

สมบัติทางโครงสร้างและแม่เหล็กของ Fe_3O_4 เฟอร์ไรต์ด้วยวิธีเผาแคลไซน์ของผงหมึกเหลือใช้

Structural and Magnetic Properties of Fe_3O_4 Ferrite by Calcination of Waste Toner

เกศริน มีมล* และอนุวัฒน์ หัสดี

สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏบ้านสมเด็จเจ้าพระยา

แขวงหิรัญรูจี เขตธนบุรี กรุงเทพมหานคร 10600

Kedsarin Meemon* and Anuwat Hassadee

Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Bansomdejchaopraya Rajabhat University,

Hiran Ruchi, Thonburi, Bangkok, 10600

บทคัดย่อ

ผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ อุณหภูมิห้อง, 500, 700, 900 และ 1,100 °C นาน 4 ชั่วโมง เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก ปริมาณองค์ประกอบธาตุ สภาพพื้นผิว และสมบัติทางแม่เหล็ก เมื่อวิเคราะห์ด้วย เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDX) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ เลื่อนกราด (SEM) และเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น (VSM) พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของผงหมึก เหลือใช้ที่อุณหภูมิห้องและ 500 °C เป็นสารประกอบ Fe_3O_4 เฟอร์ไรต์ มีโครงสร้างผลึกเป็นอินเวอร์ตสปิเนลคิวบิก และที่อุณหภูมิ 900 และ 1,100 °C เป็นสารประกอบของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรัล เมื่อ วิเคราะห์ปริมาณธาตุที่มีอยู่ของผงหมึกเหลือใช้ที่อุณหภูมิห้องเปรียบเทียบกับผลการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C พบว่าปริมาณของธาตุเหล็กสูงขึ้นจาก 32.28 เป็น 47.50 %wt และปริมาณคาร์บอนลดลงจาก 40.35 เป็น 6.96 %wt โดยลักษณะพื้นผิวของผงหมึกเหลือใช้ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้อง, 500 และ 700 °C มีลักษณะ เป็นอนุภาคทรงกลมขนาด 208, 233 และ 242 nm ตามลำดับ ขณะที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900 และ 1,100 °C มีลักษณะพื้นผิวของผงหมึกเหลือใช้เป็นเม็ดขนาดใหญ่กว่า นอกจากนี้ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500 °C ค่าการ อิ่มตัวแม่เหล็กของผงหมึกเหลือใช้สูงที่สุดและค่าลบล้างความเป็นแม่เหล็ก 73 emu/g และ 70 Oe ตามลำดับ และ ค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของผงหมึกเหลือใช้จะลดลงอย่างมาก เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C โดยค่า $M_s = 1$ emu/g เนื่องจากมีการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของ Fe_3O_4 ซึ่งมีสมบัติแม่เหล็กแบบเฟอร์ริแมกเนติก ไปเป็นโครงสร้าง ผลึกของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ซึ่งมีสมบัติทางแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โรแมกเนติก

คำสำคัญ : ผงหมึกเหลือใช้; แคลไซน์; เฟอร์ไรต์

Abstract

Waste toner was calcined at room temperature, 500, 700, 900 and 1,100 °C for 4 h. Structural, quantity of elements, morphology and magnetic properties were investigated by X-ray diffractometer (XRD), energy dispersive X-ray spectrometer (EDX), scanning electron microscope (SEM) and vibrating sample magnetometer (VSM). The waste toners that were calcined at room temperature and 500 °C were Fe_3O_4 ferrite and had inverse spinel cubic structure, whereas those calcined at 900 and 1,100 °C were $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and had rhombohedral structure. The comparison of elements of room temperature compared to 500 °C of calcining revealed that Fe content increased from 32.28 to 47.50 %wt, but C content decreased from 40.35 to 6.96 %wt. The morphology of waste toners that was calcined at room temperature, 500 and 700 °C had spherical and average particles with the sizes of 208, 233 and 242 nm, respectively. However, when calcined at 900 and 1,100 °C the morphology of waste toners showed larger grain size. At the calcination temperature of 500 °C, the maximum saturation magnetization (M_s) and coercivity (H_c) of the waste toners were 73 emu/g and 70 Oe, respectively. The saturation magnetization of waste toner was significantly reduced when calcined at 900 °C with $M_s = 1$ emu/g due to the crystalline structure of Fe_3O_4 and ferromagnetic became anti-ferromagnetic properties of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Keywords: waste toner; calcination; ferrite

1. บทนำ

เทคโนโลยีในปัจจุบันเติบโตอย่างก้าวกระโดด ทำให้มีการผลิตอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ออกมามากมาย ซึ่งผลกระทบที่ตามมา คือ ปัญหาขยะอิเล็กทรอนิกส์ (electronic waste หรือ E-waste) จากข้อมูลกรมควบคุมมลพิษได้มีการเก็บสถิติและพบว่าใน พ.ศ. 2556 มีซากโทรศัพท์มือถือ 9.14 ล้านเครื่อง ใน พ.ศ. 2557 เพิ่มขึ้นเป็น 9.75 ล้านเครื่อง และใน พ.ศ. 2558 จะเพิ่มขึ้นเป็น 10 ล้านเครื่อง ขณะที่ซากคอมพิวเตอร์ส่วนบุคคล (พีซี) พ.ศ. 2556 จำนวน 1.99 ล้านเครื่อง ใน พ.ศ. 2557 เพิ่มขึ้นเป็น 2.21 ล้านเครื่อง และใน พ.ศ. 2558 จะเพิ่มเป็น 2.42 ล้านเครื่อง และอุปกรณ์อีกชนิดที่มีปริมาณขยะเพิ่มขึ้น คือ ตลับหมึกเครื่องปริ้นเตอร์ เนื่องจากเป็นอุปกรณ์ที่จำเป็นต่อการทำงาน จากปัญหาดังกล่าวทางผู้วิจัย

เล็งเห็นปัญหาของขยะอิเล็กทรอนิกส์ และเห็นว่าในหน่วยงานต่าง ๆ ทั้งภาครัฐและเอกชนจะมีการใช้เครื่องปริ้นชนิดเลเซอร์ (laser printer) ซึ่งเมื่อใช้แล้วจะเปลี่ยนตลับหมึกใหม่ โดยตลับหมึกอันเก่าจะทิ้งไป โดยหลักการทั่วไปของเครื่องปริ้นชนิดนี้ เมื่อใช้หมดแล้วจะมีผงหมึกเหลือใช้ (waste toner) อยู่ในตลับหมึก หากผงหมึกเหลือใช้นี้ไปปนเปื้อนกับขยะมูลฝอยทั่วไปแล้ว จะทำให้เกิดมลพิษอากาศอย่างมาก เนื่องจากขนาดของผงหมึกเหลือใช้มีส่วนผสมของโลหะหนัก ซึ่งมีขนาดเล็กอยู่ในระดับไมคอนหรือไมโครเมตร ซึ่งเป็นอันตรายต่อระบบหายใจ โดยผงหมึก (toner) จะมีสารเติมแต่งสภาพแม่เหล็กเป็นองค์ประกอบ [1] ผู้วิจัยจึงมีแนวความคิดนำผงหมึกเหลือใช้ (waste toner) มาสังเคราะห์เป็นอนุภาคแม่เหล็กด้วยวิธีการเผาแคลไซน์ เพื่อนำไปใช้ในงาน

ด้านต่าง ๆ เช่น งานด้านวัสดุที่นำอนุภาคแม่เหล็กมาทดสอบการรั่วของชิ้นงาน [2] งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ที่นำอนุภาคแม่เหล็กมาขึ้นรูปเพื่อทำเป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ต่าง ๆ [3] หรือด้านการแพทย์ที่นำผงเหล็กมาช่วยในการรักษามะเร็ง [4]

2. วิธีการวิจัย

2.1 ผงหมึกตัวอย่าง

ผงหมึกตัวอย่างที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ คือ ผงหมึกเหลือใช้ของเครื่องปริ้นเลเซอร์ ยี่ห้อ HP รุ่น P1102 (เนื่องจากในหน่วยงานของผู้วิจัยมีการใช้เครื่องปริ้นเลเซอร์รุ่นนี้จำนวนมากว่า 400 ตลับต่อปี)

