



การทดลองที่ ทล.-ท. 503/2520

**วิธีวิเคราะห์ทางเคมี
ของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์**

ปีที่จัดทำ พ.ศ. 2520



คลังความรู้

มาตรฐาน ข้อกำหนด
คู่มือกลาง

มาตรฐานวิธีการทดลอง (ทล.-ท.)



สำนักมาตรฐานและประเมินผล
กรมทางหลวง กระทรวงคมนาคม

กรมทางหลวง
กองวิเคราะห์และวิจัย
วิธีวิเคราะห์ทางเคมีของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์
(เทียบเท่า ASTM. C-114)

1. ขอบข่าย

วิธีการทดลองนี้กำหนดวิธีหาซิลิคอนไดออกไซด์ อะลูมิเนียมออกไซด์ เฟอริกออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ ซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผาและกากที่ไม่ละลายในกรดและด่าง ในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

2. วิธีทำ

2.1 เครื่องมือ

2.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์

- ก. เครื่องชั่งชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- ข. หม้ออบกันความชื้น (Desiccator)
- ค. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร
- ง. กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- จ. เตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน (Hot plate)
- ฉ. ตะเกียงบุนเสน (Bunsen burner)
- ช. กระจกกรองเบอร์ 42
- ซ. กรวยแก้ว (Glass funnel)
- ฅ. ขวดฉีดย้ำน้ำ (Washing bottle)
- ญ. ถ้วยแพลทินัม (Platinum crucible)
- ฎ. เตาอบ (Oven) สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 105-110 °ซ.

ฏ. เตาเผา (Furnace) ที่ใช้เผาได้ต่อเนื่องกันถึง 1,200 °ซ. และมีไพโรมิเตอร์ (Pyrometer) สำหรับบอกอุณหภูมิได้ละเอียดถึง $\pm 25^{\circ}$ ซ.

2.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณกลุ่มแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (อะลูมิเนียมออกไซด์ เฟอริกออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ ซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ และกากที่ไม่ละลายในกรดและด่าง)

- ก. เครื่องชั่งชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- ข. หม้ออบกันความชื้น (Desiccator)

- ค. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร และ 400 มิลลิลิตร
- ง. กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- จ. เตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน (Hot plate)
- ฉ. ตะเกียงบุนเสน (Bunsen burner)
- ช. กระจกทรงเบอร์ 41 และ 42
- ซ. กรวยแก้ว (Glass funnel)
- ฅ. ขวดฉีดยา (Washing bottle)
- ญ. ถ้วยกระเบื้อง (Porcelain crucible)
- ฎ. เตาอบ (Oven) สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 105-110° ซ.
- ฏ. เตาอบ (Furnace) ที่ใช้เผาได้ต่อเนื่องกันถึง 1,200° ซ. และมีไพโรมิเตอร์ (Pyrometer) สำหรับบอกอุณหภูมิได้ละเอียดถึง $\pm 25^{\circ}$ ซ.

2.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณเพอร์ริกออกไซด์

- ก. เครื่องชั่งชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- ข. หม้ออบกันความชื้น (Desiccator)
- ค. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 400 มิลลิลิตร
- ง. กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- จ. เตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน (Hot plate)
- ฉ. กระจกทรงเบอร์ 2
- ช. กรวยแก้ว (Glass funnel)
- ซ. ขวดฉีดยา (Washing bottle)
- ฅ. ซิลเวอร์รีดักเตอร์ (Silver reductor)
- ญ. ขวดแก้วรูปกรวย (Conical flask) ขนาด 500 มิลลิลิตร
- ฎ. บิวเรต (Buret) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- ฏ. ขวดมาตรฐาน (Volumetric flask) ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

2.1.4 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผา

- ก. เครื่องชั่งชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- ข. หม้ออบกันความชื้น (Desiccator)
- ค. ถ้วยกระเบื้อง (Porcelain crucible)
- ง. เตาเผา (Furnace) ที่ใช้เผาได้ต่อเนื่องกันถึง 1,200° ซ. และมีไพโรมิเตอร์ (Pyrometer) สำหรับบอกอุณหภูมิได้ละเอียดถึง $\pm 25^{\circ}$ ซ.

2.2 วัสดุที่ใช้ประกอบการทดลอง

กรดและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง ความเข้มข้นของกรดหรือแอมโมเนียม-

ไฮดรอกไซด์เจือจางนั้น กำหนดไว้เป็นอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างน้ำยาเข้มข้นกับน้ำกลั่น ตัวอย่าง เช่น กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 99 หมายความว่า กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 ส่วน รวมกับน้ำกลั่น 99 ส่วน โดยปริมาตร

น้ำ หากมิได้ระบุไว้เป็นอย่างอื่น ให้หมายถึงน้ำกลั่น

2.2.1 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์

ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์

ข. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 1

ค. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 99

ง. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.84) ชนิดบริสุทธิ์

จ. กรดซัลฟูริกเจือจาง 1 : 1

ฉ. กรดไฮโดรฟลูออริก 48 เปอร์เซ็นต์ ชนิดบริสุทธิ์

2.2.2 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณกลุ่มแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ก. เมตทิลเรดิอินดิเคเตอร์ เตรียมได้โดยชั่งสารเมตทิลเรดิมา 0.20 กรัม นำไปละลาย

ในแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร

ข. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น (ถ.พ. 0.90) ชนิดบริสุทธิ์

ค. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง 1 : 1

ง. สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 2 เปอร์เซ็นต์

2.2.3 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณเฟอร์ริกออกไซด์

ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์

ข. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 99

ค. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 10

ง. กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 8.5 เปอร์เซ็นต์ ชนิดบริสุทธิ์

จ. สารละลายแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์ เตรียมได้โดยชั่งสารแบเรียม

ไดฟีนีลามีนซัลโฟเนต มา 0.3 กรัม นำไปละลายในน้ำ 100 มิลลิลิตร

ฉ. สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต (1 มิลลิลิตร = 0.004 กรัมเฟอร์ริกออกไซด์)

เตรียมได้โดยชั่งโปตัสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) ชนิดบริสุทธิ์ ซึ่งอบที่อุณหภูมิ 180-200 °ซ.

จนน้ำหนักคงที่ให้ได้ 2.4570 กรัม ละลายในน้ำ 500 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ขวดมาตรฐานขนาด 1 ลิตร

แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน สารละลายนี้เก็บไว้เป็นมาตรฐานหลัก

ข. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น (ถ.พ. 0.90) ชนิดบริสุทธิ์

ช. เมตทิลเรดิอินดิเคเตอร์

2.2.4 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์

ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์

ข. น้ำยาโบรมีนอิ่มตัว (Saturated bromine water)

- ค. สารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลท (50 กรัมต่อลิตร)
- ง. สารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลท สำหรับใช้ล้างตะกอน (1 กรัมต่อลิตร)
- จ. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 4
- ฉ. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น (ถ.พ. 0.90) ชนิดบริสุทธิ์
- ช. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง 1 : 1
- ซ. เมตทิลเรดอินดิเคเตอร์
- 2.2.5 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์
 - ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์
 - ข. สารละลายไดแอมโมเนียมฟอสเฟต $[(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4]$ เข้มข้น 250 กรัมต่อลิตร
 - ค. สารละลายแอมโมเนียมไนเตรท $(\text{NH}_4 \text{NO}_3)$ สำหรับล้างตะกอน (100 กรัมต่อลิตร) ซึ่งเตรียมไว้ได้โดยชั่งแอมโมเนียมไนเตรท 100 กรัม ละลายในน้ำ เดิมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 200 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร เก็บไว้ในตู้เย็น
 - ง. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น (ถ.พ. 0.90) ชนิดบริสุทธิ์
 - จ. กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 : 4
- 2.2.6 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณกากที่ไม่ละลายในกรดและต่าง
 - ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์
 - ข. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (10 กรัมต่อลิตร)
 - ค. เมตทิลเรดอินดิเคเตอร์
 - ง. สารละลายแอมโมเนียมไนเตรท (2 เปอร์เซ็นต์) สำหรับล้างตะกอน
- 2.2.7 วัสดุที่ใช้ในการหาปริมาณซัลเฟอร์ไฮดรอกไซด์
 - ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ถ.พ. 1.19) ชนิดบริสุทธิ์
 - ข. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (100 กรัมต่อลิตร)

2.3 แบบฟอร์ม

ใช้แบบฟอร์มที่ ว. 5-04

2.4 การเตรียมตัวอย่าง

2.4.1 นำตัวอย่างมาประมาณ 2.5 กิโลกรัม ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 20 พร้อมทั้งขยี้ส่วนที่เป็นก้อนให้แตก และเก็บวัสดุแปลกปลอมอื่นๆ ออก นำตัวอย่างที่ร่อนได้นี้มาแบ่งโดยวิธีแบ่งสี่ (Quartering) 3 ครั้ง นำตัวอย่างที่ได้จากการแบ่งครั้งสุดท้ายเก็บใส่ขวดที่สามารถป้องกันความชื้นได้ เก็บไว้สำหรับการทดลอง

2.4.2 แบ่งตัวอย่างที่เก็บไว้ในข้อ 2.4.1 มาประมาณ 10 กรัม นำไปอบที่อุณหภูมิ 105-110° ซ. นาน 1 ชั่วโมง นำมาเก็บในหม้ออบกันความชื้น เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

2.5 การทดลอง

2.5.1 วิธีหาปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์

ก. ชั่งตัวอย่างซึ่งอบเรียบร้อยแล้วประมาณ 0.5 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน เทใส่ บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 10 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันแล้วกวนด้วยหลอดแก้วให้ตัวอย่าง เปียกทั่วกัน เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5-10 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากัน นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่น ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60-80°ซ. ระหว่างที่อุ่นใช้ปลายแท่งแก้วช่วยบดจนตัวอย่างละลายหมด ระเหย สารละลายที่ได้จนแห้ง นำออกมาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10-20 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันอย่างน้อย 2 นาที แล้วเติมน้ำจำนวนเท่ากับกรดไฮโดรคลอริกลงไป ปิดด้วยกระจกนาฬิกา แล้วนำไปอุ่นบนเตา ไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อนที่ 60-80°ซ. นาน 10 นาที เติมน้ำที่ต้มให้เดือดลงในสารละลายให้มี ปริมาตรเพิ่มขึ้นอีกประมาณเท่าตัว นำไปกรองทันทีด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอน 3 ครั้ง ด้วย กรดไฮโดรคลอริก (1 : 99) ซึ่งอุ่นให้ร้อนที่อุณหภูมิ 60-70°ซ. แล้วล้างต่ออีก 10 ครั้ง ด้วยน้ำที่ต้มให้เดือด เก็บตะกอนและสารละลายไว้ทดลองต่อไป

ข. นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนใส่ถ้วยแพลทินัมที่ทราบน้ำหนักแล้วอบให้แห้ง นำไป เฝาบนตะเกียงบนเสนที่อุณหภูมิต่ำ ๆ จนกระดาษกรองไหม้หมด โดยกระดาษกรองไม่ติดไฟเป็นเปลว แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,100-1,200°ซ. นาน 30 นาที นำมาอบให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

ค. เติมน้ำ 10 มิลลิลิตร ลงในถ้วยแพลทินัมตามข้อ 2.5.1-ข. แล้วหยดกรดซัลฟูริก (1:1) ลงไป 2-3 หยด ตามด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก 48 เปอร์เซ็นต์ ชนิดบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร ระเหย ให้แห้งบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน นำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,050-1,100°ซ. นาน 5 นาที นำมาอบให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

ผลต่างของน้ำหนักที่ได้จากข้อ 2.5.1-ข. กับข้อ 2.5.1-ค. เป็นน้ำหนักของซิลิคอน- ไดออกไซด์ (SiO_2)

ง. ต้องทำแบลนด์ควบคู่ไปกับตัวอย่าง เพื่อนำไปแก้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ให้ถูกต้อง

2.5.2 วิธีหาปริมาณกลุ่มธาตุแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ก. นำสารละลายที่เก็บไว้จากข้อ 2.5.1-ก. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร (ถ้าสารละลายเดิมมีปริมาตรเกินกว่า 200 มิลลิลิตร ให้ระเหยบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน จนมี ปริมาตรเป็น 200 มิลลิลิตร) เติมเมตทิลเรด 2-3 หยด นำไปต้มจนเดือด ค่อยๆ เติมแอมโมเนียม- ไฮดรอกไซด์ (1 : 1) ทีละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองแล้วเติมให้มากเกิน พออีก 1 หยด นำไปต้มบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อนจนเดือดและปล่อยให้เดือดต่อไปอีก 50-60 นาที ยกออกมั้งไว้ 5 นาที นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอน 10 ครั้ง ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 20 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งอุ่นให้ร้อนแล้วเก็บตะกอนและสารละลายไว้ทดลองต่อไป

ข. นำกระดาษกรองพร้อมด้วยตะกอนใส่ในถ้วยกระเบื้องที่ทราบน้ำหนักแล้วอบให้แห้ง ในเตาอบ นำไปเผาด้วยตะเกียงบนเสนที่อุณหภูมิต่ำๆ จนกระดาษกรองไหม้หมด โดยระวังไม่ให้

กระดาษกรองติดไฟเป็นเปลว แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,050-1,100 °ซ. นาน 30 นาที นำมาอบให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้ น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น คือ น้ำหนักของกลุ่มธาตุแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ค. แบลงค์-หาแบลงค์ด้วยการทำวิธีเดียวกันตลอดตามข้อ ก. และข้อ ข. โดยใช้สารเคมีทุกอย่างจำนวนเท่ากัน เพื่อนำไปแก้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ให้ถูกต้อง

2.5.3 วิธีหาปริมาณเฟอริกออกไซด์

ก. ชั่งตัวอย่างซึ่งอบเรียบร้อยแล้วประมาณ 1 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมน้ำ 40 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากัน เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไป 10 มิลลิลิตร กวนจนตัวอย่างละลายหมด (ถ้าจำเป็นให้ต้มและบดตัวอย่างในสารละลายด้วยปลายของแท่งแก้วจนตัวอย่างละลายหมด) เติมน้ำที่ต้มให้เดือดจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ล้างตะกอน 3 ครั้ง ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 99) ซึ่งอุ่นให้ร้อนที่อุณหภูมิ 60-70 °ซ. แล้วล้างด้วยน้ำที่ต้มให้เดือดอีก 5 ครั้ง เก็บสารละลายไว้

ข. เติมน้ำลงไปในสารละลายที่ได้จากข้อ 2.5.3-ก. จนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร นำไปผ่านซิลเวอร์รีดักเตอร์ โดยใช้ขวดแก้วรูปกรวย ขนาด 500 มิลลิลิตร รองรับสารละลายที่ไหลออกมาจากซิลเวอร์รีดักเตอร์ ล้าง 5 ครั้ง ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 10) ครั้งละ 10 มิลลิลิตร แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง

ค. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.5.3-ข. มาเติมกรดฟอสฟอริก (1 : 1) 5 มิลลิลิตร และเติมแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด นำไปไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต จนได้สารละลายสีม่วงเข้ม และความเข้มของสีไม่เปลี่ยนแปลง เมื่อหยดสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต ลงไปอีก 1 หยด บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียม-ไดโครเมตไว้

แบลงค์-หาแบลงค์ด้วยการทำวิธีเดียวกันตลอดตามข้อ ก., ข. และ ค. โดยใช้สารเคมีทุกอย่างจำนวนเท่ากันก่อนถึงการไตเตรต หลังจากไตเตรตแล้วนำค่าที่ได้ไปแก้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ให้ถูกต้อง

2.5.4 วิธีหาปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์

ผลต่างระหว่างกลุ่มแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทั้งหมด กับเฟอริกออกไซด์ (ตามข้อ 2.5.2 และ 2.5.3) คือ ปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ ถ้ามีฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์ (P_2O_5) หรือ ดิตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) จะถือว่าเป็นอะลูมิเนียมออกไซด์ในวิธีนี้ด้วย ในการที่จะพิจารณาว่าถูกต้องตามเกณฑ์กำหนดหรือไม่ หรือในการคำนวณหาส่วนประกอบของปูนซีเมนต์ ไม่ต้องแก้ค่าของอะลูมิเนียมออกไซด์เหล่านี้ เว้นแต่เมื่อเกิดการโต้แย้งหรือในงานด้านวิจัย ซึ่งต้องการค่าอะลูมิเนียมออกไซด์ที่แน่นอนมาก จึงควรแก้ด้วยค่าฟอสฟอริกแอนไฮไดรด์และดิตาเนียมไดออกไซด์

2.5.5 วิธีหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์

ก. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.5.2-ก. มาทำให้มีภาวะเป็นกรดด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นให้เกินพออีก 6 หยด นำไปประเหยให้เหลือปริมาตรประมาณ 100 มิลลิลิตร เติมน้ำยาโบรมีนอิ่มตัว 40 มิลลิลิตร ลงในสารละลายขณะที่ยังร้อน แล้วเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทันที จนกระทั่งสารละลายมีภาวะเป็นด่าง นำไปต้มให้เดือดอย่างน้อย 5 นาที โดยให้สารละลายมีภาวะเป็นด่างตลอดเวลา ปล่อยให้ตะกอนนอนกัน กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอน 5 ครั้ง ด้วยน้ำที่ต้มให้เดือด ตะกอนที่ได้ทิ้งไป นำสารละลายมาทำให้มีภาวะเป็นกรดด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส ต้มไล่โบรมีนจนหมด เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร เติมน้ำให้มีปริมาตรเป็น 200 มิลลิลิตร เมตทิลเรดิอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลท (50 กรัมต่อลิตร) ซึ่งอุ่นให้ร้อนประมาณ 60-70°ซ. ลงไป 30 มิลลิลิตร แล้วต้มให้ร้อนประมาณ 70-80°ซ. เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1 : 1) ทีละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง ตั้งไว้ 30 นาที กวนบ้างเป็นครั้งคราว นำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วล้างตะกอน 10 ครั้ง ด้วยสารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลทแช่เย็น เก็บสารละลายที่ได้จากการกรองและน้ำที่ล้างไว้ทดลองต่อไป

ข. นำตะกอนที่ได้จากข้อ 2.5.5-ก. ใส่ในถ้วยกระเบื้องซึ่งชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปอบให้แห้งในเตาอบ เผาด้วยตะเกียงเบนเสนที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิหม้อต้ม โดยระวังไม่ให้เกิดประกายไฟเป็นเปลว แล้วนำไปเผาในเตาที่อุณหภูมิ 1,100-1,200°ซ. นาน 30 นาที นำมาทำให้เย็น ในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

2.5.6 วิธีหาปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์

ก. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.5.5-ก. มาทำให้มีภาวะเป็นกรดด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นให้เกินพออีก 6 หยด นำไปประเหยให้เหลือปริมาตร 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายไดแอมโมเนียมฟอสเฟต 10 มิลลิลิตร นำไปแช่ในน้ำแข็งจนอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง แล้วเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทีละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาจนกระทั่งเริ่มเกิดผลึกของแมกนีเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟต เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปอีก ร้อยละ 5-10 ของปริมาตรของสารละลาย กวนต่อไปอีก 5 นาที ตั้งไว้อย่างน้อย 8 ชั่วโมง ในบรรยากาศที่เย็น กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมไนเตรท 5 ครั้ง

ข. คลี้กระดาษกรองออก ใช้น้ำต้มให้เดือด ฉีดล้างตะกอนลงในปีกเกอร์ที่ใช้ตกตะกอนครั้งแรก ล้างกระดาษด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 4) ร้อน 60-70°ซ. และตามด้วยน้ำต้มให้เดือด ถ้าตะกอนยังละลายไม่หมด ให้เติมกรดไฮโดรคลอริก (1 : 4) ลงไปอีกจนกระทั่งตะกอนละลาย เติมน้ำให้มีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายไดแอมโมเนียมฟอสเฟต 1 มิลลิลิตร แล้วเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ทีละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาจนกระทั่งเกิดตะกอน แล้วเติมให้มากเกินพอเล็กน้อย ทำให้เย็นโดยแช่ในน้ำแข็ง ตั้งไว้ 2 ชั่วโมง กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยแอมโมเนียมไนเตรท 5 ครั้ง

ค. นำกระดาษกรองพร้อมด้วยตะกอนจากข้อ 2.5.6-ข. ใส่ในถ้วยกระเบื้อง ซึ่งทราบน้ำหนักแล้วอบให้แห้งในเตาอบ เผาด้วยตะเกียงบนเส้นที่อุณหภูมิต่ำจนกระดาษกรองไหม้หมด โดยระวังไม่ให้กระดาษกรองติดไฟเป็นเปลว แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,100-1,200 °ซ. นาน 30 นาที นำมาทำให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

2.5.7 วิธีหาปริมาณกากที่ไม่ละลายในกรดและต่าง

ก. ชั่งตัวอย่างที่อบแล้วประมาณ 1 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน เติมน้ำ 25 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากัน ค่อยๆ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา นำสารละลายไปอุ่น พร้อมทั้งใช้แท่งแก้วขีปนูนซีเมนต์จนกระทั่งละลายหมด เติมน้ำที่ต้มให้เดือดจนมีปริมาตร 50 มิลลิลิตร ปิดฝานำไปต้มให้เดือดโดยเร็ว แล้วอุ่นต่อไปอีก 15 นาที กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอนด้วยน้ำที่ต้มให้เดือด 5 ครั้ง เก็บสารละลายที่ได้ไว้ทดลอง หาปริมาณซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ต่อไป

ข. นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนจากข้อ 2.5.7-ก. ใส่ในบีกเกอร์ที่ใช้ละลาย เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ร้อน 60-70 °ซ. 100 มิลลิลิตร นำไปต้มที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดเล็กน้อย นาน 15 นาที ระหว่างที่ต้มกวนเป็นระยะ ๆ พร้อมทั้งขยี้กระดาษกรอง ทำสารละลายให้มีภาวะเป็นกรด ด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยใช้เมตทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นให้มากเกินพออีก 5 หยด กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมไนเตรท (2%) 14 ครั้ง เผาตะกอนในถ้วยกระเบื้องที่ทราบน้ำหนักที่อุณหภูมิ 900-1,000 °ซ. ทำให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

ค. ต้องทำแบลนด์ควบคู่กันไปกับตัวอย่างเพื่อนำไปใช้แก้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ให้ถูกต้อง

2.5.8 วิธีหาปริมาณซัลเฟอร์ไตรออกไซด์

นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.5.7-ก. มาทำให้มีปริมาตรประมาณ 250 มิลลิลิตร โดยการเติมน้ำหรือระเหยบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อน นำไปต้มให้เดือดบนตะเกียงบนเส้น เติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ร้อน 60-70 °ซ. ลงไป 10 มิลลิลิตร โดยการหยดทีละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา ต้มให้เดือดต่อไปจนกระทั่งเกิดตะกอน แล้วอุ่นสารละลายนั้นบนเตาไฟฟ้าแบบแผ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดเล็กน้อยเป็นเวลา 12-24 ชั่วโมง พร้อมทั้งคอยเติมน้ำให้ปริมาตรของสารละลายให้อยู่ระหว่าง 250-260 มิลลิลิตรตลอดเวลา แล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำที่ต้มให้เดือด 10 ครั้ง นำไปอบให้แห้งในเตาอบ เผาด้วยตะเกียงบนเส้นที่อุณหภูมิต่ำจนกระดาษกรองไหม้หมด โดยระวังไม่ให้กระดาษกรองติดไฟเป็นเปลว แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800-900 °ซ. นาน 30 นาที ทำให้เย็นในหม้ออบกันความชื้น แล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

2.5.9 วิธีหาปริมาณการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผา

ชั่งตัวอย่างที่อบแล้วประมาณ 1 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนใส่ในถ้วยกระเบื้องซึ่งทราบน้ำหนักแล้ว ปิดฝา นำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 900-1,000 °ซ. จนได้น้ำหนักคงที่ ในระยะแรกให้เผานานอย่างน้อย 15 นาที ครั้งต่อไปให้เผานานครั้งละอย่างน้อย 5 นาที นำออกมาอบให้เย็นในหม้ออบกันความชื้นแล้วชั่ง บันทึกน้ำหนักที่แน่นอนไว้

3. การคำนวณ

$$3.1 \text{ ปริมาณร้อยละของซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO}_2\text{)} = \frac{(\text{น.น. ของ SiO}_2 - \text{น.น. ของแบลงค์}) \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.2 \text{ ปริมาณร้อยละของกลุ่มธาตุแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (M}_2\text{O}_3\text{)} = \frac{(\text{น.น. ของ M}_2\text{O}_3 - \text{น.น. ของแบลงค์}) \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.3 \text{ ปริมาณร้อยละของเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe}_2\text{O}_3\text{)} \\ = \frac{(\text{ปริมาณ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่าง} - \text{ปริมาณ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ ที่ใช้ไตเตรตแบลงค์}) \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.4 \text{ ปริมาณร้อยละของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al}_2\text{O}_3\text{)} \\ = \text{ปริมาณร้อยละของ M}_2\text{O}_3 - \text{ปริมาณร้อยละของ Al}_2\text{O}_3$$

$$3.5 \text{ ปริมาณร้อยละของแคลเซียมออกไซด์ (CaO)} = \frac{\text{น.น. ของ CaO} \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.6 \text{ ปริมาณร้อยละของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)} = \frac{\text{น.น. ของ MgO} \times 36.2}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.7 \text{ ปริมาณร้อยละของกากที่ไม่ละลายในกรดและด่าง (Insoluble residue)} \\ = \frac{(\text{น.น. ของกาก} - \text{น.น. ของแบลงค์}) \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.8 \text{ ปริมาณร้อยละของซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (SO}_3\text{)} = \frac{\text{น.น. ของ SO}_3 \times 34.3}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

$$3.9 \text{ ปริมาณร้อยละของการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผา (Loss on Ignition)} \\ = \frac{\text{น.น. ของตัวอย่างที่หายไปหลังจากการเผา} \times 100}{\text{น.น. ตัวอย่าง}}$$

4. การรายงาน

ให้รายงานตามแบบฟอร์มในข้อ 2.3 ถ้าเป็นตัวเลขที่ได้ระหว่างการทดลองให้บันทึกละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง ถ้าเป็นตัวเลขของผลการทดลอง ให้รายงานละเอียดเพียงทศนิยม 3 ตำแหน่ง

5. ข้อควรระวัง

ในการทำการทดลองแต่ละตัวอย่าง ควรทำ 2 ครั้ง ควบคุมกันในเวลาเดียวกัน แล้วใช้ค่าเฉลี่ยของผลที่ได้ แต่ถ้าผลที่ได้ของทั้ง 2 ครั้ง แตกต่างกันมากให้ทำซ้ำกันอีกครั้งหนึ่ง แล้วเลือกเอา 2 ค่าที่มีผลใกล้เคียงกันไปหาค่าเฉลี่ย

6. หนังสืออ้างอิง

American Society for Testing Materials. ASTM Designation : C-114

* * * * *

กองวิเคราะห์และวิจัย

อันดับทดลองที่.....
 เจ้าของตัวอย่าง.....
 หนังสือที่..... วันที่รับหนังสือ.....
 ทางสาย.....
 เจ้าหน้าที่ทดลอง..... วันที่รับตัวอย่าง.....
 วันที่ทดลอง

ผลการวิเคราะห์ทางเคมีของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ส่วนประกอบ	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2	ค่าเฉลี่ย
ร้อยละของซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2)			
ร้อยละของกลุ่มแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (M_2O_3)			
ร้อยละของเฟอริกออกไซด์ (Fe_2O_3)			
ร้อยละของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)			
ร้อยละของแคลเซียมออกไซด์ (CaO)			
ร้อยละของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)			
ร้อยละของกากที่ไม่ละลายในกรดและต่าง			
ร้อยละของซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (SO_3)			
ร้อยละของการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผา			

หมายเหตุ

ค่าธรรมเนียมการทดลอง เป็นเงิน บาท

ผลการทดลองนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่กองวิเคราะห์และวิจัยได้รับเท่านั้น