

การนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน

RECOVERY LITHIUM FROM LITHIUM-ION BATTERY



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2566

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



การนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2566

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# RECOVERY LITHIUM FROM LITHIUM-ION BATTERY



A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILMENT OF THE REQUIREMENT  
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING  
SCHOOL OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2023

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์ การนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน  
โดย กมลชนก เทียนวรรณ  
ธีรภัทร อินทร์ศรี  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ณัฐพล ฤกษ์เกษมสันต์  
ปริญญาานิพนธ์ สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาานิพนธ์



ประธานกรรมการ

(ผศ.ดร.ณัฐพล ฤกษ์เกษมสันต์)



กรรมการ

(ผศ.ดร.ธัชรัตน์ สมานมุลย์)

อัครพงศ์ จันทอัมพร

กรรมการ

(รศ.ดร.วัลย์รัตน์ จันทอัมพร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์	การนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน	
โดย	กมลชนก	เทียนวรรณ
	ธีรภัทร	อินทร์ศรี
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต	
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี	
ปีการศึกษา	2566	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ณัฐพล	ฤกษ์เกษมสันต์

## บทคัดย่อ

ในปัจจุบันซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนจัดเป็นขยะอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งเป็นของเสีย และยังมีเพิ่มมากขึ้นอย่างต่อเนื่อง ในการกำจัดซากแบตเตอรี่ในปัจจุบันนั้นส่วนใหญ่เป็นการนำไปฝังกลบหรือเผากำจัด ซึ่งก่อให้เกิดมลพิษต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม จากการศึกษาพบว่าบางส่วนของแบตเตอรี่นั้นสามารถนำกลับคืนมาได้ ซึ่งการรีไซเคิลแบตเตอรี่ในปัจจุบันยังไม่ได้ได้รับความสนใจมากนัก โดยงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน และพัฒนากระบวนการในการนำกลับคืนลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ด้วยสารหรือตัวทำละลายที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมด้วยกระบวนการทางโลหวิทยาละลาย (Hydrometallurgical process) คือ การชะละลายและตกตะกอน โดยสภาวะการชะละลาย ใช้กรดฟอสฟอริก 0.7 โมลต่อลิตร ร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 4 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นนำน้ำชะละลายไปตกตะกอนขั้นแรก เริ่มด้วยการตกตะกอนอะลูมิเนียมด้วยการปรับ pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์จนเป็น 3.5 ปฏิบัติการที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 นาที จากนั้นตกตะกอนขั้นที่สองตกตะกอนโคบอลต์ โดยเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์อีกครั้งจน pH เท่ากับ 10.0 ปฏิบัติการที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที และขั้นสุดท้ายตกตะกอนลิเทียมด้วยโซเดียมคาร์บอเนต 3 โมลต่อลิตรร่วมกับเอทานอล ปฏิบัติการที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 240 นาที จากกระบวนการทั้งหมดสามารถนำกลับคืนโลหะอะลูมิเนียม โคบอลต์ และลิเทียมได้ร้อยละ 2.32, 19.06 และ 7.65 ตามลำดับ อีกทั้งยังได้ร้อยละความบริสุทธิ์ของโลหะอะลูมิเนียม โคบอลต์ และลิเทียมเป็น 98.64, 95.83 และ 96.86 ตามลำดับ

Report	RECOVERY LITHIUM FROM LITHIUM-ION BATTERY	
By	Kamonchanok	Tianwan
	Thiraphat	Ainsri
Degree	Bachelor of Engineering Program Chemical Engineering	
Year	2023	
Advisor	Asst. Prof. Dr. Nuttapol Lerkkasemsan	

## Abstract

At present, spent lithium-ion batteries are classified as electronic waste, falling into a waste category that is continuously growing. The primary methods for disposing of battery debris currently involve landfills or incineration, both of which result in health and environmental pollution. Research has shown that some components of batteries are recyclable, yet battery recycling has not received much attention. The objective of this research is to recover lithium from spent lithium-ion batteries and develop a process for lithium recovery using environmentally friendly substances or solvents via a hydrometallurgical process. The process involves two main steps: leaching and precipitation. For leaching, 0.7 mol/L phosphoric acid, along with 4%V/V hydrogen peroxide, under condition of a temperature of 40°C for 60 minutes. After that, take the leachate and precipitate any further solids. The first precipitation step involves aluminum precipitation using sodium hydroxide to adjust the pH to 3.5, operating at 60°C for 180 minutes. The second precipitation step involves cobalt precipitation using sodium hydroxide to adjust the pH, operating at 30°C for 15 minutes. Finally, lithium precipitation using 3 mol/L sodium, along with ethanol, operating at 35°C for 240 minutes. The results of the entire process show a recovery percentage of 2.32% for aluminum, 19.06% for cobalt, and 7.65% for lithium. Additionally, the purity percentages obtained are 98.64% for aluminum, 95.83% for cobalt, and 96.86% for lithium.

## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์เล่มนี้จะสำเร็จลุล่วงไม่ได้เลยหากไม่ได้คำแนะนำของ ผศ.ดร.ณัฐพล ฤกษ์เกษมสันต์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ ผู้ให้ความช่วยเหลือ ถ่ายทอดความรู้และประสบการณ์ ตลอดจนคำชี้แนะในการเขียนปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้ให้สมบูรณ์

ขอขอบคุณคณะอาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ถ่ายทอดความรู้เกี่ยวกับวิศวกรรมศาสตร์จนผู้วิจัยมีความรู้เขียนงานปริญญาานิพนธ์เล่มนี้จนสำเร็จลุล่วง

ท้ายที่สุดขอขอบคุณตัวเองและผู้ร่วมวิจัยที่มีความอุตสาหะ มุมานะ รวมทั้งเพื่อนนักศึกษาปริญญาตรีภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่ให้กำลังใจอย่างท่วมท้น

กมลชนก  
ธีรภัทร

เทียนวรรณ  
อินทร์ศรี

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ.....	I
Abstract.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญรูป.....	VII
สารบัญตาราง.....	IX
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium-ion battery).....	3
2.2 โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride).....	4
2.3 กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid).....	5
2.4 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate).....	5
2.5 กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid).....	6
2.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide).....	7
2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide).....	7
2.5 เอทานอล (Ethanol).....	8
2.6 ลิเทียมคาร์บอเนต (Lithium carbonate).....	9
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	9

2.7.1	การนำกลับคืนโคบอลต์และลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนด้วยกรดแอสคอร์บิก.....	9
2.7.2	กระบวนการสังเคราะห์ : การเลือกนำกลับคืนลิเทียมจากวัสดุแคโทดของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน.....	10
2.7.3	การนำกลับคืนโลหะที่มีมูลค่าจากวัสดุแคโทดของซากลิเทียมไอออนแบตเตอรี่โดยใช้กรดฟอสฟอริก.....	11
2.7.4	การนำกลับคืนโลหะที่มีมูลค่าจากซากผสมลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ด้วยการตกตะกอนแบบหลายขั้นตอน.....	12
2.7.5	การตกตะกอนเกลือโบรไมด์สำหรับการนำกลับคืนในสารชะละลาย.....	12
2.7.6	การกำจัด $Fe^{3+}$ และ $Al^{3+}$ ด้วยการตกตะกอนฟอสเฟตและไฮดรอกไซด์จากสารชะละลายแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน NMC สังเคราะห์.....	13
บทที่ 3	วิธีการดำเนินงาน.....	14
3.1	สารเคมีและอุปกรณ์.....	14
3.1.1	สารเคมี.....	14
3.1.2	อุปกรณ์.....	14
3.2	วิธีการเตรียมบำบัด (Pretreatment) <sup>11-15</sup> .....	15
3.3	วิธีการบำบัดด้วยกรดอินทรีย์ (Organic acid treatment).....	18
3.3.1	การชะละลาย (Leaching) <sup>4,6,12-16</sup> .....	18
3.3.2	การตกตะกอน (Precipitation) <sup>7,16-18</sup> .....	20
3.4	วิธีการบำบัดด้วยกรดอนินทรีย์ (Inorganic acid treatment).....	22
3.4.1	การชะละลาย.....	22
3.4.2	การตกตะกอน.....	24
3.4.3	การตกตะกอนซ้ำ.....	30
บทที่ 4	ผลการดำเนินงาน.....	36
4.1	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในผงขี้.....	36
4.2	ผลการวิเคราะห์กระบวนการชะละลาย.....	37

4.3 ผลการวิเคราะห์กระบวนการตกตะกอนชั้นตอนเดียว.....	37
4.4 ผลการวิเคราะห์กระบวนการตกตะกอนหลายชั้นตอน.....	38
4.5 ผลการวิเคราะห์กระบวนการตกตะกอนซ้ำหลายชั้นตอน.....	39
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	40
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	40
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	41
บรรณานุกรม.....	42
ภาคผนวก.....	45
ภาคผนวก ก สภาวะการทดลอง.....	46
ภาคผนวก ข ผลตรวจวิเคราะห์ ICP-OES.....	50
ภาคผนวก ค ร้อยละการนำกลับคืน.....	54
ภาคผนวก ง ร้อยละความบริสุทธิ์.....	57



## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน .....	3
รูปที่ 2.2 โซเดียมคลอไรด์ .....	4
รูปที่ 2.3 กรดแอสคอร์บิก .....	5
รูปที่ 2.4 โพลีเอทิลีนคาร์บอเนต.....	5
รูปที่ 2.5 กรดฟอสฟอริก .....	6
รูปที่ 2.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	7
รูปที่ 2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์.....	7
รูปที่ 2.8 เอทานอล .....	8
รูปที่ 2.9 ลิเทียมคาร์บอเนต .....	9
รูปที่ 3.1 โซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 3.4 โมลต่อลิตร.....	15
รูปที่ 3.2 การคายประจุจากแบตเตอรี่.....	15
รูปที่ 3.3 แกะแยกชิ้นส่วนแบตเตอรี่.....	16
รูปที่ 3.4 การกรองแยกโลหะออกจากสารละลาย .....	16
รูปที่ 3.5 การอบผงขี้.....	17
รูปที่ 3.6 การบัดด้วยเครื่องบัดแบบลูกบอล .....	17
รูปที่ 3.7 การกรองผงขี้.....	17
รูปที่ 3.8 กรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 1.25 โมลต่อลิตร .....	18
รูปที่ 3.9 การชะละลายผงขี้ .....	18
รูปที่ 3.10 การกรองแกรไฟต์ออก .....	19
รูปที่ 3.11 สารละลายโพลีเอทิลีนคาร์บอเนต.....	20
รูปที่ 3.12 การตกตะกอน.....	20
รูปที่ 3.13 การกรองลิเทียมคาร์บอเนต .....	21
รูปที่ 3.14 การล้างเค้ก .....	21
รูปที่ 3.15 การอบเค้ก .....	22
รูปที่ 3.16 สารละลายกรดฟอสฟอริก.....	22
รูปที่ 3.17 สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	23
รูปที่ 3.18 การชะละลายของกระบวนการบำบัดด้วยกรดอินทรีย์.....	23
รูปที่ 3.19 การกรองสุญญากาศ .....	24

รูปที่ 3.20	การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ .....	24
รูปที่ 3.21	การปรับ pH สารละลายในการตกตะกอนอะลูมิเนียม.....	25
รูปที่ 3.22	การตกตะกอนอะลูมิเนียม.....	25
รูปที่ 3.23	การกรองสุญญากาศกระบวนการตกตะกอนอะลูมิเนียม .....	26
รูปที่ 3.24	การอบเคঁกอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ .....	26
รูปที่ 3.25	การปรับ pH สารละลาย .....	27
รูปที่ 3.26	การตกตะกอนโคบอลต์ .....	27
รูปที่ 3.27	การกรองสุญญากาศกระบวนการตกตะกอนโคบอลต์.....	28
รูปที่ 3.28	การอบเคঁกโคบอลต์ไฮดรอกไซด์.....	28
รูปที่ 3.29	สารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต.....	29
รูปที่ 3.30	การตกตะกอนลิเทียม.....	29
รูปที่ 3.31	การอบเคঁกลิเทียมคาร์บอเนต.....	30
รูปที่ 3.32	สารละลายกรดฟอสฟอริก.....	30
รูปที่ 3.33	การปรับ pH สารละลาย.....	31
รูปที่ 3.34	การตกตะกอนซัลเฟตอะลูมิเนียม .....	31
รูปที่ 3.35	การอบเคঁกอะลูมิเนียมจากกระบวนการตกตะกอนซัลเฟต.....	32
รูปที่ 3.36	การตกตะกอนซัลเฟตโคบอลต์.....	33
รูปที่ 3.37	การอบเคঁกโคบอลต์ไฮดรอกไซด์จากกระบวนการตกตะกอนซัลเฟตโคบอลต์.....	33
รูปที่ 3.38	การตกตะกอนซัลเฟตลิเทียม .....	34
รูปที่ 3.39	การอบเคঁกลิเทียมคาร์บอเนตจากกระบวนการตกตะกอนซัลเฟต.....	35

## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1	ตารางแสดงผลวิเคราะห์องค์ประกอบในผงขี้.....	36
ตารางที่ 2	ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างผงขี้หลังกระบวนการชะละลาย.....	37
ตารางที่ 3	ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากกระบวนการตกตะกอนโดยใช้กรดแอสคอร์บิกชะละลาย.....	38
ตารางที่ 4	ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากกระบวนการตกตะกอนหลายขั้นตอนโดยใช้กรดฟอสฟอริกและไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ชะละลาย.....	39
ตารางที่ 5	ตารางแสดงผลวิเคราะห์ธาตุจากกระบวนการตกตะกอนซ้ำ.....	39



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัจจุบันนี้มีการจำนวนการใช้งานแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนเป็นเทคโนโลยีที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายไม่ว่าจะเป็น โทรศัพท์ แล็ปท็อป รถยนต์ไฟฟ้า หรือ อุปกรณ์ไฟฟ้าต่าง ๆ เพราะมีความทนทาน ให้พลังงานมากกว่าแบตเตอรี่ชาร์จแบบอื่น นอกจากนี้ยังมีความสามารถในการเก็บประจุได้ดีกว่าแบตเตอรี่รุ่นเก่า อย่างไรก็ตามเมื่อแบตเตอรี่นั้นเสื่อมสภาพหรือไม่สามารถใช้งานได้แล้ว ก็จะกลายเป็นขยะอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งเป็นของเสียอันตราย โดยที่ซากแบตเตอรี่นั้นยังคงมีมากขึ้นเรื่อย ๆ ซากแบตเตอรี่ส่วนใหญ่จะถูกนำไปฝังกลบหรือเผาทำลาย ซึ่งก่อให้เกิดมลพิษต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม จึงเริ่มมีแนวความคิดนำแบตเตอรี่มารีไซเคิลเพื่อนำกลับคืนส่วนที่สามารถนำกลับคืนได้ โดยในปัจจุบันการรีไซเคิลแบตเตอรี่ยังไม่ได้รับความสนใจมากนัก เนื่องจากต้องใช้ทรัพยากรและกำลังคนเป็นจำนวนมาก

ปัญหาซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนที่มากขึ้น จึงเป็นปัญหาที่ต้องได้รับการแก้ไขเพื่อลดผลกระทบต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม ทั้งการรีไซเคิลแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนนั้นยังสามารถลดต้นทุนการผลิตแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนได้อีกด้วย ปัจจุบันมีวิธีการนำกลับคืนองค์ประกอบของโลหะในแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ โดยกระบวนการรีไซเคิลแบตเตอรี่มี 2 ขั้นตอนหลัก คือ ขั้นตอนเตรียมบำบัด (Pretreatment) เป็นการคัดแยกด้วยวิธีการทางกายภาพหรือเชิงกล (Physical and mechanical treatment) จากนั้นจะเป็นขั้นตอนที่สอง การบำบัด (Treatment) ซึ่งสามารถทำได้จากใน 2 กระบวนการ คือ กระบวนการทางโลหวิทยาทางความร้อน (Pyrometallurgical process) ใช้การเผาด้วยเทคนิคต่าง ๆ เช่น การเผาที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น และกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลาย (Hydrometallurgical process) เป็นการสกัดโลหะด้วยสารละลาย เช่น การละลาย (Dissolution) การชะละลาย (Leaching) การสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent extraction) เป็นต้น ซึ่งทั้ง 2 กระบวนการต่างมีข้อจำกัดที่ไม่เหมือนกัน โดยที่กระบวนการทางโลหวิทยาทางความร้อนนั้นใช้ต้นทุนสูง ปริมาณในการนำกลับคืนของโลหะที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้นั้นมีจำนวนน้อย และเกิดมลพิษทางอากาศในกระบวนการ ดังนั้นกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลายนั้นมีความเหมาะสมมากกว่า เนื่องจากสามารถนำกลับคืนโลหะได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสารหรือตัวทำละลายที่ใช้สามารถใช้สารที่ปลอดภัยไม่เป็นอันตรายต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อมมาใช้ในการสกัดโลหะได้<sup>1</sup>

จากปัญหาดังกล่าวผู้จัดทำจึงมีแนวคิดที่จะทำการรีไซเคิลแบตเตอรี่ ด้วยกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลาย โดยใช้สารละลายที่เป็นมิตรกับสุขภาพและสิ่งแวดล้อม<sup>2</sup> เพื่อเป็นการนำกลับคืนโลหะลิเทียม และลดปัญหาการเกิดมลพิษจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อพัฒนากระบวนการนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน โดยใช้สารหรือตัวทำละลายที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม
2. เพื่อนำกลับคืนโลหะลิเทียมในรูปของสารประกอบลิเทียมคาร์บอเนตเกรดแบตเตอรี่ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5

## 1.3 ขอบเขตของการศึกษา

1. ศึกษากระบวนการพัฒนาในการนำกลับคืนลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนโดยใช้สารเคมีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ช่วยอนุรักษ์โลหะลิเทียม เนื่องจากมีทรัพยากรอยู่อย่างจำกัดและในปัจจุบันมีความต้องการแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนเพิ่มขึ้น การนำกลับคืนจึงช่วยลดการทำเหมืองใหม่ ลดขยะอิเล็กทรอนิกส์ และผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมได้
2. สามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมในรูปสารประกอบลิเทียมคาร์บอเนตมาใช้ผลิตแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน ลดการพึ่งพาทรัพยากรที่มีอยู่อย่างจำกัด นอกจากนี้ยังส่งเสริมและทำให้เกิดความยั่งยืนของพลังงาน

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium-ion battery)



รูปที่ 2.1 แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน

แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium-ion Battery) ถูกสร้างขึ้นโดยใช้ธาตุลิเทียม (Lithium) และคาร์บอน (Carbon) แบตเตอรี่ชนิดนี้จะทำงานโดยอาศัยหลักการทางไฟฟ้าเคมี เมื่อชาร์จไฟ (Charge) ลิเทียมไอออนจะเคลื่อนที่จากขั้วบวก หรือแอโนด (Anode) ไปยังขั้วลบ หรือแคโทด (Cathode) ผ่านตัวคั่น และเมื่อคายประจุลิเทียมไอออนจะเคลื่อนที่ในทิศตรงกันข้าม การเคลื่อนที่ของประจุลิเทียมไอออนนี้เองทำให้เกิดความต่างศักย์ไฟฟ้าเกิดขึ้น และเมื่อมีการเอาแบตเตอรี่ไปต่อเข้ากับอุปกรณ์เพื่อใช้งาน ประจุลิเทียมไอออน หรืออิเล็กตรอนที่ถูกกั้นอยู่ด้วยตัวคั่นอยู่นั้นจะถูกดันให้วิ่งผ่านตัวคั่นได้ ชนิดของแบตเตอรี่ลิเทียม แบ่งตามชนิดตามองค์ประกอบของแคโทด จะสามารถแบ่งได้ 6 ชนิด<sup>2</sup> ได้แก่

1. แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนฟอสเฟต (Lithium iron phosphate battery: LFP)

แคโทดประกอบไปด้วยลิเทียมไอออนฟอสเฟต และแอโนดประกอบไปด้วยแกรไฟต์ (Graphite) มักจะใช้งานกับระบบที่ต้องการกระแส และความทนทานสูง

2. แบตเตอรี่ลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์ (Lithium cobalt oxide battery: LCO)

แคโทดประกอบไปด้วยลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์ และแอโนดประกอบไปด้วยแกรไฟต์ มักจะใช้งานกับโทรศัพท์มือถือ แล็ปท็อป และกล้อง เป็นต้น

3. แบตเตอรี่ลิเทียมแมงกานีสออกไซด์ (Lithium manganese oxide battery: LMO)

แคโทดประกอบไปด้วยลิเทียมแมงกานีสออกไซด์ และแอโนดประกอบไปด้วยแกรไฟต์ มักจะใช้งานกับเครื่องมือไฟฟ้า (Power tools) อุปกรณ์การแพทย์ ระบบส่งกำลังในยาน พาหนะไฟฟ้า เป็นต้น

4. แบตเตอรี่ลิเทียมนิเกิลแมงกานีสโคบอลต์ออกไซด์ (Lithium nickel manganese cobalt oxide battery: NMC)

แคโทดประกอบไปด้วยลิเทียมนิเกิลแมงกานีสโคบอลต์ออกไซด์ และแอโนดประกอบไปด้วยแกรไฟต์ มีความต้องการสูงในอุตสาหกรรมรถยนต์ ยานพาหนะไฟฟ้า (Electric vehicle)

5. แบตเตอรี่ลิเทียมนิเกิลโคบอลต์อะลูมิเนียมออกไซด์ (Lithium nickel cobalt aluminum oxide battery: NCA)

แคโทดประกอบไปด้วยลิเทียมนิเกิลแมงกานีสโคบอลต์ออกไซด์ และแอโนดประกอบไปด้วยแกรไฟต์ มักจะใช้งานในแบตเตอรี่รถยนต์

6. แบตเตอรี่ลิเทียมไททาเนต (Lithium titanate battery: LTO)

แคโทดสามารถเป็นไปได้ทั้งลิเทียมแมงกานีสออกไซด์ หรือลิเทียมแมงกานีสโคบอลต์ออกไซด์ และแอโนดประกอบไปด้วยลิเทียมไททาเนต

## 2.2 โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride)



รูปที่ 2.2 โซเดียมคลอไรด์

โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) หรือเกลือแกง สารประกอบที่ประกอบด้วยธาตุ Na และ Cl เป็นสารประกอบเคมีจากธรรมชาติอย่างหนึ่ง ลักษณะเป็นผลึกสีขาว รสเค็ม รูปผลึกเป็นแบบทรงลูกบาศก์ ละลายน้ำได้ดี เมื่อโซเดียมคลอไรด์ละลายในน้ำ กลายเป็นสารละลายโซเดียมคลอไรด์จะมีสมบัติในการนำไฟฟ้า และมีความสามารถในการละลายประจุแบตเตอรี่<sup>34</sup>

สมบัติของโซเดียมคลอไรด์

- จุดหลอมเหลว 801 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 1,465 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 58.44 กรัมต่อโมล

### 2.3 กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid)



รูปที่ 2.3 กรดแอสคอร์บิก

กรดแอสคอร์บิก ( $C_6H_8O_6$ ) หรือวิตามินซี เป็นกรดที่ได้มาจากธรรมชาติ สามารถละลายได้ในน้ำ และในร่างกายได้ดี วิตามินซีสามารถพบได้ในผักและผลไม้บางชนิด เช่น ผลไม้ตระกูลส้ม แอปเปิ้ล มะละกอ องุ่น แคนตาลูป สตรอว์เบอร์รี่ มะม่วง เป็นต้น มีลักษณะเป็นผลึกหรือผงสีขาวไปจนถึงเหลืองอ่อน<sup>56</sup>

สมบัติของโซเดียมคลอไรด์

- จุดหลอมเหลว 190-192 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 552.7 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 176.12 กรัมต่อโมล

### 2.4 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate)



รูปที่ 2.4 โพแทสเซียมคาร์บอเนต

โพแทสเซียมคาร์บอเนต ( $K_2CO_3$ ) เป็นเกลือสีขาว ลักษณะผง ไม่มีกลิ่น ละลายในน้ำ มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมน้อยกว่าเมื่อเทียบกับเกลือของโพแทสเซียมอื่น สามารถใช้เป็นทางเลือกในกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม มักใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตแก้ว สบู่และผงซักฟอก นอกจากนี้ยังช่วยปรับ pH ของสารละลายและช่วยเหนี่ยวนำการเกิดสารประกอบตะกอนของแข็งเกลือที่ไม่ละลายน้ำ<sup>7</sup>

สมบัติของโพแทสเซียมคาร์บอเนต

- จุดหลอมเหลว 891 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 1,333 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 138 กรัมต่อโมล

## 2.5 กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid)



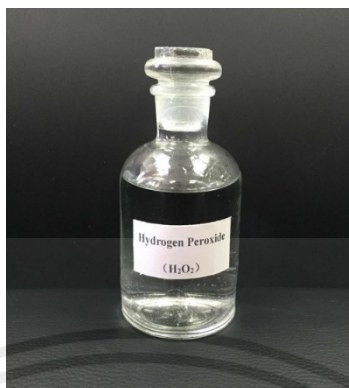
รูปที่ 2.5 กรดฟอสฟอริก

กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) บางครั้งถูกเรียกว่า กรดออร์โธฟอสฟอริก (Ortho phosphoric acid) และกรดเมตาฟอสฟอริก (Meta phosphoric acid) เป็นกรดอ่อน กรดนี้เป็นกรดที่ไม่เป็นพิษและอยู่ในรูปที่บริสุทธิ์จะเป็นของแข็งที่เป็นผลึกใส แต่ในรูปแบบที่มีความเข้มข้นน้อยกว่า จึงมักนำมาใช้ในรูปของสารละลายในน้ำ (เกือบร้อยละ 85) เป็นของเหลวเหนียว ไม่มีกลิ่น ไม่มีสีและไม่ระเหย มีจุดหลอมละลายที่ 42.35 องศาเซลเซียส ใช้เพื่อทำให้อาหารและเครื่องดื่มเป็นกรด และทำหน้าที่เป็นจุดเริ่มต้นในการผลิตอนุพันธ์ฟอสเฟตหลายชนิด ซึ่งเป็นหนึ่งในกรดแร่ที่สำคัญและนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมการเกษตรอย่างหลากหลาย เช่น ใช้ผลิตปุ๋ย และอาหารสัตว์ เป็นต้น รวมไปถึงการนำไปใช้ในผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด เช่น สบู่ ผงซักฟอก และใช้ทำความสะอาดอวกาศกระเบื้อง เป็นต้น

สมบัติของกรดฟอสฟอริก

- จุดหลอมเหลว -42.35 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 158 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 98 กรัมต่อโมล

## 2.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide)



รูปที่ 2.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ) เป็นสารประกอบเปอร์ออกไซด์ มีสภาพเป็นของเหลวใส หนืดกว่าน้ำเล็กน้อย ไม่อยู่ตัว ซึ่งสามารถสลายตัวเป็นออกซิเจนกับน้ำ เมื่อเจือจางจะเป็นสารละลายไม่มีสี เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถสลายตัวเป็นน้ำได้เมื่อถูกแสง และความร้อน จึงควรเก็บรักษาสารชนิดนี้ ไว้ในภาชนะทึบแสง ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มักถูกนำไปใช้ในการกำจัดเชื้อโรค เช่น การชำระล้างแบคทีเรียจากผักผลไม้ ล้างจาน และกำจัดกลิ่นไม่พึงประสงค์ เป็นต้น

สมบัติของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

- จุดหลอมเหลว  $-0.43$  องศาเซลเซียส
- จุดเดือด  $150.2$  องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล  $34$  กรัมต่อโมล

## 2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)



รูปที่ 2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์

โซดาไฟ หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $NaOH$ ) เป็นสารประกอบชนิดหนึ่งที่เป็นของแข็งสีขาว สามารถละลายน้ำ และดูดซึมความชื้นในอากาศได้ดีมาก มีฤทธิ์กัดกร่อนและมีความเป็นด่างมาก จึงมัก

นิยมนำใช้ในการทำความสะอาดและการแปรรูปในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น ผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม การแปรรูปผ้าฝ้าย แปรรูปโลหะ การเคลือบออกไซด์ การชุบด้วยไฟฟ้า และการสกัดด้วยไฟฟ้า เป็นต้น

สมบัติของโซเดียมไฮดรอกไซด์

- หลอมเหลว 323 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 1,388 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 40 กรัมต่อโมล

## 2.5 เอทานอล (Ethanol)



รูปที่ 2.8 เอทานอล

เอทานอล หรือเอทิลแอลกอฮอล์ ( $C_2H_5OH$ ) ของเหลวใส ไม่มีสี ติดไฟง่าย มีกลิ่นเฉพาะตัว สามารถผสมกับน้ำได้ เอทานอลสามารถบริโภคปริมาณในขนาดที่พอเหมาะได้ แต่อาจเป็นพิษเมื่อบริโภคเกินขนาด เนื่องจากไวไฟจึงควรระมัดระวังเพื่อหลีกเลี่ยงไฟไหม้ มักใช้เป็นยาฆ่าเชื้อ เครื่องดื่มแอลกอฮอล์ เอทานอลสามารถใช้งานได้หลากหลาย นอกจากนี้ยังมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ จึงเป็นสารที่สำคัญในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เอทานอลยังใช้เป็นสารขจัดตัวทำละลาย (Anti-solvent) โดยการเติมเพื่อเหนี่ยวนำการตกตะกอนของตัวถูกละลาย ลดความสามารถในการละลายของสารประกอบและทำให้สารที่ต้องการมีความบริสุทธิ์ขึ้น โดยสิ่งเจือปนหรือสารที่ไม่ต้องการละลายออกมาเป็นสารละลาย ในขณะที่สารที่ต้องการตกตะกอนเป็นของแข็ง<sup>7</sup>

สมบัติของเอทานอล

- จุดหลอมเหลว -114.1 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 78.37 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 46 กรัมต่อโมล

## 2.6 ลิเทียมคาร์บอเนต (Lithium carbonate)



รูปที่ 2.9 ลิเทียมคาร์บอเนต

ลิเทียมคาร์บอเนต ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ) เป็นเกลือของลิเทียม ของแข็งสีขาว ละลายในน้ำได้แต่ความสามารถในการละลายมีจำกัด มักใช้ในอุตสาหกรรมยา แก้ว และอัลลอย ซึ่งควรใช้อย่างระมัดระวัง เนื่องจากอาจทำให้เกิดการระคายเคืองตา ผิวหนังและระบบหายใจได้ ในอุตสาหกรรมการผลิตแบตเตอรี่ ลิเทียมคาร์บอเนตเป็นองค์ประกอบสำคัญในการผลิตแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน โดยเป็นหนึ่งในสารมัธยันต์ที่เกี่ยวข้องในการผลิตวัสดุแคโทดที่ใช้ในแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน ซึ่งขึ้นชื่อเรื่องความหนาแน่นพลังงานสูง มักใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์พกพา ยานยนต์ไฟฟ้าและใช้ในการกักเก็บพลังงาน ทำให้เป็นส่วนสำคัญของตลาดของรถยนต์ไฟฟ้าที่กำลังเติบโต<sup>2</sup>

สมบัติของลิเทียมคาร์บอเนต

- จุดหลอมเหลว 723 องศาเซลเซียส
- จุดเดือด 1,310 องศาเซลเซียส
- มวลโมเลกุล 74 กรัมต่อโมล

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การนำกลับคืนของโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนมีกระบวนการหลัก 2 กระบวนการ คือ การเตรียมบำบัด (Pretreatment) และการบำบัด (Treatment) โดยใช้หลักการโลหวิทยาละลาย โดยมีกระบวนการย่อย คือ การชะละลาย (Leaching) และการตกตะกอน (Precipitation) โดยมีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

### 2.7.1 การนำกลับคืนโคบอลต์และลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนด้วยกรดแอสคอร์บิก

Li Li และคณะ ทำการนำกลับคืนส่วนประกอบหลักของซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนซึ่งมีวัตถุประสงค์ที่จะนำกลับคืนโลหะ 2 ชนิด คือ โคบอลต์และลิเทียมในแบตเตอรี่มาใช้ซ้ำและป้องกันการ

เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม โดยเริ่มจากนำซากแบตเตอรี่ลิเทียมมาแยกชิ้นส่วนจะได้เป็นพลาสติก เหล็กกล้า พอลิเอโนดและพอลิแคโทด พอลิแคโทดจะถูกนำมาลดขนาดแล้วนำไปจุ่มในเอ็นเมทิลไพโรลิโดน (N-Methyl-2-pyrrolidone: NMP) ในเครื่องล้างความถี่สูง (Ultrasonic washing) เป็นเวลา 20 นาที ด้วยความถี่ 40 เฮิร์ตซ์ และกำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เพื่อทำการแยกวัสดุแคโทดว่องไว (Cathode active materials) ออกจากพอลิอะลูมิเนียม นำสารที่ได้ไปกรองและทำแห้ง จะได้ผงลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์ คาร์บอนและโพลีไวนิลลิดีนฟลูออไรด์ (Polyvinylidene fluoride: PVDF) นำผงที่ได้ไปบดเป็นเวลา 30 นาที ด้วยเครื่องบดแบบลูกบอลจะทำให้ได้อนุภาคที่ขนาดเล็กลง ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวก็จะส่งผลให้ประสิทธิภาพการชะละลายเพิ่มขึ้น นำผงที่ได้ทำการชะละลายด้วยกรดแอสคอร์บิกในขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 100 มิลลิลิตร ใช้ร่วมกับเครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer) และคอนเดนเซอร์ โดยปฏิบัติการที่อุณหภูมิช่วง 30 ถึง 90 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการชะละลายที่ 5 ถึง 50 นาที ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกตั้งแต่ 0.3 ถึง 1.5 โมลต่อลิตร และอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว (Solid/liquid ratio : S/L) ที่ 15 ถึง 50 กรัมต่อลิตร โดยทุกสภาวะใช้ความเร็วปั่นกวนที่ 300 รอบต่อนาที ซึ่งได้สภาวะที่สามารถนำกลับคืนโคบอลต์และลิเทียมได้มีประสิทธิภาพที่สุดคือ ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก 1.25 โมลต่อลิตร และที่อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 25 กรัมต่อลิตร เนื่องจากเมื่อที่อุณหภูมิมากกว่า 80 องศาเซลเซียส จะทำให้กรดแอสคอร์บิกไม่เสถียร ในส่วนของความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกที่มากกว่า 1.25 โมลต่อลิตร ไปจนถึง 1.5 โมลต่อลิตร ไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการชะละลายได้ และที่อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 25 กรัมต่อลิตร มีประสิทธิภาพในการชะละลายมากที่สุด หากมากหรือน้อยกว่า 25 กรัมต่อลิตร จะทำให้ประสิทธิภาพการชะละลายลดลง ซึ่งที่สภาวะที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดสามารถนำกลับคืนโคบอลต์ได้ถึงร้อยละ 94.8 และลิเทียมร้อยละ 98.5 ซึ่งสามารถกำจัดสารมลพิษทุติยภูมิได้จากกรดแก่ได้โดยที่ไม่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพการชะละลาย โดยที่ทั้งกระบวนการนี้ง่ายและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม<sup>5</sup>

### 2.7.2 กระบวนการสังเคราะห์ : การเลือกนำกลับคืนลิเทียมจากวัสดุแคโทดของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน

Quan Li และคณะ ทำการศึกษาการนำกลับคืนลิเทียมจากวัสดุแคโทดของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน โดยใช้หลักการการตกตะกอนสารเคมีและสารยับยั้งตัวทำละลายที่สังเคราะห์ขึ้นมาเพื่อแยกและนำกลับคืนโลหะแมงกานีสกับลิเทียมด้วยการนำกลับคืนและความบริสุทธิ์สูง โดยทำเป็นขั้นตอน ลำดับแรกละลายลิเทียมโดยใช้กรดออกซาลิก (Oxalic acid) จากผงแคโทด 0.25 กรัม ในขวดก้นกลมสามคอที่มีเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนกับกรดออกซาลิก 25 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว 10 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ลำดับสองการกำจัดแมงกานีสด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 2.8 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรกับ

แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 4 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ในปิกเกอร์บนเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นกรองแบบสุญญากาศ เก็บสารละลายและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน ทำแห้งด้วยเครื่องอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ข้ามคืน จะตกตะกอนเอาแมงกานีสออกมาทั้งหมด จากนั้นลำดับสาม การนำกลับคืนลิเทียมโดยนำสารละลายจากกระบวนการก่อน 25 มิลลิลิตร ตกตะกอนด้วยโพแทสเซียมคาร์บอเนต ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) 5 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตรกับเอทานอล ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวยับยั้งตัวทำละลาย 60 มิลลิลิตร ปฏิบัติการที่ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้ลิเทียมของแข็งที่ตกเป็นตะกอนร้อยละ 90.1 จากนั้นกรองแบบสุญญากาศ เก็บสารละลายเพื่อนำกลับคืนสารตกค้างใหม่และล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน ทำแห้งด้วยเครื่องอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ข้ามคืน ของแข็งที่ได้จากเทคนิควิเคราะห์การวัดค่าการคายคลื่นแสงที่เกิดขึ้นอย่างพร้อมเพรียงกัน (ICP-OES) แสดงว่าตะกอนของแข็งคือ  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ตกตะกอนร่วมกับ  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  ซึ่งในกระบวนการการละลาย  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  เป็นของแข็งสามารถละลายในน้ำได้เล็กน้อยในขณะที่  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  ละลายที่อุณหภูมิห้อง จึงต้องใช้น้ำในการล้างฟิลเตอร์เล็กให้น้อยที่สุด หากใช้น้ำมากเกินไปอาจทำให้น้ำกลับคืนลิเทียมลดลง<sup>7</sup>

### 2.7.3 การนำกลับคืนโลหะที่มีมูลค่าจากวัสดุแคโทดของซากลิเทียมไอออนแบตเตอรี่โดยใช้กรดฟอสฟอริก

Xiangping และคณะ ทำการนำกลับคืนโลหะที่มีมูลค่าจากซากลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ ซึ่งจะทำให้การนำกลับคืนโลหะ 2 ชนิด คือ โคบอลต์และลิเทียม โดยจะมุ่งเน้นจากการใช้ประโยชน์จากกระบวนการโลหะวิทยาสารละลายด้วยการใช้กรดฟอสฟอริก ในขั้นตอนที่ 1 จะเป็นการเตรียมการบำบัด นำซากลิเทียมไอออนแบตเตอรี่นำมาแยกชิ้นส่วนนำอะลูมิเนียมฟอยล์และแผ่นทองแดงออก นำซากแบตเตอรี่ไปแช่ในสารละลายโซเดียมซัลเฟต ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) แล้วจึงล้างด้วยน้ำและนำมาอบ จากนั้นจึงนำมาลดขนาด ขั้นตอนนี้จะได้ผงขี้ซึ่งจะนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป ขั้นตอนที่ 2 จะนำผงขี้ที่ได้มาทำการชะละลาย โดยใช้กรดฟอสฟอริกในช่วงความเข้มข้น 0.5 ถึง 0.8 โมลต่อลิตร ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในช่วงร้อยละ 1 ถึง 4 ของปริมาตร อัตราส่วนของของเหลวต่อของแข็งที่อัตราส่วนช่วง 15 ถึง 30 อุณหภูมิที่ใช้ในช่วง 40 ถึง 70 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในช่วง 30 ถึง 60 นาที ขั้นตอนที่ 3 ทำเป็นการตกตะกอนของโคบอลต์และลิเทียม จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ซึ่งแสดงให้เห็นว่า การชะละลายที่ความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริก 0.7 โมลต่อลิตร ร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 4 ของปริมาตร อัตราส่วนของเหลวต่อของแข็ง 20 มิลลิลิตรสารละลายต่อกรัมผงขี้ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และใช้เวลา 60 นาที สามารถนำกลับคืนโคบอลต์ได้ร้อยละ 99.7 และลิเทียมร้อยละ 99.9<sup>8</sup>

#### 2.7.4 การนำกลับคืนโลหะที่มีมูลค่าจากซากผสมลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ด้วยการตกตะกอนแบบหลายขั้นตอน

Xuan Yang และคณะ มีวัตถุประสงค์ที่จะนำกลับคืนโลหะที่มีค่าจากน้ำชะละลายของวัสดุแคโทดที่ได้จากการถอดชิ้นส่วนของซากผสมลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ โดยแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกจะเป็นกระบวนการเตรียมบำบัด เป็นการนำซากลิเทียมแบตเตอรี่มาถอดชิ้นส่วน จากนั้นนำไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จึงกรองและนำไปล้างน้ำปราศจากไอออน แล้วอบ จะได้ซากวัสดุแคโทดซึ่งจะนำมาชะละลายด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 3 ของปริมาตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวที่ 20 กรัมผงขั้วต่อลิตรสารละลาย ต่อมาจึงใช้เหล็กในกำจัดทองแดงออกจากน้ำชะละลายภายใต้สภาวะ pH เท่ากับ 1.5 ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำไปกรอง เมื่อกรองเสร็จแล้วจะทำการเพิ่ม pH เป็น 3.5 ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดเหล็ก ขั้นตอนต่อมาเป็นกระบวนการแยกโลหะที่มีมูลค่า นำน้ำชะละลายจากขั้นตอนที่แล้วมาใส่แอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต  $((\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8)$  เพื่อเป็นการตกตะกอนแมงกานีส โดยใช้อัตราส่วน แอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟตต่อ  $\text{Mn}^{2+}$  เท่ากับ 3 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ค่า pH เท่ากับ 5.5 เป็นเวลา 90 นาที สามารถนำกลับคืนแมงกานีสได้ถึงร้อยละ 99.5 ต่อมาใส่ไดเมทิลไกลออกซิม (Dimethylglyoxime: DMG) เพื่อตกตะกอนนิกเกิล โดยใช้อัตราส่วนของ DMG ต่อ  $\text{Ni}^{2+}$  เท่ากับ 2 ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ค่า pH เท่ากับ 6 เป็นเวลา 20 นาที สามารถนำกลับคืนนิกเกิลได้ถึงร้อยละ 99.6 ต่อมาใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อตกตะกอนโคบอลต์ โดยเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้ pH เท่ากับ 10 ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที สามารถนำกลับคืนโคบอลต์ได้ร้อยละ 99.2 จากนั้นนำไปตกตะกอนลิเทียมโดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นปริมาณ 2 เท่าของสารชะละลาย ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สามารถนำกลับคืนลิเทียมได้ร้อยละ 90 ซึ่งสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการตกตะกอนหลายขั้นตอนมีประสิทธิภาพมาก<sup>9</sup>

#### 2.7.5 การตกตะกอนเกลือโบรไมด์สำหรับการนำกลับคืนในสารชะละลาย

Djoudi และคณะ ทำการศึกษาประจุลบที่ช่วยทำให้เกิดการตกตะกอน  $\text{Co}^{2+}$  โดยเฉพาะไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนต และซัลไฟด์ไอออน มุ่งเน้นที่กระบวนการไฮดรอกไซด์ หนึ่งในตัวแปรที่ผู้ศึกษาวิจัยคือ ตัวตกตะกอน พบว่ากระบวนการไฮดรอกไซด์เหมาะสมในการนำกลับคืนโคบอลต์จากสารชะละลาย ซึ่งมีแนวโน้มที่สามารถยอมรับค่าใช้จ่ายและประสิทธิภาพการนำกลับคืนสูง ถึงแม้ว่ากระบวนการซัลไฟด์จะมีร้อยละโคบอลต์ที่สูงที่สุด แต่ก็ถูกตัดออกเมื่อนำมาพิจารณาถึงด้านสิ่งแวดล้อมและเศรษฐศาสตร์ การทดลองครั้งแรกของการตกตะกอนโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ มีเพียงแค่  $\text{Co}^{2+}$  โคบอลต์ไฮดรอกไซด์เริ่มปรากฏที่ pH 6.9 ความเข้มข้นโคบอลต์ลดลง ตามด้วยความเข้มข้นโคบอลต์ไฮดรอกไซด์เพิ่มขึ้น ซึ่งหมายถึงโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ตกตะกอนแล้ว ที่ pH 7.2 อยู่ในรูปของโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ร้อยละ 50 ของ  $\text{Co}^{2+}$  ที่ pH 8 การ

ตกตะกอนมีมากถึงร้อยละ 99.8 คอปเปอร์ออกไซด์เริ่มตกตะกอนตั้งแต่ pH 4 ที่ pH ร้อยละผลได้ 99.5 นิกเกิลไฮดรอกไซด์ตกตะกอนด้วยร้อยละผลได้ 99 ที่ pH 7 ตามด้วยโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ ซึ่งตกตะกอน ร้อยละ 99 ที่ pH 8 แมงกานีสไฮดรอกไซด์ตกตะกอนออกเป็นตัวสุดท้ายในการทดลอง ร้อยละผลได้สูงถึง 99 ที่ pH 11<sup>10</sup>

### 2.7.6 การกำจัด $Fe^{3+}$ และ $Al^{3+}$ ด้วยการตกตะกอนฟอสเฟตและไฮดรอกไซด์จากสารละลายแบบเตอริลเทียมไอออน NMC สังกะราห์

Chernyaev และคณะ ทำการศึกษาการกำจัดเหล็กไตรวาเลนต์และอะลูมิเนียมจากสารละลายแบบเตอริลเทียมไอออนสังกะราห์ด้วยการตกตะกอนฟอสเฟตและไฮดรอกไซด์ โดยเปรียบเทียบการตกตะกอนด้วยเหล็กและอะลูมิเนียม จากการตกตะกอนด้วยฟอสเฟตพบว่าสามารถกำจัดได้ดีที่ pH ต่ำ (pH 3 การนำกลับคืนร้อยละ 99) เช่นเดียวกับกับการตกตะกอนด้วยไฮดรอกไซด์ (pH 3.5 การนำกลับคืนประมาณร้อยละ 99) ในกระบวนการทดลองตกตะกอนฟอสเฟตเปรียบเทียบกับกระบวนการไฮดรอกไซด์ที่ pH 3.5-4.25 (เวลา 180 นาที อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และความเร็วรอบ 300 รอบต่อ นาที) พบว่ากระบวนการฟอสเฟตสามารถตกตะกอนเหล็กและอะลูมิเนียมอย่างสมบูรณ์ที่ pH 4 ในขณะที่กระบวนการไฮดรอกไซด์สามารถตกตะกอนได้อะลูมิเนียมร้อยละ 24 และเหล็กร้อยละ 94 รวมด้วย นิกเกิลและโคบอลต์ประมาณร้อยละ 11 เป็นตัวตกตะกอนร่วม ในกรณีของการตกตะกอนด้วยไฮดรอกไซด์ ปริมาณของแข็งในสเลอรีจะสามารถมองเห็นได้เล็กน้อยที่เวลาประมาณ 30 นาทีเริ่มนับจากการทดลอง ช่วง pH ระหว่าง 3 ถึง 3.25<sup>10</sup>

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงาน

#### 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

##### 3.1.1 สารเคมี

- ผงขี้ (electrode powder)
- โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride: NaCl)
- กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid:  $C_6H_8O_6$ )
- โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate:  $K_2CO_3$ )
- เอทานอล (Ethanol:  $C_2H_5OH$ )
- กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid:  $H_3PO_4$ )
- ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide:  $H_2O_2$ )
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide: NaOH)
- น้ำกลั่น (distilled water)
- น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

##### 3.1.2 อุปกรณ์

- ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
- ถาดสแตนเลส (stainless steel tray)
- คีมปากนกแก้ว (pincers)
- บีกเกอร์ (beaker)
- กระดาษกรอง เบอร์ 93 (filter paper No. 93)
- ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)
- ขวดกรองสาร (suction-flask)
- กรวยกรองบุชเนอร์ (Buchner funnel)
- กรวยกรองแก้ว (glass funnel)
- ตู้อบสุญญากาศ (vacuum oven)
- เครื่องบดแบบลูกบอล (ball mill)
- เครื่องเขย่าตะแกรงร่อน (sieve shaker)
- เครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อน (hotplate magnetic stirrer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิ (glass thermometer)
- ปิเปตต์ (pipette)
- หลอดหยด (dropper)
- กระบอกลวดวง (measuring cylinder)
- เครื่องวัดความเป็นกรดและด่าง (pH meter)

### 3.2 วิธีการเตรียมบำบัด (Pretreatment)<sup>11-15</sup>

#### 1. การเตรียมสารละลายโซเดียมคลอไรด์



รูปที่ 3.1 โซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 3.4 โมลต่อลิตร

เตรียมสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ความเข้มข้น 3.4 โมลต่อลิตร สำหรับ 1 ลิตร โดยชั่งเกลือ 198.9 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 1 ลิตร จำนวน 3 ขวด จะได้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 3 ลิตร เพื่อนำไปคายประจุจากแบตเตอรี่

#### 2. การคายประจุจากแบตเตอรี่



รูปที่ 3.2 การคายประจุจากแบตเตอรี่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำซากแบตเตอรี่ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่เตรียมไว้ในภาค กระบวนการนี้ทำในตู้ดูดไอสารเคมีและสวมถุงมือ ใช้คีมปากนกแก้วในการแกะเปลือกนอกของแบตเตอรี่ แล้วแช่ไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.3 แกะแยกชิ้นส่วนแบตเตอรี่

เมื่อครบเวลาแกะต่อโดยให้แบตเตอรี่สัมผัสกับสารละลายโซเดียมคลอไรด์ตลอดเวลา แกะเรื่อย ๆ จนถึงส่วนแคโทด สังเกตโดยมีแผ่นแยก ลอกแผ่นสีดำออกมาใส่ปิกรอร์ บางส่วนอาจละลายไปกับสารละลาย เปลือกแบตเตอรี่หรือโลหะอื่นแยกใส่ภาตสแตนเลส

### 3. การกรองแยกโลหะออกจากสารละลาย



รูปที่ 3.4 การกรองแยกโลหะออกจากสารละลาย

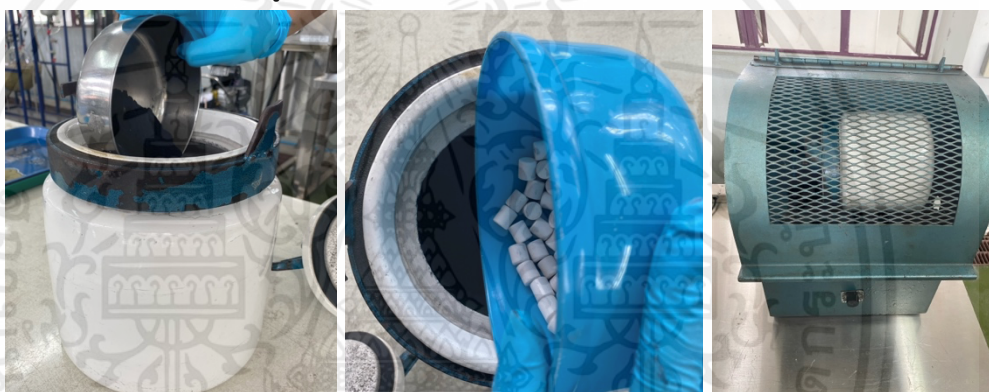
ส่วนที่ละลายกับสารละลายโซเดียมคลอไรด์กรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ใช้แผ่นกรองเบอร์ 93



รูปที่ 3.5 การอบผงขี้

นำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ด้วยตู้อบความร้อนแบบสูญญากาศ พร้อมกับแผ่นแคโทดที่แยกไว้กับบีกเกอร์ นำมาแผ่นในสแตนเลสแล้วอบ

#### 4. การบดด้วยเครื่องบดแบบลูกบอล



รูปที่ 3.6 การบดด้วยเครื่องบดแบบลูกบอล

นำทั้งแบบแห้งและแบบเปียกไปบดด้วยเครื่องบดแบบลูกบอลด้วยความเร็ว 65.6 รอบต่อนาที

#### 5. การร่อนด้วยเครื่องเขย่าตะแกรงร่อน



รูปที่ 3.7 การกรองผงขี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ร่อนด้วยเครื่องเขย่าตะแกรงร่อน ตะแกรงร่อนที่ใช้ เมชเบอร์ 30 40 60 100 200 ผงที่จะนำมาใช้จะต้องตกอยู่ที่เมชเบอร์ 200 และถาดรองชั้นสุดท้าย ผงที่ได้มีขนาดอนุภาคประมาณ 75-150 ไมโครเมตร

### 3.3 วิธีการบำบัดด้วยกรดอินทรีย์ (Organic acid treatment)

#### 3.3.1 การชะละลาย (Leaching)<sup>4,6,12-16</sup>

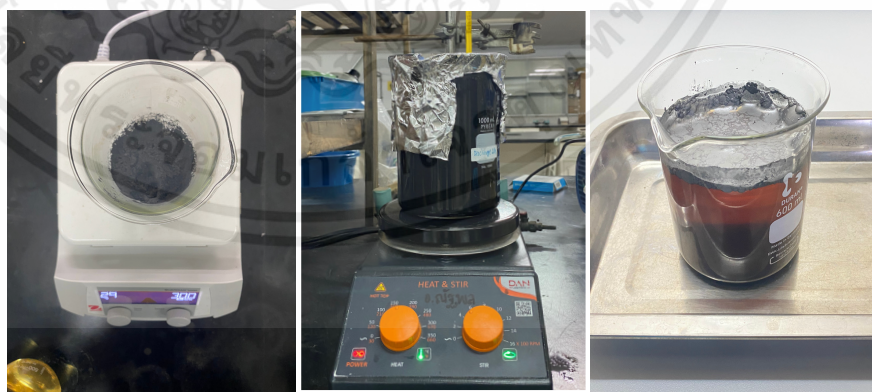
##### 1. การเตรียมสารละลายแอสคอร์บิก



รูปที่ 3.8 กรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 1.25 โมลต่อลิตร

เตรียมสารละลายแอสคอร์บิก ( $C_6H_8O_6$ ) ความเข้มข้น 1.25 โมลต่อลิตร สำหรับ 1 ลิตร โดยชั่งกรดแอสคอร์บิก 228.8 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 1 ลิตร จะได้สารละลายแอสคอร์บิกไปทำการชะละลาย

##### 2. การชะละลาย

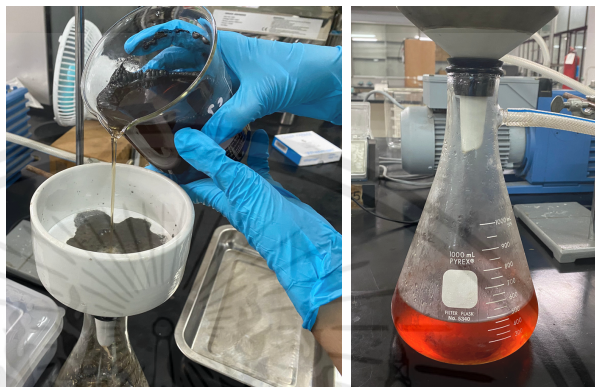


รูปที่ 3.9 การชะละลายผงขี้

ชั่งผงขี้ 25 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ 1,000 มิลลิลิตร แล้วเทสารละลายแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 1.25 โมลต่อลิตร พร้อมกับแม่เหล็กเพื่อใช้กับเครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้

ความร้อน ปิดปีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วไว้ที่ 300 รอบต่อ นาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิจุ่มลงไปในการผสมในปีกเกอร์ เมื่ออุณหภูมิคงที่ 70 องศาเซลเซียส ตั้งเวลา 20 นาที หลังจากครบเวลา พักให้เย็น

### 3. การกรองสุญญากาศ

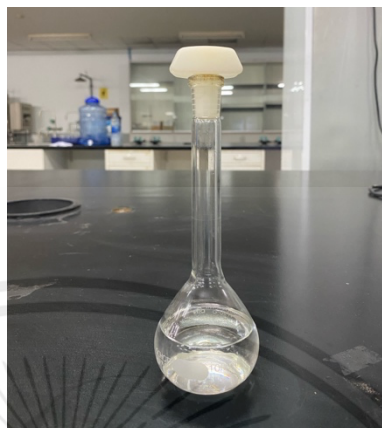


รูปที่ 3.10 การกรองแกรไฟต์ออก

นำไปกรองแบบสุญญากาศโดยใช้ชุดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กที่ได้ส่วนใหญ่ควรเป็นแกรไฟต์ ส่วนน้ำกรองเป็นสารละลายผสมระหว่างลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์กับกรดแอสคอร์บิก ซึ่งจะนำไปใช้ในกระบวนการถัดไป

### 3.3.2 การตกตะกอน (Precipitation)<sup>7,16-18</sup>

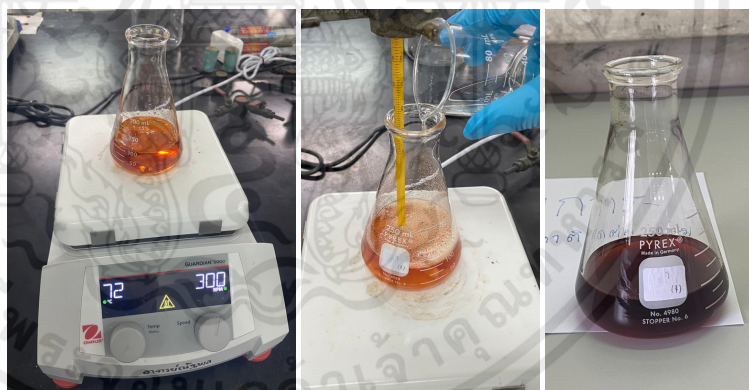
#### 1. การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 3.11 สารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต

เตรียมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต ( $K_2CO_3$ ) ความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร สำหรับ 100 มิลลิลิตร โดยชั่งโพแทสเซียมคาร์บอเนต 69 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร

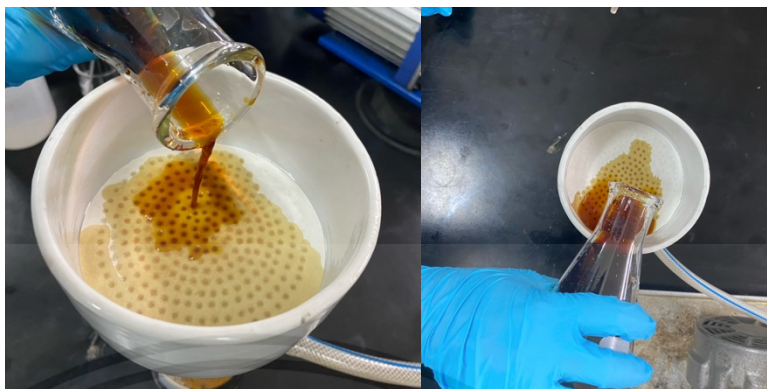
#### 2. การเตรียมสารละลายสำหรับการตกตะกอน



รูปที่ 3.12 การตกตะกอน

ใช้สารละลายจากกระบวนการก่อน 100 มิลลิลิตร เทในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร กับสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต 6 มิลลิลิตร พร้อมกับแม่เหล็กเพื่อใช้กับเครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดบีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิปิดจุ่มลงไปในสารผสมในบีกเกอร์ เมื่ออุณหภูมิคงที่ 95 องศาเซลเซียส ตั้งเวลา 240 นาที หรือ 4 ชั่วโมง หลังจากครบเวลา พักให้เย็น

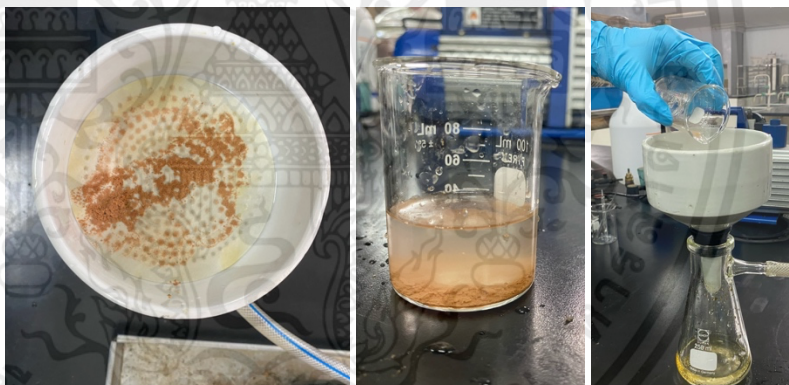
### 3. การกรองสุญญากาศ



รูปที่ 3.13 การกรองลิเทียมคาร์บอเนต

นำไปกรองแบบสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นลิเทียมคาร์บอเนต น้ำกรองเป็นสารละลายที่อาจมีลิเทียมคาร์บอเนตเหลืออยู่ ซึ่งนำไปนำกลับคืนภายหลัง

### 4. การล้างเค้ก



รูปที่ 3.14 การล้างเค้ก

นำเค้กที่ได้จากการกรองสุญญากาศมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วกรองสุญญากาศ ทำวนซ้ำ ๆ จนกระดาษกรองมีไม่มีสี

## 5. การอบด้วยตู้อบความร้อนแบบสุญญากาศ



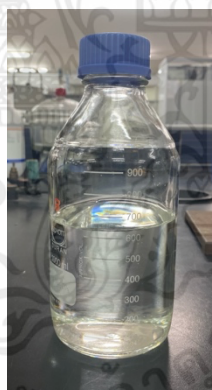
รูปที่ 3.15 การอบเค็ก

อบเค็กที่ได้จากการล้างซ้ำ ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ที่งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นผงลิเทียมคาร์บอเนต พร้อมใช้สำหรับการทำแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนใหม่

### 3.4 วิธีการบำบัดด้วยกรดอนินทรีย์ (Inorganic acid treatment)

#### 3.4.1 การชะละลาย

##### 1. การเตรียมสารละลายกรดฟอสฟอริก



รูปที่ 3.16 สารละลายกรดฟอสฟอริก

เตรียมสารละลายกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) ความเข้มข้น 0.7 โมลต่อลิตร สำหรับ 1 ลิตร โดยตวงกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร 47.9 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำปราศจากไอออน เพื่อปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 1 ลิตร จะได้สารละลายกรดฟอสฟอริกไปทำการชะละลาย

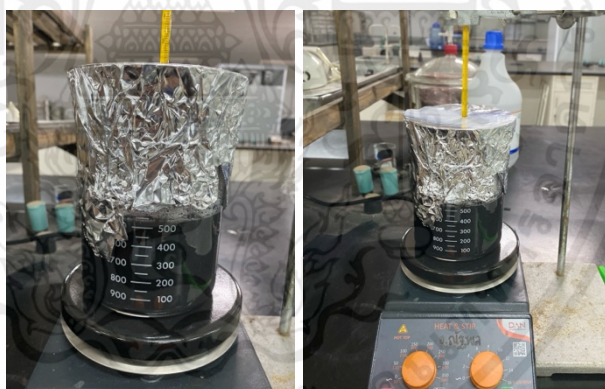
## 2. การเตรียมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์



รูปที่ 3.17 สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

เตรียมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตร สำหรับ 500 มิลลิลิตร โดยตวงไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร 66.6 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำปราศจากไอออน เพื่อปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 500 มิลลิลิตร จะได้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ไปทำการชะละลาย

## 3. การชะละลาย



รูปที่ 3.18 การชะละลายของกระบวนการบำบัดด้วยกรดอินทรีย์

ชั่งผงข้าว 25 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ 1,000 มิลลิลิตร แล้วเทสารละลายกรดฟอสฟอริกความเข้มข้น 0.7 โมลต่อลิตร 480 มิลลิลิตรกับสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตร พร้อมกับแม่เหล็กเพื่อใช้กับเครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดบีกเกอร์ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิจุ่มลงไปวัดในบีกเกอร์ เมื่ออุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส ตั้งเวลา 60 นาที หลังจากครบเวลา พักให้เย็น

#### 4. การกรองสุญญากาศ



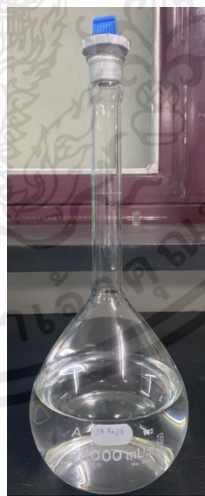
รูปที่ 3.19 การกรองสุญญากาศ

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ชุดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กที่ได้ส่วนใหญ่ควรเป็นแกรไฟต์ นำไปอบด้วยตู้อบสุญญากาศ เพื่อนำไปวิเคราะห์ ส่วนน้ำกรองเป็นสารละลายผสมระหว่างสารประกอบแบตเตอรีกับกรดฟอสฟอริก ซึ่งนำไปใช้ในกระบวนการถัดไป

#### 3.4.2 การตกตะกอน

##### 3.4.2.1 การตกตะกอนอะลูมิเนียม

##### 1. การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 3.20 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร สำหรับ 1 ลิตร โดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจาก

ไอออน แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 1 ลิตร จะได้สารละลายโซเดียม-ไฮดรอกไซด์เพื่อนำไปปรับ pH สารละลายในขั้นต่อไป

## 2. การปรับ pH สารละลาย



รูปที่ 3.21 การปรับ pH สารละลายในการตกตะกอนอะลูมิเนียม

ใช้สารละลายจากกระบวนการก่อน เกลงบีกเกอร์ 1,000 มิลลิลิตร วัดค่า pH เริ่มต้น แล้วค่อย ๆ หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จนกระทั่ง pH เป็น 3.5 วัดค่า pH ซ้ำ ๆ จนกระทั่งแน่ใจแล้วจึงทำขั้นตอนถัดไป

## 3. การตกตะกอนอะลูมิเนียม



รูปที่ 3.22 การตกตะกอนอะลูมิเนียม

นำสารละลายที่ปรับ pH แล้ว ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดบีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิให้คงที่ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นจับเวลา 180 นาที เมื่อครบให้พักจนเย็น

#### 4. การกรองสุญญากาศ



รูปที่ 3.23 การกรองสุญญากาศกระบวนการตกตะกอนอะลูมิเนียม

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุขนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ น้ำกรองเป็นสารละลายที่มีสารประกอบโคบอลต์และลิเทียมเหลืออยู่

#### 5. การอบด้วยตู้อบสุญญากาศ



รูปที่ 3.24 การอบเค้กอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

อบฟिलเตอร์เค้กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

### 3.4.2.2 การตกตะกอนโคบอลต์

#### 1. การปรับ pH สารละลาย



รูปที่ 3.25 การปรับ pH สารละลาย

ใช้สารละลายจากกระบวนการก่อน เเทลงปิกเกอร์ 2,000 มิลลิลิตร วัดค่า pH เริ่มต้น แล้วค่อย ๆ หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จนกระทั่ง pH เป็น 10.0 วัดค่า pH ซ้ำ ๆ จนกระทั่งแน่ใจแล้วจึงทำขั้นตอนถัดไป

#### 2. การตกตะกอนโคบอลต์



รูปที่ 3.26 การตกตะกอนโคบอลต์

นำสารละลายที่ปรับ pH แล้ว ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดปิกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิให้คงที่ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นจับเวลา 15 นาที เมื่อครบให้พักจนเย็น

### 3. การกรองสุญญากาศ



รูปที่ 3.27 การกรองสุญญากาศกระบวนการตกตะกอนโคบอลต์

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ น้ำกรองเป็นสารละลายที่มีสารประกอบลิเทียมเหลืออยู่

### 4. การอบด้วยตู้อบสุญญากาศ

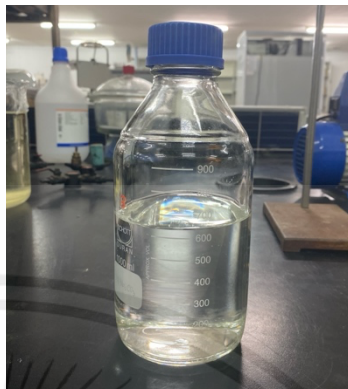


รูปที่ 3.28 การอบเค้กโคบอลต์ไฮดรอกไซด์

อบฟिलเตอร์เค้กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นโคบอลต์ไฮดรอกไซด์

### 3.4.2.3 การตกตะกอนลิเทียม

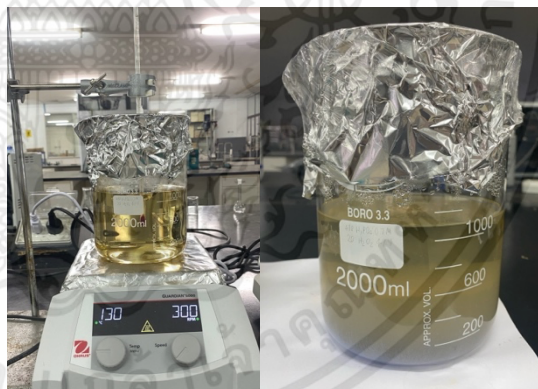
#### 1. การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 3.29 สารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต

เตรียมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต ( $K_2CO_3$ ) ความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร สำหรับ 100 มิลลิลิตร โดยชั่งโพแทสเซียมคาร์บอเนต 69 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร

#### 2. การตกตะกอนลิเทียม



รูปที่ 3.30 การตกตะกอนลิเทียม

นำสารที่ได้จากขั้นตอนที่แล้ว พร้อมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร อัตราส่วน 5 มิลลิลิตรของโพแทสเซียมคาร์บอเนตต่อ 25 มิลลิลิตรของสารป้อน ส่วนเอทานอลใส่เป็นอัตราส่วนสองเท่าของสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดปีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที จากนั้นจับเวลา 240 นาที เมื่อครบให้พัก

### 3. การกรองสุญญากาศ

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นลิเทียมคาร์บอเนต น้ำกรองเป็นสารละลายที่อาจมีสารประกอบลิเทียมเหลืออยู่ ซึ่งสามารถนำกลับคืนภายหลังได้

### 4. การอบด้วยตู้อบสุญญากาศ



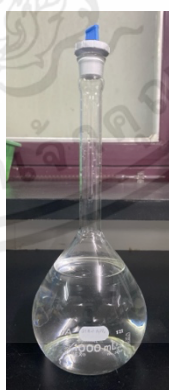
รูปที่ 3.31 การอบเค้กลิเทียมคาร์บอเนต

อบฟिलเตอร์เค้กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นลิเทียมคาร์บอเนต

### 3.4.3 การตกตะกอนซ้ำ

#### 3.4.3.1 การตกตะกอนซ้ำอะลูมิเนียม

##### 1. การเตรียมสารละลายกรดฟอสฟอริก



รูปที่ 3.32 สารละลายกรดฟอสฟอริก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เตรียมสารละลายกรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร สำหรับ 1 ลิตร โดยตวงกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร ปริมาณ 6.84 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตร 1 ลิตร

## 2. การเตรียมผงอะลูมิเนียม

บดผงอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ตกตะกอนในขั้นตอนก่อนหน้านี้ให้ละเอียด เพื่อเร่งปฏิกิริยาให้เกิดขึ้นมากขึ้น เทรวมกับน้ำกรองจากกระบวนการตกตะกอน

## 3. การปรับ pH สารละลาย



รูปที่ 3.33 การปรับ pH สารละลาย

วัดค่า pH เริ่มต้น แล้วค่อย ๆ ปรับ จนกระทั่ง pH เป็น 3.5 วัดค่า pH ซ้ำ ๆ จนกระทั่งแน่ใจแล้วจึงทำขั้นตอนถัดไป

## 4. การตกตะกอนซ้ำอะลูมิเนียม



รูปที่ 3.34 การตกตะกอนซ้ำอะลูมิเนียม

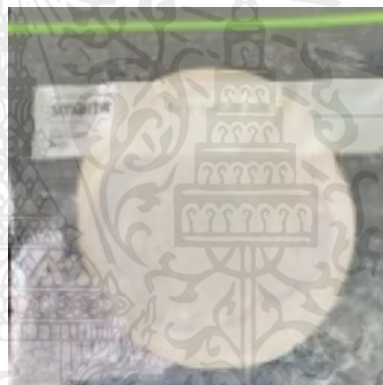
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำสารละลายที่ปรับ pH แล้ว ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดปีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิให้คงที่ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นจับเวลา 180 นาที เมื่อครบให้พักจนเย็น

#### 5. การกรองสุญญากาศ

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ น้ำกรองเป็นสารละลายที่มีสารประกอบโคบอลต์และลิเทียมเหลืออยู่

#### 6. การอบด้วยตู้อบสุญญากาศ



รูปที่ 3.35 การอบเค้กอะลูมิเนียมจากกระบวนการตกตะกอนซ้ำ

อบฟिलเตอร์เค้กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทั้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

#### 3.4.3.2 การตกตะกอนซ้ำโคบอลต์

##### 1. การเตรียมผงโคบอลต์

บดผงโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ที่ตกตะกอนในขั้นตอนก่อนหน้านี้ให้ละเอียด เพื่อเร่งปฏิกิริยาให้เกิดขึ้นมากขึ้น เปรวมกับน้ำกรองจากกระบวนการตกตะกอนซ้ำอะลูมิเนียม

## 2. การปรับ pH สารละลาย

วัดค่า pH เริ่มต้น แล้วค่อย ๆ ปรับจนกระทั่ง pH เป็น 10.0 วัดค่า pH ซ้ำ ๆ จนกระทั่งแน่ใจแล้วจึงทำขั้นตอนถัดไป

## 3. การตกตะกอนซ้ำโคบอลต์



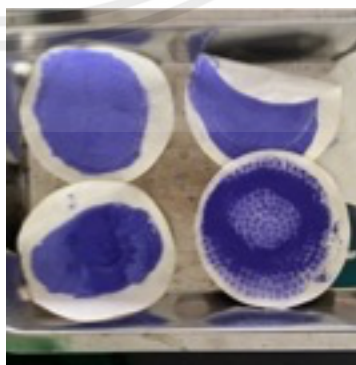
รูปที่ 3.36 การตกตะกอนซ้ำโคบอลต์

นำสารละลายที่ปรับ pH แล้ว ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดปีกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิให้คงที่ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นจับเวลา 15 นาที เมื่อครบให้พักจนเย็น

## 4. การกรองสุญญากาศ

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิลเตอร์เค้กเป็นโคบอลต์ไฮดรอกไซด์ น้ำกรองเป็นสารละลายที่มีสารประกอบลิเทียมเหลืออยู่

## 5. การอบด้วยตู้อบสุญญากาศ



รูปที่ 3.37 การอบเค้กโคบอลต์ไฮดรอกไซด์จากกระบวนการตกตะกอนซ้ำโคบอลต์

อปฟิเตอร์เค็กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทั้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นโคบอลต์ไฮดรอกไซด์

### 3.4.3.3 การตกตะกอนซัลไฟเทียม

#### 1. การเตรียมผงลิเทียม

บดผงลิเทียมคาร์บอเนตที่ตกตะกอนในขั้นตอนก่อนหน้าที่ให้ละเอียด เพื่อเร่งปฏิกิริยาให้เกิดขึ้นมากขึ้น เทรวมกับน้ำกรองจากกระบวนการตกตะกอนซัลไฟโคบอลต์

#### 2. การตกตะกอนซัลไฟเทียม



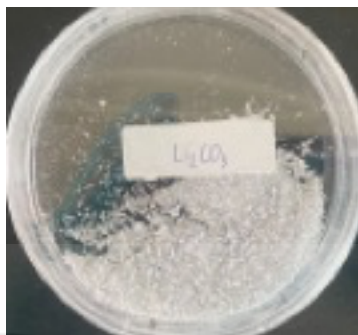
รูปที่ 3.38 การตกตะกอนซัลไฟเทียม

นำสารที่ได้จากขั้นตอนที่แล้ว พร้อมสารละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร อัตราส่วน 5 มิลลิลิตรของโพแทสเซียมคาร์บอเนตต่อ 25 มิลลิลิตรของสารป้อน ส่วนเอทานอลใส่เป็นอัตราส่วนสองเท่าของสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อใช้เครื่องกวนแม่เหล็กแบบให้ความร้อน ปิดปิกเกอร์ไว้ด้วยฟอยล์เพื่อให้เป็นระบบปิด ตั้งความเร็วรอบไว้ที่ 300 รอบต่อนาที จากนั้นจับเวลา 240 นาที เมื่อครบให้พัก

#### 3. การกรองสุญญากาศ

นำไปกรองสุญญากาศโดยใช้ขวดกรองสารกับกรวยกรองบุชเนอร์ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ใช้กระดาษกรองเบอร์ 93 ฟิเตอร์เค็กเป็นลิเทียมคาร์บอเนต น้ำกรองเป็นสารละลายที่อาจมีสารประกอบลิเทียมเหลืออยู่ ซึ่งสามารถนำกลับคืนภายหลังได้

#### 4. การอบด้วยตู้อบสูญญากาศ



รูปที่ 3.39 การอบเค้กليتียมคาร์บอเนตจากกระบวนการตกตะกอนซ้ำ

อบฟิลเตอร์เค้กที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทั้งข้ามคืน ผงที่ได้จากการอบเป็นليتียมคาร์บอเนต

## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงาน

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในผงขี้

ก่อนการทำการนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากซากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนต้องทำการวิเคราะห์ตรวจหาธาตุภายในองค์ประกอบของแบตเตอรี่ก่อน เนื่องจากเป็นแบตเตอรี่ผสมที่ทำได้จากตามท้องตลาดเมื่อทราบจะสามารถทำการวิเคราะห์ผงขี้ และทำการบำบัดได้ ดังแสดงในตารางที่ ตารางแสดงผลวิเคราะห์องค์ประกอบในผงขี้

ตารางที่ 1 ตารางแสดงผลวิเคราะห์องค์ประกอบในผงขี้

ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)
Al	74.47
Co	15.39
Li	2.513
Fe	0.460
Ni	0.022
Cu	0.021
Mn	ตรวจไม่พบ*

\*ตรวจไม่พบ (เนื่องจากสารตัวอย่างมีความเข้มข้น น้อยกว่า 25 µg/L)

จากตารางที่ 1 โลหะลิเทียมมีปริมาณร้อยละ 2.513 และโลหะที่มีปริมาณมากในผงขี้ คือ อะลูมิเนียม และโคบอลต์ จึงควรทำการตกตะกอนโลหะสองชนิดนี้ออกมาก่อนกระบวนการตกตะกอนลิเทียม ส่วนปริมาณโลหะชนิดอื่นในผงขี้มีปริมาณน้อยมาก ไม่เป็นนัยสำคัญต่อการทดลอง จึงละเลยไม่นำมาคิด

ตารางที่ 1 แสดงการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในผงขี้ สามารถสรุปได้ว่า มีความเป็นไปได้ที่จะเป็นแบตเตอรี่ประเภทลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์ ( $\text{LiCoO}_2$ : LCO) และลิเทียมนิกเกิลออกไซด์ ( $\text{LiNiO}_2$ : LNO) ผสมกัน โลหะอะลูมิเนียม เหล็ก และทองแดงที่พบมากคาดว่ามาจากส่วนตัวรองรับกระแสขั้วบวก (Positive Electrode Current Collectors) ส่วนโคบอลต์ ลิเทียม และนิกเกิลมาจากส่วนวัสดุแคโทด (Cathode Materials)

## 4.2 ผลการวิเคราะห์กระบวนการชะละลาย

การชะละลาย คือ การทำให้โลหะมีค่าในผงขี้ละลายออกมาจากผงขี้ โดยใช้กรดแอสคอร์บิก ในกระบวนการบำบัดด้วยกรดอินทรีย์ และกรดฟอสฟอริก ในกระบวนการบำบัดด้วยกรดอนินทรีย์ จาก การทดลองเมื่อทำการชะละลายแล้วนำไปกรองสุญญากาศ อดด้วยตู้อบสุญญากาศข้ามคืน และส่ง วิเคราะห์เพื่อหาปริมาณโลหะมีค่าภายในผงขี้ที่กรองออกมา แต่ละสภาวะตามภาคผนวก ก ผลวิเคราะห์ แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างผงขี้หลังกระบวนการชะละลาย

สารที่ใช้ในการชะละลาย		สารที่ใช้ร่วมการชะละลาย		ธาตุ	ร้อยละการนำกลับคืน
ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)		
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>6</sub>	1.25	-	-	Co	98.6
				Li	94.4
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0.7	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	4	Al	25.2
				Co	62.2
				Li	96.8

จากตารางที่ 2 แสดงให้เห็นว่ากรดฟอสฟอริกที่ใช้ร่วมกับไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ สามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้ถึงร้อยละ 96.8 ซึ่งมากกว่าการชะละลายโดยใช้กรดแอสคอร์บิกที่สามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้ร้อยละ 94.4 เป็นผลมาจากสภาวะที่ทำการทดลองของกรดฟอสฟอริกมีความเป็นกรดมากกว่าสภาวะที่ทำการทดลองของกรดแอสคอร์บิก แต่สภาวะการทดลองของกรดแอสคอร์บิกสามารถนำกลับคืนโลหะโคบอลต์ได้มากกว่า คือ ร้อยละ 98.6 ส่วนสภาวะการทดลองของกรดฟอสฟอริกสามารถนำกลับคืนโลหะโคบอลต์ได้เพียงแค่ร้อยละ 62.2 สภาวะการทดลองของอะลูมิเนียมไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบได้เนื่องจากไม่มีการค้ำนึ่งถึงในการทดลองที่ใช้กรดแอสคอร์บิก

## 4.3 ผลการวิเคราะห์กระบวนการตกตะกอนขั้นตอนเดียว

เมื่อทำการชะละลายผงขี้แล้ว จึงนำน้ำชะละลายที่ได้เข้าสู่กระบวนการตกตะกอนเพื่อนำกลับคืนโลหะลิเทียมในรูปแบบของแข็ง โดยใช้สารตกตะกอนเป็น โซเดียมคาร์บอเนต และโพแทสเซียมคาร์บอเนต ในสภาวะที่ต่างกันภาคผนวก ก ด้วยกระบวนการตกตะกอนแบบขั้นตอนเดียว ดังที่แสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากกระบวนการตกตะกอนโดยใช้กรดแอสคอร์บิกชะละลาย

สารที่ใช้ในการตกตะกอน			สารที่ใช้ในการร่วมตกตะกอน		ธาตุ	ร้อยละการนำกลับคืน
ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)		
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	7.5	-	-	Co	13.67
					Li	0.080
	3	15	-	-	Co	56.32
					Li	0.340
	3	30	-	-	Co	5.970
					Li	0.010
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	6	-	-	Co	51.37
					Li	0.410
	5	6	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-	Co	61.46
					Li	0.540

จากผลวิเคราะห์ในตารางที่ 3 พบว่ากระบวนการตกตะกอนด้วยโพแทสเซียมคาร์บอเนตสามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้สูงสุดร้อยละ 0.41 ซึ่งมากกว่ากระบวนการตกตะกอนด้วยโซเดียมคาร์บอเนตที่นำกลับคืนสูงสุดร้อยละ 0.34 และการเพิ่มเอทานอลเป็นสารตกตะกอนร่วมกับโพแทสเซียมคาร์บอเนตสามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้มากถึงร้อยละ 0.54

#### 4.4 ผลการวิเคราะห์กระบวนการตกตะกอนหลายขั้นตอน

การตกตะกอนอีกรูปแบบ คือการตกตะกอนแบบหลายขั้นตอน โดยการนำน้ำชะละลายจากกระบวนการชะละลาย เข้าสู่กระบวนการด้วยการตกตะกอน สารชะละลายมีความเป็นกรดสูงจึงใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับ pH ให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสมต่อการตกตะกอน ทำเป็นลำดับ โดยตกตะกอนโลหะที่มีปริมาณมากก่อน คือ อะลูมิเนียม, โคบอลต์ และลิเทียม ตามลำดับ ที่ต่างสภาวะกันแสดงในภาคผนวก ก ผลวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ตารางแสดงผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากกระบวนการตกตะกอนหลายขั้นตอนโดยใช้กรดฟอสฟอริกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ชะละลาย

ลำดับที่การตกตะกอน	ธาตุที่ตกตะกอน	สถานะที่ทำการตกตะกอน		ร้อยละจากการทดลอง		ร้อยละจากงานวิจัย
		ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ร้อยละการนำกลับคืน	ร้อยละความบริสุทธิ์	ร้อยละการนำกลับคืน
1	Al	NaOH	1	2.320	88.31	10.0
2	Co	NaOH	1	19.06	92.19	99.2
3	Li	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	7.65	95.22	90.0
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-			

จากผลวิเคราะห์ในตารางที่ 4 แสดงให้เห็นว่าการตกตะกอนโลหะที่ละชนิดนั้น สามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้มากขึ้นมาถึงร้อยละ 7.65 อีกทั้งสามารถนำกลับคืนอะลูมิเนียมและโคบอลต์ร่วมด้วย นอกจากนี้ยังได้ลิเทียมที่มีความบริสุทธิ์ถึงร้อยละ 95.22 เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยพบว่ายังสามารถนำกลับคืนมาได้ในปริมาณน้อยมาก อาจต้องพึงพาการตกตะกอนหลายขั้นตอนที่จะกล่าวต่อไป

#### 4.5 ผลการวิเคราะห์กระบวนการการตกตะกอนซ้ำหลายขั้นตอน

หลังจากการทดลองตกตะกอนแบบหลายขั้นตอนแล้ว นำผงตะกอนที่ได้มาทำการตกตะกอนใหม่อีกครั้ง เพื่อให้ลิเทียมที่ได้บริสุทธิ์ขึ้น

ตารางที่ 5 ตารางแสดงผลวิเคราะห์ธาตุจากกระบวนการตกตะกอนซ้ำ

ลำดับการตกตะกอน	ธาตุที่ตกตะกอน	สถานะที่ทำการตกตะกอน		ร้อยละจากการทดลอง		ร้อยละจากการวิจัย
		ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ร้อยละการนำกลับคืน	ร้อยละความบริสุทธิ์	ร้อยละการนำกลับคืน
1	Al	NaOH	1	7.83	98.64	10.0
2	Co	NaOH	1	16.77	95.83	99.2
3	Li	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	3.62	96.86	90.0
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-			

จากผลวิเคราะห์ตารางที่ 5 แสดงให้เห็นว่าลิเทียมนั้นบริสุทธิ์ขึ้นมาถึงร้อยละ 96.86 แต่ลิเทียมที่ได้ก็นำกลับคืนนั้นมีปริมาณน้อยลงจากเดิม คือ ร้อยละ 3.62 เมื่อเปรียบเทียบกับร้อยละการนำกลับคืนพบว่าสามารถนำกลับคืนจากการทดลองกับร้อยละจากการวิจัยได้ในระดับที่น้อยมากเมื่อเทียบกัน

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองการนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนประเภทผสมระหว่างลิเทียมโคบอลต์ออกไซด์และลิเทียมนิกเกิลออกไซด์ผ่านกระบวนการทางโลหวิทยาสารละลาย คือ การชะละลาย และการตกตะกอน เพื่อนำกลับคืนโลหะมีค่าที่สภาวะต่าง

การนำกลับคืนโลหะเริ่มจากการชะละลาย โดยเปรียบเทียบระหว่างกรดอินทรีย์ และอนินทรีย์ คือ กรดแอสคอร์บิก และกรดฟอสฟอริกร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า กรดฟอสฟอริก 0.7 โมลต่อลิตร ที่ใช้เป็นสารชะละลายร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 4 โดยปริมาตร สามารถนำกลับคืนลิเทียมได้ร้อยละ 96.8 ซึ่งนำกลับคืนลิเทียมได้มากกว่าการใช้กรดแอสคอร์บิกที่ใช้เป็นสารชะละลายที่ร้อยละ 94.4

การนำกลับคืนโลหะลิเทียมกระบวนการสุดท้าย คือ การตกตะกอน ใช้สารที่แตกต่างกันในการตกตะกอนพบว่า โพลีอะซิติกแอซิดที่เข้าร่วมกับเอทานอล ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารยับยั้งตัวทำละลาย สามารถนำกลับคืนโลหะลิเทียมได้ดีกว่าโพลีอะซิติกแอซิดเพียงอย่างเดียว และโซเดียมคาร์บอเนตเพียงอย่างเดียว ร้อยละการนำกลับคืนสูงสุด 0.54 0.41 และ 0.34 ตามลำดับ เนื่องจากเอทานอลช่วยให้ตกตะกอนได้ดีขึ้น จำนวนขั้นการตกตะกอนมีผลต่อร้อยละการนำกลับคืน โดยจากการทดลองทำการตกตะกอนแบบขั้นตอนเดียวกับการตกตะกอนแบบหลายขั้นตอนเพื่อเปรียบเทียบ การตกตะกอนแบบหลายขั้นตอนใช้หลักการตกตะกอนโลหะมีค่าออกที่ละชนิด โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ pH 3.5 สามารถตกตะกอนนำกลับคืนลิเทียมได้ร้อยละ 2.32 เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์จนถึง pH 10 สามารถตกตะกอนนำกลับคืนลิเทียมได้ร้อยละ 19.06 และขั้นตอนสุดท้าย ใช้โซเดียมคาร์บอเนต 3 โมลต่อลิตร ร่วมกับเอทานอล ที่ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 240 นาที สามารถตกตะกอนนำกลับคืนลิเทียมได้ร้อยละ 7.65 ซึ่งมากกว่าการตกตะกอนแบบขั้นตอนเดียว เนื่องจากโลหะมีค่าอื่น ๆ ทำการตกตะกอนออกไปก่อน ทำให้สามารถตกตะกอนลิเทียมในขั้นตอนสุดท้ายได้ร้อยละการนำกลับคืนสูงขึ้น และความบริสุทธิ์ของลิเทียมคาร์บอเนตที่ได้จากการตกตะกอนหลายขั้นตอนมีร้อยละความบริสุทธิ์ถึง 95.22 หลังจากนั้นนำผงตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนแบบหลายขั้นตอนมาตกตะกอนซ้ำโดยใช้น้ำกรองจากกระบวนการที่แล้ว พบว่าโลหะลิเทียมมีความบริสุทธิ์มากถึงร้อยละ 96.58 เนื่องจากโลหะเจือปนได้ตกตะกอนในขั้นตอนก่อนหน้าตกตะกอนลิเทียมแล้ว จึงทำให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. จำนวนการทดลองต่อกระบวนการอาจมีผลการทดลองไม่มากพอต่อการสรุปผลเพื่อหาสถานะที่ดีที่สุด เนื่องจากกระบวนการทั้งหมดเป็นเพียงการหาสถานะที่มีความเป็นไปได้ที่คาดว่าจะดีที่สุด ผู้จัดทำจึงหวังว่าจะเป็นประโยชน์สำหรับผู้ศึกษาต่อในการนำกลับคืนโลหะลิเทียมจากแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน
2. องค์กรประกอบภายในของผงขั้วยังคงมีหลายธาตุที่มีค่า และสามารถนำกลับคืนได้ หากทำการนำกลับคืนในสถานะที่เหมาะสม ก็จะสามารถนำกลับคืนโลหะมีค่าเหล่านั้นได้มากกว่าแค่โลหะลิเทียม



## บรรณานุกรม

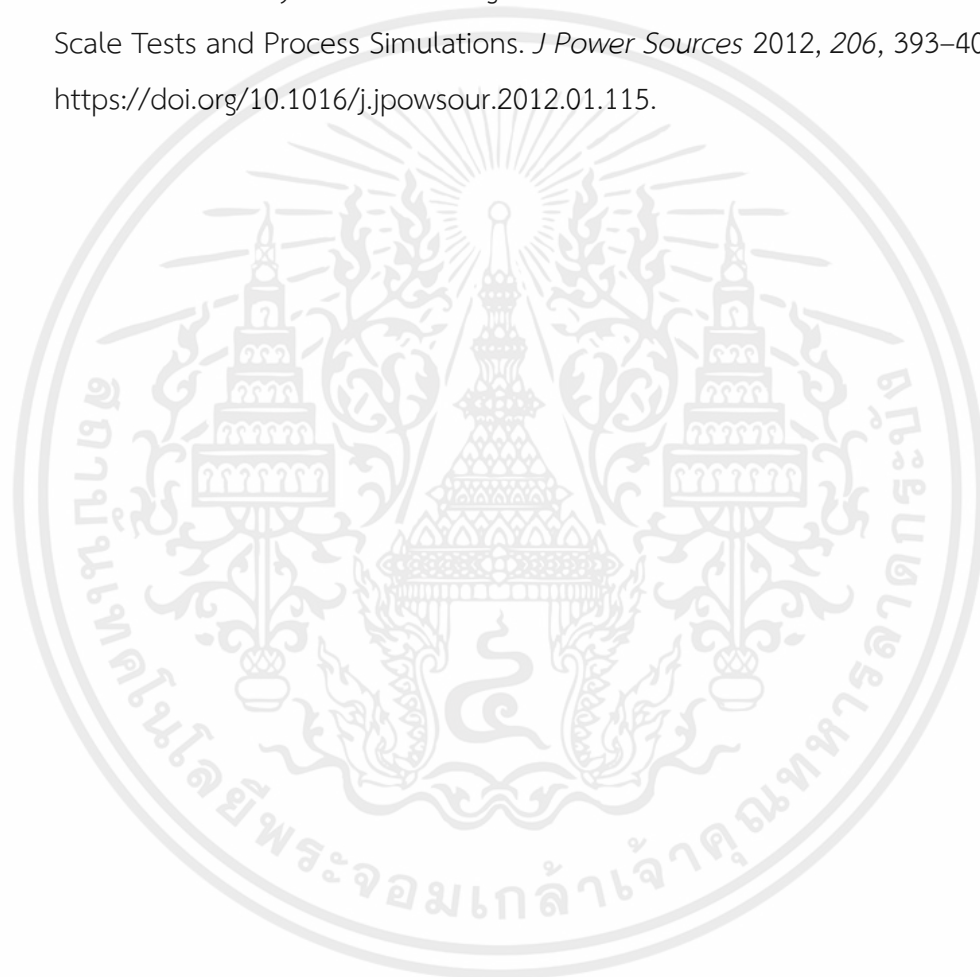
- (1) Yang, J.; Gu, F.; Guo, J. Environmental Feasibility of Secondary Use of Electric Vehicle Lithium-Ion Batteries in Communication Base Stations. *Resour Conserv Recycl* 2020, 156. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104713>.
- (2) Ordoñez, J.; Gago, E. J.; Girard, A. Processes and Technologies for the Recycling and Recovery of Spent Lithium-Ion Batteries. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Elsevier Ltd July 1, 2016, pp 195–205. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.12.363>.
- (3) Ojanen, S.; Lundström, M.; Santasalo-Aarnio, A.; Serna-Guerrero, R. Challenging the Concept of Electrochemical Discharge Using Salt Solutions for Lithium-Ion Batteries Recycling. *Waste Management* 2018, 76, 242–249. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.03.045>.
- (4) Pinegar, H.; Smith, Y. R. Recycling of End-of-Life Lithium-Ion Batteries, Part II: Laboratory-Scale Research Developments in Mechanical, Thermal, and Leaching Treatments. *Journal of Sustainable Metallurgy* 2020, 6 (1), 142–160. <https://doi.org/10.1007/s40831-020-00265-8>.
- (5) Li, L.; Lu, J.; Ren, Y.; Zhang, X. X.; Chen, R. J.; Wu, F.; Amine, K. Ascorbic-Acid-Assisted Recovery of Cobalt and Lithium from Spent Li-Ion Batteries. *J Power Sources* 2012, 218, 21–27. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.06.068>.
- (6) Golmohammadzadeh, R.; Faraji, F.; Rashchi, F. Recovery of Lithium and Cobalt from Spent Lithium Ion Batteries (LIBs) Using Organic Acids as Leaching Reagents: A Review. *Resour Conserv Recycl* 2018, 136, 418–435. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.04.024>.
- (7) Li, Q.; Fung, K. Y.; Xu, L.; Wibowo, C.; Ng, K. M. Process Synthesis: Selective Recovery of Lithium from Lithium-Ion Battery Cathode Materials. *Ind Eng Chem Res* 2019, 58 (8), 3118–3130. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b04899>.
- (8) Chen, X.; Ma, H.; Luo, C.; Zhou, T. Recovery of Valuable Metals from Waste Cathode Materials of Spent Lithium-Ion Batteries Using Mild Phosphoric Acid. *J Hazard Mater* 2017, 326, 77–86. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.12.021>.

- (9) Yang, X.; Zhang, Y.; Meng, Q.; Dong, P.; Ning, P.; Li, Q. Recovery of Valuable Metals from Mixed Spent Lithium-Ion Batteries by Multi-Step Directional Precipitation. *RSC Adv* 2020, *11* (1), 268–277. <https://doi.org/10.1039/d0ra09297e>.
- (10) Chernyaev, A.; Zhang, J.; Seisko, S.; Louhi-Kultanen, M.; Lundström, M. Fe<sup>3+</sup> and Al<sup>3+</sup> Removal by Phosphate and Hydroxide Precipitation from Synthetic NMC Li-Ion Battery Leach Solution. *Sci Rep* 2023, *13* (1). <https://doi.org/10.1038/s41598-023-48247-6>.
- (11) Kim, S.; Bang, J.; Yoo, J.; Shin, Y.; Bae, J.; Jeong, J.; Kim, K.; Dong, P.; Kwon, K. A Comprehensive Review on the Pretreatment Process in Lithium-Ion Battery Recycling. *J Clean Prod* 2021, *294*, 126329. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126329>.
- (12) Yu, M.; Zhang, Z.; Xue, F.; Yang, B.; Guo, G.; Qiu, J. A More Simple and Efficient Process for Recovery of Cobalt and Lithium from Spent Lithium-Ion Batteries with Citric Acid. *Sep Purif Technol* 2019, *215*, 398–402. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.01.027>.
- (13) Li, L.; Fan, E.; Guan, Y.; Zhang, X.; Xue, Q.; Wei, L.; Wu, F.; Chen, R. Sustainable Recovery of Cathode Materials from Spent Lithium-Ion Batteries Using Lactic Acid Leaching System. *ACS Sustain Chem Eng* 2017, *5* (6), 5224–5233. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b00571>.
- (14) Arshad, F.; Li, L.; Amin, K.; Fan, E.; Manurkar, N.; Ahmad, A.; Yang, J.; Wu, F.; Chen, R. A Comprehensive Review of the Advancement in Recycling the Anode and Electrolyte from Spent Lithium Ion Batteries. *ACS Sustain Chem Eng* 2020, *8* (36), 13527–13554. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c04940>.
- (15) He, L.-P.; Sun, S.-Y.; Mu, Y.-Y.; Song, X.-F.; Yu, J.-G. Recovery of Lithium, Nickel, Cobalt, and Manganese from Spent Lithium-Ion Batteries Using Tartaric Acid as a Leachant. *ACS Sustain Chem Eng* 2017, *5* (1), 714–721. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.6b02056>.
- (16) Peng, C.; Liu, F.; Wang, Z.; Wilson, B. P.; Lundström, M. Selective Extraction of Lithium (Li) and Preparation of Battery Grade Lithium Carbonate (Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) from

Spent Li-Ion Batteries in Nitrate System. *J Power Sources* 2019, 415, 179–188.

<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2019.01.072>.

- (17) Han, B.; Anwar Ul Haq, R.; Louhi-Kultanen, M. Lithium Carbonate Precipitation by Homogeneous and Heterogeneous Reactive Crystallization. *Hydrometallurgy* 2020, 195, 105386. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2020.105386>.
- (18) Granata, G.; Moscardini, E.; Pagnanelli, F.; Trabucco, F.; Toro, L. Product Recovery from Li-Ion Battery Wastes Coming from an Industrial Pre-Treatment Plant: Lab Scale Tests and Process Simulations. *J Power Sources* 2012, 206, 393–401. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.01.115>.





เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 แสดงสภาวะการทดลองการชะละลาย

ลำดับที่	ชื่อ	สารที่ใช้ในการชะละลาย			สารที่ร่วมในการชะละลาย			อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)	ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	สัดส่วน (กรัม/L-สารละลาย)
		ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)				
1	ชะละลาย 1	$C_6H_8O_6$	1.25	1000	-	-	-	70	20	300	25 g/100 mL
2	ชะละลาย 2	$C_6H_8O_6$	1.25	500	-	-	-	70	20	300	12.5 g/500 mL
3	ชะละลาย 3	$C_6H_8O_6$	1.30	500	-	-	-	70	20	300	12.5 g/500 mL
4	ชะละลาย 4	$C_6H_8O_6$	1.30	1000	-	-	-	70	20	300	25 g/1000 mL
5	ชะละลาย 5	$H_3PO_4$	0.70	480	$H_2O_2$	4	20	40	60	300	25 g/500 mL

ตารางที่ ก.2 แสดงสภาวะการทดลองการตกตะกอนชั้นตอนเดียว

ลำดับที่	ชื่อ	สารที่ใช้ในการละลาย		สารที่ใช้ในการตกตะกอน			สารที่ใช้ในการร่วมตกตะกอน			อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)	ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	สัดส่วน
		สารละลาย	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)				
1	ตะกอน 1	ชะละลาย 1	100	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	35	-	-	-	70	240	300	-
2	ตะกอน 2	ชะละลาย 1	100	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	15	-	-	-	95	240	300	-
3	ตะกอน 3	ชะละลาย 2	100	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	7.5	-	-	-	95	720	300	-
4	ตะกอน 4	ชะละลาย 2	200	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	15	-	-	-	95	240	300	-
5	ตะกอน 5	ชะละลาย 2	100	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	30	-	-	-	95	240	300	-
6	ตะกอน 6	ชะละลาย 3	100	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	15	-	-	-	95	240	300	-
7	ตะกอน 7	ชะละลาย 4	200	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	12	-	-	-	95	240	300	-
8	ตะกอน 8	ชะละลาย 4	200	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	12	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-	240	35	240	300	1 ml เกล็ดสารแห้ง/ 20 ml สารละลาย
9	ตะกอน 9	ชะละลาย 4	100	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	6	-	-	-	95	240	300	-
10	ตะกอน 10	ชะละลาย 4	100	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	6	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-	120	35	240	300	1 ml เกล็ดสารแห้ง/ 20 ml สารละลาย

ตารางที่ ก.3 แสดงสภาวะการทดลองการตกตะกอนหลายขั้นตอน

ลำดับที่	ชื่อ	สารที่ใช้ในการทดลอง		สารที่ใช้ในการตกตะกอน			สารที่ใช้ในการร่วมตกตะกอน			อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาที)	ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	สัดส่วน	pH ก่อน การทดลอง	pH หลัง การทดลอง
		ชื่อสาร	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)						
1	ตะกอน 11	ชะละลาย 5	500	NaOH	1	-	-	-	-	60	180	300	-	3.50	3.10
2	ตะกอน 12	ชะละลาย 5 + น้ำกรอง ตะกอน 11	-	NaOH	1	-	-	-	-	30	15	300	-	10.00	9.64
3	ตะกอน 13	น้ำกรอง ตะกอน 12 + น้ำกรอง ตะกอน 12	-	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	300	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-	1600	35	240	300	25 mL น้ำกรอง/ 15 mL สารละลาย	10.30	12.00

ตารางที่ ก.4 แสดงสภาวะการทดลองการตกตะกอนซ้ำ

ลำดับที่	ชื่อ	สารที่ใช้ในการทดลอง		สารที่ใช้ในการตกตะกอน			สารที่ใช้ในการร่วมตกตะกอน			อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)	ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	สัดส่วน	pH ก่อน การทดลอง	pH หลัง การทดลอง
		ชื่อสาร	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (มิลลิลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)	ชื่อสาร	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)	ปริมาตร (มิลลิลิตร)						
1	ซ้ำตะกอน 11	น้ำกรอง ตะกอน 13	200	NaOH	0.1	-	-	-	-	60	180	300	-	3.50	3.09
2	ซ้ำตะกอน 12	น้ำกรอง ตะกอน 13 + น้ำกรอง ซ้ำตะกอน 11	-	NaOH	1	-	-	-	-	30	15	300	-	10.00	9.84
3	ซ้ำตะกอน 13	น้ำกรองซ้ำ ตะกอน 11 + น้ำกรองซ้ำ ตะกอน 12	-	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	120	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> OH	-	640	35	240	300	25 mL น้ำกรอง/ 15 mL สารละลาย	10.24	12.24



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทคนิควิเคราะห์การวัดค่าการคายคลื่นแสงที่เกิดขึ้นอย่างพร้อมเพรียงกัน (Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometer, ICP-OES) เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของตัวอย่างได้หลายธาตุ โดยอาศัยการวัดการคายแสงของธาตุเมื่อได้รับความร้อนจากพลาสมา เหมาะสำหรับงานหลายด้าน เช่น การวิเคราะห์สิ่งแวล้อม ยา นอกจากนี้เทคนิคนี้ยังครอบคลุมธาตุอย่างกว้างขวางและใช้เวลาตรวจที่รวดเร็ว

ตารางที่ ข.1 แสดงองค์ประกอบธาตุของผงขี้

ชื่อตัวอย่าง	ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ผงขี้	Al	74.47	0.31
	Co	15.39	1.12
	Li	2.513	0.61
	Fe	0.460	0.71
	Ni	0.022	1.82
	Cu	0.021	0.78
	Mn	ตรวจไม่พบ*	ตรวจไม่พบ*

\*ตรวจไม่พบ (เนื่องจากสารตัวอย่างมีความเข้มข้นน้อยกว่า 25 µg/L)

ตารางที่ ข.2 ตารางแสดงผลการตรวจครั้งที่ 1

ชื่อตัวอย่าง	ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ผงขี้	Co	14.67	0.71
	Li	2.17	1.41
ตะกอน 1	Co	45.56	0.34
	Li	0.39	0.54
ตะกอน 2	Co	41.30	0.88
	Li	2.72	0.14

ตารางที่ ข.3 ตารางแสดงผลการตรวจครั้งที่ 2

ชื่อตัวอย่าง	ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ชะละลาย 1	Co	0.212	1.35
	Li	0.140	0.71
ตะกอน 3	Co	21.48	0.98
	Li	0.084	2.88
ตะกอน 4	Co	21.92	0.55
	Li	0.021	0.32
ตะกอน 5	Co	20.88	0.44
	Li	0.008	1.17
ตะกอน 6	Co	23.30	0.11
	Li	0.023	1.53

ตารางที่ ข.4 ตารางแสดงผลการตรวจครั้งที่ 3

ชื่อตัวอย่าง	ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ตะกอน 7	Co	21.96	0.60
	Li	0.029	0.33
ตะกอน 8	Co	21.54	0.86
	Li	0.028	1.11
ตะกอน 9	Co	22.86	0.87
	Li	0.017	1.45
ตะกอน 10	Co	24.06	0.87
	Li	0.017	1.70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.3 ตารางแสดงผลการตรวจครั้งที่ 4

ชื่อตัวอย่าง	ธาตุ	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ชะละลาย 5	Al	55.683	0.65
	Co	5.8109	0.27
	Li	0.08092	0.84
ตะกอน 11	Al	6.1205	0.96
	Co	0.7333	0.93
	Li	0.0837	0.81
ตะกอน 12	Al	0.7004	0.59
	Co	10.275	0.40
	Li	0.1646	0.48
ตะกอน 13	Al	0.0076	1.14
	Co	0.3229	0.40
	Li	6.5840	1.29
ตะกอนซ้ํา 11	Al	5.9077	0.33
	Co	0.0760	0.71
	Li	0.0053	0.72
ตะกอนซ้ํา 12	Al	0.3917	1.21
	Co	15.027	1.22
	Li	0.2620	0.70
ตะกอนซ้ํา 13	Al	0.0063	0.55
	Co	0.1465	0.81
	Li	4.7166	1.46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ร้อยละการนำกลับคืน คือ ปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากการสังเคราะห์และทำให้บริสุทธิ์ ซึ่งสามารถหาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ส่วนใหญ่มักใช้กับเคมีอินทรีย์เพื่อหาผลได้จากการตกผลึกซ้ำ

กระบวนการตกตะกอนผลิตภัณฑ์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ ส่วนใหญ่มักมีสิ่งเจือปน ดังนั้นการทำให้บริสุทธิ์จึงมีความสำคัญในกระบวนการเป็นอย่างมาก สามารถคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ร้อยละการนำกลับคืน} = \frac{\text{ปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้ (g)}}{\text{ปริมาณสารเริ่มต้น (g)}} \times 100$$

$$\text{ปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้} = \text{น้ำหนักผงขี้ (gผงขี้)} \times \text{ความเข้มข้นในผงขี้ (gธาตุ/gผงขี้)}$$

$$\text{ปริมาณสารเริ่มต้น} = \text{น้ำหนักผงตัวอย่าง (gตัวอย่าง)} \times \text{ความเข้มข้นในผงตัวอย่าง (gธาตุ/gตัวอย่าง)}$$

ตารางที่ ค.1 แสดงร้อยละการนำกลับคืนจากการวิเคราะห์ตัวอย่างการชะละลายด้วยเทคนิค ICP-OES

ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักผง (กรัม)	ธาตุที่วิเคราะห์	ปริมาณสารสังเคราะห์ได้		ปริมาณสารเริ่มต้น		ร้อยละการนำกลับคืน
			ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	น้ำหนัก (กรัม)	ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	น้ำหนัก (กรัม)	
ชะละลาย 1	25	Co	15.39	3.850	0.212	0.050	98.6
		Li	2.513	0.630	0.140	0.040	94.4
ชะละลาย 5	25	Al	74.47	18.62	55.68	13.92	25.2
		Co	15.39	3.850	5.811	1.450	62.2
		Li	2.513	0.630	0.081	0.020	96.8

ตารางที่ ค.2 แสดงร้อยละการนำกลับคืนจากการวิเคราะห์ตัวอย่างการตกตะกอนด้วยเทคนิค ICP-OES เฉพาะธาตุลิเทียม

ธาตุที่วิเคราะห์	ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักผงตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณสารสังเคราะห์ได้		ปริมาณน้ำหนักสารเริ่มต้น	ร้อยละการนำกลับคืน
			ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	น้ำหนัก (กรัม)		
Li	ตะกอน 3	0.48	0.021	0.48	0.126	0.08
	ตะกอน 4	0.93	0.023	0.93	0.063	0.34
	ตะกอน 5	0.11	0.008	0.11	0.063	0.01
	ตะกอน 9	1.80	0.029	1.8	0.126	0.41
	ตะกอน 10	2.41	0.028	2.41	0.126	0.54

ตารางที่ ค.3 แสดงร้อยละการนำกลับคืนจากการวิเคราะห์ตัวอย่างการตกตะกอนด้วยเทคนิค ICP-OES เฉพาะธาตุโคบอลต์

ธาตุที่วิเคราะห์	ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักผงตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณสารสังเคราะห์ที่ได้		ปริมาณน้ำหนักสารเริ่มต้น (กรัม)	ร้อยละการนำกลับคืน
			ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	น้ำหนัก (กรัม)		
Co	ตะกอน 3	0.48	21.92	0.1052	0.7695	13.67
	ตะกอน 4	0.93	23.30	0.2167	0.3848	56.32
	ตะกอน 5	0.11	20.88	0.0229	0.3848	5.970
	ตะกอน 9	1.80	21.96	0.3953	0.7695	51.37
	ตะกอน 10	2.41	21.54	0.5191	0.7695	67.46

ตารางที่ ค.4 ตารางแสดงร้อยละการนำกลับคืนจากการวิเคราะห์ตัวอย่างการตกตะกอนซ้ำด้วยเทคนิค ICP-OES

ธาตุที่วิเคราะห์	ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักผงตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณสารสังเคราะห์ที่ได้		ปริมาณน้ำหนักสารเริ่มต้น (กรัม)	ร้อยละการนำกลับคืน
			ความเข้มข้น (ร้อยละโดยมวล)	น้ำหนัก (กรัม)		
Li	ตะกอน 11	0.73	6.584	0.0481	0.6283	7.65
	ตะกอนซ้ำ 11	0.56	4.7166	0.0264	0.7300	3.62
Al	ตะกอน 12	7.06	6.1205	0.4321	18.618	2.32
	ตะกอนซ้ำ 12	9.36	5.9077	0.5530	7.0600	7.83
Co	ตะกอน 13	11.14	6.584	0.7335	3.8475	19.06
	ตะกอนซ้ำ 13	12.43	15.027	1.8679	11.140	16.77



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ร้อยละความบริสุทธิ์ คือ ปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ มีความบริสุทธิ์ไม่ปนเปื้อนกับโลหะที่ไม่ต้องการ

กระบวนการตกตะกอนผลิตภัณฑ์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ ส่วนใหญ่ก็มีสิ่งเจือปน ดังนั้นการทำให้บริสุทธิ์จึงมีความสำคัญในกระบวนการเป็นอย่างมาก สามารถคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ร้อยละความบริสุทธิ์} = \frac{\text{ความเข้มข้นของธาตุ (\%w/w)}}{\text{ความเข้มข้นทั้งหมด (\%w/w)}} \times 100$$

ตารางที่ 1.1 ตารางแสดงแสดงร้อยละความบริสุทธิ์จากการวิเคราะห์ตัวอย่างการตกตะกอนและตกตะกอนซ้ำด้วยเทคนิค ICP-OES

ธาตุที่วิเคราะห์	ชื่อตัวอย่าง	ร้อยละความบริสุทธิ์
Li	ตะกอน 11	88.31
	ตะกอนซ้ำ 11	95.64
Al	ตะกอน 12	92.19
	ตะกอนซ้ำ 12	95.83
Co	ตะกอน 13	95.22
	ตะกอนซ้ำ 13	96.86