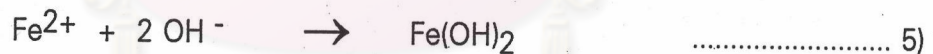


บทที่ 5

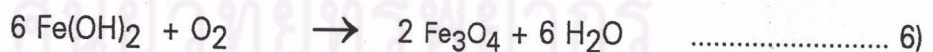
วิเคราะห์ผลทดลอง

5.1 วิเคราะห์ผลทดลองของกรรมวิธีทางเคมี

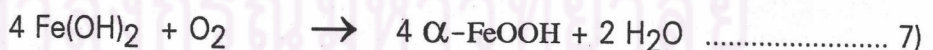
5.1.1) จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับ สารละลายเฟอร์ริสซัลเฟต หรือ ค่าความเป็นกรด - ด่าง มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้อัตราส่วน โดยโมล เท่ากับ 2 ซึ่งสารผสมระหว่างสารละลายทั้งสองชนิดนี้มีสภาพเป็นด่างที่ไม่รุนแรง ($\text{pH} < 10$) สารที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชันจะประกอบด้วยอนุภาค 2 ชนิด คือ อนุภาค แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) ซึ่งมีสีดำ และมีรูปร่างเป็นทรงกลมปนกับอนุภาคเกอไทต์ ($\alpha\text{-FeOOH}$) ซึ่งมีสีเหลืองและมีรูปร่างเป็นเข็ม ที่สภาวะดังกล่าวอนุภาคที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่จะเป็นแมกนีไทต์ โดยมีอนุภาคเกอไทต์เกิดขึ้นเป็นส่วนน้อย ดังรูปที่ 4.1 และ 4.2 หากใช้อัตราส่วนโดยโมลเพิ่มขึ้นกล่าวคือ ตั้งแต่ 3 ขึ้นไปซึ่งสารผสมมีสภาพความเป็นด่างที่รุนแรง ($\text{pH} > 12$) สารที่เกิดขึ้นจะเป็นสารเกอไทต์ ($\alpha\text{-FeOOH}$) ซึ่งมีรูปร่างเป็นเข็มเพียงอย่างเดียว ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษา ของ Sohn และคณะ (12) ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังต่อไปนี้



Slightly basic



Strongly basic



นอกจากนี้อัตราส่วนโดยโมลยังมีผลต่อขนาดของอนุภาค ตารางที่ 4.1 และ รูปที่ 4.3 ถึง 4.8 ซึ่งให้เห็นว่าหากอัตราส่วนโดยโมลเพิ่มขึ้น จะทำให้อนุภาคของสารเกอไทต์มีความกว้างของอนุภาค (W) ลดลง ซึ่งมีผลให้อัตราส่วนระหว่างความยาวกับความกว้างของอนุภาค (L / W) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงความมีรูปร่างเป็นเข็ม (Aspect ratio) มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย สอดคล้องกับการศึกษาของ McCurrie

5.1.2) จากผลการศึกษาพบว่า อุณหภูมิมีผลต่อขนาดของอนุภาคของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าผลึกของสารแมกนีไทด์ ซึ่งมีรูปร่างเป็นทรงกลมปรากฏในผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น กล่าวคือที่อุณหภูมิในการทำออกซิเดชัน 45 องศาเซลเซียส พบว่ามีอนุภาคของสารแมกนีไทด์เกิดขึ้นปนอยู่กับอนุภาคของสารเกอไทต์ด้วย แต่ไม่สามารถถูกตรวจพบโดยใช้เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟกชัน (XRD) ได้เนื่องจากมีปริมาณน้อยกว่า 5% แต่สามารถถูกตรวจพบโดยใช้กล้อง TEM ดังรูปที่ 4.11 เมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้นถึง 60 องศาเซลเซียสพบว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชันประกอบด้วยอนุภาคของสารแมกนีไทด์เพียงอย่างเดียว ดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 และเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันต่ำกว่า 30 องศาเซลเซียสลงมา พบว่าผลิตภัณฑ์ ที่เกิดขึ้นประกอบด้วยอนุภาคเกอไทต์เพียงอย่างเดียวดังแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.13 ถึง 4.16 ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาที่ผ่านมา (12)

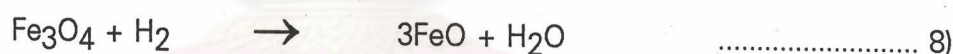
นอกจากนี้อุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันยังมีผลต่อขนาดของอนุภาคเกอไทต์ที่เกิดขึ้นด้วย กล่าวคือเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันในช่วงตั้งแต่ 10 ถึง 45 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นมีผลทำให้อนุภาคเกอไทต์มีความยาว และ ความกว้างเพิ่มขึ้น ซึ่งดังแสดงในตารางที่ 4.2 และ รูปที่ 4.11 ถึง 4.16 มีผลต่อรูปร่างความเป็นเข็มของอนุภาคเกอไทต์โดยตรง โดยจะเห็นว่า เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน 30 องศาเซลเซียส จะได้ค่ารูปร่างความเป็นเข็มสูงกว่าอุณหภูมิอื่น นอกจากนี้เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันสูงขึ้นจะมีผลให้เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันลดลง เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดได้ดีที่อุณหภูมิสูง.

5.1.3) จากการศึกษาพบว่า ภายใต้สภาวะที่ทดลองการเปลี่ยนแปลงอัตราการพ่นอากาศไม่มีผลต่อขนาดของอนุภาคที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และ รูปที่ 4.17 ถึง 4.22 ซึ่งกระทำที่อัตราสวนโดยโมลเท่ากับ 3 และ ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นอนุภาคเกอไทต์ทั้งหมด นอกจากนี้อัตราการพ่นอากาศยังไม่มีผลต่อขนาดของอนุภาคเกอไทต์ด้วย โดยสังเกตจากความยาวกับความกว้างของอนุภาคซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน แต่อย่างไรก็ตามการใช้อัตราการพ่นอากาศเพิ่มขึ้นทำให้เวลาที่ใช้ในการทำออกซิเดชันจนได้อนุภาคเกอไทต์ลดลง

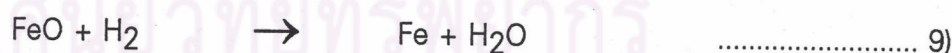
5.2 วิเคราะห์ผลทดลองของกรรมวิธีทางความร้อน

5.2.1) จากผลการศึกษาในขั้นตอนการกำจัดน้ำ พบว่าอุณหภูมิไม่มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ แต่การใช้อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้อนุภาคเกอไทต์เปลี่ยนแปลงเป็นสารเฮมาไทต์ได้มากยิ่งขึ้น ต้องใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 350 องศาเซลเซียสขึ้นไปจึงสามารถกำจัดน้ำออกจากอนุภาคเกอไทต์ และ กลายไปเป็นเฮมาไทต์ (α - Fe_2O_3) ได้โดยสมบูรณ์ ตารางที่ 4.4 และ รูปที่ 4.23 ถึง 4.28 แสดงให้เห็นว่าการใช้เวลาเผากำจัดน้ำ 30 นาที

5.2.2) ในขั้นตอนการทำรีดักชัน พบว่าภายใต้อัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจน 0.5 ลิตรต่อ นาที ในเวลา 5 นาที อุณหภูมิมีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ อุณหภูมิ 325 องศาเซลเซียสสารเฮมาไทต์เหลืออยู่ดังตารางที่ 4.5 อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดคือ 350 องศาเซลเซียส ซึ่งเฮมาไทต์ถูกลดออกซิเจนเป็นแมกนีไทต์หมดซึ่งยืนยันโดยผลวิเคราะห์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ดังรูปที่ 4.30 แต่ถ้าอุณหภูมิสูงขึ้นอีกเป็น 375 องศาเซลเซียส จะพบสารแมกนีไทต์ปนกับสารวูลไทต์ (FeO) ดังรูปที่ 4.31 เนื่องจากสารแมกนีไทต์บางส่วนได้ถูกรีดิวซ์จนกลายเป็นวูลไทต์ ตามปฏิกิริยา



และถ้าใช้อุณหภูมิในการทำรีดักชันสูงขึ้นอีกเป็น 400 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีเหล็กเกิดขึ้น ดังรูปที่ 4.32 โดยที่เหล็กเกิดขึ้นมาจากอนุภาควูลไทต์บางส่วนได้ถูกรีดิวซ์ไปตามปฏิกิริยา



โดยถ้าเพิ่มอุณหภูมิในการทำรีดักชันขึ้นไปอีก ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นก็จะมีอนุภาคเหล็กเพิ่มมากขึ้นจนกระทั่งประกอบไปด้วยอนุภาคเหล็กเพียงอย่างเดียว.

5.2.3) จากผลการศึกษาในขั้นตอนการทำออกซิเดชันพบว่าอุณหภูมิไม่มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ภายใต้อัตราการไหลของอากาศ (ลิตรต่อนาที ในเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส) พบว่าอนุภาคแมกนีไทต์ยังเปลี่ยนแปลงเป็นอนุภาคแมกนีไทต์ไม่หมด ดังแสดงในตารางที่ 4.6 ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 250 องศาเซลเซียส อนุภาคแมกนีไทต์จึงถูกออกซิไดซ์เป็นอนุภาคแมกนีไทต์ได้หมด ดังรูปที่ 4.34, 4.35 และ 4.36

5.2.4) จากผลการศึกษาลักษณะ และ คุณสมบัติต่าง ๆ ของอนุภาคแมกนีไมต์ที่นำเข้ามาจากต่างประเทศกับอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นจากการศึกษาในครั้งนี้พบว่าเป็นชนิดเดียวกัน ดังรูปที่ 4.41 และ 4.42 นอกจากนี้กรรมวิธีทางความร้อนที่กระทำเพื่อเปลี่ยนอนุภาคเกอไทต์เป็นอนุภาคแมกนีไมต์นั้นมีความยาว และ ความกว้างของอนุภาคที่ได้เปลี่ยนไป กล่าวคืออนุภาคที่ได้มีความยาวลดลงจากเดิม 0.264 ไมครอน เป็น 0.248 ไมครอน แต่มีความกว้างของอนุภาคเพิ่มขึ้นจากเดิม 0.036 ไมครอนเป็น 0.045 ไมครอน กรรมวิธีทางความร้อนจึงมีผลต่อรูปร่างความเป็นเข็มของผลิตภัณฑ์ที่ได้ โดยทำให้อนุภาคสูญเสียรูปร่างที่เป็นเข็มไป เนื่องจากอัตราส่วนระหว่างความยาวกับความกว้างของอนุภาคลดลงจากเดิม 7.33 เหลือ 5.51 ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.37 ถึง 4.40 จากการเปรียบเทียบลักษณะของอนุภาคแม่เหล็กพบว่าอนุภาคแม่เหล็กที่นำเข้ามาจากต่างประเทศมีความยาว และ รูปร่างที่เป็นเข็มของอนุภาคมากกว่าอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นเพียงเล็กน้อย อย่างไรก็ตามอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นนี้ ถือได้ว่ามีลักษณะ และ คุณสมบัติทางแม่เหล็กใกล้เคียงกับอนุภาคที่นำเข้ามาจากต่างประเทศ แต่ยังไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานของโรงงานที่นำเข้ามาใช้ทำเทปบันทึกข้อมูลเฉพาะคุณสมบัติทางด้านแม่เหล็ก อัตราส่วนระหว่าง M_r กับ M_s ซึ่งต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานเล็กน้อย ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.7 ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการที่อนุภาคแม่เหล็กนั้นค่อนข้างที่จะเกาะกลุ่มรวมกัน (13) สืบเนื่องมาจากผลของความร้อนที่ทำให้อนุภาคแม่เหล็กเชื่อมติดกันมากขึ้น (sintering) ในกรรมวิธีทางความร้อนเพื่อเปลี่ยนแปลงชนิดของอนุภาคให้กลายเป็นอนุภาคแมกนีไมต์ตามลำดับ.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย