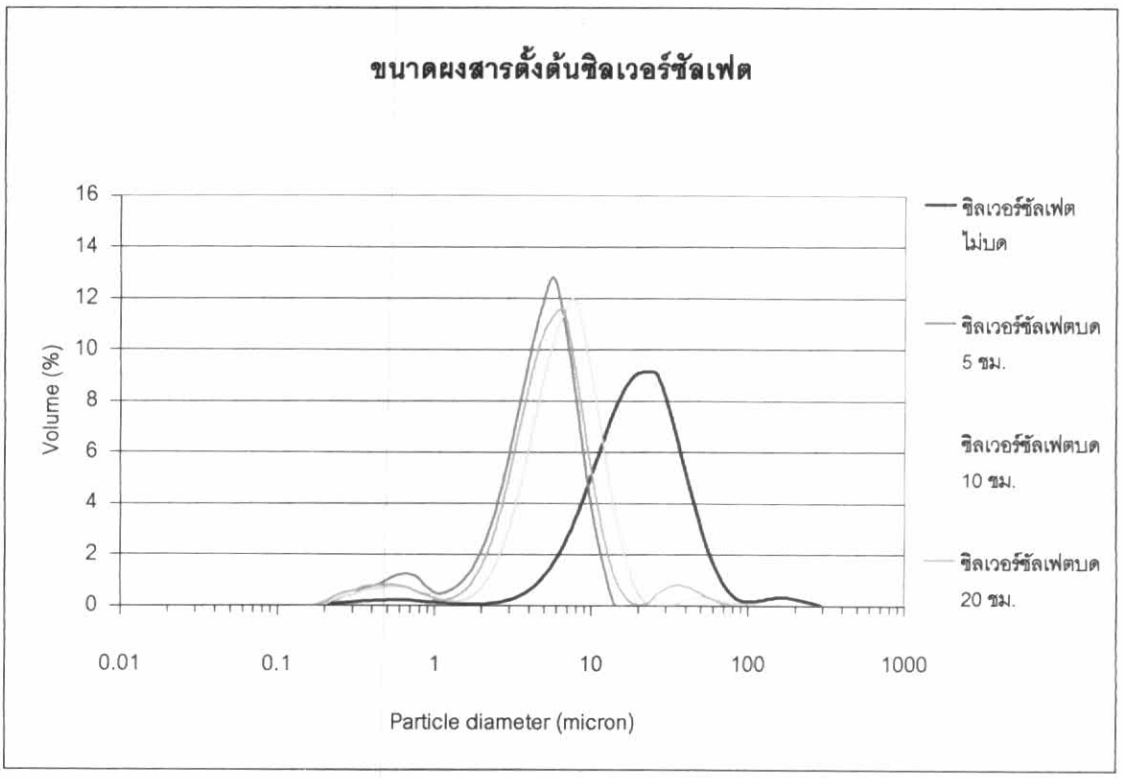
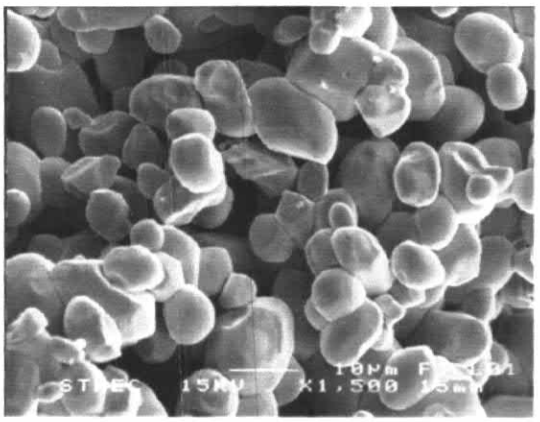
บทที่ 4
ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 ขนาดสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต

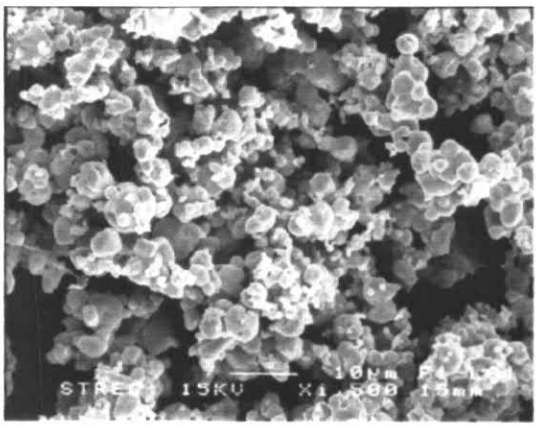
จากการตรวจสอบขนาดผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคโดยใช้เลเซอร์ (laser particle size analyzer, LPSA) แสดงดังรูปที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าขนาดของซิลเวอร์ซัลเฟตไม่บด บด 5 ชั่วโมง บด 10 ชั่วโมง และ 20 ชั่วโมง มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 22 ไมครอน 5 ไมครอน 8 ไมครอน และ 6 ไมครอน ตามลำดับ จากผลการทดสอบด้วยเครื่อง LPSA จะเห็นได้ว่าเวลาที่ใช้ในการบดไม่มีผลต่อขนาดซิลเวอร์ซัลเฟต แต่เมื่อสังเกตลักษณะรูปร่างของซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการบดเป็นเวลาต่างๆ จากภาพถ่ายจุลภาคด้วยเครื่อง scanning electron microscope (SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ถึง 4.5 จะเห็นว่าขนาดของซิลเวอร์ซัลเฟตเล็กลงเมื่อใช้เวลาในการบดเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงทำการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาคแทนผลจาก LPSA



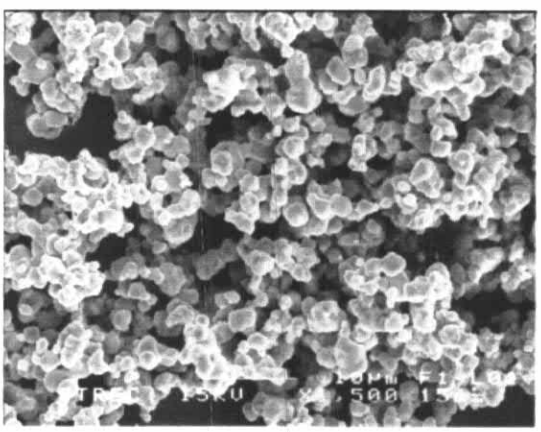
รูปที่ 4.1 ผลจากเครื่อง LPSA แสดงขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการบดที่เวลาต่าง ๆ



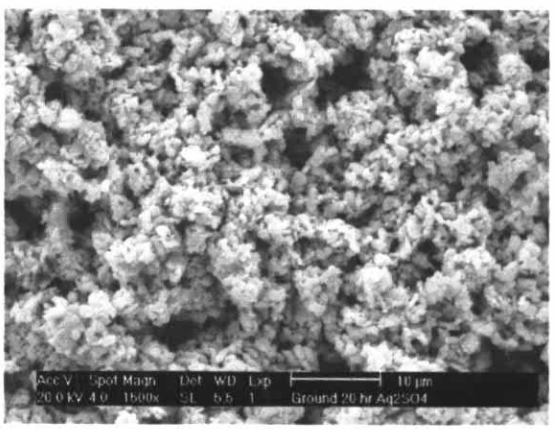
รูปที่ 4.2 สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตไม่บด
(ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 4.35±0.33 ไมครอน)



รูปที่ 4.3 สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตบด 5 ชั่วโมง
(ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 2.88±0.09 ไมครอน)



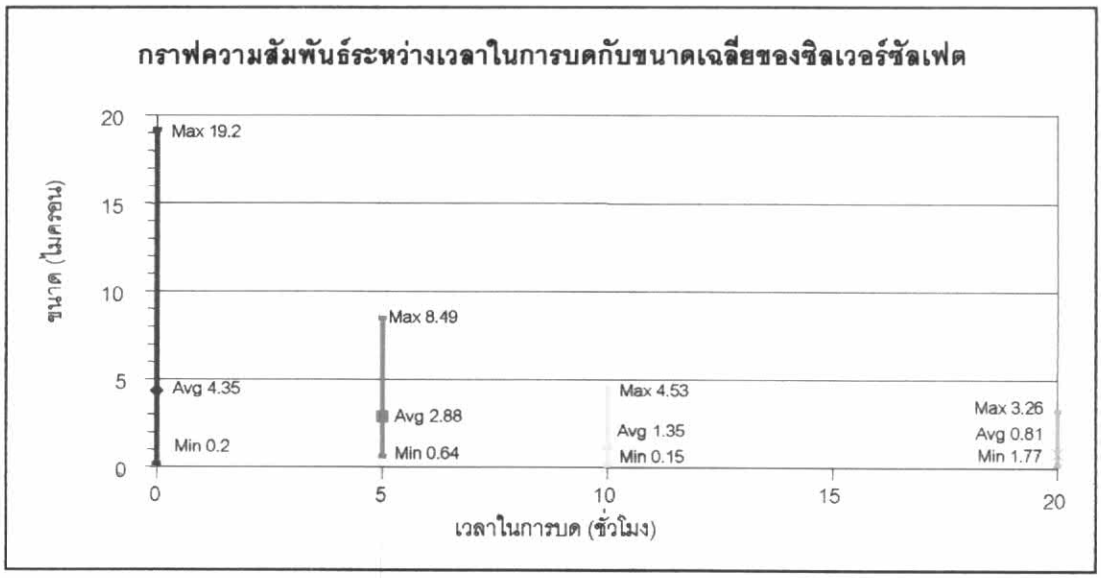
รูปที่ 4.4 สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตบด 10 ชั่วโมง
(ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 1.35±0.33 ไมครอน)



รูปที่ 4.5 สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตบด 20 ชั่วโมง
(ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 0.81±0.04 ไมครอน)

เมื่อทำการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค และนำมาเฉลี่ยจะได้ขนาดดังนี้ ซิลเวอร์ซัลเฟตไม่ผ่านการบด บด 5 ชั่วโมง บด10 ชั่วโมง และบด 20 ชั่วโมง มีขนาดเฉลี่ย 4.35±0.33 ไมครอน 2.88±0.09 ไมครอน 1.35±0.33 ไมครอน และ 0.81±0.04 ไมครอน ตามลำดับ (วิธีการหาค่าเฉลี่ย และตัวอย่างวิธีการวัดขนาดของขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตแสดงในภาคผนวก ข) สามารถวาดกราฟความสัมพันธ์ของเวลาในการบดกับขนาดสารตั้งต้นที่บดแล้วได้ดังรูปที่ 4.6 จะเห็นได้ว่าขนาดเฉลี่ยซิลเวอร์ซัลเฟตลดลง เมื่อใช้เวลาในการบดนานขึ้น และการกระจายตัวของขนาดสารตั้งต้นดีขึ้น ทำการเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากเครื่อง LPSA กับขนาดที่วัดจากภาพถ่ายจุลภาคด้วยเครื่อง SEM แสดงให้เห็นว่าผลจากเครื่อง LPSA ไม่น่าเชื่อถือเพราะขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตใหญ่กว่าความเป็นจริงซึ่งสาเหตุเกิดมาจากการเกาะตัวกันของสารตั้งต้นทำให้ขนาดที่ได้จาก LPSA มีขนาดใหญ่ จากการทดลองบดสารตั้งต้นที่เวลาต่างๆ สามารถบอกได้ว่าเมื่อใช้เวลานานขึ้นขนาดของสารตั้งต้นเล็กลง

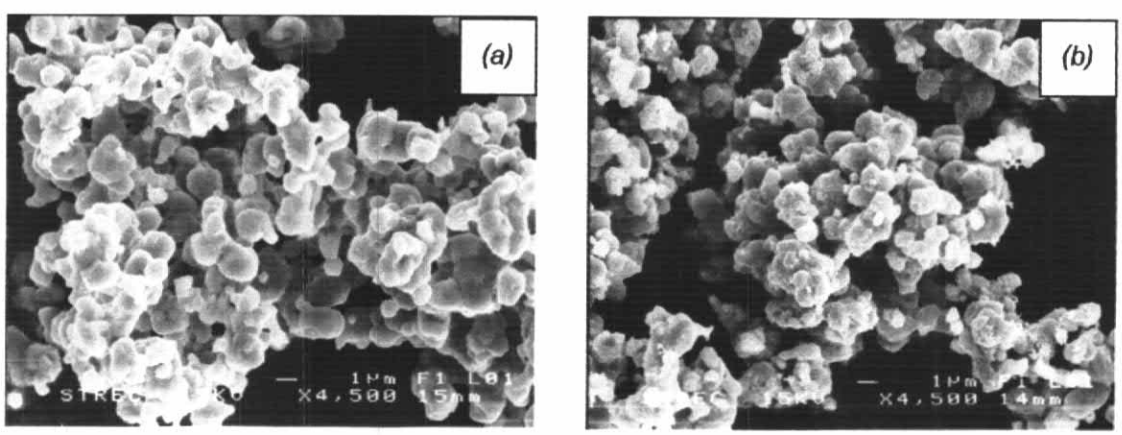
เนื่องจากผลของ LPSA ไม่มีความน่าเชื่อถือในงานวิจัยนี้จึงใช้ขนาดของผงเงินที่ได้จากการวัดขนาดเฉลี่ยภาพถ่ายจุลภาค



รูปที่ 4.6 แสดงขนาดเฉลี่ยของผงซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งผ่านการบดที่เวลาต่างๆ

4.2 ลักษณะซิลเวอร์อัลคอกไซด์

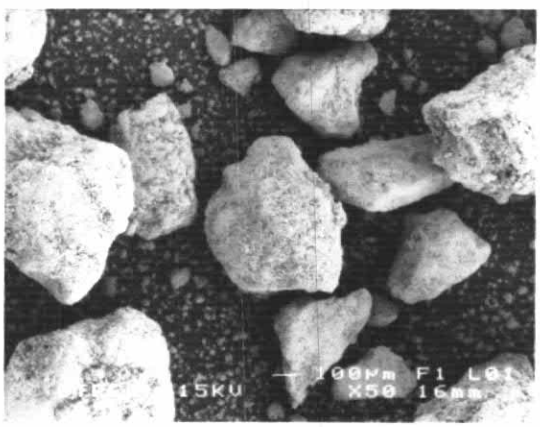
จากการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับกลีเซอรอลเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ซิลเวอร์-อัลคอกไซด์มีลักษณะเป็นผงสีดำ ซึ่งเปลี่ยนจากผงซิลเวอร์ซัลเฟตสีขาวเมื่อนำมามาบดให้แตกจะเห็นภายในของซิลเวอร์อัลคอกไซด์มีสีดำทั้งหมด แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ขนาดของซิลเวอร์อัลคอกไซด์ที่ได้มีขนาดเท่ากับสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตดูได้จากรูปที่ 4.7 เป็นภาพการเปรียบเทียบขนาดของซิลเวอร์ซัลเฟตผ่านการบด 10 ชั่วโมง และซิลเวอร์อัลคอกไซด์จากการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตบด 10 ชั่วโมง กับโซเดียมอัลคอกไซด์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



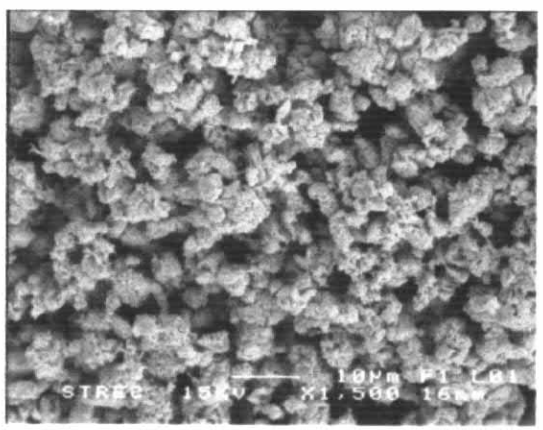
รูปที่ 4.7 ภาพจากเครื่อง SEM เปรียบเทียบขนาดระหว่าง (a) ซิลเวอร์ซัลเฟตผ่านการบด 10 ชั่วโมง กับ (b) ซิลเวอร์อัลคอกไซด์จากซิลเวอร์ซัลเฟตผ่านการบด 10 ชั่วโมง

4.3 ผลของการกวนต่อขนาดผงเงิน

ทำการทดลองเปรียบเทียบผลจากการกวนด้วยความเร็วรอบ 800 รอบต่อนาที และไม่กวนขณะทำการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอล ทั้งสองกรณีใช้สภาวะในการทดลองที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งเป็นอุณหภูมิ และเวลาที่สูงสุดในการทดลอง ใช้ซิลเวอร์-ซัลเฟตขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน จากผลการทดลองพบว่าผงเงินที่เกิดขึ้นโดยไม่กวนขณะทำการรีดิวซ์จะมารวมตัวกันแน่นอยู่บริเวณด้านล่างบีกเกอร์ เนื่องจากอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นมารวมตัวกันจนเป็นผง และผงก็รวมตัวกันจนมีขนาดใหญ่ขึ้นทำให้มีน้ำหนักมากจึงตกตะกอนเกาะกันแน่นบริเวณด้านล่างบีกเกอร์มีผลทำให้การล้างตะกอนผงเงินยาก เมื่อเปรียบเทียบกับการทดลองกวนด้วยเครื่องกวนตลอดเวลาจะทำให้ผงเงินที่ได้รวมตัวกันเป็นก้อนเล็กกว่า เนื่องจากอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นมีโอกาสที่จะเกาะกันน้อยลง เพราะเคลื่อนที่อยู่ในสารละลายตลอดเวลาจึงสามารถทำการล้างกลีเซอรอลออกจากผงเงินได้ง่ายกว่าแบบไม่กวนในขณะทำการรีดิวซ์ สามารถเปรียบเทียบลักษณะผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์โดยไม่กวน และกวนได้จากรูปที่ 4.8 และรูปที่ 4.9 จากผลการทดลองดังกล่าวจึงเลือกใช้การกวนในระหว่างการรีดิวซ์ทุกการทดลอง



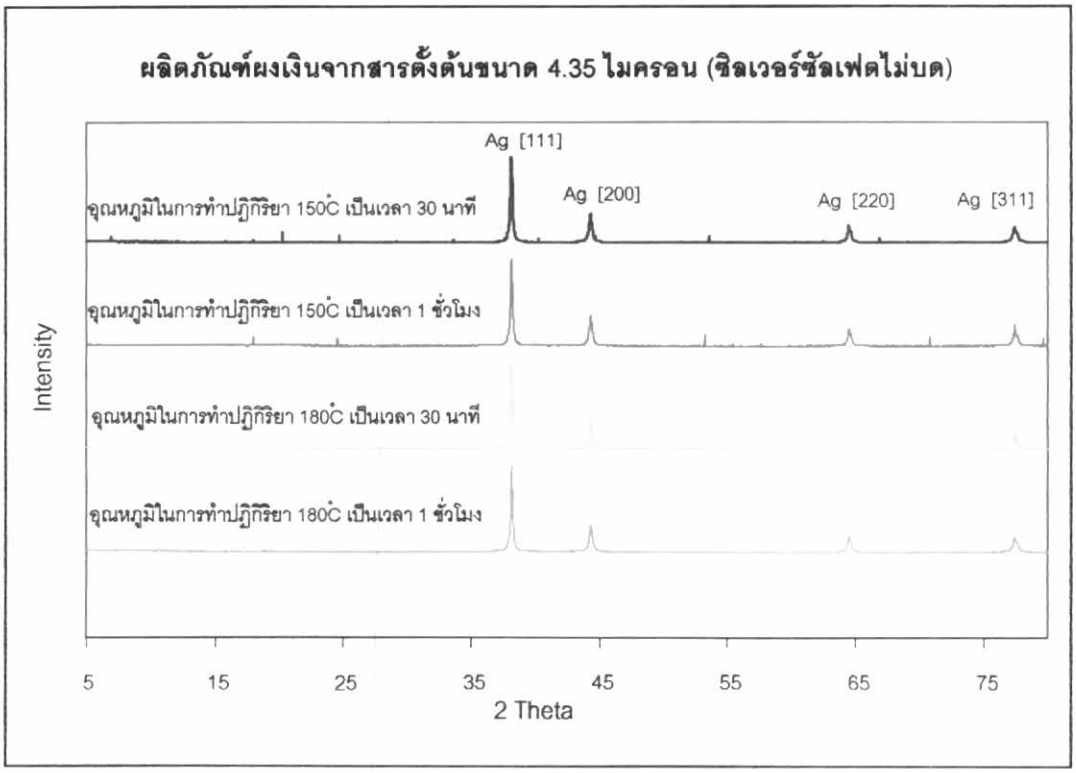
รูปที่ 4.8 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ไม่กวนระหว่างการรีดิวซ์



รูปที่ 4.9 ผงเงินสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กวนระหว่างการรีดิวซ์

4.4 คุณภาพของผงเงิน และปริมาณของผงเงินที่สามารถตรวจสอบได้

เมื่อนำผงเงินซึ่งผลิตจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอลมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ในรูปที่ 4.10 แสดงผลวิเคราะห์ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 4.35 ไมครอน (ซิลเวอร์ซัลเฟตไม่บด) และผลวิเคราะห์ของการทดลองอื่นๆ แสดงในภาคผนวก ค จากกราฟจะเห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์เป็นเงินมากกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ และมีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์ประเภท face centered cubic (FCC) ทั้งหมด



รูปที่ 4.10 กราฟ XRD ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 4.35 ไมครอน

นอกจากนี้ผลวิเคราะห์จาก XRD ยังสามารถบอกได้ว่าขนาดของซิลเวอร์อัลคอกไซด์ที่ได้จากสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตบดที่เวลาต่างๆ นำมาทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150C ถึง 180C เป็นเวลา 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมง สามารถถูกรีดิวซ์ทำให้เกิดผงเงินได้อย่างสมบูรณ์

เมื่อทำการหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์เงิน (วิธีการคำนวณระบุไว้ใน ภาคผนวก ง) ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าเปอร์เซ็นต์ของผงเงินที่ได้จากวิธีการผลิตนี้มีค่าอยู่ในช่วง 92 ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นปริมาณที่ค่อนข้างสูงเมื่อเทียบกับการผลิตผงเงินด้วยวิธีทางเคมีอื่นๆ ซึ่งได้ผลิตภัณฑ์เงินประมาณ 60 ถึง 70 เปอร์เซ็นต์ [12]

ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณของผงเงินที่ได้จากการทดลอง

สารตั้งต้น	สภาวะที่ใช้ทำการทดลอง	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ผงเงิน* (กรัม)	ผลิตภัณฑ์ผงเงิน (เปอร์เซ็นต์)
ไม่บด	อุณหภูมิ 150°C เวลา 30 นาที	6.62	95.7
บด 5 ชั่วโมง		6.75	97.5
บด 10 ชั่วโมง		6.58	95.1
บด 20 ชั่วโมง		6.63	95.8
ไม่บด	อุณหภูมิ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง	6.78	98.0
บด 5 ชั่วโมง		6.84	98.8
บด 10 ชั่วโมง		6.42	92.8
บด 20 ชั่วโมง		6.56	94.8
ไม่บด	อุณหภูมิ 180°C เวลา 30 นาที	6.59	95.2
บด 5 ชั่วโมง		6.82	98.6
บด 10 ชั่วโมง		6.53	94.4
บด 20 ชั่วโมง		6.55	94.7
ไม่บด	อุณหภูมิ 180°C เวลา 1 ชั่วโมง	6.83	98.7
บด 5 ชั่วโมง		6.85	99.0
บด 10 ชั่วโมง		6.59	95.2
บด 20 ชั่วโมง		6.75	97.5

หมายเหตุ * = Ag_2SO_4 *10 กรัม มีเงิน 6.92 กรัม*

4.5 ผลของอุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อลักษณะทางกายภาพ

ผลิตภัณฑ์ผงเงินที่ผลิตจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอลเมื่อมองด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะผงเป็นสีเทาดำ ถ้านำผงเงินมาบดบนวัตถุผิวเรียบจะเห็นการสะท้อนของแสง เนื่องจากผงเงินที่ผลิตได้มีลักษณะผิวขรุขระคล้ายกับปะการัง หรือฟองน้ำการสะท้อนของแสงไม่ดี หลังจากนำมาบดผิวของผงเงินจะแบนเรียบ และแสดงคุณสมบัติการสะท้อนแสงของโลหะ

ผงเงินจากการผลิตที่สภาวะต่างๆ นำมาวิเคราะห์ขนาดด้วยเครื่อง LPSA (แสดงในภาคผนวก จ) จะเห็นได้ว่าผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเฉลี่ย 4.35 2.88 และ 1.36 ไมครอน ที่อุณหภูมิ และเวลาที่กำหนดจะมีขนาดผงเงินเฉลี่ยใกล้เคียงกัน ยกเว้นผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเฉลี่ย 0.81 ไมครอน มีขนาดของผงเงินเฉลี่ยต่างกัน แต่จากผลวิเคราะห์จาก

เครื่อง LPSA ของขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตไม่ตรงกับขนาดซิลเวอร์ซัลเฟตเฉลี่ยจากภาพถ่ายจุลภาค ดังนั้นจึงใช้ขนาดเฉลี่ยผงเงินโดยการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค

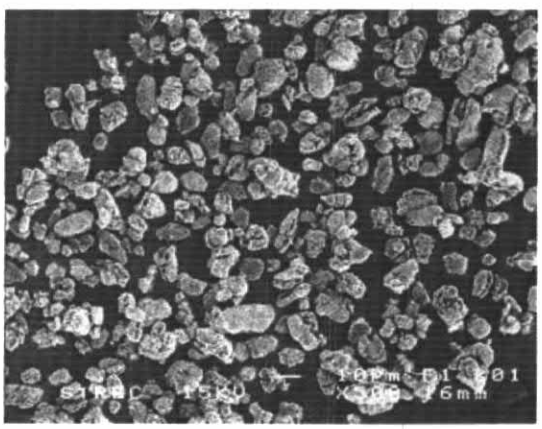
เมื่อทำการวัดขนาดเฉลี่ยของผงเงินจากภาพถ่ายจุลภาค ขนาดเฉลี่ยแสดงในตารางที่ ข.3 (ภาคผนวก ข) พบว่าผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน (ไม่บด) ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ และเวลาที่กำหนดไว้มีขนาดใกล้เคียงกันมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 9 ถึง 11 ไมครอน เช่นเดียวกับผงเงินที่ผลิตจากสารตั้งต้นขนาด 1.35 ไมครอน (บด 10 ชั่วโมง) ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ และเวลาที่กำหนดมีขนาดเฉลี่ยในช่วง 6 ถึง 7 ไมครอน มีขนาดใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นได้ว่าอุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาไม่มีผลต่อขนาดของผงเงิน

ผงเงินที่ผลิตจากสารตั้งต้นขนาด 4.35 และ 1.35 ไมครอน จากรูปที่ 4.11 และรูปที่ 4.13 จะเห็นได้ว่ามีลักษณะผงเงินเป็นเม็ดคล้ายกับสารตั้งต้น และเกาะกันอย่างหลวมๆ สาเหตุของขนาดผงเงินที่สม่ำเสมอน่าจะมาจากขนาดสารตั้งต้นที่เกาะกันอย่างหลวมๆ ของสารตั้งต้นเมื่อเกิดอนุภาคของเงินเกิดขึ้นพร้อมกันทำให้ขนาดที่ได้ใกล้เคียง และไม่เกาะกันแน่น

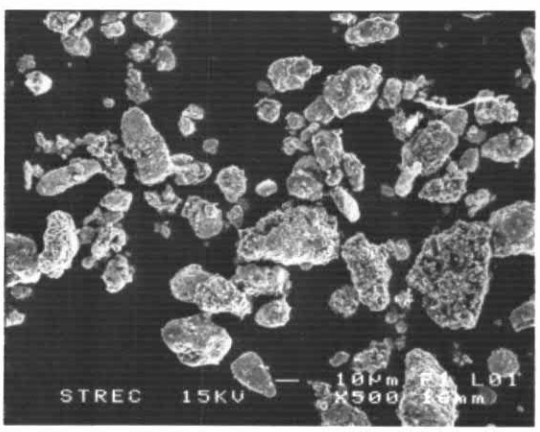
ผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาด 2.88 ไมครอน (บด 5 ชั่วโมง) มีขนาดเรียงจากใหญ่ไปเล็กดังนี้ ผงเงินขนาดเฉลี่ย 65.19 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง ผงเงินขนาดเฉลี่ย 55.02 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 150°C เวลา 30 นาที ผงเงินขนาดเฉลี่ย 32.28 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 180°C เวลา 30 นาที และผงเงินขนาดเฉลี่ย 24.27 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 180°C เวลา 1 ชั่วโมง ลักษณะของผงเงินที่ได้มีขนาดไม่สม่ำเสมอดังรูปที่ 4.12 สาเหตุน่าจะมาจากสารตั้งต้นซึ่งมีขนาดเล็กเกาะอยู่กับสารตั้งต้นขนาดใหญ่จำนวนหนึ่ง ขณะถูกรีดิวซ์เป็นเงินสารตั้งต้นที่มีขนาดเล็กจะเกิดเป็นเงินก่อน และเข้ามาเกาะอยู่ตามช่องว่างระหว่างสารตั้งต้นขนาดใหญ่ เมื่อสารตั้งต้นขนาดใหญ่เกิดเป็นเงินขึ้นก็จะมาจับกับเงินที่เกิดขึ้นก่อน ทำให้ผงเงินที่ได้เกิดการเกาะกันแน่น และมีขนาดเล็กใหญ่ไม่สม่ำเสมอดังรูป

ผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาด 0.81 ไมครอน (บด 20 ชั่วโมง) มีขนาดเรียงจากใหญ่ไปเล็กดังนี้ ผงเงินขนาดเฉลี่ย 295.82 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 180°C เวลา 30 นาที ผงเงินขนาดเฉลี่ย 225.46 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 150°C เวลา 30 นาที ผงเงินขนาดเฉลี่ย 95.60 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง ผงเงินขนาดเฉลี่ย 61.52 ไมครอน ผลิตที่อุณหภูมิ 180°C เวลา 1 ชั่วโมง ผงเงินที่ผลิตได้มีลักษะเป็นก้อนกลมใหญ่ดังรูปที่ 4.14 สาเหตุของผงเงินลักษณะนี้น่าจะมาจากขนาดสารตั้งต้นที่ขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวสูง และมีการเกาะกัน เมื่อนำมาทำการรีดิวซ์ผงเงินที่เกิดจึงรวมตัวกันได้ง่ายเนื่องจากสารตั้งต้นมีขนาดเล็ก และขณะเดียวกันการกวนยังทำให้ผงเงินเข้ามารวมตัวกันในลักษณะก้อนกลม

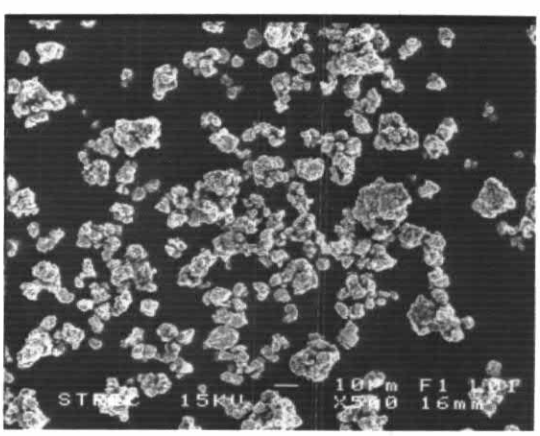
เมื่อนำขนาดเฉลี่ยของผงเงินที่วัดได้มาวาดกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ จากรูปที่ 4.15 เป็นกราฟเปรียบเทียบขนาดสารตั้งต้นกับขนาดผงเงินจะเห็นได้ว่าการทดลองที่สภาวะต่างๆ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 150°C ถึง 180°C และเวลา 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมง ไม่มีผลต่อขนาดของผงเงิน แต่การกวนน่าจะมีผลต่อขนาดของมากกว่าเพราะผงเงินที่ได้เกิดมาจากการรวมตัวกันของอนุภาคเงินขนาดเล็กซึ่งในการกวนด้วย magnetic stirrer ไม่มีความสม่ำเสมอมากนักทำให้การรวมตัวของอนุภาคเงินไม่สม่ำเสมอเกิดผงเงินที่มีขนาดเล็กและใหญ่ ในการรวมตัวของอนุภาคเงินเกิดจากพลังงานพื้นผิว (surface energy) ที่สูงขึ้นขณะถูกรีดิวซ์เป็นเงิน เพื่อเป็นการลดพลังงานดังกล่าวอนุภาคเงินจึงมารวมตัวกัน [16]



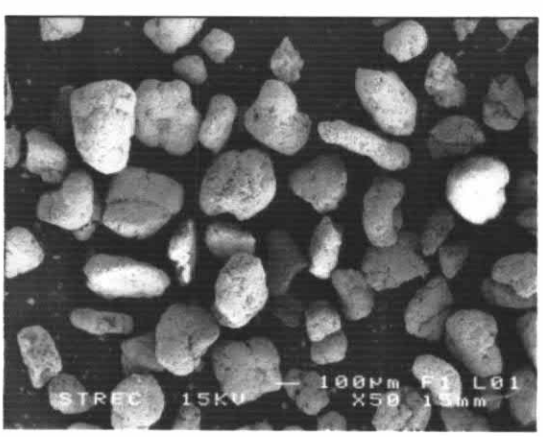
รูปที่ 4.11 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 4.12 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 2.88 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที



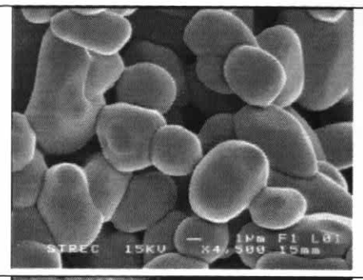
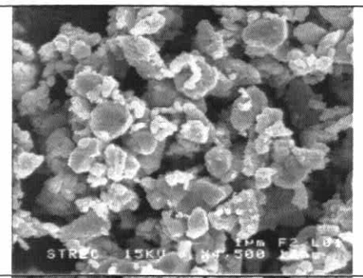
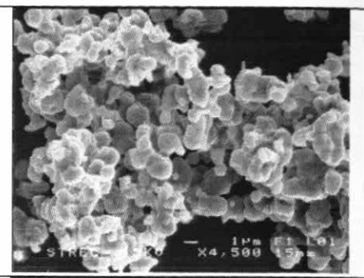
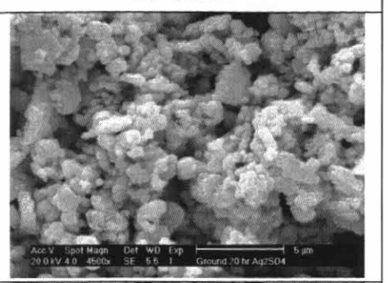
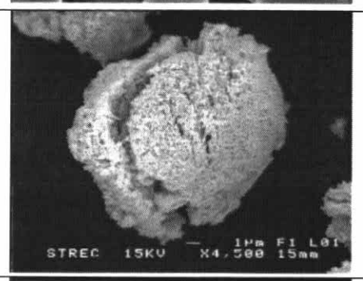
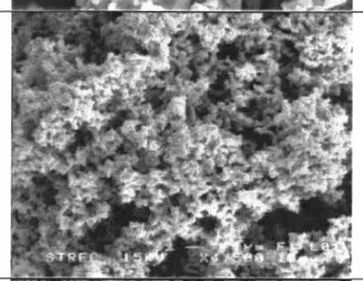
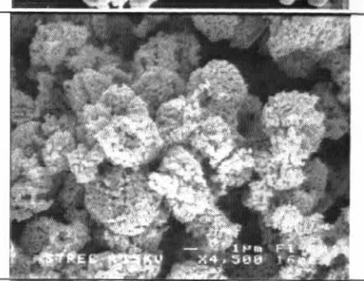
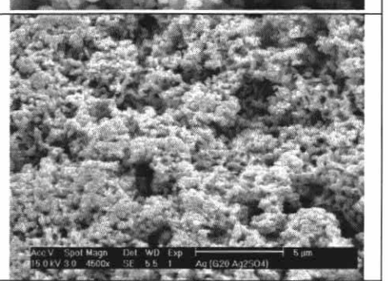
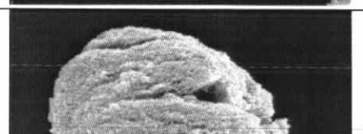
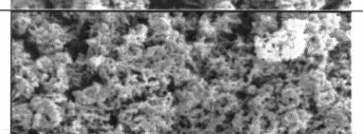
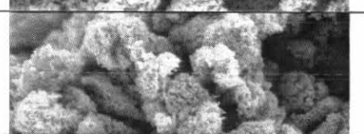
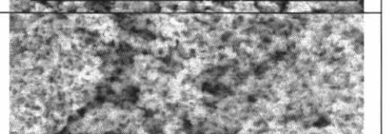
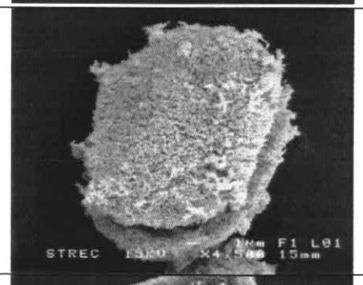
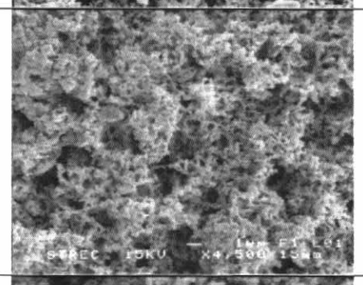
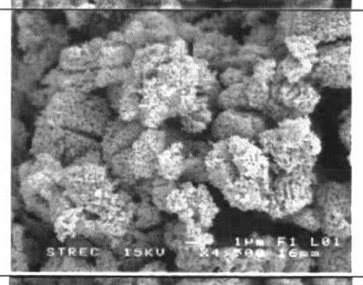
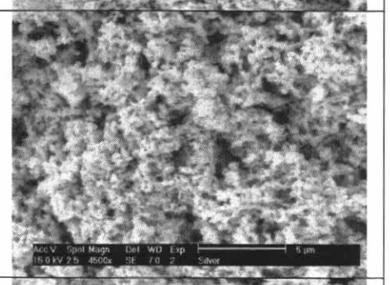
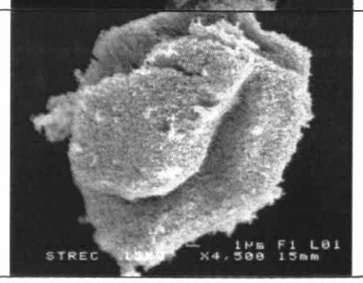
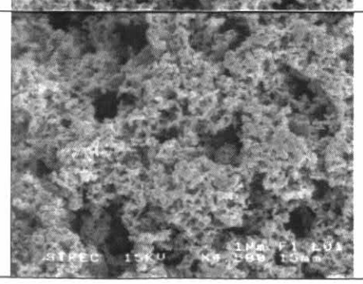
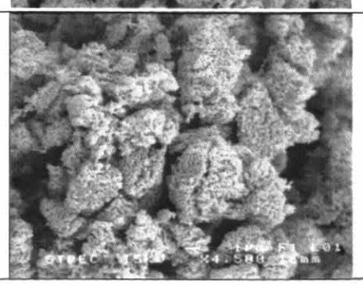
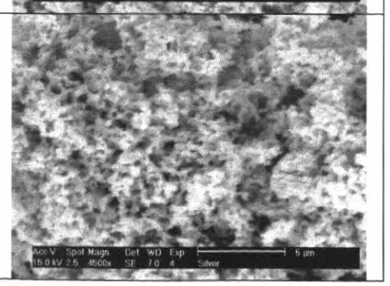
รูปที่ 4.13 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที



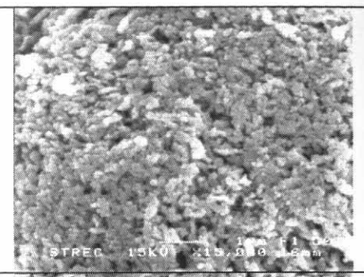
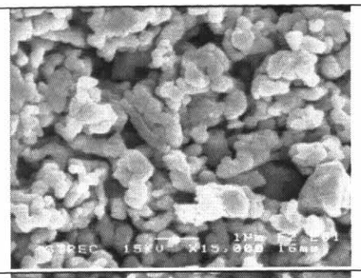
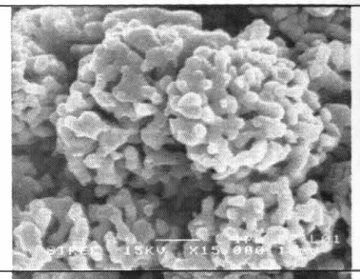
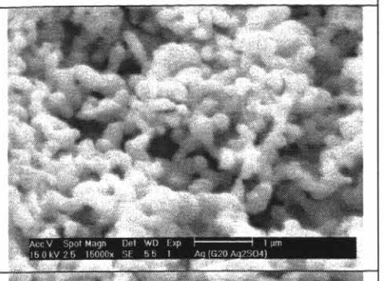
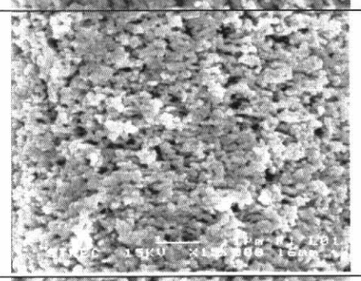
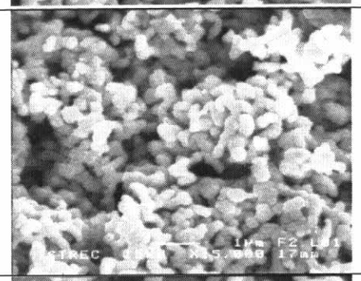
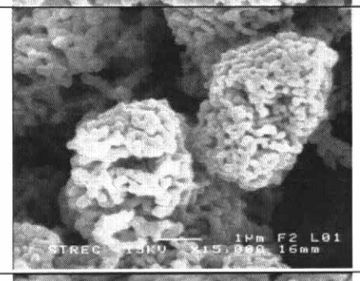
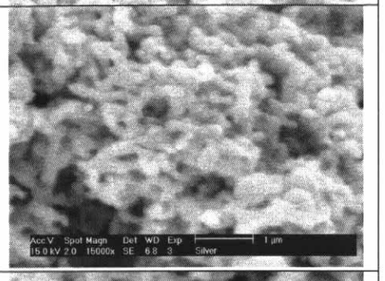
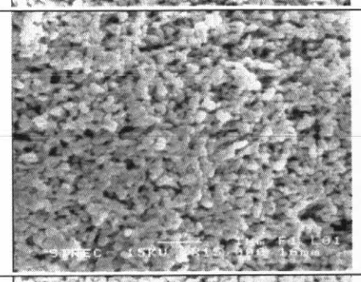
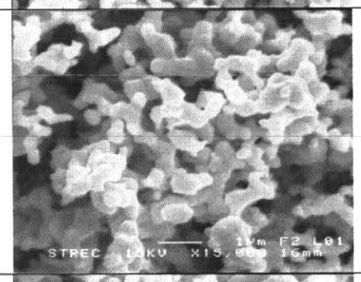
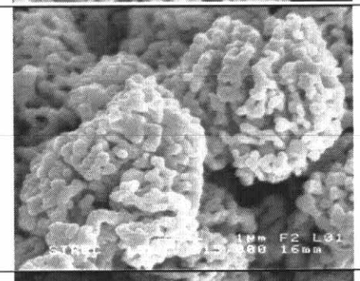
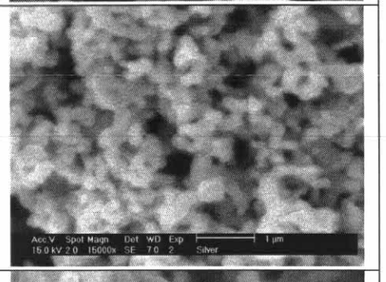
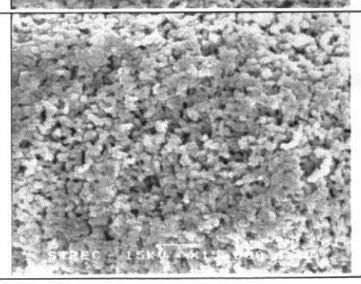
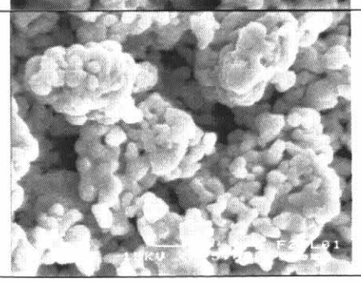
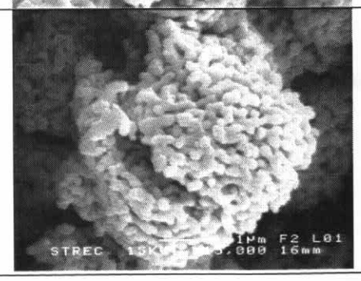
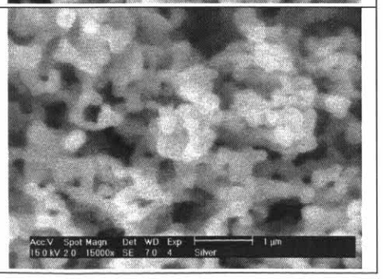
รูปที่ 4.14 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที

รูปที่ 4.15 กราฟเปรียบเทียบขนาดผงเงินเฉลี่ยกับขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ย

ในรูปที่ 4.16 เป็นภาพถ่ายจุลภาคเปรียบเทียบขนาดผงเงินที่ได้จากการผลิตโดยการปรับอุณหภูมิ และเวลาในการรีดิวซ์ซิวเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอล

สภาวะที่ใช้		เวลาในการบดสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต			
อุณหภูมิ	เวลา	*ไม่บด*	*5 ชั่วโมง*	*10 ชั่วโมง*	*20 ชั่วโมง*
สารตั้งต้นก่อนทำปฏิกริยา					
150C°	*30 นาที*				
150C°	*1 ชั่วโมง*				
180C°	*30 นาที*				
180C°	*1 ชั่วโมง*				

รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจุลภาคของผงเงินจากเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 4,500 เท่า

สภาวะที่ใช้		เวลาในการบดสารตั้งต้น			
อุณหภูมิ	เวลา	ไม่บด	5 ชั่วโมง	10 ชั่วโมง	20 ชั่วโมง
150C°	30 นาที				
150C°	1 ชั่วโมง				
180C°	30 นาที				
180C°	1 ชั่วโมง				

รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจุลภาคของผงเงินจากเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า

4.6 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงิน

ผลิตภัณฑ์ผงเงินที่ผลิตได้ เมื่อพิจารณาภาพถ่ายจุลภาคที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.17 บริเวณผิวของผงเงินจะเห็นลักษณะกิ่งของผงเงินในแต่ละการทดลองซึ่งจะพบว่าลักษณะของกิ่งผงเงินเป็นอนุภาคเงินค่อนข้างกลมจับตัวกัน โดยทำการวัดขนาดอนุภาคจากภาพถ่ายจุลภาคซึ่งแสดงวิธีการวัดขนาดไว้ในภาคผนวก ข ขนาดอนุภาคเฉลี่ยแสดงอยู่ในตารางที่ 4.2 มีซึ่งขนาดอยู่ในช่วง 60 ถึง 250 นาโนเมตร เมื่อนำขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ได้นำมาวาดกราฟเพื่อดูความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ยกับขนาดอนุภาค ที่อุณหภูมิ และเวลาในการรีดิวซ์ที่กำหนดไว้จะได้กราฟดังรูปที่ 4.18 จะเห็นได้ว่าขนาดเฉลี่ยของอนุภาคเงินที่ได้จากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน (ไม่บด) 1.35 ไมครอน (บด 10 ชั่วโมง) และ 0.81 ไมครอน (บด 20 ชั่วโมง) ขนาดของอนุภาคที่ได้สม่ำเสมอไม่เกาะกันแน่นไม่แตกต่างกันมากนักมีขนาดประมาณ 60 ถึง 140 ไมครอน 160 ถึง 200 ไมครอน และ 140 ถึง 180 ไมครอน ตามลำดับ ยกเว้นขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 2.88 ไมครอน (บด 5 ชั่วโมง) มีขนาดที่ได้ใหญ่ และเล็กไม่สม่ำเสมอกันมีขนาดประมาณ 100 ถึง 240 ไมครอน สามารถดูได้จากภาพถ่ายจุลภาค

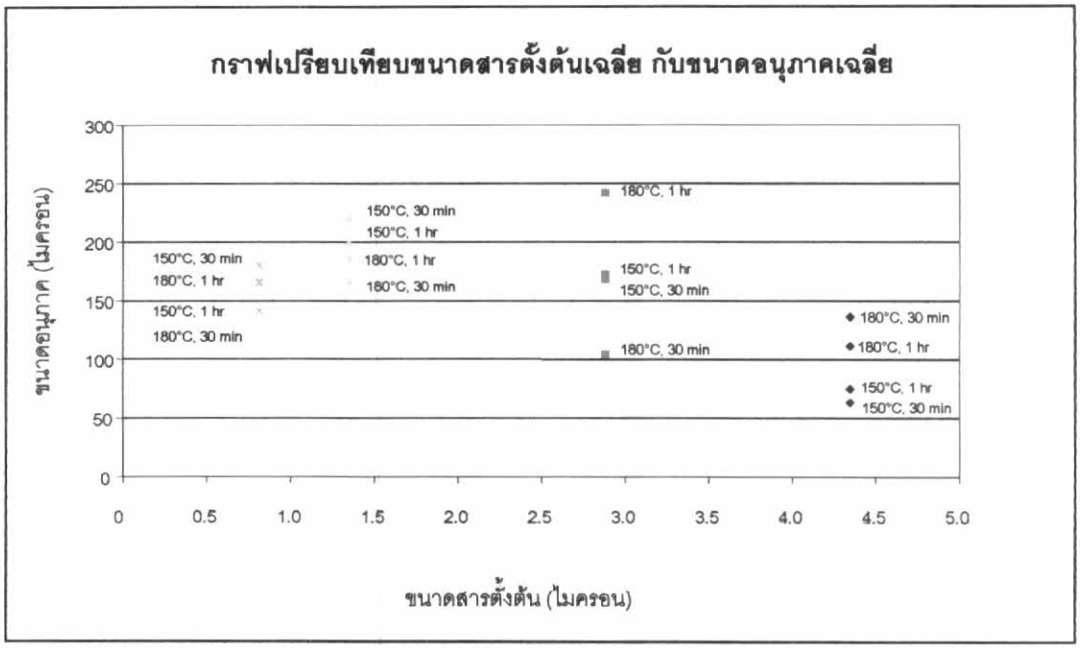
จากการทดลองสังเกตได้ว่าอนุภาคจะมีขนาดเล็กเมื่อสารตั้งต้นมีขนาดใหญ่ สาเหตุน่าจะมาจากการบดเป็นการเพิ่มพลังงานสะสมให้กับสารตั้งต้น หลังจากบดเป็นเวลานานนำสารตั้งต้นมาทำปฏิกิริยาทำให้อนุภาคเงินเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่อการทำปฏิกิริยาผ่านไปนานขึ้นอนุภาคของเงินจึงมารวมตัวกันมีขนาดใหญ่

ในการหาขนาดผลึกเฉลี่ยของเงินใช้วิธีการคำนวณจากกราฟ XRD โดยใช้สมการของ Debye-Scherrer (แสดงตัวอย่างการคำนวณในภาคผนวก ฉ) ขนาดผลึกที่คำนวณได้แสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าขนาดของผลึกเงินที่ผลิตได้มีขนาดอยู่ในช่วง 30 ถึง 45 นาโนเมตร เมื่อทำการเปรียบเทียบขนาดผลึกเงินจากคำนวณกับงานวิจัยของ Yadong Li [16] พบว่าขนาดผลึกเฉลี่ยของเงินที่ไม่เติม DBS ซึ่งเป็นตัวทำให้เกิดความเสถียรให้กับเงินมีขนาดผลึกเฉลี่ย 350 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าผงเงินที่ผลิตโดยเทคนิคโซล-เจล

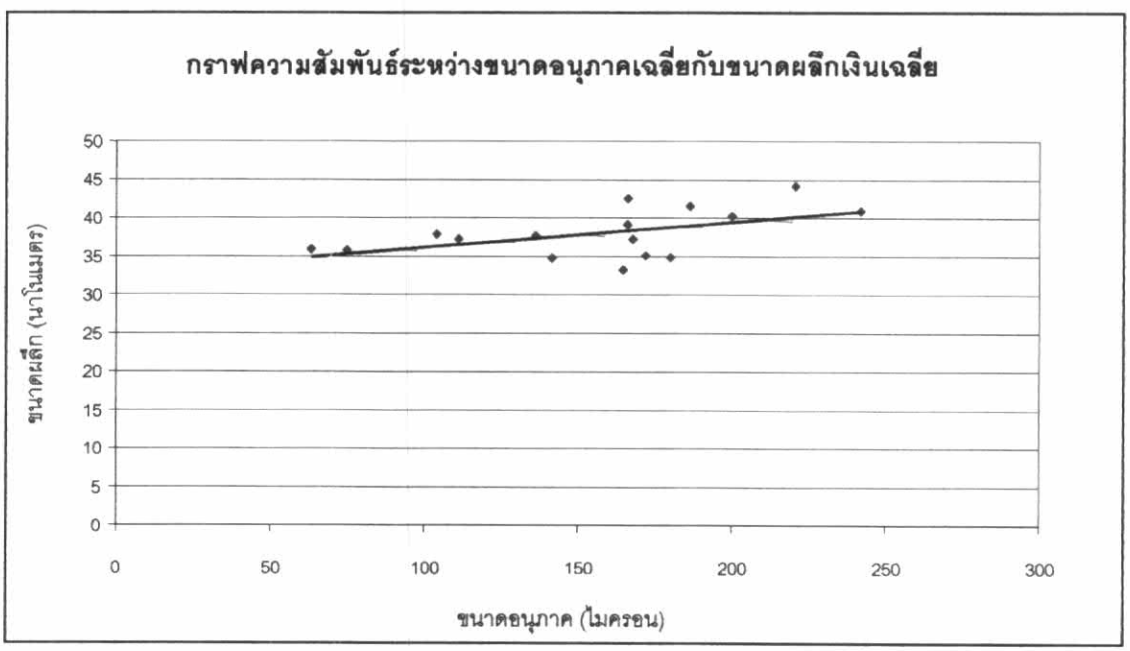
ทำการวาดกราฟเพื่อดูความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคกับขนาดผลึกของเงินดังแสดงในรูปที่ 4.19 จะเห็นได้ว่าอนุภาคเงินที่มีขนาดเล็กจะประกอบด้วยผลึกเงินที่มีขนาดเล็ก และในทำนองเดียวกันอนุภาคเงินขนาดใหญ่จะประกอบด้วยผลึกเงินที่มีขนาดใหญ่

ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดของอนุภาคเงินซึ่งถูกรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ และเวลาต่างๆ

สารตั้งต้น	อุณหภูมิ และเวลาในการรีดิวซ์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากภาพถ่ายจุลภาค (nm)	ขนาดผลึกเฉลี่ยจากการคำนวณ (nm)
ไม่บด	อุณหภูมิ 150°C เวลา 30 นาที	63.29	35.87
บด 5 ชั่วโมง		167.87	37.23
บด 10 ชั่วโมง		220.71	44.17
บด 20 ชั่วโมง		180.12	34.85
ไม่บด	อุณหภูมิ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง	74.82	35.74
บด 5 ชั่วโมง		172.00	35.09
บด 10 ชั่วโมง		200.08	40.26
บด 20 ชั่วโมง		164.70	33.22
ไม่บด	อุณหภูมิ 180°C เวลา 30 นาที	136.28	37.66
บด 5 ชั่วโมง		104.09	37.88
บด 10 ชั่วโมง		166.29	42.54
บด 20 ชั่วโมง		141.59	34.79
ไม่บด	อุณหภูมิ 180°C เวลา 1 ชั่วโมง	111.20	37.20
บด 5 ชั่วโมง		241.98	40.91
บด 10 ชั่วโมง		186.40	41.55
บด 20 ชั่วโมง		166.13	39.15



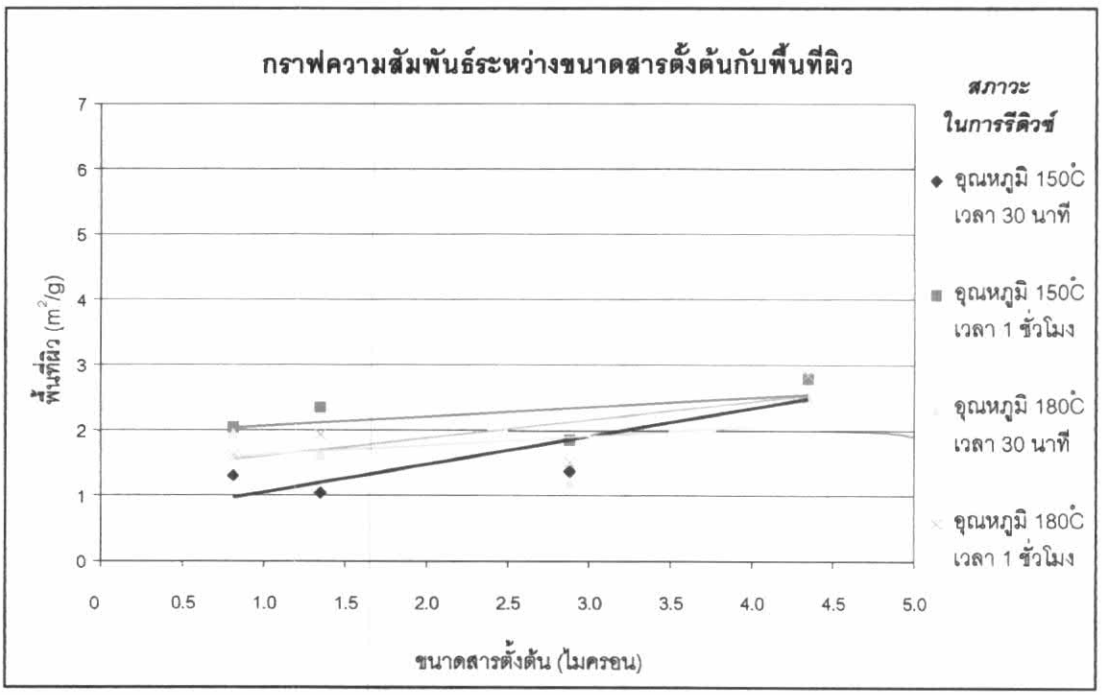
รูปที่ 4.18 กราฟเปรียบเทียบขนาดของสารตั้งต้นเฉลี่ยกับขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากภาพถ่ายจุลภาค



รูปที่ 4.19 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคเฉลี่ยกับขนาดผลึกเงินเฉลี่ย

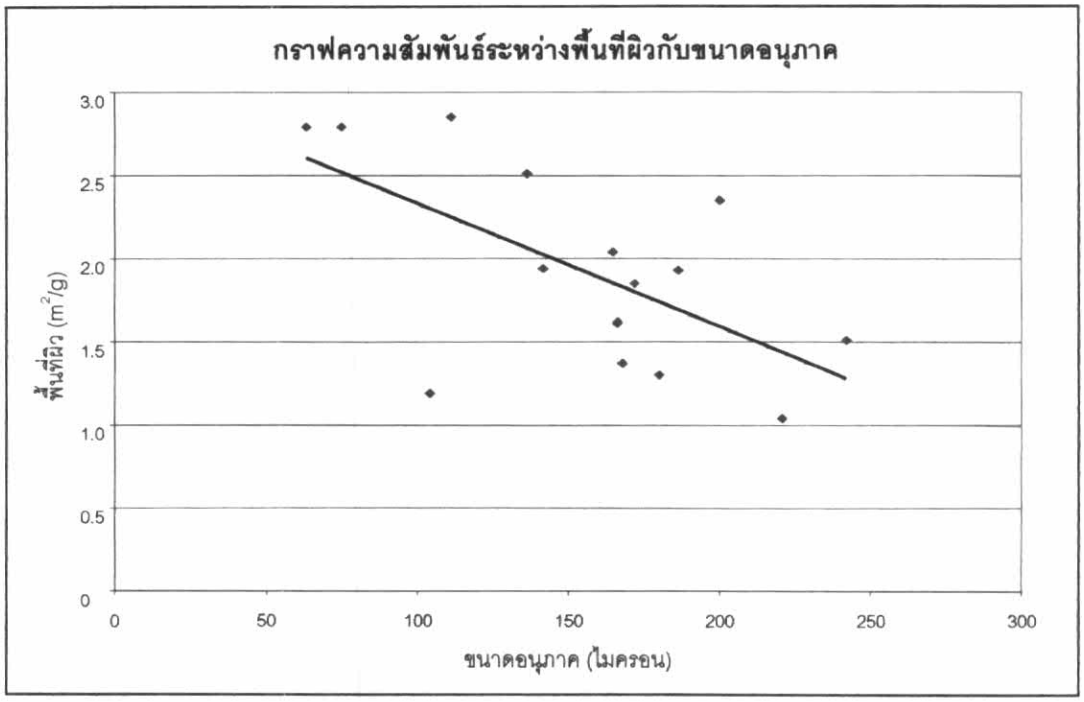
4.7 พื้นที่ผิวของผงเงิน

ผงเงินที่ได้จากการผลิตนำไปหาพื้นที่ผิวด้วยเครื่อง surface area analyzer โดยวิธี BET (ค่าที่ได้แสดงในภาคผนวก ช) และนำค่าพื้นที่ผิวที่ได้มาวาดกราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของสารตั้งต้นดังรูปที่ 4.20 จะเห็นได้ว่าขนาดของสารตั้งต้นที่มีขนาดใหญ่หลังจากทำปฏิกิริยาเป็นผงเงินแล้ว จะมีพื้นที่ผิวสูงกว่าสารตั้งต้นที่มีขนาดเล็กซึ่งกลุ่มของสารตั้งต้นที่มีขนาด 4.3 ไมครอน จะผลิตได้ผงเงินที่มีพื้นที่ผิวสูง



รูปที่ 4.20 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของสารตั้งต้นกับพื้นที่ผิว

เมื่อนำค่าพื้นที่ผิวที่ได้มาวาดกราฟเพื่อดูความสัมพันธ์กับขนาดอนุภาค ดังแสดงในรูปที่ 4.21 ทำการลากเส้นตรงเพื่อดูแนวโน้มของค่าที่ได้จะพบว่าเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงพื้นที่ผิวของเงินจะมีค่ามากขึ้น



รูปที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวกับขนาดอนุภาค

ผงเงินที่ผลิตได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอลเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่น ๆ ดังที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 ผลที่ได้พบว่าเป็นที่พอใจ เพราะเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่น กระบวนการผลิตโดยการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอลมีพื้นที่ผิวที่สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับผงขนาดระดับไมครอนที่ได้จากงานวิจัยอื่น แต่ทั้งนี้ทั้งนั้นการผลิตด้วยวิธีนี้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตอนุภาคระดับนาโน

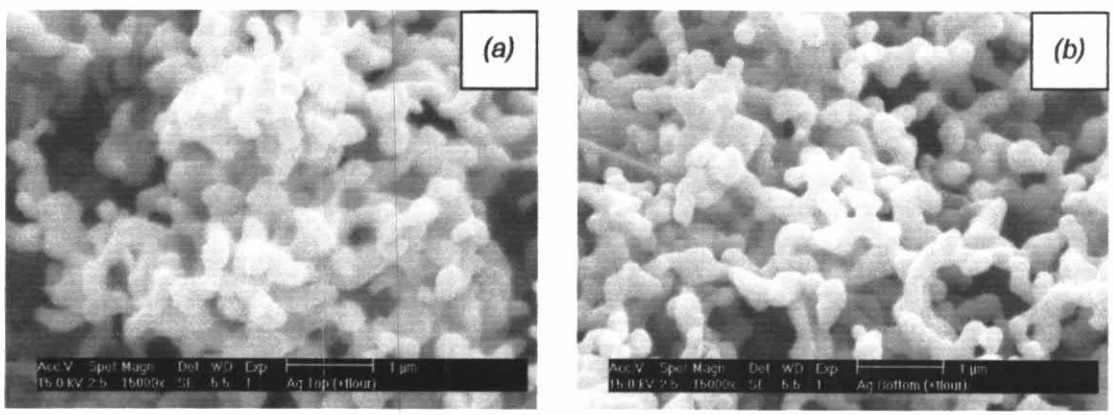
ตารางที่ 4.3 เส้นผ่านศูนย์กลาง และพื้นที่ผิวของผงเงินเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ

ลักษณะผงเงิน	เส้นผ่านศูนย์กลางผงเงิน	พื้นที่ผิว (m^2/g)
ผงเงินจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอล	6 ถึง 300 ไมครอน	1.1 ถึง 2.7
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นผงเงิน [19]	16 ไมครอน	0.3 ถึง 0.7
อนุภาคเงินนาโน [20]	9 นาโนเมตร	60

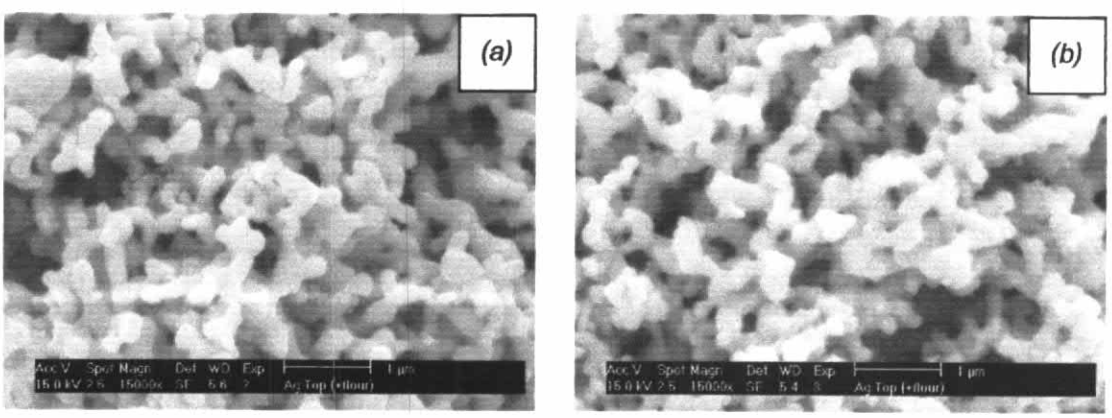
จากการทดลองพบว่าพื้นที่ผิวเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่า Tap density (ภาคผนวก ซ) จะเห็นได้ว่า ถ้าพื้นที่ผิวมีค่าสูง ค่าของ Tap density จะมีค่าสูงเช่นเดียวกัน และหากพื้นที่ผิวมีค่าต่ำ ค่าของ Tap density จะมีค่าต่ำลงไปด้วยเช่นเดียวกัน เนื่องมาจากกิ่งของผงเงินที่มีจำนวนมากทำให้มีพื้นที่ผิวมาก และมีปริมาตรของเงินมากเช่นกัน ดังนั้นความหนาแน่นจึงสูงตามไปด้วย

4.8 ผลของการเติมสารแป้งเพื่อกันการเกาะตัวของผงเงิน

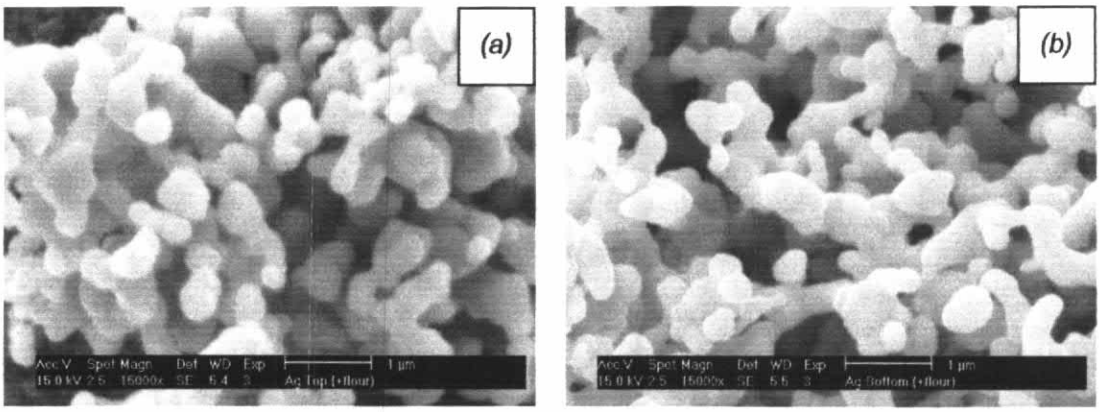
เมื่อพิจารณารูปร่างของผงเงินหลังจากทำการรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ด้วยกลีเซอรอล พบว่าผงเงินที่ได้เข้ามาเกาะรวมตัวกันทำให้ผลวิเคราะห์ขนาดจากเครื่อง LPSA มีความคลาดเคลื่อนเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับขนาดเฉลี่ยที่ได้จากภาพถ่ายจุลภาค จากงานวิจัยของ J. Widoniak และคณะ [19] ได้ทำการเติมสารป้องกันการรวมตัวหลายชนิดซึ่งหนึ่งในนั้นคือผงแป้ง ดังนั้นในการทดลองนี้จึงทดลองใช้ผงแป้งในการป้องกันการรวมตัวของผงเงินเนื่องจากผงแป้งหาซื้อได้ง่าย และมีราคาไม่แพง ผงแป้งถูกเติมลงไปในกลีเซอรอล และทำการกวนจนเข้ากันก่อนนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ที่มีขนาด 0.81 ไมครอน (บด 20 ชั่วโมง) เพื่อที่จะแยกเม็ดเงินออกจากกัน ผงเงินที่ได้จากการทดลองนำมาดูลักษณะของรูปร่างด้วยเครื่อง SEM จะเห็นภาพดังแสดงในรูปที่ 4.22 ถึง 4.25



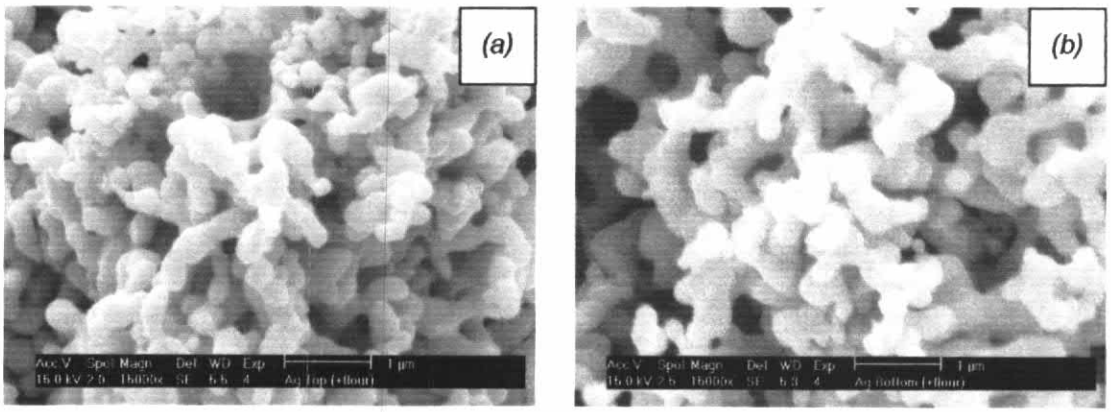
รูปที่ 4.22 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที (a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน



รูปที่ 4.23 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน



รูปที่ 4.24 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์
ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 30 นาที
(a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน



รูปที่ 4.25 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์
ซิลเวอร์อัลคอกไซด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
(a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน

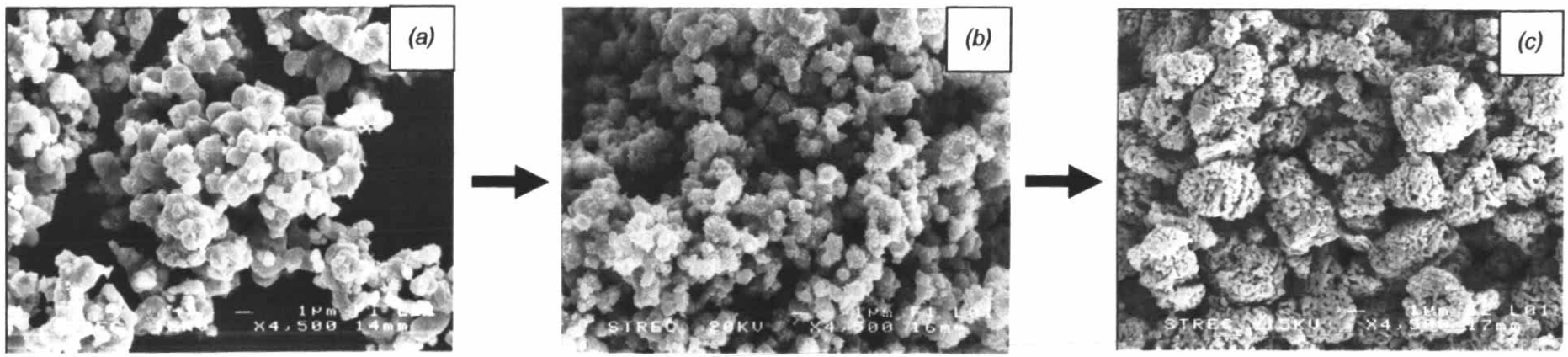
ผลจากการเติมแป้งเพื่อป้องกันผงเงินเกาะตัวกันพบว่าหลังเสร็จสิ้นขั้นตอนการทำปฏิกิริยา และเข้าสู่กระบวนการล้างโดยนำแอลกอฮอล์บริสุทธิ์มาเติมเพื่อทำการล้างจะพบว่าผลิตภัณฑ์เงินแบ่งออกเป็นสองส่วน ส่วนที่แรกเป็นคอลลอยด์มีลักษณะเป็นสารละลายหนืดเมื่อนำมากรองไม่สามารถผ่านกระดาษกรองได้ถึงแม้จะล้างด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 100°C ทำการสุ่มตัวอย่างมาดูภาพถ่ายจุลภาคจะเห็นคราบแป้งซึ่งไม่สามารถล้างออกได้เชื่อมติดอยู่ระหว่างอนุภาคเงินทำให้ไม่สามารถแยกผงเงินออกจากกันได้ ในส่วนที่สองเป็นตะกอนของผงเงินมีลักษณะเป็นผงสีดำตกตะกอนอยู่ด้านล่างของบีกเกอร์ เมื่อนำไปล้างด้วยแอลกอฮอล์หรือน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 100°C แล้วก็ตามก็ไม่สามารถทำการกรองสารละลายดังกล่าวได้

จากวิธีการเติมแป้งเพื่อป้องกันผงเงินเกาะตัวข้างต้นนั้น พบว่าแป้งจับตัวกับผงเงินซึ่งทำให้การแยกแป้งออกจากผงเงินด้วยวิธีการกรองนั้นทำได้ลำบากมาก แต่ข้อดีของวิธีการนี้ทำให้

สามารถแยกกิ่งของผงเงินออกจากกันได้บางส่วน ดังนั้นวิธีการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์จึงไม่เหมาะสมกับการแยกผงเงินออกจากกัน

4.9 การเกิดผงเงินรูปคล้ายปะการัง

เพื่ออธิบายปรากฏการณ์การเกิดผงเงินในรูปร่างคล้ายปะการัง จึงได้ทำการทดลองโดยถ่ายภาพของสารตั้งต้นซิลเวอร์อัลคอกไซด์ดังรูปที่ 4.26*(a)* และถ่ายภาพลักษณะของผงเงินที่ยังเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์มีซิลเวอร์อัลคอกไซด์คงเหลืออยู่ ซึ่งเตรียมจากการนำซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับโซเดียมอัลคอกไซด์เป็นเวลา 15 นาที (กรองสารละลายโซเดียมอัลคอกไซด์ออกเพื่อหยุดปฏิกิริยา) นำมารีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ซิลเวอร์-อัลคอกไซด์ซึ่งยังถูกรีดิวซ์เป็นเงินได้ไม่หมด และเห็นอนุภาคเงินรูปร่างกลมขนาดเล็กเกิดขึ้นที่ผิวของซิลเวอร์อัลคอกไซด์ที่ยังทำปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ดังรูปที่ 4.26*(b)* นอกจากนี้ยังทำการตรวจสอบด้วย EDX ที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตที่ยังไม่เกิดเป็นซิลเวอร์อัลคอกไซด์ (ภาคผนวก ฌ) จะพบว่ายังคงมีซัลเฟอร์เหลืออยู่ซึ่งแสดงให้เห็นว่ากลีเซอรอลจะรีดิวซ์ซิลเวอร์อัลคอกไซด์เท่านั้น จากข้อมูลดังกล่าวสามารถสร้างแผนภาพของขั้นตอนการเกิดผงเงินได้ดังรูปที่ 4.26 หลังจากซิลเวอร์-อัลคอกไซด์ถูกรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลไปเป็นอนุภาคเงิน อนุภาคเงินจะเข้ามารวมตัวกันซึ่งจะเห็นได้ที่บริเวณของผิวซิลเวอร์อัลคอกไซด์ และซิลเวอร์อัลคอกไซด์ที่เหลือจะถูกรีดิวซ์ไปเป็นอนุภาคเงินเรื่อยๆ กระทั่งเป็นเงินโดยสมบูรณ์



ซิลเวอร์อัลคอกไซด์

ซิลเวอร์อัลคอกไซด์
ขณะถูกรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

ผงเงิน

รูปที่ 4.26 แผนภาพแสดงการเกิดผงเงิน