

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

การดำเนินการวิจัยในครั้งนี้ทำการทดลองในห้องปฏิบัติการของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี มีรายละเอียดและวิธีการดำเนินการวิจัย คือ การเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนสำหรับสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน การเตรียมสารละลาย AgNO_3 การสังเคราะห์คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินโดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเครื่องมือต่างๆ และการศึกษากลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินจากเปลือกทุเรียน

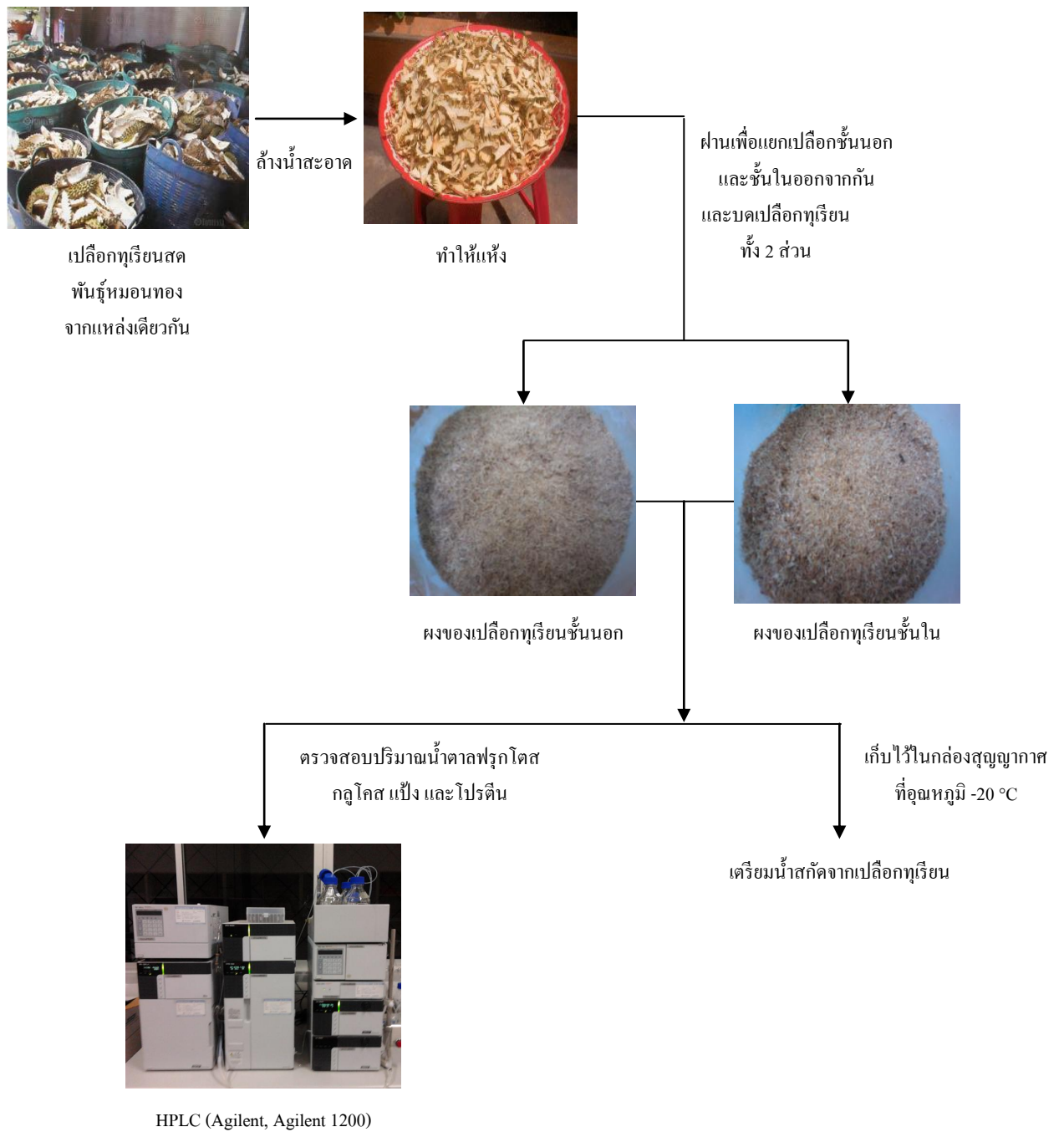
3.1 การเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนสำหรับสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เปลือกทุเรียนพันธุ์หมอนทอง (กลุ่มกำป่น) ที่เก็บมาจากแหล่งเดียวกันสำหรับใช้ตลอดการทดลอง นำเปลือกที่ได้มาล้างน้ำให้สะอาด ทำให้แห้ง หลังจากนั้นทำการแยกออกเป็น 2 ส่วน โดยการฝานเพื่อแยกเปลือกชั้นนอก (ส่วนสีเขียว) และชั้นใน (ส่วนสีขาว) ออกจากกัน บดเปลือกแต่ละส่วนจนมีลักษณะเป็นผง นำผงที่บดได้ทั้ง 2 ส่วน ไปตรวจสอบปริมาณน้ำตาลฟรุกโทส กลูโคส แป้ง และโปรตีน ที่เป็นองค์ประกอบในเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นใน ด้วยเทคนิค HPLC (Agilent, Agilent 1200) (รูปที่ 3.1) ณ สถาบันอาหาร และนำผงที่เหลือไปเก็บไว้ในกล่องสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อใช้สำหรับเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน ขั้นตอนการเตรียมผงเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นใน แสดงดังรูปที่ 3.2

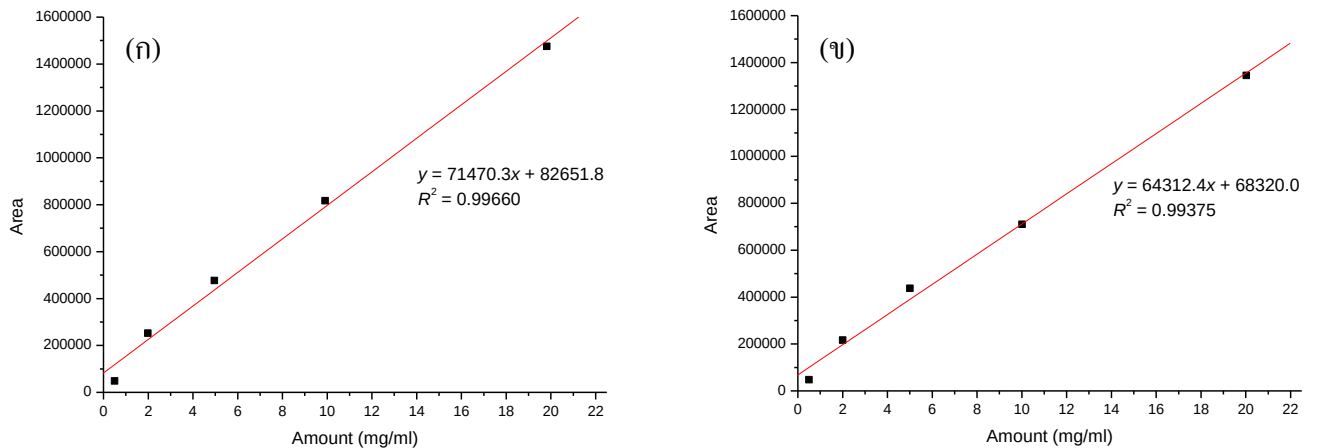
ในการวิเคราะห์องค์ประกอบต่างๆ ด้วยเทคนิค HPLC จะใช้น้ำและเอทานอลในอัตราส่วน 40:60 เป็นตัวทำละลาย (mobile phase) สำหรับใช้ในการชะด้วยอัตราการไหล 1 ml/min ภายในคอลัมน์ (column) บรรจุด้วยเอมีน (amines, NH_2) เป็นเฟสที่อยู่กับที่ (stationary phase) และฉีดสารเข้าเครื่องโดยใช้ปริมาตร $20\text{ }\mu\text{l}$ ข้อมูลของกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลฟรุกโทสและกลูโคสในเปลือกทุเรียนด้วยเทคนิค HPLC แสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.1 เครื่อง HPLC (Agilent, Agilent 1200) ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.2 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงเปลือกทุเรียน



รูปที่ 3.3 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ (ก) ปริมาณน้ำตาลฟรุกโตส และ (ข) ปริมาณน้ำตาลกลูโคสในเปลือกทุเรียนด้วยเทคนิค HPLC

ในการเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นใน เริ่มจากนำผงของเปลือกทุเรียนชั้นนอก 100 g ผสมน้ำกลั่น 500 ml นำไปต้มให้เดือดเป็นเวลา 30 min นำน้ำสกัดที่ได้มากรองผ่านกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 5 ที่มีขนาดรูพรุน $2.5\ \mu\text{m}$ จะได้น้ำสกัดออกมา ส่วนการเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน มีขั้นตอนในการเตรียมเช่นเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.4 หลังจากนั้นนำน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในที่เตรียมได้นี้ ไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ด้วยเทคนิค FT-IR (PerkinElmer, Spectrum 400) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ช่วงเลขคลื่นในการสแกนเท่ากับ $4,000 - 400\ \text{cm}^{-1}$ ความละเอียด $4\ \text{cm}^{-1}$ แต่ละตัวอย่างจะทำการสแกนทั้งหมด 4 ครั้ง นำน้ำสกัดที่เหลือเก็บไว้ที่อุณหภูมิ $4\ ^\circ\text{C}$ สำหรับใช้ในขั้นตอนต่อไป (น้ำสกัดมีระยะเวลาในการเก็บรักษาเป็นเวลา 1 สัปดาห์)



ผงของเปลือกทุเรียนชั้นนอก

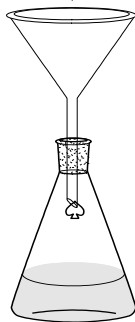
ผง 100 g
ผสมน้ำกลั่น 500 ml



ต้มเดือดที่อุณหภูมิ 100 °C

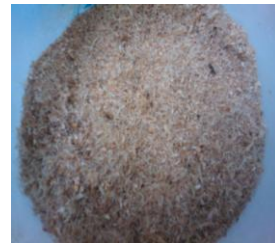
เป็นเวลา 30 min

กรองผ่านกระดาษกรอง
Whatman เบอร์ 5



ของเหลวที่ได้
จากการสกัด

น้ำสกัดจากเปลือก
ทุเรียนชั้นนอก



ผงของเปลือกทุเรียนชั้นใน

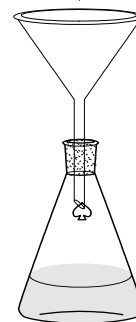
ผง 100 g
ผสมน้ำกลั่น 500 ml



ต้มเดือดที่อุณหภูมิ 100 °C

เป็นเวลา 30 min

กรองผ่านกระดาษกรอง
Whatman เบอร์ 5



ของเหลวที่ได้
จากการสกัด

น้ำสกัดจากเปลือก
ทุเรียนชั้นใน

ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน

เก็บที่อุณหภูมิ 4 °C



FT-IR (PerkinElmer, Spectrum 400)

สำหรับสังเคราะห์ AgNPs

รูปที่ 3.4 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน



รูปที่ 3.5 เครื่อง FT-IR (PerkinElmer, Spectrum 400) ที่ใช้ในการทดลอง

3.2 การเตรียมสารละลายต่างๆ

สารละลายสำหรับการทดลองประกอบด้วย สารละลาย AgNO_3 ที่มี Ag^+ อยู่เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินโดยวิธีการรีดักชันด้วยน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน สารละลาย NaOH และสารละลาย HCl ใช้สำหรับปรับค่า pH ซึ่งวิธีการเตรียมสารละลายต่างๆ มีดังนี้

3.2.1 การเตรียมสารละลาย AgNO_3

ในการทดลองใช้สารละลาย AgNO_3 ความเข้มข้น 1 mM ปริมาตร 100 ml ซึ่งทำได้โดยนำเกลือของ AgNO_3 (Poch) ละลายด้วยน้ำ DI จะทำให้เกิดการแตกตัวเป็น Ag^+ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอน (oxidizer) ในปฏิกิริยารีดักชัน มีวิธีการคำนวณดังนี้

$$1 \text{ mM} = 1 \text{ m (mol/l)} = 1 \text{ m (mol/1000 cm}^3\text{)} = 1 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^3$$

$$\text{AgNO}_3 \text{ มีมวลอะตอม} = 170 \text{ g/mol}$$

$$\text{ดังนั้น ความเข้มข้นของสารละลาย } \text{AgNO}_3 \text{ 1 mM} = 10^{-6} \frac{\text{mol}}{\text{cm}^3} \times \frac{170 \text{ g}}{\text{mol}} = 0.17 \frac{\text{mg}}{\text{cm}^3}$$

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลาย } \text{AgNO}_3 \text{ 1 mM ในน้ำ } 100 \text{ cm}^3 = 0.17 \frac{\text{mg}}{\text{cm}^3} \times 100 \text{ cm}^3 = 0.017 \text{ g}$$

เพราะฉะนั้นถ้าต้องการเตรียมสารละลาย AgNO_3 เข้มข้น 1 mM ปริมาตร 100 ml จะต้องชั่งผง AgNO_3 เท่ากับ 0.017 g ละลายในน้ำ DI ปริมาตร 100 ml

3.2.2 การเตรียมสารละลาย NaOH

ในการทดลองใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 100 ml ซึ่งทำได้โดยนำผงของ NaOH (Ajax) ละลายด้วยน้ำ DI มีวิธีการคำนวณดังนี้

$$0.1 \text{ M} = 0.1 \text{ mol/l} = 0.1 \text{ mol}/1000 \text{ cm}^3 = 10^{-4} \text{ mol/cm}^3$$

NaOH มีมวลอะตอม = 40 g/mol

$$\text{ดังนั้น ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH } 0.1 \text{ M} = 10^{-4} \frac{\text{mol}}{\text{cm}^3} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 4 \frac{\text{mg}}{\text{cm}^3}$$

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH } 0.1 \text{ M ในน้ำ } 100 \text{ cm}^3 = 4 \frac{\text{mg}}{\text{cm}^3} \times 100 \text{ cm}^3 = 0.4 \text{ g}$$

เพราะฉะนั้นถ้าต้องการเตรียมสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 100 ml จะต้องชั่งผง NaOH เท่ากับ 0.4 g ละลายในน้ำ DI ปริมาตร 100 ml

3.2.3 การเตรียมสารละลาย HCl

ในการทดลองใช้สารละลาย HCl ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 100 ml ซึ่งทำได้โดยนำสารละลาย HCl (Ajax) เข้มข้น 36 % w/v มาทำการเจือจางด้วยน้ำ DI มีวิธีการคำนวณดังนี้

HCl มีความเข้มข้น 36 % w/v หมายถึง ในน้ำ 100 ml มี HCl 36 g

HCl มีมวลอะตอม = 36.5 g/mol

$$\text{ในน้ำ } 100 \text{ ml มี HCl } \frac{36}{36.5} \frac{\text{g}}{\text{g/mol}} = 0.98830 \text{ mol}$$

ในน้ำ 1,000 ml มี HCl = 9.8830 mol/l

$$\text{จาก} \quad N_1 V_1 = N_2 V_2$$

เมื่อ	N_1	คือ	ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น	หน่วย	M
	N_2	คือ	ความเข้มข้นของสารละลายที่ต้องการ	หน่วย	M
	V_1	คือ	ปริมาตรของสารละลายเริ่มต้น	หน่วย	ml
	V_2	คือ	ปริมาตรของสารละลายที่ต้องการ	หน่วย	ml

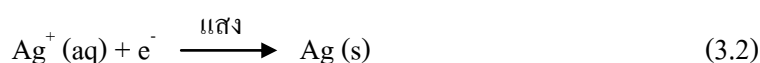
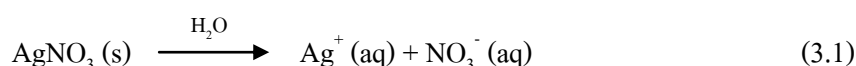
เพราะฉะนั้นถ้าต้องการเตรียมสารละลาย HCl ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 100 ml ต้องนำสารละลายตั้งต้นมาปริมาตรเท่ากับ

$$(9.8830 \text{ M}) \times V_1 = (0.1 \text{ M}) \times (100 \text{ ml})$$

$$V_1 = 0.10238 \text{ ml}$$

3.3 การสังเคราะห์คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็นตัวรีดิวซ์

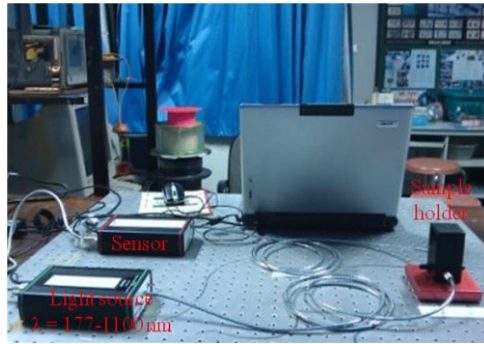
ในงานวิจัยนี้ใช้ประโยชน์จากเปลือกทุเรียนมาสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินด้วยวิธีที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนพันธุ์หมอนทองทำหน้าที่เป็นทั้งตัวรีดิวซ์และตัวรักษาเสถียรภาพ กล่าวคือ เป็นตัวให้อิเล็กตรอนแก่ Ag^+ ที่แตกตัวในสารละลาย AgNO_3 ดังสมการที่ (3.1) และ (3.2) ภายใต้สภาวะที่มีแสง นั่นคือ มีแสงเป็นตัวเร่งการเกิดปฏิกิริยา



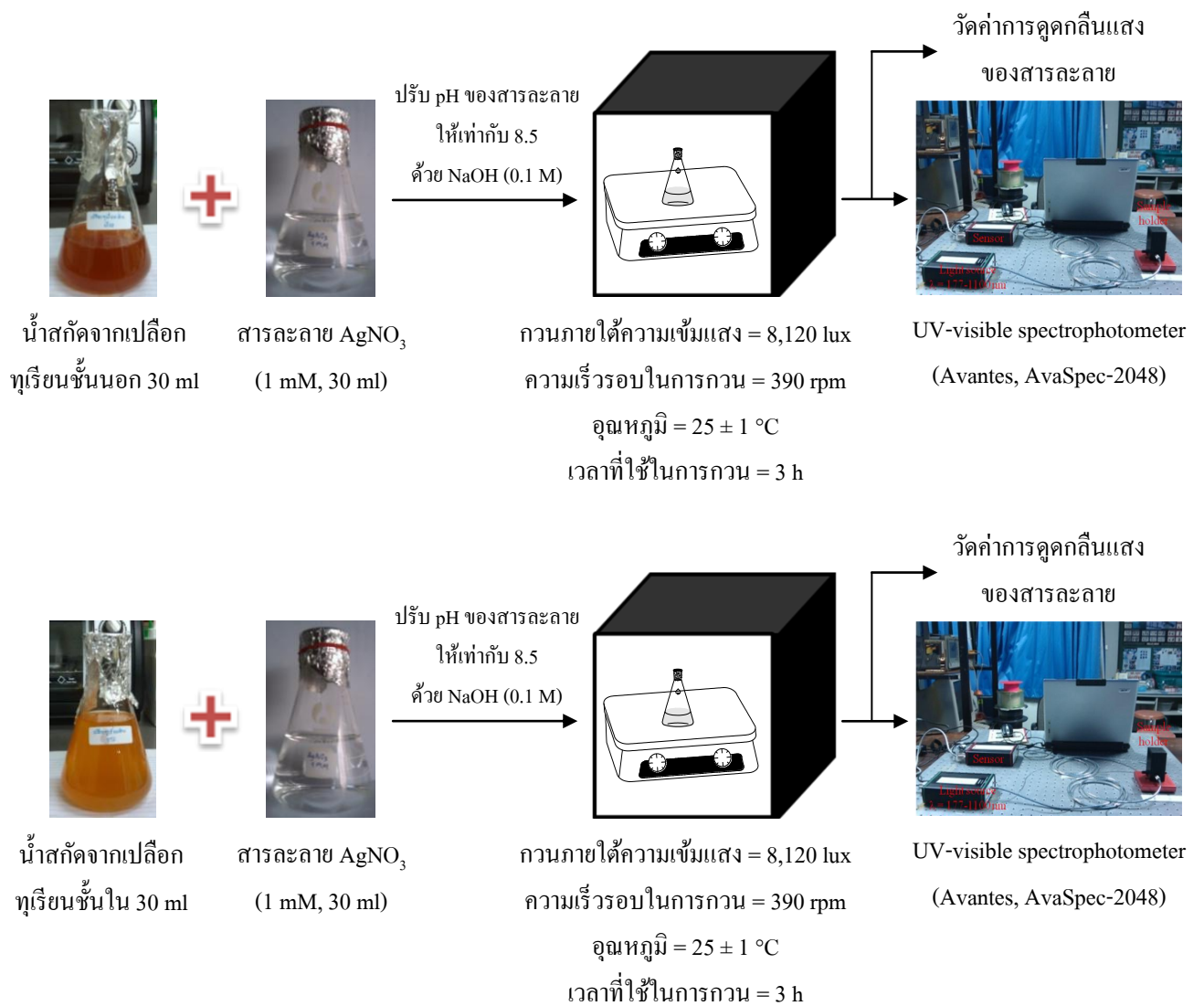
ในการทดลองจะศึกษาผลของ 1) การใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในเพื่อเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน 2) ความเข้มแสงที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (2,810, 8,120 และ 13,430 lux) 3) ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย (pH = 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0) และ 4) ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (5, 10, 30 min, 1, 2, 3, 6, 9 และ 12 h) ต่อขนาด รูปร่าง และปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 การศึกษาผลของการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

