

บทที่ 4 ผลการทดลอง

ในการวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินโดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนพันธุ์หมอนทอง และสารละลาย AgNO_3 ภายใต้สภาวะที่มีแสง กำหนดให้ความเข้มข้นของสารละลาย AgNO_3 เป็น 1 mM และอัตราส่วนระหว่างน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนและสารละลาย AgNO_3 เท่ากับ 1:1 ในการทดลองได้ศึกษาผลของ 1) การใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในเพื่อเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน 2) ความเข้มแสงที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (2,810, 8,120 และ 13,430 lux) 3) ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ($\text{pH} = 4.5, 6.5, 7.5, 8.5$ และ 12.0) และ 4) ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (5, 10, 30 min, 1, 2, 3, 6, 9 และ 12 h) ต่อขนาด รูปร่าง และปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ และกลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินจากเปลือกทุเรียน ผลการทดลองที่ได้ มีดังนี้

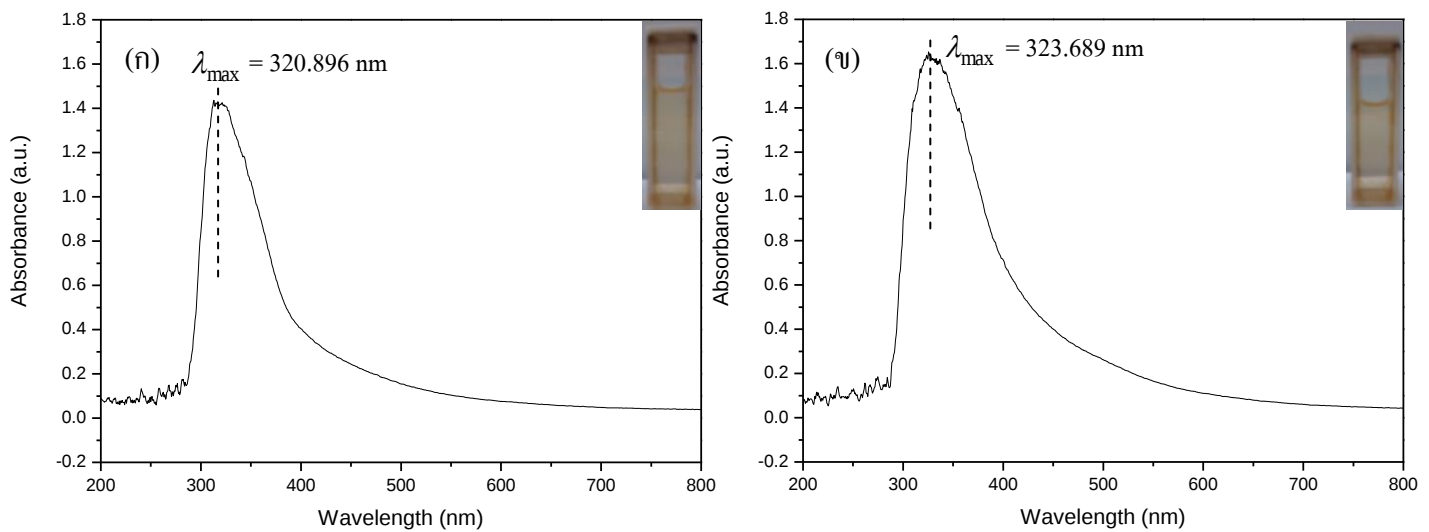
4.1 การสังเคราะห์คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็นตัวรีดิวซ์และสารคงสภาพ

4.1.1 ผลของการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นในเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

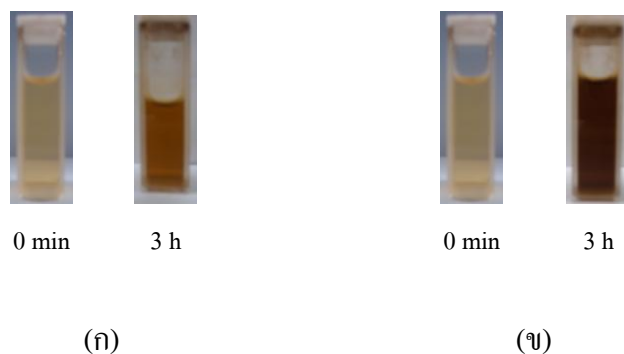
ก่อนจะสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินโดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน ได้ทำการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นใน แสดงดังรูปที่ 4.1 จากรูปพบว่าน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกมีความเข้มในการดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น (λ_{max}) เท่ากับ 320.896 nm น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นในมีความเข้มในการดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 323.689 nm โดยน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นในมีความเข้มในการดูดกลืนแสงมากกว่าน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอก เนื่องจากมีฟิสิกของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน เพราะฉะนั้นจึงต้องใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนเป็น blank ในการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible spectrophotometer

การเกิดอนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกหรือชั้นในเป็นตัวรีดิวซ์ Ag^+ ในสารละลาย AgNO_3 ให้กลายเป็นอนุภาคนาโนเงิน สังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของสารละลายจากสีเหลืองอ่อนกลายเป็นสีเหลืองอมน้ำตาลเนื่องจากปรากฏการณ์ SPR แสดงดังรูปที่ 4.2 โดยสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกและชั้นใน แสดงดังรูปที่ 4.3 จากรูปพบว่าการใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นในเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินจะมีความเข้มในการดูดกลืนแสง

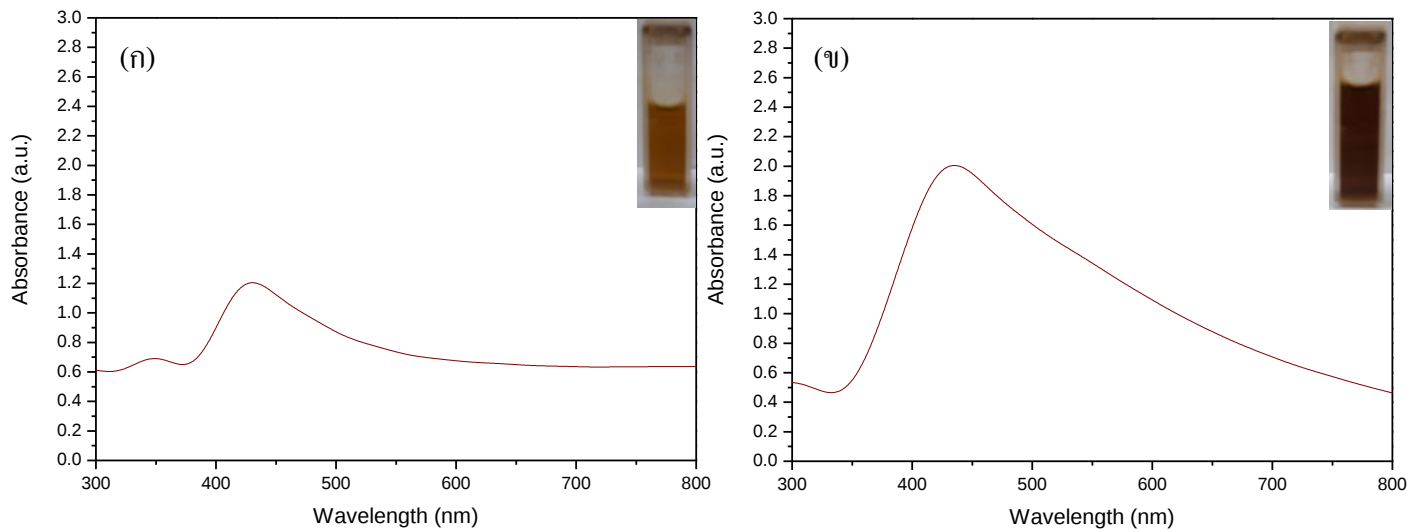
มากกว่าการใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอกเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน หรือกล่าวอีกนัยหนึ่ง คือ การสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินโดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นในจะให้ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้มากกว่าการใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นนอก เนื่องจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของเปลือกทุเรียนด้วยเทคนิค HPLC ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าในเปลือกทุเรียนมีสารพอลิแซ็กคาไรด์ ประกอบด้วยน้ำตาลฟรุกโตสและกลูโคส โปรตีน และคาร์โบไฮเดรต โดยจะพบอยู่ในเปลือกทุเรียนชั้นในเป็นปริมาณมากกว่าเปลือกชั้นนอก ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลของน้ำตาลกลูโคสและฟรุกโตส (ดังแสดงในรูปที่ 4.4) จะทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ และโปรตีน และแป้งทำหน้าที่เป็นสารคงสภาพ ซึ่งกลไกในการสังเคราะห์ก็จะอธิบายในหัวข้อที่ 4.2



รูปที่ 4.1 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน (ก) เปลือกทุเรียนชั้นนอก และ (ข) เปลือกทุเรียนชั้นใน



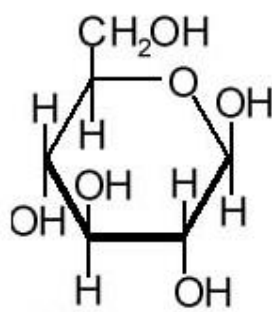
รูปที่ 4.2 สีของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน (ก) เปลือกทุเรียนชั้นนอก และ (ข) เปลือกทุเรียนชั้นใน



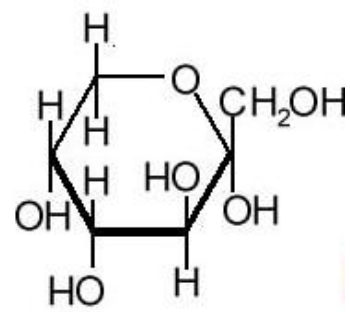
รูปที่ 4.3 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน (ก) เปลือกทุเรียนชั้นนอก และ (ข) เปลือกทุเรียนชั้นใน (pH = 8.5 และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 3 h) ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 8,120 lux

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบต่างๆ ของเปลือกทุเรียน

สารในเปลือกทุเรียน	เปลือกทุเรียนชั้นนอก	เปลือกทุเรียนชั้นใน
fructose	0.93 g/100 g	8.01 g/100 g
glucose	1.01 g/100 g	2.17 g/100 g
protein	0.09 g/100 ml	0.03 g/100 ml
carbohydrate	0.43 g/100 ml	1.13 g/100 ml



(ก) กลูโคส



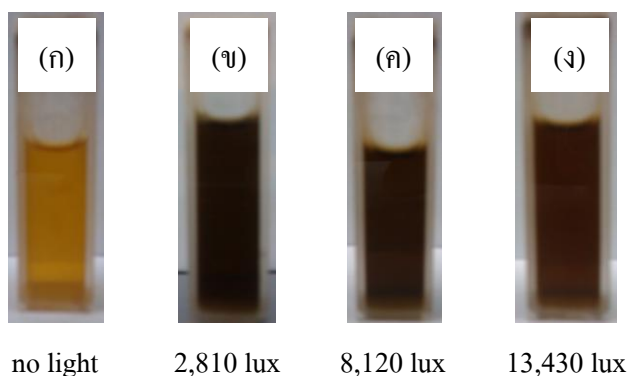
(ข) ฟรุคโตส

รูปที่ 4.4 โครงสร้างของน้ำตาล (ก) กลูโคส (ข) ฟรุคโตส

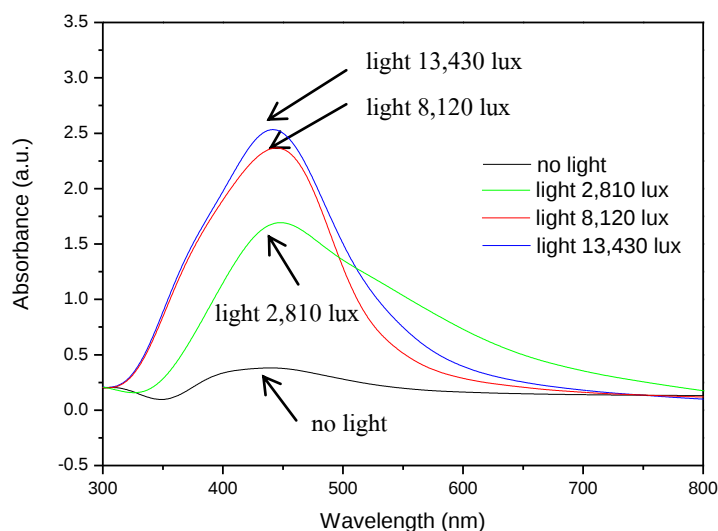
ดังนั้นตัวแปรต้นที่เหมาะสมที่สุด คือ การใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน เพื่อเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน ในหัวข้อต่อไปจะศึกษาผลของความเข้มแสงในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน และกำหนดให้สารละลายมี pH เท่ากับ 8.5

4.1.2 ผลของความเข้มแสงในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

ผลของความเข้มแสงในการสังเคราะห์คอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากัน คือ เท่ากับ 3 h สังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของสารละลาย จากสีเหลืองอ่อนกลายเป็นสีเหลืองอมน้ำตาลและมีสีน้ำตาลเข้มขึ้น เมื่อความเข้มแสงมากขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.5 ซึ่งสอดคล้องกับสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน ดังแสดงในรูปที่ 4.6 จากรูปพบว่าเมื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินภายใต้สภาวะที่ไม่มีแสง ความเข้มในการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินมีค่าต่ำมาก ซึ่งให้เห็นว่าปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้มีจำนวนน้อยมาก แต่เมื่อสังเคราะห์ภายใต้สภาวะที่มีแสง พบว่าความเข้มแสงมีผลต่อความเข้มในการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน กล่าวคือ เมื่อความเข้มแสงมากขึ้น ความเข้มในการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 428 nm จะมีค่าสูงขึ้นด้วย ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ก็จะยิ่งมากขึ้น (อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้ความเข้มแสงสูงสุด คือ 13,430 lux เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน ภายใต้สภาวะที่มีแสง



รูปที่ 4.5 สีของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน (pH = 8.5 และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 3 h) (ก) ภายใต้สภาวะที่ไม่มีแสง และภายใต้สภาวะที่มีแสง (ข) 2,810 lux (ค) 8,120 lux และ (ง) 13,430 lux

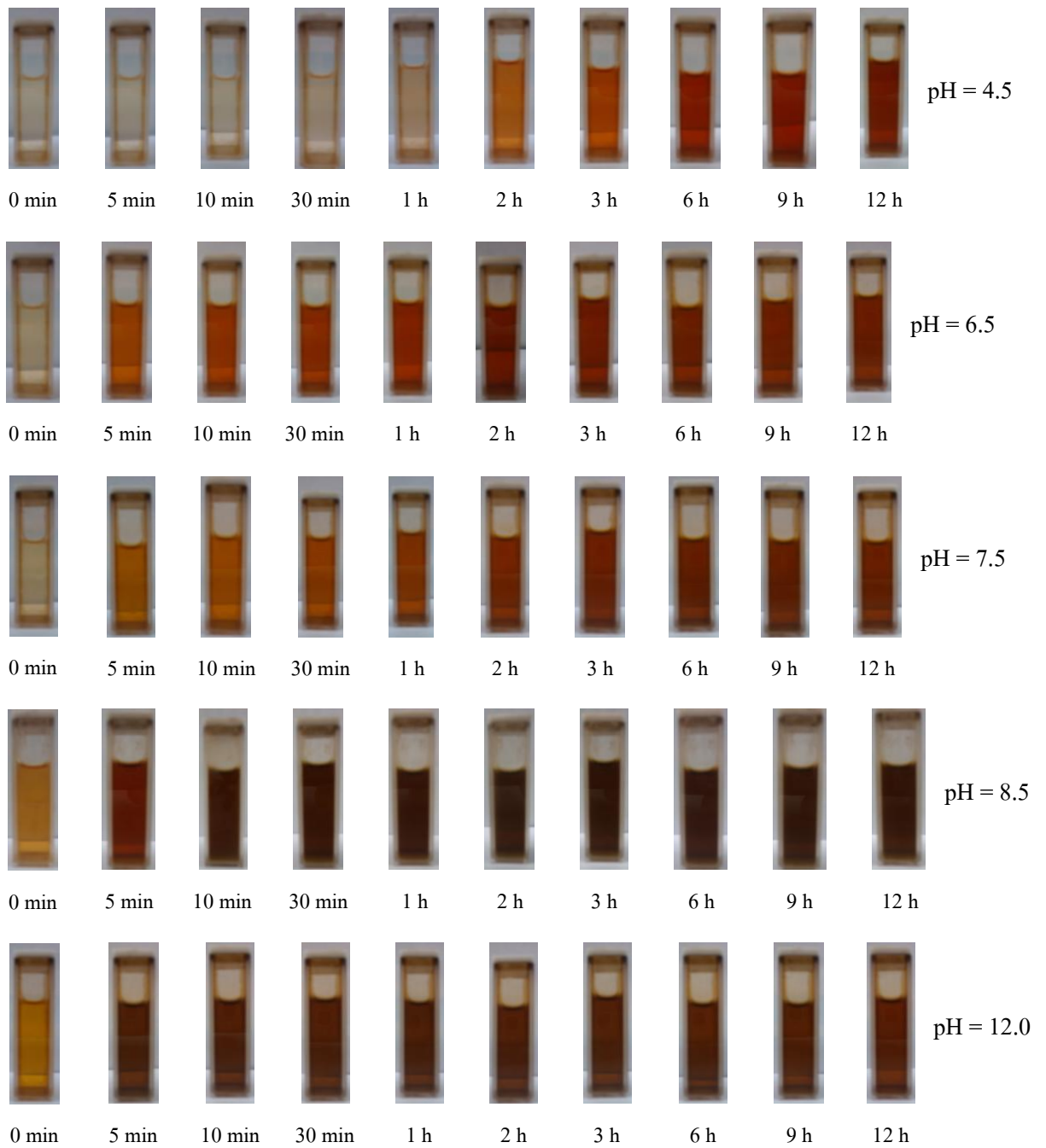


รูปที่ 4.6 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน (pH = 8.5 และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 3 h) ภายใต้สภาวะที่มีความเข้มแสงแตกต่างกัน

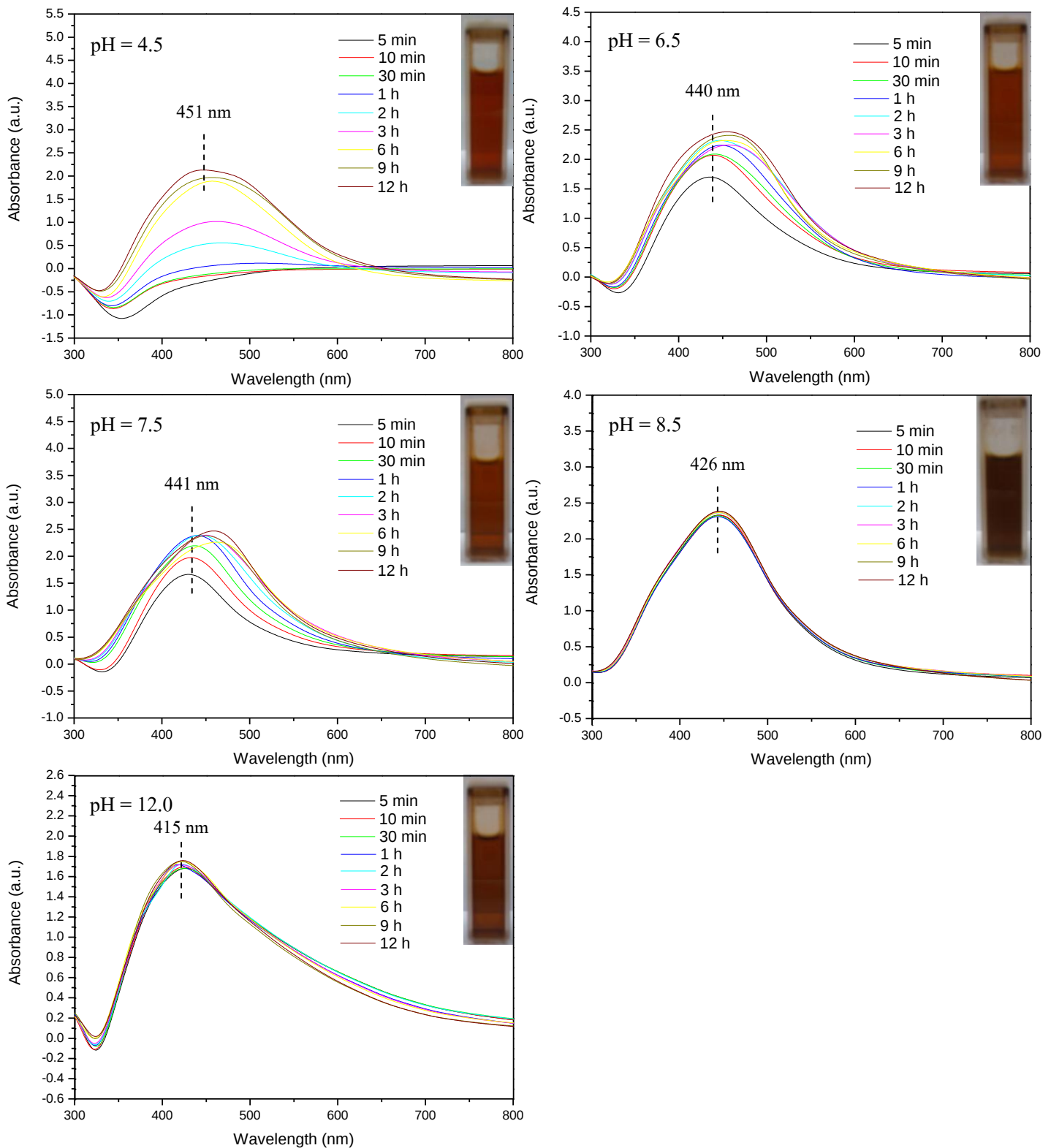
จากหัวข้อที่ 4.1.1 – 4.1.2 จะได้ชนิดของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนและค่าความเข้มแสงที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน ในหัวข้อต่อไปจะศึกษาผลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

4.1.3 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน

ผลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้ความเข้มแสงเท่ากับ 13,430 lux เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าเท่ากับ 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 พบว่าเกิดอนุภาคนาโนเงิน สังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของสารละลายจากสีเหลืองอ่อน (สีของน้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน) กลายเป็นสีเหลืองอมน้ำตาล และมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนถึง 12 h แสดงดังรูปที่ 4.7 ซึ่งเมื่อวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 5 min, 10 min, 30 min, 1 h, 2 h, 3 h, 6 h, 9 h และ 12 h ด้วยเครื่อง UV-visible spectrophotometer จะได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.7 สีของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux ที่ค่า pH เท่ากับ 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 0 min – 12 h

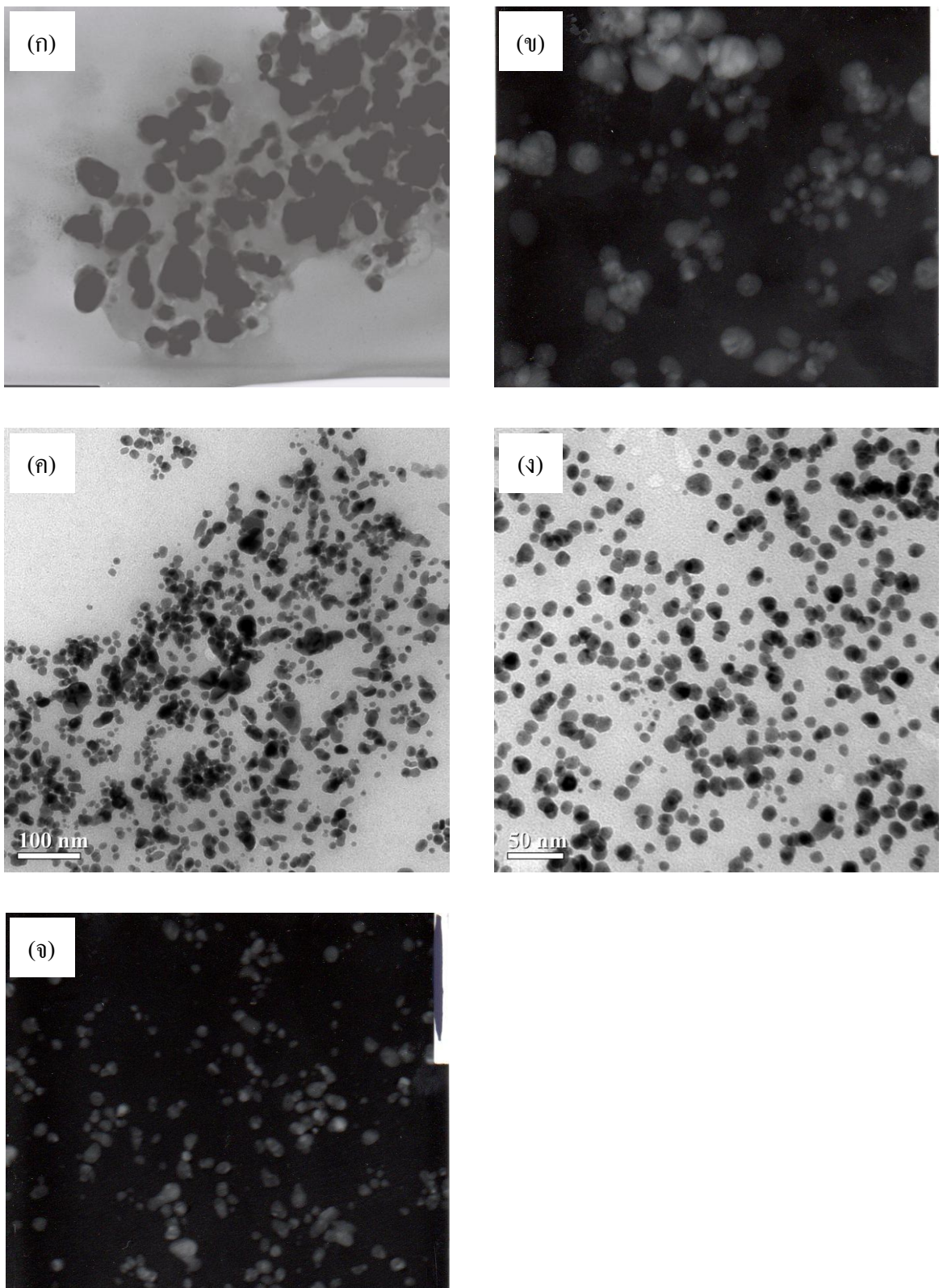


รูปที่ 4.8 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux ที่ค่า pH เท่ากับ 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 5 min – 12 h

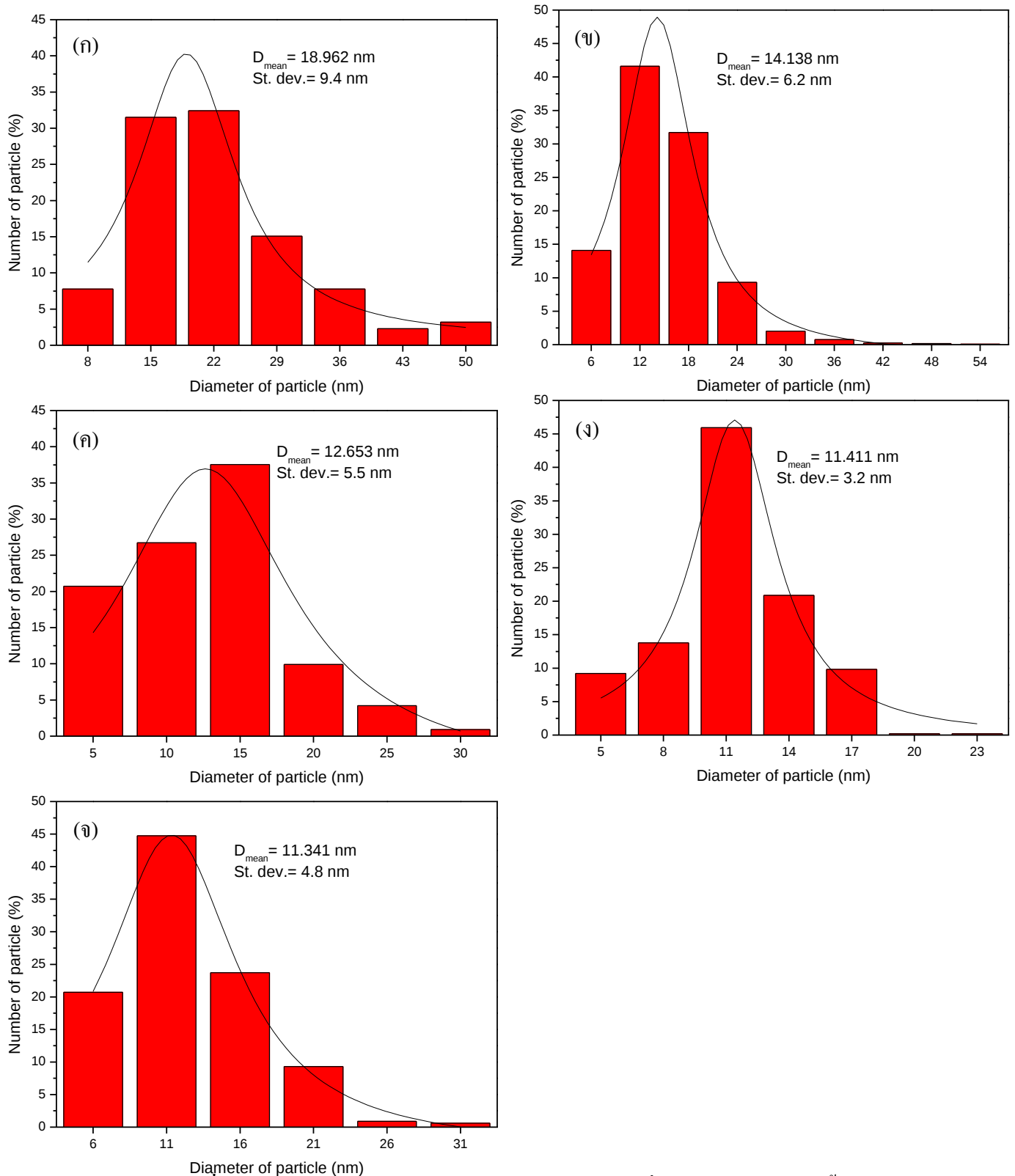
จากรูปที่ 4.8 พบว่าที่ pH ของสารละลายมีค่าเท่ากับ 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 ค่า $\lambda_{\max}$ จะมีค่าเท่ากับ 451, 440, 441, 426 และ 415 nm ตามลำดับ นั่นคือ $\lambda_{\max}$ จะมีค่าลดลง (blue shift) เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าเพิ่มขึ้น และที่ทุกๆ ค่า pH เมื่อเวลาที่ใช้การทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ความเข้มในการดูดกลืนแสง ณ ตำแหน่ง $\lambda_{\max}$ จะเพิ่มขึ้นด้วย และเริ่มคงที่ที่เวลา 12 h (แสดงว่าปฏิกิริยาได้เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ที่เวลา 12 h) โดยเมื่อสารละลายมีความเป็นกรดสูง ความเข้มในการดูดกลืนแสงจะค่อยๆ เพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น แต่เมื่อสารละลายมีความเป็นด่างมากขึ้น ความเข้มในการดูดกลืนแสงจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตั้งแต่ 5 min แรก และแทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลงภายหลังผ่านไป 5 min แสดงให้เห็นว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาขึ้นกับความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย สำหรับค่า FWHM จะมีค่ามากขึ้นเมื่อ pH ของสารละลายมีค่าลดลง นั่นคือคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่เป็นกรดจะมีความเสถียรภาพน้อยกว่าคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่เป็นด่าง ซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากประจุที่พื้นผิว (residual surface charge) หลังจากการเติม HCl จะไม่เพียงพอที่จะไปทำให้อนุภาคนาโนเสถียรภาพในสารละลายเป็นระยะเวลานาน [43]

จากที่ได้กล่าวไว้ในบทที่ 3 ว่า ขนาด การกระจายตัว และปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ จะสัมพันธ์กับ $\lambda_{\max}$ FWHM และความเข้มในการดูดกลืนแสง ณ ตำแหน่ง $\lambda_{\max}$ ตามลำดับ เพื่อพิสูจน์ให้เห็นถึงความสัมพันธ์นี้ จะพิจารณาผลจากการวิเคราะห์ขนาดและปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ TEM และ ICP-AES ตามลำดับ ดังนี้

รูปที่ 4.9 และ 4.10 แสดงภาพถ่าย TEM และการกระจายตัวของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้แสงจากหลอดทึบเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux โดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายต่างๆ ตามลำดับ จากรูปพบว่าอนุภาคนาโนเงินมีลักษณะเป็นทรงกลม จะมีขนาดเล็กและการกระจายตัวของขนาดน้อยลง เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าสูงขึ้น (ดังแสดงในตารางที่ 4.2) เนื่องจากที่ pH มีค่าต่ำ การรวมตัวกัน (aggregation) ของอนุภาคนาโนเงินเพื่อให้มีขนาดใหญ่ขึ้นเป็นผลมาจาก..... (nucleation) แต่เมื่อ pH มีค่าสูงขึ้น จะมีหมู่ฟังก์ชันจำนวนมากที่จะทำให้เกิดอนุภาคนาโนเงินได้ง่ายขึ้น จึงทำให้มีจำนวนอนุภาคนาโนเงินมากขึ้นแต่มีขนาดเล็ก [44-45] จากตารางที่ 4.2 พบว่าขนาดและการกระจายตัวของขนาดมีความสัมพันธ์กับค่า $\lambda_{\max}$ และ FWHM กล่าวคือ ถ้าค่า $\lambda_{\max}$ และ FWHM มีค่าน้อยลง ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคนาโนเงินก็จะมีค่าน้อยลงด้วย ดังนั้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงินรวมถึงอนุภาคนาโนของโลหะอื่น สามารถพิจารณาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคเบื้องต้นได้โดยใช้ UV-visible spectrophotometer



รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux โดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายแตกต่างกัน (ก) pH = 4.5 (ข) pH = 6.5 (ค) pH = 7.5 (ง) pH = 8.5 และ (จ) pH = 12.0



รูปที่ 4.10 การกระจายตัวของขนาดของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux โดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายแตกต่างกัน (ก) pH = 4.5 (ข) pH = 6.5 (ค) pH = 7.5 (ง) pH = 8.5 และ (จ) pH = 12.0

ตารางที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและตำแหน่งความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุดของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าเป็น 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0

pH	ตำแหน่งความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด ($\lambda_{\max}$) (nm)	ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุด (FWHM)	ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคนาโนเงิน (nm)
4.5	451	138.360	18.962 ± 9.4
6.5	440	134.970	14.138 ± 6.2
7.5	441	132.060	12.653 ± 5.5
8.5	426	122.670	11.411 ± 3.2
12.0	415	127.880	11.341 ± 4.8

รูปที่ 4.12 แสดงภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux โดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายต่างๆ ผลของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนนี้สามารถนำไปหาว่าอนุภาคนั้นๆ เป็นผลึกของโมเลกุลใด โดยที่อนุภาคนั้นจะต้องอยู่ในรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบต่างๆ ที่สามารถทำให้เกิดการเลี้ยวเบนขึ้นเพราะสมบัติการเลี้ยวเบนของคลื่นนั้นเป็นสมบัติเฉพาะของแต่ละชนิดของวัสดุ แต่เทคนิคนี้ไม่สามารถใช้พิสูจน์ธาตุที่มีลักษณะโครงสร้างแบบอสัณฐานได้

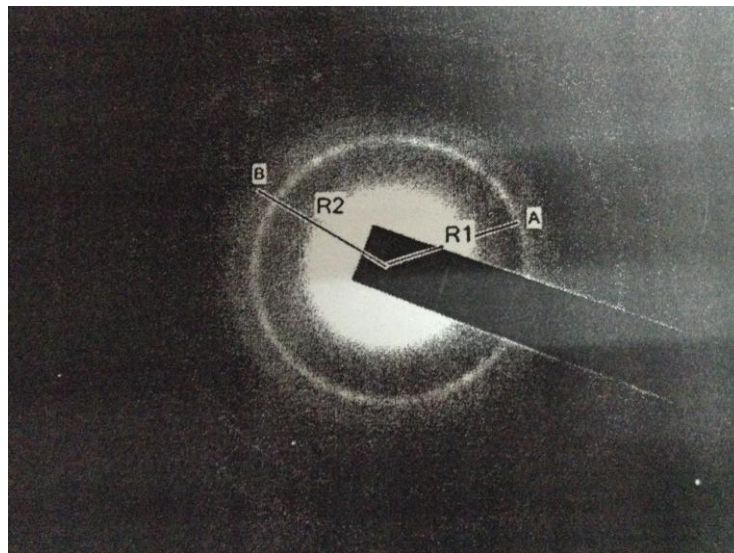
การกำหนดระนาบในการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของผลึกตัวอย่างนั้นโดยเริ่มจากสมการที่ (4.1) “camera equation”

$$Rd = \lambda L \quad (4.1)$$

ตัวอย่างที่จะคำนวณดังต่อไปนี้ โดยในขั้นแรกเราจะต้องทราบก่อนว่าชนิดของผลึกที่วิเคราะห์นั้นเป็นผลึกชนิดใดและความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนมีค่าเท่าใด camera-length ที่ผ่านการปรับเทียบแล้วจึงวัดระยะห่างระหว่างจุดสว่างตรงกลางกับจุดสว่างที่เราสนใจและนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบ โดยสูตร $d = \frac{\lambda L}{R}$ โดยในตัวอย่างนี้ผลึกที่สนใจเป็นชนิด face-center cubic (fcc) ของผลึกเงิน ดังรูปที่ 4.11 โดยสูตรการคำนวณหา miller indices คือ $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$ แล้วหาค่า $h^2 + k^2 + l^2$ เทียบกับตารางที่ 4.3 (a คือ lattice parameter)

ตารางที่ 4.3 ค่าเป็นไปได้ของ $h^2 + k^2 + l^2$ เทียบกับระนาบของผลึก

$(h^2 + k^2 + l^2) = N$	$\{h, k, l\}$
1	100
2	110
3	111
4	200
5	210
6	211
7	-
8	220
9	221 หรือ 300
10	310
11	311
12	222
13	320
14	321



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของตัวอย่างอนุภาคนาโนเงินมีลักษณะเป็นวงแหวน
เพื่อใช้ประกอบการวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึก

พิจารณาในกรณีนี้ที่ผลึกเป็นชนิด fcc และมี lattice parameter (a) = 4.0857 Å กำหนดให้ $L = 100$ cm, $R_1 = 1.27$ cm, $R_2 = 1.47$ cm, $\lambda = 0.030$ Å แล้วแทนค่าต่างๆ ลงในสมการที่ (4.1) เพื่อหาค่า d_1 และ d_2 จะได้ว่า

$$d_1 = \frac{\lambda L}{R_1} = \frac{0.030 \times 100}{1.27} = 2.36 \text{ Å}$$

และ

$$d_2 = \frac{\lambda L}{R_2} = \frac{0.030 \times 100}{1.47} = 2.04 \text{ Å}$$

นำค่า d_1, d_2 ไปแทนในสมการเพื่อหาค่า $h^2 + k^2 + l^2$

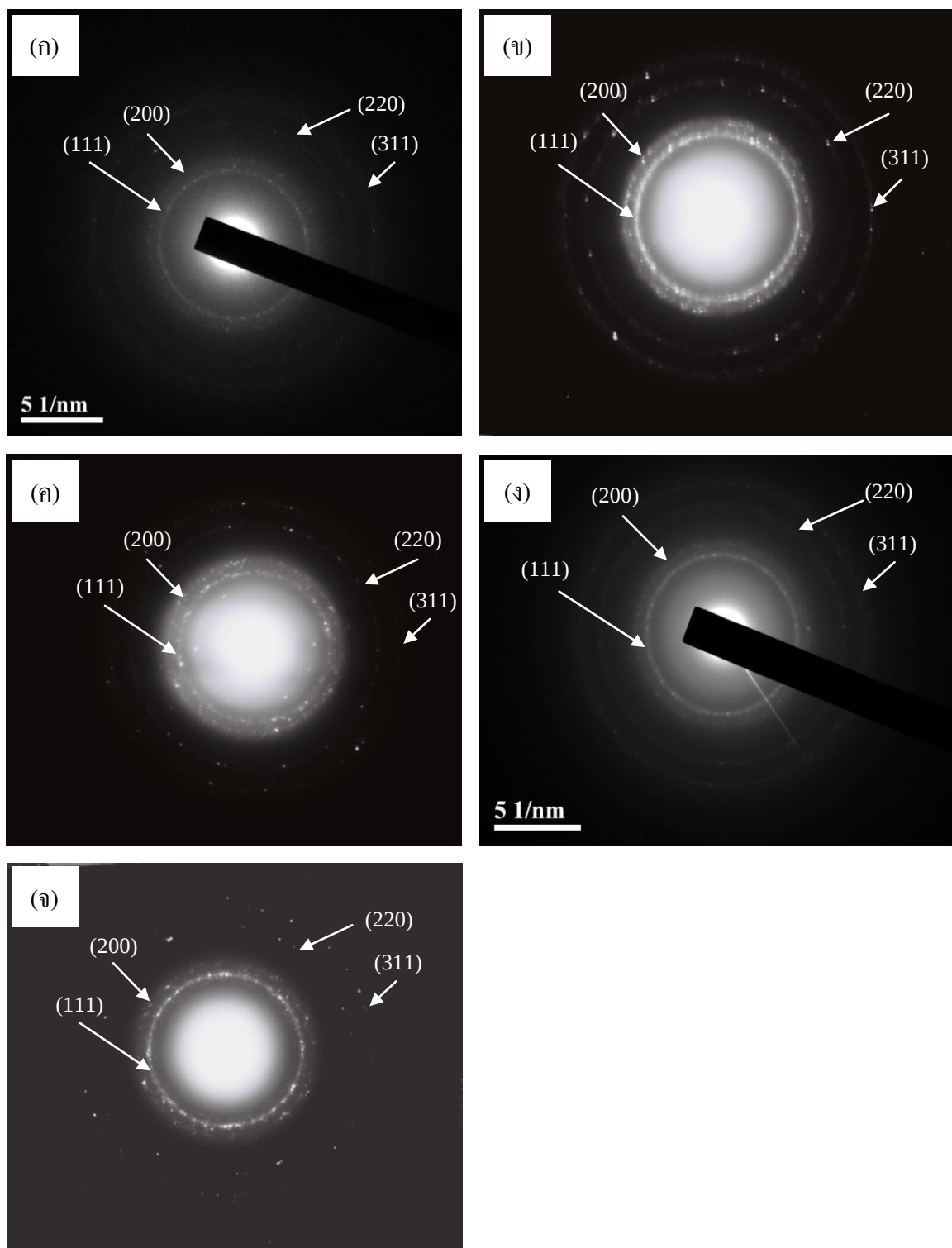
$$\frac{a^2}{d_1^2} = h^2 + k^2 + l^2 = \frac{4.0857^2}{2.36^2} = 2.99 \approx 3$$

นำค่าที่ได้มาเทียบกับตารางที่ 4.3 พบว่าระนาบที่เป็นไปได้ คือ ระนาบ (111) ดังนั้น วง A คือระนาบ (111)

สำหรับวง B

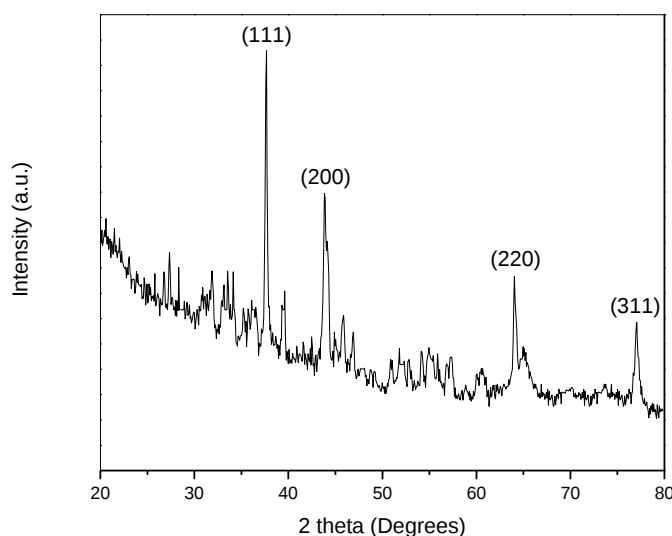
$$\frac{a^2}{d_2^2} = h^2 + k^2 + l^2 = \frac{4.0857^2}{2.04^2} = 4.01 \approx 4$$

เมื่อนำมาเทียบกับตารางที่ 4.3 จะได้ระนาบที่ควรจะเป็น คือ (200) ดังนั้นวง B จึงมีระนาบเป็น (200) เป็นต้น



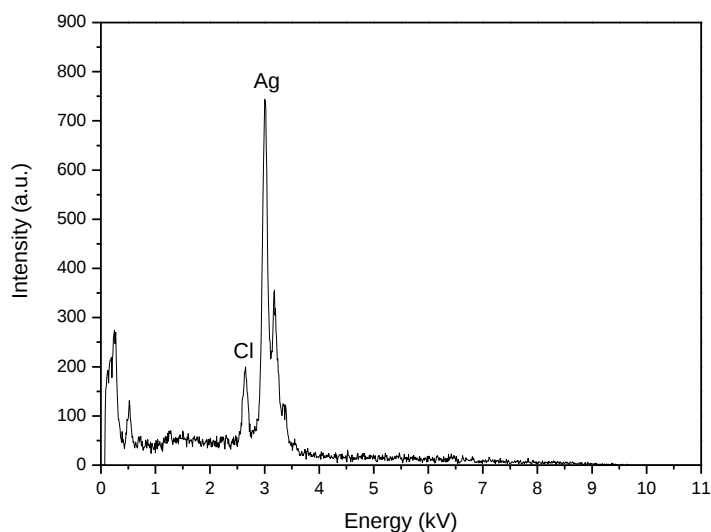
รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้จากเปลือกทุเรียน
ชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย
แตกต่างกัน (ก) pH = 4.5 (ข) pH = 6.5 (ค) pH = 7.5 (ง) pH = 8.5 และ (จ) pH 12.0

จากรูปที่ 4.12 พบว่าลักษณะการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้น มีลักษณะเป็นวงซ้อนๆ กัน อนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้นมีรูปทรงเป็นทรงกลมและมีการจัดเรียงตัวกันเป็นแบบสุ่ม (random orientation) สอดคล้องกับรูปที่ 4.9 นอกจากนี้ความชัดเจนของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนยังขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของอนุภาคนาโนเงินด้วยเพราะการถ่ายภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนนั้นทำการถ่ายในลักษณะเป็นกลุ่ม ยิ่งจำนวนอนุภาคมีมาก ภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนจึงมีรูปแบบการเลี้ยวเบนเกิดขึ้นเป็นจำนวนมากคล้ายกับการเกิดในลักษณะของพหุผลึก (polycrystalline) สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ดังแสดงในรูปที่ 4.13)



รูปที่ 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏบนอนุภาคนาโนเงิน

จากรูปที่ 4.13 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้น ตรงกับฐานข้อมูลของ JCPDS หมายเลข 00-004-0783 (ภาคผนวก ก) ผลึกที่พบเป็นโลหะเงิน (สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยกล้อง SEM/EDX ดังแสดงในรูปที่ 4.14 ที่พบว่าเงินเป็นองค์ประกอบของสาร) ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ face-centered cubic ตำแหน่งการเลี้ยวเบนจะอยู่ที่ 2θ เท่ากับ 37° , 44° , 64° และ 77° ซึ่งเกิดจากการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนเงิน ดังแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.14 อนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน

ตารางที่ 4.4 ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าแตกต่างกัน

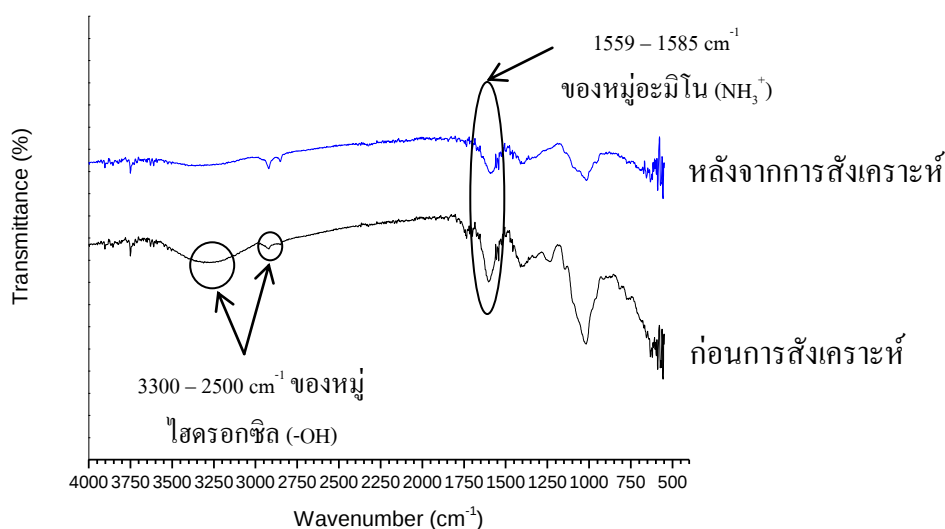
pH	ความเข้มในการดูดกลืนแสง (a.u.)	ความเข้มข้นของ Ag^+ (หลังจากการสังเคราะห์) (ppm)	ปริมาณของอนุภาคนาโนเงิน (% yield of AgNPs)
4.5	1.910	4.14	90.67
6.5	2.217	2.17	95.12
7.5	2.483	1.18	97.34
8.5	2.495	0.64	98.56
12.0	2.489	0.69	98.44

ตารางที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มในการดูดกลืนแสง ณ ตำแหน่ง λ_{max} (รูปที่ 4.8) ของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้โดยใช้น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน ภายใต้สภาวะที่มีแสงเท่ากับ 13,430 lux ที่ค่า pH เท่ากับ 4.5, 6.5, 7.5, 8.5 และ 12.0 เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 12 h กับปริมาณของอนุภาคนาโนเงิน (% yield) ที่วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค ICP-AES พบว่าเมื่อสารละลายอยู่ในสภาพความเป็นด่าง ปริมาณความเข้มข้นของ Ag^+ ในสารละลายที่เวลา 12 h ซึ่งเหลือจากการสังเคราะห์มีน้อยมาก ทำให้ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้จะมากขึ้น เมื่อสารละลายอยู่ในสภาพความเป็นกรด ปริมาณความเข้มข้นของ Ag^+ ในสารละลายที่เวลา 12 h ซึ่งเหลือจากการสังเคราะห์มีอยู่มาก ทำให้ปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้จะน้อยลง นั่นคือ

เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าเพิ่มขึ้น % yield จะมีค่ามากขึ้น สอดคล้องกับค่าความเข้มในการดูดกลืนแสงของคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนเงิน แสดงว่าสามารถเปรียบเทียบปริมาณของอนุภาคนาโนที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวอย่างคร่าวๆ ได้จากการพิจารณาความเข้มในการดูดกลืนแสง ณ ตำแหน่ง $\lambda_{\max}$

จากผลการทดลองทั้งหมด แสดงให้เห็นว่าค่า pH ของสารละลายที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยใช้วิธีที่นำเสนอในงานวิจัยนี้ ควรมีค่าเท่ากับ 8.5 เนื่องจากที่ pH ของสารละลายมีค่าเท่ากับ 8.5 และ 12.0 พบว่าปริมาณของอนุภาคนาโนเงินที่สังเคราะห์ได้ และขนาดของอนุภาคแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ แต่ที่ pH เท่ากับ 8.5 พบว่ามีการกระจายตัวของขนาดที่น้อยกว่า pH เท่ากับ 12.0 ดังนั้นจึงไม่จำเป็นต้องปรับ pH ของสารละลายให้เท่ากับ 12.0 เพราะทำได้ยาก และสิ้นเปลืองสารในการทดลอง

4.2 กลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน



รูปที่ 4.15 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลายก่อนและหลังการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยใช้ น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียนชั้นใน

รูปที่ 4.15 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลายก่อน (น้ำสกัดจากเปลือกทุเรียน) และหลังจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน พบว่าในย่านความถี่ระหว่าง $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ เกิดฟิสิกในย่านความถี่ $3300 - 2500 \text{ cm}^{-1}$ และ $1559 - 1585 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงถึงการยืดของพันธะ O-H stretching ของสารไฮดรอกซิล และพันธะ NH_3^+ ของสารอะมิโน ตามลำดับ ซึ่งค่า % การส่งผ่านของฟิสิกทั้งสองภายหลังจากการสังเคราะห์ มีค่าลดลงจากเดิม (ก่อนการสังเคราะห์) นั้นแสดงว่าหมู่ไฮดรอกซิลของน้ำตาลกลูโคส

และฟรุกโตส ถูกนำไปใช้เป็นกลไกในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเงิน โดยทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็น Ag^0 ดังสมการที่ (4.2) และสารอะมิโนถูกนำไปใช้เป็นสารคงสภาพเพื่อเป็นตัวรักษาเสถียรภาพของอนุภาคนาโนเงิน [23, 46-47]

