



บทที่ 3

ระเบียบวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อุปกรณ์

- 3.1.1.1 ปีกเกอร์
- 3.1.1.2 หลอดทดลองแบบมีฝาปิด
- 3.1.1.3 เครื่องชั่ง
- 3.1.1.4 หลอดหยด
- 3.1.1.5 กล้องถ่ายรูปดิจิทัล
- 3.1.1.6 หลอดไฟชนิดมีไส้ 60 วัตต์
- 3.1.1.7 หลอดไฟฮาโลเจน 50 วัตต์
- 3.1.1.8 หลอดไฟยูวี 4 วัตต์
- 3.1.1.9 หลอดไฟนีออน 8 วัตต์
- 3.1.1.10 फिल्मใสสำหรับปิดผนึก
- 3.1.1.11 เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโกปี(UV-visible spectroscopy)
- 3.1.1.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(Transmission electron microscope)
- 3.1.1.13 เครื่องฉายภาพข้ามศีรษะ(over head) 250 วัตต์

3.1.2 สารเคมี

- 3.1.2.1 ซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate)
 - มวลโมเลกุล 169.87 g/mol
 - จุดหลอมเหลว 212 °C
 - จุดเดือด 444 °C
 - จากร้านศึกษาภัณฑ์
- 3.1.2.2 พอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte)
 - Poly(methyl acrylate, PMA)
 - ความเข้มข้นของสารละลาย 30 % ในน้ำ
 - ยี่ห้อ Aldrich
 - ความหนืด(viscosity) 110.000-375.000 cps (25°C)
 - เกรดสำหรับการทดลองในห้องปฏิบัติการ

- Poly(4-styrenesulfonic acid-co-maleic acid),sodium salt หรือ Copolymer
 - ความหนืด 30.000 cps
 - ยี่ห้อ Aldrich
 - เกรดสำหรับการทดลองในห้องปฏิบัติการ
- Alginic acid(Alginate)
 - ความหนืด 200.000-400.000 cps
 - ยี่ห้อ Aldrich
 - เกรดสำหรับการทดลองในห้องปฏิบัติการ
- Poly(diallyldimethylamonium, PDADMAC)
 - จุดเดือด 100 °C
 - จุดหลอมเหลว -2.8 - 0 °C
 - ความหนาแน่น(density) 1.04
 - ยี่ห้อ Aldrich
 - เกรดสำหรับการทดลองในห้องปฏิบัติการ
- Poly(styrene sulfonate, PSS)
 - ความหนาแน่น(density) 0.801
 - ความหนืด 15,000-50,000 cps
 - สารละลาย 20% wt, 25°C
- Poly(ethyleneimine. PEI)
- Glucose

3.1.2.3 สารปรับค่าความเป็นกรดด่าง

- โซเดียมอะซิเตต ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- กรดอะซิติก(CH_3COOH)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH)

3.1.2.4 น้ำกลั่น

3.1.2.5 ตัวทำละลายอินทรีย์

- อะซิโตน(Acetone)
- ไอโซ-โพรพานอล(Iso-propanol)
- เอทานอล(ethanol)

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 ขั้นตอนการเลือกสารพอลิเล็กโทรไลต์ที่สามารถทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ในเตรตแล้วเกิดอนุภาคเงินนาโน

โดยการผสมสารละลายจำนวน 2 ชุด ดังนี้คือ

ชุดที่หนึ่ง พอลิเล็กโทรไลต์(PMA, PDAD, Alginate, Chitosan, PSS, PEI) ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายซิลเวอร์ในเตรต(โดยทุกตัวอย่างใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย) ความเข้มข้น 100 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร

ชุดที่สอง พอลิเล็กโทรไลต์(Copolymer, Glucose, Alginate) ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ผสมกับซิลเวอร์ในเตรต เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร (โดยทุกตัวอย่างใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย)

จากนั้นพิจารณาจากการเปลี่ยนสี และความขุ่น แล้วเลือกสารละลายที่เหมาะสม เพื่อนำไปตรวจหาอนุภาคเงินนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน หรือ Transmission electron microscopy (TEM)

หมายเหตุ สารพอลิเล็กโทรไลต์ 8 ชนิดนี้ถูกแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ

กลุ่มประจุบวกได้แก่ poly(diallyldimethylammonium)(PDAD), chitosan และ poly(etheleneimine)(PEI) กลุ่มประจุลบได้แก่ poly(methyl acrylate)(PMA), Alginate, poly(styrene sulfonate)(PSS), poly(4-styrenesulfonic-co-maleic acid)(Copolymer) และกลูโคส(Glucose)

3.2.2 ขั้นตอนการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโน

3.2.2.1 ศึกษาปัจจัยจากแสงชนิดต่างๆ ที่มีผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโนในสารละลาย

นำสารละลายพอลิเล็กโทรไลต์ที่เลือกจากข้อ 3.2.1 ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร มาผสมกับสารละลายซิลเวอร์ในเตรตความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์(โดยทุกตัวอย่างใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย) แล้ววางไว้ในสภาวะที่มีแสงอาทิตย์ แสงจากหลอดไฟชนิดหลอดไส้ 60 วัตต์ แสงยูวี(UV lamp) 4 วัตต์ แสงจากหลอดฮาโลเจน (Halogen lamp) 50 วัตต์ แสงจากเครื่องฉายภาพข้ามศีรษะ 250 วัตต์ และแสงจากหลอดไฟนีออน(Neon lamp) 8 วัตต์ แล้ววัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี(uv-visible spectroscopy) ที่ช่วงความยาวคลื่น 350-800 นาโนเมตร ทุกๆ 1 ชั่วโมง ยกเว้นสภาวะแสงจากหลอดไฟชนิดมีไส้ ที่วัดทุกๆ 3 ชั่วโมง (เนื่องจากทราบว่าเมื่อตรรกการเปลี่ยนแปลงช้ามาก)

3.2.2.2 ศึกษาปัจจัยสัดส่วนความเข้มข้นของสารละลายผสมต่อการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโน ทำการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโนด้วยสภาวะเป็นไปตามตารางที่ 3.1 และวัดด้วยเครื่องยูวี วิสิเบิลสเปกโทรสโกปีทุกๆ 30 นาทีในช่วง 4 ชั่วโมงแรก หลังจากนั้นวัดทุกๆ 2 ชั่วโมง จนกระทั่งครบ 12 ชั่วโมง 30 นาที

ตารางที่ 3.1 แบบแผนการปรับเปลี่ยนสภาวะการทดลอง

Polymer	pH	[Polymer] : [AgNO ₃], (mM : mM)		
		10:1	10:10	1:10
Alginate	7	X	X	X
Copolymer	7	X	X	X
PMA	7	X	X	X

3.2.2.3 ศึกษาปัจจัยของค่าความเป็นกรดต่าง และผลของเวลาต่อขนาดอนุภาคเงินนาโน

3.2.2.3.1 ทำการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโน โดยผสมสาร Alginate เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 30 มิลลิลิตร กับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ในตัวทำละลายที่ถูกปรับค่าความเป็นกรดต่าง ดังนี้ คือ 4, 7, 10 โดยวิธีการเตรียมตัวทำละลายที่ค่าความเป็นกรดต่างต่างๆ แสดงไว้ในส่วนของภาคผนวก จากนั้นวางสารละลายไว้ภายใต้แสงจากหลอดไฟชนิดมีไส้ 60 วัตต์ แล้วนำสารละลายผสมเหล่านี้ไปวัดด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ทุกๆ 3 ชั่วโมง เป็นเวลา 105 ชั่วโมง

3.2.2.3.2 ศึกษาผลของเวลาต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพ และสี ของสารละลายที่ค่าความเป็นกรดต่างแตกต่างกัน โดยเตรียมสารละลายผสมเช่นเดียวกับข้อ 3.2.2.3.1 แต่ปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรดต่าง ดังนี้คือ 4, 7 และ 9 วางภายใต้แสงอาทิตย์ แล้วถ่ายรูปทุกๆ 1 ชั่วโมง จนครบ 4 ชั่วโมง เพื่อสังเกตการเปลี่ยนสี

3.2.2.3.3 ศึกษาผลของเวลาในการสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโนต่อขนาดอนุภาคเงินนาโน ในสารละลายที่มีการปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรดต่าง โดยเตรียม Alginate ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 2800 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 2800 มิลลิลิตร โดยมีการปรับค่าความเป็นกรดต่างเป็น 7 จากนั้นแบ่งสารละลายเป็น 8 บีกเกอร์ บีกเกอร์ละ 700 มิลลิลิตร สำหรับวางไว้ภายใต้แสงจากหลอดฮาโลเจน เป็นเวลาดังนี้ คือ 30 นาที 1 ชั่วโมง 6 ชั่วโมง

15 ชั่วโมง 24 ชั่วโมง และ 48 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วนำแต่ละตัวอย่างไปวัดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (particles size analyzer)

3.2.3 ขั้นตอนการหาขนาดของอนุภาคเงินนาโนในสารละลายที่ใส กับสารละลายที่ขุ่น

3.2.3.1 ศึกษาความขุ่นของสารละลายผสม ระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์กับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดตามสภาวะในตารางที่ 3.2 โดยใช้พอลิอิเล็กโทรไลต์ และสารละลายซิลเวอร์ไนเตรด ปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วให้แสงอาทิตย์ จนกระทั่งเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยสังเกตความขุ่น และการเกิดสีของสารละลายผสม

ตารางที่ 3.2 สภาวะการทดลองสำหรับการทดลองหาสารละลายที่สามารถคงความใสได้

Polymer	pH	[Polymer] : [AgNO ₃], (mM : mM)		
		10:1	10:10	1:10
Alginate	4	X	X	X
	7	X	X	X
	9	X	X	X
copolymer	4	X	X	X
	7	X	X	X
	9	X	X	X
PMA	4	X	X	X
	7	X	X	X
	9	X	X	X

3.2.3.2 หาขนาดของอนุภาคเงินนาโนจากสารละลาย โดยเตรียมสารละลายที่สังเคราะห์ด้วยแสงอาทิตย์ ตามสภาวะที่เลือกจากข้อ 3.2.3.1 ในภาชนะขนาดใหญ่ จนกระทั่งถึงจุดที่เหมาะสม จึงนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (particles size analyzer)

3.2.4 ขั้นตอนหาความสามารถในการแยกอนุภาคเงินนาโน ในสารละลายที่มีอนุภาคเงินนาโนโดยการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์

3.2.4.1 หาสภาวะที่สามารถเกิดการตกตะกอนของอนุภาคเงินนาโน โดยการเตรียมสารละลายผสมระหว่างสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่เลือกจากข้อ 3.2.1 กับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ด้วยความเข้มข้นเท่ากัน คือ 10 มิลลิโมลาร์ ซึ่งปรับค่าความเป็นกรดต่าง ดังนี้ pH 4, pH 7 และ pH 10 ปล่อยให้ทิ้งไว้ในสภาวะแสงอาทิตย์จนเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ จากนั้นนำสารละลายผสมทุกสภาวะที่เตรียมได้ มาผสมกับตัวทำละลายอินทรีย์ 3 ชนิด คือ เอทานอล อะซิโตน และไอโซ-โพรพานอล ด้วยสัดส่วนปริมาตร (มิลลิลิตร) ระหว่างสารละลายผสมต่อตัวทำละลายอินทรีย์ดังนี้คือ 5:5, 4:6, 3:7, 2:8, 1:9 เขย่าให้เข้ากัน แล้ววางทิ้งไว้ 1 วัน จนกระทั่งเกิดการตกตะกอนแล้ว ถ่ายรูป บันทึกผล และเลือกส่วนสภาวะที่ตกตะกอนได้

[พอลิอิเล็กโทรไลต์ + ซิลเวอร์ไนเตรต] + ตัวทำละลายอินทรีย์

3.2.4.2 หาสารพอลิอิเล็กโทรไลต์ในตะกอน โดยเตรียมเฉพาะสารละลายผสมที่สามารถให้ตะกอนมากตามการพิจารณาจากข้อ 3.2.4.1 วางทิ้งไว้ 1 วัน จนกระทั่งตกตะกอน จากนั้นนำไปกรองแล้วทิ้งไว้ให้แห้ง นำผงที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องทีจีเอเพื่อตรวจสอบปริมาณพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ตกค้างอยู่

แผนภูมิกระบวนการทดลอง

