

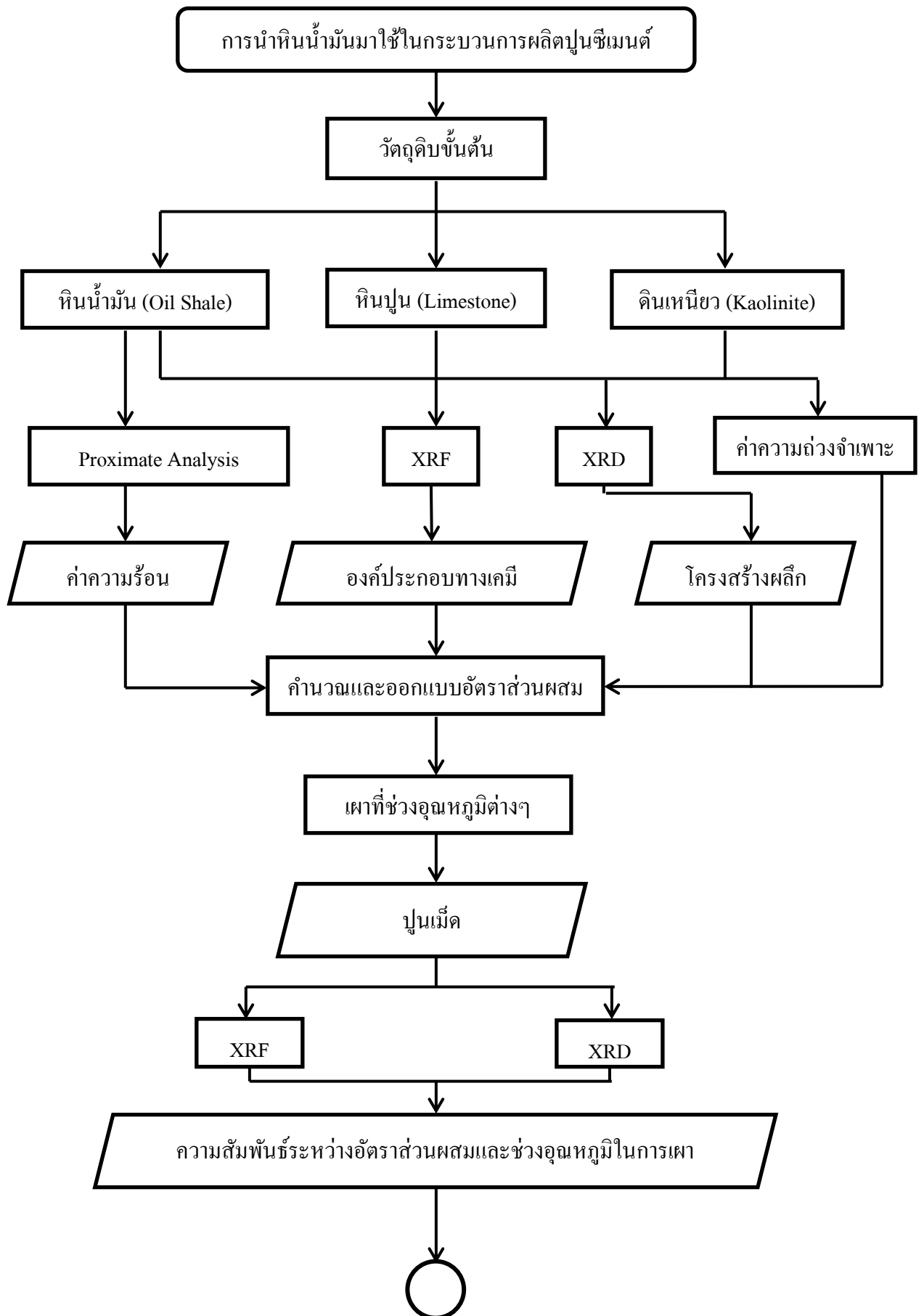
บทที่ 3

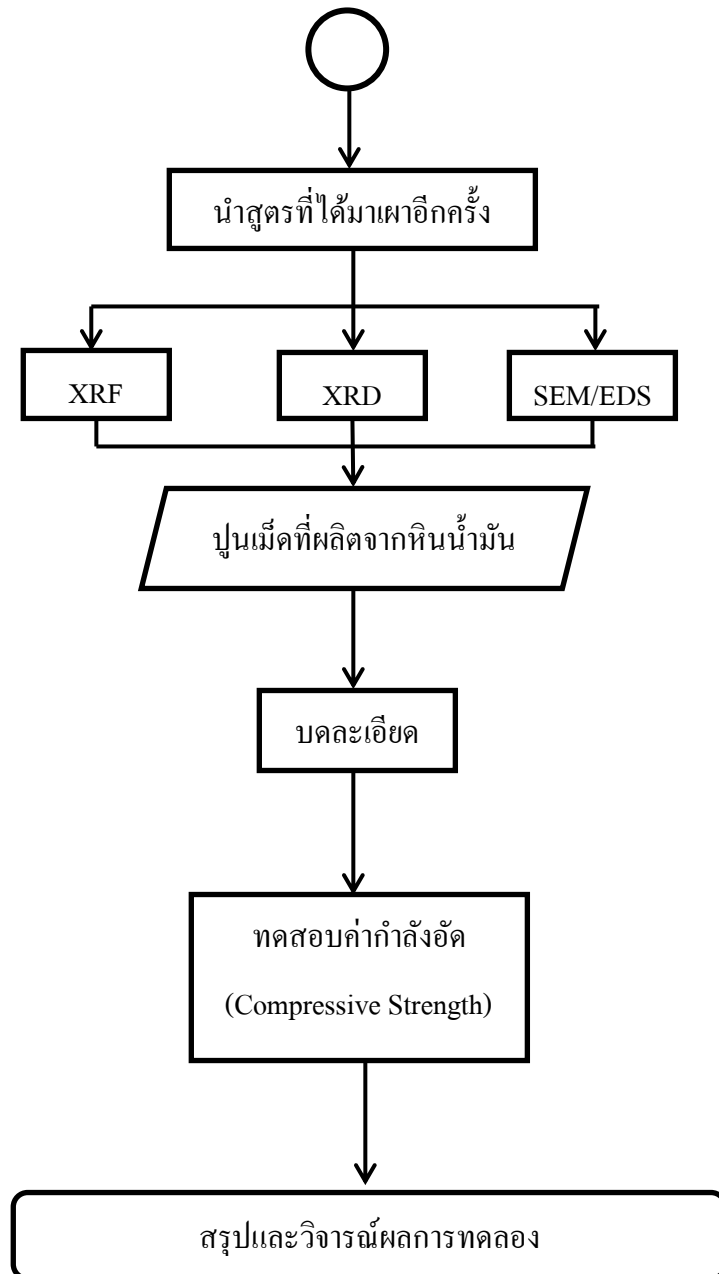
วิธีดำเนินการวิจัย

ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบขั้นต้นคือ หินน้ำมันและแคลไซต์ ซึ่งประกอบไปด้วย SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO และ Fe_2O_3 ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาสารประกอบหลักคือ C_3S , C_2S , C_3A และ C_4AF เพื่อใช้เป็นเกณฑ์ในการคำนวณหาอัตราส่วนผสมซีเมนต์ที่เหมาะสมต่อไป โดยขั้นตอนต่าง ๆ จะแบ่งได้ออกเป็นดังนี้