เริ่มจากนำน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอก ปริมาตร 30 ml ผสมกับสารละลาย AgNO_3 ปริมาตร 30 ml (อัตราส่วน 1:1) แล้วปรับ pH ของสารละลาย ให้มีค่าเท่ากับ 8.5 กวนสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer (Stuart, CB 162) เป็นเวลา 3 h ภายใต้ความเข้มแสงเท่ากับ 8,120 lux อุณหภูมิเท่ากับ $25 \pm 1^\circ\text{C}$ แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในช่วงความยาวคลื่น 300 – 800 nm ด้วยเครื่อง UV-visible spectrophotometer (Avantes, AvaSpec-2048) (รูปที่ 3.6) แหล่งกำเนิดแสงที่ใช้คือหลอดทั้งสแตน-คิวทีเรียม ซึ่งกำเนิดแสงที่มีความยาวคลื่น 177 – 1,100 nm ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างให้ปรับโหมดวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance; A) และใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็น blank หลังจากนั้นทำการทดลองด้วยกระบวนการเดิม แต่เปลี่ยนจากการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกเป็นน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ดังแสดงในรูปที่ 3.7 และเปรียบเทียบความเข้มในการดูดกลืนแสงของสารละลายระหว่างการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลายทั้งสอง



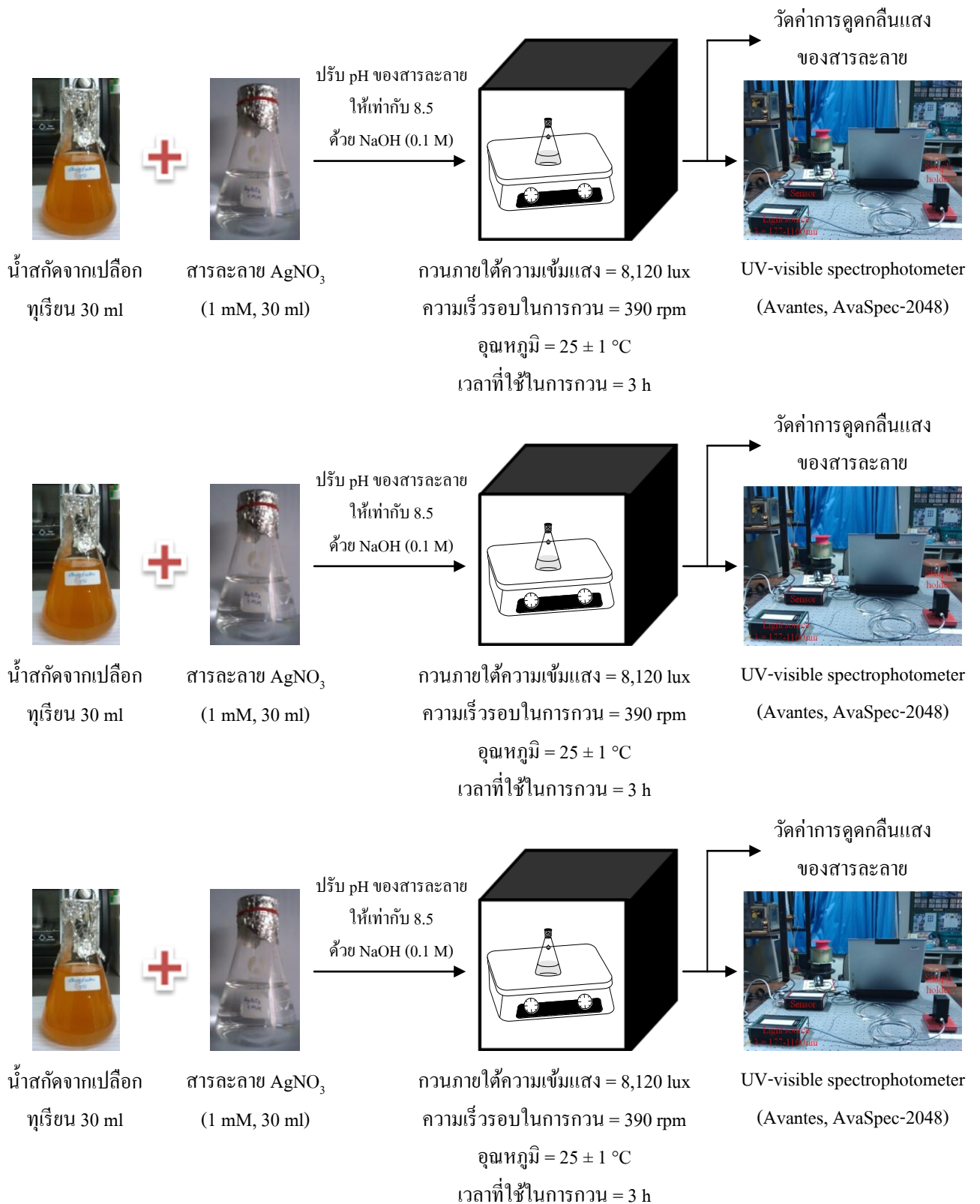
รูปที่ 3.6 เครื่อง UV-visible spectrophotometer (Avantes, AvaSpec-2048)



รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองเพื่อศึกษาผลของการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอก และชั้นในในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

3.3.2 การศึกษาผลของความเข้มแสงในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

ในหัวข้อนี้จะศึกษาผลของความเข้มแสงในการสังเคราะห์คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน โดยใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนที่ให้ความเข้มในการดูดกลืนแสงสูงสุด เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากัน คือ เท่ากับ 3 h (จากผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.3.1) นำน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน ปริมาตร 30 ml ผสมกับ สารละลาย AgNO_3 ปริมาตร 30 ml แล้วปรับ pH ของสารละลาย ให้มีค่าเท่ากับ 8.5 กวนสารละลายให้ เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer (Stuart, CB 162) เป็นเวลา 3 h ภายใต้ความเข้มแสงเท่ากับ 2,810 lux อุณหภูมิเท่ากับ 25 ± 1 °C แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในช่วงความยาวคลื่น 300 – 800 nm ด้วยเครื่อง UV-visible spectrophotometer (Avantes, AvaSpec-2048) โดยให้น้ำสกัดจาก เปลือกทุเรียนเป็น blank หลังจากนั้นทำการทดลองด้วยกระบวนการเดิม แต่เปลี่ยนความเข้มแสงจาก 2,810 lux เป็น 8,120 lux และ 13,430 lux ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.8 และเปรียบเทียบความเข้มในการดูดกลืนแสงของสารละลายระหว่างการใช้ความเข้มแสงเท่ากับ 2,810 lux, 8,120 lux และ 13,430 lux สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลายทั้งสาม

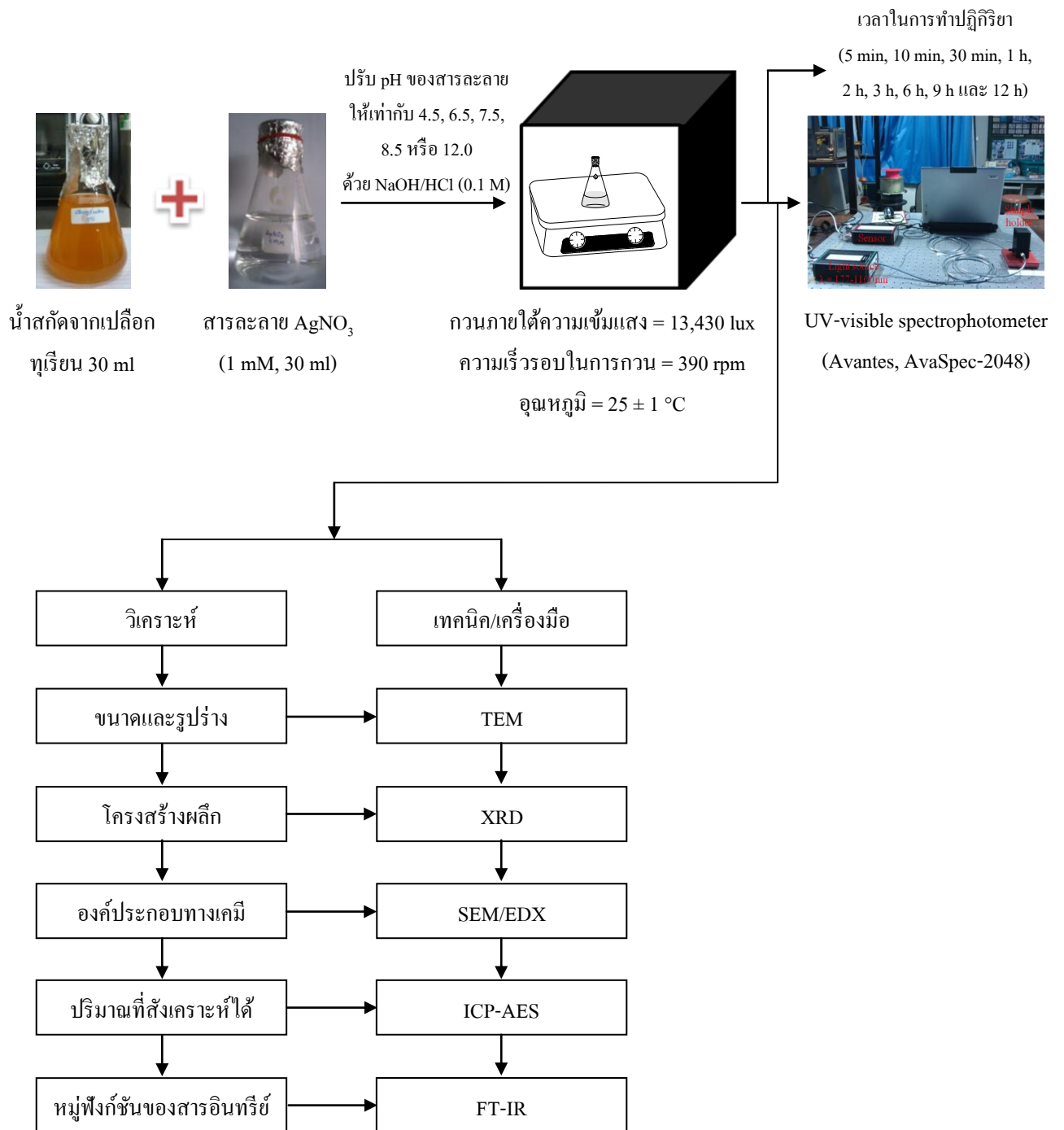


รูปที่ 3.8 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มแสง
ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

3.3.3 การศึกษาผลของความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

ในหัวข้อนี้จะศึกษาผลของความเป็นกรด-ด่างของสารละลายต่อขนาด รูปร่าง และปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ จากหัวข้อที่ 3.3.1 – 3.3.2 จะได้ชนิดของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนและค่าความเข้มแสงที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

นำน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนมาเป็นตัวแปรต้นในการศึกษาผลของความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ปริมาตร 30 ml ผสมกับสารละลาย AgNO_3 ปริมาตร 30 ml แล้วปรับ pH ของสารละลาย ให้มีค่าเท่ากับ 4.5 กวนสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer (Stuart, CB 162) ภายใต้ความเข้มแสงที่เหมาะสม ซึ่งเป็นผลมาจากหัวข้อที่ 3.3.2 อุณหภูมิของสารละลายคงที่เท่ากับ 25 ± 1 °C แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในช่วงความยาวคลื่น 300 – 800 nm ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h (เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์) คือ 5 min, 10 min, 30 min, 1 h, 2 h, 3 h, 6 h, 9 h และ 12 h ด้วยเครื่อง UV-visible spectrophotometer (Avantes, AvaSpec-2048) โดยให้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็น blank หลังจากนั้นทำการทดลองใหม่ด้วยกระบวนการเดิม แต่ปรับ pH ของสารละลายด้วยสารละลาย NaOH (0.1 M) หรือ HCl (0.1 M) ให้มีค่าเท่ากับ 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.9 และเปรียบเทียบความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ความเข้มในการดูดกลืนแสงของสารละลาย ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุด (full width at half maximum หรือ FWHM) ขนาด รูปร่าง และปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าไม่เท่ากัน



รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย
ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

อนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ จะถูกนำมาวิเคราะห์ขนาดและรูปร่าง โครงสร้างผลึก องค์ประกอบทางเคมีของธาตุ ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ และหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ที่อยู่ในสารละลายภายหลังจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินสิ้นสุดลง ด้วยเทคนิคและเครื่องมือต่างๆ ซึ่งจะอธิบายอย่างละเอียดในหัวข้อถัดไป

3.4 การวิเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

หลังจากสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินดังที่ได้กล่าวมาแล้ว นำตัวอย่างไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (qualitative analysis) และเชิงปริมาณ (quantitative analysis) ด้วย TEM, XRD, SEM/EDX, ICP-AES และ FT-IR

3.4.1 การวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาคนาโนเงิน

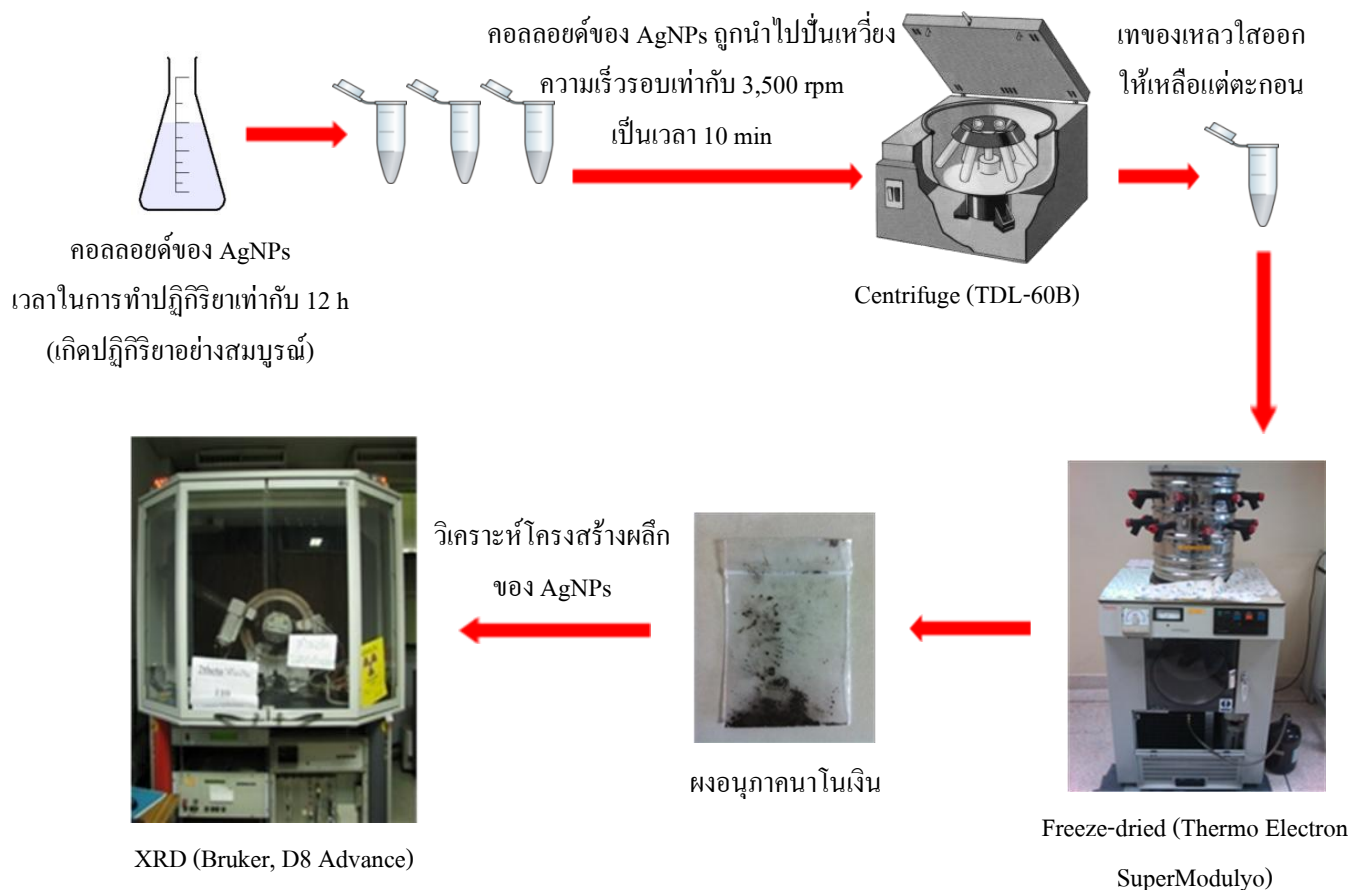
การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาคนาโนเงินด้วย TEM ทำได้โดยหยดคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นลงบนกริดทองแดง (copper grid) ที่เคลือบด้วยคาร์บอน ปลอ่ยทิ้งไว้ให้แห้ง และเก็บในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 1 วัน หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาคนาโนเงินด้วยกล้อง TEM (JEOL, JEM-2100) ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ความต่างศักย์ที่ใช้เท่ากับ 200 kV ใช้กำลังขยายระหว่าง 50-1,500,000 เท่า ปรับโหมด Image เพื่อดูขนาดและรูปร่าง และโหมด Diffraction เพื่อดูรูปแบบการเลี้ยวเบน แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย TEM แสดงดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย TEM (JEOL, JEM-2100)

3.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน

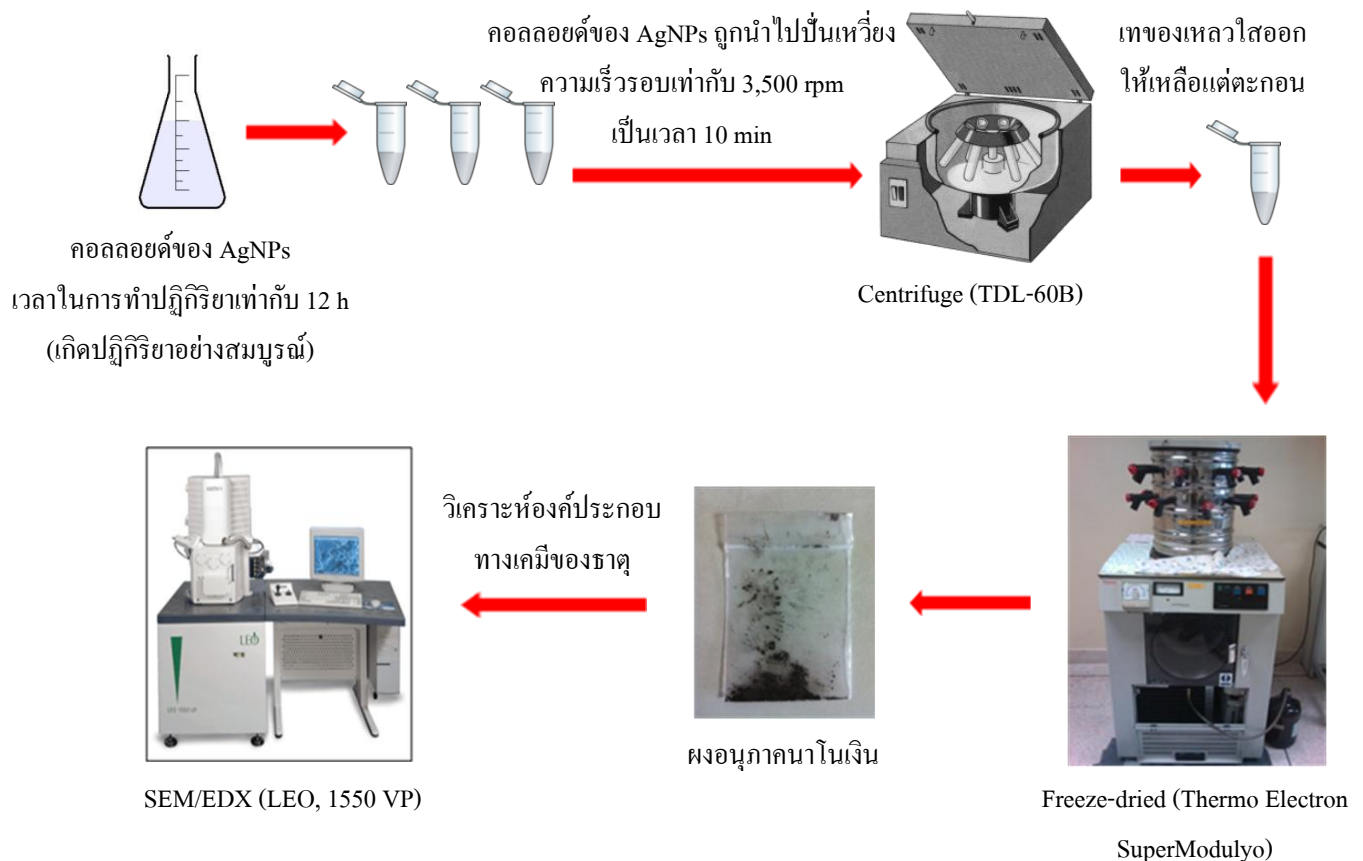
การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงินด้วย XRD เริ่มจากนำคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นได้ ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงสาร (centrifuge) ความเร็วรอบเท่ากับ 3,500 rpm เป็นเวลา 10 min จนของเหลวเหนือตะกอน (supernatant) แยกชั้นออกจากตะกอน (precipitate) เทของเหลวเหนือตะกอนทิ้ง เหลือแต่ตะกอนไว้ จากนั้นเติมน้ำ DI ลงไป แล้วนำไปปั่นเหวี่ยง ทำซ้ำประมาณ 2 – 3 ครั้ง จนกระทั่งของเหลวเหนือตะกอนใส หลังจากนั้นเทของเหลวใสออกให้เหลือแต่ตะกอน และนำตะกอนที่ได้ไปทำให้แห้งด้วยเครื่องทำแห้งด้วยความเย็น (freeze dryer) เพื่อให้ได้ผงอนุภาคนาโนเงิน วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงินด้วยเทคนิค XRD (Bruker, D8 Advance) ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล โดยใช้ Cu K α ที่มีความยาวคลื่น 1.54 Å ความต่างศักย์ที่ใช้เท่ากับ 40 kV กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 40 mA รูปแบบการเลี้ยวเบน 2θ อยู่ระหว่าง 20 – 80° อัตราการเพิ่มของมุมมีค่าเป็น 0.075° ความเร็วที่ใช้ในการสแกน 3 s/step แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย XRD (Bruker, D8 Advance)

3.4.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสาร

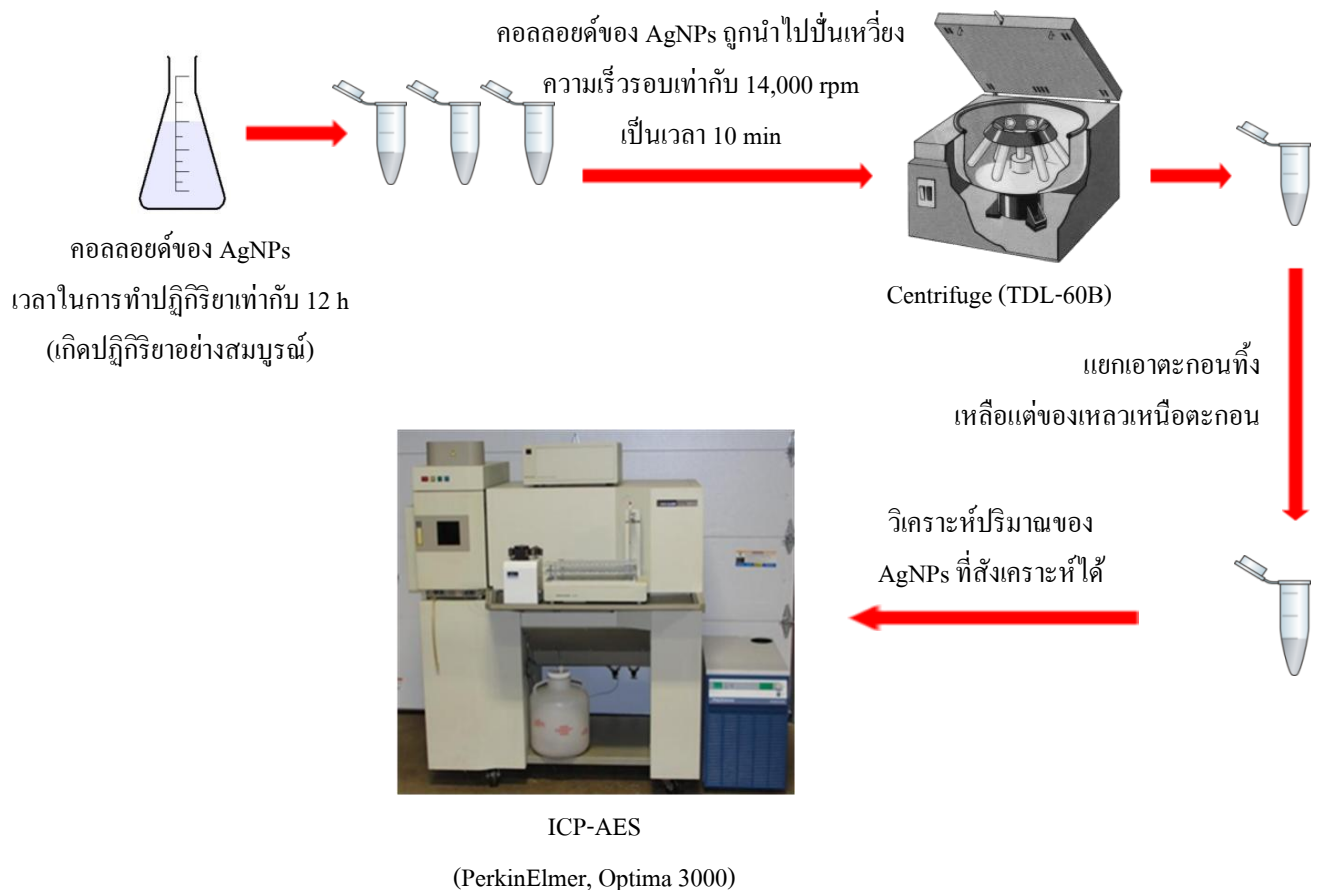
การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างด้วย SEM/EDX เริ่มจากนำคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นได้ ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงสารความเร็วรอบเท่ากับ 3,500 rpm เป็นเวลา 10 min จนของเหลวเหนือตะกอนแยกชั้นออกจากตะกอน เทของเหลวเหนือตะกอนทิ้ง เหลือแต่ตะกอนไว้ จากนั้นเติมน้ำ DI ลงไป แล้วนำไปปั่นเหวี่ยง ทำซ้ำประมาณ 2 – 3 ครั้ง จนกระทั่งของเหลวเหนือตะกอนใส หลังจากนั้นเทของเหลวใสออกให้เหลือแต่ตะกอน และนำตะกอนที่ได้ไปทำให้แห้งด้วยเครื่องทำแห้งด้วยความเย็น เพื่อให้ได้ผงอนุภาคนาโนเงิน วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบด้วยเครื่อง SEM/EDX (LEO, 1550 VP) ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ความต่างศักย์ที่ใช้เท่ากับ 50 kV แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย SEM แสดงดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย SEM/EDX (LEO, 1550 VP)

3.4.4 การวิเคราะห์ปริมาณของอนุภาคนาโนเงิน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณของอนุภาคนาโนเงิน (% yield) ด้วย ICP-AES เริ่มจากนำคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นได้ ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงสาร ความเร็วรอบเท่ากับ 14,000 rpm เป็นเวลา 10 min จนของเหลวเหนือตะกอนแยกชั้นออกจากตะกอน แยกเอาตะกอนทิ้ง เหลือแต่ของเหลวเหนือตะกอนไว้ แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงอีกครั้งจนได้เป็นของเหลวที่ปราศจากตะกอน นำของเหลวที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณของ Ag^+ ในสารละลาย ที่เหลือจากการสังเคราะห์ (C_t) ด้วยเครื่อง ICP-AES (PerkinElmer, Optima 3000) ณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี โดยใช้ความยาวคลื่น 328.068 nm ผลการทดลองที่นำเสนอในงานวิจัยนี้ เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวัดซ้ำ 4 ครั้ง แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย ICP-AES แสดงดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย ICP-AES
(PerkinElmer, Optima 3000)

สามารถคำนวณหาปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ดังสมการ

$$\% \text{ yield} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100\%$$

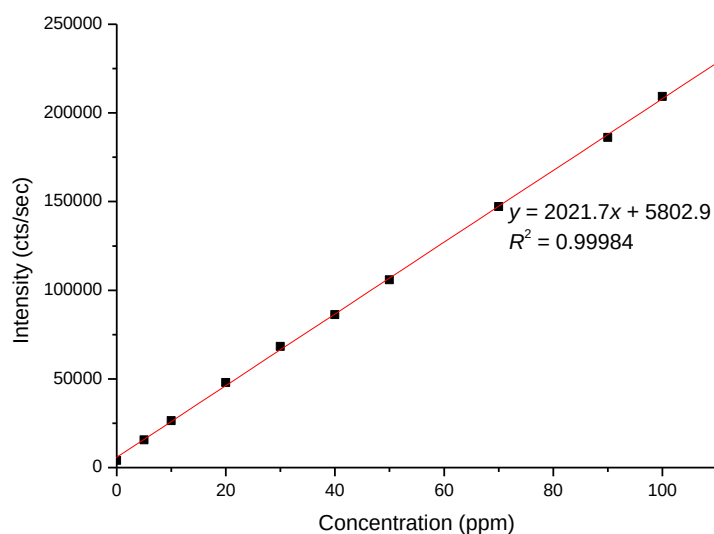
เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของ Ag^+ ในสารละลาย (ก่อนการสังเคราะห์) หน่วย ppm

C_t คือ ความเข้มข้นของ Ag^+ ในสารละลายที่เวลา 12 h (หลังจากการสังเคราะห์)
หน่วย ppm

ข้อมูลของกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ Ag^+ ในสารละลายด้วยเทคนิค ICP-AES แสดงดังตารางที่ 3.1 และรูปที่ 3.14

ตารางที่ 3.1 ข้อมูลกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ Ag^+ ในสารละลายด้วยเทคนิค ICP-AES

Concentration (ppm)	Counts/sec
0	4097.70
5	15548.27
10	26451.13
20	47930.70
30	68304.25
40	86248.77
50	105837.00
70	147113.00
90	186225.50
100	209258.40

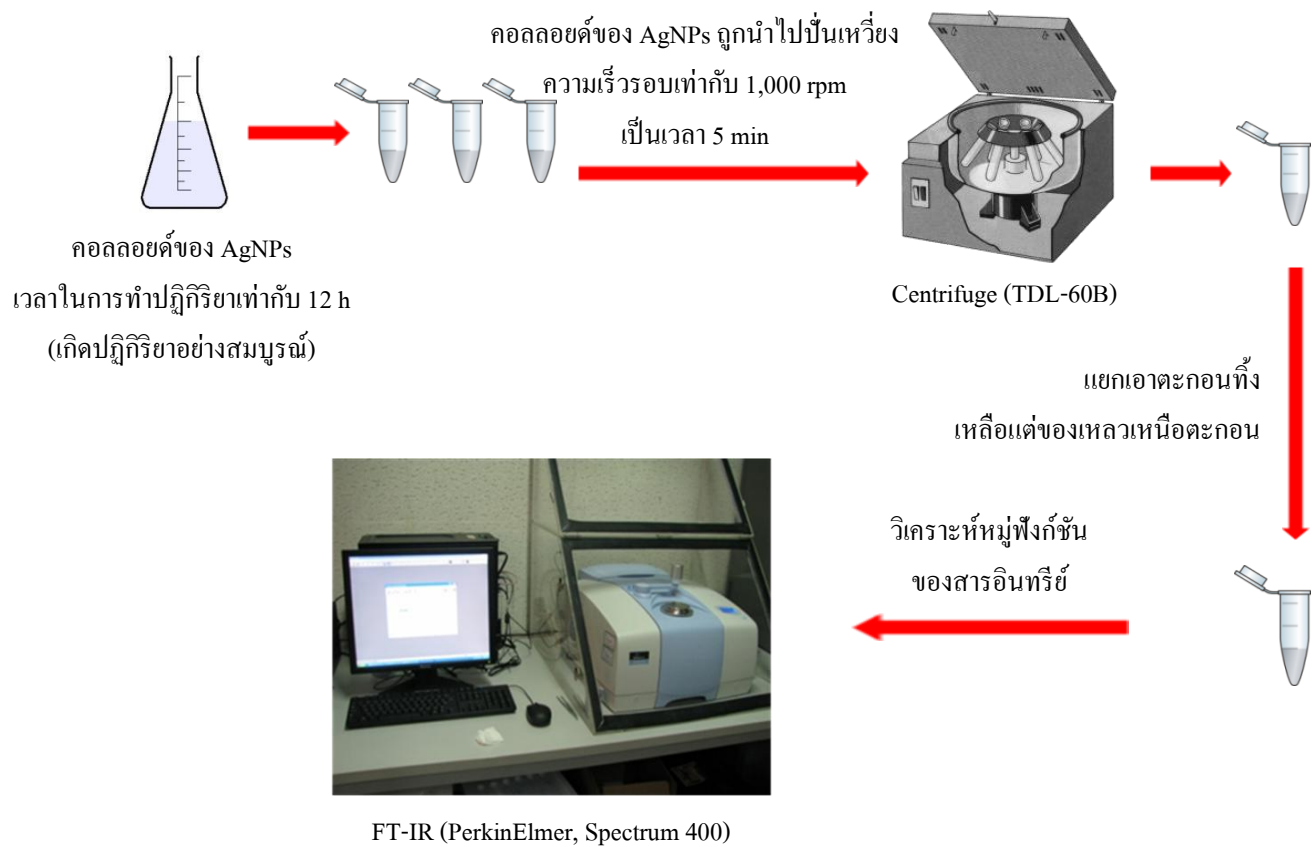


รูปที่ 3.14 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ Ag^+ ในสารละลายด้วยเทคนิค ICP-AES

3.4.5 การศึกษากลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับศึกษากลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินด้วยเทคนิค FT-IR เริ่มจากนำคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ขึ้นได้ ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงสาร ความเร็วรอบเท่ากับ 1,000 rpm เป็นเวลา 5 min จนของเหลวเหนือตะกอนแยกชั้นออกจากตะกอน แยกเอาตะกอนทิ้ง เหลือแต่ของเหลวเหนือตะกอนไว้ แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงอีกจนได้เป็นของเหลวที่ปราศจากตะกอน นำของเหลวที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ด้วยเทคนิค FT-IR (PerkinElmer, Spectrum 400) แล้วนำผลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับสเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน (ดังที่ได้กล่าวในหัวข้อ 3.1) แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย FT-IR แสดงดังรูปที่ 3.15

ในการศึกษากลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน จะนำผลการวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลฟรุกโตส กลูโคส แป้ง และโปรตีน ซึ่งเป็นองค์ประกอบในเปลือกทุเรียน ด้วยเครื่อง HPLC มาอภิปรายผลร่วมด้วย



รูปที่ 3.15 แผนภาพการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย FT-IR (PerkinElmer, Spectrum 400)