บทที่ 4

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้ซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วแทนที่อะลูมินาบริสุทธิ์ซึ่งเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทอะลูมินาเอิร์ทเทินแวร์ โดยทำการวิจัยที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ห้องปฏิบัติการคอนกรีตภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ ห้องปฏิบัติการของภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ และห้องปฏิบัติการสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1 การเตรียมวัสดุสำหรับการวิจัย

1. วัตถุดิบ
   - ซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว (Spent slilca – alumina)
   - ดินดำ (Ball Clay)
   - เฟลด์สปาร์ (Feldspar)
   - น้ำ
2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง
   - สารละลายกรดซัลฟูริก
   - สารละลายกรดไนตริก
3. เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

การทดลอง/การทดสอบ	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้
3.1 การเตรียมส่วนผสม	- เครื่องบด ball mill - เตาเผาอุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส - ตะแกรงร่อนเบอร์ 100 (0.149-0.105 มม.) 150 (0.105-0.74 มม.) 200 (เล็กกว่า 0.74 มม.) พร้อมถาดรองและฝาปิด
3.2 การผสมเนื้อดิน	- อ่างผสมและใบพาย - ตะแกรงร่อน - เครื่องชั่งน้ำหนัก

การทดลอง/การทดสอบ	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้
3.3 การขึ้นรูป	- เครื่องรีดดิน (extrusion) - ลวดสำหรับตัดดิน - ตัวพิมพ์สำหรับทำเครื่องหมาย
3.4 การเผา	- เตาเผาอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส - เตาเผาอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส
3.5 การทดสอบคุณสมบัติก่อนเผา 3.5.1 การทดสอบค่าความเหนียว 3.5.2 การทดสอบค่าการหดตัวหลังอบแห้ง (ASTM C 326-82) 3.5.3 การทดสอบค่าความหนาแน่น (การแทนที่น้ำ) 3.5.4 การทดสอบความแข็งแรงหลังอบแห้ง (ASTM C 674-88)	 - เครื่องชั่งน้ำหนัก - มีด - เตาอบอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส - ถ้วยปูนปลาสเตอร์ - เวอร์เนียร์คาลิเปอร์ - เครื่องชั่งน้ำหนัก - กระบอกตวง - เครื่องทดสอบ MOR apparatus
3.6 การทดสอบคุณสมบัติหลังเผา 3.6.1 การทดสอบค่าการหดตัวหลังเผา (ASTM C 326-82) 3.6.2 การทดสอบค่าความหนาแน่น (การแทนที่น้ำ) 3.6.3 การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ (ASTM C 373-88) 3.6.4 การทดสอบค่าความแข็งแรงหลังเผา (ASTM C 674-88)	 - เวอร์เนียร์คาลิเปอร์ - เครื่องชั่งน้ำหนัก - กระบอกตวง - เครื่องชั่งน้ำหนัก - เตาให้ความร้อน - เครื่องทดสอบ MOR apparatus
3.7 การทดสอบการชะละลาย	- เครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary agitator) - เครื่อง Atomic Adsorption Spectrophotometer
3.8 การตรวจสอบผลึกมัลไลท์	- เครื่อง X-ray Diffraction (XRD) - เครื่อง X-ray Fluorescence (XRF)

4.2 การดำเนินการวิจัย

การทดลองที่ 1 ศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วในการใช้แทนที่อะลูมินาซึ่งเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทอะลูมินาเอิร์ทเทินแวร์

1. นำซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว มาทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 550 องศาเซลเซียส(823 เคลวิน) เพื่อให้สารประเภทแอนทราควินโนนระเหยออกเกิดเป็นสารสีขาว (ไลทิพย์, 2542)
2. นำซิลิกา-อะลูมินาในข้อ 1 มาบดด้วยเครื่อง ball mill แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 150
3. นำดินดำและเฟลด์สปาร์ไปร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200 เพื่อแยกส่วนที่จับตัวเป็นก้อน
4. นำวัตถุดิบที่บดแล้วแต่ละชนิดมาผสมกันในสัดส่วนดังแสดงในตารางที่ 4.2 แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง เพื่อให้เกิดผสมเข้ากัน
5. แบ่งส่วนผสมไปทดสอบค่าความเหนียว เพื่อหาปริมาณน้ำที่ใช้ในการผสม
6. นำส่วนผสมไปผสมกับน้ำตามปริมาณที่คำนวณได้ แล้วทำการนวดจนส่วนผสมเข้ากัน จากนั้นนำไปหมัก โดยใส่ไว้ในถุงพลาสติกเป็นเวลา 5 วัน
7. นำส่วนผสมที่ทำการหมักแล้วไปขึ้นรูป โดยใช้เครื่องอัดรีดให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.0 เซนติเมตร ความยาวประมาณ 15 เซนติเมตร โดยในอัตราส่วนผสมหนึ่งอัตราส่วนจะรีดแท่งทดสอบจำนวน 20 แท่ง
8. นำแท่งทดสอบทิ้งไว้ให้แห้งตัว 24 ชั่วโมง แล้วไปทำการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส(383 เคลวิน) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำแท่งทดสอบ 5 แท่งไปทดสอบการหดตัว ค่าความหนาแน่นและความแข็งแรงก่อนเผา
9. นำแท่งทดสอบอีก 10 แท่ง ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1,180 องศาเซลเซียส(1453 เคลวิน) โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเป็น 2 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วนำไปทำการทดสอบค่าการหดตัวการดูดซึมน้ำ ความหนาแน่นและความแข็งแรงหลังเผา

ตารางที่ 4.2 แสดงสัดส่วนโดยน้ำหนัก (%)ของวัตถุดิบที่ใช้ผสม

ตัวอย่าง	ดินดำผสมกับเฟลด์สปาร์(อัตราส่วน 8:5)	ซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว
1	70	30
2	65	35
3	60	40
4	55	45

การทดลองที่ 2 ศึกษาหาขนาดที่เหมาะสมของซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วในการใช้แทนที่อะลูมินาซึ่งเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทอะลูมินาเอิร์ทเทินแวร์

1. นำซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว มาทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 550 องศาเซลเซียส(823 เคลวิน) เพื่อให้สารประเภทแอนทราควินโนนระเหยออกเกิดเป็นสารสีขาว
2. นำซิลิกา-อะลูมินาในข้อ 1 มาบดด้วยเครื่อง ball mill แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 100 150 และ 200
3. นำดินดำและเฟลด์สปาร์ไปร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200 เพื่อแยกส่วนที่จับตัวเป็นก้อน
4. นำวัตถุดิบที่บดแล้วแต่ละชนิดมาผสมกันในอัตราส่วนที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1 แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง เพื่อให้เกิดผสมเข้ากัน
5. ทำการทดลองต่อมาตามขั้นตอนในการทดลองที่ 1

การทดลองที่ 3 ศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการใช้ซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้วแทนที่อะลูมินาซึ่งเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทอะลูมินาเอิร์ทเทินแวร์

1. นำซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว มาทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 550 องศาเซลเซียส(823 เคลวิน) เพื่อให้สารประเภทแอนทราควินโนนระเหยออกเกิดเป็นสารสีขาว
2. นำซิลิกา-อะลูมินาในข้อ 1 มาบดด้วยเครื่อง ball mill แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรงโดยใช้ขนาดที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 2
3. นำดินดำและเฟลด์สปาร์ไปร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200 เพื่อแยกส่วนที่จับตัวเป็นก้อน
4. นำวัตถุดิบที่บดแล้วแต่ละชนิดมาผสมกันในอัตราส่วนที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1 แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง เพื่อให้เกิดผสมเข้ากัน
5. ทำการทดลองต่อมาตามขั้นตอนในการทดลองที่ 1 แต่เปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเป็น 900 1000 1100 และ 1180 องศาเซลเซียส(1173 1273 1373 และ 1453 เคลวิน)

การทดลองที่ 4 ศึกษาอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่เหมาะสมในการใช้ซิลิกา- อะลูมินาที่ใช้แล้วแทนที่อะลูมินาซึ่งเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทอะลูมินาเอิร์ทเทินแวร์

1. นำซิลิกา-อะลูมินาที่ใช้แล้ว มาทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 550 องศาเซลเซียส(823 เคลวิน) เพื่อให้สารประเภทแอนทราควินโนนระเหยออกเกิดเป็นสารสีขาว
2. นำซิลิกา-อะลูมินาในข้อ 1 มาบดด้วยเครื่อง ball mill แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรงโดยใช้ขนาดที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 2
3. นำดินดำและเฟลด์สปาร์ไปร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200 เพื่อแยกส่วนที่จับตัวเป็นก้อน
4. นำวัตถุดิบที่บดแล้วแต่ละชนิดมาผสมกันในอัตราส่วนที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1

แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง เพื่อให้เกิดผสมเข้ากัน

5. ทำการทดลองต่อมาตามขั้นตอนในการทดลองที่ 1 โดยใช้ค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาจากการทดลองที่ 3 แต่เปลี่ยนแปลงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเป็น 2 3 4 และ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดลองที่ 5 ตรวจสอบหาปริมาณสารตะกั่วและแคดเมียมตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเกี่ยวกับเซรามิกที่ใช้กับอาหาร

1. นำตัวอย่างที่ได้ค่าที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1 2 3 และ 4 มาทำการบดให้เป็นผงร่อนผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มิลลิเมตร
1. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.1 หนัก 100 กรัมเติมด้วยน้ำสกัด ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดซัลฟูริกและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) หาค่าความเป็นกรดด่างหรือค่าพีเอชของส่วนผสมมีค่าคงที่เท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของของผสมให้อัตราส่วนปริมาตรน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง
2. เขย่าบนเครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary Agitator) ที่มีอัตราหมุน 30 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงกรองสารละลายจากการสกัดด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน
3. วิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและแคดเมียมด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

การทดลองที่ 6 ตรวจสอบแร่มัลไลท์ที่เกิดขึ้น ($3\ Al_2O_3\ .\ 2\ SiO_2$)

1. นำตัวอย่างที่ได้ค่าที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1 2 3 และ 4 มาทำการบด

2. นำไปทำการตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD และ XRF เพื่อหาปริมาณแร่มัลไลท์ซึ่งเป็นโครงสร้างที่เพิ่มความแข็งแรงให้ผลิตภัณฑ์

การทดลองที่ 7 ประมาณค่าใช้จ่ายเบื้องต้นในการบำบัด

ทำการประมาณค่าใช้จ่ายเบื้องต้นที่ใช้ในการบำบัดซึ่งค่าใช้จ่ายหลักในวิธีการบำบัดวิธีนี้คือ

- ค่าวัตถุดิบที่ใช้
- ค่าพลังงานที่ใช้ในการบด
- ค่าพลังงานที่ใช้ในการอบแห้ง
- ค่าพลังงานที่ใช้ในการเผา