

4.2.10 ศึกษาสมบัติเชิงกล

ศึกษาปูนเม็ดที่สังเคราะห์โดยใช้วัตถุดิบผสมระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนต, แก้วลอย และเอฟจีดี ยิปซัม ($\text{SO}_4 = 3.7\%$) เเผที่ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 7 องศาเซลเซียสต่อนาที มาศึกษาขนาดอนุภาคของปูนเม็ดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค, ค่าความถ่วงจำเพาะ, ค่าความละเอียดด้วยวิธีแอร์เพอร์มิเมตริค ตามมาตรฐาน ASTM C204, ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา, องค์ประกอบทางเคมีของปูนเม็ด และทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของมอร์ต้าร์ที่อายุบ่ม 28 วัน และ 45 วัน ตาม ASTM C109 ใช้อัตราส่วนน้ำต่อปูนเม็ดเท่ากับ 0.480 และปูนเม็ดต่อทรายเท่ากับ 1 ต่อ 2.75 ดังแสดงในตารางที่ 4.5-4.8

ตารางที่ 4.5 แสดงขนาดอนุภาคของปูนเม็ด

	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)				
	d(0.1)	d(0.5)	D(0.9)	D[3,2]	D[4,3]
ซีเมนต์เบ้ไลต์ ($\text{SO}_3=3.7\%$)	2.981	63.753	215.281	9.337	87.937

ตารางที่ 4.6 แสดงลักษณะเฉพาะของปูนเม็ด

	ความถ่วงจำเพาะ	ความละเอียด (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม)	แคลเซียมออกไซด์ที่เหลือ (%)
ซีเมนต์เบ้ไลต์ ($\text{SO}_3=3.7\%$)	3.07	4,373	0.2

ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของปูนเม็ด

	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	SO_3	TiO_2	Mn_2O_3
ซีเมนต์เบ้ไลต์ ($\text{SO}_3=3.7\%$)	12.4	59.8	11.50	43.07	2.67	1.62	0.68	3.67	0.37	0.11

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความแข็งแรงของมอร์ต้าร์ที่อายุบ่ม 28 และ 45 วัน

	ค่าความแข็งแรงที่ 28 วัน (กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร)				ค่าความแข็งแรงที่ 45 วัน (กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร)			
	ก้อนที่ 1	ก้อนที่ 2	ก้อนที่ 3	เฉลี่ย	ก้อนที่ 1	ก้อนที่ 2	ก้อนที่ 3	เฉลี่ย
ซีเมนต์เบ้ไลต์ ($\text{SO}_3=3.7\%$)	16.43	15.86	0	16.15	18.72	19.08	0	18.90

จากผลการวิเคราะห์ลักษณะของซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) ที่สังเคราะห์ได้ พบว่า ปูนเม็ดมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ $D[4,3]$ เท่ากับ 87.937 ไมโครเมตร มีค่าความละเอียดเท่ากับ 4,373 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม มีปริมาณแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 0.2 เปอร์เซ็นต์ และจากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีมีค่าซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ เท่ากับ 3.67

เมื่อทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของมอร์ตาร์ที่อายุบ่ม 28 วัน และ 45 วัน พบว่า มีค่าความแข็งแรงเฉลี่ย เท่ากับ 16.15 และ 18.90 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ ซึ่งค่าความแข็งแรงที่ได้เมื่อเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่อายุบ่มเดียวกันมีค่าค่อนข้างต่ำ อาจเนื่องจากเฟสที่พบในซีเมนต์เบไลต์ คือ gehlenite และ larnite ซึ่งเฟส gehlenite นี้ทำปฏิกิริยากับน้ำน้อย จึงส่งผลต่อค่าความแข็งแรงของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์

4.2.11 ศึกษาผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์: นำวัตถุดิบผสมระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนต, เถ้าลอย และเอฟจีดีพีซัม ($SO_3 = 3.7\%$) ศึกษาปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ โดยทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1450 องศาเซลเซียส โดยไม่ใช้ตัวกระตุ้น (V_2O_5) และเปรียบเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ดังแสดงในตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 แสดงปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ในวัตถุดิบผสม

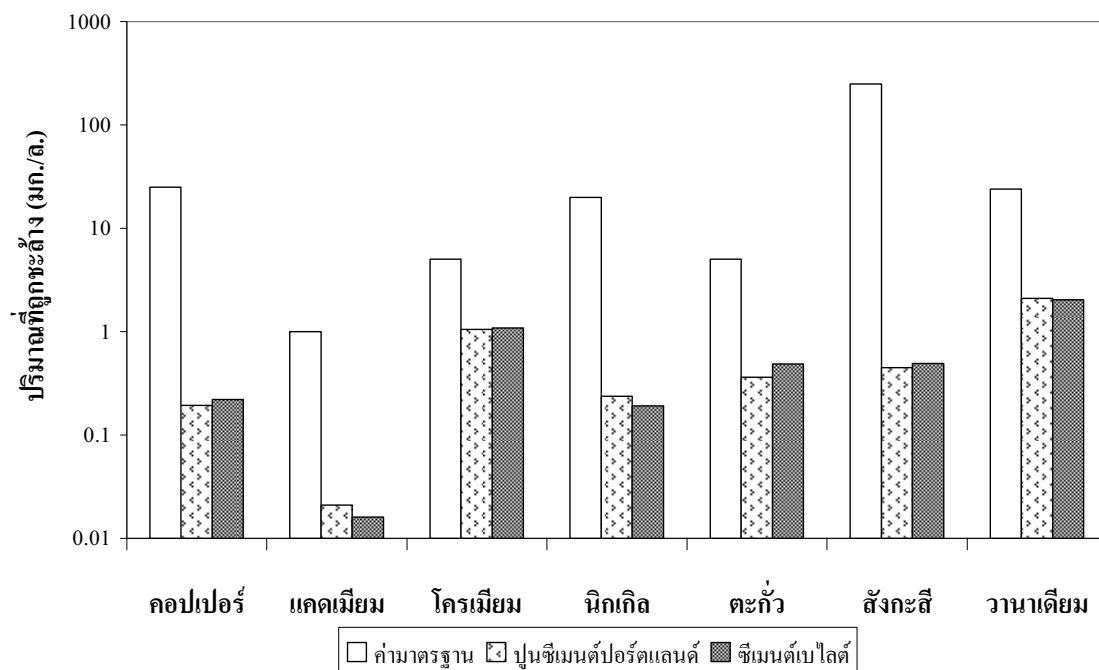
	ก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (%)
ซีเมนต์เบไลต์ ($SO_3 = 3.7\%$)	2.96
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	2.94

จากผลการทดสอบหาปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ ณ 1450 องศาเซลเซียส ของวัตถุดิบผสมระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนต, เถ้าลอย และเอฟจีดีพีซัม ($SO_3 = 3.7\%$) พบว่า มีปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ เท่ากับ 2.96% ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างเมื่อเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ แสดงว่าปริมาณซัลเฟอร์จากเอฟจีดีพีซัมที่เพิ่มให้กับระบบของการสังเคราะห์ไม่ส่งผลต่อการปล่อยก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์เกินกว่าในการผลิตปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ และสามารถคาดการณ์ได้ว่าในระบบของการสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์ในงานวิจัยนี้ที่ 1200 องศาเซลเซียส จะปล่อยก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์น้อยกว่า 2.96%

ปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะ: ทดสอบการชะล้างของโลหะหนักของซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม พ.ศ. 2548 ซึ่งสกัดด้วยวิธี waste extraction test (WET) โดยใช้สารละลายโซเดียมซัลเฟตความเข้มข้น 0.2 โมลาร์เป็นน้ำสกัด ดังแสดงในตารางที่ 4.10 และรูปที่ 4.24

ตารางที่ 4.10 แสดงปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด)

โลหะหนัก	ค่ามาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ซีเมนต์เบไลต์ ($\text{SO}_3 = 3.7\%$) (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ (มิลลิกรัมต่อลิตร)
คอปเปอร์ (Cu)	25	0.220	0.193
แคดเมียม (Cd)	1	0.016	0.021
โครเมียม (Cr)	5	1.083	1.055
นิกเกิล (Ni)	20	0.192	0.236
ตะกั่ว (Pb)	5	0.486	0.361
สังกะสี (Zn)	250	0.494	0.447
วานาเดียม (V)	24	2.028	2.106



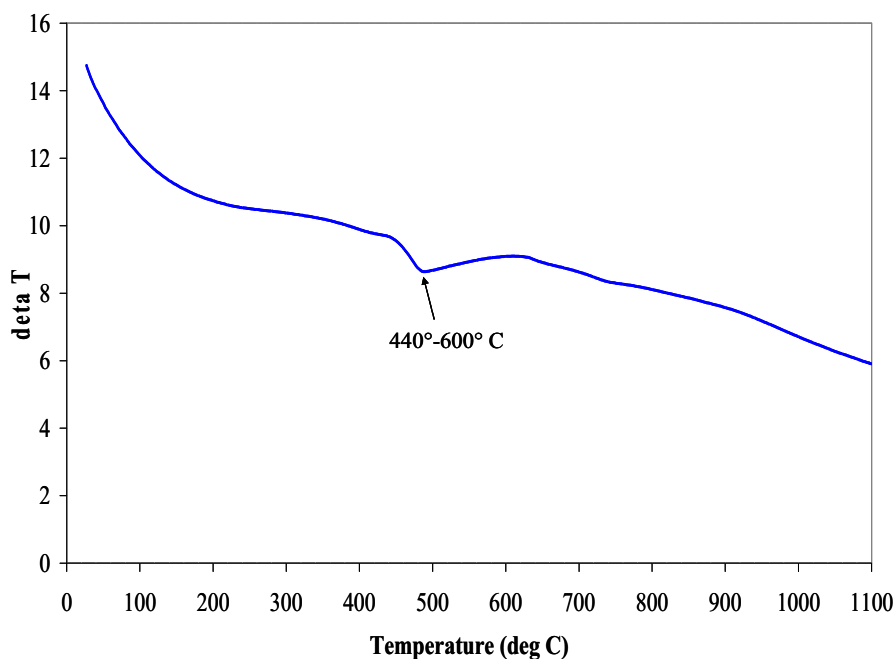
รูปที่ 4.24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างกับซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) และปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เมื่อเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน

จากการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบสไลต์ (ปูนเม็ด) พบว่า ในซีเมนต์เบสไลต์มีปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างไม่เกินค่ามาตรฐานตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม พ.ศ. 2548 แต่มีปริมาณของคอปเปอร์, โครเมียม, ตะกั่ว, สังกะสี ที่ถูกชะล้างมากกว่าเมื่อเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เล็กน้อย และสำหรับการทดสอบหาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างของซีเมนต์เบสไลต์มอร์ตาร์เนื่องจากผิวหน้าของซีเมนต์เบสไลต์มอร์ตาร์ที่อายุบ่ม 28 วันไม่เรียบ จึงอาจส่งผลต่อการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้าง จึงไม่ได้วิเคราะห์การชะล้างของเบสไลต์ซีเมนต์มอร์ตาร์ แต่จากผลการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างของซีเมนต์เบสไลต์ (ปูนเม็ด) ไม่เกินค่ามาตรฐาน จึงสามารถคาดการณ์ได้ว่าปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างของเบสไลต์ซีเมนต์มอร์ตาร์จะมีค่าไม่เกินค่ามาตรฐานเช่นกัน

4.3 การสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอล

4.3.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิของสารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอล

เมื่อนำสารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งสังเคราะห์จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับถ้ำลอย มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DTA เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงทั้งทางกายภาพและทางเคมีของวัตถุดิบผสม รวมถึงการทำนายอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 4.25

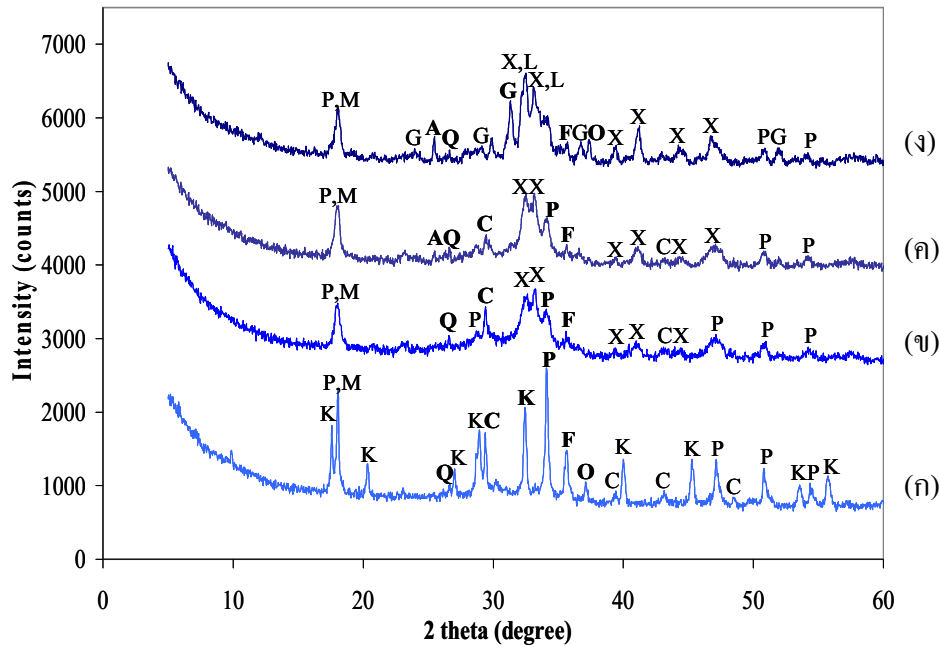


รูปที่ 4.25 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ (°C) กับ delta T ของสารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอลระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับถ้ำลอย

จากผลการวิเคราะห์สารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอลด้วยเครื่อง DTA โดยวิเคราะห์ตั้งแต่อุณหภูมิ 30-1100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าที่อุณหภูมิ 440-600 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อนเนื่องจากการแตกตัวของสารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอล รวมถึงมีการแตกตัวของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา แต่ไม่พบการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อนที่ชัดเจน ดังนั้นในการแคลไซน์สารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอลจึงใช้อุณหภูมิที่สูงกว่า 600 องศาเซลเซียส เนื่องจาก ณ อุณหภูมินี้เกิดการแตกตัวของสารประกอบใหม่ที่ได้หลังการไฮโดรเทอร์มอลเรียบร้อยแล้วและพร้อมที่จะเกิดเป็นสารประกอบซีเมนต์

4.3.2 ศึกษาองค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ด

นำปูนเม็ดก่อนแคลไซน์ (หลังจากไฮโดรเทอร์มอล) และหลังแคลไซน์มาวิเคราะห์เฟสที่พบในปูนเม็ดด้วยเครื่อง XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.26-4.28



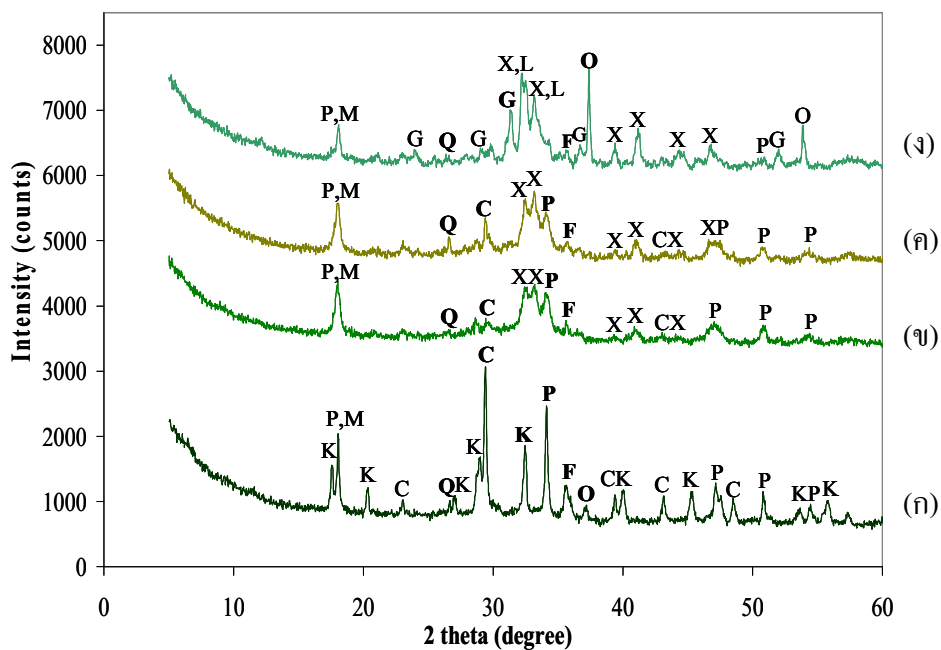
รูปที่ 4.26 แสดงองค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ดที่ได้จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์, เถ้าลอย และน้ำ

(ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C

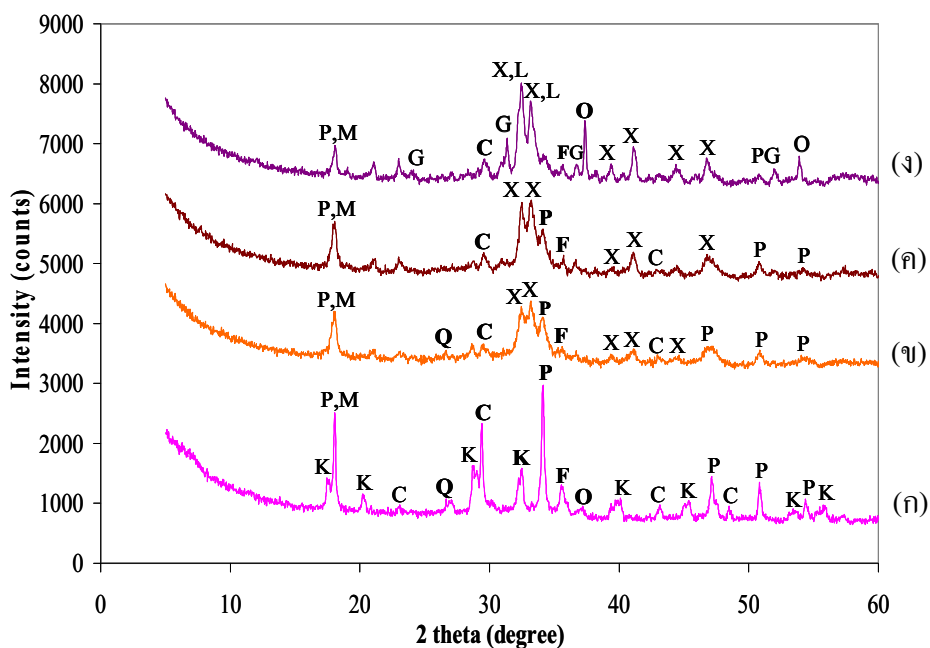
[P:portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), C:calcium carbonate (CaCO_3), Q:quartz (SiO_2), F:magnetite (Fe_3O_4), O:calcium oxide (CaO), M:mayenite ($\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$), K:katoite ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiH}_8\text{O}_{12}$), X:dicalcium silicate (α' - Ca_2SiO_4), L:larnite (β - Ca_2SiO_4), G:gehlenite ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$)]

จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ดของทั้ง 4 ชนิด พบว่า ปูนเม็ดก่อนแคลไซน์มีสารประกอบใหม่ คือ katoite, mayenite และการที่ระบบมี portlandite, calcium oxide, calcium carbonate และ magnetite เหลืออยู่ เนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและอะลูมินาในเถ้าลอยกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลนั้นยังไม่เพียงพอต่อการเกิดเป็นสารประกอบใหม่ทั้งหมด

เมื่อแคลไซน์ปูนเม็ดที่ 750 องศาเซลเซียส เฟส katoite เปลี่ยนเป็นเบไลต์เฟส (α' -dicalcium silicate, β -dicalcium silicate) ส่วนเฟสอื่นๆ ที่เหลืออยู่ในปูนเม็ดก่อนแคลไซน์มีปริมาณลดลง แสดงว่าเฟสที่เหลืออยู่เหล่านั้นมีส่วนหนึ่งที่เปลี่ยนเป็นเบไลต์เฟส เมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์จาก 750, 850 และ 950 องศาเซลเซียส จะมีเบไลต์เฟสเพิ่มขึ้น และที่ 950 องศาเซลเซียส เริ่มพบเฟส gehlenite ซึ่งเฟสนี้ทำปฏิกิริยากับน้ำได้น้อย โดยเฟสหลักที่เกิดขึ้นเมื่อแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Guerrero และคณะ [7]



รูปที่ 4.27 แสดงการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ดที่ได้จาก
แคลเซียมไฮดรอกไซด์, เถ้าลอย, น้ำและโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์
(ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C

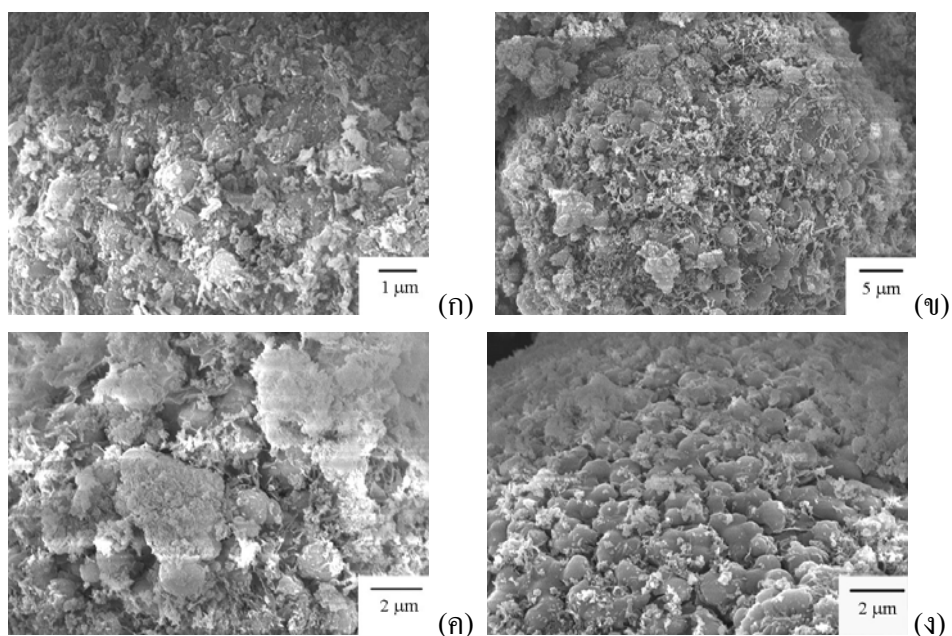


รูปที่ 4.28 แสดงการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ดที่ได้
จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์, เถ้าลอย, น้ำและโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 3 โมลาร์
(ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C

จากรูปที่ 4.27-4.28 มีการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวกระตุ้น เพื่อเพิ่มความเป็นเบสให้ระบบ เนื่องจากถ้าระบบมีความเป็นเบสสูง pH 14 จะช่วยชะซิลิกาและอะลูมินาจากเถ้าลอยได้มากขึ้นเพื่อเกิดเป็นสารประกอบใหม่ และจากผลวิเคราะห์หองค์ประกอบทางแร่ของปูนเม็ดทั้ง 2 ระบบพบว่า เฟสสารประกอบใหม่ก่อนแคลไซน์จะเหมือนกับระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นคือ katoite แต่มีแคลเซียมคาร์บอเนตและควอร์ซเหลืออยู่ในระบบมากกว่า เนื่องจากทั้งซิลิกาและอะลูมินาที่ถูกชะออกจากเถ้าลอยมากขึ้นและพร้อมที่จะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมออกไซด์ แต่อาจมีปัจจัยอื่นๆ ในระบบที่ทำให้ปริมาณของสารประกอบใหม่ไม่เพิ่มขึ้น และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 และ 3 โมลาร์ ที่เพิ่มให้กับระบบนั้นไม่มีผลต่อการเกิดสารประกอบใหม่

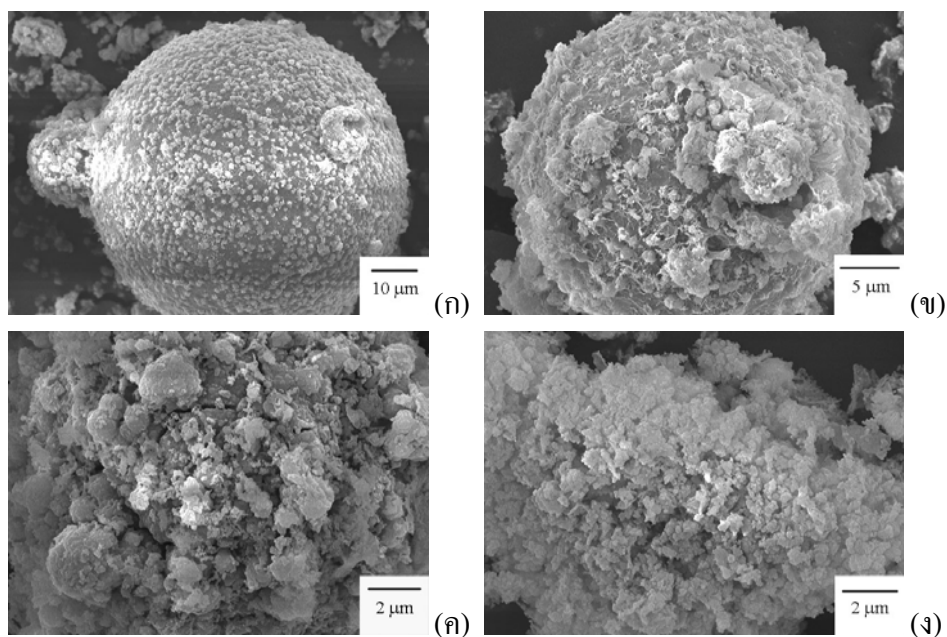
4.3.3 ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคปูนเม็ด

เมื่อนำปูนเม็ดที่ได้ก่อนแคลไซน์ (หลังจากไฮโดรเทอร์มอล) และหลังแคลไซน์มาวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.29-4.31

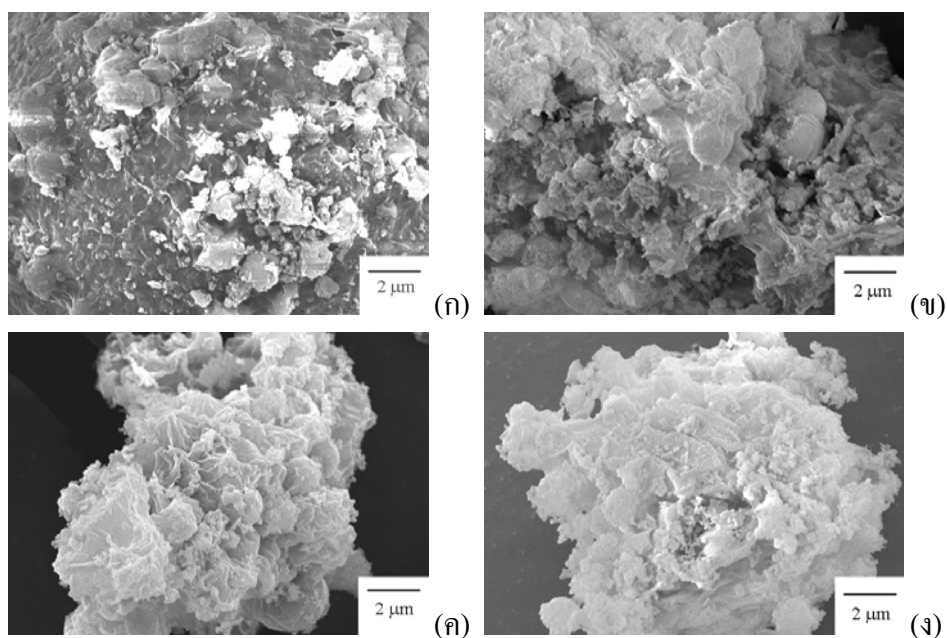


รูปที่ 4.29 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของปูนเม็ดที่ได้จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์, แก้วลอยและน้ำ (ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C

จากโครงสร้างทางจุลภาคของปูนเม็ดในระบบที่ไม่ถูกระตุ้นทั้ง 4 ชนิด พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์ อนุภาคทรงกลมที่ปกคลุมบนผิวแก้วลอยมีมากขึ้นเมื่อเทียบกับปูนเม็ดที่ไม่ได้แคลไซน์ เมื่อระบบมีทั้ง β -Ca₂SiO₄ และ α' -Ca₂SiO₄ รูปร่างโดยรวมของอนุภาคจะเป็นทรงกลม



รูปที่ 4.30 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของพูนเม็ดที่ได้
จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์, เกลือลอยน้ำ และโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์
(ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C



รูปที่ 4.31 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของพูนเม็ดที่ได้จาก
แคลเซียมไฮดรอกไซด์, เกลือลอยน้ำ และโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 3 โมลาร์
(ก) ก่อนแคลไซน์ (ข) แคลไซน์ที่ 750°C (ค) แคลไซน์ที่ 850°C (ง) แคลไซน์ที่ 950°C

จากโครงสร้างทางจุลภาคของปูนเม็ดในระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทั้ง 2 ความเข้มข้น พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์ปูนเม็ดมีรูปร่างไม่แน่นอนมากขึ้น แสดงว่า สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลต่อรูปผลึกของ C_2S ทำให้เกิด α' - Ca_2SiO_4 ได้มากกว่า β - Ca_2SiO_4 รูปร่างอนุภาคของปูนเม็ดโดยรวมจึงมีลักษณะไม่แน่นอน และความเข้มข้นของ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 และ 3 โมลาร์ ที่เพิ่มให้กับระบบไม่มีผลต่อการเกิดสารประกอบใหม่

4.3.4 ศึกษาสมบัติเชิงกล

เมื่อนำปูนเม็ดที่ได้หลังแคลไซน์มาหาขนาดอนุภาค, ค่าความละเอียดด้วยวิธีแอร์เพอร์มิอะบิลิตี ตามมาตรฐาน ASTM C204, การก่อตัวระยะปลายของซีเมนต์เบไลต์เพสต์ ตาม ASTM C191 และ ทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่ 28 วัน ตาม ASTM C109 ใช้ อัตราส่วนน้ำต่อปูนเม็ดเท่ากับ 0.873 และปูนเม็ดต่อทรายเท่ากับ 1 ต่อ 2.75 ดังแสดงในตารางที่ 4.11-4.13 และรูปที่ 3.32

ตารางที่ 4.11 แสดงขนาดอนุภาคของปูนเม็ดของทั้ง 3 ระบบ เมื่อแคลไซน์ที่ 750° , 850° และ $950^{\circ}C$

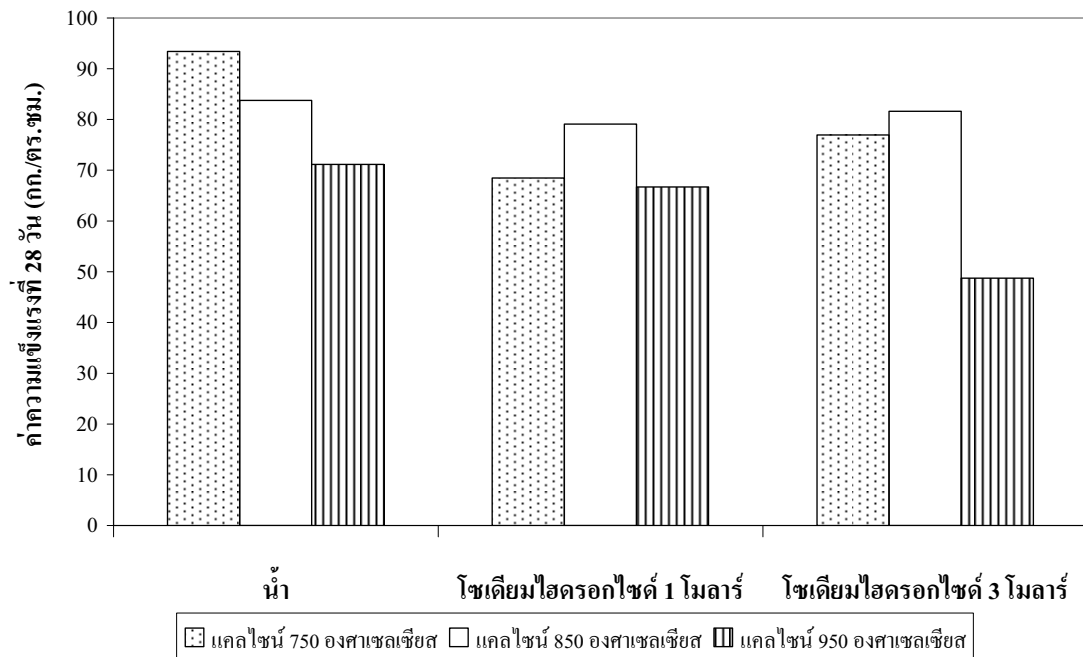
	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)				
	d(0.1)	d(0.5)	D(0.9)	D[3,2]	D[4,3]
water, $750^{\circ}C$	2.428	11.630	108.851	5.877	33.770
water, $850^{\circ}C$	2.157	9.901	91.550	5.138	32.916
water, $950^{\circ}C$	1.917	9.59	90.507	4.446	32.139
1M NaOH, $750^{\circ}C$	2.425	10.960	82.417	5.724	30.365
1M NaOH, $850^{\circ}C$	1.906	8.693	80.422	4.607	28.002
1M NaOH, $950^{\circ}C$	1.927	9.297	71.320	4.671	24.632
3M NaOH, $750^{\circ}C$	36.082	6.307	2.735	13.187	91.130
3M NaOH, $850^{\circ}C$	33.340	5.195	2.176	10.604	87.116
3M NaOH, $950^{\circ}C$	32.896	5.292	2.275	10.746	85.095

ตารางที่ 4.12 แสดงค่าความละเอียดของปูนเม็ดและการก่อตัวระยะปลายของซีเมนต์เบสท์เพสต์ทั้ง 3 ระบบ

	ความละเอียด (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม)	การก่อตัวระยะปลายของ ซีเมนต์เบสท์เพสต์ (ชั่วโมง)
water, 750°C	15,400	2.0
water, 850°C	16,426	3.0
water, 950°C	11,448	1.0
1M NaOH, 750°C	9,270	3.0
1M NaOH, 850°C	11,359	4.0
1M NaOH, 950°C	9,134	10.5
3M NaOH, 750°C	7,987	1.0
3M NaOH, 850°C	9,280	1.5
3M NaOH, 950°C	8,214	8.5

ตารางที่ 4.13 แสดงค่าความแข็งแรงของซีเมนต์เบสท์เพสต์มอร์ตาร์ทั้ง 3 ระบบที่อายุบ่ม 28 วัน

	ค่าความแข็งแรงที่ 28 วัน (กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร)			
	ก้อนที่ 1	ก้อนที่ 2	ก้อนที่ 3	เฉลี่ย
water, 750°C	93.17	97.08	89.91	93.39
water, 850°C	84.61	84.81	81.96	83.79
water, 950°C	69.24	71.93	72.33	71.17
1M NaOH, 750°C	68.54	67.65	69.19	68.46
1M NaOH, 850°C	80.49	79.18	77.59	79.09
1M NaOH, 950°C	65.97	66.50	67.52	66.67
3M NaOH, 750°C	77.19	79.84	73.92	76.98
3M NaOH, 850°C	82.45	79.76	82.53	81.58
3M NaOH, 950°C	48.81	46.89	50.56	48.75



รูปที่ 4.32 แสดงความสัมพันธ์ของค่าความแข็งแรงของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ทั้ง 3 ระบบ ที่อายุบ่ม 28 วัน

จากผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) พบว่า ปูนเม็ดของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นและระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ $D[4,3]$ ก่อนข้างใกล้เคียงกัน คือ มีขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 24-34 ไมโครเมตร ส่วนระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 3 โมลาร์ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ $D[4,3]$ ระหว่าง 85-92 ไมโครเมตร

จากการทดสอบค่าความละเอียดของปูนเม็ดของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นจะมีค่าสูงกว่าอีก 2 ระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และผลการทดสอบการก่อตัวระยะปลาย พบว่า ซีเมนต์เบไลต์เพสต์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นจะใช้เวลาก่อตัวระยะปลายน้อยกว่าเมื่อเทียบกับระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และซีเมนต์เบไลต์เพสต์จากระบบที่ถูกกระตุ้นทั้ง 2 ระบบเมื่อแคลไชน์ที่ 950 องศาเซลเซียส จะใช้เวลาการก่อตัวระยะปลายค่อนข้างมาก อาจเนื่องจากมีเฟส gehlenite เกิดขึ้นในระบบ

จากผลการทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่อายุ 28 วันของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นจะมีค่าความแข็งแรงสูงกว่าเมื่อเทียบกับระบบที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากค่าความละเอียดของปูนเม็ดในระบบที่ไม่ถูกกระตุ้นมีค่าสูงกว่าจึงทำปฏิกิริยากับน้ำได้อย่างสมบูรณ์ ส่งผลทำให้ค่าความแข็งแรงที่ได้มีค่ามากกว่า และค่าความแข็งแรง

ของทั้ง 3 ระบบมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการแคลไซน์ ซึ่งค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นนี้สอดคล้องกับผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่ที่มีเบไลต์เฟสเพิ่มขึ้น และเมื่อแคลไซน์ที่ 950 องศาเซลเซียส ถึงแม้จะมีเบไลต์เฟสเพิ่มขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงที่ได้มีค่าลดลง อาจเนื่องจากมีเฟส gehlenite เกิดขึ้น ซึ่งเฟสนี้ทำปฏิกิริยากับน้ำได้น้อยจึงส่งผลต่อค่าความแข็งแรง

ผลจากการทดสอบค่าความแข็งแรงของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่อายุ 28 วันเมื่อแคลไซน์ปูนเม็ดที่ 850 องศาเซลเซียส ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นและถูกกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ มีค่าเท่ากับ 83 และ 78 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ค่าความแข็งแรงที่ได้มีค่ามากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัย Gerrero และคณะ [8] เมื่อแคลไซน์ปูนเม็ดที่ 800 องศาเซลเซียส เท่ากับ 40 และ 67 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร

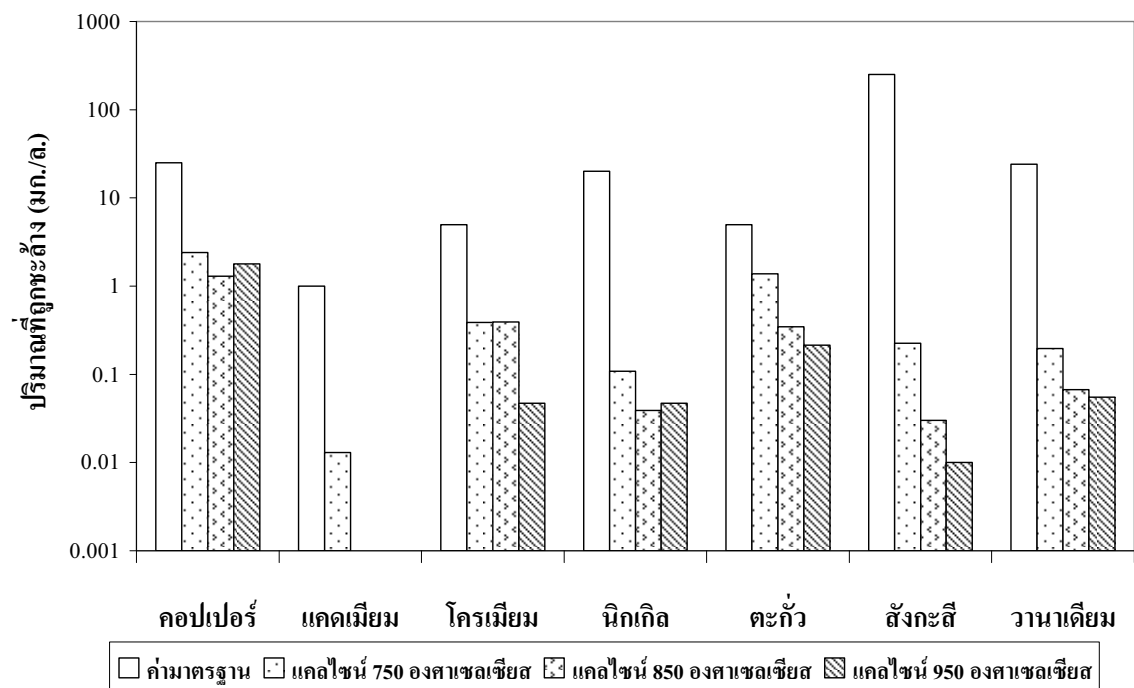
4.3.5 ศึกษาผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดรอกไซด์: การแคลไซน์ปูนเม็ดที่ได้หลังจากการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 750, 850 และ 950 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิการแตกตัวของก๊าซซัลเฟอร์ไดรอกไซด์ จึงสามารถสรุปได้ว่าการแคลไซน์ปูนเม็ดที่อุณหภูมิดังกล่าวไม่ปล่อยก๊าซซัลเฟอร์ไดรอกไซด์สู่สิ่งแวดล้อม

ปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะ: ทดสอบการชะล้างของโลหะหนักของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้น ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม พ.ศ. 2548 ซึ่งสกัดด้วยวิธี waste extraction test (WET) โดยใช้สารละลายโซเดียมซดริกความเข้มข้น 0.2 โมลาร์เป็นน้ำสกัด ดังแสดงในตารางที่ 4.14 และรูปที่ 4.33

ตารางที่ 4.14 แสดงปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้น

โลหะหนัก	ค่ามาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ไม่ใช้ตัวกระตุ้น, แคลไซน์ที่ 750°C (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ไม่ใช้ตัวกระตุ้น, แคลไซน์ที่ 850°C (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ไม่ใช้ตัวกระตุ้น, แคลไซน์ที่ 950°C (มิลลิกรัมต่อลิตร)
คอปเปอร์ (Cu)	25	2.406	1.303	1.783
แคดเมียม (Cd)	1	0.013	0.001	0.001
โครเมียม (Cr)	5	0.385	0.390	0.047
นิกเกิล (Ni)	20	0.109	0.039	0.047
ตะกั่ว (Pb)	5	1.372	0.347	0.214
สังกะสี (Zn)	250	0.225	0.030	0.010
วานาเดียม (V)	24	0.197	0.067	0.055



รูปที่ 4.33 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างกับซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ถูกกระตุ้นเมื่อแคลไซน์ที่ 750, 850 และ 950 องศาเซลเซียส

จากการวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นในปูนเม็ดของทั้ง 3 ระบบ พบว่า เป็นเฟสชนิดเดียวกัน แสดงว่า สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 และ 3 โมลาร์ ที่เพิ่มให้กับระบบนั้นไม่มีผลต่อการเกิดเฟสของสารประกอบใหม่ และจากการทดสอบค่าความแข็งแรงของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่อายุ 28 วัน พบว่า ซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นมีค่าความแข็งแรงค่อนข้างมาก จากทั้ง 2 การทดลองจึงได้เลือกซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้นมาทดสอบการชะล้างของโลหะหนัก

จากการทดสอบหาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ของระบบที่ไม่ใช้ตัวกระตุ้น พบว่า ในซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์มีปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างไม่เกินค่ามาตรฐานตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม พ.ศ. 2548

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

จากวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ คือ ศึกษาการสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์โดยวิธีการเผาและวิธีไฮโดรเทอร์มอล รวมถึงศึกษาความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันและเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของซีเมนต์เบไลต์กับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ จากผลการทดลองและการวิจารณ์ผลการทดลองจะสามารถสรุปผลการทดลอง ดังนี้

5.1 การสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีเผา

จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดไคแคลเซียมซิลิเกตเมื่อใช้เถ้าลอยเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการสังเคราะห์ พบว่าซิลเฟตมีผลต่อการเกิดไคแคลเซียมซิลิเกตค่อนข้างมาก จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่เกิดทั้งเฟส gehlenite และ larnite เนื่องจากเถ้าลอยมีองค์ประกอบของซิลิกาและอะลูมินาที่ค่อนข้างสูงไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับแคลเซียมออกไซด์ จึงมีโอกาที่จะเกิดทั้ง 2 เฟส ฉะนั้นระบบที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์โดยวิธีเผา คือ แคลเซียมคาร์บอเนต, เถ้าลอย และเอพิจิอิลิปซัม ($\text{SO}_4 = 3.7\%$) เเผาที่ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 7 องศาเซลเซียสต่อนาที

เมื่อทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่สังเคราะห์จากระบบที่มีซิลเฟต โดยใช้อัตราส่วนน้ำต่อปูนเม็ดเท่ากับ 0.480 และปูนเม็ดต่อทรายเท่ากับ 1 ต่อ 2.75 ได้ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดที่อายุบ่ม 28 วัน และ 45 วันเท่ากับ 16.15 และ 18.90 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ

เมื่อศึกษาปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดรอกไซด์ของวัตถุดิบผสมโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ซัลเฟอร์ไดรอกไซด์ที่ 1450 องศาเซลเซียส พบว่า มีปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดรอกไซด์ 2.96 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างเมื่อเทียบกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ คือ 2.94 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อศึกษาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) พบว่า มีปริมาณโลหะหนักไม่เกินค่ามาตรฐานตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ปี 2548 แต่มีปริมาณของคอปเปอร์, โครเมียม, ตะกั่ว, สังกะสี ที่ถูกชะล้างมากกว่าในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เล็กน้อย

5.2 การสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

เฟสที่พบในปูนเม็ดจากการสังเคราะห์ทั้ง 3 ระบบเหมือนกัน กล่าวคือ ปูนเม็ดก่อนแคลไชนมีเฟส katoite เมื่อแคลไชนปูนเม็ดที่ 750 องศาเซลเซียส จากเฟส katoite เปลี่ยนเป็นเบไลต์เฟส (α' - Ca_2SiO_4 , β - Ca_2SiO_4) และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการแคลไชนจะได้เบไลต์เฟสเพิ่มขึ้น และที่ 950

องศาเซลเซียส จะเริ่มพบเฟส gehlenite จะนั่นระบบที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล คือ ระบบที่ไม่ถูกกระตุ้น

เมื่อทดสอบค่าความละเอียดของซีเมนต์เบไลต์ (ปูนเม็ด) ที่ถูกแคลไซน์ที่ 750, 850 และ 950 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 15405, 16430 และ 11450 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ และค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์ที่อายุบ่ม 28 วัน โดยใช้อัตราส่วนน้ำต่อปูนเม็ดเท่ากับ 0.873 และปูนเม็ดต่อทรายเท่ากับ 1 ต่อ 2.75 ได้ค่าความแข็งแรงของมอร์ตาร์ที่ถูกแคลไซน์ที่ 750, 850 และ 950 องศาเซลเซียส เท่ากับ 93.39, 83.79 และ 71.17 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตรตามลำดับ จะเห็นว่าปูนเม็ดที่ถูกแคลไซน์ที่ 750 องศาเซลเซียส มีค่าความละเอียดค่อนข้างมากจึงส่งผลต่อความแข็งแรงของมอร์ตาร์

และเมื่อศึกษาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะล้างออกจากซีเมนต์เบไลต์มอร์ตาร์พบว่า มีปริมาณโลหะหนักไม่เกินค่ามาตรฐานตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ปี 2548

ข้อเสนอแนะ

1. กรณีที่ใช้เถ้าลอยเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์นั้น วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลจะเป็นวิธีที่เหมาะสมมากกว่าวิธีเผา เนื่องจากวิธีนี้ไม่มีผลของการแข่งขันกันในการปฏิกิริยาของซิลิกาและอะลูมินา ในเถ้าลอยเพื่อเกิดเป็น gehlenite (C_2AS) และ larnite (C_2S)
2. กรณีสังเคราะห์ซีเมนต์เบไลต์ด้วยวิธีการเผานั้นควรจำกัดความว่องไวในการทำปฏิกิริยาของอะลูมินาที่เป็นองค์ประกอบในเถ้าลอย เพื่อป้องกันการเกิด gehlenite
3. คุณภาพปูนเม็ดที่สังเคราะห์ได้จากเตาเผาในห้องปฏิบัติการซึ่งเป็นเตาไฟฟ้านั้นมีคุณภาพไม่คงที่เนื่องจากการสัมผัสกับความร้อนของวัตถุดิบผสมที่อยู่ในครุชเบิลไม่ทั่วถึง
4. ควรจะมีการวิเคราะห์เฟสที่พบในปูนเม็ดในเชิงปริมาณ เพื่อบ่งบอกถึงปริมาณของเบไลต์ที่พบในปูนเม็ด

บรรณานุกรม

- [1] Popescu, C.D., Muntean, M. and Sharp, J.H.. (2003). Industrial trial production of low energy belite cement. *Cem. Concr. Compo.*, 25, 89-93.
- [2] “การนำเถ้าลอยลิกไนต์ไปใช้ประโยชน์” [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://maemoh.egat.com/index.php?content=sara&topic=2> (3 พฤษภาคม 2550)
- [3] ปรินญา จินดาประเสริฐ และ ชัย จาตุรพิทักษ์กุล. (2547). *ปูนซีเมนต์ ปอซโซลาน และคอนกรีต*. พิมพ์ครั้งที่ 1. สมาคมคอนกรีตไทย. กรุงเทพฯ.
- [4] Ghosh, S.N., (1991). *Cement and concrete science and technology volume I part I*. 1st edition. ABI books private limited. India.
- [5] Odler, I. (2000). *Special inorganic cements*. 1st edition. Taylor&Francis group publish. USA.
- [6] Taylor, H.F.W. (1990). *Cement chemistry*. 2nd edition. Thomas telford publish. UK.
- [7] การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. (2544). *เถ้าลอยในงานคอนกรีตกับการอนุรักษ์พลังงานและสิ่งแวดล้อม*. ฝ่ายประชาสัมพันธ์การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. กรุงเทพฯ.
- [8] การพัฒนาการใช้ประโยชน์เถ้าลอยลิกไนต์ในไทย. (2545). *Lab.today* วารสารเพื่อห้องปฏิบัติการ วัด/ทดสอบวิเคราะห์/วิจัย. พุศิจิภาณ-ชันวาคม. กรุงเทพฯ.
- [9] “เคมี สำหรับโครงการเรียนล่วงหน้า” [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://www.il.mahidol.ac.th/course/ap_chemistry2/index.htm (3 พฤษภาคม 2550)
- [10] “มลพิษทางอากาศ” [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://deqp.go.th> (3 พฤษภาคม 2550)
- [11] Arjunan, P., Silsbee, Michael R. and Roy, Della M. (1999). Sulfoaluminate-belite cement from low-calcium fly ash and sulfur-rich and other industrial by-products. *Cem. Concr. Res.*, 29, 1305-1311.
- [12] Beretka, J., Cioffi, R., Marroccoli, M. and Valenti, G.L. (1996). Energy-saving cements obtained from chemical gypsum and other industrial wastes. *Waste Management.*, 16, 231-235.
- [13] Rodrigues, Flavio A. (2003). Low-temperature of cements from rice hull ash. *Cem. Concr. Res.*, 33, 1525-1529.
- [14] Jiang, W. and Roy, Della M. (1992). Hydrothermal processing of new fly ash cement. *Ceram. Bull.*, 71 [4], 642-647.
- [15] Goni, S., Guerrero, A., Luxan, de M.P. and Macias, A.. (2000). Dehydration of pozzolanic products hydrothermally synthesized from fly ash: microstructure evolution. *Mater. Res. Bull.*, 35, 1333-1344.
- [16] Guerrero, A., Goni, S., Campillo, I. and Moragues, A. (2004). Belite cement clinker from coal fly ash of high Ca content. *Environ. Sci. Technol.*, 38, 3209-3213.
- [17] Guerrero, A., Goni, S., Moragues, A. and Dolado, J.S.. (2005). Microsturcture and mechanical performance of belite cement from high calcium coal fly ash. *J. Am. Ceram. Soc.*, 88 [7], 1845-1853.

- [18] Georgescu, M., Tipan, J., Badanoiu, A., Crisan, D. and Dragan, I. (2000). Highly reactive dicalcium silicate synthesized by hydrothermal processing. *Concr. Res.*, 22, 315-319.
- [19] Singh, N.B., Rai, S. and Singh, N. (2002). Highly reactive β -dicalcium silicate. *J. Am. Ceram. Soc.*, 85 [9], 2171-2176.
- [20] Pradyot P. (2003). Handbook of inorganic chemicals. First edit. Printed in America. McGraw-Hill companies.
- [21] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C109: Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (using 2-in. or 50-mm cube specimens). *Annual Book of ASTM Standard*, V.04.01 : 83-87.
- [22] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C191: Standard test method for time of setting of hydraulic cement by vicat needle. *Annual Book of ASTM Standard*, V.04.01 : 179-183.
- [23] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C204: Standard test method for fineness of hydraulic cement by air-permeability. *Annual Book of ASTM Standard*, V.04.01 : 185-191.
- [24] Philpotts, A.R., Barin L. and Knacke, O. (1991). *Thermodynamic Data*. New Jersey.

ภาคผนวก ก

การคำนวณวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ไดแคลเซียมซิลิเกต

ก1) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบเผา

ใช้เถ้าลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 2 สามารถคำนวณได้โดย

$$\begin{array}{rcl} 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 & & \\ 2(56) & 60 & \\ 112 \text{ กรัม} & 60 \text{ กรัม} & \end{array}$$

มีซิลิกา 38.45 กรัม ในเถ้าลอย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในเถ้าลอย $\left(\frac{100 \times 60}{38.45}\right) = 156.05$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในเถ้าลอย 156.05 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 156.05}{100}\right) = 26.86$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $112 - 26.86 = 85.14$ กรัม

ดังนั้นใช้เถ้าลอย 156.05 กรัม และแคลเซียมคาร์บอเนต 85.14 กรัม

ก2) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบเผาโดยศึกษาผลของไอออนบวก

ใช้เถ้าลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์และไอออนบวกที่สนใจต่อซิลิกาเท่ากับ 2 สามารถคำนวณได้โดย

$$\begin{array}{rcl} 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 & & \\ 2(56) & 60 & \\ 112 \text{ กรัม} & 60 \text{ กรัม} & \end{array}$$

มีซิลิกา 38.45 กรัม ในเถ้าลอย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในเถ้าลอย $\left(\frac{100 \times 60}{38.45}\right) = 156.05$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในเถ้าลอย 156.05 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 156.05}{100}\right) = 26.86$ กรัม

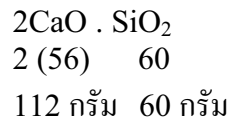
มีแบเรียมคาร์บอเนต 3% ของแคลเซียมออกไซด์ทั้งหมด = $\left(\frac{3}{100}\right) \times 112 = 3.36$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $112 - 26.86 - 3.36 = 81.77$ กรัม

ดังนั้นใช้เถ้าลอย 156.05 กรัม, แคลเซียมคาร์บอเนต 81.77 กรัม และแบเรียมคาร์บอเนต 3.36 กรัม

ก3) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ได้แคลเซียมซิลิเกตแบบเผาโดยศึกษาผลของไอออนลบ

ใช้เถ้าลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 2 และเพิ่มไอออนลบให้กับระบบ สามารถคำนวณได้โดย



มีซิลิกา 38.45 กรัม ในเถ้าลอย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในเถ้าลอย $\left(\frac{100 \times 60}{38.45}\right) = 156.05$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในเถ้าลอย 156.05 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 156.05}{100}\right) = 26.86$ กรัม

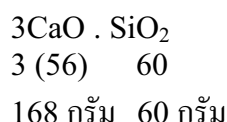
มีเบเรียมซิลเฟต 3% ของวัตถุดิบผสมทั้งหมด $= \left(\frac{3}{100}\right) \times (156.05 + 85.14) = 7.24$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม $= 112 - 26.86 = 85.14$ กรัม

ดังนั้นใช้เถ้าลอย 156.05 กรัม, แคลเซียมคาร์บอเนต 85.14 กรัม และเบเรียมซิลเฟต 7.24 กรัม

ก4) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบเผา และคิดอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 3

ใช้เถ้าลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 3 สามารถคำนวณได้โดย



มีซิลิกา 38.45 กรัม ในเถ้าลอย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในเถ้าลอย $\left(\frac{100 \times 60}{38.45}\right) = 156.05$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

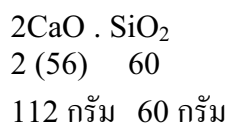
ในเถ้าลอย 156.05 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 156.05}{100}\right) = 26.86$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $168 - 26.86 = 141.14$ กรัม

ดังนั้นใช้เถ้าลอย 156.05 กรัม และแคลเซียมคาร์บอเนต 141.14 กรัม

ก5) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบเผาโดยมีเถ้าแกลบเป็นแหล่งให้ซิลิกา

ใช้เถ้าแกลบเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 2 สามารถคำนวณได้โดย



มีซิลิกา 91.79 กรัม ในเถ้าแกลบ 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในเถ้าแกลบ $\left(\frac{100 \times 60}{91.79}\right) = 65.37$ กรัม

ในเถ้าแกลบ 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 1.37 กรัม

ในเถ้าแกลบ 65.37 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{1.37 \times 65.37}{100}\right) = 0.87$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $112 - 0.87 = 111.13$ กรัม

ดังนั้นใช้เถ้าแกลบ 65.37 กรัม และแคลเซียมคาร์บอเนต 111.13 กรัม

ก6) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบเผาโดยเพิ่มซัลเฟตให้ระบบ

ใช้เถ้าลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ และใช้เฝัจีคียิปซัมเป็นแหล่งให้ซัลเฟต โดยคำนวณองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบเพื่อให้ได้เฟสของไคแคลเซียมซิลิเกตร่วมกับแคลเซียมซัลโฟอะลูมิเนต สามารถคำนวณได้โดย

$$4\text{CaO} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_4$$

$$1(56) \quad (0.75)(102) \quad (0.25)(96)$$

$$56 \text{ กรัม} \quad 76.5 \text{ กรัม} \quad 24 \text{ กรัม}$$

มีอะลูมินา 21.32 กรัม ในเถ้าลอย 100 กรัม

ต้องการอะลูมินา 76.5 กรัม ในเถ้าลอย $\left(\frac{100 \times 76.5}{21.32}\right) = 358.82$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในเถ้าลอย 358.82 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 358.82}{100}\right) = 61.75$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีซิลิกา 38.45 กรัม

ในเถ้าลอย 358.82 กรัม มีซิลิกา $\left(\frac{38.45 \times 358.82}{100}\right) = 137.97$ กรัม

ในเถ้าลอย 100 กรัม มีซัลเฟต 1.69 กรัม

ในเถ้าลอย 358.82 กรัม มีซัลเฟต $\left(\frac{1.69 \times 358.82}{100}\right) = 6.06$ กรัม

ต้องการซัลเฟตเพิ่ม = $24 - 6.06 = 17.94$ กรัม จากเฝัจีคียิปซัม

มีซัลเฟต 49.54 กรัม ในเฝัจีคียิปซัม 100 กรัม

มีซัลเฟต 17.94 กรัม ในเฝัจีคียิปซัม $\left(\frac{100 \times 17.94}{49.54}\right) = 36.21$ กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 46.77 กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 36.21 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{46.77 \times 36.21}{100}\right) = 16.94$ กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 100 กรัม มีซิลิกา 1.69 กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 36.21 กรัม มีซิลิกา $\left(\frac{1.69 \times 36.21}{100}\right) = 0.61$ กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 100 กรัม มีอะลูมินา 0.63 กรัม

ในเฝัจีคียิปซัม 36.21 กรัม มีอะลูมินา $\left(\frac{0.63 \times 36.21}{100}\right) = 0.23$ กรัม



จากถ้ำลอยและเอฟจีดีบีปั๊ม

มีแคลเซียมออกไซด์ = $5.75 + 16.94 = 22.96$ กรัม

มีซิลิกา = $137.97 + 0.61 = 138.58$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $(2 \times 138.58) - 22.96 = 54.47$ กรัม

ดังนั้นใช้ถ้ำลอย 358.82 กรัม, แคลเซียมคาร์บอเนต 57.47 กรัม และเอฟจีดีบีปั๊ม 36.21 กรัม

ก7) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ซีเมนต์เบลต์ที่มีซัลเฟอร์ เหล็กและอะลูมินาเป็นองค์ประกอบสูง

ใช้ถ้ำลอยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ และใช้เฟอร์รัสซัลเฟตเป็นแหล่งให้ซัลเฟต โดยคำนวณองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบเพื่อให้ได้เฟสของไดแคลเซียมซิลิเกตร่วมกับแคลเซียมซัลโฟเฟอร์โรอะลูมินาต ($C_4(Al_{0.6}Fe_{0.4})_3\bar{S}$) สามารถคำนวณได้โดย

$$SFAB = 70\%C_2S + 30\% C_4(Al_{0.6}Fe_{0.4})\bar{S}$$

$$\begin{array}{l} 0.7(2CaO \cdot SiO_2) \\ (0.7)(1)(56) \quad (0.7)(0.5)(60) \\ 39.2 \text{ กรัม} \quad 21 \text{ กรัม} \end{array}$$

มีซิลิกา 38.45 กรัม ในถ้ำลอย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 21 กรัม ในถ้ำลอย $\left(\frac{100 \times 21}{38.45}\right) = 54.62$ กรัม

ในถ้ำลอย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในถ้ำลอย 54.62 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 54.62}{100}\right) = 9.4$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม = $39.2 - 9.4 = 29.8$ กรัม



$$0.3(0.83\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0.25\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 0.21\text{SO}_4)$$

$$(0.3)(0.83)(56) \quad (0.3)(1)(102) \quad (0.3)(0.25)(160) \quad (0.3)(0.21)(96)$$

$$13.94 \text{ กรัม} \quad 30.6 \text{ กรัม} \quad 12 \text{ กรัม} \quad 6.05 \text{ กรัม}$$

ในถ้ำลอย	100	กรัม	มีแคลเซียมออกไซด์	17.21	กรัม
ในถ้ำลอย	30	กรัม	มีแคลเซียมออกไซด์	$\left(\frac{17.21 \times 30}{100}\right) = 5.16$	กรัม
ในถ้ำลอย	100	กรัม	มีอะลูมินา	21.32	กรัม
ในถ้ำลอย	30	กรัม	มีอะลูมินา	$\left(\frac{21.32 \times 30}{100}\right) = 6.4$	กรัม
ในถ้ำลอย	100	กรัม	มีเหล็กออกไซด์	14.38	กรัม
ในถ้ำลอย	30	กรัม	มีเหล็กออกไซด์	$\left(\frac{14.38 \times 30}{100}\right) = 4.31$	กรัม
ในถ้ำลอย	100	กรัม	มีซิลเฟต	1.69	กรัม
ในถ้ำลอย	30	กรัม	มีซิลเฟต	$\left(\frac{1.69 \times 30}{100}\right) = 0.51$	กรัม

ต้องการซิลเฟตเพิ่ม = $6.05 - 0.51 = 5.54$ กรัม จากฟอสโฟิปซัม

มีซิลเฟต	52.07	กรัม	ในฟอสโฟิปซัม	100	กรัม
มีซิลเฟต	5.54	กรัม	ในฟอสโฟิปซัม	$\left(\frac{100 \times 5.54}{52.07}\right) = 10.64$	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	100	กรัม	มีแคลเซียมออกไซด์	46.77	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	10.64	กรัม	มีแคลเซียมออกไซด์	$\left(\frac{46.77 \times 10.64}{100}\right) = 4.78$	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	100	กรัม	มีอะลูมินา	0.33	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	10.64	กรัม	มีอะลูมินา	$\left(\frac{0.33 \times 10.64}{100}\right) = 0.04$	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	100	กรัม	มีเหล็กออกไซด์	0.37	กรัม
ในฟอสโฟิปซัม	10.64	กรัม	มีเหล็กออกไซด์	$\left(\frac{0.37 \times 10.64}{100}\right) = 7.65$	กรัม

จากถ้ำลอยและฟอสโฟิปซัม

มีแคลเซียมออกไซด์ = $5.16 + 4.78 = 9.94$ กรัม มีอะลูมินา = $6.40 + 0.04 = 6.44$ กรัม

มีเหล็กออกไซด์ = $4.31 + 0.04 = 4.35$ กรัม

ดังนั้นใช้ถ้ำลอย 84.62 กรัม, แคลเซียมคาร์บอเนต 33.8 กรัม, อะลูมินา 24.16 กรัม, ฟอสโฟิปซัม 10.64 กรัม และเฟอร์รัสซิลเฟต 7.65 กรัม

ก8) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ซีเมนต์เบสไลต์ที่มีเหล็กเป็นองค์ประกอบสูง

ใช้ถ้ำล่อยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ และเฟอร์รัสซิลเฟตเป็นแหล่งให้ซิลเฟต โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์และเฟอร์รัสซิลเฟตต่อซิลิกาเท่ากับ 2 สามารถคำนวณได้โดย

$$\begin{array}{rcl} 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 & & \\ 2(56) & 60 & \\ 112 \text{ กรัม} & 60 \text{ กรัม} & \end{array}$$

มีซิลิกา 38.45 กรัม ในถ้ำล่อย 100 กรัม

ต้องการซิลิกา 60 กรัม ในถ้ำล่อย $\left(\frac{100 \times 60}{38.45}\right) = 156.05$ กรัม

ในถ้ำล่อย 100 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในถ้ำล่อย 156.05 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 156.05}{100}\right) = 26.86$ กรัม

ในถ้ำล่อย 100 กรัม มีอะลูมินา 21.32 กรัม

ในถ้ำล่อย 156.05 กรัม มีอะลูมินา $\left(\frac{21.32 \times 156.05}{100}\right) = 33.27$ กรัม

มีเฟอร์รัสซิลเฟต 3% ของแคลเซียมออกไซด์ทั้งหมด $= \left(\frac{3}{100}\right) \times 112 = 3.36$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม $= 112 - 26.86 - 3.36 = 81.77$ กรัม

ดังนั้นใช้ถ้ำล่อย 156.05 กรัม แคลเซียมคาร์บอเนต 81.77 กรัม และเฟอร์รัสซิลเฟต 3.36 กรัม

ก9) การคำนวณวัตถุดิบกรณีสังเคราะห์ไคแคลเซียมซิลิเกตแบบไฮโดรเทอร์มอล

ใช้ถั่วลยเป็นแหล่งให้แคลเซียมออกไซด์และซิลิกา และใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเพิ่มแคลเซียมออกไซด์ให้กับระบบ โดยคำนวณวัตถุดิบให้มีอัตราส่วนโมลของแคลเซียมออกไซด์ต่อซิลิกาเท่ากับ 2 และใช้อัตราส่วนของเหลวต่อของแข็งเท่ากับ 5 สามารถคำนวณได้โดย

ในถั่วลย 100 กรัม มีซิลิกา 38.45 กรัม

ในถั่วลย 50 กรัม มีซิลิกา $\left(\frac{38.45 \times 50}{100}\right) = 19.23$ กรัม

ในถั่วลย 50 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ 17.21 กรัม

ในถั่วลย 50 กรัม มีแคลเซียมออกไซด์ $\left(\frac{17.21 \times 50}{100}\right) = 8.61$ กรัม

ต้องการแคลเซียมออกไซด์เพิ่ม $= (2 \times 19.23) - 8.61 = 29.85$ กรัม

ดังนั้นใช้ถั่วลย 50 กรัม และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 29.85 กรัม

ภาคผนวก ข
การนำเสนอผลงานวิจัย



Synthesis of Belite Bearing Cement from Mae Moh Fly Ash

Kedsarin Pimraksa¹
Sakonwan Hanjitsuwan²

^{1,2}*Department of Industrial Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University
E-mail : kpimrakp@science.cmu.ac.th¹, yim_kachan@yahoo.com²*

Abstract: Belite cement is friendly environmental material as it can be produced at low temperature in the range of 750-950°C leading to energy saving and low carbon dioxide emission. The synthesis of belite bearing cement is studied by using different alkaline concentrations and heat treatment temperatures. The synthesis is based on the hydrothermal - heat treatment-route. The intermediate and final products are investigated in terms of phase composition and microstructure. The hydraulic and mechanical properties of belite bearing cement mortar are studied using setting time and 28 days compressive strength as indicators. As a result, the final product is belite rich cement giving a 1-10 hrs. of final setting time and a 5-9 MPa of 28 days compressive strength.

Keywords: Belite rich cement, Fly ash, Hydrothermal process, Dissolution-precipitation

1. Introduction

The Portland cement manufacturing industry has been facing the pressure to reduce energy consumption and CO₂ emissions [1]. Some estimates put the cement industry total as high as 5% of total global CO₂ emissions that is only a minor part of the larger issues of the role of the construction industry in the sustainable development of our civilization [2]. This research, however, is carried out to reduce the global CO₂ emission as well as energy saving related to cement manufacture. Cement that contains high proportion of belite (C₂S) has been accepted to be one of the interests because the belite-rich cement can be manufactured by using lower LSF (Lime Saturation Factor), lower carbonate content and lower burning temperature resulting in a less CO₂ emission than Portland cement (PC). The belite cement phase (Ca₂SiO₄) of dicalcium silicate is a component of the Portland cement, which does not contribute to the early strength owing to its very low hydraulic activity [3]. However, the long-term strength of belite based materials can reach the same level of that of PC. The belite cement obtained from firing technique has several drawbacks such as low specific surface area and slow hydration. In order to improve both disadvantages, the dissolution-precipitation method at high temperature so called "hydrothermal process" is considered because the belite cement is formed through the pathway of gelation which can provide very fine particles. Another way for dissolving the latter drawback is adding a reactive component such as calcium sulfoaluminate, C₄A₃S* in the hydrothermally belite-rich cement as the hydration of this phase contributes the early strength due to ettringite (C₆AS₃*H₃₂) formation. Such sulfoaluminate cement is produced at the temperature around 1100°C and thus low energy is consumed in the production.

This research, therefore, aims to hydrothermally synthesis belite bearing cement from fly ash used in specific application which has no early strength demand such a concrete block production. The studied factors here are alkaline concentration effect on the dissolution of the starting material and therefore on the precipitation of the final product (belite rich cement) and heat treatment effect on phase development of the final product. Fly ash generally contains glassy phase and high silica content which possesses pozzolanic property resulting in a formation of calcium silicate hydrate (CSH), similar to that produced by the hydration of PC. Other cementitious products are also formed as a result of the pozzolanic reaction between lime and alumina or iron oxide. Hydrothermal processing is widely used for CSH and calcium aluminate hydrate (CAH) preparations and the hydration products afterwards are transformed into the final product or reacted cement by using heat treatment process. The hydrothermal-calcination-route was first used by Jiang and Roy [4]. The latent heat which is in charge of hydraulic property of fly ash is influenced by the chemical and mineralogical compositions, the surface area and the type of activation. Generally, fly ash becomes more active by alkaline activation that is affected by a high concentration of OH⁻ in the mix. The siliceous fly ash partly therefore is activated and dissolved resulting in silanol group (=Si-OH) which is neutralized in the alkaline medium and precipitated as various types of hydration products depending on types of major and minor elements containing in fly ash. The heat treatment process is performed to remove chemically bound water from the hydration products and to transform the anhydrous products into the required belite bearing cement.

2. Experimental

Fly ash was obtained from Mae Moh Power Plant located in Lampang province. Hydrated lime ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) is a commercial grade reagent supplied from Northern Chemical Co., Ltd.

2.1 Synthesis of belite bearing cement

Fly ash and calcium hydroxide were used as starting materials. They were mixed at a Ca/Si molar ratio of 2. The chemical composition of fly ash is shown in Table 1. Fly ash was first dissolved in hydrated lime solution and then treated hydrothermally at 120-140°C. 1 M and 3 M sodium hydroxides (NaOH) were used as alkaline activators. The hydrothermal or intermediate products were calcined at different temperatures from 750, 850 and 950°C.

Table 1 Chemical composition of fly ash

CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O
17.21	38.45	21.32	14.38	0.93	2.77
MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	SO ₃	
2.49	0.44	0.15	0.18	1.69	

2.2 Analysis and measurement

Thermal analyze was recorded using a Perkin-Elmer DTA device with a heating rate of 10°C/min in air stream. The phase compositions of the synthesized cement were investigated using a Philips X'Celerator diffractometer with a $\text{Cu K}\alpha_1$ radiation. SEM analyzes were carried out with JEOL JSM-5910 LV microscope equipped with EDS microanalysis. Fineness is determined using Blaine test according with ASTM C204 [5]. Compressive strength at 28 days and setting time tests were done according with ASTM C109 [6] and C191 [7], respectively.

3. Results and discussions

3.1 Thermal analysis

As shown in Fig. 1, the physical and chemical reactions of the hydrothermal reaction products were detected by DTA in the range of RT-1100°C.

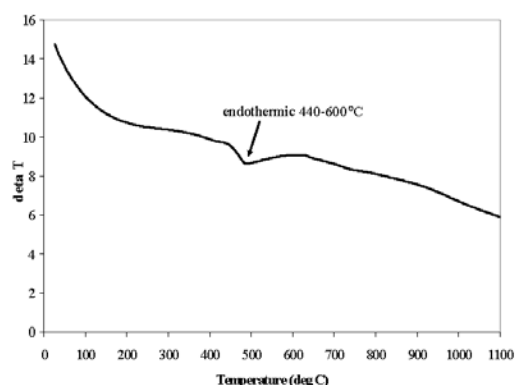


Figure 1 DTA-curve of hydrothermal reaction products

The used calcining temperature was followed up using DTA-curve. The hydration or intermediate products begin to decompose into anhydrous phase at 440-600°C. The decomposition of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ also takes place at that temperature range. However, there is no exothermic peak which is in charge of new phase development appearing at the higher temperature. This is similar to the result obtained from Heller mentioning the transformation of CSH into $\beta\text{-C}_2\text{S}$ at 450°C [8]. It is pointed out that there is very few of calcite (CaCO_3) remaining in the sample relating to the effective consumption of hydrated lime in the hydrothermally chemical reaction. Ishida et al. reported that the $\beta\text{-C}_2\text{S}$ was formed when the anhydrous phases were heated further to 900-1000°C [9].

3.2 Mineralogical analysis

The starting fly ash contains calcium aluminate ($\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$), mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), anhydrite, quartz, magnetite, lime and glassy phase which is identified by hump peak as reported by XRD curve in Fig. 2.

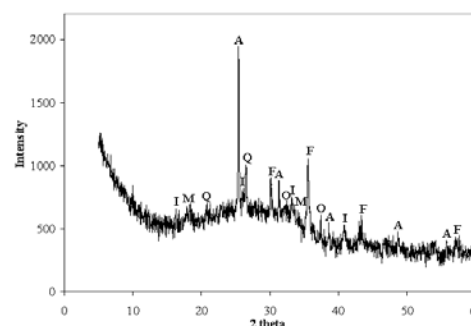


Figure 2 XRD-pattern of as-received fly ash

Note : A= CaSO_4 , Q= SiO_2 , F= Fe_3O_4 , O= CaO , I= $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$, M= $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$

Mineralogical compositions of the hydration products and the final cement products prepared from the mixture of fly ash and hydrated lime are recorded as XRD-patterns as shown in Fig. 3. As a result of hydrothermal synthesis, new hydration phases: katoite ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiH}_8\text{O}_{12}$) which is a cubic crystallographic variety of hydrogarnet series is formed and CSH gel ($\text{Ca}_{1.5}\text{SiO}_{3.5} \cdot x\text{H}_2\text{O}$) is also developed identified by a small hump peak as demonstrated in Fig. 3 (a). The reflections of calcite and portlandite show that the fly ash pozzolanic reaction under steam is not completed. With heat treatment at 750°C, katoite is entirely changed into alpha and beta-belite ($\alpha\text{-C}_2\text{S}$ & $\beta\text{-C}_2\text{S}$) as shown in Fig. 3 (b). In addition, mayenite ($\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$), portlandite, magnetite and calcite are decreased indicating the transformation of those minerals into belite phase. With increasing calcining temperatures from 750°C to 950°C, the intensities of the belite are increased and a new phase so called "gehlenite" ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$) is formed when the calcining temperature is raised up to 950°C. Gehlenite is not desirable due to its small hydraulic property but can give Ca and Al ions with the presences of strong base [3].

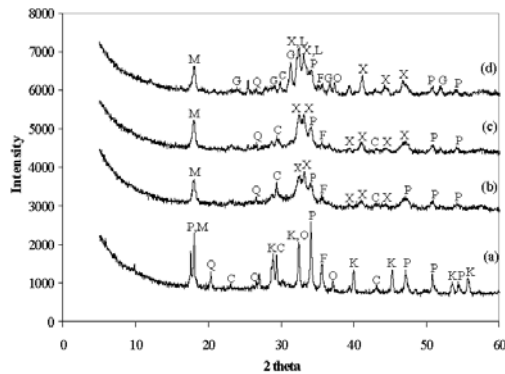


Figure 3 XRD-patterns of the mixtures made of fly ash-hydrated lime-water (a) noncalcined (b) calcined at 750°C (c) at 850°C (d) at 950°C

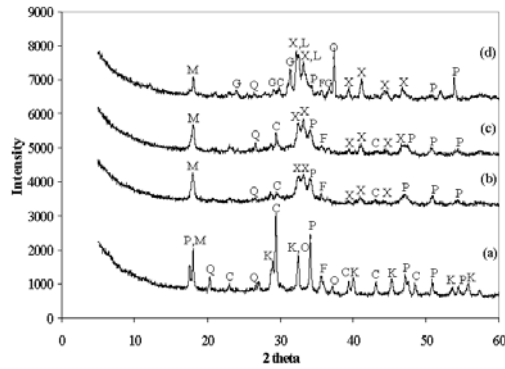


Figure 4 XRD-patterns of the mixtures made of fly ash-hydrated lime-1 M NaOH-water (a) noncalcined (b) calcined at 750°C (c) at 850°C (d) at 950°C

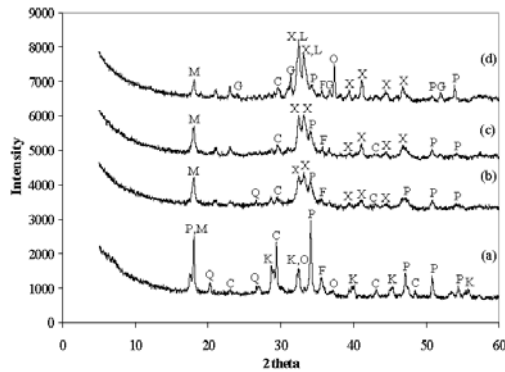


Figure 5 XRD-patterns of the mixtures made of fly ash-hydrated lime-3 M NaOH-water (a) noncalcined (b) calcined at 750°C (c) at 850°C (d) at 950°C

Note : P=Ca(OH)₂, C=CaCO₃, Q=SiO₂, F=Fe₂O₄, O=CaO, M=Ca₁₂Al₁₄O₃₃, K=Ca₃Al₂SiH₈O₁₂, X=α'-Ca₂SiO₄, L=β-Ca₂SiO₄, G=Ca₂Al₂SiO₇

Mineralogical compositions of the hydration products and the final cement products prepared from the mixture of fly ash and hydrated lime activated by 1 M and 3 M NaOH are recorded as XRD-patterns as shown in Fig. 4 and 5, respectively. Generally, XRD-patterns of both 1M and 3 M NaOH activated mixtures are similar. In addition, they are similar to the patterns of non-activated mixtures for all ranges of calcining temperatures but the intensities and the amount of gehlenite. In fact, pH significantly controls solution speciation and dictates the form and mechanism by which the various complexes precipitate [10]. The dissolution of pozzolanic material can be, therefore, accelerated when pH of a system is over 13 [11,12]. From the above results, it is pointed out that the activations using both 1 and 3 M NaOH slightly affect the belite preparations. It possibly means that most of silica containing in fly ash can be hydrothermally dissolved. The alkaline activations can slightly enhance the quantities of the belite cement. XRD powder evidences show that the obtained belite cements are the mixture of α_L'-C₂S and β-C₂S. In addition, a small amount of portlandite still remains after the calcinations for all temperature ranges. This must be strictly taken into consideration as lime can produce expansion during hydration.

3.3 Microstructure analysis

SEM analyses were carried out on the belite bearing cements obtained from the hydrothermal-calcination-route with both non-activated and NaOH activated systems. The results reveal that with a non-activated synthesis there are rounded and irregular particles at the surfaces of fly ash particles after 750, 850 and 950°C calcinations as shown in Fig. 6 (b), (c) and (d). The hydrothermal products have no such particles as shown in Fig. 6 (a). A very common shape of belite cement in the form of β-C₂S mixed with some α_L'-C₂S is rounded. For the β-C₂S to α_L'-C₂S transformation, the shape of those grains is typically irregular [13]. Therefore, these photomicrographs confirm the existences of both α_L'-C₂S and β-C₂S. The particle size of the belite rich cement increases with an increase of calcining temperature due to a grain growth. In the presence of 3 M NaOH, the particle shape of belite cement is about out-rounded after 750°C calcination and becomes irregular when the calcining temperature is up to 850°C as shown in Fig. 7 (b), (c) and (d). It can be said that the NaOH activated fly ash resulting in the α_L'-C₂S phase rather than β-C₂S phase.

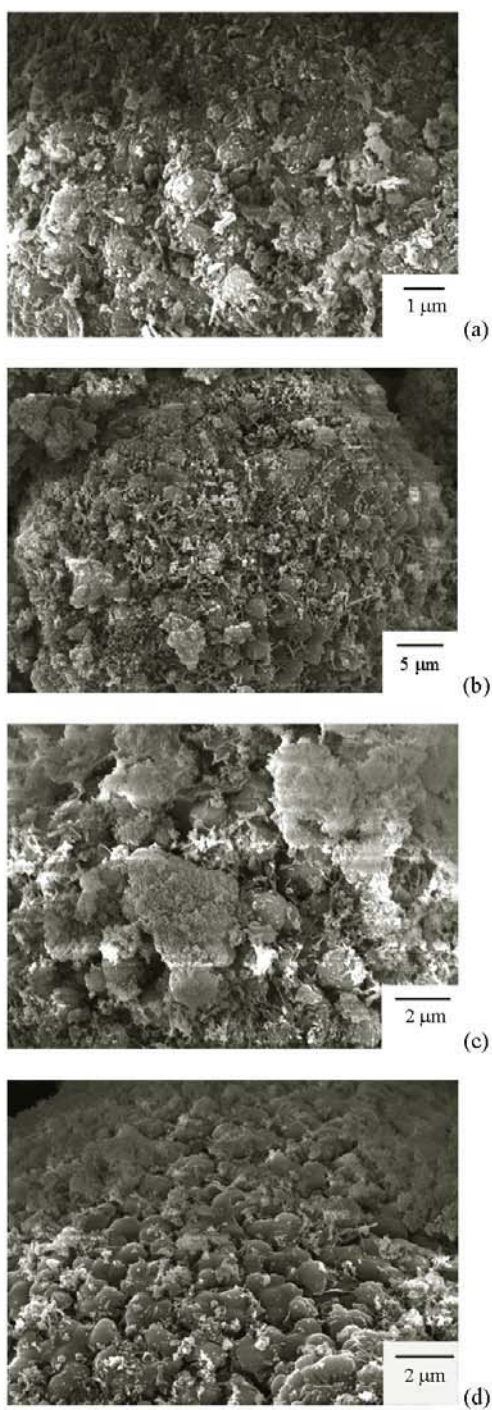


Figure 6 SEM-photomicrographs of the mixtures made of fly ash-hydrated lime-water (a) noncalcined (b) calcined at 750°C (c) at 850°C (d) at 950°C

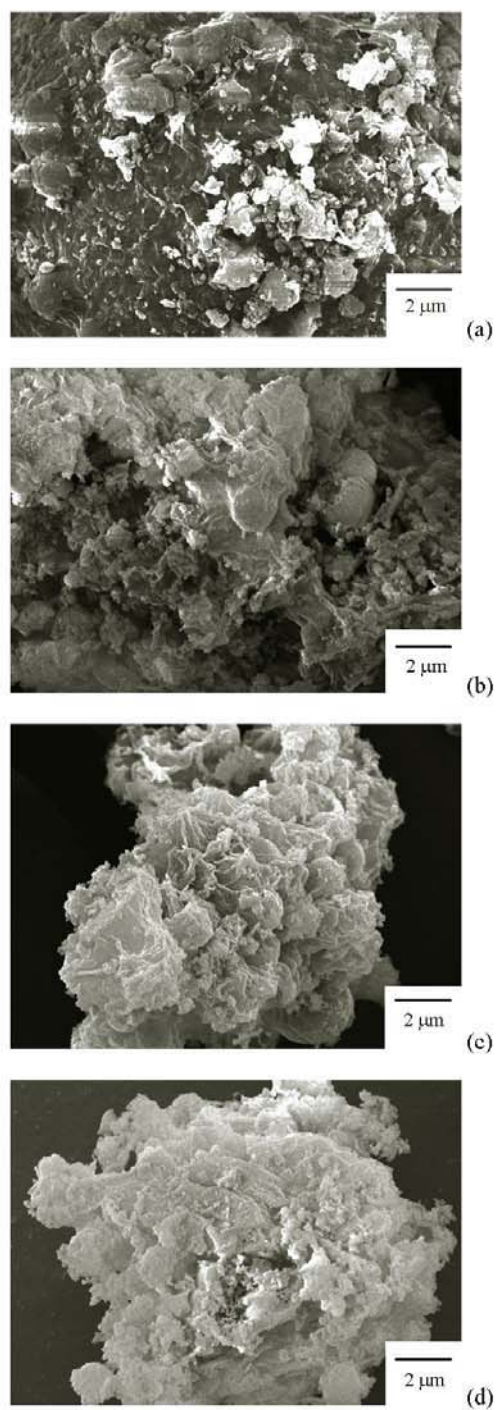


Figure 7 SEM-photomicrographs of the mixtures made of fly ash-hydrated lime-3 M NaOH-water (a) noncalcined (b) calcined at 750°C (c) at 850°C (d) at 950°C

3.4 Mechanical testing and measurement

Compressive strength and setting time of non-activated and activated mortars are shown in Table 2. After 28 days of hydration, non-activated mortars generally have higher compressive strength values than 1 and 3 M NaOH activated systems. It is believed that the difference of mineralogical compositions of those systems leads to the strength enhancement in that non-activated system and both activated belite cements contain beta-belite rich and alpha-belite rich cements, respectively. In addition, the alkaline activated systems have much lower specific surface areas than the non-activated system.

The setting time can imply to the reactivity of hydration. The shorter time is the higher hydration rate. The hydration rate is functionally influenced by the reactive sites of cement particles. Actually, non-activated cement should have the shortest setting time. In the contrary, 3 M NaOH activated cement which has the lowest surface area possesses the lowest setting time. As a matter of fact that alkaline activated synthesis, especially with higher concentration contains more free lime than non-activated and low alkaline content syntheses. The fast setting time therefore comes from the hydration of lime also. Here, the final setting time of the obtained belite cement is relative short when compared to ordinary Portland cement (OPC). This is possibly due to the difference of their specific surface areas. The typical values of modern OPC and rapid hardening Portland cement are about 3,000-3,500 and 4,000-4,500 cm²/g, respectively [13]. Here, the surface areas of fly ash belite cements are averagely two to three times higher than that of those Portland cements.

The highest compressive strength of non-activated system is obtained from the mortar prepared by using 750°C calcined belite cement. This is in a good agreement with the XRD analyses, where the intensity of belite phase is practically higher for 850°C calcined belite in comparison with that of 750°C calcined belite. Although, the intensity of 950°C calcined belite is slightly higher than that of 850°C calcined belite, its compressive strength is lower at 28 days curing period. This is possibly due to the presence of gehlenite at higher calcining temperature. Such gehlenite can retard the hydration. The strength obtained from this experiment is higher than that obtained from Guerrero et. al [14] in that the 28 days strengths of belite cements reported by Guerrero are 4 MPa for 1 M NaOH hydrothermal treatment and 6.7 MPa for water hydrothermal treatment.

As a result, the optimum calcining temperature of belite preparation is about 750°C and the proper condition for obtaining the belite rich cement is non activated system indicated by the good mechanical properties. However, strength test should be investigated in long term curing in order to follow up lately strength value and find out whether the strength can be comparable to OPC.

Table 2 Influence of preparation condition on the compressive strength at 28 days and final setting time of fly ash belite cement

Preparation conditions	Blaine fineness [cm ² /g]	Strength at 28 days [MPa]	Final setting time [hr.]
Water, 750°C	15,405	9.0	2.0
Water, 850°C	16,430	8.0	3.0
Water, 950°C	11,450	7.0	1.0
1MNaOH, 750°C	9,270	7.0	3.0
1MNaOH, 850°C	11,360	8.0	4.0
1MNaOH, 950°C	9,145	7.0	10.5
3MNaOH, 750°C	7,990	8.0	1.0
3MNaOH, 850°C	9,300	8.0	1.5
3MNaOH, 950°C	8,215	5.0	8.5

4. Conclusions

1. Belite rich cement can be synthesized using Mae Moh fly ash and a hydrothermal-calcination-route.
2. Non-activated cement is beta-C₂S rich while NaOH activated is alpha-rich in all ranges of heat treatment.
3. The optimum condition and heat treatment temperature for the belite synthesis are non-activated and 750°C, respectively.
4. The compressive strength at 28 days and final setting time of the non-activated belite are approximately 7-9 MPa and 1-3 hrs., respectively.

Acknowledgement

Supports given by TRF-The Thailand Research Fund, Mr. Thanit Pulivekin and Mr. Santi Yuen-Ying from Siam City Cement Public Company Limited, Prof. Dr. Prinya Chindaprasirt from SIRDC, Khon Kaen University are gratefully acknowledged.

References

- [1] Keith Quillin, 2001. Performance of belite-sulfoaluminat cements. *Cem. Concr. Res.*, 31 : 1341-1349.
- [2] Ellis Gartner, 2004. Industrially interesting approaches to low-CO₂ cement. *Cem. Concr. Res.*, 34 : 1489-1498.
- [3] A. Guerrero, S. Goni, I. Campillo and A. Moragues, 2004. Belite cement clinker from coal fly ash of high Ca content. *Environ. Sci. Technol.* 38 : 3209-3213.
- [4] Weimin Jiang and Della M. Roy, 1997. Hydrothermal processing of new fly ash cement. *Cer. Bull.*, 71 [4] : 642-647.
- [5] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C204 : Standard test method for fineness of hydraulic cement by air-permeability. *Annual Book of ASTM Standard*, V.04.01 : 185-191.
- [6] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C109 : Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars

- (using 2-in. or 50-mm cube specimens). Annual Book of ASTM Standard, V.04.01 : 83-87.
- [7] American Society for Testing and Materials, 2001. ASTM C191 : Standard test method for time of setting of hydraulic cement by vicat needle. Annual Book of ASTM Standard, V.04.01 : 179-183.
- [8] L. Heller, 1952. The structure of dicalcium silicate α -hydrate. Acta Crystallogr., 5[6] : 724-728.
- [9] H. Ishida, S. Yamazaki, K. Sasaki, Y. Okada and T. Mitsuda, 1993. α -Dicalcium silicate hydrate: preparation, decomposed phase and its hydration. J. Am. Ceram. Soc., 76[7] : 1707-1712.
- [10] J.W. Phair and J.S.J Van Deventer, 2001. Effect of silicate activator pH on the leaching and material characteristics of water-based inorganic polymer. Miner. Eng., 14[3] : 289-304.
- [11] P. Chindaprasirt, 2005. Fly ash in concrete, 2nd ed. Thailand: Thai Concrete Association Pub. (In Thai).
- [12] D. Li, Y. Chen, J. Shen, J. Su and X. Wu., 2000. The alkalinity on the activation and microstructure of fly ash. Cem. Concr. Res., 30 : 881-886.
- [13] H.F.W Tylor, 1990. Cement Chemistry. 2nd ed. UK: Thomas Telford Pub.
- [14] A. Guerrero, S. Goni, A. Moragues and J.S. Dolado, 2005. Microstructure and mechanical performance of belite cement from high calcium coal fly ash. J. Am. Ceram. Soc., 88[7] : 1845-1853.

Biographies



Kedsarin Pimraksa was born in Chiang Rai, Thailand in 1973, has earned Ph.D from the Institute for Chemical Technology of Inorganic Materials, Vienna University of Technology (Austria) since 2003 and is presently a lecturer in Chiang Mai University.



Sakonwan Hanjitsuwan was born in Lampang, Thailand in 1982, has earned B.Sc. from Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang since 2004 and is presently a master student in Chiang Mai University.