บทที่ 4
แผนการทดลอง และการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้แบ่งการทดลองเป็น 2 การทดลอง คือ 1. การศึกษาการบำบัดซิลิกาอลูมินา ที่ใช้แล้ว โดยนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตปูนซีเมนต์อลูมินาสูง ร่วมกับหินปูนและ Ground Granulated Blast-Furnance Slag และ 2. การตรวจสอบคุณสมบัติเบื้องต้นของปูนซีเมนต์อลูมินาสูงที่ผลิตได้ในการทำเสถียรตะกอนโลหะหนักให้เป็นก้อน โดยทำการวิจัยที่ห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ห้องปฏิบัติการคอนกรีตของภาควิชาวิศวกรรมโยธา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ห้องปฏิบัติการสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1 การเตรียมวัสดุสำหรับการวิจัย

1 วัตถุดิบ

- ซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้ว (Spent Silica-Alumina) (ดังแสดงในรูปที่ 4)
- ปูนขาว (ดังแสดงในรูปที่ 4)
- GGBS (Ground Granulated Blast-Furnace Slag)
- ตะกอนนิกเกิลไฮดรอกซ์ไซด์ (ดังแสดงในรูปที่ 5)
- น้ำประปา
- ทราย

2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

2.1 การเตรียมวัตถุดิบก่อนการเผา

- เครื่องบดแบบลูกกลิ้ง (Roll Crusher)
- เครื่องบด Jaw Crusher
- เครื่องขึ้นรูป Hydraulic Press
- เครื่องผสม Ball Mill พร้อมขวดผสมและลูกบดอลูมินา (ดังแสดงในรูปที่ 6,7)
- ตะแกรงร่อน (Sieve) ตั้งแต่ no.20 - no.200

2.2 การเผาวัตถุดิบ

- เตาเผาที่อุณหภูมิสูง (Electrical Muffle Kiln) (ดังแสดงในรูปที่ 8)

- แผ่นรองอลูมินาที่ทนความร้อนสูง (High Alumina Refractory)

2.3 การวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี

- X-ray Diffraction (XRD) และ X-ray Fluorescence (XRF)

2.4 การทดสอบคุณสมบัติของซีเมนต์ที่ผลิตได้

ตารางที่ 15 แสดงวิธีทดสอบคุณสมบัติของซีเมนต์

คุณสมบัติ	วิธีทดสอบ
ความละเอียด	ใช้เครื่องมือแบลนแอร์เพอร์มีอะบิลิตี (Blaine Air Permeability) ตามมาตรฐาน ASTM C 204-96 (ดังแสดงในรูปที่ 9)
ความถ่วงจำเพาะ	ใช้การแทนที่น้ำมันก๊าซ ตามมาตรฐาน ASTM C 188-95 (ดังแสดงในรูปที่ 9)
ระยะเวลาก่อตัว	ใช้เครื่องมือไวเคต (Vicat Needle) ตามมาตรฐาน ASTM C 191-92 (ดังแสดงในรูปที่ 9)
กำลังรับแรงอัด	ใช้ลูกบาศก์มอร์ต้า ขนาด 50 มม. อัตราส่วนทรายต่อซีเมนต์ = 2.75 การไหลแผ่ = 110 ± 5 % ตามมาตรฐาน ASTM C 109-95 (ดังแสดงในรูปที่ 10 และ 11)

2.5 การทดสอบการทำให้เป็นก้อนของโลหะหนัก

(ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 พ.ศ. 2540)

- ตะแกรงเบอร์ 20 - 16, 30 - 20 และ สูงกว่า 30
- เครื่องชั่ง : ขนาด 2,000 กรัม อ่านได้ละเอียด 0.2 กรัม
- กระบอกตวง : ขนาด 500 มิลลิลิตร อ่านได้ละเอียด 10 มิลลิลิตร
- แบบหล่อทรงกระบอก : ทำจากพลาสติก PVC ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10.4 เซนติเมตร สูง 11.6 เซนติเมตร (แสดงในรูปที่ 12)

I20599031

- เครื่องผสมหรือแผ่นกระจกสำหรับผสมด้วยมือ
- Tamper : ขนาดหน้าตัด 0.5 นิ้ว * 1 นิ้ว ยาว 5 - 6 นิ้ว ปลายตัดเรียบและหน้าตัดตั้งฉากกับแกนของมือจับซึ่งทำจากวัสดุไม่ดูดซึมน้ำ
- เกลียวพลาสติกขนาดหน้ากว้างของใบ 4 - 6 นิ้ว
- เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด
- ขวดพลาสติกขนาด 1 ลิตร
- เครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary Agitator) ที่มีอัตราหมุน 30 rpm (ดังแสดงในรูปที่ 13)
- กระดาษกรองใยแก้วขนาดรู 1 ไมครอน
- เครื่องวัดค่าพีเอช
- เครื่องวัดค่าความนำไฟฟ้า(Conductor Meter)

2.6 การวัดความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำสกัด

- เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

4.2 การดำเนินการวิจัย

แบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการนำซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้ว โดยนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตปูนซีเมนต์ อลูมินาสูงร่วมกับหินปูนและ GGBS

1. นำซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้ว มาเผาที่อุณหภูมิประมาณ 500 °C เพื่อให้สารประเภทแอนทราควินโนนระเหยออกเกิดเป็นสารสีขาว (ไลทิพย์, 2542)
2. นำซิลิกา-อลูมินาในข้อ 1 มาบดด้วยเครื่อง Ball Mill เป็นเวลา 12 ชั่วโมงแล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรง No.100 ส่วนปูนขาวให้ร่อนผ่านตะแกรง No.100 ด้วย แล้วนำวัตถุดิบทั้งสองไปวิเคราะห์หาส่วนประกอบทางเคมีโดยวิธี XRF และวัดค่าความละเอียดและความถ่วงจำเพาะ
3. นำวัตถุดิบแต่ละชนิดมาผสมกันในสัดส่วนดังแสดงในตาราง 15 ให้ได้ปริมาณ 1.5 กก. แล้วนำไปผสมกันในเครื่อง Ball Mill เป็นเวลา 45 นาที เพื่อทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน วัตถุดิบที่ผสมกันแล้วนำไปขึ้นรูปให้เป็นก้อนขนาด 5*5*2 ซม.^{3} (แสดงในรูปที่ 14) ด้วยเครื่อง Hydraulic Press โดยใช้แรงอัดประมาณ 5 ตัน

4. นำก้อนวัตถุดิบไปวางบน High Alumina Refratory ในตู้อบไฟฟ้า (Electrical Muffle Kiln) เผาโดยให้อัตราความร้อนเฉลี่ย 180 °C / ชั่วโมง และรักษาระดับอุณหภูมิไว้ในช่วง 1200-1400 °C เป็นเวลา 2.5-4.5 ชั่วโมง
5. ปล่อยให้เย็นตัวลง 1 คืน ในเตาเผาจนมีอุณหภูมิห้อง แล้วนำมาบดในเครื่องBall Mill เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และร่อนผ่านตะแกรง No 100
4. เพื่อศึกษาผลของสัดส่วนทางเคมีจะใช้ตัวอย่างทั้งหมด 7 ตัวอย่าง ดังแสดงในตารางที่ 15 เลือกใช้อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง

ตารางที่ 16 สัดส่วนโดยน้ำหนัก (%) ของวัตถุดิบที่ใช้ผสม

ตัวอย่าง	ปูนขาว	ซิลิกา-อลูมินาที่ใช้แล้ว
1	35	65
2	40	60
3	45	55
4	50	50

5. เพื่อศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเผาต่อคุณสมบัติซีเมนต์ จะเลือกใช้ตัวแทนของสัดส่วนผสม 40% ปูนขาว กับ 60% ซิลิกา-อลูมินา เผาที่อุณหภูมิต่างกัน คือ 1200, 1300, 1400 °C สำหรับเวลาคงที่ 2.5 ชั่วโมง
6. เพื่อศึกษาผลกระทบของเวลาในการเผาต่อคุณสมบัติซีเมนต์ จะเลือกใช้ตัวแทนของสัดส่วนผสมที่ 40% ปูนขาว กับ 60% ซิลิกา-อลูมินา แล้วเผาที่เวลาต่างกัน คือ 1.5, 2.5, 3.5, 4.5 ชั่วโมง สำหรับอุณหภูมิคงที่ 1300 °C
7. นำ HAC ไปผสมกับ GGBS ที่อัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก โดยเครื่องผสมBall Mill
8. ทดสอบค่าความหนาแน่น ความถ่วงจำเพาะ ความละเอียด ระยะเวลาก่อตัวและกำลังรับแรงอัดของ HAC ที่ผสมและไม่ผสม GGBS ที่เวลา 3, 7, 28 วัน แล้วเลือกค่าสัดส่วน อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการผลิต HAC

9. นำค่าที่ได้เหมาะสมที่สุดไปผลิต HAC และ HAC ผสม GGBS ตรวจสอบเฟสด้วย XRD
10. ทดสอบค่าความหนาแน่น ความถ่วงจำเพาะ ความละเอียด ระยะเวลาก่อตัวและกำลังรับแรงอัดของ HAC ที่ผสมและไม่ผสม GGBS ที่เวลา 3, 7, 28,60 วัน
11. หาเฟสที่เกิดขึ้นในซีเมนต์โดยวิธี XRD ที่เวลา 3, 10, 30 วัน

การทดลองที่ 2 การตรวจสอบคุณสมบัติเบื้องต้นของปูนซีเมนต์อลูมินาสูงที่ผลิตได้ในการทำเสถียรตะกอนโลหะหนักให้เป็นก้อน

1. การวิเคราะห์หาส่วนประกอบของตะกอน ใช้วิธีการย่อย (Digestion) ซึ่งใช้กรดซัลฟูริกย่อยสลายตัวอย่างตะกอน แล้วหาส่วนประกอบและปริมาณของโลหะหนักต่างๆ ได้แก่ Ni, Cr, Pb ที่มีโอกาสปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อมเมื่อไม่มีการบำบัด
2. ทดสอบการหล่อก้อนตัวอย่างและทดสอบกำลังรับแรงอัด ตามมาตรฐาน ASTM D 2166
   2.1 ชั่งส่วนผสมที่ใช้ตามอัตราส่วนที่ต้องการทดสอบข้างต้นโดยใช้ประมาณตะกอนโลหะเท่ากันตลอดการทดลอง ให้มีประมาณเพียงพอสำหรับ 3 ตัวอย่าง
   2.2 ผสมส่วนผสมแต่ละชนิดด้วยมือ (สวมถุงมือยาง) ให้เข้ากันบนแผ่นกระจก เมื่อเข้ากันดีแล้วกองส่วนผสมที่ผสมแล้วเป็นรูปภูเขาและให้มีหลุมตรงกลาง เติมน้ำในหลุมและตักส่วนผสมจากด้านข้างลงในกลางหลุมในเวลา 30 วินาที และทิ้งให้ซึมตัวด้วยน้ำ 30 วินาที ผสมด้วยเกรียงให้เข้ากันในเวลา 1 นาที 30 วินาที
   2.3 เทส่วนผสมลงในแบบหล่อทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10.4 เซนติเมตร สูง 11.6 เซนติเมตร ภายในเวลาไม่เกิน 2 นาที 30 วินาที การหล่อจะแบ่งเป็น 2 ชั้น โดยชั้นแรกหนาประมาณ 3.5 เซนติเมตร แล้วใช้ Tamper กระทุ้งชั้นละ 16 ครั้ง โดย 8 ครั้งแรกจะมีทิศทางตั้งฉากกัน 8 ครั้งหลังให้แรงกระทุ้งพอประมาณและเท่ากันตลอด ใช้เวลาประมาณ 5 วินาที เติมส่วนผสมชั้นที่ 2 ให้เลยขอบแบบหล่อเล็กน้อย และใช้มือป้องขณะกระทุ้ง ใช้ Tamper กระทุ้งเช่นเดียวกับครั้งแรก เมื่อเสร็จให้ใช้เกรียงปาดส่วนเกินออกในลักษณะคล้ายเลื่อย
   2.4 หลังจากหล่อเสร็จให้นำตัวอย่างพร้อมแบบหล่อเก็บไว้ในที่ชื้นทันทีและเก็บในภาชนะเพื่อป้องกันอากาศ และถอดแบบในเวลา 24 ชั่วโมง บ่มตัวอย่างต่อจนครบ 7 วัน นำตัวอย่างไปทดสอบหากำลังรับแรงอัด โดยใช้เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด

2.5 หาค่าความหนาแน่นของตัวอย่างโดยการชั่งน้ำหนักของก้อนตัวอย่างและหารด้วยปริมาตรของก้อนตัวอย่าง

3. การทดสอบการชะละลาย ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 พ.ศ. 2540

3.1 บดตัวอย่างให้เป็นผง ร่อนผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มิลลิเมตร

3.2 นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.1 หนัก 100 กรัมเติมด้วยน้ำสกัด ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดซัลฟูริกและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) หาค่าความเป็นกรดด่างหรือค่าพีเอช (pH) ของส่วนผสมมีค่าคงที่เท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของของผสมให้อัตราส่วนปริมาตรน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง

3.3 เขย่าบนเครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary Agitator) ที่มีอัตราหมุน 30 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงกรองสารละลายจากการสกัดด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

3.4 วิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลด้วยเครื่องAtomic Absorption Spectrophotometer

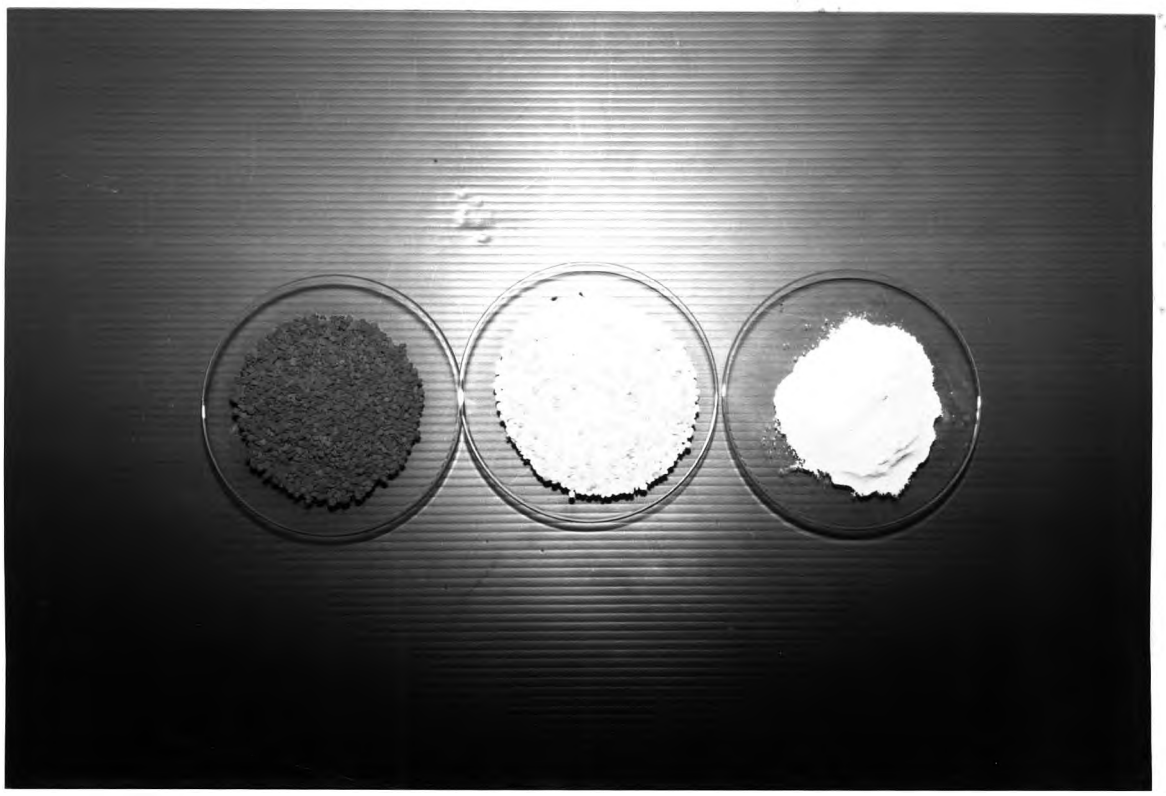
3.5 วัดค่า pH และความนำไฟฟ้าของน้ำสกัด

3.6 คำนวณหาประสิทธิภาพในการทำลายฤทธิ์ของโลหะหนักแต่ละชนิด

ประสิทธิภาพการทำลายฤทธิ์ = $(C_0 - C_s) / C_0 * 100$ โดยที่

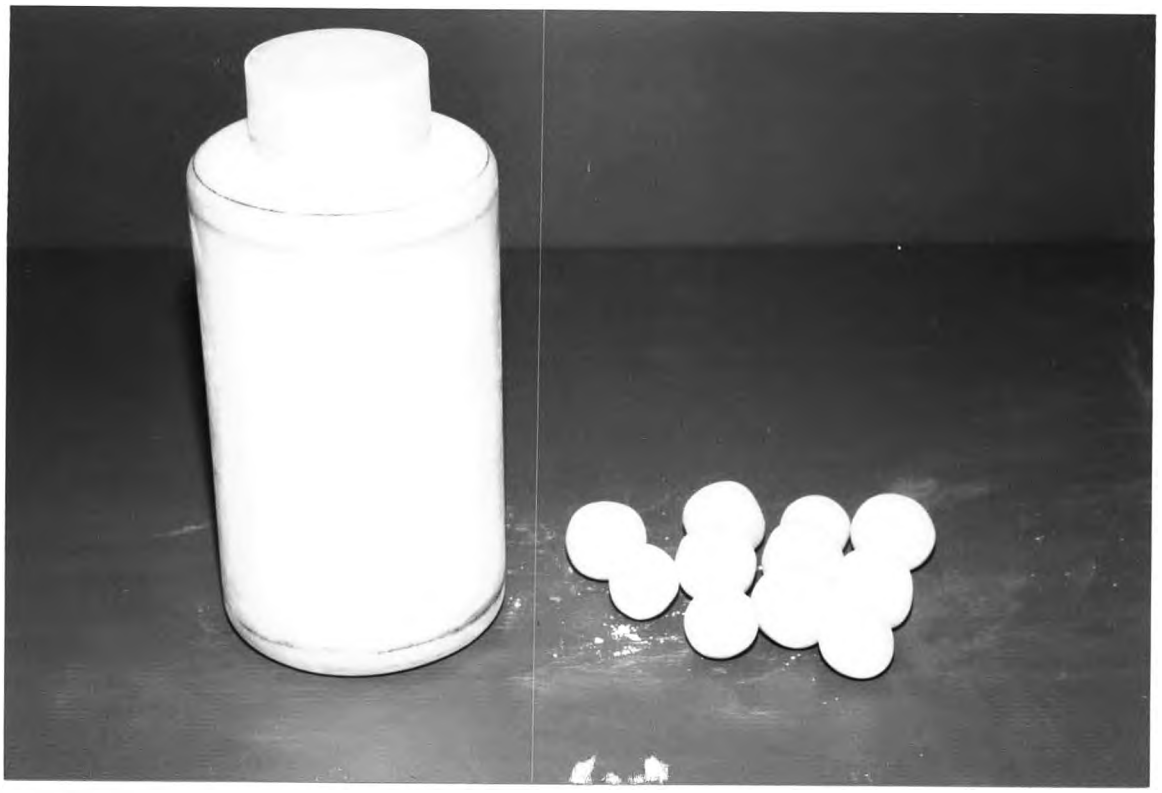
C_0 = ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำสกัดก่อนผ่านกระบวนการทำให้เป็นก้อน

C_s = ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำสกัดหลังผ่านกระบวนการทำให้เป็นก้อน