- (1) เตรียมวัตถุดิบในการผสม (หินน้ำมัน หินปูน และดินเหนียว)
 - นำไปบดหยาบและบดละเอียดให้ละเอียดผ่านตะแกรงเบอร์ 200
- (2) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและส่วนประกอบของแร่โดย XRF และ XRD ของวัตถุดิบ
- (3) ทดสอบค่าความถ่วงจำเพาะโดย Pycnometer
- (4) ทดสอบค่าความร้อนโดยวิธี Proximate Analysis
- (5) ออกแบบอัตราส่วนผสมปูนซีเมนต์ โดยการผสมหินน้ำมัน หินปูนและดินเหนียวในอัตราส่วนต่างๆ
 - นำไปเผาที่ช่วงอุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้ได้ปูนเม็ด
 - บดปูนเม็ดที่ได้มาให้ละเอียดผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เพื่อไปวิเคราะห์ XRF
 - เปรียบเทียบค่าที่ได้มาคำนวณหาสารประกอบที่สำคัญของเม็ดปูนกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ทั่วไป
- (6) วิเคราะห์หาอัตราส่วนผสมที่ดีที่สุดและช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์
- (7) สำหรับปูนเม็ดที่มีอัตราส่วนผสมที่ดีที่สุดนำไป
 - วิเคราะห์ XRF, XRD และ SEM/EDS

- ทดสอบคุณสมบัติทางด้านกายภาพและเชิงกลเปรียบเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ทั่วไป





3.1 การเตรียมวัสดุ

3.1.1 หินน้ำมัน

การเก็บตัวอย่างหินน้ำมัน

หินน้ำมันที่ใช้ได้ทำการเก็บตัวอย่างที่ อำเภอแม่สวด จ.ตาก จำนวน 3 จุด ในบริเวณที่มีศักยภาพทำเหมืองในอนาคต บริเวณการเก็บตัวอย่างหินน้ำมันทั้งสามจุดอยู่ใน ต.แม่ปะ และ ต.บ้านห้วยกะโหลก อ.แม่สวด จ.ตาก

การเก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 1 ได้ทำการเก็บที่บริเวณ ต.แม่ปะ อ.แม่สวด จ.ตาก ใกล้กับเส้นทางหลวงชนบท ตก. 3002 โดยลักษณะภูมิประเทศเป็นบ่อขนาดใหญ่ใกล้กับบ่อขยะและไร่ข้าวโพด สามารถมองเห็นหินน้ำมันได้ชัดเจน ลักษณะของหินน้ำมันมีสีดำเข้ม ทำการเก็บตัวอย่างโดยเปิดหน้าดินด้วยจอบและเสียม ขุดลึกลงประมาณ 0.5 - 1 เมตร เก็บตัวอย่างหินน้ำมันที่มีลักษณะสีเข้ม ซึ่งเป็นตัวอย่างที่ยังไม่ทำปฏิกิริยากับอากาศ เมื่อนำตัวอย่างหินน้ำมันขนาดเล็กไปทดลองเผาไฟ พบว่าใช้เวลาไม่นานก็สามารถเกิดการติดไฟได้

การเก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 2 ทำการเก็บบริเวณบ่อเลี้ยงปลาของบ้านห้วยกะโหลก ลักษณะภูมิประเทศเป็นร่องน้ำ มีหินน้ำมันกระจายตัวอยู่โดยรอบ มองเห็นได้ชัดเจน หินน้ำมันที่จุดนี้มีสีน้ำตาลอ่อน ลักษณะคล้ายกับดินเหนียว โดยการเก็บตัวอย่างใช้จอบและเสียมขุดเปิดหน้าดินเช่นกัน

การเก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 3 ทำการเก็บบริเวณใกล้กับไร่ข้าวโพด โดยตำแหน่งที่เก็บใกล้กับกระท่อมที่พักของคนงาน มีต้นไม้อุดมและลำธารขนาดเล็ก สามารถมองเห็นหินน้ำมันได้ชัดเจน หินน้ำมันบริเวณนี้มีขนาดใหญ่มาก มีสีดำและมีความแข็งมาก ทำการเก็บตัวอย่างโดยขุดลึกลงไปประมาณ 0.5 เมตร

พิกัดการเก็บตัวอย่างหินน้ำมัน 3 จุด มีดังนี้ และแสดงดังรูปที่ 3.1 ถึง 3.3 ตามลำดับ

- จุดเก็บตัวอย่างหินน้ำมัน จุดที่ 1 พิกัด N 16°45'27.3" E 098°33'25.9"
- จุดเก็บตัวอย่างหินน้ำมัน จุดที่ 2 พิกัด N 16°47'38.7" E 098°32'12.2"
- จุดเก็บตัวอย่างหินน้ำมัน จุดที่ 3 พิกัด N 16°45'59.5" E 098°33'03.4"



รูปที่ 3.1 ลักษณะภูมิประเทศบริเวณที่เก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 1



รูปที่ 3.2 ลักษณะภูมิประเทศบริเวณที่เก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 2



รูปที่ 3.3 ลักษณะภูมิประเทศบริเวณที่เก็บตัวอย่างหินน้ำมันจุดที่ 3

การเตรียมตัวอย่างหินน้ำมันเพื่อใช้ในการทดสอบ

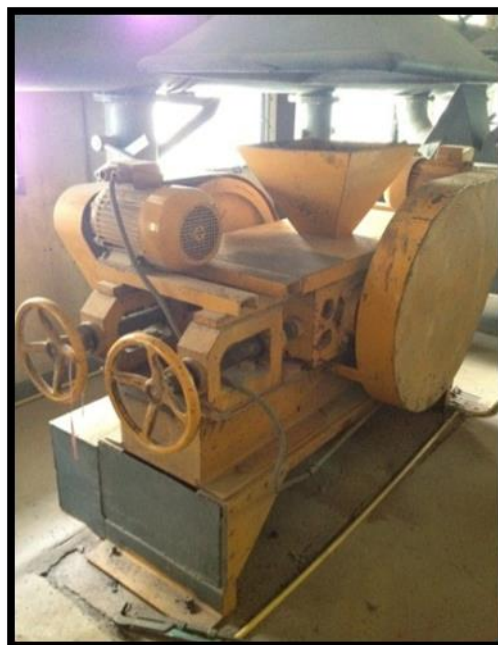
เนื่องจากตัวอย่างหินน้ำมันที่เก็บมามีดินและสิ่งเจือปนติดมา จึงต้องทำการล้างให้สะอาดแล้วนำไปตากให้แห้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.4 จากนั้นนำตัวอย่างไปบดหยาบด้วยเครื่อง Jaw Crusher และเครื่อง Row Crusher ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และรูปที่ 3.5 แล้วนำไปบดละเอียดด้วยเครื่องบดแบบ Rod Mill ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.4 ตัวอย่างหินน้ำมันที่นำมาล้างทำความสะอาด แล้วนำมาตากให้แห้ง



รูปที่ 3.5 เครื่อง Jaw Crusher



รูปที่ 3.6 เครื่อง Row Crusher



รูปที่ 3.7 เครื่องบดแบบ Rod Mill

3.1.2 หินปูนและดินเหนียว

หินปูนที่ใช้เป็นหินเป็นหินปูนที่มีความบริสุทธิ์ 97% และดินเหนียวที่ใช้เป็นดินขาวล้างจาก อ.หาดส้มแป้น จ.ระนอง ที่ผ่านการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช

3.2 ขั้นตอนการเผาปูนเม็ด

3.2.1 การเตรียมวัตถุดิบผสม

นำวัตถุดิบทั้งหมดไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยวิธีการ X-Ray Fluorescence (XRF) ซึ่งวิธีนี้จะแสดงผลออกมาในรูปของสารประกอบเป็นสัดส่วนโดยน้ำหนัก สารประกอบที่ได้ คือ SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , Fe_2O_3 และอื่น ๆ จากนั้นจึงนำค่าต่าง ๆ ที่ได้ไปวิเคราะห์หาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสมในการที่จะเกิดเป็นสารประกอบหลักตามที่ต้องการโดยได้ทำการกำหนดค่า LSF (Lime Saturation Factor) เท่ากับ 0.95 ค่า SR (Silica Ratio) เท่ากับ 2.50 และใช้อัตราส่วนระหว่างหินปูนต่อวัตถุดิบผสมรวมที่ 2 ต่อ 1 เมื่อได้อัตราส่วนผสมที่เหมาะสมแล้วก็นำวัตถุดิบทั้งหมดที่ได้ทำการบดจนละเอียดแล้วมาผสมให้เข้ากันจนเป็นเนื้อเดียวกันดังแสดงในรูปที่ 3.8 และ

3.9 แล้วจึงนำไปบรรจุลงในถ้วยเผา (Crucible) ที่ได้ทำการเตรียมไว้แล้วดังแสดงในรูปที่ 3.10 จากนั้นรอเข้าสู่ขั้นตอนการเผาต่อไป



รูปที่ 3.8 วัตถุดิบที่ได้ทำการบดแล้วนำมาผสมรวมกัน



รูปที่ 3.9 วัตถุดิบผสมที่เป็นเนื้อเดียวกันแล้ว



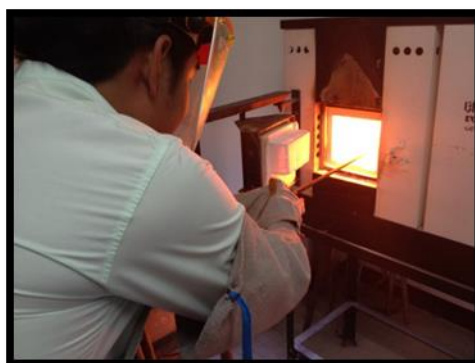
รูปที่ 3.10 วัตถุดิบผสมที่ได้ทำการบรรจุลงถ้วยเผาเรียบร้อยแล้ว

3.2.2 การเผาปูนเม็ด

การเผาปูนเม็ดที่เลือกมาใช้ในการทดลองในการศึกษาครั้งนี้ ได้ใช้เตาเผาไฟฟ้าแบบ Muffle Furnace ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิการเผาไหม้ได้ ใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วคงอุณหภูมิการเผาไหม้ไว้ เป็นระยะเวลา 60 นาที ซึ่งอุณหภูมิในการเผาไหม้จะทำการเปลี่ยนค่าอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 1,200 1,300 และ 1,400 องศาเซลเซียส โดยมีการเปลี่ยนอัตราส่วนผสมของวัตถุดิบผสมตามไปด้วยดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นจึงทำการเผาจนวัตถุดิบผสมทั้งหมดเปลี่ยนสถานะกลายเป็นของเหลว สังเกตได้จากจะเกิดการหดตัวของวัตถุดิบผสม จากนั้นเมื่อถึงระยะเวลาที่ได้กำหนดไว้แล้วก็จะทำการนำปูนเม็ดออกมาทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วดังแสดงในรูปที่ 3.12 และ 3.13 รอให้ปูนเม็ดที่ได้เย็นตัวลงดังแสดงในรูปที่ 3.14 เสร็จแล้วจึงไปบดให้ละเอียดแล้วจึงทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีการ X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF) และวิธีการ X-Ray Diffraction Analysis (XRD)



รูปที่ 3.11 แสดงเตาไฟฟ้าแบบ Muffle furnace



รูปที่ 3.12 นำปูนเม็ดออกมาทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว

ตาราง 3.1 อัตราส่วนผสมของวัตถุดิบและช่วงอุณหภูมิในการผลิตปูนซีเมนต์

รายชื่อสูตร	อัตราส่วนผสม (% โดยน้ำหนัก) หินปูน : หินน้ำมัน : ดินเหนียว	อุณหภูมิที่ทำการเผา (°C)
P1T1	60 : 20 : 20	1,200
P1T2		1,300
P1T3		1,400
P2T1	60 : 25 : 15	1,200
P2T2		1,300
P2T3		1,400
P3T1	60 : 30 : 10	1,200
P3T2		1,300
P3T3		1,400
P4T1	60 : 35 : 5	1,200
P4T2		1,300
P4T3		1,400
P5T1	60 : 40 : 0	1,200
P5T2		1,300
P5T3		1,400



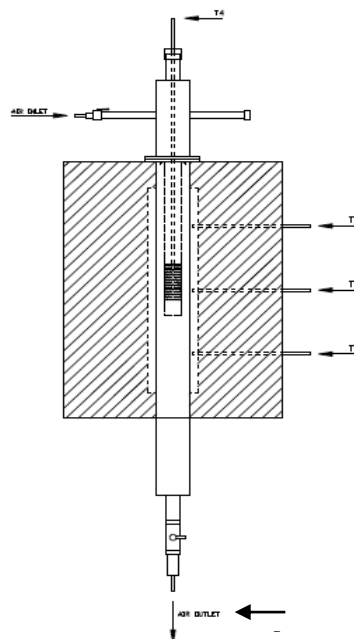
รูปที่ 3.13 ปูนเม็ดที่นำออกมาจากเตาเผา



รูปที่ 3.14 ปูนเม็ดที่เย็นตัวแล้ว

3.3 การทดสอบหาค่าความร้อนที่หินน้ำมันปล่อยออกมาในระหว่างขั้นตอนกระบวนการการผลิต

ทำการติดตั้ง Thermocouple ที่เตาเผาเพื่อวัดอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ทั้งสิ้น 3 ตำแหน่ง คือ เป็นการวัด อุณหภูมิที่เตาเผา อุณหภูมิที่ตัวตุ้บ และอุณหภูมิที่ปล่อยออกมาโดยในมีการกำหนด อัตราการให้อุณหภูมิในการเผาที่ $5^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ในการใช้เตาต้องมีการอุ่นเครื่องของเตาให้มีอุณหภูมิ ประมาณ 100°C เพื่อให้พร้อมใช้งาน ทำการชั่งหินน้ำมันให้มีน้ำหนักประมาณ 50 กรัมและขณะทำการเผาได้มีการให้อากาศเข้าไปในกระบวนการในอัตราคงที่ ซึ่งแผนภาพของเตาเผาและตำแหน่งที่ติดตั้ง Thermocouple เป็นดังแสดงในรูปที่ 3.15 โดย T1, T2 และ T3 คือ การวัดอุณหภูมิ ณ จุดจ่าย ความร้อน T4 คือ การวัดอุณหภูมิที่ตัวตัวตุ้บ ส่วน T5 เป็นการวัดอุณหภูมิที่ออกมาจากเตา



รูปที่ 3.15 แผนภาพของเตาเผาและตำแหน่งที่ติดตั้ง Thermocouple

3.4 การทดสอบหาสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของหินน้ำมัน

3.4.1 การหาค่าความถ่วงจำเพาะของหินน้ำมันโดยวิธี Pycnometer

วิธีทำ

- (1) ทำการร่อนวัสดุตัวอย่างให้ผ่านตะแกรงเบอร์ 10 เตรียม Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วนำวัสดุตัวอย่างใส่ลงไป ทำการเติมน้ำในปริมาณ 3 ใน 4 ของ Volumetric Flask แล้วทิ้งให้วัสดุเปียกประมาณ 10 นาที
- (2) นำไปต้มให้เดือดเพื่อไล่อากาศออกไปประมาณ 10 นาที ในระหว่างนี้ให้เติมน้ำลงไปด้วยโดยพยายามไม่ให้เกิดฟองอากาศเมื่อทำการไล่ฟองอากาศเสร็จแล้วจึงทำการลดอุณหภูมิลงมาให้อยู่ที่ประมาณ 40-50 องศาเซลเซียส แล้วทำการเติมน้ำกลั่นให้อยู่ที่ระดับ 500 มิลลิลิตร ทำการวัดอุณหภูมิอย่างสม่ำเสมอ
- (3) จากนั้นเช็ดขวด Flask ให้แห้งนำไปชั่งน้ำหนักจะได้เป็นน้ำหนักของขวด Flask รวมกับน้ำและวัสดุตัวอย่าง
- (4) ทำการเทวัสดุตัวอย่างออกให้หมดแล้วนำวัสดุตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 105 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน
- (5) นำวัสดุตัวอย่างที่อบแห้งแล้วมาชั่งน้ำหนักได้เป็นค่าน้ำหนักอบแห้ง แล้วจึงนำค่าต่างๆไปทำการคำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะต่อไป

