

บทที่ 2

ปริทรรศน์วรรณกรรม

2.1 ประโยชน์ของผงเงิน

เป็นที่รู้กันว่าโลหะเช่น เงิน ทองแดง ตะกั่ว สังกะสี มีคุณสมบัติในการต่อต้านจุลินทรีย์ โดยทั่วไปเงินมีความปลอดภัย และเป็นโลหะที่ต่อต้านจุลินทรีย์ หน้าที่ของไอออนเงินมีผลต่อเมตาบอลิซึมของเซลล์จะไปยับยั้งการเติบโตของเซลล์แบคทีเรีย เมื่อไอออนเงินถูกดูดซับเข้าไปในเซลล์แบคทีเรียทำให้ไปหยุดการหายใจ หยุดระบบการขนส่งอิเล็กตรอนในกระบวนการเมตาบอลิซึม และยับยั้งการขนส่งสารในเนื้อเยื่อจุลินทรีย์ ไอออนเงินยังยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียโดยสร้างออกซิเจนกัมมันต์ (active oxygen) บนผิวของผงเงิน [1]

Jixion Yan และคณะ [3] ได้ผลิตอนุภาคเงินขนาดนาโนเกาะอยู่บนเส้นด้าย ซึ่งมีอนุภาคเงินขนาดอยู่ระหว่าง 1 ถึง 100 นาโนเมตร เส้นด้ายนี้นำไปทำเป็นผ้าที่มีความพิเศษช่วยในรักษาผู้ป่วยที่ได้รับบาดเจ็บแผล หรือแผลไฟไหม้ ในอนาคตผ้าที่ทำจากเส้นด้ายที่มีความสามารถในการป้องกันจุลินทรีย์สามารถนำไปทำผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับชุดชั้นใน ถุงเท้า รองเท้า ปลูกหมอน ผ้าเช็ดตัว เสื้อกีฬา ใต้กรองอากาศในเครื่องปรับอากาศ ตู้เย็น เครื่องซักผ้า ฯลฯ นอกจากนี้ยังมีความคิดที่จะนำไปใช้ในเครื่องกรองน้ำสำหรับเป็นยุทธปัจจัยในการทหารด้วย

Ivan Sondi และคณะ [4] ได้ทำการทดลองโดยใช้ผงอนุภาคเงินขนาดนาโนมาต่อต้านแบคทีเรีย *E. coli* จากการทดลองพบว่าเซลล์ของแบคทีเรีย *E. coli* ถูกทำลาย และพบว่าอนุภาคของเงินขนาดนาโนมารวมกันอยู่ที่เนื้อเยื่อของแบคทีเรีย อนุภาคของเงินขนาดนาโนเตรียมจากซิลเวอร์ไนเทรต กับวิตามินซี (ascorbic acid) และใช้สารลดแรงตึงผิว (surfactant) Daxad 19 วิธีการเตรียมผงเงินเริ่มจากใช้ซิลเวอร์ไนเทรต 0.33 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร กับสารละลายปริมาตร 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร ของ 5 wt% Daxad 19 แล้วเติมสารละลายวิตามินซี 1 โมล ต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ปริมาตร 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้อัตราการไหล 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร และทำการกวนด้วยความเร็วรอบ 900 rpm ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นทำการกำจัดสารลดแรงตึงผิวและไอออนเงินที่เหลือทำให้ได้อนุภาคเงินตกตะกอน แล้วทำการล้างด้วยน้ำดีไอออไนซ์จำนวน 5 ครั้ง สุดท้ายทำผงเงินให้แห้งด้วยวิธีการ freeze dry ผลที่ได้อนุภาคมีขนาดเล็ก 12 นาโนเมตร และพื้นที่ผิวจำเพาะของผงที่แห้ง 158 ตารางเมตรต่อกรัม

ประโยชน์ผงเงินต่อการผลิตเครื่องประดับ ในอนาคตการผลิตเครื่องประดับจะเน้นกรรมวิธีที่มีต้นทุนถูกลง เช่นเน้นกระบวนการผลิตที่ทำได้ง่ายขึ้นจำนวนชิ้นมากขึ้นลดเวลาการผลิตหรือเน้นตัวเรือนให้มีน้ำหนักเบาขึ้นแต่ขนาดและรูปทรงที่มองจากภายนอกเท่าเดิม ประการหลังนี้

นับเป็นกลยุทธ์ทางการผลิตที่ใช้กันมากในปัจจุบัน โดยเฉพาะผู้ผลิตจากต่างประเทศที่มาตั้งโรงงานในไทยที่นิยมผลิตเครื่องประดับตัวเรือนเบา กล่าวคือตัวเรือนต้องมีความโปร่งหรือด้านในกลวง เทคนิคที่ทำให้ตัวเรือนเบาที่ใช้ค่อนข้างเป็นที่รู้จักกันดีก็คือการรีดและปั๊มซึ่งเป็นเทคนิคที่ผลิตโลหะตัวเรือนเป็นสองผาค่อยเปลี่ยนหล่อแล้วนำมาประกบเข้าด้วยกันหลังจากนั้นนำไปประสานด้วยตัวประสาน แม้ว่าเทคนิคนี้จะสร้างให้ตัวเรือนมีน้ำหนักเบาแต่ก็เห็นรอยประสานซึ่งจะต้องนำไปชุบด้วยโลหะเพื่อปิดไม่ให้เห็นร่องรอยของการประสาน นอกจากนี้การปั๊มขึ้นรูปยังมีข้อจำกัดในเรื่องของรูปทรงอีกด้วยเพราะการปั๊มจำเป็นต้องใช้แม่พิมพ์ที่มีต้นทุนสูง และยังไม่สามารถปั๊มขึ้นงานที่มีรูปทรงซับซ้อนได้ อย่างไรก็ตามยังมีเทคนิคอีกชนิดหนึ่งที่นิยมใช้ในการผลิตตัวเรือนน้ำหนักเบาคือการขึ้นรูปผิวด้วยไฟฟ้า และ silver clay การขึ้นรูปด้วย silver clay เป็นการใช้ผงโลหะเงินในระดับไมครอน โดยมาผสมกับ binder ซึ่งจะเรียกว่า silver clay เมื่อต้องการขึ้นรูปต้องนำ silver clay ไปผสมน้ำแล้วนำไปปั่นหรือฉีดขึ้นรูป จากนั้นนำไปขึ้นรูปจะได้ชิ้นงานตามต้องการซึ่งจะมีความพรุนประมาณ 7 ถึง 8% ซึ่งเทคนิคนี้จะใช้ในกระบวนการขึ้นรูปเครื่องประดับที่มีลวดลายละเอียดซับซ้อนไม่สามารถจะใช้วิธี lost wax casting ได้

ผงโลหะเงินถูกนำมาใช้งานในด้านไฟฟ้า อิเล็กทรอนิกส์ และอุตสาหกรรมต่างๆ ผลิตภัณฑ์ที่ทำจากผงเงินได้แก่ อิเล็กโทรดในแบตเตอรี่ หน้าสัมผัสของอุปกรณ์ไฟฟ้า วัสดุผสมประเภทโลหะเงินผสมทั้งสแตน เหล็ก ทั้งสแตน ทั้งสแตนคาร์ไบด์หรือโมลิบดีนัม ในการใช้งานไฟฟ้าจำเป็นต้องใช้ผงเงินที่มีความบริสุทธิ์ขนาดใหญ่ เนื้อแน่นโดยมีขนาดเฉลี่ยระหว่าง 10 ถึง 100 ไมครอน ขณะที่ผงเงินที่ใช้ในด้านอิเล็กทรอนิกส์ เช่นผงหมึกตัวประสานนำไฟฟ้าที่มาจากเงิน (conductive silver ink) ที่ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตคาปาซิเตอร์ โฟเทนทีโอเมเตอร์ แผงวงจร ฯลฯ จะมีขนาดผงเล็กกว่าโดยอยู่ในช่วง 1 ถึง 10 ไมครอน และผลิตด้วยการตกตะกอนทางเคมี (chemical precipitation) โดยผงเงินจะถูกนำมาบดให้เป็นผงแบนก่อนถูกนำไปใช้ทำแผ่นเคลือบนำไฟฟ้าหรือถูกผสมกับผงเงินทำเป็นผงหมึกเงินนำไฟฟ้าต่อไป นอกจากนี้ผงเงินยังใช้ในด้านอุตสาหกรรมอื่นๆ เช่น กระบวนการทำให้น้ำบริสุทธิ์ ตัวเร่งปฏิกิริยา ผงเงินอะมัลกัม (ทางทันตกรรม) ในด้านการผลิตเครื่องประดับก็สามารถนำมาทำเป็นสารทาบนเทียนเพื่อนำไฟฟ้าในกระบวนการขึ้นรูปผิวโลหะด้วยไฟฟ้าได้อีกด้วย

กรรมวิธีการผลิตผงโลหะวิธีต่างๆ ก็สามารถนำมาประยุกต์ใช้ผลิตผงโลหะเงินได้เช่นกัน ดังตัวอย่างในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 กรรมวิธีผลิตผงโลหะวิธีต่างๆ ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ผลิตผงโลหะเงิน และสมบัติของผงเงินที่ได้

Production technique	Apparent density (g/cm ³)	Tap density (g/cm ³)	Particle size (micron)	Surface Area (m ² /g)
1. Atomization	3.0 – 7.0	4.0 – 7.0	> 40	< 20
2. Chemical:				
2.1 Organically reduce	0.4 – 1.5	0.8 – 3.0	0.5 – 3.0	0.2 – 4.0
2.2 Inorganically reduce	1.0 – 2.0	1.0 – 3.0	3.0 - 20	< 0.3
3. Galvanic reduction	1.5 – 4.0	2.0 – 4.5	> 100	< 0.3
4. Electrolytic reduction	1.5 – 3.0	2.5 – 3.5	40 -100	< 0.2

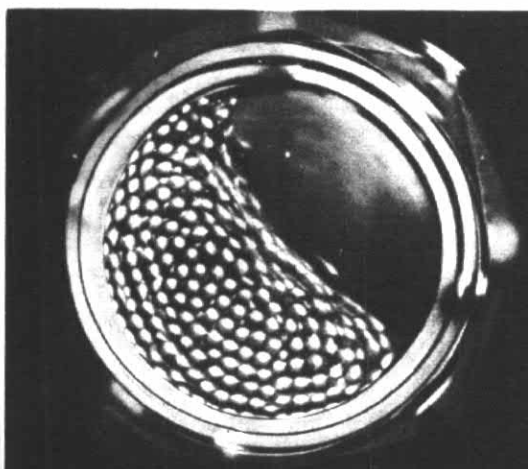
จากตารางจะเห็นว่ากรรมวิธีทางเคมีที่ใช้สารอินทรีย์เป็นตัวรีดิวซ์จะให้ขนาดผงที่เล็กมากกว่ากรรมวิธีอื่นๆ สารเคมีดังกล่าวได้แก่ แอลกอฮอล์ น้ำตาล และอัลดีไฮด์ โดยจะนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ออกไซด์ (Ag₂O) อย่างไรก็ตามกรรมวิธีนี้มักจะมีการรวมตัวกันเป็นก้อนขนาดใหญ่ได้ถึง 10 ถึง 50 ไมครอน และต้องให้ผงเงินตะกอนในสภาพแวดล้อมที่มีสารลดแรงตึงผิว (surfactant) [5]

2.2 ความรู้เบื้องต้นสำหรับการผลิตผงเงิน

2.2.1 การลดขนาดของอนุภาค [6]

การลดขนาดอนุภาคให้เล็กลงมีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิว เพราะในปฏิกิริยาส่วนใหญ่ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพื้นที่ผิวสัมผัส กลไกของกระบวนการลดขนาดมีความซับซ้อน ที่ผ่านมามีความพยายามอย่างมากที่จะวิเคราะห์รายละเอียดของปัญหา ถ้าวัสดุชิ้นเดียวถูกกระแทกอย่างรวดเร็วในครั้งเดียว วัสดุชิ้นนั้นจะแตกออกเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ และอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งจะมีอนุภาคขนาดกลางอยู่เล็กน้อย ถ้าเพิ่มพลังงานอีกในการบดอนุภาคขนาดใหญ่อนุภาคที่ได้จะมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคขนาดเล็กที่ได้ในตอนแรก และมีจำนวนมากขึ้น อนุภาคขนาดเล็กมีขนาดไม่แตกต่างกัน และอนุภาคขนาดเล็กนี้จะมาเชื่อมต่อกัน พลังงานที่ต้องการในการบดมีประสิทธิภาพต่อการลดขนาดมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างภายในของวัสดุ กระบวนการบดประกอบด้วยสองส่วนได้แก่ การเปิดรอยแตกเล็ก

การบดด้วยลูกบอล (ball mill) ประกอบด้วยกระบอกกลมวงหมุนได้บรรจุด้วยลูกบอล การบดด้วยวิธีนี้ใช้กันอย่างกว้างขวาง ประสิทธิภาพของการบดเพิ่มขึ้นอยู่กับเวลาในการบดจนกระทั่งช่องว่างระหว่างลูกบอลเต็ม ลูกบอลส่วนใหญ่ทำมาจากเซรามิกส์ หรือเหล็ก และใช้ 30 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ของปริมาตรเครื่องบด ลูกบอลมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 12 มิลลิเมตร ถึง 125 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางที่เหมาะสมคือรากที่สองของขนาดวัสดุที่ต้องการบด การบดด้วยลูกบอลมีข้อดีคือ สามารถบดเปียก หรือบดแห้งก็ได้ สามารถบดวัสดุได้ทุกระดับความแข็ง



รูปที่ 2.1 การบดด้วยความเร็วที่เหมาะสมของเครื่องบดแบบใช้ลูกบอล [6]

2.1.2 เทคนิคโซล-เจล [7,8]

กระบวนการโซล-เจล เกี่ยวข้องกับการเกิดโซลตามด้วยการเกิดเจล โซลเป็นสารแขวนลอย (suspension) ของอนุภาคของแข็งมีขนาดอยู่ในช่วง 1 นาโนเมตร ถึง 1 ไมครอน สามารถเกิดไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และการควบแน่น (condensation) ของสารตั้งต้นเช่น เกลือของสารอนินทรีย์ (inorganic salt) หรือ โลหะอัลคอกไซด์ (metal alkoxide) การควบแน่นของอนุภาคโซล จะเกิดเจลเป็นร่างแหสามมิติซึ่งมีสองเฟส (diphasic material) ซึ่งประกอบด้วยของแข็งซึ่งถูกล้อมรอบด้วยตัวทำละลายของเหลว ซึ่งสามารถกำจัดออกจากเจลโดยการทำแห้งด้วยการกลายเป็นไอ หรือการทำแห้งด้วยการสกัดยิ่งยวด (supercritical extraction) ผลจากการผลิตของแข็งได้ xerogel และ aerogel ตามลำดับ

การสังเคราะห์ xerogel และ aerogel เป็นขั้นตอนที่แยกกันสองขั้นตอน ขั้นตอนแรกเรียกว่า pregelation สารที่ทำปฏิกิริยา คือ อัลคอกไซด์กับสารตั้งต้นโลหะ ทำปฏิกิริยาเกิดไฮโดรไลซิส และการควบแน่นเจล กระบวนการไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นเมื่อ น้ำถูกเติมเข้าไปในอัลคอกไซด์ที่ถูกละลายในแอลกอฮอล์ หรือตัวทำละลายที่เหมาะสม

สารตั้งต้นในการเตรียมซิล-เจล สามารถเตรียมได้จากเกลือโลหะหรือเกลืออัลคอกไซด์ ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมหรือของแข็งในคอลลอยด์ที่เสถียร โลหะอัลคอกไซด์ถูกใช้อย่างกว้างขวางเพราะ มีความบริสุทธิ์สูง และหาซื้อได้ง่าย ในกรณีของสารตั้งต้นอัลคอกไซด์สามารถอธิบายด้วยปฏิกิริยาเคมีดังนี้



ขั้นที่สองของการสังเคราะห์ซิล-เจลเรียกว่า postgelation เป็นการเปลี่ยนแปลงซึ่งปรากฏขึ้นระหว่างการทำให้แห้ง และการแคลไซน์ของเจล ซึ่งประกอบด้วย (1)การคายน้ำ (2)การระเหยของตัวทำละลาย (3)การคายตัวของสารอินทรีย์ที่เหลืออยู่ (4)ปฏิกิริยา dehydroxylation และ(5) การเปลี่ยนโครงสร้าง การระเหยแห้งของตัวทำละลายจะทำให้เกิดแรงแคปิลลารีที่สูงซึ่งเพิ่มขึ้นจากความแตกต่างระหว่างพลังงานที่ผิวของของแข็งกับไอ และของแข็งกับของเหลวทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น

กระบวนการซิล-เจลเป็นวิธีการที่ทำให้ได้การกระจายตัวของขนาดรูพรุนดี สารที่บริสุทธิ์ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และสามารถควบคุมรูพรุนกับพื้นที่ผิวได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.3 งานวิจัยเกี่ยวกับการผลิตผงเงิน

นายจุจเจตน์ และนายวรกวิน [5] ได้ศึกษาเทคนิคการผลิตผงโลหะเงินด้วยการใช้อัลตราโซนิก ในกระบวนการนี้อุณหภูมิที่ใช้ได้ปรับเปลี่ยนตั้งแต่อุณหภูมิ 50°C 60°C 70°C และ 80°C โดยให้ระยะเวลาการสั่นคงที่นาน 90 นาที พบว่าปริมาณของผงเงินที่ตรวจพบจากการทดลองภายใต้การสั่น มากกว่าปริมาณผงเงินที่ไม่ได้ใช้การสั่นแบบอัลตราโซนิก นอกจากนี้การทดลองยังแสดงให้เห็นว่าน้ำหนักของผงเงินที่ตกตะกอนในภาชนะเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ สารละลายที่ทดสอบที่ 80°C โดยอัลตราโซนิก 40 kHz นาน 90 นาที จะให้อนุผงเงินขนาดประมาณ 8 ไมครอน และมีได้ผงเงินประมาณร้อยละ 96

นายสถาพร [9] ได้ศึกษาการขจัดตัวประสาน และการเผาผนึกของผงโลหะเงินที่ผลิตด้วยวิธีซิล-เจล การผลิตผงเงินเริ่มจากนำซิลเวอร์ซัลเฟตทำปฏิกิริยากับไฮเดียมอัลคอกไซด์จากนั้นนำไปรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลโดยใช้อุณหภูมิระหว่าง 140°C ถึง 180°C ขนาดของผงโลหะเงินแบ่งเป็น 3 กลุ่ม กลุ่มแรกมีขนาดประมาณ 0.5 ไมครอน กลุ่มที่ 2 มีขนาดประมาณ 38 ไมครอน และกลุ่มที่

3 มีขนาดประมาณ 300 ไมครอน โดยผงโลหะเงินส่วนใหญ่ที่ผลิตได้มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 38 ไมครอน และจากการวัดความหนาแน่นด้วยเครื่อง ultrapycnometer พบว่าผงโลหะเงินมีความหนาแน่น 7.80 g/cm^3

วิธีการผลิตผงเงินด้วยวิธีทางเคมี [10] เป็นวิธีที่นิยมนำมาผลิตผงเงินซึ่งเงินจะถูกรีดิวซ์ได้ง่ายจากสารละลาย โดยขึ้นอยู่กับความสามารถในการละลาย เงินที่อยู่ในสารละลายก่อนถูกนำไปรีดิวซ์เป็นผงเงินจะอยู่ในรูปของ ซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate) และซิลเวอร์ออกไซด์ (silver oxide) จะใช้แอลกอฮอล์ และน้ำตาลเป็นตัวรีดิวซ์ ผงเงินที่ได้จะมีขนาดน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร โดยมีสมการเคมีดังนี้



ส่วนตัวรีดิวซ์ของซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate) ได้แก่ ไฮดราซีน (hydrazine) โพแทสเซียม ซัลไฟด์ (potassium sulfide) และโซเดียมฟอร์มเมต (sodium formate) ตัวอย่างของสมการรีดักชัน ได้แก่



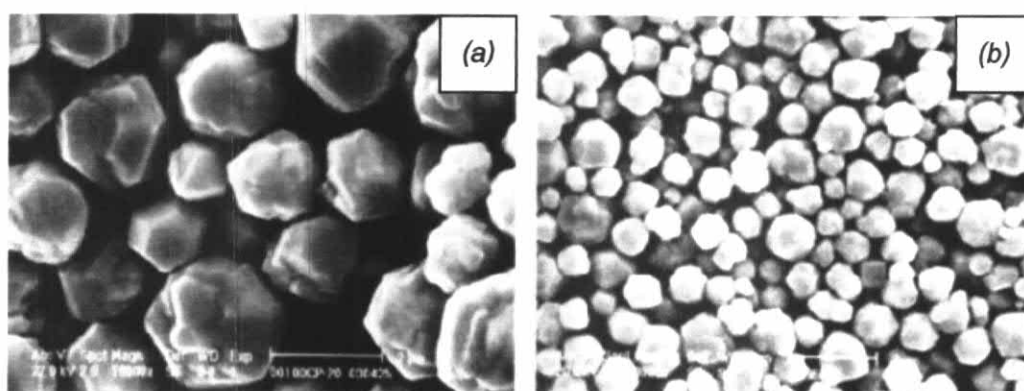
ขนาดของผงเงินที่ได้จะมีขนาดใหญ่เหมือนกับวิธีอิเล็กโตรเคมีโดยขนาดผงเฉลี่ยมีขนาดตั้งแต่ 5 ถึง 20 ไมโครเมตร

ลักษณะรูปร่างของผงเงินที่ได้จากวิธีทางเคมีมักมีรูปร่างไม่เป็นทรงกลม โดยรูปร่างจะเป็นแบบใดนั้นจะขึ้นอยู่กับวิธีการการผลิตเช่น การผลิตด้วยวิธี chemical vapor decomposition ผงเงินที่ได้จะมีรูปร่างเป็น equiaxed และ needles โดยมีราคาในการผลิตสูง การผลิตด้วยวิธีตกตะกอน ผงเงินที่ได้มีรูปร่าง polygonal โดยมีราคาในการผลิตต่ำถึงปานกลาง การผลิตผงเงินด้วยวิธี carbonyl decomposition ผงเงินที่ได้มีรูปร่าง rounded และ spiky โดยมีราคาในการผลิตปานกลางเป็นต้น [11]

Wu Songping และคณะ [12] ผลิตผงเงินจากปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ไนเตรต กับวิตามินซี (ascorbic acid) โดยเตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต 16 กรัม ปริมาตร 400 มิลลิลิตร เติมสารทำให้เกิดการกระจายตัวซึ่งมีชื่อเรียกว่า arabic gum เติมเป็นหยดระหว่างการกวนเป็นเวลา 60 นาที และเติมสารละลายวิตามินซี 12 กรัม ปริมาตร 400 มิลลิลิตร และแอมโมเนียถูกใช้เพื่อควบคุมค่า pH อุณหภูมิที่ใช้ในช่วง 20°C ถึง 70°C ใช้เวลาครึ่งชั่วโมง

หลังจากได้ผงเงินแล้วนำไปล้าง และทำให้แห้ง ได้ผงเงิน 60 ถึง 70% โดยน้ำหนัก ผงเงินที่ได้มีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม (poly hedron) ดังรูปที่ 2.2 ผลการเพิ่มอุณหภูมิของปฏิกิริยาจาก 20°C ไปเป็น 60°C ที่มีต่อขนาดของผงเงินโดยขนาดเล็กลงจาก 3.1 ไมโครเมตร เป็น 1.0 ไมโครเมตร ผงเงินมี tap density เปลี่ยนแปลงในช่วง 3.6 ถึง 4.2 g/cm³ พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) เปลี่ยนแปลงในช่วง 0.2 ถึง 1.3 m²/g

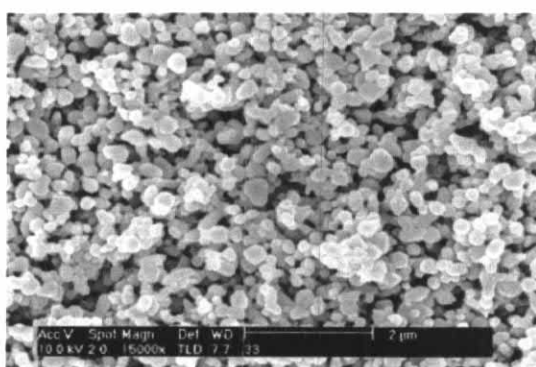
ในงานวิจัยนี้อธิบายว่าอนุภาคเงินที่ตกผลึกออกมาก่อนจะมีการรวมตัว (agglomerate) มากกว่าอนุภาคเงินที่ตกผลึกออกมาทีหลัง โดยมีกลไก 2 อย่างที่ทำให้เกิดการรวมตัวคือ กระบวนการควบคุมโดยการแพร่ (diffusion-control process) และกระบวนการควบคุมโดยจลนพลศาสตร์ (kinetic-control process) ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดเร็ว นิวเคลียสของผงเงินจะเกิดเร็ว และมีจำนวนมากทำให้ผงเงินมีขนาดเล็ก ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดช้าผงเงินจะมารวมตัวกันได้ง่าย ผงเงินจึงมีลักษณะเป็นก้อน



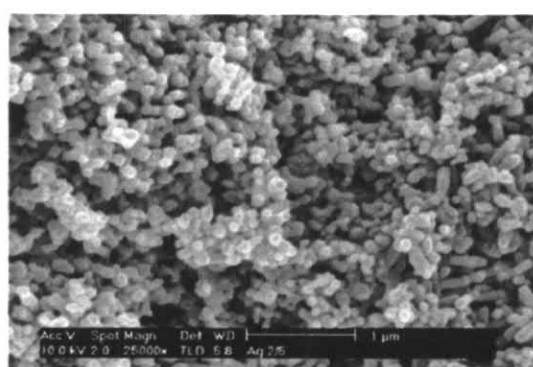
รูปที่ 2.2 ภาพ SEM ของผงเงินที่อุณหภูมิ (a) 23°C (b) 60°C

H.H. Nersisyan และคณะ [13] ทำการทดลองผลิตผงเงินจาก Ag₂O ซึ่งเตรียมจากสารละลาย 0.5 M NaOH ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ถูกเติมลงในสารละลาย 0.5 M AgNO₃ จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร จะเกิด Ag₂O สีน้ำตาลเข้มตกตะกอนในทันที และรวมกันเป็นกลุ่ม ตะกอน Ag₂O ถูกนำไปกระจายตัวในน้ำดีโซอีนไฮดรอกไซด์ปริมาณ 500 มิลลิลิตร ซึ่งมีอยู่ในสารละลาย 1 M sodium dodecyle sulfate ปริมาตร 5 มิลลิลิตร หลังจากเวลาผ่านไป 10 ถึง 15 นาที คอลลอยด์ที่เกิดขึ้นจะเสถียร จากภาพถ่ายจุลภาค FESEM ของผง Ag₂O ดังรูปที่ 2.3 จะเห็นว่าอนุภาคมารวมตัวกันขนาด 1 ถึง 2 ไมครอน ขนาดอนุภาคพื้นฐานเฉลี่ยประมาณ 0.25 ไมครอน ในการรีดิวซ์คอลลอยด์ Ag₂O ที่กระจายตัวอยู่ทำโดยเติมสารละลาย 88 เปอร์เซ็นต์ N₂H₄·H₂O ปฏิกิริยานี้คายความร้อนออกมาจำนวนมาก กระบวนการนี้อธิบายด้วยปฏิกิริยาดังสมการที่ (2.7) หลังจาก

ขั้นตอนการรีดิวซ์จะเกิดตะกอนเงินขึ้นภายในเวลาไม่กี่ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ด้วย FESEM แสดงให้เห็นรูปร่างของตะกอนอนุภาคเงินเป็นทรงกลมแสดงในรูปที่ 2.4 ขนาดอยู่ในช่วง 60 ถึง 120 นาโนเมตร จะเห็นได้ว่าอนุภาคส่วนใหญ่เกาะติดกัน การกระจายตัวเฉลี่ยของขนาดอนุภาค ถูกวิเคราะห์ด้วย Laser Particle Size Analyzer (LPSA) ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 120.2 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับผลจากการวิเคราะห์ด้วย FESEM ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ชี้ให้เห็นว่าอนุภาคขนาดเล็กของผงเงินเป็นผลึกแสดงพีคของ (111) (200) (220) และ (311)

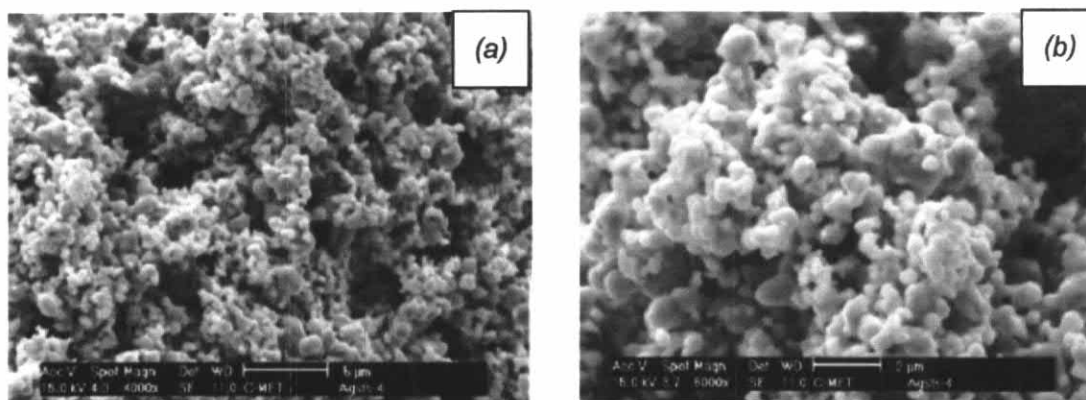


รูปที่ 2.3 ภาพถ่ายจุลภาคจาก FESEM
ของผงเงินออกไซด์



รูปที่ 2.4 ภาพถ่ายจุลภาคจาก FESEM
ของผงเงินขนาดนาโน

P.K. Khanna และคณะ [14] ผงเงินขนาดนาโนถูกเตรียมโดยการใช้นาโซเดียมฟอร์มัลดีไฮด์ซัลโฟไซด์ (SFS) เป็นสารรีดิวซ์ในสภาวะกรดมีค่า pH ระหว่าง 1 ถึง 5 พบว่ามีตัวแปรหลายอย่างในการผลิตผงเงินให้มีขนาดนาโนเมตร ตัวแปรอย่างหนึ่งที่เหมาะสมก็คือ การให้ค่า pH ปานกลางและ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปอย่างช้าๆ และถ้าตอนเริ่มต้นสามารถผลิตซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) ให้มีอนุภาคขนาดเล็กได้ ในตอนสุดท้ายผงเงินที่ได้ก็จะมีขนาดเล็กกว่าในตอนแรก ซึ่งอธิบายได้ว่าเมื่อขนาดของซิลเวอร์ไนเตรตมีขนาดเล็กในการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้ง่ายและสมบูรณ์กว่าซิลเวอร์ไนเตรตที่มีขนาดใหญ่จากผลการทดลอง ซิลเวอร์ไนเตรตทำปฏิกิริยากับ SFS จะได้ตะกอนของเงินสีเทาออกมาใช้เวลาประมาณ 30 นาที และค่า pH ที่วัดโดย pH meter มีค่าน้อยกว่า 5 ตลอดเวลา ค่า pH ของการตกตะกอนที่สมบูรณ์อยู่ที่ประมาณ 2 อนุภาคผงเงินมีขนาดประมาณ 100 ถึง 200 นาโนเมตร



รูปที่ 2.5 SEM ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำเป็นเวลา 30 นาที

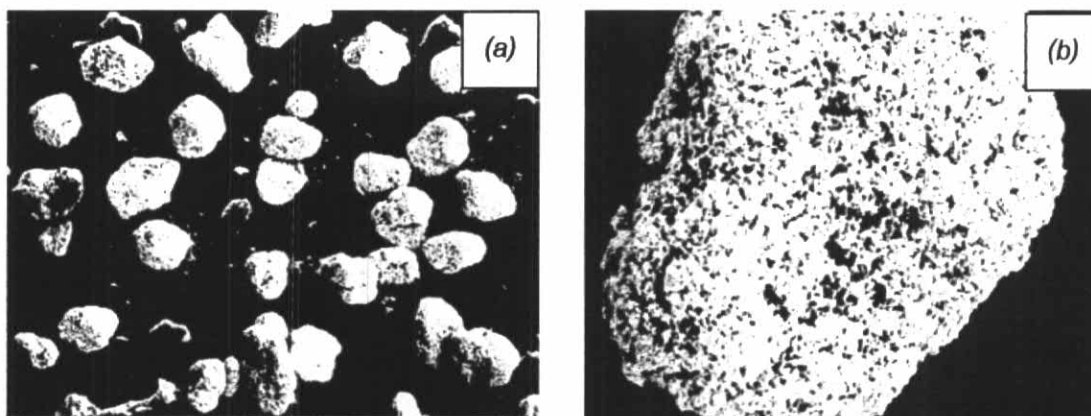
(a) มาตรฐานส่วน 5 ไมครอน และ (b) 2 ไมครอน

Wasyl Kunda และคณะ [15] ทำการทดลองผลิตผงเงินโดยเริ่มจากใช้ปริมาณของซิลเวอร์คลอไรด์ (silver chloride) และโซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate) ผสมในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 ในเครื่องปั่นจากนั้นนำไปใส่ในภาชนะที่เป็นกระเบื้องสีขาว และให้ความร้อนจนถึง 600°C ในเตาเผาภายใต้ความดันบรรยากาศหลังจาก 1 ชั่วโมง ทำให้เตาเผาเย็นที่อุณหภูมิ 100°C และทำการบดผลิตภัณฑ์ให้เป็นผงเพื่อหยุดการเผาผลาญจากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำ ผลิตภัณฑ์ผงเงินที่ได้มีความหนาแน่นปรากฏ (apparent density) 1.5 g/cc การวิเคราะห์เชิงเคมีของผงเงินแสดงให้เห็นว่ามีออกซิเจนน้อยกว่า 0.01% คาร์บอน 0.002% ซัลเฟอร์ 0.0012% และคลอรีน 0.12%

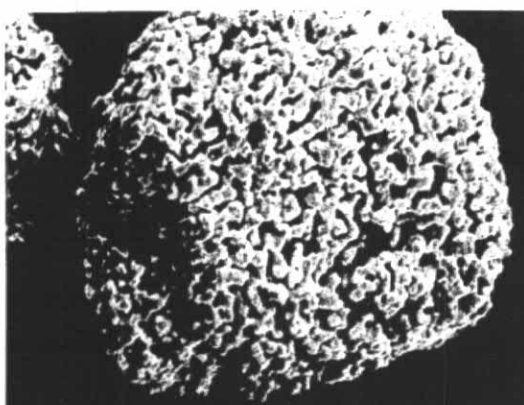
นอกจากนี้ยังได้ทำการทดลองโดยใช้ตะกอนของซิลเวอร์ซัลไฟด์ (silver sulphide) 5 กรัม ซึ่งมีซัลเฟอร์อิสระอยู่ประมาณ 3% โดยน้ำหนัก ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate) 2.5 กรัม และให้ความร้อนในภาชนะที่เป็นกระเบื้องสีขาวประมาณ 650°C ในเตาเผาภายใต้ความดันบรรยากาศหลังจาก 3 ชั่วโมง เตาเผาถูกทำให้เย็น และบดเป็นผงจากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำ ผลิตภัณฑ์ผงเงินมีความหนาแน่นปรากฏ 1.97 g/cc และมีซัลเฟอร์เพียง 0.008%

Larry J. Gaudino และคณะ [16] ในการผลิตผงเงินได้ใช้โซเดียมคลอไรด์ 1.575 กรัม เติมนลงในสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต 3% ปริมาตร 45 ลิตร จะได้ซิลเวอร์คลอไรด์ตกตะกอนออกมา นำไปล้างด้วยน้ำดีไอออนไนซ์เพื่อกำจัดคลอไรด์ที่เหลือ เติมกรดซัลฟิวริก 4% ปริมาตร 21 ลิตร ลงไปในซิลเวอร์คลอไรด์ เพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที แล้วค่อยๆ เติมน้ำสังกะสี (เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 ไมครอน) ปฏิกิริยานี้จะเกิดสังกะสีและคลอไรด์รวมกันอยู่ในน้ำ และได้ผงเงินบริสุทธิ์ นำผงเงินไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 90°C จนกระทั่งมีความชื้นน้อยกว่า 0.05% เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคเงินน้อยกว่า 1 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมตัวกันมีขนาด 108 ไมครอน มีความหนาแน่น $15.24 \text{ กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว}$ ดังแสดงในรูปที่ 2.6

เมื่อทำการทดลองโดยเพิ่มอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาเป็น 450°C ใช้เวลา 30 นาที ผงเงินที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 24.94 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคเพิ่มขึ้นเป็น 4.6 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมตัวกันลดลงเป็น 92.6 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 2.7 จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้มีผลในการเพิ่มขนาดของอนุภาค เมื่อมีการคนผงจะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 27.3 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว แต่ไม่มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค



รูปที่ 2.6 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70°C
(a) ที่กำลังขยาย 80 เท่า และ (b) ที่กำลังขยาย 800 เท่า



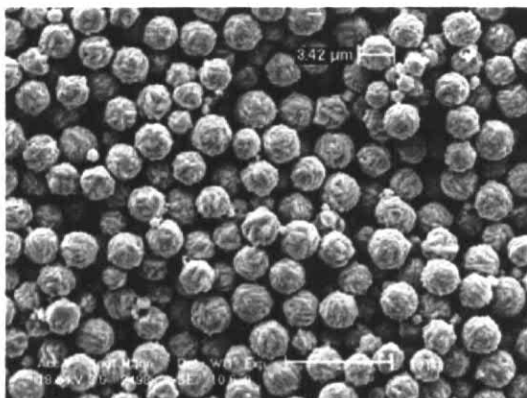
รูปที่ 2.7 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 450°C ที่กำลังขยาย 800 เท่า

Yadong Li และคณะ [17] ทำการผลิตอนุภาคเงินมีผลึกขนาดนาโนซึ่งเฉลี่ยขนาด 15 นาโนเมตร ถูกเตรียมโดยการรีดิวซ์ $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ ด้วย $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ กับ sodium dodecylbenzene sulfate (DBS) ซึ่งถูกใช้เป็นสารทำให้เสถียร (stabilizing agent) หลังจากเตรียมอนุภาคเงินแล้วทำการสังเกตการรวมตัวกันตั้งแต่เริ่มต้นโดยใช้ TEM และสังเกตปรากฏการณ์ sputtering ซึ่งถูกเหนี่ยวนำด้วยลำอิเล็กตรอน ผลึกเงินที่ได้เป็นรูปหกเหลี่ยมมีขนาดในช่วง 20 ถึง 120 นาโนเมตร

ซึ่งทำให้เกิดขึ้นบนตะแกรงทองแดง ขนาดเฉลี่ยของผลึกคำนวณจากกราฟ XRD โดยใช้สมการ Scherrer ตามความคิดเห็นของนักวิจัยกลุ่มนี้กล่าวว่าการรวมตัว และปรากฏการณ์ sputtering ของอนุภาคเงินซึ่งเตรียมด้วย DBS ตัวอย่างมีพลังงานพื้นผิว (surface energy) สูง เมื่ออนุภาคถูกเก็บในสารละลายที่ทำปฏิกิริยา ผิวของอนุภาคคอลลอยด์ถูกหุ้มด้วยโมเลกุล DBS อนุภาคเหล่านั้นอยู่ในสถานะเสถียรไม่มีการรวมตัว และไม่เกิดปรากฏการณ์ sputtering อย่างไรก็ตามเมื่ออนุภาคเงินถูกแยกจากสารละลายโดยถูกล้างใน absolute alcohol โมเลกุล DBS บนผิวอนุภาคเงินถูกแทนที่ด้วยโมเลกุลแอลกอฮอล์ และอนุภาคยังคงเสถียรอยู่ เมื่อเปิดลำแสงอิเล็กตรอนกับ high vacuum ในท่อของ TEM โมเลกุลแอลกอฮอล์ที่ถูกดูดซึมโดยอนุภาคเงินจะเป็นไออย่างรวดเร็ว และอนุภาคเงินจะไม่เสถียรเพราะพลังงานพื้นผิวสูงมาก อนุภาคเงินจะรวมตัวกันอย่างรวดเร็วเพื่อปล่อยพลังงานพื้นผิวที่เกินออกมา พลังงานพื้นผิวถูกเปลี่ยนไปเป็นพลังงานความร้อน และพลังงานจลน์ของอนุภาค

J. Widoniak และคณะ [18] ได้ศึกษาการกระจายตัวของเงินคอลลอยด์ที่เตรียมโดยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรดกับสารที่ทำให้เกิดความเสถียรหลายชนิด การทดลองทำที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลทำให้เกิดขนาดเฉลี่ยอนุภาคในช่วง 1 นาโนเมตร จนถึง 6 นาโนเมตร และได้รูปร่างหลากหลายเหมือนทรงกลม แผ่น เข็ม หรือใบไม้ การรีดิวซ์และสารทำให้เสถียรพบว่าสามารถควบคุมขนาด และรูปร่างอนุภาคสุดท้ายได้

การเติมสารทำให้เสถียรมีความสำคัญต่อการป้องกันการรวมตัวของอนุภาคคอลลอยด์ที่กระจายตัว โพลีเมอร์ที่ไม่มีประจุ (non-ionic polymers) ถูกสร้างเป็นสารเคลือบผิวบนผิวอนุภาค ขณะที่โพลีเมอร์ที่มีประจุ (ionic polymers) สร้างความเสถียรทางไฟฟ้าให้กับคอลลอยด์ โพลีเมอร์และเกลืออินทรีย์เช่น PVP หรือ vinyl sulfonate มีความสามารถมากในการควบคุมการโตของผลึกอินทรีย์เช่นกลุ่มเงิน J. Widoniak และคณะได้ทดลองเติมสารทำให้เกิดความเสถียรขึ้นหนึ่งโน้มนั้นเป็น polysaccharide รูปร่างของอนุภาคที่ได้จากการเติมมีลักษณะเหมือนก้อนข้าวมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 ไมครอน ซึ่งประกอบด้วยแท่งขนาด 300 ถึง 600 นาโน



รูปที่ 2.8 เงินจากการเติม polysaccharide

Boehning และคณะ [19] ได้จดสิทธิบัตรในหัวข้อตัวเร่งปฏิกิริยา และการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา (silver catalyst and its preparation) ภายในบอกถึงวิธีการเตรียมไว้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมจากซิลเวอร์ไนเทรตละลายใน sec-butylamine จำนวน 2 โมล และเติมสารละลายลิเทียมไนเทรตปริมาตร 2 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำดีไอออไนซ์อีกร้อยละ 10 เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำไปเข้าเตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 240°C โดยมีการใส่แก๊สไนโตรเจน ผลที่ได้จากการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยานี้ทำให้ได้ผงเงินที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิว 0.3 ถึง 0.7 m²/g