

การผลิตผงเงินโดยใช้กึ่งเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์



นาย อัครนัย ใจปลื้ม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

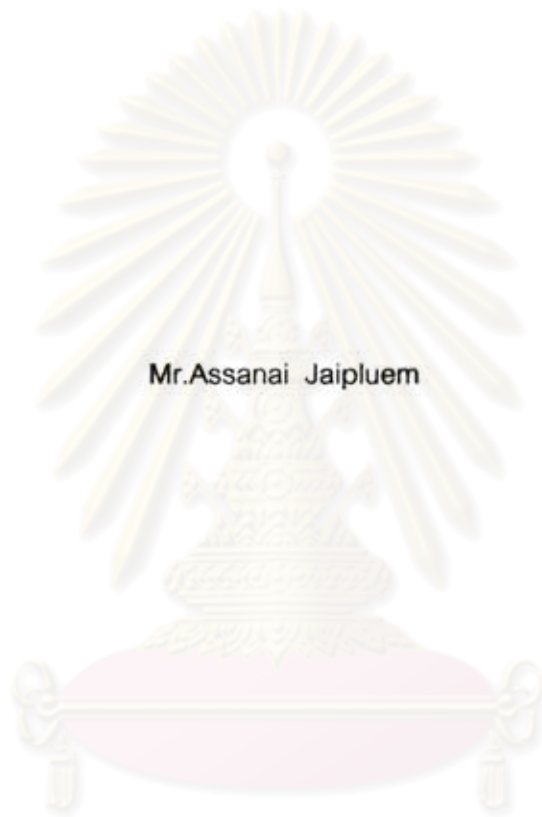
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SILVER POWDER PRODUCTION USING GLYCEROL AND SODIUM HYDROXIDE
AS REDUCING AGENTS



Mr.Assanai Jaipuem

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2008

Copyright of Chulalongkorn University

511141

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การผลิตผงเงินโดยใช้เกลือเซอร์คอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์

โดย

นายอัศนัย ใจปลื้ม

สาขาวิชา

วิศวกรรมโลหการ

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต

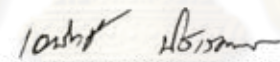


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศนिरูวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ)



..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร)



..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ไสว ต่านชัยวิจิตร)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อศน์ัย ใบปลื้ม : การผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์.

(Production silver powder using glycerol and sodium hydroxide as reducing agent)

อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ.ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร 88 หน้า.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเกี่ยวกับการผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ โดยใช้สารตั้งต้นเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดเฉลี่ย 5.03 ไมครอนและซิลเวอร์ซัลเฟตที่ถูกลดขนาดด้วยการบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 25 ชม. ซึ่งจะมีขนาดเฉลี่ยลดลงเหลือ 0.97 ไมครอน จากนั้นนำซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งสองขนาดรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 100, 125 และ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ความเร็วในการกวน 500 รอบต่อนาที และรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30 , 50, 100 และ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. อัตราส่วนระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1:2 ความเร็วในการกวนคงที่ที่ 500 รอบต่อนาที จะเห็นว่าอุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น

ผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวจะมีขนาดเฉลี่ย 0.06-0.51 ไมครอน ลักษณะผงเงินจะเกิดบริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่ายังคงเหลือซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่ ส่วนผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าสามารถรีดิวซ์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ(30 °C) ผงเงินที่ได้จะมีขนาดเฉลี่ย 0.09-2.01 ไมครอน ลักษณะรูปร่างผงเงินคล้ายสมองหรือปะการัง

กระบวนการรีดิวซ์ที่เกี่ยวข้องกับการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์และกลีเซอรอลนี้สามารถนำมาผลิตเป็นฟิมเงินโดยใช้น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ สิ่งนี้สามารถประสบความสำเร็จได้เพราะผงเงินจากกรรมวิธีนี้ให้พื้นที่ผิวสูง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา :.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต :.....อศน์ัย ใบปลื้ม.....
สาขาวิชา:.....วิศวกรรมโลหการ.....ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก:.....อ.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร.....
ปีการศึกษา :.....2551.....

4870562721: MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD: SILVER POWDER / GLYCEROL / SODIUM HYDROXIDE / SILVER SULFATE

ASSANAI JAIPLUEM: PRODUCTION SILVER POWDER USING GLYCEROL AND
SODIUM HYDROXIDE AS REDUCING AGENT

THESIS PRINCIPAL ADVISOR: ASSIST.PROF.Dr. EKASIT NISARATANAPORN,Ph.D. , 88
pp.

This research is aimed to study a production of silver powder using glycerol and sodium hydroxide mixed with glycerol as reducing agents. Unground silver sulfate as starting material , has an average size of 5.03 micron and ground silver sulfate produced by ball milling for the period of 25 hrs has the final average size of 0.97 micron. Testing temperatures for silver sulfate reduced with glycerol varied at 100,125 and 150 °C for 2 hours and stirred the solution of 500 rpm. Whereas reduced silver sulfate by glycerol with sodium hydroxide was performed at temperatures of 30 , 50, 100 and 150 °C for 2 hours. The solution mol ratio between silver sulfate and sodium hydroxide is kept at 1:2 with constant stirring the solution of 500 rpm. The results show that increasing in temperature increases silver powder size.

By using glycerol as reducing agent, the average particle size of silver powder was 0.06-0.51 micron. Nucleation of silver powder occurred on silver sulfate's surface. In addition XRD result shows incompletely reduction and thus silver sulfate still retains. After adding NaOH , silver sulfate can be able to reduce at low temperature(30 °C).The shapes of silver powder looked like brain or coral. The average particle size of silver powder was about 0.09-2.01 micron.

The reduction process involved with the use of sodium hydroxide together with glycerol can be able to apply in the production of silver foam by using sugar as space holder. This can be achieved because silver powder from this process provides high surface areas.

Department :...Metallurgical Engineering..... Student's signature :.....

Field of studies :...Metallurgical Engineering..... Thesis Principal Advisor's signature :.....

Academic year :...2008.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้วิจัยขอกราบ
ขอขอบคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร. เอกสิทธิ์ นิลรัตน์พร ซึ่งได้
กรุณาให้ความช่วยเหลือและแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัยด้วยดีตลอดมา ตลอดจน
ขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็น
ประโยชน์ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมโลหการทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือ
จนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่สนับสนุนในด้านต่างๆ
ด้วยดีตลอดมาจนสำเร็จการศึกษา และขอบคุณเพื่อนๆ ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจให้แก่
ผู้วิจัยด้วยดีเสมอ



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ปรีทรรศน์วรรณกรรม	3
2.1 ประโยชน์ที่ได้จากหนังสือ	3
2.2 คุณสมบัติของวัสดุและสารเคมี	9
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	12
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	34
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	34
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	34
3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง	39
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล	41
4.1 ขนาดสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต	41
4.2 ผลของปริมาณกลีเซอรอลในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต	42
4.3 คุณลักษณะและปริมาณเงินที่ผ่านการรีดิวซ์	44
4.4 ผลของอุณหภูมิ	60

4.5 การผลิตโฟมเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต	63
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	69
5.1 สรุปผลการวิจัย	69
5.2 ข้อเสนอแนะ	70
รายการอ้างอิง	71
ภาคผนวก	74
ภาคผนวก ก	75
ภาคผนวก ข	76
ภาคผนวก ค	79
ภาคผนวก ง	87
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	88



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน	9
ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)	10
ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol)	11
ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ซัลเฟต(Silver sulfate, Ag_2SO_4)	11
ตารางที่ 2.5 การปรับระยะเวลาและอุณหภูมิในแต่ละชิ้นงาน	23
ตารางที่ 2.6 วิธีการผลิตและลักษณะของผงเงินในแต่ละวิธี	32
ตารางที่ 4.1 ปริมาณเงินที่ได้จากการทดลองในสภาวะต่างๆ	50
ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวที่อุณหภูมิ ต่างๆ	53
ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ อุณหภูมิต่างๆ	57
ตารางที่ 4.4 ปริมาณเงินที่ได้จากการทดลองรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)	60
ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคเงิน ณ อุณหภูมิต่างกัน(ผงขนาดใหญ่)	61
ตารางที่ 4.6 ขนาดอนุภาคเงิน ณ อุณหภูมิต่างกัน(ผงขนาดเล็ก)	62
ตารางที่ ข.1 แสดงขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค	78
ตารางที่ ข.2 แสดงขนาดผงเงินเฉลี่ยที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลวัดขนาดจากภาพถ่าย จุลภาค	78
ตารางที่ ข.3 แสดงขนาดผงเงินเฉลี่ยที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ วัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค	78

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1	ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนของผงเงินเป็นส่วนประกอบ (a) สี ,(b) ผ้า และ(c) เครื่องสำอาง	3
รูปที่ 2.2	ผลิตภัณฑ์ดินเงิน (a) ผงดินเงิน และ (b) ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นจากผงดินเงิน	4
รูปที่ 2.3	ถุงเท้าที่ทำจากเส้นใยที่มีผงเงินเกาะอยู่	5
รูปที่ 2.4	เสื้อกีฬานาโน	5
รูปที่ 2.5	ผงหมึกตัวประสานนำไฟฟ้าที่มาจากเงิน (conductive silver ink)	6
รูปที่ 2.6	ผ้าพันแผลปลอดเชื้อ	7
รูปที่ 2.7	ผงเงินที่สามารถฆ่าเชื้อได้	7
รูปที่ 2.8	ตัวเร่งปฏิกิริยาเงิน (silver catalyst)	8
รูปที่ 2.9	เยื่อเงิน (silver membrane)	8
รูปที่ 2.10	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)	10
รูปที่ 2.11	ผงเงินนาโน (A) และ (B) ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคเงินรูปร่างลูกบาศก์ (C) ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของอนุภาคลูกบาศก์ และ (D) ผลของ XRD ของอนุภาคเงินลูกบาศก์	13
รูปที่ 2.12	ภาพ TEM ของอนุภาคเงินที่สภาวะต่างๆ (A และ B) แสดงภาพอนุภาคเงินที่ใช้ความเข้มข้นของ AgNO_3 เท่ากับ 0.25 M และเวลาในการทำปฏิกิริยา 17 และ 14 นาที ตามลำดับ (C และ D) แสดงภาพอนุภาคเงินที่ใช้ความเข้มข้นของ AgNO_3 เท่ากับ 0.125 M และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 และ 25 นาทีตามลำดับ	14
รูปที่ 2.13	a และ b ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ไนเตรท รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้สัดส่วนโมลเท่ากับ 0.01	14
รูปที่ 2.14	a และ b ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ไนเตรท รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้สัดส่วนโมลเท่ากับ 0.02	15
รูปที่ 2.15	แผนภาพกระบวนการผลิตผงเงินจาก AgOH ด้วยเทคนิค hydrothermal	15
รูปที่ 2.16	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมโดยการใช้ NaOH excess -30 และ +21 %	16
รูปที่ 2.17	จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิที่ 120 และ 215 °C	16

รูปที่ 2.18	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ใช้ความเข้มข้นของเงิน $[Ag^+]$ เท่ากับ 5 และ 60g/L	17
รูปที่ 2.19	แผนภาพการผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรด้วยวิธี thermal plasma	18
รูปที่ 2.20	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ผลิตโดยควบคุมปริมาณการป้อนผงเงินระดับไมครอนต่างกัน (a) 2 g/min ,(b) 3 g/min ,(c) 4.5 g/min	18
รูปที่ 2.21	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ได้จากการผสมก๊าซฮีเลียมกับก๊าซอาร์กอนที่ปริมาณต่างกัน (a) 1 l/min ,(b) 3 l/min ,(c) 5 l/min	19
รูปที่ 2.22	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ได้จากการผสมก๊าซไฮโดรเจนกับก๊าซอาร์กอนที่ปริมาณต่างกัน (a) 0.2 l/min ,(b) 0.4 l/min , (c) 0.6 l/min	19
รูปที่ 2.23	การกระจายตัวของผงเงิน (a) ปริมาณก๊าซไฮโดรเจนต่างกัน (b) ที่ผสมก๊าซไฮโดรเจนและไม่ได้ผสมก๊าซไฮโดรเจน	20
รูปที่ 2.24	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย Ag_2SO_4 รีดิวิซ์ด้วย $C_6H_5NH_2$ โดยใช้ปริมาณ aniline ที่แตกต่างกัน (a) 2 ml, (b) 5 ml และ (c) 8 ml	21
รูปที่ 2.25	ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal กับ สัดส่วนโมลของ Ag กับ aniline	21
รูปที่ 2.26	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตร (a) ที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ รีดิวิซ์ด้วย sodium citrate และ (b) ที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ ผสม aniline รีดิวิซ์ด้วย sodium citrate	22
รูปที่ 2.27	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ ผสม aniline รีดิวิซ์ด้วย sodium citrate ที่ปริมาณ aniline ต่างกัน (a) 0.02 mmol,(b) 0.04 mmol,(c) 0.1 mmol,(d) 0.2 mmol	23
รูปที่ 2.28	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของคอลลอยด์ผงเงินระดับนาโนเมตรในแต่ละช่วงของปฏิกิริยา (a)sample 1, (b) sample 3, (c) sample 4, (d) sample 10, (e) sample 13	24
รูปที่ 2.29	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน (1) 23 °C, (2) 60 °C	25
รูปที่ 2.30	ภาพ FESEM ของผงเงินออกไซด์	26
รูปที่ 2.31	ภาพ FESEM ของผงเงินระดับนาโนเมตร	26

รูปที่ 2.32	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำ เป็นเวลา 30 นาที (a) สเกล 5 ไมโครเมตรและ (b) 2 ไมโครเมตร	27
รูปที่ 2.33	ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70 °C ที่กำลังขยาย 80 เท่า (รูปซ้าย) และที่ กำลังขยาย 800 เท่า (รูปขวา)	28
รูปที่ 2.34	ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 450 °C ที่กำลังขยาย 800 เท่า	29
รูปที่ 2.35	ผงเงินที่ได้จากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 30 นาที	30
รูปที่ 2.36	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C (a) ซิลเวอร์ในเตรท 0.588 มิล/ลิตร (b) ซิลเวอร์ในเตรท 2.354 มิล/ ลิตร	31
รูปที่ 2.37	ผงเงินจากการรีดิวซ์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที	31
รูปที่ 3.1	ขั้นตอนเตรียมซิลเวอร์ซัลเฟต	35
รูปที่ 3.2	ขั้นตอนการเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)	37
รูปที่ 3.3	ขั้นตอนการเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)	38
รูปที่ 3.4	ทิศทางชิ้นงานที่วางเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD	40
รูปที่ 4.1	กราฟ XRD ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต	41
รูปที่ 4.2	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต (ผงขนาดใหญ่) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 5.03 ไมครอน	42
รูปที่ 4.3	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต (ผงขนาดเล็ก) ที่ผ่านการบด 25 ชม.ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 0.97 ไมครอน	42
รูปที่ 4.4	สีของซิลเวอร์ซัลเฟตที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลขณะที่ปฏิกิริยา โดย a) สีไลตอนเริ่มต้นที่ อุณหภูมิห้อง b) สีเหลืองเมื่อเริ่มปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80-90 °C	43
รูปที่ 4.5	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 2 ชม. ใน ปริมาณกลีเซอรอลต่างๆ a) 25 ml. b) 50 ml. c) 100 ml	43
รูปที่ 4.6	กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm	45

- รูปที่ 4.7 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C46
- รูปที่ 4.8 สีของซิลเวอร์ซัลเฟต(10 กรัม)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์(100 ml.) โดยใช้สัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 2:1 ขณะที่ทำปฏิกิริยา โดย a) สีใสก่อนผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ b)สีดำหลังผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์47
- รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 รอบต่อนาที พบซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอยู่47
- รูปที่ 4.10 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องและเก็บผงทันที แล้วละลายซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือออกมีลักษณะเป็นเปลือกคล้ายปะการัง48
- รูปที่ 4.11 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $Ag_2SO_4:NaOH$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 และ49
- รูปที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดเล็กรีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm51
- รูปที่ 4.13 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C52
- รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการรีดิวิซ์กับขนาดอนุภาคที่เกิดจากการรีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียว53
- รูปที่ 4.15 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดเล็กรีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm55
- รูปที่ 4.16 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $Ag_2SO_4:NaOH$ เท่ากับ 1:2 เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 °C และ d) 150 °C56

รูปที่ 4.17	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการรีดิวซ์กับขนาดอนุภาคที่เกิดจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์	57
รูปที่ 4.18	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตก่อนบด(ขนาดใหญ่)ที่วางตัวอย่างในทิศทางต่างๆ a) 0°, b) 45°, c) 90° และ d) 135°	58
รูปที่ 4.19	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตหลังบด(ขนาดเล็ก)ที่วางตัวอย่างในทิศทางต่างๆ a) 0°, b) 45°, c) 90° และ d) 135°	58
รูปที่ 4.20	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟต a) ก่อนบด(ขนาดใหญ่) b) หลังบด 25 ซม. (ขนาดเล็ก)	59
รูปที่ 4.21	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)กับผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)	59
รูปที่ 4.22	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับขนาดอนุภาคของผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์	61
รูปที่ 4.23	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับขนาดอนุภาคของผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์	63
รูปที่ 4.24	ขั้นตอนการผลิตโฟมเงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ชนิดต่างๆ	64
รูปที่ 4.25	กราฟ XRD ของผงที่ผลิตโฟมเงินโดยมีเกลือเป็น space holder	65
รูปที่ 4.26	การผลิตโฟมเงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ชนิดต่างๆโดย a)เกลือเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ b)คาร์โบไมด์เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และ c)น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ	65
รูปที่ 4.27	โฟมเงินที่อัดขึ้นรูปด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ด้วยอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร	66
รูปที่ 4.28	โฟมเงินที่อัดขึ้นรูปด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์($Ag_2SO_4:NaOH$ เท่ากับ 2:1, อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง) กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ด้วยอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร แล้วเอาน้ำตาลออก	67
รูปที่ 4.29	ขั้นตอนการผลิตโฟมเงินด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)	67
รูปที่ 4.30	กราฟ XRD ของชิ้นงานโฟมเงินที่ผลิตโดยมีน้ำตาลเป็นตัวสร้างรูพรุน (space holder)	68

รูปที่ 4.31	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) แสดงลักษณะรูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน โฟม a) รูพรุนที่เกิดจาก space holder(น้ำตาล) b) รูพรุนที่เกิดจากซิลเวอร์ซิลเฟดที่ถูกล้างออก	68
รูปที่ ข.1	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานกับจำนวนข้อมูล	77
รูปที่ ข.2	แสดงการวัดขนาดจากโปรแกรม Sema Fore	77
รูปที่ ค.1	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่500rpmที่ อุณหภูมิ100°C	79
รูปที่ ค.2	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่500rpmที่ อุณหภูมิ125°C	80
รูปที่ ค.3	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่500rpmที่ อุณหภูมิ150°C	80
รูปที่ ค.4	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpmที่ อุณหภูมิ100°C	81
รูปที่ ค.5	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpmที่ อุณหภูมิ125°C	81
รูปที่ ค.6	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpmที่ อุณหภูมิ150°C	82
รูปที่ ค.7	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่ อุณหภูมิห้อง	82
รูปที่ ค.8	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซิลเฟดที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล	

	Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 50 °C	83
รูปที่ ค.9	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 100 °C	83
รูปที่ ค.10	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 150 °C	84
รูปที่ ค.11	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่ อุณหภูมิห้อง	84
รูปที่ ค.12	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 50 °C	85
รูปที่ ค.13	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 100 °C	85
รูปที่ ค.14	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ :NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 150 °C	86
รูปที่ ง.1	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) ที่ใช้มุมในการวางชิ้นงานมุมต่างๆ a) 0 ° b) 45 ° c) 90 ° และ d) 135 °	87
รูปที่ ง.2	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก) ที่ใช้มุมในการวางชิ้นงานมุมต่างๆ a) 0 ° b) 45 ° c) 90 ° และ d) 135 °	87

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ในปัจจุบันการนำโลหะผงขนาดเล็กมาใช้เพิ่มขึ้นอย่างแพร่หลายอันเนื่องมาจากโลหะผงที่มีขนาดเล็กจะมีสมบัติที่ต่างจากที่มีขนาดใหญ่ เช่น ในการทำอบผง (sintering) จะพบว่าโลหะผงที่มีขนาดเล็กจะให้อุณหภูมิอบต่ำกว่าโลหะผงที่มีขนาดใหญ่ [1] หรือ ผงเงินที่มีขนาดระดับนาโนเมตรสามารถฆ่าเชื้อแบคทีเรียและเชื้อราได้เกือบ 100 % เป็นต้น การผลิตโลหะผงจึงมีความสำคัญมากในปัจจุบัน อย่างไรก็ตามราคาผงโลหะที่มีขนาดเล็กจะมีราคาแพง เพราะวิธีการผลิตเพื่อควบคุมขนาดและความสม่ำเสมอของขนาดผงทำได้ยากและมีกระบวนการผลิตซับซ้อน ดังนั้นการลดต้นทุนการผลิตเพื่อให้ราคาผงโลหะลดลงจึงมีนักวิจัยและผู้สนใจหาวิธีผลิตผงโลหะที่มีต้นทุนการผลิตต่ำ ในอดีตการผลิตโลหะผงสามารถแบ่งแบบได้กว้างๆ ได้ 3 แบบคือ 1) วิธีทางกล วิธีนี้เหมาะสำหรับวัสดุที่เปราะแตกง่าย โดยวิธีนี้จะประกอบด้วยการใช้ Tumbler Ball mills, Vibratory Ball mills เป็นต้น 2) วิธีทางฟิสิกส์ วิธีสำคัญของการผลิตผงวิธีนี้คือ Atomization โดยอาศัยหลักการพ่นน้ำโลหะและโดยวิธีนี้จะมีปัญหาเรื่องการออกซิเดชัน และ วิธีทางเคมี จะประกอบด้วยหลายวิธี เช่น Oxide reduction, Precipitate from sol และ Thermal decomposition เป็นต้น [2] แต่ในการผลิตผงโลหะด้วยวิธีทางกลและวิธีทางฟิสิกส์จะต้องมีเครื่องมือในผลิตที่มีราคาแพงและได้ผงโลหะที่ไม่เล็กเท่าที่ควร ดังนั้นวิธีที่ 3 คือ วิธีทางเคมีที่สามารถควบคุมเพื่อให้ได้ผงโลหะขนาดเล็ก ด้วยประการฉะนี้ในปัจจุบันจึงมีความสนใจในการผลิตผงโลหะด้วยวิธีทางเคมีจำนวนมาก

ในการผลิตผงเงินด้วยวิธีทางเคมีได้มีการผลิตด้วยกันหลายวิธี เช่น การผลิตผงเงินโดยการใช้ซิลเวอร์ไนเตรทเป็นสารตั้งต้นและใช้กลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์ [3] หรือ การผลิตผงเงินโดยการใช้ซิลเวอร์ไนเตรทเป็นสารตั้งต้นและใช้โซเดียมซีเตรทเป็นตัวรีดิวซ์ [4] เป็นต้น แต่ในการผลิตผงเงินที่ได้กล่าวมาส่วนใหญ่จะเตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ไนเตรทซึ่งเป็นสารที่อันตรายและมีความยุ่งยากเมื่อนำมาผลิตผงเงิน เนื่องจากขั้นตอนการผลิตโดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรทส่วนใหญ่ทำในรูปของสารละลาย ทำให้เมื่อเกิดอนุภาคเงินขึ้นจะเกิดการรวมตัวกันขึ้น ซึ่งยากต่อการควบคุมขนาด ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตแทนเพื่อให้เกิดการรีดิวซ์จากภายนอกและสามารถควบคุมขนาดได้โดยการควบคุมขนาดของสารตั้งต้น และนอกจากนี้ยังพบว่าในงานวิจัยของนายโกเมน หมายมัน [5] ซึ่งเป็นการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรทด้วยกลีเซอรอลเช่นเดียวกัน แต่ได้มีการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อช่วยให้เกิดการรีดิวซ์ได้ง่ายขึ้น จึงได้มีการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ในงานวิจัยนี้ด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสม และวิธีการควบคุมขนาดของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต โดยใช้กลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์

1.2.2 ศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตโฟมเงินจากผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วย กลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

1.3.1 ผลิตผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(Ag_2SO_4)โดยใช้กลีเซอรอล ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) และโซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH) ผสม กลีเซอรอล($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) เป็นตัวรีดิวซ์

1.3.2 ศึกษาตัวแปรอุณหภูมิที่มีผลต่อการทำปฏิกิริยาในการผลิตผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4)โดยใช้กลีเซอรอล ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) และโซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH) ผสม กลีเซอรอล($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) เป็นตัวรีดิวซ์

1.3.3 ศึกษาการผลิตโฟมเงินจากผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

1.3.4 วิเคราะห์ผลที่ได้จากการผลิตผงเงินด้วย เครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (X-ray Diffractometer : XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงตัวแปรที่มีผลต่อขนาด และรูปร่างของผงเงินที่ผลิตโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลและรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

1.4.2 สามารถควบคุมขนาดของผงเงินที่ได้จากซิลเวอร์ซัลเฟตโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลและรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

1.4.3 เป็นข้อมูลพื้นฐานในการพัฒนาวิธีการผลิตผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟตโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลและรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

1.4.4 เป็นข้อมูลพื้นฐานในการพัฒนาวิธีการผลิตโฟมเงิน

บทที่ 2 ปริทรรศน์วรรณกรรม

2.1 ประโยชน์ที่ได้จากผงเงิน

ปัจจุบันการใช้ผงเงินมีการใช้อย่างกว้างขวางไม่ว่าจะเป็นการใช้ในด้านอิเล็กทรอนิกส์ เครื่องสำอาง เครื่องนุ่งห่ม ด้านจิ๋วเวลวี หรือด้านการแพทย์ เนื่องจากสมบัติที่ดีของผงเงินไม่จะเป็นทางด้านการนำไฟฟ้า การต้านทานการเกิดออกซิเดชัน หรือในด้านการฆ่าเชื้อ ซึ่งผงเงินที่ใช้ในงานด้านต่างจะมีลักษณะเฉพาะตัว เช่น อิเล็กทรอนิกส์ต้องการผงเงินที่เป็นผลึกที่มีขนาดเล็กและมีขนาดที่สม่ำเสมอเพื่อให้ค่าการนำไฟฟ้าที่ดี หรือในด้านจิ๋วเวลวีต้องการผงเงินที่มีรูปร่างไม่เป็นระเบียบเพื่อการขึ้นรูปที่ง่ายและใช้ความร้อนในการขึ้นรูปน้อย เป็นต้น ซึ่งในขณะนี้ได้มีการศึกษาการใช้งาน การผลิตผงเงิน และประโยชน์ของผงเงินอย่างกว้างขวาง ดังรูปที่ 2.1



(a)



(b)

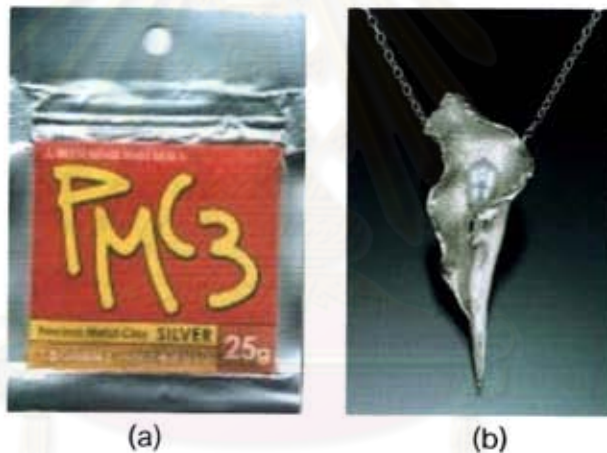


(c)

รูปที่ 2.1 ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนของผงเงินเป็นส่วนประกอบ (a) สี, (b) ผ้า และ (c) เครื่องสำอาง [6]

Juichi Hirasawa และคณะ [7] ได้ทำผงเงินเพื่อทำผงดินเงิน (silver clay) ซึ่งนำไปทำในงานเครื่องประดับจะพบว่าจะต้องผสมผงเงินทรงกลมที่มีขนาดเล็กกว่า 2 ไมครอนในอัตราส่วน 15-50 wt.% กับผงเงินที่มีขนาดมากกว่า 2 ไมครอนแต่ไม่มากกว่า 100 ไมครอน และใช้ตัวประสานเซลลูโลส (cellulose) ประมาณ 0-8 wt.% ซึ่งถ้าหากใช้ผงเงินที่มีขนาดเล็กกว่า 2 ไมครอนน้อยกว่า 15 wt. % จะทำให้ความแข็งแรงลดลงแต่ถ้าใส่มากกว่า 50 wt.% จะทำให้การหดตัวของชิ้นงานมากขึ้น

Fujimaru Atsushi และคณะ [8] ได้นำผงเงินมาทำเป็นผงดินเงิน (silver clay) ซึ่งเป็นวัสดุทางเลือกใหม่ โดยการนำผงเงินที่มีขนาด 2.2-3.0 ไมโครเมตร และ 5-20 ไมโครเมตร ผสมในอัตราส่วน 30:70 %wt ถึง 70:30%wt โดยมีตัวประสานประเภทอินทรีย์ (organic binder) ที่สามารถละลายน้ำได้ เช่น เมทิล เซลลูโลส (methyl cellulose) หรือ ไฮดรอกซี เอทิลเซลลูโลส (hydroxyethyl cellulose) จากนั้นนำ ผงดินเงิน (Silver clay) ไปทำการขึ้นรูปและเผาขึ้น



รูปที่ 2.2 ผลิตภัณฑ์ดินเงิน (a) ผงดินเงิน และ (b) ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นจากผงดินเงิน [9]

Jixion Yan และคณะ [10] ได้ผลิตอนุภาคเงินขนาดนาโนเกาะอยู่บนเส้นด้าย ซึ่งมีอนุภาคเงินขนาดอยู่ระหว่าง 1 ถึง 100 นาโนเมตร เส้นด้ายนี้ทำเป็นผ้าที่มีความพิเศษช่วยในรักษาผู้ป่วยที่ได้รับบาดเจ็บ หรือแผลไฟไหม้ ในอนาคตผ้าที่ทำจากเส้นด้ายที่มีความสามารถในการป้องกันจุลินทรีย์สามารถนำไปทำผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับชุดชั้นใน ถุงเท้า รองเท้า ปลอกหมอน ผ้าเช็ดตัว



รูปที่ 2.3 ถุงเท้าที่ทำจากเส้นใยที่มีผงเงินเกาะอยู่ [11]

โดยในประเทศไทยได้มีการผลิตเส้นนาโน ในแบรนด์ I-TEX ของบริษัทยูไนเต็ดเท็กซ์ไทล์ มิลล์ จำกัด ที่เป็นผลงานวิจัยของ ดร.สุพิน ต่างวิวัฒน์และคณะ ซึ่งเป็นนักวิจัยของสถาบันวิจัย โลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยเริ่มจากการสร้างอนุภาคเงินขนาดนาโน ในเส้นใย สิ่งทอด้วยวิธีการทำให้ซิลเวอร์ไอออนเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปกลายเป็นอนุภาคโลหะซิลเวอร์หรือเงินขึ้น ภายในเส้นใย ซึ่งอนุภาคเงินนี้จะมีขนาดประมาณ 100 นาโนเมตร หรือต่ำกว่านั้น เพื่อให้มี สมบัติยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ และมีความคงทนต่อการซัก เทคนิคดังกล่าวสามารถใช้ได้กับผ้าหลาย ชนิด เช่น ฝ้าย ไหม ในล่อน อะคริลิก ซึ่งผลจากการวิจัยในช่วงที่ผ่านมา ผ้าที่ผ่านการตกแต่ง จะมีความคงทนต่อการซักได้ดี โดยเมื่อผ่านการซักที่เทียบเท่ากับการซักด้วยมือ 30 ครั้งแล้ว ผ้า ยังสามารถยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ *Staphylococcus aureus* และ *E.Coli* ได้มากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 2.4 เสื้อกัฟนาโน [12]

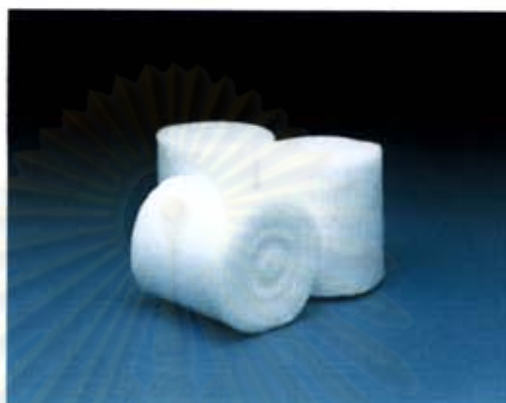
ในด้านการประยุกต์ใช้ผงเงินในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ ได้แก่ หมึกนำไฟฟ้าทำจากอนุภาคซิลเวอร์นาโน (Conductive Ink Made of Silver Nanoparticles) เป็นคอลลอยด์น้ำความเข้มข้นสูงมากของอนุภาคซิลเวอร์นาโนขนาด 1–5 นาโนเมตร ความเข้มข้นมากกว่า 400,000 ส่วนในล้านส่วน (40% โดยน้ำหนัก) สามารถนำมาเขียนหรือพิมพ์ให้เป็นลายบนพื้นผิวต่างๆ เช่น กระดาษ กระຈก และพลาสติก โดยการเขียนเป็นลายเส้นเหมือนปากกา (Writing) การสร้างลายโดยการประทับ (Stamp Printing) การพิมพ์โดยใช้อิงค์เจ็ต (Ink Jet Printing) หรือ ซิลค์สกรีนปรินต์ติ้ง (Silk-Screen Printing) เมื่อน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายระเหยจนหมดที่อุณหภูมิห้อง หมึกแห้งอยู่บนพื้นผิวของวัสดุรองรับ อนุภาคซิลเวอร์นาโนจะเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบและเชื่อมกันบางส่วน ทำให้หมึกสามารถนำไฟฟ้าได้ หากให้ความร้อนด้วยอุณหภูมิต่ำหรือดูเบาๆ บนเส้นหมึกที่แห้งแล้ว อนุภาคซิลเวอร์นาโนจะเชื่อมกันสมบูรณ์ขึ้นและมีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับค่าการนำไฟฟ้าของเงิน (ซึ่งเป็นโลหะที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด) ลายเส้นหมึกบนพื้นผิววัสดุรองรับจะสามารถนำไฟฟ้าได้เป็นอย่างดี[13]



รูปที่ 2.5 ผงหมึกตัวประสานนำไฟฟ้าที่มาจากเงิน (conductive silver ink) [14]

ในทางการแพทย์จะใช้คอลลอยด์น้ำความเข้มข้นสูงของอนุภาคซิลเวอร์นาโน (Silver Nanoparticles) เป็นคอลลอยด์น้ำของอนุภาคซิลเวอร์นาโนขนาดอนุภาค 5 – 40 นาโนเมตร ความเข้มข้น 1,000 – 100,000 ส่วนในล้านส่วน (0.1 – 10% โดยน้ำหนัก) อนุภาคซิลเวอร์นาโนมีความเสถียรสูง สามารถเก็บไว้ได้นานมากกว่า 6 เดือนโดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ คอลลอยด์ความเข้มข้นสูงนี้จะมีสีน้ำตาลเข้ม เมื่อทำให้เจือจางจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อนเนื่องมาจาก

ปรากฏการณ์ Surface Plasmon Resonance ของอนุภาคซิลเวอร์นาโน คอลลอยด์น้ำความเข้มข้นสูงของอนุภาคซิลเวอร์นาโนนี้สามารถนำไปใช้พัฒนาผลิตภัณฑ์ที่ต้องการเพิ่มสมบัติการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรียและ/หรือกำจัดเชื้อแบคทีเรียได้ทันที โดยใช้เคลือบผิวผลิตภัณฑ์จำพวกล้าตีและผ้าพันแผล อนุภาคซิลเวอร์นาโนจะเป็นแหล่งผลิตไอออนของเงิน (Silver Ion, Ag⁺) ซึ่งทำหน้าที่กำจัดเชื้อแบคทีเรีย



รูปที่ 2.6 ผ้าพันแผลปลอดเชื้อ [15]

Ivan Sondi และคณะ [16] ได้ศึกษาการใช้ผงเงินระดับนาโนเมตรในการป้องกันแบคทีเรียจำพวก E.coli โดยใช้ความเข้มข้นของผงเงินระดับนาโนเมตรที่ต่างกันใส่ในจานเพาะเชื้อ แล้วดูการเติบโตของแบคทีเรีย ซึ่งจะพบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของผงเงินระดับนาโนเมตรที่ $10 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ พบยับยั้งการโตของแบคทีเรียได้ 70% และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของผงเงินระดับนาโนเมตรขึ้นเป็น $50\text{-}60 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ จะยับยั้งการโตของแบคทีเรียได้เกือบ 100 %



รูปที่ 2.7 ผงเงินที่สามารถฆ่าเชื้อได้ [17]

ในการนำไปใช้ในรูปแบบของตัวเร่งปฏิกิริยา บริษัท K.A.Rasmussen Norway ได้มีชื่อเสียงในการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยาเงิน (silver catalyst) เป็นเวลามากกว่า 40 ปี โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเงินนี้จะนำไปผลิตสารฟอร์มัลดีไฮด์ (formaldehyde, CH₂O) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับ

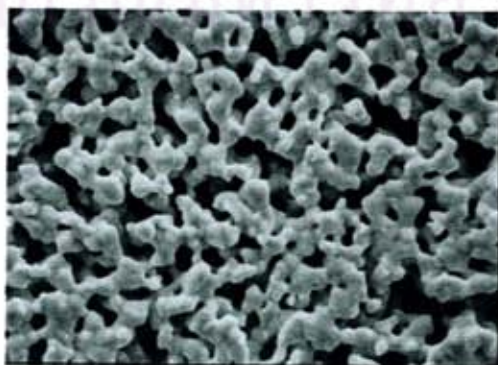
ผลิตภัณฑ์จำพวกแก้ว สารเคลือบ พลาสติกกันบูด และยาฆ่าเชื้อ โดยลักษณะแคทาไลซิสเงินที่ผลิตจะต้องมีความบริสุทธิ์สูง พื้นที่ผิวสูง และมีความหนาแน่น (bulk density) ต่ำ ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาเงินจะแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ตัวเร่งปฏิกิริยาเงิน (silver catalyst)[18]

Boehning และคณะ [19] ได้จดสิทธิบัตรในหัวข้อตัวเร่งปฏิกิริยา และการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา (silver catalyst and its preparation) ภายในบอกถึงวิธีการเตรียมไว้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรทละลายใน sec-butylamine จำนวน 2 โมล และเติมสารละลายลิเทียมไนเตรทปริมาตร 2 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำปราศจากไอออน (deionized water) อีกร้อยละ 10 เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำไปเข้าเตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 240 °C โดยมีการใส่ก๊าซไนโตรเจน ผลที่ได้จากการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยานี้ทำให้ได้ผงเงินที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิว 0.3-0.7 m²/g

ในการนำไปใช้เป็นอุปกรณ์กรอง (filter) บริษัท structure probe ,inc. ได้ผลิตเยื่อเงิน (silver membrane) เพื่อใช้สำหรับอุณหภูมิสูง ที่มีความหนา 51 ไมครอน และมีความสม่ำเสมอของรูพรุน โดยขนาดของรูพรุนมีขนาด 0.2-5 ไมครอน



รูปที่ 2.9 เยื่อเงิน (silver membrane) [20]

2.2 คุณสมบัติของวัสดุและสารเคมี

2.2.1 คุณสมบัติทั่วไปของโลหะเงิน (Silver, Ag)

โลหะเงินเป็นธาตุที่มีราคาแพง หายากจึงจัดอยู่ในกลุ่มของโลหะมีค่า มีลักษณะโดยทั่วไปคือ มีสีขาวมันวาว อ่อนนิ่ม (เนื่องจากมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC) จึงสามารถทำการเปลี่ยนรูปได้มากที่สุด และรีดได้บางถึง 0.25 ไมครอน และเงินเป็นธาตุที่เสถียรจึงไม่เกิดออกไซด์ได้ง่ายที่อุณหภูมิห้อง แต่จะเริ่มเกิดที่ 190 °C และเงินยังเป็นธาตุที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูงที่สุดอีกด้วย คุณสมบัติทางกายภาพได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน [21]

ค่าความแข็ง (hardness)	2.5
ยังโมดูลัส (Young's modulus)	83 GPa
อัตราส่วนปัวซอง (poisson ratio)	0.37
เลขอะตอม (Atomic number)	47
มวลอะตอม (Atomic mass)	107.87 g/mol
รัศมีอะตอม (Atomic radius)	0.144 nm
ค่าคงที่ของแลตทิซ (Lattice constants)	0.40856 nm at 20°C
ความหนาแน่น (Density)	10.5 g/cm ³ at 20°C
จุดหลอมเหลว (Melting point)	960.8° C
จุดเดือด (Boiling point)	2210° C
โครงสร้างผลึก (Crystal structure)	FCC (Face Center Cubic)
ค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity)	68.493 M.Ω ⁻¹ .m ⁻¹
ค่าความต้านทาน (Resistivity)	14.6 nΩ m

2.2.2 คุณสมบัติทั่วไปของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือน้ำโซดาไฟ (NaOH) เป็นเบสแก่ ละลายน้ำได้ดี ถ้าไปสัมผัสจะรู้สึกลื่นๆ ถ้ามีความเข้มข้นมากๆจะเป็นอันตรายต่อร่างกายหากสัมผัส ผิวหนังบริเวณนั้นจะไหม้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นของแข็งสีขาว ซึ่งคุณสมบัติทางกายภาพด้านต่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.2

ในการสังเคราะห์เงินได้มีการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมลงไป ได้แก่งานวิจัยของ R.Li และคณะได้ทำการทดลองโดยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรทผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยก๊าซไฮโดรเจน ซึ่งในการทดลองได้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่า

pH ในรูปของโซเดียมไฮดรอกไซด์ส่วนเกิน (NaOH excess) จะพบว่าเมื่อเพิ่มโซเดียมไฮดรอกไซด์ส่วนเกิน (NaOH excess) จะได้ขนาดที่มีขนาดเล็กลง [22]

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ Sodium hydroxide [23]

ชื่อ IUPAC	Sodium hydroxide
ชื่อสามัญ (Other names)	Lye, Caustic Soda
สูตรโมเลกุล (Molecular formula)	NaOH
ลักษณะ (Appearance)	White solid
มวลอะตอม (Atomic mass)	39.9971 g/mol
ความหนาแน่น (Density)	2.1g/cm ³ at 20°C
จุดหลอมเหลว (Melting point)	318° C
จุดเดือด (Boiling point)	1390° C
ค่าการละลายในน้ำ (Solubility in water)	111 g/100 ml (20°C)
สภาพเบส (Basicity) (pKb)	-2.43



รูปที่ 2.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) [23]

2.2.3 คุณสมบัติทั่วไปของกลีเซอรอล (glycerol, C₃H₅(OH)₃)

กลีเซอรอล (glycerol) สารประกอบอินทรีย์พวกแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง สูตรเคมีคือ C₃H₈O₃ เป็นของเหลวข้น ไม่มีสี มีจุดเดือด 290°C ละลายน้ำได้ เป็นองค์ประกอบสำคัญของไขมันหรือน้ำมัน เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า กลีเซอริน ใช้ในอุตสาหกรรมทำยา เครื่องสำอาง สบู่ เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol) [24]

ชื่อ IUPAC	Propane-1,2,3-triol
ชื่อสามัญ (Other names)	glycerin glycerine propane-1,2,3-triol 1,2,3-propanetriol 1,2,3-trihydroxypropane glyceritol glycyl alcohol
สูตรโมเลกุล (Molecular formula)	$C_3H_5(OH)_3$
มวลอะตอม (Atomic mass)	92.09382 g/mol
ความหนาแน่น (Density)	1.261 g/cm ³
จุดหลอมเหลว (Melting point)	18 °C (64.4°F)
จุดเดือด (Boiling point)	290 °C (554°F)
ความหนืด (Viscosity)	1.5 Pa·s

2.2.4 สมบัติทั่วไปของซิลเวอร์ซัลเฟต (Silver Sulfate, Ag_2SO_4)

ซิลเวอร์ซัลเฟต (Silver Sulfate) เป็นสารประกอบเงิน สูตรเคมีคือ Ag_2SO_4 มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวขุ่น ละลายได้ในกรดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และน้ำร้อน สามารถผลิตได้โดยการนำเม็ดยเงินมาละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้นและเทลงน้ำเย็น คุณสมบัติทางกายภาพได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ซัลเฟต (Silver sulfate, Ag_2SO_4) [25]

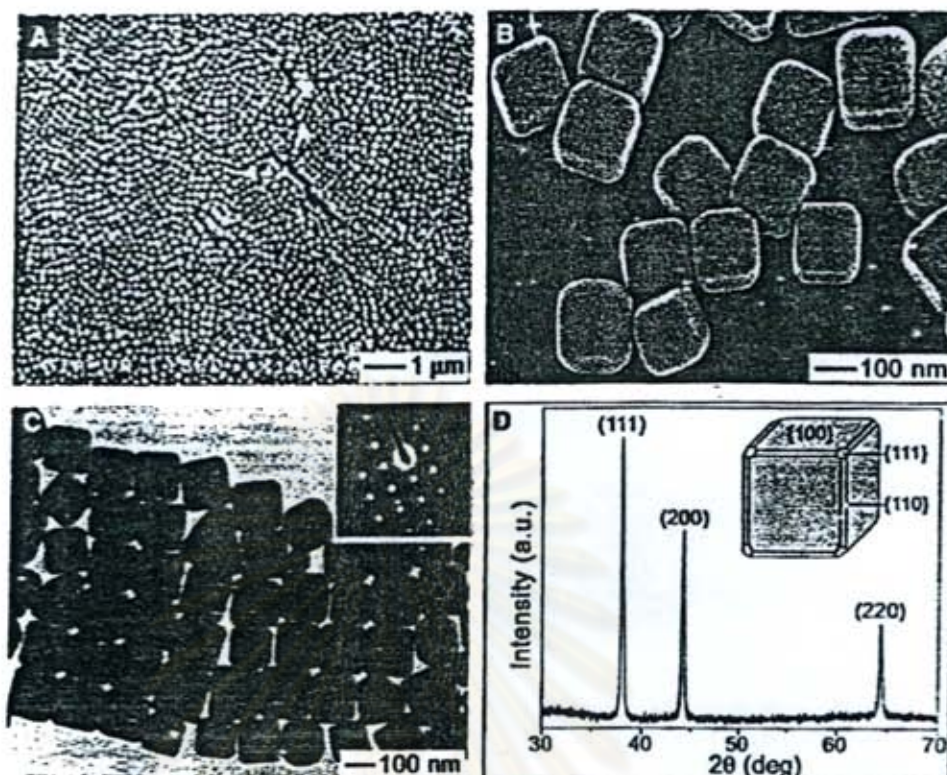
ชื่อ IUPAC	Silver sulfate
สูตรโมเลกุล (Molecular formula)	Ag_2SO_4
มวลโมเลกุล (Molar mass)	311.799 g/mol
ลักษณะ (Appearance)	colourless crystals

ความหนาแน่น (Density)	n/a
จุดหลอมเหลว (Melting point)	652 °C
จุดเดือด (Boiling point)	1085 °C
ค่าการละลาย (Solubility in water)	1.2g/100ml

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

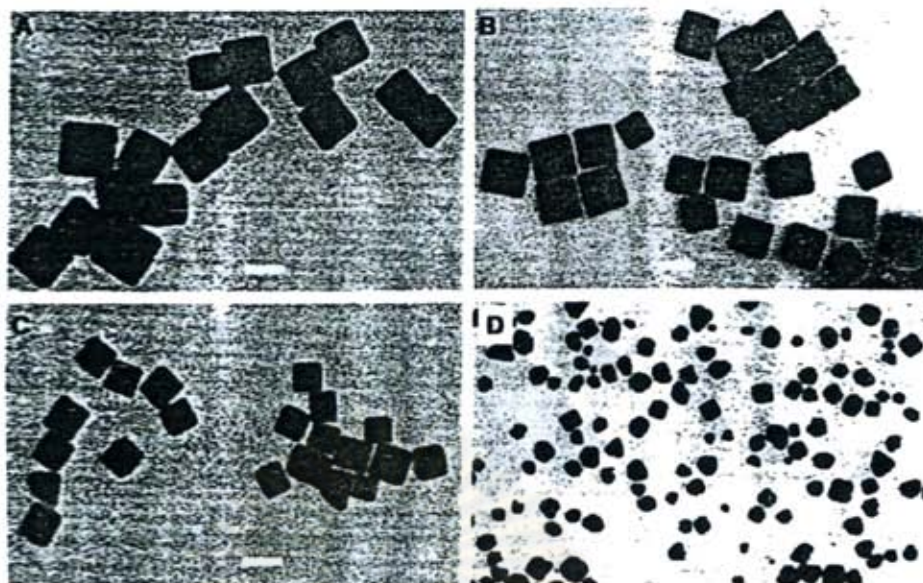
Younan Xai และคณะ [26] ได้ทำการทดลองเพื่อควบคุมรูปร่างของผงเงิน ในปัจจุบันการผลิตอนุภาคระดับนาโนเมตรของโลหะสามารถควบคุมส่วนผสม โครงสร้างและบางครั้งสามารถผลิตในจำนวนมากโดยใช้วิธี solution-phase ซึ่งเป็นวิธีที่ผลิตอนุภาคโดยการละลายสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปของสารละลาย แล้วตกตะกอนอนุภาคที่ต้องการออกมา แต่ถึงอย่างไรก็ตามการควบคุมรูปร่างยังมีความสำเร็จน้อย โดยทั่วไปโลหะเงินจะมีโครงสร้างเป็นแบบ face centered cubic (fcc) ซึ่งมีการเกิดและโตของโครงสร้างในด้านคู่ขนาด (twinned) และ ด้านคู่ขนาดหลายทิศทาง (multiply twinned particles, MTPs) โดยจะเกิดในระนาบที่มีพลังงานน้อยที่สุด {111} ส่วนในรูปร่างอื่นที่ไม่ค่อยเสถียรสามารถเกิดขึ้นได้โดยการเติม capping reagents ลงไปในการสังเคราะห์

ในงานวิจัยดังกล่าวได้ทำการใช้ซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) ผสมกับ ethylene glycol แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 160 °C และใช้ poly(vinyl pyrrolidone) (PVP) เป็น capping reagents ผลที่ได้จะได้เงินอนุภาคนาโน รูปร่างเป็นเส้นลวด (nanowire) โดยในการทดลองต่อมาได้ควบคุมสถานะของปฏิกิริยาใหม่เพื่อควบคุมรูปร่างของอนุภาคเงิน โดยการเพิ่มความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรทที่ละ 3 และใช้สัดส่วนโมลระหว่าง PVP และซิลเวอร์ไนเตรทเป็น 1.5 ซึ่งผลที่ได้จะได้รูปร่างเป็นผลึกเดี่ยวของลูกบาศก์ (nanocube) ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.11 A อนุภาคเงินที่ได้จะมีขนาดวัดจากขอบเฉลี่ยแล้ว 175 nm. และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานอยู่ที่ 13 nm. นอกจากนี้ยังสังเคราะห์ได้ในปริมาณมากและขนาดสม่ำเสมอ ซึ่งถ้าดูอย่างชัดเจนในรูปที่ 2.11 B จะพบว่าที่ขอบและมุมของอนุภาคลูกบาศก์จะโดนตัดออกไป ซึ่งจากรูปที่ 2.11 C และ D จะแสดงถึงระนาบของรูปทรง โดยจะเห็นว่าระนาบที่โดนตัดออกจะเป็นระนาบ {111} และ {110} โดยในรูป 2.11 C จะแสดงรูป TEM ของระนาบ {100}



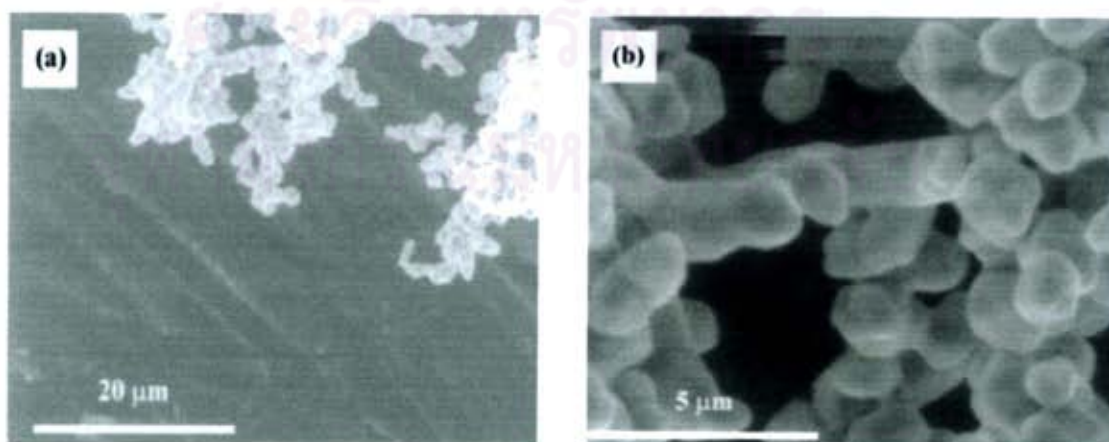
รูปที่ 2.11 ผงเงินนาโน (A) และ (B) ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคเงินรูปร่างลูกบาศก์ (C) ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของอนุภาคลูกบาศก์ และ (D) ผลของ XRD ของอนุภาคเงินลูกบาศก์ [26]

รูปร่างและขนาดของอนุภาคเงินที่ผลิตจะขึ้นกับสภาวะของปฏิกิริยา เช่น อุณหภูมิ ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรท และ สัดส่วนโมลระหว่าง PVP และซิลเวอร์ไนเตรท ตัวอย่างเช่น เมื่อใช้ อุณหภูมิในการรีดิวซ์เท่ากับ 120°C หรือเพิ่มอุณหภูมิถึง 190°C จะพบว่าอนุภาคเป็นรูปทรงไม่แน่นอน (irregular shapes) ถ้าใช้ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรทมากกว่า 0.1 M จะพบว่ารูปร่างของส่วนใหญ่ของอนุภาคจะเป็นแบบเส้นลวด (nanowire) หรือเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลระหว่าง PVP และซิลเวอร์ไนเตรทจาก 1.5-3 รูปร่างที่เป็น MTPs (multiply twinned particles) จะเป็นส่วนใหญ่ ขนาดของอนุภาคเงินจะขึ้นอยู่กัเวลสดังในรูปที่ 2.12 A และ B จะพบว่าในกรณีความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรทเท่ากับ 0.25 M เมื่อลดเวลาขนาดอนุภาคก็จะลดลง โดยรูป 2.12 A ซึ่งเป็นรูปที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 17 นาที และรูปที่ 2.12 B ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 14 นาที โดยขนาดลดลงจาก 115 ± 9 กลายเป็น 95 ± 7 nm.ตามลำดับ รูป 2.12 C และ D จะเป็นการลดความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรทและลดเวลาลงโดยจะพบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรทเท่ากับ 0.125 M และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาทีจะได้ขนาดอนุภาคลดลงเหลือ 80 ± 7 nm. และเมื่อลดเวลาในการทำปฏิกิริยาเหลือ 25 นาทีจะพบว่าการโตที่ไม่สมบูรณ์โดยมีขนาดอนุภาคประมาณ 50 nm.



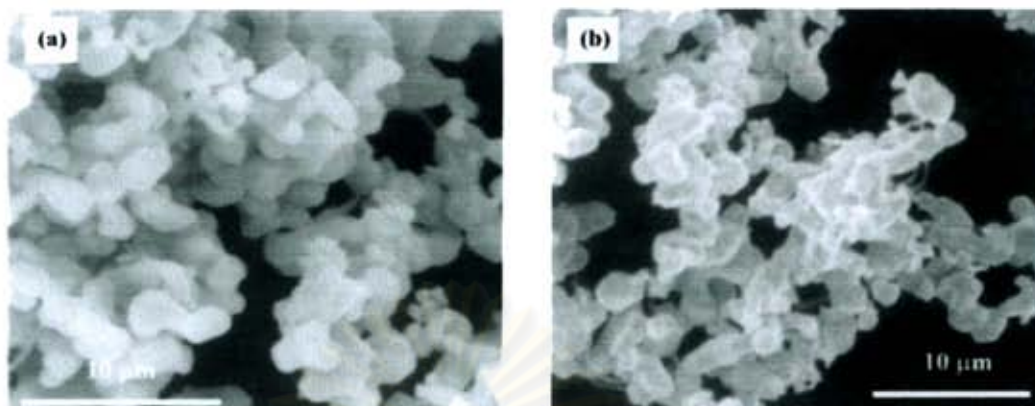
รูปที่ 2.12 ภาพ TEM ของอนุภาคเงินที่สภาวะต่างๆ (A และ B) แสดงภาพอนุภาคเงินที่ใช้ความเข้มข้นของ AgNO_3 เท่ากับ 0.25 M และเวลาในการทำปฏิกิริยา 17 และ 14 นาที ตามลำดับ (C และ D) แสดงภาพอนุภาคเงินที่ใช้ความเข้มข้นของ AgNO_3 เท่ากับ 0.125 M และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 และ 25 นาทีตามลำดับ [26]

Amit Sinha และคณะ[3]ได้ทำการเตรียมผงเงินด้วยวิธีกลีเซอรอล โดยมีซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) เป็นสารตั้งต้นผสมกับกลีเซอรอล (AR grade) โดยใช้สัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ไนเตรทกับกลีเซอรอลอยู่ในช่วง 0.01-0.1 กวณและให้อุณหภูมิถึง 175°C จะได้โครงสร้างของผงเงิน 2 แบบคือ โครงสร้างผลึกแบบ cubic ส่วนใหญ่ และ โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal ซึ่งเป็นส่วนน้อย โดยขนาดเฉลี่ยของผงเงินเท่ากับ 1.5-11 ไมครอน ผงที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ไนเตรทกับกลีเซอรอลเท่ากับ 0.01จะได้ผงที่มีขนาดเฉลี่ย 1.5 ไมครอนและลักษณะผงเชื่อมติดกันเป็นก้อนดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 a และ b ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ไนเตรท รีดิซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้สัดส่วนโมลเท่ากับ 0.01

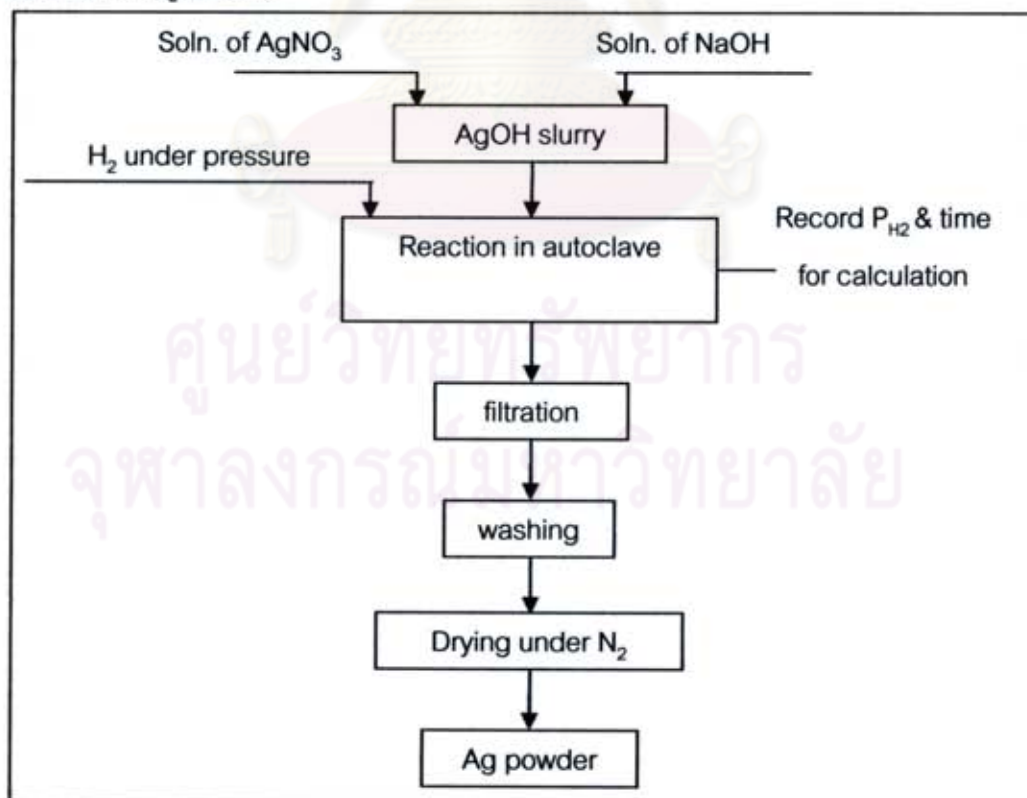
ผงที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ไนเตรทกับกลีเซอรอลเท่ากับ 0.02 จะได้ผงที่มีขนาดเฉลี่ย 2.24 ไมครอนและลักษณะผงดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 a และ b ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ไนเตรท รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้สัดส่วนโมลเท่ากับ 0.02

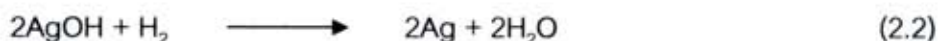
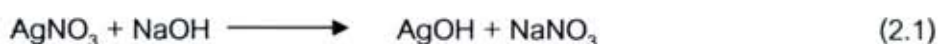
ลักษณะของเงินส่วนใหญ่ในงานวิจัยดังกล่าวข้างต้นเป็นรูปร่างเป็นลูกบาศก์เมื่อเพิ่มสัดส่วนโมลขึ้นระหว่าง 0.01-0.1 จะทำให้ขนาดของผงเงินใหญ่ขึ้นและมีการเกาะรวมตัวกัน ผงที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูงโดยมีสิ่งเจือปนน้อยกว่า 0.1 wt% และมี yield มากกว่า 99 %

R. Li และคณะได้ทำการผลิตผงเงินจาก AgOH ด้วยใช้เทคนิค hydrothermal ซึ่งมีกระบวนการดังรูปที่ 2.15



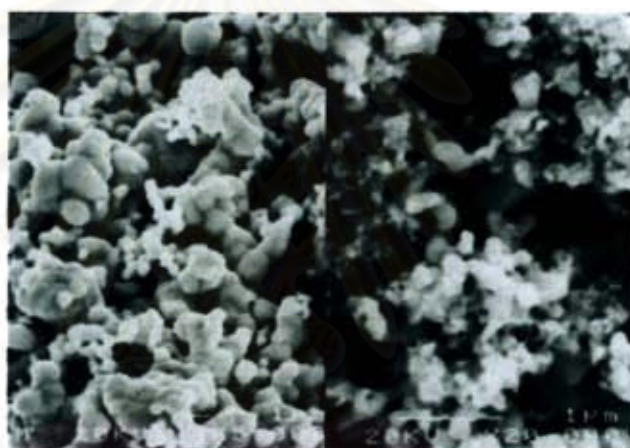
รูปที่ 2.15 แผนภาพกระบวนการผลิตผงเงินจาก AgOH ด้วยเทคนิค hydrothermal

ซึ่งคาดว่าสมการทางเคมีในกระบวนการน่าจะเป็นไปตามสมการที่ (1) และ (2)



โดยก่อนการทดลองได้มีการศึกษาค่า electrode potential ของแต่ละค่า pH ของเงินและไฮโดรเจน จะพบว่าค่าจะต่างกันมากซึ่งหมายความว่าผงเงินสามารถเกิดได้ทุกค่า pH และในการทดลองก็พบว่าเมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD จะพบแต่เงินเท่านั้น ซึ่งสอดคล้องกับที่ศึกษามา

ตัวแปรที่สำคัญในกระบวนการได้แก่ ค่า pH , อุณหภูมิ , ความดันของไฮโดรเจน , ความเข้มข้นของเงิน และ ความเร็วในการกวน โดยตัวแปรทั้งหมดนี้มีผลต่ออัตราและระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ลักษณะผงเงินที่ได้จากการปรับตัวแปรแต่ละตัวจะเป็นไปตามรูป 2.16-2.18

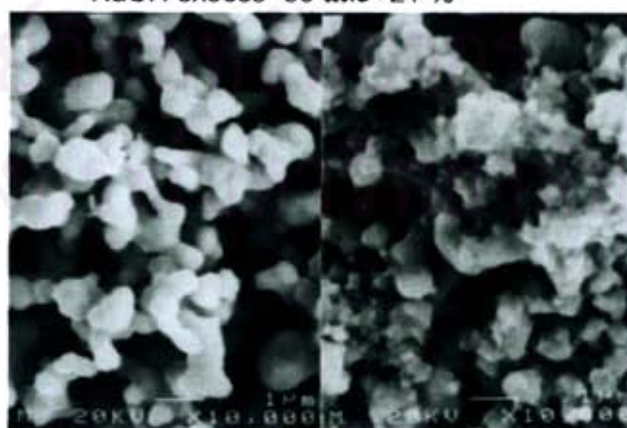


NaOH excess-30%

NaOH excess+21%

รูปที่ 2.16 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมโดยการใช้

NaOH excess -30 และ+21 %

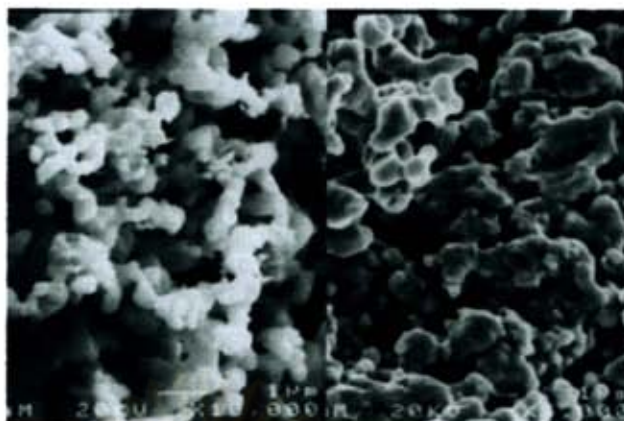


120 °C

215 °C

รูปที่ 2.17 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิที่

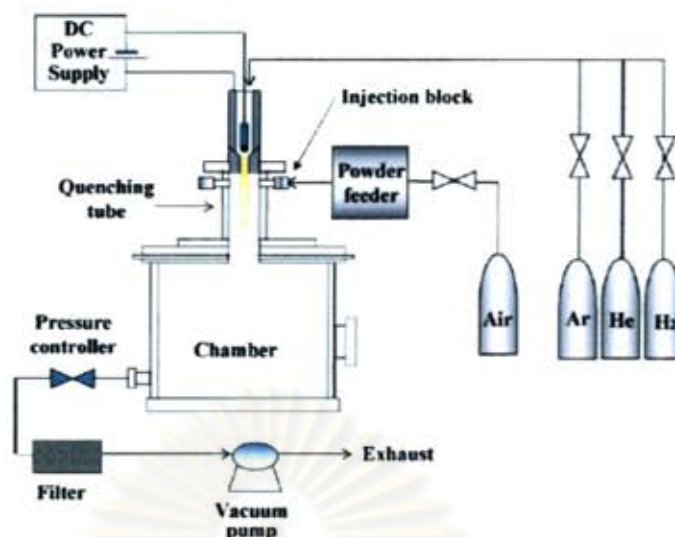
120 และ 215 °C

[Ag¹⁺] 5g/L[Ag¹⁺] 60g/L

รูปที่ 2.18 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ใช้ความเข้มข้นของเงิน [Ag¹⁺] เท่ากับ 5 และ 60g/L

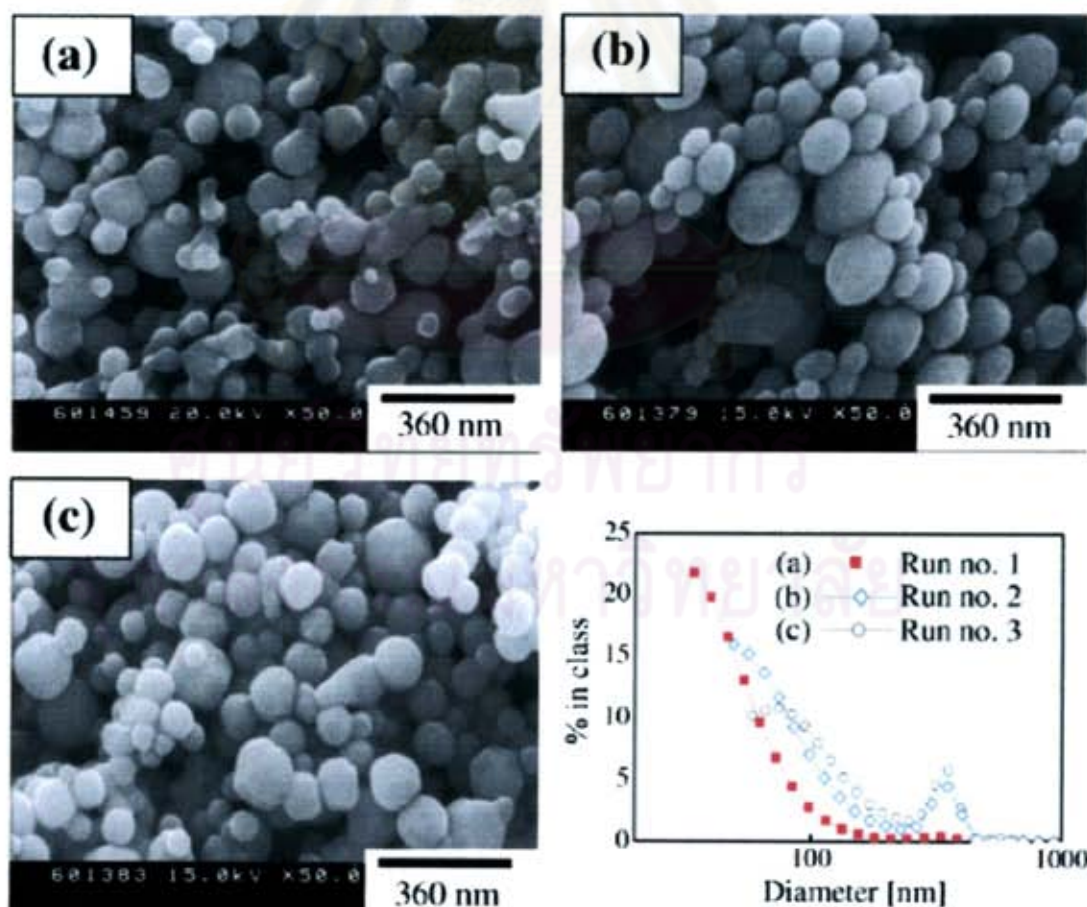
จากรูปที่ 2.16-2.18 พบว่าลักษณะผงเงินที่เตรียมด้วยเทคนิค hydrothermal จะได้ลักษณะผงเป็นรูปทรงกลม โดยขนาดของอนุภาคจะขึ้นอยู่กับพารามิเตอร์ที่ทำการทดลอง เมื่อเพิ่มปริมาณ NaOH excess จะได้ขนาดที่มีขนาดเล็กลง โดยจะเห็นได้จากรูปที่ 2.16 ที่ NaOH excess-30% ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.3-2 ไมครอน และที่ NaOH excess+21% ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.05-0.8 ไมครอนและในรูปที่ 2.17 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจะเกิดการเกาะตัวกัน ดังเห็นที่อุณหภูมิ 120 °C การกระจายตัวยังคงดีอยู่แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 215 °C จะพบว่าเกิดการเกาะตัวกัน และในรูปที่ 2.18 จะพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของอิออนเงินจะทำให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นและรวมตัวกัน ซึ่งจะเห็นจากที่ [Ag¹⁺] 5g/L ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-0.5 ไมครอนแต่ที่ [Ag¹⁺] 60g/L ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5-1.2 ไมครอน และมีการเกาะตัวกัน

Sang Hoon Lee และคณะ [27] ได้ทำการผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรจากผงเงินระดับไมครอนเป็นตัวตั้งต้น ด้วยวิธี thermal plasma ดังรูปที่ 2.19 โดยผงเงินระดับไมครอนจะถูกป้อนเข้าสู่พลาสมา โดยใช้ก๊าซไฮโดรเจนและฮีเลียมผสมกับก๊าซอาร์กอนเป็นตัวสร้างพลาสมา และใช้ carrier gas ที่เป็นอากาศเป็นตัวควบคุมปริมาณการป้อนผงเงินระดับไมครอน



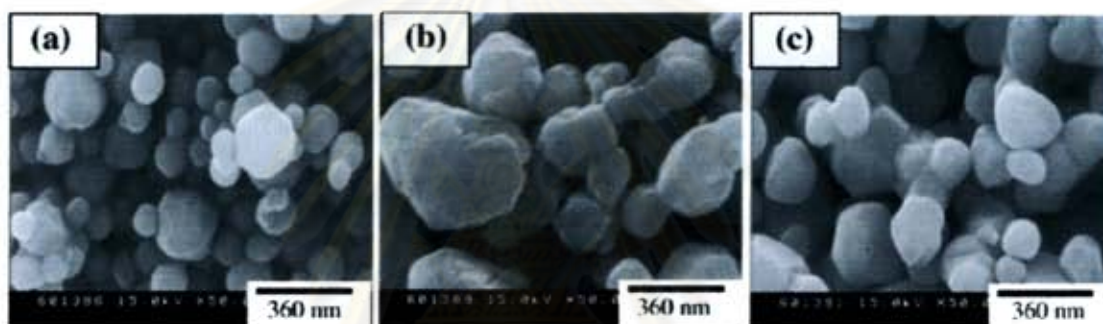
รูปที่ 2.19 แผนภาพการผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรด้วยวิธี thermal plasma [27]

จากการทดลองพบว่าเมื่อลดปริมาณการป้อนผงเงินระดับไมครอนลงจะทำให้ได้ผงเงินที่มีขนาดเล็กลงโดยจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.20

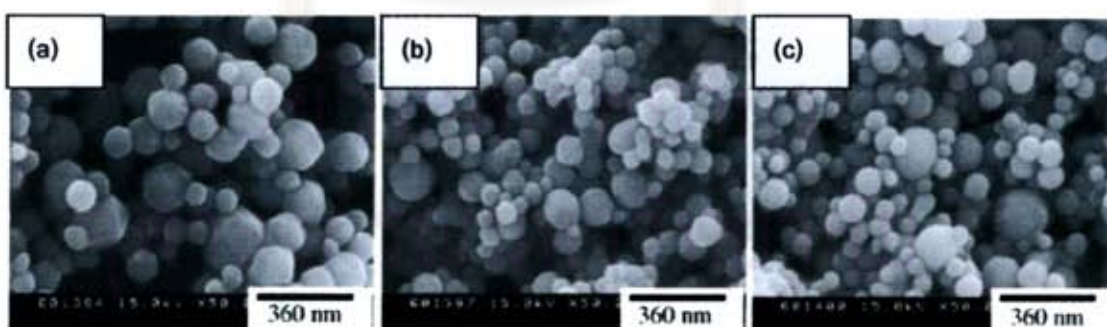


รูปที่ 2.20 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ผลิตโดยควบคุมปริมาณการป้อนผงเงินระดับไมครอนต่างกัน (a) 2 g/min , (b) 3 g/min , (c) 4.5 g/min [27]

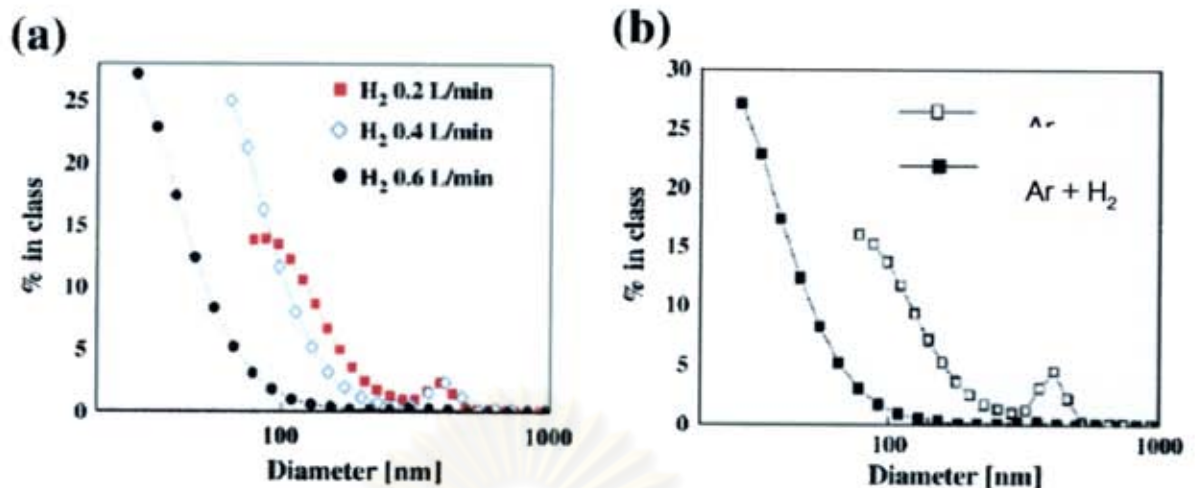
ในการทดลองนี้ยังมีการใส่ก๊าซฮีเลียมและไฮโดรเจนผสมกับก๊าซอาร์กอน พบว่าเมื่อผสมก๊าซฮีเลียมกับก๊าซอาร์กอนจะไม่พบการเปลี่ยนแปลง โดยขนาดผงเงินที่ได้จะมีขนาดมากกว่า 100 นาโนเมตรดังรูปที่ 2.21 แต่เมื่อผสมก๊าซอาร์กอนกับก๊าซไฮโดรเจนในอัตราส่วน 15 l/min : 0.2,0.4,0.6 l/min ตามลำดับ จะพบว่าขนาดของผงเงินที่ได้จะเล็กลงอย่างเห็นได้ชัดและเมื่อเพิ่มปริมาณก๊าซไฮโดรเจนจะพบว่าผงเงินก็จะมีขนาดเล็กลง โดยปริมาณก๊าซไฮโดรเจน 0.6 l/min ได้ขนาดผงเงินเล็กกว่า 100 นาโนเมตรดังรูปที่ 2.22 และ 2.23 ซึ่งเป็นผลเนื่องจากเมื่อป้อนผงเงินระดับไมครอนในอาร์กอนพลาสติกเกิดการกลายเป็นไอไม่สมบูรณ์ทำให้ยังคงเหลือผงเงินขนาดไมครอนอยู่ แต่เมื่อผสมก๊าซไฮโดรเจนลงไปทำให้การนำความร้อนดีขึ้นและเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นไฮโดรเจนพลาสติกก็มีค่าการทำปฏิกิริยาสูงขึ้นด้วย



รูปที่ 2.21 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ได้จากการผสมก๊าซฮีเลียมกับก๊าซอาร์กอนที่ปริมาณต่างกัน (a) 1 l/min ,(b) 3 l/min ,(c) 5 l/min [27]



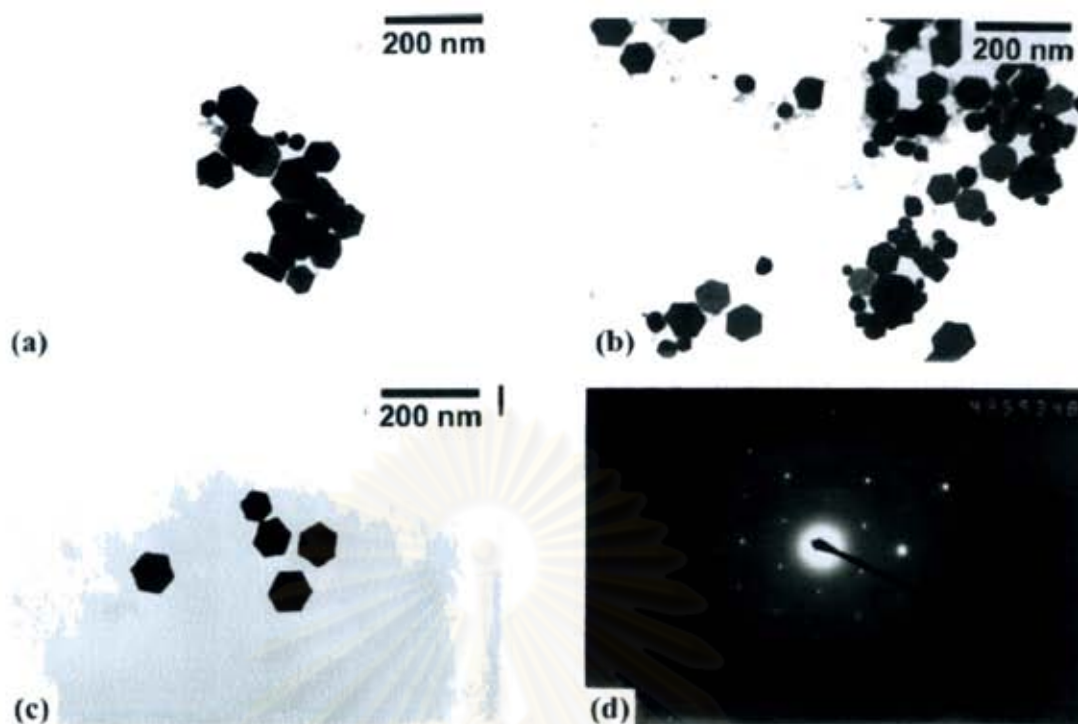
รูปที่ 2.22 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่ได้จากการผสมก๊าซไฮโดรเจนกับก๊าซอาร์กอนที่ปริมาณต่างกัน (a) 0.2 l/min ,(b) 0.4 l/min ,(c) 0.6 l/min [27]



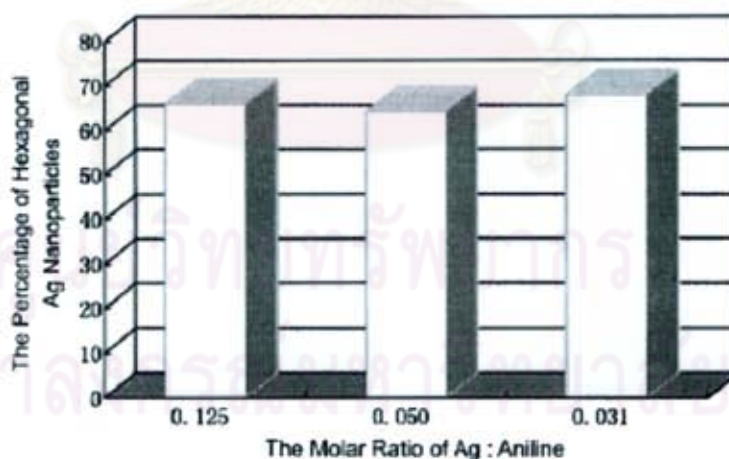
รูปที่ 2.23 การกระจายตัวของผงเงิน (a) ปริมาณก๊าซไฮโดรเจนต่างกัน (b) ที่ผสมก๊าซไฮโดรเจนและไม่ได้ผสมก๊าซไฮโดรเจน [27]

Yongfang Li และคณะ [28] ได้เตรียมผงเงินระดับนาโนเมตร โดยเตรียมในสารละลาย aniline ซึ่งวิธีการเตรียมจะแบ่งออกเป็น 2 วิธีตามสารตั้งต้น วิธีแรกจะเตรียมจากซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) โดยจะเตรียมเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น 5 mM และจะนำมาผสมกับสารละลาย aniline ที่มีความเข้มข้น 0.02 M โดยจะผสมในสัดส่วนที่ต่างกัน จากนั้นนำสารละลายที่ได้จากการผสมแต่ละสัดส่วนมาเติมน้ำ DI ให้มีปริมาณ 22 ml สารละลายที่เตรียมแต่ละสัดส่วนจะมีการหยดสารละลาย ammonia ที่มีความเข้มข้น 1 wt% จนมี pH ประมาณ 9.5 หลังจากนั้นทำการ degassed ด้วยฟองของ ก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงกวนและให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 35-40 องศาเซลเซียส นำสารละลายที่ได้มาผสมกับสารละลาย hydrazine monohydrate ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$) ปริมาณ 0.5 ml ที่มีความเข้มข้น 5 wt% ซึ่งจะพบว่าเมื่อเกิดปฏิกิริยา สารละลายจะกลายเป็นสีเหลือง

ผลที่ได้จากการเตรียมผงเงินระดับนาโนเมตรวิธีนี้จะผงเงินที่ได้จะมีลักษณะเป็นรูป hexagonal, rod, round และ irregular โดยรูปร่างส่วนใหญ่ที่ได้จะเป็นรูป hexagonal โดยจะมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 125 นาโนเมตร ดังจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.24 และ 2.25



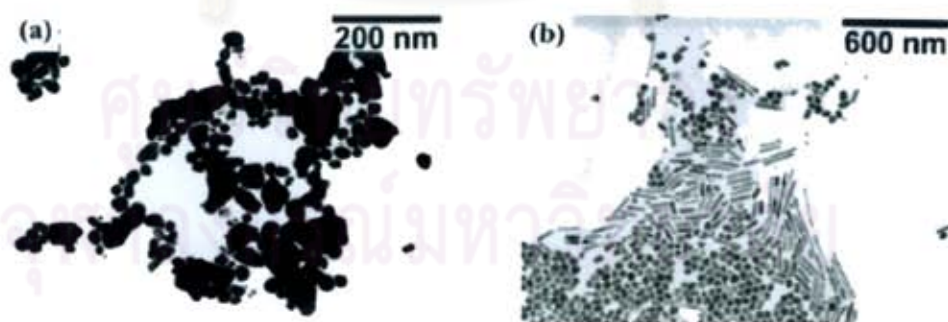
รูปที่ 2.24 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย Ag_2SO_4 รีดิวซ์ด้วย $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ โดยใช้ปริมาณ aniline ที่แตกต่างกัน (a) 2 ml, (b) 5 ml และ (c) 8 ml [28]



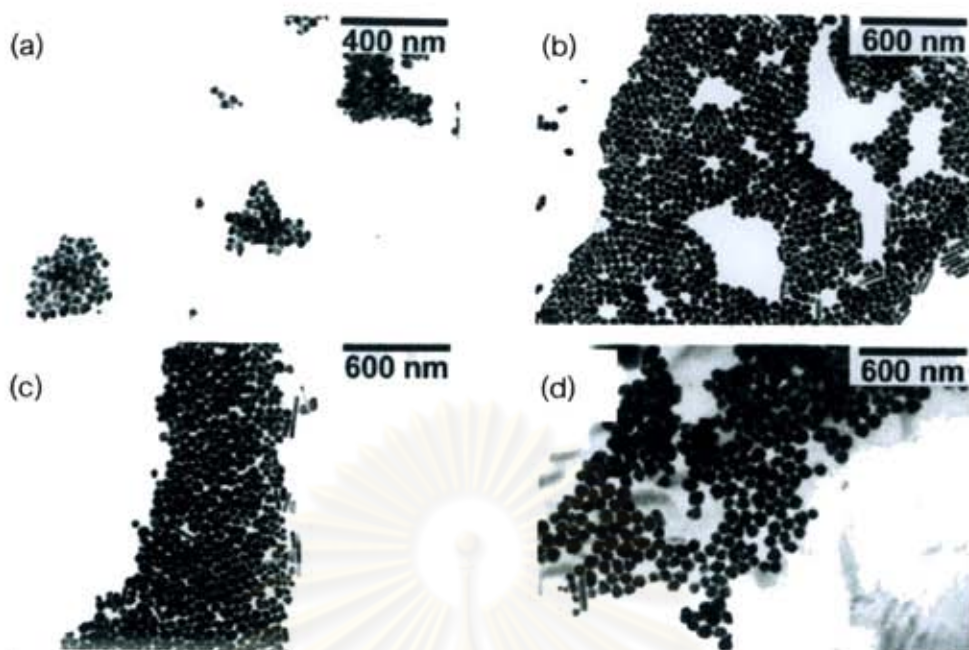
รูปที่ 2.25 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal กับ สัดส่วนโมลของ Ag กับ aniline [28]

จากรูปที่ 2.24 และ 2.25 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ aniline ขนาดของผงเงินจะมีขนาดลดลง และเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal จะมีค่ามากกว่า 60 เปอร์เซ็นต์ทุกสัดส่วนโมลของ Ag กับ aniline

วิธีที่สองจะเตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) ซึ่งได้แบ่งการทดลองเป็น 2 วิธี โดยวิธีแรกจะทำการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรท ที่มีความเข้มข้น 0.769 mM ปริมาณ 52 ml ให้ความร้อนจนถึง 100 องศาเซลเซียส จากนั้นผสมสารละลาย sodium citrate ที่มีความเข้มข้น 1 wt% ปริมาณ 4 ml ตั้งทิ้งไว้ที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงจะได้สารละลายสีเหลือง ซึ่งเมื่อนำไปส่องด้วย TEM จะพบว่าขนาดอนุภาคจะมีขนาดใหญ่และจะจับตัวกันเป็นก้อน โดยขนาดจะมีตั้งแต่ 35 ถึง 100 นาโนเมตร ซึ่งจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.26 (a) และวิธีที่สองจะเตรียมสารละลาย ซิลเวอร์ไนเตรทที่มีความเข้มข้น 0.02 M ปริมาณ 2 ml นำมาผสมกับสารละลาย aniline ที่มีความเข้มข้น 0.02 M ในปริมาณต่างกัน หลังจากนั้นนำสารละลายที่ผสมแต่ละสัดส่วนเติมน้ำ DI จนมีปริมาณ 52 ml จากนั้นให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสแล้วจึงผสมสารละลาย sodium citrate ที่มีความเข้มข้น 1 wt% ปริมาณ 4 ml ตั้งทิ้งไว้ที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง จะได้สารละลายสีส้มโดยการทดลองทั้งหมดจะทำในสภาวะที่เป็นก๊าซไนโตรเจน เมื่อนำไปส่องด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) จะพบว่าลักษณะอนุภาคจะมีสองลักษณะ คือ เป็นแบบ อนุภาคนาโน (nanoparticle) และ แท่งนาโน (nanorod) ดังจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.26 (b) และเมื่อเปรียบเทียบการกระจายตัวของขนาดจะพบว่าการกระจายตัวของขนาดของผงเงินที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทที่ผสม aniline และรีดิวซ์ด้วย sodium citrate จะมีขนาดสม่ำเสมอกว่าที่ไม่ได้ผสม aniline ดังที่จะแสดงในรูปที่ 2.26 (a) และ (b) ผลของปริมาณ aniline จะแสดงในรูปที่ 2.27 (a)-2.27 (d) จะพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ aniline จะทำให้การกระจายตัวของขนาดอนุภาคกว้างขึ้นเล็กน้อยและขนาดเฉลี่ยเพิ่มขึ้น พร้อมกันนั้นปริมาณของผงเงินที่เป็นแบบ nanorod ก็ลดลง



รูปที่ 2.26 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตร (a) ที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 รีดิวซ์ด้วย sodium citrate และ (b) ที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 ผสม aniline รีดิวซ์ด้วย sodium citrate [28]



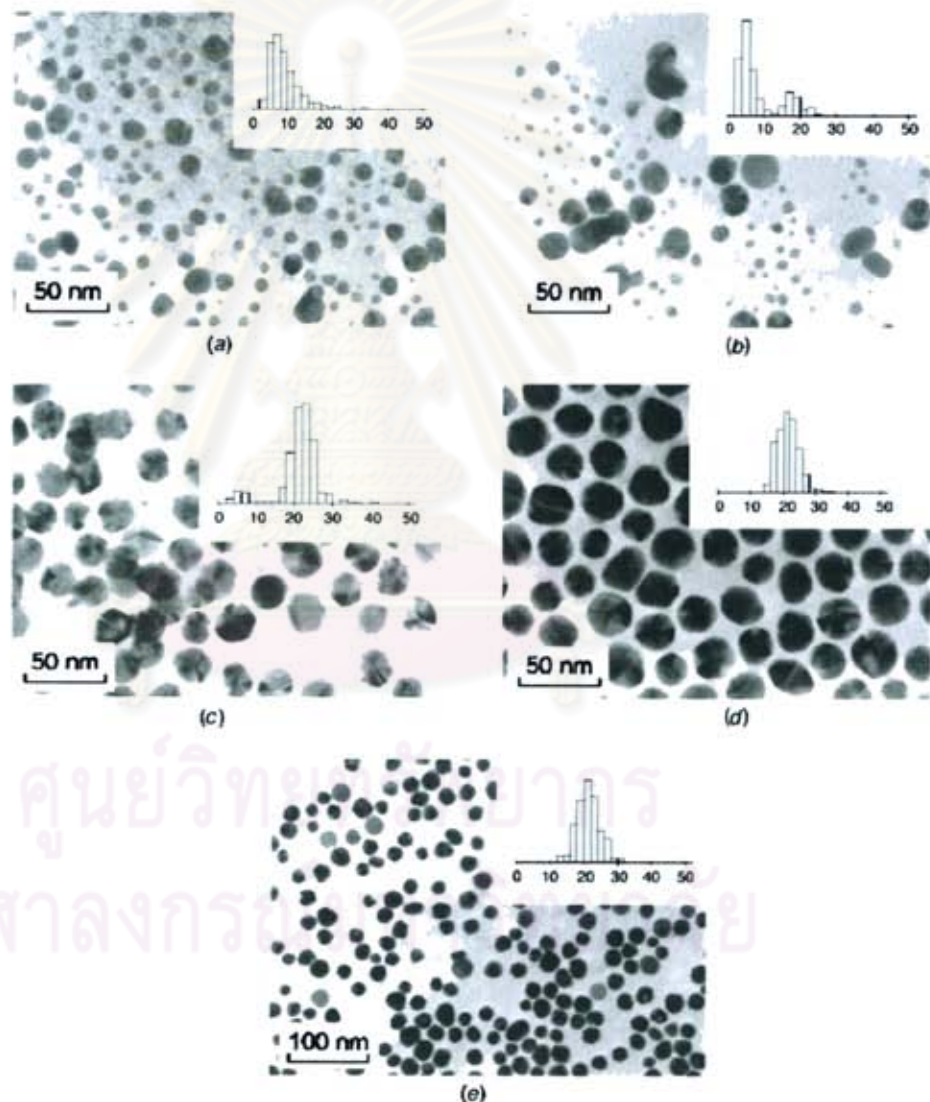
รูปที่ 2.27 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 ผสม aniline วิเคราะห์ด้วย sodium citrate ที่ปริมาณ aniline ต่างกัน (a) 0.02 mmol, (b) 0.04 mmol, (c) 0.1 mmol, (d) 0.2 mmol [28]

Pierre-Yves silvert และคณะ [29] ได้ทำการเตรียมคอลลอยด์ของเงินด้วยวิธีพอลิยอล (polyol) โดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) เป็นสารตั้งต้นและใช้ ethylene glycol เป็นตัวรีดิวส์ ในการทดลองได้ใช้ซิลเวอร์ไนเตรท 400 mg ละลายใน ethylene glycol 75 cm^3 และให้ความร้อนจนถึง 120 $^\circ\text{C}$ โดยขณะที่เพิ่มอุณหภูมิได้ถ่ายภาพขึ้นมาสองด้วย TEM เป็นระยะดังในตารางที่ 2.5 ตารางที่ 2.5 การปรับระยะเวลาและอุณหภูมิในแต่ละชิ้นงาน [29]

sample number	t/h	T/ $^\circ\text{C}$
1	0.25	39
2	0.50	53
3	0.75	70
4	1.00	84
5	1.25	99
6	1.60	120
7	1.83	120
8	2.10	120
9	2.33	120
10	2.60	120
11	4.60	120
12	7.60	120
13	23.6	120

ผลการวิจัยพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นขนาดของผงเงินก็จะใหญ่ขึ้น โดยจะแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ ช่วงที่ 1 หลังจากเวลาในการให้ความร้อน 15 นาที อุณหภูมิ 39 $^\circ\text{C}$ ระบบยังไม่เสถียร

ลักษณะอนุภาคเป็นแบบ Quasi-spherical และจะมีขนาดเฉลี่ยเล็กกว่า 10 nm ช่วงที่ 2 หลังจากเวลาในการให้ความร้อน 45 นาที อุณหภูมิ 70 °C จะมีอนุภาค 2 ลักษณะเกิดขึ้น โดยส่วนมากจะเป็นอนุภาคที่เล็กมีขนาดเฉลี่ย 5 nm และที่เหลือเป็นขนาดใหญ่ซึ่งมีขนาดเฉลี่ย 18 nm แต่เมื่อเวลาในการให้ความร้อนเป็น 60 นาที อุณหภูมิ 84 °C จะพบว่าอนุภาคนาขนาดเล็กเปลี่ยนเป็นอนุภาคขนาดใหญ่โดยมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 21 nm ส่วนอนุภาคนาขนาดเล็กจะมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 6 nm ในช่วงสุดท้ายคือ หลังจากให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง อุณหภูมิ 120 °C ระบบจะเสถียรโดยจะไม่มีอนุภาคนาขนาดเล็กเลยและขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 21 nm ซึ่งทั้ง 3 ช่วงจะแสดงในรูปแบบที่ 2.28 (a)-2.28 (e)

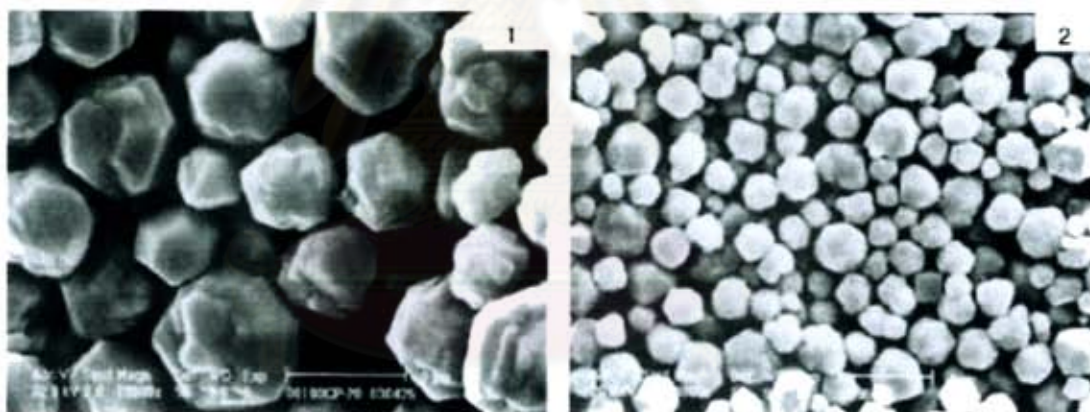


รูปที่ 2.28 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของคอลลอยด์เงินระดับนาโนเมตรในแต่ละช่วงของปฏิกิริยา (a) sample 1, (b) sample 3, (c) sample 4, (d) sample 10, (e) sample 13 [29]

Wu Songping และคณะ [30] ผลิตผงเงินโดยใช้วิตามินซี (ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ และควบคุมในระบบไม่ให้มีน้ำปนอยู่ซึ่งวิธีนั้นจะให้ผงเงินที่มีความละเอียดโดยปฏิกิริยาจะเป็นไปตามสมการที่ (2.3)



ในการผลิตใช้แอมโมเนีย หรือกรดไนตริก ควบคุมค่า pH พบว่าปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับวิตามินซีให้ผงเงินมีลักษณะรูปทรงหลายเหลี่ยม (poly hedron) ดังรูปที่ 2.29 และผลของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดของผงเงินพบว่าขนาดของผงเงินเฉลี่ยจาก 3.1 ไมโครเมตร ถึง 1.0 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 20°C ถึง 60°C อนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาก่อนจะมีการรวมตัวมากกว่าอนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาทีหลัง โดยมีกลไก 2 อย่างที่ทำให้เกิดการรวมตัวคือ การควบคุมการแพร่ของกระบวนการ (diffusion-control process) และการควบคุมปฏิกิริยาของกระบวนการ (kinetic-control process) ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดเร็ว นิวเคลียสของผงเงินจะเกิดเร็ว และมีจำนวนมากทำให้ผงเงินมีขนาดเล็ก ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดช้าผงเงินจะมารวมตัวกันได้ง่าย ผงเงินจึงมีลักษณะเป็นก้อน



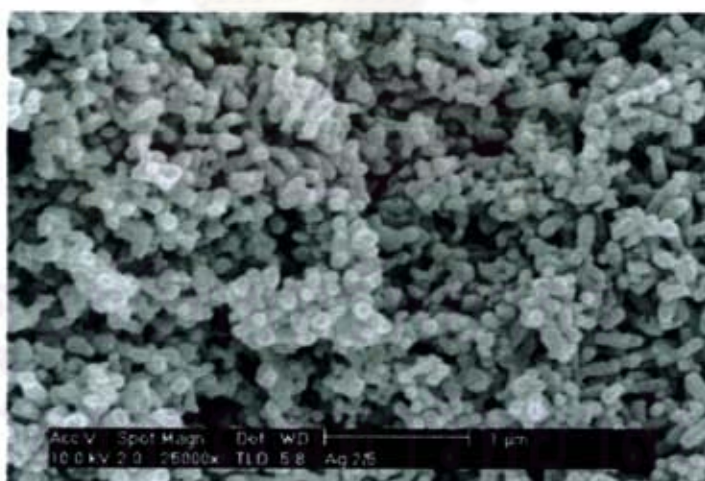
รูปที่ 2.29 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจากอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน (1) 23 °C, (2) 60 °C [30]

H.H. Nersisyan และคณะ [31] ผลิตผงเงินจากสารตั้งต้น 0.5 M ของซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) 300 มิลลิลิตร กับ 0.5 M ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 500 มิลลิลิตร เปลี่ยนเป็น Ag_2O ตะกอนและรวมกันเป็นกลุ่มนำตะกอนซิลเวอร์ออกไซด์ (Ag_2O) กระจายตัวในน้ำดีไอออนซ์ 500 มิลลิลิตร ซึ่งมี สารละลาย 1 M sodium dodecyle sulfate 5 มิลลิลิตร หลังจากนั้นทิ้งไว้ 10 ถึง 15 นาที ให้การกระจายตัวคงที่ดังรูปที่ 2.30 จะเห็นได้ว่าอนุภาคของซิลเวอร์ออกไซด์รวมตัวกันอยู่มีขนาดระหว่าง 1 ถึง 2 ไมโครเมตร ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 0.25 ไมโครเมตร จากนั้นเติมสารละลาย 88 เปอร์เซนต์ของ $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ปฏิกิริยานี้คายความร้อนออกมาจำนวนมาก เขียนเป็น

สมการเคมีได้ (2.4) หลังจากขั้นตอนการรีดิวซ์ เกิดตะกอนเงินภายในเวลาไม่กี่ชั่วโมง ลักษณะของอนุภาคเงินที่ตกตะกอนออกมาเป็นทรงกลมแสดงในรูปที่ 2.31 และจาก Laser Particle Size Analyzer (LPSA) ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 120.2 นาโนเมตร



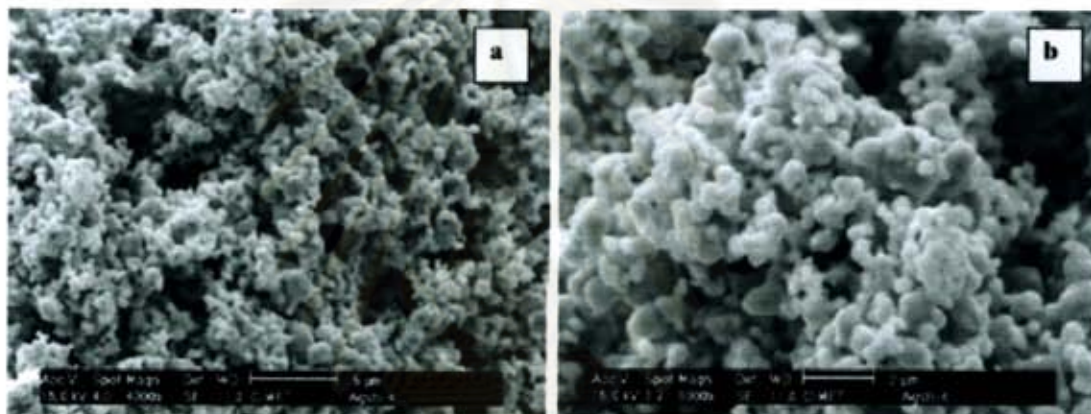
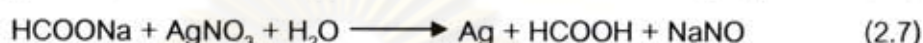
รูปที่ 2.30 ภาพ FESEM ของผงเงินออกไซด์ [31]



รูปที่ 2.31 ภาพ FESEM ของผงเงินระดับนาโนเมตร [31]

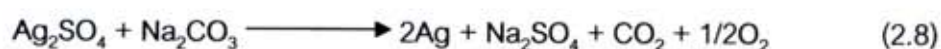
P.K. Khanna และคณะ [32] ผลิตผงเงินโดยให้ sodium formaldehydesulfoxylate (SFS) เป็นตัวรีดิวซ์ที่ค่า pH ระหว่าง 1 ถึง 5 พบว่ามีตัวแปรหลายอย่างในการผลิตผงเงินให้มีขนาดนาโนเมตร อย่างหนึ่งที่เหมาะสมก็คือ การให้ค่า pH ปานกลาง (2-5) และ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปอย่างช้าๆ และถ้าตอนเริ่มต้นสามารถผลิตซิลเวอร์ไนเตรท (AgNO_3) ให้มีอนุภาคขนาดเล็กได้ ใน

ตอนสุดท้ายผงเงินที่ได้ก็จะมีขนาดเล็กกว่าในตอนแรก ซึ่งอธิบายได้ว่าเมื่อขนาดของซิลเวอร์ในเตรที่มีขนาดเล็กในการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้ง่ายและสมบูรณ์กว่าซิลเวอร์ในเตรที่มีขนาดใหญ่จากผลการทดลอง ซิลเวอร์ในเตรที่ทำปฏิกิริยากับ SFS จะได้ตะกอนของเงินสีเทาออกมาใช้เวลาประมาณ 30 นาที และค่า pH ที่วัดโดย pH meter มีค่าน้อยกว่า 5 ตลอดเวลา ค่า pH ของการตกตะกอนที่สมบูรณ์อยู่ที่ประมาณ pH 2 อนุภาคผงเงินมีขนาดประมาณ 100 – 200 นาโนเมตร โดยในการทดลองสมการเคมีเป็นไปตามสมการที่ 2.5-2.7

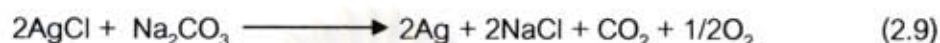


รูปที่ 2.32 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำเป็นเวลา 30 นาที (a) สเกล 5 ไมโครเมตรและ (b) 2 ไมโครเมตร [32]

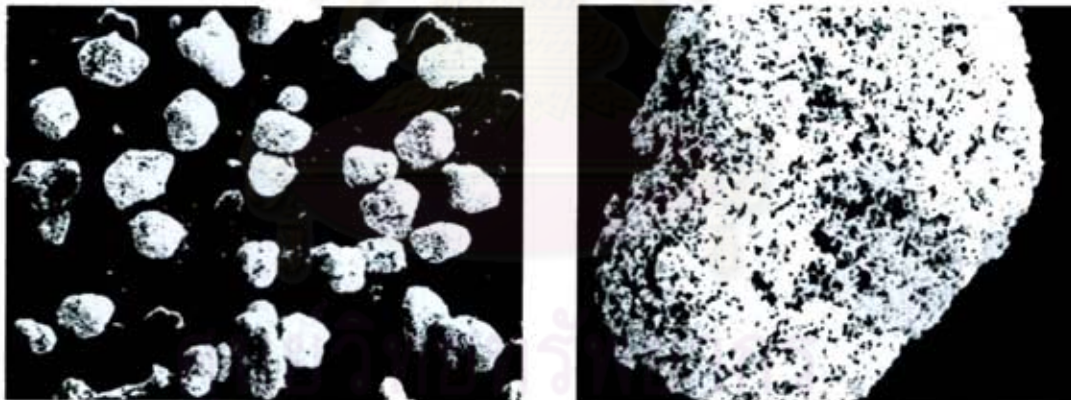
Wasyi Kunda และคณะ [33] ได้ทำการผลิตผงเงินซึ่งผลิตจากโซเดียมซัลไฟด์ (sodium sulphide) กับ โซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate) ให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาในช่วง $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ปฏิกิริยานี้ทำให้เกิดโซเดียมซัลเฟต (sodium sulphate) และโซเดียมคาร์บอเนตที่เหลือจากปฏิกิริยาสามารถล้างออกได้ด้วยน้ำ การทำปฏิกิริยาทำที่ความดันบรรยากาศในเตาเผาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นนำมาบดเพื่อหยุดการเผาผนึกแล้วล้างด้วยน้ำ ผงเงินที่ได้มีความหนาแน่น 1.97 กรัมต่อซีซี และมีซิลเฟอร์ 0.0008 % โดยปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดผงเงินจะเป็นไปตามสมการที่ 2.8



การผลิตผงเงินนี้ยังได้ทำการทดลองโดยใช้ซิลเวอร์คลอไรด์ (silver chloride) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 ถูกผสมกันแล้วให้ความร้อนเป็นอุณหภูมิ 600 °C ในเตาเผาที่ความดันบรรยากาศเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เย็นตัวที่อุณหภูมิ 100 °C แล้วนำผลิตภัณฑ์มาบดเพื่อหยุดการเผาผลาญ และล้างด้วยน้ำผลิตภัณฑ์มีความหนาแน่น 1.5 กรัมต่อซีซีทำการวิเคราะห์ผงเงินพบว่ามียอดออกซิเจน 0.01% คาร์บอน 0.002% ซัลเฟอร์ 0.0012% และคลอรีน 0.012% โดยปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดผงเงินจะเป็นไปตามสมการที่ 2.9

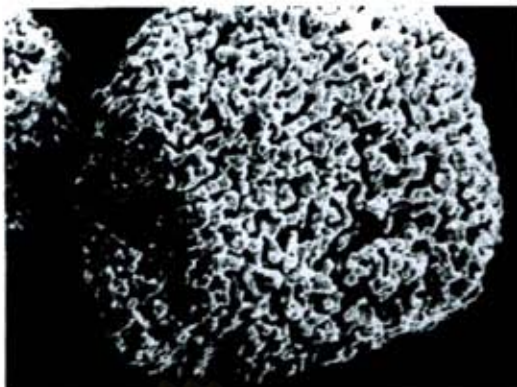


Larry J. Gaudino และคณะ [34] ได้ทดลองผลิตผงเงินโดยใช้สารละลายซิลเวอร์ในเครื่องทำปฏิกิริยากับโซเดียมคลอไรด์ ได้ซิลเวอร์คลอไรด์ตกตะกอนออกมา นำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) เพื่อกำจัดคลอไรด์ที่เหลือ เติมกรดซัลฟูริก 4 เปอร์เซ็นต์ลงไปซิลเวอร์คลอไรด์ เพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ที่ 70 °C เป็นเวลา 30 นาที แล้วค่อยๆ เติมผงสังกะสี (เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 ไมครอน) ปฏิกิริยานี้จะเกิดสังกะสีและคลอไรด์รวมกันอยู่ในน้ำ และได้ผงเงินบริสุทธิ์ นำผงเงินไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 90 °C จนกระทั่งมีความชื้นน้อยกว่า 0.05 % เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของผงเงินน้อยกว่า 1 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมกันมีขนาด 108 ไมครอน มีความหนาแน่น 15.24 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว



รูปที่ 2.33 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70 °C ที่กำลังขยาย 80 เท่า (รูปซ้าย) และที่ กำลังขยาย 800 เท่า (รูปขวา) [34]

เมื่อทำการทดลองโดยเพิ่มอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาเป็น 450 °C ใช้เวลา 30 นาทีผงเงินที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 24.94 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคเพิ่มขึ้นเป็น 4.6 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมตัวกันลดลงเป็น 92.6 ไมครอน จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้มีผลในการเพิ่มขนาดของอนุภาค เมื่อมีการคนผงจะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 27.3 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว แต่ไม่มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค

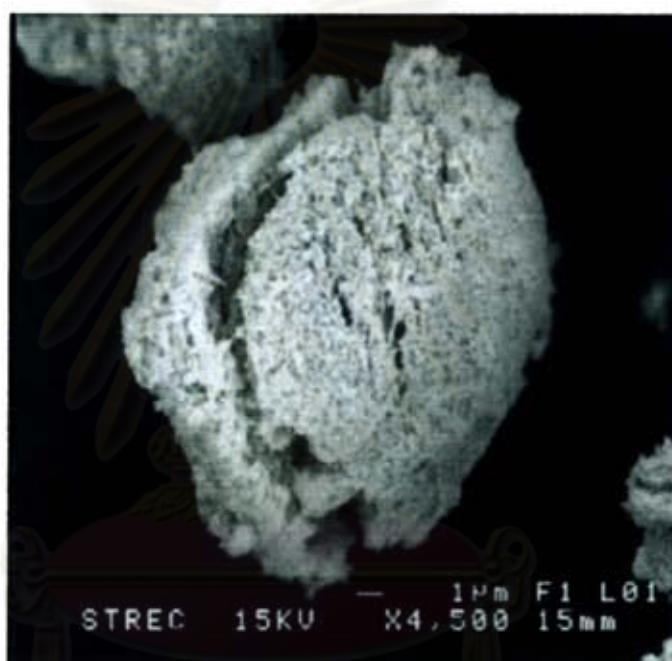


รูปที่ 2.34 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 450 °C ที่กำลังขยาย 800 เท่า [34]

นางสาวเมษิณี จินดาธรรม [35] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนจากสารละลายซิลเวอร์ในเตรทที่มีพอลิเล็กโทรไลต์โดยโฟโตรีดักชันโดยใช้สารพอลิเล็กโทรไลต์เป็น Alginate, poly(4-styrenesulfonic acid-co-maleic acid) หรือ copolymer และ poly(methyl acrylate) หรือ PMA ในการทดลองจะผสมสารละลายซิลเวอร์ในเตรทกับสารพอลิเล็กโทรไลต์แล้วใช้แสงจากแหล่งต่างเป็นตัวรีดิวซ์และศึกษาผลจากแหล่งให้แสง ความเข้มข้นของสารละลาย ความเป็นกรดต่างและผลของเวลาซึ่งจะพบว่าความสามารถในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเมตรจะขึ้นแหล่งกำเนิดแสงโดยเกี่ยวกับชนิดของแสงและกำลังไฟฟ้า เนื่องจากพลังงานในแสงจะถ่ายเทให้กับเงินไอออนทำให้เงินไอออนกลายเป็นผงเงินอนุภาคนาโนเมตรโดยจะเรียงจากความเร็วในการสังเคราะห์จะได้ดังนี้ แสงอาทิตย์ แสงจากเครื่องฉายภาพข้ามศีรษะ (250 วัตต์) แสงจากหลอดไฟนีออน (8 วัตต์) แสงจากหลอดยูวี (4 วัตต์) แสงจากหลอดฮาโลเจน (50 วัตต์) และแสงจากหลอดฟลูออโรไมด์ (60 วัตต์) ตามลำดับ ในการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายจะพบว่าถ้าความเข้มข้นของสารพอลิเล็กโทรไลต์มากกว่าความเข้มข้นของซิลเวอร์ในเตรท (10:1 มิลลิโมลาร์) จะทำให้การสังเคราะห์เงินเร็วและมากกว่า เนื่องจากการวิ่งเข้าจับของเงินไอออนจะวิ่งเข้าจับร่างแหของสารพอลิเล็กโทรไลต์ได้ง่ายกว่า โดยความเร็วในการสังเคราะห์เงินจะขึ้นอยู่กับสารพอลิเล็กโทรไลต์ซึ่งจะเรียงลำดับได้ดังนี้ Alginate, copolymer และ PMA ตามลำดับ ส่วนค่าความเป็นกรดต่างจะพบว่าที่ pH 9 จะทำให้การสังเคราะห์อนุภาคนาโนเร็วกว่าที่ pH 4 เนื่องจากไฮโดรเจนไอออนไปจับกับสารพอลิเล็กโทรไลต์ก่อนที่เงินไอออนจะไปจับได้ทำให้การสังเคราะห์เงินช้าลง และเมื่อเพิ่มเวลาจะทำให้เกิดการสังเคราะห์เงินเพิ่มขึ้น ซึ่งในการทดลองนี้จะได้อนุภาคนาโนที่มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า 82 นาโนเมตร

นายกิตติพร วงษ์สุวรรณ [36] ได้ทำการทดลองเรื่องการควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโรล-เจล ในการทดลองได้ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 4.35 ไมครอน ถูกลดขนาดด้วยการบดโดยใช้ลูกบด ใช้เวลาในการบดสูงสุด 20 ชม. ทำปฏิกิริยากับไซเดียมอัลคอกไซด์จะเกิดเป็นซิลเวอร์อัลคอกไซด์ และนำมารีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 150 °C และ 180 °C

เป็นเวลา 30 นาทีและ 1 ชั่วโมง ผงเงินที่ผลิตได้มีรูปร่างคล้ายสมองหรือปะการัง ซึ่งมีลักษณะเป็น กิ่งอนุภาคที่เกาะรวมตัวกัน ดังจะเห็นในรูปที่ 2.35 การกวนซิลเวอร์อัลคอกไซด์ขณะรีดิวซ์จะทำให้ การกระจายตัวของขนาดผงเงินดีกว่าเมื่อเทียบกับไม่กวน เมื่อวิเคราะห์ผงเงินด้วยเครื่อง XRD พบว่าเป็นโลหะเงิน และมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC อนุภาคเงินเฉลี่ยที่วัดได้จาก SEM มีขนาด ตั้งแต่ 60-250 นาโนเมตร และมีขนาดผงเงินเฉลี่ย 6 ถึง 300 ไมครอน ในการผลิตผงเงินที่อุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ นี้ไม่มีผลต่อขนาดผง และขนาดอนุภาค เมื่อทำการวัดพื้นที่ผิว โดยวิธี BET พบว่าถ้าสารตั้งต้นกระจายตัวดี ผงเงินที่ได้จะมีพื้นที่ผิวสูง พื้นที่ผิวสูงอยู่ในช่วง ประมาณ 1.1 ถึง 2.9 m^2/g และมีความหนาแน่นปรากฏอยู่ในช่วง 0.6 ถึง 1.2 g/cm^3



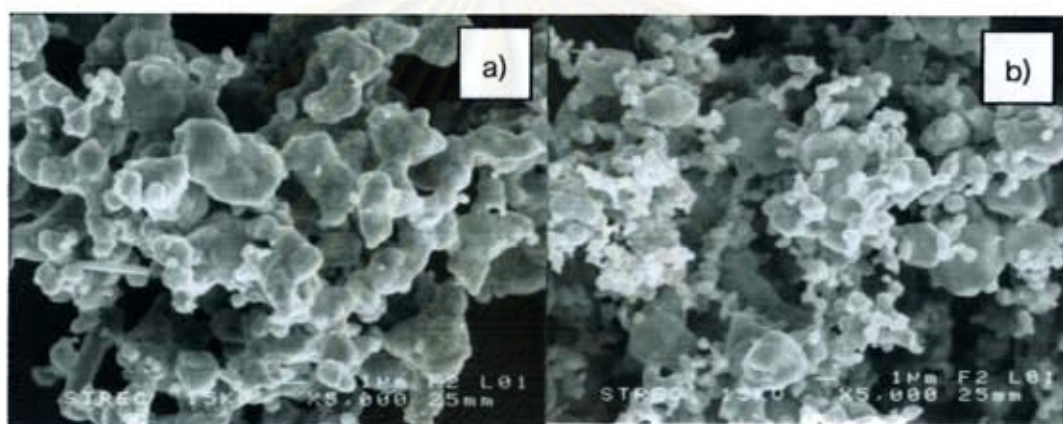
รูปที่ 2.35 ผงเงินที่ได้จากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 30 นาที [36]

โกเมน หมายมั่น[37] ได้ทำการทดลองเรื่องการเตรียมผงเงินจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล ในการทดลองได้ใช้ซิลเวอร์ไนเตรทเป็นสารตั้งต้นละลายในกลีเซอรอลที่ความเข้มข้น 0.588, 1.177, 1.765 และ 2.354 โมล/ลิตรและให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 190 °C และศึกษาอิทธิพลของเดมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรทต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25, 1:0.1 โมล ที่อุณหภูมิ 30, 80, 100, 120, 140 °C และกวนด้วยความเร็ว รอบ 1000 รอบต่อนาที และปรับเปลี่ยนเวลาที่ใช้จาก 30, 60, 90 และ 120 นาที

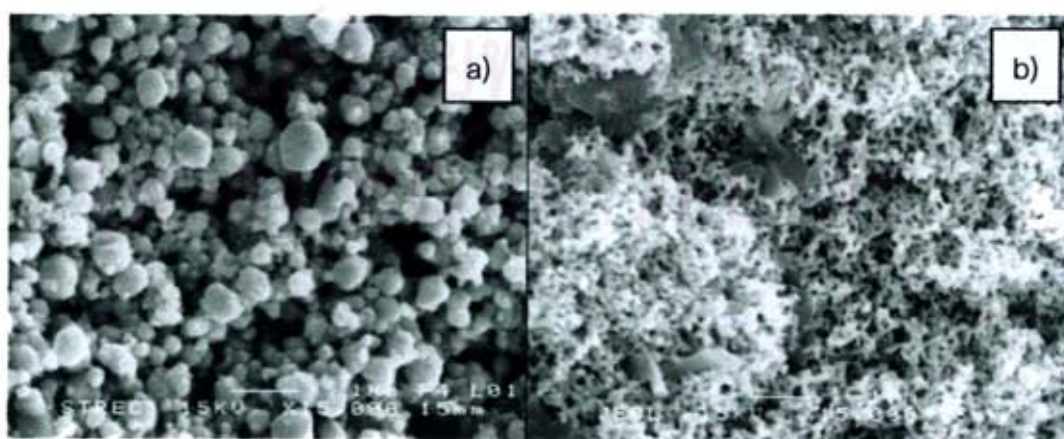
ผงเงินที่ได้จากรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลอย่างเดียวมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.5 - 5 ไมครอน ผงเงินมีรูปร่างหลายเหลี่ยม มีขนาดใหญ่ และผงเงินมีการเกาะตัวกันเป็นกิ่งก้าน การทำผงเงินโดยวิธี

นี้จะควบคุมขนาดผงเงินได้ยาก ดังในรูปที่ 2.36 เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลช่วยลดอุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้ต่ำลงสามารถรีดิวซ์ได้ที่อุณหภูมิ 30°C ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กกลม เจลลี่ผงเงินที่ 0.132 ไมครอน ที่อัตราส่วน 1:1 โมล ที่อุณหภูมิ 140°C เวลา 120 นาที ที่อัตราส่วน 1:2 โมล ผงเงินที่ได้มีเล็กเกาะตัวกันคล้ายฟองน้ำ และ ที่อัตราส่วน 1:0.5 , 1:0.25 และ 1:0.1 โมล ผงเงินที่ได้ มีลักษณะกลมขนาดใหญ่ เมื่อเปรียบเทียบกับ ที่อัตราส่วน 1:1 โมล

ผลการศึกษาอุณหภูมิของการทดลองโดยการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ที่อุณหภูมิ 30°C ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิ 80°C ที่อุณหภูมิ 140°C ให้ผลการกระจายตัวของขนาดผงเงินต่ำที่สุดและผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กที่สุดอยู่ที่ 0.132 ไมครอน



รูปที่ 2.36 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190°C (a) ซิลเวอร์ในเตรท 0.588 โมล/ลิตร (b) ซิลเวอร์ในเตรท 2.354 โมล/ลิตร [37]



รูปที่ 2.37 ผงเงินจากการรีดิวซ์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ณ อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที (a) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:0.1 (b) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:2 [37]

ตารางที่ 2.6 วิธีการผลิตและลักษณะของผงเงินในแต่ละวิธี

ผู้ทำวิจัย	เรื่อง	ขนาด	ลักษณะผง	ปีคศ.
1. Larry J. Gaudino และคณะ	ผลิตผงเงินโดยใช้สารละลายซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับไซเดียมคลอไรด์	60-150 μm .	irregular	1988
2. Pierre-Yves silvert และคณะ	การเตรียมคอลลอยด์ของเงินด้วยวิธี polyol	< 35 nm.	sphere	1997
3. Yongfang Li และคณะ	การเตรียมผลึกเงินระดับนาโนเมตรศึกษาผลกระทบจาก aniline	< 125 nm.	hexagonal, rod, round และ irregular	2002
4. P.K. Khanna และคณะ	ผงเงินระดับนาโนเมตรที่ผลิตด้วยซิลเวอร์ไนเตรตรีดิวซ์ด้วย formaldehydesulfoxylate ใน acidic ที่มี pH ระดับกลาง	< 300 nm.	sphere	2002
5. R. Li และคณะ	การศึกษาผงเงินขนาดเล็กที่เตรียมจาก AgOH slurry ด้วยวิธี hydrothermal	0.05-2 μm .	sphere	2003
6. H.H. Nersisyan และคณะ	วิธีใหม่และผลของวิธีทางเคมีในการเตรียมผงเงินระดับนาโนเมตรและคอลลอยด์ของผงเงิน	silver powder :60–120 nm. colloidal :10–20 nm.	sphere	2003
7. Wu Songping และคณะ	การเตรียมผงเงินขนาดเล็กโดยใช้วิตามิน C เป็นตัวรีดิวซ์	1-3.1 μm .	polyhedron	2004
8. นางสาวเมษิณี จินดารธรรม	การสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโนจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทที่มีพอลิอิลเล็กโทรไลต์โดยโฟโตรีดักชัน	61-130 nm.	sphere	2005
9. Amit Sinha และคณะ	การเตรียมผงเงินด้วยวิธีกลีเซอรอล	1.5-11 μm .	Cubic และ hexagonal	2005
10. Sang Hoon Lee และคณะ	การเตรียมผงเงินระดับนาโนเมตรด้วยวิธี thermal plasma	< 100 nm.	sphere	2006

11. นายกิตติพร วงศ์สุวรรณ	การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงิน โดยเทคนิคโซล-เจล	6-300 μm .	ปะการัง	2007
12. นายโกเมน หมายมัน	การเตรียมผงเงินจากการรีดิวซ์ด้วย กลีเซอรอล	0.5 - 5 μm .	polyhedron	2007



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการผลิตผงเงิน

- 3.1.1.1 เม็ดเงิน ความบริสุทธิ์ 99.98%
- 3.1.1.2 กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ความเข้มข้น 99.08% (AR grade, MERCK)
- 3.1.1.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) (AR grade, MERCK)
- 3.1.1.4 เอธิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5OH) (Absolute, CARLO ERBA)
- 3.1.1.5 กลีเซอรอล ($C_3H_8O_3$) (AR grade, CARLO ERBA)
- 3.1.1.6 น้ำกลั่น

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.2.1 เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 3.1.2.2 Magnetic stirrer
- 3.1.2.3 อุปกรณ์ให้ความร้อน (Hot plate, WisStir model : MSH-20D)
- 3.1.2.4 บีกเกอร์ (ขนาด 100, 200, 800 และ 1,000 ml.)
- 3.1.2.5 กระจกทรง
- 3.1.2.6 เทอร์โมมิเตอร์ (200 °C)
- 3.1.2.7 แท่งแก้ว
- 3.1.2.8 เครื่องบด (Ball mill, Seiwa Giken model : RM-05)

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

- 3.1.3.1 เครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน(X-ray Diffractometers: XRD) (Philips Diffractometer Model: PW1710)
- 3.1.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM, JEOL model: JSM-6400)

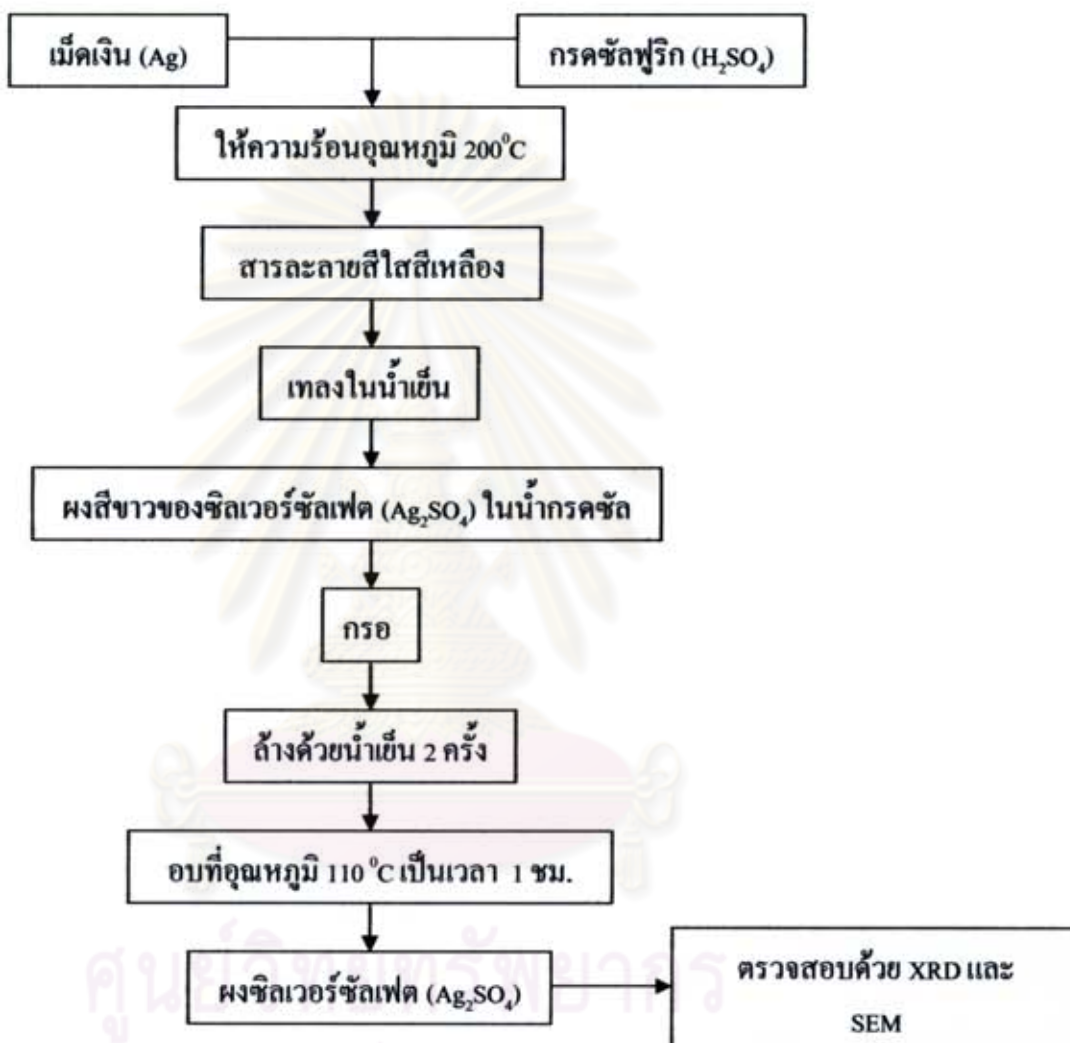
3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การเตรียมซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4)

- 3.2.1.1 นำเม็ดเงินใส่ในกรดซัลฟูริกและให้ความร้อน(200°C) โดยคำนวณปริมาณสัดส่วนของเม็ดเงินและกรดซัลฟูริก

3.2.1.2 ร่อนเม็ดเงินไม่ละลายอีก นำสารละลายที่ได้เทลงในน้ำกลั่นเย็นที่มีอุณหภูมิประมาณ 10°C และนำไปกรองจะได้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตสีขาว

3.2.1.3 ทำความสะอาดผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้ด้วยการล้างในน้ำกลั่นเย็น 2 ครั้ง แล้วนำไปอบด้วยอุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผงซิลเวอร์ซัลเฟต ขั้นตอนการผลิตผงซิลเวอร์ซัลเฟตแสดงไว้ในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนเตรียมซิลเวอร์ซัลเฟต

ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผลิตได้จากการเตรียมในขั้นตอนที่ 3.2.1 จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 5.03 ไมครอนและจะเรียกว่าผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)

3.2.2 การเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)

3.2.2.1 เตรียมผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

3.2.2.1.1 นำซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)10 กรัมผสมกลีเซอรอล 100 ml ให้ อุณหภูมิที่ 100 125 และ150^oC นานเป็นเวลา 2 ชม.และนำมากรอง นำผงที่ได้จากการ กรองมาล้างด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง อบด้วยอุณหภูมิ 110^oC เป็นเวลา 1 ชม.

3.2.2.1.2 นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 3.2.2.1.1 ไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ รูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

3.2.2.2 เตรียมผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสม โซเดียมไฮดรอกไซด์

3.2.2.2.1 นำผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ใส่ลงในกลีเซอรอลที่ผสมด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีสัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1:2 ให้อุณหภูมิที่ 30 50 100 และ150^oC นำมากรองและนำผงที่ได้มาล้างด้วยเอทิล แอลกอฮอล์ 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง อบด้วยอุณหภูมิ 110^oC เป็นเวลา 1 ชม.

3.2.2.2.2 นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 3.2.2.2.1 ไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ รูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

3.2.3 การเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)

3.2.3.1 เตรียมผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)

3.2.3.1.1นำผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ในหัวข้อ 3.2.1 ปริมาณ 200 กรัมผสม เอทิลแอลกอฮอล์บดด้วยเครื่อง Ball mill ยี่ห้อ Seiwa Giken model : RM-05 เป็นเวลา 25 ชม. กรองแยกซิลเวอร์ซัลเฟตและอบที่อุณหภูมิ 80^oC เป็นเวลา 1 ชม.

3.2.3.2 เตรียมผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

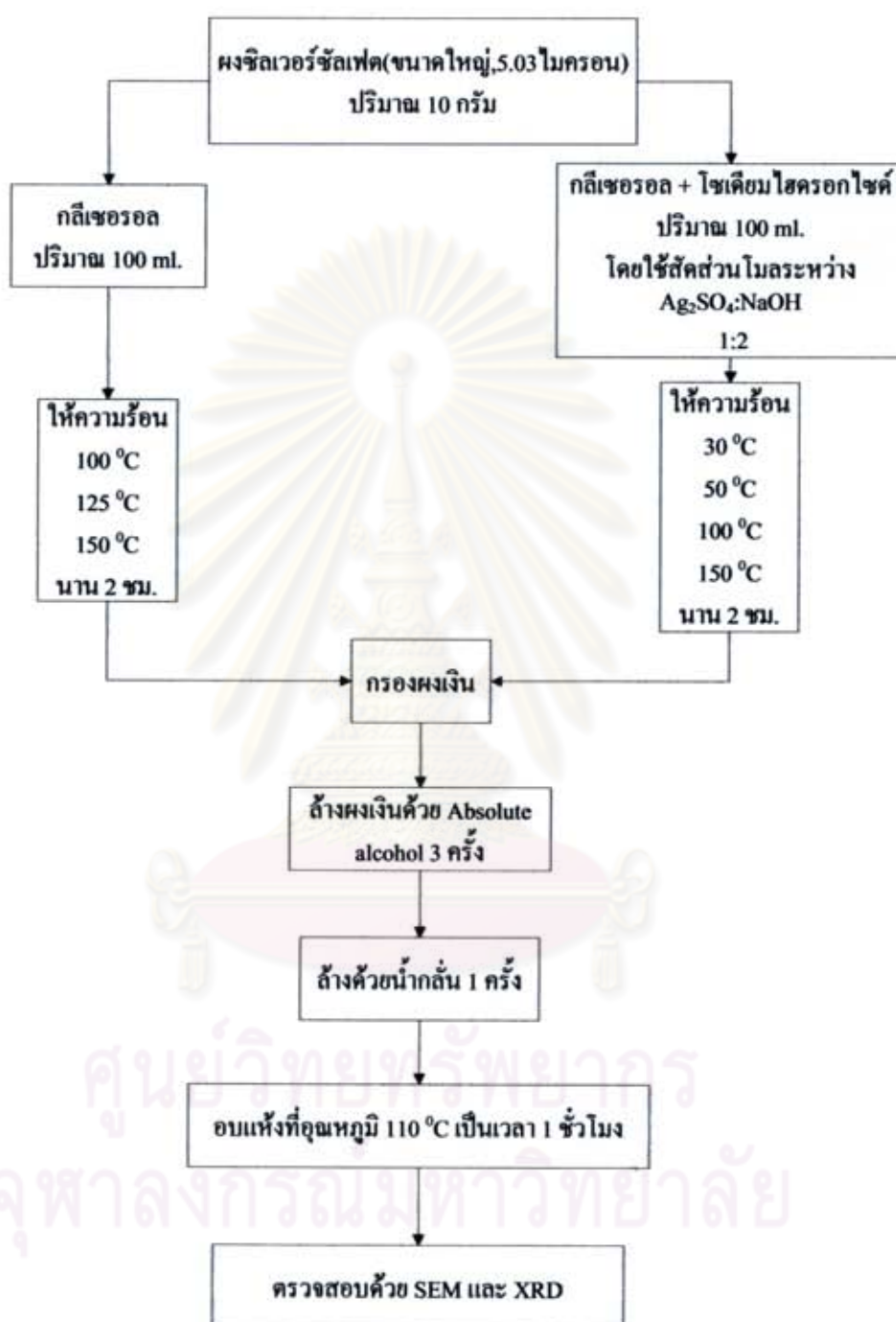
3.2.3.2.1 นำผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก) 10 กรัมผสมกลีเซอรอล 100 ml. ให้ อุณหภูมิที่ 100 125 และ150^oC เป็นเวลา 2 ชม. และนำมากรอง นำผงมาล้างด้วยเอทิล แอลกอฮอล์ 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง อบด้วยอุณหภูมิ 110^oC เป็นเวลา 1 ชม.

3.2.3.2.2 นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 3.2.3.2.1 ไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ รูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

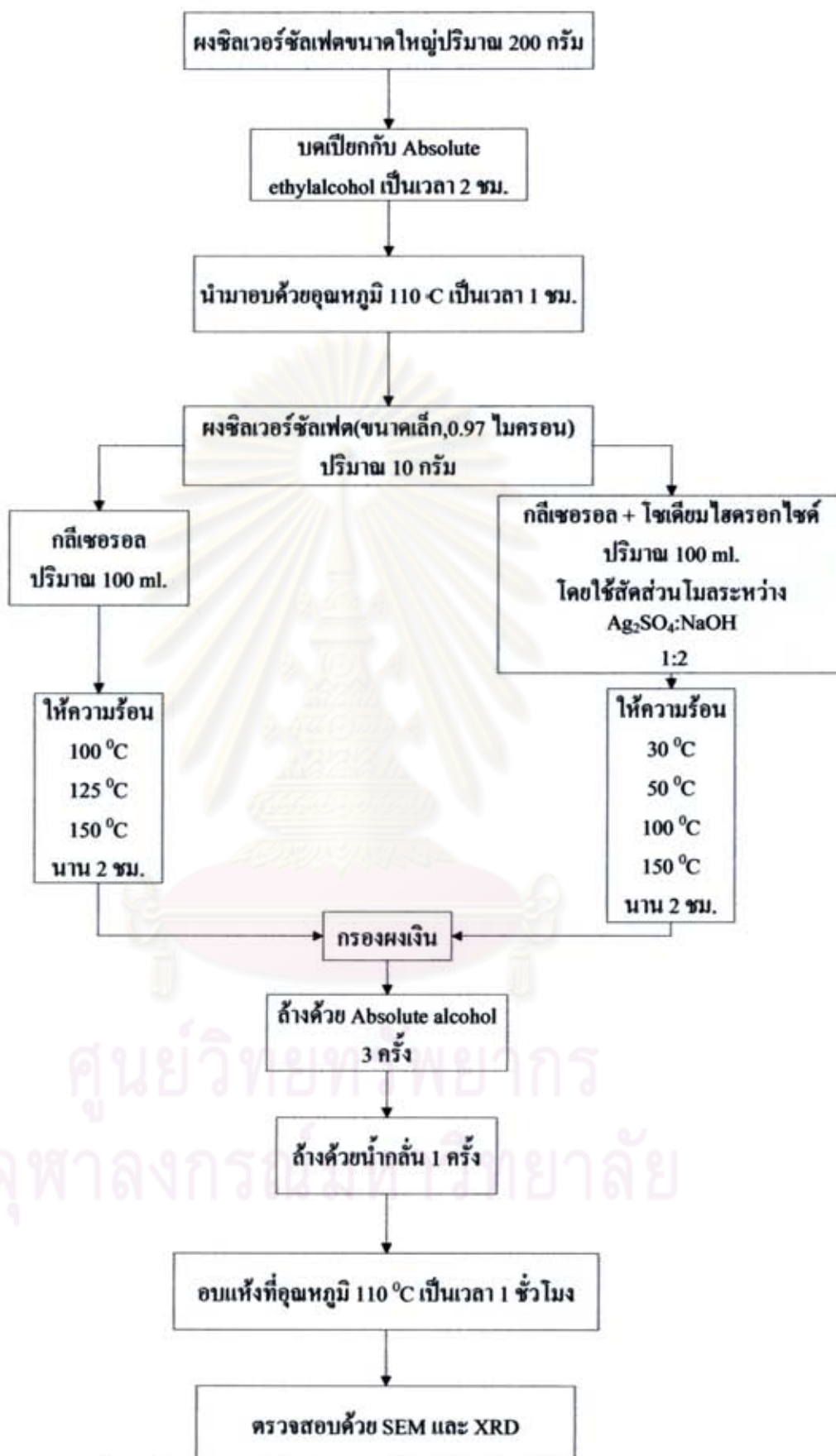
3.2.3.3 เตรียมผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

3.2.3.3.1 นำผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ใส่ลงในกลีเซอรอลที่ผสมด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีสัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1:2 ให้อุณหภูมิที่ 30 50 100 และ150^oC นำมากรองและนำผงที่ได้มาล้างด้วยเอทิล แอลกอฮอล์ 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง อบด้วยอุณหภูมิ 110^oC เป็นเวลา 1 ชม.

3.2.3.3.2 นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 3.2.3.3.1 ไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกาว (SEM)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์คลอไรด์(ขนาดใหญ่)



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมผงเงินจากผงซิลเวอร์คลอไรด์(ขนาดเล็ก)

3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.3.1 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

คำนวณหาปริมาณเงินคืดเป็นเปอร์เซ็นต์เงินโดยการละลายผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ซึ่งจะคำนวณตามสมการที่ 3.1

$$\text{ปริมาณเงิน(\%)} = (M_{\text{after}} / M_{\text{before}}) \times 100 \quad (3.1)$$

M_{before} = น้ำหนักผงที่ผ่านการรีดิวซ์ก่อนละลาย

M_{after} = น้ำหนักผงที่ผ่านการรีดิวซ์หลังละลาย

3.3.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

3.3.2.1 เครื่อง X-ray diffractometer (Philips Diffractometer Model: PW1710) เพื่อวิเคราะห์สารประกอบของผงเงินโดยอาศัยหลักการแทรกสอด (Diffraction) ของรังสีเอกซ์ที่กระทบกับหน้าผลึกของวัสดุด้วยมุมต่าง ๆ กัน และเทียบผลวิเคราะห์ กับข้อมูลของสารมาตรฐานเพื่อแยกชนิดของสารที่ทดสอบสามารถให้ตรวจหาองค์ประกอบของวัสดุที่อยู่ในรูปของแข็งทั้งที่เป็นชิ้นตัวอย่าง และที่อยู่ในสภาพผง โดยใช้อัตราเคลื่อนของ stage เท่ากับ 1 องศาต่อนาที จากมุม 5-80 องศา ซึ่งในการคำนวณจะใช้สมการ Bragg's law

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.2)$$

โดยกำหนดให้ n คือ จำนวนเต็ม เช่น 1,2,3...

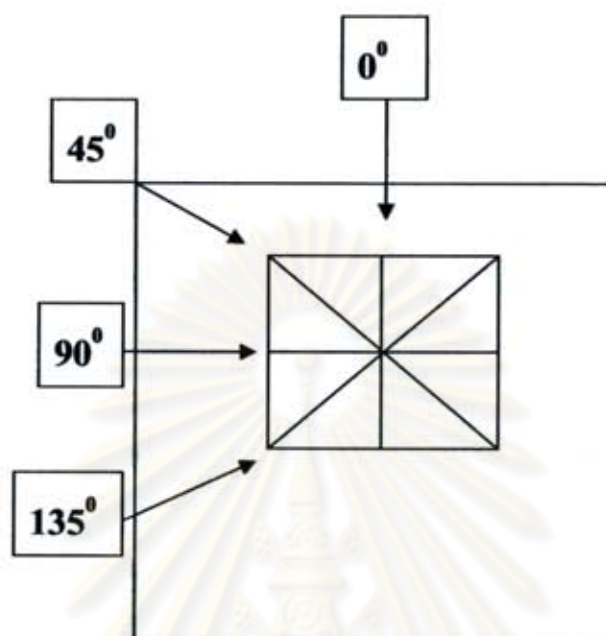
λ คือ ความยาวคลื่น

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

θ คือ มุมตกกระทบของแสง

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer เพื่อหาระนาบที่ต่างกันของสารตั้งต้นได้ ทำการวิเคราะห์ชิ้นงานในทิศทางที่ต่างกัน โดยจะตั้งชิ้นงานในทิศทาง 0° 45° 90° และ 135° (รูปที่

3.4) เพื่อให้ผลที่นำเชือถือที่ไม่ขึ้นกับทิศทางของชั้น หลังจากนั้นนำผลทั้ง 4 ทิศทางนำมาหาค่าเฉลี่ย และเปรียบเทียบกัน



รูปที่ 3.4 ทิศทางชั้นงานที่วางเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

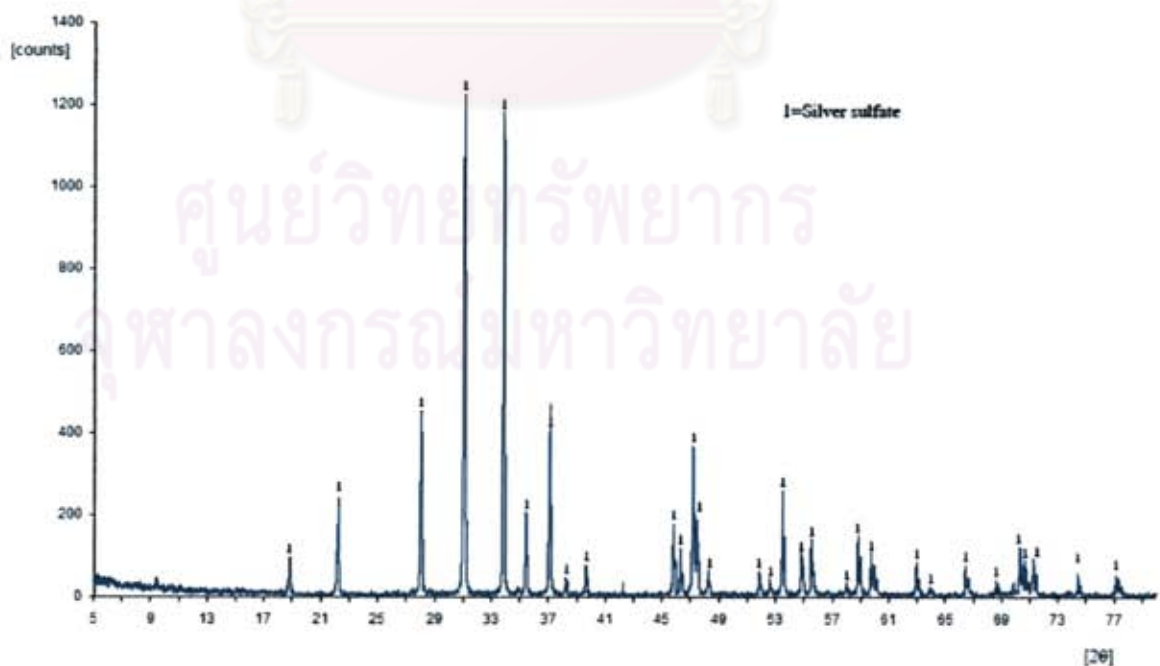
3.3.2.2 เครื่อง Scanning electron microscope เพื่อวิเคราะห์รูปร่างของผงเงิน อาศัย หลักการกวาดของลำอิเล็กตรอนไปบนผิววัสดุแทนการใช้แสงธรรมดาซึ่งจะทำให้มีกำลังขยายสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ธรรมดา โดยสามารถขยายภาพได้มากกว่า 1,000 เท่า จนถึงระดับ 100,000 เท่าขึ้นไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

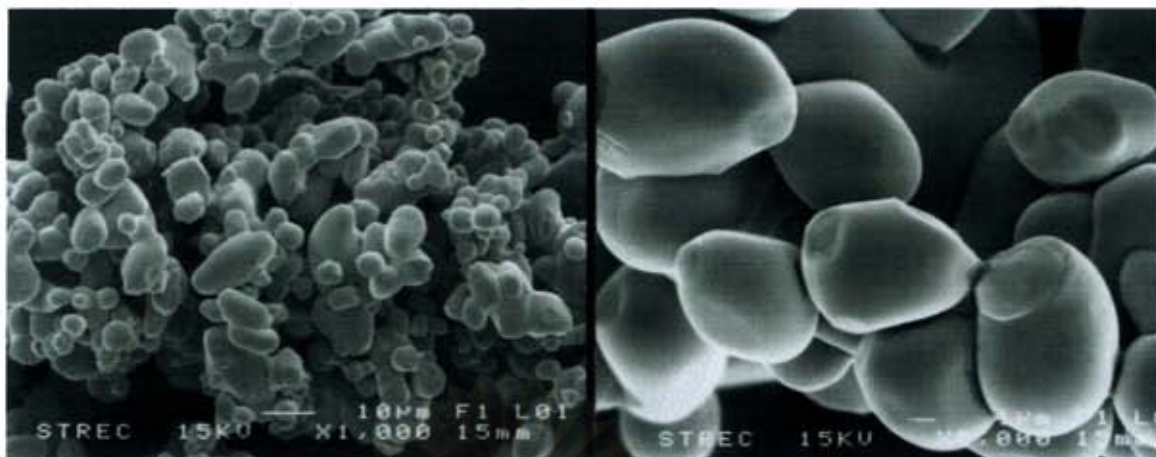
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล และอภิปรายผล

4.1 ขนาดสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต

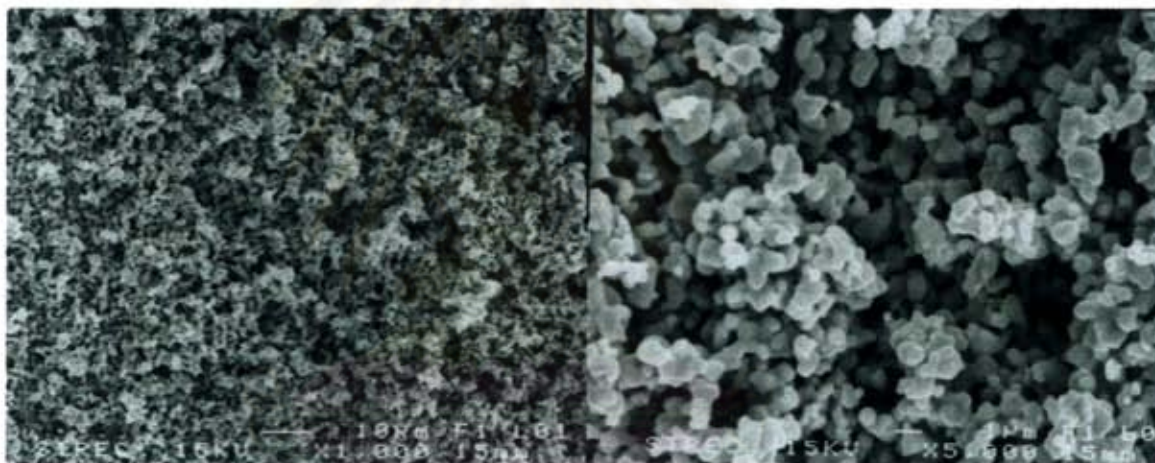
จากการผลิตซิลเวอร์ซัลเฟตโดยการใช้เม็ดเงินละลายด้วยกรดซัลฟิวริกและให้อุณหภูมิ 100 °C แล้วนำสารละลายที่ได้เทลงในน้ำเย็น หลังจากนั้นนำไปกรองจะได้ผงสีขาว ซึ่งเมื่อได้ตรวจสอบผงด้วยเครื่อง X-ray diffraction ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งหมด รูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) ที่เตรียมได้มีลักษณะคล้ายทรงกลมและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 5.03 ไมครอน แต่เมื่อนำซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผลิตได้นำมาทำการทดลองโดยการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลหรือกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์จะพบว่าซิลเวอร์ซัลเฟตไม่สามารถรีดิวซ์ได้หมด ดังนั้นจึงมีแนวคิดที่จะลดขนาดสารตั้งต้นลงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ทำให้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่ทำการทดลองกลายเป็นเงินทั้งหมด จึงได้นำซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)บดเปียกด้วยเครื่องบด (Ball mill model RM-05) เป็นเวลา 25 ชม. ซึ่งขนาดเฉลี่ยจะลดลงเหลือ 0.97 ไมครอน เมื่อคำนวณปริมาณโดยสมมติให้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นทรงกลมจะพบว่าขนาดของซิลเวอร์ซัลเฟตลดลงจากเดิมถึง 99.3 % ดังรูปที่ 4.3 และพบว่าเมื่อใช้เวลาดบเพิ่มขึ้นขนาดจะลดลง โดยจะสอดคล้องกับงานวิจัยของนายกิตติพร วงศ์สุวรรณ งานวิจัยเรื่อง การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโซล-เจล[36]



รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต



รูปที่ 4.2 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต (ผงขนาดใหญ่) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 5.03 ไมครอน

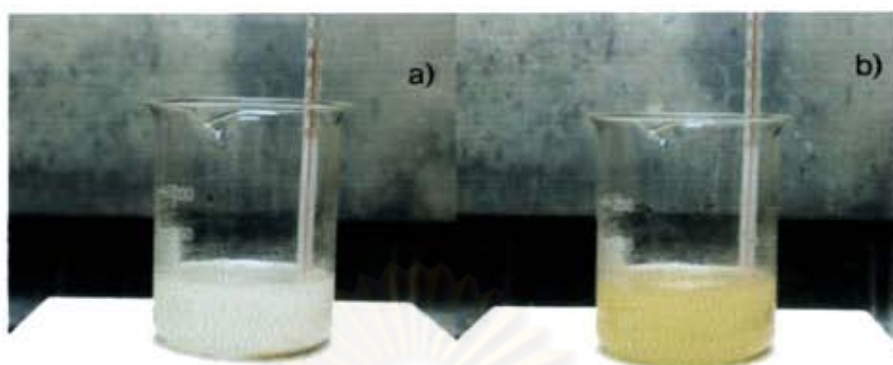


รูปที่ 4.3 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต (ผงขนาดเล็ก) ที่ผ่านการบด 25 ชม. ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 0.97 ไมครอน

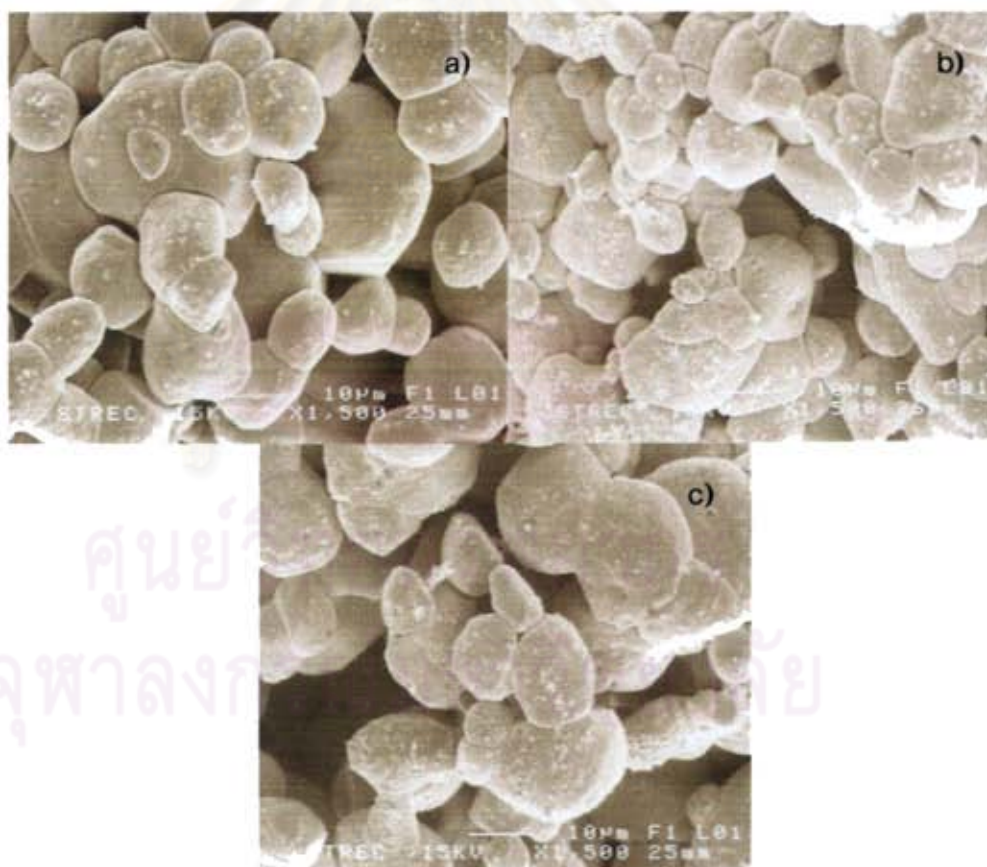
4.2 ผลของปริมาณกลีเซอรอลในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต

จากการทดลองโดยการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลอย่างเดียว โดยปราศจากการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะพบว่าเมื่ออุณหภูมิถึง 80-90 °C ซิลเวอร์ซัลเฟตจะเริ่มถูกรีดิวซ์ซึ่งจะสังเกตได้จากการเริ่มเปลี่ยนสีของกลีเซอรอลจากสีใสเป็นสีเหลือง ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.4 และได้มีการปรับปริมาณกลีเซอรอลจาก 25 ml. เป็น 50 ml. และ 100 ml. จะพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลขึ้นทำให้บริเวณผิวของผงซิลเวอร์ซัลเฟตกลายเป็นเงินมากขึ้นแต่ไม่ชัดเจนเท่าไรนัก ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.5 เนื่องจากการเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลทำให้มีพื้นที่ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามปริมาณของกลีเซอรอลขึ้นมากกว่า 100 ml. ส่งผลให้การกวนทำได้

ยากขึ้นเพราะปริมาณกลีเซอรอลเพิ่มเครื่องกวนกวนด้วยความเร็วรอบต่ำลง ดังนั้นในการทดลองต่อไปจึงได้มีการกำหนดปริมาณกลีเซอรอลไว้คงที่ที่ 100 ml.



รูปที่ 4.4 สีของซิลเวอร์ซัลเฟตที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลขณะที่ปฏิกิริยา โดย a) สีใสตอนเริ่มต้นที่อุณหภูมิห้อง b) สีเหลืองเมื่อเริ่มปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80-90 °C

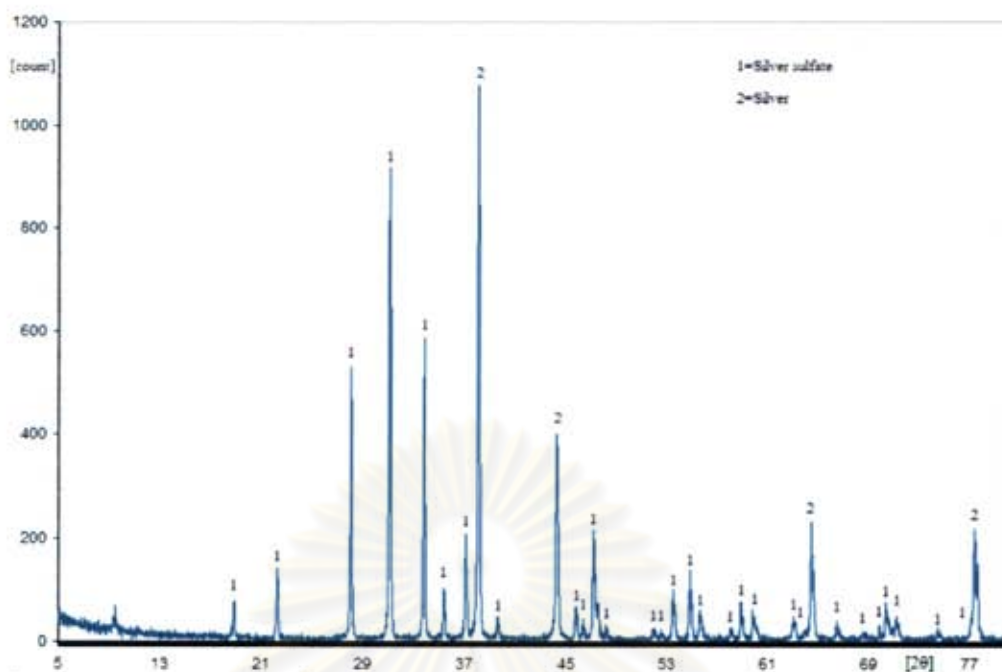


รูปที่ 4.5 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 2 ชม. ในปริมาณกลีเซอรอลต่างๆ a) 25 ml. b) 50 ml. c) 100 ml.

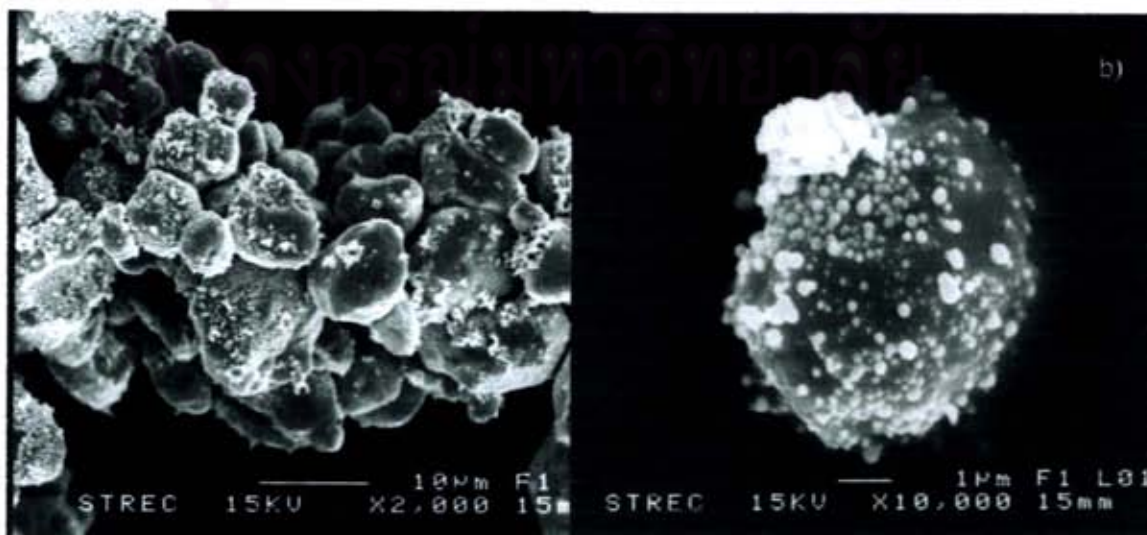
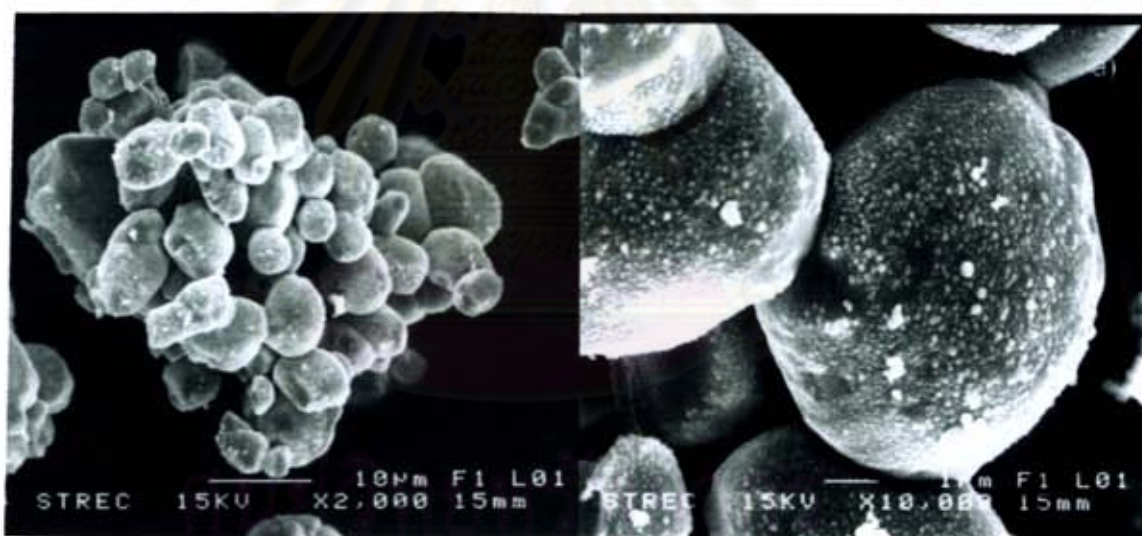
4.3 คุณลักษณะและปริมาณของผงเงินที่ผ่านการรีดิวซ์

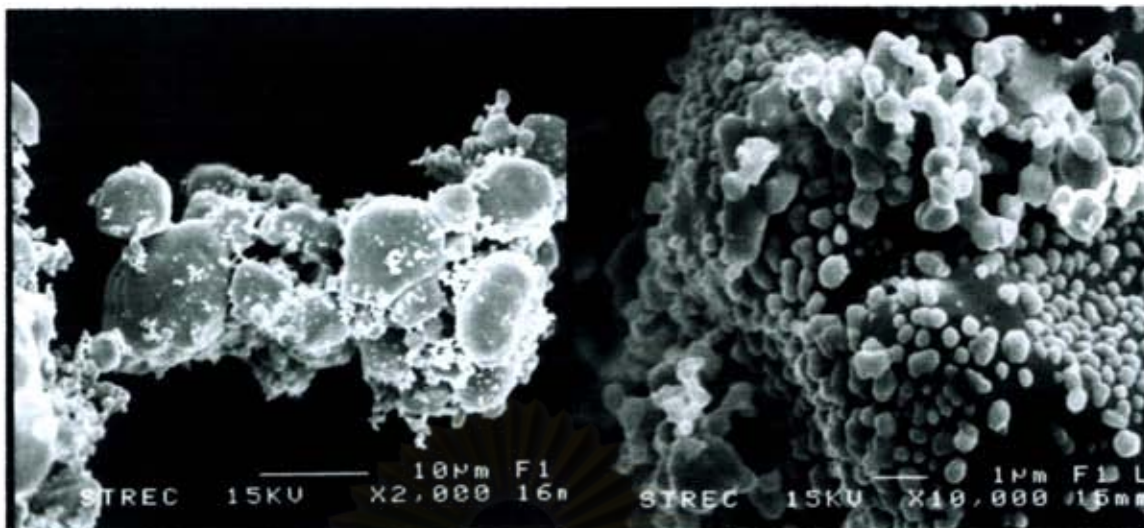
4.3.1 ผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)

เมื่อทดลองรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ด้วยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิต่างๆกัน โดยกำหนดและควบคุมปริมาณกลีเซอรอลไว้ที่ 100 ml. เวลาในการทำปฏิกิริยานาน 2 ชั่วโมงและความเร็วรอบในการกวนให้คงที่ที่ 500 รอบ/นาที พบว่าซิลเวอร์ซัลเฟตถูกรีดิวซ์บางส่วนไม่ได้กลายเป็นเงินทั้งหมดแต่ยังคงเหลือซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่ โดยพิสูจน์ได้จากการนำผงที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลที่ได้ยังคงพบพีคของซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่และพบว่ามีเงินเกิดขึ้นจริง ซึ่งแสดงว่าเวลาในการทำปฏิกิริยานาน 2 ชั่วโมงยังไม่สามารถรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นเงินได้สมบูรณ์ แต่จากรูป 4.7 (a) แสดงให้เห็นว่าการเกิดปฏิกิริยา เริ่มต้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตที่สัมผัสกับกลีเซอรอลโดยเกิดนิวเคลียสของผลึกเงินเล็กๆทั่วบริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต การเกิดปรากฏการณ์ในลักษณะนี้อธิบายได้จากความสามารถในการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตในกลีเซอรอลละลายได้เพียงเล็กน้อยทำให้การทำปฏิกิริยาจึงเกิดแค่ที่ผิวเท่านั้นและที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดปฏิกิริยาได้ยากขึ้น ดังนั้นการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลยังทำให้เกิดเงินแค่เพียงบริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต ในการทดลองนี้ได้มีการเพิ่มอุณหภูมิเพื่อให้มีการรีดิวซ์ของซิลเวอร์ซัลเฟตมากขึ้น โดยได้ทดลองที่อุณหภูมิ 100,125 และ 150 °C นาน 2 ชม. เท่าเดิม จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้สูงขึ้นอนุภาคเงินที่เกิดบนผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตจะมีปริมาณมากขึ้น และขนาดของเม็ดเงินที่เกาะบนผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตใหญ่ขึ้นด้วย ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.7 a), b) และ c) โดยขนาดของเม็ดเงินที่วัดได้จากรูปจำนวน 250 ค่า จะพบว่ามีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.07,0.25 และ 0.51 ไมครอน ตามลำดับ นอกจากนี้ได้มีการตรวจสอบปริมาณเงินโดยการนำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิต่างๆ มาละลายเอาซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือออกด้วยแอมโมเนีย ซึ่งจะพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงขึ้นทำให้ปริมาณของเงินที่ได้เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ดังจะเห็นได้ในตารางที่ 4.1 โดยที่อุณหภูมิ 100,125 และ 150 °C จะมีปริมาณเงินเท่ากับ 1.0,3.5 และ 42.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งจะสอดคล้องกับที่เห็นในภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 4.7 a), b) และ c)



รูปที่ 4.6 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลไฟด์ที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm.

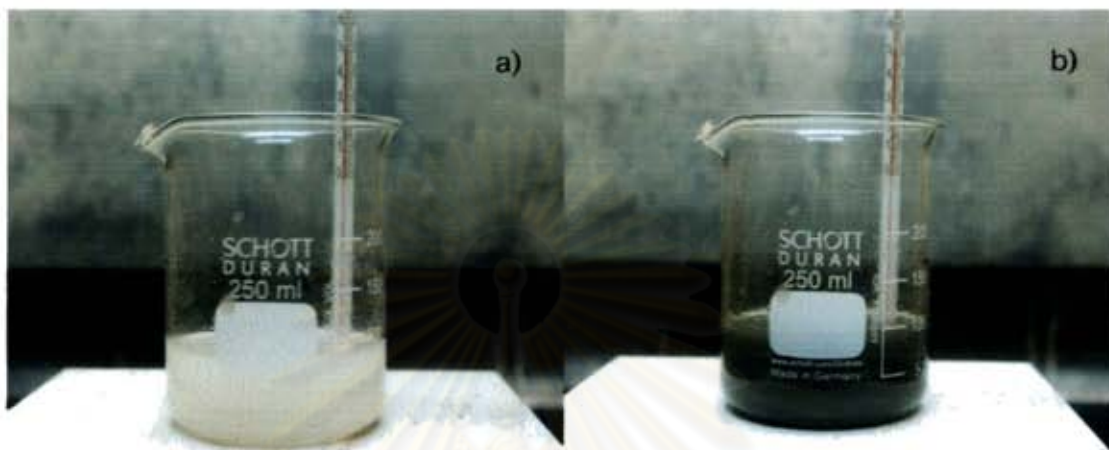




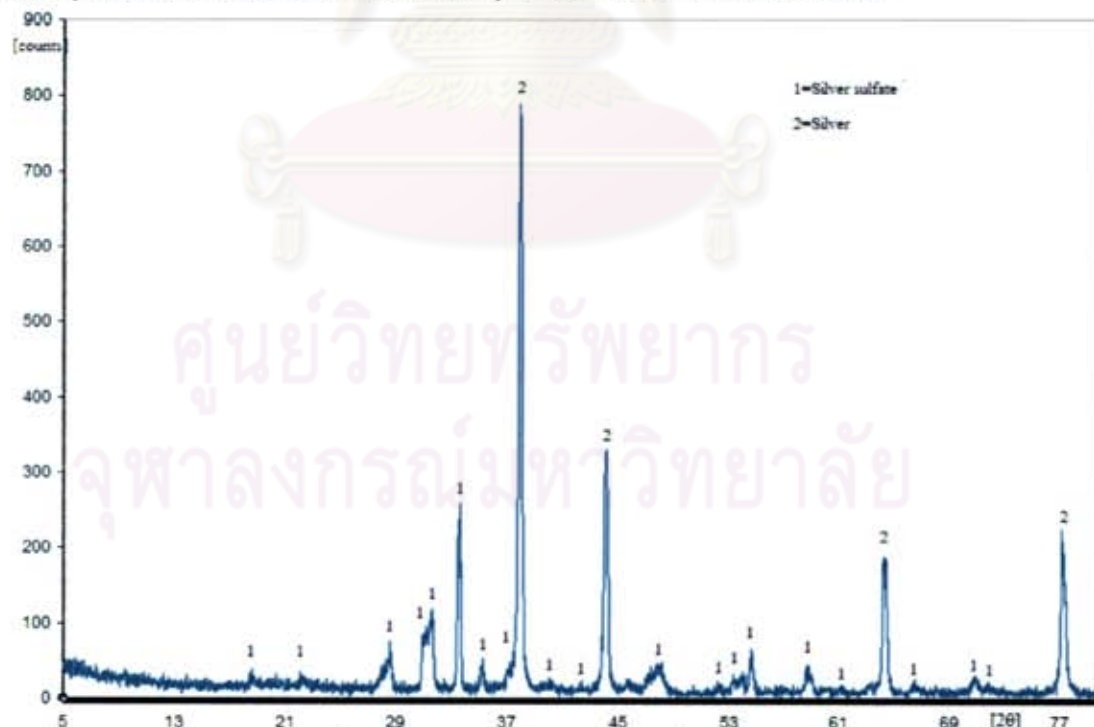
รูปที่ 4.7 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C

แต่เนื่องจากปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิต่างๆ มีปริมาณน้อยและต้องใช้อุณหภูมิทำปฏิกิริยาสูงและเวลานาน ดังนั้นจึงทำการวิจัยโดยการนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ [22] มาผสมในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตต่อไป เพื่อช่วยให้การรีดิวซ์มีประสิทธิภาพสูงขึ้นส่งผลให้ได้ปริมาณเงินมากขึ้น การทดลองซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยมีการควบคุมปริมาณกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ซัลเฟต เวลาและความเร็วรอบในการกวนให้คงที่ไว้ที่ 100 ml:2 mol:1 mol, 2 hr. และ 500 rpm. ตามลำดับ จากการทดลองจะพบว่าเมื่อใส่ซิลเวอร์ซัลเฟตเข้าไปในกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์จะเกิดปฏิกิริยาทันทีดังจะเห็นได้ในรูปที่ 4.8 อย่างไรก็ตามแม้ว่าจะเกิดการทำปฏิกิริยารุนแรงขึ้นเมื่อเทียบกับการทดลองที่ไม่ได้ใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ แต่ซิลเวอร์ซัลเฟตไม่ได้กลายเป็นเงินทั้งหมดและยังคงเหลือซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่ โดยพิสูจน์ได้จากกราฟ XRD (รูปที่ 4.9) ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ทำปฏิกิริยาที่ 150 °C นาน 2 ชม. อัตราการกวน 500 รอบต่อนาที ยังคงมีพีคของซิลเวอร์ซัลเฟตเหลืออยู่ รูปที่ 4.10 แสดงปฏิกิริยารีดักชันของซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์เกิดขึ้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตจนได้อนุภาคเงินขึ้นและ เมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นจะพบว่าการรีดิวซ์จะค่อยๆ เข้าไปด้านในของเม็ดซิลเวอร์ซัลเฟตเรื่อยๆ จนได้ผนังเปลือกเงินที่มีลักษณะประก้าง ดังแสดงไว้รูปที่ 4.11 ซึ่งเป็นการทดลองที่อุณหภูมิ 30, 50, 100 และ 150 °C ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้สูงขึ้นปริมาณของเงินที่เกิดจะมีปริมาณมากขึ้นและขนาดของกิ่งประก้างก็จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากเชื่อมต่อกันของกิ่งเล็ก ดังรูปที่ 4.11 a) b) c) และ d) โดยขนาดของกิ่งที่วัดได้จะพบว่ามีความเฉลี่ยเท่ากับ 0.09, 0.23, 0.64 และ

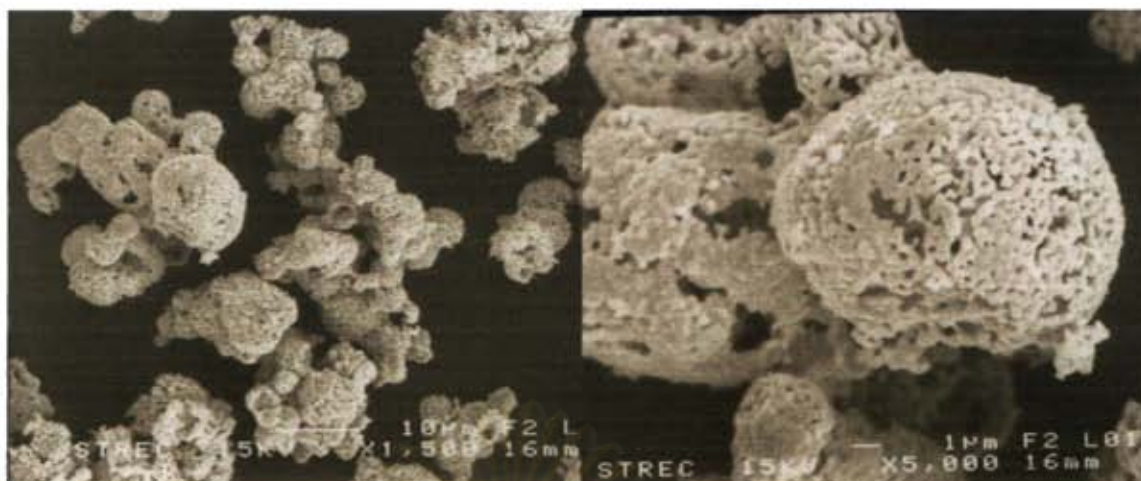
2.07 ไมครอน ตามลำดับ ส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินที่ได้จากการนำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ไปละลายเอซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงขึ้นทำให้ปริมาณของเงินเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งจะเห็นจากตารางที่ 4.1 จะพบว่าที่อุณหภูมิ 30,50,100 และ 150 °C จะมีปริมาณเงินเท่ากับ 45,79.5,81.0 และ 84.5 % ตามลำดับ



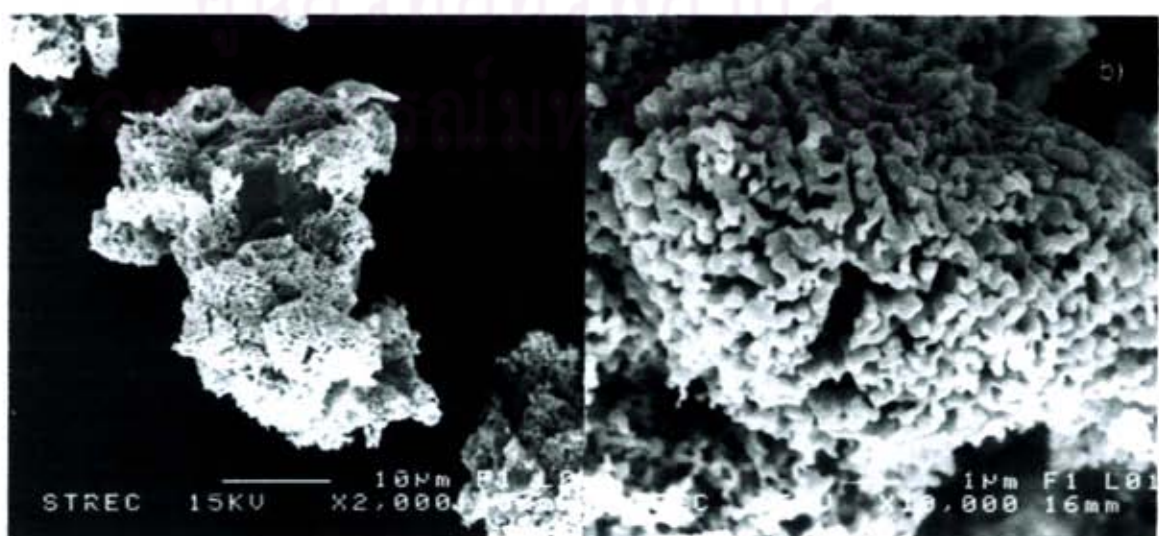
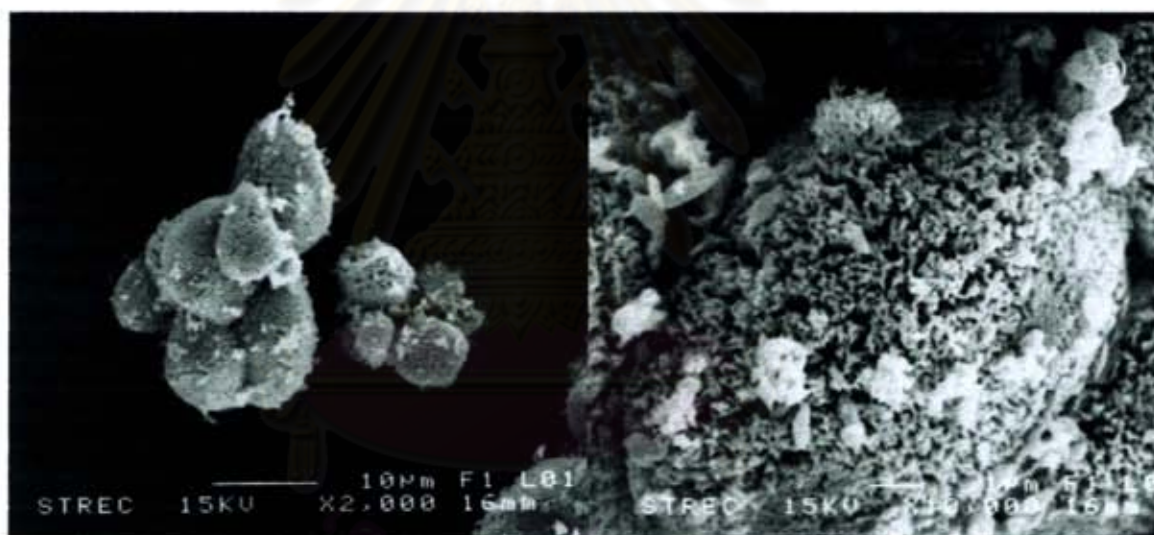
รูปที่ 4.8 สีของซิลเวอร์ซัลเฟต(10 กรัม)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์(100 ml.) โดยใช้สัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 2:1 ขณะที่ทำปฏิกิริยา โดย a) สีใสก่อนผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ b) สีดำหลังผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

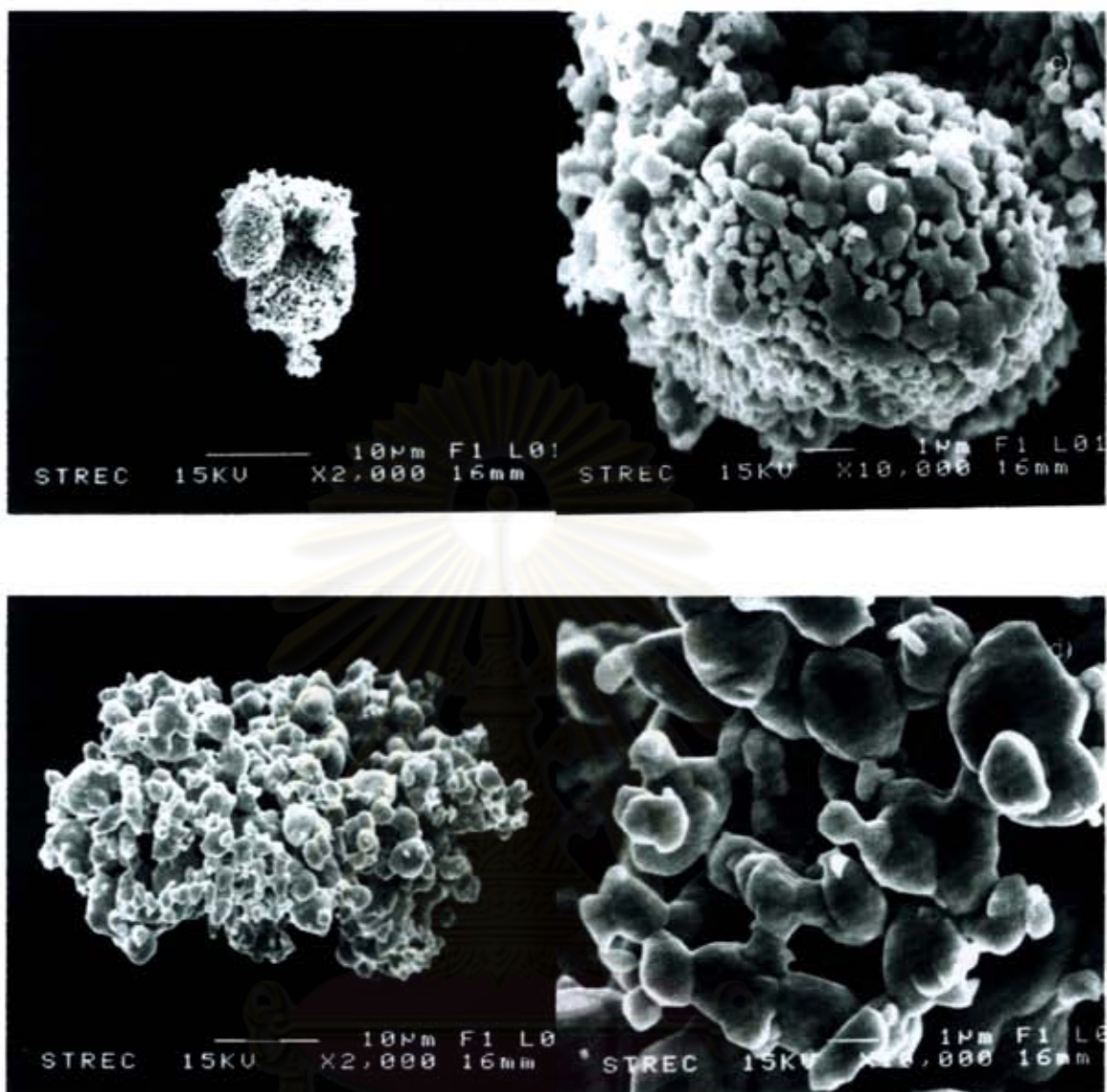


รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวาดที่ 500 รอบต่อนาที พบซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอยู่



รูปที่ 4.10 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงที่ผลิตจากใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่) วิดีวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องและเก็บผงทันที แล้วละลายซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือออกมีลักษณะเป็นเปลือกคล้ายปะการัง





รูปที่ 4.11 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินจากซิลเวอร์ซีลเฟต (ขนาดใหญ่) ผลิตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30°C b) 50°C c) 100°C และ d) 150°C

ตาราง 4.1 ปริมาณเงินที่ได้จากการทดลองในสภาวะต่างๆ

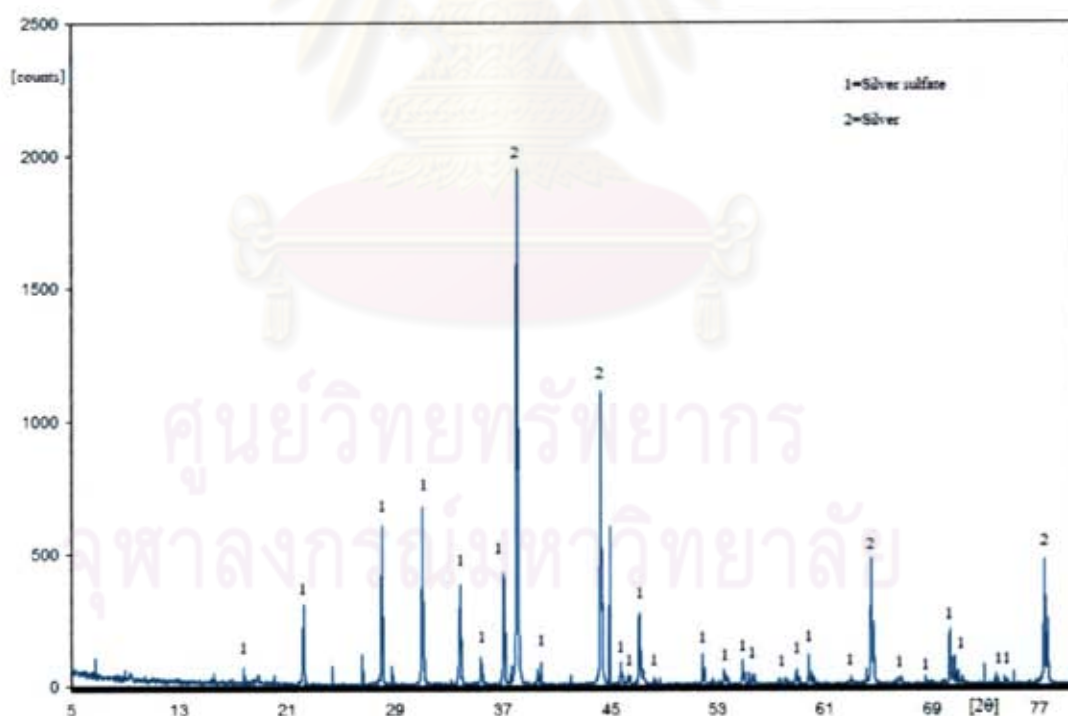
สารตั้งต้น	สภาวะที่ใช้ทำการทดลองรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล (เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชม.)	น้ำหนักผงเงินจากผงที่ทำกรรีดิวซ์ 1 กรัม(กรัม)	เปอร์เซ็นต์ผงเงินจากผงที่ทำกรรีดิวซ์ 1 กรัม (เปอร์เซ็นต์)
ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ไม่ได้ผ่านการบด (ผงขนาดใหญ่)	ใช้อุณหภูมิ 100 °C	0.01	1.0
	ใช้อุณหภูมิ 125 °C	0.035	3.5
	ใช้อุณหภูมิ 150 °C	0.420	42.0
ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ไม่ได้ผ่านการบด (ผงขนาดใหญ่)	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้อุณหภูมิ 30 °C	0.450	45
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้อุณหภูมิ 50 °C	0.795	79.5
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้อุณหภูมิ 100 °C	0.810	81.0
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้อุณหภูมิ 150 °C	0.845	84.5

จากการทดลองโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถสรุปได้ว่าปฏิกิริยาการรีดักชันเกิดได้รวดเร็วขึ้นเมื่อเทียบกับการไม่ใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณเงินเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น อุณหภูมิมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาอย่างเห็นได้ชัด

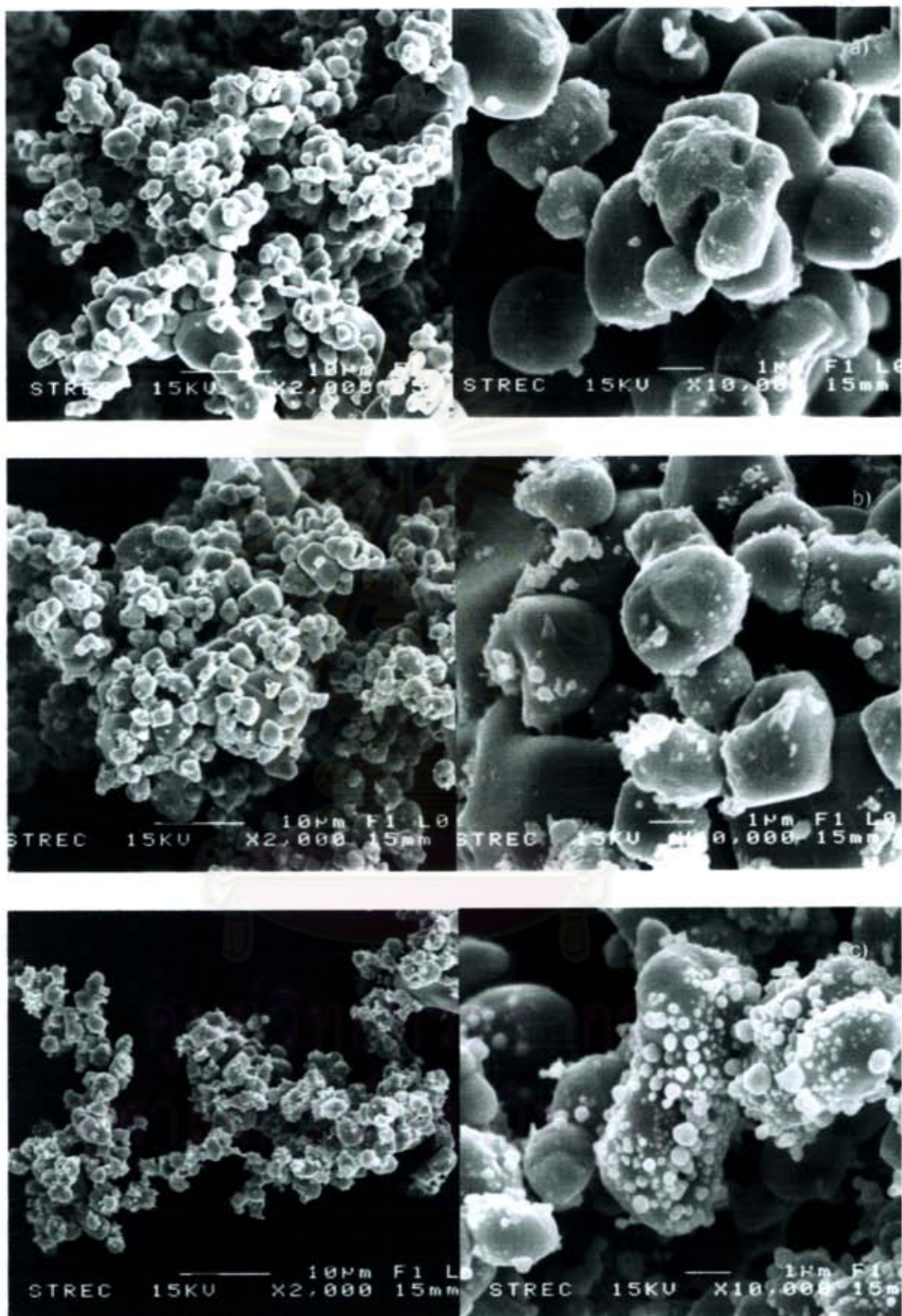
4.3.2 การรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)

จากการทดลองในหัวข้อที่ผ่านมาโดยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) ทั้งใส่และไม่ใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์โดยยังคงมีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลืออยู่ ดังนั้นเพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตถูกรีดิวซ์จนหมด จึงได้นำซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่ไปบดให้เล็กลง เพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการรีดิวซ์เพิ่มขึ้น ในการทดลองรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการบด(ขนาดเล็ก) จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 0.97 ไมครอน ซึ่งขนาดจะลดจากเดิมถึง 99.3 % จากขนาดเดิมนี่จะควบคุมตัวแปรเหมือนกับการทดลองรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่กล่าวคือการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ โดยควบคุมปริมาณกลีเซอรอล เวลาและความเร็วรอบในการกวนให้คงที่ไว้ที่ 100 ml, 2 hr. และ 500 rpm. ตามลำดับ อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.12 แม้ว่าจะลดขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตให้เหลือเพียง 0.97 ไมครอนจากก่อนบดขนาด 5.03 ไมครอน ก็ยังพบว่ากราฟ XRD ยังคงแสดงพีคของซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่และลักษณะการเกิดของเงินก็คล้ายกับการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต

(ขนาดใหญ่) โดยจะมีการเกิดที่ผิวของซิลเวอร์ซัลไฟด์เท่านั้น ดังดูได้จาก(รูปที่ 4.13) ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลไฟด์ที่ได้ปรับอุณหภูมิในช่วง 100-150 °C เพื่อให้มีการรีดิวซ์ของซิลเวอร์ซัลไฟด์มากขึ้น จากรูปที่ 4.13 a-c จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้สูงขึ้นปริมาณของเงินที่เกิดบนผิวของซิลเวอร์ซัลไฟด์จะมีปริมาณมากขึ้น และมีขนาดของเม็ดเงินที่เกาะบนผิวของซิลเวอร์ซัลไฟด์ใหญ่ขึ้น ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.13 a), b) และ c) โดยขนาดของเม็ดเงินที่วัดได้จากรูปจะพบว่ามีความใกล้เคียงเท่ากับ 0.06, 0.11 และ 0.34 ไมครอน ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างผงซิลเวอร์ซัลไฟด์(ขนาดใหญ่)กับผงซิลเวอร์ซัลไฟด์(ขนาดเล็ก)ที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียว พบว่าอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลไฟด์(ขนาดใหญ่)จะมีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลไฟด์(ขนาดเล็ก) ดังจะเห็นได้ในรูปที่ 4.14 ส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินที่ได้จากการนำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ไปละลายเอาซิลเวอร์ซัลไฟด์ออกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงขึ้นทำให้ปริมาณของเงินเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งจะเห็นจากตารางที่ 4.4 จะพบว่าที่อุณหภูมิ 100, 125, 150 °C จะมีปริมาณเงินเท่ากับ 1.0, 1.5 และ 29.5 % ตามลำดับ



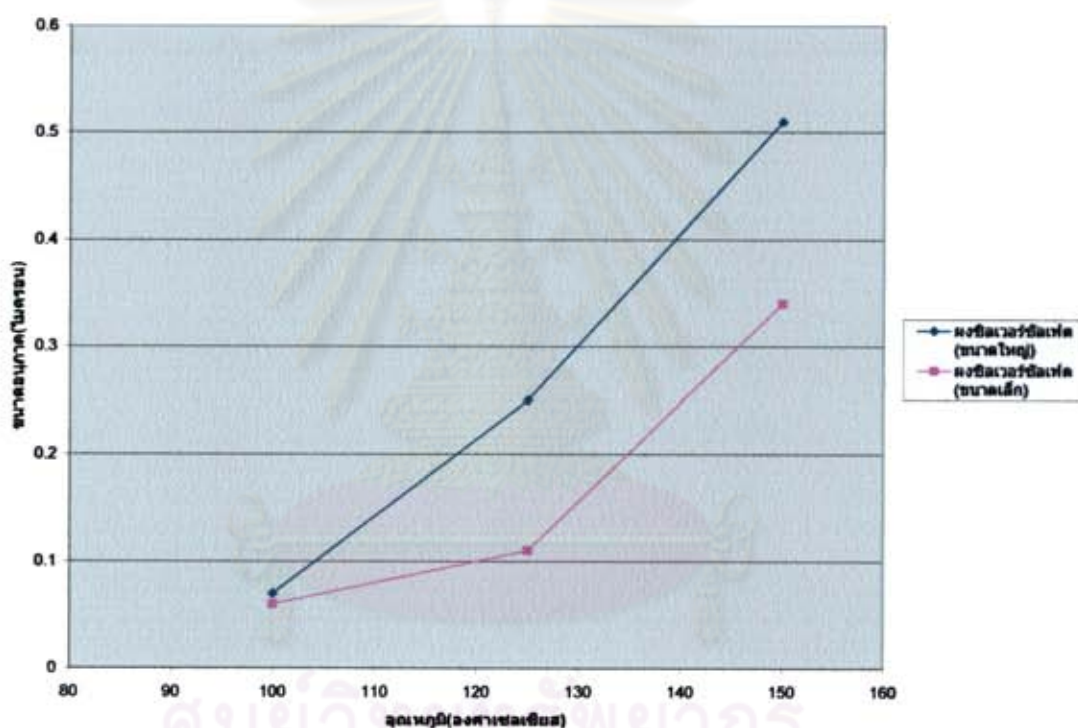
รูปที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลไฟด์ที่มีขนาดเล็กรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm.



รูปที่ 4.13 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของเมมที่ผลิตจากซิลเวอร์ซีลเฟต (ขนาดเล็ก) วิเคราะห์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวที่อุณหภูมิต่างๆ

ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)		ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)	
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)
100	0.07	100	0.06
125	0.25	125	0.11
150	0.51	150	0.34

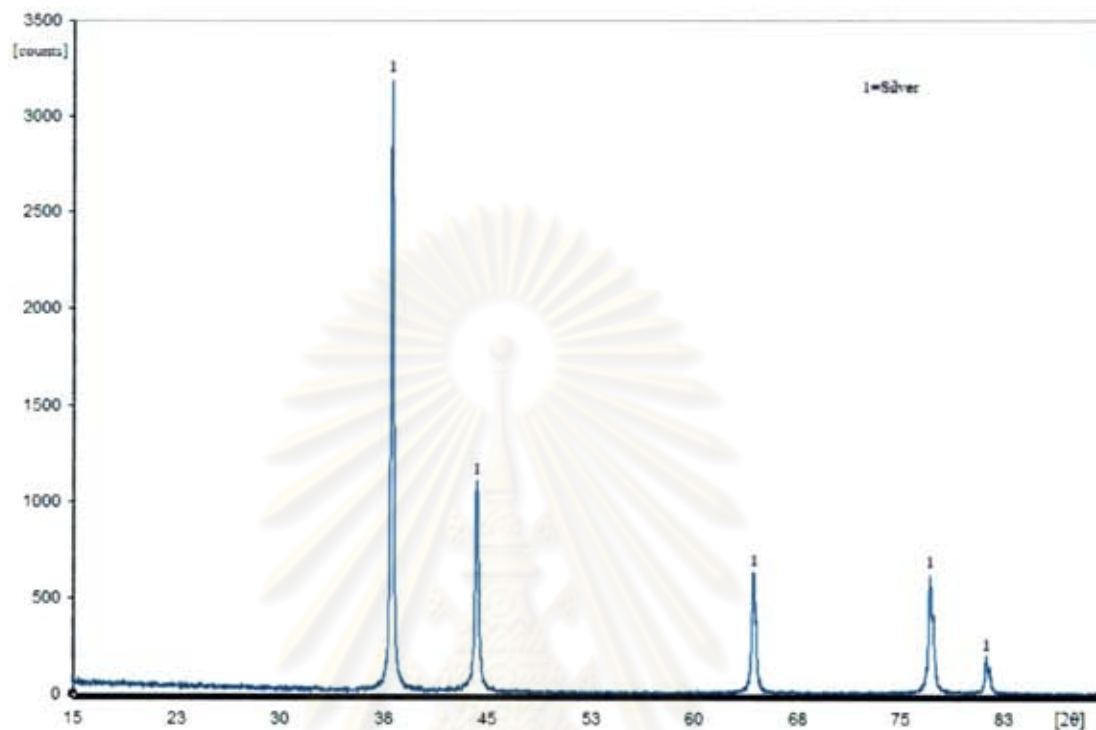


รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการรีดิวซ์กับขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียว

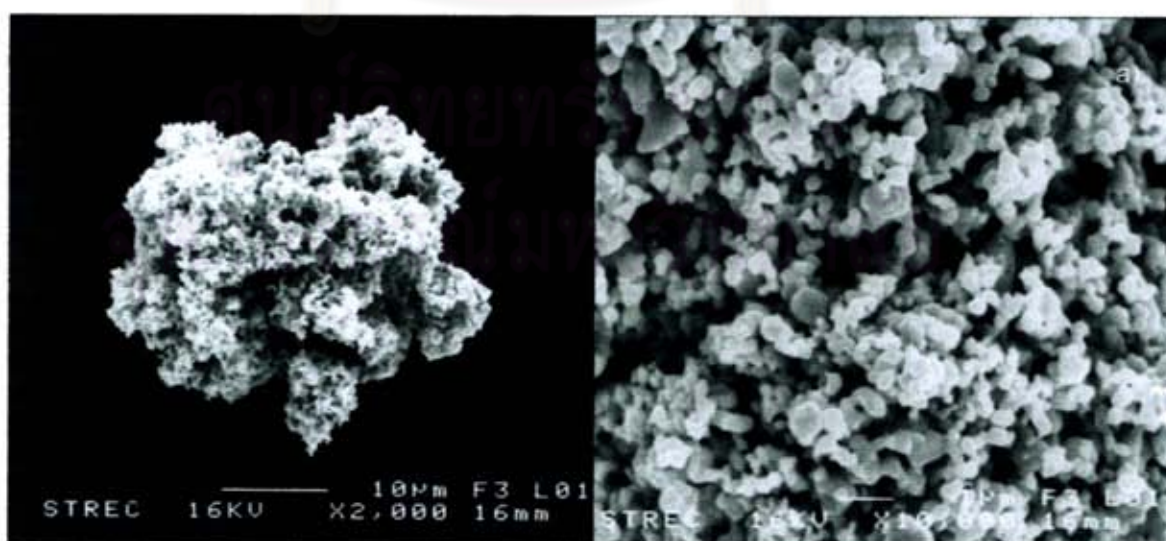
ผลการทดลองรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลอย่างเดียว พบว่ายังคงมีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลืออยู่และมีปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ในปริมาณน้อย ดังนั้นเพื่อช่วยให้การรีดิวซ์เพิ่มขึ้นจึงเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้าไปและยังควบคุมตัวแปรเหมือนกับการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) ในหัวข้อ 4.3.1 คือ โดยปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและควบคุมปริมาณกลีเซอรอล 100 ml. อัตราส่วนระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ซัลเฟตเท่ากับ 2:1 เวลา 2 ชม.และความเร็วรอบในการกวนให้คงที่ไว้ 500 rpm. ผลการทดลองจะพบว่ากรรรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ทำให้ซิลเวอร์ซัลเฟตกลายเป็นเงินหมดตั้งแต่

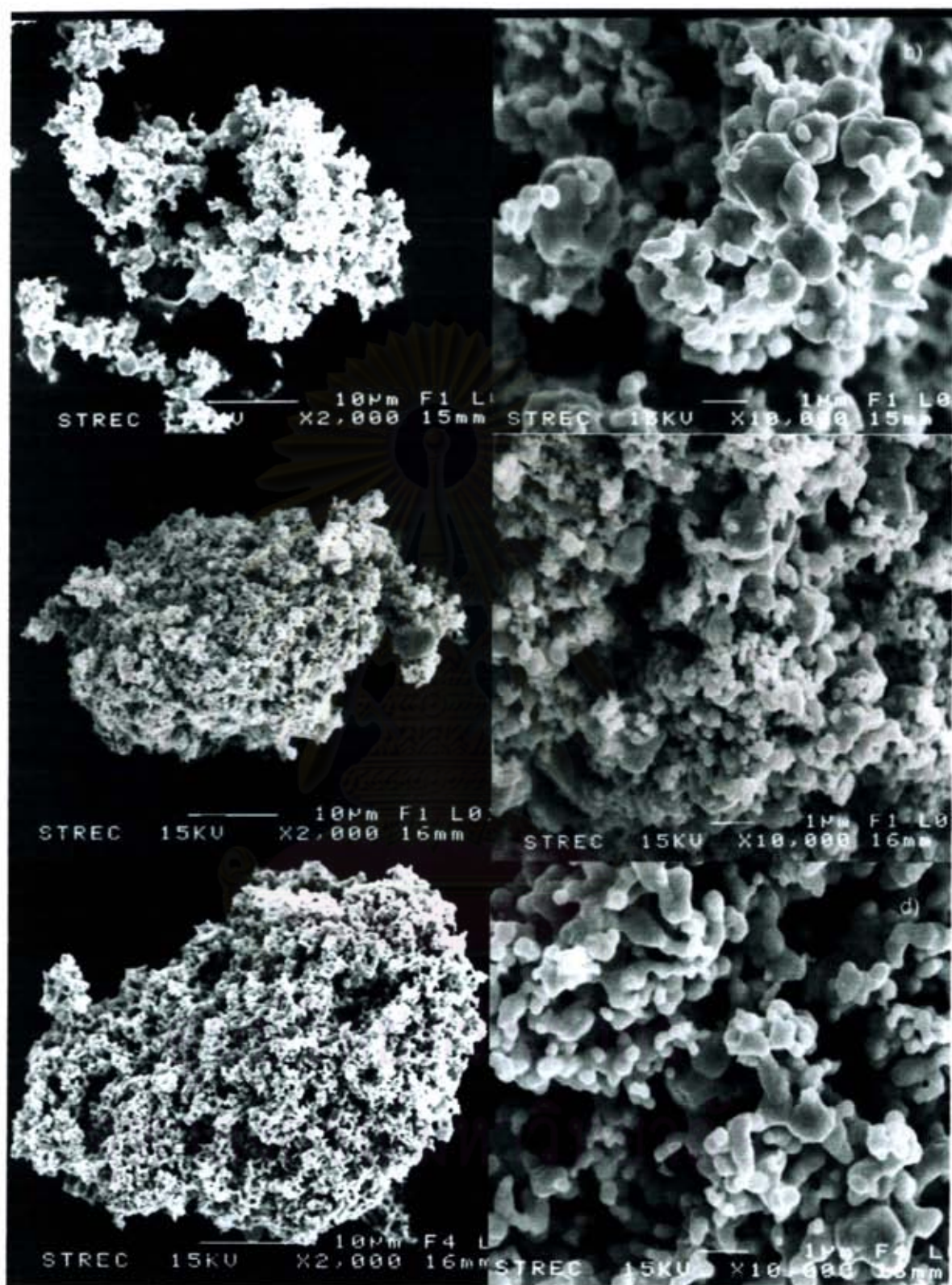
อุณหภูมิต่ำ(50 °C) เพราะมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ช่วยให้ปฏิกิริยารีดักชันเกิดได้ง่ายขึ้นและผงขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวในการรีดิวซ์มากขึ้นและขนาดที่เล็กของผงซิลเวอร์ซัลเฟตทำให้ถูกรีดิวซ์แกนกลางของผงซิลเวอร์ซัลเฟตจนกระทั่งไม่เหลือซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่เลย ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.15 ซึ่งเป็นกราฟ XRD จะไม่พบพีคของซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่เลยแต่จะพบเพียงแค่ว่าพีคของเงินเท่านั้น แสดงว่าการรีดิวซ์เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ รูปที่ 4.16 a),b),c) และ d)แสดงผงเงินหลังรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 30,50,100 และ 150 °C ขนาดของอนุภาคเงินจากการวัดจะมีขนาด 0.18,0.51,0.27 และ 0.52 ไมครอน ตามลำดับ โดยจะพบว่าลักษณะกราฟระหว่างอุณหภูมิกับขนาดอนุภาคของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)กับผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)มีความแตกต่างกัน(รูปที่ 4.17) ดังจะเห็นได้จากที่อุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่ 30 °C อนุภาคเงินที่เกิดจากสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)มีขนาดใหญ่กว่าที่เกิดจากสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) คาดว่าน่าจะมาจากผลของการบดทำให้เกิดระนาบที่เกิดนิวเคลียสได้ยาก และเมื่อนำผลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง XRD ทั้ง 4 ทิศทางมาเปรียบเทียบกันจะพบว่าลักษณะพีคที่ได้มีลักษณะที่คล้ายกัน(รูปที่ 4.18 และ 4.19) โดยเมื่อนำที่ได้มาหาค่าเฉลี่ยพบว่าจะมีพีคสูงต่ำไม่เท่ากัน(รูปที่ 4.20) โดยจะพบว่าพีคด้านซ้ายของพีคสูงสุดพีคของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ที่เป็นพีคของระนาบ 004 จะสูงกว่าพีคของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)และพีคด้านขวาของพีคสูงสุดของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ที่เป็นพีคของระนาบ 202 จะต่ำกว่าพีคของผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)(รูปที่ 4.21)หมายความว่าระนาบที่ทำให้เกิดพีคนี้ไม่เท่ากันโดยจะพบในผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)จะมีระนาบ 004 มากกว่า ซึ่งอาจเป็นเหตุผลที่ทำให้เกิดนิวเคลียสของเงินได้ยาก ดังนั้นเมื่อมีการเกิดนิวเคลียสน้อยทำให้พยายามโตในนิวเคลียสนั้นส่งผลให้พบว่าขนาดอนุภาคเงินที่เกิดจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ที่อุณหภูมิในการรีดิวซ์ 30 °C มีขนาดใหญ่กว่าของอนุภาคเงินที่เกิดจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 50 °C พบว่าขนาดของอนุภาคเงินใหญ่ขึ้นซึ่งเป็นผลมาจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้เกิดการโตของอนุภาคได้ง่ายขึ้น แต่เมื่อที่อุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 100 °C จะพบว่าอนุภาคเงินที่เกิดจากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)มีขนาดเล็กกว่าที่ 50 °C เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงมีการเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้นทำให้ไม่ผลของระนาบมาเกี่ยวข้องและเกิดนิวเคลียสได้ง่าย ดังนั้นจึงเห็นได้ว่าอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจึงมีขนาดเล็ก และเมื่อใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่ 150 °C ขนาดอนุภาคเงินจะใหญ่ขึ้นตามผลของอุณหภูมิ โดยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้เกิดการโตของอนุภาคได้ง่ายขึ้น ส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินจะพบว่าเมื่อนำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ไปละลายเอาซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะพบว่าไม่ว่าที่อุณหภูมิ 30,50,100 และ 150 °C เปอร์เซ็นต์ของเงินค่อนข้างสูงโดยจะมีปริมาณ 59.5,97.0,96.5 และ 98.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ดังนั้นได้มีการตรวจสอบสารละลายที่ได้จากการละลายผงที่รีดิวซ์ด้วยการนำไปหยดสารละลายไฮโดรโครริก เพื่อให้เกิดตะกอนของซิลเวอร์โครไรด์ขึ้นถ้ามีไอออนเงินซึ่งเกิด

จากการละลายซิลเวอร์ซัลเฟต ซึ่งจะพบว่านอกจากอุณหภูมิที่ 30°C ในการทดลองที่อุณหภูมิอื่น ๆ ไม่เกิดตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้นซึ่งจะสอดคล้องกับรูปที่ 4.15 ที่เป็นกราฟ XRD ของผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก) ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.15 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดเล็กรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm

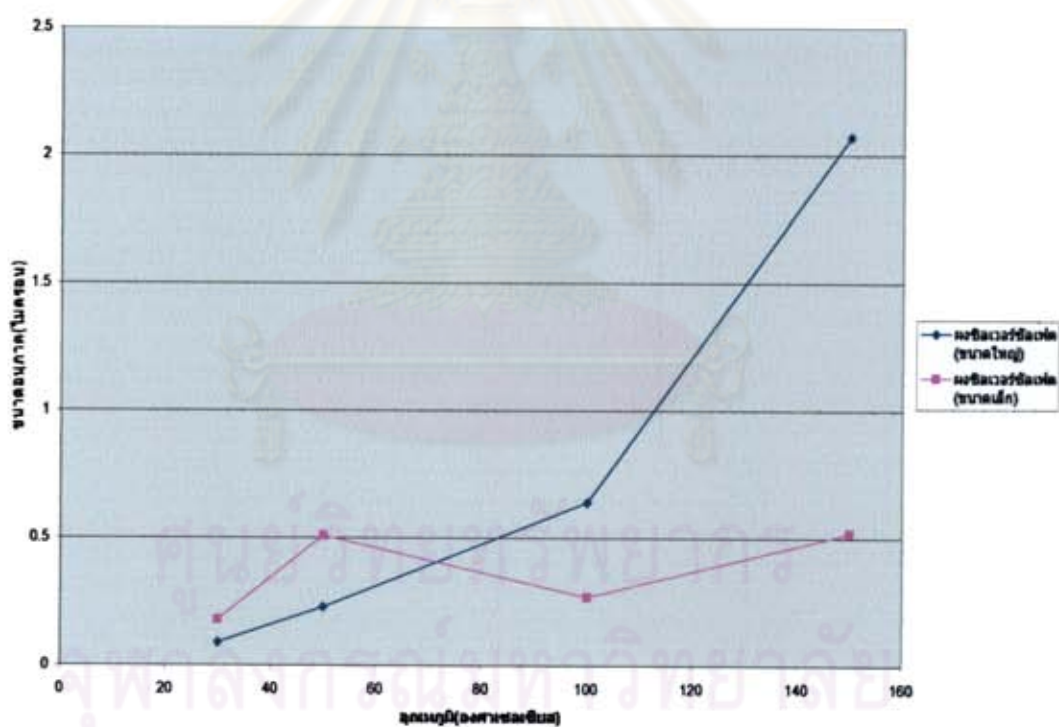




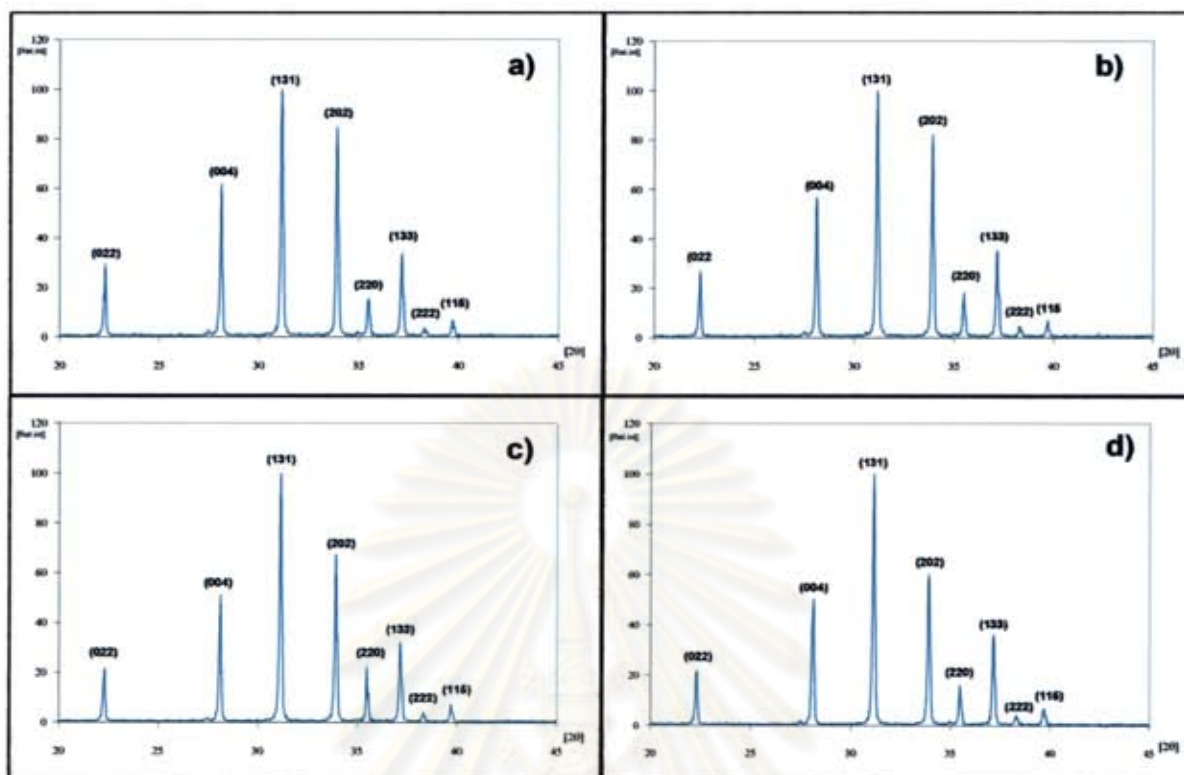
รูปที่ 4.16 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 °C และ d) 150 °C

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

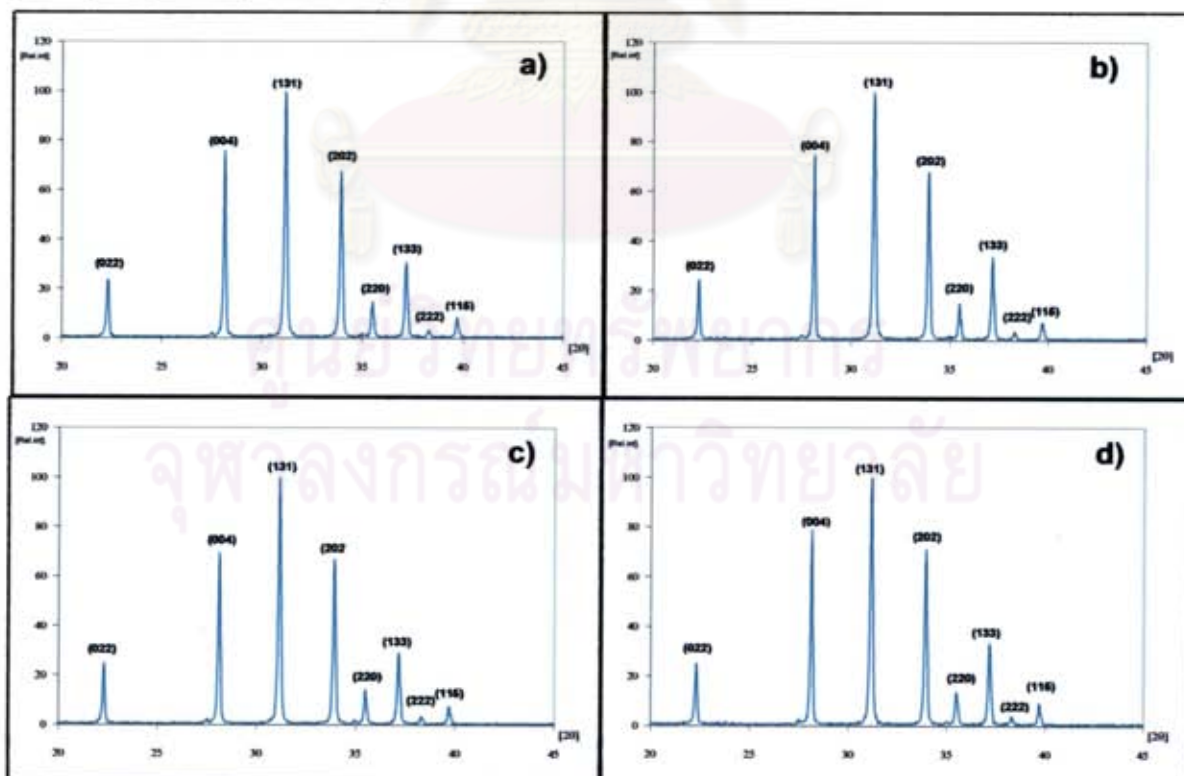
ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)		ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)	
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)
30	0.09	30	0.18
50	0.23	50	0.51
100	0.64	100	0.27
150	2.07	150	0.52



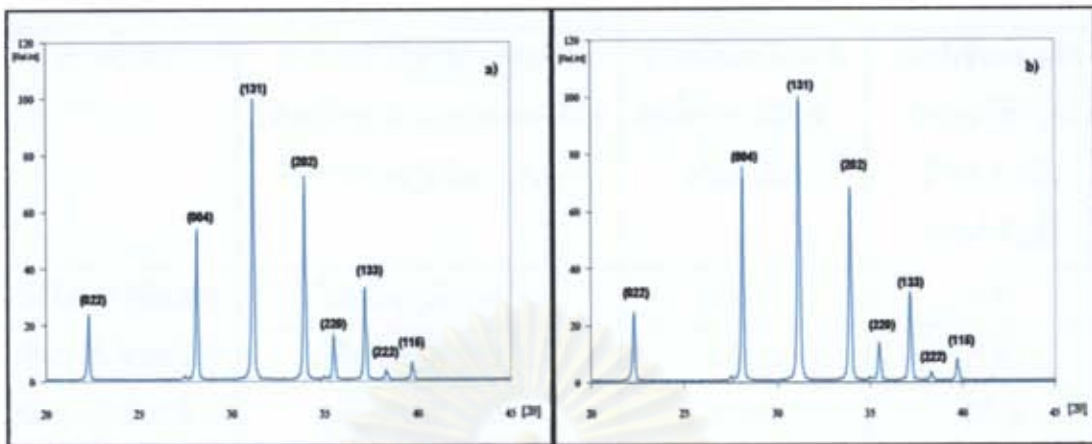
รูปที่ 4.17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการรีดิวซ์กับขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์



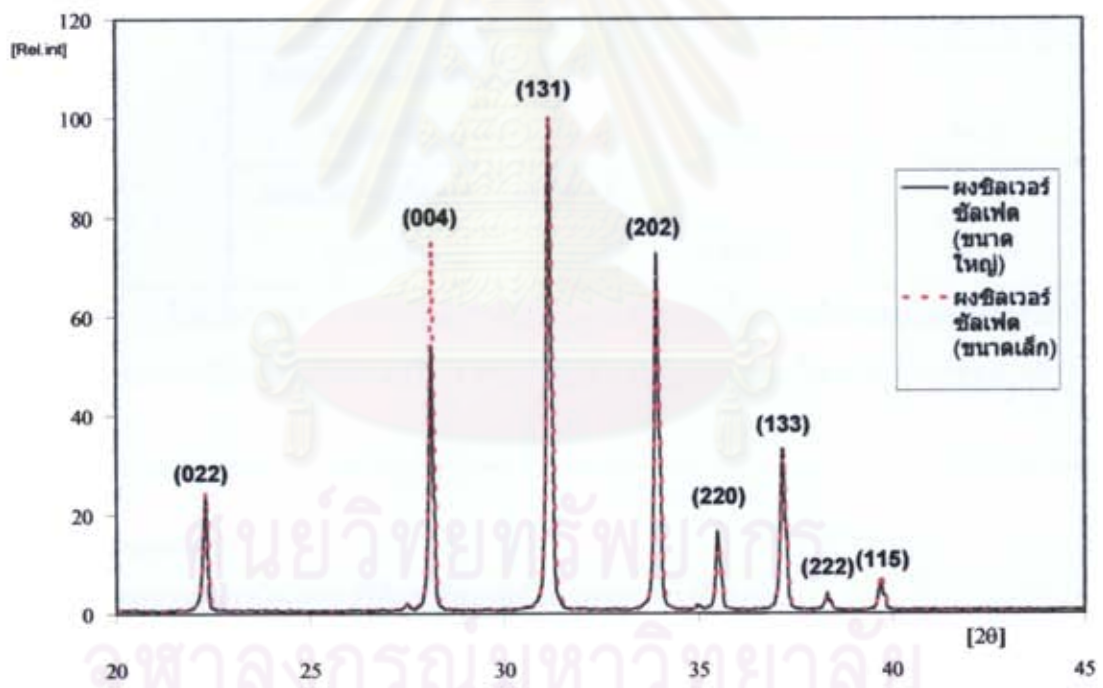
รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลไฟด์ก่อนอบด(ขนาดใหญ่)ที่วางตัวอย่างในทิศทางต่างๆ
a) 0° , b) 45° , c) 90° และ d) 135°



รูปที่ 4.19 กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลไฟด์หลังอบด(ขนาดเล็ก)ที่วางตัวอย่างในทิศทางต่างๆ
a) 0° , b) 45° , c) 90° และ d) 135°



รูปที่ 4.20 กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซีลเฟต a) ก่อนบด(ขนาดใหญ่) b) หลังบด 25 ชม. (ขนาดเล็ก)



รูปที่ 4.21 กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซีลเฟต(ขนาดใหญ่)กับผงซิลเวอร์ซีลเฟต(ขนาดเล็ก)

ตาราง 4.4 ปริมาณเงินที่ได้จากการทดลองรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)

สารตั้งต้น	สภาวะที่ใช้ทำการทดลองรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล(เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชม.)	น้ำหนักผงเงินจากผงที่ทำกรรีดิวซ์ 1 กรัม(กรัม)	เปอร์เซ็นต์ผงเงินจากผงที่ทำกรรีดิวซ์ 1 กรัม (เปอร์เซ็นต์)
ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการบด 25 ชม.(ผงขนาดเล็ก)	ใช้อุณหภูมิ 100 °C	0.010	1.0
	ใช้อุณหภูมิ 125 °C	0.015	1.5
	ใช้อุณหภูมิ 150 °C	0.295	29.5
ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการบด 25 ชม.(ผงขนาดเล็ก)	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้ อุณหภูมิ 30 °C	0.595	59.5
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้ อุณหภูมิ 50 °C	0.970	97.0
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้ อุณหภูมิ 100 °C	0.965	96.5
	ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้ อุณหภูมิ 150 °C	0.980	98.0
หมายเหตุ คือเมื่อนำผง 1 กรัมที่รีดิวซ์ได้ไปละลายด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และนำน้ำที่ละลายมาทดสอบกับกรดไฮโดรคลอริกไม่พบการเปลี่ยนแปลงแสดงว่าไม่พบซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลืออยู่			

4.4 ผลของอุณหภูมิ

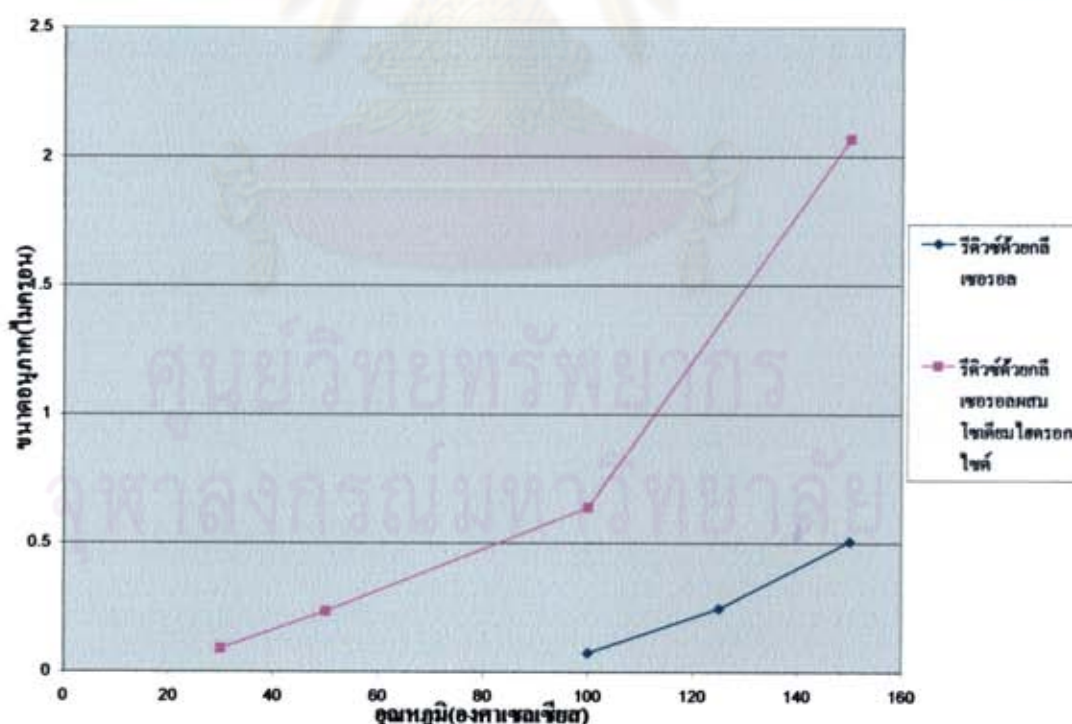
4.4.1 ผลของอุณหภูมิต่อการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)

ในการศึกษาผลกระทบจากอุณหภูมิในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 100,125 และ 150 °C จะพบว่าอนุภาคเงินจะเกิดที่ผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งจะเห็นได้ในรูปที่ 4.7 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นขนาดอนุภาคเงินจะมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.22 เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ค่าการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตในกลีเซอรอลมากขึ้นทำให้ขนาดของอนุภาคเงินโตขึ้นตามไปด้วย และเมื่อรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30,50,100 และ 150 °C จะพบว่าอนุภาคเงินก็จะเริ่มเกิดที่ผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตเช่นกันแล้วค่อยเกิดเข้าไปด้านในของอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตจนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตโดนอนุภาคเงินห่อหุ้มเป็นลักษณะประกอรั้งซึ่งจะเห็นได้จากรูปที่ 4.11 และยังพบอีกว่าเมื่อ

ผลสมโรเดียมไฮดรอกไซด์ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจะมีขนาดใหญ่กว่าที่ใช้กลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.22 เนื่องจากการผลสมโรเดียมไฮดรอกไซด์เข้าทำให้เกิดปฏิกิริยาในการรีดิวซ์ที่รุนแรงและง่ายขึ้น ส่งผลทำให้อนุภาคเงินโตได้ง่ายขึ้นตามไปด้วย นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผลสมโรเดียมไฮดรอกไซด์รีดิวซ์ขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาคเงินใหญ่ขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิทำให้ค่าการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตเพิ่มขึ้นทำให้ความเข้มข้นของสารละลายมากขึ้น ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ขนาดอนุภาคเงินใหญ่ขึ้น[22]

ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคเงิน ณ อุณหภูมิต่างกัน (ผงขนาดใหญ่)

รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล		รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผลสมโรเดียมไฮดรอกไซด์	
ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
0.07	100	0.09	30
0.25	125	0.23	50
0.51	150	0.64	100
-	-	2.07	150



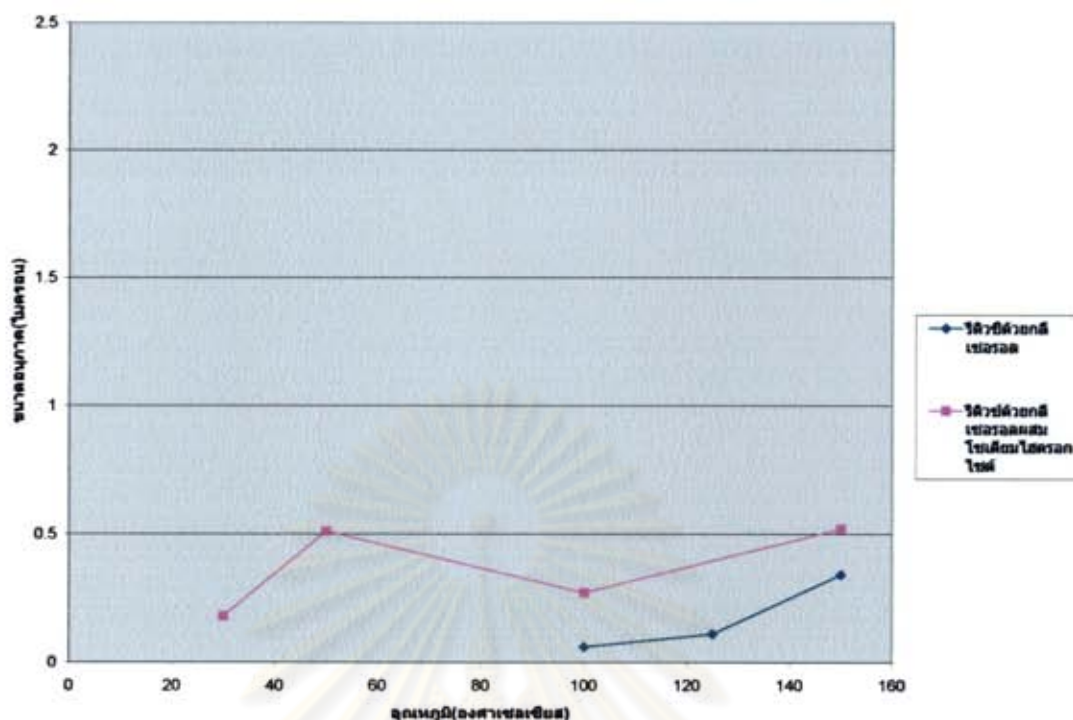
รูปที่ 4.22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับขนาดอนุภาคของผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่) ด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผลสมโรเดียมไฮดรอกไซด์

4.4.2 ผลของอุณหภูมิต่อการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)

ในการศึกษาผลกระทบจากอุณหภูมิในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 100,125 และ 150 °C จะพบว่าอนุภาคเงินจะเกิดที่ผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งจะเห็นได้ในรูปที่ 4.13 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นขนาดอนุภาคเงินจะมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.23 ซึ่งจะเหมือนกับการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) เนื่องจากการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แต่คาดว่าป็นผลจากการบดทำให้เกิดเงินได้ยากขึ้นจึงพบว่าเปอร์เซ็นต์ในการเกิดเงินในผงที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)มีปริมาณน้อยกว่ารีดิวซ์ด้วยผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)และเมื่อรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ30,50,100และ 150 °C จะพบว่าขนาดอนุภาคเงินที่ได้มีลักษณะแตกต่างจากการทดลองที่ใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) คือที่อุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่ 30 °C อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นจะมีขนาดเล็กและเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 50 °C ขนาดอนุภาคเงินก็จะใหญ่ขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 100 °C ขนาดอนุภาคเงินจะเล็กลงและเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 150 °C ขนาดอนุภาคเงินก็จะใหญ่ขึ้น(รูปที่ 4.17) ซึ่งจากผลที่ผุดปกตินี้คาดว่ามาจากการบดทำให้ระนาบที่เกิดเงินได้ง่ายน้อยลงทำให้เกิดนิวเคลียสของเงินได้ยาก[37] ดังนั้นการโตของอนุภาคเงินก็จะโตเพียงในระนาบนั้นเพียงอย่างเดียว ส่งผลให้อนุภาคเงินที่ได้จากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคเงินที่ได้จากผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 50 °C ก็จะมีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิทำให้ค่าการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตมากขึ้น ดังนั้นความเข้มข้นก็มากขึ้นทำให้มีการโตของอนุภาคเงินได้ง่ายขึ้น แต่พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่ 100 °C ขนาดอนุภาคจะเล็กลงซึ่งเป็นผลจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้เกิดนิวเคลียสได้ง่ายขึ้นการโตของอนุภาคเงินเลยเกิดได้ทั่วส่งผลให้ขนาดอนุภาคเล็กลง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์เป็น 150 °C ทำให้ค่าการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตเพิ่มขึ้นและความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคเงินก็จะใหญ่ขึ้น

ตารางที่ 4.6 ขนาดอนุภาคเงิน ณ อุณหภูมิต่างกัน(ผงขนาดเล็ก)

รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล		รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์	
ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
0.06	100	0.18	30
0.11	125	0.51	50
0.34	150	0.27	100
-	-	0.52	150



รูปที่ 4.23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับขนาดอนุภาคของผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์

4.5 การผลิตโฟมเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต

เนื่องจากผลการทดลองรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่สามารถทำการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งหมดให้เป็นเงินได้ แต่ลักษณะผงเงินที่เกิดขึ้นบนผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตมีรูปร่างคล้ายปะการังส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสสูง และมีแกนกลางที่ยังคงเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตจากปรากฏการณ์ดังกล่าวเมื่อล้างซิลเวอร์ซัลเฟตออกส่งผลให้เหลือเงินที่มีลักษณะเป็นเปลือกและมีรูพรongเป็นปะการัง เหมาะแก่การนำไปทำโฟมเงินเพื่อนำไปใช้งานด้านการกรอง อิเล็กโทรด และแคโทดลิธ [26] จากข้อมูลเบื้องต้นจึงน่าสนใจที่ทดลองโดยมีขั้นตอนการทำดังนี้ 1) นำผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่) ผสมกับ ตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ชนิดต่างๆ เช่น น้ำตาล เกลือและคาร์โบไมด์ 2) อัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิห้อง ขนาดชิ้นงาน 22 mm. โดยใช้แรงดัน 662 MPa 3) นำชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปไปเอาตัวสร้างโพรงอากาศ (space holder) ออก โดยน้ำตาลกับเกลือจะใช้น้ำลายออกส่วนคาร์โบไมด์จะใช้เวลาเผาไล่ที่ 400 °C เป็นเวลา 3 ชม. 4) รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยสัดส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 ต่อ 2 ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 125 °C เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตกลายเป็นเงิน 5) ได้นำไปเผาผนึก(sintering) ที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 3 ชม.เพื่อทำให้ชิ้นงานแข็งแรงขึ้น 6) นำชิ้นงานไปละลายซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ขั้นตอนการทำระบุไว้ในแผนภูมิรูป 4.24 โดยในการทดลองได้มีการทดลองใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ (space holder) 3 ชนิดด้วยกัน คือ เกลือที่มีขนาดเฉลี่ย 476.93 ไมครอน คาร์โบไมด์ที่มีขนาดเฉลี่ย 443.22 ไมครอน และน้ำตาลที่มีขนาดเฉลี่ย 554.41 ไมครอน

4.5.1 ใช้เกลือเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ

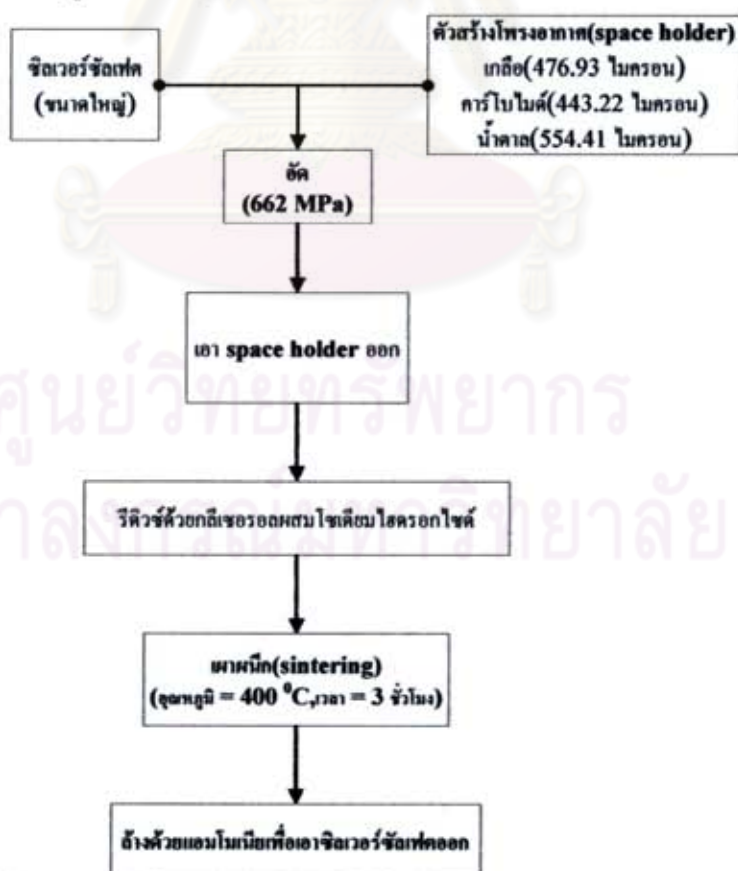
จากการผสมเกลือกับผงซิลเวอร์ซัลเฟตแล้วอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแล้วเกลือจะทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ซัลเฟต ยิ่งเมื่อนำตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ที่เป็นเกลือออกโดยการละลายด้วยน้ำกลั่น จะพบว่าเกลือบ่งทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ซัลเฟตมากขึ้น ซึ่งจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.26 a) และในปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทำให้เกิดเป็นซิลเวอร์คลอไรด์ ซึ่งจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.25

4.5.2 ใช้คาร์โบไมด์เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ

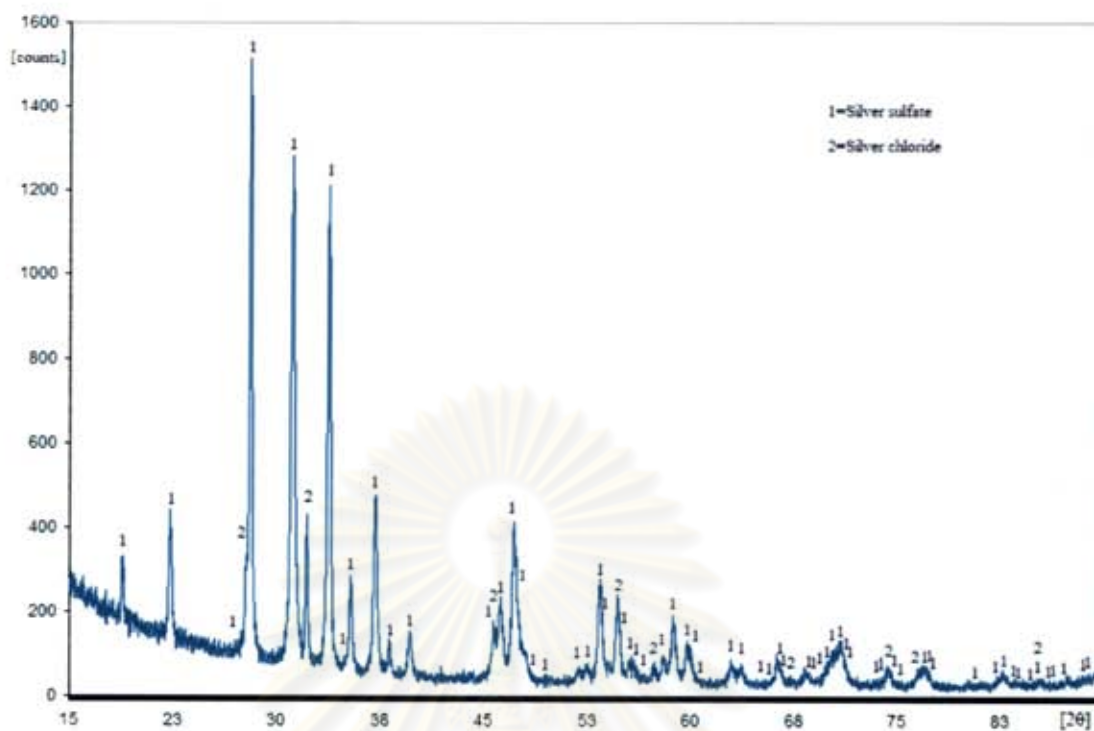
เมื่อเปลี่ยนตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) เป็น คาร์โบไมด์ จะพบว่าคาร์โบไมด์เกิดปฏิกิริยาซิลเวอร์ซัลเฟตในขั้นตอนการนำตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ออกโดยการเผา คาร์โบไมด์ออก ซึ่งจะพบว่าชิ้นงานเกิดการฟองตัวและแตกออกดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.26 b)

4.5.3 ใช้น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ

น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) เนื่องจากไม่ทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ซัลเฟต ซึ่งจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.26 c)



รูปที่ 4.24 ขั้นตอนการผลิตโพรงเงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ชนิดต่างๆ

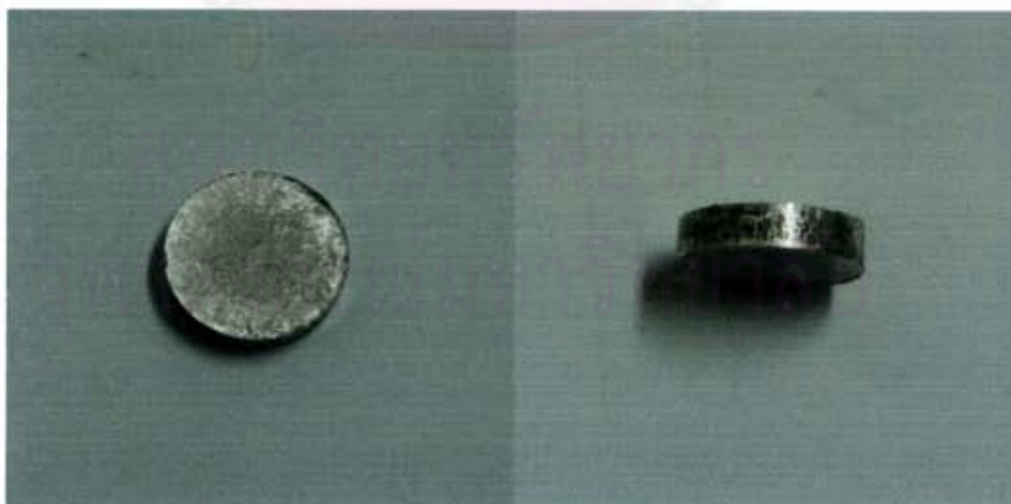


รูปที่ 4.25 กราฟ XRD ของผงที่ผลิตโม่เงินโดยมีเกลือเป็น space holder



รูปที่ 4.26 การผลิตโม่เงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ชนิดต่างๆโดย a)เกลือเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ b)คาร์บอนเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และ c)น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ

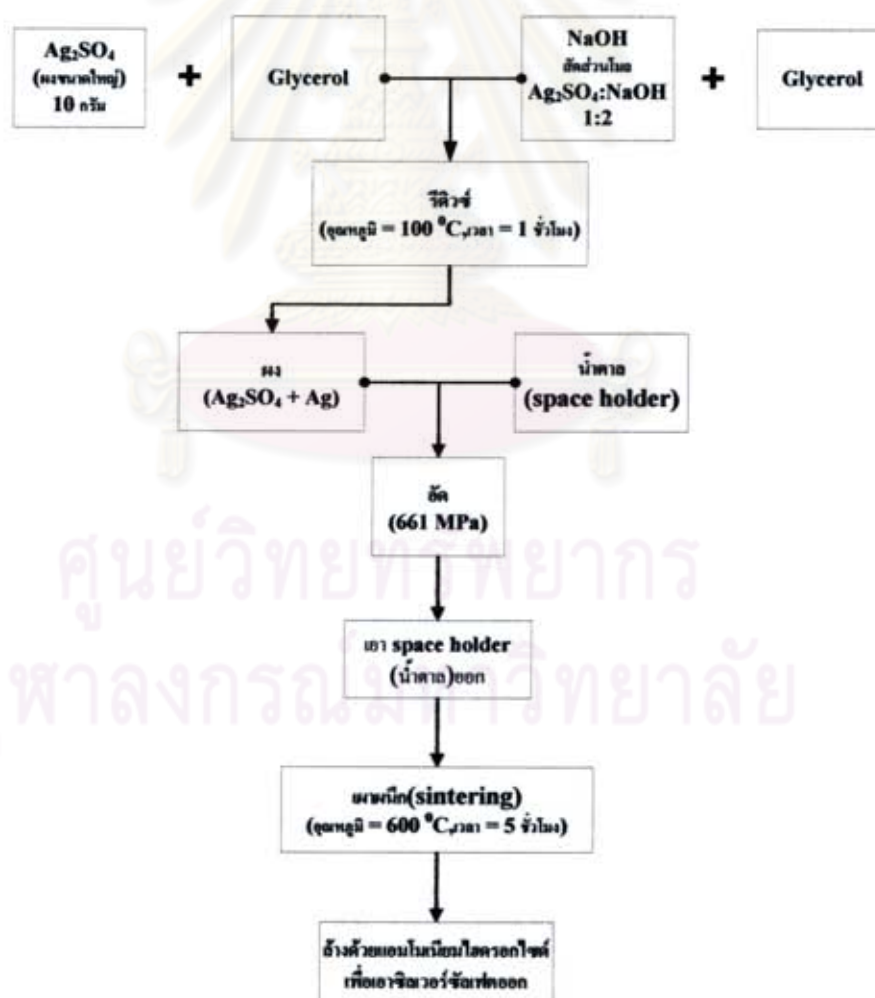
เนื่องจากซิลเวอร์เฟตทำปฏิกิริยากับตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ทั้งที่เป็นเกลือและคาร์โบไมด์ ดังนั้นจึงมีการปรับเปลี่ยนมาใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ ซึ่งเป็นน้ำตาลซึ่งไม่ทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ซัลเฟตเมื่อเอาตัวสร้างโพรงอากาศออก โดยในการทดลองได้นำผงซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชม. ก่อนเพื่อให้การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น หลังจากนั้นนำผงที่ได้ผสมน้ำตาลแล้วนำไปอัดขึ้นรูปดังจะเห็นในรูปที่ 4.27 แล้วเอาน้ำตาลออกด้วยการละลายน้ำซึ่งจะแสดงให้เห็นในรูป 4.28 ต่อจากนั้นได้นำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 5 ชม. แล้วนำไปแช่ในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลืออยู่ละลายออกมา จากนั้นได้มาการนำชิ้นงานที่บางส่วนไปบดเพื่อจะนำไปทดสอบด้วยเครื่อง XRD เพื่อหาซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง ซึ่งจะพบว่ากราฟ XRD (รูปที่ 4.30) ที่ออกมาพบแต่เพียงพีคของเงิน ดังนั้นสามารถยืนยันได้ว่าไม่เหลือซิลเวอร์ซัลเฟตในชิ้นงานแล้ว ขั้นตอนการผลิตจะแสดงในรูปที่ 4.29 ซึ่งในการทดลองจะพบว่าโฟมเงินที่ได้จะมีรูพรุน 2 ระดับ คือ รูพรุนที่เกิดจากน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder) ที่มีขนาดประมาณ 500 ไมครอนเป็นรูพรุนขนาดใหญ่(macropores) และรูพรุนที่เกิดจากการละลายซิลเวอร์ซัลเฟตออกที่มีขนาด 10 ไมครอนเป็นรูพรุนขนาดเล็ก(micropore) ดังจากภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 4.31 อย่างไรก็ตามยังไม่พบรูพรุนอีก 2 ลักษณะ คือ รูพรุนระหว่างผงเงินที่เป็นปะการังกับรูพรุนที่เกิดจากการอัดผงที่ผ่านการรีดิวซ์ ซึ่งอาจเกิดจากการอัดและการเผาผนึกทำให้ไม่พบหรือจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชม. จะมีอนุภาคเงินปกคลุมรอบๆอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมากเกินไปทำให้น้ำซิลเวอร์ซัลเฟตด้านในออกก็ไม่สามารถเห็นรูพรุนด้านในได้



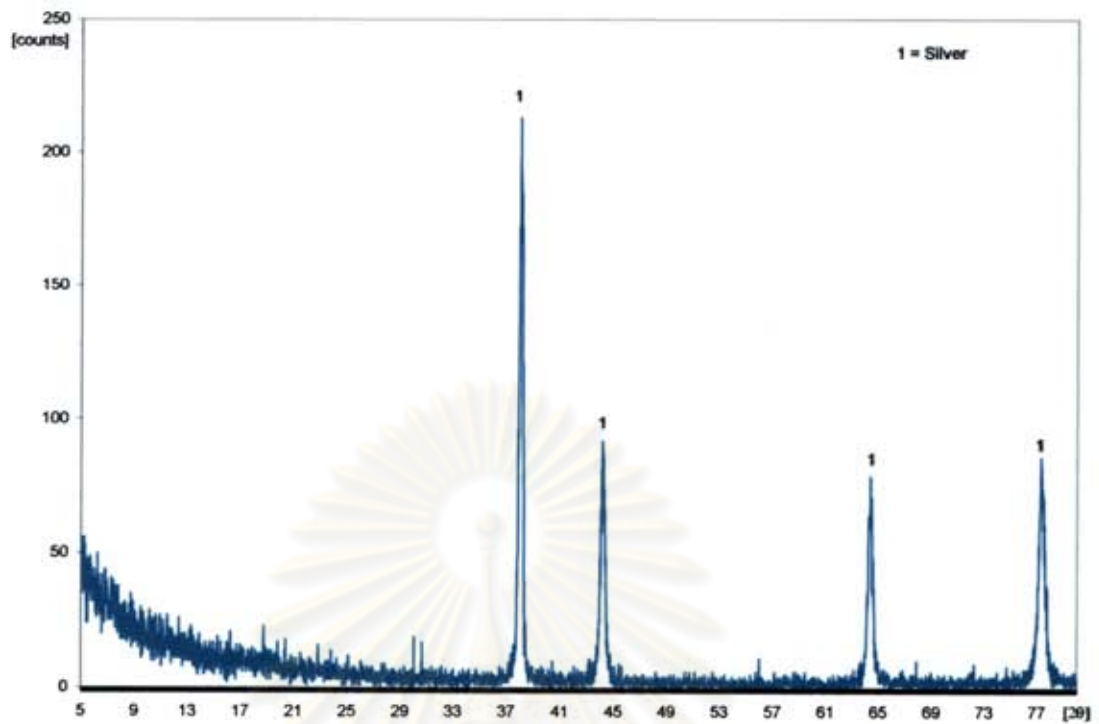
รูปที่ 4.27 โฟมเงินที่อัดขึ้นรูปด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ด้วยอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร



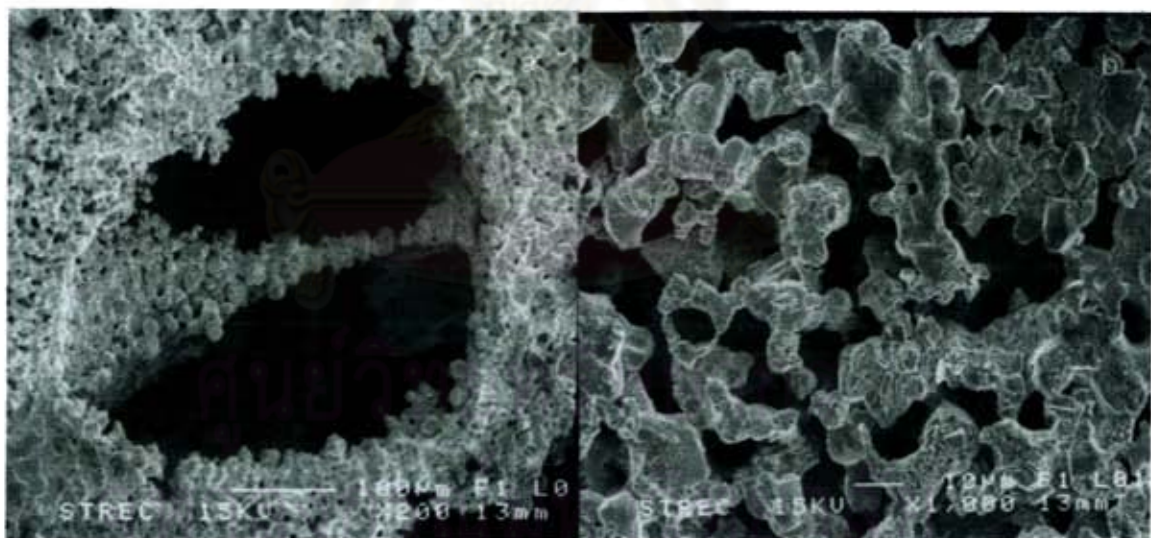
รูปที่ 4.28 โฟมเงินที่อัดขึ้นรูปด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์($\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 2:1, อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง) กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโครงอากาศ(space holder)ด้วยอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร แล้วเอาน้ำตาลออก



รูปที่ 4.29 ขั้นตอนการผลิตโฟมเงินด้วยผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ กับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโครงอากาศ(space holder)



รูปที่ 4.30 กราฟ XRD ของชิ้นงานโพรเมจันที่ผลิตโดยมีน้ำตาลเป็นตัวสร้างรูพรุน(space holder)



รูปที่ 4.31 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) แสดงลักษณะรูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงานโพรเมจัน a) รูพรุนที่เกิดจาก space holder(น้ำตาล) b) รูพรุนที่เกิดจากซิลเวอร์ซิลเฟตที่ถูกล้างออก

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 การอบคมีผลต่อระนาบที่เกิดขึ้น โดยเมื่อซิลเวอร์ซัลเฟตผ่านการอบที่ 25 ซม.(ขนาดเล็ก) จะมีระนาบ 202 มากกว่าที่ไม่ผ่านการอบ(ขนาดใหญ่) และในระนาบ 004 ซิลเวอร์ซัลเฟตที่ไม่ผ่านการอบจะมีมากกว่าที่ผ่านการอบ 25 ซม.

5.1.2 ปฏิกริยารีดักชันทั้งในระบบซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ เริ่มเกิดขึ้นจากผิวด้านนอก แล้วค่อยรีดิวซ์เข้าไปด้านในของอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต ลักษณะผงเงินที่เกิดขึ้นจะห่อหุ้มซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นลักษณะคล้ายปะการัง

5.1.3 การใช้กลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์อย่างเดียวในช่วงอุณหภูมิ 100-150 °C ไม่สามารถทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ภายในเวลา 2 ชม. และซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลืออยู่จะอยู่เป็นแกนกลางห่อหุ้มด้วยเปลือกอนุภาคเงิน

5.1.4 ในกรณีใช้กลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์ชนิดเดียวอุณหภูมิในช่วงตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 150 °C มีผลต่อปริมาณเงินที่ได้ โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น(150 °C) ส่งผลให้ปริมาณอนุภาคเงินบนผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตมีมากขึ้น ปริมาณเงินที่ได้สูงสุดที่อุณหภูมิ 150 °C เท่ากับ 42 %

5.1.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ มีผลทำให้ปฏิกิริยาในการรีดิวซ์รุนแรงและเร็วขึ้นและทำให้ปฏิกิริยารีดักชันเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิต่ำ ยังส่งผลให้ปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์มากขึ้นเมื่อเทียบกับไม่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์

5.1.6 ผลของอุณหภูมิในการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงขึ้นจาก 30 °C เป็น 150 °C กิ่งเงินรวมตัวกันจนมีขนาดเฉลี่ยใหญ่ขึ้นจาก 0.09 ไมครอนเป็น 2.07 ไมครอน ตามลำดับ และปริมาณเงินมากขึ้นจาก 45 % เป็น 84.5 % ตามลำดับ แต่ยังคงเหลือซิลเวอร์ซัลเฟตที่เป็นสารตั้งต้นอยู่

5.1.7 การรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดเล็ก)ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซิลเวอร์ซัลเฟตจะกลายเป็นเงินหมด และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้สูงขึ้น พบว่าที่อุณหภูมิ 50 °C และ 150 °C ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยจะมีขนาดใกล้เคียงกัน คือ 0.51 และ 0.52 ไมครอนตามลำดับ โดยที่อุณหภูมิ 100 °C จะมีขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยเล็กที่สุด คือ 0.27 ไมครอน

5.1.8 การผลิตฟองเงินจากผงที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์กับตัวสร้างโพรงอากาศ(space holder)ที่เป็นน้ำตาลจะได้ผลดีที่สุด และมีรูปทรง 2 ระดับคือ รูปทรงที่เกิดจากน้ำตาล และรูปทรงที่เกิดจากการละลายซิลเวอร์ซัลเฟตออก

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ในการลดขนาดของสารตั้งต้น เนื่องจากในการทดลองขนาดสารตั้งต้นจะมีช่วงที่กว้างเพื่อให้มีความแม่นยำมากขึ้นควรจะหาวิธีแยกขนาดสารตั้งต้นก่อน

5.2.2 เนื่องจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวไม่สามารถรีดิวซ์ได้อย่างสมบูรณ์เนื่องจากซิลเวอร์ซัลเฟตยังคงมีขนาดใหญ่ ดังนั้นควรศึกษาการผลิตสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตให้มีขนาดเล็กลง

5.2.2 การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลและกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้วิธีการกวนโดยใช้ Magnetic stirrer ในการกวนสารพบว่าประสิทธิภาพการกวนที่ไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นต้องเพิ่มประสิทธิภาพการกวนโดยวิธีอื่น เช่น ใช้ใบพัดในการกวนเป็นต้น

5.2.3 เนื่องจากการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะเกิดการรีดิวซ์ทันที ดังนั้นถ้าต้องการขนาดอนุภาคเงินที่เล็กควรลดเวลาในการรีดิวซ์ลง

5.2.4 การนำผงเงินจากกระบวนการรีดักชันนี้ สามารถผลิตเป็นฟิมเงินที่มีรูพรุนขนาดสม่ำเสมอและหลายระดับได้ ในการผลิตฟิมเงินจะพบว่าไม่สามารถพบรูพรุนที่เกิดระหว่างเม็ดเงิน เนื่องจากแรงดันในการอัดทำให้เงินติดกัน ดังนั้นควรลดเวลาในการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตลง และลดแรงดันในการอัดลง นอกจากนี้ควรศึกษาปัจจัยทั้งแรงดันที่ใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์ สมบัติทางกล ความต้านทานการอัด(compressive strength) และทางฟิสิกส์ เช่น ความถ่วงจำเพาะ ปริมาณพื้นที่ผิว ฯลฯ ที่ได้จากการผลิตฟิม

รายการอ้างอิง

- [1.] Juichi Hirasawa, Yasuo Ido. Silver powder for silver clay and silver clay containing this silver powder. United states Patent, 2006.
- [2.] ดร. ไสว คำนชัยจิตร. เอกสารประกอบการสอนวิชา POWDER METALLURGY. ภาควิชาโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [3.] Amit Sinha, B P Sharma. Preparation of silver powder through glycerol process. Bull. Mater. Sci, June 2005 : 213–217.
- [4.] Yiwei Tan, Yongfang Li, Daoben Zhu. Preparation of silver nanocrystals in the presence of aniline. Journal of Colloid and Interface Science, 2003 : 244–251.
- [5.] นายโกเมน หมาขมัน. การเตรียมผงเงินจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550.
- [6.] Agents Private International Ltd.. <http://www.agtprint.com/s96/htmlfiles/silver.html> .8 Rolling Meadows Road Uxbridge, Ontario Canada : www.agtprint.com, 2008.
- [7.] Hirasawa Juichi, Ido Yasu. Silver powder for silver clay and silver clay containing this silver powder. United States Patent, 2003.
- [8.] Fujimaru Atsushi. Clay composition for shaping noble metal and method for production of sinter of noble metal. AIDA Chemical Industries Co.,Ltd, 2003.
- [9.] New Mexico Clay, Inc.. http://www.silver-clay.com/nmclay-bin/shop1.pl/page=PMC.htm/SID=PUT_SID_HERE . 3300 Girard NE Albuquerque NM 87107 USA : www.NMclay.com,2008
- [10.] Jixiong Yan, Wuhan. Antimicrobial yarn having nanosilver particles and methods for manufacturing the same. United States Patent, 2005.
- [11.] Alibaba.com Ltd.. http://img.alibaba.com/photo/11169828/Nanosilver_Antibacterial_Deodorant_Socks.jpg . 6/F Chuangye Mansion East Software Park No.99 Huaxing Road Hangzhou 310099 China : www.alibaba.com, 2007
- [12.] นางสาววัลลภศิริ เนื่องมหา. <http://gotoknow.org/file/kwansiri/n/%E0%B8%87%E0%B8%B2%E0%B8%99%E0%B8%99%E0%B8%B3%E0%B9%80%E0%B8%AA%E0%B8%99%E0%B8%AD%E0%B9%80%E0%B8%AA%E0%B8%B7%E0%B9%89%E0%B8%AD%E0%B8%99%E0%B8%B2%E0%B9%82%E0%B8%99.ppt> : GotoKnow.org, 2007.

- [13.] สำนักงานส่งเสริมวิสาหกิจขนาดกลางและขนาดย่อม(สสว.). http://www.sme.go.th/cms/c/journal_articles/view_article_content?article_id=01-ANNO-140251&article_version=1.0. 21 อาคาร TST ชั้น G,15 17-20 ถ.วิภาวดีรังสิต แขวงจอมพล จตุจักร กรุงเทพฯ 10900 : www.sme.go.th,2008
- [14.] Alibaba.com Ltd. [http://www.alibaba.com/catalog/11169506/Nano Powder Silver Conductive Ink.html](http://www.alibaba.com/catalog/11169506/Nano_Powder_Silver_Conductive_Ink.html). 6/F Chuangye Mansion East Software Park No.99 Huaxing Road Hangzhou 310099 China : www.alibaba.com, 2005
- [15.] Alibaba.com Ltd. [http://www.alibaba.com/product-free/100828256/Antimicrobial Cast Padding.html?](http://www.alibaba.com/product-free/100828256/Antimicrobial_Cast_Padding.html?). 6/F Chuangye Mansion East Software Park No.99 Huaxing Road Hangzhou 310099 China : www.alibaba.com, 2007
- [16.] Ivan Sondi, Branka Salopek-Sondi. Silver nanoparticles as antimicrobial agent: a case study on E.coli as a model for Gram-negative bacteria. *Journal of Colloid and Interface Science* , 2004 : 177-188.
- [17.] Syeda Z. Hamdani. <http://www.physorg.com/news7264.html> : PhysOrg.com, 2005
- [18.] K.A. Rasmussen. <http://www.ka-rasmussen.no/en/content.asp?AreaID=2&menulitem=186>. Strandveien 1652316 Hamar Norway : K. A.Rasmussen AS, 2008
- [19.] Boehning. Silver catalyst and its preparation. *United States Patent*, 1998.
- [20.] SPI-Pore™ Silver Membrane Media. https://secure.2spi.com/catalog/spec_prep/silver-membrane-filtration-media.html. 569 East Gay Street West Chester : Structure Probe, Inc.,2008
- [21.] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/Silver> : Wikimedia Foundation, Inc, 2008.
- [22.] R. Li, D.J. Kim, K. Yu , H. Liang, C. Bai, S. Li. Study of fine silver powder from AgOH slurry by hydrothermal techniques. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003 : 55–59.
- [23.] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/NaOH> : Wikimedia Foundation, Inc, 2008.
- [24.] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol> : Wikimedia Foundation, Inc, 2008.
- [25.] GNU Free Documentation License. http://en.wikipedia.org/wiki/Silver_sulfate : Wikimedia Foundation, Inc, 2008.

- [26.] Yugang Sun ,Younan Xia. Shape-Controlled Synthesis of Gold and Silver Nanoparticle. Science Magazine, Dec. 2002 : 2176 – 2179.
- [27.] Sang Hoon Lee, Seung-Min Oh, Dong-Wha Park. Preparation of silver nanopowder by thermal plasma. Materials Science and Engineering, 2006.
- [28.] Yiwei Tan, Yongfang Li, Daoben Zhu. Preparation of silver nanocrystals in the presence of aniline. Journal of Colloid and Interface Science, 2003 : 244–251.
- [29.] Pierre-Yves Silvert, Ronaldo Herrera-Urbina, Kamar Tekaiia-Elhissena. Preparation of colloidal silver dispersions by the polyol process. J. Mater. Chem., 1997 : 293–299.
- [30.] Wu Songping, Meng Shuyuan. Preparation of ultrafine silver powder using ascorbic acid as reducing agent and its application in MLCI. Materials chemistry and physics, 2008 : 423-427.
- [31.] H.H. Nersisyan, J.H. Lee, H.T. son. A new and effective chemical reduction method for preparation of nanosized silver powder and colloid dispersion. ". Materials Research Bulletin, 2003 : 949-956.
- [32.] P.K. Khanna, V.V.V.S. Subbarao. Nanosized silver powder via reduction of silver nitrate by sodium formaldehydesulfoxylate in acidic pH medium. Materials Letters, 2003 : 2242-2245.
- [33.] Wasyl Kunda. Process for the production of silver powder form silver chloride, sulphate or sulphide. United States Patent, 1983.
- [34.] Larry J. Gaudino. Cemented silver powder. United States Patent, 1988.
- [35.] นางสาวเมษินี จินดาธรรม. การสังเคราะห์อนุภาคเงินขนาดนาโนจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต โดยโพโตรีดักชัน. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2548.
- [36.] นายกิตติพร วงษ์สุวรรณ. การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโซล-เจล. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2548.
- [37.] E.Budevski,G.Staikov,W.J.Lorenz. Electrochemical Phase Formation and Growth. New York : Weinheim, 1996.



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

การคำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ใช้

อัตราส่วนสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตต่อ โซเดียมไฮดรอกไซด์

ซิลเวอร์ซัลเฟต(Ag_2SO_4)

มวลโมเลกุลเท่ากับ $311.87 \text{ g.mol}^{-1}$

โซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH)

มวลโมเลกุลเท่ากับ 40.00 g.mol^{-1}

อัตราส่วนโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 โมลต่อ 2 โมล

สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต(Ag_2SO_4) 10 กรัม มีค่าเท่ากับ $10/311.87 = 0.032$ โมล

เพราะฉะนั้นจะต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ $(2)(0.032) \times 40 = 2.57 \text{ g}$

ในการทดลองได้ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 80 กรัม ในกลีเซอรอล 1000 ml.

ดังนั้นจะต้องใช้สารละลายกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ $(1000/80) \times 2.57$ เท่ากับ 32 ml.



ศูนย์วิทยพัทยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

การหาค่าเฉลี่ยของขนาดผงเงิน และอนุภาคเงินทำโดยวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาคซึ่งถ่ายจากเครื่อง SEM โดยใช้โปรแกรม SEMAFORE ช่วยในการวัดขนาด การวัดขนาดใช้วิธีการวัดตามมาตรฐาน ASTM E20 ใช้วิธีวัดแบบ Martin's diameter ซึ่งวิธีนี้วัดขนาดโดยลากเส้นตรงแบ่งพื้นที่ของผงเงินหรืออนุภาคเงินบนภาพถ่ายจุลภาคออกเป็นสองส่วนเท่ากัน และในทิศทางเดียวกัน จากนั้นนำค่าที่ได้มาหาขนาดเฉลี่ย (\bar{X}) โดยขนาดเฉลี่ยหาได้จาก

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (1)$$

เมื่อ n = จำนวนครั้งการวัด
 X = ค่าจากการวัดปริมาณแต่ละครั้ง
 \bar{X} = ค่าเฉลี่ยเลขคณิตของการวัดปริมาณ

จากนั้นทำการหาขอบเขตความเชื่อมั่นของขนาดผงเฉลี่ย และขนาดอนุภาคเฉลี่ยสามารถคำนวณได้ดังนี้

ทำการหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ

$$S = \left\{ \left(\frac{1}{n-1} \right) \sum_{i=1}^n [\bar{X} - X]^2 \right\}^{1/2} \quad (2)$$

หาค่าความเชื่อมั่นโดยกำหนดระดับค่าความเชื่อมั่น 95% จะได้ขอบเขตความเชื่อมั่น (CI) ของค่าเฉลี่ยเป็นไปตามสมการ

$$CI = \pm 1.96 \left(\frac{S}{\sqrt{n}} \right) \quad (3)$$

ดังนั้นขนาดเฉลี่ยจะมีค่าเท่ากับ $\bar{X} \pm CI$

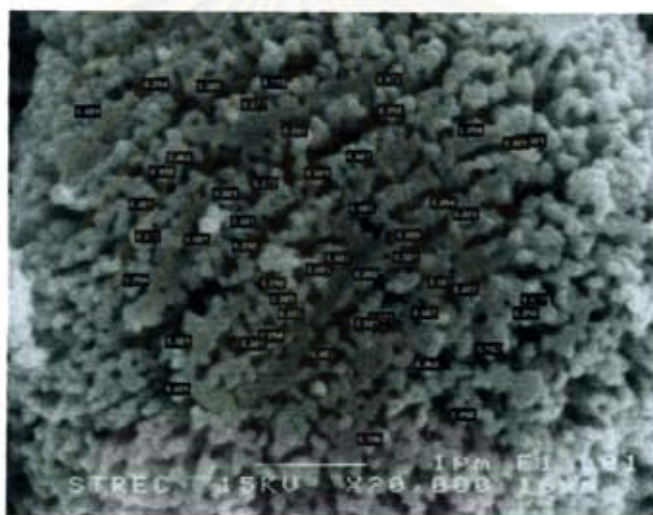
นอกจากนี้สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อนได้ดังนี้

$$\%Error = \frac{CI}{\bar{X}} \times 100 \quad (4)$$

ในการตัดสินใจในการเลือกจำนวนข้อมูลในการวัดให้ใช้หลักสถิติมาใช้โดยการวัดแล้วหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแต่ละจำนวนข้อมูลมาสร้างกราฟเพื่อดูว่าเมื่อค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเริ่มเป็นเส้นตรงจะถือเอาข้อมูลส่วนนั้นเป็นจำนวนที่ยอมรับได้



รูปที่ ข.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานกับจำนวนข้อมูล



รูปที่ ข.2 แสดงการวัดขนาดจากโปรแกรม Sema Fore

ค่าเฉลี่ย (\bar{X}) = 0.09 ไมครอน จำนวนข้อมูล (n) = 250

ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S) = 0.015

- หาค่าความน่าเชื่อถือ (C) ได้

$$CI = \pm 1.96 \frac{0.015}{\sqrt{250}}$$

$$= 1.86 \times 10^{-3}$$

ดังนั้นในการทดลองที่ 1 มีช่วงความเชื่อมั่นของค่าเฉลี่ย $0.09 \pm 1.86 \times 10^{-3}$

หาเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อน (% Error) ได้

$$\%Error = \frac{1.86 \times 10^{-3}}{0.09} \times 100$$

$$= 2.066 \%$$

ตารางที่ ข.1 แสดงขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค

สารตั้งต้น	ค่าเฉลี่ย (ไมครอน)	ส่วนเบี่ยงเบน มาตรฐาน	ค่าความเชื่อมั่น	% Error
ซิลเวอร์ซิลเฟตไม่บด	5.03	1.130	4.43×10^{-3}	0.088
ซิลเวอร์ซิลเฟตบด 25ชม.	0.11	0.024	9.48×10^{-5}	0.084

ตารางที่ ข.2 แสดงขนาดผงเงินเฉลี่ยที่ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจากภาพถ่ายจุลภาค

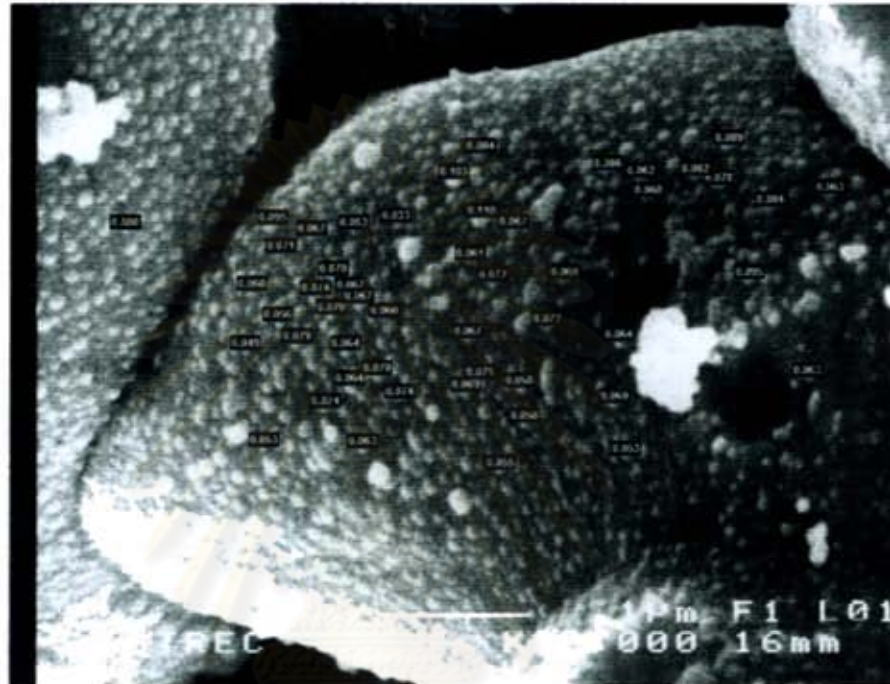
สภาพสารตั้งต้น/ผงเงินที่ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	ค่าความเชื่อมั่น	% Error
ไม่บด / 100 °C	0.07	0.015	6.05×10^{-5}	0.082
ไม่บด / 125 °C	0.24	0.072	2.80×10^{-4}	0.114
ไม่บด / 150 °C	0.50	0.15	6.01×10^{-4}	0.119
บด 25 ชม. / 100 °C	0.05	0.013	5.37×10^{-5}	0.096
บด 25 ชม. / 125 °C	0.11	0.024	9.48×10^{-5}	0.084
บด 25 ชม. / 150 °C	0.33	0.088	3.44×10^{-4}	0.102

ตารางที่ ข.3 แสดงขนาดผงเงินเฉลี่ยที่ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจากภาพถ่ายจุลภาค

สภาพสารตั้งต้น/ผงเงินที่ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	ค่าความเชื่อมั่น	% Error
ไม่บด / 30 °C	0.09	0.015	5.80×10^{-5}	0.066
ไม่บด / 50 °C	0.23	0.075	2.94×10^{-4}	0.126
ไม่บด / 100 °C	0.64	0.154	6.04×10^{-4}	0.097
ไม่บด / 150 °C	2.07	0.663	2.60×10^{-3}	0.126
บด 25 ชม. / 30 °C	0.18	0.030	1.18×10^{-4}	0.065
บด 25 ชม. / 50 °C	0.51	0.329	1.29×10^{-3}	0.251
บด 25 ชม. / 100 °C	0.27	0.136	5.35×10^{-4}	0.197
บด 25 ชม. / 150 °C	0.52	0.185	7.27×10^{-4}	0.140

ภาคผนวก ค
วิธีการวัดขนาดของผงเงิน

วิธีการวัดขนาดของผงเงินโดยใช้โปรแกรม *Sema Fore* จากการวัดขนาดผงเงินโดยอ้างอิง
กับมาตรฐาน *ASTM standard E20*

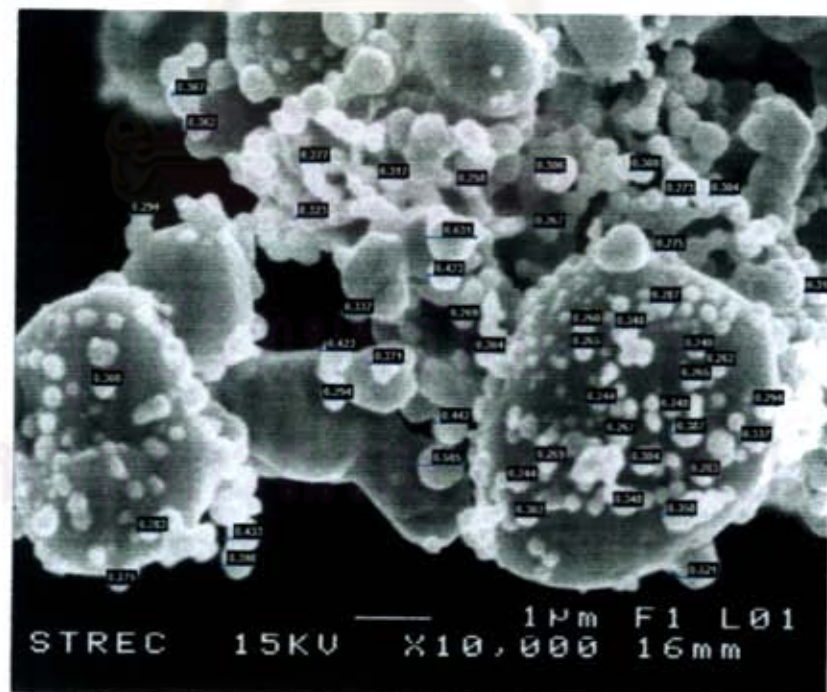


รูปที่ ค.1 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี
(ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500rpm ที่อุณหภูมิ 100°C

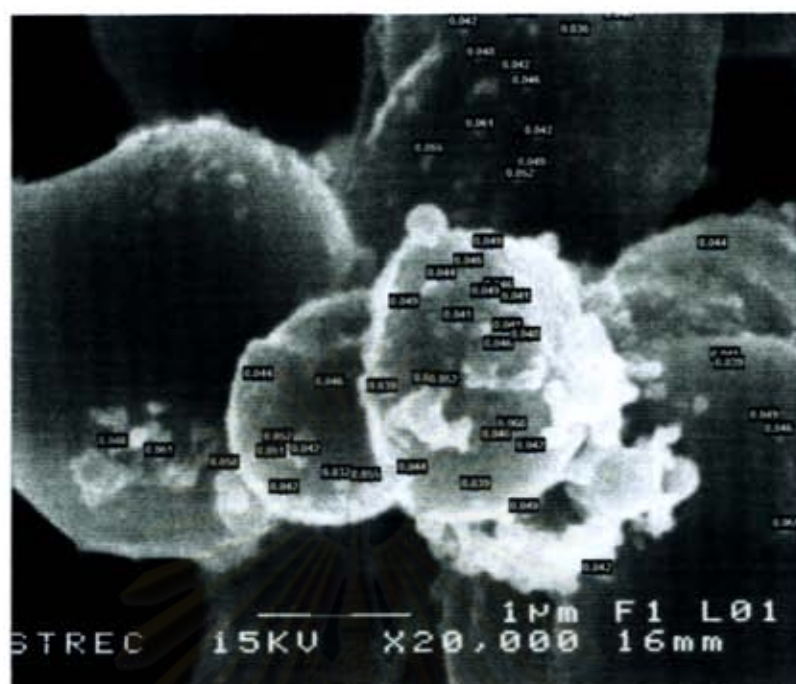
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



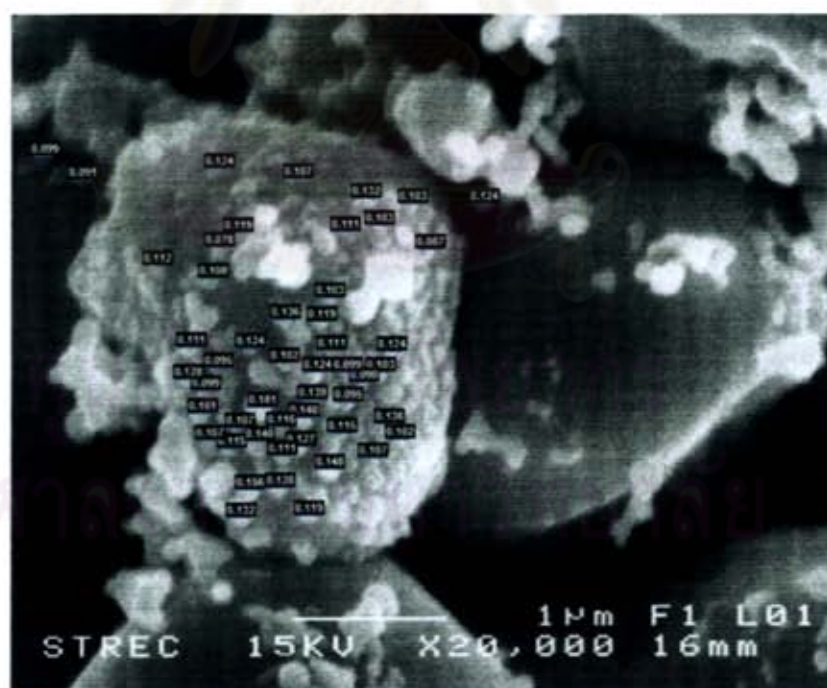
รูปที่ ค.2 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่500rpmที่อุณหภูมิ125°C



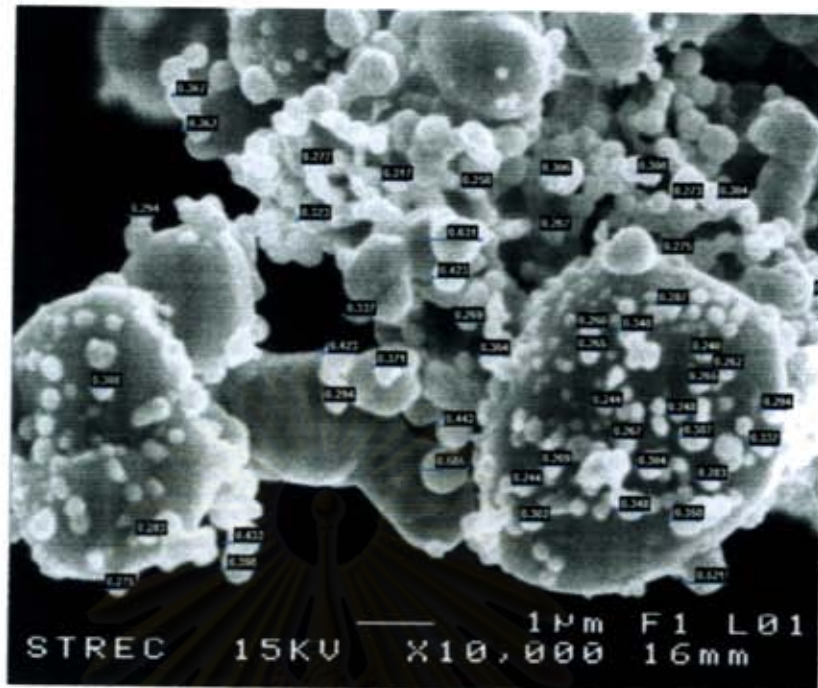
รูปที่ ค.3 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่500rpmที่อุณหภูมิ150°C



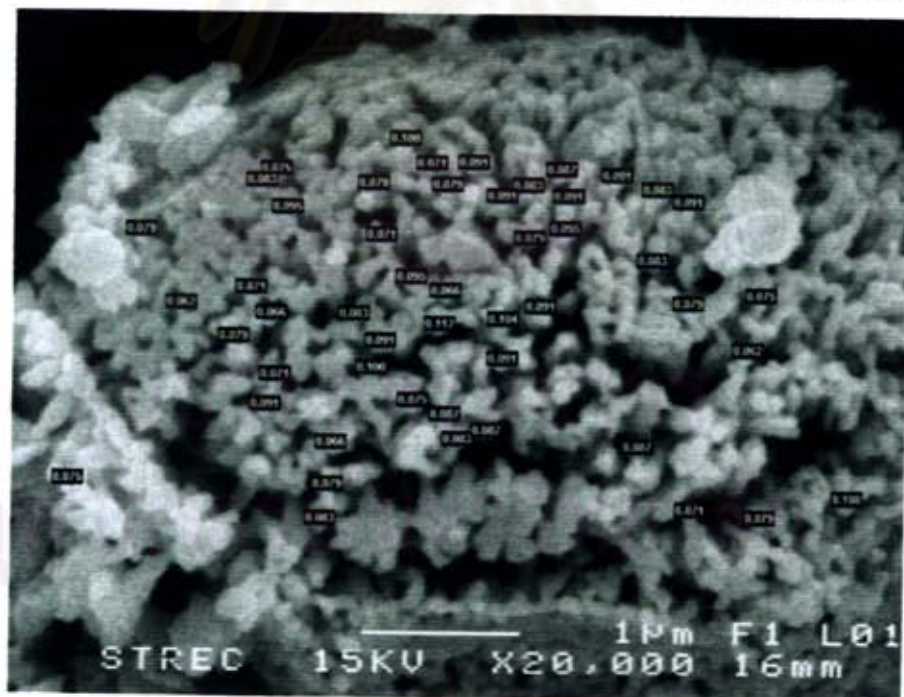
รูปที่ ค.4 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 100°C



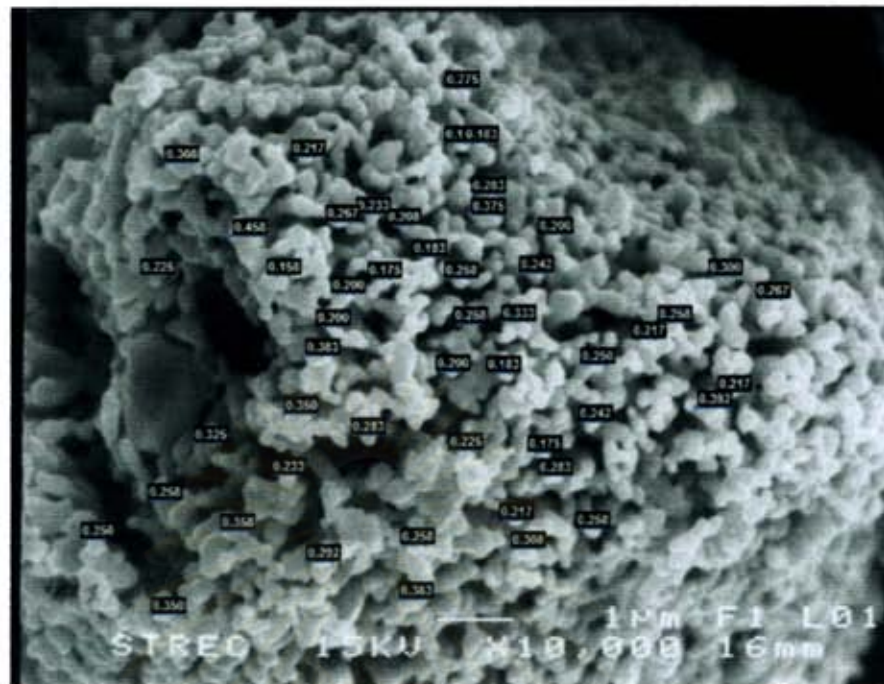
รูปที่ ค.5 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม.ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 125°C



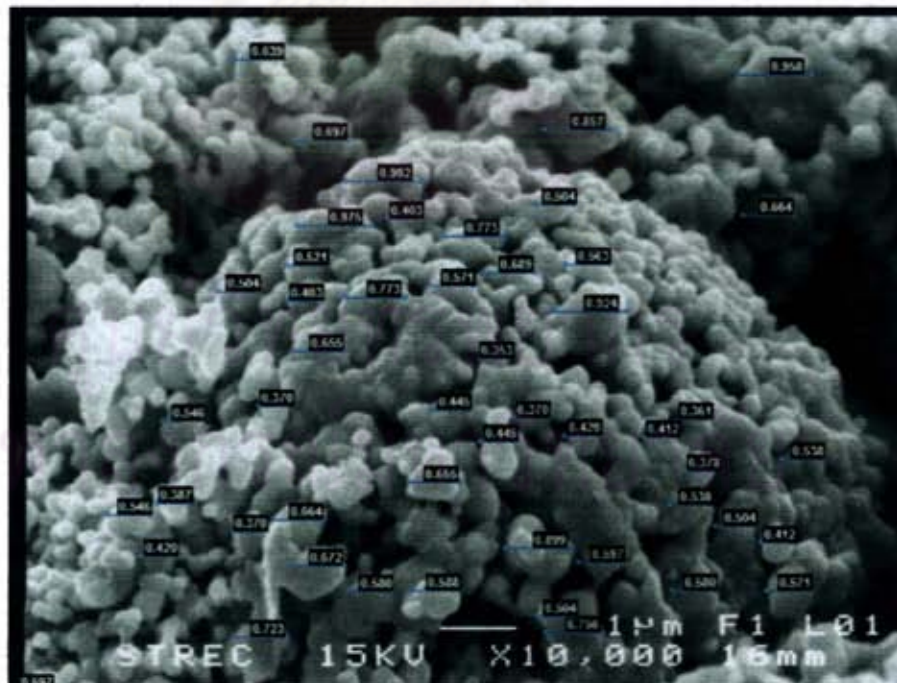
รูปที่ ค.6 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก) รัวด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 150°C



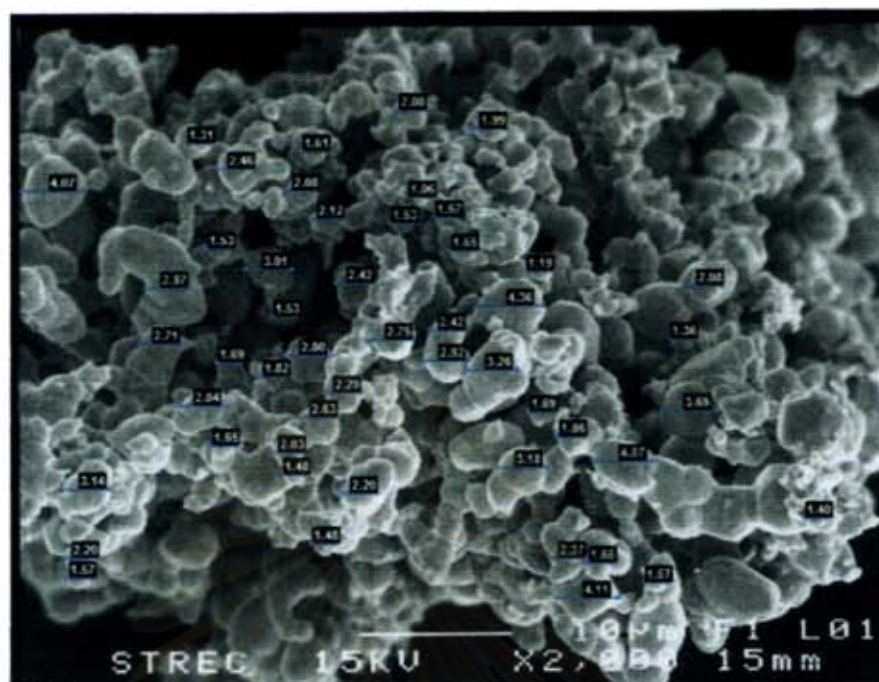
รูปที่ ค.7 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่) รัวด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิห้อง



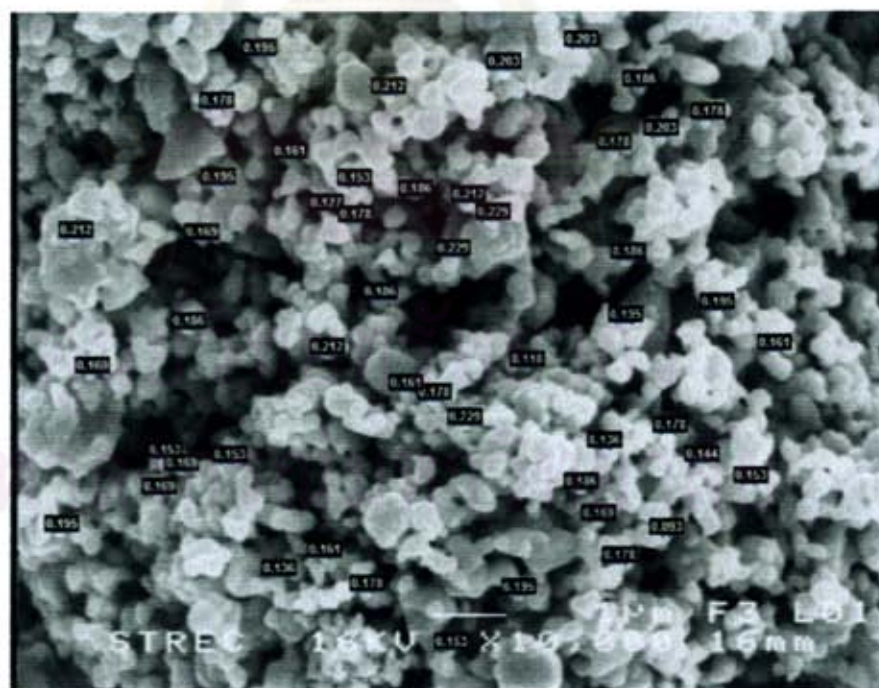
รูปที่ ค.8 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 50°C



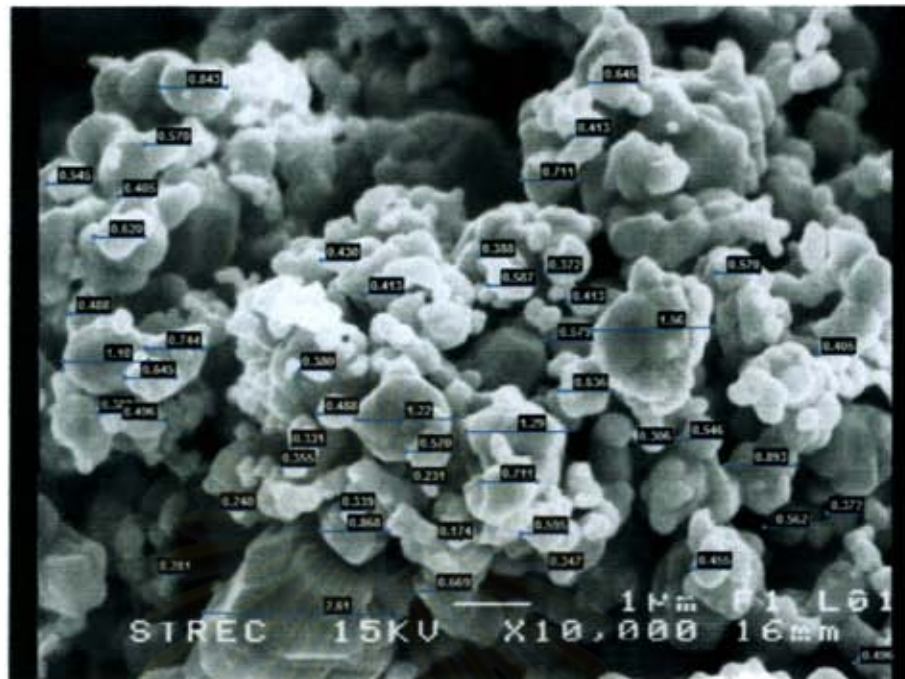
รูปที่ ค.9 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 100°C



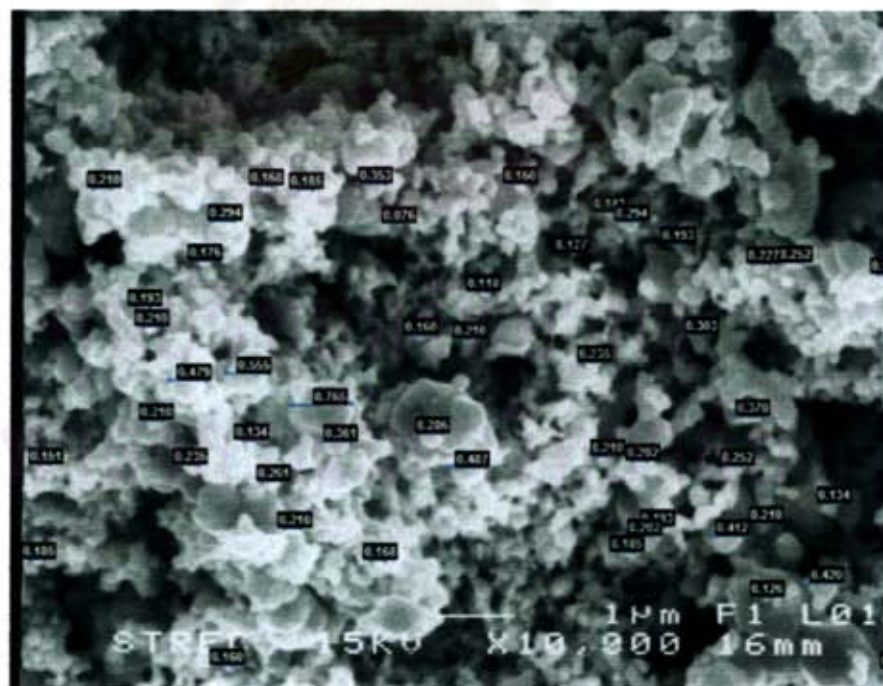
รูปที่ ค.10 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดใหญ่)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 150°C



รูปที่ ค.11 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ ค.12 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก) วิตวีซด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 50°C



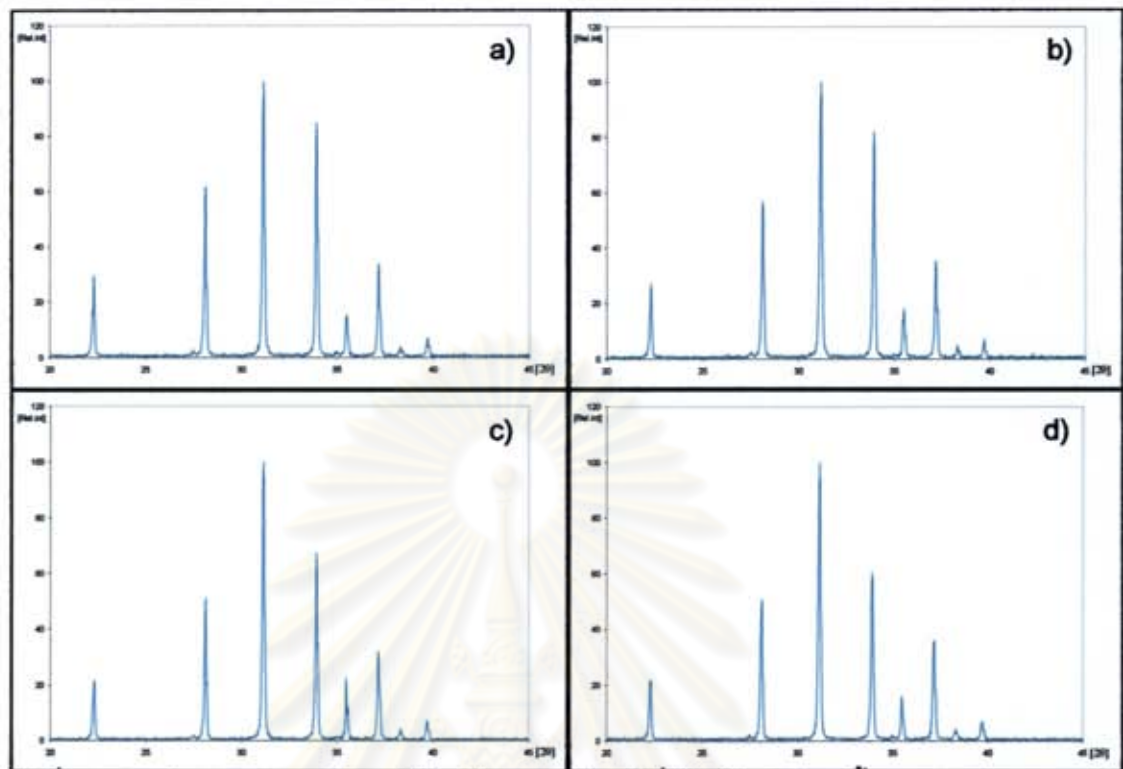
รูปที่ ค.13 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก) วิตวีซด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ 100°C



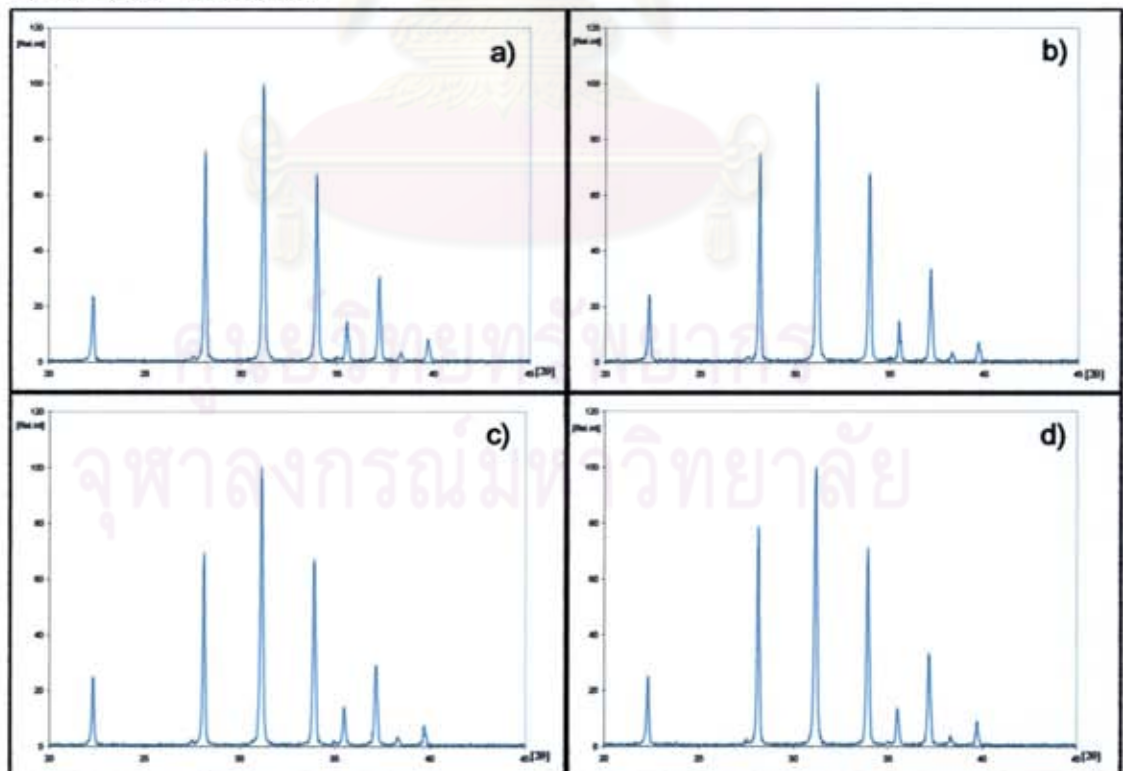
รูปที่ ค.14 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มี (ขนาดเล็ก)รีดิคซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิ $150\text{ }^\circ\text{C}$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง



รูปที่ ง.1 กราฟ XRD ของผงซิลิเกตเวอร์มิคัลไฟต์(ขนาดใหญ่) ที่ใช้มุมในการวางชิ้นงานมุมต่างๆ a) 0°
b) 45° c) 90° และ d) 135°



รูปที่ ง.2 กราฟ XRD ของผงซิลิเกตเวอร์มิคัลไฟต์(ขนาดเล็ก) ที่ใช้มุมในการวางชิ้นงานมุมต่างๆ a) 0°
b) 45° c) 90° และ d) 135°

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายอัศนัย ใจปลื้ม เกิดเมื่อวันที่ 18 พฤศจิกายน พ.ศ. 2525 ที่จังหวัดนครศรีธรรมราช จบการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุ จากคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ เมื่อปีการศึกษา 2548 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อระดับวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ในสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2548



ศูนย์วิทยพัทยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย