

การผลิตพลาสติกโปรเจกชันจากยิปซัมฟลูแก๊ส



นายชาติวี ฐิติอนันท์

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

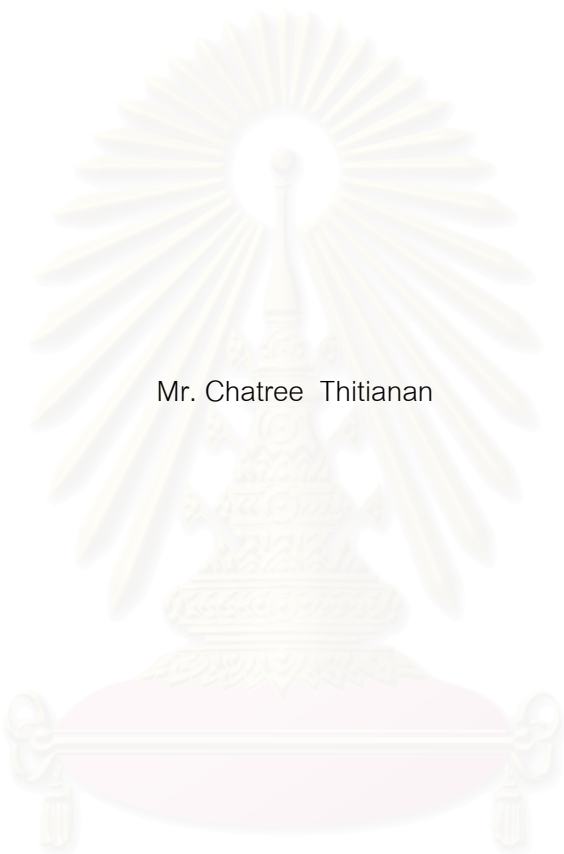
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2543

ISBN 974-346-158-2

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Production of Projection Plaster from Flue-Gas Gypsum



Mr. Chatree Thitianan

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2000

ISBN 974-346-158-2

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การผลิตพลาสติกโพรเจกชันจากยิปซัมฟลูออไรด์
โดย นาย ชาทวี ฐิติอนันท์
ภาควิชา วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดมน์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม (ถ้ามี)

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร. วันชัย โพธิ์พิจิต)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. เข็มชัย เหมะจันท)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดมน์)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุทิน คุณาเรืองรอง)

..... กรรมการ
(ดร. จาคินี เอี่ยมศิริ)

..... กรรมการ
(ดร. วีระยุทธ ลอประยูร)

บทคัดย่อวิทยานิพนธ์

ชาติวี จูฑิตอนันท์ : การผลิตพลาสติกโปรเจกชันจากยิปซัมฟลูแก๊ส (Production of Projection Plaster from Flue-Gas Gypsum) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์, 136 หน้า. ISBN 974-346-158-2.

ยิปซัมฟลูแก๊สที่นำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการศึกษาครั้งนี้เป็นวัสดุเหลือทิ้งจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ โดยนำมาผ่านกระบวนการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลน และโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนเพื่อแยกเถ้าลอย และสารเจือปนต่างๆ เช่น ควอทซ์ และสารประกอบของเหล็ก ซึ่งจะทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สมีสีอ่อนลง ยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้วถูกนำไปสังเคราะห์เป็นมัลติเฟสพลาสติกและแอนไฮไดรท์โดยใช้กระบวนการ semidry acid-anhydrite เพื่อลดอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ ในการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสติกที่อุณหภูมิต่ำนี้ใช้การแคลไซน์ 2 ขั้นตอน โดยขั้นแรกแคลไซน์วัตถุดิบผสมกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และในขั้นที่สองนำผลจากการแคลไซน์ที่ 60 องศาเซลเซียสมาแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งจะทำให้ได้เป็นมัลติเฟสพลาสติกที่ประกอบด้วย เสมิไฮเดรต 29 เปอร์เซ็นต์ แอนไฮไดรท์สอง 60 เปอร์เซ็นต์ แอนไฮไดรท์สาม 10 เปอร์เซ็นต์ และไดไฮเดรต 1 เปอร์เซ็นต์ ที่อัตราส่วนน้ำต่อพลาสติกเท่ากับ 0.6 มัลติเฟสพลาสติกนี้จะมีความหนืด 3633 เซนติพอยส์ เวลาในการเซตตัวเริ่มต้นและสุดท้ายเท่ากับ 16.28 และ 27.83 นาที ตามลำดับ ซึ่งงานที่ได้จะมีค่า flexural strength และความแข็งเท่ากับ 5.07 และ 10.79 นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร ดังนั้นในการเตรียมพลาสติกโปรเจกชันจากมัลติเฟสพลาสติกให้มีความหนืดต่ำเหมาะกับการฉาบ (ประมาณ 600-800 เซนติพอยส์) และมีเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นนาน 60-70 นาที จะต้องมีการเติมโซเดียมคลอไรด์ โซลโฟเนตและเมลามีนในอัตราส่วน 1.2 : 0.08 กรัม ต่อมัลติเฟสพลาสติก (แห้ง) 100 กรัม สารมลทินที่ยังคงเหลืออยู่ทำให้พลาสติกโปรเจกชันที่ได้มีสีน้ำตาลอ่อน สำหรับการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์ (แอนไฮไดรท์สอง 95 เปอร์เซ็นต์) สามารถทำได้โดยการแคลไซน์ยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แอนไฮไดรท์ที่ได้จะมีรูปผลึกแตกต่างกันตั้งแต่ที่เป็นแท่งจนถึงที่เป็นแผ่น และมีความขาวตามเกณฑ์ CIE เท่ากับ 92.64 เปอร์เซ็นต์

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2543

ลายมือชื่อนิสิต
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

AN ABSTRACT

4172271823 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: FLUE-GAS GYPSUM / PROJECTION PLASTER / MULTIPHASE PLASTER / ANHYDRITE

CHATREE THITIANAN : PRODUCTION OF PROJECTION PLASTER FROM MAE MOH FLUE-GAS GYPSUM. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SUPATRA JINAWATH, Ph.D. 136 pp. ISBN 974-346-158-2.

Flue-gas gypsum (FGD gypsum), a waste product from the Mae Moh Power Plant, was used as the starting material. Precleaning by a hydrocyclone classifier and by acid leaching and sedimentation significantly reduced the content of impurities in the FGD gypsum such as fly ash, quartz and iron compounds, resulting in a lighter coloured and higher purity product (95.60% dihydrate). Subsequently, the semidry acid-anhydrite technique was adapted to the calcining of the precleaned FGD gypsum to reduce the transition temperatures of β -hemihydrate and anhydrite. Accordingly, low-temperature multiphase plaster was prepared using 2-step calcination. Firstly, the FGD gypsum with sulphuric acid was calcined at 60 °C for 1 hour and recalcined at 150 °C for 3 hours. The obtained multiphase plaster consisted of 29 % hemihydrate, 60 % anhydriteII, 10 % anhydriteIII and 1 % dihydrate. At water to plaster ratio equal to 0.6, its viscosity, initial and final setting times were 3633 centipoises, 16.28 and 27.83 minutes, respectively. The flexural strength and hardness of the plaster specimens were 5.07 and 10.79 N/mm². From the formulation, an applicable projection plaster (viscosity of 600-800 centipoises and initial setting time of 60-70 minutes at water to plaster ratio equal to 0.6) was found with the addition of 1.2 g of sodium lignosulphonate and 0.08 g of melamine to 100 g of dry plaster. However, the remaining impurities imparted a buff colour to the projection plaster. Anhydrite (95 % anhydriteII) with crystal morphology ranging from prismatic to platy shapes was achieved by calcining at 100 °C for 5 hours. Its whiteness measured according to CIE Standard was 92.64 %.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2543

ลายมือชื่อนิสิต
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลงได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของ รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งกรุณาให้คำปรึกษา ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ในการวิจัยด้วยดีตลอดมา ขอกราบขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ให้ข้อเสนอแนะและตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์นี้ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ บริษัท ปูนซิเมนต์ไทย จำกัด(มหาชน) ที่ให้เงินทุนสนับสนุนในการทำงานวิจัย และเงินทุนสนับสนุนในการจัดตั้งห้องปฏิบัติการทดสอบซีเมนต์และยิปซัม เพื่อประโยชน์ในการเรียนการสอนและงานวิจัยของภาควิชาวัสดุศาสตร์ รวมถึงเงินทุนช่วยเหลือในด้านการศึกษาและเงินช่วยเหลือค่าใช้จ่ายรายเดือนตลอดระยะเวลา 2 ปี

ขอขอบพระคุณ บัณฑิตวิทยาลัย ที่ให้เงินทุนสนับสนุนในการวิจัย

ขอขอบพระคุณ ดร. จาคินี เขียมศิริ ที่ให้ความช่วยเหลือในด้านการวิเคราะห์ และขอขอบคุณนายวิฑิต ประกายพวรรณ ที่คอยให้ความช่วยเหลือ และแลกเปลี่ยนความคิดเห็นกันด้วยดีตลอดมา

ขอขอบคุณนางสาวบุญธิดา พรรณรังษี เพื่อนๆ พี่ๆ และน้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ ทุกคน ที่ช่วยเป็นกำลังใจ และคอยไต่ถามถึงความก้าวหน้าของงานวิจัยอยู่เสมอ

ท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และญาติพี่น้องทุกคน ที่ให้ความสนับสนุน และเป็นกำลังใจในการศึกษามาโดยตลอด

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
2 ข้อมูลเบื้องต้น.....	5
2.1 เครื่องกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (flue-gas desulphurization or FGD) ของโรงไฟฟ้าแม่เมาะ.....	5
2.1.1 ระบบเตรียมน้ำหिनปูน (slurry preparation system).....	5
2.1.2 ระบบจับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (absorber system).....	5
2.1.3 ระบบแยกน้ำออกจากยิปซัม (gypsum dewatering system).....	7
2.2 ยิปซัมฟลูแก๊ส.....	7
2.3 การล้างยิปซัมฟลูแก๊ส.....	9
2.4 การอบแห้งยิปซัมฟลูแก๊ส.....	11
2.5 การทำ agglomeration.....	12
2.6 กระบวนการ semidry acid-anhydrite.....	14
2.7 พลาสเตอร์โปรเจคชั่น.....	16
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	18
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	18
3.2 การศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊ส.....	18
3.3 การศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน.....	19
3.4 การศึกษาผลของสารละลายฟิวเอและการใช้อัลตราโซนิกที่มีต่อการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน.....	21

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3.5 การศึกษาผลของการนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่และการทำให้เป็นกลาง โดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนต.....	21
3.6 การศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรต์.....	24
3.7 การศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ.....	24
3.8 การศึกษาการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนัง (projection plaster).....	25
3.9 การศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ ต่ำโดยวิธี semidry acid-anhydrite เปรียบเทียบกับแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ...	27
3.10 การวิเคราะห์หาปริมาณเฟสต่างๆ ของระบบแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรต.....	27
4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล.....	29
4.1 ผลการศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊ส.....	29
4.2 ผลการศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์และแอนไฮไดรต์ที่อุณหภูมิต่ำ โดยวิธี semidry acid-anhydrite.....	42
4.3 ผลการศึกษาการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนัง.....	50
4.4 ผลการศึกษาสมบัติของแอนไฮไดรต์.....	58
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	65
รายการอ้างอิง.....	68
ภาคผนวก.....	71
ประวัติผู้วิจัย.....	136

สารบัญญัตินำ

ตารางที่	หน้า
1-1 แสดงผลการวิเคราะห์การทำงานของระบบเอพีดีจากหน่วยที่ 12 และ 13.....	2
1-2 แสดงคุณลักษณะที่ต้องการของยิปซัม ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมยิปซัม เลขที่ มอก.595-2528 (3).....	3
2-1 แสดงคุณลักษณะที่ต้องการของยิปซัมฟลูแก๊ส.....	8
2-2 แสดงปริมาณเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการ semidry acid-anhydrite.....	14
2-3 แสดงสมบัติของพลาสติกเออร์โพรเจกชัน.....	16
3-1 แสดงปริมาณสารเติมที่ใช้ในการผสมเป็นพลาสติกฉาบผนังทั้ง 9 สูตร ในหน่วย กรัม (ต่อ 100 กรัม มัลติเฟสพลาสติก).....	26
3-2 แสดงลำดับในการทดสอบพลาสติกฉาบผนังแต่ละสูตร.....	26
4-1 แสดงสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ.....	29
4-2 แสดงผลการทดลองล้างยิปซัมโดยใช้ไฮโดรไซโคลน.....	34
4-3 แสดงผลการทดลองล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน.....	37
4-4 แสดงเฟสองค์ประกอบของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้ว.....	38
4-5 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊สก่อนและหลัง ล้าง.....	40
4-6 แสดงผลการศึกษาการทำให้เป็นกลางโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตและการนำสาร ละลายกลับมาใช้ใหม่.....	41
4-7 แสดงผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณเฟสของยิปซัม.....	42
4-8 แสดงปริมาณเฟสต่างๆ ของมัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ได้.....	48
4-9 แสดงสมบัติของมัลติเฟสพลาสติก.....	49
4-10 แสดงผลการทดสอบพลาสติกฉาบผนังทั้ง 9 สูตร.....	50
4-11 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่ายของความหนืด (1 ตัวแปร).....	53
4-12 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (2 ตัวแปร).....	53
4-13 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (3 ตัวแปร).....	54
4-14 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (4 ตัวแปร).....	54
4-15 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่ายของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (1 ตัวแปร).....	55
4-16 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (2 ตัวแปร)....	55

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่		หน้า
4-17	แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (3 ตัวแปร)....	56
4-18	แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (4 ตัวแปร)....	56
4-19	แสดงสมบัติของพลาสติกอร์ฉาบผนังซึ่งผสมโซเดียมลิกโนซัลไฟเฟนต 1.2 เปอร์เซ็นต์ และเมลามีน 0.08 เปอร์เซ็นต์.....	57
4-20	แสดงสมบัติของแอนไฮไดรท์ที่สังเคราะห์ขึ้นเปรียบเทียบกับแอนไฮไดรท์ธรรมชาติ...	59
4-21	แสดงผลการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรท์.....	61



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่	
2-1 แสดงการทำงานของระบบกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ของโรงไฟฟ้าแม่เมาะ.....	6
2-2 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ.....	8
2-3 แสดงกระบวนการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน.....	9
2-4 แสดงการทำงานของไฮโดรไซโคลน.....	10
2-5 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้ว.....	10
2-6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำที่สูญเสียไปกับระยะเวลาในการอบ.....	11
2-7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำที่สูญเสียไปกับอุณหภูมิของลมร้อน.....	12
2-8 แสดงการทำ briquette โดยใช้เครื่อง roller press.....	12
2-9 แสดงการอัดก้อน briquette โดยใช้ uniaxial press.....	13
2-10 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่อัดที่แรงดัน 200 บาร์.....	13
2-11 แสดงกระบวนการสังเคราะห์แอนไฮไดรต์ในอุตสาหกรรมด้วยวิธี semidry acid-anhydrite.....	15
2-12 ภาพถ่าย SEM ของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ semidry acid-anhydrite.....	15
2-13 แสดงการใช้ "machine-applied plaster" ในการฉาบผนัง.....	16
2-14 เฟสไดอะแกรมแสดงองค์ประกอบของมัลติเฟสพลาสเตอร์.....	17
2-15 แสดงการผลิตมัลติเฟสพลาสเตอร์โดยใช้ conveyor kiln.....	17
3-1 แสดงขั้นตอนในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน.....	19
3-2 แสดงขั้นตอนในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน.....	20
3-3 แสดงขั้นตอนการล้างโดยนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่และการใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในการทำให้เป็นกลาง.....	22
3-4 แสดงขั้นตอนในการศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรต์.....	23
3-5 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ.....	24
4-1 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของยิปซัมฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ.....	29
4-2 แสดงผลวิเคราะห์ DTA ของยิปซัมฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ.....	31
4-3 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊ส.....	32
4-4 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊ส.....	32

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่	
4-5 แสดงลักษณะของสารที่ค้างตะแกรงจากการวิเคราะห์ด้วยตะแกรงร่อนแบบเปียก....	33
4-6 แสดงลักษณะของยิปซัมฟลูแก๊สหลังจากที่ล้างโดยใช้ไฮโดรโซโคลน.....	33
4-7 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากการล้างโดยใช้ไฮโดรโซโคลนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร.....	34
4-8 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากการล้างโดยใช้ไฮโดรโซโคลนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร.....	35
4-9 แสดงการแยกชั้นของตะกอนในการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน.....	35
4-10 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนสีน้ำตาลแดง.....	36
4-11 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของตะกอนสีน้ำตาลแดง.....	36
4-12 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิค.....	37
4-13 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิค.....	38
4-14 แสดงลักษณะของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน.....	38
4-15 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของยิปซัมฟลูแก๊ส (ล้าง) และตะกอนสีน้ำตาลแดง.....	39
4-16 แสดงผลวิเคราะห์ DTA ของยิปซัมฟลูแก๊ส (ล้าง).....	40
4-17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของธาตุเหล็กในสารละลายกับจำนวนครั้งในการนำสารละลายกลับมาใช้.....	41
4-18 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ที่ได้จากการศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรท์.....	43
4-19 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ที่ได้จากการศึกษาผลของระยะเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรท์.....	44
4-20 แสดงลักษณะของสารที่ได้จากการอบยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริก.....	45
4-21 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมผสมกรดซัลฟูริกซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง.....	46
4-22 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมผสมกรดซัลฟูริกซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและนำไปทำให้เกิดการกระจายตัว.....	46

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่	
4-23	ภาพถ่ายของก้อน briquette ที่อัดด้วยวิธี uniaxial press ที่แรงอัด 200 บาร์..... 47
4-24	ภาพถ่าย SEM ของก้อน briquette..... 47
4-25	แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของมัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ได้..... 48
4-26	กราฟสามมิติแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้กับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นของพลาสติกอบผนัง..... 51
4-27	แสดงลักษณะของพลาสติกอบผนังที่ทดลองทดลองบนกระบี่อบไยหิน..... 58
4-28	ภาพถ่าย SEM ของแอนไฮไดรต์ (ก) แอนไฮไดรต์สังเคราะห์ (ข) แอนไฮไดรต์ธรรมชาติ..... 60
4-29	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์กับค่า %combined water..... 62
4-30	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log[-\ln(1-c/c_0)]$ กับ $\log t$ ของแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ..... 63
4-31	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log[-\ln(1-c/c_0)]$ กับ $\log t$ ของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์..... 63

บทที่ 1

บทนำ

ปัจจุบันการตื่นตัวด้านการอนุรักษ์สิ่งแวดล้อมได้ทำให้หลายประเทศเข้มงวดให้ผู้ใช้งานหินโดยเฉพาะโรงไฟฟ้าที่ใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิงต้องมีการกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ออกจากแก๊สเสีย (flue gas) ก่อนที่จะปล่อยออกสู่บรรยากาศ และในการดำเนินการกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์นี้เองได้ทำให้เกิด “ดีซัลไฟยิปซัม (desulphogypsum)” หรือ “ยิปซัมเอฟจีดี (FGD gypsum)” หรือ “ยิปซัมฟลูแก๊ส (flue-gas gypsum)” เป็นปริมาณมาก ก่อให้เกิดปัญหาในการที่จะต้องนำยิปซัสดังกล่าวไปกำจัดต่อไป

ในประเทศไทยยิปซัมฟลูแก๊สมีแหล่งผลิตที่มีปริมาณมากเพียงแหล่งเดียว คือ ที่โรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง ซึ่งจากการประเมินปริมาณยิปซัมฟลูแก๊สที่จะเกิดขึ้นหลังจากติดตั้งระบบกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์หรือเอฟจีดี (flue gas desulphurization or FGD system) ครอบคลุมทั้ง 10 หน่วยแล้วจะมีมากถึงปีละประมาณ 3 ล้านตัน^{1,2} และในอนาคตหากมีการจัดตั้งโรงไฟฟ้าในส่วนของเอกชนที่ใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิงเกิดขึ้น ปัญหาในการกำจัดหรือจัดเก็บยิปซัมฟลูแก๊สที่เพิ่มมากขึ้นนี้ก็คงจะเกิดตามมาอย่างแน่นอน และจากการประเมินปริมาณสำรองแร่ยิปซัมในประเทศครั้งล่าสุดพบว่าจะมีแร่ยิปซัมคงเหลือ ณ สิ้นปี พ.ศ. 2541 อีกประมาณ 189.5 ล้านตัน ซึ่งถ้ายังคงผลิตแร่ยิปซัมป้อนสู่ตลาดด้วยอัตราการผลิตปีละประมาณ 8 ล้านตัน จะสามารถผลิตแร่ยิปซัมได้อีกเพียง 20 ถึง 25 ปีเท่านั้น แม้ว่าประเทศไทยจะมีศักยภาพที่จะสามารถพบแหล่งแร่เพิ่มเติมได้อีก แต่ก็อาจติดขัดในเรื่องของการใช้ประโยชน์ที่ดิน³ ดังนั้นเพื่อเป็นการสงวนทรัพยากรไว้ใช้ในอนาคตจึงจำเป็นที่จะต้องให้ความสนใจศึกษาหาแนวทางในการนำยิปซัมฟลูแก๊สมาใช้ประโยชน์อย่างจริงจัง

เมื่อนำผลวิเคราะห์การทำงานของระบบเอฟจีดีของโรงไฟฟ้าแม่เมาะหน่วยที่ 12 และ 13 (ตารางที่ 1-1) มาเปรียบเทียบกับองค์ประกอบทางเคมีของยิปซัมกับการแบ่งชั้นคุณภาพตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมยิปซัม เลขที่ มอก.595-2528(3) (ตารางที่ 1-2) จะเห็นว่ายิปซัมฟลูแก๊สมีเกณฑ์อยู่ในชั้นคุณภาพที่ 2 แต่เนื่องจากปัญหาในเรื่องของค่าใช้จ่ายในการขนส่งยิปซัมฟลูแก๊สซึ่งมีความชื้น ปัญหาอันเนื่องมาจากสิ่งเจือปน สีและรูปร่างของอนุภาค อีกทั้งปัญหาที่มีคู่แข่งคือแร่ยิปซัมธรรมชาติที่มีอยู่ในท้องถิ่นและมีราคาถูกกว่าเมื่อเทียบกับค่าใช้จ่ายที่จำเป็นต้องใช้ในการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมฟลูแก๊ส ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สไม่ได้รับความสนใจนำมาใช้ประโยชน์เท่าที่ควร

ตารางที่ 1-1 แสดงผลการวิเคราะห์การทำงานของระบบเอพีดิจิตจากหน่วยที่ 12 และ 13²

ITEM	Line stone 1.00	Line stone 2.00	Unit 12			Unit 13			Remark		
			Reagent	Absorber	Gypsum	Reagent	Absorber	Gypsum			
			Feed	Slurry	No.1	Feed	Slurry	No.2			
Sampling Time	10:45		10:45	10:45	10:45	10:45	10:45	10:45			
pH - (monitor)				5.29			5.20				
pH - (Lab)			7.23	5.46		7.31	5.55				
Temperature °C (monitor)				62.00			61.00				
Temperature °C (Lab)			54.10	61.90		51.90	60.80				
Moisture %	1.06				17.76			17.71			
Density g/ml (Lab)			1.1505	1.1694		1.1546	1.1888				
Total Conc. % (monitor)				28.48			28.36				
Total Conc. % (Lab)			20.73	25.46		21.22	27.91				
To Ca mmol/l, mmol/g	9.48		2,088.60	975.30	5.77	2,200.90	960.00	5.77			
To S mmol/l, mmol/g			54.00	982.30	5.36	123.80	982.30	4.69			
To CO ₃ mmol/l, mmol/g				70.60	0.33		85.70	0.41			
To SO ₃ mmol/l, mmol/g				0.3667	0.0019		0.0000	0.0000			
To Mg mmol/l, mmol/g					0.10			0.31			
Ca ⁺⁺ mmol/l	0.26		27.37	24.72		27.78	28.80				
Mg ⁺⁺ mmol/l			117.86	155.03		113.36	162.59				
Cl ⁻ mg/l			230.43	269.42		230.43	304.87				
Mn ⁺⁺ mg/l			12.66	101.65		13.00	102.12				
Al mg/l											
Fe mg/l											
Particle Size (% on sieve)	212 Micron			0.00		0.30	0.00	0.30			
	106 Micron			0.42		0.30	1.38	0.50			
	75 Micron			1.91		0.50	2.96	1.10			
	63 Micron			1.27		2.80	1.77	3.90			
	45 Micron			4.66		15.00	4.34	25.30			
	20 Micron			11.01		39.60	10.45	32.10			
	<20 Micron			80.73		41.50	79.10	36.80			
Composition	CaCO ₃ %	94.82		17.66	0.60	3.31	17.99	0.72	4.10		
	CaO %	53.10									
	MgO %	1.04				0.41		1.23			
	SiO ₂ +Insol. %	3.69				2.02		2.14			
	CaSO ₃ ·1/2H ₂ O %				0.00	0.02		0.00	0.00		
	CaSO ₄ ·2H ₂ O %			0.81	13.30	93.57	1.84	12.65	92.19		
PLANT OPERATION	UNIT 12				UNIT 13						
	Boiler Load	299	MW	pH Setpoint	5.3	Boiler Load	302	MW	pH Setpoint	5.3	
	Fgd Load	100	%	Density Setpoint	28	Fgd Load	100	%	Density Setpoint	28	
	SO ₂ Inlet	11,614	mg/Nm ³	Absorber bleed	85%	SO ₂ Inlet	11,052	mg/Nm ³	Absorber bleed	95%	
	SO ₂ Outlet	1,434	mg/Nm ³	Oxidation Air run	3	SO ₂ Outlet	743	mg/Nm ³	Oxidation Air run	3	
	Total Water	4,290	m ³ /d	Total Limestone	990	t/d	Total Gypsum	1,744	t/d	Desulphur	442

ตารางที่ 1-2 แสดงคุณลักษณะที่ต้องการของยิปซัม ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมยิปซัม เลขที่ มอก.595-2528 (3)

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด			
		ชั้นคุณภาพที่ 1	ชั้นคุณภาพที่ 2	ชั้นคุณภาพที่ 3	ชั้นคุณภาพที่ 4
1	แคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ร้อยละ ไม่น้อยกว่า	95	90	80	70
2	ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) และสารที่ไม่ละลายอื่นๆ ร้อยละ ไม่เกิน	1.0	3.0	-	-
3	แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ร้อยละ ไม่เกิน	0.3	0.3	-	-
4	อัลคาไลที่ละลายน้ำได้ (เทียบเป็น Na_2O) ร้อยละ ไม่เกิน	0.2	0.2	-	-
5	คลอไรด์ (เทียบเป็น NaCl) ร้อยละ ไม่เกิน	0.2	0.2	-	-

ในการศึกษาการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมพลูแก๊สจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะพบว่า กระบวนการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนสามารถเพิ่มความบริสุทธิ์และสามารถทำให้ ยิปซัมพลูแก๊สมีสีอ่อนลงได้⁴ แต่กระบวนการดังกล่าวยังคงมีข้อบกพร่องอยู่บางประการ คือ ในการล้างแต่ละครั้งจะต้องใช้สารละลายปริมาณมาก ปริมาณยิปซัมที่ได้กลับคืนมาค่อนข้างต่ำเนื่องจากมียิปซัมบางส่วนสูญเสียไประหว่างการล้าง อีกทั้งสารละลายที่ถูกทิ้งหลังจากผ่านกระบวนการล้างแล้ว ยังคงมีความเป็นกรดอยู่สูงมาก ทำให้เกิดปัญหาในการบำบัดตามมา

ปัจจุบันยิปซัมพลูแก๊สที่ได้จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะถูกนำไปใช้เป็นเพียงส่วนผสมในการผลิตปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เท่านั้น แต่จากการศึกษาผลงานวิจัยทั้งในและต่างประเทศพบว่า นอกจากยิปซัมพลูแก๊สจะสามารถนำไปใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตปูนซีเมนต์โดยไม่ต้องล้างแล้ว⁵ ยิปซัมพลูแก๊สที่มีคุณภาพสูงยังสามารถนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมแทนการใช้ยิปซัมธรรมชาติได้^{4,6-8} อาทิ เช่น นำมาใช้ผลิตเป็นแผ่นยิปซัม (gypsum board) และปูนพลาสติกเป็นต้น และหากสามารถทำให้ยิปซัมพลูแก๊สมีสีที่อ่อนลงหรือมีสีที่ค่อนข้างขาวได้แล้ว ยังสามารถนำยิปซัมพลูแก๊สมาผลิตเป็น พลาสติกโปรเจกชันหรือพลาสติกฉาบผนัง (projection plaster) ซึ่งใช้ฉาบตกแต่งภายในอาคารแทนการทาสี หรือนำไปสังเคราะห์เป็นแอนไฮไดรต์ (anhydrite) เพื่อใช้เป็นตัวเติม (filler) ในอุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมสี และอุตสาหกรรมพลาสติก ยิปซัมพลูแก๊สนอกจากจะสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมได้แล้ว ในด้านการเกษตรยังสามารถนำมาใช้ในการควบคุมความเป็นกรดของดินได้อีกด้วย⁹

ในประเทศไทยพลาสติกเทอร์ฉาบผนังและตัวเติมชนิดแอนไฮไดรท์ยังไม่มีการผลิต ทั้งนี้เนื่องจากผลิตภัณฑ์ทั้งสองประเภทนี้ จะต้องผลิตจากมัลติเฟสพลาสติก (multiphase plaster) และแอนไฮไดรท์ ซึ่งต้องใช้คุณสมบัติในการเผาแคลไซน์ที่ค่อนข้างสูง (300 ถึง 700 องศาเซลเซียส)⁵ ส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูงขึ้นตามไปด้วย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งที่จะนำยิปซัมพลูแก๊สที่ได้จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะมาทำการศึกษาหากระบวนการในการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมพลูแก๊สให้ดียิ่งขึ้น อีกทั้งยังทำการศึกษานำเอายิปซัมพลูแก๊สไปประยุกต์ใช้ในงานที่แตกต่างออกไป เพื่อเพิ่มขีดความสามารถในการใช้ประโยชน์จากยิปซัมพลูแก๊สให้มากยิ่งขึ้น

วัตถุประสงค์

- เพื่อศึกษาการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมพลูแก๊สทั้งทางด้านเคมีและด้านกายภาพ
- เพื่อศึกษาการเตรียมมัลติเฟสพลาสติกและแอนไฮไดรท์ที่อุณหภูมิต่ำ และศึกษาสมบัติของมัลติเฟสพลาสติกและแอนไฮไดรท์ที่เตรียมได้
- เพื่อศึกษานำมัลติเฟสพลาสติกมาประยุกต์ใช้ในการผลิตพลาสติกเทอร์ฉาบผนัง

ขอบเขตงานวิจัย

งานวิจัยนี้จะทำการศึกษาหาแนวทางในการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมพลูแก๊ส และศึกษาสมบัติของยิปซัมพลูแก๊สทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการ จากนั้นจึงนำยิปซัมพลูแก๊สมาสังเคราะห์เป็นมัลติเฟสพลาสติกและแอนไฮไดรท์ที่อุณหภูมิต่ำโดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวช่วยในการเร่งปฏิกิริยา และศึกษาสมบัติของพลาสติกที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งยังทำการศึกษการผลิตพลาสติกเทอร์ฉาบผนังจากมัลติเฟสพลาสติกที่เตรียมได้ ตลอดจนผลของสารเติมที่มีต่อสมบัติในการใช้งานของพลาสติกเทอร์ฉาบผนัง

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- เพิ่มมูลค่าให้กับยิปซัมพลูแก๊ส
- เป็นข้อมูลส่งเสริมและสนับสนุนให้มีการศึกษาถึงการนำประโยชน์จากยิปซัมพลูแก๊ส
- ก่อให้เกิดความตระหนักในการใช้ยิปซัมที่มีชั้นคุณภาพสูงเกินความต้องการสำหรับผลิตภัณฑ์
- ลดปริมาณการทำเหมืองยิปซัม ช่วยให้มียิปซัมสำรองในประเทศ

บทที่ 2

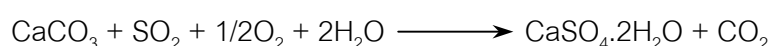
ข้อมูลเบื้องต้น

2.1 เครื่องกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (flue-gas desulphurization or FGD) ของโรงไฟฟ้าแม่เมาะ

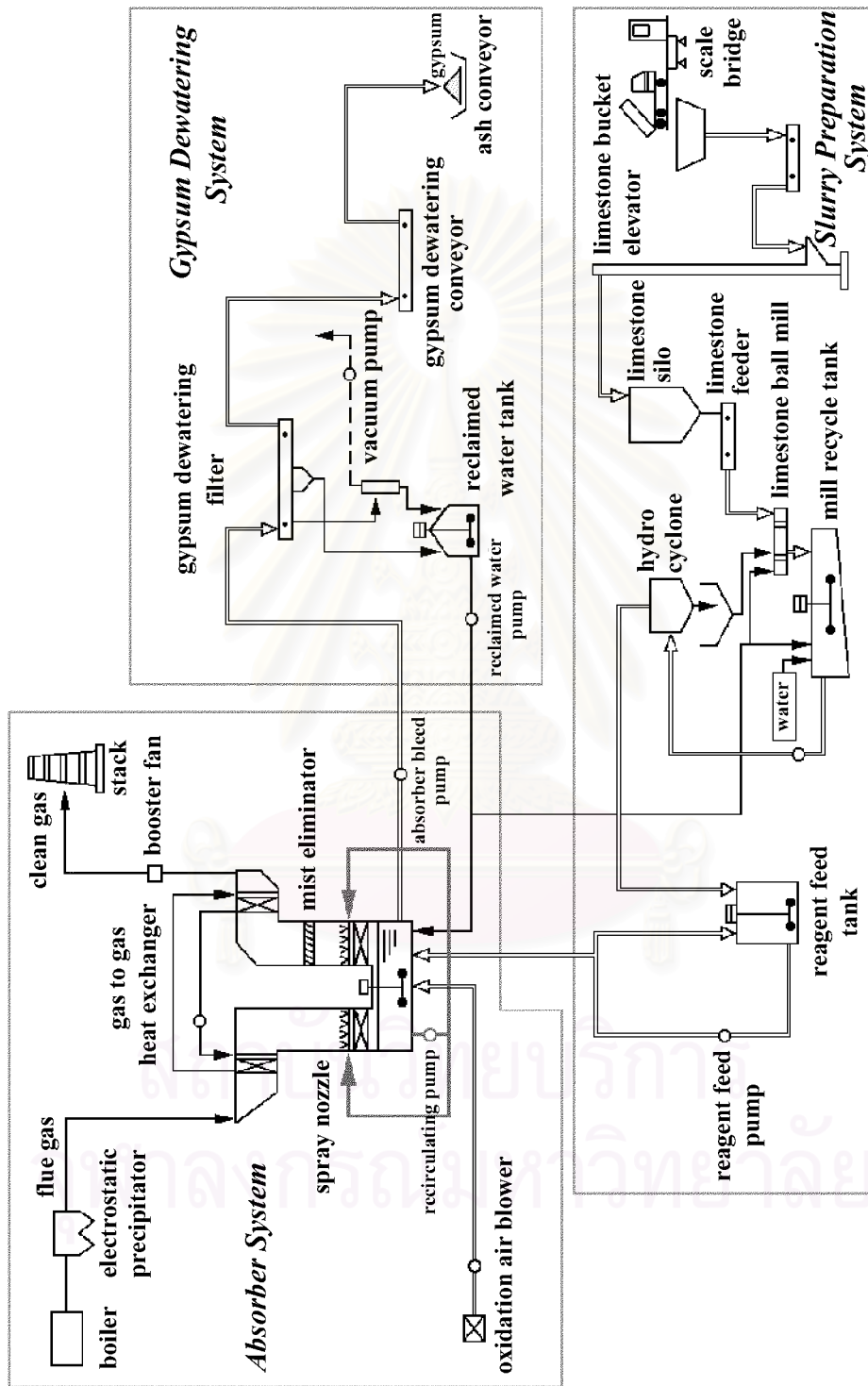
เครื่องกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์หรือเครื่องเอพจีดีของโรงไฟฟ้าแม่เมาะเป็นชนิดเปียก (wet type) ใช้หินปูน (calcium carbonate - CaCO_3) เป็นตัวดูดซับ (absorbent) ทำให้เกิดยิปซัม (calcium sulphate dihydrate - $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ที่เรียกว่ายิปซัมพลูแก๊ส การทำงานของระบบเอพจีดีของโรงไฟฟ้าแม่เมาะ (รูปที่ 2-1) ประกอบด้วย 3 ระบบใหญ่ๆ คือ

2.1.1 ระบบเตรียมน้ำหินปูน (slurry preparation system) รถบรรทุกจะขนหินปูนมาทำการชั่งน้ำหนัก (scale bridge) ก่อนลำเลียงไปเก็บในยูนิตหินปูน (limestone silo) หลังจากนั้นหินปูนจะถูกบดเข้าสู่มิลบด (ball mill) ทำการบดผสมกับน้ำในอัตราส่วนที่เหมาะสมจนเป็นน้ำหินปูนไหลลงสู่ถังพัก (mill recycle tank) จากถังพัก น้ำหินปูนจะถูกสูบไปยังชุดแยกขนาด (hydrocyclone) เพื่อแยกเอาขนาดที่เหมาะสมไปเก็บไว้ยังถังป้อนน้ำหินปูน (reagent feed tank) เพื่อใช้ในระบบจับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ต่อไป ส่วนหินปูนที่ยังไม่ได้ขนาดจะไหลกลับไปยังมิลบดอีกครั้ง

2.1.2 ระบบจับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (absorber system) ในระบบนี้จะประกอบด้วยอุปกรณ์จับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ซึ่งจะมีลักษณะคล้ายหอคอย ด้านบนจะติดตั้งอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน (gas to gas heat exchanger) อยู่ทั้งทางด้านเข้าและออกของอุปกรณ์จับแก๊ส หลังจากที่ผ่านมาเครื่องจับฝุ่น (electrostatic precipitator) แล้วแก๊สเสีย (flue gas) จากหม้อน้ำซึ่งมีอุณหภูมิประมาณ 163 องศาเซลเซียส จะผ่านเข้าสู่อุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อนเพื่อทำให้แก๊สเสียมีอุณหภูมิลดลงเหลือ 145 องศาเซลเซียส แก๊สดังกล่าวจะปะทะและคลุกเคล้ากับน้ำหินปูนที่ฉีดออกมาจากหัวฉีด (nozzle) แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์จะละลายออกจากแก๊สเสียผสมกับน้ำหินปูนตกลงมายังบ่อที่อยู่ด้านล่างของอุปกรณ์จับแก๊ส สารละลายจะถูกเติมออกซิเจนด้วยเครื่อง oxygen air blower เพื่อให้สารละลายเปลี่ยนเป็นยิปซัสดังสมการ



แก๊สเสียที่เหลือออกจากอุปกรณ์จับแก๊สจะผ่านไปยังอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อนเพื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นถึงประมาณ 80 องศาเซลเซียสก่อนปล่อยออกสู่บรรยากาศ



รูปที่ 2-1 แสดงการทำงานของระบบกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ของโรงไฟฟ้าแม่เมาะ¹⁰

2.1.3 ระบบแยกน้ำออกจากยิปซัม (gypsum dewatering system) ยิปซัมผสมน้ำจากอุปกรณ์จับแก๊สจะถูกส่งไปยังเครื่องแยกน้ำซึ่งมีลักษณะเป็นสายพานและบนสายพานจะมีผ้ากรอง (gypsum dewatering filter) ส่วนใต้ของสายพานจะติดอยู่กับปั๊มสูญญากาศ เพื่อดูดน้ำให้แยกออกจากยิปซัม น้ำจะถูกนำกลับมาใช้ใหม่ ส่วนยิปซัมจะไหลลงสู่สายพานส่ง (ash conveyor) เพื่อนำไปทิ้งหรือใช้งานต่อไป

2.2 ยิปซัมฟลูแก๊ส

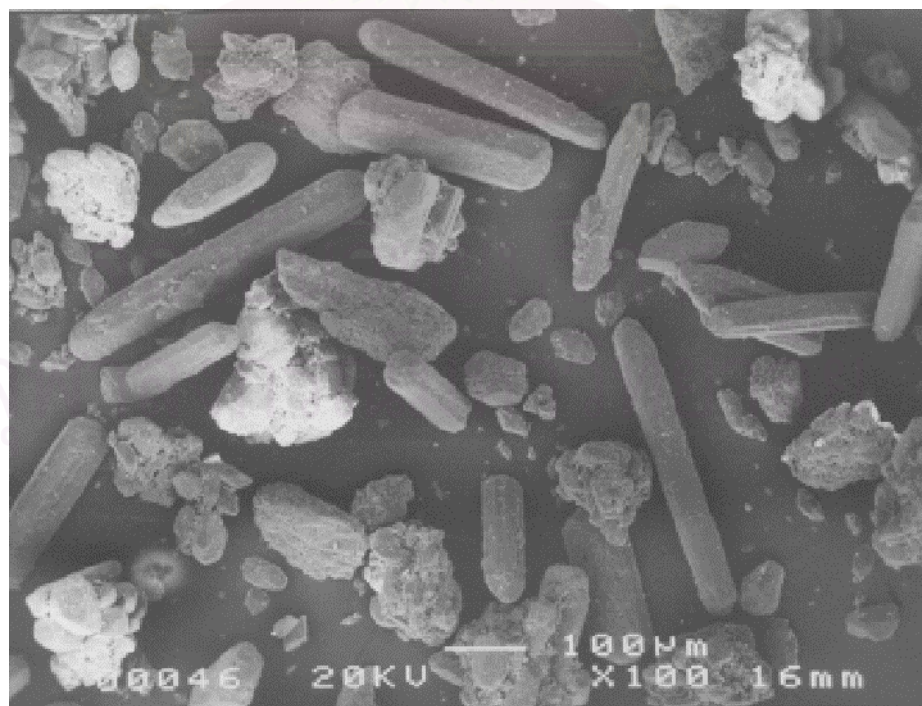
ยิปซัมฟลูแก๊สจัดเป็นยิปซัมสังเคราะห์ประเภทหนึ่งซึ่งเป็นผลจากกระบวนการกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงจำพวกน้ำมันและถ่านหินโดยเฉพาะอย่างยิ่งจากโรงไฟฟ้า ผลจากการที่ประเทศเยอรมันตะวันตกได้นำเอาระบบเอพีจีดีมาใช้ในการกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์อย่างจริงจังตั้งแต่ปี ค.ศ. 1983 และจากกฎหมายที่เกี่ยวข้องกับการป้องกันและอนุรักษ์สิ่งแวดล้อมทำให้ประเทศต่างๆ ในกลุ่ม European Communities (EC) และในกลุ่ม Organization for Economic Cooperation and Development (OECD) นำระบบเอพีจีดีมาใช้กันอย่างแพร่หลาย¹¹ ปริมาณยิปซัมฟลูแก๊สที่เกิดขึ้นในแต่ละปีจึงมีปริมาณปีละหลายล้านตัน จากข้อมูลในปี ค.ศ. 1996 ปริมาณยิปซัมฟลูแก๊สที่เกิดจากประเทศในทวีปยุโรปมีประมาณ 8.2 ล้านตัน¹² และจากการคาดการณ์ในปี ค.ศ. 2000 จะมียิปซัมฟลูแก๊สเพิ่มมากขึ้นเป็นกว่า 14 ล้านตันซึ่งจะมากเกินความต้องการใช้ในอุตสาหกรรมยิปซัม^{6,11} ด้วยเหตุนี้จึงทำให้เกิดงานวิจัยต่างๆ ขึ้นมากมายทั้งจากการสนับสนุนของภาครัฐและเอกชน เพื่อปรับปรุงคุณภาพของยิปซัมฟลูแก๊ส และเพื่อพัฒนาผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ๆ ที่สามารถใช้ยิปซัมฟลูแก๊สเป็นวัตถุดิบได้ เกณฑ์คุณภาพของยิปซัมฟลูแก๊สจึงถูกกำหนดขึ้นดังแสดงในตารางที่ 2-1 ปัจจุบันยิปซัมฟลูแก๊สไม่ถูกจัดเป็นของเหลือทิ้ง (waste) ตามข้อกำหนดของ European Waste Catalogue (EWC) และ OECD แต่ถูกจัดให้เป็นวัตถุดิบหรือผลิตภัณฑ์อย่างหนึ่ง¹³

ในประเทศไทยยิปซัมฟลูแก๊สที่เกิดจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะมีปีละประมาณ 3 ล้านตัน^{1,2} และจากรายงานการศึกษาลักษณะเฉพาะและสมบัติของยิปซัมฟลูแก๊ส พบว่ายิปซัมฟลูแก๊สมีความบริสุทธิ์ (ปริมาณแคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต) ประมาณร้อยละ 93⁴ มีสิ่งเจือปน (impurities) ต่างๆ อาทิ เช่น โดโลไมต์ ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) เถ้าลอย (fly ash) และสารประกอบของเหล็กซึ่งทำให้ยิปซัมมีสีน้ำตาล¹² อีกทั้งลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคยังมีความแตกต่างกันมาก (รูปที่ 2-2) ด้วยเหตุนี้จึงทำให้มีข้อจำกัดในการที่จะนำยิปซัมฟลูแก๊สจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะมาใช้เป็นวัตถุดิบแทนยิปซัมธรรมชาติ แต่จากการศึกษางานวิจัยต่างๆ พบว่า

เมื่อนำยิปซัมฟลูแก๊สมาผ่านกระบวนการบางอย่าง เช่น การล้าง การอบแห้ง และการทำ agglomeration ซึ่งจะทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สมีสมบัติที่ดีขึ้นและสามารถนำมาใช้ได้เช่นเดียวกับ ยิปซัมธรรมชาติ^{6,14-16}

ตารางที่ 2-1 แสดงคุณลักษณะที่ต้องการของยิปซัมฟลูแก๊ส¹⁴

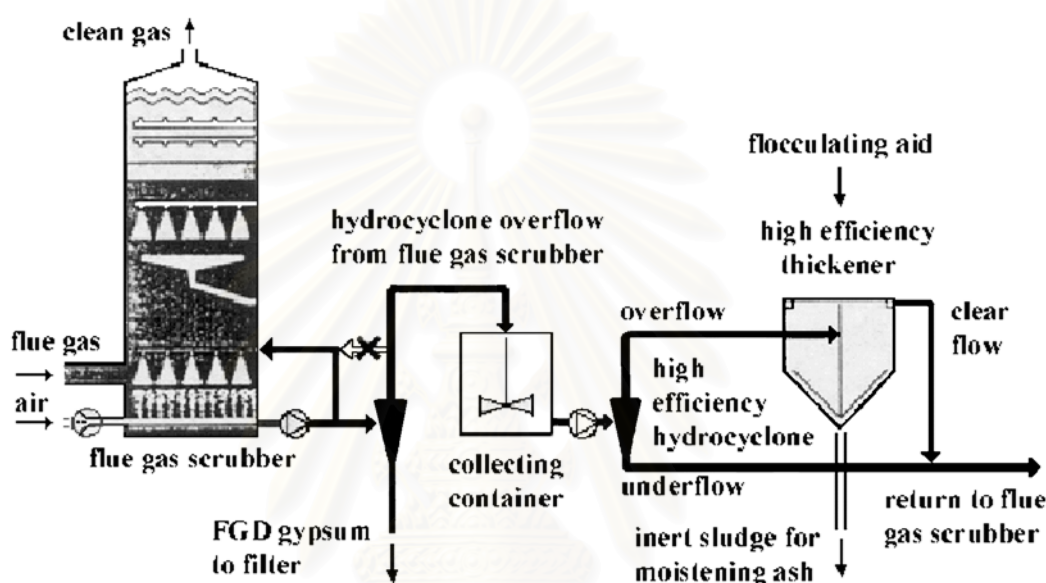
คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด
ความชื้น ร้อยละไม่เกิน	10
แคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต ร้อยละ (น้ำหนักแห้ง) มากกว่า	95
แมกนีเซียมออกไซด์ ร้อยละ (น้ำหนักแห้ง) ไม่เกิน	0.1
คลอไรด์ ร้อยละ (น้ำหนักแห้ง) ไม่เกิน	0.01
โซเดียมออกไซด์ ร้อยละ (น้ำหนักแห้ง) ไม่เกิน	0.06
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ร้อยละ (น้ำหนักแห้ง) ไม่เกิน	0.25
ค่า pH	5-9
สี	ขาว
กลิ่น	ไม่มี
ความเป็นพิษ (toxicity)	ไม่มี



รูปที่ 2-2 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ⁴

2.3 การล้างยิปซัมฟลูแก๊ส

จากการศึกษาพบว่า การล้างยิปซัมฟลูแก๊สสามารถทำได้ 2 วิธี วิธีแรกคือการใช้ไฮโดรไซโคลนซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้กันในปัจจุบันเนื่องจากสามารถทำการล้างได้ในลักษณะต่อเนื่องและล้างได้ปริมาณมาก โดยทั่วไปขั้นตอนของการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลนนี้จะเป็นขั้นตอนที่เพิ่มเข้าไปก่อนการแยกน้ำออกจากยิปซัม^{7,16-17} ดังรูปที่ 2-3 ซึ่งสามารถทำได้ง่ายกว่าและประหยัดกว่าการที่จะต้องไปเพิ่มขั้นตอนดังกล่าวในกระบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรม

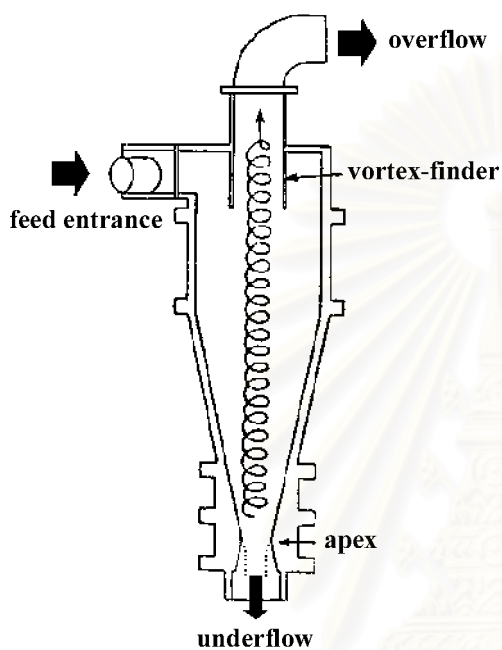


รูปที่ 2-3 แสดงกระบวนการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน¹⁶

หลักการคัตขนาดของไฮโดรไซโคลน คือ การใช้แรงหมุน (centrifugal force) ในการเพิ่มอัตราการตกของอนุภาค (แรงที่เกิดขึ้นในไซโคลนมี 2 แรงที่อยู่ตรงข้ามกัน คือ แรงหนึ่งเป็นแรงหมุน อีกแรงหนึ่งซึ่งอยู่ตรงข้ามกัน คือ แรงดูด (drag force) การแยกของอนุภาคจะขึ้นอยู่กับขนาด และความถ่วงจำเพาะของอนุภาค อนุภาคที่มีขนาดใหญ่และความถ่วงจำเพาะสูงซึ่งตกเร็วกว่า จะวิ่งไปที่ผนังของไฮโดรไซโคลนซึ่งมีความเร็วที่ต่ำที่สุด และจะเคลื่อนตัวลงที่ apex เป็นส่วนที่เรียกว่า "underflow" และเนื่องจากการกระทำของแรงดูด อนุภาคที่มีขนาดเล็กและความถ่วงจำเพาะต่ำซึ่งตกช้ากว่าจะเคลื่อนตัวเข้าสู่แกนกลางซึ่งเป็นบริเวณที่มีความดันต่ำ และในที่สุดก็จะถูกพาออกไปที่ vortex-finder เป็นส่วนที่เรียกว่า "overflow" (รูปที่ 2-4)

การล้างยิปซัมอีกวิธีหนึ่งคือ การล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน (acid leaching and sedimentation)⁴ โดยกรดที่ใช้ คือ กรดซัลฟูริก วัตถุประสงค์ในการเติมกรดนี้ก็เพื่อให้ทำปฏิกิริยากับแคลเซียมคาร์บอเนตที่ปนมากับยิปซัมฟลูแก๊สให้เปลี่ยนเป็นยิปซัมมากขึ้น และ

เพื่อละลายเอาเหล็กออกจากแร่ที่ปะปนมาในลักษณะต่างๆ (Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ $Fe(OH)_2$) โดยเฉพาะพวกที่เป็นคอลลอยด์ซึ่งไม่สามารถแยกออกได้ด้วยเครื่องแยกแม่เหล็ก (magnetic separator)¹² จากนั้นจึงนำไปตกตะกอนเพื่อแยกยิปซัมออก ยิปซัมที่ผ่านการล้างแล้วจะมีความบริสุทธิ์และความสะอาดมากขึ้น (รูปที่ 2-5) การล้างโดยวิธีนี้ยังคงเป็นเพียงการศึกษาในระดับห้องปฏิบัติการเท่านั้น



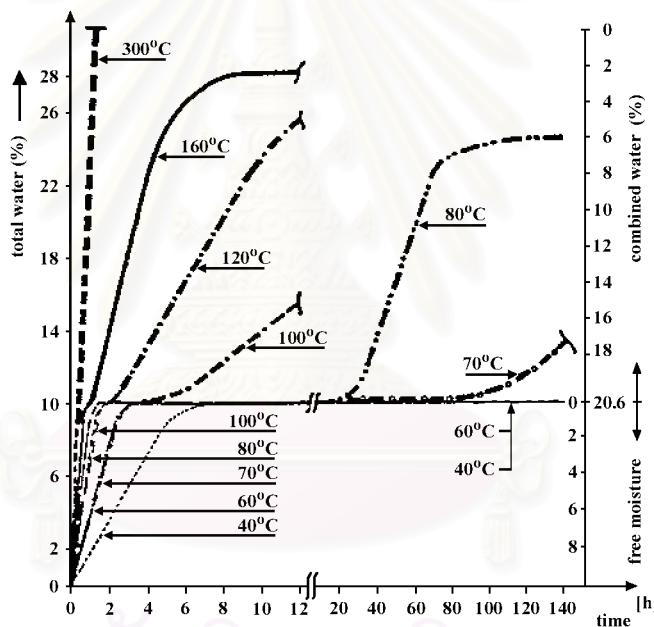
รูปที่ 2-4 แสดงการทำงานของไฮโดรไซโคลน¹⁸



รูปที่ 2-5 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้ว⁴

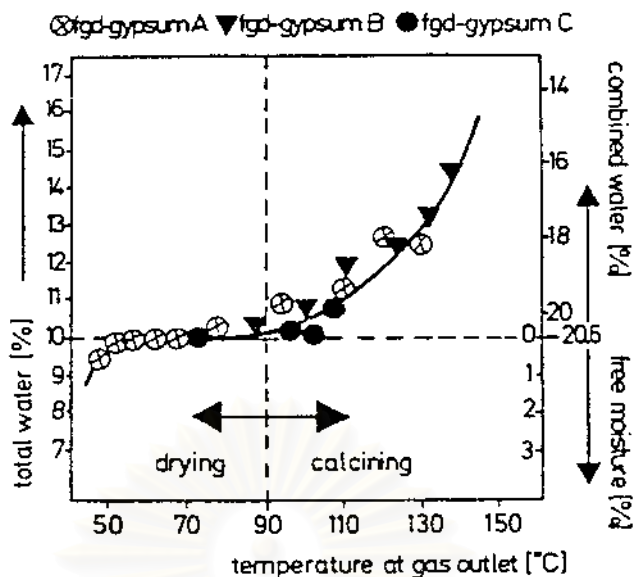
2.4 การอบแห้งยิปซัมฟลูแก๊ส

ยิปซัมฟลูแก๊สโดยทั่วไปจะมีความชื้นประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเกิดจากการที่มีน้ำถูกดูดซับอยู่ที่ผิวของอนุภาค นอกจากความชื้นแล้วในยิปซัมเองยังมีน้ำอยู่อีกประมาณร้อยละ 20 โดยเป็นน้ำที่อยู่ในโครงสร้าง (crystal water or combined water) โดยทั่วไปน้ำที่ถูกดูดซับอยู่ที่ผิวสามารถไล่ออกไปได้โดยการให้ความร้อน แต่การให้ความร้อนที่มากเกินไปและนานเกินไปจะทำให้น้ำที่อยู่ในโครงสร้างออกไปด้วย ดังนั้นกระบวนการในการให้ความร้อนแก่ยิปซัมจึงสามารถแบ่งได้เป็น 2 ขั้นตอน ขั้นแรกคือการอบแห้ง ซึ่งเป็นการให้ความร้อนเพื่อกำจัดความชื้นออกไปเท่านั้น ขณะที่ในขั้นที่สองจะเป็นการให้ความร้อนเพื่อดึงน้ำที่อยู่ในโครงสร้างออกมาซึ่งเรียกว่า "การแคลไซน์" จากรูปที่ 2-6 จะเห็นว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแห้ง คืออุณหภูมิที่ต่ำกว่า 70 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 70 องศาเซลเซียส ยิปซัมจะเริ่มสูญเสียน้ำในโครงสร้าง



รูปที่ 2-6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำที่สูญเสียไปกับระยะเวลาในการอบ¹⁹

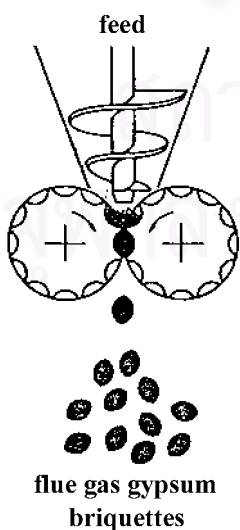
เนื่องจากในอุตสาหกรรมการอบแห้งยิปซัมฟลูแก๊สจะต้องคำนึงถึงพลังงานและเวลาที่ใช้ ด้วยเหตุนี้จึงทำให้มีการศึกษากันต่อๆ มาและพบว่าการอบแห้งด้วยวิธี cocurrent drying ซึ่งจะให้ลมร้อนที่มีอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสผ่านเข้าไปสัมผัสกับยิปซัมโดยตรงจะเป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุด อุณหภูมิของลมร้อนที่ออกมา (exhaust gas temperature) จะสัมพันธ์กับปริมาณน้ำที่สูญเสียไปดังรูปที่ 2-7 ซึ่งจากรูปแสดงให้เห็นว่าเราสามารถควบคุมไม่ให้เกิดการแคลไซน์ขึ้นในขณะที่ทำการอบแห้งได้โดยการควบคุมอุณหภูมิของลมร้อนที่ออกมาให้อยู่ที่ 90 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการอบเพียง 8-13 วินาทีเท่านั้น¹⁹



รูปที่ 2-7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำที่สูญเสียไปกับอุณหภูมิของลมร้อน¹⁹

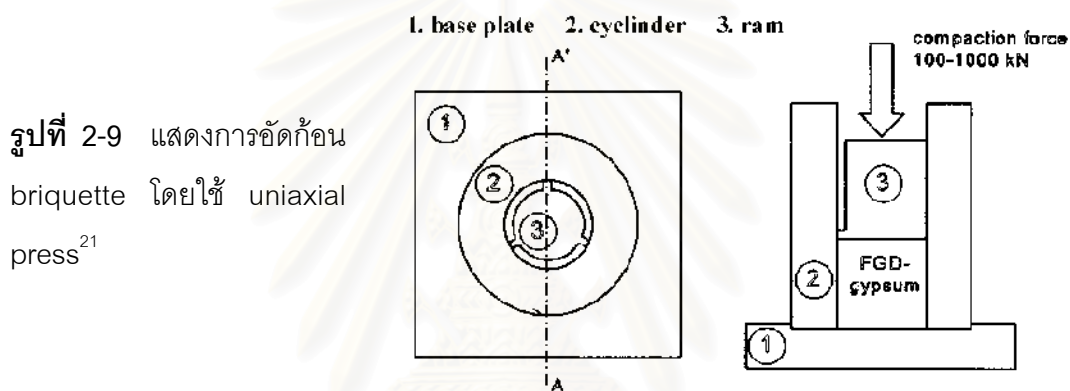
2.5 การทำ Agglomeration

จากลักษณะรูปร่างของยิปซัมฟลูแก๊สซึ่งมีลักษณะรูปร่างแตกต่างกันมากตั้งแต่ที่มีรูปร่างเป็นก้อน (aspect ratio ≈ 1) จนถึงที่มีลักษณะเป็นแท่ง (rod shape, aspect ratio > 1) ดังแสดงในรูปที่ 2-5 ทำให้เกิดปัญหาด้านการไหลตัว (rheology) เมื่อนำยิปซัมฟลูแก๊สไปใช้ประโยชน์ จึงได้มีการศึกษาและพบว่าปัญหาดังกล่าวสามารถแก้ไขได้โดยใช้วิธีการอัดซึ่งเรียกว่า การทำ "agglomeration" วัตถุประสงค์ของการทำ agglomeration นี้ก็เพื่อทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สมีสมบัติทางกายภาพใกล้เคียงกับยิปซัมธรรมชาติ

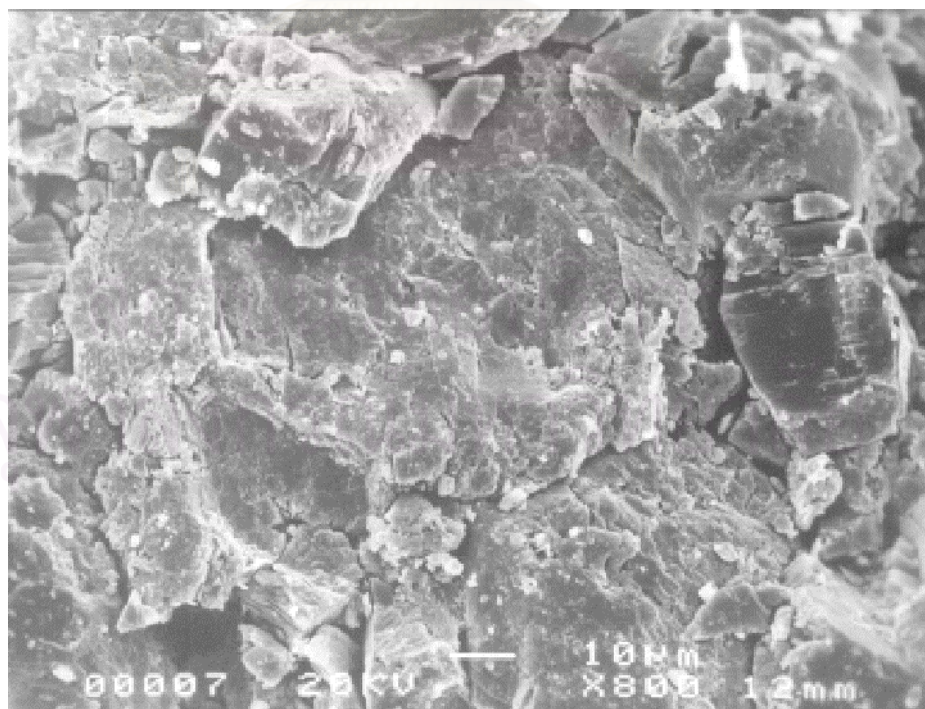


รูปที่ 2-8 แสดงการทำ briquette โดยใช้เครื่อง roller press²⁰

การทำ agglomeration สามารถทำได้หลายวิธี แต่ในปัจจุบันวิธีที่นิยมใช้กันมากคือ การอัดแห้งเป็นก้อน briquette (รูปที่ 2-8) ทั้งนี้เนื่องมาจากการทำเป็น briquette จะทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สมีค่าความหนาแน่นปรากฏ (apparent density) สูงกว่าวิธีอื่น (มีค่าประมาณ 2.15 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับยิปซัมธรรมชาติที่มีค่า 2.3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) สะดวกในการเก็บ ทั้งยังสามารถทำได้ง่ายและไม่จำเป็นต้องมีการเติมสารจำพวก bonding agent ลงไปเพื่อช่วยเพิ่มความแข็งแรงอีกด้วย นอกจากการทำเป็น briquette จะสามารถทำได้โดยใช้ roller press แล้วยังสามารถทำได้โดยการอัดแบบ uniaxial press ดังแสดงในรูปที่ 2-9 ได้อีกวิธีหนึ่งด้วย และเมื่อนำยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการทำเป็น briquette แล้วไปตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM (รูปที่ 2-10) จะเห็นว่าไม่มีอนุภาครูปแท่งของยิปซัมฟลูแก๊สในตอนแรกปรากฏให้เห็น



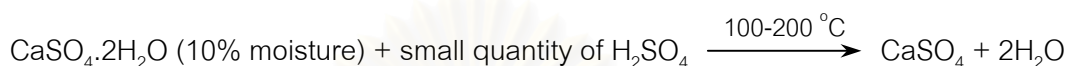
รูปที่ 2-9 แสดงการอัดก้อน briquette โดยใช้ uniaxial press²¹



รูปที่ 2-10 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่อัดที่แรงดัน 200 บาร์⁴

2.6 กระบวนการ semidry acid-anhydrite

กระบวนการ semidry acid-anhydrite เป็นกระบวนการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์ที่อุณหภูมิต่ำ (ประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส) โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา^{7,8,22} ทำให้ยิปซัมสามารถเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันไปเป็นแอนไฮไดรท์สองได้โดยตรงโดยไม่ต้องเปลี่ยนเป็นแคลเซียมซัลเฟตเฮมิไฮเดรตและแอนไฮไดรท์สามก่อน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสามารถเขียนเป็นสมการได้ดังนี้



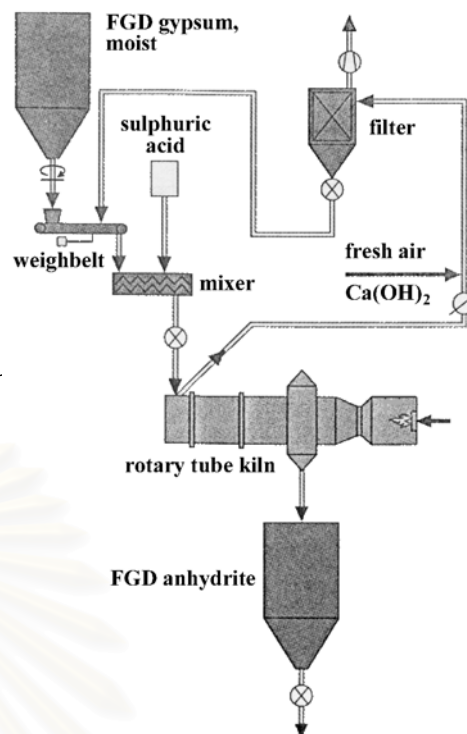
จากรายงานการศึกษาการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์ด้วยวิธีการดังกล่าว โดยการผสมยิปซัมฟลูแก๊สเข้ากับกรดซัลฟูริก 2 เปอร์เซ็นต์ และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลาต่างๆ กัน (ตารางที่ 2-2) พบว่าปริมาณแคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรตจะลดลงขณะที่ปริมาณแอนไฮไดรท์จะเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้มากขึ้น ด้วยเหตุนี้ถ้าเรานำกระบวนการ semidry acid-anhydrite มาใช้ในการเปลี่ยนยิปซัมบางส่วนให้เป็นแอนไฮไดรท์ในสัดส่วนที่ต้องการได้แล้ว เราก็สามารถจะสังเคราะห์เม็ดดีเฟสพลาสติกที่อุณหภูมิต่ำได้ เพียงเผาแคลซียมยิปซัมที่เหลือให้เปลี่ยนเป็นแคลเซียมซัลเฟตเฮมิไฮเดรตเท่านั้น

ตารางที่ 2-2 แสดงปริมาณเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการ semidry acid-anhydrite²²

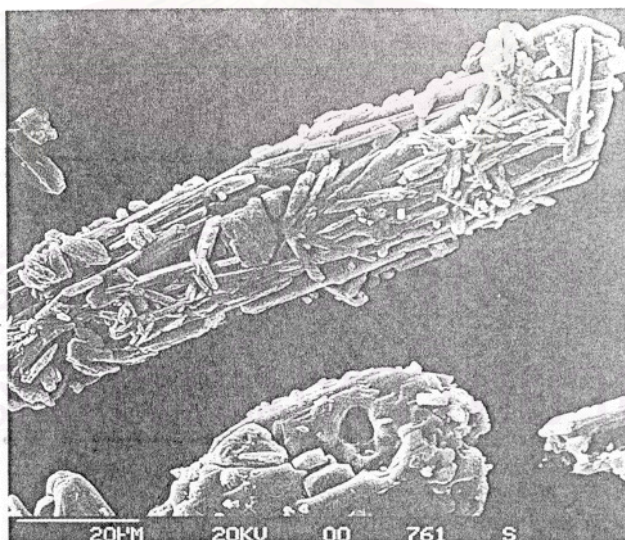
เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)	เฟส (ร้อยละ)			
	CaSO ₄ ·2H ₂ O	CaSO ₄ ·1/2H ₂ O	CaSO ₄	SiO ₂
1	84.9	0.9	13.5	0.6
2	51.4	1.0	46.6	1.0
3	37.8	0.7	60.4	1.0
4	18.7	0.2	80.4	0.7
24	0.1	0.0	99.4	0.5

เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จำเป็นต้องใช้กรดซัลฟูริก ดังนั้นหลังจากที่ยิปซัมเปลี่ยนเป็นแอนไฮไดรท์แล้วจึงต้องมีการเติมแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)₂) หรือแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) เพื่อทำให้เป็นกลางก่อน ปัจจุบันกระบวนการดังกล่าวได้มีการพัฒนาขึ้นจากการสังเคราะห์ในระดับห้องปฏิบัติการซึ่งใช้ disk dryer มาเป็นการผลิตแอนไฮไดรท์ในระดับอุตสาหกรรมซึ่งจะใช้ counter-flow rotary tube kiln (รูปที่ 2-11)

รูปที่ 2-11 แสดงกระบวนการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์
ในอุตสาหกรรมด้วยวิธี semidry acid-anhydrite²²



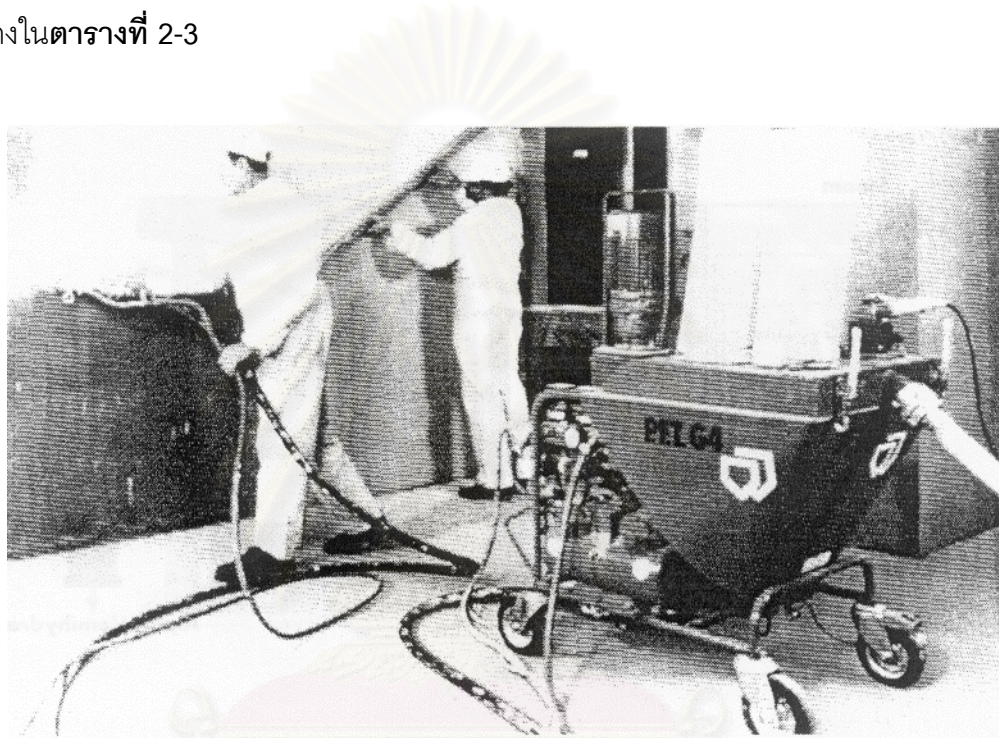
ผลึกของแอนไฮไดรท์ที่เกิดขึ้นนี้จะเกาะกันเป็นกลุ่มอยู่บนอนุภาคของยิปซัมเดิม
ดังรูปที่ 2-12 โดยอนุภาคของแอนไฮไดรท์จะมีรูปร่างตั้งแต่ที่เป็นแท่ง (prismatic) จนถึงที่มี
ลักษณะเป็นแผ่น (plate) และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 2 ไมโครเมตร²²



รูปที่ 2-12 ภาพถ่าย SEM ของแอนไฮไดรท์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ semidry acid-anhydrite²²

2.7 พลาสเตอร์โปรเจคชัน (projection plaster)

พลาสเตอร์โปรเจคชันหรือพลาสเตอร์ฉาบผนังเป็นผลิตภัณฑ์พลาสเตอร์ชนิดหนึ่งที่ใช้ในการฉาบตกแต่งภายในอาคารแทนการทาสี เนื่องจากในการใช้งานนั้นจะใช้เครื่องฉีดพ่นพลาสเตอร์ออกไป (รูปที่ 2-13) ดังนั้นบางครั้งจึงเรียกพลาสเตอร์ชนิดนี้ว่า "machine-applied plaster" พลาสเตอร์ฉาบผนังสามารถทำได้โดยการนำมัลติเฟสพลาสเตอร์มาผสมสารเติมแต่งต่างๆ เพื่อให้ได้พลาสเตอร์ฉาบผนังที่มีสมบัติเหมาะสมในการนำไปใช้งาน โดยสมบัติดังกล่าวแสดงในตารางที่ 2-3

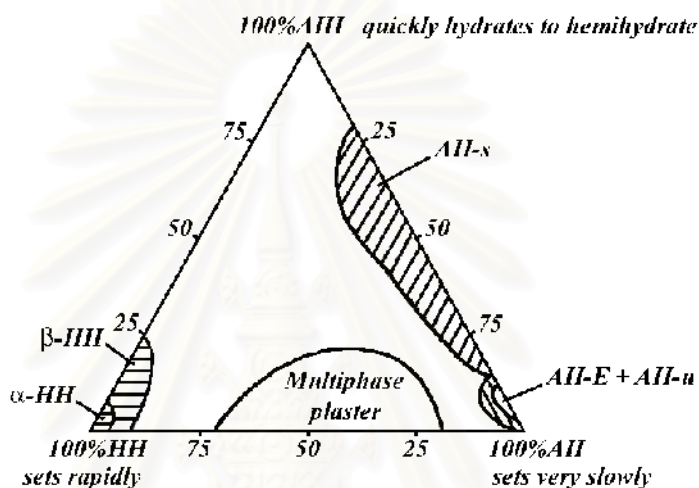


รูปที่ 2-13 แสดงการใช้ "machine-applied plaster" ในการฉาบผนัง¹⁶

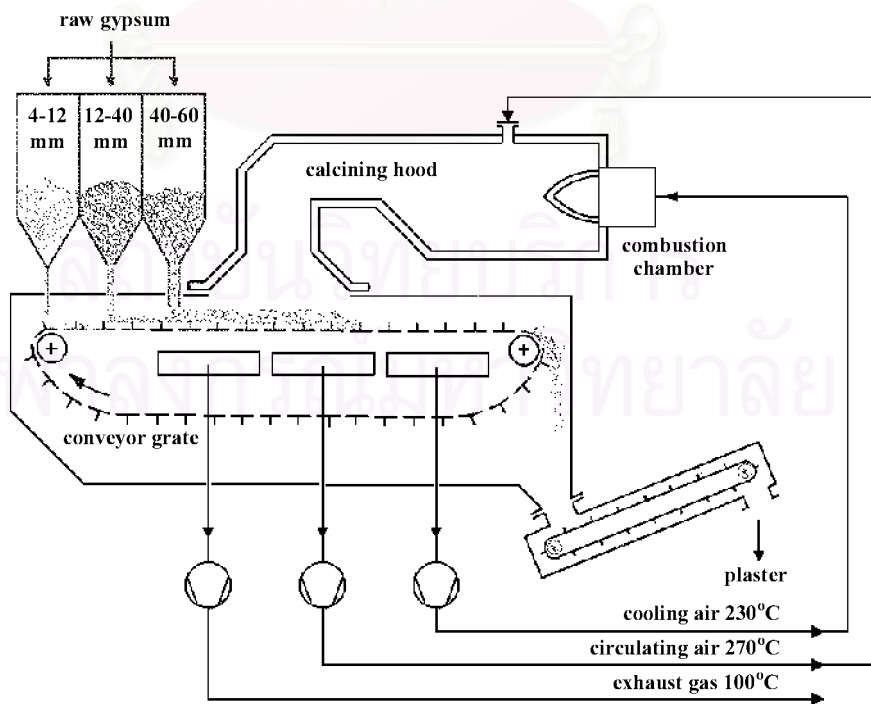
ตารางที่ 2-3 แสดงสมบัติของพลาสเตอร์โปรเจคชัน²³

สมบัติ	
อัตราส่วนน้ำต่อพลาสเตอร์	0.45-0.55
เวลาในการเซตตัวเริ่มต้น (นาที)	60-120
เวลาในการเซตตัวสุดท้าย (นาที)	170-220
ความแข็งแรงหลังเซตตัว (นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร)	
flexural strength	1-2
compressive strength	4-6
ความหนาแน่น (กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร)	1000-1200
coverage (ตารางเมตรต่อพลาสเตอร์ 100 กิโลกรัม)	9-10

มัลติเฟสพลาสเตอร์เป็นพลาสเตอร์ที่ประกอบด้วยเฟส 3 เฟสคือ เบต้าเฮมิไฮเดรต ($\beta\text{-CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, $\beta\text{-HH}$) แอนไฮไดรต์สาม (AIII, $\gamma\text{-CaSO}_4$) และแอนไฮไดรต์สอง (AII, $\beta\text{-CaSO}_4$) ดังแสดงในรูปที่ 2-14 ปัจจุบันการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ในอุตสาหกรรมจะใช้ conveyor kiln (Knauf process) ดังแสดงในรูปที่ 2-15 โดยยิปซัมที่จะป้อนเข้าเตาเผาต้องถูกนำไปบดและแยกเป็นขนาดต่างๆ กัน 3 ขนาด ยิปซัมที่มีขนาดเล็กจะอยู่ด้านล่าง ยิปซัมที่มีขนาดใหญ่จะอยู่ด้านบน ภายในเตาที่ผิวด้านบนของกองยิปซัมจะมีอุณหภูมิประมาณ 700 องศาเซลเซียส ส่วนด้านล่างอุณหภูมิจะอยู่ที่ประมาณ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2-14 เฟสไดอะแกรมแสดงองค์ประกอบของมัลติเฟสพลาสเตอร์²³



รูปที่ 2-15 แสดงการผลิตมัลติเฟสพลาสเตอร์โดยใช้ conveyor kiln²⁴

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- ยิปซัมฟลูแก๊สจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง
- กรดซัลฟูริกเข้มข้น 98% AR grade (EEC 231-639-5)
- โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (พีวีเอ) น้ำหนักโมเลกุล 14000 (Merck)
- แคลเซียมคาร์บอเนต (Fluka Chemika 21060)
- เมทิลเซลลูโลส (Methocel J75MS)
- โซเดียมลิกโนซัลโฟเนต ความถ่วงจำเพาะ 1.053 (SCC)
- เมลามีน (SKW Trostberg SMF10)

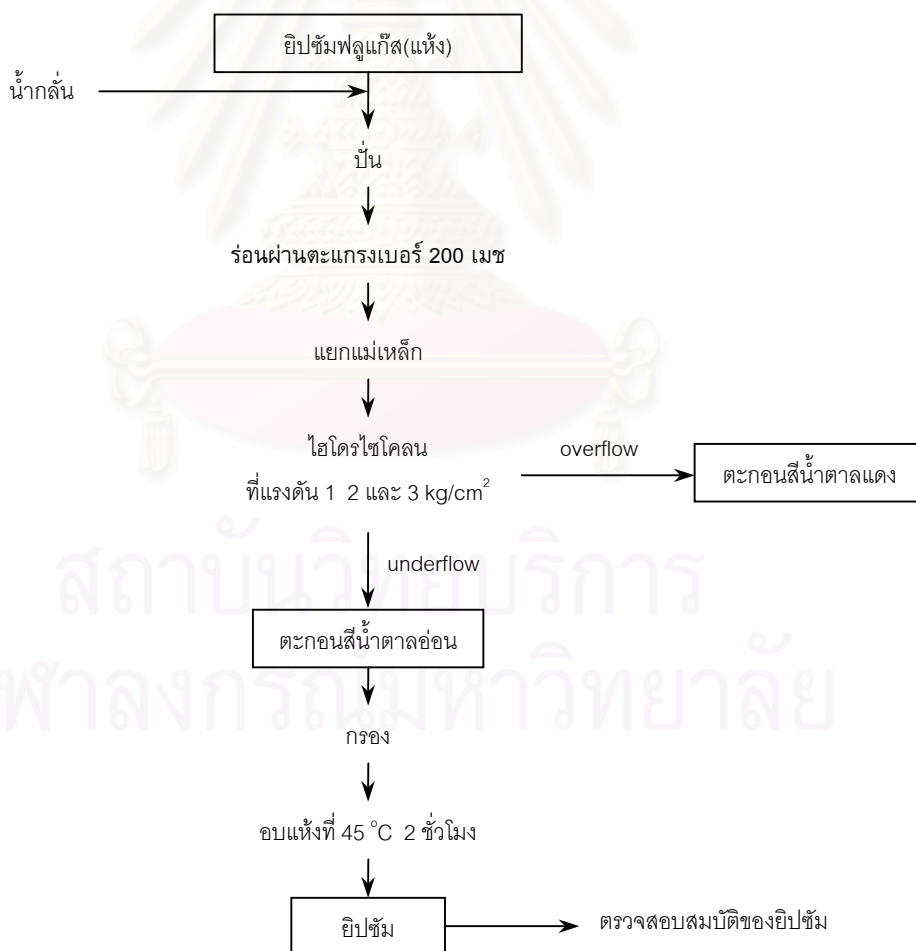
3.2 การศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊ส

สมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊สที่จะทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ได้แก่

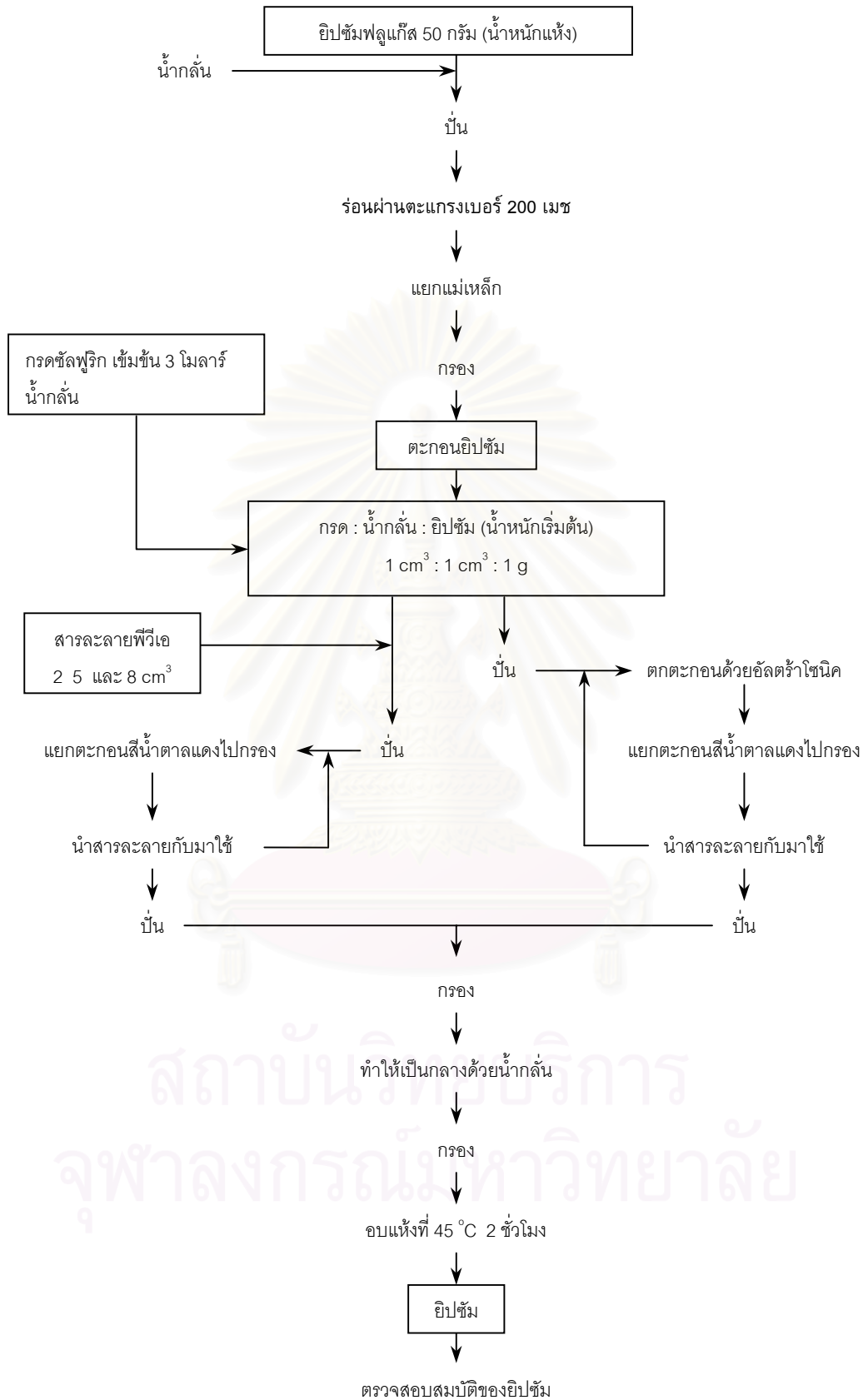
- องค์ประกอบทางเคมี (chemical composition) จากการวิเคราะห์เคมีตามมาตรฐาน ASTM C471
- แร่องค์ประกอบ (mineral phase) จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง x-ray diffractometer (Philips PW 1730/70) ในช่วง 10-50 องศา โดยใช้ความยาวคลื่น $\text{CuK}\alpha$ และใช้นิเกิลฟิลเตอร์ ที่ time constant เท่ากับ 1 วินาที และ scanning speed เท่ากับ 2 องศาต่อนาที
- พฤติกรรมทางความร้อนจากการศึกษาด้วยเครื่อง differential thermal analyzer (Netzsch Nr 1.303003) ในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส โดยใช้ heating rate เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที
- ค่าความเป็นกรด-ต่างจากการวัดด้วยเครื่อง pH meter (Mettler Toledo MP220) ตามมาตรฐาน DIN ISO 787-9
- การกระจายขนาดอนุภาคจากการทำ wet sieve analysis และจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง particle size analyzer (Malvern Mastersizer S)
- ความถ่วงจำเพาะของยิปซัมจากการวัดโดยใช้ pycnometer
- ลักษณะรูปร่างของอนุภาคจากการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JEOL JSM 6400)

3.3 การศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน

การทดลองล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลนแสดงดังรูปที่ 3-1 โดยนำยิปซัมฟลูแก๊ส 2 กิโลกรัม ผสมน้ำกลั่น 6 ลิตร นำไปปั่นให้เข้ากัน ร้อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200 เมช นำยิปซัมที่ผ่านการร่อนแล้วมาแยกสารแม่เหล็กโดยใช้แม่เหล็กดูดออก จากนั้นนำไปกรองผ่านกระดาษกรอง (Whatman No.42) นำยิปซัมที่กรองแล้วมาผสมน้ำกลั่น 8 ลิตร ป้อนผ่านเข้าไฮโดรไซโคลน (Mozley 2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว) ที่แรงดัน 1 2 และ 3 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร นาน 5 นาที เพื่อให้ยิปซัมและน้ำผสมกันดี จากนั้นจึงแยกส่วนที่เป็นตะกอนสีน้ำตาลแดง (overflow) และยิปซัม (underflow) ออกมา นำไปกรองผ่านกระดาษกรองและอบแห้งที่ 45 องศาเซลเซียส เลือกยิปซัมที่ดีที่สุดโดยดูจากสีและปริมาณที่ได้กลับมาไปศึกษาแรงค์ประกอบพฤติกรรมทางความร้อน ปริมาณเฟสต่างๆ ของระบบแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรตตามหัวข้อ 3.10 การกระจายขนาดอนุภาคและลักษณะรูปร่างของอนุภาค



รูปที่ 3-1 แสดงขั้นตอนในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลน



รูปที่ 3-2 แสดงขั้นตอนในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน

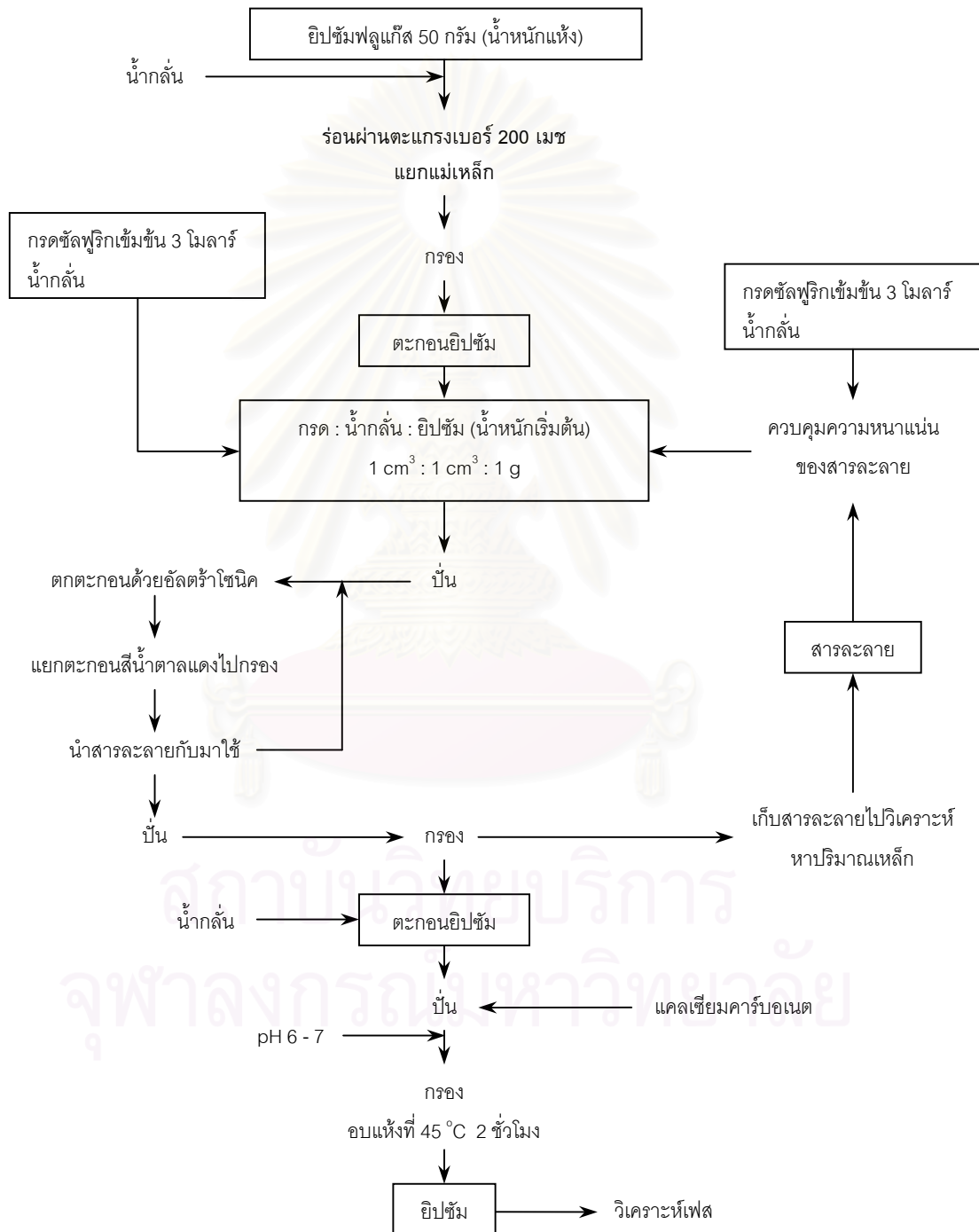
3.4 การศึกษาผลของสารละลายพีวีเอและการใช้อัลตราโซนิกที่มีต่อการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน

การทดลองจะเริ่มจากการนำยิปซัมฟลูแก๊สหนัก 57.5 กรัม (หรือคิดเป็นน้ำหนักแห้งประมาณ 50 กรัม) มาผสมกับน้ำกลั่น 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปปั่นด้วยเครื่อง magnetic stirrer 15 นาที จากนั้นนำไปร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200 เมช นำยิปซัมที่ผ่านการร่อนแล้วมาแยกสารแม่เหล็ก แล้วจึงนำไปกรองแยกตะกอนออก นำตะกอนที่กรองแล้วมาผสมกับน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 โมลาร์ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ในกรณีที่จะศึกษาผลของสารละลายพีวีเอจะเติมสารละลายลงไปหลังจากที่เติมกรดแล้ว โดยจะใช้สารละลายพีวีเอเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยมวล) นำไปปั่นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้ตกตะกอน (ในกรณีที่ใช้การตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิกให้นำบีกเกอร์ไปใส่ในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที) แยกเฉพาะตะกอนสีน้ำตาลแดงซึ่งอยู่ชั้นบนออกไปกรองโดยการเท (decantation) นำสารละลายที่กรองได้เทกลับไปผสมกับตะกอนที่เหลืออยู่ในบีกเกอร์ นำไปปั่นต่ออีก 15 นาที ปล่อยให้ตกตะกอนแยกตะกอนสีน้ำตาลแดงออก กรองสารละลายกลับมาอีกครั้ง นำสารละลายเทกลับลงไปปั่นจากนั้นนำไปกรอง นำยิปซัมที่กรองได้ไปทำให้เป็นกลาง (pH 6-7) ด้วยน้ำกลั่น กรองแยกยิปซัมออกแล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง เลือดยิปซัมจากสภาวะการล้างที่ดีที่สุดโดยดูจากสีและปริมาณยิปซัมที่ได้กลับมา เพื่อนำไปตรวจสอบสมบัติและลักษณะเฉพาะต่างๆ ตามหัวข้อ 3.2 และปริมาณเฟสต่างๆ เปรียบเทียบกับยิปซัมฟลูแก๊สก่อนล้าง ขั้นตอนต่างๆ ในการทดลองนี้แสดงในรูปที่ 3-2

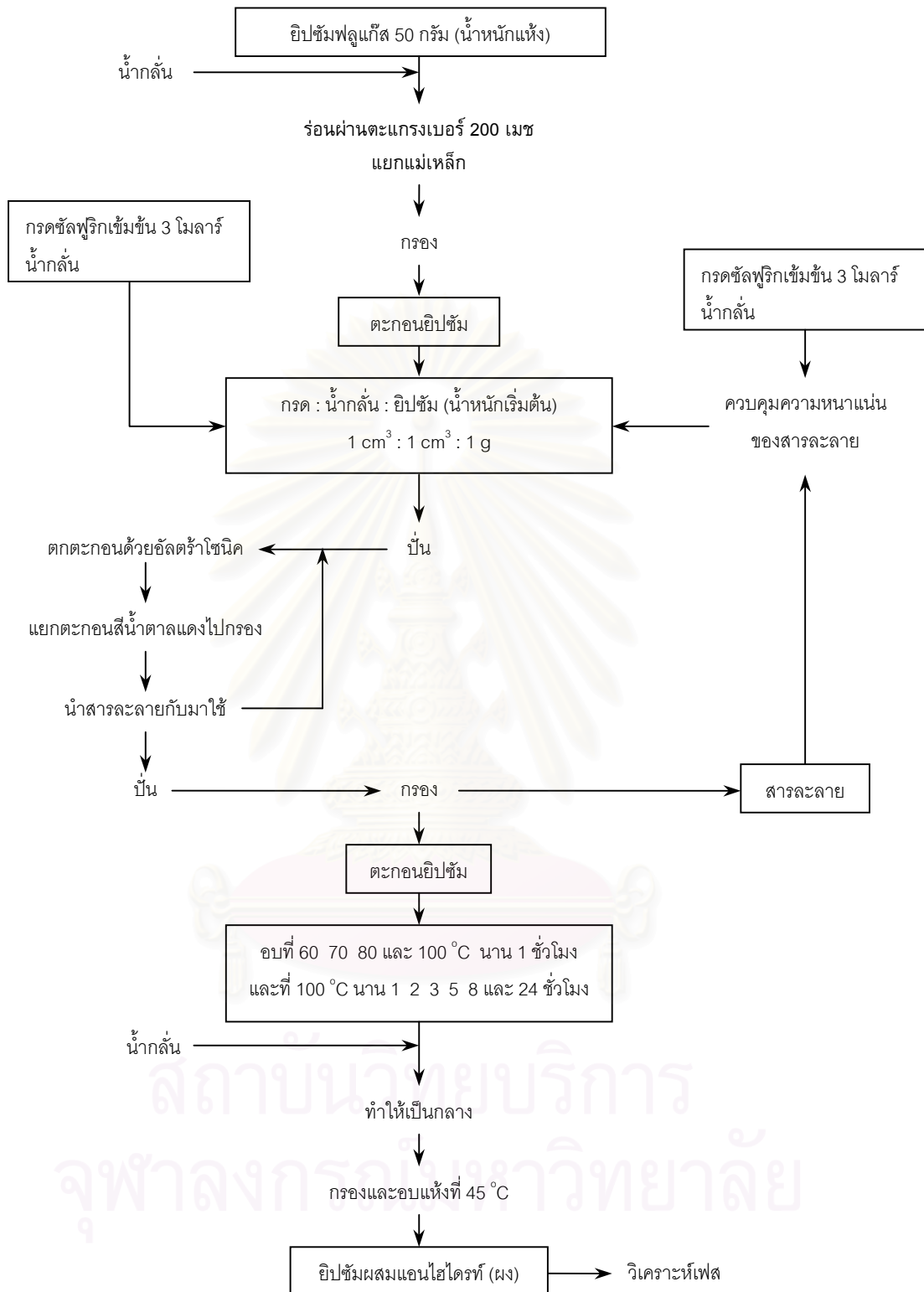
3.5 การศึกษาผลของการนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่และการทำให้เป็นกลางโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนต

สืบเนื่องจากในการทดลองในหัวข้อ 3.4 สารละลายที่เหลือทิ้งจากขั้นตอนของการล้างด้วยกรดและตกตะกอนนั้นยังมีความเป็นกรดอยู่สูงมาก และมีความเป็นไปได้ที่จะสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ อีกทั้งการทำให้ยิปซัมมีค่า pH อยู่ในช่วง 6-7 ด้วยน้ำกลั่นนั้นต้องใช้ น้ำกลั่นเป็นปริมาณมาก ซึ่งจะก่อให้เกิดน้ำเสียเป็นปริมาณมากเช่นกัน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ออกแบบให้มีการนำสารละลายดังกล่าวกลับมาหมุนเวียนใช้โดยการควบคุมความหนาแน่นของสารละลาย (กรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 โมลาร์ 1 ส่วนและน้ำกลั่น 1 ส่วน) ให้มีค่าความถ่วงจำเพาะอยู่ในช่วง 1.070 ± 0.005 (ภาคผนวก ค) ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 โมลาร์และน้ำกลั่น ในการทำให้เป็นกลางจะใช้แคลเซียมคาร์บอเนตค่อยๆ เติมลงไปทีละน้อยในขณะที่ปั่น จากนั้นวัดค่า pH (ทำซ้ำจนกระทั่ง pH อยู่ในช่วง 6-7) ขั้นตอนการทดลองนี้แสดงในรูปที่ 3-3 โดยในการทดลองนี้จะนำ

สารละลายกลับมาหมวนเวียนใช้จำนวน 10 ครั้ง และเก็บตัวอย่างสารละลายจากการในล้างครั้งที่ 1 3 5 8 และ 10 ไปวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กในสารละลายด้วยเครื่อง atomic absorption spectrophotometer (Varian AA-1275) และวิเคราะห์ปริมาณเฟสต่างๆ ของระบบแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรต เพื่อศึกษาว่าการนำสารละลายกลับมาหมวนเวียนใช้ใหม่และการใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในการทำให้เป็นกลางนั้นมีผลต่อการล้างหรือไม่



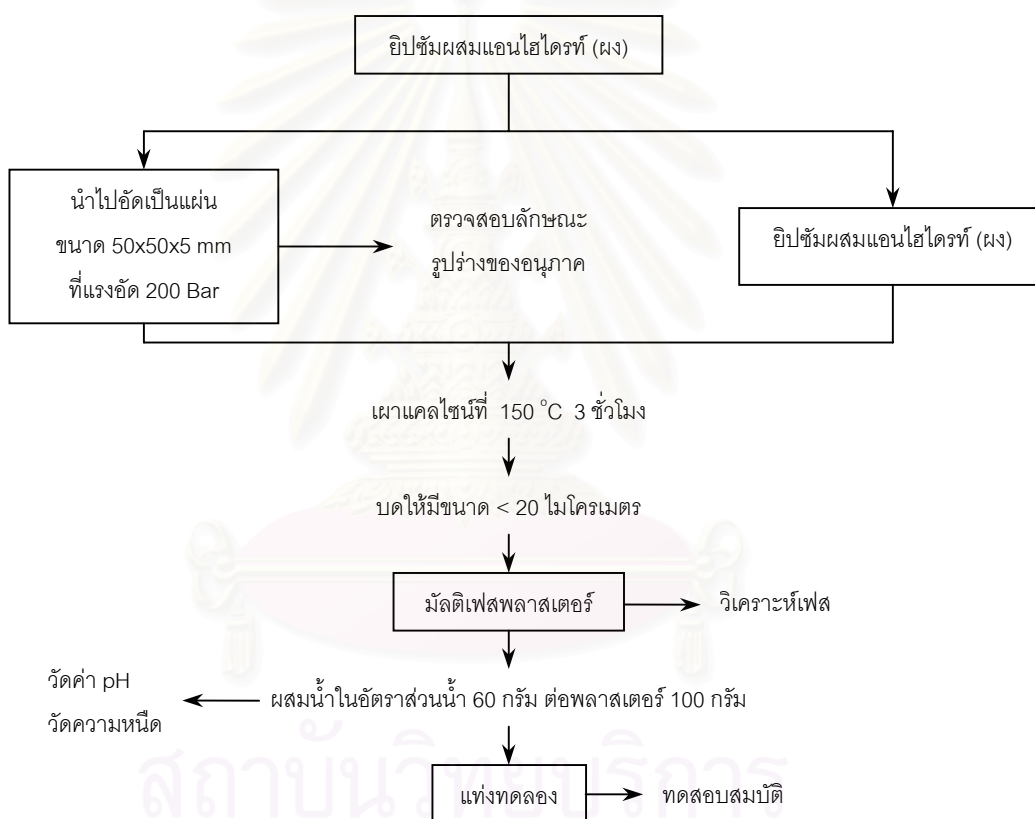
รูปที่ 3-3 แสดงขั้นตอนการล้างโดยนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่และการใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในการทำให้เป็นกลาง



รูปที่ 3-4 แสดงขั้นตอนในการศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรท์

3.6 การศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรท์

ในขั้นตอนการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์จะคล้ายกับการทดลองในหัวข้อ 3.5 คือ เมื่อกรองยิปซัมออกจากสารละลายกรดซัลฟูริกแล้ว จะนำยิปซัมที่กรองได้มาอบที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 60 70 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลาหนึ่งชั่วโมง (เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสติกเตอร์) และที่อุณหภูมิก็คือที่ 100 องศาเซลเซียส แต่ใช้เวลาต่างๆ กัน คือ 1 2 3 5 8 และ 24 ชั่วโมง (เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แอนไฮไดรท์) ทำให้เป็นกลาง จากนั้นนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์หาแร่องค์ประกอบ ปริมาณเฟสต่างๆ ของระบบ แคลเซียมซัลเฟตไฮเดรต และลักษณะรูปร่างของอนุภาค ขั้นตอนการทดลองนี้แสดงในรูปที่ 3-4



รูปที่ 3-5 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสติกเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ

3.7 การศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสติกเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ

การทดลองนี้จะเริ่มจากการนำยิปซัมผสมแอนไฮไดรท์จากการทดลองในหัวข้อ 3.6 ซึ่งได้จากการอบที่อุณหภูมิต่ำ 60 องศาเซลเซียส มาแบ่งเป็นสองส่วน ส่วนแรกจะนำไปอัดเป็น briquette (ภาคผนวก ง) ขณะที่ส่วนที่สองไม่ต้องอัด หลังจากนั้นนำสารทั้งสองส่วนไปตรวจสอบลักษณะรูปร่างของอนุภาคก่อนแล้วจึงนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

3 ชั่วโมง เพื่อให้ยับยั้งที่หลีกเลี่ยงปฏิกิริยาดีไฮเดรชันเป็นเบต้าเอมิไฮเดรตและแอนไฮโดรท์สาม จากนั้นนำมัลติเฟสพลาสเตอร์ที่ได้ไปวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบต่างๆของแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรตและความถ่วงจำเพาะ แล้วจึงนำไปบดด้วย high-speed ball mill เพื่อให้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าหรือเท่ากับ 20 ไมโครเมตร โดยดูจากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง centrifugal particle size analyzer (Shimadzu SA-CP2) นำมัลติเฟสพลาสเตอร์ทั้งสองส่วนที่บดแล้วมาผสมกับน้ำในอัตราส่วนน้ำ 60 กรัมต่อ พลาสเตอร์ 100 กรัมเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ ของพลาสเตอร์ ดังต่อไปนี้ คือ ค่าความเป็นกรด-ด่างและค่าความหนืดด้วยเครื่อง Brookfield viscometer model RVTD AO 4184 (ภาคผนวก จ) เวลาในการเซตตัว flexural strength (LLOYD 500T) และความแข็ง (AMSLER 20T) ตามมาตรฐาน DIN 1168 โดยในการทดสอบสมบัติเหล่านี้จะทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 30±1 องศาเซลเซียส ขั้นตอนต่างๆ ในการทดลองนี้แสดงในรูปที่ 3-5 ในการเปรียบเทียบความแตกต่างของสมบัติของมัลติเฟส พลาสเตอร์ทั้งสองจะทำการทดสอบทางสถิติ ที่ระดับความมีนัยสำคัญ .05 โดยสมมติให้สมบัติเหล่านี้มีการแจกแจงแบบปกติ ดังนั้นสถิติที่ใช้ทดสอบคือ²⁵

$$T = \frac{(x_1 - x_2)}{\sqrt{(s_1^2/n_1) + (s_2^2/n_2)}} \quad df = \frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{(s_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(s_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1}}$$

เมื่อ T คือ ค่าทางสถิติที่ได้จากการคำนวณ

x_1 และ x_2 คือ ค่าเฉลี่ยของสมบัติต่างๆ ของพลาสเตอร์ตัวอย่างที่ 1 และตัวอย่างที่ 2

s_1 และ s_2 คือ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติต่างๆ ของพลาสเตอร์ตัวอย่างที่ 1 และตัวอย่างที่ 2

n_1 และ n_2 คือ จำนวนครั้งในการทดสอบพลาสเตอร์ตัวอย่างที่ 1 และตัวอย่างที่ 2

เปรียบเทียบค่า T ที่คำนวณได้กับค่าวิกฤตของการแจกแจง t (ภาคผนวก ฉ) ที่ degree of freedom เท่ากับ df

3.8 การศึกษาการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนัง (projection plaster)

ในการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนังจะนำมัลติเฟสพลาสเตอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองในหัวข้อ 3.7 มาผสมเป็นพลาสเตอร์ฉาบผนังโดยการผสมสารเติมแต่งต่างๆ ซึ่งได้แก่ โซเดียมลิกลินโซลโฟเนต 0.2-1.2 เปอร์เซ็นต์โดยมวล เมลามีน 0.02-0.08 เปอร์เซ็นต์โดยมวล และเมทิลเซลลูโลส 0.02-0.08 เปอร์เซ็นต์โดยมวล และการออกแบบการทดลองในส่วนนี้จะใช้

2-level factorial design²⁶ ซึ่งจะทำให้ได้พลาสติกอร์ฉาบผนังต่างๆ กัน 9 สูตร ดังแสดงในตารางที่ 3-1 จากนั้นจะนำพลาสติกอร์ทั้ง 9 สูตรมาผสมน้ำในอัตราส่วนน้ำต่อ พลาสติกอร์เท่ากับ 0.6 และนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ความหนืด และเวลาในการเซตตัว และเพื่อลดผลกระทบจากสภาวะแวดล้อมภายนอกที่อาจจะทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการทดลองในแต่ละครั้งจะใช้วิธีสุ่มพลาสติกอร์แต่ละสูตรมาทดสอบ ลำดับในการทดสอบพลาสติกอร์ฉาบผนังแต่ละสูตรจะแสดงในตารางที่ 3-2 ข้อมูลที่ได้ทั้งหมดจะถูกนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของสารเติมแต่งแต่ละตัวที่ต้องใช้เพื่อให้ได้พลาสติกอร์ฉาบผนังที่มีการไหลตัว และเวลาในการเซตตัวที่เหมาะสมในการใช้งาน จากนั้นจึงเตรียมพลาสติกอร์ฉาบผนังสูตรที่ผ่านการคัดเลือกขึ้นมาเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ เช่น เดียวกับการทดสอบสมบัติของมัลติเฟสพลาสติกอร์อีกครั้ง

ตารางที่ 3-1 แสดงปริมาณสารเติมที่ใช้ในการผสมเป็นพลาสติกอร์ฉาบผนังทั้ง 9 สูตร ในหน่วยกรัม (ต่อ 100 กรัมมัลติเฟสพลาสติกอร์)

สูตรที่	โซเดียมลิกโนซัลไฟเฟนต	เมทิลเซลลูโลส	เมลามีน
1	1.2	0.08	0.08
2	1.2	0.08	0.02
3	1.2	0.02	0.08
4	1.2	0.02	0.02
5	0.2	0.08	0.08
6	0.2	0.08	0.02
7	0.2	0.02	0.08
8	0.2	0.02	0.02
9	0.7	0.05	0.05

ตารางที่ 3-2 แสดงลำดับในการทดสอบพลาสติกอร์ฉาบผนังแต่ละสูตร

การทดลองที่	สูตรที่	การทดลองที่	สูตรที่	การทดลองที่	สูตรที่
1	9	8	2	15	2
2	1	9	6	16	7
3	5	10	8	17	6
4	7	11	1	18	4
5	4	12	3	19	8
6	3	13	5	20	9
7	9	14	9		

3.9 การศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำโดยวิธี semidry acid-anhydrite เปรียบเทียบกับแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ

นำแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองในหัวข้อ 3.6 และแอนไฮไดรต์จากธรรมชาติมาบดให้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าหรือเท่ากับ 20 ไมโครเมตร โดยดูจากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง centrifugal particle size analyzer จากนั้นนำแอนไฮไดรต์ทั้งสองมาศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะต่างๆ ได้แก่ ความถ่วงจำเพาะ ลักษณะรูปร่างของอนุภาค ความขาวโดยวัดด้วยเครื่องวัดสี (Hunterlab Ultrascan XE) ปริมาณสารที่ระเหยที่ 105 องศาเซลเซียสตามมาตรฐาน DIN ISO 787-2 ค่าการดูดซับน้ำมัน (oil absorption value) ตามมาตรฐาน DIN ISO 787-5 ปริมาณสารที่ละลายน้ำตามมาตรฐาน DIN ISO 787-8 และค่าความเป็นกรด-ด่างตามมาตรฐาน DIN ISO 787-9

นอกจากนี้ จะทำการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของแอนไฮไดรต์ทั้งสองชนิดเปรียบเทียบกัน โดยนำแอนไฮไดรต์ทั้งสองมาผสมน้ำในอัตราส่วนหนึ่งต่อหนึ่ง เก็บไว้ใน desiccator เป็นเวลา 1 3 7 11 14 21 28 35 42 และ 49 วัน จากนั้นนำมาอบที่ 45 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่ น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นจะเป็นน้ำหนักของน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์

3.10 การวิเคราะห์หาปริมาณเฟสต่างๆ ของระบบแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรต²⁷

เริ่มจากนำสารที่จะวิเคราะห์ไปอบที่ 75 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ซึ่งสารใส่ในกระจกนาฬิกา (watch glass) 4 อันๆ ละ เท่าๆ กัน โดยกำหนดให้เป็น a

การหาแอนไฮไดรต์สาม (AIII, γ -CaSO₄) เติมน้ำละลายเอทิลแอลกอฮอล์เข้มข้น 80 เปอร์เซ็นต์ (น้ำ 20 เปอร์เซ็นต์) ลงในกระจกนาฬิกาอันที่หนึ่งในปริมาตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นนำไปอบที่ 75 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็นใน desiccator แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักกำหนดให้เป็น b จากนั้นคำนวณหาเปอร์เซ็นต์แอนไฮไดรต์สาม จาก

$$\% AIII = \frac{93.8}{6.2} \times \frac{(b - a)}{a} \times 100$$

การหาเฮมิไฮเดรต (HH, CaSO₄·0.5H₂O) เติมน้ำกลั่นลงในกระจกนาฬิกาอันที่สอง 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปอบที่ 75 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็นใน desiccator แล้วนำไปชั่งน้ำหนักกำหนดให้เป็น c จากนั้นคำนวณหาเปอร์เซ็นต์เฮมิไฮเดรตจาก

$$\%HH = \frac{145.15}{27} \times \frac{(c - 4b + 3a)}{a} \times 100$$

การหาแอนไฮไดรต์สอง (AII, β -CaSO₄) เติมน้ำกลั่นลงในกระจกนาฬิกาอันที่สามในปริมาตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นนำไปเก็บไว้ใน desiccator ที่มีน้ำบรรจุอยู่ เมื่อครบ 7 วัน นำไปอบที่ 75 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็นใน desiccator แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักกำหนดให้เป็น d จากนั้นคำนวณหาเปอร์เซ็นต์แอนไฮไดรต์สอง จาก

$$\%AII = \frac{136.14}{36} \times \frac{(d - c)}{a} \times 100$$

การหาแคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต (DH, CaSO₄·2H₂O) นำกระจกนาฬิกาอันที่ 4 ไปเผาที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ปล่อยให้เย็นในเตาจนถึงอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส นำออกมาทิ้งให้เย็นใน desiccator จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักกำหนดให้เป็น e คำนวณหาเปอร์เซ็นต์แคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรตจาก

$$\%DH = \frac{172.17}{36} \times \frac{(4b - c - 3e)}{3} \times 100$$

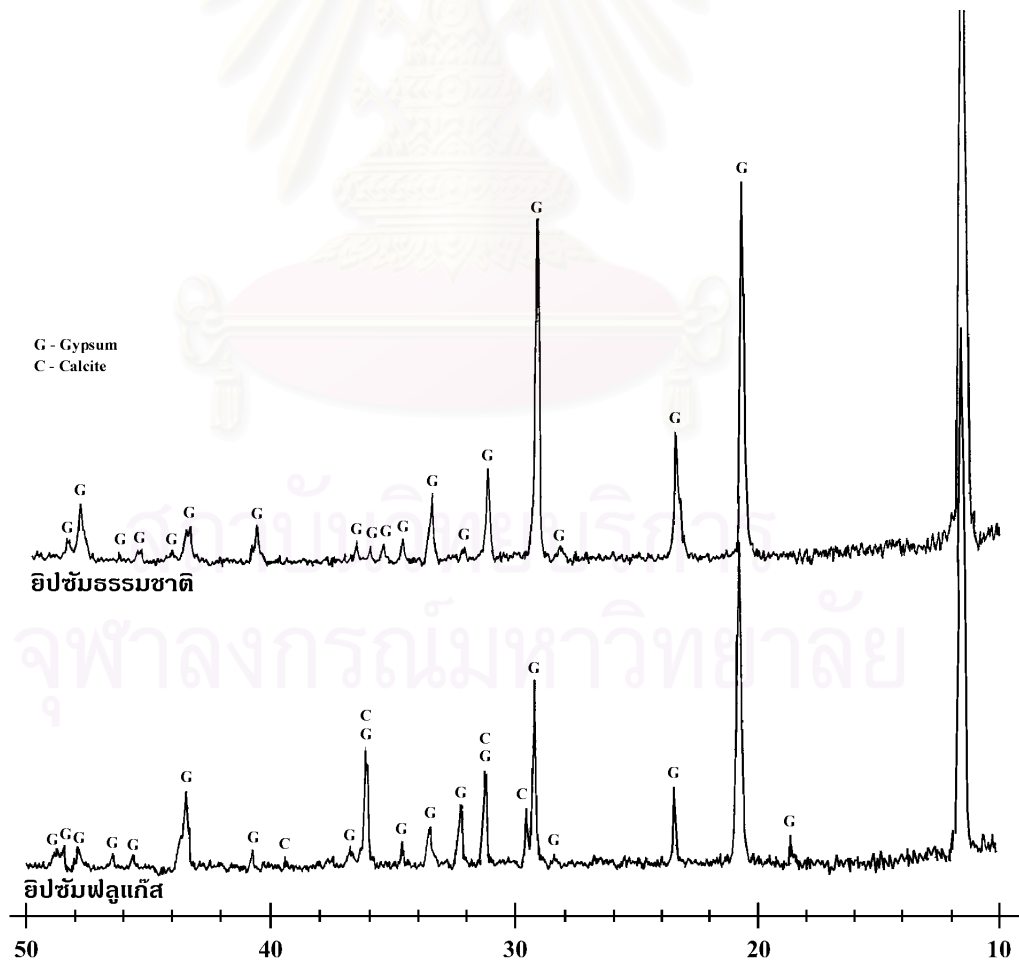
$$\%Crystal\ Water = \frac{(a - e)}{a} \times 100$$

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 ผลการศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊ส

จากตารางที่ 4-1 ในส่วนของผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีแสดงให้เห็นว่ายิปซัมฟลูแก๊สมีสิ่งเจือปนซึ่งได้แก่ ซิลิโคนไดออกไซด์ อลูมิเนียมออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และสารที่ไม่ละลายอื่นๆ มากกว่ายิปซัมธรรมชาติ และจากการคำนวณเฟสองค์ประกอบพบว่ายิปซัมฟลูแก๊สมีความบริสุทธิ์ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ นอกจากนี้ในยิปซัมฟลูแก๊สยังมีแคลเซียมคาร์บอเนตที่เหลือจากกระบวนการเอพิจีตมากถึงร้อยละ 5 โดยผลดังกล่าวจะสอดคล้องกับผลวิเคราะห์ XRD (รูปที่ 4-1) ซึ่งปรากฏ peak ของแคลเซียมคาร์บอเนตและผลวิเคราะห์ DTA (รูปที่ 4-2) ซึ่งปรากฏ peak ของปฏิกิริยาคูดความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 700-800 องศาเซลเซียส (เกิดการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนต)⁴

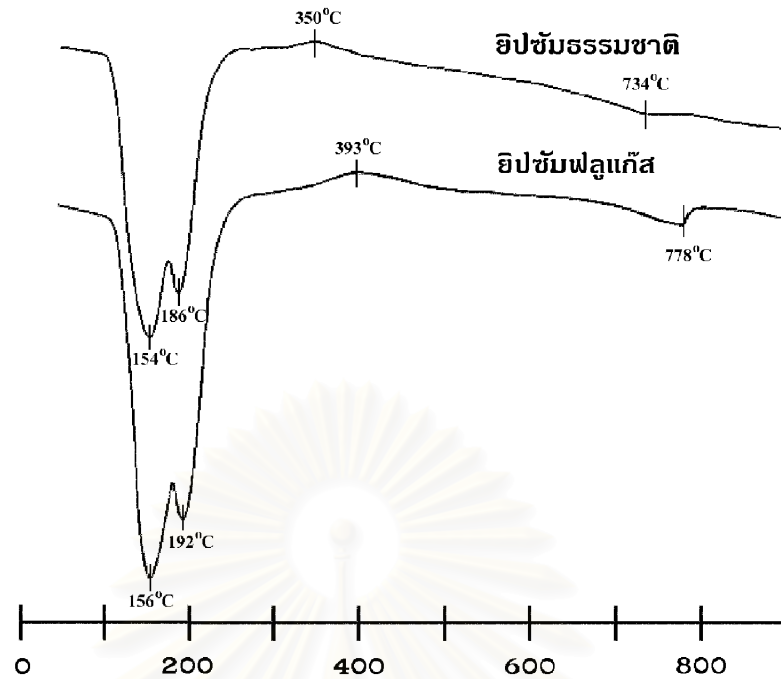


รูปที่ 4-1 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของยิปซัมฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ

ตารางที่ 4-1 แสดงสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับยิปซัมธรรมชาติ

	ยิปซัมฟลูแก๊ส	ยิปซัมธรรมชาติ
ความชื้น (ร้อยละ)*	14.73±0.18	-
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ)		
น้ำผลึก (crystal water)	18.52	19.87
ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO ₂) และสารที่ไม่ละลายอื่นๆ	1.79	0.36
อลูมิเนียมและเหล็กออกไซด์ (R ₂ O ₃)	0.90	0.28
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	32.47	32.51
ซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (SO ₃)	42.30	45.70
เฟส (จากการคำนวณ, ร้อยละ)		
ยิปซัม (CaSO ₄ ·2H ₂ O)	88.49	94.94
แอนไฮไดรต์ (CaSO ₄)	1.95	2.63
แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO ₃)	5.08	0.90
การวิเคราะห์ด้วยตะแกรงร่อนแบบเปียก (ปริมาณสารที่ผ่านตะแกรง, ร้อยละ)*		
50 เมช (เล็กกว่า 300 ไมโครเมตร)	98.71±0.35	-
100 เมช (เล็กกว่า 150 ไมโครเมตร)	97.27±0.10	-
140 เมช (เล็กกว่า 106 ไมโครเมตร)	96.15±0.39	-
200 เมช (เล็กกว่า 75 ไมโครเมตร)	93.99±0.42	-
230 เมช (เล็กกว่า 63 ไมโครเมตร)	86.66±3.09	-
325 เมช (เล็กกว่า 45 ไมโครเมตร)	65.65±5.30	-
400 เมช (เล็กกว่า 38 ไมโครเมตร)	54.16±11.94	-
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (laser light scattering, ไมโครเมตร)	47.32	-
pH*	6.62±0.46	7.13±0.10
ความถ่วงจำเพาะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)*	2.327±0.007	2.336±0.005
สี	น้ำตาลแดง	ขาว

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

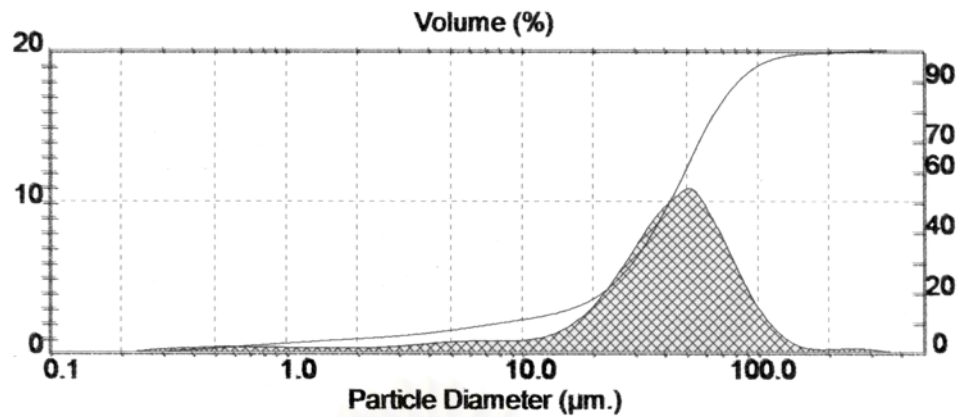


รูปที่ 4-2 แสดงผลวิเคราะห์ DTA ของอีพ็อกซีฟลูแก๊สเปรียบเทียบกับอีพ็อกซีธรรมดา

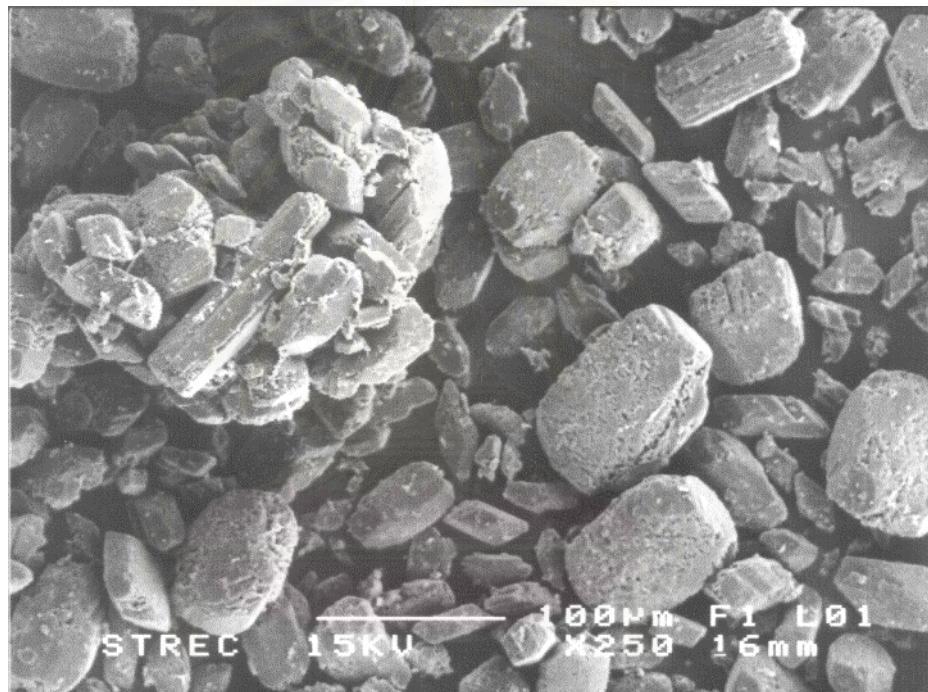
จากรูปที่ 4-2 แสดงให้เห็นว่า การเผาแคลไซน์อีพ็อกซีในช่วงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสจะมีปฏิกิริยาต่างๆ เกิดขึ้นดังนี้ คือ

1. $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ ที่อุณหภูมิประมาณ 160 องศาเซลเซียส
2. $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \gamma\text{-CaSO}_4$ ที่อุณหภูมิประมาณ 190 องศาเซลเซียส
3. $\gamma\text{-CaSO}_4 \longrightarrow \beta\text{-CaSO}_4$ ที่อุณหภูมิประมาณ 350-400 องศาเซลเซียส
4. $\text{CaCO}_3 \longrightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ ที่อุณหภูมิประมาณ 700-800 องศาเซลเซียส

จากผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (รูปที่ 4-3) แสดงให้เห็นว่าอีพ็อกซีฟลูแก๊สมีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงกว้างมาก แม้ว่าอีพ็อกซีฟลูแก๊สจะมีขนาดแตกต่างกันมากแต่จากกราฟสามารถแบ่งการกระจายขนาดอนุภาคเป็นช่วงใหญ่ๆ ได้ 3 ช่วงคือ ช่วงที่มีขนาดเล็กกว่า 10 ไมโครเมตร ช่วงที่มีขนาด 10 ถึง 100 ไมโครเมตร และช่วงที่มีขนาดใหญ่กว่า 100 ไมโครเมตร โดยอนุภาคส่วนใหญ่จะมีขนาดอยู่ในช่วง 10 ถึง 100 ไมโครเมตร จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของอีพ็อกซีฟลูแก๊ส (รูปที่ 4-4) จะเห็นว่านอกจากอีพ็อกซีฟลูแก๊สจะมีขนาดแตกต่างกันมากแล้วยังมีลักษณะรูปร่างของอนุภาคแตกต่างกันมากด้วย และจากภาพถ่ายจะเห็นว่าเมื่ออนุภาคบางส่วนเกาะกันเป็นก้อน ซึ่งถ้าใช้การคัดขนาดโดยการร่อนแบบแห้ง (dry sieve) แล้วจะทำให้มีอีพ็อกซีบางส่วนต้องสูญเสียไป ดังนั้นในการศึกษาการกระจายขนาดอนุภาคในการทดลองนี้จึงใช้การร่อนแบบเปียก (wet sieve)

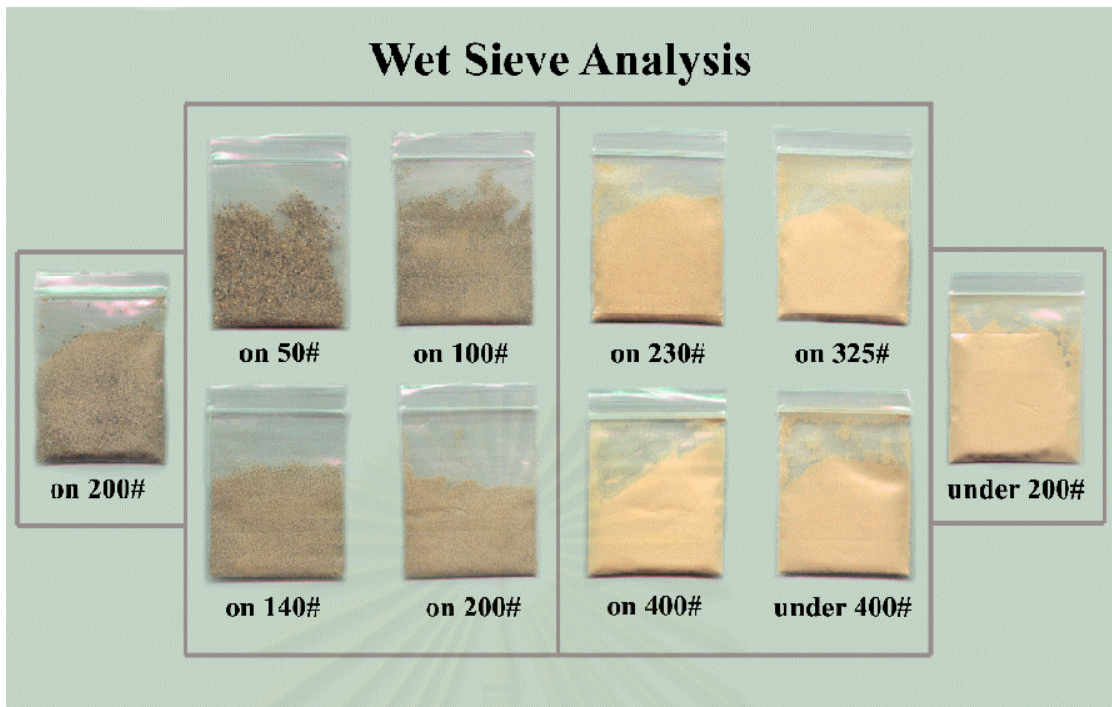


รูปที่ 4-3 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊ส



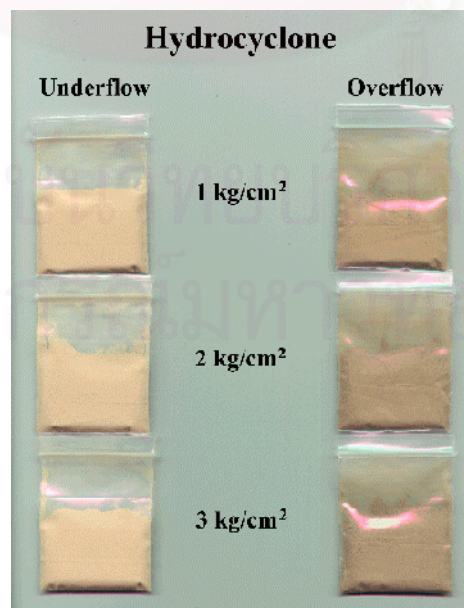
รูปที่ 4-4 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊ส

จากผลวิเคราะห์ด้วยตะแกรงร่อนแบบเปียกในตารางที่ 4-1 และจากลักษณะของสารที่ค้างตะแกรง (รูปที่ 4-5) พบว่าขนาดตะแกรงที่เหมาะสมในการคัดแยกสิ่งเจือปนต่างๆ ซึ่งมีขนาดใหญ่ อาทิ เช่น กววด หิน และทราย ออกจากยิปซัมคือ ตะแกรงเบอร์ 200 เมช (75 ไมโครเมตร) และเมื่อพิจารณาสีของยิปซัมที่ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 200 เมชแล้วพบว่าสีนั้นยังคงใกล้เคียงกับสีของยิปซัมฟลูแก๊สที่ยังไม่ร่อน แสดงให้เห็นว่าสีน้ำตาลที่ปรากฏในยิปซัมฟลูแก๊สนั้นเป็นผลมาจากสิ่งเจือปนที่มีขนาดเล็กกว่า 75 ไมโครเมตร ด้วยเหตุนี้ในการศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊สจะใช้ยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 200 เมชมาทำการศึกษา



รูปที่ 4-5 แสดงลักษณะของสารที่ค้างตะแกรงจากการวิเคราะห์ด้วยตะแกรงร่อนแบบเปียก

ในการศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลนที่แรงดัน 1 ถึง 3 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร (รูปที่ 4-6) พบว่ายิปซัมจะออกมาในส่วนของ underflow และในส่วนของ overflow จะเป็นตะกอนสีน้ำตาลแดง ยิปซัมฟลูแก๊สหลังจากที่ผ่านการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลนแล้วจะมีสีอ่อนลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับสีของยิปซัมฟลูแก๊สก่อนล้าง (รูปที่ 4-5)



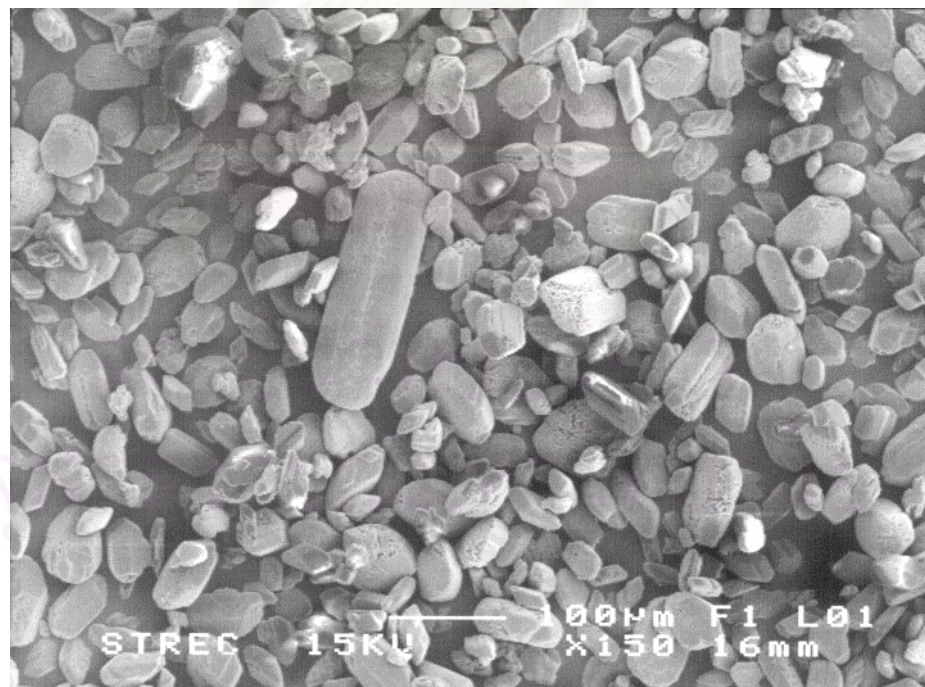
รูปที่ 4-6 แสดงลักษณะของยิปซัมฟลูแก๊สหลังจากที่ล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลน

จากตารางที่ 4-2 ซึ่งแสดงปริมาณยิปซัมและตะกอนสีน้ำตาลแดงที่ได้จากการทำไฮโดรไซโคลนพบว่า แรงดันในช่วงที่ใช้ในการศึกษานั้นไม่มีผลต่อปริมาณของยิปซัมและตะกอนสีน้ำตาลแดงที่ออกมา ยิปซัมที่ผ่านการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลนเมื่อนำไปกรองและอบแห้งแล้วพบว่า จะมีความขาวมากขึ้น อีกทั้งยังไม่เกาะกันเป็นก้อนด้วย ขณะที่ตะกอนสีน้ำตาลแดงนั้นเมื่อนำไปกรอง ตะกอนที่กรองได้จะเหนียวและเมื่อนำไปอบจนแห้งจะแข็งมาก ดังนั้นนอกจากตะกอนสีน้ำตาลแดงนี้จะทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สมีสีเข้มแล้วยังอาจเป็นสาเหตุที่ทำให้อนุภาคเกาะกันเป็นก้อนด้วย

ตารางที่ 4-2 แสดงผลการทดลองล้างยิปซัมโดยใช้ไฮโดรไซโคลน

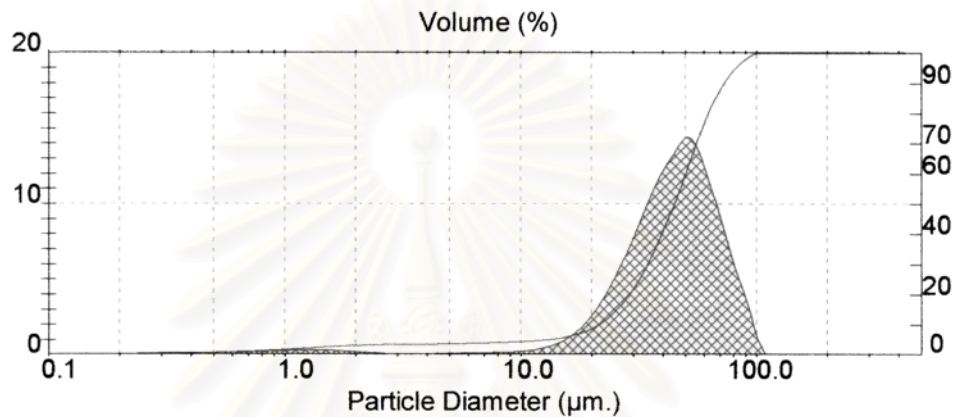
แรงดัน (kg/cm ²)	underflow		overflow	
	ปริมาณที่ได้ (ร้อยละ)	สี	ปริมาณที่ได้ (ร้อยละ)	สี
1	92.83	น้ำตาลอ่อน	7.09	น้ำตาลแดง
2	92.27	น้ำตาลอ่อน	7.55	น้ำตาลแดง
3	92.50	น้ำตาลอ่อน	7.24	น้ำตาลแดง

หมายเหตุ ที่แรงดัน 3 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตรไม่สามารถควบคุมให้แรงดันคงที่ได้



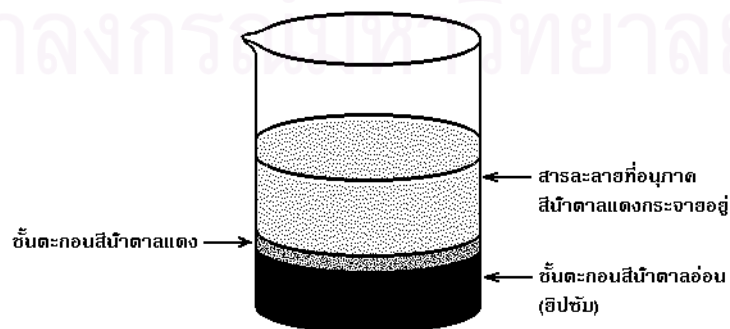
รูปที่ 4-7 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลอนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร (รูปที่ 4-7) จะเห็นว่ายิปซัมที่ได้มีความสะอาดมากขึ้น และหลังจากที่อบแห้งแล้วจะไม่เกาะกันเป็นก้อน จากผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (รูปที่ 4-8) พบว่าปริมาณยิปซัมในช่วงที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 10 ไมโครเมตรนั้นลดลงเมื่อเทียบกับการกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊สในรูปที่ 4-3 แสดงให้เห็นว่าตะกอนสีน้ำตาลแดงนี้ น่าที่จะประกอบด้วยอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 10 ไมโครเมตรเป็นส่วนใหญ่

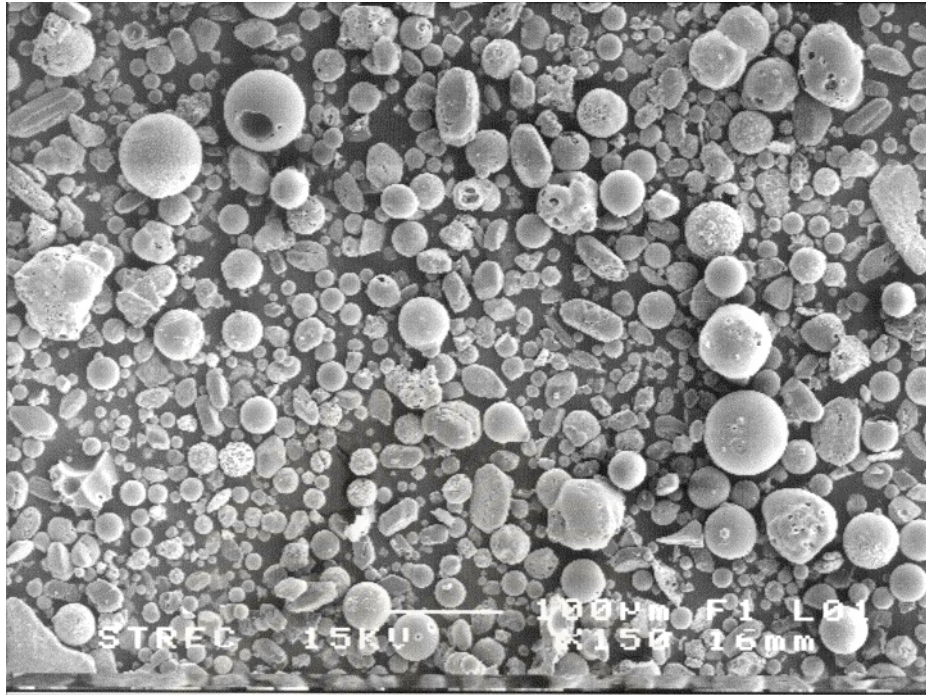


รูปที่ 4-8 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊สที่ได้จากการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลอนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร

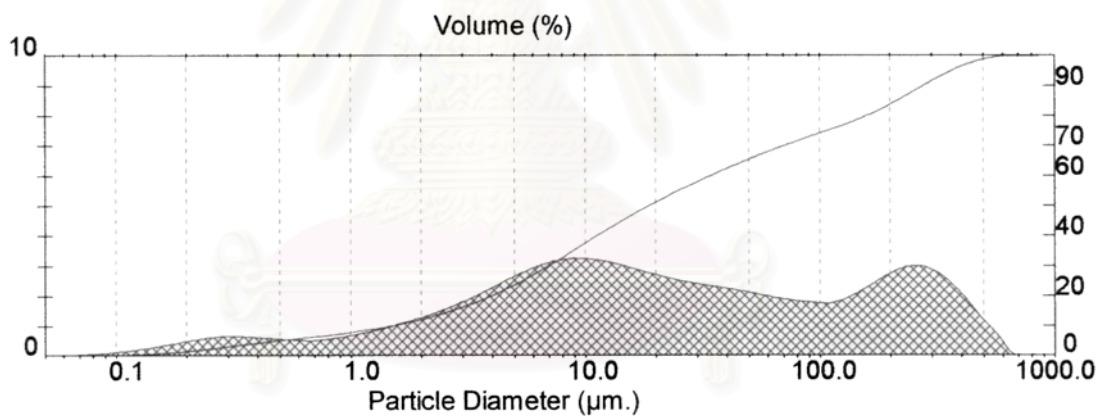
จากผลการศึกษาการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลอนทำให้เกิดสมมติฐานในการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนที่ว่า ถ้าสามารถทำให้ตะกอนสีน้ำตาลแดงแขวนลอยอยู่ในสารละลายในขณะที่ยิปซัมนั้นตกตะกอนอยู่ได้แล้ว การแยกเอาตะกอนสีน้ำตาลแดงออกจะสามารถทำได้ง่ายและมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงได้ทดลองนำสารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (พีวีเอ) มาใช้ในการทำหน้าที่เป็น foaming agent วิธีหนึ่ง อีกวิธีหนึ่งคือการใช้ ultrasonic wave ซึ่งปัจจุบันมีการนำมาใช้ในการทำความสะอาดกันมาก



รูปที่ 4-9 แสดงการแยกชั้นของตะกอนในการล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน



รูปที่ 4-10 ภาพถ่าย SEM ของตะกอนสีน้ำตาลแดง



รูปที่ 4-11 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของตะกอนสีน้ำตาลแดง

จากการทดลองล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนพบว่าในการล้างจะมีตะกอนแยกเป็นสองชั้นคือ ชั้นบนที่มีสีน้ำตาลแดงและชั้นล่างที่มีสีน้ำตาลอ่อน (ยิปซัม) ดังแสดงในรูปที่ 4-9 จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 4-10) และผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (รูปที่ 4-11) แสดงให้เห็นว่าตะกอนสีน้ำตาลแดงประกอบด้วยอนุภาคทั้งที่มีขนาดเล็กไม่กี่ไมโครเมตรไปจนถึงที่มีขนาดใหญ่เป็นสิบไมโครเมตร อนุภาคบางส่วนมีลักษณะเป็นทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 10-80 ไมโครเมตร ซึ่งจากรายงานการวิจัยที่ได้มีผู้ศึกษาไว้ก่อนหน้านี้จะพบว่าอนุภาคทรงกลมเหล่านี้ คือ เถ้าลอย (fly ash)^{28,29} นอกจากนี้ยังพบควอทซ์ (SiO₂) เคโอลิไนท์ และยิปซัมในผลวิเคราะห์ XRD (รูปที่ 4-15)

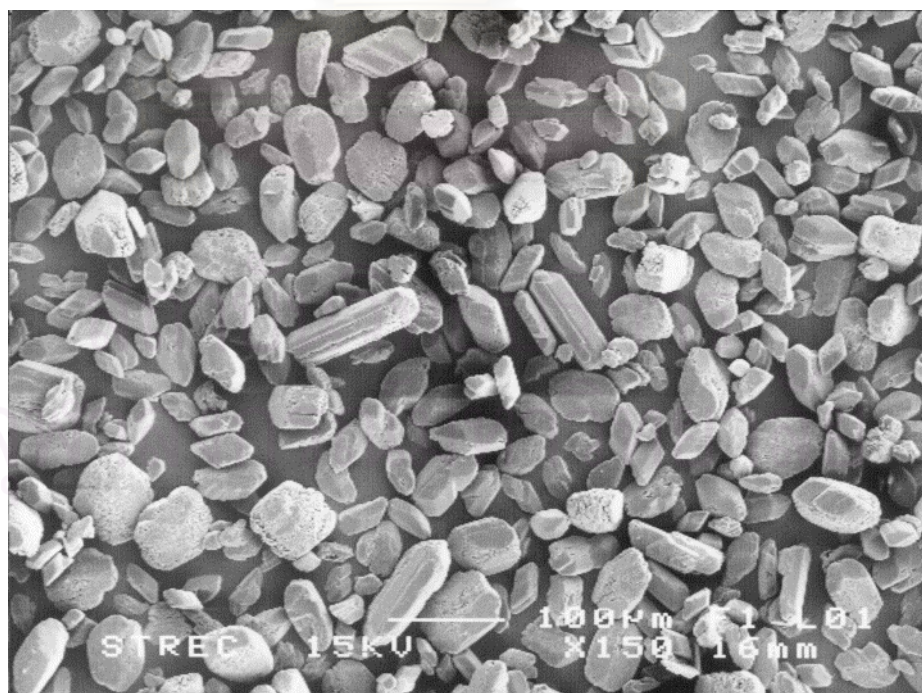
เมื่อเปรียบเทียบผลของการใช้สารละลายพีวีเอและการใช้อัลตราโซนิกในการล้าง (ตารางที่ 4-3) พบว่าการตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิกจะทำให้ได้ยิปซัมกลับมา (yield) มากที่สุด ทั้งนี้เป็นผลมาจากตะกอนของยิปซัมซึ่งอยู่ชั้นล่างอัดกันแน่น ทำให้การแยกตะกอนสีน้ำตาลแดง ออกสามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพ จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 4-12) จากผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค (รูปที่ 4-13) และจากลักษณะของยิปซัมฟลูแก๊ส ที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน (รูปที่ 4-14) พบว่ายิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วย กรดและตกตะกอนจะมีลักษณะใกล้เคียงกับยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลน

ตารางที่ 4-3 แสดงผลการทดลองล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน

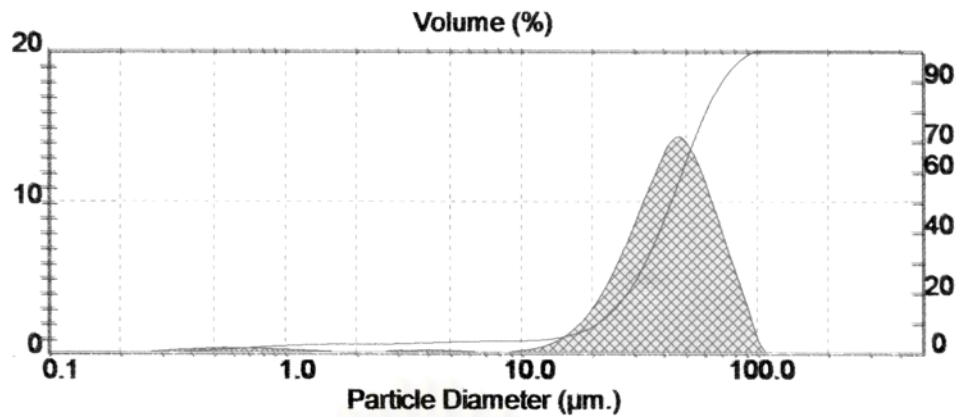
สภาวะการล้าง	ปริมาณยิปซัมที่ได้ (ร้อยละ)	สี
พีวีเอ 2 cm ³ /ยิปซัมฟลูแก๊ส (แห้ง) 50 g	76.12±0.68	น้ำตาลอ่อน
พีวีเอ 5 cm ³ /ยิปซัมฟลูแก๊ส (แห้ง) 50 g	78.42±0.82	น้ำตาลอ่อน
พีวีเอ 8 cm ³ /ยิปซัมฟลูแก๊ส (แห้ง) 50 g**	-	-
ใช้อัลตราโซนิก	81.74±0.59	น้ำตาลอ่อน

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** มีฟองมากจนไม่สามารถกรองได้



รูปที่ 4-12 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิก



รูปที่ 4-13 แสดงผลวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิก



รูปที่ 4-14 แสดงลักษณะของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน

ตารางที่ 4-4 แสดงเฟสองค์ประกอบของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้ว

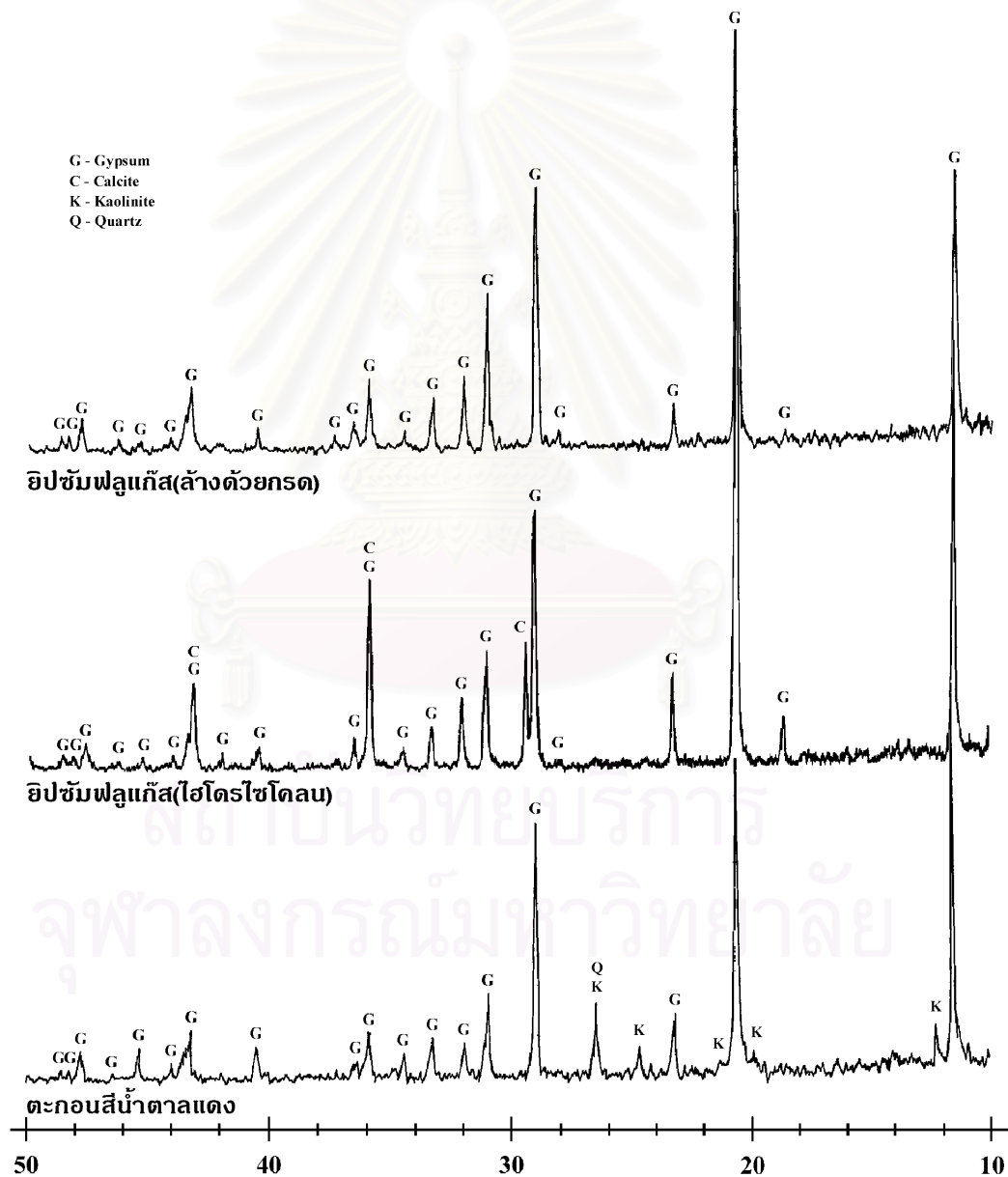
สภาวะการล้าง	เฟส (ร้อยละ)		
	ไดไฮเดรต	แอนไฮไดรต์สอง	ส่วนที่เหลือ
ล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลอนที่แรงดัน 2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร	91.20±0.12	0.24±0.13	8.57±0.40
ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนด้วยอัลตราโซนิก	95.60±0.57	0.49±0.26	3.91±0.48

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

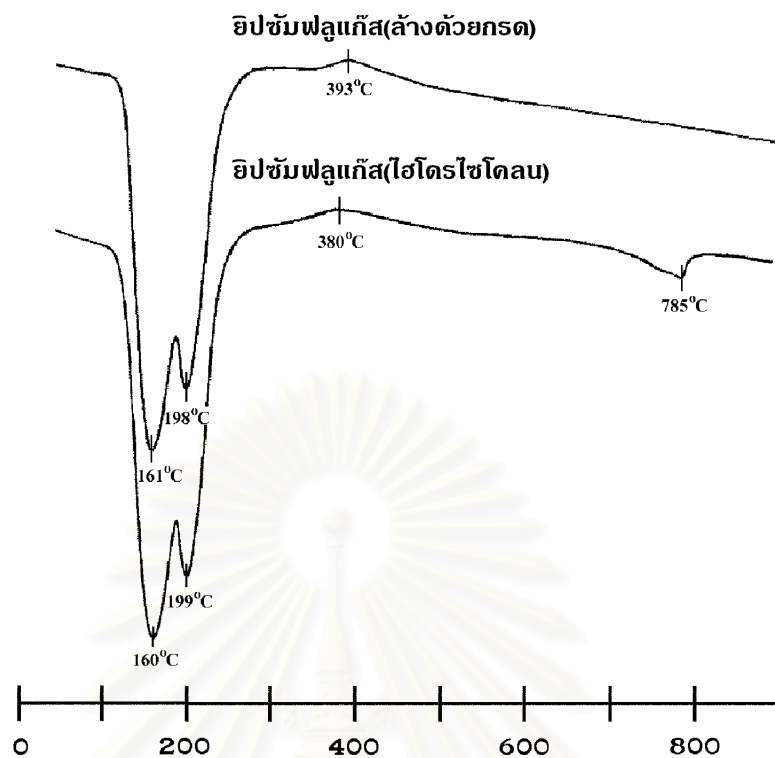
หมายเหตุ จากการวิเคราะห์ไม่พบแอนไฮไดรต์สามและเฮมิไฮเดรต

เมื่อเปรียบเทียบเฟสองค์ประกอบของยิปซัมที่ได้จากการล้างทั้งสองวิธี (ตารางที่ 4-4) พบว่ายิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนจะมีความบริสุทธิ์สูงกว่า

ยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลน โดยจะมีความบริสุทธิ์มากถึง 95 เปอร์เซ็นต์ แต่จากผลวิเคราะห์ XRD (รูปที่ 4-15) และผลวิเคราะห์ DTA (รูปที่ 4-16) พบว่าสาเหตุที่ทำให้ยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลนมีความบริสุทธิ์ต่ำกว่าก็เนื่องมาจากการที่มีแคลเซียมคาร์บอเนตเหลืออยู่ ขณะที่การล้างโดยใช้กรดซัลฟิวริกนั้นกรดซัลฟิวริกจะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมคาร์บอเนตเกิดเป็นยิปซัมมากขึ้น และเมื่อนำไปพิจารณาพร้อมกับผลวิเคราะห์ DTA ในรูปที่ 4-2 ทำให้สามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ ของยิปซัมฟลูแก๊สจะสูงกว่าของยิปซัมธรรมชาติ สมบัติของยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนแสดงในตารางที่ 4-5



รูปที่ 4-15 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของยิปซัมฟลูแก๊ส (ล้าง) และตะกอนสีน้ำตาลแดง



รูปที่ 4-16 แสดงผลวิเคราะห์ DTA ของยิปซัมฟลูแก๊ส (ล้าง)

ตารางที่ 4-5 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติและลักษณะเฉพาะของยิปซัมฟลูแก๊สก่อนและหลังล้าง

	ยิปซัมฟลูแก๊ส	ยิปซัมฟลูแก๊ส (ล้าง)
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ)		
น้ำผลึก (crystal water)	18.52	20.05
ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO ₂) และสารที่ไม่ละลายอื่นๆ	1.79	0.55
อลูมิเนียมและเหล็กออกไซด์ (R ₂ O ₃)	0.90	0.32
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	32.47	32.01
ซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (SO ₃)	42.30	46.36
เฟส (จากการคำนวณ, ร้อยละ)		
ยิปซัม (CaSO ₄ ·2H ₂ O)	88.49	95.80
แอนไฮไดรท์ (CaSO ₄)	1.95	3.08
แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO ₃)	5.08	-
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (laser light scattering, ไมโครเมตร)	47.32	44.55
pH	6.62±0.46	6.93±0.26
ความถ่วงจำเพาะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)*	2.327±0.007	2.306±0.006
สี	น้ำตาลแดง	น้ำตาลอ่อน

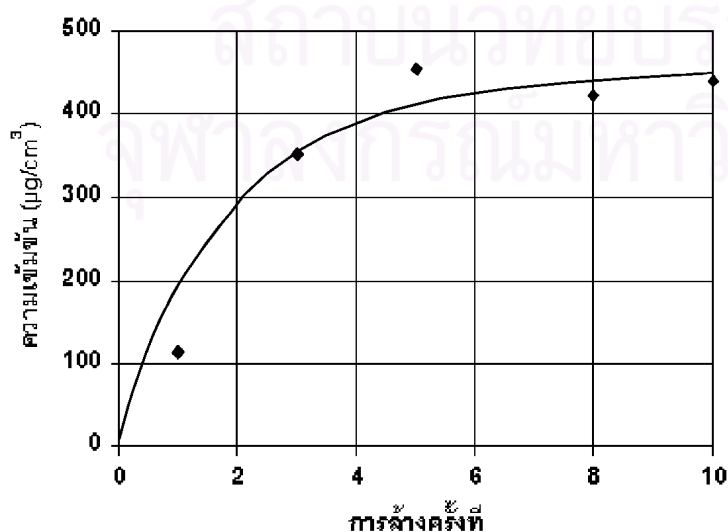
* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

จากตารางที่ 4-6 ซึ่งแสดงผลการศึกษาการนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่และการทำให้เป็นกลางโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตพบว่า การนำสารละลายกลับมาหมุนเวียนใช้ใหม่และการทำให้เป็นกลางโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจะไม่มีผลต่อเฟสองค์ประกอบของยิปซัมและปริมาณยิปซัมที่ได้ แต่เมื่อพิจารณาปริมาณเหล็กที่ละลายลงในสารละลายจะเห็นว่า การนำสารละลายกลับมาหมุนเวียนใช้ใน 4 ครั้งแรก จะมีเหล็กละลายลงในสารละลายได้มากที่สุด (ประมาณ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรต่อการล้าง 1 batch) แต่หลังจากนำสารละลายกลับมาใช้แล้ว 4 ครั้ง เหล็กจะละลายออกมาได้น้อยลงและจะถึงจุดอิ่มตัว (รูปที่ 4-17) ที่ความเข้มข้นประมาณ 400 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และจากผลในตารางที่ 4-6 สามารถประมาณได้ว่าการล้างยิปซัมฟลูแก๊ส 100 กรัมจะต้องใช้แคลเซียมคาร์บอเนตประมาณ 1.4 กรัม

ตารางที่ 4-6 แสดงผลการศึกษาการทำให้เป็นกลางโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตและการนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่

		การล้างครั้งที่				
		1	3	5	8	10
เฟส (ร้อยละ)	ไดไฮเดรต	95.36±0.61	96.04±0.36	95.60±0.34	95.48±0.51	95.58±0.39
	แอนไฮไดรต์สอง	0.26±0.19	0.10±0.07	0.12±0.14	0.15±0.07	0.17±0.07
	ส่วนที่เหลือ	4.38±0.75	3.86±0.36	4.28±0.41	4.37±0.46	4.25±0.36
ปริมาณยิปซัมที่ได้ (กรัม)		82.50	81.14	81.30	81.61	81.23
สี		น้ำตาลอ่อน	น้ำตาลอ่อน	น้ำตาลอ่อน	น้ำตาลอ่อน	น้ำตาลอ่อน
ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ (g/100 g ยิปซัม)		1.35	1.39	1.28	1.41	1.31
ปริมาณธาตุเหล็กในสารละลาย ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)		114	353	455	422	439

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%



รูปที่ 4-17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของธาตุเหล็กในสารละลายกับจำนวนครั้งในการนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่

4.2 ผลการศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์และแอนไฮไดรต์ที่อุณหภูมิต่ำโดยวิธี semidry acid-anhydrite

ในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนนั้น หลังจากที่ยิปซัมแยกออกจากสารละลายแล้วในยิปซัมจะยังคงมีกรดซัลฟูริกตกค้างอยู่ ดังนั้นในการศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์และแอนไฮไดรต์ที่อุณหภูมิต่ำโดยวิธี semidry acid-anhydrite จึงใช้ยิปซัมฟลูแก๊สที่ล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอน

ในการศึกษาผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรต์ โดยการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบตามหัวข้อ 3.10 (ตารางที่ 4-7) พบว่าปริมาณไดไฮเดรตและแอนไฮไดรต์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบ แต่จากผลวิเคราะห์ XRD (รูปที่ 4-18 และรูปที่ 4-19) กลับพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบนั้นจะทำให้ปริมาณไดไฮเดรตลดลงแต่ปริมาณแอนไฮไดรต์จะเพิ่มขึ้น สาเหตุที่ปริมาณแอนไฮไดรต์จากการวิเคราะห์ตามหัวข้อ 3.10 ลดลงนั้นก็เนื่องมาจากการเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในการแคลไซน์นั้นจะมีผลทำให้ reactivity ในการเกิดรีไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์ลดลง³⁰ ดังนั้นในการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของระบบแคลเซียมซัลเฟตไฮเดรต ปริมาณแอนไฮไดรต์สองจะใช้หาโดยวิธีอ้อม คือใช้การคำนวณจาก

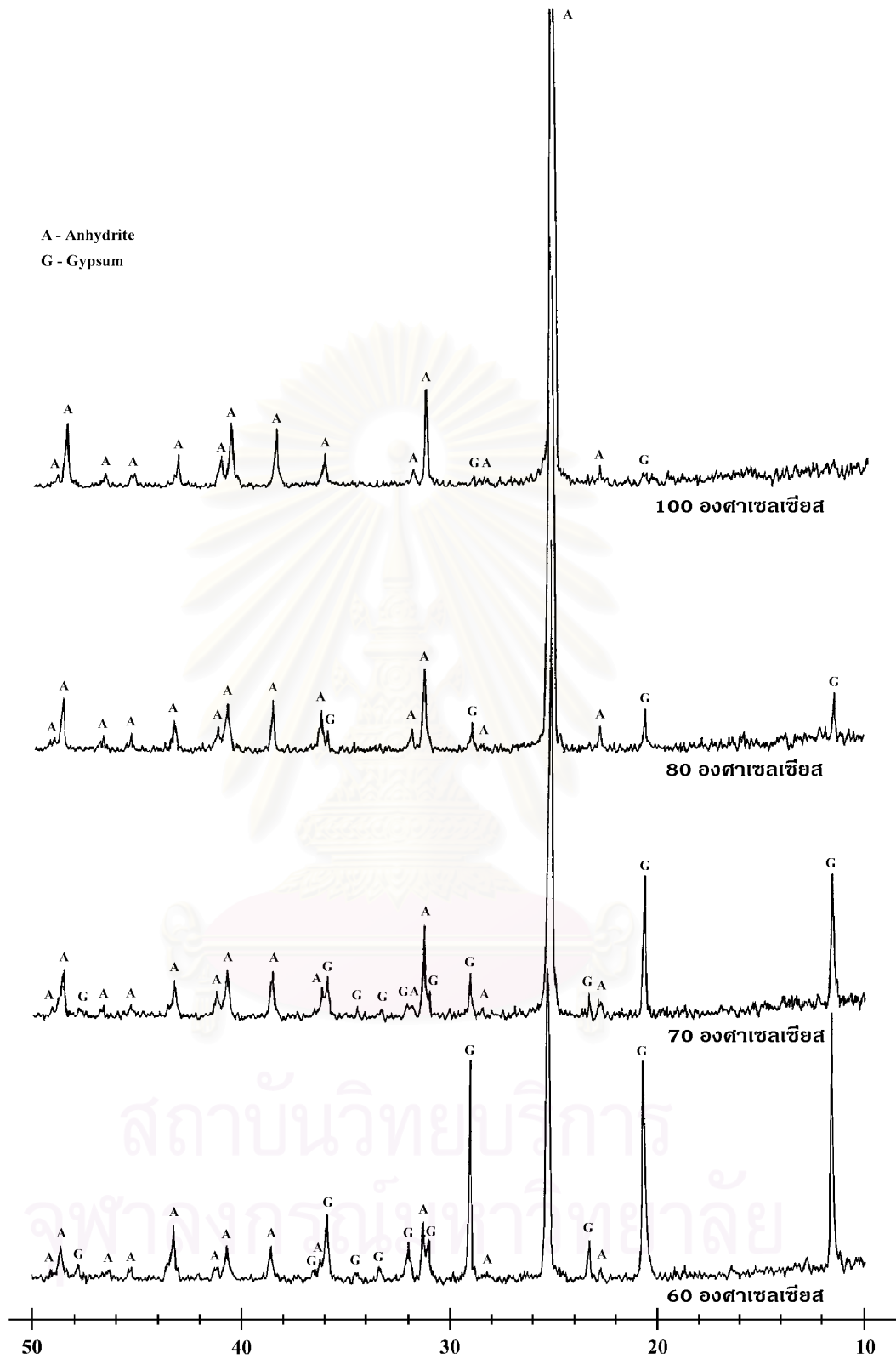
$$\% AII = 100 - \% AIII - \% HH - \% DH$$

ตารางที่ 4-7 แสดงผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณเฟสของยิปซัม

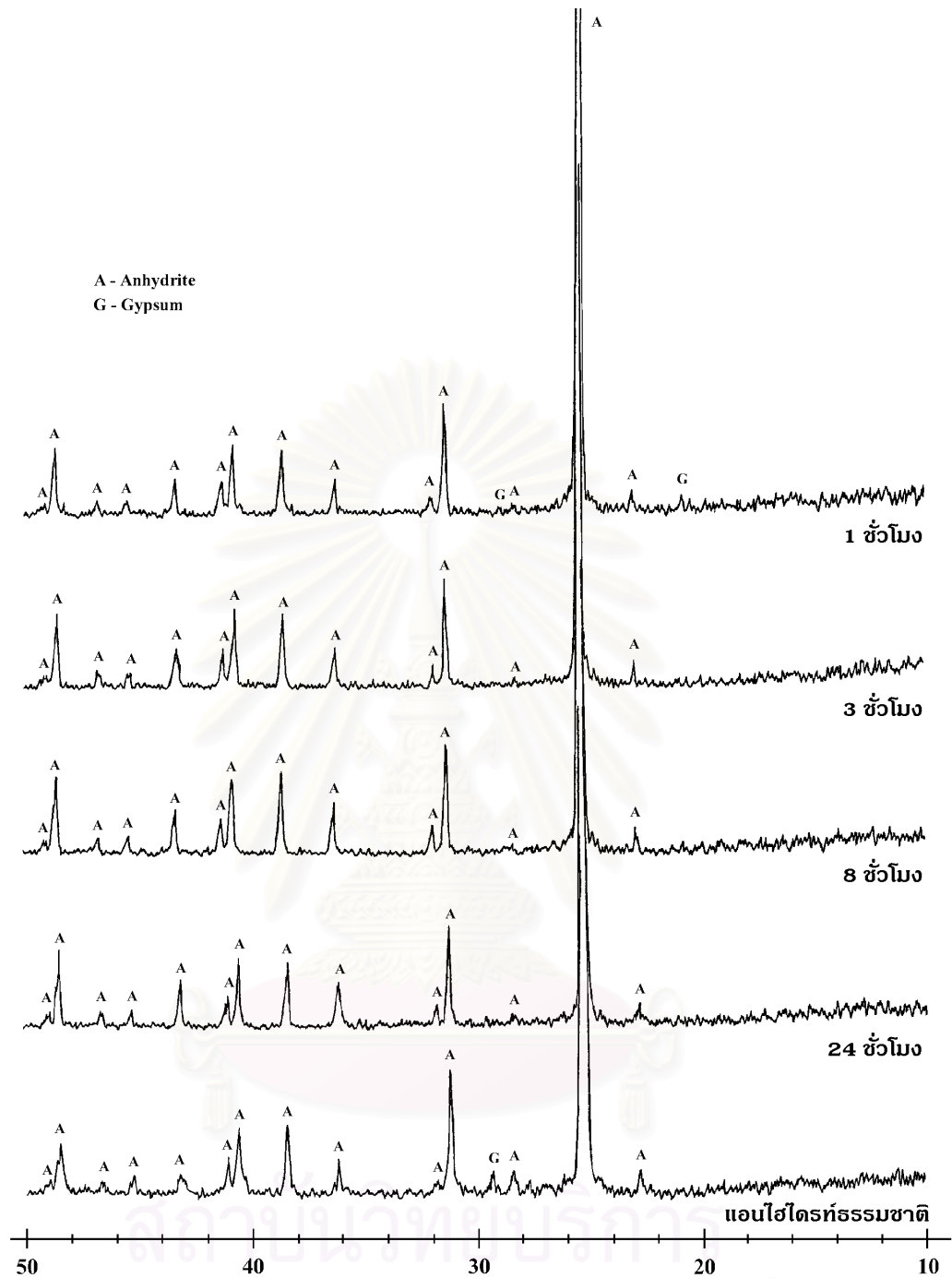
สภาวะการอบ	เฟส (ร้อยละ)*			สี
	แอนไฮไดรต์สอง	ไดไฮเดรต	ส่วนที่เหลือ**	
60 °C 1 ชม.	54.09±0.77	39.99±0.31	5.92±0.98	น้ำตาลอ่อน
70 °C 1 ชม.	54.65±2.06	25.56±0.41	19.80±2.30	น้ำตาลอ่อน
80 °C 1 ชม.	26.00±0.73	15.05±1.04	58.94±1.44	ค่อนข้างขาว
100 °C 1 ชม.	14.77±0.63	8.95±0.17	76.28±0.64	ขาว
100 °C 2 ชม.	4.96±0.35	6.27±0.10	88.77±0.28	ขาว
100 °C 3 ชม.	3.02±0.40	5.25±0.13	91.80±0.56	ขาว
100 °C 5 ชม.	2.67±0.22	5.06±0.19	92.27±0.19	ขาว
100 °C 8 ชม.	1.49±0.11	4.88±0.10	93.63±0.10	ขาว
100 °C 24 ชม.	1.41±0.10	4.50±0.39	94.09±0.37	ขาว

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** ส่วนที่ไม่เกิดปฏิกิริยารีไฮเดรชัน



รูปที่ 4-18 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ที่ได้จากการศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อปริมาณ แอนไฮไดรต์ (เวลาในการอบ 1 ชั่วโมง)



รูปที่ 4-19 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ที่ได้จากการศึกษาผลของระยะเวลาในการอบที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรต์ (อุณหภูมิในการอบ 100 องศาเซลเซียส)

จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของยิปซัมฟลูแก๊สที่ผ่านการล้างแล้วซึ่งพบว่ายังคงเหลือเหลืออยู่ในยิปซัม เนื่องจากเหลือเป็นองค์ประกอบหนึ่งที่ทำให้ยิปซัมมีสีน้ำตาล¹² แต่จากตารางที่ 4-7 เมื่อพิจารณาสีของยิปซัมหลังอบ (รูปที่ 4-20) พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการอบจะทำให้ยิปซัมมีสีขาวขึ้น สาเหตุที่การอบทำให้สีของยิปซัมขาวขึ้นนั้นสันนิษฐานว่าจะเกิดจากการที่เลขออกซิเดชันของเหล็กเปลี่ยนไป



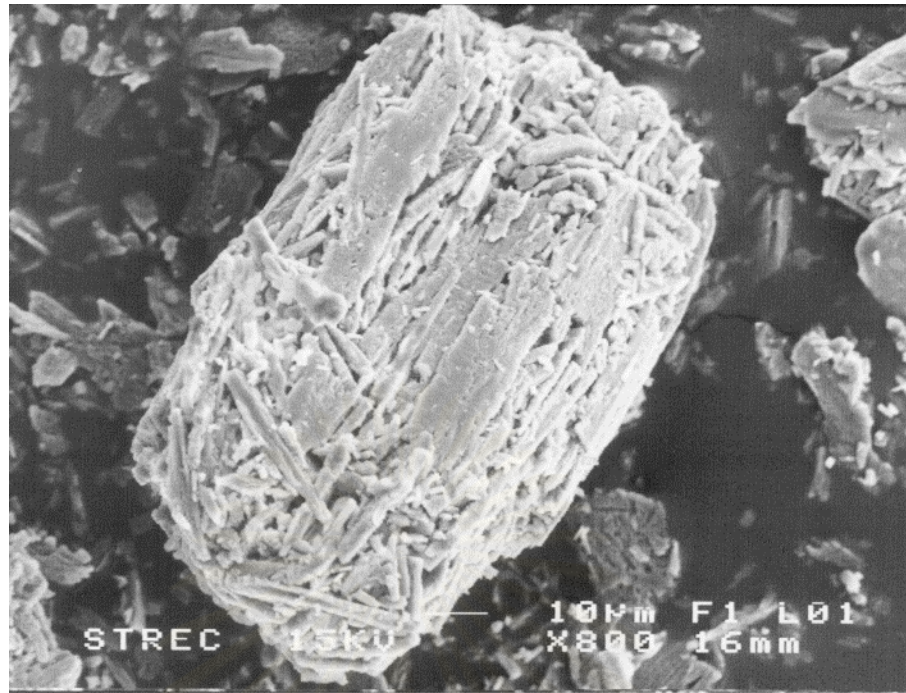
รูปที่ 4-20 แสดงลักษณะของสารที่ได้จากการอบยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริก

จากการศึกษาลักษณะรูปร่างของแอนไฮไดรท์ที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 4-21) สันนิษฐานว่าปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) จะเริ่มเกิดที่ผิวของอนุภาคของยิปซัม จนอนุภาคของยิปซัมค่อยๆ หดไป อนุภาคของแอนไฮไดรท์ที่เกิดขึ้นนั้นจึงมีลักษณะที่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อนเหมือนอนุภาคเดิมของยิปซัม และเมื่อนำไปทำให้เกิดการกระจายตัวแล้วนำไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 4-22) จะเห็นว่าผลึกของแอนไฮไดรท์จะมีลักษณะเป็นแท่ง (prismatic) และเป็นแผ่น (plate)

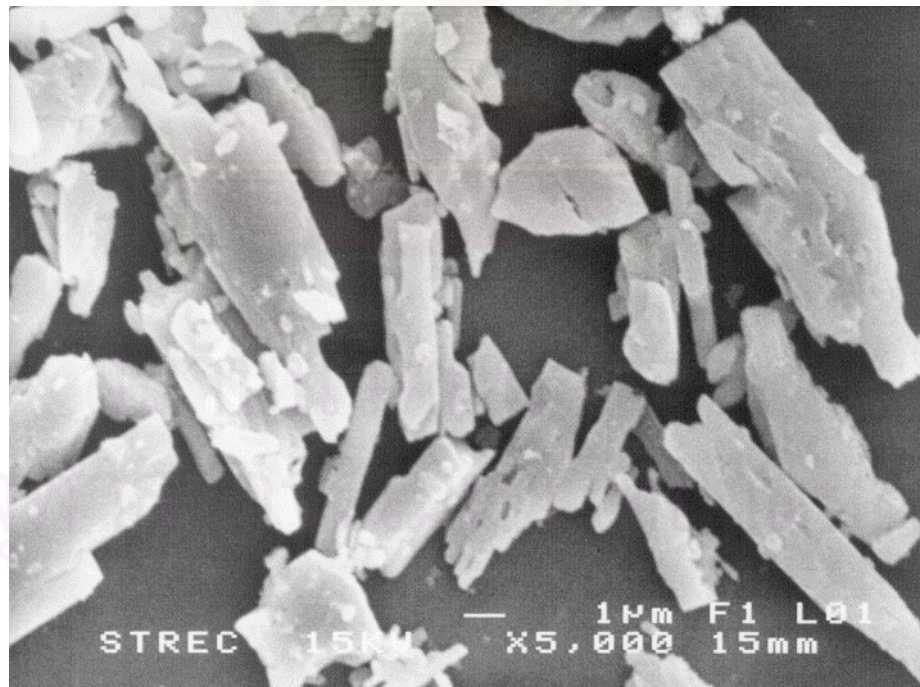
เนื่องจากในอุตสาหกรรม มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่ผลิตขึ้นนั้นจะมีองค์ประกอบของเฟสต่างๆ ดังนี้ คือ^{23,24}

- ไดไฮเดรต ไม่เกินร้อยละ 2
- เฮมิไฮเดรต ประมาณร้อยละ 26
- แอนไฮไดรท์สาม ประมาณร้อยละ 14
- แอนไฮไดรท์สอง ประมาณร้อยละ 58

ดังนั้นจากผลการทดลองในตารางที่ 4-7 จะเลือกยิปซัมผสมแอนไฮไดรท์ที่เตรียมได้จากการอบยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำต่อไป



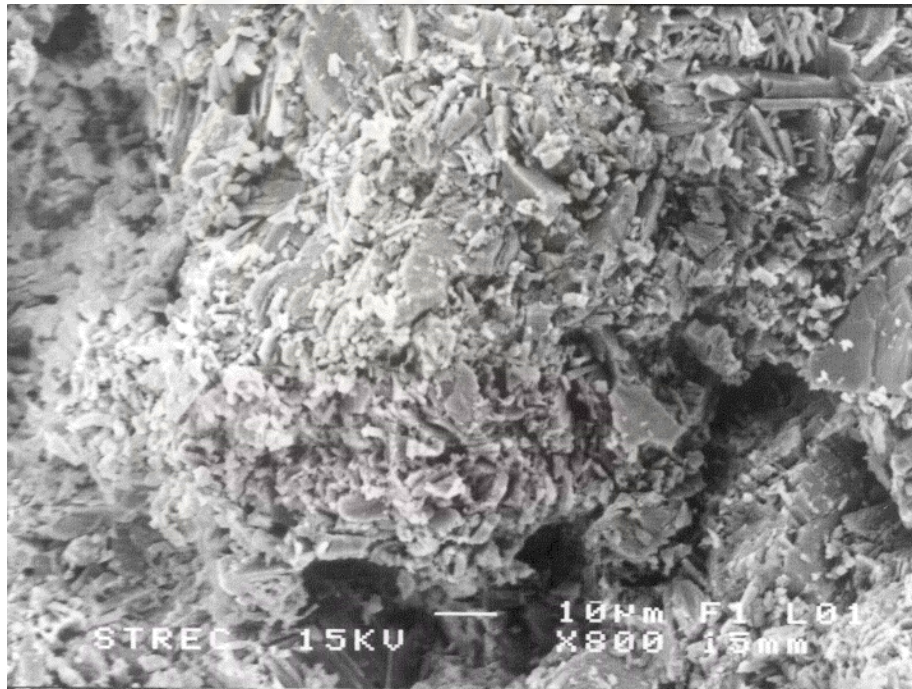
รูปที่ 4-21 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมผสมกรดซัลฟูริกซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4-22 ภาพถ่าย SEM ของยิปซัมผสมกรดซัลฟูริกซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและนำไปทำให้เกิดการกระจายตัว



รูปที่ 4-23 ภาพถ่ายของก้อน briquette ที่อัดด้วยวิธี uniaxial press ที่แรงอัด 200 บาร์



รูปที่ 4-24 ภาพถ่าย SEM ของก้อน briquette

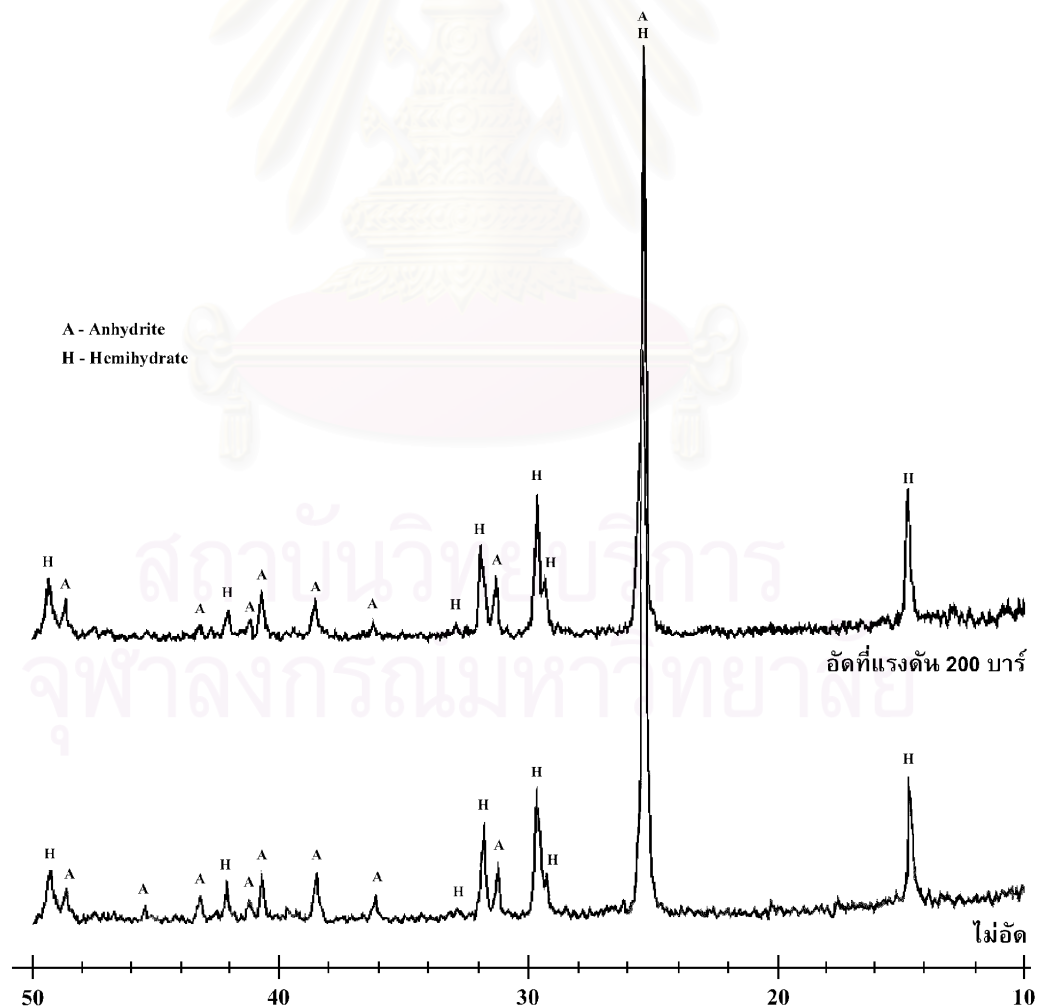
ในการศึกษาการสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำจะแบ่งยิปซัมผสมแอนไฮไดรท์ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นออกเป็น 2 ส่วน ส่วนหนึ่งนำไปอัดเป็นก้อน briquette ด้วยวิธี uniaxial press ที่แรงอัด 200 บาร์ (รูปที่ 4-23) เปรียบเทียบกับอีกส่วนหนึ่งซึ่งไม่อัด (powder) ทั้งนี้เพื่อศึกษาว่าอนุภาคของยิปซัมที่ยังคงเหลืออยู่ (โดยเฉพาะอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแท่ง) จะมีผลต่อสมบัติของมัลติเฟสพลาสเตอร์หรือไม่

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของก้อน briquette (รูปที่ 4-24) จะเห็นว่าไม่มีอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแท่งปรากฏให้เห็น เมื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง และนำไปวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ (ตารางที่ 4-8) และวิเคราะห์ XRD (รูปที่ 4-25) พบว่ามัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ขึ้นทั้ง 2 ส่วนนั้นมีองค์ประกอบของเฟสต่างๆ ใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4-8 แสดงปริมาณเฟสต่างๆ ของมัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ได้

	เฟส (ร้อยละ)			
	แอนไฮไดรต์สาม	เฮมิไฮเดรต	ไดไฮเดรต	แอนไฮไดรต์สอง
ผ่านการอัด	9.39±0.75	29.49±1.07	0.83±0.23	60.29±1.09
ไม่ผ่านการอัด	9.51±0.74	29.22±0.62	0.74±0.27	60.53±0.96

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%



รูปที่ 4-25 แสดงผลวิเคราะห์ XRD ของมัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ได้

ตารางที่ 4-9 แสดงสมบัติของมัลติเฟสพลาสติก (อัตราส่วนน้ำต่อพลาสติกเท่ากับ 0.6 คุณทงมูมิในการทดสอบเท่ากับ 29 องศาเซลเซียส คุณทงมูมิของน้ำเท่ากับ 28 องศาเซลเซียส ค่า pH ของน้ำเท่ากับ 6.79)

	มัลติเฟส พลาสติก	\bar{x}	s	T	df	$t_{0.025,df}$
pH [*]	อัด	6.00	0.006	-1.49	3.27	±3.07
	ไม่อัด	6.01	0.010			
ความหนืด (เซนติพอยส์) [*]	อัด	3633	28.867	1.48	3.72	±2.89
	ไม่อัด	3592	38.188			
เวลาในการเซตตัว เริ่มต้น (นาทื) [*]	อัด	17.39	0.775	2.13	3.26	±3.08
	ไม่อัด	16.28	0.461			
เวลาในการเซตตัว สุดท้าย (นาทื) [*]	อัด	30.00	0.866	3.97	2.75	±3.46
	ไม่อัด	27.83	0.382			
flexural strength (N/mm ²) [*]	อัด	5.08	0.073	0.02	2.09	±4.20
	ไม่อัด	5.07	0.496			
ความแข็ง (N/mm ²) ^{**}	อัด	10.66	0.671	-0.30	9.53	±2.24
	ไม่อัด	10.79	0.840			
bulk density (g/cm ³) [*]	อัด	1.123	0.006	-6.94	4.00	2.78
	ไม่อัด	1.157	0.006			

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** ทำการทดลอง 6 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

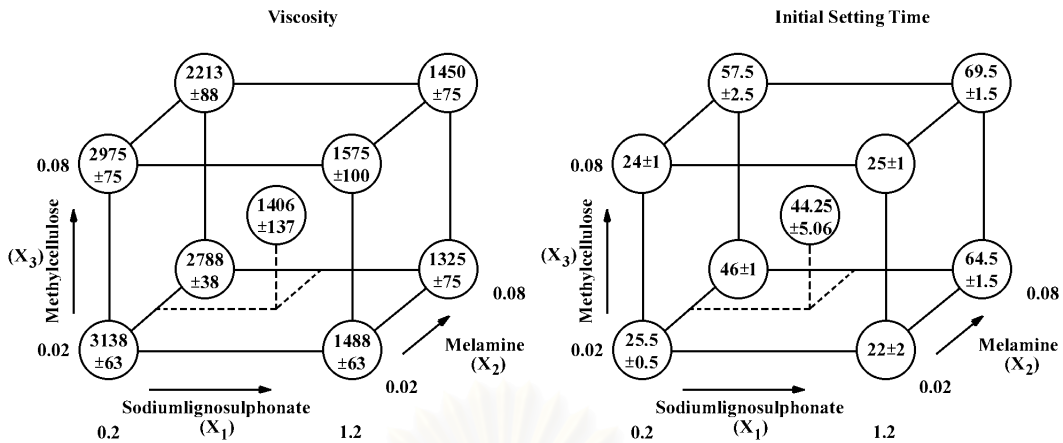
จากการทดสอบสมบัติของมัลติเฟสพลาสติกซึ่งได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4-9 เมื่อนำสมบัติของมัลติเฟสพลาสติกทั้งสองตัวอย่างมาเปรียบเทียบกันโดยใช้วิธีการทางสถิติแล้วพบว่า มัลติเฟสพลาสติกทั้งสองตัวอย่างนั้นมีค่า pH ความหนืด เวลาในการเซตตัวเริ่มต้น (initial setting time) flexural strength และความแข็งไม่แตกต่างกัน ($|T| \leq |t|$) แต่เวลาในการเซตตัวสุดท้าย (final setting time) และ bulk density จะแตกต่างกัน ($|T| > |t|$) แต่ความแตกต่างดังกล่าวจะมีเพียงเล็กน้อยเท่านั้น โดยเวลาในการเซตตัวสุดท้ายจะแตกต่างกันประมาณ 2 นาที และค่า bulk density จะแตกต่างกันประมาณ 0.03 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ดังนั้นในการศึกษาการเตรียมพลาสติกฉาบผนังจะใช้มัลติเฟสพลาสติกที่สังเคราะห์ขึ้นโดยไม่ผ่านการทำ agglomeration มาผสมกับสารเติมแต่งต่างๆ ซึ่งได้แก่ โซเดียมคลอไรด์ โพลีเอทิลีนไกลคอล และเมลามีน โดยที่สารเติมแต่งทั้ง 3 ชนิดที่ใช้นี้จะมีผลต่อสมบัติของพลาสติกแตกต่างกัน คือ

การเติมโซเดียมลิกโนซัลโฟเนตจะมีผลทำให้พลาสเตอร์มีการไหลตัวดี มีความหนืดต่ำ การเติมเมทิลเซลลูโลสจะมีผลทำให้ระยะเวลาในการเซตตัวของพลาสเตอร์ยาวนานขึ้น ขณะที่การเติมเมลามีนนั้นจะมีผลต่อทั้งการทำให้พลาสเตอร์มีการไหลตัวดีและการเพิ่มระยะเวลาในการเซตตัว

4.3 ผลการศึกษาการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนัง

ตารางที่ 4-10 แสดงผลการทดสอบพลาสเตอร์ฉาบผนังทั้ง 9 สูตร (อัตราส่วนน้ำต่อพลาสเตอร์เท่ากับ 0.6 อุณหภูมิในการทดสอบเท่ากับ 30 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของน้ำเท่ากับ 28 องศาเซลเซียส ค่า pH ของน้ำเท่ากับ 6.87)

สูตร ที่	สารเติมแต่ง (g/100 g plaster)			pH	ความหนืด (เซนติพอยส์)	เวลาในการเซตตัว (นาที)	
	โซเดียมลิกโน ซัลโฟเนต	เมลามีน	เมทิล เซลลูโลส			เริ่มต้น	สุดท้าย
9	0.7	0.05	0.05	5.94	1500	43	119
1	1.2	0.08	0.08	5.99	1525	71	201
5	0.2	0.08	0.08	5.90	2300	60	171
7	0.2	0.02	0.08	5.91	2900	23	49
4	1.2	0.02	0.02	5.96	1425	20	64
3	1.2	0.02	0.08	5.96	1675	26	73
9	0.7	0.05	0.05	5.89	1325	46	128
2	1.2	0.08	0.02	5.88	1400	66	189
6	0.2	0.08	0.02	5.86	2825	47	122
8	0.2	0.02	0.02	5.89	3200	25	63
1	1.2	0.08	0.08	5.94	1375	68	192
3	1.2	0.02	0.08	5.88	1475	24	68
5	0.2	0.08	0.08	5.92	2125	55	160
9	0.7	0.05	0.05	5.90	1375	41	112
2	1.2	0.08	0.02	5.93	1250	63	188
7	0.2	0.02	0.08	5.94	3050	25	53
6	0.2	0.08	0.02	5.90	2750	45	124
4	1.2	0.02	0.02	5.89	1550	24	72
8	0.2	0.02	0.02	5.84	3075	26	70
9	0.7	0.05	0.05	5.86	1425	47	121



รูปที่ 4-26 กราฟสามมิติแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งที่ใช้กับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นของพลาสติกอร์ฉาบผนัง

จากผลการทดสอบสมบัติของพลาสติกอร์ฉาบผนังทั้ง 9 สูตร ซึ่งแสดงในตารางที่ 4-10 เมื่อนำค่า pH ของพลาสติกอร์ฉาบผนังมาวิเคราะห์ความแปรปรวน²⁵ (ภาคผนวก ข) พบว่าไม่มีความแตกต่างระหว่างค่า pH (ค่าเฉลี่ย) ของพลาสติกอร์ฉาบผนังทั้ง 9 สูตร ($F < F_{crit}$) จึงสรุปได้ว่าปริมาณสารเติมแต่งทั้งสามที่ใช้ในการศึกษานี้ไม่มีผลต่อค่า pH ของพลาสติกอร์ฉาบผนัง แต่มีผลต่อค่า pH ของมัลติเฟสพลาสติกอร์ฉาบผนัง ($F > F_{crit}$ ภาคผนวก ข) โดยมีผลทำให้ค่า pH ลดลงประมาณ 0.1 และเมื่อนำผลดังกล่าวมาวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นและเวลาในการเซตตัวสุดท้าย โดยการหาความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่าย^{25,31} (ภาคผนวก ข) จะเห็นว่าเวลาในการเซตตัวสุดท้ายจะมีระยะเวลาเป็น 3 เท่าของระยะเวลาในการเซตตัวเริ่มต้น ดังนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณสารเติมแต่งที่เหมาะสมจะพิจารณาจากความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งทั้งสามกับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้น

จากข้อมูลในตารางที่ 4-10 เมื่อนำข้อมูลในส่วนของความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นมาหาค่าเฉลี่ยและเขียนเป็นกราฟสามมิติ (รูปที่ 4-26) พบว่าความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งทั้งสาม (ตัวแปรต้น) กับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้น (ตัวแปรตาม) จะมีลักษณะไม่เป็นเส้นตรง โดยจากการคำนวณจะได้ค่าความโค้ง (curvature)²⁶ ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{curvature (ความหนืด)} &= \{(1450+1325+1575+1488+2213+2788+2975+3138)/8\}-1406 \\ &= 2119-1406 \\ &= 713 \\ \text{curvature (เวลาในการเซตตัวเริ่มต้น)} &= \{(69.5+64.5+25+22+57.5+46+24+25.5)/8\}-44.25 \\ &= 41.75-44.25 \\ &= -2.5 \end{aligned}$$

เนื่องจากความสัมพันธ์ที่เราต้องการจะศึกษานั้นไม่เป็นเส้นตรง เพื่อความสะดวกในการคำนวณจะสมมติให้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งกับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นอยู่ในรูปของสมการพหุนามกำลังสอง โดยกำหนดให้มีพจน์ต่างๆ 9 พจน์ ซึ่งได้แก่ X_1 X_2 X_3 X_1X_2 X_1X_3 X_2X_3 X_1^2 X_2^2 และ X_3^2

เมื่อ X_1 แทนปริมาณโซเดียมลิทโนซิลโฟเนต

X_2 แทนปริมาณเมลามีน และ

X_3 แทนปริมาณเมทิลเซลลูโลส

ดังนั้นสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพจน์ต่างๆ กับความหนืดและเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นสามารถเขียนได้ดังนี้

$$Vis = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1 X_2 + \beta_5 X_1 X_3 + \beta_6 X_2 X_3 + \beta_7 X_1^2 + \beta_8 X_2^2 + \beta_9 X_3^2$$

$$T_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1 X_2 + \beta_5 X_1 X_3 + \beta_6 X_2 X_3 + \beta_7 X_1^2 + \beta_8 X_2^2 + \beta_9 X_3^2$$

เมื่อ Vis แทนความหนืด

T_i แทนเวลาในการเซตตัวเริ่มต้น และ

β_j แทนค่าสัมประสิทธิ์ของพจน์ที่ j

ในการคำนวณหาสมการทั้งสองนี้จะใช้วิธีที่เรียกว่า "stepwise regression"³² ซึ่งเป็นกระบวนการในการหากลุ่มของตัวแปรที่มีความสัมพันธ์กันในเชิงเส้นมากที่สุด โดยการเพิ่มตัวแปรเข้าไปทีละตัวจนกระทั่งได้สมการที่เชื่อถือได้มากที่สุด ในการเลือกตัวแปรจะพิจารณาจากค่า regression sum of squares (SSR) โดยอาศัยการทดสอบสมมติฐาน $H_0(\beta_j = 0)$ ด้วยการแจกแจงเอฟ (F distribution) เป็นเกณฑ์ในการตัดสินใจเลือกตัวแปรนั้น

จากผลการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่ายที่ประกอบด้วยตัวแปรเพียงพจน์เดียวของสมการความหนืด (ตารางที่ 4-11) พบว่า ตัวแปรพจน์แรกที่เลือกเข้ามาในสมการคือ X_1 ดังนั้นจะใช้ X_1 จับคู่กับพจน์ต่างๆ เพื่อเลือกตัวแปรพจน์ที่สองต่อไป และจากการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นที่ประกอบด้วยตัวแปร 2 3 และ 4 พจน์ (ตารางที่ 4-12 ถึงตารางที่ 4-14) สามารถเขียนสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งกับความหนืดได้ดังนี้

$$Vis = 4258.2 - 5652.5X_1 + 2850X_1^2 - 10645.8X_2 + 6875X_1X_2 \dots(1)$$

โดยสมการดังกล่าวจะมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, R) เท่ากับ 0.975 ซึ่งหมายความว่า 95 เปอร์เซนต์ ($100R^2$) ของการแปรผันในค่าของความหนืดเป็นผลเนื่องมาจากการมีความสัมพันธ์กับพจน์ต่างๆ และจากสมการสามารถสรุปได้ว่าปริมาณของเมทิลเซลลูโลสที่ผสม

ในมัลติเฟสพลาสติกเตอร์ในช่วง 0.02-0.08 เปอร์เซ็นต์นั้นจะไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงความหนืดของพลาสติกอร์ฉาบผนัง แต่การเติมโซเดียมคลอไรด์และเมลามีนในช่วง 0.2-1.2 และ 0.02-0.08 เปอร์เซ็นต์นั้นจะมีผลทำให้ความหนืดของพลาสติกอร์ฉาบผนังลดลง

ตารางที่ 4-11 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่ายของความหนืด (1 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(1,18)} \quad (f_{.05(1,18)} = 4.41)$$

Factor	SSR ₁ *	Variance (s ²)*	F _{cal} = SSR/s ²
X ₁	6956406	153844	45.217
X ₂	490000	513089	0.955
X ₃	68906	536483	0.128
X ₁ X ₂	4293418	301788	14.227
X ₁ X ₃	3205039	362253	8.848
X ₂ X ₃	489672	513107	0.954
X ₁ ²	5776645	219386	26.331
X ₂ ²	274893	525039	0.524
X ₃ ²	8224	539854	0.015

* จากภาคผนวก ฉ

ตารางที่ 4-12 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (2 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(2,17)} \quad (f_{.05(2,17)} = 3.59)$$

Factor	SSR ₂ *	SSR ₂ -SSR ₁	Variance (s ²)*	F _{cal} = (SSR ₂ -SSR ₁)/s ²
X ₁ , X ₂	7446406	490000	134070	3.655
X ₁ , X ₃	7025313	68907	158840	0.434
X ₁ , X ₁ X ₂	7065209	108803	156493	0.695
X ₁ , X ₁ X ₃	6960310	3904	162664	0.024
X ₁ , X ₂ X ₃	7446078	489672	134089	3.652
X ₁ , X ₁ ²	8580906	1624500	67335	24.126
X ₁ , X ₂ ²	723199	274893	146723	1.874
X ₁ , X ₃ ²	6964630	8224	162410	0.051

* จากภาคผนวก ฉ

ตารางที่ 4-13 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (3 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(3,16)} \quad (f_{.05(3,16)} = 3.24)$$

Factor	SSR ₃ *	SSR ₃ -SSR ₂	Variance (s ²)*	F _{cal} =(SSR ₃ -SSR ₂)/s ²
X ₁ , X ₁ ² , X ₂	9070906	490000	40918	11.975
X ₁ , X ₁ ² , X ₃	8649813	68907	67236	1.025
X ₁ , X ₁ ² , X ₁ X ₂	8689709	108803	64743	1.681
X ₁ , X ₁ ² , X ₁ X ₃	8584810	3904	71299	0.055
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ X ₃	9070578	489672	40938	11.961
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ ²	9070906	49000	40918	11.975
X ₁ , X ₁ ² , X ₃ ²	8649813	68907	67236	1.025

* จากภาคผนวก ฉ

ตารางที่ 4-14 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของความหนืด (4 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(4,15)} \quad (f_{.05(4,15)} = 3.06)$$

Factor	SSR ₄ *	SSR ₄ -SSR ₃	Variance (s ²)*	F _{cal} =(SSR ₄ -SSR ₃)/s ²
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₃	9139813	68907	39052	1.764
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₁ X ₂	9241063	170157	32302	5.268
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₁ X ₃	9074810	3904	43386	0.090
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₂ X ₃	9174307	103401	36752	2.813
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₂ ²	9070906	0	43646	0
X ₁ , X ₁ ² , X ₂ , X ₃ ²	9139813	68907	39052	1.764

* จากภาคผนวก ฉ

สำหรับผลการวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งกับเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นจะแสดงในตารางที่ 4-15 ถึงตารางที่ 4-18 ซึ่งจากผลดังกล่าวจะได้สมการแสดงความสัมพันธ์ดังนี้

$$T_i = 16.52 + 305.72X_2 + 284.37X_1X_2 + 1654.41X_2X_3 - 5.28X_1^2 \quad \dots(2)$$

จากสมการดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณเมลามีนและเมทิลเซลลูโลสที่เติมเข้าไปในช่วง 0.02-0.08 เปอร์เซ็นต์ จะมีผลทำให้ระยะเวลาในการเซตตัวของพลาสติกที่ยาวนานขึ้น

ในขณะที่การเติมโซเดียมคลอไรด์ไฟฟเฟนตในช่วง 0.2-1.2 เปอร์เซ็นต์ จะมีผลทำให้ระยะเวลาในการเซตตัวของพลาสติกเตอร์ลดลง

ตารางที่ 4-15 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่ายของเวลาเซตตัวเริ่มต้น(1 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(1,18)} \quad (f_{.05(1,18)} = 4.41)$$

Factor	SSR ₁ *	Variance (s ²)*	F _{cal} = SSR/s ²
X ₁	196	305	0.643
X ₂	4970	40	125
X ₃	81	311	0.260
X ₁ X ₂	3345	130	25.718
X ₁ X ₃	213	304	0.699
X ₂ X ₃	2990	150	19.962
X ₁ ²	172	306	0.562
X ₂ ²	4800	49	97.495
X ₃ ²	69	312	0.222

* จากภาคผนวก ก

ตารางที่ 4-16 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (2 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(2,17)} \quad (f_{.05(2,17)} = 3.59)$$

Factor	SSR ₂ *	SSR ₂ -SSR ₁	Variance (s ²)*	F _{cal} = (SSR ₂ -SSR ₁)/s ²
X ₂ , X ₁	5166	196	31	6.323
X ₂ , X ₃	5051	81	37	2.189
X ₂ , X ₁ X ₂	5390	420	17	24.706
X ₂ , X ₁ X ₃	5183	213	30	7.100
X ₂ , X ₂ X ₃	5104	134	34	3.941
X ₂ , X ₁ ²	5142	172	32	5.375
X ₂ , X ₂ ²	4990	20	41	0.488
X ₂ , X ₃ ²	5040	70	38	1.842

* จากภาคผนวก ก

ตารางที่ 4-17 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (3 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(3,16)} \quad (f_{.05(3,16)} = 3.24)$$

Factor	SSR ₃ [*]	SSR ₃ -SSR ₂	Variance (s ²) [*]	F _{cal} =(SSR ₃ -SSR ₂)/s ²
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₁	5439	49	15	3.267
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₃	5471	81	13	6.231
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₁ X ₃	5399	9	18	0.500
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃	5524	134	10	13.400
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₁ ²	5454	64	15	4.267
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ ²	5410	20	17	1.176
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₃ ²	5460	70	14	5.000

* จากภาคผนวก ก

ตารางที่ 4-18 แสดงการวิเคราะห์ความถดถอยพหุคูณเชิงเส้นของเวลาเซตตัวเริ่มต้น (4 ตัวแปร)

$$\text{ปฏิเสธ } H_0 \text{ เมื่อ } F_{\text{cal}} > f_{.05(4,15)} \quad (f_{.05(4,15)} = 3.06)$$

Factor	SSR ₄ [*]	SSR ₄ -SSR ₃	Variance (s ²) [*]	F _{cal} =(SSR ₄ -SSR ₃)/s ²
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₁	5573	49	7.5	6.533
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₃	5528	4	10.5	0.381
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₁ X ₃	5554	30	8.8	3.409
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₁ ²	5588	64	6.5	9.846
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₂ ²	5544	20	9.4	2.128
X ₂ , X ₁ X ₂ , X ₂ X ₃ , X ₃ ²	5533	9	10.2	0.882

* จากภาคผนวก ก

เมื่อพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R) ที่ได้จากการวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้น (ภาคผนวก ก) จะเห็นว่าสามารถตัดตัวแปรบางตัวออกจากสมการที่ (2) ได้โดยที่ความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรต้นและตัวแปรตามยังคงอยู่ที่ระดับ 95 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นสมการที่ (2) สามารถเขียนใหม่ได้ดังนี้

$$T_i = 16.52 + 305.72X_2 + 284.37X_1X_2 \quad \dots(3)$$

แม้ว่าจากการแก้สมการที่ (1) และ (3) จะไม่พบคำตอบหรือปริมาณของโซเดียมลิกโนซัลไฟเนตและเมลามีนที่เหมาะสม แต่จากสมการดังกล่าวจะเห็นว่าปริมาณเมทิลเซลลูโลสในช่วงที่ใช้ในการศึกษาจะไม่มีผลต่อทั้งความหนืดและเวลาในการเซตตัวของพลาสติกอบผนัง และจากรูปที่ 4-26 จะเห็นว่าพลาสติกอบผนังสูตรที่ 2 ซึ่งมีการเติมโซเดียมลิกโนซัลไฟเนต 1.2 เปอร์เซ็นต์ เมลามีน 0.08 เปอร์เซ็นต์ และเมทิลเซลลูโลส 0.02 เปอร์เซ็นต์นั้นจะทำให้มีการไหลตัวดีที่สุด โดยมีความหนืดประมาณ 1325 เซนติพอยส์ และมีระยะเวลาในการเซตตัวอยู่ในช่วง 60-70 นาที ดังนั้นในการเตรียมพลาสติกอบผนังขึ้นเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ นั้นจะผสมแต่เพียงโซเดียมลิกโนซัลไฟเนต 1.2 เปอร์เซ็นต์และเมลามีน 0.08 เปอร์เซ็นต์

จากผลการทดสอบสมบัติของพลาสติกอบผนังสูตรที่เตรียมขึ้นใหม่นี้ (ตารางที่ 4-19) เมื่อเปรียบเทียบกับพลาสติกอบผนังสูตรที่ 2 (ตารางที่ 4-10) จะเห็นว่า การไม่เติมเมทิลเซลลูโลสนั้นจะสามารถลดความหนืดของพลาสติกอบผนังได้ประมาณ 200 เซนติพอยส์ โดยไม่มีผลต่อระยะเวลาในการเซตตัว แต่เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับสมบัติของมัลติเฟสพลาสติก (ตารางที่ 4-9) จะเห็นว่าในการใช้สารเติมแต่งผสมในมัลติเฟสพลาสติกเพื่อให้ได้เป็นพลาสติกอบผนังที่มีการไหลตัวดี และมีระยะเวลาในการเซตตัวที่ยาวนานขึ้นนั้นจะทำให้พลาสติกมีค่า flexural strength ความแข็ง และ bulk density ต่ำลง จากการทดลองนำพลาสติกอบผนังสูตรดังกล่าวมาเทลงบนแผ่นกระเบื้องใยหิน (รูปที่ 4-27) พบว่าพลาสติกมีการไหลตัวดี ให้ผิวเรียบสม่ำเสมอ (มีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร) และสามารถปิดบังสีของกระเบื้องได้ดี

ตารางที่ 4-19 แสดงสมบัติของพลาสติกอบผนังซึ่งผสมโซเดียมลิกโนซัลไฟเนต 1.2 เปอร์เซ็นต์ และเมลามีน 0.08 เปอร์เซ็นต์ (อัตราส่วนน้ำต่อพลาสติกเท่ากับ 0.6 อุณหภูมิในการทดสอบและอุณหภูมิของน้ำเท่ากับ 30 และ 28 องศาเซลเซียสตามลำดับ ค่า pH ของน้ำเท่ากับ 6.76)

สมบัติ	
pH [*]	5.91±0.04
ความหนืด (เซนติพอยส์) [*]	1117±110
เวลาในการเซตตัวเริ่มต้น (นาที) [*]	64.9±2.6
เวลาในการเซตตัวสุดท้าย (นาที) [*]	191±5.1
flexural strength (N/mm ²) [*]	1.37±0.216
ความแข็ง (N/mm ²) ^{**}	5.11±1.20
bulk density (g/cm ³) [*]	1.086±0.054

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** ทำการทดลอง 6 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%



รูปที่ 4-27 แสดงลักษณะของพลาสติกอร์ฉาบผนังที่ทดลองทดลองบนกระเบื้องไยหิน

4.4 ผลการศึกษาสมบัติของแอนไฮไดรต์

จากการศึกษาผลของระยะเวลาในการอบยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริกที่มีต่อปริมาณแอนไฮไดรต์ (ตารางที่ 4-7) จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการอบให้นานกว่า 5 ชั่วโมง ปริมาณแอนไฮไดรต์จะเพิ่มขึ้นอีกเพียงเล็กน้อย ดังนั้นในการศึกษาสมบัติและลักษณะเฉพาะของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยวิธี semidry acid-anhydrite จะเลือกแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากการอบยิปซัมฟลูแก๊สผสมกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง มาใช้ในการศึกษาเปรียบเทียบกับแอนไฮไดรต์จากธรรมชาติ

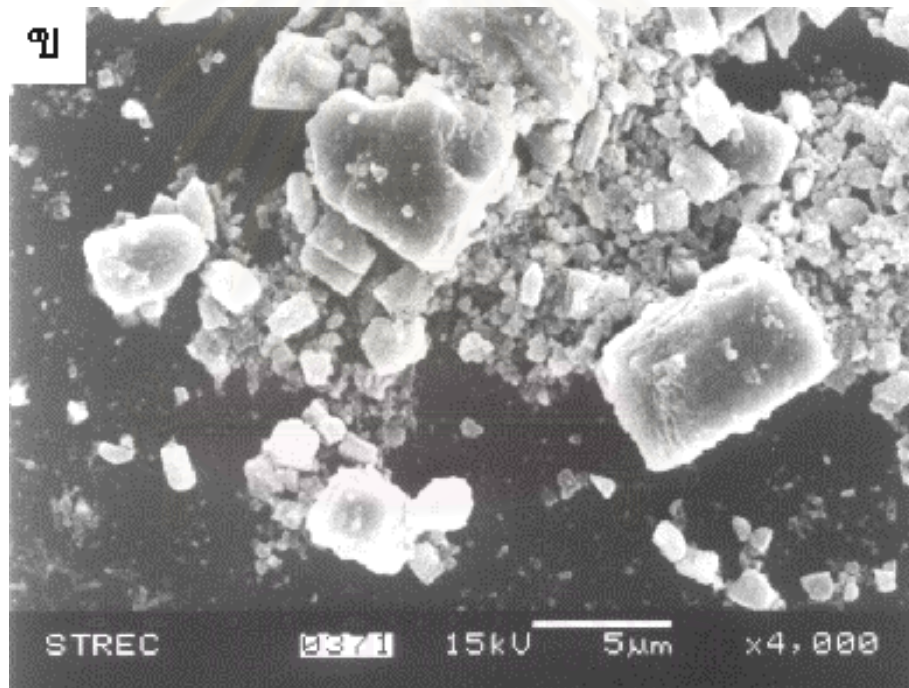
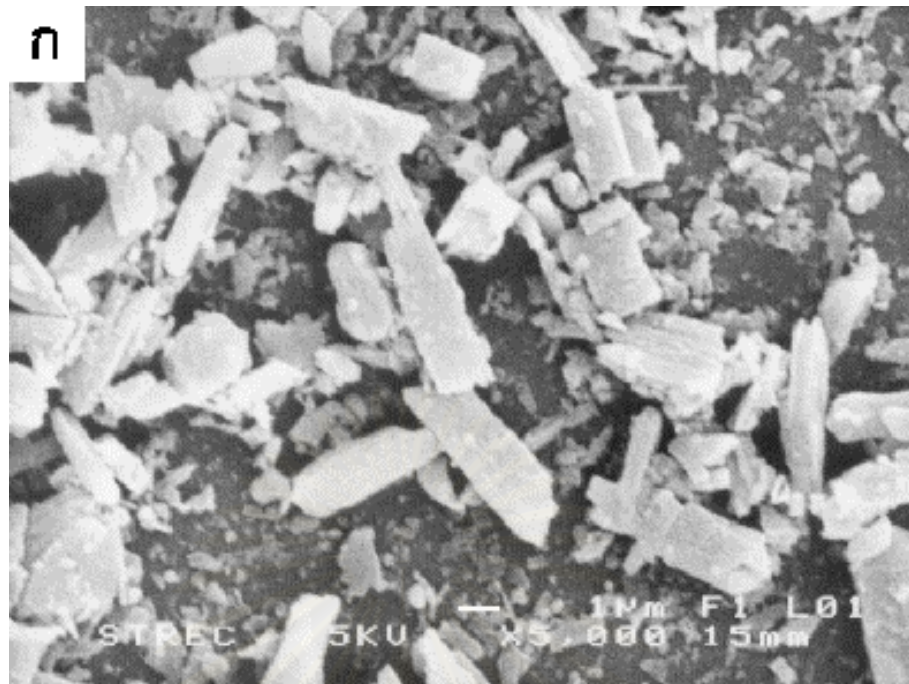
จากผลการทดสอบสมบัติของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์เปรียบเทียบกับแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ (ตารางที่ 4-9) เมื่อนำสมบัติของแอนไฮไดรต์ทั้งสองมาเปรียบเทียบกันโดยใช้วิธีการทางสถิติแล้ว พบว่าแอนไฮไดรต์ทั้งสองนั้นมีค่าความถ่วงจำเพาะ ปริมาณสารที่ระเหยที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และปริมาณสารที่ละลายน้ำไม่แตกต่างกัน ($|T| \leq |t|$) แต่จะมีค่าการดูดซับน้ำ มัน ค่า pH และปริมาณไดไฮเดรตแตกต่างกัน ($|T| > |t|$)

จากการวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคเฉลี่ย (laser light scattering) ของแอนไฮไดรต์ ทั้งสองชนิดพบว่าแอนไฮไดรต์สังเคราะห์และแอนไฮไดรต์ธรรมชาติมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 4.83 และ 3.10 ไมโครเมตร ตามลำดับ การที่แอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยมากกว่า แอนไฮไดรต์ธรรมชาตินั้นสันนิษฐานว่าเป็นผลจากการที่ผลึกของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ได้เกิด agglomeration (รูปที่ 4-21) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะอย่างหนึ่งของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจาก กระบวนการ semidry acid-anhydrite และจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 4-28) พบว่าอนุภาคของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีลักษณะเป็นแท่งและเป็นแผ่น ขณะที่อนุภาคของ แอนไฮไดรต์ธรรมชาติมีลักษณะเป็นก้อน ด้วยเหตุนี้จึงทำให้แอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีพื้นที่ผิวใน การดูดซับน้ำมันมากกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ และเนื่องจากแอนไฮไดรต์สังเคราะห์ต้องผ่านการ ควบคุมความเป็นกรด-ด่างจึงทำให้มีค่า pH อยู่ที่ประมาณ 6-7 เมื่อนำแอนไฮไดรต์ทั้งสองมาวัด ความขาว (ค่า L or lightness) ตามเกณฑ์ของ CIE (Commission Internationale d'Eclairage) พบว่าแอนไฮไดรต์สังเคราะห์ (L=92.64 %) จะมีความขาวมากกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ (L=91.45 %) เล็กน้อย

ตารางที่ 4-20 แสดงสมบัติของแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นเปรียบเทียบกับแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ

	แอนไฮไดรต์	x	s	T	df	$t_{0.025,df}$
ความถ่วงจำเพาะ (g/cm ³) [*]	สังเคราะห์	2.950	0.0051	0.68	3.95	±2.80
	ธรรมชาติ	2.947	0.0057			
ปริมาณสารที่ระเหยที่ 105 °C(เปอร์เซ็นต์) [*]	สังเคราะห์	0.09	0.035	-1.27	3.87	±2.83
	ธรรมชาติ	0.13	0.042			
ค่าการดูดซับน้ำมัน (cm ³ /100g anhydrite) [*]	สังเคราะห์	29.1	1.02	3.82	3.84	±2.84
	ธรรมชาติ	26.2	0.83			
ปริมาณสารที่ละลายน้ำ (เปอร์เซ็นต์) [*]	สังเคราะห์	9.16	0.32	2.02	3.63	±2.93
	ธรรมชาติ	8.70	0.23			
pH [*]	สังเคราะห์	6.75	0.14	-3.55	3.22	±3.09
	ธรรมชาติ	7.32	0.24			
ปริมาณไดไฮเดรต (เปอร์เซ็นต์) [*]	สังเคราะห์	5.06	0.19	-7.16	3.96	±2.80
	ธรรมชาติ	6.23	0.21			

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%



รูปที่ 4-28 ภาพถ่าย SEM ของแอนไฮไดรต์ (ก) แอนไฮไดรต์สังเคราะห์ (ข) แอนไฮไดรต์ธรรมชาติ

เนื่องจากทั้งแอนไฮไดรต์สังเคราะห์และแอนไฮไดรต์ธรรมชาติสามารถละลายน้ำได้ (ตารางที่ 4-20) ดังนั้นจึงไม่เหมาะที่จะนำแอนไฮไดรต์มาใช้เป็นตัวเติมในงานบางประเภท เช่น adhesives dispersion paints และ coating colors เป็นต้น แต่จากการศึกษาพบว่าแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากกระบวนการ semidry acid-anhydrite สามารถนำมาใช้เป็นตัวเติมในการผลิตพลาสติกได้หลายชนิด อาทิ โพลีไวนิลคลอไรด์ (พีวีซี) โพลีเอทิลีน (พีอี) โพลีโพรพิลีน (พีพี) และโพลีฟีนิลีนซัลไฟด์ (พีพีเอส) เป็นต้น อีกทั้งพลาสติกที่ผลิตได้จากการใช้

ตัวเติมชนิดแอนไฮไดรท์ยังมีสมบัติต่างๆ เทียบเท่ากับพลาสติกที่ผลิตได้จากการใช้ตัวเติมชนิดแคลเซียมคาร์บอเนตด้วย^{7,8}

จากการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของแอนไฮไดรท์สังเคราะห์เปรียบเทียบกับแอนไฮไดรท์ธรรมชาติซึ่งได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4-21 และรูปที่ 4-29 พบว่าในช่วงระยะเวลาที่ทำการศึกษาทั้งสิ้น 49 วัน ทั้งแอนไฮไดรท์สังเคราะห์และแอนไฮไดรท์ธรรมชาติจะสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้เพียงประมาณ 72 เปอร์เซ็นต์ และจากกราฟจะเห็นว่าในช่วง 49 วันแรกของการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์นั้น อัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของแอนไฮไดรท์ธรรมชาติจะสูงกว่าแอนไฮไดรท์สังเคราะห์ แต่จากลักษณะของกราฟจะเห็นว่าในช่วงหลังจาก 49 วันไปแล้ว อัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของแอนไฮไดรท์สังเคราะห์มีแนวโน้มที่จะสูงกว่า

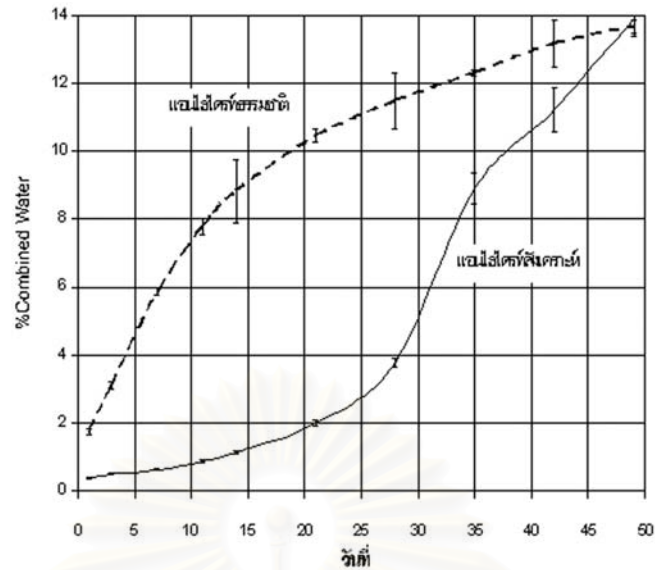
ตารางที่ 4-21 แสดงผลการศึกษ้อัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของแอนไฮไดรท์

วันที่	%combined water*		%ไดไฮเดรต**	
	แอนไฮไดรท์ธรรมชาติ	แอนไฮไดรท์สังเคราะห์	แอนไฮไดรท์ธรรมชาติ	แอนไฮไดรท์สังเคราะห์
1	1.74±0.093	0.37±0.015	9.11	1.94
3	3.09±0.115	0.48±0.012	16.18	2.51
7	5.85±0.107	0.61±0.012	30.64	3.19
11	7.77±0.230	0.86±0.029	40.69	4.50
14	8.82±0.926	1.12±0.055	46.19	5.87
21	10.45±0.190	1.99±0.087	54.73	10.42
28	11.46±0.831	3.77±0.131	60.02	19.74
35	12.30±0.077	8.89±0.462	64.41	46.56
42	13.17±0.709	11.21±0.636	68.97	58.71
49	13.66±0.211	13.91±0.519	71.54	72.85

* ทำการทดลอง 3 ครั้ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** คำนวณจากค่าเฉลี่ยของ %combined water

หมายเหตุ แอนไฮไดรท์ธรรมชาติและแอนไฮไดรท์สังเคราะห์มีค่า residual combined water เท่ากับ 1.30 (ไดไฮเดรต 6.23 เปอร์เซ็นต์) และ 1.06 (ไดไฮเดรต 5.06 เปอร์เซ็นต์) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ (ตารางที่ 4-20)



รูปที่ 4-29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์กับค่า %combined water

จากรายงานการศึกษาเกี่ยวกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชัน ที่ได้กล่าวไว้ว่าการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของอีพ็อกซีพลาสแตะนั้นสามารถอธิบายได้ด้วย Avrami equation³⁰ ซึ่งมีสมการดังนี้

$$c/c_0 = 1 - \exp [-(kt)^n] \quad \dots (4)$$

เมื่อ c คือ ปริมาณแอนไฮไดรต์ที่เกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันเมื่อเวลา t

c_0 คือ ปริมาณแอนไฮไดรต์เริ่มต้น

k คือ reactivity

t คือ เวลา

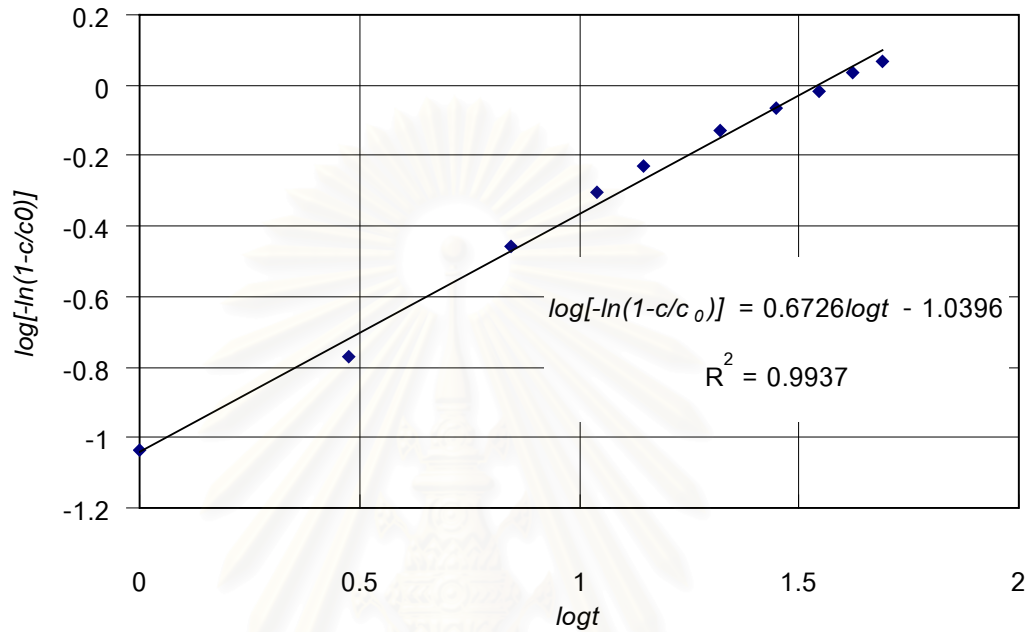
และ n คือ ค่าที่บอกถึงลักษณะของการเกิดนิวเคลียส (nucleus formation)

จากสมการของ Avrami สามารถหาค่า k และค่า n ได้จากการหาสมการเส้นตรงที่เหมาะสมจากการเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\log[-\ln(1-c/c_0)]$ และ $\log t$ โดยจากจากกราฟความสัมพันธ์ดังกล่าวของแอนไฮไดรต์ธรรมดา (รูปที่ 4-30) และแอนไฮไดรต์สังเคราะห์ (รูปที่ 4-31) แสดงให้เห็นว่าการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์ทั้งสองชนิดนั้นแตกต่างกัน การเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์ธรรมดาจะมีลักษณะเป็น homogeneous reaction ส่วนปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์จะมีลักษณะเป็น heterogeneous reaction คือ ประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อยสองขั้นตอน อัตราการเกิดปฏิกิริยาของแอนไฮไดรต์ทั้งสองชนิดสามารถเขียนให้อยู่ในรูปสมการ Avrami ได้ดังนี้

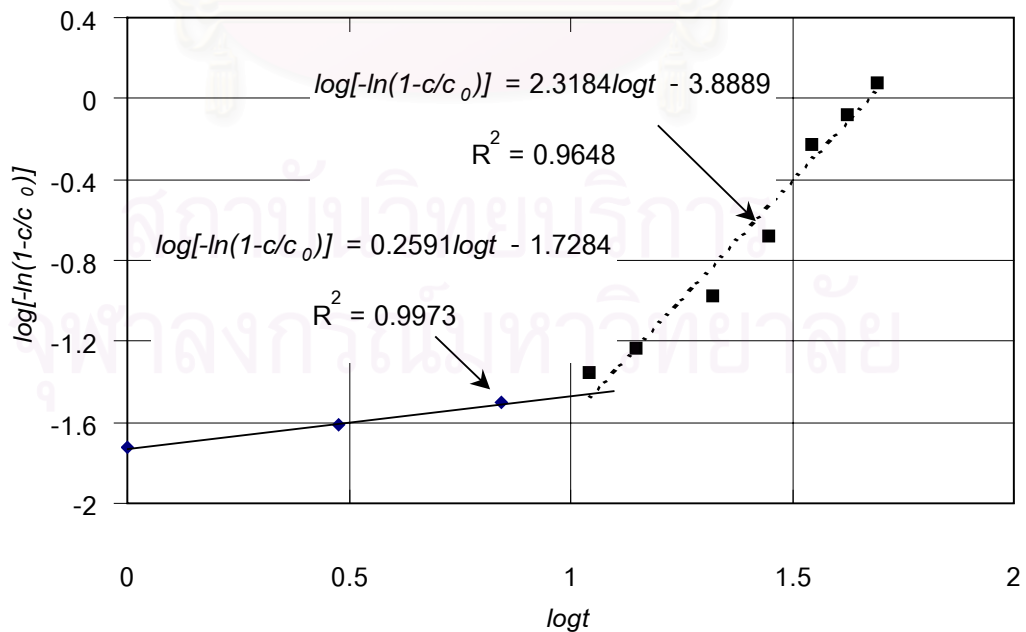
$$\text{แอนไฮโดรท์ธรรมชาติ} \quad c/c_0 = 1 - \exp [-(0.0285t)^{0.67}] \quad \dots(5)$$

$$\text{แอนไฮโดรท์สังเคราะห์} \quad c/c_0 = 1 - \exp [-(2.13 \times 10^{-7}t)^{0.26}] \quad \dots(6)$$

$$c/c_0 = 1 - \exp [-(0.0210t)^{2.32}] \quad \dots(7)$$



รูปที่ 4-30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log[-\ln(1-c/c_0)]$ กับ $\log t$ ของแอนไฮโดรท์ธรรมชาติ



รูปที่ 4-31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log[-\ln(1-c/c_0)]$ กับ $\log t$ ของแอนไฮโดรท์สังเคราะห์

เนื่องจากค่า k เป็นค่าที่บอกถึง reactivity ของสาร ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบค่า k ที่ได้จากสมการที่ (5) และ (6) จะเห็นว่าแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นมานั้นมีค่า reactivity ($k = 2.13 \times 10^{-7}$) ต่ำกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ ($k = 0.0285$) โดยผลที่ได้นี้จะสอดคล้องกับผลการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชัน (รูปที่ 4-29) ซึ่งพบว่าแอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากกระบวนการ semidry acid-anhydrite สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันได้ช้ากว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติในช่วง 10 วันแรก และจากสมการที่ (5) และ (7) ค่า k ของแอนไฮไดรต์ธรรมชาติและแอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีค่าใกล้เคียงกัน แต่ค่า n ของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์จะมากกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ ทำให้หลังจากวันที่ 10 ไปแล้วอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์สูงกว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ และเป็นสาเหตุที่ทำให้ในช่วงหลังจากวันที่ 49 ไปแล้วแอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีแนวโน้มที่จะเกิดการไฮเดรชันได้มากกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาหาแนวทางในการปรับปรุงสมบัติของยิปซัมฟลูแก๊สเพื่อให้สามารถนำยิปซัมฟลูแก๊สมาใช้เป็นวัสดุทดแทน และอาจเป็นวัสดุทางเลือกใหม่สำหรับอุตสาหกรรมยิปซัม หรืออุตสาหกรรมอื่นในอนาคต โดยจากผลการศึกษาสามารถสรุปเป็นข้อๆ ได้ดังนี้

1. การเตรียมวัสดุดิบ

1.1 ยิปซัมฟลูแก๊สเมื่อนำมาผ่านกระบวนการล้าง ไม่ว่าจะเป็นการล้างโดยใช้ไฮโดรไซโคลนก็ดี การล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนก็ดี กระบวนการดังกล่าวสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติต่างๆ ของยิปซัมฟลูแก๊สทั้งสมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพให้ใกล้เคียงกับยิปซัมธรรมชาติได้

1.2 ในการล้างยิปซัมฟลูแก๊สโดยใช้ไฮโดรไซโคลนจะทำให้ได้ยิปซัมกลับมามากถึง 92 เปอร์เซ็นต์ แต่ยิปซัมที่ได้จะมีความบริสุทธิ์ (เปอร์เซ็นต์แคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต) เพียง 91 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งต่ำกว่าเกณฑ์ที่กำหนดของยิปซัมชั้นคุณภาพที่ 1 ทั้งนี้เนื่องจากมีแคลเซียมคาร์บอเนตปะปนมากมาถึง 8 เปอร์เซ็นต์ ขณะที่การล้างโดยการชะด้วยกรดและตกตะกอนนั้นแม้ว่าจะได้ยิปซัมกลับมาเพียง 80 เปอร์เซ็นต์ แต่ยิปซัมที่ได้มีความบริสุทธิ์มากถึงกว่า 95 เปอร์เซ็นต์

1.3 องค์ประกอบที่ทำให้เกิดสีน้ำตาลแดงในยิปซัมฟลูแก๊สประกอบด้วยอนุภาคที่มีการกระจายขนาดค่อนข้างกว้าง แบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง คือ ช่วงที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่า 1 ไมโครเมตร ช่วงที่มีขนาด 1-100 ไมโครเมตร และช่วงที่มีขนาดใหญ่กว่า 100 ไมโครเมตร ตามลำดับ ซึ่งในการล้างโดยวิธีที่กล่าวมาในหัวข้อ 1.1 พบว่าสามารถแยกอนุภาคส่วนที่มีขนาดเล็กกว่า 10 ไมโครเมตรออกได้เกือบหมด อนุภาคที่เห็นเป็นทรงกลมขนาดต่างๆ กัน (ประมาณ 10- 80 ไมโครเมตร) คือ ฝ้าย (fly ash) ที่เกิดในลักษณะเม็ดแก้ว (glassy phase) มีความถ่วงจำเพาะน้อยกว่ายิปซัม ดังนั้นส่วนใหญ่สามารถแยกออกได้โดยใช้ไฮโดรไซโคลนและการตกตะกอน เป็นผลให้อนุภาคเฉลี่ยของยิปซัมที่ผ่านการล้างแล้วมีขนาดประมาณ 50 ไมโครเมตร

2. การสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์และแอนไฮไดรต์โดยกระบวนการ semidry acid-anhydrite

2.1 มัลติเฟสพลาสเตอร์

2.1.1 จากการประยุกต์ใช้กระบวนการ semidry acid-anhydrite ทำให้สามารถสังเคราะห์มัลติเฟสพลาสเตอร์ได้โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพียง 150 องศาเซลเซียส อีกทั้งยังไม่ต้องอาศัยการทำ agglomeration เพื่อทำลายอนุภาคที่มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งด้วย มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้นี้จะประกอบด้วย เฮมิไฮเดรต 29 เปอร์เซ็นต์ แอนไฮไดรต์สอง 60 เปอร์เซ็นต์ แอนไฮไดรต์สาม 10 เปอร์เซ็นต์ ส่วนที่เหลือจะเป็นไดไฮเดรต

2.1.2 มัลติเฟสพลาสเตอร์ที่สังเคราะห์ได้นี้เมื่อนำไปผสมน้ำจะวัดความหนืดได้ประมาณ 3600 เซนติพอยส์ ใช้เวลาในการเซตตัวเริ่มต้นประมาณ 17 นาที และเวลาในการเซตตัวสุดท้ายประมาณ 30 นาที แท่งทดลองที่หล่อจากมัลติเฟสพลาสเตอร์จะมีความหนาแน่นประมาณ 1.14 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร วัดค่า flexural strength ได้ประมาณ 5 นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร และมีความแข็งประมาณ 10 นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร

2.1.3 ในการเตรียมพลาสเตอร์ฉาบผนังให้มีการไหลตัวดี (มีความหนืดต่ำ) และมีเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นประมาณ 60-70 นาทีนั้นจะต้องใช้โซเดียมลิกโนซัลโฟเนต และเมลามีนในอัตราส่วนโซเดียมลิกโนซัลโฟเนต 1.2 กรัม และเมลามีน 0.08 กรัม ต่อมัลติเฟสพลาสเตอร์ 100 กรัม แต่พลาสเตอร์ฉาบผนังที่ได้นี้จะมีค่า flexural strength ลดลงประมาณ 70 เปอร์เซ็นต์ และความแข็งลดลงประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับมัลติเฟสพลาสเตอร์ สารมลทินที่ยังเหลืออยู่ทำให้พลาสเตอร์ฉาบผนังที่ได้มีสีน้ำตาลอ่อน (buff)

2.2 แอนไฮไดรต์

2.2.1 ในการอบยิปซัมผสมกรดซัลฟูริก (กระบวนการ semidry acid-anhydrite) ปริมาณแอนไฮไดรต์ที่เกิดขึ้นจะขึ้นกับอุณหภูมิและระยะเวลาในการอบ ซึ่งต้องทำการควบคุมให้ได้จุดที่เหมาะสมเนื่องจาก reactivity ของแอนไฮไดรต์จะลดลงเมื่ออุณหภูมิหรือเวลาในการอบเพิ่มขึ้น นอกจากกระบวนการ semidry acid-anhydrite จะช่วยให้สามารถสังเคราะห์แอนไฮไดรต์ได้ที่อุณหภูมิเพียง 100 องศาเซลเซียสแล้ว แอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นนี้มีความบริสุทธิ์และความขาวใกล้เคียงกับแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ

2.2.2 การสังเคราะห์แอนไฮไดรต์ด้วยวิธี semidry acid-anhydrite ผลึกของแอนไฮไดรต์ที่ได้น่าจะมีขนาดเล็ก (ประมาณ 4.8 ไมโครเมตร) มีลักษณะทั้งที่เป็นแท่งและเป็นแผ่น จึงทำให้แอนไฮไดรต์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าการดูดซับน้ำมันมากกว่าแอนไฮไดรต์ธรรมชาติ และจากการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ไฮเดรชันสามารถสรุปได้ว่า ในช่วง 49 วันของการทดลองอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์ธรรมชาติจะสูงกว่า แต่หลังจากวันที่ 49 ไปแล้วอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ไฮเดรชันของแอนไฮไดรต์สังเคราะห์มีแนวโน้มว่าจะสูงกว่า

ข้อเสนอแนะ

- จากการทำงานวิจัยนี้ทำให้ทราบว่า การล้างยับยั้งฟลูแก๊สโดยการชะล้าง กรดและการใช้ไฮโดรไซโคลอนนั้นต่างก็มีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกัน ซึ่งถ้านำเอาข้อดีของการล้างทั้งสองวิธีนี้มารวมกันเข้า เช่น ใช้การล้างด้วยไฮโดรไซโคลอนร่วมกับสารละลายกรดซัลฟูริกซึ่งคาดว่าจะทำให้ได้ยับยั้งที่มีความบริสุทธิ์สูง อีกทั้งปริมาณยับยั้งที่ได้กลับมาก็จะมากขึ้นด้วย
- นอกจากในเรื่องของการล้างแล้วการศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงกระบวนการ semidry acid-anhydrite ก็เป็นอีกหัวข้อหนึ่งที่น่าสนใจ อาทิ เช่น การศึกษาเพื่อลดปริมาณกรดซัลฟูริกโดยใช้สารเติมแต่ง (additives)

รายการอ้างอิง

1. สำนักงานวิจัยและพัฒนา, การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. การศึกษาการใช้ประโยชน์จากยิปซัมฟลูแก๊ส. กรุงเทพมหานคร: การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2541.
2. ทรัพยากรธรณี, กรม. เอกสารประกอบการสัมมนาเรื่องการศึกษาการใช้ประโยชน์เถ้าลอย (Fly Ash) และยิปซัมสังเคราะห์ที่เกิดจากการใช้ถ่านหินในการผลิตกระแสไฟฟ้า. กรุงเทพมหานคร: กรมทรัพยากรธรณี, 2541.
3. สมศักดิ์ โพธิ์สัตย์. ทรัพยากรแร่ของประเทศไทยและแนวทางการพัฒนา. Symposium on Mineral, Energy, and Water Resources of Thailand: Towards the Year 2000, หน้า 6-17. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
4. วิจิต ปรกาศพรพรณ. การผลิตยิปซัมพลาสเตอร์จากยิปซัมฟลูแก๊สแหล่งแม่เมาะ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต ภาควิชาเทคโนโลยีเซรามิก บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2540.
5. Schrama, H.; MacKellar, J.; and Lehoux, P. Use of Synthetic Gypsum in the Cement Industry. 5th International Conference on FGD and Synthetic Gypsum, pp. 15-1 - 15-8. Toronto, Canada, ORTECH, 1997.
6. Hamm, H.; and Hüller, R. Production and Utilization of FGD Gypsum in Europe. 5th International Conference on FGD and Synthetic Gypsum, pp. 1-1 - 1-21. Toronto, Canada, ORTECH, 1997.
7. Wirsching, F.; Hüller, R.; Hoffmann, H.; and Pürzer, A. Filler Made from FGD Gypsum. ZKG International 48 (1995) No. 5: 241-256.
8. Wirsching, F.; and Kirchen, G. Filler and Coating Pigments from FGD Gypsum. 4th International Conference on FGD and Other Synthetic Gypsum, pp. 23-1 - 23-14. Toronto, Canada, ORTECH, 1995.
9. Ritchey, K. D.; et al. Use of FGD Gypsum in Management of Acid Soils. 4th International Conference on FGD and Other Synthetic Gypsum, pp. 20-1 - 20-16. Toronto, Canada, ORTECH, 1995.
10. การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. เครื่องกำจัดก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง. กรุงเทพมหานคร: การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2539.

11. Kappe, J.; and Ellison, W. Utilization of Residuals from Flue Gas Desulfurization. Environmental Progress 5 (1986) No. 3: 191-196.
12. Mallen, T. REA-Gips-Technische und wirtschaftliche Aspekte eines Sekundärrohstoffs, Teil 1. ZKG International 51 (1998) No. 4: 220-228.
13. Mallen, T. REA-Gips-Technische und wirtschaftliche Aspekte eines Sekundärrohstoffs, Teil 2. ZKG International 51 (1998) No. 5: 272-278.
14. Wirsching, F.; Hüller, R.; and Olejnik, R. Gypsum from Flue Gas Desulphurisation Plants - definitions and legislation in the European Communities, in the OECD and in Germany. ZKG International 47 (1994) No. 2: 65-69.
15. Luckevich, L. M. Factors Affecting the Utilization Potential of Gypsum Produced from Acid Neutralization. In G. W. Warren (ed.), The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 857-865. 1995.
16. Jurkowitsch, H.; and Hüller, R. Handling and Processing FGD Gypsum for Application in Building Materials in Europe. 4th International Conference on FGD and Other Synthetic Gypsum, pp. 6-1 - 6-18. Toronto, Canada, ORTECH, 1995.
17. Takasima, T.; Ukawa, N.; and Kimura, K. Improving FGD Gypsum with Hydrocyclone. 4th International Conference on FGD and Other Synthetic Gypsum, pp. 9-1 - 9-20. Toronto, Canada, ORTECH, 1995.
18. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. คณะวิศวกรรมศาสตร์, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่. ไฮโดรไซโคลน. (ม.ป.ท., ม.ป.ป.)
19. Wirsching, F. The Chemistry and Technology of Gypsum. In R. A. Kuntze (ed.), ASTM Special Technical Publication 861, pp. 160-172. 1983.
20. Zisselmar, R. Agglomeration of Flue Gas Gypsum with Roller Presses. ZKG International 39 (1985) No. 5: 243-249.
21. Stoop, B. T. J.; Larbi, J. A. and Heijnen, W. M. M. Compaction of FGD Gypsum. 5th International Conference on FGD and Synthetic Gypsum, pp. 12-1 - 12-18. Toronto, Canada, ORTECH, 1997.
22. Wirsching, F.; Hüller, R.; and Limmer, B. The Semidry Acid-Anhydrite Process - The use of flue gas desulphurization (FGD) gypsum by development of a new process for the production of FGD anhydrite. ZKG International 47 (1994) No. 5: 278-286.

23. Wirsching, F. Calcium Sulfate. Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol.A4 (1975): 555-584.
24. Wirsching, F. Gypsum. Chemische Technologie. Gebruder Knauf Westdeutsche Gipswerke Iphofen. 1983.
25. ภรณ์ เจริญภัคตร์ และคนอื่นๆ. ความน่าจะเป็นและสถิติ. กรุงเทพมหานคร: คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2538.
26. Heimann, R. B. Statistical Design of Experiments (SDE) as a Tool for Total Quality Management (TQM). Bangkok: Chulalongkorn University, 1999.
27. Eipeltauer, E.; Moldan, K.; and Podest, H. Contribution to the Phase Analysis of Burnt Gypsum Plasters. ZKG International 43 (1990) No. 12: 589-591.
28. Yilmaz, S.; Sen, S.; Günay, V.; and Özkan, T. O. Utilization of Power Plant Fly-Ash as a Building Material. Tile & Brick International 13 (1997) No. 4: 297-300.
29. Wongsiri, B. P.; Haraguchi, K.; and Yamada, K. Dephosphorization from Aqueous Solution by Fly Ash from Mae Moh. Symposium on Mineral, Energy, and Water Resources of Thailand: Towards the Year 2000, pp. 402-407. Bangkok, Thailand: Chulalongkorn University, 1999.
30. Scholze, H.; Hurbanic, M.; and Ruf, H. Comparative Consideration on the Behavior of Natural Gypsum and Flue gas Gypsum. ZKG International 38 (1985) No. 8: 431-436.
31. มัลลิกา บุณนาค. สถิติเพื่อการตัดสินใจ. กรุงเทพมหานคร: ภาควิชาสถิติ คณะพาณิชยศาสตร์และการบัญชี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2536.
32. Ronald, E. W.; Raymond, H. M. Probability and Statistics for Engineers and Scientists. New York: Macmillan, 1978.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

		Building Plasters Requirements, Testing, Control			DIN 1168 Part 2		
Baugipse; Anforderungen, Prüfung, Überwachung							
This Standard has been recommended by the Institut für Bautechnik (Institute of Constructional Engineering), Berlin, to the highest building inspection authorities for adoption for purposes of building control.							
Contents							
1	Requirements				1		
2	Testing				2		
2.1	Scope of testing and sequence of tests				2		
2.2	Test conditions				2		
2.3	Test of particle fineness				2		
2.4	Determination of the water/plaster ratio				3		
2.5	Test of start of setting				4		
2.6	Test of tensile-bending strength, compressive strength and hardness				5		
2.7	Test of adhesive tensile strength				6		
3	Control (quality control)				7		
3.1	General				7		
3.2	Sampling				7		
3.3	Internal quality control				7		
3.4	External supervision				7		
1 Requirements							
The types of building plasters listed in DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, must, when tested in accordance with Section 2, meet the requirements of Table 1.							
Table 1. Requirements placed on building plasters when tested in accordance with Section 2							
Type of building plaster	Particle fineness Residue on wire sieve surface according to DIN 4188 Part 1			Start of setting Minutes	Bending tensile strength MN/m ²	Compressive strength MN/m ²	Hardness MN/m ²
	3,15	1,25 %	0,2				
Plaster of paris	0	0	≤ 12	8 to 25 ¹⁾	≥ 2,5	—	≥ 10
Wall plaster	0	—	—	≥ 3	≥ 2,5	—	≥ 10
Pre-mixed wall plaster	0	—	—	≥ 25	≥ 1,0	≥ 2,5	—
Bonding wall plaster	0	—	—	≥ 25	≥ 1,0	≥ 2,5	—
Machine wall plaster	0	—	—	≥ 25	≥ 1,0	≥ 2,5	—
Fixing plaster	0	—	—	≥ 25	≥ 2,5	≥ 6,0	—
Joint plaster	0	0	≤ 1	≥ 25	≥ 1,5	≥ 3,0	—
Levelling plaster	0	0	≤ 2	≥ 15	≥ 1,0	≥ 2,5	—
1) In the case of further processing in the factory, e. g., manufacture of gypsum structural slabs, the start of setting may occur earlier.							

Continued on pages 2 to 9

No guarantee can be given in respect of, una verstellung, inaccuracy of the translation of this Standard shall be taken as authoritative

Reproduction, even in parts, only with the explicit permission of the DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin

Translation
Technisches Übersetzungsinstitut
Henry G. Freeman, Düsseldorf

2 Testing

2.1 Scope of testing and sequence of tests

The tests to be conducted on the individual types of building plaster are listed in Table 2.

Table 2. Tests to be conducted

Type of building plaster	Test and test procedure						
	Particle fineness	Water/plaster ratio	Start of setting	Tensile-bending strength	Compressive strength	Hardness	Adhesive tensile strength *)
	in accordance with Section						
Plaster of paris	2.3.2.1 up to 2.3.2.3	2.4.1	2.5.1	2.6.2	—	2.6.4	—
Wall plaster	2.3.2.1	2.4.1	2.5.1	2.6.2	—	2.6.4	—
Pre-mixed wall plaster	2.3.2.1	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	—
Bonding wall plaster	2.3.2.1	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	2.7
Machine wall plaster	2.3.2.1	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	—
Fixing plaster	2.3.2.1	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	2.7
Joint plaster	2.3.2.1 up to 2.3.2.3	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	2.7
Levelling plaster	2.3.2.1 up to 2.3.2.3*	2.4.2	2.5.2	2.6.2	2.6.3	—	2.7

*) Recommended test

Where required by Table 2, the properties of the various types of building plaster are tested in the following sequence:

- particle fineness
- water/plaster ratio
- start of setting
- tensile-bending strength
- compressive strength
- hardness
- adhesive tensile strength

2.2 Test conditions

In all tests for which water is required, distilled or de-salinated water should be used. For tests conducted in the course of internal quality control (see Section 3.3), mains water may be used provided that no differences are detectable. Where measurement of the quantity of water is effected volumetrically, only calibrated vessels should be used. Prior to testing, the plaster is to be stored in airtight containers.

The temperature of the test room must be 18 to 25 °C. The test apparatus and the water must have been stored at this temperature for at least one day prior to testing. During the conduct of the tests, the plaster and the samples must be at room temperature.

The receptacles employed for mixing the plaster are to be thoroughly cleaned after use because even traces of hardened plaster accelerate setting of the fresh gypsum paste.

2.3 Test of particle fineness

2.3.1 Apparatus

Test sieve with wire screen aperture 3.15 according to DIN 4188 Part 1

Test sieve with wire screen aperture 1.25 according to DIN 4188 Part 1

Test sieve with wire screen aperture 0.2 according to DIN 4188 Part 1

Screening machine (for sieving in accordance with Section 2.3.2.4)

Balance

Dish

Brush

2.3.2 Procedure

Testing is normally done by hand-sieving.

2.3.2.1 Sieving on the test sieve with wire screen aperture 3.15 according to DIN 4188 Part 1

500 g of the plaster are placed on the test sieve and sieved by hand until no further particles pass through the test sieve. Soft lumps are to be squeezed between the fingers and similarly sieved.

2.3.2.2 Sieving on the test sieve with wire screen aperture 1.25 according to DIN 4188 Part 1

100 g of the unsieved plaster are placed on the test sieve and sieved by hand until no further particles pass through the test sieve. Soft lumps are to be squeezed between the fingers and similarly sieved.

2.3.2.3 Sieving on the test sieve with wire screen aperture 0.2 according to DIN 4188 Part 1

50 g of the unsieved plaster are placed on the test sieve. The test sieve is held in one hand, slightly tilted, and oscillated over a distance of about 20 cm while being struck against the free hand about 120 times per minute. After each 20 blows, the test sieve is rotated through 90° and transferred to the other hand. Any blockages are to be dealt with immediately by tapping the sieve frame or by brushing the underside of the wire screen surface. After sieving for 3 minutes, the gypsum dust adhering to the inner surfaces of the sieve frame is detached with a brush. Sieving is then continued for one more minute. The underside of the wire screen surface is then brushed, and the residue shaken into a dish.

The sieve test is repeated. If the residues of both tests differ by more than 10 % of the smaller value, a third sieve test is conducted.

2.3.2.4 Sieving with the screening machine

A mechanical sieving method may be adopted provided that it gives equivalent results. In cases of doubt, hand sieving is decisive.

2.3.3 Evaluation

The residues on the test sieves are weighed and expressed as a percentage of the initial weight, the results of sieve tests with the 3.15 and 1.25 test sieves representing individual values and those of the 0.2 test sieve the mean of two or three sieve tests.

2.4 Determination of the water/plaster ratio

2.4.1 Determination with the aid of the sprinkled quantity

2.4.1.1 Application

The method is applicable only to building plasters not containing additives incorporated in the factory, in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.1

2.4.1.2 Apparatus

Glass beaker of 66 mm inside diameter and 66 mm high, with levels marked at 16 mm and 32 mm above the inside bottom surface

Microchronometer
Balance

2.4.1.3 Determination of the sprinkled quantity

2.4.1.3.1 Definition

The sprinkled quantity is the amount in grams of building plaster which is moistened when sprinkled on 100 ml of water.

2.4.1.3.2 Procedure

100 ml of water are poured into the glass beaker, without wetting the upper surface of the wall, after which the plaster is evenly sprinkled onto the water with the fingers in such a way that, after 1/2 minute, the surface of the gypsum paste has reached the first level mark, after 1 minute the second level mark and after 1 1/2 minutes (± 10 seconds) is about 2 mm below the surface of the water. During the ensuing half minute, sufficient plaster is sprinkled on to the surface of the water to cause the entire surface of the water, including that at the side of

the beaker, to disappear; in so doing, any small islands of plaster which may have resulted should be moistened after 3 to 5 seconds.

The total sprinkling time should be 2 minutes (± 5 seconds).

In the case of types of plaster which sink slowly, it may happen that the level marks are not reached within the prescribed period. In this event, sprinkling should be done so slowly that the plaster always falls only on to an open area of water and not on to plaster. The sprinkling time is to be stated.

The mean sprinkled quantity E is calculated from 3 individual values, differing by not more than 5 g.

2.4.1.4 Evaluation

The water/plaster ratio w is calculated in accordance with the following equation:

$$w = \frac{100}{E}$$

where

w water/plaster ratio

E sprinkled quantity in g

2.4.2 Determination with the aid of the slump

2.4.2.1 Application

The method is applicable only to building plasters containing additives incorporated in the factory, in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.2.

2.4.2.2 Apparatus

Mixer in accordance with DIN 1164 Part 7, June 1970 edition, Section 1.3.1, flow table with slump cone and rammer in accordance with DIN 1060, December 1967 edition, Section 9.10.10.

Measuring vessels

Spoon
Balance
Calipers

2.4.2.3 Determination of the slump

2.4.2.3.1 Definition

The slump is the diameter in millimetres of a pat made of a mixture of water and building plaster and formed by vertical blows after removal from the mould and jolting of the mixture.

2.4.2.3.2 Procedure

About 2 1/2 dm³ of plaster are weighed to within 5 g. The quantity of water required for the slump, as ascertained by a preliminary test, is measured out to within 0.5 % by weight or volume and poured into the mixing dish.

The plaster is then added and made into a lump-free mixture by soaking and by stirring with the spoon, each for 1 minute. The mixing paddle is then started and mixing carried out with the mixer for 2 minutes at a slow speed.

Immediately at the end of the mixing, the slump is determined. For this purpose, the slump cone is placed in the centre of the glass plate of the flow table and the mixture of water and plaster is poured in in two layers. Each layer is to be compacted by a few sharp blows with the rammer or spoon. During filling, the slump

cone is to be pressed with one hand on to the glass plate. Any surplus paste is to be scraped off. After 10 to 15 seconds, the slump cone is to be withdrawn vertically upwards and the mixture spread out on the glass plate, using 15 vertical blows. Any portions of the mixture adhering to the slump cone are discarded. Care is to be taken that the vertical strokes are applied at a constant speed of 1 revolution per second.

The diameter of the pat is then to be measured to within 1 mm in two directions at right angles to one another. The mean value in millimetres obtained from both values is the slump, which should be (165 ± 5) mm. If the slump obtained is smaller or larger than this value, the test is to be repeated, using a fresh mixture and a different quantity of added water, until the slump reaches the required figure.

2.4.2.4 Evaluation

The water/plaster ratio is calculated as follows from the quantities of building plaster and mixing water required for the slump:

$$w = \frac{A}{G}$$

where

w water/plaster ratio

A quantity of mixing water in g

G quantity of plaster in g

The result is to be stated to two places of decimals.

2.5 Test of start of setting

2.5.1 Testing with a knife

2.5.1.1 Application

The method is applicable only to building plasters not containing additives incorporated in the factory, in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.1.

2.5.1.2 Definition

The start of setting of building plasters not containing additives is indicated by the time in minutes after which the edges of a cut made with a knife through the gypsum paste cease to flow together. The time is calculated from the commencement of sprinkling of the building plaster.

2.5.1.3 Apparatus

Dark glazed porcelain casserole with an upper diameter of about 135 mm and about 75 mm tall.

Spoon

3 flat, smooth glass plates, about 400 mm long and 200 mm wide

pointed knife with a cutting blade about 100 mm long, up to about 16 mm wide and a width at the back of 1 to 1.5 mm.

Microchronometer

2.5.1.4 Production of the pats

100 ml of water are poured into the porcelain casserole and a quantity of plaster equal to the sprinkled quantity as determined in accordance with Section 2.4.1.3 is sprinkled onto it with the spoon over a period of 1 minute. The gypsum paste is left to soak for $1/2$ minute and is then slowly stirred with the spoon for 1 minute. Any lumps are to be broken up by pressing them against the side of the receptacle with the back of the spoon. The

gypsum paste is then poured on to the glass plate, accompanied by constant stirring, to form 3 pats about 100 to 120 mm in diameter and about 5 mm thick.

2.5.1.5 Making the knife cuts

The imminence of the start of setting is determined by trial cuts in the first and third pats. The test cuts are made in the second pat. The commencement of setting has been reached when the edges of the cut, including those on the outside of the pat, cease to flow together. The knife is to be cleaned and dried after each cut.

2.5.1.6 Evaluation

The start of setting is expressed as the mean of at least 2 trials, to the nearest half minute.

2.5.2 Testing with the Vicat needle

2.5.2.1 Application

The method is applicable only to building plasters containing additives incorporated in the factory, in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.2.

2.5.2.2 Definition

The start of setting of building plasters containing additives is indicated by the time in minutes after which a Vicat needle, in the course of a penetration test into a plaster sample, comes to a standstill at a specified height. The time is calculated from the commencement of sprinkling of the building plaster.

2.5.2.3 Apparatus

Vicat apparatus with needle and release mechanism in accordance with Fig. 1 to Fig. 4

Glass plate, about 150 mm long and 150 mm wide

Hard rubber ring, diameter $\approx 65/75$ mm, height 40 mm

Steel rule or knife with a straight edge

Microchronometer

2.5.2.4 Preparation of the sample and testing procedure

To determine the start of setting, the mixture prepared in accordance with Section 2.4.2.3.2, with the correct slump, is used. A start is made with the preparation of the necessary three samples immediately after the slump has been determined. For this purpose, the mixture is placed, accompanied by gentle poking, into the hard rubber ring which rests on the glass plate with its larger diameter underneath. It is then smoothed off, without any pressure being exerted, with the straight, vertically-held edge of a knife or steel rule, operated with a sawing motion. The glass plate bearing the filled hard rubber ring is then placed on the base of the stand of the Vicat apparatus. By rotating the spring plate of the release mechanism (see Fig. 2), the needle inserted in the guide bar (see Fig. 4) of the Vicat apparatus is carefully placed on the surface of the gypsum paste. For purposes of measurement, the guide bar is suddenly freed by means of the release mechanism. The distance of the individual needle marks from one another and from the edge of the hard rubber ring may not be less than 12 mm. The imminence of the start of setting is determined by trial indentations in the first of the plaster samples to be prepared. The actual determination of the start of setting is effected on the 2nd and 3rd samples. The needle is to be cleaned and dried after each penetration.

2.5.2.5 Evaluation

The start of setting is reached when the needle comes to a standstill in the sample (18 ± 2) mm above the glass plate. The time up to the start of setting is measured from the commencement of filling of the plaster into the mixing trough and is expressed as the mean of 2 tests, to the nearest whole minute 1).

2.6 Test of tensile-bending strength, compressive strength and hardness

2.6.1 Preparation and storage of samples

2.6.1.1 Apparatus

Moulds with dimensions in accordance with DIN 1164 Part 7, June 1970 edition, Section 2.2 2).

Mixing vessel of about 1.5 dm³ capacity, glazed, enamelled or similar

Spoon

Steel rule or knife with a straight edge

Hot cabinet

2.6.1.2 Preparation of samples

In all, 3 samples measuring 40 mm x 40 mm x 160 mm, are prepared for the tests.

2.6.1.2.1 Preparation of the gypsum paste

2.6.1.2.1.1 Building plasters without additives

About 1 dm³ of plaster is weighed to within 1 g. Abiding by the water/plaster ratio as determined in accordance with Section 2.4.1, the amount of water required is ascertained by means of the following formula:

$$W = w \cdot G$$

where:

W quantity of water in g

w water/plaster ratio

G quantity of plaster in g

The required quantity of water is weighed to within 0.5% or is measured volumetrically and is placed in the mixing vessel, after which the quantity of plaster G is evenly sprinkled onto it with a spoon over a period of 1 minute.

The gypsum paste is allowed to soak for 1/2 minute and is then slowly stirred with the spoon for 1 minute, any lumps being squeezed against the side of the vessel.

2.6.1.2.1.2 Building plasters containing additives

The samples are to be prepared from the appropriate quantity of the mixture made up in accordance with Section 2.4.2.3.2 with the correct slump.

2.6.1.2.2 Filling of moulds, marking and removal from moulds

Immediately after being prepared, the gypsum paste is filled, accompanied by poking, into the mould, which has previously been slightly oiled or greased. In so doing, the receptacle is moved to and fro at right angles to the prismatic axes of the mould. To eliminate any air bubbles, the mould is then raised about 1 cm by its end 5 times, and then replaced. The moulds must be filled not later than 10 minutes after a start was made with the addition of the plaster to the mixing water 3), and scraping continued until setting is complete. When the commencement of setting is observed in the overflowing paste, the surplus paste is scraped off with a sawing

motion of the knife or steel rule. The surface may not be smoothed. When an adequate degree of solidity has been reached, as checked by pressure with the fingers, the samples are marked on the top and removed from the moulds.

2.6.1.3 Storage of samples

The samples are stored in standard atmosphere 20/65(2), DIN 50 014.4) until they are 7 days old. They are then placed in a hot cabinet at (40 ± 2) °C, where they remain until constant weight is reached (daily loss of weight not more than 0.1 g). After drying, the samples must be cooled to room temperature without the possibility of atmospheric moisture being taken up.

2.6.2 Test of tensile-bending strength

The tensile-bending strength is determined in MN/m².

2.6.2.1 Apparatus

Tensile-bending test apparatus in accordance with DIN 1164 Part 7, June 1970 edition, Section 3.1.

2.6.2.2 Conduct of the tensile-bending test

After cooling, the samples are placed in the tensile-bending test apparatus in such a way that, in each case, one of the surfaces which rested against the sides of the mould during preparation lies on the supports. The load is then applied 5).

2.6.2.3 Evaluation

The tensile-bending strength is taken as the mean value of the 3 tests, expressed in MN/m² and rounded off to one place of decimals. If one value is below the values specified in Table 1, the test is to be repeated.

2.6.3 Test of compressive strength

The compressive strength is determined in MN/m².

2.6.3.1 Apparatus

Compressive test machine in accordance with DIN 51 223. As regards the indication of the test force, the compressive

- 1) Evaluation is facilitated by graphical representation (distance of the tip of the needle above the glass plate, relative to the time). When testing is effected with the Vicat needle, final setting is reached when the needle leaves no visible indentation at various points on the sample.
- 2) For purposes of internal quality control, moulds with plastic sides may be used; in this case, length (160 ± 0.8) mm, width (40 ± 0.2 mm), height (40 ± 0.2) mm.
- 3) In the case of building plasters in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.1, after commencement of sprinkling of the plaster. In the case of building plasters in accordance with DIN 1168 Part 1, May 1975 edition, Section 2.2, after commencement of filling the plaster into the mixing trough.
- 4) For internal quality control, a room temperature of 18 to 25 °C, at an atmospheric humidity of 40 to 80 %, is permissible.
- 5) DIN 1164 Part 7, June 1970 edition, Section 3.1 or 3.2, applies as appropriate to details of the test. For this purpose, that range of force in the bending tensile apparatus is to be selected which is appropriate to the expected bending tensile strength.

test machine must conform to Class 2 of DIN 51 221 Part 1 (at present still in draft form). It must be rechecked at least every two years by an official body. Device for determining the compressive strength in accordance with DIN 1164 Part 7, June 1970 edition, Section 3.2

2.6.3.2 Procedure

The broken halves of the samples on which the tensile-bending strength was determined serve as samples; they are placed in the device for determining the compressive strength with their sides on top or underneath; for this purpose, the area of pressure is $40 \text{ mm} \times 62.5 \text{ mm} = 2500 \text{ mm}^2$. The load is then applied; it is to be increased by $1 \text{ kN per second}^5$.

2.6.3.3 Result

The mean value of the 6 test values is calculated and expressed in MN/m^2 , rounded off to one place of decimals. If one value is below the values specified in Table 1, the test is to be repeated.

2.6.4 Test of hardness

The hardness is determined from the depth of penetration of a ball with a specified load and is stated in MN/m^2 .

2.6.4.1 Test apparatus

Hardness testing apparatus with a device for measuring the penetration depth (operating principle similar to Rockwell)

Preliminary test force: $F_0 = 0.00001 \text{ MN}$
 Test force: $F_1 = 0.0002 \text{ MN}$
 Penetration element: steel ball of diameter $d = 0.01 \text{ m}$

2.6.4.2 Procedure

3 of the broken halves of various samples obtained in the course of the tensile-bending test in accordance with Section 2.6.2.2 are used as samples.

In turn, each sample is placed in the hardness testing apparatus with one side face underneath in such a way that the steel ball each time strikes the quarter points of the longitudinal axis; the ball is loaded first with the preliminary test force F_0 and then, within 2 seconds, with the test force F_1 . The period of load application is 15 seconds. The lasting penetration depth of the indentation produced by the test force is determined 15 seconds after release of the test force F_1 with a metrological uncertainty of $\pm 0.001 \text{ cm}$. 3 impressions are measured on each of the two sides of the sample.

2.6.4.3 Evaluation

The hardness is expressed as the quotient of the test force F_1 and the area of cup of the ball indentation and is calculated according to the following equation:

$$H = \frac{F_1}{\pi \cdot d \cdot h} = \frac{0,0002}{\pi \cdot 0,01 \cdot h} = \frac{0,00637}{h} \text{ in } \frac{\text{MN}}{\text{m}^2}$$

where

H hardness in $\frac{\text{MN}}{\text{m}^2}$

F_1 test force in MN

d diameter of the steel ball in m

h mean value of the lasting penetration depth of the 18 indentations observed on the 3 broken halves, in m

The values for indentations where air voids were clearly present are disregarded.

2.7 Test of adhesive tensile strength

It is recommended that the procedure for testing the adhesive tensile strength be adopted for use in order that, with the passage of time, experience can be gained which, at a later date, will permit the introduction of the test of adhesive tensile strength as a standardized test method.

2.7.1 Definition

The adhesive tensile strength is defined as the stress in MN/m^2 required to tear off, vertically under tensile loading, a sample which has been applied to a specified base and has been dried out after hardening.

2.7.2 Apparatus

Assembled frame with inside dimension of about 500 mm length, 200 mm width and 8 mm height

Sharp-edged frustum-shaped rings (of unplasticized PVC, for example) (see Fig. 5)

Steel rule with blunt teeth on one side

Rapid-hardening plastic adhesive (e. g., separate application adhesive)

Stripping device

Hot cabinet.

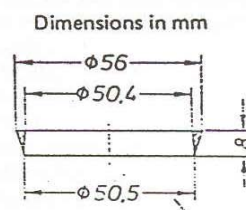


Figure 5. Sharp-edged frustum-shaped ring

2.7.3 Base plates and their storage

The following are used as base plates:

Asbestos cement sheets, unground, 20 mm thick,
 gypsum wallboard B in accordance with DIN 18 180,
 12.5 mm thick

gypsum partition panelling GW in accordance with
 DIN 18 163 Part 1 (subsequent edition, at present still
 in draft form), surface hardness at least 8 MN/m^2 ,

for testing bonding wall plaster	asbestos cement sheets (smooth side)
fixing plaster	gypsum wallboard (back)
joint plaster	gypsum partition panelling
levelling plaster	gypsum partition panelling

Prior to use, the asbestos cement sheets are to be stored separately (not stacked) for at least 7 days, and the gypsum wallboard and gypsum partition panelling for 3 days in standard atmosphere 20/65 (2) DIN 50 014 4). All dust is to be carefully removed immediately before the gypsum paste is applied.

⁴⁾ and ⁵⁾ see page 5.

2.7.4 Preparation and storage of samples

10 circular samples are to be prepared as follows from the mixture made up in accordance with Section 2.4.2.3.2 with the correct slump:

The gypsum paste is applied over the whole area of the $\approx 500 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ surface of the base plates as limited by the frame. It is then scraped once towards each side with a steel rule held at an angle of 45° . Before the plaster starts to set, the slightly oiled frustum-shaped rings are placed at an adequate and approximately equal distance apart on the surface of the plaster and are pressed in vertically as far as the base plate.

When the plaster has completely hardened, the rings may be carefully removed, but they may also be left in the hardening mass. Until the adhesion test with the stripping device is carried out, the samples are to be stored on the base plates for 7 days in standard atmosphere 20/65 (2), DIN 50 014 4) and thereafter for at least 4 days in a hot cabinet at $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$. If required, the surface of the samples is smoothed flat with sandpaper or a similar material. Thereafter, the stripping sheets of the stripping device are stuck on to the slices of the samples using a plastic adhesive. Any adhesive oozing out of the glued surface is to be removed before setting occurs; care is to be taken that there is no adhesive joint between the round slices of the samples and the remaining surface of the plaster.

2.7.5 Procedure

The samples are pulled off the base plate by means of the stripping device. The tensile load is increased at a rate of about 0.1 MN/m^2 per second until detachment takes place. The point of detachment (base plate, adhesive surface, sample) is to be stated in the test report.

3 Control (quality control)

3.1 General

Conformity to the properties of the building plaster as stipulated in Section 1 is to be checked by internal quality control and external supervision. The tests required for this purpose are to be conducted in accordance with Section 2. Each individual test is deemed to have been passed if the values obtained neither exceed nor fall below those specified in Table 1.

3.2 Sampling

The sample must be taken from stocks released for further processing. At least 3 specimens of about the same size are always to be taken and combined to form a mixed sample.

When sampling from sacks, the specimens are to be taken from at least 3 different sacks from various sections of the store.

Specimens from silos are to be drawn with a test probe from various points at different heights. For a comprehensive test, 10 dm^3 of each type of building plaster are required. Should a considerably larger quantity have been taken, it is to be reduced in size by quartering to about 10 dm^3 . For this purpose, the whole of the sample, having been well mixed, is spread out on a clean sheet of strong paper in a dry room and divided into 4 parts by two central cuts intersecting at right angles.

Two parts lying opposite one another are then mixed together and, if necessary, again quartered.

The samples are to be immediately packed in airtight containers and stored in a dry room. Where necessary, plasters containing additives incorporated in the factory are to be homogenized before being tested.

Where sampling is for external supervision, the sampler is to prepare a record of sampling which, in the case of sampling in the factory, is to be countersigned by an employee of the works.

The record must contain the following information:

- date and place of sampling and point from which the sample was taken
- sampler
- manufacturer
- estimated size of the stock from which the sample originated
- designation of the building plaster (type and, where appropriate, brand name)
- designation of the sample.

The record is to be attached to the sample.

3.3 Internal quality control

As long as a type of building plaster remains in production and provided that Table 1 stipulates requirements applicable thereto, a check is to be conducted by the manufacturer at least once a day, as part of the internal quality control, of:

- particle fineness
- water/plaster ratio
- start of setting

and at least once a month of:

- tensile-bending strength
- compressive strength
- hardness.

The results of the internal quality control are to be recorded and, as far as possible, statistically evaluated. The records are to be preserved for at least 5 years and submitted on demand to the controlling body (external supervision).

3.4 External supervision

3.4.1 Scope

External supervision is to be exercised by an officially recognized quality control association or on the basis of a control contract by a laboratory ⁶⁾ approved for this purpose. The external supervisory body is to check the internal quality control by inspection of the results of tests conducted in the course of the internal quality control.

4) See page 5.

6) Lists of supervisory/quality control associations and laboratories, together with a reproduction of the control mark (quality mark), as approved by the building inspection authorities, are maintained by the Institut für Bautechnik — IfBt — (Institute of Constructional Engineering) and are published in its Bulletins (obtainable from Verlag Wilhelm Ernst & Sohn, Hohenzollern-damm 170, 1000 Berlin 31).

In addition, the following are to be checked by the external supervisory body at least once every 6 months for each type of building plaster:

particle fineness
water/plaster ratio
start of setting
tensile-bending strength
compressive strength or hardness.

3.4.2 Test report

The test report, containing a reference to this Standard, must provide the following information:

- designation of the building plaster, manufacturing plant
- confirmation of the completeness of the sampling record, together with the date of sampling and the designation of the sample taken

c) laboratory and date of test

d) the results of the tests conducted

e) statement on the conformity of the samples to the Standard.



Quality mark of the Güteschutz-Gemeinschaft für Gips und Gipsbauelemente e. V. (Quality Control Association for Plaster and Gypsum Building Components Inc.)

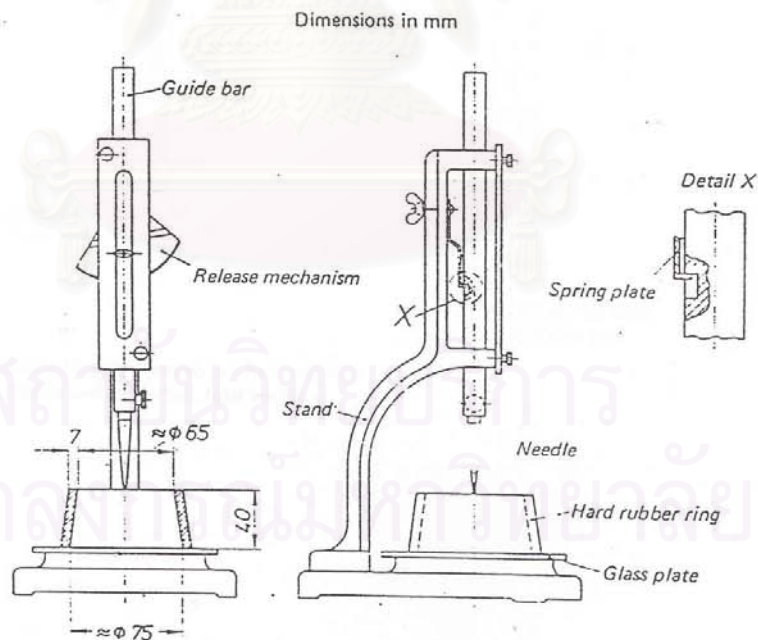


Figure 1. Vicat apparatus with needle and release mechanism

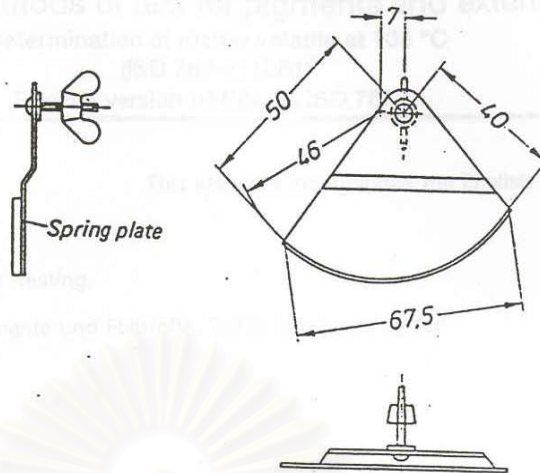
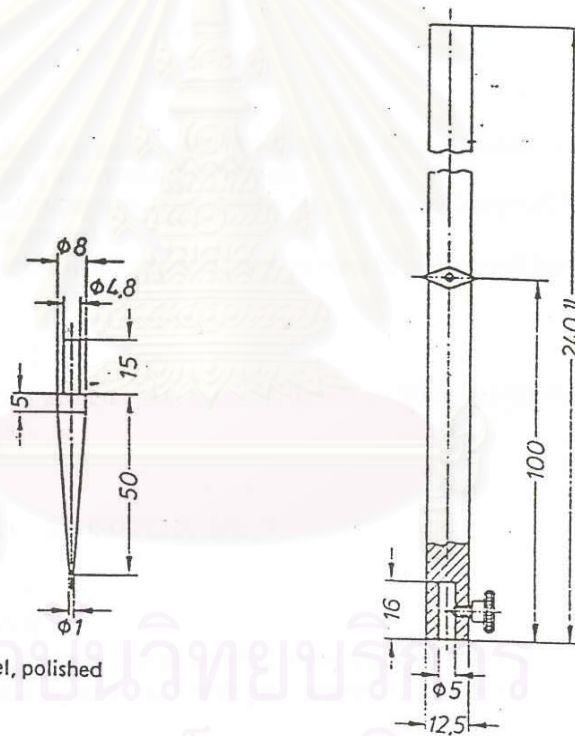


Figure 2. Release mechanism for the Vicat apparatus



Material: High grade steel, polished
Material number 1.4104

Figure 3. Needle

Material: Aluminium
Figure 4. Guide bar

- 1) Figure for guidance (length depends on the combined weight of the needle and guide bar, total weight = 100 g).

General methods of test for pigments and extenders
 Determination of matter volatile at 105 °C
 (ISO 787-2:1981)
 English version of DIN EN ISO 787-2

DIN
EN ISO 787-2

This standard incorporates the English version of **ISO 787-2**.

ICS 87.060.10; 87.060.30

Supersedes DIN ISO 787-2,
 August 1983 edition.

Descriptors: Pigments, extenders, testing.

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 2: Bestimmung der
 bei 105 °C flüchtigen Anteile
 (ISO 787-2:1981)

European Standard EN ISO 787-2:1995 has the status of a DIN Standard.

A comma is used as the decimal marker.

National foreword

This standard has been published in accordance with a decision taken by CEN/TC 298 to adopt, without alteration, International Standard ISO 787-2 as a European Standard.

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe* (Pigments and Extenders Standards Committee).

DIN V 53242-1 and DIN 53242-4 are the standards corresponding to International Standard ISO 842:1984 referred to in clause 2.

Amendments

ISO 787-2 having been adopted as a European Standard, the status of the corresponding DIN Standard (DIN ISO 787-2) has been changed accordingly.

Previous editions

DIN 53198: 1960-12, 1974-11; DIN ISO 787-2: 1983-08.

Standards referred to

(and not included in Reference)

- DIN V 53242-1 Raw materials for paints and varnishes; sampling; concepts and general information
 DIN 53242-4 Raw materials for paints and varnishes; sampling of solid matter

© No part of this standard may be reproduced without the prior permission of DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin.

S009711

TISI Library



ISO-EN-ISO 787-2 1995

EN comprises 4 pages.

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 787-2

March 1995

ICS 87.060.10; 87.060.30

Descriptors: Pigments, extenders, testing.

English version

General methods of test for pigments and extenders
Part 2: Determination of matter volatile at 105 °C
(ISO 787-2:1981)

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge. Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C (ISO 787-2:1981)

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 2: Bestimmung der bei 105 °C flüchtigen Anteile (ISO 787-2:1981)

This European Standard was approved by CEN on 1994-10-17 and is identical to the ISO Standard as referred to.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.



CEN

European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

Page 2
EN ISO 787-2: 1995

Foreword

International Standard

ISO 787-2: 1981 **General methods of test for pigments and extenders; determination of matter volatile at 105 °C**, which was prepared by ISO/TC 35 'Paints and varnishes' of the International Organization for Standardization, has been adopted by Technical Committee CEN/TC 298 'Pigments and extenders' as a European Standard.

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, and conflicting national standards withdrawn, by September 1995 at the latest.

In accordance with the CEN/CENELEC Internal Regulations, the following countries are bound to implement this European Standard:

Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

Endorsement notice

The text of the International Standard ISO 787-2: 1981 was approved by CEN as a European Standard without any modification.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

0 Introduction

This document is a part of ISO 787, *General methods of test for pigments and extenders*.

1 Scope and field of application

This part of ISO 787 specifies a general method of test for determining the percentage by mass of matter volatile at a temperature of 105 °C in a sample of pigment or extender.

This method is applicable to pigments and extenders that are stable at 105 °C (but see also the note to 5.2).

NOTE — When this general method is applicable to a given pigment or extender, only a cross-reference to it should be included in the International Standard relating to that pigment or extender, with a note of any detailed modification which may be needed in view of the special properties of the material in question. Only when this general method is not applicable to a particular material should a special method for determination of volatile matter be specified.

2 Reference

ISO 842, *Raw materials for paints and varnishes — Sampling*.

3 Apparatus

- 3.1 Weighing bottle, squat form, wide-mouthed, with ground glass stopper.
- 3.2 Oven, capable of being maintained at 105 ± 2 °C.
- 3.3 Balance, accurate to 1 mg or better.
- 3.4 Desiccator, containing an efficient desiccant.

4 Sampling

Take a representative sample of the material to be tested as described in ISO 842.

5 Procedure

Carry out the determination in duplicate.

5.1 Test portion

Heat the weighing bottle (3.1), with the stopper removed, in the oven (3.2) at 105 °C for 2 h. Allow to cool in the desiccator (3.4), insert the stopper and weigh to the nearest 1 mg.

Spread 10 ± 1 g of the sample in a uniform layer on the bottom of the weighing bottle, insert the stopper and weigh to the nearest 1 mg.

NOTE — It may be necessary to reduce the mass of the test portion for pigments and extenders with a high bulk volume. The use of a test portion smaller than that specified should be stated in the test report.

5.2 Determination

Heat the weighing bottle and contents, with the stopper removed, in the oven at 105 ± 2 °C for a minimum of 1 h. Allow to cool in the desiccator, insert the stopper and weigh to the nearest 1 mg. Repeat the heating for at least 30 min, allow to cool in the desiccator, insert the stopper and again weigh to the nearest 1 mg. Repeat this procedure until two successive weighings differ by no more than 5 mg. Record the lower mass.

If the results of the two determinations differ by more than 10 % of the higher value, repeat the whole procedure (clause 5).

NOTE — If the material under test is unstable at 105 °C, the test conditions should be agreed between the interested parties and should be stated in the test report.

6 Expression of results

Calculate the matter volatile at 105 °C, expressed as a percentage by mass, by the formula

$$\frac{100 (m_0 - m_1)}{m_0}$$

where

m_0 is the mass, in grams, of the test portion;

m_1 is the mass, in grams, of the residue.

Calculate the mean of the two determinations, if they do not differ by more than 10 % of the higher value, and report the

result to the nearest 0,1 %. Report results between 0 and 0,1 % as "less than 0,1 %".

7 Test report

The test report shall contain at least the following information :

- the type and identification of the product tested;
- a reference to this International Standard (ISO 787/2);
- the result of the test as indicated in clause 6;
- any deviation, by agreement or otherwise, from the procedure specified, particularly another test temperature;
- the date of the test.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

DEUTSCHE NORM

October 1995

General methods of test for pigments and extenders

Determination of oil absorption value

(ISO 787-5:1980)

English version of DIN EN ISO 787-5

DIN

EN ISO 787-5

This standard incorporates the English version of **ISO 787-5**.

ICS 87.060.10; 87.060.30

Supersedes DIN ISO 787-5,
February 1983 edition.

Descriptors: Pigments, extenders, testing, oil absorption value.

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 5: Bestimmung der
Ölzahl (ISO 787-5:1980)

European Standard EN ISO 787-5:1995 has the status of a DIN Standard.

A comma is used as the decimal marker.

National foreword

This standard has been published in accordance with a decision taken by CEN/TC 298 to adopt, without alteration, International Standard ISO 787-5 as a European Standard.

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe* (Pigments and Extenders Standards Committee).

The DIN Standards corresponding to the International Standards referred to in clause 2 of the EN are as follows:

ISO 150	DIN 55930, DIN 55932, DIN 55933 and DIN 55934
ISO/R 385	DIN 12700-1
ISO 842	DIN V 53242-1 and DIN 53242-4

Amendments

ISO 787-5 having been adopted as a European Standard, the status of the corresponding DIN Standard (DIN ISO 787-5) has been changed accordingly.

Previous editions

DIN 53 199: 1965-06, 1965-08; DIN ISO 787-5: 1983-02.

Standards referred to

(and not included in References)

DIN 12700-1	Burettes for laboratory use; general requirements
DIN V 53242-1	Sampling of raw materials for paints and varnishes; concepts and general information
DIN 53242-4	Raw materials for paints and varnishes; sampling of solid matter
DIN 55930	Binders for paints and varnishes; requirements and methods of test for raw linseed oil
DIN 55932	Binders for paints and varnishes; requirements and methods of test for boiled linseed oil
DIN 55933	Binders for paints and varnishes; requirements and methods of test for refined linseed oil
DIN 55934	Binders for paints and varnishes; testing of linseed oil and related products

TISI Library
หนังสือมาตรฐาน

S005302



DIN-EN-ISO 787-5 1995

Thai Industrial Standards Institute TISI
Rama VI Rd., Rajathevee Bangkok 10400 Tel. 202 3510

EN comprises 4 pages.

**EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPEENNE
EUROPÄISCHE NORM**

EN ISO 787-5

August 1995

ICS 87.060.10; 87.060.30

Descriptors: Pigments, extenders, testing, oil absorption value.

English version

**General methods of test for pigments and extenders
Part 5: Determination of oil absorption value
(ISO 787-5:1980)**

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge. Partie 5: Détermination de la prise d'huile (ISO 787-5:1980)

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 5: Bestimmung der Ölzahl (ISO 787-5:1980)

This European Standard was approved by CEN on 1995-03-23 and is identical to the ISO Standard as referred to.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

สถาบันวิศวกรรม CEN

European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

Page 2
EN ISO 787-5:1995

Foreword

International Standard

ISO 787-5:1980 General methods of test for pigments and extenders, determination of oil absorption value, which was prepared by ISO/TC 35 'Paints and varnishes' of the international Organization for Standardization, has been adopted by Technical Committee CEN/TC 298 'Pigments and extenders' as a European Standard.

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, and conflicting national standards withdrawn, by February 1996 at the latest.

In accordance with the CEN/CENELEC Internal Regulations, the following countries are bound to implement this European Standard:

Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

Endorsement notice

The text of the International Standard ISO 787-5:1980 was approved by CEN as a European Standard without any modification.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

0 Introduction

This document is a part of ISO 787, *General methods of test for pigments and extenders*.

1 Scope and field of application

This part of ISO 787 specifies a general method of test for determining the oil absorption value of a sample of pigment or extender. The oil absorption value is usually required to be compared with the value determined at the same time on an agreed sample of the product.

NOTE – When this general method is applicable to a given pigment or extender, only a cross-reference to it should be included in the International Standard relating to that pigment or extender, with a note of any detailed modification which may be needed in view of the special properties of the material in question. Only when this general method is not applicable to a particular material should a special method for determination of oil absorption value be specified.

2 References

ISO 150, *Raw, refined and boiled linseed oil for paints and varnishes – Specifications and methods of test*.

ISO/R 385, *Burettes*

ISO 842, *Raw materials for paints and varnishes – Sampling*.

3 Definition

For the purpose of this International Standard, the following definition applies.

oil absorption value : The quantity of refined linseed oil that is absorbed under defined conditions by a sample of pigment or extender.

NOTE – The oil absorption value may be expressed either on a volume:mass basis or on a mass:mass basis.

4 Reagent

Refined linseed oil, complying with the requirements of ISO 150, and having an acid value of 5,0 to 7,0 mg KOH per gram.

5 Apparatus

5.1 **Plate**, of ground glass or marble, at least 300 mm × 400 mm.

5.2 **Palette knife**, with a tapered steel blade of the approximate dimensions 140 to 150 mm long, 20 to 25 mm wide at its widest point and not less than 12,5 mm wide at its narrowest point.

5.3 **Burette**, of capacity 10 ml, complying with the requirements of ISO/R 385.

5.4 **Balance**, with an appropriate accuracy.

6 Sampling

Take a representative sample of the material to be tested as described in ISO 842.

7 Procedure

Carry out the determination in duplicate.

7.1 Test portion

Weigh the appropriate quantity of the sample in accordance with the expected oil absorption value as indicated in the table below.

Table

Expected oil absorption value ml/100 g	Mass of the test portion g
less than 10	20
10 to 30	10
30 to 50	5
50 to 80	2
over 80	1

7.2 Determination

Place the test portion (7.1) on the plate (5.1). Add the linseed oil slowly, 4 or 5 drops at a time, from the burette (5.3). After each addition, rub the oil into the product with the palette knife (5.2), and continue the addition of oil at this rate until conglomerates of oil and product are formed. From this point, add the oil 1 drop at a time and follow each addition of oil by thoroughly rubbing with the palette knife. Cease the addition of oil when a paste of smooth consistency has been formed. This paste should just spread without cracking or crumbling and should only just adhere to the plate.

Read the burette and note the quantity of oil used. The time taken for the complete operation should be between 20 and 25 min and during this time, the whole product mass shall be manipulated with maximum effort by the operator.

Where a comparison is required with the oil absorption value of an agreed sample of product, repeat the test in exactly the same way using the agreed sample.

8 Expression of results

The oil absorption value, expressed either in millilitres of oil per 100 g of product or in grams of oil per 100 g of product, is given respectively by formulae (1) and (2) :

$$\frac{100 V}{m}$$

... (1)

$$\frac{93 V}{m}$$

... (2)

where

V is the volume, in millilitres, of oil required;

m is the mass, in grams, of the test portion.

Report the result to the nearest millilitre per 100 g or gram per 100 g.

9 Test report

The test report shall contain at least the following information :

- the type and identification of the product tested;
- a reference to this International Standard (ISO 787/5) or to a corresponding national standard;
- the result of the test as indicated in clause 8;
- any deviation, by agreement or otherwise, from the procedure specified;
- the date of the test.

General methods of test for pigments and extenders
 Determination of matter soluble in water by the cold extraction method
 (ISO 787-8:1979)
 English version of DIN EN ISO 787-8

DIN
EN ISO 787-8

This standard incorporates the English version of **ISO 787-8**.

ICS 87.060.10; 87.060.30

Supersedes DIN ISO 787-8,
 February 1983 edition.

Descriptors: Pigments, extenders, soluble matter content, testing.

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 8: Bestimmung der wasserlöslichen Anteile; Kaltextraktionsverfahren (ISO 787-8:1979)

European Standard EN ISO 787-8:1995 has the status of a DIN Standard.

A comma is used as the decimal marker.

National foreword

This standard has been published in accordance with a decision taken by CEN/TC 298 to adopt, without alteration, International Standard ISO 787-8 as a European Standard.

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe* (Pigments and Extenders Standards Committee).

The DIN Standards corresponding to the International Standards referred to in clause 2 of the EN are as follows:

ISO 787-3 DIN EN ISO 787-3
 ISO 842 DIN V 53242-1 and DIN 53242-4

Amendments

ISO 787-8 having been adopted as a European Standard, the status of the corresponding DIN Standard (DIN ISO 787-8) has been changed accordingly.

Previous editions

DIN 53197: 1960-12, 1971-11; DIN ISO 787-8: 1983-02.

Standards referred to

(and not included in References)

DIN V 53242-1 Raw materials for paints and varnishes; sampling; concepts and general information
 DIN 53242-4 Raw materials for paints and varnishes; sampling of solid matter
 DIN EN ISO 787-3 General methods of test for pigments and extenders; determination of matter soluble in water by the hot extraction method

S009715 **TISI Library**
 ห้องสมุดมาตรฐาน



DIN-EN-ISO 787-8 1995

EN comprises 4 pages.

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 787-8

March 1995

ICS 87.060.10; 87.060.30

Descriptors: Pigments, extenders, soluble matter content, testing.

English version

General methods of test for pigments and extenders

Part 8: Determination of matter soluble in water

Cold extraction method

(ISO 787-8:1979)

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge. Partie 8: Détermination des matières solubles dans l'eau; méthode par extraction à froid (ISO 787-8:1979)

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 8: Bestimmung der wasserlöslichen Anteile; Kaltextraktionsverfahren (ISO 787-8:1979)

This European Standard was approved by CEN on 1994-10-17 and is identical to the ISO Standard as referred to.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.



CEN

European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

Page 2
EN ISO 787-8:1995

Foreword

International Standard

ISO 787-8:1979 General methods of test for pigments and extenders; determination of matter soluble in water; cold extraction method,

which was prepared by ISO/TC 35 'Paints and varnishes' of the International Organization for Standardization, has been adopted by Technical Committee CEN/TC 298 'Pigments and extenders' as a European Standard.

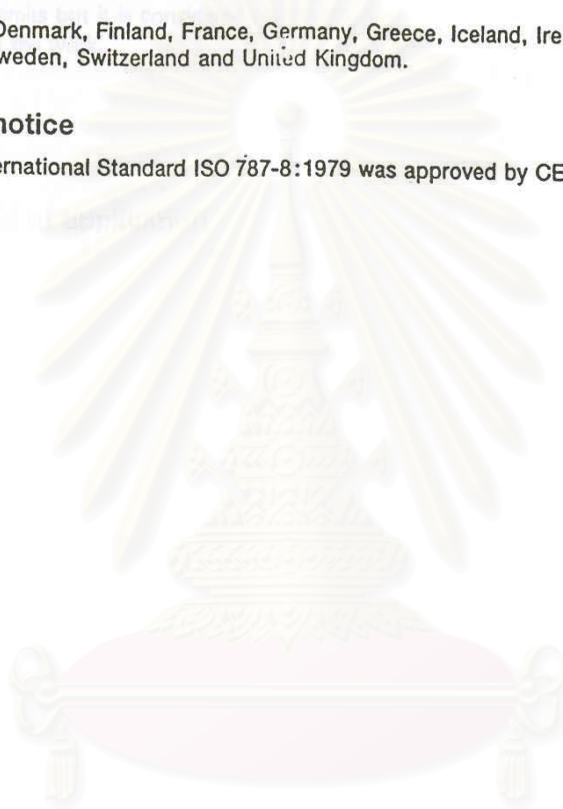
This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, and conflicting national standards withdrawn, by September 1995 at the latest.

In accordance with the CEN/CENELEC Internal Regulations, the following countries are bound to implement this European Standard:

Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

Endorsement notice

The text of the International Standard ISO 787-8:1979 was approved by CEN as a European Standard without any modification.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

0 Introduction

This document is a part of ISO 787, *General methods of test for pigments and extenders*. The first edition was published in June 1970 and subsequently work was carried out in an attempt to improve reproducibility. As a result of this work, it was found that three factors were of prime importance. The first was the type of water used, the second was the type of filter used and the third was the mass of the test portion. Unfortunately insufficient tests have been carried out to be able to fix reliable reproducibility limits but it is considered inappropriate to proceed further with the work.

1 Scope and field of application

1.1 Part 8 of this International Standard specifies a general method of test for determining the percentage by mass of matter soluble in cold water, in a sample of pigment or extender.

1.2 Part 3 of this International Standard specifies a method for determining the percentage by mass of matter soluble in water by hot extraction. For most pigments and extenders, these two test methods will give different results, and it is therefore essential to state clearly in a specification which method is to be used, and in the test report which method has been used.

NOTE — When this general method is applicable to a given pigment or extender, only a cross-reference to it need be included in the International Standard relating to that pigment or extender, with a note of any detailed modification which may be needed in view of the special properties of the material in question. Only when neither of these general methods is applicable to a particular material should a special method for determination of water-soluble matter be specified.

2 References

ISO 787, *General methods of test for pigments and extenders — Part 3 : Determination of matter soluble in water — Hot extraction method*.

ISO 842, *Raw materials for paints and varnishes — Sampling*.

3 Reagent

Distilled water, fresh, double distilled and cooled, or de-ionized water, of pH 6 to 7.

NOTE — Other water may be used but only by agreement between the interested parties.

4 Apparatus

4.1 **One-mark volumetric flask**, of capacity 250 ml.

4.2 **Colloid filter**.

NOTE — Other types of filter may be used but only by agreement between the interested parties.

4.3 **Evaporating dish**, flat-bottomed, of glass, platinum, glazed porcelain or silica.

4.4 **Oven**, capable of being maintained at 105 ± 2 °C.

4.5 **Balance**, accurate to 1 mg or better.

4.6 **Desiccator**.

5 Sampling

Take a representative sample of the material to be tested as described in ISO 842.

6 Procedure

6.1 Test portion

Weigh 2 to 20 g of the sample, to the nearest 0,01 g, into a beaker.

NOTE — The mass of the test portion used shall be chosen according to the type of the material and to the amount of water-soluble matter in the material. This is particularly important for materials that contain large amounts of matter soluble in water. In any case, the same test portion mass shall be taken for repeat tests or for tests between different laboratories.

6.2 Determination

Wet the test portion in the beaker with a few millilitres of the water (clause 3).

NOTE — If the material does not disperse easily in water, a wetting agent should be used. In the case of materials not soluble in ethanol, 5 ml of ethanol may be used; in the case of pigments soluble in ethanol, a non-ionic wetting agent such as 10 ml of a 0,01 % solution of a ethylene oxide condensate should be used. If the wetting agent is non-volatile under the conditions of test, an appropriate correction derived from a blank test should be made.

Add 200 ml of the water (cooled to room temperature) and stir continuously for 1 h at room temperature. Transfer to the volumetric flask (4.1) and dilute to the mark with the water. Mix thoroughly by shaking and inversion, and filter through the colloid filter (4.2), returning the filtrate to the filter until it runs clear. Evaporate 100 ml of the perfectly clear filtrate to dryness in the previously weighed evaporating dish (4.3) on a water bath.

Dry the residue in the evaporating dish in the oven (4.4) at 105 ± 2 °C, cool in the desiccator (4.6) and weigh to the nearest 1 mg. Repeat the heating and cooling until the results of the two last weighings, at an interval including at least 30 min heating, do not differ by more than 10 % of the final figure obtained for the water-soluble matter.

7 Expression of results

The water-soluble matter (cold extraction method), expressed

as a percentage by mass, is given by the formula

$$\frac{250 m_1}{m_0}$$

where

m_0 is the mass, in grams, of the test portion;

m_1 is the mass, in grams, of residue.

Take the mean of two determinations and report the result to one decimal place.

8 Test report

The test report shall contain at least the following information

- a) the type and identification of the product tested;
- b) a reference to this International Standard (ISO 787/8);
- c) the result of the test as indicated in clause 7;
- d) the mass of the test portion used;
- e) any deviation, by agreement or otherwise, from the procedure specified, particularly any details of the filter and the water used;
- f) the date of the test.

DEUTSCHE NORM

April 1995

General methods of test for pigments and extendersDetermination of pH value of an aqueous suspension
(ISO 787-9:1981)

English version of DIN EN ISO 787-9

DIN**EN ISO 787-9**This standard incorporates the English version of **ISO 787-9**.

ICS 87.060.10; 87.060.30

Supersedes DIN ISO 787-9,
August 1983 edition.

Descriptors: Pigments, extenders, pH value, testing.

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 9: Bestimmung des
pH-Wertes einer wässrigen Suspension
(ISO 787-9:1981)**European Standard EN ISO 787-9:1995 has the status of a DIN Standard.***A comma is used as the decimal marker.***National foreword**

This standard has been published in accordance with a decision taken by CEN/TC 298 to adopt, without alteration, International Standard ISO 787-9 as a European Standard.

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe* (Pigments and Extenders Standards Committee).

DIN V 53242-1 and DIN 43242-4 are the standards corresponding to International Standard ISO 842 referred to in clause 2.

Amendments

ISO 787-9 having been adopted as a European Standard, the status of the corresponding DIN Standard (DIN ISO 787-9) has been changed accordingly.

Previous editions

DIN 53200: 1965-09, 1978-12; DIN ISO 787-9: 1983-08.

Standards referred to

(and not included in Reference)

DIN V 53242-1 Raw materials for paints and varnishes; sampling; concepts and general information

DIN 53242-4 Raw materials for paints and varnishes; sampling of solid matter

© No part of this standard may be reproduced without the prior permission of DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin.

S009730 TISI Library



DIN-EN-ISO 787-9 1995

EN comprises 4 pages.

The Industrial Standards Institute TISI
Rama VI Rd. Huaykhwaeng Bangkok 10400 Tel. 207-3510

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPEENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 787-9

March 1995

ICS 87.060.10; 87.060.30

Descriptors: Pigments, extenders, pH value, testing.

English version

General methods of test for pigments and extenders
Part 9: Determination of pH value of an aqueous suspension
(ISO 787-9:1981)

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge. Partie 9: Détermination du pH d'une suspension aqueuse (ISO 787-9:1981)

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe. Teil 9: Bestimmung des pH-Wertes einer wässrigen Suspension (ISO 787-9:1981)

This European Standard was approved by CEN on 1994-10-17 and is identical to the ISO Standard as referred to.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.



CEN

European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

Page 2
EN ISO 787-9:1995

Foreword

International Standard

ISO 787-9:1981 General methods of test for pigments and extenders; determination of pH value of an aqueous suspension which was prepared by ISO/TC 35 'Paints and varnishes' of the International Organization for Standardization, has been adopted by Technical Committee CEN/TC 298 'Pigments and extenders' as a European Standard.

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or endorsement, and conflicting national standards withdrawn, by September 1995 at the latest.

In accordance with the CEN/CENELEC Internal Regulations, the following countries are bound to implement this European Standard:

Austria, Belgium, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

Endorsement notice

The text of the International Standard ISO 787-9:1981 was approved by CEN as a European Standard without any modification.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

0 Introduction

This document is a part of ISO 787, *General methods of test for pigments and extenders*.

1 Scope and field of application

This part of ISO 787 specifies a general method of test for determining the pH value of an aqueous suspension of a sample of pigment or extender.

NOTE — When this general method is applicable to a given pigment or extender, only a cross-reference to it should be included in the International Standard relating to that pigment or extender, with a note of any detailed modification which may be needed in view of the special properties of the material in question. Only when this general method is not applicable to a particular material should a special method for determination of pH value be specified.

2 Reference

ISO 842, *Raw materials for paints and varnishes — Sampling*.

3 Reagent

Freshly distilled water, boiled before use to remove carbon dioxide, or water otherwise prepared of at least equivalent purity.

The water shall be boiled and cooled in a vessel made of chemically resistant glass, immediately before use. It shall be boiled for 5 to 10 min only, in order to avoid an increase of its pH value due to alkali dissolved from the glass vessel. Because water rapidly absorbs carbon dioxide, the cooled water shall be protected from access to the atmosphere and shall be stored for not more than 30 min. The closed container should be protected by a soda asbestos tube or similar device.

4 Apparatus

4.1 Glass container, of capacity 50 ml, made of chemically resistant glass, fitted with a ground glass or rubber stopper.

Before using the container for the first time, boil dilute hydrochloric acid placed in the container and then rinse it thoroughly with distilled water. The rubber stopper shall not have been used for any other purpose.

4.2 pH measuring device, capable of measurement to 0,1 unit, calibrated against buffer solutions of known pH value at the temperature of the test.

4.3 Balance, with an appropriate accuracy.

5 Sampling

Take a representative sample of the material to be tested described in ISO 842.

6 Procedure

Carry out the determination in duplicate at room temperature.

Prepare a 10 % (*m/m*) suspension of the material under test using the distilled water (clause 3), in the glass container (4.1). Stopper the container and shake it vigorously for 1 min. Allow it to stand for 5 min, remove the stopper and determine, to the nearest 0,1 unit, the pH value of the suspension.

If the material does not disperse easily in water, a wetting agent should be used; in the case of materials not soluble in ethanol up to 5 ml of ethanol may be used but care should be taken to ensure that the minimum quantity is used and that it is neutral and free from pyridine. In the case of pigments soluble in ethanol, a neutral non-ionic wetting agent such as 10 ml of a 0,01 % (*m/m*) solution of an ethylene oxide condensate should be used. The neutrality of the wetting agent should be checked by making a blank determination. If a wetting agent is used, the volume of the water should be reduced so that a 10 % (*m/m*) suspension is obtained.

The type and quantity of wetting agent used shall be stated in the test report.

NOTE — With pigments and extenders of relatively low density, it may be necessary to use a suspension of less than 10 % (*m/m*). In such cases the concentration of the suspension used should be stated in the test report.

Record the pH values to the nearest 0,1 unit and record the temperature of the suspension to the nearest 1 °C. If duplicate determinations of pH differ by more than 0,3 unit, the procedure shall be repeated.

7 Expression of results

Calculate the mean of two determinations and report the result to the nearest 0,1 unit.

8 Test report

The test report shall contain at least the following information :

- a) the type and identification of the product tested;
- b) a reference to this International Standard (ISO 787/9);
- c) if used, the type and quantity of wetting agent;
- d) the result of the test as indicated in clause 7, and the test temperature;
- e) any deviation, by agreement or otherwise, from the procedure specified;
- f) the date of the test.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

JCPDS Cards

06-0046					Wavelength= 1.54184									
CaSO ₄ ·2H ₂ O					2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Calcium Sulfate Hydrate					11.700	100	0	2	0	50.839	4	3	2	1
Gypsum					20.803	50	1	2	1	51.391	10	2	6	0
Rad.: Cu λ : 1.5405 Filter:					23.473	20	0	3	1	53.560	2	2	5	3
Cut off:					28.214	4	1	1	2	54.489	2	3	2	3
Ref:					29.194	55	1	4	1	55.200	4	3	4	1
S.G.: I2/a (15)					31.197	25	0	0	2	55.893	2	1	6	3
a: 5.68 b: 15.18 c: 6.51 A: 0.3742 C: 0.4289					32.128	6	2	1	1	56.795	6	1	8	1
Ref: Ibid.					33.448	28	0	2	2	57.649	<1	3	5	2
Dx: 2.316 Dm: SS/FOM ₃ \bar{b} -11(.048, 58)					34.620	4	2	0	2	58.247	2	1	1	4
C.D. Cell: a=6.282, b=15.180, c=5.680, β =114.28,					35.482	<1	0	6	0	60.425	2	2	8	2
a/b=0.4139, c/b=0.3742, S.G.=C2/c(15), PSC: mC48. Deleted					35.996	6	2	0	0	60.864	2	1	2	3
by 33-311. Mwt: 172.17. Volume[CD]: 493.75.					36.681	4	2	2	2	61.854	1	1	9	2
					37.473	4	1	4	1					
					40.716	6	1	5	2					
					42.251	2	2	4	2					
					43.510	10	1	2	3					
					43.664	8	2	5	1					
					45.585	4	1	7	0					
					46.499	2	2	1	1					
					47.930	16	0	8	0					
					48.445	10	1	4	3					
					48.860	4	3	1	2					
					49.454	2	2	3	1					
					50.359	10	2	6	2					

©1995 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

36-0432					Wavelength= 1.54184									
CaSO ₄ ·2H ₂ O					2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Calcium Sulfate Hydrate					11.659	77	0	2	0	48.470	8	1	4	3
Gypsum					18.693	3	1	1	0	48.816	2	3	1	2
Rad.: λ : Filter:					20.759	00	1	2	1	50.424	8	2	6	2
Cut off:					23.441	13	0	4	0	50.718	4	3	2	1
Ref: Smith, D., Schultz, K., Dept. of Geosciences, Penn State Univ., University Park, PA, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1985)					23.441	13	0	3	1	51.397	6	1	8	1
S.G.: I2/a (15)					28.168	4	1	1	2	51.397	6	2	6	0
a: 5.680 b: 15.180 c: 6.520 A: 0.3742 C: 0.4295					29.174	55	1	4	1	55.164	3	3	4	1
Ref: Atoji, M., Rundle, R., J. Chem. Phys., 29, 1306 (1958)					31.108	42	1	2	1	56.837	5	2	0	4
Dx: 2.312 Dm: SS/FOM ₃ \bar{b} -47(.0094, 69)					32.093	8	2	1	1	56.837	5	1	8	1
Peak height intensity. Specimen from Utah, USA. C.D.					33.397	31	0	2	2	58.307	2	0	8	2
Cell: a=6.290, b=15.180, c=5.680, β =114.22, a/b=0.4144,					34.565	3	1	5	0	58.307	2	3	0	
c/b=0.3742, S.G.=C2/c(15), PSC: mC48. Mwt: 172.17.					34.565	3	2	0	2	64.757	2	1	4	3
Volume[CD]: 494.59.					35.937	8	2	0	0	65.031	2	0	7	3
					36.297	2	2	3	1	65.031	2	0	0	4
					36.665	5	2	2	2	68.837	2	2	6	4
					37.408	2	1	4	1	68.837	2	1	10	1
					40.736	9	1	5	2	76.948	2	1	2	5
					43.356	11	2	4	0	76.948	2	4	6	2
					43.532	8	1	2	3	79.787	2	2	8	2
					43.620	9	1	1	2	79.787	2	1	8	3
					43.620	9	2	5	1					
					44.293	3	2	1	3					
					45.602	2	1	7	0					
					46.411	2	2	1	1					
					47.948	9	0	6	2					

©1995 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

24-0027		Wavelength= 1.54184				C
CaCO ₃		2 θ	Int	h	k	l
Calcium Carbonate		23.090	29	0	1	2
		29.480	00	1	0	4
		31.570	2	0	0	6
Calcite		35.996	7	1	1	0
Rad.: CuK α λ : 1.5405	Filter: d-sp: Calculated	39.453	18	1	1	3
Cut off:	Int.: Calculated I/cor.:	43.204	27	2	0	2
		47.188	4	0	2	4
		47.687	17	0	1	8
Ref: Smith et al., Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1973)		48.621	34	1	1	6
		56.608	2	2	1	1
		57.452	15	1	2	2
Sys.: Rhombohedral	S.G.: R $\bar{3}c$ (167)	58.323	2	1	0	10
a: 4.990	b: c: 17.002	60.745	3	2	1	4
A: C: 3.4072		61.576	2	1	1	9
α :	β : γ : Z: 6 mp:	64.712	5	3	0	0
Ref: Chesin et al., Acta Crystallogr., 18, 689 (1965)		65.930	3	0	0	12
		70.479	3	0	2	10
		81.762	3	2	1	10
Dx: 2.720	Dm: SS/FOM ₂ \bar{F} -265(.0022, 38)	83.868	3	1	3	4
		84.945	3	2	2	6
		94.825	2	4	0	4
		95.196	2	3	1	8

Peak height intensity. CAS #: 13397-26-7. Calcite group, calcite subgroup. PSC: hR10. Deleted: intensities are incorrect; Bayliss letter 3/21/88. Mwt: 100.09. Volume[CD]: 366.63.

©1995 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

14-0453		Wavelength= 1.54184								O	
β -CaSO ₄ ·0.5H ₂ O		2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Calcium Sulfate Hydrate		14.740	95	1	0	0	75.026	2	0	0	5
		20.416	2	1	0	1	75.235	2	3	2	2
		25.748	45	1	1	0	75.375	2			
Bassanite, syn		27.020	6				83.654	2	3	3	0
Rad.: CuK α λ : 1.5418	Filter: Ni BetaM d-sp: Diffractometer	27.792	2	0	0	2	83.743	2	3	2	3
Cut off:	Int.: Diffract. I/cor.:	29.780	00	2	0	0	86.608	2	5	0	2
		31.940	50	1	0	2	90.984	2	5	1	0
Ref: Morris Jr., R., U. S. Gypsum Company, Desplanes, Illinois, Private Communication		33.030	4	2	0	1	91.201	2			
		33.130	2				92.301	2	4	2	2
		38.437	2	1	1	2					
		38.540	2								
Sys.: Hexagonal	S.G.: P $\bar{3}m1$ (164)	39.707	4	2	1	0					
a: 6.931	b: c: 6.344	41.360	2	2	0	2					
A: C: 0.9153		42.334	10	2	1	1					
α :	β : γ : Z: 3 mp:	42.396	6								
Ref: Ibid.		42.839	2	0	0	3					
		45.345	2	3	0	0					
		47.663	4	3	0	1					
Dx: 2.740	Dm: 2.550 SS/FOM ₂ \bar{F} -6(.072, 68)	49.483	12	2	1	2					
		49.569	6								
$\epsilon\alpha$:	$\eta\beta$: 1.55 $\epsilon\gamma$: 1.57 Sign:+ 2V:	52.762	4	2	2	0					
Ref: Ibid.		52.860	4								
		54.176	8	3	0	2					
		55.164	8	3	1	0					
		61.808	2	4	0	0					
		63.069	2	3	1	2					
		71.909	2	4	1	0					
Hemihydrate prepared from dihydrate by crystallization under 6 PSIG steam pressure. Wyckoff, "The Structure of Crystals," 2nd ed. PSC: hP22.50. Deleted by 24-1068.		72.100	2								
Mwt: 145.15. Volume[CD]: 263.93.		72.743	2	2	1	4					
		72.873	2								

©1995 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

37-1496		Wavelength= 1.54184 *									
CaSO ₄		2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
Calcium Sulfate		22.930	5	1	1	1	78.673	3	2	3	4
		25.458	0	0	2	0	79.945	2	2	5	2
		28.604	2	0	0	2	81.728	1	5	3	1
Anhydrite, syn		31.394	29	0	1	2	82.696	4	0	6	0
Rad.: CuKα ₁ : 1.5405	Filter: Graph Monod-sp: Diffractometer	31.997	3	1	2	1	82.832	5	6	0	0
Cut off: 17.7	Int.: Diffract.	36.320	7	2	2	0	82.951	5	4	0	4
	I/Corr.:	38.673	20	2	0	2	84.200	1	4	4	2
Ref: McMurdie, H et al., Powder Diffraction, 1, 267 (1986)		40.850	20	2	1	2	84.327	1	4	1	4
		41.348	8	3	0	1	84.625	<1	5	1	3
		43.368	8	1	3	1	88.398	7	6	2	0
		45.488	4	1	0	3					
Sys.: Orthorhombic	S.G.: Bmmb (63)	46.860	3	2	2	2					
a: 6.9933(4)	b: 7.0017(5)	c: 6.2411(5)	A: 0.9988	C: 0.8914							
α:	β:	γ:	Z: 4	mp:							
Ref: Ibid.		48.717	16	0	3	2					
		49.178	3	3	2	1					
		52.276	11	0	4	0					
		52.335	10	4	0	0					
		52.844	<1	1	2	3					
Dx: 2.959	Dm: SS/FOM ₃ β-99(0.066, 46)	55.771	15	2	3	2					
		57.829	2	3	3	1					
Color: Colorless		59.034	4	2	4	0					
Peak height intensity. The mean temperature of data collection was 25.8°. CAS #: 7778-18-9. The sample was prepared by adding an aqueous solution of K ₂ SO ₄ to one of CaCl ₂ . The resultant precipitate was washed and then heated to 70° for 5 hours. References to other early patterns and structures will be found in Swanson et al. (2). σ(I _{obs}) = ±1. This form is called "insoluble anhydrite" to distinguish it from the tetragonal "soluble anhydrite" form. The definitive structure of CaSO ₄ was determined by Hohne (1). CaO ₄ S type. Silicon used as an internal stand. PSC: 0C24. To replace 6-226, Swanson et al. (2) Bushuev et al. (3). Mwt: 136.14. Volume[CD]: 305.60.		60.721	3	4	0	2					
		61.139	1	1	3	3					
		62.294	5	4	1	2					
		65.503	2	0	2	4					
		65.827	1	3	2	3					
		66.889	3	2	4	2					
		67.036	3	2	1	4					
		68.723	<1	3	4	1					
		71.485	4	2	2	4					
		72.933	1	0	3	4					
		74.267	6	4	3	2					
		77.096	1	4	4	0					

©1995 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

46-1045		Wavelength= 1.5405981 *									
SiO ₂		2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
Silicon Oxide		20.860*	16	1	0	0	92.788*	<1	4	0	0
		26.640*	100	1	0	1	94.651*	1	1	0	5
		36.544*	9	1	1	0	95.119*	<1	4	0	1
Quartz, syn		39.465*	8	1	0	2	96.238*	1	2	1	4
Rad.: CuKα ₁ : 1.5405	Filter: Ge Mono d-sp: Diffractometer	40.300*	4	1	1	1	98.751*	1	2	2	3
Cut off:	Int.: Diffract.	42.450*	6	2	0	0	102.231	<1	1	1	5
	I/Corr.: 3.41	45.793*	4	2	0	1	102.567	<1	3	1	3
Ref: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)		50.139*	13	1	1	2	103.877	<1	3	0	4
		50.622*	<1	0	0	3	104.203	<1	3	2	0
		54.875*	4	2	0	2	106.593	<1	3	2	1
		55.325*	2	1	0	3	112.114	<1	4	1	0
Sys.: Hexagonal	S.G.: P3 ₂ 21 (154)	57.235*	<1	2	1	0	114.061	<1	3	2	2
a: 4.91344(4)	b:	c: 5.40524(8)	A:	C: 1.1001							
α:	β:	γ:	Z: 3	mp:							
Ref: Ibid.		59.960*	9	2	1	1	114.467	2	4	0	3
		64.036*	2	1	1	3	114.639	2	4	1	1
		65.786*	<1	3	0	0	115.885	<1	2	2	4
		67.744*	6	2	1	2	117.537	<1	0	0	6
		68.144*	7	2	0	3	118.313	<1	2	1	5
		68.318*	5	3	0	1	120.124	1	3	1	4
		73.468*	2	1	0	4	121.853	<1	1	0	6
Dx: 2.649	Dm: 2.660 SS/FOM: F ₃₀ -539(0.018, 31)	75.660*	3	3	0	2	122.605	<1	4	1	2
εα:	ηωβ: 1.544	εγ: 1.553	Sign: + 2V:								
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 3, 24 (1954)		77.675*	1	2	2	0	127.251	<1	3	0	5
		79.884*	2	2	1	3	131.203	<1	1	1	6
		80.047*	<1	2	2	1	132.756	<1	5	0	1
		81.173*	2	1	1	4	134.293	<1	4	0	4
		81.491*	2	3	1	0	136.424	1	2	0	6
Color: White		83.840*	1	3	1	1	137.895	2	4	1	3
Integrated intensities. Pattern taken at 23(1) C. Low temperature quartz. θ determination based on profile fit method. O ₂ Si type.		84.957*	<1	2	0	4	140.318	<1	3	3	0
Quartz group. Silicon used as an internal stand. PSC: hP9. To replace 33-1161. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 113.01.		87.439*	<1	3	0	3	143.251	3	5	0	2
		90.831*	2	3	1	2	144.119	<1	3	3	1

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

14-0164		Wavelength= 1.5418									
Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄		2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
Aluminum Silicate Hydroxide											
		12.344*	100	0	0	1	42.731*	10	0	4	1
		19.826*	35	0	2	0	43.224*	10	2	2	2
		20.340*	60	1	1	0	43.508*	5	0	2	3
Kaolinite-1A											
Rad.:	CuKα	λ:	1.5418	Filter:	Mono	d-sp:	22.9				
Cut off:		Int.:	Estimation	I/ICor.:							
Ref: Goodyear, Duffin, Mineral. Mag., 32, 902 (1961)											
		21.225*	45	1	1	1	43.863*	20	2	2	2
		21.468*	35	1	1	1	45.415*	35	2	0	3
		23.120*	40	0	2	1	45.657*	35	1	3	2
		23.758*	25	0	2	1	45.975*	20	2	2	1
		24.877*	80	0	0	2	46.523*	20	2	2	1
		26.054*	5	1	1	1	46.853*	35	1	3	2
		26.400*	35	1	1	1	47.319*	20	0	4	2
		28.286*	20	1	1	2	47.715*	5	1	1	3
		28.732*	20	1	1	2	47.955*	25	1	3	3
		32.511*	20	0	2	2	48.692*	20	0	4	2
		34.967*	35	2	0	1	49.396*	25	1	3	3
		35.151*	25	1	3	0	49.596*	35	2	2	3
		35.408*	35	1	3	1	50.417*	20	2	2	3
		35.641*	10	1	1	2	51.051*	25	0	0	4
		35.995*	45	2	0	0	53.592*	25	2	2	2
		37.717*	25	0	0	3	54.313*	25	1	5	0
		38.351*	40	2	0	2	54.593*	25	1	5	1
		38.504*	40	1	3	1	55.019*	40	2	4	0
		39.078*	5	1	1	3	55.343*	40	2	4	0
		39.291*	35	1	3	1	55.488*	10	0	4	3
		40.018*	20	1	3	2	55.744*	40	3	1	2
		40.316*	5	0	4	0	56.338*	30	3	1	0
		40.677*	10	2	2	1	56.831*	70	1	3	3
		41.083*	20	1	3	2	57.333*	30	0	4	3
		41.299*	20	2	0	1	57.845*	10	1	5	2
		41.558*	5	2	2	0	58.165*	60	1	3	4
		42.003*	10	0	4	1	58.733*	10	2	4	1
		42.374*	20	0	2	3	59.523*	30	2	2	4
Sys.: Triclinic S.G.: C1 a: 5.155 b: 8.959 c: 7.407 A: 0.5754 C: 0.8268 α: 91.68 β: 104.9 γ: 89.94 Z: 2 mp: Ref: Ibid. Dx: 2.595 Dm: 2.645 SS/FOM: F ₃₀ =35(.022, 38) α: 1.559(6) η _ω β: 1.564(5) εγ: 1.565(5) Sign: - 2V: 24-50° Ref: Deer, W., Howie, R., Zussman, J., Rock Forming Minerals, 3, 194 Color: White Specimen from Scalby, Yorkshire, England, UK. Validated by calculated pattern Borg and Smith, GSA Memoir, 122. Kaolinite-serpentine group, dioctahedral subgroup.mC.D. Cell: a=5.166, b=7.407, c=5.155, α=104.90, β=119.87, γ=84.10, a/b=0.6974, c/b=0.6960, S.G.=P1(1). PSC: aP17. To replace 5-143 and 12-447. Mwt: 258.16. Volume[CD]: 165.22.											

2θ	Int	h	k	l
59.863*	40	1	1	4
60.207*	40	2	0	3
61.219*	5	3	1	1
61.624*	5	2	4	3
62.360*	90	3	3	1

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค

การควบคุมความหนาแน่นของสารละลายกรดซัลฟูริก

กรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 โมลาร์ มีความหนาแน่น 1.140 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

น้ำกลั่น มีความหนาแน่น 1 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลายที่ใช้ในการล้างยิปซัมฟลูอิก (กรด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรผสมน้ำกลั่น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อยิปซัม 1 กรัม) มีความหนาแน่น 1.070 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

จากการทดลองล้างยิปซัมฟลูอิก 50 กรัม (น้ำหนักแห้ง) สารละลายกรดซัลฟูริกที่กรองกลับมาได้ในแต่ละครั้งจะมีปริมาตรโดยเฉลี่ย 93.50 ลูกบาศก์เซนติเมตร และมีความหนาแน่นโดยเฉลี่ย 1.068 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่จะต้องทำให้สารละลายมีปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร และมีความหนาแน่น 1.070 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ถ้าให้ x แทนปริมาตรของกรดซัลฟูริกและ y แทนปริมาตรของน้ำกลั่นที่ต้องเพิ่มเข้าไป ดังนั้นสามารถเขียนสมการความสัมพันธ์ได้ 2 สมการ โดยคิดจากสัดส่วนการผสมโดยน้ำหนักและโดยปริมาตรได้ดังนี้

$$107 = 93.50 \cdot 1.068 + x \cdot 1.140 + y$$

$$100 = 93.50 + x + y$$

ซึ่งเมื่อแก้สมการหาค่า x และ y แล้วจะได้ว่าจะต้องเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 โมลาร์ ลงไปอีก 4.59 ลูกบาศก์เซนติเมตร (หรือ 5.23 กรัม) และน้ำกลั่นอีก 1.91 ลูกบาศก์เซนติเมตร (หรือ 1.91 กรัม)

ภาคผนวก ง

ขั้นตอนการอัด briquette

1. นำแบบที่จะใช้ในการอัดไปติดตั้งบนเครื่องอัดไฮดรอลิก (FABBI S.p.A. CE-389/86) ใช้ผ้าชุบน้ำมันเครื่องเล็กน้อยเช็ดผิวของแบบอัด ให้น้ำมันติดบางๆ เพื่อป้องกันการติดแบบ
2. ชั่งยิปซัมผสมแอนไฮไดรท์ซึ่งผ่านการอบแห้งที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส แล้วประมาณ 35 ± 1 กรัม จากนั้นค่อยๆ เทสารลงในแบบ ใช้ splatular ปาดผิวด้านบนของสารให้สม่ำเสมอก่อนแล้วจึงทำการอัด
3. ในการอัด briquette จะใช้การอัดแบบ 2 จังหวะ โดยจังหวะแรกจะอัดไปที่แรงอัด 100 บาร์ และคงไว้ที่แรงอัดนี้ประมาณ 5 วินาที จากนั้นปล่อยแรงออกจนกระทั่งแรงอัดเป็นศูนย์ อัดต่อในจังหวะที่สองโดยให้แรงอัดไปจนถึง 200 บาร์ คงไว้ที่แรงอัดนี้อีกประมาณ 5 วินาที จึงปล่อยแรงออก
4. ให้แรงอัดในทิศทางตรงกันข้ามกับการอัดในครั้งแรก เพื่อดันชิ้นงานออกจากแบบ ชิ้น briquette ที่ได้จะมีขนาดกว้าง 50 มิลลิเมตร ยาว 50 มิลลิเมตร และหนาประมาณ 5 มิลลิเมตร

ภาคผนวก จ

การวัดค่าความเป็นกรดต่างและความหนืดของมัลติเฟสพลาสเตอร์

1. ชั่งมัลติเฟสพลาสเตอร์ 100 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ ตวงน้ำกลั่น 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร เทลงไปผสมพร้อมๆกับเริ่มจับเวลา (ในกรณีของพลาสเตอร์ฉาบผนัง จะผสมเมลามีนและเมทิลเซลลูโลสกับมัลติเฟสพลาสเตอร์ และไซเตียมลิกโนซัลโฟเนตกับน้ำกลั่นก่อนแล้วจึงนำทั้งสองส่วนมาผสมกัน)
2. ใช้เครื่องปั่นๆ ผสมพลาสเตอร์และน้ำให้เข้ากันประมาณ 4 นาที จากนั้นนำไปวัดค่า pH ด้วยเครื่อง pH meter อ่านค่า pH ที่เวลา 4 นาที 30 วินาที
3. นำพลาสเตอร์ไปวัดความหนืดต่อทันที โดยในการวัดความหนืดด้วยเครื่อง Brookfield viscometer นี้จะใช้ spindle No.2 ที่ความเร็ว 20 รอบต่อนาที ค่าที่อ่านได้จากเครื่องจะต้องนำมาคูณด้วย 100 เพื่อให้มีหน่วยเป็นเซนติพอยส์

ภาคผนวก จ

ตารางค่าวิกฤตของการแจกแจง t

v	α				
	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005
1	3.078	6.314	12.706	31.821	63.657
2	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925
3	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841
4	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604
5	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032
6	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707
7	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499
8	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355
9	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250
10	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169
11	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106
12	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055
13	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012
14	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977
15	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947
16	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921
17	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898
18	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878
19	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861
20	1.325	1.725	2.076	2.528	2.845
21	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831
22	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819
23	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807
24	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797
25	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787
26	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779
27	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771
28	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763
29	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756
inf.	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576

ตารางค่าวิกฤตของการแจกแจง F

v_2	v_1								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.17	2.09	2.02	1.96
inf.	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88

ภาคผนวก ช

การวิเคราะห์ความแปรปรวน (analysis of variance) ของค่า pH

พลาสติกอร์ฉาบผนัง	Count	Sum	Average	Variance
สูตรที่ 1	2	11.93	5.965	0.00125
สูตรที่ 2	2	11.81	5.905	0.00125
สูตรที่ 3	2	11.84	5.920	0.00320
สูตรที่ 4	2	11.85	5.925	0.00245
สูตรที่ 5	2	11.82	5.910	0.00020
สูตรที่ 6	2	11.76	5.880	0.00080
สูตรที่ 7	2	11.85	5.925	0.00045
สูตรที่ 8	2	11.73	5.865	0.00125
สูตรที่ 9	4	23.59	5.898	0.00109

Analysis of Variance(ANOVA)

Source of Variation	SS	df	MS	F	F crit
Between Groups	0.013655	8	0.001707	1.329	2.948
Within Groups	0.014125	11	0.001284		
Total	0.027780	19			

$F < F_{crit}$ สรุปได้ว่า ไม่มีความแตกต่างระหว่างค่า pH ของพลาสติกอร์ฉาบผนังทั้ง 9 สูตร

Groups	Count	Sum	Average	Variance
พลาสติกอร์ฉาบผนัง	20	118.18	5.909	0.001462
มัลติเฟสพลาสติกอร์	6	36.04	6.007	0.000067

Analysis of Variance(ANOVA)

Source of Variation	SS	df	MS	F	F crit
Between Groups	0.044025	1	0.044025	37.584	4.26
Within Groups	0.028113	24	0.001171		
Total	0.072138	25			

$F > F_{crit}$ สรุปได้ว่า มีความแตกต่างระหว่างค่า pH ของมัลติเฟสพลาสติกอร์และพลาสติกอร์ฉาบผนัง

ภาคผนวก ซ

การหาความถดถอยเชิงเส้นอย่างง่าย (simple linear regression)

กำหนดให้ T_i แทนเวลาในการเซตตัวเริ่มต้นและ

T_f แทนเวลาในการเซตตัวสุดท้าย

	Count	Sum	Average	Variance
T_i	20	845	42.25	299.25
T_f	20	2339	116.95	2680.366

Regression Statistics	
Multiple R	0.991117
R Square	0.982314
Adjusted R Square	0.981331
Standard Error	7.073882
Observations	20

Analysis of Variance(ANOVA)

	df	SS	MS	F
Regression	1	50026.23	50026.23	999.7289
Residual	18	900.716	50.0398	
Total	19	50926.95		

Coefficients	
Intercept	-8.37328
T_i	2.966231

$$f_{.05(1,18)} = 4.41$$

$F > f_{.05(1,18)}$ สรุปได้ว่า T_i มีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับ T_f โดยสามารถเขียนสมการแสดงความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$T_f = 2.966(T_i) - 8.373$$

ภาคผนวก ฅ

การวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นของความหนืด

Relationship between X_1 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.8457352
R Square	0.715268
Adjusted R Square	0.6994496
Standard Error	392.22921
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	6956406.3	6956406.3	45.217347
Residual	18	2769187.5	153843.75	
Total	19	9725593.8		

Coefficients

Intercept	2899.38
X_1	-1318.8

Relationship between X_2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.2244605
R Square	0.0503825
Adjusted R Square	-0.002374
Standard Error	716.30199
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	490000	490000	0.9550009
Residual	18	9235593.8	513088.54	
Total	19	9725593.8		

Coefficients

Intercept	2267.92
X_2	-5833.3

Relationship between X_3 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.0841727
R Square	0.007085
Adjusted R Square	-0.0480769
Standard Error	732.44975
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	68906.25	68906.25	0.1284408
Residual	18	9656687.5	536482.64	
Total	19	9725593.8		

Relationship between X_1X_2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.6644213
R Square	0.4414556
Adjusted R Square	0.4104254
Standard Error	549.35193
Observations	20

Relationship between X_1X_3 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.5740618
R Square	0.3295469
Adjusted R Square	0.2922995
Standard Error	601.8746
Observations	20

Relationship between X_2X_3 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.2243853
R Square	0.0503488
Adjusted R Square	-0.0024096
Standard Error	716.31473
Observations	20

<i>Coefficients</i>	
Intercept	2085.63
X_3	-2187.5

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	4293417.9	4293417.9	14.226624
Residual	18	5432175.9	301787.55	
Total	19	9725593.8		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	2480.85
X_1X_2	-14417

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	3205039.2	3205039.2	8.8475153
Residual	18	6520554.5	362253.03	
Total	19	9725593.8		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	2412.23
X_1X_3	-12456

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	489671.61	489671.61	0.9543269
Residual	18	9235922.1	513106.79	
Total	19	9725593.8		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	2166.05
X_2X_3	-75918

Relationship between X_1^2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.7706901
R Square	0.5939632
Adjusted R Square	0.5714056
Standard Error	468.38664
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	5776644.9	5776644.9	26.330958
Residual	18	3948948.8	219386.05	
Total	19	9725593.8		

Coefficients

Intercept	2561.12
X_1^2	-847.64

Relationship between X_2^2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.1681217
R Square	0.0282649
Adjusted R Square	-0.0257204
Standard Error	724.5957
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	274892.93	274892.93	0.5235667
Residual	18	9450700.8	525038.93	
Total	19	9725593.8		

Coefficients

Intercept	2115.69
X_2^2	-43304

Relationship between X_3^2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.0290796
R Square	0.0008456
Adjusted R Square	-0.054663
Standard Error	734.74748
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	8224.2141	8224.2141	0.0152341
Residual	18	9717369.5	539853.86	
Total	19	9725593.8		

Coefficients

Intercept	2000.37
X_3^2	-7490.2

Relationship between X_1 , X_2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.875015
R Square	0.765651
Adjusted R Square	0.73808
Standard Error	366.1555
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	7446406	3723203	27.77062
Residual	17	2279188	134069.9	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	3191.042
X_1	-1318.75
X_2	-5833.33

Relationship between X_1 , X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.849914
R Square	0.722353
Adjusted R Square	0.689689
Standard Error	398.5475
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	7025313	3512656	22.11442
Residual	17	2700281	158840.1	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	3008.75
X_1	-1318.75
X_3	-2187.5

Relationship between X_1 , X_1X_2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.852323
R Square	0.726455
Adjusted R Square	0.694274
Standard Error	395.5922
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	7065209	3532605	22.57353
Residual	17	2660385	156493.2	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	2899.375
X_1	-1158.98
X_1X_2	-3195.38

Relationship between X_1, X_1X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.845972
R Square	0.715669
Adjusted R Square	0.682219
Standard Error	403.3159
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	6960310	3480155	21.39478
Residual	17	2765283	162663.7	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	2899.375
X_1	-1349.01
X_1X_3	605.2928

Relationship between X_1, X_2X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.874995
R Square	0.765617
Adjusted R Square	0.738042
Standard Error	366.1819
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	7446078	3723039	27.7654
Residual	17	2279516	134089.2	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	3089.17
X_1	-1318.75
X_2X_3	-75918.1

Relationship between X_1, X_1^2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.939309
R Square	0.882302
Adjusted R Square	0.868455
Standard Error	259.489
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	8580906	4290453	63.71844
Residual	17	1144688	67334.56	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	3725.875
X_1	-5308.75
X_1^2	2850

Relationship between X_1 , X_2^2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.862284
R Square	0.743533
Adjusted R Square	0.71336
Standard Error	383.0447
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	7231299	3615650	24.64266
Residual	17	2494295	146723.2	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	3038.813
X_1	-1318.75
X_2^2	-43303.9

Relationship between X_1 , X_3^2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.846235
R Square	0.716114
Adjusted R Square	0.682715
Standard Error	403.0008
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	6964630	3482315	21.44156
Residual	17	2760963	162409.6	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	2923.493
X_1	-1318.75
X_3^2	-7490.18

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.965756
R Square	0.932684
Adjusted R Square	0.920062
Standard Error	202.2819
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	3	9070906	3023635	73.89505
Residual	16	654687.5	40917.97	
Total	19	9725594		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	4017.542
X_1	-5308.75
X_1^2	2850
X_2	-5833.33

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_3 and Vis

<i>Regression Statistics</i>		ANOVA				
Multiple R	0.943073					
R Square	0.889387	Regression	3	8649813	2883271	42.88263
Adjusted R Square	0.868647	Residual	16	1075781	67236.33	
Standard Error	259.2997	Total	19	9725594		
Observations	20					

<i>Coefficients</i>	
Intercept	3835.25
X_1	-5308.75
X_1^2	2850
X_3	-2187.5

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_1X_2 and Vis

<i>Regression Statistics</i>		ANOVA				
Multiple R	0.945245					
R Square	0.893489	Regression	3	8689709	2896570	44.73965
Adjusted R Square	0.873518	Residual	16	1035885	64742.79	
Standard Error	254.4461	Total	19	9725594		
Observations	20					

<i>Coefficients</i>	
Intercept	3725.875
X_1	-5148.98
X_1^2	2850
X_1X_2	-3195.38

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_1X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.939523
R Square	0.882703
Adjusted R Square	0.86071
Standard Error	267.0187
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	3	8584810	2861603	40.13528
Residual	16	1140783	71298.96	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	3725.875
X_1	-5339.01
X_1^2	2850
X_1X_3	605.2928

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.965738
R Square	0.93265
Adjusted R Square	0.920022
Standard Error	202.3326
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	3	9070578	3023526	73.85533
Residual	16	655015.9	40938.49	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	3915.67
X_1	-5308.75
X_1^2	2850
X_2X_3	-75918.1

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2^2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.965756
R Square	0.932684
Adjusted R Square	0.920062
Standard Error	202.2819
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	9070906	3023635	73.89505
Residual	16	654687.5	40917.97	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	3974.608
X_1	-5602.75
X_1^2	3060
X_2^2	-58333.3

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_3 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.969417
R Square	0.939769
Adjusted R Square	0.923708
Standard Error	197.616
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	4	9139813	2284953	58.5104
Residual	15	585781.3	39052.08	
Total	19	9725594		

Coefficients

Intercept	4126.917
X_1	-5308.75
X_1^2	2850
X_2	-5833.33
X_3	-2187.5

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_1X_2 and Vis

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.974772					
R Square	0.95018					
Adjusted R Square	0.936894					
Standard Error	179.7278					
Observations	20					
		<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	
		Regression	4	9241063	2310266	71.52064
		Residual	15	484531.3	32302.08	
		Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	4258.167
X_1	-5652.5
X_1^2	2850
X_2	-10645.8
X_1X_2	6875

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_1X_3 and Vis

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.965964					
R Square	0.933085					
Adjusted R Square	0.915242					
Standard Error	208.292					
Observations	20					
		<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	
		Regression	4	9074810	2268703	52.29165
		Residual	15	650783.4	43385.56	
		Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	4017.542
X_1	-5339.01
X_1^2	2850
X_2	-5833.33
X_1X_3	605.2928

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_2X_3 and Vis

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.971244					
R Square	0.943316	Regression	4	9174307	2293577	62.40609
Adjusted R Square	0.9282	Residual	15	551286.8	36752.45	
Standard Error	191.7093	Total	19	9725594		
Observations	20					

Coefficients	
Intercept	4017.542
X_1	-5308.75
X_1^2	2850
X_2	-3535.54
X_2X_3	-45955.9

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_2^2 and Vis

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.965756					
R Square	0.932684	Regression	4	9070906	2267727	51.95746
Adjusted R Square	0.914733	Residual	15	654687.5	43645.83	
Standard Error	208.9159	Total	19	9725594		
Observations	20					

Coefficients	
Intercept	3992.376
X_1	-5481.08
X_1^2	2973.094
X_2	-2414.06
X_2^2	-34192.7

Relationship between X_1 , X_1^2 , X_2 , X_3^2 and Vis

Regression Statistics	
Multiple R	0.969417
R Square	0.939769
Adjusted R Square	0.923708
Standard Error	197.616
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	4	9139813	2284953	58.5104
Residual	15	585781.3	39052.08	
Total	19	9725594		

Coefficients	
Intercept	4110.817
X_1	-5419
X_1^2	2928.75
X_2	-5833.33
X_3^2	-21875

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ญ

การวิเคราะห์ความถดถอยเชิงเส้นของเวลาในการเซตตัวเริ่มต้น

Relationship between X_1 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.1856668
R Square	0.0344721
Adjusted R Square	-0.0191683
Standard Error	17.463852
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	196	196	0.6426522
Residual	18	5489.75	304.98611	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	37.35
X_1	7

Relationship between X_2 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9349647
R Square	0.8741591
Adjusted R Square	0.8671679
Standard Error	6.3047601
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	4970.25	4970.25	125.03774
Residual	18	715.5	39.75	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	12.875
X_2	587.5

Relationship between X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.1193572
R Square	0.0142461
Adjusted R Square	-0.040518
Standard Error	17.645821
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	81	81	0.2601365
Residual	18	5604.75	311.375	
Total	19	5685.75		

Relationship between X_1X_2 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.766988
R Square	0.5882705
Adjusted R Square	0.5653967
Standard Error	11.404168
Observations	20

Relationship between X_1X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.1934079
R Square	0.0374066
Adjusted R Square	-0.0160708
Standard Error	17.437293
Observations	20

Relationship between X_2X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.7251526
R Square	0.5258463
Adjusted R Square	0.4995044
Standard Error	12.23819
Observations	20

Coefficients	
Intercept	38.5
X_3	75

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	3344.7591	3344.7591	25.718026
Residual	18	2340.9909	130.05505	
Total	19	5685.75		

Coefficients	
Intercept	28.165957
X_1X_2	402.40124

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	212.68474	212.68474	0.6994847
Residual	18	5473.0653	304.05918	
Total	19	5685.75		

Coefficients	
Intercept	38.69849
X_1X_3	101.47173

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	1	2989.8305	2989.8305	19.962373
Residual	18	2695.9195	149.77331	
Total	19	5685.75		

Coefficients	
Intercept	27.419492
X_2X_3	5932.2034

Relationship between X_1^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.1739887
R Square	0.0302721
Adjusted R Square	-0.0236017
Standard Error	17.501795
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	172.1194	172.1194	0.5619073
Residual	18	5513.6306	306.31281	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	39.057463
X_1^2	4.6268657

Relationship between X_2^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9187755
R Square	0.8441484
Adjusted R Square	0.83549
Standard Error	7.016382
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	4799.6169	4799.6169	97.4945
Residual	18	886.1331	49.229617	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	23.825147
X_2^2	5722.0039

Relationship between X_3^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.1104108
R Square	0.0121905
Adjusted R Square	-0.0426878
Standard Error	17.66421
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	69.312377	69.312377	0.2221377
Residual	18	5616.4376	312.02431	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	40.035855
X_3^2	687.62279

Relationship between X_2 , X_1 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9532215
R Square	0.9086312
Adjusted R Square	0.897882
Standard Error	5.5280036
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5166.25	2583.125	84.529596
Residual	17	519.5	30.558824	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	7.975
X_2	587.5
X_1	7

Relationship between X_2 , X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9425525
R Square	0.8884052
Adjusted R Square	0.8752764
Standard Error	6.1092986
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5051.25	2525.625	67.66844
Residual	17	634.5	37.323529	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	9.125
X_2	587.5
X_3	75

Relationship between X_2 , X_1X_2 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9736679
R Square	0.9480293
Adjusted R Square	0.9419151
Standard Error	4.169163
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5390.2574	2695.1287	155.05356
Residual	17	295.49265	17.38192	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	12.875
X_2	464.48529
X_1X_2	175.73529

Relationship between X_2 , X_1X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9547595
R Square	0.9115657
Adjusted R Square	0.9011617
Standard Error	5.4385079
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5182.9347	2591.4674	87.616564
Residual	17	502.81526	29.577368	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	9.3234895
X_2	587.5
X_1X_3	101.47173

Relationship between X_2 , X_2X_3 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9474851
R Square	0.8977281
Adjusted R Square	0.8856961
Standard Error	5.8485425
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5104.2574	2552.1287	74.611756
Residual	17	581.49265	34.20545	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	12.875
X_2	504.77941
X_2X_3	1654.4118

Relationship between X_2 , X_1^2 and T_i

Regression Statistics	
Multiple R	0.9510159
R Square	0.9044311
Adjusted R Square	0.8931878
Standard Error	5.6536329
Observations	20

ANOVA

	df	SS	MS	F
Regression	2	5142.3694	2571.1847	80.441113
Residual	17	543.3806	31.963565	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	9.6824627
X_2	587.5
X_1^2	4.6268657

Relationship between X_2 , X_2^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.936844
R Square	0.8776766
Adjusted R Square	0.8632857
Standard Error	6.3962305
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	2	4990.25	2495.125	60.987958
Residual	17	695.5	40.911765	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	7.9305556
X_2	865.27778
X_2^2	-2777.7778

Relationship between X_2 , X_3^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9414614
R Square	0.8863496
Adjusted R Square	0.872979
Standard Error	6.1653091
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	2	5039.5624	2519.7812	66.290778
Residual	17	646.18762	38.011037	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	10.660855
X_2	587.5
X_3^2	687.62279

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_1 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9780154
R Square	0.9565141
Adjusted R Square	0.9483605
Standard Error	3.9310463
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5438.5	1812.8333	117.31176
Residual	16	247.25	15.453125	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	17.6
X_2	395
X_1X_2	275
X_1	-6.75

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_3 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9809564
R Square	0.9622754
Adjusted R Square	0.955202
Standard Error	3.6613919
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5471.2574	1823.7525	136.04214
Residual	16	214.49265	13.40579	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	9.125
X_2	464.48529
X_1X_2	175.73529
X_3	75

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_1X_3 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9744462
R Square	0.9495455
Adjusted R Square	0.9400852
Standard Error	4.2343236
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5398.8781	1799.626	100.37237
Residual	16	286.87194	17.929496	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	11.984028
X_2	477.58782
X_1X_2	157.0174
X_1X_3	25.45633

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9856968
R Square	0.9715982
Adjusted R Square	0.9662729
Standard Error	3.1769216
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5524.2647	1841.4216	182.44847
Residual	16	161.48529	10.092831	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	12.875
X_2	381.76471
X_1X_2	175.73529
X_2X_3	1654.4118

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_1^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9793729
R Square	0.9591713
Adjusted R Square	0.9515159
Standard Error	3.8090522
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5453.6079	1817.8693	125.29358
Residual	16	232.14206	14.508879	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	16.515874
X_2	388.43976
X_1X_2	284.37177
X_1^2	-5.2766287

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9754726
R Square	0.9515468
Adjusted R Square	0.9424619
Standard Error	4.1494928
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5410.2574	1803.4191	104.73857
Residual	16	275.49265	17.21829	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	7.9305556
X_2	742.26307
X_1X_2	175.73529
X_2^2	-2777.7778

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_3^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9799081
R Square	0.9602198
Adjusted R Square	0.952761
Standard Error	3.7598227
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	3	5459.5697	1819.8566	128.73672
Residual	16	226.18027	14.136267	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	10.660855
X_2	464.48529
X_1X_2	175.73529
X_3^2	687.62279

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_1 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9899915
R Square	0.9800831
Adjusted R Square	0.9747719
Standard Error	2.7476371
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	4	5572.5074	1393.1268	184.53209
Residual	15	113.24265	7.5495098	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	17.6
X_2	312.27941
X_1X_2	275
X_2X_3	1654.4118
X_1	-6.75

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_3 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9859861
R Square	0.9721686
Adjusted R Square	0.9647468
Standard Error	3.2480009
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	4	5527.5074	1381.8768	130.98967
Residual	15	158.24265	10.54951	
Total	19	5685.75		

Coefficients

Intercept	14.333333
X_2	360.31863
X_1X_2	175.73529
X_2X_3	2083.3333
X_3	-29.166667

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_1X_3 and T_i

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.9883889					
R Square	0.9769126					
Adjusted R Square	0.970756					
Standard Error	2.9582542					
Observations	20					
		<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	
		Regression	4	5554.481	1388.6202	158.67646
		Residual	15	131.26902	8.751268	
		Total	19	5685.75		

Coefficients	
Intercept	15.010743
X_2	318.94874
X_1X_2	220.60384
X_2X_3	2282.5714
X_1X_3	-61.021225

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_1^2 and T_i

Regression Statistics		ANOVA				
Multiple R	0.9913326					
R Square	0.9827402					
Adjusted R Square	0.9781376					
Standard Error	2.5577948					
Observations	20					
		<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	
		Regression	4	5587.6153	1396.9038	213.51831
		Residual	15	98.13471	6.542314	
		Total	19	5685.75		

Coefficients	
Intercept	16.515874
X_2	305.71917
X_1X_2	284.37177
X_2X_3	1654.4118
X_1^2	-5.2766287

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_2^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9874795
R Square	0.9751158
Adjusted R Square	0.96848
Standard Error	3.0712136
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	4	5544.2647	1386.0662	146.94808
Residual	15	141.48529	9.4323529	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	7.9305556
X_2	659.54248
X_1X_2	175.73529
X_2X_3	1654.4118
X_2^2	-2777.7778

Relationship between X_2 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_3^2 and T_i

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0.9864319
R Square	0.9730479
Adjusted R Square	0.9658606
Standard Error	3.1962803
Observations	20

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	4	5532.5069	1383.1267	135.38553
Residual	15	153.24312	10.216208	
Total	19	5685.75		

<i>Coefficients</i>	
Intercept	14.323866
X_2	348.67953
X_1X_2	175.73529
X_2X_3	2316.1153
X_3^2	-449.95839

ประวัติผู้วิจัย

นายชาติรี ฐิติอนันท์ เกิดเมื่อวันอาทิตย์ที่ 25 เมษายน พ.ศ. 2519 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2540 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิก จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2541 สำเร็จการศึกษาตามหลักสูตรในปีการศึกษา 2543



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย