

กระบวนการนำกลับโลหะเงินจากของเสียในห้องปฏิบัติการ และอุตสาหกรรม

Process for recovering silver from waste of laboratory and industry



โดย

นางสาวศุภานันท์ สุนันต์ตะ

นางสาวพรเพ็ญ เสือขำ

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2556

เรื่อง กระบวนการนำกลับโลหะเงินจากการของเสียในห้องปฏิบัติการ และอุตสาหกรรม

โดย นางสาวศุภานันท์ สุนันต์๊ะ

นางสาวพรเพ็ญ เสือซ้ำ

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ



รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบ และอนุมัติโดย หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

.....
()

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วัน เดือน พ.ศ.

ชื่อโครงการ	กระบวนการนำกลับโลหะเงินจากการของเสียในห้องปฏิบัติการ และอุตสาหกรรม	
ชื่อนิสิตในโครงการ	1. นางสาวศุภานัน สุนันตะ	เลขประจำตัว 5333125023
	2. นางสาวพรเพ็ญ เสือขำ	เลขประจำตัว 5333096423
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ชูชาติ ธรรมเจริญ	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รศ. ดร.สนอง เอกสิทธิ์	
ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2556		

บทคัดย่อ

โลหะเงิน มีการใช้ประโยชน์อย่างมากในอุตสาหกรรม ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาระบวนการของการนำกลับโลหะเงินจากของเสียในห้องปฏิบัติการ และอุตสาหกรรม โดยการวิเคราะห์แบบกราวิเมตริก (Gravimetric analysis) ด้วยวิธีการออกแบบแผนการทดลอง (Experimental design) เพื่อพัฒนาประสิทธิภาพการนำกลับโลหะเงิน ให้พร้อมต่อการแปรรูปเป็นเม็ดโลหะเงินบริสุทธิ์ โดยทำการศึกษาอิทธิพลของ pH, ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[Ag^+]$), อัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[H_2O_2]/[Ag^+]$) และการใช้น้ำประปาแทนการใช้น้ำปราศจากไอออน (Deionized water, DI) ที่มีต่อร้อยละผลได้กลับคืนโลหะเงิน เพื่อหาอิทธิพลที่เหมาะสม ในการเพิ่มประสิทธิภาพการนำกลับโลหะเงิน และศึกษา สัณฐานวิทยาของโลหะเงินที่สกัดได้ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) เพื่อวัดขนาด ตรวจสอบสภาพของโลหะเงินที่นำกลับได้ จากการศึกษาอิทธิพลดังกล่าวนี้พบว่า pH ที่เหมาะสมที่สุดคือ 12, ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[Ag^+]$) คือ 0.081 โมลาร์, อัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[H_2O_2]/[Ag^+]$) คือ 8 ขนาดของโลหะเงินมีสัณฐานวิทยาหลายแบบปะปนกันไป ขนาดตั้งแต่ 2 - 50 ไมโครเมตร และสามารถใช้น้ำประปาแทนการใช้น้ำปราศจากไอออนได้ ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้

คำสำคัญ: โลหะเงิน, การวิเคราะห์แบบกราวิเมตริก, แบบแผนการทดลอง

Title Process for recovering silver from waste of laboratory and industry

Student names 1. Miss Suphanan Sununta ID 5333125023

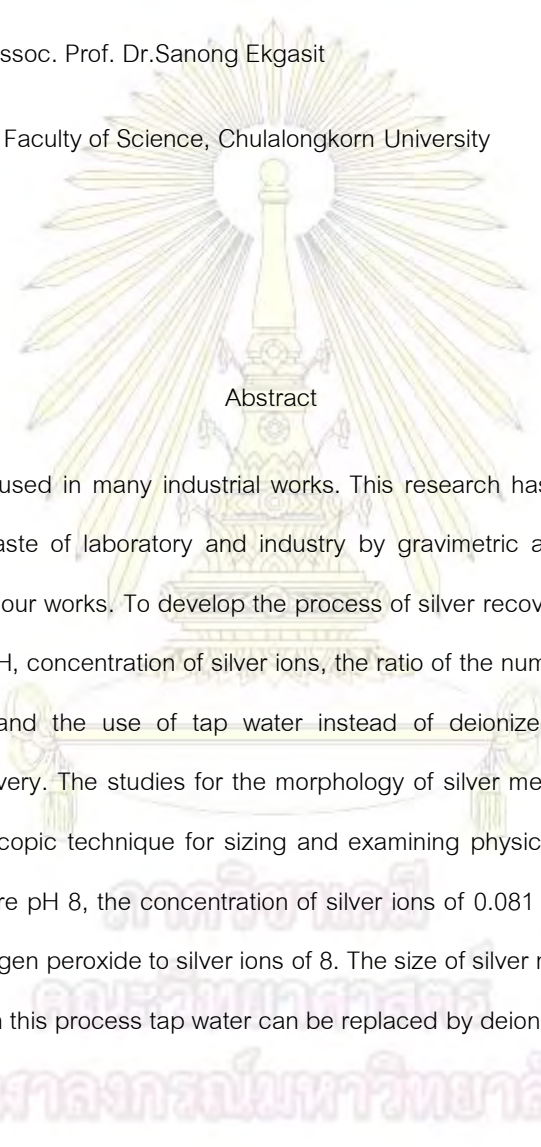
2. Miss Pornpen Sueakham ID 5333096423

Advisor Assoc. Prof.Chuchaat Thammacharoen

Co-advisor Assoc. Prof. Dr.Sanong Ekgasit

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University

Academic Year 2013



Abstract

Silver has been used in many industrial works. This research has studied the process for recovering silver from waste of laboratory and industry by gravimetric analysis and experimental design that is suitable for our works. To develop the process of silver recovery, the researchers have studied the influence of pH, concentration of silver ions, the ratio of the number of moles of hydrogen peroxide to silver ions and the use of tap water instead of deionized water that affects the percentage of silver recovery. The studies for the morphology of silver metal were characterized by scanning electron microscopic technique for sizing and examining physical feature. As the results, the optimum conditions are pH 8, the concentration of silver ions of 0.081 molar and the ratio of the number of moles of hydrogen peroxide to silver ions of 8. The size of silver metal is varied from 2 – 50 micrometers. Moreover, in this process tap water can be replaced by deionized water.

Keywords: Silver, Gravimetric analysis, Experimental design

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการเอื้อเฟื้อสถานที่ อุปกรณ์ เครื่องมือ ตำรา และทุนสนับสนุนงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณหน่วยปฏิบัติการวิจัยอุปกรณ์รับรู้ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการทดลอง สารเคมี คู่มือการทำรายงาน ตลอดจนเครื่องมือการทำวิจัย คอมพิวเตอร์ และเครื่องพิมพ์สำหรับการจัดทำรายงานฉบับนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ชูชาติ ธรรมเจริญ อาจารย์ที่ปรึกษา และรองศาสตราจารย์ ดร.สนอง เอกสิทธิ์ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม สำหรับคำแนะนำ แนวคิด กระบวนการทดลอง และคำแนะนำในการเขียนรายงานวิจัย หากไม่มีอาจารย์ทั้งสองท่าน งานวิจัยนี้คงไม่สามารถเกิดขึ้นได้

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.นำพล อินสิน และอาจารย์ ดร.พร้อมพงศ์ เพียรพิณิจธรรม ที่สละเวลามาเป็นกรรมการสอบ และให้คำแนะนำที่มีคุณค่า

ขอขอบคุณพี่หยาณชนะ เกตมาลา และพี่ๆ ในหน่วยปฏิบัติการวิจัยอุปกรณ์รับรู้ ที่ให้คำแนะนำ และความดูแล ตลอดระยะเวลาที่ทำงานวิจัย จนงานวิจัยนี้สำเร็จได้

ท้ายที่สุดนี้ ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่เป็นกำลังใจ และให้การสนับสนุนให้ข้าพเจ้าได้ มุมนานะ พุ่มเทก่าลังกาย และกำลังใจในการศึกษาโครงการวิจัยนี้ จนสำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ทุกประการ

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หัวข้อ	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1: บทนำ	
1.1 ความเป็นมา	1
1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	1
1.3 วัตถุประสงค์	3
1.4 ขอบเขตงานวิจัย	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2: ความรู้เบื้องต้นในงานวิจัย	
2.1 วิธีการแยกเงิน	5
2.1.1 การให้อิเล็กตรอนด้วยโลหะ (Galvanic method)	5
2.1.2 การแยกด้วยไฟฟ้า (Electrolysis)	6
2.1.3 การหลอม (Smelting)	6
2.1.4 การทำให้ตกตะกอนโดยวิธีทางเคมี (Chemical Reduction)	7



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

2.2 การออกแบบการทดลอง (Design of Experiment, DOE)	7
2.2.1 Full Factorial Design	7
2.2.2 Fractional Factorial Design	8
2.2.3 Central Composite Design	9
2.2.4 สมการทางคณิตศาสตร์ในเชิงปริมาณ (Quantitative modeling)	10
2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy)	12
บทที่ 3: การทดลอง	
3.1 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้	15
3.1.1 สารเคมี	15
3.1.2 เครื่องมือ	15
3.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล	15
3.3 การเตรียมซิลเวอร์คลอไรด์	15
3.4 การเตรียมสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์ 0.513 โมลาร์	16
3.5 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คลอไรด์ ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล	16
3.6 การหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน (%recovery) ด้วยวิธีการ Experimental design แล้วหาร้อยละผลได้กลับคืน	17
3.7 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืน ของสมการ ที่ได้จากวิธีการ Experimental design	20

3.8 ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน	22
ด้วยวิธีการ Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน	
3.9 การเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจเอกลักษณ์ของโลหะเงินด้วย	23
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	
บทที่ 4: ผลการทดลอง	
4.1 ผลการทดลองหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมัลชันตัวซิลเวอร์คอลลอยด์	24
ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวลต่อปริมาตร	
4.2 ผลการหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน	24
ด้วยวิธีการ Experimental design แล้วหาร้อยละผลได้กลับคืน	
4.3 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืนของสมการที่ได้	29
จากระบบ Experimental design	
4.4 ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ	29
Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน	
4.5 ผลการตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
4.5.1 โลหะเงินที่นำกลับได้โดยใช้น้ำปราศจากไอออน	31
4.5.2 เปรียบเทียบโลหะเงินที่นำกลับได้โดยใช้น้ำประปา และน้ำปราศจากไอออน	32
บทที่ 5: สรุปผลการทดลอง	
บรรณานุกรม	35



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

รูป	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงการทดลองแบบ full factorial ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปรโดยแต่ละตัวแปร มีการเปลี่ยนค่าไป 2 ค่า (-, +) (x_1 x_2 และ x_3 คือตัวแปรที่ 1 2 และ 3 ตามลำดับ)	8
รูปที่ 2.2 แสดงการทดลองแบบ Fractional Factorial design ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปร โดยแต่ละตัวแปรมีการเปลี่ยนค่าไป 2 ระดับค่า (-, +) โดย x_1 x_2 และ x_3 คือ ตัวแปรที่ 1 2 และ 3 ตามลำดับ	9
รูปที่ 2.3 แสดงการทดลองการทดลองแบบ Central Composite ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปร โดยแต่ละตัวแปรมีการเปลี่ยนค่าไป 3 ระดับค่า (-, 0, +) ที่ประกอบไปด้วย จำนวนการทดลองจาก full factorial, star และ replication	10
รูปที่ 2.4 รูปแบบของเมทริกซ์และเวกเตอร์ที่เปลี่ยนรูปมาจากสมการเชิงเส้น	11
รูปที่ 2.5 แสดงหลักการทำงานของเครื่อง SEM	13
รูปที่ 2.6 แสดงพื้นผิวที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM	13
รูปที่ 4.1 อิทธิพลของความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินกับ pH ที่มีผลต่อร้อยละ ของการนำกลับของโลหะเงิน เมื่อทำการนำกลับโลหะเงินที่สกัดส่วนโดยจำนวนโมล ของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินเท่ากับ 8 เท่า	27
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออน ของโลหะเงินกับ pH ที่มีผลต่อร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินเมื่อทำการ นำกลับโลหะเงินที่ความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินเท่ากับ 0.246 โมลาร์	28

รูปที่ 4.3 อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของ 29

โลหะเงินกับความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินที่มีผลต่อร้อยละ

ของการนำกลับของโลหะเงินเมื่อทำการนำกลับโลหะเงินที่ pH เท่ากับ 12

รูปที่ 4.4 อิทธิพลของค่า pH สัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 32

ต่อไอออนของโลหะเงิน และความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินที่มีผล

ต่อรูปร่างของโลหะเงินที่นำกลับได้ หมายเลข 1-20 คือ หมายเลขตัวอย่างใน

ตารางที่ 3.3 ซึ่งสังเคราะห์ตามเงื่อนไขที่กำหนด

รูปที่ 4.5 รูปเปรียบเทียบของโลหะเงินที่นำกลับได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน 33

แบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมา

ในปัจจุบัน การนำโลหะเงินจากแหล่งทุติยภูมิ เช่น เศษเครื่องประดับ เศษอิเล็กทรอนิกส์ ฟิล์มเก่า น้ำยาชุบที่หมดสภาพ เป็นต้น กลับมาใช้ประโยชน์ใหม่เป็นสิ่งจำเป็น เนื่องจากแหล่งแร่ต่างๆ ที่เป็นแหล่งปฐมภูมินั้นเป็นสิ่งที่ใช้แล้วหมดไป ประกอบกับราคาของโลหะเงินมีแนวโน้มสูงขึ้นเรื่อยๆ และเพื่อเป็นการลดปริมาณของเสีย จึงมีการศึกษาวิธีการในการนำกลับโลหะเงินที่ถูกแปรรูปและใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมเรียบร้อยแล้ว กลับมาใช้ใหม่ ซึ่งพบว่าวิธีการนำกลับโลหะเงินที่ใช้ในปัจจุบันนั้นมีความจำเพาะต่อชนิดของของเสีย ความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะเงินในของเสีย รวมถึงมีการลงทุนที่สูงจึงเป็นเหตุทำให้การนำกลับโลหะเงินยังไม่เป็นที่นิยม ด้วยเหตุนี้จึงได้คิดหาวิธีการนำกลับโลหะเงินที่สามารถทำได้ง่าย รวดเร็ว ไม่จำกัดปริมาณในการนำกลับแต่ละครั้งโดยใช้กระบวนการตกตะกอน ด้วยสารเคมีราคาถูกและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมในการนำกลับ ทั้งนี้ได้เริ่มจากการทดลองนำกลับโลหะเงินเพื่อประยุกต์ใช้กับกระบวนการนำกลับโลหะเงินจากของเสียในห้องปฏิบัติการเคมี และอุตสาหกรรม

1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 2000 Ajiwe และ Anyadiegwu^[1] ศึกษาการแยกโลหะเงินจากของเสียที่มาจากโรงงาน โดยการเติม Cassava cyanide solution เพื่อทำการสกัดโลหะเงินออกมา แล้วนำกลับโลหะเงินด้วยวิธีการทางไฟฟ้า 2 วิธี ได้แก่ internal electrolysis และ external electrolysis ซึ่งใช้ขั้วไฟฟ้าเหล็กเป็นขั้วแคโทด และใช้ขั้วไฟฟ้าสังกะสีเป็นขั้วแอโนด ผลการทดลองพบว่า ประสิทธิภาพการแยกโลหะเงินออกจากของเสียทั้งที่เป็นของแข็งและที่เป็นน้ำที่มีประสิทธิภาพดีกว่าเป็น 3 เท่าของวิธีที่ไม่เติม Cassava cyanide solution ลงไปทั้งในวิธี internal electrolysis และ external electrolysis เมื่อเปรียบเทียบทั้งสองวิธีแล้ว พบว่า วิธีที่ดีที่สุดคือ วิธี external electrolysis ที่เติม Cassava cyanide solution

ในปี ค.ศ. 2004 Hosseini และคณะ^[2] ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกโลหะเงินจากกระดาษถ่ายภาพ โดยใช้วิธี external electrolysis ซึ่งใช้ขั้วไฟฟ้าทองเหลืองเป็นขั้วแคโทด และใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเป็นขั้วแอโนด โดยใช้สารละลายแอมโมเนียละลายสารประกอบของโลหะเงิน ซึ่งตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพของ

การแยกโลหะเงินออกจากกระดาษถ่ายภาพมี 4 ตัวแปร ได้แก่ เวลาในการทำอิเล็กโทรไลซิส, ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย, อุณหภูมิของสารละลาย และศักย์ไฟฟ้าอิเล็กโทรไลซิส ผลการทดลอง พบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุด คือ เวลาในการทำอิเล็กโทรไลซิส 7.5 ชั่วโมง, ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย 1.3359 mol/L, อุณหภูมิของสารละลาย 25 องศาเซลเซียส และศักย์ไฟฟ้าอิเล็กโทรไลซิส 4.5 โวลต์ ซึ่งในสภาวะดังกล่าวสามารถแยกโลหะเงินออกจากกระดาษถ่ายภาพได้ 91.3%

ในปี ค.ศ. 2006 Sathaiyan และคณะ^[3] ศึกษาการแยกโลหะเงินออกจากเซลล์ปฐมภูมิ ซิลเวอร์ออกไซด์ (Ag_2O) ในถ่านกระดุม ซึ่งแยกโดยการหลอม (smelting) และวิธีอิเล็กโทรไลซิส (electrolysis) ในขั้นแรกเซลล์ปฐมภูมิซิลเวอร์ออกไซด์ จะถูกชะโดยกรดไนตริกก่อน แล้วแยกโลหะเงินออกโดยทำให้ตกตะกอนเป็นซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) โดยการเติมโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ที่มากเกินไป ซึ่งวิธีการหลอม (smelting) จะนำซิลเวอร์คลอไรด์ ไปหลอมรวมกับโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส วิธีการนี้สามารถแยกโลหะเงินได้ 83% ส่วนวิธีการทางอิเล็กโทรไลซิส จะทำการเปลี่ยนซิลเวอร์คลอไรด์ให้อยู่ในรูปที่สามารถละลายน้ำได้ โดยเปลี่ยนให้เป็นสารเชิงซ้อนของซิลเวอร์ไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_3[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]$) ด้วยการเติมโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) แล้วให้ศักย์ไฟฟ้าโดยควบคุมให้อยู่ระหว่าง -0.400 ถึง -0.600 โวลต์ (SCE) เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง ซึ่งวิธีนี้สามารถแยกโลหะเงินได้ 99.81%

ในปี ค.ศ. 2008 Zhouxiang และคณะ^[4] ศึกษาวิธีแยกเอาโลหะเงินจากแผ่นฟิล์มเอ็กซ์เรย์ที่ไม่ใช้แล้ว โดยใช้โพแทสเซียมโบโรไฮไดรด์ (KBH_4) รีดิวซ์ซิลเวอร์ไทโอซัลเฟต $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$ ซึ่งเป็นส่วนผสมใน fixing bath ที่ pH 8-9 ผลการศึกษาพบว่า สามารถแยกโลหะเงิน (silver powder) ที่อยู่ใน fixing bath ออกมาได้ จากนั้นนำโลหะเงินที่ได้ผสมกับ ดินประสิว, สารบอแรกซ์, โซเดียมคาร์บอเนต และแกรไฟต์ ในบ้ำหลอม (crucible) แล้วทำการหลอมที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จะได้โลหะเงิน (silver grain) ซึ่งมีความบริสุทธิ์ 99.6% และสามารถแยกเอาโลหะเงินจาก fixing bath ได้ 98.0% ส่วน $[\text{Fe}(\text{EDTA})]^{2-}$ ซึ่งเป็นส่วนผสมใน fixing bath เช่นกัน จะถูกออกซิไดซ์โดยอากาศ ซึ่งสามารถใช้เป็น leaching solution ชะเอาโลหะเงินออกจากแผ่นฟิล์มเอ็กซ์เรย์ ซึ่งได้ 95.8% และมีความบริสุทธิ์ 99.5%

ในปี ค.ศ. 2008 Khunprasert และคณะ^[5] ศึกษาการแยกโลหะเงินออกจากแผ่นฟิล์มเอ็กซ์เรย์ที่ใช้ประโยชน์แล้วในประเทศไทย โดยใช้กรดอ่อน ได้แก่ กรดออกซาลิก, กรดแอสติก และกรดมาลินิก เป็นตัวสกัด (leaching agent) เพื่อแยกโลหะเงินออกจากแผ่นฟิล์มเอ็กซ์เรย์ โดยการทดลองต้องอยู่ในสภาวะอุณหภูมิต่ำ ซึ่งพบว่า กรดออกซาลิก ความเข้มข้น 5% w/v เป็นตัวสกัดที่ดีที่สุด โดยสามารถแยกโลหะเงินออกจากแผ่นฟิล์มเอ็กซ์เรย์ได้ 100%

ในปี ค.ศ. 2010 Aktas^[6] ศึกษาการแยกโลหะเงินจากแบตเตอรี่กระดุมที่ใช้แล้ว ด้วยวิธีการ hydrometallurgical ซึ่งแยกโดยการนำแบตเตอรี่กระดุมที่ใช้แล้วมาบดและทำให้แห้ง นำมาสกัด (leaching) ในกรดไนตริก (HNO_3) จนกระทั่งได้เป็นซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) นำมาตกตะกอนกับสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) จากนั้นนำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์มาแยกด้วยเซลล์กัลวานิกสัณฐานที่เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) กับโลหะสังกะสี (Zn) พบว่าสามารถแยกโลหะเงินได้ 99% และความบริสุทธิ์ของโลหะเงินเท่ากับ 99.99%

ในปี ค.ศ. 2012 Chen และคณะ^[7] ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกโลหะเงินจากน้ำยาล้างฟิล์มถ่ายภาพใช้แล้ว โดยใช้วิธีอิเล็กโทรไลซิส (electrolysis) และลดค่า chemical oxygen demand (COD) โดยใช้วิธีการกรองด้วยกรด (acid leaching) และการกลั่น (distillation) ซึ่งใช้ สแตนเลส (stainless steel) เป็นขั้วแคโทด และใช้ขั้วกราไฟท์ (graphite) เป็นขั้วแอโนด ซึ่งตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพของการแยกโลหะเงินออกจากน้ำยาล้างฟิล์มถ่ายภาพ มี 3 ตัวแปร ได้แก่ pH, เวลาในการทำอิเล็กโทรไลซิส และกระแสไฟฟ้าอิเล็กโทรไลซิส ผลการทดลอง พบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุด คือ กระแสไฟฟ้าอิเล็กโทรไลซิส 3 แอมแปร์ เวลาในการทำอิเล็กโทรไลซิส 2.5 ชั่วโมง ที่ pH 8 ซึ่งในสภาวะดังกล่าวสามารถแยกโลหะเงินออกจากน้ำยาล้างฟิล์มถ่ายภาพได้ 99.55% และความบริสุทธิ์ของโลหะเงินเท่ากับ 98.62% สำหรับการลดค่า COD โดยการเติมกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) 3% ในน้ำยาล้างฟิล์มถ่ายภาพที่แยกโลหะเงินเรียบร้อยแล้วทำการอิเล็กโทรไลซิส และใช้กระแสไฟฟ้าอิเล็กโทรไลซิส 8 แอมแปร์ จากนั้นนำมาปรับปรุงประสิทธิภาพต่อด้วยการกลั่น พบว่าสามารถลดค่า COD ได้ 99.3%

1.3 วัตถุประสงค์

1. เพื่อพัฒนากระบวนการ Hydrometallurgical process ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ในการแยกโลหะเงินจากของเสียในท้องปฏิบัติการเคมี และของเสียอุตสาหกรรม โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เป็นตัวรีดิวซ์
2. เพื่อพัฒนากระบวนการการแยกและการทำให้โลหะเงินมีความบริสุทธิ์สูง พร้อมต่อการแปรรูปเป็นเม็ดโลหะเงินบริสุทธิ์ หรือเกลือซิลเวอร์ไนเตรต

1.4 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาอิทธิพลของ pH, ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[Ag^+]$) และอัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[H_2O_2]/[Ag^+]$) ที่มีต่อร้อยละผลได้กลับคืน (%recovery) ด้วยวิธีการ Experimental design

2. หากร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีวิเคราะห์แบบกราวิเมตริก (Gravimetric analysis)

3. ศึกษาสัณฐานวิทยาของโลหะเงินที่สกัดได้ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยมี pH, ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[Ag^+]$) และอัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[H_2O_2]/[Ag^+]$) ที่แตกต่างกันออกไป

4. ศึกษาอิทธิพลของการใช้น้ำประปาแทนการใช้น้ำปราศจากไอออน (Deionized water, DI) ในการนำกลับโลหะเงิน

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถพัฒนากระบวนการ Hydrometallurgy ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ในการแยกโลหะเงินจากของเสียในท้องปฏิบัติการเคมี และของเสียอุตสาหกรรม โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เป็นตัวรีดิวซ์

2. สามารถพัฒนากระบวนการการแยกและการทำให้โลหะเงินมีความบริสุทธิ์สูง พร้อมต่อการแปรรูปเป็นเม็ดโลหะเงินบริสุทธิ์ หรือเกลือซิลเวอร์ในเตรต

3. ได้วิธีการใหม่ที่เพิ่มประสิทธิภาพการสกัดโลหะเงิน

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

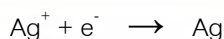
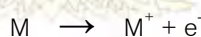
ความรู้เบื้องต้นในงานวิจัย

