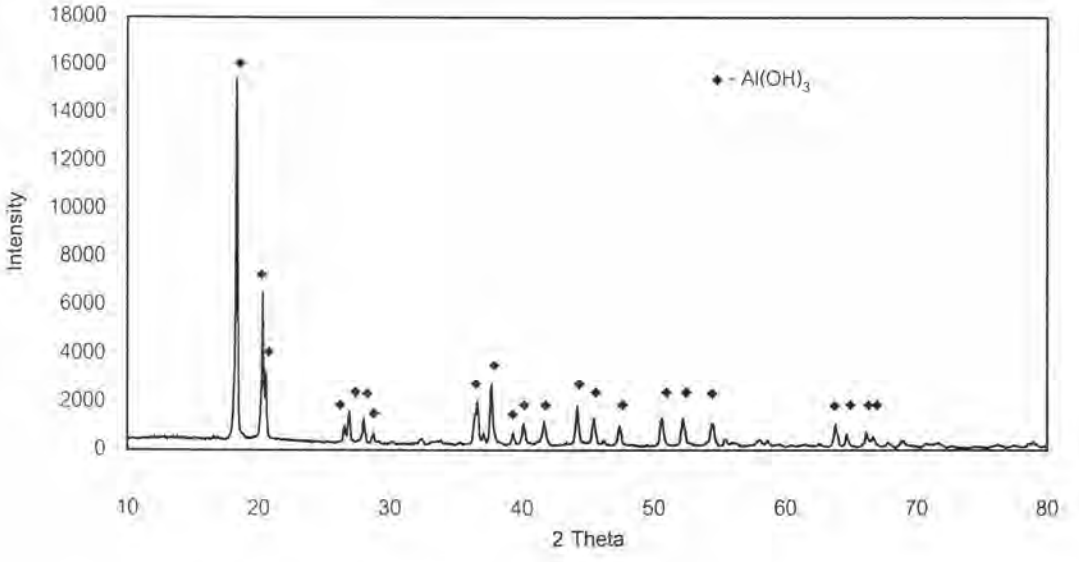
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบ

4.1.1 ลักษณะเฟสของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

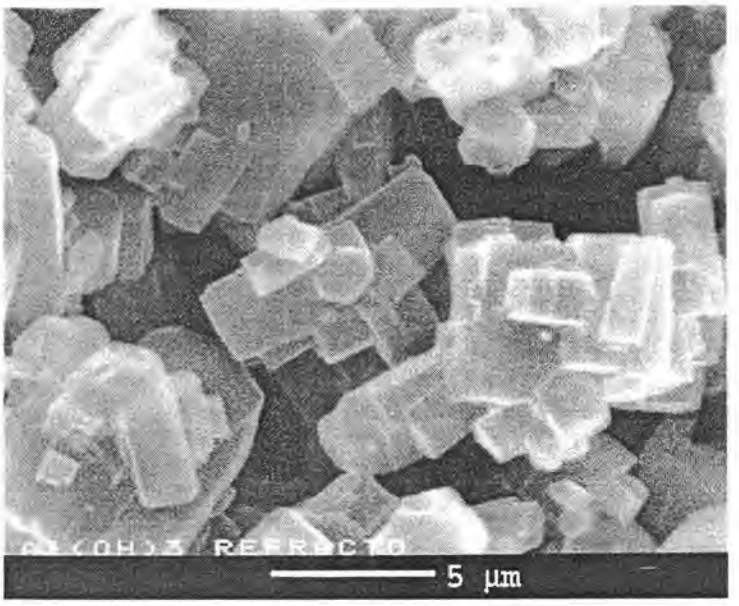
การวิเคราะห์เฟสและโครงสร้างของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับจากโรงงาน โดย XRD พบพีคที่ 2θ เท่ากับ 18.29 , 20.29 และ 20.55 โดยสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 33-0018 ซึ่งมีค่า 2θ ของ 3 พีคหลักที่ 18.28 , 20.30 และ 20.54 ซึ่งเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ชนิดจิบไซท์ (γ-$Al(OH)_3$) มีโครงร่างผลึกแบบ โมโนคลินิกดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้รับจากโรงงานอุตสาหกรรม

4.1.2 ลักษณะจุลโครงสร้างของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

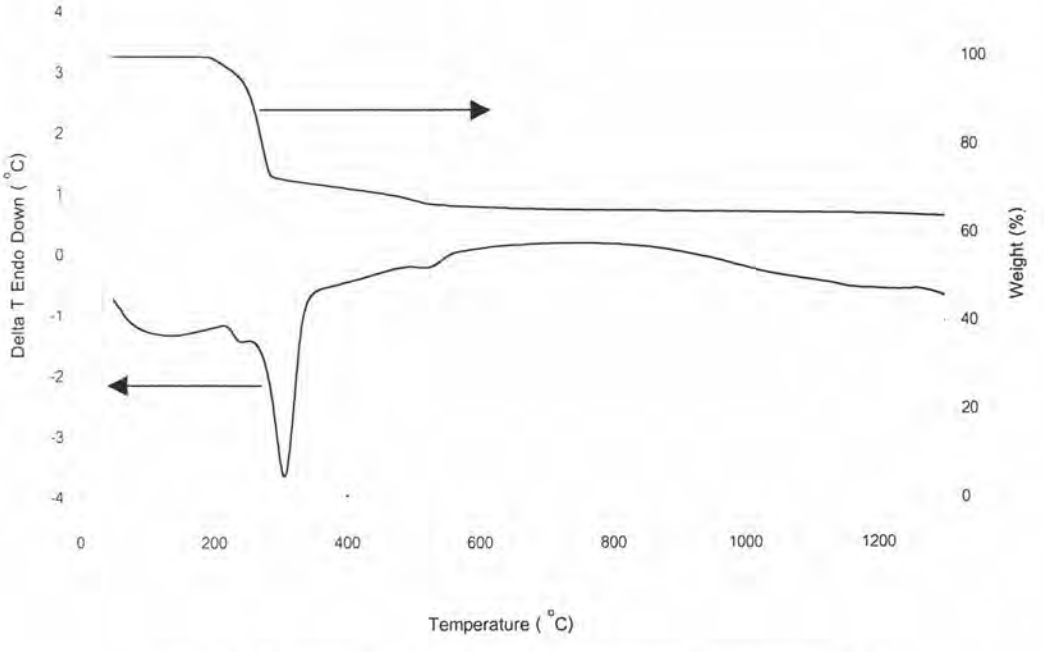
การวิเคราะห์ลักษณะของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าอนุภาคของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ส่วนใหญ่มีขนาดแตกต่างกันและมีรูปร่างที่แตกต่างกัน จากภาพถ่ายเห็นว่าอนุภาคส่วนใหญ่เกาะกันเป็นก้อน ดังแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 ลักษณะอนุภาคของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่กำลังขยาย 5000 เท่า จากการศึกษาด้วยเครื่อง SEM

4.1.3 อิทธิพลของความร้อนต่อสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

ผลการศึกษาอุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ โดยเครื่อง DTA และน้ำหนักที่หายไปของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์โดยเครื่อง TGA โดยการให้ความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิ 100 ถึง 1300 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 กราฟ DTA และ TGA ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

จากรูปที่ 4.3 พบว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์มีช่วงการเกิดปฏิกิริยาอยู่ 2 ช่วง ช่วงแรกเกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 235-350 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อนเพื่อเอาน้ำในโครงสร้างออกจากอะลูมินัมไฮดรอกไซด์[36] ดังสมการ

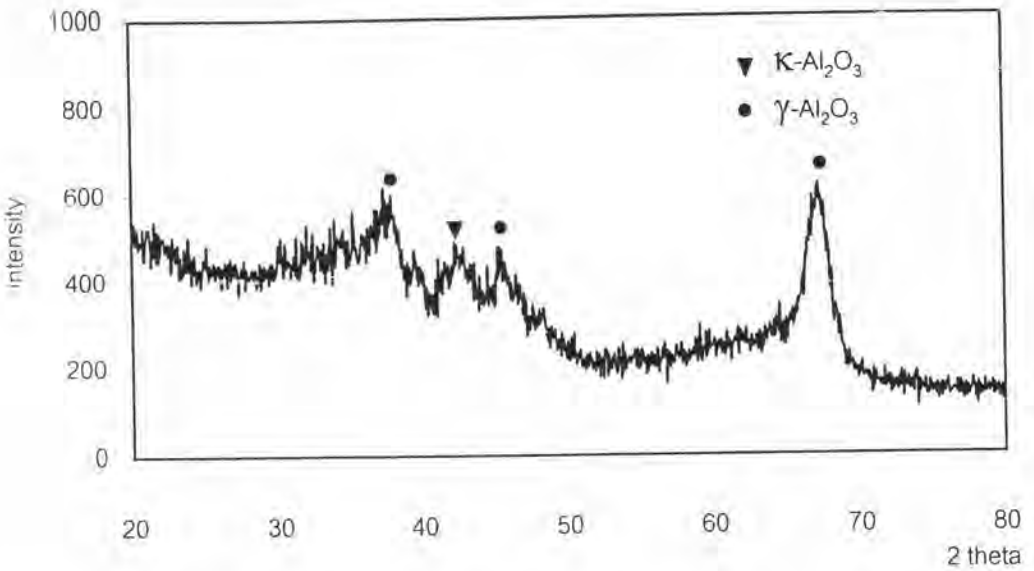
$$2(Al(OH)_3)\ (Gibbsite) \longrightarrow Al_2O_3.H_2O + 2H_2O \qquad (Dehydration)$$

จากสมการอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ $(Al(OH)_3)$ จะใช้ความร้อนเพื่อเอาน้ำในโครงสร้าง 2 โมเลกุลออกและเปลี่ยนเฟสเป็นอะลูมิเนียมโมโนไฮเดรต $(Al_2O_3.H_2O)$ เมื่อพิจรณาจากผล TGA พบว่ามีการลดลงของน้ำหนัก 26.84 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักของสารตั้งต้นแสดงให้เห็นว่าเป็นช่วงของการเสียน้ำ 2 โมเลกุลตามปฏิกิริยา เมื่อคิดคำนวณน้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการสูญเสียน้ำ 2 โมเลกุล ตามสมการควรมีค่าของน้ำหนักที่หายไปเท่ากับ 23.08 เปอร์เซ็นต์

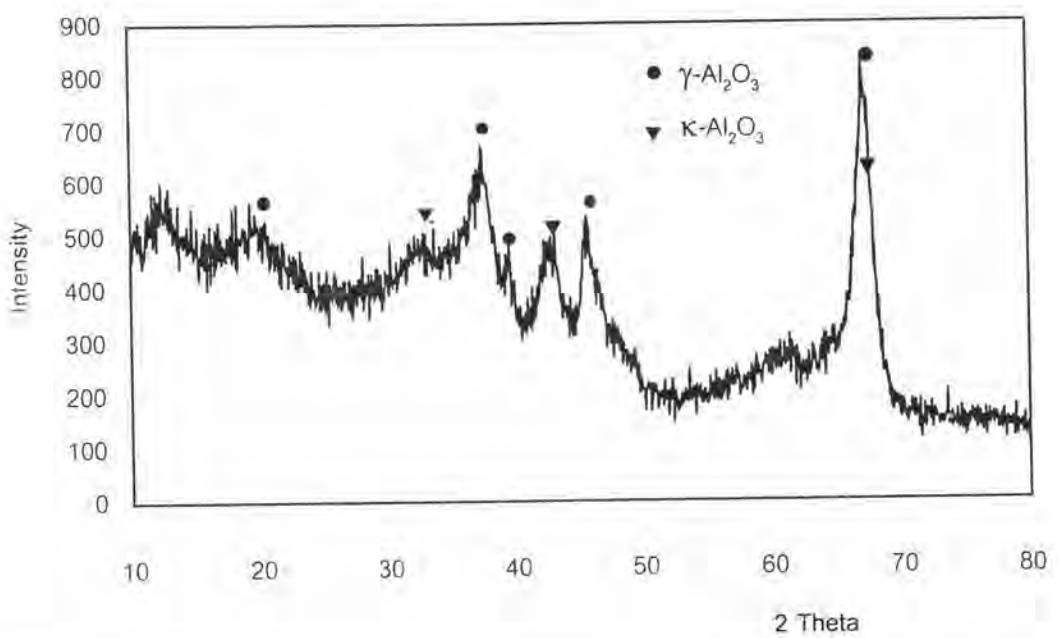
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในช่วงที่สองเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อนที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิระหว่าง 500-550 องศาเซลเซียส เป็นการระเหยน้ำที่เหลืออยู่ในโครงสร้างดังสมการ

$$Al_2O_3.H_2O \longrightarrow Al_2O_3 + H_2O \qquad (Dehydration)$$

จากสมการอะลูมิเนียมโมโนไฮเดรต $(Al_2O_3.H_2O)$ จะใช้ความร้อนเพื่อระเหยน้ำที่เหลือ 1 โมเลกุลและเปลี่ยนเฟสเป็นอะลูมินา คำนวณเปอร์เซ็นต์น้ำที่หายไปตามสมการของปฏิกิริยาเทียบกับน้ำหนักของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เริ่มต้นได้เท่ากับ 11.53 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่จากผล TGA พบว่าในช่วงนี้มีการสูญเสียน้ำหนัก 6.602 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับน้ำหนักของสารตั้งต้น และเมื่อรวมน้ำหนักที่หายไปทั้งหมดจากการสลายตัวของจิบไซท์ ทางทฤษฎีแล้วมีค่าเท่ากับ 34.61 เปอร์เซ็นต์ แต่ที่ได้จาก TGA มีค่าเท่ากับ 33.45 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้อาจเป็นไปได้ว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานมีสิ่งเจือปนจึงทำให้ค่าที่ได้คลาดเคลื่อนจากทฤษฎี อย่างไรก็ตามค่าความแตกต่างมีไม่มากนักแสดงให้เห็นว่าปริมาณของสิ่งเจือปนมีน้อย



รูปที่ 4.4 กราฟ XRD ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังเผาแคลไซน์ที่ 530 องศาเซลเซียส



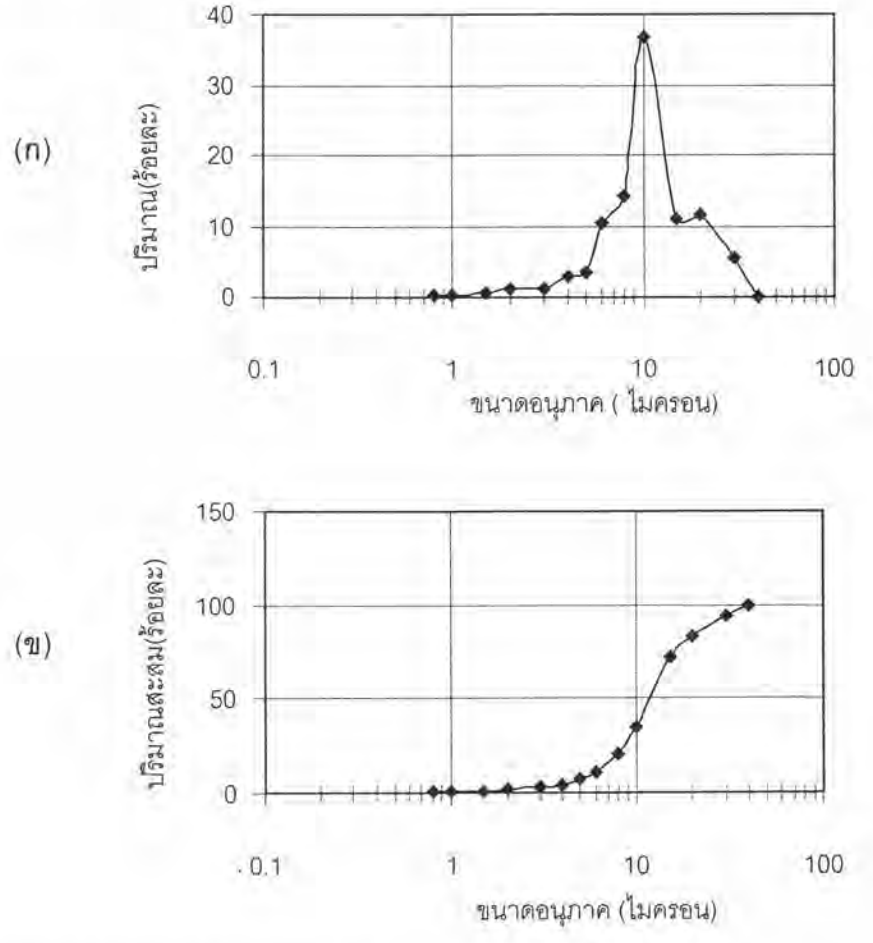
รูปที่ 4.5 กราฟ XRD ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังเผาแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.4 กราฟ XRD ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 530 องศาเซลเซียส(reaction peak จากผลของ DTA) พบว่าสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์อยู่ในเฟสของแกมมาอะลูมินาโดยสอดคล้องกับ JCPDS เลขที่ 29-0063 ซึ่งมีค่าของ 3 พีคหลักที่ 37.57, 45.49 และ 67.15 และมีเฟสแคปปาปนอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 42.53 ส่วนรูปที่ 4.5 แสดง

กราฟ XRD ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส พบว่าสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์อยู่ในเฟสของแกมมาอะลูมินา (γ-Al_2O_3) และมีเฟสแคปปาอะลูมินา (κ- Al_2O_3) ปนอยู่ ที่มุม 2θ เท่ากับ 34.91,42.64 และ 67.69 จากกราฟ XRD แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิสูงกว่า 530 องศาเซลเซียสไม่มีน้ำเหลืออยู่ในโครงสร้างและเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เป็นแกมมาและแคปปาอะลูมินา ซึ่งเป็นการยืนยันผลจาก DTA

4.1.4 การกระจายขนาดอนุภาคและลักษณะอนุภาคของสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานแต่งผิวโลหะอะลูมิเนียม ดังแสดงในรูปที่ 4.6 (ก) และ (ข) แสดงให้เห็นว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ มีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงกว้างตั้งแต่ 0.8-40 ไมครอน โดยอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาด 10 ไมครอน



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงการกระจายขนาดอนุภาคของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานแต่งผิวโลหะอะลูมิเนียม (ก) ปริมาณ (ข) ปริมาณสะสม

จากผลของการกระจายขนาดอนุภาคเมื่อเทียบกับผลที่สังเกตได้จากภาพถ่าย SEM พบว่าขนาดอนุภาคที่เห็นจากภาพถ่าย SEM มีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคที่วัดจากเครื่อง Particle Size Analyzer เนื่องจากสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เกิดการเกาะตัวกัน (agglomerate) ในระหว่างการวัดการกระจายตัวของอนุภาค

4.1.5 ความหนาแน่นของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

การนำสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานแต่งผิวโลหะอะลูมิเนียม มาหาค่าความหนาแน่นโดยวิธี Pycnometer พบว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์มีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 2.45 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรซึ่งตรงกับค่าความหนาแน่นของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ในเฟสจิบไซท์(γ-$Al(OH)_3$) ตามทฤษฎี (ดังตารางที่ 4.1) และสอดคล้องกับผล XRD ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานซึ่งอยู่ในเฟสจิบไซท์ แสดงให้เห็นว่าปริมาณสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์มีอยู่ในปริมาณน้อยจึงทำให้ค่าความหนาแน่นที่วัดได้ไม่แตกต่างจากค่าตามทฤษฎี

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์และอะลูมินา[4]

โครงสร้าง	ค่าความหนาแน่น (g/cm^3)
อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$)	
จิบไซด์ (γ-$Al(OH)_3$)	2.45
เบเยอร์ไรด์ (α-$Al(OH)_3$)	2.5
โบไมด์ (γ-AlOOH)	3.08
ไดอะสปอร์ (α-AlOOH)	3.38
แอโนดิกอะลูมินา (Anodic alumina)	3-3.1
อะลูมินา (Al_2O_3)	
γ , η - Al_2O_3	3.65-3.67
δ , θ, γ - Al_2O_3	3.6-3.65
κ - Al_2O_3	3.98
α - Al_2O_3	3.99

4.2 สมบัติทางเคมีของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

ปริมาณธาตุองค์ประกอบของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์ทางเคมีด้วยเครื่อง XRF แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ธาตุองค์ประกอบของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

ปริมาณธาตุองค์ประกอบ	เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก
Al_2O_3	64.61
Fe_2O_3	0.10
Na_2O	1.10
SiO_2	Trace
Loss on Ignition	34.18

ค่า Loss on Ignition มีค่า 34.18 เปอร์เซ็นต์เป็นค่าที่ได้จากการสูญเสียน้ำในโครงสร้าง 3 โมเลกุลของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งได้อธิบายไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3

4.3 สมบัติเฉพาะของ strong cation exchange resin (Amberlite IR-120)

ความจุของไอออนเอ็กซ์เชนจ์เรซิน Amberlite IR-120 เป็นตัวบอกถึงปริมาณ H^+ ที่สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนกับ Na^+ หาได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ไตเตรดกับสารละลายโซเดียมซัลเฟต ที่ผ่านจากคอลัมน์บรรจุไอออนเอ็กซ์เชนจ์เรซินชนิดประจุบวก Amberlite IR-120 ปริมาณ 5 กรัม พบว่าปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรดจนถึงจุดสมดุลโดยใช้ฟีนอล์ฟธาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ เท่ากับ 261.9 ลูกบาศก์เซนติเมตร

จำนวนมิลลิกรัมสมมูลของ H^+ = $M_{NaOH} \times V_{NaOH}$

M_{NaOH} = ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.1 โมล

V_{NaOH} = ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรดกับสารละลายโซเดียมซัลเฟตที่ออกจากคอลัมน์

ดังนั้นจำนวนมิลลิกรัมสมมูลของ H^+ = 0.10 x 261.9

= 26.19 มิลลิอิควิวาเลนซ์ (meq)

แสดงว่า ปริมาณโซเดียมในสารละลายโซเดียมซัลเฟตเข้าแทนที่อะตอมในไอออนเอ็กซ์-เชนจ์เรซิน เท่ากับ 26.19 มิลลิอิควิวาเลนซ์ จึงทำให้ไฮโดรเจนอะตอมหลุดออกจากเรซินและทำ

ปฏิกิริยากับ NaOH จนถึงจุดสมดุลที่ปริมาณ NaOH 261.99 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากการทดลองใช้เรซินปริมาณ 5 กรัม สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้ 26.19 meq ดังนั้นจะได้ว่า

ความจุของเรซิน Amberlite IR-120 = 26.19/5

= 5.238 มิลลิกรัมสมมูล/1 กรัมของเรซิน

4.4 อิทธิพลของกระบวนการล้างต่อสมบัติของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์และอะลูมินา

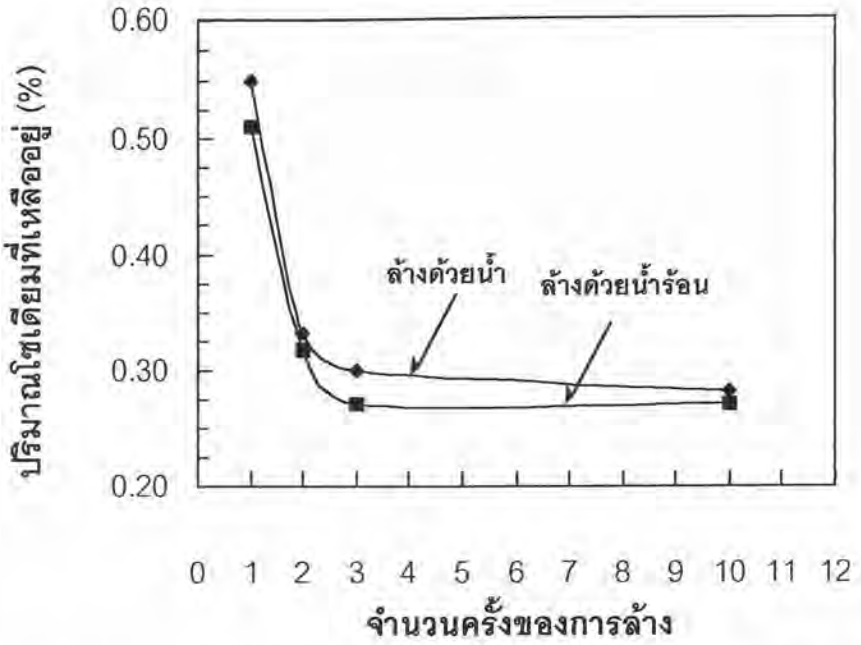
4.4.1 อิทธิพลของการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำและน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส

จากการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิน้ำเดือด (อุณหภูมิน้ำเดือดที่ใช้วัดได้ 95 องศาเซลเซียส) แล้วทำการวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์โดยวิธี wet chemical analysis พบว่าปริมาณโซเดียมไอออนที่ปนเปื้อนอยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จะมีปริมาณลดลงตามจำนวนครั้งของการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้องและ น้ำร้อน จำนวน 1, 2, 3 และ 10 ครั้ง โดยการตรวจสอบด้วยวิธี wet chemical analysis

จำนวนครั้ง	ปริมาณโซเดียมที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำ (เปอร์เซ็นต์)	ปริมาณโซเดียมที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน (เปอร์เซ็นต์)
0	2.51	2.51
1	0.55	0.51
2	0.33	0.31
3	0.30	0.27
10	0.28	0.27

หมายเหตุ : การล้าง 0 ครั้ง ค่าที่ได้คือปริมาณโซเดียมไอออนที่ปนเปื้อนอยู่ภายในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงาน



รูปที่ 4.7 แสดงปริมาณโซเดียมที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำและน้ำร้อนจำนวน 1, 2, 3 และ 10 ครั้ง

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการล้างสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำและน้ำร้อนอุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ในปริมาณ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อปริมาณอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ 100 กรัมพบว่าการล้างด้วยน้ำและน้ำร้อน แต่ละครั้งให้ผลใกล้เคียงกันโดยที่การล้างด้วยน้ำร้อนสามารถละลายโซเดียมได้ในปริมาณมากกว่าการล้างด้วยน้ำธรรมดาเล็กน้อย การลดปริมาณโซเดียมในการล้างด้วยน้ำร้อนจะมีการลดของปริมาณโซเดียมที่เร็วกว่าการลดลงของการล้างด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ความสามารถในการละลายของเกลือโซเดียมจะสูงขึ้นด้วย ทำให้ปริมาณโซเดียมลดลงได้ดีกว่าน้ำที่อุณหภูมิห้อง

จากรูปที่ 4.7 พบว่าปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการล้างด้วยน้ำและน้ำร้อนแต่ละครั้ง จะค่อยๆ ลดลงจนถึงจุดหนึ่งที่ปริมาณโซเดียมเริ่มคงที่ จากกราฟแสดงผลการทดลองพบว่าการล้างน้ำ 3 ครั้งจะให้ค่าปริมาณของโซเดียมไอออนค่อนข้างคงที่ จึงเป็นจำนวนครั้งที่เหมาะสมในการใช้ล้างสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ ดังนั้นถ้าต้องการลดปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ โดยวิธีการล้างด้วยน้ำ น่าจะเลือกการล้างด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้องจำนวน 3 ครั้ง เพราะเป็นการล้างที่ให้ปริมาณโซเดียมใกล้เคียงกับการล้างน้ำที่อุณหภูมิห้อง 10 ครั้ง เพราะเมื่อเปรียบเทียบปริมาณโซเดียมระหว่างการล้างด้วยน้ำร้อน 3 ครั้งกับการล้างด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้อง 3 ครั้งให้ผลของปริมาณโซเดียมที่ใกล้เคียงกัน แสดงว่าการใช้น้ำอุณหภูมิสูงไม่ได้ช่วยให้การละลายของโซเดียมเกิดขึ้นได้มากนัก

4.4.2 **ผลการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานด้วยเรซินชนิดแลกเปลี่ยนประจุบวก** (Amberlite IR-120)

ในการศึกษาผลของการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานด้วยวิธีแลกเปลี่ยนไอออนนั้น ปริมาณของเรซินเป็นสิ่งที่มีผลต่อการแลกเปลี่ยนไอออน ถ้าปริมาณของเรซินมีมากความสามารถในการจับสิ่งเจือปนน่าจะมีมากขึ้น

ดังนั้นในการทดลองแลกเปลี่ยนไอออนนี้จะศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณของเรซินโดยการใช้เรซินในปริมาณที่แตกต่างกัน 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อศึกษาผลของปริมาณเรซินต่อการแลกเปลี่ยน ซึ่งการแลกเปลี่ยนที่เกิดขึ้นอาจบอกได้จาก pH ของสารละลาย เนื่องจากมีการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างเรซิน (Amberlite IR-120) และสารอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังสมการ

$$\underset{\text{(เรซิน)}}{RH^+} + \underset{\text{(โซเดียมที่ปนเปื้อนในอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์)}}{Na^+} \longrightarrow \underset{\text{(เรซิน)}}{RNa^+} + \underset{\text{(ไฮโดรเจนไอออนจากเรซินอยู่ในสารละลาย)}}{H^+}$$

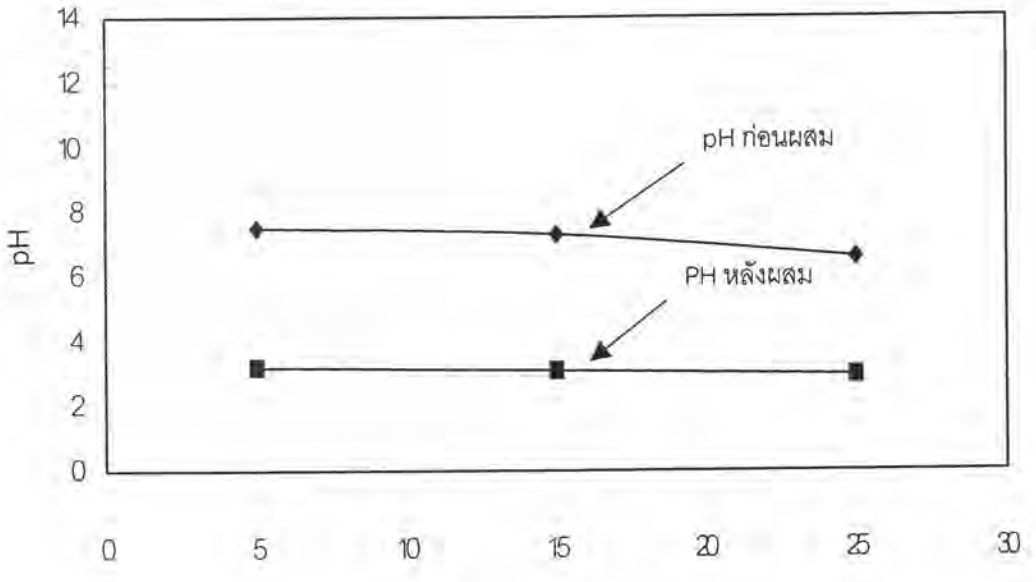
R : พอลิเมอร์

เมื่อเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนไฮโดรเจนอะตอมที่ถูกยึดไว้กับเรซินจะถูกแทนที่ด้วยโซเดียมอะตอมทำให้ไฮโดรเจนอะตอมหลุดออกจากเรซินมาอยู่ในสารละลายดังนั้น pH ของสารละลายที่เกิดการแลกเปลี่ยนแล้วจะมีค่าต่ำลง จึงทำให้การศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณเรซินต่อการแลกเปลี่ยนไอออนจึงต้องศึกษาค่า pH ของสารละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออนด้วย ตารางที่ 4.4 แสดงผล pH ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ก่อนและหลังการแลกเปลี่ยนไอออนโดยใช้เรซินในปริมาณต่างๆกัน

