

บทที่ 4

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้เป็นการทดลองศึกษาสภาวะที่เหมาะสม ในการนำของเสียที่เป็นแก้วเข้ามาแทนวัตถุดิบในกระบวนการผลิตกระเบื้องเซรามิก ในการศึกษาได้นำขวดแก้วสีชาที่ใช้แล้วบดละเอียด แทนแร่เฟลด์สปาร์ และใช้ทรายเป็นตัวทนไฟในเนื้อผลิตภัณฑ์กระเบื้อง การวิจัยนี้ทำการทดลองที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ห้องปฏิบัติการคอนกรีตภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ ห้องปฏิบัติการภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ และห้องปฏิบัติการสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1 การเตรียมวัสดุสำหรับทำวิจัย

4.1.1 วัตถุดิบ (ดูรูปในภาคผนวก ข.)

- 1) ดินดำ (Ball clay)
- 2) เฟลด์สปาร์
- 3) ขวดแก้วที่ใช้แล้วบดละเอียด (ขวดสีชา)
- 4) ทรายแก้วบดละเอียด
- 5) น้ำ

4.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3% โดยปริมาตร
- 2) สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3% โดยน้ำหนัก
- 3) เมธิลีนบลู 1% โดยน้ำหนัก

4.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

4.1.3.1 การทดลองขึ้นรูปกระเบื้องและเผากระเบื้อง

- 1) เตเผาอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส
- 2) เครื่องผสม (อ่างผสมและใบพาย)
- 3) เครื่องชั่งน้ำหนัก
- 4) เครื่องอัดขึ้นรูปกระเบื้อง
- 5) เครื่องบดวัสดุ

4.1.3.2 การทดสอบค่ากำลังรับแรงดัด

- 1) เครื่องทดสอบค่ากำลังรับแรงดัด ยี่ห้อ FABBI รุ่น S.p.A

4.1.3.3 การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ

- 1) เครื่องชั่งน้ำหนักความละเอียดที่ชั่งได้ 4 ตำแหน่ง
ยี่ห้อ Sartorius รุ่น EA 210 S.
- 2) อ่างน้ำให้ความร้อน (Water bath)
- 3) เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)

4.1.3.4 การทดสอบความทนการราน

- 1) หม้อนึ่งความดันไอน้ำ (Autoclave)

4.1.3.5 การทดสอบการทนสารเคมี (กรดและด่าง)

- 1) อ่างหรือขวดพลาสติกสำหรับแช่ตัวอย่างกระเบื้อง

4.1.3.6 การทดสอบค่าการหดตัว

- 1) เวอร์เนียร์คาลิเปอร์

4.1.3.7 การทดสอบคุณสมบัติทางเคมี

- 1) เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์
(X-ray fluorescence spectrometer) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW 2510

4.1.3.8 การตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นของผลิตภัณฑ์

- 1) เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)
ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW 370

4.2 การดำเนินการวิจัย

4.2.1 การวิจัยเบื้องต้น

- การตรวจสอบลักษณะคุณสมบัติทางเคมีของขวดแก้วสีขาที่ใช้แล้วโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบ

4.2.2 การทดลอง

ศึกษาหาอัตราส่วนและสภาวะที่เหมาะสมของการนำของเสียที่เป็นแก้วมาใช้แทนวัตถุดิบในการผลิตกระเบื้องเซรามิก โดยการนำขวดแก้วที่ใช้แล้วมาบดละเอียดแล้วใช้แทนเฟลด์สปาร์ โดยมีขั้นตอนในการเตรียมวัตถุดิบในการขึ้นรูปดังนี้

1. นำดินดำและเฟลด์สปาร์ไปร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200 เพื่อแยกส่วนที่เป็นก้อนออก
2. นำขวดแก้วที่ใช้แล้ว (ขวดสีชา) ทบให้แตกและนำเข้าเครื่องบดละเอียด จากนั้นนำมา ร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 200
3. นำทรายแก้วบดละเอียด มาร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200
4. นำเฟลด์สปาร์และขวดแก้วบดละเอียดที่เตรียมไว้มาผสมกันโดยใช้เครื่องผสมในอัตราส่วนที่ทำการวิจัยซึ่งเป็นการนำของเสียเข้ามาทดแทนวัตถุดิบดั้งเดิมโดยมีอัตราส่วนในการทดแทนดังนี้

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนผสมระหว่างเฟลด์สปาร์ และขวดแก้วบดละเอียด

