

### บทที่ 3

#### กรรมวิธีในการดำเนินการวิจัย

##### 3.1 กรรมวิธีในการทดลอง

###### 3.1.1) กรรมวิธีทางเคมี

เตรียมสารละลายเฟอร์ริสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0.375, 0.5 และ 1 โมลต่อลิตร และ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 และ 3 โมลต่อลิตร หลังจากนั้นนำสารละลายเฟอร์ริสซัลเฟต และ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ มาผสมรวมกันในปริมาณอย่างละ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยให้มีอัตราส่วนโดยโมล ( Molar Ratio ) ระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายเฟอร์ริสซัลเฟต อยู่ระหว่าง 2 ถึง 8 เพื่อที่จะศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารละลายเฟอร์ริสซัลเฟต และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมต่อชนิดและขนาดอนุภาคของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นในการออกซิไดส์สารละลายผสมดังกล่าวด้วยอากาศ โดยใช้อัตราการพ่นอากาศระหว่าง 0.1 ถึง 1.0 ลิตรต่อนาที และที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 10 ถึง 60 องศาเซลเซียส เพื่อที่จะศึกษาอิทธิพลของอัตราการพ่นอากาศ และ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันต่อชนิด, รูปร่าง และ ขนาดอนุภาคของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นหลังจากปฏิกิริยาลิ้นสุดลงแล้วโดยสังเกตจากสีของตะกอนว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลง หลังจากนั้นนำสารที่เกิดขึ้นมาทำความสะอาดโดยล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วนำมากรองเพื่อแยกสารที่ต้องการออกมา หลังจากนั้นนำสารดังกล่าวไปอบให้แห้งในเตาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที แล้วนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกชัน (XRD) และ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ TEM

###### 3.1.2) กรรมวิธีทางความร้อน

นำอนุภาคสารเกอไทต์ที่เตรียมได้จากกรรมวิธีทางเคมีมาใส่ลงในบัตจำนวน 1.5 กรัม หลังจากนั้นนำไปใส่ไว้ในเตาท่อ (Tube Furnace) เพื่อที่จะผ่านขั้นตอนต่าง ๆ ในกรรมวิธีทางความร้อนซึ่งประกอบด้วย 3 ขั้นตอนดังต่อไปนี้.

###### ก) การกำจัดน้ำ

โดยนำสารมาใส่ไว้ในเตาท่อที่มีอุณหภูมิระหว่าง 200 ถึง 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน หลังจากนั้นนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกชัน (XRD)

ข) การทำรีดักชัน

นำสารเฮมาไทต์ที่ได้จากขั้นตอนการกำจัดน้ำมาลดออกซิเจนด้วยก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิระหว่าง 325 ถึง 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกชัน (XRD)

ค) การทำออกซิเดชัน

นำสารแมกนีไทต์ที่ได้จากขั้นตอนการทำรีดักชัน มาเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิระหว่าง 200 ถึง 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที หลังจากนั้นนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกชัน (XRD)

### 3.2 รายละเอียดของแต่ละขั้นตอนในการทำการทดลอง

#### 3.2.1) การตกตะกอน และ การทำออกซิเดชัน (Precipitation and Oxidation)

นำสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตมาผสมรวมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ กัน หลังจากนั้นจึงพ่นด้วยอากาศที่อัตราการพ่นอากาศ และที่อุณหภูมิของสารละลายต่างๆ จนกระทั่งได้ตะกอนสีเหลืองกรองสารที่ได้แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกชัน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ TEM ตัวแปรที่ศึกษามีดังต่อไปนี้.

3.2.1.1) อัตราส่วนโดยมวล (R) ระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต ( $\text{FeSO}_4$ ) ที่ศึกษามี 4 ค่า คือ

ก) ค่า R เท่ากับ 2

โดยเตรียมจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ในปริมาณเท่ากัน

ข) ค่า R เท่ากับ 3

โดยเตรียมจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร ผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ในปริมาณเท่ากัน

ค) ค่า R เท่ากับ 6

โดยเตรียมจากสารละลายไฮเดรียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร ผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในปริมาณเท่ากัน

ง) ค่า R เท่ากับ 8

โดยเตรียมจากสารละลายไฮเดรียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร ผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0.375 โมลต่อลิตร ในปริมาณเท่ากัน

3.2.1.2) อุณหภูมิของสารละลายผสมที่ศึกษามี 4 ค่า คือ

- ก) อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส
- ข) อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิห้อง)
- ค) อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส
- ง) อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

3.2.1.3) อัตราการพ่นอากาศ (Oxidation rate) ที่ศึกษามี 3 ค่า คือ

- a) อัตราการพ่นอากาศ 0.1 ลิตร ต่อ นาที
- b) อัตราการพ่นอากาศ 0.5 ลิตร ต่อ นาที
- c) อัตราการพ่นอากาศ 1.0 ลิตร ต่อ นาที

3.2.2) การกำจัดน้ำ

นำสารเกอไทต์ที่ได้จากกรรมวิธีทางเคมีมากำจัดน้ำที่อุณหภูมิต่างๆ ในเตาท่อภายใต้บรรยากาศเปของก๊าซไนโตรเจน โดยในขั้นตอนนี้ จะใช้เวลาในการกำจัดน้ำ 30 นาที ที่อัตราการไหลก๊าซไนโตรเจน เท่ากับ 1 ลิตร ต่อ นาที ตัวแปรที่ศึกษาคือ อุณหภูมิ ซึ่งได้แก่

- ก) อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
- ข) อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส
- ค) อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
- ง) อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส
- จ) อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

### 3.2.3) การทำรีดักชัน

นำสารเฮมาไทต์ที่ได้จากขั้นตอนการกำจัดน้ำมาเผาในบรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจนที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เวลา 5 นาที ที่อัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจน เท่ากับ 0.5 ลิตร ต่อนาที ตัวแปรที่ศึกษาคือ อุณหภูมิ ซึ่งได้แก่

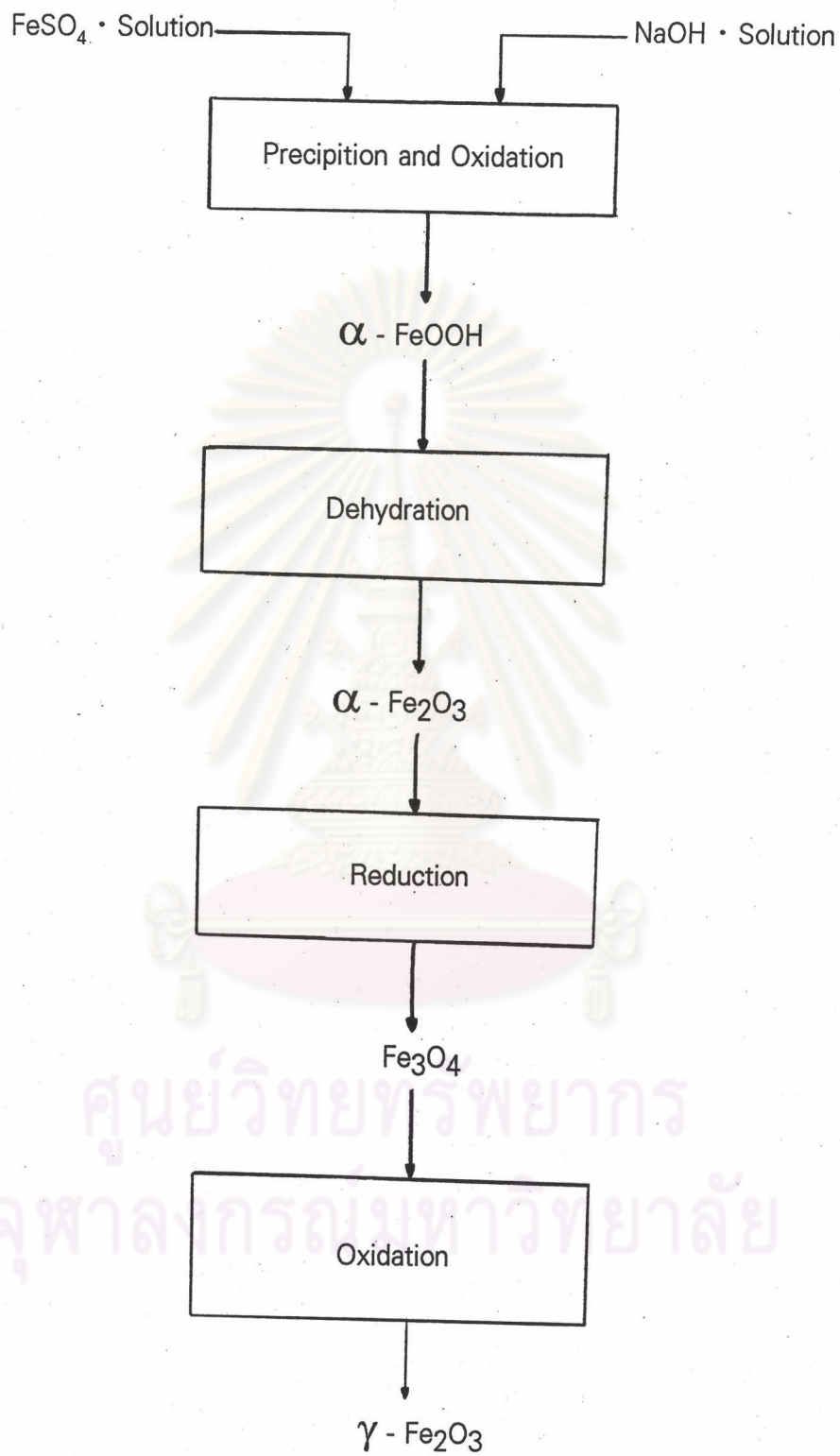
- ก) อุณหภูมิ 325 องศาเซลเซียส
- ข) อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส
- ค) อุณหภูมิ 375 องศาเซลเซียส
- ง) อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

### 3.2.4) การทำออกซิเดชัน

นำสารแมกนีไทต์ที่ได้จากขั้นตอนรีดักชันมาเผาในอากาศที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เวลา 60 นาที ที่อัตราการไหลของอากาศ เท่ากับ 1 ลิตร ต่อนาที ตัวแปรที่ศึกษาคือ อุณหภูมิ ซึ่งได้แก่

- ก) อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
- ข) อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส
- ค) อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
- ง) อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนในการทดลอง