

## บทที่ 3 วิธีการทดลอง

### 3.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

#### 3.1.1 ตะกอนดินประปา (Water Treatment Residue; WTR)

ตะกอนดินประปาจากกระบวนการผลิตน้ำประปานครหลวง สำนักงานประปาบางเขน กรุงเทพมหานคร เก็บในเดือนมิถุนายน 2557

#### 3.1.2 สารกระตุ้นปฏิกิริยา

ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ยี่ห้อ Merck ความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก มีลักษณะเป็นเม็ด

#### 3.1.3 น้ำกลั่น

ใช้ในการเตรียมสารละลาย (NaOH) สำหรับเตรียมก้อนหล่อแข็งจีโอพอลิเมอร์

### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา

- 1) เครื่องบด (Los Angeles Abrasion Machine)
- 2) ตะแกรงวิเคราะห์ขนาด No.325 (45  $\mu\text{m}$ )
- 3) เครื่องชั่งสารทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 4) เครื่องมือทดสอบแบบ Vicat Apparatus
- 5) เครื่องกวนผสมตัวอย่างเพสต์
- 6) แบบหล่อพลาสติกทรงกระบอก (Mold) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร สูง 7 เซนติเมตร
- 7) แผ่นพลาสติก
- 8) โต๊ะเขย่า (Vibrating Table)
- 9) ภาชนะและเครื่องแก้ว
- 10) เกรียงปาดปูน
- 11) เครื่องทดสอบกำลังอัด (Universal Testing Machine)

### 3.3 การเตรียมวัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

#### 3.3.1 ตะกอนดินประปา

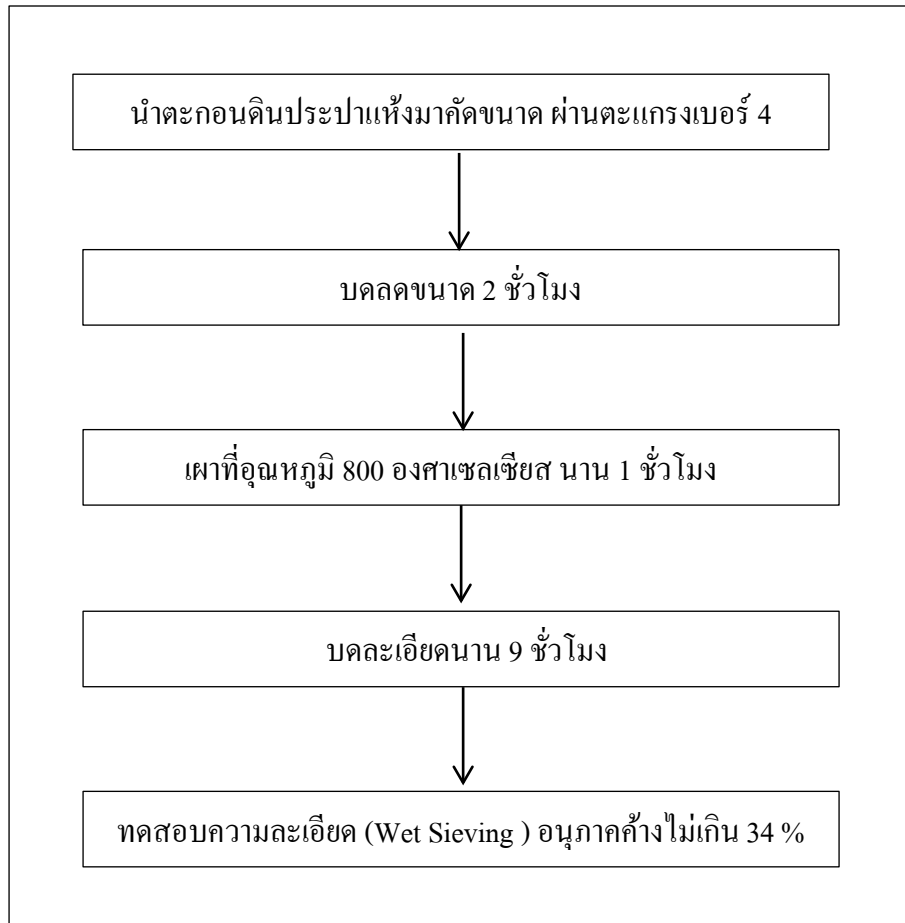
ตะกอนดินประปาที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ ได้มาจากโรงผลิตน้ำประปาบางเขน กรุงเทพมหานคร โดยเก็บในเดือนมิถุนายน 2557 ตะกอนดินประปาที่ได้นำไปตากแห้งและนำมาร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 4 เพื่อคัดแยกกรวด หิน และอนุภาคขนาดใหญ่ออก นำไปบดเพื่อลดขนาด เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนดินประปาไปเผาที่อุณหภูมิ  $800 \pm 10$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดังงานวิจัยของ Waijarean et al. (2014) พบว่า การเผาตะกอนประปาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ให้ค่ากำลังอัดสูงสุด นอกจากนั้นแล้วการเผาตะกอนดินประปาที่อุณหภูมิสูงมีวัตถุประสงค์เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่อยู่ในวัสดุดิบ และการเผาที่อุณหภูมิสูงยังเป็นการเปลี่ยนโครงสร้างอะลูมิเนียมซิลิเกตให้อยู่ในรูปอสังฐานและมีโครงสร้างของ ซิลิกอนไดออกไซด์และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมและว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา จากนั้นชั่งน้ำหนักตะกอนประปาที่เผาแล้ว จำนวน 8 กิโลกรัม มาบดด้วยเครื่องบดแบบซัดลี (Los Angeles Abrasion Machine) ด้วยลูกเหล็กขนาดจำนวน 8 กิโลกรัม นาน 9 ชั่วโมง MacKenzie et al. (2007) กล่าวว่า การบดวัสดุดิบเป็นการทำลายโครงสร้างผลึกของแร่ดินเหนียว สามารถเปลี่ยนรูป aluminum coordination ให้อยู่ในรูป tetrahedral aluminum ที่แสดงโครงสร้างสัณฐานร่วมกับการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสของอนุภาค วิธีการที่สามารถเร่งการเกิดปฏิกิริยาและความสามารถในการก่อตัวได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งปรากฏได้ชัดเจนด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ NMR จากนั้นนำตะกอนดินประปาไปทดสอบความละเอียดของวัสดุด้วยวิธีการร่อนเปียกผ่านตะแกรงเบอร์ 325 ให้อนุภาคค้ำตะแกรงไม่เกินร้อยละ 34 ตามมาตรฐาน ASTM C 403-8 (2011) นำตะกอนดินประปาที่ผ่านการบด ไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยเครื่อง X-Ray Fluorescence และ โครงสร้างความเป็นผลึกโดยเครื่อง X-Ray Diffraction



รูปที่ 3.1 ตะกอนดินประปาแห้ง

### 3.3.2 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ชนิดเม็ด ของยี่ห้อ MERCK มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 เตรียมโดย ชั่งสารให้ได้ความเข้มข้นตามต้องการ ดังตารางที่ 3.1 ก่อนนำไปสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์ทิ้งให้เย็น และเตรียมสารละลายใหม่ทุกครั้งที่มีการสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์



รูปที่ 3.2 การเตรียมตะกอนดินประปาเพื่อสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนผสมระหว่างสารตั้งต้นและสารละลายต่าง

SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยโมล	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> โดยมวล	WTR (กรัม)	น้ำ (กรัม)	NaOH (กรัม)	ความเข้มข้น NaOH (M)	อัตราส่วน W/S
2.35	0.20	700	310	113.12	9.12	0.44
2.35	0.25	700	300	141.1	11.75	0.42
2.35	0.30	700	290	169.68	14.63	0.41

### 3.4. การสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์

#### 3.4.1 การสังเคราะห์วัสดุจีโอพอลิเมอร์มีขั้นตอนดังนี้

- นำตะกอนดินประปา ที่มีอัตราส่วน SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เท่ากับ 4.00 โดยโมล มาทำการผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> เท่ากับ 0.2 0.25 และ 0.3 โดยโมล ในการเตรียมก่อนจีโอพอลิเมอร์ต้องการปริมาณน้ำที่เหมาะสม (Water ratio: W/S) เพื่อระบุสัดส่วนระหว่างปริมาณน้ำที่ใช้ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อปริมาณวัสดุยึดประสานที่เหมาะสมของแต่ละชุดการทดสอบ ด้วยวิธีหาความข้นเหลวปกติ (Normal Consistency) ดังกำหนดในตารางที่ 3.1 จากนั้นผสมวัตถุดิบลงในหม้อสแตนเลส และกวนผสมให้เข้ากัน จากนั้นเติมสารละลายต่างที่เตรียมไว้ลงกวน ด้วยเครื่องกวนผสมที่ความเร็วต่ำสุด (speed 1) เป็นเวลา 1 นาที และที่ความเร็วสูง (Speed 2) เป็นเวลา 9 นาที
- เทส่วนผสมลงในแบบหล่อพลาสติกทรงกระบอก PVC ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร สูง 7 เซนติเมตร กระทั่ง 25 ครั้งตามด้วยเขย่าอีก 1 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศและลดช่องว่างในก้อนจีโอพอลิเมอร์ จากนั้นปาดก้อนตัวอย่างให้เรียบ หุ้มแบบหล่อด้วยฟิล์มพลาสติกชนิด PVC เพื่อป้องกันการระเหยน้ำ บ่มตัวอย่างจนครบ 24 ชั่วโมงแล้วทำการถอดก้อนตัวอย่างจีโอพอลิเมอร์สังเคราะห์ออกจากแบบหล่อ
- นำจีโอพอลิเมอร์สังเคราะห์ไปบ่ม โดย จะแบ่งออกเป็น 2 กรณี คือ การทดลองควบคุม ทำการบ่มที่อุณหภูมิห้อง (30±2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลาเวลา 1 3 7 14 และ 28 วัน และชุดการทดลอง ทำการบ่มที่อุณหภูมิ 50 และ 70 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 2 และ 3 วัน ด้วยตู้อบไฟฟ้า



### 3.5 วิธีการทดสอบ

#### 3.5.1 การทดสอบกำลังการรับแรงอัด

หลังจากบ่มก้อนจีโอพอลิเมอร์สังเคราะห์ตามระยะเวลาบ่มที่กำหนด นำมาทดสอบความสามารถในการรับกำลังอัดของก้อนจีโอพอลิเมอร์ตามมาตรฐาน ASTM D1633-00 (2007) โดยนำก้อนจีโอพอลิเมอร์สังเคราะห์ชุดการทดสอบจำนวน 6 ตัวอย่าง มาตกแต่งขัดผิวหน้าทั้งด้านบนและด้านล่างให้เรียบ โดยการใช้กระดาษทรายขัด ชั่งน้ำหนักก้อนตัวอย่างและหาปริมาตรก้อนตัวอย่างโดยวัดค่าความสูงของก้อนจีโอพอลิเมอร์ และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยเพื่อนำไปคำนวณค่าความหนาแน่นของก้อนจีโอพอลิเมอร์ จากนั้นนำไปทดสอบกำลังการรับแรงอัด ด้วยเครื่องทดสอบกำลังอัดแบบแกนเดี่ยว (Unconfined Compressive Strength) และนำผลการทดสอบที่ได้มาหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ( $\bar{X} \pm SD$ )

$$\text{ค่ากำลังอัด Unconfined Compressive Strength} = \frac{\text{แรงอัด/พื้นที่หน้าตัด (กก./ซม.}^2\text{)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดก้อนจีโอพอลิเมอร์}} \quad A = \frac{\pi d^2}{4}$$

#### 3.5.2 การหาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XRF

ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยใช้เทคนิค X-ray Fluorescence Analysis (XRF) สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณและชนิดของธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่าง โดยนำตะกอนดินประปาที่เผา 800 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมง ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200 จำนวน 10 กรัม ไปวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ

#### 3.5.3 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

ศึกษาความเป็นผลึกของโครงสร้างตะกอนดินประปาที่เผา 800 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมงที่เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์ และนำก้อนจีโอพอลิเมอร์ที่มีค่ากำลังการรับแรงอัดที่สูงสุด มาศึกษาความเป็นผลึกของโครงสร้างหลังจากทำปฏิกิริยาจีโอพอลิเมอร์เซชัน โดยเลือกที่ อัตราส่วน  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  เท่ากับ 0.25 บ่มที่อุณหภูมิห้อง 28 วัน และ บ่มที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 1 วัน โดยใช้เครื่อง X-ray Diffract meter (XRD) เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกภายหลังการเกิดปฏิกิริยาจีโอพอลิเมอร์ไรเซชัน มาทำการบดลดขนาดให้สามารถร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200 ได้ เก็บในโถดูดความชื้น (dedicator) 24 ชั่วโมง นำตัวอย่าง 10 กรัม ไปวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD ในห้องปฏิบัติการ