เฟลด์สปาร์	ขวดแก้วบดละเอียด
100%	0%
75%	25%
50%	50%
25%	75%
0%	100%

5. จากข้อ 4. นำแต่ละอัตราส่วนผสมมาผสมกับดินดำโดยผสมในอัตราส่วน (ดินดำ) ต่อ (เฟลด์สปาร์ร่วมกับขวดแก้วที่ใช้แล้วบดละเอียด) เท่ากับ 8 : 5 และคิดเป็น 60%
6. นำทรายแก้วมาผสมกับในข้อ 5 จำนวน 40% ของน้ำหนักส่วนผสมทั้งหมด จากนั้นเติมน้ำลงในส่วนผสม 10% ทำการผสมวัตถุดิบคลุกเคล้าให้เข้ากันด้วยเครื่องผสม

หมักทิ้งไว้ในถุงพลาสติกประมาณ 3 วันเพื่อให้ส่วนผสมมีความชื้นทั่วกัน ก่อนการนำไปขึ้นรูป

7. หลังจากหมักทิ้งไว้ 3 วันแล้ว นำวัตถุดิบไปทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นกระเบื้องด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮดรอลิกอัดด้วยความดัน 200 บาร์ โดยทำการอัดเป็น 2 จังหวะ คืออัดกระเบื้องให้เต็มแรงอัดของเครื่องครั้งหนึ่งเพื่อไล่ฟองอากาศ หลังจากนั้นผ่อนแรงลงและอัดกระเบื้องให้เต็มแรงอีกครั้งหนึ่ง โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นกระเบื้องขนาด 4×4 นิ้ว (10×10×0.5 ซม.)
8. นำแผ่นกระเบื้องที่ผ่านการขึ้นรูปมาอบเพื่อทำให้น้ำระเหยออกจากตัวผลิตภัณฑ์ (ป้องกันแผ่นกระเบื้องแตกหักในขณะเผา) ที่อุณหภูมิ 105±5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
9. หลังจากผ่านการอบเพื่อลดความชื้นแล้วนำกระเบื้องเข้าเผาที่เตาเผาอุณหภูมิสูงโดยทำการแปรอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเป็น 1000 1100 และ 1200 องศาเซลเซียส (1273 1373 และ 1453 เคลวิน)

ตารางที่ 4.2 แผนการทดลองส่วนผสมของวัตถุดิบในการวิจัยการผลิตกระเบื้องเซรามิกที่มีช่องเสี้ยนที่เป็นแก้วเป็นองค์ประกอบ

การทดลอง	อุณหภูมิที่ใช้เผา (องศาเซลเซียส)		
	1000	1100	1200
ส่วนผสมที่มี (เฟลด์สปาร์ 100%และขวดแก้ว 0%)	สูตรที่ 1	สูตรที่ 2	สูตรที่ 3
ส่วนผสมที่มี (เฟลด์สปาร์ 75%และขวดแก้ว 25%)	สูตรที่ 4	สูตรที่ 5	สูตรที่ 6
ส่วนผสมที่มี (เฟลด์สปาร์ 50%และขวดแก้ว 50%)	สูตรที่ 7	สูตรที่ 8	สูตรที่ 9
ส่วนผสมที่มี (เฟลด์สปาร์ 25%และขวดแก้ว 75%)	สูตรที่ 10	สูตรที่ 11	สูตรที่ 12
ส่วนผสมที่มี (เฟลด์สปาร์ 0%และขวดแก้ว100%)	สูตรที่ 13	สูตรที่ 14	สูตรที่ 15

4.2.3 การทดสอบคุณภาพตามมาตรฐานกระทรวงอุตสาหกรรม

4.2.3.1 การทดสอบความแข็งแรงเชิงกล (Mechanical strength test)

ความแข็งแรงของผลิตภัณฑ์ดินตอนแห้งและหลังเผาเป็นคุณสมบัติที่สำคัญ และเป็นตัวควบคุมคุณภาพอย่างหนึ่ง เพราะมีอิทธิพลต่อการใช้ประโยชน์ของผลิตภัณฑ์และมีอิทธิพล

ต่อกรรมวิธีการผลิตผลิตภัณฑ์ ทั้งนี้เพราะผลิตภัณฑ์ดิบที่ไม่แข็งแรงทำให้ลำบากต่อการขนย้าย และการเผาต้องมีความระมัดระวังมาก การทดสอบความแข็งแรงโดยทั่วไปจะทดสอบความแข็งแรงภายใต้กำลังรับแรงดัด

วิธีการทดสอบ

1. เตรียมชิ้นงานหลังเผาที่ผ่านการขึ้นรูปแบบอัด เพื่อนำไปอัดให้หักโดยเครื่องมือทดสอบ ด้วยแรงกดประมาณ 45 กก.ต่อนาที จนถึงแรงที่กดที่ทำให้ชิ้นงานหัก แล้วนำไปคำนวณค่าความแข็งแรง

การคำนวณ

ความแข็งแรงภายใต้กำลังรับแรงดัด (Modulus of Rupture, MOR) ได้จากสูตร

$$MOR = \frac{3PL}{2bd^2}$$

P = แรงกดที่ทำให้แผ่นกระเบื้องหัก หน่วย กิโลกรัม

L = ระยะห่างของจุดรองรับ ไม่น้อยกว่า 9 เซนติเมตร

b = ความกว้างของแผ่นกระเบื้อง หน่วย เซนติเมตร

d = ความหนาของแผ่นกระเบื้อง หน่วย เซนติเมตร

2. พล็อตกราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ขีดจำกัดที่ใช้ในส่วนผสมกับค่ากำลังรับแรงดัดที่ได้ในแต่ละอุณหภูมิที่ทำการวิจัยเพื่อหาจุดที่เหมาะสมของสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับส่วนผสมของผลิตภัณฑ์ ในด้านการรับแรงดัด

4.2.3.2 การทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ (Water absorption test)

คือการวัดปริมาณรูพรุนเปิดที่เชื่อมกับผิวของผลิตภัณฑ์โดยเป็นค่าที่แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการอัดตัวของผลิตภัณฑ์

วิธีการทดสอบ

1. นำแผ่นกระเบื้องที่ผ่านการเผามาอบที่อุณหภูมิ 105 ± 5 องศาเซลเซียสเพื่อกำจัดน้ำในผลิตภัณฑ์ ปล่อยให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ทำการชั่งน้ำหนัก (Dry Weight, D)

2. นำแผ่นกระเบื้องวางลงในอ่างน้ำให้ความร้อน โดยให้น้ำท่วมทั้งแผ่น ต้มน้ำให้เดือดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้น้ำเย็น

3. นำแผ่นกระเบื้องที่ทดสอบขึ้นจากน้ำและเช็ดผิวให้แห้งด้วยผ้าหมาดๆ ทำการชั่งน้ำหนัก (Saturated weight, W)

การคำนวณ

$$\text{เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W-D) \times 100}{D}$$

4. พล็อตกราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์หดแกว่าที่ใช้ในส่วนผสมกับเปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำที่ได้ของในแต่ละอุณหภูมิที่ทำการวิจัยเพื่อหาจุดที่เหมาะสมของสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ ในด้านการดูดซึมน้ำ

4.2.3.3 การทดสอบค่าการหดตัว (Firing shrinkage test)

เมื่อทำการเผาดินจะเกิดการหดตัว 2 ช่วงคือ การหดตัวหลังแห้งและการหดตัวหลังเผาโดยองค์ประกอบที่สำคัญของการหดตัวได้แก่ ชนิดของดิน ขนาดความละเอียดของดิน สารอินทรีย์ที่อยู่ในดิน วิธีการขึ้นรูป และอุณหภูมิการเผา

วิธีการทดสอบ

1. นำแผ่นกระเบื้องที่ได้อัดขึ้นรูปแล้วมาวัดขนาดด้วยเวอร์เนียร์คาลิเปอร์ทั้งความกว้าง ความยาว และความหนา บันทึกค่าที่ได้
2. นำกระเบื้องที่วัดขนาดแล้วไปอบและเผา
3. โดยการหลังเผานำกระเบื้องมาวัดขนาดด้วยเวอร์เนียร์คาลิเปอร์อีกครั้งโดยวัดความกว้าง ความยาว และความหนา บันทึกค่าที่ได้

การคำนวณ

$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัว} = \frac{(\text{มิติ ก่อนเผา} - \text{มิติ หลังเผา}) \times 100}{(\text{มิติ ก่อนเผา})}$$

4. พล็อตกราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์หดแกว่าที่ใช้กับค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวที่ได้ของในแต่ละอุณหภูมิที่ทำการวิจัยเพื่อหาจุดที่เหมาะสมของสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ ในด้านค่าการหดตัว

4.2.3.4 การทดสอบความทนการราน (Crazing durability test)

วิธีการทดสอบ

ใส่น้ำลงในหม้อนึ่งอัด (Autoclave) ให้มากพอที่จะใช้ตลอดการทดสอบนี้วางกระเบื้องบนขาตั้ง (Supporter) ที่สูงพ้นระดับน้ำ ปิดฝาให้แน่นแล้วเริ่มต้นโดยเปิดลิ้นท่อน้ำออกจนกระทั่งน้ำเดือดเพื่อให้ไอน้ำไล่อากาศภายในหม้อนึ่งอัดออกหมด แล้วจึงปิด ปล่อยให้ น้ำเดือดต่อไปให้ความดันไอน้ำค่อยๆเพิ่มขึ้นด้วยอัตราเร็วสม่ำเสมอจนมีความดันประมาณ 100 กิโลปาสคาล ในเวลา 1 ชั่วโมง ปรับความร้อนให้พอเพียงเพื่อรักษาความดันไอน้ำให้คงที่ที่ 102 ± 2 กิโลปาสคาล รักษาความดันนี้ไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้วจึงดับไฟ และค่อยๆ ระบายความดันออกทีละน้อยจนหมด หลังจากทิ้งให้กระเบื้องเย็นในหม้อนึ่งอัดจนถึงอุณหภูมิห้องแล้ว ให้นำกระเบื้อง

ออกมาย้อมด้วยสารละลายของสีย้อมอินทรีย์ เช่น เมทิลีนบลู 1% โดยน้ำหนัก บนผิว บันทึกลงและตรวจสอบลายเส้นที่ปรากฏ

4.2.3.5 การทดสอบการทนสารเคมี (Chemical durability test)

สารละลายและวิธีเตรียม

- สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3% โดยปริมาตร เตรียมโดยเจือจางกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ความหนาแน่นสัมพัทธ์ 1.18) 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3% โดยน้ำหนัก เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 30 กรัม ในน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อย แล้วเติมน้ำกลั่นอีกจนปริมาตรเป็น 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร

วิธีการทดสอบการทนกรด

ขีดผิวแผ่นกระเบื้องให้สะอาด แล้วแช่แผ่นตัวอย่างให้ 2 ใน 3 ของผิวกระเบื้องจมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็นเวลา 7 วัน โดยใช้วิธีการที่เหมาะสมในการควบคุมความเข้มข้นของสารละลายให้คงที่ตลอดระยะเวลาการทดสอบเมื่อครบกำหนดแล้ว ยกตัวอย่างออกและตรวจพินิจความเปลี่ยนแปลงที่ผิวโดยเปรียบเทียบกับผิวของกระเบื้องส่วนที่ไม่ได้แช่

วิธีการทดสอบการทนด่าง

ทดสอบเช่นเดียวกับการทนกรดแต่ให้แช่ในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ตรวจพินิจความเปลี่ยนแปลงที่ผิวโดยเปรียบเทียบกับผิวของกระเบื้องส่วนที่ไม่ได้แช่

4.2.4 การตรวจสอบและศึกษาคุณสมบัติทางเคมีขององค์ประกอบ

- นำแผ่นกระเบื้องที่ผ่านการทดสอบตามมาตรฐานอุตสาหกรรมมาพิจารณาเพื่อเลือกส่วนผสมที่มีแนวโน้มที่เป็นประโยชน์ต่อการวิจัยมาทดสอบคุณสมบัติทางเคมีโดยมุ่งเน้นศึกษาเปรียบเทียบกับส่วนผสมที่เดิมของเสียที่เป็นแก้ว (ขวดแก้วสีขาบละเอียด) กับส่วนผสมที่ไม่เติม
- นำแผ่นกระเบื้องที่เลือกแล้วมาบดให้ละเอียดแล้วนำเข้าเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ เพื่อตรวจสอบปริมาณแร่ธาตุที่พบ ทำการบันทึกผลและวิเคราะห์สิ่งที่เกิดขึ้น

4.2.5 การตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้น

เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (Crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบประเภทต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ

(Qualitative) และปริมาณ (Quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาการระบบโครงสร้างผลึก (Crystallography) ซึ่งเครื่องมือชนิดนี้มี ความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับตรวจสอบสมบัติของวัสดุและผลิตภัณฑ์

วิธีการทดสอบ

1. นำแผ่นกระเบื้องที่ผ่านการทดสอบตามมาตรฐานอุตสาหกรรมมาพิจารณา เพื่อเลือก ส่วนผสมที่มีแนวโน้มที่เป็นประโยชน์ต่อการวิจัยมาทดสอบคุณสมบัติทางเคมี โดยมุ่งเน้นศึกษา เปรียบเทียบส่วนผสมที่เดิมของเสียที่เป็นแก้ว(ขวดแก้วสีชาบดละเอียด) กับส่วนผสมที่ไม่เดิม
2. นำแผ่นกระเบื้องที่เลือกแล้วมาบดให้ละเอียดขนาด 250 เมช และนำไปอัดลงในแบบ ของเครื่อง
3. นำตัวอย่างที่เตรียมไว้นี้เข้าเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ ทำการตั้งให้มีมุมดิฟแฟรคชัน ตั้งแต่ 15-65 องศา ความเร็วในการวิเคราะห์ 2 องศาต่อนาที
4. นำกราฟที่ได้มาตรวจสอบว่ามีเฟสอะไรเกิดขึ้นบ้าง ทำการบันทึกและวิเคราะห์ผล

4.2.6 ประเมินการค่าใช้จ่ายเบื้องต้นในกระบวนการผลิตและประเมินความคุ้มค่าในการผลิต

- ค่าวัสดุ
- ค่าพลังงานที่ใช้ในการบด
- ค่าพลังงานที่ใช้จากเตาอบ
- ค่าพลังงานที่ใช้ในการขึ้นรูป
- ค่าพลังงานที่ใช้จากเตาเผา