2.1 วิธีการแยกเงิน

ในปัจจุบันพบว่าวิธีที่จะสามารถแยกเงินออกมาจากของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่หลายวิธี ซึ่งในรายงานฉบับนี้จะกล่าวถึงวิธีการแยกอยู่ด้วยกัน 4 วิธีคือ การให้อิเล็กตรอนด้วยโลหะ (Galvanic) การแยกด้วยไฟฟ้า (Electrolysis) การหลอม (Smelting) และการทำให้ตกตะกอนโดยวิธีทางเคมี (Chemical Reduction) ซึ่งวิธีต่าง ๆ เหล่านี้อาจจะสามารถนำเอาหลาย ๆ วิธีมาใช้รวมกันก็ได้ ขึ้นอยู่กับความเหมาะสม วิธีการทั้ง 4 แบบ มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1.1 การให้อิเล็กตรอนด้วยโลหะ (Galvanic method)

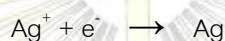
วิธีการนี้อาศัยหลักการให้อิเล็กตรอนด้วยโลหะชนิดอื่น การให้อิเล็กตรอนของโลหะอื่นจะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อไอออนของโลหะอื่นนั้นต้องมีความสามารถในการรับอิเล็กตรอนต่ำกว่าไอออนของโลหะเงิน เช่น เมื่อนำแผ่นโลหะอื่นมาจุ่มลงในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้



จากปฏิกิริยาข้างต้นจะมีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้คือ เมื่อนำเอาแผ่นโลหะอื่นมาจุ่มลงในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่แผ่นโลหะนั้นจะละลายในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่กลายเป็นไอออนของโลหะและอิเล็กตรอน ดังนั้นในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่จะมีไอออนของโลหะอยู่สองชนิดคือ ไอออนของโลหะเงินกับไอออนของแผ่นโลหะที่จุ่ม ต่อมาไอออนทั้งสองจะพยายามที่จะดึงอิเล็กตรอนเข้ามา ดังนั้นการที่ไอออนของเงินจะสามารถดึงอิเล็กตรอนมาแล้วกลายเป็นเงินที่เป็นของแข็งได้นั้น ไอออนของโลหะเงินจะต้องมีความสามารถในการรับอิเล็กตรอนสูงกว่าไอออนของแผ่นโลหะที่จุ่มลงไป เงินที่เป็นของแข็งที่ได้นี้จะไปเคลือบอยู่บริเวณผิวของแผ่นโลหะที่สัมผัสกับของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่ในขณะเดียวกันแผ่นโลหะที่จุ่มลงไปนั้นก็จะละลายไปของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่ด้วย ทำให้แผ่นโลหะนั้นจะค่อย ๆ สึกกร่อนไป ทำให้จะต้องมีการเปลี่ยนแผ่นโลหะเมื่อใช้ไประยะหนึ่ง

2.1.2 การแยกด้วยไฟฟ้า (Electrolysis)

การแยกด้วยไฟฟ้านี้ก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่นิยมใช้กัน การแยกโดยวิธีนี้จะอาศัยหลักการคล้าย ๆ กับการทำให้อิเล็กตรอนด้วยโลหะ กล่าวคือจะทำให้ไอออนของเงินในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่รับอิเล็กตรอนแล้วกลายเป็นเงินที่เป็นของแข็ง แต่การแยกโดยวิธีนี้จะไม่ใช้แผ่นโลหะเป็นตัวให้อิเล็กตรอนแก่ไอออนเงิน แต่จะใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงเป็นตัวให้อิเล็กตรอนแก่ไอออนของเงินแทนแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงจะถูกนำไปต่อกับแผ่นขั้วไฟฟ้า 2 แผ่น โดยต่อกับขั้วบวก และขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงนำแผ่นขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 แผ่นนี้จุ่มลงในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่เมื่อเริ่มให้กระแสไฟฟ้าแก่แผ่นขั้วไฟฟ้าทั้งสอง จะเกิดปฏิกิริยาเคมีที่แผ่นขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้า (ขั้ว Cathode) ดังนี้คือ



ซึ่งเงินที่เป็นของแข็งนี้จะไปเกาะอยู่ที่ผิวของแผ่นขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับขั้วลบ โดยที่แผ่นขั้วไฟฟ้านี้จะไม่มีการสึกกร่อนเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยา (เนื่องจากของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่มากมีฤทธิ์กัดกร่อน แผ่นขั้วไฟฟ้านี้จะต้องทนต่อการกัดกร่อนได้ดี จะได้ไม่ต้องเปลี่ยนแผ่นใหม่)

จากการศึกษาพบว่าแผ่นขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง ควรเป็นสแตนเลส (ทนการกัดกร่อนได้ดี) และแผ่นขั้วไฟฟ้าที่ต่อกับขั้วบวกของแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงควรเป็นแท่งคาร์บอน ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า (แอมแปร์ต่อพื้นที่สัมผัสของแผ่นขั้วคาโทดกับของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่) หรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงจะให้แก่แผ่นขั้วไฟฟ้าทั้งสองแผ่นต้องมากเพียงพอต่อการทำให้เกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้

2.1.3 การหลอม (Smelting)

วิธีการหลอมนี้ คือวิธีการทำให้ละลายด้วยความร้อน ซึ่งจะใช้เตาเชื้อเพลิงเป็นการให้ความร้อน เพื่อทำให้เกิดการหลอมละลาย กระบวนการที่เกิดขึ้นคือ การถ่ายเทความร้อนจากการสันดาปของเชื้อเพลิงไปยังพื้นผิว ให้ถ่ายเทความร้อนภายในตัวผลิตภัณฑ์ การถ่ายเทความร้อนภายในผลิตภัณฑ์ซึ่งเรียกว่าค่าสัมประสิทธิ์การถ่ายเทความร้อนจะขึ้นอยู่กับค่าการนำความร้อน และค่าความจุความร้อนของผลิตภัณฑ์ เมื่อผลิตภัณฑ์มีอุณหภูมิสูงจนถึงค่าค่าหนึ่งซึ่งเรียกว่าจุดหลอมเหลว จะเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของแข็งเป็นของเหลว

2.1.4 การทำให้ตกตะกอนโดยวิธีทางเคมี (Chemical Reduction)

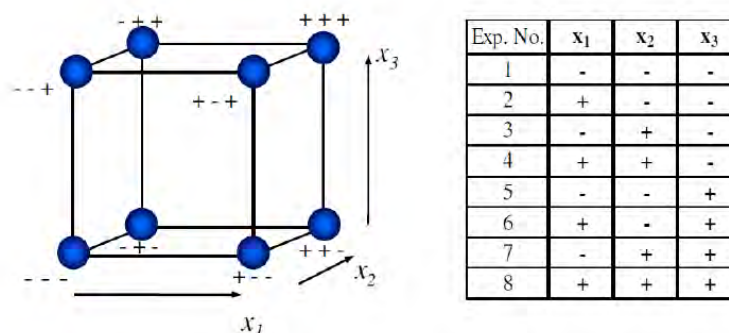
วิธีการนี้เป็นการทำให้ไอออนของเงินที่ละลายอยู่ในของเสียที่มีโลหะเงินปะปนอยู่ตกตะกอนลงมา ซึ่งจะนำเอาตะกอนนี้มากรอง นำมาทำให้แห้งต่อไป

2.2 การออกแบบการทดลอง (Design of Experiment, DOE)

ในการทดลองทางเคมีทั่วไปมักจะมีตัวแปรอิสระที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง โดยลักษณะและจำนวนของตัวแปรเหล่านั้นอาจจะไม่เหมือนกันในทุก ๆ การทดลอง ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดและประเภทของการทดลองที่กำหนดขึ้น โดยทั่วไปแล้วตัวแปรที่สำคัญต่อการทดลองคือตัวแปรที่เมื่อเปลี่ยนแปลงไปแล้ว ค่าตอบสนองนั้นเปลี่ยนแปลงไปด้วยอย่างมีนัยสำคัญ ในขณะที่ตัวแปรที่ไม่สำคัญต่อการทดลองนั้นจะไม่มีผลกระทบต่อค่าตอบสนองอย่างมีนัยสำคัญ ในการออกแบบการทดลองนี้มุ่งเน้นในการศึกษาผลกระทบของตัวแปรที่สำคัญเท่านั้น เพื่อลดจำนวนตัวแปรในการทดลองโดยที่ยังสามารถได้ข้อมูลจากการทดลองอย่างครบถ้วน ซึ่งนำไปสู่การลดจำนวนการทดลองเช่นกัน การออกแบบการทดลองอย่างมีระบบเชิงตั้งฉาก (Balanced Orthogonal Design) ที่พื้นฐานที่สุดที่จะกล่าวในที่นี้คือการออกแบบการทดลองที่เรียกว่า ฟูลแฟคทอเรียล (Full Factorial Design) แฟรคชันนัลแฟคทอเรียล (Fractional Factorial Design) และเซ็นทรัลคอมโพสิท (Central Composite) ซึ่งมีจุดประสงค์ที่จะควบคุมการเปลี่ยนแปลงของตัวแปรอิสระของการทดลองแล้วดูค่าตอบสนองที่เกิดขึ้นของการทดลองนั้น ๆ

2.2.1 Full Factorial Design

เป็นแบบการทดลองที่ง่ายและมีประสิทธิภาพ จึงเป็นที่นิยมสำหรับนักวิจัยที่จะออกแบบการทดลองโดยใช้ Full factorial design เป็นต้นแบบ โดยจำนวนการทดลองตามแบบฟูลแฟคทอเรียลจะมีค่าเท่ากับ I เมื่อ I เป็นจำนวนระดับค่าของตัวแปรอิสระและ f เป็นจำนวนตัวแปรอิสระ ยกตัวอย่างเช่น ถ้าในการทดลองหนึ่งมีตัวแปรอิสระสำคัญที่ถูกกำหนดไว้จำนวน 3 ตัว ($f = 3$) โดยตัวแปรเหล่านี้ถูกควบคุมให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไป 2 ระดับค่า ($I = 2$) ในแต่ละตัวแปรเพื่อศึกษาค่าตอบสนองที่เกิดขึ้น พบว่าจำนวนการทดลองจากสมการตามแบบของฟูลแฟคทอเรียลเท่ากับ $2^3 = 8$ การทดลองนั่นเอง โดยที่ในแต่ละการทดลองจะมีค่าของตัวแปรอิสระที่ไม่ซ้ำกันเลย ถ้าเรากำหนดค่าของตัวแปรอิสระเหล่านั้นเป็น -1 (ค่าต่ำสุด) และ $+1$ (ค่าสูงสุด) ก็จะสามารถออกแบบการทดลองได้ตามรูปที่ 2.1

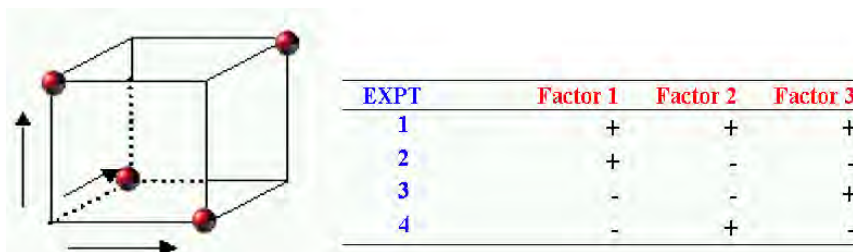


รูปที่ 2.1 แสดงการทดลองแบบ full factorial ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปรโดยแต่ละตัวแปรมีการเปลี่ยนค่าไป 2 ค่า (-, +) โดย x_1 , x_2 และ x_3 คือตัวแปรที่ 1, 2 และ 3 ตามลำดับ

โดยเมื่อพิจารณาจากรูปจะเห็นได้ว่าตามแนวแกนของตัวแปร x_1 , x_2 และ x_3 จะมีการเปลี่ยนแปลงไปโดยที่มีลักษณะความสัมพันธ์แบบเส้นตรง แต่สำหรับแนวทแยงจะแสดงถึงการเปลี่ยนแปลงค่าของตัวแปรไปพร้อมๆ กันแสดงถึงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างตัวแปร (Interaction) ซึ่งการออกแบบการทดลองแบบนี้ทุกตัวแปรจะมีการเปลี่ยนแปลงค่าไปพร้อมๆ กัน ซึ่งความสัมพันธ์แบบนี้จะไม่ถูกพิจารณาในการทดลองแบบ การเปลี่ยนค่าตัวแปรอิสระเดียวในแต่ละครั้งการทดลอง (Change One Separate factor at a Time, COST) อย่างไรก็ตามการออกแบบการทดลองแบบนี้ไม่เหมาะกับระบบที่มีตัวแปรอิสระจำนวนมากเช่น ถ้ามีตัวแปรอิสระ 10 ตัว ถ้าจะออกแบบการทดลองเป็น full factorial จะต้องมีการทดลองถึง 1,024 การทดลอง ซึ่งถือว่ามีความมากมายเกินกว่าที่จะทำการทดลองได้ครบ

