

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

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

วศ
กฟ
อว 3

เรื่องที่ 1

การศึกษาเปรียบเทียบวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ใน
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร

ของ

นายอนนท์ ป้อมประสิทธิ์

นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานฟิสิกส์และวิศวกรรมทั่วไป 2

กองฟิสิกส์และวิศวกรรม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

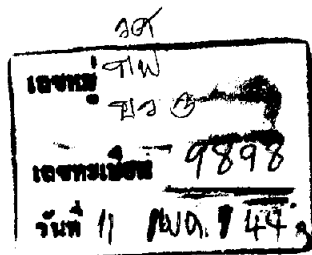
เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาเปรียบเทียบวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ใน
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร

ของ

นายอนนท์ ป้อมประสิทธิ์
นักวิทยาศาสตร์ 5

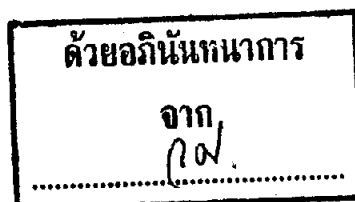


กลุ่มงานฟิสิกส์และวิศวกรรมทั่วไป 2

กองฟิสิกส์และวิศวกรรม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม



กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ผลงานนี้เป็นการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณคลัทเชียมออกไซด์ในปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ โดยวิธีชั่งน้ำหนัก(gravimetric method) กับวิธีวัดปริมาตรโดยการทำปฏิกิริยากับโปตัสเซียมเปอร์มังกานेट(volumetric method) ซึ่งแต่เดิมในห้องปฏิบัติการใช้วิธีชั่งน้ำหนักในการหาปริมาณคลัทเชียมออกไซด์ แต่วิธีนี้ยุ่งยากและใช้เวลาทดสอบนาน จึงได้มีการศึกษาเพื่อนำเอาวิธีวัดปริมาตรนี้มาใช้ ในการทดลองนี้ได้ศึกษาเปรียบเทียบผลวิเคราะห์กับสารอ้างอิงมาตรฐานปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ no. 1889 ของ NIST พบว่าผลวิเคราะห์ของทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญจากค่าที่ถูกต้องของสารมาตรฐาน และจากการวิเคราะห์หาปริมาณคลัทเชียมออกไซด์ในตัวอย่งปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์จำนวน 10 ตัวอย่าง พบว่าการวิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนักได้ปริมาณคลัทเชียมออกไซด์อยู่ระหว่างร้อยละ 62.51 – 65.10 และการวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตรได้ปริมาณคลัทเชียมออกไซด์อยู่ระหว่างร้อยละ 63.00 – 65.00 และเมื่อนำผลวิเคราะห์ของทั้งสองวิธีมาวิเคราะห์ทางสถิติพบว่าไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

จากการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ทั้งการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานและเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ระหว่างวิธีแสดงให้เห็นว่าวิธีวัดปริมาตรมีความถูกต้องแม่นยำเทียบเท่ากับวิธีชั่งน้ำหนัก ซึ่งเป็นวิธีอ้างอิงในการวิเคราะห์ปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์

สารบัญ

		หน้า
	บทคัดย่อ	ก
บทที่1	บทนำ	1
บทที่2	ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	4
บทที่3	วัสดุอุปกรณ์เครื่องมือและวิธีดำเนินการ	11
บทที่4	ผลการทดลอง	18
บทที่5	วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง	21
	บรรณานุกรม	23
	กิตติกรรมประกาศ	24
	ภาคผนวก	25

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1	แสดงสัดส่วนของออกไซด์ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	4
ตารางที่ 2	สารประกอบที่สำคัญของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	6
ตารางที่ 3	ผลการวิเคราะห์ปริมาณคลเซียมออกไซด์ในสารอ้างอิงมาตรฐานปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ No. 1889 ของ NIST โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร	19
ตารางที่ 4	ผลการวิเคราะห์ปริมาณคลเซียมออกไซด์ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	20
ตารางที่ ผ-1	ค่า t ที่ลิมิตความเชื่อมั่นต่างๆ	28

สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 1	แผนผังแสดงขั้นตอนเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณคัสเซียม ออกไซด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร	17

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและปัญหาของการวิจัย

ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์จัดเป็นวัสดุก่อสร้างที่สำคัญที่สุดในการก่อสร้างทางวิศวกรรม ปัจจุบัน โดยที่เมื่อผสมกับหิน กรวด ทราย และน้ำด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสม จะได้เป็นคอนกรีตซึ่งเมื่อแข็งตัวแล้ว จะมีความแข็งแรง และทนทาน คล้ายหิน ตัวอย่างสิ่งก่อสร้างคอนกรีตได้แก่ ฐานราก คอม่อ เขื่อน กำแพงกันดิน พื้นและถนน เมื่อเสริมด้วยเหล็กเสริมจะเป็นคอนกรีตเสริมเหล็ก สำหรับพื้น หลังคา สะพาน อาคาร อุโมงค์ และอื่นๆ หรือเมื่อผสมรวมกับทรายและปูนขาวจะเป็นปูนฉาบสำหรับการก่ออิฐหรือหิน เป็นต้น

ปูนซีเมนต์เป็นผลผลิตที่ได้จากการบดปูนเม็ด ซึ่งเป็นผลึกที่เกิดจากการเผาส่วนผสมต่างๆ จนรวมตัวผสมกันสุกพอดี มีส่วนประกอบทางเคมีที่สำคัญคือ คัลเซียม และอลูมิเนียมซิลิเกต ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์นี้จัดเป็นปูนซีเมนต์ไฮดรอลิก (Hydraulic Cement) ที่เมื่อผสมกับน้ำตามส่วนแล้ว สามารถก่อตัวและแข็งตัวในน้ำได้ การทำปฏิกิริยาดังกล่าวเรียกว่า ไฮเดรชัน (Hydration) คำรับของชื่อปูนซีเมนต์ที่เรียกกันว่า “ ปอร์ตแลนด์ ” นี้ได้มาจาก การตั้งชื่อของ นายโจเซฟ แอสปดิง โดยที่ในปี ค.ศ. 1824 เขาได้ทำการจดทะเบียนวิธีการผลิตปูนซีเมนต์อย่างหนึ่งซึ่งได้จากการเผาส่วนผสมระหว่างหินปูน และดินเหนียว และเมื่อนำมาบด จะได้เนื้อปูนซีเมนต์มีสีเหลือง - เทา คล้ายกับหินในเกาะของเมืองปอร์ตแลนด์ ประเทศอังกฤษ เขาจึงตั้งชื่อว่า ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ปูนซีเมนต์ที่ผลิตได้ในตอนแรกนี้ยังมีคุณภาพต่ำมาก ทั้งนี้เนื่องจากการเผาส่วนผสมดังกล่าวใช้ความร้อนต่ำซึ่งทำให้หินปูนกับดินเหนียวยังรวมตัวไม่ดี

ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (มอก. 15-2532) ได้แบ่งประเภทของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ออกเป็น 5 ประเภท ได้แก่

ประเภทหนึ่ง ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ธรรมดา (Ordinary Portland Cement) สำหรับใช้ในการทำคอนกรีต หรือผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมใดที่ไม่ต้องการคุณภาพพิเศษกว่าธรรมดา และสำหรับใช้ในการก่อสร้างตามปกติทั่วไปที่ไม่อยู่ในภาวะอากาศรุนแรง หรือในที่ที่มีอันตรายจากซัลเฟตเป็นพิเศษ หรือที่ความร้อนที่เกิดจากการรวมตัวกับน้ำจะไม่ทำให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึงขั้น

อันตราย ตัวอย่างปูนซีเมนต์ประเภทนี้ได้แก่ ปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ตราช้าง ตราพญานาคสีเขียว และตราเพชร เป็นต้น

ประเภทสอง ปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ดัดแปลง (Modified Portland Cement) สำหรับใช้ในการทำคอนกรีตหรือผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมใดที่เกิดความร้อนและทนซัลเฟตได้ปานกลาง เช่นงานสร้างเขื่อนคอนกรีต กำแพงกันดินหนาๆ หล่อท่อคอนกรีตขนาดใหญ่ ค่อม่อ สะพาน เป็นต้น ตัวอย่างปูนซีเมนต์ประเภทนี้ได้แก่ ปูนซีเมนต์ตราพญานาคเขียว

ประเภทสาม ปูนซีเมนต์ที่ให้ค่าความต้านแรงสูงเร็วในระยะแรก (High - Early Strength Portland Cement) หรือที่เรียกว่า ซูเปอร์ซีเมนต์ ปูนซีเมนต์ประเภทนี้มีเนื้อผงละเอียดกว่าปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ธรรมดา ผลิตได้โดยการเปลี่ยนสัดส่วนและโดยการเติมสารอื่น โดยการบดให้ละเอียดยิ่งขึ้นหรือโดยการเผาให้ดีขึ้น มีประโยชน์สำหรับทำคอนกรีตที่ต้องการจะใช้งานเร็ว หรือถอดแบบเร็ว เช่น เสาเข็มคอนกรีต ถนน พื้น และคานที่ต้องถอดแบบเร็ว เป็นต้น ปูนซีเมนต์ประเภทนี้ได้แก่ ปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ตราเอราวัณ

ประเภทสี่ เป็นปูนซีเมนต์ประเภทเกิดความร้อนต่ำ (Low - Heat Portland Cement) ปูนซีเมนต์ประเภทนี้ ให้ความร้อนต่ำที่สุด ใช้มากในการก่อสร้างคอนกรีตเหลว เช่นเขื่อน เนื่องจากให้อุณหภูมิของคอนกรีตต่ำกว่าปูนซีเมนต์ชนิดอื่นขณะแข็งตัว

ประเภทห้า เป็นปูนซีเมนต์ที่ทนซัลเฟตได้สูง สำหรับใช้กับโครงสร้างที่อยู่ในที่มีปฏิกิริยาของซัลเฟตรุนแรง เช่น น้ำหรือดินที่มีค่าสูง มีระยะเวลาการแข็งตัวช้ากว่าประเภทหนึ่ง ตัวอย่างปูนซีเมนต์ประเภทนี้ได้แก่ ปูนซีเมนต์ตราปลาฉลาม

โดยที่ปูนซีเมนต์พอร์ตแลนด์ ประกอบขึ้นด้วยสารประกอบต่างๆ ที่ทำหน้าที่ยึดประสานให้เกิดการแข็งตัวเมื่อรวมตัวกับน้ำ และคัลเซียมออกไซด์จัดเป็นองค์ประกอบที่มีความสำคัญมากที่สุดเนื่องจากเป็นองค์ประกอบที่มีมากที่สุดในปูนซีเมนต์ถึงร้อยละ 65 ในปัจจุบันกรมวิทยาศาสตร์บริการได้ให้บริการวิเคราะห์หาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก. 15 - 2532 ซึ่งวิธีการวิเคราะห์ใน มอก. ดังกล่าวเป็นวิธีการวิเคราะห์แบบชั่งน้ำหนักโดยการตกตะกอนคัลเซียมด้วยอัมโมเนียมออกซาลेटและนำตะกอนที่ได้มาเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 1200 °C จนน้ำหนักคงที่เพื่อให้ตะกอนเปลี่ยนเป็นคัลเซียมออกไซด์อย่างสมบูรณ์และชั่งน้ำหนักของคัลเซียมออกไซด์ ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายสูง ใช้เวลานาน และไม่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างพร้อมกันได้ครั้งละหลายตัวอย่างได้ นอกจากวิธีวิเคราะห์ดังกล่าวตาม มอก. แล้วยังมีวิธีวิเคราะห์อื่นๆอีก เช่น การวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตร ซึ่งจะหาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ได้โดยการ

ไตรเตรทอะคอนคัลเซียมออกซาเลตด้วยสารละลายโปคัสเซียมเปอร์มังกานेटซึ่งวิธีนี้จะช่วยลดเวลาและค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ลงได้มาก

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อให้ได้วิธีการวิเคราะห์เพิ่มเติมในการวิเคราะห์หาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่สะดวกรวดเร็ว และได้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ

1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 ศึกษาเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ ในสารมาตรฐานอ้างอิงปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร จำนวน 1 ตัวอย่าง

1.3.2 ศึกษาเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่หน่วยงานอื่นส่งมาวิเคราะห์ โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร จำนวน 10 ตัวอย่าง

1.4 ระยะเวลาในการดำเนินการ

มกราคม 2541 – พฤษภาคม 2542

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.5.1 ได้วิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสม และได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำสูงในการหาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

1.5.2 สามารถเผยแพร่ความรู้ให้แก่ห้องปฏิบัติการทดสอบอื่นๆ และผู้สนใจทั่วไป

1.5.3 เป็นประโยชน์ในการตรวจรับของของหน่วยงานต่างๆ

1.5.4 เป็นประโยชน์ต่อการควบคุมคุณภาพในการผลิตปูนซีเมนต์

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

2.1 กรรมวิธีผลิตปูนซีเมนต์

2.1.1 วัตถุดิบ วัตถุดิบที่สำคัญซึ่งใช้ในการผลิตปูนซีเมนต์ประกอบด้วยสารออกไซด์ของธาตุแคลเซียม ซิลิกอน เหล็ก และอลูมิเนียม โดยมีอัตราส่วนผสมที่เหมาะสม เพื่อให้ได้คุณสมบัติตามต้องการ

วัตถุดิบที่ใช้มี อาจแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือประเภทที่ให้ธาตุแคลเซียม ได้แก่ หินปูน (limestone) ดินสอพอง (chalk) ดินปูนขาว (marl) และประเภทที่ให้ธาตุซิลิกอนและอลูมิเนียม ได้แก่ หินเชล (shale) ดินเหนียว (clay) หินชนวน (slate)

นอกจากนี้ยังมีวัตถุดิบอย่างอื่นอีก อาทิเช่น แร่เหล็ก (iron) ใช้เพื่อเพิ่มปริมาณเหล็กให้ได้ตามต้องการในกรณีที่ดินเชลหรือดินเหนียวที่ใช้มีปริมาณของเหล็กต่ำ และยิปซัมใช้เพื่อเป็นสารควบคุมการก่อตัว โดยผสมรวมกับปูนเม็ดจากเตาเผา

ตารางที่ 1 แสดงสัดส่วนของออกไซด์ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ออกไซด์ของธาตุต่างๆ	ร้อยละ
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	60-65
ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO ₂)	20-24
อลูมิเนียมออกไซด์ (Al ₂ O ₃)	4-8
เหล็กออกไซด์ (Fe ₂ O ₃)	2-5

2.1.2 กรรมวิธีผลิต กรรมวิธีในการผลิตอาจเป็นการผลิตแบบแห้ง (dry process) หรือการผลิตแบบเปียก (wet process) กล่าวคือวัตถุดิบก่อนการเผา อาจให้ผ่านกระบวนการแห้งหรือเปียก ในกระบวนการผลิตแบบแห้งวัตถุดิบได้รับการทำให้แห้งก่อนการบดและการผสม ส่วนในกระบวนการผลิตแบบเปียก วัตถุดิบได้รับการบดและการผสมเปียก การเลือกกระบวนการผลิตจะต้องคำนึงถึงปริมาณน้ำที่มีอยู่ในวัตถุดิบ น้ำที่จะจ่ายให้โรงงาน ราคาของเชื้อเพลิง แหล่งกำลังไฟฟ้า วิธีเก็บฝุ่น ตลอดจนความสม่ำเสมอของวัตถุดิบก่อนป้อนเข้าเตาเผา ถ้าวัตถุดิบที่มีอยู่เป็นหินซีเมนต์และหินปูนซึ่งแห้งตามธรรมชาติ หรือมีความชื้นอยู่น้อย ก็อาจทำให้แห้งก่อนโดยใช้ความร้อนที่ออกจากเตาเผา แล้วจึงนำไปบดและผสมกันในภาวะแห้งได้ โดยมีต้นทุนการผลิตต่ำ ซึ่งในลักษณะนี้กระบวนการแห้งเสียค่าใช้จ่ายน้อย อย่างไรก็ตาม ถ้าส่วนผสมชนิดหนึ่งของสารผสมอยู่ใน

ภาวะเปียก ค่าใช้จ่ายในการทำไว้วัตถุดิบแห้ง ในกระบวนการผลิตแบบแห้งจะเพิ่มขึ้นและอาจสูงกว่าค่าใช้จ่ายในกระบวนการผลิตแบบเปียก

ในด้านการควบคุมส่วนประกอบของวัตถุดิบทางเคมี กระบวนการทั้งสองจะไม่แตกต่างกันนัก กระบวนการผลิตแบบเปียกจะมีความซับซ้อนน้อยกว่าและเหมาะสมกว่า แต่ในการปรับปรุงคุณภาพและการเพิ่มชนิดของปอร์ตแลนด์ซีเมนต์จากวัตถุดิบที่มีอยู่ กระบวนการผลิตแบบแห้งสามารถควบคุมให้มีประสิทธิภาพได้ดีกว่ากระบวนการผลิตแบบเปียก

เมื่อนำวัตถุดิบมาบดให้ละเอียดและผสมเข้าด้วยกันในอัตราส่วนที่พอเหมาะแล้ว ส่วนผสมนี้จะถูกป้อนเข้าทางด้านบนของเตาเผา (kiln) เตาเผาเปรียบเสมือนหัวใจของโรงงานผลิตปูนซีเมนต์ เป็นเครื่องจักรที่ใหญ่และแพงที่สุด ทำงานตลอด 24 ชั่วโมงโดยไม่มีวันหยุดพัก ในปัจจุบันนี้เตาเผาส่วนใหญ่จะเป็นแบบเตาหมุน (rotary kiln) ซึ่งเป็นเหล็กกล้า มีลักษณะรูปทรงกระบอกยาวประมาณ 50 - 150 เมตร มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2 - 4 เมตร ภายในบุด้วยอิฐทนไฟ หมุนรอบตัวในแนวเอียงอย่างช้าๆ ประมาณ 1.3 รอบต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้เผาประมาณ 1400 - 1500 องศาเซลเซียส วัตถุดิบที่ใช้ผสมจะถูกเผาแล้วจะกลายเป็นปูนเม็ด (clinker) และถูกส่งออกมาข้างนอกทางด้านล่างของเตา

สีและรูปร่างของปูนเม็ด จะบ่งถึงการเผาว่าเป็นไปอย่างถูกต้องหรือไม่ ถ้าเผาได้ที่คือปูนเม็ดจะมีสีน้ำตาลปนเขียวเหมือนแก้วใส เมื่อเย็นจะแวววาวเป็นจุดๆ ก้อนใหญ่ ส่วนมากจะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 25 มิลลิเมตร (1 นิ้ว) ปูนเม็ดที่ยังเผาไม่ได้ที่จะมีสีน้ำตาล หรือสีน้ำตาลปนห่อๆ ไม่เป็นมันเหมือนที่เผาได้ที่แล้ว ปูนเม็ดที่เผาเกินพอจะมีสีน้ำตาล แจ่มเป็นห่อๆ การเผาเกินพอไม่เป็นการเสียหายแต่อย่างใด เพียงแต่สิ้นเปลืองเชื้อเพลิงและเพิ่มค่าใช้จ่ายในการบดปูนเม็ด ทั้งนี้เพราะปูนเม็ดที่เผาเกินพอมีความแข็งแรงมาก

ปูนเม็ดที่ได้จากเตาเผาจะร้อนมาก ต้องได้รับการลดอุณหภูมิให้เหมาะสมก่อนนำไปบด การลดอุณหภูมิกระทำโดยใช้เครื่องทำให้เย็น (clinker cooler) ซึ่งอาจจะเป็นแบบหมุน (rotary cooler) หรือแบบตะแกรง การทำให้ปูนเม็ดเย็นลงนั้น จะต้องมีการควบคุมอย่างดีเพราะมีผลต่อคุณภาพของปูนซีเมนต์ ถ้าปูนเม็ดถูกทำให้เย็นตัวเร็วจะบดง่ายและความแข็งแรงภายใน 7 วันจะเพิ่มขึ้น แต่ถ้าปูนเม็ดถูกทำให้เย็นลงอย่างช้าๆ ความแข็งแรงในระยะหลังจะสูงขึ้น ปูนเม็ดที่เย็นตัวแล้วจะถูกนำไปบดให้ละเอียดในหม้อบดปูน (cement mill) ปูนเม็ดที่บดละเอียดแล้วส่วนมากจะผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐานเบอร์ 200 ได้หมด ปูนซีเมนต์ที่บดแล้วนี้ จะมีชิปซัมผสมอยู่ด้วยประมาณ 5 % เพื่อทำให้ปูนซีเมนต์ก่อตัวช้าลงเมื่อผสมกับน้ำ เพราะถ้าไม่มีชิปซัมแล้วปูนซีเมนต์นี้จะก่อตัวเร็วเกินไป จนไม่มีเวลานานพอที่จะเอาไปเทลงแบบได้เมื่อได้ผสมกับน้ำแล้ว ปูนซีเมนต์ที่มีความละเอียดมากกว่า จะก่อตัวและให้กำลังความแข็งแรงได้เร็วกว่า ส่วนปูนซีเมนต์ที่หยาบอาจทำให้เกิดการคายน้ำได้มากกว่าปูนซีเมนต์ที่ละเอียด ปูนซีเมนต์สำเร็จรูปที่ได้นี้จะถูกนำไปเก็บ

ไว้ในถังทรงกระบอกใหญ่ มีผนังปกคลุมมิดชิดกันความชื้น เพื่อนำไปบรรจุใส่ถุงและจำหน่ายต่อไป ในประเทศไทยจะบรรจุปูนซีเมนต์ในถุงกระดาษโดยมีเนื้อปูนจริงน้ำหนัก 50 กิโลกรัม

2.2 สารประกอบของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

เมื่อเผาวัตถุดิบของปูนซีเมนต์ซึ่งได้แก่ สารออกไซด์ของซิลิเนียม ซิลิกอน อลูมิเนียม และเหล็ก สารเหล่านี้จะทำปฏิกิริยาทางเคมีและรวมตัวกันเป็นสารประกอบอยู่ในเม็ดปูนในรูปของผลึกละเอียดมาก สารประกอบที่สำคัญ 4 อย่าง ที่มีอยู่ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์หลังจากการเผาแล้วได้แก่ ไตรแคลเซียมซิลิเกต (Tricalcium Silicate) ไดแคลเซียมซิลิเกต (Dicalcium Silicate) ไตรแคลเซียมอลูมิเนต (Tricalcium Aluminate) และเตตราแคลเซียมอลูมิโนเฟอร์ไรท์ (Tetracalcium Aluminoferrite) ดังตารางที่ 2-2 ซึ่งได้ให้ชื่อของสารประกอบเหล่านี้ตามอุตสาหกรรมการผลิตปูนซีเมนต์ โดยใช้ชื่อของออกไซด์ของธาตุใดๆด้วยอักษรของธาตุนั้นเพียงตัวเดียว กล่าวคือ CaO ย่อเหลือตัว C , SiO₂ ย่อเหลือตัว S , Al₂O₃ ย่อเหลือตัว A และ Fe₂O₃ ย่อเหลือตัว F

ตารางที่ 2 สารประกอบที่สำคัญของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ชื่อสารประกอบ	ส่วนประกอบทางเคมี	ชื่อย่อ
ไตรแคลเซียมซิลิเกต	3CaO.SiO ₂	C ₃ S
ไดแคลเซียมซิลิเกต	2CaO.SiO ₂	C ₂ S
ไตรแคลเซียมอลูมิเนต	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
เตตราแคลเซียมอลูมิโนเฟอร์ไรท์	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF

นอกจากนี้แล้วยังมีสารประกอบอื่นๆอีกที่ได้หลังจากการเผา เช่น MgO , TiO₂ , Mn₂O₃ , K₂O และ Na₂O ซึ่งปะปนอยู่เป็นจำนวนน้อยเมื่อเทียบกับน้ำหนักของปูนซีเมนต์

จำนวนเปอร์เซ็นต์ของสารประกอบเหล่านี้ที่มีอยู่ในปูนซีเมนต์ชนิดหนึ่งๆไม่เท่ากัน ประเภทของปูนซีเมนต์จะขึ้นอยู่กับจำนวนของสารประกอบเหล่านี้ สารประกอบ C₃S ทำให้ปูนซีเมนต์มีกำลังรับแรงได้เร็ว สารประกอบ C₂S ทำให้ปูนซีเมนต์มีกำลังรับแรงในระยะหลัง สารประกอบ C₃A ทำให้ปูนซีเมนต์มีกำลังรับแรงเร็ว สารประกอบ C₄AF ทำให้ปูนซีเมนต์มีกำลังรับแรงในระยะหลัง และยับยั้งเป็นตัวหน่วงเวลาให้ปูนซีเมนต์ก่อตัวและแข็งตัวตามต้องการ

2.3 อิทธิพลของสารประกอบต่อคุณสมบัติของปูนซีเมนต์

จำนวนของสารประกอบที่มีอยู่ในปูนซีเมนต์ ทำให้คุณสมบัติของปูนซีเมนต์เปลี่ยนแปลงไป เช่น ทำให้ปูนซีเมนต์มีกำลังรับแรงเร็วหรือช้า ระยะเวลาการก่อตัวและแข็งตัวอาจเร็วขึ้นหรือช้าลง ความร้อนที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับปูนซีเมนต์อาจสูงหรือต่ำ เป็นต้น

สารประกอบไตรแคลเซียมซิลิเกต (C_3S) และไดแคลเซียมซิลิเกต (C_2S) ซึ่งผสมรวมกันเป็นปริมาณเท่ากับ 70 - 80 % ของปริมาณปูนซีเมนต์ทั้งหมด จะเป็นตัวควบคุมความแข็งแรงของปูนซีเมนต์ กล่าวคือ ถ้ามี C_3S ผสมอยู่มาก และมี C_2S ผสมอยู่น้อย จะทำให้ได้ปูนซีเมนต์ที่มีความแข็งแรงหรือกำลังสูงในระยะแรก (High - Early Strength) และให้ปริมาณความร้อนมาก แต่ในทางตรงข้ามถ้ามี C_2S ผสมอยู่มาก และมี C_3S ผสมอยู่น้อย จะได้ปูนซีเมนต์ที่มีความแข็งแรงหรือกำลังช้า และปริมาณความร้อนน้อย สารประกอบไตรแคลเซียมอลูมิเนต (C_3A) จะมีผลต่อการทำปฏิกิริยาระหว่างซีเมนต์กับน้ำ ตลอดจนความร้อนที่เกิดขึ้น ถ้าปูนซีเมนต์มี C_3A ผสมอยู่น้อย ความร้อนที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างซีเมนต์กับน้ำก็จะน้อย แต่ช่วยให้ได้คอนกรีตที่มีกำลังอัดประลัยสูงกว่า มีรอยแตกร้าว (Cracking) น้อยกว่า มีความคงทนต่อปฏิกิริยาของกรดและเกลือซัลเฟตดีกว่าปูนซีเมนต์ที่มี C_3A ผสมอยู่มาก

ถ้ามีปริมาณของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) อยู่ในปูนซีเมนต์มาก จะทำให้ได้ปูนซีเมนต์ที่มีระยะเวลาการก่อตัวช้า (slow - setting) แต่จะได้ปูนซีเมนต์ที่มีกำลังสูงในระยะแรก ถ้าหากมีปริมาณของปูนขาวนี้มากเกินไป จะทำให้ได้ปูนซีเมนต์ที่มีความไม่คงตัว (unsoundness)

ปูนซีเมนต์ที่มีปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) และอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) อยู่มาก จะเป็นปูนซีเมนต์ที่ให้กำลังสูง แต่ปูนซีเมนต์ที่มีปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์มากเพียงอย่างเดียว จะเป็นปูนซีเมนต์ที่มีระยะเวลาการก่อตัวช้า ซึ่งตรงกันข้ามกับปูนซีเมนต์ที่มีปริมาณของอลูมิเนียมออกไซด์มาก จะทำให้ระยะเวลาการก่อตัวเร็วขึ้น

ออกไซด์ของเหล็ก (Fe_2O_3) รวมกับแคลเซียมออกไซด์และซิลิกอนไดออกไซด์จะมีประโยชน์ต่อปูนซีเมนต์ที่มีซิลิกอนไดออกไซด์สูง คือทำให้ปริมาณของไตรแคลเซียมอลูมิเนตลดลง แต่ปูนซีเมนต์ที่มี Fe_2O_3 มากเกินไป จะแข็งทำให้บดยากขึ้น

ถ้ามีปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์อยู่มากในส่วนผสมของปูนซีเมนต์ จะทำให้เกิดความไม่คงตัว (unsoundness)

2.4 ปฏิกิริยาระหว่างปูนซีเมนต์กับน้ำ (hydration of cement)

เมื่อผสมปูนซีเมนต์กับน้ำ ปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างปูนซีเมนต์กับน้ำก็จะเริ่มขึ้น เรียกปฏิกิริยานี้ว่าไฮเดรชัน (hydration) ยังผลให้เกิดความเหนียวและเกาะแน่นกับวัสดุผสม ความร้อนที่ได้จากการที่ปูนซีเมนต์ทำปฏิกิริยากับน้ำเรียกว่า "heat of hydration" วัดเป็นคาลอรีต่อกรัม ความร้อนที่เกิดขึ้นนี้ บางส่วนจะหนีผ่านเนื้อคอนกรีตออกมา แต่บางส่วนจะอยู่ภายในเนื้อคอนกรีต ถ้าความร้อนที่เกิดขึ้นภายในเนื้อคอนกรีตมีค่าสูง คอนกรีตอาจสูญเสียความแข็งแรงได้ และความร้อนนี้จะทำให้เกิดความเค้น (thermal stress) ภายในเนื้อคอนกรีตซึ่งเป็นผลให้คอนกรีตแตกร้าว ในโครงสร้างคอนกรีตที่บาง ความร้อนสามารถถ่ายเทออกไปได้ แต่โครงสร้างคอนกรีตขนาดใหญ่และหนา เช่น เขื่อน จะต้องมียุทธวิธีออกแบบให้มีการถ่ายเทความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาระหว่างปูน

