

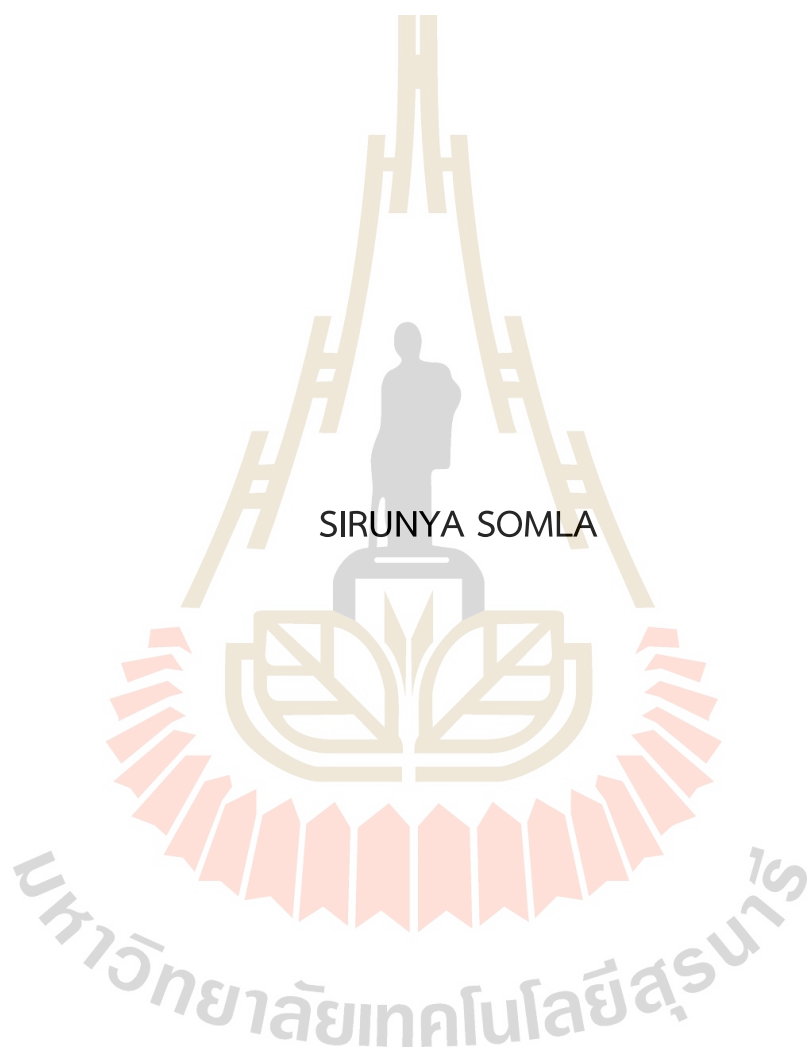
การสังเคราะห์อนุภาคนาโนสีกะสีกออกไซด์นาโนโดยใช้สีกะสีกออกไซด์
ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า



นางสาวสิริญญา สมลา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2568

SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLE USING ZINC OXIDE
RECYCLED FROM ELECTRIC ARC FURNACE DUST



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Materials Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2025

การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยใช้สังกะสีออกไซด์
ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(ผศ. ดร.ฐานันท์ พชรวิชัย)

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร.สงบ คำค้อ)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(ผศ. ดร.ปัญญา บัวอมบุรา)

กรรมการ

(ดร.ธีรวิทย์ ตันนุกิจ)

กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์)

รักษาการแทนรองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและ
ประกันคุณภาพ

(รองศาสตราจารย์ ดร.พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

SIRUNYA SOMLA: SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLE USING ZINC
OXIDE RECYCLED FROM ELECTRIC ARC FURNACE DUST

THESIS ADVISOR: ASST. PROF, SAKHOB KHUMKOA, PhD., 182 PP.

Keyword: ZnO Nanoparticles (ZnO NPs)/Electric Arc Furnace Dust (EAFD)/
Hydrothermal Synthesis/ Antibacterial Activity/UV Absorption

This study investigates the synthesis of zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) using zinc oxide recycled from electric arc furnace dust (EAFD). The process consisted of two stages: selective acid leaching for precursor purification, followed by hydrothermal synthesis. In the leaching stage, the effects of various parameters on zinc leaching efficiency and impurity contamination were examined. For leaching process, the optimal conditions were 2 M sulfuric acid, a solid-to-liquid ratio of 150 g/L, room temperature, and a leaching time of 15 minutes, yielding a zinc recovery efficiency exceeding 90%. For the hydrothermal stage, the effects of initial solution pH, temperature, reaction time, and NaOH concentration on ZnO NPs formation were systematically investigated. The results indicated that an initial pH of 11–12 was favorable for the formation of a pure ZnO phase. The optimal conditions for the synthesis of zinc oxide nanorods were achieved at a reaction temperature of 200°C for 1 h using a sodium hydroxide solution with a concentration of 2 M, whereas the synthesis of zinc oxide nanoplates was favored under the same temperature and synthesis time but with a higher sodium hydroxide concentration of 6 M. XRD analysis confirmed a highly crystalline hexagonal wurtzite structure. By adjusting the synthesis conditions, diverse particle morphologies were achieved, including hexagonal prisms, nanorods, and nanoplates. The synthesized zinc oxide nanoparticles exhibited particle sizes ranging from approximately 27 to 550 nm, depending on the synthesis conditions employed. UV-Visible spectroscopy showed strong UV absorption at 370–380 nm. Antibacterial testing against *S. aureus* and *E. coli* demonstrated that the synthesized ZnO NPs exhibited superior antibacterial activity compared to the

ZnO recycled material. These findings confirm that the hydrothermal process can be effectively employed to synthesize ZnO NPs from EAFD-derived zinc oxide.



School of Metallurgical Engineering

Academic Year 2025

Student's Signature *Siranya Somla*

Advisor's Signature *S. Khunkoa*

สิริัญญา สมลา: การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยใช้สังกะสีออกไซด์
ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า (SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLE
USING ZINC OXIDE RECYCLED FROM ELECTRIC ARC FURNACE DUST)

อาจารย์ที่ปรึกษา: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สงบ คำค้อ , 182 หน้า.

คำสำคัญ : อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน/ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า/กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล/
สมบัติต้านแบคทีเรีย/สมบัติการดูดกลืนแสงยูวี

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยใช้สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า มีขั้นตอนประกอบด้วยกระบวนการชะละลายสังกะสีออกไซด์และกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล สำหรับกระบวนการชะละลายได้ทำการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายสังกะสี และปริมาณของสารมลทินที่ปนเปื้อนในสารละลาย ผลจากการทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาการชะละลาย 15 นาที โดยสภาวะดังกล่าวให้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ สำหรับกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลได้ทำการศึกษาค่า pH ของสารละลายตั้งต้น อุณหภูมิ ระยะเวลาในการสังเคราะห์ และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ผลจากการทดลองพบว่าค่า pH ของสารละลายตั้งต้นในช่วง 11-12 เหมาะสมต่อการเกิดเฟสสังกะสีออกไซด์บริสุทธิ์ โดยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างรูปแบบแท่งนาโนคือการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ขณะที่การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างรูปแบบแผ่นนาโนให้ผลเหมาะสมภายใต้สภาวะเดียวกัน แต่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 6 โมลาร์ นอกจากนั้นผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ได้ยืนยันโครงสร้างผลึกของเฟสสังกะสีออกไซด์เป็นแบบ Hexagonal Wurtzite ที่มีความเป็นผลึกสูง การปรับสภาวะการสังเคราะห์สามารถกำหนดสัณฐานวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนได้หลากหลายรูปแบบ (ทรงปริซึมหกเหลี่ยม แท่งนาโน และแผ่นนาโน) โดยอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 27-550 นาโนเมตร ขึ้นอยู่กับสภาวะการสังเคราะห์ ขณะที่การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Visible แสดงให้เห็นว่า อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้สามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต ขนาดความยาวคลื่น 370-380 นาโนเมตร เมื่อนำอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* พบว่าสามารถต้านเชื้อแบคทีเรีย

ได้ดีกว่าสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น ซึ่งผลการวิจัยได้สะท้อนให้เห็นว่ากระบวนการไฮโดรเทอร์มอลสามารถถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ



สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ
ปีการศึกษา 2568

ลายมือชื่อนักศึกษา *จิรัชญา อัมมา*
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา *สงบ คำต่อ*

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี โดยได้รับความช่วยเหลืออย่างยิ่ง ทั้งด้านวิชาการ และด้านการดำเนินงานวิจัย จากหน่วยงาน และบุคคลต่าง ๆ ในโอกาสที่ผู้วิจัยขอขอบคุณหน่วยงาน และบุคคลต่าง ๆ ได้แก่

ขอขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สงบ คำค้อ ผู้ให้คำแนะนำ ข้อเสนอแนะ และความเอาใจใส่ในการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนสนับสนุนผู้วิจัยด้วยความเมตตา และกรุณาทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ฐาปณีย์ พัทธวิชัย ที่ให้คำแนะนำและกำลังใจ อย่างต่อเนื่องตลอดระยะเวลาการศึกษา อาจารย์มิได้เพียงถ่ายทอดความรู้ทางวิชาการเท่านั้น แต่ยังคอยสนับสนุนให้ผู้วิจัยได้พัฒนาศักยภาพของตนเองผ่านกิจกรรมและประสบการณ์ต่าง ๆ ที่อาจารย์ได้มอบหมายและชี้แนะด้วยความเอาใจใส่

ขอขอบคุณอาจารย์ ดร.ทนต์ศักดิ์ ยืนนคร ที่กรุณาให้คำปรึกษาด้านวิชาการ และให้คำแนะนำ เกี่ยวกับการจัดทำต้นฉบับสำหรับการตีพิมพ์ ซึ่งมีส่วนสำคัญอย่างยิ่งในการพัฒนาคุณภาพ ของงานวิจัยฉบับนี้

ขอขอบคุณคุณเอมอร ก่อเกียรติสกุล ที่คอยให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาในการดำเนินงาน เกี่ยวกับเอกสารต่าง ๆ จนทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือ และผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่าน ที่ให้การสนับสนุนด้านสถานที่ เครื่องมือ อุปกรณ์ รวมถึงการอำนวยความสะดวกต่าง ๆ ตลอดการทำการวิจัย

ขอขอบคุณเพื่อนร่วมวิจัย เพื่อนร่วมรุ่น และผู้ร่วมงานทุกคน สำหรับการช่วยเหลือ แรงสนับสนุนทางใจ และมิตรภาพที่ดีตลอดระยะเวลาที่ผู้วิจัยศึกษาอยู่ในหลักสูตรนี้

ท้ายที่สุดขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่เป็นกำลังใจสำคัญ และสนับสนุนผู้วิจัยด้วยความรัก ความเข้าใจ และความเชื่อมั่นในทุกช่วงเวลา

สิริัญญา สมลา

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่	

1	บทนำ	1
1.1	ความสำคัญและที่มาของปัญหาวิจัย	1
1.2	วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
1.3	ขอบเขตของการศึกษา	5
1.4	ประโยชน์ที่ได้รับ	5
2	ปรัทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
2.1	เตาอาร์กไฟฟ้าและฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า.....	7
2.1.1	ขั้นตอนการผลิตเหล็กกล้าด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า	8
2.1.2	ลักษณะและองค์ประกอบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า	10
2.1.3	ผลกระทบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าและการจัดการของเสีย จากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า.....	14
2.2	เทคโนโลยีรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า.....	16
2.2.1	กระบวนการโลหวิทยาทางความร้อน (Pyrometallurgy)	16
2.2.2	กระบวนการโลหวิทยาสารละลาย (Hydrometallurgy)	18
2.2.3	เทคโนโลยีการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าในประเทศไทย	19
2.3	สมบัติทั่วไปและการใช้งานสังกะสีออกไซด์	20
2.3.1	ลักษณะและสมบัติของสังกะสีออกไซด์.....	20
2.3.2	การประยุกต์ใช้สังกะสีออกไซด์.....	21

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.2.3	ความสำคัญของสังกะสีออกไซด์ในด้านอุตสาหกรรมและเศรษฐกิจ	23
2.4	อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	25
2.4.1	ลักษณะและสมบัติเด่นของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	25
2.4.2	ประเภทของมิติและรูปร่างของวัสดุนาโน	26
2.4.3	การประยุกต์ใช้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	28
2.5	วิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	31
2.5.1	กระบวนการโซล-เจล	32
2.5.2	กระบวนการตกตะกอน	34
2.5.3	การตกตะกอนด้วยไอสารเคมี	35
2.5.4	กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล	37
2.6	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	40
2.6.1	การชะละลายสังกะสีออกไซด์	40
2.6.2	การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล	45
3	วิธีดำเนินงานวิจัย	55
3.1	วัตถุดิบและสารเคมี	55
3.1.1	วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง	55
3.1.2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	56
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง	58
3.2.1	เครื่องชั่งมวล	58
3.2.2	เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน	58
3.2.3	ชุดกรองสารละลาย	59
3.2.4	เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง และตัววัดอุณหภูมิ	60
3.2.5	เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล	61
3.2.6	อุปกรณ์สำหรับความปลอดภัยต่าง ๆ	62
3.3	เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง	63
3.3.1	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	63

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.2	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	64
3.3.3	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ชนิดฟิลิมิสชั้นและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	65
3.3.4	เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยอาศัยหลักการคายแสงของธาตุจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา.....	67
3.3.5	เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์	68
3.3.6	เครื่องวัดการดูดกลืนแสง.....	69
3.3.7	ชุดอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรีย	70
3.4	ขั้นตอนการวิจัย.....	71
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล	78
4.1	ผลการวิเคราะห์หัตถุติบตั้งต้น.....	78
4.2	ผลการศึกษาการชะละลายสังกะสีออกไซด์	81
4.2.1	ผลการศึกษาอิทธิพลของชนิดและความเข้มข้นกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี	81
4.2.2	ผลการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี.....	85
4.2.3	ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี	86
4.2.4	ผลการศึกษาอิทธิพลของเวลาต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี	87
4.3	ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล	89
4.3.1	อิทธิพลของค่า pH ของสารตั้งต้นต่อความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	92
4.3.2	อิทธิพลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	95
4.3.3	อิทธิพลของเวลาต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	99

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.3.4	อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน.....	103
4.4	ผลการเปรียบเทียบสมบัติของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นและอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้.....	107
4.4.1	การเปรียบเทียบขนาดและรูปร่าง.....	107
4.4.2	ผลการทดสอบสมบัติด้านเชื้อแบคทีเรีย.....	110
4.4.3	ผลการทดสอบสมบัติทางแสง.....	112
5	บทสรุป.....	114
	รายการอ้างอิง	118
	ภาคผนวก	
	ภาคผนวก ก ข้อมูลผลการทดลองเพิ่มเติม.....	127
	ภาคผนวก ข การคำนวณที่เกี่ยวข้อง.....	137
	ภาคผนวก ค ผลงานบทความวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่.....	139
	ประวัติผู้เขียน	182

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	ส่วนผสมทางเคมีของฝุ่นอาร์กเตาไฟฟ้ากลุ่มต่าง ๆ.....12
2.2	สารประกอบของธาตุต่าง ๆ ที่สามารถพบได้ในฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า.....13
2.3	การเปรียบเทียบกระบวนการโลหวิทยาทางความร้อนสำหรับการรีไซเคิล ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า17
2.4	สมบัติทั่วไปของสังกะสีออกไซด์21
2.5	ข้อดีและข้อจำกัดของกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยกระบวนการเชิงเคมี39
2.6	สภาวะการทดลองชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยสารละลายชนิดกรด.....45
2.7	ภาพถ่ายและขนาดของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่สภาวะต่าง ๆ.....47
2.8	สภาวะการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล49
2.9	ค่าเฉลี่ย ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน และค่าต่ำสุด – ค่าสูงสุดของขนาดอนุภาค สังกะสีออกไซด์52
2.10	ตารางสรุปผลการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล53
4.1	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัตถุดิบตั้งต้น ด้วยเทคนิค ICP-OES81
4.2	ผลวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายหลังจากชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิห้องและเวลาในการชะละลาย 15 นาที ด้วยเทคนิค ICP-OES.....89
4.3	สภาวะการทดลองสำหรับสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน.....91
4.4	ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT05-HT07 วัดขนาดอนุภาค ด้วยโปรแกรม ImageJ.....98
4.5	ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT08-HT12 วัดขนาดอนุภาค ด้วยโปรแกรม ImageJ.....103

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.6	ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT13-HT16 วัดขนาดอนุภาค ด้วยโปรแกรม ImageJ.....107
4.7	ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT17 วัดขนาดอนุภาค ด้วยโปรแกรม ImageJ.....107
4.8	รูปร่างและขนาดของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับ อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล108



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 องค์ประกอบของเตาอาร์กไฟฟ้า	8
2.2 กระบวนการผลิตเหล็กด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า	10
2.3 ตัวอย่างลักษณะทางกายภาพของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า	11
2.4 การกระจายตัวขนาดอนุภาคของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า	11
2.5 ภาพรวมเทคโนโลยีการใช้เชื้อเพลิงเตาอาร์กไฟฟ้า.....	15
2.6 ลักษณะของผงสังกะสีออกไซด์.....	20
2.7 สัดส่วนการใช้งานสังกะสีออกไซด์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ทั่วโลก ปี ค.ศ. 2024	21
2.8 มูลค่าตลาดสังกะสีออกไซด์ของโลกจำแนกตามประเภทผลิตภัณฑ์ ระหว่างปี ค.ศ. 2024–2034.....	24
2.9 การจำแนกประเภทของมิติและรูปร่างของวัสดุนาโน.....	27
2.10 ขนาดของอนุภาคนาโนแต่ละมิติในแกน x, y และ z	27
2.11 แผนผังแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	31
2.12 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยกระบวนการโซล-เจล.....	33
2.13 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยกระบวนการตกตะกอน.....	34
2.14 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยกระบวนการตกตะกอนด้วยไอสารเคมี.....	36
2.15 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล.....	38
2.16 ประสิทธิภาพการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าของสภาวะการทดลองต่าง ๆ.....	42
2.17 ร้อยละการสกัดสังกะสี เมื่อสกัดด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่างกัน และที่อุณหภูมิต่างกัน	43
2.18 ร้อยละการสกัดสังกะสีด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่ระยะเวลาต่าง ๆ	43
2.19 ร้อยละการสกัดโลหะด้วยกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 0.125-0.5 โมลาร์	44

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.20	แผนผังแสดงการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล46
2.21	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ47
2.22	แผนผังแสดงการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล 49
2.23	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ50
2.24	ภาพจากกล้องจุลทรรศน์ TEM ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ51
3.1	ตัวอย่างลักษณะสังกะสีออกไซด์ที่จากการกระบวนการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า55
3.2	ตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการชะละลาย.....56
3.3	โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้น.....57
3.4	เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง58
3.5	เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน.....59
3.6	ชุดกรองสารละลาย.....60
3.7	เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง และตัววัดอุณหภูมิ.....61
3.8	เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล.....62
3.9	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....64
3.10	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์.....65
3.11	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ชนิดฟิสิกส์และ การวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์66
3.12	เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยอาศัยหลักการคายแสงของธาตุจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา.....68
3.13	เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์69
3.14	เครื่องวัดการดูดกลืนแสง70
3.15	แผนภาพขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย72

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1	ลักษณะทางกายภาพของวัตถุดิบตั้งต้น 78
4.2	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของวัตถุดิบตั้งต้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์..... 79
4.3	ภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวของวัตถุดิบตั้งต้นที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายต่าง 80
4.4	ผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของวัตถุดิบตั้งต้นโดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์การกระเจิงของแสงเลเซอร์ 80
4.5	ผลของชนิดและความเข้มข้นของกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี 83
4.6	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนเหลือค้ำภายหลังการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดชนิดต่าง ๆ..... 84
4.7	ผลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง และเวลาการชะละลาย 60 นาที 86
4.8	ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร และเวลาการชะละลาย 60 นาที 87
4.9	ผลของเวลาต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ ด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร และที่อุณหภูมิห้อง 88
4.10	เปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของสังกะสีแต่ละค่า pH ก่อนเข้ากระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและลักษณะของสารตั้งต้นเมื่อปรับค่า pH 7-12 90
4.11	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตะกอนหลังทำไฮโดรเทอร์มอลของตัวอย่าง HT01-HT04..... 94
4.12	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตะกอนหลังทำไฮโดรเทอร์มอล HT01-HT04..... 95

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.13	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลของตัวอย่าง HT05-HT07 97
4.14	ภาพถ่ายจากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างกัน 98
4.15	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา ต่างกันของตัวอย่าง HT08-HT12..... 100
4.16	ภาพถ่ายจากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชันของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างกัน 102
4.17	ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ความเข้มข้น ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างกันของตัวอย่าง HT13-HT17 104
4.18	ภาพถ่ายจากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชันของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอลที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างกัน 106
4.19	ภาพการทดสอบสมบัติด้านเชื้อแบคทีเรียของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัสดุติดตั้งต้น อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบแท่งนาโนและแผ่นนาโนต่อเชื้อแบคทีเรีย ชนิด <i>S. aureus</i> และ <i>E. coli</i> โดยเปรียบเทียบขนาดบริเวณยับยั้งการเจริญ ที่เกิดขึ้นรอบตัวอย่าง 111
4.20	กราฟแสดงการเปรียบเทียบขนาดบริเวณยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย ชนิด <i>S. aureus</i> และ <i>E. coli</i> ระหว่างสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัสดุติดตั้งต้นกับ อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบแท่งนาโนและแผ่นนาโน 112

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.21	
สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น	
อนุภาคนิกเกิลออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบแท่งนาโนและแผ่นนาโน	
ในช่วงความยาวคลื่น 200–800 nm.....	113



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

กระบวนการผลิตเหล็กโดยใช้เตาอาร์กไฟฟ้า (Electric Arc Furnace: EAF) เป็นเทคโนโลยีที่มีความสามารถโดดเด่นในการควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของโลหะหลอมเหลวได้อย่างแม่นยำ ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการผลิตเหล็กที่มีคุณภาพสูงและสามารถปรับแต่งคุณสมบัติเฉพาะให้เหมาะสมกับการใช้งานในแต่ละประเภทได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้เตาอาร์กไฟฟ้ายังมีข้อได้เปรียบด้านความยั่งยืนของทรัพยากร เนื่องจากสามารถใช้เศษเหล็กเป็นวัตถุดิบหลักในการผลิตได้เกือบทั้งหมด ส่งผลให้เกิดการใช้ทรัพยากรอย่างคุ้มค่าลดการพึ่งพาวัตถุดิบจากธรรมชาติ และสนับสนุนแนวคิดเศรษฐกิจหมุนเวียน ซึ่งเป็นแนวทางที่ได้รับความสนใจในระดับโลก (National Academies of Sciences et al., 2023) อย่างไรก็ตาม ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า (Electric Arc Furnace Dust: EAFD) ซึ่งเกิดจากกระบวนการหลอมจำเป็นต้องได้รับการบำบัด ทั้งนี้ ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้านี้ถูกจัดเป็นกากของเสียอันตราย เนื่องจากมีการปนเปื้อนของโลหะหนักหลายชนิดเป็นองค์ประกอบ เช่น เหล็ก (Fe) ตะกั่ว (Pb) แคดเมียม (Cd) และสังกะสี (Zn) (Zabett & Lu, 2025) โดยที่ฝุ่นเตาหลอมจะมีปริมาณของสังกะสีเป็นองค์ประกอบในปริมาณที่สูง การนำสังกะสีกลับมาใช้ใหม่จึงเป็นประเด็นที่น่าสนใจด้านสิ่งแวดล้อมและโอกาสทางเศรษฐศาสตร์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเปลี่ยนฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่เป็นของเสียให้กลายเป็นทรัพยากรที่มีมูลค่า เช่น การรีไซเคิลเป็นสารประกอบสังกะสีออกไซด์ (Zinc Oxide: ZnO) หรือผลิตภัณฑ์อื่น ๆ ที่มีมูลค่า

สำหรับการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้านั้น โดยทั่วไปจะดำเนินการในเตาเผาแบบหมุน (Rotary Kiln) โดยจะให้ความร้อนสูงถึงประมาณ 950°C ภายใต้สภาวะที่มีสารรีดิวซ์ เช่น คาร์บอนหรือถ่านโค้ก ซึ่งถ่านโค้กจะส่งเสริมให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบสังกะสีออกไซด์ให้สูงขึ้น โดยสังกะสีจะถูกรีดิวซ์และเกิดการระเหยกลายเป็นไอ (สังกะสีมีจุดเดือดต่ำที่ประมาณ 907°C) ไอของสังกะสีที่เกิดขึ้นจะถูกพัดพาออกจากโซนปฏิกิริยาและเมื่อสัมผัสกับออกซิเจนในบรรยากาศภายนอกเตาหลอมจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้เกิดการก่อตัวของสังกะสีออกไซด์สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการนี้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ในหลากหลายอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมเซรามิก ยาง สี และเครื่องสำอาง เป็นต้น ทั้งนี้เนื่องจากสังกะสีออกไซด์มีสมบัติที่โดดเด่น เช่น มีความปลอดภัย ราคาถูก และสามารถผลิตได้ง่าย (Raha & Ahmaruzzaman, 2022)

อย่างไรก็ตาม เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งานสัณฐานสังกะสีออกไซด์ในด้านต่าง ๆ จึงมีการพัฒนาการสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ให้อยู่ในรูปแบบอนุภาคนาโน (Zinc Oxide Nanoparticles: ZnO NPs) ซึ่งมีขนาดอยู่ในช่วงนาโนเมตร (1-100 นาโนเมตร) โดยอนุภาคนาโนเหล่านี้มีสมบัติทางกายภาพ เคมี และชีวภาพที่เหนือกว่าสังกะสีออกไซด์ในรูปแบบทั่วไปอย่างมีนัยสำคัญ ขนาดอนุภาคที่เล็กมากส่งผลให้มีอัตราส่วนพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่ช่วยเพิ่มความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาเคมี และมีลักษณะเฉพาะตัวของวัสดุในระดับนาโนที่โดดเด่น ในขณะเดียวกันอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนยังได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางทั้งทางด้านวิทยาศาสตร์ และอุตสาหกรรม เนื่องจากสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลากหลายสาขาโดยเฉพาะในด้านอิเล็กทรอนิกส์ และออปโตอิเล็กทรอนิกส์ (Optoelectronics) ด้านสิ่งแวดล้อม และด้านการเกษตร ในด้านอิเล็กทรอนิกส์ และออปโตอิเล็กทรอนิกส์ อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนมีแถบช่องว่างพลังงาน (Band Gap) ประมาณ 3.37 eV (Dey et al., 2025) ซึ่งส่งผลให้วัสดุนี้ตอบสนองต่อแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) ได้ดี จึงเหมาะสำหรับการใช้งานในอุปกรณ์ตรวจจับรังสียูวี (UV photodetectors) หรือไดโอดเปล่งแสง (Light Emitting Diodes: LEDs) เป็นต้น ในด้านสิ่งแวดล้อม อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแสดงคุณสมบัติการเร่งปฏิกิริยาแสง (Photocatalytic Activity) ที่โดดเด่นซึ่งสามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ปนเปื้อนในน้ำเสียได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสามารถทำงานได้ทั้งภายใต้แสงธรรมชาติ และแสง UV ทำให้เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำที่ยั่งยืน (Raha & Ahmaruzzaman, 2022) ในด้านการเกษตร อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนมีบทบาทสำคัญในการเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซึมสังกะสีของพืช โดยสังกะสีเป็นธาตุอาหารรองที่มีความจำเป็นต่อกระบวนการเจริญเติบโต และการทำงานของเอนไซม์ต่าง ๆ ในพืช นอกจากนี้ อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนยังแสดงสมบัติด้านจุลชีพสามารถยับยั้งการเจริญของจุลชีพก่อโรคได้ เช่น เชื้อราและแบคทีเรีย ส่งผลให้มีศักยภาพในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นองค์ประกอบของปุ๋ยนาโน และสารป้องกันพืชได้ (Gandhi & Koche, 2024) ดังนั้นการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าไม่เพียงแต่ช่วยเพิ่มมูลค่าให้กับของเสียอุตสาหกรรม แต่ยังเป็นแนวทางที่ส่งเสริมการใช้ทรัพยากรอย่างยั่งยืน และสนับสนุนแนวคิดเศรษฐกิจหมุนเวียน ซึ่งเป็นเป้าหมายสำคัญของการพัฒนาอุตสาหกรรมในยุคปัจจุบัน

อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนสามารถถูกสังเคราะห์ได้ด้วยหลายกระบวนการ เช่น กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel) กระบวนการตกตะกอน (Precipitation) และการระเหยด้วยความร้อน (Thermal Evaporation) (Chand et al., 2012) โดยแต่ละกระบวนการมีข้อดีและข้อจำกัดที่ต่างกัน กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการที่เริ่มจากการเตรียมสารละลาย ซึ่งสารละลายจะเปลี่ยนสถานะเป็นเจลผ่านปฏิกิริยาเคมีในสารละลาย จากนั้นนำไปอบแห้ง และเผาเพื่อผลิตอนุภาคนาโน กระบวนการนี้มีข้อดีคือสามารถควบคุมโครงสร้าง

ระดับนาโนได้อย่างแม่นยำ และให้อนุภาคที่มีความสม่ำเสมอสูง (Patel et al., 2022) อย่างไรก็ตาม กระบวนการนี้มักต้องใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและต้นทุนการผลิต และเป็นกระบวนการที่ค่อนข้างซับซ้อน ต่างจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนซึ่งเป็นกระบวนการที่มีความเรียบง่ายมากกว่า โดยอาศัยการเกิดตะกอนเมื่อเกลือที่ละลายน้ำได้สองชนิดทำปฏิกิริยากันจนเกิดสารที่ไม่ละลายน้ำ กระบวนการนี้มีข้อดีในด้านความสะดวก ใช้อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน และมีต้นทุนต่ำ (Gatou et al., 2023; Taka & Das, 2022) อย่างไรก็ตาม กระบวนการตกตะกอนมีข้อจำกัดในการควบคุมขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ซึ่งอาจส่งผลให้สมบัติทางกายภาพ และเคมีของวัสดุที่ได้มีความแปรปรวน สำหรับกระบวนการระเหยด้วยความร้อนเป็นกระบวนการที่เน้นการควบคุมสภาวะทางกายภาพ โดยใช้ความร้อนในการระเหยของแข็งให้กลายเป็นไอและทำให้อิเหลวนั้นควบแน่นบนพื้นผิวของวัสดุรองรับเพื่อสร้างฟิล์มบางหรือโครงสร้างนาโน กระบวนการนี้สามารถผลิตวัสดุที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีโครงสร้างเฉพาะได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Han et al., 2021) แต่ต้องควบคุมอุณหภูมิ ความดัน และสภาวะแวดล้อมอย่างแม่นยำซึ่งอาจต้องใช้เครื่องมือที่มีความซับซ้อนและต้นทุนสูง

สำหรับกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่ใช้ความร้อนและความดันในระบบปิดเพื่อสร้างผลึกสังกะสีออกไซด์จากสารตั้งต้นในรูปสารละลาย กระบวนการนี้มีข้อดีหลายประการ ได้แก่ การผลิตวัสดุให้มีความเป็นผลึกสูงโดยไม่ต้องผ่านกระบวนการเผา (Calcination) การควบคุมรูปร่าง และขนาดของอนุภาคได้อย่างแม่นยำโดยการปรับตัวแปรต่าง ๆ เช่น ค่า pH ของสารตั้งต้น อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา และความเข้มข้นของสารตั้งต้น เป็นต้น (Anaya-Zavaleta et al., 2025; Zhou et al., 2023) นอกจากนี้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลยังมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ เนื่องจากไม่ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ อย่างไรก็ตาม ลักษณะของระบบปิดที่ต้องใช้ความร้อน และความดันสูงทำให้ไม่สามารถสังเกตกลไกของปฏิกิริยาแบบทันที ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการติดตามกระบวนการขณะทำการทดลอง นอกจากนี้ การปรับค่า pH ยังมีบทบาทสำคัญในการสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เนื่องจากส่งผลโดยตรงต่อการตกตะกอนของสังกะสีไฮดรอกไซด์ (Zn(OH)_2) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นของการเกิดสังกะสีออกไซด์ (Basnet & Chatterjee, 2020) โดยทั่วไป จะใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารปรับค่า pH เนื่องจากมีความเป็นด่างสูง สามารถปล่อยไฮดรอกไซด์ (OH^-) ได้รวดเร็ว และสมบูรณ์ มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมความเข้มข้นได้ง่าย และไม่รบกวนระบบเคมี เนื่องจากโซเดียมไอออน (Na^+) มีผลต่อสมดุลเคมีน้อยมาก (Jain et al., 2020) สารต่างทางเลือกอื่น เช่น สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) มีข้อจำกัดโดยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์มีราคาสูง และดูดความชื้นได้ดี ซึ่งอาจทำให้เกิดการปนเปื้อนจากความชื้นและความไม่เสถียรของค่า pH ส่วนสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์มีความระเหย

ง่ายและอาจปล่อยก๊าซแอมโมเนียออกมา ซึ่งเป็นอันตรายต่อสุขภาพหากไม่มีระบบระบายอากาศที่เหมาะสม (Jain et al., 2020) ดังนั้น สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จึงถือเป็นตัวเลือกที่เหมาะสมสำหรับการปรับค่า pH ในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการปรับค่า pH มีความปลอดภัย และสามารถควบคุมความเข้มข้นได้ง่าย

แม้ว่าจะมีงานวิจัยจำนวนมากที่รายงานเกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล แต่ส่วนใหญ่ยังคงใช้สารเคมีเกรดวิเคราะห์ (Analytical Reagent Grade: AR grade) ที่มีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งแนวทางนี้ไม่สอดคล้องกับหลักการของเศรษฐกิจหมุนเวียนและการใช้ทรัพยากรอย่างคุ้มค่า ในขณะที่งานวิจัยนี้ได้นำเสนอแนวทางที่ยั่งยืนมากกว่าโดยการเพิ่มมูลค่าให้กับสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามาทำการสังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลรวมกับการปรับค่า pH โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ งานวิจัยนี้ไม่เพียงแต่แสดงให้เห็นถึงการใช้วัตถุดิบทางเลือกในการผลิตวัสดุนาโนที่มีสมบัติโดดเด่นที่สอดคล้องกับหลักเศรษฐกิจหมุนเวียน แต่ยังศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ กระบวนการดังกล่าวถือเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับของเสียกับภาคอุตสาหกรรม อีกทั้งยังเปิดโอกาสให้สามารถพัฒนาไปสู่การผลิตอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนในระดับอุตสาหกรรมที่ปรับแต่งสมบัติให้เหมาะสมสำหรับนำไปใช้งานที่หลากหลายได้อย่างมีประสิทธิภาพ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 ศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อกระบวนการชะละลายเพื่อเปลี่ยนสภาพสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าให้อยู่ในรูปของสารละลาย และเลือกสภาวะที่เหมาะสมสำหรับนำสารละลายที่ได้จากการชะละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

1.2.2 ศึกษาตัวแปรของกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ส่งผลต่อขนาด รูปร่าง และสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

ขอบเขตการศึกษาวิจัยเรียงตามลำดับของขั้นตอนการทดลอง มีดังนี้

1.3.1 ศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อกระบวนการชะละลายเพื่อเปลี่ยนสภาพของสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าให้อยู่ในรูปของสารละลาย โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อคัดเลือกสภาวะที่เหมาะสมสำหรับนำสารละลายที่ได้จากการชะละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่

- (1) ชนิดและความเข้มข้นของกรดที่ใช้เป็นสารชะละลาย ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนตริก (HNO_3) ที่ความเข้มข้นของกรด 0.5, 1, 2 และ 4 โมลาร์
- (2) อัตราส่วนของของแข็ง (น้ำหนักของตัวอย่าง: S) ต่อของเหลว (ปริมาตรของสารละลาย: L) หรือค่า S/L ratio ที่ 50, 100, 150 และ 200 กรัมต่อลิตร
- (3) อุณหภูมิในการชะละลายที่อุณหภูมิห้อง (25°C), 50°C และ 75°C
- (4) เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 15, 30, 45 และ 60 นาที

1.3.2 ศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ส่งผลต่อขนาด รูปร่าง และสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้โดยตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่

- (1) ค่า pH ของสารตั้งต้นก่อนเข้าสู่การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ค่า 7, 10, 11 และ 12
- (2) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 100, 150 และ 200°C
- (3) เวลาในการสังเคราะห์ 1, 3, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง
- (4) ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5, 1, 2, 4 และ 6 โมลาร์

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัยนี้ คือ ทราบอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าซึ่งมีดังนี้

1.4.1 ทราบอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อกระบวนการชะละลายเพื่อเปลี่ยนสภาพของสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าให้อยู่ในรูปของสารละลาย และเลือกสภาวะการทดลองชะละลายที่เหมาะสมสำหรับนำสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่

- (1) ชนิดและความเข้มข้นของกรดที่ใช้เป็นตัวสารชะละลาย
- (2) อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว
- (3) อุณหภูมิในการชะละลาย
- (4) เวลาที่ใช้ในการชะละลาย

1.4.2 ทราบอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ส่งผลต่อขนาด รูปร่าง และคุณสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้ ได้แก่

- (1) ค่า pH ของสารตั้งต้นก่อนเข้าสู่การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล
- (2) อุณหภูมิในการสังเคราะห์
- (3) เวลาในการสังเคราะห์
- (4) ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

บทที่ 2

ปรัทัศนัวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

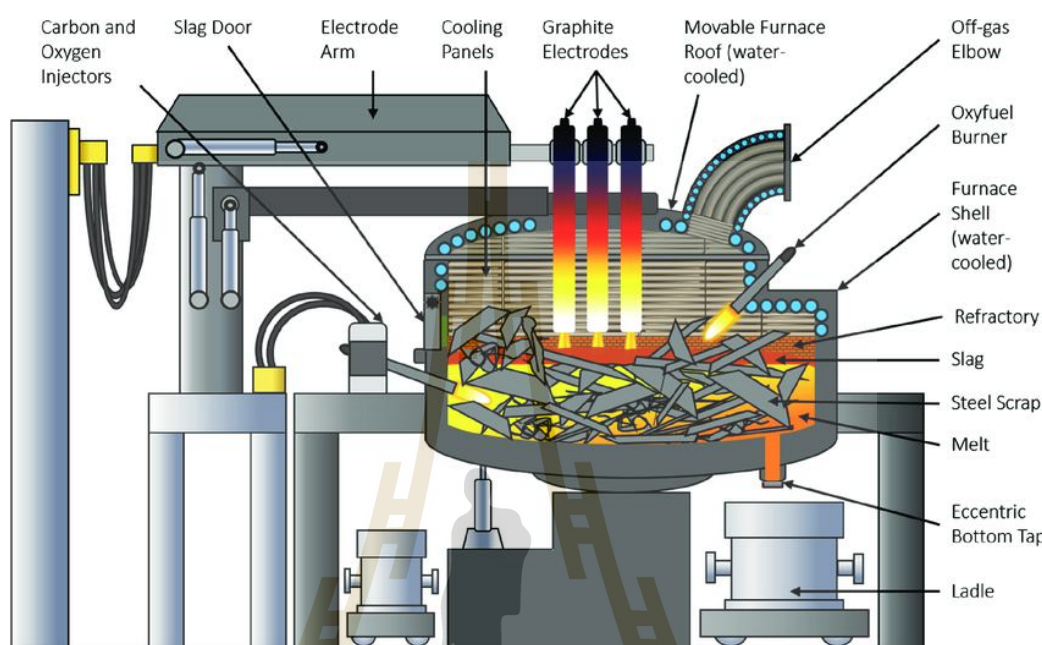
บทนี้นำเสนอการทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ประกอบด้วย การอธิบายหลักการทำงานของเตาอาร์กไฟฟ้าและการเกิดฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ซึ่งเป็นแหล่งสังกะสีทุติยภูมิ (Secondary Source) ที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ผ่านกระบวนการรีไซเคิลได้ และได้กล่าวถึงองค์ประกอบของฝุ่นที่เกิดขึ้น ตลอดจนปัญหาสิ่งแวดล้อมและแนวทางการจัดการของเสียชนิดนี้ จากนั้นนำเสนอเทคโนโลยีรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าเพื่อผลิตสังกะสีออกไซด์ ลำดับถัดไปได้อธิบายลักษณะ สมบัติ การใช้งานของสังกะสีออกไซด์ รวมถึงความสำคัญของสังกะสีออกไซด์ทั้งทางเศรษฐกิจและอุตสาหกรรม นอกจากนี้ได้อธิบายเปรียบเทียบกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีการต่าง ๆ พร้อมอธิบายข้อดีและข้อจำกัดของแต่ละวิธี สุดท้ายได้สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการชะละลายและการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน พร้อมทั้งชี้ให้เห็นช่องว่างของการวิจัย (Research Gap) และแสดงถึงความจำเป็นในการดำเนินงานวิจัยนี้

2.1 เตาอาร์กไฟฟ้าและฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

เตาอาร์กไฟฟ้าเป็นเทคโนโลยีการผลิตเหล็กที่ใช้กระแสไฟฟ้าในการสร้างอาร์กไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดกับเศษเหล็กหรือวัสดุโลหะ เพื่อให้เกิดความร้อนที่เพียงพอในการหลอมโลหะ กระบวนการหลอมด้วยเตาอาร์กไฟฟ้ามีความยืดหยุ่นสูง กล่าวคือ สามารถรองรับเศษเหล็กหลากหลายประเภท ใช้พลังงานได้มีประสิทธิภาพและรองรับการใช้เศษเหล็กรีไซเคิลจำนวนมาก สามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมีและอุณหภูมิได้อย่างแม่นยำ ส่งผลให้เป็นกระบวนการสำคัญในอุตสาหกรรมเหล็กยุคใหม่โดยเฉพาะในด้านความยั่งยืนและการลดการปล่อยก๊าซเรือนกระจก ส่วนประกอบของเตาอาร์กไฟฟ้าแสดงดังในรูปที่ 2.1

กระบวนการหลอมเหล็กด้วยเตาอาร์กไฟฟ้าทำให้เกิดฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ซึ่งเป็นอนุภาคละเอียดที่ประกอบด้วยออกไซด์ของโลหะหลายชนิด เช่น สังกะสีออกไซด์ (ZnO), เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3), ตะกั่ว (Pb) และ แคดเมียม (Cd) เป็นต้น จึงต้องมีการจัดการที่เหมาะสมเพื่อลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม จากคุณลักษณะและบทบาทของเตาอาร์กไฟฟ้าและฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่กล่าวมา จะเห็นได้ว่าการเกิดขึ้นของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามีความเกี่ยวข้องโดยตรงกับกระบวนการทำงานภายใน

เตาอาร์กไฟฟ้า ดังนั้น เพื่อให้เข้าใจที่มาขององค์ประกอบและปริมาณของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า จึงต้องศึกษาขั้นตอนการผลิตเหล็กกล้าด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า โดยอธิบายได้ดังนี้



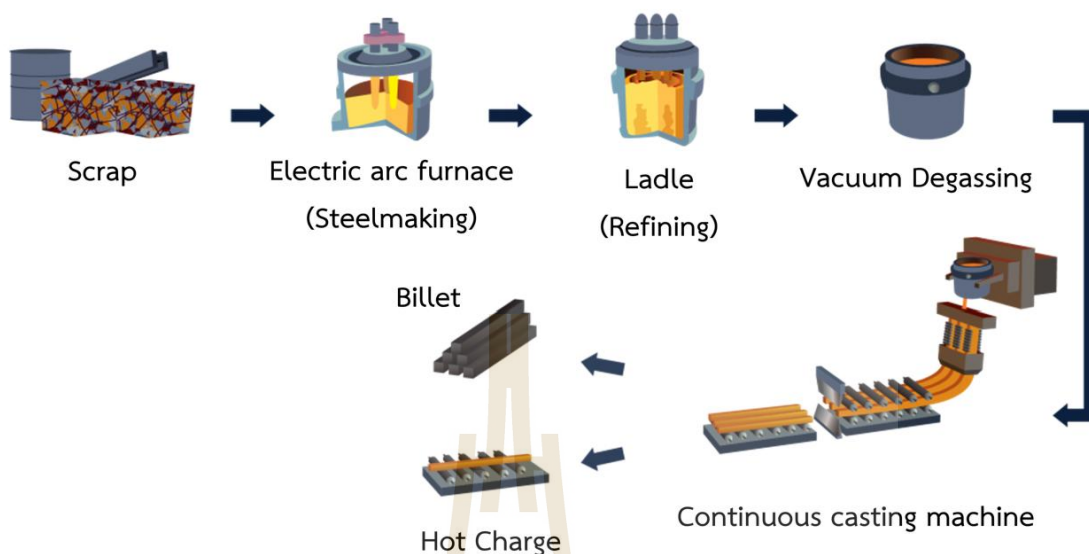
รูปที่ 2.1 ส่วนประกอบของเตาอาร์กไฟฟ้า (jinsuncarbon, 2024)

2.1.1 ขั้นตอนการผลิตเหล็กกล้าด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า

(1) ก่อนเข้าสู่กระบวนการหลอมด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า เศษเหล็กจะต้องผ่านการคัดแยกขนาดและชนิดอย่างเหมาะสม จากนั้นบรรจุลงในถังเพื่อป้อนเข้าสู่เตาอาร์กไฟฟ้า เตาอาร์กไฟฟ้าแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ เตาแบบกระแสตรง (Direct Current: DC) และ เตาแบบกระแสสลับ (Alternating Current: AC) โดยเตาอาร์กไฟฟ้าแบบกระแสตรงใช้อิเล็กโทรดเพียง 1 แท่ง ในขณะที่เตาอาร์กไฟฟ้าแบบกระแสสลับใช้อิเล็กโทรด 3 แท่ง ในการสร้างอาร์กระหว่างอิเล็กโทรดกับเศษเหล็กภายในเตา เตาอาร์กไฟฟ้าแบบกระแสสลับมีข้อดีหลายประการ เช่น การกระจายความร้อนที่สม่ำเสมอ การสูญเสียพลังงานไฟฟ้าน้อยกว่าและอายุการใช้งานของอิเล็กโทรดที่ยาวนานกว่า รวมถึงระดับเสียงที่ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับเตาอาร์กไฟฟ้าแบบกระแสสลับในระหว่างการหลอม แท่งอิเล็กโทรดจะถูกลดระดับลงเพื่อสร้างอาร์กไฟฟ้าที่ให้ความร้อนไม่ต่ำกว่า $1,600^{\circ}\text{C}$ ซึ่งเพียงพอสำหรับทำให้เศษเหล็กหลอม เมื่อเศษเหล็กละลายแล้วจะมีการเติมปูนขาว (Lime) เพื่อช่วยกำจัดสิ่งเจือปน และเพื่อทำให้เกิดตะกั่ว (Slag) ซึ่งเป็นขั้นตอนสำคัญในการทำให้โลหะหลอมเหลวมีความสะอาดมากยิ่งขึ้น การเกิดตะกั่วจะช่วยดึงสารที่ไม่ต้องการออกจากเนื้อเหล็กและทำหน้าที่ปกป้องโลหะหลอมเหลวจากการปนเปื้อนกับบรรยากาศขณะหลอม

กระบวนการหลอมที่อุณหภูมิสูง ดังที่ได้กล่าวไปข้างต้น เป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า โดยเฉพาะในกรณีของการหลอมเศษเหล็กที่ผ่านการชุบสังกะสี เนื่องจากสังกะสีมีจุดเดือดเพียง 907°C จึงระเหยกายเป็นไอในขณะหลอมเศษเหล็ก และไอสังกะสีจะปะปนอยู่ในแก๊สเสียที่เกิดขึ้น ซึ่งไอและแก๊สเสียนี้จะถูกดูดออกจากเตาหลอมด้วยระบบบำบัดอากาศเสีย โดยในระบบบำบัดอากาศจะมีอุปกรณ์ดักอนุภาคของแข็งไม่ให้ออกไปสู่บรรยากาศภายนอก ซึ่งไอของสังกะสีที่เคลื่อนที่ผ่านระบบบำบัดอากาศจะเกิดการทำปฏิกิริยากับออกซิเจนเกิดเป็นสังกะสีออกไซด์และเกิดการผนึกรวมกับสารประกอบออกไซด์ของโลหะชนิดอื่นแล้วกลายเป็นสารประกอบเชิงซ้อนขึ้น เช่น สังกะสีออกไซด์เกิดการรวมตัวกับเหล็กออกไซด์แล้วเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสีและเหล็กออกไซด์ขึ้น เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีสารประกอบออกไซด์อื่น ๆ ที่ถูกปล่อยออกมาจากเตาหลอมร่วมกับสังกะสีออกไซด์และเหล็กออกไซด์ โดยสารประกอบซึ่งอยู่ในรูปของแข็งเหล่านี้จะถูกดักด้วยถุงกรอง (Bag Filter) หรือระบบดักฝุ่นแบบไฟฟ้าสถิตย์ (Electrostatic Precipitator) ของกระบวนการบำบัดแก๊สเสียในโรงงานอุตสาหกรรม ฝุ่นที่ถูกถ่ายออกมาจากกระบวนการบำบัดแก๊สเสียจะถูกรวบรวมและถูกส่งไปจัดการตามกระบวนการที่กฎหมายกำหนดต่อไป โดยฝุ่นที่เกิดขึ้นจากกระบวนการหลอมเหล็กด้วยเตาอาร์กไฟฟ้ามีอัตราในการเกิดประมาณ 15-25 กิโลกรัมต่อปริมาณ 1 ตันของเหล็กกล้าที่ผลิตได้ (Borda & Torres, 2022)

(2) โลหวิทยาขั้นที่ 2 (Secondary Metallurgy) ของการผลิตเหล็กกล้า เหล็กหลอมเหลวที่ได้จากการหลอมในเตาอาร์กไฟฟ้าจะถูกเทลงสู่เตาปรับปรุงคุณภาพน้ำเหล็กหรือ Ladle Furnace (LF) เพื่อควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของเหล็กให้เป็นไปตามข้อกำหนดของผลิตภัณฑ์ปลายทาง กระบวนการปรุงแต่งน้ำเหล็กหลอมเหลวนี้นี้รวมถึงการเติมธาตุผสม การลดสิ่งเจือปน และการปรับอุณหภูมิของโลหะหลอมเหลวให้เหมาะสมก่อนเข้าสู่กระบวนการหล่อ (Casting) โดยเป็นขั้นตอนมาตรฐานของอุตสาหกรรมเหล็กทั่วโลกที่จำเป็นสำหรับการผลิตเหล็กเกรดคุณภาพสูง ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตเหล็กด้วยเตาอาร์กไฟฟ้า (Si et al., 2011)

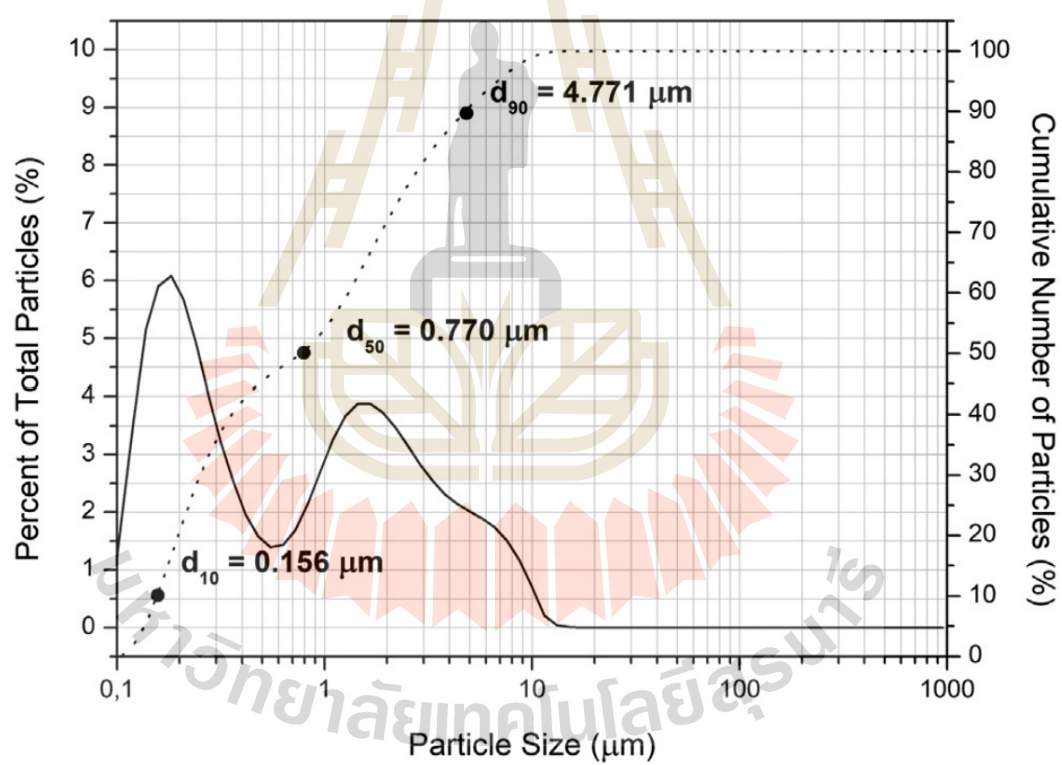
จากขั้นตอนการหลอมเศษเหล็กภายในเตาอาร์กไฟฟ้าที่ได้กล่าวไว้ก่อนหน้านี้ จะพบว่าปรากฏการณ์ระเหยของโลหะ เช่น สังกะสี และการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นขั้นตอนสำคัญที่นำไปสู่การก่อตัวของอนุภาคออกไซด์ของโลหะภายในระบบบำบัดอากาศเสีย อนุภาคเหล่านี้ถูกสะสมเป็นฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีหลากหลายและมีความสำคัญต่อการจัดการของเสียในอุตสาหกรรมเหล็ก ซึ่งหัวข้อถัดไปได้นำเสนอรายละเอียดของลักษณะและองค์ประกอบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

2.1.2 ลักษณะและองค์ประกอบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามีลักษณะเป็นสีน้ำตาลแดงแสดงในรูปที่ 2.3 ฝุ่นดังกล่าวมีค่าความหนาแน่นระหว่าง $1.10\text{--}5.22\text{ g/cm}^3$ และขนาดของอนุภาคแบ่งออกเป็นสองกลุ่มคือ กลุ่มที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ตั้งแต่ $20\text{--}500\text{ }\mu\text{m}$ และกลุ่มที่มีอนุภาคขนาดเล็กน้อยกว่า $20\text{ }\mu\text{m}$ จากการศึกษาของ (Favacho et al., 2019) ซึ่งได้ทำการวัดการกระจายตัวของอนุภาคฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าโดยมีผลแสดงในรูปที่ 2.4 พบว่าการกระจายตัวของอนุภาคฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าร้อยละ 90 มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า $4.771\text{ }\mu\text{m}$ และร้อยละ 10 มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า $0.156\text{ }\mu\text{m}$ โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า $0.770\text{ }\mu\text{m}$



รูปที่ 2.3 ตัวอย่างลักษณะทางกายภาพของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า



รูปที่ 2.4 การกระจายตัวขนาดอนุภาคของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า (Favacho et al., 2019)

ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าประกอบด้วยธาตุโลหะหลายชนิด เช่น สังกะสี เหล็ก ตะกั่ว โครเมียม อะลูมิเนียม แคดเมียม นิกเกิล และแมงกานีส เป็นต้น โดยธาตุต่าง ๆ เหล่านี้มาจากวัตถุดิบที่นำมาป้อนเข้าเตาหลอม โดยอยู่ในรูปของเศษเหล็ก ฟลักซ์ (Flux) สารเติมแต่งส่วนผสมทางเคมี เชื้อเพลิง หรือแม้กระทั่งวัสดุทนไฟ (J. Wang et al., 2021) ได้แบ่งกลุ่มของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าออกเป็น 3 กลุ่ม ตามความเข้มข้นของสังกะสีที่มีอยู่ในฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ได้แก่ กลุ่มที่มีความเข้มข้นของสังกะสีสูง กลุ่มที่มีความเข้มข้นของสังกะสีปานกลาง และกลุ่มที่มีความเข้มข้นของสังกะสีต่ำ ซึ่งส่วนผสมทางเคมีของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ากลุ่มต่าง ๆ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 โดยธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าสามารถทำปฏิกิริยาเคมีและเกิดการจับตัวกันเกิดเป็นสารประกอบต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.1 ส่วนผสมทางเคมี (wt.%) ของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ากลุ่มต่าง ๆ (J. Wang et al., 2021)

Type	Zn	Fe	Pb	Cr	Al	Cd	Cu	Ni	Mn
High-zinc	26.66	16.93	2.71	0.12	0.59	0.044	0.25	0.013	1.19
	24.80	32.00	1.84	-	1.03	0.03	0.02	-	3.31
	23.51	39.20	4.57	0.3	0.3	0.01	0.34	0.04	-
	22.00	22.7	4.16	-	0.67	0.061	0.25	-	-
Medium-zinc	19.40	24.60	4.5	0.3	-	0.1	0.42	-	2.2
	19.02	30.0	0.99	0.34	0.53	0.04	-	-	-
	17.05	27.23	1.28	0.81	-	0.9	-	-	1.03
	12.20	37.08	1.72	0.22	0.41	0.01	0.17	-	-
Low-zinc	5.20	19.37	1.4	10.9	0.39	-	-	4.1	-
	4.11	22.01	0.36	9.99	0.21	-	-	2.2	-
	3.75	48.58	1.02	0.22	0.20	0.01	0.22	-	-
	0.77	35.88	0.28	11.15	0.34	-	-	5.26	-

ตารางที่ 2.2 สารประกอบของธาตุต่าง ๆ ที่สามารถจะพบได้ในฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า
(J. Wang et al., 2021)

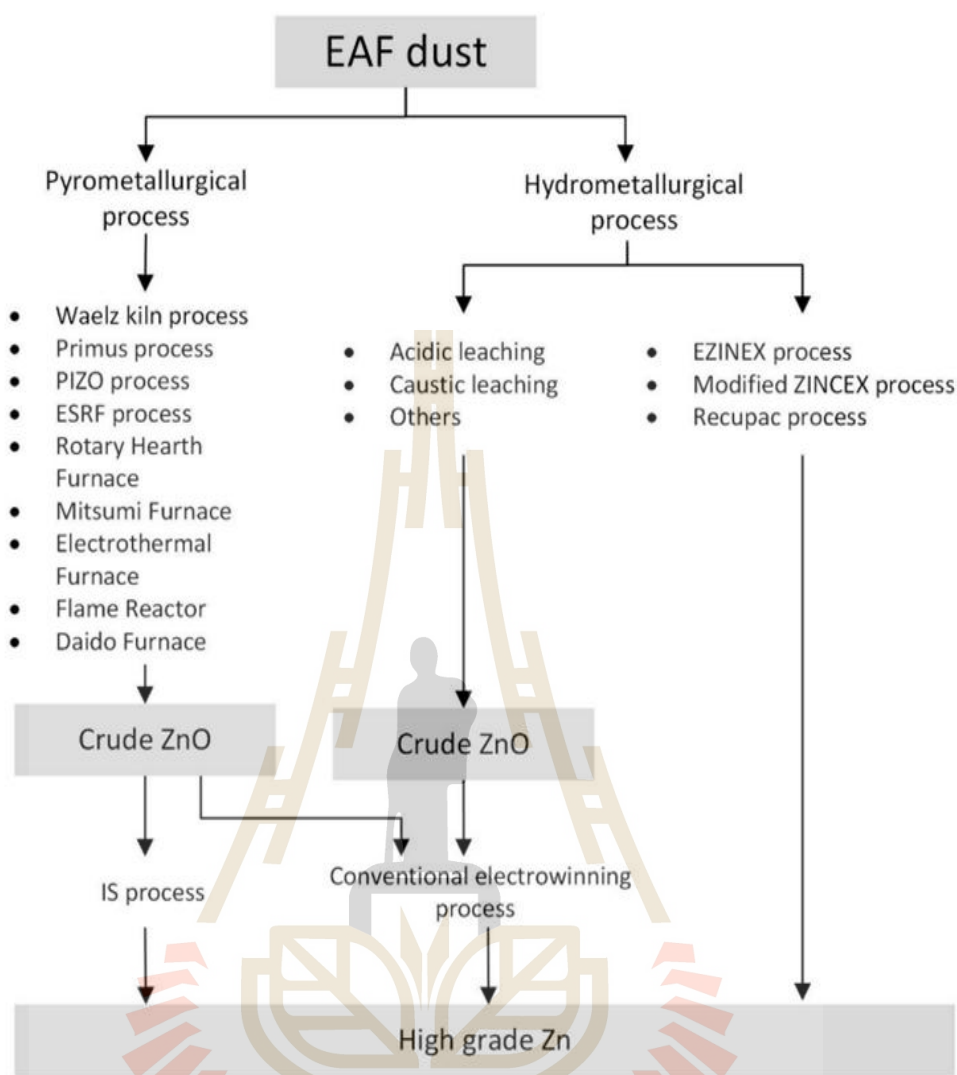
ธาตุ	สารประกอบของธาตุ
Fe	Fe_2O_3 , ZnFe_2O_4 , Fe_3O_4 , MgFe_2O_4 , FeCr_2O_4 , MgFe_2O_4
Zn	ZnFe_2O_4 , ZnO , ZnCO_3 , ZnCl_2 , $\text{Zn}_5[\text{CO}_3]_2(\text{OH})_5$, metallic zinc
Cr	FeCr_2O_4 , Cr_3O_4 , MgCr_2O_4 , CrO
Al	Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$, $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Ni	NiO , Ni-Fe alloy, Ni-Fe-Cr alloy replacing Fe in Fe_3O_4 spinel, metallic Ni
Pb	PbO , $\text{PbSO}_3/\text{PbSO}_4$, $\text{PbO}\cdot\text{PbSO}_4$, PbCl_2 , $\text{Pb}(\text{OH})\text{Cl}$
Ca	$\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaF_2 , $3\text{CaO}\cdot 2\text{SiO}_2$, CaO
Si	SiO_2 , Mg_2SiO_4
Mg	MgFe_2O_4 , MgO , Mg_3O_4 , Mg_2SiO_4 , magnesiochromite (MgCr_2O_4)
Mn	Mn_3O_4 , MnO
Cl	NaCl , KCl , ZnCl_2
S	FeS , Ni_7S_6 , NiS_2 , S

จากตารางที่ 2.1 และ 2.2 แสดงให้เห็นว่าฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจากกระบวนการผลิตเหล็กมีส่วนผสมและองค์ประกอบทางเคมีได้หลากหลายขึ้นอยู่กับชนิดของเศษเหล็กที่เป็นวัตถุดิบในการหลอม รวมถึงกระบวนการหลอมถลุงของแต่ละโรงงานด้วย ดังนั้น ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากการผลิตเหล็กกล้าแต่ละแห่งจึงมีสารประกอบที่แตกต่างกันไป ซึ่งองค์ประกอบหลักของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจะประกอบด้วยสังกะสีออกไซด์ เหล็กออกไซด์ ตลอดจนโลหะหนักอื่น ๆ เช่น ตะกั่ว และแคดเมียม เป็นต้น สารประกอบต่าง ๆ เหล่านี้อาจปนเปื้อนเข้าไปสู่ระบบนิเวศและเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพหากไม่มีการจัดการอย่างเหมาะสม ดังนั้น การทำความเข้าใจปัญหาสิ่งแวดล้อมที่เกี่ยวข้องกับฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ตลอดจนแนวทางการจัดการของเสียที่มีประสิทธิภาพจึงเป็นสิ่งจำเป็น ซึ่งจะอธิบายในหัวข้อ 2.1.3

2.1.3 ผลกระทบของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าและการจัดการของเสียจากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจะส่งผลกระทบในเชิงลบต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าประกอบด้วยโลหะหนักและสารประกอบออกไซด์หลายชนิด เช่น สังกะสี ตะกั่ว แคดเมียม โครเมียม นิกเกิล เหล็กออกไซด์ คลอไรด์ และฟลูออไรด์ เป็นต้น ซึ่งล้วนเป็นสารก่อมลพิษต่อดิน น้ำ และอากาศหากไม่ได้รับการจัดการอย่างเหมาะสม ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามีลักษณะเป็นผงละเอียดมาก จึงสามารถฟุ้งกระจายได้ง่ายในบรรยากาศ ซึ่งจะส่งผลให้เกิดความเสี่ยงต่อสุขภาพของแรงงานและชุมชนใกล้เคียง โดยเฉพาะการสูดดมอนุภาคโลหะหนัก เช่น ตะกั่วและแคดเมียม ซึ่งมีความเป็นพิษสูง และสามารถสะสมในร่างกายจนก่อให้เกิดผลกระทบระยะยาวต่อระบบประสาท ไต และระบบเลือด ในด้านสิ่งแวดล้อมความสามารถในการชะละลายของโลหะหนักในฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ถือเป็นปัญหาสำคัญที่ส่งผลต่อคุณภาพดินและน้ำใต้ดิน จากการทดสอบมาตรฐานที่ใช้แบบจำลองการชะละลายของเสีย (Toxicity Characteristic Leaching Procedure: TCLP) มักพบว่าค่าการชะละลายของโลหะหลายชนิดเกินกว่าค่ามาตรฐานที่กำหนด ทำให้ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าถูกจัดประเภทเป็นของเสียอันตรายในหลายประเทศ รวมถึงอยู่ภายใต้ข้อกำหนดตามกฎหมายด้านสิ่งแวดล้อมและการควบคุมของเสียอันตรายอย่างเคร่งครัด

เพื่อรับมือกับปัญหาดังกล่าวการจัดการฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า จึงมีความสำคัญทั้งในมิติการปกป้องสิ่งแวดล้อมและการใช้ทรัพยากรอย่างมีประสิทธิภาพ วิธีการจัดการฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าสามารถแบ่งออกเป็นหลายแนวทาง ซึ่งวิธีพื้นฐานที่สุดคือการทำให้เสถียร (Stabilization/Solidification) ซึ่งใช้สารยึดเกาะ เช่น ซีเมนต์ เพื่อลดการชะละลายของโลหะหนักก่อนนำไปฝังกลบในหลุมฝังกลบของเสียอันตราย อย่างไรก็ตาม วิธีดังกล่าวยังคงมีข้อจำกัดในด้านต้นทุน พื้นที่ฝังกลบและความเสี่ยงระยะยาวของการรั่วไหลของสารมลพิษ อีกแนวทางสำคัญที่ได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นในช่วงทศวรรษที่ผ่านมา คือการกู้คืนโลหะมีค่า (Metal Recovery) จากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าโดยเฉพาะ สังกะสีและเหล็ก ซึ่งโลหะดังกล่าวมีมูลค่าทางเศรษฐกิจและสามารถนำกลับเข้าสู่กระบวนการผลิตใหม่ได้ เทคโนโลยีเด่นที่ใช้แพร่หลายในการกู้คืนสังกะสี คือ กระบวนการ Waelz Kiln ซึ่งใช้ความร้อนสูงในเตาหมุนเพื่อแยกสังกะสีในรูปของสังกะสีออกไซด์ออกจากส่วนผสมของฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า นอกจากนี้ ยังมีเทคโนโลยีแบบโลหวิทยาสารละลายที่ใช้การชะละลายด้วยสารละลายต่าง ๆ เพื่อแยกโลหะเป้าหมายออกจากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าและมีประสิทธิภาพสูง ภาพรวมเทคโนโลยีการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า แสดงดังในรูปที่ 2.5 การใช้เทคโนโลยีการกู้คืนโลหะถือเป็นการส่งเสริมหลักเศรษฐกิจหมุนเวียน (Circular Economy) และลดการพึ่งพาทรัพยากรใหม่จากธรรมชาติอีกด้วย



รูปที่ 2.5 ภาพรวมเทคโนโลยีการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า (Palimaka et al., 2018)

จากปัญหาส่งแวดล้อมและความท้าทายในการจัดการฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่ได้กล่าวไว้ก่อนหน้านี้ จะเห็นได้ว่าฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามุ่งประกอบของโลหะหนักหลายชนิด โดยเฉพาะสังกะสีที่อยู่ในรูปของสังกะสีออกไซด์ ซึ่งมีมูลค่าทางเศรษฐกิจสูงและสามารถนำกลับมาใช้ประโยชน์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ดังนั้น แนวคิดการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจึงกลายเป็นแนวทางสำคัญที่หลายประเทศนำมาประยุกต์ใช้เพื่อลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้ทรัพยากร หัวข้อถัดไปได้นำเสนอเทคโนโลยีรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าเพื่อผลิตสังกะสีออกไซด์

2.2 เทคโนโลยีรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าเป็นของเสียที่มีสัดส่วนของสังกะสีในรูปสังกะสีออกไซด์อยู่ในระดับสูง จึงเป็นแหล่งทรัพยากรที่สำคัญและเหมาะสมที่จะนำมาเข้าสู่กระบวนการรีไซเคิลเพื่อนำโลหะสังกะสีกลับมาใช้ประโยชน์ใหม่ กระบวนการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า มีดังนี้

2.2.1 กระบวนการโลหวิทยาทางความร้อน (Pyrometallurgy)

การรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยกระบวนการโลหวิทยาทางความร้อนเป็นแนวทางสำคัญในการนำสังกะสีและโลหะที่มีคุณค่ากลับมาใช้ประโยชน์ใหม่ โดยกระบวนการที่ได้รับการใช้งานอย่างแพร่หลายและถือเป็นมาตรฐานในอุตสาหกรรม คือ กระบวนการ Waelz (Waelz Process) ซึ่งจัดเป็นกระบวนการรีดักชัน-การทำให้เกิดการระเหย (Reduction-Volatilization Process) ที่ดำเนินการในเตาแบบหมุน (Rotary Kiln) ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 1,000–1,200°C เพื่อทำให้สังกะสีในรูปออกไซด์เกิดการรีดิวซ์และระเหยออกจากของเสีย จากนั้นทำการออกซิไดซ์ใหม่ให้เป็นสังกะสีออกไซด์ที่สามารถนำไปเป็นวัตถุดิบของอุตสาหกรรมโลหะและเคมีได้ กระบวนการ Waelz ได้รับการยอมรับว่าเป็นเทคโนโลยีที่พัฒนาเต็มรูปแบบมีความน่าเชื่อถือและมีประสิทธิภาพสูง รวมถึงมีความยืดหยุ่นในการดำเนินการ ทั้งยังสามารถปรับกระบวนการให้เหมาะสมกับของเสียอุตสาหกรรมประเภทต่าง ๆ ได้ อย่างไรก็ตาม แม้ว่ากระบวนการ Waelz จะมีข้อดีหลายประการ แต่ก็ยังคงมีข้อจำกัดที่สำคัญ คือ เป็นกระบวนการที่ต้องใช้วัตถุดิบที่มีปริมาณสังกะสีไม่น้อยกว่า 16 wt.% เพื่อให้กระบวนการมีความคุ้มค่า นอกจากนี้ค่าใช้จ่ายในการซ่อมบำรุงค่อนข้างสูงเนื่องจากอุปกรณ์ต้องทำงานในสภาวะอุณหภูมิสูงต่อเนื่อง เพื่อรองรับข้อจำกัดดังกล่าวจึงได้มีการพัฒนาและประยุกต์ใช้เทคโนโลยีโลหวิทยาทางความร้อนอื่น ๆ สำหรับการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า เช่น Rotary Kiln Process, Rotary Hearth Furnace Process (RHF), PRIMUS Process, Electric Smelting Reduction Furnace (ESRF) และ Coke-Packed Bed Process เป็นต้น (Lin et al., 2017) กระบวนการแต่ละประเภทมีเงื่อนไขการทำงาน อุณหภูมิ เป้าหมายการผลิต และประสิทธิภาพการสกัดสังกะสีที่แตกต่างกันเพื่อให้เห็นภาพรวมและเปรียบเทียบความเหมาะสมของแต่ละเทคโนโลยีสามารถสรุปความแตกต่างในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 การเปรียบเทียบกระบวนการโลหวิทยาทางความร้อนสำหรับการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า (J. Wang et al., 2021)

กระบวนการ	เตา	อุณหภูมิ (°C)	ผลิตภัณฑ์	ข้อดี	ข้อจำกัด
Wael Kiln	Rotary kiln	1,150-1,200	(ZnO 55-70%) และสแลก	- เป็นเทคโนโลยีที่ยอมรับกันทั่วโลก	- ความบริสุทธิ์ ZnO ที่ผลิตได้มีค่าต่ำ - ค่าบำรุงรักษาสูง - ปริมาณสังกะสีในวัตถุดิบต้องมีมากกว่า 16 wt. %
RHF	Rotary Hearth Furnace	1,250-1,300	ZnO และ DRI	- ประสิทธิภาพรีดักชันสูง - ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง	- การลงทุนเริ่มต้นและค่าใช้จ่ายในการดำเนินการสูง - ต้นทุนพลังงานสูง
PRIMUS	Multiple Hearth Furnace	1,000-1,150	ZnO ความบริสุทธิ์สูง และ DRI	- สามารถรับของเสียหลายประเภทผสมกันได้ - วัตถุดิบไม่จำเป็นต้องอัดเป็นก้อนก่อน	- ระบบซับซ้อนค่าใช้จ่ายในการลงทุนสูง
ESRF	Electric Arc Furnace	1,400-1,600	ZnO, น้ำเหล็ก หลอมเหลว และสแลก	- เป็นกระบวนการที่เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์	- ต้นทุนพลังงานสูง
Coke-Packed Bed	Shaft Furnace	1,500-1,600	ZnO, น้ำเหล็ก หลอมเหลว และสแลก	- วัตถุดิบไม่จำเป็นต้องอัดเป็นก้อนก่อน - ต้นทุนต่ำ	- ใช้ความร้อนสูงมากซึ่งต้องใช้วัสดุทนไฟที่มีราคาแพง - สังกะสีติดกับด้านบนของผนังเตาได้ง่าย

2.2.2 กระบวนการโลหวิทยาสารละลาย (Hydrometallurgy)

กระบวนการโลหวิทยาสารละลาย เป็นกระบวนการที่ใช้สารละลายกรดหรือสารละลายเฉพาะในการสกัดสังกะสีออกจากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าโดยอาศัยกลไกการชะละลายเพื่อแยกโลหะออกจากโครงสร้างออกไซด์ด้วยกรดหรือสารละลายเฉพาะ ตามด้วยการตกตะกอนแยกสิ่งเจือปน และการทำให้แห้งหรือให้ความร้อนเพื่อสร้างสังกะสีออกไซด์หรือโลหะสังกะสีในรูปแบบที่ต้องการ จากงานวิจัยพบว่าแม้กระบวนการโลหวิทยาทางความร้อนจะเป็นเทคโนโลยีหลักในอุตสาหกรรม แต่กระบวนการโลหวิทยาสารละลายให้ความสามารถในการสกัดสังกะสีได้อย่างมีประสิทธิภาพ และความบริสุทธิ์สูงกว่ามากซึ่งมีขั้นตอนดังนี้ (Liptai et al., 2020)

(1) การเตรียมตัวอย่าง (Pre-Treatment) ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามักถูกบดให้มีขนาดเล็ก ($< 75 \mu\text{m}$) เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคที่เหมาะสมต่อการชะละลายโลหะ รวมถึงอาจต้องกำจัดคลอไรด์หรือสิ่งเจือปนบางชนิดที่อาจส่งผลต่อประสิทธิภาพของการเกิดปฏิกิริยา

(2) การชะละลายโลหะ (Leaching) วิธีที่นิยมคือการใช้กรดแก่ เช่น ไฮโดรคลอริก หรือซัลฟิวริก เป็นต้น โดยสังกะสีออกไซด์จะละลายได้ดีในสภาวะกรดอ่อนถึงปานกลาง

(3) การแยกสิ่งเจือปนและการตกตะกอน (Impurity Removal and Precipitation) หลังการชะละลายจะทำการปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้สังกะสีไอออน (Zn^{2+}) ตกตะกอนเป็นสังกะสีไฮดรอกไซด์ ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) ก่อนนำไปผ่านกระบวนการให้ความร้อน

(4) การเผา (Calcination) การให้ความร้อนแก่สารประกอบสังกะสีไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ $\sim 350\text{--}600^\circ\text{C}$ เพื่อจะเปลี่ยนเป็นสังกะสีออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ

นอกจากนั้นยังมีกระบวนการที่มีชื่อว่า EZINEX® เป็นกระบวนการโลหวิทยาสารละลายเชิงพาณิชย์ที่ออกแบบมาเพื่อรีไซเคิลวัตถุอันตรายที่มีสังกะสี เช่น ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าของเสียจากอุตสาหกรรมชุบสังกะสี และสังกะสีออกไซด์ดิบ (Crude Zinc Oxide: C.Z.O.) เป็นต้น กระบวนการนี้ถูกพัฒนาโดยบริษัท Engitec Technologies ประเทศอิตาลี ตั้งแต่ปี 1993 และได้รับการปรับปรุงใหม่ในช่วงหลัง เพื่อแก้ไขปัญหาจากการใช้งานเชิงอุตสาหกรรมในอดีตทำให้กระบวนการมีเสถียรภาพ และยืดหยุ่นมากขึ้นในปัจจุบัน

2.2.3 เทคโนโลยีการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าในประเทศไทย

แม้ที่ผ่านมามาประเทศไทยยังไม่มีเทคโนโลยีรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่พัฒนาเต็มรูปแบบภายในประเทศ แต่ในปัจจุบันได้มีโรงงานอุตสาหกรรมบางแห่งเริ่มนำเทคโนโลยีรีไซเคิลที่ได้รับการยอมรับในระดับสากลมาประยุกต์ใช้เพื่อสกัดและผลิตสังกะสีออกไซด์จากฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยกระบวนการโลหวิทยาทางความร้อน ซึ่งถือเป็นก้าวสำคัญของอุตสาหกรรมในการยกระดับการจัดการของเสีย การรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่ดำเนินการในประเทศมีขั้นตอนที่สามารถสรุปได้ดังนี้

(1) โรงงานรับฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ามาจากโรงงานผลิตเหล็กกล้า โดยฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจะถูกจัดเก็บและเตรียมการเพื่อเข้าสู่กระบวนการรีไซเคิล

(2) ฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าจะถูกนำมาผสม (Mixing) กับถ่านหินแอนทราไซต์ ซึ่งเป็นแหล่งให้ความร้อนและสารรีดิวซ์ และสารยึดเกาะ (Binder) เพื่อให้สามารถปั้นเป็นเม็ด (Balling) จากนั้นทำการเผาเพื่อให้เม็ดยึดติดกันอย่างหนาแน่นมากขึ้น

(3) วัตถุดิบที่ถูกปั้นให้เป็นเม็ดแล้วจะถูกป้อนเข้าไปยังเตาหมุน (Rotary klin) ที่วางเอียงและหมุน ส่วนอากาศจะถูกพ่นเข้าไปในระบบ อุณหภูมิที่ใช้ในขั้นตอนนี้ประมาณ 950°C ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน โดยที่สังกะสีจะกลายเป็นไอ (จุดเดือดของสังกะสี 907°C) ไอของสังกะสีถูกลมเป่าให้ลอยขึ้นไปด้านบนของเตาหมุนและเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับอากาศกลายเป็นสังกะสีออกไซด์ซึ่งจะถูกเก็บไว้ในไซโคลน ส่วนเม็ดวัตถุดิบที่อยู่ในเตาซึ่งสังกะสีระเหยออกไปแล้วจะถูกลำเลียงไปยังส่วนล่างของเตาหมุนโดยส่วนนี้จะกลายเป็นตะกรันซึ่งจะถูกนำออกจากเตาและส่งกำจัดต่อไป

(4) ผงสังกะสีออกไซด์อีกส่วนหนึ่งที่เกิดขึ้นจากการออกซิเดชันในไซโคลนและยังไม่ตกลงสู่ด้านล่างจะถูกลำเลียงไปยังชุดท่อหลายท่อ (Multitube) เพื่อลดอุณหภูมิลงและเกิดเป็นผงตกลงสู่ด้านล่าง

(5) อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่ขนาดเล็กมาก ๆ จะถูกดูดเข้าไปที่ระบบดักจับฝุ่นและถูกรวบรวมไว้

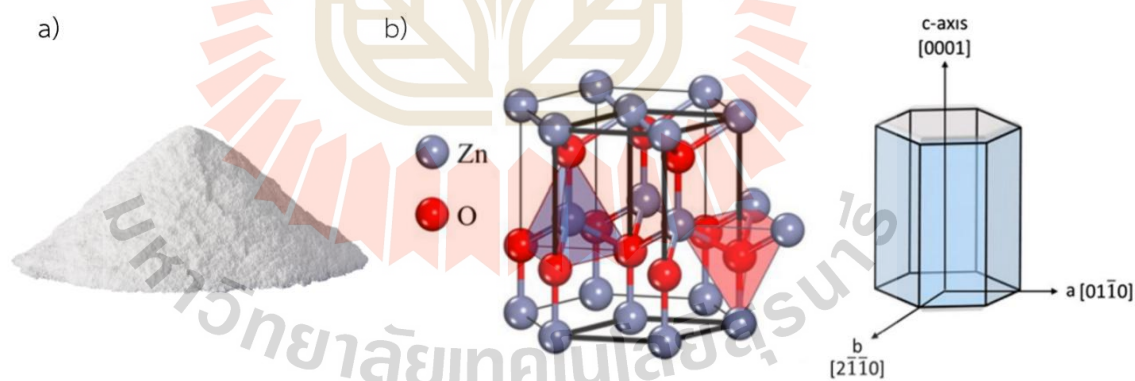
(6) ก๊าซที่เหลือจะถูกบำบัดด้วยระบบบำบัดอากาศแบบเปียก

เนื่องจากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าสามารถนำไปสู่การผลิตสังกะสีออกไซด์ซึ่งเป็นวัตถุดิบสำคัญในงานวิจัยฉบับนี้ ดังนั้น ในหัวข้อถัดไปได้นำเสนอการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติทางกายภาพและทางเคมี และการใช้งานของสังกะสีออกไซด์ตลอดจนความสำคัญในทางเศรษฐกิจและอุตสาหกรรม

2.3 สมบัติทั่วไปและการใช้งานสังกะสีออกไซด์

2.3.1 ลักษณะและสมบัติของสังกะสีออกไซด์

สังกะสีออกไซด์เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีสูตรเคมี ZnO และจัดอยู่ในกลุ่มออกไซด์ของโลหะทรานซิชันที่มีความเสถียรสูง สารชนิดนี้มีลักษณะเป็นผงสีขาว และมีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Wurtzite ซึ่งเป็นรูปแบบโครงสร้างที่เสถียรที่สุดภายใต้อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 2.6 สังกะสีออกไซด์มีแถบพลังงาน (Band Gap) กว้างประมาณ 3.3–3.4 eV จึงจัดเป็นเซมิคอนดักเตอร์ชนิด n-type (Raha & Ahmaruzzaman, 2022a) ส่งผลให้สังกะสีออกไซด์แสดงสมบัติทางแสง และทางไฟฟ้าที่โดดเด่น เช่น สมบัติการดูดกลืนรังสีอัลตราไวโอเลต (UV Absorption) สมบัติการเรืองแสง (Photoluminescence) ซึ่งเมื่อสังกะสีออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงพลังงานสูงอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นจะคายพลังงานออกมาเป็นแสง และสมบัติเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) ซึ่งเกิดจากโครงสร้าง Hexagonal Wurtzite ของสังกะสีออกไซด์ที่ไม่มีศูนย์กลางสมมาตร (Non-Centrosymmetric) ทำให้แรงทางกลสามารถถูกแปลงเป็นไฟฟ้า และไฟฟ้าถูกเปลี่ยนรูปพลังงานทางกลได้ นอกจากนี้สังกะสีออกไซด์ยังมีความเสถียรทางความร้อน มีจุดหลอมเหลวสูง ไม่ละลายในน้ำ แต่สามารถละลายในกรดหรือด่างบางชนิดได้ สมบัติเหล่านี้สะท้อนให้เห็นถึงความเหมาะสมของสังกะสีออกไซด์ในการประยุกต์ในหลากหลายสาขา และสมบัติทั่วไปของสังกะสีออกไซด์แสดงดังตารางที่ 2.4



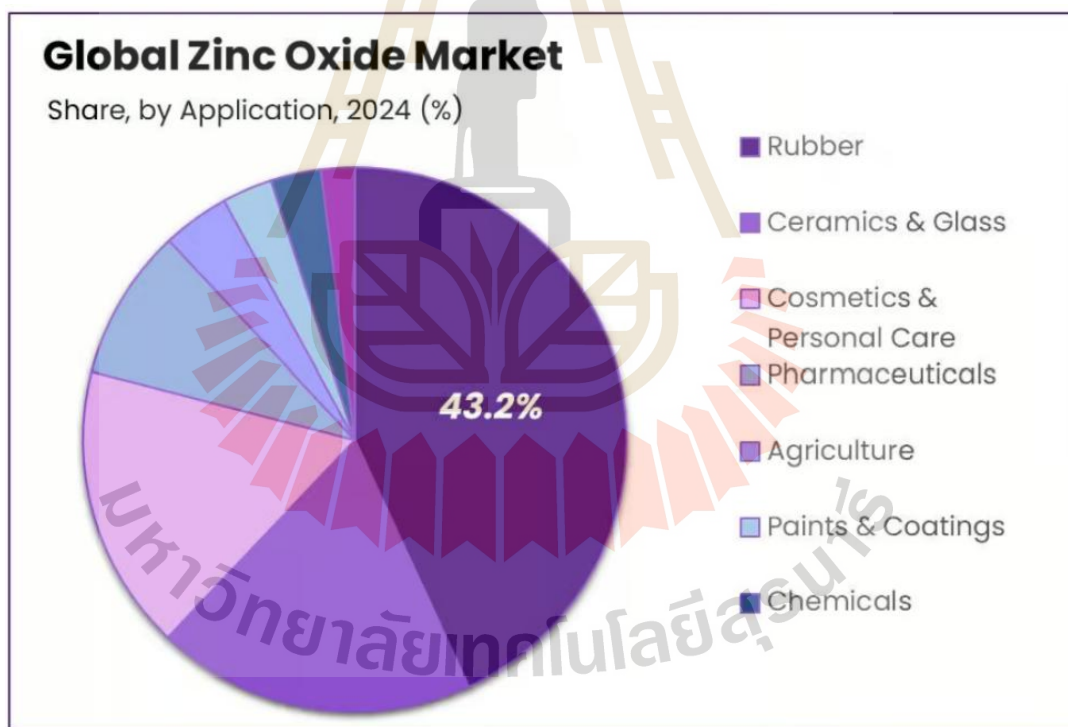
รูปที่ 2.6 ลักษณะของผงสังกะสีออกไซด์ a) ลักษณะทางกายภาพของสังกะสีออกไซด์ และ b) โครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Wurtzite ระบายผลึกของสังกะสีออกไซด์ (X. Wang, 2025)

ตารางที่ 2.4 สมบัติทั่วไปของสังกะสีออกไซด์

สมบัติทั่วไป	สังกะสีออกไซด์
น้ำหนักโมเลกุล (g/mol)	81.38
ความหนาแน่น (g/cm ³)	5.606
จุดหลอมเหลว (°C)	1,975
ความสามารถละลายน้ำ	ไม่ละลายน้ำและแอลกอฮอล์ ละลายได้ในกรดอ่อน ๆ
แถบพลังงาน (eV)	3.4

2.3.2 การประยุกต์ใช้สังกะสีออกไซด์

สังกะสีออกไซด์ถูกนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางในหลายสาขาอุตสาหกรรม (Kotodziejczak-Radzimska & Jesionowski, 2014) โดยมีสัดส่วนการใช้งานแสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 สัดส่วนการใช้งานสังกะสีออกไซด์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ทั่วโลก ปี ค.ศ. 2024

(“Zinc Oxide Market,” 2025)

(1) อุตสาหกรรมยาง สังกะสีออกไซด์เป็นองค์ประกอบสำคัญในกระบวนการวัลคาไนซ์ (Vulcanization) ของยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ (Moezzi et al., 2012) โดยทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Activator) ที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของสารเร่ง ทำให้เกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างโซ่พอลิเมอร์ได้อย่างสมบูรณ์มากขึ้น ส่งผลต่อการเพิ่มความแข็งแรง ความทนทานต่อการสึกหรอ และเสถียรภาพทางความร้อนของผลิตภัณฑ์ยาง สังกะสีออกไซด์จึงถูกใช้เป็นองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยางหลายประเภท เช่น ยางรถยนต์ ซิลยาง ท่อยาง และผลิตภัณฑ์ยางขึ้นรูปอื่น ๆ

(2) อุตสาหกรรมเซรามิกและเคลือบผิว สังกะสีออกไซด์เป็นวัตถุดิบที่มีบทบาทสำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก และเคลือบผิวทั้งในส่วนของเนื้อดินและชั้นเคลือบ เนื่องจากช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงความร้อน โครงสร้าง และความทนทานของวัสดุ สังกะสีออกไซด์ทำหน้าที่เป็นฟลักซ์ช่วยลดจุดหลอมเหลวของชั้นเคลือบ ทำให้ชั้นเคลือบหลอมละลายได้ดีและสม่ำเสมอ ส่งผลให้ผิวเคลือบมีความเรียบเนียนและยึดเกาะกับเนื้อเซรามิกได้ดีขึ้น นอกจากนี้สังกะสีออกไซด์ยังเพิ่มความทึบแสง ความขาว ความแข็ง และความทนต่อการขีดข่วน รวมทั้งช่วยให้ชั้นเคลือบทนต่อการกัดกร่อนจากสารเคมีต่าง ๆ ในระบบแก้ว สังกะสีออกไซด์ยังช่วยเพิ่มความเสถียรของโครงสร้างแก้วและเพิ่มความทนทานต่อความร้อน ทำให้วัสดุทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็วได้ดี คุณสมบัติเหล่านี้ทำให้สังกะสีออกไซด์ถูกนำไปใช้ในผลิตภัณฑ์เซรามิกหลายชนิด เช่น กระเบื้องเคลือบ เครื่องปั้นดินเผาเคลือบแก้ว และเซรามิกเชิงวิศวกรรมที่ต้องการสมบัติเชิงกลและเชิงความร้อนที่ดีเป็นพิเศษ (Zinc Oxide, n.d.)

(3) สี สารเคลือบผิว และเม็ดสี สังกะสีออกไซด์เป็นส่วนประกอบสำคัญในอุตสาหกรรมสีและการเคลือบผิว (Moezzi et al., 2012) เนื่องจากมีสมบัติทางแสง และความทนทานต่อสภาวะแวดล้อม ทำหน้าที่เป็นเม็ดสีขาว (White Pigment) ที่ช่วยเพิ่มความสว่างและความทึบแสงของผลิตภัณฑ์ อีกทั้งยังช่วยป้องกันรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV Protection) ซึ่งส่งผลต่อการยืดอายุการใช้งานของฟิล์มสี รวมถึงช่วยเพิ่มความต้านทานต่อเชื้อราและการกัดกร่อน จึงนิยมนำไปใช้ในสีอาคาร สีอุตสาหกรรม สีทาเรือ และสารเคลือบที่ต้องการความทนทานสูง

(4) อุตสาหกรรมเวชสำอาง สังกะสีออกไซด์เป็นสารออกฤทธิ์ที่มีความปลอดภัยสูง และถูกนำมาใช้มายาวนานในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางและบำรุงผิว โดยทำหน้าที่เป็นสารกรองรังสียูวี (UV Filter) ที่สามารถป้องกันได้ทั้งรังสี UV-A และ UV-B อีกทั้งมีความอ่อนโยนไม่ก่อให้เกิดการระคายเคืองต่อผิวหนัง และยังช่วยลดการอักเสบหรือการระคายเคืองจากปัจจัยภายนอกจึงถูกใช้ในผลิตภัณฑ์ เช่น ครีมกันแดด แป้งฝุ่น ครีมทาผิว และผลิตภัณฑ์สำหรับผิวแพ้ง่าย (Raha & Ahmaruzzaman, 2022b)

(5) **อุตสาหกรรมเภสัชกรรม** ในด้านการแพทย์สังกะสีออกไซด์ถูกใช้เป็นสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์เวชภัณฑ์ทาภายนอก เนื่องจากมีสมบัติในการปกป้องผิว ลดการอักเสบ และมีฤทธิ์ฆ่าเชื้ออ่อน ๆ จึงถูกนำไปใช้ในครีมรักษาผื่นผ้าอ้อม ยาทาผิวเพื่อบรรเทาการอักเสบ และครีมปกป้องผิวจากความชื้นและสิ่งระคายเคือง สังกะสีออกไซด์ยังเป็นสารที่ได้รับการยอมรับว่ามีความปลอดภัยสูงสำหรับการใช้ภายนอกร่างกาย (Gartner et al., 2023)

(6) **อุตสาหกรรมสิ่งทอ** สังกะสีออกไซด์ถูกนำมาใช้ในการปรับปรุงสมบัติของสิ่งทอ โดยสามารถเคลือบลงบนเส้นใยหรือผสมในเนื้อผ้าเพื่อเพิ่มความสามารถในการป้องกันรังสี UV และเสริมสมบัติด้านการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์จึงถูกใช้ในชุดกีฬา สิ่งทอสำหรับการใช้งานกลางแจ้ง รวมถึงวัสดุสิ่งทอทางการแพทย์บางประเภท (Raha & Ahmaruzzaman, 2022b)

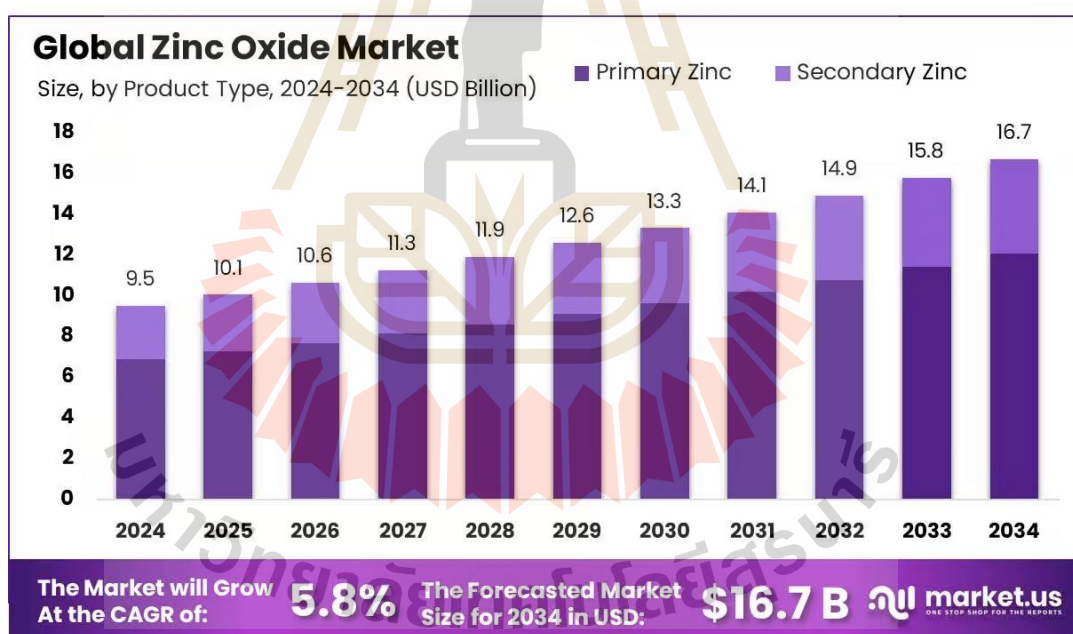
(7) **การบำบัดของเสียและงานด้านสิ่งแวดล้อม** สังกะสีออกไซด์มีบทบาทสำคัญในงานด้านสิ่งแวดล้อม และการบำบัดของเสีย เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีความเสถียรต่อสารเคมี และสามารถเข้าร่วมปฏิกิริยาได้ดี โดยเฉพาะในกระบวนการออกซิเดชันที่ต้องการเร่งปฏิกิริยา สังกะสีออกไซด์มักถูกใช้เป็นส่วนประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) เพื่อช่วยเร่งการย่อยสลายของสารอินทรีย์หรือเปลี่ยนสารปนเปื้อนให้มีความเป็นพิษลดลง (Raha & Ahmaruzzaman, 2022b) นอกจากนี้สังกะสีออกไซด์ยังถูกพัฒนาให้เป็นวัสดุดูดซับ (Adsorbents) สำหรับใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย เช่น การกำจัดโลหะหนัก สารอินทรีย์ที่ย่อยสลายยาก และสารมลพิษที่มีโครงสร้างซับซ้อน วัสดุนี้นี้มีพื้นที่ผิวสูงที่เหมาะสมต่อการดูดซับทำให้สามารถดักจับ และกำจัดสารมลพิษได้อย่างมีประสิทธิภาพ มีความทนต่อสภาวะการใช้งาน และความสามารถในการฟื้นฟูหรือใช้งานซ้ำ จึงทำให้สังกะสีออกไซด์เป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจอย่างมากในระบบควบคุมมลพิษ และการบำบัดน้ำเสีย

2.3.3 ความสำคัญของสังกะสีออกไซด์ในด้านอุตสาหกรรมและเศรษฐกิจ

ในอุตสาหกรรมยางซึ่งเป็นผู้บริโภคสังกะสีออกไซด์รายใหญ่มีความต้องการใช้สังกะสีออกไซด์สูงอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากสังกะสีออกไซด์เป็นสารตั้งต้นที่มีความจำเป็นในกระบวนการวัลคาไนซ์ เมื่ออุตสาหกรรมยางรถยนต์ และผลิตภัณฑ์ยางทางอุตสาหกรรมเติบโตขึ้นความต้องการใช้สังกะสีออกไซด์ก็เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ส่งผลให้มูลค่าทางเศรษฐกิจของสังกะสีออกไซด์เชื่อมโยงโดยตรงกับอุตสาหกรรมยาง นอกจากนั้น สังกะสีออกไซด์ยังมีบทบาทสำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก สี และเวชสำอาง ซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่มีมูลค่าสูง และมีอัตราการเติบโตต่อเนื่องในตลาดโลก จึงทำให้สังกะสีออกไซด์ได้รับการจัดให้เป็นวัตถุดิบเชิงกลยุทธ์ในหลายประเทศ

อีกปัจจัยที่สะท้อนถึงความสำคัญเชิงเศรษฐกิจของสังกะสีออกไซด์ คือความเสถียรของห่วงโซ่อุปทาน (Supply Chain) เนื่องจากการผลิตสังกะสีออกไซด์อาศัยทั้งวัตถุดิบจากแร่สังกะสี และวัตถุดิบทุติยภูมิ เช่น เศษโลหะและฝุ่นจากกระบวนการหลอมโลหะ การพึ่งพาทรัพยากรต้นน้ำ

เหล่านี้ทำให้ต้นทุน และราคาของสังกะสีออกไซด์มีความผันผวนตามสภาวะตลาดโลก และต้นทุนพลังงาน ส่งผลให้งานวิจัยด้านแหล่งวัตถุดิบทดแทนโดยเฉพาะการใช้ฝุ่นเตาไฟฟ้าแบบอาร์กที่เป็นแหล่งสังกะสีทุติยภูมิได้รับความสนใจเพิ่มขึ้น เนื่องจากสามารถช่วยลดต้นทุน และเพิ่มความยั่งยืนให้แก่กระบวนการผลิต เมื่อพิจารณาภาพรวมของความต้องการเชิงเศรษฐกิจ และอุตสาหกรรมของสังกะสีออกไซด์ จะพบว่าความต้องการที่เพิ่มขึ้นในหลายภาคอุตสาหกรรมส่งผลให้ตลาดสังกะสีออกไซด์มีการเติบโตอย่างต่อเนื่อง ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลการคาดการณ์ตลาดในระยะ 10 ปีข้างหน้า โดยรายงานการคาดการณ์มูลค่าตลาดสังกะสีออกไซด์ทั่วโลกระหว่างปี ค.ศ. 2024–2034 แสดงให้เห็นว่ามูลค่าตลาดมีแนวโน้มเพิ่มจากประมาณ 9.5 พันล้านดอลลาร์สหรัฐในปี 2024 เป็น 16.7 พันล้านดอลลาร์สหรัฐในปี 2034 ด้วยอัตราการเติบโตเฉลี่ยต่อปี (CAGR) ประมาณ 5.8% ดังแสดงในรูปที่ 2.8 แสดงให้เห็นถึงความต้องการสังกะสีออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญในระดับอุตสาหกรรมทั้งจากสังกะสีปฐมภูมิ และสังกะสีทุติยภูมิซึ่งสนับสนุนภาพรวมความต้องการเชิงเศรษฐกิจของสังกะสีออกไซด์



รูปที่ 2.8 มูลค่าตลาดสังกะสีออกไซด์ของโลกจำแนกตามประเภทผลิตภัณฑ์ระหว่างปี ค.ศ. 2024–2034 (“Zinc Oxide Market,” 2025)

แม้ว่าสังกะสีออกไซด์จะตอบสนองความต้องการการใช้งานในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ได้หลากหลาย แต่ยังคงมีข้อจำกัดในด้านพื้นที่ผิวจำเพาะ การนำไฟฟ้า และความไวต่อสัญญาณแสง ซึ่งเป็นสมบัติที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อเทคโนโลยีสมัยใหม่ที่ต้องการวัสดุที่มีความแม่นยำ และประสิทธิภาพสูงกว่าเดิม ด้วยเหตุนี้การปรับให้สังกะสีออกไซด์มีสมบัติที่ดีขึ้นเพื่อการใช้งานในระดับที่สูงขึ้นจึงเป็นสิ่งที่ต้องพิจารณา ทั้งนี้การปรับขนาดอนุภาคของสังกะสีออกไซด์ลงสู่ระดับนาโน จึงเป็นแนวทางสำคัญในการยกระดับศักยภาพของสังกะสีออกไซด์ ซึ่งสามารถให้สมบัติทางแสง และทางไฟฟ้าที่เหนือกว่าสังกะสีออกไซด์ระดับทั่วไป อีกทั้งยังมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงชันอย่างมาก ส่งผลให้วัสดุทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น และสามารถตอบสนองต่อปฏิกิริยาต่าง ๆ ได้ดีกว่า จึงเหมาะสมอย่างยิ่งต่อการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ขั้นสูง อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ และงานวิจัยด้านวัสดุนาโนที่ต้องการสมบัติพิเศษดังกล่าว ดังนั้น การศึกษาคุณสมบัติ และบทบาทของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจึงมีความสำคัญอย่างยิ่ง และจะกล่าวถึงในหัวข้อถัดไป

2.4 อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

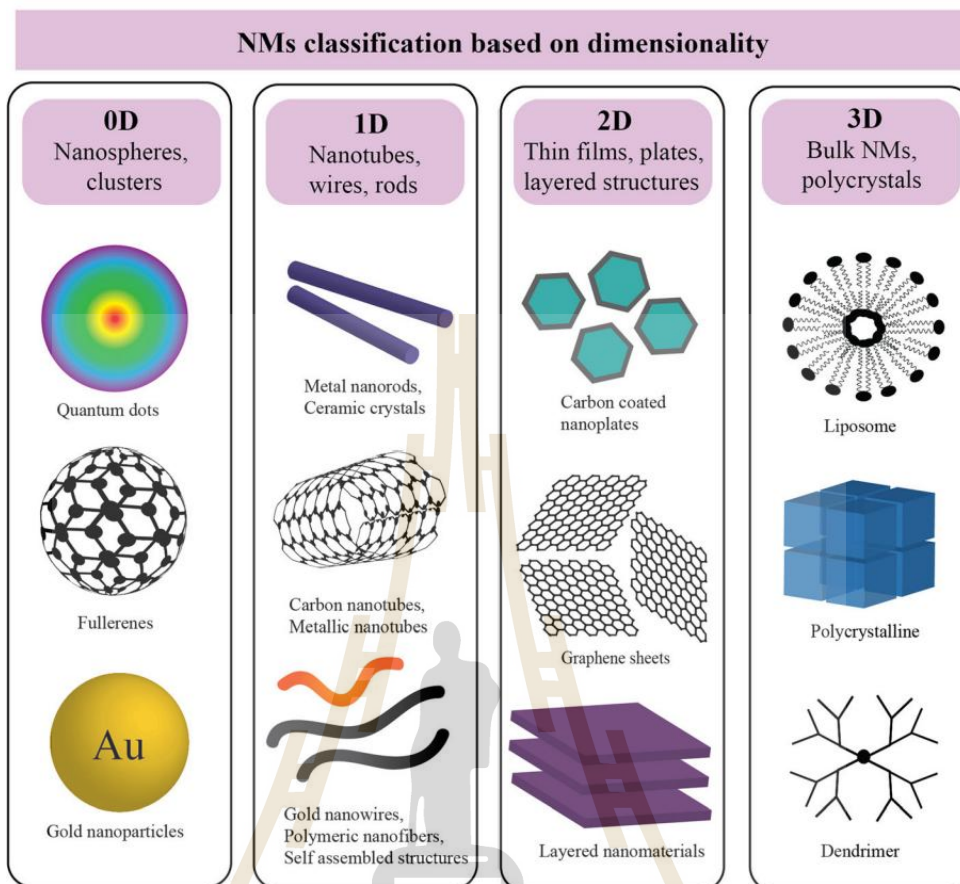
2.4.1 ลักษณะและสมบัติเด่นของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนเป็นอนุภาคที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 100 นาโนเมตร (nm) การลดขนาดลงสู่ระดับนาโนทำให้สัดส่วนพื้นที่ผิวต่อปริมาตรเพิ่มสูงขึ้นอย่างมาก ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติที่แตกต่างจากสังกะสีออกไซด์ทั่วไปอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งด้านโครงสร้าง พฤติกรรมทางแสง และสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติที่สำคัญของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนคือ ความไวต่อสัญญาณแสง (Photo Response Sensitivity) ซึ่งหมายถึงความสามารถของวัสดุในการตอบสนองต่อแสง และแปลงพลังงานแสงให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าได้อย่างรวดเร็ว เมื่อขนาดลดลงถึงระดับนาโนพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นทำให้เกิดการสร้างประจุไฟฟ้า (Electron-Hole Pairs) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ส่งผลให้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนเหมาะสำหรับการใช้งานในอุปกรณ์ตรวจจับแสง และออปโตอิเล็กทรอนิกส์ นอกจากนี้ อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนยังมีการนำไฟฟ้าเชิงผิว (Surface Electrical Conductivity) ที่เด่นชัดมากขึ้นเมื่อเทียบกับสังกะสีออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า ทั้งนี้ เนื่องจากกระแสไฟฟ้าสามารถไหลผ่านผิวสัมผัสของอนุภาคได้ดีขึ้นเมื่อพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น สมบัตินี้มีความสำคัญต่อการทำงานของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก เช่น ทรานซิสเตอร์ฟิล์มบาง และเซนเซอร์ก๊าซ ซึ่งต้องการวัสดุที่ตอบสนองต่อสภาพแวดล้อม และสัญญาณภายนอกได้อย่างรวดเร็ว และแม่นยำ ด้วยสมบัติเหล่านี้ อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจึงเป็นวัสดุที่มีศักยภาพสูง และได้รับความสนใจอย่างมากในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ เซนเซอร์ และงานวิจัยด้านวัสดุนาโนที่ต้องการประสิทธิภาพสูงกว่าสังกะสีออกไซด์ในระดับทั่วไป

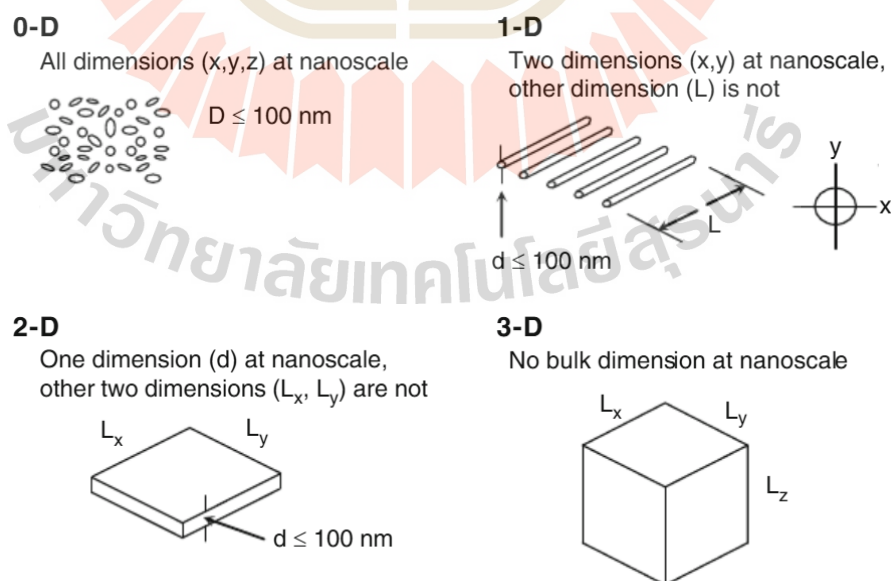
นอกจากนั้น ปัจจัยอีกประการหนึ่งที่มีผลสำคัญต่อสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนคือ มิติ (Dimension) และรูปร่าง (Morphology) ของอนุภาค เนื่องจากการจัดเรียงเชิงโครงสร้างในระดับนาโนสามารถเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิว การกระจายประจุ และลักษณะการเกิดปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมได้อย่างมีนัยสำคัญ รูปร่างที่แตกต่างกัน เช่น แบบทรงกลม (Nanosphere) แท่งนาโน (Nanorod) เส้นลวดนาโน (Nanowire) แผ่นนาโน (Nanoplate) หรือ ดอกไม้นาโน (Nanoflower) จะส่งผลทำให้มีสมบัติที่แตกต่างกัน และถูกนำไปใช้งานที่แตกต่างกัน ดังนั้น ในหัวข้อต่อไปจะกล่าวถึงประเภทของมิติและรูปร่างของวัสดุนาโน พร้อมทั้งอธิบายความสัมพันธ์ของรูปร่างแต่ละแบบกับการประยุกต์ใช้งานในด้านอิเล็กทรอนิกส์ ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ เซนเซอร์ต่าง ๆ และในด้านการต้านเชื้อแบคทีเรีย ตามลำดับ

2.4.2 ประเภทของมิติและรูปร่างของวัสดุนาโน

มิติของวัสดุนาโนสามารถจำแนกออกได้เป็น 4 ประเภท ได้แก่ ศูนย์มิติ (0D) หนึ่งมิติ (1D) สองมิติ (2D) และสามมิติ (3D) ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งแต่ละมิติมีลักษณะเชิงโครงสร้างพื้นที่ผิวจำเพาะ และพฤติกรรมทางฟิสิกส์-เคมีที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ การทำความเข้าใจมิติของวัสดุนาโนจึงเป็นพื้นฐานสำคัญในการประเมินสมบัติและความเหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ และเพื่อให้เข้าใจความแตกต่างของวัสดุนาโนในแต่ละมิติได้ชัดเจนยิ่งขึ้น จึงจำเป็นต้องพิจารณาลักษณะของ “ขนาด” ที่อยู่ในระดับนาโนซึ่งเป็นตัวกำหนดมิติของวัสดุโดยตรง ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.9 การจำแนกประเภทของมิติและรูปร่างของวัสดุนาโน (Poh et al., 2018)



รูปที่ 2.10 ขนาดของอนุภาคนาโนแต่ละมิติในแกน x, y และ z (Lobnik et al., 2010)

- **วัสดุนาโนศูนย์มิติ (0D)** ขนาดของอนุภาคในทุกทิศทางทั้งแกน x , y และ z มีค่าต่ำกว่าระดับนาโนเมตรทั้งหมด ส่งผลให้อนุภาคมีลักษณะคล้ายจุดหรือเม็ดเล็กที่ไม่มีมิติสัมพันธ์กัน
- **วัสดุนาโนหนึ่งมิติ (1D)** มีเพียงเส้นผ่านศูนย์กลางหรือความหนาอยู่ในระดับนาโน (≤ 100 nm) ขณะที่ความยาว (L) มีขนาดใหญ่กว่าอย่างมาก ทำให้เกิดโครงสร้างคล้ายเส้นลวดหรือแท่งยาว
- **วัสดุนาโนสองมิติ (2D)** จะมีเพียงความหนาของแผ่น (d) ที่เป็นระดับนาโน ในขณะที่ความยาวและความกว้าง (L_x , L_y) มีขนาดใหญ่กว่า ส่งผลให้เกิดโครงสร้างที่มีพื้นที่ผิวกว้างแต่บางเป็นพิเศษ เช่น แผ่นนาโน (Nanoplate) หรือฟิล์มบาง
- **วัสดุนาโนสามมิติ (3D)** แม้จะไม่มีมิติหลักใดอยู่ในช่วงนาโนเมตร แต่ประกอบขึ้นจากโครงสร้างย่อยระดับนาโนจำนวนมาก ทำให้เกิดรูปทรงที่ซับซ้อน เช่น โครงสร้างพรุน (Porous Structure) หรือโครงสร้างแบบดอกไม้ (Nanoflower)

2.4.3 การประยุกต์ใช้อุณหภูมิสังกะสีออกไซด์นาโน

สังกะสีออกไซด์เป็นวัสดุเซมิคอนดักเตอร์ชนิด n -type ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Wurtzite ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบหกเหลี่ยมที่มีความไม่สมมาตรตามแนวแกนผลึก ทำให้พลังงานผิวของผิวผลึกในแต่ละทิศทางแตกต่างกัน ความไม่สมมาตรนี้ทำให้สังกะสีออกไซด์สามารถโตของผลึกในอัตราที่ไม่เท่ากันตามทิศทางต่าง ๆ ส่งผลให้สังกะสีออกไซด์สามารถเกิดเป็นโครงสร้างนาโนที่หลากหลาย ทั้งในรูปอนุภาคนาโนทรงกลม แท่งนาโน เส้นลวดนาโน แผ่นนาโน หรือโครงสร้างสามมิติที่มีลักษณะซับซ้อน เช่น โครงสร้างแบบดอกไม้ เมื่อขนาดของสังกะสีออกไซด์ลดลงสู่ระดับนาโนเมตรสมบัติของวัสดุจะเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน

อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 0D เช่น อนุภาคนาโน (Nanoparticles) จุดควอนตัม (Quantum Dots) เป็นต้น ซึ่งจะมีทุกมิติในระดับนาโนส่งผลให้พื้นที่ผิวต่อปริมาตรมีค่าสูงมาก และเมื่อขนาดของวัสดุนาโนเล็กจนจำกัดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ทำให้แถบพลังงาน (Band Gap) สมบัติทางแสง และทางไฟฟ้าเปลี่ยนไปจากวัสดุปกติอย่างชัดเจนหรือเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Quantum Confinement Effect ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่เพิ่มประสิทธิภาพการดูดกลืนแสงและการสร้างประจุอิสระเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลง พื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นทำให้เกิด Electron-Hole Pairs เกิดได้ง่ายขึ้น และมีตำแหน่งบนผิววัสดุที่มีความไวต่อปฏิกิริยามากเป็นพิเศษ (Active Sites) แถบพลังงานยังสามารถเปลี่ยนแปลงตามขนาดอนุภาคส่งผลต่อการปรับแต่งสมบัติทางแสงได้อย่างยืดหยุ่น วัสดุรูปแบบนี้จึงเหมาะกับการใช้งานที่ต้องการปฏิกิริยาเชิงผิวสูงหรือการตอบสนองต่อแสง เช่น อุปกรณ์ตรวจจับแสง (Photodetector) เซนเซอร์ตรวจจับรังสี UV (UV Sensor)

ตัวเร่งปฏิกิริยาแสง (Photocatalyst) การต้านแบคทีเรีย (Antibacterial Activity) รวมถึงการใช้เป็นสารเติมในวัสดุพอลิเมอร์ (Polymer Additive) เพื่อเพิ่มสมบัติด้านแสง และสมบัติเชิงกล (Zhu et al., 2025)

อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 1D เช่น แท่งนาโน (Nanorods) เส้นลวดนาโน (Nanowires) และท่อนาโน (Nanotubes) เป็นต้น โครงสร้าง 1D ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนเป็นรูปแบบที่พบมากที่สุด เนื่องจากสังกะสีออกไซด์มีแนวโน้มโตตามแนวแกน c (0001) ซึ่งมีพลังงานผิวสูงกว่าในทิศทางอื่น ทำให้เกิดการเจริญเติบโตแบบยาวเป็นพิเศษสังกะสีออกไซด์ที่มีมิติแบบ 1D มีเส้นทางนำไฟฟ้าในทิศทางเดียว ส่งผลให้การลำเลียงอิเล็กตรอนเกิดขึ้นได้อย่างมีประสิทธิภาพ ลดการรวมตัวของคู่อประจุ (Recombination) และเพิ่มความไวต่อแสงหรือก๊าซ พื้นที่ผิวรอบแท่ง และพลังงานผิวสูงบริเวณปลายแท่งทำให้เกิดปฏิกิริยาบนผิวได้ง่าย จึงเหมาะสำหรับงานที่ต้องการการตอบสนองเชิงผิวอย่างรวดเร็ว อาทิ เซนเซอร์ก๊าซ (Gas Sensors) (Gartner et al., 2023) เช่น ก๊าซไฮโดรเจน (H_2) ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) และก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) เป็นต้น การใช้งานทางด้านออปโตอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ใช้แสงเพื่อผลิตสัญญาณไฟฟ้าหรือใช้อิเล็กตรอนเพื่อสร้างแสง เช่น ตัวตรวจจับรังสี UV (UV Photodetectors) และไดโอดเปล่งแสงรังสี UV (UV LEDs) เป็นต้น และนอกจากนั้นยังเหมาะกับการใช้งานด้านการต้านแบคทีเรีย (Zhu et al., 2025)

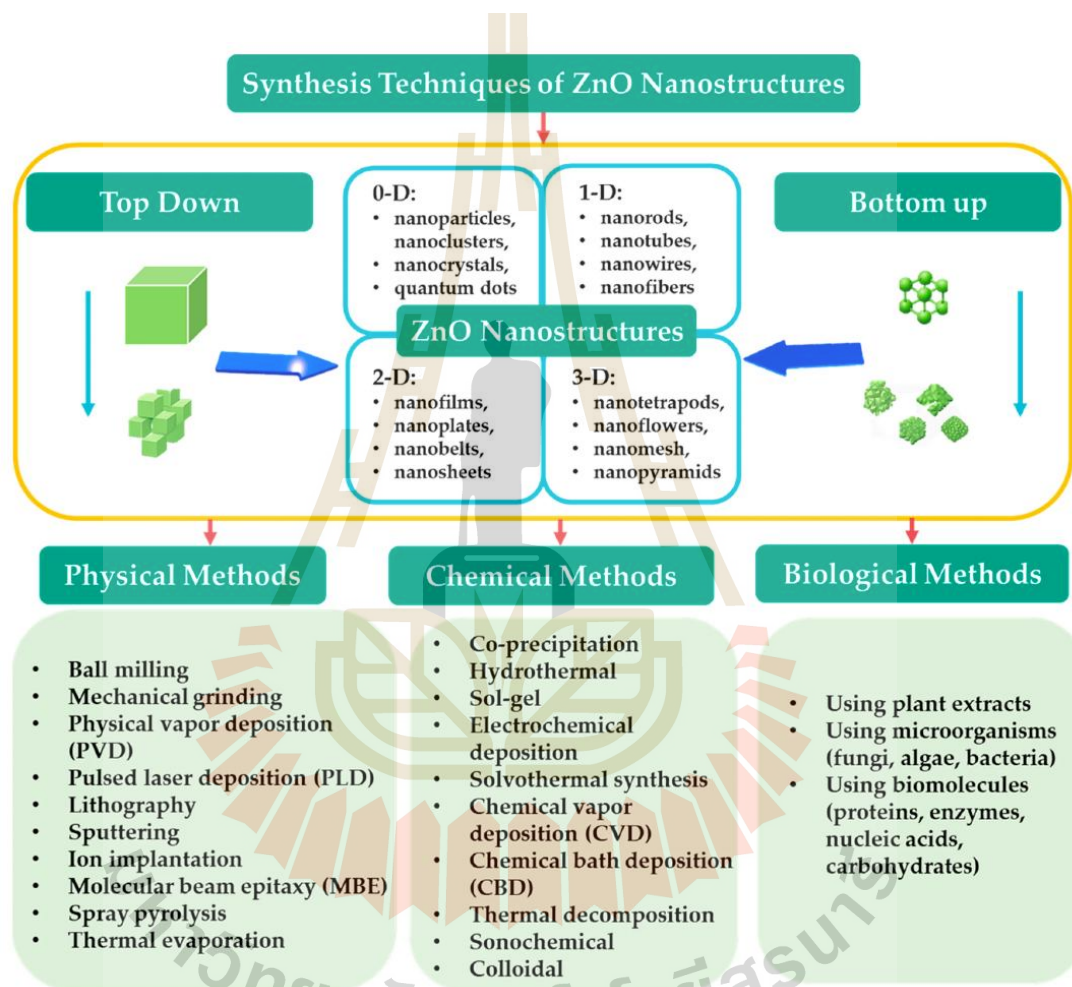
อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 2D เช่น แผ่นนาโน (Nanoplates) และชั้นฟิล์มบางระดับนาโน (Nanofilms) เป็นต้น โครงสร้าง 2D ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนมีลักษณะเป็นแผ่นบางที่มีความหนาในระดับนาโนและมีพื้นที่ผิวกว้าง การมีพื้นที่ผิวขนาดใหญ่ร่วมกับความบางเฉียบช่วยให้การแพร่ประจุหรือโฟตอนเกิดได้รวดเร็ว ส่งผลให้สามารถกระตุ้นปฏิกิริยาบนพื้นผิวได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้ พื้นผิว และขอบของโครงสร้างแบบ 2D ยังมีพลังงานผิวสูงซึ่งช่วยเสริมการดูดซับ และเกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลก๊าซหรือไอออนในสภาพแวดล้อมได้ดี ด้วยเหตุนี้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 2D จึงได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางสำหรับการประยุกต์ใช้งานในด้านเซนเซอร์ก๊าซ ซึ่งอาศัยการเปลี่ยนแปลงของสมบัติทางไฟฟ้าเมื่อก๊าซเป้าหมายถูกดูดซับบนพื้นผิวของวัสดุ ทำให้สามารถตรวจจับก๊าซได้อย่างมีความไว และความรวดเร็วสูง นอกจากนี้ โครงสร้างแบบแผ่นบางยังเพิ่มพื้นที่สัมผัสกับแบคทีเรียส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยาระหว่างผิววัสดุกับเซลล์แบคทีเรีย ส่งผลให้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 2D มีประสิทธิภาพในการต้านเชื้อแบคทีเรีย โดยสามารถยับยั้งการเจริญของแบคทีเรียหรือเชื้อโรคได้ดีกว่ารูปทรงนาโนแบบอื่น (Zhu et al., 2025)

อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 3D เช่น โครงสร้างนาโนรูปดอกไม้ (Nanoflower) สังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างพรุน (Porous ZnO) เป็นต้น อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 3D เป็นโครงสร้างที่เกิดจากการรวมตัวขององค์ประกอบระดับนาโนหลายชนิด โดยอาจเกิดการรวมของแท่งนาโนหรือแผ่นนาโนในหลายทิศทางเกิดเป็นโครงสร้างที่ซับซ้อน เช่น โครงสร้างนาโนรูปดอกไม้ หรือสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างพรุน ซึ่งโครงสร้างที่มีรูพรุนจำนวนมาก ช่วยเพิ่มการดูดซับ และการแพร่ของโมเลกุลหรือแสงภายในโครงสร้างได้ดี ความซับซ้อนนี้ช่วยให้เกิดปฏิกิริยาหลายตำแหน่งพร้อมกัน และเหมาะสำหรับกระบวนการที่ต้องการพื้นที่ผิวสูงมาก เช่น การเร่งปฏิกิริยา (Catalysis) เซนเซอร์ก๊าซความไวสูง (High-Sensitivity Gas Sensors) วัสดุดูดซับโลหะหนักหรือสารมลพิษ (Adsorbents) และอิเล็กโทรดพลังงาน (Electrode materials) แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน เป็นต้น นอกจากนี้โครงสร้างแบบ 3D ที่มีพื้นที่ผิว และปริมาณจุดออกฤทธิ์จำนวนมากยังเอื้อต่อการสัมผัสกับเชื้อแบคทีเรียอย่างมีประสิทธิภาพ และส่งเสริมการสร้างอนุมูลออกซิเจนที่มีปฏิกิริยาสูง (Reactive Oxygen Species; ROS) ซึ่งเป็นกลไกหลักของสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียส่งผลให้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนแบบ 3D มีศักยภาพสูงในการประยุกต์ใช้ด้านการต้านเชื้อแบคทีเรีย (Zhu et al., 2025)

แม้ว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจะเป็นวัสดุที่มีรูปร่างได้หลากหลาย แต่การสังเคราะห์ให้ได้อนุภาคที่มีความสม่ำเสมอทั้งในด้านขนาด รูปร่าง เฟสผลึก สมบัติเชิงฟิสิกส์-เคมี และการควบคุมมิติและรูปร่างยังคงเป็นประเด็นท้าทายที่สำคัญในงานวิจัยด้านวัสดุนาโน ความท้าทายดังกล่าวเกิดจากปัจจัยหลายด้านทั้งสถานะของปฏิกิริยาทางเคมี พลังงานของผิวผลึก รวมถึงผลกระทบของตัวแปรที่มีต่อกระบวนการเกิดนิวเคลียส และการโตของผลึก ซึ่งอาจส่งผลต่อความสม่ำเสมอของอนุภาคที่ได้ จากการพิจารณาความท้าทายในการสังเคราะห์ จะเห็นได้ว่าความสำเร็จในการควบคุมโครงสร้างและสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนขึ้นอยู่กับเลือกใช้วิธีการสังเคราะห์ที่เหมาะสมควบคู่กับการกำหนดเงื่อนไขของกระบวนการอย่างรอบคอบ วิธีการสังเคราะห์แต่ละวิธีมีอิทธิพลต่อกลไกการเกิดผลึก อัตราการโต และคุณลักษณะของอนุภาคที่ได้แตกต่างกัน การศึกษาวิธีสังเคราะห์ที่มีใช้อยู่ในปัจจุบันจึงเป็นขั้นตอนสำคัญในการกำหนดแนวทางการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่มีคุณภาพสม่ำเสมอ และมีสมบัติตามที่ต้องการ ดังนั้นหัวข้อถัดไปจะนำเสนอวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ใช้กันโดยทั่วไปพร้อมอธิบายหลักการ ข้อดี ข้อจำกัด และตัวแปรสำคัญที่ต้องควบคุมของแต่ละวิธีอย่างเป็นระบบ

2.5 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโน

วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนสามารถจำแนกออกได้เป็น 3 กลุ่มหลัก ได้แก่ วิธีทางกายภาพ (Physical Methods) วิธีทางเคมี (Chemical Methods) และวิธีทางชีวภาพ (Biological Methods) ดังแสดงดังรูปที่ 2.11 ซึ่งแต่ละวิธีมีหลักการ กลไก และข้อจำกัดที่แตกต่างกันส่งผลโดยตรงต่อขนาด รูปร่าง ความบริสุทธิ์ และสมบัติของอนุภาคที่ได้



รูปที่ 2.11 แผนผังแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโน (Poh et al., 2018)

วิธีเชิงกายภาพ เป็นแนวทางแบบ Top Down ที่อาศัยพลังงานภายนอก เช่น แสงทางกล ความร้อน เลเซอร์ หรือการระเหยของวัสดุ เพื่อย่อยวัสดุขนาดใหญ่ให้เป็นอนุภาคนาโน วิธีนี้เป็นวิธีที่ทำให้ได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูง และเหมาะสำหรับการผลิตฟิล์มบางหรือโครงสร้างที่ต้องการความแม่นยำ แต่มีข้อจำกัดด้านต้นทุนที่สูง ใช้พลังงานมาก และความยากในการควบคุมรูปร่างเฉพาะของอนุภาค

วิธีเชิงชีวภาพ ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่ม Bottom Up อาศัยสารสกัดจากพืช จุลินทรีย์ หรือชีวโมเลกุล ในการสร้างอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยไม่ใช้สารเคมีอันตราย วิธีนี้เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ต้นทุนไม่สูง และเหมาะกับงานด้านการแพทย์ แต่ยังมีข้อจำกัดในด้านความสม่ำเสมอของอนุภาค ความสามารถควบคุมรูปร่างที่จำกัด และคุณภาพผลึกที่อาจต่ำกว่าวิธีอื่น

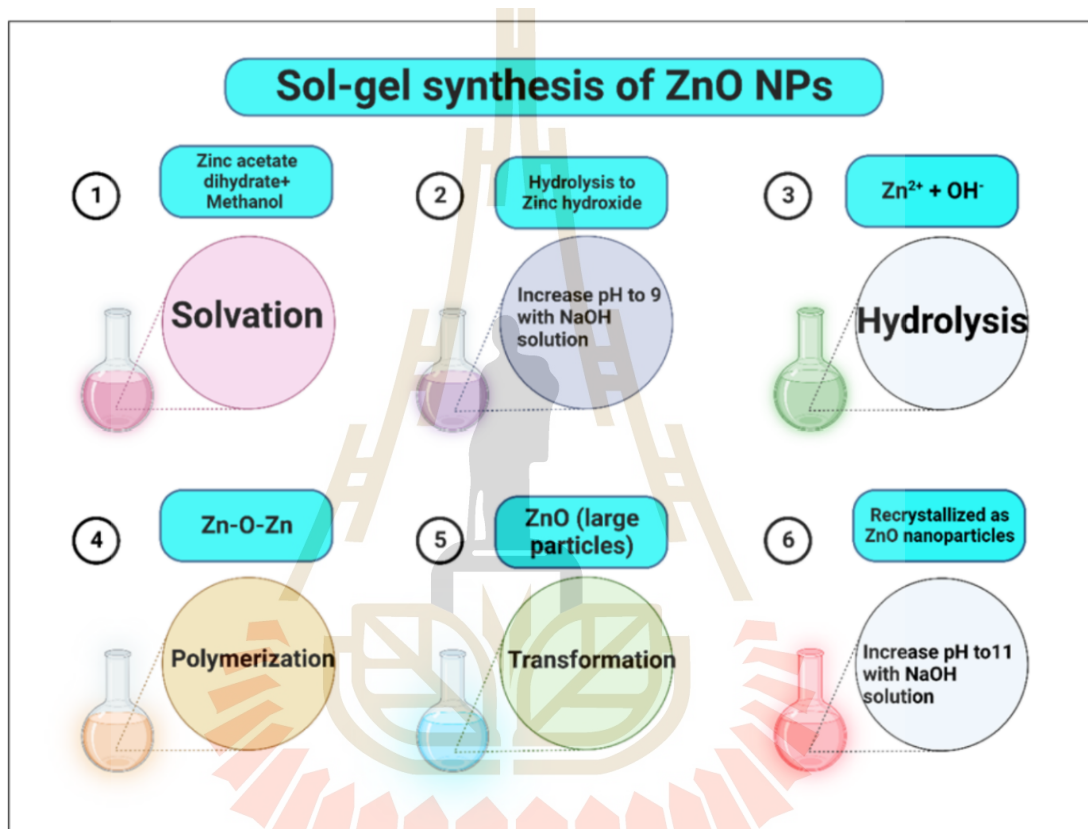
วิธีเชิงเคมี ซึ่งเป็นอีกหนึ่งวิธีในกลุ่ม Bottom Up นับว่าเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมมากที่สุด เนื่องจากสามารถควบคุมขนาด รูปร่าง และความบริสุทธิ์ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนได้อย่างแม่นยำกว่าวิธีอื่น การเกิดอนุภาคอาศัยกลไกการเกิดนิวเคลียส และการเจริญเติบโตของผลึกในสารละลาย ซึ่งสามารถควบคุมได้ผ่านตัวแปรสำคัญ เช่น ค่า pH อุณหภูมิ ความเข้มข้นของสารละลาย ความเร็วของการเกิดปฏิกิริยา และชนิดของสารช่วยควบคุมรูปร่าง ความยืดหยุ่นของวิธีเชิงเคมีนี้ทำให้สามารถสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนได้หลากหลายมิติตั้งแต่ 0D ไปจนถึง 3D

เนื่องจากวิธีการสังเคราะห์เชิงเคมี มีข้อได้เปรียบด้านความสามารถในการควบคุมโครงสร้างผลึก ขนาด รูปร่าง และสมบัติเชิงฟิสิกส์-เคมีของวัสดุได้อย่างแม่นยำ ผู้วิจัยจึงเลือกมุ่งเน้นการใช้วิธีการสังเคราะห์กลุ่มนี้เป็นหลักในงานวิจัย โดยได้นำเสนอหลักการ ข้อดี และข้อจำกัดที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ซึ่งเทคนิคพื้นฐานและกล่าวถึงในงานวิจัยมีดังนี้

2.5.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel)

กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุอนินทรีย์หรือวัสดุผสม โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีในสารละลายเริ่มจากสารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะของเหลวหรือสารละลาย (Sol) ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและพอลิเมอไรเซชัน ทำให้เกิดโครงข่ายสามมิติในระดับโมเลกุล และเปลี่ยนสภาพเป็นเจล (Gel) จากนั้น เมื่อมีการทำให้แห้งหรือเผาจะทำให้ได้วัสดุที่เป็นของแข็ง ตัวอย่างขั้นตอนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล แสดงดังในรูปที่ 2.12 โดยเริ่มจากการละลายสังกะสีอะซิเตตไดไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในเมทานอล (CH_3OH) เพื่อให้ได้สารละลายเริ่มต้น (Solvation) จากนั้นปรับค่า pH ให้มีค่าประมาณ 9 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อกระตุ้นปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ทำให้สังกะสีไอออน (Zn^{2+}) ทำปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เกิดเป็นสังกะสีไฮดรอกไซด์ ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) ต่อมาโมเลกุลของสังกะสีไฮดรอกไซด์จะเชื่อมต่อกันผ่านพันธะ Zn-O-Zn ในขั้นพอลิเมอไรเซชัน ก่อให้เกิดโครงข่ายเจล เมื่อเกิดการเปลี่ยนสภาพ (Transformation) จะได้สังกะสีออกไซด์ที่ยังมีขนาดค่อนข้างใหญ่ สุดท้ายเมื่อเพิ่ม pH ให้มีค่าสูงขึ้นเป็นประมาณ 11 จะเกิดการตกผลึกซ้ำ (Recrystallization) ส่งผลให้โครงสร้างผลึกของสังกะสีออกไซด์จัดเรียงตัวใหม่ และได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์ในระดับนาโนที่มีขนาดเล็ก และสม่ำเสมอ

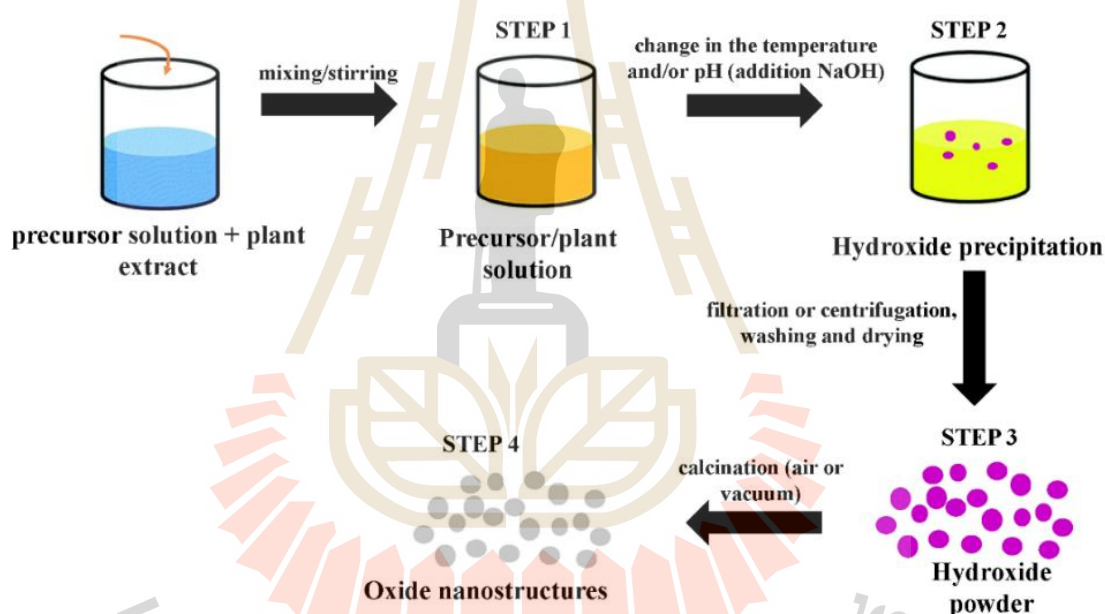
มากขึ้นปัจจัยที่มีผลต่อคุณภาพของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ได้แก่ ค่า pH ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อัตราการไฮโดรไลซิส ตัวทำละลาย รวมถึงอุณหภูมิการเผา ซึ่งล้วนส่งผลต่อขนาด รูปร่าง การกระจายตัว และความเป็นผลึกของอนุภาค ดังนั้น กระบวนการโซล-เจล จึงเป็นวิธีสังเคราะห์ที่ยืดหยุ่นสามารถปรับแต่งคุณสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนได้ตามต้องการ และใช้ได้ทั้งการผลิตผงนาโน ฟิล์มบาง และวัสดุไฮบริดเชิงฟังก์ชันหลากหลายชนิด



รูปที่ 2.12 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการโซล-เจล (Mohammed et al., 2024)

2.5.2 กระบวนการตกตะกอน (Precipitation)

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการตกตะกอนเป็นเทคนิคเชิงเคมีที่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีขั้นตอนการดำเนินงานที่ไม่ซับซ้อน ต้นทุนต่ำ และสามารถปรับสภาวะของระบบเพื่อควบคุมขนาด รูปร่าง และความเป็นผลึกของอนุภาคได้อย่างมีประสิทธิภาพ หลักการพื้นฐานของกระบวนการนี้อยู่ที่การเกิดปฏิกิริยารวมตัวระหว่างสังกะสีไอออน (Zn^{2+}) และไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) นำไปสู่การเกิดสารตั้งต้นสังกะสีไฮดรอกไซด์ ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) ซึ่งสามารถสลายตัวเป็นสังกะสีออกไซด์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม เช่น ค่า pH และอุณหภูมิที่กำหนด กระบวนการตกตะกอนสามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนสำคัญหลักดังแสดงในรูปที่ 2.13 ดังนี้



รูปที่ 2.13 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการตกตะกอน (Gonçalves et al., 2021)

(1) การเกิดนิวเคลียส (Nucleation): เมื่อระบบมีสภาวะอิ่มตัวอย่างยิ่งยวด (Supersaturation) ของสังกะสีไอออนและไฮดรอกไซด์ไอออน จะทำให้สังกะสีไฮดรอกไซด์ตกตะกอนในปริมาณมากการเกิดสภาวะอิ่มตัวอย่างยิ่งยวดในระดับสูงมีแนวโน้มให้เกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กและกระจายตัวได้ดี ขณะที่ระดับสภาวะอิ่มตัวอย่างยิ่งยวดต่ำมักให้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า

(2) การโตของผลึก (Crystal Growth): อนุภาคสังกะสีไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นจะจัดเรียงตัวและเติบโตไปตามทิศทางของระนาบผลึกสังกะสีออกไซด์ ซึ่งมีโครงสร้างแบบ Hexagonal Wurtzite ส่งผลให้ได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีลักษณะเฉพาะตามทิศผลึกและสภาวะของกระบวนการ

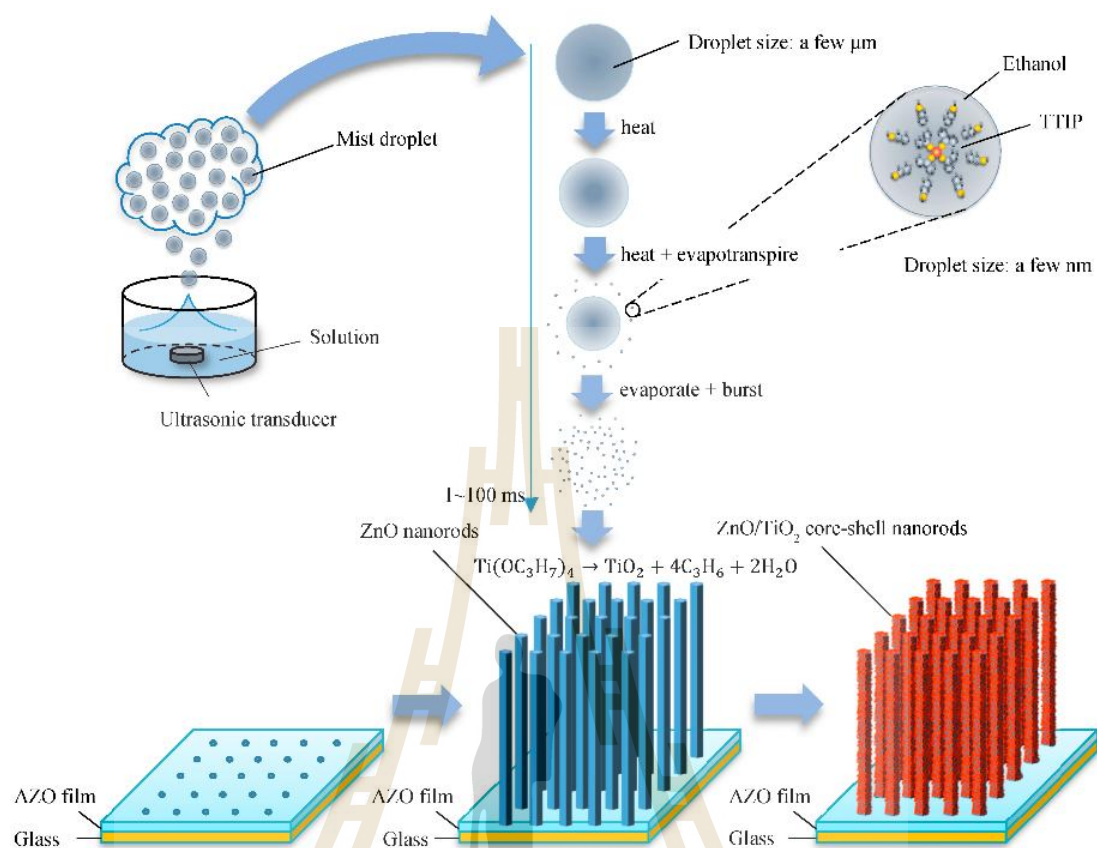
(3) การย่อยสลายเป็นสังกะสีออกไซด์ (Dehydration): สังกะสีไฮดรอกไซด์จะเกิดการสลายตัวภายใต้อุณหภูมิที่เหมาะสม ส่งผลให้เกิดสังกะสีออกไซด์ที่มีความเป็นผลึกสูงขึ้น

สมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากกระบวนการตกตะกอนถูกควบคุมโดยปัจจัยสำคัญหลายประการ ได้แก่ ค่า pH ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อุณหภูมิ ชนิดของตัวทำละลาย การใช้สารควบคุมรูปร่าง (Shape-Directing Agents) และเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งปัจจัยเหล่านี้ส่งผลต่อขนาด รูปร่าง ความเป็นผลึก และความสม่ำเสมอของอนุภาคโดยตรงด้วยเหตุนี้ กระบวนการตกตะกอน จึงเป็นเทคนิคที่เหมาะสมสำหรับการผลิตอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนในงานวิจัยที่ต้องการปริมาณมาก และควบคุมลักษณะเฉพาะของอนุภาคได้ดี

2.5.3 การตกตะกอนด้วยไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition: CVD)

กระบวนการการตกตะกอนด้วยไอสารเคมี เป็นหนึ่งในกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยอาศัยการนำสารตั้งต้นในสถานะไอ (Gaseous Precursors) เช่น ไอของสังกะสีไปทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดซ์ เช่น O_2 หรือ H_2O บนพื้นผิวรองรับที่ถูกให้ความร้อน ส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการสลายตัว และเกิดการสะสมของอะตอม Zn และ O บนพื้นผิวก่อนจัดเรียงตัวเป็นผลึกสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบ Hexagonal Wurtzite ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ซึ่งแสดงตัวอย่างของกระบวนการตกตะกอนด้วยไอสารเคมีที่ใช้การสร้างละออง (Mist) จากสารละลายด้วยอัลตราโซนิก แล้วลำเลียงละอองขนาดระดับไมโครเมตรไปยังบริเวณที่มีอุณหภูมิสูง เมื่อหยดละอองได้รับความร้อนจะเกิดกระบวนการระเหย การแตกตัว และการสลายของสารตั้งต้นส่งผลให้เกิดการตกตะกอนของสังกะสีออกไซด์บนพื้นผิวรองรับ เช่น แผ่นแก้วเคลือบ AZO กลไกของกระบวนการดังกล่าวสามารถอธิบายเป็นลำดับขั้น ได้แก่

- (1) การขนส่งไอหรือหยดละอองของสารตั้งต้นด้วยก๊าซพาไปยังพื้นผิว
- (2) การดูดซับของโมเลกุลบนพื้นผิวร้อน
- (3) การแตกตัว และเกิดปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวจนเกิดคลัสเตอร์สังกะสีออกไซด์ระยะแรก
- (4) การแพร่ และการโตของผลึกบนพื้นผิว



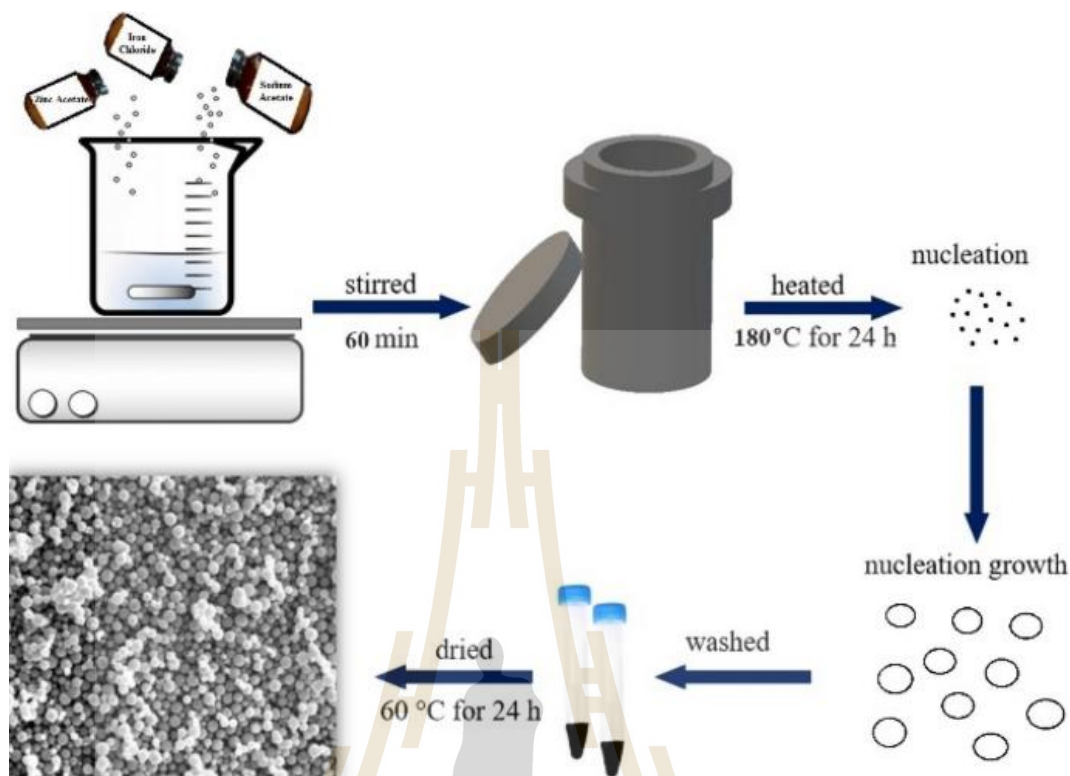
รูปที่ 2.14 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการตกตะกอนด้วยไอสารเคมี (Zhang et al., 2019)

ปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อขนาด รูปร่าง และสัณฐานวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ได้แก่ อุณหภูมิเตา ความดันภายในระบบ อัตราการไหลของก๊าซ ชนิดของสารตั้งต้น และชนิดของพื้นผิวรองรับ โดยการเติบโตของผลึกสามารถเกิดได้ทั้งแบบ Vapor–Solid (VS) หรือ Vapor–Liquid–Solid (VLS) ในกรณีที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ซึ่งช่วยให้สามารถควบคุมสัณฐานวิทยาของสังกะสีออกไซด์ เช่น อนุภาคทรงกลมนาโน (Nanosphere) แท่งนาโน (Nanorod) หรือเส้นลวดนาโน (Nanowire) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2.5.4 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นเทคนิคสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่อาศัยปฏิกิริยาเคมีในสารละลายภายใต้อุณหภูมิ และความดันสูงในระบบปิด และต้องดำเนินการด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล ดังแสดงในรูปที่ 2.15 สภาวะดังกล่าวช่วยเพิ่มความสามารถในการละลายของสารตั้งต้น และเร่งกระบวนการตกผลึกทำให้ได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่มีความเป็นผลึกสูง สัณฐานวิทยาชัดเจน และมีขนาดอนุภาคที่สามารถควบคุมได้ หลักการสำคัญเริ่มจากการละลายสารตั้งต้นสังกะสี เช่น สังกะสีอะซีเตตไดไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) สังกะสีไนเตรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) หรือสังกะสีคลอไรด์ (ZnCl_2) ร่วมกับแหล่งไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) หรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เพื่อให้เกิดสังกะสีไฮดรอกไซด์ ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) โดยกระบวนการพื้นฐานประกอบด้วย

- (1) การก่อตัวของสังกะสีไฮดรอกไซด์ ผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ Zn^{2+} กับ OH^-
- (2) การเปลี่ยนสังกะสีไฮดรอกไซด์ไปเป็นสังกะสีออกไซด์ ผ่านกระบวนการ Dehydration เมื่อได้รับความร้อน
- (3) การโตของผลึก (Crystal Growth) ภายในเครื่องปฏิกรณ์ (Autoclave) ที่อุณหภูมิประมาณ $100\text{--}200^\circ\text{C}$ ส่งผลให้อนุภาคจัดเรียงตัวตามโครงสร้างผลึกแบบ Wurtzite



รูปที่ 2.15 แผนผังตัวอย่างแสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Abdulhamid et al., 2023)

ปัจจัยที่มีผลสำคัญ ได้แก่ ค่า pH ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อุณหภูมิ และเวลาในการสังเคราะห์ ซึ่งกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลสามารถกำหนดลักษณะของสังกะสีออกไซด์ได้หลากหลาย เช่น อนุภาคทรงกลมนาโน (Nanosphere) แท่งนาโน (Nanorod) เส้นลวดนาโน (Nanowire) และโครงสร้างนาโนรูปดอกไม้ (Nanoflower) เป็นต้น ความสามารถในการปรับแต่งโครงสร้าง และความเป็นผลึกนี้ทำให้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นหนึ่งในเทคนิคที่เหมาะสมสำหรับการผลิตอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนคุณภาพสูง

แม้ว่าการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจะมีให้เลือกหลากหลายกระบวนการ โดยแต่ละกระบวนการล้วนมีสมบัติ จุดเด่น และข้อจำกัดที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อต้นทุนวิทยา ความเป็นผลึก ต้นทุน และการนำไปใช้งานในลักษณะต่าง ๆ ดังนั้น เพื่อให้สามารถเลือกวิธีที่เหมาะสมสำหรับงานวิจัย กระบวนการสังเคราะห์ทั้ง 4 กระบวนการจะถูกเปรียบเทียบข้อดีและข้อจำกัด ดังแสดงในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ข้อดีและข้อจำกัดของกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการเชิงเคมี

กระบวนการสังเคราะห์	ข้อดี	ข้อจำกัด
โซล-เจล (Sol-gel)	• อนุภาคมีความสม่ำเสมอสูง • เหมาะกับฟิล์มบางและผงนาโน	• กระบวนการมีหลายขั้นตอน • สารตั้งต้นที่มีราคาสูง • สารอินทรีย์ตกค้างอาจทำให้สมบัติเปลี่ยนหากเผาไม่เพียงพอ
การตกตะกอน (Precipitation)	• ขั้นตอนง่าย ไม่ซับซ้อน • ต้นทุนต่ำ • เหมาะสำหรับผลิตในปริมาณมาก	• การกระจายตัวของอนุภาคอาจไม่สม่ำเสมอ • อนุภาคมีการรวมตัวกัน (Agglomeration)
การตกตะกอนด้วยไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition: CVD)	• ผลิตรัศมีที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง • ควบคุมทิศทางการโตได้ • เหมาะสำหรับโครงสร้าง 1D	• อุปกรณ์ราคาแพง • ต้องควบคุมอุณหภูมิ-ก๊าซอย่างแม่นยำ
ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)	• ผลิตรัศมีที่ได้มีความเป็นผลึกสูง • ควบคุมสัณฐานได้ดีมาก • ไม่ต้องใช้สารอินทรีย์มาก • เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมากกว่ากระบวนการอื่น เนื่องจากไม่ต้องเผาผลิตรัศมีที่อุณหภูมิสูง	• ต้องใช้หม้อ Autoclave ทนแรงดันซึ่งต้นทุนสูง • คุณภาพขึ้นกับการควบคุม pH และอุณหภูมิอย่างแม่นยำ

จากผลการประเมินกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยเทคนิคทางเคมีต่าง ๆ พบว่า กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมีความโดดเด่นในด้านความสามารถในการควบคุมโครงสร้างผลึก และสัณฐานวิทยาของอนุภาค อีกทั้งยังให้ผงสังกะสีออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกสูงกว่าเทคนิคอื่นโดยไม่จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิที่สูงมาก กระบวนการดังกล่าวจึงมีความเหมาะสมที่จะประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นไปที่การศึกษางานวิชาการที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อทำความเข้าใจหลักการ กลไก และปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดอนุภาค ตลอดจนแนวทางในการปรับสภาวะ

การทดลองของกระบวนการ และเพื่อให้สามารถอธิบายอิทธิพลของสภาวะการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ส่งผลต่อขนาด และรูปร่างของอนุภาคได้อย่างเป็นระบบ และสอดคล้องตามวัตถุประสงค์ของงานวิจัย

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า จำเป็นต้องเริ่มจากการเปลี่ยนสภาพสังกะสีออกไซด์ซึ่งอยู่ในรูปของแข็งให้อยู่ในรูปของสารละลายก่อน ทั้งนี้ เนื่องจากงานวิจัยฉบับนี้เลือกใช้กระบวนการสังเคราะห์เชิงเคมีที่จัดอยู่ในกลุ่มเทคนิคแบบ Bottom-Up ทำให้ต้องเตรียมสังกะสีไอออนให้พร้อมสำหรับใช้เป็นสารตั้งต้นในการเกิดผลึกอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ดังนั้นการชะละลายสังกะสีออกไซด์ภายใต้สภาวะกรดหรือด่างจึงเป็นขั้นตอนสำคัญในการเปลี่ยนสังกะสีออกไซด์ให้เป็นสังกะสีไอออน ซึ่งเป็นรูปแบบที่เหมาะสมต่อการนำไปเป็นสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการต่อไป ดังนั้น ปัจจัยที่มีผลต่อการชะละลายสังกะสีออกไซด์จึงมีความสำคัญอย่างยิ่ง เนื่องจากส่งผลโดยตรงต่อคุณภาพของสารตั้งต้น และประสิทธิภาพของกระบวนการสังเคราะห์โดยรวม ทั้งนี้ ในหัวข้อต่อไปได้นำเสนอผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการชะละลายสังกะสีออกไซด์เพื่อใช้เป็นพื้นฐานในการออกแบบการทดลองต่อไป

2.6.1 การชะละลายสังกะสีออกไซด์

สังกะสีออกไซด์เป็นสารประกอบแอมโฟเทอริก (Amphoteric) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยาได้ทั้งกับกรด และด่าง เมื่อสังกะสีออกไซด์ทำปฏิกิริยากับกรด เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริกหรือกรดซัลฟิวริกจะละลายและให้สังกะสีไอออน โดยเกิดปฏิกิริยาเคมี ดังนี้



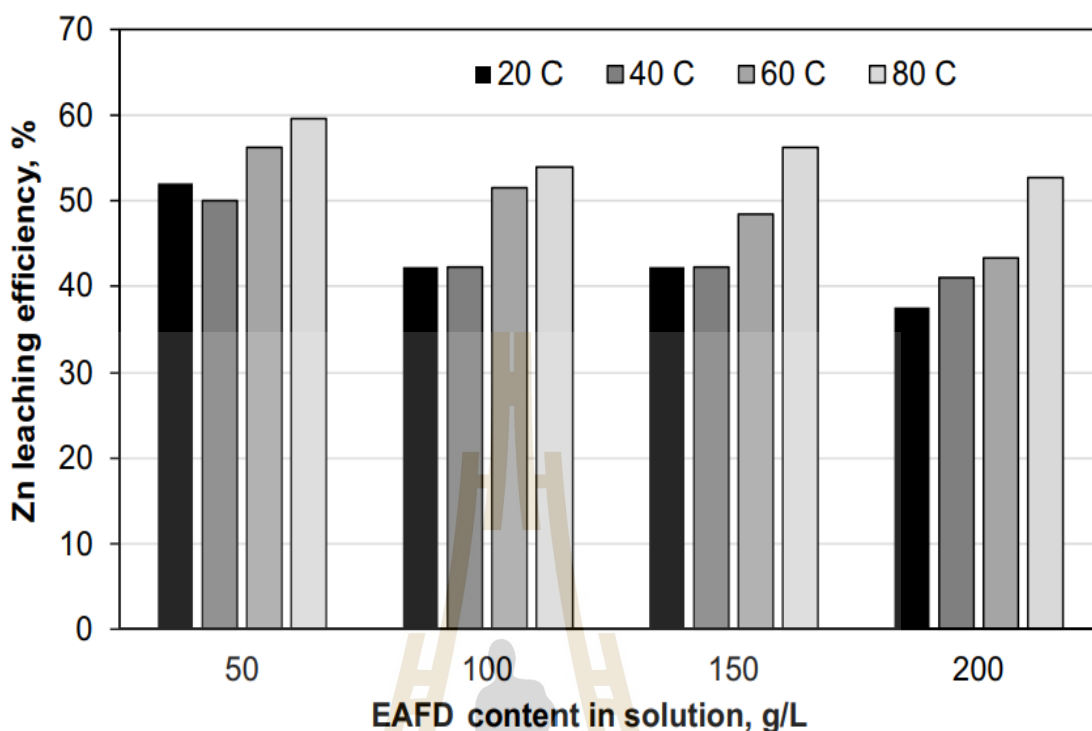
เมื่อสังกะสีออกไซด์ทำปฏิกิริยากับด่างเข้มข้น เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์จะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสี (Zincate Complex) ซึ่งละลายน้ำได้ โดยเกิดปฏิกิริยาเคมี ดังนี้



เมื่อพิจารณาจากปฏิกิริยาเคมีที่กล่าวข้างต้น จะเห็นได้ว่าเมื่อสังกะสีออกไซด์ ทำปฏิกิริยากับกรดจะได้สังกะสีในรูปแบบสังกะสีไอออน และเมื่อทำปฏิกิริยากับด่างจะได้สังกะสีอยู่ในรูปแบบของสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสี เนื่องจากว่ากระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่อาศัยการตกผลึกของสังกะสีออกไซด์จากสภาวะสารละลายเป็นหลัก ดังนั้น การเตรียมสังกะสีให้อยู่ในรูปของสังกะสีไอออน จึงเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญอย่างยิ่ง เนื่องจากสังกะสีไอออนอยู่ในสถานะที่สามารถเข้าร่วมกระบวนการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเจริญเติบโตของผลึก (Growth) ได้โดยตรง ส่งผลให้สามารถควบคุมกลไกการเกิดผลึกได้อย่างมีประสิทธิภาพ อีกทั้งยังช่วยให้ได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์มีความบริสุทธิ์สูง ขนาดอนุภาคมีการกระจายตัว และรูปร่างเหมาะสมตามต้องการ ด้วยเหตุนี้งานวิจัยฉบับนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาการชะละลายในสภาวะกรดเพื่อเปลี่ยนสภาพสังกะสีออกไซด์ซึ่งอยู่ในรูปของแข็งให้กลายเป็นสังกะสีไอออนที่มีความพร้อมสำหรับนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

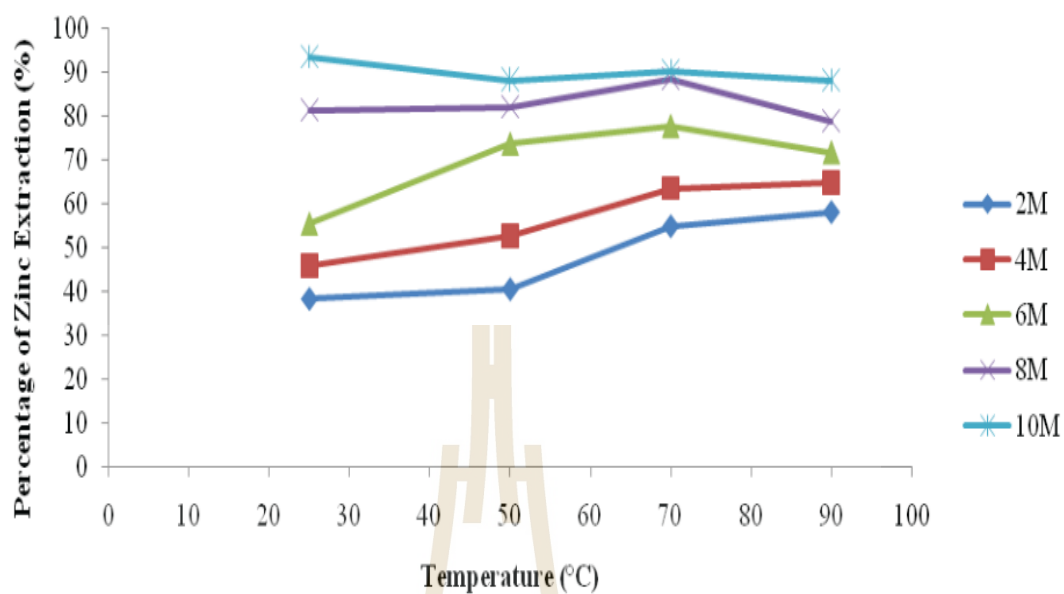
(Rudnik, 2020) ได้ศึกษาการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 50-200 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิที่ใช้ในการชะละลาย 20-80°C และเวลาในการชะละลาย 120 นาที พบว่าการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 20 เปอร์เซ็นต์อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 50 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิ 80°C และระยะเวลาในการชะละลาย 120 นาที มีประสิทธิภาพในการชะละลายสังกะสีสูงสุด 60 เปอร์เซ็นต์ และจากการทดลองจะเห็นได้ว่าประสิทธิภาพของการชะละลายสังกะสีจะลดลงเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว ผลการทดลองดังกล่าวแสดงในรูปที่ 2.16

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

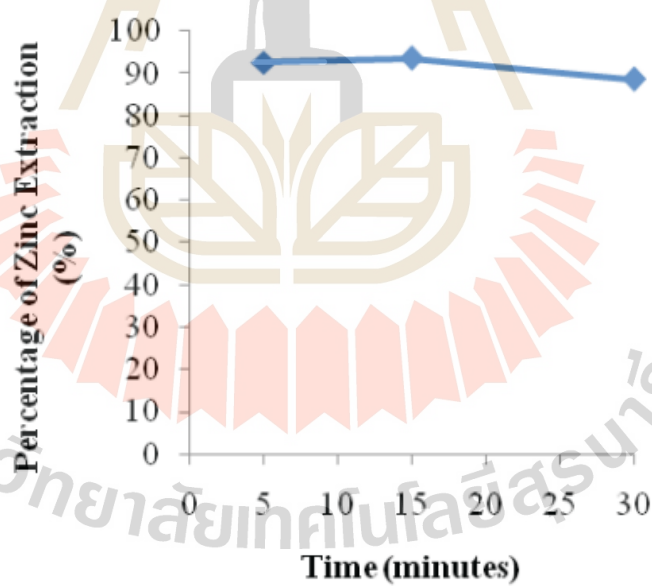


รูปที่ 2.16 ประสิทธิภาพการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ (E.RUDNIK, 2023)

(Teo & Lee, 2019) ได้ศึกษาการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยกรดไฮโดรคลอริก เพราะเนื่องจากคลอไรด์ไอออน (Cl^-) สามารถที่จะเข้าไปทำลายโครงสร้างของสารประกอบสังกะสีออกไซด์ และสังกะสีเฟอร์ไรต์ (ZnFe_2O_4) ได้ ทำให้กรดไฮโดรคลอริกมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีสูง ในการทดลองได้ใช้กรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นในช่วง 2-10 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 1:3 อุณหภูมิในการชะละลาย $25-100^\circ\text{C}$ และระยะเวลาในการชะละลาย 5-30 นาที มีผลการทดลองแสดงในรูปที่ 2.17 พบว่าที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก และอุณหภูมิที่ใช้ในการชะละลายสูงขึ้นจะทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีเพิ่มขึ้น จากการทดลองศึกษาการชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก 10 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 1:3 ที่อุณหภูมิ 25°C และระยะเวลาในการชะละลาย 5-30 นาที มีผลการทดลองแสดงในรูปที่ 2.18 พบว่ากรดไฮโดรคลอริก สามารถชะละลายสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ ตั้งแต่ 5 นาทีแรก และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการชะละลาย พบว่าประสิทธิภาพการชะละลายไม่ได้เพิ่มขึ้นหรือลดลงอย่างมีนัยสำคัญ

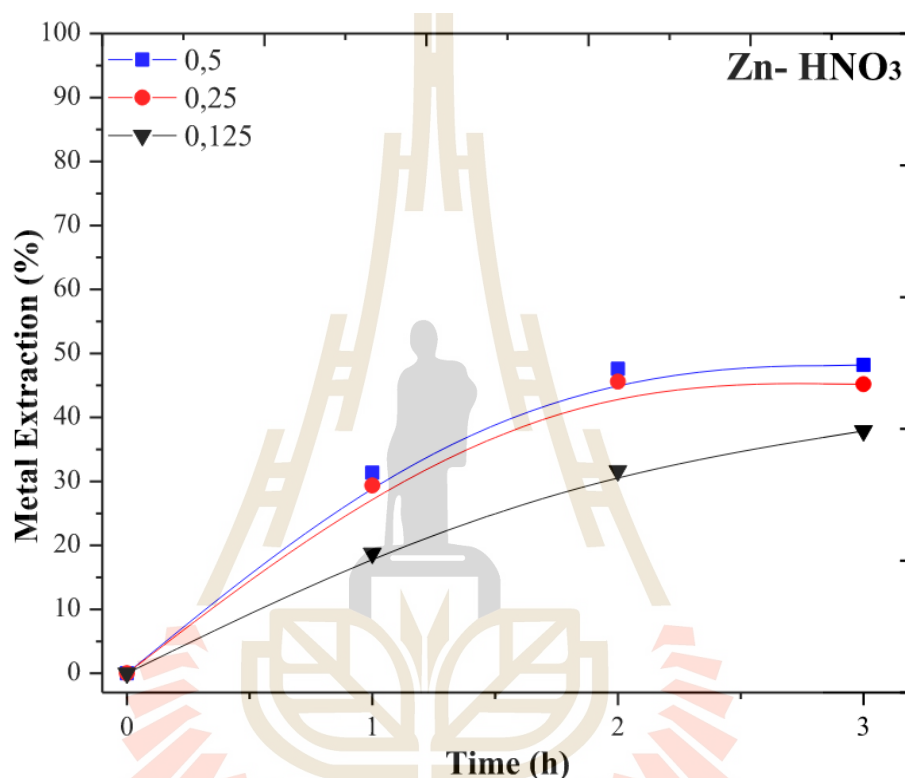


รูปที่ 2.17 ร้อยละการสกัดสังกะสี เมื่อสกัดด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่างกัน และที่อุณหภูมิต่างกัน (Teo & Lee, 2019)



รูปที่ 2.18 ร้อยละการสกัดสังกะสีด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่ระยะเวลาต่าง ๆ (Teo & Lee, 2019)

Borda และ Torres (2022) ได้ศึกษาการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 0.125-0.5 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 1:4 กรัมต่อลิตร และระยะเวลาในการชะละลาย 1-3 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไนตริก และเพิ่มระยะเวลาในการชะละลายทำให้มีประสิทธิภาพในการชะละลายสังกะสีเพิ่มขึ้นเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 ร้อยละการสกัดโลหะด้วยกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 0.125-0.5 โมลาร์ ที่ระยะเวลาต่าง ๆ (Borda & Torres, 2022)

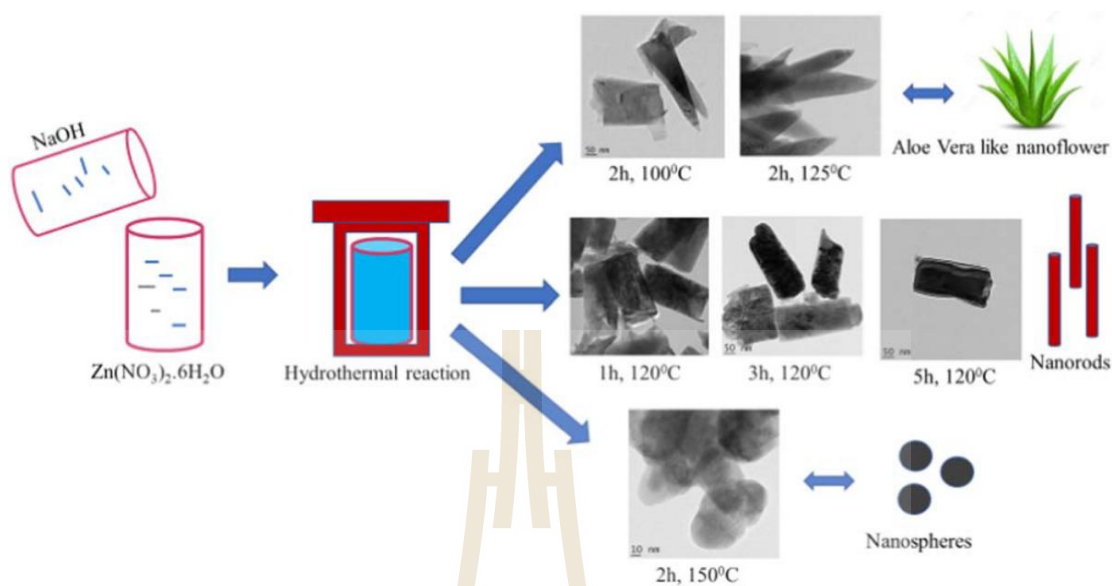
นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่ได้ทำการชะละลายฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าโดยใช้กรดชนิดต่าง ๆ เป็นสารชะละลายซึ่งผลการศึกษาที่เกี่ยวข้องสามารถสรุป และนำเสนอได้ในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 สภาวะการทดลองชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยสารละลายชนิดกรด (Rudnik, 2025)

ชนิดของ กรด	สภาวะการชะละลาย				ประสิทธิภาพ
	ความเข้มข้น (โมลาร์)	อุณหภูมิ (°C)	อัตราส่วนของเหลวต่อ ของแข็ง (กรัมต่อลิตร)	เวลา (ชั่วโมง)	การชะละลาย สังกะสี (%)
H ₂ SO ₄	1-2	25	5-30	1	70-79
H ₂ SO ₄	4-6	40-60	5-10	1.5	72-80
H ₂ SO ₄	2	20-80	5-20	2	40-60
H ₂ SO ₄	3	20	3	0.5	99
H ₂ SO ₄	1	80	5	6	99
H ₂ SO ₄	1.5	80	50	1.5	87
H ₂ SO ₄	0.8	20	20	0.5	68
H ₂ SO ₄	1-5	20	10	2	94
HCl	1-5	70	30	0.25	50-60

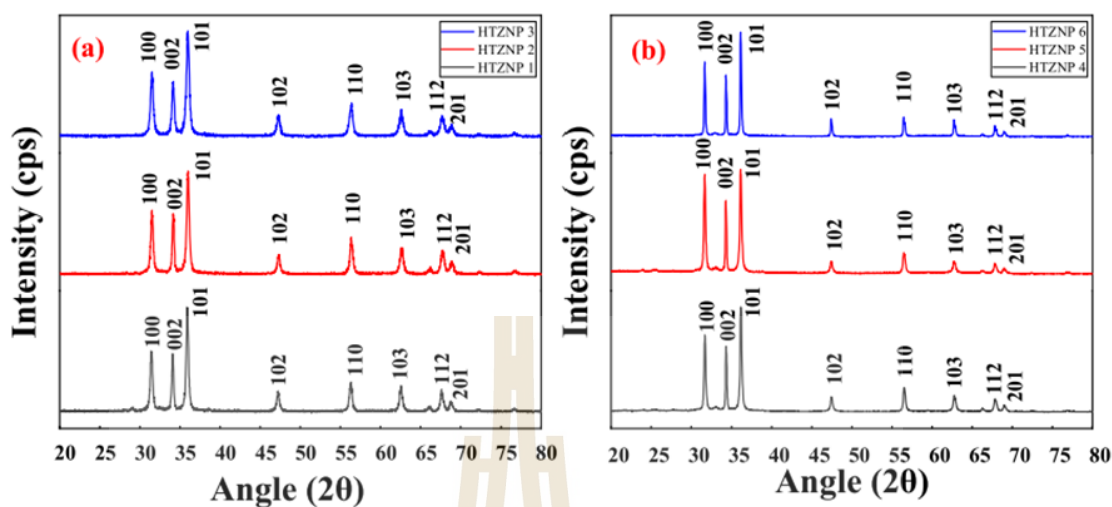
2.6.2 การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

Mohan และคณะ (2020) ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล โดยเตรียมสารตั้งต้นจากสารละลายสังกะสีไนเตรต (Zn(NO₃)₂·6H₂O) ที่ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ และเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5 โมลาร์ ลงในสารละลายสังกะสีไนเตรตจนกระทั่งสารละลายมีค่า pH เท่ากับ 12 จากนั้นนำสารตั้งต้นเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่าง ๆ (100, 150 และ 200°C) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยตั้งชื่อตัวอย่างการทดลองเป็น HTZNP1 HTZNP2 และ HTZNP3 ตามลำดับ นอกจากนี้ Mohan และคณะยังได้ศึกษาผลของระยะเวลาในการสังเคราะห์โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 120°C และระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน (1, 3 และ 5 ชั่วโมง) โดยตั้งชื่อตัวอย่างเป็น HTZNP4 HTZNP5 และ HTZNP6 ตามลำดับ โดยแผนผังการวิจัยได้แสดงในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 แผนผังแสดงการสังเคราะห์อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Mohan et al., 2020)

เมื่อนำผงที่ได้สังเคราะห์ได้ทั้ง 6 สภาวะการทดลองมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.21 พบว่าตัวอย่างทั้งหมดเป็นโครงสร้างผลึกของสารประกอบสังกะสีออกไซด์ และได้คำนวณขนาดเฉลี่ยของอนุภาคจากค่า FWHM ของ XRD pattern นอกจากนี้ได้ทำการตรวจสอบรูปร่างลักษณะของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ซึ่งผลการทดลองแสดงในตารางที่ 2.7 เมื่อพิจารณาผลการทดลองดังกล่าวพบว่าขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนลดลง เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มสูงขึ้น ในทางกลับกัน ขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนจะเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้น

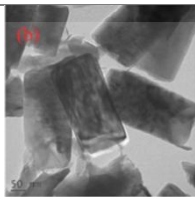
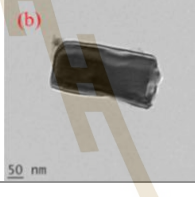


รูปที่ 2.21 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ (Mohan et al., 2020)

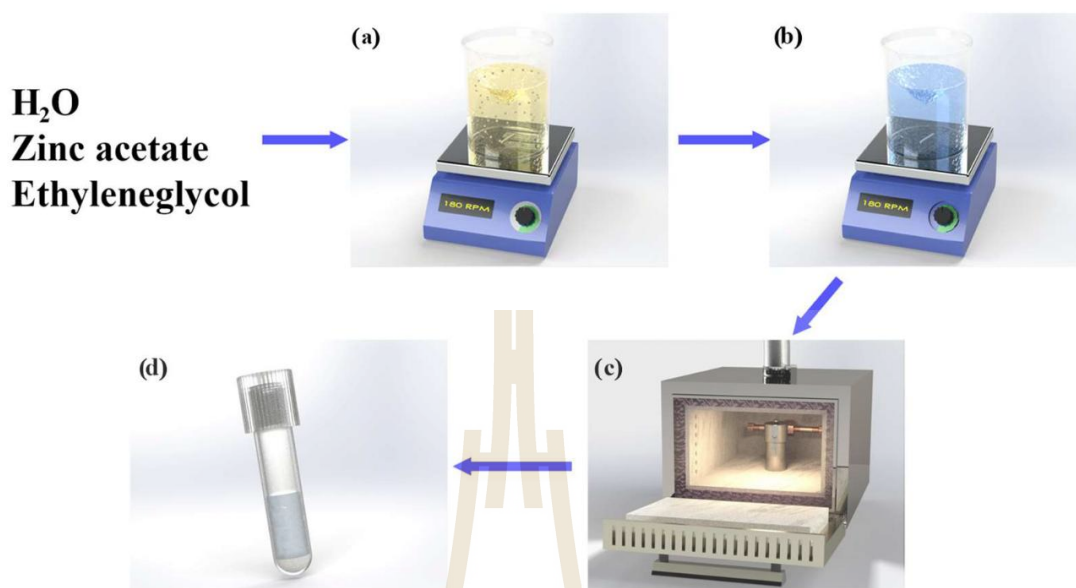
ตารางที่ 2.7 ภาพถ่ายและขนาดของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ (Mohan et al., 2020)

ตัวอย่าง	FWHM	Crystallite Size (nm)	ภาพถ่ายด้วย TEM	รูปร่างอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน
HTZNP1	0.312	46.19	(b)	โครงสร้างดอกไม้นาโน
HTZNP2	0.346	41.66	(b)	โครงสร้างดอกไม้นาโน
HTZNP3	0.415	34.74	(b)	ทรงกลมนาโน

ตารางที่ 2.7 ภาพถ่ายและขนาดของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ (Mohan et al., 2020) (ต่อ)

ตัวอย่าง	FWHM	Crystallite Size (nm)	ภาพถ่ายด้วย TEM	รูปร่างอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน
HTZNP4	0.322	44.76		แท่งนาโน
HTZNP5	0.270	53.51		แท่งนาโน
HTZNP6	0.184	78.21		แท่งนาโน

Anaya-Zavaleta และคณะ (2025) ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน (90, 180 และ 360 นาที) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 150°C มีขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.22 โดยเตรียมสารตั้งต้นจากสารละลายสังกะสีอะซีเตตไดไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในเอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol) ดังแสดงในรูปที่ 2.22(a) และ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ดังแสดงในรูปที่ 2.22(b) สภาวะการทดลองแสดงดังตารางที่ 2.8 โดยที่สภาวะการสังเคราะห์ที่ละลายสังกะสีอะซีเตตไดไฮเดรตด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์จะมีเครื่องหมาย (*)

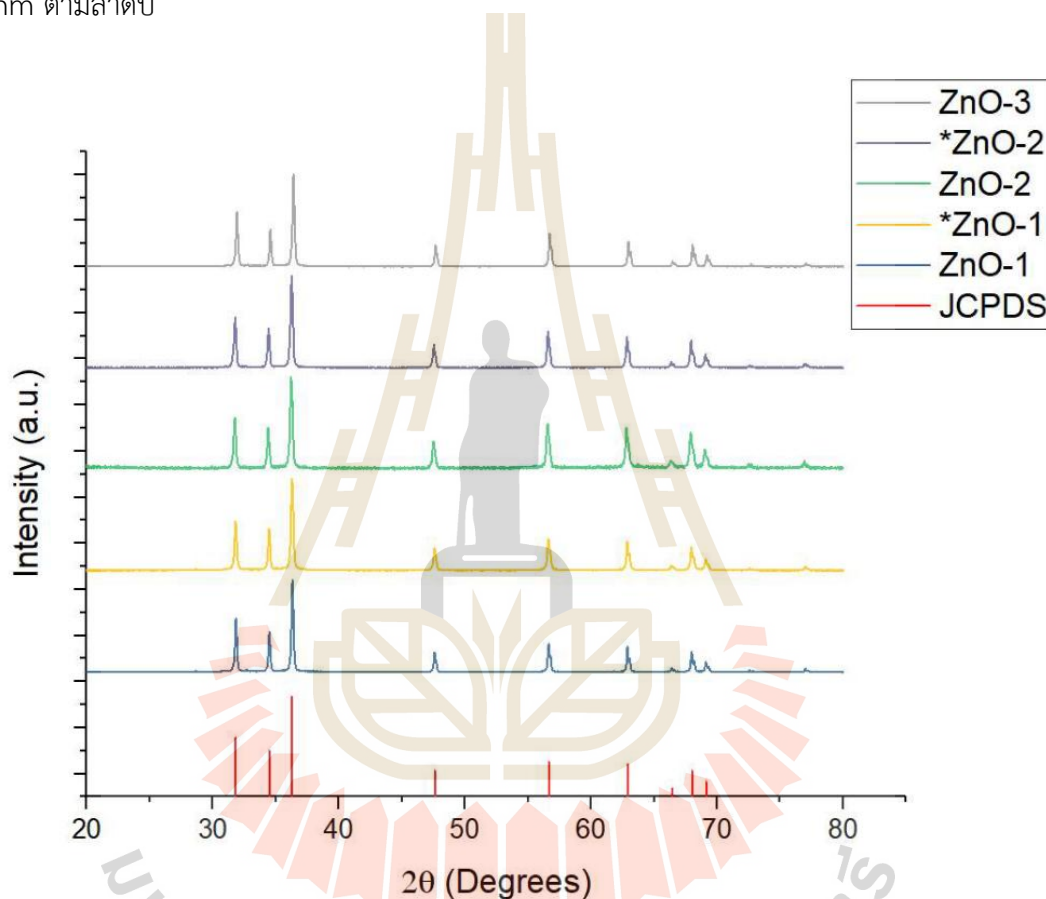


รูปที่ 2.22 แผนผังแสดงการสังเคราะห์อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล
 a) สารละลาย $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ละลายในเอทิลีนไกลคอล b) $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ละลายในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ c) เตาปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล และ d) สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ (Anaya-Zavaleta et al., 2025)

ตารางที่ 2.8 สภาวะการทดลองสังเคราะห์อนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Anaya-Zavaleta et al., 2025)

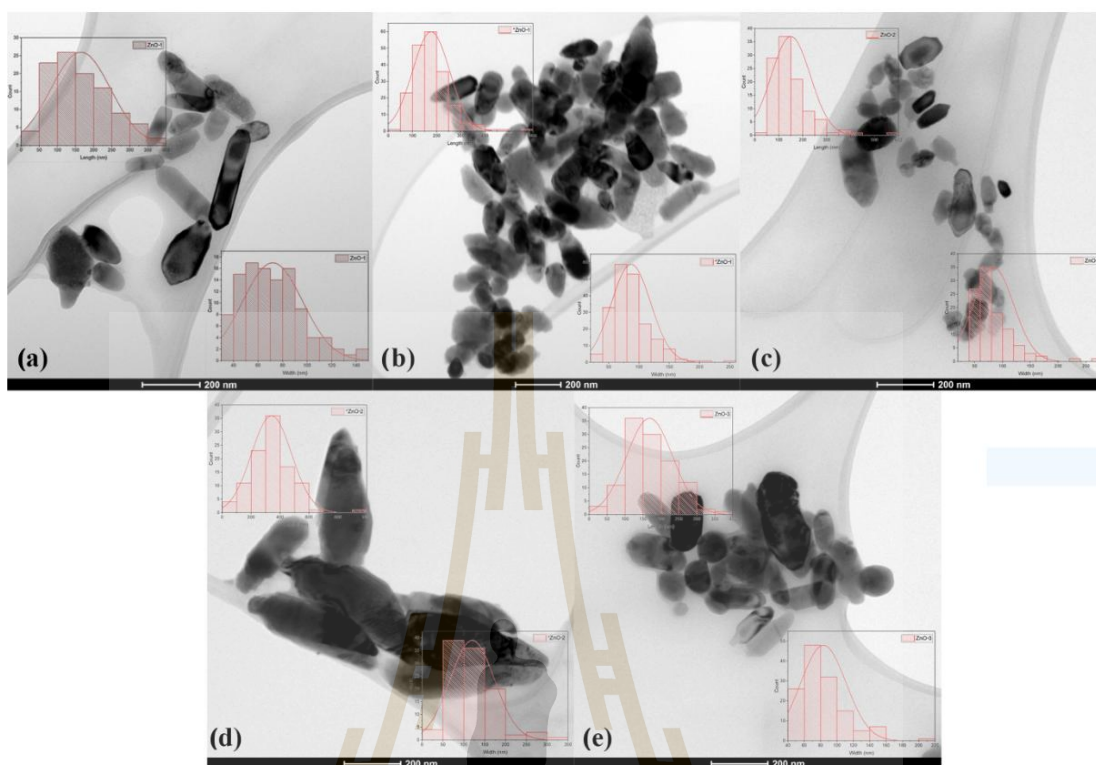
ตัวอย่าง	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาท)
ZnO-1	150	90
*ZnO-1	150	90
ZnO-2	150	180
*ZnO-2	150	180
ZnO-3	150	360

หลังจากทำการสังเคราะห์ตัวอย่างในทุกสภาวะการทดลองแล้ว นำผงที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.23 พบว่าการทดลองทั้ง 5 สภาวะสามารถสังเคราะห์สัณฐานสัณฐานออกไซด์บริสุทธิ์ได้โดยไม่พบสัญญาณของสารเจือปนตกค้าง และตำแหน่งมุมเลี้ยวเบนมีความสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานจาก JCPDS No. 36-1451 จากการคำนวณ Crystallites Size พบว่ามีขนาด 30.82, 32.03, 29.5, 30.99 และ 34.69 nm ตามลำดับ



รูปที่ 2.23 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ (Anaya-Zavaleta et al., 2025)

ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ดังแสดงในรูปที่ 2.24 (a)–(e) แสดงให้เห็นรูปร่างและลักษณะการกระจายขนาดของอนุภาคในแต่ละสภาวะการสังเคราะห์อย่างชัดเจนซึ่งยืนยันการเกิดอนุภาคในระดับนาโน การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคสามารถวัดด้วยโปรแกรม ImageJ โดยวัดทั้งความยาวและความกว้างของอนุภาคนาโน ผลการวัดขนาดอนุภาคแสดงดังตารางที่ 2.9 พบว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนมีความยาวเฉลี่ยประมาณ 150–341 nm และมีความกว้างเฉลี่ยอยู่ในช่วง 72–120 nm



รูปที่ 2.24 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์ TEM ที่สภาวะการทดลองต่าง ๆ (Anaya-Zavaleta et al., 2025)

จากภาพ TEM ในรูปที่ 2.24(a) พบว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์จากตัวอย่าง ZnO-1 มีลักษณะเป็นแท่งที่มีความแตกต่างของความยาวและความกว้าง ส่งผลให้สามารถจำแนกสัดส่วนระหว่างความยาวและความกว้าง (Aspect Ratio) ได้อย่างชัดเจน ขณะที่ในรูปที่ 2.24(b) ตัวอย่าง *ZnO-1 ให้อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นแท่งขนาดเฉลี่ยทั้งในแนวยาวและกว้างมากขึ้น โดยอนุภาคมีปลายแหลมเล็กน้อย สำหรับรูปที่ 2.24(c) พบว่าอนุภาคของตัวอย่าง ZnO-2 มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งแต่ขนาดความกว้างของอนุภาคกว้างขึ้น และมีปลายค่อนข้างแหลม แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาในสังเคราะห์ส่งผลให้ขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้น ส่วนรูปที่ 2.24(d) ซึ่งเป็นตัวอย่างของ *ZnO-2 มีขนาดเพิ่มขึ้นทั้งแนวความกว้างและความยาว และให้อนุภาคที่มีรูปร่างที่ปลายแหลมมากยิ่งขึ้นแสดงถึงการยึดตัวเด่นชัดไปตามแนวการเจริญผลึก และในรูปที่ 2.24(e) ตัวอย่าง ZnO-3 ให้อนุภาคที่ยังคงเป็นแท่งนาโนแต่มีขนาดเพิ่มขึ้นทั้งแนวความกว้างและความยาว จากผลการทดลองทั้ง 5 สภาวะการทดลอง พบว่าการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีปลายแหลมมากขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-)

ที่สูงขึ้นทำให้มีการพัฒนาหน้าผิวผลึก (Crystal Faces) ที่หลากหลายขึ้น ซึ่งส่งผลต่อพฤติกรรมทางเคมีของอนุภาค

ตารางที่ 2.9 ค่าเฉลี่ย ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน และค่าต่ำสุด-ค่าสูงสุดของขนาดอนุภาคสังกะสีออกไซด์ (Anaya-Zavaleta et al., 2025)

ตัวอย่าง	ค่าเฉลี่ย	SD	ค่าต่ำสุด	ค่าสูงสุด
Length (nm)				
ZnO-1	164	82	40	389
*ZnO-1	177	77	44	572
ZnO-2	150	81	43	558
*ZnO-2	341	139	67	952
ZnO-3	168	64	49	363
Width (nm)				
ZnO-1	72	24	33	145
*ZnO-1	87	32	31	256
ZnO-2	84	36	42	261
*ZnO-2	120	53	44	321
ZnO-3	83	28	43	209

เพื่อให้เห็นภาพรวมของงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลได้มีการรวบรวมข้อมูลจากงานวิจัยที่ผ่านมาสรุปเงื่อนไขการทดลองและผลลัพธ์ที่ได้แสดงดังตารางที่ 2.10

ตารางที่ 2.10 ตารางสรุปผลการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

สารตั้งต้น	กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล			รูปร่างอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโน	Crystallite Size (nm)	อ้างอิง
	ค่า pH	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)			
Zn(CH ₃ COO) ₂ · 2H ₂ O 15% และ NaOH 1 M	7.5	160	12	ทรงปริซึมหกเหลี่ยม	59.22	(Ejsmont & Goscianska, 2023)
	8.0				49.03	
	8.5				33.67	
	9.0				41.10	
	11.0			แผ่นนาโน	27.42	
	13.5				18.98	
(Zn(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O) 1 M และ C ₆ H ₁₂ N ₄	-	95	4	แท่งนาโน	25.153	(Alfarisa et al., 2018)
ZnCl ₂ 1 M และ NaOH 2 M	8	180	3	แท่งนาโน	40-60	(Moulahi et al., 2012)
Zn(NO ₃) ₂ 1 M และ NaOH 2 M	8	180	3	ทรงรีปลายแหลม	70-130	
Zn(CH ₃ COO) ₂ · 2H ₂ O 0.1 M และ NaOH 0.2 M	-	100	6	ทรงกลมนาโน	14	(Brintha & Ajitha, 2015)
(ZnSO ₄ ·H ₂ O) 1M และ NaOH 4 M	12	150	6	ทรงกลมนาโน	-	(Kittisittipong & Larpkiattaworn, 2014)
(Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O) และ KOH	13	120	24	แท่งนาโน	400	(Li et al., 2008)
		150		ดอกไม้นาโน	50	
		180			100	

จากการศึกษาปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่าความต้องการใช้สังกะสีออกไซด์ในตลาดโลกยังคงเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ส่งผลให้การรีไซเคิลสังกะสีจากวัสดุทุติยภูมิโดยเฉพาะฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้ากลายเป็นแนวทางสำคัญในด้านการจัดการของเสียอันตรายที่ยั่งยืน งานวิจัยส่วนใหญ่ที่มีอยู่มุ่งเน้นการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าด้วยวิธีโลหวิทยาทางความร้อนหรือวิธีโลหวิทยาสารละลายเพื่อผลิตสังกะสีออกไซด์ในรูปแบบทั่วไปสำหรับอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมยาง อุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น แม้ว่าการรีไซเคิลด้วยวิธีดังกล่าวจะตอบโจทย์เชิงการผลิต แต่สังกะสีออกไซด์รูปแบบทั่วไปยังมีข้อจำกัดด้านสมบัติทางการใช้งานเมื่อเทียบกับสังกะสีออกไซด์ในระดับนาโนที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่า และมีประสิทธิภาพต่อปฏิกิริยาเคมี คุณสมบัติทางแสง และสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียมากกว่า อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีงานวิจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า มีเพียงแต่งานวิจัยที่ใช้สารตั้งต้นเป็นสารเคมีเกรดวิเคราะห์ (Analytical Reagent Grade: AR grade) ที่มีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งทำให้เห็นช่องว่างของงานวิจัย (Research Gap) ที่สำคัญคือการศึกษาที่ประยุกต์ใช้วิธีการโลหวิทยาเพื่อใช้ในระหว่างกระบวนการชะละลายสำหรับเตรียมสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่มีอยู่จริงในประเทศไทย ควบคู่ไปกับการควบคุมสิ่งแวดล้อมผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลอย่างเป็นระบบเพื่อให้ได้อนุภาคนาโนที่มีรูปร่างจำเพาะ เช่น โครงสร้างแบบแท่งนาโนหรือแผ่นนาโนยังอยู่อย่างจำกัด โดยเฉพาะการทำความเข้าใจอิทธิพลของปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน เช่น ค่า pH ของสารตั้งต้น อุณหภูมิ หรือเวลาเมื่อใช้แหล่งสังกะสีจากวัสดุรีไซเคิล

ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาสถานะสำหรับการชะละลายสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าที่เหมาะสม เพื่อให้ได้สารละลายสังกะสีที่มีความบริสุทธิ์สูงซึ่งเหมาะสมสำหรับนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ยังมุ่งศึกษาการควบคุมสิ่งแวดล้อมวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเพื่อให้ได้สังกะสีออกไซด์นาโนที่มีสมบัติที่เหมาะสมสำหรับนำไปใช้งานเฉพาะทาง ทั้งนี้เพื่อเป็นการยกระดับสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการรีไซเคิลของเสียอุตสาหกรรมให้สามารถนำไปใช้ผลิตวัสดุนาโนที่มีมูลค่าสูงได้อย่างมีประสิทธิภาพ ซึ่งสอดคล้องตามแนวคิดการใช้ทรัพยากรอย่างคุ้มค่าและหลักเศรษฐกิจหมุนเวียน

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

บทนี้กล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัย ซึ่งรายละเอียดในการดำเนินการวิจัย แบ่งเป็นหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

- 1) วัตถุดิบและสารเคมี
- 2) เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง
- 3) เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องสำหรับวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี
- 4) ขั้นตอนการศึกษาวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

3.1.1 วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

สังกะสีออกไซด์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้จากกระบวนการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า มีลักษณะเป็นผงสีเทา โดยมีสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก ผงดังกล่าวจะถูกนำมาผ่านกระบวนการชะละลายด้วยกรดเพื่อเปลี่ยนสภาพของสังกะสีให้อยู่ในรูปสารละลาย จากนั้นทำการปรับค่า pH เพื่อเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลต่อไป



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างลักษณะสังกะสีออกไซด์ที่จากการกระบวนการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

(1) สารเคมีที่ใช้สำหรับการชะละลาย (Leaching Agent)

สารเคมีที่ใช้สำหรับการชะละลายสังกะสีให้อยู่ในรูปสารละลาย ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ที่มีความเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่มีความเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และกรดไนตริก (HNO_3) ที่มีความเข้มข้น 65 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ซึ่งเป็นกรดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับงานวิเคราะห์ (AR grade) ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยกรดทั้ง 3 ชนิดนี้ทำหน้าที่เป็นสารชะละลายเพื่อชะละลายสังกะสีจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ในขั้นตอนการชะละลายจะทำการเปรียบเทียบชนิด และความเข้มข้นของกรดที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายโดยใช้ความเข้มข้นของกรดทั้ง 3 ชนิด ที่ความเข้มข้น 0.5, 1, 2 และ 4 โมลาร์ เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการชะละลาย พร้อมทั้งทำการคัดเลือกชนิดของกรดที่เหมาะสมสำหรับการชะละลายสังกะสีออกไซด์ เพื่อนำไปศึกษาตัวแปรอื่น ๆ ได้แก่ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว อุณหภูมิ และเวลาในการชะละลายที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ต่อไป



รูปที่ 3.2 ตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการชะละลาย a) กรดซัลฟิวริก b) กรดไนตริก และ c) กรดไฮโดรคลอริก

(2) สารเคมีที่ใช้สำหรับปรับค่า pH ของสารละลาย

สารเคมีที่ใช้สำหรับการปรับค่าความเป็นด่างในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้น คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มีความบริสุทธิ์สูง 99 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเป็นเกรดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับงานวิเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3 สารละลายจะถูกเตรียมจากการนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ไปละลายในน้ำกลั่นเพื่อให้ได้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามที่กำหนด (เช่น 2 โมลาร์) สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ทำหน้าที่ในการปรับค่า pH ของสารละลายสังกะสีให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล



รูปที่ 3.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้น

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

3.2.1 เครื่องชั่งมวล

เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง ยี่ห้อ OHAUS รุ่น PR ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งมีความละเอียด ± 0.01 กรัม และสามารถชั่งได้ในช่วง 0–2,000 กรัม เครื่องชั่งนี้ถูกนำมาใช้สำหรับชั่งมวลสารในแต่ละขั้นตอนของการทดลอง ได้แก่ สังกะสีออกไซด์ที่ใช้เป็นตัวอย่างเริ่มต้นมวลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตะกอนที่เหลือจากกระบวนการชะละลาย และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล



รูปที่ 3.4 เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง

3.2.2 เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน

เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ที่มีตัวให้ความร้อน (Heating plate) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7 ดังแสดงในรูปที่ 3.5 เครื่องกวนนี้สามารถปรับความเร็วในการกวนได้ในช่วง 100–1,500 รอบต่อนาที และควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุดถึง 50–500°C อุปกรณ์ดังกล่าวถูกใช้ในขั้นตอนการชะละลายสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า รวมถึงขั้นตอนการปรับค่า pH ของสารตั้งต้น มีหน้าที่กวนสารละลายให้ผสมอย่างสม่ำเสมอระหว่างการทดลองเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาได้ทั่วถึง



รูปที่ 3.5 เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน

3.2.3 ชุดกรองสารละลาย

ชุดกรองสารละลายแบบลดความดันที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย ขวดสุญญากาศ (Suction Flask) กรวยบุชเนอร์ (Buchner Funnel) กระดาษกรอง (Filter Paper) ยี่ห้อ Whatman เบอร์ 42 ขนาดรูของกระดาษ 2.5 ไมครอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางของกระดาษ 110 มิลลิเมตร และเครื่องทำสุญญากาศ (Vacuum Pump) ยี่ห้อ AITCOOL รุ่น VP 115 N ดังแสดงในรูปที่ 3.6 อุปกรณ์ชุดนี้ทำงานโดยใช้แรงดันสุญญากาศจากปั๊มเพื่อสร้างความดันต่ำภายในขวดสุญญากาศ ทำให้สารละลายถูกดูดผ่านกระดาษกรองที่วางบนกรวยบุชเนอร์อย่างรวดเร็ว ซึ่งช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการกรองเมื่อเทียบกับการกรองแบบแรงโน้มถ่วงปกติ โดยสามารถแยกของแข็งออกจากสารละลายได้อย่างมีประสิทธิภาพ และเร็วขึ้น ในการทดลองชุดกรองนี้ถูกใช้สำหรับการกรองแยกสารละลาย และตะกอนที่ไม่ละลายออกจากกัน รวมถึงการกรองแยกผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลออกจากสารละลาย



รูปที่ 3.6 ชุดกรองสารละลาย

3.2.4 เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH Meter) ที่มีเซนเซอร์วัดอุณหภูมิหือ Mettler Toledo รุ่น S220-KIT ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เครื่องนี้มีช่วงการวัดค่า pH ตั้งแต่ 0–14 และมีความละเอียด ± 0.01 พร้อมระบบสอบเทียบอัตโนมัติด้วยสารละลายมาตรฐานเพื่อให้มั่นใจในความแม่นยำของค่าที่วัดได้ก่อนการใช้งานต้องทำการสอบเทียบ (Calibration) ด้วยสารละลายมาตรฐานที่มีค่า pH ที่ทราบค่าแน่นอน เช่น pH 4.00, 7.00 และ 10.00 เพื่อปรับค่าความแม่นยำ หลังจากสอบเทียบแล้ว ทำการจุ่มหัววัดลงในสารละลายที่ต้องการวัด และรอนค่าบนหน้าจอคงที่ หลักการทำงานของเครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง อาศัยการวัดศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างอิเล็กโทรดแก้ว (Glass Electrode) และอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference Electrode) เมื่อจุ่มลงในสารละลาย ศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของไฮโดรเจนไอออน (H^+) ตามสมการเนิร์นสต์ (Nernst Equation) ซึ่งเครื่องจะประมวลผล และแสดงค่าเป็นหน่วย pH โดยค่า pH ต่ำแสดงถึงความเป็นกรดสูง และค่า pH สูงแสดงถึงความเป็นด่างสูง อุปกรณ์นี้ถูกใช้สำหรับตรวจสอบ และปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นก่อนเข้าสู่กระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เพื่อควบคุมสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 3.7 เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

3.2.5 เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล

เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล เป็นภาชนะเฉพาะที่ใช้สำหรับดำเนินการปฏิกิริยาเคมี ภายใต้สภาวะแรงดันสูงและอุณหภูมิสูงในสภาพแวดล้อมที่เป็นน้ำหรือตัวทำละลาย โดยหลักการทำงานของเครื่องปฏิกรณ์นี้คือการสร้างสภาวะปิดที่มีแรงดัน และอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของตัวทำละลาย เพื่อเร่งปฏิกิริยาเคมีและการตกผลึกของสารตั้งต้นในสภาวะที่ควบคุมได้ โดยทั่วไปเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล ประกอบด้วยภาชนะโลหะปิดผนึกที่แข็งแรงทำจากสแตนเลสหรือวัสดุที่ทนต่อการกัดกร่อน ภายในบรรจุเทฟลอน (Teflon Liner) เพื่อป้องกันการปนเปื้อน และทนต่อสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ภาชนะได้รับการออกแบบให้ทนต่อแรงดันสูงที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการทำปฏิกิริยาพร้อมกลไกการล็อกเพื่อป้องกันการรั่วซึมหรือการระเบิด คุณสมบัติสำคัญของเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่

- (1) ความสามารถในการทนแรงดันสูง: สามารถทนต่อสภาวะแรงดันสูงเพื่อการละลาย และปฏิกิริยาของสารตั้งต้นที่เป็นของแข็งหรือสารประกอบอินทรีย์ในตัวทำละลาย ซึ่งนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่เป็นเอกลักษณ์ และการเกิดวัสดุใหม่
- (2) สภาวะอุณหภูมิสูง: ปฏิกิริยาจะดำเนินการที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของตัวทำละลายโดยทั่วไปอยู่ในช่วง 100–300°C โดยใช้แหล่งความร้อนภายนอก เช่น เตาไฟฟ้า

(3) สภาพแวดล้อมที่ปิดสนิท: ป้องกันการรั่วไหลของสารตั้งต้นหรือผลิตภัณฑ์ และลดการปนเปื้อนทำให้สามารถควบคุมสถานะของปฏิกิริยาได้อย่างแม่นยำ

(4) การถ่ายโอนมวลที่เพิ่มขึ้น: สถานะความดัน และอุณหภูมิสูงช่วยเพิ่มอัตราการถ่ายเทมวลส่งเสริมให้เกิดการแปลงของสารตั้งต้นให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการอย่างมีประสิทธิภาพ

ในงานวิจัยนี้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลถูกใช้สำหรับสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยควบคุมอุณหภูมิ และระยะเวลาที่เหมาะสม



รูปที่ 3.8 เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล

3.2.6 อุปกรณ์สำหรับความปลอดภัยต่าง ๆ เช่น ถังมือยาง หน้ากากป้องกันกันสารเคมี แว่นตากันสารเคมี ตู้อุณหภูมิและไอระเหย เป็นต้น

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง

เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงสำหรับการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี มีดังนี้

3.3.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction Spectrometer: XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D2 PHASER ดังแสดงในรูปที่ 3.9 XRD เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของวัสดุโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อผ่านผลึกของสาร ซึ่งจะช่วยให้สามารถระบุชนิดของผลึก และศึกษาลักษณะการจัดเรียงของอะตอมภายในวัสดุได้ เครื่อง XRD ประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก ได้แก่ แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray Source) ซึ่งมักใช้หลอดรังสีเอกซ์ที่มีแอโนดทำจากโลหะ เช่น ทองแดง (Cu) เพื่อสร้างรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นคงที่ ระบบโกนิโอมิเตอร์ (Goniometer) สำหรับควบคุมการหมุนของตัวอย่าง และตัวตรวจจับในมุมที่ต้องการ และตัวตรวจจับ (Detector) สำหรับบันทึกความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากตัวอย่างการทำงานของเครื่อง XRD เริ่มจากการยิงรังสีเอกซ์ไปยังตัวอย่างที่มีโครงสร้างผลึก รังสีจะเกิดการเลี้ยวเบนตามมุมที่สอดคล้องกับกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ซึ่งนิยามด้วยสมการ $n\lambda = 2d\sin\theta$ โดยที่ d คือระยะระหว่างระนาบผลึก และ θ คือมุมเลี้ยวเบน เมื่อเงื่อนไขนี้เป็นจริง รังสีจะเกิดการแทรกสอดเสริมกันแบบสมบูรณ์ทำให้ตรวจวัดได้เป็นพีคในแผนภูมิ XRD ซึ่งตำแหน่งของพีคสัมพันธ์กับระยะระหว่างระนาบผลึก ส่วนความเข้มของพีคสะท้อนถึงการจัดเรียง และปริมาณของเฟสผลึกในตัวอย่าง ผลลัพธ์จากเครื่อง XRD จะถูกแสดงในรูปแบบกราฟ XRD Pattern ซึ่งใช้ในการระบุชนิดของเฟสผลึก วิเคราะห์ขนาดผลึก ความเครียดภายในผลึก และความสมบูรณ์ของโครงสร้างโดยอาศัยการเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เช่น JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



รูปที่ 3.9 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6010LV ร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS) ยี่ห้อ OXFORD INSTRUMENTS รุ่น X-Max^N ดังแสดงในรูปที่ 3.10 SEM เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว และโครงสร้างของวัสดุในระดับจุลภาค โดยอาศัยการสแกนลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงไปยังผิวของตัวอย่าง เมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบผิววัสดุจะเกิดอันตรกิริยากับอะตอมในตัวอย่างทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (Backscattered Electrons) ซึ่งถูกตรวจจับเพื่อนำมาสร้างภาพที่มีความละเอียดสูงที่สามารถแสดงรายละเอียดของพื้นผิว และรูปร่างของอนุภาคได้อย่างชัดเจน นอกจากนี้ SEM มักทำงานร่วมกับเทคนิค EDS เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง โดยเมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูงกระทบอะตอมในตัวอย่างจะทำให้อิเล็กตรอนในชั้นพลังงานภายในถูกกระตุ้น และหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนจากชั้นพลังงานที่สูงกว่าจะเคลื่อนลงมาแทนที่ ทำให้เกิดการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะต่อธาตุนั้น ๆ การตรวจวัดพลังงานของรังสีเอกซ์นี้ช่วยระบุชนิด และปริมาณของธาตุในตัวอย่างได้ การทำงานร่วมกันของ SEM และ EDS จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งลักษณะทางกายภาพของพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุในระดับจุลภาค

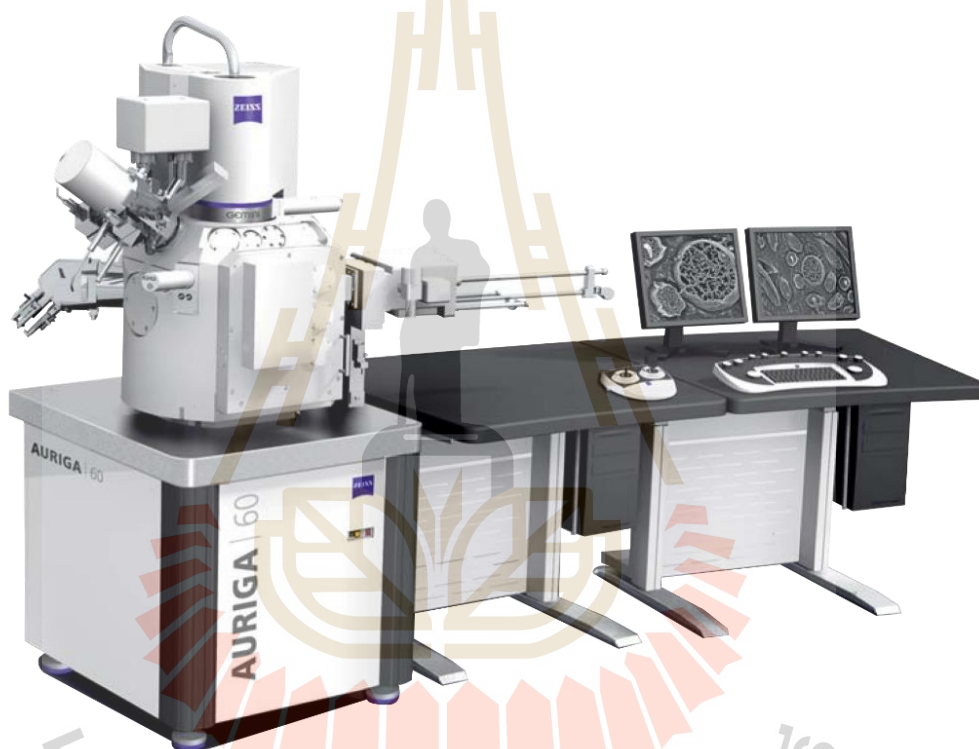


รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

3.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ชนิดฟิสิกส์ชั้นและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ชนิดฟิสิกส์ชั้น และการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM) ยี่ห้อ Carl Zeiss รุ่น AURIGA ร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS) ยี่ห้อ OXFORD INSTRUMENTS รุ่น Ultimex 100 ดังแสดงในรูปที่ 3.11 FE-SEM เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างของวัสดุในระดับจุลภาคโดยอาศัยการสแกนลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงไปยังผิวของตัวอย่าง เมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบผิววัสดุจะเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (Backscattered Electrons) ซึ่งถูกตรวจจับเพื่อนำมาสร้างภาพที่มีความละเอียดสูงที่สามารถแสดงรายละเอียดของพื้นผิวและรูปร่างของอนุภาคได้อย่างชัดเจน ความแตกต่างระหว่าง FE-SEM และ SEM ธรรมดา คือ SEM ธรรมดาคือใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic Emission) เช่น หลอดทังสเตนซึ่งให้ความละเอียดภาพในระดับไมครอน ในขณะที่ FE-SEM ใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ Field Emission Gun (FEG) ซึ่งปล่อยอิเล็กตรอนด้วยแรงดันไฟฟ้าสูงในสุญญากาศทำให้ได้ลำอิเล็กตรอนที่มีความเข้ม และเสถียรสูงส่งผลให้ภาพมีความละเอียดสูงกว่า SEM ธรรมดา (ระดับนาโนเมตร) และสามารถทำงานที่แรงดันต่ำได้ดีเหมาะสม

สำหรับตัวอย่างที่ไวต่อการชาร์จไฟฟ้า FE-SEM มักติดตั้งระบบ EDS เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง โดยเมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูงกระทบอะตอมในตัวอย่างจะทำให้อิเล็กตรอนในชั้นพลังงานภายในถูกกระตุ้น และหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนจากชั้นพลังงานที่สูงกว่าจะเคลื่อนลงมาแทนที่ทำให้เกิดการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะต่อธาตุนั้น ๆ การตรวจวัดพลังงานของรังสีเอกซ์นี้ช่วยระบุชนิด และปริมาณของธาตุในตัวอย่างได้ การทำงานร่วมกันของ FE-SEM และ EDS จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งลักษณะทางกายภาพของพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุในระดับนาโน



รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ชนิดฟิสิกส์ชั้นและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

3.3.4 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยอาศัยหลักการคายแสงของธาตุจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา

เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยอาศัยหลักการคายแสงของธาตุจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer: ICP-OES) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Opima 800 ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ICP-OES เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ปริมาณธาตุในตัวอย่างโดยอาศัยหลักการปลดปล่อยแสงจากอะตอม และไอออนที่ถูกกระตุ้นด้วยพลาสมาอุณหภูมิสูง ซึ่งสร้างขึ้นจากการเหนี่ยวนำด้วยคลื่นวิทยุความถี่สูง (Radio Frequency: RF) ในแก๊สอาร์กอน เมื่อสารละลายตัวอย่างถูกพ่นเข้าสู่พลาสมาอะตอมและไอออนของธาตุจะถูกกระตุ้นให้อยู่ในสถานะพลังงานสูง และเมื่อกลับสู่สถานะพื้นจะปลดปล่อยแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะต่อธาตุนั้น ๆ การตรวจวัดความเข้มของแสงที่ปลดปล่อยออกมาช่วยในการระบุชนิดและปริมาณของธาตุในตัวอย่างองค์ประกอบหลักของเครื่อง ICP-OES ได้แก่

- 1) ระบบสร้างพลาสมา (Plasma Torch) สำหรับสร้างพลาสมาด้วยการเหนี่ยวนำคลื่น RF ในแก๊สอาร์กอน
- 2) ระบบพ่นละอองตัวอย่าง (Nebulizer และ Spray Chamber) สำหรับเปลี่ยนสารละลายตัวอย่างให้เป็นละอองละเอียดก่อนเข้าสู่พลาสมา
- 3) ระบบตรวจวัดแสง (Optical System) สำหรับแยกแสงตามความยาวคลื่น และตรวจวัดความเข้มด้วยตัวตรวจจับ
- 4) ซอฟต์แวร์ประมวลผลของเครื่อง ICP-OES ทำหน้าที่แปลงสัญญาณแสงที่ตรวจวัดได้ให้เป็นค่าความเข้มของแสง และใช้ข้อมูลดังกล่าวคำนวณหาความเข้มข้นของธาตุในตัวอย่างเครื่อง ICP-OES มีข้อดีคือสามารถวิเคราะห์ธาตุได้หลายชนิดพร้อมกัน มีความไว (sensitivity) สูง และมีช่วงการตรวจวัดที่กว้าง จึงเหมาะสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ต้องการความแม่นยำสูง



รูปที่ 3.12 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยอาศัยหลักการคายแสงของธาตุจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา

3.3.5 เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์

เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์ (Laser Diffraction Particle Size Analyzer: LDPDA) ยี่ห้อ HORIBA รุ่น LA-950V2 ดังแสดงในรูปที่ 3.13 LDPDA เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคในตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์เมื่อผ่านอนุภาคที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลาง เมื่อแสงเลเซอร์ตกกระทบอนุภาคจะเกิดการกระจายแสงในมุมต่าง ๆ โดยมุมการกระจายจะขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาค กล่าวคือ อนุภาคที่มีขนาดเล็กจะทำให้แสงกระจายออกในมุมกว้าง ในขณะที่อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะทำให้แสงกระจายออกในมุมแคบ เครื่องมือจะตรวจวัดความเข้มของแสงที่กระจายออกในมุมต่าง ๆ ด้วยตัวตรวจจับ (Detector) และนำข้อมูลไปประมวลผลด้วยสมการทางแสง เช่น ทฤษฎีของ Fraunhofer หรือ Mie เพื่อคำนวณการกระจายขนาดอนุภาคในตัวอย่าง ผลลัพธ์ที่ได้จะแสดงในรูปแบบกราฟหรือค่าทางสถิติ เช่น ค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค (Mean Particle Size) ค่า D10 D50 และ D90 ซึ่งบ่งบอกถึงเปอร์เซ็นต์ไทล์ของการกระจายขนาดอนุภาค เทคนิคนี้มีข้อดีคือสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีการกระจายขนาดอนุภาคกว้างได้อย่างรวดเร็วและแม่นยำเหมาะสำหรับการวิเคราะห์ผงโลหะ



รูปที่ 3.13 เครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคด้วยเลเซอร์

3.3.6 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง

เครื่องวัดปริมาณแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) และแสงที่มองเห็นได้ (Visible) ที่ถูกดูดซับหรือส่งผ่านโดยตัวอย่าง (UV-Vis Spectrophotometer: UV-VIS) ยี่ห้อ Agilent Technologies รุ่น Cary 300 ดังแสดงในรูปที่ 3.14 UV-VIS เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์การดูดซับ (Absorbance) หรือการส่งผ่าน (Transmittance) ของแสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ต และแสงที่มองเห็นได้ โดยอาศัยหลักการที่ว่าโมเลกุลของสารจะดูดซับพลังงานแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะ ซึ่งสอดคล้องกับการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนภายในโมเลกุล เมื่อแสงจากแหล่งกำเนิดผ่านตัวอย่างส่วนหนึ่งของแสงจะถูกดูดซับและส่วนที่เหลือจะส่งผ่านไปยังตัวตรวจจับ เครื่องจะวัดความเข้มของแสงที่ส่งผ่าน และเปรียบเทียบกับความเข้มของแสงตั้งต้น เพื่อคำนวณค่าการดูดซับตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert Law) ซึ่งนิยามด้วยสมการ: $A = \epsilon \cdot c \cdot l$ โดยที่

A คือ ค่าการดูดซับ (Absorbance)

ϵ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับของสาร (Molar Absorptivity)

c คือ ความเข้มข้นของสารละลาย

l คือ ความยาวของทางเดินแสง (Path Length)

องค์ประกอบหลักของเครื่อง UV-Vis ได้แก่

1) แหล่งกำเนิดแสง (Light Source) เช่น หลอด Deuterium สำหรับช่วง UV และหลอด Tungsten สำหรับช่วง Visible

2) ตัวกระจายแสง (Monochromator) สำหรับเลือกความยาวคลื่นที่ต้องการ

3) ช่องใส่ตัวอย่าง (Sample Holder) เช่น คิวเวตแก้วหรือควอตซ์

4) ตัวตรวจจับ (Detector) สำหรับวัดความเข้มของแสงที่ส่งผ่าน

เทคนิค UV-Vis มีข้อดีคือสามารถใช้วิเคราะห์ความเข้มข้นของสารละลายได้อย่างรวดเร็ว และแม่นยำซึ่งเหมาะสำหรับงานวิจัยด้านเคมี วัสดุศาสตร์ และการตรวจสอบคุณสมบัติทางแสงของวัสดุนาโน



รูปที่ 3.14 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง

3.3.7 ชุดอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรีย

ในการทดสอบประสิทธิภาพการต้านเชื้อแบคทีเรียของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ด้วยวิธี Agar Well Diffusion ได้ใช้อุปกรณ์และเครื่องมือต่อไปนี้:

เครื่องมือในห้องปฏิบัติการ

- 1) ตู้ปลอดเชื้อ (Laminar Flow Hood)
- 2) ตู้บเพาะเชื้อ (Incubator)
- 3) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 4) เครื่อง Vortex Mixer สำหรับทำให้สารแขวนลอยเป็นเนื้อเดียวกัน

5) ไมโครปิเปต (Micropipettes) และหัวทิปปลอดเชื้อ

6) ตู้ฆ่าเชื้อหรืออุปกรณ์ฆ่าเชื้อ (Autoclave)

อุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวอย่างและเพลตทดสอบ

1) หลอดปั่นเหวี่ยงขนาดเล็ก (Microcentrifuge Tubes; 1.5–2 mL)

2) จานเพาะเชื้อ (Petri Dishes)

3) อุปกรณ์ปาดเชื้อ (Inoculating Loop)

4) อุปกรณ์สำหรับเจาะหลุม เช่น ปลายด้านกว้างของหัวทิปไมโครปิเปต

เชื้อแบคทีเรียที่ใช้ในการทดลอง

1) *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) แบคทีเรียแกรมบวก

2) *Escherichia coli* (*E. coli*) แบคทีเรียแกรมลบ

3.4 ขั้นตอนการวิจัย

การดำเนินงานวิจัยดังแสดงในรูปที่ 3.15 แบ่งออกได้เป็น 5 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนที่ 1 การตรวจสอบ และวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้นที่เป็นสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า วัตถุดิบตั้งต้นดังกล่าวจะถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติพื้นฐานเพื่อยืนยันองค์ประกอบ และลักษณะทางกายภาพ ขั้นตอนที่ 2 ทำการชะละลายสังกะสีออกไซด์เพื่อเปลี่ยนสังกะสีให้อยู่ในรูปสารละลาย พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลาย รวมถึงสารมลทินที่ปนเปื้อนในสารละลาย ขั้นตอนที่ 3 เตรียมสารตั้งต้นโดยสารละลายที่ได้จากการชะละลายจะถูกปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อศึกษาอิทธิพลค่า pH ของสารตั้งต้นที่มีผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน จากนั้นสารละลายที่ปรับค่า pH แล้วจะถูกบรรจุในเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล และทำการสังเคราะห์ภายใต้สภาวะอุณหภูมิ เวลา และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่กำหนดไว้ เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรเหล่านี้ต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน และขั้นตอนที่ 4 ล้างและอบ ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลจะถูกกรองแยกออกจากสารละลาย จากนั้นล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้เพื่อลดการปนเปื้อนของเกลือแล้วนำไปอบแห้งเพื่อให้ได้สังกะสีออกไซด์นาโนที่มีความบริสุทธิ์สูง และขั้นตอนที่ 5 นำอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย และสมบัติทางแสง

สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า



1. การตรวจสอบและวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้น

- วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค: XRD
- วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค: ICP-OES
- วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค: LDPSA
- ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค: SEM



2. ชะละลาย

- ความเข้มข้นของกรด H_2SO_4 , HCl และ HNO_3 : 0.5, 1, 2 และ 4 โมลาร์
- อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว: 50, 100, 150 และ 200 กรัมต่อลิตร
- อุณหภูมิ: อุณหภูมิห้อง (25°C), 50 และ 75°C
- เวลา: 15, 30, 45, 60 และ 120 นาที



สารละลาย

ของแข็ง

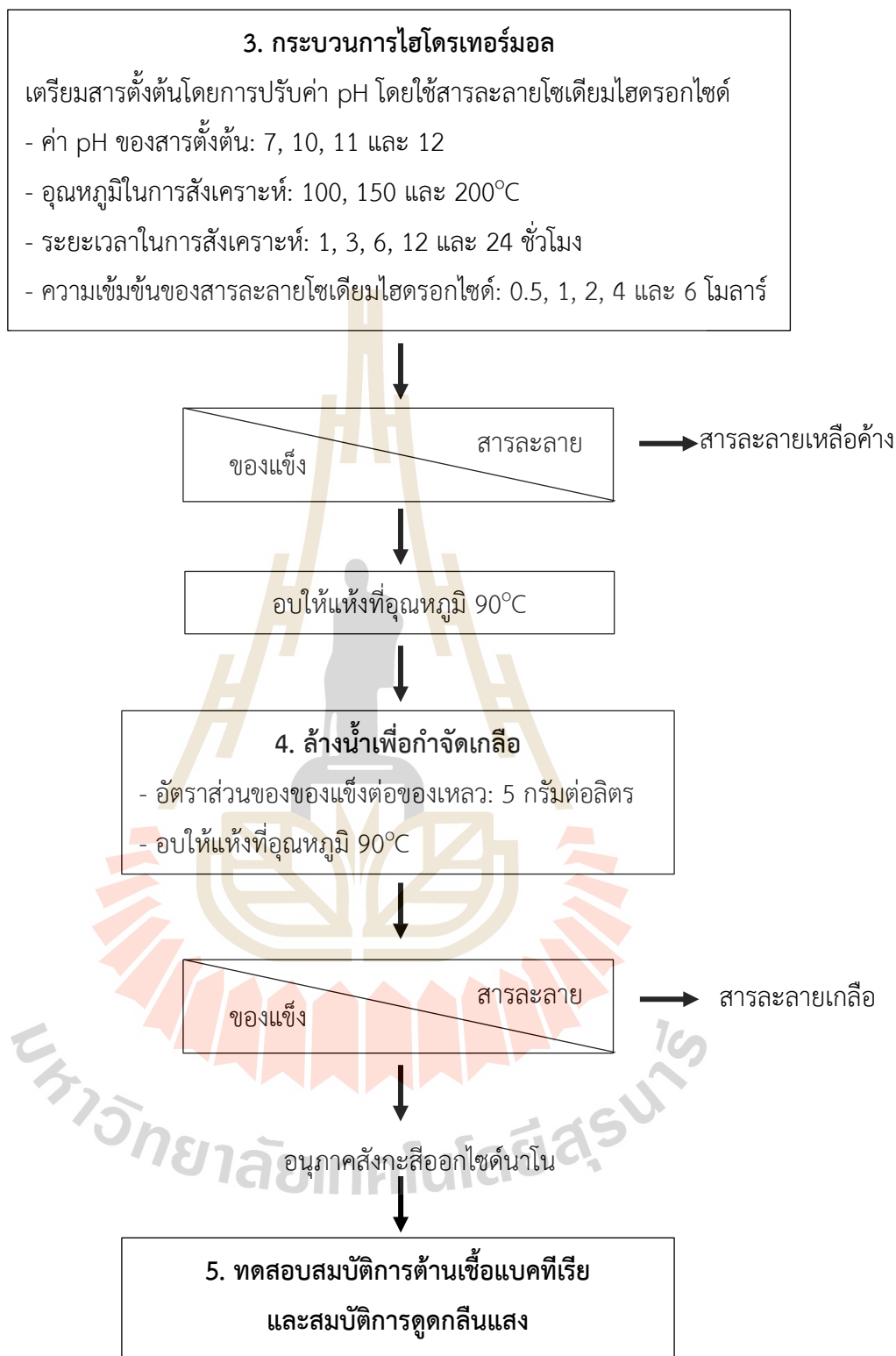
ตะกอนที่เหลือจาก
การชะละลาย

3. กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

เตรียมสารตั้งต้นโดยการปรับค่า pH โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

- ค่า pH ของสารตั้งต้น: 7, 10, 11 และ 12
- อุณหภูมิในการสังเคราะห์: 100, 150 และ 200°C
- ระยะเวลาในการสังเคราะห์: 1, 3, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง
- ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์: 0.5, 1, 2, 4 และ 6 โมลาร์

รูปที่ 3.15 แผนภาพขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย



รูปที่ 3.15 แผนภาพขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย (ต่อ)

ขั้นตอนที่ 1 การตรวจสอบและวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้น

- 1.1) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD
- 1.2) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES
- 1.3) วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค LDPSA
- 1.4) ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM

ขั้นตอนที่ 2 ชะละลายสังกะสีออกไซด์

2.1) ในขั้นตอนนี้ทำการเตรียมสารละลายกรดเพื่อใช้ในการชะละลายสังกะสีออกไซด์ โดยเลือกใช้กรด 3 ชนิด ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนตริก (HNO_3) โดยกรดแต่ละชนิดถูกผสมกับน้ำกลั่นเพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.5, 1, 2 และ 4 โมลาร์

2.2) ทำการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดทั้ง 3 ชนิดที่เตรียมไว้โดยใช้สารละลายกรดที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.5 ถึง 4 โมลาร์ ภายใต้เงื่อนไขอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวที่ 100 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาในการชะละลาย 60 นาที วัตถุประสงค์ของขั้นตอนนี้คือการศึกษากิณิณพลชนิด และความเข้มข้นของกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลาย รวมถึงการเปรียบเทียบปริมาณสารมลทินที่ละลายลงในสารละลายเมื่อใช้กรดต่างชนิดกัน เมื่อครบตามสภาวะการทดลองที่กำหนด สารละลายจะถูกกรองเพื่อแยกสารละลายออกจากตะกอนที่เหลือจากการชะละลาย ทั้งนี้ประสิทธิภาพในการชะละลายหมายถึงร้อยละของโลหะที่ถูกชะละลายจากวัตถุดิบตั้งต้นให้อยู่ในรูปสารละลาย โดยคำนวณจากปริมาณโลหะในสารละลายเทียบกับปริมาณโลหะในวัตถุดิบตั้งต้น ดังนั้น หน่วยของประสิทธิภาพการชะละลายจึงแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ (%)

2.3) สารละลายที่ได้จากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES และตะกอนที่เหลือจากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งสองส่วนมีความสำคัญต่อการประเมินประสิทธิภาพการชะละลาย และการเลือกสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทดลองในขั้นตอนถัดไป

2.4) สภาวะการทดลองที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 2.2 ถูกนำไปใช้ในการศึกษากิณิณพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ 50, 100, 150 และ 200 กรัมต่อลิตร เมื่อครบตามสภาวะการทดลองที่กำหนด สารละลายดังกล่าวถูกนำมากรองเพื่อแยกสารละลายและตะกอนที่เหลือจากการชะละลาย

2.5) สารละลายที่ได้จากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES

2.6) สภาวะการทดลองที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 2.4 ถูกนำไปใช้ในการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการชะละลายที่อุณหภูมิห้อง (25°C), 50°C , และ 75°C เมื่อครบตามสภาวะการทดลองที่กำหนดสารละลายดังกล่าวถูกนำมากรองเพื่อแยกสารละลาย และตะกอนที่เหลือจากการชะละลาย

2.7) สารละลายที่ได้จากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES

2.8) สภาวะการทดลองที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 2.6 ถูกนำไปใช้ในการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการชะละลายตั้งแต่ 15 ถึง 120 นาที โดยเก็บตัวอย่างปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ที่เวลา 15, 30, 45, 60 และ 120 นาที เมื่อครบตามสภาวะการทดลองที่กำหนดสารละลายดังกล่าวถูกนำมากรองเพื่อแยกสารละลาย และตะกอนที่เหลือจากการชะละลาย

2.9) สารละลายที่ได้จากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES

2.10) ข้อมูลที่ได้จากการทดลองชะละลายสังกะสีออกไซด์ทั้งหมดจะถูกนำมาวิเคราะห์เพื่อกำหนดสภาวะที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการชะละลายในงานวิจัยนี้ และนำสารละลายที่ได้เข้าสู่กระบวนการถัดไป

ขั้นตอนที่ 3 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

3.1) สารละลายที่ได้จากกระบวนการชะละลายถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโดยการปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ ให้มีค่าอยู่ในระดับ 7, 10, 11 และ 12 เพื่อศึกษาอิทธิพลของค่า pH ของสารตั้งต้นที่ส่งผลต่อความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน นอกจากนี้ ยังมีการเก็บตัวอย่างทุก ๆ ค่า pH ปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร เพื่อนำสารละลายไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES เพื่อหาปริมาณของสังกะสีและธาตุมลทินอื่นที่คงเหลืออยู่ในสารละลาย ทั้งนี้ ประสิทธิภาพในการตกตะกอนหมายถึงร้อยละของโลหะที่เหลือในสารละลายหลังปรับค่า pH เทียบกับปริมาณโลหะตั้งต้นในสารละลายก่อนปรับค่า pH ดังนั้น หน่วยของประสิทธิภาพการตกตะกอนจึงแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ (%)

3.2) หลังจากปรับค่า pH ของสารตั้งต้นตามที่กำหนดแล้วสารละลายจะถูกบรรจุในภาชนะเทฟลอน และปิดผนึกภายในเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลภายใต้สภาวะที่ควบคุมอุณหภูมิที่ 150°C และระยะเวลาในการสังเคราะห์ 12 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดตามเงื่อนไขการทดลองสารจะถูกนำออกจากเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นทำการกรองเพื่อแยกผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งออกจากสารละลาย

3.3) ผลึกภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากนั้นทำการถ่ายภาพเทคนิค SEM เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาและรูปร่างของอนุภาค นอกจากนี้สารละลายที่เหลือจากกระบวนการสังเคราะห์ยังถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES เพื่อประเมินปริมาณสังกะสี และธาตุมลทินที่คงเหลือ

3.4) ค่า pH ของสารตั้งต้นที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองในขั้นตอนที่ 3.1 จะถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของการสังเคราะห์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิ 100, 150 และ 200°C เมื่อครบกำหนดตามเงื่อนไขการทดลองสารจะถูกนำออกจากเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นทำการกรองเพื่อแยกผลึกภัณฑ์ที่เป็นของแข็งออกจากสารละลาย และอบให้แห้งด้วยเตาอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 90°C

3.5) ผลึกภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากนั้นทำการถ่ายภาพเทคนิค SEM-EDS เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยา ขนาดของอนุภาค และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี นอกจากนี้สารละลายที่เหลือจากกระบวนการสังเคราะห์ยังถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES เพื่อประเมินปริมาณสังกะสี และธาตุมลทินที่คงเหลือ

3.6) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองในขั้นตอนที่ 3.4 จะถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาของการสังเคราะห์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยทำการทดลองที่เวลา 1, 3, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดตามเงื่อนไขการทดลองสารจะถูกนำออกจากเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นทำการกรองเพื่อแยกผลึกภัณฑ์ที่เป็นของแข็งออกจากสารละลายและอบให้แห้งด้วยเตาอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 90°C

3.7) ผลึกภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากนั้นทำการถ่ายภาพเทคนิค SEM-EDS เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยา ขนาดของอนุภาค และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี นอกจากนี้สารละลายที่เหลือจากกระบวนการสังเคราะห์ยังถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES เพื่อประเมินปริมาณสังกะสีและธาตุมลทินที่คงเหลือ

3.8) เวลาที่เหมาะสมที่สุดที่ได้จากการทดลองในขั้นตอนที่ 3.6 จะถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยทำการทดลองที่ความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 4 และ 6 โมลาร์ เมื่อครบกำหนดตามเงื่อนไขการทดลองสารจะถูกนำออกจากเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นทำการกรองเพื่อแยกผลึกภัณฑ์ที่เป็นของแข็งออกจากสารละลายและอบให้แห้งด้วยเตาอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 90°C

3.9) ผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากนั้นทำการถ่ายภาพเทคนิค SEM-EDS เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยา ขนาดของอนุภาค และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี นอกจากนี้สารละลายที่เหลือจากกระบวนการสังเคราะห์ยังถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES เพื่อประเมินปริมาณสังกะสีและธาตุมลทินที่คงเหลือ

ขั้นตอนที่ 4 ล้างและอบผลิตภัณฑ์

4.1) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลถูกนำมาล้างด้วยน้ำเพื่อกำจัดเกลือโดยใช้อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวที่ 5 กรัมต่อลิตร ขั้นตอนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์

4.2) หลังจากล้างผลิตภัณฑ์เพื่อกำจัดเกลือแล้ว ผลิตภัณฑ์ถูกนำไปอบแห้งด้วยเตาอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 90°C เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความชื้นต่ำและพร้อมสำหรับการวิเคราะห์สมบัติในขั้นตอนถัดไป

ขั้นตอนที่ 5 การทดสอบสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

5.1) การทดสอบสมบัติการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ดำเนินการโดยใช้เทคนิค UV-Vis Spectrophotometry เพื่อวิเคราะห์พฤติกรรมการตอบสนองต่อแสงในช่วงความยาวคลื่นต่าง ๆ ข้อมูลที่ได้ถูกนำมาใช้ในการประเมินสมบัติทางแสงของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

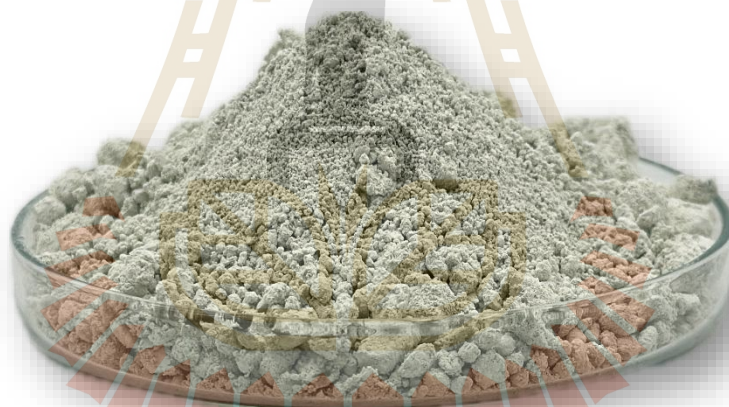
5.2) การทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียโดยใช้วิธีการแพร่กระจายในวุ้น (Agar Well Diffusion Method) กับเชื้อ *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) และ *Escherichia coli* (*E. coli*) ซึ่งเป็นตัวแทนของแบคทีเรียแกรมบวก และแกรมลบ โดยแบคทีเรียแต่ละสายพันธุ์ถูกเพาะลงบนจานวุ้นอาหาร (Nutrient Agar, NA) ที่ความเข้มข้นประมาณ 10^7 CFU/mL หลังจากนั้นสร้างหลุมบนผิววุ้นโดยใช้ปลายด้านกว้างของหลอดไมโครปิเปตที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 8.8 มม. และทำการเตรียมสารแขวนลอยโดยการชั่งผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ 50 มิลลิกรัม ก่อนนำไปผสมกับน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร ในหลอดปั่นเหวี่ยงขนาดเล็ก เพื่อเตรียมสารแขวนลอยที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร สารแขวนลอยดังกล่าวถูกทำให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เครื่อง Vortex Mixer เป็นเวลา 15 วินาทีก่อนนำไปทดสอบ จากนั้นนำสารแขวนลอยที่เตรียมไว้ปริมาณ 0.2 มิลลิลิตร เติมลงในแต่ละหลุมบนจานวุ้น จากนั้นนำจานเพาะเชื้อไปบ่มที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำจานวุ้นมาทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของบริเวณยับยั้งการเจริญของเชื้อ (Zone of Inhibition; ZOI)

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า แบ่งออกเป็น 4 ส่วน ประกอบด้วย (1) ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้น (2) ผลการศึกษาระบวนการชะลายสังกะสีออกไซด์ (3) ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล และ (4) ผลการเปรียบเทียบคุณสมบัติของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งมีผลการทดลองดังนี้

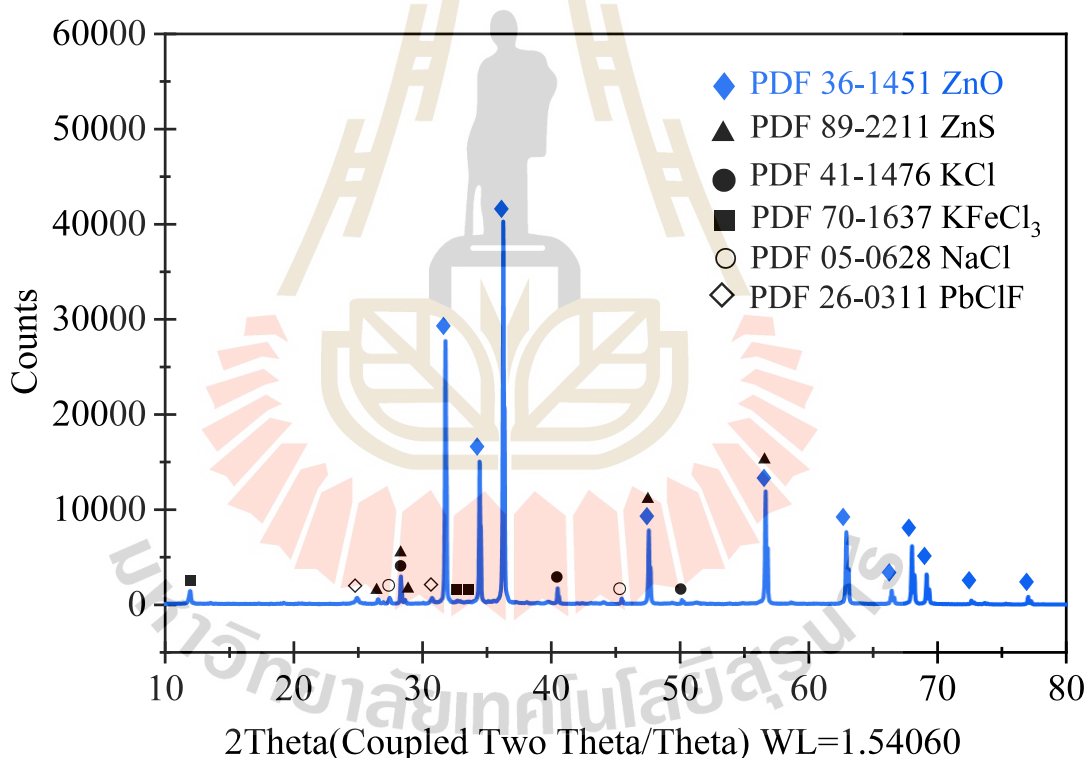
4.1 ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้น



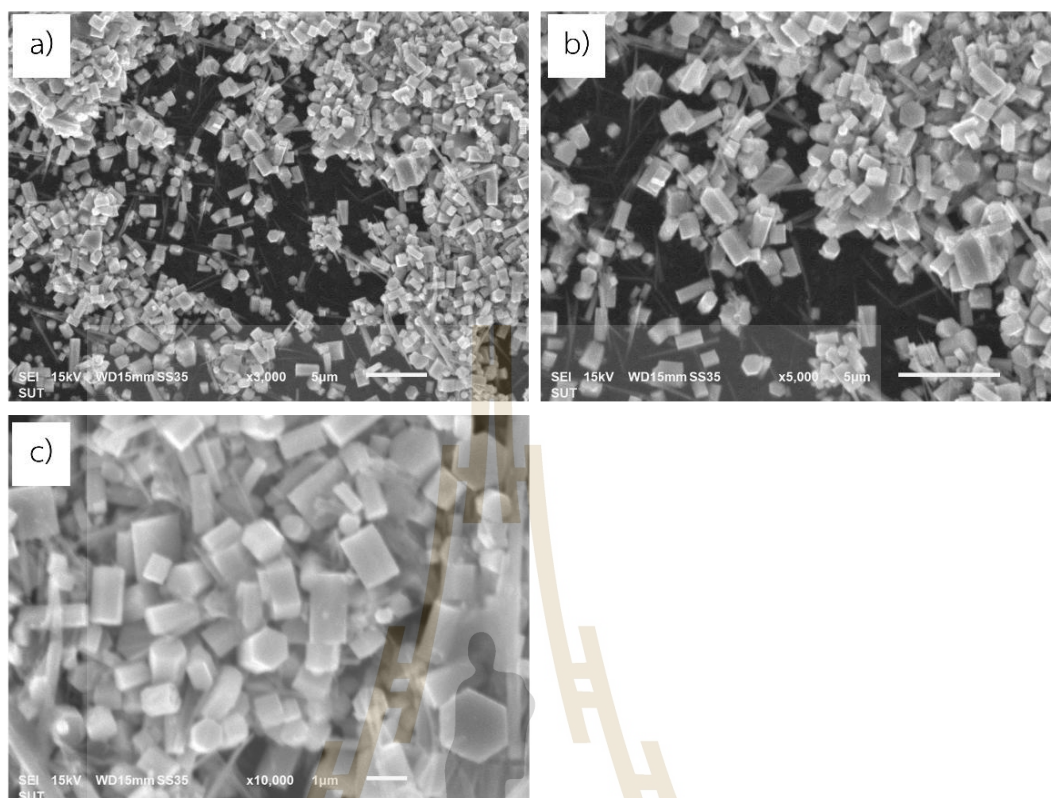
รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของวัตถุดิบตั้งต้น

ลักษณะทางกายภาพของวัตถุดิบตั้งต้นมีลักษณะเป็นผงสีเทา ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction: XRD) พบว่าตัวอย่างประกอบด้วยโครงสร้างผลึกของสังกะสีออกไซด์เป็นหลักและมีเฟสของสารมลทินอื่นปะปนอยู่ ได้แก่ ZnS , KCl , KFeCl_3 , NaCl และ PbClF ดังแสดงในรูปที่ 4.2 วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของ

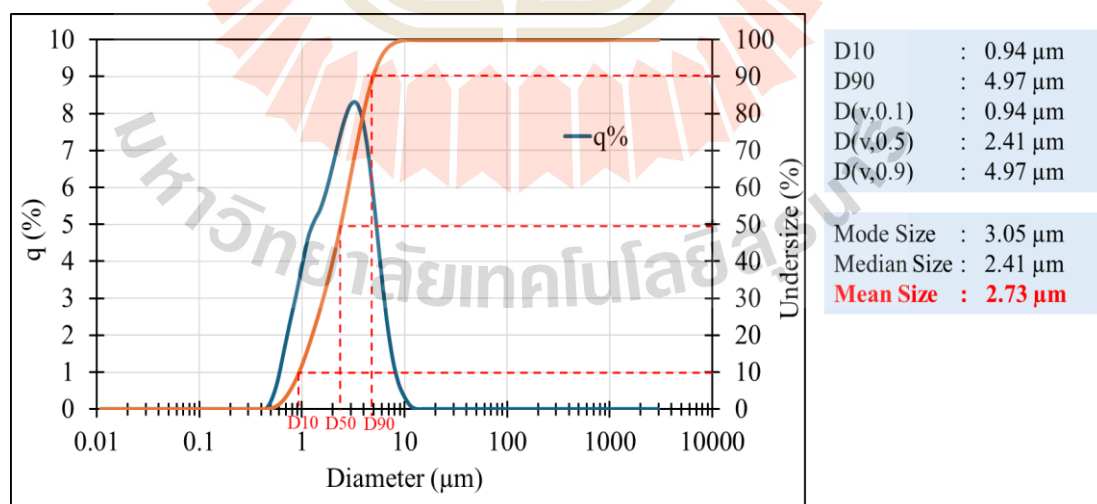
พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) พบว่าสังกะสีออกไซด์มีลักษณะพื้นผิวเป็นทรงกระบอกที่มีหน้าตัดเป็นรูปหกเหลี่ยม ดังแสดงในรูปที่ 4.3 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคสังกะสีออกไซด์วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์ (Laser Diffraction Particle Size Analysis: LDPSA) พบว่ามีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 1–5 ไมโครเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 2.73 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.4 นอกจากนี้การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการปล่อยแสงแบบพลาสมาเหนี่ยวนำ (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy: ICP-OES) พบว่าองค์ประกอบหลักคือ Zn (65.50 wt.%) รองลงมาคือ Na (3.94 wt.%), K (2.94 wt.%), Pb (0.96 wt.%) และมีธาตุอื่นในปริมาณเล็กน้อย ดังแสดงในตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.2 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวของวัสดุบดตั้งต้นที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายต่างกัน ได้แก่ (a) 1,000 เท่า (b) 5,000 เท่า และ (c) 10,000 เท่า



รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของวัสดุบดตั้งต้น ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การกระเจิงของแสงเลเซอร์

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัตถุดิบตั้งต้น โดยใช้เทคนิค ICP-OES

ตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ (wt.%)								
	Zn	Na	K	Pb	S	Si	Fe	Cu	อื่น ๆ
วัตถุดิบตั้งต้น	65.50	3.42	2.94	0.96	0.48	0.11	0.04	0.03	26.52

4.2 ผลการศึกษากระบวนการชะละลายสังกะสีออกไซด์

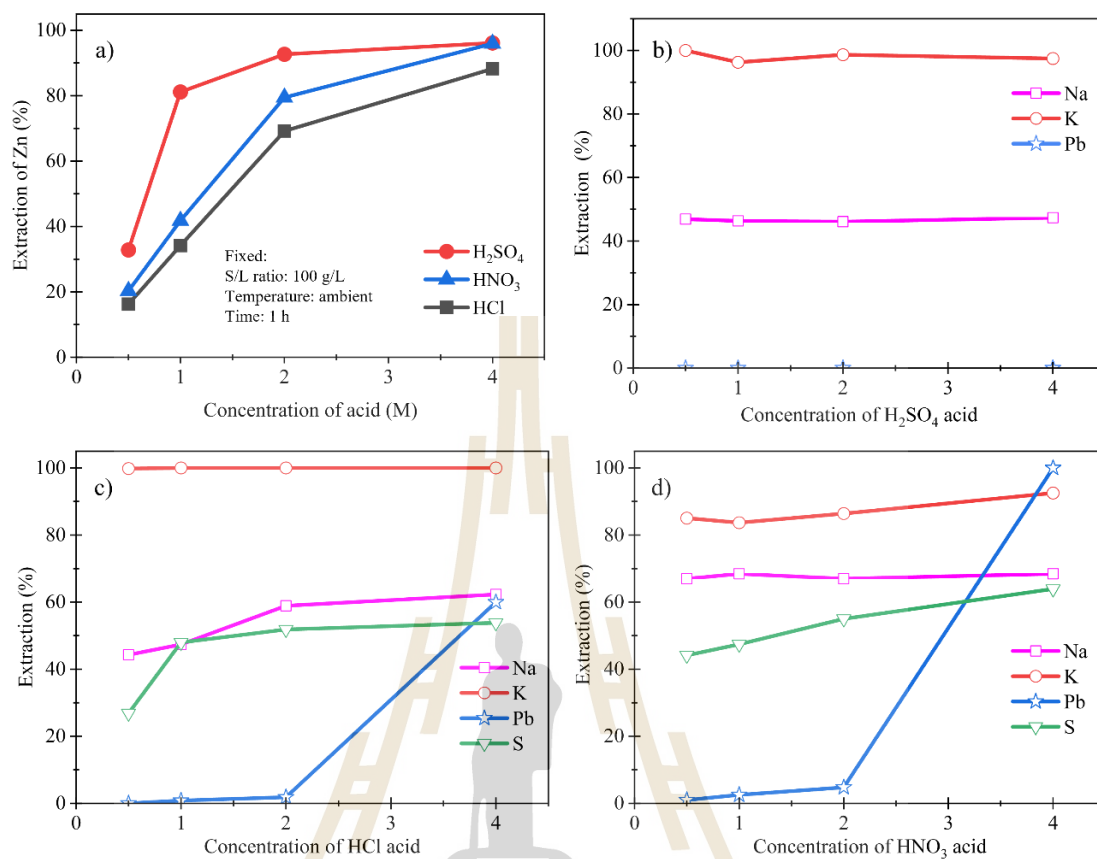
ในขั้นตอนนี้เป็นกระบวนการชะละลายเพื่อให้สังกะสีออกไซด์เปลี่ยนจากสภาพของแข็งไปอยู่ในรูปสารละลายสำหรับนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนในขั้นตอนต่อไป โดยได้ทำการศึกษาอิทธิพลของชนิดและความเข้มข้นกรดที่ใช้ ได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 0.5 ถึง 4 โมลาร์ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลาย พร้อมทั้งทำการคัดเลือกชนิดของกรดที่เหมาะสมสำหรับการชะละลายสังกะสีออกไซด์เพื่อนำไปศึกษาตัวแปรอื่น ๆ ได้แก่ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว อุณหภูมิ และระยะเวลาในการชะละลายที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ ซึ่งผลการศึกษาที่มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.2.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของชนิดและความเข้มข้นกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีและปริมาณสารมลทินในสารละลาย

ผลการทดลองชะละลายสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าโดยใช้กรดซัลฟิวริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกในช่วงความเข้มข้นระหว่าง (0.5, 1, 2 และ 4 โมลาร์) อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวคงที่ 100 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาในการชะละลาย 60 นาที แสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้น จากการเปรียบเทียบพบว่ากรดซัลฟิวริกมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 2 โมลาร์ขึ้นไป ดังแสดงในรูปที่ 4.5(a) สำหรับกรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก พบว่าจะมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ที่ความเข้มข้น 4 โมลาร์ แม้จะมีประสิทธิภาพการชะละลายต่ำกว่าเมื่อเทียบกับกรดซัลฟิวริก แต่ยังคงแสดงแนวโน้มของประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีที่เพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของกรดสูงขึ้นเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.5(a) ในการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดทั้ง 3 ชนิด พบว่ามีการละลายร่วมของธาตุเจือปนหลัก ได้แก่ โซเดียม และโพแทสเซียม อย่างไรก็ตามการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก แสดงข้อได้เปรียบที่สำคัญด้านความบริสุทธิ์ของสารละลายที่ได้ โดยไม่พบตะกั่วปะปนมาในสารละลาย ดังแสดงในรูปที่ 4.5(b) เนื่องจากตะกั่วไอออน

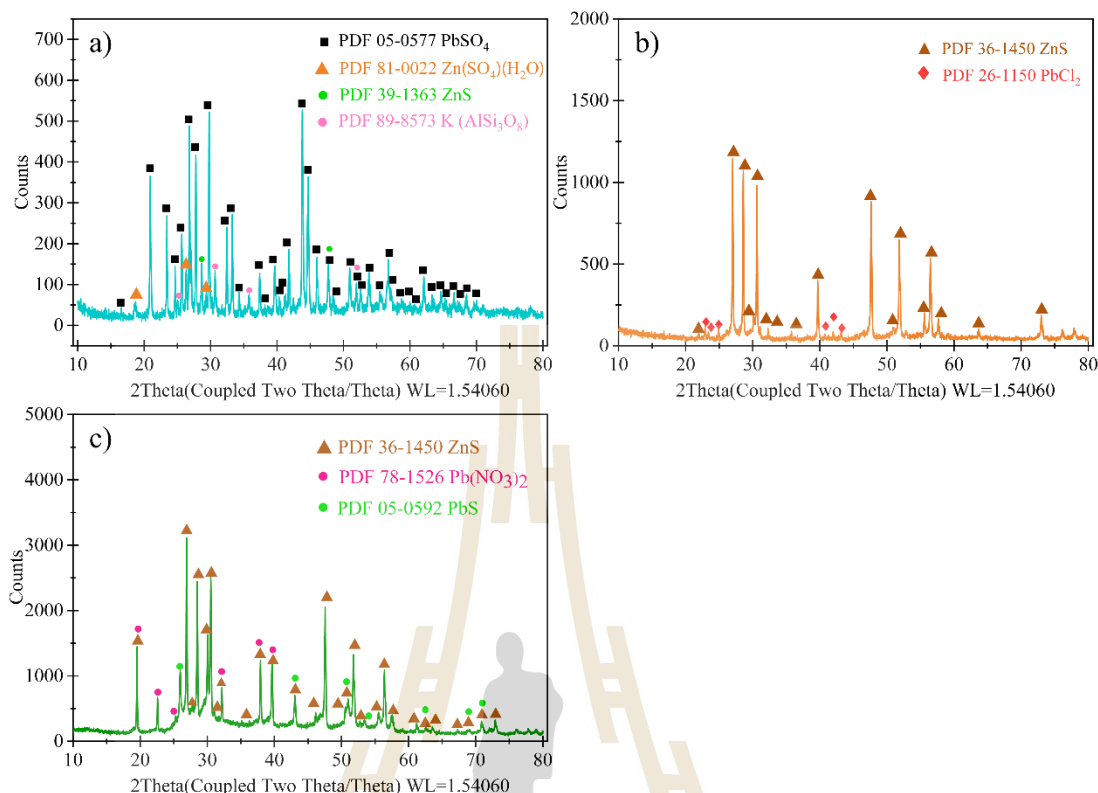
(Pb^{2+}) จะเกิดการรวมตัวกับซัลเฟตไอออน (SO_4^{2-}) เป็นสารประกอบตะกั่วซัลเฟต (PbSO_4) ซึ่งมีค่าละลายน้ำต่ำมาก และเกิดการตกตะกอนเป็นของแข็ง ซึ่งสามารถยืนยันได้จากการนำตะกอนที่เกิดขึ้น ภายหลังจากการชะละลายวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งสารประกอบที่เกิดขึ้นพบว่าเป็นเฟสของตะกั่วซัลเฟต ดังแสดงในรูปที่ 4.6(a) ในทางตรงกันข้ามการชะละลายด้วยกรดกรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก พบการละลายของซัลเฟอร์ และตะกั่วปะปนมาในสารละลาย โดยปริมาณการละลายของโลหะเจือปนเหล่านี้เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อความเข้มข้นของกรดสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.5(c) และ 4.5(d) โดยเฉพาะอย่างยิ่งกรดไนตริกซึ่งเป็นกรดออกซิไดซ์ (Oxidizing Acid) มีแนวโน้มที่จะกระตุ้นทำให้โลหะเจือปนเกิดการละลายหรือเปลี่ยนสถานะออกซิเดชันได้ง่ายกว่ากรดอื่น ๆ ซึ่งสมการการชะละลายของกรดแต่ละชนิดแสดงดังต่อไปนี้





รูปที่ 4.5 ผลของชนิดและความเข้มข้นของกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกจากไซด์ (a) ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีของกรดทั้ง 3 ชนิด (b), (c) และ (d) การละลายของสารมลทิน (Na, K, S และ Pb) ที่ปะปนลงมาในสารละลายที่ชะละลายกรดซัลฟิวริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนเหลือค้ำภายหลังการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดทั้ง 3 ชนิด (a) กรดซัลฟิวริก (b) กรดไฮโดรคลอริก และ (c) กรดไนตริก

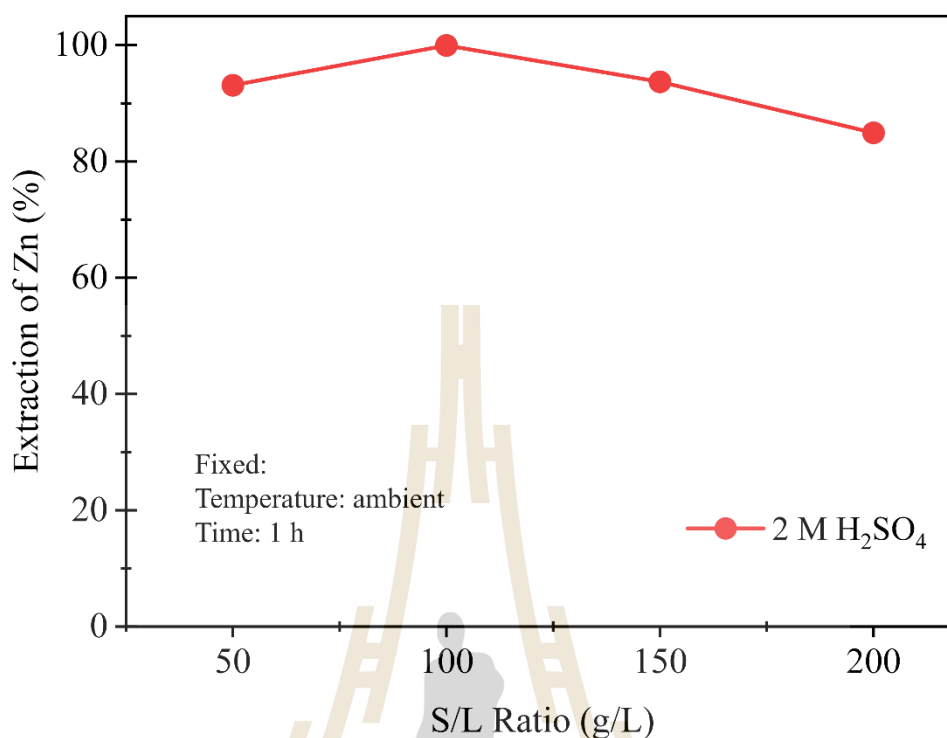
เมื่อเปรียบเทียบความเข้มข้นกรดต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีกับการคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์จากสมการเคมี พบว่าผลที่ได้มีความสอดคล้องกัน โดยจากสมการปฏิกิริยาเคมีระบุว่ากรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับสังกะสีออกไซด์ในอัตราส่วนโมล 1:1 ขณะที่กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกทำปฏิกิริยาในอัตราส่วนโมล 1:2 ส่งผลให้เมื่อทำการชะละลายสังกะสีออกไซด์โดยใช้ปริมาณของสังกะสีออกไซด์ 100 กรัมเท่ากัน จะทำให้ต้องใช้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกหรือกรดไนตริกมากกว่าการใช้ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกประมาณ 2 เท่า ซึ่งสอดคล้องกับอัตราส่วนปริมาณสารสัมพันธ์

และจากการเปรียบเทียบผลการชะละลายสังกะสีออกไซด์ พบว่ากรดซัลฟิวริกเป็นสารชะละลายที่เหมาะสมสำหรับขั้นตอนการชะละลาย โดยกรดซัลฟิวริกมีข้อได้เปรียบคือสามารถให้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีได้ถึง 92.66 เปอร์เซ็นต์ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ในขณะที่กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ สามารถให้ประสิทธิภาพการชะละลายเพียง 69.16 และ 79.45 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการชะละลาย

มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์จะต้องใช้กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกที่ความเข้มข้นถึง 4 โมลาร์ และในการควบคุมสารมลทินในสารละลายที่ส่งผลต่อความบริสุทธิ์ของสารละลาย ก่อนที่จะนำไปทำการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ซึ่งการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกไม่พบการปะปนของตะกั่วในสารละลาย ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารละลายที่ได้มาจะมีความบริสุทธิ์มากกว่าการใช้กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก ผู้วิจัยจึงเลือกใช้กรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ เป็นสารชะละลายหลักสำหรับการศึกษาตัวแปรอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้องในลำดับถัดไป

4.2.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี

ผลการศึกษาอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว (50, 100, 150 และ 200 กรัมต่อลิตร) ภายใต้สภาวะกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาการชะละลาย 60 นาที ผลการทดลองพบว่ากรดกรดซัลฟิวริกสามารถสกัดสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวในช่วง 50-150 กรัมต่อลิตร อย่างไรก็ตาม ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีลดลงต่ำกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ เมื่ออัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 200 กรัมต่อลิตร ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งจากการคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์ตามสมการที่ 4.1 จะพบว่าเมื่อชะละลายสังกะสีออกไซด์ปริมาณ 50, 100, 150 และ 200 กรัม จะต้องใช้กรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.61, 1.23, 1.84 และ 2.45 โมลาร์ ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองที่พบว่าการชะละลายที่อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ 200 กรัมต่อลิตร จะมีประสิทธิภาพลดต่ำลง เนื่องจากความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกไม่เพียงพอสำหรับทำปฏิกิริยากับสังกะสีออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์เนื่องจากปริมาณของของแข็ง (สังกะสีออกไซด์) เพิ่มขึ้นโดยที่ปริมาณกรด (กรดซัลฟิวริก) คงที่ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อีกทั้งเมื่อของแข็งเพิ่มขึ้นมากเกินไปจะทำให้สารละลายหนืดมากขึ้น ส่งผลให้พื้นที่สัมผัสระหว่างสังกะสีออกไซด์ และกรดลดลง จึงทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีลดลง

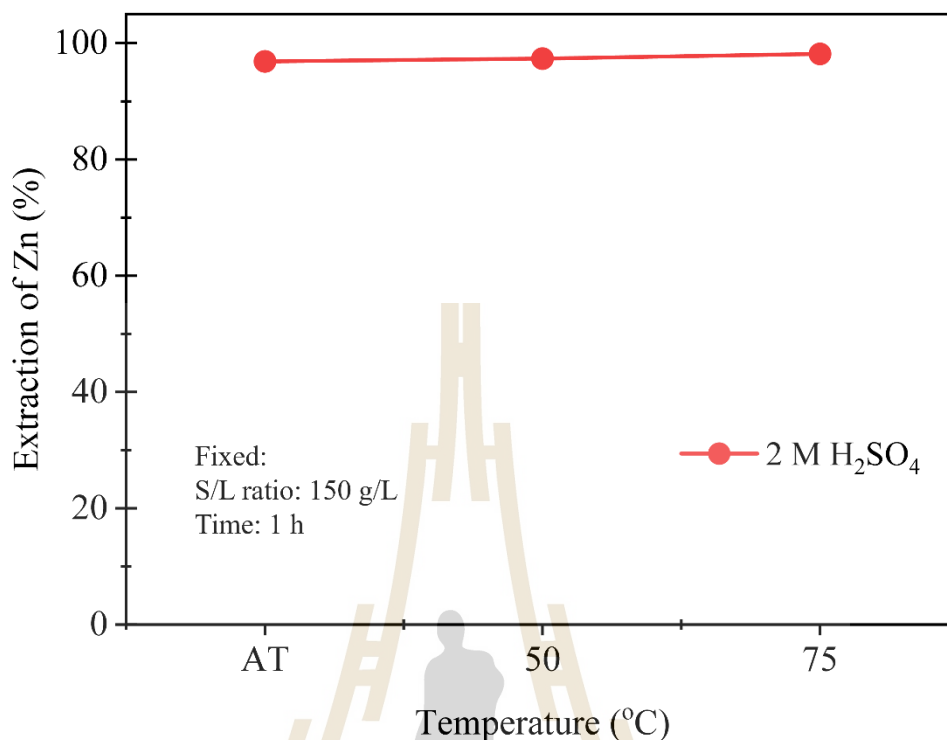


รูปที่ 4.7 ผลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาในการชะละลาย 60 นาที

จากผลการทดลองผู้วิจัยเลือกใช้อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ 150 กรัม ต่อลิตร สำหรับศึกษาตัวแปรอื่น ๆ เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่ค่อนข้างสูง และยังคงให้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์

4.2.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี

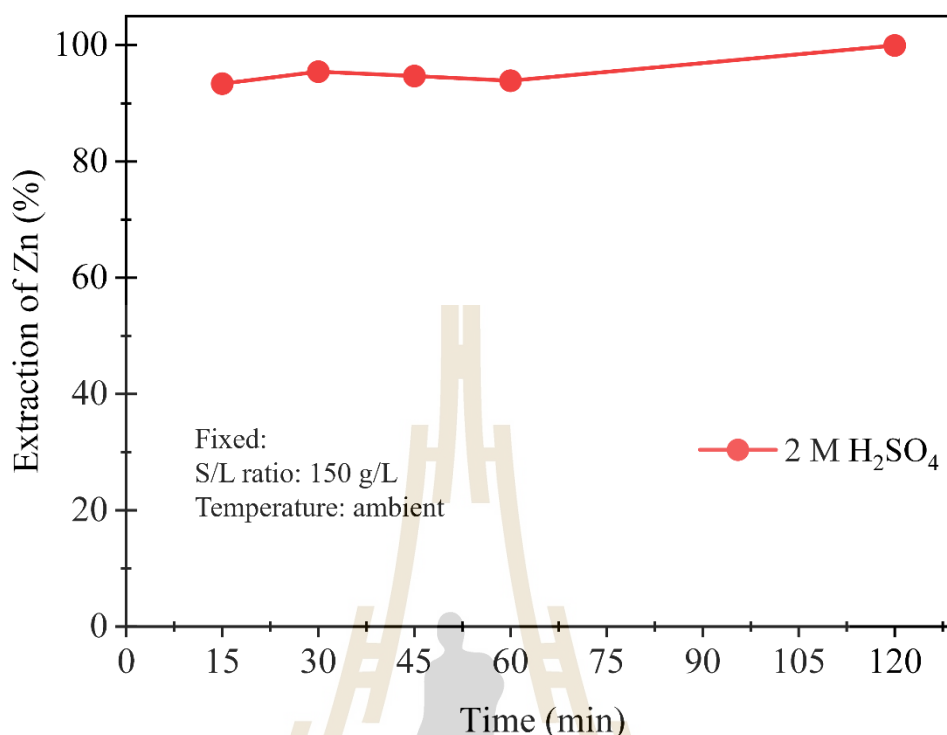
ผลศึกษาการชะละลายสังกะสีออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง (25°C), 50°C และ 75°C ภายใต้สภาวะกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร และระยะเวลาในการชะละลาย 60 นาที พบว่าประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี ภายใต้สภาวะแต่ละอุณหภูมิสามารถสกัดสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ และไม่ได้มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ แสดงให้เห็นว่าแม้อุณหภูมิที่สูงขึ้นอาจจะช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยทั่วไป แต่ในกรณีนี้แสดงให้เห็นว่าการชะละลายสังกะสีออกไซด์ในสารละลายกรดซัลฟิวริก มีประสิทธิภาพสูงอยู่แล้วที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร และระยะเวลาในการชะละลาย 60 นาที

4.2.4 ผลการศึกษาอิทธิพลของเวลาต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี

ผลการศึกษาประสิทธิภาพการชะละลายของสังกะสีออกไซด์ในช่วงระยะเวลา (15, 30, 45, 60 และ 120 นาที) ภายใต้สภาวะที่ใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิห้อง พบว่ากรดซัลฟิวริกมีประสิทธิภาพในการชะละลายสังกะสีได้สูงตั้งแต่ช่วงเวลา 15 นาทีแรก โดยมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ และมีแนวโน้มคงที่ตลอดช่วงเวลาที่ศึกษา ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความสามารถของกรดซัลฟิวริกในการละลายสังกะสีออกไซด์ได้อย่างรวดเร็ว และมีประสิทธิภาพภายใต้สภาวะที่กำหนด ดังแสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ผลของเวลาต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีออกไซด์ ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร และชะละลายที่อุณหภูมิห้อง

จากผลการศึกษาเปรียบเทียบชนิด และความเข้มข้นของกรดที่ใช้ในกระบวนการชะละลาย และตัวแปรที่สำคัญต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสี พบว่ากรดซัลฟิวริกมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีได้สูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก โดยมีประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีได้มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ เมื่อเทียบกับกรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกที่ต้องใช้ความเข้มข้นถึง 4 โมลาร์ เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการชะละลายสังกะสีเทียบเท่ากัน อย่างไรก็ตาม เพื่อคัดเลือกสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ผู้วิจัยได้พิจารณาจากทั้งประสิทธิภาพการชะละลาย และความบริสุทธิ์ของสารละลายที่ได้ โดยพบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ การชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาการชะละลาย 15 นาที อีกทั้งภายใต้สภาวะการชะละลายโดยใช้กรดซัลฟิวริก แสดงถึงความสามารถในการเลือกชะละลายโลหะเป้าหมายได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยไม่ชะละลายโลหะหนักอื่นที่ไม่ต้องการ เช่น ตะกั่ว

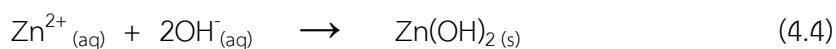
ให้ลงไปปะปนอยู่ในสารละลาย ส่วนการชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริกจะทำให้เกิดการชะละลายตะกั่วลงไปในการละลายด้วยซึ่งกรณีนี้ไม่ต้องการให้เกิดขึ้น การชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกด้วยสภาวะที่เหมาะสมดังที่กล่าวมา ส่งผลให้สารละลายที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงเหมาะสมต่อการนำไปใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่มีคุณภาพ และความบริสุทธิ์สูง และภายหลังจากทำการชะละลายด้วยสภาวะดังที่ได้กล่าวไปแล้วข้างต้น ได้นำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่ามีปริมาณของ Zn ในสารละลายมีค่า 107,366 มิลลิกรัมต่อลิตร และธาตุมลทินอื่น ๆ ปะปนลงมาในสารละลายเล็กน้อย ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายหลังจากชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัม/ลิตร ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาในการชะละลาย 15 นาที ด้วยเทคนิค ICP-OES

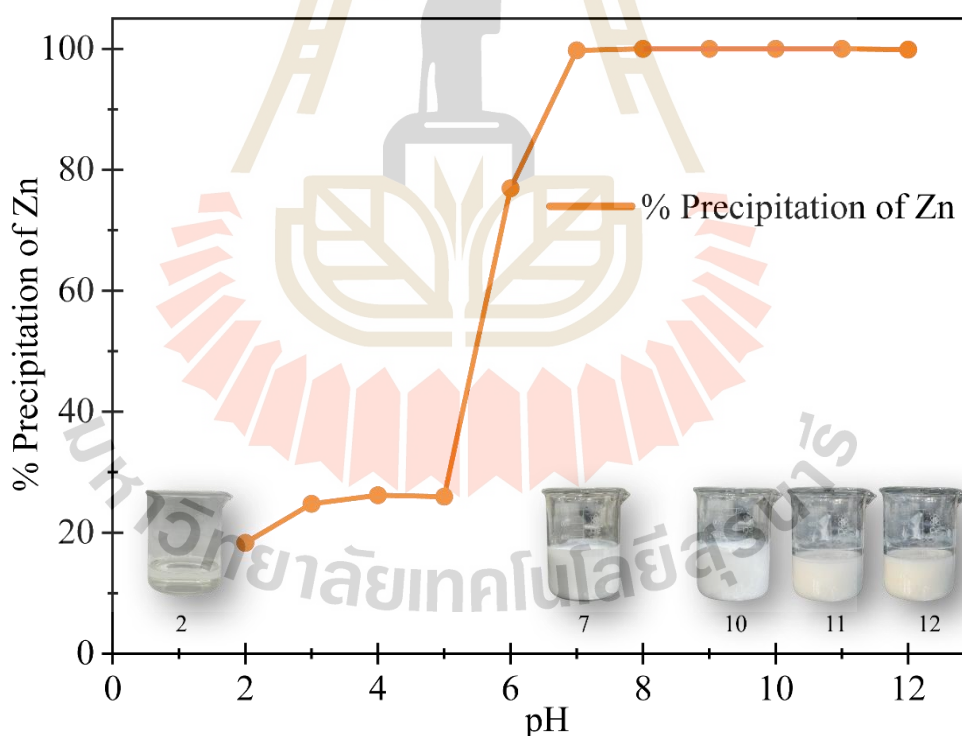
ตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ (mg/L)		
	Zn	Na	K
สารละลายที่ได้จากกระบวนการชะละลาย	107,366	1,792	3,638

4.3 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

ภายหลังจากการชะละลายสังกะสีออกไซด์ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง และระยะเวลาในการชะละลาย 15 นาที สารละลายที่ได้จะมีสังกะสีไอออน (Zn^{2+}) เป็นองค์ประกอบหลักที่ละลายอยู่ในสารละลายกรดซึ่งมีค่า pH ต่ำ เพื่อเตรียมสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจำเป็นต้องปรับค่า pH ของสารละลายให้สูงขึ้นโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นต่างที่ให้ไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เมื่อเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปในการละลายจะเกิดการเปลี่ยนแปลงค่า pH จากกรดไปสู่สภาวะต่าง ในสภาวะที่มีไฮดรอกไซด์ไอออนเพียงพอสังกะสีไอออนจะทำปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออนเพื่อเกิดเป็นตะกอนของสังกะสีไฮดรอกไซด์ ($Zn(OH)_2$) ดังสมการที่ (4.4) ตะกอนสังกะสีไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นนี้เป็นสารประกอบไฮดรอกไซด์ของสังกะสีซึ่งไม่เสถียรเมื่อนำเข้าไปสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลซึ่งเป็นกระบวนการที่ดำเนินการภายใต้ความร้อน และแรงดันภายในภาชนะปิด สังกะสีไฮดรอกไซด์ที่อยู่ในสารละลายจะเกิดการตกผลึก และเปลี่ยนแปลงเฟสเป็นสังกะสีออกไซด์ ดังแสดงในสมการที่ (4.5) (Ejsmont & Goscianska, 2023)



จากรูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH กับเปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของสังกะสี พบว่าสังกะสีไอออนเริ่มเกิดการตกตะกอนตั้งแต่ค่า pH ประมาณ 6 และมีแนวโน้มเกิดการตกตะกอนเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องเมื่อค่า pH สูงขึ้น โดยเฉพาะในช่วงค่า pH 7-12 ซึ่งเปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของสังกะสีใกล้เคียง 100 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่าภายใต้สภาวะที่เป็นต่างมากขึ้น สังกะสีไอออนจะทำปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออน ส่งผลให้เกิดการตกตะกอนสังกะสีไฮดรอกไซด์ ก่อนจะนำสารตั้งต้นดังกล่าวเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งขนาด และรูปร่างของอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้ขึ้นอยู่กับสภาวะการทดลอง เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อคุณสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจึงได้แบ่งสภาวะการทดลองออกเป็น 4 กลุ่มหลัก ซึ่งรายละเอียดจะแสดงในตารางที่ 4.3



รูปที่ 4.10 เปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของสังกะสีแต่ละค่า pH ก่อนเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล และลักษณะของสารตั้งต้นเมื่อปรับค่า pH 7-12

ตารางที่ 4.3 สภาวะการทดลองสำหรับสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

ตัวแปร	ชื่อ ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ สารละลาย NaOH (โมลาร์)	pH ของ สารตั้งต้น	อุณหภูมิในการ สังเคราะห์ (°C)	ระยะเวลาใน การสังเคราะห์ (ชั่วโมง)
อิทธิพลของ ค่า pH ของสาร ตั้งต้น	HT01	2	7	150	12
	HT02	2	10	150	12
	HT03	2	11	150	12
	HT04	2	12	150	12
อิทธิพลของ อุณหภูมิในการ สังเคราะห์	HT05	2	11	100	12
	HT06	2	11	150	12
	HT07	2	11	200	12
อิทธิพลของ ระยะเวลาในการ สังเคราะห์	HT08	2	11	200	1
	HT09	2	11	200	3
	HT10	2	11	200	6
	HT11	2	11	200	12
	HT12	2	11	200	24
อิทธิพลของความ เข้มข้นของ สารละลาย NaOH	HT13	0.5	11	200	1
	HT14	1	11	200	1
	HT15	2	11	200	1
	HT16	4	11	200	1
	HT17	6	11	200	1

- อิทธิพลของค่า pH ของสารตั้งต้น: ตัวอย่าง HT01–HT04 ใช้เพื่อศึกษาผลของค่า pH ของสารตั้งต้นต่อความสามารถในการเกิดเฟสของสังกะสีออกไซด์
- อิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์: ตัวอย่าง HT05–HT07 เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่แตกต่างกันต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน
- อิทธิพลของระยะเวลาในการสังเคราะห์: ตัวอย่าง HT08–HT12 เพื่อศึกษา และทราบถึงระยะเวลาปฏิกิริยาส่งผลต่ออนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน
- อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์: ตัวอย่าง HT13–HT17 เพื่อศึกษาบทบาทของความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ปรับค่า pH ต่อขนาด และสัญญาณวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

