

การควบคุมรูปร่างโครงสร้างของโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต

นาย ทนชัย พุกยารัตนวุฒิ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Controlling pore shapes of opened-cell silver foam using silver sulfate

Mr.Thanachache Preuksarattanawut

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 2010

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การควบคุมรูปร่างโครงอากาศของโพนึงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต
โดย	นายทนชัย พุกขารัตน์วุฒิ
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เสกศักดิ์ อัสวะวิสิทธิ์ชัย

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้แนบวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศศิริวงค์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)

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

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เสกศักดิ์ อัสวะวิสิทธิ์ชัย)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิฐธร)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.เรืองเดช ฑงศรี)

ทนซ์ พฤกษารัตนวุฒิ : การควบคุมรูปร่างโพรงอากาศของโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้

ซิลเวอร์ซัลเฟต (Controlling pore shapes of opened-cell silver foam using silver sulfate)

อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ.ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ผศ.ดร.

เสกศักดิ์ อัสวะวิสิทธิ์ชัย, 111 หน้า

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1:2 ที่อุณหภูมิ 30, 45, และ 60 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที และใช้ความเร็วรอบในการกวนเท่ากับ 500 rpm ผงเงินบริสุทธิ์รูปทรงกลมวงเกิดจากอนุภาคเงินเชื่อมต่อกันในลักษณะปะการังสมอง (Long valley coral หรือ Brain coral) จนเป็นรูปทรงก่อนข้างกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม โดยขนาดอนุภาคเงินในแต่ละรูปทรงมีค่าเฉลี่ยอยู่ในช่วง 80-107 nm, 175-230 nm และ 161-220 nm ตามลำดับ ปฏิกริยารีดักชันนี้ได้ถูกควบคุมโดยกลไกการแพร่ (diffusion control) ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีมีค่าลดลงเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ในส่วนความสามารถในการรีดิวซ์นั้นขึ้นกับพื้นที่ผิวสัมผัส ระบายผลึก และรูปทรงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วย โดยรูปทรงแท่งสามารถรีดิวซ์ได้มากที่สุดถึง 50.15% ทรงกลมและทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมีค่าเท่ากับ 45.33% และ 38.55%ตามลำดับ

โฟมเงินที่ผลิตจากผงนี้มีโครงสร้างแบบเปิดสร้างด้วยกรรมวิธี SDP (Sintering and dissolution process) โดยมีน้ำตาลทรายเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ โฟมเงินชนิดนี้มีความสม่ำเสมอของโครงสร้างโพรงอากาศมากกว่ากรณีที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น และเกิดโพรงอากาศหลายระดับขนาดขึ้น (Multi-level porosity) ตั้งแต่ 1) ในระดับนาโนเมตร (30-100 nm) ระดับต่ำกว่าไมโครเมตร (0.1-0.8 μm) ที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงิน 2) ระดับไมโครเมตร (1-10 μm) จากช่องว่างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวของอนุภาค 3) ระดับ 100 ไมโครเมตร จากตัวสร้างโพรงอากาศน้ำตาลทรายขาว และ 4) โพรงอากาศที่มีรูปทรงเช่นเดียวกับผงตั้งต้นที่ถอดแบบจากซิลเวอร์ซัลเฟตจึงเรียกวิธีนี้ได้ว่า “Self-spaced holder method”

โฟมเงินที่ได้จากกรรมวิธีนี้มีปริมาณรูพรุนสูงที่สุดประมาณ 80% และโฟมเงินที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตทรงกลมมีความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัดมากกว่ากรณีที่ใช้รูปแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ

ภาควิชา :.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต :.....

สาขาวิชา:.....วิศวกรรมโลหการ.....ลายมือชื่อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก:.....

ปีการศึกษา :.....2553..... ลายมือชื่อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

#5170572621: MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

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

THANACHACHE PREUKSARATTANAWUT : **Controlling pore shapes of opened-cell silver foam using silver sulfate reactant** ADVISOR: ASST.PROF. EKASIT

NISARATANAPORN, Ph.D., CO-ADVISOR: ASST.PROF. SEKSAK ASAVAVITHSITCHAI, Ph.D., 111 pp

This study aims to elucidate behaviour in different morphology of silver sulfate by the solution of NaOH in glycerol with the molar ratio between $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ is 1:2. Consequently, the suspension was constantly stirred at 500 rpm and heated to the reaction temperature in range of 303 to 333 K for reaction time of 3-30 min. The obtained pure silver products were the hollow powder having Long valley coral-liked surface morphology. The average size of spherical, rod and tetragonal bipyramid morphology of silver particle are 80-107 nm, 175-230 nm and 161-220 nm, respectively. The rate of chemical reaction was controlled by diffusion control process so that, the reaction rate decreased with increasing reaction time. Reducibility depends on surface area, crystal plane and the morphology of silver sulfate. The maximum percentage of reduction of reduced spherical, rod and tetragonal bipyramid silver sulfate are 50.15%, 45.33% and 38.55%, respectively.

The obtained powder prior to removing silver sulfate can be used to produce the opened-pore silver foam by sintering and dissolution process by using disaccharide sugar as a space holder. The obtained silver foam have multi-level porosity; from 1) nanometer level (30-100 nm) and submicron level (0.1-0.8 μm) resulting from pores between silver particles, micron level (1-10 μm) resulting from compaction pore and 10^2 micron level replicating the disaccharide sugar and the replicated pores from removed silver sulfate. Therefore, this method can be called “self-spaced holder method”.

The maximum porosity of the produced silver foam is 80%. The foam sample using spherical silver sulfate as reactant showed higher compressive strength than those with rod and tetragonal bipyramid, respectively.

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

Field of Studies :...Metallurgical Engineering.....Advisor's Signature :.....

Academic Year :...2010.....

Co-advisor's Signature :.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี เนื่องจากความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย หลายบุคคล ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือและแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์แก่งานวิจัย พร้อมทั้งแนวทางการดำเนินชีวิตประจำวันและคอยให้กำลังใจผู้วิจัยเป็นอย่างดียิ่งตลอดมา และกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.เสกศักดิ์ อัสวะวิสิทธิ์ชัย ตลอดจนขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์

ขอกราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิฐธร อาจารย์สุวันชัย พงษ์สุกิจวัฒน์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล และอาจารย์ ดร.มาวิน สุประดิษฐ์ ณ อุทยานที่ได้ให้คำแนะนำและคอยให้กำลังใจเป็นอย่างดีตลอดมา และขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.ชาชาย เหลืองวรานันท์ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในเรื่องการใช้เตาเผาฉนวน

ขอบคุณนายพัฒน์วงศ์ โชครตนสมบัติ และนายชนพัฒน์ แก้วมณี ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจให้แก่ผู้วิจัยเป็นอย่างดีตลอดมา

ขอบคุณพี่ๆที่สถาบันวิจัยโลหการและวัสดุแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ศูนย์เครื่องมือวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พี่ๆธุรการภาควิชาวิศวกรรมโลหการทุกคน โดยเฉพาะคุณชองทอง จรัส สิงห์ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเอื้อเฟื้อความสะดวกสบายให้แก่ผู้วิจัยเป็นอย่างดี

ขอกราบขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ได้มอบทุน 72 พรรษา เพื่ออุดหนุนการศึกษาให้แก่ผู้วิจัย

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณมารดาวิมลทิพย์ แซ่ตั้ง และวิภาพร ธรรมเลิศศักดิ์ และครอบครัว ที่สนับสนุนในด้านต่างๆด้วยดีตลอดมาจนสำเร็จการศึกษา และขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆทุกคน ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจให้แก่ผู้วิจัยด้วยดีเสมอ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง	ฅ
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ปรีทรรศน์วรรณกรรม	5
2.1 ประโยชน์ที่ได้จากผงเงิน	5
2.2 คุณสมบัติของวัสดุและสารเคมี	6
2.3 ความรู้และข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยในด้านการผลิตผง	12
2.4 ความรู้และข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยในด้านโพนโลหะ	26
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	39
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	39
3.2 ขั้นตอนการทดลองและวิเคราะห์	40
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล	50
4.1 กลไกการเกิดอนุภาคเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต	50
4.2 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี	56
4.3 ผงของรูปทรงสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต	77
4.5 การผลิตโพนเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต	80
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	99
5.1 สรุปผลการวิจัย	99

	หน้า
5.2 ข้อเสนอแนะ	101
รายการอ้างอิง	102
ภาคผนวก	105
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	111

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	สมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน.....	6
2.2	สมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide).....	7
2.3	สมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol).....	8
2.4	สมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ซัลเฟต (Silver sulfate).....	9
2.5	สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ซัลเฟต (Copper sulfate).....	10
2.6	คุณสมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate).....	11
4.1	แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ.....	58
4.2	แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ.....	67
4.3	แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ.....	73
4.4	สรุปโพรงอากาศที่เกิดขึ้นในโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ และที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์ โดยใช้น้ำตาลทรายขาวเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ.....	93
4.5	แสดงสมบัติทางกลที่ได้จากการทดสอบความต้านทานแรงอัด.....	97

สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	แสดงการนำผงเงินไปใช้ประโยชน์ในชีวิตประจำวัน a) หมึกอิงเจท b) เส้นนาโน c) ผ้าที่มีอนุภาคนาโนเมตร d) ผงดินเงินและเครื่องประดับที่ทำจากผงดินเงิน e) ผ้าพันแผลปลอดเชื้อ..... 2
2.2	แสดงถึงโลหะเงิน (silver) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตซิลเวอร์ซัลเฟต..... 7
2.3	แสดงโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตผงเงิน..... 8
2.4	ภาพถ่าย FESEM แสดงโครงสร้างจุลทรรศน์ขนาดและรูปร่างของ a) ผงซิลเวอร์ออกไซด์ และ b) ผงเงินที่ได้รับจากปฏิกิริยาเคมี..... 14
2.5	การผลิตผงเงิน โดยกระบวนการ hydrothermal hydrogen reduction..... 14
2.6	ภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการเติม NaOH excess 30% (ซ้าย) และ NaOH excess 21% (ขวา)..... 15
2.7	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการผลิตที่อุณหภูมิ 120 °C (ซ้าย) และ 215 °C (ขวา)..... 15
2.8	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการสารละลาย Ag^{1+} เข้มข้นที่ 5 g/l (ซ้าย) และ 60 g/l (ขวา)..... 16
2.9	แสดงภาพถ่าย SEM ที่ผลิตได้โดยใช้อัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรตต่อกลีเซอรอลที่ a) 0.02 b) 0.01..... 16
2.10	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา a) 630 b) 1,260 นาที และที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา c) 630 d) 1,260 นาที..... 17
2.11	แสดงภาพ TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย Ag_2SO_4 รีดิวซ์ด้วย $C_6H_5NH_2$ โดยใช้ปริมาณ aniline ที่แตกต่างกัน..... 18
2.12	ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal กับ อัตราส่วน โมล ของ Ag กับ aniline 19
2.13	แสดงภาพถ่าย TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตร (a) ที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ รีดิวซ์ด้วย sodium citrate และ (b) ที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ ผสม aniline รีดิวซ์ด้วย sodium citrate 20
2.14	แสดงภาพถ่าย TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย $AgNO_3$ ผสม aniline รีดิวซ์ด้วย sodium citrate ที่ปริมาณ aniline ต่างกัน (a) 0.02 mmol, (b) 0.04 mmol, (c) 0.1 mmol, (d) 0.2 mmol 20

รูปที่	หน้า
2.15	ภาพ SEM ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C [22] (a) AgNO ₃ 10 กรัม (b) AgNO ₃ 20 กรัม (c) AgNO ₃ 30 กรัม (d) AgNO ₃ 40 กรัม..... 21
2.16	ผงเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที (a) อัตราส่วน AgNO ₃ : NaOH 1:0.1 (b) อัตราส่วน AgNO ₃ : NaOH 1:0.5 (c) อัตราส่วน AgNO ₃ : NaOH 1:1 (d) อัตราส่วน AgNO ₃ : NaOH 1:2..... 22
2.17	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวน 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C 23
2.18	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ผลิตจากใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่) รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องและเก็บผงทันที แล้วละลายซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือออกมีลักษณะเป็นเปลือกคล้ายปะการัง..... 24
2.19	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่) รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ : NaOH เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 °C และ d) 150 °C 24
2.20	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดเล็ก) รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล Ag ₂ SO ₄ : NaOH เท่ากับ 1:2 เป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 °C และ d) 150 °C..... 25
2.21	ภาพโครงสร้าง โครงสร้างโพรงอากาศแบบปิด และ (b) โพรงอากาศแบบเปิด..... 26
2.22	แสดงกระบวนการผลิตโฟมอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากกระบวนการ Sintering and dissolution process 27
2.23	แสดงกระบวนการผลิตโฟมโลหะที่มีโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากกระบวนการ Sintering and dissolution process 28
2.24	(ก) กราฟความเค้น-ความเครียดของโฟมโลหะในอุดมคติ (ข) กราฟความเค้นความเครียดของโฟม AlSi12 ที่ได้จากการทดสอบจริง..... 29
2.25	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความพรุนกับbending strength 30
2.26	แสดงรูปร่างของ Carbomide ที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ a) ทรงกลม b) striped shape และแสดงรูปร่างของโพรงอากาศที่เกิดขึ้นจากการใช้ Carbomide เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ c) ทรงกลม d) Strip shaped 31

รูปที่	หน้า
2.27	แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดแบบ compressive ของชิ้นงานโม่อะลูมิเนียมที่ โพรงอากาศรูปร่างเป็นทรงกลมและ striped shaped 32
2.28	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับพลังงานกับขนาด ของโพรงอากาศ..... 32
2.29	แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดแบบ compressive ของชิ้นงานโม่อะลูมิเนียมที่ เผาที่อุณหภูมิต่างๆ..... 33
2.30	การผลิตโม่เงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ (space holder) ชนิดต่างๆ โดย a) แก้วเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ b) คาร์โบไมด์เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และ c) น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ..... 35
2.31	ขั้นตอนการผลิตโม่เงินด้วยผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรง อากาศ (space holder)..... 37
2.32	ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงลักษณะรูพรุนที่เกิดขึ้นใน ชิ้นงานโม่ a) รูพรุนที่เกิดจาก space holder (น้ำตาล) b) รูพรุนที่เกิดจากซิลเวอร์- ซัลเฟตที่ถูกล้างออก..... 37
3.1	แสดงขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม..... 40
3.2	แสดงผลจากการวิเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม..... 41
3.3	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูป ทรงก่อนข้างกลมที่ผลิตจากขั้นตอนที่ 3.2.1.1..... 41
3.4	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ ผลิตจากขั้นตอนที่ 3.2.1.2..... 42
3.5	แสดงขั้นตอนการผสมสารละลายซิลเวอร์ในเตรตและสารละลายคอปเปอร์- ซัลเฟตห้าผลึกน้ำแบบใช้หลอดฉีดผสม..... 42
3.6	แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายซิลเวอร์- ในเตรตเข้มข้น 2 M กับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 M โดยใช้เวลาใน การทำปฏิกิริยาที่ a) 0 นาที (กรองทันที) b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที.... 43
3.7	แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายซิลเวอร์- ในเตรตเข้มข้น 4 M กับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำเข้มข้น 1 M โดยใช้ เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ a) 0 นาที (กรองทันที) b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที..... 44

รูปที่	หน้า
3.8	แสดงผลจากการวิเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่ผลิต..... 45
3.9	แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่ผลิต..... 46
3.10	แสดงผลจากการวิเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม..... 46
3.11	ขั้นตอนเตรียมโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่มีโพรงอากาศรูปทรงกลม แท่ง และ ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ด้วยกระบวนการ SDP..... 49
4.1	แสดงสีของสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟตในกลีเซอรอลก่อนและผสมสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) ก่อนผสม b) หลังผสม..... 51
4.2	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) รูปทรงกลม (3 นาที) b) รูปทรงแท่ง (1 นาที) c) รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม (1 นาที)..... 51
4.3	ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) 3 นาที b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที..... 52
4.4	ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) 3 นาที b) 15 นาที และ c) 30 นาที..... 53
4.5	ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐาน สี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็น เวลา a) 3 นาที b) 15 นาที และ c) 30 นาที..... 53
4.6	กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล และผงเงิน บริสุทธิ์ที่ได้จากการนำผงที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไปกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือ ค้างออก..... 55
4.7	แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม b) ผงเงิน บริสุทธิ์รูปทรงก่อนข้างกลมกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูป ด้านซ้าย..... 55
4.8	แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง b) ผงเงินบริสุทธิ์ รูปทรงแท่งกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูปด้านซ้าย..... 56

รูปที่	หน้า
4.9	แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงปิรามิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม b) ผงเงินบริสุทธิ์รูปทรงแท่งกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูป ด้านซ้าย..... 56
4.10	แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้าง กลมที่รีดิวซ์ด้วยกรรมวิธีดังกล่าว a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที f) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที..... 57
4.11	กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์- ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 59
4.12	กราฟเส้นแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์- ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 60
4.13	กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้าง กลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 61
4.14	กราฟเส้นแสดงความหนาชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้าง กลมที่ผลิตจากกรรมวิธีดังกล่าว ในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที.. 61
4.15	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1 - (1-f)^{(1/3)}$ กับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี.. 63
4.16	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1-2f/3-(1-f)^{2/3}$ กับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี 64
4.17	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln k$ และ $1/T$ 65
4.18	แสดงรูปถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที f) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที..... 66
4.19	กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์- ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วง อุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 69

รูปที่	หน้า
4.20	กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์-ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 70
4.21	กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 70
4.22	กราฟเส้นแสดงความหนาของชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 71
4.23	แสดงรูปถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที f) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที..... 72
4.24	กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 74
4.25	กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที..... 75
4.26	กราฟเส้นแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตะกั่วที่ได้รับกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี..... 77
4.27	กราฟแสดงผล XRD ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม..... 79
4.28	a) แสดงรูปชิ้นงานทรงกระบอกที่ได้ใช้ในการผลิตโพนเงินโครงสร้างแบบเปิด b) แสดงรูปร่างและขนาดของอนุภาคน้ำตาลทรายขาวที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ... 81
4.29	แสดงโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานที่ได้จากการอัดผงรูปทรงต่างๆที่ผ่านการรีดิวซ์ และผงเงินบริสุทธิ์กับตัวสร้างโพรงอากาศ a) Ag ₂ SO ₄ ทรงกลม b) Ag ₂ SO ₄ ทรงแท่ง c) Ag ₂ SO ₄ ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์..... 82

รูปที่	หน้า
4.30	แสดงโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) โพลีเมอร์บริสุทธิ์..... 83
4.31	แสดงชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง b) ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงแท่งตามลำดับ..... 83
4.32	แสดงโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) โพลีเมอร์บริสุทธิ์..... 84
4.33	แสดงโครงสร้างมหภาคของโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้โพลีเมอร์บริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น..... 85
4.34	แสดงโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) โพลีเมอร์บริสุทธิ์..... 86
4.35	แสดงภาพถ่าย SEM ของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม a) แสดงรูปร่างและขนาดโพรงอากาศในโพลีเมอร์ b) ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม 87
4.36	แสดงภาพถ่าย SEM ของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม a) แสดงรูปร่างและขนาดโพรงอากาศในโพลีเมอร์ b) ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม 88
4.37	แสดงปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นหลังผ่านกระบวนการ a) อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอก b) หลังเผาผนึก..... 89
4.38	แสดงโครงสร้างจุลภาคของโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงกลม b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคทรงกลมที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4 90

รูปที่	หน้า
4.39	แสดงโครงสร้างจุลภาคของโพลีเมอร์ โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรง แท่งเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคผงที่ได้จากการ รีดิวซ์รูปทรงแท่ง b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคทรงแท่งที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4 91
4.40	แสดงโครงสร้างจุลภาคของโพลีเมอร์ โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรง พีระมิดเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคผงที่ได้จาก การรีดิวซ์รูปทรงพีระมิด b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4 92
4.41	แสดงกราฟความเค้น-ความเครียด ที่ได้จากการทดสอบแรงอัดของชิ้นงานโพลีเมอร์ ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม..... 93
4.42	แสดงโครงสร้างมหภาคของชิ้นงานโพลีเมอร์ที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโพลีเมอร์ที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้ง ต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐาน สี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์..... 96
4.43	แสดงรูปร่างของโพรงอากาศในแบบจำลอง Ashby..... 98

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันผงโลหะกำลังได้รับความนิยมเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องในการนำไปใช้และประยุกต์ใช้ในภาคอุตสาหกรรม และสิ่งที่เกี่ยวข้องกับการดำเนินชีวิตประจำวันอย่างแพร่หลาย เช่น อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมสิ่งทอ อุตสาหกรรมเครื่องประดับ งานทางด้านสุขภาพอนามัย และอื่นๆ ทั้งนี้เนื่องมาจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยผงโลหะจะมีขนาด รูปร่างที่ใกล้เคียงกับแบบที่ต้องการ (near net shape) มากกว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการขึ้นรูปโลหะด้วยกรรมวิธีการอื่นๆ อาทิเช่น การหล่อ โดยเฉพาะในกรณีการผลิตชิ้นส่วนที่มีขนาดเล็กน้ำหนักประมาณ 1 กิโลกรัม ในปริมาณมากนั้นจะมีต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าและได้รูปทรงที่ซับซ้อนกว่าอีกด้วย

ผงเงินเป็นวัสดุที่นำไฟฟ้าได้ดี มีความเหนียวสูง จึงสามารถขึ้นรูปได้ง่าย และมีความต้านทานการกัดกร่อนได้ดีไม่เกิดออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง [1] ยิ่งไปกว่านั้นผงเงินที่มีขนาดอนุภาคเล็กถึงระดับนาโนเมตรมีคุณสมบัติพิเศษที่แตกต่างจากโลหะเงินทั่วไป โดยเฉพาะคุณสมบัติด้านการฆ่าเชื้อโรค ผงเงินระดับนาโนเมตรนี้สามารถทำลายความสามารถในการเป็นเยื่อเลือกผ่าน (permeability) ของเยื่อหุ้มเซลล์แบคทีเรีย ทำให้การไหลผ่านของน้ำตาลและ โปรตีนเข้าไปภายในเซลล์แบคทีเรียมีแนวโน้มลดลง และทำให้เอนไซม์ของแบคทีเรียบางชนิดไม่สามารถทำงานได้ ส่งผลให้เกิดการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย และทำให้แบคทีเรียตายในที่สุด [2] นอกจากนี้อนุภาคเงินระดับนาโนเมตรสามารถแพร่ผ่านเยื่อหุ้มเซลล์ของแบคทีเรียเข้าไปทำปฏิกิริยากับธาตุฟอสฟอรัสและกำมะถันที่อยู่ภายใน DNA ของเซลล์แบคทีเรียทำให้เซลล์แบคทีเรียตายได้เช่นกัน [3]

จากข้อมูลข้างต้นนี้พบว่าผงเงินที่มีขนาดเล็กมีประโยชน์มากมายทั้งทางด้านการผลิตชิ้นส่วน และวัสดุต่างๆ เช่น ชิ้นส่วนยานยนต์ งานศิลปะ เป็นต้น ด้านการเพิ่มมูลค่าของสินค้า เช่น นำไปทำวัสดุผสม สิ่งทอ ผ้าพันแผล เป็นต้น ด้านการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และอื่นๆ นอกจากนี้ในปัจจุบันได้เริ่มมีการนำผงเงินไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตวัสดุโพลีเมอร์เงินได้อีกด้วย

ปัจจุบันโพลีเมอร์โลหะกำลังได้รับความนิยมในการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆอย่างแพร่หลายมากขึ้น เช่น อุตสาหกรรมอากาศยาน ยานยนต์ ตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวกรอง อุปกรณ์ตกแต่งบ้าน ทั้งนี้เนื่องมาจากคุณสมบัติที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัวของโพลีเมอร์โลหะที่มีน้ำหนักเบา มีทั้งค่าความแข็งแรงต่อน้ำหนัก และพื้นที่ผิวสัมผัสที่สูงกว่าโลหะธรรมดาเป็นอย่างมาก และมีคุณสมบัติทางด้านการดูดซับพลังงานที่ดี โพลีเมอร์แต่ละชนิดนั้นมีคุณสมบัติเฉพาะตัวที่แตกต่างกันออกไป ซึ่งในโพลีเมอร์เงินนี้มีคุณสมบัติเฉพาะในการฆ่าเชื้อโรคได้ทั้งเชื้อแบคทีเรียและเชื้อไวรัส จึงนิยมนำมาทำเป็นตัวกรองหรือไส้กรอง (Filter) ต่างๆ เช่น ตัวกรองอากาศในเครื่องปรับอากาศ เป็นต้น แต่

โพลีเมอร์ที่ใช้ทำตัวกรองนี้ต้องมีโครงสร้างแบบเปิด สามารถผลิตได้หลายวิธีทั้งที่ใช้สารตั้งต้นเป็นโลหะเงินหลอมเหลว เช่น วิธีการหล่อ วิธีการ Infiltration หรือที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้งต้น เช่น วิธี Sintering of hollow spheres และวิธี Sintering and Dissolution Process (SDP) เป็นต้น [4] การผลิตโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP จัดเป็นกรรมวิธีการถอดแบบ (Replication process) วิธีหนึ่งที่สามารถทำได้ง่าย สะดวกไม่ต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่มีเทคโนโลยีขั้นสูง มีต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าวิธีอื่นๆ และสามารถควบคุมโครงสร้าง รูปร่าง ขนาด และการกระจายตัวของโพรงอากาศได้ง่าย ตลอดจนสามารถควบคุมความหนาแน่นของโพลีเมอร์ได้สะดวกและง่ายกว่าวิธีอื่น

จากเหตุผลต่างๆ ที่กล่าวมาข้างต้นนี้ทำให้ผงเงินเป็นที่ต้องการของตลาดเป็นอย่างมาก โดยเฉพาะผงเงินระดับนาโนเมตรที่มีคุณสมบัติพิเศษในด้านการฆ่าเชื้อโรคต่างๆ ได้ และในปัจจุบันได้เกิดเชื้อโรคชนิดใหม่ขึ้นมาหลายชนิดที่สามารถติดต่อได้โดยง่าย อาทิเช่น โรคไข้หวัดใหญ่ 2009 โรคกาฬโรคปอด เป็นต้น ทำให้มนุษย์เกิดความกลัว ที่จะต้องรับเชื้อโรคจากบุคคลอื่นทำให้เกิดความหวาดระแวงในการใช้ชีวิตประจำวัน ก่อให้เกิดภาวะเครียดเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มนุษย์มีความสุขในการใช้ชีวิตลดลง จึงทำให้ผู้วิจัยเกิดแนวความคิดที่ต้องการสร้างสรรค์วัสดุที่จะสามารถฆ่าเชื้อโรคหรือลดปริมาณเชื้อโรคต่างๆ ให้น้อยลงให้ได้มากที่สุด เพื่อนำไปผลิตเป็นเครื่องมือหรืออุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในชีวิตประจำวัน เช่น ใส่กรองน้ำหรือของไหลต่างๆ แผ่นกรองอากาศในเครื่องปรับอากาศ เป็นต้น เพื่อช่วยลดอัตราการติดต่อของเชื้อโรคต่างๆ และเสริมสร้างสุขภาพอนามัยที่ถูกสุขลักษณะให้กับมนุษย์มากยิ่งขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้มนุษย์มีสุขภาพกายและสุขภาพจิตที่ดีขึ้นด้วยจึงทำให้เกิดงานวิจัยนี้ขึ้น

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการผลิตโพลีเมอร์โครงสร้างโพรงอากาศ (รูพรุน) แบบเปิด โดยอาศัยหลักการการรีดิวซ์สารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตโพลีเมอร์ และเลือกใช้กรรมวิธี SDP ในการผลิตโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิด กรรมวิธีดังกล่าวนี้มีข้อดีที่แตกต่างจากวิธีอื่นคือ ไม่ต้องใส่ตัวสร้างโพรงอากาศ เพราะผงที่ใช้เป็นสารตั้งต้นนั้นจะทำหน้าที่เป็นทั้งเนื้อโลหะและตัวสร้างโพรงอากาศ หรือเรียกได้ว่าเป็น Self space holder ทำให้ไม่มีปัญหาในเรื่องการเกิดสารมลทินจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างเนื้อโลหะเงินกับตัวสร้างโพรงอากาศอย่างสิ้นเชิง และยังสามารถสร้างโพรงอากาศที่สม่ำเสมอขนาดและรูปร่างของโพรงอากาศสามารถควบคุมได้ ยิ่งไปกว่านั้นโพลีเมอร์ที่สามารถผลิตจากกรรมวิธีดังกล่าวจะมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงมาก และมีโพรงอากาศหลายระดับขนาด ตั้งแต่ระดับนาโนเมตรจนถึงระดับมิลลิเมตร กระบวนการดังกล่าวจึงนับเป็นนวัตกรรมใหม่ในการผลิตโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1) เพื่อศึกษาผลของรูปทรงผงซิลเวอร์ซัลเฟต ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อผงเงินที่ผลิตจากกรรมวิธีการรีดิวซ์สารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

1.2.2) เพื่อศึกษากระบวนการผลิตโพลีเมอร์เงินด้วยกรรมวิธี Sintering and Dissolution Process (SDP)

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1) ศึกษาผลของรูปทรงผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลเฉพาะผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม (nearly Spherical) รูปทรงแท่ง (Rod) และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม (Tetragonal bipyramid) เท่านั้น

1.3.2) ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วง 30-60 องศาเซลเซียสเท่านั้น

1.3.3) ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วง 3-30 นาทีเท่านั้น

1.3.4) ศึกษาและวิเคราะห์ผล โครงสร้างผลึกของซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยเครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (X-ray Diffractometer : XRD) ศึกษาโครงสร้างมหภาคของโพลีเมอร์เงินด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope) และศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงเงินและโพลีเมอร์เงินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) เท่านั้น

1.3.5) ศึกษากระบวนการผลิตโพลีเมอร์เงินด้วยกรรมวิธี Sintering and Dissolution Process โดยการใช้ผงเงินที่ได้จากกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

1.3.6) ศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของโพลีเมอร์เงินด้วยการทดสอบแรงอัด (Compressive test) เท่านั้น

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1) สามารถผลิตและควบคุมผงเงินให้มีโพรงอากาศรูปทรงค่อนข้างกลม หรือรูปทรงแท่ง หรือรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมได้ พร้อมทั้งสามารถควบคุมขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินให้เป็นไปตามที่ต้องการได้

1.4.2) สามารถควบคุมและผลิตโพลีเมอร์เงิน โครงสร้างแบบเปิดให้มีขนาด รูปทรงของโพรงอากาศ และการกระจายตัวของโพรงอากาศที่สม่ำเสมอให้เป็นไปตามที่ต้องการได้

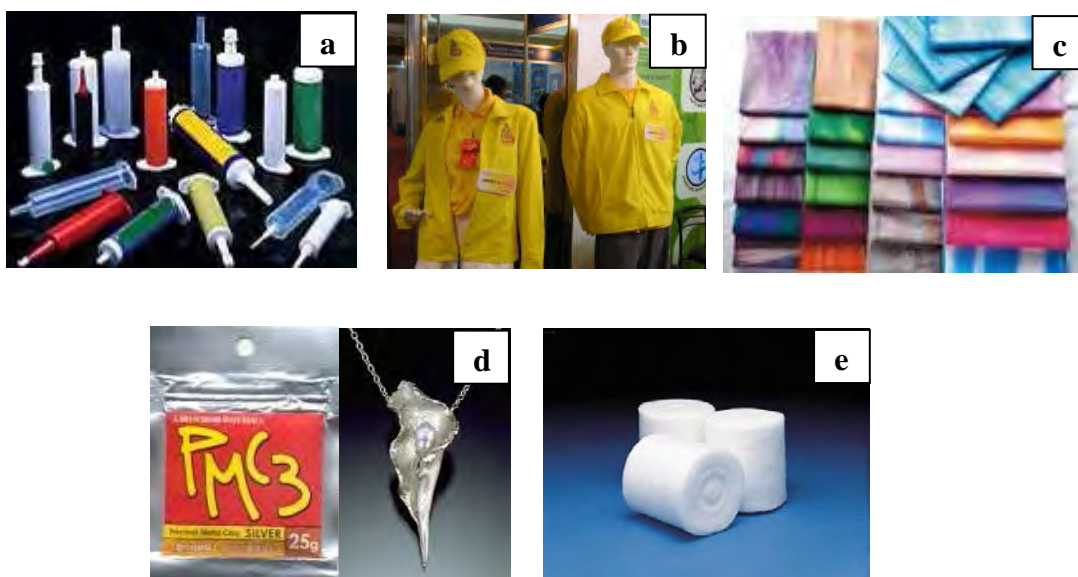
1.4.3) สามารถผลิตผงเงินและฟอมเงินที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในชีวิตประจำวันของมนุษย์ในด้านต่างๆ ได้จริง เช่น ในด้านแพทย์ การใช้งานทางอิเล็กทรอนิกส์ คอมโพสิทเมททีเรียล และตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น

บทที่ 2

วรรณกรรมปริทรรศน์

2.1 ประโยชน์ที่ได้จากผงเงิน

ผงเงินมีคุณสมบัติที่เป็นเอกลักษณ์และโดดเด่นกว่าวัสดุชนิดอื่นในหลายๆด้าน จึงทำให้ได้รับความสนใจในการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆเพิ่มมากขึ้นทั้งเพื่อเพิ่มคุณภาพและเพิ่มมูลค่าของสินค้า อาทิเช่น คุณสมบัติในด้านการนำไฟฟ้าที่ดีที่สุดจึงทำให้อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์นำผงเงินไปใช้ในการทำอิงเจท (inkjet) และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ [5] เป็นต้น คุณสมบัติในด้านการฆ่าเชื้อโรคที่ดีเมื่อผงเงินมีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร อุตสาหกรรมสิ่งทอจึงนำไปใช้ในการทอกับเส้นใยผ้าเพื่อให้ผงเงินช่วยฆ่าเชื้อแบคทีเรียอันเป็นสาเหตุของการมีกลิ่นกายและรอยดำบนผ้า เช่น เสื้อกีฬา นาโนที่ผลิตจากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย [6] เป็นต้น ยิ่งไปกว่านั้น อุตสาหกรรมทางการแพทย์ได้มีการนำผงเงินระดับนาโนเมตรมาผลิตเป็นผ้าพันแผลปลอดเชื้อ เพื่อช่วยลดเปอร์เซ็นต์การติดเชื้อโรค และทำให้แผลหายเร็วขึ้นด้วย [7] คุณสมบัติในด้านการความสวยงามมีสีผิวที่เงาวาว และมีความเสถียรสูงที่อุณหภูมิห้องทำให้เกิดสารประกอบออกไซด์ซึ่งเป็นสาเหตุของการหมองได้ยาก จึงทำให้นิยมนำผงเงินมาทำเป็นเครื่องประดับ โดยในปัจจุบัน อุตสาหกรรมเครื่องประดับได้มีการนำผงเงินมาผลิตเป็นผงดินเงิน (Silver clay) [8] เพื่อจำหน่ายแล้ว ซึ่งผงดินเงินนี้สามารถทำให้ผู้บริโภคสร้างเครื่องประดับที่มีรูปร่างตามที่ต้องการได้ด้วยตนเอง โดยมีกรรมวิธีง่ายๆคือ นำผงดินเงินมาปั้นให้ได้รูปทรงตามต้องการ แล้วจึงนำไปให้ความร้อนที่เหมาะสม จากนั้นผู้บริโภคก็จะได้รับเครื่องประดับเงินที่มีเอกลักษณ์เป็นของตนเองทันที เป็นต้น



รูปที่ 2.1 แสดงการนำผงเงินไปใช้ประโยชน์ในชีวิตประจำวัน a) หมึกอิงเจท b) เสื้อนาโน c) ผ้าที่มีอนุภาคนาโนเมตร d) ผงดินเงิน และเครื่องประดับที่ทำจากผงดินเงิน e) ผ้าพันแผลปลอดเชื้อ

จากสิ่งที่กล่าวมาข้างต้นนี้ทำให้ทราบว่าผงเงินมีประโยชน์ในงานด้านต่างๆเป็นอย่างมาก จึงทำให้ปัจจุบันได้มีการศึกษาวิธีการผลิตผงเงิน และวิธีการนำผงเงินไปใช้งานให้เกิดประสิทธิภาพ และประสิทธิผลมากที่สุด

2.2 คุณสมบัติของวัสดุและสารเคมี

2.2.1 คุณสมบัติทั่วไปของโลหะเงิน (Silver , Ag)

เงินเป็นธาตุโลหะที่มีลักษณะทั่วไปคือ มีสีเงินเงามันวาว อ่อนนุ่ม และมีความเหนียวสูง เนื่องจากมีโครงสร้างผลึกแบบ Face-centered cubic (FCC) เป็นโลหะที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าและความร้อนได้ดีที่สุดเมื่อเทียบกับโลหะธาตุอื่น นอกจากนี้โลหะเงินยังจัดอยู่ในประเภทโลหะมีค่า เนื่องจากมีราคาแพงหายาก และโลหะเงินนี้จะไม่เกิดออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นจึงนิยมนำโลหะเงินมาใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆอย่างแพร่หลาย เช่น ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับได้มีการนำโลหะเงินมาขึ้นรูปเป็นแหวน สร้อยข้อมือและเครื่องประดับเป็นจำนวนมาก หรือนำโลหะเงินมาใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น นำมาผลิตเป็นขั้วไฟฟ้า แบตเตอรี่ และตัวเก็บประจุ เป็นต้น [9] นอกจากนี้คุณสมบัติทางกายภาพในด้านต่างๆได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน [10]

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



รูปที่ 2.2 แสดงถึงโลหะเงิน (silver) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตซิลเวอร์ซัลเฟต

2.2.2 คุณสมบัติทั่วไปของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

โซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโซดาไฟ (NaOH) มีความสามารถในการละลายน้ำ กลิเซอรอล และแอลกอฮอล์ได้ดี และเมื่อละลายน้ำแล้วจะแตกตัวให้หมู่ฟังก์ชัน OH^- ได้ 100 % จึงจัดเป็นเบสแก่ และสามารถดูดความชื้นและคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศได้ดี มีลักษณะทั่วไปคือเป็นของแข็งสีขาวขุ่น เมื่อสัมผัสแล้วจะรู้สึกไหลลื่น และถ้ามีความเข้มข้นมากพอจะเป็นอันตรายต่อร่างกายทำให้ผิวหนังบริเวณที่สัมผัสนั้นไหม้ได้ [11] โดยคุณสมบัติทางกายภาพในด้านต่างๆ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) [12]

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)	2.1 g/cm ³ at 20 °C
จุดหลอมเหลว (Melting point)	318 °C
จุดเดือด (Boiling point)	1,390° C
ค่าการละลายในน้ำ (Solubility in water)	111 g/100 ml (20 °C)
สภาพเบส (Basicity) (pKb)	-2.43



รูปที่ 2.3 แสดงโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตผงเงิน

2.2.3 คุณสมบัติทั่วไปของกลีเซอรอล (glycerol, $C_3H_5(OH)_3$)

กลีเซอรอล (glycerol) จัดเป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง สูตรเคมีคือ $C_3H_8O_3$ เป็นของเหลวใสมีความหนืด ไม่มีสี มีจุดเดือดที่ $290\text{ }^{\circ}\text{C}$ สามารถดูดความชื้นและละลายได้ทั้งในน้ำและแอลกอฮอล์ พบได้ในไขมัน น้ำมันของทั้งพืชและสัตว์ในรูปของสารประกอบเอสเทอร์ (Ester) ที่เรียกว่า กลีเซอไรด์ นิยมนำไปใช้ในอุตสาหกรรมประเภทยา เครื่องสำอาง สบู่ ใช้เป็นตัวทำละลายสารเคมีบางชนิดและตัวรีดิวซ์สารต่างๆ ได้อีกด้วย [11, 13]

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol) [14]

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
สูตร โมเลกุล (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) เป็นสารประกอบเงินชนิดหนึ่งที่มีสูตรเคมีคือ Ag_2SO_4 มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวขุ่น ละลายได้ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และน้ำร้อน สามารถผลิตได้โดยการนำเม็ดเงินมาละลายในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นและเทลงน้ำเย็น มีโครงสร้างผลึกได้หลายแบบ เช่น Orthorhombic Rhombohedral เป็นต้น โดยทั่วไปนิยมใช้เป็น Chemical reagent คุณสมบัติทางกายภาพได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ซัลเฟต(Silver sulfate, Ag_2SO_4) [15]

ชื่อ IUPAC	Silver sulfate
สูตรโมเลกุล (Molecular formula)	Ag_2SO_4
มวลโมเลกุล (Molar mass)	311.799 g/mol
ลักษณะ (Appearance)	colourless crystals
ความหนาแน่น (Density)	5.45 g/cm ³
จุดหลอมเหลว (Melting point)	652 °C
จุดเดือด (Boiling point)	1,085 °C
ค่าการละลาย (Solubility in water)	1.2 g/100ml

2.2.5 สมบัติทั่วไปของคอปเปอร์ซัลเฟต (CuSO_4)

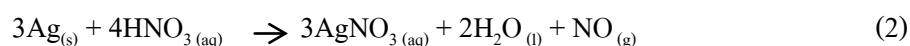
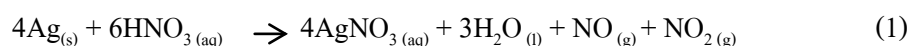
คอปเปอร์ซัลเฟต (CuSO_4) หรือ จุนสีสะตุ เป็นสารประกอบที่มีหลายสูตรเคมีขึ้นกับจำนวนหมู่ น้ำที่มาเกาะ ซึ่งก็ทำให้มีลักษณะและคุณสมบัติที่แตกต่างกันไปด้วย โดยหากเป็นคอปเปอร์ซัลเฟตที่ไม่มีน้ำ (anhydrous copper sulfate) มีผลึกเป็นสีเขียวอ่อน หรือขาวเทา แต่หากเป็นคอปเปอร์ซัลเฟตที่มีหมู่ น้ำมาเกาะ 5 โมเลกุล ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ซึ่งเป็นรูปแบบที่พบได้มากกว่าการที่ไม่มีผลึกน้ำเกาะ ซึ่งเป็นผลึกสีน้ำเงินใส โดยสามารถไล่น้ำออกให้หมดได้โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 °C แต่หากให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ 650 °C คอปเปอร์ซัลเฟตจะเกิดการสลายตัวกลายเป็นคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) และซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (SO_3) [12, 13] คุณสมบัติทางกายภาพได้แสดงไว้ใน ตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ซัลเฟต [13, 17]

ชื่อ IUPAC	Cupric sulfate pentahydrate
ชื่อสามัญ(Others name)	Blue vitriol Copper (II) Sulfate Pentahydrate
สูตรเคมี(Emperical formula)	CuSO ₄ .5H ₂ O
ลักษณะ(Appearance)	ผลึกหรือผงสีน้ำเงิน
มวล โมเลกุล (Molecular mass)	249.68 g/mol
ความหนาแน่น (Density)	2.284 g/cm ³ at 15.6 °C
จุดหลอมเหลว (Melting point)	110 °C
จุดเดือด (Boiling point)	150 °C
อุณหภูมิการสลายตัว (decomposition temperature)	650 °C
ความสามารถในการละลาย (Solubility)	น้ำ : 31.6 g/100 ml ที่ 0 °C 203.3 g/100 ml ที่ 100 °C เมทานอล : 15.6 g/100 ml ที่ 18 °C เอทานอล : ไม่ละลาย

2.2.6 สมบัติทั่วไปของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate, AgNO₃)

ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate) เป็นสารประกอบเงินที่มีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic และสามารถละลายในตัวทำละลายได้หลายชนิด โดยสารชนิดนี้จะมีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวขุ่น และจะกลายเป็นเป็นสีเทาเมื่อโดนแสง ทนการกัดกร่อนและเป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดี [13] มีค่า pH เท่ากับ 5.18 ที่ความเข้มข้น 0.01 M [11] โดยสามารถนำไปใช้ในการทำหมึก สีย้อมผม อุตสาหกรรมการถ่ายภาพ หรือแม้กระทั่งการฆ่าเชื้อโรคในอุตสาหกรรมทางการแพทย์ [11] และสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยา [20]



ขึ้นกับระบบที่เตรียม

ตารางที่ 2.6 คุณสมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate) [11]

ชื่อในระบบ IUPAC (IUPAC name)	Silver Nitrate
สูตรโมเลกุล (Molecular formula)	AgNO ₃
ลักษณะที่ปรากฏ (Appearance)	White solid
น้ำหนักอะตอม (Atomic mass)	169.88 g/mol
ความหนาแน่น (Density)	4.352 g/cm ³ (solid)
จุดหลอมเหลว (Melting point)	212 °C, 485 K, 414 °F
จุดเดือด (Boiling point)	444 °C, 717 K, 831 F (decomposition) $2\text{AgNO}_{3(s)} \rightarrow 2\text{Ag}_{(s)} + \text{O}_{2(g)} + 2\text{NO}_{2(g)}$

2.2.7 สมบัติทั่วไปของน้ำตาลทราย (table sugar)

น้ำตาลทรายซึ่งมนุษย์นำมาใช้ในการปรุงอาหารเพื่อให้ความหวานนั้นผลิตมาจากน้ำตาลซูโครส (sucrose) โดยในประเทศไทยและประเทศในแถบเมืองร้อนสามารถผลิตซูโครสในระดับอุตสาหกรรมได้จากอ้อย (sugar cane) ส่วนประเทศในแถบเมืองหนาวจะใช้หัวบีทเป็นวัตถุดิบหลักในการผลิต ซึ่งน้ำตาลที่ได้จากอุตสาหกรรมเหล่านี้เรียกว่า "น้ำตาลทราย" โดยระหว่างกระบวนการผลิตจะถูกทำให้ขาวโดยการฟอกสีและนำไปตกผลึก (crystallized) ก่อนที่จะบรรจุเพื่อส่งจำหน่ายซูโครส เมื่อนำมาเผาไหม้จะได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ

ตารางที่ 2.7 สมบัติทางกายภาพของน้ำตาลทราย

ชื่อ IUPAC	Sucrose
ชื่อสามัญ (Others name)	Table sugar Saccharose
สูตรเคมี (Empirical formula)	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁
ลักษณะ (Appearance)	ของแข็งสีขาว หรือ ใส
มวลโมเลกุล (Molecular mass)	342.30 g/mol
ความหนาแน่น (Density)	1.587 g/cm ³
จุดหลอมเหลว (Melting point)	186 °C
ความสามารถในการละลายน้ำ (Solubility in water)	203.9 g/100 ml ที่ 20 °C

2.3 ความรู้และข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยในด้านการผลิตผงเงินและผงโลหะ

การผลิตผงเงินหรือผงโลหะโดยทั่วไปสามารถแบ่งแบบกว้างๆได้ 3 ประเภท

- 1) วิธีทางกล (Mechanical methods)
- 2) วิธีทางฟิสิกส์ (Physical method)
- 3) วิธีทางเคมี (Chemical method) [19]

1) วิธีทางกล (Mechanical methods)

การนำวัสดุหรือโลหะที่ต้องการผลิตเป็นผงซึ่งโดยส่วนใหญ่จะอยู่ในสถานะของแข็งมาทำการบดด้วยเครื่องมือต่างๆ เช่น Tumbler Ball Mills, Vibratory Ball mill, และ Attrition Milling เป็นต้น ซึ่งกรรมวิธีนี้จะใช้แรงในการกระทำให้อนุภาคของโลหะแตกกระจายเป็นอนุภาคขนาดเล็กลง จึงไม่เหมาะกับโลหะที่มีความเหนียวสูง เช่น อะลูมิเนียม ทองแดง และเงิน เป็นต้น

2) วิธีทางฟิสิกส์ (Physical methods)

การผลิตผงโลหะด้วยวิธีทางฟิสิกส์นี้มีวิธีที่สำคัญคือ วิธี Atomization โดยวิธีนี้มีหลักการสำคัญคือ ต้องทำให้โลหะที่ต้องการผลิตเป็นผงอยู่ในสถานะของเหลวก่อน จากนั้นใช้ตัวกลางเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงเคลื่อนที่มากระทบกับโลหะหลอมเหลว ส่งผลให้น้ำโลหะแตกกระจายออกเป็นเม็ดเล็กๆ ซึ่งเม็ดของน้ำโลหะนี้โดยปกติต้องมีขนาดเล็กกว่า $150 \mu\text{m}$ ถ้าขนาดใหญ่กว่านี้จะเรียกกรรมวิธีดังกล่าวว่า Shottling โดยตัวกลางที่ใช้ถ้าเป็นน้ำจะเรียกว่า วิธี Water Atomization หรือถ้าเป็นแก๊สเรียกว่า วิธี Gas Atomization ซึ่งในการเลือกใช้ตัวกลางนี้ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของผงโลหะที่ต้องการ เช่น ถ้าใช้น้ำเป็นตัวกลางจะทำให้เกิดออกไซด์ที่ผิวของผงโลหะ และรูปร่างของผงที่ได้จะมีรูปร่างผิดปกติมากกว่าการใช้ตัวกลางเป็นแก๊สโดยเฉพาะในตัวกลางที่เป็นแก๊สเฉื่อย ซึ่งในการผลิตผงโดยวิธี Atomization ยังสามารถผลิตได้โดยใช้ตัวกลางรูปแบบอื่นๆได้อีกด้วย เช่น ถ้าหากใช้พลังงานอัลตราโซนิกเป็นตัวกลางในการทำให้น้ำโลหะกระจายออกเป็นเม็ดเล็กจะเรียกว่า วิธี Ultrasonic Atomization หรือถ้าใช้แรงเหวี่ยงในการทำให้น้ำโลหะเกิดการแตกตัวจะเรียกว่า วิธี Centrifugal Atomization เป็นต้น โดยปกติขนาดอนุภาคของผงโลหะที่ได้จากกรรมวิธีนี้จะมีขนาดตั้งแต่ $1 \mu\text{m}$ ไปจนถึงหลายสิบล้านไมโครเมตร

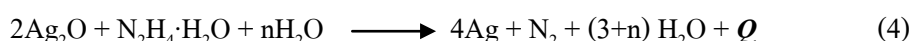
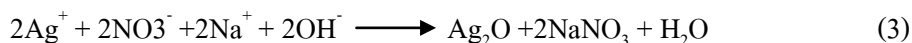
3) วิธีทางเคมี (Chemical methods)

กรรมวิธีทางเคมีนี้เป็นการอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีในรูปแบบต่างๆเพื่อทำให้เกิดผงโลหะที่ต้องการ ซึ่งมีหลายรูปแบบ เช่น Thermal Decomposition method, Precipitate from sol method, และ Gas-gas reaction method เป็นต้น แต่แบบที่สำคัญและนิยมใช้มากในปัจจุบันก็คือ Chemical Reduction method โดยเฉพาะในการผลิตผงโลหะจำพวก เหล็ก ทองแดง ทังสแตน เงิน และโมลิบดีนัม เป็นต้น โดยผงโลหะจะผลิตจากการทำปฏิกิริยาของสารประกอบของโลหะนั้นกับสารที่เป็นตัวรีดิวซ์ ซึ่งสารที่ใช้เป็นตัวรีดิวซ์นั้นจะขึ้นอยู่กับประเภทของสารประกอบโลหะชนิดนั้นๆ

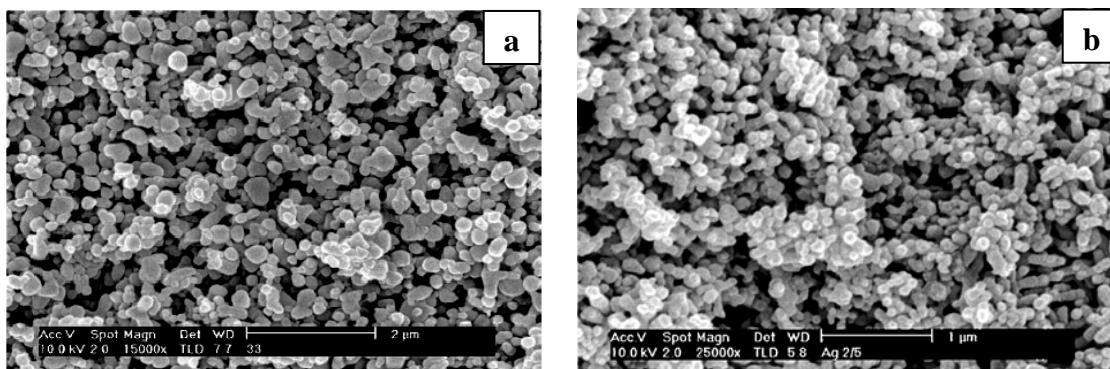
และคุณสมบัติของผงโลหะ รูปร่าง และขนาดที่ต้องการ ในการผลิตผงเงินด้วยวิธีนี้ นิยมนำสารประกอบเงินมารีดิวซ์ให้กลายเป็นเงิน โดยปกติสารประกอบเงินที่นิยมใช้คือ ซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) และ ซิลเวอร์ออกไซด์ (Ag_2O) และสารที่ใช้เป็นตัวรีดิวซ์ส่วนใหญ่จะเป็นสารประเภทสารอินทรีย์ เช่น แอลกอฮอล์ น้ำตาลหรืออัลดีไฮด์ และ ไฮดรารซิน เป็นต้น ซึ่งลักษณะของผงเงินที่รับจากการใช้สารตั้งต้นแต่ละประเภทก็จะมีขนาดแตกต่างกันไป

จากที่กล่าวมานี้ได้พบว่าการผลิตผงเงินขนาดเล็กสามารถทำได้หลากหลายกรรมวิธี อย่างไรก็ตามการผลิตผงเงินขนาดเล็กโดยกรรมวิธีทางเคมีแบบ Chemical Reduction method จัดเป็นวิธีที่สามารถผลิตผงเงินขนาดเล็กได้สะดวก รวดเร็ว และมีต้นทุนต่ำกว่ากรรมวิธีอื่นๆ จึงทำให้มีผู้สนใจศึกษากรรมวิธีการผลิตผงเงินขนาดเล็กด้วยกรรมวิธีทางเคมีแบบนี้เป็นจำนวนมาก ดังตัวอย่างต่อไปนี้

H.N. Nersisyan และคณะ [20] ทำการศึกษาการผลิตผงเงินขนาดเล็กจากการทำปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ สารละลาย sodium dodecyl sulfate และสารละลาย $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 88 % ซึ่งแสดงปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นได้ดังสมการต่อไปนี้

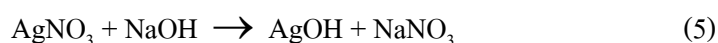


จากสมการเคมีข้างต้นพบว่าสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตได้ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อทำให้เกิดสารประกอบ Ag_2O ที่ทำหน้าที่เป็น intermediate แล้วจึงนำไปกระจายตัวให้อยู่ในลักษณะคอลลอยด์ในสารละลายที่มีโซเดียมโดดีซิลซัลเฟต ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$) ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิว เพื่อช่วยลดการจับรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของสารประกอบ Ag_2O จากนั้นจึงเติมสารละลาย $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 88 % ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ Ag_2O ให้กลายเป็นเงิน ซึ่งปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน (Exothermic reaction) ซึ่งปริมาณความร้อนที่คายออกมานั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของสารตั้งต้นที่ใช้ และเป็นสัดส่วนกันตามสมการเคมีข้างต้น โดยที่ Q คือความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยา n คือจำนวนโมลของน้ำ เมื่อกำหนดทางเทอร์โมไดนามิกส์แล้วจะได้ $0 < n \leq 100$ และเมื่อนำผงเงินที่ได้มาตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะได้ผลดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.3 ซึ่งพบว่าอนุภาคผงเงินจะมีลักษณะเป็นทรงกลม และมีขนาดประมาณ 10–50 nm แต่การตรวจสอบด้วยเครื่อง Laser Particle Size Analyzer (LPSA) ได้พบว่าอนุภาคเงินของผงเงินที่ได้รับมีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 120.2 nm

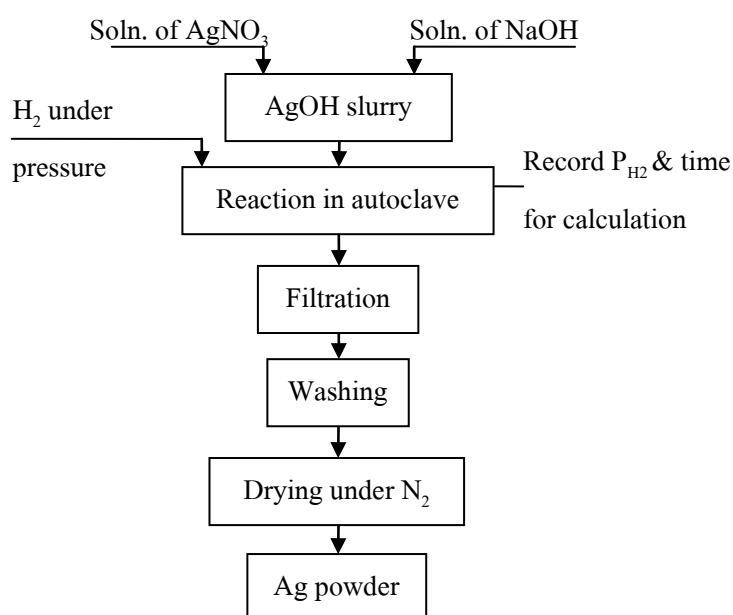


รูปที่ 2.4 ภาพถ่าย FESEM แสดง โครงสร้างจุลทรรศน์ขนาดและรูปร่างของ a) ผงซิลเวอร์ออกไซด์ และ b) ผงเงินที่ได้รับจากปฏิกิริยาเคมี

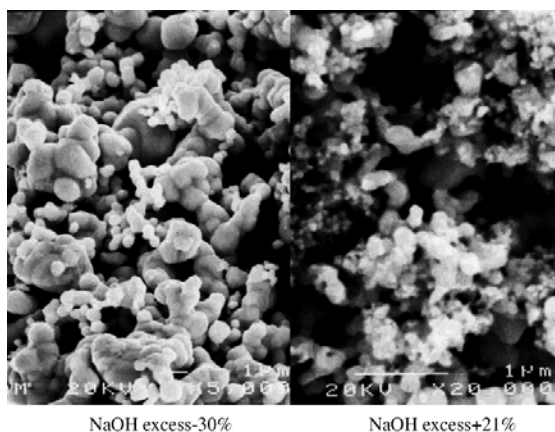
R. Li, D.J. Kim และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาการผลิตผงเงินโดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรตเป็นสารตั้งต้นมาทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เพื่อให้ได้สารประกอบซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์ในรูปแบบ slurry จากนั้นทำการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนเพื่อให้ได้ผงเงิน ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นไปตามสมการดังต่อไปนี้



จากนั้นจึงทำศึกษาผลของค่า pH ที่มีต่อคุณสมบัติของผงเงิน โดยทำการทดลองปรับค่า pH ด้วยการปรับเปลี่ยนปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นนำผงเงินที่ได้ไปทำให้แห้งภายใต้บรรยากาศ N_2 ผงเงินที่ได้จากกระบวนการนี้พบว่ามีความบริสุทธิ์ถึง 99.99999% ที่ทุกค่า pH และมีขนาดของผงเงินอยู่ในช่วง $0.5\text{-}1.2 \mu\text{m}$



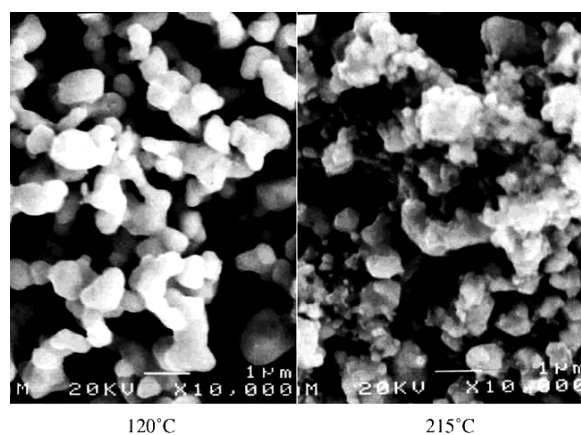
รูปที่ 2.5 การผลิตผงเงิน โดยกระบวนการ hydrothermal hydrogen reduction [23]



รูปที่ 2.6 ภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการเติม NaOH excess 30% (ซ้าย) และ NaOH excess 21% (ขวา) [23]

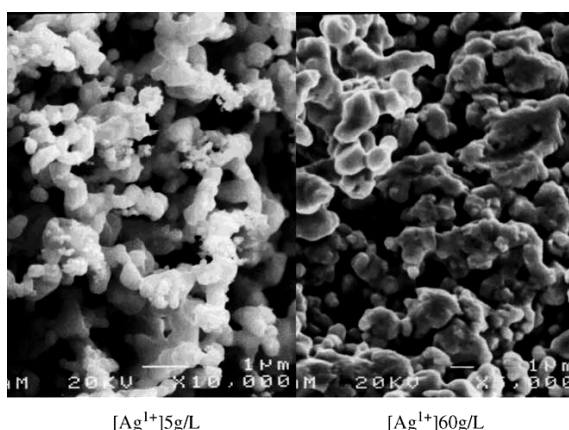
จากรูปที่ 2.6 แสดงให้เห็นว่าการใช้ปริมาณ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไป 20% จะทำให้ผงเงินที่ผลิตจากกระบวนการนี้มีขนาด 0.05–0.8 μm และเมื่อเพิ่มปริมาณ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไปเป็น 30% ผงเงินที่ได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 0.3–2 μm และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่กว้างขึ้นด้วย

นอกจากนี้ยังมีการพิจารณาผลของอุณหภูมิ ความดันของแก๊สไฮโดรเจน ความเข้มข้นของสารประกอบเงินที่ใช้ และความเร็วในการกวนอีกด้วย ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิมีผลโดยตรงต่อความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาและลักษณะของผงเงิน ส่วนการเพิ่มความดันของแก๊สไฮโดรเจนและความเข้มข้นของสารประกอบเงินทำให้ความเร็วในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันเพิ่มขึ้นซึ่งตรงข้ามกับอิทธิพลของการกวน



รูปที่ 2.7 ภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการผลิตที่อุณหภูมิ 120 °C (ซ้าย) และ 215 °C (ขวา) [23]

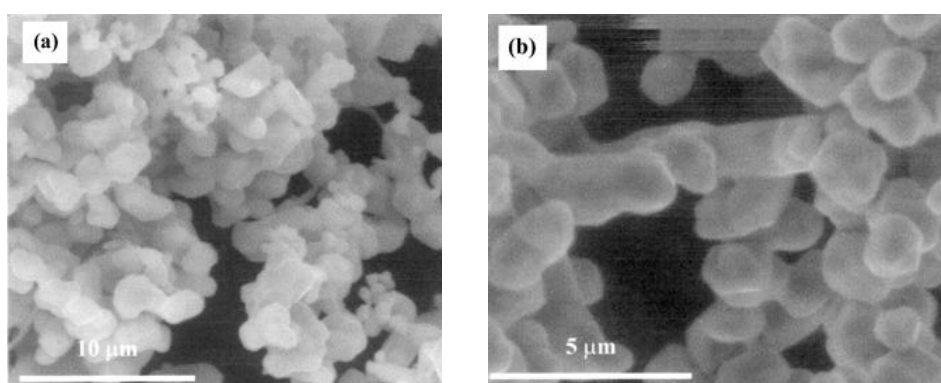
จากรูปที่ 2.7 ทำให้ทราบว่า การผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีดังกล่าวที่อุณหภูมิที่ 120 °C จะสามารถผลิตผงเงินที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอมากกว่าผงเงินที่ได้รับจากการผลิตที่อุณหภูมิ 215 °C



รูปที่ 2.8 ภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้จากการสารถละลาย Ag^+ เข้มข้นที่ 5 g/l (ซ้าย) และ 60 g/l (ขวา) [23]

จากรูปที่ 2.8 แสดงให้เห็นว่าการใช้ความเข้มข้นของ Ag^+ ที่ 5 g/l จะสามารถผลิตผงเงินที่มีขนาดอนุภาคในช่วง 0.2–0.5 μm และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ Ag^+ ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นเป็น 60 g/L แล้วจะพบว่าผงเงินที่ผลิตได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 0.5–1.2 μm เนื่องจากอนุภาคเม็ดเงินมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ผงเงินที่ได้ยังมีการกระจายตัวของอนุภาคที่กว้างขึ้นอีกด้วย

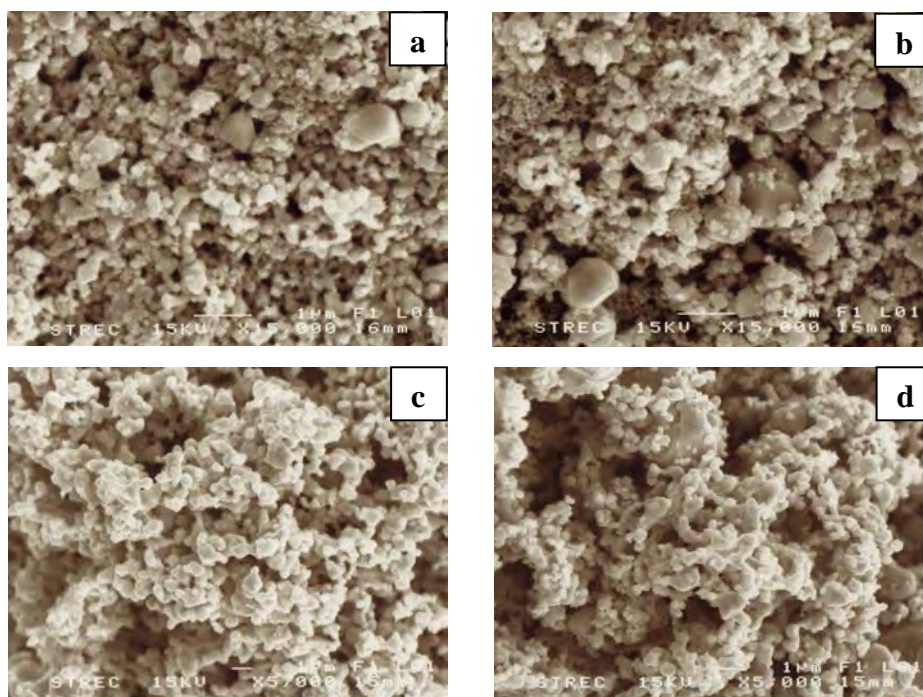
Amit Sinha and B P Shama [22] ได้ทำการศึกษาการผลิตผงเงินโดยการรีดิวซ์สารประกอบซิลเวอร์ไนเตรดด้วยกลีเซอรอล และศึกษาผลของปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้ในการรีดิวซ์ โดยนำซิลเวอร์ไนเตรดมาละลายในกลีเซอรอลในอัตราส่วนโดยโมลตามที่ต้องการ ซึ่งอัตราส่วนของซิลเวอร์ไนเตรดต่อกลีเซอรอลที่ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้จะอยู่ในช่วง 0.01-0.1 จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาทำการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปจนถึงที่อุณหภูมิ 175 °C จากการทดลองพบว่าซิลเวอร์ไนเตรดจะสามารถละลายในกลีเซอรอลได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 70 °C ซิลเวอร์ไนเตรดจะละลายเป็นเนื้อเดียวกับกลีเซอรอลได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่ออุณหภูมิของสารละลายเพิ่มถึง 140 °C ได้พบว่าสารละลายจะเกิดการเปลี่ยนสีเป็นสีดำซึ่งแสดงให้เห็นว่าเริ่มเกิดปฏิกิริยารีดักชันเกิดขึ้น และปฏิกิริยาจะดำเนินไปจนกระทั่งสารละลายมีอุณหภูมิสูงถึง 175 °C การรีดิวซ์จึงเสร็จสมบูรณ์ ซึ่งพบว่าผงเงินที่ได้มีลักษณะคล้ายฟองน้ำดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ภาพถ่าย SEM ที่ผลิตได้โดยใช้อัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรดต่อกลีเซอรอลที่ a) 0.02 b) 0.01

จากรูปที่ 2.9 แสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของซิลเวอร์ไนเตรตในการผลิตผงเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยกลีเซอรอลเพิ่มขึ้นจากอัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรตต่อกลีเซอรอลที่ 0.01 เป็น 0.02 ทำให้ผงเงินที่ได้รับมีขนาดใหญ่ขึ้นจาก 1.5 เป็น 2.24 μm และอนุภาคผงเงินมีการเชื่อมต่อกันเป็นกลุ่มก้อนในลักษณะพองน้ำมากขึ้นด้วย

นาย ชาญเชาว์ เลิศล้ำมีชัย และนาย พัฒนวงศ์ โขครตนสมบัติ [23] ศึกษากระบวนการผลิตผงเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยกลีเซอรอล โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ซึ่งอุณหภูมิที่ทำการศึกษาคือ 80 °C, 100°C, 120°C, 140°C และ 160°C และจับเวลาจนกระทั่งปฏิกิริยาดำเนินไปจนเสร็จสมบูรณ์ จากนั้นจึงมาศึกษาผลของเวลาในแต่ละอุณหภูมิที่ใช้ในการรีดิวซ์โดยเวลาที่ใช้ในการศึกษาคือ 1/3, 2/3 และ 3/3 ของเวลาที่ใช้ในการรีดิวซ์จนกระทั่งปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ ทำให้ทราบว่าอนุภาคผงเงินที่ได้ในแต่ละการทดลองมี 2 กลุ่ม คือกลุ่มที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.1-0.4 μm และกลุ่มที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 1.2-6.4 μm นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาและอุณหภูมิมิผลต่ออนุภาคผงเงินที่ได้นั้นก็คือ เมื่อใช้เวลาในการรีดิวซ์เท่ากัน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการรีดิวซ์ได้ทำให้อนุภาคเงินที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้น และในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่เท่ากัน แต่ใช้เวลาต่างกัน ได้ส่งผลให้ผงเงินที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อใช้เวลาในการรีดิวซ์มากขึ้นเช่นกันดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.10 แต่ถ้าปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แล้วขนาดอนุภาคผงเงินที่ได้จะไม่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่อยู่ในสารละลาย และยังพบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์เพิ่มขึ้นมีผลให้ปฏิกิริยาเกิดการรีดิวซ์อย่างสมบูรณ์ได้เร็วขึ้นด้วย

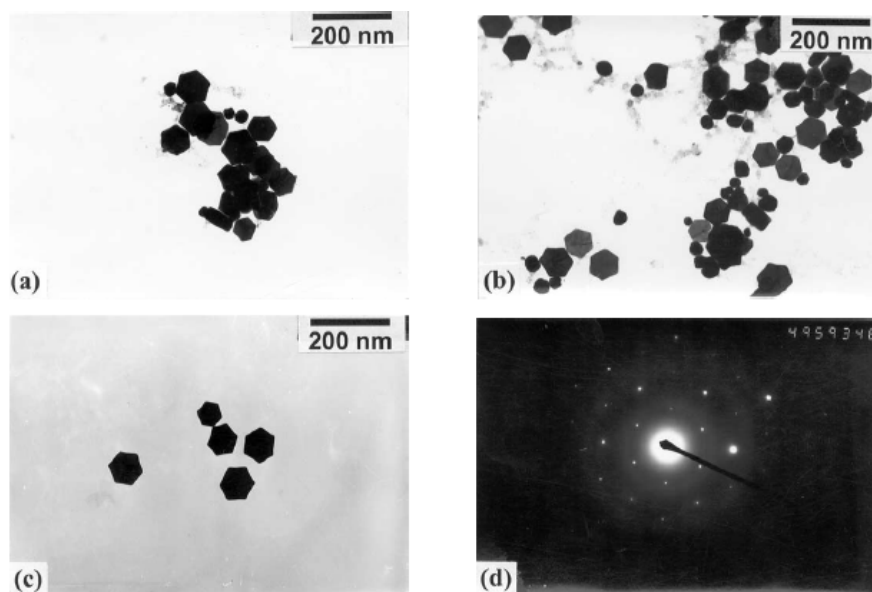


รูปที่ 2.10 ภาพถ่าย SEM ของผงเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา a) 630 b) 1,260 นาที และที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา c) 630 และ d) 1,260 นาที

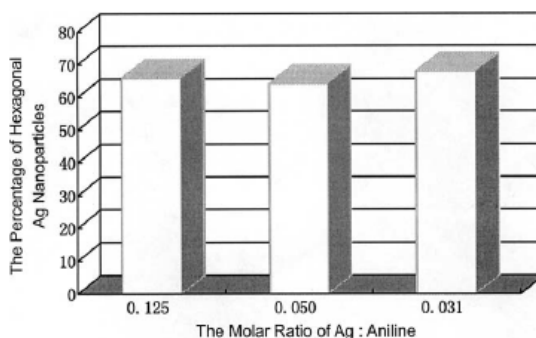
Yongfang Li และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการผลิตผงเงินระดับนาโนเมตร จากการผลิตในสารละลาย aniline ซึ่งวิธีการวิธีการผลิตนั้นแบ่งออกเป็น 2 วิธีตามชนิดของสารตั้งต้น

1) การผลิตผงเงินจากการสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟตเข้มข้น 5 mM และนำมาผสมกับสารละลาย aniline ที่มีความเข้มข้น 0.02 M โดยจะผสมในสัดส่วนที่ต่างกัน จากนั้นนำสารละลายที่ได้จากการผสมในแต่ละสัดส่วนมาเติมน้ำ DI ให้มีปริมาณ 22 ml สารละลายที่เตรียมได้แต่ละอัตราส่วนจะมีการหยดสารละลาย ammonia ที่มีความเข้มข้น 1 wt% จนมี pH ประมาณ 9.5 หลังจากนั้นทำการ degassed ด้วยฟองของก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงกวนและให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 35-40 °C จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาผสมกับสารละลาย hydrazine monohydrate ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$) ปริมาณ 0.5 ml ที่มีความเข้มข้น 5 wt% ซึ่งจะพบว่าเมื่อเกิดปฏิกิริยาสารละลายจะกลายเป็นสีเหลือง

ผงเงินระดับนาโนเมตรที่ได้จากการผลิตด้วยวิธีนี้จะมีลักษณะเป็นรูป hexagonal, rod, round และ irregular โดยรูปร่างส่วนใหญ่ที่ได้จะเป็นรูป hexagonal และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 125 nm ดังจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.11 และ 2.12 และยังพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ aniline ขนาดของผงเงินจะมีขนาดลดลง และเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal จะมีค่ามากกว่า 60 % ทุกอัตราส่วนโมลของ Ag กับ aniline



รูปที่ 2.11 ภาพ TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย Ag_2SO_4 ริคิวซ์ด้วย $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ โดยใช้ปริมาณ aniline ที่แตกต่างกัน (a) 2 ml, (b) 5 ml และ (c) 8 ml [22]

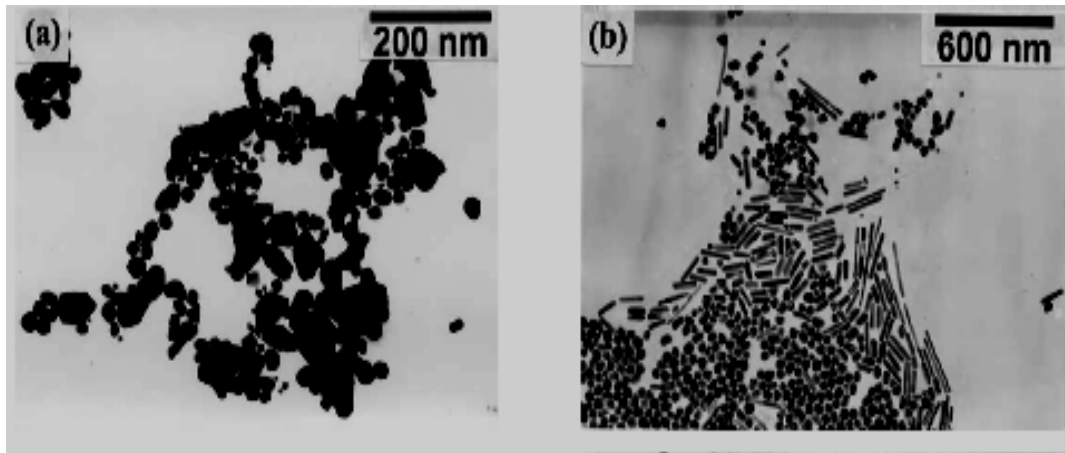


รูปที่ 2.12 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนเมตรที่มีรูปร่างแบบ hexagonal กับ อัตราส่วนโมล ของ Ag กับ aniline [26]

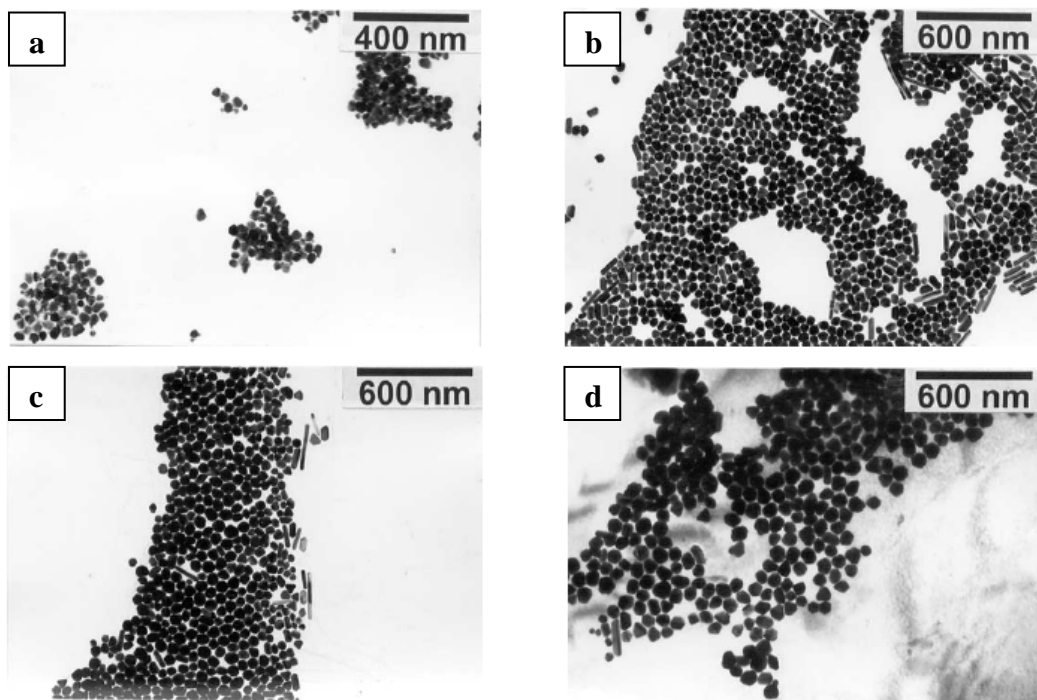
2) การผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรจากการใช้สารตั้งต้นเป็นซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) ซึ่งในการผลิตผงเงินด้วยสารตั้งต้นดังกล่าวนี้จะสามารถทำได้ 2 วิธี ดังนี้

2.1) การผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรจากการทำปฏิกิริยาของซิลเวอร์ไนเตรตกับโซเดียมซิเตรต (CH_3COONa) ซึ่งทำได้จากการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.769 mM ปริมาณ 52 ml ให้ความร้อนจนถึง 100°C จากนั้นผสมสารละลายโซเดียมซิเตรตที่มีความเข้มข้น 1 wt% ปริมาณ 4 ml ตั้งทิ้งไว้ที่ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง ซึ่งเมื่อนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับมีขนาดใหญ่และจับตัวกันเป็นก้อน โดยขนาดนั้นมีตั้งแต่ 35 ถึง 100 nm ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.13 (a)

2.2) การผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรจากการทำปฏิกิริยาของซิลเวอร์ไนเตรต สารละลาย aniline และ โซเดียมซิเตรต สามารถทำได้จากการเตรียมสารละลาย ซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.02 M ปริมาณ 2 ml นำมาผสมกับ ที่มีความเข้มข้น 0.02 M ในปริมาณต่างกัน หลังจากนั้นนำสารละลายที่ผสมแต่ละสัดส่วนเติมน้ำ DI จนมีปริมาณ 52 ml จากนั้นให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 100°C แล้วจึงผสมสารละลาย sodium citrate ที่มีความเข้มข้น 1 wt% ปริมาณ 4 ml ตั้งทิ้งไว้ที่ 100°C เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง ได้สารละลายสีส้ม โดยการทดลองทั้งหมดทำในสภาวะที่เป็นก๊าซไนโตรเจน เมื่อนำไปส่องด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ได้พบว่าลักษณะอนุภาคจะมีสองลักษณะ คือ เป็นแบบอนุภาคนาโน (nanoparticle) และ แท่งนาโน (nanorod) ดังรูปที่ 2.13(b) และเมื่อเปรียบเทียบการกระจายตัวของขนาดจะพบว่าการกระจายตัวของขนาดของผงเงินที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่ผสม aniline และรีดิวซ์ด้วยสารละลาย โซเดียมซิเตรต มีขนาดสม่ำเสมอกว่าที่ไม่ได้ผสม aniline ดังที่แสดงในรูปที่ 2.13 (a) และ (b) ผลของปริมาณ aniline ได้แสดงให้เห็นในรูปที่ 2.14 (a)-2.14 (d) ได้พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ aniline ทำให้การกระจายตัวของขนาดอนุภาคว่างขึ้นเล็กน้อยและขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้น พร้อมกันนั้นปริมาณของผงเงินที่เป็นแบบ nanorod จะลดลงด้วย



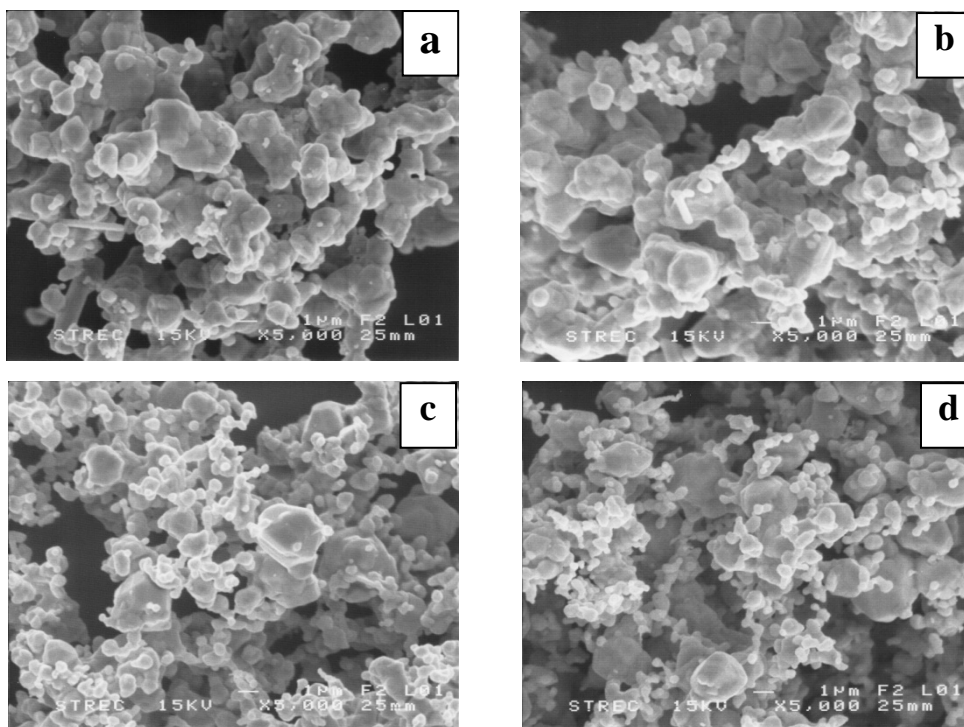
รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตร (a) ที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 ริดิซ์ด้วย sodium citrate และ (b) ที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 ผสม aniline ริดิซ์ด้วย sodium citrate [26]



รูปที่ 2.14 ภาพถ่าย TEM ของผงเงินระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากสารละลาย AgNO_3 ผสม aniline ริดิซ์ด้วย sodium citrate ที่ปริมาณ aniline ต่างกัน (a) 0.02 mmol, (b) 0.04 mmol, (c) 0.1 mmol, (d) 0.2 mmol [26]

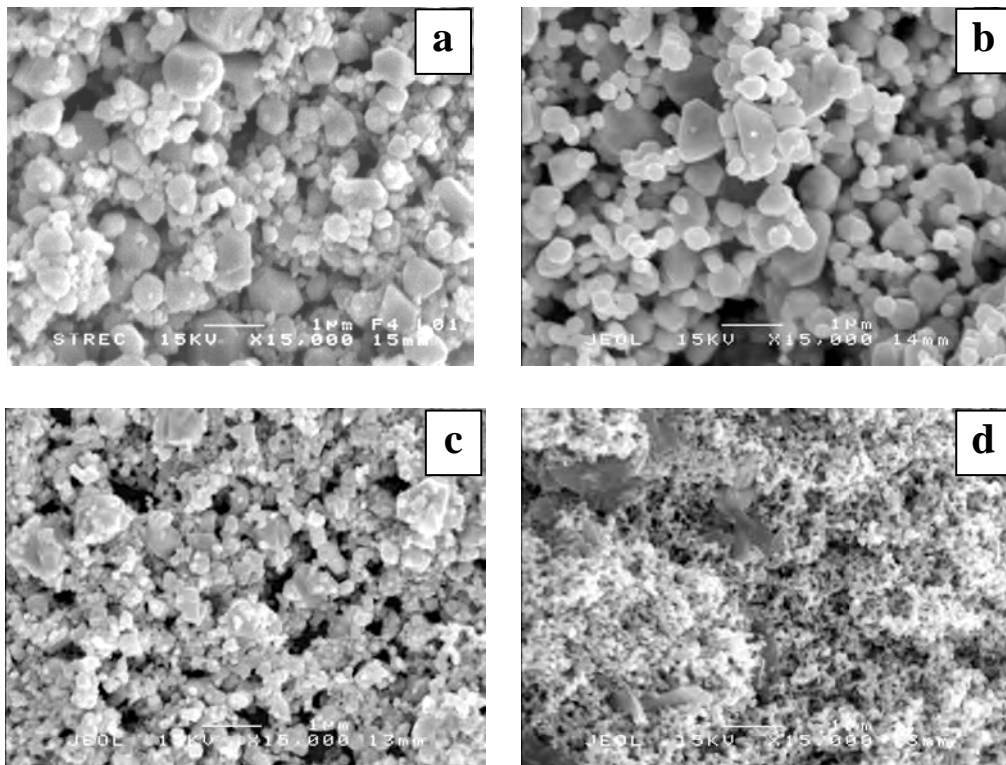
นายโกเมน หมายมั่น [25] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการผลิตผงเงินขนาดเล็กด้วยการริดิซ์ซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) ด้วยกลีเซอรอล โดยศึกษาถึงผลของปริมาณซิลเวอร์ไนเตรตที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่ 10, 20, 30, และ 40 กรัม โดยให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องไปจนถึงอุณหภูมิ 190°C และศึกษาผลของการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อผงเงินที่ได้รับ ในอัตราส่วนโมลของซิลเวอร์ไนเตรตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25 และ 1:0.1 ที่อุณหภูมิ 30, 80, 100, 120 และ 140°C เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ 30, 60, 90 และ

120 นาที และมีกวนด้วยความเร็วรอบ 1,000 รอบต่อนาที ซึ่งผลที่ได้คือ ผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยกลีเซอรอลจะมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.5-5 μm มีรูปร่างหลายเหลี่ยม และอนุภาคของผงเงินที่ได้รับมีการเชื่อมต่อกันเป็นกึ่งก้อน โดยผงเงินที่ได้จากการใช้ซิลเวอร์ไนเตรตปริมาณ 40 กรัม มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงเงินที่สม่ำเสมอที่สุดดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ภาพ SEM ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C [22](a) AgNO_3 10 กรัม (b) AgNO_3 20 กรัม (c) AgNO_3 30 กรัม (d) AgNO_3 40 กรัม [27]

ผลของการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่า โซเดียมไฮดรอกไซด์จะมีทำให้อุณหภูมิที่ใช้ในการรีดิวซ์ลดลง จนสามารถทำให้เกิดการรีดิวซ์ได้ที่อุณหภูมิ 30 °C และผงเงินที่ได้จะมีรูปร่างเป็นทรงกลมและมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 0.132 μm เมื่อใช้อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาเป็น 140 °C เวลา 2 ชั่วโมง และใช้อัตราส่วนของซิลเวอร์ไนเตรตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 mol จะทำให้ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กและเกาะตัวกันคล้ายฟองน้ำ และที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ไนเตรตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 1:0.5, 1:0.25, และ 1:0.1 ผงเงินที่ได้มีลักษณะกลมขนาดใหญ่เมื่อเปรียบเทียบกับที่อัตราส่วนโดยโมล 1:1 ดังรูปที่ 2.16

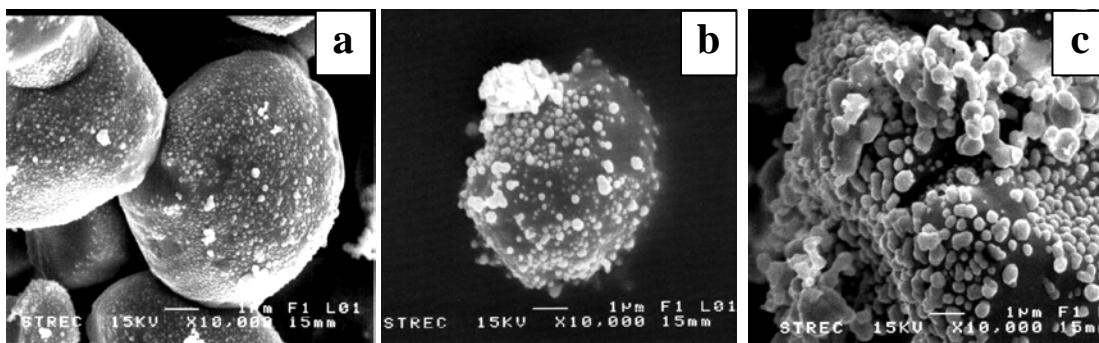


รูปที่ 2.16 ผงเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที (a) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:0.1 (b) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:0.5 (c) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:1 (d) อัตราส่วน $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$ 1:2 [27]

อศนัย ใจปลื้ม [26] ทำการศึกษาการผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์สารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟต โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่ 30 50 100 และ 150 °C โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และความเร็วรอบในการกวนที่ 500 รอบต่อนาที พบว่าผงเงินที่ได้รับมีผงซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอยู่พิจารณาได้จากผล XRD ยังปรากฏพีคของซิลเวอร์ซัลเฟต โดยอนุภาคเงินที่ได้รับจะเกิดขึ้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต และเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น (30-150 °C) จะทำให้อนุภาคผงเงินที่ได้รับมีขนาดเล็กลง และปริมาณอนุภาคผงเงินที่เกิดขึ้นที่ผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมากขึ้นด้วยดังรูปที่ 2.17 อัตราส่วนปริมาณเงินที่ได้รับมากที่สุดเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 150 °C ซึ่งคิดเป็น 42 % ของปริมาณทั้งหมดในซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น

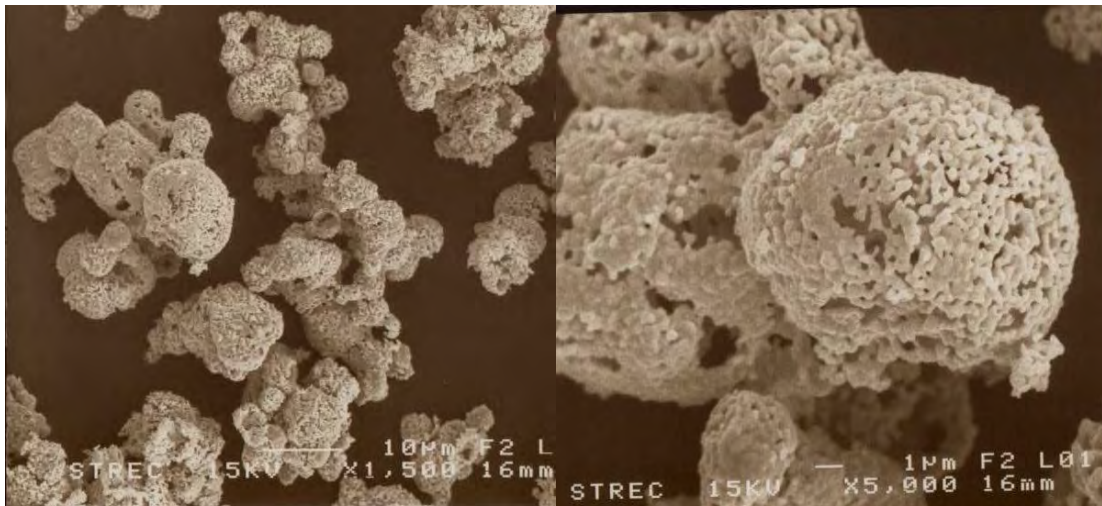
เนื่องจากการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตไม่สามารถทำให้ Ag^+ กลายเป็น Ag^0 ได้ทั้งหมด จึงทำให้มีการนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตไปบดจนกระทั่งมีขนาดเล็กลงเหลือ 99.3% ทั้งนี้เพื่อทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสกับตัวรีดิวซ์มากขึ้น ซึ่งคาดว่าจะมีผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้อย่างสมบูรณ์ จากนั้นจึงนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการบด (ขนาดเล็ก) มาทำการทดลองที่สภาวะ และตัวแปรที่ใช้ในการทดลองเหมือนกับที่ทำการทดลองโดยใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตก่อนบด (ขนาดใหญ่) เป็นสารตั้งต้น แต่ผงเงินที่ได้รับก็ยังคงมีผงซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอยู่ ยิ่งไปกว่านั้นสัดส่วนผงเงินที่ได้รับนั้นกลับน้อยลงกว่าการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่เป็นสารตั้งต้น อย่างไรก็ตามลักษณะการเกิดอนุภาคผงเงินและ

ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยานี้มีผลเช่นเดียวกับการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่เป็นสารตั้งต้น จากผลดังกล่าวเห็นได้ว่าการใช้อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้นเพื่อรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งขนาดเล็กและขนาดใหญ่ให้กลายเป็นผงเงินทั้งหมดนั้นยังไม่สามารถทำได้ จึงทำให้มีการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปเพื่อช่วยในการรีดิวซ์ โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 ในการทดลองที่สภาวะและปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ ตลอดจนควบคุมตัวแปรให้เหมือนกับการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์



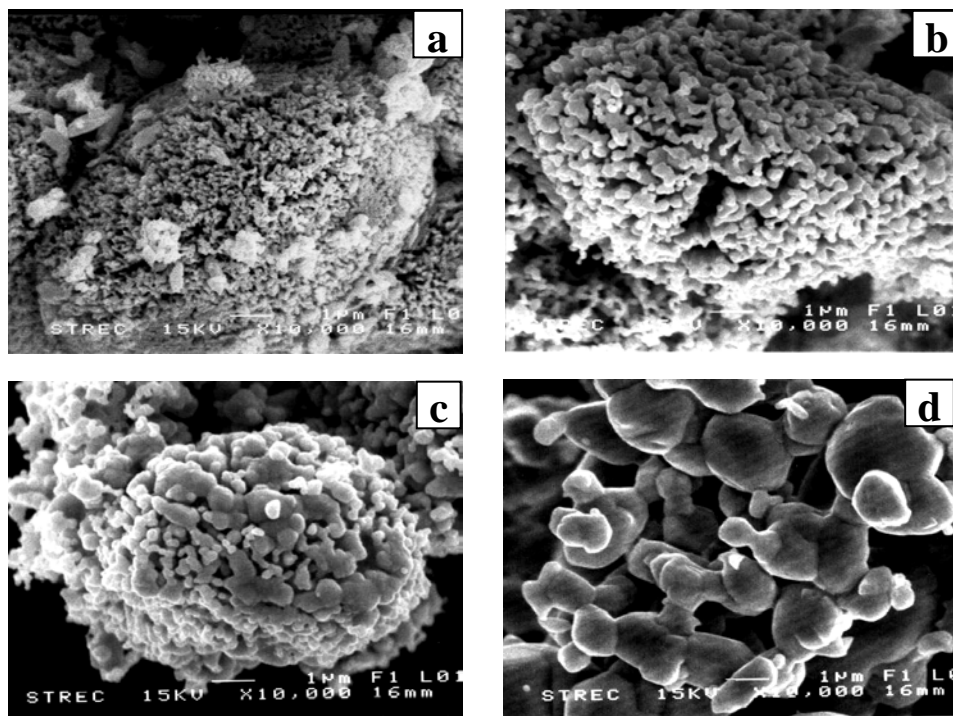
รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย SEM ของผงที่ผลิตจากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดใหญ่รีดิวซ์ด้วยกลูโคสเป็นเวลา 2 ชม. ที่ความเร็วในการกวน 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 100 °C b) 125 °C และ c) 150 °C [26]

จากการทดลองพบว่าผงที่ได้รับมีปริมาณของผงเงินเพิ่มมากขึ้นจากผงที่ได้จากการรีดิวซ์โดยไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ทั้งที่ใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่และขนาดเล็กเป็นสารตั้งต้น ยิ่งไปกว่านั้นในการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กเป็นสารตั้งต้นนั้นการรีดิวซ์เกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ นั่นก็คือ ซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กได้ถูกรีดิวซ์กลายเป็นเงินได้ทั้งหมด ในส่วนลักษณะการเกิดอนุภาคของผงเงินนั้นเริ่มเกิดจากผิวด้านนอกเช่นเดียวกับกรณีที่ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งพิจารณาได้จากรูปที่ 2.18 โดยการนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่มารีดิวซ์ด้วยกลูโคสผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องและเก็บผงทันที แล้วนำผงที่ได้ไปละลายในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% เพื่อกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างออกจนกระทั่งผงที่ได้รับเป็นผงเงินเท่านั้น และผงเงินที่ได้รับนี้มีลักษณะเป็นอนุภาคผงเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นเปลือกปะการังที่ห่อล้อมโพรงอากาศที่เกิดขึ้นมาแทนที่ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ใจกลางของอนุภาคดังรูปที่ 2.18 เมื่อให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันเพิ่มขึ้นซิลเวอร์ซัลเฟตก็ค่อยๆถูกรีดิวซ์เข้าไปด้านในมากขึ้นจนกระทั่งปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์



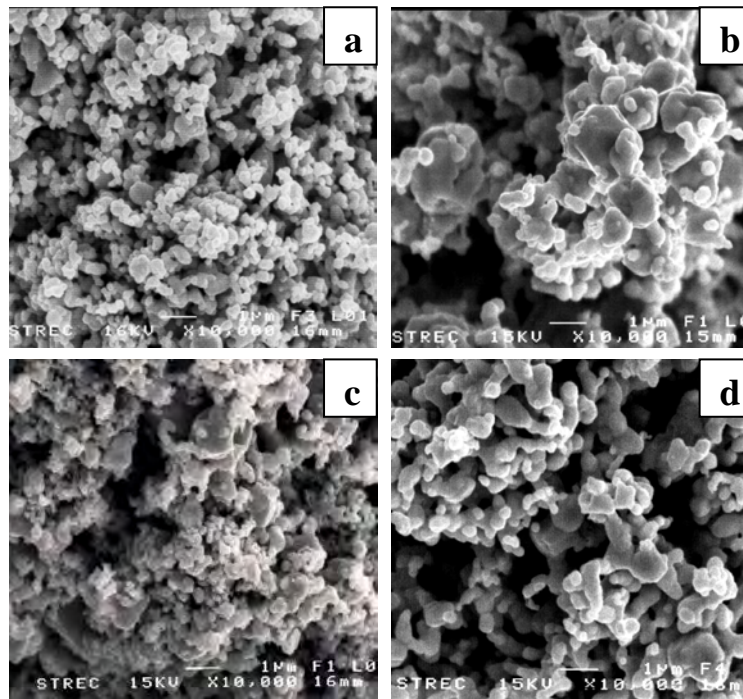
รูปที่ 2.18 ภาพถ่าย SEM ของผงที่ผลิตจากไซลเวอร์ซัลเฟต (ขนาดใหญ่) รีดิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องและเก็บผงทันที แล้วละลายซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือออกมีลักษณะเป็นเปลือกคล้ายปะการัง [26]

ในส่วนผลของอุณหภูมิในการรีดิซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่ด้วยกลีเซอรอลที่ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์นี้ พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้น (30–50 °C) กิ่งเงินเกิดการรวมตัวกันมากขึ้นทำให้กิ่งเงินมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 30 °C กิ่งเงินมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 0.09 µm และเมื่อใช้อุณหภูมิในการรีดิซ์ที่ 150 °C ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มเป็น 2.07 µm ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 ภาพถ่าย SEM ของผงเงินจากซิลเวอร์ซัลเฟต(ขนาดใหญ่)รีดิซ์ด้วยกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโมล $\text{Ag}_2\text{SO}_4:\text{NaOH}$ เท่ากับ 1:2 นาน 2 ชม. ความเร็วในการกวนที่ 500 rpm ที่อุณหภูมิต่างๆ a) 30 °C b) 50 °C c) 100 °C และ d) 150 °C [26]

แต่ในส่วนผลของอุณหภูมิในการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนี้พบว่าอนุภาคผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ที่ 30 °C มีขนาดเล็กถึง 0.18 μm เมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 50, 100, และ 150 °C ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยที่ได้จะเป็น 0.51, 0.27, และ 0.52 μm ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้น่าจะเกิดจากเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 50 °C ขนาดอนุภาคเงินใหญ่ขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิมากขึ้นส่งผลให้ซิลเวอร์ซัลเฟตสามารถละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลได้มากขึ้น ดังนั้นความเข้มข้นของสารตั้งต้นมากขึ้นจึงมีผลทำให้เกิดอนุภาคเงินได้ง่ายขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิที่ใช้เพิ่มเป็น 100 °C ขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับกลับมีขนาดเล็กทั้งนี้จะเป็นผลมาจากอุณหภูมิตั้งขึ้นทำให้การเกิดนิวเคลียสเกิดได้ง่ายขึ้น เมื่อจำนวนนิวเคลียสที่เกิดขึ้นมีปริมาณมากขึ้นและเกิดได้ทั่วทั้งระบบจึงส่งผลให้ขนาดอนุภาคเงินที่ได้มีขนาดเล็ก และเมื่อใช้อุณหภูมิเป็น 150 °C อนุภาคเงินที่ได้รับมีขนาดโตขึ้นจากการที่ซิลเวอร์ซัลเฟตสามารถละลายในสารละลายได้มากขึ้นดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 ภาพถ่าย 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 [26]

จากผลข้างต้นทั้งหมดนี้เห็นได้ว่าการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอล ผงเงินที่ได้จากการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กมีขนาดอนุภาคเงินที่เล็กกว่าขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับจากการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่เป็นสารตั้งต้นในทุกอุณหภูมิที่ทำการทดลอง แต่เมื่อรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกลีเซอรอลที่ผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นพบว่าที่อุณหภูมิ 30 และ 50 °C ขนาดอนุภาคผงเงินที่ได้จากการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กมีขนาดใหญ่กว่าขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับ

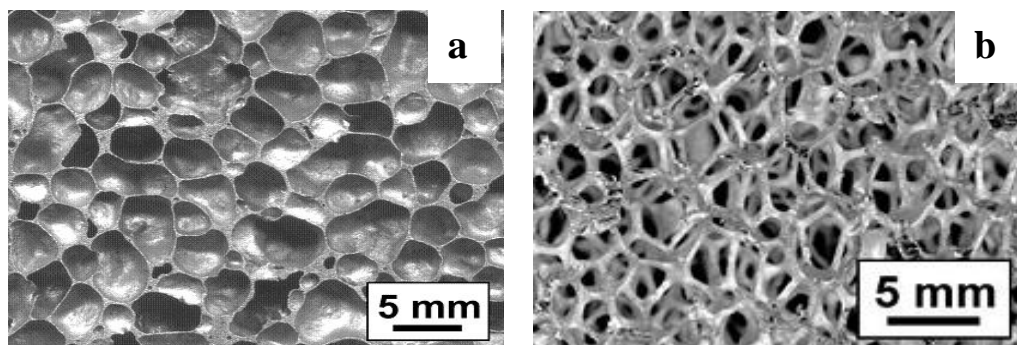
จากการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่เป็นสารตั้งต้น ซึ่งคาดว่าเป็นผลมาจากการบดที่ทำให้
 อนุภาคเงินในระนาบใดระนาบหนึ่งเพียงอย่างเดียว แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา
 รีดักชันเป็นที่ 100, 150 °C พบว่าขนาดอนุภาคผงเงินเฉลี่ยที่ได้รับจากผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดเล็กมี
 มีขนาดอนุภาคเงินที่เล็กกว่าที่ได้รับจากการใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่ทั้งนี้ น่าจะเป็นผลมาจาก
 เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้เกิดนิวเคลียสเงินได้ง่ายขึ้น และที่อุณหภูมิสูงนี้ผลของอุณหภูมิในการ
 เกิดนิวเคลียสน่าจะมีผลมากกว่าผลของจำนวนระนาบที่ทำให้เกิดนิวเคลียสได้ง่าย

2.4 ความรู้และข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยในด้านโฟมโลหะ

ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคโนโลยีต่างๆ ให้เจริญก้าวหน้าอย่างต่อเนื่อง เพื่อตอบสนอง
 ความต้องการของมนุษย์ให้มากที่สุด และเกิดเทคโนโลยีที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดนั้นก็คือ การใช้
 วัสดุลดลงแต่สามารถได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณสมบัติคงเดิมหรือดีขึ้น โฟมโลหะจึงเป็นวัสดุที่น่าสนใจ
 ทั้งนี้เพราะโฟมโลหะมีจุดเด่นในด้านน้ำหนักเบา มีความแข็งแรงสูงเมื่อเทียบกับน้ำหนัก มีพื้นที่
 ผิวสัมผัสสูงในกรณีที่โฟมโลหะมีโครงสร้างแบบเปิด สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง สามารถดูด
 ชับพลังงานได้ดี ส่งผลให้ปัจจุบันจึงได้มีการพัฒนากระบวนการผลิตโฟมโลหะอย่างต่อเนื่อง
 โดยเฉพาะในโฟมอะลูมิเนียม

โฟมโลหะ คือ โลหะที่ภายในบรรจุโพรงอากาศไว้จำนวนมาก และมีสัดส่วนโดยปริมาตร
 ของโพรงอากาศเมื่อเทียบกับเนื้อโลหะมากกว่า 0.5 ขึ้นไป โฟมโลหะมีจุดเด่นในด้านน้ำหนักเบา
 มากเป็นพิเศษ โฟมโลหะสามารถแบ่งได้เป็น 2 โครงสร้างดังนี้ [27]

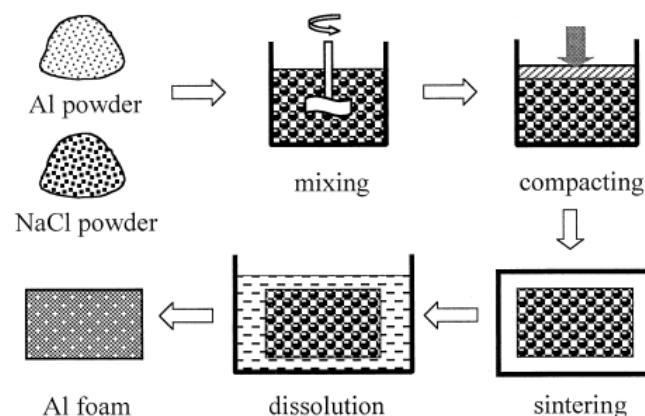
- 1) โฟมโลหะโครงสร้างแบบปิด (Closed-cell foams) คือ โฟมโลหะที่แต่ละโพรงอากาศจะ
 ถูกปิดล้อมด้วยเนื้อโลหะดังรูปที่ 2.21 (a)
- 2) โฟมโลหะโครงสร้างแบบเปิด (Opened-cell foams) คือ โฟมโลหะที่โพรงอากาศ
 เชื่อมต่อกันได้ โดยเนื้อโลหะจะอยู่ในลักษณะร่างแหเป็นเส้นเชื่อมต่อกัน (Struts) เป็นผนังของ
 โพรงอากาศดังรูปที่ 2.21 (b)



รูปที่ 2.21 (a) ภาพโครงสร้างโครงสร้างโพรงอากาศแบบปิด และ (b) โพรงอากาศแบบเปิด [28]

Sintering and Dissolution Process (SDP) เป็นกระบวนการผลิตโฟมโลหะที่ใช้วัตถุดิบเริ่มต้นเป็นผงโลหะ นำมาผสมกับผงที่เป็นตัวสร้างโครงอากาศ (Space holder) ผสมให้เข้ากันและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ในอัตราส่วนตั้งแต่ 50% โดยปริมาตรขึ้นไป โดยทั่วไปอัตราส่วนที่ใช้ตัวสร้างโครงอากาศจะอยู่ในช่วง 60-70% โดยปริมาตร แล้วจึงนำมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่มีรูปร่างตามต้องการ จากนั้นนำไปเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิประมาณ 0.8 ของอุณหภูมิหลอมเหลวของผงโลหะ เพื่อให้อนุภาคของผงโลหะเกิดการสร้างพันธะยึดเกาะกันทำให้ชิ้นงานมีคุณสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปกำจัดตัวสร้างโครงอากาศ โดยนำไปละลายในสารละลาย (dissolution) ที่ไม่ทำปฏิกิริยากับเนื้อโลหะและตัวสร้างโครงอากาศ

หลังจากนั้นจึงเกิดโครงอากาศขึ้นมาแทนที่ตัวสร้างโครงอากาศภายในชิ้นงาน ทำให้ได้โฟมโลหะ โครงสร้างแบบเปิดดังแสดงตัวอย่างขั้นตอนการผลิตโฟมโลหะให้เห็นในรูปที่ 2.22 เนื่องจากโครงอากาศที่เกิดขึ้นภายในชิ้นงานนั้นเกิดจากตัวสร้างโครงอากาศ ดังนั้นการผลิตโฟมโลหะด้วยกรรมวิธี SDP จึงจัดเป็นกระบวนการผลิตแบบหนึ่งใน Replicated process

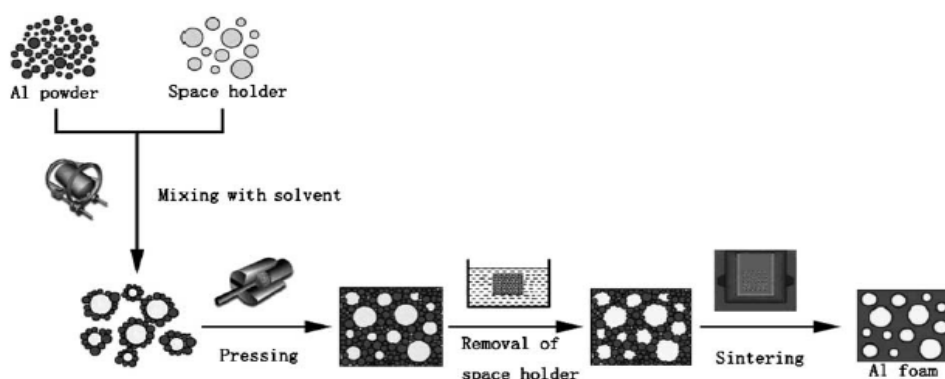


รูปที่ 2.22 กระบวนการผลิตโฟมอะลูมิเนียมโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากกระบวนการ Sintering and dissolution process [29]

หลักการสำคัญของการผลิตโฟมโลหะจึงอยู่ที่การเลือกใช้ตัวสร้างโครงอากาศ ซึ่งต้องไม่ทำปฏิกิริยากับผงโลหะ และต้องสามารถกำจัดหรือละลายในสารละลายที่ไม่ทำปฏิกิริยากับผงโลหะได้โดยไม่เหลือตกค้างอยู่ภายในชิ้นงาน ยิ่งไปกว่านั้นรูปร่างและขนาดของตัวสร้างโครงอากาศ ยังส่งผลต่อคุณสมบัติต่างๆของโฟมโลหะอีกด้วย ดังนั้นจึงต้องเลือกใช้ตัวสร้างโครงอากาศที่มีรูปร่าง ปริมาณให้เหมาะสมกับงานที่ใช้ และต้องทำให้เนื้อผงโลหะกับตัวสร้างโครงอากาศกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอ เพื่อให้ได้ชิ้นงานโฟมโลหะที่มีโครงสร้างสม่ำเสมอด้วยเช่นกัน

ในการผลิตโฟมโลหะด้วยกระบวนการนี้บางครั้งอาจนำชิ้นงานที่เกิดจากการอัดขึ้นรูปผงโลหะกับตัวสร้างโครงอากาศจนมีรูปร่างตามที่ต้องการแล้วนำมากำจัดตัวสร้างโครงอากาศออก

ก่อนที่จะนำไปเผาผนึกก็ได้ ซึ่งการผลิตโฟมโลหะในลักษณะนี้จะเรียกว่า Space holder method ซึ่งเห็นได้จากตัวอย่างการผลิตโฟมโลหะอะลูมิเนียมในรูปที่ 2.23 ทั้งนี้การกำจัดตัวสร้างโครงอากาศก่อนหรือหลังเผาผนึกนั้นขึ้นอยู่กับจุดหลอมเหลวของผงโลหะและตัวสร้างโครงอากาศ โดยพิจารณาจากขั้นตอนการเผาผนึกถ้าตัวสร้างโครงอากาศมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกมากจนทำให้ตัวสร้างโครงอากาศเกิดการหลอมเหลวออกมาก่อนที่อนุภาคของผงโลหะจะเชื่อมยึดติดกันนั้นก็ควรที่จะกำจัดตัวสร้างโครงอากาศออกก่อน มิฉะนั้นอาจทำให้ชิ้นงานเสียรูปร่างก่อนที่จะเผาผนึกเสร็จสมบูรณ์ เพราะตัวสร้างโครงอากาศที่หลอมเหลวออกมาบางส่วนจะไปขวางกั้นการเชื่อมติดกันของอนุภาคผงโลหะ ทำให้อนุภาคเชื่อมยึดกันได้ไม่ดีนัก ส่งผลให้คุณสมบัติเชิงกลที่ได้ไม่ดีเช่นกัน แต่ถ้าตัวสร้างโครงอากาศมีจุดหลอมเหลวสูงกว่าอุณหภูมิเผาผนึกก็ควรที่จะนำชิ้นงานไปเผาผนึกก่อนที่จะกำจัดตัวสร้างโครงอากาศ เพราะตัวสร้างโครงอากาศจะทำหน้าที่เป็นโครงสร้างชิ้นงานช่วยให้อนุภาคผงโลหะเชื่อมติดกันได้ และป้องกันการพังตัวหรือเสียรูปร่างของชิ้นงานขณะเผาผนึกได้อีกด้วย



รูปที่ 2.23 กระบวนการผลิตโฟมโลหะ โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากกระบวนการ Sintering and dissolution process [30]

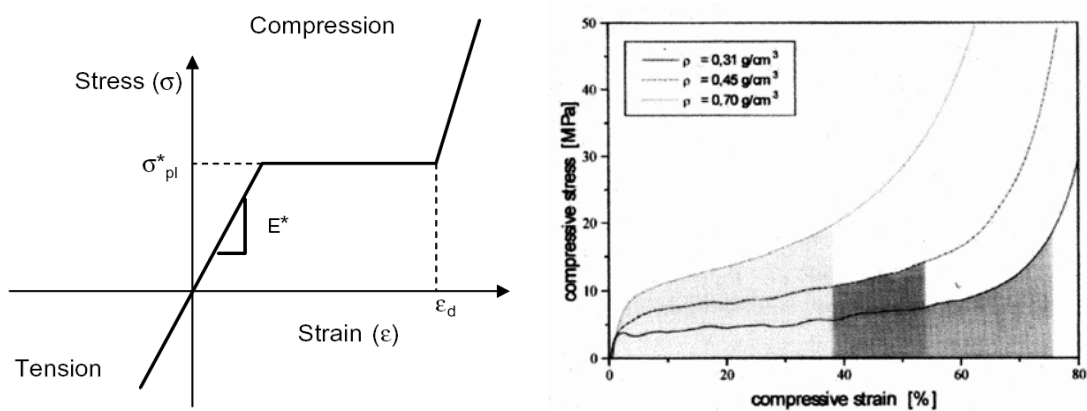
สมบัติทางกลของโฟมโลหะ

สมบัติทางกลต่างๆของโฟมโลหะ โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตโดยกระบวนการ SDP มีผลมาจากหลายปัจจัย เช่น รูปร่างและขนาดของโครงอากาศ การกระจายตัวของโครงอากาศในชิ้นงาน ความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาณเนื้อวัสดุ การเชื่อมต่อกันของเนื้อวัสดุ และอื่นๆ

พฤติกรรมทางด้านทานแรงอัดของโฟมโลหะ (Compressive behavior of the metal foam)

โฟมโลหะเมื่อได้รับความเค้นแบบอัดจะเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเป็น 3 ช่วง ดังนี้ คือ ช่วงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างแบบยืดหยุ่น (elastic deformation) โดยเริ่มจากการที่ชิ้นงานได้รับความเค้นแบบอัด แต่เมื่อได้รับความเค้นเกินจุดคราก (yield point) ส่งผลให้โฟมโลหะเปลี่ยนแปลงรูปร่างอย่างถาวร (plastic deformation) ซึ่งความเค้นแรงอัดนี้ทำให้เกิดการพังโครงสร้างเนื้อโลหะที่เชื่อมต่อกันในจุดที่มีความแข็งแรงน้อยที่สุด (weak point) ก่อน เนื้อโลหะที่

พังตัวแล้วก็จะถูกอัดให้มารวมกันทำให้บริเวณนี้มีความแข็งแรงมากขึ้น เมื่อชิ้นงานได้รับความเค้นแบบอัดนี้ต่อไปบริเวณที่พังตัวก็จะเกิดขึ้นที่บริเวณอื่นที่มีความแข็งแรงต่ำที่สุดในเวลานั้นต่อไป จากนั้นเมื่อบริเวณนี้พังตัวเนื้อวัสดุดังกล่าวก็จะถูกอัดมารวมกัน และจะเกิดการพังในลักษณะเช่นนี้ต่อไปเรื่อยๆ ในช่วงนี้เห็นได้ว่าค่าความเค้นแบบอัดจะคงที่ แต่ค่าความเครียดมีการเปลี่ยนแปลงไป จึงเรียกช่วงนี้ว่า Plateau region ซึ่งเป็นคุณสมบัติเฉพาะของวัสดุโฟมเท่านั้น หลังจากที่โครงสร้างเนื้อโลหะในชิ้นงานถูกพังตัวไปทั่วทุกบริเวณ ทำให้เนื้อโลหะถูกอัดรวมกันจนเนื้อวัสดุแน่น นั่นก็คือวัสดุเข้าสู่ช่วงการอัดแน่น (densification) ชิ้นงานจึงสามารถรับความเค้นแบบอัดได้มากขึ้น เมื่อเป็นเช่นนี้ต่อไปก็จะทำให้ชิ้นงานนั้นแตกหักได้ ซึ่งสามารถพิจารณาพฤติกรรมในการรับแรงอัดนี้ได้จากรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 (ซ้าย) กราฟความเค้น-ความเครียดของโฟมโลหะในอุดมคติ [31] (ขวา) กราฟความเค้น-ความเครียดของโฟม AISi 12 ที่ได้จากการทดสอบจริง [32]

นอกจากนี้จะสามารถคำนวณหาค่าความเครียดของโฟมอะลูมิเนียมในช่วงการอัดได้โดยใช้สมการของAshby [31] ในสมการที่ (7)

$$\varepsilon_d = \alpha \left(1 - 1.4 \frac{\rho^*}{\rho} + \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^3 \right) \quad (7)$$

โดยที่ ε_d คือ ค่าความเครียดในช่วงการอัดแน่น
 ρ^* คือ ค่าความหนาแน่นของโฟมโลหะ
 ρ คือ ค่าความหนาแน่นของผนังโพรงอากาศ
 α คือ ค่าคงที่ของวัสดุอยู่ระหว่าง 0.9-1.0 ซึ่งใช้ที่ค่า 0.9

นอกจากนี้ในกรณีที่พฤติกรรมการเปลี่ยนรูปของโฟมโลหะภายใต้แรงอัดในช่วงพลาสติกนั้น ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแรงในการรับแรงอัด (Compressive strength) ของโฟมโลหะ

และค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (Yield strength) ของผนังโพรงอากาศ ซึ่งสัมพันธ์กับความหนาแน่นสัมพัทธ์ (ρ^*/ρ) สามารถแสดงได้ดังสมการที่ (8)

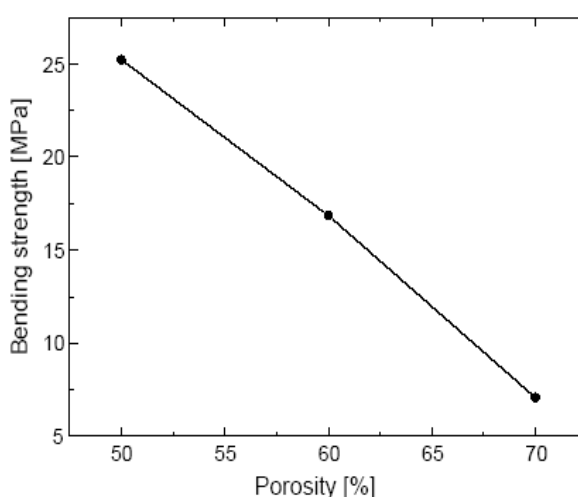
$$\sigma_c = C\sigma_{c.s}\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{3/2} \quad (8)$$

โดยที่ σ_c คือ ค่าความเค้นในช่วงพลาสติก
 $\sigma_{c.s}$ คือ ค่าความแข็งแรง ณ จุดครากของผนังโพรงอากาศ
 C คือ ค่าคงที่อยู่ระหว่าง 0.1-1.0 ซึ่งใช้ที่ค่า 0.3

ปัจจัยที่ส่งผลต่อโฟมโลหะที่ผลิตจากกระบวนการ SDP

1. ปริมาณของตัวสร้างโพรงอากาศ

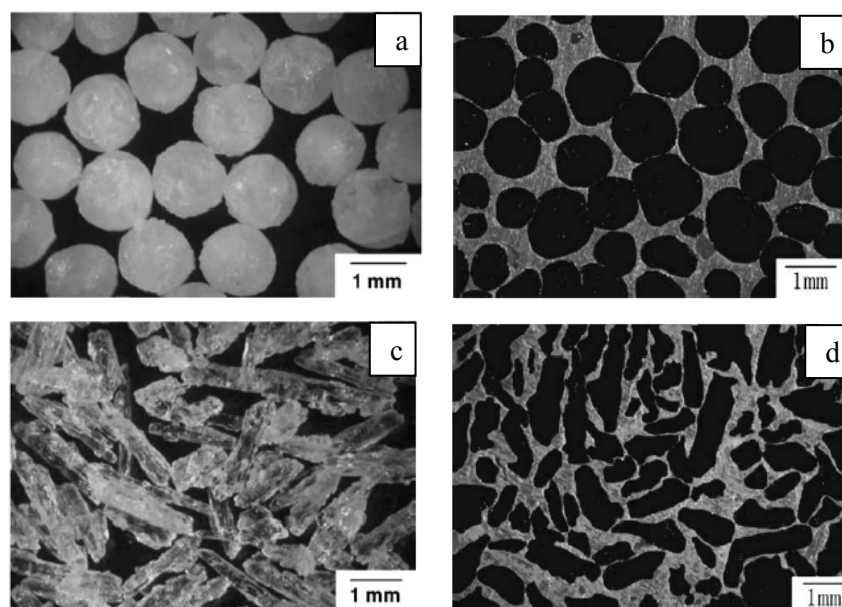
ปริมาณของตัวสร้างโพรงอากาศเป็นตัวกำหนดปริมาณของโพรงอากาศที่เกิดขึ้นในโฟมโลหะ ซึ่งปริมาณของโพรงอากาศมีส่งผลต่อความหนาแน่น และคุณสมบัติต่างๆของโฟมโลหะเป็นอย่างมาก นั่นเป็นเพราะเมื่อปริมาณตัวสร้างโพรงอากาศมีจำนวนมาก ปริมาณโพรงอากาศที่เกิดขึ้นมีปริมาณมากด้วยเช่นกัน หรือมีความพรุนสูง ทำให้เนื้อโลหะลดลงในขณะที่ปริมาตรเท่าเดิม ความหนาแน่นจึงลดลง ส่งผลให้ปริมาณเนื้อโลหะที่รับแรงอัดลดลงด้วยเช่นกัน สามารถเห็นได้ชัดเจนจากงานวิจัยของ B.Jiang และคณะ [33] ที่ทำการศึกษาผลของปริมาณโพรงอากาศในโฟมอะลูมิเนียมในช่วงความพรุน 50-80% โดยปริมาตร ซึ่งพบว่าเมื่อเปอร์เซ็นต์ความพรุนของโฟมอะลูมิเนียมลดลงทำให้ bending strength ของโฟมอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นได้ชัดเจนจากรูปที่ 2.25



รูปที่ 2.25 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความพรุนกับbending strength [33]

2. รูปร่างและขนาดของตัวสร้างโพรงอากาศ

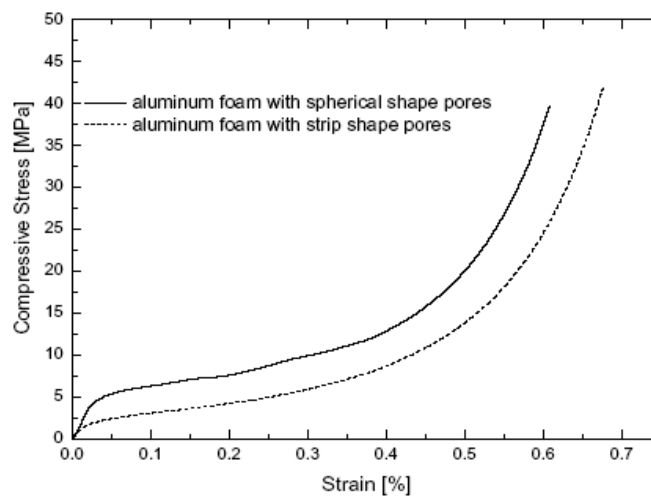
โฟมโลหะที่ผลิตด้วยกระบวนการ SDP นี้มีรูปร่าง และขนาดของโพรงอากาศที่ถอดแบบมาจากตัวสร้างโพรงอากาศ คือ ถ้าขนาดของตัวสร้างโพรงอากาศมีขนาดใหญ่ โครงสร้างโพรงอากาศที่ได้รับจะมีขนาดใหญ่ด้วย ในส่วนของรูปร่างของโพรงอากาศจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปร่างของตัวสร้างโพรงอากาศด้วยเช่นกัน ซึ่งทั้งขนาดและรูปร่างของโพรงอากาศในโฟมโลหะนั้นมีผลต่อคุณสมบัติทางกลของโฟมโลหะที่ได้รับเป็นอย่างมาก เช่น ในกรณีที่โฟมโลหะมีโครงสร้างโพรงอากาศเป็นทรงกลมสามารถรับแรงได้ดีกว่าโครงสร้างโพรงอากาศที่มีลักษณะเป็นปลายแหลม เพราะบริเวณปลายแหลมของเนื้อโลหะเป็นบริเวณที่เกิดความเข้มข้นความเค้นมากกว่าบริเวณอื่นหรือเกิด Stress concentration ขึ้นจึงเป็นสาเหตุให้บริเวณดังกล่าวเกิดการแตกหักก่อน ชิ้นงานจึงรับภาระกรรม (Load) ได้น้อยลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ B.Jing และคณะ [30] ที่ผลิตโฟมอะลูมิเนียมโครงสร้างแบบเปิดด้วยกระบวนการนี้ โดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็น Carbamide ที่มีรูปร่างต่างกันในแต่ละชิ้นงาน โดยรูปร่างที่ทำศึกษามี 2 แบบคือ แบบทรงกลม (Spherical) และ แบบ Strip shaped พบว่าโพรงอากาศของชิ้นงานโฟมอะลูมิเนียมที่ได้รับนั้นมีรูปร่างถอดแบบมาจากตัวสร้างโพรงอากาศอย่างเห็นได้ชัดเจน คือ ในชิ้นงานที่ใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นทรงกลม โพรงอากาศที่เกิดขึ้นมีรูปร่างเป็นทรงกลม และในทำนองเดียวกัน ชิ้นงานที่ใช้ตัวสร้างโพรงอากาศรูปร่าง Strip shaped โพรงอากาศที่ได้มีรูปร่างเป็น Striped shaped เช่นกัน ดังรูปที่ 2.26



รูปที่ 2.26 รูปร่างของ Carbamide ที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ a) ทรงกลม b) striped shape และแสดงรูปร่างของโพรงอากาศที่เกิดขึ้นจากการใช้ Carbamide เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ c) ทรงกลม d) Strip shaped [30]

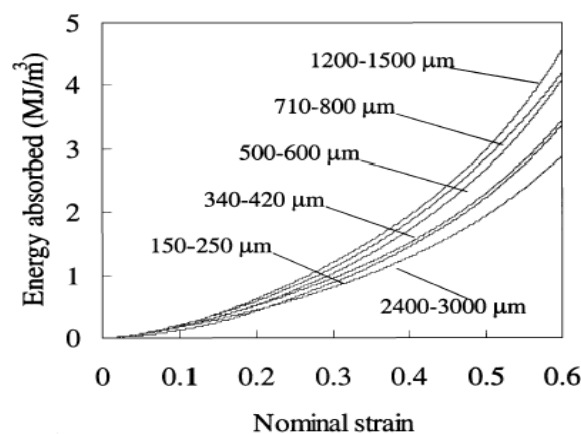
เมื่อนำชิ้นงาน โฟมอะลูมิเนียมทั้ง 2 โครงสร้าง โพรงอากาศที่ได้ไปทดสอบความสามารถในการต้านทานแรงอัด (Compressive stress) แล้วพบว่าโฟมอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างโพรงอากาศ

แบบทรงกลมจะมีความแข็งแรงในการรับแรงอัดได้มากกว่าโฟมอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างโพรงอากาศแบบ striped shaped ซึ่งเห็นได้ชัดเจนจากรูปที่ 2.27



รูปที่ 2.27 แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดแบบ compressive ของชิ้นงาน โฟมอะลูมิเนียมที่มีโพรงอากาศรูปร่างเป็นทรงกลม และ striped shaped [30]

นอกจากนี้ขนาดและรูปร่างของโพรงอากาศในโฟมโลหะยังส่งผลต่อคุณสมบัติอื่นๆ และผลที่เกิดขึ้นนั้นจะเปลี่ยนแปลงไปตามกลไกของสมบัติอื่นๆ ตัวอย่างเช่น ในกรณีความสามารถในการดูดซับพลังงานของโฟมโลหะจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีขนาดโพรงอากาศใหญ่ขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ D.X.Sun และคณะ [34] ที่ทำการศึกษาผลของขนาดโพรงอากาศในโฟมอะลูมิเนียมในช่วง 250-3,000 μm โดยใช้ NaCl เป็นตัวสร้างโพรงอากาศทำให้ทราบว่าอัตราการดูดซับพลังงานของโฟมอะลูมิเนียมนั้นจะมีที่คงที่ในช่วง plateau region และพบว่าโฟมอะลูมิเนียมที่มีโพรงอากาศขนาดใหญ่สามารถดูดซับพลังงานทั้งแบบ static และ dynamic ได้ดีกว่าโฟมอะลูมิเนียมที่มีโพรงอากาศขนาดเล็ก แต่เมื่อโพรงอากาศมีขนาดใหญ่เกินไปความสามารถในการดูดซับจะลดลงเห็นได้ชัดเจนจากรูปที่ 2.28

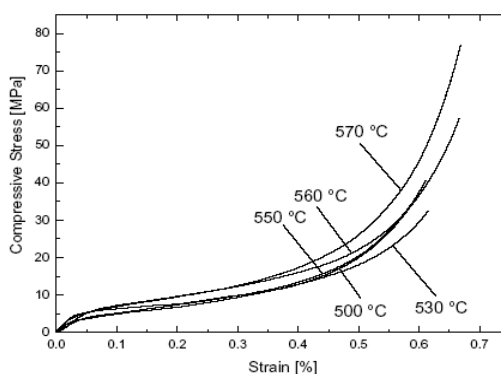


รูปที่ 2.28 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับพลังงานกับขนาดของโพรงอากาศ [34]

3. อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึก

อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึกของการผลิตโฟมโลหะนี้เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อความแข็งแรง ความสามารถในการดูดซับพลังงาน และคุณสมบัติอื่นๆ ของโฟมโลหะเป็นอย่างมาก เนื่องจากการสร้างพันธะยึดเกาะกันของอนุภาคโลหะจะเกิดขึ้นที่กระบวนการเผาผนึก นั่นก็คือ ถ้าโลหะยึดเกาะกันด้วยพันธะที่แข็งแรงเพิ่มขึ้นก็จะมีผลทำให้ชิ้นงานมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นจึงต้องเลือกใช้อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึกให้เหมาะสมเพื่อให้ชิ้นงานที่ได้มีคุณภาพดีที่สุด

ในกรณีที่เลือกใช้อุณหภูมิเผาผนึกที่สูงเกินไปนั้นมีหลายลักษณะ เช่น ถ้าเลือกใช้อุณหภูมิที่สูงเกินกว่าจุดหลอมเหลวของโลหะ มีผลให้อนุภาคของผงโลหะจับตัวกันอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งในบางครั้งอาจทำให้โลหะเกิดการหลอมเหลวขึ้น ทำให้ชิ้นงานที่ได้รับนั้นมีความแข็งแรงต่ำ หรือในบางครั้งอาจทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างก็ได้ นอกจากนี้การใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่สูงขึ้น มีผลให้ชิ้นงานเกิดปัญหาเรื่องสารมลทินประเภทออกไซด์มากขึ้นด้วย ทั้งนี้เป็นผลจากการที่อุณหภูมิสูงขึ้นความสามารถในการเกิดออกไซด์ก็จะเพิ่มขึ้นด้วย แต่ถ้าใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกต่ำเกินไป การสร้างพันธะที่ยึดเกาะกันของโลหะก็จะไม่แข็งแรง ซึ่งในกรณีนี้อาจแก้ปัญหาโดยการเพิ่มช่วงเวลาในการเผาผนึกก็ได้ แต่ถ้าใช้เวลาในการเผาผนึกมากเกินไป ปริมาณสารประกอบออกไซด์ก็จะเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งผลให้ความแข็งแรงของพันธะลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ B.Jiang และคณะ [30] ที่ผลิตโฟมอะลูมิเนียมด้วยวิธี SDP ที่ใช้ Carbamide เป็นตัวสร้างโพรงอากาศในอัตราส่วนที่ทำให้เกิดความพรุน 70 % โดยปริมาตร และใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่แตกต่างกันไปตามแต่ละชิ้นงานคือที่ 500, 530, 550, และ 570 °C เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาผนึกว่ามีผลต่อโฟมอะลูมิเนียมอย่างไร ทำให้ทราบว่าโฟมอะลูมิเนียมที่ได้จากการใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกที่สูงขึ้น มีความสามารถในการรับแรงอัดเพิ่มขึ้นซึ่งเห็นได้ชัดจากรูปที่ 2.29 แต่เมื่ออุณหภูมิเผาผนึกที่ใช้สูงกว่า 580 °C ความสามารถในการรับแรงอัดกลับมีค่าลดลงทั้งนี้เป็นเพราะอะลูมิเนียมเริ่มเกิดการหลอมเหลว



รูปที่ 2.29 แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดแบบ compressive ของชิ้นงานโฟมอะลูมิเนียมที่เผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ [30]

4. ความดันในการอัดขึ้นงาน

ความดันในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานควรเลือกใช้ให้เหมาะสม เพราะถ้าใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานต่ำจะมีผลให้ผงโลหะและผงของตัวสร้างโพรงอากาศไม่เกาะกัน หรือเกาะตัวกันไม่แข็งแรงเพียงพอ ซึ่งอาจทำให้ผงต่างๆ หลุดออกมาได้ในระหว่างกระบวนการผลิต แต่ถ้าใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานสูงเกินไปนั้นทำให้ผงของโลหะถูกอัดแน่น ชิ้นงานที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น แต่ก็จะทำให้เกิดปัญหาในเรื่องการสร้างโพรงอากาศตามมาด้วยเช่นกัน และความดันในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานนี้จะมีผลต่อขนาดและรูปร่างของตัวโพรงอากาศซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปด้วยในกรณีที่ใช้ความดันที่ไม่เหมาะสม ส่งผลให้โพรงอากาศของโพลีโลหะที่ได้มีรูปร่างเปลี่ยนแปลงไปเช่นกัน ยิ่งไปกว่านั้นความดันในการอัดที่มากเกินไปอาจทำให้เนื้อโลหะเชื่อมต่อกันล้อมรอบตัวสร้างโพรงอากาศ ทำให้การกำจัดตัวสร้างโพรงอากาศออกทำได้ลำบากมากขึ้น ส่งผลให้เกิดการตกค้างของตัวสร้างโพรงอากาศภายในชิ้นงาน และบางครั้งชิ้นงานอาจเกิดการแตกร้าว หรือแตกหักขึ้นบริเวณผนังเชื่อมต่อของตัวสร้างโพรงอากาศกับเนื้อโลหะก็ได้ ซึ่งมีผลให้ชิ้นงานที่ได้รับเกิดความเสียหาย

นอกจากนี้ปริมาณของตัวสร้างโพรงอากาศที่ตกค้างอยู่ในโพลีโลหะนั้นสามารถส่งผลต่อคุณสมบัติต่างๆ ของตัวโพลีโลหะได้ด้วย เช่น การผลิตโพลีโลหะโดยใช้ NaCl เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ ถ้าโพลีโลหะมี NaCl ตกค้างจะทำให้เกิดปัญหาการกัดกร่อนที่บริเวณเนื้ออะลูมิเนียม บริเวณผนังรอยต่อกับโพรงอากาศ ทำให้เนื้อโลหะที่ทำหน้าที่เป็นตัวรับแรงมีความแข็งแรงลดลง จึงส่งผลให้ความแข็งแรงของโพลีโลหะลดลงด้วยเช่นกัน และในบางครั้งอาจเกิดสารใหม่ขึ้น ทำให้คุณสมบัติทางเคมีในโพลีโลหะเปลี่ยนแปลงไปได้ ยิ่งไปกว่านั้นถ้ามีการนำโพลีโลหะที่มีสารตกค้างไปใช้งานที่เกี่ยวข้องกับสารเคมี หรืองานที่นำมาใช้เกี่ยวกับสุขภาพของมนุษย์ เช่น นำโพลีมาทำเป็นตัวกรองอากาศในเครื่องปรับอากาศ เป็นต้น ซึ่งตัวสร้างโพรงอากาศที่เหลือค้างอาจส่งผลให้เกิดอันตรายได้ ดังนั้นจึงต้องกำจัดตัวสร้างโพรงอากาศไม่ให้ตกค้างอยู่ภายในหรือทำให้เหลือตกค้างในปริมาณที่น้อยที่สุดที่สามารถยอมรับได้ ซึ่งการตรวจสอบปริมาณตัวโพรงอากาศตกค้างภายในชิ้นงานสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การชั่งน้ำหนักของตัวสร้างโพรงอากาศที่ใช้กับปริมาณตัวสร้างโพรงอากาศที่อยู่ในสารละลาย โดยเมื่อนำชิ้นงานมาละลายตัวสร้างโพรงอากาศแล้วจึงนำสารละลายที่ใช้ไปเผาให้แห้งแล้วนำตะกอนที่ได้ไปชั่งน้ำหนักเปรียบเทียบก็ได้ หรือจากการคำนวณตามสมการทางคณิตศาสตร์ ตัวอย่างเช่นการคำนวณ NaCl ที่เหลือค้างในโพลีอะลูมิเนียมสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (9) [29]

$$\varphi = \frac{W_f - W_p f_{Al}}{W_p (1 - f_{Al})} \quad (9)$$

โดยที่ φ คือ สัดส่วนของ NaCl ที่เหลือค้างในโพลีอะลูมิเนียม
 W_f และ W_p คือ น้ำหนักของ Al และ Al/NaCl ก่อนการละลาย ตามลำดับ
 f_{Al} คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักของ Al ในผงโลหะผสมเริ่มต้น Al/NaCl

ตัวอย่างการผลิตโพลีโลหะโครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP

งานวิจัยของ Y.Y. Zhao และ D.X. Sun [29] ที่ผลิตโพลีอะลูมิเนียมโครงสร้างแบบเปิดด้วยกระบวนการ SDP โดยเริ่มจากการนำผงอะลูมิเนียมมาผสมกับผง NaCl ให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียว และมีการกระจายตัวของผงอย่างสม่ำเสมอและทั่วถึง ต่อมาจึงนำมาอัดขึ้นรูปโดยใช้ความดันในการอัดเท่ากับ 200 MPa เสร็จแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 680 °C เป็นเวลา 180 นาที จากนั้นปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวลงมาถึงอุณหภูมิห้องก่อนนำไปล้างด้วยน้ำอุ่น เพื่อป้องกันการเกิด ความเครียด สุดท้ายเมื่อนำชิ้นงานมาล้างด้วยน้ำอุ่นเพื่อกำจัด NaCl จนไม่เหลือตกค้างในเนื้อ อะลูมิเนียมแล้วชิ้นงานที่ได้จะมีโพรงอากาศเกิดขึ้นแทนที่ NaCl ที่ละลายออกไปทำให้ชิ้นงานเกิด โพรงอากาศขนาด 100-5,000 μm อยู่ทั่วทั้งชิ้นงานจึงกลายเป็น โพลีอะลูมิเนียมที่มีความหนาแน่นเพียง 0.15-0.5 g/cm^3

งานวิจัยของนายอสนัย ใจปลื้ม [26] ที่ทำการศึกษาเกี่ยวกับการผลิตผงเงินโดยใช้ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์นั้น พบว่าการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตขนาดใหญ่เป็นสารตั้งต้น ไม่สามารถรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็นเงินได้ทั้งหมด แต่ผงที่ได้รับจะมีโครงสร้าง เป็นอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นลักษณะคล้ายปะการังหรือเซลล์สมองล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่เป็นใจกลางอนุภาค จึงเหมาะกับการนำไปใช้เป็นวัสดุคืบในการผลิตโพลีเงินโครงสร้างแบบเปิด ด้วยกรรมวิธี SDP จึงได้มีการทดลองนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตมาผสมกับตัวสร้างโพรงอากาศ ซึ่งได้ ทำการศึกษาทั้งหมด 3 ชนิด คือ คาร์บอนไมด์ เกลือแกง และน้ำตาลทราย จากนั้นจึงนำไปอัดด้วย แรงดัน 661 MPa แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปกำจัดตัวสร้างโพรงอากาศออก โดยถ้าเป็นชิ้นงานที่ใช้ตัว สร้างโพรงอากาศเป็นน้ำตาลทรายขาวหรือเกลือแกงจะนำไปละลายน้ำ แต่ถ้าชิ้นงานที่ใช้ตัวสร้าง โพรงอากาศเป็นคาร์บอนไมด์จะนำไปเผาไล่ที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เสร็จแล้วจึงนำ ชิ้นงานที่ได้ไปทำการรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อัตราส่วนโดยโม ลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 ณ อุณหภูมิ 125 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้น จึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อทำให้ชิ้นงานเกิดความแข็งแรง แล้วจึง นำไปละลายซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% จึงได้ชิ้นงาน โพลีเงินที่ได้จากการใช้ตัวสร้างโพรงอากาศที่เป็นน้ำตาล คาร์บอนไมด์ เกลือแกง ดังแสดงในรูปที่



รูปที่ 2.30 การผลิตโฟมเงินโดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศ (space holder) ชนิดต่างๆ โดย a) กลีอกแคงเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ b) คาร์โบไมด์เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และ c) น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ [26]

จากผลการทดลองพบว่าโฟมเงินที่ได้จากการใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นกลีอกแคงนั้นจะเกิดสารประกอบซิลเวอร์คลอไรด์จากการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับกลีอกแคง ในส่วนโฟมเงินที่ได้จากการใช้คาร์โบไมด์เป็นตัวสร้างโพรงอากาศจะพบว่าชั้นส่วนของโฟมเงินจะพองตัวและแตกออกดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.30 (b) และในโฟมเงินที่ได้จากการใช้น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศนั้นไม่เกิดปัญหาข้างต้นจึงเหมาะกับการใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศในกระบวนการนี้

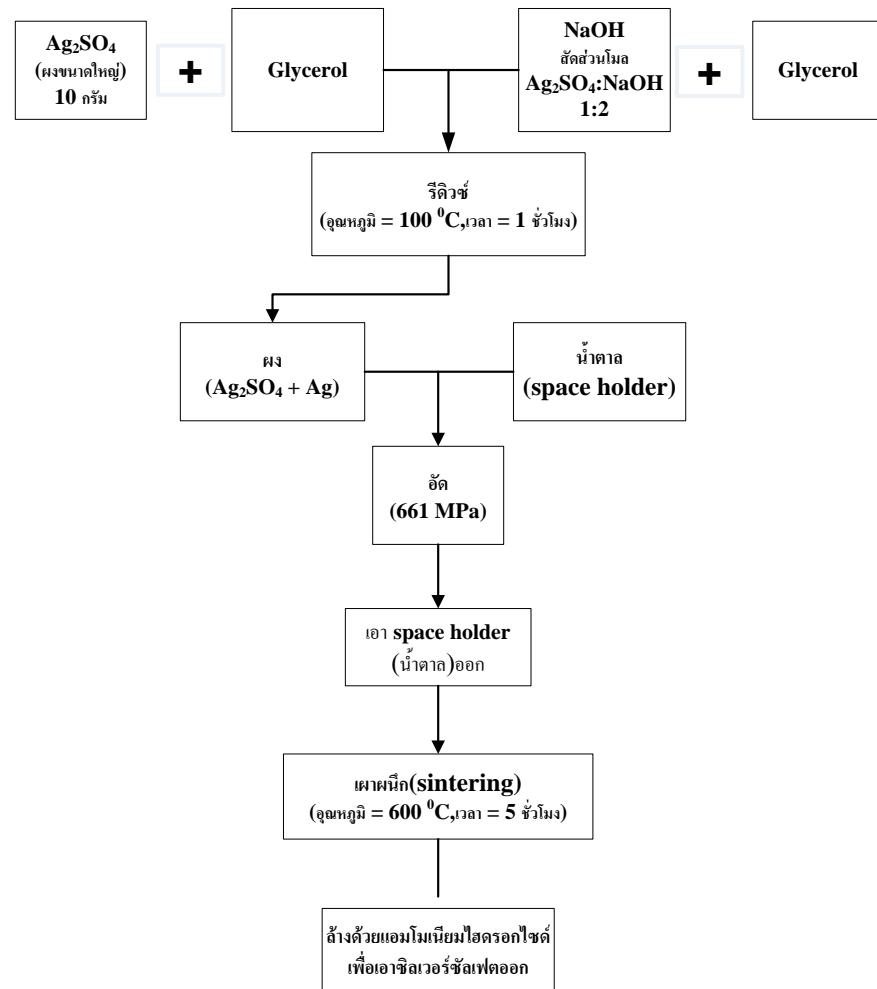
เนื่องจากการนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตมาอัดก่อนนำไปรีดิวซ์จึงทำให้การรีดิวซ์เกิดขึ้นได้ไม่สม่ำเสมอทั้งชิ้นงาน และชิ้นงานโฟมเงินที่ได้จะมีผงบางส่วนหลุดออกมาทำให้เกิดการเสียรูปร่าง จึงได้มีการปรับขั้นตอนและตัวแปรต่างในการผลิตโฟมเงินให้เหมาะสมขึ้นดังจะแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.31

จากนั้นนำโฟมเงินที่ได้จากกรรมวิธีดังกล่าวนี้ไปวิเคราะห์โครงสร้างภายในชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะได้ผลที่ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.32 ซึ่งจะพบว่าโฟมเงินที่ได้จะมีโพรงอากาศ 2 ลักษณะ คือ โพรงอากาศที่เกิดจากตัวสร้างโพรงอากาศที่เป็นน้ำตาลซึ่งจะมีขนาดเท่ากับ $500\ \mu\text{m}$ เป็นโพรงอากาศขนาดใหญ่ (macropores) และโพรงอากาศที่เกิดจากการซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดประมาณ $10\ \mu\text{m}$ เป็นโพรงอากาศขนาดเล็ก (micropore) แต่ไม่พบโพรงอากาศที่อยู่ระหว่างอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นปะการัง และโพรงอากาศที่เกิดจากการอัดขึ้นรูปชิ้นงาน นอกจากนี้ยังไม่สามารถระบุได้อย่างชัดเจนว่ารูพรุนหรือโพรงอากาศขนาดประมาณ $10\ \mu\text{m}$ ที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากซิลเวอร์ซัลเฟต จึงได้เป็นที่มาของงานวิจัยนี้ที่จะใช้รูปทรงของซิลเวอร์ซัลเฟตที่เป็นรูปทรงกลม รูปแท่ง และรูปพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมาใช้ในการผลิตโฟมเงินเพื่อวิเคราะห์โพรงอากาศที่เกิดขึ้น

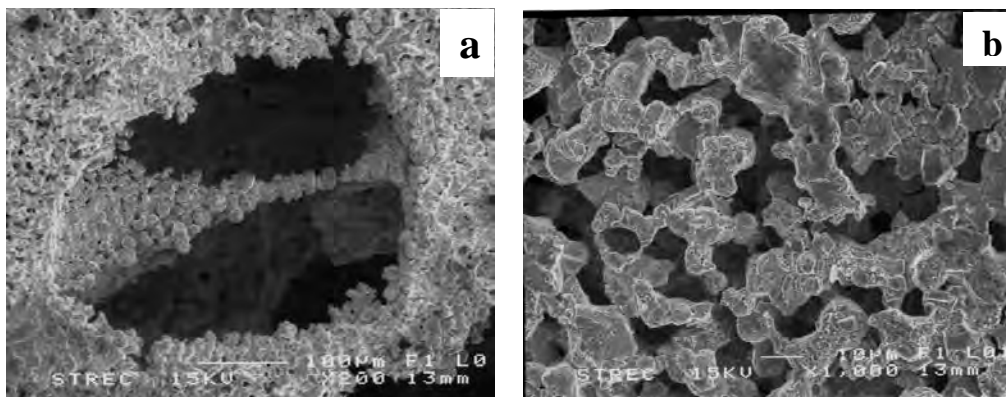
ข้อดีของกระบวนการผลิตโฟมโลหะด้วยกระบวนการ SDP

การผลิตโฟมโลหะโครงสร้างแบบเปิดด้วยกระบวนการ SDP นี้สามารถผลิตได้โดยไม่ต้องใช้เครื่องมือหรือเทคโนโลยีขั้นสูง ตลอดจนวัตถุดิบที่ใช้นั้นมีราคาต่ำมาก จึงส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตต่ำกว่าการผลิตโฟมโลหะโครงสร้างแบบเปิดด้วยวิธีการหล่อ วิธีการ Infiltration หรือวิธีการที่ผลิตจากสารตั้งต้นที่มีสถานะเป็นผงเหมือนกัน เช่น วิธี Sintering of hollow spheres แล

วิธีการอื่นๆ ที่ต้องใช้เครื่องมือ แบบหล่อ และตัวสร้างโพรงอากาศที่มีราคาสูง ยกตัวอย่างเช่นในวิธีการหล่อ วิธีการ Infiltration หรือที่ใช้สารตั้งต้นในการผลิตเป็นของเหลว (Liquid metal) เครื่องมืออุปกรณ์ และตัวสร้างโพรงอากาศที่ใช้ต้องสามารถทนอุณหภูมิหลอมเหลวของน้ำโลหะได้ และจะต้องไม่ทำปฏิกิริยากับโลหะหลอมเหลวที่อุณหภูมิสูงอีกด้วย จึงทำให้วัสดุที่ใช้ทำเครื่องมือ และอุปกรณ์มีราคาแพง ในส่วนการผลิตโฟมโลหะจากวิธี Sintering of hollow spheres จะมีต้นทุนในการผลิตที่สูงกว่าวิธี SDP ทั้งนี้เนื่องจากต้องใช้เครื่องมือที่มีเทคโนโลยีสูงกว่า ตัวสร้างโพรงอากาศที่ใช้จะต้องมีลักษณะกลวง (Styrofoam) ส่วนมากจะเป็นพวกพอลิเมอร์ เช่น polystyrene เป็นต้น ในขณะที่วิธี SDP ใช้ตัวสร้างโพรงอากาศที่เป็นน้ำตาล เกลือ คาร์โบไมด์ ซึ่งมีราคาถูกกว่ามาก จึงทำให้ต้นทุนการผลิตโฟมด้วยวิธี SDP มีราคาต่ำกว่า



รูปที่ 2.31 ขั้นตอนการผลิตโฟมเงินด้วยผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับน้ำตาลที่ใช้เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ (space holder) [26]



รูปที่ 2.32 ภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงลักษณะรูพรุนที่เกิดขึ้นในชิ้นงานโฟม a) รูพรุนที่เกิดจาก space holder (น้ำตาล) b) รูพรุนที่เกิดจากซิลเวอร์ซัลเฟตที่ถูกล้างออก [26]

นอกจากนี้การผลิตโฟมโลหะแบบเปิดด้วยวิธี SDP นี้โลหะตั้งต้นจะอยู่ในสถานะของแข็ง ทำให้เคลื่อนย้ายได้สะดวก และสามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปร่างใกล้เคียงกับรูปแบบที่ต้องการ (near net shape) เพราะการผลิตโฟมเงินด้วยวิธี SDP จะมีปัญหาเรื่องชิ้นงานหดตัวน้อยเนื่องจากการไม่มีการเปลี่ยนสถานะ แต่ในวิธีการหล่อ และวิธีการ infiltration โลหะเริ่มต้นจะเป็นของเหลวทำให้การขึ้นรูปต้องมีการเปลี่ยนสถานะซึ่งต้องมีการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวเป็นของแข็งทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตร ส่งผลให้เกิดปัญหาการหดตัวของชิ้นงานเกิดขึ้น

จากเหตุผลที่กล่าวมาข้างต้นนี้จะเห็นได้ว่าการผลิตโฟมโลหะที่มีโครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP นี้สามารถทำได้ง่าย สะดวก มีต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าวิธีอื่นที่ได้กล่าวมา และสามารถควบคุมโครงสร้าง รูปร่าง และขนาดของโพรงอากาศ ตลอดจนความหนาแน่นของตัวโฟมโลหะได้สะดวกกว่าวิธีอื่น เช่น ในกระบวนการผลิตโฟมโลหะด้วยวิธีเป่าแก๊ส วิธี GASARS เป็นต้น [29] ที่ต้องควบคุมการใช้อุณหภูมิ และความดันในการทำให้ได้โฟมโลหะหรือโฟมเงินที่มีโครงสร้างตามต้องการ จึงเป็นเหตุผลที่ทำให้งานวิจัยนี้เลือกใช้การผลิตโฟมเงินจากผงเงินที่สังเคราะห์ขึ้นได้ด้วยกรรมวิธี SDP

การนำโฟมเงินไปใช้งาน

โฟมเงินที่มีโครงสร้างแบบเปิดที่ได้จากการผลิตด้วยกระบวนการ SDP นี้มีความหนาแน่นต่ำ มีคุณสมบัติทางกลที่แข็งแรงในระดับหนึ่ง มีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก และเนื่องจากเงินที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรจะมีคุณสมบัติพิเศษคือ สามารถฆ่าเชื้อโรคได้ทั้งเชื้อแบคทีเรียและเชื้อไวรัส จึงนิยมนำโฟมเงินมาทำเป็นตัวกรอง (Filter) และตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ยิ่งไปกว่านั้นโฟมเงินแบบเปิดนี้ยังมีคุณสมบัติในด้านความร้อนที่ดี เช่น ความสามารถในการถ่ายเทความร้อน การนำความร้อน และอื่นๆ ที่เหมาะสมกับการนำมาทำเป็นอุปกรณ์เกี่ยวกับความร้อน เช่น อุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน (Heat exchanger) นอกจากนี้ยังสามารถนำไปทำเป็นเครื่องประดับและอุปกรณ์ตกแต่งสถานที่เพื่อเพิ่มความสวยงามได้อีกด้วย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการผลิตผงเงิน

- 3.1.1.1 เม็ดเงินความบริสุทธิ์ 99.98%
- 3.1.1.2 สารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ความเข้มข้น 96 % (AR grade, CARLO ERBA)
- 3.1.1.3 สารละลายกรดไนตริก (HNO_3) ความเข้มข้น 65 % (AR grade, CARLO ERBA)
- 3.1.1.4 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) (AR grade, MERCK)
- 3.1.1.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5OH) (Absolute, CARLO ERBA)
- 3.1.1.6 กลีเซอรอล ($C_3H_8O_3$) (AR grade, CARLO ERBA)
- 3.1.1.7 คอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำ ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$, AR grade, Ajax Finechem Pty Ltd)
- 3.1.1.8 น้ำกลั่น

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.2.1 เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 3.1.2.2 Magnetic stirrer และ Mechanical 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 กระจกกรอง
- 3.1.2.6 เทอร์โมมิเตอร์ ($300\text{ }^{\circ}\text{C}$)
- 3.1.2.7 ถังมือยางป้องกันสารเคมี
- 3.1.3.8 หน้ากากป้องกันไอน้ำจากสารเคมี
- 3.1.3.9 เครื่องอัดไฮดรอลิกแรงดันสูงสุด 3,000 kg ยี่ห้อ Masada Jack

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

- 3.1.3.1 เครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (X-ray Diffractometers : XRD) (Philips Diffractometer Model : PW1710 และเครื่อง Rigaku Tirez 3 power 18 kW)
- 3.1.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM, JEOL model: JSM-6400)
- 3.1.3.3 เครื่องทดสอบแรงอัด

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมผงซิลเวอร์ซัลเฟต

3.2.1.1 การเตรียมซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) รูปทรงกลม

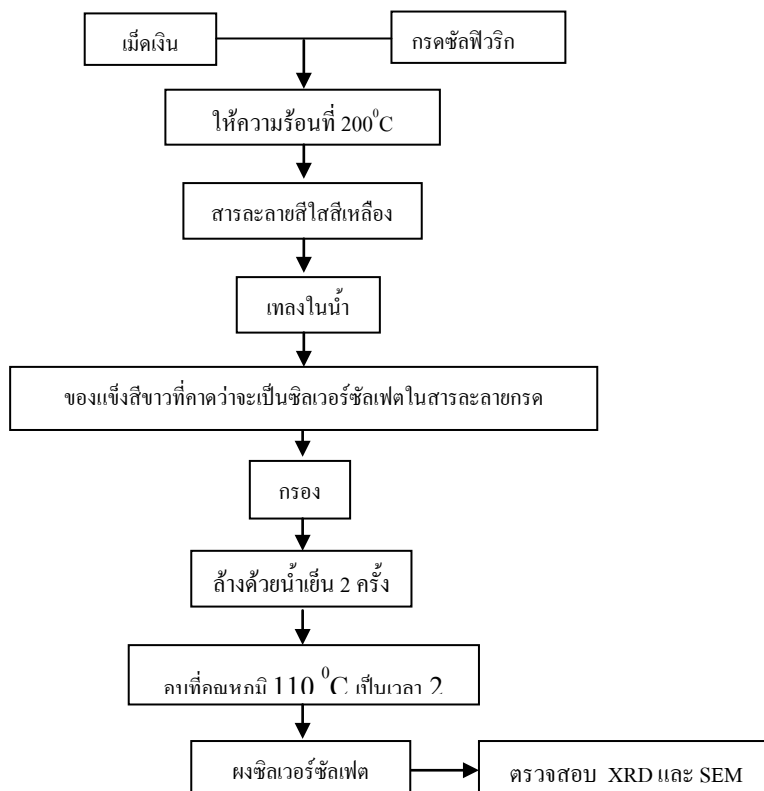
1) นำเม็ดเงินใส่ในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 98% และให้ความร้อนประมาณ 200°C โดยคำนวณปริมาณอัตราส่วนของเม็ดเงินและกรดซัลฟูริกตามสมการเคมีดังนี้



2) ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งเม็ดเงินไม่ละลายเพิ่มอีกหรือเกิดสภาวะสารละลายอิ่มตัว จากนั้นนำสารละลายที่ได้เทลงในน้ำกลั่นเย็นที่มีอุณหภูมิประมาณ 10°C จะเกิดของแข็งสีขาวตกตะกอนขึ้นทันที จากนั้นจึงนำไปกรองและนำของแข็งดังกล่าวไปล้างด้วยน้ำกลั่นเย็นอย่างน้อย 2 ครั้งจะได้ของแข็งสีขาว แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

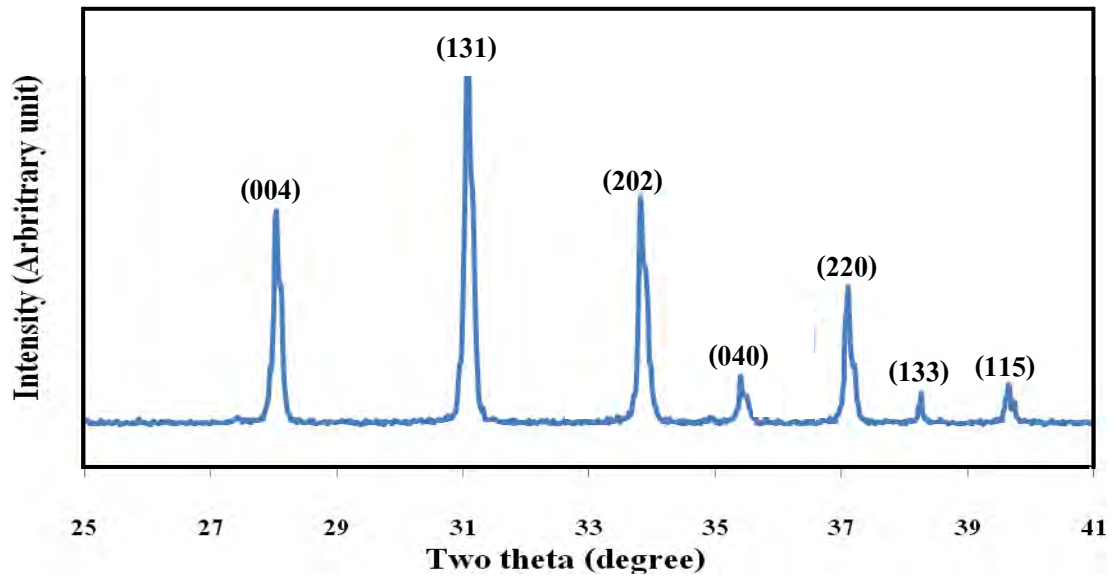
3) นำของแข็งสีขาวที่ได้จากข้อ 2 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และ กล้องจุลทรรศน์แบบ SEM เพื่อตรวจสอบชนิดและรูปร่างของของแข็งสีขาว

ขั้นตอนการผลิตผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมแสดงไว้ในรูปที่ 3.1

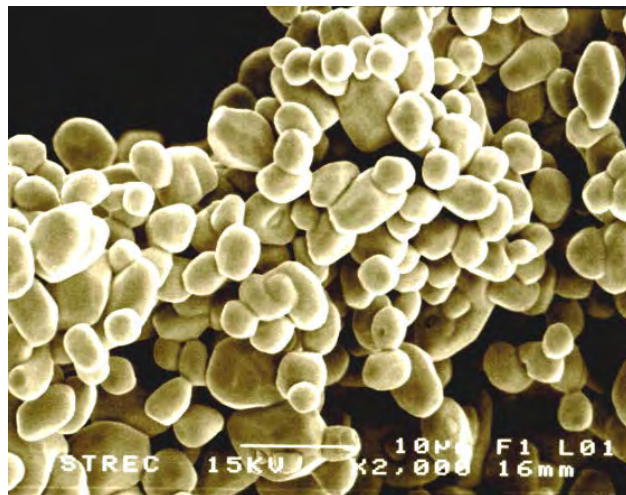


รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม

หลังจากนำของแข็งสีขาวที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าของแข็งสีขาวดังกล่าวเป็นสารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตบริสุทธิ์ ดังรูปที่ 3.2 และผลวิเคราะห์รูปร่างของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้รับจากกล้องจุลทรรศน์แบบ SEM แสดงในรูปที่ 3.3 ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จะมีรูปร่างของอนุภาคเป็นทรงค่อนข้างกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง $3\text{-}10\ \mu\text{m}$



รูปที่ 3.2 กราฟผลแสดงผลการวิเคราะห์จากเครื่อง XRD ของผงซิลเวอร์คลอไรด์ที่ผลิตจากขั้นตอนที่ 3.2.1.1

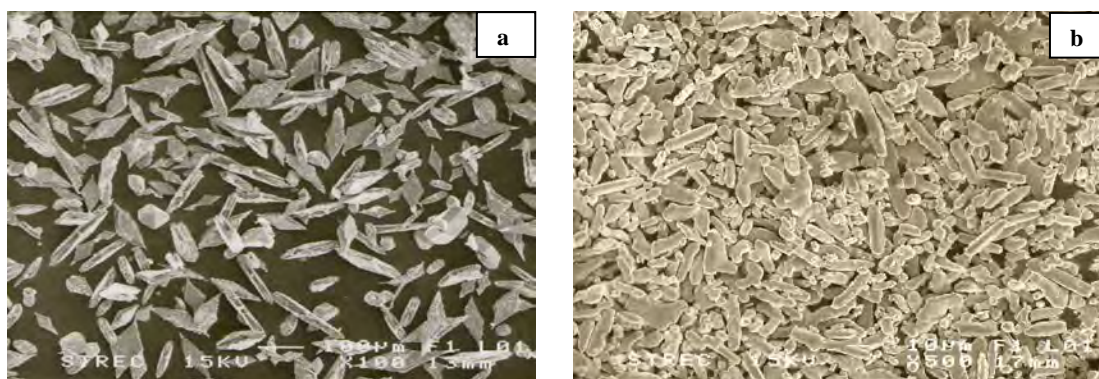


รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผงซิลเวอร์คลอไรด์รูปทรงก่อนข้างกลมที่ผลิตจากขั้นตอนที่ 3.2.1.1

3.2.1.2 การเตรียมผงซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag_2SO_4) รูปทรงแท่ง

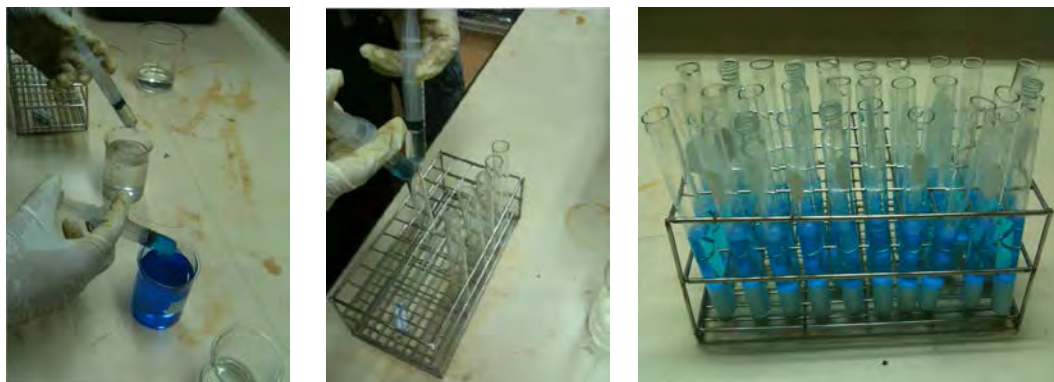
ในช่วงต้นได้มีการนำสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) มาผสมกับสารละลายคอปเปอร์คลอไรด์ห้าผลึกน้ำแล้วปรากฏว่ามีของแข็งสีขาวตกตะกอนเกิดขึ้นในสารละลายผสม จึงนำของแข็งดังกล่าวไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD เพื่อระบุชนิดของสารดังกล่าวปรากฏว่าเป็นผงซิลเวอร์คลอไรด์ จึงนำไปวิเคราะห์รูปร่างของอนุภาคผงด้วยเครื่อง SEM ดังในรูปที่ 3.4 ทำให้ทราบว่าผงซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้รับส่วนใหญ่มักมีลักษณะเป็นแท่งเรียวยาวแหลม แต่มีขนาดของแท่งไม่สม่ำเสมอ และมีส่วนที่เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม บางส่วนเป็นรูปทรงรี และรูปทรงอื่นๆด้วย จึงเป็นสาเหตุให้มีการศึกษาวิธีการผลิตผงซิลเวอร์คลอไรด์รูปทรงแท่งด้วยปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารละลายซิลเวอร์ไน

เตรตและสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต เพื่อให้ได้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปร่างแท่งที่มีคุณสมบัติที่สามารถนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในงานวิจัยนี้ต่อไป



รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผลิตจากขั้นตอนที่ 3.2.1.2 a) เทผสม b) หลังผสม

ต่อมาจึงได้ทำการศึกษารูปแบบการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตและสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำด้วยการใช้หลอดฉีดยาฉีดผสมใส่ในหลอดทดลอง เพื่อเปรียบเทียบกับผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการผสมแบบเท ดังแสดงวิธีการใช้หลอดฉีดยาในการผสมสารละลายให้เห็นในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงขั้นตอนการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตและสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำแบบใช้หลอดฉีดยาผสม

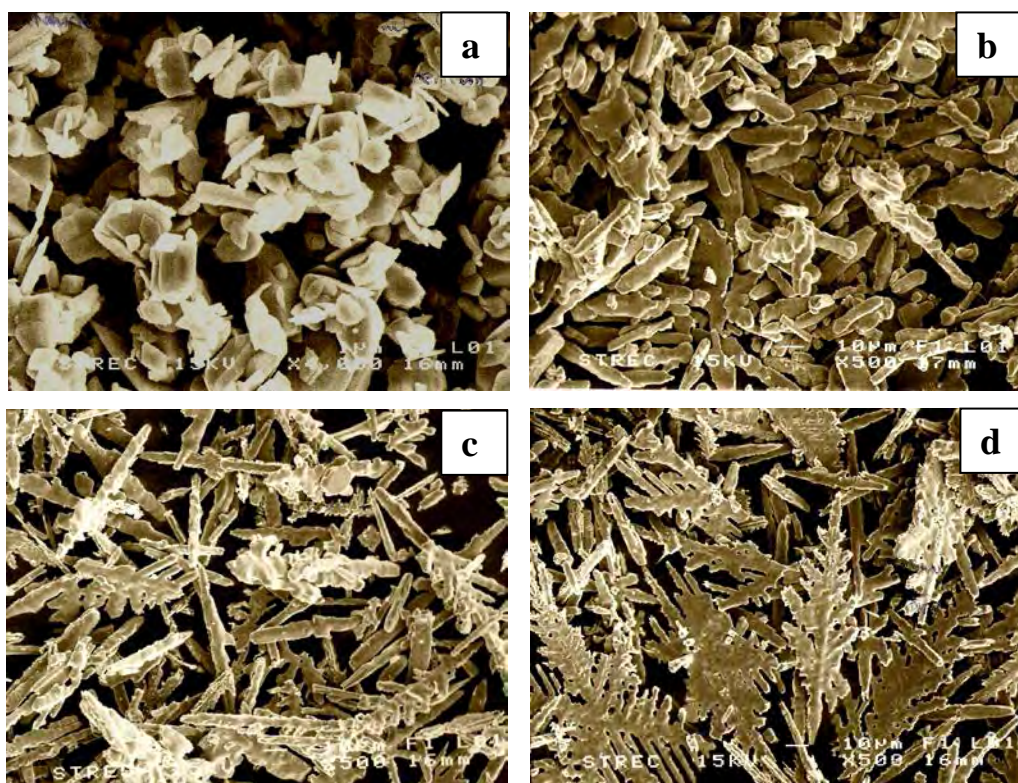
จากรูปที่ 3.4(a) และ 3.4(b) แสดงให้เห็นว่าการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตกับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำโดยการใช้หลอดฉีดยานั้นสามารถผลิตผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปร่างเป็นแท่ง ขนาดเล็กกว่า และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอมากกว่าการผสมสารละลายแบบเทผสมเข้าด้วยกัน ดังนั้นในการศึกษาวิธีการผลิตผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปร่างแท่งจึงใช้วิธีการผสมสารละลายโดยการใช้หลอดฉีดยา

การศึกษาผลของสัดส่วนความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตต่อความเข้มข้นสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้รับอย่างไร โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตความเข้มข้น 2 mol/l ปริมาณ 25 ml
- 2) เตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำความเข้มข้น 1 mol/l ปริมาณ 25 ml
- 3) นำสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตและสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำมาบรรจุลงในหลอดนิตยขนาด 10 ml อย่างละหลอด ปริมาณอย่างละ 5 ml จากนั้นนำมาฉีดผสมกันลงในหลอดทดลองขนาด 10 ml ดังแสดงวิธีการผสมให้เห็นในรูปที่ 3.5 แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 0 นาที (หลังผสมแล้วกรองทันที) 5 นาที 15 นาที 30 นาที และ 60 นาที จากนั้นนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้ไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นเย็นอย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วจึงนำไปให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 °เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 4) จากนั้นทำการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตความเข้มข้น 4 mol/l นำมาผสมกับสารละลายสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำความเข้มข้น 1 mol/l เช่นเดิม โดยการผสมให้ทำตามขั้นตอนการทดลองที่ 3 เช่นเดียวกัน
- 5) นำผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผลิตได้จากทุกสภาวะไปทำการวิเคราะห์รูปทรงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด

รูปที่ 3.6 แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 2 M กับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 M โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ a) 0 นาที (กรองทันที) b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที

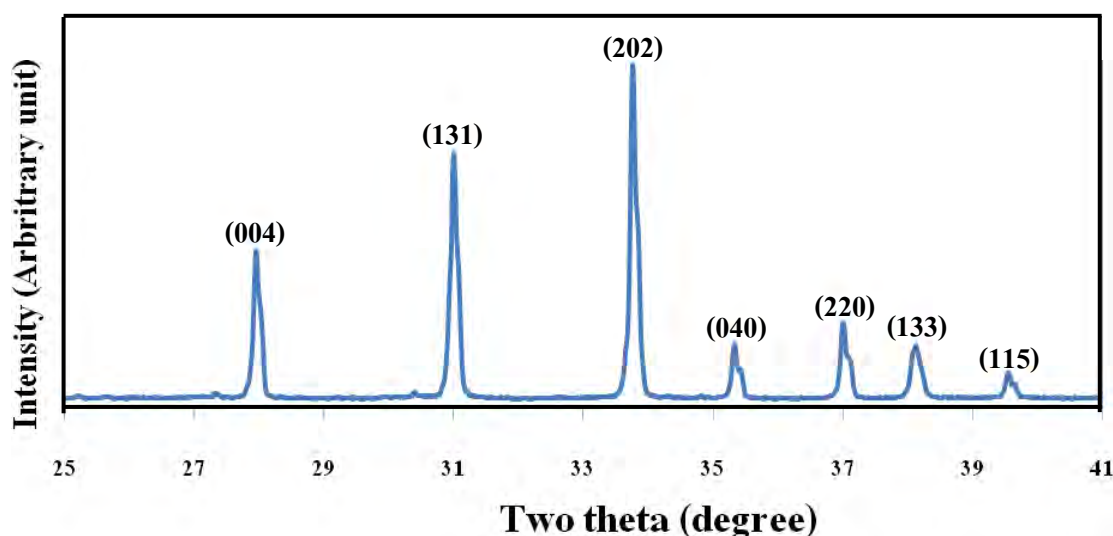
จากรูปที่ 3.6 ทำให้ทราบว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารละลายซิลเวอร์ในเตรตกับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำในอัตราส่วนโดยโมลที่ 2 : 1 นั้นมีผลต่อรูปร่างอนุภาคของผงซิลเวอร์ซัลเฟต คือ ในกรณีที่เมื่อผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกันแล้วกรองทันทีจะพบว่าจำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นเม็ดหลายเหลี่ยมขนาดเล็กมากกว่าเป็นแท่งดังที่เห็นในรูปที่ 3.6(a) แต่เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเป็น 15 นาที ก่อนที่จะนำไปกรองได้พบว่าอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมีการโตไปด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่ง ทำให้อนุภาคส่วนใหญ่ของซิลเวอร์ซัลเฟตมีรูปร่างเป็นทรงแท่งดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 3.6(b) ซึ่งด้านยาวขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ $32.64 \mu\text{m}$ ส่วนด้านกว้างมีค่าเฉลี่ยค่าเพียง $4.90 \mu\text{m}$ และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 30 นาที พบว่ารูปร่างอนุภาคของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นแท่ง เช่นเดียวกับการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 15 นาที แต่ได้พบว่าขนาดของอนุภาคที่เป็นแท่งมีขนาดใหญ่ขึ้นจากเดิมทั้งทางด้านกว้างและด้านยาว โดยด้านยาวมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ $38.48 \mu\text{m}$ และด้านกว้างมีขนาดเฉลี่ยกับ $7.39 \mu\text{m}$ จากนั้นจึงทำการเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 60 นาที ทำให้เห็นได้อย่างชัดเจนว่าอนุภาคของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้รับนั้นมีการโตของผลึกในทิศทางด้านกว้างเพิ่มมากขึ้นจากการที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 30 นาที และมีการเชื่อมต่อกันระหว่างกิ่งก้านทำให้อนุภาคของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้มีรูปร่างคล้ายโครงสร้างเดนไดรต์ (Dendrite)



รูปที่ 3.7 แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายซิลเวอร์ในเตรตเข้มข้น 4 M กับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำเข้มข้น 1 M โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ a) 0 นาที (กรองทันที) b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที

ต่อมาได้มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ในเตรตต่อสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตจาก 2 : 1 เป็น 4 : 1 และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เท่ากัน ได้พบว่าถ้าผสมสารละลายทั้งสองในอัตราส่วนที่ 4 : 1 แล้วนำไปกรองทันทีทำให้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้รับมีรูปร่างอนุภาคเป็นเม็ดหลายเหลี่ยมเช่นเดียวกับการใช้สารละลายทั้งสองในอัตราส่วนที่ 2 : 1 เพียงแต่อนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้มีขนาดเฉลี่ยใหญ่ขึ้น และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 15 นาที ซึ่งแสดงผลในรูปที่ 3.7(b) เมื่อเทียบกับรูปที่ 3.6(b) นั้นได้พบว่าอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมีลักษณะเป็นแท่งเช่นกัน แต่ต่างกับที่รูปที่ 3.7(b) นั้นมีความยาวด้านกว้างและด้านยาวที่มากกว่าคือด้านยาวและด้านกว้างมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 32.17 และ 8.04 μm ตามลำดับ ต่อมาเมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น 30 นาที ได้พบว่าอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตจะมีลักษณะเป็นแท่ง และมีบางส่วนที่มีกิ่งยื่นออกมาทางด้านข้างคล้ายกับลักษณะ Secondary dendrite ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 3.7(c) และเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 60 นาที พบว่าอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตได้มีลักษณะเป็นเดนไดรต์เช่นเดียวกับในกรณีรูปที่ 3.6(d) และ 3.7(c) เพียงแต่มีขนาดใหญ่กว่า

ในส่วนของงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่ผลิตจากการทำปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารละลายซิลเวอร์ในเตรตเข้มข้น 2 M กับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตห้าผลึกน้ำเข้มข้น 1 M และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 30 นาที เนื่องจากผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้มีรูปทรงแท่งที่สม่ำเสมอ และมีการกระจายตัวของขนาดที่สม่ำเสมอมากกว่าผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากสถานะอื่นๆ และมีค่าพื้นที่ผิวสัมผัสต่อปริมาตรเฉลี่ยโดยประมาณที่ 0.28 m^{-1} ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมที่มีค่าเท่ากับ 0.24 m^{-1} และในรูปที่ 3.8 ได้แสดงผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าเป็นผงที่ได้เป็นสารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตบริสุทธิ์



รูปที่ 3.8 แสดงผลจากการวิเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่ผลิตได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1.2

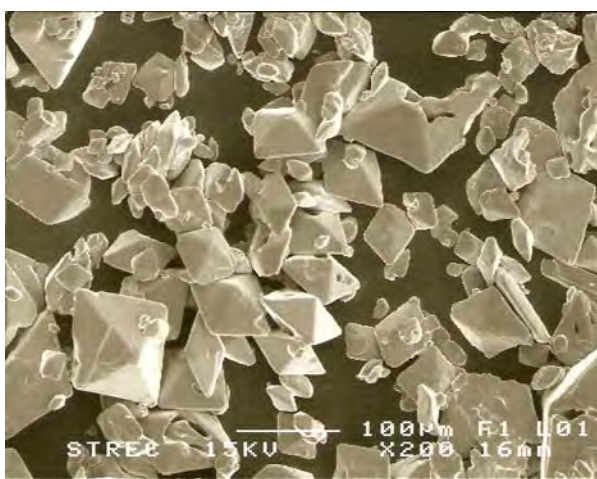
3.2.1.3) ขั้นตอนการผลิตซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม

1) เตรียมสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟตในกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ให้อยู่ในสถานะสารละลายอิ่มตัวที่อุณหภูมิห้อง

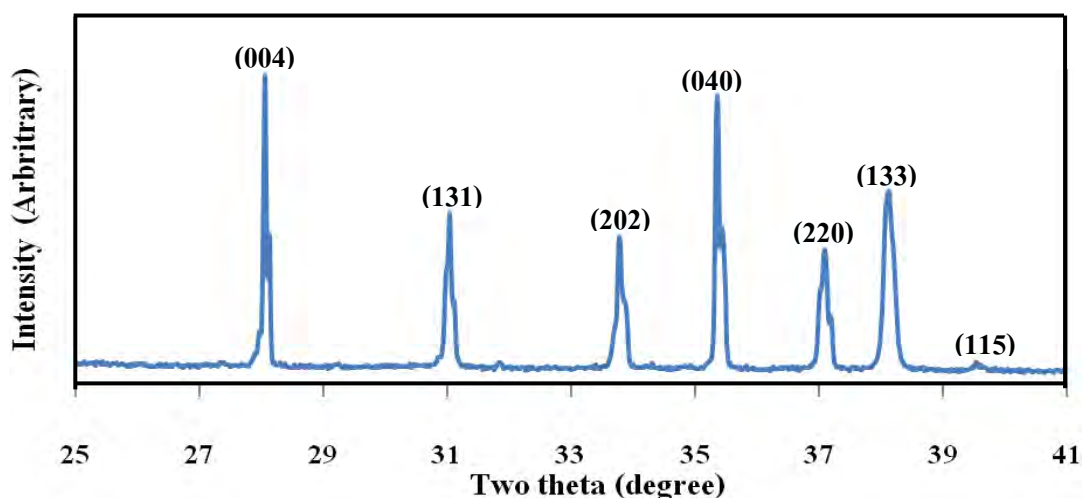
2) เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางที่มีความเข้มข้น 0.01 M

3) นำสารละลายข้างต้นมาผสมกันในอัตราส่วนโดยโมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ซัลเฟตที่น้อยกว่า 2 : 1 ทั้งนี้เพื่อให้โซเดียมไฮดรอกไซด์เกิดปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริก ทำให้ค่าความสามารถในการละลายของซิลเวอร์ซัลเฟตในกรดซัลฟูริกลดลง ส่งผลให้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีปริมาณมากกว่าค่าความสามารถในการละลายเกิดการตกตะกอนเป็นแข็งสีขาวในสารละลายผสมเกิดขึ้น จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเพื่อแยกของแข็งสีขาวที่ได้ออกมาล้างด้วยน้ำเย็น 2 ครั้ง ต่อมาจึงนำไปอบเพื่อไล่น้ำที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4) นำผงของแข็งสีขาวที่ได้จากข้อ 3 ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD และตรวจสอบขนาดและรูปร่างด้วยเครื่อง SEM



รูปที่ 3.9 แสดงผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมที่ผลิตได้จากกรรมวิธีที่ 3.2.1.3



รูปที่ 3.10 แสดงผลจากการวิเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมที่ผลิตได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1.3

จากรูปที่ 3.7 และ รูปที่ 3.8 แสดงให้เห็นว่าของแข็งสีขาวที่ผลิตได้จากกรรมวิธีนี้เป็นสารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตบริสุทธิ์ที่มีรูปร่างของอนุภาคส่วนใหญ่เป็นพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม แต่มีการกระจายตัวของขนาดค่อนข้างกว้าง ทำให้ต้องมีการคัดขนาดโดยใช้ตะแกรงเบอร์ 150 เพื่อให้ได้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปร่างพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่มีขนาดอยู่ในช่วง 100-200 μm

3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม

1) นำผงซิลเวอร์ซัลเฟตทั้ง 3 รูปทรง คือ รูปทรงกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่ได้จากกรรมวิธีผลิตข้างต้นมาใส่ลงในกลีเซอรอลที่ผสมด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 : 2 ที่อุณหภูมิ 30, 45, และ 60 $^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 3, 15 และ 30 นาที จากนั้นจึงนำผงที่ได้มาล้างด้วยแอลกอฮอล์บริสุทธิ์อย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วจึงล้างน้ำกลั่น สุดท้ายนำไปอบเพื่อไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2) นำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD จากนั้นนำมาวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ผงเงินที่ได้รับจากการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (reduction reaction) หรือที่เรียกว่า เปอร์เซ็นต์รีดักชันซึ่งเป็นค่าที่ได้มาจากอัตราส่วนน้ำหนักผงเงินที่ได้รับเทียบกับน้ำหนัก Ag^+ ทั้งหมดในซิลเวอร์ซัลเฟตตั้งต้น

ในส่วนน้ำหนักผงเงินบริสุทธิ์ที่ได้จากกระบวนการนี้ สามารถหาได้จากการนำผงที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 มาละลายในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25 % เพื่อกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างออกให้หมด และล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสารมลทินทั้งหมดแล้วจึงนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้วชั่งน้ำหนัก โดยน้ำหนักที่ได้นั้นก็คือน้ำหนักของเงินบริสุทธิ์ที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ซึ่งทราบได้จากการนำผงดังกล่าวไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD

3) นำผงที่ได้จากข้อ 1 ไปวิเคราะห์รูปร่างอนุภาคของผงที่ได้รับด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด และคำนวณหาความหนาของชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวของอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต

3.2.3 ขั้นตอนเตรียมโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี Sintering and dissolution process (SDP)

1) เตรียมผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตในแต่ละรูปทรงให้มีอัตราส่วนเงินต่อซิลเวอร์ซัลเฟตที่เท่ากันจากสถานะที่ได้จากสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์รีดักชัน อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาของแต่ละรูปทรงตามที่ได้จากการทดลองในหัวข้อที่ 3.2.2 โดยให้ผงที่ผ่านการรีดิวซ์ไปแล้วเพียง 40 เปอร์เซ็นต์รีดักชัน

2) นำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ของแต่ละรูปทรงที่ได้จากข้อที่ 1 มาผสมกับน้ำตาลทรายที่มีรูปร่างเป็นเม็ดผลึกหลายเหลี่ยมโดยมีขนาดอนุภาคในช่วง 100-200 μm ในอัตราส่วน 50 : 50 โดยปริมาตร ผสมให้กระจายเข้าด้วยกันอย่างสม่ำเสมอด้วยเครื่องบด Ball milling เป็นเวลา 30 นาที

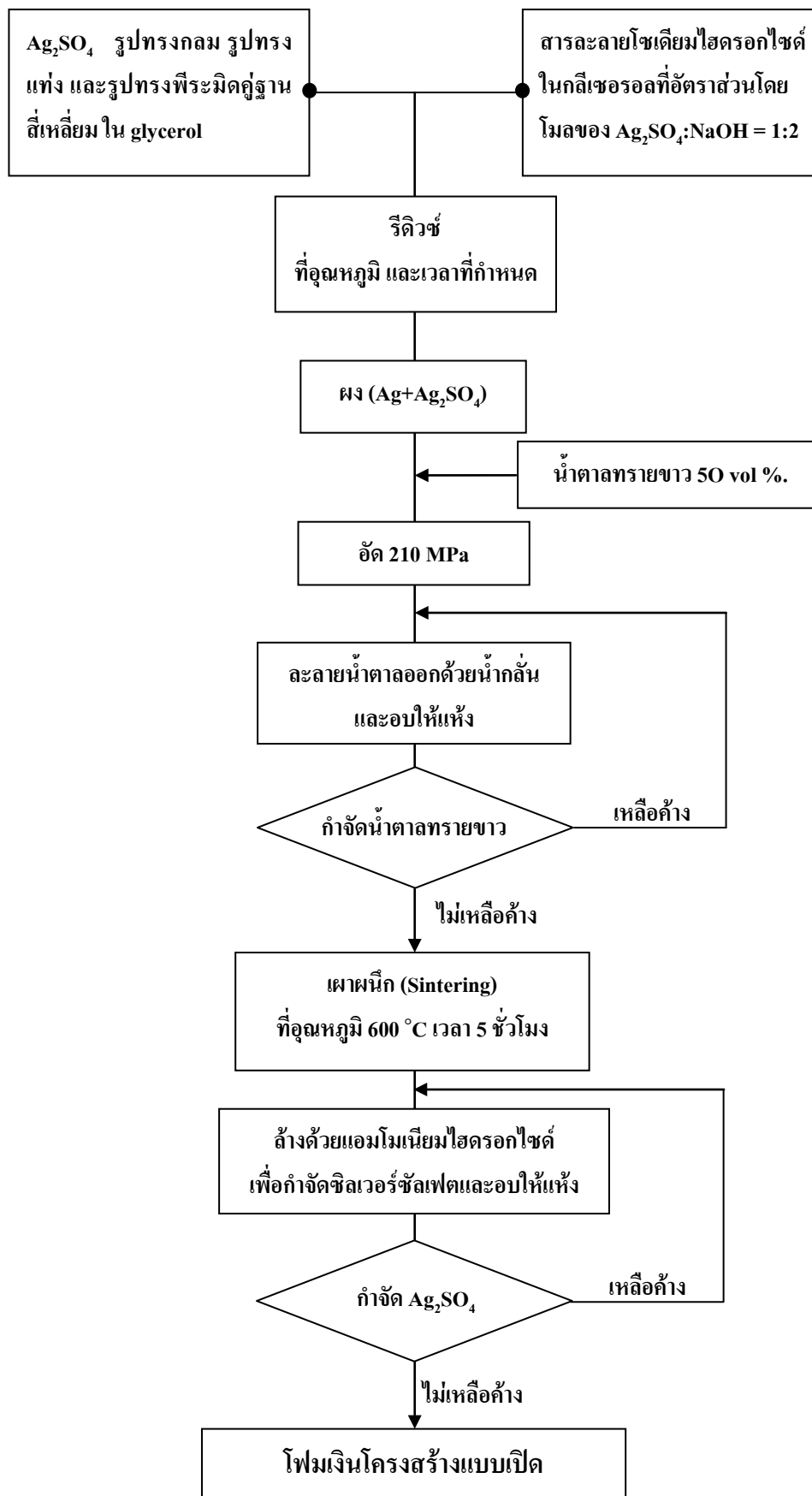
3) นำผงที่ได้จากข้อ 2 มาอัดขึ้นรูปให้ได้ชิ้นงานรูปทรงกระบอกขนาดรัศมี 11 mm ความสูงเฉลี่ย 11 mm โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกที่แรงดัน 210 MPa ที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำมาชั่งน้ำหนักของแต่ละชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาละลายน้ำกลั่นเพื่อกำจัดน้ำตาลทราย (ตัวสร้างโพรงอากาศ) ให้ออกจากชิ้นงาน

4) นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 3 ไปเผาไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักเพื่อตรวจสอบปริมาณน้ำตาลเหลือค้างในชิ้นงาน โดยถ้าชิ้นงานไม่มีน้ำตาลเหลือค้างให้ทำตามขั้นตอนที่ 5 แต่ถ้าภายในชิ้นงานมีน้ำตาลเหลือค้างให้นำไปละลายด้วยน้ำกลั่นใหม่ ทำเช่นนี้จนกว่าน้ำตาลทรายจะถูกกำจัดจนไม่เหลือค้างภายในชิ้นงาน

5) นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 4 ไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

6) จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 5 มาละลายด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25 % แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปอบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก และนำสารละลายแอมโมเนียบางส่วนไปหยดด้วยกรดไฮดรอกลอร์ริกจะเกิดตะกอนสีขาวคือ ซิลเวอร์คลอไรด์ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารละลายแอมโมเนียสามารถละลายสารประกอบซิลเวอร์ซัลเฟตได้ ดังนั้นจึงทำการละลายชิ้นงานด้วยสารละลายแอมโมเนียไปเรื่อยๆจนกระทั่งเมื่อนำสารละลายดังกล่าวไปหยดในสารละลายกรดไฮดรอกลอร์ริกแล้วไม่เกิดตะกอนสีขาวเกิดขึ้น เพื่อทำให้ชิ้นงานไม่มีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างภายในชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปชั่งน้ำหนักเพื่อตรวจสอบซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอีกครั้งหนึ่ง เมื่อชิ้นงานดังกล่าวไม่มีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างให้นำไปปฏิบัติตามข้อ 6

6) เมื่อชิ้นงานจากข้อ 5 ไม่มีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างแล้วจึงนำจะนำมาทดสอบหาค่าความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัด (Compressive test) และสุดท้ายนำชิ้นงานที่ได้ไปตัดด้วยเครื่อง Electro discharge machining (EDM) เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างมหภาคและจุลภาคของโฟมเงินที่ได้รับด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโอ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ ดังแสดงขั้นตอนการผลิตโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP จากผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลให้เห็นในรูปที่ 3.9

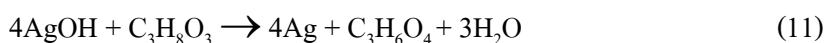
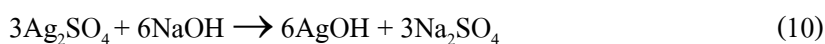


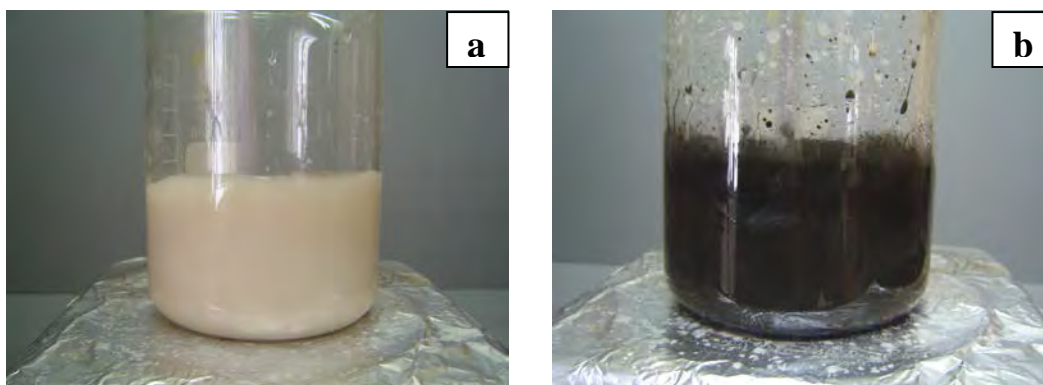
รูปที่ 3.11 ขั้นตอนเตรียมโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่มีโพรงอากาศรูปทรงกลม แท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ด้วยกระบวนการ SDP

บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ และอภิปรายผล

4.1. กลไกการเกิดอนุภาคเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

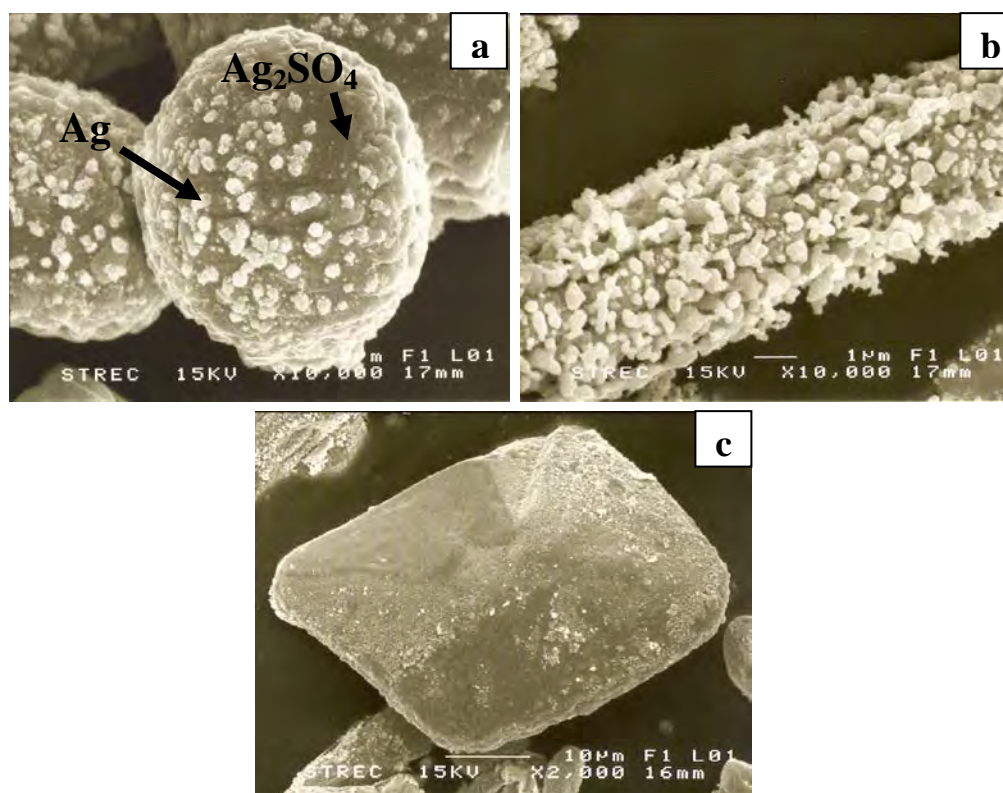
ในการสังเคราะห์ผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้ผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม หรือทรงแท่ง หรือทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม นั้นพบว่า เมื่อมีการนำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลผสมลงไปของเหลวผสมระหว่างผงซิลเวอร์ซัลเฟตกับกลีเซอรอล ที่อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 [25, 26] ทำการกวนของผสมทั้งหมดด้วยความเร็วรอบ 500 rpm และใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 30, 45, และ 60°C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ปรากฏว่าทันทีที่เกิดการผสมกันนั้นของเหลวผสมที่มีสีขาวเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลดำทันที ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.1 ซึ่งเป็นปรากฏการณ์เดียวกับในงานวิจัยของ Amit Sinha และ B P Sharma [22] ที่ได้ทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ผงเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยกลีเซอรอล ที่อุณหภูมิ 70 °C สารละลายซิลเวอร์ไนเตรตในกลีเซอรอลเริ่มเปลี่ยนเป็นสีดำ ซึ่งในงานวิจัยดังกล่าวคาดว่าปรากฏการณ์นี้เป็นผลมาจากการเกิดนิวเคลียสเงิน เช่นเดียวกับในงานวิจัยของนายโกเมน หมาয়มัน [25] ได้ทำการศึกษาการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลปรากฏว่าสีของสารละลายเปลี่ยนเป็นสีดำทันที ซึ่งการใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปได้ช่วยทำให้การรีดิวซ์เกิดขึ้นได้ทันทีที่อุณหภูมิ 30°C และทำให้ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วขึ้นด้วย [35] ในงานวิจัยของ Kan-Sen Chou [36] ที่ทำการศึกษาการผลิตผงเงินโดยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรตด้วยสารละลาย Formaldehyde (37%, Tedia) และใช้ PVP เป็นตัว Stabilizer ได้พบว่า สารละลายได้เปลี่ยนเป็นสีดำทันที ซึ่งในงานวิจัยนี้คาดว่าป็นผลมาจากการที่ Ag^+ ถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็น Ag^0 เช่นเดียวกัน และในงานวิจัยของนายอัศนัย ใจปลื้ม [26] ได้ศึกษาการผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ และใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้น ทำให้ทราบว่า การใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลสามารถรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตได้ทันที และสารละลายก็ได้เปลี่ยนเป็นสีดำเช่นกัน จึงทำให้สรุปได้ว่าวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นสามารถรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ได้ทันทีที่อุณหภูมิ 30 °C เนื่องจากหลังผสมสารละลายได้เปลี่ยนเป็นสีดำทันทีเช่นกัน โดยปฏิกิริยารีดักชันที่เกิดขึ้นนั้นเป็นไปตามสมการเคมี [37] ดังต่อไปนี้





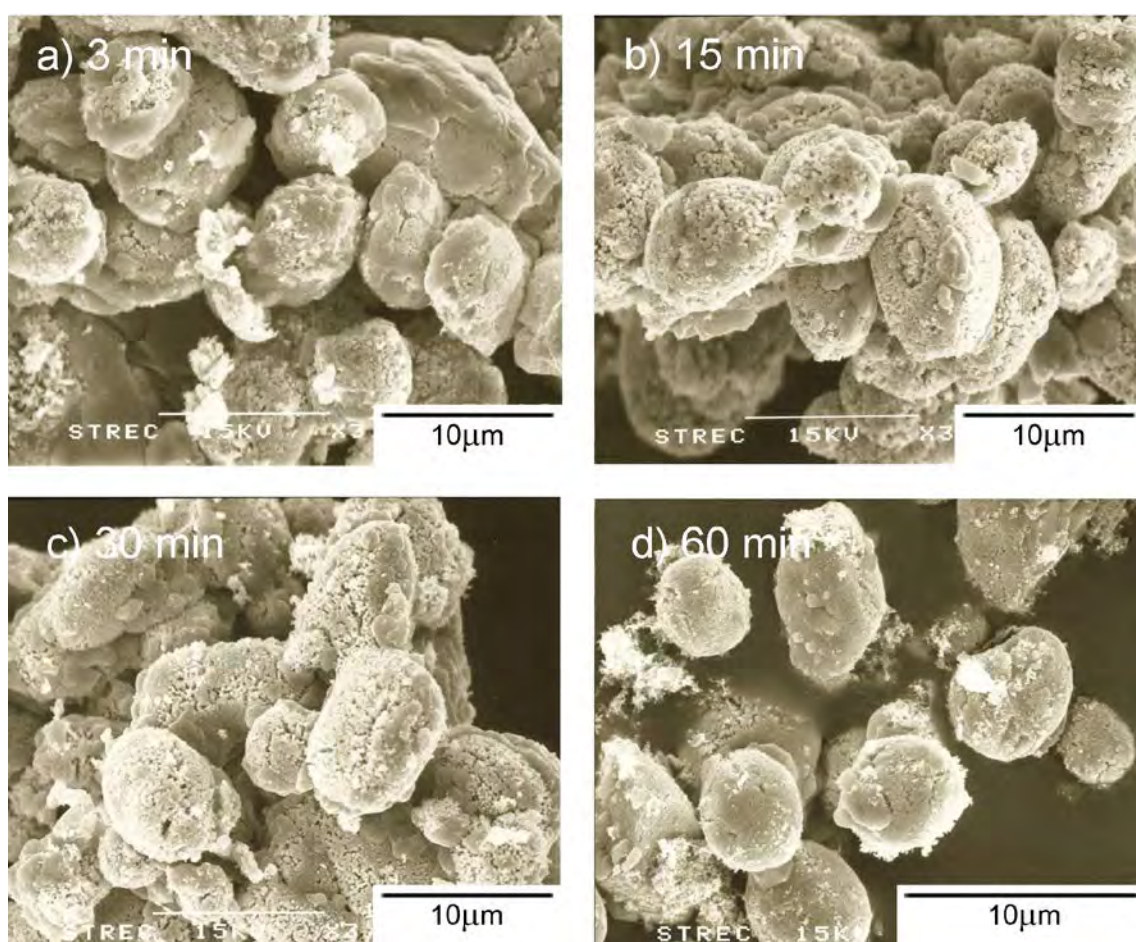
รูปที่ 4.1 แสดงสีของสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟตในกลีเซอรอลก่อนและผสมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) ก่อนผสม b) หลังผสม

การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่กระจายตัวในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นได้เกิดการรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ขึ้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตก่อนเท่านั้นไม่ว่าซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้จะเป็นรูปทรงค่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง หรือรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมก็ตามดังแสดงในรูปที่ 4.2 ทั้งนี้เนื่องมาจากการที่ซิลเวอร์ซัลเฟตไม่ละลายหรือละลายได้เล็กน้อยในกลีเซอรอลจึงอยู่ในสภาพของแข็ง ทำให้บริเวณผิวเท่านั้นที่มีการสัมผัสกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์

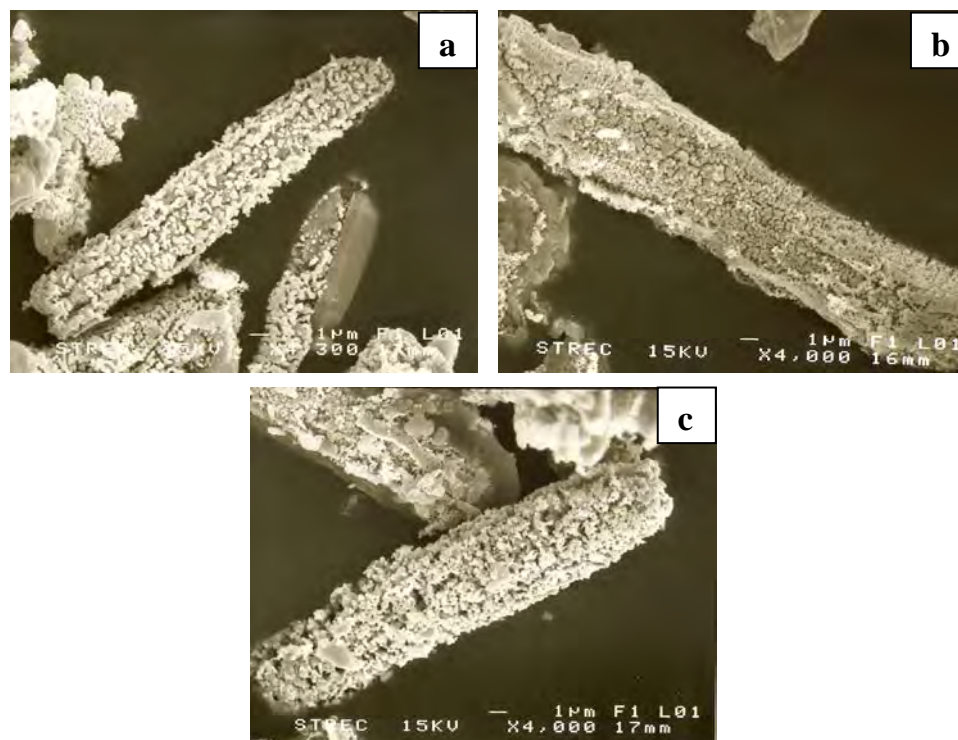


รูปที่ 4.2 ภาพถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30°C เป็นเวลา a) รูปทรงกลม (3 นาที) b) รูปทรงแท่ง (1 นาที) และ c) รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม (1 นาที)

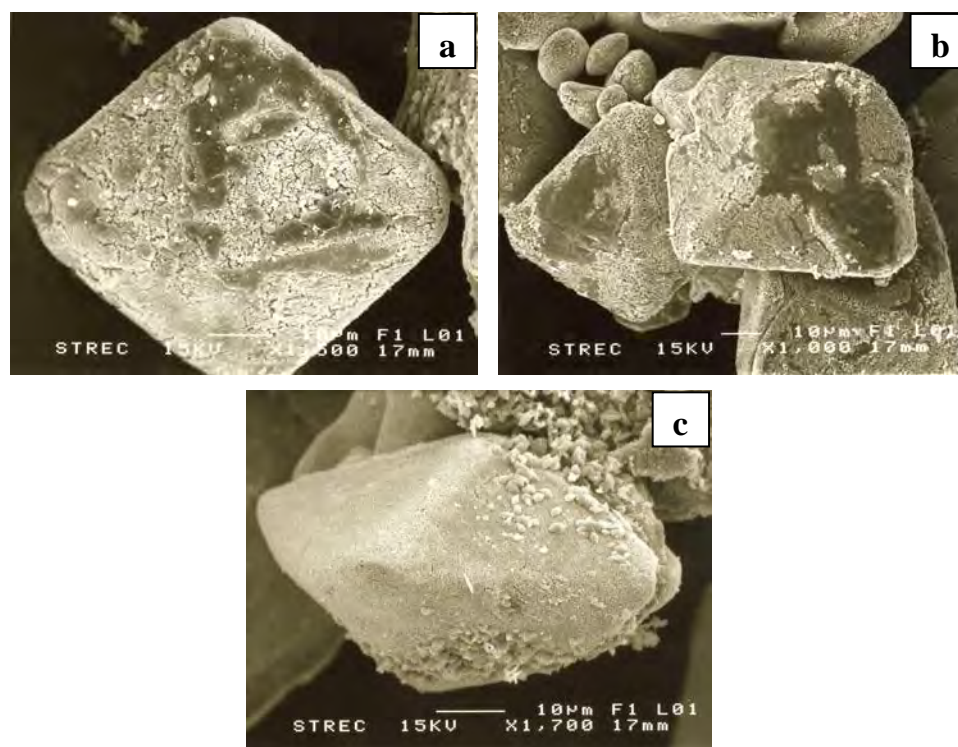
ต่อมาเมื่อใช้เวลาในการรีดิวซ์เพิ่มขึ้น พบว่าอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ และอนุภาคเงินแต่ละอนุภาคก็ได้มีการสร้างพันธะโลหะเชื่อมต่อกัน (aggregate) เป็นร่างแหห่อหุ้มซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน ดังรูปที่ 4.3 ที่ทำการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายดังกล่าวพบว่าเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น อนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตก็เพิ่มขึ้น และล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตจนมีรูปทรงก่อนข้างกลม ในรูปที่ 4.4 และ รูปที่ 4.5 ก็เช่นกันเมื่อใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมเป็นสารตั้งต้นในการรีดิวซ์ เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นอนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตก็เพิ่มขึ้น และเกิดล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆจนมีรูปทรงเหมือนกับรูปทรงสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยเช่นกัน



รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) 3 นาที b) 15 นาที c) 30 นาที และ d) 60 นาที



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิซซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) 3 นาที b) 15 นาที และ c) 30 นาที



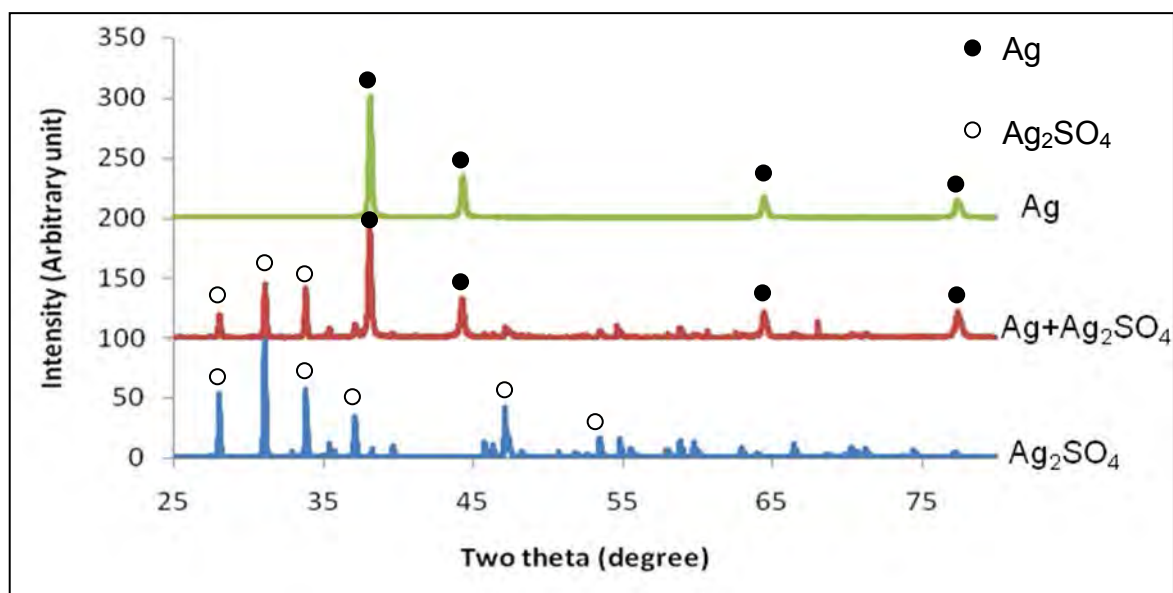
รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิซซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงที่ระมัดฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา a) 3 นาที b) 15 นาที และ c) 30 นาที

ในการเชื่อมต่อกันของอนุภาคเงินที่ล้อมรอบผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆที่เกิดขึ้นนั้นมีลักษณะคล้ายปะการังสมอง (Long valley coral หรือ Brain coral) และแต่ละอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันนั้นได้มีช่องว่างเกิดขึ้น ทำให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลสามารถแพร่ผ่านช่องว่างดังกล่าวเข้าไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในใจกลางอนุภาคได้ จึงทำให้ชั้นเงินที่ได้รับมีความหนาเพิ่มขึ้น ในเวลาเดียวกันอนุภาคเงินก็มีการรวมตัวกันมากขึ้นด้วย และเมื่อใช้เวลาในการรีดิวซ์เพิ่มขึ้นเรื่อยๆอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตด้านในก็ได้ถูกรีดิวซ์กลายเป็นเงินเพิ่มขึ้นด้วยเช่นเดียวกับในงานวิจัยของนายอัศนัย ใจปลื้ม [26] ที่ทำการสังเคราะห์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ แต่ช่วงเวลาที่ใช้ในการรีดิวซ์ในงานวิจัยนี้ไม่สามารถรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตให้กลายเป็นเงินได้ทั้งหมด ทั้งนี้เพราะต้องการให้ผงที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงที่มีซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างอยู่ด้านในใจกลาง และมีชั้นเงินล้อมรอบเพื่อนำไปใช้เป็นวัตถุดิบในการศึกษาเรื่องการผลิตโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP ต่อไป

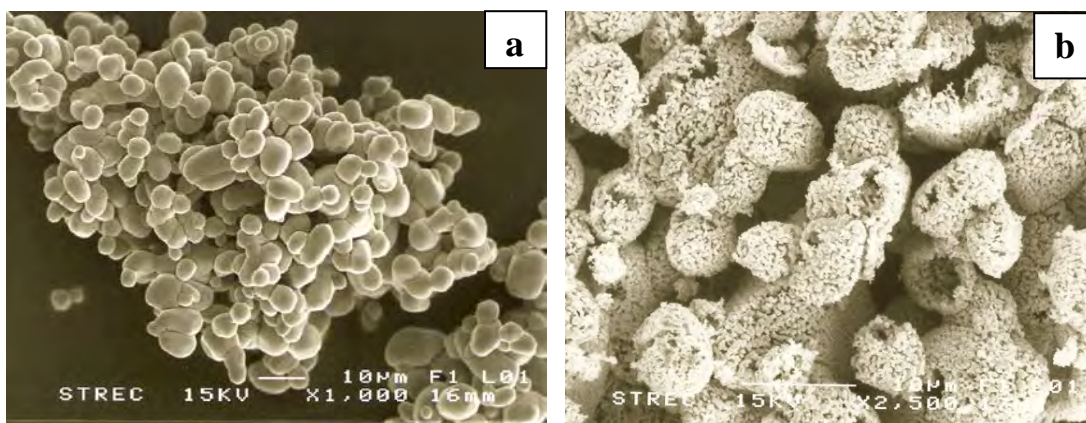
จากข้อมูลข้างต้นทำให้ทราบว่าผงที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกรรมวิธีดังกล่าวนี้สามารถควบคุมรูปทรงที่ได้รับจากรูปทรงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น และการมีช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่ทำให้ของเหลวสามารถแพร่ผ่านได้ จึงสามารถนำผงที่ได้รับนี้มาผลิตเป็นผงเงินบริสุทธิ์ทรงกลวงที่มีรูปทรงค่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมได้โดยการนำผงรูปทรงต่างๆที่ได้จากการรีดิวซ์นี้ไปกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือค้างอยู่ภายในด้วยการนำไปละลายในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นและแอลกอฮอล์ตามลำดับ จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้รับไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ซึ่งแสดงผลในรูปที่ 4.6 และเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟ XRD ของเงินบริสุทธิ์แล้ว พบว่าผงที่ได้รับนั้นเป็นผงเงินบริสุทธิ์ โดยผงที่ได้มีลักษณะเป็นรูปทรงกลวงที่มีอนุภาคเงินเชื่อมต่อกันเป็นปะการังสมองรูปทรงต่างๆแตกต่างกันไปตามรูปทรงสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต คือ ถ้าใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น ผงเงินบริสุทธิ์ที่ได้ก็มีรูปทรงค่อนข้างกลมที่เป็นทรงกลวงดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.7a และ รูปที่ 4.7b และเมื่อใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมเป็นสารตั้งต้น ผงเงินบริสุทธิ์ที่ได้ก็จะมีรูปทรงเป็นทรงกลวงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมกลวง ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.7c

ผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในสถานะที่ทำการศึกษานางานวิจัยนี้ไม่สามารถรีดิวซ์ให้ซิลเวอร์ซัลเฟตให้กลายเป็นเงินได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งผงที่ได้รับนี้มีลักษณะเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตที่ถูกล้อมรอบด้วยอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นปะการังสมอง ทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงมากเมื่อเทียบกับอนุภาคเงินที่มีขนาดใกล้เคียงกันที่ผลิตจากกรรมวิธีอื่น นอกจากนี้ยังสามารถกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตที่เหลือค้างภายในใจกลางอนุภาคได้ด้วยตัวทำละลาย จึง

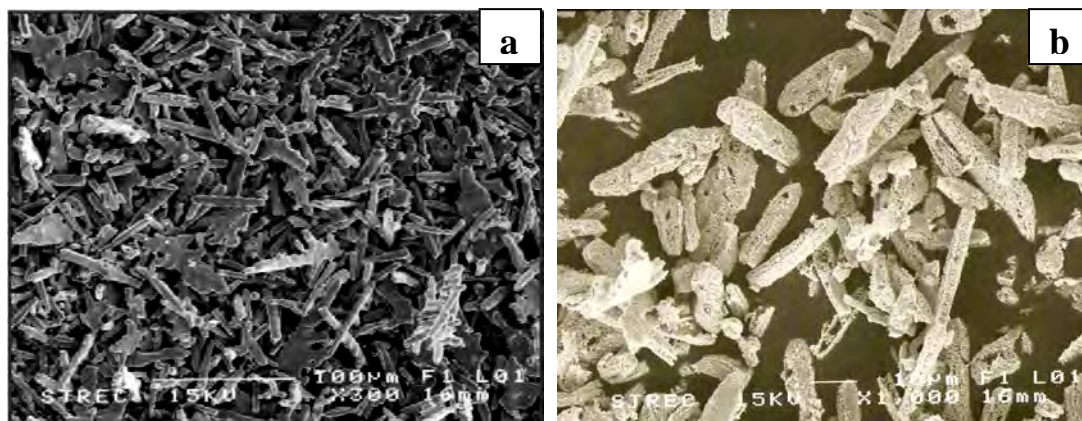
เหมาะที่จะนำผงที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกรรมวิธีดังกล่าวไปใช้เป็นวัตถุดิบในการศึกษาวิธีผลิตโพลีเมอร์ โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี Sintering and dissolution process (SDP) ต่อไป



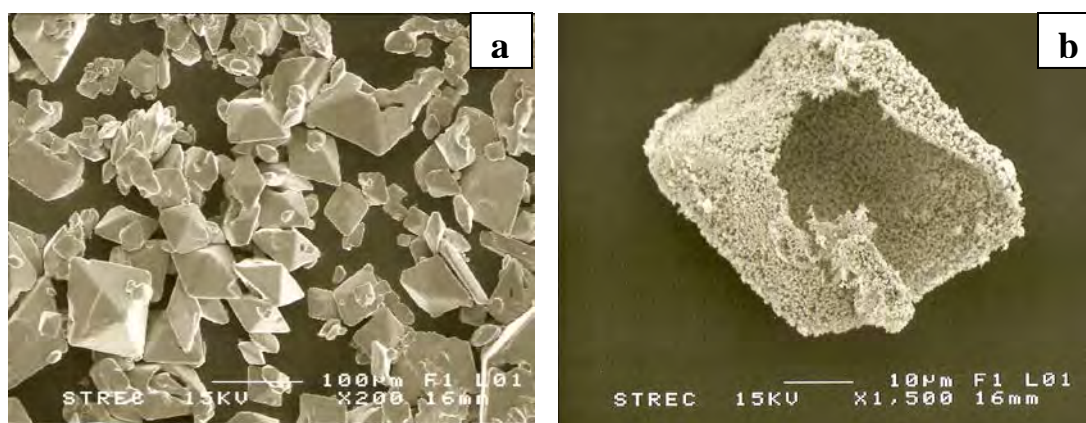
รูปที่ 4.6 กราฟ XRD ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล และผงเงินบริสุทธิ์ที่ได้จากการนำผงที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไปกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างออก



รูปที่ 4.7 แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม b) ผงเงินบริสุทธิ์รูปทรงค่อนข้างกลมกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูปแบบด้านซ้าย



รูปที่ 4.8 แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง b) ผงเงินบริสุทธิ์รูปทรงแท่งกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูปแบบชิ้น



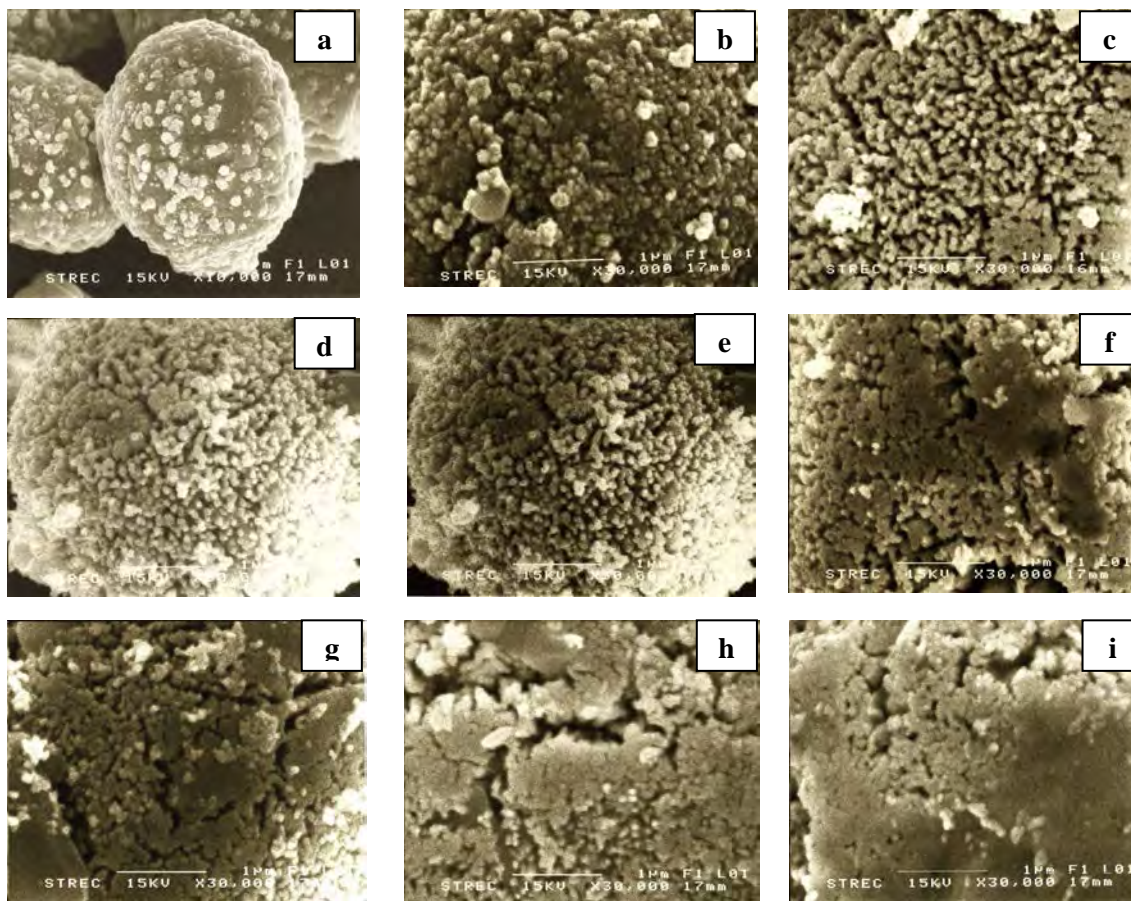
รูปที่ 4.9 แสดงภาพ SEM ของ a) สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม b) ผงเงินบริสุทธิ์รูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมกลวงที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตในรูปแบบชิ้น

4.2 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี

อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยช่วงอุณหภูมิและเวลาที่ทำการศึกษาปฏิกิริยาเคมีคือ 30-60 °C และ 3-30 นาที ตามลำดับ ต่อคุณสมบัติกายภาพ รูปร่าง ขนาด และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงิน ปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ และความหนาของชั้นเงิน ได้ถูกศึกษาโดยแบ่งหัวข้อดังนี้

4.2.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยารีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม

การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 ใช้ความเร็วรอบในการกวนที่ 500 rpm และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 30, 45, และ 60 °C และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 3 นาที และปรับเพิ่มเป็น 15 นาที และ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นจึงนำผงที่ได้รับไปวิเคราะห์รูปร่างและขนาดอนุภาคผงเงินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมที่รีดิวซ์ด้วยกรรมวิธีดังกล่าว a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที g) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที

จากนั้นนำรูปที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ไปวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม SemAfore ซึ่งเป็นโปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้สำหรับวัดขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ดังแสดงผลให้เห็นในตารางที่ 4.1

จากรูปที่ 4.10a-รูปที่ 4.10c แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ พบว่าในช่วง 3

นาที่ การรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็นเงินนั้นเกิดขึ้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตก่อน และเมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยารีดักชันเป็น 15 และ 30 นาที พบว่าจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีจำนวนมากขึ้น จนกระทั่งเกิดล้อมรอบผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต ซึ่งในเวลาเดียวกันนี้บริเวณที่เกิดการรีดิวซ์กลายเป็นเงินไปก่อนนั้นได้ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินขึ้นจึงทำให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์สามารถแพร่ผ่านช่องว่างดังกล่าวเข้าไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในได้ และขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 3, 15, และ 30 นาที นั้นมีค่าเท่ากับ 0.08, 0.089, และ 0.091 μm ตามลำดับ ตารางที่ 4.1 แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ

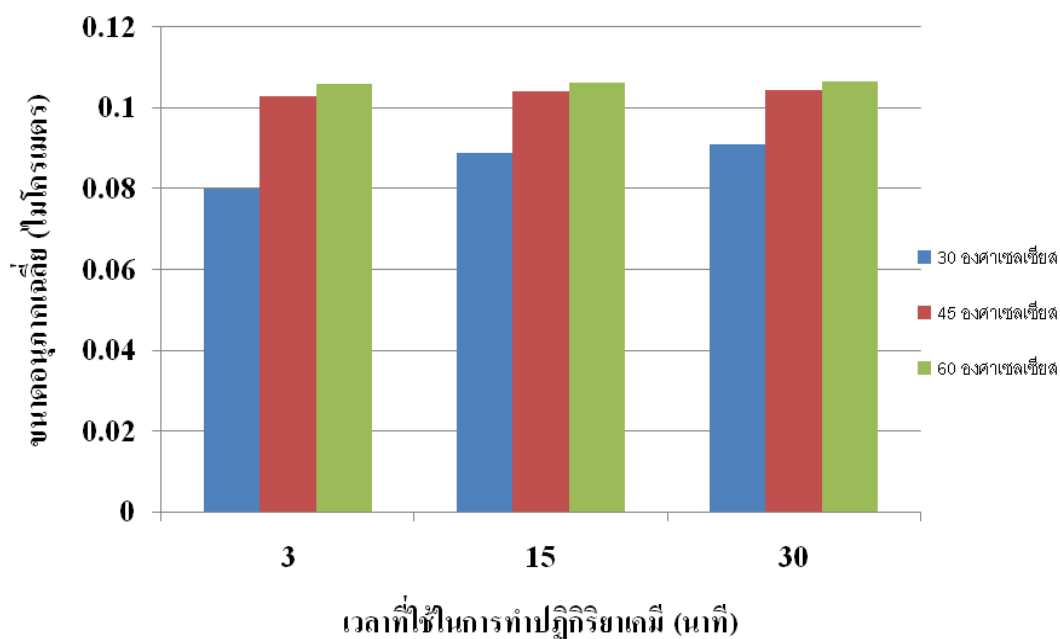
อุณหภูมิ ($^{\circ}C$)	เวลา (min)	ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ย (μm)	ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (μm)	ช่วงขนาดอนุภาค (μm)
30	3	0.080	0.025	0.07-0.18
	15	0.089	0.022	0.07-0.20
	30	0.091	0.017	0.08-0.21
45	3	0.103	0.023	0.08-0.17
	15	0.104	0.024	0.09-0.19
	30	0.105	0.023	0.10-0.23
60	3	0.106	0.023	0.07-0.20
	15	0.106	0.024	0.9-0.20
	30	0.107	0.021	0.09-0.21

หมายเหตุ บริเวณที่อนุภาคเงินเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นนั้นไม่สามารถวัดได้ ในรูปที่ 4.10g-รูปที่ 4.10i เป็นค่าที่ได้จากการวัดในบริเวณที่ยังเห็นเป็นอนุภาคอยู่เท่านั้น

จากรูปที่ 4.10d-รูปที่ 4.10f แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากกรรมวิธีดังกล่าวที่อุณหภูมิ 45 $^{\circ}C$ เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ ได้พบว่าในช่วง 3 นาที การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นมีการเกิดอนุภาคเงินครอบคลุมผิวซิลเวอร์ซัลเฟตได้ทั้งหมด หรือมีจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมากกว่าในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 30 $^{\circ}C$ ซึ่งเห็นได้ชัดเจนจากการเปรียบเทียบรูปที่ 4.10a และรูปที่ 4.10d นั้นแสดงให้เห็นว่าในช่วงเวลาดังกล่าวที่อุณหภูมิ 45 $^{\circ}C$ นั้นมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่เร็วกว่าที่อุณหภูมิ 30 $^{\circ}C$ และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเป็น 15

และ 30 นาที เห็นได้ว่าอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นร่างแหมากขึ้นตามลำดับ จนบางบริเวณอาจรวมตัวกันจนกลายเป็นแผ่น ส่งผลให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคนั้นลดลงตามไปด้วย และในส่วนของขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 3, 15, และ 30 นาที นั้นมีค่าเท่ากับ 0.103, 0.104, 0.1045 μm ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.10g-รูปที่ 4.10i แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากกรรมวิธีดังกล่าวที่ อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ทำให้ทราบว่าในช่วง 3 นาที ได้มีการเกิดอนุภาคเงินขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นจำนวนมาก และเริ่มมีการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันในบางบริเวณเกิดขึ้นแล้ว และเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มเป็น 15 และ 30 นาที ได้พบว่าอนุภาคเงินเริ่มสร้างพันธะเชื่อมต่อกันจนบางบริเวณไม่เหลือช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินหรือมีลักษณะเป็นแผ่น ซึ่งยิ่งใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นอนุภาคก็ยิ่งเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นมากยิ่งขึ้นตามลำดับด้วยเช่นกัน ในส่วนของขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 3, 15, และ 30 นาที มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.106, 0.106, และ 0.1065 μm ตามลำดับ

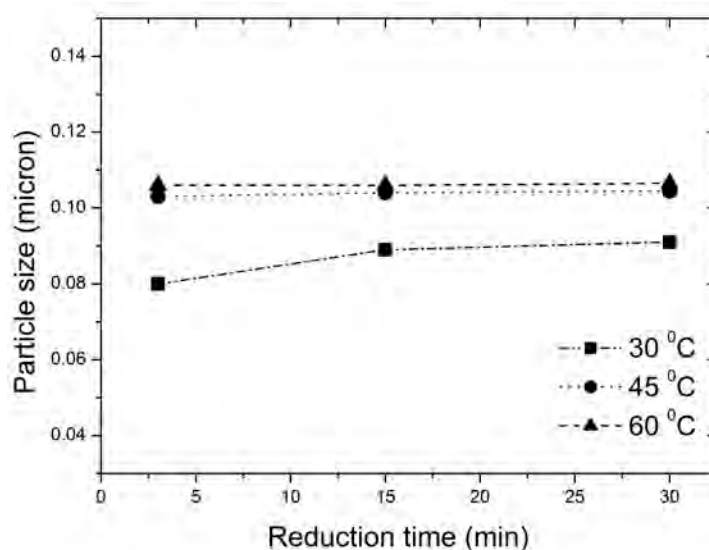


รูปที่ 4.11 กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30–60 °C เป็นเวลา 3–30 นาที

จากข้อมูลดังกล่าวข้างต้นแสดงให้เห็นว่าการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30, 45, และ 60 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นมีผลทำให้อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีขนาดใหญ่ขึ้นดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.11 นอกจากนี้จากกราฟรูปที่ 4.12 ทำให้ทราบว่าทุกช่วงอุณหภูมิ

ที่ทำการศึกษา นั้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น ได้ส่งผลต่อการเพิ่มขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเพียงเล็กน้อย โดยเฉพาะเมื่อเปรียบเทียบกับผลที่เกิดจากการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมี แต่การใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนี้มีผลทำให้อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นมีการสร้างพันธะโลหะเชื่อมต่อกันมากขึ้นเรื่อยๆ ทำให้จำนวนและขนาดของช่องว่างระหว่างอนุภาคนลดลงตามเวลาที่เพิ่มขึ้น และแผ่นที่เกิดจากการเชื่อมต่อกันของอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นก็มีขนาดใหญ่ขึ้นด้วยเช่นกัน ส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินที่ได้จากการนำผงที่ได้จากการรีดิวซ์ไปละลายเอาซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% ได้พบว่าทั้งอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนี้มีผลทำให้การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยกรรมวิธีดังกล่าวสามารถเกิดเงินได้มากขึ้นดังรูปที่

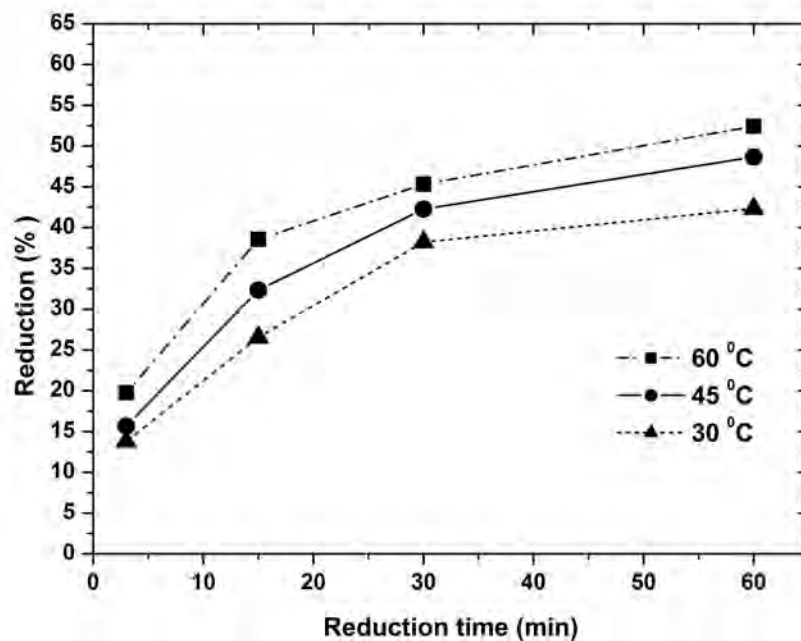
4.13



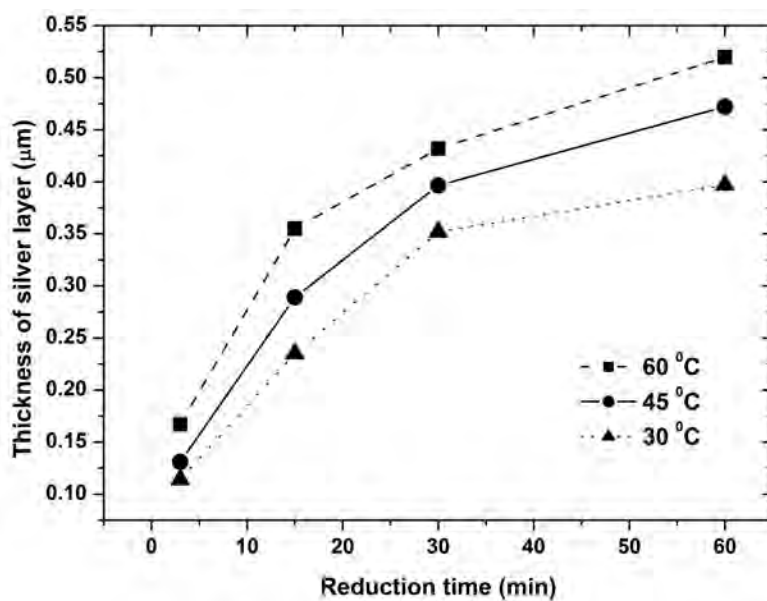
รูปที่ 4.12 กราฟเส้นแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที

จากกราฟรูปที่ 4.13 พบว่าปริมาณเงินที่ได้รับมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้น แต่อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีก็กลับลดลง โดยพิจารณาได้จากความชันของกราฟดังกล่าวที่อุณหภูมิต่างๆนั้นมีค่าลดลงเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น ตัวอย่างเช่น ในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อุณหภูมิ 45 °C ด้วยกรรมวิธีดังกล่าวนี้ในช่วง 0–3 นาทีแรก มีอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชันเท่ากับ 5.224 g/min ต่อมาในช่วง 3-15 และ 15-30 นาที นั้นมีค่าเท่ากับ 1.389, 0.663 g/min ตามลำดับ เป็นต้น ทั้งนี้คาดว่า เป็นผลมาจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นทำให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินมีขนาดเล็กลงเนื่องจากการเชื่อมต่อกันเป็นแผ่น และชั้นเงินที่ล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเพิ่มขึ้นด้วยดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.14 ซึ่งทั้งสองอย่างนี้เป็นสาเหตุให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลแพร่ผ่านชั้นเงินเข้ารีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในได้ยากลำบากขึ้น ดังนั้นจึงต้องมี

การศึกษาจลนศาสตร์ของปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นเป็นปฏิกิริยาเคมีแบบ diffuse ผ่าน product layer เพื่อเป็นการยืนยันว่าชั้นเงินที่เพิ่มขึ้นนั้นมีผลทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีช้าลง



รูปที่ 4.13 กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที



รูปที่ 4.14 กราฟเส้นแสดงความหนาชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมที่ผลิตจากกรรมวิธีดังกล่าว ในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที

4.2.2 จลนศาสตร์การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตทรงค่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

จากข้อมูลข้างต้นทำให้ทราบว่ากรรดิวิซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ปฏิกริยาเคมีดังกล่าวได้เกิดขึ้นที่บริเวณผิวสัมผัสของสารตั้งต้นเท่านั้น ต่อมาอนุภาคเงินที่ได้ก็เพิ่มขึ้นจนล้อมรอบผิวซิลเวอร์ซัลเฟต ดังนั้นในการรีดิวซ์ที่เวลาต่อจากนี้ สารละลายที่ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์จึงต้องแพร่ผ่านชั้นเงินที่เกิดขึ้นก่อนเพื่อเข้าไปทำปฏิกิริยารีดักชันกับซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในซึ่งมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆตามเวลาการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเมื่อวิเคราะห์กลไกการปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวนี้แล้วจึงคิดว่าปฏิกิริยาการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นสอดคล้องกับแบบจำลอง shrinking core model (SCM) [38] ประเภท diffuse ผ่าน product layer นอกจากนี้การที่ปฏิกิริยารีดักชันเกิดขึ้นได้ทันทีเมื่อซิลเวอร์ซัลเฟตสัมผัสกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล และการที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่ลดลงเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น จึงทำให้คาดว่ากลไกการแพร่เป็นขั้นควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมี (diffusion control) ดังนั้นจึงต้องมีการศึกษาจลนศาสตร์ของปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นตามแนวคิดข้างต้น

4.2.2.1 กลไกควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมีของอนุภาคทรงกลม (Chemical reaction control for spherical particles)

ในการพิจารณาว่าขั้นควบคุมปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้น คือ ขั้น **Chemical reaction** หรือไม่ให้คำนวณค่าตามสมการต่อไปนี้

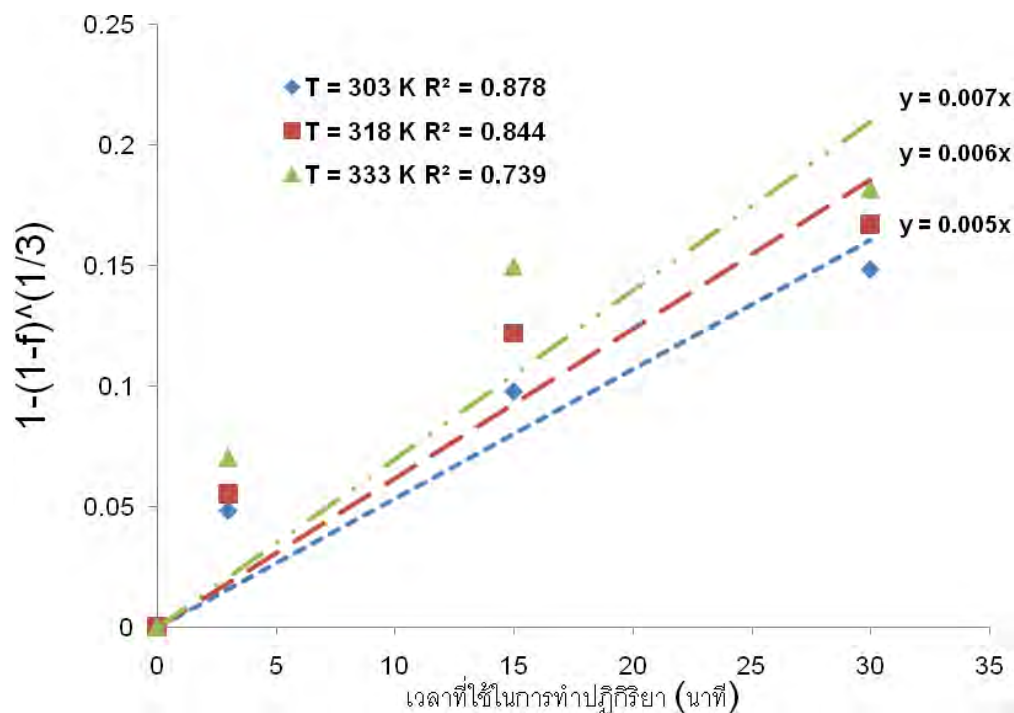
$$1 - (1 - f)^{\frac{1}{3}} = kt \dots \dots \dots (3)$$

โดยกำหนดให้

k	คือ ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี
f	คือ อัตราส่วนของเงินที่ได้รับเทียบกับปริมาณเงินทั้งหมดก่อนรีดิวซ์
t	คือ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี (นาท)

จากนั้นนำค่าด้านซ้ายที่ได้จากการคำนวณตามสมการที่ (3) มาสร้างกราฟกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี แล้ว fit curve ให้เป็นเส้นตรงดังแสดงให้เห็นในกราฟรูปที่ 4.14 ซึ่งต้องนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากกรณีทีวิเคราะห์ว่ากลไกการควบคุมปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวเป็นกลไกการแพร่

โดยกราฟใดมีค่า R^2 value หรือ ค่า Correlation เข้าใกล้ 1 มากที่สุด กราฟนั้นก็จะเป็นกราฟที่ควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชันนี้



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1 - (1-f)^{(1/3)}$ กับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี

4.2.2.2 กลไกควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมีโดยการแพร่สำหรับอนุภาคทรงกลม (Diffusion control for spherical particles)

ในการพิจารณาว่ากลไกการแพร่เป็นขั้นควบคุมปฏิกิริยารีดักชันดังกล่าวหรือไม่นั้นให้คำนวณค่าตามสมการต่อไปนี้

$$1 - \frac{2}{3}f - (1 - f)^{\frac{2}{3}} = kt \dots \dots \dots (4)$$

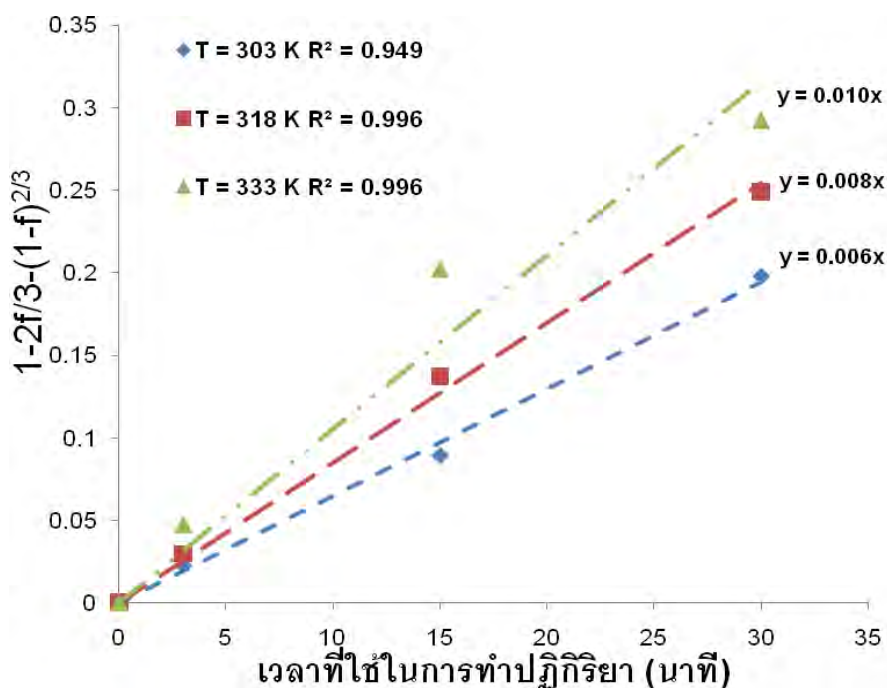
โดยกำหนดให้

k คือ ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี

f คือ อัตราส่วนของเงินที่ได้รับเทียบกับปริมาณเงินทั้งหมดก่อนรีดิวซ์

t คือ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี (นาที)

จากนั้นนำค่าด้านซ้ายที่ได้จากการคำนวณตามสมการที่ (4) มาสร้างกราฟกับเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมี แล้ว fit curve ให้เป็นเส้นตรง ดังแสดงให้เห็นในกราฟรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1-2f/3-(1-f)^{2/3}$ กับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี

จากกราฟรูปที่ 4.15 และ 4.16 เห็นได้อย่างชัดเจนว่ากราฟรูปที่ 4.16 มีค่า R^2 value ใกล้เคียง 1 มากที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับหลักการของ shrinking core model ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีแบบ shrinking core model ประเภท diffuse ผ่าน product layer สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้อภิปรายมาแล้วข้างต้นคือในการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีแบบ shrinking core model ประเภท diffuse ผ่าน product layer สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้อภิปรายมาแล้วข้างต้นคือในการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีแบบ shrinking core model ประเภท diffuse ผ่าน product layer สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้อภิปรายมาแล้วข้างต้นคือ

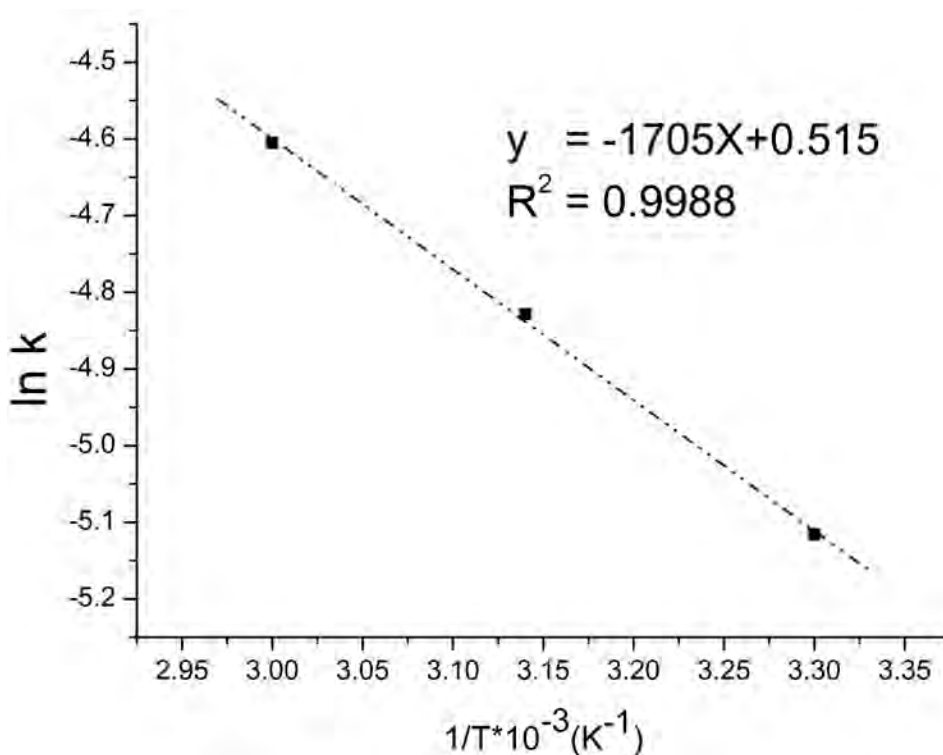
จากนั้นนำค่าความชันของแต่ละอุณหภูมิในรูปที่ 4.16 มาคำนวณค่าตามสมการที่ (5) สร้างกราฟกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี

$$\ln k = \ln A + \left(-\frac{Ea}{RT}\right) \dots \dots \dots (5)$$

โดยกำหนดให้ k คือ ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี

A คือ ค่า Frequency factor

- T คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี (K)
 E_a คือ ค่าพลังงานการกระตุ้น (activated energy มีหน่วยเป็น J)
 R คือ ค่าคงที่ของ gas ($8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$)



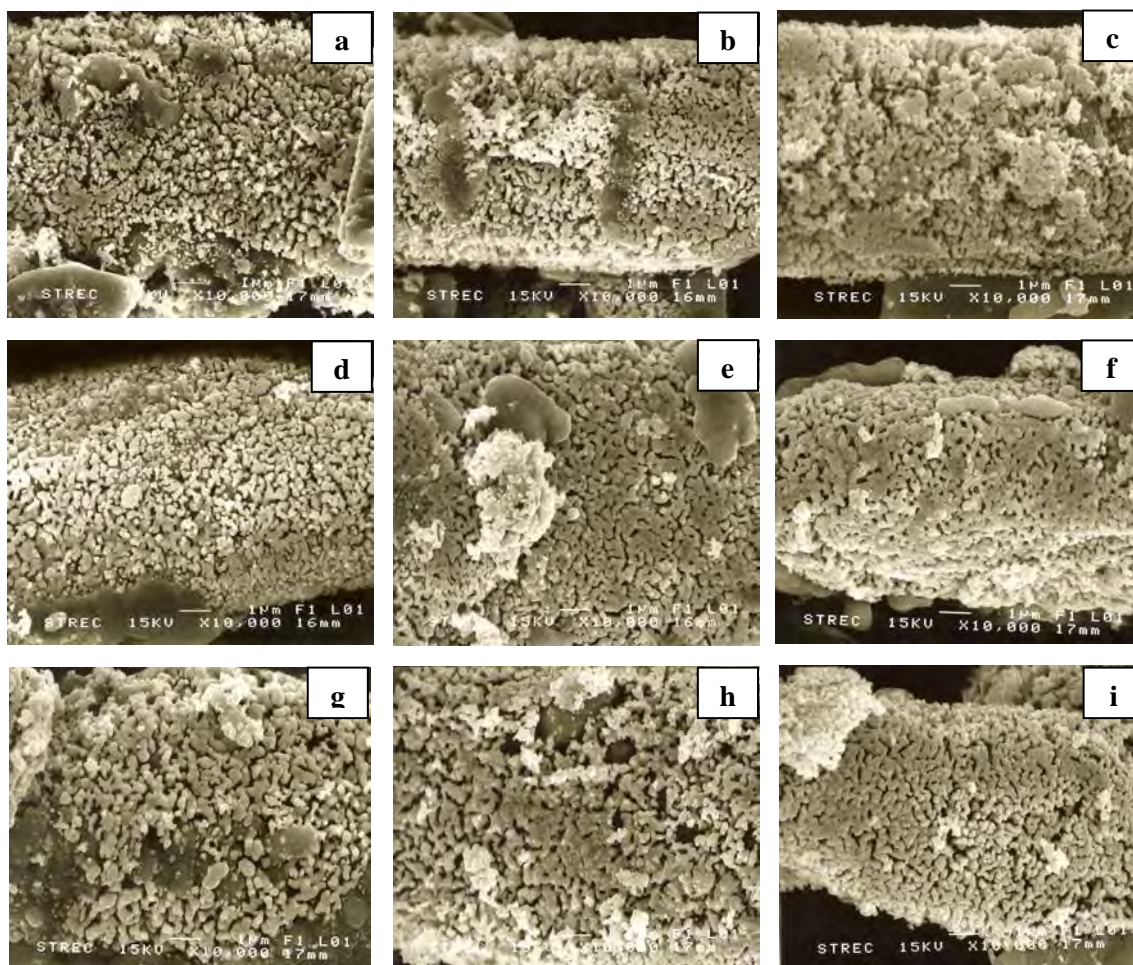
รูปที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln k$ และ $1/T$

จากรูปที่ 4.17 สามารถหาความชันของกราฟระหว่าง $\ln k$ กับ $1/T$ ได้ค่าเท่ากับ $-1,705$ และจากสมการที่ (5) นั้นทำให้ทราบว่าความชันกราฟที่ได้คือ ค่า E_a/R ดังนั้น E_a หรือค่าพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลจึงมีค่าเท่ากับ 3.375 Kcal/mol จากหลักการทางจลนศาสตร์ [37] ปฏิกิริยาเคมีที่มีค่าพลังงานกระตุ้นน้อยกว่าเท่ากับ 5 Kcal/mol แสดงว่า กลไกที่ควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมีคือ กลไกการแพร่ (diffusion-controlled process) แต่ถ้าปฏิกิริยาเคมีมีค่าพลังงานกระตุ้นมากกว่าเท่ากับ 10 Kcal/mol แสดงว่าปฏิกิริยาเคมีนั้นถูกควบคุมด้วยการทำปฏิกิริยากันของสารตั้งต้น ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้อย่างชัดเจนว่าปฏิกิริยาดังกล่าวนั้นถูกควบคุมด้วยกลไกการแพร่ ซึ่งพิจารณาจากเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีที่คงที่ พบว่าทันทีที่ซิลเวอร์ซัลเฟตสัมผัสกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนั้นได้เกิดการรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ขึ้นทันที แต่เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นได้พบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีมีลดลงเนื่องจากซิลเวอร์ซัลเฟตได้ถูกล้อมรอบด้วยชั้นเงิน ซึ่งปฏิกิริยารีดักชันจะสามารถเกิดขึ้นได้นั้น

ต้องใช้เวลาให้สารละลายดังกล่าวแพร่ผ่านชั้นเงินพรุนที่เกิดขึ้นเข้าไปสัมผัสกับซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในก่อนจึงจะเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้นได้ เพราะฉะนั้นกลไกที่ควบคุมปฏิกิริยาเคมีจึงเป็น diffusion control ไม่ใช่ Chemical reaction control ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองข้างต้นที่ใช้ Shrinking core model ในการทดสอบ

4.2.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยารีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง

การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 ใช้ความเร็วรอบในการกวนที่ 500 rpm และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 30, 45, และ 60 °C และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 3 นาที และปรับเพิ่มเป็น 15 นาที และ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นจึงนำผงที่ได้รับไปวิเคราะห์รูปร่างและขนาดอนุภาคผงเงินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 แสดงรูปถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที f) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที

นำรูปที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ไปวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม SemAfore ซึ่งเป็น โปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้สำหรับวัดขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ค้างแสดงผลให้เห็นในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (min)	ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ย (µm)	ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (µm)	ช่วงขนาดอนุภาค (µm)
30	3	0.175	0.0425	0.09–0.29
	15	0.178	0.0378	0.09–0.31
	30	0.189	0.044	0.09–0.41
45	3	0.192	0.0386	0.11–0.30
	15	0.225	0.0488	0.11–0.38
	30	0.231	0.0504-	0.12–0.31-
60	3	0.243	0.0650	0.09–0.45
	15	0.244	0.0537	0.12–0.38
	30	0.250	0.0670	0.01–0.61

หมายเหตุ ในบางสภาวะบริเวณที่เป็นแผ่นนั้นไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคได้ วัดเฉพาะบริเวณที่เป็นอนุภาคเท่านั้น

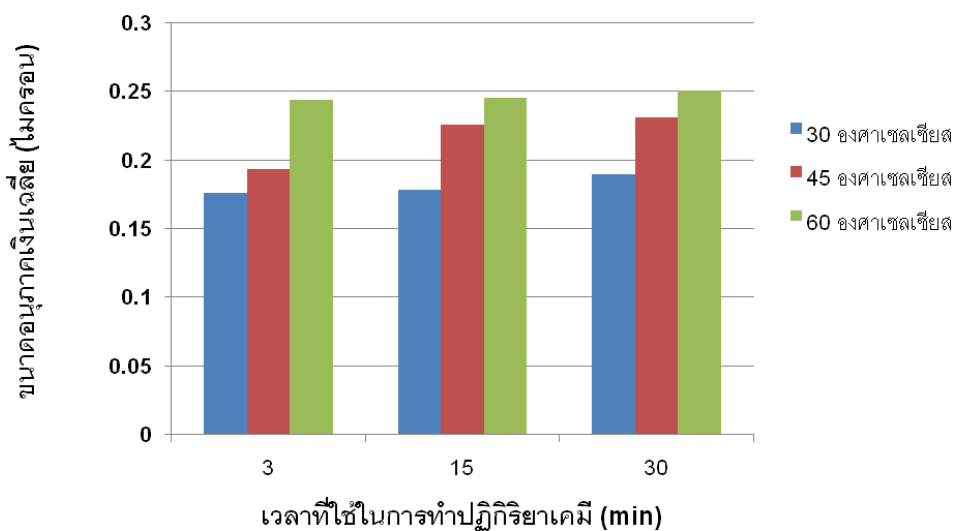
จากรูปที่ 4.18a–รูปที่ 4.18c แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากกรรมวิธีดังกล่าวที่อุณหภูมิ 30°C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ทำให้ทราบว่าในช่วง 3 นาที การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งนี้ได้เกิดขึ้นเฉพาะที่บริเวณผิว และเกิดอนุภาคเงินขนาดเล็กขึ้นกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นนี้มีปริมาณมากกว่าในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้นในสภาวะการทดลองเดียวกัน โดยเห็นได้ชัดเจนจากการเปรียบเทียบกราฟรูปที่ 4.10a และ รูปที่ 4.18a และเมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที นั้นมีผลให้เกิดอนุภาคเงินขึ้นเป็นจำนวนมากล้อมรอบผิวซิลเวอร์ซัลเฟตได้ทั้งหมด และอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นยังเกิดการสร้างพันธะโลหะเชื่อมต่อกันมากขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้นด้วย โดยเฉพาะเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 30 นาที อนุภาคเงินบางส่วนได้เชื่อมติดกันจนกลายเป็นแผ่นเงินมากขึ้นด้วย ในส่วน

ขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 3, 15, และ 30 นาที นี้ มีค่าเท่ากับ 0.175, 0.178, และ 0.189 μm ตามลำดับ

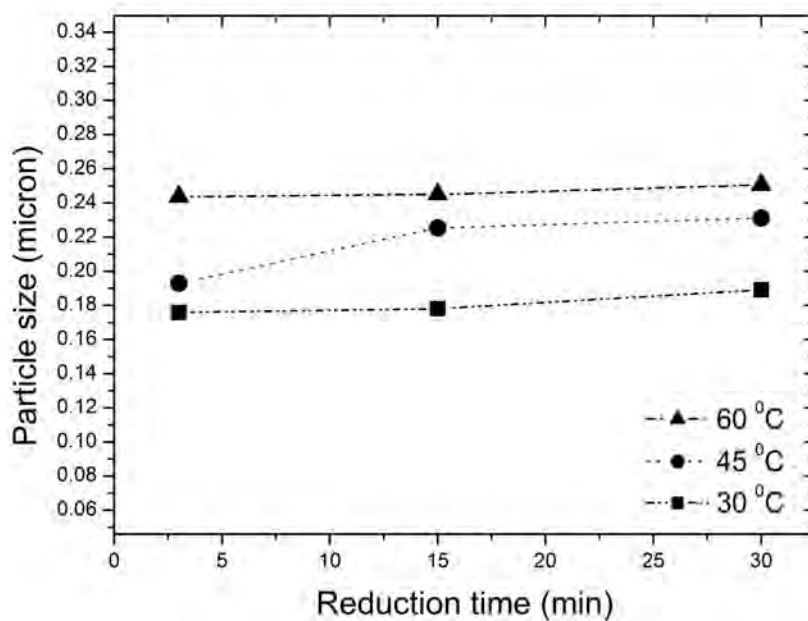
จากรูปที่ 4.18d-รูปที่ 4.18f แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ พบว่าในช่วง 3 นาที การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นมีการเกิดอนุภาคเงินครอบคลุมผิวซิลเวอร์ซัลเฟตได้ทั้งหมด และมีจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตใกล้เคียงกับในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 30 °C เพียงแต่ที่อุณหภูมิ 45 °C อนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นมีขนาดใหญ่กว่าที่อุณหภูมิ 30 °C ซึ่งเห็นได้ชัดเจนจากการเปรียบเทียบรูปที่ 4.18a และรูปที่ 4.18d และเมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีเป็น 15 และ 30 นาที เห็นได้ว่าที่เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเท่ากับ 15 นาที อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีขนาดใหญ่ขึ้นจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเท่ากับ 3 นาที ดังตารางที่ 4.2 ทั้งนี้ น่าจะเป็นผลมาจากอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่เกิดขึ้นก่อนในช่วง 3 นาทีนั้นทำหน้าที่เป็นเสมือนนิวเคลียสเทียม ดังนั้นเมื่อปฏิกิริยาเคมีดำเนินต่อไปจึงทำให้อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นก่อนนี้เกิดการโต (growth) แทนการสร้างนิวเคลียสขึ้นมาใหม่ของอนุภาคที่เพิ่งเกิดการรีดิวซ์ เพราะการโตของนิวเคลียสในสภาวะที่มีนิวเคลียสเทียมนี้ใช้พลังงานในการเกิดน้อยกว่าพลังงานที่ใช้ในการสร้างนิวเคลียสขึ้นมาใหม่ แต่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นเป็น 30 นาที อนุภาคเงินที่ขยายตัวมีการโตเพิ่มขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้นจนกระทั่งแต่ละอนุภาคเงินโตมาสัมผัสกันและเกิดการรวมตัวกลายเป็นแผ่นเงินจนไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคได้ ในส่วนขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่สามารถวัดขนาดได้ที่อุณหภูมิทำปฏิกิริยาเคมีที่ 45 °C ที่เวลา 3, 15, และ 30 นาที มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.193 และ 0.225 และ 0.231 μm ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.18g-รูปที่ 4.18i แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ทำให้ทราบว่าในช่วง 3 นาที นั้นได้มีการเกิดอนุภาคเงินขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นจำนวนมากเช่นเดียวกับที่อุณหภูมิ 30 และ 45 °C แต่ขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่อุณหภูมิ 60 °C จะมีขนาดใหญ่กว่าดังแสดงให้เห็นในตารางที่ 4.2 และเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มเป็น 15 และ 30 นาที นั้นได้เกิดปรากฏการณ์เช่นเดียวกับในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีเท่ากับ 45 °C คือ ขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้รับนั้นมีการโตขึ้น และเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นร่างแห ในส่วนขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้มีค่าเท่ากับ 0.243, 0.244 และ 0.250 μm เพิ่มขึ้นตามเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นจาก 3, 15 และ 30 นาที ตามลำดับ

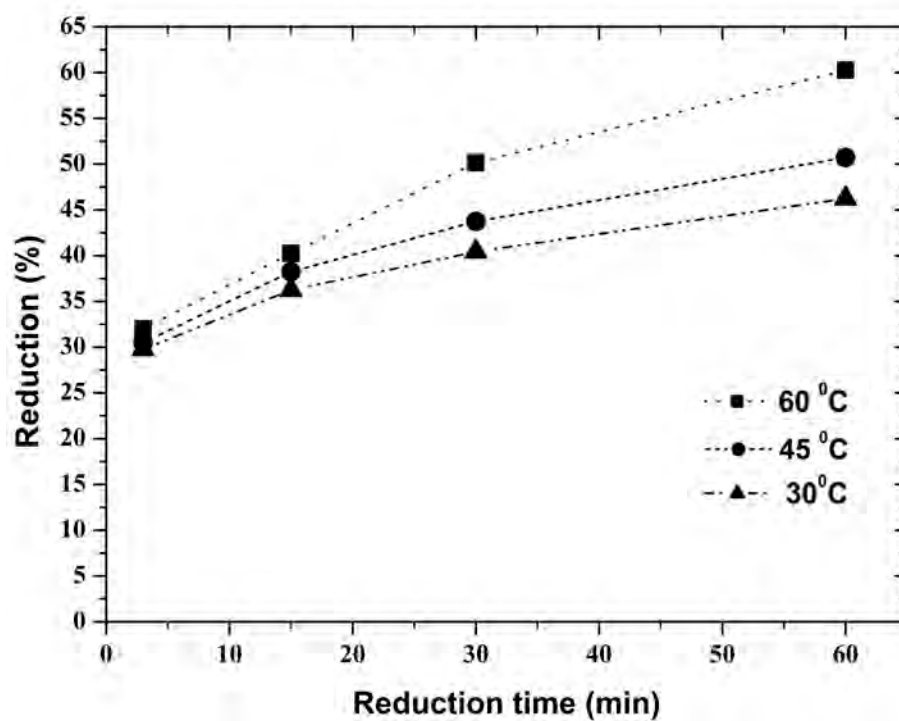
จากข้อมูลข้างต้นนี้ทำให้ทราบว่าในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ทุกอุณหภูมิที่ทำการศึกษาค้นคว้าพบว่าการรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 นั้นได้เริ่มเกิดที่บริเวณผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่สัมผัสกับตัวรีดิวซ์เท่านั้น จากนั้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นอนุภาคเงินที่ได้นั้นก็เพิ่มขึ้น และเกิดการสร้างพันธะโลหะเชื่อมต่อกันเป็นปะการัง ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคเงิน ซึ่งเมื่อให้ปฏิกิริยาเคมีนี้ดำเนินต่อไปสารละลายที่เป็นตัวรีดิวซ์จะสามารถแพร่ผ่านช่องว่างดังกล่าวนี้เข้าไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในได้เช่นเดียวกับในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก้อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น และเมื่อวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีที่มีต่ออนุภาคเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตนี้ทำให้ทราบว่า การใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้อนุภาคเงินมีขนาดใหญ่ขึ้นด้วยดังแสดงให้เห็นในกราฟรูปที่ 4.19 และรูปที่ 4.20 ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีนั้นส่งผลต่อขนาดอนุภาคเงินที่เพิ่มขึ้นมากกว่าการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี แต่เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนั้นก็ยังมีผลทำให้อนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นร่างแหและกลายเป็นแผ่นมากขึ้นจนไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคเงินได้ ในส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์โดยการนำผงที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วไปละลายเอาซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% ได้พบว่าทั้งอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนั้นมีผลทำให้ Ag^+ ถูกรีดิวซ์กลายเป็น Ag^0 ได้มากขึ้นด้วยดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.21



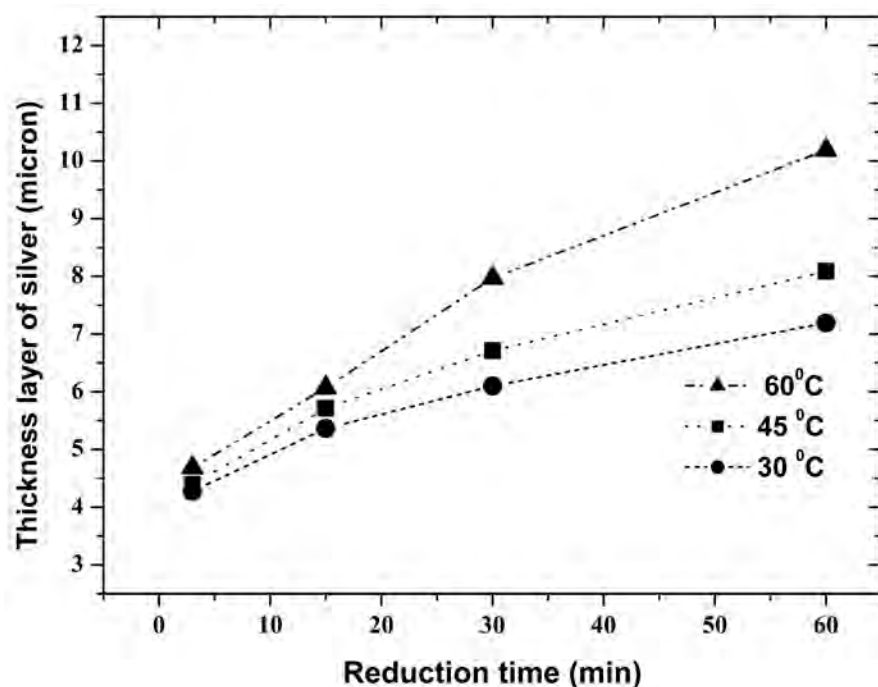
รูปที่ 4.19 กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที



รูปที่ 4.20 กราฟแท่งแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที



รูปที่ 4.21 กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที

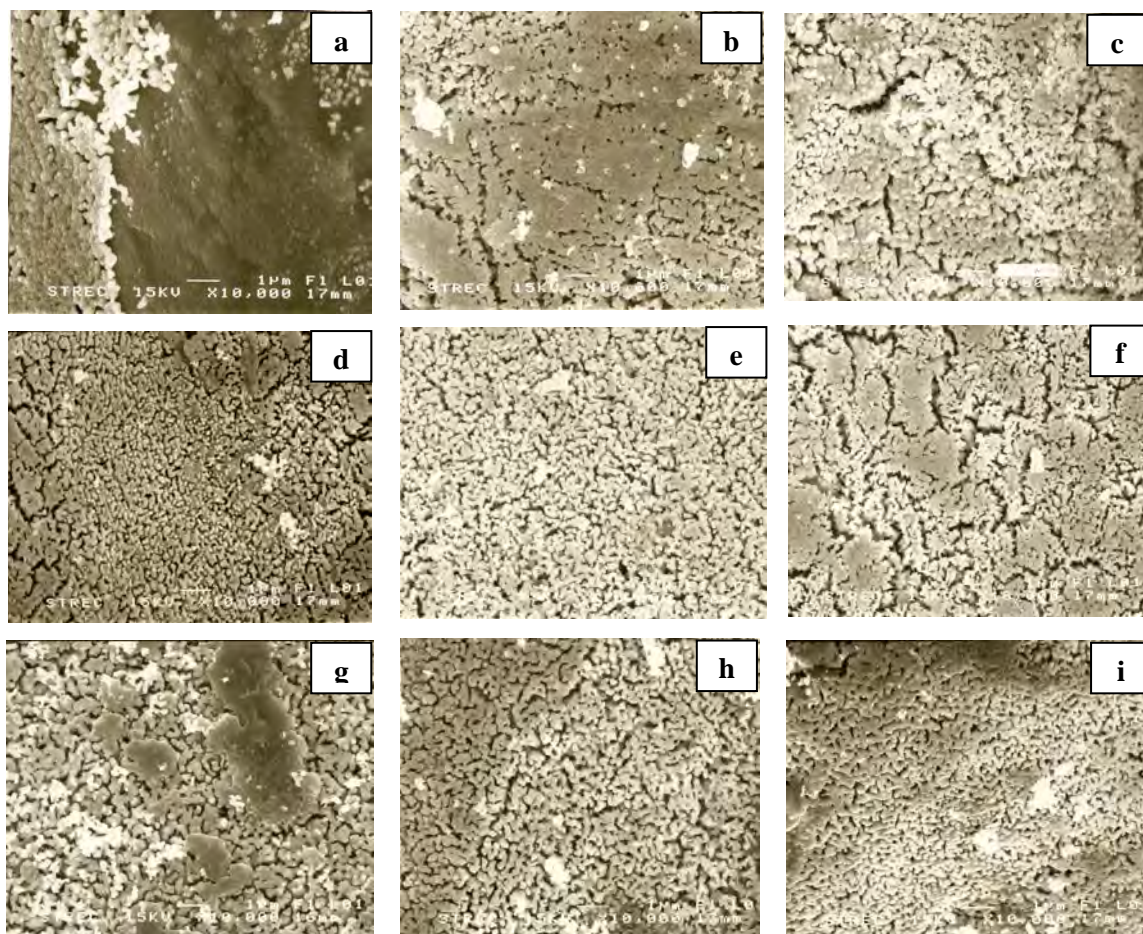


รูปที่ 4.22 กราฟเส้นแสดงความหนาของชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที

จากกราฟรูปที่ 4.21 พบว่าปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์นั้นมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี แต่อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีกลับลดลง โดยพิจารณาได้จากความชันของกราฟดังกล่าวที่อุณหภูมิต่างๆนั้นมีค่าลดลงเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น ตัวอย่างเช่น ในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อุณหภูมิ 45 °C นั้นในช่วง 0-3 นาทีอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชันมีค่าเท่ากับ 10.17 g/min ต่อมาในช่วง 3-15 และ 15-30 นาที นั้นมีค่าลดลงเหลือเท่ากับ 0.64, และ 0.36 g/min ตามลำดับ เป็นต้น ทั้งนี้คาดว่า เป็นผลมาจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนั้น มีผลทำให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินมีขนาดเล็กลงเนื่องจากการเชื่อมต่อกันเป็นแผ่น และการที่ชั้นเงินที่ล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตมีความหนาเพิ่มขึ้นด้วยดังแสดงผลในรูปที่ 4.22 ซึ่งทั้งสองอย่างนี้ส่งผลให้ความสามารถในการแพร่ผ่านชั้นเงินของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิต่ำที่มีค่าลดลง จึงเป็นสาเหตุให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีลดลงในขณะที่เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นไปตามหลักการของปฏิกิริยาเคมีประเภทที่ต้องมีการแพร่สารตั้งต้นผ่านชั้นผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นก่อนเพื่อเข้าไปทำปฏิกิริยาเคมีกับสารตั้งต้นอีกประเภทที่อยู่ภายใน หรือที่เรียกว่า ปฏิกิริยาเคมีแบบ diffuse ผ่าน product layer ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวมีลักษณะเช่นเดียวกับในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก้อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น ที่เป็นเช่นนี้ก็เพราะปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาเดียวกันเพียงแต่ใช้รูปทรงของอนุภาคสารตั้งต้นที่แตกต่างกันเท่านั้น

4.2.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยารีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม

การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของซิลเวอร์ซัลเฟตต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 1:2 ใช้ความเร็วรอบในการกวนที่ 500 rpm และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 30, 45 และ 60 °C และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 3 นาที และปรับเพิ่มเป็น 15 นาที และ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นจึงนำผงที่ได้รับไปวิเคราะห์รูปร่างและขนาดอนุภาคผงเงินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.23 จากนั้นนำรูปที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ไปวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม SemAfore ซึ่งเป็นโปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้สำหรับวัดขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ดังแสดงผลให้เห็นในตารางที่ 4.3



รูปที่ 4.23 รูปถ่าย SEM ของผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล a) 30°C 3 นาที b) 30°C 15 นาที c) 30°C 30 นาที d) 45°C 3 นาที e) 45°C 15 นาที f) 45°C 30 นาที g) 60°C 3 นาที h) 60°C 15 นาที i) 60°C 30 นาที

จากรูปที่ 4.23a รูปที่ 4.23c แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ ได้พบว่าในช่วง 3 นาที การรีดิวซ์ Ag⁺ ให้กลายเป็นเงินนั้นเกิดขึ้นที่บริเวณผิวของซิลเวอร์ซัลเฟตเท่านั้น จำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นยังมีปริมาณน้อยกว่าในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง และรูปทรงก่อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น และอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นนั้นได้เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนจนไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคได้ เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยารีดักชันเป็น 15 และ 30 นาที พบว่าจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นก็มียังมีจำนวนมากขึ้น จนกระทั่งเกิดล้อมรอบผิวของซิลเวอร์ซัลเฟต และอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นนั้นมีการเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นมากยิ่งขึ้นด้วย จนทำให้ไม่สามารถวัดหาขนาดอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตได้เลย

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่สภาวะการทำปฏิกิริยาต่างๆ

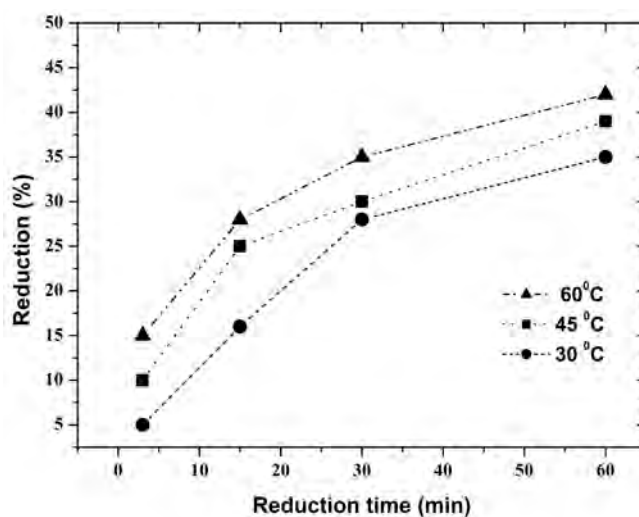
อุณหภูมิ (°C)	เวลา (min)	ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ย (µm)	ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (µm)	ช่วงขนาดอนุภาค (µm)
45	3	0.161	0.035	0.07 – 0.27
	15	0.179	0.037	0.10 – 0.30
	30	-	-	-
60	3	0.202	0.047	0.13 – 0.33
	15	0.202	0.046	0.09 – 0.36
	30	0.220	0.044	0.11 – 0.33

หมายเหตุ ที่อุณหภูมิ 30 °C และ - นั้นไม่สามารถทำการวัดขนาดอนุภาคได้เนื่องจากอนุภาคเงินเชื่อมตัวกันเป็นแผ่น

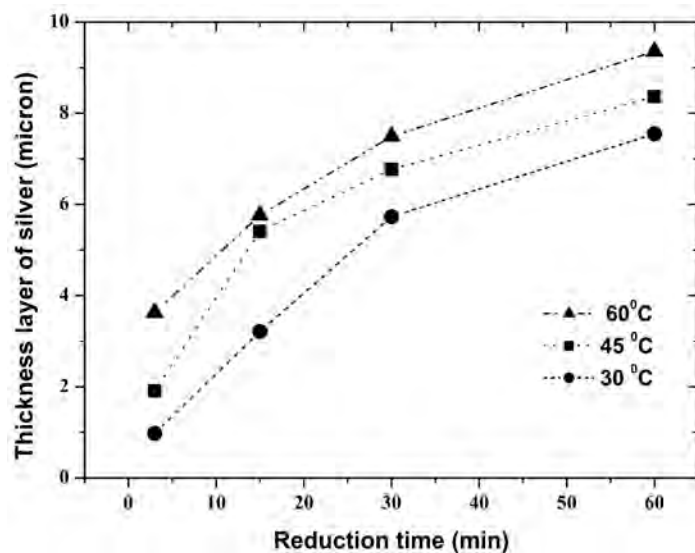
จากรูปที่ 4.23a-รูปที่ 4.23c แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ พบว่าอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นนั้นจะกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟต โดยมีขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 0.161 µm ต่อมาเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มเป็น 15 นาที ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีการเพิ่มขนาดขึ้นเป็น 0.178 µm และเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเป็น 30 นาที อนุภาคเงินได้เกิดการเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นจนไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคได้

จากรูปที่ 4.23g-รูปที่ 4.23i แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตตรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3, 15, และ 30 นาที ตามลำดับ นั้นทำให้ทราบว่าอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นเกิดขึ้นเฉพาะที่ผิว จำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นก็มีจำนวนมากกว่าการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 30 และ 45°C และเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที อนุภาคเงินที่ได้รับก็จะมีขนาดใหญ่ขึ้น และเกิดการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันมากขึ้น เช่นเดียวกับในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์ที่ 30 และ 45 °C

จากตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในการใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 45 และ 60 °C เป็นเวลา 3-30 นาที นั้นพบว่า เมื่อใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นมีผลให้อนุภาคเงินที่ได้รับบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้นด้วย แต่การเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นของอนุภาคเงินนั้นกลับเกิดขึ้นมากที่สุดที่อุณหภูมิ 30 °C และต่ำสุดที่ 60 °C ทั้งนี้อาจเป็นเพราะการที่อุณหภูมิ 30°C นั้นปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นได้ยากกว่าที่อุณหภูมิ 60 °C จึงทำให้การสร้างนิวเคลียสใหม่เป็นไปได้ยากกว่าการโตของนิวเคลียสที่เกิดขึ้นมาก่อน และการที่อุณหภูมิต่ำอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นนั้นมีขนาดเล็กกว่าที่อุณหภูมิสูง การมีอนุภาคขนาดเล็กทำให้มีพลังงานผิวสัมผัสสูง (Surface energy) จึงเกิดแรงผลักดัน (Driving force) ในการเชื่อมต่อกันของอนุภาคให้กลายเป็นแผ่นได้ง่ายกว่า ทั้งนี้เพื่อต้องการลดพลังงานในระบบให้ต่ำที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ ในส่วนการตรวจสอบปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์โดยการนำผงที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วไปละลายเอาซิลเวอร์ซัลเฟตออกด้วยสารละลาย NH₄OH เข้มข้น 25% ได้พบว่าทั้งอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีที่เพิ่มขึ้นนั้นมีผลทำให้ Ag⁺ ถูกรีดิวซ์กลายเป็น Ag⁰ ได้มากขึ้นดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.24



รูปที่ 4.24 กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที



รูปที่ 4.25 กราฟเส้นแสดงปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30 – 60 °C เป็นเวลา 3 – 30 นาที

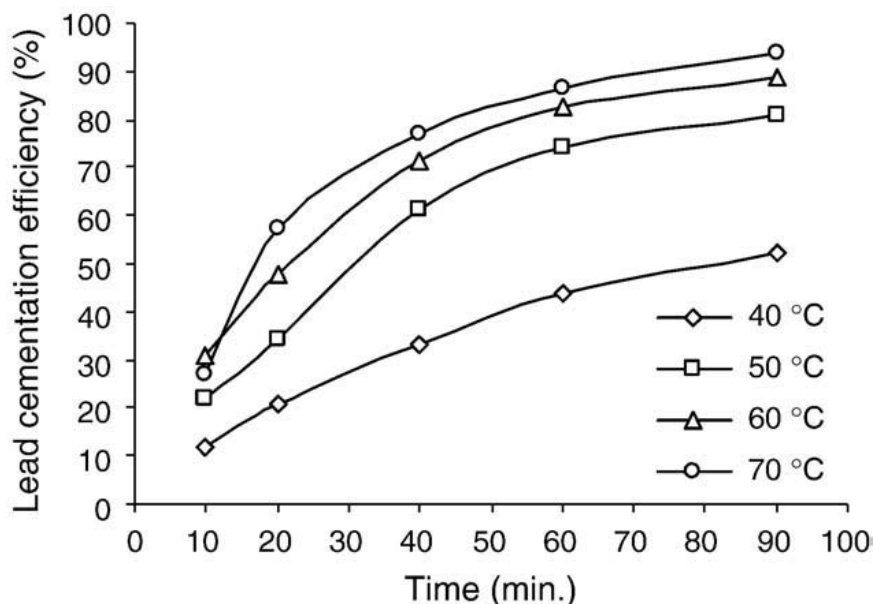
จากข้อมูลทั้งหมดข้างต้นนี้ทำให้ทราบว่าปฏิกิริยารีดักชันระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยไม่ว่าจะใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นรูปทรงค่อนข้างกลมหรือรูปทรงแท่ง หรือรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมก็ตาม ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาเดียวกันทั้งหมดเนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้เป็นสารชนิดเดียวกัน และเป็นปฏิกิริยาเคมีแบบ Heterogeneous reaction เพราะสารตั้งต้นมีสถานะต่างกัน ปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวนี้เกิดขึ้นได้ทันทีที่สารตั้งต้นมีการสัมผัสกัน ดังนั้นในช่วงต้นของปฏิกิริยาเคมีจึงเกิดการรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 เฉพาะที่บริเวณผิวเท่านั้น ซึ่งโดยส่วนใหญ่แล้วปฏิกิริยาเคมีใดก็ตามที่การรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 นั้นไม่สามารถเกิดขึ้นได้สมบูรณ์อย่างรวดเร็ว หรือต้องใช้เวลานานในการทำปฏิกิริยาเพื่อให้ปฏิกิริยารีดิวซ์สมบูรณ์หรือ Ag^+ กลายเป็นเงินได้ทั้งหมดแล้วนั้นพบว่า เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นก่อนปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์นั้น ขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับจะมีขนาดใหญ่ขึ้น ทั้งนี้เป็นผลมาจากอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นมาก่อนนั้นได้ทำหน้าที่เป็นเสมือนนิวเคลียสเทียมให้กับอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นมาภายหลังหรืออีกนัยหนึ่งก็คืออนุภาคเงินที่เกิดขึ้นก่อนนั้นก็มีการโตขึ้น ดังเช่นในงานวิจัยนี้ที่การรีดิวซ์เกิดขึ้นเฉพาะบางบริเวณของผิวซิลเวอร์ซัลเฟตก่อนจึงทำให้เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นอนุภาคเงินที่ได้รับก็มีขนาดใหญ่ขึ้น จนกระทั่งในบางสภาวะอนุภาคเงินอาจเกิดการเชื่อมต่อกันจนกลายเป็นแผ่นเงินก็เป็นได้ ในงานวิจัย Ivan Sondi [39] และคณะ ที่ทำการผลิตผงเงินระดับนาโนเมตรด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ในเตรตด้วยกรดแอสคอร์บิก และใช้ Daxad 19 (sodium salt of a high-molecular-weight naphthalene sulfonate formaldehyde condensate) เป็นตัว Stabilizer ได้พบว่าถ้าต้องใช้เวลานานในการทำปฏิกิริยารีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็นเงินได้อย่างสมบูรณ์มากขึ้น อนุภาคเงินที่ได้รับก็มีขนาดใหญ่ขึ้นเช่นกัน หรือในงานวิจัยของ

นายโกเมน หมายถึง [25] ที่ผลิตผงเงินด้วยการรีดิวซ์ซิลเวอร์ในเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ก็พบว่ายังต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีให้เสร็จสมบูรณ์เพิ่มมากขึ้นนั้นมีผลให้อุณหภูมิที่ได้มีขนาดเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน

นอกจากนี้ปฏิกิริยารีดักชันระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่าง ๆ นั้นเป็นปฏิกิริยาเคมีแบบ diffuse ผ่าน product layer ซึ่งก็คือ การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงใดก็ตามในช่วงต้นของปฏิกิริยาทำให้เกิดชั้นเงินที่มีลักษณะพรุนขึ้นมาล้อมรอบผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน ทำให้การรีดิวซ์ต่อจากนี้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลจึงต้องแพร่ผ่านชั้นเงินเหล่านี้ซึ่งก็คือ ชั้นผลิตภัณฑ์ (product layer) ดังนั้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นชั้นเงินที่ล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆที่ได้รับเพิ่มขึ้นด้วย ในขณะที่ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในเมื่อถูกรีดิวซ์กลายเป็นชั้นเงินขึ้นมาแทนที่นี้ส่งผลให้อุณหภูมิซิลเวอร์ซัลเฟตมีขนาดเล็กกลงด้วย เป็นผลให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากระยะทางที่สารละลายดังกล่าวต้องแพร่ผ่านเพื่อไปรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ด้านในมีระยะเพิ่มขึ้น และการที่ช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่ลดลงจากการเชื่อมต่อกันของอนุภาคเงิน ซึ่งทำให้ความสามารถในการแพร่ของสารละลายดังกล่าวลดลง จึงเป็นสาเหตุให้อัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชันระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมหรือ ทรงแท่ง หรือทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมีค่าลดลงเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งสอดคล้องกับในงานวิจัยของ Fariba Farahmand และคณะ [40] ที่ทำการ Cementation (ซึ่งเป็นกระบวนการทาง Hydrometallurgical methods) ตะกั่วด้วยผงอะลูมิเนียม วิธีหนึ่ง โดยปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นนั้นก็ปฏิกิริยาเคมีแบบ diffuse ผ่าน product layer และกลไกที่ควบคุมปฏิกิริยาเคมีในช่วงอุณหภูมิ 50–70 °C นั้นเป็นกลไกการแพร่ (diffusion control) แต่ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 40–50 °C เป็นกลไกการเกิดปฏิกิริยา (Chemical control) ซึ่งเมื่อนำกราฟปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้รับซึ่งก็คือ ตะกั่วกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี ดังรูปที่ 4.26 พบว่ากราฟในช่วงอุณหภูมิที่กลไกการแพร่เป็นกลไกที่ควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมีนั้นมีลักษณะเช่นเดียวกับกราฟปริมาณเงินกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีซึ่งมีกลไกการแพร่เป็นกลไกควบคุมการเกิดปฏิกิริยาเคมีเช่นกัน

ในส่วนผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยารีดักชันระหว่างสารละลายกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม ทรงแท่ง หรือทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ผลที่ได้นั้นมีลักษณะเช่นเดียวกันคือ เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นปริมาณเงินที่ได้จากการรีดิวซ์นั้นก็เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน ทั้งนี้เนื่องจากการที่อุณหภูมิสูงขึ้นความสามารถในการรีดิวซ์และความสามารถในการแพร่ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ก็เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นทำให้

ความหนืดของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลลดลง ทำให้ในเวลาการทำปฏิกิริยาเคมีที่เท่ากันเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นการรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 จึงเกิดได้เร็วขึ้น และขนาดอนุภาคเงินที่ได้รับจึงใหญ่ขึ้นด้วย เนื่องจากไอออนของเงินสามารถเคลื่อนที่มารวมกันได้ง่ายขึ้นด้วย



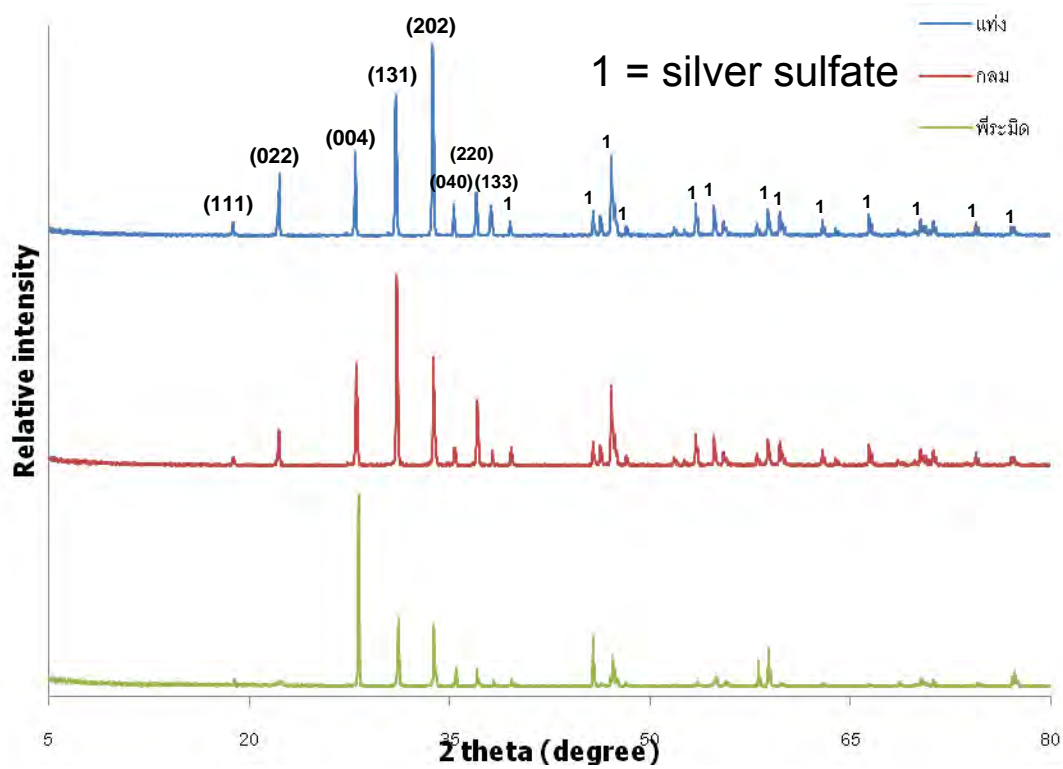
รูปที่ 4.26 กราฟเส้นแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตะกั่วที่ได้รับกับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมี [39]

4.3 ผลของรูปทรงสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต

การสังเคราะห์ผงเงินด้วยการรีดิวซ์ผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยช่วงอุณหภูมิและเวลาที่ทำการศึกษปฏิกิริยาเคมีคือ 30–60 °C และ 3–30 นาทีตามลำดับ จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีรูปทรงแตกต่างกัน ได้แก่ รูปทรงค่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ทำให้ทราบว่า ความสามารถในการรีดิวซ์ของซิลเวอร์ซัลเฟตจะเปลี่ยนแปลงตามรูปทรงของอนุภาค โดยซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งถูกรีดิวซ์มากกว่ารูปทรงค่อนข้างกลม และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ ในช่วงต้นของงานวิจัยคาดว่าเป็นผลมาจากพื้นที่ผิวสัมผัสของซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดมีค่าน้อยที่สุด เพราะปฏิกิริยารีดักชันระหว่างสารละลายกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นจะเกิดขึ้นทันทีที่สารทั้ง 2 สัมผัสกัน ดังนั้นรูปทรงที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสน้อยที่สุดจึงควรเกิดเงินขึ้นน้อยที่สุดที่สภาวะการทดลองเดียวกัน อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาผลที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งกับรูปทรงค่อนข้างกลมที่มีพื้นที่อัตราส่วนพื้นที่ผิวสัมผัสต่อปริมาตรที่ใกล้เคียงกัน กลับพบว่าปริมาณเงินที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปแท่ง

นั้นกลับมีปริมาณมากกว่าในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมเป็นสารตั้งต้นเป็นอย่างมาก ดังนั้นจึงน่าจะมียับยั้งอื่นนอกเหนือจากพื้นที่ผิวสัมผัสที่ส่งผลต่อการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟต

จากการศึกษางานวิจัยของนายอัสนัย ใจปลื้ม [26] ที่ทำการศึกษาการผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ โดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น ทำให้ทราบว่ากรรดิษฐ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.97 μm จะถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นเงินได้ปริมาณมากกว่าในกรณีที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมเหมือนกันแต่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 5.03 μm ทั้งนี้เป็นผลมาจากอนุภาคทรงกลมที่ขนาดเล็กกว่ามีพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารละลายที่เป็นตัวรีดิวซ์ได้มากกว่า ดังนั้นพื้นที่ผิวสัมผัสจึงมีผลต่อความสามารถในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล นอกจากนี้ในงานวิจัยดังกล่าวได้พบว่าระนาบในผงซิลเวอร์ซัลเฟตมีผลต่อการเกิดนิวเคลียสของเงิน โดยมีข้อเสนอว่าระนาบ (004) ของซิลเวอร์ซัลเฟต เป็นระนาบที่เกิดนิวเคลียสของเงินได้ยากเมื่อเทียบกับระนาบ (202) ดังนั้นจึงได้นำกราฟ XRD ของซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม มาวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.27 ปรากฏว่าเมื่อเปรียบเทียบความสูงของพีค (004) ของซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งสามรูปทรง รูปทรงพีระมิดมีพีค (004) สูงที่สุด รองลงมาคือ ทรงกลม และทรงแท่ง ตามลำดับ แต่ในกรณีความสูงของพีค (202) ปรากฏว่า ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งมีพีคนี้สูงที่สุด รองลงมาคือ รูปทรงก่อนข้างกลม และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาความสามารถในการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตให้กลายเป็นเงินที่ทุกสภาวะการทดลองซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งถูกรีดิวซ์กลายเป็นเงินได้มากที่สุด รองลงมาคือ รูปทรงก่อนข้างกลม และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับความสูงพีคของซิลเวอร์ซัลเฟตในแต่ละรูปทรงคือ รูปทรงพีระมิดมีพีค (004) สูงที่สุดซึ่งเป็นพีคที่เกิดนิวเคลียสเงินได้ยาก และมีพีค (202) ต่ำที่สุดจึงถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นเงินได้น้อยที่สุด รูปทรงกลมมีพีค (131) สูงที่สุด แต่มีพีค (202) ที่สูงกว่าของรูปทรงพีระมิดจึงถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นเงินได้มากกว่า และยังในกรณีรูปทรงแท่งที่มีพีค (004) ต่ำที่สุด และมีพีค (202) สูงที่สุด จึงเกิดปริมาณเงินได้มากที่สุด ดังนั้นระนาบของซิลเวอร์ซัลเฟตจึงมีผลต่อความสามารถในการรีดิวซ์ซึ่งสอดคล้องกับในงานวิจัยของนายอัสนัย โดยจากข้อมูลข้างต้นจึงสามารถสรุปได้ว่า ระนาบ (202) เป็นระนาบที่มีโอกาสเกิดเงินได้มากกว่าระนาบ (131) และ (004) ตามลำดับ



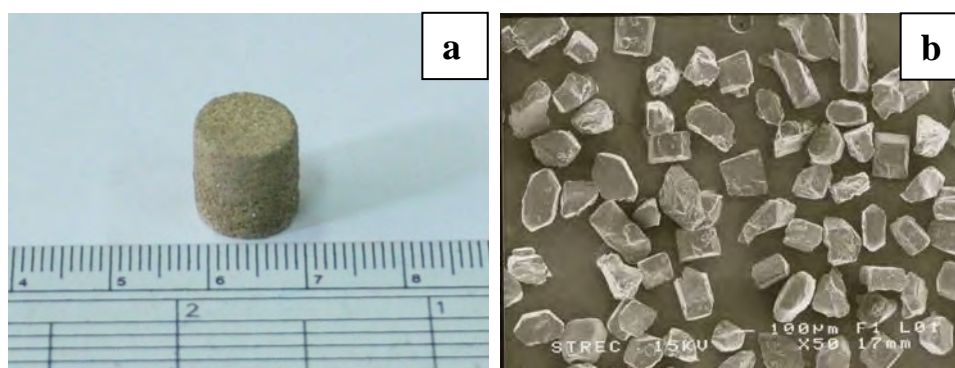
รูปที่ 4.27 กราฟแสดงผล XRD ของสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม

4.4 การผลิตโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต

จากการศึกษาการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิ 30–60 °C เป็นเวลา 3–30 นาที ทำให้ทราบว่าในสถานะที่ทำการศึกษานั้นไม่สามารถรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ได้ทั้งหมด แต่จะได้ผงที่มีโครงสร้างเป็นชั้นเงินที่มีลักษณะเป็นรูพรุนล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน ทำให้สามารถกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตได้ง่ายโดยการนำไปละลายด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% โครงสร้างของผงเงินที่ได้รับหลังจากกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตออกนั้นจะเป็นทรงกลวงที่เกิดจากอนุภาคเงินเชื่อมต่อกันจนมีลักษณะคล้ายปะการังสมอง โดยทรงกลวงนั้นมีรูปทรงแตกต่างกันไปตามรูปทรงของซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ตัวอย่างเช่น ถ้าใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นรูปทรงกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม ผงเงินที่ได้รับก็จะเป็นทรงกลวงที่มีรูปทรงเป็นทรงกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.5 เป็นต้น โครงสร้างดังกล่าวยังทำให้ผงเงินที่ผลิตได้มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงกว่าผงเงินที่มีขนาดอนุภาคเดียวกัน จึงเหมาะแก่การนำผงที่ได้รับจากกระบวนการผลิตนี้มาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิด ที่สามารถควบคุมรูปร่างโพรงอากาศด้วยซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้นตามวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้เป็นอย่างยิ่ง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของรูปร่างโพรงอากาศที่มีต่อคุณสมบัติในการต้านทานแรงอัดของโฟมเงินที่มีโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากกระบวนการ Sintering and dissolution process (SDP) โดยใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม ในขั้นตอนนี้ นำผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆนี้ไปทำการรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ทำให้เกิดการรีดิวซ์ไปประมาณ 40% ในกรณีใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมให้ทำการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 30 นาที ในสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งให้ทำการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 15 นาที และในส่วนสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม ให้ทำการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้ได้ผงรูปทรงต่างๆที่มีโครงสร้างเป็นอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นปะการังสมองด้วยพันธะโลหะที่แข็งแรงล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน จากนั้นนำผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ในแต่ละรูปทรงมาทำการผสมกับน้ำตาลทรายขาวชนิดละเอียดพิเศษซึ่งใช้ทำหน้าที่เป็นตัวสร้างโพรงอากาศโดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 100-200 μm ในอัตราส่วนโดยปริมาตรของผงที่ได้รับค่อน้ำตาลทรายขาวที่ 50:50 ผสมให้เกิดการกระจายตัวของผงอย่างสม่ำเสมอด้วยเครื่อง Rocking mill จากนั้นนำมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูงประมาณ 11 และ 11 mm ตามลำดับ ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.28 ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแรงดันสูงสุด 3,000 Kg ยี่ห้อ Masada Jack โดยใช้ความดันในการอัดเท่ากับ 210 MPa

นอกจากนี้ได้มีการนำผงเงินบริสุทธิ์มาผสมกับน้ำตาลทรายขาวชนิดเดียวกันกับที่กล่าวมาข้างต้นในปริมาณ 87 vol.% เพื่อต้องการให้โพลีเมอร์สุดท้ายที่ได้รับมีน้ำหนักใกล้เคียงกับโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตได้จากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นแล้วจึงนำมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอกเหมือนกับที่ได้ทำมาข้างต้นเพื่อเป็นการเปรียบเทียบ จากนั้นจึงนำชิ้นงานทั้งหมดมาตรวจสอบโครงสร้างมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโอ ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.29



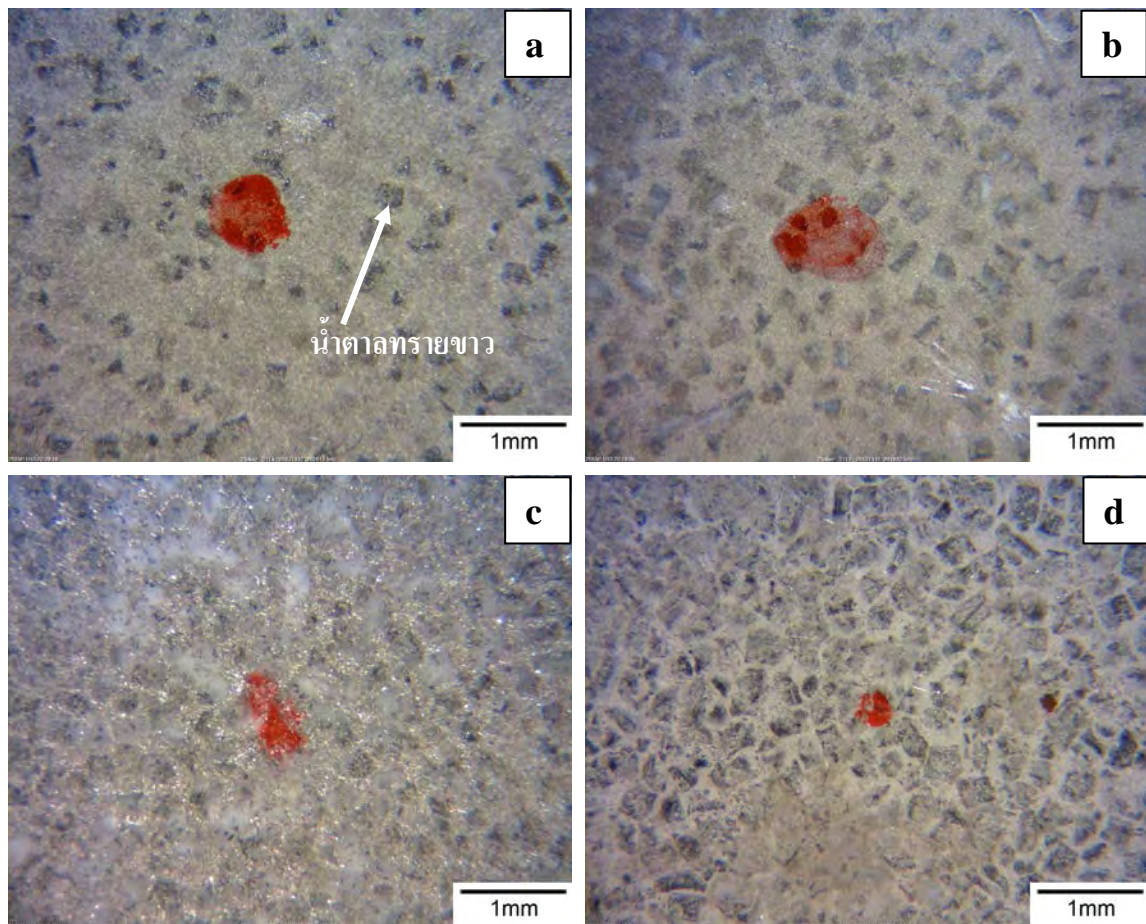
รูปที่ 4.28 a) รูปชิ้นงานทรงกระบอกที่ได้ใช้ในการผลิตโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิด b) แสดงรูปร่างและขนาดของอนุภาคน้ำตาลทรายขาวที่ใช้เป็นตัวสร้างโครงอากาศ

จากรูปที่ 4.29a-4.29d แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปผสมระหว่างผงซิลเวอร์ซัลเฟตในแต่ละรูปทรงกับน้ำตาลทรายขาว หรือผงเงินบริสุทธิ์กับน้ำตาลทรายขาวนั้น มีการผสมเข้ากันได้อย่างสม่ำเสมอในแต่ละชิ้นงาน สังเกตได้จากผลึกน้ำตาลที่กระจายตัวอยู่บนเนื้อพื้นได้อย่างสม่ำเสมอ โดยเฉพาะกรณีที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นนั้นใช้สัดส่วนน้ำตาลที่มากกว่าสารตั้งต้นชนิดอื่น จึงทำให้เห็นผลึกน้ำตาลทรายขาวกระจายตัวบนเนื้อพื้นมากกว่า

จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้รับมากำจัดน้ำตาลทรายขาวออกด้วยการละลายในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 30°C แล้วจึงนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ต่อมาจึงนำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนักเพื่อตรวจสอบหาปริมาณน้ำตาลทรายขาวที่เหลือค้าง ซึ่งปรากฏว่าในแต่ละชิ้นงานที่ได้รับนั้นมีน้ำหนักลดลงเหลือน้อยกว่าหรือเท่ากับน้ำหนักของผงที่ได้จากการรีดิวซ์เท่านั้น ทำให้ทราบได้อย่างแน่ชัดว่าในแต่ละชิ้นงานไม่มีน้ำตาลทรายขาวเหลือค้างอีก หลังจากนั้นจึงนำมาวิเคราะห์โครงสร้างมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโออีกครั้ง

จากรูปที่ 4.30a-4.30d แสดงให้เห็นว่าในแต่ละชิ้นงานนั้นเกิดโครงอากาศที่มีรูปร่างและขนาดใกล้เคียงกับตัวสร้างโครงอากาศซึ่งในที่นี้ก็คือ น้ำตาลทรายขาวที่ถูกละลายออกไป สามารถเปรียบเทียบได้จากรูปที่ 4.29 และรูปที่ 4.30 ต่อมาจึงนำไปเผาฟืนที่อุณหภูมิประมาณ 600°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำชิ้นงานบางส่วนของแต่ละประเภทไปตัดแบ่งครึ่งในแนวแกนตั้งด้วยเครื่อง EDM (Electrical discharge machine) เพื่อศึกษาโครงสร้างมหภาคและโครงสร้างจุลภาค และนำชิ้นงานที่เหลืออยู่ในแต่ละประเภทไปกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตออกโดยการนำไปละลายใน

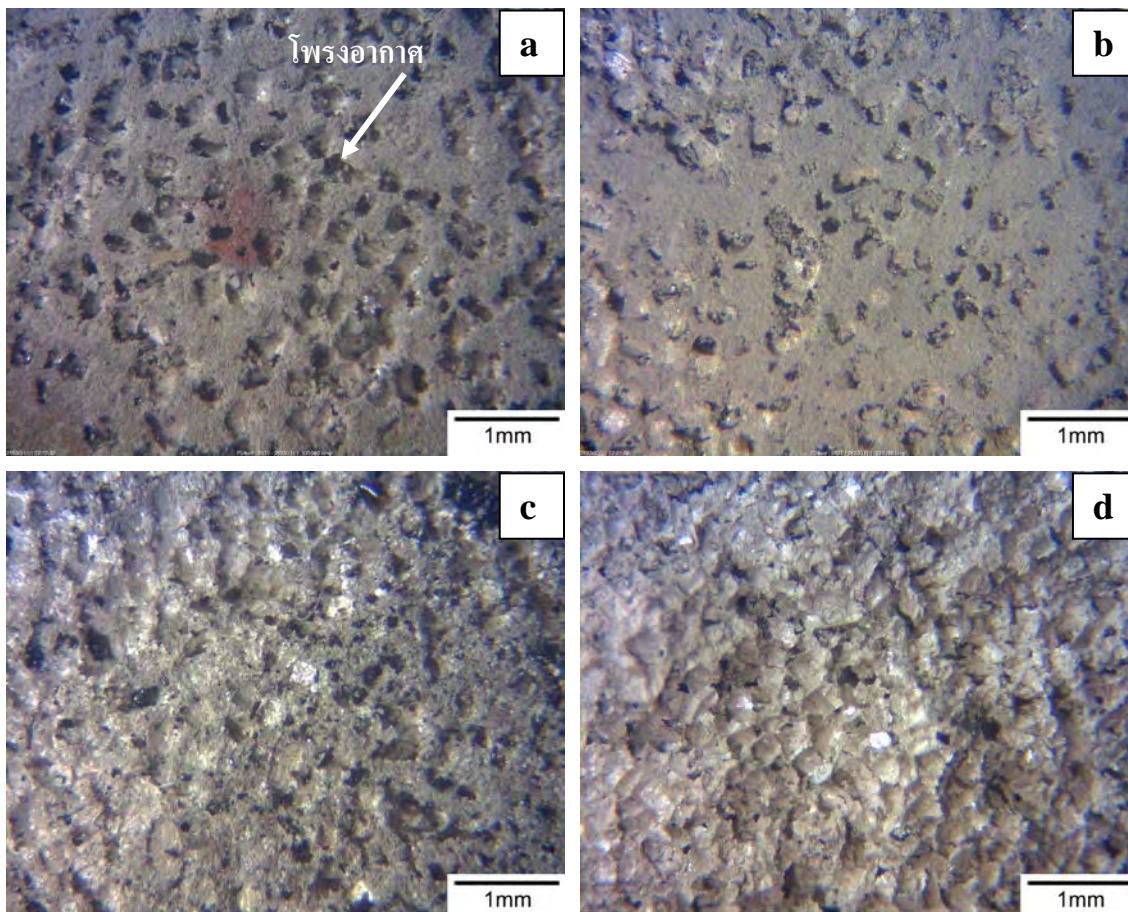
สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% ต่อมาจึงนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นและอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ได้รับก็จะเกิดเป็นชิ้นงานโพลีเมอร์ที่มีรูปทรงกระบอกดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.31 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานมีการหดตัวลงเล็กน้อย จากนั้นนำไปหาความหนาแน่นของแต่ละชิ้นงานซึ่งได้แสดงค่าให้เห็นในตารางที่ 4.5 สุดท้ายจึงนำชิ้นงานไปทดสอบความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัดด้วยเครื่องทดสอบทางกลอเนกประสงค์ (Universal testing machine, UTM) โดยใช้แรงอัด 5,000 N ที่ความเร็วหัวกด 0.3 mm/min และสิ้นสุดการทดสอบที่ประมาณ 60-70% ของความเครียด



รูปที่ 4.29 โครงสร้างมหภาคของชิ้นงานที่ได้จากการอัดผงรูปทรงต่างๆที่ผ่านการรีดิวซ์ และผงเงินบริสุทธิ์กับตัวสร้างโพรงอากาศก่อนละลายน้ำตาล a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์

จากรูปที่ 4.32a–4.32d แสดงให้เห็นว่าโพลีเมอร์ที่ผลิตจากกระบวนการ SDP โดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม และที่ใช้เฉพาะผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นนั้นเป็นโพลีเมอร์ที่มีโครงสร้างแบบเปิด [27] ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนจากการที่โพรงอากาศมีการเชื่อมต่อกันเป็นร่างแห ไม่ได้ถูกปิดล้อมด้วยเนื้อโลหะให้แยกออกจากกัน และยังมีการกระจายตัวของโพรงอากาศที่สม่ำเสมอในทุกชิ้นงาน นอกจากนี้พบว่าขนาดโพรงอากาศที่เกิดขึ้นมีค่า

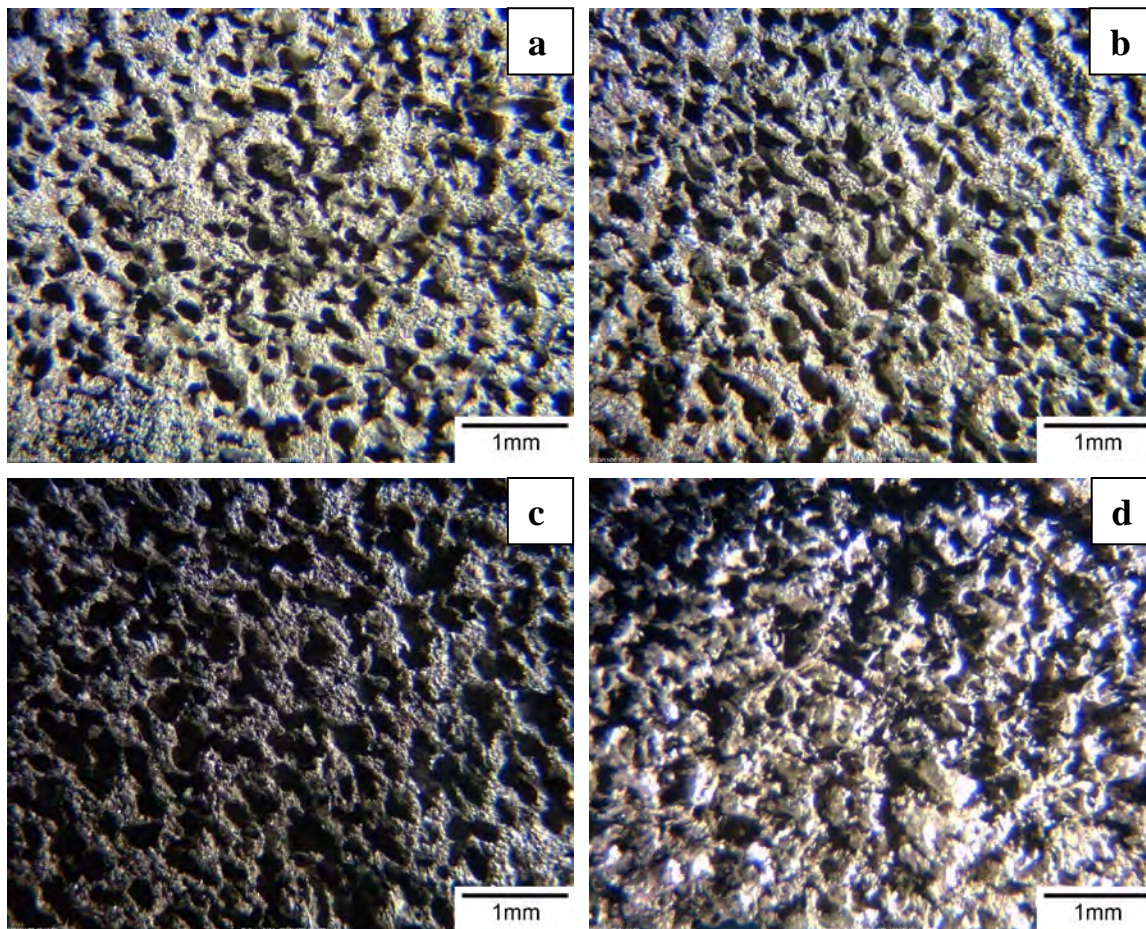
ใกล้เคียงกับขนาดของน้ำตาลทรายขาวซึ่งใช้เป็นตัวสร้างโครงอากาศนั้นแสดงให้เห็นว่าการผลิตโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP จากสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตที่ผ่านการรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล จัดเป็นกระบวนการผลิตโฟมเงินด้วยกรรมวิธีการถอดแบบวิธีหนึ่ง (Replication process)



รูปที่ 4.30 โครงสร้างมหภาคของชิ้นงานที่ได้จากการอัดผงรูปทรงต่างๆที่ผ่านการรีดิวซ์ และผงเงินบริสุทธิ์กับตัวสร้างโครงอากาศหลังละลายน้ำตาล a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์



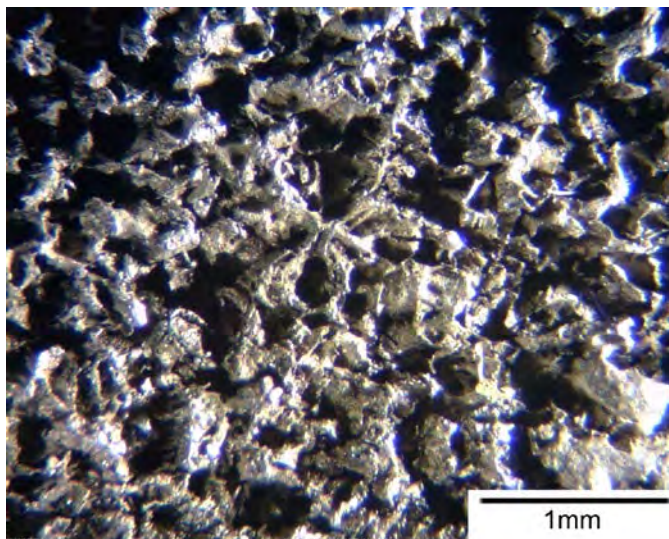
รูปที่ 4.31 ชิ้นงานโฟมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโฟมเงินที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง b) ทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง ตามลำดับจากซ้ายมาขวา



รูปที่ 4.32. โครงสร้างมหภาคของชิ้นงานโฟมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆ เป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโฟมเงินที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงที่ระมัดคูลูกฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์

นอกจากนี้โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตโดยใช้ผงที่ได้รับจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตไม่ว่าจะเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงใดก็ตามนั้น พบว่าผนังโพรงอากาศที่ได้มีขนาดและมีการเชื่อมต่อกันเป็นร่างแหที่สม่ำเสมอกว่าโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากการใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นซึ่งเห็นได้จากรูปที่ 4.32d เนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของขนาดโพรงอากาศที่เกิดจากขั้นตอนการผสมผงเงินบริสุทธิ์กับน้ำตาลทรายขาวนั้นเกิดปัญหาการแยกตัวของอนุภาค เป็นผลมาจากความหนาแน่นที่แตกต่างกันมากของผงเงิน (10.49 g/cm^3) กับ น้ำตาลทรายขาว (1.67 g/cm^3) รวมทั้งการมีขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันมาก จึงมีโอกาที่จะเกิดการแยกตัวกันของอนุภาคในขั้นตอนการผสมผงได้ ทำให้การกระจายตัวของน้ำตาลทรายขาวในผงเงินไม่สม่ำเสมอ ก่อให้เกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคแต่ละชนิดขึ้นได้ ดังนั้นการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ ที่ผ่านกรรมวิธีข้างต้น (6.73 g/cm^3) ในการผลิตโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP นี้จึงสามารถช่วยลดปัญหาการแยกตัวของอนุภาคได้ เนื่องจากการใช้ผงดังกล่าวนี้สามารถช่วยลดปัญหาความแตกต่างกันของขนาดอนุภาคและความหนาแน่นของผสมได้ นอกจากนี้อาจเกิดจากขั้นตอนการอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอกก็เป็นได้ เนื่องจากผงเงินบริสุทธิ์นั้นมีค่าความแข็งต่ำ และความ

เหนียวสูง เมื่อได้รับความเค้นดังกว่าจะอาจทำให้อนุภาคเงินเกิดการเสียรูปและถูกอัดมารวมกันในบางส่วนทำให้ผนังโพรงอากาศบริเวณดังกล่าวมีขนาดใหญ่กว่าบริเวณอื่น และบางส่วนไม่มีอนุภาคเงินล้อมรอบตัวสร้างโพรงอากาศ ทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันของโพรงอากาศ จึงเป็นผลให้บางบริเวณโพรงอากาศที่เกิดขึ้นมีขนาดใหญ่ แต่ในบางบริเวณจะเห็นเป็นผนังโพรงอากาศหรือเนื้อโลหะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่แตกต่างจากบริเวณอื่นดังรูปที่ 4.33



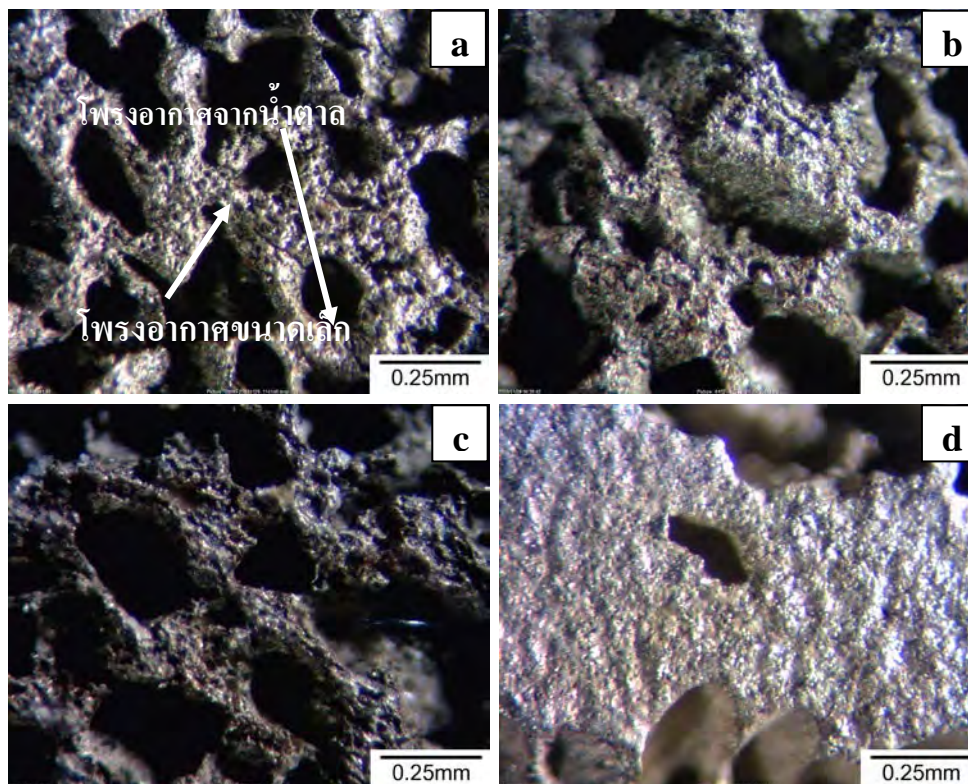
รูปที่ 4.33 แสดงโครงสร้างมหภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโอของโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น

ในขณะที่โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ นั้น มีโครงสร้างเป็นซิลเวอร์ซัลเฟตที่ถูกล้อมรอบด้วยอนุภาคเงินที่เชื่อมต่อกันเป็นร่างแห ดังนั้นเมื่อนำผงดังกล่าวมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอก ซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในใจกลางอนุภาคซึ่งมีค่าความแข็งสูงนี้อาจมีส่วนช่วยทำให้อนุภาคเงินไม่ถูกอัดและไหลมารวมกัน และซิลเวอร์ซัลเฟตนี้ก็ไม่แตกหักหรือเสียรูป เพราะอนุภาคเงินช่วยลดแรงกระแทกที่ส่งไปถึงซิลเวอร์ซัลเฟต จึงทำให้โครงสร้างโพรงอากาศของโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ได้รับมีการกระจายตัวของผนังโพรงอากาศที่เชื่อมต่อกันเป็นร่างแหที่สม่ำเสมอดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.32a – รูปที่ 4.32c

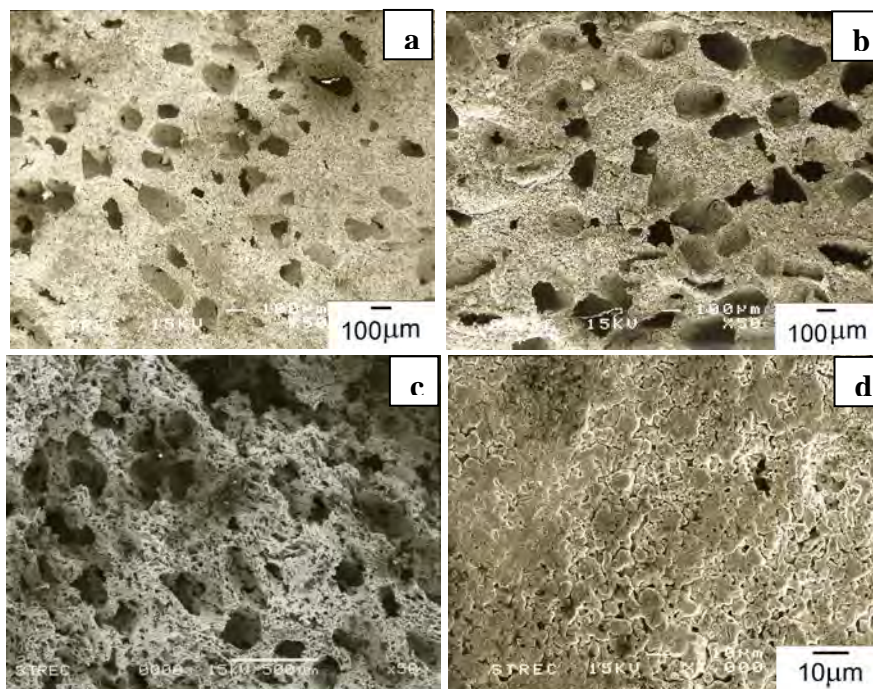
จากรูปที่ 4.34 ทำให้เห็นว่าโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลม ทรงแท่ง ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และผงเงินบริสุทธิ์ โดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นน้ำตาลทรายขาวในปริมาณที่ทำให้โฟมเงินมีน้ำหนักเงินใกล้เคียงกัน พบว่าที่ผนังโพรงอากาศของโฟมเงินทุกประเภทมีการเกิดโพรงอากาศขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับขนาดของโพรงอากาศที่เกิดจากน้ำตาลทรายขาวกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และนอกจากนี้ยังเห็นได้อย่างชัดเจนว่าโพรงอากาศขนาดเล็กที่เกิดขึ้นบนผนังโพรงอากาศของโฟมเงินที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง หรือทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม นั้นมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของโพรงอากาศที่เกิดขึ้นบนผนังโพรงอากาศของโฟมเงินที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น ซึ่งคาดว่าเป็นผล

จากการที่ผงเงินบริสุทธิ์มีอนุภาคเงินที่เป็นทรงกลมตัน ในขณะที่ผงจากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นมีช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินเกิดขึ้นจึงทำให้การเชื่อมต่อกันของอนุภาคเงินเป็นไปได้ยากกว่าในกรณีที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น

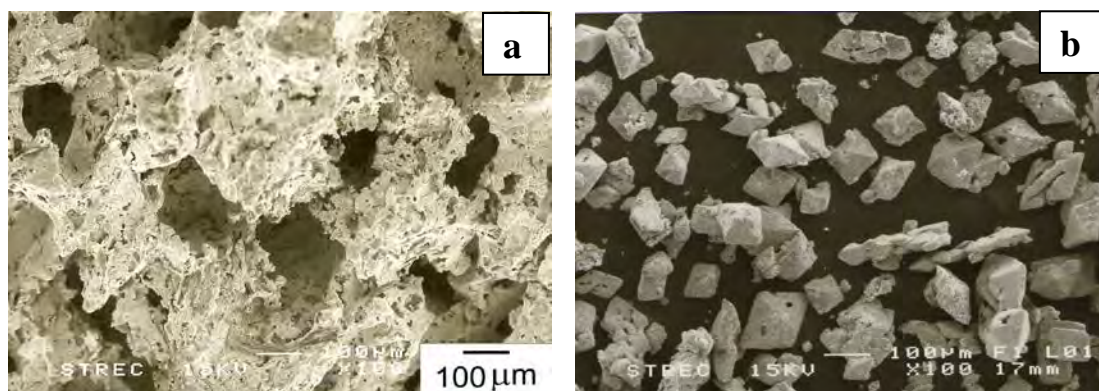
จากนั้นนำโคมเงินแต่ละประเภทที่ผ่านการตัดด้วยเครื่อง EDM แล้วไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงผลในรูปที่ 4.35 พบว่าโคมเงินทุกประเภทมีโพรงอากาศที่เกิดจากน้ำตาตลทรายขาวกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และมีโพรงอากาศขนาดเล็กเกิดขึ้นที่ผนังโพรงอากาศของโคมเงินทุกประเภทโดยมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอเช่นกัน แต่โพรงอากาศที่เกิดบนผนังโพรงอากาศของโคมที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนั้นมีขนาดใหญ่กว่าของโคมเงินที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโอ แต่ในรูปที่ 4.35 พบว่าโคมเงินที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมนี้มีโพรงอากาศขนาดใหญ่ทั้งที่มีขนาดใหญ่กว่าและที่ใกล้เคียงกับขนาดโพรงอากาศที่เกิดจากน้ำตาตลทรายขาวเกิดขึ้นมากกว่าในโคมเงินที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และผงเงินบริสุทธิ์ นอกจากนี้รูปร่างโพรงอากาศที่ได้ยังคงคล้ายกับผงที่ใช้เป็นสารตั้งต้นมากกว่าน้ำตาตลทรายขาวอีกด้วย ได้แสดงให้เห็นในรูปที่ 4.36 ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าโพรงอากาศขนาดใหญ่นี้จะถอดแบบมาจากซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่ถูกล้อมรอบด้วยชั้นเงินพรุน



รูปที่ 4.34 โครงสร้างมหภาคของโคมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเปรียบเทียบกับโคมเงินที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์



รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย SEM ของชิ้นงานโฟมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 กับผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น a) แสดงรูปร่างและขนาดโครงอากาศในโฟมเงิน b) ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม



รูปที่ 4.36 ภาพถ่าย SEM ของชิ้นงานโฟมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม a) แสดงรูปร่างและขนาดโครงอากาศในโฟมเงิน b) ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม

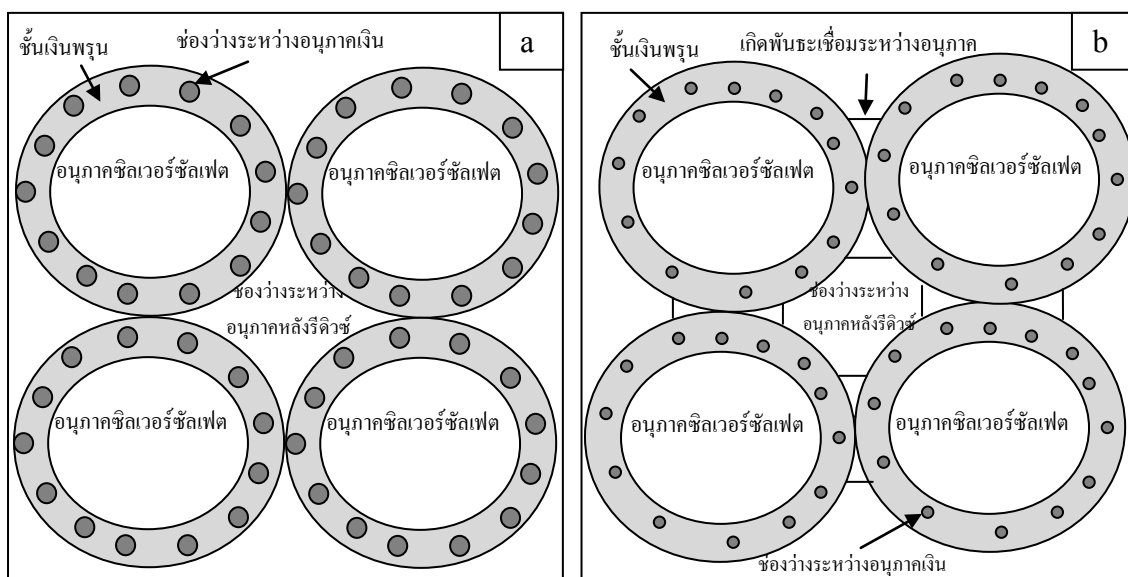
4.4.1. โฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม

โฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม โดยการนำสารตั้งต้นดังกล่าวรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล เพื่อทำให้ได้อนุภาคที่มีโครงสร้างเป็นชั้นเงินพรุนล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน และเมื่อนำมาพิจารณาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดแสดงผลในรูปที่ 4.38a เห็นได้ว่าอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์มีรูปทรงอนุภาคก่อนข้างกลมและมีชั้นเงินพรุนเคลือบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน

จากนั้นนำมาผลิตเป็นโฟมเงินด้วยกรรมวิธีที่กล่าวมาข้างต้น โดยแต่ละขั้นตอนนั้นส่งผลให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆดังต่อไปนี้

1) นำผงเหล่านี้มาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอกซึ่งได้ทำให้อนุภาคผงในรูปที่ 4.37a นี้ เมื่อผงดังกล่าวถูกอัดมีผลทำให้เกิดการเกาะติดกันดังรูป 4.37a โดยมีค่า Packing factor ประมาณ 0.74 เป็นผลให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคผงในรูปที่ 4.37a เกิดขึ้น หรือที่เรียกว่าช่องว่างที่เกิดจากการอัดดังแสดงให้เห็นในภาพจำลองสิ่งที่เกิดขึ้นในรูปที่ 4.37 และภาพโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากชิ้นงานจริงดังรูปที่ 4.38b

2) นำชิ้นงานจากข้อ 1 มาเผาผนึกซึ่งทำให้ในแต่ละอนุภาคในรูป 4.37 ที่อยู่ติดกันได้เกิดการเชื่อมต่อกันด้วยการสร้างพันธะโลหะของอนุภาคเงินที่อยู่บนซิลเวอร์ซัลเฟตในแต่ละอนุภาค และในขณะที่เดียวกันแต่ละอนุภาคเงินที่อยู่บนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตก็ได้มีการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันทำให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินมีขนาดเล็กดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.37b และ รูปที่ 4.38



รูปที่ 4.37 ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นหลังผ่านกระบวนการ a) อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกระบอก b) หลังเผาผนึก

3) จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาเผาผนึกและกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในด้วยการนำมาละลายในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% ทำให้อนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายในถูกกำจัดออกไปเกิดเป็นโพรงอากาศขึ้นมาแทนที่ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.38d

ดังนั้นโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้เป็นสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมที่ผลิตจากกรรมวิธีดังกล่าวนี้จึงสามารถผลิตโพรงอากาศที่มีหลายระดับขนาด (Multi-level Porosity) [37] โดยทราบขนาดโพรงอากาศจากการนำภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม SemAfore ซึ่งเป็นโปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้สำหรับวัดขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ได้พบว่าโพรงอากาศที่เกิดขึ้นมีขนาดดังต่อไปนี้

1) โพรงอากาศระดับขนาด 100-200 μm ที่เกิดจากการกำจัดน้ำตาลทรายขาวที่มีขนาดเดียวกัน

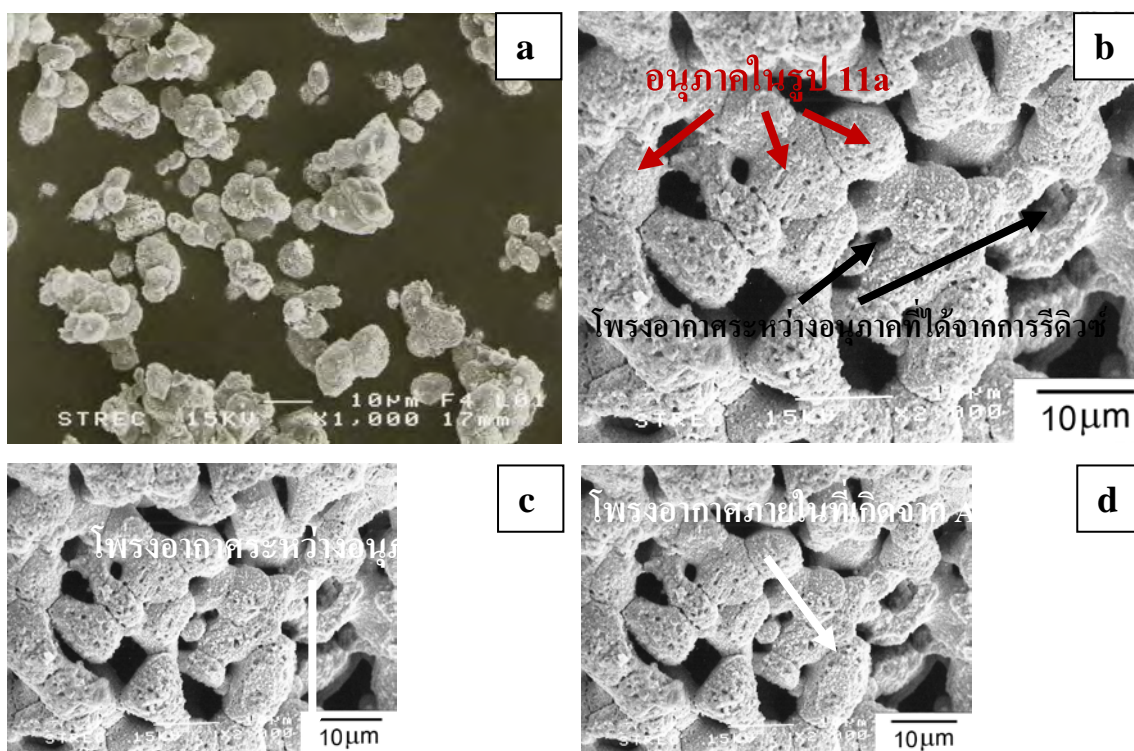
2) โพรงอากาศระดับขนาดนาโนเมตร (30-100 nm) และต่ำกว่าระดับไมโครเมตร (0.1-0.8 μm) ที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการรีดิวซ์ไม่สามารถเชื่อมต่อกันได้สมบูรณ์จึงเกิดเป็นโพรงอากาศขนาดดังกล่าวกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนผนังโพรงอากาศ

3) โพรงอากาศระดับขนาดไมโครเมตร (1-10 μm) ซึ่งเกิดได้จาก

3.1) โพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์หรือช่องว่างที่เกิดจากการอัดตัวกันของอนุภาคหลังขึ้นรูป

3.2) โพรงอากาศที่เกิดจากอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต

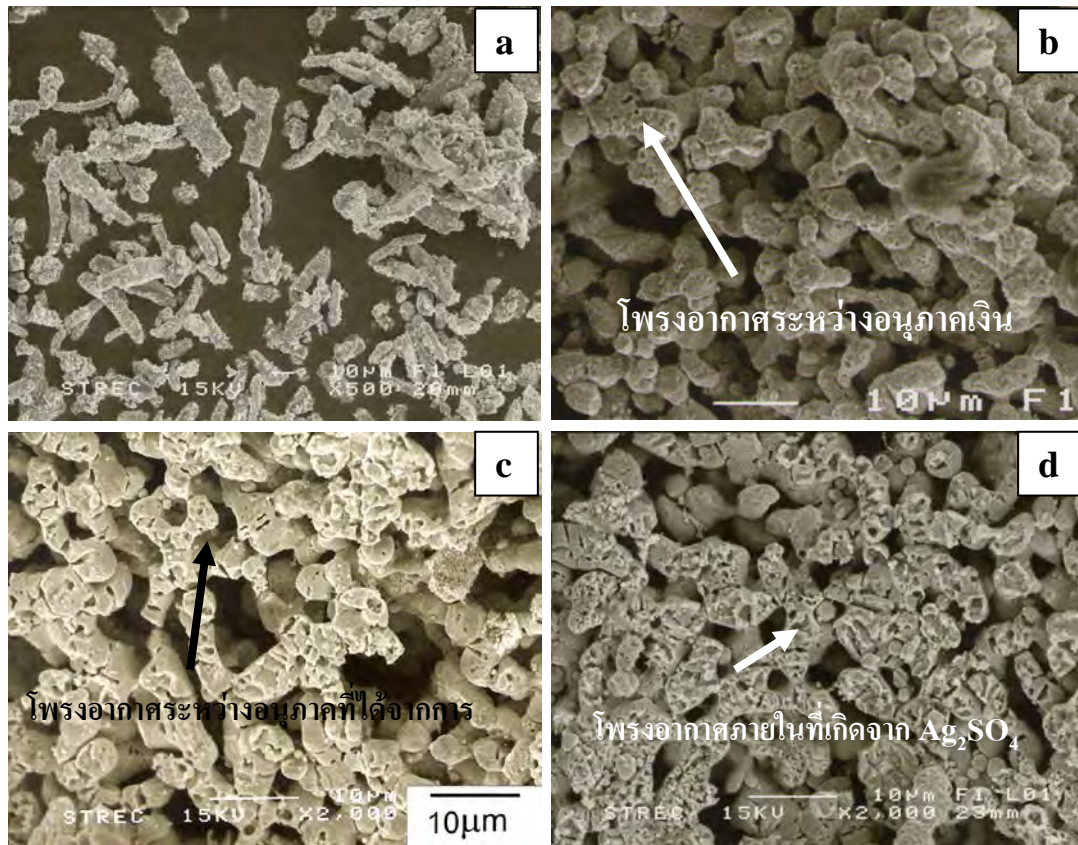
3.3) โพรงอากาศที่เกิดจากการแตกหักจากการผ่านกรรมวิธีต่างๆ



รูปที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคของโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงกลม b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคทรงกลมที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4

4.4.2. โฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง

โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง โดยการนำสารตั้งต้นดังกล่าวรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีโครงสร้างเป็นชั้นเงินพรุนล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน และเมื่อนำมาพิจารณาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดแสดงผลในรูปที่ 4.39a เห็นได้ว่าอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์มีรูปทรงอนุภาคแท่งและมีชั้นเงินพรุนเคลือบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน จากนั้นนำมาผลิตเป็นโฟมเงินด้วยกรรมวิธีที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในแต่ละขั้นตอนนั้นเหมือนกับในกรณีใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม คือ ชั้นงานที่ได้หลังจากการนำผงดังกล่าวมาอัดมีผลทำให้เกิดเกาะติดกันของอนุภาคผง แต่การจัดเรียงตัวของอนุภาครูปทรงแท่งนี้มีค่าน้อยกว่ากรณีรูปทรงกลมโดยพิจารณาได้จากค่า Packing factor ของทรงกระบอกซึ่งมีค่าเพียง 0.56 ซึ่งน้อยกว่าของรูปทรงกลมที่มีค่าเท่ากับ 0.74 จึงทำให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์ที่มีขนาดประมาณ 3-15 μm ใหญ่กว่าและมีจำนวนมากกว่าของทรงกลมดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.39c และเมื่อเผาผนึกแล้วอนุภาคแท่งหลังรีดิวซ์ที่อยู่ติดกันก็เกิดการสร้างพันธะเชื่อมต่อกัน และในเวลาเดียวกันอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตก็เกิดการสร้างพันธะโลหะเชื่อมต่อกัน แต่เนื่องจากชั้นเงินมีลักษณะพรุนการเชื่อมต่อกันจึงไม่สมบูรณ์ทำให้เกิดเป็นช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรเช่นเดียวกับปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลมเป็นสารตั้งต้น และเมื่อนำโพนดังกล่าวไปละลายในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25%แล้วก็จะเกิดโพรงอากาศรูปทรงแท่งที่ถอดแบบมาจากซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งที่มีขนาด 10-30 μm

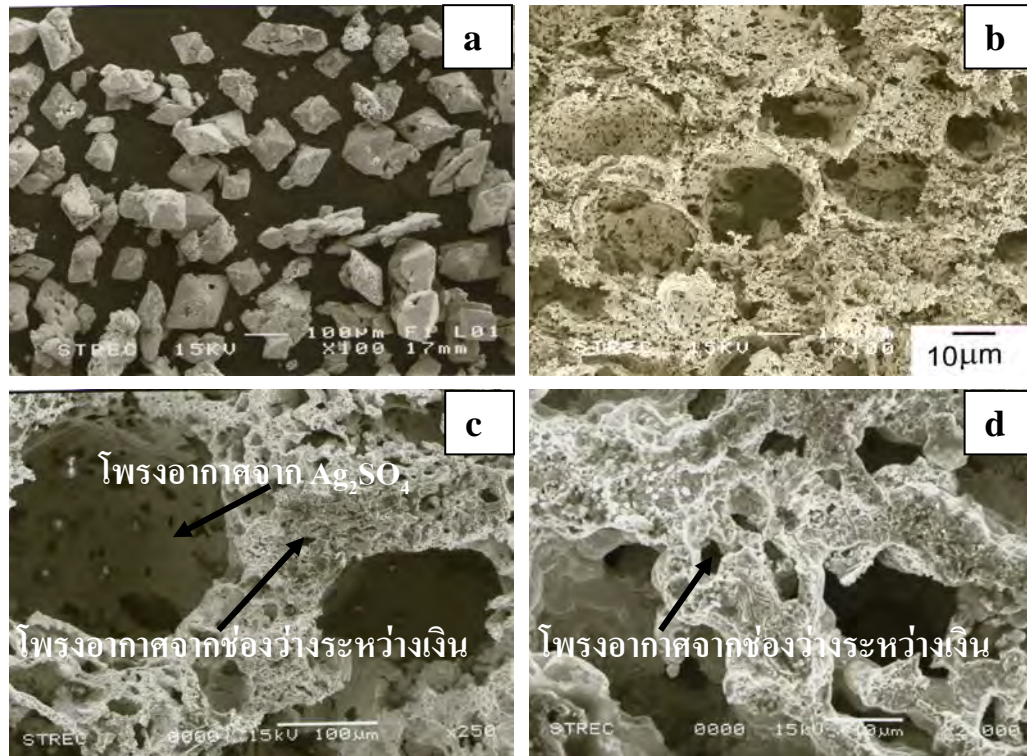


รูปที่ 4.39 โครงสร้างจุลภาคของโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงแท่ง b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคทรงแท่งที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4

4.4.3. โฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม

โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม โดยการนำสารตั้งต้นดังกล่าวรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีโครงสร้างเป็นชั้นเงินพรุนล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน และเมื่อนำมาพิจารณาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดแสดงผลในรูปที่ 4.40a เห็นได้ว่าอนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์มีรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมและมีชั้นเงินพรุนเคลือบซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน จากนั้นนำมาผลิตเป็นโฟมเงินด้วยกรรมวิธีที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในแต่ละขั้นตอนนั้นเหมือนกับในกรณีที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม และทรงแท่ง โดยโพรงอากาศที่เกิดขึ้นในโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมมีทั้งหมด 4 ชนิด ดังนี้ 1) โพรงอากาศที่เกิดจากน้ำตาล ขนาดอยู่ในช่วง $100\text{-}200\ \mu\text{m}$ 2) โพรงอากาศที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันของอนุภาค 3) โพรงอากาศที่เกิดจากการกำจัดซิลเวอร์ซัลเฟต ซึ่งโพรงอากาศทั้ง 3 ชนิดนี้มีขนาดใกล้เคียงกันมาก จนบางครั้งไม่สามารถระบุได้อย่างชัดเจนว่าโพรงอากาศขนาดดังกล่าวเกิดจากสาเหตุใด จึงต้องอาศัยรูปร่างในการจำแนกที่มา ตัวอย่างเช่น ถ้าโพรงอากาศมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยม ก็คาดว่าน่าจะถอดแบบมาจากซิลเวอร์ซัลเฟตรูป

ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม แต่ถ้ารูปทรงไม่แน่นอนก็น่าจะเป็นโพรงอากาศที่เกิดจากการจัดเรียงตัวของอนุภาค และ 4) โพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินซึ่งมีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร และขนาดในระดับไมโครเมตร ดังแสดงให้เห็นในรูป 4.40



รูปที่ 4.40 โครงสร้างจุลภาคของโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดเป็นสารตั้งต้นที่แสดงลักษณะโพรงอากาศที่เกิดขึ้น a) อนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงพีระมิดข b) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์ c) โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน d) โพรงอากาศที่เกิดจาก Ag_2SO_4

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตด้วยกรรมวิธี SDP ที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้าง ทรงแท่ง ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และผงบริสุทธิ์ที่ใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นน้ำตาลทรายขาวนั้นทำให้ทราบถึงความแตกต่างของการใช้สารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ซัลเฟต-รูปทรงต่างๆกับที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์ว่าโฟมเงินที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆที่ผ่านการรีดิวซ์ให้มีโครงสร้างอนุภาคผงเป็นชั้นเงินพรุนที่ล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นจะสามารถผลิตโฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่มีโพรงอากาศหลายระดับขนาดได้ คือ โพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร (30-99 nm) และระดับต่ำกว่าไมโครเมตร (0.1 μm) โพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์และที่ได้จากรอยแตกระหว่างการอัดและขึ้นตอนต่างๆซึ่งมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร (μm) โพรงอากาศในระดับ 100 μm ที่เกิดจากการใช้น้ำตาลทรายขาวเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และสุดท้ายก็คือโพรงอากาศที่เกิดจากซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีรูปทรงแตกต่างกันไปตามรูปทรงของซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น แต่ในขณะที่โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นในการ

ผลิตภัณฑ์ไม่สามารถผลิตโพรงอากาศที่มีหลายระดับขนาดได้ในกระบวนการผลิตเดียวกันดังแสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจนในรูปที่ 4.42d ดังนั้นจึงคาดว่าโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตได้จากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนั้นน่าจะมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่าโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากการใช้ผงเงินบริสุทธิ์ และจากการที่โฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนั้นมีโพรงอากาศหลายระดับขนาดจึงทำให้เหมาะแก่การนำไปใช้ทำเป็นตัวกรอง (Filter) ตัวถ่ายเทความร้อน (Heat exchanger) และ ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

ตาราง 4.4 สรุปโพรงอากาศที่เกิดขึ้นในโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ และที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์ โดยใช้น้ำตาลทรายขาวเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ

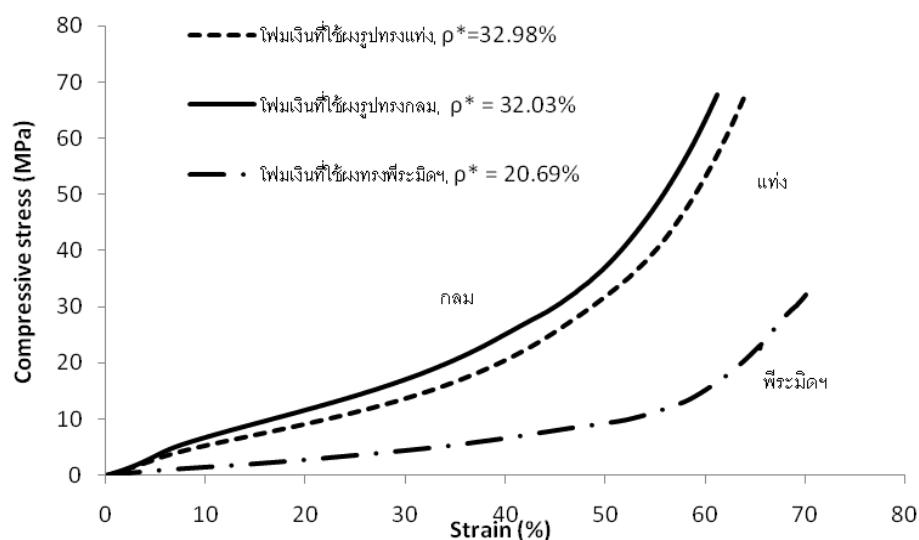
ลักษณะโพรงอากาศ	ขนาด (μm)	สาเหตุ	พบในโฟมเงินที่ใช้สารตั้งต้น
โพรงอากาศคล้ายน้ำตาลทรายขาว	100-200	เกิดจากการละลายน้ำตาลทรายขาวออกด้วยน้ำกลั่น	Ag_2SO_4 ทุกรูปทรง และ Pure Ag
โพรงอากาศระหว่างอนุภาคเงิน (ทรงกลม)	30-800 nm	ช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่เกิดจากการรีดิวซ์แล้วหลังเผาผนึกไม่สามารถเชื่อมต่อกันได้อย่างสมบูรณ์	Ag_2SO_4 ทรงกลม Ag_2SO_4 ทรงแท่ง
โพรงอากาศรูปทรงไม่แน่นอน	1-10	ช่องว่างระหว่างอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์	Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆ
โพรงอากาศรูปทรงขึ้นกับ Ag_2SO_4	4-250	เกิดจากการละลาย Ag_2SO_4	Ag_2SO_4 ทรงกลม (4-10 μm) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง (10-30 μm) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดฯ (80-250 μm)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตด้วยกรรมวิธี SDP ที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้าง ทรงแท่ง ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และผงบริสุทธิ์ที่ใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นน้ำตาลทรายขาวนั้นทำให้ทราบถึงความแตกต่างของการใช้สารตั้งต้นที่เป็นซิลเวอร์ซัลเฟต-รูปทรงต่างๆกับที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์ว่าโฟมเงินที่ได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆที่ผ่านการรีดิวซ์ให้มีโครงสร้างอนุภาคผงเป็นชั้นเงินพรุนที่ล้อมรอบซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นจะสามารถผลิตโฟมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่มีโพรงอากาศหลายระดับขนาดได้ คือ โพรง

อากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร (30-99 nm) และระดับต่ำกว่าไมโครเมตร ($0.1\mu\text{m}$) โพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์และที่ได้จากรอยแตกระหว่างการอัดและขั้นตอนต่างๆซึ่งมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร (μm) โพรงอากาศในระดับ $100\mu\text{m}$ ที่เกิดจากการใช้น้ำตาลทรายขาวเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ และสุดท้ายก็คือโพรงอากาศที่เกิดจากซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีรูปร่างแตกต่างกันไปตามรูปร่างของซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้น แต่ในขณะที่โพรงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นในการผลิตนั้นไม่สามารถผลิตโพรงอากาศที่มีหลายระดับขนาดได้ในกระบวนการผลิตเดียวกันดังแสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจนในรูปที่ 4.42d ดังนั้นจึงคาดว่าโพรงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตได้จากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนั้นน่าจะมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่าโพรงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตจากการใช้ผงเงินบริสุทธิ์ และจากการที่โพรงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนั้นมีโพรงอากาศหลายระดับขนาดจึงทำให้เหมาะแก่การนำไปใช้ทำเป็นตัวกรอง (Filter) ตัวถ่ายเทความร้อน (Heat exchanger) และ ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

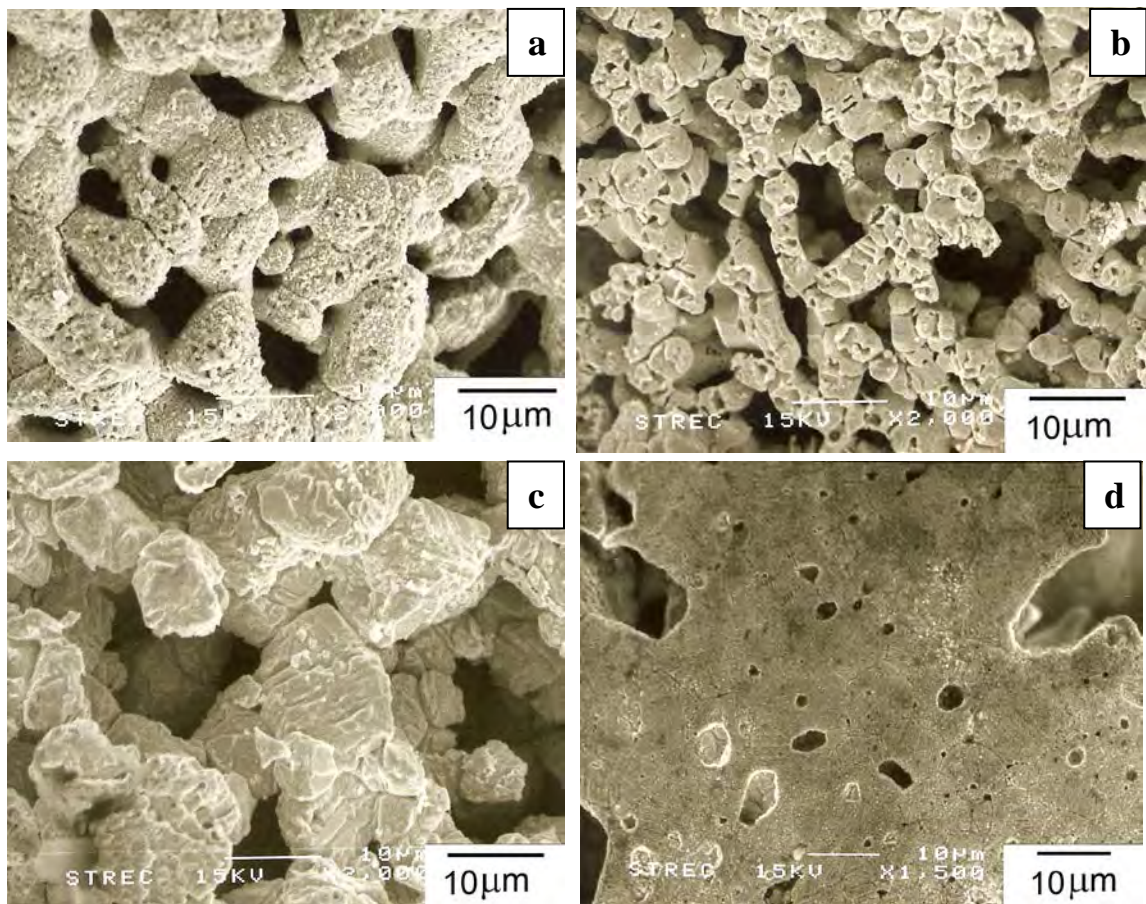
4.4.4. ความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัดของโพรงเงิน

จากการนำโพรงเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ทรงแท่ง และ ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม โดยการนำผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆนี้มารีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลเพื่อให้ได้ผงที่ผ่านการรีดิวซ์มาแล้วประมาณ 40% และใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็นน้ำตาลทรายขาวในปริมาณ 50 vol.% มาทำการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานแรงอัด ที่ใช้ความเร็วหัวกด 0.3 mm/min และสิ้นสุดการทดสอบที่ 60-70% ของความเครียด ได้แสดงผลการทดสอบให้เห็นในรูปที่ 4.41



รูปที่ 4.41 กราฟความเค้น-ความเครียด ที่ได้จากการทดสอบแรงอัดของชิ้นงานโพรงเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปร่างต่างๆเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม

จากรูปที่ 4.41 แสดงให้เห็นว่าโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมแน่นมีความแข็งแรงมากกว่าโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งและรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมเป็นสารตั้งต้น ตามลำดับ โดยพิจารณาได้จากค่าความเค้นพลาโตและความเค้น ณ จุดครากที่แสดงให้เห็นในตารางที่ 4.5 ซึ่งจะพบว่าโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมแน่นจะมีขนาดความเค้นพลาโตและความเค้นจุดครากที่แตกต่างจากโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงอื่นมาก ทั้งนี้่าจะมีสาเหตุมาจากขนาดอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมแน่นจะมีขนาดอยู่ในระดับ 100-250 μm แต่ในขณะที่ขนาดอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงก่อนข้างกลมแน่นจะมีขนาดอยู่ในช่วง 4 – 12 μm และรูปทรงแท่งแน่นจะมีค่าความกว้าง ความยาวอยู่ในช่วง 4-10 μm และ 9-25 μm ตามลำดับ ซึ่งการที่รูปร่างและขนาดที่แตกต่างกันมากนี้ทำให้การจัดเรียงตัวของอนุภาคมีความแตกต่างกันมาก โดยเฉพาะในกรณีอนุภาคผงที่ได้จากการรีดิวซ์รูปทรงพีระมิดแน่นมีขนาดใหญ่จึงทำให้เกิดโพรงอากาศที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมแน่นมีขนาดใหญ่ดังรูปที่ 4.42 และการที่โคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมีความหนาแน่น ($p^* = 20.69\%$) ต่ำกว่าโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก่อนข้างกลม ($p^* = 32.03\%$) และทรงแท่ง ($p^* = 32.98\%$) ซึ่งปัจจัยทั้งด้านขนาดโพรงอากาศที่ใหญ่กว่าและการมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ต่ำกว่าจึงทำให้มีความแข็งแรงต่ำกว่าโคมเงินซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงอื่นๆ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Seksak Asavavisithchai and Ekasit Nisaratanaporn [41] ที่ทำการศึกษาการผลิตโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้น้ำตาลทรายขาวเป็นตัวสร้างโพรงอากาศได้พบว่า ในกรณีที่โคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ใกล้เคียงกัน โคมเงินที่ใช้น้ำตาลทรายขนาดเล็กเป็นตัวสร้างโพรงอากาศ ($p^* = 27.38\%$) มีความแข็งแรงมากกว่าโคมเงินที่ใช้น้ำตาลทรายขนาดใหญ่เป็นตัวสร้างโพรงอากาศ ($p^* = 27.36\%$) และเมื่อใช้โคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้โพรงอากาศขนาดเดียวกัน แต่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่างกันนั้น โคมเงินที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มากกว่ามีความแข็งแรงมากกว่า นอกจากนี้ยังน่าจะเป็นผลมาจากรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมที่มีปลายแหลมที่ขอบและมุมซึ่งเป็นบริเวณที่ทำให้เกิดจุดศูนย์รวมความเค้น (Stress concentration) เกิดขึ้น ในขณะที่รูปทรงกลมและทรงแท่งนั้นมีการกระจายแรงที่ได้รับได้สม่ำเสมอกว่า จึงทำให้โคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมเกิดการแตกหักเสียหายได้ง่ายกว่าเมื่อได้รับแรงกระทำเท่ากับโคมเงินโครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมและทรงแท่งเป็นสารตั้งต้น



รูปที่ 4.42 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานโฟมเงินที่ได้รับจากกระบวนการ SDP ที่ใช้ Ag_2SO_4 รูปทรงต่างๆเป็นสารตั้งต้นเปรียบเทียบกับโฟมเงินที่ใช้ผงเงินเป็นสารตั้งต้น a) Ag_2SO_4 ทรงกลม b) Ag_2SO_4 ทรงแท่ง c) Ag_2SO_4 ทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม และ d) ผงเงินบริสุทธิ์

ในส่วนกรณีที่ใช้โฟมเงินที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมมีความแข็งแรงมากกว่ารูปทรงแท่งนั้น คาดว่าเป็นผลมาจากหลายสาเหตุดังนี้

1) จุดศูนย์รวมความเค้น (Stress concentration)

เมื่อโฟมเงินได้รับแรงกระทำ ในกรณีโฟมเงินที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมที่มีโพรงอากาศรูปทรงกลมจึงน่าจะมีความสามารถในการกระจายแรงที่ได้รับได้สม่ำเสมอกว่าในโฟมเงินที่ใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่ง เนื่องจากที่บริเวณปลายแท่งนั้นเป็นบริเวณที่มีโอกาสเกิดจุดศูนย์รวมความเค้นได้มากกว่าบริเวณอื่นจึงเป็นสาเหตุให้เกิดการแตกหักเสียหายได้ง่ายกว่า ซึ่งสอดคล้องกับในงานงานวิจัยของ B.Jing และคณะ [30] ที่ผลิตโฟมอะลูมิเนียม โครงสร้างแบบเปิดด้วยกระบวนการ SDP โดยใช้ตัวสร้างโพรงอากาศเป็น Carbamide ทั้งนี้เพื่อทำการศึกษาผลของรูปร่างโพรงอากาศที่มีผลต่อโฟมโลหะที่ได้รับ โดยรูปทรงที่ทำศึกษามี 2 แบบคือ แบบทรงกลม (Spherical) และ แบบ Strip ก็พบว่าโฟมอะลูมิเนียม โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้คาร์โบไมด์รูปทรงกลมมีความแข็งแรงมากกว่าในกรณีที่ใช้ Carbamide รูปทรงแท่ง

2) ความแข็งแรงของผนังโพรงอากาศ

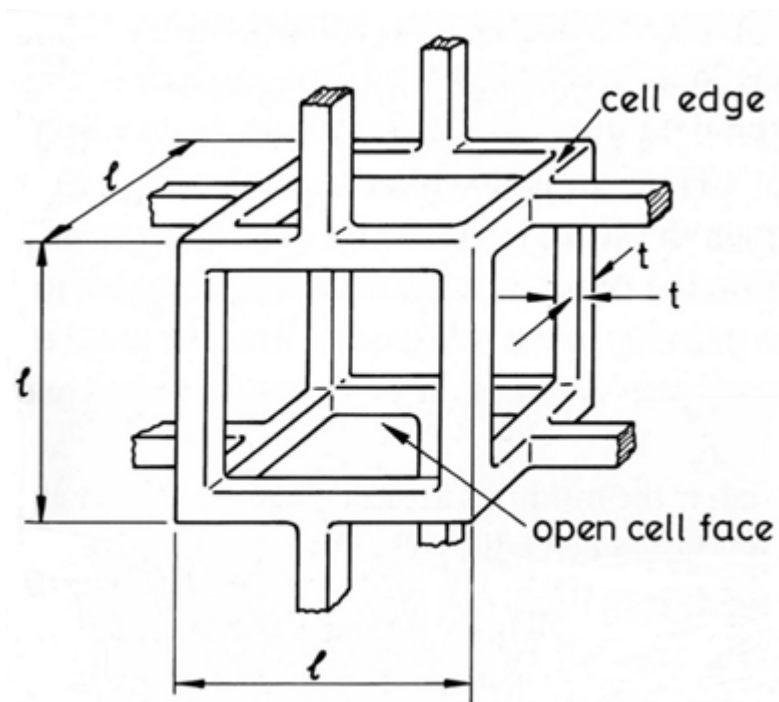
โพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลมที่มีความแข็งแรงของโครงสร้างโพรงอากาศมากกว่าในกรณีที่ใช้รูปทรงแท่งเป็นสารตั้งต้น ทั้งนี้เนื่องมาจากอนุภาคทรงกลมมีบริเวณที่สัมผัสกันระหว่างอนุภาคมากกว่าในรูปทรงแท่ง จึงทำให้บริเวณที่เชื่อมต่อกันมีมากขึ้น ดังนั้นพื้นที่การเชื่อมต่อกันของผนังโพรงอากาศก็เพิ่มขึ้นด้วยจึงทำให้มีความแข็งแรงมากกว่า โดยพิจารณาจากอนุภาคทรงกลมมีการอัดเรียงตัวได้หนาแน่นกว่าอนุภาครูปทรงแท่งซึ่งพิจารณาได้จากค่า Packing factor ของอนุภาคทรงกลม และทรงแท่งมีค่าเท่ากับ 0.74 และ 0.56 ตามลำดับ ยิ่งไปกว่านั้นคือการที่อนุภาครูปทรงแท่งมีค่า Packing factor ที่มากกว่าจึงเป็นผลให้มีช่องว่างระหว่างอนุภาคที่ได้จากการรีดิวซ์ที่มากกว่าและมีขนาดใหญ่กว่าจึงอาจมีผลให้มีความแข็งแรงต่ำกว่าในกรณีโพลีเมอร์ที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงกลม ซึ่งสอดคล้องกับ Deqing et al [42] ที่พบว่า โพรงอากาศสามารถที่จะรับแรงอัดก่อนที่จะเกิดการแตกหักเสียหายได้มากขึ้นเมื่อโครงสร้างโพรงอากาศหรือผนังโพรงอากาศมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.5 แสดงสมบัติทางกลที่ได้จากการทดสอบความต้านทานแรงอัด

โพลีเมอร์ โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้ Ag ₂ SO ₄ รูปทรงต่างๆ	ความหนาแน่น (g/cm ³)	Yield Strength (MPa)	Yield Strength Ashby model (MPa)
ทรงกลม	3.36	5.20	0.412
ทรงแท่ง	3.46	4.50	0.431
ทรงพีระมิดๆ	2.17	1.80	0.214

จากตารางที่ 4.5 พบว่าค่าความเค้นจุดครากของโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ได้จากการใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆนั้นมีค่ามากกว่าค่าที่ได้จากการคำนวณในสมการของ Ashby ในบทที่ 2 เป็นอย่างมาก ทั้งนี้เพราะค่าที่ได้จากการคำนวณเป็นค่าทางทฤษฎีที่จำลองรูปร่างโพรงอากาศเป็นแบบลูกบาศก์(Cubic) เพียงขนาดเดียวเท่านั้น ดังรูปที่ 4.43 แต่สำหรับในงานวิจัยนี้โพรงอากาศที่เกิดขึ้นในโพลีเมอร์โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆนี้ในแต่ละชิ้นงานได้มีโพรงอากาศหลายระดับขนาด และยังมีความซับซ้อนในเรื่องโครงสร้างโพรงอากาศอีกด้วย อาทิเช่น การมีโพรงอากาศที่มีผนังโพรงอากาศล้อมรอบที่คล้ายจะเป็น โครงสร้างแบบปิด แต่ที่บริเวณผนังโพรงอากาศกลับมีโพรงอากาศขนาดเล็กกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ เป็นต้น ซึ่งโครงสร้างที่ซับซ้อนดังกล่าวนี้อาจเป็นผลให้กลไกการการแตกหักหรือเสียหายของโพลีเมอร์เมื่อได้รับแรงกระทำแตกต่างไปจากกลไกที่ทางทฤษฎีตั้งสมมติฐานไว้ จึงทำให้ค่าความเค้น ณ จุดคราก

ของโฟมเงินดังกล่าวเบี่ยงเบนไปจากค่าที่ได้จากการคำนวณด้วยแบบจำลองของ Ashby เป็นอย่างมาก



รูปที่ 4.43 รูปร่างของโพรงอากาศในแบบจำลอง Ashby สำหรับโฟมที่มีโครงสร้างแบบเปิด [27]

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1) ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งมีจำนวนระนาบ (202) มากที่สุด รองลงมาคือรูปทรงค่อนข้างกลม และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยม ตามลำดับ แต่รูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมกลับมีจำนวนระนาบ (004) มากกว่า รูปทรงค่อนข้างกลม และรูปทรงแท่ง ตามลำดับเช่นกัน

2) ปฏิกริยารีดักชันระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟต รูปทรงค่อนข้างกลม รูปทรงแท่ง และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมนี้เป็นปฏิกิริยาเคมีแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous reaction) และถูกควบคุมด้วยกลไกการแพร่ (diffusion control) โดยปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นที่บริเวณผิวสัมผัสของสารตั้งต้นเท่านั้น และค่อยๆเกิดเข้าไปด้านในของอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต จนเกิดเป็นชั้นเงินลักษณะคล้ายปะการังสมองล้อมรอบอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตที่อยู่ภายใน และสามารถผลิตเป็นผงเงินบริสุทธิ์ทรงกลวงรูปทรงต่างๆได้ตามรูปทรงซิลเวอร์

3) การรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในช่วงอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีที่ 30-60°C และ 3-30 นาที ตามลำดับ ในช่วงที่ทำการศึกษาไม่สามารถรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ได้อย่างสมบูรณ์ แต่สามารถควบคุมรูปร่างอนุภาคผงที่ได้รับจากการเลือกใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตที่มีรูปทรงที่ต้องการได้

3.1) ในช่วงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการศึกษาการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆ เมื่อใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นส่งผลให้ปริมาณเงินที่เกิดบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย ปริมาณเงินที่ได้สูงสุดในรูปทรงค่อนข้างกลม, รูปทรงแท่ง, และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมีค่าเท่ากับ 45.33%, 50.15% และ 38.55% ตามลำดับ

3.2) ในช่วงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการศึกษาการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆเมื่อใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคเงินเฉลี่ยที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีขนาดใหญ่ขึ้นด้วย โดยเฉพาะการเพิ่มอุณหภูมิจะส่งผลมากกว่าการเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยา แต่เวลาที่เพิ่มขึ้นนี้มีผลให้อนุภาคเงินมีการเชื่อมต่อกันมากขึ้น จนกระทั่งเกิดเป็นแผ่น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ได้รับของรูปทรงค่อนข้างกลม, รูปทรงแท่ง, และรูปทรงพีระมิดคู่ฐานสี่เหลี่ยมมีค่าเท่ากับ 80-107 nm, 175-230 nm และ 161-220 nm ตามลำดับ

4) ปฏิกริยารีดักชันระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่างๆเป็นปฏิกิริยาเคมีประเภท diffuse ผ่าน product layer โดยมีกลไกการแพร่เป็นตัวควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี ดังนั้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเคมีเพิ่มขึ้นอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีจะช้าลง

5) อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีของปฏิกิริยารีดักชันนี้ขึ้นกับพื้นที่ผิวสัมผัส ระยะเวลาผลึก และรูปทรงซิลเวอร์ซัลเฟตที่ใช้เป็นสารตั้งต้นซึ่งเป็นผลจากแต่ละรูปทรงนั้นมีจำนวนระนาบต่างๆไม่เท่ากัน ในการเปรียบเทียบโดยระนาบ (202) เป็นระนาบที่มีโอกาสโลหะเงินเกิดได้ง่ายและมากกว่าระนาบ (131) และ (004) ตามลำดับ

6) ผงที่ได้จากการรีดิวซ์ซิลเวอร์ซัลเฟตสามารถนำไปใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตโม่เงิน โครงสร้างแบบเปิดด้วยกรรมวิธี SDP ได้ และเป็น Replication process วิธีหนึ่ง

7) โม่เงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนี้สามารถควบคุมรูปร่างและขนาดโพรงอากาศได้จากการเลือกใช้รูปทรงสารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต และตัวสร้างโพรงอากาศซึ่งในที่นี้ก็คือ น้ำตาลทรายขาว

8) โม่เงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ผลิตด้วยกระบวนการ SDP โดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นสารตั้งต้นนี้สามารถผลิตโม่เงินที่มีปริมาณความพรุนได้มากที่สุดประมาณ 80% และมีความสม่ำเสมอของโครงสร้างโพรงอากาศมากกว่ากรณีที่ใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้น

9) โม่เงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟต และใช้น้ำตาลเป็นตัวสร้างโพรงอากาศนี้ ในการทดสอบความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัดโม่เงินที่ใช้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงค่อนข้างกลมมีความแข็งแรงมากที่สุด (5.2 MPa) รองลงมาคือ รูปทรงแท่ง (4.8 MPa) และทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม (1.8 MPa) ตามลำดับ

10) การผลิตโม่เงิน โครงสร้างแบบเปิดด้วยผงที่ผ่านกระบวนการดังกล่าวนี้จัดเป็นนวัตกรรมใหม่ของการผลิตโม่เงิน ที่สามารถผลิตโพรงอากาศได้หลายระดับขนาด (Multi-level porosity) โดยมีขนาดตั้งแต่ระดับนาโนเมตร (30-100 nm) ระดับต่ำกว่าไมโครเมตร (0.1-0.8 μm) ซึ่งเกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคเงินที่ได้หลังรีดิวซ์ ระดับไมโครเมตร (1-10 μm) โดยได้มาจากช่องว่างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวของอนุภาค ระดับหลักหรือไมโครเมตร ได้จากการกำจัดตัวสร้างโพรงอากาศน้ำตาลทรายขาว ออกไป และโพรงอากาศที่มีรูปทรงเช่นเดียวกับผงตั้งต้นที่ถอดแบบจากซิลเวอร์ซัลเฟตจึงเรียกวิธีนี้ได้ว่า “Self-spaced holder method”

5.2 ข้อเสนอแนะ

1) ในการกรองเพื่อแยกผงที่ได้จากการรีดิวซ์กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลเป็นไปได้ยาก ซึ่งอาจเป็นสาเหตุให้ผลการทดลองที่ได้คลาดเคลื่อนไปจากความจริงก็เป็นได้ จึงควรพัฒนาขั้นตอนดังกล่าวให้ดีขึ้น โดยอาจใช้ระบบสุญญากาศในการกรองที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น

2) ในการกวนของผสมของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลกับซิลเวอร์ซัลเฟตนั้นควรมีการออกแบบเครื่องกวนให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น เช่น เครื่องกวนที่ใช้หลักการกวนแบบเครื่องซักผ้า เป็นต้น เพราะการใช้ Magnetic stirrer และใบพัดในการกวนนี้ทำให้เกิดบริเวณที่เรียกว่า Dead zone เกิดขึ้น

3) ควรมีการศึกษาการทดสอบความแข็งแรงในการต้านทานแรงอัด โฟมเงินที่ใช้ผงที่ผ่านกรรมวิธีดังกล่าวเปรียบเทียบกับการใช้ผงเงินบริสุทธิ์เป็นสารตั้งต้นด้วย

4) โฟมเงิน โครงสร้างแบบเปิดที่ได้รับนี้มีความพิเศษในด้านขนาดโพรงอากาศที่เกิดขึ้นจึงควรนำไปทดสอบหาพื้นที่ผิวสัมผัส และความสามารถในการฆ่าเชื้อโรค เพื่อที่จะได้นำมาวิเคราะห์และพัฒนาโฟมเงินดังกล่าวให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในชีวิตประจำวันได้จริง อาทิเช่น ตัวกรอง (Filter) ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น รวมทั้งคุณสมบัติอื่นๆอีกด้วย

รายการอ้างอิง

- [1] David, R.S. and Fickett, F.R. Low-Temperature Properties of silver. J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. **100** (March-April 1995): 119-171.
- [2] Li, W.R., Xiao, B.X., Qing, S.S., Hai, Y.Z., You, S.O.Y and Yi, B.C. Antibacterial activity and mechanism of silver nanoparticles on Escherichia coli. Appl Microbiol Biotechnol **85** (2010):1115-1122.
- [3] Hatchett, D.W. and S. Henry. Electrochemistry of Sulfur Adlayers on the Low-Index Faces of Silver. J. Phys. Chem. **100** (1996): 9854-9859.
- [4] Michael, A., and Tony, E. Metal foams. JUN-2000. BUTTERWORTH HEINEMANN.
- [5] Feng, Q., Dang, Z., Li, N. and Cao, X. Preparation and dielectric property of Ag-PVA nanocomposite. Materials Science and Engineering B **99** (2003): 325-328.
- [6] สำนักงานกองทุนสนับสนุนงานวิจัย, [ออนไลน์], 20. แหล่งที่มา: http://www.trf.or.th/News/Content.asp?Art_ID=397 [2552, สิงหาคม 24].
- [7] Alibaba.com Ltd. [Online]. Available from: http://www.alibaba.com/product-free/100828256/Antimicrobial_Cast_Padding.html [2009, July 21].
- [8] Fujimaru, A. Clay composition for shaping noble metal and method for production of sinter of noble metal. AIDA Chemical Industries. 2003.
- [9] Howard, D., Glicksman and DuPont Company. ASM HANDBOOK, (7), Powder Metal Technologies and Applications.” Asm international, 1998.
- [10] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/Silver> : Wikimedia Foundation, 2008.
- [11] The Columbia Encyclopedia, Sixth Edition. Columbia University Press, 2008
- [12] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/NaOH> : Wikimedia Foundation, 2008.
- [13] Keller, H., and Erb, U. “Dictionary of Engineering Materials.” John Wiley & Sons, 2004.
- [14] GNU Free Documentation License. <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol> : Wikimedia Foundation, 2008.
- [15] GNU Free Documentation License. http://en.wikipedia.org/wiki/Silver_sulfate : Wikimedia Foundation, 2008.
- [16] The Sigma-Aldrich Library of Chemical Safety Data, Edition II.

- [17] Hawley, G.G.. The Condensed Chemical Dictionary, 11e ed., New York N.Y., Van Nostrand Reinold, 1987.
- [18] Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Series. Wiley-VCH, 2003.
- [19] ไสว คำนชัยจิตตร. เอกสารประกอบการสอนวิชา POWDER METALLURGY. ภาควิชาโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [20] Nersisyan, H.H., Lee, J.H., Son, H.T., Won, C.W. and Maeng, D.Y. A new and effective chemical reduction method for preparation of nanosized silver powder and colloid dispersion. Materials Research Bulletin 38 (2003): 949–956.
- [21] Li, R., et al. Study of fine silver powder from AgOH slurry by hydrothermal techniques. J. Mater. Proc. Technol 137 (2003): 55-59.
- [22] Sinha, A., Sharma, B.P. Preparation of silver powder through glycerol process. Bull. Mater. Sci. 28 (June 2005) : 213-217.
- [23] นายชาญเชาว์ เลิศล้ำมีชัย และนาย พัฒนวงศ์ โขครตนสมบัติ, ผลของอุณหภูมิและเวลาต่อการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ ด้วยกลีเซอรอล, วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550.
- [24] Sun, Y.and Xia, Y. Shape-Controlled Synthesis of Gold and Silver Nanoparticle. Science Magazine 13 (December 2002): 2176-2179.
- [25] นายโกเมน หมายมั่น. การเตรียมผงเงินจากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550.
- [26] นายอัสนัย ใจปลื้ม. การผลิตผงเงินโดยใช้กลีเซอรอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต. ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2551.
- [27] Banhart, J. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. Progress in Materials Science 46 (2001): 559-632.
- [28] มาริสา คุณชนวงศ์ [ออนไลน์], 2549. แหล่งที่มา:http://www2.mtec.or.th/th/news_st/news_st_detail.asp?newsid=95:ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, [2549, สิงหาคม 23].
- [29] Zhao, Y.Y. and Sun, D.X. A NOVEL SINTERING-DISSOLUTION PROCESS FOR MANUFACTURING Al FOAMS. Scripta Mater. 44 (2001): 105-110.
- [30] Jiang, B., Zhao, N.Q., Shi, C.S. and Li, J.J. Processing of open cell aluminum foams with tailored porous morphology. Scripta Materialia 53 (2005): 781-785.

- [31] Gibson, L. J. and Ashby, M. F. Cellular Solids Structure and properties. Second Edition. Cambridge: Cambridge University Press, 1997.
- [32] Degischer H.P. and Kriszt B. Handbook of Cellular Metals. Wiley-VCH Verlag, 2002.
- [33] Jiang, B., et al. A novel method for making open cell aluminum foams by powder sintering process. Materiala Letters 59 (2005): 3333-3336.
- [34] Sun, D.X. and Zhao, Y.Y. Static and dynamic Energy Absorption of Al foams Produced by the Sintering and Dissolution Process. Metallurgical and Materials Transaction B 34 (February 2003): 69-74.
- [35] Gu, X., Nie, C., Lai, Y. and Lin, C. Synthesis of silver nanorods and nanowires by tartrate-reduced route in aqueous solutions. Materials Chemistry and Physics 96 (2006): 217-222.
- [36] Chou, K.S. and Lai, Y.S. Effect of polyvinyl pyrrolidone molecular weights on the formation of nanosized silver colloids. Materials Chemistry and Physics 83 (2004): 82-88.
- [37] Asavavisithchai, S. and Nisaratanaporn, E. and Boonyongmaneerat, Y. A Novel Method to Produce Silver Foams with Multilevel Porosities. Chiang Mai J. Sci. 36 (2009): 296-301.
- [38] Sohn, H.Y., and Wadsworth, M.E. Rate Processes of Extractive Metallurgy. Plenum Press New York and London.
- [39] Sondi, I., Goia, D.V. and Matijevi, E. Preparation of highly concentrated stable dispersions of uniform silver nanoparticles. Journal of Colloid and Interface Science 260 (2003): 75-81.
- [40] Farahmand, F., Moradkhani, D., Safarzadeh, M.S. and Rashchi, F. Optimization and kinetics of the cementation of lead with aluminum powder. Hydrometallurgy 98 (2009): 81-85.
- [41] Asavavisithchai, S. and Nisaratanaporn, E. Fabrication of Open-Cell Silver Foams Using Disaccharide as Space Holders. Chiang Mai J. Sci. 37 (2010): 222-230.
- [42] Deqing, W. and Ziyuan, S. Effect of ceramic particle on cell size and wall thickness of aluminium foam. Materials Science and Engineering A 361 (2003): 45-49

ภาคผนวก (Appendix)

ภาคผนวก

1. การคำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ใช้

การหาปริมาณสารในหน่วยโมล สามารถหาได้จากน้ำหนักของสารในหน่วยกรัมหารด้วยมวลโมเลกุลของสารนั้น

$$\text{อัตราส่วน โดยโมลของสาร A ต่อ สาร B} = \frac{\text{จำนวนโมลของสาร A}}{\text{จำนวนโมลของสาร B}}$$

ตัวอย่างเช่น การหาอัตราส่วน โดยโมลของตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตต่อ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีค่าเท่ากับ 1:2

ซิลเวอร์ซัลเฟต(Ag_2SO_4) มวลโมเลกุลเท่ากับ $311.87 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

โซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH) มวลโมเลกุลเท่ากับ $40.00 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ อัตราส่วนโมล

ระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 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 100 กรัม ในกลีเซอรอล 1000 ml.

ดังนั้นจะต้องใช้สารละลายกลีเซอรอลผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์ $(1000/100) \times 2.57$ เท่ากับ 25.7 ml.

2. การเตรียมสารละลายความเข้มข้นจากผงชนิดต่างๆ

นำผงที่ต้องการทำเป็นสารละลายไปชั่งน้ำหนักแล้วจึงนำมาละลายน้ำ โดยสัดส่วนของน้ำหนักผงต่อปริมาณน้ำที่ใช้สามารถคำนวณได้จากสมการต่อไปนี้

$$\text{จากสมการ} \quad M = M_w (\text{g/mol}) \times C (\text{mol/l}) \times V(\text{ml}) / 1000$$

เมื่อ	M	คือ น้ำหนักสารเคมีที่ใช้ (g)
	M_w	คือ มวลโมเลกุล (g/mol)
	V	คือ ปริมาตรสารละลาย (ml)
	C	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย (mol/l)

ตัวอย่าง การเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดความเข้มข้น 0.125 mol/l ปริมาตร 20 ml ผงซิลเวอร์ไนเตรดมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 170 g/mol แทนค่าได้ดังนี้

$$\begin{aligned} M &= 170 \text{ g/mol} \times 0.125 \text{ mol/l} \times 20 \text{ ml} \\ &= 0.425 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น จึงต้องชั่งผงซิลเวอร์ไนเตรต 0.425 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่น 20 ml จะได้สารละลายความเข้มข้น 0.125 mol/l

3. การเจือจางสารละลายให้มีความเข้มข้นตามที่ต้องการ

การเจือจางสารละลาย คือ การนำสารละลายที่มีความเข้มข้นสูงมาเติมตัวทำละลายลงไป เพื่อลดความเข้มข้นของสารละลายให้น้อยลง ความเข้มข้นของสารละลายนั้นจะขึ้นอยู่กับปริมาณตัวทำละลายที่เติม ซึ่งสามารถคำนวณได้จาก

ตัวอย่าง ต้องการเจือจางกรดไนตริกความเข้มข้น 1 mol/l ปริมาตร 10 ml ให้เป็น 0.1 mol/l

จากสมการ $C_1V_1 = C_2V_2$

เมื่อ	C_1	คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่จะเจือจาง (mol/l)
	C_2	คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่ต้องการ (mol/l)
	V_1	คือ ปริมาตรของสารละลายที่จะเจือจาง (ml)
	V_2	คือ ปริมาตรของสารละลายที่ต้องการ (ml)

แทนค่าในสมการได้ดังนี้

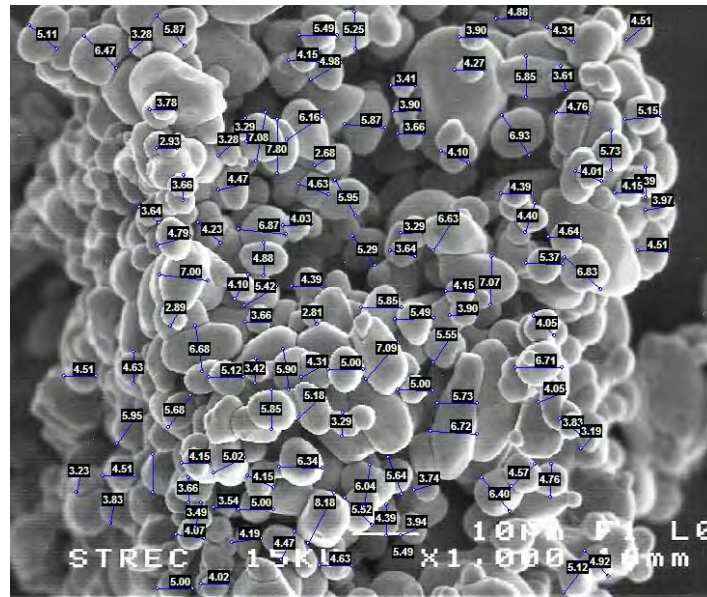
$$\begin{aligned} V_2 &= C_1V_1 / C_2 \\ &= 1 \text{ mol/l} \times 10 \text{ ml} / 0.1 \text{ mol/l} \\ &= 100 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้นสารละลายใหม่ที่ต้องการจะมีปริมาตร 100 ml คือต้องเติมน้ำกลั่น ไปจนสารละลายที่ความเข้มข้นใหม่มีปริมาตรครบ 100 ml

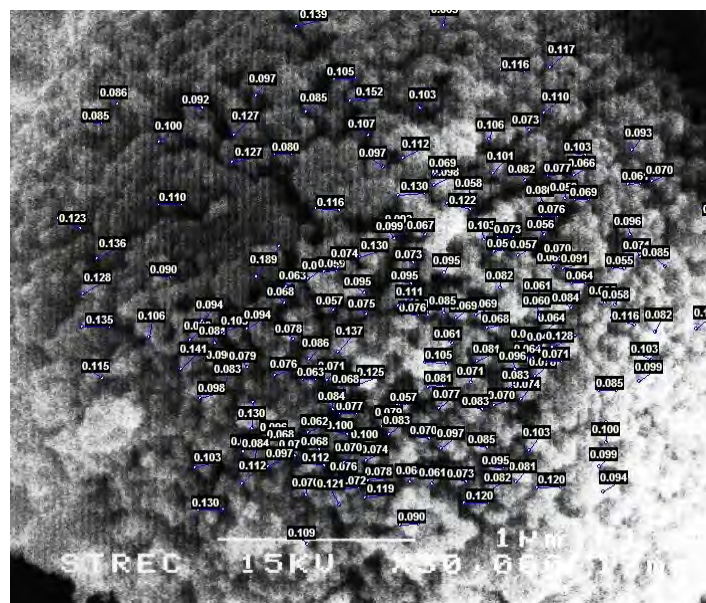
4. การวัดขนาดอนุภาคของสาร

การวัดขนาดอนุภาคของสารต่างสามารถทำได้โดยการนำผงชนิดต่างๆที่ต้องการทราบขนาดอนุภาคไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) จากนั้นนำภาพที่ได้มาวัดขนาดด้วยโปรแกรมทางคอมพิวเตอร์ที่ชื่อว่า *SemaFore* โดยใช้วิธีการตามมาตรฐาน *ASTM standard E20*

ตัวอย่างการวัดขนาดอนุภาคผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยโปรแกรมดังกล่าว



รูปที่ ก.1 แสดงการวัดขนาดรูพรุนจากภาพถ่าย *SEM* ของผงซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงก้อนข้างกลม ตัวอย่างการวัดขนาดรูพรุนของผงซิลเวอร์ซัลเฟตด้วยโปรแกรมดังกล่าว



รูปที่ ก.2 แสดงการวัดขนาดรูพรุนจากภาพถ่าย *SEM* ของอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตที่ได้จากการรีดิวซ์ที่ 45°C 15 min

5. การคำนวณความหนาของชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟต

เนื่องจากไม่สามารถวัดความหนาของชั้นเงินที่เกิดขึ้นบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตได้ จึงต้องทำการคำนวณแทน แต่ค่าที่ได้จากการคำนวณนี้เป็นค่าโดยประมาณ และอยู่ภายใต้สมมติฐานดังต่อไปนี้ การเกิดปฏิกิริยารีดักชันและสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงต่าง ๆ นั้นเป็นแบบ Inward และอัตราการเกิดปฏิกิริยาในทุกทิศทางบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเท่ากัน

5.1. การคำนวณหาความหนาของอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตทรงกลม

กำหนดให้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตมีอนุภาคเป็นทรงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ $2r_1$ และอัตราการเกิดปฏิกิริยาเท่ากันในทุกทิศทางบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟต

ก่อนทำปฏิกิริยาเคมี

จาก ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเท่ากับ 5.45 g/cm^3

$$\text{ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟต (D)} = \frac{\text{มวลซิลเวอร์ซัลเฟต (M)}}{\text{ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟต (V)}}$$

ปริมาตรอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต จำนวน 1 อนุภาค มีค่าเท่ากับ $\frac{4}{3}\pi r^3$

$$\text{ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งหมด } M_1 \text{ กรัม (V): } V_1 = \frac{M_1}{D}$$

$$\text{จำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตน้ำหนัก } M_1 \text{ กรัม (n): } n = \frac{3M_1}{4\pi r^3 D}$$

หลังทำปฏิกิริยาเคมี

$$\text{น้ำหนักซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (M}_2\text{): } M_2 = M_1 - \left(\frac{\% \text{reduction}}{100} \times M_1\right)$$

เนื่องจากจำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมีจำนวนคงที่ ดังนั้นจึงสามารถหาขนาดอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตหลังทำปฏิกิริยาได้

$$\text{ปริมาตรซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (V}_2\text{): } V_2 = \frac{M_2}{5.45}$$

$$\text{ดังนั้นในแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างมีรัศมีอนุภาค (r}_2\text{): } r_2 = \left(\frac{3M_2}{4\pi n D}\right)^{\frac{1}{3}}$$

จึงทราบค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งมีค่าเท่ากับ $2r_2$

ดังนั้น ความหนาของชั้นเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตจึงมีค่าเท่ากับ $r_1 - r_2$

5.2. การคำนวณหาความหนาของอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตทรงแท่ง

จาก กำหนดให้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตมีอนุภาคเป็นทรงกระบอกมีรัศมีและความสูงเฉลี่ยเท่ากับ r และ h ตามลำดับ โดยมีอัตราส่วนรัศมีต่อความสูงเท่ากับ a

ก่อนทำปฏิกิริยาเคมี

ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเท่ากับ 5.45 g/cm^3

$$\text{ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟต (D)} = \frac{\text{มวลซิลเวอร์ซัลเฟต (M)}}{\text{ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟต (V)}}$$

ปริมาตรอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต จำนวน 1 อนุภาค มีค่าเท่ากับ $\pi r^2 h$

$$\text{ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งหมด } M_1 \text{ กรัม (V): } V_1 = \frac{M_1}{D}$$

$$\text{จำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตน้ำหนัก } M_1 \text{ กรัม (n): } n = \frac{M_1}{\pi a^2 h^3 D}$$

หลังทำปฏิกิริยาเคมี

$$\text{น้ำหนักซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (M}_2\text{): } M_2 = M_1 - \left(\frac{\% \text{reduction}}{100} \times M_1\right)$$

เนื่องจากจำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมีจำนวนคงที่ ดังนั้นจึงสามารถหาขนาดอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตหลังทำปฏิกิริยา

$$\text{ปริมาตรซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (V}_2\text{): } V_2 = \frac{M_2}{5.45}$$

ดังนั้นในแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างมีค่าสูงของอนุภาคทรงกระบอก (h_2):

$$h_2 = \left(\frac{M_2}{\pi n a^2 D} \right)^{\frac{1}{3}}$$

จึงทราบค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งมีค่าเท่ากับ h_2

ดังนั้น ความหนาของชั้นเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตรูปทรงแท่งจึงมีค่าเท่ากับ $h_1 - h_2$

5.3. การคำนวณหาความหนาของอนุภาคเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม

จาก กำหนดให้สารตั้งต้นซิลเวอร์ซัลเฟตมีอนุภาคเป็นพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมด้านเท่า และมีความยาวทุกด้านเท่ากับ X_1

ก่อนทำปฏิกิริยาเคมี

ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟตมีค่าเท่ากับ 5.45 g/cm^3

$$\text{ความหนาแน่นของซิลเวอร์ซัลเฟต (D) = } \frac{\text{มวลซิลเวอร์ซัลเฟต (M)}}{\text{ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟต (V)}}$$

ปริมาตรอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟต จำนวน 1 อนุภาค มีค่าเท่ากับ $\frac{\sqrt{2}X_1^3}{3}$

ปริมาตรของซิลเวอร์ซัลเฟตทั้งหมด M_1 กรัม (V): $V_1 = \frac{M_1}{D}$

จำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตน้ำหนัก M_1 กรัม (n): $n = \frac{3M_1}{\sqrt{2}X_1^3 D}$

หลังทำปฏิกิริยาเคมี

น้ำหนักซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (M_2): $M_2 = M_1 - \left(\frac{\% \text{reduction}}{100} \times M_1 \right)$

เนื่องจากจำนวนอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตมีจำนวนคงที่ ดังนั้นจึงสามารถหาขนาดอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตหลังทำปฏิกิริยา

$$\text{ปริมาตรซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้าง (V}_2\text{): } V_2 = \frac{M_2}{5.45}$$

ดังนั้นในแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตเหลือค้างมีค่าสูงของอนุภาคทรงกระบอก (h_2):

$$X_2 = \left(\frac{3M_2}{\sqrt{2}nD} \right)^{\frac{1}{3}}$$

จึงทราบค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของแต่ละอนุภาคซิลเวอร์ซัลเฟตซึ่งมีค่าเท่ากับ X_2

ดังนั้นความหนาชั้นเงินบนผิวซิลเวอร์ซัลเฟตทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจึงมีค่าเท่ากับ $X_1 - X_2$

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายทนชัย พฤกษารัตน์วุฒิ เกิดวันอังคารที่ 14 ตุลาคม พ.ศ. 2529 ที่โรงพยาบาลศิริราช กรุงเทพฯ จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนต้น-ตอนปลาย ที่โรงเรียนสวนกุหลาบวิทยาลัย นนทบุรี จบการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต เกียรตินิยมอันดับสอง สาขาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ จากคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2550 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในระดับวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ในสาขาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2551