บทที่ 3
วิธีการวิจัย

3.1 การหาส่วนผสมที่เหมาะสมของซีเมนต์ชดเชยการหดตัว

ทำการหาส่วนผสมที่เหมาะสมของซีเมนต์ชดเชยการหดตัวโดยการนำเอาผลที่ดีที่สุด มาใช้ผสมกับส่วนผสมอื่นๆ ได้แก่ ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ชนิดที่ 3, เถ้าลอยที่ร้อยละ 0, 15, 25 และ 35, ทรายแม่น้ำที่ทำการร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 16, 30, 50 และ 100 อัตราส่วนระหว่างน้ำต่ออนุภาคละเอียด (W/B) เท่ากับ 0.32 และสารเพิ่มการขยายตัวที่ร้อยละ 0, 5, 10 และ 15 ทำการเปรียบเทียบกับสารที่มีในท้องตลาด โดยทดสอบคุณสมบัติต่างๆ ดังนี้

3.1.1 การไหลของมอร์ต้าร์สด ตามมาตรฐาน ASTM C 1437 – 01 วิธีทำการทดสอบ มีดังนี้

1. ทำความสะอาดจานของโต๊ะการไหลมาตรฐาน
2. วางแบบรูปกรวยตัดให้ตั้งบนกลางจานของโต๊ะการไหลแผ่มาตรฐาน บรรจุมอร์ต้าร์ที่เพิ่งผสมเสร็จใหม่ๆ ลงในกรวยประมาณ 25 ม.ม. แล้วกระทุ้ง 20 ครั้ง หลังจากนั้นก็เติมมอร์ต้าร์ให้เต็มและกระทุ้งแบบเดียวกันอีก 20 ครั้ง
3. ปาดหน้าคอนกรีตให้เรียบด้วยเกรียง มอร์ต้าร์ที่เกินออกมาจากแบบรูปกรวยตัดให้นำออกจากจานให้หมด ทำความสะอาดบริเวณจานรอบๆแบบกรวยตัดให้สะอาด
4. จากนั้นค่อยๆยกกรวยออก มอร์ต้าร์จะยุบตัวลงเล็กน้อย แล้วหมุนที่โต๊ะการไหลแผ่มาตรฐาน โดยยกขึ้นและลง เป็นจำนวน 25 ครั้งภายใน 15 วินาที ด้วยอัตราที่สม่ำเสมอทำให้มอร์ต้าร์แผ่กระจายออกไปรอบด้าน วัดเส้นผ่าศูนย์กลางของคอนกรีตที่แผ่กระจายออกโดยเฉลี่ยจำนวน 4 ครั้ง
5. คำนวณหาการไหลแผ่

3.1.2 การหดและขยายตัวของมอร์ต้าร์ที่แข็งตัวแล้วที่อายุต่างๆ ตามมาตรฐาน ASTM C 596 – 01, C 1038 – 01, C 806 – 95, C 531 – 00 วิธีทำการทดสอบ มีดังนี้

1. เตรียมแบบหล่อขนาด 25*25*285 ม.ม. ประกอบแบบให้แข็งแรงและปิดผนึกแบบหล่อเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการสูญเสียน้ำ หลังจากนั้นทาน้ำมันที่แบบหล่อแล้วใส่หมุดทองเหลือง

2. ใส่ชิ้นตัวอย่างอ้างอิงในไมโครมิเตอร์แล้วทำการตั้งค่าที่ศูนย์ที่เครื่องมือวัดละเอียด โดยใส่ชิ้นตัวอย่างอ้างอิงทั้งก่อนและหลังวัดการยืดหดตัวด้วยแบบหล่อ

3. ใส่ชิ้นตัวอย่างและค่อยๆหมุนชิ้นตัวอย่างอย่างช้าๆ เพื่อหาค่าที่น้อยที่สุดที่อ่านได้จากเครื่องมือวัดละเอียดถ้าอ่านค่าที่น้อยที่สุดได้จากตรงไหน เมื่อเปลี่ยนชิ้นตัวอย่างทดสอบใหม่ให้ใส่ชิ้นตัวอย่างเข้าไปใน ไมโครมิเตอร์ที่มีทิศทางเดียวกับชิ้นตัวอย่างเก่าที่ถอดออกมา

4. ในการเปลี่ยนชิ้นตัวอย่างทดสอบแต่ละครั้งควรทำความสะอาดเครื่องมือทุกครั้งด้วย

5. เมื่อทำการทดสอบในแต่ละช่วงเวลาที่กำหนด นำค่าที่อ่านได้จากไมโครมิเตอร์เทียบกับค่าชิ้นตัวอย่างอ้างอิงจะได้ค่าความยาวของแท่งตัวอย่างในแต่ละช่วงเวลาที่ทำการทดสอบ นำค่าที่ได้ในแต่ละช่วงเวลามาเปรียบเทียบกับค่าความยาวของแท่งตัวอย่างในวันแรกที่ทำการทดสอบ จะได้เป็นค่าความเครียด ดังสมการ

$$\text{ความเครียด} = \Delta L / L_0 \qquad (3.1)$$

โดย ΔL คือ ความยาวของแท่งตัวอย่างที่เปลี่ยนไปเทียบกับแท่งตัวอย่างในวันแรกตามแต่ละช่วงเวลา

L_0 คือ ความยาวของแท่งตัวอย่างในวันแรก

3.1.3 กำลังอัดของมอร์ต้าร์ที่แข็งตัวแล้วที่อายุต่างๆ ตามมาตรฐาน ASTM C 109/C 109M – 02 วิธีทำการทดสอบ มีดังนี้

1. เตรียมแบบหล่อขนาด 5*5*5 ซม. ประกอบแบบหล่อให้แข็งแรงและปิดผนึกโมลเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการสูญเสียน้ำ หลังจากนั้นทาน้ำมันที่แบบหล่อแล้วใส่หมุดทองเหลือง

2. วัดขนาดและชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง

3. ทำความสะอาดชิ้นตัวอย่างและผิวแท่น

4. วางชิ้นตัวอย่างทดสอบให้อยู่ในแนวศูนย์กลางของน้ำหนักกดแล้วเลื่อนหรือหมุนผิวแท่นใกล้สัมผัสกับชิ้นตัวอย่างทดสอบสนิท

5. เปิดเครื่องทดสอบให้น้ำหนักกดเป็นไปอย่างสม่ำเสมอด้วยอัตราคงที่

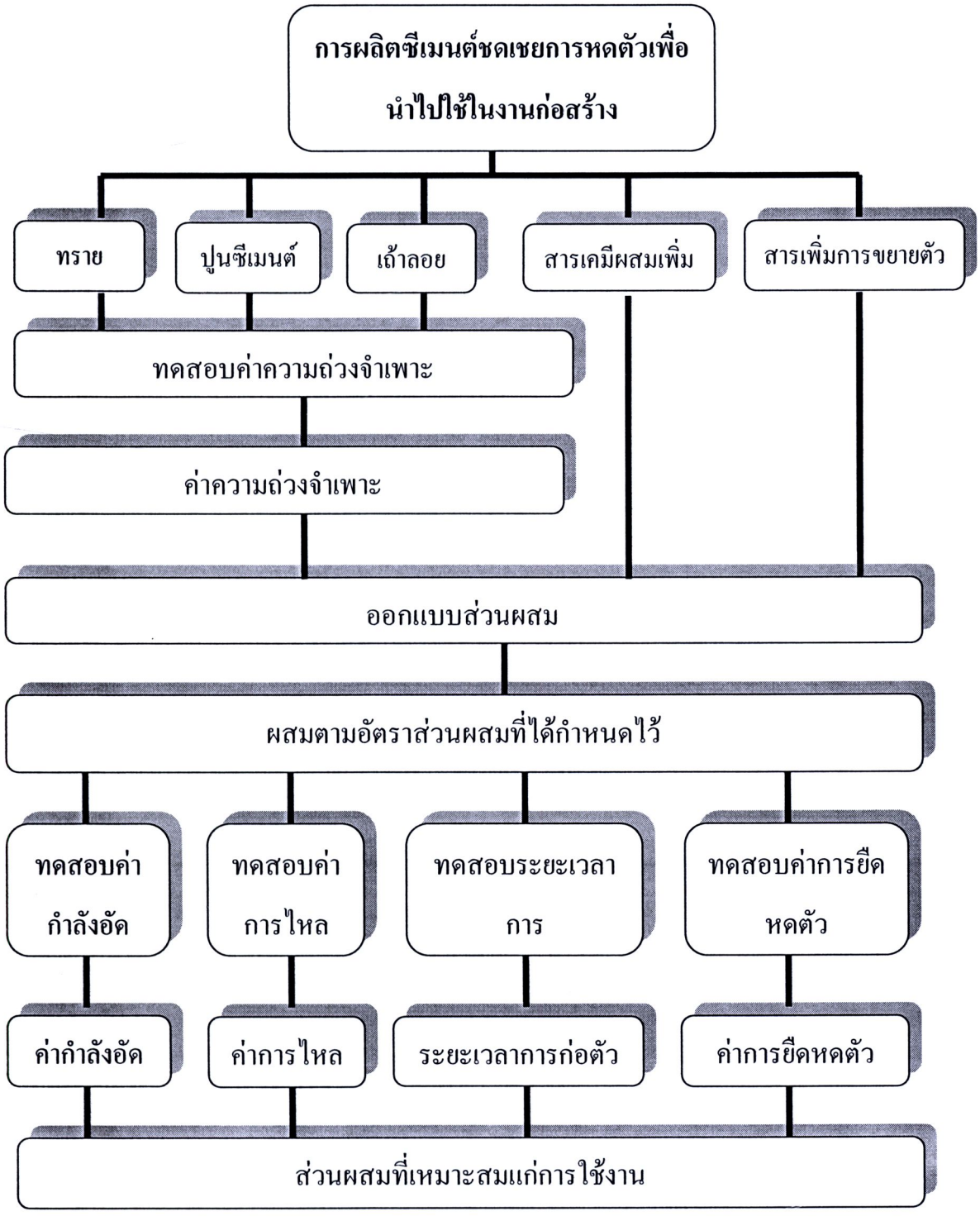
6. ให้กดจนกระทั่งชิ้นตัวอย่างทดสอบถึงจุดประลัย

7. บันทึกค่าน้ำหนักกดสูงสุดที่ชิ้นตัวอย่างทดสอบสามารถรับได้

3.1.4 ระยะเวลาการก่อตัว โดยใช้ไวแคต อ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM C191 วิธีการทดสอบมีดังนี้

1. ผสมมอร์ต้าร์ตามส่วนผสมต่างๆ ในเครื่องผสมมอร์ต้าร์
2. เมื่อผสมเสร็จแล้ว นำมอร์ต้าร์อัดเข้าไปทางด้านใหญ่ของแบบวงแหวนรูปกรวยของเครื่องมือไวแคต
3. ปาดมอร์ต้าร์ที่เกินอยู่ทางด้านใหญ่ของแบบออก โดยใช้มือเลื่อนเพียงครั้งเดียวเท่านั้น
4. วางแบบด้านใหญ่ลงบนแผ่นแก้ว แล้วปาดมอร์ต้าร์ที่เกินอยู่ทางด้านเล็กออกโดยใช้เกรียงตัดเฉียงๆกับด้านบนของแบบ ตกแต่งผิวหน้าให้เรียบร้อย
5. ทำการทดสอบหาระยะเข็มที่จมลงไปเมื่อปล่อยเข็มขนาด 1 ม.ม. เมื่อเวลาผ่านไปหลังจากที่เตรียมตัวอย่างเสร็จแล้ว 30 นาที และให้ทำการทดสอบซ้ำทุก ๆ 15 นาที จนกว่าจะได้ระยะเข็มจมน้อยกว่า 25 ม.ม.
6. ในการทดสอบแต่ละครั้งให้เลื่อนปลายเข็มแตะกับผิวของหน้าของมอร์ต้าร์ จากนั้นตั้งสเกลที่ศูนย์ แล้วปล่อยเข็มให้เลื่อนลงทันทีเป็นระยะเวลา 30 วินาที จากนั้นจึงอ่านสเกลอีกครั้งหนึ่ง ซึ่งจะทำให้ทราบว่าเข็มจมลงไปเท่าใด

ซึ่งจากการทดสอบทั้งหมดนี้จะทำให้ได้ส่วนผสมของปูนซีเมนต์ชดเชยการหดตัวที่เหมาะสม จากนั้นดำเนินการทดสอบคุณสมบัติต่างๆอย่างต่อเนื่องจนครบ 28 วัน แล้วสรุปความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆ และส่วนผสมของปูนซีเมนต์ชดเชยการหดตัวที่ดีที่สุดที่ได้กำลังเพียงพอสำหรับนำไปใช้ในงานก่อสร้าง



รูป 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการผลิตซีเมนต์ชดเชยการหดตัวเพื่อนำไปใช้ในงานก่อสร้าง

3.2 การศึกษาองค์ประกอบของผลึก โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

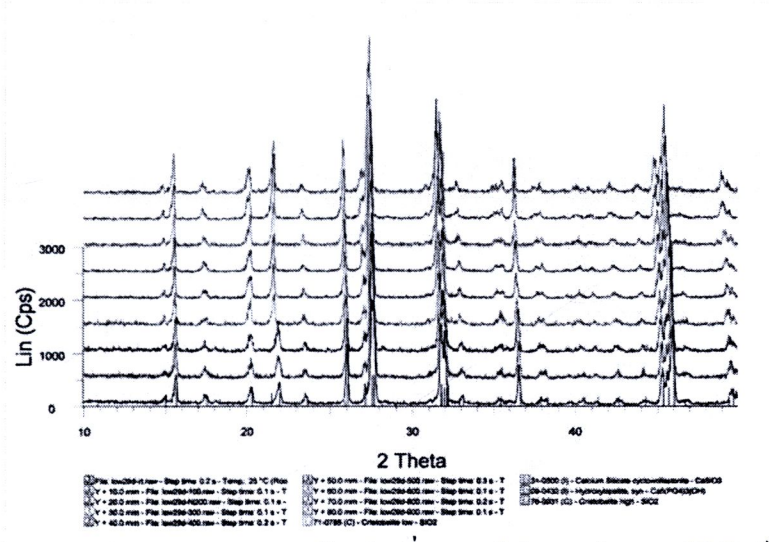
3.2.1 ความสามารถในการวิเคราะห์ของเครื่อง XRD

1. วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จึงสามารถบ่งชี้ได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยสารประกอบที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง

2. วิเคราะห์องค์ประกอบของสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis) ความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของสารประกอบที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีคคำนวณหาปริมาณของสารประกอบต่างๆ ในสารตัวอย่างได้

3. วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystallite size) และความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain) ความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือ และลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่างได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึก และความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ได้

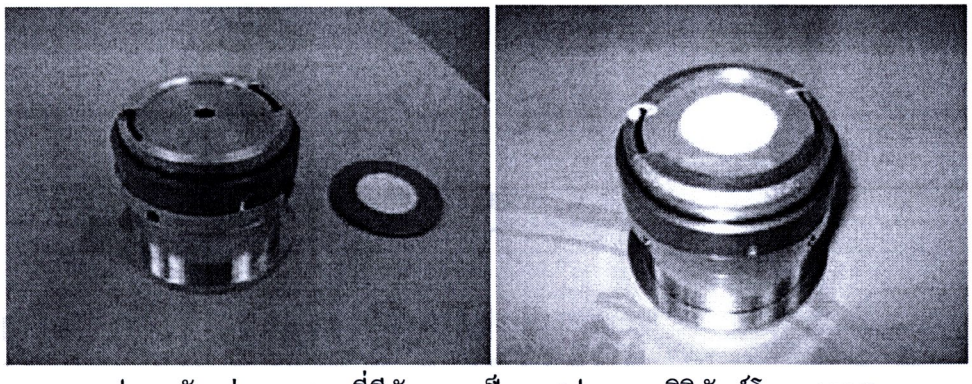
4. วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เมื่อใช้หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ภายใต้สภาวะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600°C ทั้งในบรรยากาศปกติ สุญญากาศ หรือบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยได้ ดังรูป 3.2



รูป 3.2 XRD Patterns ของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่างๆ (ปุณณมา ศิริพันธ์โนน, 2550)

3.2.2 ชนิดและลักษณะของตัวอย่างทดสอบ

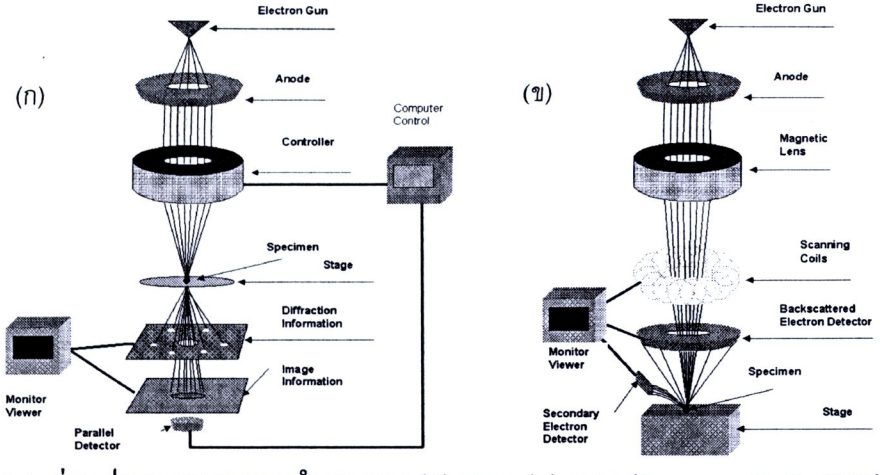
1. ของแข็ง ได้แก่ ที่ผ่านการบดละเอียดเป็นผงมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 35 ไมครอน ประมาณ 2 กรัม ดังรูป 3.3 และของแข็งที่เป็นชิ้น ด้านที่วิเคราะห์ควรมีผิวหน้าที่เป็นระนาบและเรียบ โดยตัวอย่างต้องมีขนาด กว้าง x ยาว x สูง ไม่เกิน 2.5 x 1.5 x 1.0 cm.



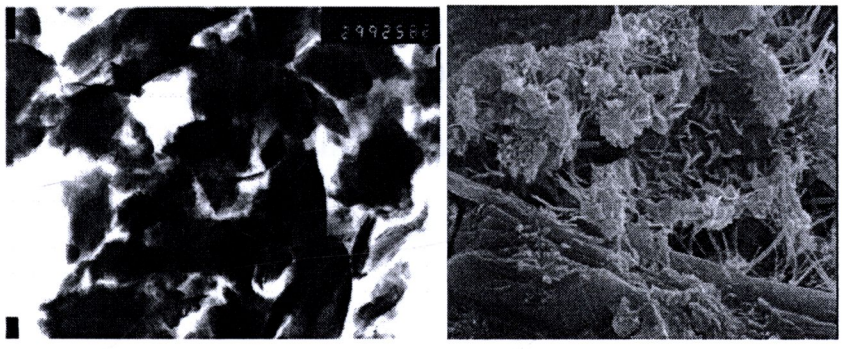
รูป 3.3 ตัวอย่างทดสอบที่มีลักษณะเป็นผง (ปุณณมา ศิริพันธ์โนน, 2550)

3.3 การศึกษาโครงสร้างผลึกภายใน โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นกล้องที่ใช้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนพลังงานสูงในการตรวจสอบวัตถุแทนแสงธรรมดา เนื่องจากความยาวคลื่นของลำอนุภาคอิเล็กตรอนสั้นกว่าความยาวคลื่นแสงถึง 100,000 เท่า ทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนสามารถให้ประสิทธิภาพของกำลังขยาย และการแจกแจงรายละเอียดได้เหนือกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบ่งออกได้ 2 ชนิด (รูป 3.4 (ก) และ (ข)) คือ Transmission Electron Microscope (TEM) และ Scanning Electron Microscope (SEM) โดยมีโครงสร้างพื้นฐานที่คล้ายคลึงกัน แต่มีระบบการสร้างภาพ และลักษณะของภาพแตกต่างกัน กล่าวคือ กล้อง TEM จะใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องทะลุผ่านตัวอย่างทดสอบที่แบน และบางมาก เกิดภาพที่มีลักษณะเป็นเงาบนแผ่นรับภาพ ดังนั้นภาพที่ออกมาจึงมีลักษณะเป็นภาพ 2 มิติ ในขณะที่กล้อง SEM เป็นภาพที่เกิดทางอ้อมโดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างทดสอบ ภาพที่เกิดขึ้นจึงมีลักษณะเป็นภาพ 3 มิติ (รูป 3.5)



รูป 3.4 ส่วนประกอบและการทำงานของ (ก) TEM (ข) SEM (Feynman, R. P., 2000)



(ก) (ข)

รูป 3.5 ภาพถ่ายจากการใช้กล้อง (ก) TEM ของดินเหนียว และ (ข) SEM ของคอนกรีต (Walker, H. N. et al.,2006)

3.4 การตั้งชื่อตัวอย่าง

3.4.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ในการทดสอบ รูปแบบ FA - F - CSA – N – d

FA หมายถึง ปริมาณร้อยละของเถ้าลอยที่แทนที่ปูนซีเมนต์

F หมายถึง ปริมาณร้อยละของการผสมเพิ่มสารเคมีผสมเพิ่มประเภท F

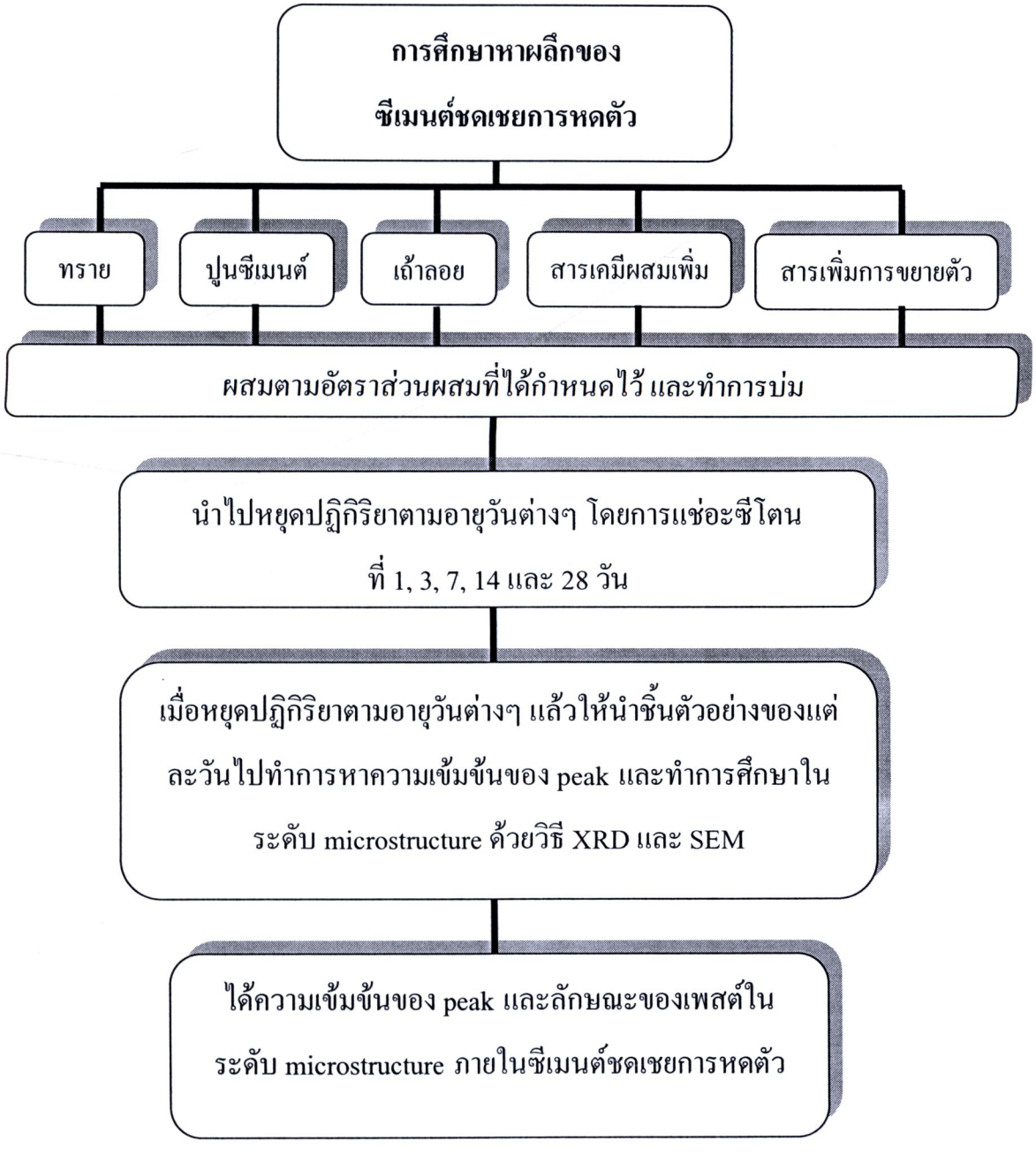
CSA หมายถึง ปริมาณร้อยละของการผสมเพิ่มของสารเพิ่มการขยายตัว

N หมายถึง ลำดับชิ้นตัวอย่างในแต่ละชุดการทดสอบ

d หมายถึง อายุวันที่ทดสอบ

3.4.2 การอ่านสัญลักษณ์

ตัวอย่าง 15-4-10-1-7 หมายถึง ชิ้นตัวอย่างที่มีปริมาณร้อยละของเถ้าลอย 15 มีปริมาณร้อยละของการผสมเพิ่มสารเคมีผสมเพิ่มประเภท F เท่ากับ 4 มีปริมาณร้อยละของการผสมเพิ่มของสารเพิ่มการขยายตัว เท่ากับ 10 ชิ้นตัวอย่างที่ 1 ทดสอบที่อายุ 7 วัน



รูป 3.6 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาหาผลึกของซีเมนต์ชดเชยการหดตัว

3.5 จำนวนชิ้นตัวอย่าง

ในการทดสอบเพื่อหาส่วนผสมของซีเมนต์ชดเชยการหดตัวที่เหมาะสมทั้งด้านเสถียรภาพทางมิติ ความสามารถในการทำงานได้ การรับแรง ราคาประหยัดและมีประสิทธิภาพตามต้องการ โดยมีจำนวนชิ้นตัวอย่างของแต่ละการทดสอบต่างๆ ดังนี้

- การทดสอบหาค่าการไหล ทำการทดสอบแต่ละส่วนผสม 3 ครั้ง แล้วนำไปหาค่าเฉลี่ย จะได้จำนวนชิ้นตัวอย่าง 48 ชิ้นตัวอย่าง

- การทดสอบหาค่าระยะเวลาการก่อตัวเริ่มต้น และระยะเวลาการก่อตัวสุดท้าย ทำการทดสอบแต่ละส่วนผสม 1 ครั้ง จะได้จำนวนชิ้นตัวอย่าง 96 ชิ้นตัวอย่าง

- การทดสอบหาค่ากำลังอัด และค่า strain ใช้ชิ้นตัวอย่าง 3 ชิ้นในแต่ละส่วนผสม แล้วนำไปหาค่าเฉลี่ย จะได้จำนวนชิ้นตัวอย่างของกำลังอัด 720 ชิ้นตัวอย่างและจำนวนชิ้นตัวอย่างของค่าความเครียด 144 ชิ้นตัวอย่าง

- การทดสอบ XRD เพื่อดูองค์ประกอบของตัวอย่าง โดยทำการหา Peak intensities ของแต่ละส่วนผสม ใช้ชิ้นตัวอย่างแต่ละส่วนผสม 3 ชิ้น ดังนั้นจะได้จำนวนชิ้นตัวอย่าง 450 ชิ้นตัวอย่าง

- การทดสอบ SEM และ EDX เพื่อทำการศึกษาในระดับจุลภาคของแต่ละส่วนผสมและดูชนิดของธาตุ ปริมาณธาตุ ใช้ชิ้นตัวอย่าง 1 ชิ้น จะได้จำนวนชิ้นตัวอย่าง 150 ชิ้นตัวอย่าง