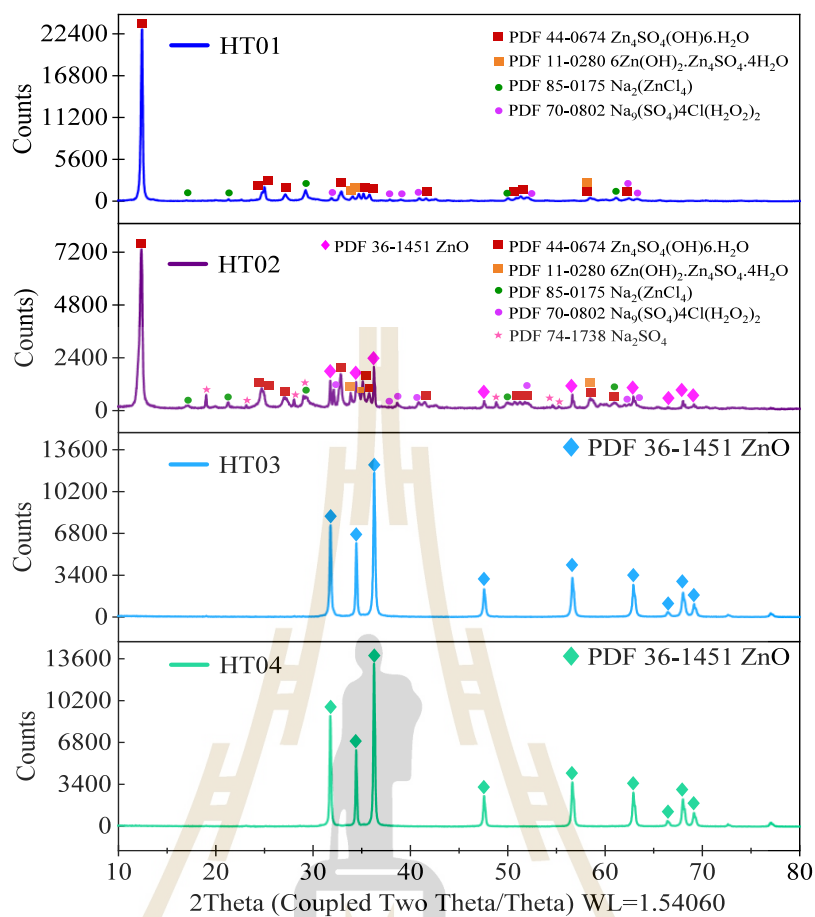
ผลจากการทดลองในแต่ละสภาวะจะนำเสนอในหัวข้อถัดไป เพื่ออธิบายรายละเอียด และให้ข้อมูลเชิงลึกเกี่ยวกับปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อการควบคุมขนาด และรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้

4.3.1 อิทธิพลของค่า pH ของสารตั้งต้นต่อความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

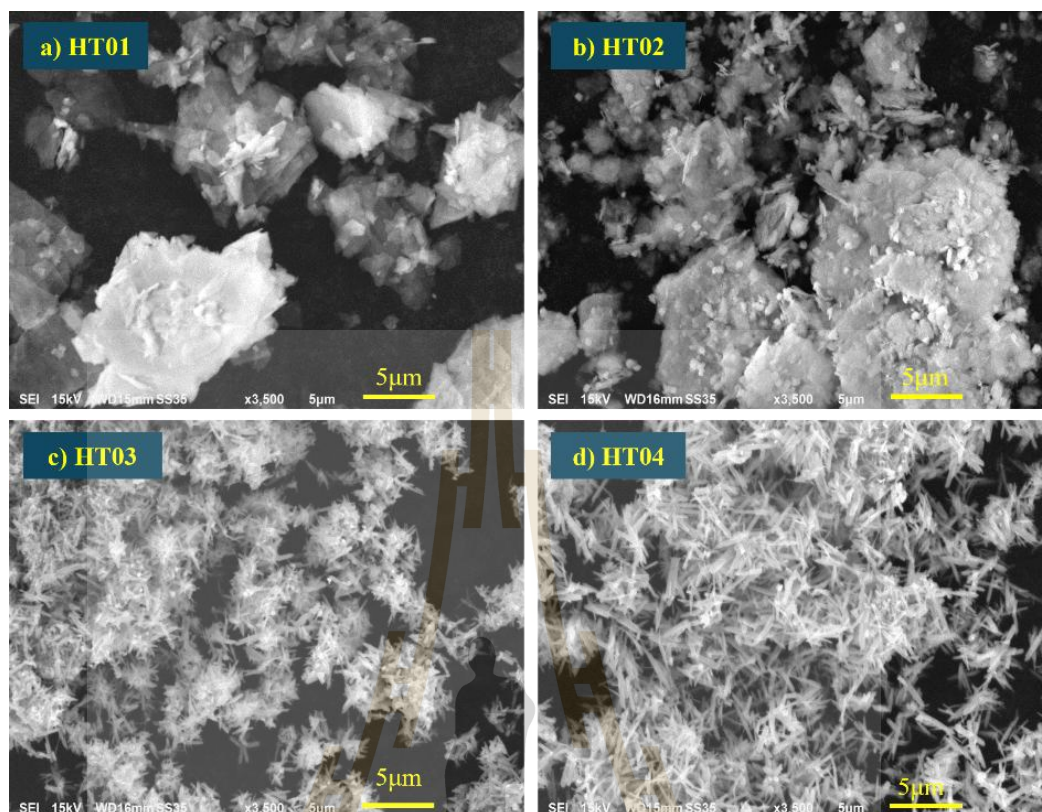
จากการศึกษาของค่า pH ของสารตั้งต้นในช่วงค่า pH 7–12 (ตัวอย่าง HT01–HT04) ต่อความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ภายใต้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง พบว่าค่า pH ของสารตั้งต้นมีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อความสามารถในการเกิดเฟสของสังกะสีออกไซด์ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่าตัวอย่าง HT01 ที่มีค่า pH ของสารตั้งต้นเท่ากับ 7 และ HT02 ที่มีค่า pH ของสารตั้งต้นเท่ากับ 10 ไม่ประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์ให้ได้เฟสสังกะสีออกไซด์ เนื่องจากในสภาวะที่ค่า pH ยังต่ำ ปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนยังไม่เพียงพอที่จะทำปฏิกิริยากับสังกะสีไอออนเพื่อเกิดการตกตะกอนของสังกะสีไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่สำคัญสำหรับการเปลี่ยนเฟสเป็นสังกะสีออกไซด์ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล นอกจากนี้ ยังพบการเกิดเฟสของสารประกอบอื่น เช่น $\text{ZnSO}_4 \cdot 3\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 และ $\text{Na}_2\text{Zn}_3(\text{SiO}_4)_2$ ซึ่งอาจเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดซัลฟิวริกจากสารละลายที่ได้จากกระบวนการชะละลายในสภาวะที่ไม่เหมาะสมต่อการตกผลึกของสังกะสีออกไซด์ สำหรับตัวอย่าง HT03 ที่มีค่า pH ของสารตั้งต้นเท่ากับ 11 และ HT04 ที่มีค่า pH ของสารตั้งต้นเท่ากับ 12 พบการเกิดเฟสของสังกะสีออกไซด์อย่างชัดเจน ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวอย่างสอดคล้องกับมาตรฐานของสังกะสีออกไซด์ตามฐานข้อมูล (PDF 36-1451) ดังแสดงในรูปที่ 4.11 ได้แสดงถึง

การตกผลึกที่สมบูรณ์ และความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ เนื่องจากไม่พบการเกิดเฟสของสารประกอบอื่นปะปนอยู่ ผลการทดลองนี้ยืนยันว่าค่า pH ของสารตั้งต้นเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อความสามารถในการเกิดตะกอนสังกะสีไฮดรอกไซด์ และการเปลี่ยนเฟสเป็นสังกะสีออกไซด์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่สังเคราะห์ภายใต้สภาวะ pH ของสารตั้งต้นที่ต่างกันของตัวอย่าง HT01-HT04 โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังแสดงในรูปที่ 4.12(a) และ 4.12(b) พบว่าตัวอย่าง HT01 และ HT02 ไม่พบลักษณะของผลึกสังกะสีออกไซด์ที่ชัดเจน ลักษณะพื้นผิวของอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ไม่พบเฟสของสังกะสีออกไซด์ในตัวอย่างดังกล่าว สำหรับตัวอย่างที่ HT03 และ HT04 แสดงให้เห็นถึงลักษณะของผลึกของสังกะสีออกไซด์ได้อย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.12(c) และ 4.12(d) โดยอนุภาคมีขนาดเล็ก และกระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอ แสดงถึงการตกผลึกที่สมบูรณ์ค่า pH ของสารตั้งต้นที่มีค่า 11-12 เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน จากข้อมูลผลการวิเคราะห์นี้สนับสนุนว่าค่า pH ของสารตั้งต้นมีผลโดยตรงต่อความสามารถในการเกิดเฟส และสัณฐานวิทยาของสังกะสีออกไซด์ โดยค่า pH ที่สูงขึ้นจะช่วยส่งเสริมการเกิดตะกอนสังกะสีไฮดรอกไซด์ และการเปลี่ยนเฟสเป็นสังกะสีออกไซด์ได้อย่างมีประสิทธิภาพในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล





รูปที่ 4.11 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตะกอนหลังทำไฮโดรเทอร์มอลของตัวอย่าง HT01-HT04

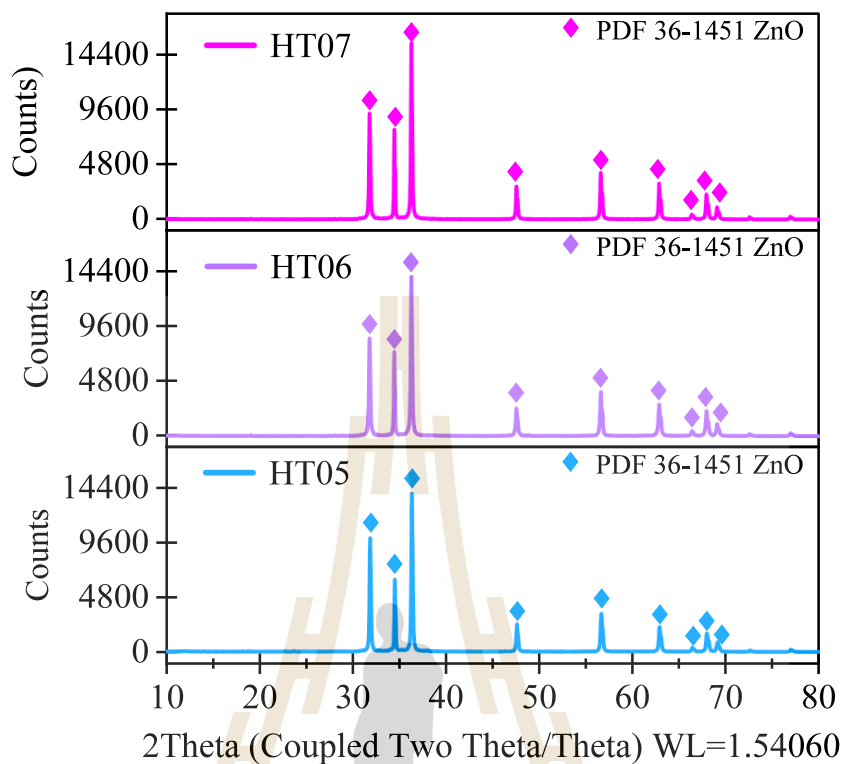


รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตะกอนของตะกอนหลังทำไฮโดรเทอร์มอล (a) HT01, (b) HT02 , (c) HT03 และ (d) HT04

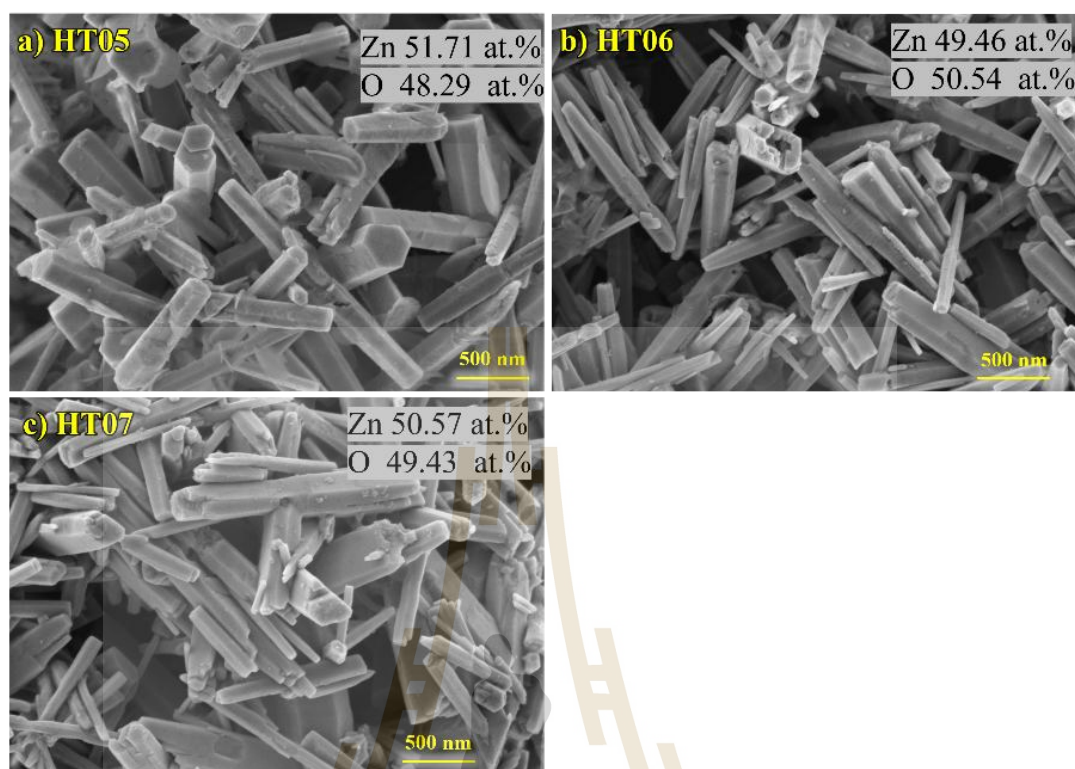
4.3.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างกัน ได้แก่ 100°C (HT05), 150°C (HT06) และ 200°C (HT07) เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อโครงสร้างผลึก และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ โดยในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้นได้ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ เพื่อปรับค่า pH ของสารตั้งต้นให้มีค่า pH เท่ากับ 11 ก่อนนำเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลภายใต้ระยะเวลา 12 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างกันทั้ง 3 ค่า ปรากฏลักษณะพีคการเลี้ยวเบนตรงกับเฟสของสังกะสีออกไซด์บริสุทธิ์ (PDF 36-1451) โดยไม่มีพีคของสิ่งเจือปนจากสารประกอบอื่น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง ดังแสดงในรูปที่ 4.13

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM) พบว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ของตัวอย่าง HT05, HT06 และ HT07 มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นแท่งนาโน (Nanorod) เนื่องจากสังกะสีออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Wurtzite ซึ่งมีผิวผลึกในทิศต่าง ๆ ที่มีพลังงานผิวไม่เท่ากัน โดยผิวผลึกจะขยายขึ้นไปทิศ [0001] (c-axis) (Baruah & Dutta, 2009; Noman et al., 2021) เพราะเป็นแนวที่มีพลังงานผิวน้อยที่สุด และสามารถรับไอออนใหม่มาเชื่อมต่อได้ง่าย ส่งผลให้การโตของผลึกเกิดขึ้นมากในทิศทางเดียว ทำให้ได้ผลึกในรูปแบบแท่งนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.14 และเมื่อเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์มีผลต่อขนาดของอนุภาคอย่างมีนัยสำคัญ โดยเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งนาโนลดลงอย่างต่อเนื่อง จากการวัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม ImageJ พบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่มีโครงสร้างแบบแท่งนาโน (ZnO Nanorod) ที่สังเคราะห์ได้ของตัวอย่าง HT05, HT06 และ HT07 มีค่าเท่ากับ 199.53, 112.91 และ 73.43 นาโนเมตร ตามลำดับ และมีค่าอัตราส่วนความสัมพันธ์ระหว่างความกว้างและความยาว (Aspect ratio) เพิ่มขึ้นจาก 6.11 เป็น 10.35 อันเนื่องมาจากการลดลงของเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งบ่งชี้ถึงการเจริญเติบโตของผลึกตามแนว c-axis ที่เด่นชัดมากขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.4 จากการทดลองแสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งเสริมการเกิดโครงสร้างแบบแท่งนาโนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กลง ซึ่งอาจเนื่องมาจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นพลังงานในระบบเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกิดนิวเคลียสของผลึกสังกะสีออกไซด์ได้เร็วและมากขึ้น การเกิดนิวเคลียสจำนวนมากในช่วงต้นของกระบวนการจะทำให้แต่ละนิวเคลียสมิมีโอกาสได้น้อยลงส่งผลให้ได้อนุภาคขนาดเล็ก



รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลของตัวอย่าง HT05- HT07



รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างกัน (a) HT05, (b) HT06 และ (c) HT07

ตารางที่ 4.4 ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT05-HT07 วัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม ImageJ

สภาวะการทดลอง	ความยาว (nm)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)	Aspect ratio
HT05	1220 ± 480	199.53 ± 90.74	6.11
HT06	1060 ± 290	112.91 ± 62.32	9.38
HT07	760 ± 240	73.43 ± 29.35	10.35

4.3.3 อิทธิพลของเวลาต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

จากการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยการปรับค่า pH ของสารตั้งต้นให้มีค่า pH 11 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ จากนั้นจึงนำเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 200°C โดยปรับระยะเวลาการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1 (HT08), 3 (HT09), 6 (HT10), 12 (HT11) และ 24 (HT12) ชั่วโมง เพื่อศึกษาผลของระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่อโครงสร้างผลึกของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงให้เห็นว่าผลึกที่เกิดขึ้นได้จากทุกช่วงเวลาของการสังเคราะห์มีลักษณะพีคการเลี้ยวเบนที่ตรงกับเฟสของสังกะสีออกไซด์ตามมาตรฐาน (PDF 36-1451) ซึ่งสะท้อนถึงความบริสุทธิ์ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ อย่างไรก็ตาม พบความแตกต่างอย่างชัดเจนในด้านความเข้ม และความกว้างของพีค (XRD Pattern) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ กล่าวคือตัวอย่าง HT08 แสดงให้เห็นลักษณะพีคที่มีความกว้างมาก (Broad Peak) และมีความเข้มต่ำ เมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ในระยเวลานานขึ้น ซึ่งเมื่อสังเคราะห์ที่ระยะเวลาที่นานขึ้น XRD Pattern มีลักษณะแคบลง และมีความเข้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ (EL-Rafei & Zawrah, 2014) การเปลี่ยนแปลงนี้สามารถอธิบายได้จากกลไกการโตของผลึกที่เกิดขึ้นตามระยะเวลา โดยในช่วงแรกของกระบวนการสังเคราะห์ ตัวอย่าง HT08 (เวลา 1 ชั่วโมง) เกิดการก่อตัวของนิวเคลียสจำนวนมากในเวลาอันสั้น ทำให้ได้ผลึกที่มีขนาดเล็กส่งผลให้ XRD Pattern มีกว้างตามสมการของ Scherrer แสดงดังสมการที่ 4.6 (Chand et al., 2012; Ejsmont & Goscińska, 2023) และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์จะเกิดการโตของผลึกต่อเนื่อง ส่งผลให้ขนาดของผลึก (Crystallite Size) เพิ่มขึ้น และ XRD Pattern มีลักษณะแคบลง และมีความเข้มขึ้นอย่างชัดเจนตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.15

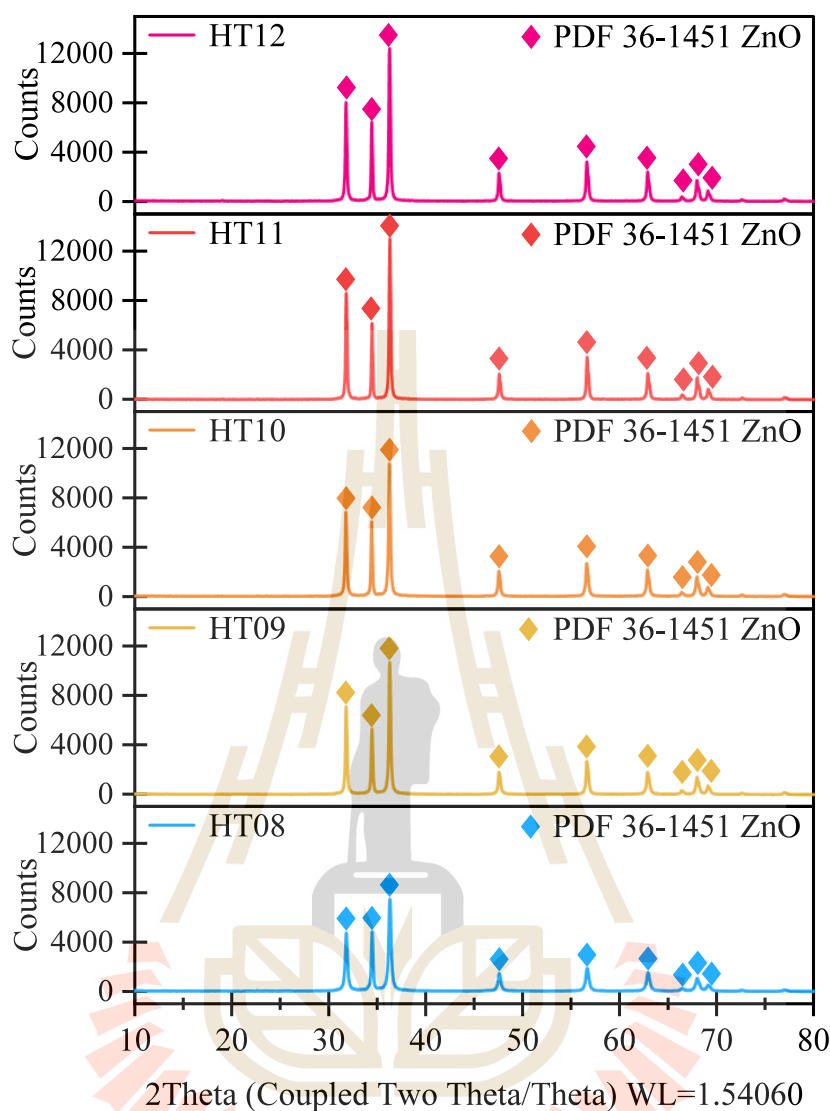
$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4.6)$$

D คือ ขนาดผลึกเฉลี่ย k คือค่าคงที่ของ Scherrer

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์

β คือ ความกว้างเต็มทีครึ่งหนึ่งของค่าสูงสุด (FWHM) และ

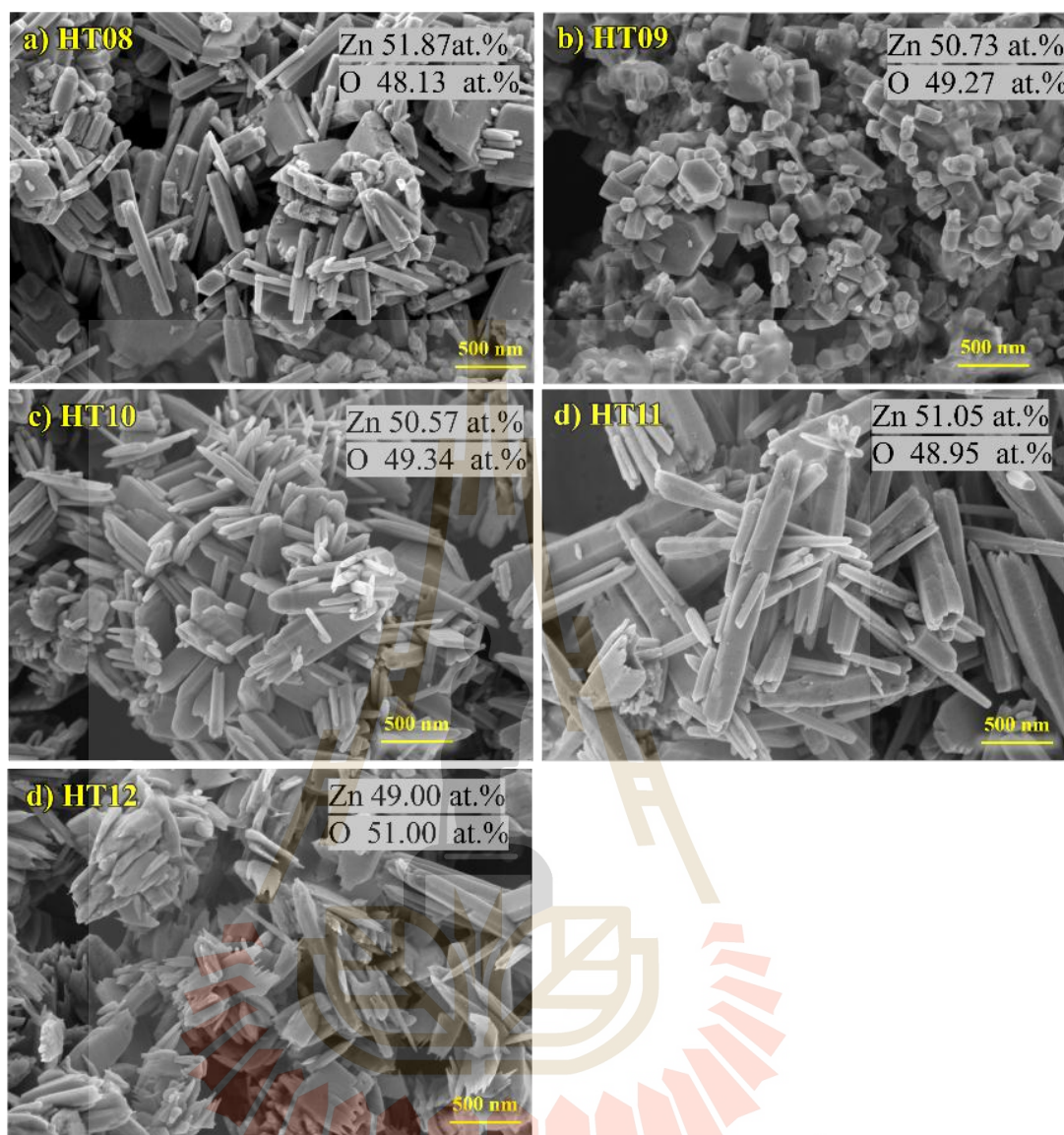
θ คือ มุมแบรกก์



รูปที่ 4.15 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างกันของตัวอย่าง HT08-HT12

จากผลการวิเคราะห์ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อีมิสชัน พบว่าสังกะสีออกไซด์ตัวอย่าง HT08 ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง ปรากฏลักษณะของผลึกในรูปแบบแท่งนาโนอย่างชัดเจน โดยมีค่า Aspect ratio อยู่ที่ 7.08 และมีขนาดหน้าตัดเฉลี่ย 70.53 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.16(a) ซึ่งแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากตัวอย่าง HT09 ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง ที่พบว่าค่า Aspect ratio ลดลงเหลือเพียง 2.14 สะท้อนให้เห็นถึงโครงสร้างอนุภาคที่ไม่เป็นระเบียบ และไม่แน่นอน ซึ่งรูปร่างดังกล่าวสามารถ

อธิบายได้โดยกลไกของการเกิดผลึกของสังกะสีออกไซด์แบบมีทิศทาง (Anisotropic Growth) ในช่วงเริ่มต้นของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งในช่วงต้นของการสังเคราะห์ (ภายในเวลา 1 ชั่วโมงแรก) สารละลายมีสภาวะอิ่มตัวย่างยิ่งยวด (Supersaturation) สูง เนื่องจากสังกะสีไอออนและไฮดรอกไซด์ไอออนจากสารตั้งต้นมีความเข้มข้นสูง ส่งผลให้เกิดนิวเคลียสอย่างรวดเร็ว และมีการโตของผลึกอย่างมีทิศทางโดยเฉพาะในแนวแกน c ของผลึก Wurtzite ทำให้ได้ค่า Aspect ratio ที่สูงตั้งแต่การสังเคราะห์เพียง 1 ชั่วโมง (Rajesh et al., 2020) อย่างไรก็ตาม เมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 3 ชั่วโมง พบว่ามีค่า Aspect ratio ลดต่ำลงพร้อมกับขนาดหน้าตัดที่ขยายเพิ่มขึ้นเป็น 98.15 นาโนเมตร แสดงในรูปที่ 4.16(b) สันนิษฐานได้ว่าในช่วงเวลานี้ระบบเข้าสู่ระยะเปลี่ยนผ่าน (Transition Phase) ระหว่างการเกิดนิวเคลียส และการโตแบบเสถียรอาจมีการเกิดการตกผลึกซ้ำ (Re-Nucleation) หรือเกิดการจับกลุ่มของผลึกเล็ก (Agglomeration) ซึ่งกระบวนการโตตามแนวแกน c ส่งผลให้รูปร่างของอนุภาคยังไม่เป็นแท่งที่ชัดเจน (Li et al., 2015) ตัวอย่าง HT10 ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง และ HT11 ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 12 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคกลับมามีโครงสร้างแบบแท่งนาโนที่ชัดเจนอีกครั้งโดยค่า Aspect ratio เพิ่มขึ้นเป็น 6.56 และ 10.35 ตามลำดับ แสดงถึงการเติบโตอย่างเสถียรในแนวแกน c ที่โดดเด่นกว่าการเติบโตด้านข้าง ส่งผลให้หน้าตัดคงที่อยู่ที่ประมาณ 73 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.16(c) และ 4.16(d) และตัวอย่าง HT12 ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง พบว่าค่า Aspect ratio เริ่มลดลงเหลือ 8.00 เนื่องจากอนุภาคมีลักษณะรวมกลุ่มอย่างเห็นได้ชัด และมีขนาดหน้าตัดเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเป็น 100 nm โดยบางบริเวณเกิดการเชื่อมต่อระหว่างแท่งนาโนเพื่อลดพลังงานพื้นผิว (Surface Energy Minimization) (Li et al., 2015) ส่งผลให้เริ่มปรากฏโครงสร้างแบบแผ่นนาโน (Nanoplates) ผสมกับแท่งนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.16(e) ซึ่งการเปลี่ยนแปลงของค่า Aspect ratio ในตารางที่ 4.5 นี้เป็นตัวแปรสำคัญที่ยืนยันถึงการเติบโตของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนตามระยะเวลาที่เปลี่ยนไป



รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างกัน (a) HT08, (b) HT09, (c) HT10, (d) HT11 และ (e) HT12

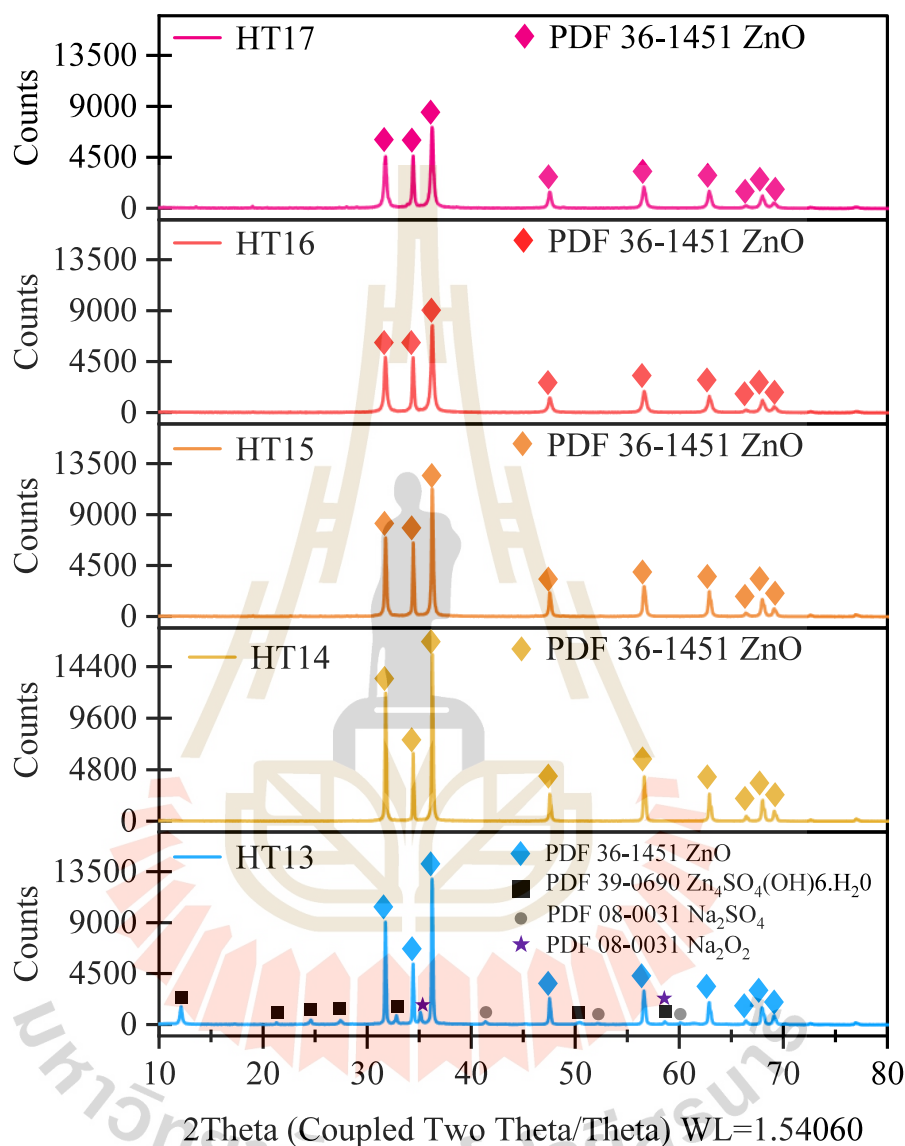
ตารางที่ 4.5 ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT08-HT12 วัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม ImageJ

สภาวะการทดลอง	ความยาว (nm)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)	Aspect ratio
HT08	500 ± 120	70.53 ± 24.02	7.08
HT09	210 ± 100	98.15 ± 36.08	2.14
HT10	480 ± 150	73.12 ± 12.00	6.56
HT11	760 ± 240	73.43 ± 29.35	10.35
HT12	800 ± 260	100.00 ± 28.00	8.00

4.3.4 อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

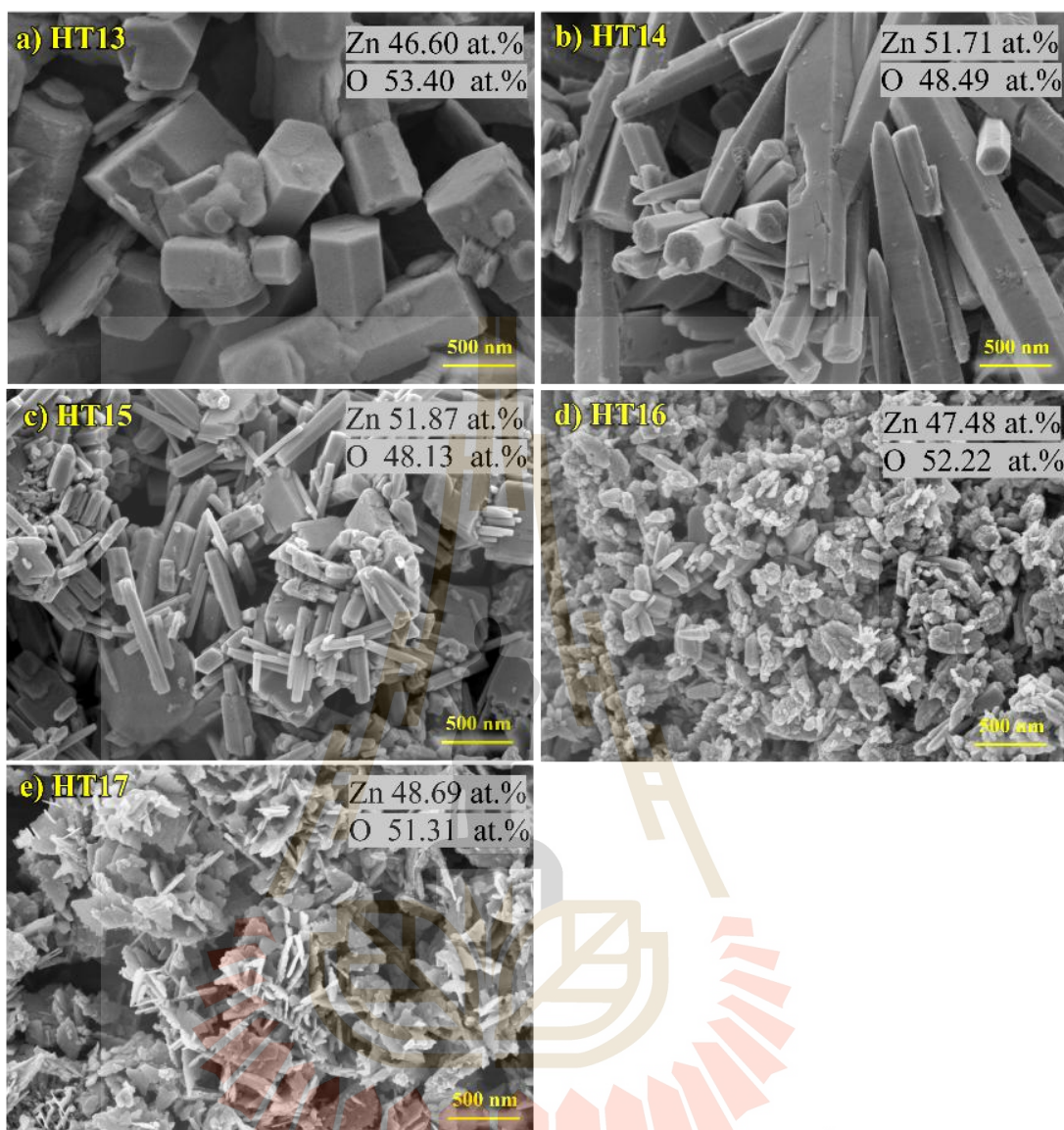
จากการการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยการปรับค่า pH ของสารตั้งต้นให้มีค่า pH 11 โดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน ได้แก่ 0.5 (HT13), 1 (HT14), 2 (HT15), 4 (HT16) และ 6 โมลาร์ (HT17) จากนั้นนำสารตั้งต้นเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 200°C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าในกรณีของตัวอย่าง HT13 มีการปรากฏของเฟสสังกะสีออกไซด์เป็นหลัก และมีการเกิดเฟสสารประกอบอื่น ได้แก่ $\text{ZnSO}_4 \cdot 3\text{Zn}(\text{OH})_2\text{H}_2\text{O}$, Na_2O_2 และ Na_2SO_4 ซึ่งบ่งชี้ว่าการเปลี่ยนแปลงจากสังกะสีไฮดรอกไซด์ไปเป็นสังกะสีออกไซด์ยังไม่สมบูรณ์ โดยสาเหตุหลักมาจากปริมาณของไฮดรอกไซด์ไอออนที่ไม่เพียงพอในการผลักดันกระบวนการตกผลึกของสังกะสีออกไซด์อย่างเต็มที่ ส่งผลให้เกิดการคั่งค้างของเฟสไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้การปรากฏเฟสของสารประกอบ Na_2O_2 และ Na_2SO_4 อาจเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมไอออนจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับซัลเฟตไอออนที่มีอยู่ในสารตั้งต้นสังกะสีซัลเฟต (ZnSO_4) ซึ่งเป็นแหล่งของซัลเฟตในระบบ ทำให้เกิดการตกผลึกของสารประกอบรองเหล่านี้ร่วมกับสังกะสีออกไซด์ เมื่อพิจารณาผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่สูงขึ้น พบว่า XRD Pattern มีความกว้างของพีคมีแนวโน้มกว้างขึ้น แสดงดังในรูปที่ 4.17 ซึ่งสามารถตีความได้ว่าขนาดผลึกของสังกะสีออกไซด์มีขนาดเล็กลงตามหลักของ Scherrer Equation โดยความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่สูงอาจส่งผลให้

เกิดการตกผลึกอย่างรวดเร็ว และจำกัดการโตของผลึกในทิศทางต่าง ๆ ส่งผลให้ได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีขนาดเล็กลง และมีความเป็นนาโนมากขึ้น



รูปที่ 4.17 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างกันของตัวอย่าง HT13-HT17

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมิสชัน พบว่าความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อรูปร่าง และขนาดของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลตัวอย่าง HT13 ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 โมลาร์ พบว่ามีรูปร่างเป็นปริซึมหกเหลี่ยมโดยมีค่า Aspect ratio ต่ำเพียง 2.29 ซึ่งสะท้อนถึงการโตของผลึกที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางกว้างมากเมื่อเทียบกับความยาว การเกิดผลึกในสภาวะนี้มีจำนวนนิวเคลียสต่ำเนื่องจากปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนไม่เพียงพอสำหรับเกิดปฏิกิริยากับสังกะสีไอออนไปเป็นสังกะสีไฮดรอกไซด์ และต่อเนื่องไปเป็นสังกะสีออกไซด์ได้อย่างรวดเร็ว ส่งผลให้ผลึกที่เกิดขึ้นมีโอกาสเกิดการโตได้นานจึงมีขนาดใหญ่กว่าความเข้มข้นอื่น ๆ (Mohd Fadhlán Shah Hermandy1 et al., 2020) ดังแสดงในรูปที่ 14.8(a) และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 550 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 1 และ 2 โมลาร์ในตัวอย่าง HT14 และ HT15 พบว่าอนุภาคเปลี่ยนรูปร่างเป็นแท่งนาโนที่ชัดเจน และเป็นระเบียบมากขึ้นโดยค่า Aspect ratio เพิ่มขึ้นเป็น 6.00 และ 7.08 ตามลำดับ การเพิ่มขึ้นของค่า Aspect ratio นี้บ่งชี้ว่าปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนที่เหมาะสมช่วยส่งเสริมกลไกการโตแบบมีทิศทาง (Anisotropic Growth) ตามแนวแกน c ได้ดีกว่าการโตด้านข้าง ส่งผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงเหลือ 283 นาโนเมตร และ 70.53 นาโนเมตร ตามลำดับ (EL-Rafei & Zawrah, 2014) ดังแสดงในรูปที่ 14.8(b) และ 14.8(c) อย่างไรก็ตาม ในตัวอย่าง HT16 และ HT17 เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์สูงขึ้นเป็น 4 และ 6 โมลาร์ พบว่าแม้จะมีการเกิดนิวเคลียสจำนวนมากแต่การโตของผลึกถูกจำกัดเนื่องจากการเกิดผลึกพร้อมกันหลายจุดในระบบ (Competitive Growth) ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็กลงอย่างมาก โดยในตัวอย่าง HT16 ที่ค่า Aspect ratio ลดลงเหลือ 4.68 บ่งบอกถึงการสูญเสียลักษณะการเติบโตในแนวแกนเดียว ส่งผลให้เกิดการก่อรูปของโครงสร้างผสมระหว่างแท่งนาโนและแผ่นนาโน (nanoplates) ที่มีการจัดเรียงตัวแบบสุ่มและไม่เป็นระเบียบ ดังแสดงในรูปที่ 14.8(d) และมีขนาดเฉลี่ยเพียง 46.98 นาโนเมตร สำหรับตัวอย่าง HT17 พบการเปลี่ยนรูปร่างจากโครงสร้างมิติเดียว (1D Nanorods) สู่อโครงสร้างสองมิติ (2D Nanoplates) อย่างสมบูรณ์ โดยมีค่า Aspect ratio เท่ากับ 6.94 (คำนวณจากความกว้างต่อความหนา) สภาวะต่างที่เข้มข้นสูงมากจะยับยั้งการเติบโตในแนวแกน c และส่งเสริมการโตในแนวระนาบแทน ทำให้อนุภาคมีลักษณะเป็นแผ่นบางเพียง 27.37 นาโนเมตร ที่ซ้อนทับกันอย่างหนาแน่น ดังแสดงในรูปที่ 14.8(e) (EL-Rafei & Zawrah, 2014) และตารางที่ 4.6 และ 4.7 แสดงขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT13-HT17 จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลต่อกลไกการเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์อย่างชัดเจนโดยสามารถควบคุมรูปร่าง และขนาดของอนุภาคนาโนได้ผ่านการปรับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายจากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์ อิมิสชันของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างกัน (a) HT13, (b) HT14, (c) HT15, (d) HT16 และ (e) HT17

ตารางที่ 4.6 ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT13-HT16 วัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม ImageJ

สภาวะการทดลอง	ความยาว (nm)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)	Aspect ratio
HT13	1260 ± 340	550.00 ± 66.00	2.29
HT14	1700 ± 740	283.00 ± 103.00	6.00
HT15	500 ± 120	70.53 ± 24.02	7.08
HT16	220 ± 50	46.98 ± 13.10	4.68

ตารางที่ 4.7 ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวอย่าง HT17 วัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม ImageJ

สภาวะการทดลอง	ความกว้าง (nm)	ความหนา (nm)	Aspect ratio
HT17	190 ± 50	27.37 ± 4.86	6.94

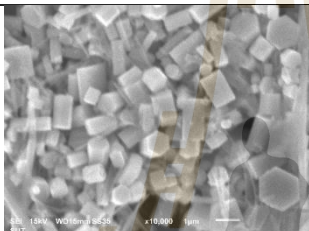
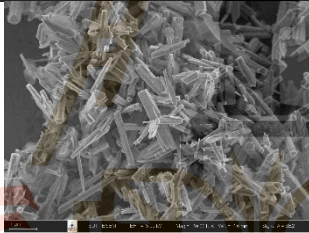
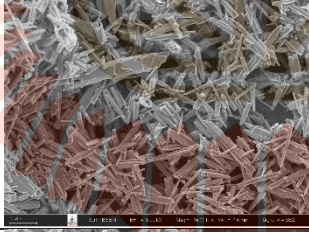
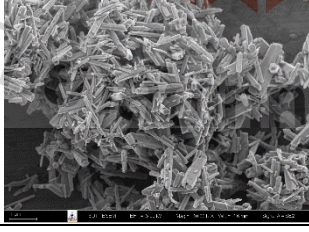
4.4 ผลการเปรียบเทียบคุณสมบัติของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นและอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้

4.4.1 ผลการเปรียบเทียบขนาดและรูปร่าง

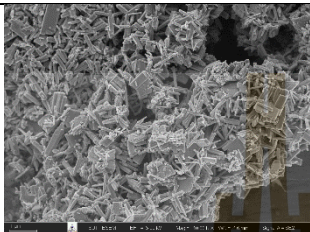
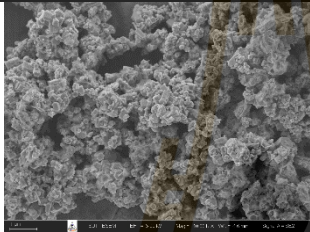
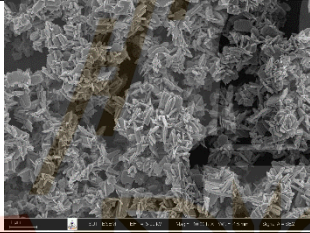
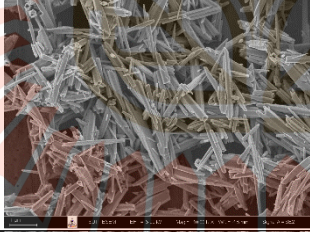
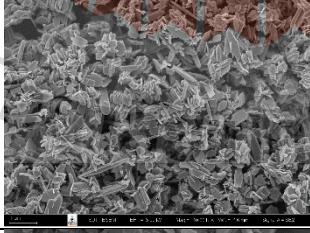
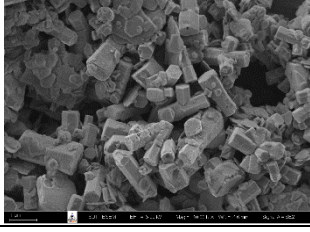
ในหัวข้อนี้ได้ทำการเปรียบเทียบสมบัติของสังกะสีออกไซด์ซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ เพื่อแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงด้านขนาด รูปร่าง และสมบัติที่เกิดขึ้นภายหลังการสังเคราะห์ โดยทั่วไปสังกะสีออกไซด์ในระดับนาโนมักแสดงสมบัติที่เหนือกว่าสังกะสีออกไซด์รูปแบบดั้งเดิม ทั้งในด้านคุณสมบัติทางแสง และความสามารถในการยับยั้งการเจริญของแบคทีเรีย การเปรียบเทียบนี้สะท้อนให้เห็นถึงประสิทธิภาพของกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน รวมถึงแสดงให้เห็นว่าการปรับปรุงสมบัติของวัสดุที่ได้จากการรีไซเคิลสามารถเพิ่มมูลค่า และศักยภาพในการใช้งานให้สูงขึ้นได้อย่างมีนัยสำคัญ ตารางที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายสัณฐานวิทยาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พร้อมทั้งขนาดของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้หลังการสังเคราะห์ พบว่าสังกะสีออกไซด์วัตถุดิบตั้งต้นมีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่ โดยมีลักษณะเป็นผลึกทรงปริซึมที่มีหน้าตัดหกเหลี่ยม (Hexagonal Prism) ขณะที่อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลงอย่างชัดเจน และมีสัณฐานวิทยาเป็นโครงสร้างแบบแท่งนาโน และแผ่นนาโนตามสภาวะการทดลอง ซึ่งสะท้อนถึงความสามารถของกระบวนการสังเคราะห์ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลในการควบคุมทั้งขนาด และรูปร่างของอนุภาคให้อยู่ในระดับนาโน ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

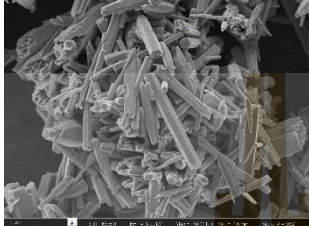
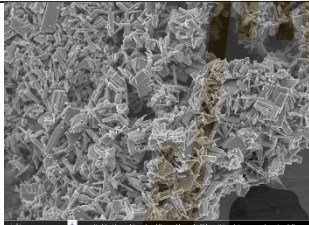
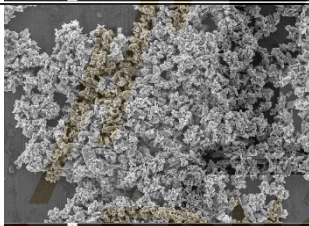
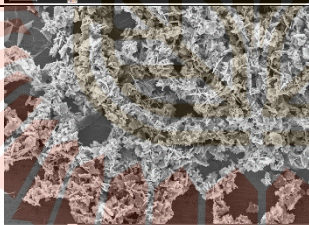
ตารางที่ 4.8 รูปร่างและขนาดของสังกะสีออกไซด์ที่ใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาค สังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์

ตัวอย่าง	สัณฐานวิทยา	ลักษณะรูปร่าง	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)
สังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น		ปริซึมหน้าตัดหกเหลี่ยม	$1,155.00 \pm 435.00$
HT05		แท่งนาโน	199.53 ± 90.74
HT06		แท่งนาโน	112.91 ± 62.32
HT07		แท่งนาโน	73.43 ± 29.35

ตารางที่ 4.8 รูปร่างและขนาดของสังกะสีออกไซด์ที่ใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์ (ต่อ)

ตัวอย่าง	สัณฐานวิทยา	ลักษณะรูปร่าง	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)
HT08		แท่งนาโน	70.53 ± 24.02
HT09		ปริซึมแบบหกเหลี่ยม	98.15 ± 36.08
HT10		แท่งนาโน	73.12 ± 12.00
HT11		แท่งนาโน	73.43 ± 29.35
HT12		แท่งนาโนผสมกับแผ่นนาโน	100.00 ± 28.00
HT13		ปริซึมแบบหกเหลี่ยม	550.00 ± 66.00

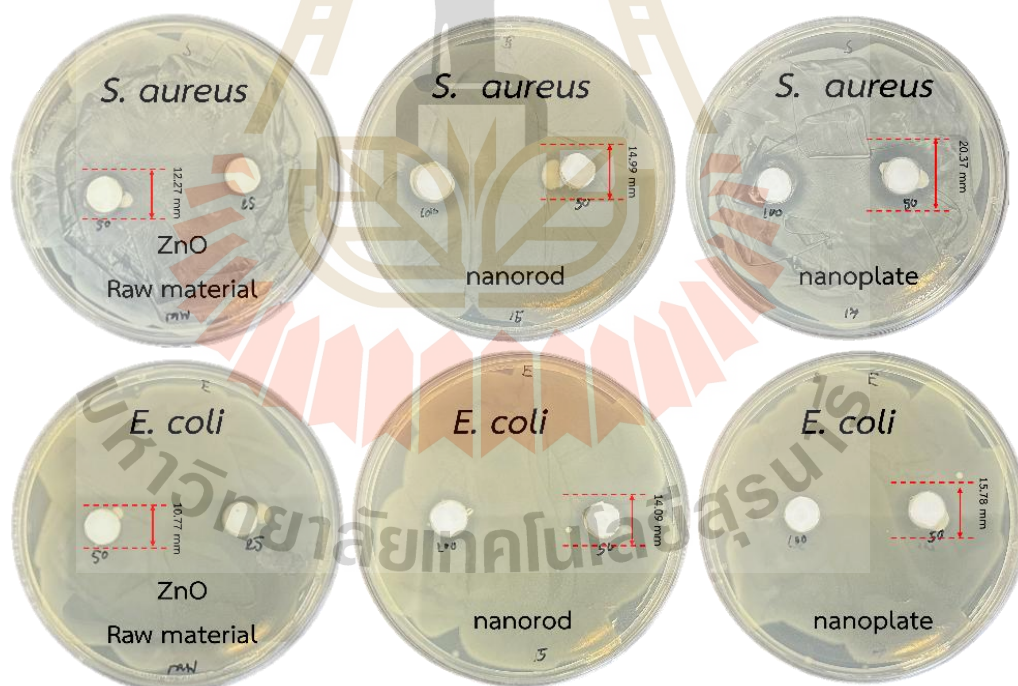
ตารางที่ 4.8 รูปร่างและขนาดของสังกะสีออกไซด์ที่ใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์ (ต่อ)

ตัวอย่าง	หลักฐานวิทยา	ลักษณะรูปร่าง	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)
HT14		แท่งนาโน	283.00 ± 103.00
HT15		แท่งนาโน	70.53 ± 24.02
HT16		แท่งนาโนผสมกับแผ่นนาโน	46.98 ± 13.10
HT17		แผ่นนาโน	27.37 ± 4.86

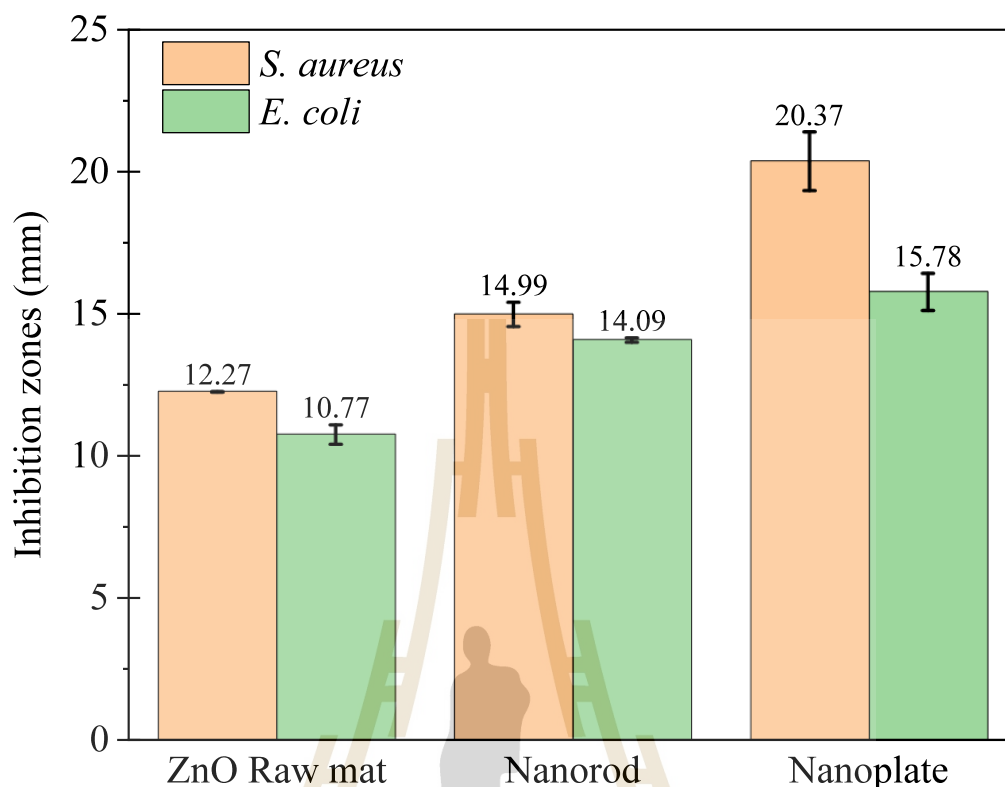
4.4.2 ผลการทดสอบสมบัติต้านเชื้อแบคทีเรีย

ผลการทดสอบสมบัติต้านเชื้อแบคทีเรียจากโซนยับยั้ง (Inhibition Zone) ด้วยวิธี Agar Well Diffusion Method ดังแสดงในรูปที่ 4.19 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโนให้ประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* สูงกว่าสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นอย่างชัดเจน เมื่อพิจารณาในเชิงหลักฐานวิทยาพบว่าค่า Aspect ratio ของอนุภาคมีส่วนสำคัญอย่างยิ่งต่อประสิทธิภาพการต้านเชื้อแบคทีเรีย โดยสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นมีค่า Aspect ratio ต่ำเพียง 2.65 ซึ่งสะท้อนถึงโครงสร้างขนาดใหญ่ที่มีความสมมาตรสูง และมีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อย ในขณะที่อนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโนมีค่า Aspect ratio สูงขึ้นอยู่ในช่วง 6.94 - 7.08

ลักษณะโครงสร้างที่มีความเรียว และบางสูง (High Anisotropy) นี้ ส่งผลโดยตรงต่อการเพิ่มปริมาณตำแหน่งที่เกิดปฏิกิริยา (Active Sites) บนพื้นผิวอนุภาค โครงสร้างที่มี Aspect ratio สูงไม่เพียงแต่ช่วยให้การปลดปล่อยไอออนสังกะสี (Zn^{2+}) ทำได้มากขึ้น แต่ยังมีสัดส่วนพื้นที่ผิวในแนวระนาบ และแนวยาวที่เอื้อต่อการสัมผัสกับผนังเซลล์ของแบคทีเรียได้ดีกว่า โดยเฉพาะโครงสร้างแบบแผ่นนาโนที่มีความบางเพียง 27.37 nm ซึ่งช่วยให้เกิดการสร้างอนุมูลออกซิเจนปฏิกิริยา (ROS) เช่น $\bullet\text{OH}$ และ $\text{O}_2\bullet^-$ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ส่งผลให้เกิดการทำลายผนังเซลล์ และโปรตีนภายในเซลล์แบคทีเรียได้รุนแรงกว่าสังกะสีออกไซด์รูปแบบดั้งเดิมที่มีค่า Aspect ratio ต่ำ สอดคล้องกับรูปที่ 4.20 ที่แสดงกราฟค่า Inhibition Zone ของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโนและแบบแผ่นนาโนต่อเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* จากผลการทดสอบพบว่าอนุภาคที่มีการปรับปรุงสัณฐานวิทยาจนมีค่า Aspect ratio สูงกว่าวัตถุดิบตั้งต้นเกือบ 3 เท่า ให้ค่าบริเวณยับยั้งการเจริญของแบคทีเรียที่กว้างกว่าอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งสะท้อนให้เห็นว่าการลดขนาดอนุภาคควบคู่ไปกับการเพิ่มค่า Aspect ratio ผ่านการควบคุมมิติของรูปร่างมีส่วนช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการต้านเชื้อแบคทีเรียได้อย่างก้าวกระโดด



รูปที่ 4.19 ภาพการทดสอบสมบัติต้านแบคทีเรียของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโนต่อเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* โดยเปรียบเทียบขนาดบริเวณยับยั้งการเจริญที่เกิดขึ้นรอบตัวอย่าง

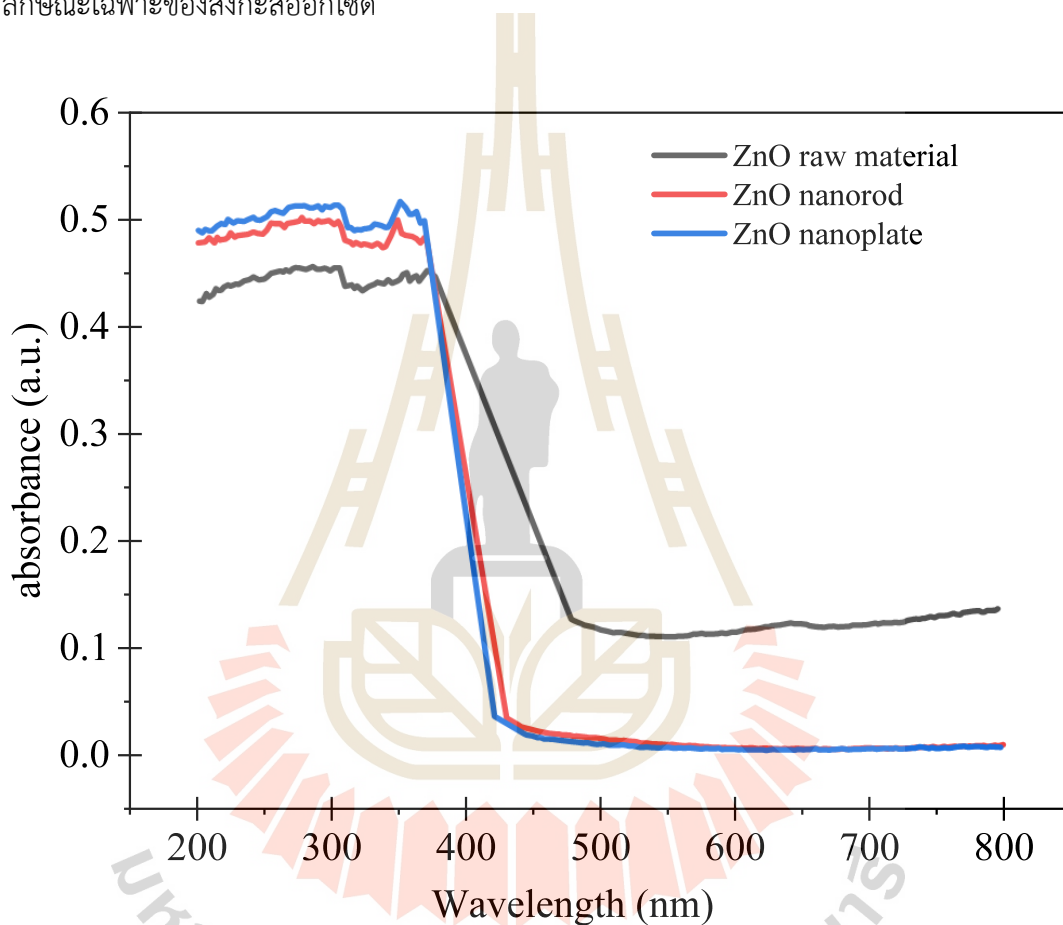


รูปที่ 4.20 กราฟแสดงการเปรียบเทียบขนาดบริเวณยับยั้งการเจริญของแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* สังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัสดุนาโนที่สร้างขึ้นเปรียบเทียบกันกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์ โครงสร้างแบบแท่งนาโนและแบบแผ่นนาโน

4.4.3 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางแสง

จากผลการทดสอบ UV-Vis ด้วยเทคนิค UV-Vis Spectrophotometry ดังแสดงในรูปที่ 4.21 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัสดุนาโนที่สร้างขึ้นเปรียบเทียบกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโน ในช่วงความยาวคลื่น 200–800 nm ตัวอย่างทั้ง 3 มีขอบการดูดกลืน (Absorption Edge) อยู่ในช่วงใกล้เคียงกันบริเวณประมาณ 370–380 nm ซึ่งเป็นบริเวณที่สอดคล้องกับคุณสมบัติของสังกะสีออกไซด์ที่มีแถบช่องว่างพลังงานประมาณ 3.2 eV อย่างไรก็ตาม อนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโนแสดงค่าการดูดกลืนแสงในช่วง UV (200–400 nm) สูงกว่าสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัสดุนาโนที่สร้างขึ้นอย่างชัดเจน ซึ่งมีความสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่เล็กลง และพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงขึ้นของอนุภาคนาโน ทำให้สามารถเกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่างโฟตอน และอิเล็กตรอนได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น อีกทั้งยังอาจเกิดผลเชิงควอนตัมบางส่วน (Quantum Confinement Effect) เมื่อขนาดของอนุภาคลดลง ส่งผลให้พฤติกรรมของการดูดกลืนแสงเด่นชัดในช่วงรังสี UV นอกจากนี้ ฐานวิทยา

แบบแท่งนาโน และแผ่นนาโนยังมีส่วนช่วยเพิ่มการกระเจิงแสงที่เป็นประโยชน์ (Beneficial Light Scattering) ซึ่งเสริมให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงขึ้น ในขณะที่สังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นซึ่งมีขนาดอนุภาคใหญ่ และมีความไม่สม่ำเสมอของพื้นผิวกลับแสดงสเปกตรัมที่กว้าง และมีการลากยาว (Tailing) ในช่วงความยาวคลื่น 400–800 nm โดยปรากฏการณ์ Tailing นี้มักเกิดจากการกระเจิงแสงของอนุภาคขนาดใหญ่ (Mie Scattering) ส่งผลให้การดูดกลืนแสงในช่วง Visible เบี่ยงเบนไปจากลักษณะเฉพาะของสังกะสีออกไซด์



รูปที่ 4.21 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น อนุภาคสังกะสีออกไซด์ โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแบบแผ่นนาโน ในช่วงความยาวคลื่น 200–800 nm

บทที่ 5

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจากสังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าได้แบ่งผลการศึกษาออกเป็น 4 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่ 1 การตรวจสอบ และวิเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้นที่เป็นสังกะสีออกไซด์ซึ่งได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ส่วนที่ 2 การชะละลายสังกะสีออกไซด์เพื่อเปลี่ยนสังกะสีให้อยู่ในรูปสารละลาย พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลาย ได้แก่ ชนิด และความเข้มข้นของสารละลาย อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว อุณหภูมิ และระยะเวลาในการชะละลาย รวมถึงการวิเคราะห์สารมลทินที่ปนเปื้อนในสารละลาย ส่วนที่ 3 การเตรียมสารตั้งต้นโดยนำสารละลายที่ได้จากการชะละลายมาปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อศึกษาอิทธิพลของค่า pH ของสารตั้งต้นที่มีผลต่อความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน สารละลายที่ถูกปรับค่า pH แล้วจะถูกบรรจุในเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลและทำการสังเคราะห์ภายใต้สภาวะที่กำหนดไว้ เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่อการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยมีตัวแปรที่สำคัญได้แก่ อุณหภูมิ เวลา และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน และส่วนที่ 4 คือการเปรียบเทียบขนาด รูปร่าง และสมบัติของสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นกับอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่สังเคราะห์ได้ จากการศึกษาและทดลองภายใต้สภาวะที่กำหนดสามารถสรุปได้ดังนี้

1. วัตถุดิบตั้งต้นมีลักษณะเป็นผงสีเทา มีองค์ประกอบหลัก คือ สังกะสี 65.50 wt.% โครงสร้างผลึกเป็นสังกะสีออกไซด์แต่มีสารมลทินปะปนมาเล็กน้อย เช่น ZnS, KCl, NaCl และ PbClF มีขนาดของอนุภาคประมาณ 2.73 ไมโครเมตร
2. การศึกษาการชะละลายสังกะสีออกไซด์เพื่อเปลี่ยนสภาพให้อยู่ในรูปของสารละลายสำหรับนำไปเป็นสารตั้งต้นในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน พบว่าการดซัลฟิวริกเป็นสารละลายที่มีประสิทธิภาพสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับระหว่างสารละลายกรดที่ใช้ โดยที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 2 โมลาร์ ให้ประสิทธิภาพการสกัดสังกะสีมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังพบว่าสารละลายกรดซัลฟิวริกมีความสามารถในการเลือกชะละลายได้ดีกว่ากรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก ทั้งนี้เนื่องจากว่าสารละลายกรดซัลฟิวริกไม่ชะละลายตะกั่วปะปนมาในสารละลายทำให้สารละลายที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง

3. การชะละลายสังกะสีออกไซด์ในอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตรส่งผลให้เกิดการชะละลายสังกะสีมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวอื่น ๆ ที่ได้ทดลอง ในขณะที่อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่มากกว่า 150 กรัมต่อลิตร ส่งผลให้ความสามารถในการชะละลายของสังกะสีลดลง

4. การชะละลายสังกะสีออกไซด์สามารถดำเนินการได้ที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิในการชะละลายไม่ได้ทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ

5. การชะละลายสังกะสีออกไซด์ที่เวลาต่าง ๆ พบว่า ระยะเวลาที่เหมาะสมคือ 15 นาที เนื่องจากการดัดแปลงฟลักซ์สามารถชะละลายสังกะสีออกไซด์ได้อย่างรวดเร็ว และให้ประสิทธิภาพการชะละลายคงที่ตั้งแต่ 15 นาทีเป็นต้นไป

6. สภาพที่เหมาะสมในการชะละลายสังกะสีออกไซด์ คือ การใช้กรดซัลฟิวริกที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 150 กรัมต่อลิตร ชะละลายที่อุณหภูมิห้อง และใช้เวลาในการชะละลาย 15 นาที

7. การเตรียมสารตั้งต้นโดยการปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ค่า pH ของสารตั้งต้นตั้งแต่ 11 และ 12 เป็นช่วงที่เหมาะสมต่อการเกิดเฟสสังกะสีออกไซด์ที่บริสุทธิ์ และสมบูรณ์หากค่า pH ต่ำกว่าช่วงดังกล่าวจะเกิดเฟสสังกะสีออกไซด์ไม่สมบูรณ์

8. การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างกัน พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจะลดลง โดยที่อุณหภูมิ 200°C ให้อนุภาคที่มีขนาดเล็กที่สุดโดยมีค่าประมาณ 73 nm

9. ผลของระยะเวลาในการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลแสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์ผลึกของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนจะมีการเจริญเติบโตมากขึ้นและให้พีค XRD ที่คมชัดยิ่งขึ้น และหากสังเคราะห์นานถึง 24 ชั่วโมง อนุภาคจะเกิดการเชื่อมต่อกันจนกลายเป็นโครงสร้างแบบแผ่นนาโน และจากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง (ตัวอย่าง HT08) เป็นสภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน เนื่องจากสามารถให้โครงสร้างแบบแท่งนาโนที่ชัดเจน มีการเจริญเติบโตของผลึกแบบมีทิศทางตามแนวแกน c ได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยไม่จำเป็นต้องใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ที่ยาวนาน นอกจากนี้ การใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่สั้นยังมีข้อได้เปรียบในด้านการลดพลังงาน และเวลาในการผลิต ซึ่งเอื้อต่อการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพสูง และมีศักยภาพในการประยุกต์ใช้ในระดับเชิงพาณิชย์หรือเชิงอุตสาหกรรมในอนาคต

10. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวแปรสำคัญต่อรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน โดยที่ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ จะทำให้เกิดรูปร่างอนุภาคแบบปริซึมหน้าตัดหกเหลี่ยม ที่ความเข้มข้น 1-2 โมลาร์ ทำให้เกิดอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน ที่ความเข้มข้น 4 โมลาร์ ทำให้เกิดมีอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโนผสมกับแผ่นนาโน และที่ความเข้มข้น 6 โมลาร์ ทำให้เกิดอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแผ่นนาโน เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าขนาดอนุภาคมีแนวโน้มลดลง และจากผลการทดลองพบว่า ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 โมลาร์ (ตัวอย่าง HT15) เป็นสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน เนื่องจากสภาวะดังกล่าวให้สมดุลที่เหมาะสมระหว่างจำนวนการเกิดนิวเคลียส และการเจริญเติบโตของผลึก ส่งผลให้สามารถควบคุมรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์ให้อยู่ในรูปแบบแท่งนาโนที่ชัดเจน มีขนาดเล็ก และสม่ำเสมอ ลดการรวมกลุ่มของอนุภาค และเอื้อต่อการพัฒนาไปสู่การประยุกต์ใช้งานด้านต่าง ๆ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

11. ผลการเปรียบเทียบสมบัติด้านแบคทีเรียอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแผ่นนาโนที่สังเคราะห์ได้มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus* และ *E. coli* สูงกว่าสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นอย่างชัดเจน

12. ผลการเปรียบเทียบอนุภาคสังกะสีออกไซด์โครงสร้างแบบแท่งนาโน และแผ่นนาโนที่สังเคราะห์ได้มีค่าการดูดกลืนแสงในช่วง UV (200-400 nm) สูงกว่าสังกะสีออกไซด์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นเนื่องจากมีขนาดเล็ก และพื้นที่ผิวจำเพาะสูง

จากกระบวนการศึกษาที่ดำเนินการในงานวิจัยนี้ แสดงให้เห็นว่า สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าสามารถนำมาเปลี่ยนสภาพผ่านกระบวนการชะละลายร่วมกับกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเพื่อสังเคราะห์เป็นอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนที่มีขนาด และสัญญาณเฉพาะได้อย่างมีประสิทธิภาพ อนุภาคที่ได้แสดงสมบัติการดูดกลืนแสงที่ดี และมีสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียที่ชัดเจน โดยสามารถควบคุมรูปร่างของอนุภาคได้ผ่านการปรับสภาวะการสังเคราะห์ ทั้งนี้ เมื่อปรับค่า pH ของสารตั้งต้นเท่ากับ 11 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง และใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ จะได้อนุภาคสังกะสีออกไซด์ในรูปแบบแท่งนาโน ซึ่งเหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้งานด้านเซนเซอร์ เช่น เซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส หรือสารเคมี ในขณะที่การใช้สภาวะเดียวกันร่วมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 6 โมลาร์ จะส่งผลให้อนุภาคมีรูปร่างเป็นแผ่นนาโน ซึ่งเหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งานด้านการต้านเชื้อแบคทีเรีย หรือวัสดุที่ต้องการลดการปนเปื้อนของจุลชีพ ดังนั้น ผลการวิจัยนี้ไม่เพียงแสดงให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการเพิ่มมูลค่าวัสดุที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้าเท่านั้น แต่ยังชี้ให้เห็นถึงศักยภาพในการควบคุมรูปร่าง และสมบัติของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน

ให้เหมาะสมกับการใช้งานเฉพาะด้าน ซึ่งสามารถต่อยอดไปสู่การพัฒนาเชิงพาณิชย์ และเชิงอุตสาหกรรมในอนาคตได้

ข้อเสนอแนะ

1. งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการใช้วัตถุดิบจากกระบวนการรีไซเคิลเป็นแหล่งสังกะสีสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยไม่ได้ครอบคลุมถึงการเปรียบเทียบกับสารเคมีเกรดเชิงพาณิชย์ อย่างไรก็ตาม งานวิจัยในอนาคตสามารถต่อยอดโดยการเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากวัตถุดิบตั้งต้นทั้ง 2 ประเภท เพื่อประเมินผลของควมบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นต่อขนาด รูปร่าง และสมบัติทางแสงหรือสมบัติอื่น ๆ ของอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนได้อย่างละเอียดมากยิ่งขึ้น

2. ควรมีการวิเคราะห์ทางเศรษฐศาสตร์เพื่อสนับสนุนข้อสรุปว่าการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน จากวัตถุดิบที่ได้จากการรีไซเคิลเป็นกระบวนการที่สามารถเพิ่มมูลค่าได้จริง โดยการวิเคราะห์ควรครอบคลุมต้นทุนวัตถุดิบ กระบวนการสังเคราะห์ และต้นทุนด้านพลังงาน รวมถึงเปรียบเทียบกับกระบวนการที่ใช้สารตั้งต้นเกรดเชิงพาณิชย์ เพื่อประเมินความคุ้มค่า และศักยภาพในการนำกระบวนการดังกล่าวไปประยุกต์ใช้ในเชิงพาณิชย์หรือเชิงอุตสาหกรรมในอนาคต



รายการอ้างอิง

- Abdulhamid, Z. M., Dabbawala, A. A., Delclos, T., Straubinger, R., Rueping, M., Polychronopoulou, K., & Anjum, D. H. (2023). Synthesis, characterization, and preliminary insights of ZnFe_2O_4 nanoparticles into potential applications, with a focus on gas sensing. *Scientific Reports*, 13(1), 19705.
<https://doi.org/10.1038/s41598-023-46960-w>
- Alfarisa, S., Lumban Toruan, P., -, A., Dwandaru, W. S. B., & Safitri, R. N. (2018). Morphological and Structural Studies of ZnO Micro-Nanorod Structures Synthesized Using a Low-Cost Hydrothermal Method. *Makara Journal of Science*, 22(2), 59–66.
<https://doi.org/10.7454/mss.v22i2.8243>
- Anaya-Zavaleta, J. C., Ledezma-Pérez, A. S., Gallardo-Vega, C., Rodríguez-Hernández, J., Alvarado-Canché, C. N., García-Casillas, P. E., De León, A., & Herrera-May, A. L. (2025). ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method: Synthesis and Characterization. *Technologies*, 13(1), 18
<https://doi.org/10.3390/technologies13010018>
- Basnet, P., & Chatterjee, S. (2020). Structure-directing property and growth mechanism induced by capping agents in nanostructured ZnO during hydrothermal synthesis—A systematic review. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 22, 100426.
<https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2020.100426>
- Borda, J., & Torres, R. (2022). Recycling of zinc and lead from electric arc furnace dust by selective leaching with EDTA. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 61, 1–11.
<https://doi.org/10.1080/00084433.2022.2046902>
- Brintha, S. R., & Ajitha, M. (2015). *Synthesis and characterization of ZnO nanoparticles via aqueous solution, sol-gel and hydrothermal methods.*

- Chand, P., Gaur, A., & Kumar, A. (2012). Structural and optical properties of ZnO nanoparticles synthesized at different pH values. *Journal of Alloys and Compounds*, 539, 174–178.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.05.104>
- Dey, S., Mohanty, D. L., Divya, N., Bakshi, V., Mohanty, A., Rath, D., Das, S., Mondal, A., Roy, S., & Sabui, R. (2025). A critical review on zinc oxide nanoparticles: Synthesis, properties and biomedical applications. *Intelligent Pharmacy*, 3(1), 53–70.
<https://doi.org/10.1016/j.ipha.2024.08.004>
- Ejsmont, A., & Goscianska, J. (2023). Hydrothermal Synthesis of ZnO Superstructures with Controlled Morphology via Temperature and pH Optimization. *Materials*, 16(4), Article 4.
<https://doi.org/10.3390/ma16041641>
- EL-Rafei, A., & Zawrah, M. (2014). Effect of Alkali Concentration and Reaction Time on the Morphology of ZnO Nano-Microparticles Prepared by Hydrothermal Method. *The Journal of Ceramic Science and Technology*, 5, 5–3
<https://doi.org/10.4416/JCST2014-00002>
- Favacho, V., Silva, J., Costa, B., Labes, C., & Oliveira, R. (2019). Preparation of glaze using electric-arc furnace dust as raw material. *Journal of Materials Research and Technology*, 8.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.09.018>
- Gandhi, R. R., & Koche, D. K. (2024). An Insight of Zinc Oxide Nanoparticles (ZnO NPs): Green Synthesis, Characteristics and Agricultural Applications. *Biosciences Biotechnology Research Asia*, 21(3), 863–876.
<https://doi.org/10.13005/bbra/3270>
- Gartner, M., Stroescu, H., Mitrea, D., & Nicolescu, M. (2023). Various Applications of ZnO Thin Films Obtained by Chemical Routes in the Last Decade. *Molecules*, 28(12), 4674.
<https://doi.org/10.3390/molecules28124674>

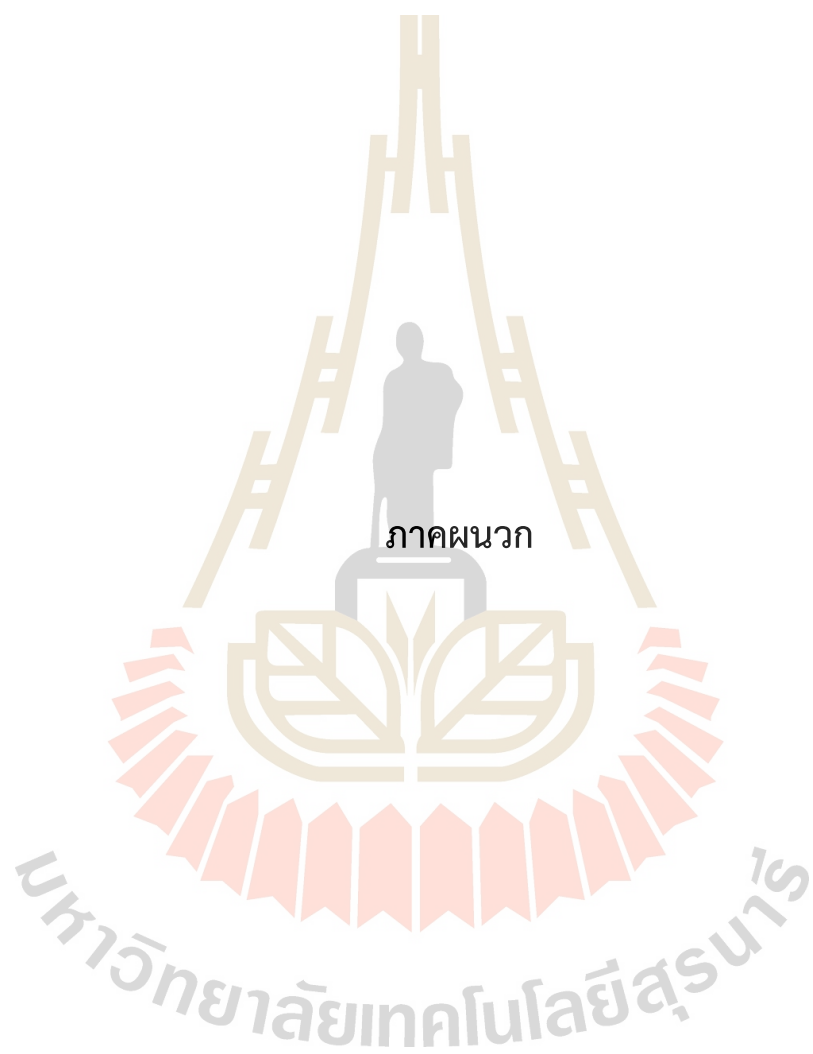
- Gonçalves, R. A., Toledo, R. P., Joshi, N., Berengue, O. M., Gonçalves, R. A., Toledo, R. P., Joshi, N., & Berengue, O. M. (2021). Green Synthesis and Applications of ZnO and TiO₂ Nanostructures. *Molecules*, 26(8).
<https://doi.org/10.3390/molecules26082236>
- Gatou, M.-A., Kontoliou, K., Volla, E., Karachalios, K., Raptopoulos, G., Paraskevopoulou, P., Lagopati, N., & Pavlatou, E. A. (2023). Optimization of ZnO Nanoparticles' Synthesis via Precipitation Method Applying Taguchi Robust Design. *Catalysts*, 13(10), 1367.
<https://doi.org/10.3390/catal13101367>
- Han, G., Kang, M., Jeong, Y., Lee, S., & Cho, I. (2021). Thermal Evaporation Synthesis of Vertically Aligned Zn₂SnO₄/ZnO Radial Heterostructured Nanowires Array. *Nanomaterials*, 11(6), 1500.
<https://doi.org/10.3390/nano11061500>
- Jain, A., Jain, R., & Jain, S. (2020). Preparation of Buffer Solution and Measurement of pH. In A. Jain, R. Jain, & S. Jain (Eds.), *Basic Techniques in Biochemistry, Microbiology and Molecular Biology: Principles and Techniques* (pp. 217–219). Springer US.
https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9861-6_50
- Jinsuncarbon. (2024, November 25). Electric Arc Furnace: Everything You Need to Know. Jinsun Carbon. <https://jinsuncarbon.com/electric-arc-furnace/>
- Kittisittipong, C., & Larpiattaworn, S. (2014). *Photocatalytic activity of ZnO particles prepared from different substrates by the hydrothermal process* 21(1)
- Kołodziejczak-Radzimska, A., & Jesionowski, T. (2014). Zinc Oxide—From Synthesis to Application: A Review. *Materials*, 7(4), 2833–2881.
<https://doi.org/10.3390/ma7042833>
- Li, F., Hu, L., Li, Z., & Huang, X. (2008). Influence of temperature on the morphology and luminescence of ZnO micro and nanostructures prepared by CTAB-assisted hydrothermal method. *Journal of Alloys and Compounds*, 465(1–2), L14–L19. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.11.009>

- Lin, X., Peng, Z., Yan, J., Li, Z., Hwang, J.-Y., Zhang, Y., Li, G., & Jiang, T. (2017). Pyrometallurgical recycling of electric arc furnace dust. *Journal of Cleaner Production*, 149, 1079–1100.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.02.128>
- Liptai, P., Dolník, B., Briančin, J., & Havlik, T. (2020). Hydrometallurgical Recycling of Electric Arc Furnace Dust. *Waste and Biomass Valorization*, 11(8), 4419–4428.
<https://doi.org/10.1007/s12649-019-00722-w>
- Li, J., Wu, Q., & Wu, J. (2015). Synthesis of Nanoparticles via Solvothermal and Hydrothermal Methods. In *Handbook of Nanoparticles* (pp. 1–28). Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-13188-7_17-1
- Lobnik, A., Turel, M., Korent Urek, S., Kosak, A., & Yahya, N. (2010). Nanostructured Materials Use in Sensors: Their Benefits and Drawbacks. In *Advanced Structured Materials* (Vol. 5, pp. 307–354).
https://doi.org/10.1007/8611_2010_21
- Moezzi, A., McDonagh, A. M., & Cortie, M. B. (2012). Zinc oxide particles: Synthesis, properties and applications. *Chemical Engineering Journal*, 185–186, 1–22.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.01.076>
- Mohammed, M., Adam, T., Ihmedee, F., Mohammed, A., AL_Essa, S. a. K., & Betar, B. (2024). Zinc oxide nanoparticles: A comprehensive review on its synthesis, anticancer and drug delivery applications. *Al-Rafidain Journal of Engineering Sciences*, 185–202.
<https://doi.org/10.61268/c40js505>
- Mohan, S., Vellakkat, M., Aravind, A., & U, R. (2020). Hydrothermal synthesis and characterization of Zinc Oxide nanoparticles of various shapes under different reaction conditions. *Nano Express*, 1(3), 030028.
<https://doi.org/10.1088/2632-959X/abc813>

- Mohd Fadhlan Shah Hermandy¹, , Mohd Zaki Mohd Yusoff², , Muhammad Syarifuddin Yahya³, & Md Rabiul Awal⁴. (2020). The Green Synthesis of Nanoparticle Zinc Oxide (ZnO) Using Aloe Vera Leaf Extract: Structural and Optical Characterization Reviews. *International Journal of Emerging Trends in Engineering Research*, 8(10), 6896–6902.
<https://doi.org/10.30534/ijeter/2020/448102020>
- Moulahi, A., Sediri, F., & Gharbi, N. (2012). Hydrothermal synthesis of nanostructured zinc oxide and study of their optical properties. *Materials Research Bulletin*, 47(3), 667–671.
<https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2011.12.027>
- National Academies of Sciences, E., Studies, D. on E. and L., Toxicology, B. on E. S. and, & Uses, C. on E. A. F. S. U. H. H. R. from U. (2023). Electric Arc Furnace Steelmaking and Slag Formation, Composition, and Distribution. In *Health Risk Considerations for the Use of Unencapsulated Steel Slag*. National Academies Press (US). <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK599051/>
- Palimaka, P., Pietrzyk, S., Stepień, M., Ciećko, K., Nejman, I., Palimaka, P., Pietrzyk, S., Stepień, M., Ciećko, K., & Nejman, I. (2018). Zinc Recovery from Steelmaking Dust by Hydrometallurgical Methods. *Metals*, 8(7).
<https://doi.org/10.3390/met8070547>
- Patel, M., Mishra, S., Verma, R., & Shikha, D. (2022). Synthesis of ZnO and CuO nanoparticles via Sol gel method and its characterization by using various technique. *Discover Materials*, 2(1), 1.
<https://doi.org/10.1007/s43939-022-00022-6>
- Poh, T., Ali, N., Mac Aogáin, M., Hussain, M., Setyawati, M., Ng, K., & Chotirmall, S. (2018). Inhaled nanomaterials and the respiratory microbiome: Clinical, immunological and toxicological perspectives. *Particle and Fibre Toxicology*, 15.
<https://doi.org/10.1186/s12989-018-0282-0>
- Rajesh, Y., Padhi, S. K., & Krishna, M. G. (2020). ZnO thin film-nanowire array homo-structures with tunable photoluminescence and optical band gap. *RSC Advances*, 10(43), 25721–25729.
<https://doi.org/10.1039/D0RA04524A>

- Raha, S., & Ahmaruzzaman, M. (2022). *ZnO nanostructured materials and their potential applications: Progress, challenges and perspectives*.
<https://doi.org/10.1039/D1NA00880C>
- Rudnik, E. (2020). Recovery of Zinc from Steelmaking Flue Dust by Hydrometallurgical Route. *Archives of Metallurgy and Materials*, 601–608.
<https://doi.org/10.24425/amm.2020.132798>
- Rudnik, E. (2025). Hydrometallurgical Treatment of EAF By-Products for Metal Recovery: Opportunities and Challenges. *Metals*, 15(8).
<https://doi.org/10.3390/met15080914>
- Si, M., Thompson, S., & Calder, K. (2011). Energy efficiency assessment by process heating assessment and survey tool (PHAST) and feasibility analysis of waste heat recovery in the reheat furnace at a steel company. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15, 2904–2908.
<https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.035>
- Taka, G., & Das, T. D. (2022). Synthesis of ZnO nanoparticles through a simple wet chemical precipitation method. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1042(1), 012017.
<https://doi.org/10.1088/1755-1315/1042/1/012017>
- Teo, Y. Y., & Lee, H. S. (2019). Improved hydrometallurgical extraction of zinc and iron from electric arc furnace (EAF) dust waste using hydrochloric acid. *AIP Conference Proceedings*, 2157(1), 020017.
<https://doi.org/10.1063/1.5126552>
- Wang, J., Zhang, Y., Cui, K., Fu, T., Gao, J., Hussain, S., & AlGarni, T. S. (2021). Pyrometallurgical recovery of zinc and valuable metals from electric arc furnace dust – A review. *Journal of Cleaner Production*, 298, 126788.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126788>
- Wang, X. (2025). *Nanomaterial ZnO Synthesis and Its Photocatalytic Applications-A Review* (No. 2025031891). Preprints.
<https://doi.org/10.20944/preprints202503.1891.v1>

- Zabett, A., & Lu, W.-K. (2025). Removal of volatile species from electric arc furnace dust by evaporation and condensation under reduced pressure. *Separation and Purification Technology*, 363, 132321.
<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.132321>
- Zhang, Q., Li, C., Zhang, Q., & Li, C. (2019). TiO₂ Coated ZnO Nanorods by Mist Chemical Vapor Deposition for Application as Photoanodes for Dye-Sensitized Solar Cells. *Nanomaterials*, 9(9).
<https://doi.org/10.3390/nano9091339>
- Zhu, C., Wang, X., Zhu, C., & Wang, X. (2025). Nanomaterial ZnO Synthesis and Its Photocatalytic Applications: A Review. *Nanomaterials*, 15(9).
<https://doi.org/10.3390/nano15090682>
- Zhou, X.-Q., Hayat, Z., Zhang, D.-D., Li, M.-Y., Hu, S., Wu, Q., Cao, Y.-F., & Yuan, Y. (2023). Zinc Oxide Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Modification, and Applications in Food and Agriculture. *Processes*, 11(4), Article 4.
<https://doi.org/10.3390/pr11041193>
- Zinc Oxide: Crucial in Ceramics, Coatings & Plastics. (n.d.). Retrieved March 30, 2026, from <https://www.indolysaght.com/how-zinc-oxide-is-used-in-ceramics-coatings-and-plastics-industries>
- Zinc Oxide Market. (2025, December 28). *Market.U.S.* <https://market.us/report/zinc-oxide-market/>





ภาคผนวก ก

ข้อมูลเพิ่มเติมเกี่ยวกับการทดลอง

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก-1 ลักษณะของสารละลายหลังจากปรับค่า pH 2-12 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ค่า pH ของสารละลาย	ลักษณะของสารละลาย
pH 2	
pH 3	
pH 4	

ตารางที่ ก-1 ลักษณะของสารละลายหลังจากปรับค่า pH 2-12 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
(ต่อ)

ค่า pH ของสารละลาย	ลักษณะของสารละลาย
pH 5	
pH 6	
pH 7	

ตารางที่ ก-1 ลักษณะของสารละลายหลังจากปรับค่า pH 2-12 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
(ต่อ)

ค่า pH ของสารละลาย	ลักษณะของสารละลาย
pH 8	
pH 9	
pH 10	

ตารางที่ ก-1 ลักษณะของสารละลายหลังจากปรับค่า pH 2-12 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
(ต่อ)

ค่า pH ของสารละลาย	ลักษณะของสารละลาย
pH 11	
pH 12	

ตารางที่ ก-2 แสดงส่วนผสมทางเคมีของสารละลายแต่ละ pH โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES

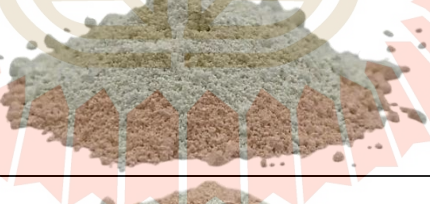
สารละลาย	ปริมาณธาตุ (มิลลิกรัมต่อลิตร)			
	Zn	Na	K	S
สารละลายเริ่มต้น (pH 1.57)	107,366.67	1,792.00	3,638.33	>70,000.00
pH 2	87,700.00	9,080.00	3,860.00	71,710.00
pH 3	80,770.00	11,260.00	3,590.00	54,020.00
pH 4	79,250.00	11,520.00	3,650.00	49,410.00
pH 5	79,490.00	12,190.00	3,600.00	60,460.00
pH 6	24,780.00	19,890.00	2,900.00	43,120.00
pH 7	280.00	23,260.00	2,480.00	68,920.00
pH 8	<0.05	24,030.00	2,600.00	36,590.00
pH 9	<0.05	24,270.00	2,540.00	33,500.00
pH 10	<0.05	23,810.00	2,520.00	31,570.00
pH 11	4.40	27,740.00	2,340.00	32,430.00
pH 12	157.60	28,140.00	2,230.00	36,880.00



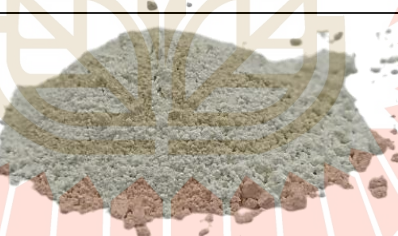
ตารางที่ ก-3 แสดงส่วนผสมทางเคมีของสารละลายภายหลังจากการสังเคราะห์อนุภาคสังกะสี
ออกไซด์นาโนกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES

สภาวะการทดลอง	ปริมาณธาตุ (มิลลิกรัมต่อลิตร)			
	Zn	Na	K	S
HT01	370.00	18,300.00	2,020.00	36,190.00
HT02	389.40	20,150.00	2,030.00	43,870.00
HT03	3.90	22,630.00	1,920.00	36,950.00
HT04	59.20	28,290.00	2,210.00	29,870.00
HT05	<0.05.00	20,470.00	1,690.00	25,780.00
HT06	<0.05.00	16,190.00	970.00	26,990.00
HT07	721.00	19,000.00	1,690.00	27,260.00
HT08	<0.05.00	22,650.00	1,590.00	24,700.00
HT09	<0.05.00	25,030.00	1,529.00	24,000.00
HT10	<0.05.00	27,090.00	1,558.00	38,330.00
HT11	<0.05.00	24,260.00	1,449.00	25,490.00
HT12	<0.05.00	24,160.00	1,710.00	25,710.00
HT13	15.00	7,210.00	650.00	17,080.00
HT14	<0.05.00	13,400.00	158.00	33,040.00
HT15	<0.05.00	22,650.00	1,590.00	24,700.00
HT16	<0.05.00	22,850.00	1,610.00	31,080.00
HT17	<0.05.00	24,930.00	1,778.00	37,600.00

ตารางที่ ก-4 ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนของแต่ละสภาวะการทดลองและขนาดผลึก (Crystallite Size) ซึ่งคำนวณจากข้อมูล XRD โดยใช้สมการ Scherrer

สภาวะการทดลอง	ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	Crystallite Size (nm)
HT01		-
HT02		-
HT03		-
HT04		-
HT05		41.83
HT06		40.05

ตารางที่ ก-4 ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนของแต่ละสภาวะการทดลองและขนาดผลึก (Crystallite Size) ซึ่งคำนวณจากข้อมูล XRD โดยใช้สมการ Scherrer (ต่อ)

สภาวะการทดลอง	ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	Crystallite Size (nm)
HT07		43.52
HT08		24.88
HT09		33.10
HT10		33.05
HT11		38.25
HT12		36.22

ตารางที่ ก-4 ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนของแต่ละสภาวะการทดลองและขนาดผลึก (Crystallite Size) ซึ่งคำนวณจากข้อมูล XRD โดยใช้สมการ Scherrer (ต่อ)

สภาวะการทดลอง	ลักษณะของผงอนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโน	Crystallite Size (nm)
HT13		45.34
HT14		43.99
HT15		36.07
HT16		24.47
HT17		24.42



ภาคผนวก ข
การคำนวณเกี่ยวกับการทดลอง

ภาคผนวก ข

1. การคำนวณประสิทธิภาพการชะละลาย

สารละลายที่ได้ภายหลังการชะละลายด้วยกรดชนิดต่าง ๆ ได้ถูกนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะในสารละลายด้วยเทคนิค ICP-OES โดยที่ผลวิเคราะห์จะอยู่ในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร (Part Per Million : ppm) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณหาประสิทธิภาพในการชะละลายโลหะประสิทธิภาพการชะละลายสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\text{ประสิทธิภาพการชะละลาย} = \frac{\text{ปริมาณของโลหะในสารละลาย}}{\text{ปริมาณของโลหะในชิ้นงานตัวอย่าง}} \times 100$$

โดยค่าความเข้มข้นที่ได้จาก ICP-OES ต้องนำมาคำนวณตัวประกอบการเจือจาง (Dilution Factor) เนื่องจากจะต้องมีการเจือจางตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ เพื่อให้ได้มวลโลหะที่แท้จริงในสารละลายผลที่ได้สะท้อนถึงความสามารถในการดึงโลหะออกจากของแข็ง ซึ่งสามารถนำไปใช้ประเมินประสิทธิภาพกระบวนการหรือเปรียบเทียบผลของตัวแปรการทดลองต่าง ๆ ได้

2. การคำนวณเปอร์เซ็นต์การตกตะกอน

การคำนวณเปอร์เซ็นต์การตกตะกอน (Precipitation Percentage) ใช้เพื่อประเมินปริมาณโลหะหรือสารที่ตกตะกอนออกจากสารละลายหลังการเกิดปฏิกิริยาตกตะกอน โดยอาศัยความแตกต่างของปริมาณโลหะก่อนและหลังการตกตะกอน ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\text{เปอร์เซ็นต์การตกตะกอน} = \frac{m_{\text{initial}} - m_{\text{supernatant}}}{m_{\text{initial}}} \times 100$$

โดยที่ m_{initial} คือ ปริมาณโลหะทั้งหมดในสารละลายก่อนการตกตะกอน

$m_{\text{supernatant}}$ คือ ปริมาณโลหะที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายส่วนหลังจากเกิดการตกตะกอนแล้ว

The logo of Sakon Nakhon Rajabhat University is a large, faint watermark in the background. It features a golden-yellow tiered umbrella (Chatra) with a central figure of a person sitting in a meditative pose. Below the umbrella is a circular emblem with a gear-like border and a central design. At the bottom, the university's name is written in Thai script.

ภาคผนวก ค
ผลงานบทความวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่ และการนำเสนอผลงาน
ในการประชุมวิชาการตลอดระยะเวลาการศึกษา

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

รายชื่อบทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

- Chandakhiaw, T., Longbutsri, C., Wongnaree, N., **Somla, S.**, Mahiwan, N., Patcharawit, T., & Khumkoa, S. (2023). **The Production of Hematite Powder from Spent Pickling Hydrochloric Acid.** *Materials Science Forum*, 1099, 181–187. <https://doi.org/10.4028/p-sjK581>
- Longbutsri, C., Yingnakorn, T., Chandakhiaw, T., Kansomket, C., **Somla, S.**, Ma-Ud, N., Rabeea, M. A., Patcharawit, T., & Khumkoa, S. (2026). **Hydrometallurgical valorization of strontium ferrite magnet sludge for the selective production of high-purity hematite(α -Fe₂O₃) and strontium carbonate (SrCO₃).** *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 12, 100507. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2026.100507>
- Somla, S.**, Yingnakorn, T., Chandakhiaw, T., Longbutsri, C., Sriklang, L., & Khumkoa, S. (2026). **Hydrothermal synthesis of ZnO nanoparticles from recycled ZnO obtained from electric Arc furnace dust: Morphology control and applications.** *Scientific Reports*. <https://doi.org/10.1038/s41598-026-39138-7>
- Yingnakorn, T., **Somla, S.**, Chandakhiaw, T., Cheung, E., & Khumkoa, S. (2025). **Tin oxide nanoparticle extraction from waste solder dross via low-temperature hydrometallurgical process.** *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 35(2), e2185. <https://doi.org/10.55713/jmmm.v35i2.2185>

The Production of Hematite Powder from Spent Pickling Hydrochloric Acid

Thanapon Chandakhiaw^{1,a}, Chaiyasit Longbuttsri^{1,b}, Natcha Wongnaree^{1,c},
 Sirunya Somla^{1,d}, Napat Mahiwan^{1,e}, Tapany Patcharawit^{1,f},
 and Sakhob Khumkoa^{1,g,*}

¹School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology,
 Nakhon Ratchasima, Thailand

^athanapon2459@gmail.com, ^bchaiyasitlong095@gmail.com, ^cnatcha.wongnaree@outlook.com,
^dsirunya.b6114947@gmail.com, ^enapat.b6112097@gmail.com, ^ftapany@sut.ac.th,
^gsakhob@sut.ac.th

Keywords: Hematite, Red iron oxide pigment, Spent hydrochloric acid, Precipitation, Iron oxidation

Abstract. This research aimed to study the recycling process and the feasibility of recovering iron as hematite or red oxide powder (Fe_2O_3) from spent pickling acid (hydrochloric acid). The spent hydrochloric acid waste from the pickling bath in the sheet rolling steel industry contains approximately 233 g of iron dissolved in one liter of the spent acid. To recover iron, 2 M NaOH was added to the spent acid until reaching pH 7. The iron was precipitated as iron oxide and/or hydroxide. Next, the oxidation of ferrous oxide was carried out by adding H_2O_2 35%v/v to control the shade color. The precipitates were subsequently separated from the acid solution by a filter press. The precipitates were dried at 110°C for 24 h and calcined at 700°C for 2 h to synthesize and modify the crystallinity of ferric oxide. Ferric oxide was subject to water washing, where contaminating sodium chloride could be dissolved and filtered out. After drying at 110°C for 24 h, high-purity hematite was achieved. Hematite recovered from the spent pickling acid via this process provided more than 97% purity at 94.4% recovery.

Introduction

In the sheet hot-rolling steel industry, the oxide scale has occurred on the steel surface. The scale must be removed from hot-rolled steel before cold-rolling process to produce high-quality cold-rolled steel. These oxide scales can be removed by the pickling process, in which hydrochloric acid and sulfuric acid were commonly selected in the industry. Advantages of hydrochloric acid are viable for operating at ambient temperature, high corrosiveness, low diffusion of hydrogen in the steel, and less attachment of salt to the steel surface. However, hydrochloric acid can be vaporized, and the recovery system of acid was expensive. Though sulfuric acid was easier to recover than hydrochloric acid, but it has a rather high corrosion rate, hydrogen diffusion, and must be heated. In Thailand, hydrochloric acid was preferred to use in the steel industry. Chemical reactions between hydrochloric acid and oxide scale are given in Eq. (1)-(5) [1-4].



Normally, there was 180-200 g/L of HCl concentration in the pickling process (or 18 wt.% of HCl) and the operating temperature would be around 80-90°C [4]. The reaction rate decreased when the acid was repeatedly used, and the ferrous ions will be accumulated in the pickling bath. If the pickling efficiency of the acid was not sufficient, it would be considered a waste. Chemical compositions of

the spent hydrochloric acid contained overall metal of 150-250 kg/m³, or 13 wt.% of iron dissolved in 1-2% of HCl. Iron can be found either in form of ferrous or ferric ions [4-6].

There were various recycling processes of spent pickling hydrochloric acid, e. g., evaporation and crystallization [6], solvent extraction [7], membrane separation [5, 8], chemical precipitation [9], pyrohydrolysis [10], and ion exchange [11]. Each process had different advantages and disadvantages for different objectives. However, all processes had the same principle to first separate iron ions out of the acid, and later the acid and/or iron will be reused or recycled in different ways. Nevertheless, the chemical precipitation process of iron and iron oxide (hematite) production was the most suitable on cost effective, less complexity, simple chemical used, and for the appreciable demand for hematite products in the pigment industry in Thailand.

Materials and Methods

Raw Materials. Spent pickling acid (hydrochloric acid) in this research was obtained from the sheet hot-rolling steel industry in Thailand. The chemical compositions were analyzed by ICP-OES as shown in Table 1. The initial pH of 0.33 was measured by a pH meter.

Table 1. Chemical composition of spent pickling acid (ICP-OES).

Element	Fe	Ca	Al	Cr	Ni	Zn	Mg	Si	Sn	Pb
Conc. [mg/L]	232,967	636	127	126	79	40	24	<50	<50	<50

Analytical Methods. The chemical compositions of raw materials and solutions were analyzed by ICP-OES technique (PerkinElmer® Optima™ 8000). The chemical compositions of solid compounds along the process were analyzed by WD-XRF technique (PANalytical AXIOS^{max}, 30 mm. beam size, and scan time 18 min.). X-ray diffractometer was used to determine phases and compounds, using Bruker model D8 ADVANCE Cu K α at condition 40 kV, 40 mA. The solution's pH was measured using a pH meter (METTLER TOLEDO Five Easy F20). Field emission scanning electron microscope (FE-SEM, Zeiss AURIGA FE-SEM/FIB/EDX) and laser diffraction particle size analyzer (HORIBA/LA-950V2) were used to characterize the morphology and size of the hematite powder.

Hematite Powder Production. The spent hydrochloric acid was through various processes, starting from precipitation, oxidation, filtration, calcination, washing, and drying. The flow chart of hematite powder production is illustrated in Fig. 1.

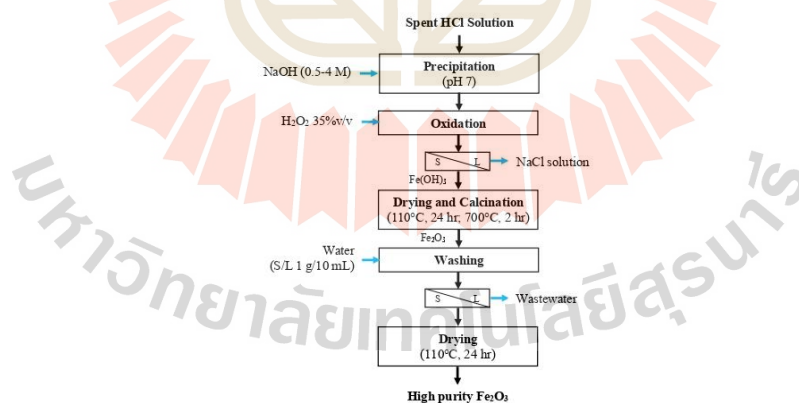


Fig. 1. Flow chart of hematite powder production.

In the precipitation processes, sodium hydroxide solution at 0.5, 1, 2, and 4 M concentrations was gently added to the spent hydrochloric acid. The solution's pH was monitored by pH meter while sampling of the solution at each pH was carried out to analyze the amount of iron by ICP-OES. Subsequently, 35%v/v of hydrogen peroxide was added to the system to oxidize ferrous to ferric iron. The powder was separated from the solution by a filter press machine. The powder sludge was dried in the hot air oven at 110°C for 24 h before synthesizing the hematite powder in the calcination process by using the muffle furnace at 700°C for 2 h. Hematite powder from the calcination process was washed with water to eliminate the sodium chloride salt. Hematite powder without salt was filtered and dried in the hot air oven again to achieve standard quality hematite powder.

Results and Discussion

When sodium hydroxide solution (0.5, 1, 2, and 4 M) was added to the spent hydrochloric acid, the pH increased. The concentration of iron in the solution decreased due to iron precipitated from the solution as iron oxide and/or oxyhydroxide. The iron concentration at varied pH in the precipitation process, due to sodium hydroxide addition is shown in Fig. 2. Complete iron precipitation was obtained when the solution reached pH 8. However, it should be noted that excessive amount of sodium hydroxide solution was used to change from pH 7 to 8. Further, in wastewater management, a high volume of the chemical solution should be avoided. Thus, precipitation at pH 7 was considered to be more suitable than at pH 8 for wastewater management and iron recovery. The lower iron concentration, as shown in Fig. 2, when using low concentrations of sodium hydroxide (1 and 2 M) is due to the dilution effect.

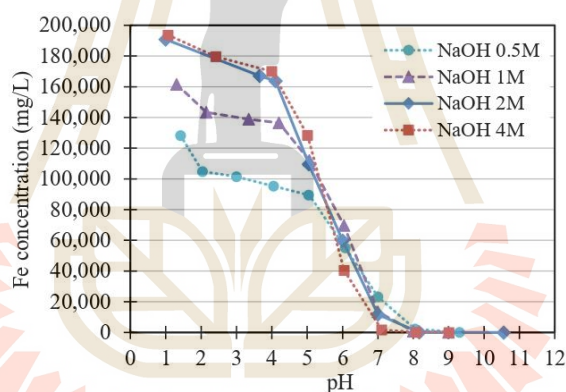


Fig. 2. Concentration of iron in the solution at each pH and NaOH solution concentration.

To meet a required shade of hematite powder, 35%v/v of hydrogen peroxide was added to the system to oxidize ferrous to ferric iron. Hydrogen peroxide can react as a reducing and oxidizing agent. To optimize the volume of hydrogen peroxide, 35%v/v hydrogen peroxide varied at amounts of 0, 40, 50, 60, 70, 80, 90, and 100 mL were added to 600 mL solution at pH 7. The precipitates obtained after oxidation were filtered and dried for the XRD analysis. The diffraction patterns of precipitate when adding various amounts of hydrogen peroxide are shown in Fig. 3. Ferrous iron was found in the form of $\text{FeCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ compound when hydrogen peroxide addition was lower than 70 mL. When hydrogen peroxide addition was higher than 80 mL the compounds were found as hematite and sodium chloride. The precipitated from all conditions in the oxidation process were filtered, dried, and calcined at 700°C for 2 h to examine the appearance color. The apparent color from each condition is shown in Fig. 4. The apparent color when adding 80 mL of hydrogen peroxide was closest to the commercial red iron oxide pigment.

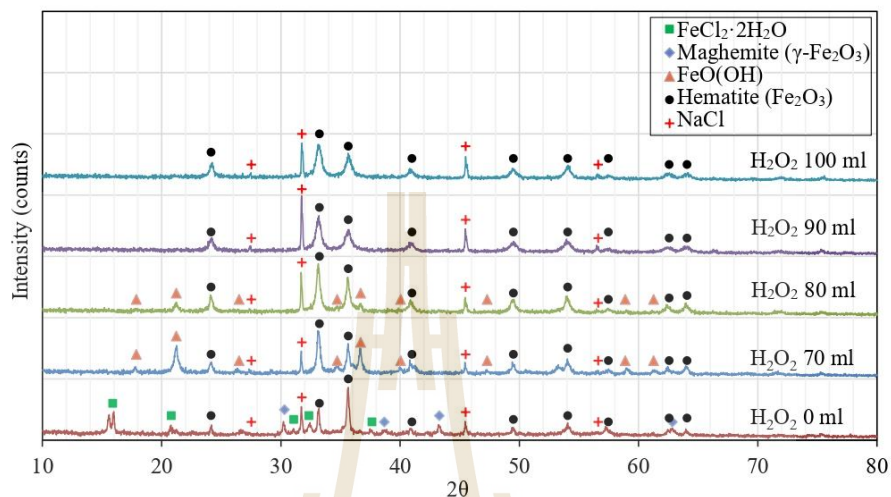


Fig. 3. Diffraction patterns of the precipitates from various amounts of hydrogen peroxide addition.

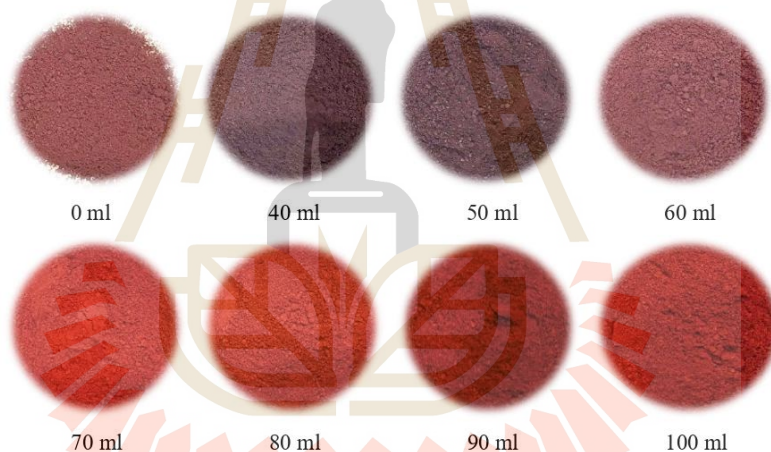


Fig. 4. Apparent colors of hematite when adding hydrogen peroxide from 0 to 100 mL, then drying and calcining at 700°C for 2 h.

The precipitate at pH 7 using 80 ml of 35%v/v H_2O_2 was filtered and then dried in the hot air oven at 110°C for 24 h before calcination in a muffle furnace at 700°C for 2 h to completely synthesis the hematite crystal. The main impurity of hematite powder was sodium chloride which can be removed by washing with water due to the solubility of sodium chloride in water being much higher than hematite. The precipitate was dried in the hot air oven at 110°C for 24 h again after washing. The diffraction patterns of hematite after calcining and washing are shown in Fig. 5. (a) and (b) respectively. Disappearance of NaCl peaks was evident after washing.

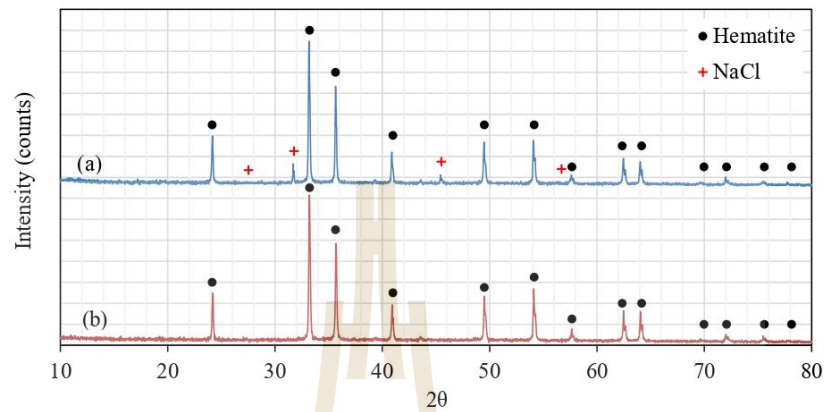


Fig. 5. Diffraction patterns of hematite after calcining (a) and after washing (b).

The final hematite powder was analyzed for the chemical composition by WD-XRF as shown in Table 2. The purity of 97.6% was calculated from the WD-XRF result after powder washing. The recovery of iron was 94.4% based on the weight of iron in hematite powder ($W_{\text{Fe in hematite powder}}$) divided by the weight of the total iron in spent hydrochloric acid ($W_{\text{Fe in spent acid}}$), as expressed in Eq. (6). The morphology of hematite powder analyzed by FE-SEM exhibited very fine polygonal shape as shown in Fig. 6. Laser diffraction particle size analyzer as shown in Fig. 7 reported the mean size of hematite powder of $2.52 \mu\text{m}$ with standard deviation of $2.58 \mu\text{m}$. Other parameters such as D_{10} , D_{50} , D_{90} and S_w are inserted in the graph.

$$\text{Iron Recovery (\%)} = \frac{W_{\text{Fe in hematite powder}}}{W_{\text{Fe in spent acid}}} \times 100 \quad (6)$$

Table 2. Chemical composition of hematite powder after calcination and washing.

Element	Fe	O	Na	Al	Cl	Cr	Mn	Bal.
After calcination, (wt.%)	53.93	33.98	3.367	0.09	8.22	0.16	0.10	0.16
After washing (wt.%)	68.265	30.366	0.61	0.089	0.23	0.16	0.13	0.15

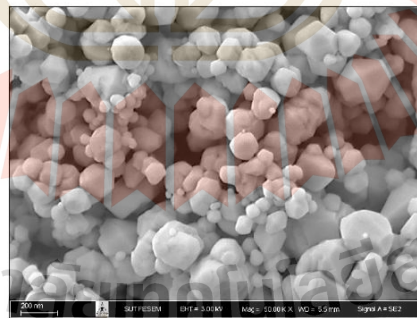


Fig. 6. SEM image of final hematite powder.

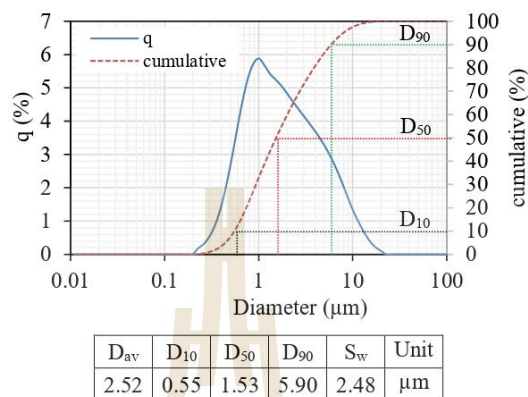


Fig. 7. Particle size distribution of final hematite powder.

Summary

The spent hydrochloric acid from the hot-rolling steel industry can be used as a raw material to produce hematite powder for pigment industry. To achieve the hematite pigment powder standard, the spent acid was passed through the precipitation process using 2 M NaOH solution at pH 7 to separate the iron from the solution. Next, 80 ml of 35% H_2O_2 was added to the system per 600 ml of solution at pH 7 to control the shade appearance. The precipitate was filtered and dried in the hot air oven at 110°C for 24 h. Subsequently the calcination process in a muffle furnace at 700°C for 2 h was applied to form Fe_2O_3 . The water washing process was carried out to remove sodium chloride impurity. Finally, the powder was dried to obtain the required hematite powder product.

Acknowledgement

The authors would like to acknowledge the Department of Primary Industries and Mine (DPIM) Thailand and Innovative Processing and Recycling of Metal Reacher Center (IPRMRC) Suranaree University of Technology for support of this study under the recycling technology implementation boost-up project for sustainably renewable resources towards the development of an eco-industrial town.

References

- [1] L. Alcaraz, B. Sotillo, J. F. Marco, F. J. Alguacil, P. Fernández and F. A. López: Obtention and characterization of ferrous chloride $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ from water pickling liquors, *Material*, Vol 14, 4840, 2021.
- [2] A. Devi, A. Singhal and R. Gupta: Treatment of spent pickling liquor, *International Journal of Advance Research in Science Engineering*, Vol. 5, No. 3, pp. 259-263, 2016.
- [3] A. Agrawal and K. K. Sahu: An overview of the recovery of acid from spent acidic solutions from steel and electroplating industries, *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 171, pp. 61-75, 2009.
- [4] W. F. Kladnig: A review of steel pickling and acid regeneration-an environmental contribution, *International of Material & Product Technology*, Vol. 19, No. 6, pp.550-560, 2003.
- [5] G. Leonzio: Recovery of metal sulphates and hydrochloric acid from spent pickling liquors, *Journal of Cleaner Production*, Vol. 129, pp. 417-426, 2016.

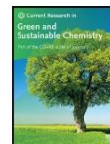
- [6] R. Gueccia, S. Randazzo, D. C. Martino, A. Cipollina and G. Micale: Experimental investigation and modeling of diffusion dialysis for HCl recovery from waste pickling solution, *Journal of Environmental Management*, Vol. 235, pp. 202-212, 2019.
- [7] R. M. Machado, M. L. F. Gameiro, J. M. A. Rodrigues, M. R. Ismael, M. T. A. Reis and J. M. R. Carvalho: Recovery of hydrochloric acid from galvanizing industrial effluents, *Separation Science Technology*, Vol. 52, No. 8, pp. 1333-1340, 2017.
- [8] J. Xu, S. Lu, D. Fu: Recovery of hydrochloric acid from the waste acid solution by diffusion dialysis" *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 165, No. 1, pp. 832-837, 2009.
- [9] Y. Chang, X. Zhai, B. Li and Y. Fu: Removal of iron from acidic leach liquor of lateritic nickel ore by goethite precipitate, *Hydrometallurgy*, Vol. 101, No. 1, pp. 84-87, 2010.
- [10] Y. Gao, T. Yue, W. Sun, D. He, C. Lu and X. Fu: Acid recovering and iron recycling from pickling waste acid by extraction and spray pyrolysis techniques", *Journal of Cleaner Production*, Vol. 312, 127747, 2021.
- [11] E. Marañón, F. Suárez, F. Alonso, Y. Fernández and H. Sastre: Preliminary study of iron removal from hydrochloric pickling liquor by Ion exchange, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Vol. 38, pp. 2782-2786, 1999.





Contents lists available at ScienceDirect

Current Research in Green and Sustainable Chemistry

journal homepage: www.elsevier.com/journals/current-research-in-green-and-sustainable-chemistry/2666-0865

Hydrometallurgical valorization of strontium ferrite magnet sludge for the selective production of high-purity hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) and strontium carbonate (SrCO_3)

Chaiyasit Longbutsri^{a,*}, Tanongsak Yingnakorn^a, Thanapon Chandakhiaiw^a,
Chatisa Kansomket^a, Sirunya Somla^a, Natthicha Ma-Ud^a, Muwafaq A. Rabee'a^b,
Tapany Patcharawit^a, Sakhob Khumkoa^{a,*}

^a School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

^b Department of Applied Chemistry, University of Anbar, Ramadi, 31001, Iraq

ARTICLE INFO

Keywords:

Strontium ferrite magnet

Recycling

Hematite

Strontium carbonate

ABSTRACT

This study presents an integrated hydrometallurgical approach for valorizing strontium ferrite sludge generated from the magnet manufacturing industry by selectively recovering iron (Fe) and strontium (Sr) into high-purity products. The process employed sulfuric acid leaching under optimized conditions ($4.0 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$, 90°C , solid-to-liquid ratio of 40 g L^{-1}), achieving near-complete Fe dissolution while simultaneously precipitating Sr as strontium sulfate (SrSO_4). The Fe-rich leachate underwent pH-controlled precipitation followed by thermal treatment to yield phase-pure hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). In parallel, the SrSO_4 precipitate was converted to strontium carbonate (SrCO_3) via a double-ion replacement reaction with aqueous Na_2CO_3 , which proceeded to completion within 1.5 h and yielded a high-purity product with platelet-like morphology. This integrated process offers a sustainable, economically viable pathway to transform industrial waste into two valuable materials, thereby advancing circular-economy principles and sustainable waste-management strategies in the magnet manufacturing sector.

1. Introduction

Strontium ferrite magnets ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) are among the most widely produced permanent magnetic materials, typically synthesized via high-temperature sintering of hematite (Fe_2O_3), strontium carbonate (SrCO_3), and selected additives at $1000\text{--}1200^\circ\text{C}$ [1,2]. Hematite, often obtained as a byproduct of iron and steel manufacturing, can constitute up to 90 wt% of the precursor mixture, providing a cost-effective and abundant iron source [3]. $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ magnets currently account for over 80 % of the global permanent magnet product [4–6], owing to their high saturation magnetization, mature production infrastructure, and economic advantages over alternatives such as Alnico, SmCo, and NdFeB [7–9]. Their broad applicability, including electric vehicles, motor drives, generators, consumer electronics, data storage, microwave devices, and medical technologies [10,11] positions them as a scalable and sustainable substitute for rare-earth element (REE)-based magnets.

As global demand for ferrite magnets continues to escalate, so too

does the imperative to address the environmental and economic burdens associated with their production and disposal, highlighting the need for innovative recovery and recycling strategies [12,13]. The widespread use of strontium ferrite magnets in the electronic and automotive sectors is driven by their magnetic stability and cost-effectiveness [9,14,15]. However, the manufacturing process, particularly the post-sintering grinding stage, generates significant quantities of fine particulate waste. These particles, primarily composed of iron oxides and strontium compounds, are typically flushed out with coolant fluids and accumulate as sludge [3,16]. This sludge presents considerable challenges for disposal due to its heavy metal content and potential environmental toxicity, while also contributing to increased operational costs. With global ferrite magnet production surpassing 300,000 metric tons annually, the volume of associated waste has grown in proportion, underscoring the urgency for sustainable, economically viable recovery solutions [17–19]. Strontium Ferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) magnets dominate the hard ferrite market by volume. Their continuous large-scale production

* Corresponding author.

E-mail address: sakhob@sut.ac.th (S. Khumkoa).

<https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2026.100507>

Received 26 September 2025; Received in revised form 10 December 2025; Accepted 14 January 2026

Available online 14 January 2026

2666-0865/© 2026 The Authors. Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

generates substantial amounts of complex industrial sludge during grinding and finishing. While global waste figures are often proprietary, the local magnitude of this problem can be quantified: A manufacturing plant in Thailand that supplied waste samples for this study generates approximately 220 metric tons of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ waste sludge annually. This specific, real-world data demonstrates the significant local waste volume requiring valorization and underscores the necessity of our proposed recycling technology for both environmental and economic benefits. It is critical to recognize that the composition and handling challenges of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ waste vary significantly based on the manufacturing route. The waste sludge studied in this study is derived from a wet grinding process, producing an oily sludge characterized by high levels of residual cutting/cooling fluids (i.e., non-volatile organics and oils). This organic contamination necessitates specific management strategies, including the pre-treatment and two-stage separation steps employed here, to prevent product contamination. In contrast, waste from dry processing routes primarily yields a dry powder that, while still requiring valorization, does not pose the same complexities in terms of organic contamination and oil-water separation. Our proposed hydrometallurgical method is specifically tailored to efficiently address the unique challenges posed by this organically contaminated oily sludge matrix, thereby reinforcing the need for this recycling technology to deliver both environmental and economic benefits. The complexity of this waste, notably the challenging oily sludge matrix, necessitates an advanced valorization strategy that overcomes the limitations of existing metal recovery processes. Pyrometallurgical routes require extremely high energy input (typically $\geq 1000^\circ\text{C}$), resulting in substantial carbon footprints and high operational costs [20,21]. Conventional hydrometallurgical methods achieve separation through complex multi-step processes such as solvent extraction or ion exchange, which introduce costly organic reagents and complicated solvent recovery circuits, thereby increasing both economic and environmental burdens. To address these challenges, this study proposes an integrated hydrometallurgical approach that is more sustainable, cost-effective, and simplified. By using one-step selective dissolution and precipitation in H_2SO_4 , our method eliminates the need for hazardous organic solvents in the primary Fe/Sr separation, directly yielding two high-purity, marketable products.

The hydrometallurgical recycling of Fe-bearing industrial wastes is a critical area of resource recovery, favored over pyrometallurgy for its high product purity, selectivity, and relatively low energy consumption [22,23]. Conventional hydrometallurgical processes typically involve acid leaching (H_2SO_4 , HCl , or HNO_3) focus on removing bulk Fe as the primary contaminant through pH-controlled precipitation (forming $\text{Fe}(\text{OH})_3$ or jarosite) or solvent extraction [24–26]. However, strontium ferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) magnet sludge represents a valuable secondary source of both Fe and strontium (Sr), a Critical Raw Material (CRM). Consequently, Fe-Sr-rich waste is increasingly recycled rather than landfilled, mitigating environmental impacts and enhancing resource security. For example, Fe_2O_3 and SrCO_3 have been extracted from Sr-rich sludge via nitric acid leaching followed by hydrothermal precipitation [12]. While technically feasible, such multi-stage purification and separation methods incur high operating costs and are often economically unfavorable for iron compounds, which are widely available and inexpensive commodities.

To address the need for a simplified and economically viable solution, this study presents an alternative approach that circumvents conventional multi-stage purification. By exploiting the specific chemistry of H_2SO_4 , in-situ selective separation is achieved: Fe dissolution occurs simultaneously with selective precipitation of Sr as insoluble SrSO_4 in a single leaching step. This streamlined approach enables the efficient coproduction of two phase-pure materials ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and SrCO_3), representing a simplified, economically attractive pathway for complete resource valorization from $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ magnet waste.

This study presents a novel dual-function hydrometallurgical strategy for the valorization of strontium ferrite magnet sludge, enabling the

selective recovery of two commercially valuable compounds: hematite (Fe_2O_3), widely utilized as a red pigment in anti-corrosion coatings, cosmetic formulations, and lithium iron phosphate (LFP) battery cathodes; and strontium carbonate (SrCO_3), a multifunctional material employed in ceramics, electronic components, and pyrotechnic applications [27,28]. The proposed process integrates acid leaching, pH-controlled precipitation, calcination, and double ion replacement steps. By enabling the recovery and reuse of these materials, the approach contributes meaningfully to circular economy principles and sustainable resource management [29,30].

2. Experimental

2.1. Materials

The strontium ferrite magnet sludge utilized in this study was sourced from a Thai manufacturing facility specializing in the production of strontium ferrite magnets for electric motor applications. Raw material was consistently obtained from a stable, continuous production process, ensuring reproducibility across all experiments. The sludge used throughout this study was a single, homogeneous bulk sample collected directly from one industrial source, thereby eliminating variability from mixed batches. The sludge was collected at the post-processing stage in a wet condition, comprising water, coolant, and residual oil.

All chemical reagents used in the experimental procedures were of analytical grade. Sulfuric acid (H_2SO_4 , 98 %) was obtained from QREC, sodium hydroxide (NaOH , 99 %) from RCI LABSCAN, and sodium carbonate (Na_2CO_3 , 99.5 %) from KEMAUS.

2.2. Synthesis of hematite and strontium carbonate

Before leaching, the strontium ferrite magnet sludge was oven-dried at 90°C for 24 h to remove residual moisture. The dried sludge was then subjected to acid leaching using aqueous sulfuric acid solutions with concentrations ranging from 1.0 to 4.0 mol L^{-1} . These H_2SO_4 concentrations were selected based on prior literature [31–33] demonstrating their effectiveness for dissolving Fe-bearing phases and promoting selective SrSO_4 precipitation. These values represent a proven operational range for evaluating dissolution and separation behavior, rather than representing a systematic optimization of minimum acid requirements. Initial leaching experiments were conducted at approximately 25°C and a solid-to-liquid (S/L) ratio of 20 g L^{-1} (i.e., 20 g of sludge per 1 L of acid solution), using 1 L screw-capped borosilicate flasks to minimize evaporation. The initial oven-drying at 90°C for 24 h removed moisture and volatile components, while the residual non-volatile oil and organic matter from the grinding coolant remained. During acid leaching, these organic materials were insoluble in the H_2SO_4 solution and formed a floating layer on the aqueous leachate, potentially contaminating the final products. After leaching, the slurry was allowed to settle, enabling SrSO_4 precipitate to accumulate at the bottom while the Fe-rich leachate remained in the middle aqueous phase. The floating organic layer was first removed by skimming or decantation. Subsequently, the clear Fe-rich supernatant was carefully separated from the settled SrSO_4 and filtered to ensure complete removal of residual oil contamination before iron precipitation.

To optimize leaching conditions, comparative experiments were performed at 25°C , 70°C , 80°C , and 90°C , with a S/L ratio of 20 g L^{-1} for 24 h. Subsequently, the S/L ratio was varied from 20 to 80 g L^{-1} in 20 g L^{-1} increments at the optimal temperature of 90°C . All leaching procedures were conducted on a hot plate equipped with a magnetic stirrer operating at 500 rpm to ensure homogeneous mixing. The leaching reaction proceeded under controlled conditions (temperature, acid concentration, and S/L ratio). Leaching completion was evaluated using two complementary approaches. First, aliquots of the leachate were withdrawn at defined intervals (0.5, 1, 2, 4, 8, 12, 16, 20, and 24

h), immediately filtered, diluted, and analyzed for dissolved metal concentrations (Fe and Sr) using ICP-OES. Leaching was considered complete when the dissolved Fe concentration reached a stable plateau, indicating negligible further reaction. Second, visual observation provided explicit confirmation: the initial black strontium ferrite sludge ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) completely transformed into a pale white solid residue (SrSO_4 with undissolved impurities), indicating complete decomposition of the dark magnetic phase.

Iron recovery was achieved by precipitating $\text{Fe}(\text{OH})_3$ from the acid-leached solution through pH adjustment to 5.0 using a 30 % w/v NaOH aqueous solution. Precipitation was carried out in 1 L borosilicate beakers at ambient temperature ($\sim 25^\circ\text{C}$), with real-time pH and temperature monitoring using an OAKTONTM pH 700 Benchtop Meter and compatible electrode to ensure precise control. The resulting $\text{Fe}(\text{OH})_3$ precipitate was dried in a hot-air oven at 90°C for 48 h and subsequently calcined at 700°C for 2 h in ambient air to induce phase transformation to hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$).

The calcined product, consisting of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and residual Na_2SO_4 , was washed with deionized water at an S/L ratio of 100 g L^{-1} to remove soluble impurities. The washed material was then dried at 90°C for 3 h in a convection oven. The efficiency of iron precipitation and the purity of the synthesized $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pigment were evaluated using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS).

The SrSO_4 -rich sludge remaining from the acid-leaching step was filtered and converted to strontium carbonate (SrCO_3) via precipitation with aqueous Na_2CO_3 solutions ($1.0\text{--}1.5\text{ mol L}^{-1}$). Reactions were conducted in 50 mL borosilicate beakers, with Na_2CO_3 added at a stoichiometric ratio of 1.8368 g of SrSO_4 per 10 mL of solution. The mixtures were stirred continuously at 250 rpm on a thermostatically controlled hot plate maintained at 25°C to ensure uniform slurry mixing and efficient reaction. The resulting SrCO_3 precipitates were recovered by vacuum filtration, dried, and characterized by XRD and SEM-EDS to confirm phase purity and elemental composition.

2.3. Instrumentation

Elemental Quantification: Dissolved metal concentrations in liquid samples were determined using an Optima 8000 ICP-OES (PerkinElmer). Solid samples were digested in aqua regia (3:1 HCl/HNO_3 v/v), diluted with 5 % HNO_3 to bring concentrations within the calibration range (0.05–10 ppm), and analyzed directly.

Crystallographic and Phase Analysis: XRD patterns were collected using a Bruker D2 PHASER diffractometer ($\text{Cu K}\alpha$ radiation, 30 kV, 10 mA) equipped with DIFFRAC.SUITE software. Finely ground samples packed in PMMA holders were scanned over $10^\circ\text{--}80^\circ 2\theta$ with a step size of 0.02° and a counting time of 0.2 s per step.

Morphology and Microstructure: Surface morphology and semi-quantitative elemental composition were examined using SEM (JEOL JSM-6010LA InTouchScopeTM 15 kV, 35 nm spot size) coupled with EDS. High-resolution imaging and detailed microstructural observation were conducted using FESEM (JEOL JSM-7800F, 10 kV), also equipped with EDS.

3. Results and discussion

3.1. Raw material characterization

The strontium ferrite magnet sludge used in this study was obtained from a Thai manufacturing company that produced strontium ferrite magnets for electric motors. As illustrated in Fig. 1a, the sludge is generated as a byproduct of the grinding process, during which magnets are machined to meet precise design specifications using a coolant-lubricated system. This fine particulate waste is subsequently transported via a water gutter into a designated collection unit. The collected sludge, which contains water, coolant fluid, and residual oil, was used as the raw material for the recovery of metal compounds in the investigation. Following collection, the sludge was dried at 90°C for 24 h to remove moisture and volatile components. Before analysis, samples

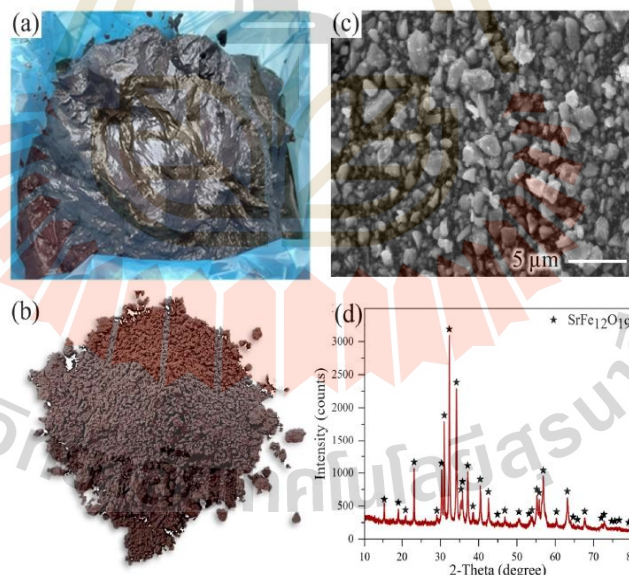


Fig. 1. Characterization of strontium ferrite magnet sludge: (a) as-collected strontium ferrite magnet waste sludge; (b) dried sample after treatment at 90°C for 24 h; (c) SEM image revealing the particle morphology of the dried sludge; (d) XRD pattern confirming $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ as the dominant crystalline phase.

were finely ground using a mortar and pestle and sieved through a 30-mesh screen to minimize particle agglomeration and improve sample homogeneity, as shown in Fig. 1b. Elemental analysis conducted via ICP-OES revealed that the dried sludge comprised 59.22 wt% iron (Fe) and 7.72 wt% strontium (Sr), along with minor trace constituents (Table 1). XRD analysis confirmed that the dominant crystalline phase was strontium hexaferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$), as illustrated in Fig. 1d. SEM provided further insight into the particle morphology and surface characteristics. As shown in Fig. 1c, the particles exhibited irregular shapes and heterogeneous surface textures, indicative of mechanical breakage during grinding. The particle size distribution ranged from submicron to several micrometers, with the majority measuring below 5 μm . This fine-ground particulate nature is advantageous for subsequent acid leaching, as it increases the effective surface area and promotes mass transfer efficiency, thereby enhancing dissolution kinetics during chemical processing.

3.2. Optimization of leaching parameters for Strontium Ferrite Sludge

The hydrometallurgical recovery of Fe and Sr from a chemically stable strontium ferrite magnetic waste was investigated, with a focus on optimizing sulfuric acid leaching parameters. This study evaluated the effects of acid concentration, temperature, solid-to-liquid (S/L) ratio, and reaction time on achieving high Fe recovery while enabling selective Sr precipitation. The concentrations of Fe and Sr in the leachate were determined using ICP-OES to track leaching kinetics by monitoring Fe dissolution over time. Leaching completion was verified when dissolved Fe concentration reached a stable plateau. Solid residues were analyzed using XRD to confirm phase transformation.

