

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
วพช
อว 7

เอกสารผลงานที่เสนอประเมิน

เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

เรื่อง การศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบ
เพื่อวินิจฉัยวัสดุทนไฟโดโลไมท์

ของ

นางชลีย์ ศรีสุข

ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ฝ่ายวิเคราะห์และทดสอบ

ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

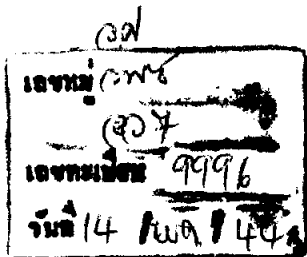
ข้อมูลสารสนเทศ
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสาร พ.ศ. 2540

เอกสารผลงานที่เสนอประเมิน

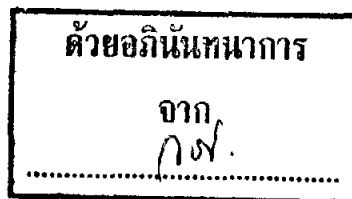
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

เรื่อง การศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบ
เพื่อวินิจฉัยวัสดุทนไฟโตโลไมท์



ของ
นางชลีย์ ศรีสุข



ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ฝ่ายวิเคราะห์และทดสอบ
ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

การศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบเพื่อวินิจฉัย

วัสดุทนไฟโดโลไมท์

บทคัดย่อ

วัสดุทนไฟโดโลไมท์เป็นวัสดุทนไฟที่มีคุณสมบัติเป็นด่าง ทนต่อด่างได้ดี นิยมนำมาใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมผลิตเหล็ก และจัดเป็นวัสดุทนไฟชนิดหนึ่ง ที่ค่อนข้างมีปัญหาในการตรวจวิเคราะห์ เนื่องจากองค์ประกอบหลักของโดโลไมท์ ประกอบด้วย แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศทำให้สลายได้ง่าย ความยุ่งยากเริ่มตั้งแต่การจัดเก็บตัวอย่าง ระหว่างการวิเคราะห์จำเป็นต้องเก็บตัวอย่างอย่างถูกวิธี จากการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ได้รับจากกรมอุตสาหกรรม ชื่อ Sindoform R12204 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.380 และ Sindoform K12101 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.381 โดยการตรวจดูโครงสร้างทางแร่ด้วย เครื่อง X-ray diffractometer การวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีโดยวิธี elemental analysis การทดสอบหาความทนไฟ การตรวจสอบระบบการประสานตัวโดย IR spectrophotometer การตรวจดูโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ ทำให้สามารถวินิจฉัยได้ว่าตัวอย่าง Sindoform R12204 เป็นวัสดุทนไฟที่ไม่ผ่านการเผา (UNFIRED DOLOMITE BRICK) โดยมี Phenolic resin เป็นตัวประสาน และตัวอย่าง Sindoform K12101 จัดเป็นวัสดุทนไฟโดโลไมท์ที่ผ่านการเผามาแล้ว (FIRED DOLOMITE BRICK)

ผลที่ได้จากการวิเคราะห์และวินิจฉัยสามารถนำไปเป็นข้อมูลในการพิจารณา พิกัดอัตราภาษีศุลกากร และเป็นแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบวัสดุทนไฟโดโลไมท์ และวัสดุทนไฟอื่น ๆ ที่มีลักษณะคล้ายกัน

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	1
วัตถุประสงค์และสารเคมี	9
วิธีดำเนินการ	11
ผลการวิเคราะห์และวิจารณ์ผล	20
สรุป	30
คำขอบคุณ	32
เอกสารอ้างอิง	33
ภาคผนวก	34

1. คำนำ

วัสดุทนไฟ (Refractories) คือผลิตภัณฑ์ที่ทำจากวัสดุที่มีความทนไฟสูง สามารถใช้ในงานที่มีอุณหภูมิสูงได้โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทั้งทางเคมีและฟิสิกส์ คือเมื่อนำไปใช้งานแล้วจะต้องมีรูปทรงคงเดิม มีความแข็งแรงดีไม่เกิดปฏิกิริยาเคมีกับก๊าซหรือน้ำสแล็ก (slag) ที่ต้องสัมผัส ผลิตภัณฑ์วัสดุทนไฟนั้นมีหลายชนิด มีความแตกต่างกันทั้งวัตถุดิบที่ใช้ ความทนไฟ รูปร่างและกรรมวิธีการผลิต วัสดุทนไฟจัดได้ว่าเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์อย่างกว้างขวางมีส่วนเข้าไปส่งเสริมอุตสาหกรรมพื้นฐานหลายอย่างของประเทศ อาทิ อุตสาหกรรมเหล็ก อุตสาหกรรมปูนซีเมนต์ อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมผลิตอะลูมิเนียม ตะกั่ว น้ำตาล ปิโตรเคมีและอื่น ๆ ที่ต้องใช้ความร้อนสูงในขบวนการผลิต วัสดุทนไฟถูกจัดแบ่งตามคำจำกัดความที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิตามมาตรฐานต่าง ๆ ดังนี้

1. มาตรฐานอุตสาหกรรมเยอรมัน (DIN) ได้กำหนดวัสดุทนไฟต้องทนอุณหภูมิได้สูงกว่า 1580 องศาเซลเซียส (SK26)
2. มาตรฐานอุตสาหกรรมสหรัฐอเมริกา (ASTM) ได้กำหนดวัสดุทนไฟต้องทนอุณหภูมิสูงกว่า 1430 องศาเซลเซียส (P.C.E เบอร์ 15 กรวยวัดความร้อนสมดุลย์ของวัสดุทนไฟ ASTM C24-79)

การแบ่งวัสดุทนไฟที่นิยมใช้กันมากมี 2 วิธี โดยวิธีแรกแบ่งตามคุณสมบัติทางเคมี คูตารางที่ 1 และวิธีที่สองแบ่งตามคุณสมบัติทางกายภาพ คูตารางที่ 2

ตารางที่ 1 การแบ่งประเภทตามคุณสมบัติทางเคมีของวัสดุทนไฟ

ประเภท	ชนิดคุณภาพ	ส่วนประกอบหลักทางเคมี
วัสดุทนไฟเชิงกรด (Acid refractory)	Silica, Semi-silica Pyrophyllite, Chamotte (Fireclay), Zircon Silicon carbide	SiO_2 $\text{SiO}_2 \text{ Al}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 \text{ SiO}_2$ SiC

ประเภท	ชนิดคุณภาพ	ส่วนประกอบหลักทางเคมี
วัสดุทนไฟเป็นกลาง (Neutral refractory)	High alumina	Al_2O_3 SiO_2
	Chrome	Cr_2O_3 Al_2O_3 MgO FeO
	Spinel	Al_2O_3 MgO
	Carbon (Graphite)	C
วัสดุทนไฟเชิงด่าง (Basic refractory)	Forsterite	MgO SiO_2
	Chrome-Magnesia	MgO Cr_2O_3 Al_2O_3 FeO
	Magnesia	MgO
	Dolomite	MgO CaO

ตารางที่ 2 การแบ่งประเภทตามคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุทนไฟ

ประเภท	สภาพ
ก้อนอิฐ (รูปร่างแน่นอน)	อิฐทนไฟ (อิฐเผา อิฐไม่เผา อิฐหลอมด้วยไฟฟ้าอื่น ๆ) อิฐขนวนไฟ
ปูนหล่อ (รูปร่างเฉพาะ)	วัสดุทนไฟขึ้นรูปได้ วัสดุทนไฟหล่อได้ วัสดุดำพื้น วัสดุทนไฟใช้พ่นยิง (วัสดุที่พ่นโดยการยิง)
ปูนทนไฟ (วัสดุประสานอิฐทนไฟ)	ปูนที่แข็งด้วยความร้อน ปูนที่แข็งด้วยลม

เนื่องจากวัสดุทนไฟมีมากมายหลายชนิด การที่จะนำวัสดุทนไฟชนิดใดมาใช้ในเตาเผาสำหรับอุตสาหกรรมอะไรนั้น จำเป็นต้องศึกษาถึงคุณสมบัติที่ต้องการอย่างระมัดระวังจึงจะสามารถที่จะเลือกใช้วัสดุทนไฟประเภทต่าง ๆ ให้เข้าและเหมาะสมกับชนิดของอุตสาหกรรมที่จะนำมาใช้ การเปลี่ยนแปลงในเทคโนโลยีการผลิตของอุตสาหกรรมต่าง ๆ โดยเฉพาะในอุตสาหกรรมเหล็ก และปูนซีเมนต์ส่งผลให้มีการนำเอาวัสดุทนไฟประเภทต่างๆ เพิ่มมากขึ้นเป็นจำนวนมากเพื่อนำมาใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม อิฐทนไฟโคโลไมท์ก็

เป็นวัสดุทนไฟประเภทหนึ่งที่นิยมนำมาใช้บุผนังเตาผลิตเหล็กกล้า เตาเผาซีเมนต์ เตาหลอมด้วยไฟฟ้าและเตาอื่น ๆ อีกหลายชนิด ซึ่งปัจจุบันยังต้องสั่งเข้ามาใช้ภายในประเทศเป็นจำนวนมาก

1.1 เหตุผลความเป็นมา

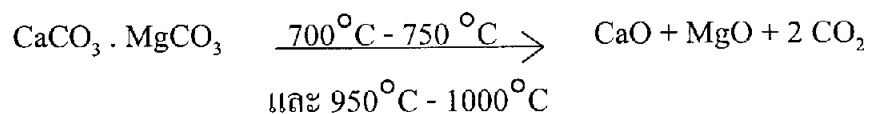
อิฐทนไฟโดโลไมท์ (Dolomite brick) นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมผลิตเหล็ก แรกเริ่มนั้นอิฐทนไฟโดโลไมท์ถูกนำมาใช้ในชุด Thomas converter แต่ภายหลังสงครามโลกครั้งที่สองมีการนำอิฐทนไฟโดโลไมท์มาใช้ในชุด LD converter ซึ่งเป็นกระบวนการผลิตเหล็กกล้าแบบใหม่ อิฐทนไฟโดโลไมท์เพื่อองฟูได้รับความนิยมอย่างสูงในการพัฒนาเตาชนิดนี้มาก เนื่องจากอิฐทนไฟโดโลไมท์มีความสามารถต้านทานต่อการกัดกร่อนของซีโลหะ (ค่า) ได้สูง ซึ่งแต่เดิมเขาใช้อิฐทนไฟพวกซิลิกา (Silica brick) แต่เนื่องจากต้องใช้งานเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งอิฐทนไฟซิลิกามีคุณสมบัติไม่เพียงพอ เพราะเหตุว่ามีการหลอมละลายเกิดขึ้นภายในก้อนอิฐอย่างมาก เนื่องมาจากปฏิกิริยาของอิฐกับเหล็กออกไซด์ในเนื้ออิฐ ผู้ประกอบการจึงหันมานิยมใช้อิฐทนไฟโดโลไมท์ในอุตสาหกรรมผลิตเหล็กแทน การผลิตอิฐทนไฟโดโลไมท์หลายชนิดจึงได้รับการพัฒนาปรับปรุงให้มีคุณภาพขึ้นอย่างมาก

ปัจจุบันประเทศไทยเรามีการขยายตัวทางด้านอุตสาหกรรมการผลิตเหล็กขึ้นมาก ปริมาณการใช้อิฐทนไฟโดโลไมท์ภายในประเทศทวีเพิ่มมากขึ้นในแต่ละปี เนื่องจากยังไม่สามารถผลิตขึ้นได้เองภายในประเทศทำให้ผู้ประกอบการต้องนำเข้าจากต่างประเทศทั้งสิ้น ซึ่งเป็นผลทำให้กรมศุลกากรสามารถจัดเก็บภาษีนำเข้าได้เพิ่มมากขึ้น