ตารางที่ 4.4 แสดง pH ของ เรซิน อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ เรซินผสมกับอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ก่อนและหลังปั่นผสม

ปริมาณเรซิน (ลบ.ซม.)	ค่า pH เรซินในน้ำ 40 ลบ.ซม	ค่า pH ของ $Al(OH)_3$ ในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม.	ค่า pH ของ $Al(OH)_3$ ผสมเรซินในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม. ก่อนปั่นผสม	ค่า pH ของ $Al(OH)_3$ ผสมเรซินในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม. หลังปั่นผสม
5	5.6	10.85	7.50	3.20
15	4.8	10.90	7.31	3.10
25	4.7	10.80	6.60	2.95

จากตารางที่ 4.4 แสดงค่า pH ของเรซินในปริมาณ 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่า pH ของสารละลายอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ในน้ำปริมาตร 85 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ ค่า pH ของสารละลายที่เกิดจากการผสมระหว่างเรซินกับสารละลายอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ก่อนปั่นผสม และค่า pH ของสารละลายหลังการปั่นผสม 1 ชั่วโมง จากตารางแสดงให้เห็นว่า ความแตกต่างของค่า pH ก่อนและหลังการปั่นผสมมีค่าใกล้เคียงกันดังแสดงในรูปที่ 4.8

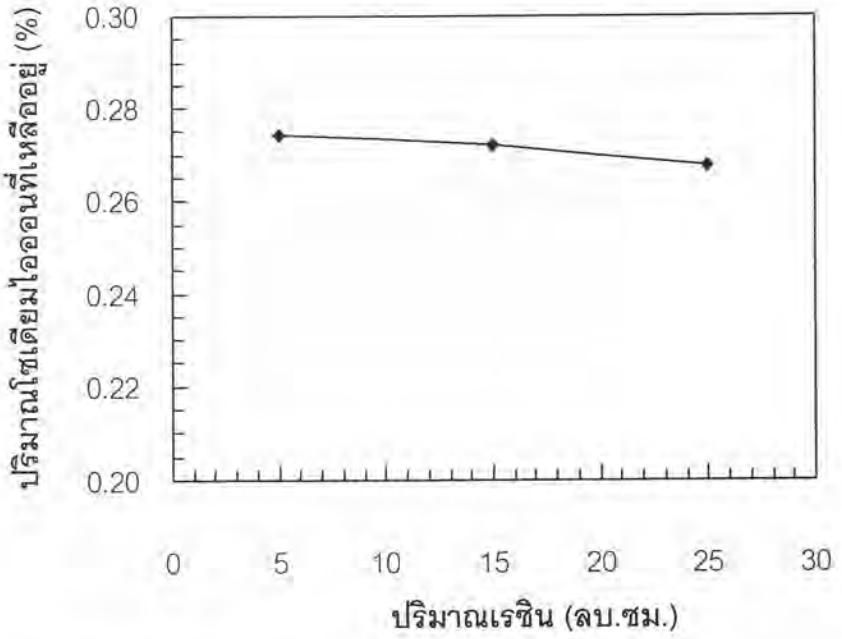


รูปที่ 4.8 pH ของเรซินผสมกับสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ในน้ำปริมาตร 85 ลูกบาศก์เซนติเมตร ก่อนและหลังการปั่นผสม

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณของเรซินที่มีผลต่อการแลกเปลี่ยนไอออนนั้นทำการศึกษาปริมาณเรซินที่ 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร พบว่า การใช้เรซินในการแลกเปลี่ยนไอออนในปริมาณ 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ผลของการแลกเปลี่ยนค่อนข้างใกล้เคียงกัน โดยที่ปริมาณเรซินเพิ่มขึ้นจะทำให้ปริมาณโซเดียมไอออนเหลือน้อยลงดังแสดงในตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.9

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณโซเดียมไอออนในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานผ่านการล้างด้วยเรซิน 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยวิธี wet chemical analysis

ปริมาณเรซิน (ลบ.ซม.)	ปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ใน อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ (เปอร์เซ็นต์)
5	0.27
15	0.27
25	0.26



รูปที่ 4.9 ปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยเรซินปริมาณ 5 ,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร

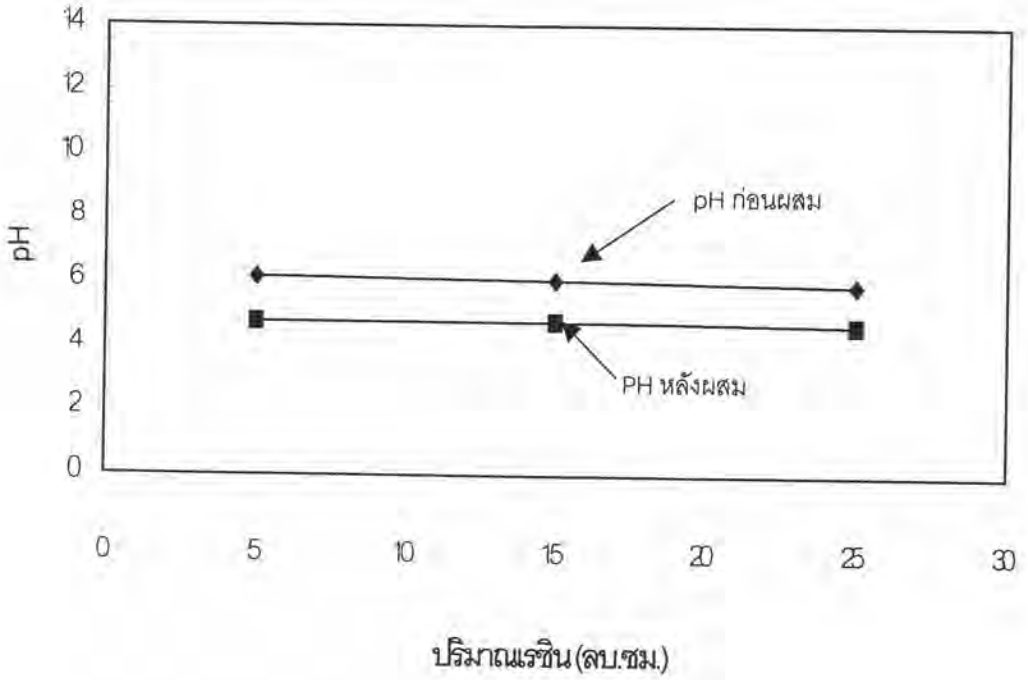
เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปที่ 4.8 และ 4.9 รูปที่ 4.8 แสดงค่า pH ของสารละลายก่อนและหลังการแลกเปลี่ยนไอออนและรูปที่ 4.9 แสดงปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ภายในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยเรซิน 5 ,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะเห็นว่าผลที่ได้สอดคล้องกัน โดยที่ในรูป 4.8 แสดงค่าความแตกต่างของ pH ก่อนและหลังการปั่นผสมที่มีค่าใกล้เคียงกัน และในรูปที่ 4.9 แสดงปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่มีปริมาณใกล้เคียงกัน เมื่อเราใช้เรซินเพิ่มขึ้นโซเดียมไอออนจะลดลงกว่าเดิมเพียงเล็กน้อย แสดงถึงการแลกเปลี่ยนที่ถึงจุดสมดุลจุดหนึ่งที่จะไม่เกิดการแลกเปลี่ยนอีกเนื่องจากปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัม-ไฮดรอกไซด์มีค่าคงที่และมีความสามารถในการถูกแลกเปลี่ยนที่ค่อนข้างคงที่ไม่ว่าจะเพิ่มปริมาณ

เรซินที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนอีกก็สามารถลดปริมาณโซเดียมไอออนออกจากสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ได้อีกเพียงเล็กน้อย จากหัวข้อที่ผ่านมาทำการแลกเปลี่ยนโซเดียมไอออนจากอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานซึ่งสามารถลดปริมาณโซเดียม จากอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ได้ในระดับหนึ่ง ในหัวข้อต่อไปจะแสดงผลของการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง ด้วยเรซินอีกครั้งหนึ่ง เพื่อศึกษาความสามารถของเรซินในการลดปริมาณโซเดียมจากอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่มีปริมาณโซเดียมน้อย (0.27%)

ตารางที่ 4.6 ค่า pH ของเรซิน อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ สารละลายก่อนและหลังปั่นผสม

ปริมาณเรซิน (ลบ.ซม.)	ค่า pH เรซินในน้ำ 40 ลบ.ซม.	ค่า pH สาร $Al(OH)_3$ ในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม.	ค่า pH ของ $Al(OH)_3$ ที่ผ่านการล้างน้ำแล้วผสมกับเรซินในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม. ก่อนปั่นผสม	ค่า pH ของ $Al(OH)_3$ ที่ผ่านการล้างน้ำแล้วผสมกับเรซินในน้ำปริมาตร 85 ลบ.ซม. หลังปั่นผสม
5	5.1	7.0	6.15	4.75
15	5.2	7.1	6.05	4.75
25	4.8	7.05	5.90	4.65

ตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.10 แสดงค่า pH ของเรซินที่ปริมาณเรซิน 5,15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่า pH ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง ซึ่งจะมีค่า pH ที่ต่ำกว่าค่า pH ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานไม่ผ่านการล้างน้ำ ในตารางที่ 4.6 ค่า pH ของสารละลายผสมระหว่างสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำ 10 ครั้ง และเรซินในปริมาณต่างๆก่อนปั่นผสมและ pH ของสารละลายหลังปั่นผสม จากตารางพบว่าความแตกต่างระหว่าง pH ก่อนและหลังปั่นผสมมีค่าน้อยกว่าความแตกต่างระหว่าง pH ก่อนและหลังปั่นผสมของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานในตารางที่ 4.4 และในตารางที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อนมาแล้ว 10 ครั้งจะมีปริมาณโซเดียมน้อย เมื่อทำการแลกเปลี่ยนไอออนกับเรซินจะเกิดไฮโดรเจนอะตอมหลุดออกจากเรซินน้อย จึงทำให้ค่า pH เปลี่ยนแปลงไม่มากนัก ซึ่งค่า pH ที่เปลี่ยนแปลงให้ผลสอดคล้องกับปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังการล้างดังแสดงในตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.11

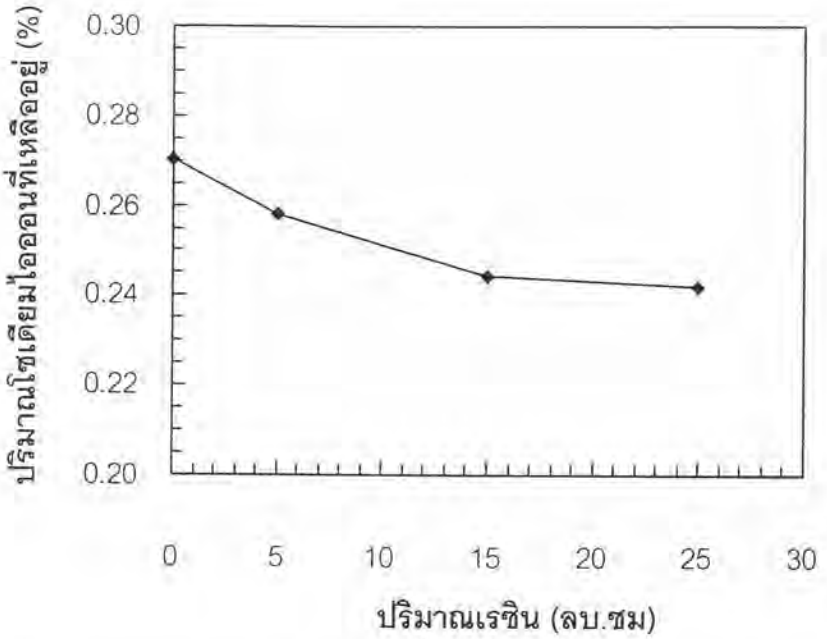


รูปที่ 4.10 pH ของสารละลายผสมระหว่างเรซินและอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำแล้วก่อนและหลังการปั่นผสม

ตารางที่ 4.7 แสดงปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำร้อน 10 ครั้ง และนำมาล้างด้วยเรซินในปริมาณ 5, 15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เรซิน (ลบ.ซม.)	ปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ (%)
0	0.27
5	0.26
15	0.24
25	0.24

หมายเหตุ เรซินที่ 0 ลูกบาศก์เซนติเมตร หมายถึง ปริมาณโซเดียมในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง ไม่ผ่านการล้างด้วยเรซิน



รูปที่ 4.11 ปริมาณโซเดียมไอออนที่เหลืออยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำร้อนแล้วนำมาล้างด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออนโดยใช้เรซิน 5, 15 และ 25 ลูกบาศก์-เซนติเมตร

ตารางที่ 4.7 และ รูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าปริมาณเรซินที่ใช้ในการล้างเพิ่มขึ้นมีผลทำให้ปริมาณโซเดียมไอออนลดลงอีกเพียงเล็กน้อย จากผลการทดลองล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานแต่งผิวโลหะอะลูมิเนียมด้วยน้ำร้อนและน้ำเย็น พบว่าการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำร้อนให้ผลใกล้เคียงกับการล้างด้วยน้ำเย็น เนื่องจากในการทดลองพบว่าการล้างด้วยน้ำร้อนและน้ำเย็นให้ปริมาณโซเดียมที่เหลืออยู่ในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ไม่ต่างกันมากนัก ในทางปฏิบัติจริงการล้างด้วยน้ำเย็น 3 ครั้ง น่าจะเป็นวิธีที่ประหยัดและคุ้มค่ากว่า จากผลการศึกษาการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานแต่งผิวโลหะอะลูมิเนียมด้วยเรซิน (Amberlite IR-120) ปริมาณที่ต่างกัน คือ 5, 15 และ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร พบว่าปริมาณเรซินที่ใช้ในการล้างเพิ่มขึ้นสามารถลดปริมาณโซเดียมลงได้อีกเพียงเล็กน้อย การศึกษาผลของการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง แล้วนำมาล้างต่อด้วยเรซินในปริมาณที่แตกต่างกันพบว่าเรซินสามารถลดปริมาณโซเดียมจากสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำร้อนมา 10 ครั้งได้อีกเพียงเล็กน้อย

จากผลการทดลองล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีที่กล่าวมาข้างต้นสามารถสรุปผลได้ดังนี้

1. การล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำ อุณหภูมิของน้ำที่ใช้ในการล้างมีผลต่อการลดลงของปริมาณโซเดียมเพียงเล็กน้อย

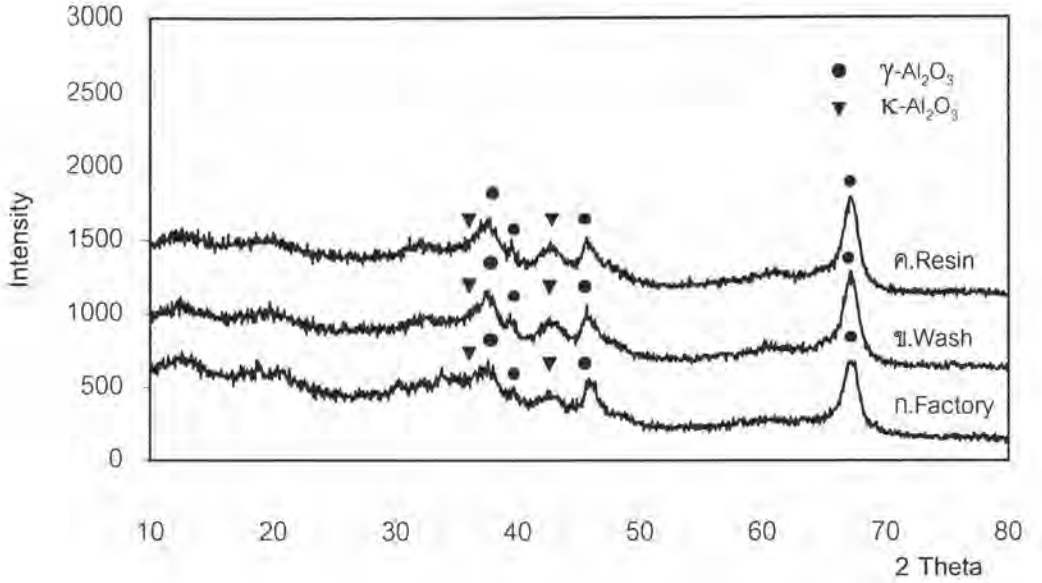
2. การล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยเรซิน (Amberlite IR-120) เรซินปริมาณ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพียงพอต่อการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ 15 กรัม

3. เรซินสามารถลดปริมาณโซเดียมในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างน้ำแล้ว (ปริมาณโซเดียม 0.27 %) ให้เหลือเพียง 0.24 % (จากตารางที่ 4.7)

4.5 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาต่อการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

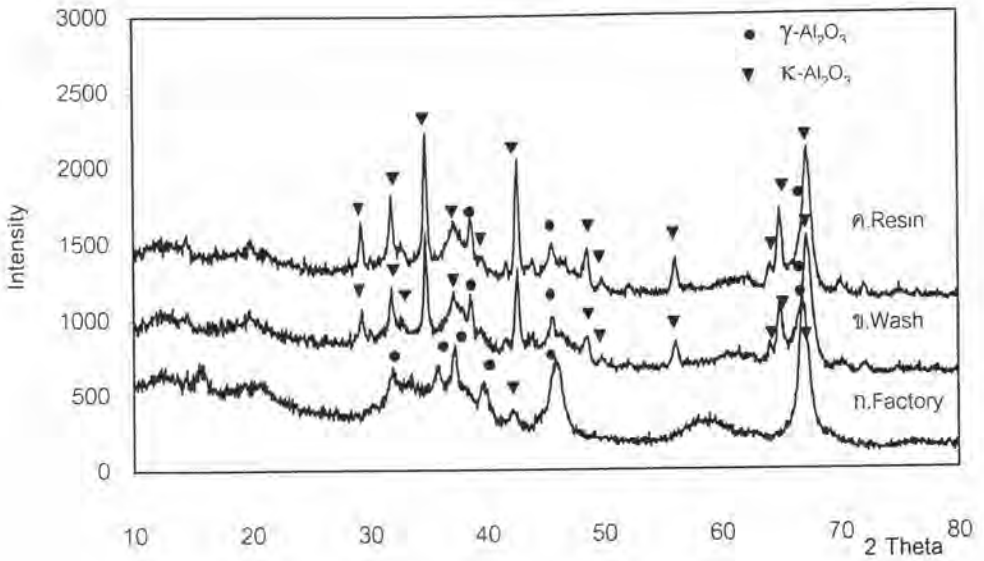
4.5.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์

อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ให้เปลี่ยนเป็นอัลฟาอะลูมินาขึ้นอยู่กับเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ตั้งต้นและจำนวนสิ่งเจือปนที่มีอยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ เช่น โซเดียมไอออนหากมีอยู่ในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จะทำให้อุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เป็นอะลูมินาสูงขึ้น การทดลองในหัวข้อนี้จะศึกษาถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เป็นอัลฟาอะลูมินา โดยศึกษาเปรียบเทียบถึงพฤติกรรมการเปลี่ยนเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงาน อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้งและอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยเรซิน (Amberlite IR-120) 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ว่าแตกต่างกันอย่างไร



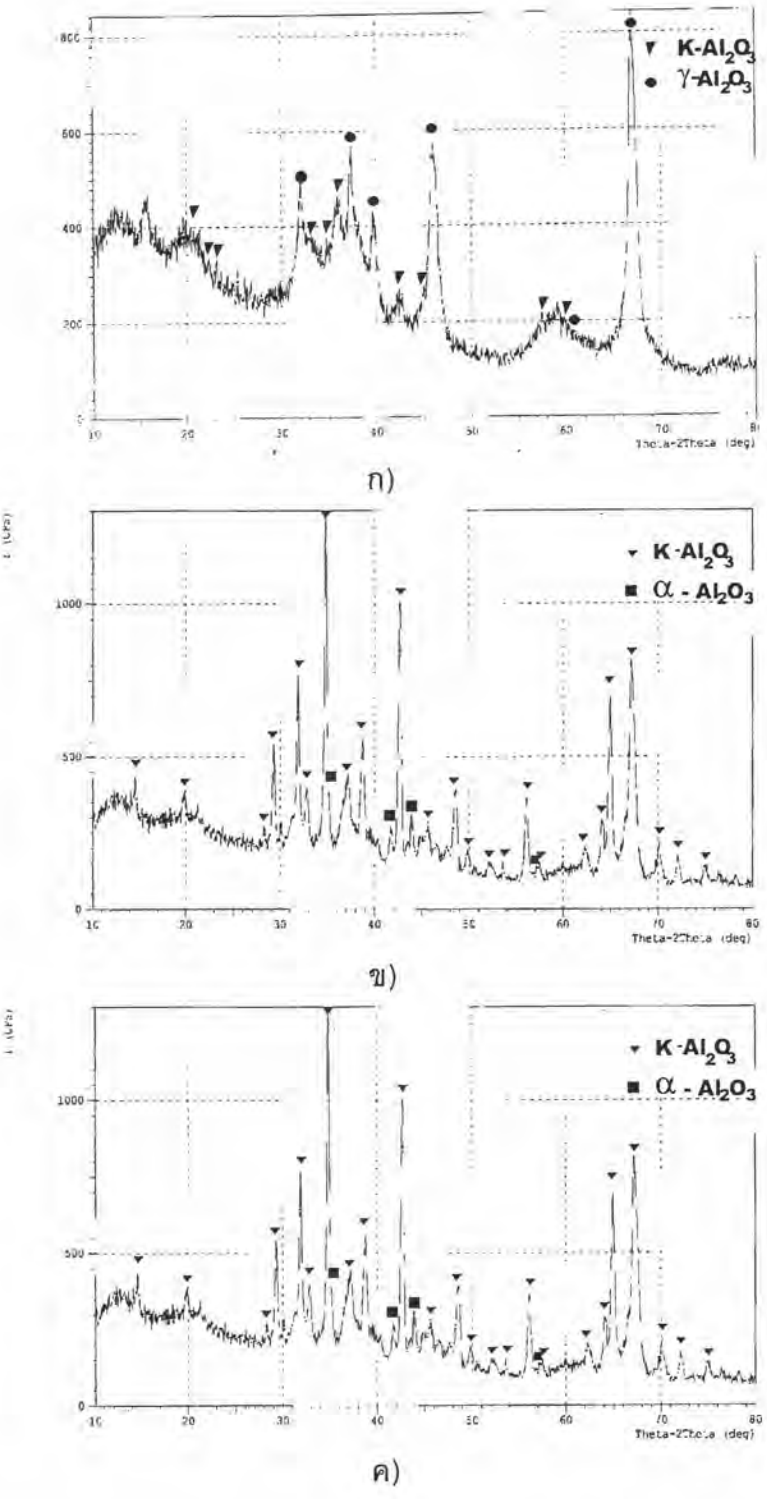
รูปที่ 4.12 ผลวิเคราะห์ XRD ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เมื่อเผาแคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส ที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง ก) จากโรงงาน ข) ล้างด้วยน้ำ 10 ครั้ง ค) ล้างด้วยเรซิน 15 ลบ.ซม

จากรูปที่ 4.12 จากกราฟจะเห็นว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงาน จากการล้างด้วยน้ำและการล้างด้วยเรซินที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส มีเฟสที่เหมือนกันคือ อยู่ในรูปของแกมมาอะลูมินา (γ–Al_2O_3) และแคปปาอะลูมินา (κ-Al_2O_3) โดยสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 29-0063 และ 08-0013 ตามลำดับ



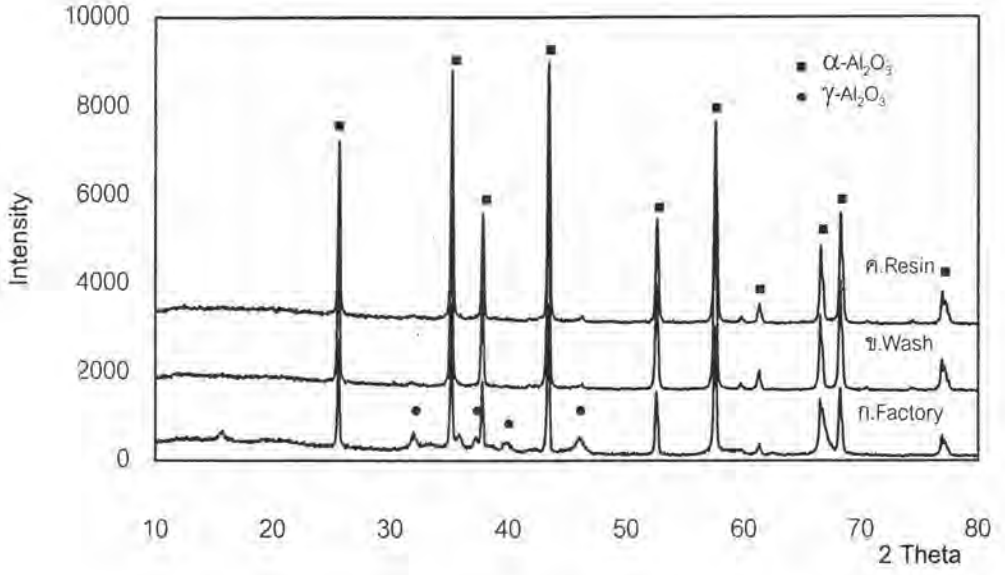
รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์ XRD ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เมื่อเผาแคลไซน์ที่ 1000 องศาเซลเซียส ที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง ก) จากโรงงาน ข) ล้างด้วยน้ำ 10 ครั้ง ค) ล้างด้วยเรซิน 15 ลบ.ซม.

จากรูปที่ 4.13 จากกราฟ ก) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานอยู่ในเฟสแกมมาโดยสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 29-0063 และมีเฟสแคปปา (κ-Al_2O_3) ปนอยู่ ซึ่งแสดงค่าที่มุม 2θ เท่ากับ 42.22 และ 66.87 พิจารณาจากกราฟ ข) และ ค) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังผ่านการล้างด้วยน้ำและเรซินอยู่ในเฟสแคปปา (κ-Al_2O_3) และพบเฟสแกมมาปนอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 37.75 45.60 และ 66.45 จากกราฟ XRD ทั้ง 3 กราฟ แสดงให้เห็นว่าอะลูมินาที่ได้จากการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำและเรซิน มีปริมาณแคปปาอะลูมินาเพิ่มขึ้นมากกว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงาน



รูปที่ 4.14 ผลวิเคราะห์ XRD ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง ก) จากโรงงาน ข) ล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง ค) ล้างด้วยเรซิน 15 ลบ.ซม

จากรูปที่ 4.14 จากกราฟ ก) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานอยู่ในเฟสแกมมาและแคปปา จากกราฟ ข) และ ค) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์หลังผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้งและล้างด้วยเรซิน 15 ลบ.ซม. อยู่ในเฟสแคปปาและอัลฟา ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน เลขที่ 08-0013 และ 05-0712 ตามลำดับ จากผล XRD ทั้งสามกราฟ ทำให้ทราบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังผ่านการล้างน้ำและเรซิน จะมีปริมาณแคปปาอะลูมินามากกว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงาน



รูปที่ 4.15 ผลวิเคราะห์ XRD ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง ก) จากโรงงาน ข) ล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง ค) ล้างด้วยเรซิน 15 ลบ.ซม.

จากรูป 4.15 กราฟ ก) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานอยู่ในเฟสอัลฟาและแกมมา เมื่อพิจารณาจากกราฟ ข) และ ค) พบว่าอะลูมินาที่ได้จากการเผา อะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังผ่านการล้างด้วยน้ำร้อนและล้างด้วยเรซินอยู่ในเฟสอัลฟาเพียงเฟสเดียว ซึ่งทำให้ทราบว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากโรงงานเป็นอัลฟาอะลูมินายังไม่สมบูรณ์ยังคงเหลือเฟสแกมมาที่ไม่เปลี่ยนเป็นเฟสแคปปาและอัลฟาตามลำดับ เฟสแกมมาที่เหลือแสดงค่าที่มุม 2θ เท่ากับ 32.2, 37.2, 39.8 และ 46.2

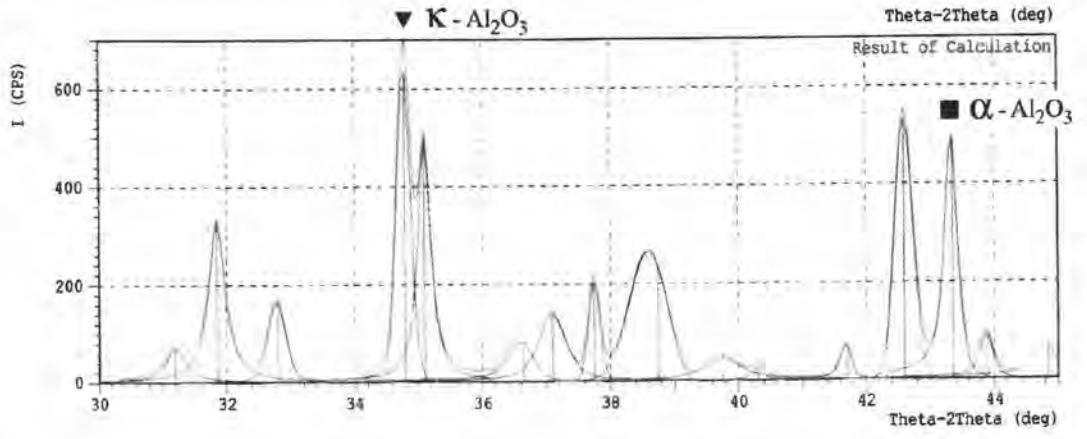
จากกราฟ XRD รูปที่ 4.12, 4.13, 4.14, และ 4.15 จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์เป็นอะลูมินาในเฟสแกมมา แคปปา อัลฟา ขึ้นกับโซเดียมที่เป็นสิ่งเจือปนอยู่ในสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ตั้งต้น อะลูมินัมไฮดรอกไซด์จากโรงงานที่ไม่ผ่านการล้างน้ำจะมี

ปริมาณโซเดียมปนอยู่มาก ทำให้การเปลี่ยนเฟสเกิดได้ที่อุณหภูมิสูงกว่าอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำและเรซิน ผลที่ได้สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ในหัวข้อที่ 4.4

ตารางที่ 4.8 สรุปผลปริมาณเฟสที่ได้จากการนำอะลูมินัมไฮดรอกไซด์หลังจากล้างน้ำแล้ว 10 ครั้ง แล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850, 1000, 1100, 1200 และ 1300 องศาเซลเซียส ที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง

อุณหภูมิในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	แกมมาอะลูมินา (%)	แคปปาอะลูมินา (%)	อัลฟาอะลูมินา (%)
850	51.39	48.60	-
1000	26.73	73.26	-
1100	-	91.93	8.06
1200	-	59.50	40.49
1300	-	-	100

ตาราง 4.8 เป็นการคำนวณหาปริมาณของอะลูมินาในเฟสต่างๆ ที่อุณหภูมิการเผาต่างกัน โดยคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคสูงสุดของอะลูมินาในแต่ละเฟสจากรูป XRD Profile ดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 กราฟ XRD Profile ของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เวลาในการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.16 เราสามารถหาปริมาณของอะลูมินาในเฟสแคปปาและอัลฟา จากพื้นที่ใต้พีคสูงสุดของเฟสแคปปาและอัลฟา โดยพีคสูงสุดของเฟสแคปปาแสดงค่าอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 34.79 ซึ่งใกล้เคียงกับพีคที่มีความเข้มรองลงมาของเฟสอัลฟาซึ่งแสดงค่าที่มุม 2θ เท่ากับ 35.15 ส่วนพีคสูงสุดของเฟสอัลฟาแสดงค่าที่มุม 2θ เท่ากับ 43.33 ซึ่งใกล้เคียงกับพีคที่มีความเข้มรองลงมาของเฟสแคปปาที่มุม 2θ เท่ากับ 42.66 ทำให้พีคอาจเสริมกัน ค่าพื้นที่ใต้พีคสูงสุดที่ได้จากข้อมูล XRD จึงอาจไม่เป็นค่าที่แท้จริง การหาพื้นที่ใต้พีคของเฟสแคปปาและอัลฟา โดยใช้สมการลอเลนเซียน (Lorenzian)[33] โดยการอินติเกรทพื้นที่ใต้พีคและหักลบส่วนที่ทับและเสริมกัน เพื่อให้ได้เป็นพื้นที่ที่แท้จริงของแต่ละเฟส จากนั้นนำมาคำนวณหาปริมาณเฟส

ผลจากการคำนวณแสดงดังตารางที่ 4.8 สรุปได้ว่า

1. ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส มีอะลูมินาในเฟสแกมมาและแคปปา ในปริมาณ 51.39 และ 48.60 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

2. ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จะพบอะลูมินาในเฟสแกมมาและแคปปา เช่นเดียวกับที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แต่ปริมาณอะลูมินาในเฟสแกมมาจะลดลงจากเดิมเป็น 26.73 เปอร์เซ็นต์ ส่วนอะลูมินาในเฟสแคปปาจะเพิ่มขึ้นเป็น 73.26 เปอร์เซ็นต์

3. ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส จะพบอะลูมินาในเฟสแคปปาและอัลฟา ในปริมาณ 91.93 และ 8.06 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

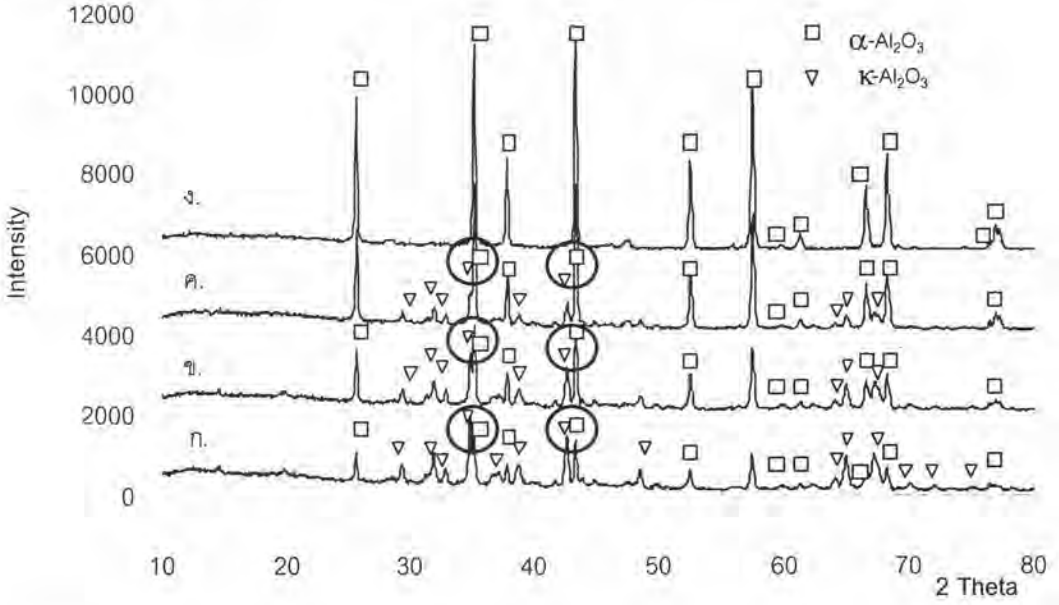
4. ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส พบอะลูมินาในเฟสแคปปา และอัลฟา ในปริมาณ 59.50 และ 40.49 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ส่วนอะลูมินาในเฟสแกมมาจะหมดไป

5. ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส พบอะลูมินาในเฟสอัลฟาเพียงอย่างเดียว

4.5.2 ผลการศึกษาระยะเวลาในการควบคุมอุณหภูมิการเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการล้างน้ำที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสต่อการเปลี่ยนเฟสของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

จากรูป 4.17 การเผาแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยคงอุณหภูมิไว้ 1, 2 และ 5 ชั่วโมง พบอะลูมินา 2 เฟส คือเฟสอัลฟาและเฟสแคปปา เช่นเดียวกัน แต่เฟสอัลฟาจะมีปริมาณเพิ่มขึ้น ขณะเดียวกันเฟสแคปปาจะลดลงเมื่อคงอุณหภูมิไว้นานขึ้น เห็นได้จากพีค 100 เปอร์เซ็นต์ ของแคปปาที่ 2θ เท่ากับ 34.91 มีความเข้มสูงกว่าพีค 100 เปอร์เซ็นต์ของเฟสอัลฟา ที่ 2θ เท่ากับ 43.36 ณ การคงอุณหภูมิที่ 1 ชั่วโมง แต่เมื่อคงไว้นานเป็น 2 ชั่วโมง และ 5 ชั่วโมง พบว่าพีค 100 เปอร์เซ็นต์ของอัลฟามีความเข้มสูงกว่าเฟสแคปปาตามลำดับ และเมื่ออุณหภูมิเผาเป็น 1300 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะเกิดเฟสอัลฟาเพียงเฟสเดียว

เมื่อเปรียบเทียบกราฟ XRD ในรูป 4.14 และ 4.17 ของอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้งแล้วเผาที่อุณหภูมิ 1100, 1200 และ 1300 องศาเซลเซียสที่เวลาการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นปริมาณอะลูมินาในเฟสอัลฟาจะเพิ่มขึ้นและอะลูมินาในเฟสแคปปาจะลดลงและหมดไปที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.17 เฟสองค์ประกอบของอะลูมินาที่ได้จากการเผาแคลไซน์อะลูมินัมไฮดรอกไซด์ผ่านการล้างน้ำ 10 ครั้งที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เวลาในการคงอุณหภูมิ ก) 1 ข) 2 ค) 5 ชั่วโมงและ ง) แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เวลาในการคงอุณหภูมิ 1 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.9 แสดงปริมาณเฟสแคปปาอะลูมินาและอัลฟาอะลูมินาที่ได้จากการเผาอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 1200°C ที่เวลาการคงอุณหภูมิแตกต่างกัน

เวลาที่ใช้ในการคงอุณหภูมิการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียส	**เฟสแคปปา**	**เฟสอัลฟา**
1 ชั่วโมง	53.57	38.10
2 ชั่วโมง	44.00	55.99
5 ชั่วโมง	4.03	95.96
อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส คงไว้ 1 ชั่วโมง	-	100

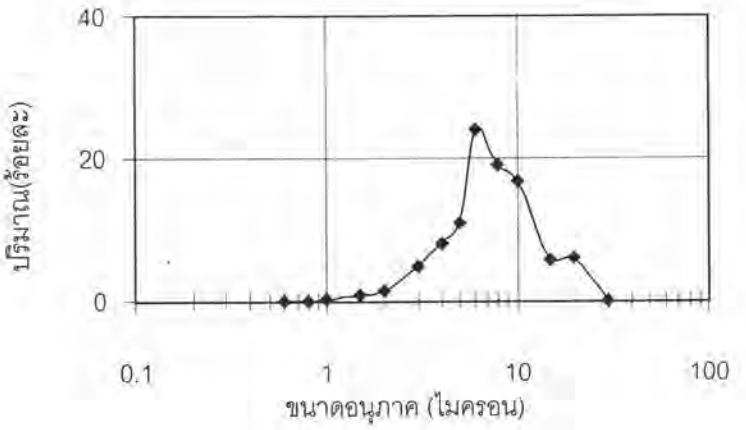
จากรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.9 แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มเวลาในการคงอุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงปริมาณอะลูมินาในเฟสอัลฟาและแคปปา โดยที่การเพิ่มเวลาการคงอุณหภูมิจะทำให้ปริมาณเฟสอัลฟาเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณเฟสแคปปาลดลง

4.6 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพของอะลูมินา

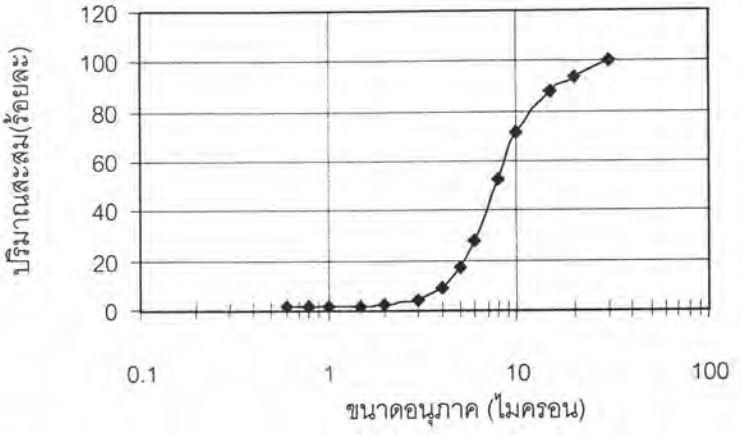
จากการทดลองที่ผ่านมา ทำให้เราทราบว่าการล้างสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำและเรซินให้ผลของปริมาณโซเดียมใกล้เคียงกัน แต่จากการทดลองทั้งหมด สารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากกระบวนการล้างด้วยน้ำร้อน 10 ครั้ง และนำมาล้างด้วยเรซิน 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ผลของปริมาณโซเดียมที่เหลืออยู่ในอะลูมินัมไฮดรอกไซด์น้อยที่สุด คือ ปริมาณ 0.24 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ การศึกษาลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาจะนำสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ที่มีปริมาณโซเดียม 0.24 เปอร์เซ็นต์ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เพื่อเปลี่ยนสารอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ให้อยู่ในรูปอัลฟาอะลูมินาและใช้เปรียบเทียบสมบัติของอัลฟาอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างกับอะลูมินาที่ขายในท้องตลาด

จากผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค ดังในรูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นว่าอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างมีการกระจายขนาดในช่วงกว้างตั้งแต่ 1-30 ไมครอน อนุภาคใหญ่มีขนาด 6 ไมครอน จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของอะลูมินาที่ได้จากการล้าง ในรูปที่ 4.19 พบว่านอกจากอะลูมินาจากกระบวนการล้างจะมีขนาดแตกต่างกันแล้วยังมีรูปร่างของอนุภาคแตกต่างกันด้วยโดยอนุภาคส่วนใหญ่เกาะกันเป็นก้อน เมื่อเปรียบเทียบผลของการกระจายขนาดอนุภาคและภาพถ่าย SEM จะเห็นว่าอนุภาคที่เห็นจากภาพถ่าย SEM แสดงในรูปที่ 4.19 มีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคส่วนใหญ่ที่วัดได้จากเครื่อง Particle Size Analyzer เนื่องจากอะลูมินาเกิดการเกาะตัวกัน (agglomerate) ในระหว่างการวัดการกระจายลอยตัวของอนุภาค

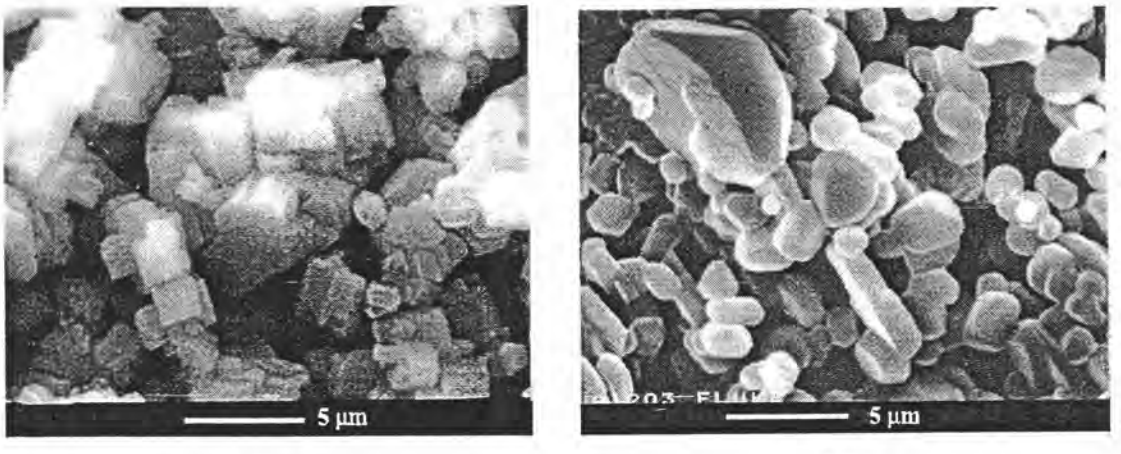
(ก)



(ข)



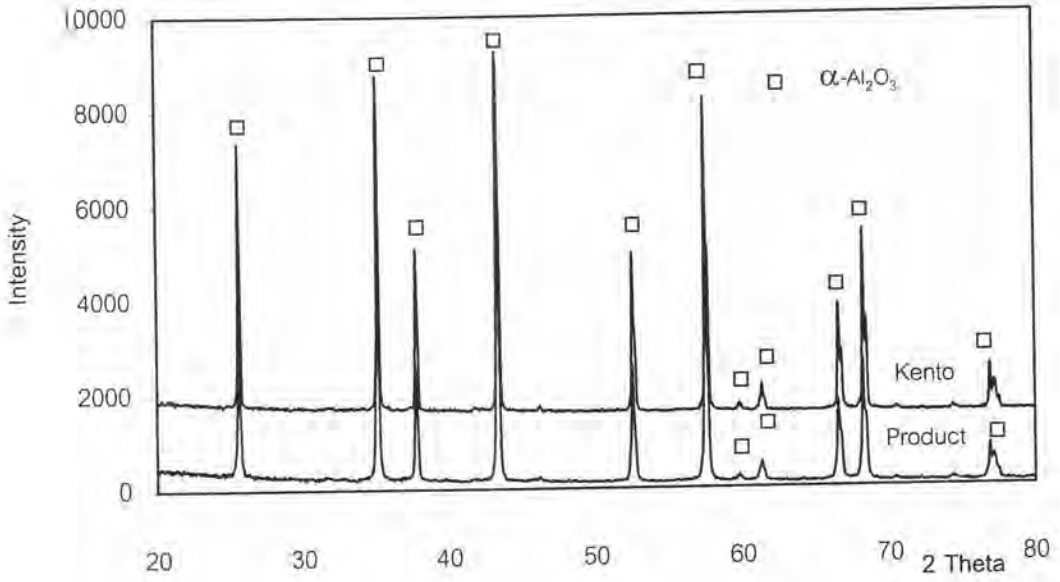
รูปที่ 4.18 การวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างน้ำร้อน 10 ครั้ง แล้วล้างต่อด้วยเรซิน 25 กรัม ก) ปริมาณ ข) ปริมาณสะสม



(ก) (ข)

รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์ของอะลูมินาที่ได้จาก ก) กระบวนการล้างและ ข) ที่ขายในท้องตลาด

จากรูปที่ 4.19 แสดงลักษณะอนุภาคของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างเปรียบเทียบกับ อะลูมินาที่ขายในท้องตลาด พบว่าลักษณะอนุภาคของอะลูมินาที่ได้จากการล้างมีรูปร่างเป็นเหลี่ยมรูปแบบแตกต่างกัน อนุภาคเกาะกันเป็นกลุ่ม ส่วนอะลูมินาที่ขายตามท้องตลาด จะมีรูปร่างยาวและกลมมน อยู่แยกกันไม่เกาะเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่ใกล้เคียงกัน อนุภาคที่มีขนาดแตกต่างกันมีในปริมาณน้อย



รูปที่ 4.20 ผลวิเคราะห์ XRD ของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ เปรียบเทียบกับที่ขายในท้องตลาด

จากรูปที่ 4.20 แสดงเฟสของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างอะลูมินัมไฮดรอกไซด์ (มีปริมาณโซเดียมคงเหลือ 0.24 เปอร์เซ็นต์) เผาแคลไซน์ที่ 1300 องศาเซลเซียส จากกราฟ XRD พบว่าอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างและที่ขายตามท้องตลาดอยู่ในเฟสของอัลฟาอะลูมินา (α-Al_2O_3) โดยสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 05-0712 โดยไม่มีเฟสอื่นปน และมีค่าความหนาแน่น 3.83 ลูกบาศก์เซ็นติเมตร ซึ่งตรงกับค่าความหนาแน่นของอะลูมินาในเฟสอัลฟา

4.7 ผลของการศึกษาสมบัติทางเคมีของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการ

สมบัติทางเคมีของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการ ถูกตรวจสอบด้วยวิธีทางเคมีโดย XRF พบว่ามีปริมาณธาตุองค์ประกอบดังแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ปริมาณธาตุองค์ประกอบของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการเปรียบเทียบกับอะลูมินาที่ขายตามท้องตลาด โดย XRF

ปริมาณธาตุองค์ประกอบ	อะลูมินาที่ได้จากการล้างอะลูมิเนียม-ไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำร้อน 10 ครั้งแล้วนำมาล้างเรซิน 25 ลบ.ซม. (%)	อะลูมินาที่ขายตามท้องตลาด (%)
Al_2O_3	99.33	99.2
Fe_2O_3	0.14	0.04
Na_2O	0.20	0.50
SiO_2	Trace	0.02
Loss on ignition	0.21	0.20

ตารางที่ 4.10 แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการล้างเปรียบเทียบกับอะลูมินาที่ใช้งานโดยทั่วไป จากตารางพบว่าอะลูมินาจากกระบวนการมีปริมาณอะลูมินาใกล้เคียงกับอะลูมินาที่ใช้งานโดยทั่วไปแต่มีปริมาณเหล็กสูงกว่าและมีปริมาณซิลิกอนต่ำกว่า ปริมาณโซเดียมและค่า Loss on Ignition ของอะลูมินาที่ได้จากกระบวนการมีค่าใกล้เคียงกับอะลูมินาที่ใช้งานโดยทั่วไป