บทที่ 4
ผลการวิจัยและอภิปรายผล

1. คุณสมบัติน้ำเสียจากการวิเคราะห์ซีโอดีเริ่มต้น

น้ำเสียซีโอดี เกิดจากการวิเคราะห์คุณภาพน้ำด้านซีโอดี ซึ่งเป็นการวิเคราะห์อาศัยปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยอาศัยออกซิไดซิงเอเจนต์อย่างแรงภายใต้สภาวะที่เป็นกรดเข้มข้นและอุณหภูมิสูง (มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์, 2540) มีการใช้สารประกอบโลหะหนักในการวิเคราะห์ คือ โปแตสเซียมไดโครเมต ซิลเวอร์ซัลเฟต เฟรัสแอมโนเนียซัลเฟต และเมอคิวริคซัลเฟต การวิเคราะห์ลักษณะน้ำเสียซีโอดีเบื้องต้น พบว่าน้ำเสียซีโอดี มีลักษณะสารละลายใสสีฟ้าอมเขียว ศึกษาวิเคราะห์ค่าพีเอช และปริมาณโลหะเงิน โครเมียม ปรอท และเหล็ก พบว่า พีเอชต่ำกว่า 1 ทำให้น้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีมีค่าความเป็นกรดสูงมาก เนื่องจากในการวิเคราะห์ค่าซีโอดีต้องใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้นในการออกซิไดส์สารอินทรีย์ ปริมาณโลหะหนักที่วิเคราะห์คือ เงิน โครเมียม ปรอท และเหล็ก มีค่าเฉลี่ย 332.4 166.5 1321 และ 347.1 มก/ล.ตามลำดับ ดังตารางที่ 4.1 และตารางภาคผนวก ก-1

ตารางที่ 4.1 ลักษณะน้ำเสียซีโอดีเริ่มต้น

พารามิเตอร์	หน่วย	ค่าเฉลี่ย
พีเอช	-	<1
เงิน	มก/ล.	332.4
โครเมียม	มก/ล.	166.5
ปรอท	มก/ล.	1,321
เหล็ก	มก/ล.	347.1

2. ศึกษาปริมาณโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมในการตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียซีโอดีที่พีเอชต่าง ๆ

2.1 ผลของพีเอชต่อการตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียซีโอดี

การทดลองในการตกตะกอนเพื่อนำโลหะเงินนำกลับมาใช้และทำให้บริสุทธิ์ จะต้องกำจัดปรอท โครเมียม และเหล็ก ที่พบในน้ำเสียซีโอดี ไม่ให้ปนเปื้อนกับโลหะเงิน โดยการปรับพีเอชของน้ำเสียซีโอดีด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสารดังกล่าวสามารถตกตะกอนโลหะปรอท โครเมียม และเหล็กที่ปนเปื้อนในน้ำเสียซีโอดีได้ดี นอกจากนี้การปรับพีเอชด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้น โซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำปฏิกิริยากับปรอท โครเมียม และเหล็ก เกิดการตกตะกอนของโลหะหนักต่าง ๆ เป็นผลให้ปรอท โครเมียม และเหล็ก ปนเปื้อนกับเงิน ดังสมการ 4.1 – 4.4 (Asavavisithchai, Nisaratanaporn, Boonyongmaneerat, 2009)

$$3Ag_2SO_4 + 6NaOH \longrightarrow 6Ag_2OH + 3Na_2SO_4 \quad (4.1)$$

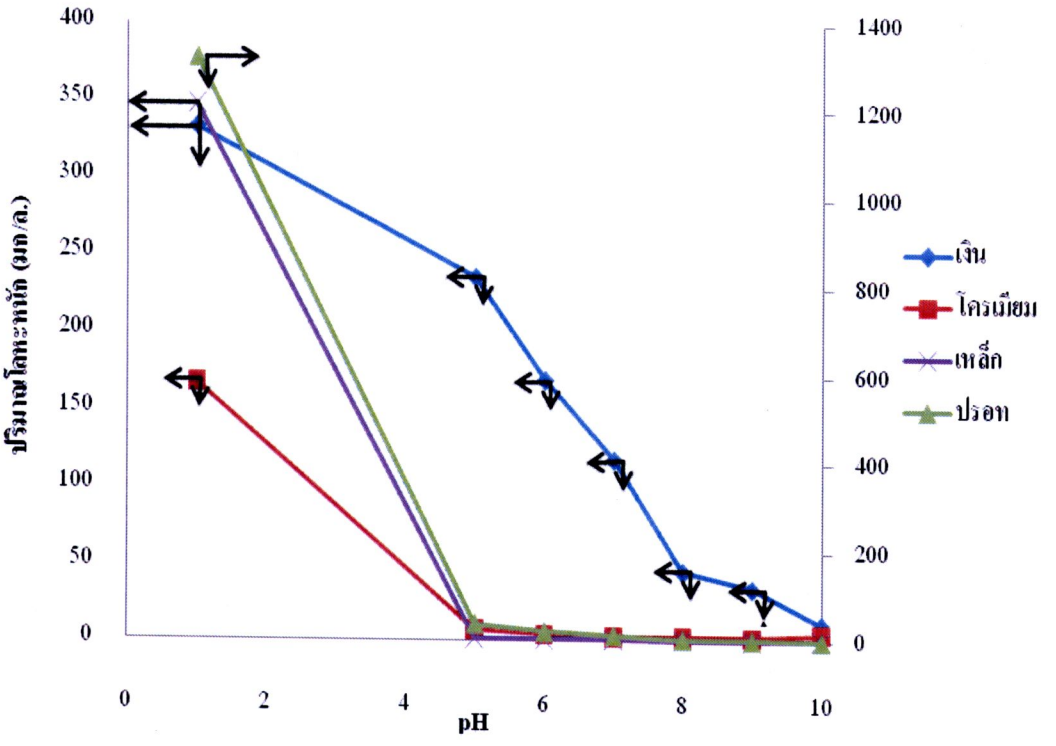
$$HgSO_4 + NaOH \longrightarrow Hg(OH)_2 + Na_2SO_4 \quad (4.2)$$

$$Cr_2(SO_4)_3 + 6NaOH \longrightarrow 2Cr(OH)_3 + 3Na_2SO_4 \quad (4.3)$$

$$Fe_2(SO_4)_3 + 6NaOH \longrightarrow 2Fe(OH)_3 + 2Na_2SO_4 \quad (4.4)$$

ผลการศึกษาปริมาณปรอท, โครเมียม, เงิน และเหล็ก ที่คงเหลือในน้ำเสียแล้วจากการปรับพีเอชด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า การตกตะกอนของเงินใช้ช่วงพีเอช 5 – 7 มีการตกตะกอนได้เพียงร้อยละ 65 แต่ในช่วงพีเอช 8 – 10 การตกตะกอนของเงินมีประสิทธิภาพมากขึ้น ส่วนปรอทโครเมียม และเหล็ก มีการตกตะกอนร้อยละ 96 ตั้งแต่พีเอช 5 เมื่อปรับพีเอชเพิ่มขึ้นการตกตะกอนของปรอท โครเมียมและเหล็ก ยิ่งเพิ่มมากขึ้น ซึ่งมีการตกตะกอนถึงร้อยละ 99 ดังตารางที่ 4.2 ภาคผนวก ก-2 ภาคผนวก ก-3 และภาพที่ 4.1

ปริมาณเงิน โครเมียม ปรอท และเหล็ก ที่พบในสารละลายที่ได้จากการปรับพีเอชที่ 5 6 7 8 9 และ 10 มีค่าการปนเปื้อนในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีน้อยลงตามการปรับค่าพีเอชที่เพิ่มขึ้น การปรับพีเอชน้ำเสียวิเคราะห์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในช่วงพีเอช 7 สามารถตกตะกอนปรอท โครเมียม และเหล็ก ได้ร้อยละ 98 ยกเว้นเงินที่มีการตกตะกอนได้น้อยสุดเพียงร้อยละ 65 ส่วนพีเอชที่เหมาะสมในการบำบัดน้ำเสียคือ พีเอช 9 เนื่องจากปริมาณโลหะหนักที่ปนเปื้อนในน้ำเสียมีปริมาณต่ำสุดในการปรับพีเอช ซึ่งการกำจัดเงิน โครเมียม ปรอท และเหล็กควรมีการปรับพีเอชให้อยู่ในช่วง 8-9 (เกรียงศักดิ์ อุดมสินโรจน์, 2539)



ภาพที่ 4.1 ปริมาณโลหะหนักที่คงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีหลังการปรับพีเอช

ตารางที่ 4.2 ปริมาณโลหะคงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีหลังการปรับพีเอช

พีเอช	เงิน		โครเมียม		ปรอท		เหล็ก	
	ปริมาณคงเหลือในน้ำเสีย (มก./ล.)	ประสิทธิภาพในการกำจัด (ร้อยละ)	ปริมาณคงเหลือในน้ำเสีย (มก./ล.)	ประสิทธิภาพในการกำจัด (ร้อยละ)	ปริมาณคงเหลือในน้ำเสีย (มก./ล.)	ประสิทธิภาพในการกำจัด (ร้อยละ)	ปริมาณคงเหลือในน้ำเสีย (มก./ล.)	ประสิทธิภาพในการกำจัด (ร้อยละ)
<1	332.4	0	166.5	0	1321	0	347.1	0
5	235.47	29.16	6.55	96.07	36.66	97.22	0.75	99.78
6	169.04	49.14	3.86	97.68	19.91	98.49	0.51	99.85
7	117.05	64.79	2.71	98.37	13.09	99.01	0.51	99.85
8	44.75	86.54	2.75	98.35	4.23	99.68	0.38	99.89
9	33.79	86.54	2.18	98.69	1.81	99.86	0.3	99.91
10	10.96	96.7	4.63	97.22	0.25	99.98	0.37	99.89

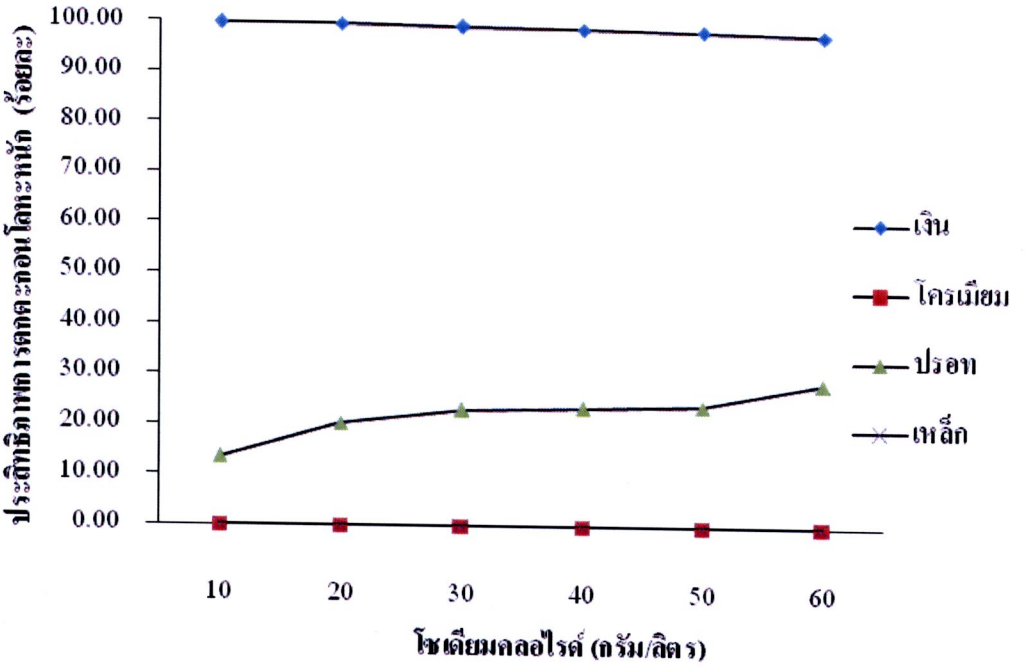
การตกตะกอนเงินและโลหะหนักในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชต่าง ๆ

การศึกษาการตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์ น้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี ตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ปริมาณ 10 20 30 40 50 และ 60 กรัม ต่อน้ำเสียซีโอดีปริมาตร 1 ลิตร ที่พีเอชเริ่มต้น กวนผสมให้น้ำเสียซีโอดีและโซเดียมคลอไรด์ผสมกัน โดยการกวนเร็ว 1 นาที และกวนช้า 30 นาที มีผลการวิจัยดังนี้

1) การตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีที่พีเอชเริ่มต้น

การตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ปริมาณ 10 20 30 40 50 และ 60 กรัม ที่พีเอชเริ่มต้น พบว่าโซเดียมคลอไรด์มีประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินร้อยละ 98 และมีประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งการตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ปริมาณ 10 มีประสิทธิภาพในการตกตะกอนเหมาะสมที่สุด การตกตะกอนปรอทโซเดียมคลอไรด์มีประสิทธิภาพในการตกตะกอนปรอทร้อยละ 28.47 ที่ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ 60 กรัม ส่วนโครเมียมและเหล็กไม่สามารถตกตะกอนได้ในพีเอชเริ่มต้น ดังภาพที่ 4.2 เนื่องจากสารประกอบคลอไรด์ของโครเมียมและเหล็กสามารถละลายในสารละลายได้ (ประภาณี และคณะ, 2549) และโครเมียมและเหล็กสามารถตกตะกอนได้ดีที่พีเอชที่เป็นกลางถึงด่าง (เกรียงศักดิ์ อุดมสินโรจน์, 2539)

การตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชเริ่มต้น โซเดียมคลอไรด์สามารถตกตะกอนเงินได้ มีประสิทธิภาพร้อยละ98 และสามารถตกตะกอนปรอทได้ร้อยละ 28 ทำให้ตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชเริ่มต้นมีการปนเปื้อนของปรอทเพียงอย่างเดียว



ภาพที่ 4.2 ประสิทธิภาพการตกตะกอนโลหะหนักด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอช <1

2) การตกตะกอนเงินและโลหะหนักในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชต่างๆ

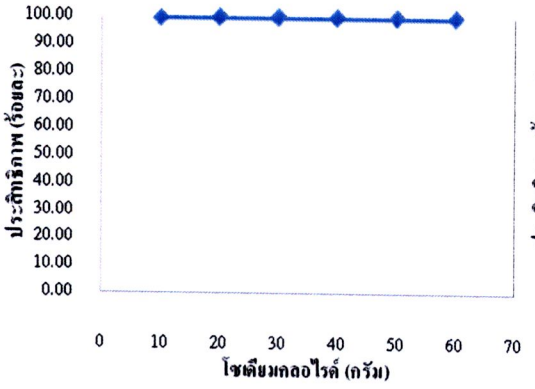
การศึกษาการตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์เป็นการศึกษาจากการนำสารละลายที่ได้จากการปรับพีเอช 5 6 7 8 9 และ10 นำมาตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ปริมาณ 10 20 30 40 50 และ 60 กรัม ต่อน้ำเสียซีโอดีปริมาตร 1 ลิตร กวนผสมให้น้ำเสียซีโอดีและโซเดียมคลอไรด์ผสมกัน โดยการกวนเร็ว 1 นาที ที่ความเร็ว 100 รอบต่อวินาที และกวนช้า 30 นาที ที่ความเร็ว 10 รอบต่อวินาที

การตกตะกอนเงินด้วยการเติมโซเดียมคลอไรด์ปริมาณต่างๆ ที่พีเอช 5 6 7 8 9 และ 10 พบว่าการเติมโซเดียมคลอไรด์ในน้ำเสียที่ผ่านการปรับพีเอชนั้น โซเดียมคลอไรด์ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินมากขึ้น โดยที่ประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินมีค่าใกล้เคียงกัน มีประสิทธิภาพในการตกตะกอนร้อยละ 99 ดังภาพที่ 4.3 และตารางที่ ก-4 โซเดียมคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ซัลเฟตดังนี้ (Aslam and Walker, 1982)

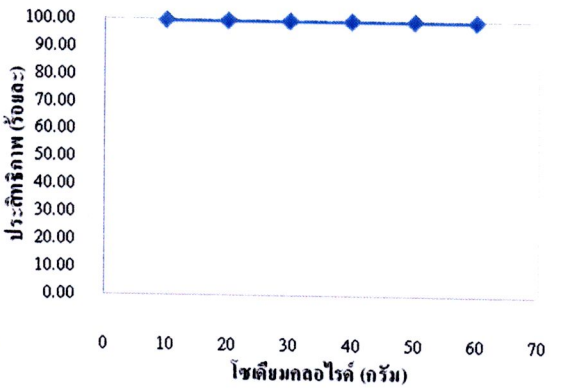
$$Ag_2SO_4 + 2NaCl \longrightarrow 2AgCl + Na_2SO_4 \qquad (4.5)$$

การตกตะกอนเงินในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีที่พีเอช 5 6 7 8 9 และ10 หลังการเติมโซเดียมคลอไรด์ พบว่า ประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินใกล้เคียงกัน ร้อยละ 99 การเติมโซเดียมคลอไรด์เพื่อตกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์มีช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการตกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์มากขึ้น การที่โซเดียมคลอไรด์สามารถตกตะกอนเงินได้นั้น เนื่องจากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ เป็นการตกตะกอนแบบจำเพาะ (Selective precipitation) (ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์, 2530) เพราะคลอไรด์ไอออน จะเลือกทำปฏิกิริยากับไอออนของเงินที่มีอยู่ในสารละลายเกิดเป็นซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) และมีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ เพราะมีค่าพลังงานแลตทิซผลึกสูง อันเนื่องมาจากแรงดึงดูดแวนเดอร์วาลล์ระหว่าง Ag^+ กับ Cl^- มาก และแรงดึงดูดนี้ยังเสริมกับแรงดึงดูดไอออนิกอีกด้วย (ประภาณี เกษมศรี ณ อยุธยา และคณะ, 2549) ซิลเวอร์คลอไรด์มีค่าคงที่ผลคูณของการละลาย (Solubility product constant) $1.8x10^{-10}$ (Meites Louis,1963) แต่การตกตะกอนเงินที่พีเอช <1 ยังมีการละลายปนเปื้อนมายังน้ำเสีย เนื่องจากในน้ำเสียซีโอดีมีค่าเป็นกรด ซึ่งเงินจะทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริกเข้มข้น เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ ทำให้ตกตะกอนที่ได้ไม่มีความเสถียร

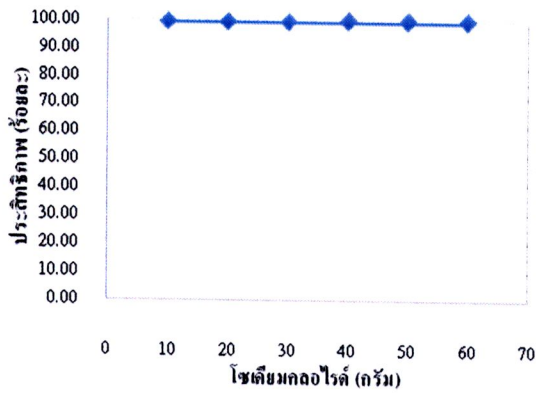
การเติมโซเดียมคลอไรด์ลงในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีหลังการปรับพีเอช ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการตกตะกอนเงินได้ดีขึ้น ทำให้ปริมาณเงินปนเปื้อนน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีหลังตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่ปรับพีเอช มีปริมาณลดลงจากปริมาณเงินที่คงเหลือของการปรับพีเอช ดังนั้น ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ 10 กรัมต่อน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี 1 ลิตร พีเอช 1 เพียงพอต่อการตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์



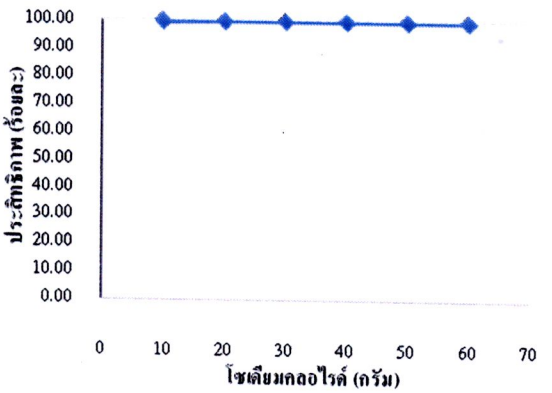
พีเอช 5



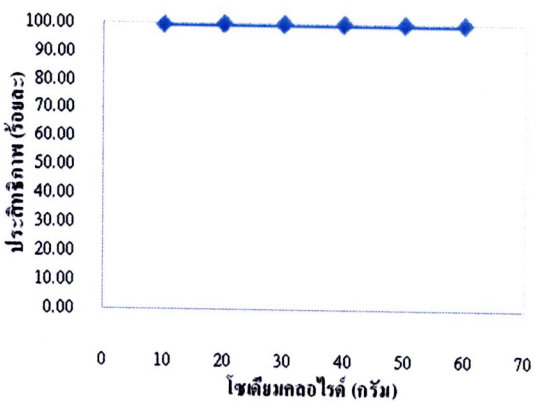
พีเอช 6



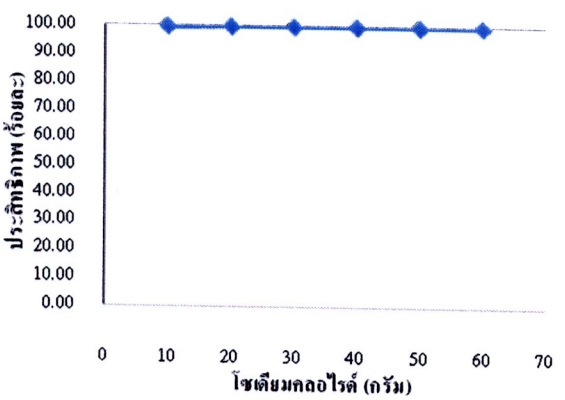
พีเอช 7



พีเอช 8



พีเอช 9



พีเอช 10

ภาพที่ 4.3 ประสิทธิภาพการตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชต่าง ๆ

การตกตะกอนโครเมียมด้วยการเติมโซเดียมคลอไรด์ พบว่าเมื่อเติมโซเดียมคลอไรด์ลงในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี โครเมียมซัลเฟตจะทำปฏิกิริยากับโซเดียมคลอไรด์เป็นโครเมียม (III) คลอไรด์ ($CrCl_3$) โดยโครเมียม (III) คลอไรด์ ($CrCl_3$) มีค่าการละลายน้ำ 58.5 กรัม/ 100 มิลลิลิตร (Wikipedia, 2010) ทำให้โครเมียม (III) คลอไรด์ ($CrCl_3$) ไม่สามารถตกตะกอนได้ ทั้งในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีที่ผ่านการปรับค่าพีเอช เนื่องจากมีค่าการละลายน้ำสูง โซเดียมคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับโครเมียมดังนี้ (Aslam and Walker, 1982)

$$Cr_2(SO_4)_3 + 6NaCl \longrightarrow 2CrCl_3 + 3Na_2SO_4 \qquad (4.6)$$

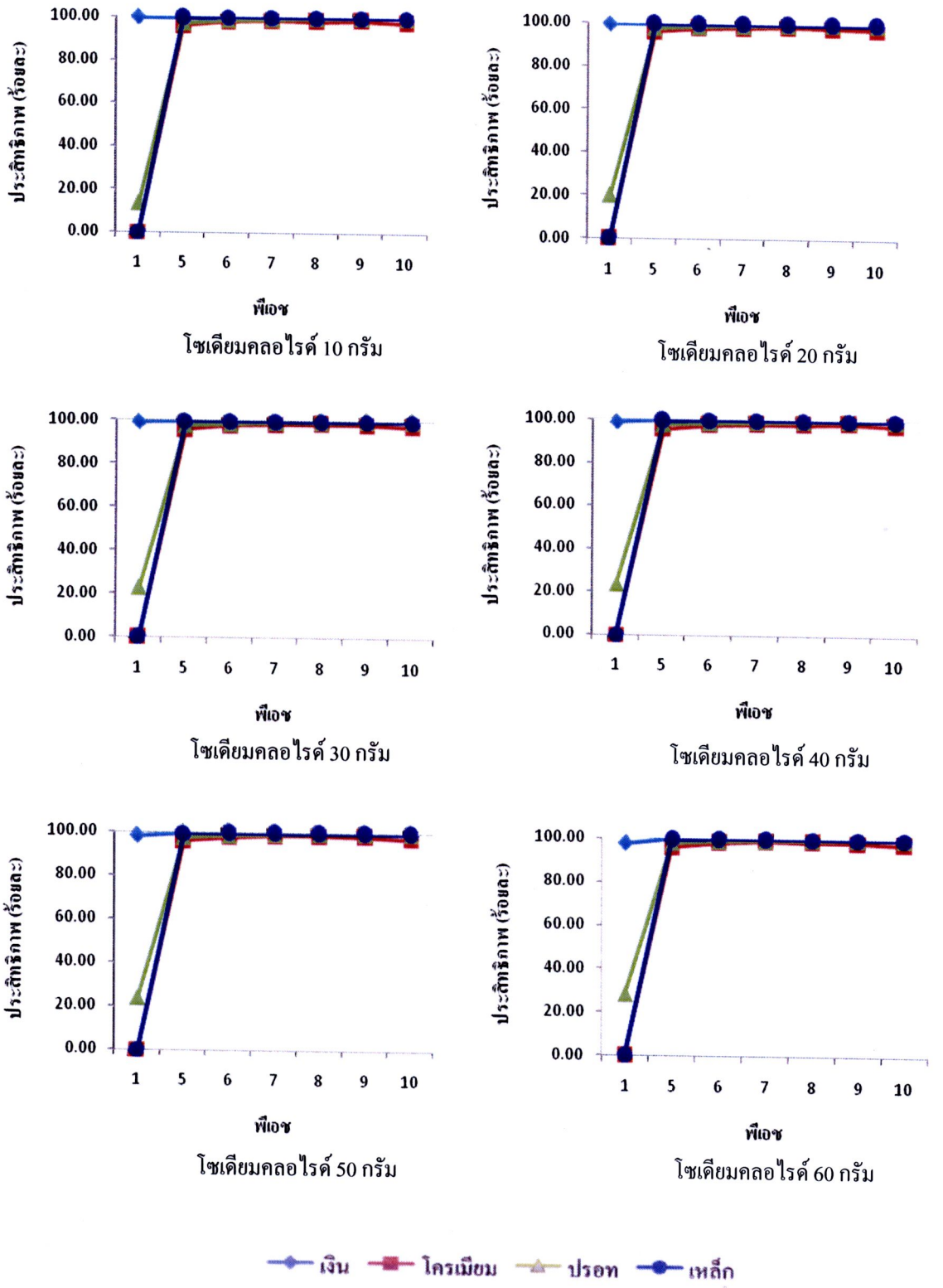
ส่วนปริมาณโครเมียมที่ลดลงในช่วงของพีเอช5 6 7 8 9 และ 10 เนื่องจากการปรับพีเอชของน้ำเสียได้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่าพีเอช ดังภาพที่ 4.4 และตารางที่ ก-5 โดยที่โซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำปฏิกิริยากับโครเมียมซัลเฟต ทำให้โครเมียมอยู่ในรูปของโครเมียม (III) ไฮดรอกไซด์ ($Cr(OH)_3$) ทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

การตกตะกอนปรอทด้วยการเติมโซเดียมคลอไรด์ต่าง ๆ ที่พีเอช 5 6 7 8 9 และ 10 โซเดียมคลอไรด์มีประสิทธิภาพในการตกตะกอนปรอทร้อยละ 99 ดังภาพที่ 4.4 และตารางที่ ก-6 เมอร์คิวรี (II) ซัลเฟต ($HgSO_4$) จะทำปฏิกิริยากับโซเดียมคลอไรด์ได้เมอร์คิวรัสคลอไรด์ ($HgCl_2$) ดังนี้ (Aslam and Walker, 1982)

$$HgSO_4 + 2NaCl \longrightarrow HgCl_2 + Na_2SO_4 \qquad (4.7)$$

ปรอทสามารถตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ เนื่องจากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์เป็นการตกตะกอนแบบจำเพาะ(selective precipitation) (ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์, 2530) เมอร์คิวรัสคลอไรด์ ($HgCl_2$) แต่ปรอทยังมีการละลายปนเปื้อนมายังน้ำเสีย เนื่องจากเมอร์คิวรีคลอไรด์มีค่าการละลายน้ำ 7.4 กรัม/100 มิลลิลิตร (ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์, 2553) ทำให้ปรอทสามารถสะลายอยู่ในรูปของสารละลายได้ เมื่อมีการปรับพีเอชของน้ำเสียด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรอทอยู่ในรูปของ $Hg(OH)_2$ ทำให้สามารถตกตะกอน

การตกตะกอนเหล็กด้วยการเติมโซเดียมคลอไรด์ พบว่าโซเดียมคลอไรด์ไม่สามารถตกตะกอนเหล็กได้ เนื่องจากโซเดียมคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับเฟอร์รัสซัลเฟต จะได้เฟอร์ริคคลอไรด์ ($FeCl_3$) มีค่าการละลายน้ำ 63 กรัม/100มิลลิลิตร (Wikipedia, 2010) ทำให้ได้การเติมโซเดียมคลอไรด์ไม่มีผลต่อการตกตะกอนเหล็ก ส่วนปริมาณเหล็กที่ลดลงในช่วงของพีเอช5 6 7 8 9 และ 10 ดังภาพที่ 4.4 และตารางที่ ก-7 เนื่องจากการปรับพีเอชของน้ำเสียได้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่าพีเอช โดยที่โซเดียมไฮดรอกไซด์ จะทำปฏิกิริยากับเฟอร์รัสซัลเฟต ทำให้เหล็กอยู่ในรูปของ เฟอร์ริกไฮดรอกไซด์ ($Fe(OH)_3$) ทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น



ภาพที่ 4.4 ประสิทธิภาพการตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชต่าง ๆ

การศึกษาในการตกตะกอนเงิน โครเมียม ปรอท และเหล็ก ในพีเอช 5 6 7 8 9 และ 10 ซึ่งโซเดียมคลอไรด์สามารถตกตะกอนเงินได้มีประสิทธิภาพใกล้เคียงกันในทุกพีเอชที่ทำการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ ทำให้พีเอชไม่มีผลต่อการตกตะกอนเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ การตกตะกอนเงินในช่วงพีเอช 1 โซเดียมคลอไรด์ 10 กรัม เพียงพอต่อการตกตะกอนเงิน การตกตะกอนปรอทด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่ช่วงพีเอช 5 6 7 8 9 และ10 พบว่าปรอทสามารถตกตะกอนในช่วงพีเอชที่เป็นกรดได้ แต่สามารถตกตะกอนได้เป็นบางส่วนเท่านั้น เมื่อพีเอชอยู่ในช่วง 5-10 โซเดียมคลอไรด์สามารถตกตะกอนปรอทได้เพิ่มขึ้น ปริมาณปรอทปนเปื้อนในน้ำเสีย ซีโอดีมีค่าลดลงตามค่าของพีเอชและปริมาณโซเดียมคลอไรด์ ส่วนโครเมียมและเหล็ก การตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ในพีเอช 5 6 7 8 9 และ10 ไม่สามารถตกตะกอนโครเมียมและเหล็กได้ เมื่อเปรียบเทียบปริมาณโครเมียมคงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีกับปริมาณโครเมียมคงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์หลังปรับพีเอช พบว่า มีค่าใกล้เคียงกัน และเปรียบเทียบปริมาณเหล็กคงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีหลังการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์กับปริมาณเหล็กคงเหลือในน้ำเสียวิเคราะห์หลังปรับพีเอช มีค่าใกล้เคียงกัน

3. การแยกเงินบริสุทธิ์จากการตกตะกอนโลหะหนัก

3.1 ศึกษาปริมาณสารละลายแอมโมเนียในการแยกโลหะหนักออกจากตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

ตะกอนที่ได้จากการหาปริมาณโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมนั้น ไม่ได้มีเพียงตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์เท่านั้น แต่ยังมีตะกอนของเมอร์คิวรัสคลอไรด์ โครเมียม และเหล็กปนเปื้อนในตะกอนที่ทำการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ การแยกโลหะออกจากตะกอนนั้น ต้องอาศัยสมบัติในการละลายที่แตกต่างกันของตะกอน โดยตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์สามารถละลายได้ในสารละลายแอมโมเนีย ส่วนเมอร์คิวรัสคลอไรด์ โครเมียม และเหล็กนั้นไม่สามารถละลายในสารละลายแอมโมเนีย ดังสมการ (Maudos et al., 1994)

$$AgCl + 2NH_3 \longrightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl \qquad (4.8)$$

$$HgCl_2 + 2NH_3 \longrightarrow Hg(NH_2)Cl + NH_4Cl \qquad (4.9)$$

$$HgCl_2 + 2NH_3 \longrightarrow Hg(NH_2)Cl + NH_4^+ + Cl^- \qquad (4.10)$$

สารละลายที่เกิดขึ้นจะเป็นไอออนเชิงซ้อนของ $[Ag(NH_3)_2]^+$ แยกสารละลายและตะกอนออกจากกันด้วยกระดาษกรอง เพื่อแยกตะกอนของปรอท โครเมียม และเหล็กออกจากสารละลาย นำสารละลายที่ได้ไปปรับสภาพให้เป็นกรด ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น ปริมาณ 5 มิลลิลิตร จะได้ตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์กลับคืนอีกครั้ง ดังสมการ (สุธาทิพย์ ศิริไพศาลพิพัฒน์, 2550)

$$[Ag(NH_3)_2]Cl + 2HNO_3 \longrightarrow AgCl + 2NH_4NO_3 \qquad (4.11)$$

การแยกเงินบริสุทธิ์จากการตกตะกอนได้เลือกตะกอน 2 แบบ คือ ตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์พีเอชต่ำกว่า 1 และตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์พีเอช 10 เนื่องจากตะกอนที่พีเอช <1 เป็นตะกอนที่ไม่มีการปนเปื้อนของโครเมียมและเหล็กเ มีการปนเปื้อนของปรอทเพียงอย่างเดียวในตะกอน ส่วนตะกอนที่พีเอช 10 มีการปนเปื้อนของโลหะอื่นอยู่สูง และการตกตะกอนโลหะหนักส่วนใหญ่จะตกตะกอนในช่วงพีเอชที่เป็นด่าง ดังนั้นจึงทำการศึกษาตะกอนทั้ง 2 ชนิดนี้ โดยนำตะกอนที่ได้จากการ

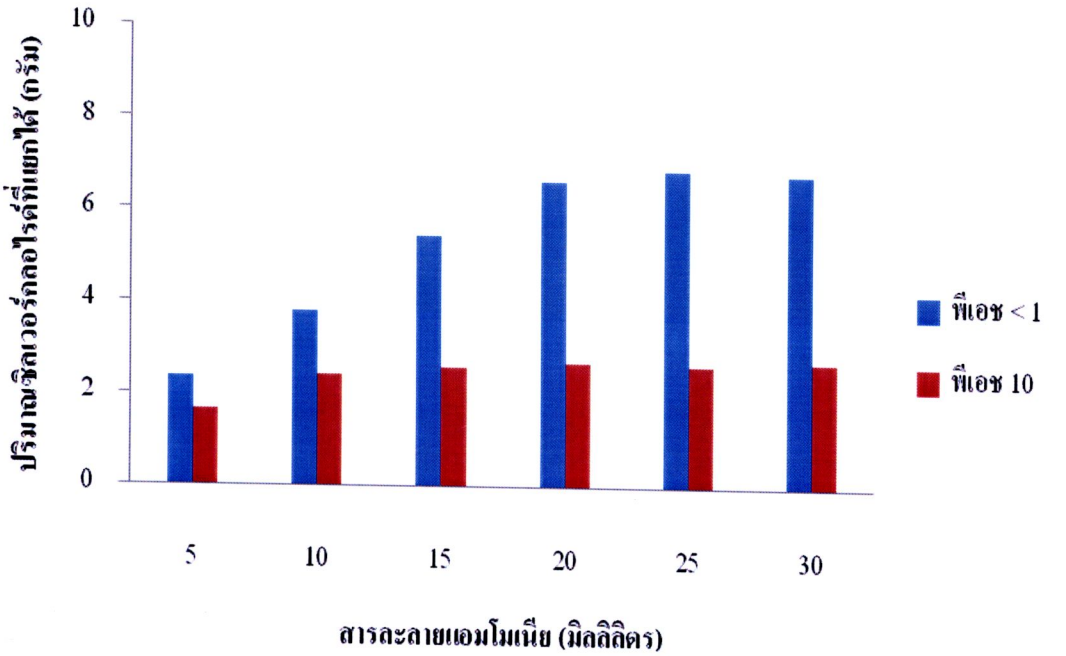
ตกตะกอนที่พีเอช <1 และพีเอช 10 ปริมาณ 10 กรัม เติมสารละลายแอมโมเนียปริมาณ 5 10 15 20 25 และ 30 มิลลิลิตร เพื่อให้ทราบปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่เพียงพอต่อการแยกตะกอน ซิลเวอร์คลอไรด์ออกจากตะกอนโลหะหนักอื่นที่ปนเปื้อนในตะกอน

ตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์พีเอช <1 ปริมาณ 10 กรัม เติมสารละลายแอมโมเนียที่ปริมาณ 5 10 15 20 25 และ 30 มิลลิลิตร สามารถแยกตะกอน ซิลเวอร์คลอไรด์ได้ ดังตารางที่ 4.3 และภาพที่ 4.5 โดยสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสมที่พีเอช <1 คือ 20 มิลลิลิตร เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียเพิ่มขึ้นสามารถแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ได้เพิ่มขึ้น จนกระทั่งเติมสารละลายแอมโมเนียปริมาณ 20 25 และ 30 มิลลิลิตร ปริมาณตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์เริ่มคงที่ ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้มีปริมาณใกล้เคียงกัน ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้จากการเติมสารละลายแอมโมเนียมีปริมาณสูง เนื่องจากตะกอนที่พีเอช 1 ส่วนใหญ่เป็นตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์ และเมอร์คิวรัสคลอไรด์ ส่วนโครเมียม และเหล็กไม่มีการตกตะกอนที่พีเอช 1 ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้จากการทดลองมีลักษณะเป็นตะกอนสีขาว ดังภาพที่ 4.6 ก. ตะกอนสีดำเกิดขึ้นในการเติมสารละลายแอมโมเนียพบว่าเป็นตะกอนของปรอท จากการวิเคราะห์ตะกอน 1 กรัม พบว่าซิลเวอร์คลอไรด์มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9997 ดังตารางที่ 4.4

ตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์พีเอช 10 ปริมาณ 10 กรัม เติมสารละลายแอมโมเนียที่ปริมาณ 5 10 15 20 25 และ30 มิลลิลิตร สามารถแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ได้ ดังตารางที่ 4.3 และภาพที่ 4.5 โดยสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสมที่พีเอชน้อยกว่า 1 คือ 20 มิลลิลิตร เมื่อเทียบกับปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่ใช้ในการแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ตะกอน พีเอช 1น้อยกว่านั้น เพราะว่าตะกอนที่ได้จากตกตะกอนโลหะหนักที่พีเอช 10 จะมีตะกอนของโครเมียม ปรอท และเหล็กปนเปื้อนในตะกอนปริมาณทำให้ตะกอนซิลเวอร์ที่ได้จากการเติมสารละลายแอมโมเนียเพื่อแยกตะกอนซิลเวอร์ออกจากโลหะหนักอื่นๆ มีปริมาณต่ำกว่าตะกอนที่พีเอช <1 นำตะกอนที่ได้ 1 กรัม ตรวจวิเคราะห์พบว่าซิลเวอร์คลอไรด์มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99819 ดังตารางที่ 4.4 พบว่าปรอท โครเมียมและเหล็กไม่ปนเปื้อนกับตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ เนื่องจากโลหะไฮดรอกไซด์ของปรอท โครเมียม และเหล็กจะไม่ละลาย ในสารละลายแอมโมเนีย (สมศักดิ์ ศิริชัย, อัญชุลี สุกแสงปัญญา และ นิศากร ทองก้อน, 2550) ทำให้ตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์มีความบริสุทธิ์สูง

ตารางที่ 4.3 การศึกษาปริมาณสารละลายแอมโมเนียในการแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 10 กรัมออกจากโลหะหนักอื่น ๆ

สารละลายแอมโมเนีย (มิลลิลิตร)	ปริมาณซิลเวอร์คลอไรด์			
	ตะกอนพีเอช <1		ตะกอนพีเอช 10	
	กรัม	ร้อยละ	กรัม	ร้อยละ
5	2.38	23.8	1.64	16.4
10	3.79	37.9	2.43	24.3
15	5.44	54.4	2.60	26.0
20	6.63	66.3	2.70	27.0
25	6.87	68.7	2.65	26.5
30	6.80	68.0	2.73	27.3



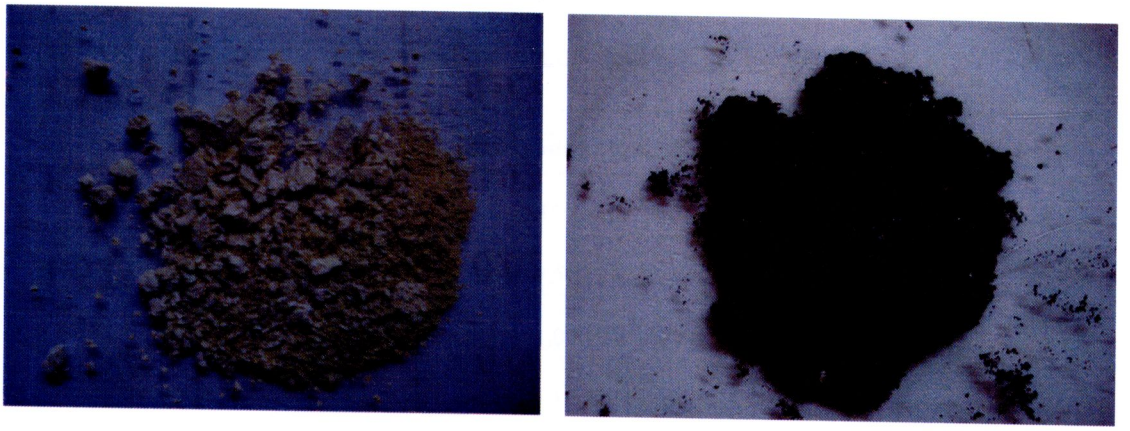
ภาพที่ 4.5 การศึกษาปริมาณสารละลายแอมโมเนียในการแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 10 กรัมออกจากโลหะหนักอื่น ๆ

3.2 ศึกษาปริมาณสังกะสี และกรดซัลฟูริกในการรีดิวซ์ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

ตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้นั้นต้องทำการรีดิวซ์ด้วยสังกะสี เพื่อทำให้อยู่ในรูปโลหะเงิน ในการรีดิวซ์ซิลเวอร์คลอไรด์ให้อยู่ในรูปโลหะเงิน (metallic silver) นำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์พีเอช< 1 และตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์พีเอช 10 ที่ได้จากการแยกปรอท โครเมียม และเหล็ก ปริมาณ 10 กรัม เติมกรดซัลฟูริก 2 โมลาร์ ปริมาณ 50 มิลลิลิตร แล้วเติมผงสังกะสี เพื่อทำปฏิกิริยาให้ซิลเวอร์คลอไรด์กลายเป็นโลหะเงิน โดยสังเกตฟองก๊าซที่เกิดขึ้น ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์จะเปลี่ยนเป็นสีเทา ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์จะถูกรีดิวซ์กลายเป็นโลหะเงิน ซึ่งจะเปลี่ยนจากตะกอนสีขาวเป็นสีเทา มองดูคล้ายผงซีเมนต์ เรียกว่าซีเมนต์ซิลเวอร์ (cement silver) ดังสมการ (Aktas, 2010)

$$2AgCl + Zn + H_2SO_4 \longrightarrow 2Ag^0 + ZnSO_4 + 2HCl \qquad (4.12)$$

ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์พีเอชต่ำกว่า 1 และตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์พีเอช 10 ปริมาณ 10 กรัม ใช้สังกะสีเฉลี่ย 3.55 และ 3.56 มิลลิกรัม ตามลำดับ จากนั้นเติมกรดซัลฟูริกอีกเล็กน้อยเพื่อละลายผงสังกะสีที่อาจเหลือตกค้างอยู่ จนไม่เห็นฟองก๊าซ ซึ่งเกิดจากการละลายของผงสังกะสีในกรดซัลฟูริก กรองตะกอนสีเทาของโลหะเงิน (cement silver) ด้วยกระดาษกรอง จะได้ตะกอนของโลหะเงิน ดังภาพที่ 4.6 ข



ก ข

ภาพที่ 4.6 ลักษณะตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ (ก) และโลหะเงิน (ข)

4. ศึกษาความบริสุทธิ์โลหะเงิน

ผลการศึกษาปริมาณสารมลทินที่เหลือในตะกอนโลหะเงินพีเอชต่ำกว่า 1 และตะกอนโลหะเงินพีเอช 10 พบว่า โลหะเงินพีเอชต่ำกว่า 1 มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9997 และตะกอนโลหะเงินพีเอช 10 มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9963 มีการปนเปื้อนของโลหะอื่นน้อยมาก ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.4 ปริมาณโลหะหนักที่คงอยู่ในตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์หลังการทำให้บริสุทธิ์

โลหะหนัก	ตะกอนพีเอช <1 (ร้อยละ)	ตะกอนพีเอช 10 (ร้อยละ)
โครเมียม	14.0×10^{-5}	135.3×10^{-5}
ปรอท	1.72×10^{-5}	1.72×10^{-5}
เหล็ก	5.67×10^{-5}	44.2×10^{-5}
เงิน	99.99979	99.99819

ตารางที่ 4.5 ปริมาณโลหะหนักต่าง ๆ ที่ปนเปื้อนในโลหะเงิน

โลหะหนัก	ตะกอนพีเอช1 (ร้อยละ)	ตะกอนพีเอช 10 (ร้อยละ)
สังกะสี	334.7×10^{-5}	355.0×10^{-5}
โครเมียม	7.5×10^{-5}	7.5×10^{-5}
ปรอท	1.0×10^{-5}	1.0×10^{-5}
เหล็ก	2.8×10^{-5}	2.8×10^{-5}
เงิน	99.99654	99.99634

5. ผลการวิเคราะห์ข้อมูลค่าใช้จ่ายในการนำกลับโลหะเงิน

จากการทดลองเมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการนำกลับโลหะเงินจากน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี มีค่าใช้จ่ายสำหรับสารเคมีในแต่ละขั้นตอนการวิจัยดังนี้ (รายละเอียดการคำนวณในภาคผนวก ค)

5.1 ขั้นตอนการตกตะกอนแยกโลหะเงินจากน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี

ค่าใช้จ่ายในการตกตะกอนโลหะเงินด้วยโซเดียมคลอไรด์ใช้โซเดียมคลอไรด์ 10 กรัม ต่อน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี 1000 มิลลิลิตร ได้ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 332.4 มิลลิกรัม ค่าใช้จ่ายทั้งหมด 0.78 บาท

5.2 ขั้นตอนการแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์จากโลหะหนักอื่น ๆ

ค่าใช้จ่ายแยกปรอทออกจากตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ ใช้สารละลายแอมโมเนีย ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ต่อตะกอน 10 กรัม ได้ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 6.97 กรัม ถ้าตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 0.332 กรัม ดังนั้นใช้สารละลายแอมโมเนีย 0.66 มิลลิลิตร ค่าใช้จ่ายทั้งหมด 0.088 บาท

5.3 ขั้นตอนการรีดิวซ์เงินบริสุทธิ์

ค่าใช้จ่ายในการรีดิวซ์ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 10 กรัม เติมสังกะสีเฉลี่ย 3.55 มิลลิกรัม ถ้าตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ 0.332 กรัม ดังนั้นใช้ผงสังกะสี 0.12 กรัม ค่าใช้จ่ายทั้งหมด 0.41 บาท

รวมค่าใช้จ่ายในการแยกโลหะเงินออกจากน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีทั้งหมดเป็นเงิน 1.27 บาท ต่อน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี 1 ลิตร การศึกษาครั้งนี้สามารถแยกโลหะเงินในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีได้ 308.54 มก/ล. ซึ่งคิดเป็นประสิทธิภาพในการนำกลับร้อยละ 99.77