The leaching process was initiated by investigating the effect of sulfuric acid concentration on metal recovery (Fig. 2a and b). With the S/L ratio fixed at 20 g L^{-1} and the temperature at approximately 25 °C, the concentration was varied from 1.0 to 4.0 mol L^{-1} . A positive correlation was observed between acid concentration and Fe recovery, with recovery increasing from 11.45 % at 1.0 mol L^{-1} to 20.61 % at 4.0 mol L^{-1} . This is attributed to the enhanced proton activity at higher concentrations, which promotes the breakdown of the stable oxide matrix through proton-promoted hydrolysis and complexation reactions [34, 35]. In contrast, Sr recovery exhibited a negative trend, decreasing from 2.85 % to 1.35 % over the same range. This is a crucial finding, as it demonstrates the selective separation mechanism at play. The decrease in soluble Sr is due to thermodynamic formation and precipitation of strontium sulfate (SrSO_4), a sparingly soluble compound in sulfate-rich environments. The low molar solubility of SrSO_4 (approximately 5.7×10^{-4} mol L^{-1}) supports the hypothesis that at elevated acid concentrations, Sr is preferentially removed from the solution as a solid phase [36].

Subsequently, the effect of leaching temperature was examined (Fig. 2c and d), with the acid concentration fixed at 4.0 mol L^{-1} and the S/L ratio at 20 g L^{-1} . As the temperature was increased from 25 °C to 90 °C, a dramatic enhancement in Fe recovery was observed, culminating in nearly 100 % dissolution at 90 °C. The near-complete Fe dissolution observed at 90 °C represents the maximum achievable solubility under these experimental conditions [37]. At high acid concentration and low pH (typically <1), the thermodynamic formation of insoluble Fe-oxyhydroxides (e.g., jarosite, $\text{Fe}(\text{OH})_3$) is suppressed [38, 39], ensuring that dissolved Fe remains stable in the aqueous phase as

soluble Fe-sulfate complexes. ICP-OES quantified total dissolved Fe. This strong temperature dependence suggests a thermally activated process, likely governed by Arrhenius kinetics, in which additional thermal energy facilitates the cleavage of Fe-O bonds within the strontium ferrite lattice. In contrast, Sr recovery showed only a marginal improvement from 1.35 % to 3.18 % over the same temperature range. This is consistent with the known thermodynamic resistance of SrSO_4 to dissolution, even under elevated thermal conditions. The limited mobilization of Sr highlights its stable precipitation as a sulfate, a key advantage for selective separation.

The solid-to-liquid ratio was then investigated (Fig. 2e and f) under fixed conditions of 4.0 mol L^{-1} H_2SO_4 and 90 °C. Fe leaching efficiency remained high at S/L ratios of 20 and 40 g L^{-1} , with nearly complete dissolution. However, a slight decrease in recovery to 95 % and 86 % was noted at higher ratios (60 and 80 g L^{-1} , respectively). This decline is likely due to acid depletion, increased slurry viscosity, and reduced mass-transfer efficiency, which hinder reaction kinetics. Sr recovery progressively declined with increasing S/L ratio, further supporting the selective precipitation mechanism. Based on these findings, the optimal conditions were determined to be 4.0 mol L^{-1} H_2SO_4 , 90 °C, and an S/L ratio of 40 g L^{-1} , with a reaction time of 12 h. These conditions maximize Fe dissolution while ensuring the effective separation of Sr as a solid SrSO_4 sludge.

The products obtained under these optimal conditions were an Fe-rich solution and a solid SrSO_4 precipitate. The small amount of remaining unreacted residue, retaining magnetic properties, was easily separated using a magnetic stirrer (Fig. 3a). The leached solution, analyzed by ICP-OES, confirmed the success of the selective separation, containing a high concentration of Fe (23,820 mg L^{-1}) with a very low concentration of Sr (30 mg L^{-1}). The solid precipitate was characterized by XRD and SEM-EDS analysis (Fig. 3b). The XRD pattern confirmed distinct diffraction peaks corresponding to the celestite phase of SrSO_4 , corroborating that liberated Sr^{2+} ions reprecipitated as an insoluble sulfate compound. This was further supported by EDS analysis of the precipitate, which revealed that strontium (46.16 wt%), sulfur (16.90 wt %), and oxygen (36.94 wt%) were the dominant elements. This integrated approach offers a viable and efficient pathway for the dual recovery of both iron and strontium from this challenging waste matrix.

The effective Fe–Sr separation in this hydrometallurgical route is governed by a one-step selective dissolution–precipitation mechanism based on differential solubility in concentrated H_2SO_4 . Iron released from the $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ lattice forms highly soluble ferric sulfate ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$), enabling near-complete dissolution into the aqueous phase (~99 % Fe recovery). In contrast, strontium immediately precipitates as SrSO_4 due to its extremely low solubility product ($K_{sp} = 3.2 \times 10^{-7}$ at 25 °C), with precipitation further enhanced by the common-ion effect from the high SO_4^{2-} concentration in 4.0 mol L^{-1} H_2SO_4 . This excess sulfate drives the equilibrium strongly toward solid SrSO_4 formation, ensuring quantitative in-situ separation. The overall reaction can be represented as:



The Fe-rich leachate and precipitated SrSO_4 thus constitute two independent, high-purity feedstocks for subsequent recovery processes.

Table 1
Chemical composition of strontium ferrite magnet sludge, analyzed by the ICP-OES technique.

Sample	Element (wt.%)							
	Fe	Si	Ba	Sr	Al	Ca	S	Mn
Strontium Ferrite Magnet Sludge	59.22 ± 1.33	0.21 ± 0.03	0.02 ± 0.005	7.72 ± 0.42	0.11 ± 0.02	0.19 ± 0.01	0.50 ± 0.08	0.13 ± 0.01

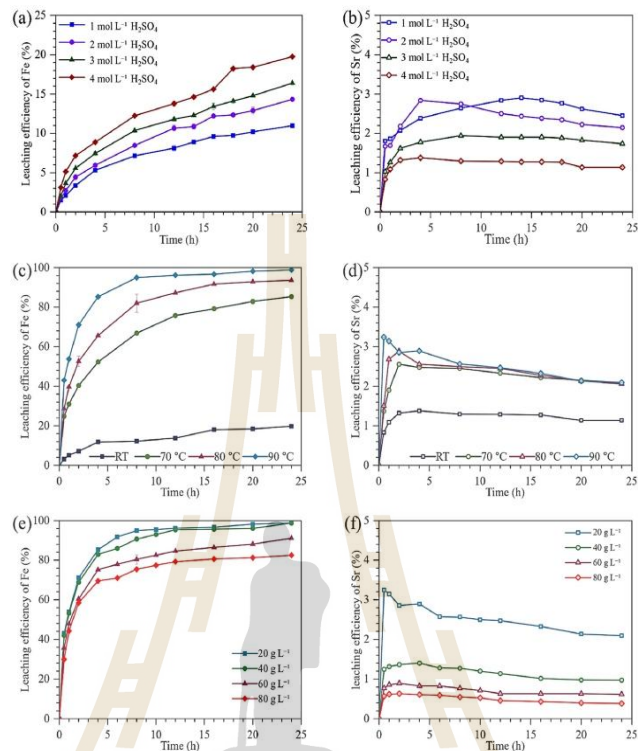


Fig. 2. Influence of key leaching parameters on selective dissolution of Fe and Sr from strontium ferrite sludge: (a, b) effect of sulfuric acid concentration (1.0–4.0 mol L⁻¹) at 25 °C with a solid-to-liquid (S/L) ratio of 20 g L⁻¹ for 24 h; (c, d) effect of temperature (25–90 °C) using 4.0 mol L⁻¹ H₂SO₄ with an S/L ratio of 20 g L⁻¹ for 24 h; (e, f) effect of S/L ratio (20–80 g L⁻¹) at 90 °C using 4.0 mol L⁻¹ H₂SO₄ for 24 h. Left panels (a, c, e) represent Fe leaching; right panels (b, d, f) represent Sr leaching.

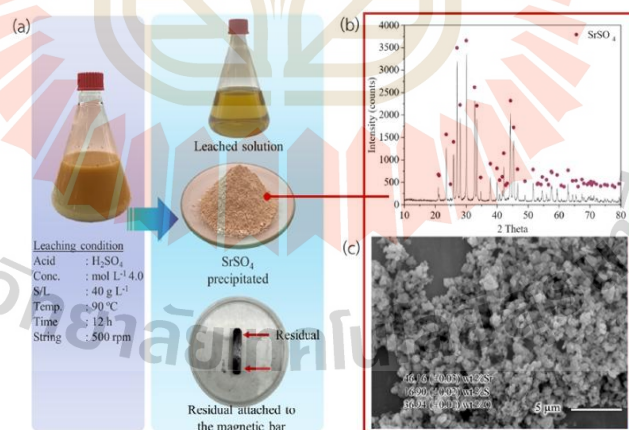


Fig. 3. Products obtained from the leaching step: (a) Fe-rich filtered solution and strontium sulfate (SrSO₄) precipitate; (b) XRD pattern confirming SrSO₄ formation; (c) SEM-EDS micrographs illustrating the crystalline morphology of SrSO₄.

3.3. Iron precipitation and subsequent thermal conversion to Hematite

The Fe-rich solution obtained from the optimized leaching step was subjected to alkaline precipitation with 30 wt% aqueous NaOH to recover iron. The precipitation behavior was investigated across a pH range of 0–6. Visual observations revealed a progressive color change from clear pale yellow to a distinct dark brown precipitate as the pH increased from ~3.0 to 3.5 (Fig. 4a), indicative of iron hydrolysis and ferric hydroxide formation.

ICP-OES analyzed post-precipitation solutions to quantify residual iron content, from which precipitation efficiency was calculated (Fig. 4b). The results demonstrated a strong pH-dependent behavior. Iron removal was minimal (<20 %) at pH values below 2.5, but rose moderately to approximately 50 % as the pH increased to 3.5. A sharp increase in efficiency was observed between pH 3.5 and 4.5, exceeding 95 % and signaling the onset of near-complete precipitation of ferric compounds. Beyond pH 4.5, iron removal approached 100 %, confirming complete precipitation at higher pH.

XRD analysis of the resulting sludge (Fig. 4c) confirmed that the primary crystalline phases were $\text{Fe}(\text{OH})_3$, Fe_2O_3 , and co-precipitated Na_2SO_4 . The presence of Fe_2O_3 alongside $\text{Fe}(\text{OH})_3$ can be attributed to partial dehydration of ferric hydroxide during drying at 90 °C. Additionally, Na_2SO_4 formation resulted directly from neutralization between added NaOH and residual H_2SO_4 in the leachate. As water was removed during precipitation and drying, Na_2SO_4 crystallized and co-precipitated with iron compounds.

The high sulfate ion (SO_4^{2-}) concentration in H_2SO_4 -leachate required careful management during iron precipitation. Jarosite formation, typically favored at pH < 2, incorporates sulfate into the iron precipitate structure. By rapidly adjusting the pH to 5.0, precipitation was directed toward amorphous $\text{Fe}(\text{OH})_3$ and basic hydroxide precursors, thereby minimizing structural sulfate incorporation. Under these conditions, the primary sulfate-containing impurity was soluble Na_2SO_4 , co-precipitated from the neutralization reagent (NaOH), which was subsequently removed by calcination (decomposition to Na_2O_4) and water washing. Based on the high precipitation efficiency, a pH of 5.0 was selected as the optimal condition for subsequent processing.

To produce a high-purity iron oxide for potential use as a pigment precursor, the precipitated iron compounds were subjected to a thermal

conversion process. The dried precipitate obtained at pH 5.0 was calcined at 700 °C in ambient air for 2 h to induce the oxidation of the amorphous ferric hydroxide precursor ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) into a thermodynamically stable oxide phase. High-temperature calcination also eliminated trace organic residues (coolant or oil) carried through the process, ensuring the purity of the final $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ product. The resulting calcined product, however, was a mixture of iron oxide and co-precipitated Na_2SO_4 salt. To remove these soluble impurities and purify the product, it was washed with deionized water at an S/L ratio of 1:20 g mL^{-1} , then dried at 90 °C for 24 h.

XRD and SEM-EDS were used to confirm the phase and morphology of the transformed material, before and after the washing step (Fig. 5). XRD analysis of the calcined material before washing showed distinct diffraction peaks corresponding to both Fe_2O_3 and Na_2SO_4 . After the water-washing step, the Na_2SO_4 peaks were absent, and the pattern showed sharp, well-defined reflections characteristic of hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Fig. 5a). This confirmed the successful transformation into a crystalline oxide and effective removal of sulfate contaminants, demonstrating a high degree of purity. The combination of pH-controlled precipitation, calcination at 700 °C, and water washing effectively removed impurities, thereby maximizing the economic value of the recovered iron product. The high purity of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ was confirmed by XRD, which showed only the hematite phase with no detectable impurities, and by EDS analysis, which verified the stoichiometric Fe/O ratio and negligible concentrations of heavy metals or sulfate contaminants. This product quality meets the specifications for high-value applications such as pigments, ceramic magnetic materials, and catalysts. SEM micrographs revealed that the final product consisted of irregular, highly agglomerated particles with a rough, porous surface morphology (Fig. 5b). This morphology is typical of thermally treated iron oxides and is advantageous for pigment applications, as it enhances dispersion and mechanical anchoring within resin matrices. Elemental quantification via EDS showed a significant enrichment of Fe and a reduction of Na and S to trace levels after washing. The final elemental composition of 73.86 ± 4.26 wt% Fe and 26.14 ± 4.26 wt% O (Table S1) aligns precisely with the stoichiometric atomic ratio of 2:3 for Fe_2O_3 (Table S2), further confirming the compound's identity and purity.

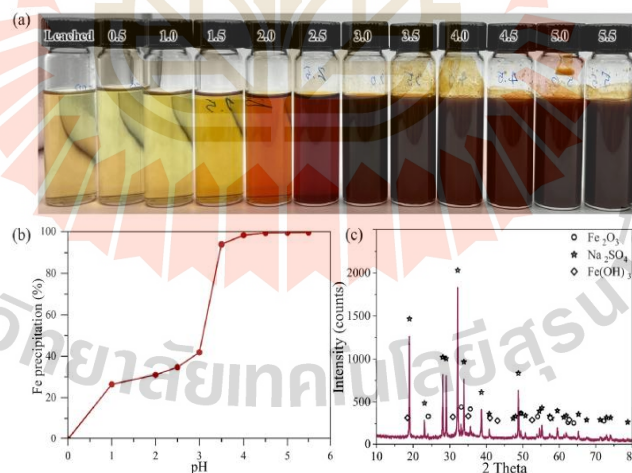


Fig. 4. Evolution of iron precipitation under varying pH conditions: (a) photographic series of samples at pH values ranging from 0.0 to 6.0; (b) effect of pH on Fe precipitation efficiency; (c) XRD pattern of the resulting Fe precipitate.

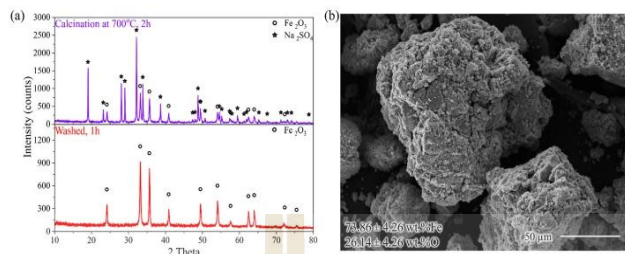


Fig. 5. Characterization of Fe_2O_3 synthesized via thermal transformation of $\text{Fe}(\text{OH})_3$: (a) XRD pattern of Fe_2O_3 obtained by calcining $\text{Fe}(\text{OH})_3$ at 700°C for 2 h followed by deionized water washing; (b) SEM image revealing the morphology of the washed Fe_2O_3 product.

3.4. Synthesis of Strontium carbonate via double ion replacement

The SrSO_4 sludge, a valuable byproduct of the leaching process, was converted to strontium carbonate (SrCO_3) via a double ion replacement reaction with a 1.25 mol L^{-1} aqueous Na_2CO_3 solution. This conversion is a critical step for producing a more versatile product with applications in ceramics, pyrotechnics, and functional filler materials [40,41]. The phase transformation over time was investigated using XRD to monitor phase evolution (Fig. 6).

The XRD profiles revealed a time-dependent conversion process. At a reaction time of 0.5 h, the material exhibited a mixture of both the parent SrSO_4 phase and the newly formed SrCO_3 . As the reaction time increased, the intensity of the SrSO_4 peaks progressively decreased, while those of SrCO_3 increased. This trend, consistent with the exchange of SO_4^{2-} ions for CO_3^{2-} ions, resulted in the complete disappearance of the SrSO_4 phase at 1.5 h. This confirmed that an extended contact time facilitated the efficient and complete conversion to well-defined SrCO_3 crystals. Near-complete conversion within 1.5 h demonstrates that kinetic limitations commonly associated with SrSO_4 conversion were effectively overcome under optimized aqueous Na_2CO_3 conditions. While alternative pyrometallurgical routes ($\text{SrSO}_4 \rightarrow \text{SrS}$ at $\sim 1000^\circ\text{C}$) [39,40], exist, this aqueous double-displacement method is significantly more energy-efficient and operationally straightforward, making it a viable and attractive option within the hydrometallurgical flowsheet. The double-ion replacement process, also known as metathesis, is a well-established industrial method for converting low-solubility sulfates, such as celestite (SrSO_4), into more reactive carbonates. The

driving force for the reaction is the much lower solubility of SrCO_3 compared to SrSO_4 , which causes SrCO_3 to precipitate from solution while the soluble Na_2SO_4 remains in the aqueous phase [42]. This aligns with other studies that have achieved high conversion rates under similar conditions, with some reports noting complete conversion in as little as 30 min under high-energy milling conditions [43]. While the optimized condition for complete conversion was found to be a 1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 solution reacted for 1.5 h, a reduced reaction time of 1.0 h was also shown to be effective if the Na_2CO_3 concentration was increased to 1.5 M (Fig. S1), offering a potential trade-off between reagent consumption and processing time.

The final SrCO_3 product, synthesized under the optimal conditions (1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 , 1.5 h), was characterized for its morphology and elemental composition. Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) micrographs revealed that the material consisted of densely packed aggregates composed of fine, irregularly shaped crystallites (Fig. 7). Predominantly flake-like and platelet-like structures were observed, with individual particles ranging from submicron to several micrometers in size. This morphology is characteristic of strontium carbonate precipitated from aqueous solution and reflects rapid nucleation and crystal growth under alkaline conditions. Previous research has shown that the morphology of SrCO_3 can be precisely controlled using various additives and regulators, leading to spherical, needle-shaped, or dumbbell-like particles [44]. The platelet-like architecture observed in this study is a natural result of the unmodified aqueous precipitation method and is advantageous for applications such as ceramic precursors and functional filler materials, as it enhances packing density and dispersion. Elemental composition was assessed using Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS), which confirmed the high

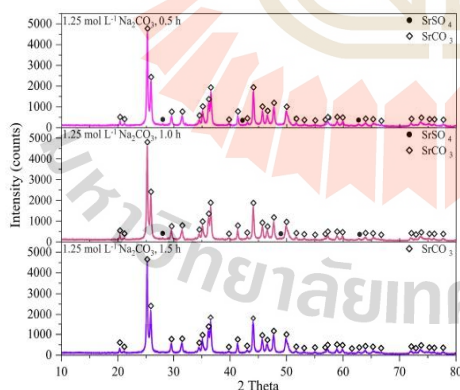


Fig. 6. XRD patterns illustrating the conversion of SrSO_4 to SrCO_3 at various reaction times using 1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 solution at 25°C .

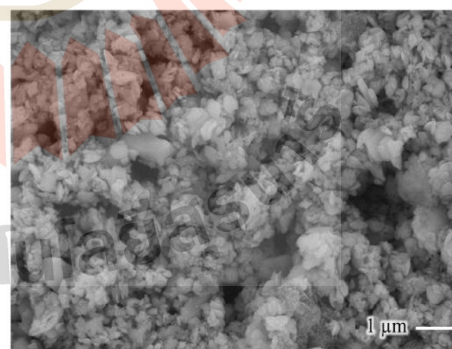


Fig. 7. FESEM micrograph of SrCO_3 synthesized under optimized conditions (1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 , 1.5 h).

purity of the final product. The average concentrations were 56.76 ± 1.02 wt% Sr, 30.75 ± 0.58 wt% O, and 11.43 ± 0.38 wt% C. These values closely match the theoretical stoichiometry of SrCO_3 , and importantly, sulfur was undetectable. This confirmed the complete conversion of SrSO_4 and demonstrated that the double ion replacement technique is highly effective for product purification. The successful synthesis of phase-pure SrCO_3 with a unique platelet-like morphology makes this material suitable for a wide range of industrial applications.

Notably, the selective formation of SrSO_4 presents strategic opportunities for downstream valorization. SrSO_4 can be converted into strontium carbonate (SrCO_3) via metathesis reactions with sodium carbonate, yielding a value-added product applicable in ceramics, optical glass, and ferrite magnet manufacturing. Moreover, due to its low solubility and aqueous stability, SrSO_4 may serve as an effective immobilization medium for strontium-containing radioactive waste, providing environmental containment benefits in nuclear residue management.

3.5. Material balance of the overall process

Fig. 8 presents the scalability and industrial relevance of the proposed recovery process. A comprehensive material balance was developed by extrapolating laboratory-scale data to a 1 kg input basis. In the initial experiment, 40 g of strontium ferrite waste was subjected to acid leaching; for production-scale visualization, this was proportionally adjusted by a factor of 25. The scaled process yielded approximately 24.5 L of leachate, which served as the feedstock for subsequent metal recovery via precipitation.

The precipitation step yielded 2912.5 g of mixed hydroxide solids comprising $\text{Fe}(\text{OH})_3$, Fe_2O_3 , and Na_2SO_4 . These solids were calcined to convert the iron species into Fe_2O_3 and subsequently washed to remove residual impurities. The final yield of purified hematite pigment (Fe_2O_3) was 819.29 g. In parallel, 168.16 g of SrSO_4 , precipitated during the leaching stage, was directed to a double ion replacement reaction, producing 151.49 g of SrCO_3 powder, a commercially valuable strontium compound.

Overall, the process demonstrates the potential to convert 1 kg of magnet sludge into nearly 1 kg of high-value products, facilitating reintegration into industrial supply chains and aligning with circular economy principles.

While the proposed process effectively recovers valuable metals from the pregnant leachate, it also generates secondary waste streams that require appropriate management. The residual solution, predominantly

composed of Na^+ ions originating from sodium-based reagents (NaOH and Na_2CO_3), presents an opportunity for further valorization. Rather than being discharged, this sodium-rich effluent can be processed to recover sodium salts in solid form, thereby producing a marketable by-product. This additional recovery step not only enhances overall profitability but also contributes to wastewater minimization and supports sustainable resource utilization strategies.

3.6. Conclusion

This study successfully demonstrates a comprehensive hydrometallurgical approach for the valorization of strontium ferrite magnet waste, a challenging industrial byproduct. The investigation established an efficient and selective two-stage process to recover and transform valuable iron and strontium compounds into high-purity, value-added products.

First, the research optimized the sulfuric acid leaching process, identifying optimal conditions of $4.0 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$ at 90°C with a solid-to-liquid ratio of 40 g L^{-1} . Under these conditions, a high iron leaching efficiency of nearly 100 % was achieved, while facilitating the selective precipitation of strontium as insoluble SrSO_4 sludge. This strategic separation is the cornerstone of the process, effectively partitioning the two target metals.

Second, the study outlines a successful pathway for producing a high-purity iron oxide pigment. Iron was recovered from the leachate by pH-controlled precipitation, and the resulting ferric hydroxide was thermally converted into hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). The subsequent water-washing step was highly effective in removing residual salts, yielding a pure product with an irregular, porous morphology suitable for applications such as anti-corrosion primers.

Finally, the SrSO_4 byproduct was successfully converted into SrCO_3 via aqueous double-displacement. This conversion proceeded rapidly (1.5 h under optimized conditions) and yielded phase-pure SrCO_3 , as confirmed by the complete absence of sulfur in EDS analysis and by its characteristic platelet-like morphology. This transformation converts a low-value byproduct into a marketable material with applications in ceramics, pyrotechnics, and as a functional filler.

This work demonstrates a viable, low-energy hydrometallurgical approach for recovering high-purity $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and SrCO_3 from $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ magnet waste. By circumventing conventional multi-stage separation processes through in-situ selective precipitation, the method achieves complete resource valorization while significantly reducing energy

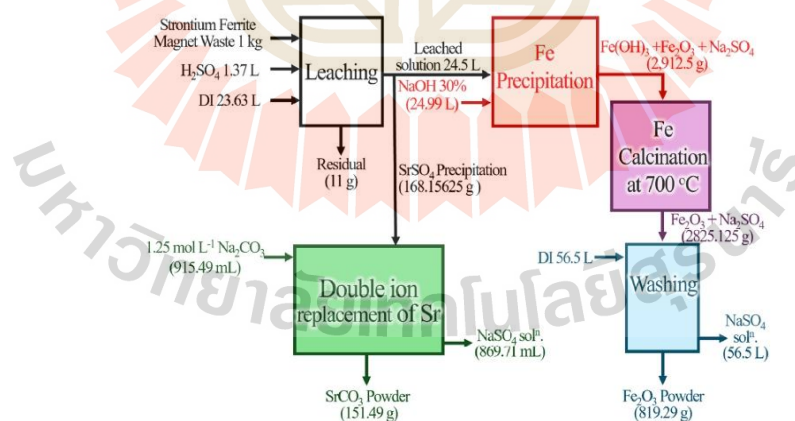


Fig. 8. Schematic representation of the overall material balance for the integrated hydrometallurgical recovery process.

consumption and operational complexity compared to pyrometallurgical routes. The simplified flowsheet and phase-pure products demonstrate strong potential for industrial-scale implementation in sustainable waste management and critical material recovery.

CRedit authorship contribution statement

Conceptualization and methodology: S.K., T.Y., T.C., C.L., and C.K.; experiments and data analysis: C.L., C.K., N.M., and S.S.; writing–original draft: C.L., and T.Y.; writing–review and editing: C.L., M.R., S.K., T.Y., and T.C.; all authors have approved the final version of the manuscript.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The authors would like to express their gratitude to the Innovative Processing and Recycling of Metals Research Center at Suranaree University of Technology, Thailand, for their support and for providing outstanding facilities and services in this study.

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2026.100507>.

Data availability

No data was used for the research described in the article.

References

- [1] A. Verma, O. Pandey, P. Sharma, Strontium ferrite permanent magnet-An overview, *Joural Indian J. Eng. Mater. Sci.* 7 (2000) 364–369.
- [2] R.C. Pullar, Hexagonal ferrites: a review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics, *Prog. Mater. Sci.* 57 (2012) 1191–1334.
- [3] C.-C. Huang, M.-C. Chen, C.-S. Liu, C.-P. Lee, Material formulation of strontium ferrite permanent magnets from phase diagrams and microstructures, *JOM J. Miner. Met. Mater. Soc.* 76 (2024) 4929–4937.
- [4] A. Gupta, P.K. Roy, Improved strontium hexaferrites: an overview of current progress in synthesis, properties, and applications, *Mater. Sci. Eng. B* 306 (2024) 117458.
- [5] The page does not list an individual author; it is published by Stanford Magnets, Common Applications of Ferrite Magnets, Stanford Magnets, 2024. <https://www.stanfordmagnets.com/common-applications-of-ferrite-magnets.html>.
- [6] Grand View Research. Permanent Magnets Market Size & Share Report, 2030. <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/permanent-magnets-industry>.
- [7] Dura Magnetics, Magnet materials comparison guide & magnetic strength and cost chart | dura magnetics. <https://www.duramag.com/techtalk/tech-briefs/magnet-materials-comparison-guide/>, 2014.
- [8] J.-M. Le Breton, Ferrite magnets: properties and applications, in: M. Pomeroy (Ed.), *Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses*, Elsevier, Oxford, 2021, pp. 206–216, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00044-8>.
- [9] A.R. Caramitu, et al., Recycled Polypropylene/Strontium ferrite polymer composite materials with electromagnetic shielding properties, *Polymers* 16 (2024) 1129.
- [10] I. Egorov, N. Egorov, S. Egorova, Recycled strontium hexaferrite powder behavior in the magneto fluidized state in dependence of the chamber fill factor, *E3S Web Conf.* 383 (2023) 04085.
- [11] M. F. de Campos, D. Rodrigues, High technology applications of barium and strontium Ferrite magnets, *Mater. Sci. Forum* 881 (2017) 134–139.
- [12] R. Bian, et al., Recycling of high-purity strontianite and hematite from strontium-bearing sludge, *ACS Omega* 5 (2020) 14078–14085.
- [13] A. Bollero, et al., Recycling of strontium Ferrite Waste in a permanent magnet manufacturing plant, *ACS Sustain. Chem. Eng.* 5 (2017) 3243–3249.
- [14] Magma Magnets for automotive industry. *Magma Magnetic Technol.* <https://www.magmamagnets.com/magnets-in-automotive-industry/>.
- [15] R.C. Pullar, W. Hajjaji, J.S. Amaral, M.P. Seabra, J.A. Labrincha, Magnetic properties of ferrite ceramics made from wastes, *Waste Biomass Valoriz.* 5 (2014) 133–138.
- [16] Stanford magnets, Classification and characteristics of ferrite magnets | stanford magnets. <https://www.stanfordmagnets.com/classification-and-characteristics-of-ferrite-magnets.html>, 2024.
- [17] Okon Recycling, What are ferrite magnets and why is proper disposal important? Okon Recycling (2024). <https://www.okonrecycling.com/magnet-recycling-and-applications/sustainability-and-magnets/ferrite-magnets-proper-disposal/>.
- [18] Acro Mag System, How to deal with the waste of ferrite magnets? - blog, Acro Mag System (2025). <https://www.acromagsystems.com/blog/how-to-deal-with-the-waste-of-ferrite-magnets-8319.html>.
- [19] Jaume, Magnet waste and its environmental impact, *MagnetPlastic.com*, <https://magnetplastic.com/en/magnets/magnet-waste-and-its-environmental-impact/>, 2025.
- [20] Hydrometal Tech, What is the difference between hydrometallurgical and pyrometallurgical process, *Hydrometal Tech*, <https://hydrometaltch.com/post/what-is-the-difference-between-hydrometallurgical-and-pyrometallurgical-process/>, 2024.
- [21] M. Simoni, et al., Towards the circularity of the EU steel industry: modern technologies for the recycling of the dusts and recovery of resources, *Metals* 14 (2024) 233.
- [22] S.A. Mvokwe, O.O. Oyedele, M.A. Agoro, E.L. Meyer, N. Rono, A critical review of the hydrometallurgy and pyrometallurgical recovery processes of Platinum group metals from end-of-life fuel cells, *Membranes* 15 (2025) 13.
- [23] A. Priya, S. Hait, Comparative assessment of metallurgical recovery of metals from electronic waste with special emphasis on bioleaching, *Environ. Sci. Pollut. Res.* 24 (2017).
- [24] M. Laubertová, O. Velgosa, M. Sisol, T. Vindt, Study of hydrometallurgical treatment of metal-bearing material from environmental burdens containing iron, chromium, nickel, and cobalt, *Minerals* 14 (2024) 968.
- [25] C.K. Gupta, T.K. Mukherjee, *Hydrometallurgy in Extraction Processes*, CRC Press, 1990.
- [26] J.E. Dutrizac, J.L. Jambor, Jarosites and their application in hydrometallurgy, *Rev. Mineral. Geochem.* 40 (2000) 405–452.
- [27] Chemis. Strontium Carbonate – Essential for Ceramics, Fireworks, and electronics, *Chemis*, <https://chemis.com/product/strontium-carbonate/>, 2024.
- [28] Iron oxide red: technological innovation and application prospects behind the brilliant colors - ZHONGLONG MATERIALS LIMITED. <https://www.zpigments.com/iron-oxide-red-technological-innovation-and-application-prospects-behind-the-brilliant-colors/>, 2024.
- [29] M.O.S. Chowdhury, D. Talan, From waste to wealth: a circular economy approach to the sustainable recovery of rare Earth elements and battery metals from mine tailings, *Separations* 12 (2025) 52.
- [30] A. Fakhrurozi, Y. Wang, W. Liu, Y. Wang, Enhancing aluminum recovery from high-pressure acid leaching residues: a pathway to high-purity γ -Al₂O₃ catalyst production | *Journal of sustainable metallurgy, J. Sustain. Metall.* 11 (2025) 2424–2437.
- [31] L. Tao, et al., Leaching of iron from copper tailings by sulfuric acid: behavior, kinetics and mechanism, *RSC Adv.* 11 (2021) 5741–5752.
- [32] The use of acid leaching to recover metals from tailings, A Review (2023). <https://www.mdpi.com/2075-4701/13/11/1862>.
- [33] E.B. D. B. D. Leaching of metals from hydrometallurgical residue by Sulfuric Acid, *Asp. Min. Miner. Sci.* 1 (2018) 1–6.
- [34] E.B. D. Leaching of metals from hydrometallurgical residue by sulfuric acid, *Asp. Min. Miner. Sci.* 1 (2018).
- [35] K. Binnemans, P.T. Jones, A. Manjón Fernández, V. Masquer Torres, Hydrometallurgical processes for the recovery of metals from steel industry by-products: a critical review, *J. Sustain. Metall.* 6 (2020) 505–540.
- [36] P.L. Brown, C. Ekberg, H. Ramebäck, H. Hedström, A. Matyskin, Solubility of radium and strontium sulfate across the temperature range of 0 to 300 °C, in: B. J. Merkel, A. Arab (Eds.), *Uranium - past and Future Challenges*, Springer International Publishing, Cham, 2014, pp. 553–564, https://doi.org/10.1007/978-3-319-11059-2_63.
- [37] M.D.S. Burth, M. Poulain, P. Cézac, L. Casás, Assessing jarosite kinetic dissolution rates at acidic conditions and different temperatures, *Minerals* 15 (2025) 965.
- [38] H.-R. Chen, et al., Reductive dissolution of jarosite by inorganic sulfur compounds catalyzed by *Acidithiobacillus thiooxidans*, *Hydrobiologia* 212 (2022) 105908.
- [39] A.M. Trueman, R.W. Fitzpatrick, L.M. Mosley, M.J. McLaughlin, Exploring passivation-based treatments for jarosite from an acid sulfate soil, *Chem. Geol.* 561 (2021) 120034.
- [40] W. Zhang, Y. Yu, Z. Yi, Controllable synthesis of SrCO₃ with different morphologies and their co-catalytic activities for photocatalytic oxidation of hydrocarbon gases over TiO₂, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 5106–5116.
- [41] L. Guo, M. Chen, Y. Chen, T. Shi, Analysis on Mg/SrCO₃ and Mg/Ba(ClO₃)₂ composition spectrum, *AIP Conf. Proc.* 1890 (2017) 040099.
- [42] E. Alimolammudi, S. Shebani, A. Aitai, Preparation of nano-structured strontium carbonate from Dast-e kavir celestite ore via mechanochemical method, *J. Ultrafine Grained Nanostruct. Mater.* 51 (2018) 147–152.
- [43] D. Bingöl, S. Aydoğan, S.K. Bozbaş, Production of SrCO₃ and (NH₄)₂SO₄ by the dry mechanochemical processing of celestite, *J. Ind. Eng. Chem.* 18 (2012) 834–838.
- [44] Y. Xu, X. Zhong, Y. Li, J. Liu, Morphology-controllable self-assembly of strontium carbonate (SrCO₃) crystals under the action of different regulators, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 30 (2019) 21150–21159.



Tin oxide nanoparticle extraction from waste solder dross via low-temperature hydrometallurgical process

Tanongsak YINGNAKORN¹, Sirunya SOMLA¹, Thanapon CHANDAKHIAW¹, Ethan CHEUNG², and Sakhob KHUMKO^{1,*}

¹ School of Metallurgical Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand

² School of Chemistry, University of Leicester, Leicester, LE1 7RH, United Kingdom

*Corresponding author e-mail: sakhob@sut.ac.th

Received date:
19 October 2024

Revised date:
27 March 2025

Accepted date:
14 May 2025

Keywords:

SnO₂;
Nanoparticles;
Tin oxide nanoparticles;
Solder dross;
Hydrometallurgy

Abstract

This study proposes a hydrometallurgical approach to valorising industrial waste by producing SnO₂ nanoparticles (NPs) from waste solder dross obtained by skimming off of tin solder baths from electronic dipping processes. The process involves leaching the dross with aqueous hydrochloric acid solution and hydrogen peroxide, followed by precipitation with ammonium hydroxide and purification with aqueous nitric acid solution. The optimised leaching conditions were determined to be 4 mol·L⁻¹ HCl, 11% v/v H₂O₂, 25°C, and a leaching time of 15 min. SnO₂ NPs were successfully precipitated at pH 4 using 25% v/v NH₄OH and purified with 1 mol·L⁻¹ HNO₃. The whole process was able to recover nearly 100% of tin from waste solder dross as SnO₂ NPs, with a high purity of 99.5% and a particle size distribution of ca. 2 nm to 7 nm. The overall material balance and the simple cost of the process were evaluated to provide an idea of the economic viability and the possibility of scaling up the method detailed in this work.

1. Introduction

Tin-based solder alloys, renowned for their desirable properties, such as excellent electrical conductivity, high corrosion resistance, mechanical strength, affordability, and low melting point, have widespread application in bonding workpieces and metals, particularly in the electronics industry [1,2]. These alloys are broadly categorised into two main groups: lead-containing (Sn-Pb) solder and lead-free solder. However, the environmental and health concerns associated with lead exposure led to the prohibition of traditional lead-based solder by the European Union (EU) in July 2006. Subsequently, the Restriction of Hazardous Substances (RoHS) directive mandated the phase-out of lead in electronic products [3]. This regulatory framework has also been used in numerous countries, including China, Japan, South Korea, and the United States, to mitigate the risks caused by lead-containing solder [1,4]. As a result, the development of lead-free solder alternatives became imperative. Typical compositions of lead-free tin-based solders include Sn-Bi-Ag, Sn-Bi, Sn-Zn, Sn-Ag-Cu, Sn-Cu, and Sn-Zn-Bi, which often exhibit properties comparable to their lead-containing solder [4-6].

These lead-free tin-based solders are primarily used in dip soldering; a simple process in which electronic components are submerged in a molten solder bath for joining. The large surface area of the molten solder bath is exposed to air at high temperatures of 260°C to 270°C, forming a solder oxide layer on the surface [7]. This oxide layer, known as 'dross', is periodically skimmed off to keep the solder clean of any impurities [7,8]. Dross typically contains 60 wt% to 90 wt% of valuable

metals such as tin, copper, and silver in their oxide forms, depending on the composition of the solder alloy [7].

Many studies have focused on the recovery of these valuable metals from dross through various metallurgical techniques, including pyrometallurgy, hydrometallurgy, and electrometallurgy. One commonly employed method for recovering solder metals from dross is carbothermic reduction. In this process, the dross is mixed with a carbon source, such as coke, graphite, or calcium carbonate, and heated to temperatures exceeding 600°C [8,9]. This reaction reduces the metal oxides to their metallic form, resulting in a molten metal phase. However, this process often generates a second dross that requires further treatment. Both the original dross collected from the solder bath and the secondary dross produced during the recovery process can be further treated using hydrometallurgical and electrometallurgical methods to extract valuable metals. For instance, the waste solder can be leached using nitric acid (HNO₃) or hydrochloric acid (HCl) [8,10-12]. The resulting solution can then be treated to separate silver or silver compounds through selective leaching, precipitation, or cementation techniques. Subsequently, copper and tin can be recovered from the solution using electrowinning processes [11,12].

Tin exhibits two common oxidation states, divalent (Sn²⁺) and tetravalent (Sn⁴⁺). This dual valency leads to forming two primary oxides: stannous oxide (SnO) and stannic oxide (SnO₂). While both oxides are possible, SnO₂ is thermodynamically more stable [13,14] and can be used in many different applications, such as antimicrobial, anti-oxidant, lithium batteries, solar panels, supercapacitors, catalysis, gas sensors, and cleaning agents. SnO₂ can also be produced into nano-

particles (NPs) through various synthetic routes that are utilised in literature and industry. These SnO_2 NPs share many similar applications to their bulk form, such as use in electronics, solar panels, and catalysis [13,15,16]. For example, SnO_2 NPs can be synthesised via precipitation methods using precursors like $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ or $\text{SnCl}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and precipitating agents such as NH_4OH or NaOH [14,17]. These approaches allow for the production of nanoparticles with sizes ranging from 2 nm to 25 nm [18–21]. Therefore, this study proposes a novel approach and aims to synthesise valuable SnO_2 NPs from industrial lead-free solder dross, a waste product of electronic dipping processes. The proposed method involves leaching tin from the solder dross followed by SnO_2 NP precipitation using various precipitating agents, including NH_4OH and NaOH . While the raw material contains impurities such as copper and zinc, these metals will be removed during the processing steps.

2. Experimental

2.1 Materials

The waste solder dross obtained from dip soldering baths for the electric wire dipping process was provided by a company in Thailand. The chemicals used in this study were hydrochloric acid (commercial HCl, ITALMAR, 35%), hydrogen peroxide (H_2O_2 , QRE^c, 35%), ammonium hydroxide (NH_4OH , ITALMAR, 25% commercial grade), and sodium hydroxide (NaOH , RCL Labscan, 99%).

2.2 Synthesis of SnO_2 nanoparticles

As depicted in Figure 1, the raw lead-free solder dross material (1 kg) was subjected to a leaching process using aqueous solutions of hydrochloric acid at a 0.1 solid to liquid (S/L) ratio of the tin solder dross to aqueous solutions of hydrochloric acid with varying concentrations ($0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ to $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$), hydrogen peroxide volume ratios (5% to 12% v/v), temperatures (25°C to 90°C), and leaching durations (5 min to 120 min). All experimental conditions were stirred with a head stirrer. The optimal conditions were then employed for the precipitation of SnO_2 NPs. Ammonium hydroxide (25%) and sodium hydroxide ($1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) were compared as precipitating agents with different pH values. The precipitated nanoparticles were separated via centrifugation (5 min at 8,000 rpm), followed by washing with reverse osmosis (RO) water (0.1 S/L ratio) and drying (24 h at 60°C). To ensure the purity of the nanoparticles, a meticulous process of removing copper contamination was undertaken. This involved leaching the nanoparticles with nitric acid aqueous solution ($1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 0.1 S/L ratio), followed by centrifugation (5 min at 8,000 rpm) and washing with RO water (0.1 S/L ratio). A final centrifugation step (5 min at 8,000 rpm) was performed prior to drying (24 h at 60°C).

2.3 Instrumentation (Characterisation)

Wavelength-dispersive X-ray fluorescence (WD-XRF) analysis was performed using a Panalytical AXIOS MAX instrument. Solid tin solder dross samples were ground into fine particles and analysed under the control of SuperQ software. X-ray diffraction (XRD) patterns were acquired using a Bruker D2 PHASER X-ray generator operating at 30 kV and 10 mA. DIFFRAC.SUITE software was employed for instrument control. Samples were prepared in polymethyl methacrylate (PMMA) specimen holders and scanned over a 2θ range of 10° to 90° with a step size of 0.02° . Scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analysis of the samples was conducted using a JEOL JSM-6010LV instrument operating at 10 kV to 15 kV and a spot size of 35 nm. The morphology and elemental mapping were assessed using InTouchScope™ software for image acquisition and INCAEnergy EDS software for chemical analysis. The NP size was analysed by a Talos F200X G2 (Thermo Scientific) transmission electron microscopy (TEM) with an accelerating voltage of 200 kV. The initial sample was added in 1 mL of ethanol and distributed as a colloidal suspension in an ultrasonic bath, followed by dropping onto a copper grid, which was dried in a desiccator cabinet overnight before analysing with TEM. Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES) was utilised for the elemental analysis of solutions. Prior to analysis, samples were diluted with 2% nitric acid to ensure analyte concentrations were within the calibration range of 0.05 ppm to 10 ppm.

3. Results and discussion

The waste solder dross generated in this study, as depicted in Figure 2(a), primarily consists of Sn (86.52 wt%), O (9.54 wt%), Cu (2.56 wt%) and Zn (0.79 wt%), with trace amounts of Cl detected through the SEM-EDS analysis presented in Figure 2(b). The presence of Cu in the waste solder dross is likely attributed to contamination from the dipping process of copper electric wires. This raw solder dross material served as the feedstock for the hydrometallurgical process developed in this study, aimed at recovering tin and synthesising SnO_2 NPs.

Hydrochloric acid (HCl) is an extensive reagent in various industrial sectors, such as metallurgy, woodworking, textile dyeing, and petroleum processing [22,23]. Given its potential to leach metals such as tin and copper, we employed an aqueous HCl solution as a suitable medium for the waste solder dross leaching [12,24]. Concurrently, hydrogen peroxide, a potent oxidant with minimal toxicity at low concentrations, was employed as a reactive additive to enhance the leaching process [25]. To optimise the leaching efficiency of solder dross in HCl aqueous solutions, the influence of various parameters was investigated (Figure 3).

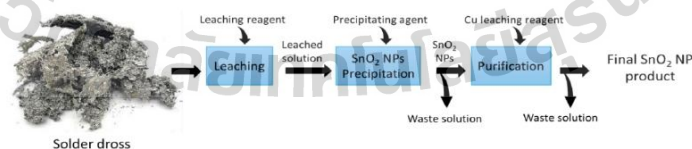


Figure 1. Schematic diagram showing the experimental procedure applied in this study to produce tin oxide nanoparticles from waste lead-free solder dross.

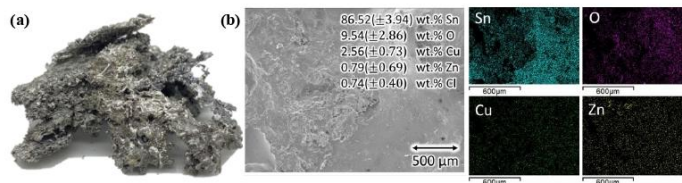


Figure 2. (a) Image of the raw tin solder dross material and (b) SEM-EDS images of raw tin solder dross material used in this study (see Figure S1 for full mapping version).

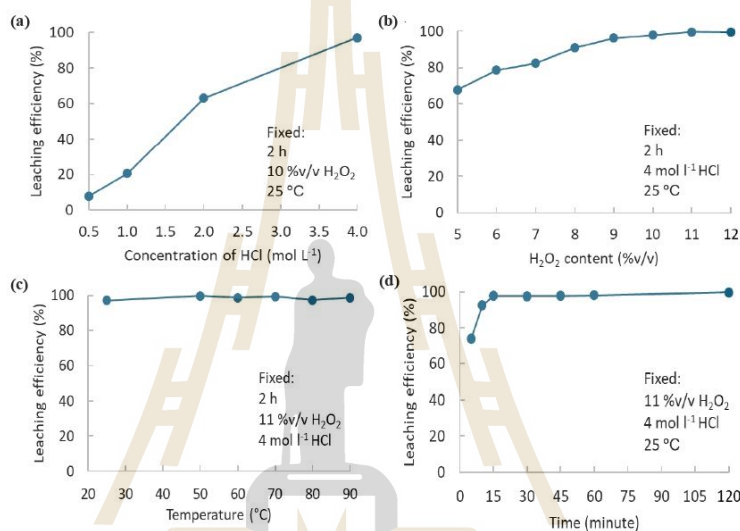


Figure 3. Effect of increasing (a) HCl concentration, (b) H₂O₂ volume, (c) temperature, and (d) time on waste solder dross leaching in HCl aqueous solutions at a 0.1 S/L ratio of tin solder dross to HCl aqueous solution.

Leaching efficiency was determined by comparing the residual mass after leaching to the initial mass of the solder dross for all conditions. The effect of HCl concentration on leaching efficiency was evaluated at a fixed 0.1 S/L ratio of tin solder dross to HCl aqueous solution, with an addition of 10% v/v H₂O₂ reducing agent, a temperature of 25°C, and a leaching time of 2 h (Figure 3(a)). A strong positive correlation between HCl concentration and leaching efficiency is observed, leading to the selection of a 4 mol·L⁻¹ HCl concentration for further experiments. Subsequently, the impact of H₂O₂ concentration was examined (Figure 3(b)). While increasing H₂O₂ concentration initially improves leaching efficiency, a plateau is reached at 11% v/v, indicating near-complete leaching. Therefore, 11% v/v H₂O₂ is chosen for subsequent experiments. The effect of temperature on leaching efficiency was then evaluated (Figure 3(c)). Despite an initial increase in efficiency with higher temperatures, no significant changes are observed beyond 25°C, likely due to the already high leaching efficiency and thus, the temperature remains unchanged at 25°C for the following experiments. Finally, the influence of leaching time was investigated (Figure 3(d)). Results indicated that a leaching time of 15 min is

sufficient to achieve optimal efficiency. Based on these findings, the optimised leaching conditions for solder dross were determined to be 4 mol·L⁻¹ HCl, 11% v/v H₂O₂, 25°C, and a leaching time of 15 min at a 0.1 S/L ratio of solder dross sample to HCl aqueous solution.

To precipitate SnO₂ NPs from the leached solution, NH₄OH (25%) and NaOH (1 mol·L⁻¹) aqueous solutions were employed as precipitating agents. The leached solution contains ca. Sn (86,000 mg·L⁻¹), Cu (1,200 mg·L⁻¹), and trace amounts (lower than 100 mg·L⁻¹) of other metals such as Zn, Fe, and Al at a pH of nearly 0. The effects of pH on metal ion concentrations in solution and the characteristics of the precipitated powder were evaluated (Figure 4). The NH₄OH and NaOH (1 mol·L⁻¹) aqueous solutions were added to adjust the pH, and the resulting solutions were analysed using ICP-OES. The precipitated powders were characterised by XRD after centrifugation, rinsing with RO water, and drying. As demonstrated in Figure 4(a), the tin metal ion is shown to have near 100% precipitation from the leached solution by adjusting the pH to 4 using a 25% v/v NH₄OH solution. The resulting precipitate was characterised as SnO₂ by XRD analysis (Figure 4(c)). While this method effectively selectively precipitated

tin from the solution, it also precipitated a small portion of the copper ions (zinc is not significantly precipitated at pH 4 in this step, as shown in Figure S2). Consequently, a subsequent purification step was necessary to isolate pure tin nanoparticles. Additionally, precipitation at higher pH values is deemed unnecessary due to the presence of SnO peaks (see Figure S3 for more details) in the XRD patterns (Figure 4(c)) and dark-grey colour caused by the increased presence of SnO [26], which are undesirable for tin oxide nanoparticle applications due to lower stability and electronic bandgap [13,14,27]. Moreover, increasing the pH requires a larger volume of the precipitation agent.

Alternatively, precipitation using NaOH solution (1 mol L^{-1}) could also be employed to remove tin ions from the leached solution (Figure 4(b)). However, this method necessitated a significantly larger volume of NaOH solution to achieve complete precipitation of tin. For instance, ca. 285% v/v of NaOH solution was required to precipitate SnO₂ NPs at pH 3 (Figure 4(b) and Figure 4(d)) with nearly 100% efficiency, which is significantly higher than the volume of NH₄OH solution required for the same precipitating process. This increased consumption of NaOH is undesirable from a process efficiency standpoint due to the generation of secondary solution waste. Given these considerations, precipitation with NH₄OH solution at pH 4 was selected for further investigation.

Next, we successfully purified the SnO₂ NPs contaminated with copper using HNO₃ aqueous solutions. While tin oxides are insoluble in HNO₃ aqueous solutions, this reagent is known for its effectiveness in Cu leaching [11,28]. Consequently, this study employed a 1 mol L^{-1} HNO₃ aqueous solution as a selective leaching agent for Cu removal. The process, visually indicated by a colour change from the original solution to a vibrant blue (a characteristic of Cu nitrate) [29], is completed within ca. 6 h. This step effectively removes the copper impurity, significantly enhancing the purity of the SnO₂ NPs for its potential applications. The nanoparticles are then separated from the solution through centrifugation (5 min, 8,000 rpm) and dried. The removal of copper resulted in a noticeable colour change from bright yellow to milky white, and no significant change occurred to the SnO₂ NP structure before and after Cu removal, as depicted in the XRD patterns shown in Figure 5(a). The morphological characteristics of the purified SnO₂ NPs are examined using SEM and TEM (Figure 5(b-c)), revealing a particle size distribution of 3.24 nm (see size distribution in Figure S4) with lattice fringes spacing ca. 3.3 Å, corresponding to the c axis dimension of rutile structured SnO₂ [30]. The WD-XRF analysis is conducted to determine the chemical composition of the SnO₂ NPs before and after the copper removal process (Table 1). The Sn:O atomic ratio is 1:2, which is relative to the SnO₂ structure

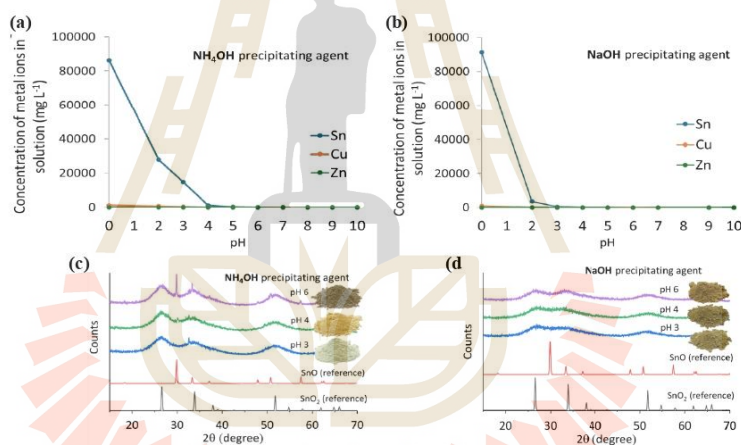


Figure 4. The concentration of SnO₂ NPs precipitated from the metal ion solution was measured at different pH levels by varying the addition of (a) NH₄OH and (b) NaOH solution. XRD patterns of the recovered nanopowder produced from the precipitating agents (c) NH₄OH and (d) NaOH.

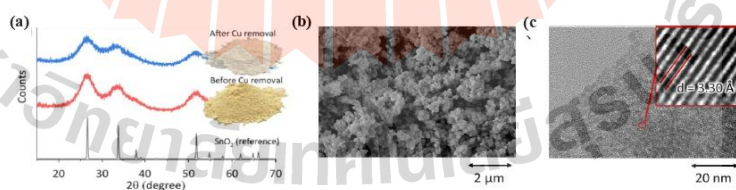


Figure 5. Characterisation of the SnO₂ NPs before and after 1 mol L^{-1} HNO₃ treatment. (a) XRD patterns and images of the SnO₂ nanoparticles before and after copper removal. (b), and (c) present the morphological characteristics of the final SnO₂ NP product (post-copper removal) by SEM and TEM, respectively.

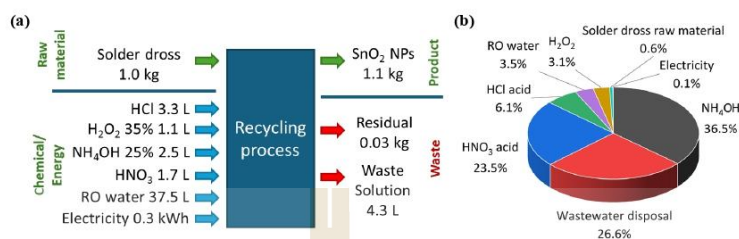


Figure 6. Charts of (a) overall input and output, and (b) cost percentage of the process (calculated from prices of chemicals and energy; see Table S1 for more details).

Table 1. Chemical composition of SnO₂ NPs before and after the copper removal (WD-XRF analysis).

Element	Element content (wt.%)	
	Precipitated SnO ₂ NPs with NH ₄ OH	SnO ₂ NPs after Cu removal
Sn	67.86 (±1.31)	78.42 (±0.05)
O	22.28 (±2.75)	21.14 (±0.01)
Cl	8.51 (±1.07)	0.13 (±0.10)
Cu	0.96 (±0.25)	0.085 (±0.02)
Zn	-	-
Fe	0.14 (±0.08)	0.025 (±0.01)
Al	0.035 (±0.01)	0.08 (±0.03)
Si	0.125 (±0.05)	0.1 (±0.01)
Other	0.11 (±0.06)	0.03 (±0.01)

determined from the wt% of Sn and O from the WD-XRF result. The results indicated a remarkable purity of ca. 99.5% for the final SnO₂ NP product. Overall, the tin recovery yield from the initial solder dross was approximately 99.7%, calculated by comparing the wt% of tin in the final product and initial raw material.

Figure 6(a) provides a comprehensive overview of the recycling process, detailing the input and output materials. The process started with 1 kg of tin solder dross and yielded 1.1 kg of SnO₂ nanoparticles. A detailed breakdown of the chemical reagents employed in each step can be found in Figure S5. A cost analysis presented in Figure 6(b), highlights the significant financial implications of the recycling process. The primary expense was the chemicals used (ca. 72.7% of the total cost), followed by the disposal of secondary waste solutions (ca. 26.6%). It is important to note that equipment and worker costs were not included in this analysis. As anticipated, the hydrometallurgical process was dominated by the costs associated with chemicals and waste disposal. The material balance and preliminary cost analysis presented here can serve as a valuable foundation for estimating revenue and profit for scaling up the process to industrial levels. The hydrometallurgical synthesis of SnO₂ NPs presents a potentially advantageous alternative to conventional carbothermic reduction that requires high-temperature smelting (900°C to 1400°C), reduces stannic oxide to crude metal tin, generating slag and necessitating subsequent electrolytic refining for purification [31-33]. In contrast, hydrometallurgical routes offer near-ambient temperature operation and selective metal leaching. However, a critical consideration is the generation of aqueous waste streams, necessitating either rigorous disposal protocols or implementing effective metal recovery strategies to minimise environmental impact and maximise resource utilisation.

Additionally, The waste solution obtained after the purification process in this study exhibits substantial copper concentrations, presenting an opportunity for resource recovery. Specifically, the copper-rich solution may be subjected to further processing to yield value-added products. For instance, synthesising copper sulfate crystals, a compound with diverse applications spanning agriculture, electronics, water infrastructure, and healthcare, is a viable route [33]. Alternatively, electrochemical extraction via electrowinning offers a pathway to produce high-purity metallic copper [34,35].

4. Conclusions

This study presents a low-temperature hydrometallurgical process for producing SnO₂ NPs from waste solder dross obtained from a dipping bath process. The method involves a three-step approach: leaching with HCl aqueous solution and H₂O₂ followed by precipitation with NH₄OH and subsequent purification with HNO₃ aqueous solution for Cu removal. The optimised leaching conditions were determined to be 4 mol·L⁻¹ HCl, 11% v/v H₂O₂ at 25°C for 15 min. Precipitation of SnO₂ NPs was achieved at pH 4 using NH₄OH, followed by Cu removal by leaching with a 1 mol·L⁻¹ HNO₃ aqueous solution for 6 h. This resulted in approximately 99.7% recovery of tin as SnO₂ NPs with a purity of 99.5%. A preliminary cost analysis revealed that the primary expenses were associated with chemicals and waste disposal, accounting for 72.7% and 26.6% of the total cost, respectively. The proposed hydrometallurgical process offers an economically viable solution for recovering valuable metals from waste solder dross, contributing to a circular economy and generating a new product from an electronic process.

Acknowledgements:

The authors would like to thank the Department of Primary Industries and Mines, Thailand for funding and collaboration. Furthermore, the authors acknowledge support from the Innovative Processing and Recycling of Metals Research Center (IPRMC), Suranaree University of Technology, Thailand.

References

- [1] N. Kumar, and A. Maurya, "Development of lead free solder for electronic components based on thermal analysis," *Materials Today: Proceedings*, vol. 62, pp. 2163-2167, 2022..
- [2] P. D. Sonawane, V. K. Bupesh Raja, K. Palanikumar, E. A. Kumar, N. Aditya, and V. Rohit, "Effects of gallium, phosphorus and nickel addition in lead-free solders: A review," *Materials Today: Proceedings*, vol. 46, pp. 3578-3581, 2021.
- [3] S. Jayesh, and J. Elias, "Experimental investigation on the effect of Ag addition on ternary lead free solder alloy –Sn–0.5Cu–3Bi," *Metals and Materials International*, vol. 26, no. 1, pp. 107-114, 2020.
- [4] S. Cheng, C.-M. Huang, and M. Pecht, "A review of lead-free solders for electronics applications," *Microelectronics Reliability*, vol. 75, pp. 77-95, 2017.
- [5] A. K. Gain, and L. Zhang, "Growth mechanism of intermetallic compound and mechanical properties of nickel (Ni) nanoparticle doped low melting temperature tin–bismuth (Sn–Bi) solder," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 27, no. 1, pp. 781-794, 2016.
- [6] M. Sarkar, F. Gulshan, A. R. M. H. Rashid, and M. Hasanzaman, "A review of TiO₂-nanoparticle reinforced lead-free solder composites used in electronic components soldering," in *Encyclopedia of Materials: Electronics*, A. S. M. A. Haseeb Ed. Oxford: Academic Press, 2023, pp. 456-463.
- [7] H. M. Henao, C. Masuda, and K. Nogita, "Metallic tin recovery from wave solder dross," *International Journal of Mineral Processing*, vol. 137, pp. 98-105, 2015.
- [8] I. García-Díaz, F. J. Alguacil, and F. A. López, "Tin and silver recovery from wave soldering dross," *Waste Management & Research*, vol. 36, no. 12, pp. 1201-1209, 2018.
- [9] Z. Harangi, "Extraction of tin from oxidised soldering dross by carbothermic reduction and acid leaching," *Materials Science and Engineering*, vol. 39, 2014.
- [10] S.-h. Lee, K. Yoo, M. K. Jha, and J.-c. Lee, "Separation of Sn from waste Pb-free Sn–Ag–Cu solder in hydrochloric acid solution with ferric chloride," *Hydrometallurgy*, vol. 157, pp. 184-187, 2015.
- [11] K. Yoo, J.-C. Lee, K.-S. Lee, B.-S. Kim, M.-S. Kim, and B. D. Pandey, "Recovery of Sn, Ag and Cu from waste Pb-free solder using nitric acid leaching," *Materials Transactions*, vol. 53, no. 12, pp. 2175-2180, 2012.
- [12] S. Kim, J.-c. Lee, K.-s. Lee, K. Yoo, and R. D. Alorro, "Separation of tin, silver and copper from waste pb-free solder using hydro-chloric acid leaching with hydrogen peroxide," *Materials Transactions*, vol. 55, no. 12, pp. 1885-1889, 2014.
- [13] M. A. Dheyab, A. A. Aziz, M. S. Jameel, and N. Oladzadabbasabadi, "Recent advances in synthesis, modification, and potential application of tin oxide nanoparticles," *Surfaces and Interfaces*, vol. 28, p. 101677, 2022.
- [14] S. Arya, M. Riyas, A. Sharma, B. Singh, Prema, P. Bandhoria, S. Khan, and V. Bharti, "Electrochemical detection of ammonia solution using tin oxide nanoparticles synthesised via sol–gel route," *Applied Physics A*, vol. 124, no. 8, p. 538, 2018.
- [15] S. R. Mishra, and M. Ahmaruzzaman, "Tin oxide based nano-structured materials: synthesis and potential applications," *Nanoscale*, vol. 14, no. 5, pp. 1566-1605, 2022.
- [16] P. Liu, and V. Sivakov, "Tin/Tin oxide nanostructures: Formation, application, and atomic and electronic structure peculiarities," *Nanomaterials*, vol. 13, no. 17, p. 2391, 2023.
- [17] J. Kharbanda, and R. Priya, "Synthesis and applications of tin oxide nanoparticles: An overview," *Materials Today: Proceedings*, vol. 68, pp. 916-921, 2022.
- [18] J. Mayandi, M. Marikkannan, V. Ragavendran, and P. Jayabal, "Hydrothermally synthesised Sb and Zn doped SnO₂ nanoparticles," *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 2, pp. 707-710, 2014.
- [19] O. A. Fouad, G. Glaspell, and M. S. EL-Shall, "Structural, optical and gas sensing properties of ZnO, SnO₂ and ZTO nanostructures," *Nano*, vol. 05, no. 04, pp. 185-194, 2010.
- [20] M. Kandasamy, A. Seetharaman, D. Sivasubramanian, A. Nithya, K. Jothivnkatachalam, N. Maheswari, M. Gopalan, S. Dillibabu, and A. Eftekhari, "Ni-doped SnO₂ nanoparticles for sensing and photocatalysis," *ACS Applied Nano Materials*, vol. 1, no. 10, pp. 5823-5836, 2018.
- [21] T. Entradas, J. F. Cabrita, S. Dalui, M. R. Nunes, O. C. Monteiro, and A. J. Silvestre, "Synthesis of sub-5 nm Co-doped SnO₂ nanoparticles and their structural, microstructural, optical and photocatalytic properties," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 147, no. 3, pp. 563-571, 2014.
- [22] M. Madhumala, D. Madhavi, T. Sankarshana, and S. Sridhar, "Recovery of hydrochloric acid and glycerol from aqueous solutions in chloralkali and chemical process industries by membrane distillation technique," *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 45, no. 4, pp. 1249-1259, 2014.
- [23] C. McKinley, and A. Ghahreman, "Hydrochloric acid regeneration in hydrometallurgical processes: a review," *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, vol. 127, no. 3, pp. 157-168, 2018.
- [24] S.-k. Kim, J.-c. Lee, and K. Yoo, "Leaching of tin from waste Pb-free solder in hydrochloric acid solution with stannic chloride," *Hydrometallurgy*, vol. 165, pp. 143-147, 2016.
- [25] S. Li, J. Ma, F. Xu, L. Wei, and D. He, "Fundamental principles and environmental applications of electrochemical hydrogen peroxide production: A review," *Chemical Engineering Journal*, vol. 452, p. 139371, 2023.
- [26] S. Ghosh and S. Roy, "Effect of ageing on SnO₄(OH)₄ in aqueous medium—simultaneous production of SnO and SnO₂ nanoparticles at room temperature," *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, vol. 81, no. 3, pp. 769-773, 2017.
- [27] J. Geurts, S. Rau, W. Richter, and F. J. Schmitte, "SnO films and their oxidation to SnO₂: Raman scattering, IR reflectivity

- and X-ray diffraction studies," *Thin Solid Films*, vol. 121, no. 3, pp. 217-225, 1984.
- [28] Z. T. Ichlas, R. A. Rustandi, and M. Z. Mubarak, "Selective nitric acid leaching for recycling of lead-bearing solder dross," *Journal of Cleaner Production*, vol. 264, p. 121675, 2020.
- [29] V. P. Sankara Narayanan, S. G. Kathirason, P. Elango, R. Subramanian, S. R. and A. Gurusamy, "Emilia sonchifolia leaf extract-mediated green synthesis, characterisation, in vitro biological activities, photocatalytic degradation and in vivo Danio rerio embryo toxicity of copper nanoparticles," *RSC Advances*, vol. 13, no. 24, pp. 16724-16740, 2023.
- [30] M. Kammaoui, A. B. J. Sobrido, P. McMillan, A. E. Aliev, R. C. Pullar, J. A. Labrincha, and D. M. Tobaldi, "One-step synthesis, structure, and band gap properties of SnO₂ nanoparticles made by a low temperature nonaqueous sol-gel technique," (in eng), *ACS Omega*, vol. 3, no. 10, pp. 13227-13238, 2018.
- [31] A. Y. Fosu, D. Bartier, F. Diot, and N. Kanari, "Insight into the extractive metallurgy of tin from cassiterite," *Materials*, vol. 17, no. 13, p. 3312, 2024,.
- [32] Z. Su, Y. Zhang, B. Liu, M. Lu, G. Li, and T. Jiang, "Extraction and separation of tin from tin-bearing secondary resources: A review," *JOM*, vol. 69, no. 11, pp. 2364-2372, 2017.
- [33] S. Khumkoa, N. Ma-ud, T. Patcharawit, and T. Yingnakorn, "Tin, silver, and copper sulfate compound extraction from lead-free solder dross by reduction with petroleum coke, electrorefining, cementation, and crystallisation process," *Journal of Metals, Materials and Minerals*, vol. 34, no. 4, p. 2007, 2024.
- [34] N. Ma-ud, S. Khumkoa, P. Buahombura, W. Piyawit, T. Patcharawit, S. Thongnak, and T. Yingnakorn, "Study on recycling of galvanic sludge containing copper for pure copper production," *Journal of Material Sciences & Engineering*, vol. 8, no. 2169-0022, 2019.
- [35] T. Patcharawit, C. Kansomket, N. Wongnaree, W. Kritsrikan, T. Yingnakorn, and S. Khumkoa, "Hybrid recovery of copper and silver from PV ribbon and Ag finger of EOL solar panels," *Energy and Power Engineering*, vol. 16, no. 6, pp. 89-99, 2022.



OPEN Hydrothermal synthesis of ZnO nanoparticles from recycled ZnO obtained from electric Arc furnace dust: morphology control and applications

Sirunya Somla, Tanongsak Yingnakorn, Thanapon Chandakhiaw, Chaiyasit Longbutrsri, Loeslakkhana Sriklang & Sakhob Khumkoa✉

This study presents a sustainable, value-added approach to synthesizing high-quality zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) by utilizing ZnO recovered from industrial electric arc furnace dust (EAFD) waste. The integrated two-stage process involved selective acid leaching for precursor purification, followed by hydrothermal synthesis for morphology control. Optimized leaching using 2 M H_2SO_4 achieved a high zinc recovery rate of over 90% while effectively minimizing lead contamination. Subsequently, key hydrothermal parameters—including pH (7–12), temperature 100–200 °C, reaction time (1–24 h), and NaOH concentration (0.5–6 M)—were systematically varied. This optimization successfully produced ZnO NPs with diverse, tunable morphologies, including nanorods, nanoplates, and nanogranules. XRD confirmed the high crystallinity and phase purity (wurtzite structure), and UV-Visible spectroscopy showed a strong UV absorption with a calculated band gap of 3.34 eV. The antibacterial activity revealed that the nanoplate morphology produced a larger inhibition zone than the nanorod against both *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. These findings demonstrate the viability of upcycling industrial waste into high-performance, morphology-controlled nanomaterials, paving the way for sustainable and environmentally friendly production.

Keywords ZnO nanoparticles (NPs), Electric arc furnace dust (EAFD), Hydrothermal synthesis, Energy bandgap, Ultraviolet absorption, Antibacterial

The electric arc furnace (EAF) process is widely employed in the steel industry for its ability to precisely control the chemical composition of steel, enabling the production of high-quality products. It also allows for the use of scrap metal as a primary raw material, contributing to resource efficiency¹. However, EAF operations generate a substantial volume of filter dust from the treatment of off-gas emissions, which contains various heavy metals, including iron (Fe), zinc (Zn), lead (Pb), and cadmium (Cd)^{2,3}. Among these, zinc is present in relatively high concentrations and possesses considerable economic value, making it a prime candidate for recycling into valuable compounds such as ZnO.

Recent advancements in recycling technologies have enabled the conversion of zinc from filter dust into ZnO by feeding EAFD into a rotary kiln at a temperature of approximately 950 °C, where a reduction reaction occurs. Zinc, which has a boiling point of 907 °C, vaporizes during this process. The zinc vapor is carried upward by airflow within the kiln, where it undergoes an oxidation reaction with atmospheric oxygen, resulting in the formation of ZnO, a compound widely utilized in ceramics, rubber, paints, and other industries due to its safety, low cost, and ease of production⁴. To enhance its functional properties, ZnO is increasingly synthesized in nanoparticle form (ZnO NPs), which exhibit superior physical, chemical, and biological characteristics compared to bulk ZnO. Their nanoscale dimensions confer a high surface-to-volume ratio, which significantly enhances chemical reactivity and facilitates unique physicochemical behaviors.

ZnO NPs have attracted significant attention due to their multipurpose applications across various fields. In electronics and optoelectronics, ZnO NPs possess a wide band gap (~3.37 eV) and high exciton binding energy^{5,6}, making them highly responsive to ultraviolet light and ideal for use in UV sensors and light-emitting

School of Metallurgical Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand.
✉email: sakhob@sut.ac.th

diodes (LEDs). In environmental applications, they exhibit strong photocatalytic activity, enabling the efficient degradation of organic pollutants in wastewater, and their ability to function under natural or UV light makes them suitable for sustainable water treatment processes⁴. In agriculture, ZnO NPs enhance zinc uptake—an essential micronutrient for plant growth—and demonstrate antimicrobial properties against pathogens such as fungi and bacteria, making them valuable components in nano-fertilizers and eco-friendly plant protection agents⁵. Therefore, synthesizing ZnO NPs from recycled ZnO recovered from electric arc furnace dust (EAFD) not only adds value to industrial waste but also promotes sustainable resource utilization and supports circular economy practices.

ZnO NPs can be synthesized using various methods, including hydrothermal techniques, sol-gel, precipitation, and thermal evaporation^{6,6,8}. Each method presents distinct advantages and limitations. The sol-gel method involves transforming a solution (sol) into a solid gel, followed by drying and calcination to produce nanoparticles. This technique enables precise control over nanostructure formation^{9–11}, though it typically requires complex procedures and the use of organic solvents. The precipitation method relies on the formation of solid particles (precipitate) when two soluble salts react to form an insoluble product. It is simple and cost-effective^{12–14}, but offers limited control over particle size and morphology. Thermal evaporation utilizes heat to vaporize a solid material, which then condenses onto a substrate surface to form a thin film^{6,15,16}; however, it demands precise control over temperature, pressure, and atmospheric conditions.

The hydrothermal method, which utilizes heat and pressure in a sealed system to crystallize ZnO from precursor solutions, offers several advantages: It enables high crystallinity without the need for calcination, which is often required in other synthesis methods. Additionally, it provides precise control over particle shape and size by adjusting parameters such as pH, temperature, reaction time, and precursor concentration. The method also has minimal environmental impact due to the absence of organic solvents^{17–19}. However, its closed-system nature under high temperature and pressure limits real-time observation of reaction mechanisms, posing challenges for process monitoring. pH adjustment plays a critical role in hydrothermal synthesis, as it directly influences the precipitation of Zn(OH)₂, the precursor to ZnO formation²⁰. Sodium hydroxide (NaOH) is commonly used as a pH-adjusting agent due to its strong basicity, rapid and complete release of OH[−] ions, high purity, ease of concentration control, and minimal interference with the chemical system, since Na⁺ ions have negligible effects on chemical equilibrium²¹. Alternative bases such as potassium hydroxide (KOH) and ammonium hydroxide (NH₄OH) present limitations. KOH is more expensive and highly hygroscopic, which can lead to moisture contamination and pH instability. NH₄OH is volatile and may release ammonia gas, posing health risks without proper ventilation²¹. Therefore, NaOH is considered the optimal choice for pH adjustment in hydrothermal synthesis of ZnO NPs, offering a balance of efficiency, safety, and control over product properties.

Although numerous studies have successfully synthesized ZnO nanoparticles using various methods, such as sol-gel²², precipitation, hydrothermal, and even green synthesis^{23,24}. Most studies continue to rely on high-purity, analytical-grade precursors. This approach is inconsistent with the principles of the circular economy and efficient resource utilization.

In contrast, this study introduces a robust and sustainable strategy by valorizing ZnO recovered from EAFD and synthesizing ZnO nanoparticles through an integrated two-stage process: selective acid leaching to obtain a high-purity precursor from waste, followed by precise hydrothermal synthesis for morphology control. The novelty of this work lies in establishing systematic, finely tuned control over particle morphology (nanorods, nanoplates, nanogranules) despite starting with a chemically complex, waste-derived precursor containing residual impurities (e.g., Na, K, SO₄^{2−}) that typically disrupt crystallization kinetics. This integrated approach bridges the critical gap between industrial waste valorization and advanced nanomaterial engineering, offering a scalable pathway for sustainable production of high-performance ZnO nanoparticles tailored for applications in electronics, optoelectronics, photocatalysis, and agriculture.

Experimental Materials

The primary raw material utilized in this study is ZnO, which was derived from the recycling of EAFD by evaporation and condensation methods. The chemicals used in this research include sulfuric acid (H₂SO₄, 98%, Qrec), hydrochloric acid (HCl, 35%, Qrec), nitric acid (HNO₃, 65%, Qrec), and sodium hydroxide (NaOH, 99.5%, RCI Labscan).

Selective leaching of ZnO from the recycled EAFD

Initially, ZnO obtained from the recycling of EAFD was subjected to leaching using three types of inorganic acids: H₂SO₄, HCl, and HNO₃. The acid concentrations ranged from 0.5, 1, 2, to 4 M, with solid-to-liquid (S/L) ratios of 50, 100, 150, and 200 g/L. The experiments were conducted at room temperature (ca. 30 °C), 50 °C, and 75 °C, with leaching durations of 15, 30, 45, 60, and 120 min. These conditions were investigated to evaluate their effects on zinc leaching efficiency and the concentration of impurities in the leached solution. The experimental data were analyzed and compared to determine the optimal leaching conditions, which would serve as a precursor for the subsequent synthesis of ZnO NPs, as illustrated in Fig. 1.

Hydrothermal synthesis of ZnO NPs

The 50 mL leached solution obtained from the leaching process was adjusted to the desired pH using NaOH solutions with concentrations of 0.5, 1, 2, 4, and 6 M. The pH was controlled within the range of 7, 10, 11, and 12 to optimize the solution conditions for nanoparticle synthesis. After pH adjustment, the solution was transferred into a hydrothermal reactor with a capacity of 250 mL, typically a pressure-resistant stainless-steel autoclave lined with Teflon to prevent corrosion during the process. Once sealed, the reactor was placed in a temperature-controlled oven and subjected to hydrothermal treatment at temperatures of 100, 150, and 200 °C for durations

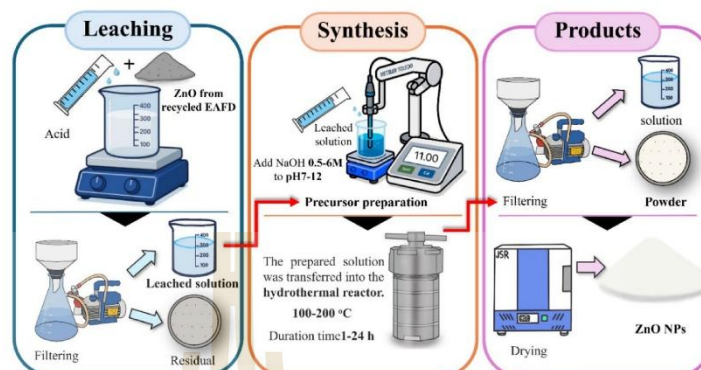


Fig. 1. Schematic diagram illustrating the synthesis process of ZnO NPs in this study.

of 1, 3, 6, 12, and 24 h. After the hydrothermal process was completed, the product was removed from the reactor and separated from the solution by vacuum filtration using Whatman No.42 filter paper. The collected solid was then dried in a hot-air oven at 90 °C for 1 h, followed by washing with distilled water to remove salts or water-soluble residues, using a solid-to-liquid ratio of 1 g per 200 mL. Finally, the material was filtered and dried again to obtain high-purity ZnO nanoparticles.

Instrumentation

In this study, various analytical instruments were employed to thoroughly characterize the material properties. The crystalline structure was examined using X-ray diffraction (XRD) with a Bruker D2 PHASER instrument, operated via DIFFRAC.SUITE software. Samples were mounted in polymethyl methacrylate (PMMA) holders and scanned over a 2θ range of 10° to 80° , with a step size of 0.02° and step time 0.2 s, to identify crystal phases and evaluate crystallinity.

The particle size distribution of the powder samples was analyzed using a HORIBA LA-950V2 laser diffraction particle size analyzer. The measurements were conducted using the wet method, in which powder samples were dispersed in deionized water (DI water) as the dispersant. To ensure complete dispersion and prevent re-agglomeration, the suspension was subjected to ultrasonication for 2 min. Particle size was determined by the instrument's software based on light scattering data, using a refractive index of 2.0 for ZnO.

Surface morphology and chemical composition were investigated using a Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS), model JEOL JSM-6010LV, operated at an accelerating voltage of 10–15 kV and paired with INCA Energy software for elemental analysis. Additionally, high-resolution imaging and detailed compositional analysis were performed using a field emission scanning electron microscope (FESEM), model Carl Zeiss Auriga, operated at 3 kV and equipped with an Ultimex 100 EDS system from Oxford Instruments. SEM images were further analyzed using ImageJ software to quantitatively assess particle size and distribution.

The chemical composition of the leached solution was determined using Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES), model PerkinElmer Optima 8000, with samples diluted in 3% nitric acid to ensure that concentrations fell within the calibration range of 0.05–10 ppm.

UV-Visible characterization

The optical properties of the synthesized ZnO NPs were analyzed using a UV-Visible Spectrophotometer (UV-VIS/Cary 300). Substances can be analyzed based on their light absorption in the ultraviolet (UV) and visible (VIS) regions of the spectrum. The results are typically presented as absorbance or percent transmittance (%T). Absorbance spectra were recorded over 200–800 nm to determine the light-absorption characteristics and the absorption edge (λ). The absorption edge is the wavelength range where a material begins to absorb light significantly, corresponding to the electronic transition from the valence band to the conduction band. In the absorbance versus wavelength (λ) plot, this is observed as a sharp increase in absorbance at a specific λ , marking the absorption edge. The energy band gap (E_g) of the samples was calculated from the absorption edge using the following Eqs^{25–27}:

$$E_g = hc/\lambda$$

where h is Planck's constant (6.63×10^{-34} J-s), c is the speed of light (3.00×10^8 m/s), and

λ is the absorption edge wavelength. The calculated band gap values were then compared to established literature values²⁸.

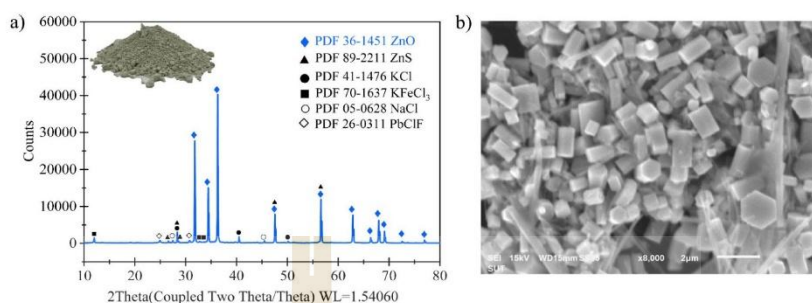


Fig. 2. Characterization of the ZnO raw material: (a) XRD pattern and (b) morphology analyzed by SEM.

Sample	Elements (wt%)							
	Zn	Na	K	Pb	S	Si	Fe	Others
Raw material	65.50	3.42	2.94	0.96	0.48	0.11	0.04	26.52

Table 1. Elemental composition of the ZnO Raw material, analyzed using ICP-OES.

Antibacterial activity

The antibacterial performance of ZnO NPs, specifically nanorods and nanoplates, was evaluated using the agar well diffusion method against *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) and *Escherichia coli* (*E. coli*), representing Gram-positive and Gram-negative bacterial strains, respectively. Each strain, at a concentration of approximately 10^7 CFU/mL, was uniformly inoculated onto nutrient agar (NA) plates (HiMedia). Wells with a diameter of 8.8 mm were created using the broad end of a micropipette tip. A quantity of 50 mg of ZnO nanoparticles (ZnO NPs) was weighed using an analytical balance with a precision of four decimal places. The weighed nanoparticles were then mixed with 1 mL of distilled water in a microcentrifuge tube to prepare a suspension with a concentration of 50 mg/mL. The suspension was homogenized using a vortex mixer for 15 s prior to subsequent testing. Subsequently, 0.2 mL of ZnO NPs suspension was introduced into each well. The plates were incubated at 37 °C for 24 h, after which the diameter of the zone of inhibition (ZOI) was measured. Measurements were performed using three independent biological replicates ($n=3$).

Results and discussion

Raw material characterization

The ZnO raw material obtained from the recycling of EAFD appeared as a gray powder. X-ray diffraction (XRD) analysis revealed that the sample primarily consisted of ZnO crystalline phases, with additional impurity phases including ZnS, KCl, KFeCl₄, NaCl, and PbCl₂, as shown in Fig. 2a. Surface morphology was examined using SEM, which showed that ZnO particles exhibited a cylindrical shape with hexagonal cross-sections, as illustrated in Fig. 2b. Particle size distribution was measured using a Laser Diffraction Particle Size Analyzer (LDPSA), indicating a size range of approximately 1–5 µm with an average particle size of 2.73 µm (see Figure S1, for more details). The Elemental composition of the ZnO powder was analyzed using Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy.

(ICP-OES). The results showed that the major component was Zn followed by Na, K, and Pb, with other trace elements present in smaller quantities, as summarized in Table 1.

Optimization of ZnO powder leaching parameters

To optimize the conditions for leaching ZnO powder, we systematically investigated several key parameters: acid type, acid concentration, solid-to-liquid (S/L) ratio, temperature, and operating time. The primary objective was to maximize zinc (Zn) leaching efficiency to facilitate the subsequent synthesis of ZnO NPs. The initial phase of the investigation focused on evaluating the efficacy of three common aqueous acids: sulfuric acid (H₂SO₄), hydrochloric acid (HCl), and nitric acid (HNO₃). Experiments were conducted at varying acid concentrations (0.5, 1, 2, and 4 M) while maintaining a constant S/L ratio of 100 g/L, room temperature (30 °C), and a leaching duration of 60 min. The results, presented in Fig. 3a, showed that zinc extraction efficiency consistently increased with higher acid concentrations for all three acids. Notably, H₂SO₄ proved to be the most effective leaching agent, achieving over 90% Zn extraction at concentrations of 2 M and higher. In contrast, both HCl and HNO₃ required a higher concentration of 4 M to attain a comparable Zn extraction efficiency. Furthermore, the 2 M H₂SO₄ solution exhibited a crucial advantage: it selectively leached zinc while leaving lead (Pb) impurities

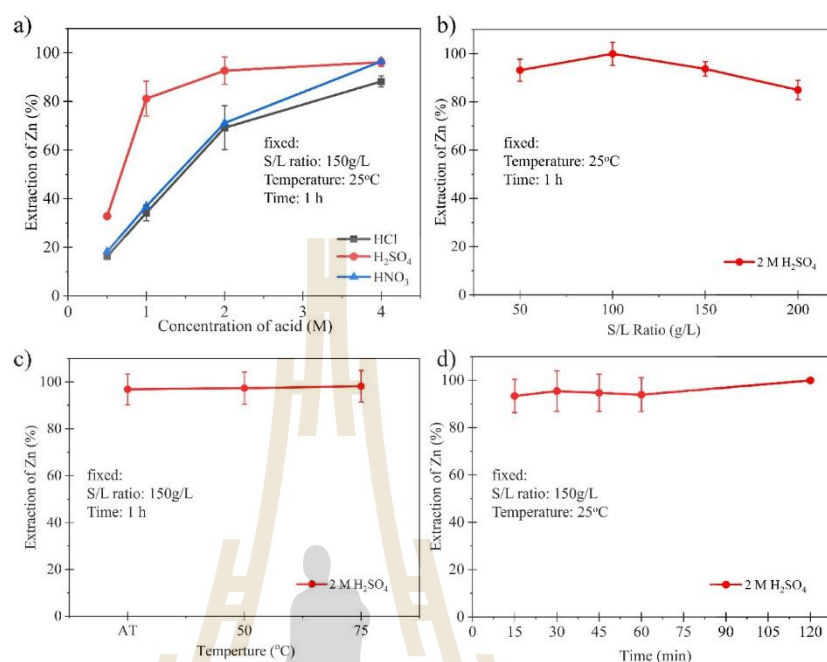


Fig. 3. Influence of process parameters on zinc leaching efficiency from ZnO powder: (a) effect of acid concentration, (b) effect of solid-to-liquid (S/L) ratio, (c) effect of temperature, and (d) effect of leaching time.

undissolved. This selective leaching was also confirmed by X-ray diffraction (XRD) analysis of the residual sludge, which showed the presence of Pb, (as detailed in **Figure S2**). The finding of selective leaching of Zn is highly beneficial, as it allows for the removal of Pb contamination by simply filtering the residual sludge, thereby ensuring a high-purity zinc solution for subsequent nanoparticle synthesis. Conversely, leaching with 4 M HCl and HNO_3 resulted in the undesirable co-dissolution of Pb from the raw material (as shown in **Figure S3**), which would contaminate the final product. Based on these findings, 2 M H_2SO_4 was identified as the optimal leaching solution due to its efficiency and selectivity, and was therefore selected for further parameter optimization experiments.

The impact of the S/L ratio on Zn extraction efficiency was investigated by varying the ratio from 50 to 200 g/L, while maintaining a fixed 2 M H_2SO_4 concentration at ambient temperature (ca. 30 °C) for 60 min. As depicted in Fig. 3b, increasing the S/L ratio led to a decrease in Zn extraction efficiency. Leaching efficiency remained high, exceeding 90%, within the S/L ratio range of 50 to 150 g/L, but significantly dropped below 90% at an S/L ratio of 200 g/L. This decline is attributed to an insufficient volume of H^+ ions to fully react with the increased amount of ZnO, which is a key factor in the reduction of leaching efficiency. Furthermore, the higher solid content may also impede efficient stirring, negatively impacting the reaction kinetics. In addition, the effects of temperature (ambient, 50 °C, and 75 °C) and time (15–120 min) on Zn leaching efficiency were also evaluated at a fixed.

2 M H_2SO_4 concentration and an S/L ratio of 150 g/L. As shown in Fig. 3c and d, neither elevated temperatures nor extended leaching times had a significant impact on Zn leaching efficiency. This suggests that the dissolution of ZnO in sulfuric acid is already highly efficient at room temperature, making additional energy input for heating unnecessary.

A notable observation was the effect of temperature on impurity leaching. The extraction efficiencies of Pb and S increased with temperature, while Na and K levels showed only minor or statistically insignificant changes. This finding reinforces the choice of room temperature leaching to minimize the co-dissolution of undesirable impurities like Pb.

Based on the optimization studies, the optimal conditions for selective zinc leaching were determined to be 2 M H_2SO_4 , 150 g/L of S/L ratio, ambient temperature (ca. 30 °C), and 15 min of leaching time. These conditions ensure selective leaching of zinc, effectively dissolving the target metal while minimizing the co-dissolution

of heavy metal impurities such as Pb. The resulting leached solution, analyzed by ICP-OES, exhibited high concentrations of Zn (107,366 mg/L) equivalent to 1.64 M., along with minor concentrations of Na (1,792 mg/L) and K (3,638 mg/L). This high concentration of Zn makes the solution an ideal precursor for the subsequent hydrothermal synthesis of high-purity ZnO NPs.

Synthesis of ZnO NPs

Following the selective leaching of the ZnO raw material, the resulting solution primarily contained dissolved zinc ions (Zn^{2+}) within a highly acidic medium ($\text{pH} \sim 0$).

To create a suitable precursor for ZnO NPs synthesis, the solution's pH was adjusted with the addition of sodium hydroxide (NaOH), which supplied hydroxide (OH^-) ions. As shown in Fig. 4, zinc ions began to precipitate at approximately pH 2, with the precipitation rate steadily increasing as the pH rose. Near-complete precipitation (approaching 100%) was achieved within the pH range of 7 to 12. This confirmed that under increasingly alkaline conditions, Zn^{2+} ions effectively react with OH^- ions to form various zinc hydroxide compounds. The percentage of Zn precipitation shown in Fig. 4 was calculated using the following equation:

$$\% \text{ Precipitation of Zn} = \frac{(C_{\text{initial}} - C_{\text{final}}) \times 100}{C_{\text{initial}}}$$

Where C_{initial} is the initial concentration of Zn in the solution (mg/L).

C_{final} is the final concentration of Zn in the solution after precipitation (mg/L).

The pH-adjusted precursor, comprising both the solution and the precipitated compounds, was then transferred to a hydrothermal reactor for the synthesis of ZnO NPs. During this process, the unstable zinc hydroxide precipitates are converted into stable, crystalline ZnO NPs⁵. The final morphology and size of these nanoparticles are heavily influenced by the specific hydrothermal synthesis conditions. To systematically investigate these effects, the experimental conditions were grouped into four key areas, as detailed in Table 2:

- **Effect of precursor pH:** Samples HT01-04 were synthesized to explore how varying the initial pH of the precursor solution influences the final nanoparticle structure.
- **Effect of synthesis temperature:** Samples HT05-07 were used to study the impact of different reactor temperatures on nanoparticle size and shape.
- **Effect of synthesis time:** Samples HT08-12 were prepared to understand how the reaction duration within the hydrothermal reactor affects the final product.
- **Effect of NaOH concentration:** Samples HT13-17 were synthesized to assess the role of different NaOH concentrations used for pH adjustment on the resulting nanoparticle morphology.

The results from these varied conditions will be discussed in detail in the following subsections, providing insight into the critical parameters for controlling the size and shape of the synthesized ZnO NPs.

Effect of precursor pH on ZnO NPs morphology

The influence of precursor pH on the hydrothermal synthesis of ZnO NPs was systematically investigated within the pH range of 7, 10, 11, and 12, corresponding to sample ID HT01–HT04, respectively. XRD analysis, shown in Fig. 5, revealed that only precursor samples prepared at pH 11 (HT03) and pH 12 (HT04) yielded fully crystalline

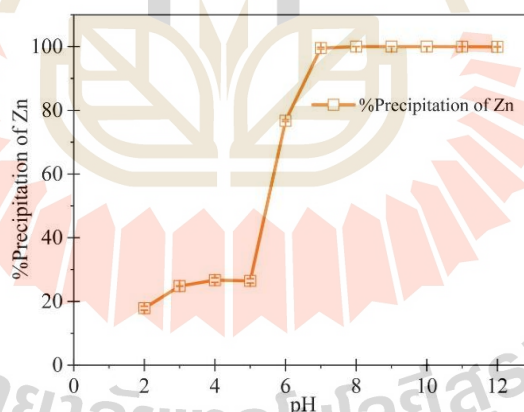


Fig. 4. Influence of pH on zinc precipitation efficiency from the leached solution.

Investigated parameter	Sample ID	NaOH concentration (M)	Precursor pH	Hydrothermal temperature (°C)	Hydrothermal time (h)
Effect of precursor pH	HT01	2	7	150	12
	HT02	2	10	150	12
	HT03	2	11	150	12
	HT04	2	12	150	12
Effect of synthesis temperature	HT05	2	11	100	12
	HT06	2	11	150	12
	HT07	2	11	200	12
Effect of synthesis time	HT08	2	11	200	1
	HT09	2	11	200	3
	HT10	2	11	200	6
	HT11	2	11	200	12
	HT12	2	11	200	24
Effect of NaOH concentration	HT13	0.5	11	200	1
	HT14	1	11	200	1
	HT15	2	11	200	1
	HT16	4	11	200	1
	HT17	6	11	200	1

Table 2. Summary of experimental conditions for ZnO NPs Synthesis.

ZnO NPs. These samples exhibited well-defined diffraction peaks consistent with the hexagonal wurtzite ZnO phase (PDF 36–1451), indicating successful crystallization and high phase purity under these highly alkaline conditions. In contrast, precursor samples prepared at pH 7 (HT01) and pH 10 (HT02) did not result in fully crystalline ZnO NPs. This outcome is attributed to the insufficient concentration of hydroxide ions (OH^-) at lower pH levels, which inhibits the complete reaction with Zn^{2+} to form the critical intermediate, $\text{Zn}(\text{OH})_2$. This is consistent with the Pourbaix diagram of Zn²⁹. Instead, the formation of undesirable secondary phases such as $\text{ZnSO}_4 \cdot 3\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , and $\text{Na}_2\text{Zn}_2(\text{SiO}_3)_2$ was observed, likely due to unfavorable interactions between NaOH and residual H_2SO_4 in the precursor solution. These conditions hinder the nucleation and crystallization of the desired ZnO phase, as confirmed by the absence of characteristic ZnO peaks in the XRD patterns.

SEM results, shown in Fig. 6, further supported these findings regarding morphology. Samples synthesized at pH 7 (HT01) and pH 10 (HT02) displayed irregular morphologies with poorly defined particle boundaries and non-uniform distribution, reflecting incomplete crystallization. Conversely, samples prepared at pH 11 (HT03) and pH 12 (HT04) demonstrated well-developed, rod-like morphologies with uniform particle sizes and highly crystalline structures. These results underscore the critical role of precursor pH in governing both the phase composition and morphology of ZnO NPs. Elevated pH levels facilitate the complete formation of zinc hydroxide precipitates and promote efficient phase transformation into ZnO during hydrothermal synthesis, thereby enabling the production of high-quality nanomaterials.

Effect of synthesis temperature on ZnO NPs synthesis

The influence of hydrothermal temperature on the crystalline structure and morphology of ZnO NPs was investigated at 100 °C, 150 °C, and 200 °C, corresponding to sample ID HT05–HT07, respectively. The NaOH concentration for precursor preparation was held constant, as were the pH (11) and hydrothermal time (12 h). We chose pH 11 over pH 12 because it was more efficient in terms of chemical usage and preparation time, without a significant difference in the final product's crystalline structure or morphology. XRD analysis of the post-hydrothermal samples revealed that all three temperatures successfully produced pure ZnO compound (PDF 36–1451), with no detectable impurity phases, as shown in Fig. 7.

As shown in the FESEM images in Fig. 8, all samples exhibited a consistent nanorod morphology. This is a direct consequence of the hexagonal wurtzite crystal structure of ZnO, where the c-axis ([0001] orientation) has the lowest surface energy^{30,31}, favoring unidirectional growth^{31–33}. This preferential growth results in the characteristic nanorod morphology. A clear inverse correlation was observed between synthesis temperature and nanorod diameter. As the temperature increased, the nanorods became progressively thinner, reflecting a consistent reduction in diameter at higher temperatures. This trend was confirmed through image analysis, as summarized in Table 3. This phenomenon is likely due to the increased nucleation rate at higher temperatures. Elevated thermal energy accelerates the formation of new crystal nuclei in the early stages of synthesis. A larger number of nuclei compete for the available material, which restricts the growth of each particle, ultimately leading to the formation of smaller nanorods.

Effect of synthesis time on ZnO NPs synthesis

The hydrothermal synthesis time for ZnO NPs was investigated to optimize the overall process duration and control the final product's morphology and crystallinity. The experiment was conducted at a fixed temperature of 200 °C—a condition previously determined to favor the smallest particle size—with reaction times of 1, 3, 6, 12, and 24 h, corresponding to sample ID HT08–HT12, respectively. XRD analysis revealed that ZnO samples from

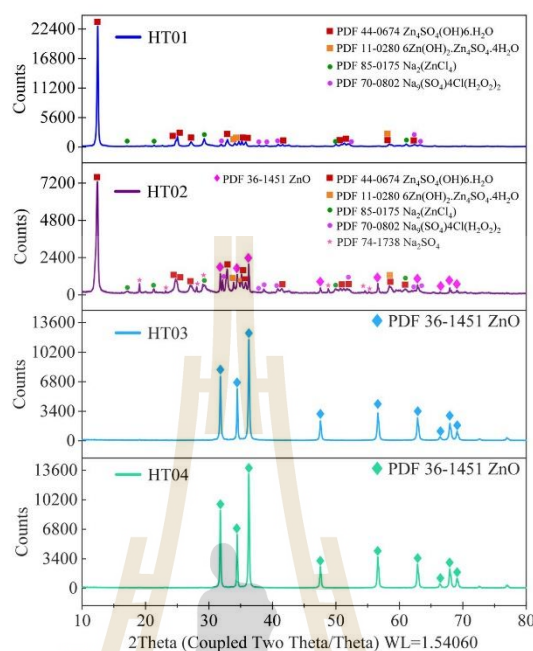


Fig. 5. XRD patterns of the samples synthesized at different pH values. For sample HT01-HT-04.

all synthesis durations exhibited diffraction peaks corresponding to the pure ZnO phase (wurtzite structure), as referenced by the standard (PDF 36-1451), confirming the phase purity of the synthesized materials, as shown in Fig. 9. However, notable differences were observed in the intensity and width of the XRD peaks, particularly in the 2θ regions around 31.8° , 34.4° , and 36.3° , which correspond to the (100), (002), and (101) crystal planes, respectively. Specifically, the sample synthesized for 1 h (HT08) exhibited broad and low-intensity peaks compared to those synthesized for longer durations, which showed narrower and more intense peaks. This trend is consistent with the findings of El-Rafei & Zawrah (2014)³². These changes can be explained by the crystal growth mechanism over time. In the early stage of synthesis (1 h), a large number of nuclei are rapidly formed, resulting in smaller crystallites and broader XRD peaks, as described by the Scherrer Eqs. 5⁸. $D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$, where D is the average crystallite size, k is the Scherrer constant, and its value is taken as 0.9, λ is the X-ray wavelength and its value is taken as 0.15406 nm, β is the full width at half maximum (FWHM), and θ is the Bragg angle. As the synthesis duration increases, continuous crystal growth leads to an increase in crystallite size, resulting in sharper and more well-defined XRD peaks.

FESEM imaging analysis revealed that ZnO synthesized with a reaction time of 1 h began to exhibit a distinct nanorod-like crystal morphology as shown in Fig. 10a. In contrast, the sample synthesized for a longer time, such as 3 h (HT09), still displayed a disordered and undefined particle structure. This morphological difference can be attributed to the anisotropic growth mechanism of ZnO crystals during the initial stage of the hydrothermal process. In the early phase of synthesis (within the first hour), the solution is in a highly supersaturated state due to the elevated concentrations of Zn^{2+} and OH^- ions from the precursor. This condition promotes rapid nucleation and directional crystal growth, particularly along the c -axis of the wurtzite crystal structure, which is the fundamental structure of ZnO. As a result, elongated nanorod crystals can form quickly, even with just 1 h of synthesis time³⁴. However, when the synthesis duration was extended to 3 h, the particles exhibited a hexagonal prism, as illustrated in Fig. 10b. This outcome is attributed to the balanced growth rates along both axial and radial directions, ultimately resulting in a uniform distribution of hexagonal prism-shaped particles³⁵. At synthesis durations of 6 (HT10) and 12 h (HT11), well-defined ZnO nanorods were observed, exhibiting directional growth along the c -axis (anisotropic growth), as shown in Fig. 10c and d. Additionally, after a long hydrothermal time synthesis, 24 h (HT12), the nanorods were noticeably agglomerated, with some regions showing interconnection between ZnO rods. This phenomenon may be attributed to surface energy minimization mechanisms³⁶, resulting in the formation of mixed morphologies comprising both nanoplate

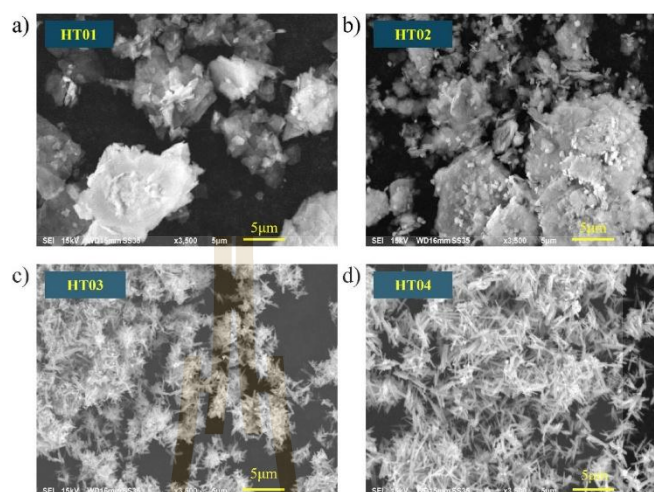


Fig. 6. SEM-EDS analysis results of the precipitates at each pH value after the hydrothermal process: **a)** HT01, **b)** HT02, **c)** HT03, and **d)** HT04.

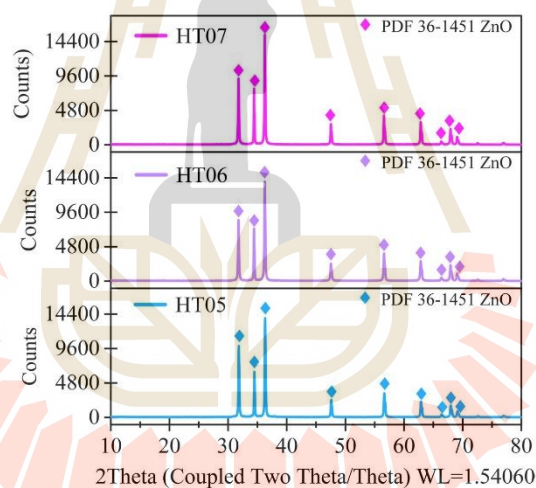


Fig. 7. XRD patterns of the samples synthesized at different temperatures. For sample HT05-HT07.

and nanorod structures. Both direct size measurements and crystallite size calculations from XRD patterns consistently confirmed an increasing trend in particle dimensions with longer synthesis durations. This correlation indicates that extended hydrothermal time promotes crystal growth, as shown in Table 4.

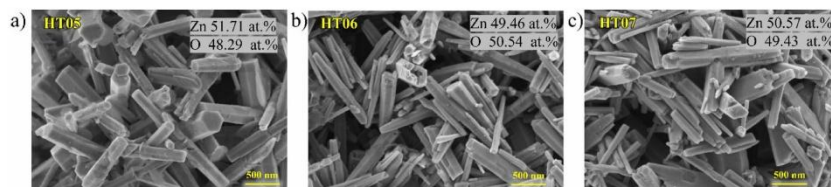


Fig. 8. FESEM-EDS analysis results of the precipitates at each temperature after the hydrothermal process: (a) HT05, (b) HT06, and (c) HT07.

Sample ID	Length (nm)	Diameter (nm)	Crystallite size from XRD data (nm)
HT05	1220 ± 480	199.53 ± 90.74	41.83
HT06	1060 ± 290	112.91 ± 62.32	40.05
HT07	760 ± 240	73.43 ± 29.35	43.52

Table 3. Particle size of the synthesized ZnO NPs at different temperatures for the hydrothermal process.

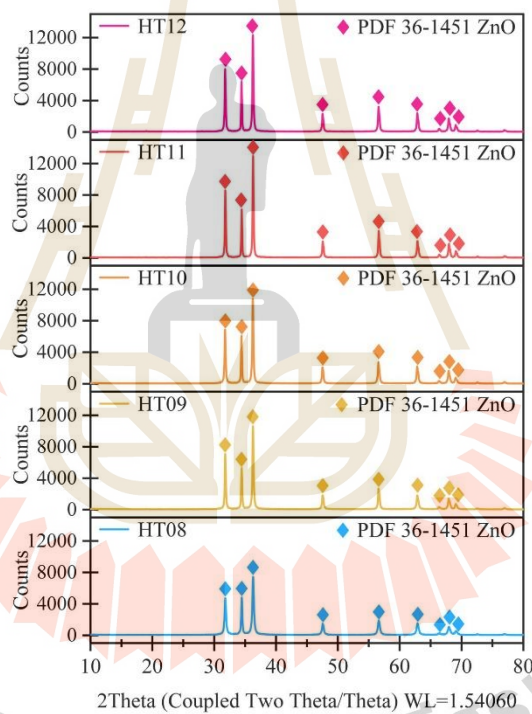


Fig. 9. XRD patterns of the samples synthesized at different durations. For sample HT08-HT12.

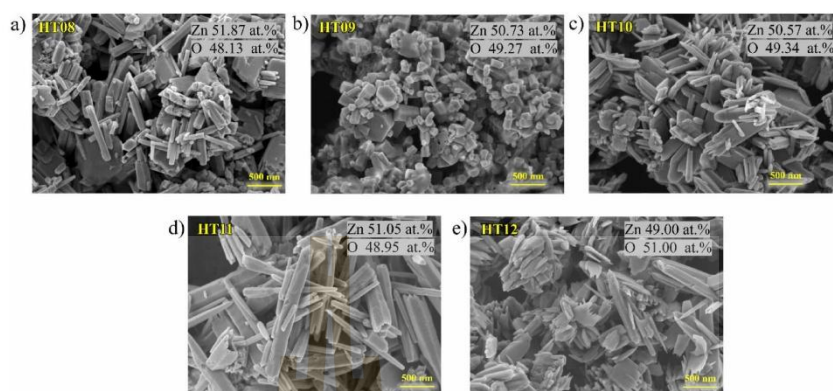


Fig. 10. FESEM-EDS analysis results of the precipitates at various hydrothermal synthesis durations: **a)** HT08, **b)** HT09, **c)** HT10, **d)** HT11, and **e)** HT12.

Sample ID	Length (nm)	Diameter (nm)	Crystallite size from XRD data (nm)
HT08	500 ± 120	70.53 ± 24.02	24.88
HT09	210 ± 100	98.15 ± 36.08	33.10
HT10	480 ± 150	73.12 ± 12.00	33.05
HT11	760 ± 240	73.43 ± 29.35	38.25
HT12	800 ± 260	100.00 ± 28.00	36.22

Table 4. Particle size of the synthesized ZnO NPs at various hydrothermal synthesis durations.

Effect of NaOH concentration on the synthesis of ZnO NPs

The influence of NaOH concentration on the morphology and crystallinity of the final ZnO NPs product was investigated. The pH of the precursor solution was consistently adjusted to approximately 11 using NaOH solutions of varying concentrations (0.5, 1, 2, 4, and 6 M), corresponding to sample ID HT13–HT17, respectively, followed by a hydrothermal treatment at 200 °C for 1 h. This 1 h duration was selected based on our previous findings, as it was the shortest time capable of producing a nanorod morphology.

XRD analysis, as shown in Fig. 11, revealed that the sample prepared with 0.5 M NaOH (HT13) contained secondary phases, including $\text{ZnSO}_4 \cdot 3\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Na_2O , and Na_2SO_4 . The presence of these phases indicates an incomplete transformation from zinc hydroxide compounds to the desired ZnO. This outcome is likely due to the insufficient concentration of OH^- ions, which were inadequate to fully drive the crystallization process. The other secondary phases are thought to have formed from reactions between Na^+ ions from the NaOH and residual SO_4^{2-} ions in the precursor solution. At higher NaOH concentrations (above 0.5 M), XRD peak widths tended to increase. According to the Scherrer equation, this indicates a reduction in ZnO crystallite size. Higher concentrations of NaOH may promote a rapid nucleation rate, which limits the growth of individual crystals and results in smaller ZnO particles.

FESEM images further confirmed that NaOH concentration significantly influences the morphology and size of the synthesized ZnO NPs. At a concentration of 0.5 M (HT13), the synthesized particles exhibited a larger, hexagonal prism morphology (Fig. 12a). This can be attributed to the low concentration of OH^- ions, which restricted the number of nucleation sites. With fewer nucleation sites, the formed crystals had more time to grow, leading to larger particles³⁷.

As the NaOH concentration was increased to 1 M (HT14) and 2 M (HT15), the particles exhibited a well-aligned nanorod morphology. This indicates that these concentrations provided an optimal balance for promoting a high number of nucleation events while still allowing for controlled, directional crystal growth³². The resulting particles were smaller and more uniform (Fig. 12b and c).

However, when the concentration was increased further to 4 M (HT16) and 6 M (HT17), crystal growth was restricted by a very high nucleation rate, leading to the formation of smaller particles³². At 4 M (HT16), the particles took on a nanogranule morphology. At 6 M (HT17), the particles formed thin, sheet-like nanoplates. The morphological transformation from nanorods to nanoplates at high NaOH concentrations aligns with kinetic analyses reported in previous studies, which indicate that increasing alkali concentration alters the proportion of soluble Zn species, such as $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$. These species preferentially promote growth along the a-axis (2D

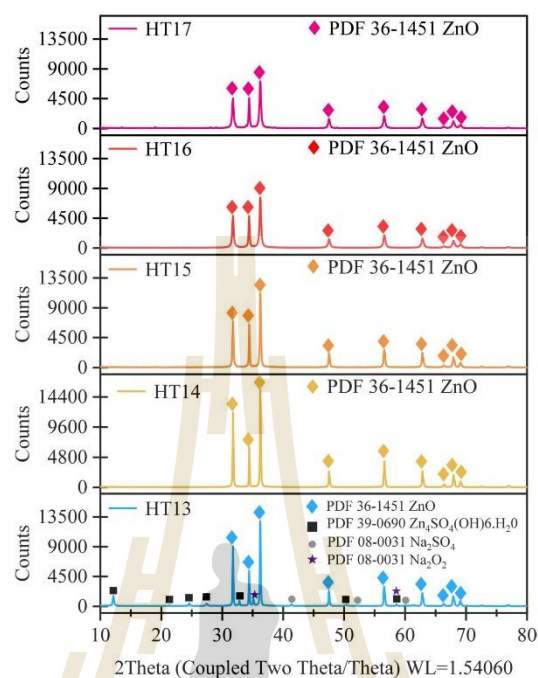


Fig. 11. XRD patterns of the samples synthesized at different NaOH concentrations. For sample HT13-HT17.

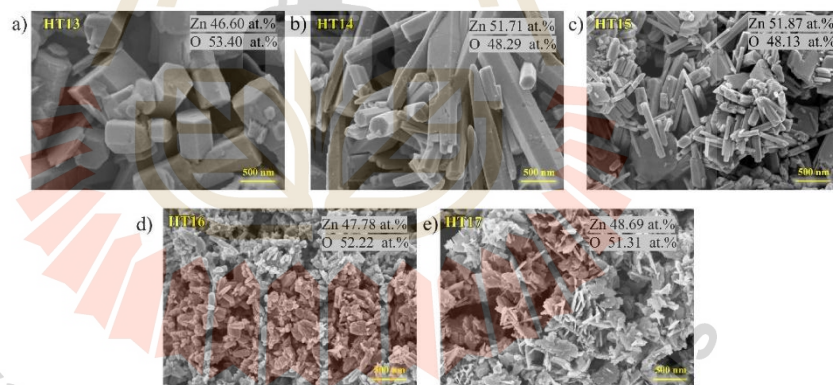


Fig. 12. FESEM-EDS analysis results of precipitates synthesized via hydrothermal treatment using different NaOH concentrations: a) HT13, b) HT14, c) HT15, d) HT16, and e) HT17.

Sample ID	Length (nm)	Diameter (nm)	Crystallite size from XRD data (nm)
HT13	1260 ± 340	550.00 ± 66.00	45.34
HT14	1700 ± 740	283.00 ± 103.00	43.99
HT15	500 ± 120	70.53 ± 24.02	24.88
HT16	220 ± 50	46.98 ± 13.10	24.47
HT17	190 ± 50	27.37 ± 4.86	24.42

Table 5. Particle size of the synthesized ZnO NPs at different NaOH concentrations.

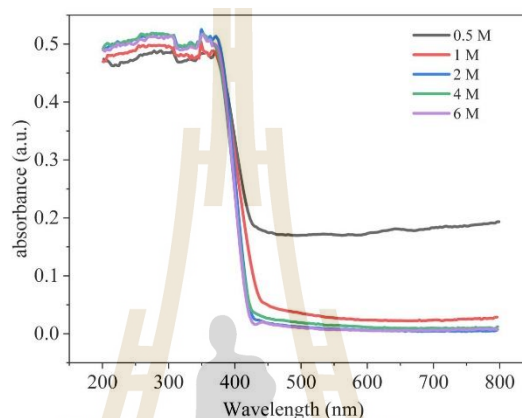


Fig. 13. UV-Vis absorption spectra of ZnO NPs synthesized using NaOH concentrations ranging from 0.5 to 6 M.

growth) rather than the *c*-axis³⁸ (Figure 12d and e). Both direct particle size measurements and crystallite size calculations derived from XRD patterns consistently confirm a decrease in particle size with increasing NaOH concentration, as summarized in Table 5. These results clearly demonstrate that adjusting the initial NaOH concentration allows for precise control over the nucleation and crystal growth mechanisms of ZnO, enabling the synthesis of nanoparticles with tailored morphologies and sizes.

Ultraviolet absorption of ZnO NPs

The ultraviolet (UV) absorption properties of ZnO NPs with different morphologies—namely, nanorods and nanoplates—were analyzed using a UV-Visible spectrophotometer, as shown in Fig. 13. All samples exhibited strong absorption in the wavelength range of 200–372 nm, which corresponds to the UV region, particularly within the UV-B and UV-C bands. In contrast, wavelengths beyond this range showed negligible absorption. The calculated energy band gaps were approximately 3.34 eV for the nanorod and nanoplate structure, further confirming their strong UV-blocking potential and morphological influence on optical properties.

This selective absorption in the UV region highlights the potential of ZnO NPs for applications in UV-sensitive devices such as light sensors, photocatalysts, and sunscreen formulations. Furthermore, a noticeable blue shift in the absorption edge was observed in samples with smaller crystallite sizes, particularly those with a nanoplate morphology. This blue shift can be attributed to the quantum confinement effect, where a reduction in particle size increases the band gap energy as the dimensions approach the exciton Bohr radius. This interpretation is supported by our SEM and XRD results showing smaller particle sizes under conditions that produced the strongest shift. Similar size-dependent optical behavior has been reported by Agarwal et al. (2019)³⁹ and Bulcha et al. (2021)²⁵, reinforcing the correlation between morphology, particle size, and optical properties.

Antibacterial property of ZnO NPs

The antibacterial performance of ZnO nanoparticles (ZnO NPs) with nanorod and nanoplate morphologies was investigated against *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) and *Escherichia coli* (*E. coli*), representing Gram-positive and Gram-negative bacteria, respectively. The agar well diffusion method was employed as a preliminary screening tool to compare antibacterial activity between morphologies. While this method provides qualitative

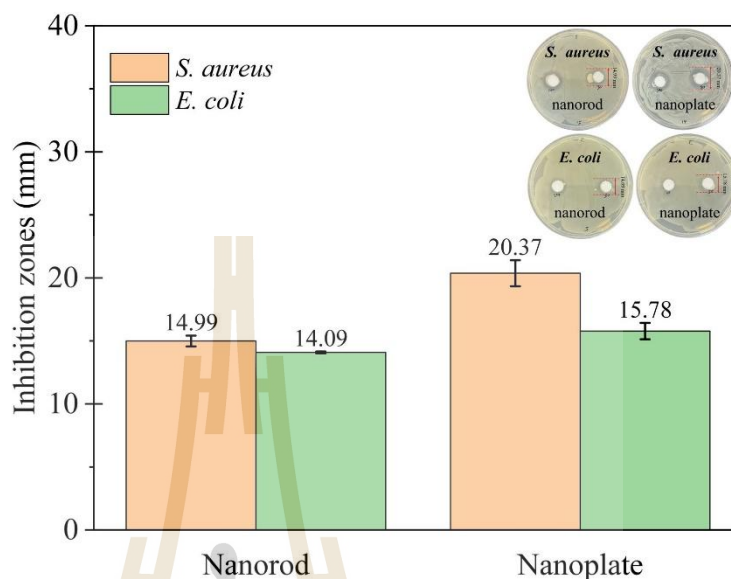


Fig. 14. Zone of inhibition (ZOI) for the antibacterial property of the ZnO NPs.

and semi-quantitative insights, future studies will incorporate Minimum Inhibitory Concentration (MIC) or Minimum Bactericidal Concentration (MBC) assays to establish precise dose-response relationships. As illustrated in Fig. 14, the inhibition zones (ZOI) were consistently larger for *S. aureus* than for *E. coli*, indicating a higher sensitivity of Gram-positive bacteria to ZnO-based treatments.

To provide broader context, previous studies have examined the morphology-dependent antibacterial activity of ZnO nanoparticles. For instance, Goyal et al. evaluated⁴⁰ ZnO nanostructures with different morphologies against *S. aureus* and *E. coli* using the agar well diffusion method at a concentration of 10 mg/mL. They reported inhibition zones of 12–13 mm for *S. aureus* when using ZnO nanorods and hierarchical nanostructures, whereas no inhibition was observed for *E. coli*. The authors attributed this to possible sedimentation of ZnO nanoparticles during testing and subsequently employed a sprinkle method, which confirmed antibacterial activity against both strains. These findings underscore the significant influence of morphology and testing methodology on antibacterial performance, aligning with our observation that ZnO nanoplates exhibit superior inhibition compared to nanorods under identical conditions.

Among the two morphologies, ZnO nanoplates demonstrated superior antibacterial activity compared to nanorods. The enhanced antibacterial performance of nanoplates may be partly attributed to higher ROS generation. Under UV or visible light, ZnO nanoparticles produce electron-hole pairs that initiate redox reactions, forming hydroxyl radicals ($\cdot\text{OH}$) and superoxide radicals ($\text{O}_2\cdot^-$), which damage bacterial membranes. Morphology influences this process because nanoplates expose more Zn-terminated (0001) polar facets and offer higher surface area, promoting charge transfer and ROS formation compared to nanorods. Similar morphology-dependent ROS mechanisms have been reported by Sirelkhatim et al. and Abebe et al.^{41,42}

The structural differences between Gram-positive and Gram-negative bacteria also play a role in their response to ZnO NPs. Gram-negative bacteria possess an outer membrane rich in lipopolysaccharides, which can act as a barrier to negatively charged ROS, thereby reducing their susceptibility. In contrast, Gram-positive bacteria lack this outer membrane and have a less negatively charged cell wall, allowing for easier penetration of ROS and Zn^{2+} ions⁴².

Additionally, particle size significantly influences antibacterial effectiveness. ZnO NPs with smaller crystallite sizes offer a larger surface area, which enhances contact with bacterial cells and facilitates membrane disruption. This size-dependent behavior has been widely observed, with smaller ZnO particles consistently showing stronger bactericidal effects due to their ability to interact more efficiently with microbial surfaces.

Overall, the findings suggest that both morphology and particle size are critical parameters in optimizing the antibacterial properties of ZnO NPs, with nanoplates offering a promising structure for broad-spectrum antimicrobial applications.

Applications of synthesized ZnO NPs

The hydrothermal synthesis process yielded ZnO NPs with diverse morphologies—including nanorods, nanogranules, and nanoplates—each possessing distinct crystalline and structural properties. This ability to tune morphology and crystallinity is crucial, as it directly influences the material's optical, electronic, and surface characteristics, thereby making them suitable for a wide range of advanced applications.

The high level of crystallinity, confirmed by the sharp, intense peaks in the XRD patterns, is a fundamental property for many applications. A well-ordered atomic lattice reduces defects, which in turn enhances electron mobility and charge carrier transport. This is particularly critical for high-performance applications in nanoelectronics and sensors, where efficient signal transduction is required, and in photocatalysis, where a low-defect structure improves light absorption and charge separation efficiency. UV-Visible spectroscopy revealed strong absorption in the 200–372 nm range, with an average band gap of approximately 3.34 eV, consistent with the known ultraviolet responsiveness of ZnO.

Furthermore, the specific morphology of the nanoparticles directly dictates their functional behavior based on dimensionality.

- Zero-dimensional (0D) nanomaterials: The synthesized ZnO nanogranules fall into this category. With all dimensions confined to the nanoscale, their high surface area-to-volume ratio and quantum effects make them ideal for applications relying on surface interactions and broad-spectrum activity, such as UV-protective coatings and photocatalysis⁴⁵.
- One-dimensional (1D) nanomaterials: The ZnO nanorods exhibit a high aspect ratio due to their anisotropic growth along the c-axis. This unique directional property enhances their electrical conductivity and UV emission, making them well-suited for a broad spectrum of applications, including nanoelectronics, chemical and biological sensing, and piezoelectric nanogenerators^{44,45}.
- Two-dimensional (2D) nanomaterials: Characterized by their large planar surface area, the ZnO nanoplates have high electron mobility along the surface, which is beneficial for applications where surface-level interactions are paramount. This makes them highly effective for chemical sensing, gas detection, and various electronic devices^{46,47}.

By precisely controlling the synthesis conditions, it's possible to tailor the morphology and crystallinity of ZnO NPs to meet the specific demands of these diverse applications.

Conclusion

This study successfully presents a sustainable and value-added approach for the synthesis of high-quality ZnO NPs by upcycling ZnO recovered from industrial electric arc furnace dust (EAFD). The research demonstrates the viability of a two-stage process: a highly efficient selective acid leaching, followed by a systematically controlled hydrothermal synthesis.

The initial leaching stage, optimized with 2 M H₂SO₄, proved critical for achieving a high zinc recovery rate exceeding 90% while simultaneously minimizing contamination from heavy metals such as lead (Pb). This selective purification of the raw material is a cornerstone of the process, ensuring a high-purity precursor essential for producing functional nanomaterials.

The subsequent hydrothermal synthesis successfully achieved morphology-tailored control over ZnO nanoparticles derived from recycled precursors. Systematic variation of synthesis parameters, particularly NaOH concentration, revealed a strong correlation between pH-driven nucleation kinetics and particle morphology. Increasing the NaOH concentration from 0.5 M to 6 M accelerated supersaturation and promoted anisotropic growth, leading to a transition from nanorods to thin nanoplates. Structural characterization confirmed high crystallinity and optical suitability (band gap = 3.34 eV). Importantly, this morphological shift translated into enhanced functionality: nanoplates exhibited superior antibacterial activity, producing larger inhibition zones against *S. aureus* (20.37 mm) and *E. coli* (15.78 mm) than nanorods. These findings provide mechanistic insight into impurity-tolerant hydrothermal synthesis and demonstrate that morphology engineering with recycled ZnO can directly optimize performance, offering a scalable pathway for circular-economy-driven nanomaterial design.

This research contributes to the field of sustainable materials science by demonstrating a clear and scalable pathway for valorizing an industrial waste product into high-performance nanomaterials with controllable properties. While the synthesized ZnO nanoparticles exhibited high crystallinity and optical properties comparable to reported values, this study did not include a direct comparison with ZnO nanoparticles synthesized from high-purity precursors under identical conditions, as the focus was on valorizing recycled ZnO from EAF dust. Future work will address this gap by quantitatively assessing differences in crystallinity and defect concentration. The ability to precisely tune particle morphology from a recycled source holds significant promise for a wide array of applications, including advanced electronics, environmental remediation, and catalysis. This approach represents a significant step toward integrating circular economy principles into advanced materials manufacturing.

Data availability

All data generated or analyzed during this study are included in this published article and its supplementary information files.

Received: 22 September 2025; Accepted: 3 February 2026
Published online: 06 February 2026

References

1. National Academies of Sciences, Studies, E., Toxicology, L. & Uses, C. D. on E. and B. on E. S. and on E. A. F. S. U. H. H. R. from U. Electric Arc Furnace Steelmaking and Slag Formation, Composition, and Distribution. in *Health Risk Considerations for the Use of Unencapsulated Steel Slag* (National Academies Press (US), (2023).
2. Khanmohammadi Hazaveh, P., Karimi, S., Rashchi, F. & Sheibani, S. Purification of the leaching solution of recycling zinc from the hazardous electric Arc furnace dust through an as-bearing jarosite. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* **202**, 110893 (2020).
3. Zabeti, A. & Lu, W. K. Removal of volatile species from electric Arc furnace dust by evaporation and condensation under reduced pressure. *Sep. Purif. Technol.* **363**, 132321 (2025).
4. Raha, S. & Ahmaruzzaman, M. ZnO nanostructured materials and their potential applications: progress. *Challenges Perspect.* <https://doi.org/10.1039/D1NA00880C> (2022).
5. Ejsmont, A. & Goscińska, J. Hydrothermal synthesis of ZnO superstructures with controlled morphology via temperature and pH optimization. *Materials* **16**, 1641 (2023).
6. Dey, S. et al. A critical review on zinc oxide nanoparticles: Synthesis, properties and biomedical applications. *Intell. Pharm.* **3**, 53–70 (2025).
7. Gandhi, R. R. & Koche, D. K. An insight of zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs): green Synthesis, characteristics and agricultural applications. *Biosci. Biotechnol. Res. Asia* **21**, 863–876 (2024).
8. Chand, P., Gaur, A. & Kumar, A. Structural and optical properties of ZnO nanoparticles synthesized at different pH values. *J. Alloys Compd.* **539**, 174–178 (2012).
9. Hasnidawani, J. N. et al. Synthesis of ZnO nanostructures using Sol-Gel method. *Procedia Chem.* **19**, 211–216 (2016).
10. Harun, K., Mansor, N., Ahmad, Z. A. & Mohamad, A. A. Electronic properties of ZnO nanoparticles synthesized by Sol-gel method: A LDA + U calculation and experimental study. *Procedia Chem.* **19**, 125–132 (2016).
11. Patel, M., Mishra, S., Verma, R. & Shikha, D. Synthesis of ZnO and CuO nanoparticles via Sol gel method and its characterization by using various technique. *Discov. Mater.* **2**, 1 (2022).
12. Gatou, M. A. et al. Optimization of ZnO nanoparticles' synthesis via precipitation method applying Taguchi robust design. *Catalysts* **13**, 1367 (2023).
13. Ghorbani, H., Mehr, F., Pazoki, H. & Rahmani, B. Synthesis of ZnO nanoparticles by precipitation method. *Orient. J. Chem.* **31**, 1219–1221 (2015).
14. Taka, G. & Das, T. D. Synthesis of ZnO nanoparticles through a simple wet chemical precipitation method. *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* **1042**, 012017 (2022).
15. Lv, H. et al. Thermal evaporation synthesis and properties of ZnO Nano/Microstructures using carbon group elements as the reducing agents. *Nanoscale Res. Lett.* **5**, 620–624 (2010).
16. Han, G., Kang, M., Jeong, Y., Lee, S. & Cho, I. Thermal evaporation synthesis of vertically aligned Zn₂SnO₄/ZnO radial heterostructured nanowires array. *Nanomaterials* **11**, 1500 (2021).
17. Zhou, X. Q. et al. Zinc oxide nanoparticles: Synthesis, Characterization, Modification, and applications in food and agriculture. *Processes* **11**, 1193 (2023).
18. Anaya-Zavaleta, J. C. et al. ZnO nanoparticles by hydrothermal method: synthesis and characterization. *Technologies* **13**, 18 (2025).
19. Khudiar, S. S., Mutlak, F. A. H. & Nayef, U. M. Synthesis of ZnO nanostructures by hydrothermal method deposited on porous silicon for photo-conversion application. *Optik* **247**, 167903 (2021).
20. Basnet, P. & Chatterjee, S. Structure-directing property and growth mechanism induced by capping agents in nanostructured ZnO during hydrothermal synthesis—A systematic review. *Nano-Struct Nano-Objects* **22**, 100426 (2020).
21. Jain, A., Jain, R. & Jain, S. Preparation of buffer solution and measurement of pH. In *Basic Techniques in Biochemistry, Microbiology and Molecular Biology: Principles and Techniques* (eds Jain, A. et al.) 217–219 (Springer US, 2020). https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9861-6_50.
22. Buazar, F., Alpouryan, S., Kroushawi, F. & Hossieni, S. A. Photodegradation of odorous 2-mercaptobenzoxazole through zinc oxide/hydroxyapatite nanocomposite. *Appl. Nanosci.* **5**, 719–729 (2015).
23. Buazar, F. et al. Potato extract as reducing agent and stabiliser in a facile green one-step synthesis of ZnO nanoparticles. *J. Exp. Nanosci.* **11**, 175–184 (2016).
24. Khalafi, T., Buazar, F. & Ghanemi, K. Phycosynthesis and enhanced photocatalytic activity of zinc oxide nanoparticles toward organosulfur pollutants. *Sci. Rep.* **9**, 6866 (2019).
25. Bulcha, B. et al. Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles by Hydrothermal Methods and Spectroscopic Investigation of Ultraviolet Radiation Protective Properties. *J. Nanomater.* **8617290** (2021). (2021).
26. Makula, P., Pacia, M. & Macyk, W. How to correctly determine the band gap energy of modified semiconductor photocatalysts based on UV-Vis spectra. *J. Phys. Chem. Lett.* **9**, 6814–6817 (2018).
27. Junaid, M., Hussain, G., Abbas, S., Khan, W. Q. & N. & Band gap analysis of zinc oxide for potential bio glucose sensor. *Results Chem.* **5**, 100961 (2023).
28. Davis, K., Yarbrough, R., Froeschle, M., White, J. & Rathnayake, H. Band gap engineered zinc oxide nanostructures via a sol-gel synthesis of solvent driven shape-controlled crystal growth. *RSC Adv.* **9**, 14638–14648 (2019).
29. Li, Y., Chen, J., Cai, P. & Wen, Z. An electrochemically neutralized energy-assisted low-cost acid-alkaline electrolyzer for energy-saving electrolysis hydrogen generation. *J. Mater. Chem. A* **6**, 4948–4954 (2018).
30. Akter, M., Arif Faisal, M. & Kumar Singh, A. Hasan Susan, M. A. B. Hydrophilic ionic liquid assisted hydrothermal synthesis of ZnO nanostructures with controllable morphology. *RSC Adv.* **13**, 17775–17786 (2023).
31. Noman, M. T., Amor, N., Petru, M., Mahmood, A. & Kejzlar, P. Photocatalytic behaviour of zinc oxide nanostructures on surface activation of polymeric fibres. *Polymers* **13**, 1227 (2021).
32. Zawrah, M. F. Effect of alkali concentration and reaction time on the morphology of ZnO Nano-Microparticles prepared by hydrothermal method. *J. Ceram. Sci. Tech.* <https://doi.org/10.4416/JCST2014-00002> (2014).
33. Baruah, S. & Dutta, J. Hydrothermal growth of ZnO nanostructures. *Sci. Technol. Adv. Mater.* **10**, 013001 (2009).
34. Rajesh, Y., Padhi, S. K. & Krishna, M. G. ZnO thin film-nanowire array homo-structures with tunable photoluminescence and optical band gap. *RSC Adv.* **10**, 25721–25729 (2020).
35. Sun, P., Lv, Z. & Sun, C. Study on the synthesis of nano zinc oxide particles under supercritical hydrothermal conditions. *Nanomaterials* **14**, 844 (2024).
36. Li, J., Wu, Q. & Wu, J. Synthesis of nanoparticles via solvothermal and hydrothermal methods. In *Handbook of Nanoparticles* 1–28 (Springer, 2015). https://doi.org/10.1007/978-3-319-13188-7_17-1.
37. Mohd Fadhlan Shah Hermady1, Mohd Zaki Mohd Yusoff2, Muhammad Syarifuddin Yahya3, & Md Rabiul Awal4. The Green Synthesis of Nanoparticle Zinc Oxide (ZnO) Using Aloe Vera Leaf Extract: Structural and Optical Characterization Reviews. *Int. J. Emerg. Trends Eng. Res.* **8**, 6896–6902 (2020).
38. Orita, Y., Akizuki, M. & Oshima, Y. Kinetic analysis of zinc oxide anisotropic growth in supercritical water. *J. Supercrit. Fluids* **154**, 104609 (2019).

39. Agarwal, S., Jangir, L. K., Rathore, K. S., Kumar, M. & Awasthi, K. Morphology-dependent structural and optical properties of ZnO nanostructures. *Appl. Phys. A* **125**, 553 (2019).
40. Goyal, R., Roy, P. & Jeevanandam, P. Antibacterial activity studies of ZnO nanostructures with different morphologies against *E. coli* and *S. aureus*. *Appl. Phys. A* **129**, 244 (2023).
41. Sirelkhatim, A. et al. Review on zinc oxide nanoparticles: antibacterial activity and toxicity mechanism. *Nano-Micro Lett.* **7**, 219–242 (2015).
42. Abebe, B., Zereffa, E. A., Tadesse, A. & Murthy, H. C. A. A review on enhancing the antibacterial activity of znO: mechanisms and microscopic investigation. *Nanoscale Res. Lett.* **15**, 190 (2020).
43. Lebaka, V. R., Ravi, P., Reddy, M. C., Thummala, C. & Mandal, T. K. Zinc oxide nanoparticles in modern science and technology: multifunctional roles in Healthcare, environmental Remediation, and industry. *Nanomater Basel Switz.* **15**, 754 (2023).
44. Cauda, V. et al. Nanostructured ZnO materials: Synthesis, properties and applications. In *Handbook of Nanomaterials Properties* (eds Bhushan, B., Luo, D., Schriker, S. R., Sigmund, W., Zauscher, S. et al.) 137–177 (Springer, 2014). https://doi.org/10.1007/978-3-642-31107-9_32.
45. Ortiz-Casas, B. et al. Bio-acceptable 0D and 1D ZnO nanostructures for cancer diagnostics and treatment. *Mater. Today* **50**, 533–569 (2021).
46. Patil, S. A. et al. 2D zinc Oxide – Synthesis, Methodologies, reaction Mechanism, and applications. *Small* **19**, 2206063 (2023).
47. Krishna, M. S. et al. A review on 2D-ZnO nanostructure based biosensors: from materials to devices. *Mater. Adv.* **4**, 320–354 (2023).

Acknowledgements

This work was technically and financially supported by the Innovative Processing and Recycling Research Center (IPRMRC), School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, Thailand.

Author contributions

Sirunya Somla: Investigation, visualisation, writing – original draft, writing – review & editing; Tanongsak Yingnakorn, Thanapon Chandakhiaw: Writing – original & draft, writing – review & editing; Chaiyasit Longbutsri: Writing – review & editing; Loeslakkhana Sriklang: Writing – review & editing, Resources; Sakhob Khumkoa: Conceptualisation, writing – review & editing, supervision, funding acquisition.

Declarations

Competing interests

The authors declare no competing interests.

Additional information

Supplementary Information The online version contains supplementary material available at <https://doi.org/10.1038/s41598-026-39138-7>.

Correspondence and requests for materials should be addressed to S.K.

Reprints and permissions information is available at www.nature.com/reprints.

Publisher's note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International License, which permits any non-commercial use, sharing, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons licence, and indicate if you modified the licensed material. You do not have permission under this licence to share adapted material derived from this article or parts of it. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons licence, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons licence and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this licence, visit <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>.

© The Author(s) 2026

การนำเสนอผลงานในการประชุมวิชาการ



ประวัติผู้เขียน

นางสาวสิริธัญญา สมลา เกิดเมื่อ 2 ธันวาคม พุทธศักราช 2542 โดยเริ่มศึกษาชั้นประถมศึกษาปีที่ 1-6 ที่โรงเรียนมาบตาบดล้อมเย็น ชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 1-6 ที่โรงเรียนบ้านไผ่ จังหวัดขอนแก่น สำเร็จการศึกษาเมื่อปีพุทธศักราช 2560 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ สำนักวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา ด้วยเกียรตินิยมอันดับ 2 (เหรียญเงิน) เมื่อปีพุทธศักราช 2564 หลังจากสำเร็จการศึกษาในระดับปริญญาตรี ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ สำนักวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2565 ทำการศึกษาในหัวข้อวิทยานิพนธ์ เรื่อง การสังเคราะห์อนุภาคสังกะสีออกไซด์นาโนโดยใช้สังกะสีออกไซด์ที่ได้จากการรีไซเคิลฝุ่นเตาอาร์กไฟฟ้า ภายใต้ที่ปรึกษาของ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สงบ คำค้อ โดยได้รับทุนกิตติบัตินิตในการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ซึ่งในระหว่างศึกษาต่อได้มีโอกาสทำงานเป็นเป็นผู้ช่วยสอนรายวิชาปฏิบัติการสาขาวิศวกรรมโลหการ ดังนี้

รายวิชาปฏิบัติการที่ได้รับมอบหมายในการเป็นผู้ช่วยสอน

1. ปฏิบัติการโลหการกายภาพ (PHYSICAL METALLURGY LABORATORY)
2. ปฏิบัติการการเปลี่ยนเฟสในโลหะและโลหะผสม (PHASE TRANSFORMATION IN METALS AND ALLOYS LABORATORY)
3. ปฏิบัติการโลหการเครื่องกล (MECHANICAL METALLURGY LABORATORY)
4. ปฏิบัติการโลหการเคมี (CHEMICAL METALLURGY LABORATORY)