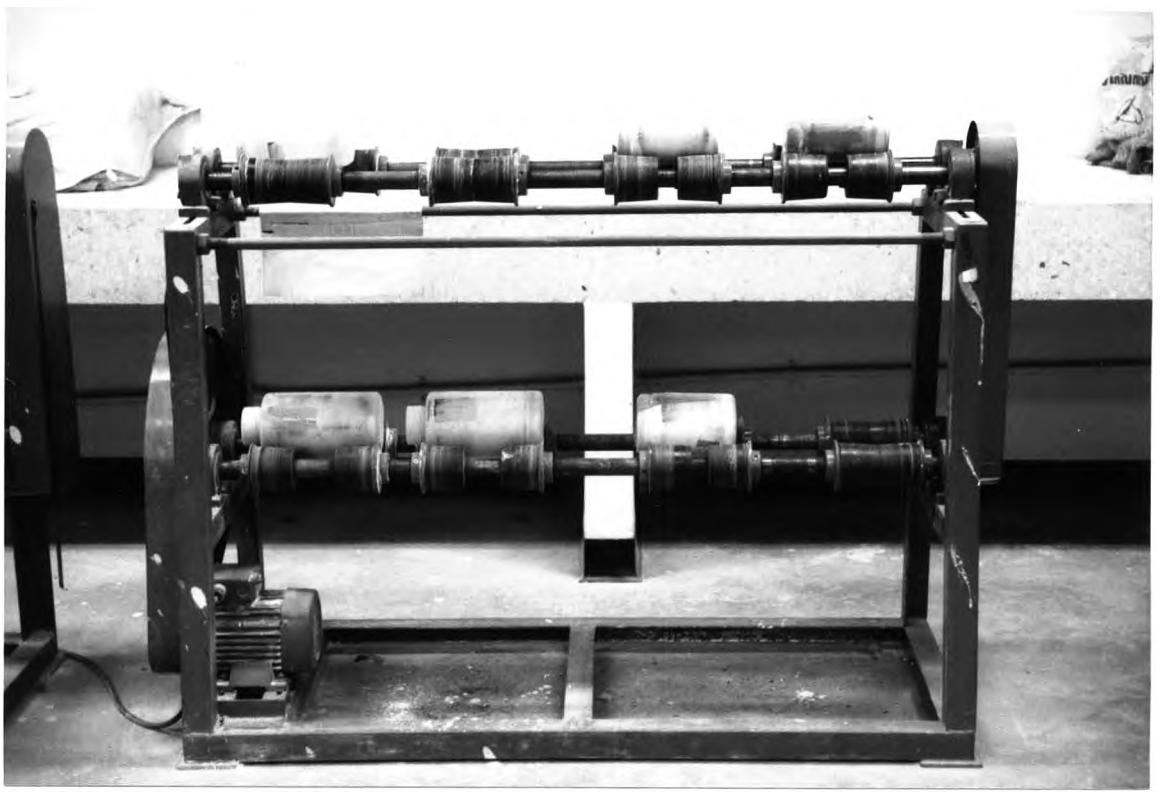


รูปที่ 4 ซิลิกา-อลูมินาไม่เผา (ซ้าย) ซิลิกา-อลูมินาเผา (กลาง) และปูนขาว (ขวา)

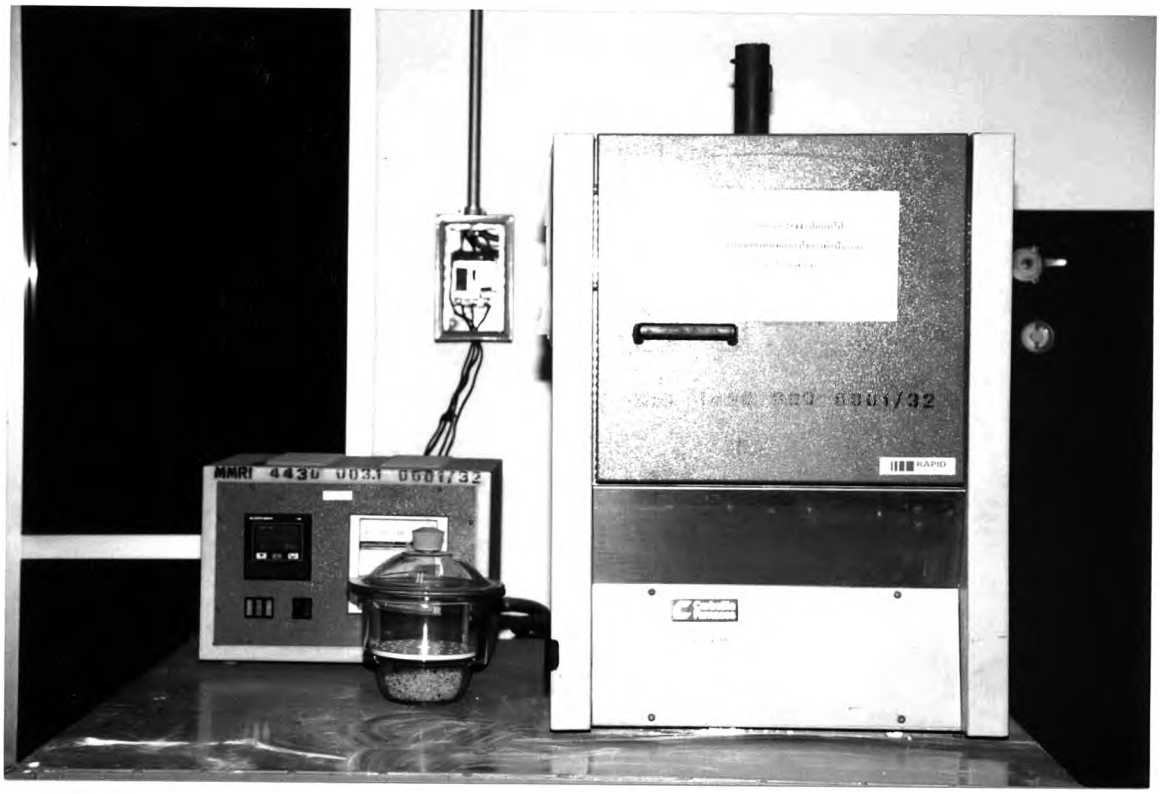
รูปที่ 5 ตะกอนนิกเกิลไฮดรอกไซด์แห้งที่ไม่บด (ซ้าย) และบดแล้ว (ขวา)



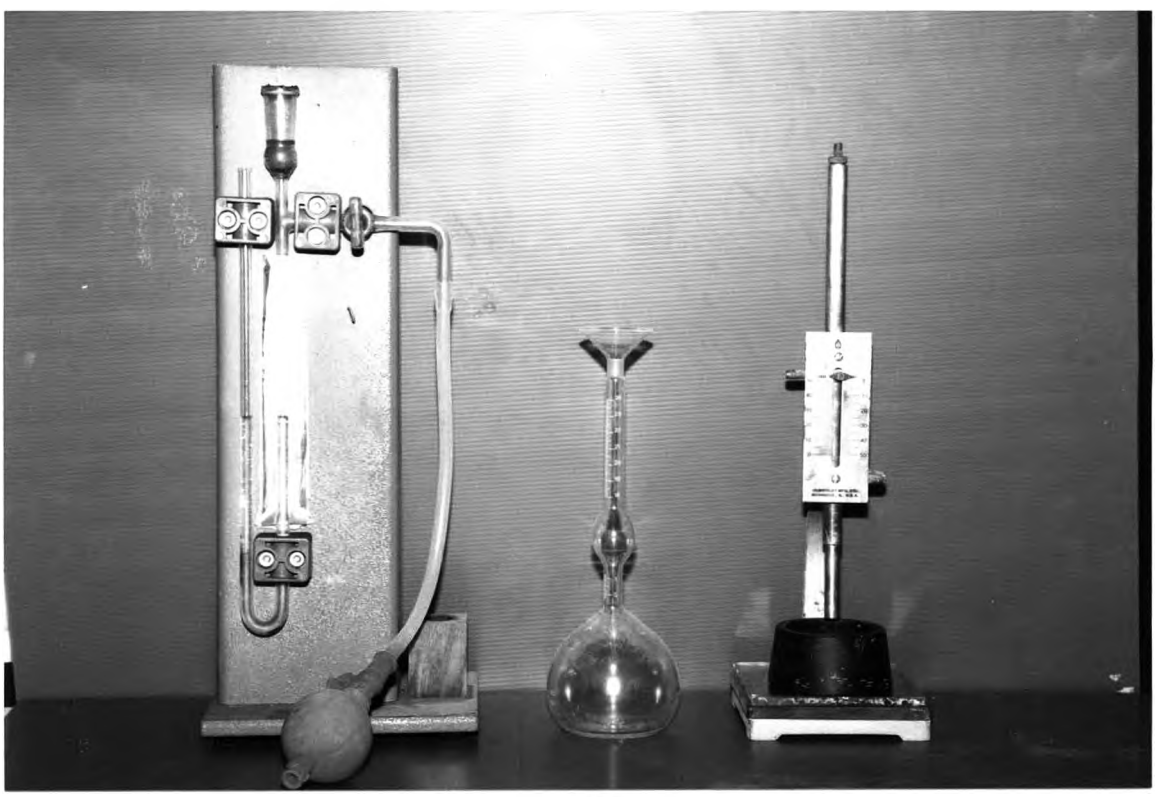
รูปที่ 6 ขวดผสมและลูกบดอลูมินา



รูปที่ 7 เครื่องผสม (Ball Mill)

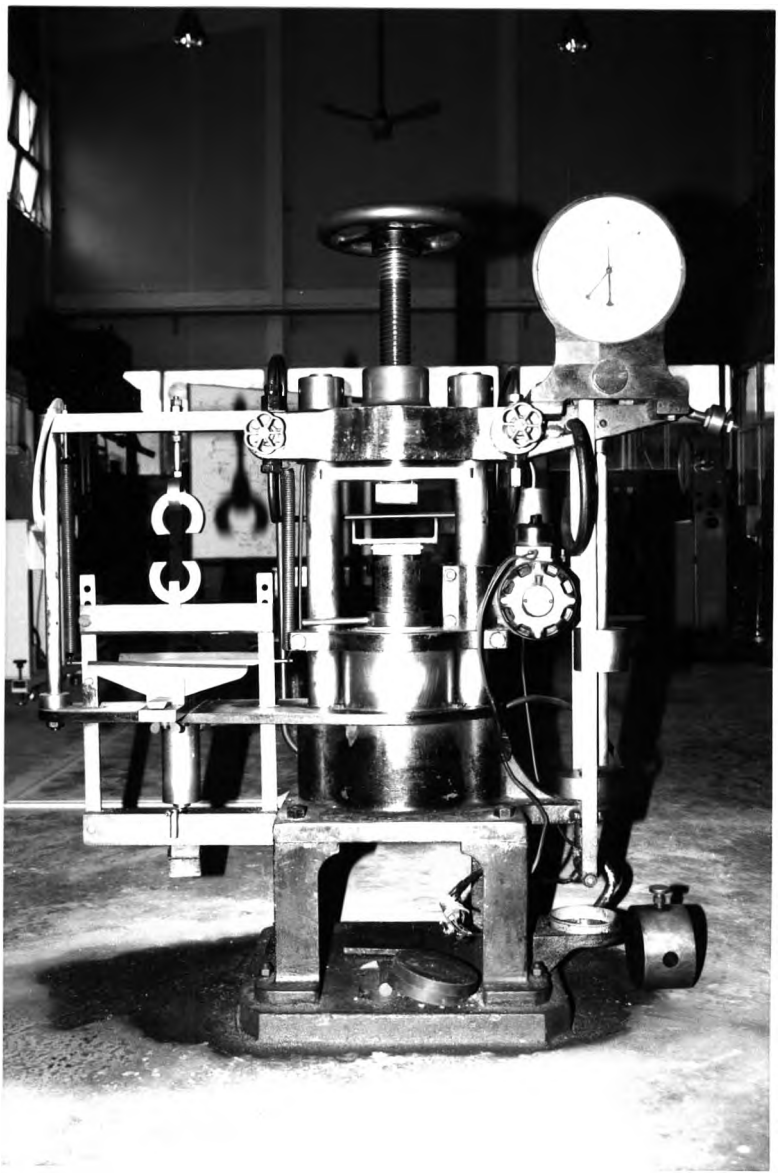


รูปที่ 8 เตาเผาที่อุณหภูมิสูง (Electrical Muffle Kiln)

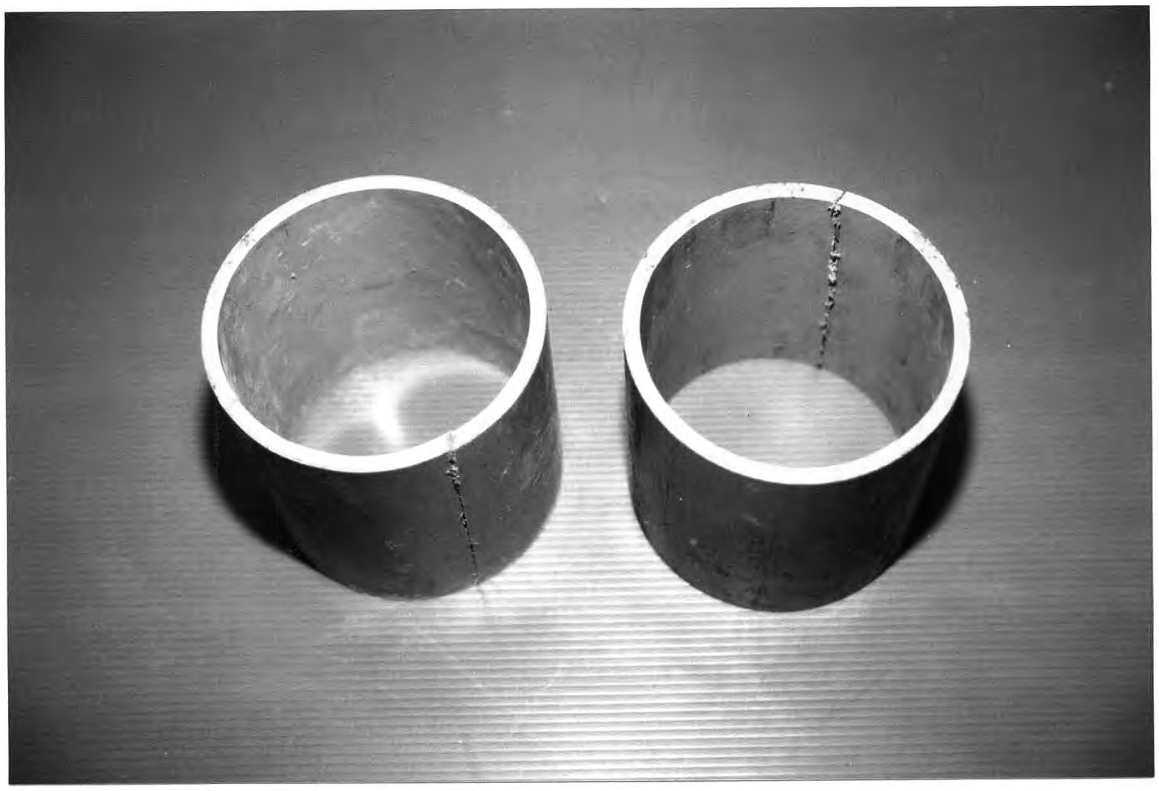


รูปที่ 9 เครื่องมือทดสอบเบลนแอร์เพอร์มีอะบิลิตี (ซ้าย)
ความถ่วงจำเพาะ (กลาง) ระยะเวลาก่อตัว (ขวา)

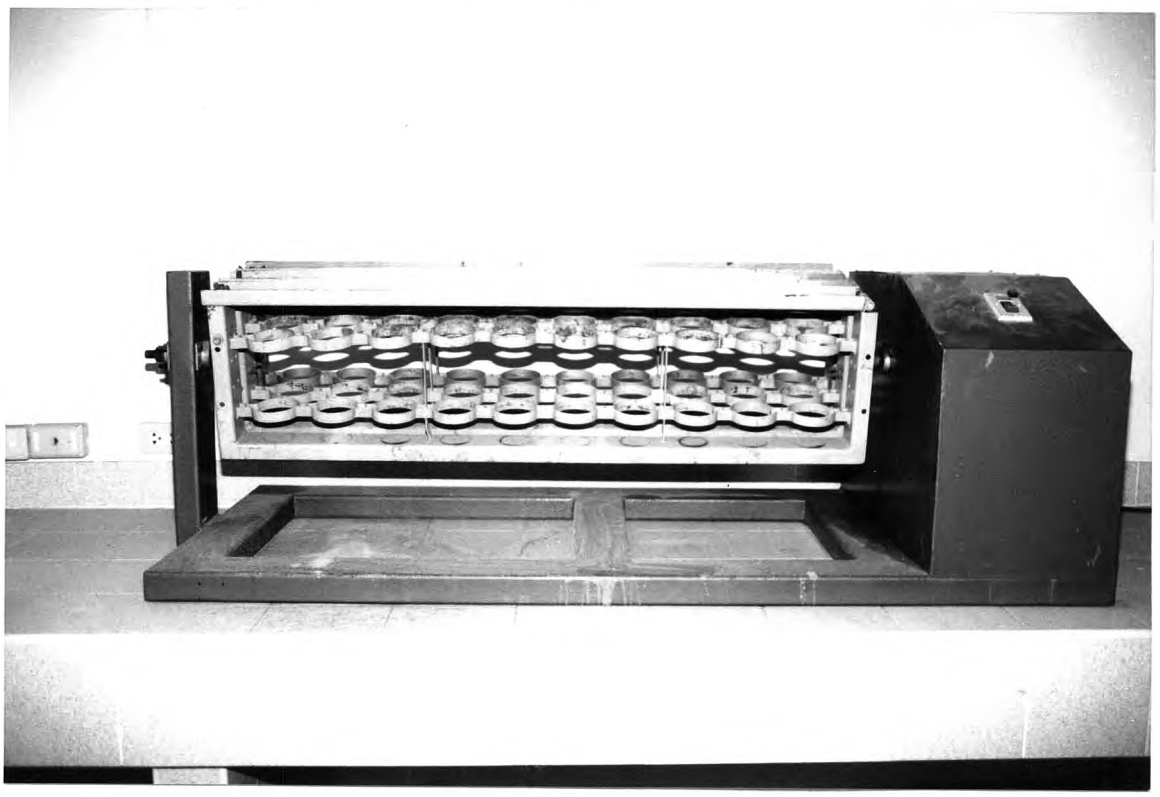
รูปที่ 10 เครื่องผสมและแบบหล่อมอร์ต้า



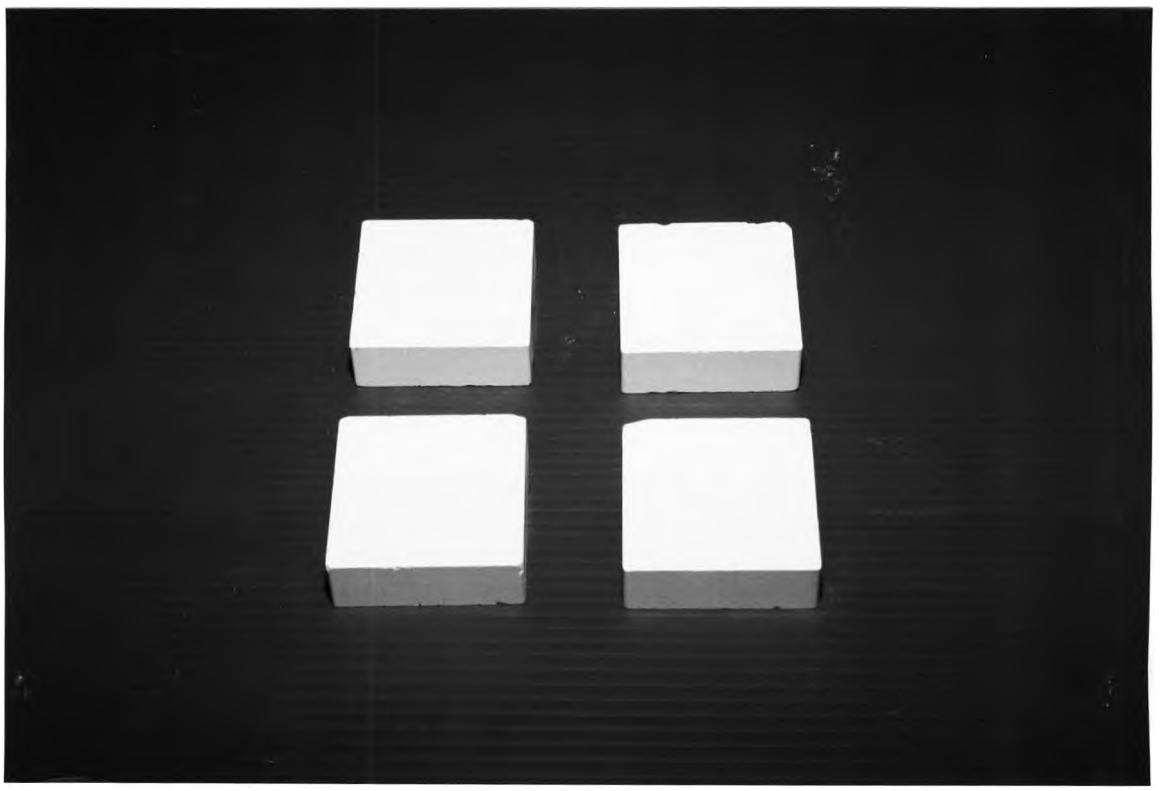
รูปที่ 11 เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด



รูปที่ 12 แบบหล่อทรงกระบอกทำจากท่อพีวีซี



รูปที่ 13 เครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary Agitator)



รูปที่ 14 วัตถุดิบที่ผสมและขึ้นรูปโดยเครื่อง Hydraulic Press