3.4.2 การวิเคราะห์ Proximate Analysis

การวิเคราะห์โดยประมาณตามมาตรฐาน ASTM D3172 จะระบุปริมาณความชื้น (Moisture Content) ปริมาณสารที่ระเหยได้ (Volatile Matter) ปริมาณคาร์บอนคงตัว (Fixed Carbon) และปริมาณเถ้า (Ash) ซึ่งในการทดสอบตามมาตรฐานดังกล่าว เชื้อเพลิงแข็งจะถูกบดเป็นผงแล้วนำไปอบให้แห้งในเตาอบภายใต้อุณหภูมิประมาณ 105 - 110 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ น้ำหนักส่วนที่หายไปเมื่อเทียบกับน้ำหนักเดิม คือ ปริมาณความชื้น จากนั้นเชื้อเพลิงที่แห้งแล้วจะถูกทำให้ร้อนในภาชนะปิด (เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน) ภายใต้อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เพื่อไล่สารระเหยที่เผาไหม้ได้ จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ น้ำหนักที่หายไป คือ ปริมาณสารระเหยที่เผาไหม้ได้

นั่นเอง จากนั้นนำเชื้อเพลิงที่ได้ไปอบในภาชนะเปิดภายใต้อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดการเผาไหม้จนได้น้ำหนักที่เหลือคงที่ และเป็นน้ำหนักของถ้ำ

3.5 การทดสอบหาสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของปูนเม็ด

3.5.1 หลักการทำงานของ X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุที่อยู่ในตัวอย่าง โดยสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ ซึ่งสามารถใช้ได้กับงานวิจัยในหลาย ๆ ด้าน เช่น วัสดุศาสตร์ ธรณีวิทยา สิ่งแวดล้อม ทางการแพทย์ รวมไปถึงตัวอย่างจากอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ เป็นต้น การวิเคราะห์ของเครื่อง XRF จะอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง เมื่อยังรังสีเอกซ์เข้าไปในตัวอย่าง ธาตุต่าง ๆ ที่อยู่ในตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีเอกซ์แล้วคายพลังงานออกมา โดยพลังงานที่คาย หรือ Fluorescence ออกมานั้นจะมีค่าพลังงานค่าหนึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างนั้น ๆ ทำให้เราสามารถแยกได้ว่าในตัวอย่างที่ทดสอบนั้นมีธาตุอะไรอยู่บ้าง โดยใช้อุปกรณ์สำหรับวัดค่าพลังงานที่ปล่อยออกมาจากตัวอย่างเป็นตัวแยกสารประกอบที่มีอยู่ในตัวอย่าง

3.5.2 หลักการทำงานของ X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction เป็นเครื่องมือ ที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของหน่วยเซลล์ (Unit Cell) ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบ (Pattern) ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่าง ๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้น ๆ มีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง

3.5.3 หลักการทำงานของ Scanning Electron Microscope (SEM)

โดยหลักการของ SEM แล้วภายในคอลัมน์ ของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งทำหน้าที่ปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา เราจะควบคุมจำนวนอิเล็กตรอนนั้นด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ และใช้

เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าโฟกัสให้อิเล็กตรอนนั้นตกกระทบบนชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบบนชิ้นงานจะเกิดปฏิกิริยา ได้สัญญาณแบบต่าง ๆ เช่น สัญญาณจากอิเล็กตรอนในชิ้นงานที่หลุดออกมา อิเล็กตรอนที่กระดอนกลับ หรือ X-Ray สัญญาณแต่ละชนิดจะถูกจับโดย Detector และแปลผลเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า และแปลเป็นภาพในที่สุด