

บทที่ 3

การทดลองและการวิเคราะห์ทดสอบ

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์และทดสอบแสดงในตารางที่ 3.1

ตาราง 3.1 รายการอุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น
- เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง	Mettler instrument	รุ่น Mettler AM 100
- ตู้อบ	Tabai	รุ่น safty oven SPHH-100
- เครื่องอัดไฮดรอลิก	T.M.C Hydraulic press	-
- เครื่องเคลือบทอง (Ion coater)	Eiko	รุ่น Eiko
- เครื่องดูดอากาศ (Vacuum desiccator)	Buehler	-
- Particle size analyzer	Shimadzu	รุ่น SA – CP 3
- x-ray diffractometer (XRD)	Shimadzu	รุ่น XRD - 6000
- Scanning Electron Microscope	JEOL	รุ่น JSM – T330 A
- Differential Thermal Analyzer (DTA)	Perkin – Elmer	รุ่น DTA 7
- Thermogravimetric Analyzer (TGA)	Perkin – Elmer	รุ่น TGA 7
- เตาเผา	Yamoto	FJ 31
- Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)	GBC	Avanta M.
- Magnetic Stirrer	FISHER	Model S10T
- Aspirator	EVELA	A – 3 S
- pH meter	Metrohm	654 pH - meter

3.2 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ศึกษาลักษณะทางกายภาพของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และอะลูมินา เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบสารจากกระบวนการล้างกับสารที่วางขายตามท้องตลาด และศึกษาอิทธิพลของการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำ เปรียบเทียบผลกับการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยเรซิน

3.2.1 การศึกษาลักษณะเฟส

การศึกษาเฟสของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยเครื่อง X-ray Diffractometer (Shimadzu Corporation รุ่น XRD – 6000) การวิเคราะห์เฟสใช้ Cu - K α radiation โดยมีค่า $\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$ ความต่างศักย์ 30 KV และกระแส 30 mA ทำการตรวจสอบตั้งแต่มุม 2θ ที่ 10 ถึง 80 องศา นำผลที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิด การ์ดมาตรฐาน JCPDS ที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้ในภาคผนวก ก

3.2.2 การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง

การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM - T 330 A เพื่อศึกษาขนาดและรูปร่างของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ลักษณะเป็นผง การวิเคราะห์โดยเครื่อง SEM สำหรับงานวิจัยครั้งนี้ มีการเตรียมตัวอย่างดังนี้

นำตัวอย่างสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากโรงงานอุตสาหกรรมโลหะอะลูมิเนียม ผสมกับสารละลายอะซิโตน เพื่อให้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เกิดการกระจายตัว ซึ่งสามารถเห็นลักษณะอนุภาคอย่างชัดเจน จากนั้นหยดสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ลงบนแท่นรอง (stud) เป่าให้แห้ง แล้วจึงนำไปเคลือบผิวด้วยทอง โดยเครื่อง ion coater นาน 4 นาที เพื่อให้เกิดสภาพนำไฟฟ้า แล้วนำมาวิเคราะห์ลักษณะจุลโครงสร้างของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

3.2.3 อิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ในการศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ในการทดลองนี้ ใช้วิธีการศึกษา 2 วิธีด้วยกัน คือ วิธี Differential Thermal Analysis และ Thermogravimetric Analysis เพื่อศึกษาอุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาและการเปลี่ยนแปลงมวลของสารเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ รายละเอียดการวิเคราะห์ทดสอบมีดังนี้

3.2.3.1 การศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยวิธี

Differential Thermal Analysis (DTA)

ศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเครื่อง DTA (Perkin – Elmer รุ่น DTA 7) เตรียมตัวอย่างโดยนำอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ มาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออก และทำให้เย็นตัวใน desiccator จากนั้นนำไปวิเคราะห์ เพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ถึง 1300 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.2.3.2 การศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยวิธี

Thermogravimetric Analysis (TGA)

การศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเครื่อง TGA (Perkin-Elmer รุ่น TGA7) ซึ่งเป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง การเตรียมตัวอย่างโดยนำอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ มาร้อนผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เมช จากนั้นนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง และนำไปตรวจสอบกับเครื่อง TGA อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบตั้งแต่ 50 ถึง 1300 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาต่อนาที

3.2.4 การวัดการกระจายขนาดอนุภาค

นำสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Al}(\text{OH})_3$) ประมาณ 1 กรัม มาผสมกับสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (sodium hexametaphosphate) ความเข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก เพื่อช่วยในการกระจายตัว (dispersing agent) กวนผสมกันโดยใช้ magnetic stirrer ประมาณ 10 นาที จนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำสารละลายมาวิเคราะห์ขนาดอนุภาค โดยเครื่อง Centrifugal Particle Size – Analyzer รุ่น SA – CP 3

3.2.5 การวัดความหนาแน่น

วิเคราะห์ความหนาแน่นของผงอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้หลักการของอาร์คิมิดีส นำขวด pycnometer พร้อมฝาปิดซึ่งน้ำหนัก (B) จากนั้นบรรจุสารที่ต้องการวิเคราะห์อย่างน้อย 8 กรัม (ตามมาตรฐาน ASTM : C329-88) ลงในขวดแล้วชั่งน้ำหนัก (P) ค่อยๆ เทน้ำกลั่นลงในขวดที่มีสารอยู่อย่างช้าๆ ประมาณ 2 ใน 3 ของปริมาตรขวด นำขวดเข้าเครื่องดูดอากาศประมาณ 30 นาที เพื่อลดอากาศที่แทรกอยู่ในรูพรุน และเพื่อให้อนุภาคเล็กๆ ตกกลงสู่ด้านล่างของขวด เติมน้ำกลั่นลงในขวดช้าๆ จนเต็มขวด ปิดฝาขวด แล้วเช็ดน้ำรอบขวดออก

ให้แห้ง ซึ่งน้ำหนักรวมของขวดที่บรรจุสารและน้ำจนเต็มแก้ว (T) ทำความสะอาดขวด pycnometer และอบแห้งใน desiccator เติมน้ำกลั่นลงในขวดเปล่าอีกครั้งจนเต็ม ปิดฝา และเช็ดน้ำรอบขวดออกให้แห้ง จึงนำไปชั่ง (w) คำนวณความหนาแน่นของผงอนุภาค โดยใช้สมการ

$$\rho_c = \frac{(P - B) \rho_w}{(W - B) - (T - P)}$$

โดยที่ ρ_c	คือ ความหนาแน่นของผงอนุภาค (g/cm^3)
ρ_w	คือ ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm^3)
B	คือ น้ำหนักของขวด pycnometer พร้อมฝาปิดขวด (g)
P	คือ น้ำหนักของขวด ซึ่งบรรจุสารพร้อมฝาปิด (g)
T	คือ น้ำหนักขวดซึ่งบรรจุสารและน้ำกลั่นพร้อมฝาปิด (g)
W	คือ น้ำหนักของขวดซึ่งบรรจุน้ำกลั่นพร้อมฝาปิด (g)

3.3 ศึกษาปริมาณธาตุองค์ประกอบของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

การศึกษาปริมาณไฮโดรเจนไอออนในสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทำ 2 วิธี คือ Wet Chemical Analysis และ XRF วิธี Wet Chemical Analysis วิเคราะห์โดยนำสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 0.5 กรัม มาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยใช้ปริมาณกรด 45 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ปริมาณที่ละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 0.5 กรัมหมดพอดี) ผสมสารทั้งสองลงในบีกเกอร์เทฟลอน ค่อยๆให้ความร้อนแก่สารละลายจนกว่าอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะละลายหมด ซึ่งจะได้สารละลายสีเหลืองใสของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในกรดไฮโดรคลอริก สารละลายที่ได้ ถูกนำมาวิเคราะห์หาปริมาณไฮโดรเจนไอออนโดยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) (รุ่น Avanta M)

การศึกษาปริมาณธาตุองค์ประกอบในสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยวิธี X-ray Fluorescence วิเคราะห์โดยนำสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์อบไล่ความชื้นที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นอัดสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ลงใน sample holder เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่อง XRF (วิเคราะห์โดยบริษัทสยามวิจัยและพัฒนา (กรุงเทพ) จำกัด)

3.4 การศึกษาสมบัติเฉพาะของ strong cation exchange resin (Amberlite-IR 120)

3.4.1 ความจุของเรซินที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Resin)

การหาความจุจำเพาะคือการวัดจำนวนหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนได้จริงในสภาวะการทดลองนั้น ๆ หรือจำนวนมิลลิกรัมสมมูลของไอออนที่สามารถแลกเปลี่ยนกับไอออนของเรซินใน 1 กรัม ของเรซินแห้ง โดยนำเรซินมา 5 กรัม บรรจุในคอลัมน์โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลายช่วยทำให้การบรรจุไม่เกิดฟองอากาศ จากนั้นผ่านสารละลาย Na_2SO_4 เข้มข้น 0.25 M ลงในคอลัมน์ โดยมีอัตราการไหล 8 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่ออนาที เก็บสารละลายที่ออกจากคอลัมน์ (effluent) ในขวดรูปกรวยขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปไตเตรดด้วยสารโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.10 โมลาร์ โดยใช้ฟีนอล์ฟธาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ คำนวณความจุของเรซินโดยใช้สูตร

$$\begin{aligned} \text{จำนวนมิลลิกรัมสมมูลของ } \text{H}^+ &= M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \\ \text{ความจุของเรซิน} &= \frac{\text{จำนวนมิลลิกรัมสมมูลของ } \text{H}^+}{\text{น้ำหนักของเรซิน}} \\ &= \frac{\text{มิลลิกรัมสมมูล}}{1 \text{ กรัมของเรซินที่แห้ง}} \end{aligned}$$

M คือ โมลของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

3.4.2 การเตรียมเรซินเพื่อใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออน

เรซินที่ใช้ในการทดลอง คือ Amberlite IR - 120 ก่อนนำไปใช้ต้องแช่เรซินในน้ำก่อนเป็นเวลา 1 วัน หลังจากที่เราแช่นอนกันอาจมีบางเม็ดลอยอยู่ให้เทเม็ดที่ลอยทิ้ง แล้วเปลี่ยนเรซินให้อยู่ในรูปของไฮโดรเจน จากการทดลอง Amberlite IR - 120 เป็นเรซินที่อยู่ในรูปของไฮโดรเจน ซึ่งเป็นรูปที่เราต้องการใช้ในการแลกเปลี่ยนประจุกับโซเดียมในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์อยู่ จึงไม่ต้องมีการเปลี่ยนให้อยู่ในรูปแบบอื่นอีก สามารถใช้ได้เลย

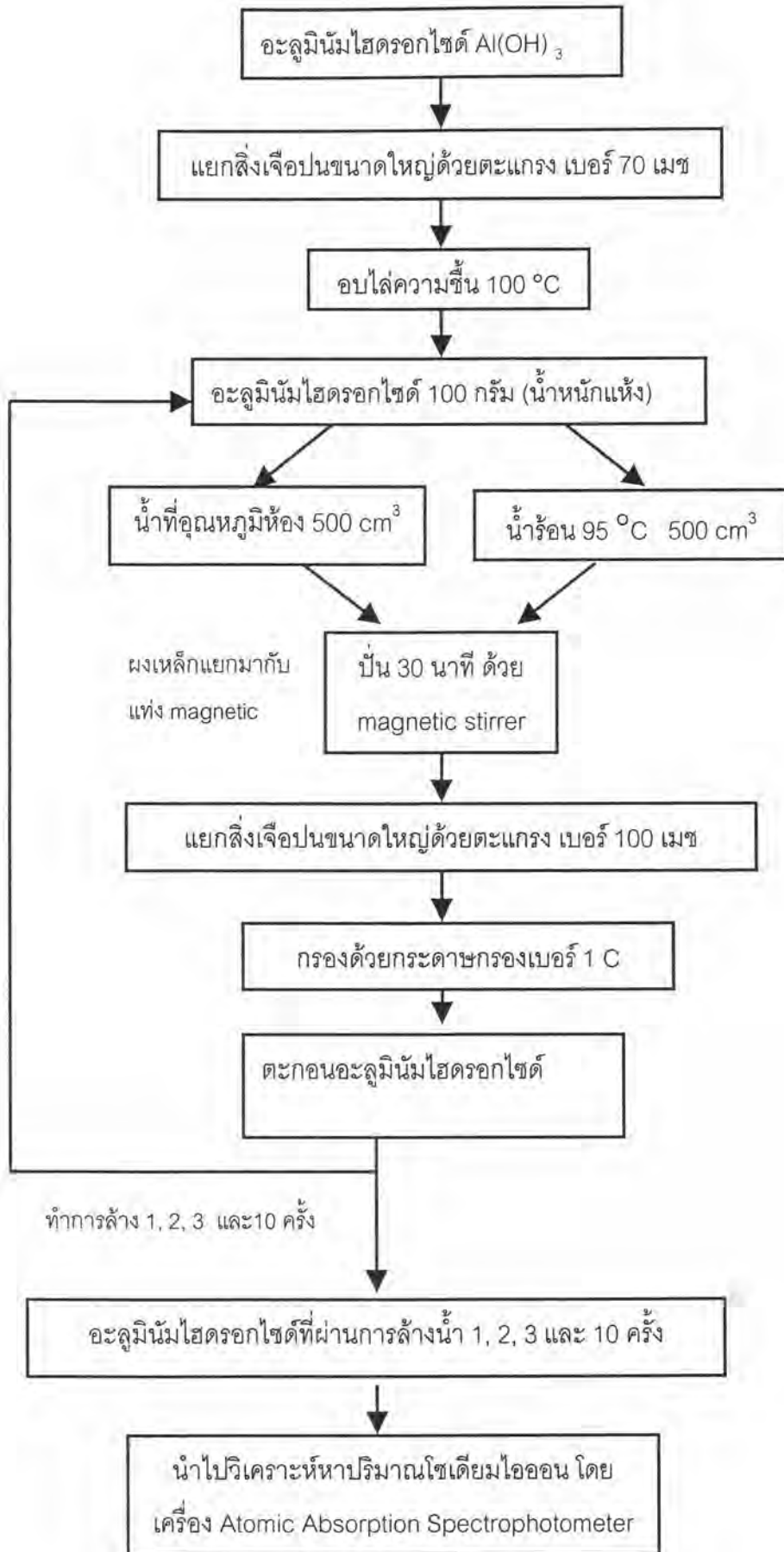
3.5. ศึกษาอิทธิพลของกระบวนการล้างต่อการลดลงของปริมาณโซเดียมในอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และอะลูมินา

3.5.1 การศึกษาอิทธิพลของการล้างด้วยน้ำและน้ำร้อน

3.5.1.1 เตรียมผงตัวอย่างโดยนำอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ มาผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 70 เพื่อแยกกากและตะกอนขนาดใหญ่ออก นำมาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน แล้วนำเก็บในภาชนะปิดความชื้น (desiccator) จะได้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่พร้อมในการใช้งาน

3.5.1.2 การล้างด้วยน้ำ ชั่งผงอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 100 กรัม ผสมน้ำปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่อุณหภูมิห้อง ปั่นผสมกันด้วยเครื่องปั่นผสม (magnetic stirrer) เป็นเวลา 30 นาที เทสารละลายผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เพื่อแยกผงที่ไม่ต้องการออกจากสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 C เพื่อแยกอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ออกจากน้ำ ทำการล้างด้วยวิธีเดียวกัน 1,2,3 และ 10 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.5.1.3 การล้างด้วยน้ำร้อน ชั่งผงตัวอย่าง 100 กรัม ผสมน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปั่นผสมกันด้วยเครื่องปั่นผสม (magnetic stirrer) เป็นเวลา 30 นาที เทสารละลายผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เพื่อแยกผงที่ไม่ต้องการออกจากสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 C เพื่อแยกอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ออกจากน้ำ ทำการล้างด้วยวิธีเช่นเดียวกัน 1,2,3 และ 10 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 กระบวนการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้องและน้ำร้อน

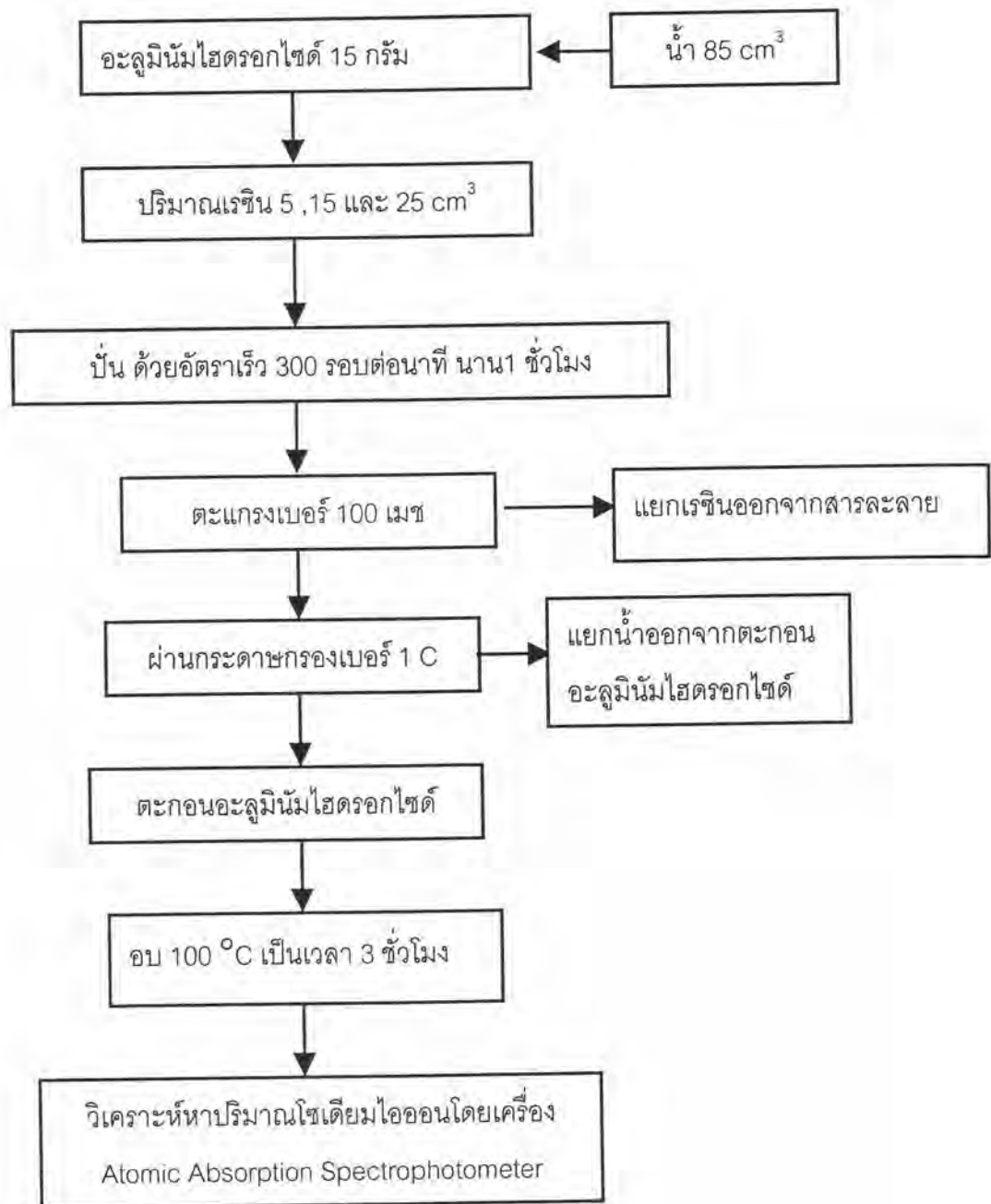
3.5.2 ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange resin) โดยใช้เรซิน Amberlite IR – 120

3.5.2.1 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณเรซินที่มีต่อการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน

ซึ่งอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 15 กรัม (ที่ยังไม่ได้ล้างน้ำ) ผสมกับน้ำ 85 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง ใส่ในภาชนะพลาสติก นำเรซินปริมาตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำการปั่นด้วยเครื่องปั่นผสมด้วยอัตราเร็ว 300 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แยกเรซินออกจากสารละลายด้วยตะแกรงร่อนเบอร์ 100 เมช นำสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้มากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 C เพื่อแยกน้ำออกจากตะกอนอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ตะกอนที่ได้ถูกนำไปอบให้แห้ง 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แล้วนำไปวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมไอออน โดยเครื่อง Atomic Absorption (Wet Chemical Analysis) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนแปลงปริมาณเรซินเป็น 15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เปรียบเทียบผลของการใช้ปริมาณเรซินที่เพิ่มขึ้นต่อปริมาณโซเดียมไอออนในสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ วิธีการดังแสดงในรูปที่ 3.2

3.5.2.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณเรซินต่อการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน

ซึ่งอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 15 กรัม ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง (ปริมาณโซเดียมไอออน 0.27 %) ผสมกับน้ำ 85 มิลลิลิตร ใส่ในภาชนะพลาสติก นำเรซินปริมาตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำการปั่นด้วยเครื่องปั่นผสมด้วยอัตราเร็ว 300 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แยกเรซินออกจากสารละลายด้วยตะแกรงร่อนเบอร์ 100 นำสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้มากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 C เพื่อแยกน้ำออกจากตะกอนอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ตะกอนที่ได้ถูกนำไปอบให้แห้ง 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมไอออน โดยเครื่อง Atomic Absorption (Wet Chemical Analysis) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนแปลงปริมาณเรซินเป็น 15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เปรียบเทียบผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณเรซินต่อปริมาณโซเดียมไอออน วิธีการดังแสดงในรูปที่ 3.3



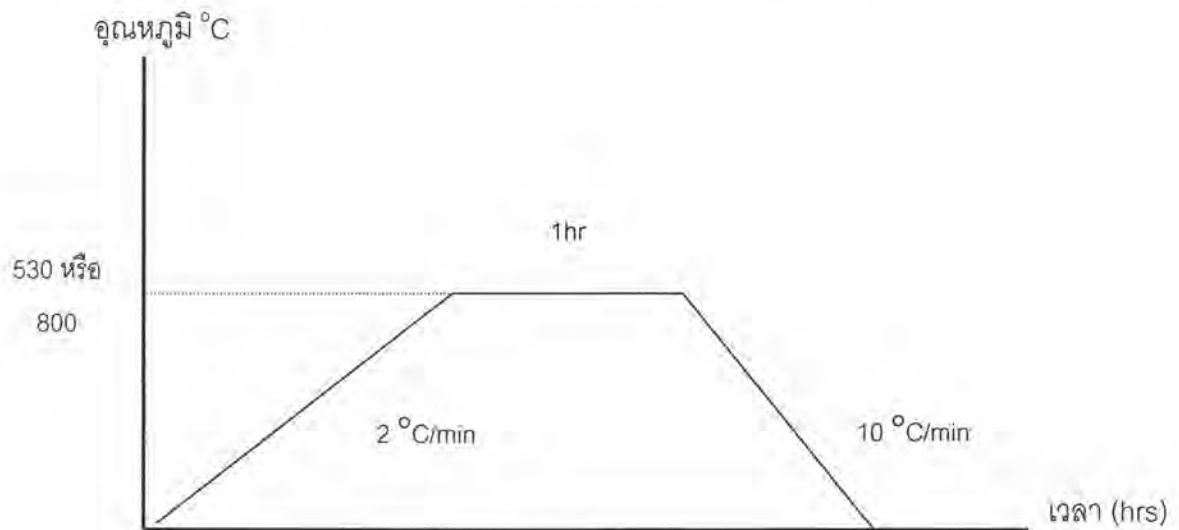
รูปที่ 3.2 กระบวนการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน
(Ion Exchange Resin)



รูปที่ 3.3 กระบวนการล้างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำร้อน 10 ครั้ง ด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Resin)

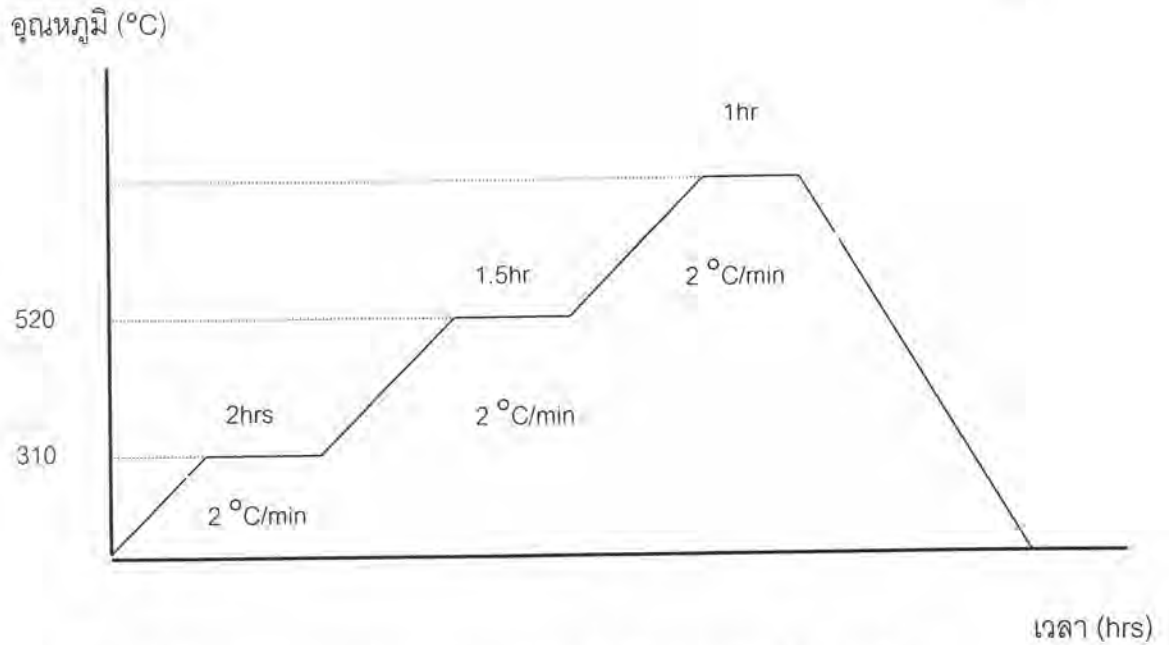
3.6 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาต่อ การเปลี่ยนแปลงเฟสของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

3.6.1 ทดลองเผาแคลไซต์อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากโรงงานที่อุณหภูมิ 530 และ 800 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาลักษณะเฟสของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 530 และ 800 องศาเซลเซียส ว่าเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เฟสใด ด้วยโปรแกรมการเผาดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 โปรแกรมการเผาแคลไซต์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 530 และ 800 องศาเซลเซียส

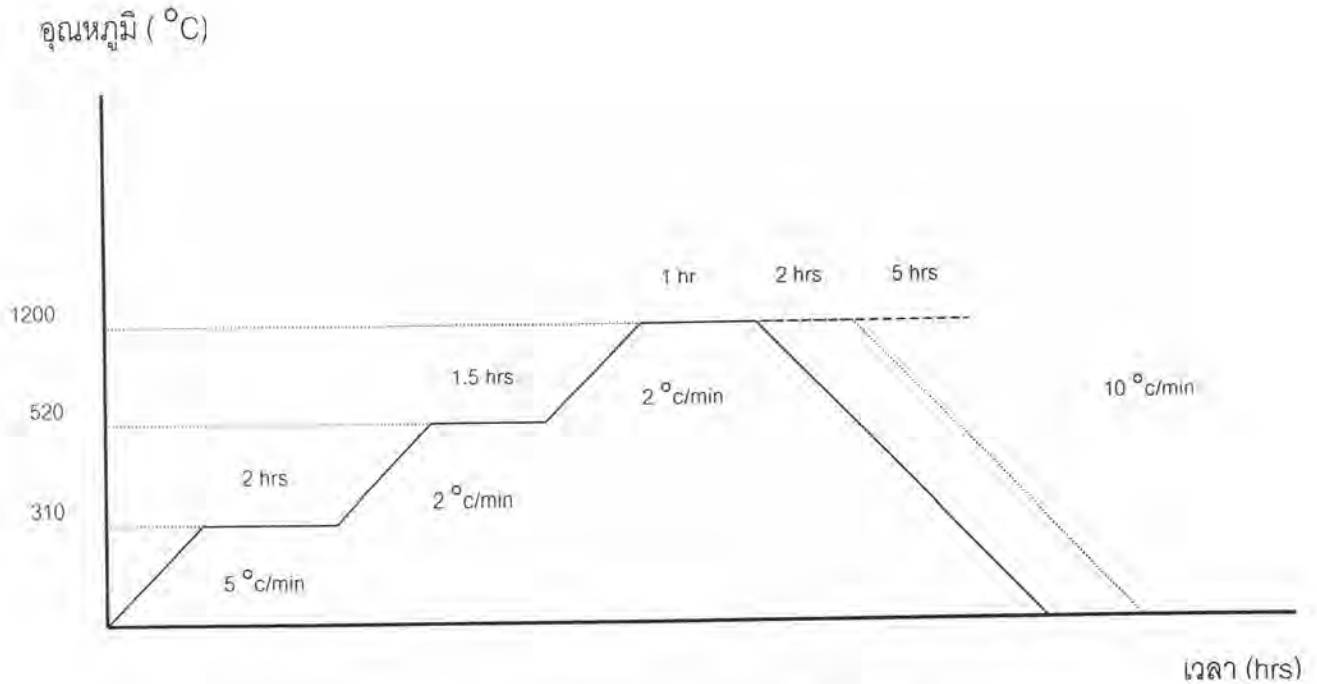
3.6.2 ทดลองเผาแคลไซต์อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ที่ได้จากโรงงานแต่งผิวโลหะ และผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง เปรียบเทียบกับที่ผ่านการล้างด้วยเรซิน 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรโดยเผาที่อุณหภูมิต่างๆกัน 850, 1000, 1100 และ 1300 องศาเซลเซียส แล้วทำการศึกษาเฟสที่เกิดขึ้นหลังจากการเผาแคลไซต์โดยใช้ XRD



รูปที่ 3.5 โปรแกรมการเผาแคลไซน์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากรูปที่ 3.5 โปรแกรมการเผาแคลไซน์จะทำการคงอุณหภูมิไว้ที่ 310 และ 520 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำ 2 โมเลกุล และ 1 โมเลกุลออกจากโครงสร้างของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Al}(\text{OH})_3$) การคงอุณหภูมิไว้ที่ อุณหภูมิสูงสุด (850, 1000, 1100 และ 1300 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้การเปลี่ยนแปลงเฟสของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ โดยพิจารณาจากกราฟ DTA ที่พบว่าการสูญเสียน้ำเกิดอย่างสมบูรณ์ตั้งแต่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส และลำดับการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.5

3.6.3 ศึกษาระยะเวลาในการคงอุณหภูมิที่ 1200 องศาเซลเซียส ไว้ที่ 1, 2 และ 5 ชั่วโมง เพื่อศึกษาผลของเวลาในการคงอุณหภูมิต่อปริมาณของอัลฟาอะลูมินาที่เกิดขึ้น เพื่อใช้ในการลดอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ให้ต่ำลงจาก 1300 องศาเซลเซียส โปรแกรมการเผา ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 โปรแกรมการเผาแคลไซน์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ที่เวลาการคงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

3.7 ศึกษาลักษณะทางกายภาพของอะลูมินา

สารอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้าง และกระบวนการเผาแคลไซน์จะถูกตรวจสอบสมบัติทางกายภาพคือ ลักษณะเฟส ลักษณะจุลโครงสร้าง การกระจายอนุภาค ความหนาแน่น เพื่อเปรียบเทียบสมบัติที่แตกต่างกันของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการในงานวิจัยนี้กับอะลูมินาที่ขายตามท้องตลาด

3.8 ศึกษาสมบัติทางเคมีของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการ

การศึกษาปริมาณธาตุองค์ประกอบในสารอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการ วิเคราะห์โดยนำผงอะลูมินาอัดลงใน sample holder และตรวจวิเคราะห์โดยเครื่อง XRF (โดยบริษัทสยามวิจัยและพัฒนา(กรุงเทพ) จำกัด) แล้วเปรียบเทียบปริมาณธาตุองค์ประกอบกับอะลูมินาที่ขายตามท้องตลาด