2.2 วิธีการเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์

นำผงหมึกเหลือใช้ของเครื่องปริ้นเลเซอร์ออกจากตลับหมึกแล้วบรรจุลงในถ้วยอลูมินา จากนั้น

นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ อุณหภูมิห้อง, 500, 700, 900 และ 1,100 °C นาน 4 ชั่วโมง ที่บรรยากาศปกติ จากนั้นนำผงหมึกเหลือใช้ที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์แล้วมาบดให้ละเอียดด้วยโกร้งอาเกต หลังจากบดแล้วจะได้ดังรูปที่ 1 เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (energy dispersive X-ray spectrometer, EDX) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (scanning electron microscope, SEM) และวิเคราะห์ความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องการวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั่น (vibrating sample magnetometer, VSM) ต่อไป



รูปที่ 1 ผงหมึกเหลือใช้หลังจากเผาแคลไซน์และบดอย่างละเอียดที่อุณหภูมิต่าง ๆ

3. ผลการวิจัยและวิจารณ์

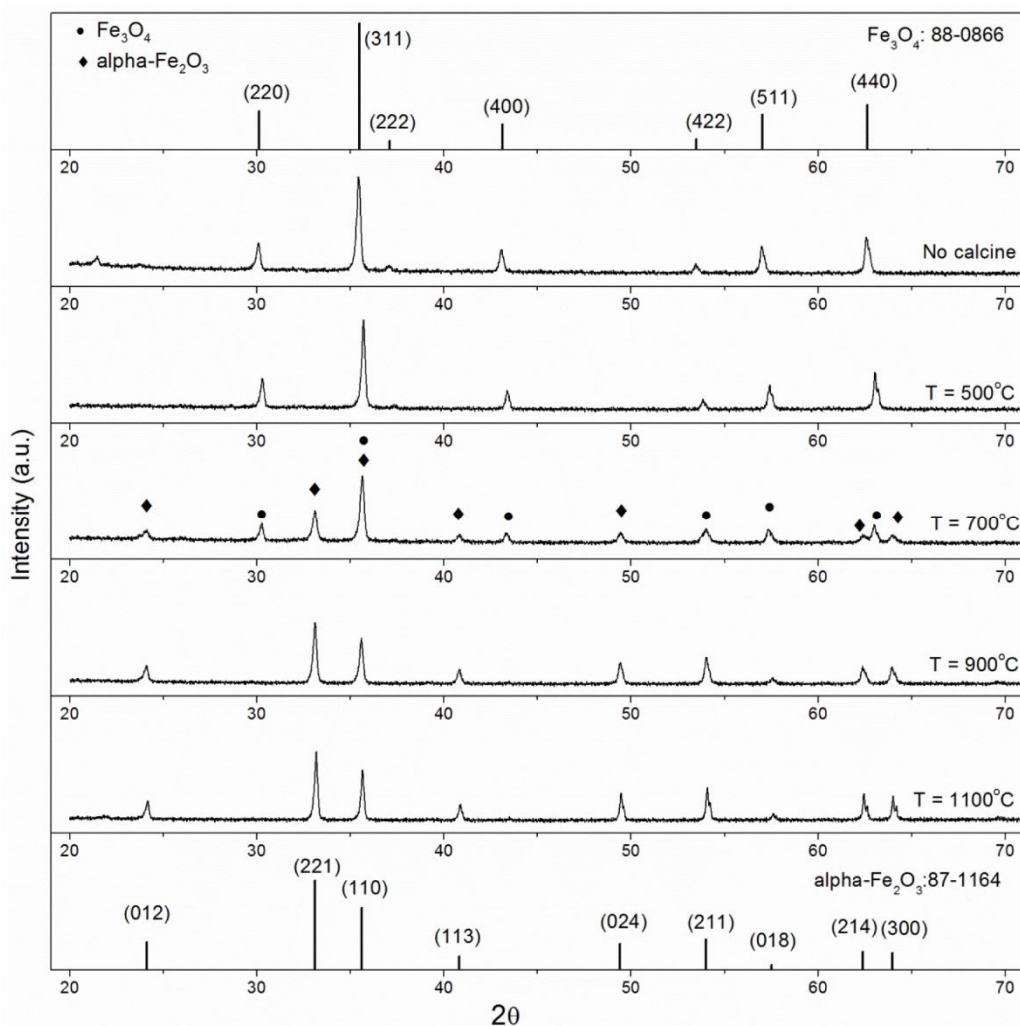
3.1 สมบัติทางโครงสร้างผลึก

ผงหมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ อุณหภูมิห้อง, 500, 700, 900 และ 1,100 °C นาน 4 ชั่วโมง ทดสอบลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, Bruker, D8) โดยใช้รังสีเอกซ์ของ $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5406 \text{ \AA}$) ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนดังรูปที่ 2 พบว่าลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่

อุณหภูมิห้อง (ไม่เผา) และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C นาน 4 ชั่วโมง มีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับค่ามาตรฐาน Fe_3O_4 : 88-0866 โดยมีระนาบของการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ คือ (220), (311), (222), (400), (422), (511) และ (440) จึงสามารถสรุปได้ว่าผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้องและ 500 °C จัดเป็นสารแม่เหล็ก Fe_3O_4 เฟอร์ไรต์ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอินเวิร์ตสปิเนลคิวบิก (inverse spinel cubic) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Worawong และคณะ ที่

สังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็ก Fe_3O_4 ด้วยวิธีการโซเจล [5] เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700, 900 และ 1,100 °C รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีการเปลี่ยนไปโดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900 และ 1,100 °C รูปแบบการเลี้ยวเบนจะตรงกับค่ามาตรฐาน $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$: 87-1164 โดยมีระนาบของการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ คือ (012), (221), (110), (113), (024), (211), (018), (214) และ (300) จึงสามารถสรุปได้ว่าผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ 900 และ 1,100 °C จัดเป็นสารแม่เหล็ก $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบรอม

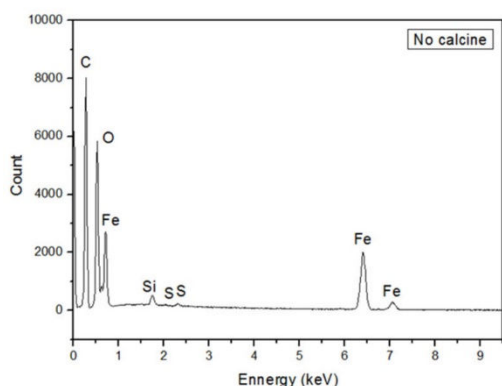
โบฮีดรัล (rhombohedral) นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าอนุภาคแม่เหล็ก Fe_3O_4 เริ่มเปลี่ยนเป็น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C สังเกตได้จากการที่มีเฟสการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ร่วมกันของ Fe_3O_4 และ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kazeminezhad และ Mosivand ที่วิจัยการเปลี่ยนเฟสของเหล็กในสารละลาย electro-oxidized จาก Fe_3O_4 เป็น γ และ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ด้วยการเผาด้วยอุณหภูมิสูง ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิ 700 °C จะเริ่มมีการเปลี่ยนเฟสการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ Fe_3O_4 เป็น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [6]



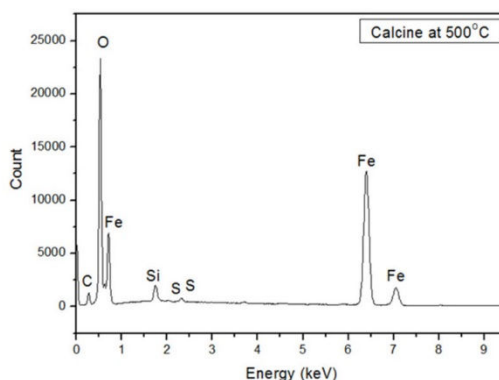
รูปที่ 2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงหมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ นาน 4 ชั่วโมง

การวิเคราะห์โครงสร้างของผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ทำให้ทราบถึงการเปลี่ยนแปลงของผงหมึกเหลือใช้ จึงนำไปสู่การวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ส่งผลต่อปริมาณธาตุทางเคมีที่มีอยู่ ทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน โดยการวิเคราะห์พบว่าผงหมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้องมีธาตุคาร์บอน (carbon, C) 40.35 %wt เหล็ก (iron, Fe) 32.38 %wt ออกซิเจน (oxygen, O) 26.42 %wt ซิลิกอน (silicon, Si) 0.59 %wt และกำมะถัน (sulfur, S) 0.25 %wt เป็นส่วนประกอบ แต่เมื่อเผาผงหมึกเหลือใช้แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C นาน 4 ชั่วโมง พบว่าปริมาณธาตุคาร์บอนลดลงเหลือ 6.96 %wt แต่เหล็กเพิ่มขึ้นเป็น 47.50 %wt ออกซิเจนเพิ่มขึ้นเป็น 43.71 %wt ซิลิกอนเพิ่มขึ้นเป็น 1.50 %wt และกำมะถันเพิ่มขึ้นเป็น 0.32 %wt ดังรูปที่ 3 แสดงให้

เห็นว่าเมื่อนำผงหมึกเหลือใช้เผาที่อุณหภูมิ 500 °C สามารถลดปริมาณของคาร์บอนออกไปได้ ทำให้ปริมาณของเหล็กและออกซิเจนเพิ่มขึ้น เนื่องจากในผงหมึกเหลือใช้จะมีโพลิเมอร์เป็นส่วนประกอบเพื่อใช้ในการติดประสาน และการให้สีดำของผงหมึกกับกระดาษที่ใช้ในการพิมพ์ [1] โดยโพลิเมอร์เหล่านั้นมีส่วนประกอบของคาร์บอนเป็นหลัก เมื่อโพลิเมอร์ได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 500 °C นาน 4 ชั่วโมง จะถูกเผาไหม้ออกไปทำให้ปริมาณของธาตุเหล็ก ออกซิเจน ซิลิกอน และกำมะถันสูงขึ้น ดังรูปที่ 3 (ข้อมูลปริมาณธาตุที่อุณหภูมิ 700, 900 และ 1,100 °C ดูได้จากตารางที่ 1) สามารถกล่าวได้ว่าวิธีการเผาแคลไซน์สามารถจัดปริมาณสารเคมีออกไปได้ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yotsakit และคณะ ที่ใช้กระบวนการเผาแคลไซน์ที่ทำให้ปริมาณซิลิกาในซีเมนต์ลดลง [7]



(ก)



(ข)

รูปที่ 3 สเปกตรัมปริมาณธาตุที่มีอยู่ในผงหมึกเหลือใช้ (ก) อุณหภูมิห้อง (ไม่เผา) และ (ข) เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C นาน 4 ชั่วโมง

3.2 สมบัติด้านลักษณะพื้นผิว

ลักษณะของผงหมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ทดสอบด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ดังรูปที่ 4 ผล

การวิเคราะห์พบว่าลักษณะพื้นผิวของผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้อง, 500 และ 700 °C มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลม และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 208, 233 และ 242 nm ตามลำดับ ส่วนลักษณะผง

หมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 และ 1,100 °C มีลักษณะเป็นเม็ดมีขนาดใหญ่เนื่องจากพลังงานความร้อนที่ได้รับที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นต้นไป จะมีพลังงานความร้อนเพียงพอที่ทำให้อนุภาค Fe_3O_4

รวมตัวเป็นเม็ดของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ และโครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนไปจากที่เป็นอินเวิร์ดสปิเนลคิวบิกกลายเป็นรอมโบฮีดรอลสอดคล้องกับผลทางโครงสร้างผลึก

ตารางที่ 1 ปริมาณธาตุของผงหมึกเหลือของการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

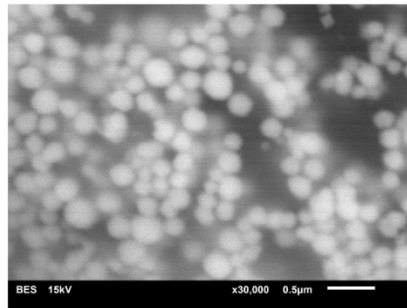
อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ปริมาณธาตุที่มีอยู่ (%wt)				
	C	Fe	O	Si	S
ไม่เผา	40.35	32.38	26.42	0.59	0.25
500	6.96	47.50	43.71	1.50	0.32
700	4.09	61.78	32.73	1.10	0.29
900	4.44	51.59	42.18	1.78	0
1100	2.37	54.54	42.47	0.61	0

3.3 สมบัติทางแม่เหล็ก

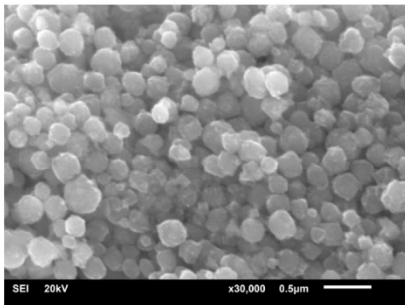
สมบัติทางแม่เหล็กของผงหมึกเหลือใช้เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้อง, 500, 700, 900 และ 1,100 °C นาน 4 ชั่วโมง ทดสอบด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น ดังรูป 5 ผลการทดลองจากวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ชี้ให้เห็นว่าผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ทั้งหมดจัดเป็นแม่เหล็กแบบชั่วคราว (soft magnetic) เนื่องจากมีขนาดของวงฮิสเทอรีซิสที่แคบทำให้มีค่าลบล้างแม่เหล็ก (coercivity, H_c) ที่ต่ำ และค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของวัสดุ (saturation magnetization, M_s) ที่สูง [8]

จากรูปที่ 5 เมื่อนำผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ทดสอบสมบัติทางแม่เหล็กสามารถแบ่งประเภทของวัสดุแม่เหล็กออกได้ 2 รูปแบบ คือ ค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของวัสดุสูง และค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของวัสดุต่ำ โดยค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของวัสดุสูง ได้แก่ ผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิห้อง, 500 และ 700 °C มีค่าการ

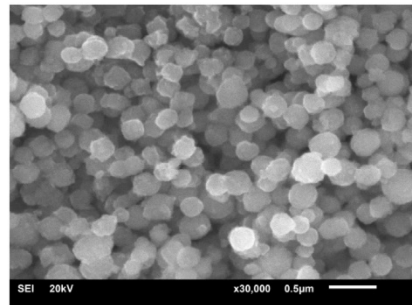
อิ่มตัวทางแม่เหล็กเท่ากับ 37, 73 และ 43 emu/g ตามลำดับ โดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์นี้จะได้สารแม่เหล็กของ Fe_3O_4 (magnetite) จัดเป็นสารแม่เหล็กประเภทเฟอร์ริแมกเนติก (ferrimagnetic) หรือเฟอร์ไรท์ (ferrite) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Nucharee และคณะ ที่สังเคราะห์อนุภาคนาโนของ Fe_3O_4 ด้วยวิธี oxidative alkaline hydrolysis ของผงเหล็ก ที่มีค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็ก 77 emu/g ที่อุณหภูมิในการเตรียมที่ 70 °C [9] และค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กต่ำ ได้แก่ ผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ 900 และ 1,100 °C โดยมีค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กเท่ากับ 1 และ 1.4 emu/g ตามลำดับ ดังตารางที่ 2 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Jalaly และคณะ ที่สังเคราะห์ Ni-Zn เฟอร์ไรท์ แล้วมีเฟสของ Fe_2O_3 ปรากฏขึ้นซึ่งไม่ส่งผลต่อความเป็นแม่เหล็กของ Ni-Zn เฟอร์ไรท์ [10] โดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์นี้จะได้สารแม่เหล็กของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (magnetite) จัดเป็นสารแม่เหล็กประเภทแอนติเฟอร์ริแมกเนติก (antiferromagnetic) โดยจะมีค่าการอิ่มตัวแม่เหล็กที่ต่ำ [11,12]



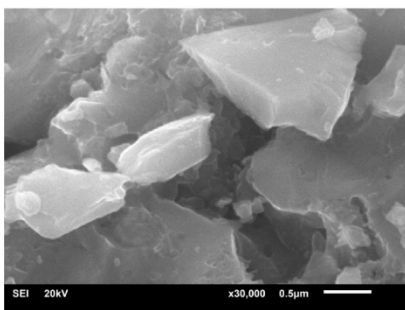
(ก) อูณหภูมิตั้ง



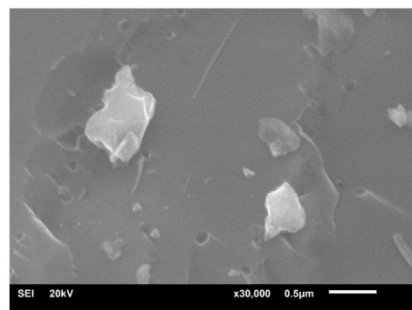
(ข) 500 °C



(ค) 700 °C

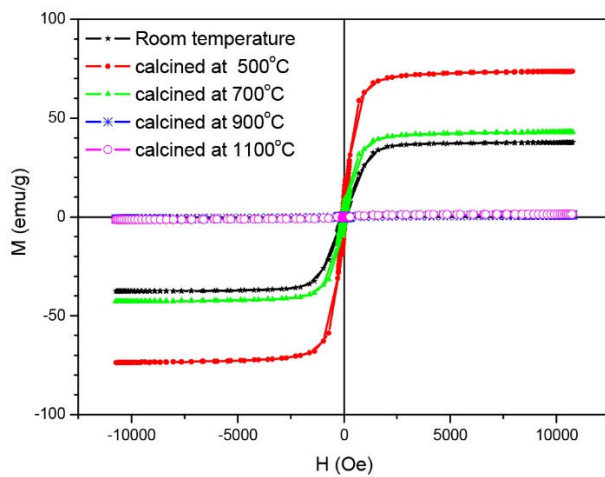


(ง) 900 °C



(จ) 1,100 °C

รูปที่ 4 ลักษณะพื้นผิวของผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ นาน 4 ชั่วโมง



รูปที่ 5 วงฮีสเทอรีซิสของผงหมึกเหลือใช้ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ นาน 4 ชั่วโมง

ตารางที่ 2 สมบัติทางด้านกายภาพของผงหมึกเหลือใช้หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ลักษณะพื้นผิว	ขนาดอนุภาค (nm)	ค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็ก ของวัสดุ, M_s (emu/g)	ค่าลบล้างความเป็น แม่เหล็ก, H_c (Oe)
ไม่เผา	อนุภาค	208±0.05	37	42
500	อนุภาค	233±0.06	73	70
700	อนุภาค	242±0.72	43	83
900	เม็ด	-	1.0	410
1100	เม็ด	-	1.4	201

4. สรุปผลการวิจัย

ผงหมึกเหลือใช้ที่อุณหภูมิห้อง (ไม่เผา) จะมีปริมาณธาตุคาร์บอน เหล็ก และออกซิเจน 40.35, 32.38 และ 26.42 %wt ตามลำดับ เป็นองค์ประกอบ โดยมีการรวมกันเป็นสารประกอบ Fe_3O_4 ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กประเภทเฟอร์ริแมกเนติกหรือเฟอร์ไรท์ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอินเวิร์ตสปิเนลคิวบิก มีลักษณะพื้นผิวเป็นอนุภาคขนาด 208 nm มีสมบัติทางแม่เหล็กเป็นแบบชั่วคราว โดยมีค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็กของวัสดุ 37 emu/g และค่าลบล้างความเป็นแม่เหล็ก 42 Oe เมื่อนำผงหมึกเหลือใช้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C นาน 4 ชั่วโมง พลังงานความร้อนของกระบวนการแคลไซน์ทำให้ปริมาณคาร์บอนลดลงอย่างมาก (คงเหลือ 6.96 %wt) โดยปริมาณของเหล็กและออกซิเจนเพิ่มขึ้น (เป็น 47.50 และ 43.71 %wt ตามลำดับ) เนื่องจากปริมาณคาร์บอนที่หายไปเป็นคาร์บอนของโพลิเมอร์ มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเป็น 233 nm แต่ผงหมึกเหลือใช้ที่อุณหภูมิ 500 °C ยังคงเป็นสารประกอบของ Fe_3O_4 และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอินเวิร์ตสปิเนลคิวบิก สมบัติทางแม่เหล็กสูงขึ้น โดย M_s = 73 emu/g และ H_c = 70 Oe ซึ่งเป็นอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมที่สุดในด้านเพิ่มความเป็นแม่เหล็กให้กับวัสดุ และผงหมึกเหลือใช้จะสูญเสียความเป็นแม่เหล็กที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 900 °C มี

ลักษณะเป็นเม็ดเนื่องจากโครงสร้างมีการเปลี่ยนไปเป็น $\alpha-Fe_2O_3$ ซึ่ง $\alpha-Fe_2O_3$ จัดเป็นประเภทแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โรแมกเนติก ซึ่งจะมีค่าต่ำ (M_s = 1 emu/g)

5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏบ้านสมเด็จเจ้าพระยา ที่สนับสนุนงบประมาณการทำวิจัย

ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พงศกร จันทรรัตน์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ให้ความอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือการทดสอบสมบัติทางแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น (VSM) ในการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กเป็นอย่างดี

ขอขอบคุณ อาจารย์ประพนธ์ เลิศลอยปัญญาชัย สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง ที่ให้ความอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกเป็นอย่างดี

ขอขอบคุณ อาจารย์ศุภลักษณ์ เอื้อสียาพันธุ์ ภาควิชาเทคโนโลยีการพิมพ์และบรรจุภัณฑ์ คณะครุศาสตร์อุตสาหกรรมและเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ที่ให้ความสนับสนุนองค์ความรู้เรื่องผงหมึกเป็นอย่างดี

6. รายการอ้างอิง

- [1] จันทิรา โกมาสติดิย์, 2554, เอกสารการสอนวัสดุทางการพิมพ์, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมาธิราช, นนทบุรี, 52 น.
- [2] ปริญญา พงษ์สิน, ธนพงษ์ สุริเย และธีรพงศ์ นิรัตน์วงศ์, 2555, การประยุกต์ใช้การตรวจสอบโดยใช้อินฟราเรดแม่เหล็กในกระบวนการผลิตท่อบรรจุดินขับ, น. 1137-1143, การประชุมวิชาการช่างงานวิศวกรรมอุตสาหกรรม, มหาวิทยาลัยศรีปทุม, กรุงเทพฯ.
- [3] Yoshikazu, T., Masahide, N., Satoshi, H., Koichi, T. and Minoru, U., 2003, Synthesis of ferrite nanoparticles by mechano-chemical processing using a ball mill, Mater. Transact. 44: 277-284.
- [4] ธีรพงษ์ พวงมะลิ, 2556, การนำส่งยาด้วยอนุภาคนาโนแม่เหล็ก : กระสุนจิ๋วพิชิตมะเร็ง, ว. วิทย. มข. 41(3): 607-620.
- [5] Worawong, A., Jutarosaga, T. and Onreabroy, W., 2014, Influence of calcination temperature on synthesis of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles by sol-gel method, Adv. Mat. Res. 979: 208-211.
- [6] Kazeminezhad, I. and Mosivand, S., 2014, Phase transition of electro-oxidized Fe_3O_4 to γ and α - Fe_2O_3 Nanoparticles using sintering treatment, Acta. Phys. Pol. A 125: 1210-1214.
- [7] Yotsakit, R., Nattapon, S., Kitipun, B., Patarawagee, Y. and Jakrapong, K., 2013, Characterization of rice straw ash and utilization in glass production, Ada. Mat. Res. 748: 304-308.
- [8] Hassadee, A., Jutarosaga, T. and Onreabroy, W., 2012, Effect of zinc substitution on structural and magnetic properties of cobalt ferrite, Proced. Eng. 32: 597-602.
- [9] Nucharee, C., Darunee, B. and Tripob, B., 2010, Magnetic properties of magnetite nanoparticles synthesized by oxidative alkaline hydrolysis of iron powder, Kasetsart J. (Nat Sci.) 44: 963-971.
- [10] Jalaly, M., Enayati, M.H., Kameli, P. and Karimzadeh, F., 2010, Effect of composition on structural and magnetic properties of nanocrystalline ball milled $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrite, Physica B 405: 507-512.
- [11] Raul, V., 2005, Magnetic ceramics, Cambridge University Press, Cambridge, 120 p.
- [12] สุปรีย์ พินิจสุนทร, 2558, วัสดุแม่เหล็ก, ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น, ขอนแก่น, 94 น.