บทที่ 5

วิเคราะห์ผลทดลอง

5.1 วิเคราะห์ผลทดลองของกรรมวิธีทางเคมี

5.1.1) จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต หรือ ค่าความเป็นกรด - ด่าง มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้อัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 2 ซึ่งสารผสมระหว่างสารละลายทั้งสองชนิดนี้มีสภาพเป็นด่างที่ไม่รุนแรง (pH < 10) สารที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชั่นจะประกอบด้วยอนุภาค 2 ชนิด คือ อนุภาคแมกนีไทต์ (Fe_3O_4) ซึ่งมีสีดำ และ มีรูปร่างเป็นทรงกลมปนกับอนุภาคเกอไทต์ (α- FeOOH) ซึ่งมีสีเหลืองและ มีรูปร่างเป็นเข็ม ที่สภาวะดังกล่าวอนุภาคที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่จะเป็นแมกนีไทต์ โดยมีอนุภาคเกอร์ไทต์เกิดขึ้นเป็นส่วนน้อย ดังรูปที่ 4.1 และ 4.2 หากใช้อัตราส่วนโดยโมลเพิ่มขึ้นกล่าวคือ ตั้งแต่ 3 ขึ้นไปซึ่งสารผสมมีสภาพความเป็นด่างที่รุนแรง (pH > 12) สารที่เกิดขึ้นจะเป็นสารเกอไทต์ (α-FeOOH) ซึ่งมีรูปร่างเป็นเข็มเพียงอย่างเดียว ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาของ Sohn และคณะ (12) ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังต่อไปนี้

$$Fe^{2+} + 2\,OH^- \rightarrow Fe(OH)_2 \quad \text{..... 5)}$$

Slightly basic

$$6\,Fe(OH)_2 + O_2 \rightarrow 2\,Fe_3O_4 + 6\,H_2O \quad \text{..... 6)}$$

Strongly basic

$$4\,Fe(OH)_2 + O_2 \rightarrow 4\,\alpha\text{-}FeOOH + 2\,H_2O \quad \text{..... 7)}$$

นอกจากนี้อัตราส่วนโดยโมลยังมีผลต่อขนาดของอนุภาค ตารางที่ 4.1 และ รูปที่ 4.3 ถึง 4.8 ชี้ให้เห็นว่าหากอัตราส่วนโดยโมลเพิ่มขึ้น จะทำให้อนุภาคของสารเกอไทต์มีความกว้างของอนุภาค (W) ลดลง ซึ่งมีผลให้อัตาว่วนระหว่างความยาวกับความกว้างของอนุภาค (L / W) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงความมีรูปร่างเป็นเข็ม (Aspect ratio) มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย สอดคล้องกับการศึกษาของ Mccurrie

5.1.2) จากผลการศึกษาพบว่า อุณหภูมิมีผลต่อชนิดของอนุภาคของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชั่น ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าผลึกของสารแมกนีไทต์ ซึ่งมีรูปร่างเป็นทรงกลมปรากฏในผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น กล่าวคือที่อุณหภูมิในการทำออกซิเดชั่น 45 องศาเซลเซียส พบว่ามีอนุภาคของสารแมกนีไทต์เกิดขึ้นปนอยู่กับอนุภาคของสารเกอไทต์ด้วย แต่ไม่สามารถถูกตรวจพบโดยใช้เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟคชั่น (XRD) ได้เนื่องจากมีปริมาณน้อยกว่า 5% แต่สามารถถูกตรวจพบโดยใช้กล้อง TEM ดังรูปที่ 4.11 เมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้นถึง 60 องศาเซลเซียส พบว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชั่นประกอบด้วยอนุภาคของสารแมกนีไทต์เพียงอย่างเดียว ดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 และเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นต่ำกว่า 30 องศาเซลเซียสลงมา พบว่าผลิตภัณฑ์ ที่เกิดขึ้นประกอบด้วยอนุภาคเกอไทต์เพียงอย่างเดียวดังแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.13 ถึง 4.16 ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาที่ผ่านมา (12)

นอกจากนี้อุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นยังมีผลต่อขนาดของอนุภาคเกอไทต์ที่เกิดขึ้นด้วย กล่าวคือเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นในช่วงตั้งแต่ 10 ถึง 45 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นมีผลทำให้อนุภาคเกอไทต์มีความยาว และ ความกว้างเพิ่มขึ้น ซึ่งดังแสดงในตารางที่ 4.2 และ รูปที่ 4.11 ถึง 4.16 มีผลต่อรูปร่างความเป็นเข็มของอนุภาคเกอไทต์โดยตรง โดยจะเห็นว่า เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่น 30 องศาเซลเซียส จะได้ค่ารูปร่างความเป็นเข็มสูงกว่าอุณหภูมิอื่น นอกจากนี้เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นสูงขึ้นจะมีผลให้เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นลดลง เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดได้ดีที่อุณหภูมิสูง.

5.1.3) จากการศึกษาพบว่า ภายใต้สภาวะที่ทดลองการเปลี่ยนแปลงอัตราการพ่นอากาศไม่มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และ รูปที่ 4.17 ถึง 4.22 ซึ่งกระทำที่อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 3 และ ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นอนุภาคเกอไทต์ทั้งหมด นอกจากนี้อัตราการพ่นอากาศยังไม่มีผลต่อขนาดของอนุภาคเกอไทต์ด้วย โดยสังเกตจากความยาวกับความกว้างของอนุภาคซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน แต่อย่างไรก็ตามการใช้อัตราการพ่นอากาศเพิ่มขึ้นทำให้เวลาที่ใช้ในการทำออกซิเดชั่นจนได้อนุภาคเกอไทต์ลดลง

5.2 วิเคราะห์ผลทดลองของกรรมวิธีทางความร้อน

5.2.1) จากผลการศึกษาในขั้นตอนการกำจัดน้ำ พบว่าอุณหภูมิไม่มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ แต่การใช้อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้อนุภาคเกอไทต์เปลี่ยนแปลงเป็นสารเฮมาไทต์ได้มากยิ่งขึ้น ต้องใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 350 องศาเซลเซียสขึ้นไปจึงสารมารถกำจัดน้ำออกจากอนุภาคเกอไทต์ และ กลายไปเป็นเฮมาไทต์ (α - Fe_2O_3) ได้โดยสมบูรณ์ ตารางที่ 4.4 และ รูปที่4.23 ถึง 4.28 แสดงให้เห็นว่าการใช้เวลาเผากำจัดน้ำ 30 นาที

5.2.2) ในขั้นตอนการทำรีดักชั่น พบว่าภายใต้อัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจน 0.5 ลิตรต่อนาที ในเวลา 5 นาที อุณหภูมิมีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ อุณหภูมิ 325 องศาเซลเซียสสารเฮมาไทต์เหลืออยู่ดังตารางที่ 4.5 อุณหภูมิที่เหมาะที่สุดคือ 350 องศาเซลเซียส ซึ่งเฮมาไทต์ถูกลดออกซิเจนเป็นแมกนีไทต์หมดซึ่งยืนยันโดยผลวิเคราะห์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ดังรูปที่ 4.30 แต่ถ้าอุณหภูมิสูงขึ้นอีกเป็น 375 องศาเซลเซียส จะพบสารแมกนีไทต์ปนกับสารวูสไทต์ (FeO) ดังรูปที่ 4.31 เนื่องจากสารแมกนีไทต์บางส่วนได้ถูกรีดิวซ์จนกลายเป็นวูสไทต์ ตามปฏิกิริยา

$$Fe_3O_4 + H_2 \rightarrow 3FeO + H_2O \quad \text{..... 8)}$$

และถ้าใช้อุณหภูมิในการทำรีดักชั่นสูงขึ้นอีกเป็น 400 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีเหล็กเกิดขึ้น ดังรูปที่ 4.32 โดยที่เหล็กเกิดขึ้นมาจากอนุภาควูสไทต์บางส่วนได้ถูกรีดิวซ์ไปตามปฏิกิริยา

$$FeO + H_2 \rightarrow Fe + H_2O \quad \text{..... 9)}$$

โดยถ้าเพิ่มอุณหภูมิในการทำรีดักชั่นขึ้นไปอีก ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นก็จะมีอนุภาคเหล็กเพิ่มมากขึ้นจนกระทั่งประกอบไปด้วยอนุภาคเหล็กเพียงอย่างเดียว.

5.2.3) จากผลการศึกษาในขั้นตอนการทำออกซิเดชั่นพบว่าอุณหภูมิไม่มีผลต่อชนิดของอนุภาคที่ได้ภายใต้อัตราการไหลของอากาศ (ลิตรต่อนาที ในเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส) พบว่าอนุภาคแมกนีไทต์ยังเปลี่ยนแปลงเป็นอนุภาคแมกฮีไมต์ไม่หมด ดังแสดงในตารางที่ 4.6 ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 250 องศาเซลเซียส อนุภาคแมกนีไมต์จึงถูกออกซิไดซีเป็นอนุภาคแมกฮีไมต์ได้หมด ดังรูปที่ 4.34, 4.35 และ 4.36

5.2.4) จากผลการศึกษาลักษณะ และ คุณสมบัติต่าง ๆ ของอนุภาคแมกฮีไมต์ที่นำเข้ามาจากต่างประเทศกับอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นจากการศึกษาในครั้งนี้พบว่าเป็นชนิดเดียวกัน ดังรูปที่ 4.41 และ 4.42 นอกจากนี้กรรมวิธีทางความร้อนที่กระทำเพื่อเปลี่ยนอนุภาคเกอไทต์เป็นอนุภาคแมกฮีไมต์นั้นมีผลให้ความยาว และ ความกว้างของอนุภาคที่ได้เปลี่ยนไป กล่าวคืออนุภาคที่ได้มีความยาวลดลงจากเดิม 0.264 ไมครอน เป็น 0.248 ไมครอน แต่มีความกว้างของอนุภาคเพิ่มขึ้นจากเดิม 0.036 ไมครอนเป็น 0.045 ไมครอน กรรมวิธีทางความร้อนจึงมีผลค่อรูปร่างความเป็นเข็มของผลิตภัณฑ์ที่ได้ โดยทำให้อนุภาคสูญเสียรูปร่างที่เป็นเข็มไป เนื่องจากอัตราส่วนระหว่างความยาวกับความกว้างของอนุภาคลดลงจากเดิม 7.33 เหลือ 5.51ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.37 ถึง 4.40 จากการเปรียบเทียบลักษณะของอนุภาคแม่เหล็กพบว่าอนุภาคแม่เห็กที่นำเข้ามาจากต่างประเทศมีความยาว และ รูปร่างที่เป็นเข็มของอนุภาคมากกว่าอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นเพียงเล็กน้อย อย่างไรก็ตามอนุภาคแม่เหล็กที่สังเคราะห์ขึ้นนี้ ถือได้ว่ามีลักษณะ และ คุณสมบัติทางแม่เหล็กใกล้เคียงกับอนุภาคที่นำเข้ามาจากต่างประเทศ แต่ยังไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานของโรงงานที่นำเข้ามาใช้ทำเทปบันทึกข้อมูลเฉพาะคุณสมบัติทางด้านแม่เหล็ก อัตราส่วนระหว่าง M_r กับ M_s ซึ่งต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานเล็กน้อย ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.7 ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการที่อนุภาคแม่เหล็กนั้นค่อนข้างที่จะเกาะกลุ่มรวมกัน (13) สืบเนื่องมาจากผลของความร้อนที่ทำให้อนุภาคแม่เหล็กเยิ้มติดกันมากขึ้น (sintering)ในกรรมวิธีทางความร้อนเพื่อเปลี่ยนแปลงชนิดของอนุภาคให้กลายมาเป็นอนุภาคแมกฮีไมต์ตามลำดับ.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย