บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในส่วนของผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง จะประกอบไปด้วยการเตรียมวัตถุดิบ การเตรียมซิลิกาที่บริสุทธิ์จากเถ้าแกลบข้าว การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของนาโนซิลิกาจากซิลิกาที่สกัดได้ การศึกษาผลของนาโนซิลิกาที่สกัดได้ที่มีต่อความแข็งแรงและโครงสร้างจุลภาคของซีเมนต์เพสต์ตามลำดับ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การเตรียมวัตถุดิบ

ได้ทำการศึกษาเถ้าแกลบข้าวจากโรงงานเผาอิฐที่ผ่านการล้าง และเผาซ้ำที่อุณหภูมิ 700 °ซ โดยใช้เวลาในการยืนไฟที่ 3 ชั่วโมง และ 6 ชั่วโมงตามลำดับ และศึกษาองค์ประกอบทางเคมีก่อนและหลังเผาเถ้าแกลบข้าวซ้ำ

ผลการทดลองที่ได้จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบข้าวด้วยเทคนิคการเรืองแสงด้วยรังสีเอกซ์ X-ray Fluorescence (XRF) พบว่าที่อุณหภูมิ 700 °ซ ที่เวลายืนไฟ 6 ชั่วโมง พบปริมาณซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์เพิ่มขึ้นคือเท่ากับ 98.14 เปอร์เซ็นต์ ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบข้าวก่อนเผา และหลังเผาซ้ำที่อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 3 และ 6 ชั่วโมงตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบข้าวก่อน และหลังเผาที่อุณหภูมิที่ 700 ° ซ เป็นเวลา 3 และ 6 ชั่วโมงตามลำดับ

สารประกอบ	องค์ประกอบทางเคมี		
	เถ้าแกลบข้าว ก่อนเผา (%)	เถ้าแกลบข้าวหลังเผา 700 ° ซ เวลา 3 ชั่วโมง (%)	เถ้าแกลบข้าวหลังเผา 700 ° ซ เวลา 6 ชั่วโมง (%)
SiO_2	96.51	97.86	98.14
Al_2O_3	0.15	-	-
Fe_2O_3	0.17	0.07	0.07
CaO	0.66	0.50	0.46
K_2O	1.23	1.05	1.01
ZnO	0.05	0.03	0.01
MgO	0.77	0.26	-

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

สารประกอบ	องค์ประกอบทางเคมี		
	เถ้าแกลบข้าวก่อนเผา (%)	เถ้าแกลบข้าวหลังเผา 700 ° ซ เวลา 3 ชั่วโมง (%)	เถ้าแกลบข้าวหลังเผา 700 ° ซ เวลา 6 ชั่วโมง (%)
P_2O_5	0.21	-	-
Mn_2O_3	0.21	0.16	0.16
SO_3	0.04	0.07	0.07
LOI	-	-	0.08
SUMMATION	100	100	100

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบข้าวจากตารางที่ 4.1 เถ้าแกลบข้าวก่อนและหลังเผาซ้ำที่อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 3 และ 6 ชั่วโมงตามลำดับพบปริมาณซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) และองค์ประกอบอื่นที่แตกต่างกัน เกิดขึ้นเนื่องจากธาตุบางธาตุที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่า 700 °ซ เช่น ฟอสฟอรัส โพแทสเซียม อลูมิเนียม และสารประกอบอินทรีย์สลายไปที่อุณหภูมิ 240-490 °ซ และเถ้าแกลบข้าวเกิดการเผาไหม้อย่างสมบรูณ์[3] เมื่อนำมาทำการสกัดซิลิกาเพื่อศึกษาเวลายืนไฟที่มีผลต่อปริมาณร้อยละของซิลิกา ผลการทดลองแสดงได้ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิและเวลาในการยืนไฟที่มีผลต่อปริมาณร้อยละของซิลิกา

อุณหภูมิ °ซ (เวลา)	ปริมาณผลพลอยได้ของซิลิกา (%)
700, 3 ชั่วโมง	61.5
700, 6 ชั่วโมง	92.8

จากผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 700 °ซ เวลายืนไฟ 6 ชั่วโมง จะพบซิลิกาปริมาณร้อยละ 92.8 ของเถ้าแกลบข้าวโดยน้ำหนักซึ่งสูงกว่าที่อุณหภูมิ 700 °ซ เวลายืนไฟ 3 ชั่วโมง ร้อยละ 33 จากงานวิจัยของ Souza และคณะ[36] พบว่าปริมาณสารประกอบอินทรีย์ จะลดลงที่อุณหภูมิสูงกว่า 450 °ซ สารเจือปนคือสารพวกอัลคาไลน์ อัลคาไลน์เอิรทธ์ แคลเซียม แมกนีเซียม โพแทสเซียม โซเดียม และ อะลูมินา จะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น และเวลาที่ใช้ในการยืนไฟ (soaking time) ดังนั้นจากตารางที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบข้าวก่อนและหลังเผา พบว่าสารเจือปนมีจำนวนลดลง และเมื่อนำมาสกัดปริมาณร้อยละของซิลิกาเปรียบเทียบกัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

พบว่าจากการทดลองที่ 700 °ซ เวลายืนไฟ 6 ชั่วโมง พบเปอร์เซ็นต์ของซิลิกาเป็นองค์ประกอบในเถ้าแกลบข้าวสูง ที่เป็นเช่นนี้สันนิษฐานว่าเกิดขึ้นเนื่องจากสาเหตุดังกล่าวข้างต้น

4.2 การเตรียมซิลิกาที่บริสุทธ์จากเถ้าแกลบข้าว

4.2.1 ได้ทำการสกัดซิลิกาโดยการศึกษาผลของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อปริมาณร้อยละของซิลิกา ผลการทดลองที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการเตรียมซิลิกาที่บริสุทธิ์โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)	ปริมาณผลพลอยได้ของซิลิกา (%)
1.5	ไม่สามารถสกัดได้
2.0	64.2
2.5	90.3
3.0	91.1

จากตารางพบว่าที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ สามารถสกัดปริมาณร้อยละของซิลิกาแตกต่างกันโดยเฉพาะที่ความเข้มข้น 2.5 และ 3.0 นอร์มอล มีปริมาณร้อยละของซิลิกาไม่แตกต่างมากนัก เกิดขึ้นเนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ในเถ้าแกลบข้าวดังสมการข้างล่าง

$$\underset{\text{เถ้าแกลบข้าว}}{SiO_2(s)} + NaOH(aq) \longrightarrow \underset{\text{โซเดียมซิลิเกต}}{Na_2SiO_3(aq)} + H_2O\ldots..(1)$$

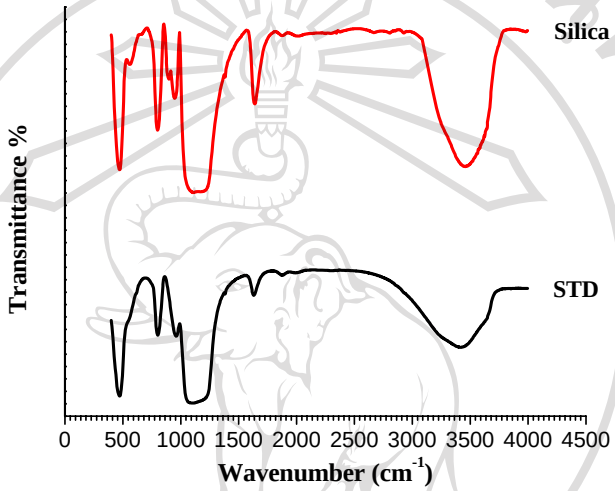
$$\underset{\text{โซเดียมซิลิเกต}}{Na_2SiO_3(aq)} + H_2SO_4(aq) \longrightarrow SiO_2(s)+Na_2SO_4(s)+H_2O\ldots..(2)$$
ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์

จากสมการอธิบายได้ว่าความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลต่อการทำปฏิกิริยากับซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ในเถ้าแกลบข้าว เมื่อความเข้มข้นสูงขึ้นความเป็นเบสก็เพิ่มขึ้นจึงส่งผลต่อการละลายซิลิกอนไดออกไซด์ ให้เป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต ในการทดลองเลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 2.5 นอร์มอล เนื่องจากเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แนวโน้มปริมาณร้อยละของซิลิกามีค่าคงที่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.2.2 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของตัวอย่างที่สกัดได้โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

ในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกสโคปีนั้น จะวิเคราะห์ถึงหมู่ฟังก์ชันนัลที่บ่งบอกว่าสารตัวอย่างคือซิลิกา เปรียบเทียบกับซิลิกามาตรฐาน และผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตราแสดงดังรูปที่ 4.1



รูป 4.1. อินฟราเรดสเปกตราของซิลิกาที่สกัดในกระบวนการทดลองที่ได้เปรียบเทียบกับซิลิกามาตรฐาน

จากการศึกษาพบว่าตำแหน่งที่ 3,000-4,000 cm^{-1} เป็นพันธะ O-H strength, 1630 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ O-H bending มีความกว้างมากกว่าซิลิกามาตรฐาน อาจเกิดขึ้นเนื่องจากสารซิลิกาที่สกัดได้อยู่ในสภาพอสัณฐานจึงสามารถดูดซึมน้ำในบรรยากาศได้ดีจึงต้องใช้อุณหภูมิและระยะเวลาในการทำให้แห้งมากกว่าซิลิกามาตรฐาน เพราะฉะนั้นควรอบสารให้แห้งที่ระยะเวลานานก่อนนำไปวิเคราะห์ ไม่ควรทิ้งสารไว้นาน 1,115-1,050 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ Si-O-Si ซึ่งเป็นกลุ่มไซโลเซน และกลุ่มซิลานอลเป็นตำแหน่งของพันธะ Si-OH ซึ่งทั้งสองเป็นกลุ่มสำคัญในพันธะของซิลิกา และสุดท้ายตำแหน่งที่ 475-465 cm^{-1} เป็นพันธะ Si-O bond rocking ซึ่งทั้งสามพีคเป็นพีคที่แสดงถึงโครงสร้างหลักของซิลิกา จากที่กล่าวมาตรงตามงานวิจัยของ Kalapathy และคณะ [35] น่าจะสันนิษฐานได้ว่าตัวอย่างที่สกัดได้คือซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) สรุปเลขคลื่นและชนิดของการสั่นในอินฟราเรดสเปกตรัมรูป 4.1 แสดงดังตารางที่ 4.4

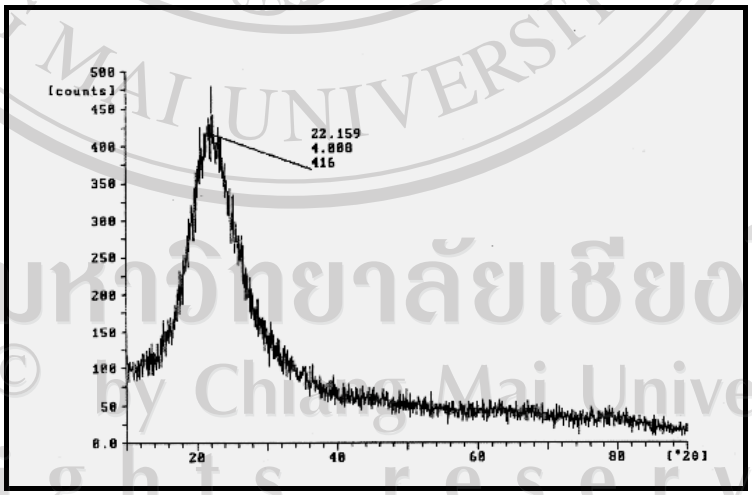
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 4.4 สรุปเลขคลื่นและชนิดของการสั่นในอินฟราเรดสเปกตรัมของซิลิกา [35] (รูปที่ 4.1)

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่นจากการทดลองนี้	เลขคลื่นจากเอกสารอ้างอิง[35]
O-H strength and adsorbed water	3000-4000	3000-3800
O-H bending (molecular water)	1631	1625
Asymmetric Si-O-Si ใน SiO_4 tetrahedron	1050	1115-1050
Si-OH bond str.	800	980-935
Si-O bond rocking	475	470-800

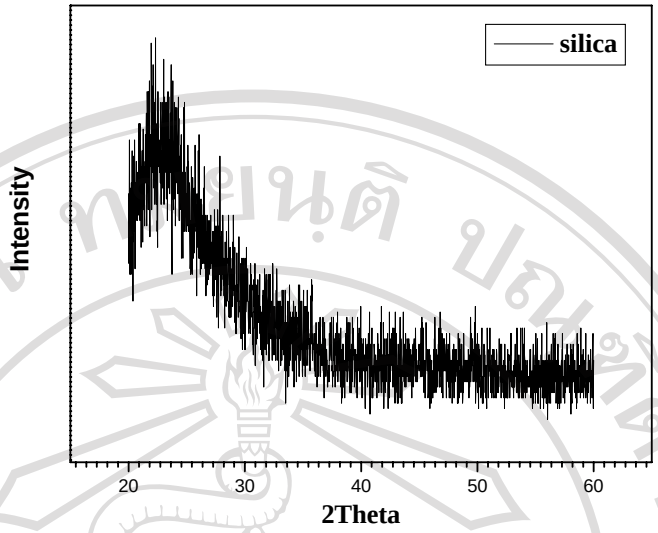
4.2.3 ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction

นำผงตัวอย่างที่สกัดได้จากเถ้าแกลบข้าว มาตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการวิเคราะห์พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นอสัณฐานคือการจัดเรียงตัวของโมเลกุลในโครงสร้างซิลิกานั้นไม่เป็นระเบียบ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kalapathy และคณะ [35] โดยจะพบพีคที่กว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22-23 แต่ปรากฏเฟสของซิลิกาที่เป็นอสัณฐานตามธรรมชาติ (amorphous phase) ซึ่งการวิเคราะห์นี้สามารถยืนยันเฟส และโครงสร้างที่แท้จริงของสารที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นมา ดังรูปที่ 4.2



(a)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



(b)

รูป 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สกัดจากเถ้าแกลบข้าว (a) โครงสร้างจากงานวิจัยของ Kalapathy และคณะ (b) โครงสร้างของสารที่สกัดได้ในการทดลอง

4.3 การเตรียมนาโนซิลิกาจากซิลิกาที่สกัดได้

ได้ทำการเตรียมนาโนซิลิกา โดยวิธีการตกตะกอน จากสารละลายตั้งต้นของซิลิกาที่สกัดได้จากเถ้าแกลบข้าวทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อให้ได้ผลิตผลเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต และใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวตกตะกอน (precipitant) เนื่องจากทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมซิลิเกต ได้ผลิตผลเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ และเกลือโซเดียมซัลเฟต ซึ่งสามารถกำจัดออกได้ง่ายโดยการล้างด้วยน้ำหลายๆครั้ง

สำหรับวิธีการเตรียมใช้วิธีการตกตะกอน ซึ่งเป็นวิธีการที่ง่าย อุปกรณ์หรือเครื่องมือที่ใช้ไม่ยุ่งยาก และกระบวนการไม่ซับซ้อน ในขั้นตอนการเตรียม ขั้นแรกเป็นการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำละลาย ในขั้นตอนการตกตะกอน จะมี 3 ขั้นตอน คือ การอิ่มตัวยวดยิ่ง (supersaturation) การเกิดนิวเคลียส (nucleation) และการเติบโตของผลึก (crystal growth) โดยในกรณีนี้ตะกอนที่เกิดขึ้นในกระบวนการ ความบริสุทธิ์และลักษณะทางกายภาพของตะกอนที่เตรียมได้ ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย แต่ในการทดลองเลือกใช้ เวลาในการรีฟลักซ์สารละลายช่วยให้สารผสมกันได้ดี ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิ 90-100 °ซ และสารจะตกตะกอนในช่วงพีเอชที่เหมาะสมคือ พีเอชประมาณ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

7.5-8.5 นอกจากนี้ยังได้ทำการควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยการควบคุมการหยดกรดซัลฟูริกสม่ำเสมอตลอดที่ทำการทดลองในแต่ละปัจจัย ด้วยอัตรา 2.0 มิลลิลิตร/นาที เป็นการลดอัตราเร็วของการตกตะกอน เพื่อให้ตะกอนที่ได้สม่ำเสมอ ถ้าเกิดนิวเคลียสไวกว่าการเติบโตของผลึกจะได้ขนาดอนุภาคเล็ก ภายหลังจากการทำตะกอนให้แห้งแล้ว ตะกอนที่ได้ต้องเป็นสารที่เสถียรและมีองค์ประกอบเคมีที่แน่นอน ในขั้นตอนถัดมา เป็นขั้นตอนแยกตะกอนออกจากสารละลาย ซึ่งเป็นกรณีที่สามารถแยกตะกอนออกด้วยกระดาษกรอง จากนั้นทำการล้างสารเจือปนต่างๆออก โดยใช้น้ำกลั่นล้างหลายซ้ำ จนแน่ใจว่าสิ่งเจือปนออกหมด จากนั้นทำตะกอนให้แห้งโดยการอบสาร เป็นการกำจัดน้ำซึ่งมีอยู่ในโมเลกุลของสารออกไป โดยอัตราการระเหยน้ำจะลดลงเรื่อยๆที่อุณหภูมิไม่สูงมาก ใช้อุณหภูมิ 50 °ซ มีข้อดีต่อผงตะกอน คือไม่ทำลายพื้นผิวของสารที่ได้และมีพื้นผิวสูงกว่าการอบที่อุณหภูมิสูง [9]

4.3.1 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เริ่มต้นที่มีต่อขนาดตะกอน

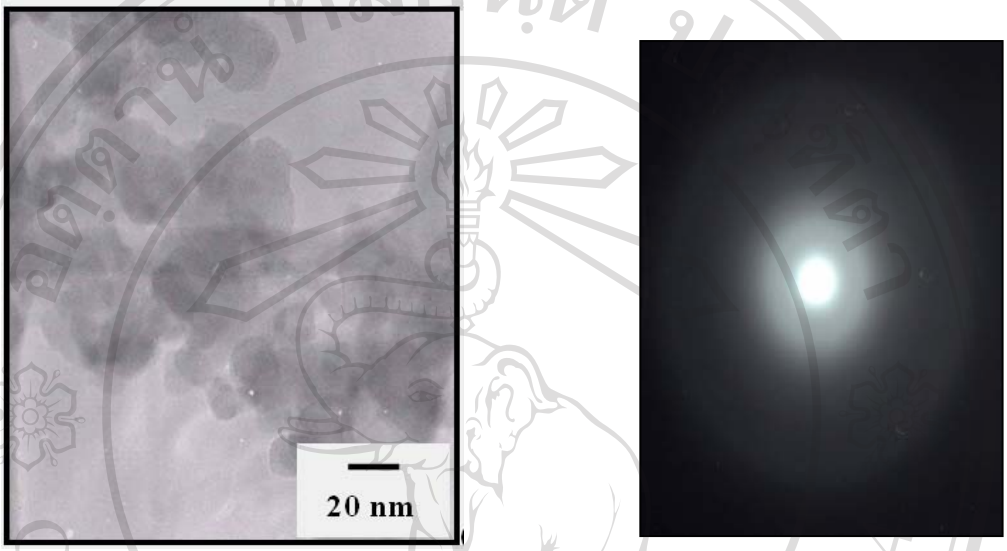
โดยทำการศึกษาการเตรียมนาโนซิลิกาที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ3.0 นอร์มอล ที่เวลากวนผสม 10 ชั่วโมง อัตราการเติมกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร/นาที โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลอง โดยศึกษาผลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เริ่มต้นที่มีต่อขนาดตะกอน

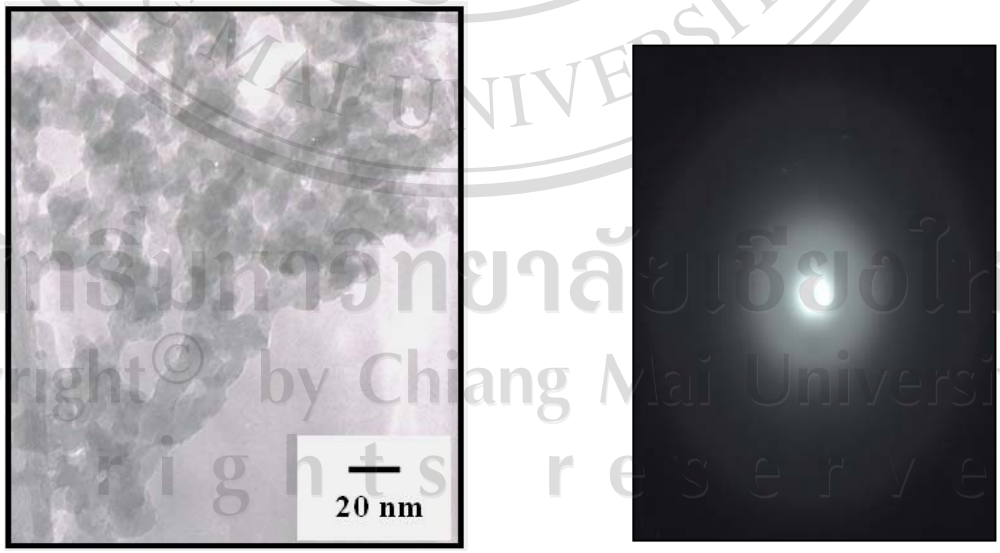
ความเข้มข้นสารลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)	เวลากวนผสม (ชม.)	ช่วงพีเอชที่เริ่มตกตะกอน
2.0	10	7.0-7.5
2.5	10	7.5-8.5
3.0	10	9.0-10.0

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.3.1.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอน โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ 3.0 นอร์มอลตามลำดับ

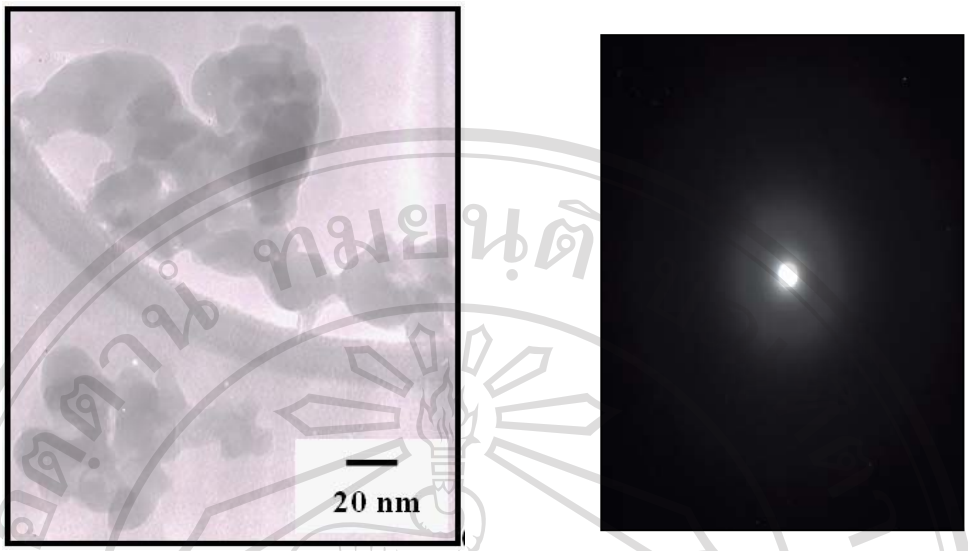


(a) ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 นอร์มอล



(b) ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 นอร์มอล

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



(c) ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 3.0 นอร์มอล

รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย TEM ของผงนาโนซิลิกาที่ได้จากความเข้มข้นเริ่มต้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ (a) 2.0 นอร์มอล, (b) 2.5 นอร์มอล และ (c) 3.0 นอร์มอล ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 200,000 เท่า

จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของผงนาโนซิลิกาที่เตรียมโดยใช้วิธีการตกตะกอน โดยทำการศึกษาผลของตะกอนที่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ 3.0 นอร์มอล พบว่าขนาดของตะกอนที่ได้แตกต่างกันดังนี้คือ

รูปที่ 4.3 (a) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 นอร์มอล ตกตะกอนที่พีเอช 7.0-7.5 เกิดขึ้นเร็วส่งผลให้โมเลกุลหรือไอออนของสารเจือปนแปลกปลอมเข้าไปในเนื้อของตะกอนแบบถาวรได้ และทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธ์ อนุภาคที่ได้ค่อนข้างเป็นทรงกลมขนาดเล็กเกาะกันอยู่ โดยธรรมชาติของซิลิกาจากธรรมชาติ ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 15-20 นาโนเมตร และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (selected area electron diffraction pattern) สามารถยืนยันได้ว่าเป็นอสัณฐาน เนื่องจากปรากฏรูปแบบที่เรียกว่า diffuse ring ดังรูปที่ 4.3 (a)

รูปที่ 4.3 (b) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 นอร์มอล ตกตะกอนที่พีเอช 7.5-8.5 ซึ่งคาดว่าเงื่อนไขนี้ส่งผลให้สารละลายมีความอิ่มตัวยวดยิ่งเพิ่มขึ้น โดยน่าจะส่งผลต่ออัตราการเกิดนิวเคลียสที่สูง แต่อัตราการเกิดเติบโตช้า อนุภาคที่ได้จึงมีขนาดเล็ก ค่อนข้างเป็นทรงกลมขนาดเล็กสม่ำเสมอเกาะกัน ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 5-10 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่น และจาก

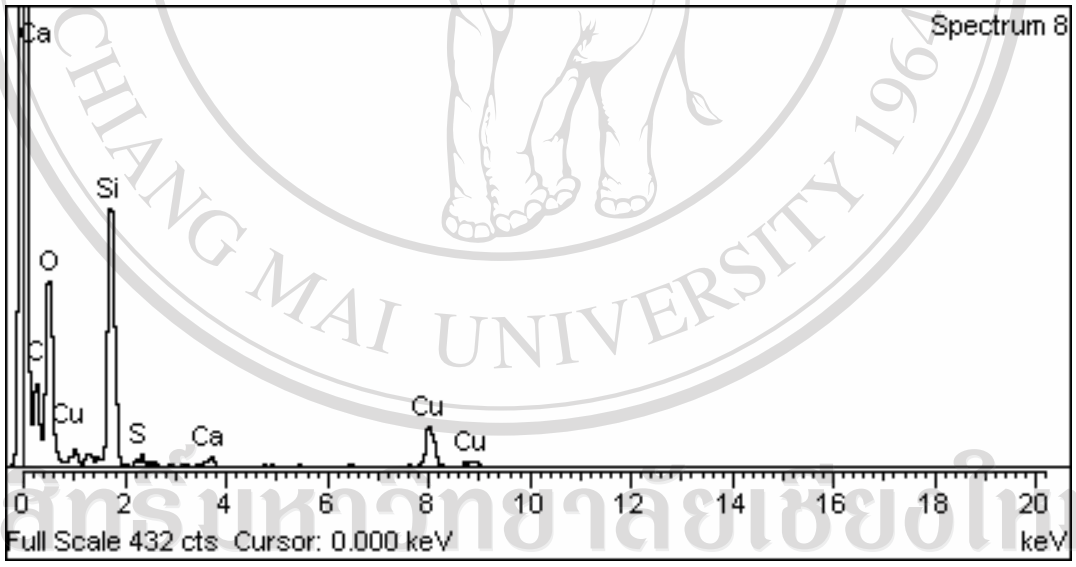
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (selected area electron diffraction pattern) สามารถยืนยันได้ว่าเป็นอสัณฐาน โดยแสดง diffuse ring ดังรูปที่ 4.3 (b)

รูปที่ 4.3 (c) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 3.0 นอร์มอล เมื่อความเข้มข้นของสารละลายมากขึ้น ส่งผลให้สารละลายอิ่มตัวยวดยิ่งเกินไปจึงเป็นผลให้เกิดการตกตะกอนช้า และจับกลุ่มเพิ่มขนาดขึ้นเรื่อยๆดังรูปเป็นผลให้ตะกอนมีขนาดใหญ่ เมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขที่ความเข้มข้น 2.0 และ 2.5 นอร์มอล โดยพีเอชที่ตกตะกอนเท่ากับ 9.0-10. อนุภาคที่ได้เกาะกลุ่มกันขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 20-50 นาโนเมตร และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (selected area electron diffraction pattern) เป็นอสัณฐาน เนื่องจากปรากฏ diffuse ring ดังรูปที่ 4.3 (c)

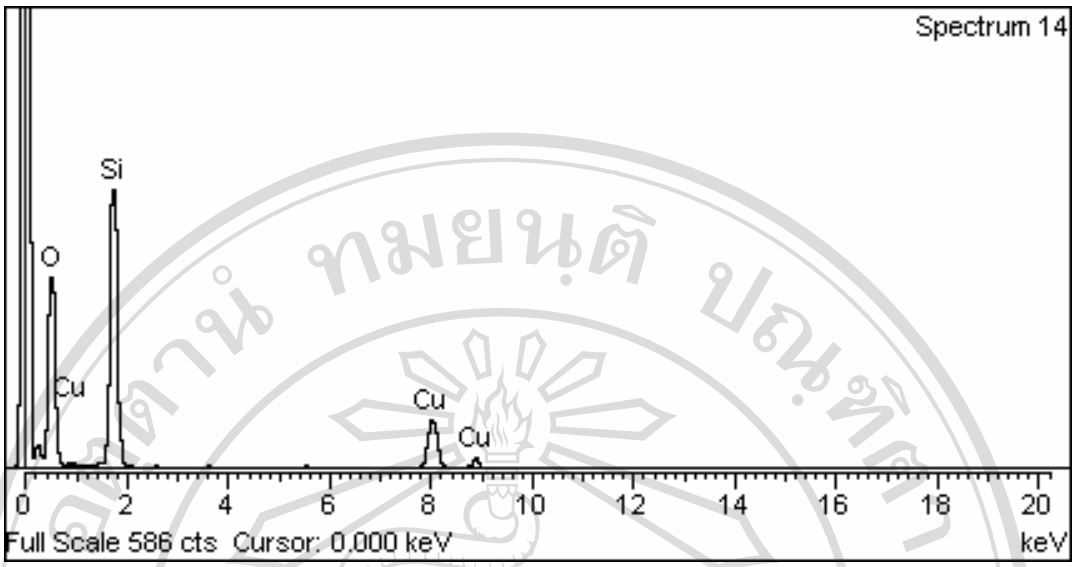
4.3.3.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS

รูปที่ 4.4-4.6 แสดงสเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

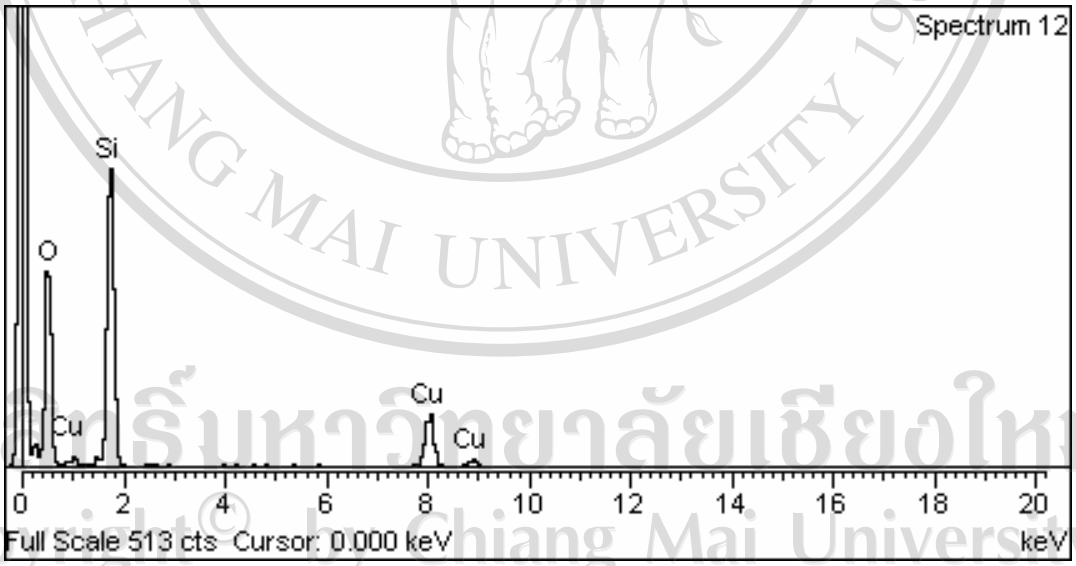


รูป 4.4 สเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2.0 นอร์มอลด้วยเทคนิค EDS

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.5 สเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2.5 นอร์มอลด้วยเทคนิค EDS



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูป 4.6 สเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 3.0 นอร์มอลด้วยเทคนิค EDS

เมื่อนำนาโนซิลิกาที่เตรียมโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ กันมาทำการวิเคราะห์ชนิดของธาตุองค์ประกอบ ด้วยเทคนิค EDS พบพีคของออกซิเจน และซิลิกอน ซึ่งเป็นธาตุหลักของซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ ที่สเปกตรัมของการเกิดพลังงานประมาณ 0.6 kev และ 1.8 kev เหมือนกันทั้งสามสเปกตรัม ยกเว้นสเปกตรัมที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 นอร์มอล ปรากฏพีคของสารเจือปนแปลกปลอม ซัลเฟอร์และแคลเซียมซึ่งอาจเกิดจากการตกตะกอนเร็วเกินไปที่พีเอช 7.0-7.5 แต่สำหรับสเปกตรัมของคาร์บอนและคอปเปอร์ที่ปรากฏเกิดขึ้นจากกริด (grid) ที่ใช้ในการทดลอง

4.3.1.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของสารที่เตรียมได้

ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างเพื่อหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของสารนั้น จะทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะแบบวิธีหลายจุด (multipoint method) โดยจะทำการวิเคราะห์ทั้งสามตัวอย่างที่เตรียมโดยใช้ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆกันเพื่อเปรียบเทียบผลกับขนาดอนุภาคจากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) ในการวิเคราะห์

จากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆเปรียบเทียบกับขนาดอนุภาคที่ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) สรุปได้ดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 สรุปผลการวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับขนาดผงตัวอย่าง

สารตัวอย่างที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ (นอร์มอล)	พื้นที่ผิวจำเพาะ, S (m^2/g) BET theory	ขนาดอนุภาค(นาโนเมตร) จาก TEM	ขนาดอนุภาคจาก $S_a = \frac{6}{\sigma D}$ (นาโนเมตร)
2.0	187	15-20	13
2.5	656	5-10	4
3.0	184	20-50	14

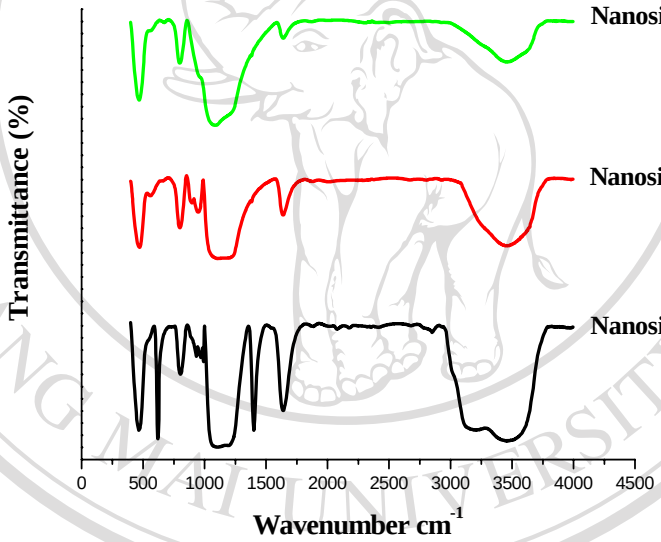
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากผลการทดลองดังรูปที่ 4.3 (a)-(b) และผลจากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET สามารถสรุปได้ดังตาราง 4.6 พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของสารจะมีความสัมพันธ์กับขนาดอนุภาค นั่นคือขนาดอนุภาคเล็ก จะมีพื้นที่ผิวในการสัมผัสกับสิ่งรอบข้างที่มาก โดยเรียงตามลำดับจากมากไปน้อยได้ดังนี้คือความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 นอร์มอล มีขนาด 5-10

นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 656 m^2/g, สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 นอร์มอล มีขนาดอนุภาค 15-20 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 187 m^2/g, สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 3.0 นอร์มอล มีขนาด 20-50 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิว 184 m^2/g

4.3.1.4 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของนาโนซิลิกาที่สกัดด้วยสารละลายความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

ผลการทดลองโดยนำสารตัวอย่างที่ผ่านการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ 3.0 นอร์มอลโดยเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานของซิลิกา พบว่าจากสเปกตรัมเกิดพีคต่างๆดังรูปที่ 4.7



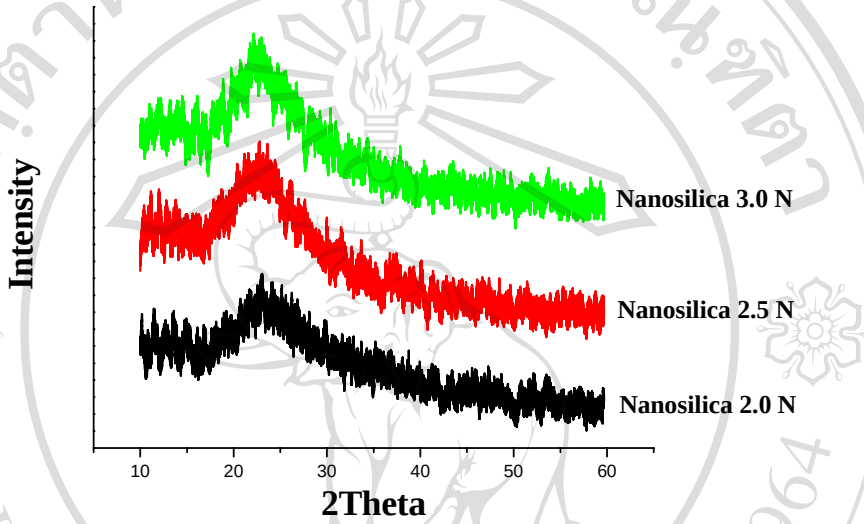
รูป 4.7 อินฟราเรดสเปกตราของผงนาโนซิลิกาที่สกัดในกระบวนการทดลองที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ

จากการศึกษาพบว่าตำแหน่งที่ 3000-4000 cm^{-1} เป็นพันธะ O-H strength ,1630 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ O-H bending, 1115-1050 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ Si-O-Si ซึ่งเป็นกลุ่มไซโลเซน และกลุ่มซิลานอลเป็นตำแหน่งของพันธะ Si-OH ซึ่งทั้งสองเป็นกลุ่มสำคัญในพันธะของซิลิกา และสุดท้ายตำแหน่งที่ 475-465 cm^{-1} เป็นพันธะ Si-O bond rocking ซึ่งเป็นพีคที่แสดงถึงโครงสร้างหลักของซิลิกา ดังที่กล่าวมาแล้วใน 4.2.2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.3.1.5 ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

นำตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมที่สารละลายความเข้มข้นเริ่มต้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ 3.0 นอร์มอลตามลำดับมาตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงได้ดังรูป 4.8



รูป 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงนาโนซิลิกาที่เตรียมโดยใช้ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ

นำตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมที่สารละลายความเข้มข้นเริ่มต้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 2.0, 2.5 และ 3.0 นอร์มอลตามลำดับ มาตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการวิเคราะห์พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลในโครงสร้างซิลิกานั้นไม่เป็นระเบียบ พบว่าสอดคล้องกับที่ได้อธิบายข้างต้นใน 4.2.3 ซึ่งปรากฏพีคที่กว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22-23 ไม่ปรากฏพีคที่แสดงรูปผลึก แต่ปรากฏเฟสของซิลิกาเป็นอสัณฐาน ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ที่สามารถยืนยันเฟส และโครงสร้างที่แท้จริงของสารที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นมา ดังรูปที่ 4.8

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

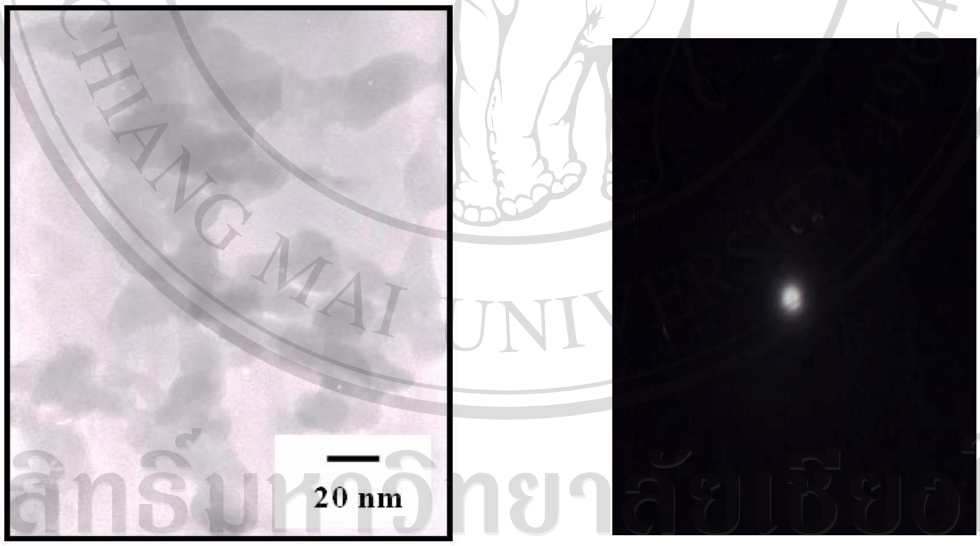
4.3.2. ศึกษาผลของเวลาในการรีฟลักซ์ที่แตกต่างๆกัน ที่มีผลต่อขนาดอนุภาคตะกอน

โดยการศึกษาเวลาที่ใช้กวนผสมต่างๆ คือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมง โดยใช้ส่วนผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์เริ่มต้น 2.0 นอร์มอล อัตราการเติมกรดซัลฟูริก 2.0 มิลลิลิตร/นาที โดยสภาวะที่ใช้ดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 แสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลอง โดยศึกษาผลของเวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างๆ กันที่มีต่อขนาดตะกอน

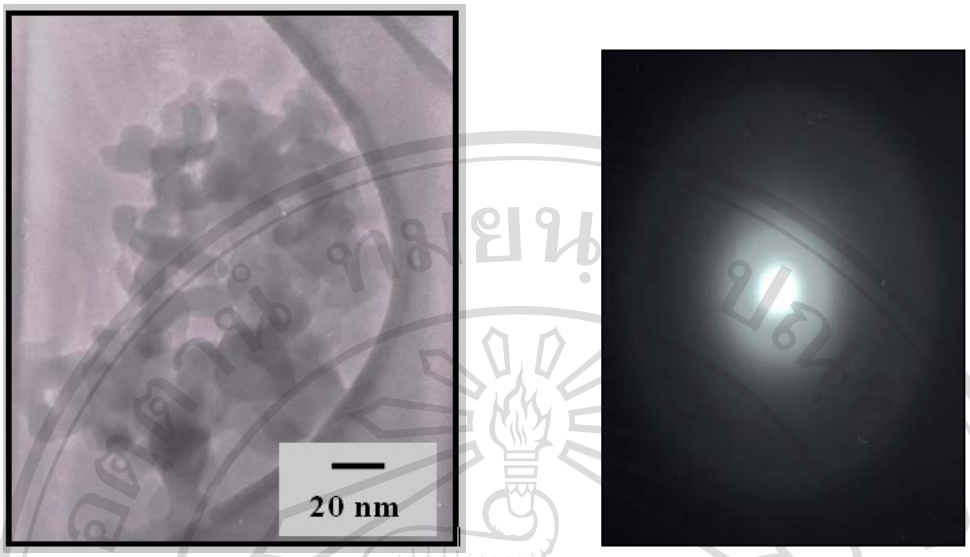
ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)	เวลาที่รีฟลักซ์ (ชม.)	ช่วงพีเอชที่เริ่มตกตะกอน
2.0	8	7.0-8.0
2.0	10	7.5-8.5
2.0	12	8.0-9.0

4.3.2.1 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้โดยวิธีตกตะกอนโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2.0 นอร์มอล ที่เวลารีฟลักซ์ที่แตกต่างกันคือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมงตามลำดับ

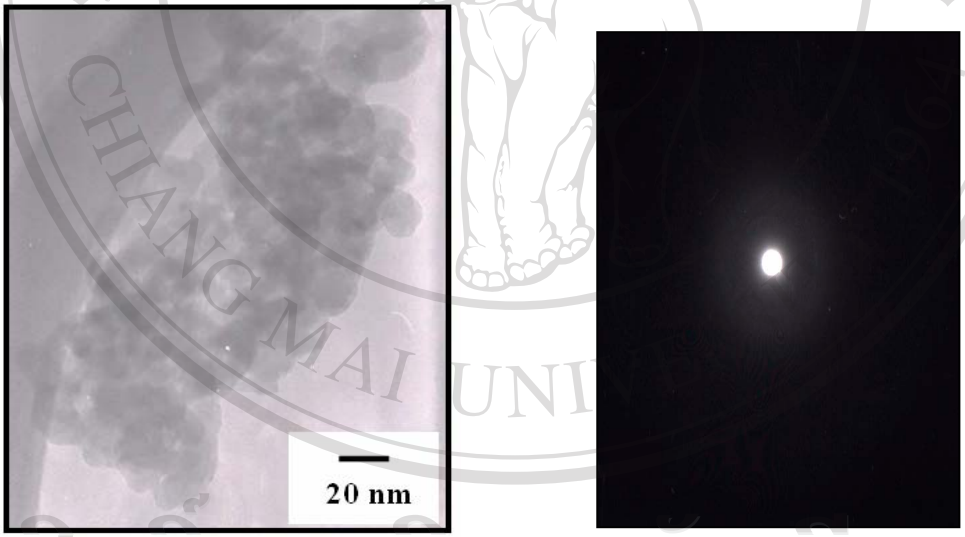


(a) ที่เวลากวนผสม 8 ชั่วโมง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



(b) ที่เวลากวนผสม 10 ชั่วโมง



(c) ที่เวลากวนผสม 12 ชั่วโมง

รูป 4.9 ภาพถ่าย TEM ของผงนาโนซิลิกาที่ได้จากเวลาที่รีฟลักซ์แตกต่างๆ กัน คือ (a) ที่เวลากวนผสม 8 ชั่วโมง, (b) ที่เวลากวนผสม 10 ชั่วโมง และ(c) ที่เวลากวนผสม 12 ชั่วโมง ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 200,000 เท่า

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

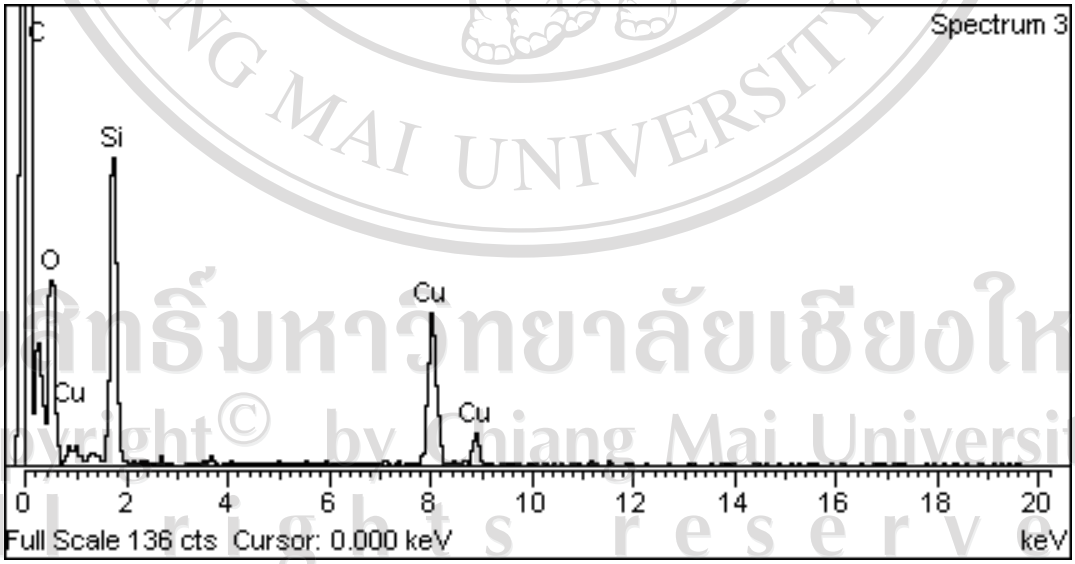
จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของผงนาโนซิลิกาที่เตรียมโดยใช้วิธีการตกตะกอน โดยทำการศึกษาผลของตะกอนที่เวลาการรีฟลักซ์แตกต่างๆ กัน คือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมง

รูปที่ 4.9 (a)-(c) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่เวลารีฟลักซ์ 8 ชั่วโมง ตะกอนตกที่พีเอช 7.0-8.0 อนุภาคที่ได้ค่อนข้างใหญ่โดย ขนาด

อนุภาคอยู่ในช่วง 40-50 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขในรูป(b) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่เวลารีฟลักซ์ 10 ชั่วโมง ตะกอนเริ่มตกที่พีเอช 7.5-8.5 ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 15-20 นาโนเมตร กระจายตัวเล็กน้อย และรูป(c) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงนาโนซิลิกา ที่เวลารีฟลักซ์ 12 ชั่วโมง โดยพีเอชที่ตกตะกอนเท่ากับ 8.0-9.0 ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 30-50 นาโนเมตร เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น จากการศึกษาปัจจัยเวลามีผลต่อขนาดของตะกอนคาดว่าน่าจะเป็นผลจากการตกตะกอนของสารนั้นขึ้นกับเวลาที่เหมาะสมที่จะทำให้สารละลายผสมกันได้ดีทำให้เกิดการอิ่มตัวยวดยิ่งคงที่ตลอดทุกส่วน ก่อนที่จะตกตะกอนจากสารละลาย [9] โดยจากการทดลองพบว่าที่เวลา 8 ชั่วโมงสารละลายเป็นสารโซเดียมซิลิเกตใส ที่เวลา 10 ชั่วโมงสารละลายมีลักษณะหนืดและที่เวลา 12 ชั่วโมงนั้นสารละลายเป็นผลึก จากที่กล่าวมาน่าจะเกิดจากสาเหตุที่กล่าวมาข้างต้น และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (selected area electron diffraction pattern)ของทั้งสามเงื่อนไข พบว่าเป็นอสัณฐาน โดยปรากฏรูปแบบที่เรียกว่า diffuse ring ดังรูป

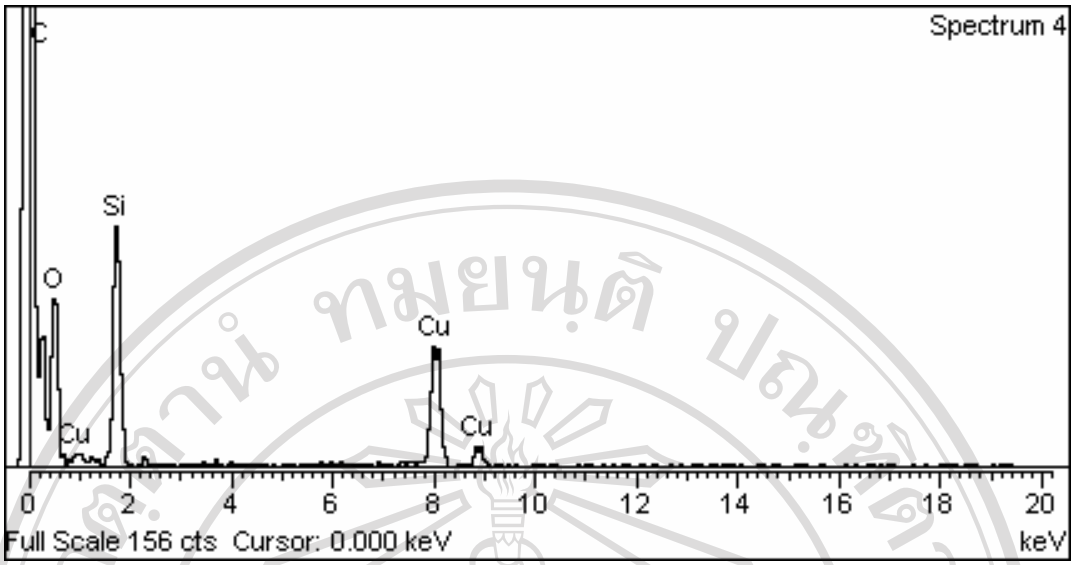
4.3.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS

รูปที่ 4.10-4.12 แสดงสเปกตรัมของการวิเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

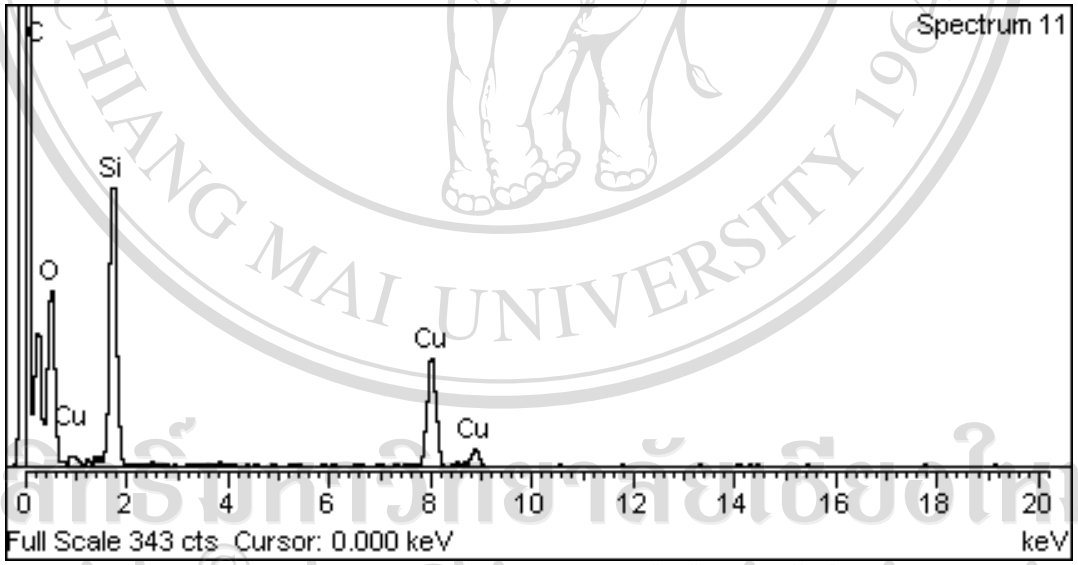


รูป 4.10 สเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ที่เวลากวนผสม 8 ชั่วโมงด้วยเทคนิค EDS

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.11 สเปกตรัมของการวิเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ที่เวลากวนผสม 10 ชั่วโมงด้วยเทคนิค EDS



รูป 4.12 สเปกตรัมของการสังเคราะห์ผงนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ที่เวลากวนผสม 12 ชั่วโมงด้วยเทคนิค EDS

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อนำนาโนซิลิกาที่เตรียมได้จากการรีฟลักซ์เวลาแตกต่างๆกัน มาทำการวิเคราะห์ชนิดของธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS พบพีคของออกซิเจน และซิลิกอน ซึ่งเป็นธาตุหลักของซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ที่สเปกตรัมของการเกิดพลังงานประมาณ 0.6 kev และ 1.8 kev เหมือนกันทั้งสามสเปกตรัม แต่สำหรับสเปกตรัมของคาร์บอนและคอปเปอร์ที่ปรากฏเกิดขึ้นจากกริด (grid) ที่ใช้ในการทดลอง

4.3.2.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของสารที่เตรียมได้ที่เวลากวนผสมต่างๆ

ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างเพื่อหาพื้นที่ผิวจำเพาะของสารนั้น จะทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะแบบหลายจุด (multipoint method) เพื่อค่าที่แน่นอน โดยทำการวิเคราะห์ทั้งสามที่เวลากวนผสมต่างๆ เพื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 สรุปผลการวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับขนาดผงตัวอย่าง

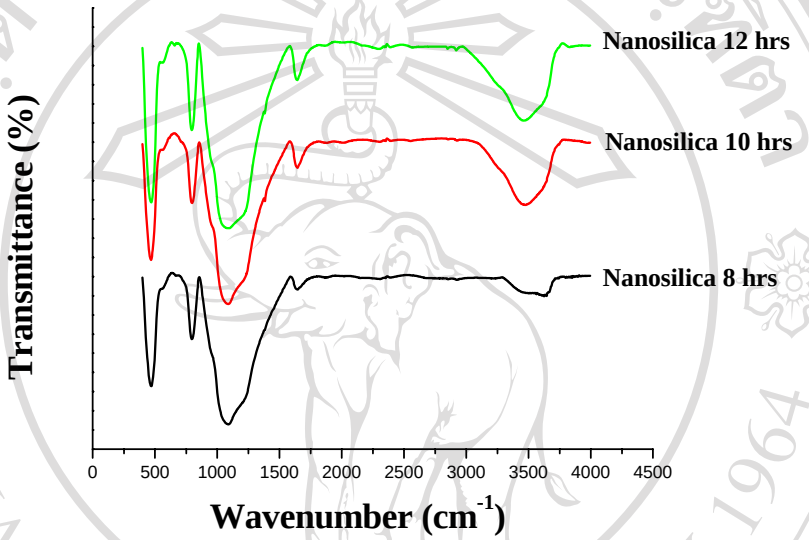
สารตัวอย่างที่เวลากวนผสมต่างๆ (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวจำเพาะ, S (m^2/g) BET theory	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร) (TEM)	ขนาดอนุภาคจาก $S_a = \frac{6}{\sigma D}$ (นาโนเมตร)
8	97	40-50	27
10	183	15-20	14
12	123	30-50	21

จากผลการทดลองดังรูปที่ 4.9 (a)-(b) และผลจากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะสรุปได้ดังตาราง 4.8 พบว่าขนาดอนุภาคเล็ก จะมีพื้นที่ผิวในการสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมรอบข้างมาก โดยเรียงตามลำดับจากมากไปน้อยได้ดังนี้ คือที่เวลารีฟลักซ์ 8 ชั่วโมง มีขนาด 40-50 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 97 m^2/g, ที่เวลากวนผสมที่ 10 ชั่วโมง มีขนาด 15-20 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 183 m^2/g , ที่เวลากวนผสม 12 ชั่วโมง มีขนาด 30-50 นาโนเมตร, มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 123 m^2/g ตามลำดับ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.3.2.4 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของนาโนซิลิกาที่สกัดที่เวลารีฟลักซ์แตกต่างๆ กัน โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

ผลการทดลองโดยนำสารตัวอย่างที่ผ่านการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2.0 นอร์มอลที่เวลารีฟลักซ์แตกต่างกัน คือ 8, 10 และ 12 นอร์มอลโดยเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานพบว่าจากสเปกตรัมเกิดพีคต่างๆ ดังรูปที่ 4.13



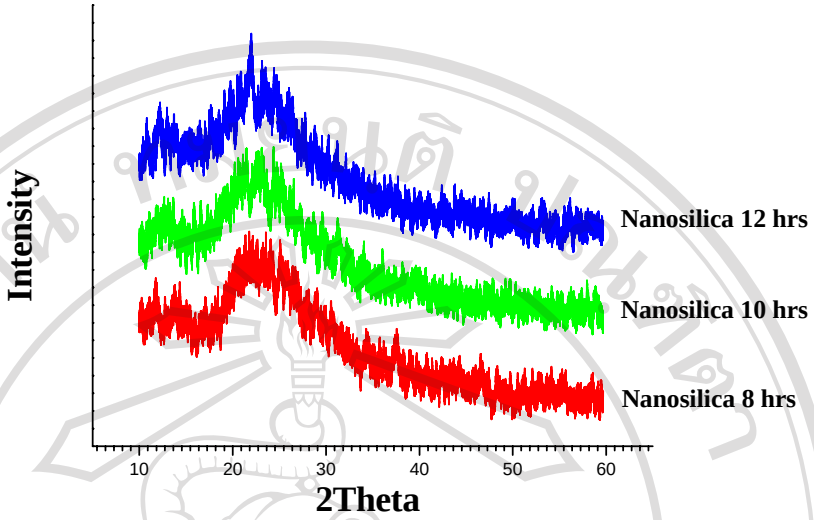
รูป 4.13 อินฟราเรดสเปกตราของซิลิกาที่สกัดในกระบวนการทดลองที่ได้เปรียบเทียบกับซิลิกามาตรฐาน

จากการศึกษาพบว่าตำแหน่งที่ 3000-4000 cm^{-1} เป็นพันธะ O-H strength ,1630 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ O-H bending, 1115-1050 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของพันธะ Si-O-Si ซึ่งเป็นกลุ่มไซโลเซน และกลุ่มซิลานอลเป็นตำแหน่งของพันธะ Si-OH ซึ่งทั้งสองเป็นกลุ่มสำคัญในพันธะของซิลิกา และสุดท้ายตำแหน่งที่ 475-465 cm^{-1} เป็นพันธะ Si-O bond rocking ซึ่งเป็นพีคที่แสดงถึงโครงสร้างหลักของซิลิกา จากที่กล่าวมาข้างต้นตาม 4.2.2

4.3.2.5 ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

นำตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมที่สารละลายความเข้มข้นเริ่มต้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2.0 นอร์มอล ที่เวลารีฟลักซ์แตกต่างๆคือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมงตามลำดับมาตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงได้ดังรูป 4.14

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงนาโนซิลิกาที่เตรียมที่เวลารีฟลักซ์แตกต่างๆ คือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมงตามลำดับ

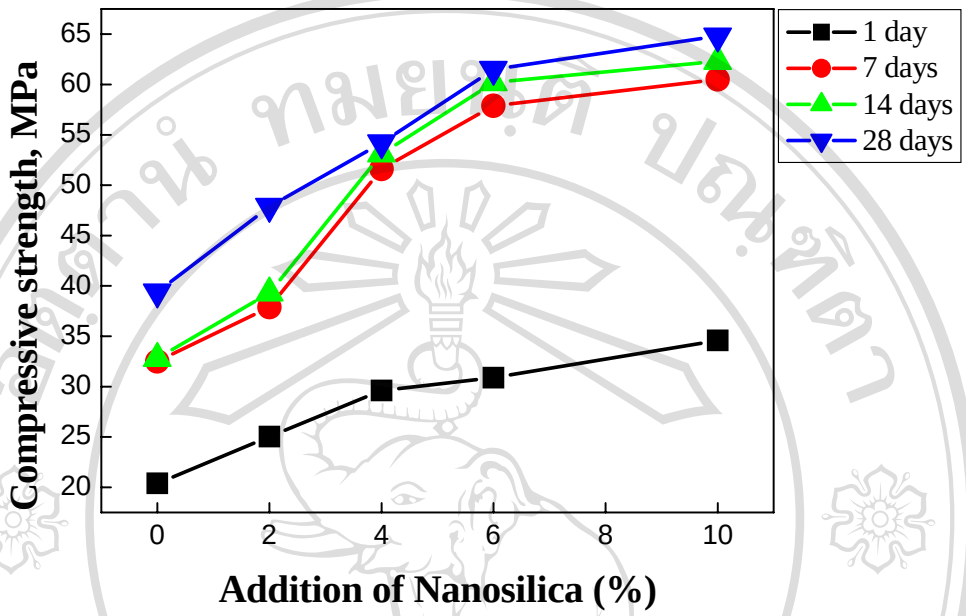
นำตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมที่สารละลายความเข้มข้นเริ่มต้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2.0 นอร์มอลโดยใช้เวลารีฟลักซ์แตกต่างๆ กัน คือ 8, 10 และ 12 ชั่วโมง มาตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการวิเคราะห์พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีลักษณะอสัณฐานตามที่กล่าวมาข้างต้น 4.2.3 ซึ่งจะปรากฏพีคกว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22-23 ดังรูป

4.4 การศึกษาผลของนาโนซิลิกาที่สกัดได้ที่มีต่อความแข็งแรงและโครงสร้างของซีเมนต์เพสต์

นำผงนาโนซิลิกาที่มีขนาด 5-10 นาโนเมตรและมีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 656 m^2/g มาทดแทนปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง ในอัตราส่วน 0, 2, 4, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (โดยใช้น้ำอัตราส่วนน้ำต่อปูนซีเมนต์และผงนาโนซิลิกา 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ผลการทดสอบค่ากำลังอัดแสดงได้ดังรูป 4.15

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.4.1 ผลการทดสอบค่ากำลังอัดของซีเมนต์เพสต์



รูป 4.15 การพัฒนากำลังอัดของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา

จากรูปที่ 4.15 จะพบว่าผลการทดสอบกำลังอัด ในช่วงระยะเวลาตอนต้น (1 วันและ 7 วัน) พบว่าค่ากำลังอัดของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของนาโนซิลิกา มีค่ากำลังอัดสูงกว่าปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ตราช้างค่อนข้างมาก เกิดขึ้นเนื่องจากนาโนซิลิกามีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงเท่ากับ 656 m^2/g จึงสามารถทำปฏิกิริยาปอซโซลานกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ $Ca(OH)_2$ อย่างว่องไว เกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจึงมีความแข็งแรงสูงกว่าปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Hui และคณะ[40] พบว่าซีเมนต์มอร์ต้าที่ทำการเติมนาโนซิลิกาในส่วนผสม การพัฒนากำลังอัดและการทนต่อกำลังดัดสูงกว่ามอร์ต้าปอร์ตแลนด์ธรรมดา ที่อายุการบ่ม 7 วัน และนอกจากนี้ Byung และคณะ [45] รายงานที่ระยะเวลาการบ่ม 7 วันของซีเมนต์มอร์ต้าที่ทำการเติมนาโนซิลิกา มีการพัฒนาความแข็งแรงสูงกว่าที่เติมซิลิกาฟูม เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาปอซโซลานได้เร็วและเกิดผลิตผลไปเติมช่องว่างระหว่างเม็ดปูน ส่วนกำลังอัดที่ระยะเวลา 14 วัน และ 28 วัน พบว่ากำลังอัดมีค่าสูงกว่าปูนปอร์ตแลนด์ตราช้างเกิดขึ้นกับปัจจัยหลายปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันคืออายุของเพสต์ที่เพิ่มขึ้นและผงนาโนซิลิกาที่เติมลงไปเป็นส่วนประกอบในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง โดยผลการทดสอบกำลังอัดสามารถดูได้ดังตารางที่ 4.9

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

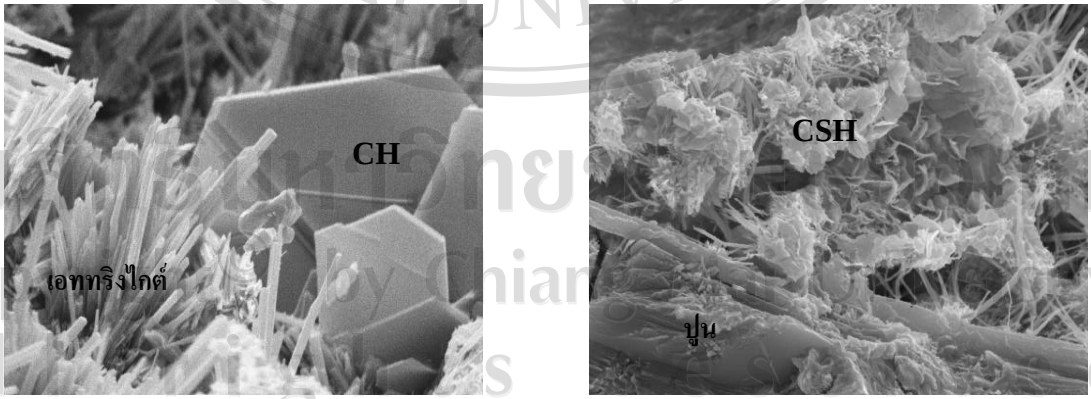
ตารางที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบค่ากำลังอัด

อัตราส่วนผสม (%)	Compressive strength (MPa)			
	1 วัน	7 วัน	14 วัน	28 วัน
PC	20.40	32.5	32.8	39.4
NS 2	25.02	37.9	39.30	47.9
NS 4	29.61	51.6	53.10	54.20
NS 6	30.89	57.9	60.20	61.50
NS 10	34.58	60.5	62.30	64.80

* PC คือ ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง
NS คือ นาโนซิลิกา

4.4.2 ผลจากการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

โดยนำปูนเพสต์ที่ผ่านการทดสอบกำลังอัดที่มีส่วนผสมผงนาโนซิลิกา ในอัตราส่วน 4 เปอร์เซ็นต์และ 10 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นสภาวะที่มีส่วนผสมของนาโนซิลิกาที่น้อยและมากตามลำดับที่อายุเพสต์ต่างๆ คือ 1 วัน, 7 วัน, 14 วัน และ 28 วันตามลำดับ โดยนำส่วนที่เกิดจากการแตกหักมาศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค ผลการทดลองดังต่อไปนี้ โดยอ้างอิงเฟสต่างๆที่เกิดขึ้นจากงานวิจัยของ Paul E. [46] ดังรูป 4.16

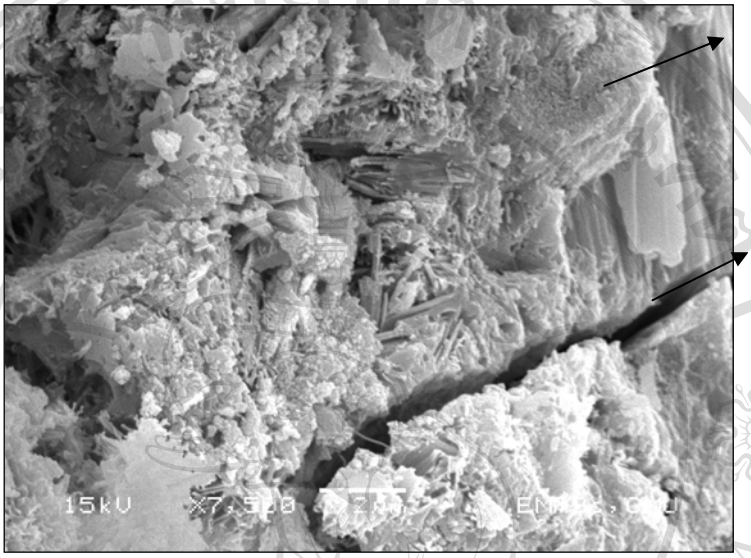


* CSH คือ แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต และ CH คือ แคลเซียมไฮดรอกไซด์, ($Ca(OH)_2$)

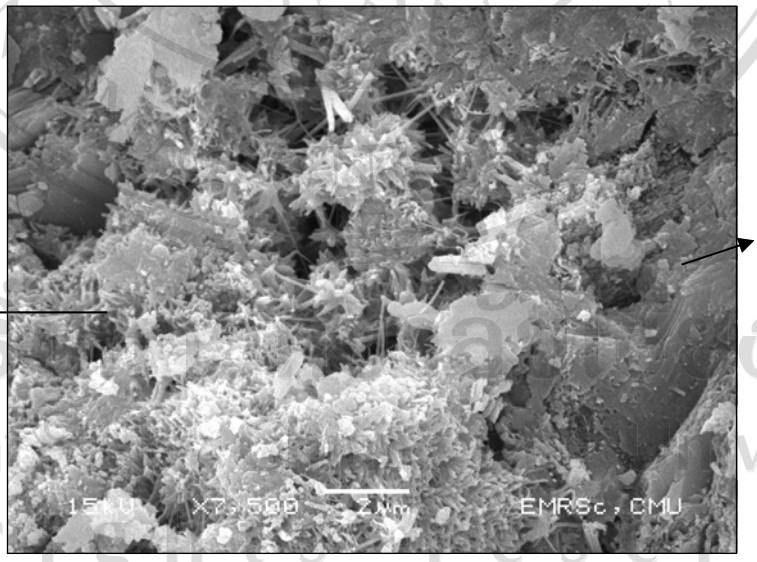
รูป 4.16 แสดงเฟสต่างๆที่เกิดในซีเมนต์หลังเกิดขึ้นปฏิกิริยาไฮเดรชัน [46]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

1. ผลจากการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ดแลนต์ธรรมดาและปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาในอัตราส่วน 4 และ 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ โดยบ่มที่ระยะเวลา 1 วันดังรูป 4.17

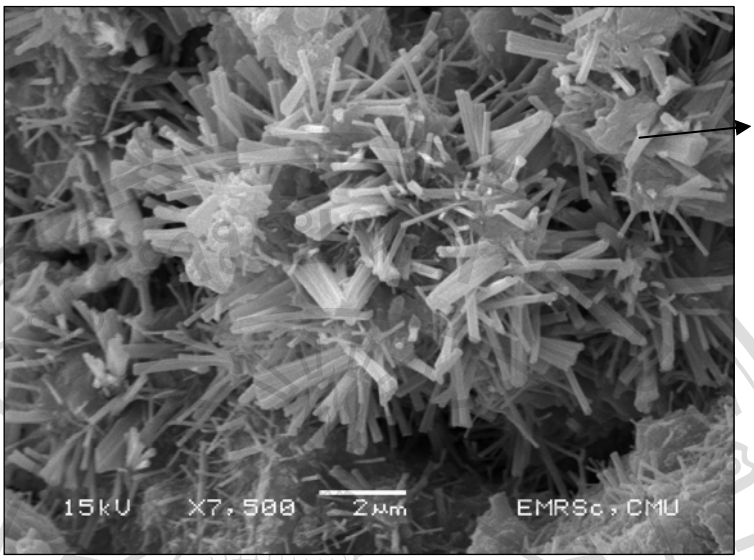


(a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ เวลา 1 วัน



(b) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ เวลา 1 วัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



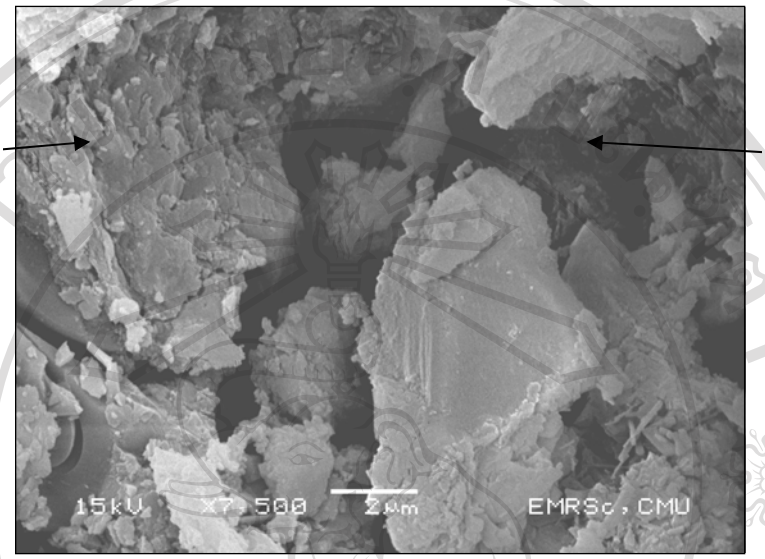
(c) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ เวลา 1 วัน

รูป 4.17 โครงสร้างของปูนเพสต์ที่บ่มที่ระยะเวลา 1 วัน, (a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์, (b) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ และ (c)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ ที่กำลังขยาย 7,500 เท่า

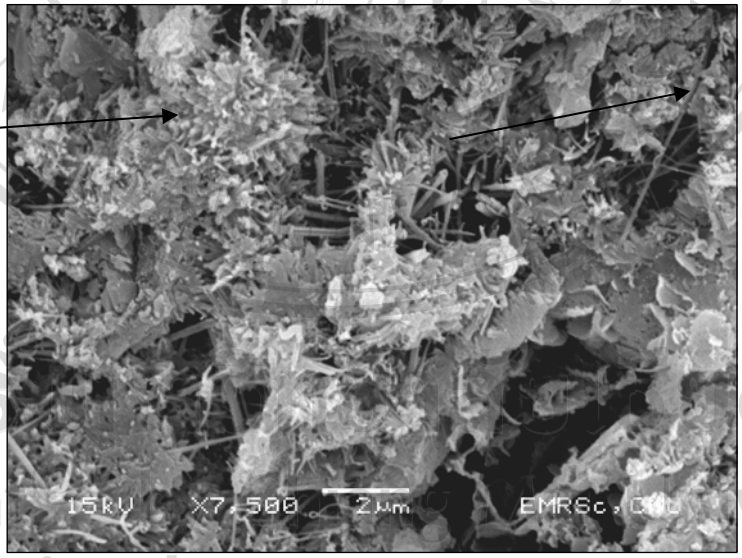
รูป 4.17 (a)-(c) แสดงถึงภาพถ่ายจาก SEM ปูนเพสต์ที่ระยะเวลา 1 วันมาศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคพบว่า (a)ปูนซีเมนต์ยังเหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน และคงเหลือปริมาณแคลเซียมไฮดรอกไซด์ค่อนข้างมาก ส่งผลให้การพัฒนากำลังอัดต่ำ (b)แสดงถึงภาพถ่ายจาก SEM ปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 1 วันพบว่าจากรูปโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตและพบเอททริงไกต์ลักษณะเป็นเข็มยาวเกิดขึ้นรอบเม็ดปูนและขยายเข้าไปในช่องว่าง และปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน และ(c)แสดงถึงภาพถ่ายจาก SEM ปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 1 วัน พบว่าจากรูปโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยปริมาณเอททริงไกต์มีลักษณะเป็นเข็มยาวมากเชื่อมประสานโครงสร้างเกิดขึ้นรอบเม็ดปูนซีเมนต์และขยายเข้าไปในช่องว่าง และปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2. ผลจากการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ดแลนต์ธรรมดาและปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาในอัตราส่วน 4 และ 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ โดยบ่มที่ระยะเวลา 7 วันดังรูป 4.18

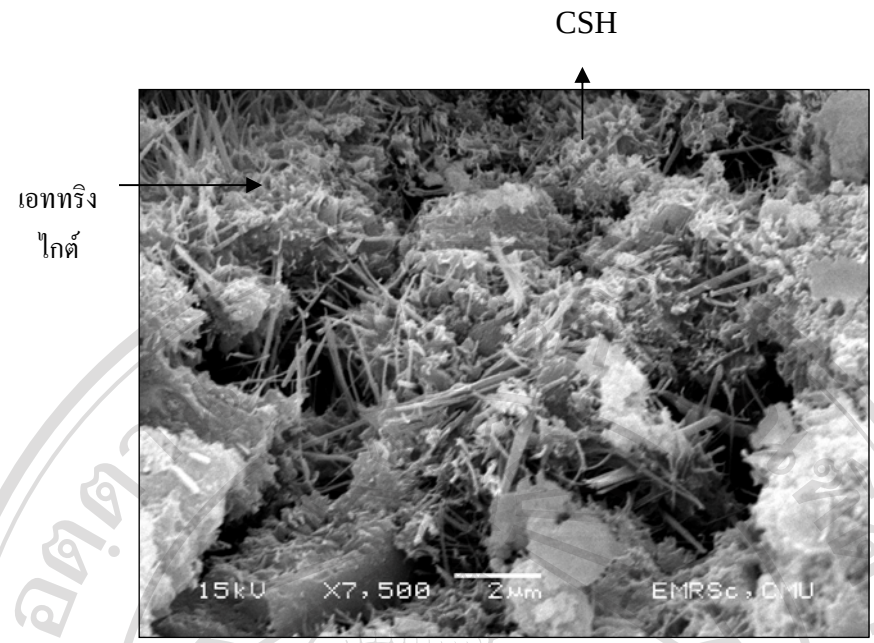


(a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ เวลา 7 วัน



(d) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ เวลา 7 วัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



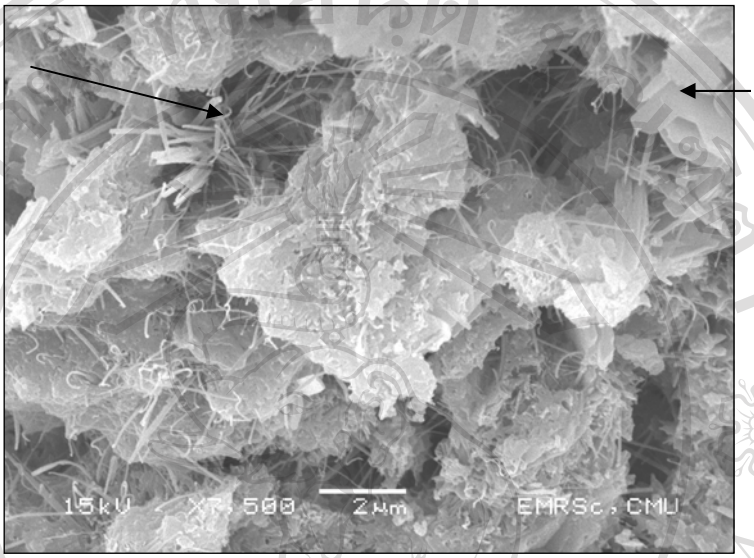
(c) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ เวลา 7 วัน

รูป 4.18 โครงสร้างของปูนเพสต์ที่บ่มที่ระยะเวลา 7 วัน, (a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์, (b) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ และ (c)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่กำลังขยาย 7,500 เท่า

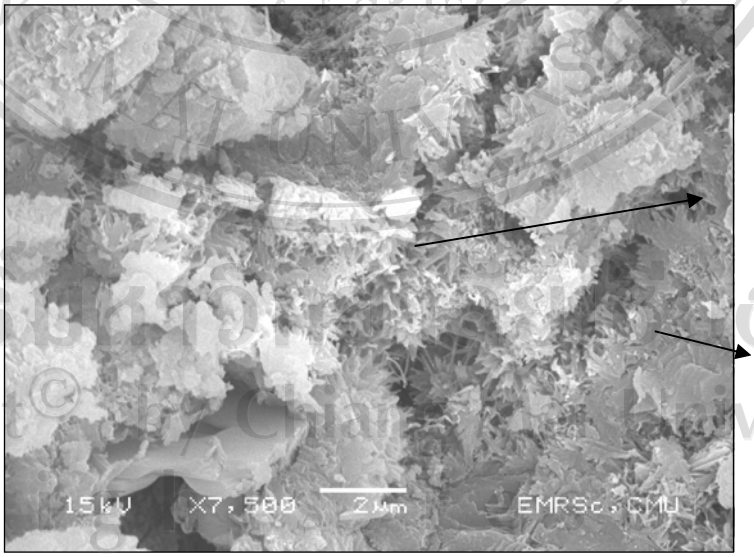
รูป 4.18 (a)-(c) โดยที่ (a) แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่ระยะเวลา 7 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคจะเห็นว่าจากรูปยังคงเหลือปูนซีเมนต์จากปฏิกิริยาไฮเดรชัน และปรากฏช่องว่างและโพรงค่อนข้างชัดเจน ส่งผลให้การพัฒนากำลังอัดค่อนข้างต่ำ (b)แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 7 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตมีลักษณะเป็นผลึกที่หยาบขยายออกจากเม็ดปูนเข้าสู่ช่องว่างและเกิดภายในผิวเดิมของเม็ดปูนและขยายเข้าสู่ภายในเม็ดปูน เกิดปริมาณมากและเชื่อมโยงถึงกันและผลึกของเอททริงไกต์รวมถึงปูนที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชันบางส่วน และ (c)แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 7 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตอย่างหนาแน่นมีลักษณะหยาบขยายออกจากเม็ดปูนเข้าสู่ช่องว่างและภายในผิวเดิมของเม็ดปูนและขยายเข้าสู่ภายในเม็ดปูน เกิดปริมาณหนาแน่นเชื่อมโยงกับผลึกของเอททริงไกต์ และปริมาณปูนที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชันเล็กน้อย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3. ผลจากการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ดแลนต์ธรรมดาและปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาในอัตราส่วน 4 และ 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ โดยบ่มที่ระยะเวลา 14 วัน ดังรูป 4.19

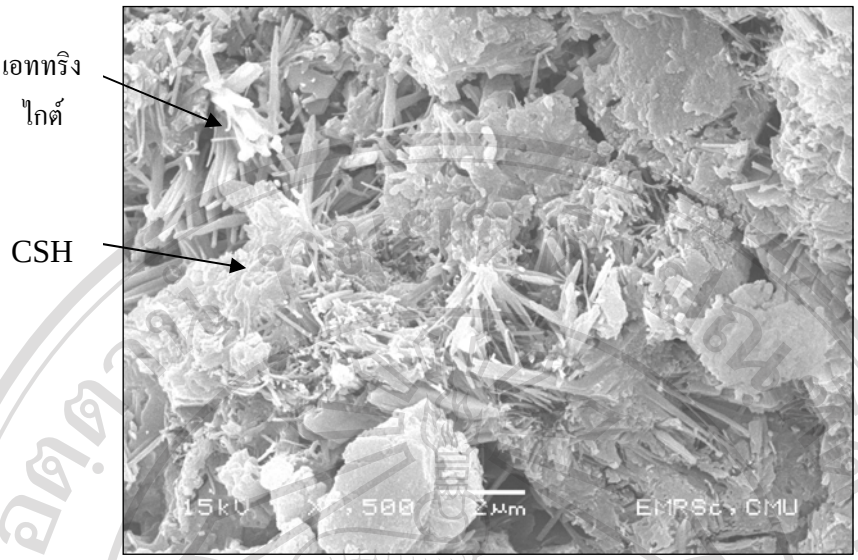


(a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ เวลา 14 วัน



(b) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ เวลา 14 วัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



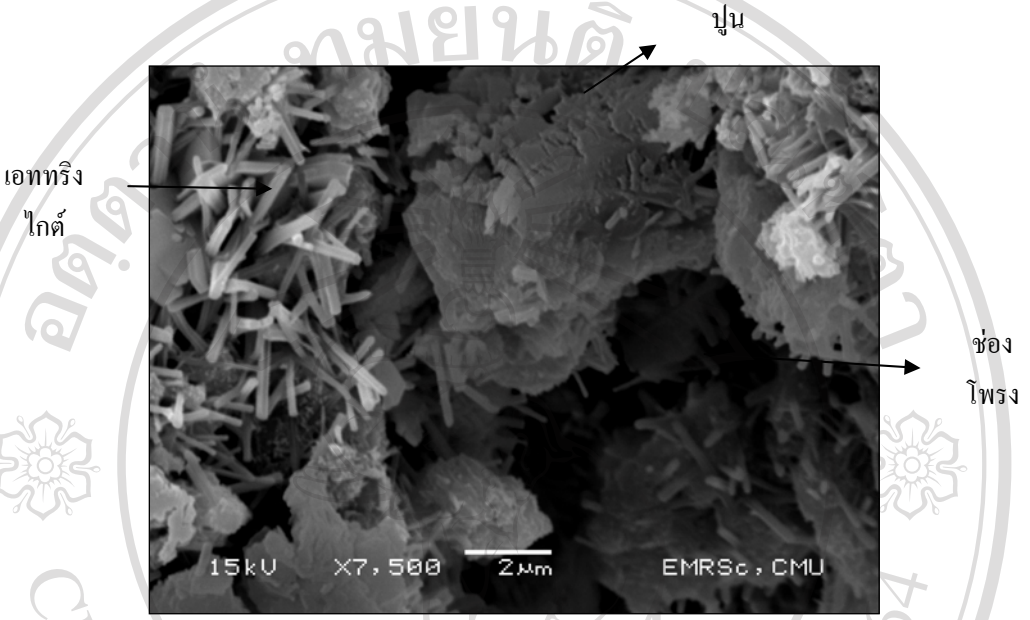
(c) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ เวลา 14 วัน

รูป 4.19 โครงสร้างของปูนเพสต์ที่บ่มที่ระยะเวลา 14 วัน, (a)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์, (b)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ และ(c)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่กำลังขยาย 7,500 เท่า

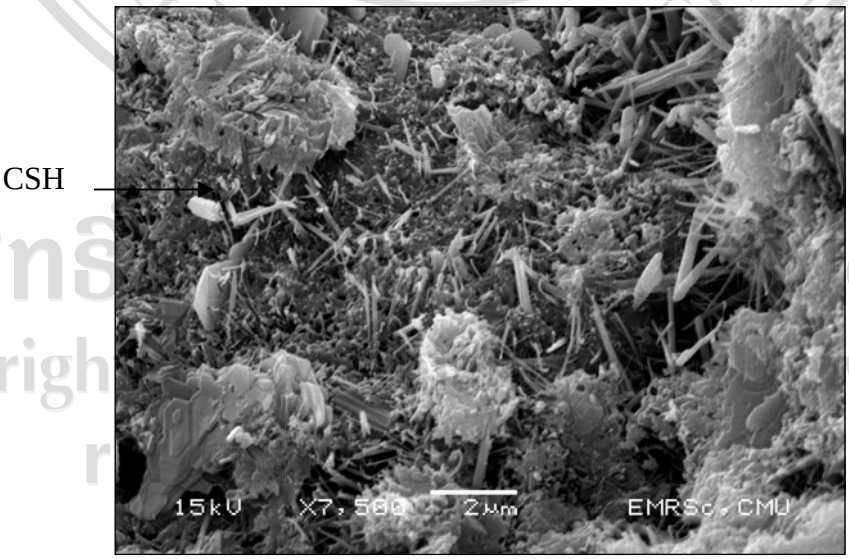
รูป 4.19 (a)-(c) โดยที่ (a)แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่ระยะเวลา 14 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยเอททริงไกต์เส้นบางๆ แคลเซียมไฮดรอกไซด์และปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชันปรากฏช่องว่างและโพรงค่อนข้างชัดเจน บ่งชี้ถึงการพัฒนากำลังค่อนข้างต่ำ (b)แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ ที่ระยะเวลา 14 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต เชื่อมประสานกับเส้นเอททริงไกต์แผ่ขยายล้อมรอบเม็ดปูนซีเมนต์ที่เหลือและอุดช่องว่างและโพรงที่เกิดขึ้นหลังจากสิ้นปฏิกิริยาไฮเดรชัน และ(c) แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 14 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตลักษณะเป็นผลึกหยาบแผ่เข้าไปในช่องว่างระหว่างเม็ดปูนซีเมนต์เชื่อมโยงกับเอททริงไกต์เชื่อมประสานโพรงและช่องว่างดังรูป และปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชันเล็กน้อย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

4. ผลจากการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ดแลนต์ธรรมดาและปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาในอัตราส่วน 4 และ 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ โดยบ่มที่ระยะเวลา 28 วัน ดังรูป 4.20

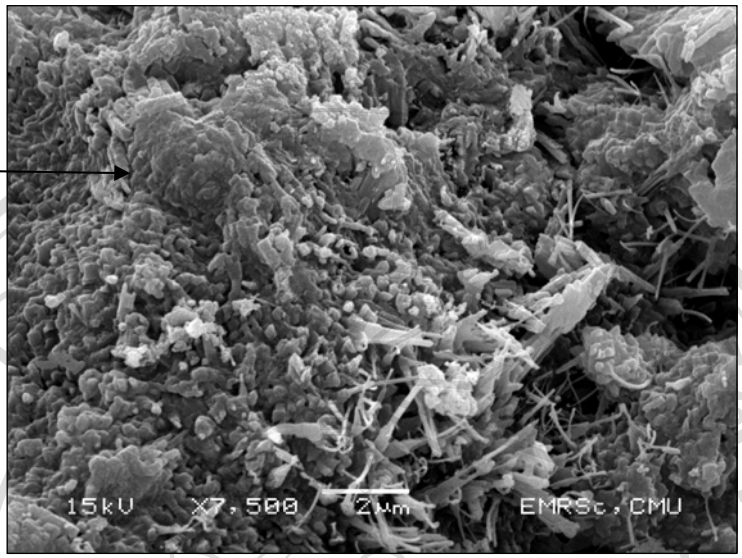


(a) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ เวลา 28 วัน



(b) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ เวลา 28 วัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



(c) โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ เวลา 28 วัน

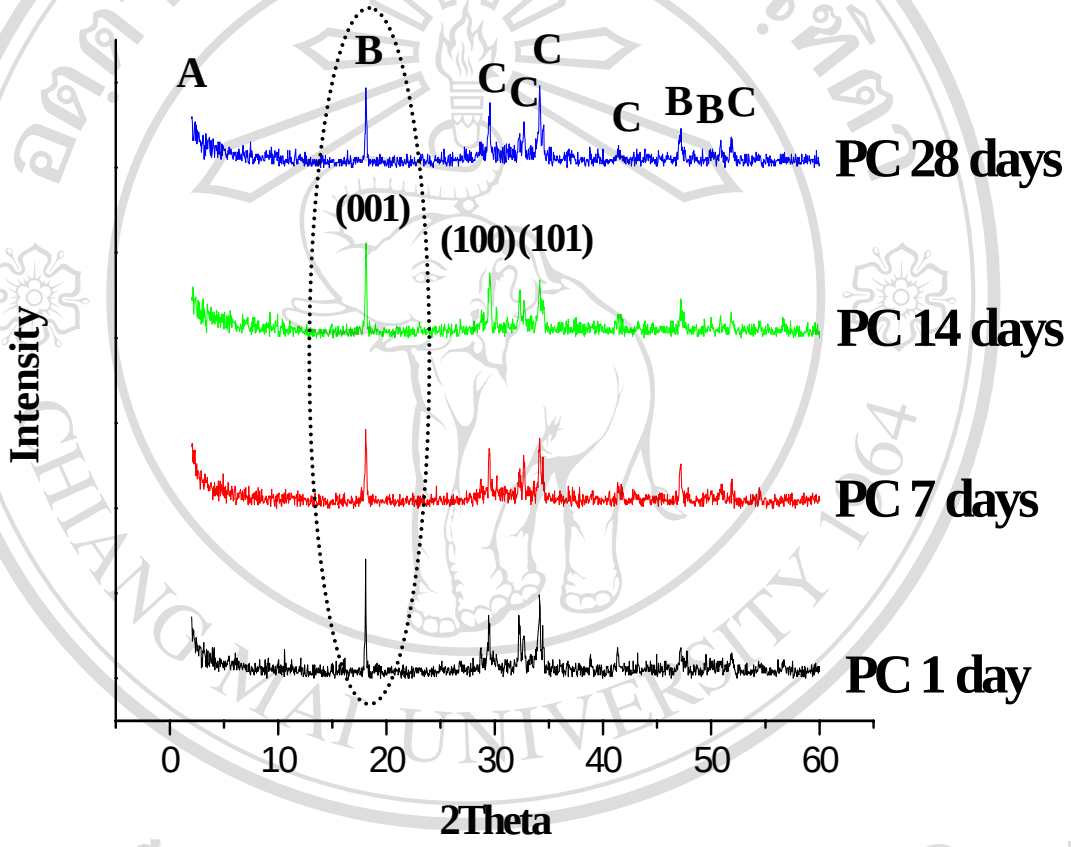
รูป 4.20 โครงสร้างของปูนเพสต์ที่บ่มที่ระยะเวลา 28 วัน, (a)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์, (b)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ และ(c)โครงสร้างระดับจุลภาคของปูนเพสต์ที่มีผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่กำลังขยาย 7,500 เท่า

รูป 4.20 (a)-(c) โดยที่(a) แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่ระยะเวลา 28 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยเอททริงไกต์บางส่วนและปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน ช่องว่างและโพรงที่เกิดขึ้นหลังจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน (b)แสดงภาพถ่าย SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 4 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 28 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตและปริมาณเอททริงไกต์เล็กน้อยเชื่อมประสานโพรงและช่องว่างระหว่างเม็ดปูนซีเมนต์ และ(c) แสดงภาพถ่าพ SEM ของปูนเพสต์ที่มีส่วนผสมของผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ที่ระยะเวลา 28 วัน พบว่าโครงสร้างระดับจุลภาคประกอบด้วยแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตและปริมาณเอททริงไกต์เล็กน้อยเชื่อมโยงเข้าเม็ดปูนซีเมนต์และช่องว่างและโพรงดังรูป 4.20 และปริมาณปูนซีเมนต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.4.3 ผลการทดสอบการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

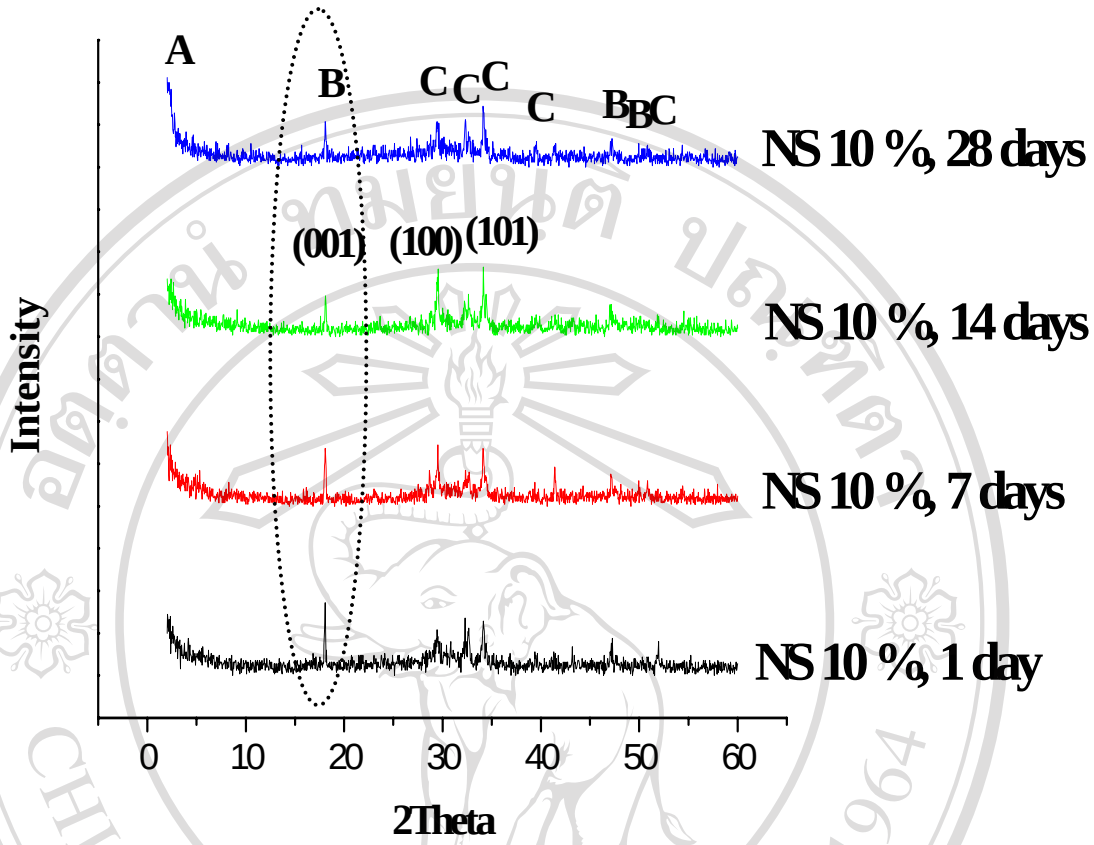
ผลการทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ธรรมดาและปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ที่เติมผงนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์ ณ ระยะเวลาการบ่มที่ 1 วัน, 7 วัน, 14 วัน และ 28 วันตามลำดับ



* A คือ เอททริงไกต์, B คือ แคลเซียมไฮดรอกไซด์, C คือ แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต

(a) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



* A คือ เอททริงไกต์, B คือ แคลเซียมไฮดรอกไซด์, C คือ แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต

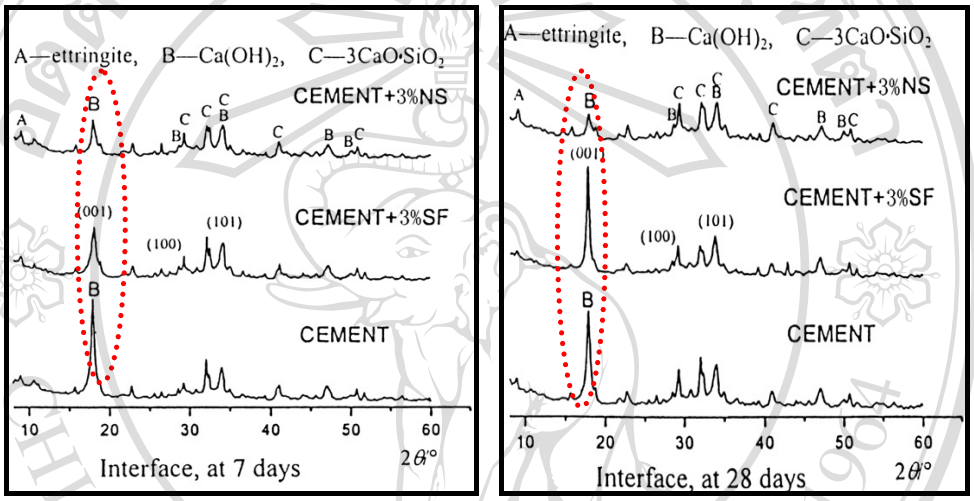
(b) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ที่เติมนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์

รูป 4.21 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เปรียบเทียบระหว่าง (a) การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ ปอร์ตแลนด์ (b) การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ที่เติมนาโนซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์

จากรูป 4.21 ผลจากการเปรียบเทียบกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์และปูนเพสต์ที่เติมผงนาโนซิลิกา จะเห็นได้ว่าปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกามีพีคของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ $Ca(OH)_2$ ที่ความเข้ม (intensity) ต่ำกว่าของปูนเพสต์ปอร์ตแลนด์ธรรมดา ทุกช่วงอายุของการบ่ม และพีคของเอททริงไกต์และแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต มีความเข้ม (intensity) สูงกว่าดังในรูปที่ 4.21 สาเหตุที่เป็นเช่นนี้เกิดขึ้นเนื่องนาโนซิลิกามีขนาดอนุภาคที่เล็กและมีพื้นที่ผิวสูงส่งผลให้สามารถเกิดปฏิกิริยาปอซโซลานกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากปฏิกิริยาไฮเดรชันของเม็ดปูนได้เป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต จึงส่งผลให้ปริมาณแคลเซียม

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ไฮดรอกไซด์($Ca(OH)_2$)ลดลง เป็นผลให้ปูนเพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาทนต่อกำลังอัดได้สูงกว่าปูนเพสต์ปอร์ดแลนต์ธรรมดา และมีโครงสร้างระดับจุลภาคที่ปรากฏเฟสของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตเชื่อมประสานอุดช่องว่างระหว่างเม็ดปูน และเอททริงไกต์ดังที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Ye Qing และคณะ [42] ดังรูป 4.22 พบว่าซีเมนต์เพสต์ที่เติมนาโนซิลิกาพีคของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ลดลง และพีคแคลเซียมไฮดรอกไซด์ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่ไม่เติมนาโนซิลิกาดังรูปที่ 4.22



รูป 4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของปูนเพสต์ในงานวิจัยของ Ye Qing

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved