

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 วัสดุ และสารเคมีที่ใช้ในการผลิตผงเงิน

- 3.1.1.1 เม็ดเงิน ความบริสุทธิ์ 99.98%
- 3.1.1.2 silver sulphate
- 3.1.1.3 sodium ยี่ห้อ Panreac
- 3.1.1.4 ethyl alcohol absolute ยี่ห้อ Carlo AR grade
- 3.1.1.5 glycerol ยี่ห้อ Carlo AR grade
- 3.1.1.6 น้ำกลั่น

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

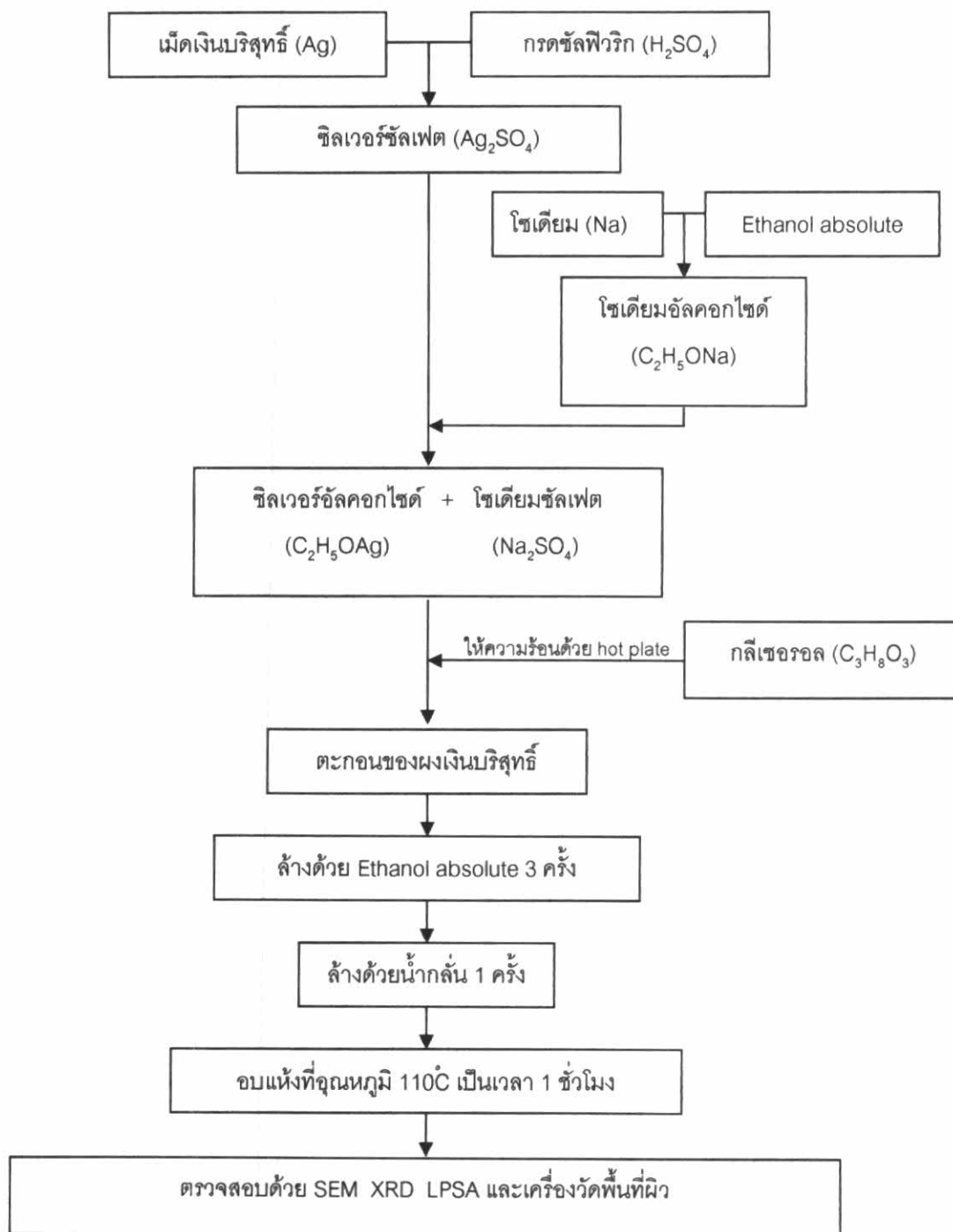
- 3.1.2.1 ball mill model RM-05
- 3.1.2.2 hot plate ที่มี magnetic stirrer ยี่ห้อ WiseStir model MSH-20D
- 3.1.2.3 beaker
- 3.1.2.4 เตาอบไล่ความชื้น

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

- 3.1.3.1 X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ Phillippe รุ่น X' pert model PW3810
- 3.1.3.2 scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400
- 3.1.3.3 laser particle size analyzer (LPSA) ยี่ห้อ Mastersizer S long bed
- 3.1.3.4 เครื่องวัดพื้นที่ผิวอนุภาค ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น FlowSorb II 2300

3.2 แผนการดำเนินการทดลอง และขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 แผนปฏิบัติการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง

3.2.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.2.1 ซิลเวอร์ซัลเฟตเตรียมจากการทำปฏิกิริยาระหว่างเม็ตเงินกับกรดซัลฟิวริก โดยให้ความร้อนกับกรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิประมาณ 200°C เติมน้ำลงไปจนกว่าเม็ตเงินจะไม่สามารถละลายได้ จากนั้นทำการเทสารละลายอิมิตัวที่ได้ลงในภาชนะที่อุณหภูมิประมาณ 0°C จะได้ตะกอนสีขาวของซิลเวอร์ซัลเฟต นำตะกอนของซิลเวอร์ซัลเฟตมากรอง และล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวน 2 ครั้ง อบแห้งที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

3.2.2.2 ทำการลดขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยวิธี ball mill โดยใช้ลูกบดขนาด 1 mm ปริมาณลูกบด 2 เท่าของน้ำหนักซิลเวอร์ซัลเฟต และเติม ethanol absolute ใช้ความถี่ในการบด 50 Hz เป็นเวลา 5 10 และ 20 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวัดขนาดด้วย LPSA และถ่ายภาพด้วย SEM

3.2.2.3 ทำการเตรียมไซโตเดียมอัลคอกไซด์จากเอทิลแอลกอฮอล์ 32 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากับไซโตเดียม 1.47 กรัม (คำนวณจากภาคผนวก ก)

3.2.2.4 ซิลเวอร์ซัลเฟต 10 กรัม ทำปฏิกิริยากับไซโตเดียมอัลคอกไซด์ที่ได้จากข้อ 3.2.2.2 จากนั้นทำการหาเวลาที่ปฏิกิริยาเกิดได้สมบูรณ์

3.2.2.5 เวลาที่เกิดซิลเวอร์อัลคอกไซด์โดยสมบูรณ์จากข้อ 3.2.2.3 นำมาทำการทดลองเปรียบเทียบผลการกวนที่ความเร็ว 800 รอบต่อนาที และไม่กวนขณะซิลเวอร์อัลคอกไซด์ถูกรีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอล และถ่ายภาพด้วย SEM

3.2.2.6 ผลจากข้อ 3.2.2.5 ทำการเลือกผลที่ดีที่สุดมาทำการทดลองตามตารางที่ 3.1 จากนั้นถ่ายภาพผลิตภัณฑ์ด้วย SEM วัดขนาด พื้นที่ผิว และความหนาแน่น

ตารางที่ 3.1 เวลาในการอบ เวลาในการทำปฏิกิริยา และอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง

การทดลอง ที่	เวลาในการลดขนาด ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ ซัลเฟตด้วยการอบ	เวลาที่ใช้ในการรีดิวซ์ ด้วยกลีเซอรอล	อุณหภูมิในการรีดิวซ์ ด้วยกลีเซอรอล
1	ไม่อบ	30 นาที	150°C
2	5 ชั่วโมง		
3	10 ชั่วโมง		
4	20 ชั่วโมง		
5	ไม่อบ	1 ชั่วโมง	
6	5 ชั่วโมง		
7	10 ชั่วโมง		
8	20 ชั่วโมง		
9	ไม่อบ	30 นาที	180°C
10	5 ชั่วโมง		
11	10 ชั่วโมง		
12	20 ชั่วโมง		
13	ไม่อบ	1 ชั่วโมง	
14	5 ชั่วโมง		
15	10 ชั่วโมง		
16	20 ชั่วโมง		

3.3 การวิเคราะห์ข้อมูล

3.3.1 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

คำนวณหาเปอร์เซ็นต์เงินโดยชั่งน้ำหนักผงเงินที่ได้จากการผลิตเทียบกับน้ำหนักเงินในซิลเวอร์ซัลเฟต

3.3.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

3.3.2.1 ทำการชั่งน้ำหนัก และวัดปริมาตร เพื่อหาความหนาแน่นของผงเงินที่ได้ โดยวัดค่า apparent density และ tap density

3.3.2.2 เครื่อง X-ray diffractometer เพื่อวิเคราะห์สารประกอบของผงเงินโดยอาศัยหลักการแทรกสอด (Diffraction) ของรังสีเอกซ์ที่กระทบกับหน้าผลึกของวัสดุด้วยมุมต่าง ๆ กัน และเทียบผลวิเคราะห์ กับข้อมูลของสารมาตรฐานเพื่อแยกชนิดของสารที่ทดสอบสามารถใช้ตรวจหาองค์ประกอบของวัสดุที่อยู่ในรูปของแข็งทั้งที่เป็นชิ้นตัวอย่าง และที่อยู่ในสภาพผง

3.3.2.3 เครื่อง Scanning electron microscope เพื่อวิเคราะห์รูปร่างของผงเงินอาศัยหลักการกวาดของลำอิเล็กตรอนไปบนผิววัสดุแทนการใช้แสงธรรมดาซึ่งจะทำให้มีกำลังขยายสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ธรรมดา โดยสามารถขยายภาพได้มากกว่า 1,000 เท่า จนถึงระดับ 100,000 เท่าขึ้นไป

3.3.2.4 วิเคราะห์ด้วย Laser particle analyzer เพื่อดูขนาดของผลิตภัณฑ์ผงเงิน

3.3.2.5 วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Surface area analysis เพื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวผงเงินอาศัยหลักการของ Brunauer, Emmett และ Teller (BET) โดยใช้แก๊สไนโตรเจนจะถูกดูดซับบนพื้นผิว ของอนุภาคสามารถใช้วัดพื้นที่ผิวของอนุภาคได้ถึงระดับ 0.01 ตารางเมตร