

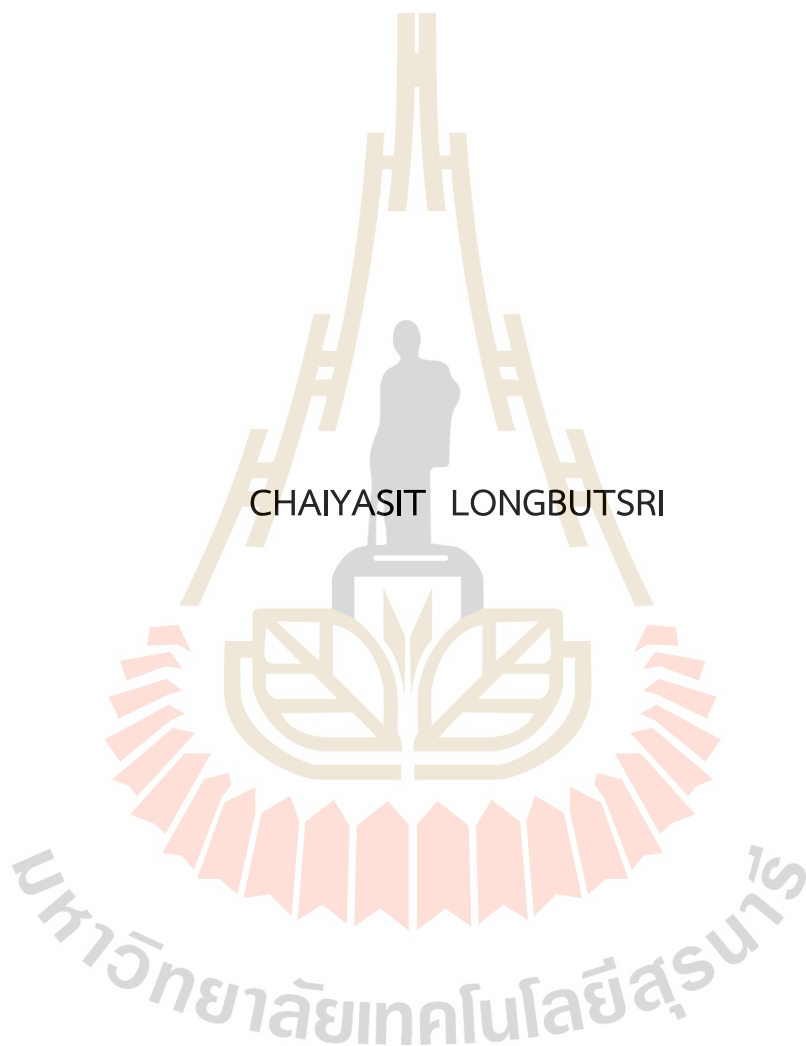
การกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต
จากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2568

RECOVERY OF HEMATITE AND STRONTIUM CARBONATE FROM
STRONTIUM FERRITE MAGNET SLUDGE

CHAIYASIT LONGBUTSRI



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

การกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต

จากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักศึกษานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(ผศ. ดร.ฐาปณีย์ พัชรวิษัญ)

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร.สงบ คำค้อ)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(ผศ. ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์)

กรรมการ

(ดร.ธีรวิธ ตันนุกิจ)

กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์)

รักษาการแทนรองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและ
ประกันคุณภาพ

(รองศาสตราจารย์ ดร.พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ชัยสิทธิ์ หล่องบุตรศรี : การกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากตะกอน
แม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ (RECOVERY OF HEMATITE AND STRONTIUM
CARBONATE FROM STRONTIUM FERRITE MAGNET SLUDGE)

อาจารย์ที่ปรึกษา: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สงบ คำค้อ, 172 หน้า.

คำสำคัญ : การรีไซเคิลโลหะ/แม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์/เฮมาไทต์/ สตรอนเชียมคาร์บอเนต

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนากระบวนการกู้คืนเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) และสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) จากของเสียชนิดกากตะกอนของเสียสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์โดยใช้กระบวนการทางโลหวิทยาสารละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อนสำหรับการสังเคราะห์เฮมาไทต์ และปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่สำหรับการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต ขั้นตอนของกระบวนการเริ่มต้นจากการนำของเสียมาเข้าสู่กระบวนการชะละลายเพื่อแยกเหล็กออกจากสตรอนเชียมด้วยกรดซัลฟิวริก เมื่อสิ้นสุดกระบวนการจะเกิดผลิตภัณฑ์เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นของเหล็กสูงและได้ตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต ในขั้นตอนนี้ได้ศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับการชะละลาย ได้แก่ ความเข้มข้นกรด (1-4 โมลาร์) อุณหภูมิ (25-90 องศาเซลเซียส) และเวลา (0.5-24 ชั่วโมง) ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสภาวะที่เหมาะสมคือการใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 4 โมลาร์ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งสามารถที่จะชะละลายเหล็กจากวัตถุดิบได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงและสามารถแยกสตรอนเชียมให้อยู่ในรูปตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) ได้อย่างสมบูรณ์ สารละลายเหล็กที่เกิดขึ้นได้ถูกนำไปตกตะกอนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เพื่อให้ได้ตะกอนของเหล็กไฮดรอกไซด์ จากนั้นตะกอนที่ได้จะถูกนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ตามด้วยขั้นตอนการล้างเพื่อขจัดเกลือซึ่งจะทำให้ได้ผงเฮมาไทต์ที่มีความบริสุทธิ์สูง สำหรับตะกอน SrSO_4 ที่เกิดจากขั้นตอนการชะละลายได้ถูกนำมาแปรสภาพเป็น SrCO_3 โดยทำให้เกิดปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่ด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ผลการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ SrCO_3 คือการใช้ Na_2CO_3 เข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 1.5 ชั่วโมง ซึ่งได้ส่งผลทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสจาก SrSO_4 ไปเป็น SrCO_3 ได้อย่างสมบูรณ์ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้ถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และส่วนผสมทางเคมีได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และ EDS การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ เหล่านี้ช่วยยืนยันความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยภาพรวมของกระบวนการรีไซเคิลที่พัฒนาขึ้นนี้มีประสิทธิภาพในการกู้คืนเหล็กได้สูงถึงร้อยละ 97 และกู้คืนสตรอนเชียมได้ร้อยละ 87

สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ

ปีการศึกษา 2568

ลายมือชื่อนักศึกษา ชัยสิทธิ์ หล่องบุตรศรี
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา สงบ คำค้อ

CHAIYASIT LONGBUTSRI : RECOVERY OF HEMATITE AND STRONTIUM
CARBONATE FROM STRONTIUM FERRITE MAGNET SLUDGE.

THESIS ADVISOR: ASSISTANT PROFESSOR SAKHOB KHUMKOA, Ph.D., 172 PP.

Keyword : Metal recycling, Strontium ferrite magnet, Hematite, Strontium carbonate

This study aimed to develop a recovery process for hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) and strontium carbonate (SrCO_3) from strontium ferrite magnet sludge waste, integrating hydrometallurgical and pyrometallurgical techniques for hematite synthesis and a double-ion-replacement reaction for strontium carbonate synthesis. The process began with sulfuric acid leaching to selectively separate iron from strontium, yielding an iron-rich leach solution and a strontium sulfate (SrSO_4) precipitate. The effects of acid concentration (1–4 M), temperature (25–90°C), and leaching time (0.5–24 h) were systematically investigated. Optimal leaching conditions were determined to be 4 M H_2SO_4 at 90°C for 12 hours, achieving high iron dissolution efficiency and complete separation of strontium as SrSO_4 . The leachate of iron-rich solution was subsequently precipitated with sodium hydroxide (NaOH) to obtain iron hydroxide, which was then calcined at 700°C followed by a salt-removal washing step to yield high-purity hematite powder. The SrSO_4 precipitate was converted to SrCO_3 via a double-ion replacement reaction with sodium carbonate (Na_2CO_3) solution. The optimal conditions for SrCO_3 synthesis were found to be 1.25 M Na_2CO_3 for 1.5 hours, resulting in complete phase transformation from SrSO_4 to SrCO_3 . The synthesized products were characterized for morphology by scanning electron microscopy (SEM), crystal structure by X-ray diffraction (XRD), and chemical composition by ICP-OES and EDS. Collectively, these analytical techniques confirmed the purity of the recovered products. Overall, this developed recycling process demonstrated high efficiency, achieving recovery rates of 97% for iron and 87% for strontium.

School of Metallurgical Engineering
Academic Year 2025

Student's Signature Chaiyasit Longbutsri.....
Advisor's Signature S. Khumkoa.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี โดยได้รับความช่วยเหลืออย่างยิ่ง ทั้งด้านวิชาการและด้านการดำเนินงานวิจัย จากหน่วยงานและบุคคลต่าง ๆ ในโอกาสนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณหน่วยงานและบุคคลต่าง ๆ ได้แก่

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สงบ คำค้อ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ให้โอกาสทางการศึกษา ให้ความรู้ทางวิชาการในด้านต่าง ๆ ให้คำปรึกษาที่มีประโยชน์อย่างยิ่งตลอดการทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ รวมถึงให้กำลังใจแก่ผู้วิจัย ตลอดจนให้คำแนะนำและการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น อันเป็นประโยชน์ต่อการทำวิจัย จนทำให้การวิจัยนี้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ฐานิย์ พชรวิษณุ ผู้ดำเนินการเรื่องขออนุมัติทุน ผู้มีผลการเรียนดีเด่นระดับบัณฑิตศึกษา ตลอดจนให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาเรื่องความรู้ทางวิชาการ อันเป็นประโยชน์ต่อการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ทนงค์ศักดิ์ ยิงนคร ผู้ให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาเรื่องความรู้ทางวิชาการอันเป็นประโยชน์ต่อการทำวิจัย อีกทั้งช่วยเหลือในเรื่องการตีพิมพ์ผลงานวิจัยระดับนานาชาติ

ขอขอบคุณคณะกรรมการทุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำ ชี้แนะ ตรวจสอบ แก้ไข และอนุมัติงานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีอาคารเครื่องมือ 6 10 และ 11 ที่ให้คำแนะนำในการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ ตลอดการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างดี

ขอขอบคุณคุณเอมอร ก่อเกียรติสกุล ที่คอยให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาในการดำเนินการเกี่ยวกับเอกสารต่าง ๆ จนทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ผู้ให้การสนับสนุนทุนผู้ที่มีผลการเรียนดีเด่นระดับบัณฑิตศึกษาแก่ผู้วิจัย และสุดท้ายขอขอบคุณผู้เกี่ยวข้องอื่น ๆ ที่มีได้กล่าวถึงข้างต้น

สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ผู้วิจัยขอมอบให้กับบิดา มารดา อันเป็นที่เคารพและรักยิ่ง ที่ให้การอบรมเลี้ยงดู ให้โอกาสและสนับสนุนเรื่องการศึกษาที่ดีตลอดมา ตลอดจนครูอาจารย์ที่เคารพทุกท่าน ซึ่งบุคคลเหล่านี้เป็นผู้ให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด อันเป็นส่วนสำคัญอย่างยิ่งที่ทำให้การทำวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	4
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	5
2 ปรัชญารวบรวมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 แม่เหล็กถาวร	6
2.2 กระบวนการผลิตแม่เหล็กสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์.....	11
2.2.1 วัตถุดิบหลัก.....	13
2.2.2 ลักษณะของของเสียจากกระบวนการผลิต	13
2.2.3 การจัดการของเสียในปัจจุบัน	15
2.3 เทคโนโลยีการสกัดและกู้คืนโลหะ	15
2.3.1 กระบวนการโลหวิทยาความร้อน	15
2.3.2 กระบวนการโลหวิทยาสารละลาย.....	16
2.4 ทฤษฎีปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่และการแปลงสภาพสารประกอบ	17
2.4.1 หลักการทางเทอร์โมไดนามิกส์และค่าคงที่ผลคูณการละลาย	17
2.4.2 กลไกการละลายและตกผลึกใหม่	18

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	19
2.5.1	การจัดการของเสียและการกู้คืนโลหะจากแม่เหล็ก	19
2.5.2	การสังเคราะห์เหล็กออกไซด์จากของเสีย	26
2.5.3	เทคโนโลยีการผลิตสารประกอบสตรอนเชียมจากแร่เซเลสไทต์.....	33
3	วิธีดำเนินงานวิจัย	45
3.1	วัตถุดิบและสารเคมี.....	45
3.1.1	วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง	45
3.1.2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	48
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง.....	51
3.2.1	เครื่องชั่งมวลทศนิยม 2 ตำแหน่ง.....	51
3.2.2	เครื่องชั่งมวลทศนิยม 4 ตำแหน่ง.....	52
3.2.3	ชุดโกร่งบดสาร	53
3.2.4	ตะแกรงกรอง	54
3.2.5	เตามuffle	55
3.2.6	เทอร์โมคัปเปิล.....	56
3.2.7	อะลูมินาโบท	57
3.2.8	เครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็กพร้อมแผ่นให้ความร้อน	57
3.2.9	ชุดกรองสารละลาย	58
3.2.10	เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่างและตัววัดอุณหภูมิ	59
3.2.11	ตู้อบลมร้อน.....	60
3.2.12	อุปกรณ์สำหรับความปลอดภัยต่าง ๆ เช่น ถุงมือยาง หน้ากากป้องกัน สารเคมี แวนตากันสารเคมี ตู้อุณหภูมิและไอระเหย เป็นต้น	61
3.3	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องสำหรับวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี	62
3.3.1	เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลังงานและปริมาณ (TGA/DSC1)	62
3.3.2	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	63
3.3.3	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับเทคนิค การวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	64

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.4	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรายละเอียดสูง พร้อมชุดวิเคราะห์ธาตุแบบอีดีเอส (FESEM-EDS)	65
3.3.5	เครื่องวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยหลักการคายแสง จากการกระตุ้นด้วยพลาสมา	66
3.4	ขั้นตอนการศึกษาวิจัย	67
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล	73
4.1	ผลการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งต่อความสามารถในการชะละลาย ตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์	73
4.1.1	ผลการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นกรดต่อความสามารถ ในการชะละลาย	73
4.1.2	ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อความสามารถในการชะละลาย	77
4.1.3	ผลการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อ ความสามารถในการชะละลาย	80
4.1.4	สภาวะการทดลองที่เหมาะสมกับการชะละลายตะกอนแม่เหล็ก สตรอนเชียมเฟอร์ไรต์	84
4.2	ผลการตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ การแปรสภาพด้วยความร้อน และการทำให้เฮมาไทต์บริสุทธิ์	85
4.2.1	การตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์	85
4.2.2	ผลการแปรสภาพตะกอนให้เป็นเหล็กออกไซด์และการทำให้ เหล็กออกไซด์บริสุทธิ์สูงขึ้น	88
4.3	ผลการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต	90
4.3.1	ผลการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของโซเดียมคาร์บอเนตต่อ ความสามารถในการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต	90
4.3.2	ผลการศึกษาอิทธิพลของเวลาต่อความสามารถในการสังเคราะห์ สตรอนเชียมคาร์บอเนต	96
4.4	ผังการไหลตัวและสมดุลวัสดุของกระบวนการ	103

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.5	การเปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัย ที่พัฒนาขึ้นจากการศึกษา.....	105
5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	107
5.1	สรุปผลการทดลอง	107
5.2	ข้อเสนอแนะ	108
	รายการอ้างอิง	109
	ภาคผนวก.....	117
	ภาคผนวก ก ลักษณะชิ้นงานตัวอย่างที่ได้จากการทดลอง	118
	ภาคผนวก ข ผลการทดลองที่เกี่ยวข้อง	121
	ภาคผนวก ค บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างการศึกษา.....	127
	ประวัติผู้เขียน	172

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	สมบัติสำคัญของแม่เหล็กถาวรประเภทต่าง ๆ ที่มีขายโดยทั่วไป 10
2.2	ตัวอย่างส่วนผสมทางเคมีของตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ 14
2.3	ส่วนผสมทางเคมีของกากตะกอนของที่เกิดจากโรงรีดเย็น 31
2.4	ส่วนผสมทางเคมีของซีเลสไทต์ 34
2.5	เปรียบเทียบการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบเมื่อสัดส่วนของสตรอนเชียมซัลเฟต ต่อโซเดียมคาร์บอเนต และเวลาที่ต่างกัน 40
3.1	ส่วนผสมทางเคมีของตะกอนใช้ในการทดลอง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES 46
4.1	องค์ประกอบธาตุของตัวอย่างในขั้นตอนต่าง ๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS (ร้อยละโดยน้ำหนัก) 88
4.2	องค์ประกอบธาตุของตัวอย่างในขั้นตอนต่าง ๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS (ร้อยละโดยน้ำหนักอะตอม) 90
4.3	เปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัยที่พัฒนาขึ้น 106

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1	การคาดการณ์การเติบโตของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ในปี ค.ศ. 2022-2032 2
2.1	ลักษณะทางกายภาพของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ในเชิงพาณิชย์ที่มีรูปทรงหลากหลาย (เช่น แผ่นสี่เหลี่ยม แผ่นกลม และวงแหวน) ซึ่งมีลักษณะเด่นคือมีความแข็งแรง และเปราะคล้ายวัสดุ..... 7
2.2	กระบวนการผลิตแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ 11
2.3	ลักษณะทางกายภาพของตะกอนแม่เหล็กสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์ที่เกิดจากการเจียรผิวด้านบน 13
2.4	ของเสียชนิดก้อนแม่เหล็กสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์ที่มีขนาดไม่ได้มาตรฐาน 14
2.5	แผนผังการนำตะกอนแม่เหล็กกลับมาใช้ในการผลิตแม่เหล็กอีกครั้ง..... 19
2.6	แผนภาพรีไซเคิลตะกอนของเสียแม่เหล็กสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์โดยผลิตเป็น เฮมาไทต์และสตรอนเทียมคาร์บอเนต 21
2.7	ผลของกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1, 3 และ 5 โมลาร์ที่ส่งผลต่อความสามารถในการ ละลายโลหะต่าง ๆ 23
2.8	ผลของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1, 3 และ 5 โมลาร์ที่ส่งผลต่อความสามารถ ในการละลายโลหะต่าง ๆ 24
2.9	ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริกที่ส่งผลต่อความสามารถในการละลายโลหะต่าง ๆ 25
2.10	ผลของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อความสามารถในการละลายโลหะต่าง ๆ โดยใช้ กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ 25
2.11	ผลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ส่งผลต่อความสามารถในการ ละลายโลหะต่าง ๆ โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส..... 26
2.12	แผนภาพจำลองการสังเคราะห์เฮมาไทต์และสตรอนเทียมคาร์บอเนตจากน้ำเสีย..... 27
2.13	แผนผังของการสังเคราะห์อนุภาคนาโน $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ จากกระป๋องนมขึ้นหวาน 28
2.14	ภาพ SEM และการกระจายขนาดของอนุภาคนาโน $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ที่เผาที่อุณหภูมิ และเวลาที่แตกต่างกัน (a) 600°C, 3 ชั่วโมง (b) 600°C, 4 ชั่วโมง (c) 700°C, 3 ชั่วโมง (d) 700°C, 4 ชม. (e) 800°C 6 ชั่วโมง 29

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.15	องค์ประกอบทางเคมีของกากตะกอนของที่เกิดจากโรงรีดเย็น 31
2.16	แผนผังการสังเคราะห์เม็ดสีเหล็กออกไซด์ไม่คาจากากตะกอนที่เกิดจากโรงรีดเย็น..... 32
2.17	แผนผังการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากแร่ซีเลสไทต์ด้วยวิธีทางความร้อน 34
2.18	แผนผังการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากแร่ซีเลสไทต์ด้วยวิธีละลายตัวโดยตรง 35
2.19	ผลความเร็วรอบการกวาดต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ 36
2.20	ผลขนาดอนุภาคต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ 36
2.21	ผลอัตราส่วนโมลล์ของโซดาแอชต่อซีเลสไทต์ต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ 37
2.22	ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ 37
2.23	การสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนตด้วยวิธีทางกล..... 39
2.24	เปรียบเทียบเวลากับการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ 40
2.25	การเปลี่ยนแปลงของความเข้มข้นของ Ba^{2+} และ Sr^{2+} ในระหว่างการชะละลายเซเลสไทต์ 41
2.26	ความสามารถในการชะละลายสตรอนเชียมด้วยความเข้มข้นของ $BaCl_2$ ที่แตกต่างกัน..... 42
2.27	ความสามารถในการชะละลายสตรอนเชียมด้วยความเข้มข้นของ HCl ที่แตกต่างกัน..... 42
2.28	ความสามารถในการชะละลายสตรอนเชียมที่อุณหภูมิต่างกัน 43
3.1	ลักษณะวัตถุบดตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง (ก) ตะกอนที่เกิดจากกระบวนการเจียรผิวแม่เหล็ก(ข) ตะกอนหลังผ่านการอบแห้ง บดลดขนาดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 50 เมช..... 46
3.2	องค์ประกอบทางเคมีของกากตะกอนที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD..... 47
3.3	ภาพถ่ายแสดงลักษณะของกากตะกอนที่ใช้ในการทดลองด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 48
3.4	กรดซัลฟิวริก..... 49
3.5	โซเดียมไฮดรอกไซด์ 50
3.6	โซเดียมคาร์บอเนต..... 51

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.7	เครื่องชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างความละเอียดทศนิยม 2 ตำแหน่ง 52
3.8	เครื่องชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง 53
3.9	ชุดโกร่งบดสาร..... 53
2.10	ตะแกรงกรอง..... 54
3.11	เตาแม่เหล็ก..... 55
3.12	เทอร์โมคัปเปิล ชนิดเค..... 56
3.13	อะลูมินาโบท..... 57
3.14	เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน..... 58
3.15	ชุดกรองสารละลาย..... 59
3.16	เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่างและตัววัดอุณหภูมิ..... 60
2.17	ตู้อบลมร้อน 61
3.18	เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน..... 62
3.19	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์..... 63
3.20	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับเทคนิคการวัด การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์..... 64
3.21	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรายละเอียดสูงร่วมกับเทคนิค การวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์..... 65
3.22	เครื่อง Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer 66
3.23	แผนผังการทดลองรีไซเคิลตะกอนของเสียที่เกิดจากโรงงานผลิตแม่เหล็ก สตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ 68
4.1	ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพ การชะละลายเหล็ก ณ เวลาหนึ่ง..... 74
4.2	ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพ การชะละลายสตรอนเชียม ณ เวลาหนึ่ง 75
4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิห้อง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง..... 76

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.4	ผลของอุณหภูมิ (อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก ณ เวลาหนึ่ง..... 77
4.5	ผลของอุณหภูมิ (อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียม ณ เวลาหนึ่ง 78
4.6	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ณ อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง 79
4.7	อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก..... 81
4.8	อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียม..... 82
4.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ณ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง..... 83
4.10	ลักษณะเฉพาะของตะกอนที่ได้จากการชะละลาย (ก) ลักษณะทางกายภาพของสารละลายที่ผ่านการกรองและตะกอนของแข็งที่ได้ (ข) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของตะกอน และ (ค) ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของตะกอน 84
4.11	ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ต่อการกู้คืนเหล็ก (ก) ลักษณะทางกายภาพของสารละลายที่ค่า pH ต่าง ๆ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH และประสิทธิภาพการตกตะกอนของเหล็ก และ (ค) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของตะกอนที่เกิดขึ้นที่ค่า pH 5.0 86
4.12	ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วย TGA ของตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ (ตกตะกอนที่ pH 5.0)..... 87
4.13	ผลการวิเคราะห์ผงเฮมาไทต์ (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เปรียบเทียบระหว่างก่อนล้าง (บน-สีม่วง) และหลังล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ชั่วโมง (ล่าง-สีแดง) (ข) ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะของอนุภาค Fe_2O_3 89

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.14	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแปรสภาพ SrSO_4 เป็น SrCO_3 ด้วยสารละลาย Na_2CO_3 ที่ความเข้มข้น 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง 91
4.15	ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.00 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง..... 92
4.16	การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.00 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง 93
4.17	ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 94
4.18	การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง 94
4.19	ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.50 โมลาร์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 95
4.20	การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.50 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง 96
4.21	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ SrCO_3 โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ อุณหภูมิห้อง เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ต่างกัน (0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง)..... 97
4.22	ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง..... 98
4.23	การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 0.5 ชั่วโมง..... 99
4.24	ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง..... 100
4.25	การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 1.5 ชั่วโมง..... 101

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.26	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) แสดงสัณฐานวิทยาของผงสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ที่สังเคราะห์ได้..... 102
4.27	ผังการไหลตัวและสมมูลวัสดุสำหรับการกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต จากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์..... 103



บทที่ 1

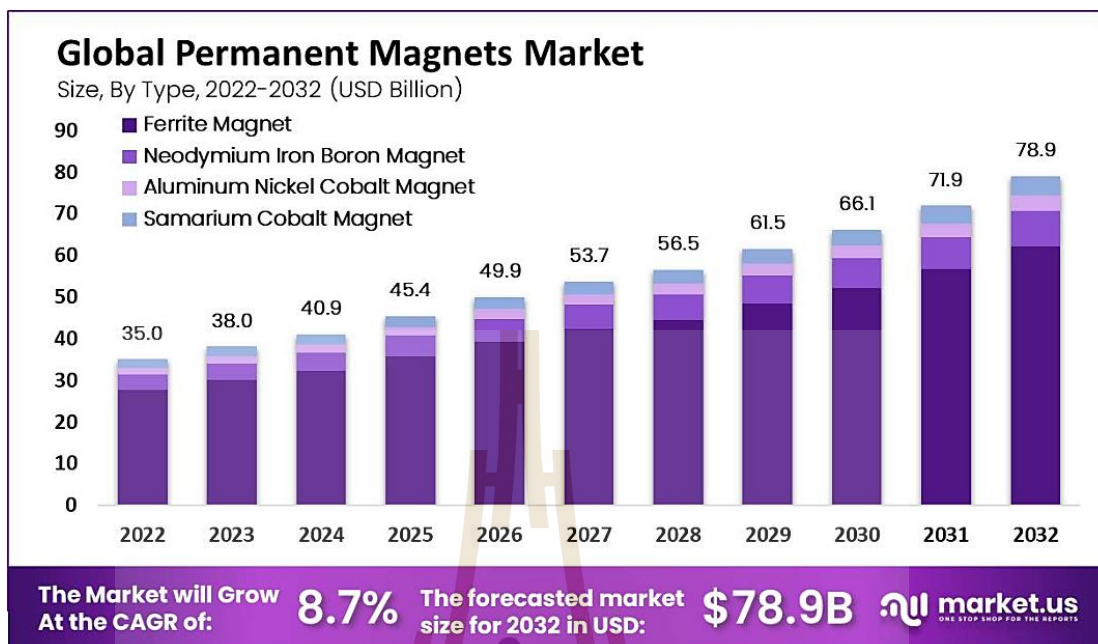
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

แม่เหล็กเฟอร์ไรต์จัดเป็นวัสดุแม่เหล็กถาวรที่มีปริมาณการผลิตสูงที่สุดในโลก โดยมีสัดส่วนทางการตลาดมากกว่าร้อยละ 80 ของผลิตภัณฑ์แม่เหล็กถาวรทั้งหมด (A. Gupta & Roy, 2024; stanfordmagnets, 2024; Grand View Research, 2025) สาเหตุหลักที่ทำให้แม่เหล็กชนิดนี้ได้รับความนิยม เนื่องจากมีคุณสมบัติค่าความต้านทานการล้าแม่เหล็กสูง มีเสถียรภาพทางเคมี และมีความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ที่เหนือกว่าวัสดุทางเลือกอื่น ๆ เช่น อัลนิโค (Alnico) ซาแมเรียม-โคบอลต์ (SmCo) และนีโอไดเมีย-เหล็ก-โบรอน (NdFeB) (Le Breton, 2021; Dura magnetics, 2014; Caramitu et al., 2024)

จากการสำรวจข้อมูลทางสถิติ ตลาดแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ทั่วโลกมีมูลค่าถึง 35 พันล้านดอลลาร์สหรัฐ (1,211.63 พันล้านบาท) ในปี 2565 และคาดการณ์ว่าจะเติบโตขึ้นเป็น 78.9 พันล้านดอลลาร์สหรัฐ (2,731.36 พันล้านบาท) ภายในปี 2575 โดยมีอัตราการเติบโตเฉลี่ยต่อปี (CAGR) อยู่ที่ 8.7% ดังแสดงในรูปที่ 1.1 ซึ่งแสดงแนวโน้มการเติบโตของแม่เหล็กถาวรชนิดต่าง ๆ ตั้งแต่ปี ค.ศ. 2022-2032 การเติบโตอย่างต่อเนื่องนี้เป็นผลมาจากการประยุกต์ใช้งานที่ครอบคลุมหลากหลายอุตสาหกรรม ไม่ว่าจะเป็นอุตสาหกรรมเครื่องใช้ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมเครื่องจักรและการผลิต อุตสาหกรรมสินค้าอุปโภคบริโภคและของใช้ในบ้าน อุตสาหกรรมพลังงานและโทรคมนาคม เป็นต้น

ปัจจัยสำคัญที่ผลักดันความต้องการแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ ได้แก่ 1) ความต้องการแม่เหล็กถาวรที่เพิ่มขึ้นจากภาคยานยนต์ จากข้อมูลการเติบโตของอุตสาหกรรมการผลิตยานยนต์ระหว่างปี พ.ศ. 2564-2565 ซึ่งมีการเติบโตจาก 2,860 พันล้านเป็น 2,950 พันล้าน จึงเป็นปัจจัยสนับสนุนการเติบโตของตลาดแม่เหล็กถาวรโดยตรง โดยแม่เหล็กถาวรถูกนำไปใช้งานหลายอย่างในภาคส่วนยานยนต์ เช่น การใช้ในระบบ CBS ของยานพาหนะ ซึ่งช่วยให้รถหยุดได้อย่างปลอดภัยและเสียงการทรงตัวน้อยที่สุด อีกทั้ง แม่เหล็กถาวรยังใช้ในลำโพงและระบบเสียงของยานพาหนะ และ 2) การใช้แม่เหล็กถาวรอย่างแพร่หลายในภาคพลังงานหมุนเวียนและพลังงานกำลังขับเคลื่อนการเติบโตของตลาดแม่เหล็กถาวรทั่วโลก ซึ่งแม่เหล็กถาวรถูกใช้เป็นจำนวนมากในภาคส่วนพลังงานหมุนเวียนและพลังงานสำหรับหมุนใบพัดของมอเตอร์และสร้างพลังงาน



รูปที่ 1.1 การคาดการณ์การเติบโตของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ในปี ค.ศ. 2022-2032 (Global Permanent Magnets Market, 2023)

ตลาดพลังงานหมุนเวียนทั่วโลกเติบโตขึ้นจาก 856.0 พันล้านเป็น 971.6 พันล้านระหว่างปี 2564-2565 ตลาดพลังงานหมุนเวียนมีผลกระทบโดยตรงต่อการเติบโตของตลาดแม่เหล็กถาวรเนื่องจากพลังงานหมุนเวียนและพลังงานส่วนใหญ่เกิดจากการใช้แม่เหล็กในอุตสาหกรรม ปัจจัยสำคัญเหล่านี้กำลังผลักดันการเติบโตของตลาดแม่เหล็กถาวรทั่วโลก

ในบรรดาแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ทั้งหมด แม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ได้รับความนิยมสูงสุดเนื่องจากคุณสมบัติเด่นหลายประการ ได้แก่ มีความปลอดภัยและผ่านมาตรฐานสิ่งแวดล้อม มีแรงต้านทานการสูญเสียอำนาจแม่เหล็กสูง (Higher Coercivity) มีความคุ้มค่าต่อประสิทธิภาพ (High Performance-to-Cost Ratio) และสามารถนำไปดัดแปลงขึ้นรูปได้หลากหลาย กระบวนการผลิตแม่เหล็กดังกล่าวมีขั้นตอนการเผาผนึกวัตถุดิบ (Sintering) ที่อุณหภูมิ 1,000-1,200 องศาเซลเซียส โดยใช้วัตถุดิบหลักคือ เฮมาไทต์ (Fe_2O_3) ซึ่งเป็นผลพลอยได้ราคาถูกจากอุตสาหกรรมเหล็กกล้า นำมาผสมกับสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) (Verma et al., 2000; Huang et al., 2024; Pullar, 2012) แม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ได้ถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวางในยานยนต์ไฟฟ้า ระบบขับเคลื่อนมอเตอร์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ อุปกรณ์ไมโครเวฟ และเทคโนโลยีทางการแพทย์ (Campos & Rodrigues, 2017; Egorov et al., 2023)

อย่างไรก็ตาม ความต้องการใช้งานที่เพิ่มสูงขึ้นทำให้การผลิตเพิ่มขึ้นพร้อมกับปริมาณของเสียที่เพิ่มขึ้นจากขั้นตอนการผลิต (Bian et al., 2020; Bollero et al., 2017) โดยเฉพาะในขั้นตอนการเจียรหลังการเผาผนึก ซึ่งก่อให้เกิดของเสียในรูป "กากตะกอน" (Sludge) ปริมาณมาก (Huang et al., 2024; Stanford magnets, 2024) กากตะกอนเหล่านี้ประกอบด้วยอนุภาคละเอียดของเหล็กออกไซด์และสารประกอบสตรอนเชียมที่ปนเปื้อนด้วยน้ำยาหล่อเย็น โดยกากตะกอนนี้ได้ถูกจำแนกให้เป็นของเสียอันตรายที่มีโลหะหนักและมีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม จากแหล่งข้อมูลที่น่าเชื่อถือได้ พบว่ากากตะกอน $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่เกิดขึ้นจากโรงงานผลิตแม่เหล็กแห่งหนึ่งมีปริมาณสูงถึง 220 ตันต่อปี ด้วยปริมาณของของเสียที่เกิดขึ้นทำให้เกิดความท้าทายในการพัฒนาเทคโนโลยีเพื่อกู้คืนโลหะมีค่ากลับมาใช้ประโยชน์ใหม่ ทั้งนี้เพื่อการเพิ่มมูลค่า (Valorization) ให้กับของเสียดังกล่าว

การรีไซเคิลของเสียชนิดกากตะกอน $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ อาจใช้กระบวนการโลหวิทยาความร้อน อย่างไรก็ตาม การปนเปื้อนของสารอินทรีย์และน้ำมันจะก่อให้เกิดการเผาไหม้ที่สร้างก๊าซเรือนกระจกอันตราย และส่งผลกระทบต่อสมดุลความร้อนของระบบ (Hydrometal Tech, 2024; Simoni et al., 2024) กรณีการรีไซเคิลด้วยกระบวนการโลหวิทยาสารละลายจะต้องมีกระบวนการหลายขั้นตอนในการสกัดโลหะและต้องพึ่งพาสารสกัดอินทรีย์ (Organic solvents) ซึ่งมีราคาสูง (Dutrillac & Jambor, 2000; C. K. Gupta & Mukherjee, 1990; Laubertová et al., 2024)

การพัฒนาการกู้คืนโลหะมีค่าจากกากตะกอนของเสียที่เกิดจากอุตสาหกรรมการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ โดยกรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ (กพร.) พบว่ากระบวนการที่ได้พัฒนาขึ้นมีข้อจำกัดหลายประการ ได้แก่

- 1) การใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นสูง โดยต้องใช้กรดซัลฟิวริกที่มีความเข้มข้นสูงถึง 10 โมลต่อลิตร ร่วมกับการใช้แบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ส่งผลให้การจัดการสารเคมีและของเสียมีความซับซ้อน และจำเป็นต้องมีมาตรการระมัดระวังอันตรายจากสารเคมี
- 2) กระบวนการมีหลายขั้นตอน ส่งผลให้การดำเนินงานโดยรวมมีความยุ่งยาก ต้นทุนด้านเครื่องมือและพลังงานสูง และเกิดการสูญเสียผลิตภัณฑ์ในระหว่างขั้นตอนต่าง ๆ

เพื่อลดข้อจำกัดดังที่ได้กล่าวมา งานวิจัยนี้จึงมุ่งปรับปรุงกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลายที่เน้นความยั่งยืนและความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ โดยอาศัยสมบัติทางเคมีจำเพาะของกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ในการสกัดแยกแบบคัดเลือกภายในขั้นตอนเดียว โดยจะให้เหล็กถูกชะละลายออกมาในสารละลายพร้อมกับการตกตะกอนแยกตัวของสตรอนเชียมในรูปสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) ที่ไม่ละลายน้ำ ซึ่งช่วยลดความซับซ้อนของกระบวนการ และหลีกเลี่ยงการใช้สารทำละลายอินทรีย์ที่เป็นอันตราย เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าเชิงพาณิชย์ 2 ชนิด ได้แก่

- 1) เฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) สำหรับประยุกต์ใช้เป็นเม็ดสีสีแดง (Red pigment) ในอุตสาหกรรมสารเคลือบกันสนิม หรือ ใช้ในการย้อมสีกระดาษ อิเล็กทรอนิกส์ และปรับปรุงคุณภาพให้ใช้ได้ในเรื่องสี
- 2) สตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ซึ่งเป็นวัสดุอเนกประสงค์สำหรับประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิก ชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ และวัสดุพลาสมา

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาและพัฒนากระบวนการกู้คืนโลหะเหล็กและสตรอนเชียม จากของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ โดยใช้กระบวนการโลหวิทยาการละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อน เพื่อผลิตเป็นเหล็กออกไซด์สีแดง (red iron oxide) และสตรอนเชียมคาร์บอเนต (strontium carbonate)
- 2) เพื่อปรับปรุงสภาวะการทดลองให้ได้ค่าตัวแปรที่เหมาะสมมากยิ่งขึ้นจากงานวิจัยที่ได้ศึกษามาแล้วซึ่งเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพกระบวนการในด้านลดระยะเวลา ลดขั้นตอนการผลิต และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากขึ้น

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การศึกษากู้คืนโลหะเหล็กและสตรอนเชียมจากของเสียที่เกิดจากโรงงานผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ด้วยกระบวนการโลหวิทยาการละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อน แบ่งการทดลองออกเป็น 4 ขั้นตอนหลัก ประกอบด้วย 1) การชะละลาย 2) การตกตะกอน 3) การเผา (Calcination) เปลี่ยนฟอร์มสารประกอบโลหะ และ 4) การสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

- 1) การชะละลาย
ศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) อุณหภูมิ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว และเวลาที่ใช้ในการชะละลายจากตะกอนของเสียชนิดแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 โมลาร์ (M) อุณหภูมิ 25 (อุณหภูมิห้อง), 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20, 40, 60 และ 80 กรัมต่อลิตร และระยะเวลาในการชะละลาย 0.5-24 ชั่วโมง โดยควบคุมอัตราการกวนคงที่ที่ 500 รอบต่อนาที
- 2) การตกตะกอน
ศึกษาค่า pH ที่ส่งผลต่อการตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ (Fe(OH)_3) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักโดยปริมาตร โดยศึกษาที่ค่า pH 1.0-5.5

- 3) การเผา (Calcination) เปลี่ยนฟอร์มสารประกอบโลหะ
ทำการเผาเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบจากเหล็กไฮดรอกไซด์เป็นเหล็กออกไซด์ด้วย
กระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 4) การสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต
ศึกษาความเข้มข้นของสารแลกเปลี่ยนไอออน (โซเดียมคาร์บอเนต : Na_2CO_3) และ
เวลาที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1.00, 1.25
และ 1.50 โมลาร์ เวลา 0.5 (30 นาที), 1 และ 1.5 ชั่วโมง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวคงที่ที่
1.8368 ต่อ 10 กรัมต่อมิลลิลิตร อุณหภูมิห้อง และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

ประโยชน์ที่ได้รับจากการศึกษาการรีไซเคิลตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ มีดังนี้

- 1) ทราบอิทธิพลของตัวแปรทางโลหวิทยา เช่น ชนิดและความเข้มข้นของตัวทำละลาย
อุณหภูมิ และเวลา เป็นต้น ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก และการแยกตกตะกอน
สตรอนเชียมซัลเฟตออกจากของเสีย
- 2) ทราบอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อการกู้คืนและความบริสุทธิ์ของเหล็กในรูป
สารประกอบเหล็กออกไซด์และสตรอนเชียมในรูปสารประกอบสตรอนเชียมคาร์บอเนต เพื่อให้ได้
สารประกอบที่ได้มาตรฐานตามความต้องการของอุตสาหกรรม
- 3) สามารถลดข้อจำกัดของงานวิจัยในอดีต โดยการพัฒนากระบวนการที่มีความ
ซับซ้อนน้อยลง ลดระยะเวลาและขั้นตอนในการผลิต ส่งผลให้กระบวนการรีไซเคิลมีความคุ้มค่า
เชิงเศรษฐศาสตร์และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากขึ้น

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงทฤษฎีพื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสกัดและกู้คืนโลหะจากกากตะกอนแม่เหล็ก โดยครอบคลุมถึงคุณสมบัติของแม่เหล็กถาวร กระบวนการผลิตและลักษณะของของเสียที่เกิดขึ้น เทคโนโลยีการสกัดโลหะ และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ผงสีเหล็กออกไซด์และการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต เพื่อเป็นพื้นฐานในการวิเคราะห์และอภิปรายผลการทดลองในงานวิจัยนี้

2.1 แม่เหล็กถาวร

ในปัจจุบัน แม่เหล็กถาวรที่นิยมใช้งานในภาคอุตสาหกรรมและเชิงพาณิชย์ สามารถจำแนกออกเป็น 4 ประเภทหลัก ได้แก่ แม่เหล็กเฟอร์ไรต์ (Ferrite magnet) แม่เหล็กนีโอไดเมียม-เหล็ก-โบรอน (Neodymium-Iron-Boron magnet) แม่เหล็กซาแมเรียม-โคบอลต์ (Samarium-Cobalt magnet) และแม่เหล็กอลูมิเนียม-นิกเกิล-โคบอลต์ (AlNiCo magnet) โดยแม่เหล็กแต่ละประเภทมีสมบัติเฉพาะตัวและขอบเขตการใช้งานที่แตกต่างกัน ดังนี้

1) แม่เหล็กเฟอร์ไรต์

แม่เหล็กเฟอร์ไรต์จัดเป็นแม่เหล็กถาวรกลุ่มเซรามิกที่ผลิตจากสารประกอบเหล็กออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก ได้แก่ เฮมาไทต์ (Fe_2O_3) หรือ แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) ผสมกับสารประกอบคาร์บอเนตของโลหะแอลคาไลน์เอิร์ท เช่น สตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) หรือ แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) โดยทั่วไปแม่เหล็กชนิดนี้ถูกจัดอยู่ในกลุ่มเฮกซะเฟอร์ไรต์ชนิดเอ็ม (M-type hexaferrite) (Khojaste khoo & Kameli, 2021) ซึ่งมีสูตรเคมีทั่วไปคือ $\text{RFe}_{12}\text{O}_{19}$ โดยที่ R เป็นตัวแทนของธาตุโลหะ เช่น แบเรียม (Ba) สตรอนเชียม (Sr) หรือ ตะกั่ว (Pb) การจำแนกประเภทของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ตามองค์ประกอบทางเคมี สามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทหลัก ได้แก่ แม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ และ แม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรต์ (Pullar, 2012)

จากการเปรียบเทียบสมบัติของวัสดุทั้งสองชนิด พบว่าแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ได้รับความนิยมในเชิงพาณิชย์มากกว่า เนื่องจากมีสมบัติทางแม่เหล็กที่เหนือกว่า โดยเฉพาะค่าสภาพบังคับ (Coercivity, H_c) ที่สูง และมีเสถียรภาพทางเคมีที่ดีเยี่ยม ซึ่งเหมาะสมต่อการใช้งานในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ มอเตอร์ไฟฟ้า ลำโพง และอุปกรณ์แม่เหล็กถาวรอื่น ๆ ในเชิงกายภาพ แม่เหล็กเฟอร์ไรต์ที่ผ่านกระบวนการผลิตจะมีลักษณะเป็นวัสดุแข็งแต่มีความเปราะ (Hard and brittle) คล้ายเซรามิก อย่างไรก็ตาม สามารถขึ้นรูปให้เป็นชิ้นส่วนที่มีความแม่นยำสูงได้ ลักษณะทั่วไปของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์แสดงดัง รูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ลักษณะทางกายภาพของแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ในเชิงพาณิชย์ที่มีรูปทรงหลากหลาย (เช่น แผ่นสี่เหลี่ยม แผ่นกลม และวงแหวน) ซึ่งมีลักษณะเด่นคือมีความแข็งแรงและเปราะคล้ายวัสดุเซรามิก (ZHAOBAO MAGNET GROUP CO., LTD., 2025)

2) แม่เหล็กนีโอไดเมียมเหล็กโบรอน

แม่เหล็กนีโอไดเมียมเหล็กโบรอน จัดเป็นแม่เหล็กถาวรในกลุ่มแม่เหล็กแรร์เอิร์ทที่มีสมบัติทางแม่เหล็กสูงที่สุดในเชิงพาณิชย์ ในปัจจุบันแม่เหล็กชนิดนี้ได้ถูกพัฒนาขึ้นจากโลหะผสมที่มีเหล็ก (Fe) เป็นองค์ประกอบหลักร่วมกับธาตุหายากอย่างนีโอไดเมียม (Nd) และโบรอน (B) โดยมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal crystal structure) ในรูปสารประกอบ $Nd_2Fe_{14}B$ ซึ่งเป็นเฟสผลึกที่ให้ค่าพลังงานแม่เหล็กสูงที่สุดเมื่อเทียบกับแม่เหล็กประเภทอื่น ๆ นอกจากองค์ประกอบหลักแล้ว ในกระบวนการผลิตมักมีการเติมธาตุโลหะหายากชนิดอื่น เช่น พร้าซีโอไดเมียม ดิสโพรเซียม และเทอร์เบียม เพื่อปรับปรุงสมบัติเฉพาะ เช่น การเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนและค่าสภาพบังคับให้สูงขึ้น (li et al., 2023; Uenohara et al., 2020)

สมบัติเด่นของแม่เหล็ก Nd-Fe-B ได้แก่ (1) มีค่าการเหนี่ยวนำแม่เหล็กคงค้าง (High Remanence, B_r) สูง ส่งผลให้มีความเข้มสนามแม่เหล็กมาก (2) มีค่าสภาพบังคับสูง ทำให้มีความต้านทานต่อการลบแม่เหล็กดีเยี่ยม (3) มีค่าผลคูณพลังงานแม่เหล็กสูงสุด (Maximum Energy Product, $(BH)_{max}$) สูงมาก ซึ่งช่วยให้สามารถลดขนาดและน้ำหนักของอุปกรณ์ลงได้โดยยังคงประสิทธิภาพเดิมด้วยสมบัติที่โดดเด่นดังกล่าว แม่เหล็กชนิดนี้จึงถูกนำไปประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมเทคโนโลยีขั้นสูงและพลังงานสะอาด ได้แก่ ชิ้นส่วนในมอเตอร์ประสิทธิภาพสูง โดยเฉพาะมอเตอร์สำหรับยานยนต์ไฟฟ้า เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากังหันลม อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์ เช่น ฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์ และอุปกรณ์ไร้สาย อุปกรณ์ทางการแพทย์ เช่น เครื่องสร้างภาพด้วยสนามแม่เหล็กไฟฟ้า (MRI scanners) ระบบเสียงคุณภาพสูง เช่น ไมโครโฟนและหูฟังแม่เหล็ก Nd-Fe-B จึงถือเป็นวัสดุวิศวกรรมที่มีบทบาทสำคัญในการขับเคลื่อนเทคโนโลยีสมัยใหม่และนวัตกรรมด้านพลังงานหมุนเวียน

3) แม่เหล็กซาแมเรียมโคบอลต์

แม่เหล็กซาแมเรียมโคบอลต์ จัดเป็นแม่เหล็กถาวรในกลุ่มแม่เหล็กแรร์เอิร์ทรุ่นแรก ประกอบด้วยโลหะผสมระหว่างธาตุหายากซาแมเรียม (Samarium; Sm) และโลหะทรานซิชันโคบอลต์ โดยทั่วไปสามารถจำแนกออกเป็น 2 ชนิดหลักตามอัตราส่วนองค์ประกอบ ได้แก่ $SmCo_5$ (อัตราส่วน 1:5) และ Sm_2Co_{17} (อัตราส่วน 2:17) (Zhang et al., 2020) ในด้านสมบัติทางแม่เหล็ก แม่เหล็ก SmCo มีค่าผลคูณพลังงานแม่เหล็กสูงเป็นอันดับสองรองจากแม่เหล็กนีโอดีเมียมเหล็กโบรอน อย่างไรก็ตาม จุดเด่นที่สำคัญที่สุดของแม่เหล็กชนิดนี้คือ เสถียรภาพทางอุณหภูมิที่ยอดเยียม โดยมีอุณหภูมิคูรี (Curie temperature) สูง ซึ่งช่วยให้สามารถใช้งานในสภาพแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูงได้ดีกว่าแม่เหล็ก NdFeB อย่างมีนัยสำคัญ โดยไม่สูญเสียสภาพความเป็นแม่เหล็ก นอกจากนี้ แม่เหล็ก SmCo ยังมีความต้านทานการกัดกร่อน (Corrosion resistance) ที่ดีเยี่ยม ทำให้สามารถใช้งานได้โดยไม่ต้องมีการเคลือบผิวป้องกัน (Surface coating) ซึ่งต่างจากแม่เหล็ก NdFeB ที่เกิดสนิมได้ง่าย (Schönfeldt et al., 2023)

แม่เหล็กชนิดนี้มีความเปราะสูงและแตกหักง่าย จึงต้องใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ ในกระบวนการจัดการและการตัดแต่งขึ้นรูป ด้วยสมบัติความทนทานต่ออุณหภูมิและการกัดกร่อน จึงทำให้แม่เหล็ก SmCo ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิศวกรรมเฉพาะทางที่ต้องการความเสถียรสูง ได้แก่ การใช้งานในสภาพแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูง เช่น มอเตอร์และตัวขับเคลื่อน (Actuators) ในอุตสาหกรรมยานยนต์และอากาศยาน อุปกรณ์ที่ต้องการความแม่นยำสูง เช่น เซ็นเซอร์ และอุปกรณ์ตรวจวัดเครื่องใช้ไฟฟ้าที่มีความร้อนสูง เช่น เตาอบไมโครเวฟ อุปกรณ์ทางการแพทย์และทันตกรรมที่ต้องการวัสดุปลอดสนิม (Zhou et al., 2021)

4) แม่เหล็กอลูมิเนียมนิเกิลโคบอลต์

แม่เหล็กอลูมิเนียมนิเกิลโคบอลต์เป็นวัสดุแม่เหล็กถาวรเชิงพาณิชย์ชนิดแรก ๆ ที่ได้รับการพัฒนาขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1930 เป็นโลหะผสม ที่ประกอบด้วยธาตุหลัก ได้แก่ อะลูมิเนียม (Al) นิกเกิล (Ni) และโคบอลต์ (Co) ร่วมกับเหล็ก (Fe) และธาตุโลหะอื่น ๆ เช่น ทองแดง (Cu) หรือไทเทเนียม (Ti) แม่เหล็กอัลนิโคมีจุดเด่นสำคัญคือ เสถียรภาพทางอุณหภูมิที่ดีที่สุดในกลุ่มวัสดุแม่เหล็กถาวรทั้งหมด โดยมีค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของการเหนี่ยวนำแม่เหล็กต่ำ และมีความเหนี่ยวนำสูงมาก (สูงถึง 800 อนุศาเซลเซียส) นอกจากนี้ยังมีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีเยี่ยม โดยไม่จำเป็นต้องเคลือบผิว และมีความแข็งแรงเชิงกลสูงอย่างไรก็ตาม ข้อจำกัดสำคัญของแม่เหล็กชนิดนี้คือมี ค่าสภาพบังคับต่ำ ซึ่งส่งผลให้สูญเสียสภาพความเป็นแม่เหล็ก (Demagnetization) ได้ง่ายเมื่อถูกรบกวนจากสนามแม่เหล็กภายนอก

กระบวนการผลิตแม่เหล็กอัลนิโคสามารถจำแนกออกเป็น 2 ประเภทหลักตามกระบวนการขึ้นรูป ได้แก่ (1) แม่เหล็กอัลนิโคแบบหล่อ (Cast AlNiCo) เป็นกระบวนการดั้งเดิมที่นิยมใช้ สามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนและขนาดใหญ่ได้ (2) แม่เหล็กอัลนิโคแบบเผาผนึก (Sintered AlNiCo) ผลิตโดยการอัดผงโลหะและเผาผนึก เหมาะสำหรับการผลิตชิ้นงานขนาดเล็กที่ต้องการความแม่นยำของขนาดสูง และมีความแข็งแรงทางกลที่ดีกว่าแบบหล่อ ด้วยคุณสมบัติการทนความร้อนสูง แม่เหล็กชนิดนี้จึงนิยมนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิศวกรรมเฉพาะด้าน เช่น มอเตอร์แม่เหล็กถาวรที่ใช้งานในที่อุณหภูมิสูง เซ็นเซอร์ และเครื่องมือวัดทางอุตสาหกรรม

ในบรรดาประเภทแม่เหล็กที่ได้กล่าวมาข้างต้นแม่เหล็กเฟอร์ไรต์เป็นแม่เหล็กที่มีราคาถูกที่สุด และนับว่าเป็นแม่เหล็กที่ใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุดเพราะมีคุณสมบัติของค่าสภาพบังคับ (coercivity) สูง ต้านทานต่อสนามแม่เหล็กภายนอกและทนความร้อนสูง มีความเสถียรทางเคมีสูง และความต้านทานไฟฟ้าสูงดังแสดงในตารางที่ 2.1 ส่งผลให้แม่เหล็กเฟอร์ไรต์ได้รับความนิยมในการใช้งานใน มอเตอร์ไฟฟ้า หม้อแปลง ตัวเหนี่ยวนำ อุปกรณ์จัดเก็บข้อมูล ตัวดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า และอุปกรณ์ไมโครเวฟที่ไม่ต้องใช้แม่เหล็กผลิตกังหันพลังงานสูงมาก (İçin et al., 2023)

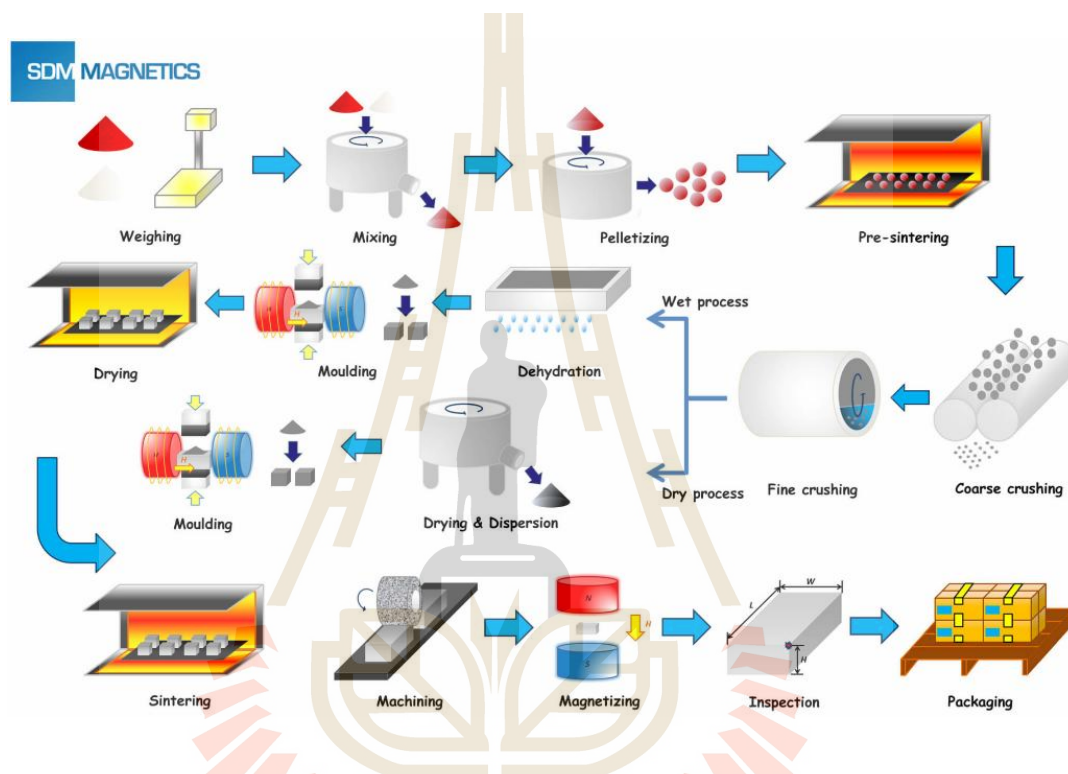
ตารางที่ 2.1 สมบัติสำคัญของแม่เหล็กถาวรประเภทต่าง ๆ ที่มีขายโดยทั่วไป

(Constantinides, 2012)

Characteristic	Units	Alnico	Ferrite	SmCo	NdFeB
Flux density (B_r)	Tesla	1.35	0.39	0.9	1.39
Energy product ($(BH)_{\max}$)	kJ/m ³	60	28	175	370
Resistance to demagnetization (H_{cj})	kA/m	59	245	2400	1115
Usable temperature range	°C	4 K to 520°C	-40 to 150°C	4 K to 520°C	150 K to 100 °C
Induction change with temperature (RTC_{Br})	%/°C	-0.02	-0.2	-0.045	-0.12
2nd quadrant Normal curve shape		curved	straight	straight	straight
Recoil permeability	B / H	2	1.04	1.05	1.05
Corrosion resistance		Excellent	outstanding	good	fair
Physical strength	MPa	55	65	120	285
Electrical resistivity	π cm	47	10^6	55	180
Magnetizing field requirement	kA/m	120	480	2000	2700
Coefficient of Thermal Expansion	%/ °C $\times 10^{-6}$	11.5	10 to 50	7 to 14	7.5 to -0.1
Approx Current Price (ballpark estimate)	\$/kg	\$40	\$8	\$100	\$150
Relative Cost at 20°C	\$/MGOe	\$5.3	\$2.3	\$5.5	\$3.2
Relative Cost at 200°C	\$/MGOe	\$5.7	\$5.6	\$6.5	n/a

2.2 กระบวนการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

กระบวนการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ในเชิงอุตสาหกรรมอาศัยหลักการพื้นฐานของเทคโนโลยีโลหะผง (Powder metallurgy) ซึ่งเป็นกระบวนการขึ้นรูปวัสดุโดยเริ่มต้นจากผงละเอียด เพื่อควบคุมโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางแม่เหล็กให้ได้ตามต้องการ ขั้นตอนการผลิตมาตรฐานดังแสดงในรูปที่ 2.2 โดยมีรายละเอียดการดำเนินงานในแต่ละขั้นตอนดังนี้



รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ (Stanford Magnets, 2025)

1) การเตรียมวัตถุดิบและการผสม

เริ่มต้นจากการเตรียมสารตั้งต้นหลัก ได้แก่ เหล็กออกไซด์ และสตรอนเชียมคาร์บอเนต นำมาชั่งน้ำหนักให้ได้สัดส่วนตามปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry) ที่กำหนด ($n = \text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrCO}_3$) จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการผสมเพื่อให้สารตั้งต้นมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากที่สุด

2) การเผาแคลไซน์

วัตถุดิบที่ผสมแล้วจะถูกนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิประมาณ 1,000-1,200 องศาเซลเซียส เพื่อขจัดสารระเหยและกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งก่อตัวเป็นเฟสแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ขั้นตอนนี้มีความสำคัญอย่างยิ่งในการกำหนดความบริสุทธิ์ของเฟสก่อนนำไปบดละเอียด

3) การบดละเอียดและเติมสารเติมแต่ง

วัสดุที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะถูกนำมาบดลดขนาดอนุภาคให้ละเอียดถึงระดับไมโครเมตร เพื่อให้ขนาดอนุภาคเล็กกว่าขนาดวิกฤตของโดเมนแม่เหล็กและเติมสารเติมแต่งที่สำคัญ เช่น ซิลิกา และ แคลเซียมคาร์บอเนต ในปริมาณเล็กน้อย (โดยทั่วไป 0.5-1.0 wt.%) เพื่อควบคุมการเติบโตของเกรน ป้องกันไม่ให้เกรนขยายตัวใหญ่เกินไปในขณะเผาผนึก ซึ่งจะทำให้ค่าสภาพบังคับแม่เหล็กลดลง

4) การขึ้นรูป

ผงแม่เหล็กจะถูกนำมาอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ โดยมีการเตรียมผงที่แตกต่างกันตามกระบวนการ กรณีขึ้นรูปแห้งจะมีการผสมสารยึดประสาน (Binder) เช่น โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และสารหล่อลื่น (Lubricant) เช่น ซิงค์สเตียเรต (Zinc stearate) เพื่อช่วยให้ผงเกาะกันเป็นก้อนและลดแรงเสียดทานขณะกดแบบ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นแม่เหล็กไอโซโทรปิก (Isotropic) กรณีขึ้นรูปเปียก ผงแม่เหล็กจะถูกผสมน้ำเป็นสารแขวนลอยและอัดขึ้นรูปภายใต้สนามแม่เหล็กภายนอก เพื่อจัดเรียงทิศทางผลึกให้ขนานกับทิศทางสนามแม่เหล็ก ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นแม่เหล็กแอนไอโซโทรปิก (Anisotropic) ซึ่งมีสมบัติแม่เหล็กสูง

5) การเผาผนึก

ชิ้นงานจะถูกนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงประมาณ 1,200-1,250 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ สารเติมแต่งที่ใส่ลงไปในช่วงตอนที่ 3 จะเริ่มทำหน้าที่ควบคุมขอบเกรน (Grain boundary) ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูง รูพรุนลดลง และมีโครงสร้างผลึกที่สม่ำเสมอ

6) การเจียรและปรับแต่ง

เนื่องจากการเผาผนึกทำให้ชิ้นงานหดตัวประมาณ 15-20% จึงจำเป็นต้องนำมาเจียรด้วยล้อหินขัดเพชรเพื่อปรับแต่งขนาดให้แม่นยำตามแบบ ซึ่งกระบวนการเจียรนี้ต้องใช้น้ำหล่อเย็นร่วมด้วย จึงส่งผลให้เกิดของเสียชนิด "กากตะกอน (Sludge)" ซึ่งประกอบด้วยผงแม่เหล็กละเอียดปะปนกับน้ำและสารเคมีหล่อเย็น ซึ่งกากตะกอนนี้ถูกนำมาใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับงานวิจัยนี้

7) การอัดประจุแม่เหล็ก

ขั้นตอนสุดท้ายคือการนำชิ้นงานไปผ่านสนามแม่เหล็กความเข้มสูง (Pulse magnetization) เพื่อจัดเรียงโมเมนต์แม่เหล็กให้เป็นระเบียบในทิศทางเดียวกัน ส่งผลให้วัสดุมีสภาพความเป็นแม่เหล็กถาวรอย่างสมบูรณ์

2.2.1 วัตถุดิบหลัก

วัตถุดิบตั้งต้นสำหรับการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก ได้แก่ เฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) โครงสร้างผลึกแบบ Rhombohedral โดยทั่วไปนิยมใช้วัตถุดิบที่เตรียมมาจากการรีไซเคิลมิลล์สเกล (Mill scale) ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตเหล็ก รีดร้อน (İçin et al., 2021; İçin et al., 2022) หรือจากแหล่งแร่เหล็กออกไซด์ โดยแหล่งผลิตหลักที่สำคัญของโลก ได้แก่ จีน ออสเตรเลีย บราซิล และอินเดีย และสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ได้จากการถลุงแร่สตรอนเชียมหลัก 2 ชนิด คือ แร่เซเลสไทต์ (Celestite; SrSO_4) และ แร่สตรอนเชียนต์ (Strontianite; SrCO_3) โดยมีแหล่งผลิตสำคัญอยู่ที่ จีน เม็กซิโก และเยอรมนี

2.2.2 ลักษณะของของเสียจากกระบวนการผลิต

ในกระบวนการผลิตแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ โดยเฉพาะขั้นตอนการเจียรและปรับแต่งชิ้นงานเพื่อให้ได้ขนาดและรูปร่างตามมาตรฐานเป็นขั้นตอนสำคัญที่ก่อให้เกิดของเสีย ซึ่งสามารถจำแนกออกเป็น 2 ประเภทหลัก ดังนี้

1) กากตะกอนแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ (Ferrite Magnet Sludge) ของเสียประเภทนี้เกิดขึ้นในขั้นตอนการเจียรชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึก โดยอนุภาคแม่เหล็กขนาดเล็กละเอียดที่ถูกขัดออกจะถูกชะล้างด้วยน้ำหล่อเย็นไหลผ่านรางระบายไปรวมกันในบ่อพักตะกอน ลักษณะทางกายภาพของกากตะกอนนี้มีความซับซ้อน เนื่องจากเป็นของแข็งละเอียดที่ปะปนอยู่กับน้ำและน้ำมันหล่อเย็นจากเครื่องจักร ส่งผลให้มีสถานะเป็นกากตะกอนน้ำมันซึ่งยากต่อการกำจัด ลักษณะกายภาพของตะกอนดังกล่าวแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 ลักษณะทางกายภาพของตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ที่เกิดจากการเจียรผิว

2) ชิ้นงานที่ไม่ได้มาตรฐาน เป็นชิ้นงานแม่เหล็กที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกและเจียรแล้ว แต่มีขนาดหรือมิติคลาดเคลื่อนไปจากข้อกำหนดมาตรฐาน ชิ้นงานเหล่านี้มีลักษณะเป็นก้อนของแข็งที่มีสภาพความเป็นแม่เหล็กสมบูรณ์ ตัวอย่างของเสียชนิดนี้ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 ของเสียชนิดก้อนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ที่มีขนาดไม่ได้มาตรฐาน

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของกากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ดังแสดงในตารางที่ 2.2 พบว่ามีองค์ประกอบหลักสอดคล้องกับวัตถุดิบตั้งต้น ได้แก่ เฮมาไทต์ (Fe_2O_3) ประมาณร้อยละ 88.9-89.5 โดยน้ำหนัก และ สตรอนเชียมออกไซด์ (SrO) ประมาณร้อยละ 9.5-10.0 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ ยังพบสิ่งเจือปนเล็กน้อย เช่น ซิลิกา (SiO_2) แบเรียมออกไซด์ (BaO) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และอะลูมินา (Al_2O_3) ประเด็นที่น่าสนใจคือ อัตราส่วนโดยโมลของ Fe_2O_3 ต่อ SrO ในกากตะกอน มีค่าประมาณ 5.8-6.0 ซึ่งสอดคล้องกับสัดส่วนปริมาณสารสัมพันธ์ของวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตแม่เหล็กชนิด M-type ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ทั้งนี้ ของเสียชนิดชิ้นงานก้อนแข็งก็มีองค์ประกอบทางเคมีที่ใกล้เคียงกับกากตะกอนเช่นเดียวกัน

ตารางที่ 2.2 ตัวอย่างส่วนผสมทางเคมีของตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

องค์ประกอบทางเคมี	Fe_2O_3	SrO	SiO_2	BaO	CaO	Al_2O_3	MnO	$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ mol ratio
ปริมาณ (wt.%)	88.9-89.5	9.5-10.0	0.25-0.45	<0.15	<0.1	<0.1	<0.2	5.8-6.0

2.2.3 การจัดการของเสียในปัจจุบัน

แม้จะยังไม่มีกฎระเบียบเฉพาะเจาะจงสำหรับการจัดการตะกอนแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ แต่ผู้ก่อกำเนิดของเสียมีหน้าที่ต้องปฏิบัติตามพระราชบัญญัติโรงงาน พ.ศ. 2535 และ ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่อง การกำจัดสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้ว พ.ศ. 2548

แนวทางการจัดการในปัจจุบันขึ้นอยู่กับลักษณะการปนเปื้อน กรณีมีการปนเปื้อน น้ำมัน กากตะกอนมักถูกส่งไปกำจัดโดยวิธีการเผาเพื่อเป็นเชื้อเพลิงผสม (Fuel blending) ในเตาเผาปูนซีเมนต์ เพื่อใช้ค่าความร้อนจากน้ำมันจากนั้นนำไปฝังกลบอย่างปลอดภัย กรณีไม่มีการปนเปื้อน น้ำมัน ของเสียจะถูกดำเนินการจัดการโดยการฝังกลบอย่างปลอดภัย (Secure landfill) หลังจากผ่านกระบวนการปรับเสถียรหรือทำให้เป็นก้อนแข็งแล้ว

2.3 เทคโนโลยีการสกัดและกู้คืนโลหะ

เทคโนโลยีการรีไซเคิลและกู้คืนโลหะมีค่าจากของเสียอุตสาหกรรมในปัจจุบันสามารถจำแนกออกเป็น 2 กระบวนการหลักตามหลักการทางเคมีและฟิสิกส์ ได้แก่ กระบวนการโลหวิทยาความร้อน (Pyrometallurgy) และกระบวนการโลหวิทยาสารละลาย (Hydrometallurgy) โดยแต่ละกระบวนการมีรายละเอียดและลักษณะเฉพาะดังนี้

2.3.1 กระบวนการโลหวิทยาความร้อน

กระบวนการโลหวิทยาความร้อนเป็นเทคโนโลยีดั้งเดิมที่อาศัยพลังงานความร้อนสูงเพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีและกายภาพของวัตถุดิบ มีเป้าหมายเพื่อแยกโลหะที่ต้องการออกจากสารเจือปนผ่านการหลอมละลาย (Smelting) การระเหย (Volatilization) หรือการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

กระบวนการนี้มักประกอบด้วยขั้นตอนย่อยที่สำคัญ ได้แก่ การเผาเพื่อสลายตัวสารประกอบต่าง ๆ หรือไล่ความชื้น การย่างแร่ (Roasting) เพื่อเปลี่ยนรูปสารประกอบซัลไฟด์ให้เป็นออกไซด์ และการหลอม (Smelting) ซึ่งเป็นการให้ความร้อนจนวัสดุหลอมเหลวและเกิดการแยกชั้นระหว่างโลหะ (Metal phase) และกากตะกอน (Slag phase) โดยอาศัยความแตกต่างของความหนาแน่นและจุดหลอมเหลว

ข้อดี : สามารถจัดการกับวัตถุดิบที่มีองค์ประกอบซับซ้อนหรือของเสียผสมได้ดี มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็ว และเหมาะสำหรับการจัดการของเสียในปริมาณมาก

ข้อจำกัด : สิ้นเปลืองพลังงานสูงมาก มีต้นทุนการดำเนินการและการลงทุนเครื่องจักรสูง ก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศ เช่น ฝุ่นละอองและก๊าซพิษ (SO_x , NO_x) ซึ่งจำเป็นต้องมีระบบบำบัดที่ซับซ้อน นอกจากนี้ ผลกระทบที่ได้มักเป็นโลหะผสม ซึ่งยากต่อการแยกให้บริสุทธิ์ในขั้นตอนเดียว

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง : Bian และคณะ (2016) ได้ศึกษาการกู้คืนโลหะหายากจากแม่เหล็ก NdFeB ที่เสื่อมสภาพด้วยวิธีนี้ โดยการใช้การหลอมแยกชั้นสารประกอบออกไซด์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1,400 องศาเซลเซียส เพื่อแยกนีโอไดเมียม (Nd) ออกจากเหล็ก (Fe) โดยอาศัยสมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์ของการเกิดออกไซด์ที่แตกต่างกัน (Selective oxidation)

2.3.2 กระบวนการโลหวิทยาสารละลาย

กระบวนการโลหวิทยาสารละลายเป็นเทคโนโลยีที่ใช้สารละลายเคมีในตัวกลางที่เป็นน้ำเพื่อสกัดและแยกโลหะที่อุณหภูมิต่ำ (ส่วนใหญ่อยู่ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 100 องศาเซลเซียส หรืออาจสูงกว่าเล็กน้อย) กระบวนการนี้ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก (Habashi, 1999) ได้แก่

1) **การชะละลาย (Leaching) :** เป็นขั้นตอนการถ่ายโอนโลหะจากของแข็งเข้าสู่สารละลายโดยใช้สารเคมี (Lixiviant) เช่น กรด (H_2SO_4 , HCl , HNO_3) ด่าง ($NaOH$, NH_4OH) หรือสารประกอบเชิงซ้อน

2) **การทำให้บริสุทธิ์และการแยก (Purification and Separation) :** เป็นการกำจัดสิ่งเจือปนและแยกโลหะเป้าหมายออกจากกัน เทคนิคที่นิยมใช้ ได้แก่ การตกตะกอน (Precipitation) การสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent extraction) และการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange)

3) **การกู้คืนผลิตภัณฑ์ (Product Recovery) :** เป็นขั้นตอนสุดท้ายเพื่อเปลี่ยนไอออนโลหะในสารละลายให้กลับมาเป็นของแข็งในรูปของโลหะบริสุทธิ์หรือสารประกอบโลหะ เช่น การตกผลึก (Crystallization) หรือกระบวนการอิเล็กโทรลิซิส (Electrolysis)

ข้อดี : ใช้พลังงานต่ำกว่ากระบวนการทางความร้อนอย่างมาก มีความยืดหยุ่นสูง สามารถควบคุมความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ได้ดีเยี่ยม ไม่ก่อให้เกิดฝุ่นหรือมลพิษทางอากาศ และเหมาะสมอย่างยิ่งสำหรับการสกัดโลหะจากแร่เกรดต่ำหรือกากตะกอนที่มีปริมาณโลหะน้อย

ข้อจำกัด : ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานาน มีการใช้สารเคมีปริมาณมาก และจำเป็นต้องมีการจัดการน้ำเสีย ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการอย่างรัดกุม

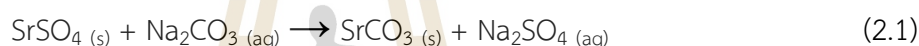
ความเหมาะสมกับงานวิจัย : งานวิจัยนี้เลือกใช้กระบวนการโลหวิทยาสารละลายเป็นหลัก เนื่องจากวัตถุดิบเป็นกากตะกอนผงละเอียดที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง เอื้อต่อจลนศาสตร์การชะละลาย อีกทั้งเป้าหมายของงานวิจัยต้องการผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงในรูปแบบสารประกอบเฉพาะเจาะจง (Fe_2O_3 และ $SrCO_3$) ซึ่งกระบวนการทางความร้อนไม่สามารถทำได้โดยตรง

2.4 ทฤษฎีปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่และการแปลงสภาพสารประกอบ

กระบวนการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) จากกากตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) อาศัยหลักการของปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่ (Double Ion Replacement Reaction) หรือ ปฏิกิริยาเมทาเธซิส (Metathesis Reaction) ในตัวกลางที่เป็นน้ำ ซึ่งเป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพสูงและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่ากระบวนการเผาแบบดั้งเดิม (Black ash process) โดยมีแรงขับเคลื่อนทางอุณหพลศาสตร์จากการละลายที่แตกต่างกันของสารประกอบ (Yan et al., 2021)

2.4.1 หลักการทางเทอร์โมไดนามิกส์และค่าคงที่ผลคูณการละลาย (K_{sp})

ปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงจากเกลือซัลเฟตที่ละลายน้ำยากไปเป็นเกลือคาร์บอเนตที่ละลายน้ำยากกว่า สามารถเขียนสมการเคมีรวมได้ดังสมการที่ 2.1 (Sulzbach et al., 2024)



ความเป็นไปได้ของปฏิกิริยานี้ขึ้นอยู่กับ ค่าคงที่ผลคูณการละลาย (Solubility Product Constant, K_{sp}) ของเกลือทั้งสองชนิด ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ค่า K_{sp} ของ SrSO_4 และ SrCO_3 มีค่าดังนี้ (ผศ. ดร.วรวิทย์ จันทร์สุวรรณ, 2023)

$$K_{sp} (\text{SrSO}_4) = [\text{Sr}^{2+}][\text{SO}_4^{2-}] \approx 2.5 \times 10^{-7}$$

$$K_{sp} (\text{SrCO}_3) = [\text{Sr}^{2+}][\text{CO}_3^{2-}] \approx 9.3 \times 10^{-10}$$

เนื่องจากค่า K_{sp} ของ SrCO_3 (10^{-10}) มีค่าต่ำกว่า SrSO_4 แสดงว่า SrCO_3 มีความเสถียรมากกว่าและละลายน้ำได้ยากกว่าในสถานะที่มีไอออนคาร์บอเนต ค่าคงที่สมดุล (K_{eq}) ของปฏิกิริยาการแปลงสภาพนี้สามารถคำนวณได้จากอัตราส่วนของ K_{sp} ดังสมการที่ 2.2

$$K_{eq} = \frac{[\text{SO}_4^{2-}]}{[\text{CO}_3^{2-}]} = \frac{K_{sp}(\text{SrSO}_4)}{K_{sp}(\text{SrCO}_3)} \approx \frac{2.5 \times 10^{-7}}{9.3 \times 10^{-10}} \approx 269 \quad (2.2)$$

ค่า K_{eq} ที่มีค่าสูงมาก (มากกว่า 1) บ่งชี้ว่าปฏิกิริยาสามารถดำเนินไปข้างหน้าได้อย่างสมบูรณ์หากรักษาอัตราส่วนความเข้มข้นของไอออนในสารละลายให้เป็นไปตามเงื่อนไข $[SO_4^{2-}] / [CO_3^{2-}] < K_{eq}$ ดังนั้น การใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ที่มีความเข้มข้นสูงเกินพอ จะช่วยผลักดันสมดุลไปทางขวาตาม หลักการของเลอชาเตอลิเย (Le Chatelier's Principle) ส่งผลให้สามารถเปลี่ยนสภาพ $SrSO_4$ ให้กลายเป็น $SrCO_3$ ได้อย่างสมบูรณ์ (Yan et al., 2021)

2.4.2 กลไกการละลายและตกผลึกใหม่

งานวิจัยล่าสุดโดย Sulzbach และคณะ. (2024) ซึ่งศึกษาปฏิกิริยานี้ด้วยเทคนิค In-situ Raman Spectroscopy พบว่ากลไกการเกิดปฏิกิริยาที่แท้จริงไม่ได้เกิดจากการแลกเปลี่ยนไอออนในสถานะของแข็ง แต่เกิดขึ้นผ่านกระบวนการการละลายและตกผลึกใหม่แบบควบคุมที่บริเวณรอยต่อระหว่างของแข็งและของเหลวกระบวนการนี้สามารถอธิบายได้ตามลำดับขั้นตอนดังนี้

- 1) การละลาย (Dissolution) : อนุภาค $SrSO_4$ ที่ผิวหน้าเกิดการละลายและปลดปล่อยไอออน Sr^{2+} และ SO_4^{2-} เข้าสู่ชั้นฟิล์มสารละลายรอบอนุภาค
- 2) ความอิ่มตัวยิ่งยวดเฉพาะที่ (Local Supersaturation) : ไอออน Sr^{2+} ที่หลุดออกมาจะทำปฏิกิริยากับไอออน CO_3^{2-} ในสารละลายทันที ทำให้ผลคูณของความเข้มข้น $[Sr^{2+}][CO_3^{2-}]$ สูงเกินกว่าค่า K_{sp} ของ $SrCO_3$ อย่างมาก
- 3) การเกิดนิวเคลียสและการเติบโต (Nucleation and Growth) : เกิดการตกผลึกของ $SrCO_3$ ขึ้นที่ผิวหน้าของอนุภาคเดิม โดยชั้นผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นรูพรุน ซึ่งยอมให้สารละลายซึมผ่านเข้าไปทำปฏิกิริยากับแกนกลาง $SrSO_4$ ที่อยู่ลึกเข้าไปได้ต่อเนื่องจนกระทั่งเกิดการแทนที่อย่างสมบูรณ์

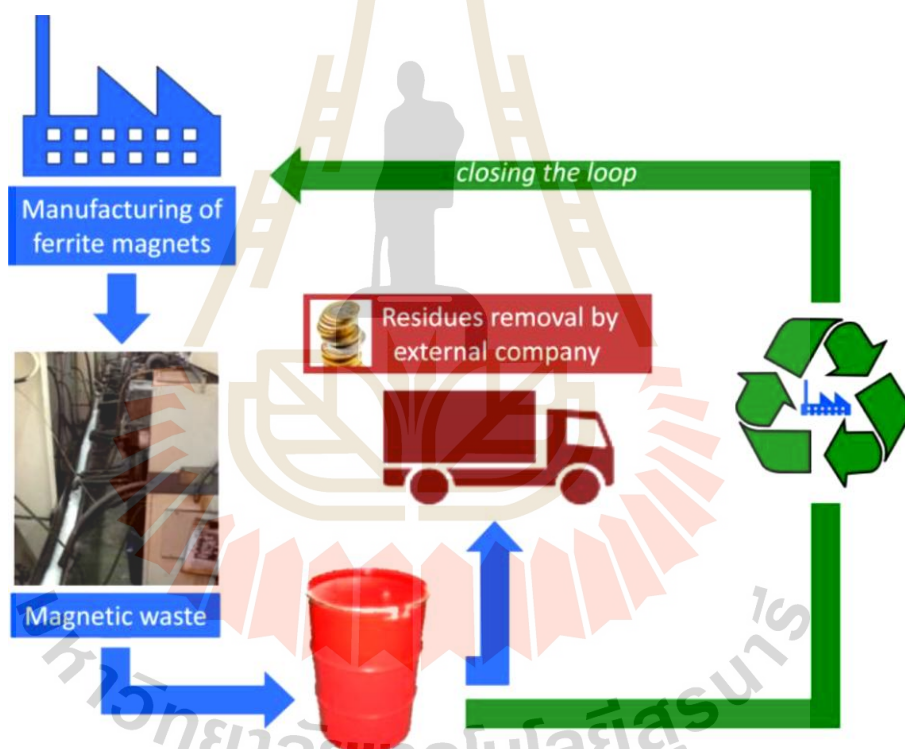
กลไกนี้ช่วยอธิบายลักษณะสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ที่มีมักคงรูปร่างเดิมของอนุภาคตั้งต้นไว้ แต่มีโครงสร้างภายในที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสอดคล้องกับแบบจำลองทางจลนพลศาสตร์ที่ควบคุมโดยการแพร่ผ่านชั้นผลิตภัณฑ์ในระดับมหภาค

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการทบทวนวรรณกรรม สามารถจำแนกงานวิจัยที่เกี่ยวข้องออกเป็น 3 กลุ่มหลัก ได้แก่ การจัดการและการกู้คืนของเสียจากอุตสาหกรรมแม่เหล็ก กระบวนการสังเคราะห์เหล็กออกไซด์ และ เทคโนโลยีการแปลงสภาพสารประกอบสตรอนเชียม โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.5.1 การจัดการของเสียและการกู้คืนโลหะจากแม่เหล็ก

ในปัจจุบัน แนวทางการหมุนเวียนของเสียกลับเข้าสู่กระบวนการผลิต (Closed-loop recycling) ได้รับความสนใจอย่างมากในการจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมแม่เหล็ก โดย Bollero และคณะ (2017) ได้ทำการศึกษาจำลองกระบวนการนำของเสียที่เกิดขึ้นจากการผลิตแม่เหล็กกลับมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตซ้ำ (Re-processing) ดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แผนผังการนำตะกอนแม่เหล็กกลับมาใช้ในการผลิตแม่เหล็กอีกครั้ง
(Bollero et al., 2017)

ในการศึกษานี้ ผู้วิจัยได้นำกากตะกอนของเสียมาผ่านกระบวนการบำบัดด้วยความร้อนเพื่อกำจัดสารอินทรีย์และสิ่งเจือปน โดยเริ่มจากการเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ระเหยง่าย จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนกระทั่งถึง 1,000 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนปล่อยให้เย็นตัวลงภายในเตาเผา (Furnace cooling) ตะกอนที่ผ่านการบำบัดแล้วจะถูกนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแม่เหล็กเพื่อทดสอบสมบัติทางแม่เหล็ก ผลการทดสอบเปรียบเทียบกับแม่เหล็กที่ผลิตจากผงวัตถุดิบตั้งต้นพบว่าแม่เหล็กที่ผลิตจากของเสียมีสมบัติทางแม่เหล็กที่น่าสนใจ โดยมีค่าสภาพบังคับเพิ่มขึ้นถึง 3 เท่า และมีค่าสภาพแม่เหล็กคงค้าง (Remanence, B_r) เพิ่มขึ้นร้อยละ 25 เมื่อเทียบกับวัตถุดิบเริ่มต้นจากการศึกษาดังกล่าว สามารถสรุปศักยภาพและข้อจำกัดของการนำของเสียกลับมาใช้ใหม่ในกระบวนการผลิตได้ ดังนี้

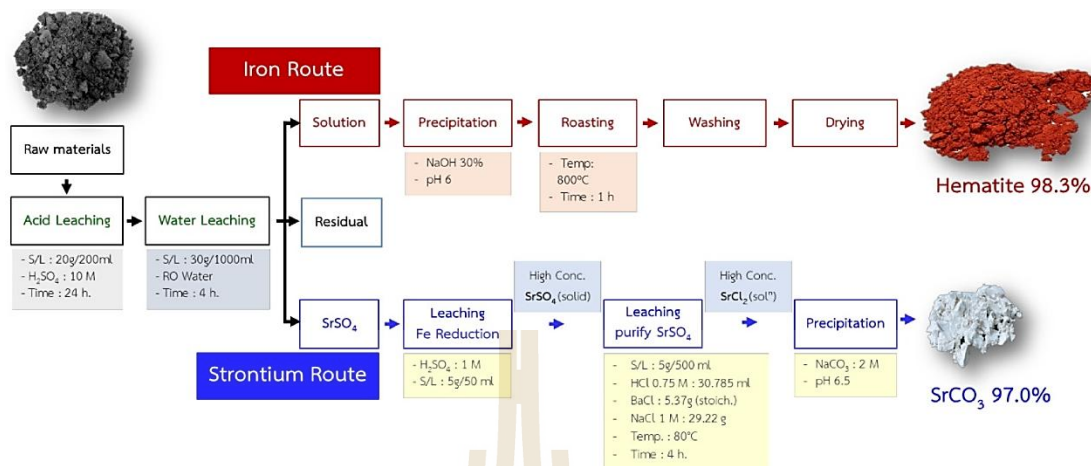
ข้อดี

- 1) สามารถผลิตแม่เหล็กที่มีสมบัติบางประการดีขึ้น (เช่น ค่า Coercivity)
- 2) เป็นการเปลี่ยนของเสียให้กลับมาเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่า

ข้อจำกัด

- 1) ผลิตภัณฑ์ที่ได้มักปรากฏเฟสสารประกอบอื่นที่ไม่ต้องการ ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพการใช้งานในระยะยาวหรือความสม่ำเสมอของผลิตภัณฑ์
- 2) การเผากำจัดสารอินทรีย์ก่อให้เกิดก๊าซเสียระหว่างกระบวนการ ซึ่งจำเป็นต้องมีระบบบำบัดเพิ่มเติม

กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ (กพร.) ร่วมกับศูนย์วิจัยนวัตกรรมการผลิตและรีไซเคิลโลหะ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ได้ดำเนินโครงการวิจัยเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการรีไซเคิลของเสียชนิดตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ในระดับห้องปฏิบัติการและโรงงานต้นแบบ โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อนำของเสียอุตสาหกรรมดังกล่าวมาสร้างมูลค่าเพิ่มโดยการสกัดและผลิตเป็นสารประกอบที่มีความบริสุทธิ์สูง ได้แก่ เฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต ภาพรวมของกระบวนการสามารถแบ่งออกเป็น 2 สายการผลิตหลักคือ การจัดการเหล็ก และการจัดการสตรอนเชียม โดยแผนภาพสรุปขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 แผนภาพรีไซเคิลตะกอนของเสียแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์โดยผลิตเป็นเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต

กระบวนการเริ่มต้นจากการนำตะกอนของเสียที่ผ่านการอบแห้งแล้วเข้าสู่กระบวนการชะละลายด้วยกรด (Acid Leaching) โดยใช้กรดซัลฟิวริก (H₂SO₄) ความเข้มข้น 9 ถึง 10 โมลาร์ ในอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อ 200 มิลลิลิตร เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อทำลายพันธะระหว่างเหล็กและสตรอนเชียม จากนั้นนำสารผสมไปผ่านกระบวนการชะละลายด้วยน้ำเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผลจากกระบวนการนี้ทำให้สามารถแยกองค์ประกอบหลักทั้งสองออกจากกันได้อย่างชัดเจน โดยเหล็กจะแยกตัวออกมาอยู่ในรูปของสารละลาย ในขณะที่สตรอนเชียมจะตกตะกอนแยกออกมาเป็นของแข็งสีขาวในรูปของสตรอนเชียมซัลเฟต สารละลายเหล็กที่ได้จากการแยกขั้นต้นจะถูกนำไปทำปฏิกิริยาตกตะกอนโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 30% เพื่อปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้อยู่ที่ pH 6 ซึ่งสภาวะนี้จะส่งผลให้เหล็กเกิดการตกตะกอนออกมาในปริมาณสูง ตะกอนเหล็กที่ได้จะถูกนำไปกรองแยกสารละลายออกแล้วนำไปผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนรูปโครงสร้างให้กลายเป็นเฮมาไทต์ หลังจากนั้นจึงนำไปล้างทำความสะอาดเพื่อขจัดเกลือที่ตกค้างและนำไปอบแห้ง กระบวนการนี้ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ผงเฮมาไทต์สีแดงที่มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 98.3 สำหรับตะกอนของแข็งสีขาวสตรอนเชียมซัลเฟต จะถูกนำไปเข้าสู่กระบวนการลดปริมาณเหล็กที่เจือปน โดยใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ เพื่อชะละลายเอาเหล็กที่อาจหลงเหลืออยู่ออกให้หมด ถัดมาจึงเข้าสู่ขั้นตอนการทำบริสุทธิ์ โดยนำตะกอนไปชะละลายด้วยส่วนผสมของกรดไฮโดรคลอริก 0.75 โมลาร์ แบเรียมคลอไรด์ และสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 1 โมลาร์ ภายใต้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปฏิกิริยานี้จะทำให้สตรอนเชียมเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในรูปของสารละลายสตรอนเชียมคลอไรด์ ขั้นตอนสุดท้ายคือการตกตะกอนสารละลายสตรอนเชียมคลอไรด์

ด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 2 โมลาร์ โดยปรับสภาพความเป็นกรด-ด่างให้เหมาะสม ผลลัพธ์ที่ได้คือผลิตภัณฑ์สตรอนเชียมคาร์บอเนตสีขาวที่มีระดับความบริสุทธิ์ไม่น้อยกว่าร้อยละ 97.0

จากการพิจารณากระบวนการรีไซเคิลของเสียชนิดตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเพอร์ไรต์ที่ดำเนินการโดยกรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ร่วมกับหน่วยงาน สามารถวิเคราะห์จุดเด่นและข้อจำกัดของกระบวนการเพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการพัฒนางานวิจัยต่อไปได้ดังนี้

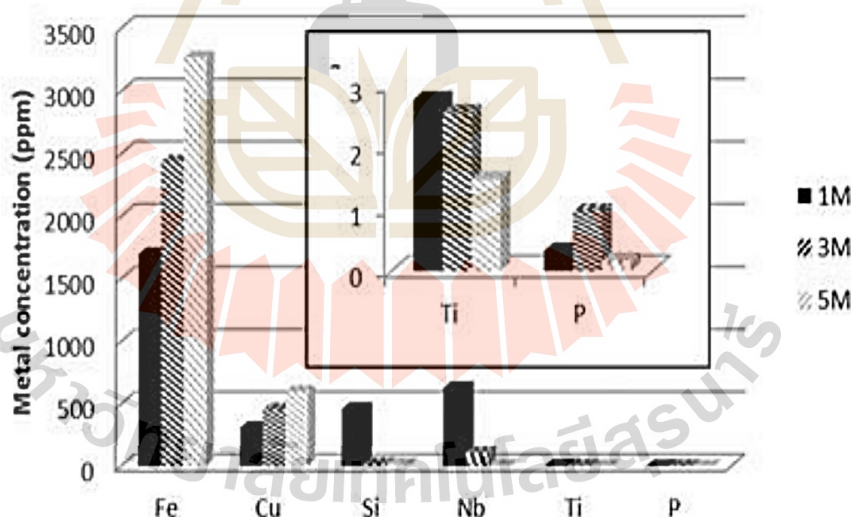
ข้อดีและจุดเด่นของกระบวนการ

กระบวนการนี้แสดงให้เห็นถึงศักยภาพระดับสูงในการนำของเสียอุตสาหกรรมมาสร้างมูลค่าเพิ่มได้อย่างเป็นรูปธรรม โดยมีข้อดีสำคัญอยู่ที่ความสามารถในการทำลายพันธะและแยกองค์ประกอบของเหล็กกับสตรอนเชียมออกจากกันอย่างเด็ดขาด นอกจากนี้ ยังสามารถเปลี่ยนของเสียให้กลายเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง ทั้งเฮมาไทต์ที่บริสุทธิ์ถึงร้อยละ 98.3 และสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่บริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 97.0 ซึ่งเป็นเกณฑ์ที่เพียงพอต่อการนำไปใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในภาคอุตสาหกรรมต่อเนื่องได้จริง การออกแบบกระบวนการให้มีสายการผลิตแยกออกจากกันอย่างชัดเจน ยังช่วยให้ง่ายต่อการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์แต่ละชนิดในขั้นตอนสุดท้าย

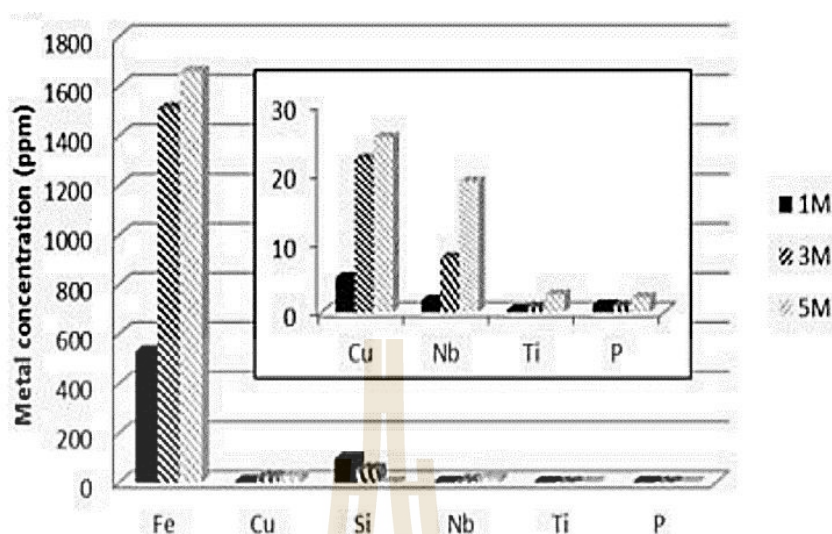
ข้อเสียและข้อจำกัดของกระบวนการ

แม้กระบวนการดังกล่าวจะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพสูง แต่ยังคงมีข้อจำกัดที่สำคัญหลายประการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการพึ่งพาสภาวะการทำปฏิกิริยาที่รุนแรง เริ่มตั้งแต่ขั้นตอนการชะละลายที่ต้องใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 9 ถึง 10 โมลาร์ ซึ่งสภาพความเป็นกรดที่รุนแรงนี้ก่อให้เกิดความเสี่ยงด้านความปลอดภัยต่อผู้ปฏิบัติงาน และจำเป็นต้องอาศัยเครื่องจักรหรืออุปกรณ์ที่ทนทานต่อการกัดกร่อนขั้นสูง ส่งผลให้ต้นทุนการจัดสร้างระบบเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ ในการผลิตเฮมาไทต์ยังต้องใช้พลังงานความร้อนสูงถึง 800 องศาเซลเซียสในขั้นตอนการเผา ซึ่งทำให้ต้นทุนด้านพลังงานของระบบสูงขึ้นตามไปด้วย สำหรับการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตพบว่าขั้นตอนการทำบริสุทธิ์มีความซับซ้อนค่อนข้างมาก โดยต้องใช้สารเคมีหลากหลายชนิดร่วมกัน ทั้งกรดไฮโดรคลอริก แบเรียมคลอไรด์ และโซเดียมคลอไรด์ อีกทั้งยังต้องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง การใช้สารเคมีปริมาณมากในหลายขั้นตอนนอกจากจะเพิ่มต้นทุนการผลิตแล้วยังอาจก่อให้เกิดปัญหาของเสียทุติยภูมิ โดยเฉพาะน้ำเสียจากการล้างตะกอนที่มีปริมาณเกลือและสารเคมีเจือปนในระดับสูง ซึ่งจำเป็นต้องมีการลงทุนเพิ่มเติมในส่วนของระบบบำบัดน้ำเสียให้มีประสิทธิภาพก่อนปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม

ในส่วนของการกู้คืนโลหะด้วยกระบวนการทางเคมี Hisyam และคณะ (2016) ได้ศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพการชะละลายของเสียแม่เหล็กถาวรเพื่อกู้คืนโลหะมีค่า โดยเลือกใช้ตัวทำละลายกรด 2 ชนิด ได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก และกรดซัลฟิวริก การทดลองดำเนินการโดยศึกษาความเข้มข้นของกรดในช่วง 1 ถึง 3 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 25, 50 และ 100 องศาเซลเซียส โดยควบคุมอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวคงที่ที่ 1:50 กรัมต่อลิตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่า ความเข้มข้นของกรดเป็นปัจจัยสำคัญที่กำหนดปริมาณการชะละลายของเหล็ก โดยการใช้ความเข้มข้นต่ำส่งผลให้โลหะละลายออกมาได้ไม่สมบูรณ์ เนื่องจากปริมาณโปรตอนหรือไอออนไฮโดรเจน (H^+) ในระบบมีไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างชนิดของกรด ดังแสดงใน รูปที่ 2.7-2.8 พบว่าโดยภาพรวมกรดซัลฟิวริกมีความสามารถในการชะละลายโลหะจากของเสียได้ดีกว่ากรดไฮโดรคลอริก นอกจากนี้ยังพบว่าปัจจัยด้านอุณหภูมิส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของกรดแต่ละชนิดแตกต่างกัน กล่าวคือการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกเพียงเล็กน้อย ในขณะที่การชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกขึ้นอยู่กับอุณหภูมิอย่างมีนัยสำคัญ โดยการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียส ช่วยเร่งปฏิกิริยาจนสามารถชะละลายเหล็กออกมาได้สมบูรณ์ถึงร้อยละ 100

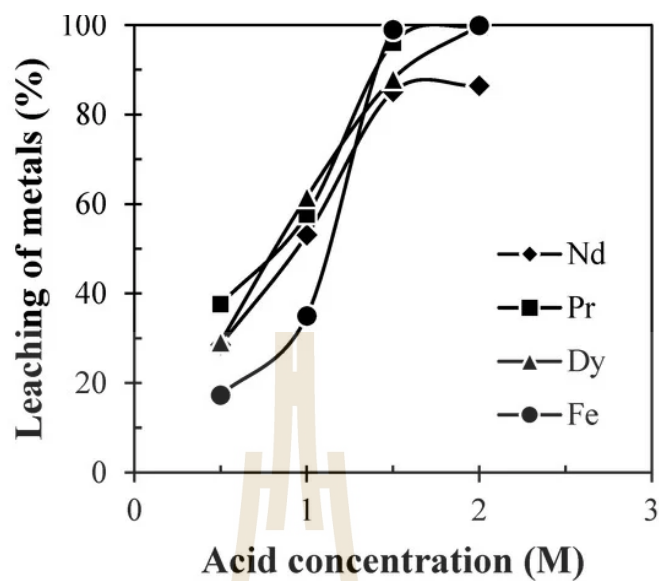


รูปที่ 2.7 ผลของกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1, 3 และ 5 โมลาร์ที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายโลหะต่าง ๆ (Hisyam et al., 2016)

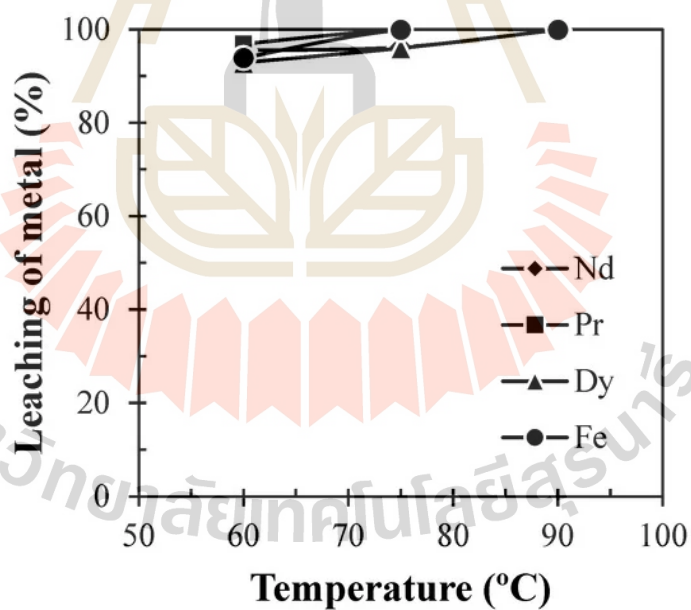


รูปที่ 2.8 ผลของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1, 3 และ 5 โมลาร์ที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายโลหะต่าง ๆ (Hisyam et al., 2016)

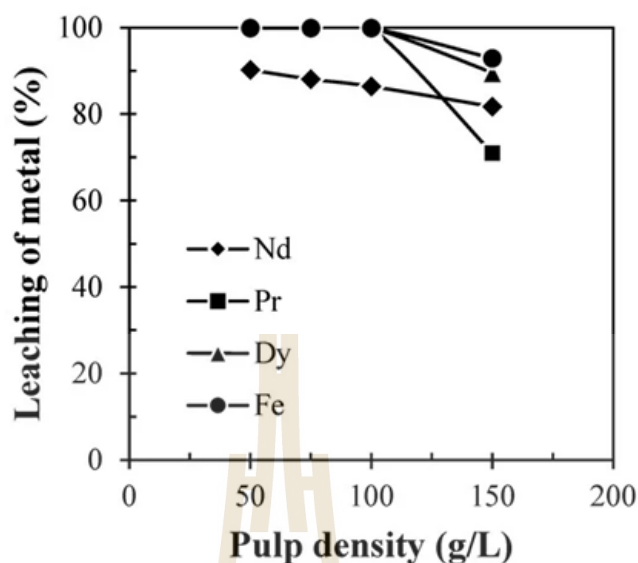
นอกจากนี้ Choubey และคณะ (2021) ได้ศึกษาแนวทางการกู้คืนโลหะหายากจากขยะแม่เหล็กนีโอติเมียมด้วยกระบวนการโลหวิทยาสารละลาย ขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบเริ่มต้นจากการสลายอำนาจแม่เหล็ก (Demagnetization) โดยการอบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานไปบดลดขนาดให้ได้อนุภาคขนาดประมาณ 2 มิลลิเมตรในส่วน of กระบวนการชะละลาย ผู้วิจัยเลือกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวทำละลาย โดยทำการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของกรด (0.5-2.5 M) อุณหภูมิ (60-90 องศาเซลเซียส) และอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (25-200 กรัมต่อลิตร) โดยกำหนดเวลาทำปฏิกิริยาคงที่ที่ 60 นาที ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.9-2.11 แสดงให้เห็นว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการชะละลายเหล็กคือการใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส และใช้อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 100 กรัมต่อลิตร ซึ่งภายใต้สภาวะดังกล่าวสามารถชะละลายเหล็กออกมาได้สูงถึงร้อยละ 99.9



รูปที่ 2.9 ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริกที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายโลหะต่าง ๆ (Choubey et al., 2021)



รูปที่ 2.10 ผลของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายโลหะต่าง ๆ โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ (Choubey et al., 2021)



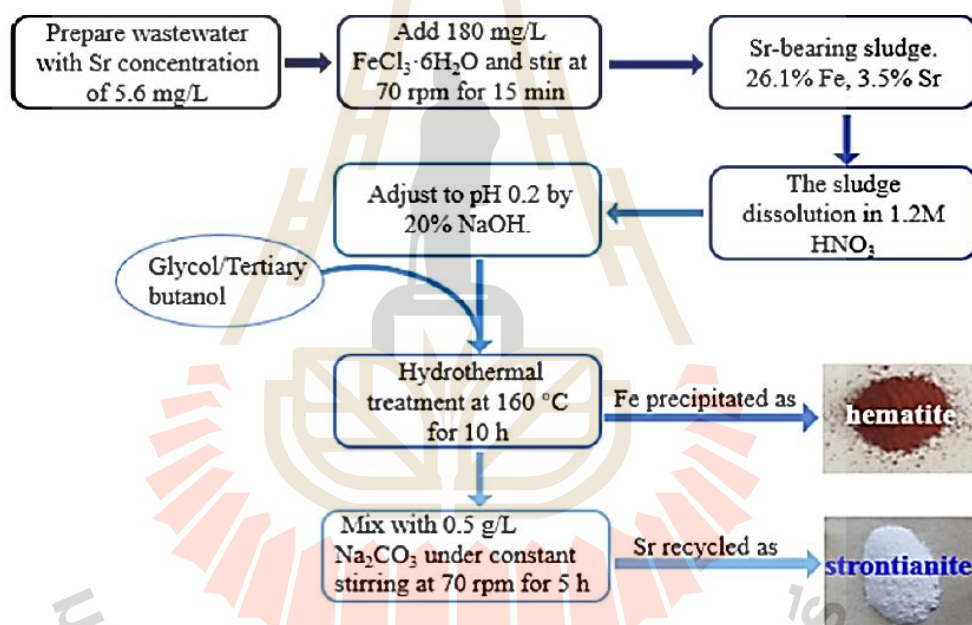
รูปที่ 2.11 ผลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายโลหะต่าง ๆ โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส (Choubey et al., 2021)

2.5.2 การสังเคราะห์เหล็กออกไซด์จากของเสีย

การเปลี่ยนรูปเหล็กจากของเสียให้เป็นผลิตภัณฑ์มูลค่าสูงในรูปของเหล็กออกไซด์ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นเม็ดสี มีงานวิจัยที่น่าสนใจดังนี้

Bian และคณะ (2020) ได้ศึกษากระบวนการแยกและกู้คืนเหล็กและสตรอนเชียมจากน้ำเสียจำลอง โดยอาศัยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal technique) มีขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.12 การศึกษาเริ่มต้นจากการเตรียมน้ำเสียจำลองโดยการผสมสตรอนเชียมคลอไรด์ ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมเฟอร์ริกคลอไรด์ ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เพื่อไปจับตัวกับไอออนของสตรอนเชียมและเกิดการตะกอนออกมาโดยมีลักษณะเป็นตะกอนสีน้ำตาล จากนั้นนำตะกอนไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตะกอนแห้งที่ได้จะถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการชะละลายด้วยกรดไนตริก (HNO_3) เข้มข้น 1.2 โมลาร์ (M) เพื่อให้ได้สารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออน Fe^{3+} และ Sr^{2+} ในขั้นตอนการแยกสารละลายจะถูกปรับค่า pH ให้เป็น 0.2 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 และเติมสารเติมแต่งอินทรีย์ ได้แก่ เทอร์เชียรีบิวทานอล (Tertiary butanol) หรือ ไกลคอล (Glycol) โดยแปรผันอัตราส่วนโดยโมลต่อไนเตรตที่ 0, 0.2, 0.4 และ 1.0 จากนั้นนำสารละลายบรรจุในหม้ออัดความดันเทพลอน เพื่อเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

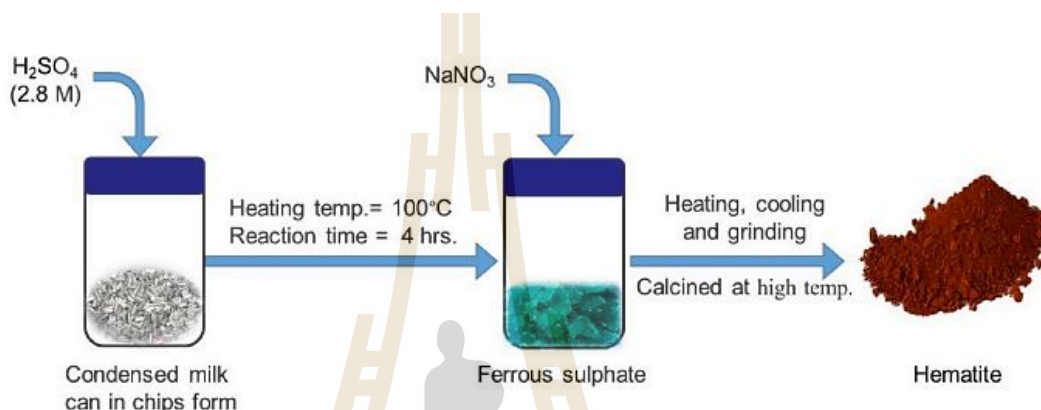
กระบวนการนี้ส่งผลให้เหล็กตกตะกอนแยกออกมาในรูปของแข็งสีแดง ในขณะที่สตรอนเชียมยังคงละลายอยู่ในสารละลาย ซึ่งสามารถแยกกลับคืนได้ในภายหลังโดยการเติมโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เพื่อให้ตกตะกอนเป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) หรือสตรอนเชียนไต์ (Strontianite) ผลการทดลอง พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือการใช้ ไกลคอลในอัตราส่วนโดยโมลต่อไนเตรดที่ 0.4 ซึ่งสามารถแยกเหล็กออกจากสารละลายได้เกือบสมบูรณ์ (ร้อยละ 100) ผลิตภัณฑ์เหล็กที่ได้ อยู่ในรูปของ เฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95.23 และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 50 นาโนเมตร สำหรับผลิตภัณฑ์สตรอนเชียมคาร์บอเนตที่ได้มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 96.8 นอกจากนี้ คณะผู้วิจัยยังรายงานว่า การใช้เทอร์เชียรีบิวทานอลให้ผลลัพธ์ประสิทธิภาพการแยกที่ใกล้เคียงกับการใช้ไกลคอล



รูปที่ 2.12 แผนภาพจำลองการสังเคราะห์เฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากน้ำเสีย (Bian et al., 2020)

Khanam และคณะ (2023) ได้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์ผงสีเหล็กออกไซด์ โดยใช้วัตถุดิบจากของเสียกระป๋องนมชั้นหวาน กระบวนการเริ่มต้นจากการนำชิ้นส่วนกระป๋องที่ผ่านการเตรียมผิวมาเข้าสู่กระบวนการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้น 2.8 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อให้ได้ตะกอนเหล็กซัลเฟต (FeSO_4)

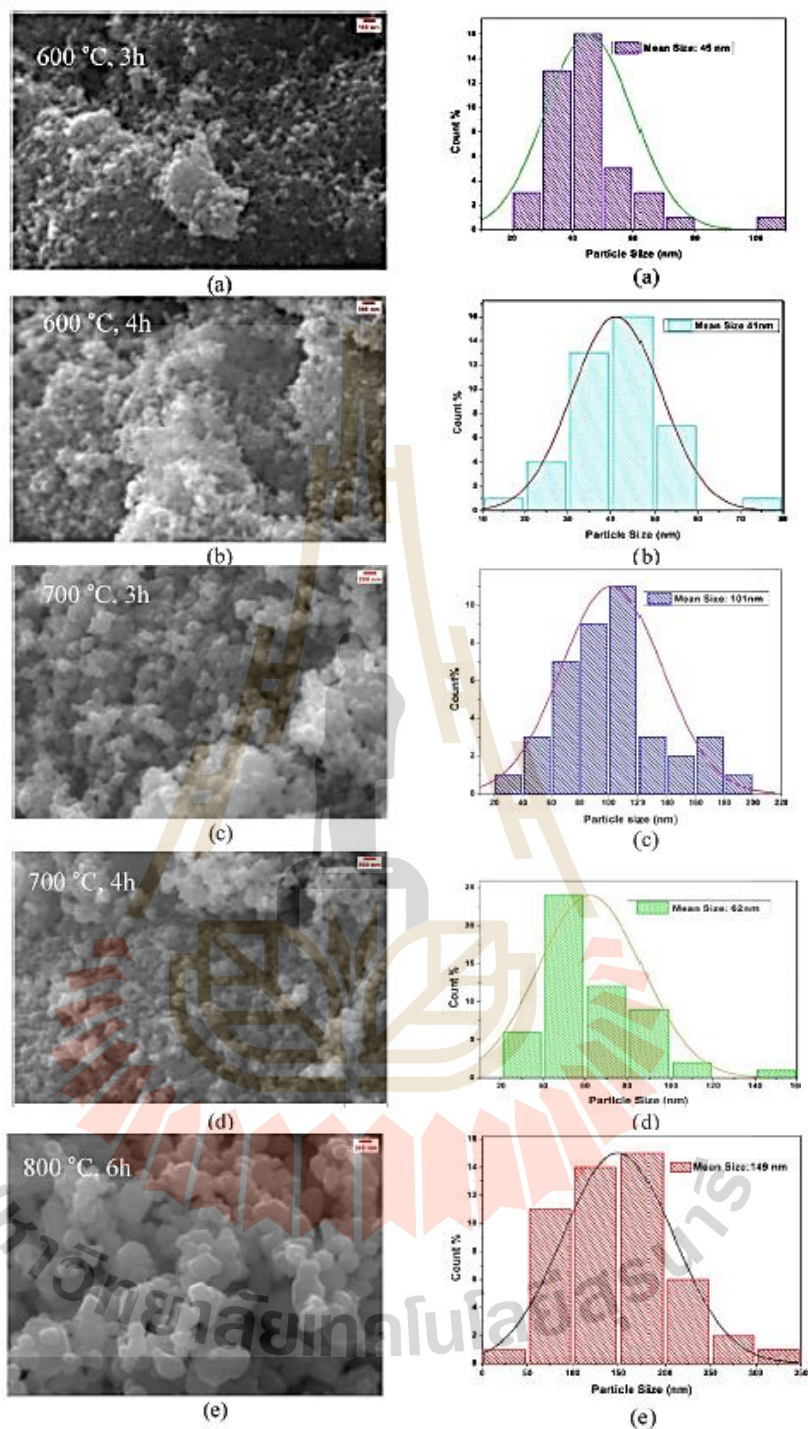
จากนั้น นำตะกอนเหล็กซัลเฟตที่ผ่านการอบแห้งมาผสมกับตัวช่วยเผาโซเดียมไนเตรต (NaNO_3) โดยกำหนดอัตราส่วนโดยโมลของเหล็กซัลเฟตต่อโซเดียมไนเตรตเท่ากับ 1 ต่อ 0.02 แล้วนำไปผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3, 4 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ เพื่อเปลี่ยนรูปเป็นเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) โดยมีขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 แผนผังของการสังเคราะห์อนุภาคนาโน $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ จากกระป๋องนมชั้นหวาน (Khanam et al., 2023)

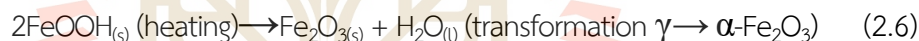
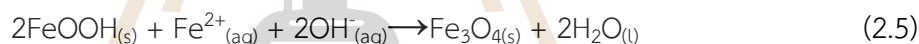
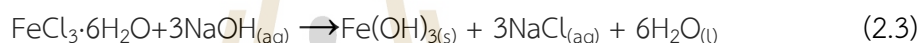
ผลการวิเคราะห์คุณลักษณะของผลิตภัณฑ์ พบว่าสภาวะการเผามีอิทธิพลอย่างมีนัยสำคัญต่อสมบัติของวัสดุ โดยการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นและมีความเป็นผลึกสูงขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2.14

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



รูปที่ 2.14 ภาพ SEM และการกระจายขนาดของอนุภาคนาโน $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ที่เผาที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน (a) 600°C, 3 ชั่วโมง (b) 600°C, 4 ชั่วโมง (c) 700°C, 3 ชั่วโมง (d) 700°C, 4 ชม. (e) 800°C, 6 ชั่วโมง (Khanam et al., 2023)

Morales-Morales และคณะ (2017) ได้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบควบคุม โดยเริ่มจากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายเหล็ก (Fe^{3+}) และสารละลายตกตะกอนโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 6 โมลาร์ ขั้นตอนการทดลองดำเนินการโดยควบคุมอัตราการหยดสารละลายต่างที่ 1 มิลลิลิตรต่อนาที จนกระทั่งสารละลายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) คงที่ที่ระดับ 6.17 จากนั้นทำการบ่มตะกอนภายใต้การกวนผสมต่อเนื่องเป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง ตามลำดับตะกอนที่เกิดขึ้นจะถูกกรองแยกและทำความสะอาดเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นร่วมกับการใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic treatment) จากนั้นนำตะกอนไปผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 425 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนรูปเป็นผลิตภัณฑ์สุดท้ายคือผงสีเหล็กออกไซด์ ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นตลอดกระบวนการสังเคราะห์แสดงดังสมการที่ 2.3 ถึง 2.6



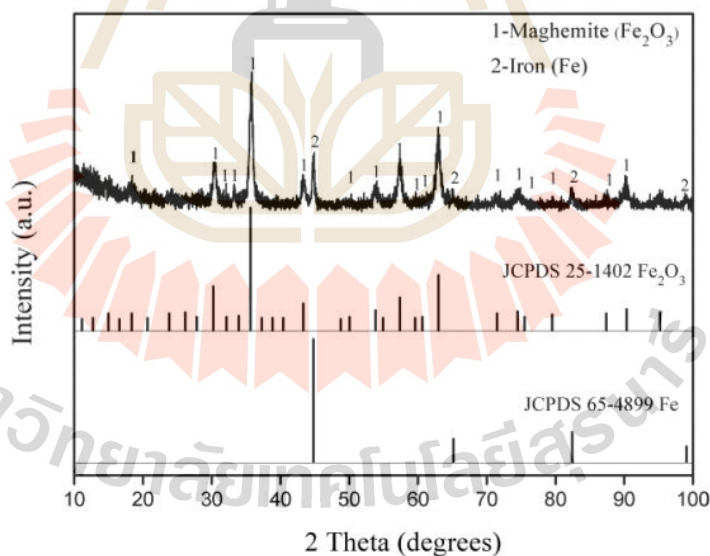
Liu และคณะ (2016) ได้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์เม็ดสีเหล็กออกไซด์ไมกา (Iron oxide mica pigments) โดยใช้วัตถุดิบจากกากตะกอนของเสียที่เกิดจากโรงงานรีดเย้น ซึ่งมีลักษณะเป็นตะกอนปนเปื้อนน้ำมันในขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบเบื้องต้น คณะผู้วิจัยได้นำกากตะกอนไปผ่านกระบวนการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดความชื้นและสารปนเปื้อนประเภทสารระเหย ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอนหลังการอบแห้ง พบว่ามีปริมาณเหล็ก (Fe) เป็นองค์ประกอบหลักสูงถึงร้อยละ 70.6 โดยน้ำหนัก โดยโครงสร้างผลึกประกอบด้วยเฟสของเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) และ เหล็ก (Fe) รายละเอียดองค์ประกอบทางเคมีและลักษณะทางกายภาพดังแสดงในตารางที่ 2.3 และ รูปที่ 2.15 ตามลำดับ ตะกอนที่ผ่านการอบแห้งแล้วจะถูกนำเข้าสู่กระบวนการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 6 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง สารละลายที่ได้จากการชะละลายจะถูกนำมาปรับสภาพเพื่อตกตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) โดยควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างให้เท่ากับ 7.0

จากนั้น ทำการกรองแยกตะกอนและนำมาผสมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยกำหนดอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวคงที่ที่ 1:12 กรัมต่อมิลลิลิตร อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส สารละลายผสมจะถูกนำเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเพื่อสังเคราะห์เม็ดสีเหล็กออกไซด์ไมกา โดยมีแผนผังการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.16

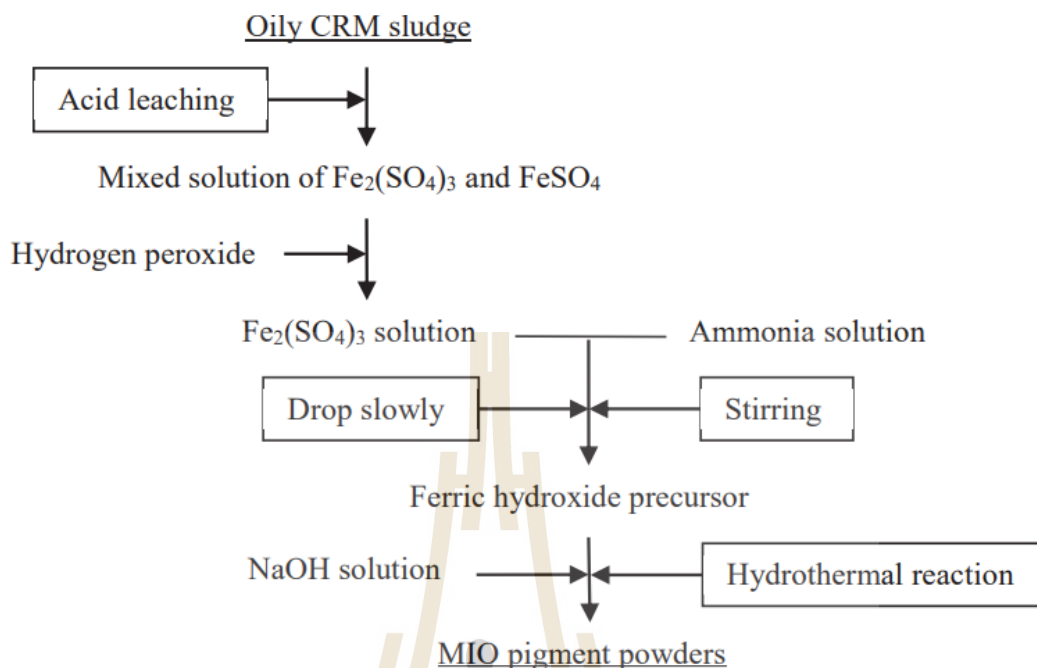
ในการศึกษานี้ คณะผู้วิจัยได้ทำการวิเคราะห์ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพของ กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่ ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ช่วง 2-12 โมลาร์ และ อุณหภูมิ ช่วง 140-240 องศาเซลเซียส ผลการทดลองระบุว่า สภาวะที่เหมาะสมคือ การใช้สารละลาย NaOH เข้มข้น 8 M ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ซึ่งส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 98.7

ตารางที่ 2.3 ส่วนผสมทางเคมีของกากตะกอนของที่เกิดจากโรงรีดเย้น (Liu et al., 2016)

Component	Fe	Ni	Mn	Cr	Si	V	Oil and moisture	Other
Content (wt.%)	70.6	0.05	0.18	0.07	0.06	0.02	18.2	10.82



รูปที่ 2.15 องค์ประกอบทางเคมีของกากตะกอนของที่เกิดจากโรงรีดเย้น (Liu et al., 2016)



รูปที่ 2.16 แผนผังการสังเคราะห์เม็ดสีเหล็กออกไซด์ไมคาจากกากตะกอนที่เกิดจากโรงรีดเย็น (Liu et al., 2016)

การนำของเสียอุตสาหกรรมที่มีเหล็กเป็นองค์ประกอบมาสังเคราะห์เป็นผงสีเฮมาไทต์ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางในเชิงเศรษฐกิจหมุนเวียน ดังเช่นงานวิจัยของ Splinter และคณะ (2024) ที่ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีเฮมาไทต์จากกากเหล็กซัลเฟต โดยนำสารละลายเหล็กซัลเฟตมาตกตะกอนด้วยแอมโมเนียและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 ถึง 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ถึง 5 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาเผาส่งผลให้อนุภาคขยายตัวจากระดับนาโนเมตรเป็นไมโครเมตรและมีการเกาะกลุ่มกันมากขึ้น การขยายตัวนี้ทำให้เฉดสีของเฮมาไทต์เปลี่ยนจากสีแดงสว่างเป็นสีแดงอมม่วงเข้ม และทำให้ความสามารถในการดูดซับน้ำมันลดลงตามพื้นที่ผิวจำเพาะที่ลดลง งานวิจัยนี้จึงยืนยันว่าสภาวะทางความร้อนมีผลโดยตรงต่อการควบคุมขนาดอนุภาคและเฉดสีของผลิตภัณฑ์

ในทำนองเดียวกัน Khoiroh และคณะ (2013) ได้ศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่าง และอุณหภูมิการเผาต่อคุณภาพของผงสีเฮมาไทต์ โดยตกตะกอนสารละลายเหล็กด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเป็นกรด-ด่าง 6 ถึง 8 ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส ผลการวิเคราะห์พบว่าระดับความเป็นกรด-ด่างมีผลอย่างมากต่อสัณฐานวิทยา โดยการตกตะกอนที่ระดับความเป็นกรด-ด่าง 6 ทำให้ได้อนุภาคทรงกลมขนาดเล็กเฉลี่ย 0.16 ไมโครเมตร

ซึ่งให้ค่าความแดงและสีที่เข้มดำที่สุด ต่างจากการใช้ระดับ 8 ที่ทำให้อนุภาคมีลักษณะคล้ายแท่งและมีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่ให้ค่าความสว่างและความแดงสูงสุด

จากงานวิจัยที่กล่าวมาสามารถสรุปได้ว่า การควบคุมสภาวะการตกตะกอน โดยเฉพาะระดับความเป็นกรด-ด่าง ควบคู่กับการเลือกใช้อุณหภูมิและระยะเวลาการเผาที่เหมาะสม เป็นปัจจัยหลักในการกำหนดคุณลักษณะทางสัณฐานวิทยาและคุณภาพการแสดงสีของผลิตภัณฑ์เฮมาไทต์ ซึ่งหลักการดังกล่าวสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นแนวทางสำหรับการสังเคราะห์เฮมาไทต์จากของเสียในงานวิจัยนี้ได้เป็นอย่างดี

2.5.3 เทคโนโลยีการผลิตสารประกอบสตรอนเชียมจากแร่เซเลสไทต์

จากการศึกษาบทความทางวิชาการสามารถจำแนกวิธีการแปลงสตรอนเชียมซัลเฟตเป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนตออกเป็น 4 กระบวนการหลัก ได้แก่:

- 1) วิธีการทางความร้อน หรือ วิธีเถ้าดำ (Thermal method / Black ash method)
- 2) วิธีการสลายตัวโดยตรง (Direct decomposition method)
- 3) วิธีการให้ความร้อนด้วยความถี่สูง (High frequency heating method)
- 4) วิธีการทางกลเคมี (Mechanochemical method)

ในเชิงอุตสาหกรรม กระบวนการสลายตัวโดยตรงในสารละลายโซดาแอช (Na_2CO_3) เป็นวิธีที่พบได้บ่อย โดยให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 95 อย่างไรก็ตามภาคอุตสาหกรรมส่วนใหญ่นิยมเลือกใช้กระบวนการเผาหรือวิธีเถ้าดำมากกว่า เนื่องจากสามารถผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าร้อยละ 98 แม้ว่ากระบวนการดังกล่าวจะมีขั้นตอนที่ซับซ้อนและใช้พลังงานสูงก็ตามรายละเอียดของแต่ละกระบวนการจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง มีดังนี้

2.5.3.1 วิธีการทางความร้อนหรือวิธีเถ้าดำ

Chen และ Zhu (2000) ได้ศึกษาการเตรียมสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากแร่เซเลสไทต์ (องค์ประกอบทางเคมีแสดงในตารางที่ 2.4) ด้วยวิธีเถ้าดำ โดยเริ่มจากการนำแร่เซเลสไทต์มารีดิวซ์ (Reduce) ด้วยถ่านหินสีน้ำตาล (Brown coal) ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปฏิกิริยการรีดิวซ์ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงจะเปลี่ยนสตรอนเชียมซัลเฟตให้กลายเป็นสตรอนเชียมซัลไฟด์ (SrS) ที่สามารถละลายน้ำได้ ดังสมการที่ 2.7 และ 2.8



ตารางที่ 2.4 ส่วนผสมทางเคมีของซีเลสไต์ (Chen & Zhu, 2000)

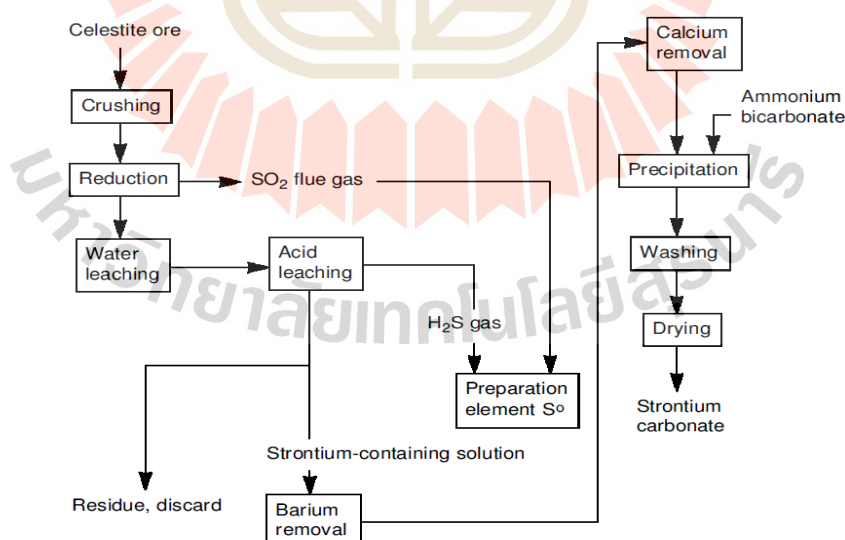
No.	SrSO ₄	Sr, combined	BaO	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe	Mn	Zn	Pb	Cd
1	74.46	4.12	0.44	1.88	0.6	0.46	8.24	0.08	0.01	0.84	0.26	0.08
2	62.18	23.42	1.02	1.22	0.22	0.32	4.76	0.22	0.02	0.61	0.18	0.02

ผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วจะถูกนำมาชะละลายด้วยน้ำ (Water leaching) ที่อัตราส่วนของเหลวต่อของแข็งเท่ากับ 3:1 อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการกรองแยกตะกอนและนำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการกำจัดสารเจือปน ได้แก่

กำจัดแบเรียม (Ba) โดยการตกตะกอนด้วยกรดซัลฟิวริกเจือจาง

กำจัดเหล็ก (Fe) แคลเซียม (Ca) และ แมกนีเซียม (Mg) โดยการปรับค่า pH ของสารละลายให้เป็น 12

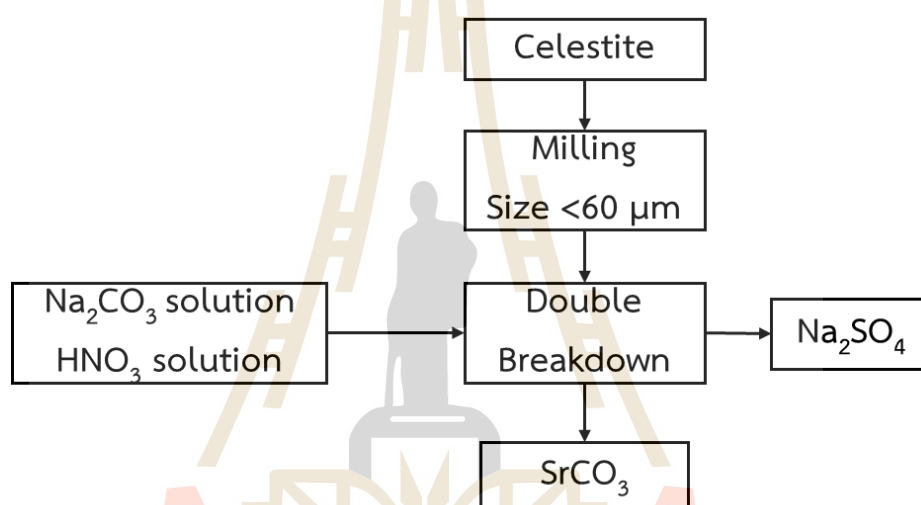
ขั้นตอนสุดท้ายคือการนำสารละลายที่บริสุทธิ์แล้วมาตกตะกอนด้วย แอมโมเนียมไบคาร์บอเนต (NH₄HCO₃) เข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ pH 9-11 ซึ่งส่งผลให้ได้ตะกอนสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO₃) ออกมา ตะกอนที่ได้จะถูกล้างและอบแห้งที่อุณหภูมิ 220-250 องศาเซลเซียส โดยมีแผนผังกระบวนการดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แผนผังการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากแร่ซีเลสไต์ด้วยวิธีทางความร้อน (Chen & Zhu, 2000)

2.5.3.2 วิธีการสลายตัวโดยตรง

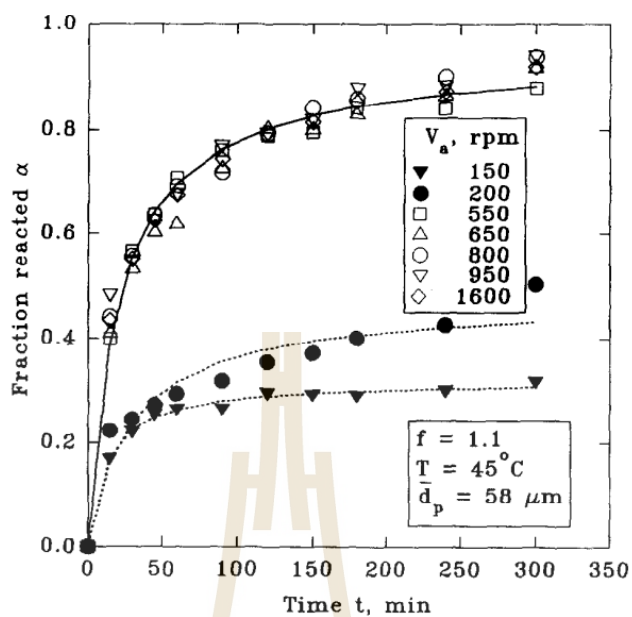
Castillejos และ Uribe (1996) ได้ศึกษาการแปรสภาพแร่เซเลสไทต์เป็น สตรอนเชียมคาร์บอเนตโดยตรงในตัวกลางสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต โดยขั้นตอนแรกเริ่มจากการ บดแร่และชะละลายกำจัดธาตุมลทินด้วยกรดไนตริก คณะผู้วิจัยได้ศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อ ประสิทธิภาพการเปลี่ยนรูป ได้แก่ ความเร็วรอบในการกวน 150-1,600 rpm ขนาดอนุภาค 58, 128 และ 275 μm อัตราส่วนโดยโมลของโซเดียมคาร์บอเนตต่อเซเลสไทต์ 1.0-1.5 อุณหภูมิ 25-75 องศาเซลเซียส และเวลาทำปฏิกิริยาสูงสุด 350 นาที โดยมีแผนผังการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.18



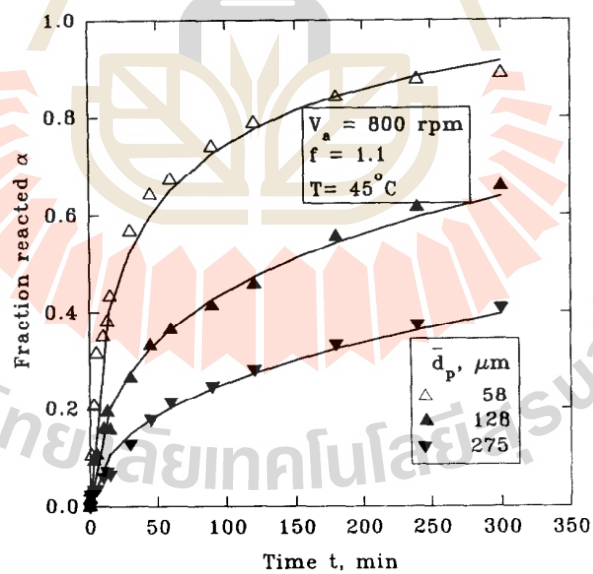
รูปที่ 2.18 แผนผังการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากแร่ซีเลสไทต์ด้วยวิธีสลายตัวโดยตรง (Castillejos & Uribe, 1996)

ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.19 ถึง 2.22 พบว่าประสิทธิภาพการ แปรสภาพมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการกวน อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้น และเวลาทำปฏิกิริยา ในขณะที่ขนาดอนุภาคที่เล็กลงส่งผลให้ประสิทธิภาพดีขึ้น โดยสภาวะที่เหมาะสม คือ

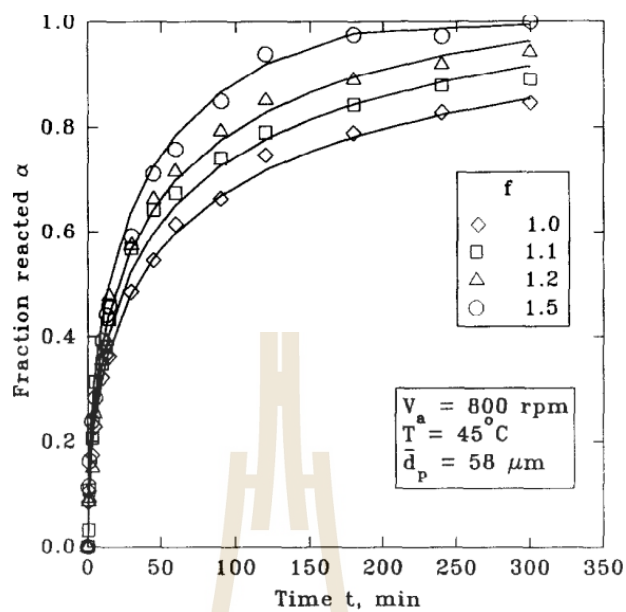
- 1) ความเร็วรอบการกวน 800 รอบต่อนาที
- 2) ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 58 ไมโครเมตร
- 3) อัตราส่วนโดยโมลของ $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{SrSO}_4$ 1.5
- 4) อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
- 5) เวลาทำปฏิกิริยา 300 นาที



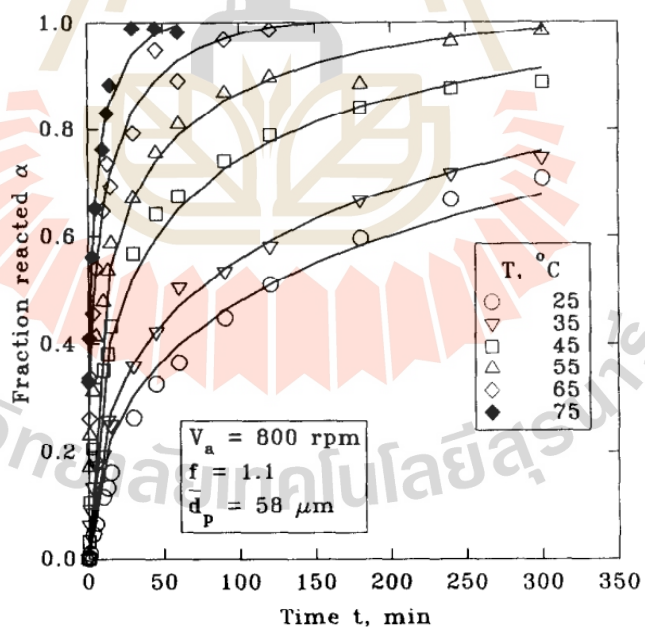
รูปที่ 2.19 ผลความเร็วรอบการกวนต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ
(Castillejos & Uribe, 1996)



รูปที่ 2.20 ผลขนาดอนุภาคต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ
(Castillejos & Uribe, 1996)



รูปที่ 2.21 ผลอัตราส่วนโมลล์ของโซดาแอชต่อซีเลสไต์ต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ (Castillejos & Uribe, 1996)



รูปที่ 2.22 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ (Castillejos & Uribe, 1996)

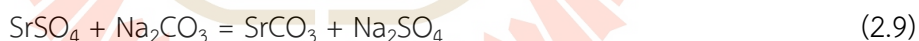
2.5.3.3 วิธีการให้ความร้อนด้วยความถี่สูง

Obut (2007) ได้ศึกษาการเปลี่ยนรูปแร่เซเลสไทต์ (ความบริสุทธิ์ มากกว่า 98 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเล็กกว่า 200 ไมครอน) ให้เป็นสตรอนเชียมซัลไฟด์ (SrS) โดยใช้เตาไมโครเวฟ (Microwave furnace) ที่มีกำลังไฟฟ้า 900 วัตต์ และความถี่ 2,450 เมกะเฮิร์ตซ์ (MHz) การทดลองทำโดยผสมแร่เซเลสไทต์กับถ่านคาร์บอนในปริมาณส่วนเกินร้อยละ 50 และ 100 จากปริมาณสารสัมพันธ์

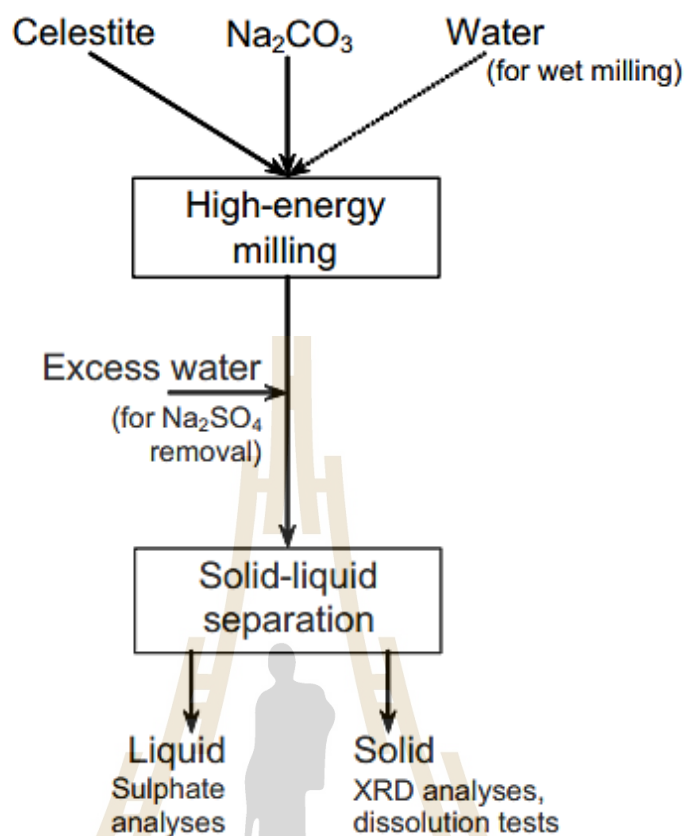
ผลการทดลองพบว่า สตรอนเชียมซัลเฟตเริ่มเปลี่ยนรูปเป็นสตรอนเชียมซัลไฟด์ที่อุณหภูมิประมาณ 500 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส สามารถเปลี่ยนรูปได้เกือบสมบูรณ์ (ร้อยละ 100) ภายในเวลาเพียง 10 นาที ผลิตภัณฑ์ SrS ที่ได้จะถูกนำไปผลิตเป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนตต่อไปผ่านกระบวนการชะละลายด้วยน้ำและตกตะกอนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์หรือคาร์บอเนตต่อไป

2.5.3.4 วิธีการทางกลเคมี (Mechanochemical Method)

Obut และคณะ (2006) ได้ศึกษาการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตด้วยกระบวนการทางกลเคมี โดยนำแร่เซเลสไทต์ (SrSO_4 96.12 เปอร์เซ็นต์) มาผสมกับโซเดียมคาร์บอเนตและน้ำกลั่น แล้วนำเข้าสู่กระบวนการโม่แบบเปียก (Wet milling) ที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที โดยมีแผนผังการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.23 และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 2.9

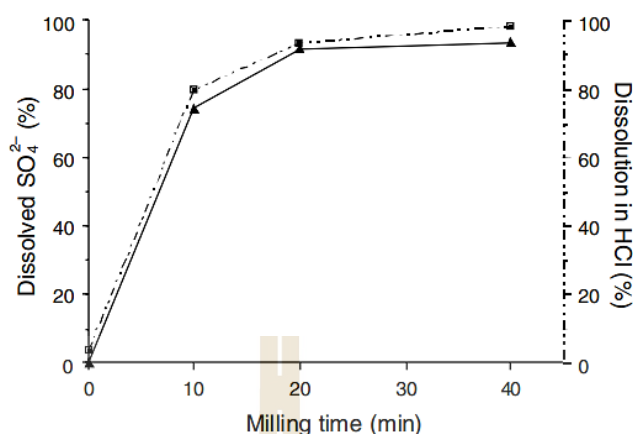


มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



รูปที่ 2.23 การสังเคราะห์สตรอนเทียมคาร์บอเนตด้วยวิธีทางกล (Obut et al., 2006)

จากการทดลอง พบว่าการเพิ่มอัตราส่วนของสารตั้งต้นไม่ส่งผลต่อประสิทธิภาพอย่างมีนัยสำคัญ และช่วงเวลารวมที่ 20-40 นาที ให้ผลลัพธ์ที่ไม่แตกต่างกันมากนัก เมื่อเทียบกับช่วงแรก สภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือการใช้อัตราส่วน $\text{SrSO}_4:\text{Na}_2\text{CO}_3$ เท่ากับ 1:1.2 และใช้เวลาในการโม่ 40 นาที ซึ่งสามารถเปลี่ยนรูปสตรอนเทียมซัลเฟตให้เป็นสตรอนเทียมคาร์บอเนตได้ถึงร้อยละ 93.3 ดังแสดงในรูปที่ 2.24 และ ตารางที่ 2.5

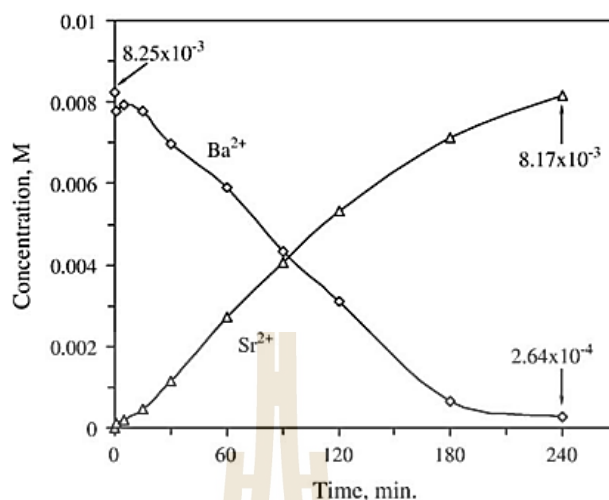


รูปที่ 2.24 เปรียบเทียบเวลากับการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบ (Obut et al., 2006)

ตารางที่ 2.5 เปรียบเทียบการเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบเมื่อสัดส่วนของสตรอนเชียมซัลเฟตต่อโซเดียมคาร์บอเนต และเวลาที่ต่างกัน (Obut et al., 2006)

SrSO ₄ :Na ₂ CO ₃ mole ratio	1:0.0	1:2.0	1:1.2	1:1.2	1:1.2
Activation time (min)	10	10	10	20	40
Conversion ratio (%)	0	78.0	73.1	91.2	93.3

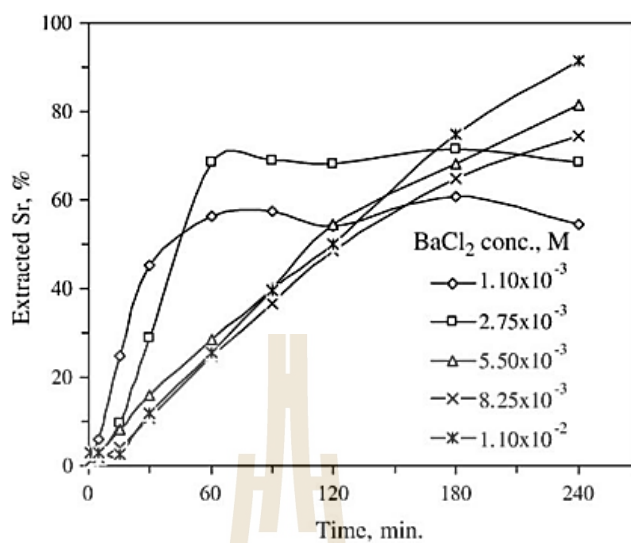
นอกจากนี้ Aydoğan และคณะ (2006) ได้ศึกษาการชะละลายสตรอนเชียมซัลเฟต ด้วยกระบวนการทางเคมีในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ร่วมกับแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 0.05-0.75 โมลาร์ ความเข้มข้นของแบเรียมคลอไรด์ 0.0011-0.011 โมลาร์ อุณหภูมิ 40-80 องศาเซลเซียส และความเร็วรอบในการกวน 100-600 รอบต่อนาที โดยควบคุมอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวคงที่ที่ 1:250 กรัมต่อมิลลิลิตร กลไกสำคัญของกระบวนการนี้คือการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange) โดยไอออนแบเรียม (Ba^{2+}) จะเข้าทำปฏิกิริยากับไอออนซัลเฟต (SO_4^{2-}) เกิดเป็นตะกอนแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ที่มีความเสถียรสูงและไม่ละลายน้ำ แยกตัวออกจากระบบ ซึ่งส่งผลให้ไอออนสตรอนเชียม (Sr^{2+}) ถูกปลดปล่อยออกมาอยู่ในสารละลายได้มากขึ้นตามหลักการสมดุลเคมีดังแสดงในรูปที่ 2.25



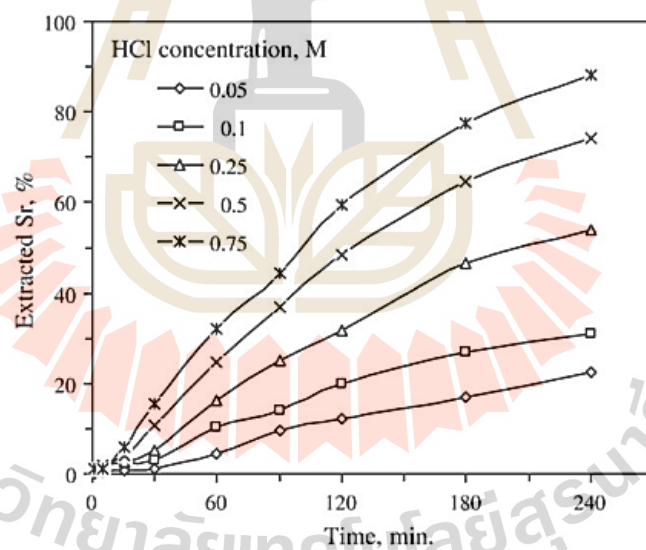
รูปที่ 2.25 การเปลี่ยนแปลงของความเข้มข้นของ Ba²⁺ และ Sr²⁺ ในระหว่างการละลายเซเลสไทต์ (Aydoğ̃an et al., 2006)

ผลการทดลองพบว่า ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการละลายอย่างมีนัยสำคัญ ได้แก่

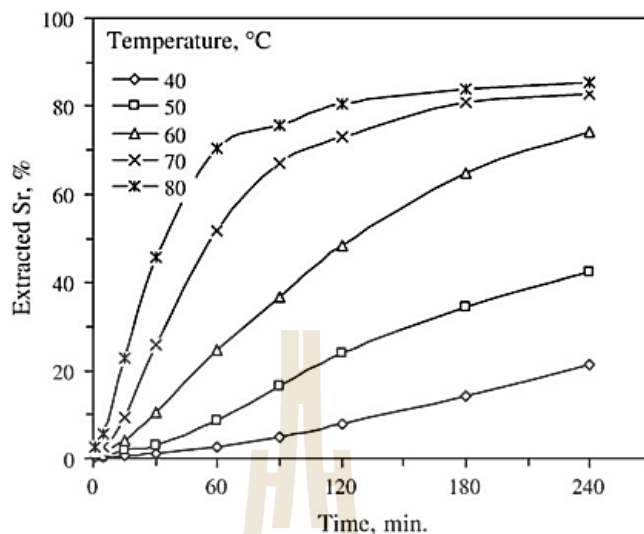
- 1) **ความเร็วรอบในการกวน** : การเพิ่มความเร็วรอบช่วยลดความต้านทานการแพร่ของสาร โดยที่ความเร็วรอบตั้งแต่ 400 รอบต่อนาทีขึ้นไป ให้ประสิทธิภาพการละลายที่ดีและคงที่
- 2) **ความเข้มข้นของสารเคมี** : ดังแสดงในรูปที่ 2.26 และ 2.27 การเพิ่มความเข้มข้นของทั้ง BaCl₂ และ HCl ส่งผลให้ประสิทธิภาพการละลายสตรอนเชียมสูงขึ้น เนื่องจากการเพิ่มแรงขับเคลื่อนทางเคมี
- 3) **อุณหภูมิ** : อุณหภูมิที่สูงขึ้นช่วยเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยสถานะที่เหมาะสมจากการศึกษานี้คือ การใช้ BaCl₂ เข้มข้น 0.011 โมลาร์ ร่วมกับ HCl เข้มข้น 0.75 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งให้ผลลัพธ์การละลายสตรอนเชียมสูงสุดดังแสดงในรูปที่ 2.28



รูปที่ 2.26 ความสามารถในการชะละลายสตรอนเทียมด้วยความเข้มข้นของ BaCl_2 ที่แตกต่างกัน (Aydoğan et al., 2006)



รูปที่ 2.27 ความสามารถในการชะละลายสตรอนเทียมด้วยความเข้มข้นของ HCl ที่แตกต่างกัน (Aydoğan et al., 2006)



รูปที่ 2.28 ความสามารถในการชะละลายสตรอนเชียมที่อุณหภูมิต่างกัน (Aydoğan et al., 2006)

ในโลกของอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และยานยนต์ "แม่เหล็กถาวร" คือหัวใจสำคัญที่ขับเคลื่อนเทคโนโลยี แต่เบื้องหลังกระบวนการผลิตเหล่านั้น กลับมีของเสียที่ถูกมองข้ามอย่าง กากตะกอนสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ซึ่งมักจบลงด้วยการฝังกลบหรือการจัดการที่ใช้งบประมาณสูง ทั้งที่ในเนื้อสารเหล่านั้นเต็มไปด้วยโลหะมีค่าที่สามารถนำกลับมาสร้างมูลค่าใหม่ได้อย่างมหาศาล

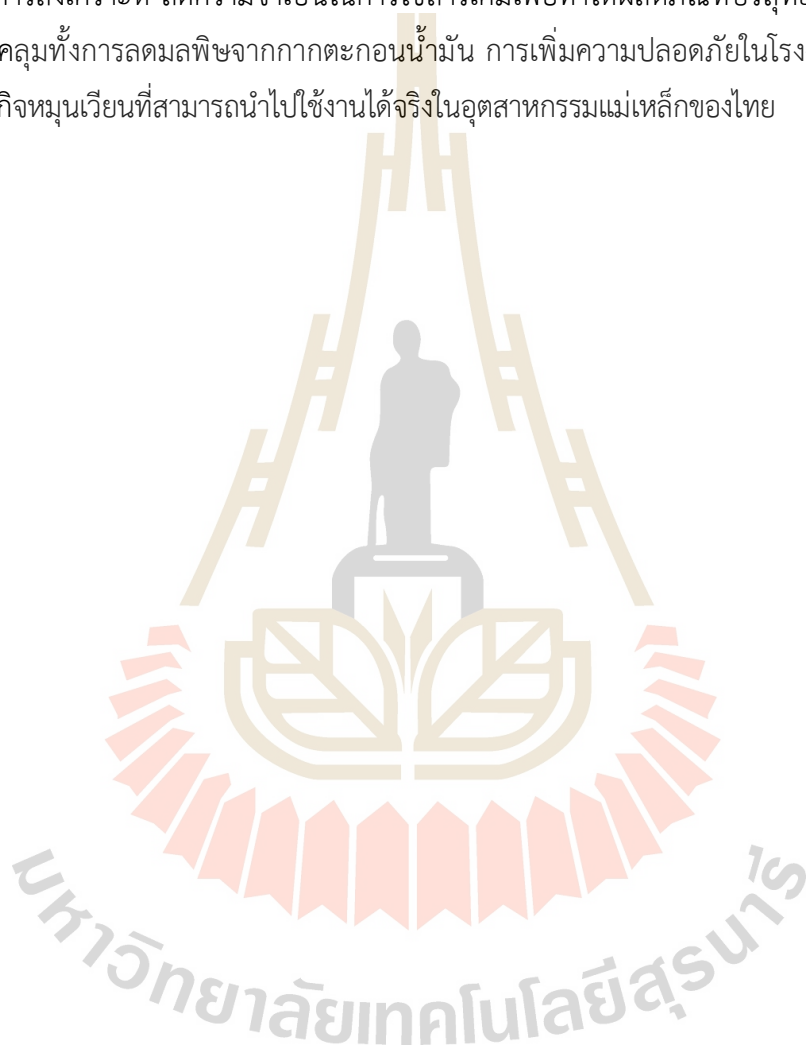
ที่ผ่านมาความพยายามในการรีไซเคิลกากตะกอนชนิดนี้ในประเทศไทย โดยเฉพาะงานวิจัยต้นแบบระหว่างกรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ (กพร.) และ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ได้วางรากฐานสำคัญไว้ อย่างไรก็ตาม เมื่อนำมาพิจารณาในเชิงพาณิชย์ กลับพบข้อจำกัดทางเทคนิคและเศรษฐศาสตร์ที่สำคัญ เช่น 1) สภาวะที่รุนแรงเกินไป โดยการใช้กรดความเข้มข้นสูงไม่เพียงแต่เป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติงาน แต่ยังบีบให้โรงงานต้องลงทุนกับเครื่องจักรราคาแพงที่ทนทานต่อการกัดกร่อนสูง ส่งผลให้จุดคุ้มทุนขยับห่างออกไป 2) ความซับซ้อนของปฏิกิริยา ขั้นตอนการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนตแบบเดิมมีความยุ่งยากต้องใช้สารเคมีหลายชนิดร่วมกัน ทำให้การควบคุมคุณภาพและความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ทำได้ยากในระดับอุตสาหกรรม

โจทย์วิจัยในปัจจุบันจึงไม่ใช่แค่ "การรีไซเคิลได้" แต่คือ "การรีไซเคิลอย่างมีคุณภาพ" ช่องว่างที่สำคัญคือการออกแบบกระบวนการชะละลายให้ทำงานภายใต้สภาวะที่ไม่รุนแรงแต่ยังคงไว้ซึ่งประสิทธิภาพการสกัดที่ยอดเยี่ยม แผนการทดลองใหม่มุ่งเน้นไปที่การพิสูจน์สมมติฐานที่ว่า "หากเราเพิ่มประสิทธิภาพการชะละลายในขั้นต้นได้ จะช่วยลดภาระในขั้นตอนการแยกมลทินและการสังเคราะห์ขั้นสุดท้ายลงได้อย่างมีนัยสำคัญ" โดยมีการศึกษาตัวแปรเพื่อหาจุดสมดุล (Optimization) ดังนี้

1) ด้านการชะละลาย : ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว และเวลา

2) ด้านการสังเคราะห์ : นำกระบวนการแทนที่ไอออนแบบคู่มาใช้เพื่อตัดขั้นตอนที่ซับซ้อนออกไป โดยมุ่งเน้นศึกษาความเข้มข้นของสารแลกเปลี่ยนไอออน (Na_2CO_3) และเวลาในการทำปฏิกิริยา

ผลลัพธ์ที่คาดหวังการพัฒนาแนวทางใหม่นี้จะส่งผลให้เกิดกระบวนการรีไซเคิลที่มีขั้นตอนสั้นลง โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้ เช่น ผงสีเฮมาไทต์ และสตรอนเชียมคาร์บอเนต จะมีความบริสุทธิ์สูงตั้งแต่ขั้นตอนแรกของการสังเคราะห์ ลดความจำเป็นในการใช้สารเคมีเพื่อทำให้ผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ ประโยชน์ที่ได้รับจึงครอบคลุมทั้งการลดมลพิษจากภาคปิโตรเคมี การเพิ่มความปลอดภัยในโรงงาน และการสร้างโมเดลธุรกิจหมุนเวียนที่สามารถนำไปใช้งานได้จริงในอุตสาหกรรมแม่เหล็กของไทย



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

บทนี้กล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัย ซึ่งรายละเอียดในการดำเนินการวิจัย แบ่งตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

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

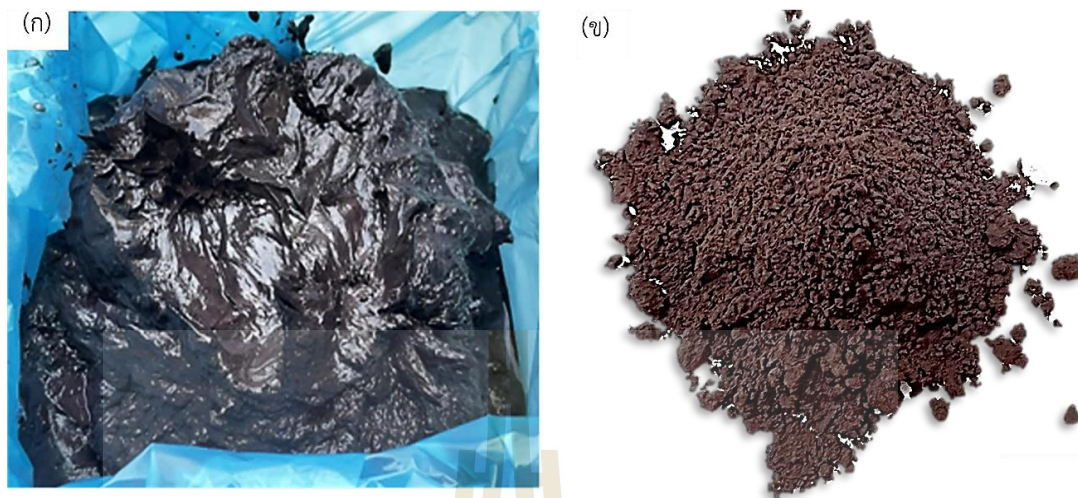
3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

3.1.1 วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ กากตะกอนของเสียแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากกระบวนการเจียผิวจีนงานของโรงงานอุตสาหกรรมผลิตแม่เหล็ก วัตถุดิบดังกล่าวมีลักษณะเป็นโคลนข้นสีดำปนเปื้อนน้ำมันหล่อเย็นและน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ก)

ขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบเริ่มต้นด้วยการนำกากตะกอนไปอบแห้งในตู้อบลมร้อน (Hot air oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น จากนั้นนำกากตะกอนแห้งที่ได้มาผ่านกระบวนการบดลดขนาด โดยการบดละเอียดด้วยโม่บดสาร และทำการคัดขนาดโดยการร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐาน (Sieve) ขนาด 50 เมช (Mesh) เพื่อให้ได้ตะกอนที่มีขนาดเหมาะสมกับการทดลอง และควบคุมความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ข) วัตถุดิบที่ผ่านการเตรียมแล้วจะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมี เพื่อบ่งชี้ส่วนประกอบทางเคมี โครงสร้างเฟส และสัณฐานวิทยา สำหรับใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการเปรียบเทียบและประเมินประสิทธิภาพของกระบวนการสกัดกู้คืนโลหะ โดยมีรายละเอียดผลการวิเคราะห์ดังนี้



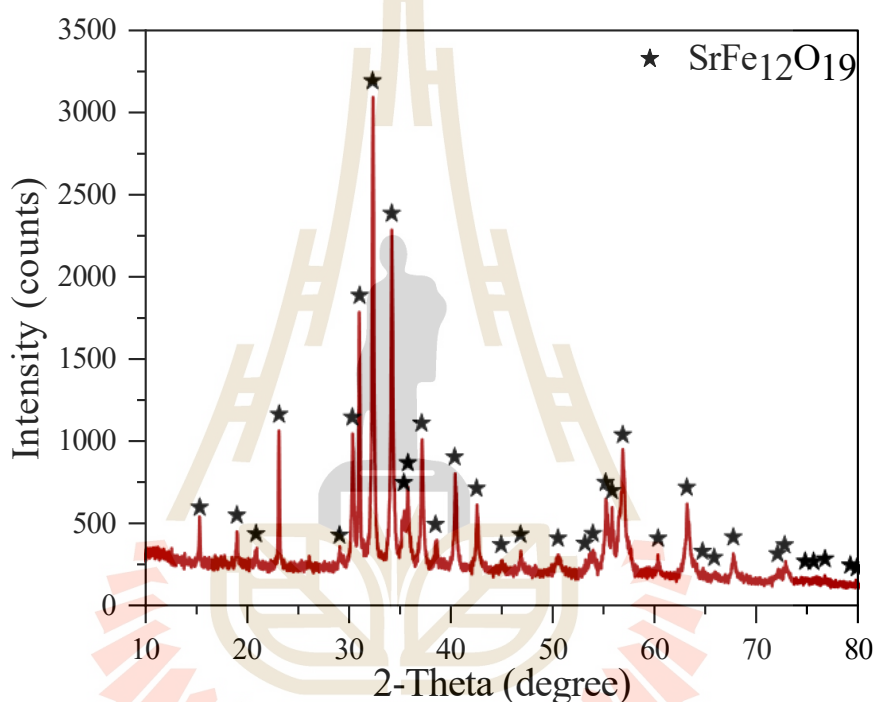
รูปที่ 3.1 ลักษณะวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง (ก) ตะกอนที่เกิดจากกระบวนการเจียรผิวแม่เหล็ก (ข) ตะกอนหลังผ่านการอบแห้ง บดลดขนาด และร่อนผ่านตะแกรงขนาด 50 เมช

วัตถุดิบได้ถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย ICP-OES มีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างโดยการย่อยสลายผงตะกอนด้วยออกซาลิกแอซิด (Aqua regia) ซึ่งเป็นส่วนผสมระหว่างกรดไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนตริก (HNO₃) ในอัตราส่วน 3 ต่อ 1 โดยปริมาตร ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3.1 พบว่ากากตะกอนมีส่วนผสมทางเคมีโดยน้ำหนักประกอบด้วย Fe 59.22 wt.%, Sr 7.72 wt.% นอกจากนี้ยังมีสารปนเปื้อนต่าง ๆ เป็นส่วนผสม ได้แก่ ซิลิกอน แบริยม อะลูมิเนียม แคลเซียม กำมะถัน และ แมงกานีส เมื่อพิจารณาอัตราส่วนโดยมวลของ Fe ต่อ Sr พบว่ามีค่าประมาณ 7.7:1 ซึ่งสอดคล้องกับอัตราส่วนขององค์ประกอบในโครงสร้างผลึกของสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์ (SrFe₁₂O₁₉) ตามทฤษฎี ทั้งนี้ ค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของ Fe 59.22% และ Sr 7.72% นี้ จะถูกใช้เป็นค่าฐานสำหรับการคำนวณร้อยละการสกัดกู้คืน (Recovery yield) ในขั้นตอนการทดลองถัดไปถัดไป

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของตะกอนที่ใช้ในการทดลอง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES

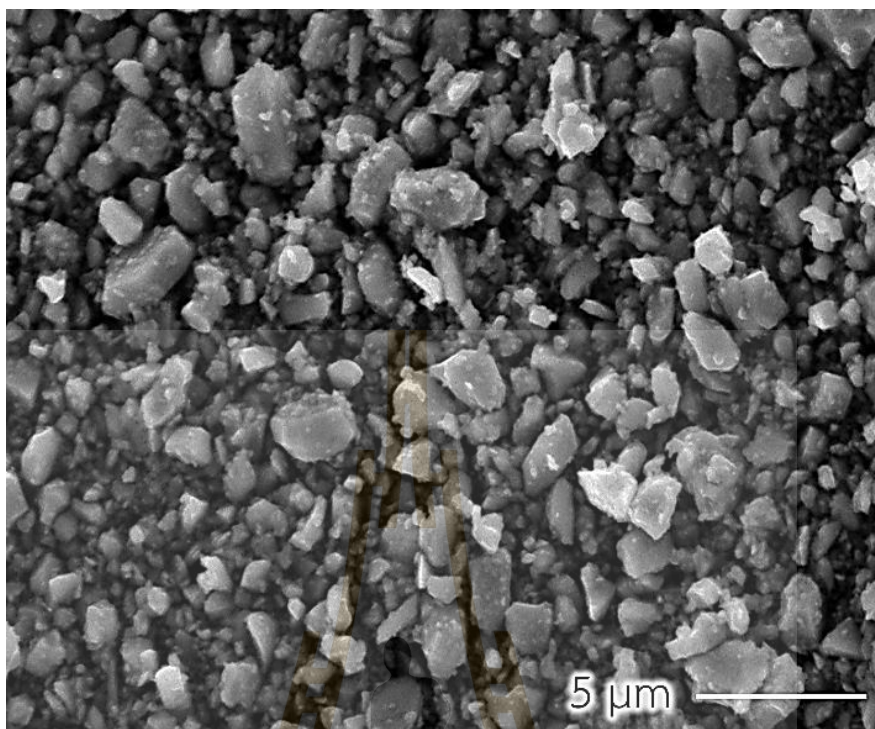
Sample	Element (wt.%)							
	Fe	Si	Ba	Sr	Al	Ca	S	Mn
Strontium Ferrite	59.22	0.21	0.02	7.72	0.11	0.19	0.50	0.13
Magnet Sludge	±1.33	±0.03	±0.005	±0.42	±0.02	±0.01	±0.08	±0.01

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) มีผลวิเคราะห์ดังแสดงในรูปที่ 3.2 พบว่ากากตะกอนประกอบด้วยผลึกของสตรอนเชียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ เป็นองค์ประกอบหลักเพียงชนิดเดียว โดยมีตำแหน่งพีคการเลี้ยวเบน (Diffraction peaks) ตรงกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-1340 โดยไม่ตรวจพบเฟสอื่น ๆ เช่น เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3 , Fe_3O_4) หรือ สตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ซึ่งเป็นการบ่งชี้ว่าตะกอนของเสียดังกล่าวมี $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ เป็นองค์ประกอบเพียงอย่างเดียว



รูปที่ 3.2 องค์ประกอบทางเคมีของกากตะกอนที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอนุภาคของกากตะกอนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) มีผลวิเคราะห์ดังแสดงในรูปที่ 3.3 พบว่าตะกอนมีรูปร่างและลักษณะพื้นผิวที่ไม่สม่ำเสมอ ขนาดอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดเล็กกว่า 5 ไมโครเมตร (μm) อย่างไรก็ตาม การที่อนุภาคมีขนาดเล็กจะส่งผลทำให้ง่ายต่อการชะละลายด้วยกรด โดยทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วและมากยิ่งขึ้น



รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายแสดงลักษณะของกากตะกอนที่ใช้ในการทดลองด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1) สารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมสารละลาย

สารละลายที่ใช้เป็นตัวทำละลาย ในการสกัดแยกโลหะออกจากกากตะกอน คือ กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid : H_2SO_4) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งเป็นกรดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับงานวิเคราะห์ (Analytical Reagent grade: AR grade) ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 98 (98%) ในการทดลองจะนำกรดเข้มข้นมาเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) เพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นตามที่กำหนด ในการทดลองได้ศึกษาถึงอิทธิพลของค่าความเข้มข้นกรดที่จะส่งผลต่อประสิทธิภาพการละลาย ได้แก่ 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 โมลาร์ ซึ่งแต่ละความเข้มข้นจะใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริก 54.4, 108.8, 163.2 และ 217.6 มิลลิลิตร ต่อการเตรียมสารละลาย 1 ลิตร ตามลำดับ การศึกษาวิจัยนี้ได้เลือกใช้เลือกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นสารละลายเนื่องจากกรดซัลฟิวริกสามารถละลายเหล็ก (Fe) ให้อยู่ในรูปสารละลายได้ดี ในขณะเดียวกันจะทำปฏิกิริยากับสตรอนเชียม (Sr) เกิดเป็นตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) ซึ่งมีสมบัติไม่ละลายน้ำ ทำให้สามารถแยกโลหะทั้งสองออกจากกันได้ในช่วงขั้นตอนเดียว นอกจากนี้ กรดซัลฟิวริกเป็นสารเคมีพื้นฐานในอุตสาหกรรมที่จัดหาได้ง่ายและมีราคาต่ำ เหมาะสมต่อการขยายผลในเชิงพาณิชย์



รูปที่ 3.4 กรดซัลฟิวริก

2) สารเคมีสำหรับการปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง

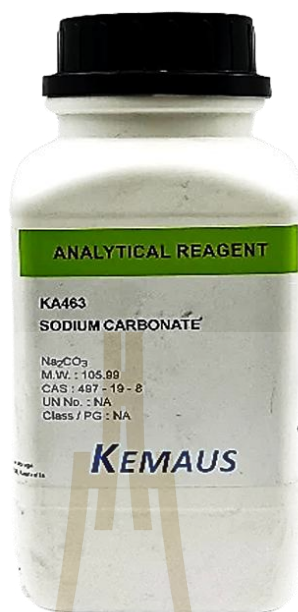
สารเคมีที่ใช้ในการปรับสภาพสารละลายให้มีความเป็นด่างเพิ่มขึ้นเพื่อปรับสภาพสารละลายให้เหมาะกับการตกตะกอน ในการศึกษานี้ได้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ซึ่งเป็นเกรดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับงานวิเคราะห์ (AR grade) ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 99.0 โดยน้ำหนัก ในการทดลองได้นำผงโซเดียมไฮดรอกไซด์มาละลายในน้ำปราศจากไอออน (DI water) เพื่อเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร สารละลายที่มีความเข้มข้นนี้ได้ถูกนำมาใช้ในขั้นตอนการตกตะกอนแยกเหล็ก (Iron precipitation) เพื่อเปลี่ยนรูปไอออนเหล็กในสารละลายให้อยู่ในรูปของตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ ในระหว่างการทดลองได้หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายเพื่อปรับค่า pH และที่ระดับค่า pH ต่าง ๆ ได้ทำการเก็บตัวอย่างสารละลายเพื่อนำไปวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี ค่า pH ที่ได้ทำการเก็บตัวอย่าง ได้แก่ 1.00, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 4.00, 4.50, 5.00 และ 5.50



รูปที่ 3.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์

3) สารเคมีสำหรับการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

สารเคมีหลักที่ใช้ทำหน้าที่เป็นสารแลกเปลี่ยนไอออนแทนที่คู่ (Double ion-replacement agent) ในกระบวนการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนตคือ โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งเป็นเกรดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับงานวิเคราะห์ (AR grade) ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก ในการทดลองได้นำโซเดียมคาร์บอเนตมาละลายในน้ำดีไอซึ่งเป็นน้ำปราศจากไอออนในอัตราส่วนต่าง ๆ เพื่อให้ได้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตที่มีความเข้มข้นต่างกัน ในการทดลองได้ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 3 ค่า ได้แก่ 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์ ซึ่งแต่ละค่าความเข้มข้นจะใช้โซเดียมคาร์บอเนต 106, 132.5 และ 159 กรัมต่อการเตรียมสารละลาย 1 ลิตร ในการศึกษาวิจัยนี้ได้เลือกใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตในการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต เนื่องจากเป็นสารเคมีที่สามารถหาได้ง่าย ราคาถูก และเหมาะสมแก่การใช้งานในห้องปฏิบัติการ



รูปที่ 3.6 โซเดียมคาร์บอเนต

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

3.2.1 เครื่องชั่งมวลทศนิยม 2 ตำแหน่ง

การเตรียมสารเคมีและหาปริมาณมวลของชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการความแม่นยำในระดับทศนิยม 2 ตำแหน่ง ได้ดำเนินการโดยใช้เครื่องชั่งไฟฟ้ายี่ห้อ OHAUS รุ่น PR Series ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เครื่องชั่งรุ่นนี้ใช้เซนเซอร์ความละเอียดสูงในการตรวจวัดแรงกดและแปลงสัญญาณเป็นค่าน้ำหนักแสดงผลเป็นตัวเลขดิจิทัลบนหน้าจอ LCD ซึ่งช่วยลดความคลาดเคลื่อนจากการอ่านค่าด้วยสายตา ในการศึกษาวิจัยเครื่องชั่งไฟฟ้าถูกนำมาใช้เพื่อชั่งมวลสารในทุกขั้นตอนสำคัญ ได้แก่ ชั่งน้ำหนักกากตะกอนก่อนชะละลาย ตะกอนส่วนที่ไม่ถูกชะละลาย ตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟตที่ได้จากกระบวนการชะละลาย ตะกอนเหล็กออกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์และล้าง และสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมคาร์บอเนต



รูปที่ 3.7 เครื่องชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างความละเอียดทศนิยม 2 ตำแหน่ง

3.2.2 เครื่องชั่งมวลทศนิยม 4 ตำแหน่ง

สำหรับการเตรียมสารละลายที่ต้องการความเข้มข้นที่แน่นอนและการชั่งสารเคมีปริมาณน้อยที่ต้องการความละเอียดแม่นยำสูงสุดในระดับทศนิยม 4 ตำแหน่ง หรือ 0.0001 กรัม งานวิจัยนี้เลือกใช้เครื่องชั่งวิเคราะห์ยี่ห้อ OHAUS รุ่น PR224/E ซึ่งมาพร้อมกับตุ้มน้ำหนักแสดงในรูปที่ 3.8 เครื่องชั่งวิเคราะห์รุ่นนี้ออกแบบมาเพื่อการชั่งน้ำหนักที่มีความละเอียดสูง โดยอาศัยเทคโนโลยีเซนเซอร์รับน้ำหนักที่มีความไวสูง ทำงานร่วมกับระบบประมวลผลสัญญาณดิจิทัลเพื่อแปลงค่าแรงกดเป็นน้ำหนักที่แสดงผลบนหน้าจอ LCD ตัวเครื่องติดตั้งตุ้มน้ำหนักที่เป็ด-ปิดได้ 3 ด้าน เพื่อป้องกันแรงรบกวนจากกระแสลมและความผันผวนของอุณหภูมิภายนอก ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่อาจทำให้ค่าที่อ่านได้เกิดความคลาดเคลื่อนในระดับมิลลิกรัม เครื่องชั่งวิเคราะห์ถูกนำมาใช้ในช่วงขั้นตอนที่ต้องการความถูกต้องแม่นยำสูงเพื่อลดความคลาดเคลื่อนของการทดลอง ได้แก่ ชั่งน้ำหนักสตรอนเชียมซัลเฟต ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์สตรอนเชียมคาร์บอเนตที่สังเคราะห์ได้เพื่อนำไปคำนวณร้อยละผลได้ (Percent yield)



รูปที่ 3.8 เครื่องชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง

3.2.3 ชุดโกร่งบดสาร

การเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปของผงละเอียดเพื่อความเหมาะสมในการวิเคราะห์หรือทำปฏิกิริยา ดำเนินการโดยใช้ชุดโกร่งบดสารดังแสดงในรูปที่ 3.9 อุปกรณ์ชุดนี้ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก คือ โกร่ง ซึ่งเป็นภาชนะรองรับที่มีความแข็งแรงสูง และ แท่งบด สำหรับใช้บดทำลาย โดยอาศัยแรงกดและแรงเสียดทานจากการหมุนบด ในการศึกษาชุดโกร่งบดสารถูกนำมาใช้ในขั้นตอนการบดลดขนาดกากตะกอนหลังจากอบแห้งเพื่อให้สามารถผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐานได้ รวมถึงการเตรียมตะกอนตัวอย่างที่ได้จากแต่ละขั้นตอนการทดลองให้กลายเป็นผงละเอียด เพื่อเตรียมความพร้อมสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ที่ต้องการตัวอย่างในลักษณะผงแห้ง เช่น เทคนิค XRD, SEM เป็นต้น



รูปที่ 3.9 ชุดโกร่งบดสาร

3.2.4 ตะแกรงกรอง

สำหรับการควบคุมและคัดแยกขนาดอนุภาคของวัตถุดิบให้มีความสม่ำเสมอ ก่อนนำไปใช้ในการทดลอง งานวิจัยนี้เลือกใช้ตะแกรงร้อนมาตรฐานยี่ห้อ Endecotts ที่มีความละเอียด 50 เมช (50 Mesh) หรือเทียบเท่าขนาดช่องเปิด 300 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.10 ตะแกรงร้อนมาตรฐานชุดนี้ผลิตจากวัสดุสแตนเลสที่มีความทนทานต่อการกัดกร่อนและการเสียดสี โครงสร้างประกอบด้วยตาข่ายลวดถักที่มีขนาดช่องเปิดแม่นยำตามมาตรฐานสากล ทำหน้าที่คัดแยกวัสดุของแข็งตามขนาดทางกายภาพ โดยอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าช่องเปิดจะสามารถผ่านตะแกรงลงไปได้ ในขณะที่อนุภาคขนาดใหญ่กว่าจะค้างอยู่บนตะแกรง ในการศึกษาครั้งนี้ ตะแกรงร้อนมาตรฐานถูกนำมาใช้ในช่วงขั้นตอนการเตรียมกากตะกอนที่ผ่านการอบแห้งและบดลดขนาดแล้ว โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อ

- 1) การคัดเลือกขนาด : คัดแยกเฉพาะอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 300 ไมโครเมตร (-50 Mesh) เพื่อนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการทดลอง
- 2) การควบคุมตัวแปร : เพื่อควบคุมให้พื้นที่ผิวสัมผัสของอนุภาคมีความสม่ำเสมอ ซึ่งเป็นปัจจัยวิกฤตที่มีผลโดยตรงต่อจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยา และประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยาเคมีในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.10 ตะแกรงกรอง

3.2.5 เตามัฟเฟิล

การกระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีและกายภาพด้วยความร้อนสูง ดำเนินการโดยใช้เตามัฟเฟิลยี่ห้อ CARBOLITE รุ่น CWF 1100 ดังแสดงในรูปที่ 3.11 เตาชนิดนี้สามารถทำอุณหภูมิได้สูงสุด 1,100 องศาเซลเซียส โดยอาศัยหลักการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานความร้อนผ่านขดลวดความร้อนที่ติดตั้งอยู่รอบห้องเผา การให้ความร้อนด้วยวิธีนี้มีจุดเด่นสำคัญคือเป็นการให้ความร้อนทางอ้อมที่ปราศจากการเผาไหม้เชื้อเพลิง ทำให้ภายในห้องเผามีสภาวะที่สะอาด ปราศจากเขม่าควันและสิ่งปนเปื้อน ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญสำหรับการเตรียมวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง ในการศึกษาเอนไซม์ เตามัฟเฟิลถูกนำมาใช้ในขั้นตอนสำคัญคือ กระบวนการเผาแคลไซน์ (Calcination) เพื่อแปรสภาพตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ให้กลายเป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์ที่มีความเสถียรและมีความเป็นผลึกสมบูรณ์ตามสภาวะอุณหภูมิและเวลาที่กำหนดจากการศึกษา



รูปที่ 3.11 เตามัฟเฟิล

3.2.6 เทอร์โมคัปเปิล

ในการตรวจสอบและควบคุมอุณหภูมิระหว่างกระบวนการเผา การศึกษานี้เลือกใช้ อุปกรณ์วัดอุณหภูมิ หรือ เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) รุ่น TJ-K-SH1-8x1000+2M (PLUG) ซึ่งเป็นหัววัดอุณหภูมิชนิด K (Type K) มาพร้อมกับสายเชื่อมต่อยาว 2 เมตร และหัวต่อแบบปลั๊ก มาตรฐานดังแสดงในรูปที่ 3.12 เทอร์โมคัปเปิลชนิด K ประกอบด้วยลวดตัวนำโลหะต่างชนิดกัน 2 เส้น คือ โครเมิล (Chromel) ซึ่งเป็นโลหะผสมระหว่างนิกเกิลและโครเมียม (Ni-Cr) ทำหน้าที่เป็น ขั้วบวก และ อะลูเมล (Alumel) ซึ่งเป็นโลหะผสมระหว่างนิกเกิลและอะลูมิเนียม (Ni-Al) ทำหน้าที่เป็นขั้วลบ โดยปลายด้านหนึ่งของลวดทั้งสองจะถูกเชื่อมติดกันเรียกว่า "จุดวัดอุณหภูมิ" ส่วนปลายอีก ด้านหนึ่งจะต่อเข้ากับเครื่องวัดเรียกว่า "จุดอ้างอิง" หลักการทำงานอาศัย ปรากฏการณ์ซีเบค (Seebeck Effect) กล่าวคือ เมื่อมีความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างจุดวัดและจุดอ้างอิง จะทำให้เกิดความต่างศักย์หรือแรงเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive Force : EMF) ขึ้นในวงจร ซึ่งค่าแรงเคลื่อนไฟฟ้านี้จะแปรผันตรงกับอุณหภูมิ และถูกแปลงสัญญาณเป็นตัวเลขดิจิทัลเพื่อแสดงผล อุณหภูมิที่วัดได้จริง

ข้อดีของเทอร์โมคัปเปิลชนิด K คือ มีช่วงการวัดอุณหภูมิที่กว้าง (ประมาณ -200 ถึง 1,250 องศาเซลเซียส) มีความเสถียรสูง ทนทานต่อบรรยากาศที่มีการเกิดออกซิเดชัน (Oxidizing atmosphere) ได้ดี มีความแม่นยำสูง และราคาเหมาะสมการประยุกต์ใช้ในงานวิจัย ในการทดลองนี้ ได้ทำการติดตั้งเทอร์โมคัปเปิลชนิด K ไว้ภายในห้องเผาของเตาแม่พิมพ์ เพื่อทำหน้าที่ดังนี้

- 1) การสอบเทียบอุณหภูมิ : ใช้ตรวจสอบและเปรียบเทียบค่าอุณหภูมิจริง บริเวณกึ่งกลางชิ้นงานกับค่าที่แสดงบนหน้าจอควบคุมของเตาเผา เพื่อให้มั่นใจว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองมีความถูกต้องแม่นยำ
- 2) การควบคุมกระบวนการเผา : ใช้ติดตามอุณหภูมิในขั้นตอนการเผาแคลไซน์ เพื่อเปลี่ยนรูปสารประกอบจากเหล็กไฮดรอกไซด์ให้กลายเป็นเหล็กออกไซด์อย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.12 เทอร์โมคัปเปิลชนิดเค

3.2.7 อะลูมินาโบท

สำหรับการบรรจุสารตัวอย่างเพื่อนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนในเตามัฟเฟิล งานวิจัยนี้เลือกใช้ภาชนะเซรามิกทรงเรือ หรือ อะลูมินาโบท ขนาด 120 x 30 x 20 มิลลิเมตร (ยาว x กว้าง x สูง) ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ภาชนะนี้ผลิตจากวัสดุ อะลูมินา หรือ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ที่มีความบริสุทธิ์สูง (>99.7%) มีคุณสมบัติเด่นคือความทนทานต่ออุณหภูมิสูงได้ถึง 1,700 องศาเซลเซียส และมีความเฉื่อยทางเคมี จึงไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างแม้ในสภาวะอุณหภูมิสูง ในการศึกษานี้ อะลูมินาโบทถูกนำมาใช้เป็นภาชนะทนความร้อนสำหรับรองรับตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ เพื่อนำเข้าสู่กระบวนการเผาแคลไซน์ภายในเตามัฟเฟิล โดยมีวัตถุประสงค์หลักเพื่อสลายพันธะของน้ำ (Dehydration) และเปลี่ยนรูปสารประกอบ (Phase transformation) จากเหล็กไฮดรอกไซด์ให้กลายเป็นเหล็กออกไซด์ที่มีความเสถียรทางโครงสร้าง โดยอาศัยคุณสมบัติการทนความร้อนและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของอะลูมินาเพื่อป้องกันการปนเปื้อนและเสียหายของชิ้นงาน



รูปที่ 3.13 อะลูมินาโบท

3.2.8 เครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็กพร้อมแผ่นให้ความร้อน

การควบคุมสภาวะการทดลองด้านอุณหภูมิและการกวนสารละลาย ดำเนินการโดยใช้เครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็กพร้อมแผ่นให้ความร้อนยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7 ดังแสดงในรูปที่ 3.14 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการเหนี่ยวนำแม่เหล็กจากมอเตอร์หมุน เพื่อขับเคลื่อนแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar) ที่อยู่ภายในภาชนะบรรจุสารให้เกิดการหมุนวน ซึ่งช่วยให้สารละลายเกิดการไหลเวียนและหมุนวน พร้อมกันนี้ยังสามารถถ่ายเทพลังงานความร้อนผ่านแผ่นเซรามิกทำความร้อน เพื่อควบคุมอุณหภูมิของระบบให้เป็นไปตามค่าที่กำหนด ในการศึกษานี้ เครื่องมือดังกล่าวถูกนำมาใช้เพื่อควบคุมอัตราการกวน (รอบต่อนาที, rpm) และ อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)

ให้คงที่ตามสภาวะที่กำหนดไว้ในขั้นตอนสำคัญต่าง ๆ ได้แก่ (1) กระบวนการชะละลาย (Leaching) (2) กระบวนการตกตะกอน (Precipitation) (3) กระบวนการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต



รูปที่ 3.14 เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่มีตัวให้ความร้อน

3.2.9 ชุดกรองสารละลาย

กระบวนการแยกของแข็งออกจากของเหลวในงานวิจัยนี้ ดำเนินการโดยใช้ชุดอุปกรณ์การกรองภายใต้ความดันลดดังแสดงในรูปที่ 3.15 ซึ่งมีประสิทธิภาพในการแยกตะกอนละเอียดได้รวดเร็วกว่าการกรองแบบอาศัยแรงโน้มถ่วง (Gravity filtration) ทั่วไปส่วนประกอบและคุณลักษณะเครื่องมือประกอบด้วยอุปกรณ์หลัก ดังนี้ (1) ขวดลดความดัน ทำหน้าที่เป็นภาชนะรองรับสารละลายที่ทนต่อแรงดันลบ (2) กรวยบูชเนอร์ หรือกรวยกรองเซรามิกสำหรับรองรับกระดาษกรอง (3) ปัมสุญญากาศ ยี่ห้อ AITCOOL รุ่น VP130N ทำหน้าที่ดูดอากาศออกจากขวดลดความดันเพื่อสร้างสภาวะสุญญากาศ (4) กระดาษกรอง ในงานวิจัยนี้ใช้กระดาษกรองของ Whatman เบอร์ 42 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 110 มิลลิเมตร และมีขนาดรูพรุนละเอียดถึง 2.5 ไมโครเมตร ซึ่งมี

ความสำคัญอย่างยิ่งต่อการกักเก็บตะกอนที่มีขนาดอนุภาคเล็ก หลักการทำงานของชุดอุปกรณ์นี้อาศัยปฏิกิริยาเคมีสร้างความแตกต่างของความดันระหว่างด้านบนและด้านล่างของกระตาศกรอง แรงดูดที่เกิดขึ้นจะช่วยเร่งให้ของเหลวไหลผ่านตัวกลางการกรองได้รวดเร็วขึ้น ในขณะที่ของแข็งหรือตะกอนจะถูกกักอยู่บนกระตาศกรอง ในการศึกษาได้นำมาใช้ในทุกขั้นตอนที่ต้องการแยกสารละลายและตะกอนออกจากกัน เช่น การกรองแยกกากตะกอนหลังการชะละลาย และการเก็บรวบรวมตะกอนสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 3.15 ชุดกรองสารละลาย

3.2.10 เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่างและตัววัดอุณหภูมิ

การตรวจสอบและควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในการทดลองดำเนินการโดยใช้เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH Meter) ยี่ห้อ EUTECH INSTRUMENTS รุ่น pH 700 ดังแสดงในรูปที่ 3.16 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการวัดความต่างศักย์ไฟฟ้า ระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิงและอิเล็กโทรดตรวจวัด ซึ่งความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นจะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของไฮโดรเจนไอออน (H^+) ในสารละลายตามสมการเนิร์นสต์ (Nernst equation) ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จะถูกแปลงผลและแสดงค่าเป็นหน่วย pH ซึ่งระบุสถานะความเป็นกรดหรือด่างของสารละลาย นอกจากนี้เครื่องมือยังมาพร้อมกับหัววัดอุณหภูมิเพื่อชดเชยค่า pH ที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ (Automatic Temperature Compensation : ATC) เพื่อให้ข้อมูลมีความถูกต้องและแม่นยำสูงสุด ก่อนการใช้งานทุกครั้งจะดำเนินการสอบเทียบเครื่องมือด้วย สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐาน

(Standard buffer solution) โดยใช้ระบบการสอบเทียบแบบ 3 จุด ที่ค่า pH 4.0, 7.0 และ 10.0 การสอบเทียบวิธีนี้จะช่วยสร้างกราฟมาตรฐานที่ครอบคลุมช่วงความเป็นกรด-ด่างทั้งหมดที่ต้องการศึกษา และช่วยลดความคลาดเคลื่อนในการวัดค่า ในการศึกษานี้ เครื่องวัด pH ถูกนำมาใช้ในขั้นตอนสำคัญ ได้แก่ การควบคุมและปรับค่า pH อย่างละเอียดในกระบวนการตกตะกอน เพื่อแยกเหล็กออกจากสารละลายตามช่วง pH เป้าหมาย



รูปที่ 3.16 เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่างและตัววัดอุณหภูมิ

3.2.11 ตู้อบลมร้อน

สำหรับการกำจัดความชื้นและการอบแห้งชิ้นงานตัวอย่างให้แห้งสนิท งานวิจัยนี้เลือกใช้ตู้อบลมร้อนแบบมีพัดลมหมุนเวียนอากาศยี่ห้อ JSR รุ่น JSOF-100 จากประเทศเกาหลีใต้ ดังแสดงในรูปที่ 3.17 ตู้อบลมร้อนรุ่นนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการการพาความร้อนแบบบังคับ ภายในตู้ติดตั้งขดลวดความร้อนขนาด 1.5 kW ทำหน้าที่เปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นความร้อน ทำงานร่วมกับพัดลม ที่ช่วยหมุนเวียนอากาศร้อนให้กระจายตัวภายในห้องอบขนาด 100 ลิตร ได้อย่างทั่วถึง ส่งผลให้การถ่ายเทความร้อนไปยังชิ้นงานมีความสม่ำเสมอสูงกว่าระบบพาความร้อนแบบธรรมชาติ และสามารถควบคุมอุณหภูมิได้อย่างแม่นยำ ตู้อบลมร้อนถูกนำมาใช้ในขั้นตอนการเตรียมและเก็บรักษาตัวอย่าง เพื่อให้มั่นใจว่าค่าที่ได้จากการชั่งน้ำหนักมีความถูกต้องแม่นยำสูงสุด ดังนี้

- 1) การเตรียมวัตถุดิบ : ใช้สำหรับอบวัตถุดิบตั้งต้นเพื่อไล่ความชื้น ก่อนนำเข้าสู่กระบวนการบดผสมหรือชั่งน้ำหนัก

2) การอบแห้งผลิตภัณฑ์และกากตะกอน : ใช้สำหรับอบตะกอนที่ผ่านการกรองและล้างทำความสะอาดแล้ว เช่น ตะกอนเหล็กออกไซด์ หรือ ตะกอนสตรอนเชียมคาร์บอเนต โดยทำการอบที่อุณหภูมิคงที่จนกระทั่งตัวอย่างมีน้ำหนักคงที่ เพื่อนำไปคำนวณร้อยละผลได้อย่างถูกต้อง



รูปที่ 3.17 ตู้อบลมร้อน

3.2.12 อุปกรณ์สำหรับความปลอดภัยต่าง ๆ เช่น ถังมีอยาง หน้ากากป้องกันสารเคมี แวนตากันสารเคมี ตู้ดูดควันและไอระเหย เป็นต้น

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องสำหรับวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี

เครื่องมือและอุปกรณ์สำหรับการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี มีดังนี้

3.3.1 เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลังงานและปริมาณ (TGA/DSC1)

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนและพฤติกรรมการสลายตัวของสารประกอบดำเนินการโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วยความร้อน (Thermogravimetric Analyzer : TGA) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น TGA/DSC 1 STARe System ดังแสดงในรูปที่ 3.18 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการตรวจวัดน้ำหนักของสารตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงไป (Mass change) อย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความละเอียดสูง ในขณะที่ชิ้นงานได้รับความร้อนตามโปรแกรมอุณหภูมิที่กำหนด ภายใต้บรรยากาศที่ควบคุม (เช่น บรรยากาศก๊าซเฉื่อยหรือก๊าซออกซิเจน) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ (TGA curve) ที่ได้สามารถบ่งบอกถึงปรากฏการณ์ทางกายภาพและทางเคมีต่าง ๆ ได้แก่ การระเหยของน้ำและความชื้น (Evaporation) การสลายตัวของสารประกอบ (Decomposition) การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) หรือรีดักชัน (Reduction) ซึ่งข้อมูลเหล่านี้แสดงถึงช่วงอุณหภูมิที่วัสดุมีความเสถียรและการเปลี่ยนรูปของโครงสร้าง ในการศึกษาสามารถใช้เทคนิค TGA เพื่อวิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนของตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์เพื่อระบุอุณหภูมิการสลายตัวที่แน่นอน ข้อมูลที่ได้จะถูกนำมาใช้เป็นเกณฑ์อ้างอิงสำคัญในการกำหนดอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับขั้นตอนการเผาแคลไซน์ เพื่อเปลี่ยนรูปสารประกอบให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.18 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน

3.3.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกและระบุนิตของสารประกอบในตัวอย่างของแข็ง ดำเนินการโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D2 PHASER ดังแสดงในรูปที่ 3.19 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการยิงรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นเดี่ยว ตกกระทบลงบนผิวของชิ้นงานตัวอย่างและทำการแปรผันมุมตกกระทบ (theta) เมื่อรังสีเอกซ์ เกิดการกระเจิง (Scattering) ผ่านระนาบของผลึก หากมุมตกกระทบและระยะห่างระหว่างระนาบ ผลึก (d) มีความสัมพันธ์เป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) หรือ $n\lambda = 2d \sin \theta$ จะเกิด ปรากฏการณ์การแทรกสอดแบบเสริมกันอย่างสมบูรณ์ ส่งผลให้ความเข้มของรังสีเอกซ์เพิ่มสูงขึ้นเป็น ยอดพีค (Peak) ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะแสดงในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีกับ มุมเลี้ยวเบน ($2d \sin \theta$) หรือที่เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD pattern) ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ เฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด ข้อมูลนี้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุ ชนิดของสารประกอบที่อยู่ในตัวอย่าง ในการศึกษาครั้งนี้ได้ใช้เทคนิค XRD เพื่อระบุชนิดและยืนยัน องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างที่มีสถานะเป็นของแข็งในขั้นตอนต่าง ๆ ได้แก่ วัตถุดิบและชิ้นงาน ตัวอย่างเริ่มต้น กากตะกอนของแข็งที่เหลือจากการชะละลาย ผลิตภัณฑ์หลักออกไซด์ภายหลังจาก การเผาและล้างกำจัดสารมลทิน ตะกอนสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่ได้จากการสังเคราะห์



รูปที่ 3.19 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

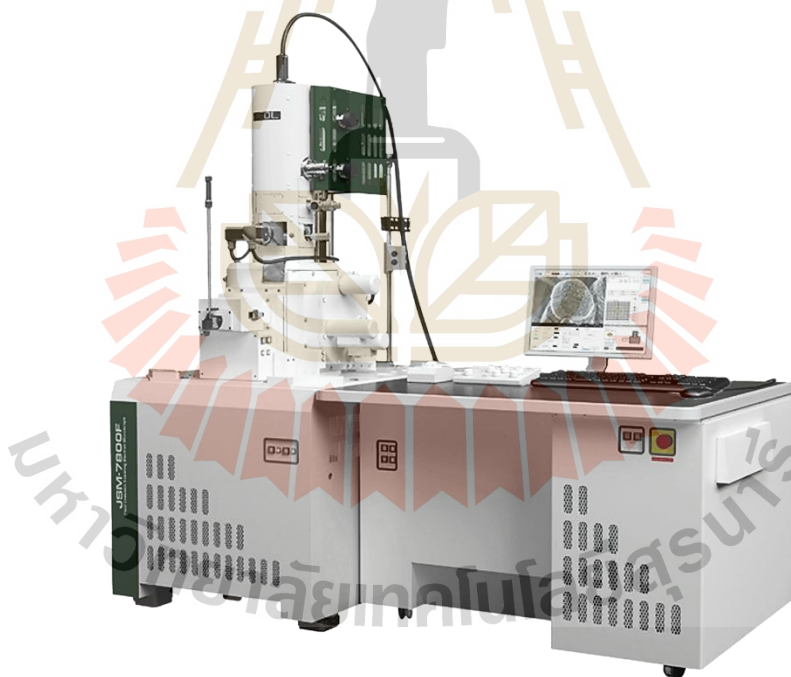
การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของของแข็ง ดำเนินการโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6010LV ที่ติดตั้งร่วมกับอุปกรณ์วิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy : EDS) ยี่ห้อ OXFORD INSTRUMENTS รุ่น X-MaxN ดังแสดงในรูปที่ 3.20 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยการยิงลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงจากแหล่งกำเนิดลงบนพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่าง ทำให้เกิดอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมของธาตุในชิ้นงาน และปลดปล่อยสัญญาณต่าง ๆ ออกมา ส่วน SEM ทำหน้าที่ตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอน (เช่น Secondary Electrons) เพื่อนำมาสร้างเป็นภาพถ่ายที่มีกำลังขยายสูง (High magnification) และมีความชัดลึก (Depth of field) ทำให้สามารถระบุลักษณะสัณฐานวิทยา (Morphology) ความขรุขระ และลักษณะสูง-ต่ำของพื้นผิวชิ้นงานได้อย่างชัดเจน และ EDS ทำหน้าที่ตรวจจับรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-rays) ที่แผ่ออกมาจากการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอม ซึ่งค่าพลังงานของรังสีเอกซ์นี้จะเป็นค่าเฉพาะตัวของแต่ละธาตุ ทำให้สามารถระบุชนิดและปริมาณของธาตุองค์ประกอบในตัวอย่างได้ในระดับกึ่งปริมาณ (Semi-quantitative analysis) ในการศึกษานี้ได้ประยุกต์ใช้เทคนิค SEM-EDS เพื่อติดตามการเปลี่ยนแปลงลักษณะสัณฐานวิทยาและการกระจายตัวของธาตุ (Elemental mapping) ของตัวอย่างในขั้นตอนสำคัญ ได้แก่ วัตถุดิบและกากตะกอนเริ่มต้น ตะกอนเหล็กออกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์และล้าง



รูปที่ 3.20 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

3.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรายละเอียดสูง พร้อมชุดวิเคราะห์ธาตุแบบอีดีเอส (FESEM-EDS)

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุของตัวอย่างของแข็งดำเนินการโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรายละเอียดสูง (Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-7800F ซึ่งติดตั้งร่วมกับชุดวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy : EDS) ดังแสดงในรูปที่ 3.21 เครื่องมือชุดนี้ทำงานโดยอาศัยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนชนิดฟیلด์อิมิสชัน (Field Emission Gun) ซึ่งให้ลำอิเล็กตรอนที่มีความสว่างสูงและขนาดลำแสงเล็กมาก ยิ่งลงบนพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างภายใต้สภาวะสุญญากาศสูง ทำให้เกิดอันตรกิริยาและปลดปล่อยสัญญาณต่าง ๆ ออกมาเพื่อใช้ในการตรวจวัด ในการศึกษาได้ใช้เทคนิค FESEM-EDS เพื่อตรวจสอบรายละเอียดเชิงลึกของตัวอย่างในขั้นตอนสำคัญ ได้แก่ ผลึกสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์ภายใต้สภาวะต่าง ๆ



รูปที่ 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรายละเอียดสูง ร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

3.3.5 เครื่องวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยหลักการคายแสงจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา

การวิเคราะห์เชิงปริมาณและเชิงคุณภาพขององค์ประกอบธาตุในสารละลาย ดำเนินการโดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยหลักการคายแสงจากการกระตุ้นด้วยพลาสมา (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer : ICP-OES) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Optima 800 ดังแสดงในรูปที่ 3.22 เครื่องมือนี้ทำงานโดยอาศัยหลักการป้อนพลังงานความร้อนสูงจากพลาสมา (Plasma source) ซึ่งมีอุณหภูมิสูงประมาณ 10,000 องศาเซลเซียส ให้แก่อะตอมของสารตัวอย่างในรูปละอองฝอย พลังงานความร้อนนี้จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนของธาตุเปลี่ยนระดับพลังงานจากสถานะพื้น (Ground state) ขึ้นไปสู่สถานะกระตุ้น (Excited state) ซึ่งเป็นสถานะที่ไม่เสถียร เมื่ออิเล็กตรอนลดระดับพลังงานกลับคืนสู่สถานะพื้นจะเกิดการคายพลังงานออกมาในรูปของคลื่นแสง แสงที่เปล่งออกมาจะมีลักษณะเฉพาะตัว กล่าวคือ ความยาวคลื่น (Wavelength) จะระบุชนิดของธาตุและความเข้มของแสง (Intensity) จะแปรผันตรงกับปริมาณความเข้มข้นของธาตุนั้น ๆ ระบบตรวจวัดสัญญาณ (Detector) จะทำการตรวจวัดค่าดังกล่าวและประมวลผลเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ที่สร้างขึ้นจากสารละลายมาตรฐาน (Standard solution) ที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน ในการศึกษาครั้งนี้ เทคนิค ICP-OES ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุเหล็ก (Fe) สตรอนเชียม (Sr) และโลหะเจือปนอื่น ๆ ในสารละลายตัวอย่างจากทุกขั้นตอนสำคัญของกระบวนการวิจัย ได้แก่

- 1) สารละลายจากการย่อยสลายวัตถุดิบเริ่มต้น
- 2) สารละลายที่ได้จากการทดลองชะละลาย
- 3) สารละลายส่วนใสหลังจากการทดลองตกตะกอน

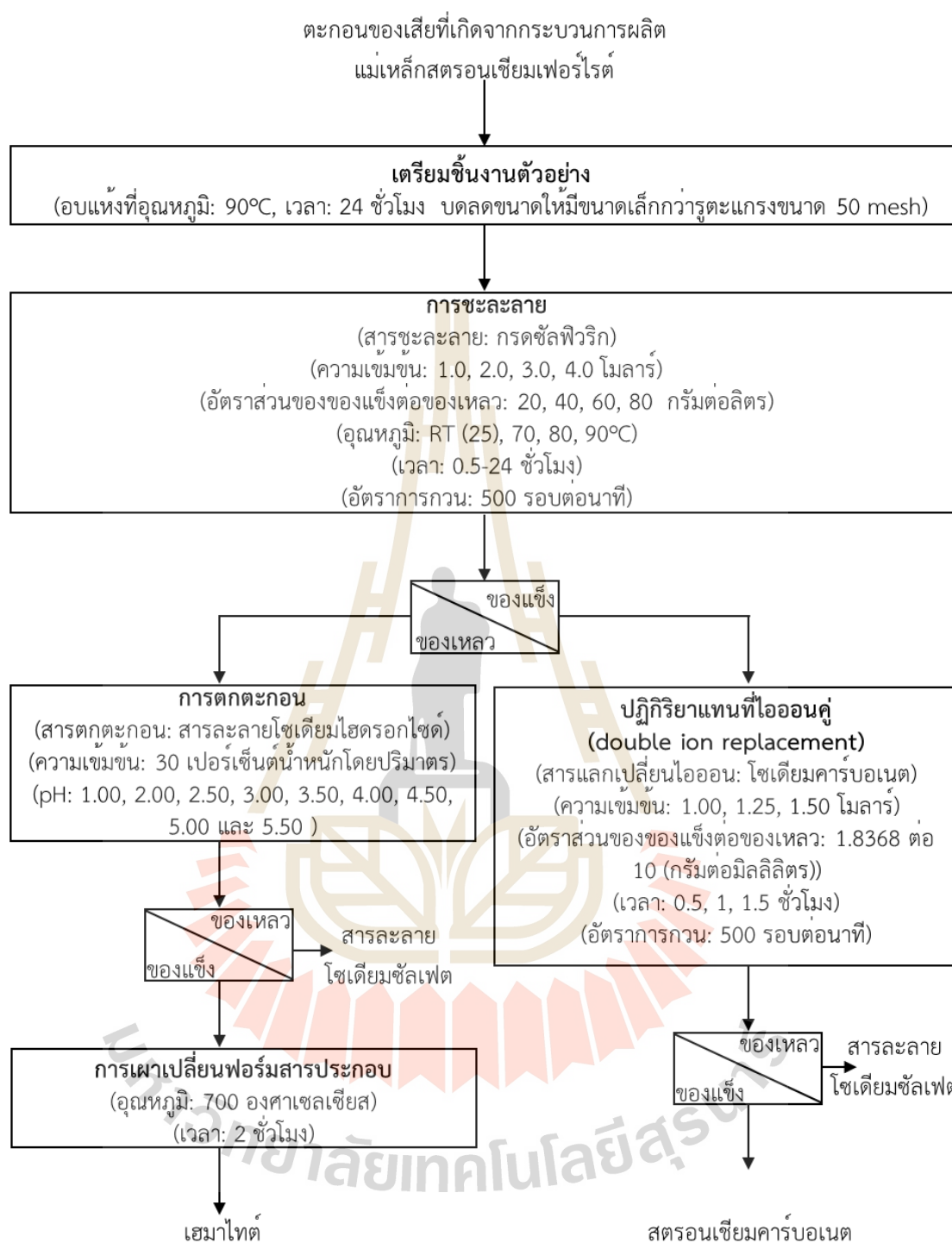


รูปที่ 3.22 เครื่อง Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer

3.4 ขั้นตอนการศึกษาวิจัย

การดำเนินการวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.23 แบ่งออกได้เป็น 5 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างโดยการอบแห้ง บดและคัดขนาด ขั้นตอนที่ 2 การชะละลายชิ้นงานตัวอย่างเพื่อศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายเหล็ก และการตกตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟตจากตะกอนของเสียแม่เหล็กสตรอนเชียมเพอร์ไรต์ ขั้นตอนที่ 3 การตกตะกอนโดยการปรับค่า pH ของสารละลายเพื่อศึกษาอิทธิพลของค่า pH ที่ส่งผลต่อการตกตะกอนของเหล็ก ขั้นตอนที่ 4 การเผาเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบโลหะ โดยทำการเผาเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบเหล็กไฮดรอกไซด์ที่ได้จากขั้นตอนการตกตะกอนให้อยู่ในรูปสารประกอบเหล็กออกไซด์ ขั้นตอนที่ 5 การสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต โดยศึกษาความเข้มข้นของสารแลกเปลี่ยนไอออน และเวลาที่ส่งผลต่อความสามารถในการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต รายละเอียดขั้นตอนการดำเนินการทดลองดังนี้





รูปที่ 3.23 แผนผังการทดลองรีไซเคิลตะกอนของเสียที่เกิดจากโรงงานผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง

วัตถุดิบที่ใช้ในการศึกษานี้ ได้แก่ กากตะกอนของเสียแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ที่ได้รับจากกระบวนการผลิตในโรงงานอุตสาหกรรมแม่เหล็ก มีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนเข้าสู่กระบวนการทดลอง ดังนี้

1.1) การอบแห้งไล่ความชื้น : นำกากตะกอนตัวอย่างมาผ่านกระบวนการอบแห้งในเตาอบลมร้อน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่อเนื่อง 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้นและสารระเหยเบื้องต้นจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่

1.2) การบดลดขนาดและคัดแยกอนุภาค : เมื่อตัวอย่างแห้งสนิทแล้ว นำมาผ่านกระบวนการบดลดขนาดและทำการคัดแยกขนาดอนุภาค โดยการร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐาน เบอร์ 50 (50 Mesh) หรือเทียบเท่าขนาดช่องเปิดประมาณ 300 ไมโครเมตร โดยคัดเลือกเฉพาะอนุภาคส่วนที่ลอดผ่านตะแกรงทั้งหมด เพื่อนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการกู้คืนโลหะมีค่าในขั้นตอนต่อไป

ขั้นตอนที่ 2 การชะละลาย

2.1) เตรียมสารชะละลายโดยการผสมกรดซัลฟิวริกและน้ำปราศจากไอออนให้ได้ความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 โมลาร์

2.2) ชะละลายชิ้นงานตัวอย่างด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิ 25°C (อุณหภูมิห้อง) เวลา 24 ชั่วโมง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที เพื่อศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายต่อความสามารถในการชะละลายเหล็กและการตกตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต เมื่อครบตามสภาวะการทดลองที่กำหนด สารละลายดังกล่าวถูกนำมากรองเพื่อแยกสารละลายและตะกอนที่เหลือจากการชะละลาย ทั้งนี้ ความสามารถในการชะละลายหมายถึงร้อยละการชะละลายโลหะจากของแข็งที่เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นให้อยู่ในรูปของสารละลาย โดยคำนวณจากปริมาณโลหะในสารละลายเทียบกับปริมาณโลหะในวัตถุดิบเริ่มต้น ดังนั้น หน่วยของความสามารถในการชะละลายจึงมีหน่วยเป็นเปอร์เซ็นต์ (%) เมื่อครบเวลาที่กำหนด

2.3) ชะละลายชิ้นงานตัวอย่างด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก 4.0 โมลาร์ (ค่าความเข้มข้นกรดที่ให้ประสิทธิภาพการชะละลายสูงสุดตามข้อ 2.2) อุณหภูมิ 25 (อุณหภูมิห้อง), 70, 80 และ 90 °C เวลา 24 ชั่วโมง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อความสามารถในการชะละลายเหล็กและการตกตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต

2.4) ชะละลายชิ้นงานตัวอย่างด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก 4.0 โมลาร์ (ค่าความเข้มข้นกรดที่ให้ประสิทธิภาพการชะละลายสูงสุดตามข้อ 2.2) อุณหภูมิ 90°C (ค่าอุณหภูมิที่ให้

ประสิทธิภาพการชะละลายสูงสุดตามข้อ 2.3) เวลา 24 ชั่วโมง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20, 40, 60 และ 80 กรัมต่อลิตร และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อความสามารถในการชะละลายหลักและการตกตะกอน สตรอนเซียมซัลเฟต

2.5) สารละลายที่ได้จากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES และตะกอนที่เหลือจากการชะละลายถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XRD วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค SEM-EDS

ขั้นตอนที่ 3 การตกตะกอน

3.1) สารละลายตั้งต้นสำหรับขั้นตอนนี้ได้จากการนำชิ้นงานตัวอย่างเข้าสู่กระบวนการชะละลายภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษาในขั้นตอนก่อนหน้า กล่าวคือ ใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 40 กรัมต่อลิตร และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาทีหลังจากครบเวลาที่กำหนด ทำการกรองแยกกากตะกอนออกเพื่อให้ได้สารละลายใส (Leachate) จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาทำการทดลองตกตะกอนหลักโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร (30% w/v) ลงไปอย่างช้า ๆ เพื่อปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) และทำการเก็บตัวอย่างตะกอนและสารละลายที่จุดค่า pH ต่าง ๆ ตามลำดับ ได้แก่ 1.00, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 4.00, 4.50, 5.00 และ 5.50

3.2) ตัวอย่างที่เก็บได้ในแต่ละช่วงค่า pH จะถูกแยกเป็นส่วนหนึ่งของแข็ง (ตะกอน) และของเหลว (สารละลาย) เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ ดังนี้

ส่วนสารละลายใส : นำไปวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีที่หลงเหลืออยู่ โดยเฉพาะปริมาณเหล็กและโลหะเจือปนด้วยเทคนิค ICP-OES

ส่วนตะกอนของแข็ง : นำไปอบแห้งก่อนนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติต่าง ๆ ได้แก่ วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและธาตุองค์ประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิเคราะห์พฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน เพื่อศึกษาการเปลี่ยนรูปของสารประกอบไฮดรอกไซด์ ด้วยเทคนิค TGA/DSC

ขั้นตอนที่ 4 การเผาเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบโลหะ

4.1) ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) ที่ได้จากขั้นตอนการตกตะกอนจะถูกนำเข้าสู่กระบวนการเผาแคลไซน์เพื่อเปลี่ยนเฟสให้กลายเป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์ที่เสถียร สภาพการทดลองกำหนดอุณหภูมิการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยการกำหนดสภาพดังกล่าวอ้างอิงจากงานวิจัยของ Legodi และ de Waal (2007) ซึ่งรายงานว่าเป็นช่วงอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเปลี่ยนรูปสารประกอบเหล็กไฮดรอกไซด์ให้กลายเป็นเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ที่มีความเป็นผลึกสมบูรณ์

4.2) ภายหลังกบวนการเผา ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกนำมาผ่านกระบวนการล้างทำความสะอาดเพื่อกำจัดสารเจือปนที่ละลายน้ำได้ เช่น โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) ที่อาจตกค้างอยู่ นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยกำหนดอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวเท่ากับ 1:20 กรัมต่อมิลลิลิตร ภายใต้อุณหภูมิการกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการกรองและอบแห้ง

4.3) ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ผ่านการทำบริสุทธิ์แล้วจะถูกนำไปตรวจสอบและวิเคราะห์คุณลักษณะทางเคมีและกายภาพ ได้แก่ การระบุองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอนุภาคร่วมกับการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ติดตั้งตัวตรวจวัดรังสีเอกซ์เพื่อยืนยันความบริสุทธิ์และคุณภาพของเม็ดสีที่สังเคราะห์ได้

ขั้นตอนที่ 5 การสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

กระบวนการแปลงสภาพตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟตให้กลายเป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนตผ่านกลไกการแทนที่ไอออนคู่ (Double ion replacement) มีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

5.1) เตรียมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเพื่อใช้เป็นสารแลกเปลี่ยนไอออน โดยการละลายผงโซเดียมคาร์บอเนตในน้ำปราศจากไอออนให้ได้ความเข้มข้นที่ 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์

5.2) ทำการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเปลี่ยนรูปสารประกอบซัลเฟตเป็นคาร์บอเนต โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังนี้

5.2.1 การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นสารแลกเปลี่ยนไอออน : ทำการผสมตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (ที่ได้จากขั้นตอนการชะละลาย) ปริมาณคงที่ 1.8368 กรัม กับสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยแปรผันความเข้มข้นของสารละลายที่ 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์ ควบคุมระยะเวลาทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง และอัตราการกวนผสม 500 รอบต่อนาที เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นที่มีต่อประสิทธิภาพการแปลงสภาพ

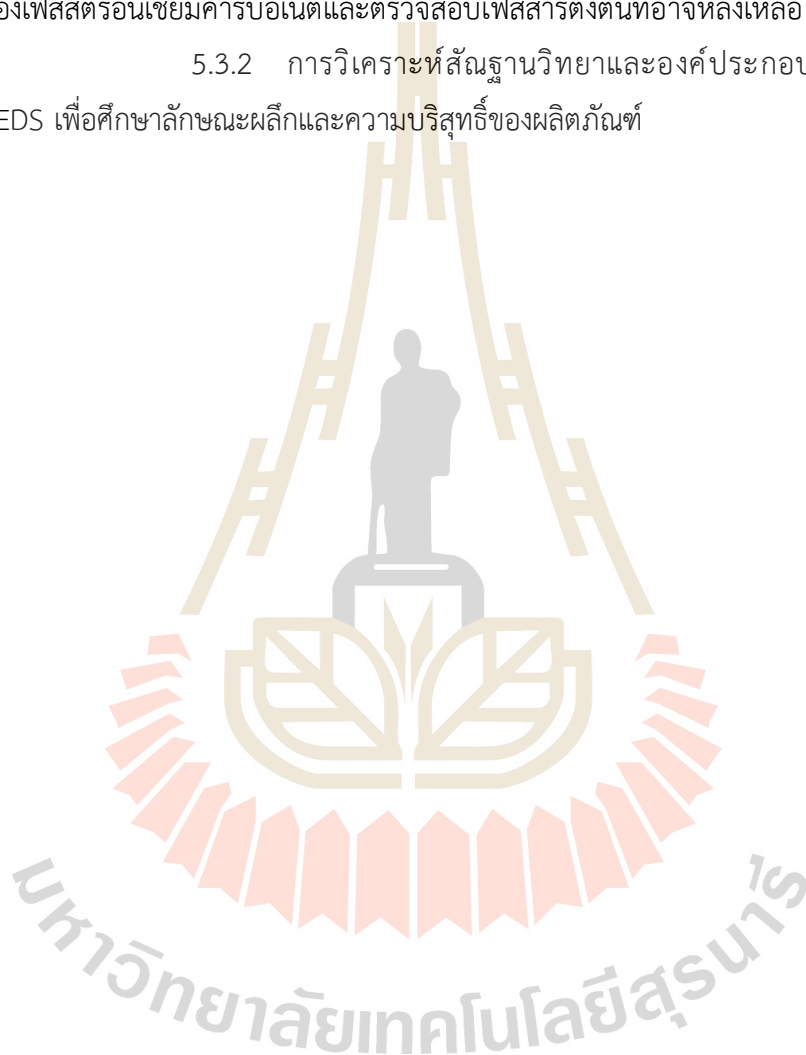
5.2.2 การศึกษาอิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา : ทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนสารตั้งต้นคงที่คือ ตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต 1.8368 กรัม ต่อสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1.25 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร (เลือกความเข้มข้นจากการทดลองเบื้องต้น

หรือระบุตามเงื่อนไขการทดลอง) โดยแปรผันเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 0.5 (30 นาที), 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง ภายใต้อัตราการกวน 500 รอบต่อนาที

5.3) ตะกอนที่สังเคราะห์ได้จากแต่ละสภาวะการทดลองจะถูกนำไปล้างทำความสะอาด กรอง และอบแห้ง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมี ได้แก่

5.3.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD เพื่อยืนยันการเกิดขึ้นของเฟสสตรอนเชียมคาร์บอเนตและตรวจสอบเฟสสารตั้งต้นที่อาจหลงเหลือ

5.3.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค FESEM-EDS เพื่อศึกษาลักษณะผลึกและความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์



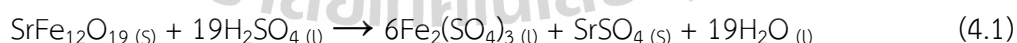
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ผลการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อการกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ด้วยกระบวนการโลหวิทยาสารละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อน ประกอบด้วย 4 ส่วน ได้แก่ (1) ผลของอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ (2) ผลของการตกตะกอนแม่เหล็กไฮดรอกไซด์และการเผาเปลี่ยนฟอร์มสารประกอบโลหะ (3) ผลการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต (4) ผลการวิเคราะห์สมดุลมวลสาร และ (5) การเปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นจากการศึกษา ซึ่งมีผลการทดลองดังนี้

4.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่ส่งผลต่อความสามารถในการชะละลายตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

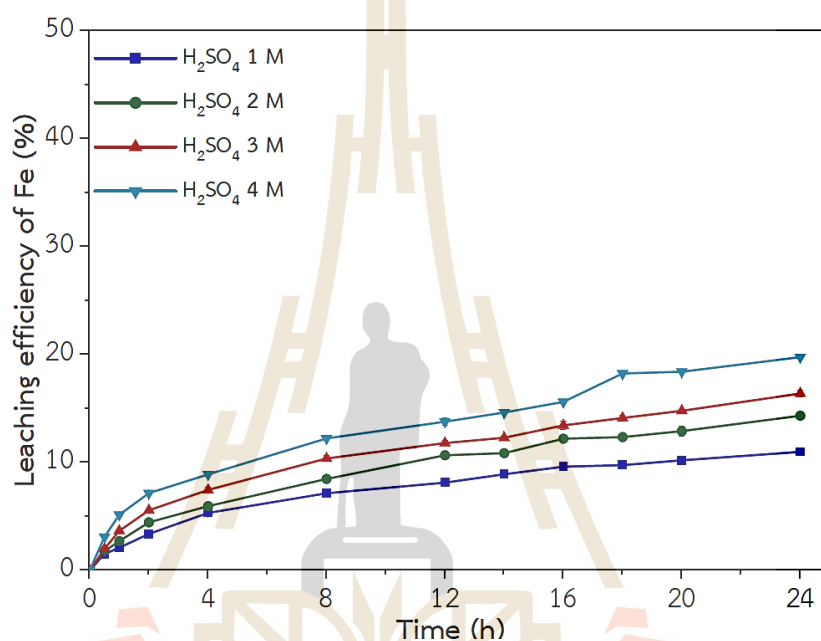
ในส่วนนี้ได้รายงานผลการศึกษาการชะละลาย Fe และ Sr จากของเสียแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ด้วยกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลาย ซึ่งมุ่งเน้นการหาสภาวะที่เหมาะสมของการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก โดยตัวแปรต่าง ๆ ที่ทำการศึกษาได้แก่ ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิ อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว และเวลาการทำปฏิกิริยา มีเป้าหมายเพื่อทำให้เกิดการชะละลายแม่เหล็กให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุด และทำให้เกิดการแยกสตรอนเชียม (Sr) ออกมาในรูปตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต ปฏิริยาเคมีของการชะละลายตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ด้วยกรดซัลฟิวริกแสดงดังสมการที่ (4.1)



4.1.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นกรดต่อความสามารถในการชะละลาย

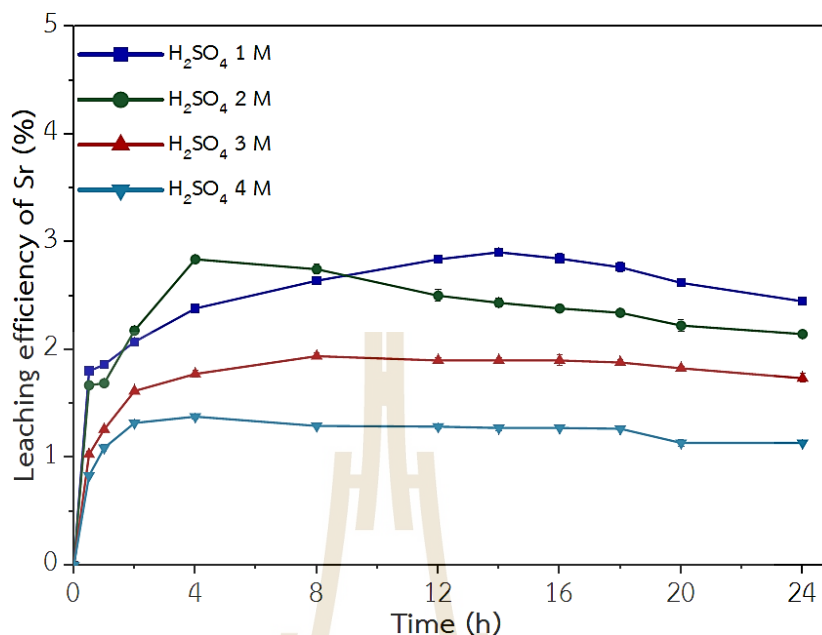
การศึกษอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่มีผลต่อประสิทธิภาพการชะละลาย ได้ใช้สารละลายกรดที่มีความเข้มข้นในช่วง 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 โมลาร์ (M) เป็นสารละลาย โดยกำหนดให้อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง (ประมาณ 25 องศาเซลเซียส) ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง และความเร็วรอบในการกวน 500 รอบต่อนาที (rpm) โดยมีผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า เมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้นจาก

1.0 โมลาร์ เป็น 4.0 โมลาร์ ประสิทธิภาพการชะละลายเหล็กมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ จากร้อยละ 11.45 เป็นร้อยละ 20.61 การเพิ่มขึ้นนี้เป็นผลมาจากปริมาณโปรตอน (H^+) ในระบบที่เพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของกรด ซึ่งโปรตอนเหล่านี้ทำหน้าที่สำคัญในการเข้าทำลายพันธะเคมีและสลายโครงสร้างเมทริกซ์ออกไซด์ (Oxide matrix) ของแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ส่งผลให้เหล็กถูกปลดปล่อยออกมาสู่สารละลายได้มากขึ้น



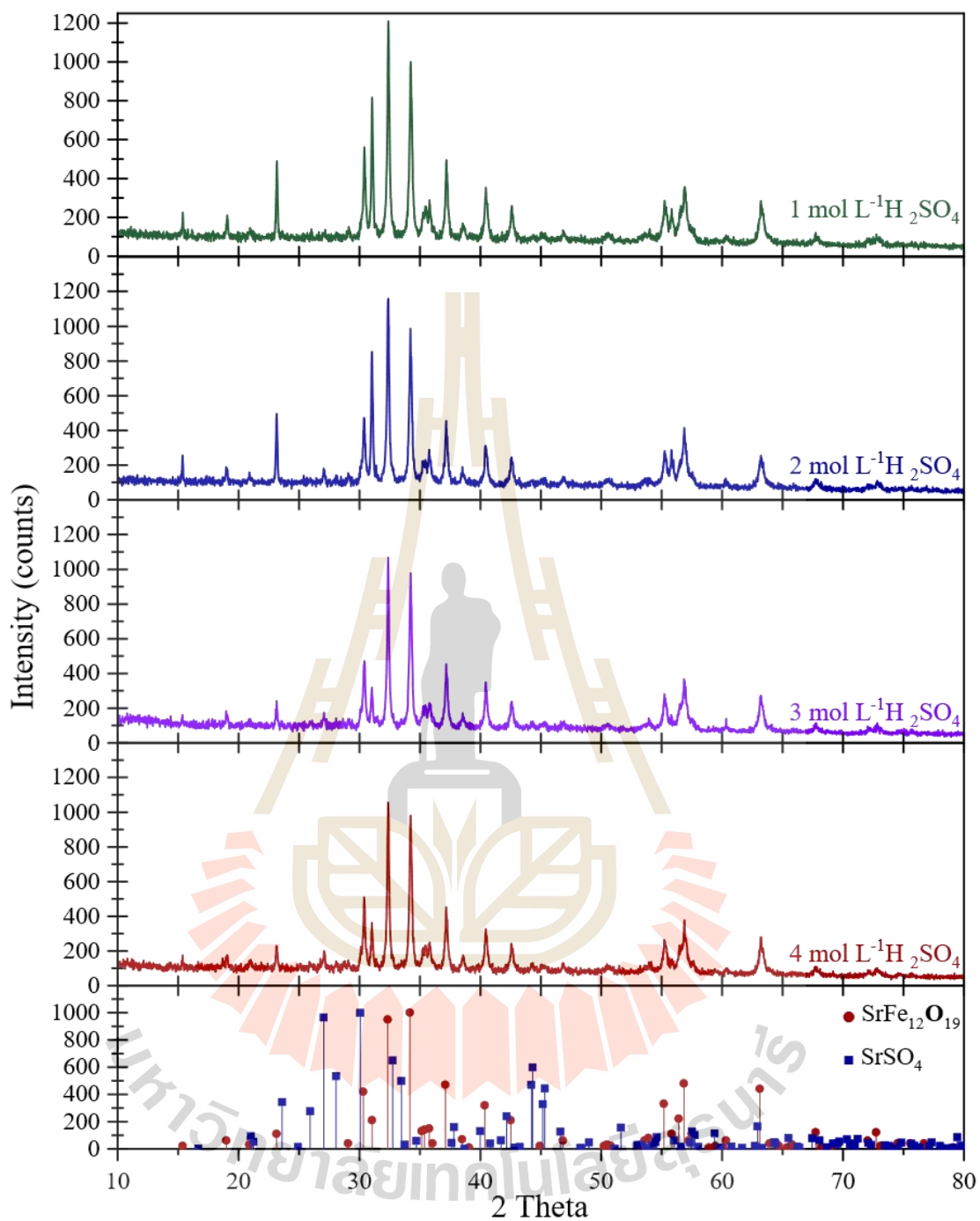
รูปที่ 4.1 ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก ณ เวลานั้น

ในทางกลับกัน ประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียมกลับแสดงแนวโน้มที่ลดลงอย่างชัดเจนเมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้น โดยลดลงจากร้อยละ 2.85 (ที่ 1.0 โมลาร์) เหลือเพียงร้อยละ 1.35 (ที่ 4.0 โมลาร์) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พฤติกรรมดังกล่าวสามารถอธิบายได้ด้วยกลไกการเกิดปฏิกิริยาการตกตะกอนของสตรอนเชียมซัลเฟต ($SrSO_4$) เนื่องจาก $SrSO_4$ เป็นสารประกอบที่ละลายน้ำได้น้อย โดยมีค่าสภาพละลายเชิงโมล (Molar solubility) ต่ำที่ 2.5×10^{-7} โมลต่อลิตร (ผศ. ดร.วรวิทย์ จันทรสุวรรณ, 2023) ดังนั้น ในสภาวะที่มีความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกสูง ซึ่งหมายถึงการมีปริมาณไอออนซัลเฟต (SO_4^{2-}) อยู่ในระบบมากจะทำให้เกิดผลของไอออนร่วมทำให้สมดุลของปฏิกิริยาเลื่อนไปทางด้านการเกิดตะกอน ส่งผลให้สตรอนเชียมส่วนใหญ่ถูกกำจัดออกจากสารละลายในรูปของตะกอนของแข็งแทนที่จะละลายอยู่ในรูปของไอออน



รูปที่ 4.2 ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียม ณ เวลาหนึ่ง

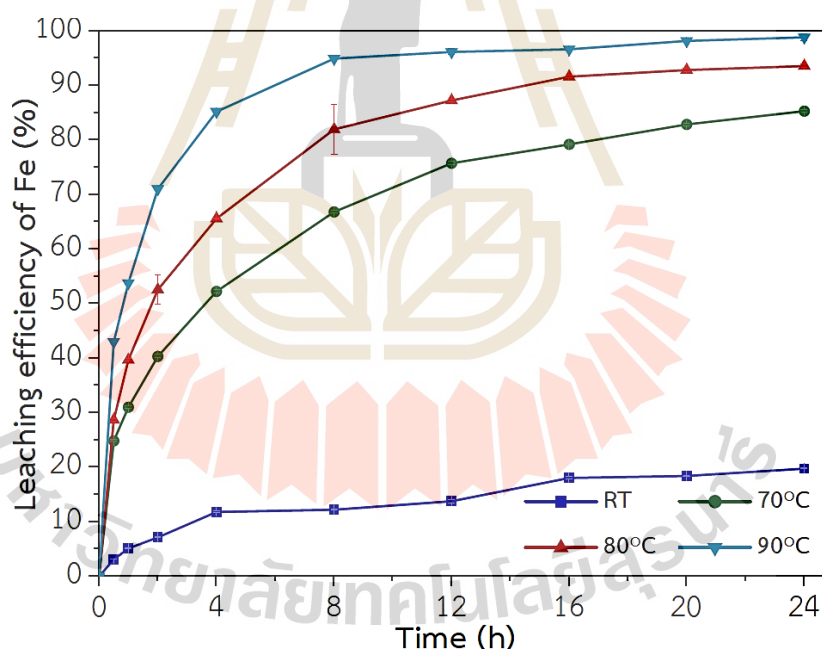
เพื่อเป็นการยืนยันปรากฏการณ์ดังกล่าว ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ดังแสดงในรูปที่ 4.3 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนที่ผ่านการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นต่าง ๆ (1.0 ถึง 4.0 โมลาร์) ยังคงปรากฏพีค (Peaks) หลักของสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ซึ่งระบุด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีแดงแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างหลักของแม่เหล็กยังไม่ถูกทำลายไปทั้งหมด สอดคล้องกับประสิทธิภาพการชะละลายเหล็กที่ไม่สูงมากนัก อย่างไรก็ตาม สิ่งที่น่าสนใจคือการตรวจพบพีคของเฟสสตรอนเชียมซัลเฟตแทรกขึ้นมา (ระบุด้วยสัญลักษณ์สี่เหลี่ยมสีน้ำเงิน) ในกากตะกอนของทุกความเข้มข้นกรด โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความสูงของพีค (Peak intensity) พบว่าความเข้มของพีคสตรอนเชียมซัลเฟตมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้นจาก 1.0 เป็น 4.0 โมลาร์ การเพิ่มขึ้นของความเข้มพีคบ่งชี้ว่ามีปริมาณผลึกของสตรอนเชียมซัลเฟตก่อตัวสะสมอยู่ในกากตะกอนมากขึ้นตามลำดับ ซึ่งเป็นผลโดยตรงจากการที่มีปริมาณไอออนซัลเฟต (SO_4^{2-}) ในระบบสูงขึ้น ช่วยผลักดันสมดุลให้เกิดการตกตะกอนได้ดียิ่งขึ้น หลักฐานทางโครงสร้างผลึกนี้ช่วยยืนยันว่าสตรอนเชียมที่ถูกชะละลายออกมาจากโครงสร้างสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ได้ทำปฏิกิริยากับไอออนซัลเฟตในกรดและตกตะกอนกลับมาเป็นของแข็งปะปนอยู่กับกากตะกอน ซึ่งเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้ตรวจพบปริมาณสตรอนเชียมในสารละลายได้น้อยมากตามที่กล่าวข้างต้น



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 1.0 ถึง 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิห้อง อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง

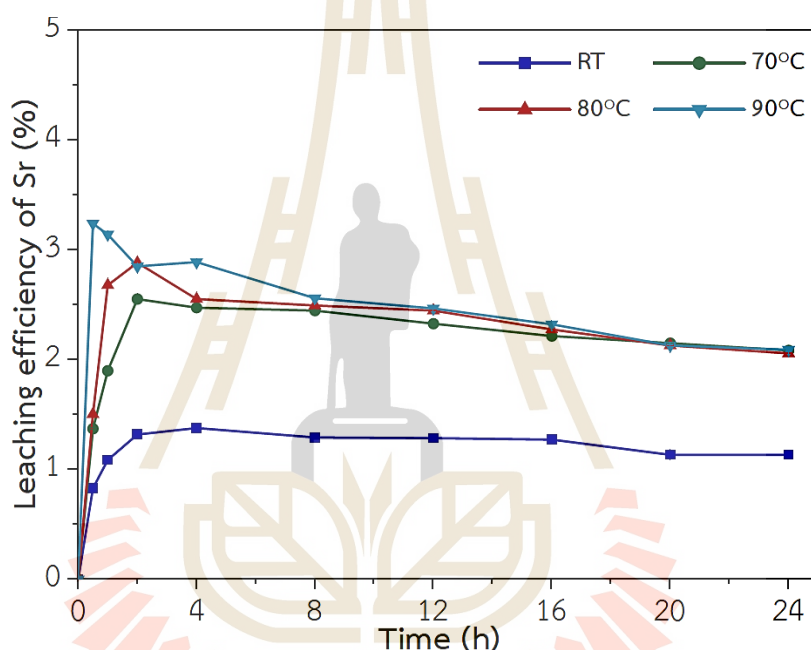
4.1.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อความสามารถในการชะละลาย

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการชะละลาย (อุณหภูมิห้อง (25), 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส) ได้กำหนดความเข้มข้นของกรดคงที่ที่ 4.0 โมลาร์ (ความเข้มข้นกรดที่ได้จากการทดลองศึกษาความเข้มข้นกรดที่ส่งผลต่อการชะละลาย) อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร เวลา 24 ชั่วโมง และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าอุณหภูมิมีผลอย่างยิ่งต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องเป็น 90 องศาเซลเซียส ประสิทธิภาพการชะละลายเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและต่อเนื่องจนกระทั่งเกิดการชะละลายเกือบสมบูรณ์ที่ระดับร้อยละ 98 ณ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส พฤติกรรมดังกล่าวชี้ให้เห็นว่าปฏิกิริยานี้เป็นกระบวนการที่ถูกกระตุ้นด้วยพลังงานความร้อน ซึ่งสอดคล้องกับทฤษฎีจลนพลศาสตร์เคมี โดยพลังงานความร้อนที่เพิ่มขึ้นจะช่วยเพิ่มพลังงานจลน์ให้กับโมเลกุล ทำให้มีพลังงานเพียงพอที่จะทำลายพันธะ Fe-O ที่มีความแข็งแรงภายในโครงสร้างผลึกได้อย่างมีประสิทธิภาพ



รูปที่ 4.4 ผลของอุณหภูมิ (อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก ณ เวลานั้น

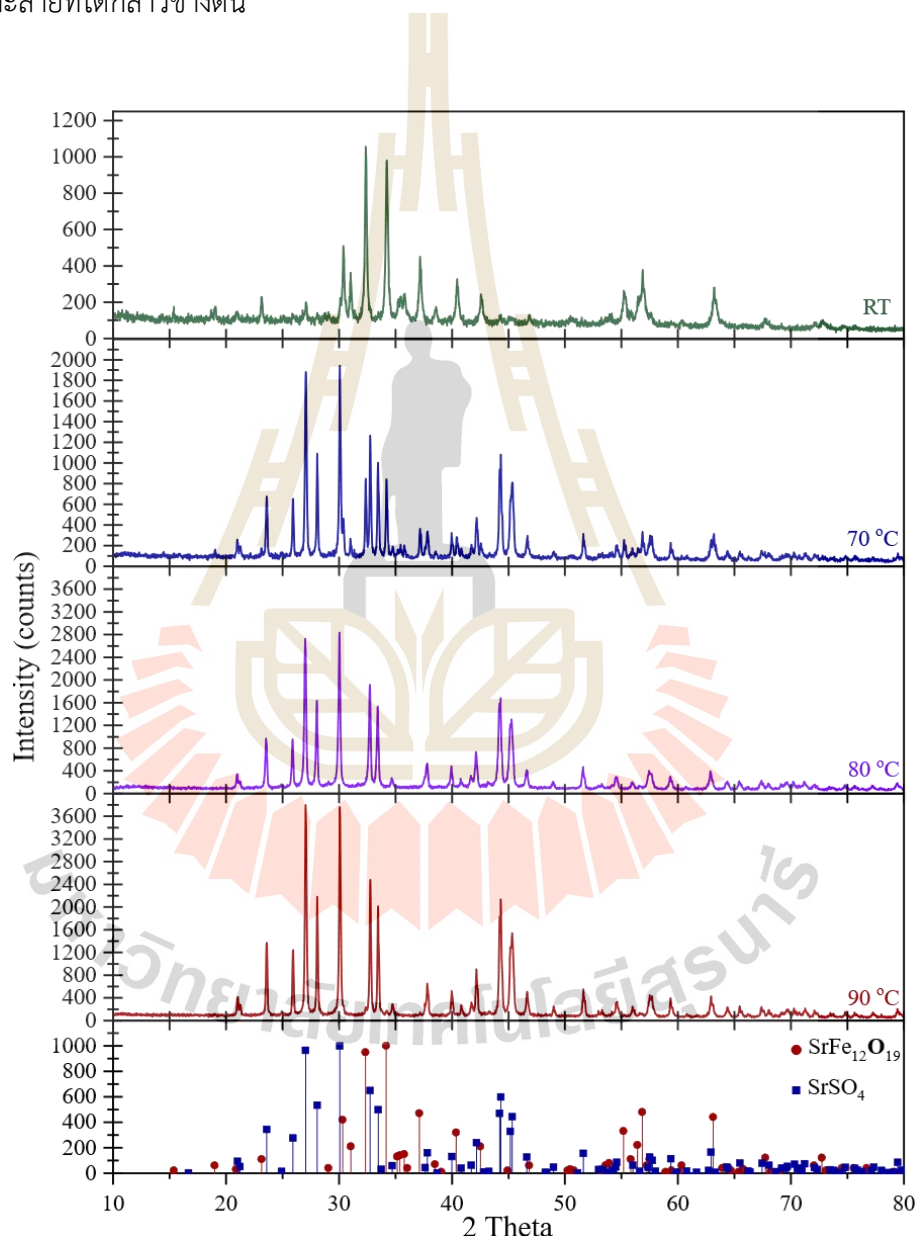
กรณีการชะละลายของสตรอนเชียมมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยมีค่าเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 1.35 เป็นร้อยละ 3.18 ตลอดช่วงอุณหภูมิที่ศึกษาดังแสดงในรูปที่ 4.5 ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์ของสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) ซึ่งมีความเสถียรสูงและมีค่าการละลายต่ำแม้ในสภาวะที่มีอุณหภูมิสูง การที่สตรอนเชียมถูกชะละลายออกมาในปริมาณที่ต่ำมากนี้ได้ยืนยันว่าสตรอนเชียมส่วนใหญ่ได้ตกตะกอนแยกตัวออกมาในรูปของของแข็งซัลเฟต ซึ่งถือเป็นข้อได้เปรียบสำคัญของกระบวนการนี้ที่สามารถแยกเหล็ก (ในรูปสารละลาย) และสตรอนเชียม (ในรูปตะกอน) ออกจากกันได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงในขั้นตอนเดียว



รูปที่ 4.5 ผลของอุณหภูมิ (อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียม ณ เวลาหนึ่ง

เพื่อเป็นการยืนยันบทบาทของอุณหภูมิต่อการเกิดปฏิกิริยาและโครงสร้างผลึก ได้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.6 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนที่ผ่านการชะละลายที่อุณหภูมิห้อง ยังคงปรากฏพิกัดหลักของสตรอนเชียมเฟอโรไรต์และความเข้มสูง แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิต่ำ โครงสร้างหลักของแม่เหล็กยังมีความเสถียรและแทบไม่ถูกทำลาย ซึ่งสอดคล้องกับประสิทธิภาพการชะละลายเหล็กที่ต่ำมากในสภาวะดังกล่าว อย่างไรก็ตาม เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นได้พบการลดลงของพิกัดแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอโรไรต์อย่างรวดเร็ว พร้อมกับการปรากฏขึ้นของพิกัดเฟสสตรอนเชียม

ซัลเฟตแทรกขึ้นมาในกากตะกอนที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความสูงของพีค พบว่าความเข้มข้นของฟอสเฟตของฟอสเฟตมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจนและกลายเป็นเฟสหลักเพียงอย่างเดียวที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นฟอสเฟตของฟอสเฟตพร้อมกับการหายไปของฟอสเฟตของฟอสเฟตนี้ บ่งชี้ว่าโครงสร้างเมทริกซ์ของฟอสเฟตได้ถูกทำลายลงอย่างสมบูรณ์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองร้อยละการชะละลายที่ได้กล่าวข้างต้น

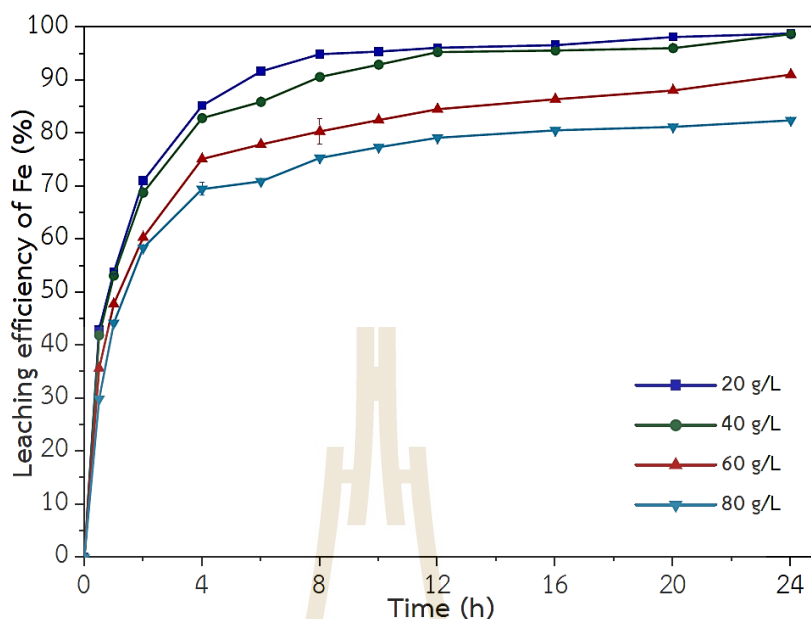


รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ณ อุณหภูมิห้อง ถึง 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวต่อความสามารถในการชะละลาย

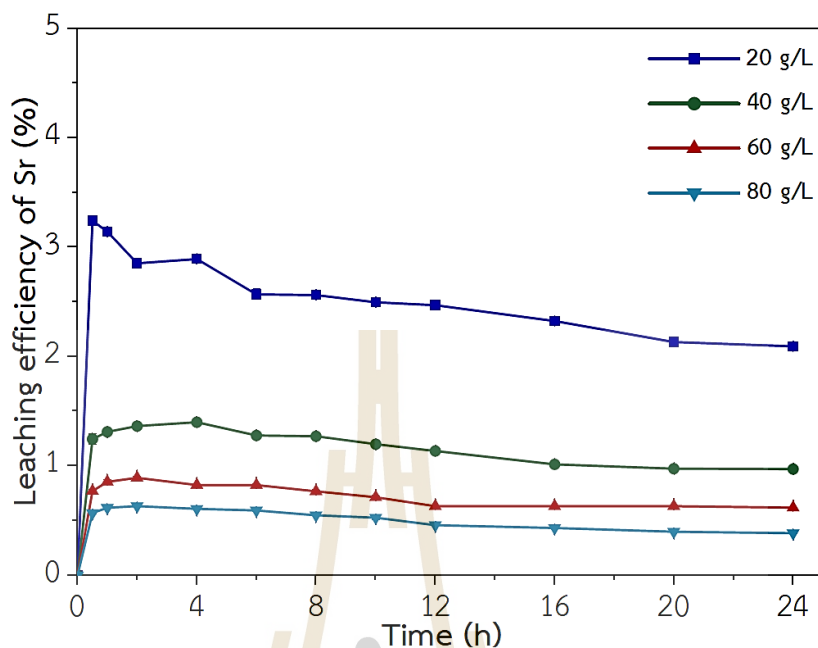
การศึกษ้อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (20, 40, 60 และ 80 กรัมต่อลิตร) ต่อความสามารถในการชะละลาย ได้ดำเนินการภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่พบก่อนหน้านี้ คือ กรดซัลฟิวริก 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เวลา 24 ชั่วโมง และอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที

ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.7 พบว่าอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ประสิทธิภาพการชะละลายลดลง โดยที่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของแข็งจาก 20 เป็น 80 กรัมต่อลิตร ประสิทธิภาพการชะละลายเฉลี่ยมีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่องจากร้อยละ 98 เหลือเพียงร้อยละ 80 ซึ่งการลดลงของประสิทธิภาพการชะละลายนี้สามารถอธิบายได้ด้วย 2 ปัจจัยหลัก โดยปัจจัยแรกเกิดจากข้อจำกัดทางปริมาณสารสัมพันธ์ เนื่องจากการเพิ่มปริมาณของแข็งในขณะที่ปริมาตรและความเข้มข้นของกรดยังคงที่ ส่งผลให้สัดส่วนจำนวนโมลของกรด (H^+) ต่อจำนวนโมลของโลหะในระบบลดลง ทำให้ปริมาณกรดที่มีอยู่อาจไม่เพียงพอต่อการทำปฏิกิริยากับพื้นผิวของอนุภาคทั้งหมดได้อย่างทั่วถึงและสมบูรณ์ ปัจจัยที่สองเกี่ยวข้องกับความหนืดและการแพร่ของสาร โดยการที่มีปริมาณของแข็งแขวนลอยอยู่ในระบบมากเกินไปส่งผลให้ความหนืดของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น สภาวะนี้จะเป็นตัวขัดขวางกระบวนการแพร่ของสารตัวทำละลาย (H^+) เข้าสู่ผิวอนุภาค รวมทั้งขัดขวางการแพร่ของผลิตภัณฑ์ (Fe^{3+}) ออกจากผิวอนุภาคเข้าสู่สารละลาย ส่งผลให้สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวลลดลงและทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยรวมลดลงในที่สุด



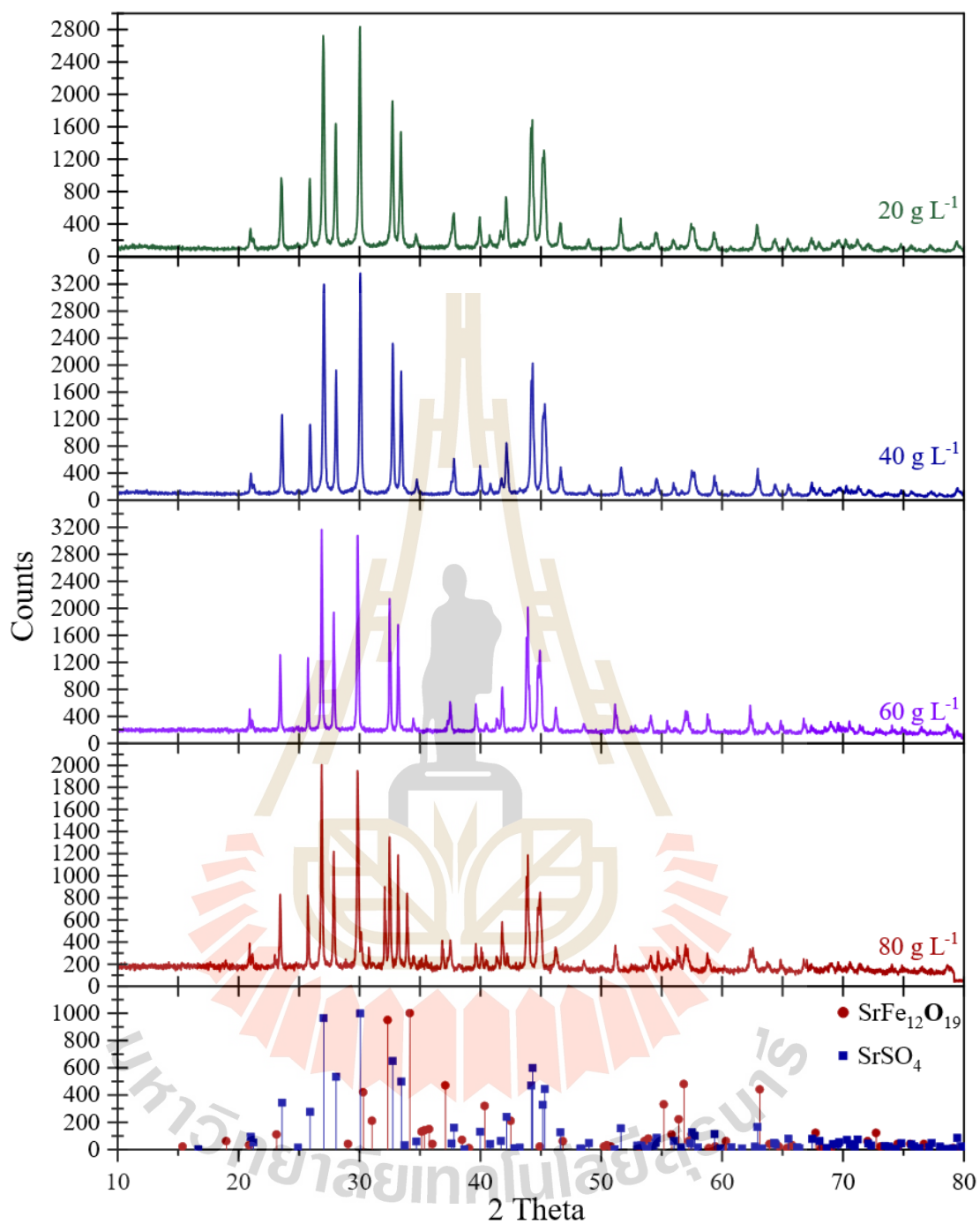
รูปที่ 4.7 อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายเหล็ก

ผลการทดลองการศึกษากการชะละลายสตรอนเชียมแสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าประสิทธิภาพการชะละลายมีค่าต่ำมากในทุกสภาวะการทดลองโดยต่ำกว่าร้อยละ 3.5 และมีแนวโน้มลดลงเมื่ออัตราส่วนของแข็งเพิ่มขึ้น ซึ่งที่อัตราส่วน 80 กรัมต่อลิตร ให้ค่าการชะละลายต่ำที่สุดเพียงประมาณร้อยละ 0.4 ปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้ด้วยหลักการของผลคูณการละลาย (Solubility Product Constant หรือ K_{sp}) กล่าวคือการเพิ่มอัตราส่วนของแข็งทำให้มีปริมาณสตรอนเชียมที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากโครงสร้างเฟอร์ไรต์มากขึ้นเมื่อเทียบกับปริมาณสารละลายที่จำกัด ส่งผลให้ความเข้มข้นของไอออนสตรอนเชียม (Sr^{2+}) ในระบบเพิ่มสูงขึ้นจนถึงจุดอิ่มตัว (Saturation point) ได้รวดเร็วยิ่งขึ้น ทำให้สตรอนเชียมเกิดการตกตะกอนออกมาอยู่ในรูปของแข็ง ($SrSO_4$)



รูปที่ 4.8 อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร) ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายสตรอนเชียม

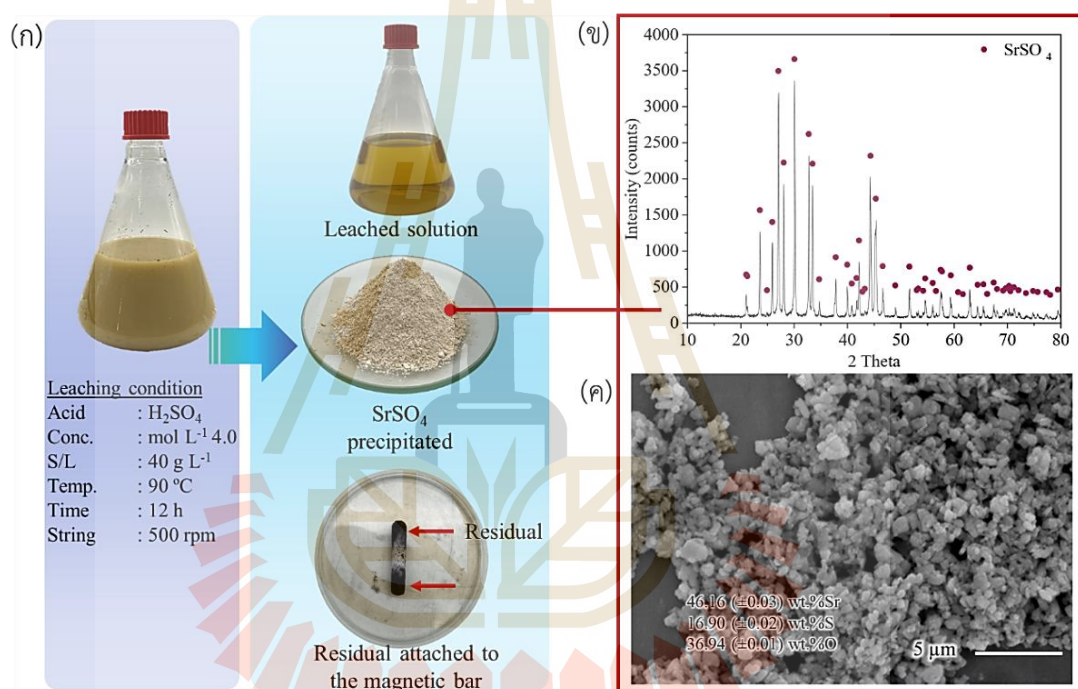
เมื่อนำกากตะกอนที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่าผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นข้อมูลที่สอดคล้องกับค่าประสิทธิภาพการชะละลายอย่างชัดเจน โดยที่อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 และ 40 กรัมต่อลิตร ผลการวิเคราะห์ได้แสดงเพียงพีคของสตรอนเชียมซัลเฟต ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลัก อย่างไรก็ตาม ที่อัตราส่วน 60 และ 80 กรัมต่อลิตร เริ่มตรวจพบพีคของสตรอนเชียมเพอร์ไรต์ปรากฏร่วมอยู่ด้วย แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาการชะละลายเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ และเมื่อเปรียบเทียบความเข้มของสัญญาณพบว่า ความเข้มของพีคสตรอนเชียมเพอร์ไรต์ที่อัตราส่วน 80 กรัมต่อลิตร มีค่าสูงกว่าที่อัตราส่วน 60 กรัมต่อลิตร อย่างชัดเจน การปรากฏขึ้นของพีคสารตั้งต้นและความเข้มที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณของแข็งนี้สามารถยืนยันได้ว่า ที่อัตราส่วนของของแข็งสูง ปริมาณกรดที่มีอยู่อาจไม่เพียงพอต่อการทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นทั้งหมด หรือเกิดความหนืดที่ขัดขวางการสัมผัสกันของสารตั้งต้น ส่งผลให้มีสตรอนเชียมเพอร์ไรต์หลงเหลืออยู่มากและทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายเหลือลดต่ำลง ในขณะที่สตรอนเชียมส่วนที่ถูกชะละลายออกมาได้นั้น ก็จะทำปฏิกิริยากับไอออนซัลเฟตและตกตะกอนกลับมาในรูปของสตรอนเชียมซัลเฟตผสมอยู่กับสารตั้งต้นที่เหลืออยู่ ทั้งนี้ กากตะกอนที่ไม่ถูกชะละลายจะส่งผลต่อความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนถัดไป ดังนั้นอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวที่เหมาะสมสำหรับการชะละลายกากตะกอนคือ 40 กรัมต่อลิตร เนื่องจากไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสตรอนเชียมเพอร์ไรต์ปนอยู่ในตะกอนหลังชะละลาย



รูปที่ 4 9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของกากตะกอนหลังการชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ณ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 20 ถึง 80 กรัมต่อลิตร และเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.4 สถานะการทดลองที่เหมาะสมกับการชะละลายตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอไรต์

จากผลการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการชะละลายดังที่ได้กล่าวในหัวข้อที่ผ่านมาสามารถสรุปและแสดงผลในรูปที่ 4.10 โดยที่ใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 40 กรัมต่อลิตร เวลา 12 ชั่วโมง และ อัตราการกวน 500 รอบต่อนาที ได้ส่งผลทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายเหล็กได้สูงสุด ขณะเดียวกันก็สามารถแยกสตรอนเชียมออกจากสารละลายได้อย่างมีประสิทธิภาพในรูปของกากตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4)



รูปที่ 4.10 ลักษณะเฉพาะของตะกอนที่ได้จากการชะละลาย (ก) ลักษณะทางกายภาพของสารละลายที่ผ่านการกรองและตะกอนของแข็งที่ได้ (ข) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของตะกอน และ (ค) ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของตะกอน

หลังจากสิ้นสุดกระบวนการชะละลายด้วยสภาวะที่เหมาะสม ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกนำไปกรองแยกออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ สารละลายที่อุดมด้วยเหล็กและตะกอนของแข็ง อย่างไรก็ตาม พบว่า ยังมีกากตะกอนอีกเล็กน้อย (ซึ่งไม่เกิดการทำปฏิกิริยา) เหลือค้างอยู่ ซึ่งกากตะกอนนี้ยังคงมีสมบัติเป็นแม่เหล็ก จึงทำให้สามารถแยกออกจากตะกอน SrSO_4 (ซึ่งไม่มีความเป็นแม่เหล็ก) ได้อย่างง่าย โดยใช้แท่งแม่เหล็กดูดติดดังแสดงในรูป 4.10 (ก)

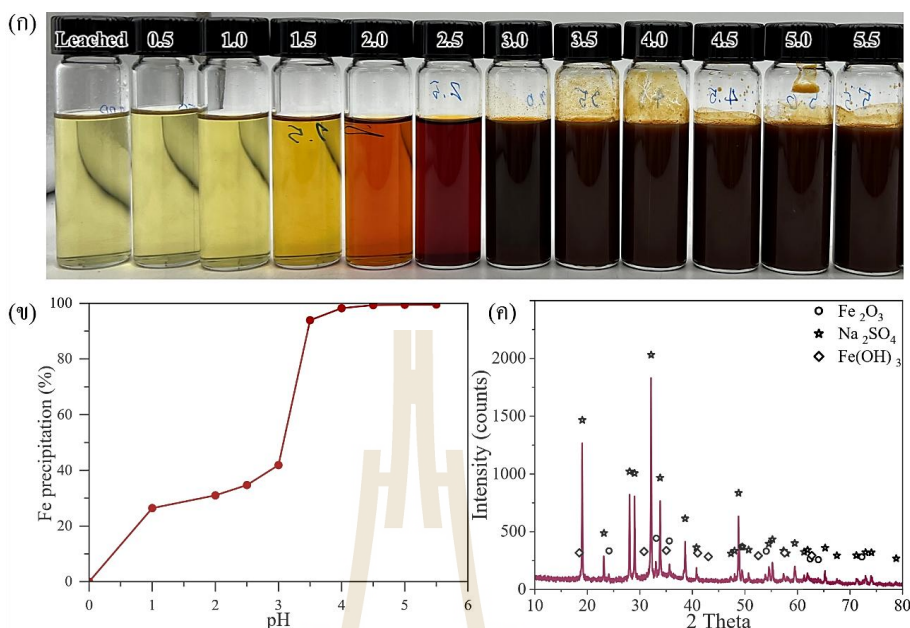
เมื่อนำสารละลายไปวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่า สารละลายมีความเข้มข้นของเหล็ก 23,540 มิลลิกรัมต่อลิตร ในขณะที่มีความเข้มข้นของสตรอนเชียม มีค่า 30 มิลลิกรัมต่อลิตร (ซึ่งถือว่ามีความต่ำ) ผลการวิเคราะห์นี้ได้เป็นข้อบ่งบอกถึงความสำเร็จของ กระบวนการที่ได้พัฒนาขึ้น ทั้งนี้ภายใต้สภาวะการชะละลายที่เหมาะสมสามารถใช้แยกเหล็กออกจาก สตรอนเชียมได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ตะกอนของแข็งที่แยกได้ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย XRD และ SEM-EDS ดังแสดงใน รูปที่ 4.10 (ข) และ (ค) ผลการวิเคราะห์ XRD ยืนยันการปรากฏพีคการเลี้ยวเบนที่คมชัด ซึ่งตรงกับ เฟสเซเลสไต์ของ SrSO_4 [PDF 89-0954] ผลการวิเคราะห์นี้ช่วยยืนยันว่าไอออน Sr^{2+} ที่ถูก ปลดปล่อยออกมาจากโครงสร้างสตรอนเชียมเฟอโรไรต์ได้ทำปฏิกิริยากับไอออนซัลเฟต (SO_4^{2-}) ที่มีอยู่อย่างหนาแน่นในระบบและตกตะกอนซ้ำกลายเป็นสารประกอบซัลเฟตที่ไม่ละลายน้ำในทันที ผลการวิเคราะห์นี้ได้รับการสนับสนุนเพิ่มเติมจากการวิเคราะห์ด้วย EDS ซึ่งแสดงให้เห็นองค์ประกอบ ธาตุบนผิวของตะกอน โดยพบว่าประกอบด้วย สตรอนเชียม 46.16 wt.% กำมะถัน 16.90 wt.% และ ออกซิเจน 36.94 wt.% เป็นองค์ประกอบหลัก องค์ประกอบที่ตรวจวัดได้จาก EDS นี้ มีความ ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของ SrSO_4 บริสุทธิ์

4.2 ผลการตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ การแปรสภาพด้วยความร้อนและการทำให้ เหมาไทต์บริสุทธิ์

4.2.1 ผลการตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์

สารละลายเหล็กซึ่งได้จากการชะละลายด้วยสภาวะที่เหมาะสมได้ถูกนำเข้าสู่ กระบวนการตกตะกอนด้วยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดย น้ำหนักต่อปริมาตร (30% w/v) เพื่อศึกษาพฤติกรรมการตกตะกอนของเหล็กไฮดรอกไซด์ในช่วงค่า pH ตั้งแต่ 1.0 ถึง 5.5 จากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงของลักษณะทางกายภาพของสารละลาย ดังแสดงในรูปที่ 4.11 (ก) พบว่าสีของสารละลายมีการเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่องตามค่า pH สารละลายเริ่มต้นซึ่งมีความใสและมีสีเหลืองซีดได้เปลี่ยนไปเป็นตะกอนแขวนลอยสีน้ำตาลเข้มอย่าง ชัดเจนเมื่อสารละลายมีค่า pH อยู่ในช่วง 3.0 ถึง 3.5 ปรากฏการณ์นี้บ่งชี้ถึงการเกิดปฏิกิริยา ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และการก่อตัวของสารประกอบเฟอร์ริกไฮดรอกไซด์ ($\text{Fe}(\text{OH})_3$)

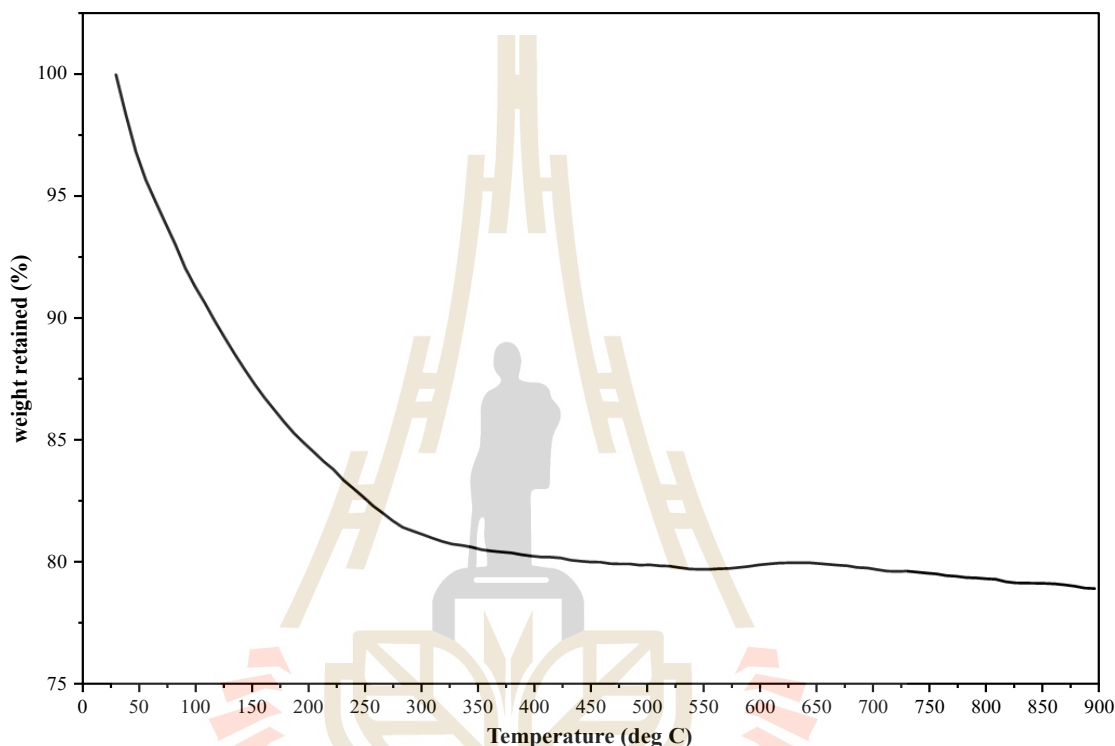


รูปที่ 4.11 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ต่อการกู้คืนเหล็ก (ก) ลักษณะทางกายภาพของสารละลายที่ค่า pH ต่าง ๆ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH และประสิทธิภาพการตกตะกอนของเหล็ก และ (ค) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของตะกอนที่เกิดขึ้นที่ค่า pH 5.0

ผลของการปรับค่า pH ต่อประสิทธิภาพการตกตะกอนของเหล็กแสดงดังในรูปที่ 4.11 (ข) พบว่าที่ระดับค่า pH ต่ำกว่า 2.5 ประสิทธิภาพของการตกตะกอนเหล็กมีค่าต่ำมาก (ต่ำกว่าร้อยละ 20) แต่ประสิทธิภาพจะเพิ่มขึ้นในระดับปานกลางเป็นร้อยละ 40 ที่ pH 3.0 จุดที่น่าสนใจคือ ประสิทธิภาพการตกตะกอนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ในช่วง pH 3.5 ถึง 4.5 โดยมีค่าสูงเกินกว่าร้อยละ 95 และการตกตะกอนจะเกิดขึ้นได้สมบูรณ์เมื่อค่า pH มีค่าตั้งแต่ 4.5 ขึ้นไป ทั้งนี้เป็นการยืนยันได้ว่าเหล็กจะเกิดการตกตะกอนแยกออกจากสารละลายได้อย่างสมบูรณ์ที่ค่า pH สูงเพียงพอ

เมื่อนำสารประกอบที่ได้จากการตกตะกอนไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ผลการวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 4.11 (ค) ได้ระบุถึงเฟสที่เกิดขึ้นคือ เฟอริกไฮดรอกไซด์ ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) เฟอริกออกไซด์ (Fe_2O_3) และโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) การเกิด Fe_2O_3 ร่วมกับ $\text{Fe}(\text{OH})_3$ นั้น สามารถอธิบายได้ว่าเกิดจากกระบวนการคายน้ำ บางส่วนของเฟอริกไฮดรอกไซด์ระหว่างการนำตัวอย่างไปทำการอบแห้ง ข้อสันนิษฐานนี้ได้รับการยืนยันโดยการการวิเคราะห์ด้วย TGA/DSC ซึ่งผลการวิเคราะห์แสดงดังในรูปที่ 4.12 พบว่า ผง $\text{Fe}(\text{OH})_3$ เริ่มสลายตัวและสูญเสียน้ำอย่างต่อเนื่องเมื่อได้รับความร้อน โดยกระบวนการดังกล่าวสิ้นสุดลงที่อุณหภูมิประมาณ 400 องศาเซลเซียส โดยมีการสูญเสียมวลรวมร้อยละ 21.06 (สอดคล้องกับปริมาณการระเหยของน้ำ) และคงเหลือเถ้า (Residue) ซึ่งเป็น Fe_2O_3 โดยคิดเป็นมวลร้อยละ

78.90 สำหรับเฟส Na_2SO_4 ที่ปรากฏในกราฟ XRD นั้นเกิดขึ้นจากปฏิกิริยาสะเทินระหว่างสารละลาย NaOH กับกรดซัลฟิวริกที่หลงเหลืออยู่ในสารละลาย เมื่อน้ำระเหยออกไปในขั้นตอนการตกตะกอนและขั้นตอนการอบแห้ง แกลิโอไซด์ียมซัลเฟตจึงเกิดการตกผลึกและปะปนอยู่กับตะกอนหลัก



รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วยTGA ของตะกอนหลักไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ (ตกตะกอนที่ pH 5.0)

จากผลการทดลองพบว่าที่ค่า pH ตั้งแต่ 4.5 หรือ 5.0 ขึ้นไปจะส่งผลทำให้เกิดการตกตะกอนของเหล็กสมบูรณ์ ดังนั้น การตกตะกอนของเหล็กโดยการปรับค่าสารละลายให้มีค่า pH 5.0 จึงถูกเลือกเป็นสภาวะที่เหมาะสมและได้ถูกกำหนดเป็นค่าที่ต้องใช้สำหรับการทดลองในขั้นตอนถัดไป

4.2.2 ผลการแปรสภาพตะกอนให้เป็นเหล็กออกไซด์และการทำให้เหล็กออกไซด์บริสุทธิ์สูงขึ้น

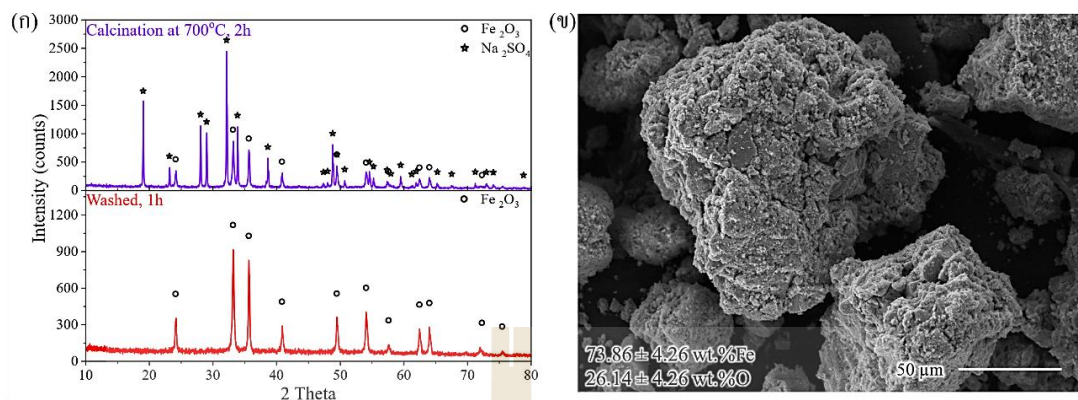
ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการปรับสลายให้มีค่า pH 5.0 ได้ถูกนำเข้าสู่กระบวนการแปรสภาพด้วยความร้อน โดยการนำตะกอนไปอบแห้งและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ในสภาวะอากาศปกติ เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างของสารประกอบให้กลายเป็นเฟสเหล็กออกไซด์

ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผาจะมีส่วนผสมประกอบด้วยเหล็กออกไซด์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) และเกลือโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) โดยปริมาณของโซเดียม (Na) และกำมะถัน (S) ดังแสดงในตารางที่ 4.1 มีค่าร้อยละ 23.05 ± 2.45 และ 14.22 ± 0.87 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ การกำจัดสิ่งเจือปนที่เป็น Na_2SO_4 ออกจากเหล็กออกไซด์ สามารถทำได้โดยการนำผงที่ผ่านการเผาไปล้างด้วยน้ำดีไอโดยใช้อัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว 1:20 กรัมต่อมิลลิลิตร จากนั้นนำสารที่ผ่านการล้างน้ำแล้วไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบธาตุของตัวอย่างในขั้นตอนต่าง ๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

ตัวอย่าง	ธาตุ (wt.%)			
	Fe	O	Na	S
หลังการตกตะกอน	34.01 ± 3.71	37.8 ± 1.98	17.79 ± 3.55	10.40 ± 1.26
หลังการเผา	21.74 ± 3.41	40.99 ± 2.88	23.05 ± 2.45	14.22 ± 0.87
หลังการล้างด้วยน้ำ DI	73.86 ± 4.26	26.14 ± 4.26	-	-

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบด้วยเทคนิค XRD ทั้งก่อนและหลังล้างน้ำดังแสดงในรูปที่ 4.13 พบว่าตะกอนที่ผ่านการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส (ก่อนล้าง) ได้แสดงพีกการเลี้ยวเบนที่ระบุได้ว่าเป็นเฟสผสมระหว่าง $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ และ Na_2SO_4 อย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.13 (ก) จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของสารประกอบหลังจากถูกนำไปล้างน้ำแล้วได้พบว่าไม่ปรากฏพีกของ Na_2SO_4 คงเหลือเพียงรูปแบบการเลี้ยวเบนที่มีพีกแหลมคมและชัดเจน ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเฮมาไทต์ (Hematite, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ผลการวิเคราะห์นี้ได้ยืนยันความสำเร็จทั้งในด้านการแปรสภาพสารประกอบให้เป็นผลึกออกไซด์ที่สมบูรณ์และประสิทธิภาพในการกำจัดสารปนเปื้อนซัลเฟตซึ่งส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ผงเฮมาไทต์ (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เปรียบเทียบระหว่างก่อนล้าง (บน-สีม่วง) และหลังล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ชั่วโมง (ล่าง-สีแดง) (ข) ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะของอนุภาค Fe_2O_3

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังแสดงในรูปที่ 4.13 (ข) แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ได้จากการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส และล้างกำจัดสารมลทินประกอบด้วยอนุภาคที่มีรูปร่างไม่แน่นอนและมีการเกาะกลุ่มกันสูง พื้นผิวมีลักษณะขรุขระและมีความเป็นรูพรุน ซึ่งสัณฐานวิทยาลักษณะนี้ถือเป็นคุณสมบัติที่พึงประสงค์สำหรับการนำไปใช้ในการผลิตเม็ดสี เนื่องจากโครงสร้างดังกล่าวช่วยส่งเสริมการกระจายตัวและเพิ่มการยึดเกาะทางกลภายในโครงสร้างเมทริกซ์ของเรซินได้ดียิ่งขึ้น (Bohlin, 2013)

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค EDS ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ยืนยันได้ว่าปริมาณเหล็กซึ่งเป็นองค์ประกอบในผลิตภัณฑ์มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ในขณะที่โซเดียมและกำมะถันลดลง ทั้งนี้ ส่วนผสมทางเคมีของผลิตภัณฑ์ประกอบด้วย Fe ร้อยละ 73.86 ± 4.26 โดยน้ำหนัก และ O ร้อยละ 26.14 ± 4.26 โดยน้ำหนัก ค่าที่ได้นี้สอดคล้องกับอัตราส่วนอะตอมตามสูตรเคมี (Stoichiometric atomic ratio 2:3) ของ Fe_2O_3 อย่างแม่นยำ ดังแสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งเป็นการยืนยันเอกลักษณ์และความบริสุทธิ์ของสารประกอบที่สังเคราะห์ได้

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบธาตุของตัวอย่างในขั้นตอนต่าง ๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS (ร้อยละโดยน้ำหนักอะตอม)

ตัวอย่าง	Element (at. wt.%)			
	Fe	O	Na	S
หลังการตกตะกอน	15	58	19	8
หลังการเผา	8.9	58.3	22.8	10
หลังการล้างด้วยน้ำ DI	45	55	-	-

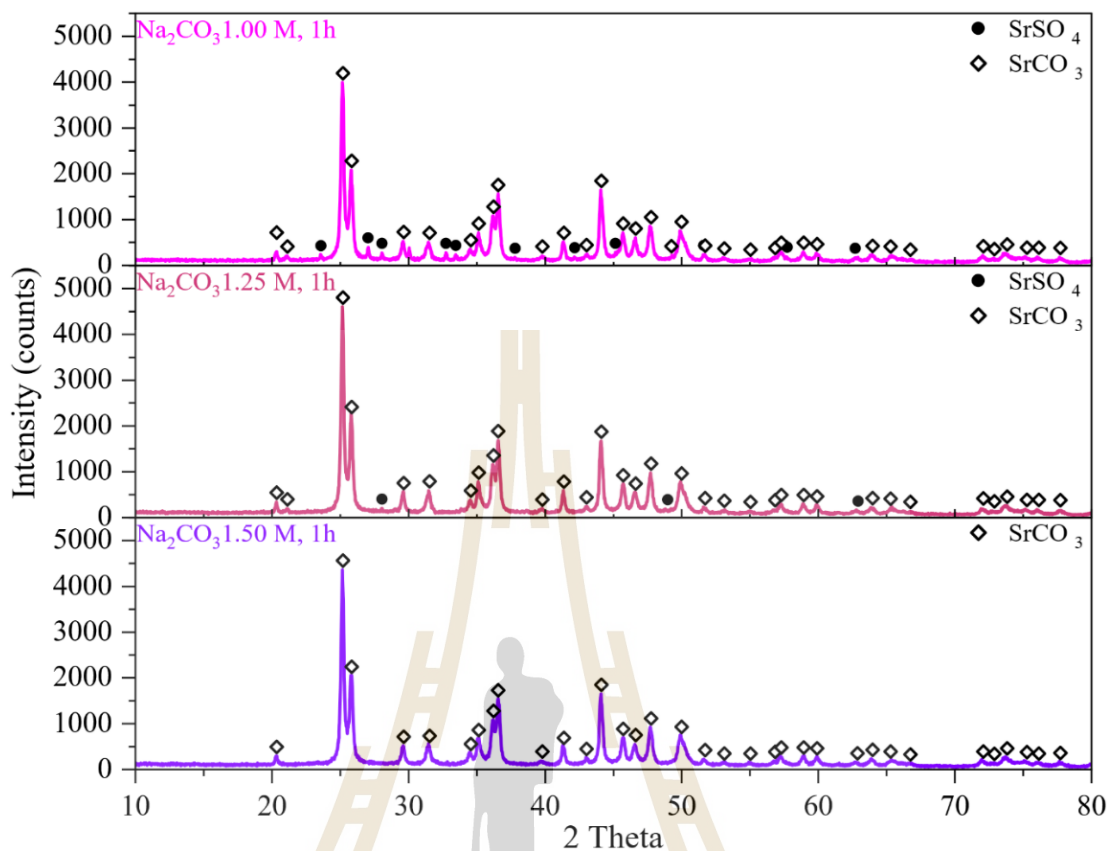
4.3 ผลการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

ตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟต (SrSO_4) ซึ่งได้จากขั้นตอนการชะละลาย ได้ถูกนำมาแปรสภาพให้เป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) โดยการเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ไอออนคู่ (Double ion replacement reaction) ซึ่งใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เป็นสารในการเปลี่ยนรูปจากซัลเฟตให้เป็นคาร์บอเนต ในการทดลองได้ปรับค่าความเข้มข้นของ Na_2CO_3 ที่ 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์ และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง

4.3.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของโซเดียมคาร์บอเนตต่อความสามารถในการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารแลกเปลี่ยนไอออน (Na_2CO_3) ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SrCO_3 ได้กำหนดอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลวที่ใช้ในการทดลองจากการคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์ของการทำปฏิกิริยาเคมีของ SrSO_4 กับสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1.00 โมลาร์ ในอัตรา SrSO_4 1.8318 กรัม ต่อสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1.00 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และควบคุมเวลาในการทำปฏิกิริยาครั้งที่ 1 ชั่วโมง

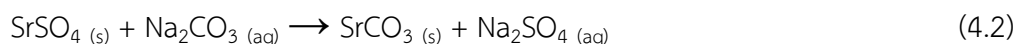
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.14 บ่งชี้ว่าความเข้มข้นของ Na_2CO_3 เป็นปัจจัยที่สำคัญต่อการเปลี่ยนองค์ประกอบทางเคมี โดยจะเห็นได้ว่าที่ความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 1.00 โมลาร์ (กราฟบน) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงพีคที่มีความเข้มสูงของเฟสสารตั้งต้น SrSO_4 (สัญลักษณ์วงกลมทึบ) ในขณะที่พีคของ SrCO_3 (สัญลักษณ์ข้าวหลามตัดโปร่ง) ปรากฏขึ้นเพียงเล็กน้อยและมีความเข้มพีคที่ต่ำมาก ผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าปริมาณคาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) ยังไม่เพียงพอที่จะผลักดันให้เกิดการแทนที่ซัลเฟตไอออน (SO_4^{2-}) ได้อย่างสมบูรณ์ ส่งผลทำให้ยังมีสารตั้งต้นตกค้างอยู่ในปริมาณมาก



รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแปรสภาพ SrSO_4 เป็น SrCO_3 ด้วยสารละลาย Na_2CO_3 ที่ความเข้มข้น 1.00, 1.25 และ 1.50 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง

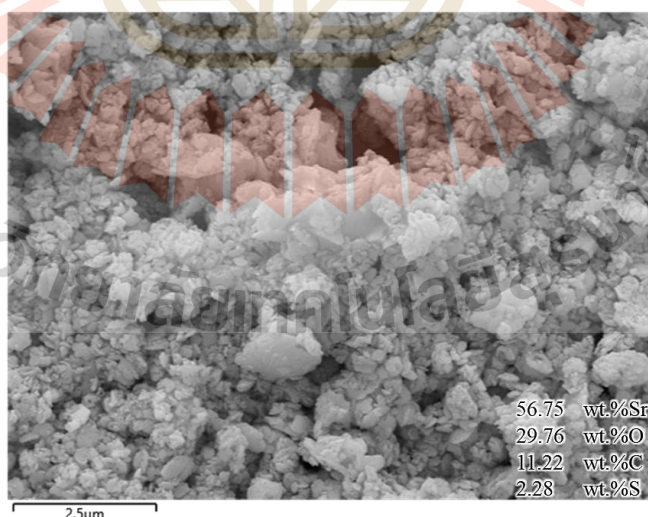
ที่ความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 1.25 โมลาร์ (กราฟกลาง) เริ่มพบการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ SrSO_4 อย่างมีนัยสำคัญ โดยความเข้มของพีค SrSO_4 ลดต่ำลงอย่างเห็นได้ชัด พร้อมกับการเพิ่มขึ้นของความเข้มของพีค SrCO_3 ที่สูงขึ้นกว่าเดิม ซึ่งแสดงถึงสภาวะกึ่งกลางของการเกิดปฏิกิริยาที่ไอออนของคาร์บอเนตเริ่มเข้าแทนที่ในโครงสร้างผลึกของซัลเฟตได้มากขึ้น

ที่ความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 1.50 โมลาร์ (กราฟล่าง) ตรวจไม่พบร่องรอยของพีค SrSO_4 แต่ปรากฏเพียงพีคของ SrCO_3 ที่มีความคมชัดและความเข้มสูงที่สุด ในที่นี้แสดงให้เห็นว่าที่ความเข้มข้นของ Na_2CO_3 1.5 โมลาร์จะเกิดการขับเคลื่อนทางเคมีเพียงพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาดำเนินไปจนถึงจุดสิ้นสุด ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่มีความบริสุทธิ์สูง และการที่พีคมีความเข้มสูงยังบ่งชี้ถึงความเป็นผลึกที่ดีของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นอีกด้วย ซึ่งปรากฏการณ์ดังกล่าวสอดคล้องกับกลไกการแลกเปลี่ยนไอออนตามสมการเคมีที่ (4.2)

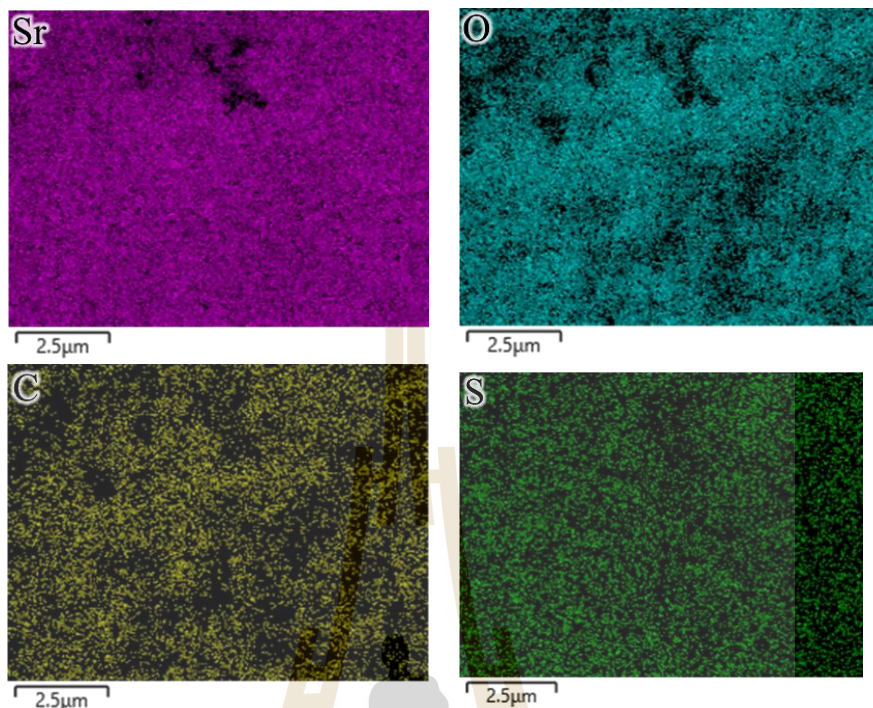


การเพิ่มความเข้มข้นของ Na_2CO_3 เป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นของการเกิดปฏิกิริยาเคมีตามหลักการของเลอชาเตอลิเย (Le Chatelier's principle) ซึ่งช่วยเพิ่มแรงขับเคลื่อนในเชิงเทอร์โมไดนามิกส์ ทำให้สมดุลเคมีเลื่อนไปทางผลิตภัณฑ์ ส่งผลให้สามารถเปลี่ยนรูปของ SrSO_4 ไปเป็น SrCO_3 ได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด

เพื่อให้เห็นภาพที่ชัดเจนของกระบวนการแทนที่ไอออนและการเปลี่ยนแปลงทางจุลภาค งานวิจัยนี้จึงได้ทำการวิเคราะห์ลักษณะรูปร่าง (Morphology) ของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) และตรวจสอบการกระจายตัวของธาตุ (Elemental Mapping) ของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้ ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 เข้มข้น 1.00 โมลาร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.15 แสดงให้เห็นลักษณะของอนุภาคที่มีการเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่นจนไม่สามารถแยกแยะขอบเขตของผลึกเดี่ยวได้ชัดเจน โดยพื้นผิวของอนุภาคยังคงมีความหยาบและขรุขระ ซึ่งสะท้อนถึงโครงสร้างที่ยังมีความเป็นระเบียบต่ำ สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุดังแสดงในรูปที่ 4.16 ซึ่งจะเห็นว่าสตรอนเชียมเกิดการกระจายตัวอยู่อย่างหนาแน่นทั่วทั้งบริเวณ ในขณะที่คาร์บอนและออกซิเจนเริ่มปรากฏสัญญาณการก่อตัวขึ้นในบริเวณเดียวกัน แต่สิ่งที่เด่นชัดที่สุดคือภาพการกระจายตัวของซัลเฟอร์ที่มีความเข้มข้นสูงและหนาแน่นมาก โดยครอบคลุมพื้นที่เกือบทั้งหมดของกลุ่มอนุภาค ลักษณะดังกล่าวเป็นหลักฐานยืนยันว่าโครงสร้างส่วนใหญ่ยังคงเป็นสตรอนเชียมซัลเฟตที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยาการแทนที่อย่างสมบูรณ์

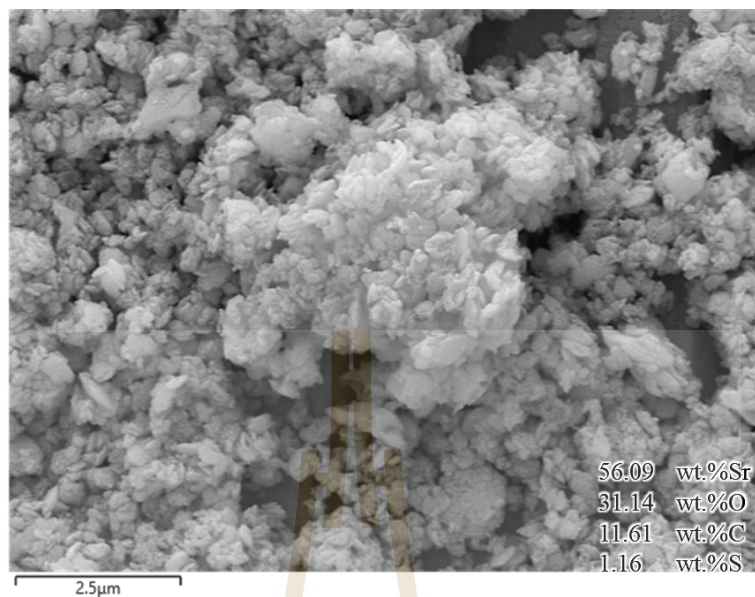


รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.00 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง

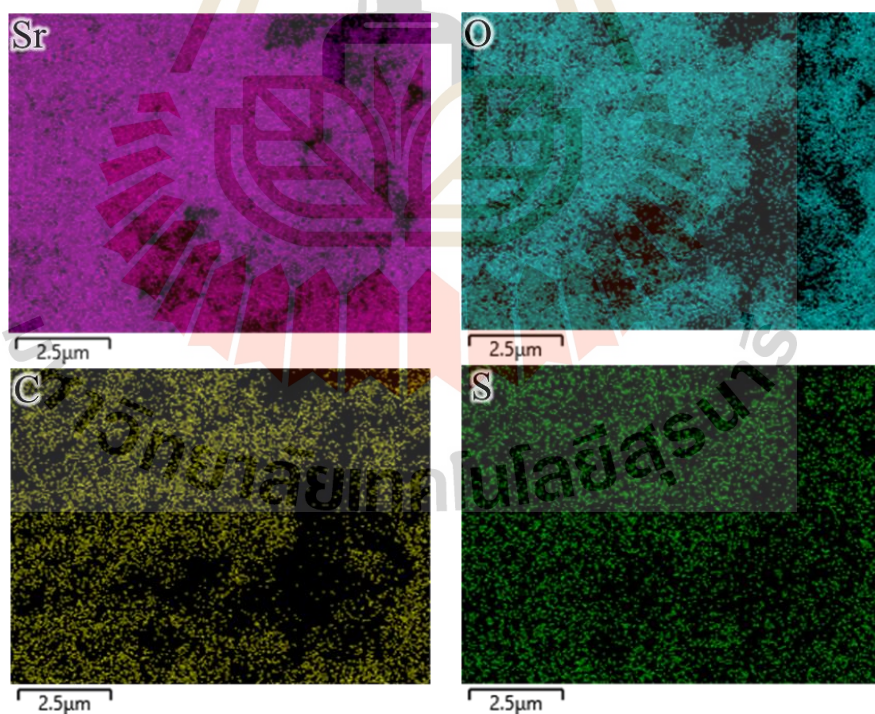


รูปที่ 4.16 การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.00 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง

เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 เป็น 1.25 โมลาร์ ลักษณะรูปร่างของอนุภาคเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงไปในทิศทางที่ดีขึ้นดังจะเห็นได้จากภาพถ่ายด้วย FESEM ดังแสดงในรูปที่ 4.17 พบว่าเกิดการก่อตัวของอนุภาคที่มีขอบเขตชัดเจนขึ้นและการเกาะกลุ่มกันของก้อนอนุภาคเริ่มมีขนาดเล็กลงเมื่อเทียบกับลักษณะของ SrCO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 เข้มข้น 1.00 โมลาร์ ผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุดังแสดงในรูปที่ 4.18 พบว่าสตรอนเชียมซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักมีความหนาแน่นและการกระจายตัวสม่ำเสมอ ในขณะที่ความหนาแน่นของคาร์บอนและออกซิเจนมีความเด่นชัดมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของสัดส่วนสตรอนเชียมคาร์บอเนต อย่างไรก็ตาม การกระจายตัวของซัลเฟอร์เริ่มที่จะเบาบางลงและขาดความต่อเนื่อง โดยปรากฏอยู่เพียงบางบริเวณ ซึ่งชี้ให้เห็นว่าไอออนซัลเฟตถูกกำจัดออกไปจากโครงสร้างได้บางส่วนแต่ยังคงตกค้างอยู่

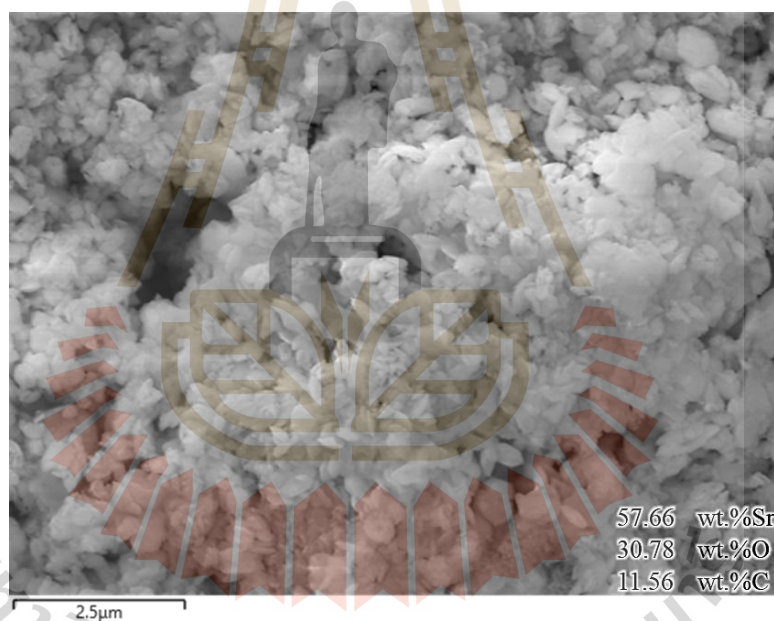


รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

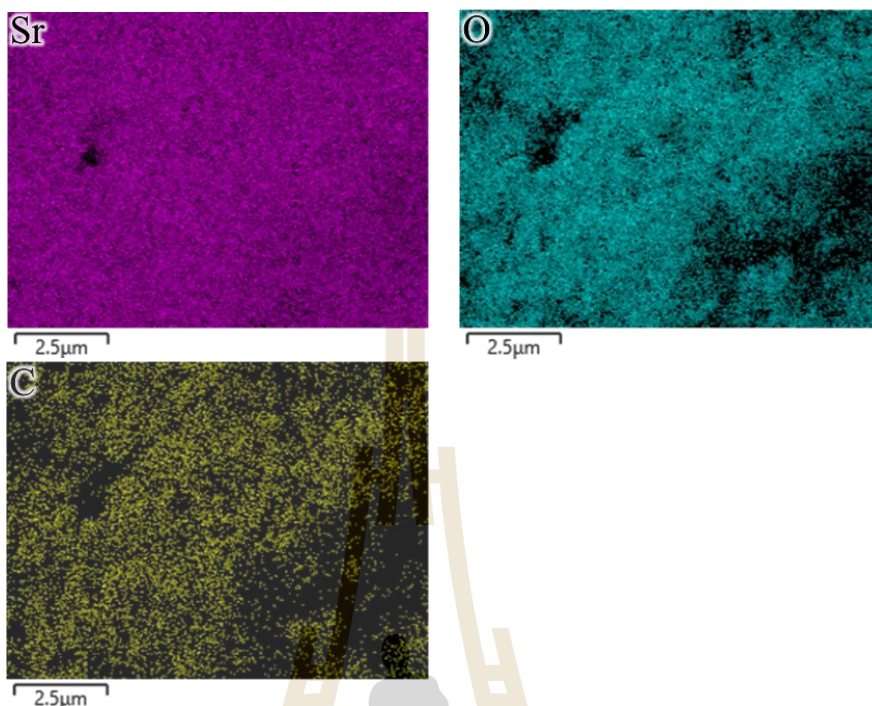


รูปที่ 4.18 การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง

ที่ความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 1.50 โมลาร์ ลักษณะรูปร่างของอนุภาค SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้แสดงในรูปที่ 4.19 ซึ่งเห็นได้ว่าอนุภาคของ SrCO_3 ที่มีความเป็นระเบียบสูง และมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ พื้นผิวของผลึกมีความเรียบกว่าผลึกที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ Na_2CO_3 ความเข้มข้นที่ต่ำกว่า เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของธาตุในตัวอย่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้ โดยผลการวิเคราะห์ดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่าสตรอนเชียม คาร์บอน และออกซิเจน มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งอนุภาค โดยที่ไม่ปรากฏการกระจายตัวของซิลเฟอร์เลย จากลักษณะที่เกิดขึ้นดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ SrCO_3 โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 เข้มข้น 1.50 โมลาร์ ส่งผลให้เกิดแรงขับเคลื่อนทางเคมีเพียงพอที่จะทำให้ไอออนคาร์บอเนตเข้าแทนที่ไอออนซิลเฟตในโครงสร้างผลึกได้อย่างสมบูรณ์แบบ ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและปราศจากสารปนเปื้อน



รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.50 โมลาร์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



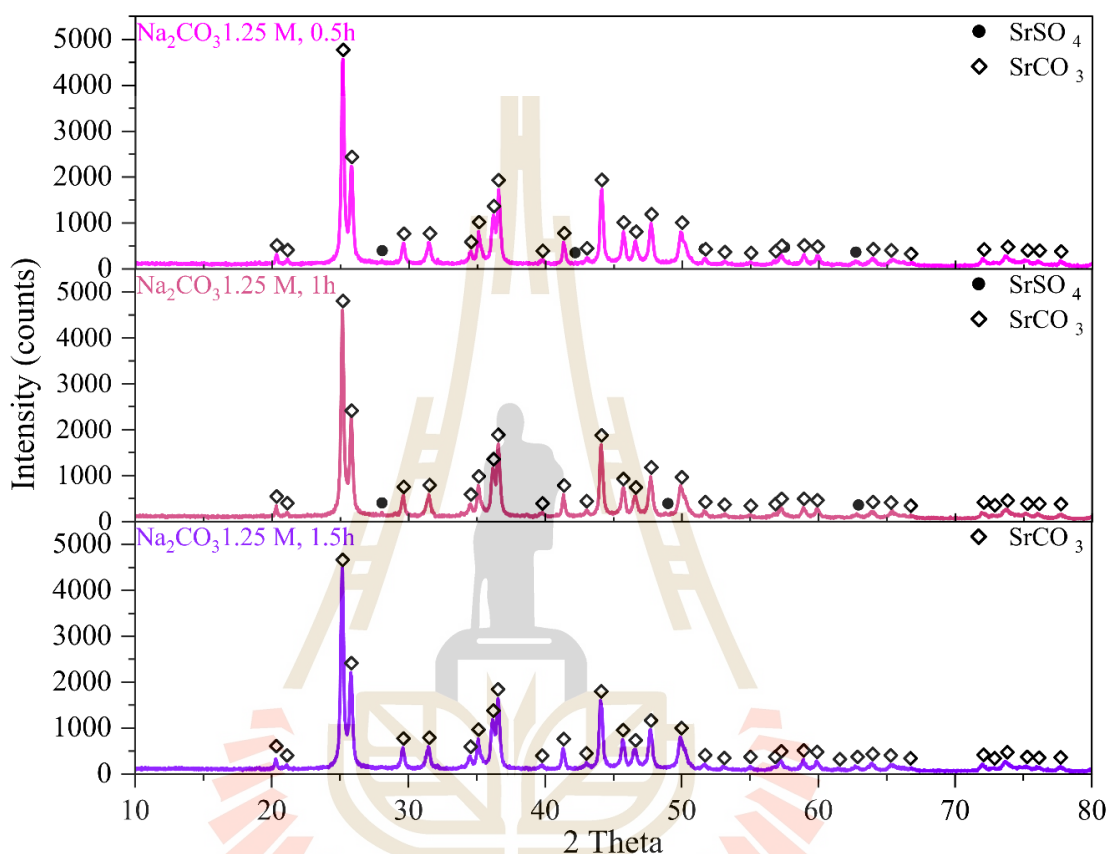
รูปที่ 4.20 การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.50 โมลาร์ เวลา 1 ชั่วโมง

4.3.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของเวลาต่อความสามารถในการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนต

ในการทดลองได้ควบคุมความเข้มข้นของสารละลาย Na_2CO_3 ให้คงที่ไว้ที่ 1.25 โมลาร์ (ซึ่งเป็นสถานะที่เริ่มเกิดการแทนที่ได้ดีจากการศึกษาในหัวข้อที่ผ่านมา) โดยปรับเปลี่ยนเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง เพื่อศึกษาลักษณะของเฟสที่เกิดขึ้น

ผลการวิเคราะห์ผลึกด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.21 แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึกอย่างมีนัยสำคัญเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง (กราฟบน) ผลวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าปรากฏเฟสของ SrCO_3 โดยสังเกตได้จากการมีพีคของ SrCO_3 ขึ้น ที่เวลา 1 ชั่วโมง เฟสของ SrCO_3 ได้เพิ่มสูงขึ้น ขณะที่เฟส SrSO_4 มีปริมาณลดลงอย่างชัดเจน ทั้งนี้สังเกตได้จากการลดลงของเฟส SrSO_4 ในขณะที่ความเข้มของพีค SrCO_3 (สัญลักษณ์ข้าวหลามตัดโปร่ง) เริ่มมีพัฒนาการที่เพิ่มสูงขึ้นและมีความเด่นชัดมากขึ้น แสดงถึงประสิทธิภาพการแทนที่ไอออน SO_4^{2-} ด้วย CO_3^{2-} ที่ดีขึ้นตามระยะเวลาที่สารตั้งต้นได้สัมผัสกัน ที่เวลา 1.5 ชั่วโมง (กราฟล่าง) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกแสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่สมบูรณ์ โดยวิเคราะห์ไม่ปรากฏพีคของ SrSO_4 ขณะที่พีคของเฟส SrCO_3 มีความคมชัดและมีความเข้มสูง ผลการทดลองการสังเคราะห์ SrCO_3 โดยใช้ระยะเวลา 1.5 ชั่วโมง ได้ยืนยันว่าเป็นระยะเวลาที่เพียงพอที่จะ

เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนและการจัดเรียงตัวของผลึก ส่งผลให้ความเป็นผลึก (Crystallinity) ของผลิตภัณฑ์มีความสมบูรณ์ สามารถกำจัดสารตั้งต้นที่ตกค้างและผลึกต้นปฏิกิริยาไปสู่ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้

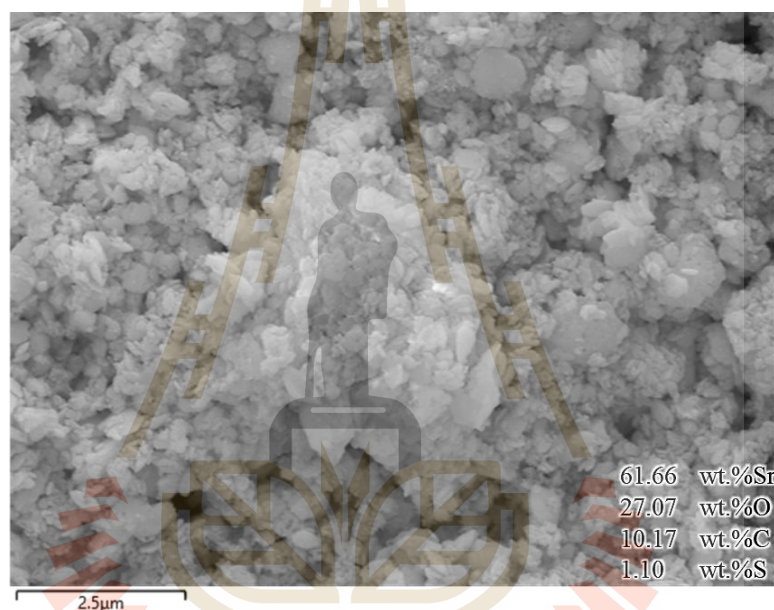


รูปที่ 4.21 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ SrCO_3 โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ อุณหภูมิห้อง เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ต่างกัน (0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง)

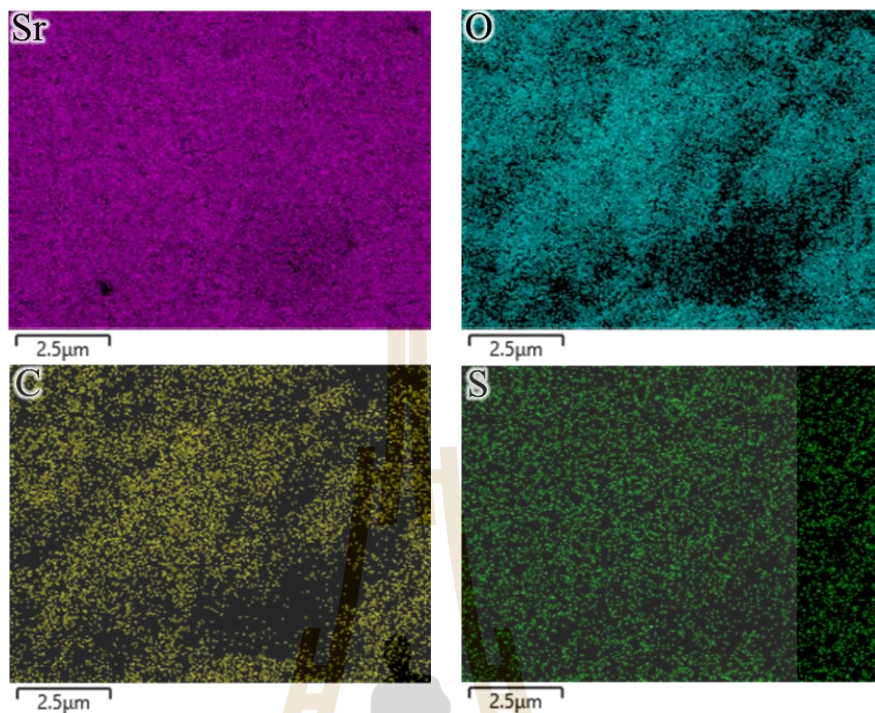
เมื่อพิจารณาอิทธิพลของระยะเวลาการทำปฏิกิริยาที่มีต่อโครงสร้างผลึกและองค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้โดยปรับระยะเวลาการทำปฏิกิริยาเป็น 0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง ความเข้มข้นของ Na_2CO_3 1.25 โมลาร์ และวิเคราะห์ผลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการกระจายตัวของธาตุ (Elemental Mapping) มีดังนี้

ภาพถ่ายรูปร่างของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลา 0.5 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.22 แสดงให้เห็นกลุ่มอนุภาคที่มีการเกาะตัวกันอย่างหนาแน่นและมีขนาดใหญ่ โดยรูปร่างของอนุภาคยังไม่มีขอบเขตที่ชัดเจนและพื้นผิวมีลักษณะหยาบ ซึ่งเป็นลักษณะของโครงสร้าง

ที่ยังจัดเรียงตัวไม่สมบูรณ์ สอดคล้องกับภาพการกระจายตัวของธาตุดังแสดงในรูปที่ 4.23 แสดงให้เห็นว่าธาตุหลักอย่างสตรอนเชียมกระจายตัวอยู่อย่างทั่วถึง ในขณะที่คาร์บอนและออกซิเจนเริ่มปรากฏความหนาแน่นในบริเวณเดียวกันซึ่งแสดงถึงการเริ่มก่อตัวของผลึกคาร์บอนเนต อย่างไรก็ตามสิ่งที่สังเกตเห็นได้อย่างชัดเจนที่สุดคือการกระจายตัวของซิลเฟอร์ที่ยังคงปรากฏความเข้มข้นสูงและมีความหนาแน่นมากโดยครอบคลุมพื้นที่เกือบทั้งหมดของกลุ่มอนุภาค ลักษณะดังกล่าวบ่งชี้ว่าโครงสร้างส่วนใหญ่ยังคงมีสตรอนเชียมซิลเฟตเป็นองค์ประกอบหลักเนื่องจากปฏิกิริยายังดำเนินไปไม่เพียงพอ



รูปที่ 4.22 ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO₃ ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na₂CO₃ ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง

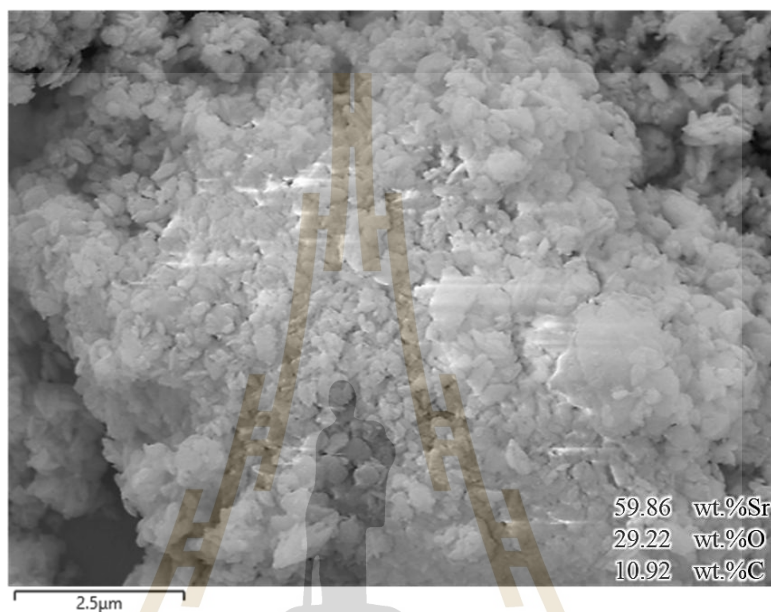


รูปที่ 4.23 การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 0.5 ชั่วโมง

สำหรับระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง จะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ซึ่งสามารถสังเกตได้จากภาพถ่ายด้วย FESEM ดังแสดงในรูปที่ 4.17 โดยได้แสดงให้เห็นการลดลงของการเกาะกลุ่มกันและเริ่มสังเกตเห็นขอบเขตของอนุภาคที่มีความเด่นชัดขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับกระบวนการเกิดผลึกใหม่ที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น สำหรับผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุ ดังแสดงในรูปที่ 4.18 จะเห็นได้ว่าสตรอนเชียมมีความหนาแน่นสม่ำเสมอ ในขณะที่คาร์บอนและออกซิเจนมีการกระจายตัวมากขึ้นและสอดคล้องกับตำแหน่งของสตรอนเชียมอย่างชัดเจน ซึ่งได้แสดงถึงสัดส่วนของสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่เพิ่มสูงขึ้น ขณะที่การกระจายตัวของซัลเฟอร์เริ่มเบาบางลงและขาดความต่อเนื่อง โดยปรากฏในบางบริเวณ ซึ่งยืนยันได้ว่าไอออนซัลเฟตถูกกำจัดออกไปจากโครงสร้างได้มากขึ้นตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น

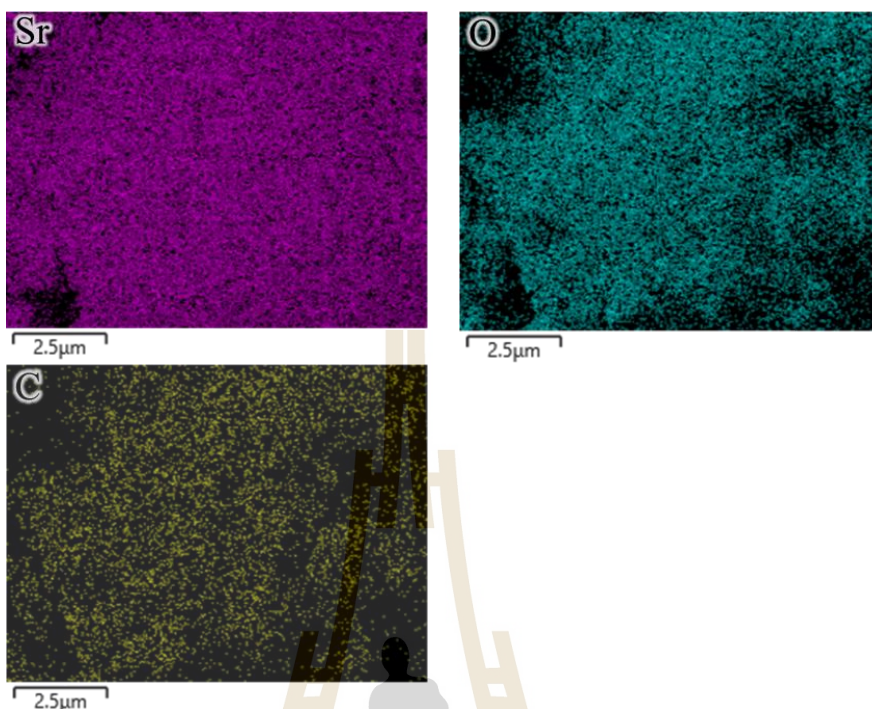
สำหรับการทำปฏิกิริยา 1.5 ชั่วโมง จะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ซึ่งสามารถสังเกตได้จากการวิเคราะห์ FESEM ดังแสดงในรูปที่ 4.24 ซึ่งแสดงให้เห็นอนุภาคที่มีความเป็นระเบียบสูง มีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ และพื้นผิวของผลึกมีความเรียบจากการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุดังแสดงในรูปที่ 4.25 พบว่าสตรอนเชียม คาร์บอน และออกซิเจน มีการกระจายตัวทับซ้อนกันอย่างสนิทและมีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง ส่วนการกระจายตัวของซัลเฟอร์เกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยและมีสัดส่วนที่น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับระยะเวลาทำปฏิกิริยา 0.5 และ 1.0 ชั่วโมง

จากข้อมูลที่ได้กล่าวมาแสดงให้เห็นว่าการขยายเวลาทำปฏิกิริยาเป็น 1.5 ชั่วโมง ได้ช่วยส่งเสริมให้ไอออนคาร์บอเนตเข้าแทนที่ไอออนซัลเฟตได้อย่างมีประสิทธิภาพสูง ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 4.24 ภาพถ่ายด้วย FESEM แสดงรูปร่างของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง

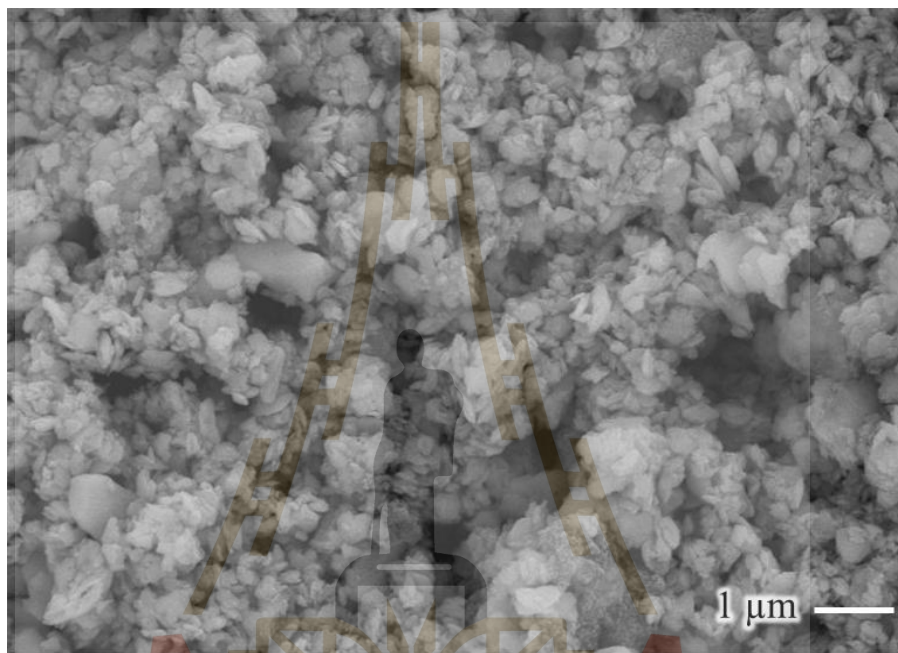
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



รูปที่ 4.25 การกระจายตัวของธาตุ Sr, O, C และ S ซึ่งเป็นส่วนผสมทางเคมีของ SrCO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น 1.25 โมลาร์ เวลา 1.5 ชั่วโมง

จากผลการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรข้างต้น สามารถสรุปได้ว่าสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแปรรูป SrSO_4 ไปเป็น SrCO_3 อย่างสมบูรณ์ คือการใช้สารละลาย Na_2CO_3 เข้มข้น 1.25 โมลาร์ และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1.5 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ SrCO_3 ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะดังกล่าวได้ถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยกล้อง FESEM ดังแสดงในรูปที่ 4.26 พบว่ากลุ่มอนุภาคเกิดเกาะตัวกันแน่น ซึ่งเกิดจากการรวมตัวของผลึกขนาดเล็กที่มีรูปทรงไม่แน่นอน ขนาดอนุภาคมีความหลากหลายตั้งแต่ระดับซับไมครอนไปจนถึงไมโครเมตร มีลักษณะเด่นเป็นโครงสร้างคล้ายเกล็ดและแผ่นระนาบ สันฐานวิทยาลักษณะนี้เป็นเอกลักษณ์ของการตกผลึกจากสารละลาย ซึ่งสะท้อนถึงกลไกการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการโตของผลึกที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วภายใต้สภาวะความเป็นต่าง แม้ว่างานวิจัยก่อนหน้านี้จะมีการรายงานถึงการควบคุมรูปร่างของ SrCO_3 ให้เป็นทรงกลมหรือทรงเข็มได้ (Xu et al., 2019) แต่โครงสร้างแบบแผ่นที่พบในงานวิจัยนี้ถือเป็นผลลัพธ์ตามธรรมชาติของกระบวนการที่ไม่ผ่านการเติมสารควบคุมลักษณะผลึก ซึ่งถือเป็นข้อได้เปรียบสำหรับการใช้งานบางประเภท เช่น การใช้เป็นวัตถุดิบเซรามิก เนื่องจากรูปร่างแบบแผ่นสามารถช่วยเพิ่มความหนาแน่นในการอัดตัว และส่งเสริมการกระจายตัวในเนื้อวัสดุได้ดียิ่งขึ้น การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDS ยืนยันความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์โดยค่าความเข้มข้นเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ ประกอบด้วยสตรอนเชียม 56.76 ± 1.02 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ออกซิเจน $30.75 \pm$

0.58 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คาร์บอน 11.43 ± 0.38 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ค่าองค์ประกอบที่ได้มีความสอดคล้องกับปริมาณสารสัมพันธ์ทางทฤษฎีของสารประกอบ SrCO_3 โดยไม่พบการตกค้างของธาตุกำมะถันในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซึ่งบ่งชี้ว่าการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนตเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

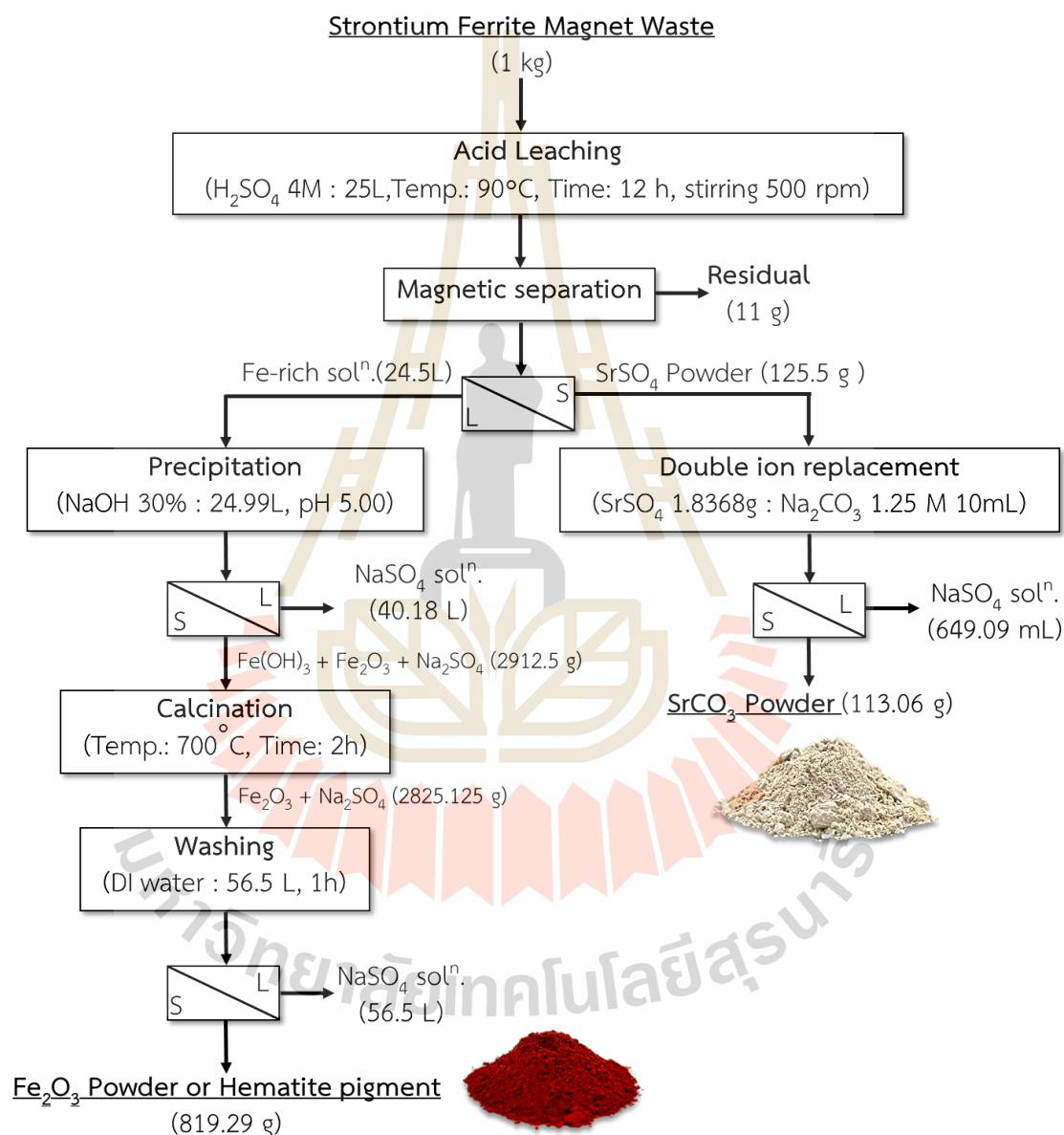


รูปที่ 4.26 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) แสดงสัณฐานวิทยาของ ผงสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ที่สังเคราะห์ได้

การศึกษานี้ได้ยืนยันความสำเร็จในการสังเคราะห์ SrCO_3 ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยเทคนิคการแทนที่ไอออนคู่ ซึ่งพิสูจน์แล้วว่ามีประสิทธิภาพสูงในการกำจัดซัลเฟตและเปลี่ยนรูปจาก SrSO_4 ได้อย่างสมบูรณ์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีจุดเด่นด้านสัณฐานวิทยาแบบแผ่น ซึ่งถือเป็นคุณลักษณะที่พึงประสงค์สำหรับการพัฒนาต่อยอดเพื่อใช้งานจริงในภาคอุตสาหกรรม

4.4 ผังการไหลตัวและสมดุลวัสดุของกระบวนการ

ผลการทดลองการสกัดเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตภายใต้สภาวะการศึกษาวิจัยนี้สามารถนำมาจัดทำผังการไหลตัวและสมดุลวัสดุของกระบวนการกู้คืนเหล็กและสตรอนเชียมจากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ดังแสดงในรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 ผังการไหลตัวและสมดุลวัสดุสำหรับการกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์

เพื่อจำลองภาพรวมกระบวนการให้ชัดเจนยิ่งขึ้น จึงได้ขยายขนาด (Scale-up) วัตถุดิบตั้งต้น เป็น 1,000 กรัม (คำนวณสัดส่วนจาก 40 กรัมในระดับห้องปฏิบัติการ) มาทำปฏิกิริยากับกรด ซัลฟิวริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ปริมาตร 25 ลิตร เมื่อสิ้นสุดกระบวนการทำการแยกกากตะกอนหลัง ชะละลายด้วยแท่งแม่เหล็กได้ 11 กรัม และกรองแยกตะกอนออกจากสารละลายจะได้สารละลาย ส่วนใสปริมาตร 24.5 ลิตร และเกิดตะกอนสตรอนเชียมซัลเฟตปริมาณ 125.5 กรัม

สารละลายที่แยกได้จากกระบวนการชะละลายจะถูกเติมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เพื่อทำให้เกิดการตกตะกอนที่ได้ประกอบด้วย $\text{Fe}(\text{OH})_3$, Fe_2O_3 และเกลือ Na_2SO_4 จำนวนรวม 2912.5 กรัม เมื่อนำตะกอนดังกล่าวไปผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และล้างทำความสะอาด จะได้ผลิตภัณฑ์ ผงเฮมาไทต์ (Fe_2O_3) บริสุทธิ์ จำนวน 819.29 กรัม โดยคิดเป็นประสิทธิภาพการกู้คืนเหล็กได้ 97 เปอร์เซ็นต์

สำหรับการสังเคราะห์สตรอนเชียมคาร์บอเนตสามารถดำเนินการโดยนำตะกอนสตรอนเชียม ซัลเฟตสำหรับเข้าสู่กระบวนการแทนที่ไอออนคู่ด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ส่งผลให้ได้ สตรอนเชียมคาร์บอเนต จำนวน 113.06 กรัม โดยคิดเป็นประสิทธิภาพการกู้คืนสตรอนเชียมได้ 87 เปอร์เซ็นต์

จากสมมูลมวลแสดงให้เห็นว่ากระบวนการที่ได้พัฒนาขึ้นมีประสิทธิภาพสูงในการเปลี่ยน ของเสียให้กลับมาเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าทางเศรษฐกิจ ซึ่งสอดคล้องกับหลักการเศรษฐกิจหมุนเวียน ในการนำทรัพยากรกลับเข้าสู่ห่วงโซ่อุปทานภาคอุตสาหกรรม อย่างไรก็ตาม ในกระบวนการจะเกิด โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) จากปฏิกิริยาระหว่างสารเคมีในระบบ (NaOH , Na_2CO_3 และ H_2SO_4) สารละลายนี้ไม่ถือเป็นของเสียที่ไร้ประโยชน์ แต่อาจเป็นโอกาสในการเพิ่มมูลค่า หากนำไปผ่าน กระบวนการตกผลึกหรือระเหยน้ำ ซึ่งจะสามารถกู้คืนเกลือโซเดียมซัลเฟตเพื่อจำหน่ายเป็นผลิตภัณฑ์ พลอยได้ หรืออีกแนวทางหนึ่งคือการนำสารละลายดังกล่าวไปใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการ คายประจุแบตเตอรี่ยานยนต์ไฟฟ้า ซึ่งจะช่วยลดปริมาณน้ำเสียที่ต้องบำบัด ส่งเสริมให้ กระบวนการมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีความยั่งยืนอย่างครบวงจร

4.5 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นจากการศึกษา

จากการพัฒนากระบวนการรีไซเคิลแม่เหล็กเพื่อผลิตเฮมาไทต์ (Fe_2O_3) และสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ผู้วิจัยได้ทำการเปรียบเทียบดัชนีชี้วัดประสิทธิภาพในด้านต่าง ๆ ระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นใหม่ เพื่อให้เห็นถึงความก้าวหน้าและข้อดีของสภาวะที่เลือกใช้ โดยสรุปผลการเปรียบเทียบดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่ากระบวนการที่พัฒนาขึ้นสามารถลดความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกลงได้ถึงร้อยละ 60 (จาก 10 M เหลือ 4 M) และใช้เวลาสั้นลงกว่าเดิม 16 ชั่วโมง แต่กลับให้ประสิทธิภาพการชะละลายที่สูงขึ้นเป็นร้อยละ 95 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสภาวะการชะละลายที่พัฒนาขึ้นใหม่เป็นจุดที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์โดยไม่จำเป็นต้องใช้กรดเข้มข้นสูงเกินความจำเป็น ในส่วนของผลิตภัณฑ์ที่ได้พบว่า ปริมาณเฮมาไทต์เพิ่มขึ้นร้อยละ 18.7 และที่น่าสนใจอย่างยิ่งคือปริมาณสตรอนเชียมคาร์บอเนตที่เพิ่มขึ้นจาก 37 กรัม เป็น 113.06 กรัม ต่อการรีไซเคิลแม่เหล็ก 1 กิโลกรัม หรือคิดเป็นการเพิ่มขึ้นถึง 205.6% เมื่อเทียบกับงานวิจัยต้นแบบ ซึ่งเป็นผลมาจากการปรับปรุงขั้นตอนการชะละลายที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น อีกทั้งงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นยังมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากยิ่งขึ้น เนื่องจากสามารถลดจำนวนชนิดสารเคมีที่ต้องใช้ในขั้นตอนการผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนตจาก 4 ชนิด เหลือเพียงชนิดเดียว รวมถึงการกระชับขั้นตอนการผลิตให้เหลือเพียง 2 ขั้นตอน จากเดิม 7 ขั้นตอน ซึ่งช่วยลดทั้งต้นทุนการผลิตและความเสี่ยงจากการใช้สารเคมีหลายชนิด



ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่างงานวิจัยต้นแบบและงานวิจัยที่พัฒนาขึ้น

หัวข้อการเปรียบเทียบ		งานวิจัยต้นแบบ	งานวิจัยที่พัฒนาขึ้น	หน่วย	การเปลี่ยนแปลง (โดยประมาณ)
1. การชะละลาย (Leaching)	- ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4)	9-10	4	โมลาร์ (M)	ลดลง 60%
	- ระยะเวลาการชะละลาย	28	12	ชั่วโมง	เร็วขึ้น 16 ชม.
	- ประสิทธิภาพการชะละลาย	77	95	เปอร์เซ็นต์ (%)	เพิ่มขึ้น 23%
2. การผลิตเฮมาไทต์ (Fe_2O_3)	- ระยะเวลาการผลิต	33	17	ชั่วโมง	เร็วขึ้น 16 ชม.
	- ปริมาณผลผลิต (ต่อแม่เหล็ก 1 กก.)	690	819.29	กรัม (g)	เพิ่มขึ้น 18.7%
3. การผลิตสตรอนเชียมคาร์บอเนต ($SrCO_3$)	- ระยะเวลาการผลิต	35	14	ชั่วโมง	เร็วขึ้น 21 ชม.
	- อุณหภูมิที่ใช้ดำเนินการ	80	25	องศาเซลเซียส ($^{\circ}C$)	ลดลงสู่ระดับอุณหภูมิห้อง
	- จำนวนชนิดสารเคมีที่ใช้	4	1	ชนิด	ลดความซับซ้อนลง 75%
	- ปริมาณผลผลิต (ต่อแม่เหล็ก 1 กก.)	37	113.06	กรัม (g)	เพิ่มขึ้น 206%
	- จำนวนขั้นตอนการผลิต	7	2	ขั้นตอน	ลดลง 5 ขั้นตอน

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการกู้คืนโลหะเหล็กและสตรอนเชียมจากของเสียที่เกิดขึ้นจากกระบวนการผลิตแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ โดยใช้กระบวนการโลหวิทยาสารละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อน เพื่อผลิตเป็นเหล็กออกไซด์ (red iron oxide) และสตรอนเชียมคาร์บอเนต (strontium carbonate) และเพื่อปรับปรุงสภาวะการทดลองให้ได้ค่าตัวแปรที่เหมาะสมมากขึ้นจากงานวิจัยที่ได้ศึกษามาแล้วซึ่งเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพกระบวนการในด้านลดระยะเวลาลดขั้นตอนการผลิต และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากขึ้น ผลการทดลองสามารถสรุปได้ดังนี้

- 1) สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการชะละลายคือ ชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นกรด 4.0 โมลาร์ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 40 กรัมต่อลิตร และเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งสามารถสกัดเหล็กออกมาได้มากกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ (23,540 มิลลิกรัมต่อลิตร) ขณะที่สตรอนเชียมถูกแยกออกให้อยู่ในรูปของตะกอน SrSO_4 ที่มีความเสถียร
- 2) การตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ ด้วย NaOH พบว่าการปรับให้สารละลายมีค่า pH เท่ากับ 5 เป็นค่าเหมาะสมสำหรับกระบวนการตกตะกอนโดยมีประสิทธิภาพการตกตะกอนสูงถึง 99.9 เปอร์เซ็นต์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วย $\text{Fe}(\text{OH})_3$, Fe_2O_3 และ Na_2SO_4
- 3) การแปรสภาพเหล็กไฮดรอกไซด์ให้เป็นเหล็กออกไซด์ด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน สามารถเปลี่ยนเฟสของ $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ให้เป็นเฮมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) บริสุทธิ์สูง
- 4) การสังเคราะห์ SrCO_3 จาก SrSO_4 โดยใช้ Na_2CO_3 พบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ Na_2CO_3 1.25 โมลาร์ ที่เวลา 1.5 ชั่วโมง ซึ่งให้ผลผลิต SrCO_3 ที่มีเฟสบริสุทธิ์และสัณฐานวิทยาแบบแผ่น (platelet-like)
- 5) กระบวนการที่พัฒนาขึ้นใหม่นี้ สามารถแก้ไขข้อจำกัดของงานวิจัยในอดีตได้อย่างมีนัยสำคัญ โดยสามารถลดระยะเวลารวมในกระบวนการชะละลายและสังเคราะห์ลงได้มากกว่าร้อยละ 50 ลดความซับซ้อนของขั้นตอนการผลิต และลดการใช้สารเคมีรุนแรง (เช่น การลดความเข้มข้นของกรดในขั้นตอนการชะละลาย และการลดชนิดสารเคมีในขั้นตอนการสังเคราะห์ SrCO_3) ซึ่งส่งผลให้กระบวนการโดยรวมมีประสิทธิภาพสูงขึ้นและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากยิ่งขึ้นตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้

5.2 ข้อเสนอแนะ

เพื่อการพัฒนาต่อยอดและการประยุกต์ใช้ในระดับอุตสาหกรรม ควรพิจารณาข้อเสนอแนะดังต่อไปนี้

- 1) **การจัดการของเสียและการหมุนเวียนทรัพยากร** : ควรศึกษาการนำของเสียที่เกิดจากกระบวนการไปใช้ประโยชน์อย่างอื่น เช่น นำไปใช้ในการคายประจุแบตเตอรี่ การบำบัดและวนกลับไปใช้ในกระบวนการ รวมถึงการกู้คืนไอออนโซเดียม (Na^+) จากสารละลายตกค้างในรูปของเกลือโซเดียม เพื่อลดต้นทุนและผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม เป็นต้น
- 2) **การเพิ่มคุณค่าผลิตภัณฑ์เฉพาะด้าน** : ควรมีการศึกษาการควบคุมสัณฐานวิทยาของสตรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ให้มีความจำเพาะเจาะจงมากขึ้น เช่น การปรับสภาพการตกตะกอนเพื่อให้ได้โครงสร้างผลึกทรงเข็ม (Acicular) หรือทรงกลม (Spherical) เพื่อขยายขอบเขตการนำไปใช้งานในอุตสาหกรรม
- 3) **การทดลองในระดับโรงงานต้นแบบ (Pilot Plant)** : ควรมีการดำเนินการทดลองขยายขนาดจากระดับห้องปฏิบัติการสู่โรงงานต้นแบบ เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการผลิตจริง รวมถึงการประเมินความคุ้มค่าเชิงเศรษฐศาสตร์ (Economic Evaluation) และจุดคุ้มทุนในระยะยาว
- 4) **การลดต้นทุนการผลิตเชิงพาณิชย์** : การใช้สารเคมี Commercial grade รวมถึงการใช้น้ำ RO หรือน้ำกลั่น แทน DI ในการศึกษาทดลองต่อไป เพื่อลดต้นทุนในการรีไซเคิลและเพิ่มความเป็นไปได้ในการขยายผลในเชิงพาณิชย์ต่อไป
- 5) **การขยายผลสู่ของเสียประเภทอื่น** : การประยุกต์ใช้หลักการเดียวกันกับวัสดุที่มีองค์ประกอบคล้ายคลึง เช่น แบตเตอรี่ใช้แล้ว หรือตะกอนจากอุตสาหกรรมเซรามิก เพื่อเพิ่มศักยภาพในการรีไซเคิลและสร้างมูลค่าเพิ่มจากของเสียอุตสาหกรรมหลากหลายประเภท



รายการอ้างอิง

เอกสารอ้างอิง

- Aydoğar, S., Erdemoğlu, M., Aras, A., Uçar, G., & Özkan, A. (2006). Dissolution kinetics of celestite (SrSO_4) in HCl solution with BaCl_2 . *Hydrometallurgy*, 84(3), 239–246.
<https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2006.06.001>
- Bian, R., Su, T., Chen, Y., Qu, Z., Zhu, S., Tian, X., & Huo, Y. (2020). Recycling of High-Purity Strontianite and Hematite from Strontium-Bearing Sludge. *ACS Omega*, 5(23), 14078–14085.
<https://doi.org/10.1021/acsomega.0c01539>
- Bian, Y., Guo, S., Jiang, L., Liu, J., Tang, K., & Ding, W. (2016). Recovery of Rare Earth Elements from NdFeB Magnet by VIM-HMS Method. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 4(3), 810–818.
<https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.5b00852>
- Bohlin, E. (2013). Surface and porous structure of pigment coatings.
- Bollero, A., Rial, J., Villanueva, M., Golasinski, K. M., Seoane, A., Almunia, J., & Altimira, R. (2017). Recycling of Strontium Ferrite Waste in a Permanent Magnet Manufacturing Plant. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 5(4), 3243–3249.
<https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.6b03053>
- Campos, M. F. de, & Rodrigues, D. (2017). High Technology Applications of Barium and Strontium Ferrite Magnets. *Materials Science Forum*, 881, 134–139.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.881.134>
- Caramitu, A. R., Lungu, M. V., Ciobanu, R. C., Ion, I., Marin, M., Marinescu, V., Pintea, J., Aradoaei, S., & Schreiner, O. D. (2024). Recycled Polypropylene/Strontium Ferrite Polymer Composite Materials with Electromagnetic Shielding Properties. *Polymers*, 16(8), 1129.
<https://doi.org/10.3390/polym16081129>
- Castillejos, A. H. E., de la Cruz del, F. P. B., & Uribe, A. S. (1996). The direct conversion of celestite to strontium carbonate in sodium carbonate aqueous media. *Hydrometallurgy*, 40(1), 207–222.
[https://doi.org/10.1016/0304-386X\(94\)00060-G](https://doi.org/10.1016/0304-386X(94)00060-G)

- Chemiiis. (2025). *Strontium Carbonate – Essential for Ceramics, Fireworks, and Electronics*. Chemiiis.
<https://chemiis.com/product/strontium-carbonate/>
- Chen, S., Duan, D., & Zou, X. (2019). Research on the Carbothermic Reduction Procedure of SrSO₄ with Carbon. In G. Azimi, H. Kim, S. Alam, T. Ouchi, N. R. Neelameggham, & A. A. Baba (Eds.), *Rare Metal Technology 2019* (pp. 201–211). Springer International Publishing.
https://doi.org/10.1007/978-3-030-05740-4_20
- Chen, W., & Zhu, Y. (2000). Preparation of strontium carbonate from celestite. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 109(1), 1–5.
<https://doi.org/10.1179/mpm.2000.109.1.1>
- Choubey, P. K., Singh, N., Panda, R., Jyothi, R. K., Yoo, K., Park, I., Jha, M. K., Choubey, P. K., Singh, N., Panda, R., Jyothi, R. K., Yoo, K., Park, I., & Jha, M. K. (2021). Development of Hydrometallurgical Process for Recovery of Rare Earth Metals (Nd, Pr, and Dy) from Nd-Fe-B Magnets. *Metals*, 11(12).
<https://doi.org/10.3390/met11121987>
- Chowdhury, M. O. S., & Talan, D. (2025). From Waste to Wealth: A Circular Economy Approach to the Sustainable Recovery of Rare Earth Elements and Battery Metals from Mine Tailings. *Separations*, 12(2), 52.
<https://doi.org/10.3390/separations12020052>
- Constantinides, S. (2012). The Elements of Magnetism. *MRS Online Proceedings Library*, 1492(1), 54–65.
<https://doi.org/10.1557/opl.2013.174>
- Dickinson, C. F., & Heal, G. R. (1999). Solid–liquid diffusion controlled rate equations. *Thermochimica Acta*, 340–341, 89–103.
[https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(99\)00256-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(99)00256-7)
- Dura magnetics. (2014, September 8). *Magnet Materials Comparison Guide & Magnetic Strength and Cost Chart | Dura Magnetics*.
<https://www.duramag.com/techtalk/tech-briefs/magnet-materials-comparison-guide/>

- Dutrizac, J. E., & Jambor, J. L. (2000). Jarosites and Their Application in Hydrometallurgy. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 40(1), 405–452.
<https://doi.org/10.2138/rmg.2000.40.8>
- Egorov, I., Egorov, N., & Egorova, S. (2023). Recycled strontium hexaferrite powder behavior in the magneto fluidized state in dependence of the chamber fill factor. *E3S Web of Conferences*, 383, 04085.
<https://doi.org/10.1051/e3sconf/202338304085>
- Fakhrurozi, A., Wang, Y., Liu, W., & Wang, Y. (2025). Enhancing Aluminum Recovery from High-Pressure Acid Leaching Residues: A Pathway to High-Purity γ -Al₂O₃ Catalyst Production | Journal of Sustainable Metallurgy. *Journal of Sustainable Metallurgy*, 11, 2424–2437.
- Grand View Research. (2025). *Permanent Magnets Market Size & Share Report, 2030* (Nos. 978-1-68038-058–3).
<https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/permanent-magnets-industry>
- Guan, Q., Sui, Y., Liu, C., Wang, Y., Zeng, C., Yu, W., Gao, Z., Zang, Z., Chi, R., Guan, Q., Sui, Y., Liu, C., Wang, Y., Zeng, C., Yu, W., Gao, Z., Zang, Z., & Chi, R. (2022). Characterization and Leaching Kinetics of Rare Earth Elements from Phosphogypsum in Hydrochloric Acid. *Minerals*, 12(6).
<https://doi.org/10.3390/min12060703>
- Gupta, A., & Roy, P. K. (2024). Improved strontium hexaferrites: An overview of current progress in synthesis, properties, and applications. *Materials Science and Engineering: B*, 306, 117458.
<https://doi.org/10.1016/j.mseb.2024.117458>
- Gupta, C. K., & Mukherjee, T. K. (1990). *Hydrometallurgy in Extraction Processes*. CRC Press.
- Habashi, F. (1999). *A Textbook of Hydrometallurgy, 2nd edition*.
<https://www.semanticscholar.org/paper/A-Textbook-of-Hydrometallurgy%2C-2nd-edition-Habashi/c152faa69ad92679c5ecb70a6f37d76a54a2c47d>
- Hisyam, A., Ismail, N. A., Mohd Taib, M. K. A., & Shariff, S. (2016). Leaching Study Of Precious Metal Recovery From Ferric Permanent Magnet Waste. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(16), 9981–9984.

Huang, C.-C., Chen, M.-C., Liu, C.-S., & Lee, C.-P. (2024). Material Formulation of Strontium Ferrite Permanent Magnets from Phase Diagrams and Microstructures. *JOM: The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 76(9), 4929–4937.

<https://doi.org/10.1007/s11837-024-06508-3>

Hydrometal Tech. (2024). What is the difference between hydrometallurgical and pyrometallurgical process. *Hydrometal Tech*.

<https://hydrometaltech.com/post/what-is-the-difference-between-hydrometallurgical-and-pyrometallurgical-process/>

li, J. W. H., Wal, R. L. V., li, J. W. H., & Wal, R. L. V. (2023). NdFeB Permanent Magnet Uses, Projected Growth Rates and Nd Plus Dy Demands across End-Use Sectors through 2050: A Review. *Minerals*, 13(10).

<https://doi.org/10.3390/min13101274>

Khanam, J., Hasan, M. R., Biswas, B., Jahan, S. A., Sharmin, N., Ahmed, S., & Al-Reza, S. M. (2023). Development of ceramic grade red iron oxide pigment from waste iron source. *Heliyon*, 9(1).

<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e12854>

Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B. (2013). Synthesis of Hematite Pigments (α -Fe₂O₃) by Thermal Transformations of FeOOH. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 2(1), 27–34.

<https://doi.org/10.21776/ub.jpacr.2013.002.01.120>

Laubertová, M., Velgosova, O., Sisol, M., & Vindt, T. (2024). Study of Hydrometallurgical Treatment of Metal-Bearing Material from Environmental Burdens Containing Iron, Chromium, Nickel, and Cobalt. *Minerals*, 14(10), 968.

<https://doi.org/10.3390/min14100968>

Le Breton, J.-M. (2021). Ferrite Magnets: Properties and Applications. In M. Pomeroy (Ed.), *Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses* (pp. 206–216). Elsevier.

<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00044-8>

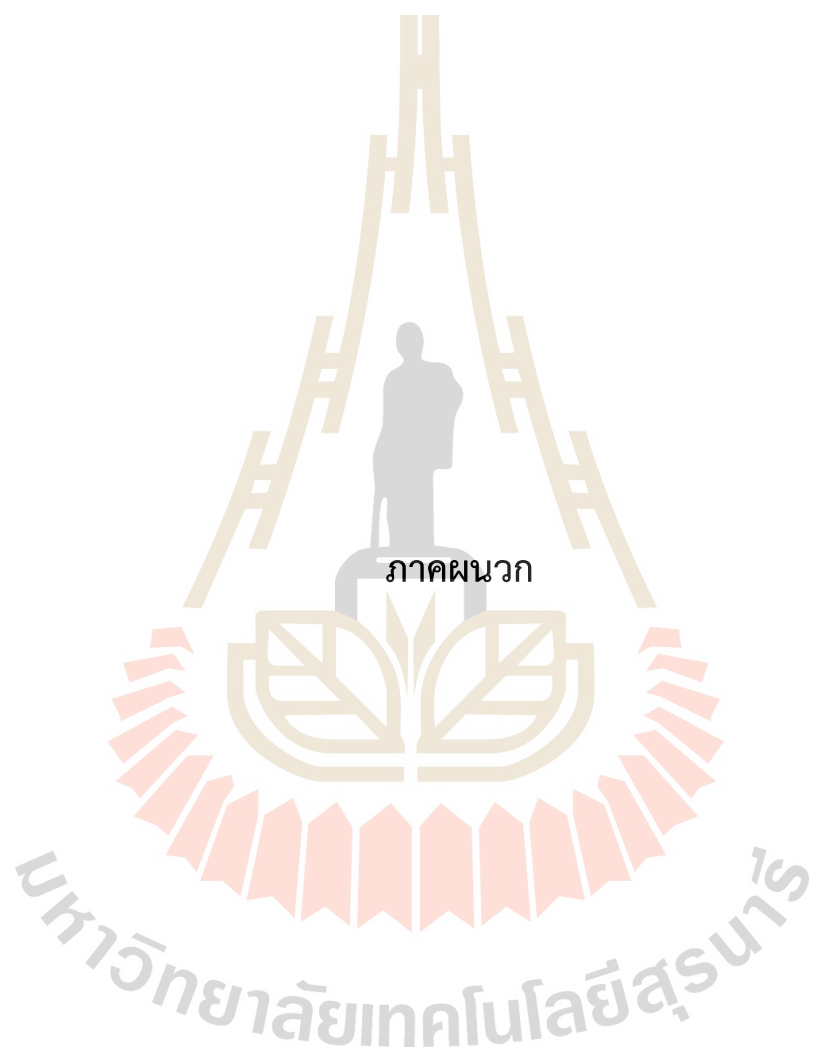
Legodi, M. A., & de Waal, D. (2007). The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste. *Dyes and Pigments*, 74(1), 161–168.

<https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2006.01.038>

- Liu, B., Zhang, S., Pan, D., & Chang, C. (2016). Synthesis and Characterization of Micaceous Iron Oxide Pigment from Oily Cold Rolling Mill Sludge. *Procedia Environmental Sciences, Selected Proceedings of the Tenth International Conference on Waste Management and Technology*, 31, 653–661.
<https://doi.org/10.1016/j.proenv.2016.02.121>
- Morales, J. A. M. (2017). Synthesis of hematite α -Fe₂O₃ nano powders by the controlled precipitation method / Síntesis de nano polvos de hematita α -Fe₂O₃ por el método de precipitación. *Ciencia En Desarrollo*, 8(1), 99–107.
<https://doi.org/10.19053/01217488.v8.n1.2017.4494>
- Obut, A. (2007). Direct conversion of celestine to SrS by microwave heating. *Minerals Engineering*, 20(14), 1320–1322.
<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2007.06.005>
- Obut, A., Baláž, P., & Girgin, İ. (2006). Direct mechanochemical conversion of celestite to SrCO₃. *Minerals Engineering, Featuring Selected Papers Presented at Process Systems for the Metallurgical Industries '05 Symposium, Cape Town, South Africa*, 19(11), 1185–1190.
<https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.11.001>
- Permanent Magnets Market Size & Share Report, 2030*. (n.d.). Retrieved February 17, 2026, from <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/permanent-magnets-industry>
- Schönfeldt, M., Opelt, K., Betz, S., Metzmacher, C., Yoon, S., & Gassmann, J. (2023). Chemical Stability and Hydrogen Reaction Behavior of SmCo 2:17-Type Permanent Magnets. *Advanced Engineering Materials*, 25(15), 2201934.
<https://doi.org/10.1002/adem.202201934>
- Selective leaching of lithium from spent lithium-ion batteries using sulfuric acid and oxalic acid* / *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. (n.d.). Retrieved December 22, 2025, from <https://link.springer.com/article/10.1007/s12613-023-2741-3>

- Simoni, M., Reiter, W., Suer, J., Di Sante, L., Cirilli, F., Praolini, F., Mosconi, M., Guzzon, M., Malfa, E., Algermissen, D., & Rieger, J. (2024). Towards the Circularity of the EU Steel Industry: Modern Technologies for the Recycling of the Dusts and Recovery of Resources. *Metals*, 14(2), 233.
<https://doi.org/10.3390/met14020233>
- Splinter, K., Möckel, R., Hlawacek, G., & Lendzion-Bielun, Z. (2024). Studies of the Morphology of Hematite Synthesized from Waste Iron Sulfate. *Molecules*, 29(15).
<https://doi.org/10.3390/molecules29153527>
- Stanford Magnets. (2025). *The Production Process of Sintered Ferrite Magnets*.
<https://www.stanfordmagnets.com/classification-and-characteristics-of-ferrite-magnets.html>
- stanfordmagnets. (2024). *Common Applications of Ferrite Magnets*. Stanford Magnets.
<https://www.stanfordmagnets.com/common-applications-of-ferrite-magnets.html>
- Sulzbach, M., Geisler, T., Sulzbach, M., & Geisler, T. (2024). The Replacement of Celestine (SrSO₄) by Strontianite (SrCO₃) in Aqueous Solution Studied In Situ and in Real Time Using Fluid-Cell Raman Spectroscopy. *Minerals*, 14(2).
<https://doi.org/10.3390/min14020164>
- Two-step leaching of spent lithium-ion batteries and effective regeneration of critical metals and graphitic carbon employing hexuronic acid—RSC Advances (RSC Publishing)*. (n.d.). Retrieved December 22, 2025,
 from <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2023/ra/d2ra07926g>
- Uenohara, M., Hanlin, Z., Nishio, H., & Machida, K. (2020). Magnetic Properties of Nd–Fe–B Sintered Magnets Produced by Reduction-Grain Boundary Diffusion Process with Heavy Rare-Earths Compounds and Ca Metal Vapor. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 61(4), 782–786.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MBW2019006>
- Verma, A., Pandeb, O., & Sharma, P. (2000). Strontium ferrite permanent magnet-An overview. *Journal Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, 7(5), 364–369.

- Wongnaree, N., Patcharawit, T., Yingnakorn, T., & Khumkoa, S. (2024). Leaching Kinetics of Valuable Metals from Calcined Material of Spent Lithium-Ion Batteries. *ACS Omega*, 9(47), 46822–46833.
<https://doi.org/10.1021/acsomega.4c05086>
- Wu, D., Wen, S., & Deng, J. (2015). Leaching kinetics of cerussite using a new complexation reaction reagent. *New Journal of Chemistry*, 39(3), 1922–1929.
<https://doi.org/10.1039/C4NJ01549E>
- Xu, Y., Zhong, X., Li, Y., & Liu, J. (2019). Morphology-controllable self-assembly of strontium carbonate (SrCO₃) crystals under the action of different regulators. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30(24), 21150–21159.
<https://doi.org/10.1007/s10854-019-02487-3>
- Yan, F., Zhang, X., Asselin, E., Duan, D., & Li, Z. (2021). Preparation of strontium carbonate via celestite leaching in NaHCO₃ using two interconnected reactors. *Hydrometallurgy*, 204, 105729.
<https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2021.105729>
- Zhang, D.-T., Zhu, R.-C., Yue, M., & Liu, W.-Q. (2020). Microstructure and magnetic properties of SmCo₅ sintered magnets. *Rare Metals*, 39(11), 1295–1299.
<https://doi.org/10.1007/s12598-018-01198-8>
- ZHAOBAO MAGNET GROUP CO., LTD. (2025). *Ferrite magnets*. <https://th.magnets-factory.com/ferrite-magnets/y30-square-ferrite-magnets.html>
- ZHONGLONG MATERIALS LIMITED. (2024, December 18). *Iron Oxide Red: Technological Innovation and Application Prospects Behind the Brilliant Colors*. <https://www.zpigments.com/iron-oxide-red-technological-innovation-and-application-prospects-behind-the-brilliant-colors/>
- Zhou, X., Huang, A., Cui, B., & Sutherland, J. W. (2021). Techno-economic Assessment of a Novel SmCo Permanent Magnet Manufacturing Method. *Procedia CIRP*, 98, 127–132.
<https://doi.org/10.1016/j.procir.2021.01.017>
- ผศ. ดร.วรวิทย์ จันทร์สุวรรณ. (2023). *Solubility Equilibria*.
<https://www.slideshare.net/slideshow/rmutp-solubility/56634537>



ภาคผนวก

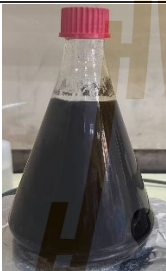
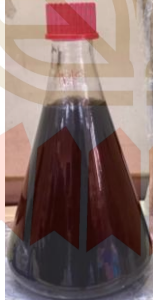
The logo of Sakon Nakhon Rajabhat University is a large, faint watermark in the background. It features a golden-yellow structure resembling a traditional Thai temple roof or a stylized 'A' shape. Inside this structure is a grey silhouette of a person standing. Below the person is a golden-yellow circular emblem containing a stylized 'S' and 'N' intertwined. At the base of the emblem is a semi-circular arrangement of red and orange triangular shapes.

ภาคผนวก ก
ลักษณะชิ้นงานตัวอย่าง
ที่ได้จากการทดลอง

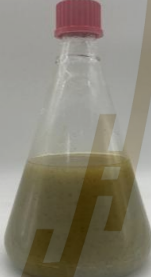
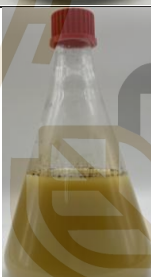
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ภาคผนวก ก
ลักษณะชิ้นงานตัวอย่างที่ได้จากการทดลอง

ตารางที่ ก-1 ลักษณะสารละลายและตะกอนหลังชะละลาย ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 1-4 โมลาร์
อุณหภูมิห้อง อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร เวลา 24 ชั่วโมง
อัตราการ กวน 500 รอบต่อนาที

สภาวะการทดลอง	หลังชะละลาย	สารละลายหลังกรอง	ตะกอนหลังกรอง
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 1 โมลาร์ 1 ลิตร			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 2 โมลาร์ 1 ลิตร			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 3 โมลาร์ 1 ลิตร			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์ 1 ลิตร			

ตารางที่ ก-2 ลักษณะสารละลายและตะกอนหลังชะละลาย ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์
 อุณหภูมิห้อง-90 องศาเซลเซียส อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร เวลา
 24 ชั่วโมง อัตราการกวน 500 รอบต่อนาที

สภาวะการทดลอง	หลังชะละลาย	สารละลายหลังกรอง	ตะกอนหลังกรอง
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลาย ด้วยกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์ อุณหภูมิห้อง			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลาย ด้วยกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์ อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลาย ด้วยกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส			
กากตะกอนเริ่มต้น 20 กรัม ชะละลาย ด้วยกรดซัลฟิวริก 4 โมลาร์ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส			



ภาคผนวก ข
ผลการทดลองที่เกี่ยวข้อง

ภาคผนวก ข

ผลการทดลองที่เกี่ยวข้อง

1. การคำนวณปริมาณโลหะในกากตะกอนตัวอย่าง

ชิ้นงานตัวอย่างที่อยู่ในรูปของของแข็งจะถูกนำไปผ่านกระบวนการเตรียมตัวอย่างโดยการย่อยสลายด้วยกรด เพื่อเปลี่ยนสถานะเป็นสารละลาย จากนั้นจึงนำไปปรับปริมาตรและวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิค ICP-OES โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเครื่องมือจะอยู่ในหน่วยความเข้มข้นของสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร, mg/L หรือ ppm) เช่น ในการหาปริมาณโลหะเหล็กและสตรอนเชียม โดยใช้กากตะกอนตัวอย่างหนัก 1.00 กรัม นำมาย่อยสลายและปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร (0.1 ลิตร) เมื่อนำไปวัดค่าด้วยเครื่อง ICP-OES อ่านค่าความเข้มข้นได้เท่ากับ 5,922 และ 772 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ สามารถคำนวณหาปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของโลหะในกากตะกอนตัวอย่าง ได้ตามขั้นตอนดังนี้

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณโลหะเหล็กในตัวอย่าง (mg/g)} &= \frac{\text{ความเข้มข้นที่อ่านได้ (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารละลาย (L)}}{\text{น้ำหนักชิ้นงานตัวอย่าง (g)}} \\ &= \frac{5,922 \text{ (mg/L)} \times 0.1 \text{ (L)}}{1.00 \text{ (g)}} \\ &= 592.2 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณโลหะสตรอนเชียมในตัวอย่าง (mg/g)} &= \frac{\text{ความเข้มข้นที่อ่านได้ (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารละลาย (L)}}{\text{น้ำหนักชิ้นงานตัวอย่าง (g)}} \\ &= \frac{772 \text{ (mg/L)} \times 0.1 \text{ (L)}}{1.00 \text{ (g)}} \\ &= 77.2 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

เมื่อต้องการเปลี่ยนหน่วยเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก (%) สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณโลหะเหล็กในตัวอย่าง (\%)} &= \frac{\text{ปริมาณโลหะเหล็กในตัวอย่าง (mg/g)}}{1,000} \times 100 \\ &= \frac{592.2 \text{ (mg/g)}}{1,000} \times 100 \\ &= 59.22 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{ปริมาณโลหะสตรอนเซียมในตัวอย่าง (\%)} &= \frac{\text{ปริมาณโลหะสตรอนเซียมในตัวอย่าง (mg/g)}}{1,000} \times 100 \\
 &= \frac{77.2 \text{ (mg/g)}}{1,000} \times 100 \\
 &= 7.72 \%
 \end{aligned}$$

2. การคำนวณปริมาณโลหะที่ถูกชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริก

สารละลายที่ได้ภายหลังจากการทดลองชะละลายจะถูกนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะในสารละลายด้วยเทคนิค ICP-OES โดยผลวิเคราะห์ที่ได้จะอยู่ในหน่วยความเข้มข้น มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณเพื่อหาความสามารถในการชะละลาย หรือร้อยละการชะละลายของโลหะเป้าหมายได้ เช่น นำชิ้นงานตัวอย่าง กากตะกอนสตรอนเซียมเฟอไรต์ น้ำหนัก 20 กรัม (ซึ่งมีปริมาณเหล็กเริ่มต้นร้อยละ 59.22 หรือคิดเป็นเนื้อโลหะเหล็ก 11,840 มิลลิกรัม) มาทำการชะละลายด้วยกรดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร (1 ลิตร)

หากผลการวิเคราะห์สารละลายด้วย ICP-OES อ่านค่าความเข้มข้นของเหล็กได้ 5310 มิลลิกรัมต่อลิตร จะต้องทำการคำนวณปริมาณเนื้อเหล็กที่ละลายออกมาจริงเทียบกับปริมาณเริ่มต้นดังนี้

$$\begin{aligned}
 \text{ความสามารถในการชะละลาย (\%)} &= \frac{\text{ปริมาณของเหล็กในสารละลาย (mg/L)}}{\text{ปริมาณของเหล็กกากตะกอน (mg/L)}} \times 100 \\
 &= \frac{5,310 \text{ (mg/L)}}{11,840 \text{ (mg/L)}} \times 100 \\
 &= 44.84 \%
 \end{aligned}$$

3. การคำนวณร้อยละการตกตะกอน

การทดลองตกตะกอนเหล็กจากสารละลายได้ทำการเปรียบเทียบความเข้มข้นของเหล็กในสารละลายก่อนการตกตะกอนและหลังการตกตะกอน (วิเคราะห์จากน้ำใสหลังการกรอง) เพื่อคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดเหล็กออกจากสารละลาย

เช่น สารละลายเหล็กเริ่มต้นมีความเข้มข้น 23,540 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อผ่านกระบวนการตกตะกอนและกรองแยกของแข็งออกแล้ว นำน้ำใสไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่ามีความเข้มข้นของเหล็กเหลืออยู่ 120 มิลลิกรัมต่อลิตร สามารถคำนวณร้อยละการตกตะกอนได้ดังนี้

$$\begin{aligned}
 \text{ร้อยละการตกตะกอนเหล็ก(\%)} &= \frac{\text{ความเข้มข้นเริ่มต้น (mg/L)} - \text{ความเข้มข้นสุดท้าย (mg/L)}}{\text{ความเข้มข้นเริ่มต้น (mg/L)}} \times 100 \\
 &= \frac{23,540 \text{ (mg/L)} - 120 \text{ (mg/L)}}{23,540 \text{ (mg/L)}} \times 100 \\
 &= 99.5 \%
 \end{aligned}$$

ตารางที่ ข-1 ผลวิเคราะห์เหล็กด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 1-4 โมลาร์ อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง และเวลา 24 ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)											
	0	0.5	1	2	4	8	12	14	16	18	20	24
H ₂ SO ₄ 1 โมลาร์	0	0.187	0.258	0.417	0.657	0.882	1.004	1.1	1.187	1.204	1.26	1.356
H ₂ SO ₄ 2 โมลาร์	0	0.22	0.334	0.549	0.735	1.046	1.317	1.342	1.508	1.525	1.594	1.771
H ₂ SO ₄ 3 โมลาร์	0	0.246	0.451	0.688	0.92	1.281	1.457	1.518	1.659	1.744	1.827	2.025
H ₂ SO ₄ 4 โมลาร์	0	0.384	0.635	0.884	1.098	1.511	1.702	1.807	1.929	2.254	2.274	2.441

ตารางที่ ข-2 ผลวิเคราะห์สตรอนเชียมด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 1-4 โมลาร์ อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง และเวลา 24 ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)											
	0	0.5	1	2	4	8	12	14	16	18	20	24
H ₂ SO ₄ 1 โมลาร์	0	0.273	0.282	0.314	0.361	0.4	0.43	0.44	0.431	0.419	0.397	0.371
H ₂ SO ₄ 2 โมลาร์	0	0.253	0.256	0.33	0.43	0.416	0.379	0.369	0.361	0.355	0.337	0.325
H ₂ SO ₄ 3 โมลาร์	0	0.156	0.191	0.245	0.269	0.294	0.288	0.288	0.288	0.285	0.277	0.263
H ₂ SO ₄ 4 โมลาร์	0	0.126	0.165	0.2	0.209	0.196	0.195	0.193	0.193	0.192	0.172	0.172

ตารางที่ ข-3 ผลวิเคราะห์เหล็กด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 4 โมลาร์ อัตราส่วนของแข็ง
ต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง – 90 องศาเซลเซียส และเวลา 24 ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)									
	0	0.5	1	2	4	8	12	16	20	24
อุณหภูมิห้อง	0	0.384	0.635	0.884	1.098	1.511	1.702	1.929	2.274	2.441
70 องศาเซลเซียส	0	0.307	0.383	0.498	0.645	0.825	0.935	0.978	1.023	1.053
80 องศาเซลเซียส	0	0.354	0.49	0.649	0.81	1.012	1.077	1.131	1.146	1.155
90 องศาเซลเซียส	0	0.531	0.664	0.877	1.052	1.172	1.187	1.193	1.212	1.22

ตารางที่ ข-4 ผลวิเคราะห์สตรอนเชียมด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 4 โมลาร์ อัตราส่วน
ของแข็งต่อของเหลว 20 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิห้อง – 90 องศาเซลเซียส และเวลา 24
ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)									
	0	0.5	1	2	4	8	12	16	20	24
อุณหภูมิห้อง	0	0.126	0.165	0.2	0.209	0.196	0.195	0.193	0.172	0.172
70 องศาเซลเซียส	0	0.208	0.288	0.387	0.375	0.371	0.353	0.336	0.326	0.316
80 องศาเซลเซียส	0	0.228	0.406	0.437	0.387	0.378	0.371	0.345	0.323	0.312
90 องศาเซลเซียส	0	0.491	0.476	0.432	0.438	0.388	0.374	0.352	0.323	0.317

ตารางที่ ข-5 ผลวิเคราะห์เหล็กด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 4 โมลาร์ อัตราส่วน
ของแข็งต่อของเหลว 20 - 80 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และเวลา 24
ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)											
	0	0.5	1	2	4	6	8	10	12	16	20	24
20 กรัมต่อลิตร	0	0.531	0.664	0.877	1.052	1.132	1.172	1.178	1.187	1.193	1.212	1.22
40 กรัมต่อลิตร	0	1.035	1.312	1.699	2.046	2.122	2.238	2.295	2.354	2.361	2.372	2.437
60 กรัมต่อลิตร	0	1.321	1.771	2.236	2.784	2.885	2.976	3.056	3.132	3.201	3.262	3.373
80 กรัมต่อลิตร	0	1.477	2.183	2.885	3.431	3.503	3.722	3.821	3.910	3.979	4.011	4.072

ตารางที่ ข-6 ผลวิเคราะห์สตรอนเชียมด้วยเทคนิค ICP-OES ที่ความเข้มข้นกรด 4 โมลาร์ อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 20-80 กรัมต่อลิตร อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และเวลา 24 ชั่วโมง

สภาวะการทดลอง	ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง ICP-OES (mg/L) ณ เวลาต่าง ๆ (ชั่วโมง)											
	0	0.5	1	2	4	6	8	10	12	16	20	24
20 กรัมต่อลิตร	0	0.491	0.476	0.432	0.438	0.389	0.388	0.378	0.374	0.352	0.323	0.317
40 กรัมต่อลิตร	0	0.377	0.397	0.413	0.424	0.387	0.385	0.363	0.344	0.307	0.295	0.294
60 กรัมต่อลิตร	0	0.350	0.388	0.405	0.375	0.375	0.349	0.324	0.287	0.287	0.287	0.281
80 กรัมต่อลิตร	0	0.345	0.374	0.383	0.368	0.359	0.332	0.319	0.277	0.262	0.241	0.233

ตารางที่ ข-7 ปริมาณโลหะในสารละลายที่ค่า pH ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES

pH	element (mg/L)								ปริมาตร สารละลาย (ลิตร)
	Fe	Na	Si	Sr	Al	Ca	S	Mn	
Leached	23540	4560	66.2	30.1	22.4	78.8	11050	69.00	0.2
0	13260	24770	2.8	14.3	15.8	30.2	N/A	28.70	0.389
1	8550	33360	1.5	9.3	12.6	10.2	N/A	16.30	0.5934
2	7020	37010	1	7.9	11.3	8.3	N/A	12.60	0.7002
3	1820	38120	1	6.9	10.2	3.2	N/A	9.30	0.7887
4	25.17	44910	3.15	5.89	7.5	21.7	N/A	7.30	0.8012
5	2.61	45420	2.14	5.4	5.3	19.54	N/A	6.80	0.8042
6	0	40160	0	4.83	5.2	14.79	N/A	4.30	0.8057



ภาคผนวก ค

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างการศึกษา

ภาคผนวก ค

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างการศึกษา

รายชื่อบทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

Chaiyasit Longbutsri, Tanongsak Yingnakorn, Thanapon Chandakhiaw, Chatisa Kansomket, Sirunya Somla, Natthicha Ma-Ud, Muwafaq A. Rabeea, Tapany Patcharawit, and Sakhob Khumkoa (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>

Sirunya Somla, Tanongsak Yingnakorn, Thanapon Chandakhiaw, Chaiyasit Longbutsri, Loeslakhana Sriklang and Sakhob Khumkoa (2026). Hydrothermal synthesis of ZnO nanoparticles from recycled ZnO obtained from electric Arc furnace dust: Morphology control and applications. *Scientific Reports*, 16(1), 7634. <https://doi.org/10.1038/s41598-026-39138-7>

Thanapon Chandakhiaw, Chaiyasit Longbutsri, Natcha Wongnaree, Sirunya Somla, Napat Mahiwan Tapany Patcharawit, and Sakhob Khumkoa (2023). The Production of Hematite Powder from Spent Pickling Hydrochloric Acid. *Materials Science Forum*, 1099, 181–187. <https://doi.org/10.4028/p-sjK581>

Tapany Patcharawit, Chatisa Kansomket, Chaiyasit Longbutsri, Napat Mahiwan, Teerawut Tannukit, and Sakhob Khumkoa (2023). Foam Glass Fabrication from End-of-Life Blended LCD Screen, Photovoltaic Glass Cullet and Flat Glass. *Key Engineering Materials*, 958, 177–186. 186. <https://doi.org/10.4028/p-eMlnl3>

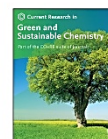
ประชุมวิชาการ

2024 ASEAN Iron and Steel Forum: Sustainable Steel and Green Construction ณ โรงแรมโนโวเทล กรุงเทพฯ สุขุมวิท 20 ประเทศไทย 18-21 พฤศจิกายน 2567 โดยมีวัตถุประสงค์ในการนำเสนอผลงานวิจัยในหัวข้อ FEASIBILITY STUDY ON HEMATITE AND STRONTIUM COMPOUND EXTRACTION FROM GRINDING SLUDGE GENERATED FROM STRONTIUM FERRITE MANUFACTURING FACTORY



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 (α -Fe₂O₃) and strontium carbonate (SrCO₃)

Chaiyasit Longbuttri^a, Tanongsak Yingnakorn^a, Thanapon Chandakhiaw^a,
Chatisa Kansomket^a, Sirunya Somla^a, Natthicha Ma-Ud^a, Muwafaq A. Rabee^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 mol L⁻¹ H₂SO₄, 90 °C, solid-to-liquid ratio of 40 g L⁻¹), achieving near-complete Fe dissolution while simultaneously precipitating Sr as strontium sulfate (SrSO₄). The Fe-rich leachate underwent pH-controlled precipitation followed by thermal treatment to yield phase-pure hematite (α -Fe₂O₃). In parallel, the SrSO₄ precipitate was converted to strontium carbonate (SrCO₃) via a double-ion replacement reaction with aqueous Na₂CO₃, 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 (SrFe₁₂O₁₉) are among the most widely produced permanent magnetic materials, typically synthesized via high-temperature sintering of hematite (Fe₂O₃), strontium carbonate (SrCO₃), and selected additives at 1000–1200 °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]. SrFe₁₂O₁₉ 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 (SrFe₁₂O₁₉) 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 co-production 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 OAKTON™ 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 (Cu K α radiation, 30 kV, 10 mA) equipped with DIFFRAC.SUITE software. Finely ground samples packed in PMMA holders were scanned over $10^\circ\text{--}80^\circ$ 2θ 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 InTouchScope™ 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

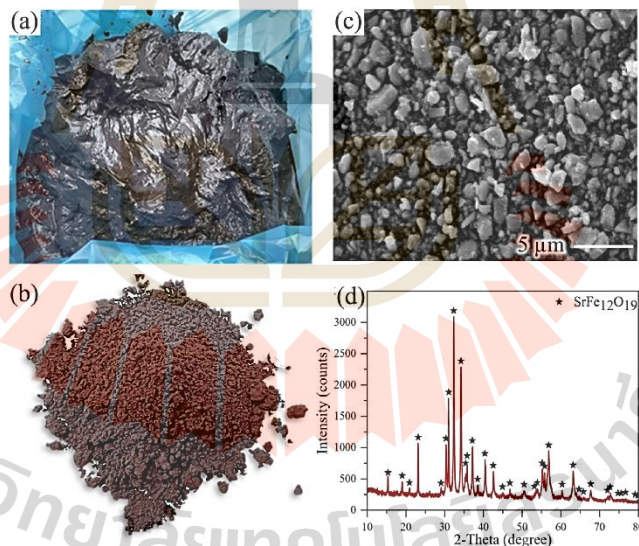


Fig. 1. Characterization of strontium ferrite magnet sludge: (a) as-collected strontium ferrite magnet waste sludge; (b) dried sample after treatment at 90°C for 24 h; (c) SEM image revealing the particle morphology of the dried sludge; (d) XRD pattern confirming $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ as the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

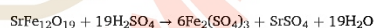
Subsequently, the effect of leaching temperature was examined (Fig. 2c and d), with the acid concentration fixed at 4.0 mol L^{-1} and the S/L ratio at 20 g L^{-1} . As the temperature was increased from 25 °C to 90 °C, a dramatic enhancement in Fe recovery was observed, culminating in nearly 100 % dissolution 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-oxhydroxides (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 ($K_{\text{sp}} = 3.2 \times 10^{-7}$ 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

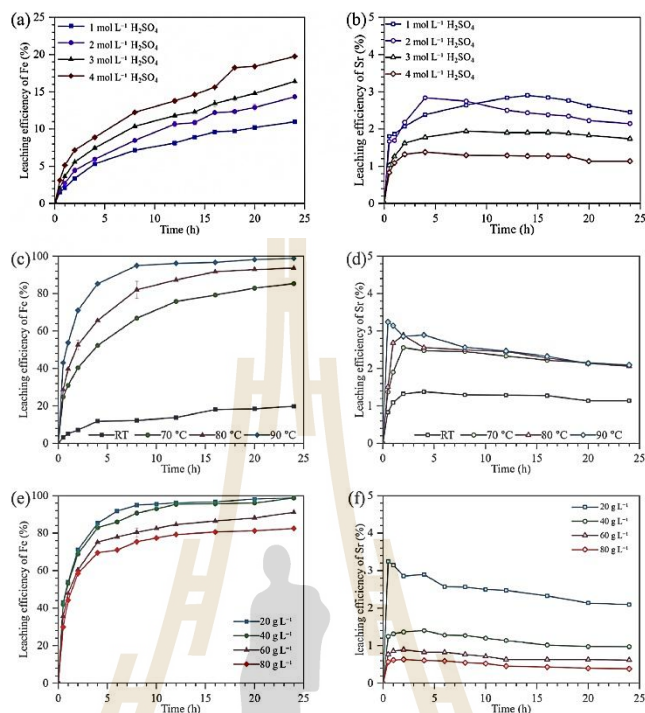


Fig. 2. Influence of key leaching parameters on selective dissolution of Fe and Sr from strontium ferrite sludge: (a, b) effect of sulfuric acid concentration (1.0–4.0 mol L⁻¹) at 25 °C with a solid-to-liquid (S/L) ratio of 20 g L⁻¹ for 24 h; (c, d) effect of temperature (25–90 °C) using 4.0 mol L⁻¹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

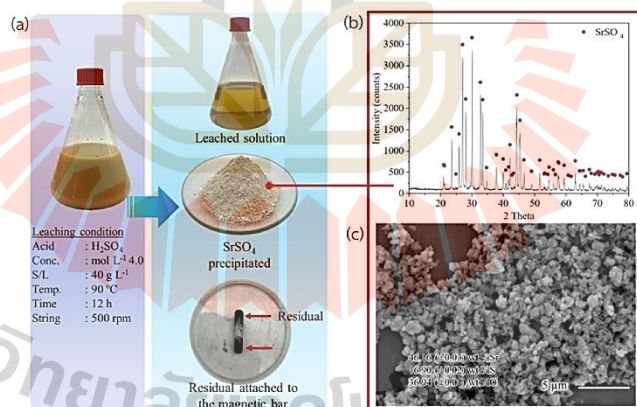


Fig. 3. Products obtained from the leaching step: (a) Fe-rich filtered solution and strontium sulfate (SrSO₄) precipitate; (b) XRD pattern confirming SrSO₄ formation; (c) SEM-EDS micrographs illustrating the crystalline morphology of SrSO₄.

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 $\text{pH} < 2$, 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.

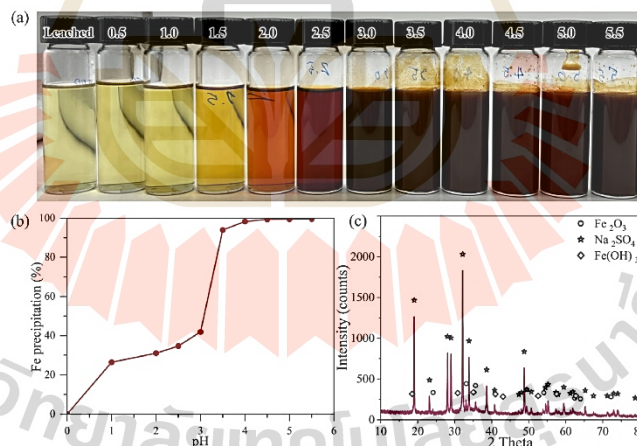


Fig. 4. Evolution of iron precipitation under varying pH conditions: (a) photographic series of samples at pH values ranging from 0.0 to 6.0; (b) effect of pH on Fe precipitation efficiency; (c) XRD pattern of the resulting Fe precipitate.

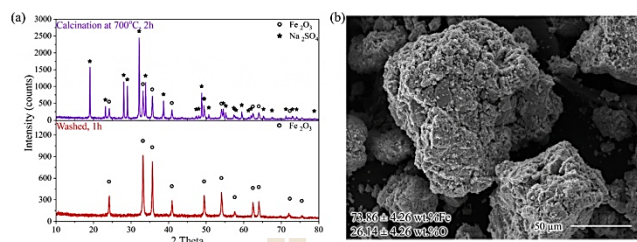


Fig. 5. Characterization of Fe_2O_3 synthesized via thermal transformation of $\text{Fe}(\text{OH})_3$: (a) XRD pattern of Fe_2O_3 obtained by calcining $\text{Fe}(\text{OH})_3$ at 700°C for 2 h followed by deionized water washing; (b) SEM image revealing the morphology of the washed Fe_2O_3 product.

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

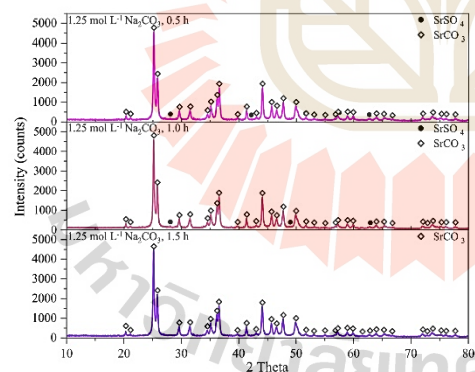


Fig. 6. XRD patterns illustrating the conversion of SrSO_4 to SrCO_3 at various reaction times using 1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 solution at 25°C .

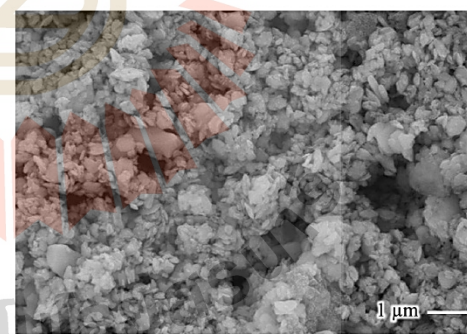


Fig. 7. FESEM micrograph of SrCO_3 synthesized under optimized conditions (1.25 mol L^{-1} Na_2CO_3 , 1.5 h).

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

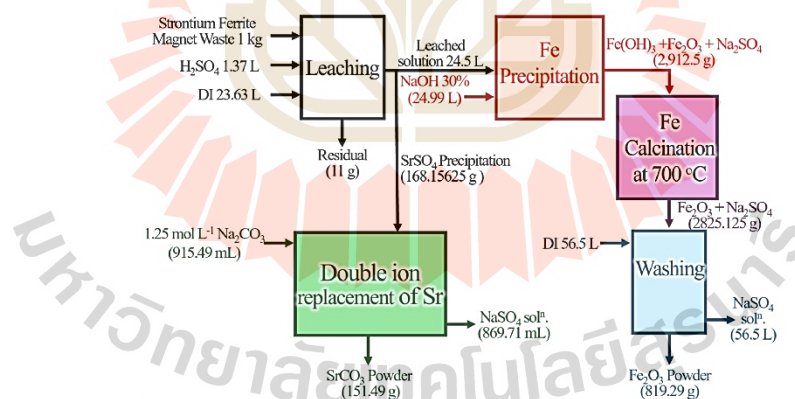


Fig. 8. Schematic representation of the overall material balance for the integrated hydrometallurgical recovery process.

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, *Journal 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. Carimutti, 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 agglomerated 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] Jamne, 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://hydrometaltech.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. Oyediji, 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. Sisl, 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. Jamor, Jarosites and their application in hydrometallurgy, *Rev. Mineral. Geochim.* 40 (2000) 405–452.
- [27] Chemiis. Strontium Carbonate – Essential for Ceramics, fireworks, and electronics, *Chemiis*, <https://chemiis.com/product/strontium-carbonate/>, 2024.
- [28] Iron oxide red: technological innovation and application prospects behind the brilliant colors - ZHONGLONG MATERIALS LIMITED. <https://www.zplgmaterials.com/iron-oxide-red-technological-innovation-and-application-prospects-behind-the-brilliant-colors/>, 2024.
- [29] M.O.S. Chowdhury, D. Jalan, 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. Fakhrulrozi, 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, Á. Manjón Fernández, V. Masaguer 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. Buriñ, M. Poulain, P. Cezac, 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*, *Hydrometallurgy* 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, *AIIP Conf. Proc.* 1890 (2017) 040099.
- [42] E. Alimohammadi, S. Sheibani, A. Ataie, Preparation of nano-structured strontium carbonate from Dasht-e kavir celestine ore via mechanochemical method, *J. Ultrafine Grained Nanostruct. Mater.* 51 (2018) 147–152.
- [43] D. Bingöl, S. Aydoğan, S.K. Bozbas, 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. Zhou, Y. Li, J. Tu, Morphology-controllable self-assembly of strontium carbonate (SrCO₃) crystals under the action of different regulators, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 30 (2019) 21150–21159.



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 Longbutsri, 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 agents⁷. 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^{1,6,8}. 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 $\text{Zn}(\text{OH})_2$, 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 (NH_4OH) present limitations. KOH is more expensive and highly hygroscopic, which can lead to moisture contamination and pH instability. NH_4OH 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, SO_4^{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 (H_2SO_4 , 98%, Qrec), hydrochloric acid (HCl, 35%, Qrec), nitric acid (HNO_3 , 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: H_2SO_4 , HCl, and HNO_3 . 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

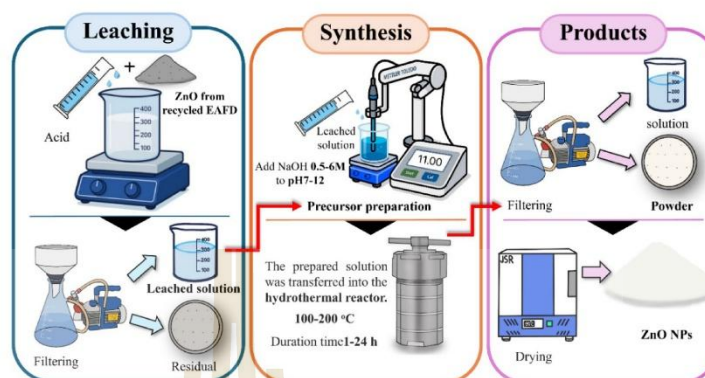


Fig. 1. Schematic diagram illustrating the synthesis process of ZnO NPs in this study.

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.

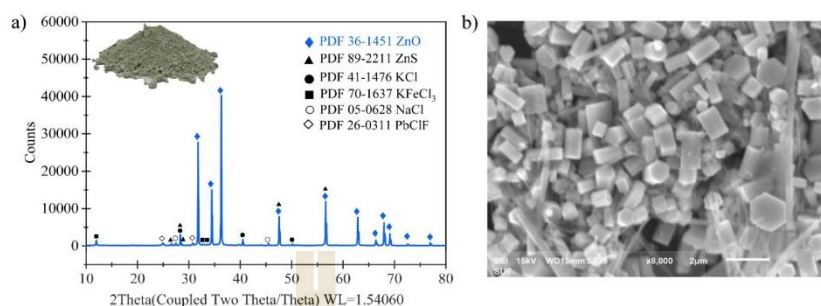


Fig. 2. Characterization of the ZnO raw material: (a) XRD pattern and (b) morphology analyzed by SEM.

Sample	Elements (wt%)								
	Zn	Na	K	Pb	S	Si	Fe	Cu	Others
Raw material	65.50	3.42	2.94	0.96	0.48	0.11	0.04	0.03	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, KFeCl₃, 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

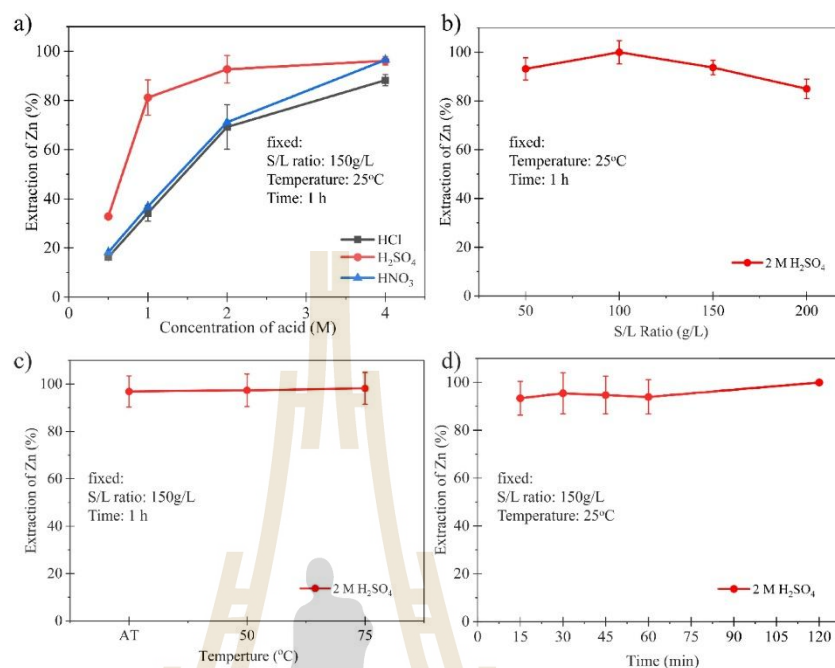


Fig. 3. Influence of process parameters on zinc leaching efficiency from ZnO powder: (a) effect of acid concentration, (b) effect of solid-to-liquid (S/L) ratio, (c) effect of temperature, and (d) effect of leaching time.

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:

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

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

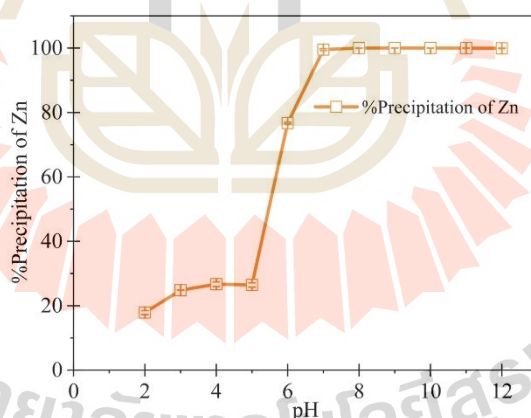


Fig. 4. Influence of pH on zinc precipitation efficiency from the leached solution.

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 $\text{Na}_2\text{Zn}_3(\text{SiO}_4)_2$ 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

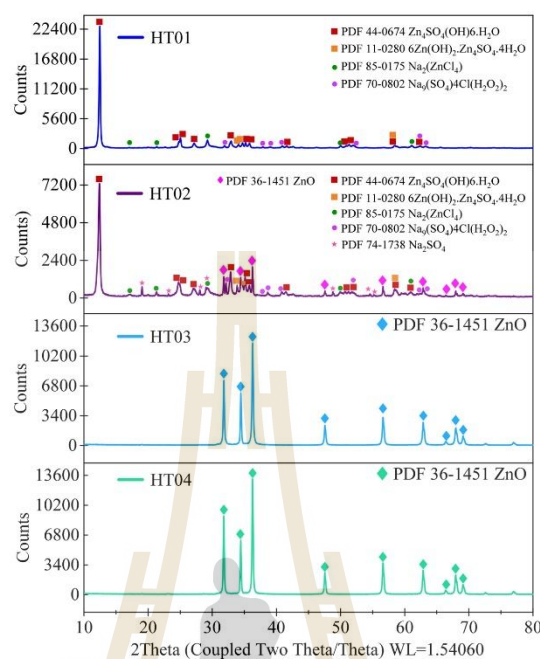


Fig. 5. XRD patterns of the samples synthesized at different pH values. For sample HT01-HT-04.

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

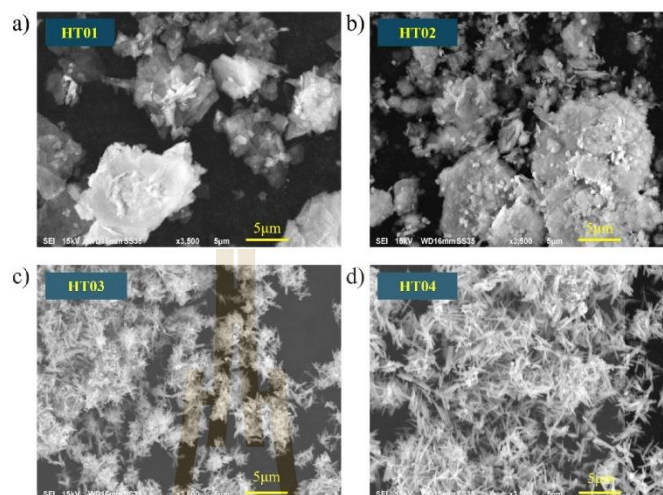


Fig. 6. SEM-EDS analysis results of the precipitates at each pH value after the hydrothermal process: **a)** HT01, **b)** HT02, **c)** HT03, and **d)** HT04.

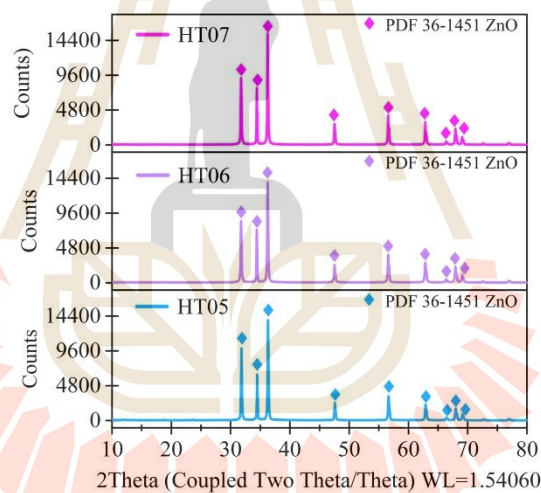


Fig. 7. XRD patterns of the samples synthesized at different temperatures. For sample HT05-HT07.

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.

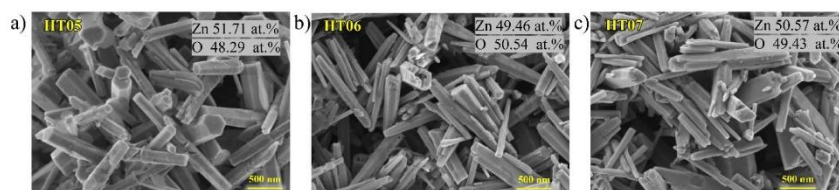


Fig. 8. FESEM-EDS analysis results of the precipitates at each temperature after the hydrothermal process: (a) HT05, (b) HT06, and (c) HT07.

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.

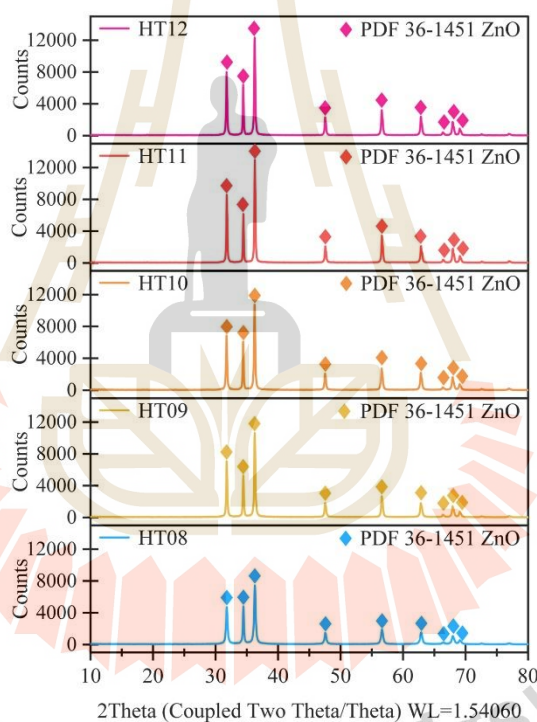


Fig. 9. XRD patterns of the samples synthesized at different durations. For sample HT08-HT12.

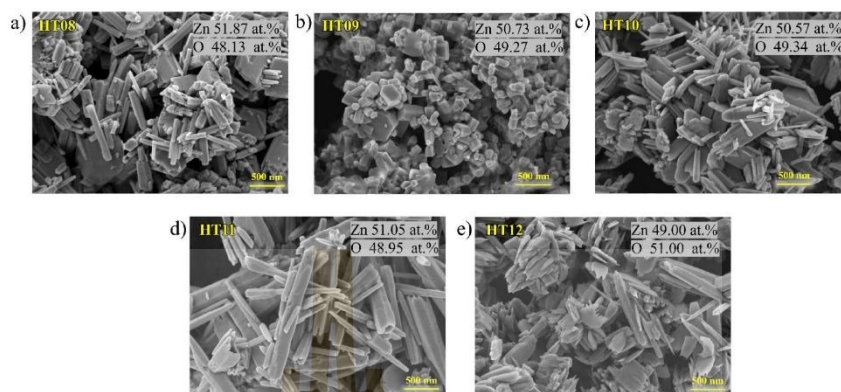


Fig. 10. FESEM-EDS analysis results of the precipitates at various hydrothermal synthesis durations: **a)** HT08, **b)** HT09, **c)** HT10, **d)** HT11, and **e)** HT12.

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

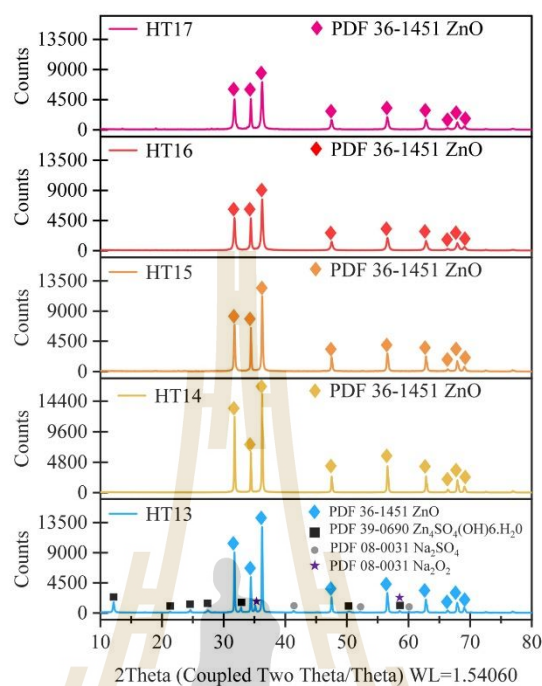


Fig. 11. XRD patterns of the samples synthesized at different NaOH concentrations. For sample HT13-HT17.

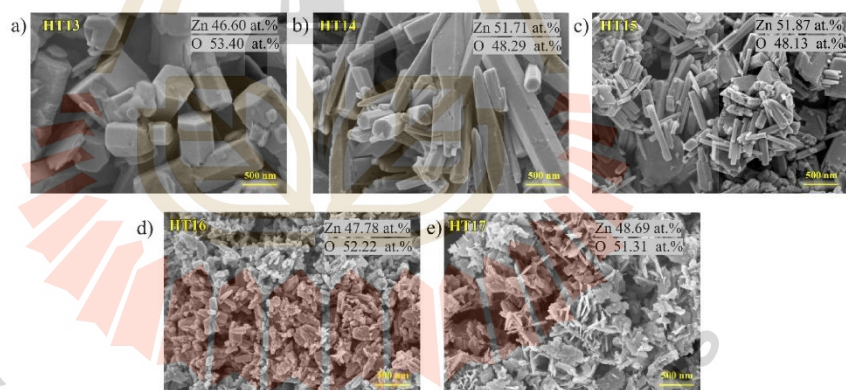


Fig. 12. FESEM-EDS analysis results of precipitates synthesized via hydrothermal treatment using different NaOH concentrations: a) HT13, b) HT14, c) HT15, d) HT16, and e) HT17.

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.

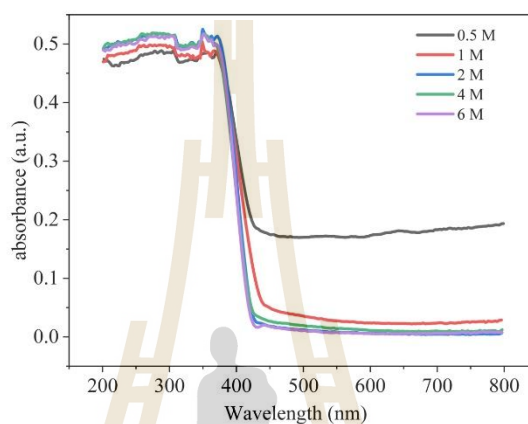


Fig. 13. UV-Vis absorption spectra of ZnO NPs synthesized using NaOH concentrations ranging from 0.5 to 6 M.

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

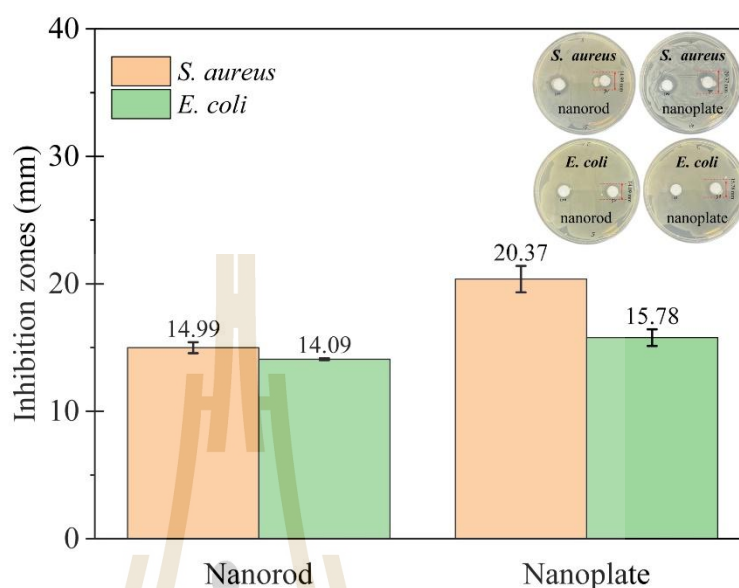


Fig. 14. Zone of inhibition (ZOI) for the antibacterial property of the ZnO NPs.

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 ($\bullet\text{OH}$) and superoxide radicals ($\text{O}_2\bullet^-$), 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, nanogranelles, 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 nanogranelles 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 photocatalysis⁴³.
- 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 to quantitatively assess 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. Zabett, 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. Hasnidaewani, 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, J. 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., Alipouryan, 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**, 013004 (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, I. 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 (2025).
44. Cauda, V. et al. Nanostructured ZnO materials: Synthesis, properties and applications. In *Handbook of Nanomaterials Properties* (eds Bhushan, B., Luo, D., Schrick, 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 Longbutrsi: Writing – review & editing; Loeslakkhana Sriklang: Writing – review & editing, Resources; Sakthob 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

The Production of Hematite Powder from Spent Pickling Hydrochloric Acid

Thanapon Chandakhiaw^{1,a}, Chaayasit Longbutsri^{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, ^bchaayasitlong095@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 (Fe₂O₃) 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 H₂O₂ 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.

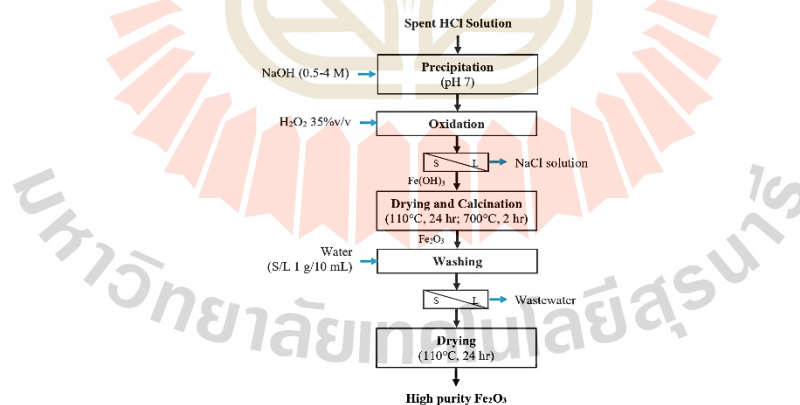


Fig. 1. Flow chart of hematite powder production.

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.

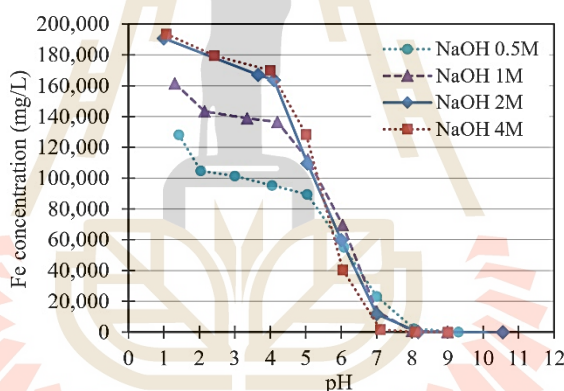


Fig. 2. Concentration of iron in the solution at each pH and NaOH solution concentration.

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.

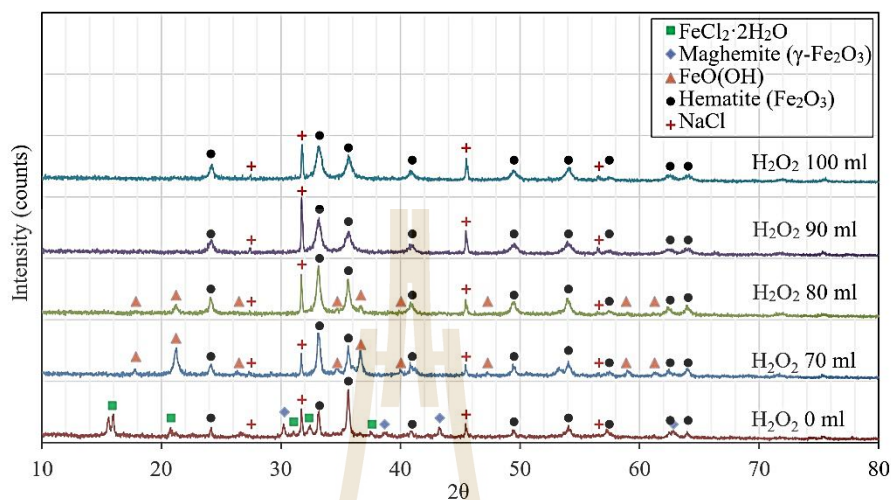


Fig. 3. Diffraction patterns of the precipitates from various amounts of hydrogen peroxide addition.

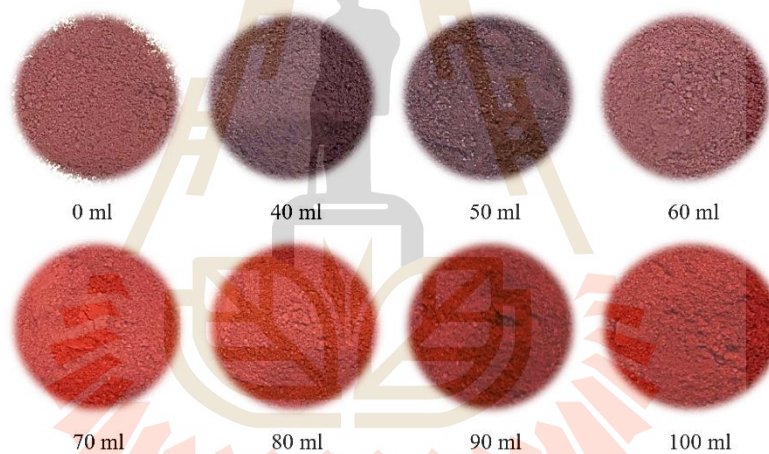


Fig. 4. Apparent colors of hematite when adding hydrogen peroxide from 0 to 100 mL, then drying and calcining at 700°C for 2 h.

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.

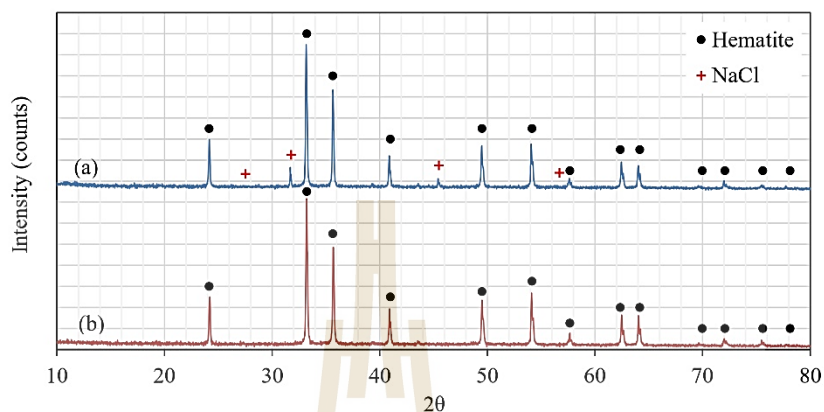


Fig. 5. Diffraction patterns of hematite after calcining (a) and after washing (b).

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 μm with standard deviation of 2.58 μm . 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

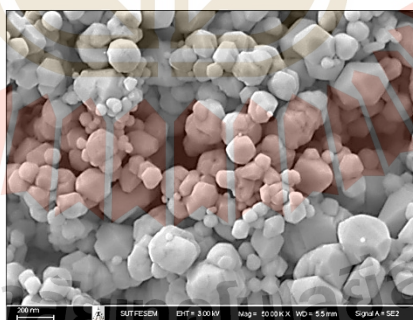


Fig. 6. SEM image of final hematite powder.

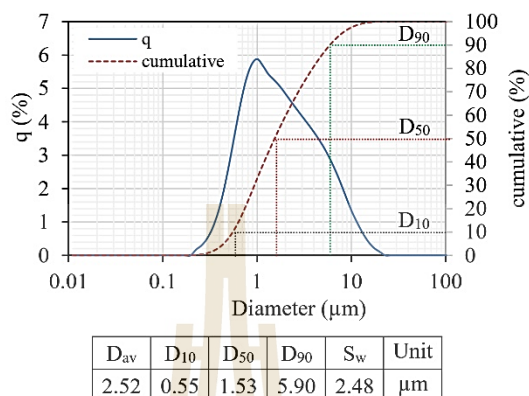


Fig. 7. Particle size distribution of final hematite powder.

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.



Foam Glass Fabrication from End-of-Life Blended LCD Screen, Photovoltaic Glass Cullet and Flat Glass

Tapany Patcharawit^{1,a*}, Chatisa Kansomket^{1,b}, Chaiyasit Longbuttsri^{1,c},
 Napat Mahiwan^{1,d}, and Teerawut Tannukit^{2,e}, Sakhob Khumkoa^{1,f}

¹Innovative Production and Recycling of Metals Research Center, School of Metallurgical Engineering, Suranaree University of Technology, 111 University Avenue, Muang, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

²Innovation in Raw Materials and Primary Industries Division, Department of Primary Industries and Mines, The Ministry of Industry, 75/10 Rama VI Rd., Bangkok 10400, Thailand

*tapany@sut.ac.th, ^bk.chatisa@gmail.com, ^cChaiyasitlong095@gmail.com,
^dD6500443@g.sut.ac.th, ^eteerawutt@dpim.go.th, ^fsakhob@sut.ac.th

*Corresponding author

Keywords: LCD waste recycling, foam glass, insulation, compressive strength

Abstract. End-of-life LCD screens from various waste steam, PV glass cullet, and flat glass have been used to formulate foam glass, aiming for use as light weight, high compressive strength, and insulation purposes. Via conventional ball milling, the foam glass powder was mixed with a binder and fabricated through compaction under 5-10 MPa using stainless steel press moulds to give green samples in cubic and plate shapes. Firing the samples at 1000 – 1050 °C for 0.5-4 hours allowed the construction of foam glass structure, giving low densities of 0.15-0.23 g/cm³. Additions of cordierite, calcium carbonate, graphite and borax determined the phases and composition of the final recycling products. Cristobalite appeared as the main phase along with anorthite were found to give high compressive strength of 1.10-4.22 MPa to the foam glass. The foam glass possessed thermal conductivity in a range of 0.1004-0.1183 W/m K, which can be used for insulation purposes. Different foam glass formulation and geometries required different firing temperature and time to acquire suitable foam glass structure for specific purposes of compressive and thermal insulation properties.

Introduction

Electronics wastes have been concerned in recent decades as the digital society has to be compromised with the low carbon society. Electronics components such as smart TV, mobile phone, computer laptop, desktop, tablet, etc., contain LCD flat screens that could find the challenge for recycling. As an increase in LCD appliances put on the EU market during 2000 – 2008, this in turn resulted in 569,000 tons (1.2 kg/cap/yr) of LCD TV, monitors and laptop wastes expected in 2018 [1]. End-of-life (EOL) LCD screens contain approximately 7.04-12.22 wt.% of LCD sheets [1-2]. In comparison to conventional soda-lime flat glass, the LCD sheets have slightly different composition that make it difficult to be recycled or remelt in conventional glass-making process. Some amounts of transition metal oxides are normally added for specific purposes in LCD screens. Further, LCD composition comprise lower ratios of SiO₂/Al₂O₃ along with different flux systems (alkaline/alkaline earth oxide), which increase glass transition temperature. LCD waste could be recycled depending on its impurity levels; via i) remelting of LCD cullet from LCD glass manufacturing, ii) using as raw materials for cements from LCD panel manufacturer, and iii) landfill from EOL-LCD screen [3]. Some attempts for EOL-LCD sheet recycling are to make foam glass used for construction and insulation purposes. However, due to the variation of the LCD waste composition from various sources, different foaming techniques are used. Selection of foaming agents, foaming/sintering temperature and time determine the final properties of the foam glass [4-6]. Investigations of foam glass recycling are mostly based on waste glass. Studied by Y. Liu, et. al. [4] signified that graphite and calcium carbonate additions promoted foam structure, prepared by press forming of premixed soda-lime glass powder composition, followed by foam-sintering at 850 °C. D.U. Tulyaganov, et.

al., [5], indicated that anorthite ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) and diopside ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) formed via sintering at 850-920 °C contributed to uniform foam structure and higher compressive strength. Research by M. Assfi, et. al. [6], investigated LCD recycling to produce foam glass for high compressive strength and insulation purposes by mixing with MnO_2 obtained from battery wastes and using sodium carbonate as the foaming agent. The foam glass possessed compressive strength of 18.7 MPa, apparent density of 0.85 g/cm³, and thermal conductivity of 0.22 W/m K.

This research investigated foam glass production using blended waste glasses, including LCD as the main ingredient and other electronics waste glass such as photovoltaic (PV) glass cullet obtained from EOL-PV panel recycling process [7] and flat glass. The research aimed to give an alternative way to use a greater variation of the electronics waste glass stream, as raw materials resources to produce foam glass via conventional process for compressive strength and insulation purposes.

Experimental

Waste Preparation. EOL - LCD screens of various computer monitor models were dismantled to classify materials in the components. According to Fig. 1, hand dismantling of (1) PC monitors, which started from (2) unscrewing the LCD panel and then (3) separating the LCD screen from the metal sheet, plastic frame, mainboards/PCBs, and wire connectors. The LCD screen was subsequently (4) delayered to give (5) polymer sheets, fluorescence lamp, and (6) LCD glass sheets. The LCD glass sheet was separated, ground in a mortar and subjected to characterization on phases and compounds in order to formulate the foam glass via XRD using Brooker, model D2 Phaser and WD - XRF using PANalytical, model AXIOS MAX respectively. Selected LCD glasses after hammering and crushing as shown in Fig. 2 revealed greyish powder while that of PV glass appeared white. The former's color might be due to polymer film stick on its surface, which was difficult to be removed manually.

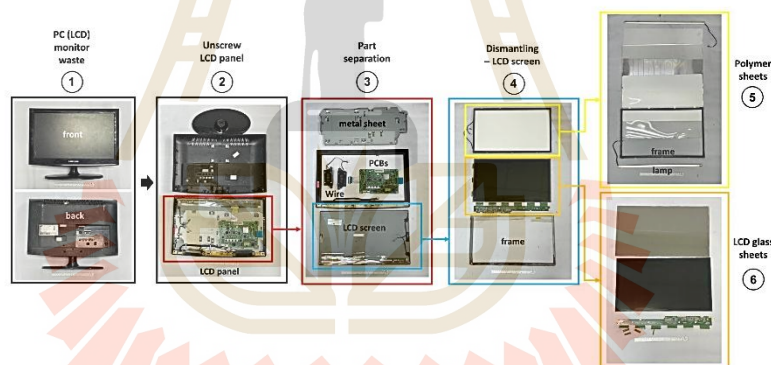


Fig. 1 LCD monitor hand dismantling.



Fig. 2 Ground powders of selected LCD glasses and PV glass cullet.

Foam Glass Formulation and Characterization. In this step, foam glass was initially formulated based mainly on LCD sheet at 80 wt.% (formular FP1-FP4). Other raw materials were added to adjust the glass transition temperature (T_g) and phases to give desirable properties. Addition of cordierite

$((\text{Mg,Fe})_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18})$ aimed for strength improvement by providing sources of alumina (Al_2O_3) and silica (SiO_2) as the glass forming structure, while alkali oxide (MgO) acted as a fluxing agent. Additions of flat glass (soda lime glass) and Photovoltaic (PV) waste glass cullet (obtained after calcination of the PV sheet) [7] were to lower the glass transition temperature of the LCD glass. Calcium carbonate (CaCO_3) and graphite (C) were used as glass foaming agents while borax ($\text{Na}_2[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) was added as a source of sodium and boron oxides. According to the XRD results obtained from all raw materials, the formulation of the form glass could be carried out. The first formulation trial was carried out by pulverizing the raw materials till have the powder size of less than $44 \mu\text{m}$ (-325 mesh). Mixing of pulverized powders was done in a ball mill mixing with alumina balls at 220 rpm for 2 hours. PVA solution was sprayed on the powder prior to pellet molding to give sample size of 12 mm in diameter and 10 mm in height, as shown in Fig. 3. The pellet samples were fired in a normal atmosphere at 900-1050 °C for 2 hours to study the foam glass structure on sectioned and gold sputtered samples via SEM (JEOL-JSM-6010LV with EDS). Archimedes density test was employed for apparent density measurement.



Fig. 3 Warm pellet molding for FP-1 to FP-4 formulas.



Fig. 4 Dry pressing of FB-1 to FB-4 formulas.

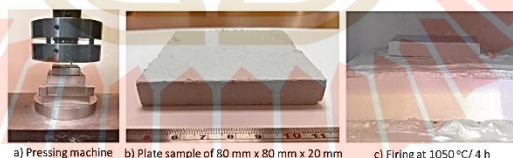


Fig. 5 Dry pressing of FB-3 formula using 80 mm x 80 mm plate mold.

Foam Glass Fabrication, Characterization and Property Assessment. Fabrication of the foam glass started with grinding of the glass typed raw materials such as the LCD waste sheet, flat glass, and PV glass to the size of 1-3 mm by using a mortar. Next, the ground glass raw materials were weighed according to the designated formula and loaded into the ball mill with other raw materials, i.e., cordierite, calcium carbonate, graphite, and borax, depending on the formulations. Wet milling was done at 120 rpm for 24 hours prior to sieving through 150- and 75-micron sieves. At this step, the film retained on the LCD sheet could be easily removed from the sieves. After drying the wet ingredient, the powder was mixed with binder by spraying a PVA (Poly vinyl alcohol solution, prepared at 2 wt.% PVA in DI water under 80 °C) to give a mixture ready for compaction. A

6 International Symposium on Advanced Materials and Application

compound stainless mould of 30 mm x 30 mm x 30 mm was employed to give cubic green samples under 5-10 MPa pressing, as demonstrated in Fig. 4. Plate samples of 80 mm x 80 mm x 10 mm were prepared following the similar method, as shown in Fig. 5. Foam size was analyzed via Leica EZ4 D stereoscope using at least five fields of measurement for each condition. Phase and chemical composition analysis was carried out via XRD and XRF techniques. Phase and chemical composition analysis was carried out via XRD and XRF techniques. Bulk density measurement was carried out on cut samples using a diamond wheel cutter. Cubic specimens were subjected to compressive strength testing under a 0.5 mm/min cross head speed to give stress-strain plots. Thermal conductivity of the selected foam glass samples was determined via hot disk thermal contact analyzer using Kapton insulation disk of 2.001 mm radius at room temperature.

Results and Discussion

LCD Composition Breakdown Analyses. Component breakdown of various models as detailed in Table 1 shows approximate amount of LCD screen to be 10 wt.%. The metal sheet of 40 wt.% and mainboard/PCBs of 8 wt.% could be resale. Plastic parts including frame and base account for 20 wt.% while the polymer sheets are of 21 wt.%. The rest of the components are 0.5 wt.% metal screw, 0.3 wt.% wire connection, and 0.2 wt.% fluorescence/LED lamps.

Phase analyses of LCD glass sheet and other filler materials such as PV and flat glasses are shown in Fig. 3, giving similar spectra of amorphous glassy phase. XRF analysis of LCD waste glasses and other raw materials was used for foam glass formulation. The LCD glass contained 55-58 wt.% SiO_2 , 18-22 wt.% Al_2O_3 , 11-15 wt.% CaO , 0.1-7.5 wt.% BaO , 2.7-2.9 wt.% SrO , 0.3-5.0 wt.% Fe_2O_3 . It is noted that alkali oxides such as Na_2O (0.08-0.4 wt.%) and K_2O (0.06-0.28 wt.%) are in lesser amounts compared with those of PV (4.45 wt.% Na_2O , 0.73 wt.% K_2O) and flat glasses (4.71 wt.% Na_2O , 0.62 wt.% K_2O). Other metal oxides of traced amounts in LCD glasses are for example Sb_2O_3 , As_2O_3 , SnO_2 , MoO_3 , CeO_2 , HfO_2 .

Table 1 Component breakdown of EOL PC monitors of various models.

No.	Parts	Model (weight in gram)											Approx. (wt.%)
		Samsung syncMaster 743BX	Samsung La19D400E1	Samsung VDO syncMaster SA190	Samsung 713NS	Acer X171	Acer AL176WA	Acer G205HL	LG Flatron E2041	LG E2041T	Phillips 150E6	Phillips Brilliance 17S	
1	LCD screen	386.02	390.57	387.15	454.25	391.00	322.00	419.36	451.90	373.85	255.90	290.46	10.00
2	Mainboard/PCBs	270.24	183.34	113.76	215.83	295.55	316.87	272.47	216.31	296.94	309.16	225.05	8.00
3	Metal sheets	1406.45	1160.00	536.01	1185.84	1480.00	960.32	1073.36	1190.00	2003.22	2020.00	1074.37	40.00
4	Screws	14.06	12.12	6.84	21.29	19.82	18.42	18.13	21.19	25.26	33.94	13.26	0.50
5	Plastic parts	683.19	1000.00	833.45	838.13	880.00	682.22	839.04	846.96	673.16	820.10	774.38	20.00
6	Fluorescence/LED lamp	13.51	27.20	-	5.95	49.69	2.38	-	-	13.93	19.13	36.01	0.20
7	Acrylic/polymer sheets	789.19	820.00	344.17	574.30	800.00	259.60	595.81	566.80	1006.28	408.29	798.11	21.00
8	Wire connector	7.90	16.30	9.16	17.58	10.98	27.24	8.23	17.82	23.79	7.05	8.49	0.30
Total weight (kg)		1.49	3.60	2.23	3.31	3.93	2.59	3.23	3.31	4.42	1.25	3.22	100.00

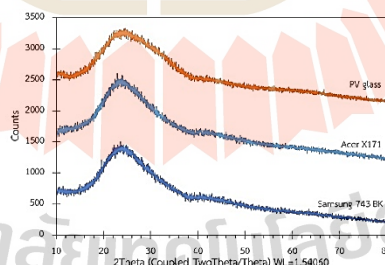


Fig. 6 XRD spectra of selected LCD and PV glasses.

Table 2 Foam glass formula (composition in wt.%)

No.	Raw materials	Foam glass formulation (composition in wt.%)							
		FP-1	FP-2	FP-3	FP-4	FB-1	FB-2	FB-3	FB-4
1	LCD waste glass	80.00	80.00	80.00	80.00	80.00	75.47	74.08	75.46
2	PV glass cullet	5.00	7.00	6.00	5.00	7.00	6.60	6.48	6.60
3	Flat glass	5.00	5.00	5.00	-	5.00	4.72	4.63	4.72
4	Cordierite	7.00	2.00	-	-	2.00	3.77	3.70	1.89
5	CaCO ₃	2.00	3.00	3.00	6.00	3.00	4.72	4.63	4.72
6	Graphite	1.00	3.00	3.00	6.00	3.00	4.72	4.63	4.72
7	Borax	-	-	3.00	3.00	-	-	1.85	1.89
Total		100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Note: FP-x referred to pulverized powder preparation method

FB-x referred to ball milling method

Structure Evolution and Characterization of Foam Glass. According to foam glass formulation as listed in Table 2, the LCD waste glass was fixed at 80 wt.%. Effects of calcium carbonate and graphite addition as foaming agents and firing temperature on foam structure are demonstrated in Fig. 7. It appeared that the evolution of foam structure was influenced by increasing firing temperatures from 900 – 1050 °C. The fired pellet sample sizes enlarged significantly when firing at 1000-1050 °C. Glassy phase on top surface was evidenced on FP-3 and FP-4 samples. All samples fired at the highest temperature of 1050 °C exhibited a dome shape of about 18 mm diameter, giving 50% increase in diameter. XRD results of FP-1 to FP-4 samples fired at 1050 °C for 2 hours generally showed tetragonal cristobalite (crystalline SiO₂) and anorthite (CaAl₂Si₂O₈) as the main phases, as illustrated in Fig. 8. Cordierite addition increased anorthite phase, as shown in FP-1 XRD result. SEM investigation of foam glass structure in Fig. 9 showed that FP-1 and FP-2 samples fired at 1000 °C for 2 hours possessed fine pore structure of less than 200-micron pore size. The pore size increased with reducing cordierite addition (lesser refractoriness). FP-3 and FP-4 samples having higher calcium carbonate and graphite exhibited larger pores. As the firing temperature increased from 1000 to 1050 °C, very fine pores were observed in the cell wall. However, increasing the firing temperature to 1050 °C resulted in a well-defined pore structure with pore size enlargement. It might be that at the temperature beyond the glass softening point, glassy matrix in the liquid state formed which allowed such a pore structure to be well-developed owing to the hydrostatic pressure inside. The pore cell wall surfaces appeared smoother than those observed from samples fired at lower temperature [8]. It might be that the surface tension of the liquid glassy phase formed beyond its softening temperature is sufficient to provide necessary wall tension to form bubbles in the liquid glassy phase. By minimizing the wall tension, it helped to pull the bubbles into spherical shape. Therefore, the higher the firing temperature, the greater the tendency of liquid glassy phase formed. This led to lower surface tension of the liquid glassy phase [9] that facilitated spherical bubble formation. Observation at higher magnification as shown in Fig. 10 revealed foam structure evolution with increasing temperature. FP-1 sample developed the well-defined foam structure with smooth cell wall as the firing temperature increased from 1000 to 1050 °C for 2 hours. Comparatively, FP-3 sample fired at 1050 °C/ 2 hours although showed the well-defined foam structure, also with smooth cell wall; but having very fine pores in it. Moreover, there were holes of sizes larger than 50 micron sitting on the cell wall surfaces observed throughout. At this point, the foaming agent contents might be too high, resulting in excessive gas pressure inside the pore. Furthermore, without cordierite addition, the glassy phase's viscosity might be too low to resist the gas pressure. As a result, the cell wall became too thin and has broken up. These thin and broken cell walls are considered not beneficial to the compressive strength of the foam glass.

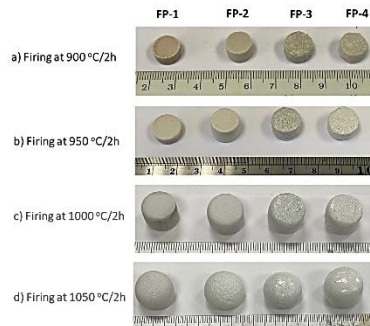


Fig. 7 Pellet samples fired at 900-1050 °C/2 h.

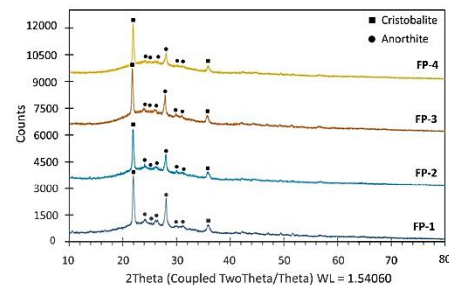


Fig. 8 Foam glasses XRD spectra (FP-1 to FP-4) fired at 1050 °C/2 h.

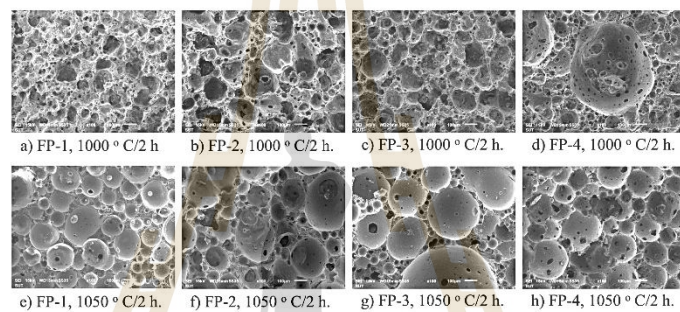


Fig. 9 SEM micrographs of pellet samples fired at 1000 and 1050 °C/2h at 100 x magnification.

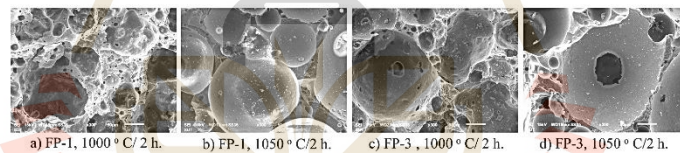


Fig. 10 Foam structure of a) and b) FP-1 pellet samples, c) and d) FP-3 pellet samples fired at 1000 °C/2 h and 1050 °C/2 h respectively at 300 x magnification.

Table 3 Apparent density of FP-1 to FP-4 foam glass samples.

Sample	Apparent density (g/cm ³)			
	Firing at 900 °C	Firing at 950 °C	Firing at 1000 °C	Firing at 1050 °C
FP-1	2.2784	1.5900	< 0.792	< 0.792
FP-2	2.1689	1.2963	< 0.792	< 0.792
FP-3	1.8327	1.3025	< 0.792	< 0.792
FP-4	2.0205	1.1017	< 0.792	< 0.792

Foam glass densities after firing at 900 – 1050 °C showed that the densities decreased as the firing temperature increased in which the densities of less than 0.792 g/cm³ (methyl alcohol density) is obtained when firing at 1000 and 1050 °C, as listed in Table 3. According to preliminary foam glass formulation results, it can be deduced that the addition of foaming agents (calcium carbonate and graphite) promoted foam structure and enlarged the pore size. Moreover, cordierite addition appeared to raise the foaming temperature. Therefore, foam glass FP-2 (when firing ≥ 1000 °C) was selected for the fabrication of 30 mm x 30 mm cross section plate samples due to its good appearance, well-defined pore structure and low density.

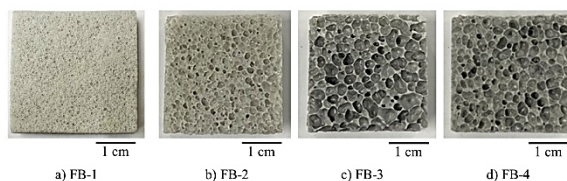


Fig. 11 Pore structures of FB-1 to FB-4 fired at 1050 °C/ 2 h.

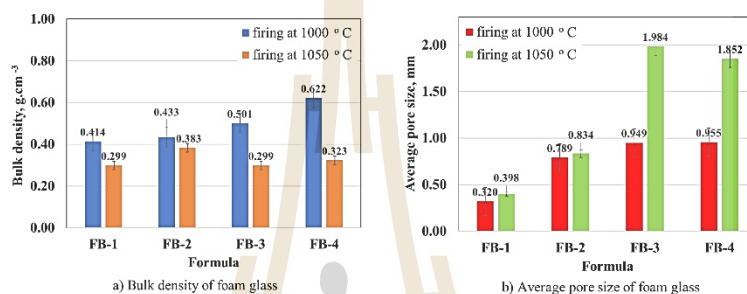


Fig. 12 Foam glass properties, a) bulk density and b) average pore size.

Next, FP-2 composition was prepared by ball milling process and the dried mixture was used to formulate FB-1 to FB-4 by adjusting the amount of calcium carbonate, graphite and borax as summarized in Table 2. After pressing and firing, the samples were cut to give a 30 mm x 30 mm x 5 mm dimensions to evaluate foam structure, pore size and bulk density. Pore structures of FB-1 to FB-4 samples fired at 1050 °C for 2 hours are illustrated in Fig. 11. FB-1 sample had the finest pore structure. The pore size increased with increasing calcium carbonate and graphite additions as the foaming agents. The color change from light to dark grey and pore enlargement were evident in FB-3 and FB-4 samples, plausibly due to borax addition. Bulk density result, as demonstrated in Fig. 12 a), indicated a reducing trend with increasing firing temperature. Average pore size of the fired samples increased with increasing firing temperature, as shown in Fig. 12 b). It could be explained that more liquid glassy phase existed at higher firing temperatures of 1050 °C, allowing foam enlargement as previously observed. Moreover, the additions of calcium carbonate and graphite helped to create more gas pockets, and growth of gas pockets continued in a greater extent at higher firing temperature where more liquid glassy phase existed. From this experiment, FB-1 sample showed the lowest density and pore size. As a result, it was selected for further investigation to produce larger samples of cube and plate dimensions. FB-3 sample although possessed higher density than that of FB-1 sample, it showed a well-defined pore structure with smooth cell wall surface. Therefore, it was also chosen for a larger scale fabrication to observe effect of large pore size on compressive strength and electrical conductivity.

Characterization and Property Assessment of Cubic and Plate Foam Glass. After the fabrication of cubic and plate foam glass formulas FB-1 and FB-3, specimens were sintered at 1000-1050 °C for 1-4 hours to study effects of firing temperature and time on phases and structure of the foam glass. The shape of FB-1 sample enlarged after firing at 1050 °C for 4 hours, giving around 30-40% expansion seen from its top view, as displayed in Fig. 13 a). After diamond wheel cutting, cubic specimens of 30 mm x 30 mm x 30 mm dimensions were obtained, showing fine pores distributed throughout in Fig. 13 b) and c). Pore size analysis showed a near normal distribution curve, giving an average pore size of 0.713 mm, as shown in Fig. 13 d). Foam glass FB-3 formula on the other hand showed sample flattening after firing in the same condition, giving extra-large pores with smaller

ones visible after cutting, as illustrated in Fig. 13 e)-g). FB-3 had an average pore size of 8.17 mm, around 10 folds to that of FB-1 sample, as listed in Table 4.

Table 4 Properties of FB-1 and FB-3 foam glass samples.

Sample	Property assessment			
	Bulk density (g/cm ³)	Average pore size (mm)	Compressive strength (MPa)	Thermal conductivity (W/m K)
FB-1	0.156	0.173	1.10 - 4.22	0.1183
FB-3	0.232	8.170	0.12 - 0.16	0.1004

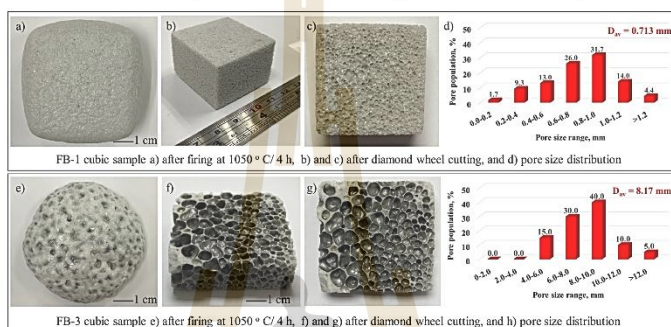


Fig. 13 FB-1 and FB-3 cubic foam glass fired at 1050 °C/4 h.

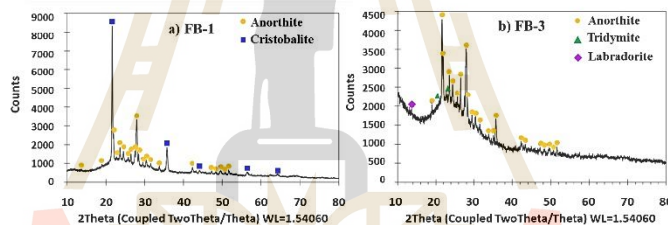


Fig. 14 XRD spectra of a) FB-1 and b) FB-3, fired at 1050 °C for 4 h.

Table 5 Oxide composition of FB-1 and FB-3 foam glass samples analyzed by WD-XRF.

Foam glass	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	CuO	SnO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	SO ₃
FB-1	52.53	16.15	0.366	0.289	25.77	2.004	0.096	0.496	0.132	1.232	0.841	0.103
FB-3	52.38	15.32	0.386	0.340	26.66	1.989	0.088	0.393	0.144	1.439	0.731	0.141

Note: B₂O₃ cannot be analyzed.

Foam glass compositions of FB-1 and FB-3 formulas via XRF analysis are listed in Table 5. The foam glass contained 52.38-52.53 wt.% SiO₂ and 15.32-15.15 wt.% Al₂O₃ and 25.77-26.66 wt.% CaO. Comparatively, FB-3 foam glass has significantly higher amounts of alkaline and alkaline earth oxides that helped to lower the glass transition temperature. This is in good agreement with XRD results of FB-1 and FB-3 foam glasses fired at 1050 °C for 4 h, as demonstrated in Fig. 14 a) and b) respectively. Anorthite and cristobalite were detected as the main phases for FB-1 foam glass. By considering the XRD spectra of the foam glass formulas with lower foaming agent contents for FP-1 and FP-2 in Fig. 8 and FB-1 in Fig. 14 a), extending of firing time from 2 to 4 hours did not affect the phases obtained. On the other hand, FB-3 XRD spectra contained anorthite as the main phase with tridymite and labradorite as shown in Fig. 14 b). It implied that greater amounts of foaming agents and modifier (borax) could replace cristobalite by tridymite, which is the lower temperature SiO₂. Borax (Na₂B₄O₇·10H₂O) provides alkali (Na) as the flux to reduce the glass temperature, and boron

oxide as glass forming and modifier [10]. Borax helped to form triclinic labradorite ((Ca, Na)(Al, Si)₄O₈) in FB-3 foam glass. Further, it could inhibit crystallization [11]. Therefore, greater amounts of glass foaming agents and modifier lowered glass temperature, giving larger pores.

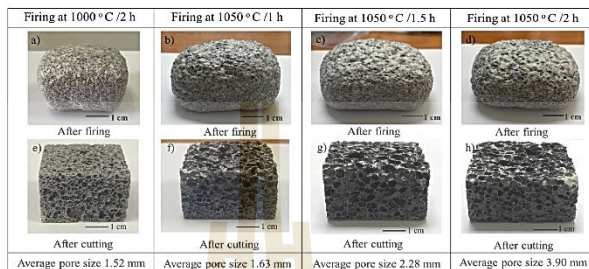


Fig. 15 FB-3 cubic foam glass a) fired at 1000 °C / 2 h; and fired at 1050 °C for b) 1 h, c) 1.5 h and d) 4 h, e)-h) samples after cutting.

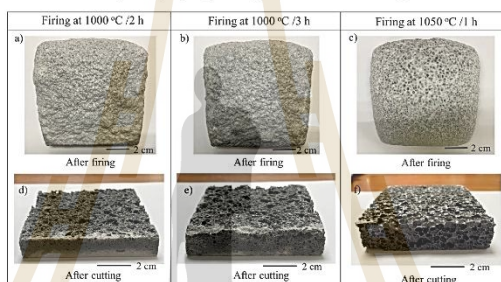


Fig. 16 FB-3 plate foam glass fired at 1000 °C for a) 2 h and b) 3 h; and c) fired at 1050 °C for 1 h, d)-f) samples after cutting.

Although the FB-3 foam structure is well-defined with smooth wall surface, the large pore size obtained affected its compressive strength to be lower than that obtained from FB-1 foam glass, as shown in Table 4. FB-1 samples possessed compressive strength of 1.10-4.22 MPa, greater than 0.14 MPa of FB-3 samples. Although the compressive strength range of FB-1 foam glass is rather large, it is above the average of 0.62 MPa, according to ASTM 552-22 standard specification for cellular glass thermal insulation [12]. Future work might be required for further strength improvement. The result indicated that crystalline phase contributed to higher compressive strength in the FB-1 foam glass. Its fine structure and uniform pore size provided uniform stress distribution, resulting in higher compressive strength. As compared to previous finding [6], the foam glass produced by blended waste glasses in this study could offer lower density and thermal conductivity, though having less compressive strength, due mainly to the different recycled waste glasses and additives used.

In terms of thermal conductivity, cristobalite has significantly lower thermal conductivity (0.0335 W/m K) [13] than other phases; anorthite (0.00401 cal/cm °C sec or 1.6789 W/m K), labradorite (0.00365 cal/cm °C sec or 1.5282 W/m K [14]. It is speculated that lower thermal conductivity of FB-3 foam glass though having anorthite the main phase is due to its closed pore structure with smooth cell wall as shown in Fig. 13 g). For FB-1 foam glass, though the pore size is much finer, the cell wall was occupied with smaller pores that might lower its thermal conductivity.

Effects of firing temperature and time on the foam structure of FB-3 foam glass were investigated as shown in Fig. 15 and 16. For cubic foam samples, a greater degree of foaming effect was observed at higher firing temperature and longer firing time. For 80 mm x 80 mm plate foam glass, different

firing temperatures and times were required to generate foam glass structure in comparison to those of cubic foam glass, due to different geometries.

Summary

Blended LCD flat glass, PV glass cullet and flat glass could be recycled to produce foam glass for high compressive strength and insulation purposes. Addition of cordierite, calcium carbonate and graphite to the blended glass mixture allowed firing at 1050 °C for 4 h to give fine and uniform foam glass structure. The foam glass has good properties; apparent density of 0.15 g/cm³, 1.10-4.22 MPa compressive strength and thermal conductivity of 0.1183 W/m K. Different foam glass formulation and geometries required different firing temperature and time to give the desired foam structure suitable for compressive and thermal insulation properties.

References

- [1] S. Salhofer, M. Spitzbart, K. Maurer, Recycling of LCD screen in Europe – state of the art and challenges, in the 18th CIRP International Conference on Life Cycle Engineering, May 2nd - 4th Braunschweig, Germany, 2011.
- [2] M. Buzatu, N.B. Milea, Recycling the liquid crystal displays, U.P.B. Sci. Bull, Series B, 70 (2008) 93-102.
- [3] K. Kim and K. Kim, Valuable recycling of waste glass generated from liquid crystal display panel industry, J. Clean. Prod., 174 (2018) 191-198.
- [4] Y. Liu, J. Xie, P. Hao, Y. Shi, Y. Xu, X. Ding, Study of factors affecting properties of foam glass made from waste glass, J. Renew. Mater., 9 (2021) 237-253.
- [5] D.U. Tulyaganov, et. al., Preparation and characterization of high compressive strength foams from sheet glass, J. Porous Mater., 13. P.133-139, 2006.
- [6] M. Assefi, et. al., High strength glass foams recycled from LCD waste screens for insulation application, J. Clean. Prod., 280 (2021) 124311.
- [7] T. Patcharawit, et. al., Hybrid recovery of copper and silver from PV ribbon and ag finger of EOL solar panels, Int. J. Power Energy Eng., 16 (2022) 89-99.
- [8] T. Y. Lim, A study on the fabrication of foamed glass by using refused coal ore and its physical properties, J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol., 21 (2011) 266-273.
- [9] A. Passerone, R. Sangiorgi, G. Valbusa, Surface tension and density of molten glasses in the system La₂O₃-Na₂Si₂O₅, Ceram. Int., 5 (1979) 18-22.
- [10] M. F. S. M. Shoffria, M. H. M. Zaida, R. A. A. Wahab, K. A. Matori, S. Hj. A, Aziza, Y. W. Fen, The effect of boron substitution on the glass-forming ability, phase transformation and optical performance of zinc-boro-soda-lime-silicate glasses, J. Mater. Res. Technol., 9 (2020) 6987–6993.
- [11] F. Drünert, F. Lind, P. Vontobel, E.I. Kamitsos, L. Wondraczek, D. Möncke, Borosilicate glass layers on Mycenaean glass: Surface alterations by glass–borax–gold interactions, J. Non-Cryst. Solids: X, 3 (2019) 100020.
- [12] ASTM 552-22 Standard specification for cellular glass thermal insulation.
- [13] L. Han, F. Li, X. Deng, J. Wang, H. Zhang, S. Zhang, Foam-gelcasting preparation, microstructure and thermal insulation performance of porous diatomite ceramics with hierarchical pore structures, J. Eur. Ceram. Soc., 37 (2017) 2717–2725.
- [14] E. C. Robertson, Thermal properties of rocks, United States Department of the Interior Geological Survey, Open-File Report 88-441, Virginia, United State (1988) 110.

ประวัติผู้เขียน

นายชัยสิทธิ์ หล่องบุตรศรี เกิดเมื่อ 16 มิถุนายน พุทธศักราช 2542 โดยเริ่มศึกษาชั้นประถมศึกษาปีที่ 1 ที่โรงเรียนบ้านนาสมบูรณ์ ประถมศึกษาปีที่ 2-6 ที่โรงเรียนเทศบาล ๕ สหรัถวิทยา ชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 1-6 ที่โรงเรียนอนุตรพิทยานุกุล จังหวัดอุดรธานี สำเร็จการศึกษาเมื่อปีพุทธศักราช 2560 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี เมื่อปี พุทธศักราช 2564 หลังจากสำเร็จการศึกษาในระดับปริญญาตรี ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2565 ทำการศึกษาในหัวข้อวิทยานิพนธ์เรื่อง การกู้คืนเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนตจากตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์ภายใต้ที่ปรึกษาของ ผศ. ดร.สงบ คำค้อ โดยได้รับทุนผู้มีผลการเรียนดีเด่นระดับบัณฑิตศึกษาจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ซึ่งในระหว่างศึกษาต่อได้มีโอกาสทำงานเป็นผู้ช่วยสอนรายวิชาปฏิบัติการสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ และมีส่วนร่วมในงานวิจัยอื่น ๆ ดังนี้

รายวิชาปฏิบัติการที่ได้รับมอบหมายในการเป็นผู้ช่วยสอน

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

นอกจากนี้ยังได้รับมอบหมายให้เป็นผู้ช่วยนักวิจัยเพื่อดำเนินงานวิจัยที่ได้รับการสนับสนุนจากกรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ในหัวข้อวิจัย ดังนี้

- 1) เทคโนโลยีรีไซเคิลตะกอนแม่เหล็กสตรอนเชียมเฟอร์ไรต์โดยผลิตเป็นเฮมาไทต์และสตรอนเชียมคาร์บอเนต
- 2) เทคโนโลยีรีไซเคิลกรดเกลือเสื่อมสภาพ
- 3) เทคโนโลยีรีไซเคิลถ่านล้อย่านหินโดยการผลิตเป็นซีโอไลต์ฟูจาไซต์
- 4) โครงการพัฒนาดัชนีแบบเทคโนโลยีรีไซเคิลแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนแบบครบวงจร