

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

การทดลองของงานวิจัยนี้เริ่มจากการเตรียมผงเงินที่มีความบริสุทธิ์สูง นำมาขึ้นรูปเป็นซิลเวอร์เคลย์โดยผสมในอัตราส่วนและเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ กัน จากนั้นเป็นขั้นตอนการตรวจสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่ ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิ สมบัติกายภาพ โครงสร้างจุลภาค โดยมีรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนการเตรียม และการตรวจสอบสมบัติต่างๆ ไว้ตามลำดับดังนี้

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 ซิลเวอร์ไนเตรท 100 กรัม ผลิตโดยบริษัท Qrec
- 3.1.2 กลีเซอรอล 2.5 ลิตร ผลิตโดยบริษัท Qrec
- 3.1.3 เอทานอล 2.5 ลิตร ผลิตโดยบริษัท Merck
- 3.1.4 กรดไนตริก ความเข้มข้น 65% 1 ลิตร
- 3.1.5 คาร์บอนซีเมทิลเซลลูโลส 100 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sigma
- 3.1.6 อะซีโตน 2.5 ลิตร ผลิตโดยบริษัท Qrec

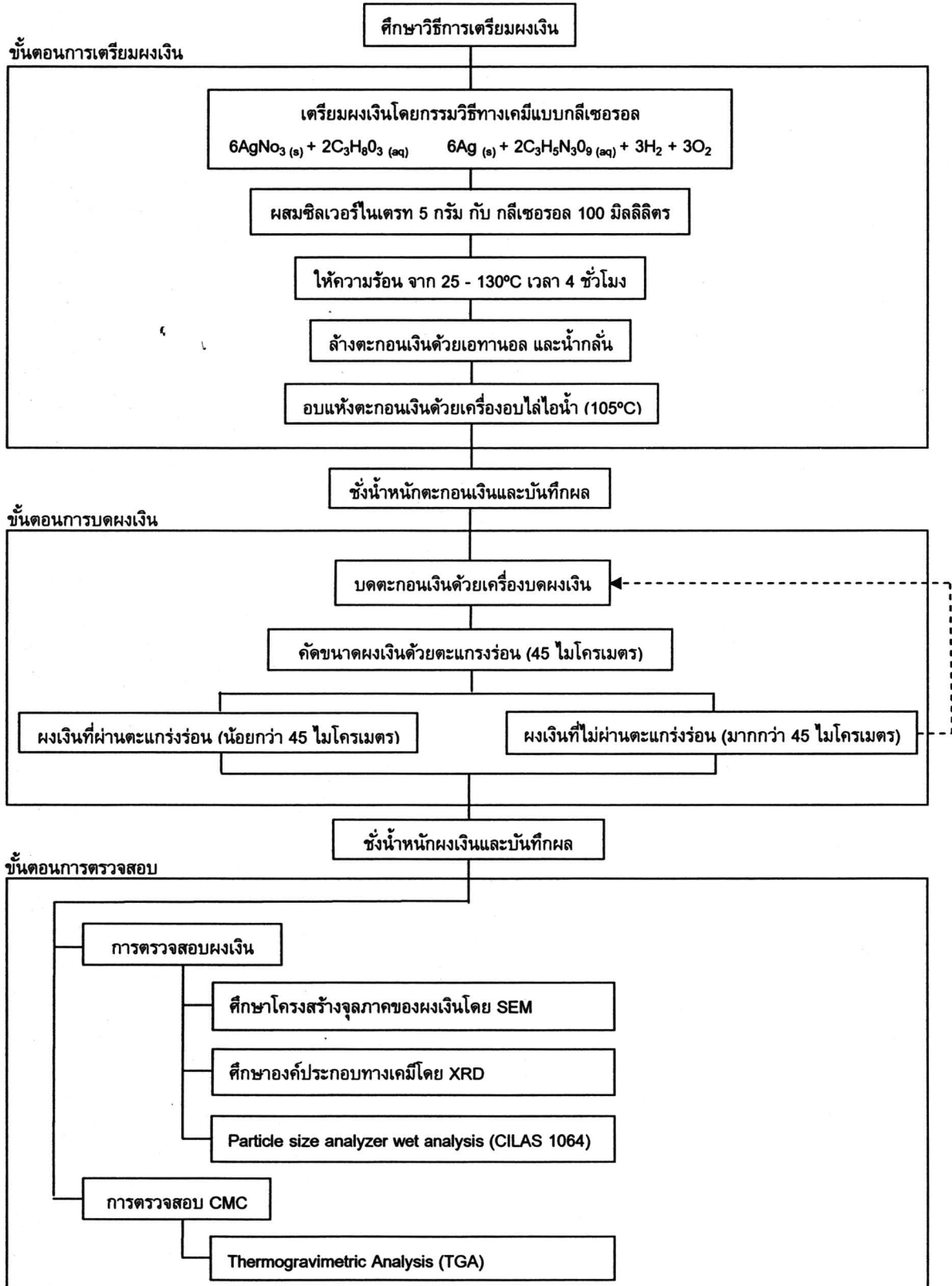
3.2 เครื่องมือ/ อุปกรณ์

- 3.2.1 แท่งแก้วคนสาร
- 3.2.2 ช้อนตักสาร
- 3.2.3 ปากหนีบ
- 3.2.4 บีกเกอร์
- 3.2.5 ขวดบีบ
- 3.2.6 กระบอกตวง
- 3.2.7 หลอดหยด
- 3.2.8 ครกอาเกต
- 3.2.9 ตะแกรงร่อน
- 3.2.10 นาฬิกาจับเวลา

- 3.2.11 พลาสติกห่ออาหาร
- 3.2.12 อลูมิเนียมฟอยด์
- 3.2.13 หน้ากากกันฝุ่นและสารเคมีกรดแก๊ส
- 3.2.14 แวนตานิรภัย
- 3.2.15 ถุงมือยาง
- 3.2.16 เทอร์โมมิเตอร์
- 3.2.17 แผ่นอลูมินา ขนาด 5 x 5 นิ้ว
- 3.2.18 เครื่องชั่งน้ำหนักระบบดิจิทัล
- 3.2.19 แท่งกวนแม่เหล็ก ขนาด 50 x 8 มิลลิเมตร
- 3.2.20 เตาให้ความร้อนพร้อมระบบหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก รุ่น LMS-1003
- 3.2.21 เตาเผาไฟฟ้า รุ่น BKE 125
- 3.2.22 เตาอบไล่ไอน้ำ
- 3.2.23 เวอร์เนียร์คาลิเปอร์
- 3.2.24 เครื่องวัดขนาดอนุภาค รุ่น CILAS 1064
- 3.2.25 เครื่องวัดขนาดอนุภาค รุ่น ZETASIZER
- 3.2.26 เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน รุ่น Mettler Toledo
- 3.2.27 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น JEOL
- 3.2.28 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-5410
- 3.2.29 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-6301

3.3 การทดลอง

3.3.1 แผนภาพการเตรียมผงเงิน



รูป 3.1 แสดงแผนภาพแสดงการผลิตเงินจากกระบวนการทางเคมี

3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมผงเงิน

- 1. ชั่งน้ำหนักซิลเวอร์ไนเตรท 5 กรัม และดวงกลีเซอรอล 100 มิลลิลิตร จดบันทึกน้ำหนัก
- 2. ผสมส่วนผสม ให้ความร้อนโดยใช้เตาให้ความร้อนพร้อมระบบหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก ใช้ อุณหภูมิ เวลา และความเร็วรอบ ดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 แสดงอุณหภูมิ เวลา และความเร็วรอบของการผลิตผงเงิน โดยกรรมวิธีทางเคมี

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	ความเร็วรอบ (รอบ/นาที)
0 - 100	60	575
101 - 110	20	600
111 - 120	20	600
121 - 140	20	575
140	120	575

- 3. ทิ้งสารละลายไวจนเย็น แล้วกรองสารละลายออก ได้ผงโลหะเงินออกมา
- 4. ล้างผงโลหะเงินที่ได้ด้วยเอทานอล 5 รอบ เพื่อชำระคราบไขมัน หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น 5 ครั้ง
- 5. เป่าผงโลหะเงินที่เกาะตัวเป็นกลุ่มก้อนให้แห้งสนิท เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 6. อบผงโลหะเงินให้แห้งด้วยเครื่องอบไล่ไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

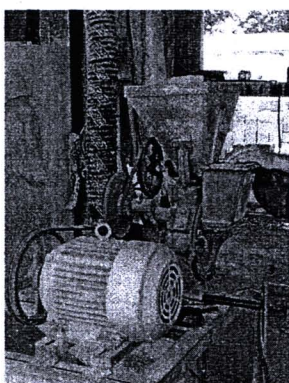
3.3.3 ขั้นตอนการบดผงเงิน

ปัจจุบันกรรมวิธีทางเคมีเป็นวิธีที่แพร่หลายที่ผลิตผงเงิน แต่เนื่องจากผงเงินที่ได้จาก กระบวนการนี้มักเกาะตัวเป็นกลุ่มก้อน ดังนั้นจึงต้องใช้ครกในการบดให้ผงเงินที่ได้จากกรรมวิธีนี้ บดผงเงินจากก้อนผงเงินให้กลายเป็นผงเงินที่มีขนาดเล็กในขนาดไมครอนหรือตามขนาดที่ต้องการ โดยครกที่ใช้บดในตอนแรก คือ ครกเซรามิก เมื่อบดผงเงินจะเกิดการสูญเสียผงเงินในระหว่าง ขั้นตอนการบดได้ง่ายและเกิดการเย็นของน้ำที่ออกมาจากครกเซรามิกทำให้เกิดการสูญเสียระหว่างการ บดมากและบดได้ยากทั้งยังเสียเวลาในการบดมาก ผงเงินที่ได้จากการบดน้อย ดังนั้นจึงเปลี่ยน มาใช้ครกอากาศ อาเกตสามารถบดสิ่งของให้มีขนาดเล็กและมีความละเอียดมากในระดับไมครอน หรือน้อยกว่าไมครอน โดยครกถูกใช้เพื่อบดผงโลหะ โดยการบดเพื่อทำให้อนุภาคของผงเงินมี ขนาดเล็กลงมากที่สุด ถึงแม้ว่าครกอากาศจะมีข้อดีดังกล่าวข้างต้น แต่มีข้อเสียดังนี้ คือ

- 1. เกิดการสูญเสียผงเงินมากในระหว่างการบด ซึ่งมากกว่าการบดด้วยเครื่องบดผงเงิน
- 2. เสียเวลาในการบดมาก เนื่องจากถ้าคัดขนาดผงเงินไม่ผ่านต้องทำซ้ำ

3. ผลิตผงเงินได้ปริมาณน้อย (ไม่สามารถผลิตผงเงินได้จำนวนมากในระยะเวลาอันรวดเร็ว)

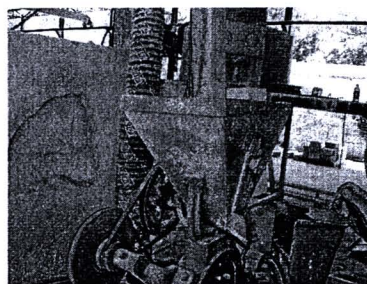
ในอุตสาหกรรมที่ต้องการการผลิตในจำนวนมากและต้องการใช้ระยะเวลาในการผลิตน้อย เพื่อเป็นการแก้ปัญหาในด้านนี้ เราจึงต้องการที่จะประหยัดต้นทุนและให้ได้กำไรมากที่สุด เพื่อที่จะต้องการประยุกต์เครื่องบดที่ใช้ในอุตสาหกรรมอิฐมาใช้ในการบดผงเงิน จึงออกไปสำรวจอุตสาหกรรมอิฐเพื่อที่จะศึกษาเครื่องบดดังรูป 3.2 (ก) – (ค)



(ก)



(ข)



(ค)

รูป 3.2 (ก) แสดงภาพต้นแบบเครื่องบดที่ใช้ในอุตสาหกรรม

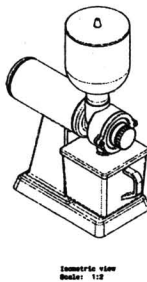
(ข) แสดงโม่มีคบดและโม่มีคหมุน

(ค) แสดงกรวยใส่ของก่อนที่จะบด

จากข้อเสียดังกล่าวจึงต้องการประยุกต์เครื่องบดที่ใช้ในอุตสาหกรรมมาใช้บดผงเงิน จากก่อนบดผงเงินที่มีลักษณะการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนให้กลายเป็นผงเงินที่มีขนาดในระดับไมครอนและน้อยกว่าไมครอน โดยมีการควบคุมขนาดในระหว่างขั้นตอนการบดด้วย โดยมีการประยุกต์โม่มีคทำให้เกิดการบดผงเงินมีความละเอียดถึงในระดับไมครอน โดยสามารถปรับสเกลการบดจากหยาบไปยังละเอียดได้ ความสามารถของเครื่องบดสามารถบดผงเงินจากการทดลองนี้ที่มีลักษณะจับตัวเป็นกลุ่มก้อนให้เป็นผงเงินที่มีความละเอียดน้อยกว่า 45 ไมครอน โดยภาพรวมของเครื่องบดโดยทั่วไปแสดงในรูป 3.3 โดยองค์ประกอบของเครื่องมีดังนี้คือ

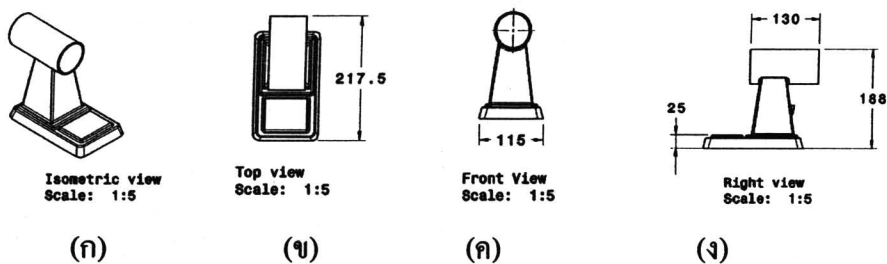
1. ส่วนของมอเตอร์ แสดงในรูป 3.4 (ก) - (ง) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 ส่วนของมอเตอร์เป็นส่วนที่เชื่อมต่อกับโม่มีคบด
2. ส่วนที่บรรจุโม่มีคบด แสดงในรูป 3.5 (ก) - (ค) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 มีสเกลที่บอกระดับความละเอียดของการบดจากหมายเลข 1 – 9 (เลข 1 คือบดได้ละเอียด เลข 9 คือบดได้หยาบ)

3. ส่วนของใบมีด แสดงในรูป 3.6 (ก) - (2) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 ประกอบด้วยใบมีดคทำหน้าที่ในการบดผงเงินให้มีขนาดเล็กลง และใบมีดหมุนเชื่อมต่อกับมอเตอร์มีหน้าที่หมุนระหว่างที่มอเตอร์ทำงาน
4. ส่วนของกรวยใส่สาร แสดงในรูป 3.7 (ก) - (ค) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 เป็นที่ใส่ก้อนของเงินก่อนที่จะนำไปบด ผงเงินก่อนนำมาบดจะมีลักษณะจับตัวเป็นกลุ่มก้อน เมื่อใส่ลงไปในกรวย กรวยก็จะเชื่อมต่อกับส่วนของใบมีดค กรวยใส่สารสามารถถอดออกมาล้างน้ำได้
5. ส่วนของฝาปิดกรวย แสดงในรูป 3.8 (ก) - (ค) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 เป็นที่ปิดกรวยใส่สารเพื่อป้องกันการกระเด็นในระหว่างการบด
6. ส่วนของกล่องใส่สารที่บดแล้ว แสดงในรูป 3.9 (ก) - (ง) โดยย่ออัตราส่วน คือ 1 : 5 เมื่อสิ้นสุดกระบวนการบดผงเงินที่ได้จะมากถูกบรรจุไว้ที่ส่วนนี้

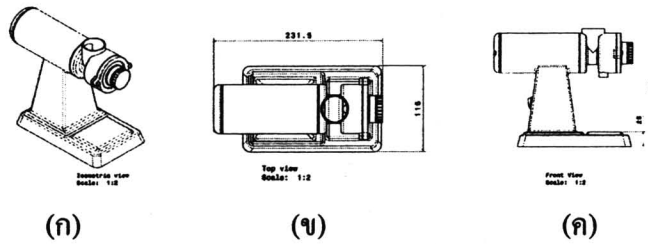


Isometric view
Model: 112

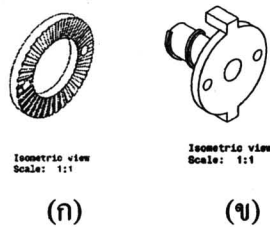
รูป 3.3 แสดงภาพรวมของเครื่องบดผงเงิน



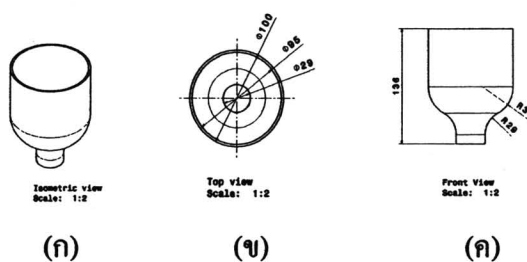
- รูป 3.4 (ก) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของมอเตอร์ (Isometric view)
 (ข) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของมอเตอร์ (Top view)
 (ค) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของมอเตอร์ (Front view)
 (ง) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของมอเตอร์ (Right view)



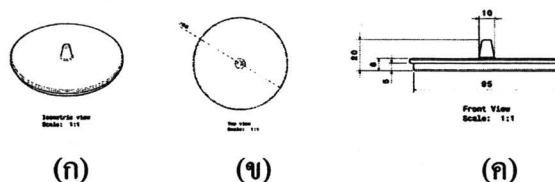
รูป 3.5 (ก) แสดงภาพสเกลการบดผงเงิน จากละเอียดไปหยาบเครื่องบดผงเงิน (Isometric view)
 (ข) แสดงส่วนที่บรรจุใบมีดบดผงเงินของเครื่องบดผงเงิน (Top view)
 (ค) แสดงส่วนที่บรรจุใบมีดบดผงเงินของเครื่องบดผงเงิน (Front view)



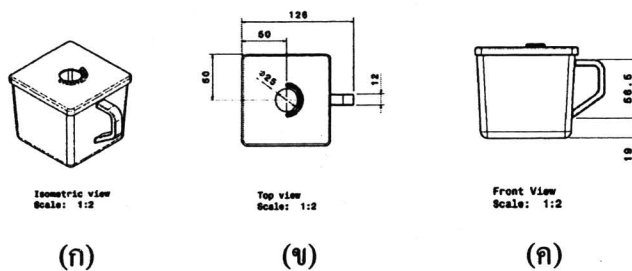
รูป 3.6 (ก) แสดงใบมีดบดผงเงิน (Isometric View)
 (ข) แสดงใบมีดหมุน (Isometric View)



รูป 3.7 (ก) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกรวยใส่สาร (Isometric view)
 (ข) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกรวยใส่สาร (Top view)
 (ค) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกรวยใส่สาร (Front view)



รูป 3.8 (ก) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของฝาปิดกรวย (Isometric view)
 (ข) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของฝาปิดกรวย (Top view)
 (ค) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของฝาปิดกรวย (Front view)

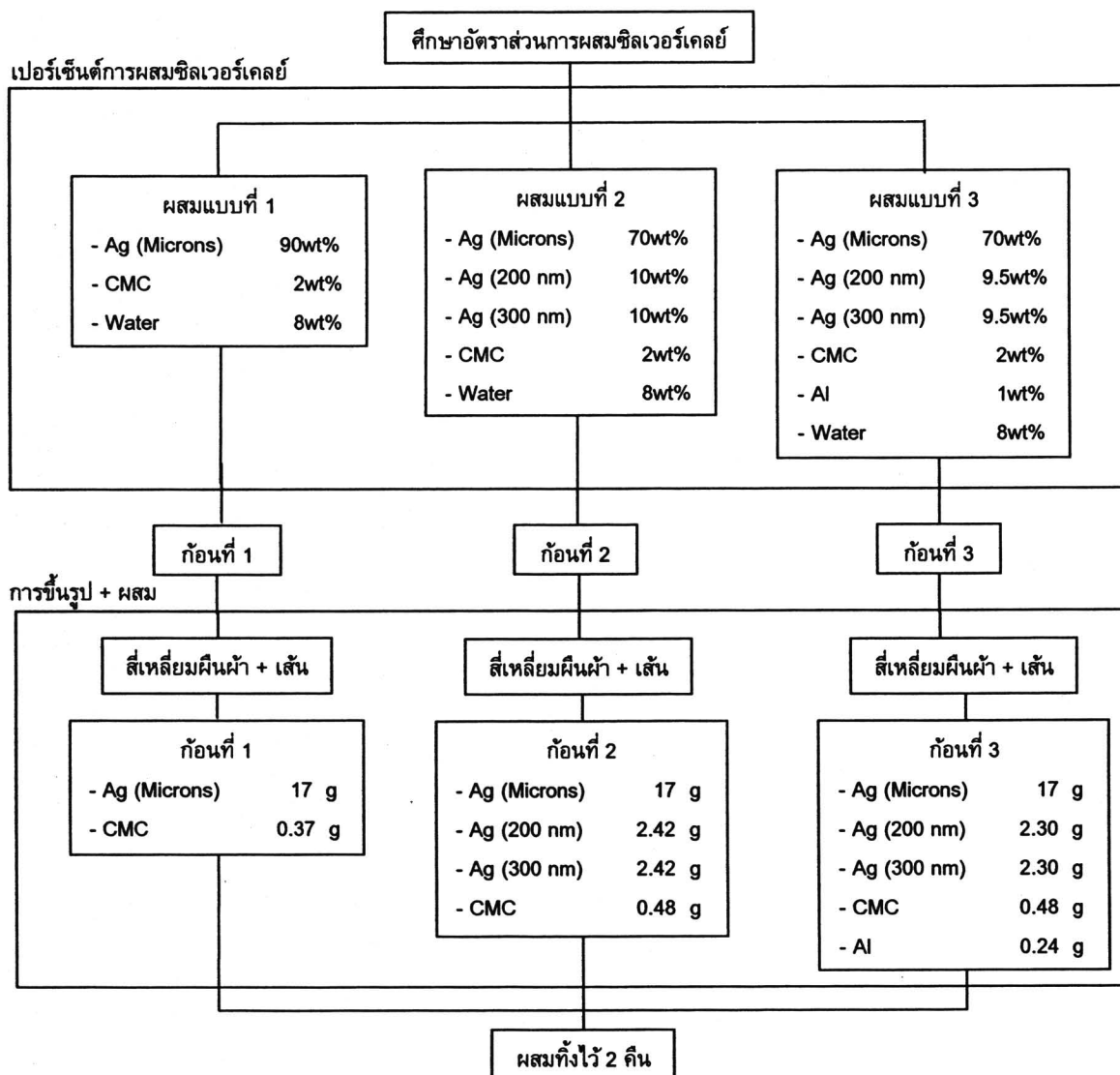


รูป 3.9 (ก) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกล่องใส่สาร (Isometric view)

(ข) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกล่องใส่สาร (Top view)

(ค) แสดงภาพเครื่องบดผงเงินในส่วนของกล่องใส่สาร (Front view)

3.3.4 แผนภาพขั้นตอนการผสมซิลเวอร์เคลย์



รูป 3.10 แสดงแผนภาพการผสมซิลเวอร์เคลย์

3.3.5 ขั้นตอนการผสมซิลเวอร์เคลย์

1. ชั่งน้ำหนักผงโลหะเงิน (ขนาดไมครอนและขนาดนาโน), ผงอลูมิเนียม, คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ตามอัตราส่วนของส่วนผสมทั้ง 3 ชนิด แสดงตามตารางที่ 3.2

ตาราง 3.2 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการผสมซิลเวอร์เคลย์ 3 ชนิดและรหัสชิ้นงาน

ส่วนผสม	รหัสชิ้นงาน	Wt%Ag (μm)	Wt%Ag (200 nm)	Wt%Ag (300 nm)	Wt%Al	Wt%CMC
1	P90-400	90	-	-	-	2
	P90-500	90	-	-	-	2
	P90-600	90	-	-	-	2
	P90-700	90	-	-	-	2
	P90-800	90	-	-	-	2
2	P70-10N-400	70	10	10	-	2
	P70-10N-500	70	10	10	-	2
	P70-10N-600	70	10	10	-	2
	P70-10N-700	70	10	10	-	2
	P70-10N-800	70	10	10	-	2
3	P70M-1Al-400	70	9.5	9.5	1	2
	P70M-1Al-500	70	9.5	9.5	1	2
	P70M-1Al-600	70	9.5	9.5	1	2
	P70M-1Al-700	70	9.5	9.5	1	2
	P70M-1Al-800	70	9.5	9.5	1	2

2. ผสมผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ชั่งน้ำหนักแล้วกับน้ำจากส่วนผสมทั้ง 3 ชนิด ทั้งส่วนผสมไว้ 1 ถัง เพื่อให้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส 3 ชนิดละลายจนหมด
3. ผสมผงทั้งหมดเข้าด้วยกันจากส่วนผสมทั้ง 3 ชนิด ใช้ครกอาเกตเพื่อผสมผงทั้งหมดให้เป็นเนื้อเดียวกัน
4. ผสมผงทั้งหมดกับผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส เติมน้ำเพื่อกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้ซิลเวอร์เคลย์ 3 ก้อน
5. ห่อส่วนผสมทั้ง 3 ก้อนด้วยพลาสติกห่ออาหาร ทั้งไว้ 1 ถัง เพื่อให้ส่วนผสมผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
6. ชั่งน้ำหนักและจดบันทึกผลซิลเวอร์เคลย์ 3 ก้อน

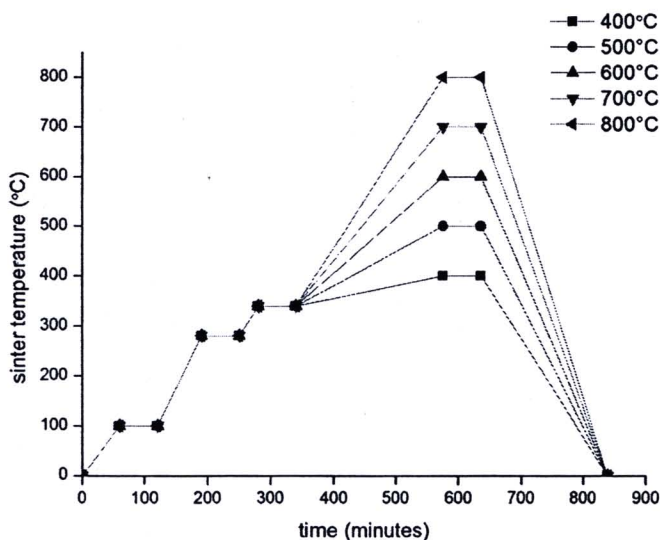


3.3.6 ขั้นตอนการขึ้นรูปซิลเวอร์เคลย์

1. ขึ้นรูปซิลเวอร์เคลย์ทั้ง 3 อัตราส่วน (แบบแผ่น โดยมีความยาว 4 เซนติเมตร, ความกว้าง 1.5 เซนติเมตร, ความหนา 0.1 เซนติเมตร และแบบเส้น โดยมีความยาวเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1 เซนติเมตร, ความยาว 4 เซนติเมตร)
2. ตัดแผ่นพลาสติกใสที่มีความหนา 0.1 เซนติเมตร ให้เป็นช่อง 8 ช่อง ให้มีความยาว 4 เซนติเมตร ความกว้าง 1.5 เซนติเมตร
3. นำซิลเวอร์เคลย์ 3 ก้อน มาขึ้นรูปแบบแผ่นโดยบีบลงแผ่นพลาสติกในข้อ 2 แล้วปาดให้เรียบ ทั้งไว้ให้แห้ง
4. นำซิลเวอร์เคลย์ 3 ก้อนที่เหลือ มาขึ้นรูปแบบเส้น โดยบีบให้มีความยาว 4 เซนติเมตร ทั้งไว้ให้แห้ง
5. ชั่งน้ำหนัก วัดขนาดชิ้นงานทั้งความกว้าง, ความยาว, ความหนา ของชิ้นงานแผ่น และวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง, ความยาว ของชิ้นงานเส้น จดบันทึกผล

3.3.7 ขั้นตอนการเผาผนึก

1. ทำสัญลักษณ์ที่แผ่นอลูมินาเพื่อกำหนดอุณหภูมิการเผาในแต่ละอุณหภูมิ
2. วางชิ้นงานลงบนแผ่นอลูมินา โดยแยกการเผาแต่ละอุณหภูมิ คือ 400°C , 500°C , 600°C , 700°C และ 800°C
2. และนำเข้าเตาเผาตามรูป 3.10 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิการเผาผนึกที่กำหนดให้ คือ 400°C , 500°C , 600°C , 700°C , 800°C
3. ทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง นำออกจากเตาเผา
4. ห่อชิ้นงานและเขียนรหัสชิ้นงาน



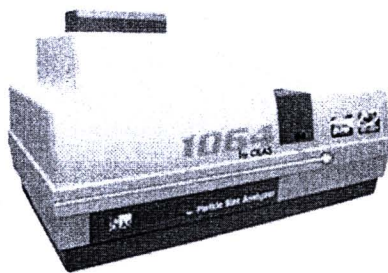
รูป 3.11 แผนภาพแสดงอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานที่อุณหภูมิต่างๆ

3.4 การตรวจสอบผงเงินที่ผลิตขึ้นจากกรรมวิธีทางเคมี

3.4.1 การตรวจสอบขนาดอนุภาคของผงเงินด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค CILAS 1064

ผงเงินที่ผลิตจากกรรมวิธีทางเคมีโดยใช้กลีเซอรอลเป็นตัวรีดิวซ์ หลังจากนำไปคัดขนาดโดยตะแกรงร่อน ผงเงินที่ได้มีขนาดน้อยกว่า 45 ไมครอน เพื่อต้องการทราบขนาดอนุภาคของผงเงินจึงต้องทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค CILAS 1064 ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง โดยมีวิธีการทดลองดังนี้ คือ

1. ใช้ตะแกรงร่อนเพื่อให้อนุภาคของผงเงินกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ
2. อบให้แห้งด้วยเครื่องอบไล่ไอน้ำ 105°C เป็นเวลา 120 นาที
3. ตักสารลงในเครื่องส่วนที่เป็นของเหลว
4. วิเคราะห์ค่าขนาดอนุภาคที่ได้จากกราฟ
5. ทดลองซ้ำ 3 ครั้ง



รูป 3.12 แสดงเครื่องวัดขนาดอนุภาค CILAS 1064 [30]

3.4.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบเฟสของสสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique) เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึก และมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอ็กซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ ดังนั้น เมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด นอกจากนี้รังสีที่ตรวจจับได้นั้นยังสามารถบอกได้ว่ามาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใดอีกด้วย โดยดูจากค่ามุม (Bragg's angle) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันออกไปตามลักษณะโครงสร้าง

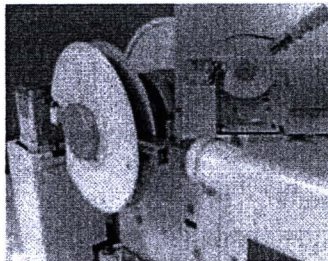
สำหรับการตรวจสอบนั้น จะมีขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่างดังต่อไปนี้ คือ

1. นำผงเงินที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ในแผ่นบรรจุชิ้นงาน (sample holder) จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นผงให้นำมาบดให้ละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง)
2. เริ่มทำการทดสอบ
3. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDF เพื่อตรวจสอบเฟสองค์ประกอบและความบริสุทธิ์ของชิ้นงานตัวอย่างที่เกิดขึ้นโดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรค ดังสมการที่ 3.1

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (3.1)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์



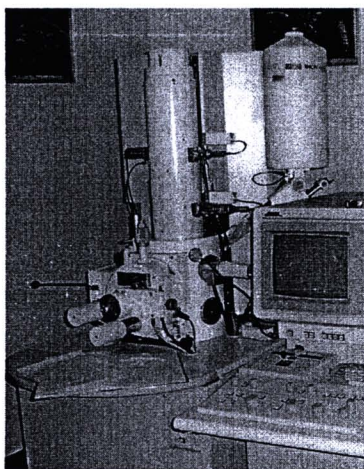
รูป 3.13 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ [31]

3.4.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope)

ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาค จะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงเงินที่ผลิตขึ้นได้ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ในการประกอบอธิบายถึงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผงเงินที่เตรียมได้ โดยมีขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างดังนี้ คือ

1. นำผงเงินที่ได้บดให้เม็ดเงินแตกตัวออกจากกัน เพื่อให้เกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน

2. นำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปคาร์บอน โดยใช้ไม้จิ้มฟันจิ้มผงเงิน จากนั้นนำชิ้นงานที่ติดบนแท่งทองเหลืองไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน
3. เคลือบผิวชิ้นงานด้วยทองคำ โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลา 60 วินาที ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในโหมดต่างๆ ตามความเหมาะสม เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป



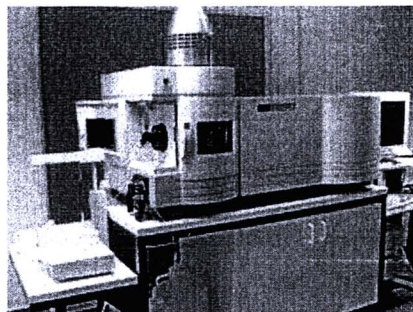
รูป 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.4 การศึกษาความบริสุทธิ์ของผงเงินที่ผลิตขึ้นด้วยเครื่อง Inductively Couple Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP)

เป็นเครื่องมือให้หาความบริสุทธิ์ของผงเงินที่ผลิตขึ้นเองว่ามีความบริสุทธิ์มากพอที่จะนำมาขึ้นรูปเป็นซิลเวอร์เคลย์หรือไม่ โดยหลักการทำงานเป็นการดึงไอออนพลาสมาที่อินเตอร์เฟส ซึ่งประกอบด้วย ample cone และ skimmer cone ตามลำดับ ผลจากรูปทรงอินเตอร์เฟสนี้ทำให้ความดันลดลง จากความดันบรรยากาศสู่ความดันสุดท้ายซึ่งมีค่าประมาณ 10^{-5} - 10^{-7} Torr ไอออนเดินทางผ่านอินเตอร์เฟสมาที่ระบบ ion optic ซึ่งทำหน้าที่ปรับเส้นทางการเดินของไอออนเพื่อให้ได้ความไวในการตรวจวัดสูงสุด องค์ประกอบที่เป็นกลางกล่าวคือไม่มีประจุ จะถูกกำจัดออกจากลำอนุภาคในขั้นนี้โดยปั๊มสุญญากาศ หรือการชนกับ Proton ทำให้มีแต่ไอออนเพียงลำพัง ที่สามารถผ่านไปที่ mass analyzer ซึ่งโดยทั่วไปเป็นชนิด quadrupole ก่อนที่ไอออนจะเดินทางไปถึงเครื่องตรวจวัด โดยมีวิธีการตรวจสอบดังนี้ คือ

1. ชั่งผงเงินที่ผลิตขึ้นให้ได้ 10 กรัม
2. อบให้แห้งด้วยเครื่องอบไล่ไอน้ำ 105°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3. ตรวจสอบโดยเครื่อง Inductively Couple Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP)
4. ทำซ้ำ 2 รอบ แปลงค่าจาก ppm เป็น เปอร์เซ็นต์

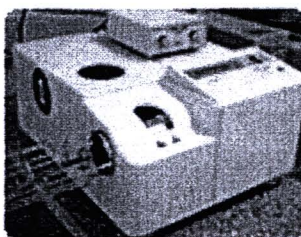


รูป 3.15 เครื่อง Inductively Couple Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP) [32]

3.5 การตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสด้วยเทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric Analysis)

ผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสใช้เพื่อเป็นตัวประสาน โดยตัวประสานมีหน้าที่ยึดอนุภาคของผงเงินจับกันเป็นกลุ่มก้อน ทำให้ขึ้นรูปได้ง่ายขึ้น โดยเทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาอุณหภูมิการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อน เพื่อนำอุณหภูมิที่คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสสลายตัวไปเผื่อนักเพื่อกำจัดตัวประสานชนิดนี้ออก โดยมีวิธีการทดลอง ดังนี้ คือ

1. ชั่งน้ำหนักผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส 5 กรัม
2. บดให้เป็นผงละเอียดโดยครกอาเกต ทำซ้ำ 3-5 รอบ เพื่อให้ผงที่ได้มีความละเอียด
2. นำไปอบให้แห้งด้วยเตาอบไล่ไอน้ำ 105°C เป็นเวลา 120 นาที
3. ใส่สารลงในเบ้า ปรับ Heating Rate เป็น 3°C/min
4. เริ่มเผาจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 500°C ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ
5. อ่านค่าจากกราฟเพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการสลายตัวของผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส



รูป 3.16 เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน (TGA) [33]

3.6 การตรวจสอบผงเงินนาโนและผงอลูมิเนียม

3.6.1 การตรวจสอบขนาดอนุภาคของผงเงินด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค Zetasizer (Malvern)

เป็นการตรวจสอบขนาดอนุภาคของผงเงินนาโนทั้ง 2 ชนิด และผงอลูมิเนียมเพื่อต้องการทราบขนาดอนุภาคของผงดังกล่าว โดยใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาคในขนาดนาโนของเครื่อง Zetasizer (Malvern) โดยมีวิธีการตรวจสอบดังนี้ คือ

1. ทำให้ผงเงินเกิดการกระจายตัวโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิก
2. อบผงเงินให้แห้งสนิทด้วยเครื่องอบไล่ไอน้ำ 105°C เป็นเวลา 120 นาที
3. ใช้กลีเซอรอลเป็นตัวกลางเพื่อช่วยให้ผงเงินเกิดการกระจายตัวในระหว่างการวัดขนาดด้วยเครื่อง Zetasizer (Malvern)
3. ทำซ้ำ 3 ครั้ง อ่านค่าจากกราฟ



รูป 3.17 เครื่องวัดขนาดอนุภาค Zetasizer (Malvern) [34]

3.6.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

สำหรับการตรวจสอบนั้น จะมีขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่างดังต่อไปนี้ คือ

1. นำผงเงินนาโนและผงอลูมิเนียมบรรจุใส่ในแผ่นบรรจุชิ้นงาน (sample holder) จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นผงให้นำมาบดให้ละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง)
2. เริ่มทำการทดสอบ
3. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDF เพื่อตรวจสอบเฟสองค์ประกอบ

3.6.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาค จะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงเงินนาโนและผงอลูมิเนียมด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้

ประกอบการอธิบายถึงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผงเงินที่เตรียมได้ โดยมีขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างดังนี้ คือ

1. นำผงเงินนาโนและผงอูมิเนียมบดให้เม็ดเงินแตกตัวออกจากกัน เพื่อให้เกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน
2. นำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปคาร์บอน โดยใช้ไม้จิ้มฟันจิ้มผงเงิน จากนั้นนำชิ้นงานที่ติดบนแท่งทองเหลืองไปอบในตู้อบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน
3. เคลือบผิวชิ้นงานด้วยทองคำ โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลา 60 วินาที ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในโหมดต่างๆ ตามความเหมาะสม เพื่อศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป

3.7 การตรวจสอบชิ้นงานซิลเวอร์เคลย์

3.7.1 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

3.7.1.1 ความหนาแน่นแบบมวลรวม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของซิลเวอร์เคลย์ที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการแทนที่ของน้ำ Archimedes ซึ่งสามารถทำได้โดยการนำสารตัวอย่างที่ผ่านการผกแล้วมาจัดด้วยกระดาษทรายน้ำจนได้ในแนวระดับให้ขนานกัน ตรวจสอบโดยวัดค่าที่ผ่านการจัดแล้วให้มีค่าใกล้เคียงกัน แล้วนำมาต้มในภาชนะที่มีน้ำกลั่นอยู่ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เพื่อให้ น้ำเข้าไปแทนที่อากาศที่อยู่ในรูพรุนของสารตัวอย่าง จากนั้นจึงชิ้นงานให้เย็นจนถึงที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนักชิ้นงานที่อมน้ำโดยการแทนที่น้ำ บันทึกค่าเฉลี่ย w_1 จากนั้นนำไปอบแห้งในตู้อบไอน้ำ 105°C เป็นเวลา 16 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปชั่งหาน้ำหนักในอากาศ บันทึกค่าเฉลี่ยเป็น w_2 แล้วจึงคำนวณหาค่าความหนาแน่นด้วยสมการที่ 3.2

$$\rho_s = \frac{w_2}{w_2 - w_1} \times \rho_{st} \quad (3.2)$$

เมื่อ	ρ_s	คือ	ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง
	ρ_{st}	คือ	ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการวัด มีหน่วยเป็น g/cm^3
	w_1	คือ	น้ำหนักของสารตัวอย่าง
	w_2	คือ	น้ำหนักแห้งของสารตัวอย่าง

3.7.1.2 การหัดัวหลังเผา

3.7.1.2.1 เปอร้เช้นด้หัดัวเซ่งปริมาตร

วัดช้่งงานก่อนนำไปเผา จากนั้นช้่งนำไปเผาผนึกที่เงื่อนไขต่างๆ แล้ว ช้่งทำการวัดค่าเหล่าน้ของซิลเวอร์เคลย์ที่ได้หลังจากการเผาอ้่งคร้่งหนึ่ง พร้อมกั้ทำการค่านวณหาปริมาตรของสารดัวอย่างก่อนการเผาผนึกดัวการใช้สมการที่ 3.3

$$V = \pi r^2 h \tag{3.3}$$

เมื่อ	V	คือ	ปริมาตรทั้งหมดของสารดัวอย่าง
	r	คือ	รัศมีของสารดัวอย่าง
	h	คือ	ความหนาของสารดัวอย่าง

แล้วช้่งนำมาค่านวณหาร้อยละของการหัดัวดัวการใช้สมการที่ 3.4

$$\text{ร้อยละของการหัดัวเซ่งปริมาตร} = \frac{\Delta V}{V_{\text{เดิม}}} \times 100 \tag{3.4}$$

3.7.1.2.2 เปอร้เช้นด้หัดัวเซ่งเส้น

การศีกษาการหัดัวในงานว้ช้่งนี้จะศีกษาค่าการหัดัวเซ่งเส้น (linear shrinkage) ของช้่งงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึก ดัวการใช้วัดความกว้าง ความยาว ความสูง ของช้่งงานทั้งก่อนและหลังเผาผนึก จากนั้นนำค่าที่ได้มาค่านวณหาร้อยละการหัดัวตามสมการ 3.5

$$\text{ค่าการหัดัวเซ่งเส้น (\%)} = \frac{(D_1 - D_2)}{D_1} \times 100\% \tag{3.5}$$

เมื่อ	D ₁	คือ	เส้นผ่านศูนย์กลางของช้่งงานก่อนเผาผนึก
	D ₂	คือ	เส้นผ่านศูนย์กลางของช้่งงานหลังเผาผนึก

โดยแบ่งเป็นเปอร้เช้นด้หัดัวเซ่งเส้นด้านกว้าง เปอร้เช้นด้หัดัวเซ่งเส้นด้านยาว และเปอร้เช้นด้หัดัวเซ่งเส้นด้านสูง



3.7.1.3 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนัก

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการศึกษาเกี่ยวกับค่าน้ำหนักของสารตัวอย่างที่มีการสูญหายไป ในขณะที่ทำการเผาผลาญ ดังนั้นการหาค่าน้ำหนักที่มีการสูญหายจึงนับว่าเป็นสิ่งสำคัญ ที่จะนำมาเป็นข้อมูลเพื่อช่วยในการพิจารณาผลการตรวจสอบสารตัวอย่างในประเด็นอื่นๆ ต่อไป ทั้งนี้การหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของสารตัวอย่างนี้ สามารถหาได้จากสมการ 3.6

$$\text{น้ำหนักที่สูญหาย (\%)} = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ w_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างก่อนเผาผลาญ
 w_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างหลังเผาผลาญ

3.7.2 ความแข็ง

เป็นการศึกษาความแข็งโดยใช้หัวกดเพชรมีลักษณะเป็นปิรามิดฐานสี่เหลี่ยม โดยที่ปลายกดทำมุม 136° ซึ่งเป็นมุมที่มีองศาใกล้เคียงกับหัวกดลักษณะกลมมากที่สุด ค่าความแข็งจะคำนวณจากแรงกดที่กระทำต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ เนื่องจากวิธีนี้หัวกดที่ใช้จะเป็นเพชรซึ่งมีความแข็งสูงมาก โดยการกด 7 จุด ต่อ 1 ชิ้นงาน แล้วนำค่าที่ได้มาคำนวณในสมการ 3.7

$$HV = \frac{1.854 \times P}{D^2} \quad (3.7)$$

เมื่อ HV คือ ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (kgf/mm^2)
 P คือ แรงกด (kgf)
 d คือ ขนาดเส้นทแยงมุมเฉลี่ยของค่า d_1 และ d_2

3.8 การทดลองขึ้นรูปซิลเวอร์เคลย์

1. ผสมและขึ้นรูปด้วยอัตราส่วนผสมที่ดี
2. ทิ้งชิ้นงานให้แห้งภายใต้สภาวะอากาศปกติ เป็นเวลา 2 วัน
3. ขัดตกแต่งชิ้นงาน
4. เผาชิ้นงานด้วยอุณหภูมิเผาผลาญที่ดี
5. นำชิ้นงานที่ได้ทดลองเชื่อม เพื่อที่จะนำมาทำเป็นเครื่องประดับจี้และเข็มกลัดต่อไป