

การควบคุมขนาดผลึกของผงเงินโดยกรรมวิธีรีดักชันโดยใช้เกลือเซอร์รอลผสมโซดาไฟ



นาย โกเมน หมายมั่น

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต


สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2550

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTROLLING CRYSTAL SIZE OF SILVER POWDER BY REDUCTION PROCESS USING GLYCEROL  
WITH SODIUM HYDROXIDE



Mr.Komain Maimun

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2007

Copyright of Chulalongkorn University



โกเมน หมายถึง : การควบคุมขนาดผลึกของผงเงินโดยกรรมวิธีรีดักชันโดยใช้กลีเซอรอลผสม  
โซดาไฟ (CONTROLLING CRYSTAL SIZE OF SILVER POWDER BY REDUCTION  
PROCESS USING GLYCEROL WITH SODIUM HYDROXIDE) อ.ที่ปรึกษา: ผศ.ดร.  
เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร, อ.ที่ปรึกษาร่วม ผศ.ดร.ไสว ตำนชัยวิจิตร 77 หน้า.

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือ ศึกษาขนาดอนุภาคผงเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล  
จาก  $\text{AgNO}_3$  หนัก 10, 20, 30 และ 40 กรัม โดยการทดลองเริ่มทำที่อุณหภูมิห้องจากนั้นทำการเพิ่ม  
อุณหภูมิไปที่  $190^\circ\text{C}$  และศึกษาอิทธิพลของเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อัตราส่วนซิลเวอร์ในเตรทต่อ  
โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25, 1:0.1 โมล ที่อุณหภูมิ 30, 80, 100, 120,  $140^\circ\text{C}$  และ  
กวนด้วยความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที และปรับเปลี่ยนเวลาที่ใช้จาก 30, 60, 90 และ 120 นาที

ผงเงินที่ได้จากรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลอย่างเดียวมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.5 - 5 ไมครอน ผงเงินมี  
รูปทรงหลายเหลี่ยม มีขนาดใหญ่ และผงเงินมีการเกาะตัวกันเป็นกึ่งก้อน การทำผงเงินโดยวิธีนี้จะ  
ควบคุมขนาดผงเงินได้ยาก เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลช่วยลด  
อุณหภูมิในการรีดิวซ์ให้ต่ำลงสามารถรีดิวซ์ได้ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กกลม เฉลี่ยผงเงิน  
ที่ 0.175 ไมครอน การเพิ่มอุณหภูมิในช่วง 80, 100, 120 และ  $140^\circ\text{C}$  มีผลทำให้ขนาดผงเงินเล็กลง  
เป็น 0.259, 0.212, 0.193 และ 0.132 ไมครอน ตามลำดับ ณ อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  ผงเงินมีขนาดเล็ก 0.175  
ไมครอน อาจจะมาจากการความหนืดของกลีเซอรอล

ผลการศึกษาอุณหภูมิของการทดลองโดยการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$   
ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  ที่  
อุณหภูมิ  $140^\circ\text{C}$  ให้ผลการกระจายตัวของขนาดผงเงินต่ำที่สุดและผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กที่สุดอยู่ที่  
0.132 ไมครอน

## สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต..... โกเมน หนามสิน  
สาขาวิชา.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร  
ปีการศึกษา.....2550..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... ไสว ตำนชัยวิจิตร



## 4770615221: MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

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

KOMAIN MAIMUN: CONTROLLING CRYSTAL SIZE OF SILVER POWDER BY REDUCTION PROCESS USING GLYCEROL WITH SODIUM HYDROXIDE. THESIS ADVISOR: ASST.PROF.EKASIT NISARATANAPORN PhD., THESIS COADVISOR ASST.PROF. SAWAI DANCHAIVIJIT PhD., 77 pp.

This research was to study the particle size of silver powder by reducing with glycerol from  $\text{AgNO}_3$  10, 20, 30 and 40g. Testing started at room temperature and increase temperature to 190 °C. The effect of adding sodium hydroxide was observed, the solution mol ratio between silver nitrate and sodium hydroxide is 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25 and 1:0.1. The temperature was varied between 30, 80, 100, 120 and 140 °C and the solution was stirred at 1000 rpm, The holding times of reduction were 30, 60, 90 and 120 minutes.

The average particle size of silver powder using only glycerol is 0.5-5  $\mu\text{m}$ . Therefore the silver powders are large size and the powder shape is polygonal. In addition, the silver powder was agglomerate. This process a difficulty to control particle. By the usage of NaOH, NaOH affected to a decrease the reducing temperature as low as 30°C. The silver powders are more spherical shape and has average size at 0.175  $\mu\text{m}$ . In creasing in temperature in the range of 80, 100, 120 and 140°C decreased the particle size to 0.259, 0.212, 0.193 and 0.132  $\mu\text{m}$ . respectively. However at silver particle has small size with 0.175  $\mu\text{m}$ . due to glycerol viscosity.

Temperature afferted in size distribution of NaOH reduced silver particles, at 30 °C resulted in small silver particles size and low size distribution compared with the temperature of 80 °C. At highest temperaure, ie.140 °C gives narrowest particles size distribution and also the smallest silver particle which is 0.132 micron.

Department...Metallurgical Engineering.....Student's signature: *Komain Maimun*  
 Field of studies...Metallurgical Engineering..... Advisor's signature: *Ekasit Nisaratanaporn*  
 Academic year...2007.....Co-advisor's signature: *Sawai D.*

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้วิจัยขอกราบ  
ของพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร. เอกสิทธิ์ นิสารัตนาพร และ  
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ไสว ด้านชัยจิตร ซึ่งได้กรุณาให้ความช่วยเหลือและแนะนำแนวทางที่เป็น  
ประโยชน์ต่องานวิจัยด้วยดีตลอดมา ตลอดจนขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุก  
ท่าน ที่ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรม  
โลหการทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ทำนุผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่สนับสนุนในด้านต่างๆ  
ด้วยดีตลอดมาจนสำเร็จการศึกษา และขอบคุณเพื่อนๆ ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจให้แก่  
ผู้วิจัยด้วยดีเสมอมา

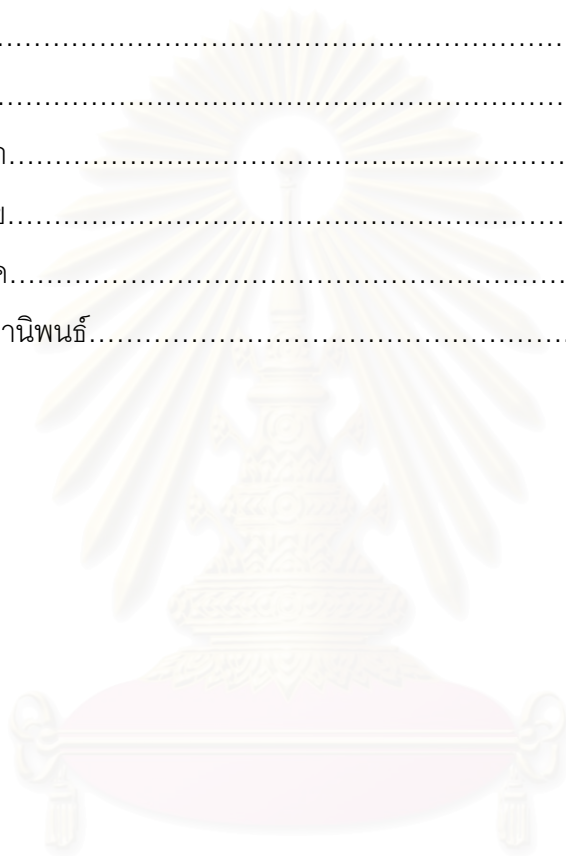


สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ฎ
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2 บริบทศน์วรรณกรรม.....	3
2.1 แนวคิดและทฤษฎี.....	3
2.2 คุณสมบัติของสาเคมีที่ใช้ทำการทดลอง.....	3
2.3 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	20
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	20
3.2 ขั้นตอนการทดลอง.....	20
3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	23
4 ผลการทดลองและอภิปราย.....	24
4.1 ปฏิกิริยาการณึในระหว่างกาเกิดปฏิกิริยาของซิลเวอร์ไนเตรทรีดิวซ์ด้วย กลีเซอรอล.....	24
4.2 ผลความเข้มข้นต่อขนาดและการกระจายตัวของผงเงิน.....	26
4.3 คุณภาพของผงเงิน.....	28
4.4 การวิเคราะห์ผลจากการทำผงเงินโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล.....	28
4.5 ปฏิกิริยาการณึที่เกิดขึ้นระหว่างปฏิกิริยาซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยาด้วย สารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล.....	30
4.6 อิทธิพลของอัตราส่วนไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท.....	32

4.7 ผลของการเพิ่มอุดหนุนภูมิให้กับสารละลาย.....	35
4.8 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา.....	39
4.9 ผลการกระจายตัวของผงเงิน.....	41
5 ผลการทดลองและอภิปราย.....	47
รายการอ้างอิง.....	49
ภาคผนวก.....	51
ภาคผนวก ก.....	52
ภาคผนวก ข.....	53
ภาคผนวก ค.....	67
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	77



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน.....	4
2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ Sodium hydroxide.....	4
2.3 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol).....	5
2.4 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate).....	6
2.5 แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุผสมในผงเงินโดยวิธี ีตีวซ์ด้วยกลีเซอรอล (ICP).....	8
2.6 แสดงผู้ทำงานวิจัยกระบวนการผลิตผงเงิน และทองแดงโดยกรรมวิธีต่างๆ.....	19
4.1 ผลการทดลองผลิตโดยกรรมวิธีตีวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้กลีเซอรอลในปริมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร.....	26
4.2 แสดงขนาดเฉลี่ยอนุภาคผงเงิน ณ อุณหภูมิ 30°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที ที่อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท 1 โมล.....	34
4.3 แสดงอิทธิพลของอุณหภูมิมีผลต่อขนาดอนุภาคผงเงินเวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที ที่อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท 1:1 โมล.....	36
4.4 ขนาดเฉลี่ยผงเงินจากการทดลองผลิตโดยกรรมวิธีตีวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล.....	39
4.5 แสดงผลของค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคผงเงิน (เวลา 120 นาที).....	42
4.6 แสดงรูปภาพ SEM ผงเงินจากซิลเวอร์ไนเตรทที่ตีวซ์สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่เวลาต่างกัน.....	46

## สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	แสดงภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)..... 5
2.2	(a)–(b) ภาพ SEM ของผงเงินที่ผลิตโดยวิธี รีดิวิชั่นด้วยกลีเซอรอล..... 7
2.3	(a)–(b) ภาพ SEM ของผงเงินที่ผลิตโดยวิธี รีดิวิชั่นด้วยกลีเซอรอล..... 7
2.4	ภาพ SEM ของผงเงินที่อุณหภูมิ (1) 23 °C (2) 60 °C..... 9
2.5	ภาพโครงสร้างจาก Field emission scanning electron microscopy (FESEM) ของผงเงินออกไซด์..... 10
2.6	ภาพโครงสร้างจาก FESEM ของผงเงินขนาดนาโน..... 10
2.7	SEM ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำเป็นเวลา 30 นาที (a) สเกล 5 ไมโครเมตร และ (b) 2 ไมโครเมตร..... 11
2.8	ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70°C ที่กำลังขยาย 80 เท่า (รูปซ้าย) และที่ กำลังขยาย 800 เท่า (รูปขวา)..... 12
2.9	ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 450 °C ที่กำลังขยาย 800 เท่า..... 13
2.10	ภาพ SEM แสดง ผงเงินที่ได้จากการเติม NaOH 30% และ 21%..... 13
2.11	รูปแสดงการผลิตผงเงิน โดย hydrothermal hydrogen reduction process..... 14
2.12	ภาพ SEM แสดง ผงเงินที่ได้จากการให้อุณหภูมิ 120°C และ 215°C..... 14
2.13	ภาพ SEM แสดง ผงเงินในพอร์เมอร์..... 15
2.14	ภาพ SEM แสดงผงทองแดงที่ได้จาก คอปเปอร์ อะซิเตท..... 16
4.1	ปรากฏการณ์การเกิดปฏิกิริยาที่รุนแรงของซิลเวอร์ไนเตรทกับกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C..... 25
4.2	แสดงการเกาะตัวของผงเงินหลังให้ความร้อน ณ อุณหภูมิ 190 °C..... 25
4.3	แสดงรูป SEM ของผงเงินรีดิวิชั่นโดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C (a) ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัม (b) ซิลเวอร์ไนเตรท 20 กรัม..... 27
4.4	แสดงรูป SEM ของผงเงินรีดิวิชั่นโดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C (a) ซิลเวอร์ไนเตรท 30 กรัม (b) ซิลเวอร์ไนเตรท 40 กรัม..... 27
4.5	กราฟ XRD ของผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรท 30 กรัม ณ อุณหภูมิ 190 °C มีโครงสร้างเป็น FCC..... 28
4.6	แสดงขนาดอนุภาคของผงเงินจากการตรวจสอบโดยLPSA..... 29
4.7	กราฟ XRD ของผงเงินในกระบวนการต่างๆ..... 30

รูปที่	หน้า
4.8	แสดงการผลิตผงเงินคิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในอัตราส่วน 1:1 โมล ที่อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที..... 31
4.9	แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงิน (a) ผงเงินจากซิลเวอร์ในเตรท 40 กรัม รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C (ภาพขยาย 5,000 เท่า) (b) AgNO <sub>3</sub> : NaOH (1:0.25) ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที (ภาพขยาย 8,000 เท่า)..... 32
4.10	ผงเงินจากการรีดิวซ์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที (a) อัตราส่วน AgNO <sub>3</sub> :NaOH 1:0.1 (b) อัตราส่วน AgNO <sub>3</sub> :NaOH 1:0.25 (c) อัตราส่วน AgNO <sub>3</sub> :NaOH 1:0.5 (d) อัตราส่วน AgNO <sub>3</sub> :NaOH 1:1 (e) อัตราส่วน AgNO <sub>3</sub> :NaOH 1:2..... 33
4.11	อัตราส่วนโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ในเตรท 1 โมล ที่มีผลต่อขนาดเฉลี่ย อนุภาคผงเงิน ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที..... 34
4.12	แสดงกราฟความหนืดของกลีเซอรอล และน้ำที่อุณหภูมิต่างๆ..... 36
4.13	รูปร่างของผงเงินที่ผลิตขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่าง AgNO <sub>3</sub> กับ NaOH + Glycerol ที่เวลาทำปฏิกิริยา 120 นาที (a) 30 °C (b) 80 °C (c) 100 °C (d) 120 °C (e) 140 °C..... 37
4.14	กราฟของอุณหภูมิที่มีผลต่อขนาดเฉลี่ยของอนุภาคในเวลา 120 นาที..... 38
4.15	กราฟแสดงผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อขนาดเฉลี่ยอนุภาคผงเงิน..... 39
4.16	ผงเงินที่ผลิตโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 80 °C (a) เวลา 30 นาที (b) เวลา 60 นาที (c) เวลา 90 นาที (d) เวลา 120 นาที..... 41
4.17	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที..... 42
4.18	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 120 นาที..... 43
4.19	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 120 นาที..... 43
4.20	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120 °C เวลา 120 นาที..... 44
4.21	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140 °C เวลา 120 นาที..... 44
ข.1	แสดงการวัดขนาดจากโปรแกรม Sema Fore..... 53
ข.2	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 30 นาที..... 55
ข.3	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 60 นาที..... 55
ข.4	กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 90 นาที..... 56



รูปที่	หน้า
ค.5 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 30 นาที.....	69
ค.6 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 60 นาที.....	69
ค.7 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 90 นาที.....	70
ค.8 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 120 นาที.....	70
ค.9 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 30 นาที.....	71
ค.10 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 60 นาที.....	71
ค.11 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 90 นาที.....	72
ค.12 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 120 นาที.....	72
ค.13 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 30 นาที.....	73
ค.14 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 60 นาที.....	73
ค.15 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 90 นาที.....	74
ค.16 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 120 นาที.....	74
ค.17 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 2:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที.....	75
ค.18 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 4:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที.....	75



รูปที่

หน้า

ค.19	แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 10:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที.....	76
------	---	----



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันการผลิตผงเงินที่มีขนาดเล็กได้รับความสนใจอย่างมาก เพราะผงเงินที่มีขนาดอนุภาคเล็กละเอียด ได้ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมหลายประเภทอย่างกว้างขวาง ไม่ว่าจะเป็นใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เช่น ดินเงิน (Silver clay) [1] หรือ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น มัลติ-เลเยอร์ เซรามิก คาปาซิเตอร์ [4] เป็นต้น ดังนั้นคุณภาพผงเงินที่สำคัญที่ต้องมีคือ มีขนาดอนุภาคที่เล็กมากและค่อนข้างสม่ำเสมอ เพื่อให้มีการยึดเกาะที่ผิวได้ดีและเรียบ นอกจากนี้ประโยชน์จากการประยุกต์ใช้ผงเงินมีอีกมากมาย อย่างไรก็ตามการผลิตผงเงินนั้นมีความยุ่งยากและซับซ้อนมาก จึงทำให้ผงเงินมีราคาสูงกว่าเม็ดเงินที่มีขายตามท้องตลาดมาก ซึ่งมีราคา ณ วันที่ 26 มีนาคม 2551 ประมาณกิโลกรัมละ 31,872 บาท [16] ดังนั้นจึงมีผู้ให้ความสนใจที่จะพยายามที่ลดขั้นตอนการผลิตผงเงินให้มีขั้นตอนที่ง่ายขึ้น และต้นทุนการผลิตที่ลดลงเหมาะที่จะทำการผลิตเพื่อการค้า

การผลิตผงเงินโดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีมีอยู่หลายวิธีจาก ออกไซด์ เช่น  $Ag_2O$  และ เกลือของเงิน  $AgCl$  เช่น ซิลเวอร์ซัลเฟต ( $Ag_2SO_4$ ) หรือซิลเวอร์ไนเตรท ( $AgNO_3$ ) เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา ในการผลิตผงเงินที่ทำการผลิตอยู่ในปัจจุบันนั้นมีการบวนการผลิตหลายขั้นตอน ซับซ้อนและควบคุมตัวแปรต่างๆ เช่นการผลิตผงเงินจาก ซิลเวอร์ซัลเฟต ( $Ag_2SO_4$ ) โดยใช้วิตามินซี (ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ ทำให้การผลิตได้จำนวนน้อยและยุ่งยาก ในการผลิตใช้แอมโมเนียหรือกรดไนตริก ควบคุมค่า pH และต้องควบคุมในระบบไม่ให้มีน้ำปนอยู่ อนุภาคผงที่ได้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ประมาณ 1.0 -3.1  $\mu m$ . [3] จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะผลิตผงเงินให้ได้ปริมาณมากขนาดเล็ก และขั้นตอนการผลิตให้ง่ายขึ้น เหมาะกับการนำไปใช้ในเชิงพาณิชย์ได้จริง กระบวนการที่เข้ามาช่วยให้ได้ผลสัมฤทธิ์ตามที่ได้อ้างข้างต้น และน่าจะนำมาพัฒนาต่อ คือกระบวนการผลิตผงเงินโดยใช้ ซิลเวอร์ไนเตรท ( $AgNO_3$ ) เป็นสารตั้งต้น แล้วใช้ กลีเซอรอล ( $C_3H_8O_3$ ) เป็นตัวรีดิวซ์ ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายโดยใช้สารเคมีเพียง 2 ชนิดและไม่ควบคุมกระบวนการผลิตมากเหมือนวิธีอื่นแต่ผงเงินที่ได้ยังมีขนาดใหญ่กว่ากระบวนการอื่นๆ ซึ่งมีขนาดระหว่าง 1.5 ถึง 11  $\mu m$ . [2] จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะควบคุมให้มีขนาดเล็กลงอันเป็นที่มาของงานวิจัยนี้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสม และวิธีการควบคุมขนาดผลึกของผงเงินโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

1.2.2 ศึกษาการควบคุมขนาดอนุภาคของผงเงินโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ผลิตผงเงินจาก ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) โดยใช้กลีเซอรอล ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ ) เป็นตัวรีดิวซ์

1.3.2 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อขนาดผลึกและควบคุมขนาดอนุภาคของผงเงิน

1.3.3 ศึกษาอิทธิพลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ )

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

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบอิทธิพลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดอนุภาคของผงเงิน

1.4.2 สามารถควบคุมขนาดอนุภาคในการผลิตผงเงินโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

1.4.3 เป็นแนวทางในพัฒนากระบวนการผลิตผงเงินขนาดเล็กในอนาคต

## บทที่ 2

### ปริทรรศน์วรรณกรรม

#### 2.1 แนวคิดและทฤษฎี

ในปัจจุบันได้มีการนำเงินไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างกว้างขวาง ดังเช่น อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ อุตสาหกรรมเคมี อุตสาหกรรมเครื่องมือทางการแพทย์และอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เนื่องจากเงินมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าสูง นำความร้อนได้ดี และมีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันสูง สำหรับการนำเงินไปใช้ในอุตสาหกรรมทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ หรือ อุตสาหกรรมทางด้านไฟฟ้าเงินจะต้องมีความบริสุทธิ์สูง และไม่จับตัวเป็นก้อนหรือเกิดการรวมตัว ส่วนอุตสาหกรรมเครื่องประดับนั้นเงินที่ได้จะต้องมีอนุภาคที่เล็ก และสม่ำเสมอ

Fujimaru Atsushi และคณะ [1] ได้นำเงินมาทำเป็น ซิลเวอร์ เคล ซึ่งเป็นวัสดุทางเลือกใหม่ โดยการนำเงินที่มีขนาด 2.2-3.0 ไมโครเมตร และ 5-20 ไมโครเมตร ผสมในอัตราส่วน 30:70 %wt ถึง 70:30%wt โดยมีตัวประสานประเภทอินทรีย์ (organic binder) ที่สามารถละลายน้ำได้ เช่น เมทิลเซลลูโลส (methyl cellulose) หรือ ไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส (hydroxyethyl cellulose) จากนั้นนำ ดินเงิน (Silver clay) ไปทำการขึ้นรูปและเผาผนึก

Jay Robert [5] ได้ทำฟิล์มในตัวนำไฟฟ้า (thick film conductor) ใน membrane switch โดยนำเงินผสมกับตัวประสานที่เป็น โพลีเมอริคเรซิน (polymeric resin) หลังจากนั้นทำการพิมพ์ (screen-printing) และทำให้แห้งโดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 150 °C ซึ่ง วัสดุทำฟิล์มในตัวนำไฟฟ้า ถูกออกแบบให้มีระดับพิคัดความต้านทาน โดยทั่วไปจะอยู่ในค่า 0.02 Ohm/sq/mil

#### 2.2 คุณสมบัติของสารเคมีที่ใช้ทำการทดลอง

##### 2.2.1 คุณสมบัติทั่วไปของโลหะเงิน ( Silver , Ag )

โลหะเงินเป็นธาตุที่มีราคาแพง และหายากจึงจัดอยู่ในกลุ่มของโลหะมีค่า ซึ่งมีลักษณะโดยทั่วไป คือ มีสีขาวมันวาว อ่อนนิ่ม (เนื่องจากมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC) จึงสามารถทำการเปลี่ยนรูปได้มากทั้งตี และรีดได้บางถึง 0.25 ไมครอน และเงินเป็นธาตุที่เสถียรจึงไม่เกิดออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง แต่จะเริ่มเกิดที่ 190 °C และเงินยังเป็นธาตุที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูงที่สุดอีกด้วยซึ่งคุณสมบัติทางกายภาพด้านต่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของโลหะเงิน

Atomic number	47
Atomic mass	107.87 g/mol
Atomic radius	0.144 nm
Lattice constants	0.40856 nm at 20°C
Density	10.5 g/cm <sup>3</sup> at 20°C
Melting point	960.8° C
Boiling point	2210° C
Crystal structure	FCC (Face Center Cubic)
Conductivity	68.493 M.Ω <sup>-1</sup> .m <sup>-1</sup>
Resistivity	14.6 nΩ m

2.2.2 คุณสมบัติทั่วไปของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือน้ำโซดาไฟ (NaOH) เป็นเบสแก่ ละลายน้ำได้ดี ถ้าไปสัมผัสจะรู้สึกลิ้นๆ ถ้ามีความเข้มข้นมากๆจะเป็นอันตรายต่อร่างกายหากสัมผัส ผิวหนังบริเวณนั้นจะไหม้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นของแข็งสีขาว [17] ซึ่งคุณสมบัติทางกายภาพด้านต่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ Sodium hydroxide [17]

IUPAC name	Sodium hydroxide
Other names	Lye, Caustic Soda
Molecular formula	NaOH
Appearance	White solid
Atomic mass	39.9971 g/mol
Density	2.1g/cm <sup>3</sup> at 20°C
Melting point	318° C
Boiling point	1390° C



Solubility in water	111 g/100 ml (20°C)
Basicity (pKb)	-2.43



รูปที่ 2.1 แสดงภาพของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) [17]

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

กลีเซอรอล (glycerol) สารประกอบอินทรีย์พวกแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง สูตรเคมีคือ  $C_3H_8O_3$  เป็นของเหลวข้น ไม่มีสี มีจุดเดือด  $290^{\circ}C$  ละลายน้ำได้ เป็นองค์ประกอบสำคัญของไขมันหรือน้ำมัน เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า กลีเซอริน ใช้ในอุตสาหกรรมทำยา เครื่องสำอาง สบู่ เป็นต้น [18] ซึ่งคุณสมบัติทางกายภาพด้านต่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอรอล (glycerol)

IUPAC name	Propane-1,2,3-triol
Other names	glycerin glycerine propane-1,2,3-triol 1,2,3-propanetriol 1,2,3-trihydroxypropane

	glyceritol glycyl alcohol
Molecular formula	$C_3H_5(OH)_3$
Atomic mass	92.09382 g/mol
Density	1.261 g/cm <sup>3</sup>
Melting point	18 °C (64.4°F)
Boiling point	290 °C (554°F)
Viscosity	1.5 Pa·s

#### 2.2.4 คุณสมบัติทั่วไปของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate, AgNO<sub>3</sub>)

ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate) เป็นสารประกอบเงิน มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวขุ่น ใช้อุตสาหกรรมถ่ายภาพ อุตสาหกรรมทางการแพทย์ เช่น นำไปใช้ในการฆ่าเชื้อโรค เป็นต้น [19] คุณสมบัติทางกายภาพด้านต่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.3

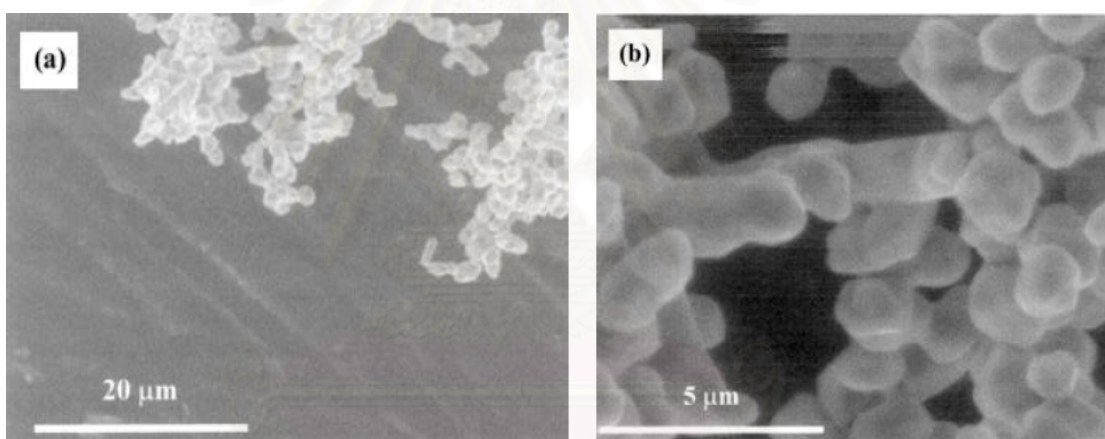
ตารางที่ 2.4 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate)[19]

IUPAC name	Silver Nitrate
Molecular formula	AgNO <sub>3</sub>
Appearance	White solid
Atomic mass	169.88 g/mol Ag = 63.50%, N = 8.25%, O = 28.25%
Density	4.35 g/cm <sup>3</sup> (solid)
Melting point	212 °C, 485 K, 414 °F
Boiling point	444 °C, 717 K, 831 °F (decomp.)

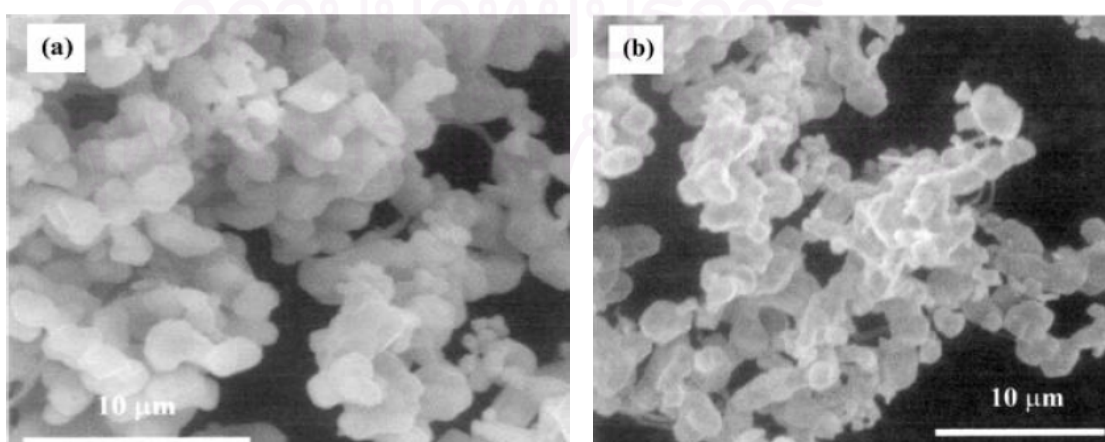
### 2.3 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Amit Sinha และ B P Sharma [2] ได้ทำงานวิจัยการผลิตผงเงินโดยกรรมวิธี รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) เป็นสารตั้งต้น และกลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์ เริ่มจากการละลายซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิพบว่าซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ละลายในกลีเซอรอลหมดที่อุณหภูมิ  $70^\circ\text{C}$  เมื่ออุณหภูมิสูงที่  $140^\circ\text{C}$  จะเริ่มมีผงเงินตกตะกอนในสารละลายและสิ้นสุดการตกตะกอนที่อุณหภูมิ  $170^\circ\text{C}$  นำตะกอนเงินที่ได้ไปทำความสะอาด และตรวจสอบขนาดผง

จากกรรมวิธีผลิตผงเงินโดยวิธี รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล จะได้ผงเงินที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.9 % ซึ่งมี คาร์บอน ออกซิเจน และไฮโดรเจนน้อยมาก และผงเงินที่ได้มีขนาด 1.5 -11 ไมโครเมตร และผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกพบเฟสของเงินบางส่วนมีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล



รูปที่ 2.2 (a)–(b) ภาพ SEM ของผงเงินที่ผลิตโดยวิธี รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล [2]



รูปที่ 2.3 (a)–(b) ภาพ SEM ของผงเงินที่ผลิตโดยวิธี รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล [2]

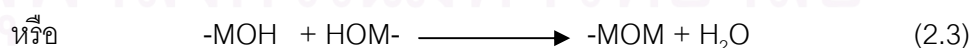
ตารางที่ 2.5 แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุผสมในผงเงินโดยวิธี ีดิวิชั่นด้วยกลีเซอรอล (ICP) [2]

ธาตุผสม	คาร์บอน	ออกซิเจน	ไฮโดรเจน
wt%	< 0.040 ppm	< 0.035 ppm	< 90 ppm

เทคนิคโซล-เจล เกี่ยวข้องกับการเกิดโซลตามด้วยการเกิดเจล โซลเป็นสารแขวนลอย (suspension) ของอนุภาคของแข็งมีขนาดอยู่ในช่วง 1 นาโนเมตร ถึง 1 ไมครอน สามารถเกิดไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และการควบแน่น (condensation) ของสารตั้งต้นเช่น เกลือของสารอนินทรีย์ (inorganic salt) หรือ โลหะอัลคอกไซด์ (metal alkoxide) การควบแน่นของอนุภาคโซลจะเกิดเจลเป็นร่างแหสามมิติซึ่งมีสองเฟส (diphasic material) ซึ่งประกอบด้วยของแข็งซึ่งถูกล้อมรอบด้วยตัวทำละลายของเหลว ซึ่งสามารถกำจัดออกจากเจลโดยการทำให้แห้งด้วยการกลายเป็นไอ หรือการทำให้แห้งด้วยการสกัดยิ่งยวด (supercritical extraction) ผลจากการผลิตของแข็งได้ xerogel และ aerogel ตามลำดับ

การสังเคราะห์ xerogel และ aerogel เป็นขั้นตอนที่แยกกันสองขั้นตอน ขั้นตอนแรกเรียกว่า pregelation สารที่ทำปฏิกิริยาก็คือ อัลคอกไซด์กับสารตั้งต้นโลหะทำปฏิกิริยาเกิดไฮโดรไลซิส และการควบแน่นเจล กระบวนการไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นเมื่อ น้ำถูกเติมเข้าไปในอัลคอกไซด์ที่ถูกละลายในแอลกอฮอล์ หรือตัวทำละลายที่เหมาะสม

สารตั้งต้นในการเตรียมโซล-เจลสามารถเตรียมได้จากเกลือโลหะหรือเกลืออัลคอกไซด์ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมหรือของแข็งในคอลลอยด์ที่เสถียร โลหะอัลคอกไซด์ถูกใช้อย่างกว้างขวางเพราะ มีความบริสุทธิ์สูง และหาซื้อได้ง่าย ในกรณีของสารตั้งต้นอัลคอกไซด์สามารถอธิบายด้วยปฏิกิริยาเคมีดังนี้



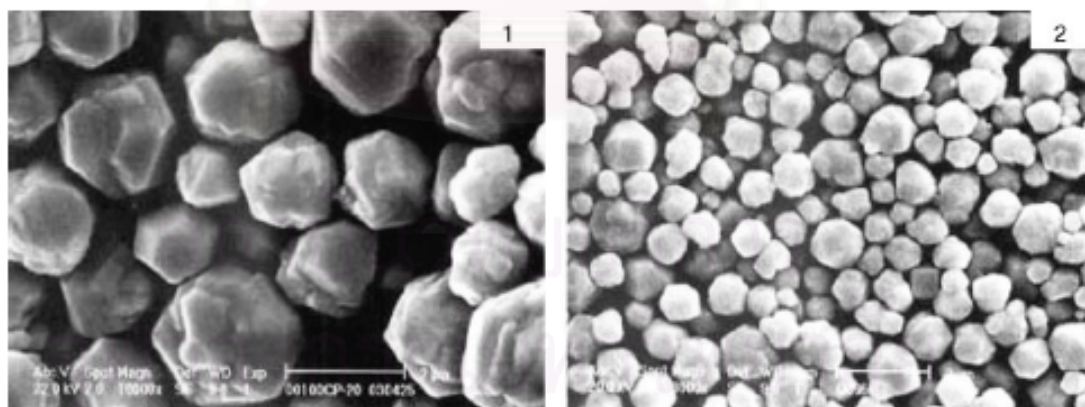
ขั้นที่สองของการสังเคราะห์โซล-เจลเรียกว่า postgelation เป็นการเปลี่ยนแปลงซึ่งปรากฏขึ้นระหว่างการทำให้แห้ง และการแคลไซน์ของเจล ซึ่งประกอบด้วย (1)การคายน้ำ (2)การระเหยของตัวทำละลาย (3)การคายตัวของสารอินทรีย์ที่เหลืออยู่ (4)ปฏิกิริยา dehydroxylation และ (5)การเปลี่ยนโครงสร้าง การระเหยแห้งของตัวทำละลายจะทำให้เกิดแรงแคปิลลารีที่สูงซึ่ง



เพิ่มขึ้นจากความแตกต่างระหว่างพลังงานที่ผิวของของแข็งกับไอ และของแข็งกับของเหลวทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น

กระบวนการโซล-เจลเป็นวิธีการที่ทำให้ได้การกระจายตัวของขนาดรูพรุนดี สารที่บริสุทธิ์ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และสามารถควบคุมรูพรุนกับพื้นที่ผิวได้ที่อุณหภูมิต่ำ[7]

Wu Songping และคณะ[3] ผลิตผงเงินโดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟต ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) เป็นสารตั้งต้น และใช้วิตามินซี (ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ และควบคุมในระบบไม่ให้น้ำปะปนอยู่ซึ่งวิธีนั้นจะให้ผงเงินที่มีความละเอียด ในการผลิตใช้แอมโมเนีย หรือกรดไนตริก ควบคุมค่า pH พบว่าปฏิกิริยาระหว่างซิลเวอร์ซัลเฟตกับวิตามินซีให้ผงเงินมีลักษณะรูปร่างหลายเหลี่ยม (poly hedron) ดังรูปที่ 2.4 และผลของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดของผงเงินพบว่าขนาดของผงเงินเฉลี่ยจาก 3.1 ไมโครเมตร ถึง 1.0 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก  $20^\circ\text{C}$  ถึง  $60^\circ\text{C}$  อนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาก่อนจะมีการรวมตัวมากกว่าอนุภาคผงเงินที่ตกผลึกออกมาทีหลัง โดยมีกลไก 2 อย่างที่ทำให้เกิดการรวมตัวคือ การควบคุมการแพร่ของกระบวนการ (diffusion-control process) และการควบคุมปฏิกิริยาของกระบวนการ (kinetic-control process) ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดเร็ว นิวเคลียสของผงเงินจะเกิดเร็ว และมีจำนวนมากทำให้ผงเงินมีขนาดเล็ก ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดช้าผงเงินจะมารวมตัวกันได้ง่าย ผงเงินจึงมีลักษณะเป็นก้อน

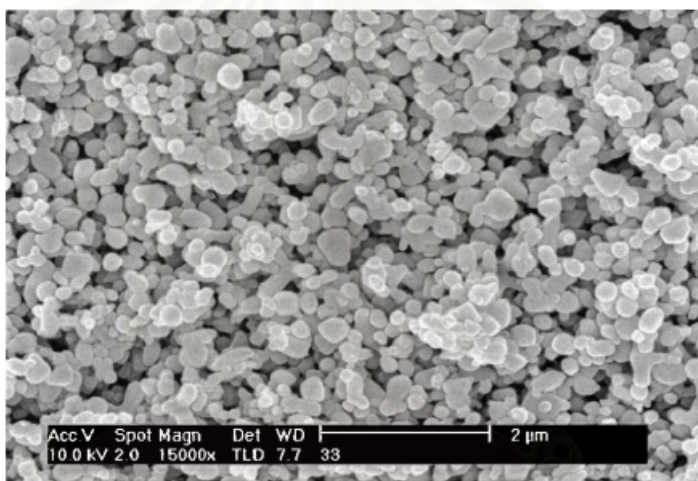
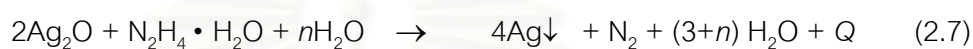


รูปที่ 2.4 ภาพ SEM ของผงเงินรีดิวซ์ด้วยวิตามินซีที่อุณหภูมิ (1)  $23^\circ\text{C}$  (2)  $60^\circ\text{C}$  [3]

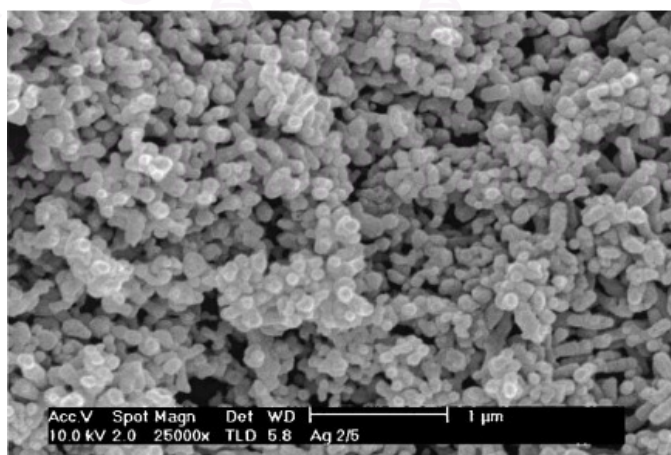
H.H. Nersisyan และคณะ[8] ผลิตผงเงินจากสารตั้งต้น 0.5 M ของ  $\text{AgNO}_3$  300 มิลลิลิตร กับ 0.5 M ของ  $\text{NaOH}$  500 มิลลิลิตร เปลี่ยนเป็นตะกอน  $\text{Ag}_2\text{O}$  และ รวมกันเป็นกลุ่มนำตะกอน  $\text{Ag}_2\text{O}$  กระจายตัวในน้ำดีไออไนซ์ 500 มิลลิลิตร ซึ่งมี สารละลาย 1 M sodium



dodecyle sulfate 5 มิลลิลิตร หลังจากนั้นทิ้งไว้ 10 ถึง 15 นาที ให้การกระจายตัวคงที่ดังรูปที่ 2.5 จะเห็นได้ว่าอนุภาคของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  โดยเฉลี่ยมีขนาด 0.25 ไมโครเมตร จากนั้นเติมสารละลาย 88 เปอร์เซ็นต์ของ  $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ปฏิกริยานี้คายความร้อนออกมาจำนวนมากพร้อมกับเกิดแก๊ส  $\text{N}_2$  เขียนเป็นสมการเคมีได้ดังแสดงในสมการที่ 2.7 หลังจากขั้นตอนการรีดิวซ์เกิดตะกอนเงิน ภายในเวลาไม่กี่ชั่วโมง ลักษณะของอนุภาคเงินที่ตกตะกอนออกมาเป็นทรงกลม แสดงในรูปที่ 2.6 และจากการวัดขนาดอนุภาคโดยวิธี Laser Particle Size Analyzer (LPSA) มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 120.2 นาโนเมตร

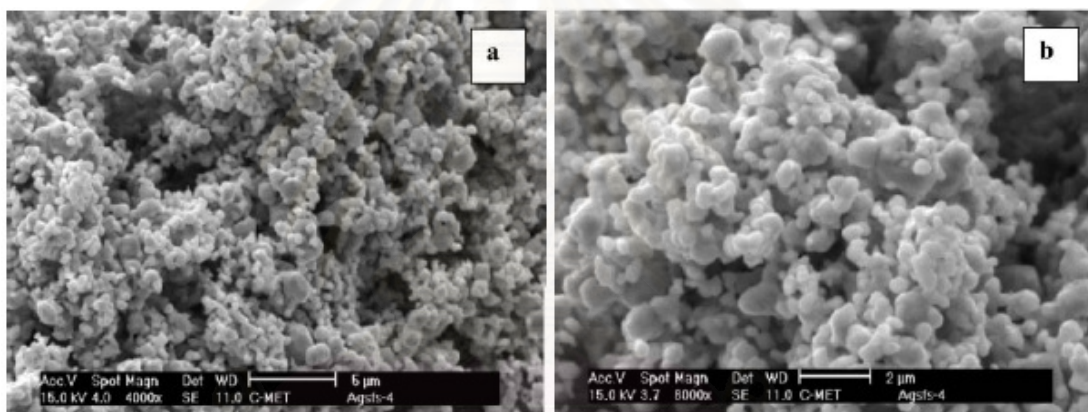


รูปที่ 2.5 ภาพโครงสร้างจาก Field emission scanning electron microscopy (FESEM) ของผงเงินออกไซด์ ( $\text{Ag}_2\text{O}$ )[8]



รูปที่ 2.6 ภาพโครงสร้างจาก FESEM ของผงเงินขนาดนาโน[8]

P.K. Khanna และคณะ[9] ผลิตผงเงินโดยให้ sodiumformaldehydesulfoxylate (SFS) เป็นตัวรีดิวซ์ที่ค่า pH ระหว่าง 2 ถึง 5 พบว่ามีตัวแปรหลายอย่างในการผลิตผงเงินให้มีขนาดนาโนเมตร อย่างหนึ่งที่เหมาะสมก็คือ การให้ค่า pH ปานกลางและ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปอย่างช้าๆ และถ้าตอนเริ่มต้นสามารถผลิตซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ให้มีอนุภาคขนาดเล็กได้ ในตอนสุดท้ายผงเงินที่ได้ก็จะมีขนาดเล็กกว่าในตอนแรก ซึ่งอธิบายได้ว่าเมื่อขนาดของซิลเวอร์ไนเตรทมีขนาดเล็กในการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้ง่าย และสมบูรณ์กว่าซิลเวอร์ไนเตรทที่มีขนาดใหญ่จากผลการทดลอง ซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับ SFS จะได้ตะกอนของเงินสีเทาออกมาใช้เวลาประมาณ 30 นาที และค่า pH ที่วัดโดย pH meter มีค่าน้อยกว่า 5 ตลอดเวลา ค่า pH ของการตกตะกอนที่สมบูรณ์อยู่ที่ประมาณ pH 2 อนุภาคผงเงินมีขนาดประมาณ 100 – 200 นาโนเมตร



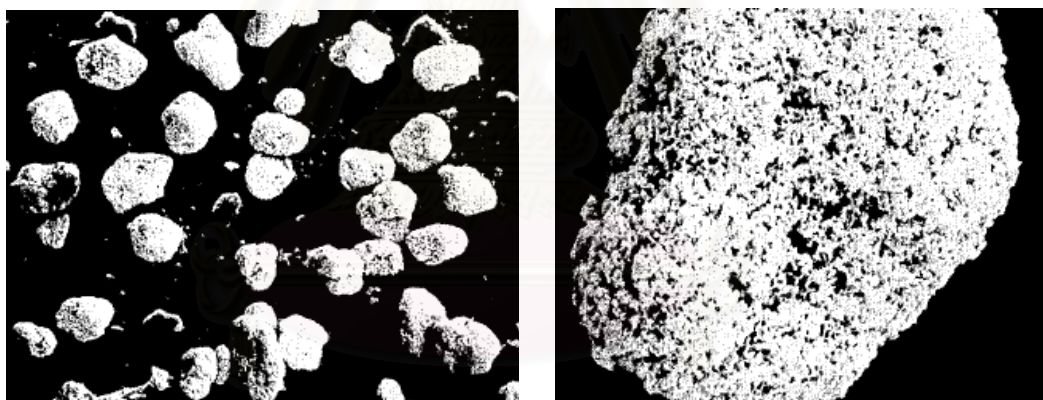
รูปที่ 2.7 SEM ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำเป็นเวลา 30 นาที

(a) สเกล 5 ไมโครเมตรและ (b) 2 ไมโครเมตร [9]

Wasyi Kunda และคณะ[10] ได้ทำการผลิตผงเงินซึ่งผลิตจากปฏิกิริยาของโซเดียมซัลไฟด์ (sodium sulphide) กับ โซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate) ให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาในช่วง  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  ปฏิกิริยานี้ทำให้เกิดโซเดียมซัลเฟต (sodium sulphate) และโซเดียมคาร์บอเนตที่เหลือจากปฏิกิริยาสามารถล้างออกได้ด้วยน้ำ การทำปฏิกิริยาทำที่ความดันบรรยากาศในเตาเผาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นนำมาบดเพื่อหยุดการเผาผนึกแล้วล้างด้วยน้ำ ผงเงินที่ได้มีความหนาแน่น 1.97 กรัมต่อซีซี และมีซัลเฟอร์ 0.0008 % การผลิตผงเงินนี้ยังได้ทำการทดลองโดยใช้ซิลเวอร์คลอไรด์ (silver chloride) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 ถูกผสมกันแล้วให้ความร้อนเป็นอุณหภูมิ  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  ในเตาเผาที่ความดัน

บรรยากาศเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เย็นตัวที่อุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  แล้วนำผลิตภัณฑ์มาบดเพื่อหยุดการเผาผลาญ และล้างด้วยน้ำผลิตภัณฑ์มีความหนาแน่น 1.5 กรัมต่อซีซี ทำการวิเคราะห์ผงเงินพบว่า มีออกซิเจน 0.01% คาร์บอน 0.002% ซัลเฟอร์ 0.0012% และคลอรีน 0.012%

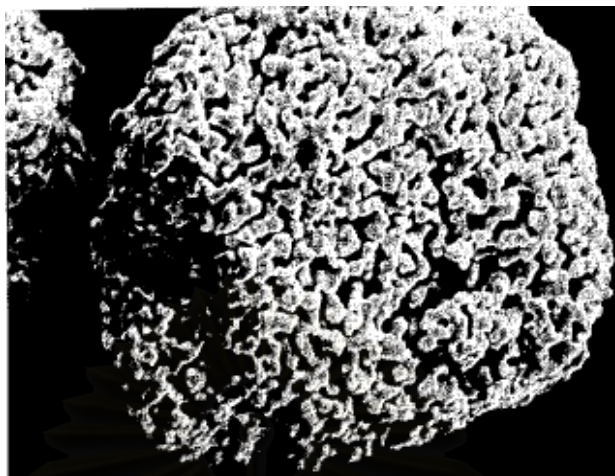
Larry J. Gaudino และคณะ[11] ได้ทดลองผลิตผงเงินโดยใช้สารละลายซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับโซเดียมคลอไรด์ เกิดเป็น ซิลเวอร์คลอไรด์ (Silver Chloride,  $\text{AgCl}$ ) ตกตะกอนออกมาแล้วนำไปล้างด้วยน้ำดีไอออนไนซ์ เพื่อกำจัดคลอไรด์ที่เหลือ เติมกรดซัลฟูริก 4 เปอร์เซ็นต์ลงไป ในซิลเวอร์คลอไรด์ เพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ที่  $70^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 30 นาที แล้วค่อยๆ เติมผงสังกะสี (เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 ไมครอน) ปฏิกิริยานี้จะเกิดสังกะสีคลอไรด์ (Zinc Chloride,  $\text{ZnCl}_2$ ) รวมกันอยู่ในน้ำ และได้ผงเงินบริสุทธิ์ นำผงเงินไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ  $90^{\circ}\text{C}$  จนกระทั่งมีความชื้นน้อยกว่า 0.05 % เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของผงเงินน้อยกว่า 1 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมกันมีขนาด 108 ไมครอน มีความหนาแน่น 15.24 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว



รูปที่ 2.8 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา  $70^{\circ}\text{C}$  ที่กำลังขยาย 80 เท่า (รูปซ้าย) และที่กำลังขยาย 800 เท่า (รูปขวา) [11]

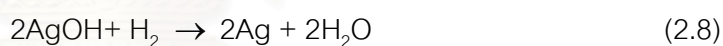
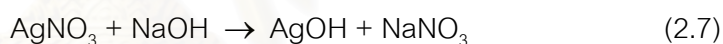
เมื่อทำการทดลองโดยเพิ่มอุณหภูมิตั้งแต่ทำปฏิกิริยาเป็น  $450^{\circ}\text{C}$  ใช้เวลา 30 นาที ผงเงินที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 24.94 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคเพิ่มขึ้นเป็น 4.6 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่รวมตัวกันลดลงเป็น 92.6 ไมครอน จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้มีผลในการเพิ่มขนาดของอนุภาค เมื่อมีการคนผงจะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 27.3 กรัมต่อลูกบาศก์นิ้ว แต่ไม่มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค



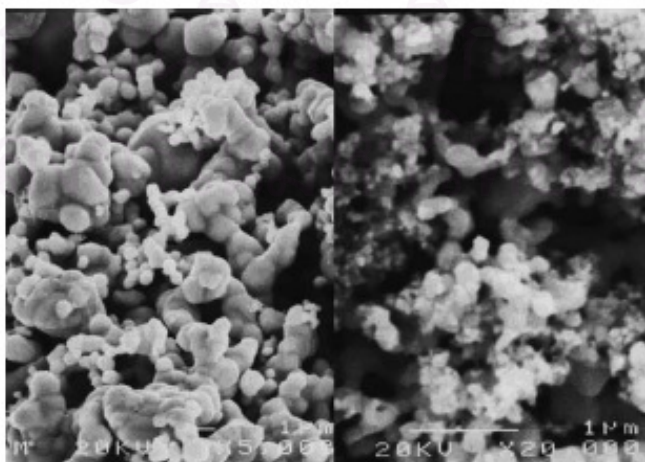


รูปที่ 2.9 ผงเงินใช้คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา 450°C ที่กำลังขยาย 800 เท่า[11]

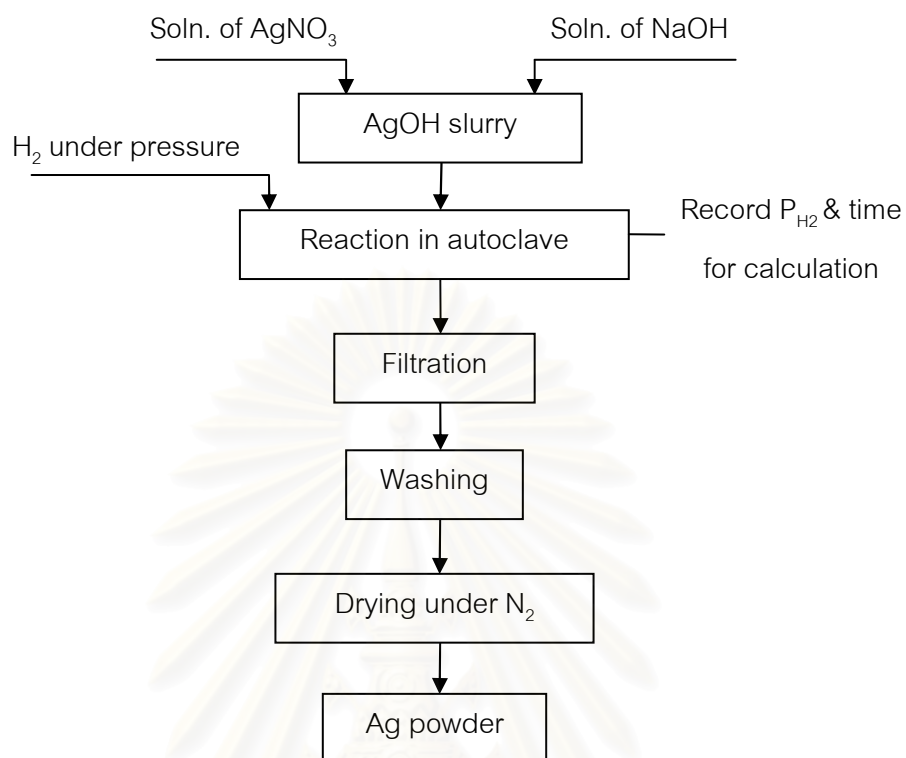
R. Li, D.J. Kim และคณะ [13] ได้ผลิตผงเงินจาก ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งทำ ซิลเวอร์ไนเตรท( $\text{AgNO}_3$ ) ให้อยู่ในรูป  $\text{AgOH}$  slurry โดยการเติม  $\text{NaOH}$  เพื่อแยกเงินออกจาก ไนเตรท ซึ่งในกระบวนการผลิตนั้นจะทำการวัดค่า pH



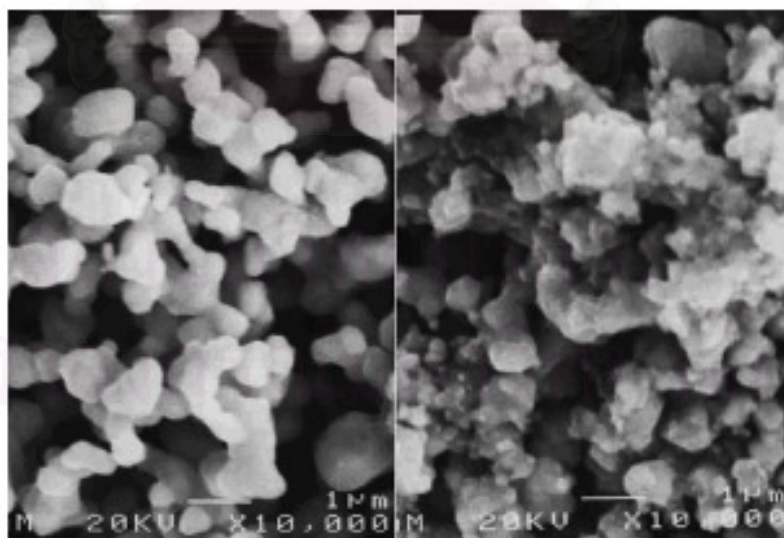
เมื่อได้  $\text{AgOH}$  รูปของ Slurry จากนั้นทำการกระบวนการรีดิวซ์โดย  $\text{H}_2$  และทำผงเงินให้แห้งภายใต้บรรยากาศ  $\text{N}_2$  ผงเงินที่ได้จะกระบวนการนี้มีความบริสุทธิ์ 99.9999% ที่ทุกค่า pH และมีขนาดของผงเงินอยู่ในช่วง 0.5-1.2 ไมโครเมตร



รูปที่ 2.10 ภาพ SEM แสดงผงเงินที่ได้จากการเติม  $\text{NaOH}$  30% และ 21% [13]



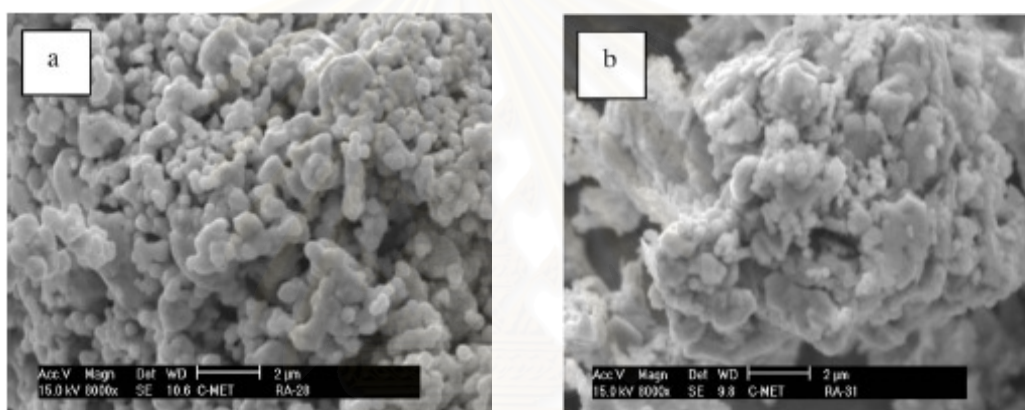
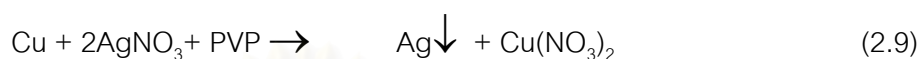
รูปที่ 2.11 แสดงการผลิตผงเงิน โดยกระบวนการ hydrothermal hydrogen reduction [13]



รูปที่ 2.12 ภาพ SEM แสดง ผงเงินที่ได้จากการให้อุณหภูมิ 120 °C และ 215 °C [13]



P.K. Khanna และคณะ [14] ได้ผลิตผงเงินขนาดนาโน โดยใช้ ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) เป็นสารตั้งต้น จากที่ทราบว่า ทองแดง (Cu) จะแทนที่ เงิน (Ag) ใน ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ที่สภาวะเป็นสารละลาย ดังนั้นจะทำการเติม organically หรือ polymeric เข้าไปเคลือบผงเงิน ซึ่งในการทดลองจะใช้ PVP เป็นตัวเคลือบ

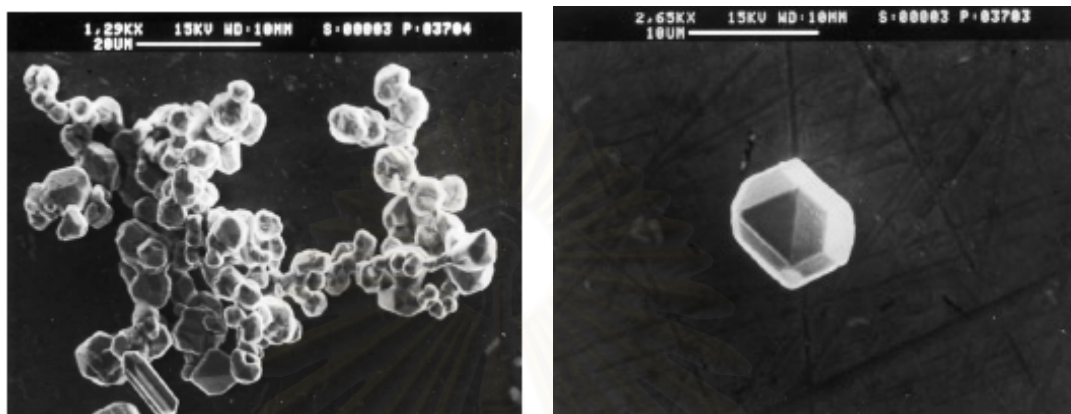


รูปที่ 2.13 ภาพ SEM แสดง ผงเงินในพอลิเมอร์ [14]

ในการเติม พอลิเมอร์ (PVP) จะเติมในอัตราส่วนของน้ำหนักระหว่าง PVP กับ  $\text{AgNO}_3$  คือ 0:1, 1:1 และ 2:1 ปฏิกริยาจะเกิดที่อุณหภูมิห้อง ในเวลา 1 ชั่วโมง จะเกิดตะกอนของผงเงินสีเทา จากนั้นล้างด้วยน้ำและ เอช-ทานอล และทำให้แห้งโดยการอบ จากการตรวจสอบขนาดอนุภาคของผงเงินเฉลี่ยอยู่ในช่วง 100-300 นาโนเมตร

Amit Sinha, B P Sharma [15] ได้ทำการทดลองผลิต ผงทองแดง โดยใช้ กระบวนการกลีเซอรอล ซึ่งใช้ คอปเปอร์ ออกไซด์, คอปเปอร์ ไฮดรอกไซด์ และ คอปเปอร์ อะซิเตท (AR grade) โดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นกับกลีเซอรอล จำกัดที่ 0.02 ให้ความร้อนโดย ฮอตเพลท เกลือทองแดง จะละลายมากขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น จากนั้นปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เติม เอช-ทานอล เพื่อทำละลาย ในการทำให้ทองแดงตกตะกอนโดย

การทำเซนต์ฟุ่กัล จากนั้นทำการล้างด้วย เอช-ทานอล อีกครั้ง และทำให้ทองแดงแห้งภายใต้สุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ลักษณะของผงทองแดงแสดงในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ภาพ SEM แสดงผงทองแดงที่ได้จาก คอปเปอร์ อะซิเตรท [15]

ผงทองแดงที่ได้จากกรรมวิธีกลีเซอรอล ซึ่งจะใช้อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของกลีเซอรอล ผงทองแดง มีการกระจายตัวของขนาดที่แคบ ความบริสุทธิ์ของผงทองแดงจากคอปเปอร์ อะซิเตรท 99.7% มีขนาดอนุภาค 110 นาโนเมตร

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.6 แสดงผู้ทำงานวิจัยกระบวนการผลิตผงเงินและทองแดงโดยกรรมวิธีต่างๆ

ผู้วิจัย	กระบวนการผลิต	ชนิดเกลือเงิน	ตัวรีดิวซ์	อุณหภูมิ (เซลเซียส)	ขนาดผง (ไมครอน)	ลักษณะผง	Ref
1. Amit Sinha	รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล	AgNO <sub>3</sub>	กลีเซอรอล	170	1.5-11	หลายเหลี่ยม	[2]
2. Wu Songping	รีดิวซ์ด้วยวิตามินซี	Ag <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	วิตามินซี	60	1.0-3.1	หลายเหลี่ยม	[3]
3.H.H.Nersisyan	รีดิวซ์ด้วย NaOH	AgNO <sub>3</sub>	NaOH	-	0.12-0.2	ทรงกลม	[8]
4. P.K. Khanna	รีดิวซ์ด้วย SFT	AgNO <sub>3</sub>	SFT	-	0.1-0.2	ทรงกลม	[9]
5. Wasyl Kunda	รีดิวซ์โซเดียมซัลไฟด์	AgNO <sub>3</sub>	โซเดียมซัลไฟด์	500	-	ทรงกลม	[10]
6. Larry J.	ปฏิกิริยา NaCl	AgNO <sub>3</sub>	NaCl	70	< 1.0	ปะการัง	[11]
7.R. Li, D.J. Kim	รีดิวซ์ด้วย NaOH	AgNO <sub>3</sub>	NaOH	120	0.2-1.2	ทรงกลม	[13]
8.P.K. Khanna	แทนที่ Ag โดย Cu	AgNO <sub>3</sub>	-	-	0.1-0.3	ทรงกลม	[14]
9.Amit Sinha	รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	กลีเซอรอล	80	1.0	ทรงกลม	[15]

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย

##### 3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการผลิตผงเงิน

- 3.1.1.1 เม็ดเงิน ความบริสุทธิ์ 99.9 %
- 3.1.1.2 กรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) ความเข้มข้น 69.5 % (AR grade, MERCK)
- 3.1.1.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ ) (AR grade, MERCK)
- 3.1.1.4 กลีเซอรอล ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ ) (AR grade, CARLO ERBA)
- 3.1.1.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (Absolute)
- 3.1.1.6 น้ำกลั่น

##### 3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ทำการทดลอง

- 3.1.2.1 อุปกรณ์ให้ความร้อน (Hot plate, WisStir model: MSH-20D)
- 3.1.2.2 เทอร์โมมิเตอร์ ( 200 °C)
- 3.1.2.3 ปีกเกอร์ (ขนาด 100, 200, 800 และ 1,000 ml.)
- 3.1.2.4 แท่งแก้ว
- 3.1.2.5 กระจกทรง

##### 3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง

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

#### 3.2 ขั้นตอนการทดลอง

##### 3.2.1 ขั้นตอนการทำซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ )

- 3.2.1.1 ขั้นตอนการเตรียมกรดไนตริกเจือจาง การเตรียมสารละลายนั้นจะทำโดยเทน้ำกลั่นปริมาณ 100 ml. ลงใน ปีกเกอร์ จากนั้น ตวงกรดไนตริก ปริมาณ 100 ml. จากนั้นเทกรด

ไนทริก ลงใน ปีกเกอร์ น้ำกลั่น ขณะเทกรดต้องทำการกวนตลอดเวลา ซึ่งจะได้กรดที่มีความเข้มข้น 50 % โดยปริมาตร

3.2.1.2 ขั้นตอนการเตรียมเม็ดยเงิน ซึ่งจะเตรียมโดยการนำเม็ดยเงินไปซึ่งบนเครื่อง ซึ่ง น้ำหนักของเงินนั้นจะขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาเคมีตามสมการต่อไปนี้



ซึ่งจากการคำนวณตามสมการเคมี จะใช้เงินน้ำหนัก 126.36 กรัม ต่อกรดไนทริก 69.5 % 100 ml.

3.2.1.3 ขั้นตอนการให้ความร้อน เมื่อเทเม็ดยเงินลงในสารละลายแล้วจะทำการให้ความร้อนเพื่อเร่งปฏิกิริยาให้เกิดเร็วขึ้น ซึ่งใช้อุณหภูมิในช่วง 50-60°C เมื่อเม็ดยเงินละลายหมดแล้ว นำสารละลายไปกรองเพื่อที่จะแยกตะกอนออกจากสารละลาย จากนั้นจะทำการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเพื่อให้น้ำเป็นไอออกไป

3.2.1.4 ขั้นตอนการตกผลึกของ ซิลเวอร์ไนเตรท( $\text{AgNO}_3$ ) เมื่อน้ำละลายหมดแล้วความหนืดของสารละลายจะเพิ่มมากขึ้น ให้ทำการกวนตลอดเวลา จากนั้นยกออกจากแผ่นให้ความร้อน กวนจนกว่าจะเย็น จะได้ ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ผลึกขนาดเล็ก ขั้นตอนนี้เป็นขั้นที่ต้องระมัดระวังและต้องควบคุมเป็นพิเศษ เพราะจะเป็นตัวกำหนดขนาดของผลึก ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ )

### 3.2.2 ขั้นตอนการทำผงเงินโดยซิลเวอร์ไนเตรทรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

3.2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมกลีเซอรอล ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ ) และ ซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งจะใช้ กลีเซอรอล ปริมาณคงที่ 100 ml. เทลงใน ปีกเกอร์ ขนาดความจุ 1000 ml. จากนั้นทำการชั่งซิลเวอร์ไนเตรทปริมาณ 10, 20, 30 และ 40 กรัม แล้วเทลงในปีกเกอร์ ที่มีกลีเซอรอลอยู่กวนให้เข้ากัน

3.2.2.2 ขั้นตอนการให้ความร้อนนำปีกเกอร์วางบนแผ่นให้ความร้อนและให้ความร้อน เมื่อความร้อนถึงอุณหภูมิ 170-175 °C จะเกิดการเดือดของสารละลายจากนั้นหยุดให้ความร้อน เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดที่อุณหภูมิ 190-195 °C จึงยกออกจากแผ่นให้ความร้อนปล่อยให้เย็น

3.2.2.3 ขั้นตอนการแยกสารละลายกลีเซอรอล ออกจากผงเงิน โดยจะทำการเทสารละลายออกจากผงเงิน และแยกเก็บไว้เพื่อให้ผงเงินที่ตกค้างตกตะกอน ส่วนผงเงินจะนำไปสู่ขั้นตอนการล้างด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ ต่อไป



3.2.2.4 ขั้นตอนการล้างผงเงิน ซึ่งจะล้างกลีเซอรอลด้วย เอทิล แอลกอฮอล์ โดยทำให้ความร้อน จนกว่ากลีเซอรอลจะหมดโดยสังเกตจากสีของ แอลกอฮอล์

3.2.2.5 ขั้นตอนการทำให้แห้ง โดยการนำไปอบที่เตาอบที่อุณหภูมิ 80-90°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้แอลกอฮอล์ และเหยือกออกไปจนหมด เสร็จแล้วจะได้ผงเงินที่จะนำไปทดสอบต่อไป

### 3.2.3 ขั้นตอนการทำผงเงินโดยซิลเวอร์ในเตรททำปฏิกิริยากับสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

3.2.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยจะใช้ไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ในเตรทในอัตราส่วนต่อโมล 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25 และ 1:0.1 โมล ซึ่งจะคั่งน้ำหนักซิลเวอร์ในเตรท 10 กรัม จะปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล 4.708, 2.354, 1.177, 0.588 และ 0.235 กรัม (กลีเซอรอล 200 ml.) ตามลำดับ จากนั้นทำการละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลในปริมาณ 200 ml.

3.2.3.2 ขั้นตอนละลายซิลเวอร์ในเตรทในกลีเซอรอล โดยใช้สารละลายซิลเวอร์ในเตรทในกลีเซอรอล 10 กรัม ซึ่งในการละลายซิลเวอร์ในเตรทในกลีเซอรอล 100 ml. จะทำที่อุณหภูมิห้อง

3.2.3.3 ขั้นตอนการตกตะกอนผงเงินโดยจะทำการเทสารละลายซิลเวอร์ในเตรทลงในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์มีอุณหภูมิอุณหภูมิคงที่ที่ 30, 80, 100, 120 และ 140 °C ในขณะที่สารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำการกวนตลอดเวลาด้วยความเร็ว 1000 รอบต่อนาที และจะทำการเก็บตัวอย่างทุกๆ ครึ่งชั่วโมงเพื่อดูการเปลี่ยนแปลง

3.2.3.4 ขั้นตอนการเก็บผงเงินโดยการเติมเอทิล แอลกอฮอล์ จากนั้นทำการกวนสารละลายเป็นเวลาหนึ่งชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้ตกตะกอน เพื่อทำการการแยกผงเงินออกจากสารละลาย โดยการเทสารละลายกลีเซอรอลออกและทำการล้างใหม่จนกว่าจะสะอาด

3.2.3.5 ขั้นตอนการล้างผงเงินด้วยน้ำกลั่นโดยการต้มน้ำที่อุณหภูมิ 100 °C เพื่อล้างสารละลายที่ตกค้างซึ่งจะเป็นการล้างขั้นสุดท้าย

3.2.3.6 ขั้นตอนการอบผงเงินเพื่อไล่ความชื้น โดยจะนำไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจะนำผงเงินไปตรวจสอบคุณสมบัติต่อไป

### 3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

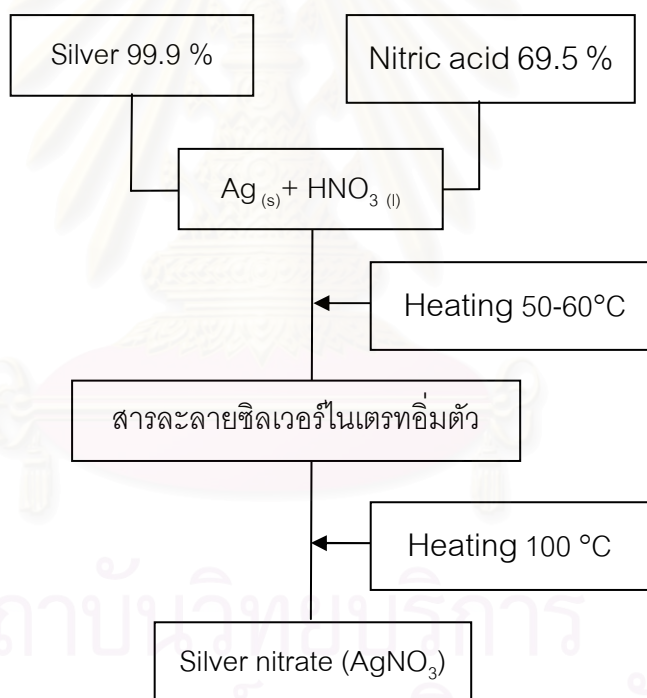
3.3.1 วิเคราะห์ซิลเวอร์ไนเตรท โดยการส่งตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (X-ray Diffractometers: XRD)

#### 3.3.2 วิเคราะห์อนุภาคของผงเงินที่ได้จากการผลิต

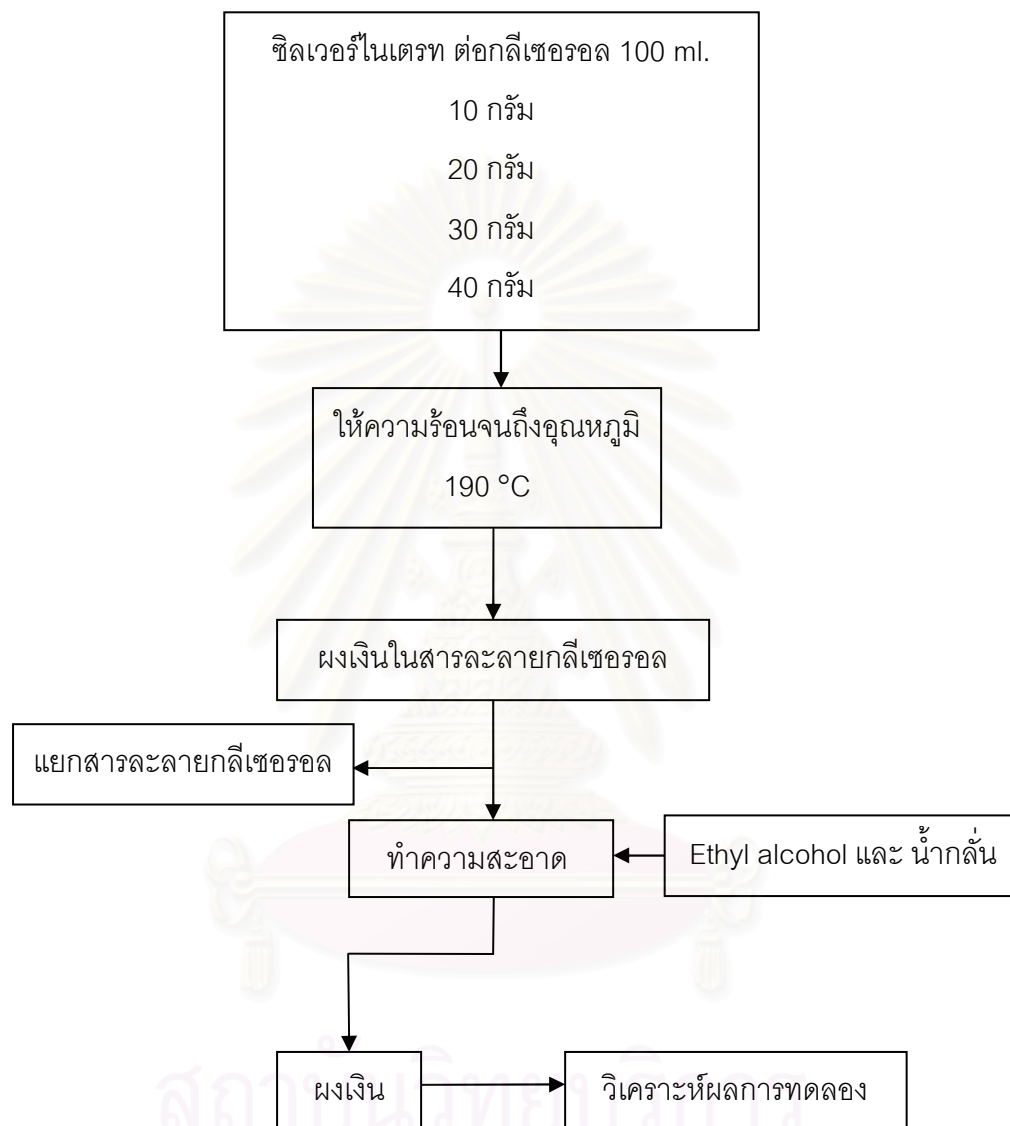
3.3.2.1 ถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคผงเงินที่ได้ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM)

3.3.2.2 วิเคราะห์สารประกอบในผงเงินที่ได้ด้วย เครื่องมือวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (X-ray Diffractometers: XRD)

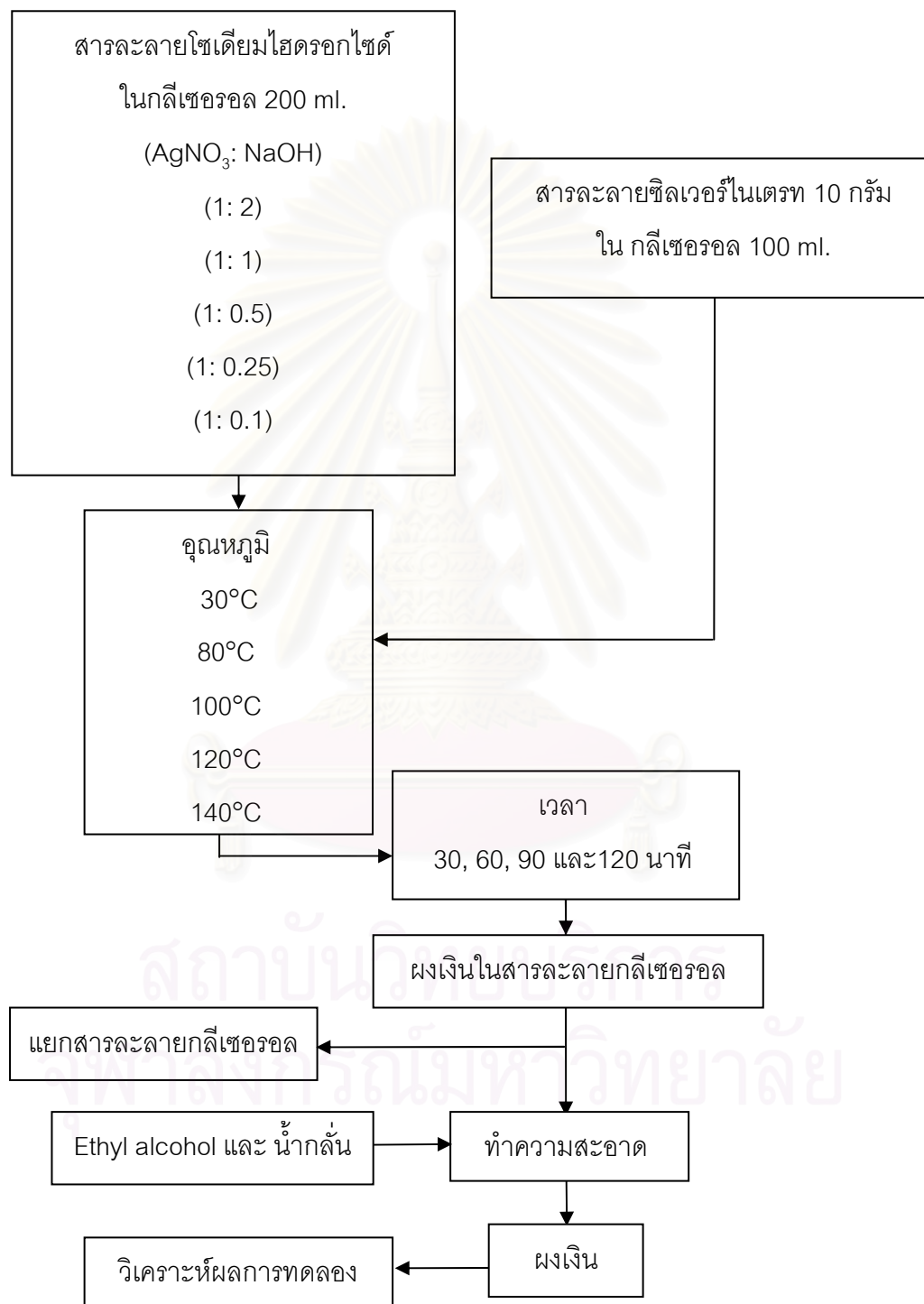
แผนภูมิที่ 3.1 กระบวนการผลิตซิลเวอร์ไนเตรท ( $\text{AgNO}_3$ )



แผนภูมิที่ 3.2 แสดงกระบวนการทำผงเงินโดยซิลเวอร์ไนเตรทรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล



แผนภูมิที่ 3.3 กระบวนการทำผงเงินโดยซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล



## บทที่ 4

### ผลการวิเคราะห์ข้อมูล และอภิปรายผล

#### 4.1 ปรากฏการณ์ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาของซิลเวอร์ในเตาที่รีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

ผลการทดลองการผลิตผงเงิน โดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยปรับเปลี่ยนปริมาณซิลเวอร์ในเตาในกลีเซอรอล ตามลำดับ 10, 20, 30 และ 40 กรัม ตามลำดับ พบว่าผงเงินที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะเป็นก้อนคล้ายฟองน้ำ ปรากฏการณ์ของการเกิด ปฏิกิริยา เริ่มจากนำผงซิลเวอร์ในเตาใส่ลงไปไนกลีเซอรอลตามอัตราส่วนที่กำหนดที่อุณหภูมิห้อง และกวนจนละลายหมดหลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็วโดยมีการกวนตลอดเวลา พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลายจากไม่มีสีและใสเป็นสีเหลืองอ่อน จากงานของ AMIT SINHA และ B P SHARMA [2] ระบุว่า เมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงสีขึ้น แสดงว่า เริ่มเกิดนิวเคลียสของอนุภาคเงินแล้วในระดับนาโนเมตร อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นยังไม่เสร็จสมบูรณ์ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น 80 °C สารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเข้มขึ้น เมื่ออุณหภูมิมาถึง 110-120 °C สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีดำเข้ม อนุภาคเงินมีขนาดเล็กและอยู่ในสภาพแขวนลอย และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นถึง 140 °C จะเปลี่ยนเป็นสีเทา ณ อุณหภูมินี้พบว่ามีอนุภาคของผงเงินที่มีขนาดใหญ่และสามารถตกตะกอนได้ก็เริ่มตกตะกอนให้เห็น และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นที่ 170 -175 °C ปฏิกิริยารุนแรงขึ้นมีการเดือดของสารละลายให้เห็น โดยจะเริ่มเกิดฟองของสารละลายพร้อมกับพบว่าเงินบางส่วนจับตัวกันคล้ายฟองน้ำขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิดการเดือดอย่างรุนแรงประมาณ 1-2 นาที และมีก๊าซ NO เกิดขึ้น (รูปที่ 4.1) จึงหยุดเดือดพบว่าสารละลายมีอุณหภูมิสูงถึง 190 – 200 °C ผงเงินมีลักษณะการเกาะตัวกันคล้ายฟองน้ำและมีขนาดใหญ่ขึ้น (รูปที่ 4.2) เมื่อเปรียบเทียบกับผงเงินที่อุณหภูมิ 170 -175 °C จากรูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นการเดือดที่รุนแรงที่อุณหภูมิ 190 °C ร่วมกับการเกิดการเกาะตัวคล้ายฟองน้ำของผงเงิน จากรูปที่ 4.2 แสดงถึงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา ณ อุณหภูมิ 190 °C อนุภาคของผงเงินขนาดเล็กจับตัวกันเป็นก้อนคล้ายฟองน้ำ ลอยอยู่ในสารละลาย





รูปที่ 4.1 ปรากฏการณ์การเกิดปฏิกิริยาที่รุนแรงของซิลเวอร์ไนเตรทกับคลอไรด์  
ณ อุณหภูมิ 190 °C



รูปที่ 4.2 แสดงการเกาะตัวของผงเงินหลังให้ความร้อน ณ อุณหภูมิ 190 °C

จากที่มีผู้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการคงอุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยารีดิวซ์ด้วยคลอไรด์ [12] จากการทดลอง ณ อุณหภูมิ 140 °C พบปฏิกิริยาสมบูรณ์ใช้เวลาในการรีดิวซ์ 60 นาที และ ณ อุณหภูมิ 160 °C ใช้เวลาในการรีดิวซ์ 7 นาที ผงเงินที่ได้มีขนาด 1.6-6  $\mu\text{m}$ . และพบว่าเวลาการใช้อุณหภูมิเดียวกันในการทำปฏิกิริยา แต่ใช้เวลาต่างกัน มีผลทำให้ขนาดและรูปร่างของผงเงินที่ได้ต่างกัน

คือ ในช่วงแรกของปฏิกิริยาจะได้ผงเงินขนาดเล็กที่มีรูปร่างเป็นทรงกลม และเมื่อปฏิกิริยาดำเนินต่อไป ขนาดผงเงินจะมีขนาดใหญ่ขึ้นและแบ่งเป็น 2 ขนาด โดยรูปร่างเปลี่ยนไปเป็นทรงหลายเหลี่ยมและการทำปฏิกิริยาโดยใช้เวลาเท่ากัน แต่คุณสมบัติต่างกัน ส่งผลต่อขนาดของผงเงินที่ได้ คือที่อุณหภูมิสูงจะได้ผงเงินที่มีขนาดใหญ่กว่าที่อุณหภูมิต่ำ

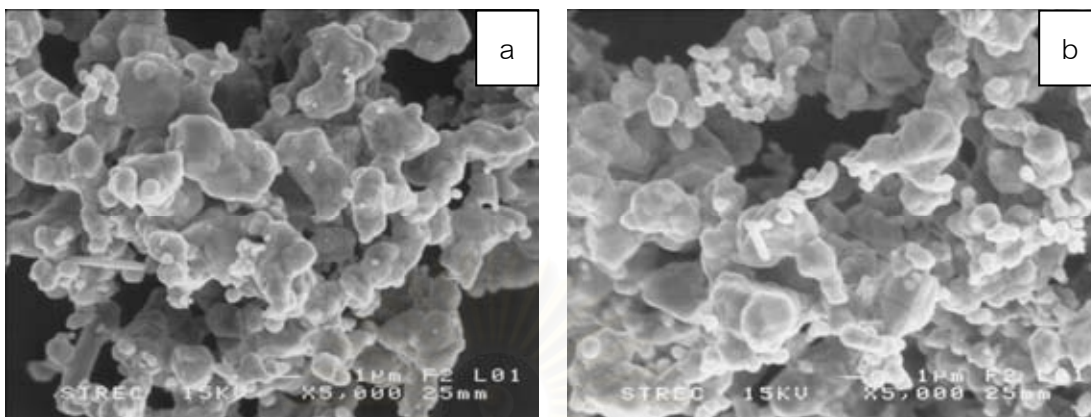
#### 4.2 ผลความเข้มข้นต่อขนาดและการกระจายตัวของขนาดผงเงิน

เมื่อทำการล้างผงเงินด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ พบว่าที่อัตราส่วนซิลเวอร์ในเตรท 0.588 โมล/ลิตร มีการเกาะตัวของผงเงินสูงการกระจายตัวของขนาดผงเงินต่ำที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วน 30 และ 40 กรัม ส่วนอัตราส่วนปริมาณ ซิลเวอร์ในเตรท 40 กรัม ผงเงินที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นก้อนคล้ายฟองน้ำซึ่งการเกาะอย่างหลวมๆ เมื่อทำการคนด้วยแท่งแก้วผงเงินจะแตกตัวออกจากกัน ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณซิลเวอร์ในเตรท 10, 20, 30 กรัม ซึ่งผลต่างๆ ดูได้จากตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดลองผลิตโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยใช้กลีเซอรอลในปริมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

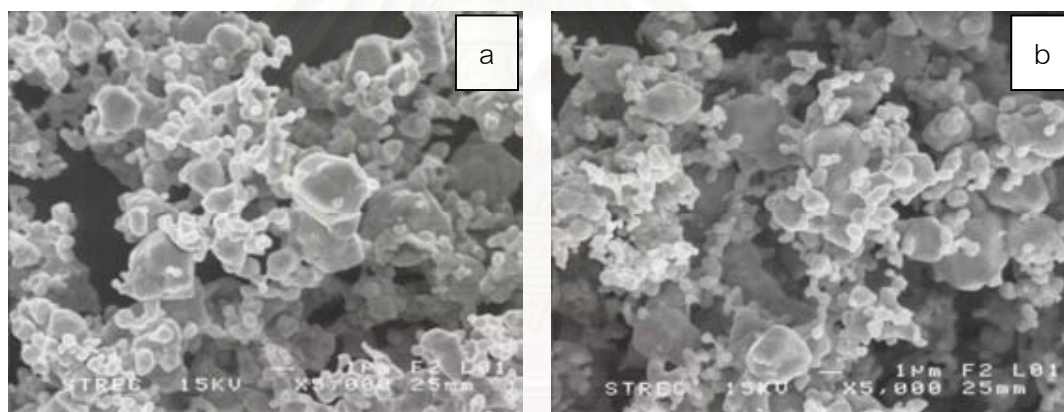
ปริมาณซิลเวอร์ในเตรท	การกระจายตัวของขนาดผงเงิน	รูปทรงของผงเงิน	ขนาดอนุภาคผงเงิน
10 กรัม	กระจายต่ำ	หลายเหลี่ยม	1-5 $\mu\text{m}$
20 กรัม	กระจายต่ำ	หลายเหลี่ยม	1-5 $\mu\text{m}$
30 กรัม	สูง	หลายเหลี่ยม	0.5-5 $\mu\text{m}$
40 กรัม	สูง	หลายเหลี่ยม	0.5-5 $\mu\text{m}$

จากตารางที่ 4.1 ซึ่งได้สรุปถึงลักษณะการกระจายตัว รูปทรง และช่วงของขนาดอนุภาคของผงเงิน ซึ่งจะพบว่าที่อัตราส่วนซิลเวอร์ในเตรทปริมาณ 40 กรัม ให้ผลการกระจายตัวที่ดีที่สุดและยังพบว่าขนาดของผงเงินที่ได้มีขนาดเล็ก แต่เมื่อเพิ่มปริมาณซิลเวอร์ในเตรท ปริมาณ 50 กรัม พบว่ามีการเกาะตัวเป็นแผ่นที่กั้นของบีกเกอร์ ซึ่งการเกาะตัวเป็นแผ่นนี้จะมีลักษณะคล้ายกับเงินที่ถูกรีดเป็นแผ่น สาเหตุเนื่องมาจากปริมาณซิลเวอร์ในเตรทที่มากประกอบกับปริมาณกลีเซอรอลที่น้อยทำให้เงินที่ได้ตกตะกอนไปที่ก้นบีกเกอร์จำนวนมาก ประกอบกับอุณหภูมิที่สูงจึงเกิดการอัดตัวของผงเงินขึ้นเป็นแผ่นดังกล่าว และเมื่อนำมาทำการบดจะไม่ได้เป็นผงเงิน



รูปที่ 4.3 แสดงรูป SEM ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C

(a) ซิลเวอร์ในเตรท 10 กรัม (b) ซิลเวอร์ในเตรท 20 กรัม



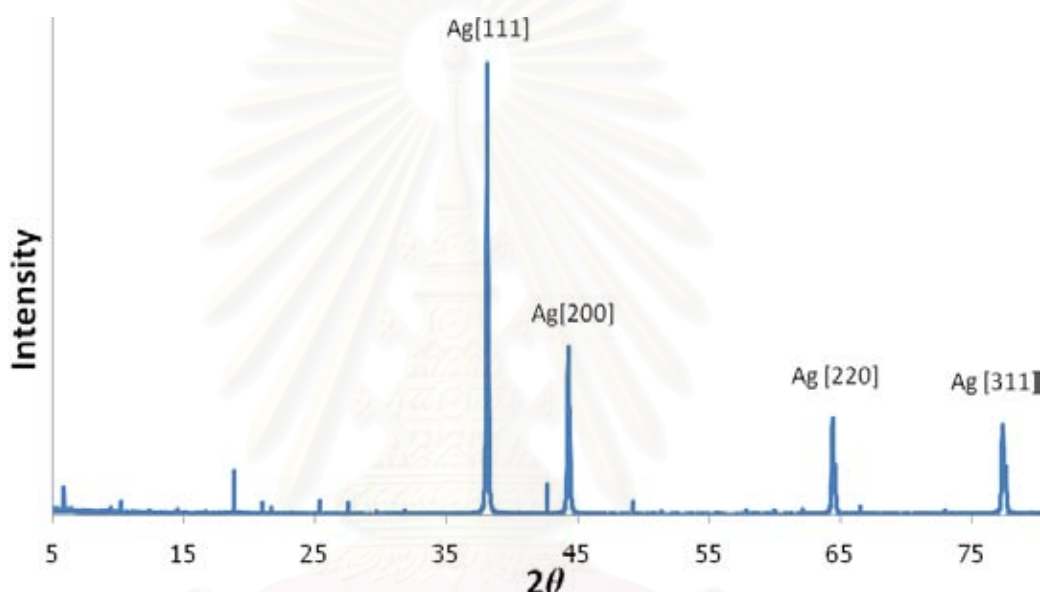
รูปที่ 4.4 แสดงรูป SEM ของผงเงินรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C

(a) ซิลเวอร์ในเตรท 30 กรัม (b) ซิลเวอร์ในเตรท 40 กรัม

จากรูปที่ 4.3 และ 4.4 แสดงลักษณะรูปทรงของผงเงินจากการผลิตด้วยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล รูปที่ 3.4 (a) ผงเงินที่ได้จากซิลเวอร์ในเตรท 10 กรัม จะมีลักษณะเป็นทรงกลมหลายขนาด ซึ่งจะอยู่ในช่วงตั้งแต่ 1-5 ไมครอน ลักษณะการกระจายของขนาดตัวต่ำเนื่องจากผงเงินทรงกลมจะเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นกึ่งก้อน รูปที่ 4.3 (b) ผงเงินที่ได้จากซิลเวอร์ในเตรท 20 กรัม มีลักษณะคล้ายกับ รูปที่ 4.3 (a) ส่วนรูปที่ 4.4 (a) และ (b) เป็นรูปผงเงินที่ผลิตด้วยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล โดยมีปริมาณซิลเวอร์ในเตรท 30 และ 40 กรัม รูปทรงของผงเงินจะมีลักษณะหลายเหลี่ยมหรือใกล้เคียงกับทรงกลม การกระจายตัวของขนาดผงเงินสูงกว่า ปริมาณซิลเวอร์ในเตรท 10 และ 20 กรัม ผงเงินที่ได้มีหลายขนาดซึ่งจากรูปภาพ SEM จะมีขนาดอยู่ในช่วง 0.5-5 ไมครอน ผงเงินที่ได้มีสองกลุ่มซึ่งมีขนาดค่อนข้างเล็กเมื่อเปรียบเทียบกับสองวิธีก่อนหน้านี้

### 4.3 คุณภาพของผงเงิน

ผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรทด้วยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งเป็นผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรท 30 กรัม จากกราฟแสดงให้เห็นว่าผงเงินที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากไม่พบสารประกอบอื่นปะปนอยู่ในผงเงิน และผงเงินที่ได้มีโครงสร้างเป็น FCC

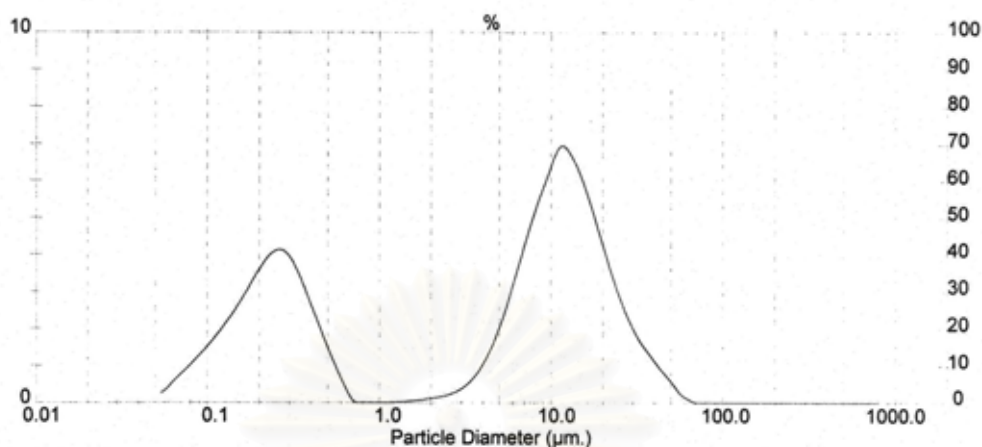


รูปที่ 4.5 กราฟ XRD ของผงเงินที่ผลิตจากซิลเวอร์ไนเตรท 30 กรัม ณ อุณหภูมิ 190 °C มีโครงสร้างเป็น FCC

### 4.4 การวิเคราะห์ผลจากการทำผงเงินโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

ผงเงินที่ได้จากผลิตโดยกรรมวิธีรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลพบว่า ผงเงินที่ได้มักจะเกาะตัวกันเป็นก้อนขนาดใหญ่คล้ายฟองน้ำ เนื่องมาจากการใช้อุณหภูมิที่สูงมาก ผงเงินจะรวมตัวกันอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้ไม่สามารถควบคุมคุณลักษณะของผงเงินได้ ประกอบกับผงเงินที่ได้จะมีขนาดที่แตกต่างกับ ซึ่งเมื่อนำผงเงินไปตรวจสอบขนาดอนุภาคพบว่าผงเงินที่ได้จะมีสองกลุ่มคือส่วนที่มีขนาดเล็ก กับขนาดใหญ่ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ได้จากการตรวจสอบโดยวิธี LPSA

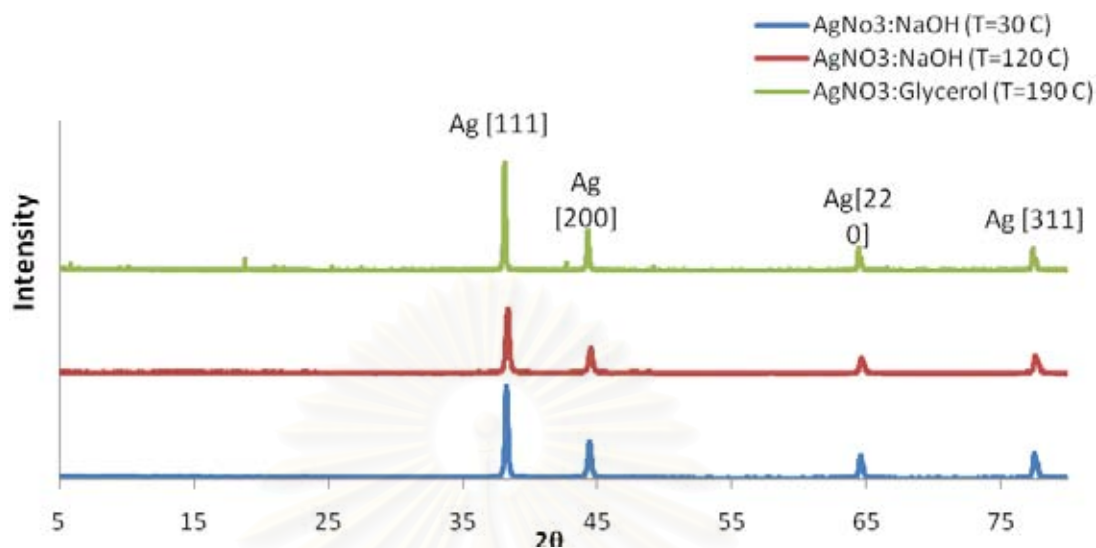




รูปที่ 4.6 แสดงขนาดอนุภาคของผงเงินจากการตรวจสอบโดย LPSA

จากผลของการทำผงเงินโดยวิธีรีดิวซ์โดยใช้กลีเซอรอลเป็นตัว รีดิวซ์เซอร์อย่างเดียว พบว่าผงเงินที่ได้มีขนาดไม่สม่ำเสมอ และแบ่งเป็นกลุ่มอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ยังเกิดการรวมตัวของผงเงินที่เป็นก้อนคล้ายฟองน้ำ ดังนั้นลักษณะทางกายภาพของผงเงินที่เป็นฟองน้ำนี้ไม่เหมาะที่จะนำไปใช้งาน เพราะต้องทำการบดอีกครั้ง เพื่อให้มีขนาดเล็กลงไม่เกาะเป็นก้อน การบดให้มีขนาดที่เล็กทำได้ยากเพราะเงินเป็นโลหะที่นิ่ม และเหนียว ทำให้แตกเป็นอนุภาคขนาดเล็กยาก โดยปกติมักจะเสียรูป เมื่อถูกแรงภายนอกกระทำ นอกจากนี้การนำกระบวนการบดมาใช้เพิ่มเติม เป็นการเพิ่มกระบวนการผลิตโดยไม่จำเป็น ซึ่งส่งผลในการเพิ่มต้นทุน ด้วยลักษณะผง ทั้งขนาด รูปทรง และการเกาะตัวที่ได้จากการทดลองข้างต้นทำให้สรุปได้ว่าการรีดิวซ์ซิลเวอร์ในเตรท โดยใช้ อุณหภูมิที่สูง ไม่เหมาะสมและควบคุมความสม่ำเสมอ และขนาดของผงเงินได้ยาก ดังนั้นจึงต้อง ควบคุมการรีดิวซ์ ของผงเงินโดยการเติมสารที่มีคุณสมบัติในการรีดิวซ์ลงไปเพื่อจะรีดิวซ์เงินที่ อุณหภูมิต่ำลง จากการทดลองโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำละลายกับ กลีเซอรอลก่อนจากนั้นก็ เทสารละลายของ ซิลเวอร์ในเตรทกับกลีเซอรอลลงไป พบว่าเกิดการรีดิวซ์อย่างรวดเร็ว และ อุณหภูมิที่เกิดการรีดิวซ์ต่ำกว่าวิธีแรกมาก ซึ่งสามารถรีดิวซ์ที่อุณหภูมิต่ำลงได้ ซึ่งจากการทดลอง เบื้องต้นได้ทำการทดลองโดยการใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ ในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 และได้ นำผงเงินที่ได้จากการทดลอง ไปทำการวิเคราะห์โดย XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.7





รูปที่ 4.7 กราฟ XRD ของผงเงินในกระบวนการต่างๆ

จากการวิเคราะห์ผงเงินโดย XRD พบว่าเป็นเงินที่มีโครงสร้างเป็น Face centered cubic (FCC) ทั้งหมด ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าทั้งสองกระบวนการที่ได้ทำการทดลองได้ผงเงินเหมือนกัน ดังที่จะอธิบายกระบวนการโดยละเอียดในหัวข้อต่อไป

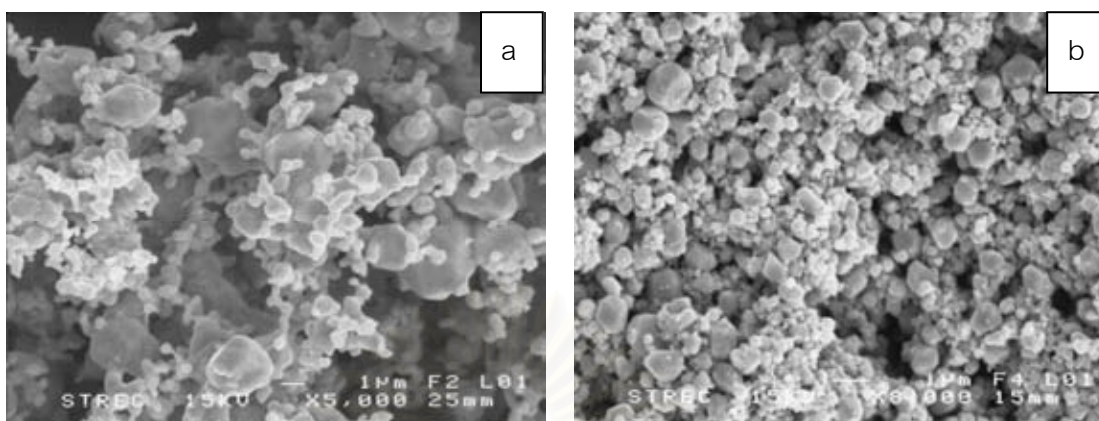
#### 4.5 ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นระหว่างซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

ในการผลิตผงเงินและได้ผงเงินจากซิลเวอร์ไนเตรททำปฏิกิริยากับสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ ในกลีเซอรอล เริ่มต้นกระบวนการแบ่งละลายซิลเวอร์ไนเตรทในกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นคงที่ (ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัม กับ กลีเซอรอล 100 ml.) และปรับไซเตียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรทต่อไซเตียมไฮดรอกไซด์ 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25, และ 1:0.1 โมล หรือความเข้มข้นของไซเตียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล 4.708, 2.354, 1.177, 0.588 และ 0.235 กรัม (กลีเซอรอล 200 ml.) การทดสอบสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทลงในสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ตามอัตราส่วนที่กล่าวมา และควบคุมให้ไซเตียมไฮดรอกไซด์มีอุณหภูมิ 30, 80, 100, 120 และ 140 °C ตามลำดับนาน 2 ชั่วโมง โดยปริมาณสารละลายรวม 300 ml. และกวนสารละลายด้วยความเร็ว 1000 รอบต่อนาที ตลอดระยะเวลาการทำปฏิกิริยา จากการทดลองพบว่าเมื่อทำการทดสอบละลายซิลเวอร์ไนเตรทลงไป สารละลายเปลี่ยนเป็นจะสีดำทันทีที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 4.8 แสดงการผลิตผงเงินจากการทำปฏิกิริยาสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ในอัตราส่วน 1:1 โมล ที่อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที

จากรูปที่ 4.8 เป็นการทดลองที่อุณหภูมิ 30 °C นาน 120 นาที พบว่าปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ โดยการตรวจสอบไม่พบ  $\text{AgCl}$  เมื่อนำสารละลายหยดลงไปในกรด  $\text{HCl}$  เจือจาง 20% สารละลายที่ได้มีลักษณะขุ่นและมีตะกอนสีดำ ตะกอนดังกล่าวเป็นตะกอนของอนุภาคผงเงินที่มีขนาดเล็กจำนวนมากลอยอยู่ในสารละลายที่มีความหนืดสูง จากนั้นทำการล้างอนุภาคผงเงินโดยใช้เอทิลแอลกอฮอล์ พบว่าผงเงินที่ได้จากอัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรทกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:1 โมล มีขนาดเล็กและสม่ำเสมอเนื่องจากการกระจายตัวของขนาดผงเงินต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรท กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:0.5 อย่างเห็นได้ชัด การทดลอง 1:0.5 ของซิลเวอร์ไนเตรทกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าในอัตราส่วน 1:0.5 ให้ขนาดใหญ่ไม่สม่ำเสมอเนื่องจากการกระจายตัวของขนาดผงเงินสูงและเมื่อนำไปทดสอบ โดยใช้สารละลายไฮโดรคลอริก ( $\text{HCl}$ ) พบว่าการทำปฏิกิริยาของอัตราส่วน 1:0.5 ไม่สมบูรณ์ซึ่งจะพบตะกอนสีขาว ซึ่งตะกอนสีขาวคือ ซิลเวอร์คลอไรด์ ( $\text{AgCl}$ ) เนื่องจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่หมด ส่วนการทดลองซิลเวอร์ไนเตรทกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วน 1:2 พบว่าผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กเกาะตัวคล้ายปะการัง จากการทดลองทั้งหมดจะได้กล่าวโดยละเอียดในหัวข้อถัดไป



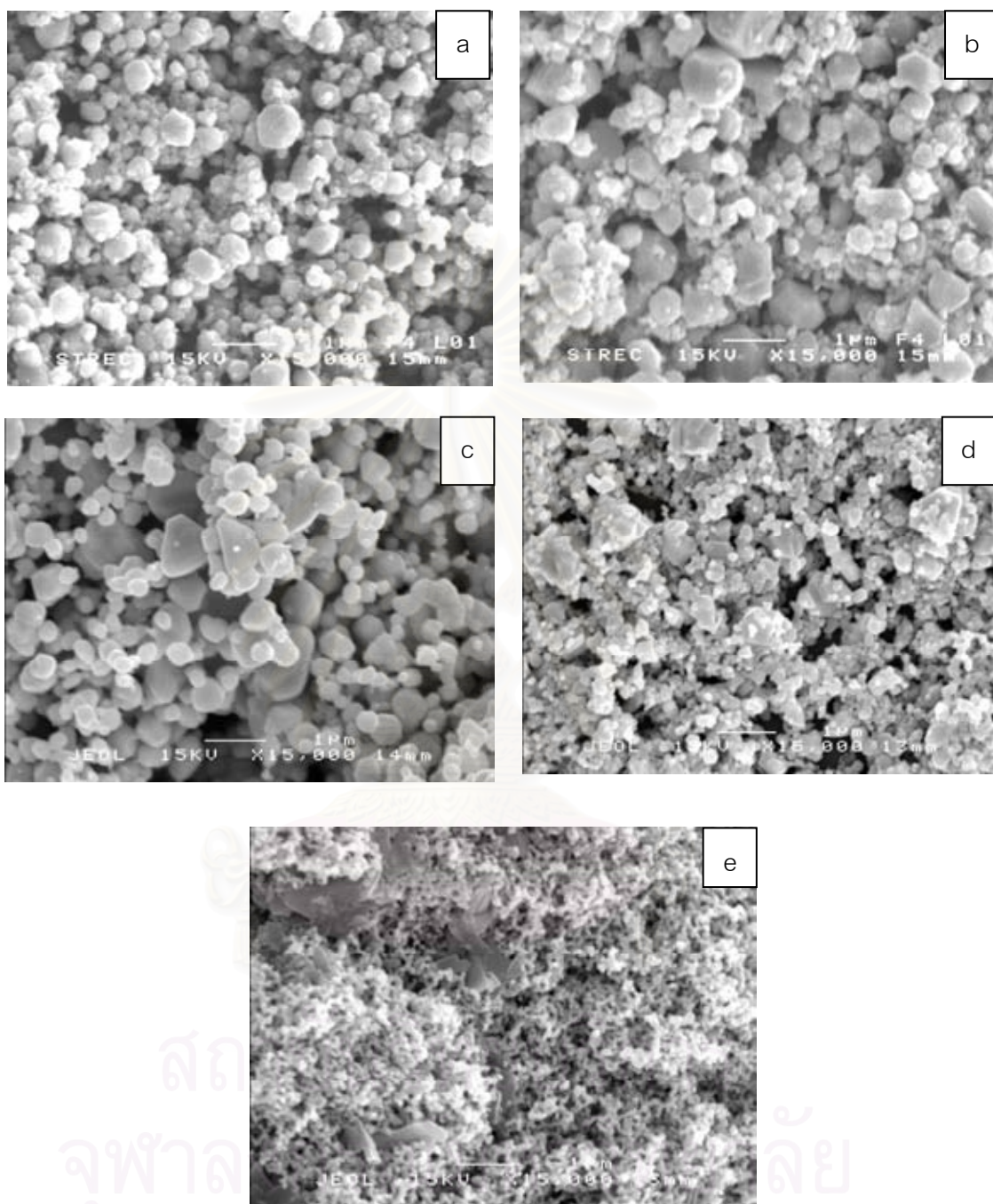
รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเงิน (a) ผงเงินจากซิลเวอร์ไนเตรท 40 กรัม วิธีวิธีด้วย กลีเซอรอล ณ อุณหภูมิ 190 °C (ภาพขยาย 5,000 เท่า) (b)  $\text{AgNO}_3$ :  $\text{NaOH}$  (1:0.25) ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที (ภาพขยาย 8,000 เท่า)

จากรูปที่ 4.9(b) แสดงผงเงินได้จากการทำปฏิกิริยากับสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ใน กลีเซอรอล ที่อัตราส่วน 1: 0.25 โมล ณ อุณหภูมิ 30 °C กวนด้วยความเร็ว 1000 รอบต่อนาที เป็น เวลา 120 นาที ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กสม่ำเสมอเนื่องจากการกระจายตัวของขนาดผงเงินต่ำ เมื่อ เปรียบเทียบกับการผลิตโดยวิธีวิธีด้วยกลีเซอรอล

จากปรากฏการณ์ดังกล่าว สามารถสรุปได้ว่า ไซเดียมไฮดรอกไซด์เกี่ยวข้องในการ เกิดปฏิกิริยากับสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ เพราะเมื่อปรับอัตราส่วนให้ไซเดียมไฮดรอกไซด์ ต่ำลงปฏิกิริยาเกิดไม่ สมบูรณ์ แต่เมื่อใช้อัตราส่วน 1:1 ปฏิกิริยาสมบูรณ์ แสดงว่า ไซเดียมไฮดรอกไซด์ต้องทำปฏิกิริยา กับซิลเวอร์ไนเตรทตามสมดุลทางเคมี

#### 4.6 อิทธิพลของอัตราส่วนไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท

จากการทดลองผลิตผงโดยกรรมวิธีวิธีด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยการทดลองจะทำการละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ ในกลีเซอรอล 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในอัตราส่วน ซิลเวอร์ไนเตรท ต่อไซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:2, 1:1, 1:0.5, 1:0.25, และ 1:0.1 โมล ตามลำดับ ทำการกวนสารละลายด้วยความเร็ว 1000 รอบต่อนาที เวลา 120 นาที ผลการทดลอง แสดงในรูปที่ 4.10

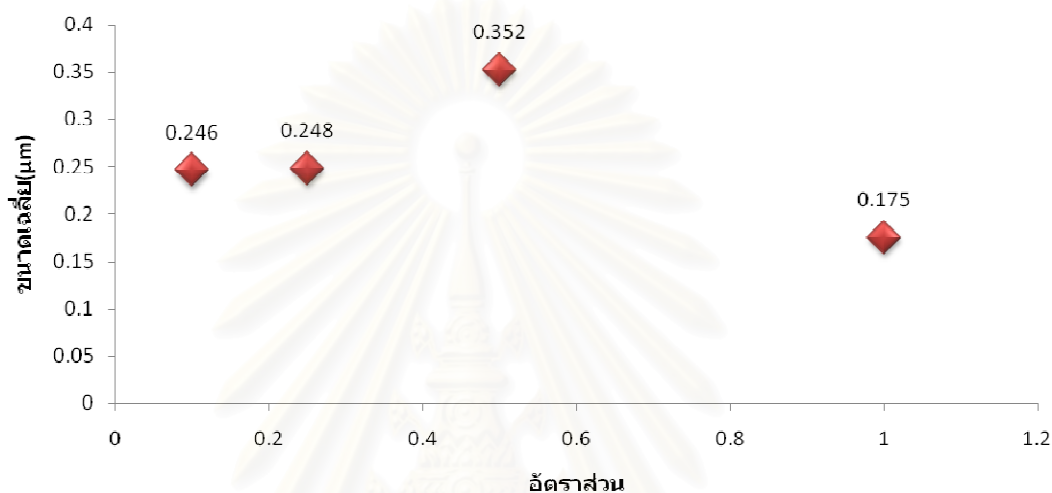


รูปที่ 4.10 ผงเงินจากการรีดิวซ์ไฮดรอกไซด์ ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที  
 (a) อัตราส่วน  $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  1:0.1 (b) อัตราส่วน  $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  1:0.25 (c) อัตราส่วน  
 $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  1:0.5 (d) อัตราส่วน  $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  1:1 (e) อัตราส่วน  $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  1:2



ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดเฉลี่ยอนุภาคผงเงิน ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที ที่อัตราส่วนไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท 1 โมล (ไมครอน)

	1 โมล	0.5 โมล	0.25 โมล	0.10 โมล
ขนาดเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )	0.175	0.352	0.248	0.246

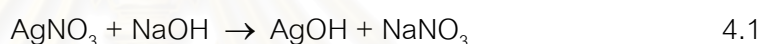


รูปที่ 4.11 อัตราส่วนไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท 1 โมล ที่มีผลต่อขนาดเฉลี่ยอนุภาคผงเงิน ณ อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที

จากผลการทดลองพบว่าเมื่ออัตราส่วน 1 : 0.1 ของซิลเวอร์ไนเตรท กับ ไซเดียมไฮดรอกไซด์ ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กและสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 4.10 (a) เนื่องจากการเกิดและการโตของผงเงินอาศัย ไซเดียมไฮดรอกไซด์ ในทำปฏิกิริยา แต่ความเข้มข้นของไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ำมากเกินไป ทำให้ผงเงินที่ถูกทำปฏิกิริยา อยู่ห่างกันทำให้การโตเกิดขึ้นได้ยากและไม่สามารถโตต่อได้ ณ อุณหภูมิ 30 °C ดังกล่าว จึงทำให้ผงเงินมีขนาดเล็กและสม่ำเสมอ นอกจากนี้ ซิลเวอร์ไนเตรทยังคงเหลือด้านในสารละลายมากแต่ไม่สามารถทำปฏิกิริยาเป็นเงินได้ ณ อุณหภูมิ 30°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ต่ำ การเกิดปฏิกิริยาได้ยาก ตามงานวิจัยของ AMIT SINHA และ B P SHARMA [2] ระบุว่าซิลเวอร์ไนเตรทเริ่มรีดิวซ์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 75°C ขึ้นไป เมื่อใช้ที่อัตราส่วน 1 : 0.25 ผงเงินที่ได้จากรูปที่ 4.10 (b) มีขนาดเฉลี่ย 0.248  $\mu\text{m}$  ใหญ่กว่าที่อัตราส่วน 1 : 0.1 เนื่องจากซิลเวอร์ไนเตรทสามารถถูกทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้นทำให้เกิดการโตขึ้นของอนุภาคของผงเงิน เพราะความเข้มข้นของไซเดียมไฮดรอกไซด์มีสูงขึ้น และยังคงซิลเวอร์ไนเตรทเหลืออยู่ในสารละลาย เมื่อเพิ่มปริมาณไซเดียมไฮดรอกไซด์และมีอัตราส่วน 1:0.5 รูปที่ 4.10 (c) ผงเงินที่ได้ มีลักษณะการเกิดที่



เหมือนกับอัตราส่วน 1:0.1, 1:0.25 ดังที่ได้กล่าวมาแต่อนุภาคของผงเงินที่ได้มีขนาดใหญ่ที่สุด 0.352  $\mu\text{m}$ . จากการทดลองทั้งสามส่วนผสมที่ได้กล่าวมาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ เนื่องจากการทดสอบโดยใช้กรดไฮโดรคลอริก พบว่าพบตะกอนสีขาว ซิลเวอร์คอลลอยด์ อย่างไรก็ตาม อัตราส่วน 1 : 1 แสดงในรูปที่ 4.10(d) พบว่าผงเงินที่ได้มีขนาด 0.175  $\mu\text{m}$ . เล็กกว่าการทดลองที่ผ่านมา สาเหตุที่เป็นเช่นนี้น่าจะเกิดจาก เมื่อทำการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีปริมาตรที่เหมาะสมเป็นตามสมดุลเคมี [13] ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วและสมบูรณ์ ทำให้นิวเคลียสของเงิน มีจำนวนมากขึ้น ซิลเวอร์ไนเตรทเหลือน้อยเกิดการโตต่อไปได้ยากขึ้น ซึ่งจากการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ ลี, คิม และคณะ [13] ได้ทดลองโดยใช้อัตราส่วนซิลเวอร์ไนเตรท กับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1:1 และกล่าวถึงปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นดังสมการที่ 4.1

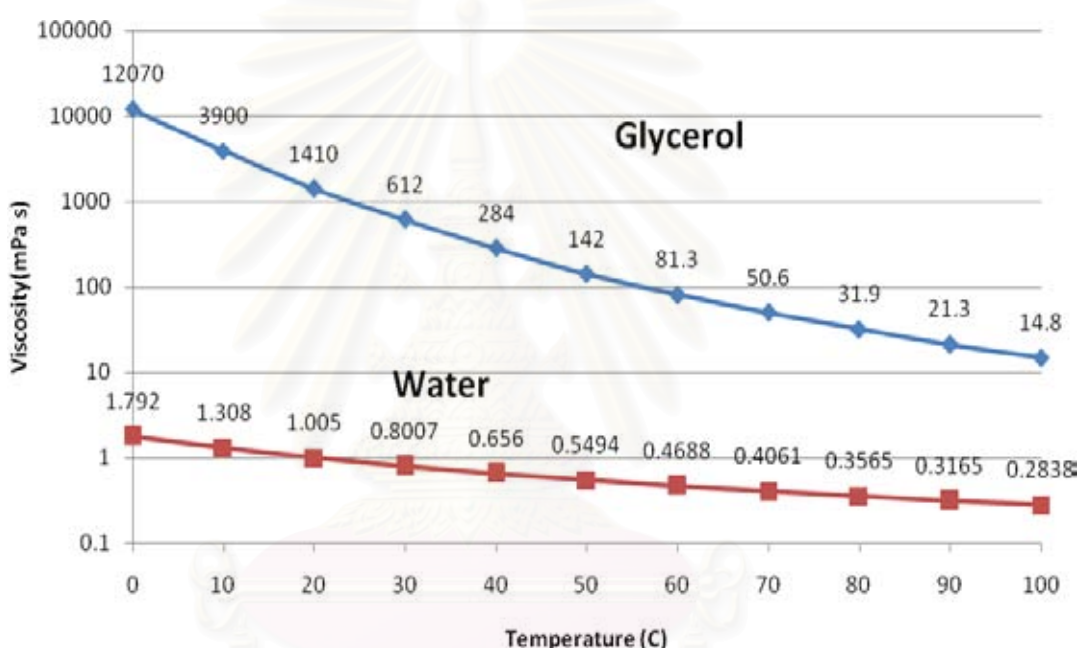


การทดลองที่อัตราส่วน 1 : 2 แสดงในรูปที่ 4.10(e) จากการทดลองพบว่าผงเงินที่ได้มีขนาดเล็ก 0.01 $\mu\text{m}$ . เกาะตัวกันเป็นก้อนคล้ายปะการัง บางส่วนเป็นแผ่น สาเหตุเนื่องมาจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มากทำให้เกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วและเกิดอนุภาคขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่นๆ จากการเกิดขึ้นนี้ส่งผลให้ผงเงินที่เกิดอยู่ใกล้กันและเกิดการเชื่อมต่อกันในที่สุด ซึ่งผลการทดลองนี้ไม่สามารถควบคุมการที่รูปร่างของผงเงินให้มีลักษณะเป็นทรงกลมได้ อย่างไรก็ตามจุดนี้เป็นที่น่าสนใจในการทำวิจัยต่อไป โดยทำการศึกษาอิทธิพล Stabilizer ในสารละลายที่มีโซเดียมไฮดรอกไซด์สูง ซึ่งน่าจะได้อนุภาคขนาดเล็กและทรงกลมมากขึ้น

#### 4.7 ผลของการเพิ่มอุณหภูมิให้กับสารละลาย

เมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นแก่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยปรับเปลี่ยนอุณหภูมิจาก 30 °C เป็น 80, 100, 120 และ 140 °C ตามลำดับ จากนั้นทำการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทที่อัตราส่วน 1:1 โมล จากการผสมซิลเวอร์ไนเตรทนี้ จะทำให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีอุณหภูมิลดลงบ้างเล็กน้อย จากนั้นอุณหภูมิจะปรับตัวเพิ่มขึ้นตามที่กำหนด ผลการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 80 °C ให้ผงเงินที่มีอัตราการกระจายตัวของขนาดที่กว้างมากขึ้น ขนาดอนุภาคของผงเงินที่ได้มีขนาดใหญ่เมื่อเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิ 100 °C จากการทดลองที่อุณหภูมิ 100 °C พบว่าในการผสมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทลงไปเกิดตะกอนผงเงินขึ้นทันที แสดงว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วทั้งจากอิทธิพลของโซเดียมไฮดรอกไซด์และกลีเซอรอลที่รีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรทได้ง่ายที่

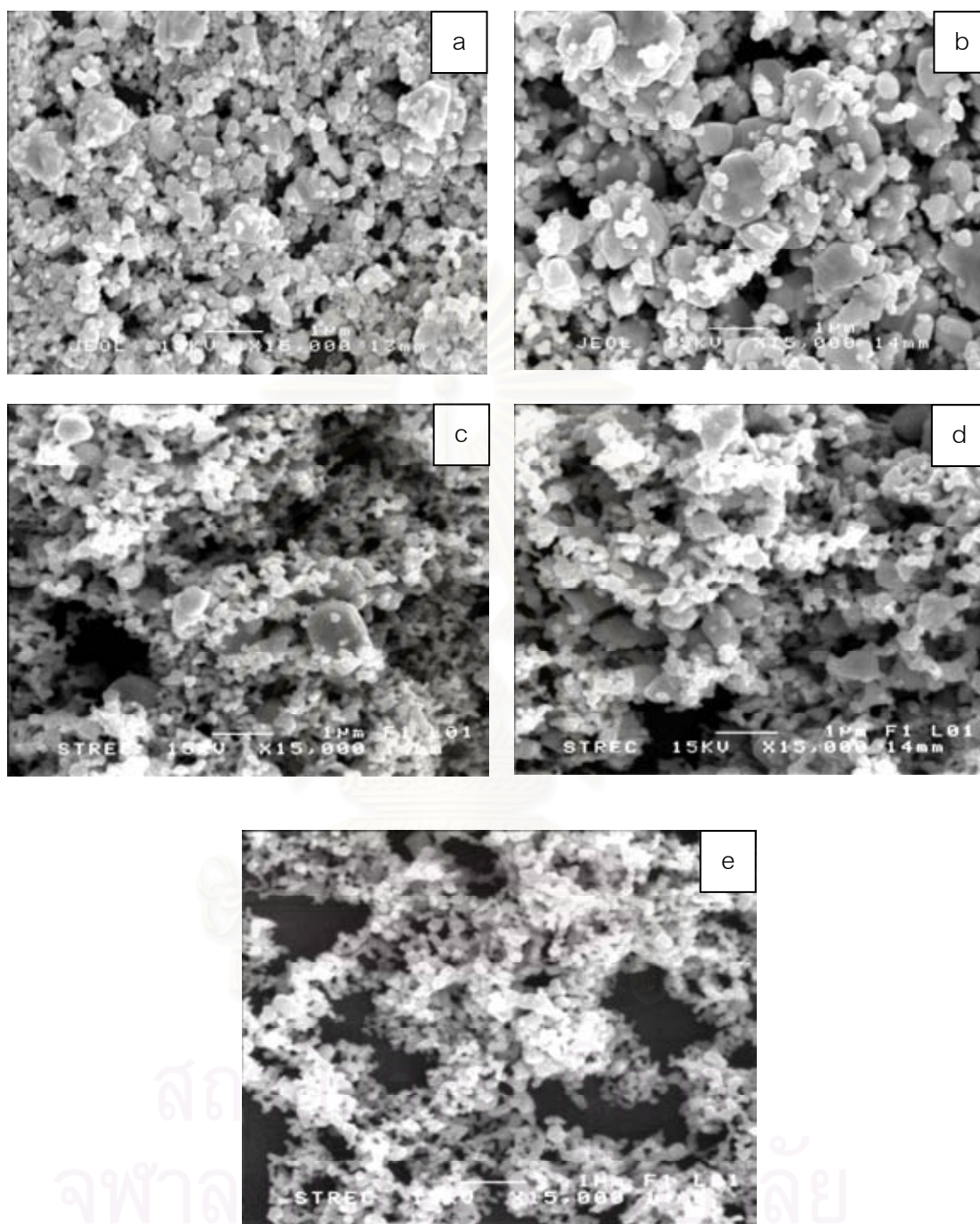
อุณหภูมิสูง ผลที่เกิดขึ้นนั้นน่าจะอธิบายด้วยความหนืดของสารละลายที่อุณหภูมิต่างกัน เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ความหนืดของสารละลายที่มีกลีเซอรอลต่ำลง จากความหนืดต่ำที่อุณหภูมิ 100 °C ประกอบกับการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแต่ที่ยังไม่สิ้นสุดทำให้เกิดเกาะตัวของผงเงิน และเกิดการเชื่อมต่อกันของอนุภาคทำให้ผงเงินที่ได้มีลักษณะเป็นก้อนคล้ายกับปะการังในการทดลองที่ 120 และ 140°C การเกิดปฏิกิริยาเหมือนกันกับ ที่การเกิดปฏิกิริยาอุณหภูมิ 100 °C แต่มีขนาดอนุภาคของผงเงินที่เล็กกว่า ดังแสดงในตารางที่ 4.3



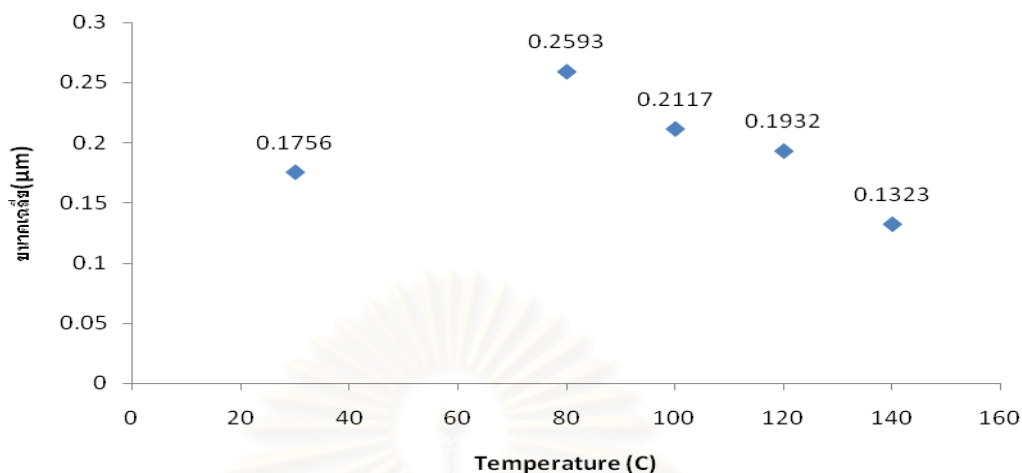
รูปที่ 4.12 แสดงกราฟความหนืดของกลีเซอรอล และน้ำที่อุณหภูมิต่างๆ

ตารางที่ 4.3 แสดงอิทธิพลของอุณหภูมิต่อขนาดอนุภาคผงเงินเวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที ที่อัตราส่วนไซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซิลเวอร์ไนเตรท 1:1 โมล

อุณหภูมิ (°C)	30	80	100	120	140
ขนาดเฉลี่ย (μm)	0.176	0.259	0.212	0.193	0.132



รูปที่ 4.13 รูปร่างของผงเงินที่ผลิตขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่าง  $\text{AgNO}_3$  กับ  $\text{NaOH} + \text{Glycerol}$  ที่เวลาทำปฏิกิริยา 120 นาที (a) 30 °C (b) 80 °C (c) 100 °C (d) 120 °C (e) 140 °C



รูปที่ 4.14 กราฟของอุณหภูมิที่มีผลต่อขนาดเฉลี่ยของอนุภาคในเวลา 120 นาที

จากรูปที่ 4.14 แสดงผลของอุณหภูมิในการผลิตผงเงินที่ได้จากการผลิตโดยการทำปฏิกิริยากับสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลนาน 120 นาที ต่อการเกิดการตกตะกอนของผงเงินเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิ จะทำให้ความหนืดของกลีเซอรอลลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง จากรูปที่ 4.13(a) คือผงเงินที่ได้จากการผลิตขึ้นที่อุณหภูมิ 30 °C (อุณหภูมิห้อง) พบว่าผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กสม่ำเสมอ เนื่องจากสองสาเหตุ หนึ่งคืออุณหภูมิของปฏิกิริยาดำ ทำให้กลีเซอรอลมีความหนืดสูงมาก จากกราฟรูปที่ 4.12 ที่อุณหภูมิ 30°C มีค่าความหนืดที่ 612 mPa s แต่อุณหภูมิ 80 และ 100 °C มีค่าความหนืด 31.9 และ 14.8 mPa s ตามลำดับจะเห็นได้ว่าที่อุณหภูมิ 30 °C มีความหนืดสูงกว่าที่อุณหภูมิ 80 °C ประมาณ 19 เท่า ความหนืดดังกล่าวมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาของผงเงิน ซึ่งความหนืดนั้นจะช่วยในการยับยั้งในการโตของขนาดผงเงิน และสาเหตุที่สองปฏิกิริยารีดักชันจากกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 30 °C เกิดขึ้นค่อนข้างช้า กว่าที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นอุณหภูมิที่ 80°C เงินที่ได้มีขนาดใหญ่กว่าผงเงินที่อุณหภูมิ 30°C (อุณหภูมิห้อง) เนื่องจากความหนืดของกลีเซอรอลที่อุณหภูมินี้ต่ำมาก เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ 30°C ประกอบกับการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นช้า จึงมีเวลาเพียงพอที่จะทำให้ผงเงินมีการโตขึ้น แสดงในรูปที่ 4.13(b) จากการที่เพิ่มอุณหภูมิขึ้นที่ 100 °C พบว่าผงเงินที่มีขนาดเล็กและขนาดใหญ่เนื่องจากที่อุณหภูมินี้ความหนืดที่ลดลงต่ำกว่า อุณหภูมิ 80 °C ทำให้ผงเงินบางส่วนมีขนาดเล็กปะปนอยู่กับผงเงินที่มีขนาดใหญ่ แสดงในรูปที่ 4.13(c) เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 120 และ 140 °C ผงเงินที่ได้จะมีขนาดเล็กลงและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิดังกล่าวทำความหนืดของกลีเซอรอลมีความหนืดต่ำ ประกอบกับเกิดปฏิกิริยาพร้อมๆ กันอย่างรวดเร็ว และสิ้นสุดการทำ



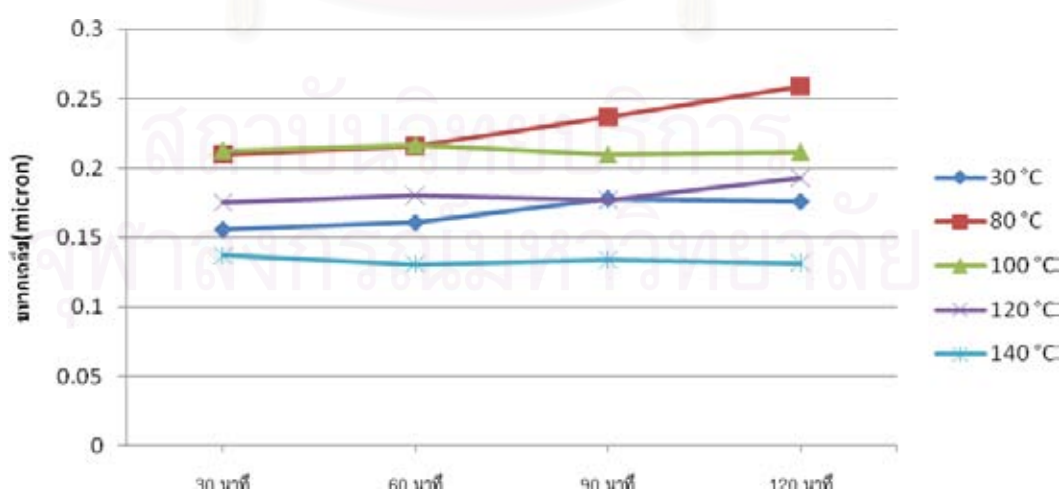
การเกิดปฏิกิริยาในเวลาสั้น ทำให้ได้ผงเงินที่มีขนาดเล็กมากและเกาะรวมตัว ดังแสดงรูปที่ 4.13(d) และ 4.13(e) ตามลำดับ

#### 4.8 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

ในการศึกษาอิทธิพลของเวลาต่อขนาดผงเงินตามจากการทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล โดยใช้อัตราส่วนซิลเวอร์ในตรทต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 : 1 ณ อุณหภูมิ 30, 80, 100, 120 และ 140 °C และได้ทำการเก็บตัวอย่างของแต่ละการทดลองโดยจะเก็บผงเงินทุกๆ 30 นาที

ตารางที่ 4.4 ขนาดเฉลี่ยผงเงินจากการทดลองผลิตจากการทำปฏิกิริยาของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล

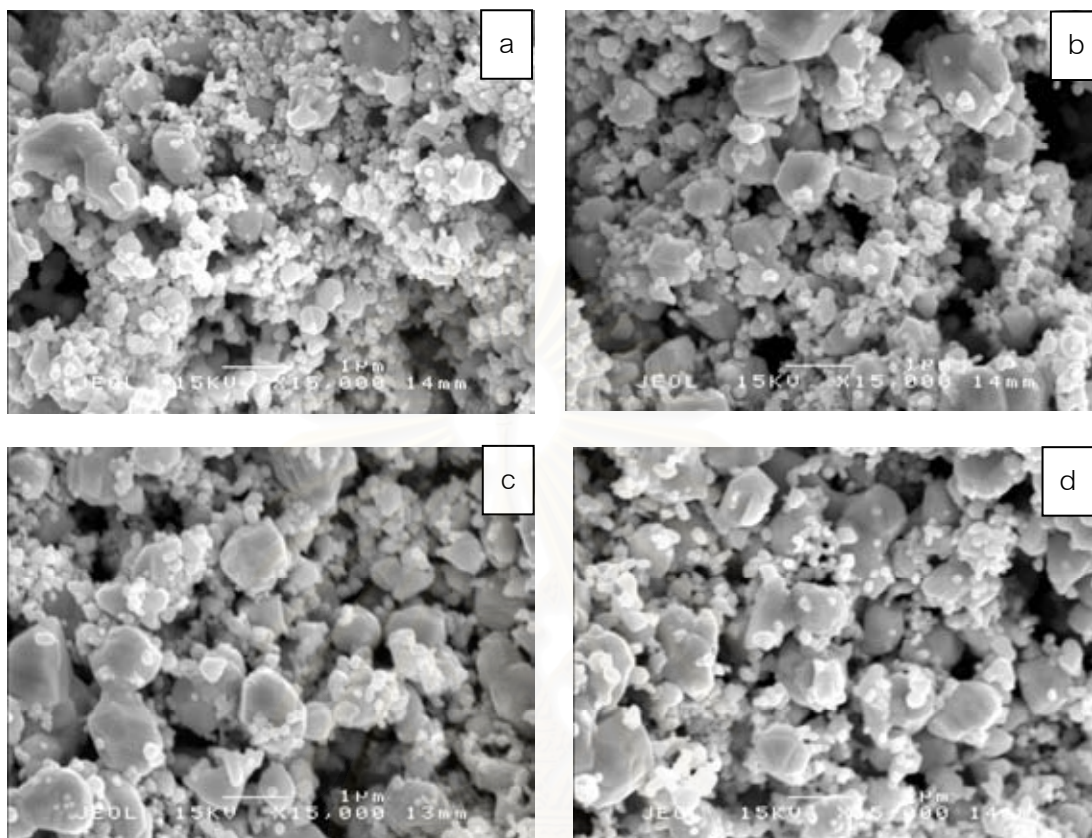
อุณหภูมิ	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ( $\mu\text{m}$ )			
	30 นาที	60 นาที	90 นาที	120 นาที
30 °C	0.156	0.161	0.178	0.176
80 °C	0.210	0.216	0.237	0.259
100 °C	0.213	0.217	0.210	0.212
120 °C	0.175	0.180	0.177	0.193
140 °C	0.137	0.131	0.134	0.132



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อขนาดเฉลี่ยอนุภาคผงเงิน



จากรูปที่ 4.15 พบว่าเวลาที่มีผลต่อการโตของขนาดผงเงินน้อยมาก ที่อุณหภูมิ 30, 100, 120 และ 140 °C แต่พบว่าที่อุณหภูมิ 80 °C ขนาดของผงเงินมีการเปลี่ยนแปลงใหญ่ขึ้นรูปที่ 4.16 การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเกิดจากการอุณหภูมิ 80 °C กลีเซอรอลมีความหนืดต่ำประกอบกับปฏิกิริยาที่ยังไม่สิ้นสุด จึงทำให้เกิดการโตของอนุภาค ส่วนที่อุณหภูมิ 100 °C มีการโตของอนุภาคน้อยมาก เนื่องจากความร้อนที่สูง ประกอบกับความหนืดของกลีเซอรอลต่ำลง ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วกว่าที่อุณหภูมิ 80 °C จึงทำให้เวลาผ่านไปขนาดอนุภาคจึงมีการเปลี่ยนแปลงน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับที่อุณหภูมิ 80 °C ส่วนการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาคอุณหภูมิ 120 และ 140 °C ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นน้อยเพราะ อุณหภูมิที่สูงทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วมากโดยที่อุณหภูมิ 75 °C เงินสามารถตกตะกอนในกลีเซอรอลได้ที่ไม่จำเป็นต้องมีไซโตเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมด้วย ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองการรีดิวซ์ซิลเวอร์ในเตรทโดยกลีเซอรอล ของ Amit Sinha และ B P Sharma [2] ส่วนการทดลองที่อุณหภูมิ 30 °C ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาคน้อยเมื่อเวลาผ่านไป เนื่องจากที่อุณหภูมิดังกล่าวความหนืดของกลีเซอรอลสูง ตามรูปที่ 4.16 ผลของความหนืดที่สูงจึงทำให้การเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นบริเวณแคบๆ และการเกิดขึ้นพร้อมๆ กันจึงทำให้ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กและเกิดการโตของอนุภาคยากเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 4.16 ผงเงินที่ผลิตโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 80 °C

(a) เวลา 30 นาที (b) เวลา 60 นาที (c) เวลา 90 นาที (d) เวลา 120 นาที

จากรูปที่ 16 แสดงผงเงินที่ได้จากปฏิกิริยาของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล ซึ่งมีพบว่าเมื่ออนุภาคเล็ก จะมีปริมาณลดลงเมื่อเวลาการเกิดปฏิกิริยานานขึ้น ซึ่งเปรียบเทียบระหว่างเวลาที่ทำการทดลองในรูปที่ 4.24 และ 4.25 ซึ่งจากปรากฏการดังกล่าวเนื่องมาจากเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคขนาดเล็กและเนื่องจากปฏิกิริยาในการตกผลึกยังไม่สิ้นสุด ทำให้เกิดการเชื่อมต่อเป็นกิ่งก้านและมีขนาดใหญ่ขึ้นซึ่งแสดงรูปที่ 14.16

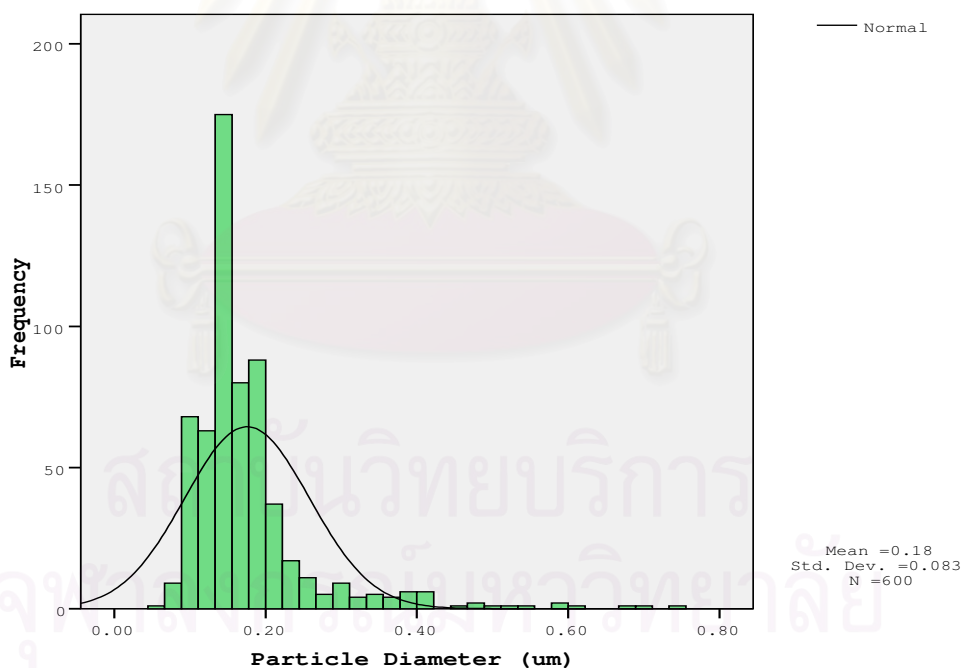
#### 4.9 ผลการกระจายตัวของผงเงิน

จากการทดลองผลิตผงเงินจากการทำปฏิกิริยาของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยการทดลองที่อุณหภูมิ 30 °C และเพิ่มอุณหภูมิขึ้น เพื่อหาการเปลี่ยนแปลงของขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค จากการทดลองแสดงผลในตารางที่ 4.3

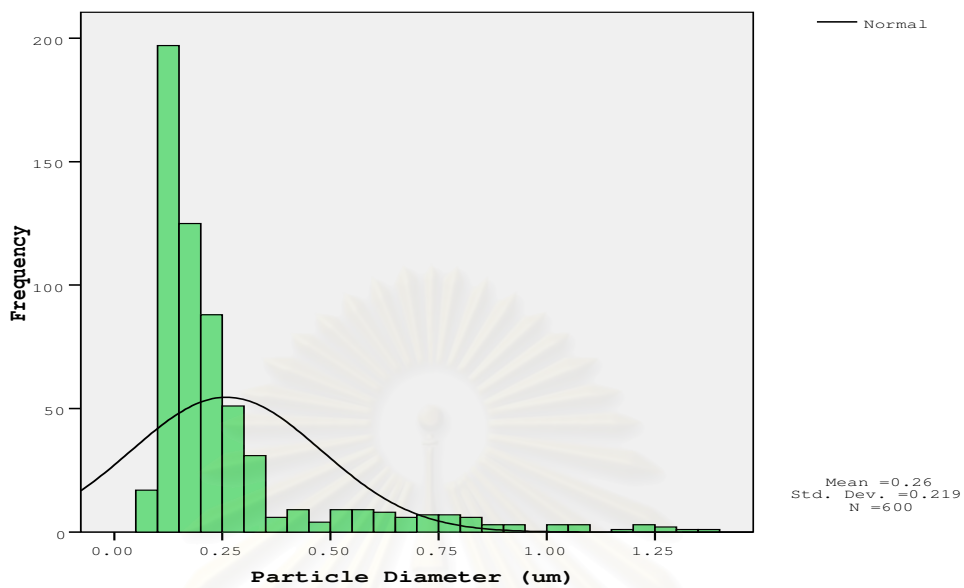
ตารางที่ 4.5 แสดงผลของค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคผงเงิน (เวลา 120 นาที)

	30 °C	80 °C	100 °C	120 °C	140 °C
ขนาดเฉลี่ย	0.18	0.26	0.21	0.19	0.13
ค่าเบี่ยงเบน (SD)	0.083	0.210	0.108	0.111	0.051

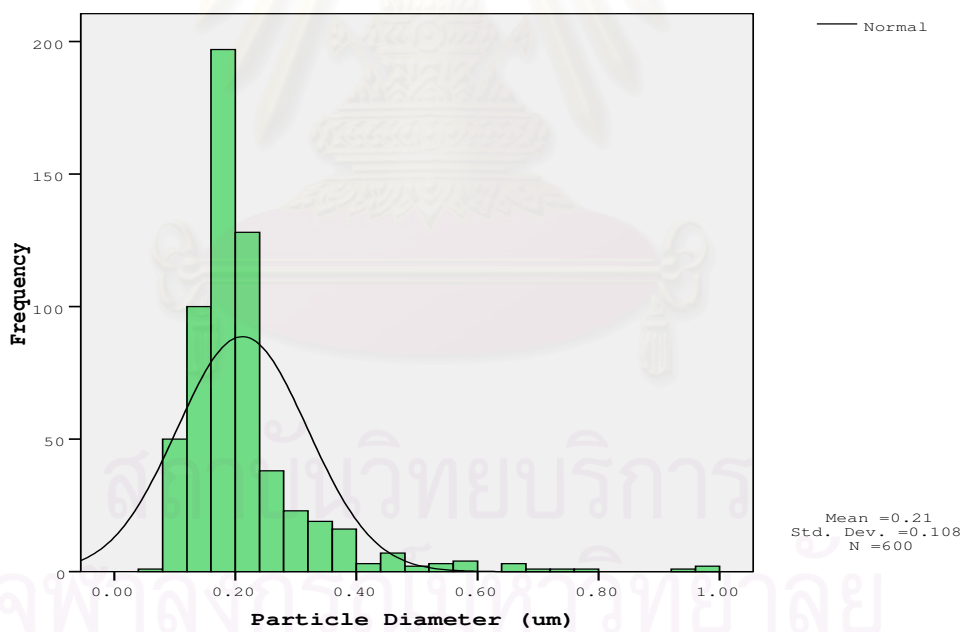
จากตารางพบว่าการกระจายตัวของขนาดผงเงินที่อุณหภูมิ 80 °C สูง ดังแสดงในรูปที่ 4.25 (b) จากรูปจะเห็นได้ชัดเจนมากขึ้น ขนาดของอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กและขนาดใหญ่รวมอยู่ด้วยกัน ซึ่งส่งผลให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้สูง จากช่องว่างที่เกิดขึ้นนี้ค่อนข้างกว้าง ซึ่งผงเงินที่ได้นั้นไม่เหมาะที่จะนำมาใช้งาน ส่วนที่อุณหภูมิ 30 และ 140 °C พบการกระจายตัวของขนาดผงเงินที่แคบ ผงเงินที่ได้มีขนาดสม่ำเสมอ จากขนาดผงเงินที่ได้ ที่อุณหภูมิ 140 °C ให้ขนาดผงเงินเฉลี่ยเล็กมาก เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิอื่น ซึ่งกลไกการเกิดที่อุณหภูมินี้ได้อธิบายในหัวข้อ 4.7 ค่าที่ได้ในตาราง 4.5 สามารถดูได้จากกราฟฮิสโตแกรม ในรูปที่ 4.17, 4.18, 4.19, 4.20 และ 4.21



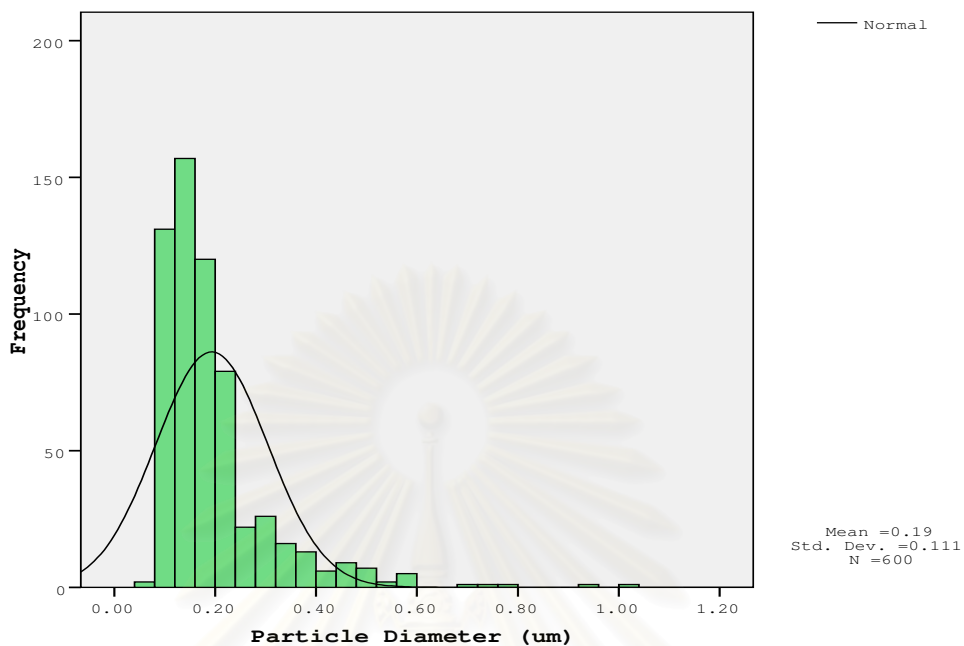
รูปที่ 4.17 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที



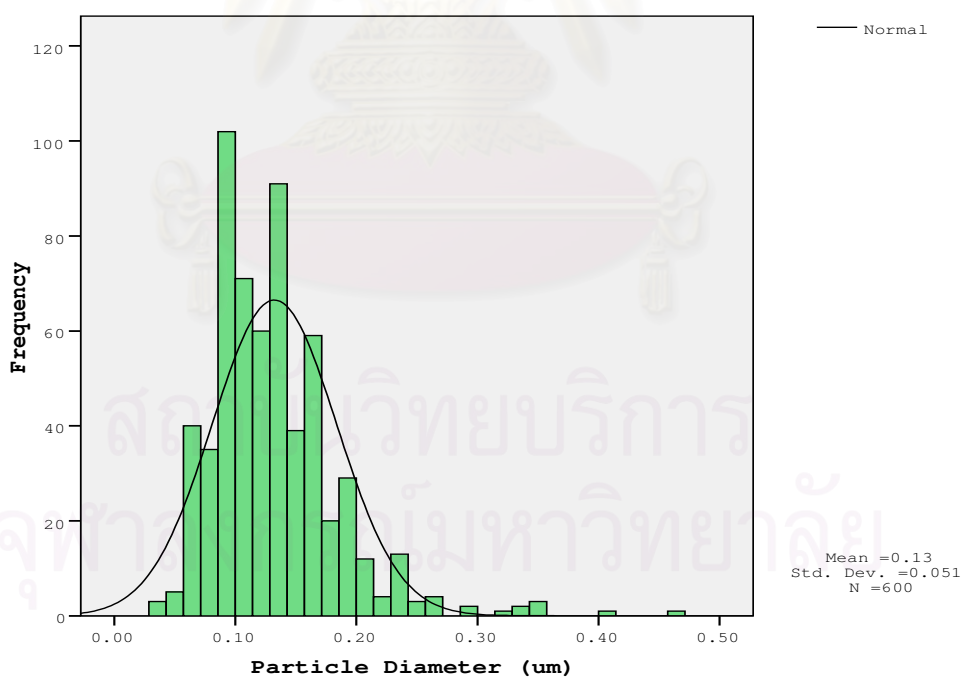
รูปที่ 4.18 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 120 นาที



รูปที่ 4.19 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 120 นาที



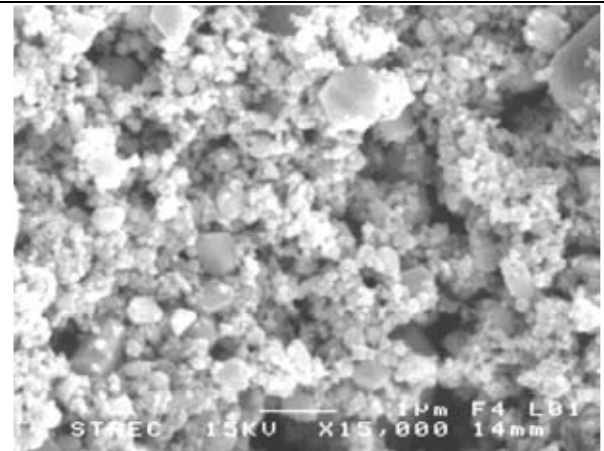
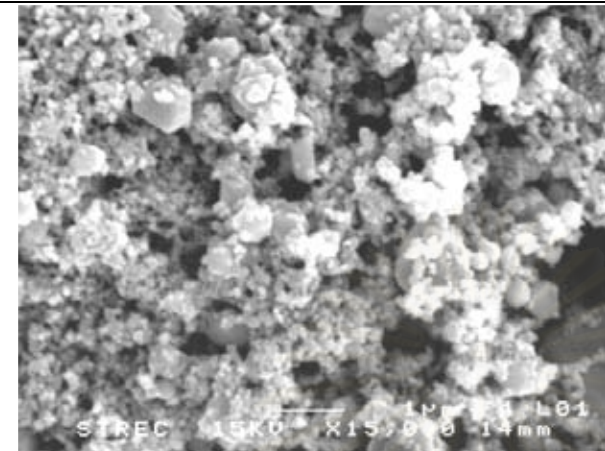
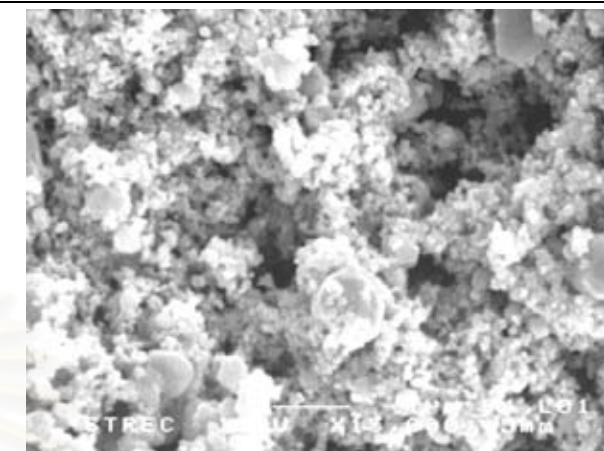
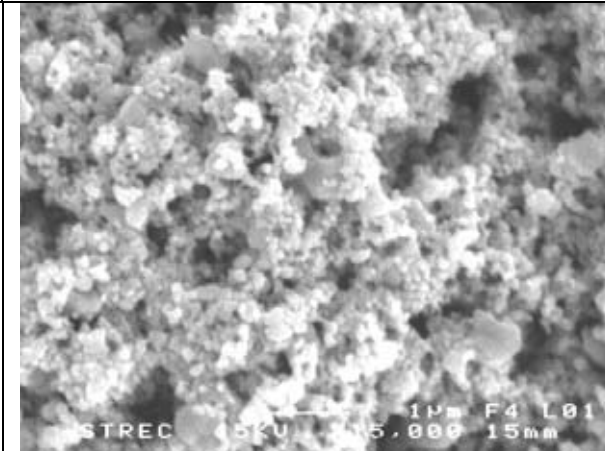
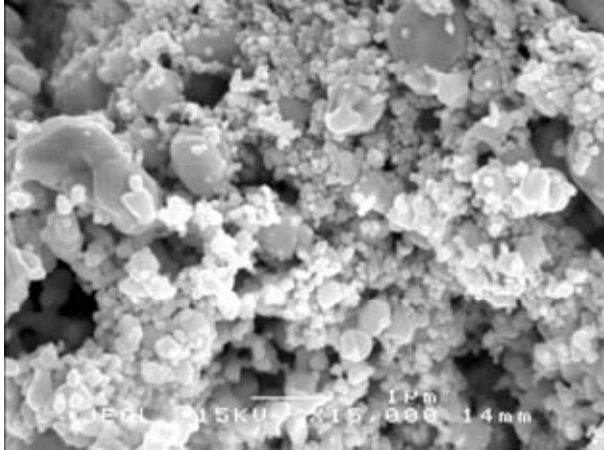
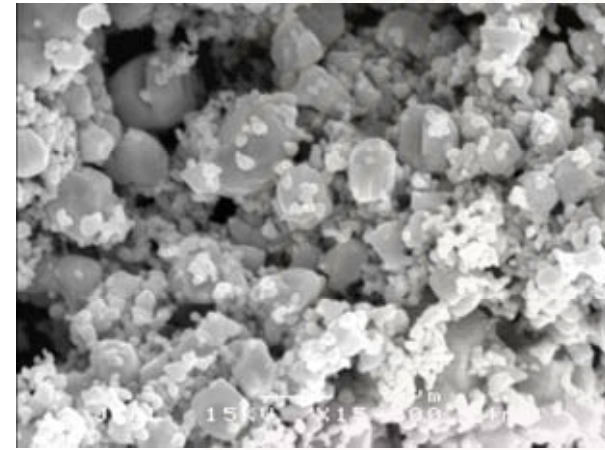
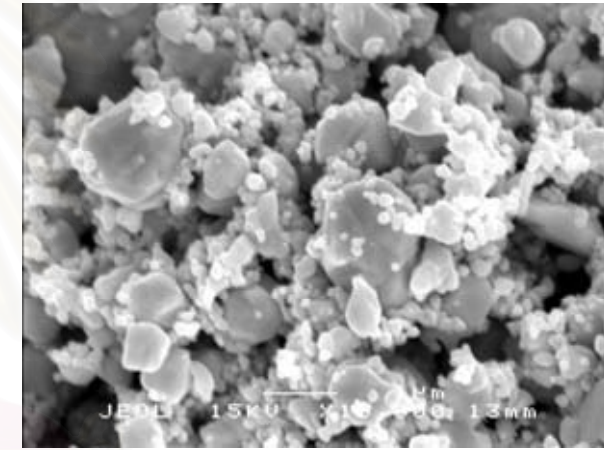
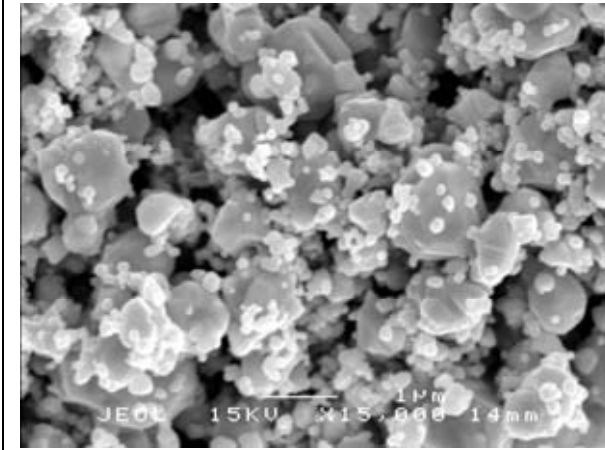
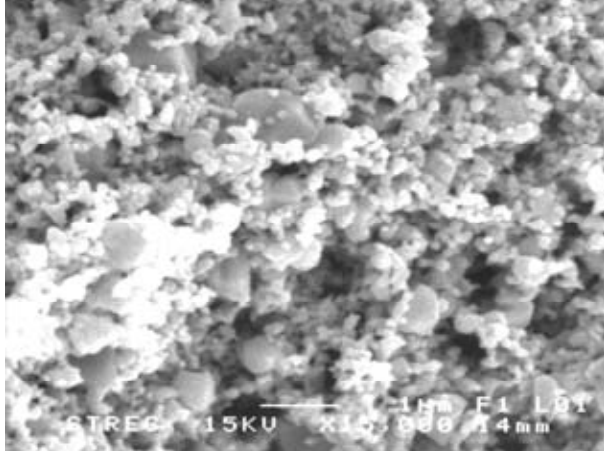
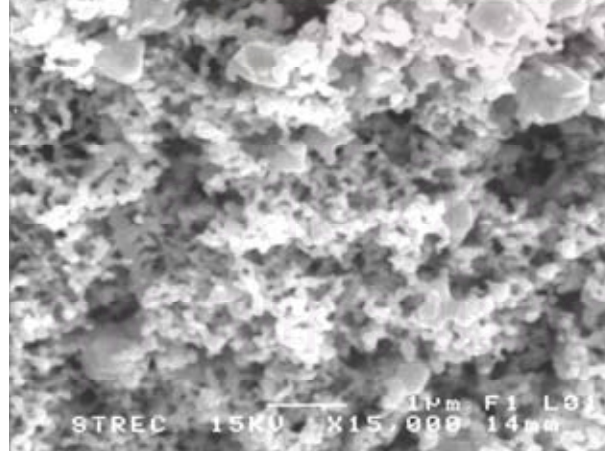
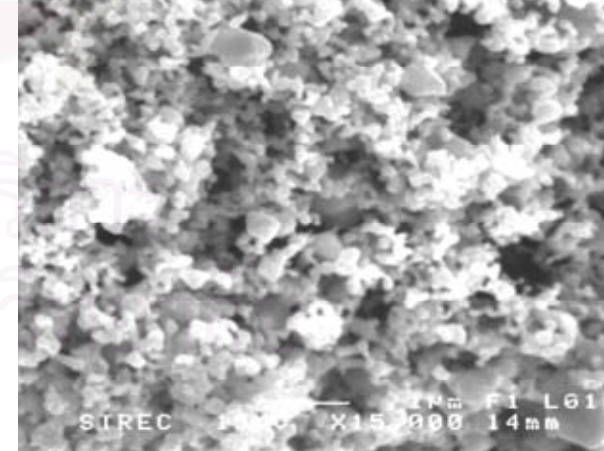
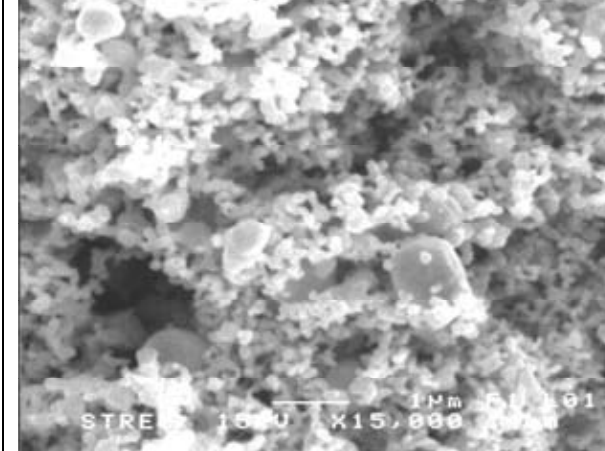
รูปที่ 4.20 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120 °C เวลา 120 นาที



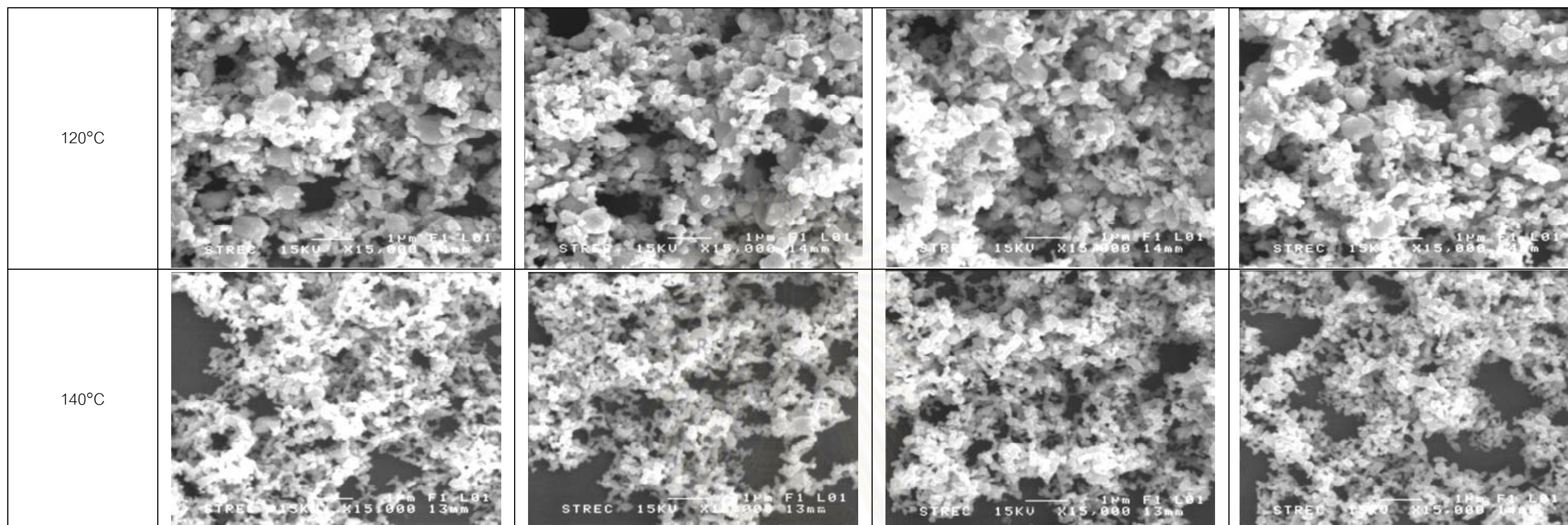
รูปที่ 4.21 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140 °C เวลา 120 นาที



ตารางที่ 4.6 แสดงภาพ SEM ของผงเงินจากซิลเวอร์ในเตรททำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลที่เวลาต่างกัน

อุณหภูมิ (°C)	30 นาที	60 นาที	90 นาที	120 นาที
30°C				
80°C				
100°C				





สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 การผลิตผงเงินจากการรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล พบว่าผงเงินที่ได้มีรูปทรงหลายเหลี่ยม ผงเงินที่ได้จะขึ้นอยู่กับความเข้มข้น ซึ่งความเข้มข้น 10 และ 20 กรัม มีขนาดอยู่ในช่วง 1-5  $\mu\text{m}$ . ส่วนที่ความเข้มข้น 30 และ 40 กรัม มีขนาดอยู่ในช่วง 0.5-5  $\mu\text{m}$ . ผงเงินที่ได้มีโครงสร้างเป็น FCC จากการทดลองไม่สามารถควบคุมปฏิกิริยาการเกิดของผงเงินได้ยาก ผงเงินที่ได้ใหญ่และไม่สม่ำเสมอ

5.1.2 ผลของการผลิตผงเงินโดยปฏิกิริยาของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอล พบว่าการผลิตได้เงินที่มีโครงสร้างเป็น FCC เหมือนกับกระบวนการรีดิวซ์โดยกลีเซอรอล ซึ่งในกระบวนการนี้ใช้อุณหภูมิต่ำกว่ากระบวนการแรก ขนาดผงเงินโดยเฉลี่ยมีขนาดเล็กกว่า และการผลิตที่ไม่ยาก

5.1.3 ผลของอัตราส่วนของ  $\text{AgNO}_3:\text{NaOH}$  ที่มีผลต่อขนาดผงเงิน พบว่าอัตราส่วน 1 : 1 ให้ผงเงินที่มีขนาดเล็กและปฏิกิริยาเสร็จสิ้นสมบูรณ์ ซึ่งมีขนาดอนุภาคผงเงินเฉลี่ยอยู่ที่ 0.176 ไมครอน ในเวลา 120 นาที อัตราส่วน 1: 2 ให้ผงเงินที่มีขนาดเล็กและเกาะตัวเป็นกลุ่มคล้ายปะการัง ซึ่งลักษณะของผงเงินดังกล่าวไม่สามารถนำไปใช้งานได้ และการลดความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ผงเงินที่ได้มีลักษณะกลมขนาดใหญ่กว่า อัตราส่วน 1:1

5.1.4 ผลการเพิ่มอุณหภูมิพบว่าที่อุณหภูมิ 140 องศา ผงเงินที่ได้มีขนาดเล็กกว่าที่อุณหภูมิ 30 °C ซึ่งผงเงินที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ 0.132 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 80 °C ผงเงินที่ได้มีขนาดเฉลี่ยใหญ่สุดโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 0.259 ไมครอน

5.1.5 ผลของเวลาที่มีผลต่อขนาดผงเงินพบว่าที่อุณหภูมิ 80 °C เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ผงเงินที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นส่วนที่อุณหภูมิอื่นๆ การโตขึ้นของขนาดอนุภาคผงเงินน้อยมาก

5.1.6 ผลของการกระจายตัวของขนาดผงเงินที่อุณหภูมิ 80 °C ให้ผลการกระจายตัวของขนาดผงเงินมากทำให้ผงเงินที่ได้ไม่สม่ำเสมอการทดลองที่อุณหภูมิ 140 °C ส่วนการกระจายตัวของขนาดที่ต่ำสุดและมีความสม่ำเสมอมาก

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 จากการผลิตผงเงินโดยการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิสูงไม่สามารถควบคุมขนาดของผงเงินได้นั้น จำเป็นต้องลดอุณหภูมิให้ต่ำลงและเพิ่มเวลาในการรีดิวซ์

5.2.2 จากความหนืดของกลีเซอรอลมีผลต่อการโตของขนาดอนุภาคในกระบวนการทำปฏิกิริยาด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ดังนั้นควรมีการทดลองที่อุณหภูมิต่ำกว่า 30°C เพราะความหนืดน่าจะส่งผลให้ผงมีอนุภาคเล็กลงอย่างมาก

5.2.3 จากการทดลองผลิตผงเงินโดยการทำปฏิกิริยาด้วยสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้วิธีการกวนโดยใช้ Magnetic stirrer ในการกวนสารพบว่าประสิทธิภาพการกวนที่ไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นต้องเพิ่มประสิทธิภาพการกวนโดยวิธีอื่น เช่น ใช้ใบพัดในการกวน เป็นต้น

5.2.4 จากการทำการทดลองพบว่า การเทสละลายซิลเวอร์ในเตรทลงใน สารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าการเทครั้งแรกสารละลายรวมกันอยู่ตรงกลาง ดังนั้นควรวางวิธีที่ทำให้สารละลายลงไปอย่างทั่วถึง เช่น การพ่น (spray) ให้เป็นละออง เป็นต้น

5.2.5 ควรมีการเติม Stabilizer เพื่อให้การเกาะรวมตัวเกิดขึ้นยาก โดยเฉพาะในกรณีใช้ NaOH ในปริมาณสูง

5.2.6 น่าสนใจที่จะทดลองปรับเปลี่ยนสารกลีเซอรอล หรือ กลีเซอรอลผสมกับตัวทำละลายอื่น เช่น แอลกอฮอล์ เพื่อเป็นประโยชน์ในเชิงพาณิชย์



## รายการอ้างอิง

- [1.] Fujimaru Atsushi. "Clay composition for shaping noble metal and method for production of sinter of noble metal". AIDA Chemical Industries Co.,Ltd. 2003.
- [2.] Amit Sinha, B P Sharma. "Preparation of silver powder through glycerol process". Bhabha Atomic Research Center, 2005.
- [3.] Wu Songping, Meng Shuyuan. , "Preparation of ultrafine silver powder using ascorbic acid as reducing agent and its application in MLCI". Materials chemistry and physics, 2008, pp. 423-427
- [4.] Y.H. Jung, J.S. Kim, Y.S. Jim, G.H.Rim,. "Pulsed power application to produce silver nanopowder". Kore Electrotechnology Research Institute KERI
- [5.] Jay Robert. "Thick film conductor compositions for use in membrane switch applications". E.I. du Pont de Nemours and Company, 2003,
- [6.] วราพรณ์ มากพูน. "ปฏิกิริยาออกซิเดชันของมีเทนบนตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดออกไซด์ผสม (ซีเรีย/เซอร์โคเนีย) เตรียมโดยวิธีโซลเจล". คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
- [7.] Randll M. German. "Injection Molding of Metals and Ceramics". Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 1997
- [8.] H.H. Nersisyan, J.H. Lee, H.T. son. "A new and effective chemical reduction method for preparation fo nanosized silver powder and colloid dispersion", Materials Research Bulletin, 2003, pp. 949-956.
- [9.] P.K. Khanna, V.V.V.S. Subbarao. "Nanosized silver powder via reduction of silver nitrate by sodium formaldehydesulfoxylate in acidic pH medium",. Materials Letters, 2003 pp. 2242-2245.
- [10.] Wasyl Kunda,. "Process for the production of silver powder form silver chloride, sulphate or sulphide". United States Patent,1983.
- [11.] Larry J. Gaudino, "Cemented silver powder". United States Patent, 1988.
- [12.] ชาญเชาว์ และ พัฒนวงศ์. "ผลของอุณหภูมิและเวลาต่อการผลิตผงเงินด้วยกรรมวิธีการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล". คณะวิศวกรรมศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550



- [13.] R. Li, D.J. Kim, K. Yu, H. Liang, C. Bai, S. Li. "Study of fine silver powder from AgOH slurry by hydrothermal techniques". Chinese Academy of Sciences, China, 2002.
- [14.] P.K. Khanna, R. Gokhale, V.V.V.S. Subbarao. "Poly(vinyl pyrrolidone) coated silver nano powder via displacement reaction". Centre for Materials for Electronics Technology (C-MET), Kluwer Academy Publishers : India, 2004
- [15.] Amit Sinha, B P Sharma. "Preparation of copper powder by glycerol process" Bhabha Atomic Research Center, 2001
- [16.] <http://www.advancedmaterials.us>
- [17.] <http://www.fda.moph.go.th/fdanet/html/product/addict/precursor/Sodium%20hydroxide.htm>
- [18.] [http://203.158.100.140/scienceglossary/index.php?option=com\\_content&id=12495&Itemid=5](http://203.158.100.140/scienceglossary/index.php?option=com_content&id=12495&Itemid=5)
- [19.] [http://en.wikipedia.org/wiki/Silver\\_nitrate](http://en.wikipedia.org/wiki/Silver_nitrate)



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ก

## การคำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ใช้

การอัตราส่วนจากการผลิตผงเงินโดยการรีดิวซ์ด้วยกลีเซอรอล

ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver nitrate)  $\text{AgNO}_3$

มวลโมเลกุล 169.88 กรัม/โมล

กลีเซอรอล (Glycerol)  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$

มวลโมเลกุล 92.09382 กรัม/โมล

ความถ่วงจำเพาะ 1.261 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร

การทดลองที่ 1 การใช้ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัมต่อ กลีเซอรอล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร  
คิดเป็นอัตราส่วนต่อโมลได้ดังนี้

กลีเซอรอล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

$$\text{ซิลเวอร์ไนเตรท} \quad \frac{10 \text{ กรัม}}{169.88 \text{ กรัม/โมล}} = 0.588 \text{ โมล}$$

คิดเป็นโมล/ลิตรได้ดังนี้  $0.0588 \times 10 = 0.588$  โมล/ลิตร

ดังนั้น ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัมต่อ กลีเซอรอล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

จะได้ความเข้มข้น 0.588 โมล/ลิตร

การหาอัตราส่วนสารตั้งต้นซิลเวอร์ไนเตรทต่อ โซเดียมไฮดรอกไซด์

ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver nitrate)  $\text{AgNO}_3$

มวลโมเลกุล 169.88 กรัม/โมล

โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)  $\text{NaOH}$

มวลโมเลกุล 39.9971 กรัม/โมล

การทดลองที่ 2 อัตราส่วน 1 : 1 (ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัม)

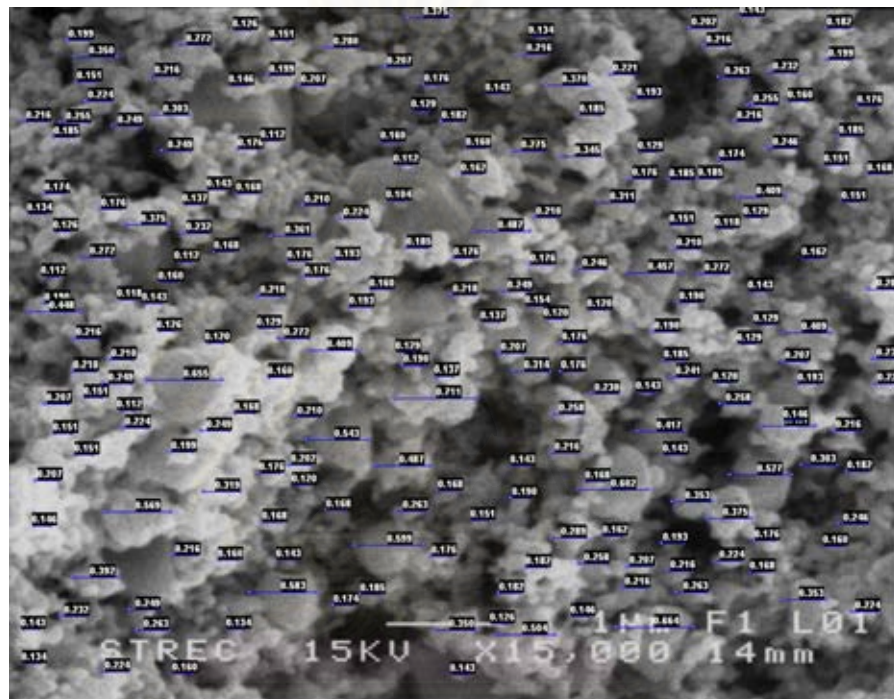
$$\frac{10 \text{ กรัม}}{169.88 \text{ กรัม/โมล}} \times 39.9971 \text{ กรัม/โมล} = 2.354 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น จะใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.354 กรัม ต่อ ซิลเวอร์ไนเตรท 10 กรัม ในอัตราส่วน 1 : 1

## ภาคผนวก ข

## วิธีการหาค่าเฉลี่ย และค่าความเชื่อมั่นในการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค

การหาค่าเฉลี่ยขนาดผงเงินทำได้โดยใช้โปรแกรม Sema Fore วัดขนาดโดยลากเส้นผ่าน ศูนย์กึ่งกลางของผงเงิน บนภาพถ่ายจุลภาคจากนั้นนำค่าที่ได้มาหาขนาดเฉลี่ย ( $\bar{X}$ ) โดยขนาดเฉลี่ยหาได้จาก



รูปที่ ข.1 แสดงการวัดขนาดจากโปรแกรม Sema Fore

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

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

จากนั้นทำการหาขอบเขตความเชื่อมั่นของขนาดผงเฉลี่ย และขนาดอนุภาคเฉลี่ยสามารถคำนวณได้ดังนี้

ทำการหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ

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

หาค่าความเชื่อมั่นโดยกำหนดระดับค่าความเชื่อมั่น 95% จะได้ขอบเขตความเชื่อมั่น (CI) ของค่าเฉลี่ยเป็นไปตามสมการ

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

ดังนั้นขนาดเฉลี่ยจะมีค่าเท่ากับ  $\bar{X} \pm CI$

นอกจากนี้สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อนได้ดังนี้

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

ค่าเฉลี่ย ( $\bar{X}$ ) = 0.18 ไมครอน

จำนวนข้อมูล (n) = 600

ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S) = 0.083

- หาค่าความน่าเชื่อถือ (CI) ได้

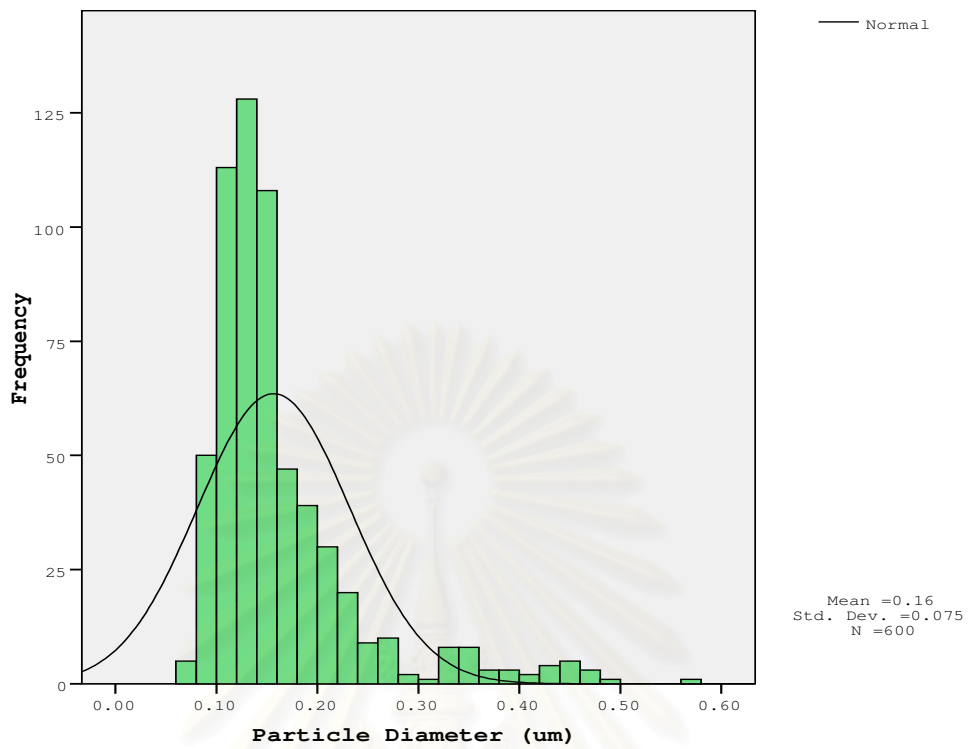
$$CI = \pm 1.96 \left( \frac{0.083}{\sqrt{600}} \right) \\ = 6.641 \times 10^{-3}$$

ดังนั้นในการทดลองที่ 1 มีช่วงความเชื่อมั่นของค่าเฉลี่ย  $0.18 \pm 6.641 \times 10^{-3}$

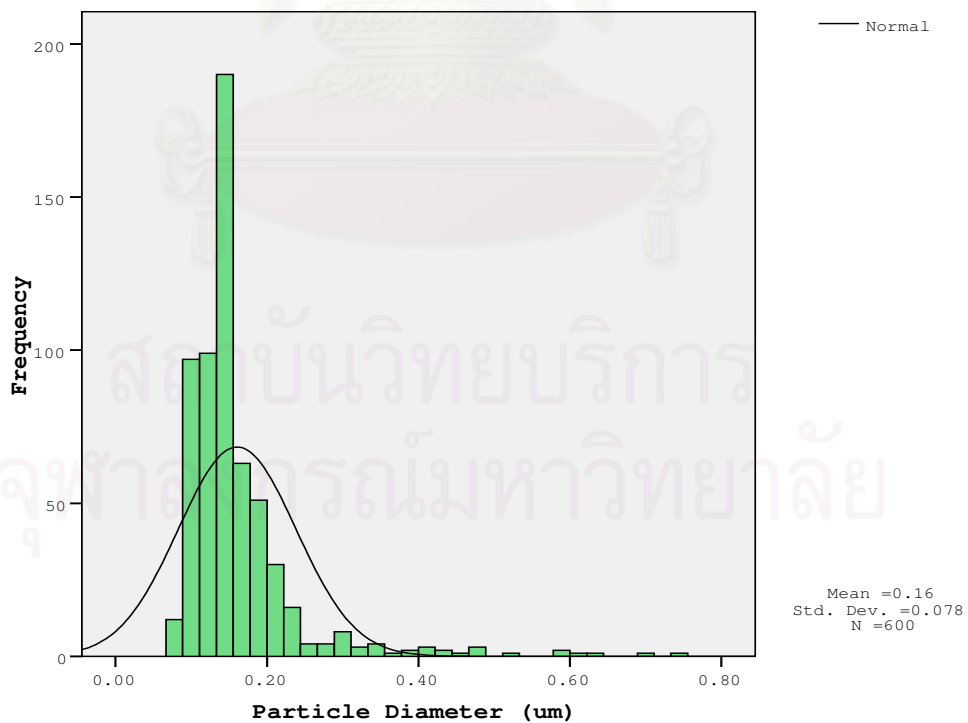
หาเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อน (% Error) ได้

$$\%Error = \frac{6.641 \times 10^{-3}}{0.18} \times 100 \\ = 3.689 \%$$

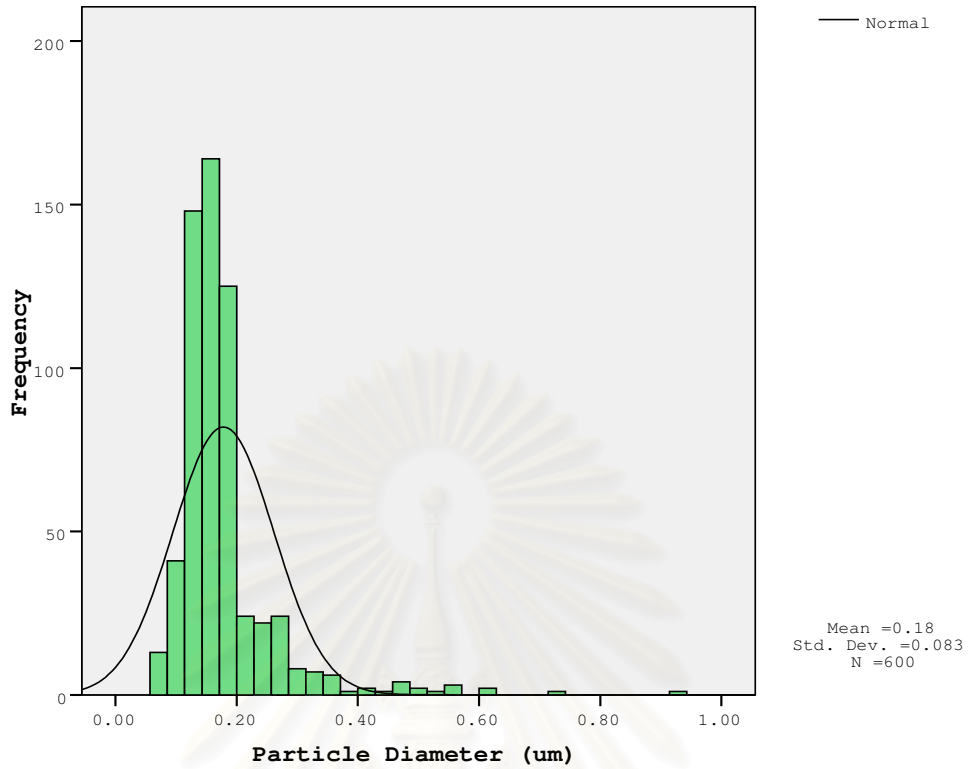




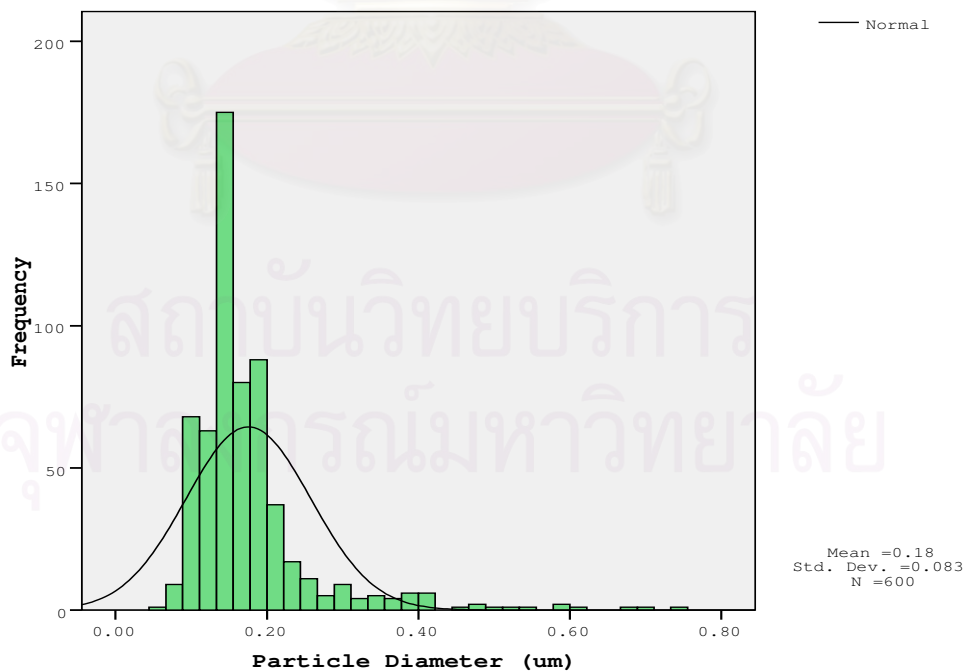
รูปที่ ข.2 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 30 นาที



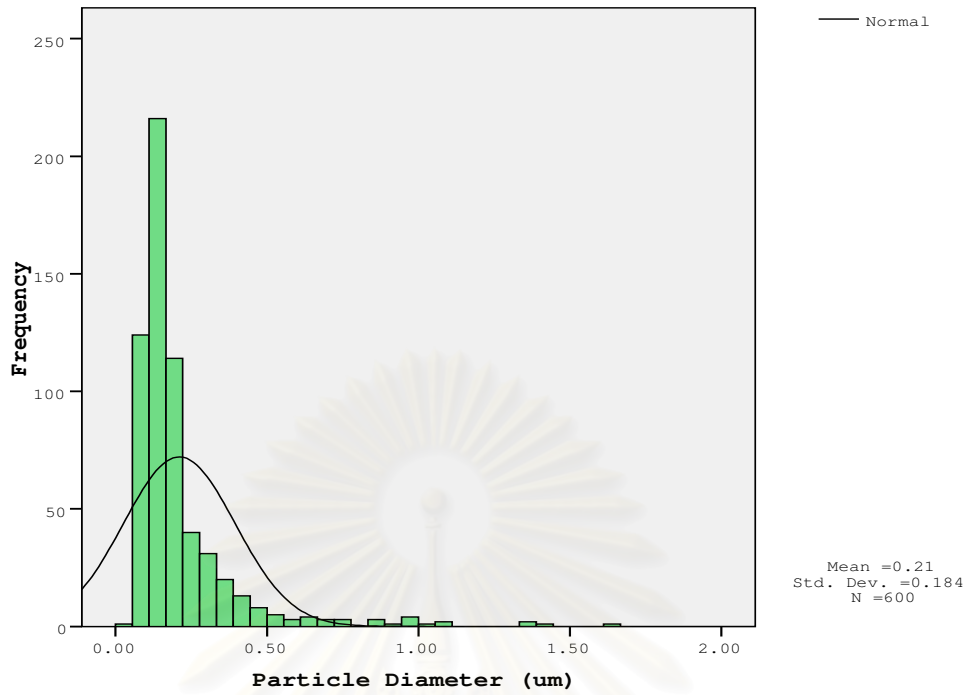
รูปที่ ข.3 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 60 นาที



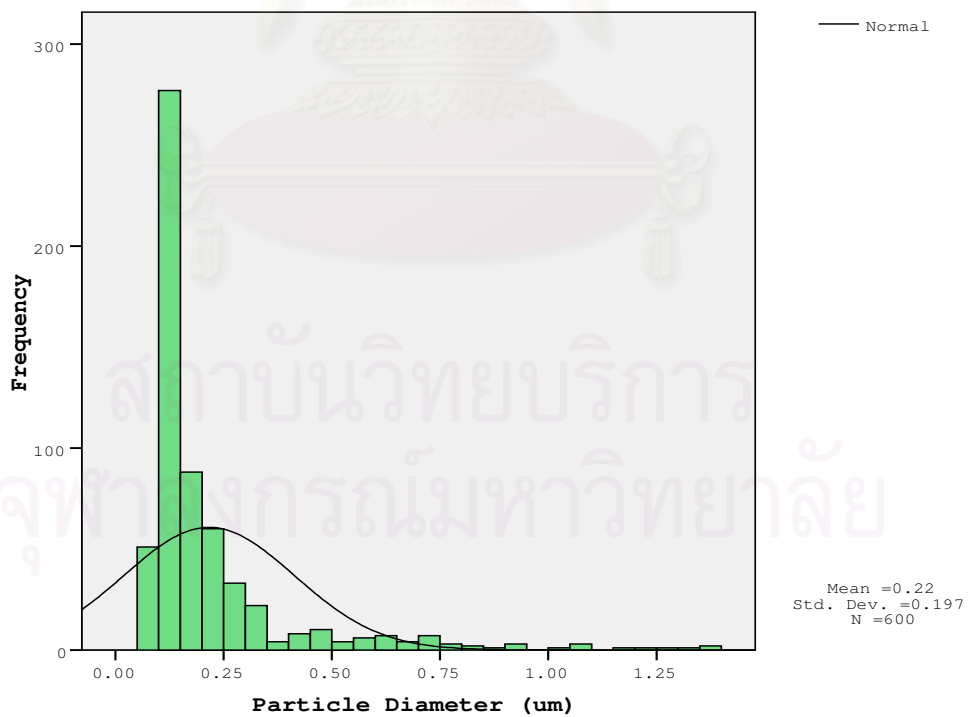
รูปที่ ข.4 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 90 นาที



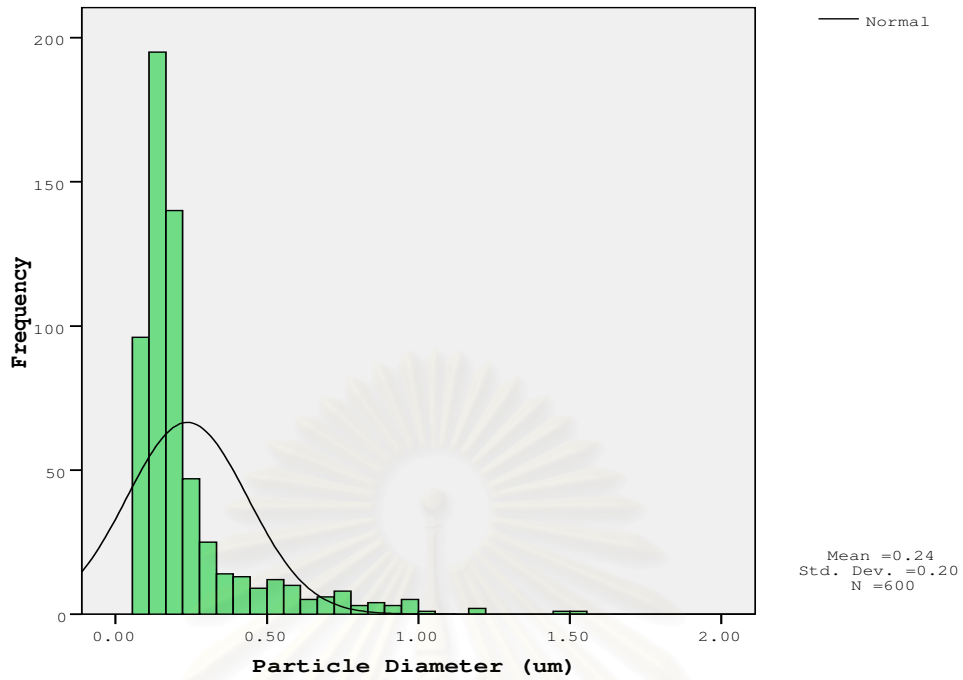
รูปที่ ข.5 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30 °C เวลา 120 นาที



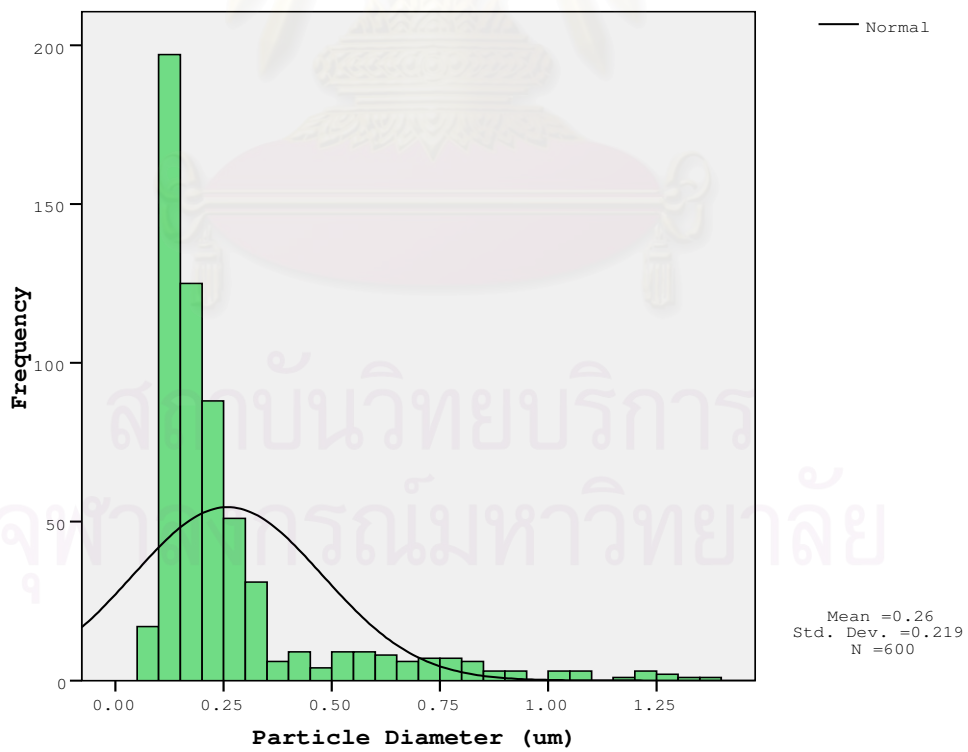
รูปที่ ๖.6 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 30 นาที



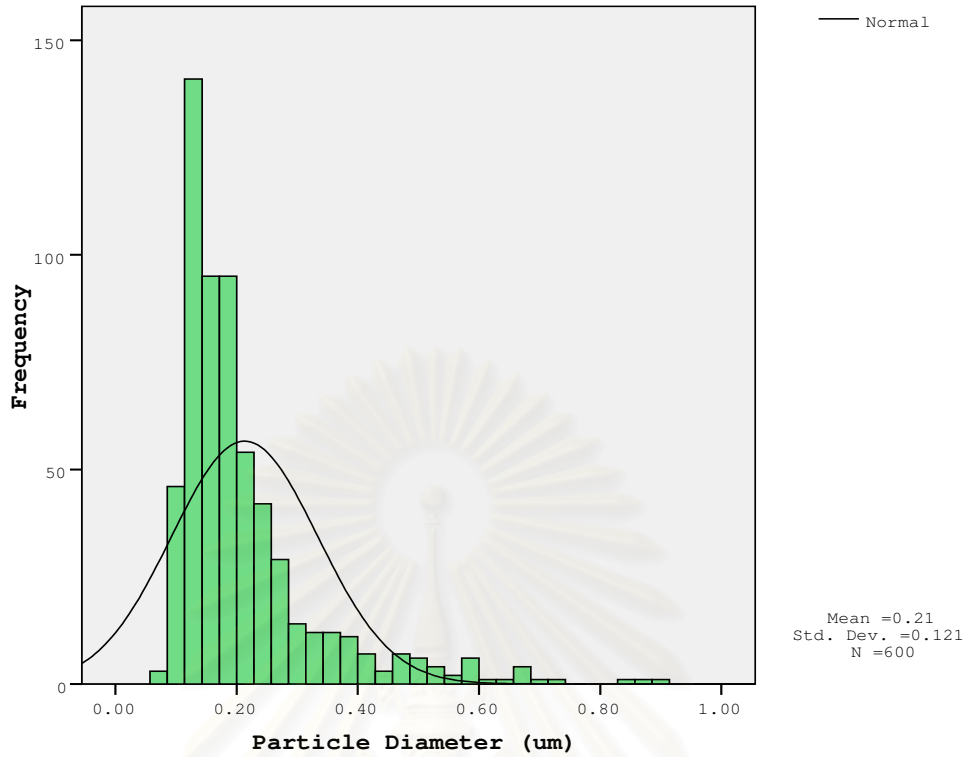
รูปที่ ๖.7 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 60 นาที



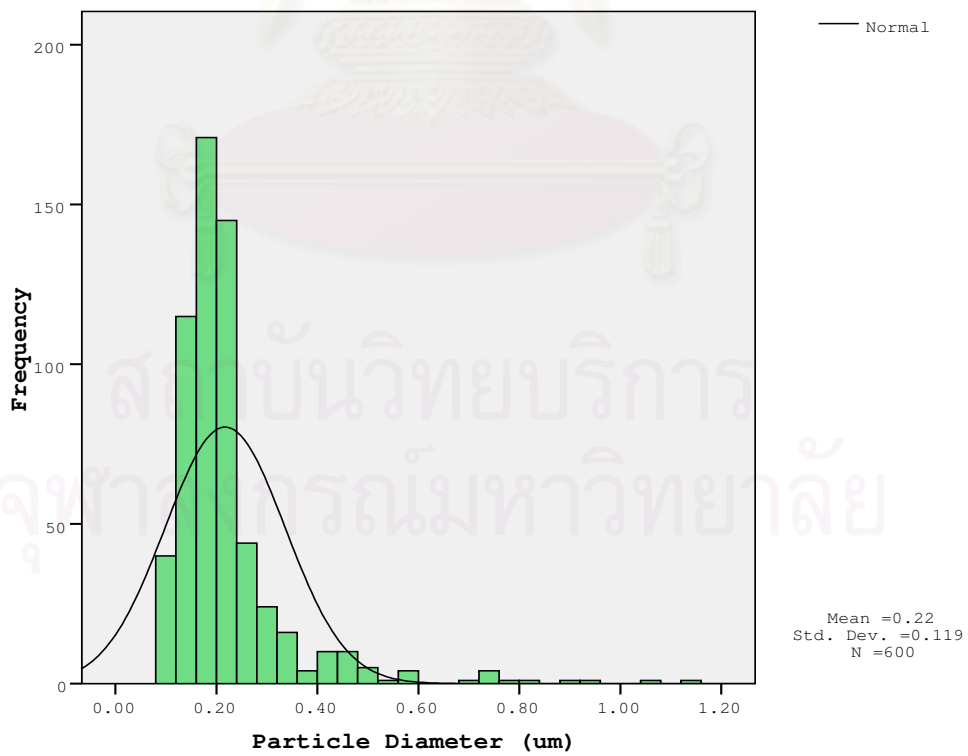
รูปที่ 1.8 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 90 นาที



รูปที่ 1.9 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80 °C เวลา 120 นาที

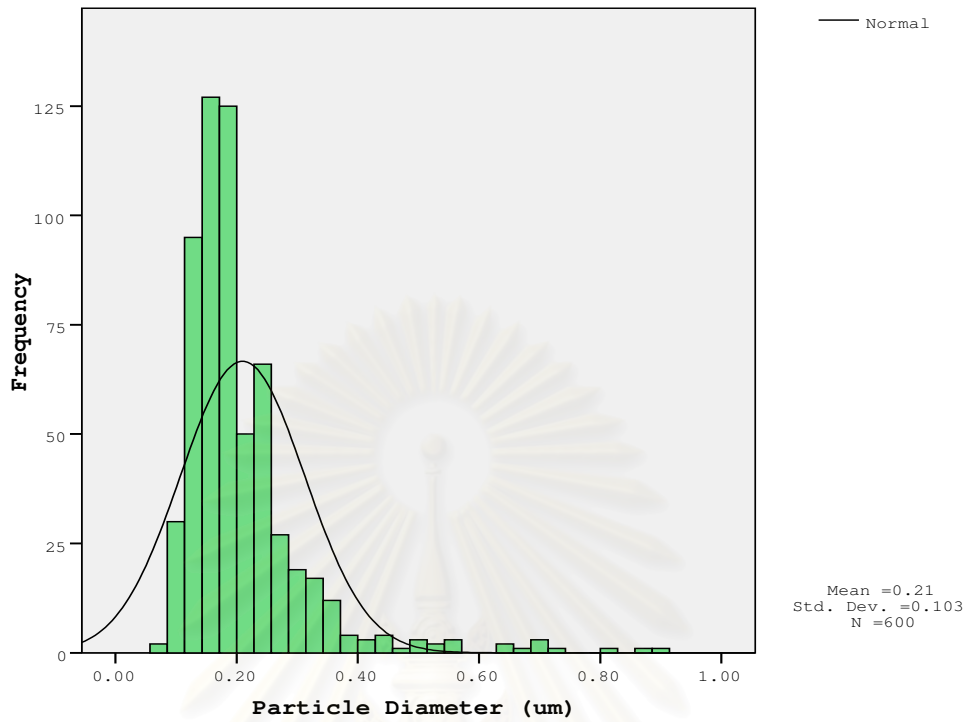


รูปที่ ข.10 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 30 นาที

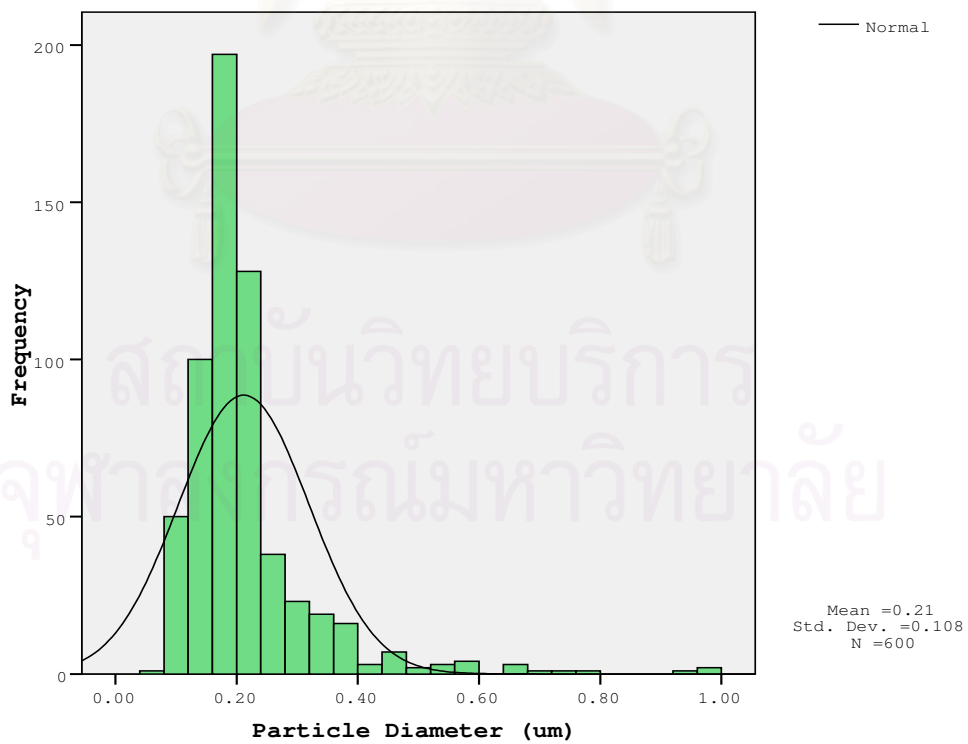


รูปที่ ข.11 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 60 นาที

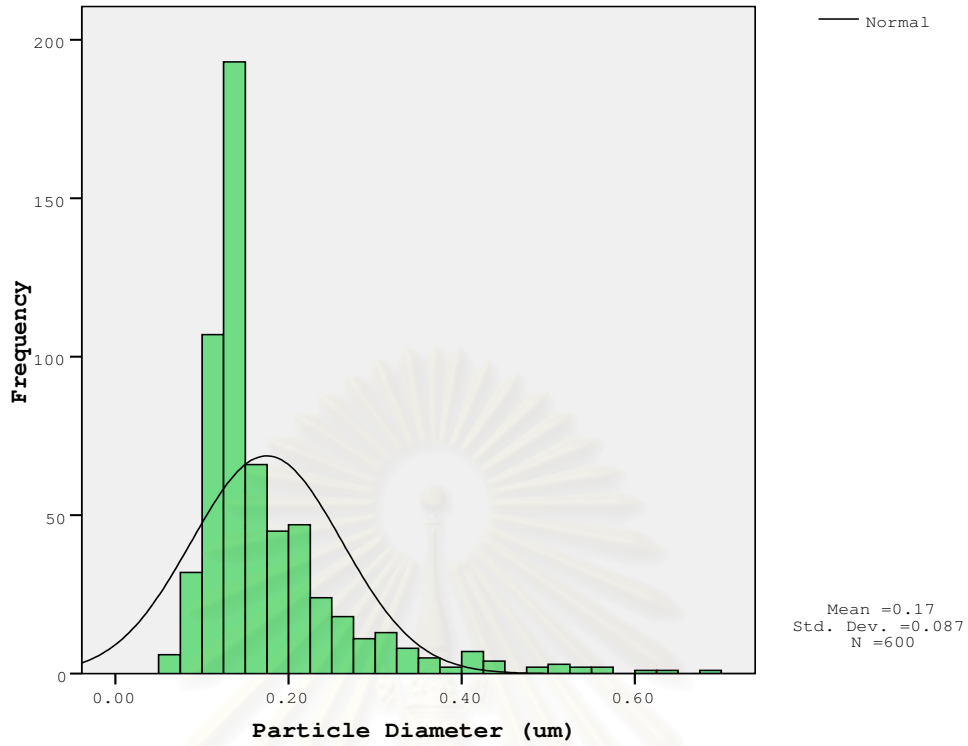




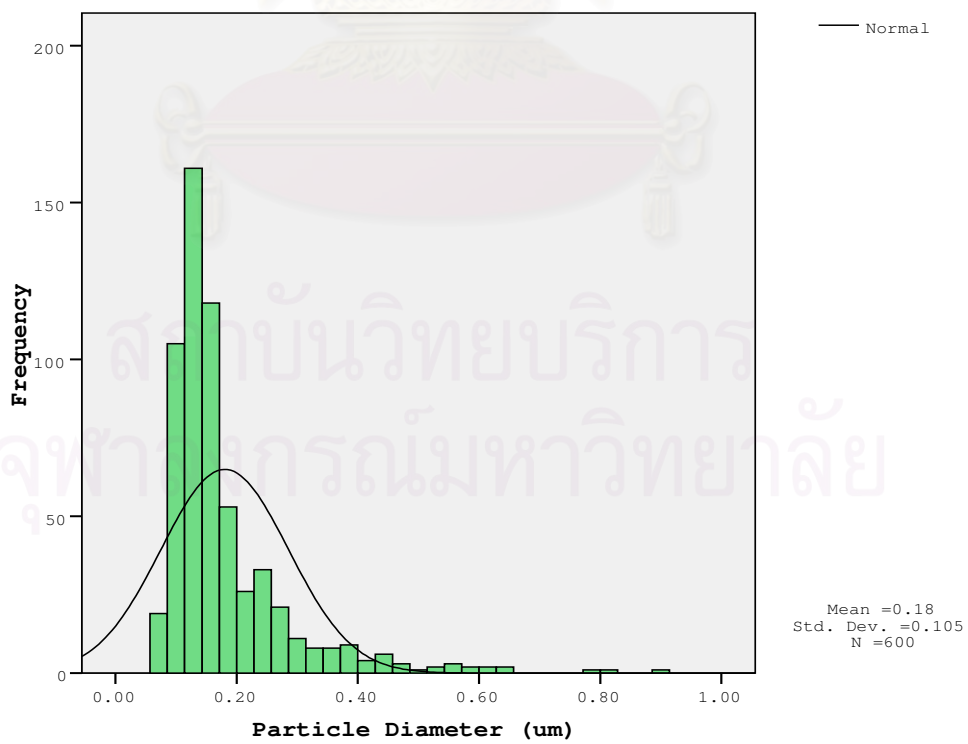
รูปที่ ข.12 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 90 นาที



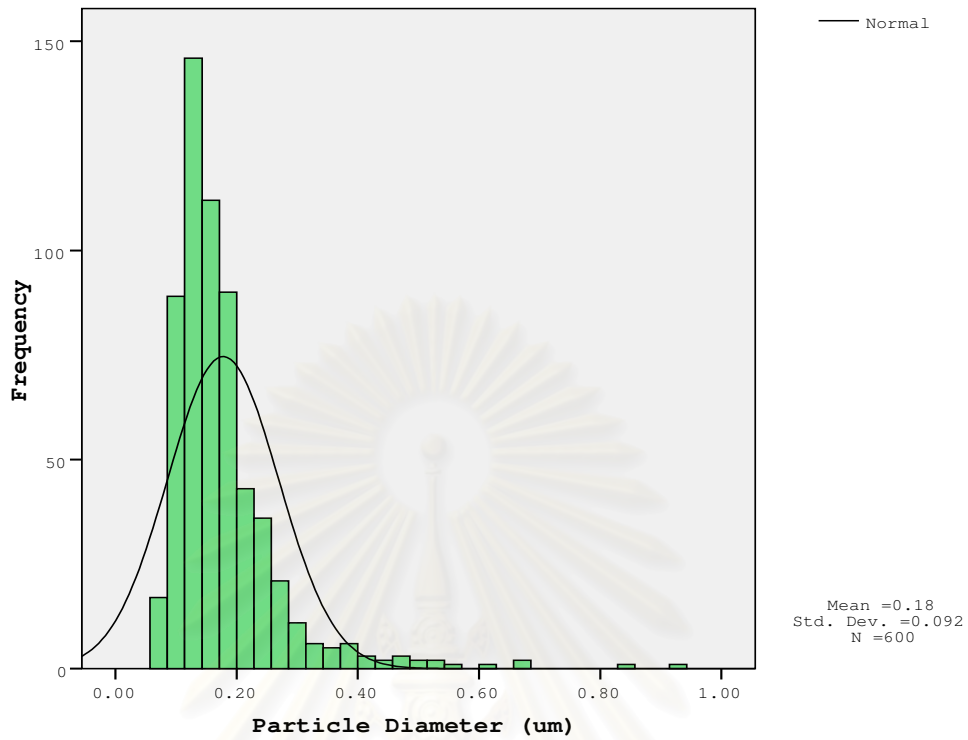
รูปที่ ข.13 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100 °C เวลา 120 นาที



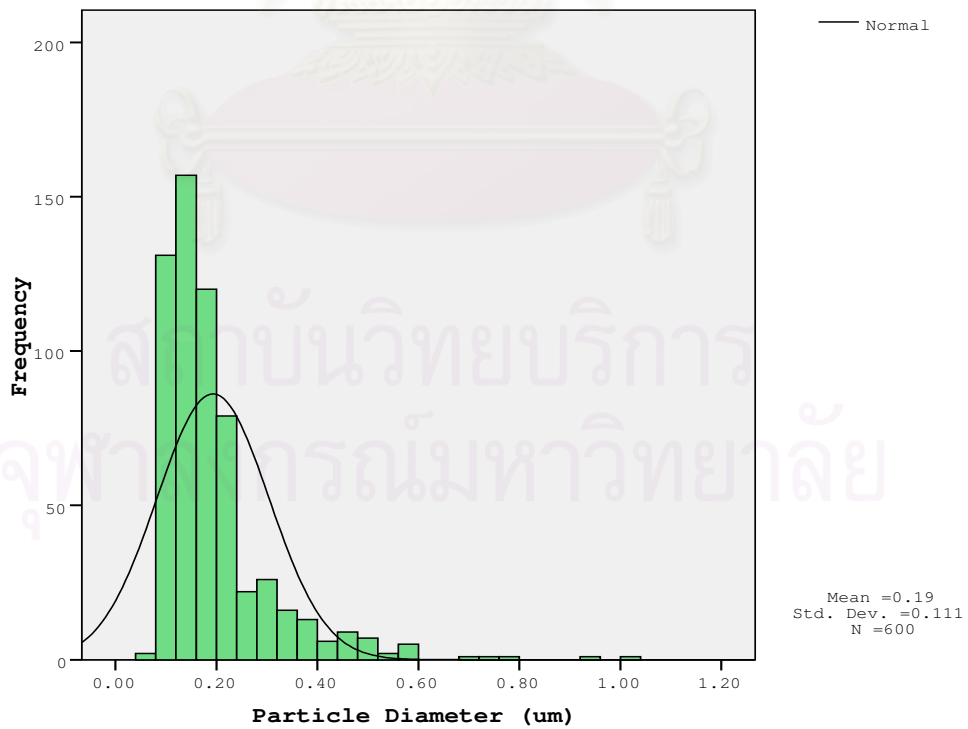
รูปที่ ข.14 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120°C เวลา 30 นาที



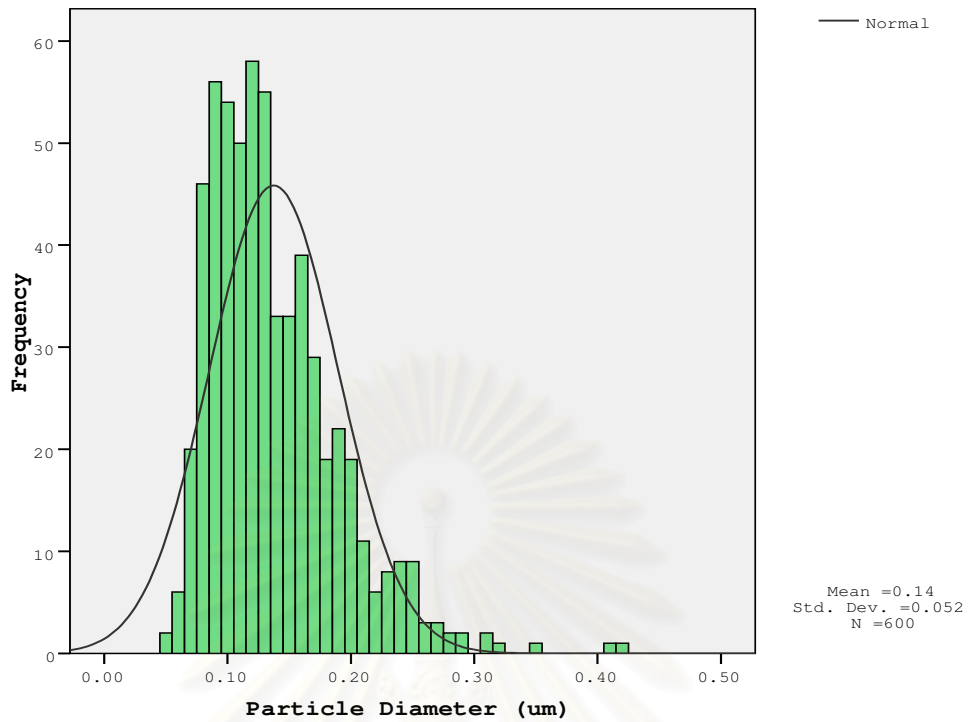
รูปที่ ข.15 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120°C เวลา 60 นาที



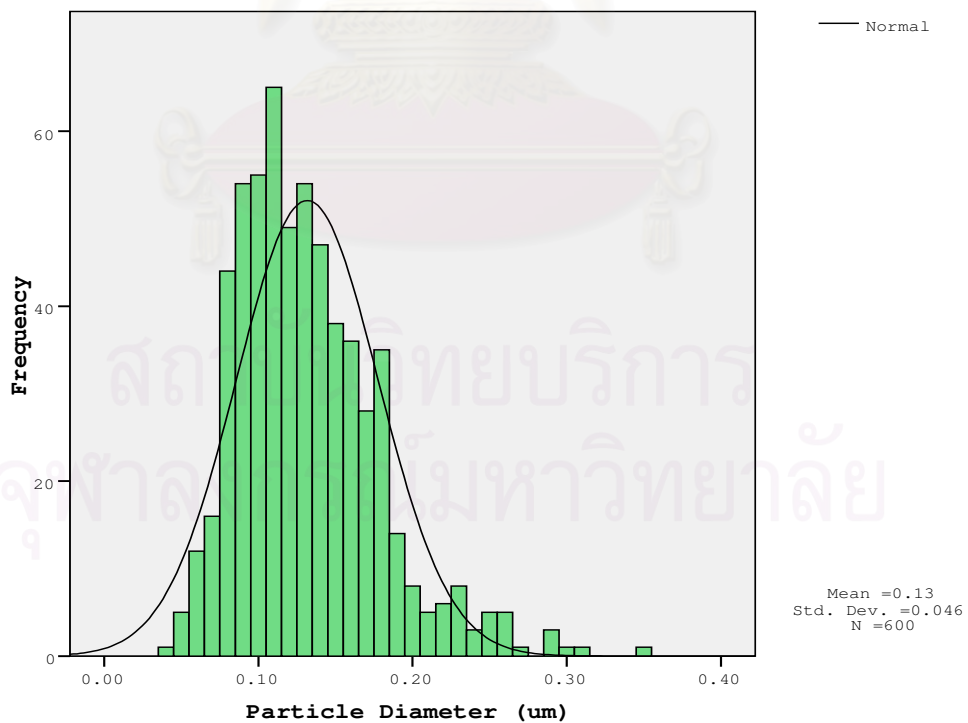
รูปที่ ข.16 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120°C เวลา 90 นาที



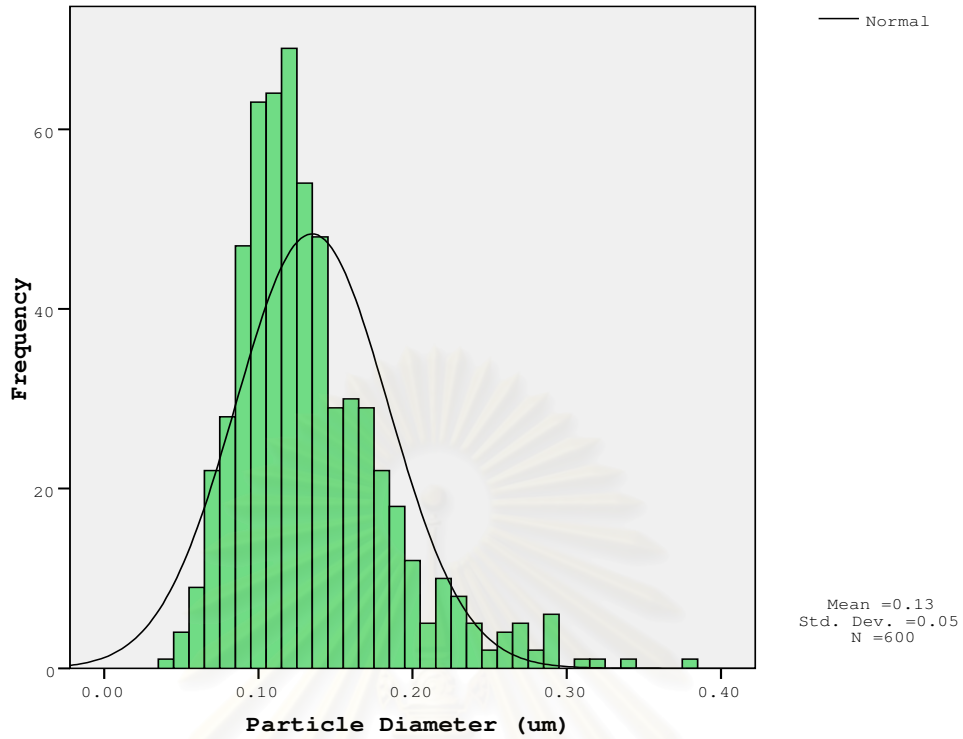
รูปที่ ข.17 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 120°C เวลา 120 นาที



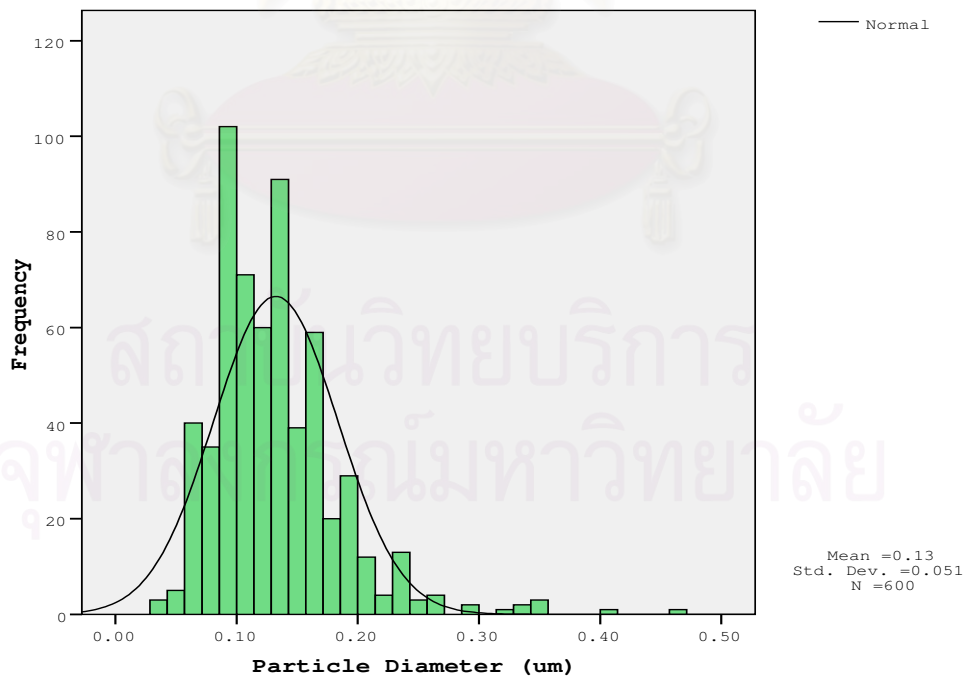
รูปที่ ข.18 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 30 นาที



รูปที่ ข.19 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 60 นาที

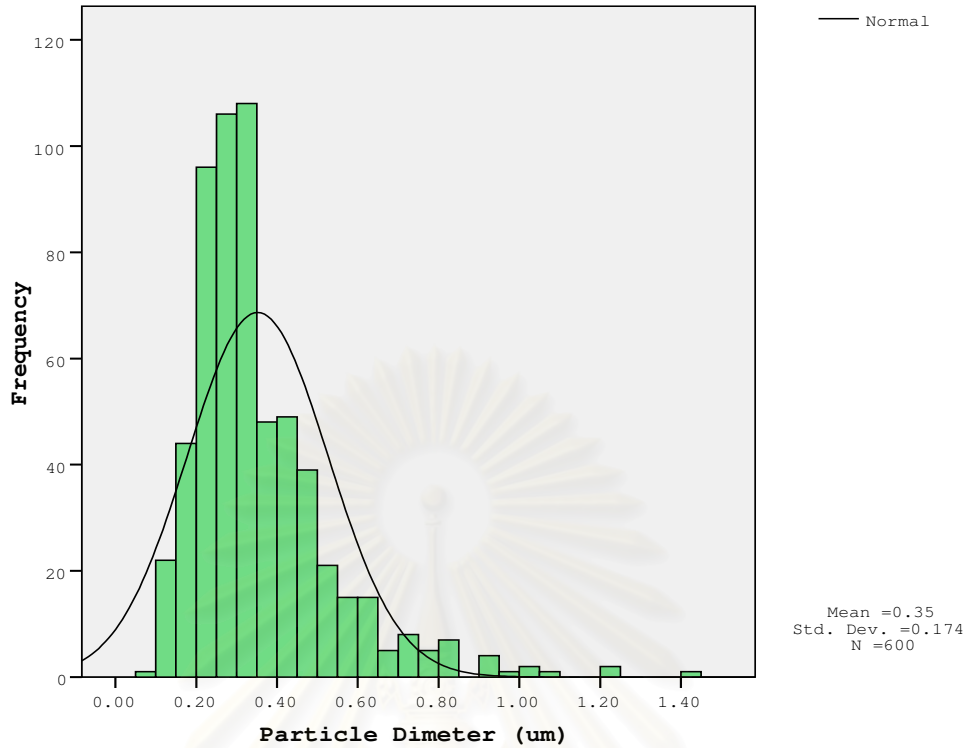


รูปที่ ข.20 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 90 นาที

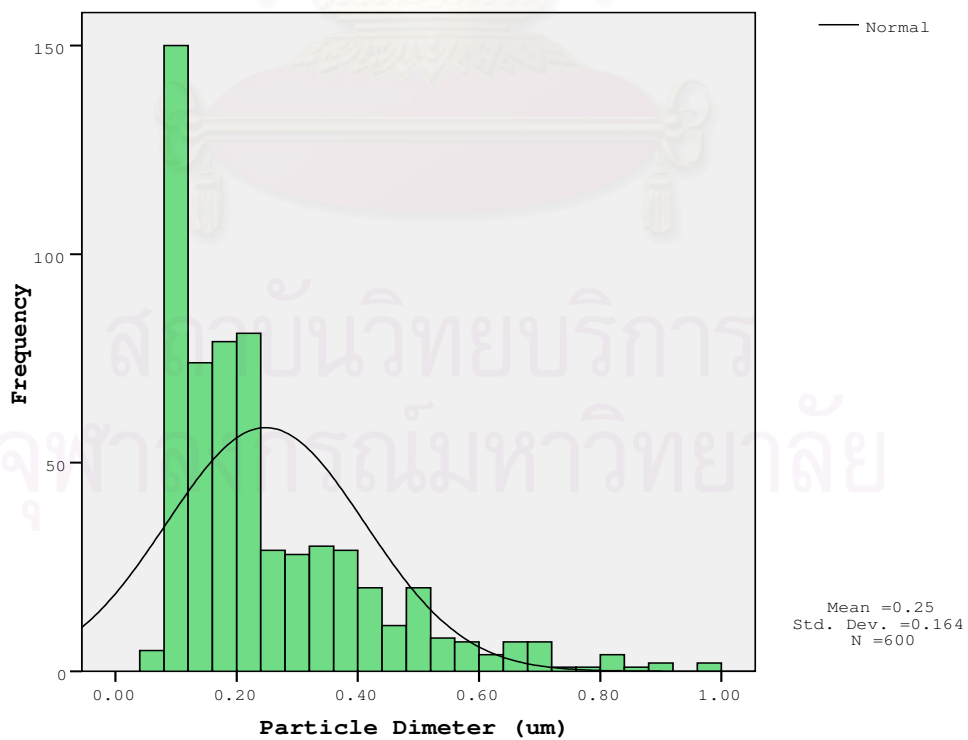


รูปที่ ข.21 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C เวลา 120 นาที

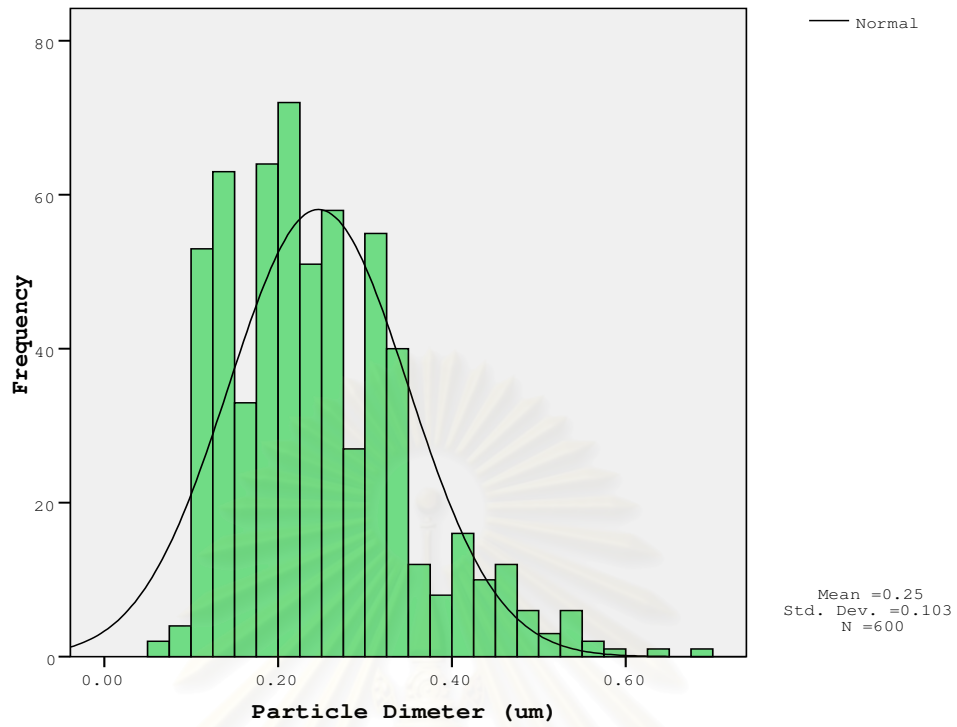




รูปที่ ข.22 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 2:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที



รูปที่ ข.23 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 4:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที

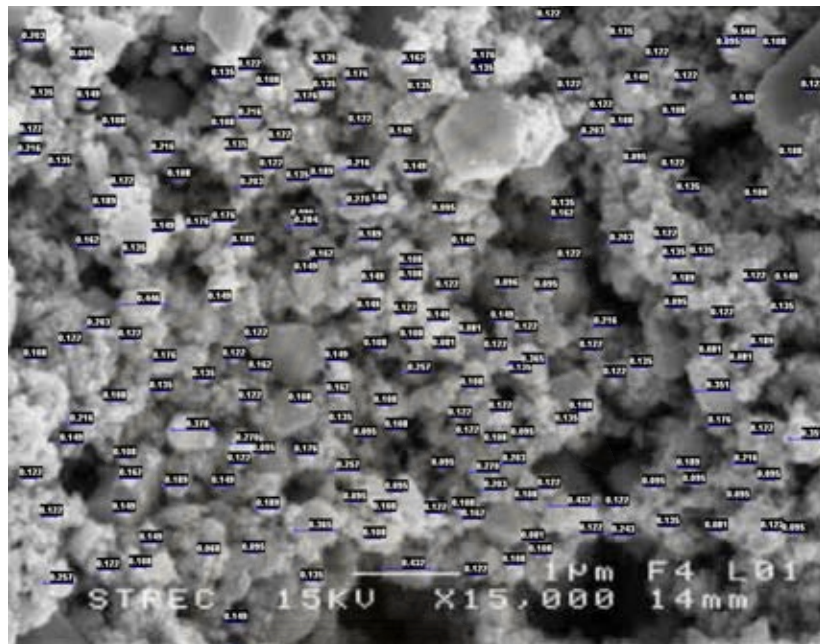


รูปที่ ข.24 กราฟฮิสโตแกรมขนาดผงเงิน อัตราส่วน 10:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที

## ภาคผนวก ค

## วิธีการวัดขนาดของผงเงิน

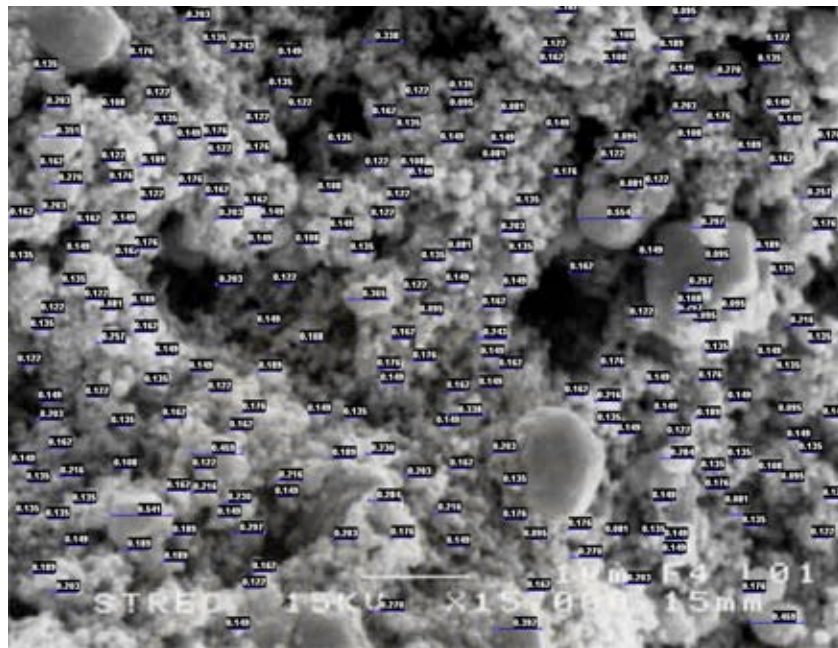
วิธีการวัดขนาดของผงเงินโดยใช้โปรแกรม Sema Fore จากการวัดขนาดผงเงินโดยอ้างอิงกับมาตรฐาน ASTM standard E20



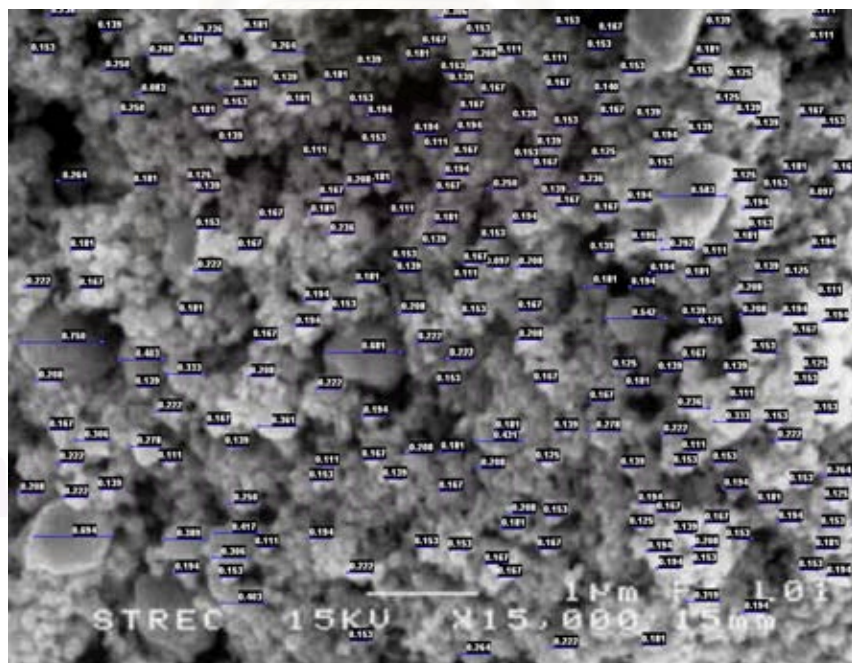
รูปที่ ค.1 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 30 นาที



รูปที่ ค.2 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 60 นาที

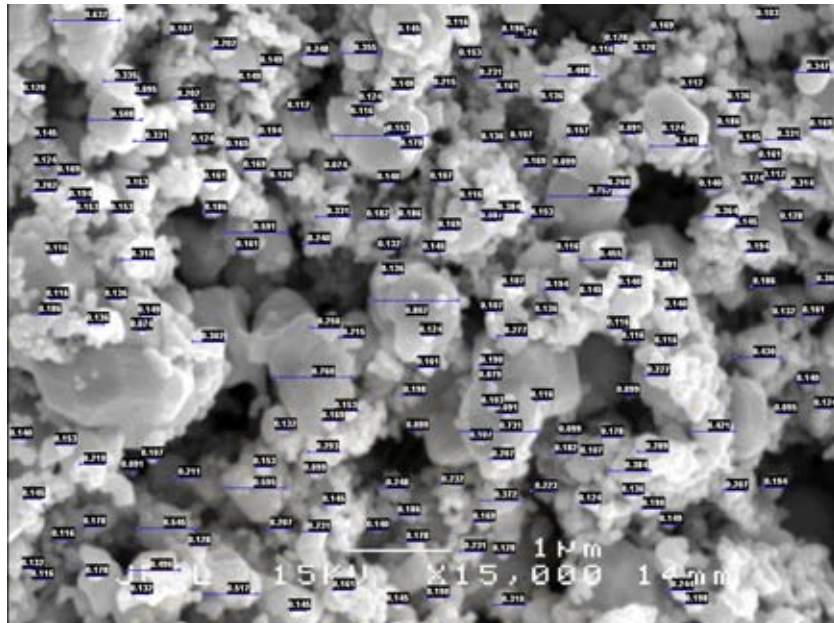


รูปที่ ค.3 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 90 นาที

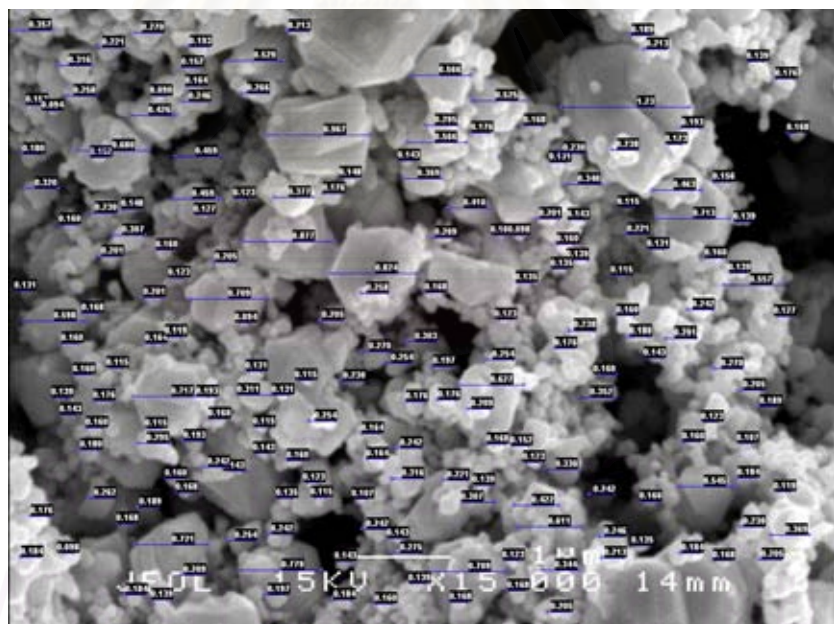


รูปที่ ค.4 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 30°C เวลา 120 นาที





รูปที่ ค.5 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 30 นาที

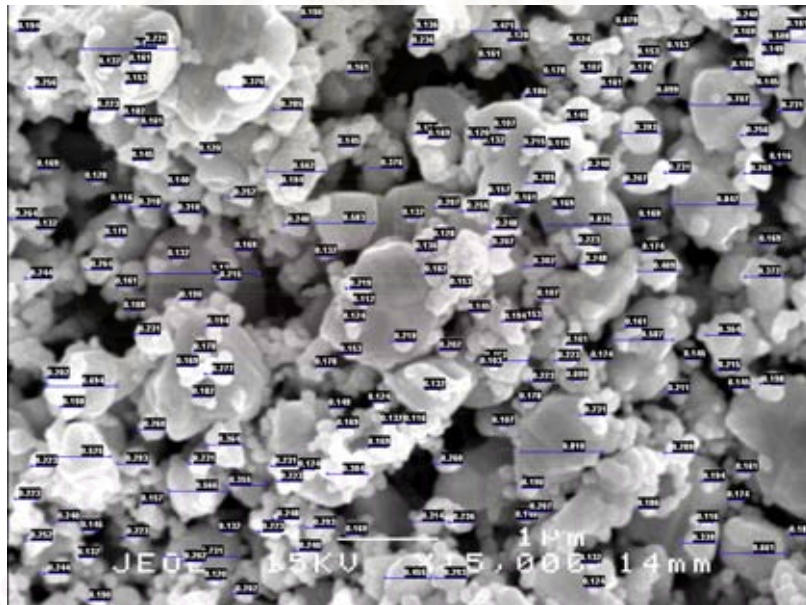


รูปที่ ค.6 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 60 นาที

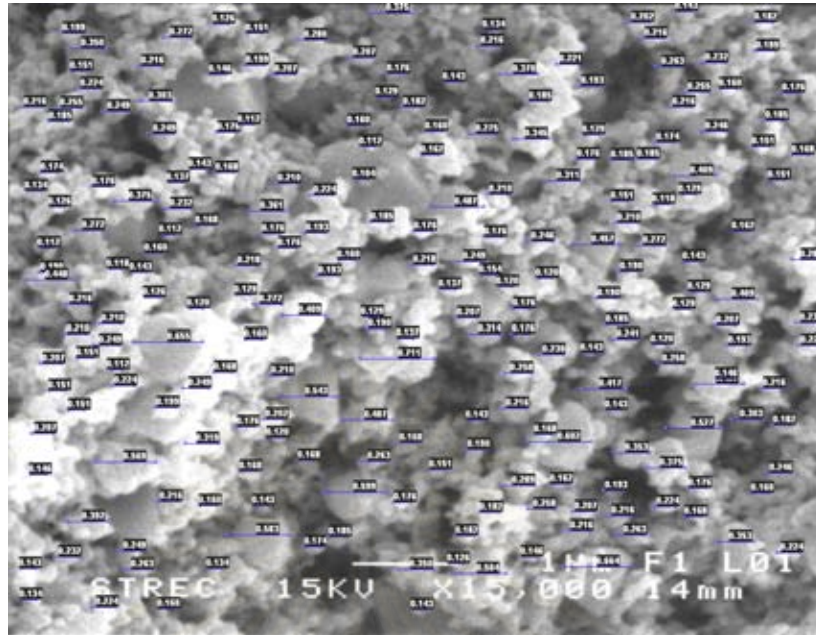




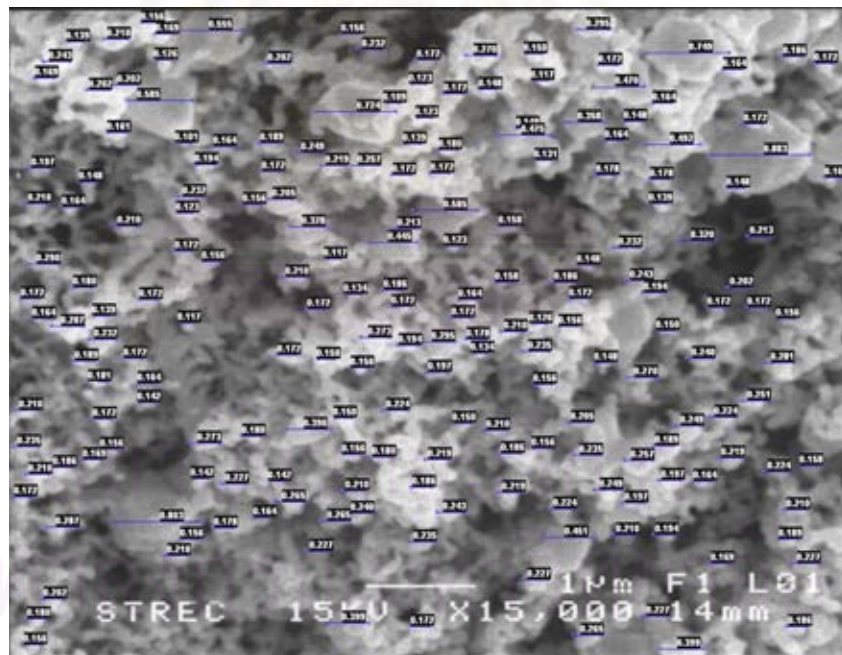
รูปที่ ค.7 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 90 นาที



รูปที่ ค.8 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 80°C เวลา 120 นาที

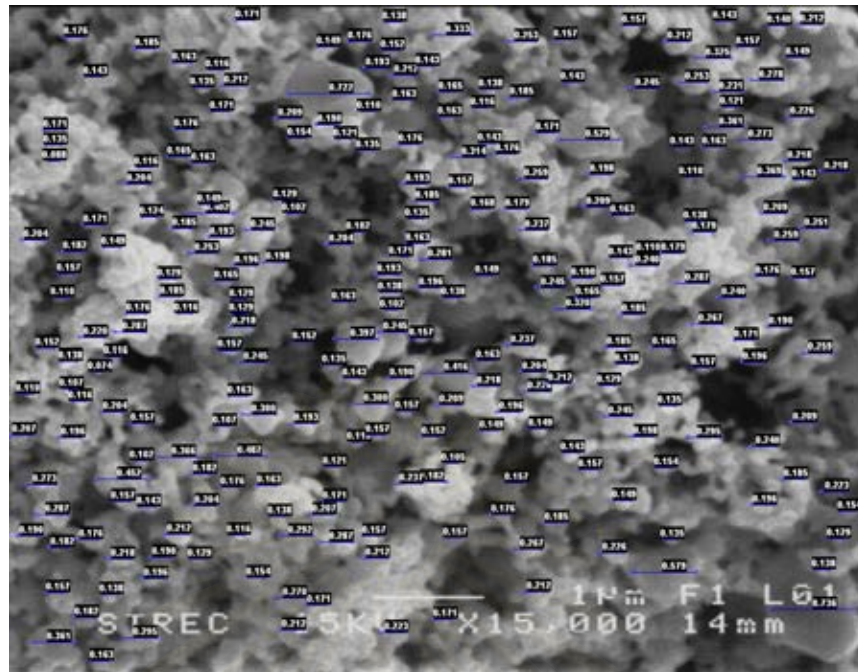


รูปที่ ค.9 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 30 นาที

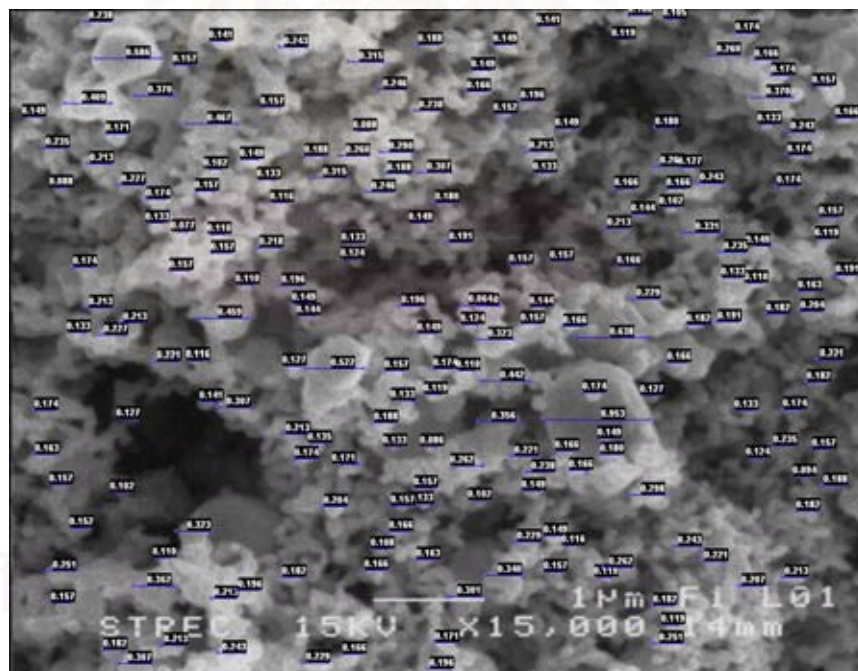


รูปที่ ค.10 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C เวลา 60 นาที

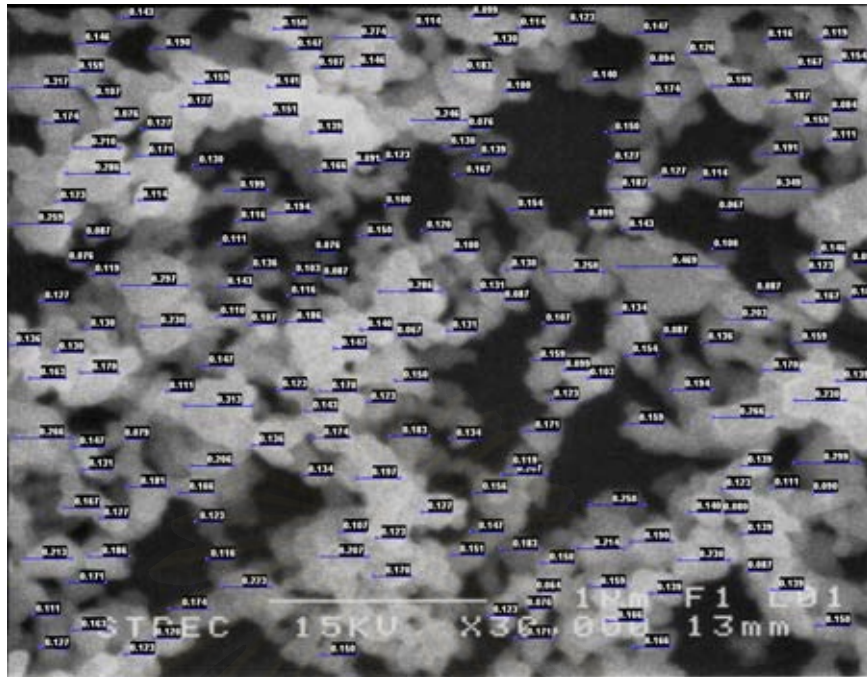




รูปที่ ค.11 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C  
เวลา 90 นาที



รูปที่ ค.12 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 100°C  
เวลา 120 นาที

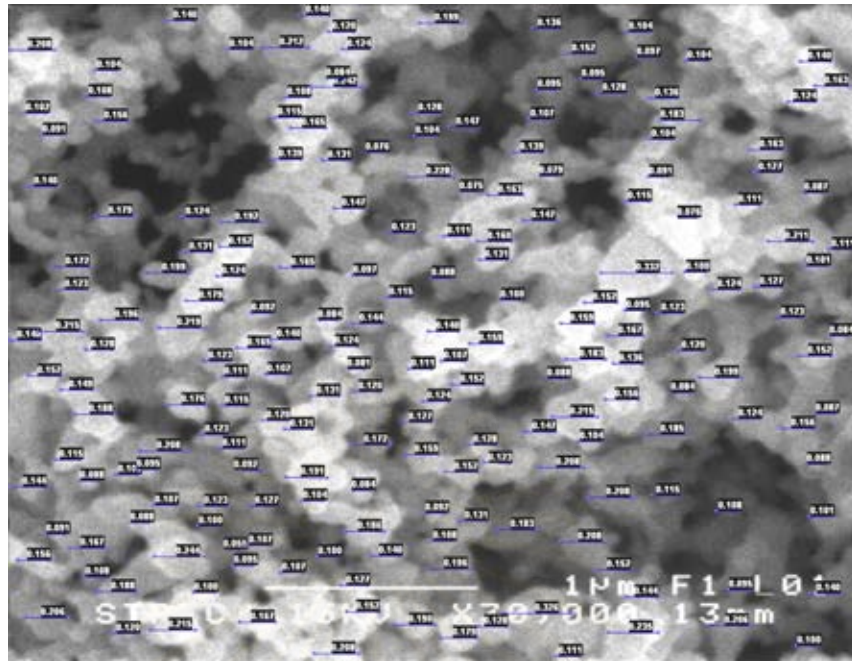


รูปที่ ค.13 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C  
เวลา 30 นาที



รูปที่ ค.14 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C  
เวลา 60 นาที



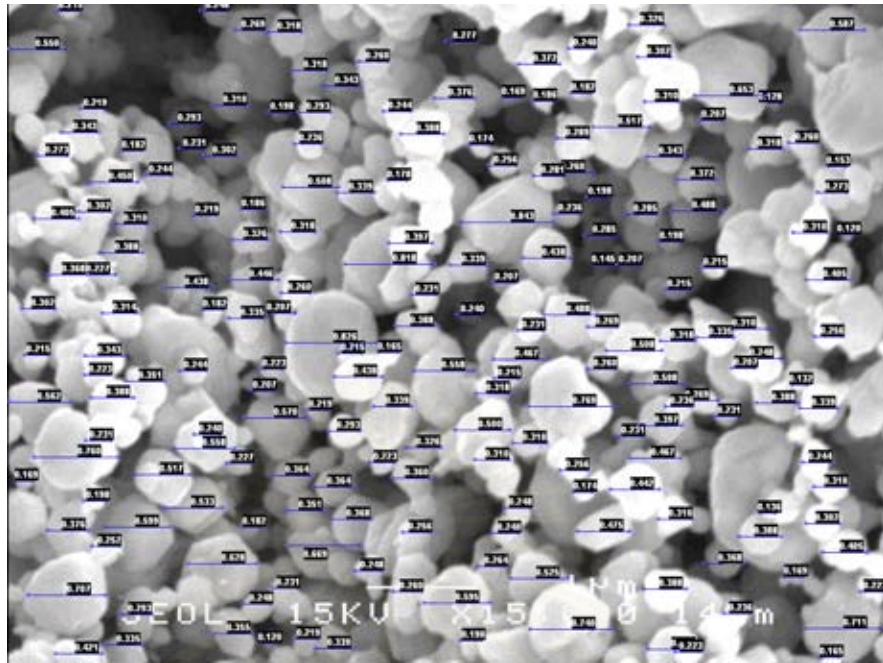


รูปที่ ค.15 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C  
เวลา 90 นาที

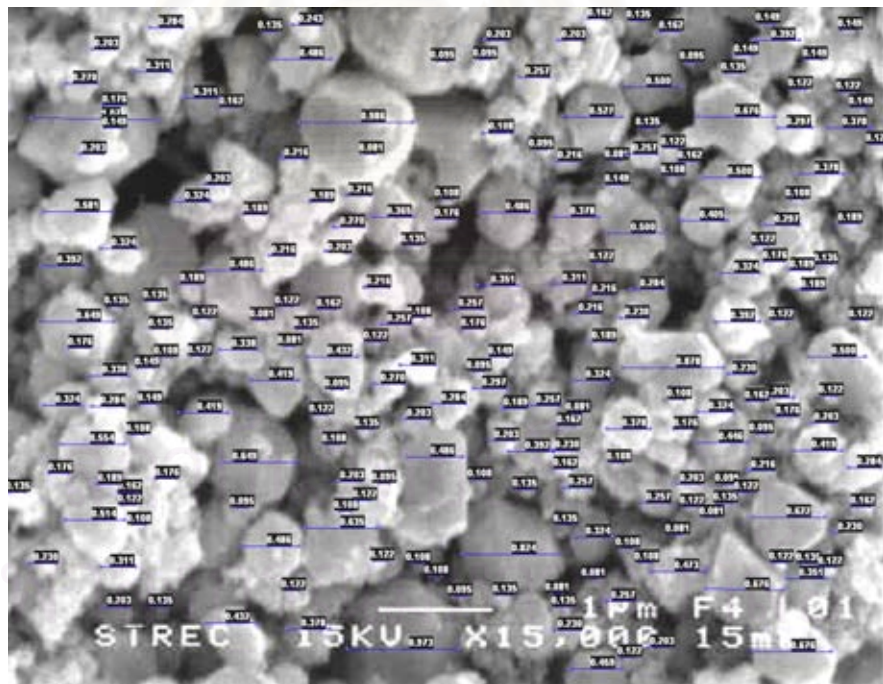


รูปที่ ค.16 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 1:1 อุณหภูมิ 140°C  
เวลา 120 นาที





รูปที่ ค.17 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 2:1 อุณหภูมิ 30°C  
เวลา 120 นาที



รูปที่ ค.18 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 4:1 อุณหภูมิ 30°C  
เวลา 120 นาที



รูปที่ ค.19 แสดงการวัดขนาดอนุภาคจากภาพ SEM อัตราส่วน 10:1 อุณหภูมิ 30°C  
เวลา 120 นาที

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายโกเมน หมายมั่น เกิดเมื่อวันที่ 12 มกราคม พ.ศ. 2522 ที่จังหวัดพิจิตร จบการศึกษาระดับปริญญาตรีวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมอุตสาหการ จากคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เมื่อปีการศึกษา 2546 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อระดับวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ที่ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2547



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย