

การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโซล – เจล

นายกิตติพงษ์ วงศ์สุวรรณ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2550
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PARTICLE SIZE CONTROL IN SILVER POWDER PRODUCTION BY SOL-GEL TECHNIQUE

Mr.Kittiporn Wongsuwan

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

501408

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโซล-เจล
โดย นายกิตติพร วงศ์สุวรรณ
สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร

คณะกรรมการศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศหริรัญวงศ์)

คณะกรรมการสอบบัณฑิต

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชาคร จาดุพิสิฐธร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ)

กิตติพง วงศ์สุวรรณ : การควบคุมขนาดในการผลิตผงเงินโดยเทคนิคโซล-เจล. (PARTICLE SIZE CONTROL IN SILVER POWDER PRODUCTION BY SOL-GEL TECHNIQUE)

อ. ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร, 88 หน้า.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการควบคุมขนาดของผงเงินโดยเทคนิคโซล-เจล สารตั้งต้นซิลเวอร์ชัลเฟตขนาดเฉลี่ย 4.35 ไมครอน ถูกลดขนาดด้วยการบดโดยใช้ลูกบด ใช้เวลาในการบดสูงสุด 20 ชั่วโมง สามารถลดขนาดสุดท้ายเฉลี่ย 0.81 ไมครอน จากนั้นนำซิลเวอร์ชัลเฟตที่ผ่านการบดมาทำปฏิกิริยากับโซเดียมอัลลอยไซด์เกิดเป็นซิลเวอร์อัลลอยไซด์ และนำมารีดิวซ์ด้วยกลีเซรออลที่อุณหภูมิ 150°C และ 180°C เป็นเวลา 30 นาที และ 1 ชั่วโมง ผงเงินที่ผลิตได้มีรูปทรงคล้ายสมองหรือປะการัง ซึ่งมีลักษณะเป็นกิงอนุภาคเงินที่เกาะรวมตัวกัน การกระบวนการซิลเวอร์-อัลลอยไซด์ขัณฑ์รีดิวซ์จะทำให้การกระจายตัวของขนาดผงเงินติกว่าเมื่อเทียบกับไม่กวน เมื่อวิเคราะห์ผงเงินด้วยเครื่อง XRD พบว่าเป็นโลหะเงิน และมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC อนุภาคเงินเฉลี่ยที่วัดได้จาก SEM มีขนาดตั้งแต่ 60 ถึง 250 นาโนเมตร และมีขนาดผงเงินเฉลี่ย 6 ถึง 300 ไมครอน ใน การผลิตผงเงินที่อุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ นี้ไม่มีผลต่อขนาดผง และขนาดอนุภาค เมื่อทำการวัดพื้นที่ผิวโดยวิธี BET พบว่าถ้าสารตั้งต้นกระจายตัวดี ผงเงินที่ได้จะมีพื้นที่ผิวสูง พื้นที่ผิวสูงอยู่ในช่วงประมาณ 1.1 ถึง 2.9 m²/g และความหนาแน่นปูากฎอยู่ในช่วง 0.6 ถึง 1.2 g/cm³

ภาควิชา วิศวกรรมโลหการ	ลายมือชื่อนิสิต..... วิจัติพง วงศ์สุวรรณ
สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 10 นพดล มนตรีธรรม
ปีการศึกษา 2550.....	

4770220021 : MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD: SILVER POWDER / SOL-GEL TECHNIQUE

KITTIPORN WONGSUWAN : PARTICLE SIZE CONTROL IN SILVER POWDER
PRODUCTION BY SOL-GEL TECHNIQUE . THESIS ADVISOR :
ASST.PROF.EKASIT NISARATANAPORN, Ph.D., 88 pp.

This research was to study A particle size control in silver powder production by sol-gel technique. Silver sulfate as a precursor with average size of 4.35 micron has been ground using ball mill for the maximum period of 20 hours. The final average size of silver sulfate was 0.81 micron. It was reacted with sodium alcoide thereby formed silver alcoide. Then silver alcoide was reduced by glycerol at 150°C and 180°C for 30 minutes and 1 hour to obtain silver powder with brain-like or coral shapes which formed in branches of clustered silver particles. Stirring silver alcoide provided the better uniform distribution of silver powder comparing with the unstirred condition. When using XRD analysis it was found that this process can produce silver metal with FCC crystal structure. By using SEM to detect size of particle and powder, the average particle sizes are in the range of 60-250 nm and the average powder size; is agglomerated particles are 6 to 300 micron. The holding temperature and holding time in glycerol condition affected insignificantly to powder and particle sizes. In addition to the surface areas were measured by BET method. It was found if silver powder is uniform distribution, surface areas will be high. The high surface areas are approximate in the range of 1.1-2.9 m²/g and apparent density is in the range of 0.6-1.2 g/cm³.

Department Metallurgical Engineering Student's กนกวรรณ ใจดี
Field of study Metallurgical Engineering Advisor's ดร. Ekasit Nisarataporn
Academic year 2007

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยดีจากความกรุณาอย่างยิ่งของ พศ.ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร ที่ให้คำปรึกษา ความรู้ และคำแนะนำต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัย รวมทั้งกรุณาช่วยตรวจสอบแก้ไขเนื้อหาวิทยานิพนธ์ ผู้วิจัยจึงขอขอบพระคุณท่านเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชาคร จาฤพิสิฐธร ประธานกรรมการวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ ที่ได้สละเวลาอันมีค่าเยี่ยงรับเป็นกรรมการวิทยานิพนธ์ และได้ให้คำแนะนำ ชี้แนะประเด็นอันเป็นประโยชน์ต่อการทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งยังได้เสนอแนะแนวทางแก้ไขปรับปรุงวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ด้วยดีเสมอมา รวมถึงผู้วิจัยขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำเครื่องวิเคราะห์ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี และสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ ที่มาช่วยเหลือในการทำวิทยานิพนธ์ ที่ยำนาคมความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่างๆ ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ขึ้น

ผู้วิจัยขอขอบคุณบิดามารดาที่รักยิ่งของผู้วิจัย ที่ให้การสนับสนุนกำลังใจ และกำลังทรัพย์แก่ผู้วิจัยตลอดระยะเวลาของการศึกษา รวมถึงความรักความห่วงใยที่มีต่อผู้เขียนทำให้สามารถทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ลุล่วงไปได้ด้วยดี

นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณมิตรสนิทของผู้วิจัยทุกคน และทุกท่านที่ไม่สามารถเอียนนามได้ ครอบคลุมในที่นี้ที่เคยเป็นกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์ให้แก่ผู้เขียน

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	๑
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	๑
กิตติกรรมประกาศ.....	๒
สารบัญ.....	๓
สารบัญตาราง.....	๔
สารบัญรูปภาพ.....	๕
 บทที่ 1 บทนำ.....	 1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
 บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	 3
2.1 ประโยชน์ของผงเงิน.....	3
2.2 ความรู้เบื้องต้นสำหรับการผลิตผงเงิน.....	5
2.2.1 การลดขนาดของอนุภาค.....	5
2.1.2 เทคนิคโซล-เจล.....	6
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวกับการผลิตผงเงิน.....	7
 บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	 15
3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	15
3.1.1 วัสดุ และสารเคมีที่ใช้ในการผลิตผงเงิน.....	15
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	15
3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	15
3.2 แผนการดำเนินการทดลอง และขั้นตอนการทดลอง.....	16
3.2.1 แผนภูมิการทดลอง.....	16
3.2.2 ขั้นตอนการทดลอง.....	17

3.3 การวิเคราะห์ข้อมูล.....	18
3.3.1 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ.....	18
3.3.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ.....	18
 บทที่ 4 ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ข้อมูล.....	20
4.1 ขนาดสารตั้งต้นชิลเวอร์ชัลเฟต.....	20
4.2 ลักษณะชิลเวอร์อัลลอยก้าชีด์.....	22
4.3 ผลของการกวนต่อขนาดผงเงิน.....	23
4.4 คุณภาพของผงเงิน และปริมาณของผงเงินที่สามารถตรวจสอบได้.....	23
4.5 ผลของอุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อลักษณะทางกายภาพ.....	25
4.6 การเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเงิน.....	31
4.7 พื้นที่ผิวของผงเงิน.....	34
4.8 ผลของการเติมสารป้องกันการเกะตัวของผงเงิน.....	36
4.9 การเกิดผงเงินรูปคล้ายประภาัง.....	38
 บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	40
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	40
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	41
 รายการอ้างอิง.....	42
 ภาคผนวก.....	44
ภาคผนวก ก.....	46
ภาคผนวก ข.....	47
ภาคผนวก ค.....	77
ภาคผนวก ง.....	79
ภาคผนวก จ.....	80
ภาคผนวก ฉ.....	82
ภาคผนวก ช.....	85
ภาคผนวก ซ.....	86
ภาคผนวก ฉ.....	87

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... ๘๘

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 กรรมวิธีผลิตผงโลหะวิธีต่างๆ ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ผลิตผงโลหะเงิน ^{และสมบัติของผงเงินที่ได้.....}	5
ตารางที่ 3.1 เวลาในการบด เวลาในการทำปฏิกิริยา และอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง.....	18
ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณของผงเงินที่ได้จากการทดลอง.....	25
ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดของอนุภาคเงินซึ่งถูกรีดด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ และเวลาต่างๆ.....	32
ตารางที่ 4.3 การเปรียบพื้นที่ผิวของผงเงินที่ผลิตได้เทียบ กับงานวิจัยอื่นๆ	35
ตารางที่ ๔.1 แสดงขนาดของผงเงินที่วัดได้จากการทดลองที่ 1 จำนวน (<i>n</i>) 500 ค่า.....	54
ตารางที่ ๔.2 แสดงขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค.....	56
ตารางที่ ๔.3 แสดงขนาดผงเงินเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค.....	57
ตารางที่ ๔.4 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดจากภาพถ่ายจุลภาค.....	58
ตารางที่ ๕.1 แสดงพื้นที่ผิวของผงเงินจากกระบวนการผลิต	85
ตารางที่ ๕.1 แสดงความหนาแน่นของผงเงินจากกระบวนการผลิต	86

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
รูปที่ 2.1 การบดด้วยความเร็วที่เหมาะสมของเครื่องบดแบบไฮดรอกบล	6
รูปที่ 2.2 ภาพ SEM ของผงเงินที่อุณหภูมิ (a) 23°C (b) 60°C	9
รูปที่ 2.3 ภาพถ่ายจุลภาคจาก FESEM ของผงเงินออกไซด์	10
รูปที่ 2.4 ภาพถ่ายจุลภาคจาก FESEM ของผงเงินขนาดนาโน	10
รูปที่ 2.5 SEM ของผงเงินที่เตรียมจาก SFS ในน้ำเป็นเวลา 30 นาที (a) มาตรฐาน 5 ไมครอน และ (b) 2 ไมครอน	11
รูปที่ 2.6 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70°C (a) ที่กำลังขยาย 80 เท่า และ (b) ที่กำลังขยาย 800 เท่า	12
รูปที่ 2.7 ผงเงินใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 450°C ที่กำลังขยาย 800 เท่า	12
รูปที่ 2.8 เงินจากการเติม polysaccharide	14
รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง	16
รูปที่ 4.1 ผลจากเครื่อง LPSA แสดงขนาดชิลเวอร์ชัลเฟตที่ผ่านการบดที่เวลาต่างๆ	20
รูปที่ 4.2 สารตั้งต้นชิลเวอร์ชัลเฟตไม่บด (ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 4.35 ± 0.33 ไมครอน)	21
รูปที่ 4.3 สารตั้งต้นชิลเวอร์ชัลเฟตบด 5 ชั่วโมง (ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 2.88 ± 0.09 ไมครอน)	21
รูปที่ 4.4 สารตั้งต้นชิลเวอร์ชัลเฟตบด 10 ชั่วโมง (ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 1.35 ± 0.33 ไมครอน)	21
รูปที่ 4.5 สารตั้งต้นชิลเวอร์ชัลเฟตบด 20 ชั่วโมง (ขนาดเฉลี่ยผงเงิน 0.81 ± 0.04 ไมครอน)	21
รูปที่ 4.6 แสดงขนาดเฉลี่ยของผงชิลเวอร์ชัลเฟตซึ่งผ่านการบดที่เวลาต่างๆ	22
รูปที่ 4.7 ภาพจากเครื่อง SEM เปรียบเทียบขนาดระหว่าง (a)ชิลเวอร์ชัลเฟตผ่านการบด 10 ชั่วโมง กับ (b) ชิลเวอร์ชัลโคกไนซ์จากชิลเวอร์ชัลเฟตผ่านการบด 10 ชั่วโมง	22
รูปที่ 4.8 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ไม่กวนระหว่างการรีดิวาร์	23
รูปที่ 4.9 ผงเงินสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กวนระหว่างการรีดิวาร์	23
รูปที่ 4.10 กราฟ XRD ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 4.35 ไมครอน	24
รูปที่ 4.11 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที	27

รูปที่ 4.12 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 2.88 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที.....	27
รูปที่ 4.13 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 1.35 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที.....	27
รูปที่ 4.14 ผงเงินจากสารตั้งต้นขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที.....	27
รูปที่ 4.15 กราฟเปรียบเทียบขนาดผงเงินเฉลี่ยกับขนาดสารตั้งต้นเฉลี่ย.....	28
รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจุลภาคของผงเงินจากเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 4,500 เท่า.....	29
รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจุลภาคของผงเงินจากเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า.....	30
รูปที่ 4.18 กราฟเปรียบเทียบขนาดของสารตั้งต้นเฉลี่ยกับขนาดอนุภาคเฉลี่ย จากภาพถ่ายจุลภาค.....	33
รูปที่ 4.19 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคเฉลี่ยกับขนาดผลึกเงินเฉลี่ย.....	33
รูปที่ 4.20 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของสารตั้งต้นกับพื้นที่ผิว.....	34
รูปที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวกับขนาดอนุภาค.....	35
รูปที่ 4.22 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปปริવัชซิลเวอร์อัลลอยด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที (a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน.....	36
รูปที่ 4.23 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปปริવัชซิลเวอร์อัลลอยด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (a) คอลloyd (b) ตะกอนผงเงิน.....	36
รูปที่ 4.24 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปปริવัชซิลเวอร์อัลลอยด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 30 นาที (a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน.....	37
รูปที่ 4.25 ผงเงินจากการเติมแป้งลงในกลีเซอรอลก่อนนำไปปริวัชซิลเวอร์อัลลอยด์ขนาด 0.81 ไมครอน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (a) คอลลอยด์ (b) ตะกอนผงเงิน.....	37
รูปที่ 4.26 แผนภาพแสดงการเกิดผงเงิน.....	39
รูปที่ ๔.๑ ตัวอย่างการวัดขนาดซิลเวอร์ชัลเฟต (1) ไม่บด (2) บด 5 ชั่วโมง (3) บด 10 ชั่วโมง และ (4) บด 20 ชั่วโมง.....	47
รูปที่ ๔.๒ การทดลองที่ 1 สารตั้งต้นขนาด 4.35 ไมครอน (ไม่บด) ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C เป็น เวลา 30 นาที.....	48

รูปที่ ค.1 กราฟ XRD ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 2.88 ไมครอน (ซิลเวอร์ชัลเฟตบด 5 ชั่วโมง) ทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างๆ.....	77
รูปที่ ค.2 กราฟ XRD ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 1.35 ไมครอน (ซิลเวอร์ชัลเฟตบด 10 ชั่วโมง) ทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างๆ.....	77
รูปที่ ค.3 กราฟ XRD ของผงเงินผลิตจากสารตั้งต้นขนาดเฉลี่ย 0.81 ไมครอน (ซิลเวอร์ชัลเฟตบด 20 ชั่วโมง) ทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างๆ.....	78
รูปที่ จ.1 ขนาดผลิตภัณฑ์ผงเงินจากสารตั้งต้นไม่บด.....	80
รูปที่ จ.2 ขนาดผลิตภัณฑ์ผงเงินจากสารตั้งต้นบด 5 ชั่วโมง.....	80
รูปที่ จ.3 ขนาดผลิตภัณฑ์ผงเงินจากสารตั้งต้นบด 10 ชั่วโมง.....	81
รูปที่ จ.4 ขนาดผลิตภัณฑ์ผงเงินจากสารตั้งต้นบด 20 ชั่วโมง.....	81
รูปที่ ฉ.1 ซิลเวอร์ชัลเฟตหลังจากถูกรีดิวช์ด้วยกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง...87	