

บทที่ 3 วัสดุอุปกรณ์ และวิธีการดำเนินการศึกษา

3.1 วัสดุดิบ สารเคมีและอุปกรณ์

1) วัสดุดิบ

เถ้าลอยของถ่านหินบิทูมินัส

เถ้าลอยของถ่านหินบิทูมินัส ที่ใช้ในการสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์มาจากโรงไฟฟ้าบีแอลซีพี (BLCP POWER) ทำเรืออุตสาหกรรมมาบตาพุดระยะที่ 2 (ท่าเรือน้ำลึก) นิคมอุตสาหกรรมมาบตาพุด ตำบลมาบตาพุด อำเภอเมือง จังหวัดระยอง ซึ่งเถ้าลอยของถ่านหินบิทูมินัสที่เกิดขึ้นหลังจากการเผาไหม้ภายในห้องเผาไหม้ของถ่านหินในการผลิตกระแสไฟฟ้า เป็นเถ้าส่วนที่มีน้ำหนักน้อยที่ลอยขึ้นไปกับอากาศที่ถูกเผาไหม้แล้ว (Flue gas) ส่วนบนของเตาเผาไหม้ และจะถูกดักจับด้วยเครื่องดักจับฝุ่นระบบไฟฟ้าสถิตย์ (Electrostatic Precipitator: ESP)

2) สารเคมี

โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ยี่ห้อ MERCK ชนิดเกล็ด มีความบริสุทธิ์มากกว่าหรือเท่ากับร้อยละ 99 น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 40 กรัมต่อโมล

3) น้ำ

ใช้น้ำปราศจากไอออน (DI) ในการเตรียมสารละลายต่าง ซึ่งใช้ในการผสมก้อนจีโอพอลิเมอร์สังเคราะห์ ตลอดการทดสอบ

4) เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา

- ภาชนะและเครื่องแก้ว
- ตะแกรงร่อนเบอร์ 325 ยี่ห้อ Humboldt
- ชุดการทดสอบไวแคต (Vicat apparatus) ยี่ห้อ Soil test
- แบบหล่อตัวอย่างท่อพีวีซีทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร สูง 7 เซนติเมตร
- เครื่องวิเคราะห์ความเป็นผลึกของสาร วิธี X-ray Diffraction

- เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี วิธี X-Ray Fluorescence Analysis
- เครื่องทดสอบกำลังอัดคอนกรีต (Universal Testing Machine)
- ตาชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
- เครื่องผสมตัวอย่าง (Mixer รุ่น KV05)
- เครื่องเขย่า (Vibrating table)
- เครื่องกวนสารละลาย (Magnetic Stirrer) และ แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic Bar)
- อุปกรณ์อื่นๆ เช่น แผ่นกระเบื้องรองตัวอย่าง ถังพลาสติก เกียง กระบอกตวง ช้อนตัก และ
คนส่วนผสม กะละมังและถังพลาสติก เทอร์โมมิเตอร์ เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper)

3.2 วิธีการเตรียมวัตถุดิบ

1) การเตรียมเกล็ดลอยของถ่านหินบิทูมินัส

- การทดสอบหาความละเอียด ของเกล็ดลอยของถ่านหินบิทูมินัสที่ได้จากโรงไฟฟ้าบีแอลซีพี นำมาตรวจสอบความละเอียด ตามมาตรฐาน ASTM C618 ซึ่งกำหนดความละเอียดของวัสดุที่สามารถใช้ในงานคอนกรีต หรือใช้เป็นวัสดุป่อชโซลานได้ ต้องมีสัดส่วนข้างบนตะแกรงมาตรฐานเบอร์ 325 ไม่น้อยกว่าร้อยละ 34 โดยน้ำหนัก โดยเริ่มต้นทำการสุมตัวอย่างมาประมาณ 20 กรัม มาทำการร่อนเปียก โดยให้น้ำผ่านตะแกรง จนกว่าน้ำจะใส และนำไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 - 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง หรือจนกว่าตัวอย่างในตะแกรงจะแห้งสนิท จากนั้นจึงคำนวณหาค่าน้ำหนักคงค้างบนตะแกรงเบอร์ 325

- การทดสอบหาปริมาณน้ำที่เหมาะสม จากวิธีการหาความชื้นเหลวปกติ (Normal consistency) ตามมาตรฐาน ASTM C187 ด้วยการใช้อุปกรณ์แบบไวแคต (Vicat apparatus) โดยผสมเกล็ดลอยของถ่านหินบิทูมินัส กับสารละลายด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามปริมาณที่ต้องการ อัดลงไปในแบบวงแหวนรูปกรวยของเครื่องมือทดสอบไวแคต ปาดหน้าให้เรียบ แล้วจึงนำมาวางใต้เข็มไวแคตขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร น้ำหนัก 300 กรัม จะถูกปล่อยทันทีให้ตกอย่างอิสระ เข็มไวแคตจะจมลงในตัวอย่าง 10 มิลลิเมตร ในระยะเวลา 30 วินาที ซึ่งเป็นค่าปริมาณน้ำที่เหมาะสมตามเกณฑ์ของความชื้นเหลวปกติ

- การทดสอบหาความถ่วงจำเพาะ โดยประยุกต์จากตามมาตรฐาน ASTM C188 ของการหาความหนาแน่นของวัสดุป่อชโซลาน

- การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเบื้องต้นด้วย X-ray Fluorescence Analysis (XRF) โดยนำตัวอย่างของถ่านหินบิทูมินัส และการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของโครงสร้าง โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) (ภาคผนวก ข-6) โดยนำตัวอย่างของถ่านหินบิทูมินัส ที่ผ่านการทดสอบน้ำหนักคงที่บนตะแกรงเบอร์ 325 แล้ว จำนวน 10 กรัม ไปวิเคราะห์ XRF และ XRD ในห้องปฏิบัติการ

2) การเตรียมสารกระตุ้นปฏิกิริยา

เนื่องจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) มีความเป็นด่างสูง งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ยี่ห้อ MERCK ชนิดเกล็ด ในการสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์ โดยชั่งน้ำหนักของโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามอัตราส่วน $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ เท่ากับ 0.2 และ 0.25 โดยโมล จากนั้นละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ที่ทิ้งไว้ให้เย็นก่อนนำไปผสมกับวัตถุดิบที่เตรียมไว้

3.3 การสังเคราะห์จีโอพอลิเมอร์จากตัวอย่างถ่านหินบิทูมินัส

1) อัตราส่วนของค่าที่ใช้ในการสังเคราะห์

ในงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ก่อนจีโอพอลิเมอร์จากตัวอย่างถ่านหินบิทูมินัส โดยมีอัตราส่วน $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ เริ่มต้น เท่ากับ 3.86 โดยโมล (2.3 โดยน้ำหนัก) ซึ่งคำนวณจากปริมาณของ SiO_2 และ Al_2O_3 ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF และใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยา ซึ่งควบคุมอัตราส่วน $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ เท่ากับ 0.2 และ 0.25 โดยโมล ผสมให้เข้ากันในเครื่องผสม (Mixer) และจึงค่อยๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ลงไปเพื่อกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยา

2) อุณหภูมิในการบ่มก่อนจีโอพอลิเมอร์

เมื่อทำการผสมส่วนผสมที่เหมาะสมเข้าด้วยกันแล้ว จึงมาทำการเทลงในแบบหล่อตัวอย่างท่อพีวีซีทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร สูง 7 เซนติเมตร (6 ตัวอย่างต่อหนึ่งชุดการทดสอบ) วางบนโต๊ะสั่น 1 นาที เพื่อลดปริมาณฟองอากาศในก้อนตัวอย่าง และกระทุ้งด้วยเหล็ก ปาดผิวหน้าให้เรียบ และห่อแบบด้วยพลาสติกเพื่อป้องกันการระเหยของน้ำ แบ่งตัวอย่างออกเป็น 2 ชุด คือชุดแรกบ่มที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน และชุดที่สองจะทำการบ่มโดยนำไปเข้าตู้อบ บ่มด้วย

ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 และ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24, 48 และ 72 ชั่วโมง ก่อนนำไปทำการทดสอบกำลังอัด

3.4 วิธีการทดสอบ

1) การทดสอบกำลังอัด

เมื่อทำการบ่มก้อนจีโอพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากเถ้าลอยของถ่านหินปิทูมินัสครบตามระยะเวลาที่กำหนดแล้ว จึงนำมาทำการทดสอบหาความสามารถในการรับกำลังอัดของก้อนจีโอพอลิเมอร์ตามมาตรฐาน ASTM D1633-00 โดยนำก้อนจีโอพอลิเมอร์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร สูง 7 เซนติเมตร ที่เตรียมไว้มาตกแต่งผิวหน้าตัดของก้อนจีโอพอลิเมอร์ทั้งด้านบน และด้านล่างให้เรียบด้วยกระดาษทราย วัดค่าความสูงของก้อนจีโอพอลิเมอร์ และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยเพื่อนำไปคำนวณหาค่ากำลังอัด บันทึกลง ในการทดสอบให้เลือกด้านที่เรียบของก้อนจีโอพอลิเมอร์ วางบนแท่นของเครื่องทดสอบกำลังอัดคอนกรีตแกนเดี่ยว (Unconfined Compressive Strength) อ่านค่าน้ำหนักที่กดลงได้ ทำซ้ำ 6 ตัวอย่างในแต่ละชุดการทดสอบ จากนั้นนำค่ากำลังอัดที่ได้มาคำนวณค่าเฉลี่ย และนำมาใช้ในการวิเคราะห์ สามารถคำนวณได้ตามสูตรคำนวณ ดังนี้

ค่ากำลังอัด (ksc), (กก./ซม.²) = แรงอัด/พื้นที่หน้าตัด

พื้นที่หน้าตัดก้อนตัวอย่าง = $\pi d^2/4$

2) การศึกษาความเป็นผลึกของจีโอพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากเถ้าลอยของถ่านหินปิทูมินัส ด้วย XRD

นำตัวอย่างของจีโอพอลิเมอร์ที่ผ่านการทดสอบกำลังอัดแล้ว โดยเลือกตัวอย่างที่มีการพัฒนากำลังอัดสูงสุด คือ การบ่มที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 28 วัน และการบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง ของอัตราส่วน $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ เท่ากับ 0.2 โดยโมล โดยนำตัวอย่างมาทำการบดละเอียด ประมาณ 10 กรัม ไปวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD (ภาคผนวก ข-6) ในห้องปฏิบัติการ

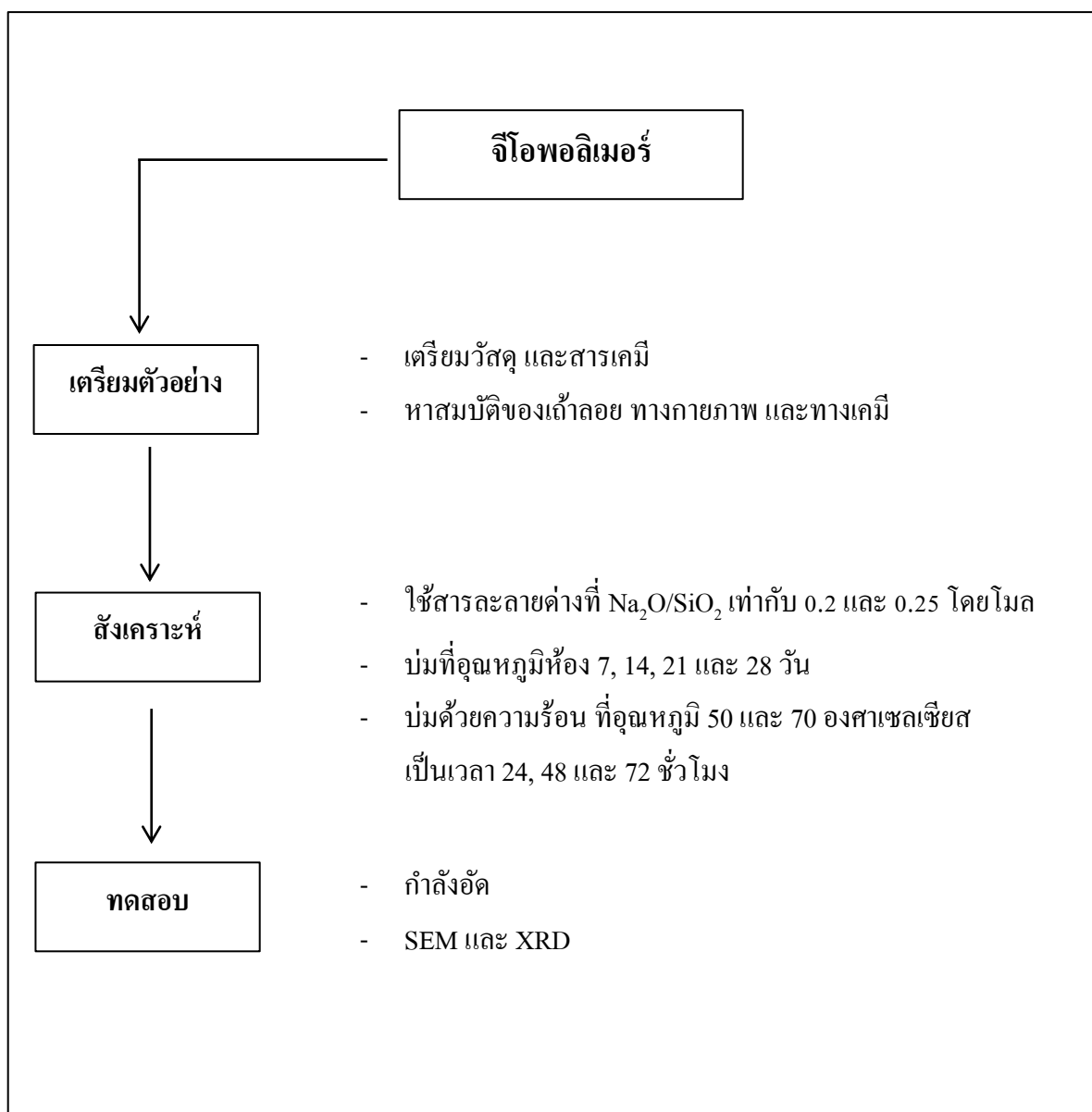
3) การทดสอบโครงสร้างจุลภาค (Scanning Electron Microscope; SEM)

การทดสอบโครงสร้างระดับจุลภาคของจีโอพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากเถ้าลอยของถ่านหินบิทูมินัส ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ภาคผนวก ข-8) โดยตัวอย่างที่ได้เป็นชิ้นส่วนของก้อนจีโอพอลิเมอร์ที่ผ่านการทดสอบกำลังอัดแล้ว บริเวณส่วนกลางของก้อนจีโอพอลิเมอร์ เลือกตัวอย่างมาอย่างน้อย 2 ชิ้น เพื่อป้องกันความผิดพลาดกรณีตัวอย่างเสียหาย และนำตัวอย่างไปทำการเคลือบทอง โดยไม่ทำลายลักษณะผิวตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ทดสอบ ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างจีโอพอลิเมอร์ที่ศึกษาโครงสร้างจุลภาค

สามารถสรุปขั้นตอนการดำเนินงาน แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการดำเนินงาน