MgSO_4)

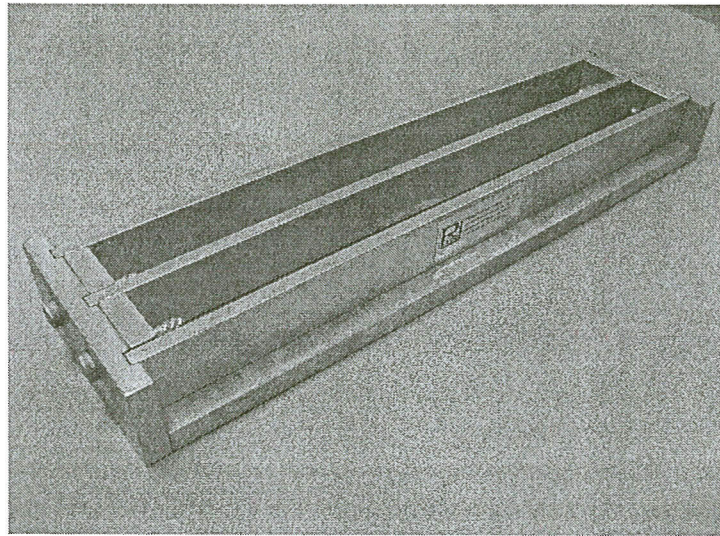
6. เกลือโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4)

7. เกลือโซเดียมคลอไรด์ (NaCl)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

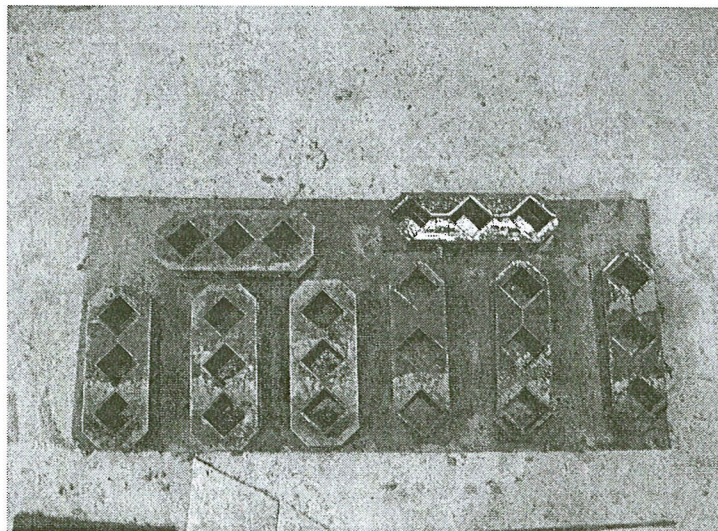
1. แบบหล่อตัวอย่าง

- แบบหล่อทรงปริซึมขนาด $2.5 \times 2.5 \times 28.5$ cm ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แบบหล่อทรงปริซึมขนาด $2.5 \times 2.5 \times 28.5$ cm

- แบบหล่อทรงลูกบาศก์ขนาด $5 \times 5 \times 5$ cm ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แบบหล่อทรงลูกบาศก์ขนาด $5 \times 5 \times 5$ cm

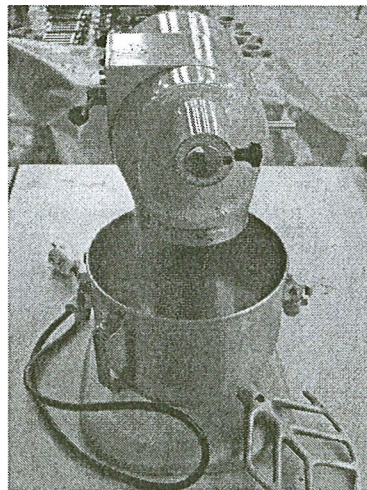
- แบบหล่อทรงกระบอกขนาด $\phi 5 \times 10$ cm

2. เครื่องผสมมอร์ต้าร์ ดังรูปที่ 3.5



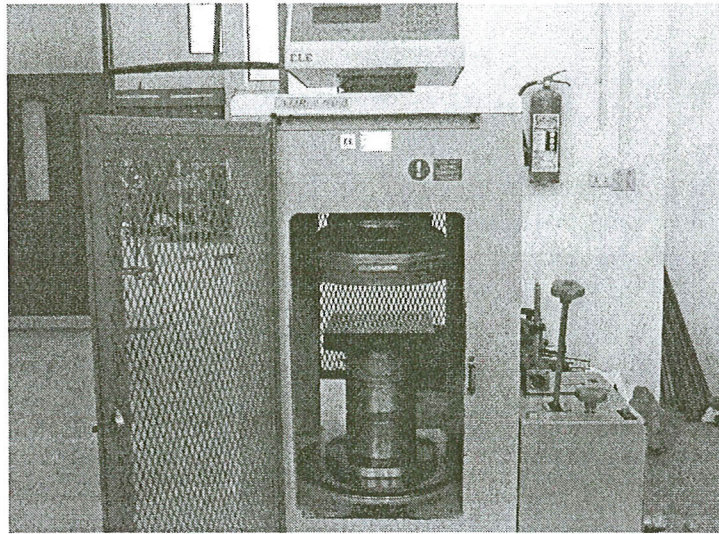
รูปที่ 3.5 เครื่องผสมมอร์ต้าร์

3. เครื่องผสมซีเมนต์เพสต์ ดังรูปที่ 3.6



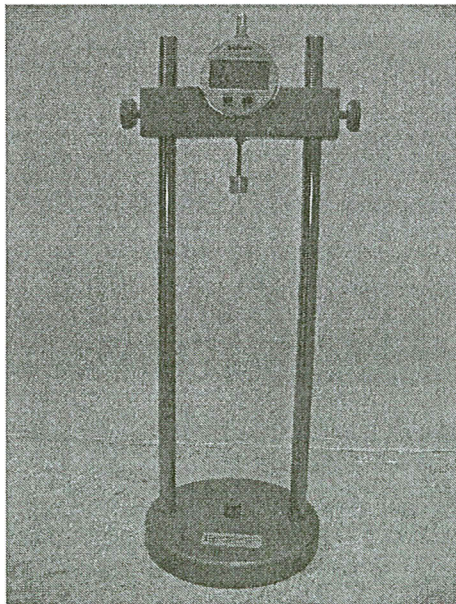
รูปที่ 3.6 เครื่องผสมซีเมนต์เพสต์

4. เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด ดังรูปที่ 3.7



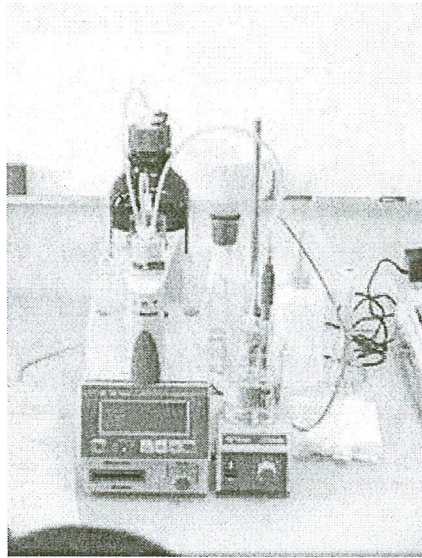
รูปที่ 3.7 เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด

5. เครื่องวัดการขยายตัว (Length comparator) ดังรูปที่ 3.8



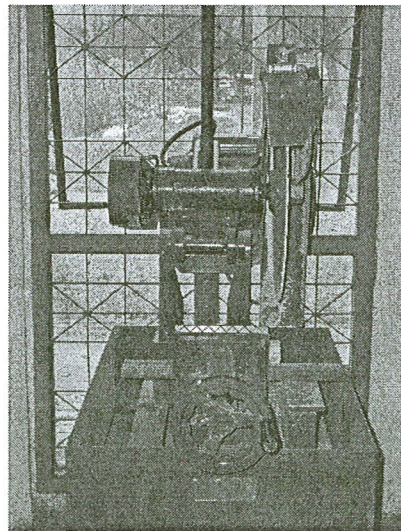
รูปที่ 3.8 เครื่องวัดการขยายตัว

1. เครื่องทดสอบการไทเทรตเพื่อหาปริมาณคลอไรด์โดยพิจารณาจุดยุติด้วยค่าศักย์ไฟฟ้า (Potensiotitration) ดังรูป 3.9



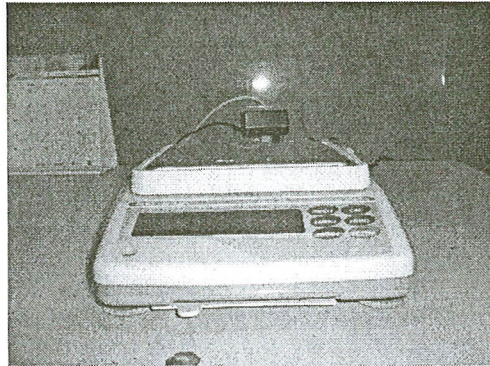
รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบการไทเทรตเพื่อหาปริมาณคลอไรด์โดยพิจารณาจุดยุติด้วยค่าศักย์ไฟฟ้า

7. เครื่องตัดคอนกรีต ดังรูป 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่องตัดคอนกรีต

7. เครื่องชั่งดิจิตอล ดังรูป 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่องชั่งดิจิตอล

3.3 ส่วนผสมของตัวอย่าง

ในการศึกษานี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ส่วนคือ

1. การศึกษาความต้านทานของมอร์ตาร์ต่อการทำลายของโซเดียมซัลเฟตและแมกนีเซียมซัลเฟต
 - 1.1 การทดสอบการขยายตัว (Expansion) ของมอร์ตาร์เมื่อเผชิญกับสารละลายโซเดียมซัลเฟต
 - 1.2 การทดสอบการลดลงของกำลังอัด (Compressive strength reduction) หรือการลดลงของกำลัง (Strength reduction) ของมอร์ตาร์เมื่อเผชิญกับสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต
2. การศึกษาความต้านทานต่อการแทรกซึมคลอไรด์ของซีเมนต์เพสต์

การทดสอบการแทรกซึมคลอไรด์ (Chloride penetration) ของซีเมนต์เพสต์ เมื่อเผชิญกับสารละลายโซเดียมคลอไรด์

โดยมีรายละเอียดของส่วนผสม (Mix proportion) ของตัวอย่างในแต่ละการทดสอบดังนี้

ตารางที่ 3.3 ส่วนผสมมอร์ตาร์สำหรับการทดสอบการขยายตัวในสารละลายโซเดียมซัลเฟต

Mix I.D.	w/b	f/b	r/b	s/b	Remarks
มอร์ตาร์ซีเมนต์ล้วน					
M-WB50	0.50	-	-	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
M-WB60	0.60	-	-	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยเถ้าลอย (f)					
MF20-WB50	0.50	0.20	-	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MF40-WB50	0.50	0.40	-	-	
MF60-WB50	0.50	0.60	-	-	
MF20-WB55	0.55	0.20			
MF40-WB55	0.55	0.40			
MF60-WB55	0.55	0.60			
MF20-WB60	0.60	0.20	-	-	
MF40-WB60	0.60	0.40	-	-	
MF60-WB60	0.60	0.60	-	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยเถ้าแกลบ (r)					
MR20-WB50	0.50	-	0.20	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MR20-WB60	0.60	-	0.20	-	
MR40-WB60	0.60	-	0.40	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยตะกรันเตาถลุงเหล็ก (s)					
MS20-WB50	0.50	-	-	0.20	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MS40-WB50	0.50	-	-	0.40	
MS60-WB50	0.50	-	-	0.60	
MS20-WB60	0.60	-	-	0.20	
MS40-WB60	0.60	-	-	0.40	
MS60-WB60	0.60	-	-	0.60	

ตารางที่ 3.4 ส่วนผสมมอร์ตาร์สำหรับการทดสอบการลดลงของกำลังรับแรงอัดในสารละลาย
แมกนีเซียมซัลเฟต

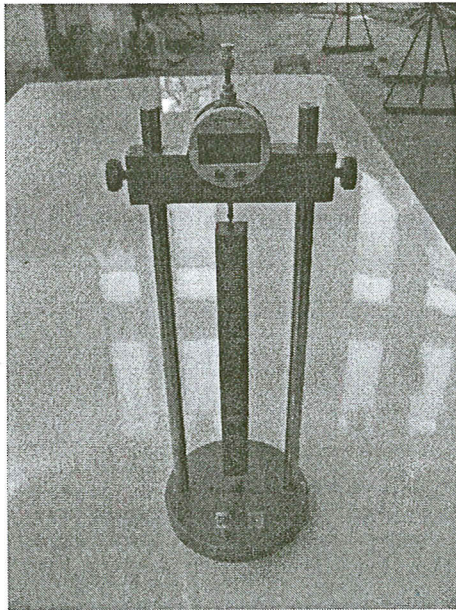
Mix I.D.	w/b	f/b	r/b	s/b	Remarks
มอร์ตาร์ซีเมนต์ล้วน					
M-WB50	0.50	-	-	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
M-WB60	0.60	-	-	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยเถ้าลอย (f)					
MF20-WB50	0.50	0.20	-	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MF40-WB50	0.50	0.40	-	-	
MF60-WB50	0.50	0.60	-	-	
MF20-WB60	0.60	0.20	-	-	
MF40-WB60	0.60	0.40	-	-	
MF60-WB60	0.60	0.60	-	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยเถ้าแกลบ (r)					
MR20-WB50	0.50	-	0.20	-	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MR20-WB60	0.60	-	0.20	-	
MR40-WB60	0.60	-	0.40	-	
มอร์ตาร์ที่มีการแทนที่วัสดุประสาน (b) ด้วยตะกรันเตาถลุงเหล็ก (s)					
MS20-WB50	0.50	-	-	0.20	อัตราส่วนทรายต่อวัสดุประสาน เท่ากับ 2.75
MS40-WB50	0.50	-	-	0.40	
MS60-WB50	0.50	-	-	0.60	
MS20-WB60	0.60	-	-	0.20	
MS40-WB60	0.60	-	-	0.40	
MS60-WB60	0.60	-	-	0.60	

3.4 การทดสอบ

3.4.1 การขยายตัวของมอร์ต้าร์ที่แช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟต

วิธีการทดสอบโดยย่อ

1. ติดตั้งและเตรียมเครื่องวัดการขยายตัวให้เรียบร้อย
2. ทำการเทียบความยาวกับแท่งมาตรฐาน (Standard bar) แล้วกำหนดค่าเริ่มต้นเป็น 0.000 mm
3. นำตัวอย่างมอร์ต้าร์ทรงปริซึมที่แช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟตที่ครบกำหนดอายุทดสอบหาการขยายตัว มาทำการวัดการขยายตัวด้วยเครื่องวัดการขยายตัว ดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 การวัดการขยายตัวของแท่งมอร์ต้าร์ทรงปริซึม

ในการคำนวณหาค่าการขยายตัว (Expansion) ของมอร์ต้าร์ที่แช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟต สามารถหาได้จากสูตรต่อไปนี้

$$Expansion(\%) = \frac{L_x - L_i}{L_g} \times 100 \quad (3.1)$$

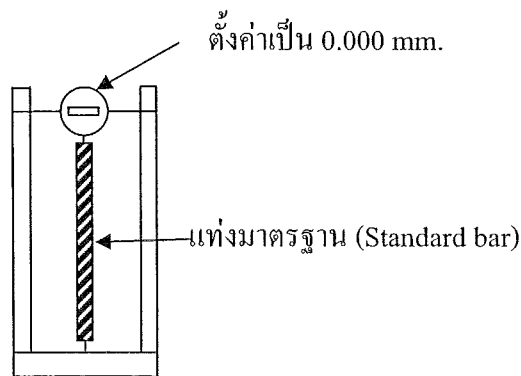
โดยที่

L_x = ความยาวเปรียบเทียบกับแท่งมาตรฐานของตัวอย่างที่อายุทดสอบ หลังจากแช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟต

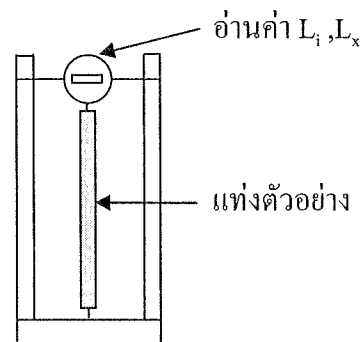
L_i = ความยาวเปรียบเทียบกับแท่งมาตรฐานของตัวอย่างตอนเริ่มต้น ก่อนแช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟต

L_g = ความยาวตัวอย่าง (Nominal gage length) เท่ากับ 285 mm

ก่อนเริ่มทดสอบ



ทำการทดสอบ



รูปที่ 3.13 วิธีการวัดการขยายตัวของชิ้นตัวอย่างและอ่านค่า L_i, L_x

3.4.2 การทดสอบหาการสูญเสียกำลังรับแรงอัดของมอร์ตาร์ที่แช่ในสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต

วิธีการทดสอบโดยย่อ

1. นำชิ้นตัวอย่างที่แช่ในสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟตและแช่ในน้ำขึ้นมาวางทิ้งไว้ในอากาศจนชิ้นตัวอย่างแห้ง
2. นำชิ้นตัวอย่างวางกึ่งกลางของแท่นทดสอบทดสอบแรงอัด
3. เปิดเครื่องทดสอบแรงกด โดยในการทดสอบต้องควบคุมน้ำหนักที่กดให้มีอัตราการกดสม่ำเสมอ
4. กดชิ้นตัวอย่างจนแตก บันทึกค่าน้ำหนักที่กดได้ แล้วนำค่าน้ำหนักที่กดได้และพื้นที่หน้าตัดที่ได้มาคำนวณหาค่ากำลังรับแรงอัด
5. นำค่ากำลังรับแรงอัดของอัตราส่วนผสมเดียวกันที่แช่ในสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟตและในน้ำมาหาการสูญเสียกำลังรับแรงอัด

สูตรในการคำนวณหาอัตราการสูญเสียกำลังรับแรงอัดของคอนกรีตและมอร์ตาร์ (Strength reduction) ที่แช่ในสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต มีดังนี้

$$\text{Strength reduction (\%)} = \frac{(f'_{c, \text{water}} - f'_{c, \text{MgSO}_4})}{f'_{c, \text{water}}} \times 100 \quad (3.2)$$

โดยที่

$$\begin{aligned} f'_{c, \text{water}} &= \text{กำลังอัดประลัยของชิ้นตัวอย่างที่แช่ในน้ำ ที่อายุทดสอบ} \\ f'_{c, \text{MgSO}_4} &= \text{กำลังอัดประลัยของชิ้นตัวอย่างที่แช่ในสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ที่อายุทดสอบ} \end{aligned}$$

3.4.3 การทดสอบการแทรกซึมคลอไรด์ในซีเมนต์เพสต์

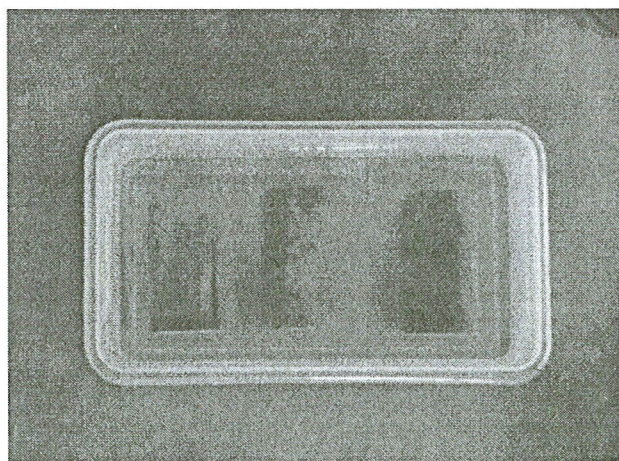
1. การเตรียมตัวอย่างซีเมนต์เพสต์

หล่อแท่งตัวอย่างซีเมนต์เพสต์ (Cement paste) ทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 ซม สูง 10 ซม โดยส่วนผสมที่ใช้ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.5 แล้วทำการบ่มในน้ำดังรูปที่ 3.14 เมื่อครบอายุการบ่มจึงนำไปแช่ในสารละลายเกลือคลอไรด์ 5% ที่ระยะเวลาต่างๆ กัน โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 4 ชุด การทดลอง ได้แก่

ชุดการทดลองที่ 1:	บ่มน้ำ 7 วัน และแช่ในน้ำเกลือคลอไรด์ 5% 28 วัน
ชุดการทดลองที่ 2:	บ่มน้ำ 7 วัน และแช่ในน้ำเกลือคลอไรด์ 5% 91 วัน
ชุดการทดลองที่ 3:	บ่มน้ำ 28 วัน และแช่ในน้ำเกลือคลอไรด์ 5% 28 วัน
ชุดการทดลองที่ 4:	บ่มน้ำ 28 วัน และแช่ในน้ำเกลือคลอไรด์ 5% 91 วัน

ตารางที่ 3.5 ส่วนผสมของซีเมนต์เพสต์ที่ใช้ในการทดสอบ

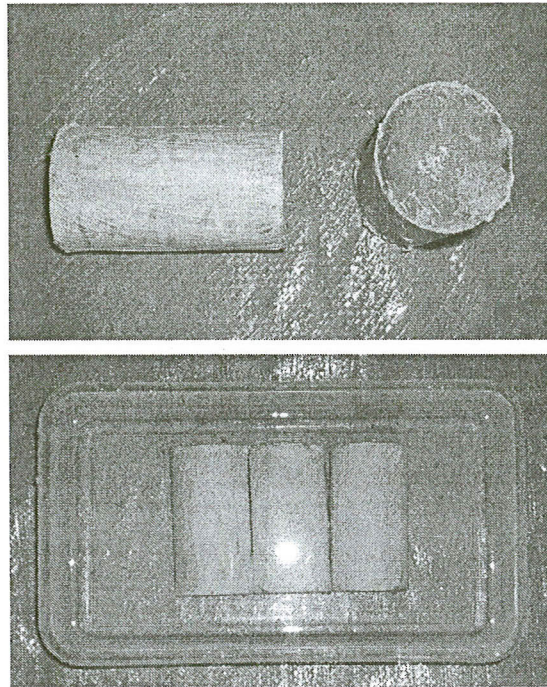
Mix I.D.	Cement Type	w/b	f/b	Mix proportion (kg/m ³)		
				cement	Fly ash	water
PD1	1	0.30	0.00	1619.5	0.0	485.9
PD2	1	0.30	0.20	1223.3	305.8	458.7
PD3	1	0.30	0.40	869.0	579.3	434.5
PD4	1	0.30	0.60	550.2	825.3	412.7
PD5	1	0.40	0.00	1393.8	0.0	557.5
PD6	1	0.40	0.20	1061.1	265.3	530.5
PD7	1	0.40	0.40	759.0	506.0	506.0
PD8	1	0.40	0.60	483.7	725.5	483.7
PD9	1	0.50	0.00	1223.3	0.0	611.7
PD10	1	0.50	0.20	936.8	234.2	585.5
PD11	1	0.50	0.40	673.8	449.2	561.5
PD12	1	0.50	0.60	431.5	647.3	539.4
PD13	5	0.40	0.00	1393.8	0.0	557.5



รูปที่ 3.14 การแช่บ่มตัวอย่างในน้ำ

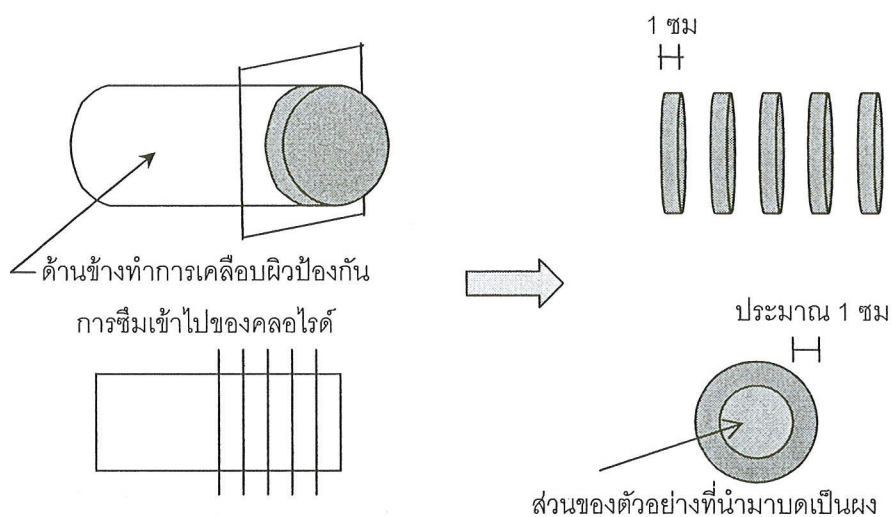
หลังจากบ่มน้ำตามเวลาที่กำหนดในแต่ละชุดการทดลองแล้ว นำเอาแท่งตัวอย่างซีเมนต์เพสต์ มาทำการเคลือบผิวด้านข้างโดยใช้สารกันซึม Monoflex ทิ้งไว้ให้แห้ง ดังรูปที่ 3.15 ก่อนนำไปแช่ใน

น้ำเกลือคลอไรด์ความเข้มข้น 5% ที่ได้ทำการผสมทิ้งเอาไว้และแช่ทิ้งไว้ตามระยะเวลาที่กำหนด ทั้งนี้ เพื่อควบคุมให้คลอไรด์อออนแทรกซึมเข้าไปในตัวอย่างได้เพียงทิศทางเดียว

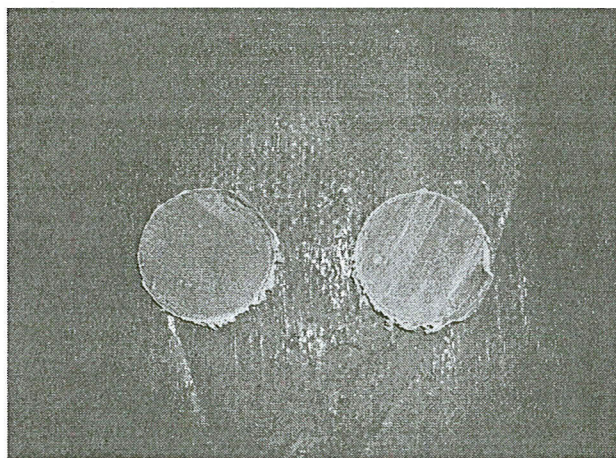


รูปที่ 3.15 ซีนตัวอย่างที่เคลือบผิวด้านข้างด้วยสารกันซึม Monoflex

2. หลังจากบ่มแท่งตัวอย่างในน้ำและแช่ในน้ำเกลือคลอไรด์ความเข้มข้น 5% ตามระยะเวลาที่กำหนดแล้ว ให้นำแท่งตัวอย่างที่ทิ้งไว้จนแห้งมาทำการตัดออกเป็นแผ่นลักษณะคล้ายแผ่นดิสก์ หนา 1 ซม จำนวน 5 แผ่น แล้วทำการบดแผ่นตัวอย่างซึ่งเป็นสารซีเมนต์ให้เป็นผง โดยเลือกบดเฉพาะบริเวณที่อยู่กึ่งกลางของแผ่นตัวอย่างเท่านั้น ดังรูปที่ 3.16 และ 3.17 เพื่อนำไปใช้ทดสอบหาปริมาณสารคลอไรด์ทั้งหมดและสารคลอไรด์อิสระต่อไป



รูปที่ 3.16 การตัดแท่งตัวอย่างและส่วนของตัวอย่างที่นำมาบดเป็นผง



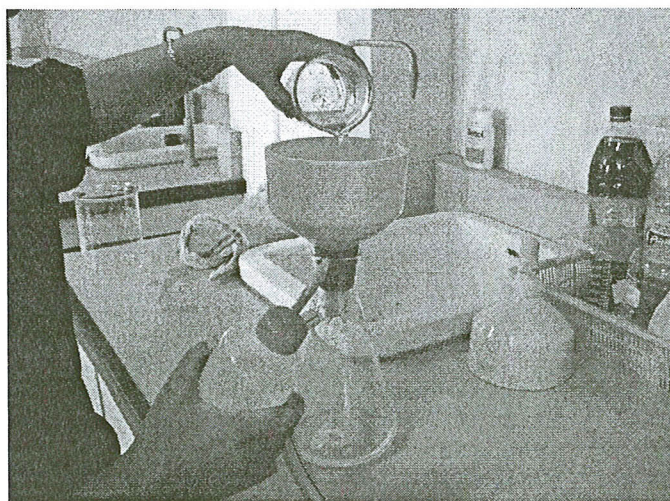
รูปที่ 3.17 แผ่นตัวอย่างหนา 1 เซนติเมตร

3. การทดสอบหาปริมาณสารคลอไรด์ทั้งหมดในระบบของสารซีเมนต์

คลอไรด์ที่ละลายในกรด (Acid-soluble chloride) ในระบบของสารซีเมนต์ก็คือ คลอไรด์ทั้งหมด (Total chloride) ในระบบของสารซีเมนต์นั้น ซึ่งมีวิธีการทดสอบหาปริมาณดังนี้ (ตามมาตรฐาน ASTM C1152 และมาตรฐาน C 114)

1. นำสารซีเมนต์ที่บดเป็นผงและผ่านตะแกรงร่อนขนาดเบอร์ 20 ($850 \mu\text{m}$) มาจำนวนประมาณ 5 กรัม โดยชั่งละเอียดถึง 0.01 กรัม นำมาใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml
2. เติมน้ำลงไป 75 ml แล้วเติมน้ำละลายกรดไนตริกที่ dilute ในอัตราส่วน 1:1 ลงไป 25 ml ตามลงไปทันที โดยค่อยๆ เติมน้ำลงไป คอยคนก้อนซีเมนต์ที่จับตัวเป็นก้อน (lumps) ให้แยกออกจากกัน ถ้ามีกลิ่นของก๊าซไข่เน่า (hydrogen sulfide) ในระหว่างนี้ ให้เติมน้ำละลายไฮโดรเจนเปอร์

- ออกไซด์ (hydrogen peroxide) 30% ลงไป 3 ml และหยด methyl orange indicator จำนวน 3 หยด ปิดบีกเกอร์ด้วยแผ่นกระจกแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ถึง 2 นาที ถ้ามีสีเหลืองถึงสีเหลืองส้ม ปรากฏบนด้านบนของของแข็งที่ตกตะกอนอยู่ แสดงว่าสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดไม่พอ ให้หยดสารละลายกรดไนตริกที่ dilute ในอัตราส่วน 1:1 ลงไปแล้วคนไปพร้อมๆ กันจนกระทั่งปรากฏเป็นสีชมพูหรือสีแดงเล็กน้อย จากนั้นหยดสารละลายกรดไนตริกเกินไปอีกจำนวน 10 หยด
3. ให้ความร้อนแก่บีกเกอร์ที่ปิดฝาด้วยแผ่นกระจกด้วยการต้มให้เดือด อย่าให้เดือดเกิน 2 ถึง 3 นาที จากนั้นนำออกจากเครื่องต้ม (hot plate)
 4. ล้างแผ่นกระดาษกรองเนื้อหยาบขนาด 9 cm ด้วยน้ำเพิ่มขึ้นครั้งละ 25 ml จำนวน 4 ครั้งโดยใช้การกรองดูด (suction filtering) ด้วยกรวย (Büchner funnel) ขนาด 250 หรือ 500 ml และขวดกรองแก้วกันโป่ง (filtration flask) เล็กการล้างแล้วทำการล้างขวดแก้วกันโป่งด้วยน้ำจำนวนเล็กน้อย ประกอบเครื่องดูด (suction apparatus) และกรองสารละลายตัวอย่าง ล้างบีกเกอร์และแผ่นกระดาษกรอง 2 ครั้งด้วยน้ำจำนวนเล็กน้อย ดังรูปที่ 3.18 ถ่ายสารละลายที่ผ่านการกรองจากขวดแก้วกันโป่งไปยังบีกเกอร์ขนาด 250 ml และล้างขวดแก้วกันโป่งทันทีด้วยน้ำ บีกเกอร์อันแรกที่ใช้อาจนำมาใช้ได้ ทั้งสารละลายที่ผ่านการกรองไว้ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาตรต้องไม่เกิน 175 ml



รูปที่ 3.18 การกรองสารละลายตัวอย่าง

5. สำหรับบีกเกอร์สารที่เย็นแล้ว เติมสารละลายมาตรฐาน 0.05 N NaCl จำนวน 2 ml ด้วย pipet วางบีกเกอร์บนเครื่องกวนแม่เหล็กและใส่ TFE-fluorocarbon-coated magnetic stirring bar ลงไป แขน electrode ลงในสารละลายด้วยความระมัดระวังอย่าให้ stirring bar ไปชน electrode เริ่มการกวนช้าๆ วางปลายส่งของ 10-ml buret ที่เต็มไปด้วยสารละลายมาตรฐาน 0.05 N ซิลเวอร์ไนเตรท (silver nitrate) ลงในหรืออยู่เหนือสารละลาย

6. ทำการไตเตรทอย่างช้าๆ บันทึกค่าปริมาณสารละลายซิลเวอร์ไนเตรท 0.05 *N* ที่ต้องใช้ในการทำให้ millivoltmeter อ่านค่า -60.0 mV ของจุดสมมูล (equivalence point) ที่คิดในน้ำ
7. ทำการไตเตรทเพิ่มทีละ 0.20 ml และบันทึกค่า buret ที่อ่านได้และค่า millivoltmeter ในคอลัมน์ที่ 1 และ 2 ของแบบฟอร์ม ให้เวลาเพียงพอที่การเติมแต่ละครั้งจะทำให้สารละลายเกิดสมมูลจากประสบการณ์พบว่า การอ่านค่าที่ยอมรับได้เมื่อไม่มีการเปลี่ยนแปลงภายในช่วงเวลา 5 วินาที (โดยทั่วไปภายใน 2 นาที)
8. เมื่อจุดสมมูลเกิดขึ้น การเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทจะทำให้เกิดการเปลี่ยนอย่างสูงขึ้นของค่า millivoltmeter ที่อ่านได้ เมื่อผ่านจุดสมมูลการเปลี่ยนแปลงต่อการเพิ่มสารละลายจะลดลงอีกครั้ง ทำการไตเตรทต่อไปจนกระทั่งทำการอ่านค่าที่ผ่านจุดสมมูลประมาณ (approximate equivalence point) ไป 3 ค่า
9. ทำการคำนวณความแตกต่างระหว่างค่า millivoltmeter ที่อ่านได้ติดต่อกันของการเติมสาร titrant จำนวนค่าที่แตกต่างของคอลัมน์ที่ 3 มาใส่ในคอลัมน์ที่ 4 จุดสมมูลของการไตเตรทจะอยู่ภายในช่วง ช่วง Δmv ที่มากที่สุดที่บันทึกไว้ในคอลัมน์ที่ 3 ความถูกต้องของจุดสมมูลสามารถ interpolate จากข้อมูลที่บันทึกในคอลัมน์ที่ 4
10. คำนวณร้อยละของคลอไรด์ให้ใกล้สุด 0.001% ดังนี้

$$Cl, \% = 3.5453 \cdot \frac{(V \cdot N - 0.10)}{W} \quad (3.3)$$

โดยที่

V = milliliters ของสารละลาย 0.05 *N* AgNO₃ ที่ใช้สำหรับการไตเตรทตัวอย่าง

N = exact normality ของสารละลาย 0.05 *N* AgNO₃

0.10 = milliequivalent ของ NaCl ที่เติม (2.0 ml x 0.05 *N*)

W = weight of sample, g

4. การทดสอบหาปริมาณสารคลอไรด์อิสระในระบบของสารซีเมนต์

คลอไรด์ที่ละลายน้ำ (Water-soluble chloride) ในระบบของสารซีเมนต์ก็คือ คลอไรด์อิสระ (Free chloride) ในระบบของสารซีเมนต์นั้น ซึ่งมีวิธีการทดสอบหาปริมาณดังนี้ (ตามมาตรฐาน ASTM C 1218 และมาตรฐาน C 114)

1. นำสารซีเมนต์ที่บดเป็นผงและผ่านตะแกรงร่อนขนาดเบอร์ 20 (850 μm) มาจำนวนประมาณ 5 กรัม โดยชั่งละเอียดถึง 0.01 กรัม นำมาใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml
2. เติมน้ำ (reagent water meeting Specification D 1193) ลงไป 50 ml ปิดด้วยกระจก นำไปต้มให้เดือด 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง กรองด้วยแรงโน้มถ่วงหรือการดูดผ่านกระดาษเนื้อละเอียด (a

fine-texture, Type II, Class G filter paper of Specification E832) ถ่ายสารละลายที่ผ่านการกรอง (filtrate) ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml

3. เติมสารละลายกรดไนตริกที่ dilute ในอัตราส่วน 1:1 ลงไป 3 ml และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) 30% ลงไป 3 ml ลงในสารละลายที่ผ่านการกรอง ปิดบีกเกอร์ด้วยแผ่นกระจกแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ถึง 2 นาที ให้ความร้อนอย่างรวดเร็วแก่บีกเกอร์ที่ปิดฝาจนเดือด อย่าให้เดือดนานเกิน 2 ถึง 3 นาที จากนั้นนำออกจากเครื่องต้ม (hot plate)

[ทำการทดสอบเหมือนวิธีการหาปริมาณคลอไรด์ทั้งหมด ตั้งแต่ข้อ 4 เป็นต้นไป]

4. ล้างแผ่นกระดาษกรองเนื้อหยาบขนาด 9 cm ด้วยน้ำเพิ่มขึ้นครั้งละ 25 ml จำนวน 4 ครั้งโดยใช้การกรองดูด (suction filtering) ด้วยกรวย (Büchner funnel) ขนาด 250 หรือ 500 ml และขวดกรองแก้วกันโป่ง (filtration flask) เล็กการล้างแล้วทำการล้างขวดแก้วกันโป่งด้วยน้ำจำนวนเล็กน้อย ประกอบเครื่องดูด (suction apparatus) และกรองสารละลายตัวอย่าง ล้างบีกเกอร์และแผ่นกระดาษกรอง 2 ครั้งด้วยน้ำจำนวนเล็กน้อย ถ่ายสารละลายที่ผ่านการกรองจากขวดแก้วกันโป่งไปยังบีกเกอร์ขนาด 250 ml และล้างขวดแก้วกันโป่งทันทีด้วยน้ำ บีกเกอร์อันแรกที่ใช้อาจนำมาใช้ได้ ทั้งสารละลายที่ผ่านการกรองไว้ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาตรต้องไม่เกิน 175 ml
5. สำหรับบีกเกอร์สารที่เย็นแล้ว เติมสารละลายมาตรฐาน 0.05 N NaCl จำนวน 2 ml ด้วย pipet วางบีกเกอร์บนเครื่องกวนแม่เหล็กและใส่ TFE-fluorocarbon-coated magnetic stirring bar ลงไป ใส่ electrode ลงในสารละลายด้วยความระมัดระวังอย่าให้ stirring bar ไปชน electrode เริ่มการกวนช้าๆ วางปลายส่งของ 10-ml buret ที่เต็มไปด้วยสารละลายมาตรฐาน 0.05 N ซิลเวอร์ไนเตรท (silver nitrate) ลงในหรืออยู่เหนือสารละลาย
6. ทำการไตเตรทอย่างช้าๆ บันทึกค่าปริมาณสารละลายซิลเวอร์ไนเตรท 0.05 N ที่ต้องใช้ในการทำให้ millivoltmeter อ่านค่า -60.0 mV ของจุดสมมูล (equivalence point) ที่คิดในน้ำ
7. ทำการไตเตรทเพิ่มทีละ 0.20 ml และบันทึกค่า buret ที่อ่านได้และค่า millivoltmeter ในคอลัมน์ที่ 1 และ 2 ของแบบฟอร์ม ให้ความเวลาเพียงพอที่การเติมแต่ละครั้งจะทำให้สารละลายเกิดสมมูลจากประสบการณ์พบว่า การอ่านค่าที่ยอมรับได้เมื่อไม่มีการเปลี่ยนแปลงภายในช่วงเวลา 5 วินาที (โดยทั่วไปภายใน 2 นาที)
8. เมื่อจุดสมมูลเกิดขึ้น การเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างสูงขึ้นของค่า millivoltmeter ที่อ่านได้ เมื่อผ่านจุดสมมูลการเปลี่ยนแปลงต่อการเติมสารละลายจะลดลงอีกครั้ง ทำการไตเตรทต่อไปจนกระทั่งทำการอ่านค่าที่ผ่านจุดสมมูลประมาณ (approximate equivalence point) ไป 3 ค่า
9. ทำการคำนวณความแตกต่างระหว่างค่า millivoltmeter ที่อ่านได้ติดต่อกันของการเติมสาร titrant คำนวณค่าที่แตกต่างของคอลัมน์ที่ 3 มาใส่ในคอลัมน์ที่ 4 จุดสมมูลของการไตเตรทจะอยู่

ภายในช่วง Δmv ที่มากที่สุดที่บันทึกไว้ในคอลัมน์ที่ 3 ความถูกต้องของจุดสมดุลสามารถ interpolate จากข้อมูลที่บันทึกในคอลัมน์ที่ 4

10. คำนวณร้อยละของคลอไรด์ให้ใกล้เคียงที่สุด 0.001% ตามสมการที่ 3.3