อย่างไรก็ตามการพิจารณากำหนดพิกัดอัตราภาษีศุลกากรวัสดุทนไฟชนิดต่างๆ ต้องอาศัยข้อมูลทั้งคุณสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์ต้องวินิจฉัยให้ได้ว่าผลิตภัณฑ์เหล่านั้นทำมาจากวัตถุดิบชนิดใด มีความทนไฟที่ระดับใด รูปร่างและกรรมวิธีการผลิตเป็นอย่างไร เพื่อเป็นข้อมูลในการจัดแบ่งประเภททำให้การจัดเก็บภาษีของรัฐเป็นไปอย่างถูกต้องตามมาตรฐานสากลและยุติธรรมแต่เนื่องจากกรมศุลกากรยังขาดบุคลากรที่มีความรู้ความสามารถและประสบการณ์รวมทั้งเครื่องมือในการวิเคราะห์ตรวจสอบเกี่ยวกับวัสดุทนไฟ

โดยเฉพาะจึงไม่สามารถดำเนินการตรวจพิสูจน์โครงสร้างและวินิจฉัยได้ด้วยเหตุนี้กรมอุตสาหกรรมจึงจำเป็นต้องขอความอนุเคราะห์จากกรมวิทยาศาสตร์บริการในฐานะเป็นห้องปฏิบัติการกลางของประเทศเพื่อช่วยวินิจฉัยว่าวัสดุทนไฟที่ถูกนำเข้ามาในประเทศเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ นั้นเป็นวัสดุทนไฟประเภทใด มีความทนไฟมากเท่าใด กรรมวิธีการผลิตอย่างไร ผ่านการเผาหลังจึ้นรูปมาแล้วหรือไม่ ดังนั้นการศึกษาทดลองเพื่อหาวิธีการและเทคนิคในการวิเคราะห์เพื่อวินิจฉัยจะต้องใช้วิธีการและขั้นตอนการทดสอบที่รัดกุม ดำเนินการตามหลักวิชาการโดยใช้เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เช่น X-ray diffractometer เครื่อง IR spectrophotometer กล้องจุลทรรศน์และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเพื่อหาข้อมูลมาประกอบกันในการวินิจฉัยให้ถูกต้อง

วัสดุทนไฟโดโลไมท์เป็นวัสดุทนไฟที่มีคุณสมบัติเป็นต่างทนต่อต่างได้ดีมากมีน้ำหนักเบา วัสดุดิบโดโลไมท์ที่นำมาใช้ในการทำวัสดุทนไฟโดโลไมท์นั้นเป็นสารประกอบของแคลเซียมและแมกนีเซียมคาร์บอเนต ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) เรียกว่าแร่โดโลไมท์ เป็นแร่ที่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ร้อยละ 54.2 และแมกนีเซียมคาร์บอเนต (MgCO_3) ร้อยละ 45.8 มีลักษณะวาวคล้ายแก้วหรือไข่มุก สีขาว ชมพู เทา น้ำตาลหรือดำ ขาวอมเขียว ความถ่วงจำเพาะ 2.8-2.9 ความแข็ง 35.4 เนื้อแร่มีทั้งโปรงใสและโปรงแสง มีจุดหลอมละลายสูง ในการทำวัสดุทนไฟโดโลไมท์ประเภทอิฐทนไฟต้องนำแร่โดโลไมท์มาบดคั้ขนาด แล้วเผาคล้ไซน์ (calcine) ให้ได้ที่ก่อนในเตาหมุน การเผาคล้ไซน์เป็นการเผาเพื่อไล่ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ออกจากโดโลไมท์ให้กลายเป็นแคลเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์ ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะถูกขับออกไปหมดที่อุณหภูมิประมาณ 1000 องศาเซลเซียส จะได้ dolomite clinker ที่เรียกว่าโดโลมา (doloma) ดังปฏิกิริยา



อนุผลของคาร์บอนจะแตกตัวสองช่วง คือช่วงแรกที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ถึง 750 องศาเซลเซียส เป็นการแตกตัวของแมกนีเซียมคาร์บอนเตตและช่วงที่สองอนุผลของคาร์บอนที่จับตัวอยู่กับแคลเซียมจะแยกตัวออกและคายคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) ดังนั้นการคายคาร์บอนไดออกไซด์จะเริ่มจากอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ถึง 1000 องศาเซลเซียส แต่จะหยุดเผาถ่านที่อุณหภูมิเท่านี้ไม่ได้เพราะเม็ด dolomite clinker ที่ได้จะมีความพรุนตัวสูงและค่อนข้างไวต่อปฏิกิริยามาก ควรที่จะเผาถ่านต่อไปถึงอุณหภูมิประมาณ 1700 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ dolomite clinker ที่ผนึกตัวแน่นขึ้นมีความหนาแน่นสูงถึง 3.2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อจะได้สามารถนำมาทำเป็นวัตถุดิบในการผลิตอิฐทนไฟ โดโลไมท์ได้

ในการผลิตอิฐทนไฟโดโลไมท์ มีปัญหาสำคัญ 2 ประการ คือ

ประการแรก ปัญหาการรวมตัวกับความชื้นในอากาศของแคลเซียมออกไซด์ ที่จะทำให้อิฐที่ทำเสร็จแล้วยุบเป็นผง

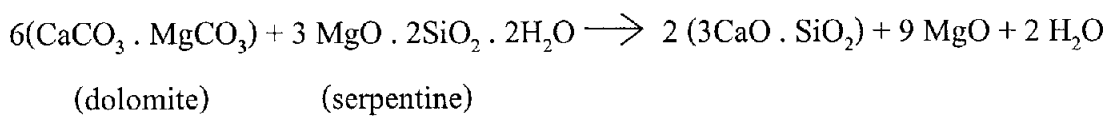
ประการที่สอง ในระหว่างการเผาโดโลไมท์นั้น ปริมาณของแคลเซียมออกไซด์อิสระมีความสำคัญมาก ขณะที่ทำการเผา CaO ส่วนหนึ่งจะไปทำปฏิกิริยารวมตัวกับ Al₂O₃ และ Fe₂O₃ ที่เจือปนได้สารประกอบ Tetracalcium aluminoferrite (4CaO . Al₂O₃ . Fe₂O₃) และ Dicalcium ferrite (2CaO . Fe₂O₃) ซึ่งมีจุดหลอมเหลวต่ำก่อน หลังจากนั้น CaO ที่เหลือจะรวมตัวกับ SiO₂ เพื่อให้เกิดสารประกอบ Tricalcium silicate (3CaO . SiO₂) ถ้าปริมาณของ CaO ที่เหลือไม่มากเพียงพอจะทำให้เกิดสารประกอบ Dicalcium silicate (2CaO . SiO₂) แทน ซึ่งในระหว่างการเผาจะเกิด γ - β transformation ของ Dicalcium silicate ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางปริมาตร 10% จึงทำให้เกิดการยุบแตกเป็นผง

ซึ่งปัญหาทั้งสองประการนี้ต่อมาได้มีการวิจัยปรับปรุงแก้ไขดังต่อไปนี้

1. เคลือบผิวเม็ดโดโลไมต์ด้วยน้ำมันดิน (tar หรือ pitch) ซึ่งจะช่วยให้แคลเซียมออกไซด์ทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศได้ช้าลงเราจึงมักเห็นอิฐทนไฟที่ทำจากโดโลไมท์มีสีดำของน้ำมันดินอยู่เสมอ

2. เปลี่ยนแคลเซียมออกไซด์ให้อยู่ในรูปของสารประกอบซิลิเกตหรือเฟอร์ไรต์ เพื่อหลีกเลี่ยงการทำปฏิกิริยากับน้ำ ปรับปรุงโดยการเติมเหล็กออกไซด์เข้าไปเล็กน้อยในขณะ

เผาคลinker เพื่อช่วยเร่งการผืนึกตัวของ dolomite clinker ให้มันคงหรือเสถียรขึ้น เราเรียก dolomite clinker ที่ได้จากการเติมเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) เข้าไปในการเผาคลinker ว่า Semi-stabilized dolomite clinker และปรับปรุงคุณภาพของ dolomite clinker ให้ดีขึ้นกว่าเดิม โดยการผสม Serpentine ($3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เข้าไปเพื่อให้แคลเซียมออกไซด์รวมตัวจับอยู่กับซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) ในรูปของ Tricalcium silicate ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$) จะได้ dolomite clinker ที่ค่อนข้างเสถียรมาก เรียก stabilized dolomite clinker ดัง ปฏิกิริยา



3. ผสมด้วยบอริกแอซิด (boric acid) หรือฟอสเฟต (phosphate) เพื่อช่วยป้องกันการเปลี่ยนแปลงทางปริมาตรของสารโคแคลเซียม ซิลิเกต

อิฐทนไฟโดโลไมท์มีอยู่หลายชนิดสามารถแบ่งตามวัสดุ (material) และระบบการประสานตัว (bonding technic) ได้ดังนี้

อิฐทนไฟโดโลไมท์สามารถแบ่งชนิดตามวัสดุและระบบการประสานตัวดังนี้

วัสดุ (Material)	ปูน (Clinker)	ระบบการประสานตัว (bonding technic)	อิฐ (Brick)
โดโลไมท์ธรรมชาติ (Natural Dolomite)	กึ่งถาวร (Semi-stabilized)	น้ำมันดิน (Tar)	น้ำมันดินโดโลไมท์ (Tar Dolomite)
		เซรามิก	
	ถาวร (Stabilized)	น้ำมันดิน (Tar)	
		เซรามิก	โดโลไมท์ถาวร
โดโลไมท์สังเคราะห์ (Synthetic dolomite)	กึ่งถาวร (Semi-stabilized)	น้ำมันดิน (Tar)	น้ำมันดินโดโลไมท์สังเคราะห์
		เซรามิก	โดโลไมท์สังเคราะห์ผ่านการเผา
	ถาวร (Stabilized)	น้ำมันดิน (Tar)	
		เซรามิก	

คุณสมบัติของอิฐทนไฟโคโลไมท์ สามารถพิจารณาความแตกต่างตามคุณสมบัติของปูน (clinker) และระบบการประสานตัว (bonding technic) ที่ใช้ ทั้งที่เป็นอิฐที่ผ่านการเผามาแล้วหรือไม่เผา และที่มีน้ำมันดินหรือไม่มี

ในการผลิตอิฐทนไฟโคโลไมท์ชนิดที่มีน้ำมันดินผสมอยู่ด้วยนั้นจะเป็นได้ทั้งแบบที่ผ่านการเผามาแล้ว (Fired dolomite brick) และแบบที่ยังไม่ผ่านการเผา (Unfired dolomite brick) ซึ่งมีกรรมวิธีการผลิตที่แตกต่างกัน 3 ประเภท

1. อิฐทนไฟที่เม็ดยึดต่อกันโดยน้ำมันดิน (Tar bonded brick) ผลิตโดยการเคลือบเม็ดอิฐทนไฟด้วยน้ำมันดินก่อน แล้วจึงอัดให้เป็นรูปอิฐ
2. อิฐทนไฟที่เม็ดยึดกันโดยน้ำมันดินแล้วอบด้วยความร้อน เพื่อไล่สารที่ระเหยได้ (Tar bonded and tempered brick) ที่อุณหภูมิประมาณ 250-300 องศาเซลเซียส เพื่อให้ น้ำมันดินเหลวขึ้นจะได้เคลือบผิวเม็ดอิฐทนไฟได้ทั่วยิ่งขึ้น
3. อิฐทนไฟแบบชุบน้ำมันดิน (Tar impregnated brick) ผลิตโดยการเผาอิฐที่อุณหภูมิสูงจนเกิด ceramic bond แล้วชุบน้ำมันดินในห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) ภายหลังจากน้ำมันดินจะซึมเข้าไปทั่วทั้งก้อน

ลักษณะเด่นของอิฐทนไฟโคโลไมท์มีดังนี้

1. คุณสมบัติต้านทานตะกรันได้ดีมากในบรรยากาศลดออกซิเจน
2. คุณสมบัติต้านทานการแตกร้าวได้ดี ถ้ามีน้ำมันดินมาก
3. การนำความร้อนต่ำกว่าอิฐประเภทอื่น
4. รูปร่างและขนาดไม่เสียหายในส่วนของอิฐที่ไม่เผา
5. ราคาถูก เนื่องจาก dolomite clinker มีราคาถูกมากกว่าเมื่อเทียบกับ magnesia clinker

ข้อเสียของอิฐทนไฟโคโลไมท์

1. การต้านทานน้ำซึมได้น้อย
2. เกิดความเสียหายมากในการหลอมในบรรยากาศเพิ่มออกซิเจน

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อวินิจฉัยวัตถุตัวอย่างว่าเป็นวัสดุทนไฟชนิดใด มีองค์ประกอบอะไรบ้าง ผ่านการเผามาแล้วหรือไม่ มีสารอะไรเป็นตัวประสาน
2. เพื่อวิเคราะห์ทดสอบให้ได้ว่าเป็นวัสดุทนไฟที่สามารถทนความร้อนได้ถึงระดับอุณหภูมิเท่าใด

1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ทำให้ทราบวิธีการและเทคนิคในการตรวจวิเคราะห์ทดสอบและวินิจฉัยวัสดุทนไฟโดโลไมท์
2. สามารถนำไปเป็นแนวทางในการจัดทำเป็นคู่มือในการวิเคราะห์ทดสอบวัสดุทนไฟโดโลไมท์และวัสดุทนไฟชนิดอื่นที่มีลักษณะคล้ายกัน
3. สามารถนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกต์อัตราภาษีศุลกากร

4.1 ระยะเวลาดำเนินการ

เมษายน 2535 - กรกฎาคม 2535 (4 เดือน)

2. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 2.1.1 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW 1710
- 2.1.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer) ยี่ห้อ Perkin – Elmer รุ่น 1720
- 2.1.3 เครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์ (Flame photometer) ยี่ห้อ Corning รุ่น 410
- 2.1.4 เตาเผาไฟฟ้า (Electric muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite อุณหภูมิสูงสุด 1400° เซลเซียส
- 2.1.5 ตู้อบความร้อน (Oven) ยี่ห้อ Blue M ให้อุณหภูมิสูงสุด 275° เซลเซียส
- 2.1.6 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical balance) ที่ชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม ยี่ห้อ Sartorius รุ่น 2462
- 2.1.7 แท่นให้ความร้อน (Hot plate)
- 2.1.8 ตะเกียงเบนเสน (Bunsen burner)
- 2.1.9 เป้าทองคำขาว (Platinum crucible)
- 2.1.10 เครื่องแก้วสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองจะต้องมีความบริสุทธิ์และต้องใช้ชนิด reagent grade

- 2.2.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Hydrochloric acid, HCl)
- 2.2.2 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Sulphuric acid, H_2SO_4)
- 2.2.3 กรดไนตริกเข้มข้น (Nitric acid, HNO_3)
- 2.2.4 กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น (Perchloric acid, $HClO_4$)
- 2.2.5 กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น (Hydrofluoric acid, HF)
- 2.2.6 กรดฟอสฟอริกเข้มข้น (Phosphoric acid, H_3PO_4)
- 2.2.7 สารละลายแอมโมเนีย (Ammonia solution, NH_4OH)
- 2.2.8 แอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium chloride, NH_4Cl)

- 2.2.9 สารละลายเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ (Methyl red indicator) เตรียมโดยละลายเมทิลเรด 2 กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์ชนิดร้อยละ 95 จำนวน 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- 2.2.10 สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate solution, $K_2Cr_2O_7$) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร = 0.004 กรัมเฟร์ริกออกไซด์ บดโพแทสเซียมไดโครเมตขั้นมาตรฐานหลัก (primary standard) อบที่อุณหภูมิ 180 ถึง 200 องศาเซลเซียสจนน้ำหนักคงที่ซึ่งโพแทสเซียมไดโครเมตที่อบแล้วให้ได้ปริมาณ 2.4570 กรัม ละลายโพแทสเซียมไดโครเมตในขวดปริมาตร แล้วเติมน้ำให้ได้ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรพอดี สารละลายนี้ถือเป็นสารละลายมาตรฐานหลัก
- 2.2.11 สารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride solution, $SnCl_2$) ละลายสแตนนัสคลอไรด์ 5 กรัมในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มจนสารละลายใส เก็บในขวดที่ปิดสนิท ใส่ชิ้นโลหะดีบุกลงไปในช่วงด้วย
- 2.2.12 สารละลายอิ่มตัวเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ (Saturated mercuric chloride solution, $HgCl_2$)
- 2.2.13 สารละลายแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์ (Barium diphenylaminesulphonate indicator) ละลายแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนต 0.3 กรัมในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 2.2.14 สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมออกซาเลต (Ammonium oxalate, saturated solution, $(NH_4)_2C_2O_4$) ละลายแอมโมเนียมออกซาเลต 4 กรัมในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 2.2.15 สารละลายแอมโมเนียมไนเตรต (Ammonium nitrate solution, NH_4NO_3) ละลายแอมโมเนียมไนเตรต 100 กรัมในน้ำเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เจือจางเป็น 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เก็บในขวดพลาสติก

- 2.2.16 สารละลายไดแอมโมเนียมฟอสเฟต (Diammonium phosphate solution, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) ความเข้มข้น 250 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

3. วิธีดำเนินการ

3.1 วางขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ

- 3.1.1 ศึกษาหาข้อมูลจากเอกสารวิชาการเกี่ยวกับวัสดุทนไฟและวิธีการวิเคราะห์ทดสอบ
- 3.1.2 กำหนดขั้นตอนการตรวจพิสูจน์
- 3.1.3 ตรวจสอบที่ลักษณะของวัตถุตัวอย่างและเก็บตัวอย่างไว้ในที่เหมาะสม
- 3.1.4 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างที่เป็นองค์ประกอบหลักของวัตถุตัวอย่าง โดยใช้เครื่องมือพิเศษ X-ray diffractometer
- 3.1.5 ตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติและองค์ประกอบทางเคมี
- 3.1.6 ตรวจวิเคราะห์ทดสอบคุณสมบัติทางฟิสิกส์
- 3.1.7 ตรวจดูโครงสร้างจุลภาคของวัตถุตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์

3.2 วิธีการวิเคราะห์ทดสอบ

- 3.2.1 สังเกตและบันทึกลักษณะของตัวอย่างอย่างละเอียด ตั้งแต่การบรรจุหีบห่อส่งมาอย่างมิดชิด ซึ่งแสดงว่าไม่ต้องการให้วัตถุตัวอย่างทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศ ดังนั้นจึงต้องเก็บตัวอย่างไว้อย่างดีในเคสติกเกอร์บันทึกลักษณะสีและขนาด
- 3.2.2 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างที่เป็นองค์ประกอบของวัตถุตัวอย่าง เพื่อองค์ประกอบหลักโดยใช้เครื่องมือพิเศษ X-ray diffractometer บดตัวอย่างให้ละเอียดใส่ลงใน specimen holder วัดมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วย X-ray diffractometer จะได้ pattern ซึ่งมี peak ของสารประกอบต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบทางแร่ของตัวอย่าง
- 3.2.3 ตรวจวิเคราะห์ปริมาณ โดยวิธีทางเคมี
- เริ่มจากการเตรียมตัวอย่างจะต้องทำอย่างละเอียดและรวดเร็วโดยการนำวัตถุตัวอย่างมาย่อยโดยใช้เครื่องย่อยให้ละเอียด ร่อนผ่านร่อนขนาด 150 ไมโครเมตร เก็บตัวอย่าง

ไว้ในภาชนะที่สะอาดและอากาศเข้าไม่ได้ เพื่อไม่ให้ตัวอย่างทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศ

(1) การวิเคราะห์หาการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผา (Loss on ignition)

ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน 0.1 มิลลิกรัม ใส่เข้าแพลทินัมที่สะอาดที่เผาไล่ความชื้นและทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว เผาโดยเพิ่มความร้อนอย่างสม่ำเสมอจนถึงอุณหภูมิ 900-1000 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่ ปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้องในเดสิคเคเตอร์ ชั่งแล้วคำนวณหาการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผาเป็นร้อยละจากน้ำหนักที่หายไปโดยเทียบกับน้ำหนักตัวอย่างก่อนเผา

$$\text{Loss on ignition (\%)} = \frac{\text{ผลต่างของน้ำหนักตัวอย่างก่อนเผาและหลังเผา}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่างเริ่มต้น}} \times 100$$

(2) การวิเคราะห์หาปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2)

ชั่งตัวอย่างที่เตรียมไว้แล้ว 1.0000 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรและเติมกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งบนแท่นให้ความร้อนจนเกือบแห้ง เติมน้ำร้อน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรและให้ความร้อนต่อไปจนเกือบเดือด กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ตั้งบีกเกอร์และกระดาษกรองด้วยไฮโดรคลอริก (1+9) เก็บสารละลายที่กรองได้ไว้วิเคราะห์หา Mixed oxide ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) ต่อก่อนนำกระดาษกรองซึ่งมีตะกอนของซิลิคอนไดออกไซด์ทำให้แห้งในเตาอบ ใส่ลงในเบ้าแพลทินัม เผาอย่างระมัดระวังจนกระดาษกรองไหม้ แล้วเพิ่มความร้อนอย่างสม่ำเสมอจนถึงอุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส รักษาอุณหภูมินี้เป็นเวลา 30 นาที ปล่อยให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักไว้ เติมน้ำละลายกรดซัลฟูริก (1+1) 2 ถึง 3 หยด เติมกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ระเหยสารละลายจนแห้ง เผาอย่างระมัดระวังเพื่อป้องกันการประทุโดยเพิ่มอุณหภูมิทีละน้อยจนถึง 1100 องศาเซลเซียส รักษาอุณหภูมินี้ไว้ 30 นาที ปล่อยให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ นำไปชั่ง น้ำหนักหายไปคือปริมาณของซิลิคอนไดออกไซด์

$$\text{SiO}_2 (\%) = \frac{\text{น้ำหนักของตะกอนที่หายไป}}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}} \times 100$$

(3) การวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์และเฟอร์ริกออกไซด์ ($Al_2O_3 + Fe_2O_3$)

นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2. มาเติมแอมโมเนียมคลอไรด์ลงไป 5 กรัม และสารละลายเมทิลเรด 3 หยด ต้มสารละลายที่ได้จนเกือบเดือด เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ลงไปช้า ๆ จนกระทั่งอินดิเคเตอร์เปลี่ยนเป็นสีเหลืองส้มอีกสักครู่ใหญ่เพื่อไล่แอมโมเนียที่มากเกินไป ปล่อยให้ตะกอนนอนก้นประมาณ 30 นาที แล้วเทซ้ำ ๆ ลงบนกระดาษกรองชนิดหยาบจนหมด ล้างบีกเกอร์และกระดาษกรองหลาย ๆ ครั้งด้วยสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 20 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตรที่อุ่น เก็บสารละลายที่กรองได้เพื่อวิเคราะห์หาแคลเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไป นำตะกอนที่กรองได้ทำให้แห้งในเตาอบ ใส่ตะกอนลงในเบ้าแพลทินัมที่ทราบน้ำหนักแล้ว เวางจนถึงอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส และรักษาอุณหภูมิไว้ประมาณ 30 นาที จนได้น้ำหนักคงที่ ปล่อยให้เย็นในเคสิทิกเตเตอร์แล้วชั่งตะกอนที่ได้จะประกอบด้วยอะลูมิเนียมออกไซด์และเฟอร์ริกออกไซด์ (mixed oxide)

$$\text{Mixed oxide (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักของตะกอน}}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}} \times 100$$

(4) การวิเคราะห์หาปริมาณเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3)

ชั่งตัวอย่าง 1.000 กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำเย็น 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร แก้วบีกเกอร์แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายจนเดือดแล้วเติมสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ลงไปทีละหยด พร้อมทั้งคนขณะเดือดจนสารละลายใสไม่มีสี เติมให้เกินพออีก 1 หยด แล้วทำให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้องโดยวางบีกเกอร์ในอ่างน้ำเย็นแล้วรีบล้างผิวด้านในของบีกเกอร์ด้วยน้ำ เติมสารละลายอิมัลชันเมอร์คิวริกคลอไรด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรที่เคียวหมด คนสารละลายอย่างแรง เติมกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) (1+1) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และหยดแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์ 2 หยด เติมน้ำเพื่อให้ได้ปริมาตรอยู่ระหว่าง 75 ถึง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปติเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมไดโครเมต การติเตรตจะสมบูรณ์เมื่อหยดสารละลายมาตรฐานลงไป 1 หยดจนเกิดสีม่วงเข้ม

$$Fe_2O_3 (\%) = \frac{0.004 \times \text{ปริมาตรของ } K_2Cr_2O_7}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}} \times 100$$

(5) การวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)

หาจากการคำนวณโดยหักน้ำหนักของเฟร์ริกออกไซด์จากน้ำหนักของ mixed oxide น้ำหนักที่เหลือคือน้ำหนักของอะลูมิเนียมออกไซด์กับออกไซด์อื่น ๆ จำนวนเล็กน้อย โดยทั่วไปแล้วถือว่าเป็นอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ได้จากการวิเคราะห์

(6) การวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ (CaO)

นำสารละลายที่กรองได้จากการตก mixed oxide ในข้อ (3) มาทำให้เป็นกรด โดยการเติมกรดไฮโดรคลอริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรแล้วเติมน้ำให้เป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ 2 ถึง 3 หยด แล้วจึงเติมสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेटอ่อน ๆ ลงไป 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายให้ร้อนถึงประมาณ 80 องศาเซลเซียส และเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ทีละหยดจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากแดงเป็นเหลือง ตั้งสารละลายทิ้งไว้ประมาณ 1 ชั่วโมง คนบ้างเป็นครั้งคราวในระยะ 30 นาทีแรก กรองโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และค่อย ๆ ล้างด้วยสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेटเย็น (1 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) เก็บสารละลายที่กรองได้ไว้หาแมกเนเซียมออกไซด์ต่อไป นำตะกอนที่ได้ทำให้แห้งใส่ในบิวาแลททินัมที่รูนน้ำหนักแล้ว เฝ้าให้กระดาษกรองใหม่ โดยไม่ถูกเป็นเปลวไฟจนหมดโดยใช้อุณหภูมิต่ำก่อนและสุดท้ายเผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ในเตาไฟฟ้า ทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักตะกอนเป็นน้ำหนักของแคลเซียมออกไซด์

$$CaO (\%) = \frac{\text{น้ำหนักของตะกอน}}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}} \times 100$$

(7) การวิเคราะห์หาปริมาณแมกเนเซียมออกไซด์ (MgO)

นำสารละลายที่ได้จากการกรองแคลเซียมออกไซด์ในข้อ (5) มาทำให้เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริกกระเหยแห้งเหลือ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายไดอัมโมเนียมฟอสเฟต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำสารละลายให้เย็นต่ำกว่าอุณหภูมิห้องเล็กน้อย โดยการแช่ในถาดน้ำป่นน้ำแข็ง หลังจากเย็นแล้วเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทีละหยดและคนไปพร้อมกันอย่างสม่ำเสมอ กระทั่งผลึกของแมกเนเซียมอัมโมเนียมฟอสเฟตเริ่มเกิดขึ้น คนต่อไปอีกหลายนาที ตั้งสารละลายนี้ไว้อย่างน้อย 8 ชั่วโมง ในบรรยากาศที่เย็น กรองโดย

ใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างพอประมาณด้วยสารละลายแอมโมเนียมไนเตรตเย็น นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนทำให้แห้งใส่เบ้าเพลทินัมที่รูน้่าน้ำหนักแล้ว เเผกระดาษซ้ำ ๆ ให้คาร์บอนที่เกิดขึ้นไหม้จนหมด ถ้าเผเร็วเกินไปคาร์บอนจะถูกจับไว้ในตะกอนฟอสเฟตแล้ว เผาต่อที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจนน้ำหนัคงที่

$$\text{MgO (\%)} = \frac{0.362 \times \text{น้ำหนักของตะกอน}}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}} \times 100$$

(8) การวิเคราะห์หาปริมาณอัลคาไล (Na_2O , K_2O)

ชั่งตัวอย่าง 0.5000 กรัมใส่ลงในเบ้าเพลทินัมขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายกรดซัลฟูริก (1+9) จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 15 ถึง 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงไปในเบ้า ทำให้ระเหยจนแห้ง โดยใช้อุณหภูมิต่ำเพื่อกันกระเด็น เติมน้ำ 20 ถึง 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งไฟให้ร้อนจนเกลือละลายหมด กรองสารที่อยู่ในเบ้าผ่านกระดาษกรองไร้เถ้าเบอร์ 42 ผ่านขวดแก้วปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างเบ้าและกระดาษด้วยน้ำอุ่น ทำให้เย็น เจือจางด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน นำสารละลายส่วนนี้ไปวิเคราะห์หาโซเดียมออกไซด์ และโพแทสเซียมออกไซด์ ด้วยเครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์ โดยเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐาน

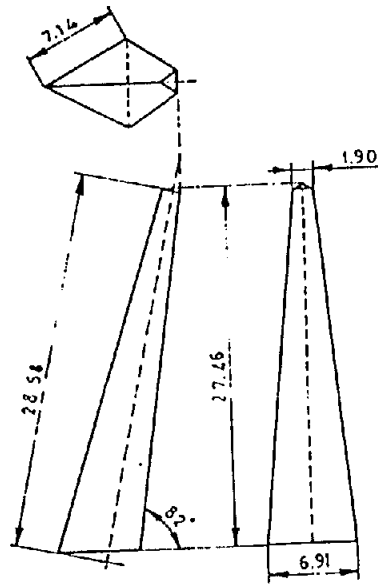
(9) การวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอน (C)

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม บรรจุลงในภาชนะบรรจุตัวอย่าง ใส่ลงใน combustion tube เผาตัวอย่างให้สมบูรณ์ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน ผ่านก๊าซที่เกิดขึ้นไปยัง IR – cell detector วัดปริมาณ CO_2 และคำนวณเทียบเป็นร้อยละของคาร์บอน

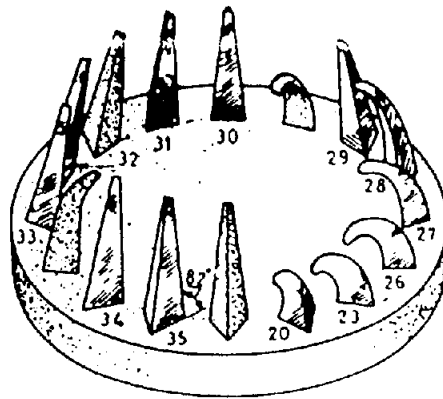
3.2.4 ตรวจสอบการทดสอบคุณสมบัติทางฟิสิกส์

- (1) ทดสอบการละลายของตัวอย่างในตัวทำละลาย นำชิ้นวัตถุตัวอย่างแช่ในตัวทำละลาย Xylene เป็นเวลา 2 สัปดาห์ สังเกตว่าสีของสารละลายเปลี่ยนไปหรือไม่ ถ้าเปลี่ยนไปแสดงว่ามีส่วนที่ละลายออกมาในตัวทำละลาย นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (IR Spectrophotometer) เพื่อวินิจฉัยว่าส่วนที่ละลายออกมาเป็นสารชนิดใด สังเกตและบันทึกขึ้นตัวอย่างด้วยว่าหลังจากมีส่วนที่ละลายออกมาแล้ว ชิ้นตัวอย่างยังคงแข็งและมีรูปร่างเหมือนเดิม หรือยุ่ยสลาย
- (2) ทดลองเผาชิ้นวัตถุตัวอย่างที่อุณหภูมิ 600, 800, 1000 องศาเซลเซียส เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงของสี น้ำหนัก และการคงรูป
- (3) ทดสอบหาความทนไฟ โดยการหาค่าสมมูลไฟโรเมตริกโคน (พี ซี อี) นำวัตถุตัวอย่างบดผ่านร่อนขนาด 0.212 มิลลิเมตร แล้วนำตัวอย่างมาผสมกับน้ำและกาว (glue) แล้วนำมาทำโคนตัวอย่าง ดังรูปที่ 1 ในแบบโลหะ ตั้งโคนตัวอย่างและโคนมาตรฐานที่ทราบค่าความทนไฟ แล้วบนแป้นที่ทำด้วยวัสดุทนไฟ ซึ่งมีส่วนประกอบที่ไม่ทำให้การหลอมตัวของโคนเปลี่ยนแปลง ปีกฐานของโคนบนแป้น โดยให้เหลือความสูงด้านเอียงของโคนสูงจากแป้น 23.8 มิลลิเมตร และด้านหน้าของโคนที่โคนจะโค้งงอทำมุมกับแนวราบ 82 องศา การจัดตั้งโคนตัวอย่างและโคนมาตรฐานให้เป็นไปตามรูปที่ 2 โดยการตั้งโคนตัวอย่างสลับกับโคนมาตรฐาน ขนาดของแป้นที่ใช้ตั้งโคนควรมีขนาดและรูปร่างพอเหมาะ จากนั้นนำไปเผาแบบออกซิเดชันในเตาที่เหมาะสมการเพิ่มอุณหภูมิให้เพิ่มตามอัตราที่กำหนดดังตารางในภาคผนวก และควบคุมอุณหภูมิของเตาโดยใช้เทอร์โมคัปเปิลที่สอบเทียบแล้ว สังเกตการอ่อนตัวของโคนตัวอย่าง ซึ่งจะเห็นได้จากปลายบนโค้งลงมาแตะกับแป้นหรือฐาน การรายงานค่าความทนไฟเทียบกับโคนมาตรฐานที่อ่อนตัวโค้งลงมาใกล้เคียงกัน

ผลการทดลองอยู่ในหน้า 29 ข้อ 4.6



รูปที่ 1 โคนมาตรฐานหน่วยเป็นมิลลิเมตร



รูปที่ 2 การตั้งโคนตัวอย่างและโคนมาตรฐานและลักษณะของโคนหลังการทดสอบแล้ว

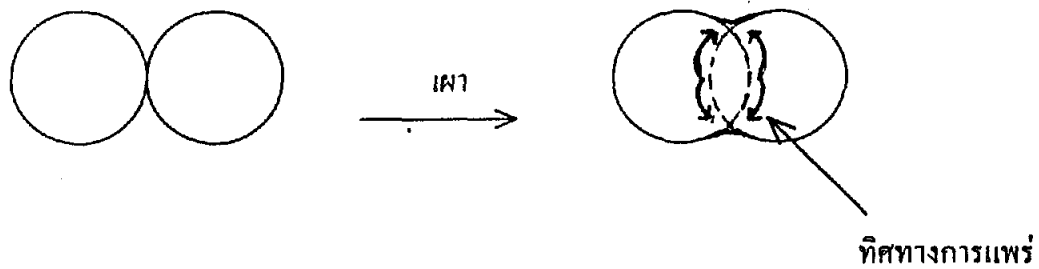
3.2.5 ตรวจโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของวัสดุตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์ การตรวจดูโครงสร้างของวัสดุตัวอย่างต้องทำ polish section โดยการนำชิ้นตัวอย่างไปฝังใน resin แล้วนำไปขัดผิวหน้าให้เรียบ ด้วยผงขัดก่อน แล้วจึงนำไปตรวจดูโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์ แต่ในกรณีของวัสดุทนไฟโคโลไมท์นี้จะค่อนข้างมีปัญหา เนื่องจากถ้าทิ้งไว้ในบรรยากาศนาน ตัวอย่างจะอยู่เป็นผง เนื่องจาก free lime ในตัวอย่าง จะทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศดังนั้นในการเตรียม polish section ของตัวอย่างประเภทโคโลไมท์ จะต้องใช้ความระมัดระวังอย่างสูง ขั้นตอนในการเตรียม polish section ของตัวอย่างโคโลไมท์มี ดังนี้

1. เมื่อได้รับตัวอย่างต้องดำเนินการทดสอบโดยเร็วที่สุด โดยรีบนำวัสดุตัวอย่างที่จะเตรียม polish section ฝังใน resin ทันที

2. นำไปขัดผิวหน้าด้านที่ต้องการ ดูโครงสร้างให้มันเรียบด้วยแผ่น SiC ขนาดต่างๆ 80, 200, 400 และ 600 mesh ตามลำดับ เวลาขัดต้องใช้น้ำมันก๊าด (kerosene) เป็นตัว lubricant แทนน้ำ

3. หลังจากขัดตัวอย่างแล้ว ต้องเก็บตัวอย่างไว้ในเคสซิเคเตอร์ ตลอดเวลา ห้ามทิ้งตัวอย่างไว้ในอากาศ

4. นำไปตรวจดูโครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์ทันทีกำลังขยาย 100 เท่า และ 500 เท่า เพื่อดูการ sintering ระหว่างเม็ด dolomite clinker การตรวจดูชิ้นตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์ เพื่อดูการยึดเหนี่ยวติดกันของเม็ดวัสดุทนไฟ ในความหมายของการเผา (Firing) ตามพิกัดศุลกากรกล่าวว่า “ หลังจากเผาเม็ดวัสดุทนไฟ จะต้องยึดติดกันเนื่องจากการแพร่ การเปลี่ยนแปลงทางเคมี หรือการหลอมเป็นบางส่วน ซึ่งขบวนการทั้ง 3 แบบ เป็นตัวการสำคัญในขบวนการเผาทางเซรามิก ที่จะมีผลทำให้เกิดการผนึกติดกัน (sintering) ระหว่างเม็ดของวัสดุ ดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 การผนึกติดกัน (Sintering) ระหว่างเม็ดของวัสดุทนไฟโดยการแพร่

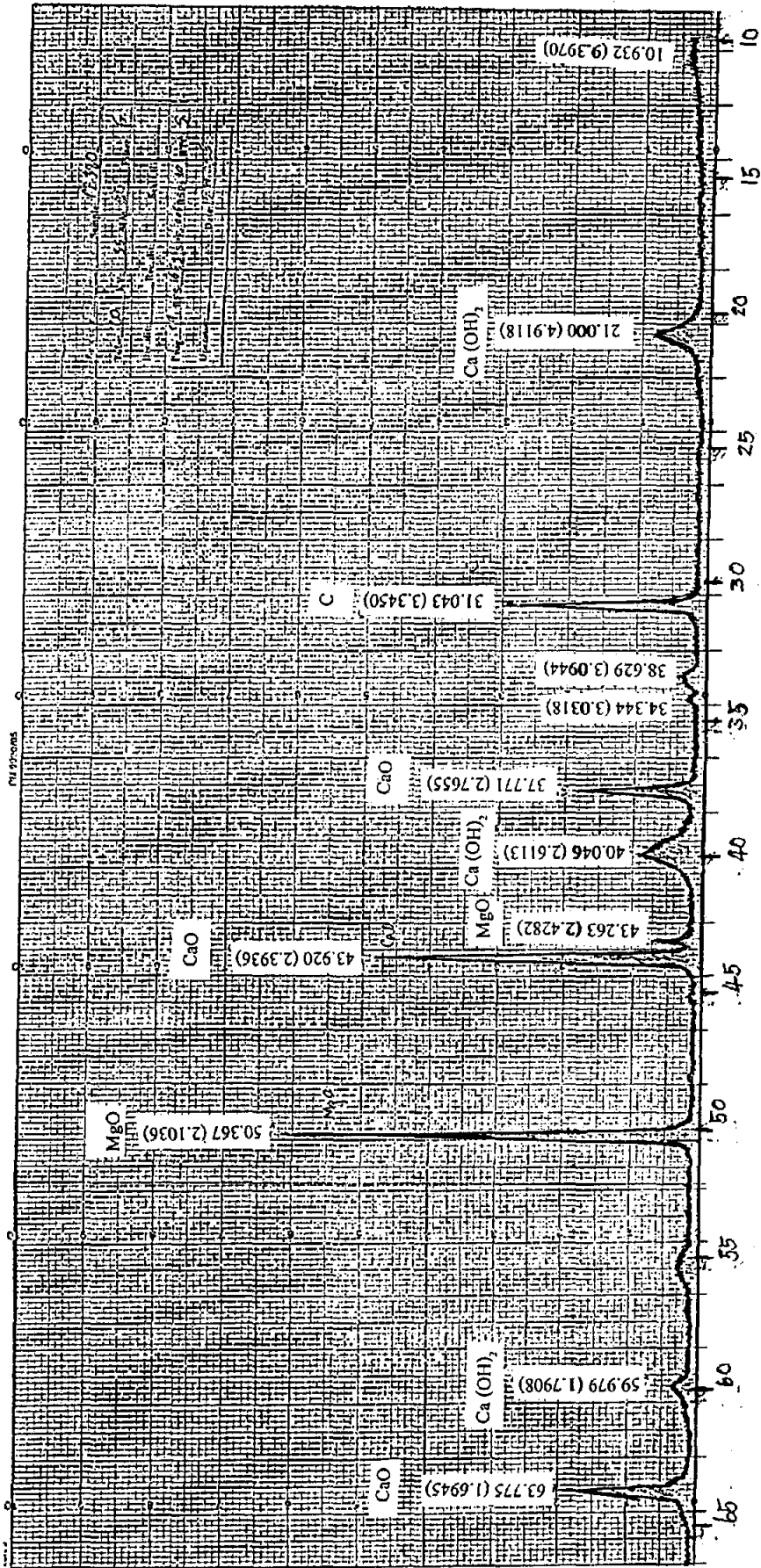
การเผาจนเม็ดวัสดุทนไฟเชื่อมติดกันแน่น เรียกว่า การเผาจนเกิดเป็น ceramic bond การที่เม็ดวัสดุทนไฟยึดติดกันโดยเนื้อแก้ว (vitreous) หรือเนื้อผลึก (crystalline) สำหรับทางวัสดุทนไฟนิยมเรียกว่าเกิด direct bonding การตรวจสอบ ceramic bond ทำได้โดยดูโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดแสงสะท้อนกลับ (reflected light) ถ้าพบการเชื่อมติดกันเองของเม็ดวัสดุทนไฟก็สรุปได้ว่า วัสดุตัวอย่างผ่านการเผามาแล้ว

4. ผลการวิเคราะห์และวิจารณ์

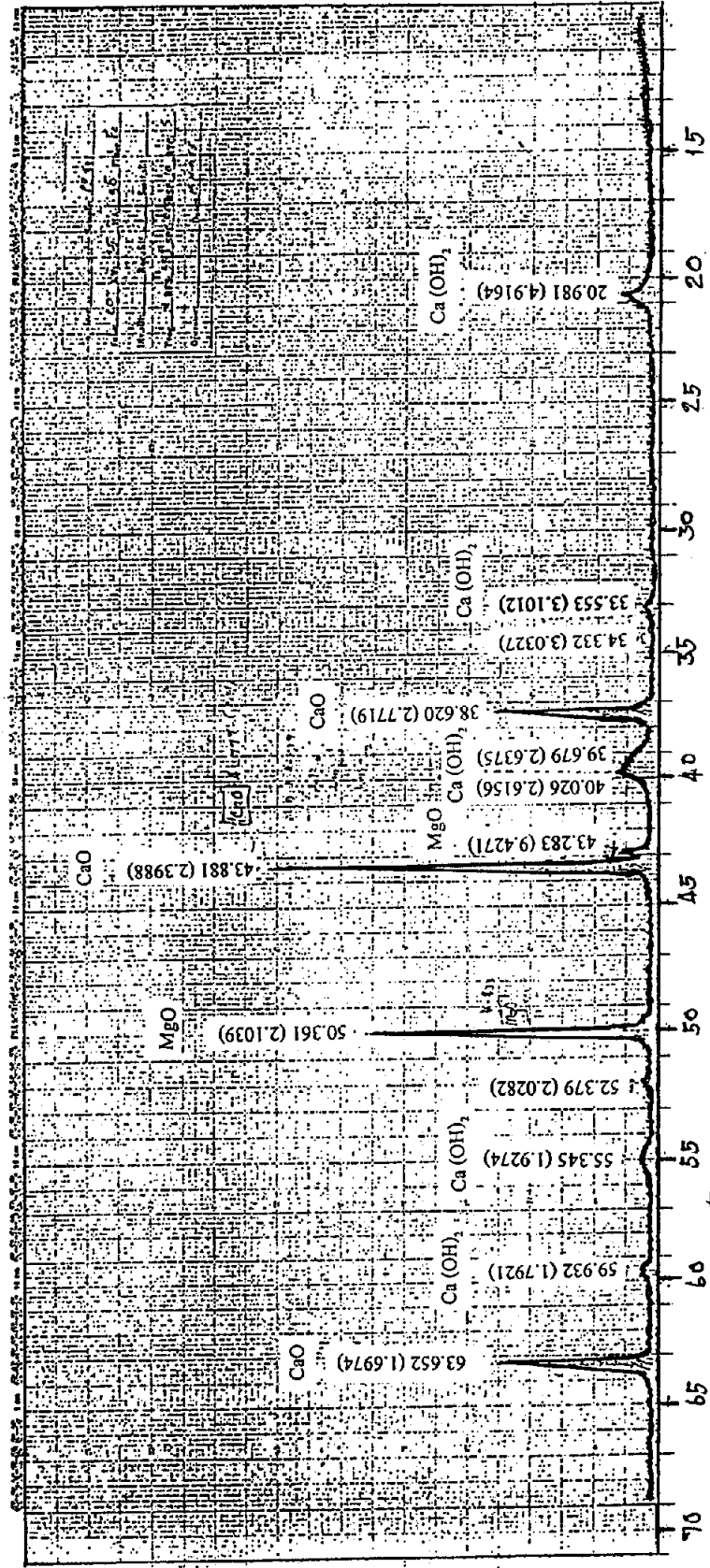
จากการวิเคราะห์วัตถุตัวอย่างจากกรมศุลกากร ตัวอย่างที่ 1 ชื่อ Sindoform R.12204 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.380 และ ตัวอย่างที่ 2 ชื่อ Sindoform R.12101 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.381 ซึ่งทั้งสองตัวอย่างมีลักษณะภายนอกเป็นก้อนอิฐแข็งสีดำ และจะยุบสลายเป็นผงได้ง่าย เมื่อทิ้งไว้ในอากาศ เมื่อนำตัวอย่างทั้งสองมาวิเคราะห์ทดสอบ ตามแนวทางและขั้นตอนที่ทดลองทำไว้ได้ผล ดังนี้

4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างองค์ประกอบของวัตถุตัวอย่างด้วยเครื่อง X-ray diffractometer พบว่าวัตถุตัวอย่างที่ 1 มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) แคลเซียมไฮดรอกไซด์ Ca(OH)_2 และกราฟไฟต์ (C) ดังรูปที่ 4 วัตถุตัวอย่างที่ 2 มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ Ca(OH)_2 ดังรูปที่ 5

ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วย X-ray diffractometer แล้วพบว่าองค์ประกอบหลักของทั้งสองตัวอย่างเป็นแคลเซียมออกไซด์ และแมกนีเซียมออกไซด์ทำให้คาดได้ว่า วัตถุตัวอย่างทั้งสองน่าจะเป็นผลิตภัณฑ์ของโคโลไมท์ ซึ่ง มีองค์ประกอบหลักทางเคมีเป็น แคลเซียมออกไซด์ และแมกนีเซียมออกไซด์ ส่วนกราฟไฟต์ (C) ที่พบในตัวอย่างที่ 1 นั้น จะเป็นวัตถุคิบหรือตัวประสาน (binder) ที่ถูกเติมเข้าไปกับวัตถุคิบโคโลไมท์ ในกรรมวิธีการผลิตเพื่อช่วยในเรื่องของคุณภาพของผลิตภัณฑ์มากกว่า ซึ่งจากเอกสารทางวิชาการ⁽⁵⁾ เกี่ยวกับผลิตภัณฑ์โคโลไมท์ กล่าวว่าในการทำวัสดุทนไฟที่มีวัตถุคิบประเภทโคโลไมท์อยู่ด้วย ส่วนใหญ่จะเติมกราฟไฟต์เข้าไปในส่วนผสม โดยจุดประสงค์เพื่อที่จะเพิ่มปริมาณคาร์บอนในผลิตภัณฑ์ เพื่อช่วยปรับความพรุนตัว (porosity) ของผลิตภัณฑ์ให้เหมาะสม



รูปที่ 4 X-ray diffractogram ตัวอย่าง Sindoform R 12204 PZ.380



รูปที่ 5 X-ray diffractogram ตัวอย่าง Sindoform K 12101 PZ.381

4.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบโดยวิธีทางเคมี ได้ผลดังนี้

	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2
Residual carbon , %	4.0	0
Loss on ignition , %	5.8	2.4
Silica (SiO ₂) , %	0.4	0.6
Alumina (Al ₂ O ₃) , %	0.5	1.4
Ferric oxide (Fe ₂ O ₃) , %	0.8	1.5
Calcium oxide (CaO) , %	52.9	52.9
Magnesium oxide (MgO) , %	37.1	38.3
Sodium oxide (Na ₂ O) , %	0.9	0.9
Potassium oxide (K ₂ O) , %	0.03	0.02

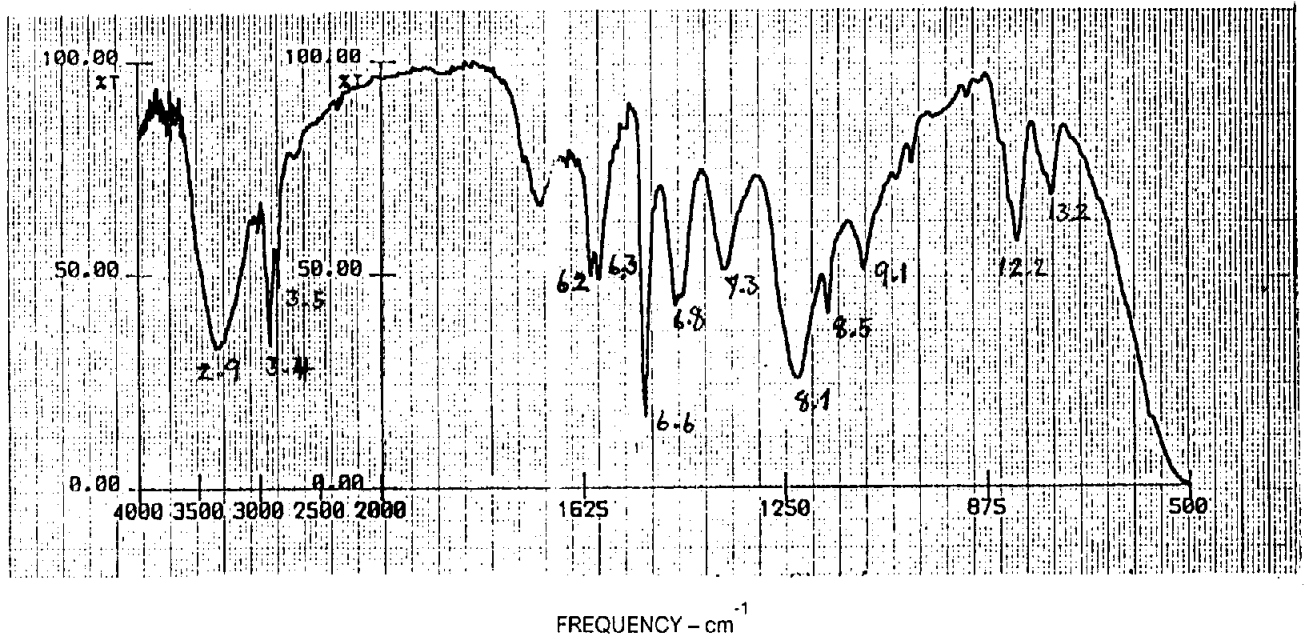
จากผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีพบว่า ตัวอย่างทั้งสองจัดเป็นวัสดุทนไฟโดโลไมท์ เนื่องจากมีปริมาณแคลเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ของตัวอย่าง ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลจาก X-ray diffractometer ส่วนปริมาณ Loss on ignition ของตัวอย่างที่ 1 สูงถึง 5.8% นั้นอาจเนื่องมาจากการเผาเป็นแบบออกซิเดชัน ดังนั้นส่วนผสมที่เป็นคาร์บอนก็จะสูญหายไป และตัวประสาน (binder) ที่อาจปนอยู่ในวัสดุตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารพวก organic และพวกน้ำมันดินซึ่งนิยมเคลือบวัสดุตัวอย่าง เพื่อยึดอายุการเก็บของวัสดุทนไฟ พวกโดโลไมท์ ก็จะระเหยไปเช่นกัน เมื่ออุณหภูมิสูง ส่วนวัสดุตัวอย่างที่ 2 มีค่า Loss on ignition 2.4% อาจเนื่องมาจากตัวประสาน หรือน้ำมันดินที่ คาดว่ามีอยู่ในส่วนผสมด้วย แต่น้อยกว่าวัสดุตัวอย่างที่ 1 เนื่องจากในตัวอย่างที่ 2 ไม่มีปริมาณคาร์บอนอยู่ด้วย

4.3 ผลจากการทดสอบการละลายของวัตถุตัวอย่างในตัวทำละลาย

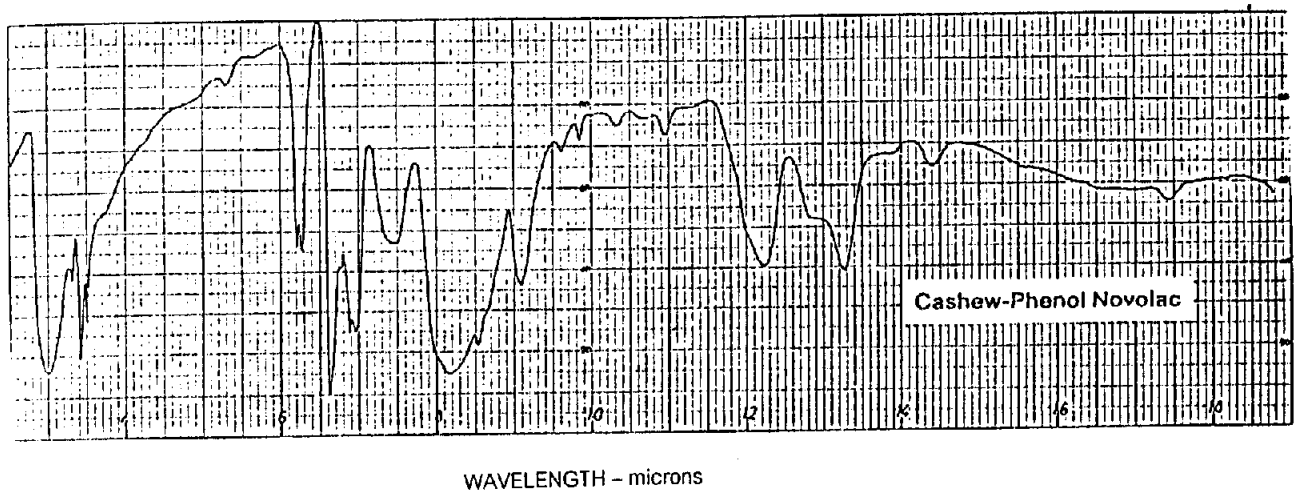
โดยแช่ชิ้นตัวอย่างในตัวทำละลาย xylene เป็นเวลา 2 สัปดาห์ พบว่าสีของสารละลายที่แช่ชิ้นตัวอย่างที่ 1 เปลี่ยนไปมีสีน้ำตาล แสดงว่ามีส่วนที่ละลายออกมาในสารละลาย และในตัวอย่างที่ 2 เช่นกัน สีของสารละลายเป็นสีน้ำตาล แต่เข้มกว่าตัวอย่างแรก และเมื่อนำชิ้นตัวอย่างออกจากสารละลายแล้ว พบว่า ชิ้นตัวอย่างที่ 1 จะอยู่ตัวเลย ส่วนตัวอย่างที่ 2 ยังคงรูปเดิมได้อีกช่วงเวลาหนึ่ง แต่เมื่อทดลองหักก็จะเปราะง่าย แสดงว่าตัวอย่างที่ 1 อาจจะยังไม่ผ่านการเผามาก่อน แต่ที่สามารถยึดติดกันได้นั้นด้วยตัวประสาน (binder) เมื่อแช่ในตัวทำละลายสารที่เป็น binder ถูกละลายออกมาทำให้เม็ด dolomite clinker ที่ยึดติดกันอยู่ด้วยตัว binder สลายออกจากกัน ส่วนตัวอย่างที่ 2 นั้นน่าจะผ่านการเผาแล้ว เนื่องจากยังสามารถเกาะติดกันหลังจากแช่ในตัวทำละลายแล้ว ซึ่งถ้าเป็นตัวอย่างที่ผ่านการเผาแล้วที่อุณหภูมิสูง เม็ด dolomite clinker จะเชื่อมติดกันด้วย ceramic bond จึงยังคงรูปอยู่ได้หลังที่ถูกทิ้งไว้ในตัวทำละลาย แต่เนื่องจากสังเกตด้วยสายตาแล้วพบว่า ทั้งสองตัวอย่างน่าจะมีสารที่ละลายออกมากับตัวทำละลาย เนื่องจากสีของตัวทำละลายเปลี่ยนไป จึงนำสารละลายที่แช่วัตถุตัวอย่างทั้งสองไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ต่อไป

ผลการนำสารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 1 และตัวอย่างที่ 2 ไปวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์แล้วนำ อินฟราเรดสเปกตรัมไปเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิง เพื่อจะค้นหาว่า สารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 1 ได้สเปกตรัม ดังรูปที่ 6 ซึ่งเมื่อเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงดังรูปที่ 7 แล้วใกล้เคียงกันมาก ดังนั้นสารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 1 นั้นน่าจะมีโครงสร้างเป็นพวก Phenolic resin ซึ่งจากเอกสารวิชา⁽⁷⁾ ระบุว่า สำหรับวัสดุทนไฟนิยมใช้ Phenolic resin เป็นตัวประสาน (binder) แทนน้ำมันดิน

ส่วนสารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 2 เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วนำสเปกตรัมมาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิง พบว่า สเปกตรัมของสารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 2 ได้ สเปกตรัม ดังรูปที่ 8 ซึ่งเมื่อเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิง ดังรูปที่ 9 แล้วใกล้เคียงกัน ดังนั้น คาดได้ว่า สารที่ละลายออกมาจากตัวอย่างที่ 2 น่าจะมีโครงสร้างเป็นพวก hard hydrocarbon (asphalt) ซึ่งเป็นพวกน้ำมันดิน

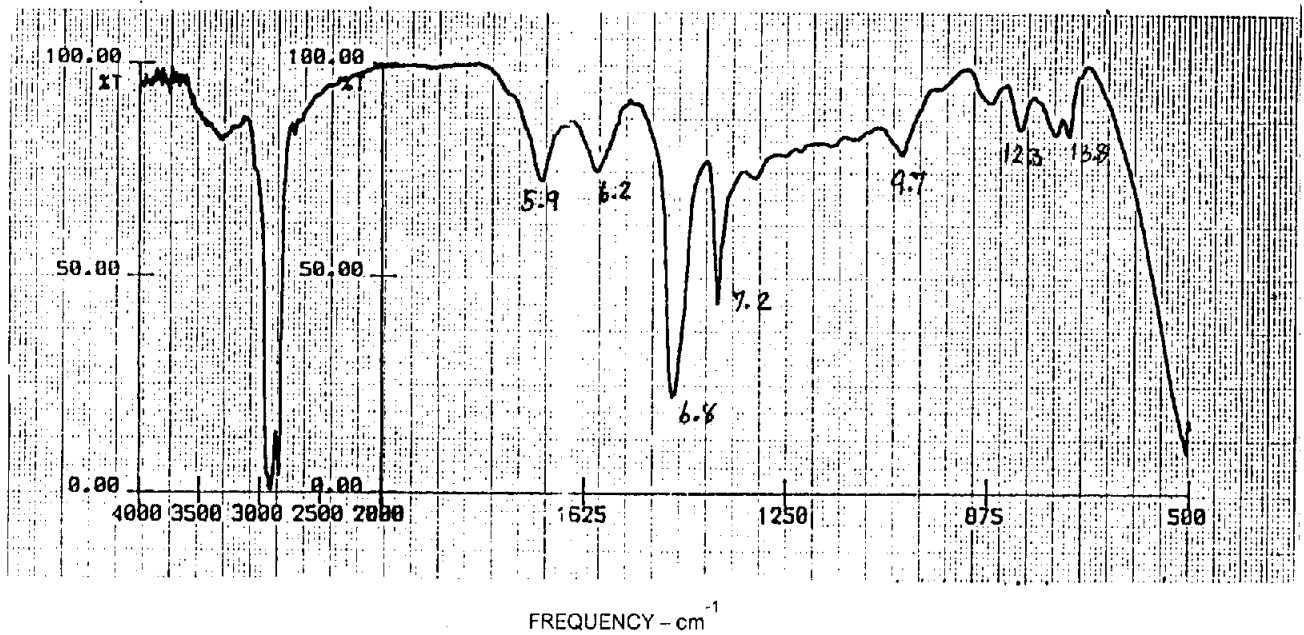


รูปที่ 6 IR spectrum ของสารที่ถูกละลายออกจากตัวอย่าง Sindofom R 12204 PZ.380

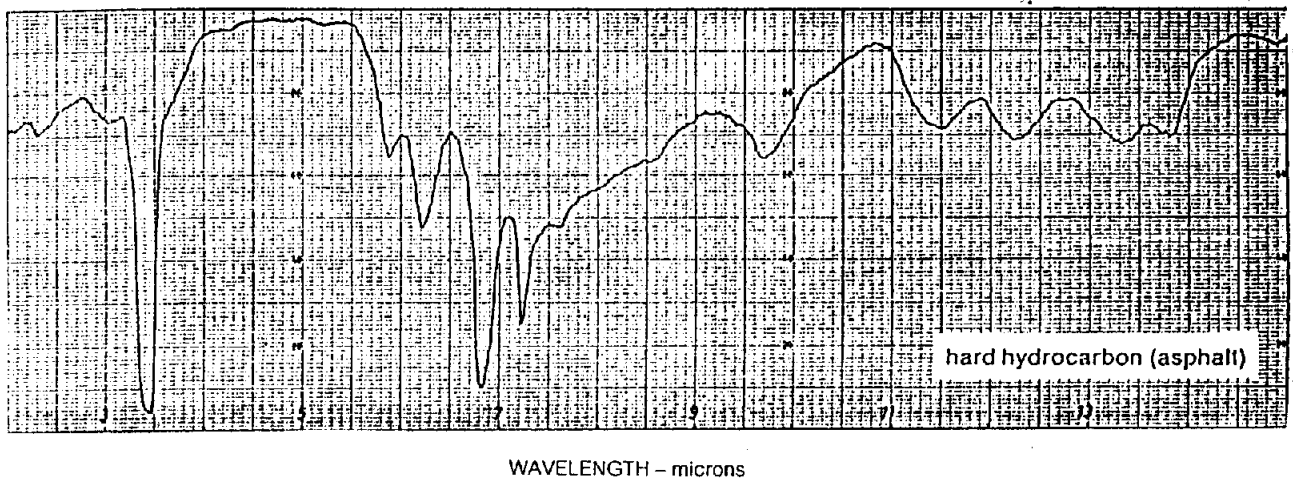


รูปที่ 7 IR spectrum ของ phenolic resin [Hummel / scholl vol.2]

จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ถูกละลายออกมาจากตัวอย่าง PZ 380 (รูปที่ 6) พบว่ามี O-H absorption band ที่ 3344 cm^{-1} (2.9μ) C-H absorption band ที่ $2919 - 2815 \text{ cm}^{-1}$ ($3.4-3.5 \mu$) และ C-O absorption band ที่ $1228 - 1104 \text{ cm}^{-1}$ ($8.1 - 9.1 \mu$) ของ ฟีนอล นอกจากนี้ยังพบ phenyl ring absorption band ที่ 1612 cm^{-1} (6.2μ) , 1597 cm^{-1} (6.3μ) , 1510 cm^{-1} (6.6μ) เมื่อนำอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง (รูปที่ 6) มาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ phenolic resin (รูปที่ 7) พบว่ามีโครงสร้างคล้ายกันมาก



รูปที่ 8 IR spectrum ของสารที่ถูกละลายออกจากตัวอย่าง Sindofom K 12101 PZ.381



รูปที่ 9 IR spectrum ของ hard hydrocarbon (asphalt) [Hummel / scholl vol.1]

จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ถูกละลายออกจากตัวอย่าง PZ 381 (รูปที่ 8) พบว่ามี C-H absorption band ที่ 2854 cm^{-1} (3.5μ) และ $1461 - 1377 \text{ cm}^{-1}$ ($6.8-7.2 \mu$) แสดงว่าเป็นสารประเภทไฮโดรคาร์บอน เมื่อนำอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง (รูปที่ 8) มาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ asphalt (รูปที่ 9) พบว่ามีโครงสร้างคล้ายกัน

แต่จากการที่วัสดุตัวอย่างที่ 2 ยังคงรูปอยู่ได้ เมื่อแช่ในตัวทำละลาย จึงคาดได้ว่าเม็ดวัสดุจะจับกันด้วย ceramic bond ดังนั้น ถ้าข้อมูลจากเอกสารวิชาการ⁽⁴⁾ ถึงกรรมวิธีการผลิตอิฐทนไฟโคโลไมท์แล้วนำมันดินที่พบน่าจะเป็นตัวที่เกิดจากการนำอิฐทนไฟโคโลไมท์ที่เผาแล้วไปชุบน้ำมันดิน เพื่อเคลือบวัสดุตัวอย่างช่วยยืดอายุการเก็บได้นานขึ้น อาจไม่เกี่ยวข้องกับการเชื่อมติดกันของเม็ดวัสดุก็ได้ ซึ่งจากผลการทดลองในข้อนี้ยังไม่สามารถสรุปได้แน่นอนลงไปว่าวัสดุตัวอย่างที่ 2 ผ่านการเผามาแล้วหรือไม่ ควรทดลองต่อเพื่อหาเหตุผลอื่นมาสนับสนุนอีก

4.4 ผลการทดลองเผาซ้ำวัสดุตัวอย่างที่อุณหภูมิ 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนัก สี และ รูปทรง ซึ่งถ้าวัสดุที่ผ่านการเผามาแล้วหลังจากขึ้นรูป การเผาซ้ำอุณหภูมิต่ำกว่าเดิม น้ำหนัก สี และรูปทรงไม่ควรเปลี่ยนแปลงไปอีก แต่ก็ยังไม่ปรากฏตายตัวเลยทีเดียวนัก เนื่องจากวัสดุทนไฟบางชนิดที่อาจผ่านกรรมวิธีการเผามาแล้ว แล้วนำมาชุบน้ำมันดิน (Tar impregnated brick) เพื่อช่วยยืดอายุการเก็บ อิฐพวกนี้ เมื่อนำมาเผาซ้ำอาจมีการเปลี่ยนแปลงได้ ซึ่งจากการเผาซ้ำตัวอย่างทั้งสองได้ผลดังนี้

ตัวอย่างที่ 1

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักเปลี่ยน (%)	สี	การคงรูป
600	1.4	เปลี่ยน	ยุ่ยตัว
800	7.9	เปลี่ยน	ยุ่ยตัว
1000	8.1	เปลี่ยน	ยุ่ยตัว

ผลจากการเผาซ้ำตัวอย่างที่ 1 ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส น้ำหนักหายไป 1.4 % ซึ่งจากการทดลองข้อ 4.3 เราทราบว่าในตัวอย่างที่ 1 นั้นมี phenolic resin ซึ่งเป็นสาร organic ที่เมื่อถูกความร้อนเกิน 550 องศาเซลเซียส ก็จะระเหยไปเกือบหมดแล้ว ดังนั้นน้ำหนัก 1.4 % ที่หายไปน่าจะเป็นส่วนของ organic binder ที่ระเหยไป เมื่อเผาที่อุณหภูมิ

800 ถึง 1000 องศาเซลเซียส กราฟไฟต์ (C) เมื่อถูกเผาแบบออกซิเดชัน ก็จะสลายไปเช่นกัน ทำให้น้ำหนักที่เผาหายไปมาก สี เปลี่ยนแปลง และวัตถุตัวอย่างหลังเผาก็จะยุ่ยเป็นผง

ตัวอย่างที่ 2

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักเปลี่ยน (%)	สี	การคงรูป
600	1.7	เปลี่ยน	ไม่ยุ่ยแต่เปราะขึ้น
800	4.7	เปลี่ยน	ไม่ยุ่ยแต่เปราะขึ้น
1000	4.8	เปลี่ยน	ไม่ยุ่ยแต่เปราะขึ้น

ผลจากการเผาซ้ำตัวอย่างที่ 2 น้ำหนักของตัวอย่างหายไปเช่นกัน แต่น้อยกว่าตัวอย่างที่ 1 สีเปลี่ยนแปลง แต่หลังจากนำออกจากเตาในช่วงแรกวัตถุตัวอย่างยังคงรูปอยู่ได้ ไม่ยุ่ยเป็นผงแต่จะเปราะมาก เมื่อทิ้งไว้ประมาณ 2 วัน ก็จะยุ่ยเป็นผง ซึ่งจากผลดังกล่าว น้ำหนักลดลงอาจเกิดจากการที่น้ำมันดิน (tar) ที่เคลือบวัตถุตัวอย่างเมื่อโดนความร้อนก็ระเหยไป ทำให้น้ำหนักลดและตัวอย่างไม่ยุ่ยเป็นผงในช่วงแรก เนื่องจากตัวอย่างยังเกาะกันแน่นด้วย ceramic bond แต่เมื่อทิ้งไว้อีก 2 วัน ก็ยุ่ยเป็นผงเพราะ free lime ในวัตถุตัวอย่างทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศ ทำให้เกิดการสลายตัว

4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) หลังจากนำวัตถุตัวอย่างที่ 1 และที่ 2 มาทำ polish section แล้วขัดผิวด้านหน้าที่ต้องดูโครงสร้างให้มันเรียบร้อยแล้วนำมาดูโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดแสงสะท้อนกลับ (reflected light) กำลังขยาย 100 เท่า และ 500 เท่า พบว่า ตัวอย่างที่ 1 เห็นชัดว่าเม็ดของ dolomite clinker ไม่มีการเชื่อมต่อกัน (sintering) กัน แสดงว่าไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงมา ส่วนตัวอย่างที่ 2 นั้นเมื่อดูโครงสร้างจุลภาค พบว่าเม็ดของ dolomite clinker มีการเชื่อมติดกัน แสดงว่าวัตถุตัวอย่างที่ 2 ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงมาแล้วจนเกิดการเชื่อมต่อกันของเม็ดวัสดุเป็น ceramic bond

แต่เนื่องจากกล้องที่ใช้ดูโครงสร้างไม่มีอุปกรณ์ถ่ายภาพ จึงไม่สามารถนำภาพมาประกอบรายงานได้ ซึ่งจากผลการดูโครงสร้างจุลภาคแล้ว สามารถยืนยันได้ชัดเจนว่าวัตถุตัวอย่างที่ 1 ยังไม่ผ่านการเผามาก่อน และวัตถุตัวอย่างที่ 2 ผ่านการเผามาแล้วหลังขึ้นรูป ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดสอบเผาซ้ำตัวอย่าง และจากการนำตัวอย่างละลายในตัวทำละลายแล้วนำไปหา binder

4.6 ผลจากการนำวัตถุตัวอย่างหาค่าความทนไฟด้วยวิธี Pyrometric cone equivalent (P.C.E) พบว่าทั้งสองตัวอย่าง สามารถทนความร้อนได้มากกว่าโคนมาตรฐานที่ 17 ซึ่งเทียบได้กับอุณหภูมิ 1512 องศาเซลเซียส แสดงว่า วัตถุตัวอย่างทั้งสองสามารถทนความร้อนได้มากกว่าระดับอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ซึ่งจากเอกสารวิชาการ⁽³⁾ กล่าวว่าอิฐทนไฟโคโลไมท์สามารถทนความร้อนได้ถึงระดับอุณหภูมิ 1770 ถึง 1780 องศาเซลเซียส

5. สรุป

5.1 ผลการวิเคราะห์ทดสอบวัตถุดิบตัวอย่างจากกรมอุตสาหกรรม โดยการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีทางเคมี ดูโครงสร้างองค์ประกอบทางแร่โดย X-ray diffractometer ดูโครงสร้างจุลภาคโดยกล้องจุลทรรศน์ตรวจสอบหาตัวประสานโดยใช้ IR spectrophotometer และหาค่าความทนไฟ โดยวิธีการวัดแบบ Pyrometric cone equivalent ทำให้สามารถวินิจฉัยได้ว่า

วัตถุดิบตัวอย่างชื่อ Sindoform R 12204 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.380 เป็นอิฐทนไฟ โดโลไมท์ชนิดที่ยังไม่ผ่านการเผา (Unfired dolomite brick) มีปริมาณองค์ประกอบทางเคมี ดังนี้

	ร้อยละ
Residual carbon	4.0
Loss on ignition	5.8
Silica (SiO ₂)	0.4
Alumina (Al ₂ O ₃)	0.5
Ferric oxide (Fe ₂ O ₃)	0.8
Calcium oxide (CaO)	52.9
Magnesium oxide (MgO)	37.1
Sodium oxide (Na ₂ O)	0.9
Potassium oxide (K ₂ O)	0.03

และสามารถทนความร้อนได้สูงกว่าระดับอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

วัตถุตัวอย่างที่ 2 ชื่อ Sindoform K.12101 หมายเลขปฏิบัติการ PZ.381 เป็นอิฐทนไฟโดโลไมท์ที่ผ่านการเผามาแล้ว (Fired dolomite brick) มีองค์ประกอบทางเคมี ดังนี้

	ร้อยละ
Loss on ignition	2.4
Silica (SiO ₂)	0.6
Alumina (Al ₂ O ₃)	1.4
Ferric oxide (Fe ₂ O ₃)	1.5
Calcium oxide (CaO)	52.9
Magnesium oxide (MgO)	38.3
Sodium oxide (Na ₂ O)	0.9
Potassium oxide (K ₂ O)	0.02

และสามารถทนความร้อนได้สูงกว่าระดับอุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

5.2 ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ทดสอบ สามารถนำไปใช้ประกอบการพิจารณาจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากรได้

5.3 วิธีการวิเคราะห์ทดสอบและเทคนิคในการวิเคราะห์ สามารถนำไปเป็นแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบวัสดุทนไฟโดโลไมท์และวัสดุทนไฟชนิดอื่นๆ ที่มีน้ำมันดินผสมอยู่ด้วยได้

6. คำขอบคุณ

ผู้เขียนขอแสดงความขอบคุณนายสุรพันธ์ บริสุทธิ์ ผู้อำนวยการศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก และดร.สุจินดา โชติพานิช ผู้อำนวยการกองการวิจัย ที่กรุณาให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์อย่างมาก ในการเขียนรายงานฉบับนี้ รวมทั้งขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ได้เอื้อเฟื้อ วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมีต่างๆ ทำให้งานวิเคราะห์ทดสอบครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

7. เอกสารอ้างอิง

1. American Society for Testing and Materials. **Standard test methods for pyrometric cone equivalent (PCE) of fireclay and high alumina refractory materials. ASTM C24. 1989. (Reapproved 1994.)**
2. The American Society for Testing and Materials. **Standard methods for chemical analysis of magnesite and dolomite refractories. ASTM C574. 1984. (Reapproved 1988.)**
3. Budnikov, P.P. **The Technology of ceramics and refractories.** Translation by Scripta Technica; Cambridge , Mass. : M.I.T. Press, 1964. p.300-315.
4. Chesters, Jhon Hugh. **Refractories production and properties.** London : Iron and Steel Institute, 1973. p.177-212.
5. Duffy, J.I. **Refractory materials.** Developments Since 1977. Park Ridge, N.J. : Noyes Data Corp. , 1980 . p.189-207.
6. Kingery, W.D. et al. **Introduction to ceramics.** 2nd ed., New york : John Wiley, 1976. p.448-579.
7. Plibrico Japan. **Technology of monolithic refractories.** Tokyo : Plibrico Japan Company, 1979. p.73-75.

7. เอกสารอ้างอิง

1. American Society for Testing and Materials. **Standard test method for pyrometric cone equivalent (PCE) of fireclay and high alumina refractory materials.** ASTM C24. 1989. (Reapproved 1994.)
2. The American Society for Testing and Materials. **Standard methods for chemical analysis of magnesite and dolomite refractories.** ASTM C574. 1984. (Reapproved 1988.)
3. Budnikov, P.P. **The Technology of ceramics and refractories.** Translation by Scripta Technica; Cambridge, Mass. : M.I.T. Press, 1964. p.300-315.
4. Chesters, Jhon Hugh. **Refractories production and properties.** London : Iron and Steel Institute, 1973. p.177-212.
5. Duffy, J.I. **Refractory materials.** Developments Since 1977. Park Ridge, N.J. : Noyes Data Corp. , 1980 . p.189-207.
6. Kingery, W.D. et al. **Introduction to ceramics.** 2nd ed., New york : John Wiley, 1976. p.448-579.
7. Plibrico Japan. **Technology of monolithic refractories.** Tokyo : Plibrico Japan Company, 1979. p.73-75.

8. ภาคผนวก

ตารางที่ 1 อัตราการเพิ่มอุณหภูมิจนถึงโคนมาตรฐาน 26

ช่วงโคน	ช่วงเวลา นาที	รวมเวลาสะสม
อุณหภูมิของเตาเมื่อเย็นจนกระทั่งถึง โคนมาตรฐาน 12	45	45 นาที
โคนมาตรฐาน 13	5	50 นาที
โคนมาตรฐาน 14	19	1 ชั่วโมง 9 นาที
โคนมาตรฐาน 15	13	1 ชั่วโมง 22 นาที
โคนมาตรฐาน 16	24	1 ชั่วโมง 46 นาที
โคนมาตรฐาน 17	9	1 ชั่วโมง 55 นาที
โคนมาตรฐาน 18	4	1 ชั่วโมง 59 นาที
โคนมาตรฐาน 19	8	2 ชั่วโมง 7 นาที
โคนมาตรฐาน 20	9	2 ชั่วโมง 16 นาที
โคนมาตรฐาน 23	16	2 ชั่วโมง 32 นาที
โคนมาตรฐาน 26	7	2 ชั่วโมง 39 นาที

ตารางที่ 2 อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่เกินโคนมาตรฐาน 26

ช่วงโคน	ช่วงเวลา นาที	รวมเวลาสะสม
อุณหภูมิของเตาเมื่อเย็นจนกระทั่งถึง โคนมาตรฐาน 20	45	45 นาที
โคนมาตรฐาน 23	16	1 ชั่วโมง 1 นาที
โคนมาตรฐาน 26	7	1 ชั่วโมง 8 นาที
โคนมาตรฐาน 27	7	1 ชั่วโมง 15 นาที
โคนมาตรฐาน 29	8	1 ชั่วโมง 23 นาที
โคนมาตรฐาน 31	10	1 ชั่วโมง 33 นาที
โคนมาตรฐาน 31 1/2	6	1 ชั่วโมง 39 นาที
โคนมาตรฐาน 32	7	1 ชั่วโมง 46 นาที
โคนมาตรฐาน 32 1/2	3	1 ชั่วโมง 49 นาที
โคนมาตรฐาน 33	7	1 ชั่วโมง 56 นาที
โคนมาตรฐาน 34	9	2 ชั่วโมง 5 นาที
โคนมาตรฐาน 35	9	2 ชั่วโมง 14 นาที
โคนมาตรฐาน 36	7	2 ชั่วโมง 21 นาที
โคนมาตรฐาน 37	7	2 ชั่วโมง 28 นาที

หมายเหตุ

1. อัตราการเพิ่มความร้อนตามตารางที่ 1 และ 2 เท่ากับ 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง
2. ในระหว่างการทดสอบ อาจจะนำเป็นที่มีโคนตั้งอยู่ออกจากเตาที่มีอุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสและนำชุดใหม่ใส่เข้าไปแทนโดยไม่จำเป็นต้องทำให้เตาเย็นลง เวลาที่ใช้ในการเพิ่มอุณหภูมิถึงโคน 12 ต้องไม่น้อยกว่า 20 นาที สำหรับตารางที่ 1 ส่วนเวลาที่ใช้ในการเพิ่มอุณหภูมิถึงโคน 20 ต้องไม่น้อยกว่า 25 นาที สำหรับตารางที่ 2

ตารางที่ 3 อุณหภูมิที่ใช้เทียบสำหรับ โคนมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบ
วัสดุทนไฟ

โคนมาตรฐาน เบอร์	อุณหภูมิที่โคน หลอมตัว และปลายโคน โค้ง ลงมา ตะแค้นหรือฐาน ที่โคนตั้งอยู่ องศาเซลเซียส	โคนมาตรฐาน เบอร์	อุณหภูมิที่โคน หลอมตัว และปลายโคน โค้ง ลงมา ตะแค้นหรือฐาน ที่โคนตั้งอยู่ องศาเซลเซียส
12	1 337	31	1 683
13	1 349	31 $\frac{1}{2}$	1 699
14	1 398	32	1 717
15	1 430	32 $\frac{1}{2}$	1 724
16	1 491	33	1 743
17	1 512	34	1 763
18	1 522	35	1 785
19	1 541	36	1 804
20	1 564	37	1 820
23	1 605	38	1 835
26	1 621	39	1 865
27	1 640	40	1 885
28	1 646	41	1 970
29	1 659	42	2 015
30	1 665		

- หมายเหตุ
1. อัตราการเพิ่มอุณหภูมิโคนมาตรฐาน 12 ถึง 37 เท่ากับ 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง โคนมาตรฐาน 38 เท่ากับ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง โคนมาตรฐาน 39 ถึง 42 เท่ากับ 600 องศาเซลเซียส
 2. โคนมาตรฐาน 28 และ 30 มีการทำ แต่ไม่ใช้ในการทดสอบหาค่าหมายเลขสมมูลไพโรเมตริกโคน
 3. อุณหภูมิสำหรับโคนมาตรฐาน 12 ถึง 37 กำหนดโดย เอช.พี.เบียร์แมน (H.P.Beerman) อุณหภูมิสำหรับโคนมาตรฐาน 38 ถึง 42 กำหนดโดยแฟร์ไชลด์ (Faichild) และปีเตอร์ส (Peters) อุณหภูมิเหล่านี้ใช้ได้สำหรับทุกภาวะการทดสอบ แต่ไม่ใช้กับภาวะการเผาและการใช้วัสดุทนไฟในการค้า