ซีเมนต์กับน้ำให้เหมาะสมเพื่อป้องกันการแตกร้าวของคอนกรีต ทางแก้วิธีหนึ่งอาจทำได้โดยใช้ปูนซีเมนต์ที่ให้ความร้อนของการทำปฏิกิริยาระหว่างปูนกับน้ำต่ำ

การทำปฏิกิริยาระหว่างปูนซีเมนต์กับน้ำจะหยุดเมื่อน้ำหนีออกจากเพสต์(paste)หมดแล้ว ดังนั้น การบ่มซึ่งเป็นวิธีการป้องกันการสูญเสียน้ำในคอนกรีตจึงนับว่าเป็นสิ่งสำคัญ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาระหว่างปูนซีเมนต์กับน้ำให้เป็นไปอย่างสมบูรณ์นั้น ขึ้นอยู่กับปริมาณของปูนซีเมนต์ในส่วนผสม ชนิดของปูนซีเมนต์ ความละเอียดของปูนซีเมนต์ และอุณหภูมิโดยรอบบริเวณ และสำหรับอัตราส่วนน้ำต่อปูนซีเมนต์ที่ต่ำกว่า 0.55 โดยน้ำหนัก จะขึ้นอยู่กับกาให้น้ำจากภายนอกด้วย ถ้าบ่มคอนกรีตที่ใช้กันตามธรรมดาเป็นเวลา 1 เดือน โดยให้อยู่ในสภาวะมาตรฐานของห้องทดลอง พบว่าปูนซีเมนต์จะทำปฏิกิริยากับน้ำกว่าร้อยละ 80 อย่างไรก็ตามสภาพในสนามคอนกรีตจะแห้งภายในเวลาไม่กี่วัน หลังจากนั้นปูนซีเมนต์ยังคงทำปฏิกิริยากับน้ำต่อไปได้ โดยอาศัยน้ำที่ซึมจากใต้ดิน หรือจากความชื้นในขณะฝนตก หรือในขณะที่มีความชื้นในอากาศสูง ดังนั้นภายใต้ภาวะแวดล้อมธรรมดา การทำปฏิกิริยาของซีเมนต์กับน้ำจะยังคงมีต่อไปอีกหลายปี

2.5 คุณสมบัติทางกายภาพที่สำคัญของปูนซีเมนต์

2.5.1 การก่อตัวและการแข็งตัว (setting and hardening process)

เมื่อปูนซีเมนต์ผสมรวมกันกับน้ำ จะได้ซีเมนต์เพสต์ (cement paste) มีลักษณะเหลวปั่นง่าย ถ้าปล่อยให้ทิ้งไว้โดยไม่รบกวน ในไม่ช้าซีเมนต์เพสต์จะสูญเสียความไม่คืนตัว และถึงสถานะที่ไม่สามารถเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้โดยปราศจากการแตกหัก การเปลี่ยนภาวะนี้เรียกว่า “ การก่อตัวและการแข็งตัวของปูนซีเมนต์ ” ตามปกติ การก่อตัวเป็นก้อนแข็งมีขึ้นภายในเวลา 2 - 3 ชั่วโมง ซึ่งเกิดการแข็งตัวตามมาโดยอาจใช้เวลาเป็นเดือนหรือปี ซึ่งขึ้นอยู่กับการทำปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างซีเมนต์กับน้ำ

ระยะเวลาการก่อตัว (time of setting) หมายถึงเวลาที่ส่วนผสมของปูนซีเมนต์และน้ำใช้ในการเปลี่ยนจากสภาพเหลวไม่คืนตัว (plastic state) เป็นก้อนแข็งแบ่งออกเป็น 2 อย่างคือระยะเวลาเริ่มก่อตัวหรือการก่อตัวระยะต้น และระยะเวลาก่อตัวเสร็จ (เริ่มแข็งตัว) หรือการก่อตัวระยะปลาย การหาระยะเวลาการก่อตัวของซีเมนต์เพสต์นี้เป็นสิ่งจำเป็น ทั้งนี้เพื่อให้ทราบถึงระยะเวลาที่ต้องทำงานให้เสร็จ (ได้แก่ การเท การเขย่า และการตบแต่งเป็นต้น) ก่อนที่ซีเมนต์เพสต์หรือคอนกรีตนั้นจะแข็งตัว การทดสอบหาระยะเวลาการก่อตัว (ระยะต้นและระยะปลาย) อาจทำได้โดยการทดสอบแบบกิลโมร์ (gillmore test) หรือใช้การทดสอบแบบไวเกต (vicat test) ซึ่งหาได้จากการจมของเข็มที่มีขนาดและน้ำหนักตามที่กำหนดในมาตรฐาน

โดยทั่วไปการก่อตัวจะเร็วขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ทั้งนี้เพราะอุณหภูมิเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างซีเมนต์กับน้ำ ปริมาณของน้ำที่ใช้ในการผสมปูนซีเมนต์มีอิทธิพลมากต่อระยะเวลาการก่อตัวและแข็งตัว การผสมเปียกมีการก่อตัวช้ากว่าการผสมแห้ง ด้วยเหตุนี้ ในการ

ทดสอบหาระยะเวลาการก่อตัว จึงได้กำหนดให้ใช้ปริมาณน้ำเพื่อผสมปูนซีเมนต์ ให้ได้ซีเมนต์
เพสท์ที่ภาวะมาตรฐานคงที่เสมอ เรียกภาวะนี้ว่า “ ความข้นเหลวปกติ (normal consistency)”
ซึ่งเป็นปริมาณน้ำที่ต้องการที่จะทำให้เข็มไวเคตขนาดมาตรฐานจมลง 10 มิลลิเมตร ภายในเวลา
30 วินาที ของการทดสอบตามมาตรฐานอเมริกัน

นอกจากนี้ ส่วนผสมและขนาดอนุภาคของปูนซีเมนต์ยังมีผลต่อระยะเวลาการก่อตัวอีกด้วย
ถ้าลดปริมาณของอิปซัมลง ระยะเวลาการก่อตัวจะน้อยลง นั่นคือ เพสท์จะแข็งตัวเร็วขึ้น ปูน
ซีเมนต์ที่มีความละเอียดกว่าจะทำปฏิกิริยาทางเคมีเร็วขึ้น ทำให้การก่อตัวเร็วขึ้นด้วย

2.5.2 ความอยู่ตัว (soundness)

เมื่อผลิตปูนซีเมนต์ให้ถูกวิธี การแข็งตัวของซีเมนต์จะเกิดขึ้นโดยไม่มีเปลี่ยนแปลง
ปริมาตรมากนัก อีกนัยหนึ่งคือ ปูนซีเมนต์จะคงตัวหรืออยู่ตัวดี (soundness) นั่นเอง ความไม่อยู่
ตัว (unsoundness) ของปูนซีเมนต์ที่แข็งตัวแล้ว จะทำให้เกิดการขยายตัวในเนื้อคอนกรีต เนื่องมา
จากการทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับผลึกในส่วนประกอบของปูนซีเมนต์เป็นไปอย่างช้าๆ หรือถูก
หน่วงให้ช้า ทำให้คอนกรีตเกิดการแตกร้าวและชำรุดเสียหาย โดยปกติเกิดจากการที่มีอิปซัม หรือ
คัลเซียมออกไซด์อิสระ (free lime) หรือแมกนีเซียมออกไซด์ในปูนซีเมนต์มากเกินไป พบว่าการ
เผาปูนซีเมนต์มากเกินไป จะทำให้เกิดส่วนของเยื่อบางๆ หุ้มรอบเม็ดซีเมนต์ เป็นการหน่วง
ปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับปูนขาวอิสระในซีเมนต์ให้ช้าลง การทำปฏิกิริยาจะเป็นไปอย่างช้าๆ แม้ว่า
ปูนซีเมนต์จะแข็งตัวแล้ว จึงเป็นผลให้เกิดการขยายตัวและขีดขวางการยึดจับของเนื้อคอนกรีตจน
ทำให้เกิดผลเสียหายดังกล่าวข้างต้น

เมื่อมีแมกนีเซียมออกไซด์ในปูนซีเมนต์มากเกินไปร้อยละ 5 ก็เป็นสาเหตุหนึ่งของความ
ไม่อยู่ตัว ในกรณีนี้ ความไม่อยู่ตัวจะสังเกตเห็นได้ภายหลังเวลานาน เพราะแมกนีเซียมออกไซด์ที่
ถูกเผาด้วยความร้อนสูงจะคงเฉื่อยเป็นเวลานานก่อนจะรวมกับน้ำ

การทดสอบหาความอยู่ตัวทำได้โดย หากการขยายตัวของแท่งปูนซีเมนต์สั้นโดยอาศัย
เครื่องอบไอน้ำอัตโนมัติที่มีความดันสูง โดยการเปรียบเทียบความยาวของแท่งทดสอบก่อนและ
หลังเข้าเครื่องอบไอน้ำ

2.5.3 ความแข็งแรง (strength)

ความแข็งแรงของปูนซีเมนต์เป็นเครื่องชี้ถึงลักษณะกำลังรับแรงอัดของคอนกรีต แต่ไม่
สามารถใช้คาดหมายถึงกำลังแข็งแรงของคอนกรีต ทั้งนี้ เพราะกำลังความแข็งแรงของคอนกรีต
ขึ้นอยู่กับตัวประกอบมากมาย

ความแข็งแรงของปูนซีเมนต์มักจะทดสอบจากแท่งมอร์ตาร์ ซึ่งทำได้จากการผสม
ระหว่างทรายกับซีเมนต์ เพื่อตรวจสอบว่าปูนซีเมนต์ที่จะนำไปใช้มีคุณภาพตามมาตรฐานหรือไม่
ความแข็งแรงของปูนซีเมนต์นี้ขึ้นอยู่กับจำนวนของสารประกอบที่มีอยู่ในปูนซีเมนต์ และความ

ละเอียดของผงปูนซีเมนต์ การทดสอบจะมีทั้งการทดสอบหาความต้านทานต่อแรงอัดและต่อแรงดึง

2.5.4 การก่อตัวผิดปกติ (false set)

การก่อตัวผิดปกติในซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เป็นผลมาจากการบดปูนเม็ดในขณะที่อุณหภูมิสูงหรือเก็บปูนซีเมนต์ไว้ในที่ที่มีอุณหภูมิสูง ดังนั้นเมื่อปูนซีเมนต์ทำปฏิกิริยากับน้ำก็จะเกิดการก่อตัวเร็วกว่าปกติ โดยไม่เกิดความร้อนมาก สามารถแก้ไขได้โดยใช้สารหน่วงการก่อตัว หรือโดยการผสมต่อไปอีกเพื่อทำให้ส่วนผสมชั้นเหลวอยู่เสมอ (plastic) การก่อตัวผิดปกตินี้ ไม่ได้ทำให้คุณภาพของคอนกรีตเสียไปแต่อย่างใด แต่ถ้าหากมีการก่อตัวผิดปกตินี้มากขึ้น ก็จำเป็นต้องใช้น้ำมากขึ้นอีกเพื่อที่จะผสมให้ส่วนผสมมีความชื้นเหลวเท่าเดิม การที่ใช้น้ำในส่วนผสมมากขึ้น ทำให้สูญเสียการยุบตัวมากเกินไป ซึ่งจะทำให้ความแข็งแรงต่ำลง และเมื่อแข็งตัว คอนกรีตจะหดตัวมากขึ้นทำให้เกิดการแตกร้าว

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ

การวิเคราะห์หาปริมาณคัลเซียมออกไซด์ออกไซด์ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์โดยวิธีชั่งน้ำหนัก และวิธีวัดปริมาตร มีวัสดุอุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 บีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร

3.1.2 กรวยกรอง

3.1.3 กระดาษกรองเนื้อปานกลาง(Whatman No.40) และกระดาษกรองเนื้อละเอียด (Whatman No. 42)

3.1.4 บีเปตขนาด 10 มิลลิลิตร

3.1.5 กระจกนาฬิกา

3.1.6 เทอร์โมมิเตอร์ขนาด 0 - 100 องศาเซลเซียส

3.1.7 บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร

3.1.8 แท่งแก้วสำหรับชูดตะกอน

3.1.9 ขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร

3.1.10 แท่นความร้อน (hot plate)

3.1.11 กระดาษวัด pH

3.1.12 ตะแกรงร่อน เบอร์ 20 (850 ไมโครเมตร)

3.1.13 ตะแกรงร่อน เบอร์ 100 (150 ไมโครเมตร)

3.1.14 เดสสิเคเตอร์

3.1.15 เป้าพลาสติก

3.1.16 เตาเผาควบคุมอุณหภูมิสูง 1200 องศาเซลเซียส

3.1.17 เครื่องชั่งความละเอียด 0.1 มิลลิกรัม

3.2 สารเคมี

3.2.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (HCl)

3.2.2 กรดไนตริกเข้มข้น (HNO₃)

3.2.3 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1+99); ละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำ 99 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.2.4 สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1); ละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.2.5 สารละลายเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ ; ละลายเมทิลเรด 2 กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์ 95 % 1 ลิตร

3.2.6 กรดซัลฟูริก (1+1); ละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.2.7 อัมโมเนียมคลอไรด์

3.2.8 โซเดียมออกซาลेट

3.2.9 สารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมเปอร์มันแกเนต (KMnO_4) ความเข้มข้น 0.18 นอร์มัล : เตรียมโดยละลายโพตัสเซียมเปอร์มันแกเนต 5.69 กรัม ในน้ำกลั่น เจือจางให้เป็น 1 ลิตร นำมาต้มให้เดือด แล้วปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง กรองด้วยซินเตอร์กลาส นำสารละลายที่ได้มาหาความเข้มข้นโดยการไตเตรตกับโซเดียมออกซาลेट 0.7000 - 0.8000 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้น (นอร์มัล) ของ } \text{KMnO}_4 &= \frac{\text{น้ำหนักของโซเดียมออกซาลेट} \times \text{สัดส่วนความบริสุทธิ์}}{\text{มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{KMnO}_4 \times 0.06701} \\ F &= \frac{\text{นอร์มัลของสารละลาย } \text{KMnO}_4 \times 0.02804 \times 100}{0.5} \end{aligned}$$

โดยที่ F = สมมูลของ CaO ต่อสารละลาย KMnO_4 เป็นร้อยละของ CaO / มิลลิลิตร ต่อตัวอย่าง 0.5 กรัม

3.2.10 สารละลายอัมโมเนียมออกซาลेट (50 กรัม / ลิตร); ละลายอัมโมเนียมออกซาลेट 50 กรัมในน้ำกลั่น 1 ลิตร

3.2.11 สารละลายอัมโมเนียมออกซาลेट (1กรัม / ลิตร); ละลายอัมโมเนียมออกซาลेट 1 กรัมในน้ำกลั่น 1 ลิตร

3.2.12 น้ำโบรมีน; เติมน้ำโบรมีนลงในน้ำกลั่นจนมากเกินพอ

3.3 การเตรียมตัวอย่าง

นำปูนซีเมนต์ที่ต้องการทดสอบมาเก็บวัสดุแปลกปลอมออกให้หมด ขยี้ส่วนที่เป็นก้อนให้เป็นผงละเอียด เก็บส่วนที่เป็นก้อนแข็งออก นำตัวอย่างที่เป็นผงมาเร่งด้วยตะแกรงเบอร์ 20 เพื่อให้ตัวอย่างคลุกกันได้ที่ เก็บตัวอย่างที่เร่งได้ไว้ในเคสติกเคเตอร์ เพื่อป้องกันตัวอย่างดูดความชื้นและอากาศก่อนนำมาทดสอบ

3.4 การวิเคราะห์กัลล์เชื่อมออกไซด์โดยวิธีตกตะกอน

3.4.1 การแยกซิลิกอนไดออกไซด์

1) ใส่วัตถุอย่างหนัก 0.5 กรัม ลงในงานระเหยที่ทำด้วยพลาสติก เติมน้ำเย็น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่าตัวอย่างให้กระจายออกไป ในระหว่างเขย่าให้เติมกรดไฮโดรคลอริก 5 ถึง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงไปให้หมดในคราวเดียว แล้วอุ่นสารละลายและคนด้วยแท่งแก้วหรือใช้ปลายแบนของแท่งแก้วช่วยบดจนตัวอย่างย่อยหมด ระเหยสารที่ได้จนแห้งบนเครื่องอังไอน้ำ หรือจนวันที่ปรากฏหายไปหมด จนเหลือแต่กาก แล้วไม่ต้องทำให้กากร้อนต่อไปอีก เติมกรดไฮโดรคลอริก 5 ถึง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปล่อยให้ไว้อย่างน้อย 2 นาที จึงเติมน้ำจำนวนเท่ากันลงไป ปิดฝางานระเหยแล้วตั้งบนเครื่องอังไอน้ำหรือบนแผ่นให้ความร้อนเป็นเวลา 1 นาที เติมน้ำร้อนลงในสารละลายให้ปริมาตรเพิ่มขึ้นอีกเท่าตัว แล้วกรองทันทีด้วยกระดาษกรองเนื้อปานกลาง ล้างซิลิกอนไดออกไซด์ที่แยกออกมาด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+99) ร้อน ล้างต่อไปด้วยน้ำร้อนให้ทั่ว

2) ระเหยสารละลายที่ได้จากการกรองจนแห้งอีกครั้งหนึ่ง แล้วอบกากในตู้อบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ถึง 110 องศาเซลเซียส ปล่อยให้เย็น เติมกรดไฮโดรคลอริก (1+1) 10 ถึง 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรและเคียวบนแท่นให้ความร้อนเป็นเวลา 10 นาที เติมน้ำเท่าตัว กรองทันทีด้วยกระดาษกรองใหม่ และล้างกากซิลิกอนไดออกไซด์ จำนวนน้อยนี้ตามข้อ 1)

3) นำสารละลายที่ได้จากการกรองซึ่งควรมีปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้าจำเป็นให้เติมกรดไฮโดรคลอริกลงไปเพื่อให้แน่ใจว่ามีเนื้อกรดทั้งหมด 10 ถึง 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมนิวเทิลเรด 2 - 3 หยด แล้วต้มจนเดือด หยดอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ที่ละลายจนมากเกินพอ 1 หยด ต้มสารละลายที่มีตะกอนนี้จนเดือดและให้เดือดต่อไปอีก 50 ถึง 60 วินาที ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น(ในเวลาไม่เกิน 5 นาที) และกรองโดยใช้กระดาษกรองเนื้อปานกลาง ล้างด้วยอัมโมเนียมไนเตรดร้อน (20 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) 2 ครั้งถ้ามีตะกอนน้อย และถ้ามีตะกอนมากให้ทำ 4 ครั้ง

4) แยกสารละลายที่ได้จากการกรองไว้ แล้วจึงนำกระดาษกรองพร้อมด้วยตะกอนใส่ลงในบีกเกอร์ใบเดิมที่ใช้ตกตะกอนในครั้งแรก ละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+2) ร้อน คนให้กระดาษกรองขาดและเติมน้ำลงในสารละลายให้ได้ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้ไฮดรอกไซด์ตกตะกอนอีกตามข้อ 3) กรองสารละลายและล้างตะกอนด้วยอัมโมเนียมไนเตรดร้อน (20 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) ประมาณ 4 ครั้ง ครั้งละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร รวมสารละลายที่ได้จากการกรองครั้งนี้กับน้ำล้าง และสารละลายที่ได้จากการกรองที่แยกไว้เข้าด้วยกัน

5) นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาทำให้เป็นกรด โดยเติมกรดไฮโดรคลอริกให้เป็นกลางเสียก่อนซึ่งตรวจได้ด้วยนิวเทิลเรด แล้วทำให้พอเป็นกรดและเติมกรดไฮโดรคลอริกให้เกินพออีก 6 หยด ทำให้ระเหยจนเหลือปริมาตรประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำโบรมีนอิ่มตัว 40 ลูกบาศก์เซนติเมตรในสารละลายที่ยังร้อน และเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทันที จนกระทั่งสาร

ละลายเป็นค่าง ตกตะกอนไฮดรอตเตดมังกานีสออกไซด์โดยต้มสารละลายเป็นเวลา 5 นาทีขึ้นไป โดยให้สารละลายเป็นค่างตลอดเวลา ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น กรองโดยใช้กระดาษกรองเนื้อปานกลาง และล้างด้วยน้ำร้อน ถ้าไม่ปรากฏตะกอนในทันทีทันใด ปล่อยให้ระยบนอนก้นนานถึง 1 ชั่วโมง จึงจะกรองมังกานีสไดออกไซด์ที่ตกตะกอนทิ้งไป ทำสารละลายที่ได้จากการกรองให้เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริก โดยทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส และต้มไล่โบรมีนออกจนหมด ใส่กรดไฮโดรคลอริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำให้เป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมเมทิลเรดิอินดิเคเตอร์ 2 ถึง 3 หยด แล้วจึงเติมสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेटอื่นๆ (50 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) ลงไป 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายให้ร้อน 70 ถึง 80 องศาเซลเซียส และเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ที่ละหยดและคนไปพร้อมกันด้วย จนกระทั่งสีเปลี่ยนจากแดงเป็นเหลือง ตั้งสารละลายทิ้งไว้เป็นเวลา 60 ± 5 นาที (ห้ามเกินกว่านี้) คนบ้างเป็นครั้งคราว ในระยะ 30 นาทีแรก กรองโดยใช้กระดาษกรองชนิดไหลช้าและค่อยๆล้างด้วยสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेटเย็น (1 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) เก็บสารละลายที่ได้จากการกรองและน้ำที่ล้างเอาไว้

6) นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนใส่ในบีกเกอร์ที่ใช้ตกตะกอนครั้งแรก ละลายตะกอนออกซาลेटด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+4) ร้อน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำกระดาษกรองให้ยุบ เติมน้ำเป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดเมทิลเรดิอินดิเคเตอร์ 2 ถึง 3 หยด เติมสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेट 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายจนเกือบเดือด ตกตะกอนคัลเซียมออกซาลेटอีกครั้งหนึ่งด้วยอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 ถึง 2 ชั่วโมง กรองและล้างตะกอน

7) ทำตะกอนให้แห้งในเข้าพลาตินัมที่รู้น้ำหนักแล้ว เฝ้าให้กระดาษกรองไหม้โดยไม่ถูกเป็นเปลวไฟจนหมดไป โดยใช้อุณหภูมิต่ำสุดเท่าที่จะทำได้ สุดท้ายเฝ้าที่อุณหภูมิ 1100 ถึง 1200 องศาเซลเซียสในเตาไฟฟ้า

8) แบลงค์(blank)

ให้ทำแบลงค์โดยวิธีเดียวกันตลอด และใช้รีเอเจนต์จำนวนเท่ากันเพื่อนำไปแก้ค่าจากการวิเคราะห์ให้ถูกต้อง

9)การคำนวณ

คำนวณหาค่าร้อยละของคัลเซียมออกไซด์ จากสูตร

$$\text{คัลเซียมออกไซด์, ร้อยละ} = \frac{W1 \times 100}{W2}$$

W1 = น้ำหนักของคัลเซียมออกไซด์ เป็นกรัม

W2 = น้ำหนักของตัวอย่างปูนซีเมนต์ที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

3.5 การวิเคราะห์ค่าเชื่อมออกไซด์โดยวิธีวัดปริมาตร

3.5.1 การแยกซิลิกอนไดออกไซด์

1) ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัม ผสมกับอัมโมเนียมคลอไรด์ 0.5 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ค่อยๆเติมกรดไฮโดรคลอริกลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร รอจนปฏิกิริยาหยุดลง เปิดกระจกนาฬิกาออก เติมกรดไนตริกลงไป 1 - 2 หยด คนของผสมในบีกเกอร์ด้วยแท่งแก้ว ปิดกระจกนาฬิกา และตั้งไว้บนแท่นให้ความร้อนเป็นเวลา 30 นาที คนเป็นบางครั้ง และบดตัวอย่างที่เป็นก้อนให้แตกออกเพื่อช่วยให้ปูนซีเมนต์สลายตัวได้เร็วขึ้น กรองกรดซิลิกที่ เป็นของเหลวคล้ายเจลด้วยกระดาษกรองเนื้อปานกลาง ให้สมบูรณ์ที่สุดโดยไม่ต้องเจือจาง และปล่อยให้สารละลายไหลผ่านกระดาษกรองจนหมด ชูดข้างบีกเกอร์ด้วยแท่งยางสำหรับชุดตะกอน และล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+99) ที่ร้อน ล้างตะกอนต่อด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+99) ที่ร้อน 2 - 3 ครั้ง และล้างด้วยน้ำร้อน 10 - 12 ครั้ง โดยปล่อยให้แห้งแต่ละครั้งที่ล้างไหลผ่านจนหมดก่อน จึงค่อยล้างครั้งต่อไป

2) นำสารละลายที่ได้จากข้อ 1) ซึ่งควรมีปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริกลงไป ถ้าจำเป็นโดยให้แน่ใจว่ามีเนื้อกรดทั้งหมด 10 - 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมเมทิลเรดิอินดิเคเตอร์ 2 - 3 หยด และให้ความร้อนจนเดือด เติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ที่ละลายจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง และเติมให้มากเกินพออีก 1 หยด ต้มให้สารละลายที่มีตะกอนเดือดต่อ 50 - 60 วินาที ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น (ภายในเวลาไม่เกิน 5 นาที) และกรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเนื้อปานกลาง ล้างตะกอนด้วยสารละลายอัมโมเนียมไนเตรท (20 กรัม ต่อ ลูกบาศก์เดซิเมตร) ที่ร้อน 2 ครั้ง ถ้ามีตะกอนน้อย และล้าง 4 ครั้งถ้ามีตะกอนมาก

3) เก็บสารละลายที่กรองได้ไว้ และ ถ่ายตะกอนและกระดาษกรองลงในบีกเกอร์ใบเดิมที่ใช้ตกตะกอนในครั้งแรก ละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1+2) ที่ร้อน คนและฝึกกระดาษกรอง และเจือจางสารละลายให้มีปริมาณประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตกตะกอนไฮดรอกไซด์ใหม่ตามวิธีข้างต้น กรองสารละลายและล้างตะกอนด้วยสารละลายอัมโมเนียมไนเตรท (20 กรัม ต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) ที่ร้อน ครั้งละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 4 ครั้ง รวมสารละลายที่กรองได้กับสารละลายที่เก็บได้จากการตกตะกอนครั้งแรก

4) นำสารละลายที่กรองได้จากการตกตะกอนอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์มาทำให้เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริก และเติมให้มากเกินพออีก 6 หยด ระบายสารละลายจนเหลือปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำโบรมีนอิ่มตัว 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์จนกระทั่งเป็นด่าง ต้มสารละลายให้เดือดเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 5 นาที โดยทำให้สารละลายเป็นค้างอยู่ตลอดเวลา (ถ้ายังไม่มีตะกอนเกิดขึ้น ให้ทิ้งสารละลายไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงกรอง) ปล่อยให้ตะกอนนอนก้นแล้วกรองด้วยกระดาษกรองเนื้อปานกลาง ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน ทำ

สารละลายที่กรองได้ให้เป็นกรด ด้วยกรดไฮโดรคลอริก โดยใช้กระดาษลิตมัสเป็นอินดิเคเตอร์ แล้วต้มไล่โบรมีนจนหมด

5) เติมกรดไฮโดรคลอริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางให้เป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติม เมทิลเรดอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด และสารละลายอัมโมเนียมออกซาลेट (50 กรัมต่อลูกบาศก์ เดซิเมตร) ร้อน 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนสารละลายจนมีอุณหภูมิ 70-80 องศาเซลเซียส และเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ทีละหยด จนกระทั่งสีของสารละลายเปลี่ยนจากแดงเป็น เหลือง ตั้งสารละลายทิ้งไว้โดยไม่ต้องให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 60 ± 5 นาที โดยคนเป็นครั้งคราว ระหว่าง 30 นาทีแรก

6) กรองโดยใช้กระดาษกรองชนิดเนื้อละเอียด และล้างตะกอน 8 - 10 ครั้ง ด้วยน้ำร้อน ปริมาณน้ำที่ใช้ล้างบีกเกอร์และตะกอนรวมกันต้องไม่เกิน 75 ลูกบาศก์เซนติเมตร

7) นำบีกเกอร์เปล่ามารองใต้กรวยกรอง เาะตรงกลางกระดาษกรองให้ทะลุด้วยแท่ง แก้ว แล้วเอาแท่งแก้วใส่ไว้ในบีกเกอร์ ชะตะกอนลงบีกเกอร์ด้วยน้ำร้อน หยดกรดซัลฟูริก (1+1) จำนวน 10 หยด รออบกระดาษกรองด้านบนสุด ล้างกระดาษกรอง 5 ครั้ง ด้วยน้ำร้อน เจือจางให้ เป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมกรดซัลฟูริก (1+1) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนสาร ละลายจนมีอุณหภูมิใกล้จุดเดือด และไตเตรททันทีด้วยสารละลายโปแตสเซียมเปอร์มันแกเนต 0.18 นอร์มัล จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู และมีความคงตัวอยู่ไม่น้อยกว่า 10 วินาที ใส่กระดาษ กรองอันเดิมที่ใช้กรองตะกอนลงไป และฉีกกระดาษกรอง ถ้าสีชมพูจางหายไป ให้ไตเตรทต่อจน สารละลายมีสีชมพูและมีความคงตัวอยู่ไม่น้อยกว่า 10 วินาที

8) การคำนวณ

คำนวณคัลเซียมออกไซด์ (CaO) เป็นร้อยละจากสมการ

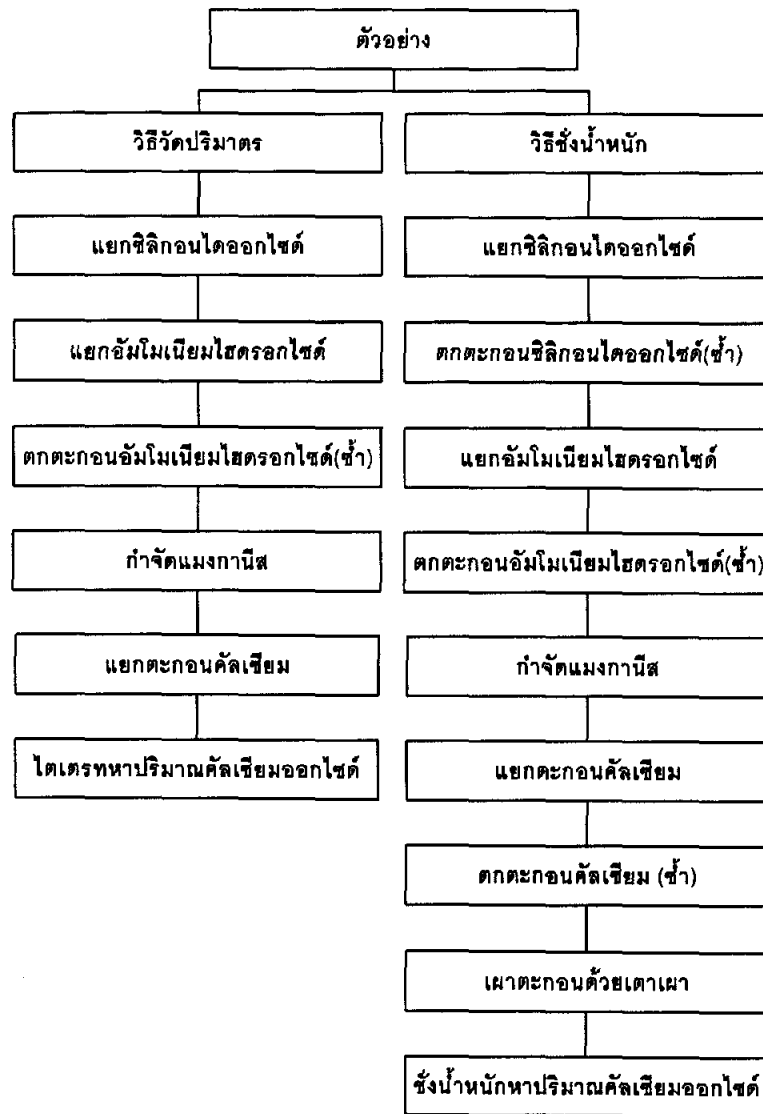
$$\text{คัลเซียมออกไซด์, ร้อยละ} = E (V - B)$$

E = สมมูล CaO ของสารละลายโปแตสเซียมเปอร์มันแกเนตเป็นร้อยละของคัลเซียม - ออกไซด์ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร โดยคิดเทียบต่อตัวอย่าง 0.5 กรัม

V = จำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายโปแตสเซียมเปอร์มันแกเนตที่ใช้ไตเตรท ตัวอย่าง

B = จำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายโปแตสเซียมเปอร์มันแกเนตที่ใช้ไตเตรท แบลงค์

รูปที่ 1 แผนผังแสดงขั้นตอนเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณคลัสเซียมออกไซด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร



บทที่ 4

ผลการทดลอง

จากการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานปอร์ตแลนด์ซีเมนต์และตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร โดยการทำปฏิกิริยากับโปตัสเซียมเปอร์มังกานेट ตามผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 3 และ 4 พบว่า

-การวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ โดยวิธีชั่งน้ำหนักซ้ำ 10 ครั้ง ได้ปริมาณคัลเซียมออกไซด์เฉลี่ยร้อยละ 65.13 และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานร้อยละ ± 0.08 และเมื่อนำผลวิเคราะห์มาวิเคราะห์ทางสถิติโดยทำ t-test เพื่อเปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของคัลเซียมออกไซด์ ในสารอ้างอิงซึ่งมีค่าเท่ากับร้อยละ 65.08 พบว่าที่ขีดความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ระดับชั้นความเสรีเท่ากับ 9 ค่า t จากการวิเคราะห์ต่ำกว่าค่า t จากตารางที่ ผ-1 แสดงว่าผลวิเคราะห์จากวิธีวิเคราะห์นี้ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับค่าจริง

-การวิเคราะห์สารมาตรฐานอ้างอิงมาตรฐานปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ โดยวิธีวัดปริมาตรซ้ำ 10 ครั้ง ได้ปริมาณคัลเซียมออกไซด์เฉลี่ยร้อยละ 65.13 และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานร้อยละ ± 0.09 และเมื่อนำผลวิเคราะห์มาวิเคราะห์ทางสถิติโดยทำ t-test เพื่อเปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของคัลเซียมออกไซด์ในสารอ้างอิงพบว่าที่ขีดความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ระดับชั้นความเสรีเท่ากับ 9 ค่า t จากการวิเคราะห์ต่ำกว่าค่า t จากตารางที่ ผ-1 แสดงว่าผลวิเคราะห์จากวิธีนี้ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับค่าจริง

-จากการวิเคราะห์ตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่มีผู้ส่งมาวิเคราะห์จำนวน 10 ตัวอย่าง พบว่าการวิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนักได้ปริมาณคัลเซียมออกไซด์อยู่ในช่วงร้อยละ 62.51 – 65.10 และวิธีวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตรได้ปริมาณคัลเซียมออกไซด์อยู่ในช่วงร้อยละ 63.00 – 65.00 จากการวิเคราะห์ทางสถิติโดยทำ t-test เพื่อเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ของวิธีทั้งสองพบว่าที่ขีดความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ระดับชั้นความเสรีเท่ากับ 9 ค่า t ที่ได้จากการวิเคราะห์มีค่าต่ำกว่าค่า t จากตาราง แสดงว่าผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีทั้งสองไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ในสารอ้างอิงมาตรฐานปูนซีเมนต์ปอร์ต
แลนค์ No. 1889 ของ NIST

ครั้งที่	ปริมาณแคลเซียมออกไซด์, ร้อยละ	
	วิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนัก	วิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตร
1	65.04	65.20
2	65.15	65.17
3	65.20	65.02
4	65.07	65.11
5	65.04	65.20
6	65.20	64.97
7	65.02	64.97
8	65.15	65.28
9	65.20	65.10
10	65.22	65.06
ค่าเฉลี่ย (\bar{X})	65.13	65.13
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S_p)	0.08	0.09
ระดับชั้นความเสรี	9	9
t	1.97	1.59

หมายเหตุ ค่าจริงของปริมาณแคลเซียมออกไซด์ในสารอ้างอิงมาตรฐาน ร้อยละ 65.08

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณคลเซียมออกไซด์ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาตร

หมายเลขปฏิบัติการ	ปริมาณคลเซียมออกไซด์, ร้อยละ		
	วิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนัก	วิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตร	ผลต่าง (D)
TW.848	64.75	65.00	-0.25
UD.578	63.92	63.57	0.35
UD.579	64.5	64.21	0.29
UE.937	64.4	64.60	-0.20
UH.28	64.98	64.74	0.24
UB.798	65.00	64.70	0.30
UD.931	62.51	63.00	-0.49
UE.45	63.90	63.40	0.50
UE.937	64.95	64.48	0.47
UI.132	65.10	64.80	0.30
ค่าเฉลี่ยของผลต่าง (\bar{D})			0.151
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S_D)			0.34
ระดับชั้นความเสรี			9
t			0.45

บทที่ 5

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

5.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

5.1.1 การเปรียบเทียบขั้นตอนการวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตรและวิธีชั่งน้ำหนัก

ในการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ในการหาปริมาณคลอโรฟอร์มออกไซด์ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์นี้ได้ศึกษาวิธีการวิเคราะห์โดยการวัดปริมาตรเปรียบเทียบกับวิธีวิเคราะห์โดยการชั่งน้ำหนักซึ่งเป็นวิธีอ้างอิง ซึ่งในขบวนการวิเคราะห์ทั้งสองวิธียังคงอาศัยหลักการเดียวกันในการแยกองค์ประกอบแต่ละตัวออกจากสารละลายของตัวอย่างตามลำดับ คือ ขั้นแรกแยกเอาซิลิกอนไดออกไซด์ออก ขั้นที่สองแยกเอาอิมโมเนียมไฮดรอกไซด์กรุปออก ขั้นที่สามแยกแมงกานีสออกจากสารละลาย หลังจากนั้นจะตกตะกอนคลอโรฟอร์มด้วยอิมโมเนียมออกซาลेटและนำตะกอนไปวิเคราะห์หาคลอโรฟอร์มออกไซด์ต่อไป โดยที่ขั้นตอนการวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตรจะได้รับการปรับปรุงให้สั้นลงโดยมีการตกตะกอนซิลิกอนไดออกไซด์และคลอโรฟอร์มออกไซด์เพียงขั้นตอนเดียว ซึ่งการลดขั้นตอนลงนี้จะต้องใช้ความระมัดระวังในการตกตะกอนและล้างตะกอนเนื่องจากถ้าสภาวะในการตกตะกอนไม่เหมาะสมหรือการล้างตะกอนไม่ดีพออาจทำให้มีคลอโรฟอร์มติดไปกับตะกอน จะทำให้ปริมาณคลอโรฟอร์มออกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ต่ำลง

หลังจากการแยกตะกอนคลอโรฟอร์มออกซาลेटออกจากสารละลายแล้ว สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์โดยการชั่งน้ำหนักจะล้างตะกอนด้วยสารละลายอิมโมเนียมออกซาลेटซึ่งจะเป็นการช่วยลดการชะตะกอนลงได้เนื่องจากคลอโรฟอร์มออกซาลेटสามารถละลายในน้ำได้เล็กน้อย แต่ในการวิเคราะห์โดยการวัดปริมาตรไม่สามารถล้างด้วยสารละลายอิมโมเนียมออกซาลेटได้ เนื่องจากในการวิเคราะห์จะต้องทำปฏิกิริยากับออกซาลेटที่มาจากคลอโรฟอร์มออกซาลेटเท่านั้น ดังนั้นถ้ายังมีสารละลายอิมโมเนียมออกซาลेटหลงเหลืออยู่จะทำให้ได้ผลวิเคราะห์มากเกินจริง และถ้าล้างตะกอนด้วยน้ำมากเกินไปจะไปชะตะกอนคลอโรฟอร์มออกซาลेटออกมาจะทำให้ผลวิเคราะห์ต่ำกว่าความเป็นจริง

ในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณคลอโรฟอร์มออกไซด์ สำหรับวิธีชั่งน้ำหนักเมื่อตะกอนแห้งแล้วจะนำไปเผาในเตาเผาแต่เนื่องจากตะกอนมีปริมาณมากจึงต้องเผาหลายครั้งกว่าจะทำให้น้ำหนักคงที่ ทำให้เสียเวลามากนอกจากนี้อาจทำให้เกิดการสูญหายของตะกอนได้ง่ายในระหว่างการวิเคราะห์ ส่วนการวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาตรจะใช้เวลาน้อยกว่าเพียงแต่ละลายตะกอนแล้วนำไปไตเตรทกับสารละลายโพตัสเซียมเปอร์มันกานेटโดยต้องควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการไตเตรทหา

ความเข้มข้นของสารละลายโปตัสเซียมเปอร์มังกานेटกับอุณหภูมิที่ใช้ในการไตเตรทตัวอย่างใกล้เคียงกันเท่านั้น

5.1.2 การเปรียบเทียบผลวิเคราะห์กับค่าจริงของสารมาตรฐานอ้างอิง

จากผลการวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานพบว่าค่าที่วิเคราะห์ได้ทั้งสองวิธีโดยเฉลี่ยจะมีค่าสูงกว่าค่าจริง เนื่องจากในตัวอย่างไม่บริสุทธิ์แลนดัมมักจะมีสตรอนเตียมออกไซด์ (SrO) ปนอยู่ด้วยเสมอในปริมาณเล็กน้อย และสตรอนเตียมออกไซด์นี้สามารถตกตะกอนร่วมกับแคลเซียมออกไซด์ในรูปของออกซาเลตได้ด้วยเมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธีชั่งน้ำหนักตะกอนก็จะถูกเผากลายเป็น SrO และซังรวมไปกับ CaO และถ้าวิเคราะห์โดยวิธีวัดปริมาณออกซาเลตจากสตรอนเตียมก็จะถูกไตเตรทรวมไปกับออกซาเลตจากแคลเซียมและคำนวณเป็นแคลเซียมออกไซด์ ดังนั้นการวิเคราะห์ด้วยวิธีทั้งสองนี้มักจะให้ค่าที่สูงกว่าค่าจริงเสมอ ดังนั้นถ้าต้องการค่าของแคลเซียมออกไซด์ที่แท้จริงก็ต้องหักค่าของสตรอนเตียมออกไซด์ออก แต่ในทางปฏิบัติแล้วค่านี้เป็นค่าที่สามารถยอมรับได้ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเนื่องไม่ก่อให้เกิดผลเสียใดๆต่อการควบคุมคุณภาพของปูนซีเมนต์

5.2 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์โดยวิธีชั่งน้ำหนักโดยการตกตะกอนแล้วเผาเพื่อชั่งน้ำหนักหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ และวิธีวัดปริมาณโดยการตกตะกอนแล้วไตเตรทหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ พบว่า

- วิธีวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ทั้งวิธีชั่งน้ำหนักและวิธีวัดปริมาณให้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำใกล้เคียงกับค่าจริงในสารมาตรฐาน
- ผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีวิเคราะห์ทั้งสองไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ
- สามารถนำเอาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมออกไซด์โดยวิธีวัดปริมาณมาใช้แทนวิธีชั่งน้ำหนักได้ โดยให้ผลวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำเท่าเทียมกันและประหยัดเวลาและค่าใช้จ่ายได้มากกว่าวิธีชั่งน้ำหนัก

บรรณานุกรม

- American Society for Testing and Material. Standard test methods for Chemical analysis of hydraulic cement. *1997 Annual book of ASTM standards, Volume 04.01 Section 4* : West Conshohoken, PA : ASTM.,1997. P. 80-107
- วินิต ช่อวิเชียร. *คอนกรีตเทคโนโลยี* กรุงเทพมหานคร : ป.สัมพันธ์ 2529.
- ศุภชัย ไข่เทียมวงศ์. *เคมีวิเคราะห์* กรุงเทพมหานคร : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2541.
- สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. *มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์* เล่ม 18 การวิเคราะห์ทางเคมีของปูนซีเมนต์ไฮดรอลิก มอก. 15 – 2532 . 2519.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณหัวหน้ากลุ่มงานฟิสิกส์และวิศวกรรมทั่วไป 2 ที่ได้ให้การสนับสนุนและให้คำปรึกษาแนะนำในการศึกษาวิจัยในครั้งนี้ และขอขอบคุณข้าราชการกองฟิสิกส์และวิศวกรรมทุกท่านที่มีส่วนช่วยให้การดำเนินงานในครั้งนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี

ภาคผนวก

การทดสอบแบบ ที (The Student t Test)

การทดสอบแบบที เป็นการทดสอบแบบหนึ่งที่ถูกนำมาใช้ในการเปรียบเทียบผลการทดลองสองเซตที่ได้จากสารตัวอย่างเดียวกัน เซตหนึ่งทำการทดลองด้วยวิธีวิเคราะห์ที่ต้องการทดสอบ(test method) และอีกเซตหนึ่งทำการวิเคราะห์โดยวิธีวิเคราะห์มาตรฐานซึ่งเป็นที่ยอมรับ(accepted method) โดยใช้ความรู้ทางสถิติคำนวณหาค่า t จากผลการทดลองทั้งสอง แล้วนำมาเปรียบเทียบกับค่า t ในตารางที่ ผ-1 ถ้าค่าที่คำนวณได้มีค่ามากกว่าค่า t จากตาราง ก็แสดงว่ามีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญระหว่างผลการวิเคราะห์ทั้งสอง แต่ถ้าค่า t ที่คำนวณได้มีค่าไม่มากกว่าค่า t จากตารางเราทำนายได้ว่าไม่เกิดความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญขึ้นระหว่างผลวิเคราะห์ทั้งสองวิธี แต่เราไม่สามารถที่จะกล่าวได้ว่าผลการวิเคราะห์ทั้งสองเหมือนกัน

ถ้าเรายอมรับว่า ค่าที่ได้จากผลของการวิเคราะห์จากการทดลองที่เชื่อถือได้เป็น μ (ซึ่งอาจทราบได้จากสารตัวอย่างมาตรฐานที่ระบุวิธีวิเคราะห์และผล โดยสถาบันหรือสำนักงานที่เชื่อถือได้) เราก็จะทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างมาตรฐานนั้น โดยใช้วิธีวิเคราะห์ที่ต้องการทดสอบเพื่อหาค่าเฉลี่ย \bar{X} แต่ถ้าเราไม่ทราบค่าการวิเคราะห์ที่เชื่อถือได้ของสารตัวอย่างมาตรฐาน เราจะทำการวิเคราะห์ทั้งสองวิธีต่อสารตัวอย่างมาตรฐานนั้น แล้วนำผลการวิเคราะห์ทั้งสองเซตไปคำนวณหาค่า t เราอาจเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของการวิเคราะห์สองวิธีได้อีกแบบหนึ่ง โดยการวิเคราะห์สารตัวอย่างหลายๆ ชนิด ด้วยวิธีวิเคราะห์สองวิธีควบคู่กันไป

1. การทดสอบแบบที เมื่อทราบค่าผลวิเคราะห์ซึ่งเป็นที่ยอมรับของสารตัวอย่างเราสามารถหา t ได้จากสมการ

$$\mu = \bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

โดยที่

μ = ค่าที่เราทราบผลของการวิเคราะห์ตัวอย่าง

\bar{X} = ค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์

N = จำนวนครั้งที่วิเคราะห์

s = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ดังนั้น

$$\pm t = (\bar{X} - \mu) \frac{\sqrt{N}}{s}$$

2. ทดสอบกับสารตัวอย่างหลายชนิด วิธีวิเคราะห์จะต้องนำมาวิเคราะห์ควบคู่กันไปกับวิธีวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานกับสารตัวอย่างแต่ละสารวิธีละหนึ่งครั้งแต่ละสารตัวอย่างจะมีองค์

ประกอบแตกต่างกันไป ในกรณีนี้สามารถหาค่า t ได้โดย หาความแตกต่างกันระหว่างผลการทดลองทั้งสองวิธีของแต่ละสารตัวอย่างแล้วหาค่าเฉลี่ยของผลต่าง (\bar{D}) ของสารตัวอย่างทั้งหมด หาค่าเบี่ยงเบนของผลต่างที่เกิดขึ้นของสองวิธีวิเคราะห์ที่มีต่อสารตัวอย่างแต่ละสารกับค่า \bar{D} ทั้งหมดนี้นำมาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S_d) และหาค่า t ได้ดังนี้

$$t = \frac{\bar{D}}{S_d} \sqrt{N}$$

$$S_d = \sqrt{\sum \frac{(D_i - \bar{D})^2}{N-1}}$$

D_i = ความแตกต่างของผลการทดลองโดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองต่อสารตัวอย่างแต่ละสาร (ต้องคิดเครื่องหมายบวกลบด้วย)

\bar{D} = เป็นค่าเฉลี่ยของ D_i (คิดเครื่องหมายบวกลบ)

N = จำนวนสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์

ตารางที่ ผ-1 ค่า t ที่ลิมิตความเชื่อมั่นต่างๆ

ระดับชั้นความเสรี (N-1)	ค่า t สำหรับลิมิตความเชื่อมั่น(%)					
	50	80	90	95	99	99.8
1	1.00	3.08	6.31	12.7	63.7	318.0
2	0.82	1.89	2.92	4.30	9.92	22.3
3	0.76	1.64	2.35	3.18	5.84	10.2
4	0.74	1.53	2.13	2.78	4.60	7.17
5	0.73	1.48	2.02	2.57	4.03	5.89
6	0.72	1.44	1.94	2.45	3.71	5.21
7	0.71	1.42	1.90	2.36	3.50	4.78
8	0.71	1.40	1.86	2.31	3.36	4.50
9	0.70	1.38	1.83	2.26	3.25	4.30
10	0.70	1.37	1.81	2.23	3.17	4.14
12	0.70	1.36	1.78	2.18	3.06	3.93
15	0.69	1.34	1.75	2.13	2.95	3.73
20	0.69	1.32	1.72	2.09	2.84	3.55
30	0.68	1.31	1.70	2.04	2.75	3.38
60	0.68	1.30	1.67	2.00	2.66	3.23
α	0.67	1.29	1.64	1.96	2.58	3.09