2.2.2 Fractional Factorial Design

ดังที่ได้ยกตัวอย่างมาในเบื้องต้นว่าการออกแบบในลักษณะของ Full factorial นั้นไม่เหมาะสมสำหรับการทดลองที่มีตัวแปรอิสระจำนวนมาก จึงได้มีผู้คิดค้นรูปแบบการออกแบบการทดลองแบบอื่นๆ อีก เพื่อลดจำนวนของการทดลองไม่ให้มากเกินไป รูปแบบหนึ่งที่ได้รับนิยมนิยมนามากคือ fractional factorial design ซึ่งมีจำนวนการทดลองเท่ากับ I^{f-1} ซึ่งเมื่อเทียบจากระบบเดียวกันคือ การทดลองหนึ่งมีตัวแปรอิสระสำคัญที่ถูกกำหนดไว้จำนวน 3 ตัว ($f=3$) โดยตัวแปรเหล่านี้ถูกควบคุมให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไป 2 ระดับค่า ($I=2$) ในแต่ละตัวแปรเพื่อศึกษาค่าตอบสนองที่เกิดขึ้น พบว่าจำนวนการทดลองจากสมการตามแบบของ fractional factorial design เท่ากับ $2^{3-1} = 4$ การทดลองนั่นเอง โดยที่ในแต่ละการทดลองจะมีค่าของตัวแปรอิสระที่ไม่ซ้ำกันเลย ถ้าเรากำหนดค่าของตัวแปรอิสระเหล่านั้นเป็น -1 (ค่าต่ำสุด) และ +1 (ค่าสูงสุด) ก็จะสามารถออกแบบการทดลองได้ตามรูปที่ 2.2 โดยที่ตัวแปร 1-3 จะมีระดับค่าที่ไม่มีความสัมพันธ์ซึ่งกันและกัน (Orthogonal)

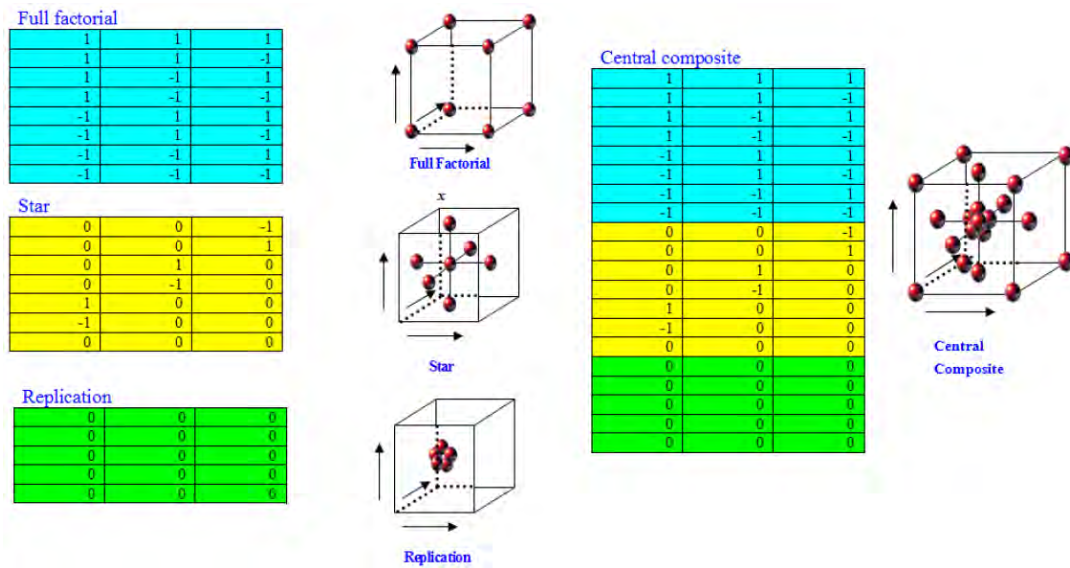


รูปที่ 2.2 แสดงการทดลองแบบ Fractional Factorial design ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปรโดยแต่ละตัวแปรมีการเปลี่ยนค่าไป 2 ระดับค่า (-, +) โดย x_1 x_2 และ x_3 คือ ตัวแปรที่ 1 2 และ 3 ตามลำดับ

อย่างไรก็ตามการออกแบบการทดลองแบบนี้เหมาะกับระบบที่มีตัวแปรอิสระจำนวนมากเช่น ถ้ามีตัวแปรอิสระ 10 ตัว ถ้าจะออกแบบการทดลองเป็น fractional factorial จะต้องมีการทดลองเพียง 512 การทดลอง ถือเป็นครึ่งหนึ่งของจำนวนการทดลองโดยใช้ full factorial design ซึ่งข้อมูลที่ได้จะครอบคลุมและสามารถทำการวิเคราะห์ได้ อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพของข้อมูลก็จะลดลงเช่นกัน

2.2.3 Central Composite Design

ในการทดลองทั่วไปนั้นตัวแปรอิสระบางตัวมีผลต่อการทดลองแบบไม่มีนัยสำคัญจึงสามารถที่จะไม่นำมาพิจารณาในการวิเคราะห์ได้ จึงมีผู้คิดค้นระบบที่ให้ประสิทธิภาพในการวิเคราะห์มากที่สุด เนื่องสามารถใช้วิเคราะห์หรือออกแบบการทดลองของระบบที่มีความสัมพันธ์แบบเชิงเส้นตรงและที่ไม่เป็นเชิงเส้นตรงได้ อย่างไรก็ตามก็ต้องใช้จำนวนการทดลองมากขึ้นเช่นกัน ซึ่งถ้าจำนวนตัวแปรอิสระถูกจำกัดก็สามารถที่จะใช้การออกแบบการทดลองนี้ที่เรียกว่า Central composite ได้ การออกแบบแบบ central composite นั้นจะประกอบไปด้วย 3 ส่วนด้วยกันคือ 1) การทดลองที่เกิดจากแบบ full factorial design 2) star คือ ค่าการกระจายในระดับแกน ซึ่งเป็นการปรับค่าตัวแปรใดตัวแปรหนึ่งในขณะที่กำหนดให้ค่าตัวแปรอื่นอยู่ที่ค่ากลาง (หรือค่า 0) และ 3) replication คือ ค่าการทำซ้ำเพื่อทดสอบความเที่ยงของการทดลองโดยปรับค่าตัวแปรทุกตัวให้อยู่ที่ค่ากลาง (หรือค่า 0) ซึ่งเมื่อเทียบจากระบบเดียวกันคือ การทดลองหนึ่งมีตัวแปรอิสระสำคัญที่ถูกกำหนดไว้จำนวน 3 ตัว ($f=3$) โดยตัวแปรเหล่านี้ถูกควบคุมให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไป 2 ระดับค่า ($I = 2$) ในแต่ละตัวแปรเพื่อศึกษาค่าตอบสนองที่เกิดขึ้น พบว่าจำนวนการทดลองจากสมการตามแบบของ full factorial เท่ากับ $2^3 = 8$ การทดลอง จำนวนที่เกิดจาก star คือ 7 การทดลอง และจำนวนการทดลองที่เกิดจาก replication คือ 5 การทดลอง รวมจำนวนการทดลองทั้งหมดของ central composite คือ $8 + 7 + 5 = 20$ การทดลองนั่นเอง โดยที่ในแต่ละการทดลองจะมีค่าของตัวแปรอิสระที่ไม่ซ้ำกันเลย ถ้าเรากำหนดค่าของตัวแปรอิสระเหล่านั้นเป็น -1 (ค่าต่ำสุด) และ +1 (ค่าสูงสุด) ก็จะสามารถออกแบบการทดลองทั้ง 20 การทดลองได้ตามรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แสดงการทดลองการทดลองแบบ Central Composite ในการทดลองที่มี 3 ตัวแปรโดยแต่ละตัวแปรมีการเปลี่ยนค่าไป 3 ระดับค่า (-, 0, +) ที่ประกอบไปด้วยจำนวนการทดลองจาก full factorial, star และ replication

2.2.4 สมการทางคณิตศาสตร์ในเชิงปริมาณ (Quantitative modeling)

หลังจากได้มีการออกแบบการทดลอง และทำการทดลองจนได้ผลการทดลองเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ในขั้นตอนต่อไปจะเป็นการพิจารณาผลการทดลองทั้งหมดที่ได้ เช่นการบ่งบอกถึงความสำคัญหรือผลกระทบของแต่ละตัวแปร คำนวณค่าตอบสนองเมื่อใช้ค่าตัวแปรอิสระที่เปลี่ยนแปลงไปเป็นระดับค่าอื่นๆ การวิเคราะห์เหล่านี้เป็นไปได้ยากที่จะวิเคราะห์จากผลการทดลองโดยตรง จึงจำเป็นต้องสร้างหรือเปลี่ยนแปลงรูปแบบของผลการทดลองไปอยู่รูปแบบที่ง่ายต่อการวิเคราะห์ ซึ่งโดยทั่วไปแล้วค่าตอบสนองจะถูกนำไปสร้างเป็นสมการทางคณิตศาสตร์เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ ด้วยแบบการทดลองที่เป็นระบบดังที่กล่าวไว้ข้างต้น จึงมีความเป็นไปได้ในการสร้างสมการทางคณิตศาสตร์สำหรับการวิเคราะห์ผลการทดลองที่มีความถูกต้องสูง เราสามารถเขียนสมการเชิงเส้นของการทดลองที่มี 3 ตัวแปรอิสระดังนี้

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3$$

ผลตอบสนอง (Responses)
 ค่าตัดแกน (Intercept)
 ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (Linear terms)

$$b_{11} x_{12} + b_{22} x_{22} + b_{33} x_{23}$$

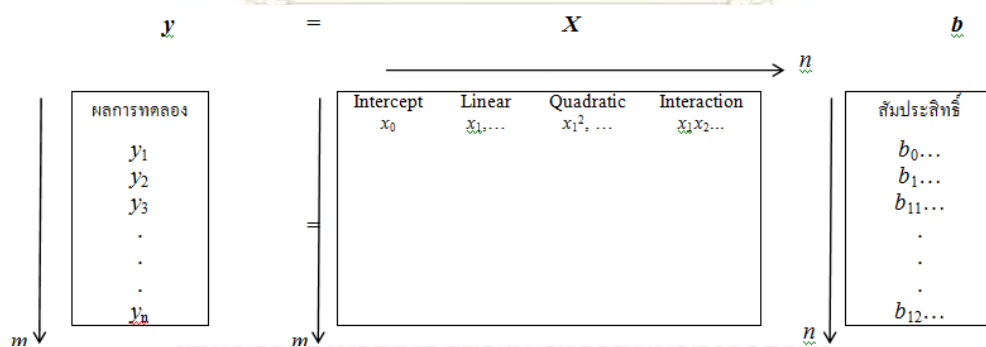
ความสัมพัทธ์กำลังสอง (Quadratic terms)

$$b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3$$

ความสัมพัทธ์ระหว่างตัวแปร (Interaction terms)

$$b_{123} x_1 x_2 x_3$$

จะเห็นได้ว่าจากสมการเชิงเส้นของระบบที่มีตัวแปรอิสระ 3 ตัว เราสามารถสร้างพารามิเตอร์ได้ถึง 11 พารามิเตอร์ ซึ่งสมการเชิงเส้นจะถูกสร้างขึ้นในแต่ละการทดลอง จากสมการเชิงเส้นจะเห็นได้ว่าการทดลองเราทราบค่าตอบสนอง (y) และค่าของตัวแปรอิสระ (x_1, x_2, x_3) เหลือเพียงค่าสัมประสิทธิ์ (b) ที่ไม่สามารถทราบได้จากการทดลองโดยตรง ดังนั้นเพื่อให้สมการเชิงเส้นสมบูรณ์จะต้องทำการแก้สมการหาค่าสัมประสิทธิ์จากสมการเชิงเส้น ซึ่งการคำนวณโดยตรงจากสมการเชิงเส้นนั้นเป็นเรื่องยุ่งยากและสลับซับซ้อน โดยเฉพาะถ้ามีการทดลองจำนวนมากด้วยแล้ว ยิ่งเป็นเรื่องยากที่จะแก้สมการหาค่าสัมประสิทธิ์อีกทั้งยังเสี่ยงต่อการได้ค่าสัมประสิทธิ์ที่ไม่ถูกต้องอีกด้วย อย่างไรก็ตามจากหลักการทางพีชคณิตเชิงเส้น (Linear Algebra) ได้มีวิธีการหาค่าสัมประสิทธิ์อย่างง่ายโดยอาศัยวิธีการที่เรียกว่า Multiple Linear Regression (MLR) ซึ่งทั้งวิธีการนี้จะทำการเปลี่ยนรูปค่าของผลการทดลองและค่าของตัวแปรอิสระให้อยู่ในรูปของเมทริกซ์และเวกเตอร์ ดังสมการ $y = X b$ โดยที่ $y_{(m \times 1)}$ คือค่าตอบสนองของ m การทดลอง $b_{(n \times 1)}$ คือสัมประสิทธิ์ของทั้ง n พารามิเตอร์ในสมการเชิงเส้น และ $X_{(m \times n)}$ คือค่าของ n พารามิเตอร์ในสมการเชิงเส้นของ m การทดลอง ซึ่งโครงสร้างพร้อมกับมิติของสมการ $y = Xb$ ตัวอย่างของสมการเชิงเส้นที่ถูกเปลี่ยนมาอยู่ในรูปเมทริกซ์นั้นแสดงไว้ในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 รูปแบบของเมทริกซ์และเวกเตอร์ที่เปลี่ยนรูปมาจากสมการเชิงเส้น

ถ้าข้อมูลเป็นเมทริกซ์สมมูล (Square Matrix) คือ มีจำนวนคอลัมน์เท่ากับจำนวนแถวจะได้ค่าสัมประสิทธิ์ $b = x^{-1}y$ โดยถ้าพิจารณาการทำนายค่าตอบสนองจากค่าสัมประสิทธิ์ที่คำนวณได้จากสมการ $\hat{Y} = X b$ จะได้ว่าค่าตอบสนองอ้างอิง (ที่ใช้ในการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์) มีค่าเท่ากับค่าตอบสนองที่ถูกทำนายขึ้นโดยใช้ค่าสัมประสิทธิ์ นั่นคือ $Y = \hat{Y}$

ถ้าข้อมูลไม่เป็นเมทริกซ์สมมูลจะได้ค่าสัมประสิทธิ์ : $b = (X^T X)^{-1} X^T y$ โดยที่ T คือ การเปลี่ยนตำแหน่งของเมทริกซ์ (Transpose) โดยถ้าพิจารณาการทำนายค่าตอบสนองจากค่าสัมประสิทธิ์ที่คำนวณได้จากสมการ $\hat{Y} = X b$ จะได้ว่าค่าตอบสนองอ้างอิง (ที่ใช้ในการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์) มีค่าไม่เท่ากับค่าตอบสนองที่ถูกทำนายขึ้นโดยใช้ค่าสัมประสิทธิ์ นั่นคือ $Y \neq \hat{Y}$ เนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์ b จะคำนวณจาก pseudo-inverse ของข้อมูล $(X^T X)^{-1} X^T$ ซึ่งเป็นการประมาณ (derivative) ของข้อมูลดังกล่าว

$$y \approx Xb \Rightarrow X^T y \approx X^T Xb \mid (X^T X)^{-1} X^T y \approx (X^T X)^{-1} (X^T X)b \approx b$$

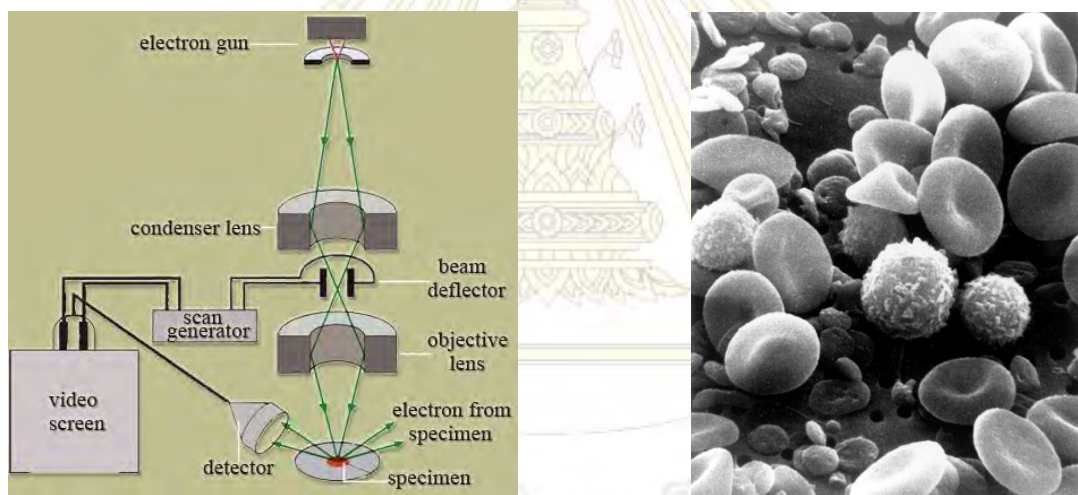
โดยที่ค่าของสัมประสิทธิ์ที่คำนวณได้นั้นจะทำให้สมการเชิงเส้นข้างต้นสมบูรณ์ อีกทั้งยังมีความถูกต้องแม่นยำมากเนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์เหล่านี้ได้คำนวณมาจากทุกการทดลอง ไม่ใช่เพียงการทดลองใดการทดลองหนึ่งเท่านั้นนอกจากนั้นค่าสัมประสิทธิ์ยังสามารถบ่งบอกถึงความสำคัญของตัวแปรอิสระได้โดยดูจากค่าสัมบูรณ์ (Absolute value) ตัวแปรที่มีค่าสัมประสิทธิ์สัมบูรณ์สูงก็จะมีผลกระทบหรือมีความสำคัญต่อค่าตอบสนองสูงด้วย นอกจากนี้เครื่องหมายของค่าสัมประสิทธิ์ยังบ่งบอก ถึงความสัมพันธ์ของค่าตอบสนองกับตัวแปรได้อีกด้วย โดยที่ถ้าค่าสัมประสิทธิ์ของตัวแปรอิสระใด ๆ เป็นบวก แสดงถึงการแปรผันตรงระหว่างค่าตอบสนองและตัวแปรอิสระนั้น ๆ ในขณะที่ถ้าค่าสัมประสิทธิ์ของตัวแปรอิสระใด ๆ เป็นลบ แสดงถึงการแปรผกผันระหว่างค่าตอบสนองและตัวแปรอิสระ อีกทั้งยังสามารถใช้สมการเชิงเส้นที่สมบูรณ์นี้ในการทำนายหาค่าตอบสนองเมื่อตัวแปรอิสระเกิดการเปลี่ยนแปลงไปก่อนทำการทดลองจริงเพื่อพิจารณาแนวโน้มของปฏิกิริยาหรือระบบได้อีกด้วย จะเห็นได้ว่าจากสมการเชิงเส้นที่สมบูรณ์เราสามารถวิเคราะห์ผลการทดลองได้ง่ายและมีความแม่นยำมากยิ่งขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับกรวิเคราะห์จากผลการทดลองหรือค่าตอบสนองโดยตรง

2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ใน

การศึกษาพื้นฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น

หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกรดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และ ถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์ได้เลย



รูปที่ 2.5 แสดงหลักการทำงานของเครื่อง SEM

รูปที่ 2.6 แสดงพื้นผิวที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้

3.1.1 สารเคมี

3.1.1.1 ซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) จากบริษัท MERCK

3.1.1.2 โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) จากบริษัท CARLO ERBA

3.1.1.3 สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) 25% โดยมวล จากบริษัท
MERCK

3.1.1.4 สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) 50% โดยมวลต่อปริมาตร จากบริษัท
MERCK

3.1.1.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท CARLO ERBA

3.1.1.5 กรดไนตริก (HNO_3) 65% โดยมวลต่อปริมาตร จากบริษัท MERCK

3.1.1.6 โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (NaBH_4) จากบริษัท MERCK

3.1.2 เครื่องมือ

3.1.2.1 ขวดกำหนดปริมาตร

3.1.2.2 ปีกเกอร์

3.1.2.3 กระดาษกรอง Whatman

3.1.2.4 แผ่นฟอยล์

3.1.2.5 แท่งแก้ว

3.1.2.6 สเปตุล่า

3.1.2.7 แมกเนติกบาร์

3.1.2.8 ฟอริเซบ

3.1.2.9 กระบอกฉีดยา NIPRO SYRINGE

3.1.2.10 พาราฟิล์ม

3.1.2.11 ตู้อบ Gallenkamp

3.1.2.12 เครื่องกวนสาร

3.1.2.13 เครื่องวัดพีเอช UnipH - Testa

3.1.2.14 เครื่องชั่ง METTLER TOLEDO รุ่น PG503-S

3.1.2.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด JEOL รุ่น JSM – 6510A

3.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล

3.2.1 ตวงสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 25% โดยมวล ปริมาตร 800 มิลลิลิตร ในขวดกำหนด ปริมาตรขนาด 2,000 มิลลิลิตร

3.2.2 ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 2,000 มิลลิลิตร

3.3 การเตรียมซิลเวอร์คลอไรด์

3.3.1 ชั่งน้ำหนักโซเดียมคลอไรด์ 61.130 กรัม และซิลเวอร์ไนเตรต 177.688 กรัม ละลายด้วยน้ำ ปราศจากไอออนโดยใช้แท่งแก้วคน ในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

3.3.2 เมื่อละลายจนหมดแล้ว ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนซิลเวอร์คลอไรด์ตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก

3.3.3 ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนซิลเวอร์คลอไรด์ตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 5 ครั้ง

3.2.4 หุ้มปีกเกอร์ด้วยฟอยล์ โดยไม่ให้มีแสงลอดผ่าน

3.2.5 อบให้แห้งด้วยตู้อบ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4 การเตรียมสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์ 0.513 โมลาร์

3.4.1 ชั่งน้ำหนักซิลเวอร์คลอไรด์ 147.128 กรัม

3.4.2 ละลายด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวลต่อปริมาตร ในขวดกำหนด ปริมาตรขนาด 2,000 มิลลิลิตร

3.4.3 ปรับปริมาตรด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวลต่อปริมาตร จนมีปริมาตร 2,000 มิลลิลิตร

3.5 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คลอไรด์ ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล

3.5.1 ละลายตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนแล้วในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

3.5.2 กวนสารละลายโดยใช้เครื่องกวนสาร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.5.3 นำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่เหลือไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปในบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนซิลเวอร์คลอไรด์ที่เหลือตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 5 ครั้ง

3.5.4 อบให้แห้งด้วยตู้อบ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่เหลือให้มีอุณหภูมิอยู่ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

3.5.5 คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คลอไรด์

ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คอลลอยด์

Data	1	2
กระดาษกรอง (g)	1.068	1.048
AgCl ที่ไม่ละลาย + กระดาษกรอง (g)	3.542	3.536
AgCl ที่ไม่ละลาย (g)	2.474	2.488
AgCl ที่ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน (g)	4.067	4.063
AgCl ที่ละลาย (g)	1.593	1.575
AgCl ที่ละลาย (mol)	0.01111	0.01098
ปริมาตร 10%NH ₄ OH (mL)	215	215
[AgCl] (M)	0.517	0.511
[AgCl] เฉลี่ย (M)	0.513	

3.6 การหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน (%recovery) ด้วยวิธีการ Experimental design แล้วห่าร้อยละผลได้กลับคืน

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงการกำหนดค่าของตัวแปร ด้วยวิธีการ Experimental design

Parameter	Level				
	-1.732	-1	0	1	1.732
pH	10.27	11	12	13	13.73
[Ag ⁺]	0.081	0.151	0.246	0.341	0.411
[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]	1.072	4	8	12	14.93

ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงการกำหนดรหัสแทนค่าของตัวแปร ด้วยวิธีการ Experimental design

Sample No.	pH	[Ag ⁺]	[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]
1	1	1	1
2	1	1	-1
3	1	-1	1
4	1	-1	-1
5	-1	1	1

6	-1	1	-1
7	-1	-1	1
8	-1	-1	-1
9	1.732	0	0
10	-1.732	0	0
11	0	1.732	0
12	0	-1.732	0
13	0	0	1.732
14	0	0	-1.732
15	0	0	0
16	0	0	0
17	0	0	0
18	0	0	0
19	0	0	0
20	0	0	0

ตารางที่ 3.4 ตารางแสดงผลการทดลองหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ
Experimental design และร้อยละผลได้กลับคืน

Sample No.	Parameters			
	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ 0.5130 M	pH	$[\text{H}_2\text{O}_2]/[\text{Ag}^+]$ (50% w/v H_2O_2)	DI water (mL)
1	0.341/90.33	13	12/31.61	135.92
2	0.341/90.33	13	4/10.55	135.92
3	0.151/90.33	13	12/31.61	306.95
4	0.151/90.33	13	4/10.55	306.95
5	0.341/90.33	11	12/31.61	135.92
6	0.341/90.33	11	4/10.55	135.92
7	0.151/90.33	11	12/31.61	306.95
8	0.151/90.33	11	4/10.55	306.95
9	0.246/90.33	13.73	8/21.09	188.41
10	0.246/90.33	10.27	8/21.09	188.41

11	0.411/90.33	12	8/21.09	112.77
12	0.081/90.33	12	8/21.09	572.22
13	0.246/90.33	12	14.9/39.38	188.41
14	0.246/90.33	12	1.1/2.83	188.41
15	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41
16	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41
17	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41
18	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41
19	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41
20	0.246/90.33	12	8/21.09	188.41

3.6.1 ตวงสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์ความเข้มข้น 0.513 โมลาร์ ปริมาตร 90.30 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ 20 ใบ โดยกำหนดให้ในแต่ละบีกเกอร์มีโลหะเงินปริมาณ 5 กรัม

3.6.2 เติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 50% โดยมวลต่อปริมาตร ซึ่งมีความเข้มข้นเป็น 1.1, 4, 8, 12 และ 14.9 เท่า ของความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์

3.6.3 ปรับพีเอชด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดไนตริก จนเป็น 10.27, 11, 12, 13 และ 13.73

3.6.4 ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์มีความเข้มข้นเป็น 0.081, 0.151, 0.246, 0.341 และ 0.411 โมลาร์

3.6.5 หุ้มบีกเกอร์ด้วยพาราฟิล์ม เจาะรูเล็กน้อย จากนั้นตั้งทิ้งไว้ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.6.6 เทสารละลายทิ้ง จากนั้นล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 3 ครั้ง

3.6.7 ล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวลต่อปริมาตร โดยเทสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวลต่อปริมาตร ลงไปบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทสารละลายออก ทำซ้ำจนกระทั่งแน่ใจว่าไม่มีตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์หลงเหลืออยู่ ทดสอบโดยนำโซเดียมโบโรไฮไดรด์มาหยดลงในน้ำล้างตะกอน หากไม่ปฏิกิริยาเกิดขึ้น แสดงว่าไม่มีตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์หลงเหลืออยู่

3.6.8 ล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปนึ่งเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งนึ่งเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 3 ครั้ง

3.6.9 เทโลหะเงินที่นำกลับได้ลงบนกระดาษกรองที่ผ่านการอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักแล้ว จากนั้นนำไปอบด้วยตู้อบ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.6.10 ทิ้งโลหะเงินที่นำกลับได้ และกระดาษกรองให้มีอุณหภูมิอยู่ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก

3.6.11 คำนวณหาร้อยละผลได้กลับคืน

การคำนวณ

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{น้ำหนักโลหะเงินที่นำกลับได้ (g)}}{5 \text{ g}} \times 100\%$$

3.6.12 หาสมการแสดงความสัมพันธ์ของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธี Experimental design

3.7 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืน ของสมการที่ได้จากวิธีการ Experimental design

ตารางที่ 3.5 ตารางแสดงการกำหนดรหัสแทนค่าของตัวแปร ด้วยวิธีการ Experimental design

Sample No.	pH	[Ag ⁺]	[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]
1	0.5	0.5	0.5
2	-0.5	-0.5	-0.5
3	-0.5	-0.5	0.5
4	1.5	1.5	1.5
5	-1.5	-1.5	-1.5
6	-1.5	-1.5	1.5

ตารางที่ 3.6 ตารางแสดงผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืน ของสมการที่ได้ ด้วย
วิธีการ Experimental design

Sample No.	Parameters			
	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ 0.5130 M	pH	$[\text{H}_2\text{O}_2]/[\text{Ag}^+]$ (50% H_2O_2)	DI water (mL)
1	0.296/90.33	12.5	10/26.32	156.59
2	0.199/90.33	11.5	6/15.79	232.91
3	0.199/90.33	11.5	10/26.32	232.91
4	0.389/90.33	13.5	14/36.85	119.15
5	0.104/90.33	10.5	2/5.26	445.67
6	0.104/90.33	10.5	14/36.85	445.67

3.7.1 ตรวจสอบการละลายซิลเวอร์คลอไรด์ความเข้มข้น 0.513 โมลาร์ ปริมาตร 90.30 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ 6 ใบ โดยกำหนดให้ในแต่ละบีกเกอร์มีโลหะเงินปริมาณ 5 กรัม

3.7.2 เติมน้ำไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 50% โดยมวลต่อปริมาตร ซึ่งมีความเข้มข้นเป็น 2, 6, 10 และ 14 เท่า ของความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์

3.7.3 ปรับพีเอชด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดไนตริก จนเป็น 10.5, 11.5, 12.5 และ 13.5

3.7.4 ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์มีความเข้มข้นเป็น 0.104, 0.199, 0.296 และ 0.389 โมลาร์

3.7.5 หุ้มบีกเกอร์ด้วยพาราฟิล์ม เจาะรูเล็กน้อย จากนั้นตั้งทิ้งไว้ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.7.6 เทสารละลายทิ้ง จากนั้นล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 3 ครั้ง

3.7.7 ล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล โดยเทสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล ลงไปบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทสารละลายออก ทำซ้ำจนกระทั่งแน่ใจว่าไม่มีตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์หลงเหลืออยู่ ทดสอบโดยนำโซเดียมโบโรไฮไดรด์มาหยดลงในน้ำล้างตะกอน หากไม่ปฏิกิริยาเกิดขึ้น แสดงว่าไม่มีตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์หลงเหลืออยู่

3.7.8 ล้างส่วนที่เป็นของแข็งด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยเทน้ำปราศจากไอออนลงไปบนบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคน ตั้งบีกเกอร์ทิ้งไว้ จนของแข็งตกตะกอน จากนั้นเทน้ำออก ทำซ้ำ 3 ครั้ง

3.7.9 เทโลหะเงินที่นำกลับได้ลงบนกระดาษกรองที่ผ่านการอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักแล้ว จากนั้นนำไปอบด้วยตู้อบ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.7.10 ทิ้งโลหะเงินที่นำกลับได้ และกระดาษกรองให้มีอุณหภูมิอยู่ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก

3.7.11 คำนวณหาร้อยละผลได้กลับคืน

การคำนวณ

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{น้ำหนักโลหะเงินที่นำกลับได้ (g)}}{5 \text{ g}} \times 100\%$$

3.7.12 นำค่าร้อยละผลได้กลับคืนที่คำนวณได้ เปรียบเทียบกับค่าร้อยละผลได้กลับคืนตามทฤษฎีที่ได้จากวิธีการ Experimental design โดยค่าร้อยละผลได้กลับคืนตามทฤษฎีได้จากการแทนรหัสตัวแปรลงไปในสมการที่ได้จากวิธีการ Experimental design

3.7.13 คำนวณร้อยละความคลาดเคลื่อน (%error)

การคำนวณ

$$\% \text{error} = \frac{(\text{ค่าทฤษฎี} - \text{ค่าที่ได้จากการทดลอง})}{\text{ค่าทฤษฎี}} \times 100\%$$

3.8 ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน

3.8.1 ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.6 โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน

3.8.2 คำนวณค่าร้อยละผลได้กลับคืน และเปรียบเทียบ

3.9 การเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจเอกลักษณ์ของโลหะเงินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.9.1 บดโลหะเงินให้ละเอียด

3.9.2 ติดผงโลหะเงินด้วยคาร์บอนเทปซึ่งติดบนสตัปอะลูมิเนียม

3.9.3 ทำให้แห้ง

3.9.4 ตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการทดลอง

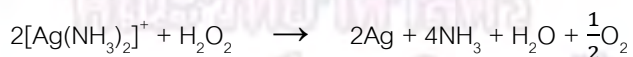
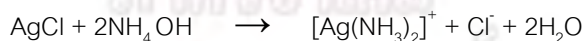
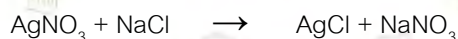
4.1 ผลการทดลองหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คลอไรด์ ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล



ความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมิตัวซิลเวอร์คลอไรด์ ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล ได้เท่ากับ 0.513 โมลาร์

4.2 ผลการหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design แล้วห่าร้อยละผลได้กลับคืน

อิทธิพลของตัวแปร ได้แก่ pH, ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[\text{Ag}^+]$) และอัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[\text{H}_2\text{O}_2]/[\text{Ag}^+]$) ที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design แล้วห่าร้อยละผลได้กลับคืน และทดสอบประสิทธิภาพของสมการที่ได้ ทั้งนี้ได้กำหนดให้ในแต่ละตัวอย่างมีโลหะเงิน ปริมาณ 5 กรัม



ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงผลการทดลองหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ

Experimental design และร้อยละผลได้กลับคืน

Sample No.	Level of Parameter			Ag ⁰ (g)	%Recovery
	pH	[Ag ⁺]	[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]		
1	1	1	1	3.922	78.44
2	1	1	-1	4.078	81.48
3	1	-1	1	4.883	97.66
4	1	-1	-1	4.813	96.26
5	-1	1	1	2.045	40.90
6	-1	1	-1	2.647	52.94
7	-1	-1	1	2.979	59.58
8	-1	-1	-1	3.519	70.38
9	1.732	0	0	2.912	58.24
10	-1.732	0	0	3.144	62.88
11	0	1.732	0	3.848	76.96
12	0	-1.732	0	4.935	98.70
13	0	0	1.732	4.928	98.56
14	0	0	-1.732	4.327	86.54
15	0	0	0	4.619	92.38
16	0	0	0	4.632	92.64
17	0	0	0	4.572	91.44
18	0	0	0	4.618	92.36
19	0	0	0	4.568	91.36
20	0	0	0	4.580	91.60

จากการทดลองพบว่าเมื่อเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ละลายด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10% โดยมีผลที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 0.513 โมลาร์ จะเกิดปฏิกิริยาทันที ซึ่งสามารถสังเกตได้จากฟองแก๊สของออกซิเจนที่เกิดขึ้น จนปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จึงทำการล้าง และอบผลิตภัณฑ์ที่ได้เพื่อทำการศึกษาร้อยละของการนำกลับของโลหะเงิน ดังแสดงในตารางที่ 3.4 ทั้งนี้สามารถหาความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH, ความเข้มข้นของไอออนโลหะเงิน และสัดส่วนโดยจำนวนโมลของ

ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงิน ที่มีผลต่อร้อยละของการนำกลับของโลหะเงิน โดยการใช้ระบบจำลองของเสียด้วยวิธี Experimental design พบว่ามีความสัมพันธ์ดังสมการ

$$\% \text{Recovery} = 91.96 + [(8.71)A] + [(-7.70)B] + [(-0.26)C] + [(-12.01)(A^2)] + [(-2.92)(B^2)] + [(-1.349)C^2] + [(0.27)AB] + [(2.65)AC] + [(-0.71)BC]$$

หมายเหตุ A แทน code pH
 B แทน code [Ag+]
 C แทน code $([H_2O_2]/[Ag+])$

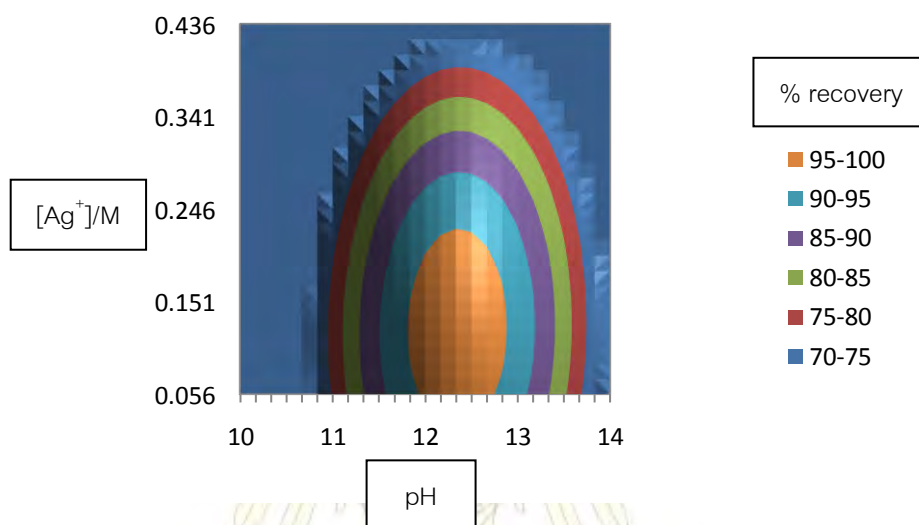
เมื่อพิจารณาประสิทธิภาพ ความเที่ยงตรงของผลการทำการทดลองของวิธีการ Experimental design ในการทดลองที่ 16 – 20 จำนวน 5 ตัวอย่าง ที่มีการกำหนดอิทธิพลของตัวแปรต่างๆ ให้เท่ากันแล้วนั้น จะเห็นว่า ผลการทดลองมีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.58 ดังนั้นวิธีการ Experimental design ของระบบการนำกลับโลหะเงินนี้จึงถือว่ามีความเที่ยงตรงสูง

จากสมการเมื่อเพิ่ม pH จะทำให้อัตราของการนำกลับโลหะเงินมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินจะส่งผลให้อัตราของการนำกลับของโลหะเงินมีค่าลดลง ซึ่งสอดคล้องกับรูปที่ 4.1 เมื่อพิจารณาที่ สัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินมีค่าเท่ากับ 8 เท่าจะพบว่า ความเข้มข้นของโลหะเงินมีค่าต่ำกว่า 0.2 เมื่อมีการนำกลับของโลหะเงินที่ pH 11.8 - 12.8 จะทำให้ค่าร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินได้ร้อยละ 100 แต่เมื่อทำการนำกลับของโลหะเงิน ที่มีความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินสูงกว่า 0.2 โมลาร์ ควรทำที่ pH น้อยกว่า 11.8 หรือ มากกว่า 12.8 จึงจะมีผลร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินได้มากกว่าร้อยละ 90

อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินกับ pH จากสมการพบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินโดยทำการนำกลับโลหะเงินที่ความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินเท่ากับ 0.246 โมลาร์ จะทำให้อัตราของการนำกลับโลหะเงินมีค่าเพิ่มขึ้น แต่อิทธิพลของตัวแปรนี้มีค่าน้อยกว่าในกรณีของการเพิ่ม pH เมื่อพิจารณาจากรูปที่ 4.2 เมื่อทำการนำกลับของโลหะเงินในช่วง pH 11.8 – 12.8 ควรใช้สัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินมีค่ามากกว่า 4 เท่า จะให้ค่าร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินได้ร้อยละ 100

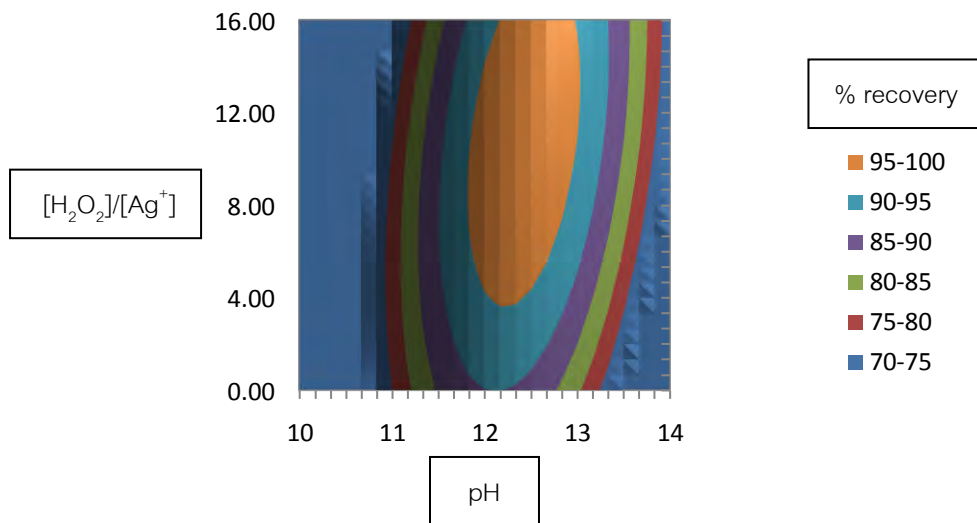
อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินกับความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินจากรูปที่ 4.3 เมื่อทำการนำกลับของโลหะเงินที่ pH เท่ากับ 12 พบว่า เมื่อความเข้มข้น

ของไอออนของโลหะเงินมีค่า ต่ำกว่า 0.2 โมลาร์ และสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินตั้งแต่ 4 – 14 เท่า จะให้ค่าร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินได้ร้อยละ 100 แต่เมื่อต้องการนำกลับของโลหะเงินที่ความเข้มข้นสูงขึ้น ควรมีการเพิ่มสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินให้มีค่าน้อยกว่า 4 เท่า หรือมากกว่า 14 เท่าจึงจะทำให้ร้อยละของการนำกลับโลหะเงินได้มากกว่าร้อยละ 90

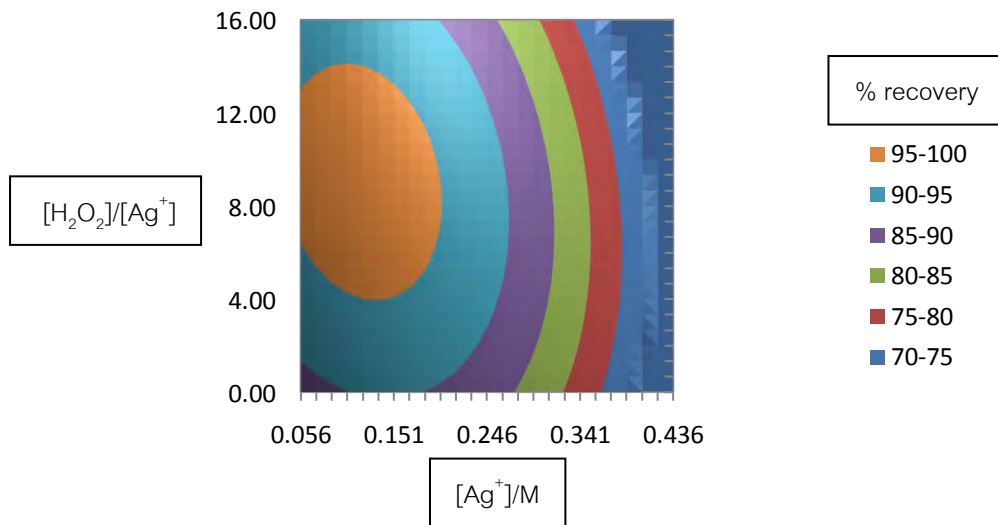


รูปที่ 4.1 อิทธิพลของความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินกับ pH ที่มีผลต่อร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินเมื่อทำการนำกลับโลหะเงินที่สัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินเท่ากับ 8 เท่า

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.2 อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินกับ pH ที่มีผลต่อร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินเมื่อทำการนำกลับโลหะเงินที่ความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินเท่ากับ 0.246 โมลาร์



รูปที่ 4.3 อิทธิพลของสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินกับความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินที่มีผลต่อร้อยละของการนำกลับของโลหะเงินเมื่อทำการนำกลับโลหะเงินที่ pH เท่ากับ 12

4.3 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืนของสมการที่ได้จากระบบ

Experimental design

ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืนของสมการที่ได้จากวิธีการ Experimental design

Sample No.	Level of Parameter			Ag ⁰ (g)	%Recovery		%error
	pH	[Ag ⁺]	[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]		Theory	Really	
1	0.5	0.5	0.5	89.41	88.82	89.41	+ 0.664
2	-0.5	-0.5	-0.5	88.38	88.07	88.38	+ 0.352
3	-0.5	-0.5	0.5	87.38	87.09	87.38	+ 0.333
4	1.5	1.5	1.5	61.91	61.42	61.91	+ 0.798
5	-1.5	-1.5	-1.5	72.77	72.30	72.77	+ 0.650
6	-1.5	-1.5	1.5	63.89	63.57	63.89	+ 0.503

จากผลการทดสอบประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืน ของสมการที่ได้จากระบบ Experimental design นั้น ดังแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าประสิทธิภาพของสมการดีเนื่องจากมีค่าใกล้เคียงกับค่าทฤษฎี โดยมีความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 1 ทั้งกรณีที่อยู่ในขอบเขตของระบบสมการ (ตัวอย่างที่ 1 - 3) และนอกขอบเขตของระบบสมการ (ตัวอย่างที่ 4 - 5) แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาพบว่า ความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นเป็นความคลาดเคลื่อนเชิงบวก ทั้งนี้อาจเกิดจากเครื่องวัดค่า pH ที่ใช้ในการทดลองอ่านค่า pH ต่ำกว่าความเป็นจริง

4.4 ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน

Sample No.	Level of Parameter			Ag ⁰ (g)		%Recovery	
	pH	[Ag ⁺]	[H ₂ O ₂]/[Ag ⁺]	DI water	Tap water	DI water	Tap water
1	1	1	1	3.922	4.097	78.44	81.94
2	1	1	-1	4.078	4.033	81.48	80.66
3	1	-1	1	4.883	4.712	97.66	94.24

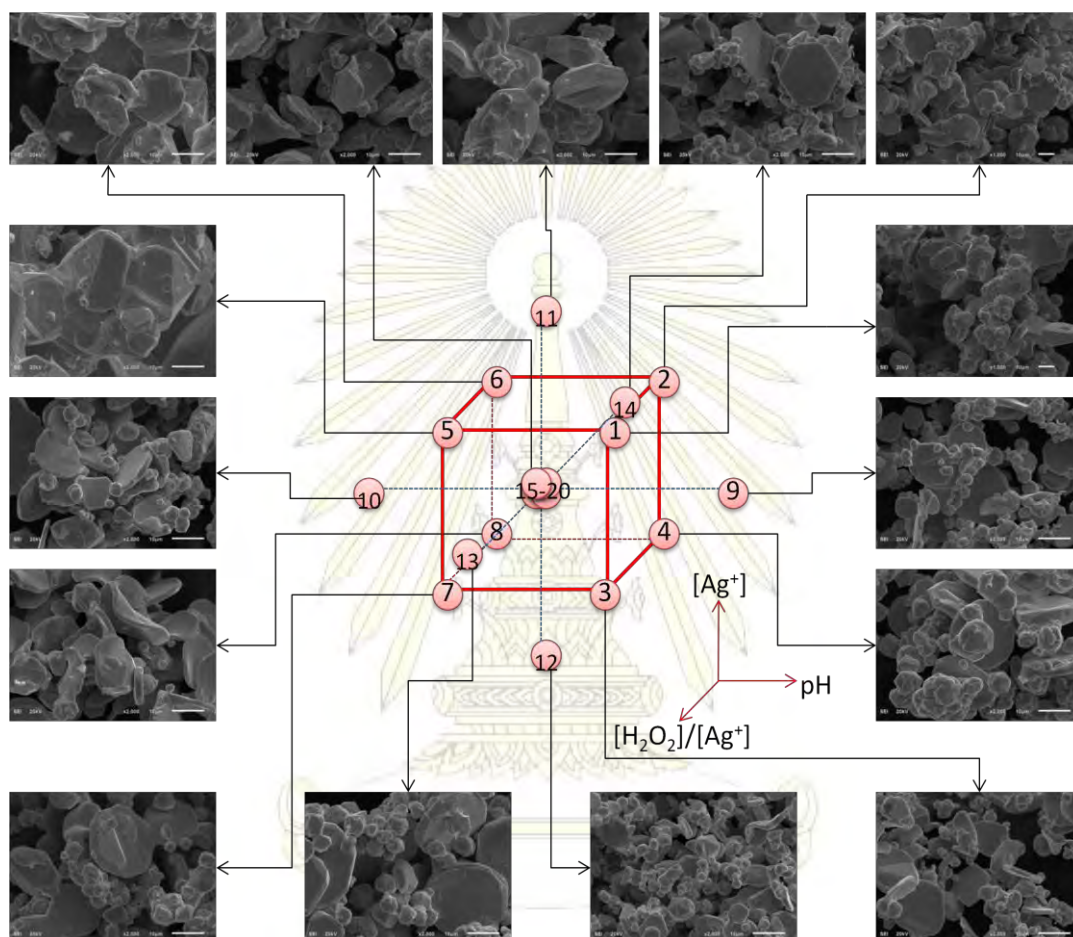
4	1	-1	-1	4.813	4.803	96.26	96.06
5	-1	1	1	2.045	2.214	40.90	42.48
6	-1	1	-1	2.647	2.778	52.94	55.56
7	-1	-1	1	2.979	3.000	59.58	60.00
8	-1	-1	-1	3.519	3.628	70.38	72.56
9	1.732	0	0	2.912	2.918	58.24	58.36
10	-1.732	0	0	3.144	3.127	62.88	62.54
11	0	1.732	0	3.848	3.955	76.96	79.10
12	0	-1.732	0	4.935	4.886	98.70	97.72
13	0	0	1.732	4.928	4.775	98.56	95.50
14	0	0	-1.732	4.327	4.228	86.54	84.56
15	0	0	0	4.619	4.576	92.38	91.52

จากผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design โดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน ดังแสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าการใช้น้ำประปาในการทดลองสามารถให้ร้อยละผลได้กลับคืนของโลหะเงินได้มีค่าใกล้เคียงกับการทดลองโดยใช้น้ำปราศจากไอออน แต่หากพิจารณาค่าที่ได้ยังไม่เป็นแนวโน้มที่แน่ชัด การใช้น้ำประปาอาจทำให้ได้ร้อยละผลได้กลับคืนที่มากขึ้น หรือน้อยลงต่างกันไปตามอิทธิของตัวแปรต่างๆ ในระบบ อย่างไรก็ตามการนำกลับคืนของโลหะเงินสามารถใช้น้ำประปาที่มีอยู่ทั่วไปแทนการใช้น้ำปราศจากไอออน ได้ เนื่องจากระบบการนำกลับคืนนั้น มีผลน้อยมากกับธาตุอื่นๆ ที่ปะปนอยู่ในน้ำประปา ทั้งนี้ น้ำประปาส่วนใหญ่จะประกอบไปด้วยธาตุคลอไรด์ เช่นเดียวกับระบบการนำกลับคืนโลหะเงิน

4.5 ผลการตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.5.1 โลหะเงินที่นำกลับได้โดยใช้น้ำปราศจากไอออน

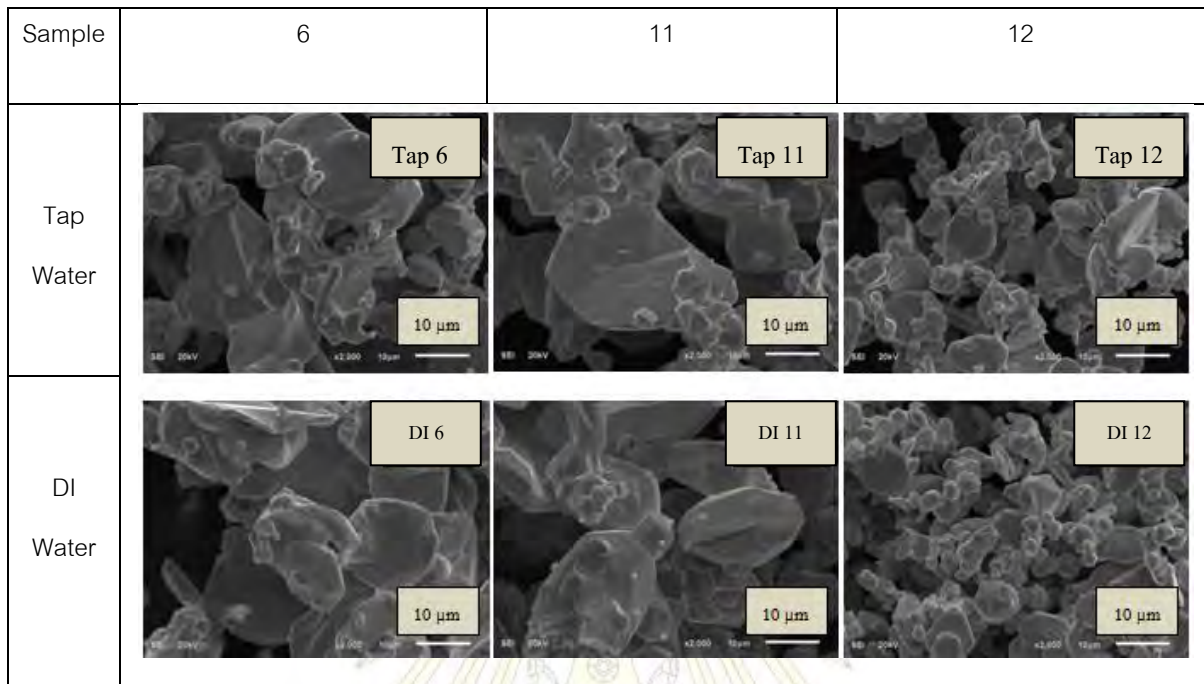
ตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า



รูปที่ 4.4 อิทธิพลของค่า pH สัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงิน และความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินที่มีผลต่อรูปร่างของโลหะเงินที่นำกลับได้

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5.2 เปรียบเทียบโลหะเงินที่นำกลับได้โดยใช้ น้ำประปา และน้ำปราศจากไอออน



รูปที่ 4.5 รูปเปรียบเทียบของโลหะเงินที่นำกลับได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า

จากผลการตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า โลหะเงินที่นำกลับได้โดยใช้ น้ำปราศจากไอออน ดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าเมื่อมีการเพิ่มค่า pH จาก 10.27 เป็น 13.73 ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะมีรูปร่างเป็นแผ่นที่มีขนาดเล็กลงจาก 30 - 50 ไมโครเมตร หนา 2 ไมโครเมตร เป็นขนาด 2 ไมโครเมตร หนา 1 ไมโครเมตร และมีจำนวนผลึกแบบ icosahedron มากขึ้น เมื่อมีการเพิ่มสัดส่วนโดยจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินจาก 1.072 เป็น 14.93 เท่าจะมีผลทำให้แผ่นมีขนาดใหญ่ขึ้นจาก 10 ไมโครเมตร หนา 1 - 2 ไมโครเมตร เป็น 20 - 30 ไมโครเมตร หนา 2 ไมโครเมตร แต่เมื่อมีการลดความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงิน มีค่าลดลงจาก 0.081 โมลาร์ เป็น 0.411 โมลาร์ จะส่งผลให้โครงสร้างของโลหะเงินที่ได้เปลี่ยนแปลงจากผลึกแบบ icosahedron ที่มีขนาด 5 ไมโครเมตร ไปเป็นโครงสร้างแบบแผ่นที่มีขนาด 20 - 30 ไมโครเมตร และมีความหนา 2 ไมโครเมตร ทั้งนี้อธิบายได้ว่าขนาดที่ใหญ่ขึ้นจากเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่รวดเร็วในทางกลับกัน ขนาดของโลหะเงินที่นำกลับได้นั้นมีแนวโน้มของขนาดที่เล็กลงจากเนื่องจาก เกิดปฏิกิริยารีดักชันอย่างค่อยเป็นค่อยไป

ทั้งนี้ได้ทำการสุ่มตัวอย่าง 3 ตัวอย่าง คือ ตัวอย่างที่ 6, 11 และ 12 เพื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปร่าง หรือ เอกลักษณะของโลหะเงินที่นำกลับได้ โดยเปรียบเทียบระหว่างการนำกลับของโลหะเงินในระบบน้ำปราศจาก ไอออน และน้ำประปา ซึ่งกำหนดคิทธิพลตัวแปรให้มีค่าเท่ากันทั้งสองระบบ พบว่าทั้ง 3 ตัวอย่างที่สุ่มมา มีลักษณะของโลหะเงินที่ได้เป็นลักษณะเดียวกันทั้งในระบบน้ำปราศจากไอออน และน้ำประปา ดังแสดงในรูป ที่ 4.5 จึงเป็นผลพิสูจน์ได้ว่าการนำกลับโลหะเงิน สามารถใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออนได้ มีผล สอดคล้องไปในทางเดียวกันกับ ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพหรือร้อยละผลได้ กลับคืนของโลหะเงินโดยใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน ดังแสดงในตารางที่ 4.5 ทั้งนี้เพื่อช่วยในการลดค่าใช้จ่ายในกระบวนการ นำกลับโลหะเงินอีกด้วย ดังนั้นการนำกลับโลหะเงินด้วยกระบวนการ Hydrometallurgy นี้ จึงเป็นวิธีที่ประหยัด พลังงานเนื่องจากไม่มีการใช้พลังงานไฟฟ้า หรือพลังงานความร้อน สามารถนำกลับโลหะเงินได้โดยไม่จำกัด ปริมาณของเสียในแต่ละครั้ง และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ใช้ ในกระบวนการนี้ สลายตัวได้ น้ำและ แก๊สออกซิเจน ซึ่งมีมิตรกับสิ่งแวดล้อม อีกทั้งมีราคาถูกอีกด้วย อย่างไรก็ตามวิธีนี้มีใช้ระยะเวลาการนำกลับโลหะเงินที่นานถึง 24 ชั่วโมง และไม่สามารถการนำกลับโลหะเงินได้ ถึงร้อยละ 100

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองได้ความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายอิมัลชันซิลเวอร์คลอไรด์ ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10% โดยมวล ได้เท่ากับ 0.513 โมลาร์ ในการหาค่าร้อยละผลได้กลับคืน (%recovery) และหาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design พบว่า ร้อยละผลได้กลับคืน จะมีค่าเพิ่มขึ้นหรือลดลงตามอิทธิพลของตัวแปร โดยตัวแปรที่มีอิทธิพลมากที่สุดคือ pH รองลงมาคือ อัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อซิลเวอร์ไอออน ($[H_2O_2]/[Ag^+]$) และความเข้มข้นของซิลเวอร์ไอออน ($[Ag^+]$) ตามลำดับ โดยตัวอย่างที่ 12 ให้ร้อยละผลได้กลับคืนที่มีค่ามากที่สุด คือร้อยละ 98.70 ส่วนประสิทธิภาพการทำนายร้อยละผลได้กลับคืน ของสมการที่ได้จากระบบ Experimental design นั้นมีประสิทธิภาพดีเนื่องจากค่าที่ได้จากการทดลองมีค่าใกล้เคียงกับค่าทฤษฎี โดยมีความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 1 ทั้งในและนอกขอบเขตของระบบสมการ จากผลการตรวจสอบฐานวิทยาด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าโลหะเงินที่นำกลับได้นั้น มีแนวโน้มของขนาดผลึกที่ใหญ่มากขึ้น หากทำการเพิ่มสัดส่วนโดยจำนวน โมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อไอออนของโลหะเงินจาก 1.072 เท่า เป็น 14.93 เท่า, ลดความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงิน มีค่าลดลงจาก 0.081 โมลาร์ เป็น 0.411 โมลาร์ และลดค่า pH จาก 13.73 เป็น 10.27 สุดท้ายผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทดลองหาค่าร้อยละผลได้กลับคืน ด้วยวิธีการ Experimental design และจากการทดลองใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออน พบว่า การใช้น้ำประปาในการทดลองสามารถให้ร้อยละผลได้กลับคืนของโลหะเงินได้มีค่าใกล้เคียงกับการทดลองโดยใช้น้ำปราศจากไอออน ซึ่งมีผลสอดคล้องกับการตรวจเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) โดยฐานวิทยาของโลหะเงินที่ได้นั้นเป็นลักษณะเดียวกันทั้งในระบบน้ำปราศจากไอออน และน้ำประปา จึงเป็นผลพิสูจน์ได้ว่าการนำกลับโลหะเงิน สามารถใช้น้ำประปาแทนน้ำปราศจากไอออนได้ เพื่อในการลดค่าใช้จ่ายในกระบวนการนำกลับโลหะเงิน

บรรณานุกรม

1. ศิริกัลยา สุวจิตตานนท์; ปรีดา จารุวัฒน์ชัย; สันติชัย ศิลป์งามเลิศ, “การสกัดแยกเงินออกจากร้านยาล้างและอัดรูปที่ใช้แล้ว”. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, หน้า 156 -170
2. คณิศ วงษ์ระวี, “การออกแบบการทดลอง (Design of Experiment, DOE)”. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, หน้า 8 -18
3. Ajiwe, V. I. E.; Anyadiewu, I. E. Recovery of silver from industrial wastes, cassava solution effects. *Separation and Purification Technology*. 2000, 18, 89-92.
4. Hosseini, S. G.; Pourmortazavi, S. M.; Fathollahi, M. Orthogonal Array Design for the Optimization of Silver Recovery from Waste Photographic Paper. *Separation Science and Technology*. 2004, 39, 1953-1966.
5. Sathaiyan, N.; Nandakumar, V.; Ramachandran, P. Hydrometallurgical recovery of silver from waste silver oxide button cells. *Journal of Power Sources*. 2006, 161, 1463-1468.
6. Zhouxiang, H.; Jianying, W.; Ma, Z.; Jifan, H. A method to recovery silver from waste X-ray films with spent fixing bath. *Hydrometallurgy*. 2008, 92, 148-151.
7. Khunprasert, P.; Grisdanurak, N.; Thaveesri, J.; Danutra, V.; Puttitavorn, W. Radiographic film waste management in Thailand and cleaner technology for silver leaching. *Journal of Cleaner Production*. 2008, 16, 28-36.
8. Aktas, S. Silver recovery from spent silver oxide button cells. *Hydrometallurgy*. 2010. 104, 106-111.
9. Chen, WT.; Ma, CC.; Lee, MH.; Chu, YC.; Tsai, LC.; Shu, CM. Silver recovery and chemical oxygen demand (COD) removal from waste fixer solution. *Applied Energy*. 2012, 100, 187-192.
10. Eastman Kodak Company, “Recovering Silver from Photographic Materials”, Kodak Company, Standard Book Number 0-87985-041-8, 1972.

11. Kodak Company, "<http://www.kodak.com/cgi-bin/webGuestBook.pl>".

12. Kodak Company, "<http://www.kodak.com/ppiHome/ppiPubTechnicalInfo.shtml>".



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวศุภานัน สุนันตะ เกิดเมื่อวันที่ 20 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2535 ที่จังหวัด เชียงใหม่ สำเร็จชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนก วิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์ จากโรงเรียน จักรคำคณาทร จังหวัดลำพูน เมื่อปีการศึกษา 2552 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2553 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังจบการศึกษาปริญญาตรี 242 หมู่ 2 ซอย 6 ถนน มหิดล ตำบล หนองหอย อำเภอ เมือง จังหวัด เชียงใหม่ 50000

นางสาวพรเพ็ญ เสือขำ เกิดเมื่อวันที่ 25 เดือน ธันวาคม พ.ศ. 2534 ที่จังหวัด สมุทรสาคร สำเร็จชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนก วิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์ จากโรงเรียน สมุทรสาครบูรณะ จังหวัดสมุทรสาคร เมื่อปีการศึกษา 2552 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2553 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังจบการศึกษาปริญญาตรี 28/7 หมู่ 8 ตำบล คลองมะเดื่อ อำเภอ กระทุ่มแบน จังหวัด สมุทรสาคร 74110



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย