

การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงซึ่งก็ออกไซด์จากกากของเสียฝุ่น
สังกะสีด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

นางสาวกรกมล เนตรชลายุทธ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2554

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

SYNTHESIS OF ZINC OXIDE PHOTOCATALYST NANOPARTICLES FROM Zn-DUST
WASTE BY HYDROTHERMAL METHOD

Miss Kornkamol Natrchalayuth

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงซิงก์ออกไซด์จากกากของเสียฝุ่นสังกะสีด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

โดย

นางสาวกรกมล เนตรชลายุทธ์

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจิตวรกุล

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริพันธ์ุ เจียมศิริเลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจิตวรกุล)

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ดร. ศิริพร ลาภเกียรติถาวร)

กรกมล เนตรขลายุทธ์ : การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงซึ่งก่อก่อไอซ์จากกากของเสียฝุ่นสังกะสีด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล. (SYNTHESIS OF ZINC OXIDE PHOTOCATALYST NANOPARTICLES FROM Zn-DUST WASTE BY HYDROTHERMAL METHOD) อ. ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร. พรมา สุจิตตวรกุล, 126 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์ซึ่งก่อก่อไอซ์ที่มีอนุภาคนาโนเมตรจากกากของเสียฝุ่นสังกะสีที่ได้จากอุตสาหกรรมชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน มาใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยศึกษาตัวแปรต่างๆ ในการสังเคราะห์ ได้แก่ ชนิดของกรดที่ใช้ในการละลายสารตั้งต้น ค่าความเป็นกรดต่าง ในการตกตะกอน อุณหภูมิ เวลา และการเติมสารช่วยกระจายตัวเอชพีซี ต่อสมบัติทาง เฟส สัณฐานของอนุภาค พื้นที่ผิว และ สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงโดยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู จากผลการวิเคราะห์ พบว่าการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดไนตริกและซัลฟิวริกให้ซึ่งก่อก่อไอซ์ที่มีสัณฐานต่างกัน ซึ่งก่อก่อไอซ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยกรดไนตริกมีความบริสุทธิ์และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงสูงกว่า โดยพีเอชในการตกตะกอนเป็นตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อสัณฐาน ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง นอกจากนี้อุณหภูมิและเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลที่เหมาะสมช่วยส่งเสริมความเป็นผลึกของซึ่งก่อก่อไอซ์ และส่งเสริมประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ส่วนผลการเติม HPC พบว่าการเติมปริมาณที่เหมาะสมช่วยส่งเสริมให้อนุภาคกระจายตัวดีและเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายเมทิลีนบลู แต่การเติมในปริมาณน้อยหรือมากเกินไปทำให้อนุภาคเกิดการเกาะกลุ่มกัน จากการศึกษาพบว่าอนุภาคซึ่งก่อก่อไอซ์บริสุทธิ์รูปร่างแท่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 63 นาโนเมตร ความยาวประมาณ 121 นาโนเมตร และพื้นที่ผิว 15.10 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเตรียมจากการละลายฝุ่นสังกะสีด้วยกรดไนตริก ปรับค่าพีเอชในการตกตะกอนที่ 12 เติมเอชพีซี 0.025 กรัม และผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แสดงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูสูงที่สุด และแสดงสมบัติการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียที่ดี โดยทดสอบกับเชื้อ *E.coli*

ภาควิชา วัสดุศาสตร์..... ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

ปีการศึกษา 2554.....

5372204223 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: Zn-DUST WASTE / ZINC OXIDE / HYDROTHERMAL / PHOTOCATALYST

KORNKAMOL NATRCHALAYUTH : SYNTHESIS OF ZINC OXIDE PHOTOCATALYST
NANOPARTICLES FROM Zn-DUST WASTE BY HYDROTHERMAL METHOD.

ADVISOR : ASST. PROF. PORNAPA SUJARIDWORAKUN, Ph.D., 126 pp.

This research studied on the synthesis of nano sized zinc oxide particles using zinc dust waste from hot-dip galvanizing process as a starting material via hydrothermal method. The effects of synthesis parameters, i.e. types of precursors, precipitation pH, temperature and time, on phase, morphology, surface area and photocatalytic activity for degradation of methylene blue solution of synthesized powders were investigated. As the results, it was found that by using nitrate and sulfate precursors, the phase purity and difference in particle morphology was obtained. The purity and photocatalytic activity of ZnO obtained from a nitrate precursor had higher than that obtained from a sulfate. The precipitation pH had played an important role on morphology and surface area of synthesized ZnO which had direct effect on photoacatalytic activity. Moreover, it was shown that the proper hydrothermal reaction temperature and time could promote the crystallization and crystallinity of ZnO resulted in the improvement in photocatalytic activity. In addition, by adding the optimum amount of HPC, the photocatalytic activity was enhanced due to better particle dispersion. While adding of less or excessive amount of HPC brought about particle agglomeration. From this work, it was obtained that high purity crystalline ZnO nanorod with 63 nm in diameter, 121 nm in length and surface area of $15.10 \text{ m}^2/\text{g}$ synthesized from nitric precursor at pH 12 with HPC 0.025g and then hydrothermally at 170°C for 8 h showed the highest photocatalytic activity. Moreover, the synthesized ZnO powder had good antibacterial activity tested by colony count method with *E.Coli*.

Department : Materials Science..... Student's Signature

Field of Study : Ceramic Technology..... Advisor's Signature

Academic Year : 2011.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ การสนับสนุนและความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากท่านทั้งหลายและหน่วยงานต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจิตตวรกุล อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ ความช่วยเหลือและการแก้ไขปัญหาตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยมาด้วยดี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และคณาจารย์ทุกท่าน ที่กรุณาเสียสละเวลาอันมีค่า มาให้ความรู้ คำชี้แนะเกี่ยวกับแนวทางในงานวิจัย และแก้ไขข้อบกพร่องของรูปเล่มวิทยานิพนธ์ให้ถูกต้องและสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนทั้งทางด้านบุคลากร สถานที่และเครื่องมือในระหว่างทำวิจัย

ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง และบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับทุนการศึกษาและทุนวิจัย

บริษัท แบซิฟิกไฟฟ์ จำกัด (มหาชน) ที่เอื้อเฟื้อผู้พิมพ์สงกะสี

ขอขอบคุณพี่ๆ น้องๆ และเพื่อนในสาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่คอยเป็นกำลังใจ ให้คำปรึกษา แลกเปลี่ยนความคิดเห็น และให้ช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวของผู้เขียนที่คอยอบรมสั่งสอน เป็นกำลังใจและให้การสนับสนุนในทุกๆ ด้าน ทำให้การศึกษาสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญภาพ	ฏ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 อุตสาหกรรมชุบโลหะ.....	3
2.1.1 กรรมวิธีการผลิตการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (hot dip galvanizing)	4
2.2 ซิงก์ออกไซด์ (Zinc Oxide).....	7
2.3 กระบวนการเตรียมซิงก์ออกไซด์.....	8
2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalyst)	10
2.4.1 หลักการของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (photocatalytic process)	10
2.4.2 พลังงานแสง	11
2.4.3 ชนิดของตัวคะตาลีสต์	12
2.4.4 กลไกในการเกิดตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalyst)	14
2.5 การกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอย	16
2.6 สารช่วยกระจายตัว (dispersant)	19
2.7 สมบัติการต้านแบคทีเรีย	20
2.7.1 <i>Escherichia coli</i>	20
2.7.2 สารต้านแบคทีเรีย.....	21
2.7.3 สารต้านแบคทีเรียอนินทรีย์นาโน.....	22

	หน้า
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	25
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	32
3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	32
3.2 วิธีการวิจัยและแผนผังงานวิจัย	32
3.2.1 ศึกษาสมบัติเฉพาะของสารตั้งต้น (ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน)	32
3.2.2 การเตรียมสารละลายตั้งต้น	33
3.2.3 ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์	34
3.2.4 ศึกษาผลการเติมสารช่วยกระจายตัว (HPC)	36
3.3 วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้	38
3.3.1 วิเคราะห์โครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของผงซิงก์ออกไซด์	38
3.3.2 โครงสร้างผลึกและขนาดผลึก	38
3.3.3 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา (morphology) และขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์	39
3.3.4 วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area)	39
3.3.5 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalytic activity)	40
3.3.6 วิเคราะห์ประจุที่ผิวของอนุภาค	41
3.3.7 ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution)	41
3.3.8 สมบัติการต้านการเติบโตของแบคทีเรีย	41
3.3.8.1 การวิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยวิธี Spread plate	41
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	44
4.1 ผลการศึกษาสมบัติของสารตั้งต้น	44
4.1.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ	44
4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี	45
4.2 ผลการศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริก	46
4.2.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบตะกอนสารตั้งต้นที่ไม่ละลายในกรดซัลฟิวริก	46
4.2.2 ผลของค่าพีเอชในการตกตะกอน	47
4.2.2.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ	47
4.2.2.2 ผลวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค	51

4.2.2.3 ผลวิเคราะห์อัตราการผลิตปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง.....	55
4.2.3 ผลของอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล.....	57
4.2.3.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ.....	57
4.2.3.2 ผลวิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค.....	58
4.2.3.3 ผลวิเคราะห์อัตราการผลิตปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง.....	59
4.2.4 ผลของเวลาในการไฮโดรเทอร์มัล.....	60
4.2.4.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ.....	60
4.2.4.2 ผลวิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค.....	62
4.2.4.3 ผลวิเคราะห์อัตราการผลิตปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง.....	64
4.2.5 องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้.....	65
4.2.6 ผลการทดสอบความสามารถในการต้านแบคทีเรียของผงซิงก์ออกไซด์ ที่สังเคราะห์ได้.....	66
4.3 ผลการศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดไนตริก.....	67
4.3.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบตะกอนสารตั้งต้นที่ไม่ละลายในกรดไนตริก.....	67
4.3.2 ผลของพีเอชในการตกตะกอน.....	68
4.3.2.1 ผลวิเคราะห์อัตราการผลิตปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง.....	75
4.3.2.2 ผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล.....	77
4.3.2.3 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ.....	78
4.3.2.4 ผลของเวลาไฮโดรเทอร์มัล.....	80
4.3.3 ความสามารถในการต้านแบคทีเรียของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้.....	84
4.3.4 องค์ประกอบทางเคมี.....	85
4.4 ผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (hydroxypropyl cellulose, HPC).....	85
4.4.1 ผลการศึกษาเฟสและขนาดผลึก.....	86
4.4.2 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐาน ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิว.....	87
4.4.3 ผลการศึกษาการกระจายขนาดของอนุภาค.....	90
4.4.4 ผลการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง.....	92
4.4.5 ผลการศึกษสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย.....	93

4.5 ผลการศึกษาผลของพีเอสอาร์ละลายเมทิลีนบลูต่อสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	
เชิงแสงของซิงก์ออกไซด์	95
4.5.1 ผลการศึกษาประจุผิวของอนุภาคด้วยเครื่อง Zeta potential	95
4.5.2 ผลการศึกษาผลของพีเอสอาร์ละลายเมทิลีนบลูต่อประสิทธิภาพของ	
ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงซิงก์ออกไซด์	97
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ	98
5.1 สรุปผลการวิจัย	98
5.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยเพิ่มเติม	99
รายการอ้างอิง	100
ภาคผนวก	107
ภาคผนวก ก	108
ภาคผนวก ข	123
ภาคผนวก ค	125
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	126

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1	ค่าพลังงานแถบช่องว่างของสารกึ่งตัวนำชนิดต่างๆ 13
ตารางที่ 2.2	แสดงกลไกในการต่อต้านแบคทีเรียของวัสดุนาโนต่างๆ และการนำไปใช้งาน 23
ตารางที่ 2.3	งานวิจัยที่สังเคราะห์หึ่งก้ออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะต่างๆ.... 26
ตารางที่ 4.1	องค์ประกอบทางเคมีในฝุ่นผงสังกะสี..... 45
ตารางที่ 4.2	พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ 51
ตารางที่ 4.3	พื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วย กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ 58
ตารางที่ 4.4	พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วย กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ..... 62
ตารางที่ 4.5	องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ 65
ตารางที่ 4.6	พื้นที่ผิวจำเพาะของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ หลังการไฮโดรเทอร์มัล..... 72
ตารางที่ 4.7	พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสารตัวอย่างที่เตรียมด้วย กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ 78
ตารางที่ 4.8	พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วย กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ..... 81
ตารางที่ 4.9	องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ 85
ตารางที่ 4.10	พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสารตัวอย่างที่เติม สารช่วยกระจายตัว HPC ที่ปริมาณต่างๆ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล..... 86
ตารางที่ 4.11	ค่า zeta potential ของหึ่งก้ออกไซด์ที่เตรียมด้วยการเติมและ ไม่เติม HPC..... 95

สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1	ภาพขยายของชั้นผิวเคลือบสังกะสีประกอบด้วยชั้นของเหล็กที่เป็นชั้นงาน อยู่ด้านในถัดมาเป็นชั้นโลหะผสมเหล็กสังกะสี (zinc alloy) และเป็นชั้นสังกะสี อยู่ผิววนอกสุด.....	4
ภาพที่ 2.2	ชั้นผิวเคลือบของการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน.....	5
ภาพที่ 2.3	ขั้นตอนวิธีการชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน.....	6
ภาพที่ 2.4	แผ่นผงสังกะสีจากระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน.....	6
ภาพที่ 2.5	โครงสร้างผลึกของซิงก์ออกไซด์ (ง) เวิร์ทไซด์ (ข) ซิงก์เบลน และ (ค) ร็อกซอลท์ ...	7
ภาพที่ 2.6	พลังงานของการเกิดปฏิกิริยาของสารอินทรีย์.....	10
ภาพที่ 2.7	องค์ประกอบของรังสียูวี.....	12
ภาพที่ 2.8	กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของซิงก์ออกไซด์.....	15
ภาพที่ 2.9	ความสัมพันธ์ของพลังงานศักย์ระหว่างอนุภาค.....	17
ภาพที่ 2.10	การ stabilization ของอนุภาคเซรามิก (ง) Electrostatic stabilization.....	19
ภาพที่ 2.11	ลักษณะของแบคทีเรีย <i>Escherichia coli</i>	21
ภาพที่ 2.12	กลไกการต้านแบคทีเรียของอนุภาคนาโน.....	24
ภาพที่ 2.13	ลักษณะ flower-like rod ของอนุภาคซิงก์ออกไซด์.....	25
ภาพที่ 2.14	ภาพถ่าย FE-SEM ของซิงก์ออกไซด์ (hexagonal pyramid).....	27
ภาพที่ 2.15	ภาพถ่าย TEM ของซิงก์ออกไซด์ (ZnO nanorods).....	28
ภาพที่ 2.16	แบบจำลองของการเคลือบด้วย oleic acid ที่ผิวของซิงก์ออกไซด์ ขนาดนาโนเมตร.....	29
ภาพที่ 2.17	ภาพถ่าย FE-SEM ของซิงก์ออกไซด์ ไฮโดรเทอร์มัลที่เวลา 6 ชั่วโมง.....	30
ภาพที่ 2.18	ภาพถ่าย SEM แสดงผลของชนิดและปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อรูปร่างของ..	31
ภาพที่ 3.1	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น.....	33
ภาพที่ 3.2	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์.....	35
ภาพที่ 3.3	แผนผังแสดงสูตรโครงสร้างของพอลิเมอร์ HPC.....	36
ภาพที่ 3.4	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ออกไซด์ที่เติม สารช่วยกระจายตัว.....	37
ภาพที่ 3.5	วิธีการทำให้เชื้อกระจาย (Spread plate).....	42

ภาพที่ 3.6	ขั้นตอนการเจือจางแบคทีเรียแบบ serial dilution.....	43
ภาพที่ 4.1	กราฟ XRD ของฝุ่นผงสังกะสี (Zinc-dust waste).....	45
ภาพที่ 4.2	กราฟ XRD ของส่วนประกอบของฝุ่นผงสังกะสีในส่วน.....	46
ภาพที่ 4.3	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล.....	47
ภาพที่ 4.4	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่พีเอชต่างๆ หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัล.....	48
ภาพที่ 4.5	สัณฐานของ Zn (II) ions species ที่พีเอชต่างๆ วัดที่ 25°C.....	49
ภาพที่ 4.6	ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้.....	52
ภาพที่ 4.7	ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....	53
ภาพที่ 4.8	ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....	54
ภาพที่ 4.9	อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทิลีนบลูของ.....	56
ภาพที่ 4.10	อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงซิงก์ออกไซด์.....	56
ภาพที่ 4.11	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 และผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ (ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส.....	57
ภาพที่ 4.12	ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ (ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส.....	58
ภาพที่ 4.13	อัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู.....	59
ภาพที่ 4.14	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัล.....	60
ภาพที่ 4.15	ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัล.....	62
ภาพที่ 4.16	ภาพ TEM ที่กำลังขยายสูงของผงซิงก์ออกไซด์.....	63
ภาพที่ 4.17	อัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของ.....	64
ภาพที่ 4.18	จำนวนแบคทีเรียชนิด <i>E.coli</i> ที่เหลือหลังจากทำการ incubate.....	66
ภาพที่ 4.19	กราฟ XRD ของส่วนประกอบของฝุ่นผงสังกะสีในส่วน.....	67
ภาพที่ 4.20	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชต่างๆ ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล....	68
ภาพที่ 4.21	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชต่างๆ หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัล.....	69
ภาพที่ 4.22	ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้.....	71
ภาพที่ 4.23	ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....	73

ภาพที่ 4.24	ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....	74
ภาพที่ 4.25	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของ	76
ภาพที่ 4.26	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของ	76
ภาพที่ 4.27	กราฟ XRD แสดงผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัลต่อการเกิดผลึก ของซิงก์ออกไซด์	77
ภาพที่ 4.28	โครงสร้างจุลภาคด้วย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ ไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ.....	78
ภาพที่ 4.29	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู	79
ภาพที่ 4.30	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ	80
ภาพที่ 4.31	ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่เวลาไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ	81
ภาพที่ 4.32	ภาพ TEM ที่กำลังขยายสูงของผงซิงก์ออกไซด์.....	82
ภาพที่ 4.33	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู	82
ภาพที่ 4.34	จำนวนแบคทีเรียชนิด <i>E.coli</i> ที่เหลือหลังจากทำการ incubate สัมผัสกับ ผงตัวอย่าง.....	84
ภาพที่ 4.35	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยการเติม HPC ปริมาณต่างๆ กัน	86
ภาพที่ 4.36	ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยเติม HPC ที่ปริมาณต่างๆ	87
ภาพที่ 4.37	ภาพถ่าย TEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยเติม HPC ที่ปริมาณต่างๆ	88
ภาพที่ 4.38	ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยายสูงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียม	89
ภาพที่ 4.39	การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ โดยเติมสารช่วยกระจายตัว..	90
ภาพที่ 4.40	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงซิงก์ออกไซด์.....	92
ภาพที่ 4.41	จำนวนแบคทีเรียชนิด <i>E.coli</i> ที่เหลือหลังจากทำการ incubate.....	93
ภาพที่ 4.42	โครงสร้างจุลภาคลักษณะของเซลล์ <i>E.coli</i>	93
ภาพที่ 4.43	ค่า zeta potential ของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ที่พีเอชต่างๆ	95
ภาพที่ 4.44	ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู ซึ่งมีค่าพีเอชเป็น 12 ของตัวเร่งปฏิกิริยาของผงตัวอย่างที่ก่อนและหลังเติมสารช่วยกระจายตัว ที่ปริมาณต่างๆ.....	97

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

อุตสาหกรรมการผลิตเหล็กแผ่นหรือท่อโลหะมีกระบวนการชุบโลหะด้วยสังกะสีแบบจุ่มร้อนเพื่อช่วยในเรื่องความสวยงามและการป้องกันการกัดกร่อนของโลหะและเพื่อยืดอายุการใช้งานให้นานมากขึ้น จากกระบวนการดังกล่าวนี้จะได้ฝุ่นผงที่ประกอบไปด้วยโลหะและออกไซด์ของสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก เป็นกากของเสียในปริมาณมากแต่ละปี ซึ่งจะถูกส่งขายไปยังโรงงานถลุงในราคาถูกเพื่อทำให้บริสุทธิ์และหลอมเป็นแท่งเพื่อขายให้อุตสาหกรรมต่างๆ ต่อไป ดังนั้นจึงมีแนวคิดในการเพิ่มมูลค่าแก่ฝุ่นผงสังกะสีที่ได้นี้ โดยนำมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร เนื่องจากซิงก์ออกไซด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเด่นหลายประการและถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลากหลาย⁽¹⁾ เช่น อุตสาหกรรมสี ยาง สิ่งทอ เซรามิก เครื่องสำอาง เป็นต้น โดยเฉพาะซิงก์ออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรจะแสดงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและต้านเชื้อแบคทีเรียได้^(2, 3) ทำให้นำไปใช้งานได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น โดยการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรมีรายงานการเตรียมด้วยกันหลายวิธี เช่น วิธีการตกตะกอน ไมโครเวฟ โซล-เจล การสลายตัวทางความร้อน สเปร์ยไพโรไลซิส^(4, 5) ซึ่งกระบวนการส่วนใหญ่เหล่านี้มีข้อจำกัด อาทิ เป็นกระบวนการเตรียมที่ซับซ้อน ต้องการการควบคุมพิเศษ ใช้อุณหภูมิการเตรียมสูง ใช้สารตั้งต้นราคาสูงที่เป็นเกลือของสังกะสี ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ใช้อุณหภูมิในการเตรียมต่ำโดยไม่ต้องผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้เกิดผลึก จึงเป็นการบวนการที่ใช้พลังงานต่ำ นอกจากนี้สารที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและสามารถควบคุมขนาดและรูปร่างผลึกได้ดี การเตรียมโดยใช้กากของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนนี้เป็นสารตั้งต้น นับว่าเป็นการใช้ทรัพยากรที่มีอยู่อย่างคุ้มค่าและเพิ่มมูลค่าให้กับกากของเสียอุตสาหกรรม ซึ่งยังไม่มีรายงานการศึกษามาก่อน

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาผลของตัวแปรในกระบวนการเตรียม ได้แก่ ความเข้มข้นของสารที่ใช้ตกตะกอน ค่าความเป็นกรดต่างในการตกตะกอน อุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มัลและผลการเติมสารช่วยกระจายตัว ต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง และ

สมบัติการต้านการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย เพื่อให้ได้วัสดุที่มีประสิทธิภาพในการนำไปใช้งานต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรซิงก์ออกไซด์จากฝุ่นสังกะสีที่เป็นกากของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล เพื่อการใช้งานทางด้านการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและต้านเชื้อแบคทีเรีย

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาผลของค่าความเป็นกรดต่าง อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเตรียม ต่อสมบัติทางกายภาพความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่เตรียมได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

2. ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค HPC ต่อสมบัติทางกายภาพและความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ซิงก์ออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรซึ่งเตรียมจากฝุ่นสังกะสีที่เป็นของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนที่มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์และต้านเชื้อแบคทีเรีย

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันซิงก์ออกไซด์เป็นที่รู้จักกันอย่างแพร่หลายและสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมายทางด้านอุตสาหกรรมต่างๆ ทำให้มีการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์กันอย่างแพร่หลาย ซึ่งงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการ สังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มัลจากกากของเสียฝุ่นสังกะสีที่ได้จากกระบวนการชุบโลหะด้วยสังกะสีแบบจุ่มร้อน เพื่อการใช้งานทางด้านตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและด้านเชื้อแบคทีเรีย หรือนำไปประยุกต์ใช้ในด้านมลภาวะทางน้ำและอากาศ เป็นต้น โดยในบทนี้จะกล่าวถึงอุตสาหกรรมกระบวนการชุบเคลือบสังกะสี สมบัติทั่วไปของซิงก์ออกไซด์ กระบวนการต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์และปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อสมบัติของซิงก์ออกไซด์ด้านตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง รวมถึงสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยซิงก์ออกไซด์ และงานวิจัยผ่านมาที่เกี่ยวข้อง

2.1 อุตสาหกรรมชุบโลหะ

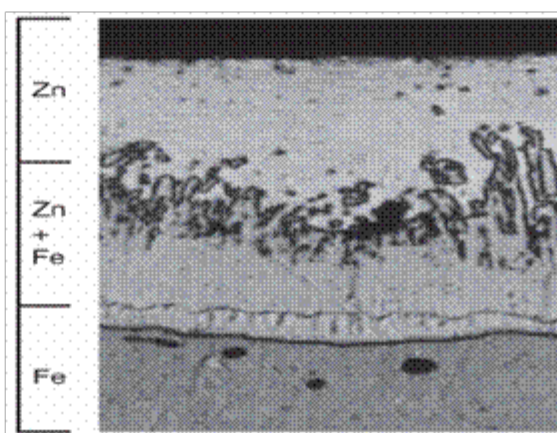
อุตสาหกรรมชุบโลหะเป็นอุตสาหกรรมที่ช่วยป้องกันการเกิดสนิมหรือการกัดกร่อนของเหล็กและเหล็กกล้าเมื่อวางทิ้งไว้ในอากาศ สนิมเหล็กคือสารประกอบเหล็กออกไซด์จะเกิดเมื่อเหล็กสัมผัสกับน้ำและออกซิเจน จนเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและปฏิกิริยารีดักชันขึ้นที่เนื้อเหล็ก ดังนั้นวิธีที่จะป้องกันเหล็กหรือเหล็กกล้าไม่ให้เกิดการสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมภายนอกคือ การเคลือบสารปิดทับผิวเหล็กไว้ จุดประสงค์ในการเคลือบผิวของเหล็กคือ เพื่อตกแต่งผิวของผลิตภัณฑ์ให้เกิดความสวยงาม แวววาว เพื่อป้องกันการกัดกร่อน เพิ่มความทนทาน นอกจากนี้ยังช่วยยืดอายุการใช้งานให้นานมากขึ้นและเพื่อวัตถุประสงค์เฉพาะ ได้แก่ การนำไฟฟ้า (electrical conductivity), การช่วยในงานเชื่อมประสานโลหะ (solder ability) และเพิ่มความทนทานต่อสารเคมี เป็นต้น⁽⁶⁾

สารเคลือบที่ใช้มีด้วยกันหลายชนิด สังกะสีก็เป็นสารเคลือบชนิดหนึ่งที่นิยมใช้เหล็กที่ได้จากการชุบเคลือบสังกะสีเรียกว่า เหล็กกล้าชุบเคลือบสังกะสี (galvanized steel) อุตสาหกรรมชุบเคลือบสังกะสีนี้มีด้วยกันหลายวิธี เช่น การชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (hot dip galvanizing), การเคลือบสังกะสีด้วยไฟฟ้า (electro galvanizing), การเคลือบด้วยวิธีทางกล (mechanical coatings), การพ่นเคลือบด้วยเปลวความร้อน (zinc spraying), การทำด้วยสีฝุ่นสังกะสี (zinc-

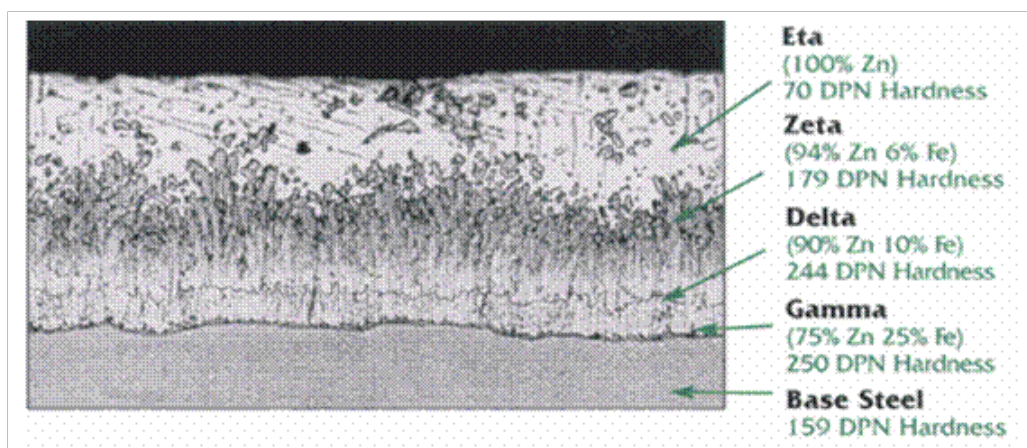
rich paints), การชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อนด้วยกระบวนการต่อเนื่อง (continuous hot dip galvanizing) และการเคลือบด้วยเทคนิคเซอร์ราไดซ์ซิง (sherardizing) ซึ่งในงานวิจัยนี้สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์หิ้งก็ออกไซด์มาจากกระบวนการชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน จึงเน้นเฉพาะกระบวนการนี้⁽⁷⁾

2.1.1 กรรมวิธีการผลิตการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (hot dip galvanizing)

การชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน จะเคลือบผิวชิ้นงานซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นเหล็กกล้าและเหล็กหล่อด้วยโลหะสังกะสี เพื่อเพิ่มความทนทานต่อการกัดกร่อน การชุบเคลือบของชิ้นงาน และเพื่อยืดอายุการใช้งาน นอกจากนี้ยังช่วยในเรื่องความสวยงาม การชุบเคลือบด้วยวิธีการจุ่มร้อนนี้เป็นวิธีที่อุตสาหกรรมนิยมใช้กัน เพราะเป็นวิธีที่มีต้นทุนการผลิตต่ำและเป็นวิธีที่ป้องกันการผุกร่อนของชิ้นงานได้ดีที่สุดในปัจจุบัน เนื่องจากในขั้นตอนการจุ่มชิ้นงานลงในบ่อชุบที่มีสังกะสีหลอมละลายอยู่โดยมีอุณหภูมิสูง ถึง 400 ถึง 460 องศาเซลเซียส จะเกิดปฏิกิริยาการสร้างชั้น (layer) ของโลหะผสมสังกะสี-เหล็ก (zinc-iron alloy) ยึดติดกันแน่นกับผิวของชิ้นงานเกิดเป็นชั้นๆ โดยชั้นนอกสุดจะเป็นชั้นของสังกะสีที่บริสุทธิ์เคลือบไว้ ดังแสดงในภาพที่ 2.1⁽⁷⁾ และส่วนชั้นที่ 2, 3 และ 4 จะเป็นชั้นที่มีความแข็งแรงมากกว่าชิ้นงาน โดยทั้งสามชั้นนี้จะเป็นชั้นที่ทนทานต่อการชุบเคลือบและการกัดกร่อนได้ดี⁽⁷⁾



ภาพที่ 2.1 ภาพขยายของชั้นผิวเคลือบสังกะสีประกอบด้วยชั้นของเหล็กที่เป็นชิ้นงานอยู่ด้านในถัดมาเป็นชั้นโลหะผสมเหล็กสังกะสี (zinc alloy) และเป็นชั้นสังกะสีอยู่ผิววนอกสุด

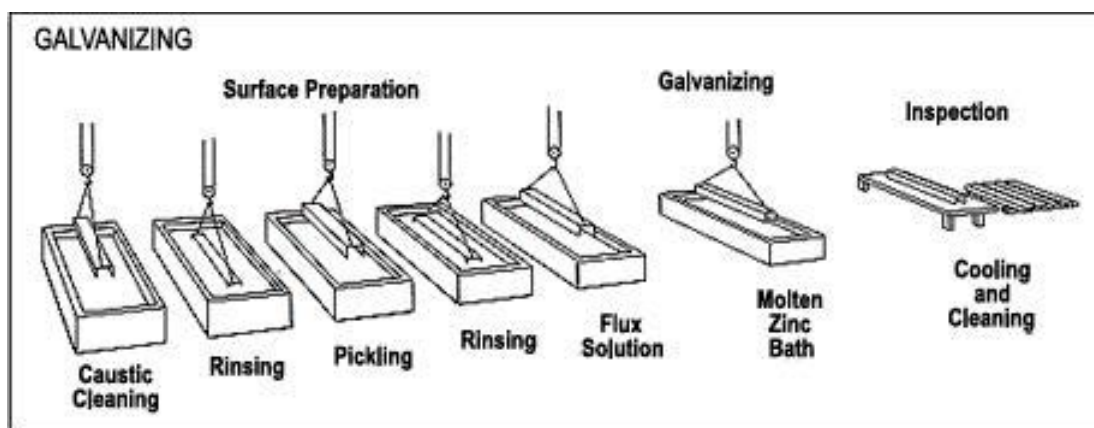


ภาพที่ 2.2 ชั้นผิวเคลือบของการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

ขั้นตอนการชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน มีดังนี้

1. การกำจัดสิ่งสกปรก (soil and grease removal – caustic cleaning) โดยใช้สารละลายด่างล้างสิ่งสกปรก คราบไขมันต่างๆ ตลอดจนถึงเศษดินออกให้สะอาด
2. การล้างด้วยน้ำ (rinsing) ใช้น้ำสะอาดล้างชิ้นงานที่ผ่านการแช่สารละลายด่าง และสารละลายกรดเพื่อกำจัดสภาพต่างและกรดออกจากผิวชิ้นงาน
3. การกัดด้วยกรด (pickling) ใช้สารละลายกรด เช่น กรดซัลฟิวริก กรดไฮโดรคลอริก ทำความสะอาดผิวโลหะ เพื่อกำจัดฟิล์มออกไซด์และสิ่งปนเปื้อนผิวโลหะออกไป
4. การแช่น้ำยาประสาน (fluxing) นำชิ้นงานเหล็กมาแช่ในน้ำยาประสาน (สารละลายซิงก์แอมโมเนียมคลอไรด์ – zinc ammonium chloride solution) เพื่อปรับความตึงผิวของเหล็กให้มีความเหมาะสมกับการเคลือบด้วยสังกะสีหลอมเหลว
5. การชุบเคลือบสังกะสี (galvanizing) นำชิ้นงานที่จะชุบเคลือบไปแช่ในอ่างสังกะสีหลอมเหลว (อุณหภูมิประมาณ 435 ถึง 455 องศาเซลเซียส) สังกะสีจะเคลือบติดกับเนื้อเหล็กหนาขึ้นตามเวลาที่ทำการแช่
6. การตกแต่งสำเร็จ (finishing) เหล็กที่ชุบเคลือบสังกะสีเสร็จแล้ว จะถูกนำมากำจัดเอาสังกะสีส่วนเกินออกโดยใช้วิธีการเขย่า (vibrating) หรือการล้าง (draining) หรือการหมุนเหวี่ยง (centrifuging) จากนั้นลดอุณหภูมิชิ้นงานโดยนำไปเป่าลมเย็น หรือนำไปชุบของเหลว (quenching) ซึ่งในขั้นตอนนี้จะได้ฝุ่นผงสังกะสีที่นำมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้ ลักษณะของฝุ่นผงสังกะสีซึ่งได้จากการทดลองแสดงในภาพที่ 2.4

การตรวจสอบ (inspection) ชิ้นงานที่เคลือบสังกะสีแล้วจะถูกส่งมาตรวจสอบความหนาของชั้นชุบเคลือบและสภาพผิวเคลือบโดยขั้นตอนการชุบจะแสดงในภาพที่ 2.3⁽⁷⁾



ภาพที่ 2.3 ขั้นตอนวิธีการชุบเคลือบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

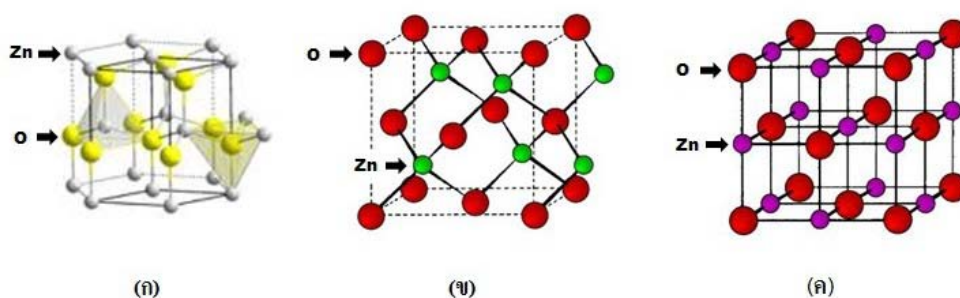


ภาพที่ 2.4 ฝุ่นผงสังกะสีจากระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

2.2 ซิงก์ออกไซด์ (Zinc Oxide)

ซิงก์ออกไซด์เป็นวัสดุในกลุ่มโลหะออกไซด์ ที่มีการนำมาใช้งานในรูปแบบของวัสดุนาโน มีลักษณะเป็นสีขาว มีความหนาแน่น 5.61 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร มวลโมเลกุล 8.14 ซิงก์ออกไซด์สามารถทำหน้าที่ได้ทั้งกรดและเบส แทบจะไม่ละลายน้ำและแอลกอฮอล์ รูปผลึกของซิงก์ออกไซด์ แบ่งออกได้เป็น 3 ชนิด ดังต่อไปนี้^(8,9)

1. เฮกซะโกนอล เวิร์ทไซด์ (hexagonal wurtzite) เป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรมากที่สุดที่สภาวะปกติ จึงเป็นรูปแบบที่พบมากที่สุด ดังแสดงในภาพที่ 2.5 (ก)⁽¹⁰⁾
2. คิวบิก ซิงก์เบลน (cubic zincblend) เป็นรูปแบบที่สามารถสร้างขึ้นโดยการปลูกซิงก์ออกไซด์ขึ้นบนซับสเตรตด้วยโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก
3. คิวบิก ร็อกซอลท์ (cubic rocksalt)⁽¹¹⁾ จะพบได้ที่ความดันสูงประมาณ 10 จิกะปาสกาล (GPa) เท่านั้น



ภาพที่ 2.5 โครงสร้างผลึกของซิงก์ออกไซด์ (ก) เวิร์ทไซด์ (ข) ซิงก์เบลน และ (ค) ร็อกซอลท์

นอกจากนั้นซิงก์ออกไซด์ยังเป็นวัสดุที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ มีสมบัติทางไฟฟ้า (electronic) และทางแสง (photonic) ที่ยอดเยี่ยม และมีสมบัติเด่นต่างๆ มากมาย⁽¹²⁾ เช่น มีช่องว่างแถบ (bandgap) กว้างโดยกว้างประมาณ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์⁽¹³⁾ มีความโปร่งใสสูง มีค่าสภาพเคลื่อนที่ได้ของอิเล็กตรอนสูง (electron mobility) มีสมบัติการเปล่งแสง (luminescence) ที่อุณหภูมิห้องที่ดี และมีสมบัติด้านเพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric) ที่ดีอีกด้วย เนื่องจากคุณสมบัติต่างๆ เหล่านี้ ซิงก์ออกไซด์จึงมีความน่าดึงดูดใจ เป็นอย่างมากที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ เช่น เซนเซอร์ (sensors) เซลล์แสงอาทิตย์ (solar cells)

อุปกรณ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric devices) และไดโอดเปล่งแสง (light-emitting diodes)⁽⁵⁾ เป็นต้น อย่างไรก็ตามซิงก์ออกไซด์ยังมีสมบัติที่ดีในด้านอื่นๆ อีกมากมาย ได้แก่ มีดัชนีการหักเหแสงที่สูง มีค่าความจุความร้อนและสภาพการนำความร้อนสูงการขยายตัวเนื่องจากความร้อนต่ำ มีคุณสมบัติการหลอมเหลวสูง มีความเสถียรทางเคมี (chemical stability) สูง^(14, 15) มีสมบัติในการต้านแบคทีเรียที่ดี⁽³⁾ นอกจากนี้จากสมบัติที่เรื้อรังแล้วยังช่วยป้องกันและยับยั้งการแบ่งเซลล์ของแบคทีเรียด้วยเหตุผลนี้ ซิงก์ออกไซด์จึงเป็นหนึ่งในสารที่สำคัญในการใช้เป็นยาต้านแบคทีเรีย มีสมบัติในการป้องกันรังสียูวีที่ดี โดยสามารถป้องกันได้ทั้งรังสียูวีเอ (UV-A) ที่มีความยาวคลื่นในช่วง 320 ถึง 400 นาโนเมตร และรังสียูวีบี (UV-B) ที่มีความยาวคลื่น 280 ถึง 320 นาโนเมตร⁽¹⁶⁾ ดังนั้นซิงก์ออกไซด์จึงถูกใช้เป็นส่วนผสมในสารกันแดด โดยที่ซิงก์ออกไซด์จะไม่เกิดการดูดกลืนเข้าไปในผิวหนัง นอกจากนี้ผงซิงก์ออกไซด์มักถูกใช้เป็นสารตัวเติม ลงในวัสดุและผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น พลาสติก แก้ว ซีเมนต์ ยาง สารหล่อลื่น สี กาวอาหาร แบตเตอรี่ เป็นต้น

2.3 กระบวนการเตรียมซิงก์ออกไซด์

การเตรียมซิงก์ออกไซด์ในปัจจุบันมีการศึกษาด้วยกันหลายวิธี ได้แก่

วิธีโซล-เจล (sol-gel method) เป็นกระบวนการที่นิยมใช้กันมาก เนื่องจากใช้เครื่องมือไม่ซับซ้อน ได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูง สารตั้งต้นที่ใช้ทั่วไปเป็นพวกประกอบอัลคอกไซด์ จะเตรียมให้เกิดปฏิกิริยา hydrolysis เพื่อให้ได้โซลของโลหะออกไซด์ที่มีขนาดนาโนเมตร โดยโซลจะยึดเกาะตัวกันเป็นร่างแหแบบไม่เป็นระเบียบทำให้เกิดเป็นเจล ทิ้งให้เจลแห้ง จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้สารมีความเป็นผลึกมากขึ้น การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพมาก แต่มีข้อเสียที่โลหะอัลคอกไซด์มีความไวต่อความชื้น ความร้อนและแสง อีกทั้งมีราคาแพง จึงทำให้ขั้นตอนการสังเคราะห์ต้องทำในสภาวะที่แห้งและเฉื่อยต่อการทำปฏิกิริยาทำให้มีการเก็บรักษายาก^(17, 18)

วิธีการการตกตะกอน (precipitation method) เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ไม่ต้องใช้เครื่องมือที่ซับซ้อน สังเคราะห์สารได้ในปริมาณมาก แต่เนื่องจากต้องใช้อุณหภูมิสูงในการเผาแคลไซน์ จึงทำให้สารเกิดการเกาะตัวรวมกันของอนุภาคได้ สารตั้งต้นที่ใช้ในวิธีนี้ส่วนมากเป็นสารละลายเกลือของสังกะสี เช่น ซิงก์ซัลเฟต ($ZnSO_4$) ซิงก์อะซิเตต ($Zn(CH_3COO)_2$) และ ซิงก์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$) เป็นต้น⁽¹⁹⁾

วิธี flame spray pyrolysis เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่สามารถผลิตอนุภาคนาโนเมตรได้ นอกจากนั้นยังสามารถควบคุมความบริสุทธิ์และขนาดของสารได้ อย่างไรก็ตามเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จำเป็นต้องเป็นเครื่องมือที่มีลักษณะเฉพาะ ซึ่งมีราคาค่อนข้างสูง อีกทั้งวิธีนี้ต้องใช้การฉีดยาด้วยเปลวไฟและมีการใช้ก๊าซเชื้อเพลิงเพื่อให้เกิดการเผาไหม้ จึงต้องมีความชำนาญในการสังเคราะห์มาก^(5, 20)

วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal method) เป็นวิธีสังเคราะห์สารโดยใช้สารละลายตั้งต้นใส่ในภาชนะปิดทรงกระบอกที่เรียกว่า autoclave หลังจากนั้นจะให้ความร้อนกับสารตั้งต้นที่อยู่ใน Autoclave อุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ขึ้นกับความสามารถในการทนต่ออุณหภูมิของเทปลอนที่ใช้สังเคราะห์ แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาจนได้สารตามต้องการจากนั้นนำสารที่ได้ไปกรองและล้างแล้วอบให้แห้ง การสังเคราะห์สารด้วยวิธีนี้ เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ไม่ต้องอาศัยเครื่องมือพิเศษ อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมตัวและเป็นกระบวนการที่นับได้ว่าเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม นอกจากนั้นยังสามารถควบคุมขนาดและสัณฐานวิทยา (morphology) ของอนุภาคได้ดี^(12, 13)

จากงานวิจัยที่ผ่านมากระบวนการส่วนใหญ่เตรียมจากสารเคมีตั้งต้นที่เป็นสารละลายเกลือของโลหะซิงก์ เช่น ซิงก์อะซีเตต ($Zn(CH_3COO)_2$) ซิงก์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$) ซิงก์ซัลเฟต ($ZnSO_4$) เป็นต้น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนเมตรด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น โดยเตรียมสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปของสารละลายเกลือซิงก์ซัลเฟตและซิงก์ไนเตรต สาเหตุที่เลือกวิธีไฮโดรเทอร์มัลมาใช้ในการสังเคราะห์ เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ใช้อุณหภูมิในการเตรียมตัวโดยไม่ต้องผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้เกิดผลึก สารที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและสามารถควบคุมขนาดและรูปร่างผลึกได้ดี

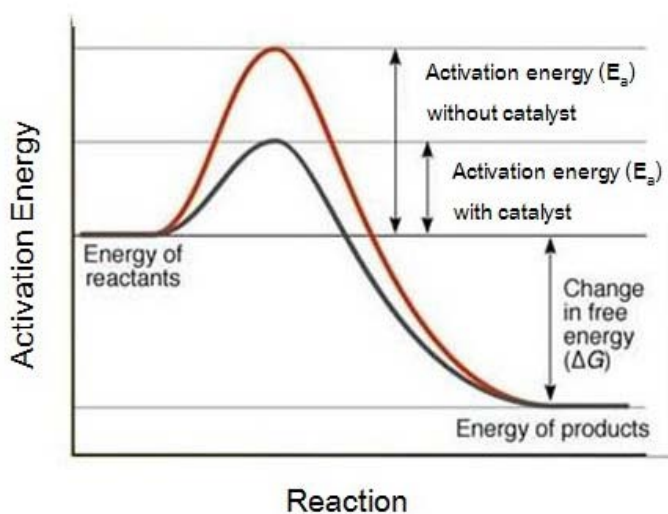
2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalyst)

2.4.1 หลักการของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (photocatalytic process)

กระบวนการของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง^(17, 20-24) เป็นการเร่งปฏิกิริยาที่กระตุ้นด้วยแสง โดยใช้ตัวคะตาลีสต์ (catalyst) ซึ่งทำหน้าที่ลดพลังงานกระตุ้น (activation Energy, E_a) ของการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในภาพที่ 2.6⁽²⁴⁾ จากภาพจะแสดงพลังงานการกระตุ้นของปฏิกิริยาที่มีและไม่มีตัวคะตาลีสต์ จะพบว่าปฏิกิริยาที่ไม่มีตัวคะตาลีสต์พลังงานกระตุ้น จะมีค่ามาก และพลังงานของผลิตภัณฑ์จะต่ำกว่าพลังงานของสารอินทรีย์ พลังงานกระตุ้นนี้จะลดลงเมื่อมีตัวคะตาลีสต์ในปฏิกิริยา ในขณะที่พลังงานของสารอินทรีย์และผลิตภัณฑ์จะมีเท่าเดิม โดยตัวคะตาลีสต์นี้จะช่วยเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยาและลดพลังงานการกระตุ้น อีกทั้งตัวคะตาลีสต์ยังตอบสนองต่อแสง คือเมื่อได้รับแสงจะเกิดการกระตุ้นให้มีพลังงานมากกว่าแถบช่องว่าง (energy band gap, E_g)

การเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตาลีซิสต้องมียิ่งประกอบ ดังนี้

1. ตัวคะตาลีสต์ เช่น สารกึ่งตัวนำ
2. พลังงานแสง ซึ่งมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับพลังงานโฟตอนของตัวคะตาลีสต์
3. ออกซิเจน
4. น้ำ



ภาพที่ 2.6 พลังงานของการเกิดปฏิกิริยาของสารอินทรีย์

2.4.2 พลังงานแสง

พลังงานในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาในกระบวนการของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ซึ่งพลังงานดังกล่าวจะอยู่ในรูปของพลังงานโฟตอน (photon energy) หรือเรียกว่า พลังงานกระตุ้น สามารถคำนวณได้จากสมการ

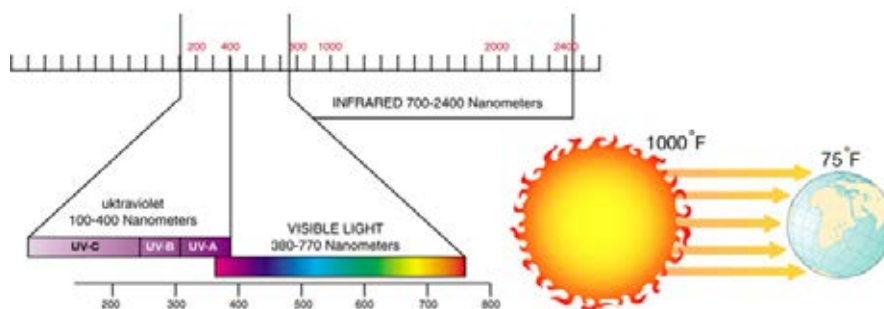
$$E = hv = \frac{hc}{\lambda} \quad (\text{สมการ 2.1})$$

เมื่อ	E	คือ พลังงานควอนตัม (Quantum Energy), จูล
	h	คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's Constant) = 6.625×10^{-34} , จูล-วินาที
	ν	คือ ความถี่ของคลื่นแสง, เฮิรตซ์ หรือ วินาที ⁻¹
	λ	คือ ความยาวคลื่นแสง, นาโนเมตร
	c	คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 , เมตร/วินาที

แสงที่ได้รับความสนใจในกระบวนการของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง คือ รังสียูวี มีความยาวคลื่นของแสงอัลตราไวโอเลต (UV light) อยู่ในช่วง 100 ถึง 400 นาโนเมตร และความยาวคลื่นแสงที่คนสามารถมองเห็น (visible หรือ แสงขาว) อยู่ในช่วง 380 ถึง 770 นาโนเมตร ดังแสดงในภาพที่ 2.7⁽²⁵⁾ รังสียูวีนี้ แบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง คือ

1. คลื่นยาว (Long Wave UV, UV-A) อยู่ในช่วง 400 ถึง 320 นาโนเมตร
2. คลื่นกลาง (Middle Wave UV, UV-B) อยู่ในช่วง 320 ถึง 280 นาโนเมตร
3. คลื่นสั้น (Short Wave UV, UV-C) อยู่ในช่วง 280 ถึง 200 นาโนเมตร

แสงอาทิตย์มีช่วงความยาวของคลื่นกว้างมาก ความเข้มของแสงยูวีและแสงขาวที่ส่องลงมายังพื้นผิวโลกจะถูกทำให้ลดลงอย่างมาก ในชั้นบรรยากาศจากการดูดกลืนและการกระเจิงแสง ที่ความยาวของคลื่นแสงต่ำกว่า 320 นาโนเมตร ความเข้มของแสงจะลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากการดูดกลืนโดยโอโซนในบรรยากาศชั้นสตราโตสเฟียร์ (สูงจากพื้นผิวโลกในช่วงประมาณ 10 ถึง 35 ไมล์) และที่ความยาวคลื่นต่ำกว่า 288 นาโนเมตร มีรังสีที่แผ่มาถึงพื้นโลกน้อย ดังนั้นแสงยูวีที่ส่องมายังพื้นโลกจึงมีขีดจำกัด



ภาพที่ 2.7 องค์ประกอบของรังสียูวี

2.4.3 ชนิดของตัวคะตาลีสต์

สารที่ใช้เป็นตัวคะตาลีสต์ในปฏิกิริยาโฟโตคะตาลีซิส ได้แก่

1. โลหะตัวนำ (Transition Metal) เช่น ทองแดง โคโรเมียม และนิกเกิล เป็นต้น
2. สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เช่น ซิงก์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ แคดเมียม

ซัลไฟด์และเฟอร์ริกออกไซด์

องค์ประกอบของโลหะตัวนำและสารกึ่งตัวนำ ประกอบด้วยแถบเวเลนซ์ (valence band, V_b) และแถบการนำ (conduction band, C_b) ในโลหะตัวนำจะมีแถบเวเลนซ์และแถบการนำอยู่ติดกัน แต่ในสารกึ่งตัวนำจะไม่ติดกัน โดยจะมีแถบช่องว่าง (Band gap, E_{bg}) ขึ้นกลางอยู่ระหว่างแถบเวเลนซ์และแถบการนำ เมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยโฟตอนที่มีพลังงานมากกว่าพลังงานของแถบช่องว่าง โดยพลังงานแถบช่องว่างจะมีพลังงานที่แตกต่างกันขึ้นกับชนิดของสารกึ่งตัวนำ สามารถดูได้ค่าพลังงานการกระตุ้นของแถบช่องว่าง จากตารางที่ 2.1⁽²⁶⁾ จากนั้นจะเกิดคู่ของอิเล็กตรอน (e^-) และโฮล (h^+) โดยที่อิเล็กตรอนจากแถบเวเลนซ์จะกระโดดไปยังแถบการนำ เกิดเป็นโฮลในแถบเวเลนซ์ ซึ่งโฮลสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระในแถบเวเลนซ์ อิเล็กตรอนก็เช่นกันสามารถเคลื่อนที่ได้ทั่วแถบการนำ จากข้อมูลดังกล่าวอิเล็กตรอนและโฮลสามารถเคลื่อนที่ไปมาระหว่างแถบเวเลนซ์และแถบการนำได้ง่าย เนื่องจากในโลหะตัวนำไม่มีแถบช่องว่างกั้นอยู่ ด้วยสาเหตุนี้ อิเล็กตรอนและโฮล จึงสามารถกลับมารวมตัวกันใหม่ได้ง่ายเรียกว่า รีคอมบิเนชัน (recombination) แต่ในสารกึ่งตัวนำอิเล็กตรอนและโฮลจะกลับมารวมตัวกันยากหรือมีเวลานานมากกว่าที่อิเล็กตรอนและโฮลจะกลับไปรวมตัวกัน เพราะมีแถบช่องว่างกั้นอยู่ระหว่างแถบเวเลนซ์และแถบการนำ

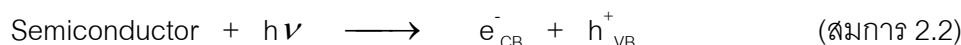
ตารางที่ 2.1 ค่าพลังงานแถบช่องว่างของสารกึ่งตัวนำชนิดต่างๆ

สารกึ่งตัวนำ	Band gap energy (eV)	ช่วงความยาวคลื่นที่มีผลต่อ แถบพลังงาน (nm)
TiO ₂ (anatase)	3.2	390
TiO ₂ (rutile)	3.0	413
WO ₃	2.8	443
SrTiO ₃	3.4	365
Fe ₂ O ₃	2.2	565
ZnO	3.3	390
ZnS	3.7	336
CdSe	1.7	730
CdS	2.5	497
BaTiO ₃	3.3	375

2.4.4 กลไกในการเกิดตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalyst)

การเกิดกระบวนการเกิดตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง^(20-22, 27) โดยสารกึ่งตัวนำจะมีแถบพลังงานซึ่งประกอบด้วยแถบเวเลนซ์ (v_b) ที่มีอิเล็กตรอนบรรจุอยู่เต็มและมีแถบการนำ (c_b) ที่ว่างอยู่ โดยที่แถบทั้งสองมีตำแหน่งของพลังงานกระตุ้นที่แตกต่างกันขึ้นกับชนิดของสารกึ่งตัวนำ การส่งผ่านอิเล็กตรอนจากแถบเวเลนซ์ไปยังแถบการนำ ต้องการพลังงานจากพลังงานแสงภายนอก พลังงานนี้มีค่าเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานแถบช่องว่าง (E_{bg}) ซึ่งในสารกึ่งตัวนำซิงก์ออกไซด์มีค่าเท่ากับ 3.37 eV ^(5, 21) ในการการดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานแถบช่องว่าง จะทำให้อิเล็กตรอนย้ายจากแถบเวเลนซ์ไปสู่แถบการนำ ก่อให้เกิด photoelectron, e^-_{CB} และ positive hole, h^+_{VB} ที่ตำแหน่งแถบการนำและแถบเวเลนซ์ ตามลำดับ

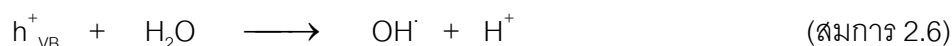
เมื่อมีพลังงานแสงจากภายนอกมากระตุ้น เกิดคู่ของอิเล็กตรอนและโฮลเกิดขึ้น แสดงดังสมการต่อไปนี้



จากนั้นที่แถบการนำจะเกิดปฏิกิริยาขึ้น โดยอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของออกซิเจน (O_2) ในอากาศเกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดดิคัล (Superoxide radical, $O_2^{\cdot-}$) โดยเกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ดังแสดงในสมการที่ 2.3-2.5

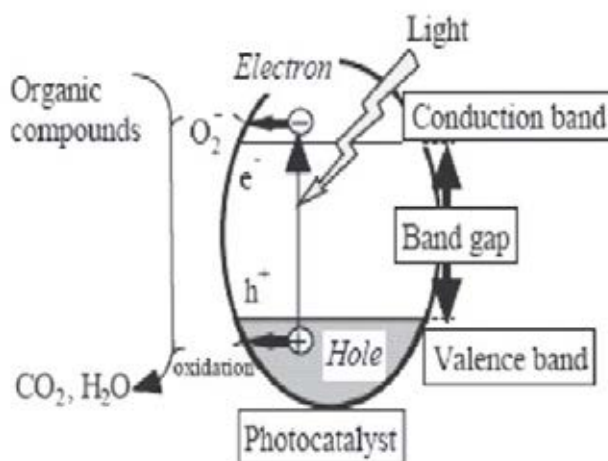


ส่วนที่แถบเวเลนซ์ที่มีโฮลจะจับและทำปฏิกิริยากับน้ำ (H_2O) และหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดดิคัล (hydroxyl radical, OH^{\cdot}) จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) ดังแสดงในสมการที่ 2.6-2.7



ซึ่งการเกิดซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลและไฮดรอกซิลเรดิคัล ทั้งสองตัวนี้จะมีความสามารถในการสลายสารอินทรีย์ต่างๆ ได้และผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะเหลือแต่คาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) และน้ำ (H₂O) ซึ่งเป็นสารที่ไม่เป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อม ดังแสดงกลไกการเกิดกระบวนการโฟโตคะตาไลซิสในภาพที่ 2.8⁽²⁸⁾

การรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮล (electron-hole recombination)



ภาพที่ 2.8 กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของซิงก์ออกไซด์

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าปัจจัยที่มีผลต่อ สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง มีหลายประการ เช่น ลักษณะความเป็นผลึก (crystallinity) ความบริสุทธิ์ (purity) ขนาดอนุภาค (particle size) และ พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) เป็นต้น

ในแต่ละวิธีของการเตรียมมีหลายปัจจัยที่เป็นตัวควบคุมลักษณะของสมบัติทางกายภาพของผงซิงก์ออกไซด์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ได้แก่

ขนาด โดยพบว่าขนาดอนุภาคที่เล็ก จะมีประสิทธิภาพในการเป็นคะตะลิสต์ที่ดี เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงทำให้ปฏิกิริยาที่ถูกเร่งด้วยแสง ซึ่งจะเกิดที่บริเวณผิวของอนุภาค มีได้มาก ดังนั้นจึงมีความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดี⁽²⁶⁾

ความเป็นผลึก โดยพบว่าประสิทธิภาพของสมบัติดังกล่าวจะเกิดขึ้นกับผงซิงก์ออกไซด์ที่มีความ เป็นผลึกที่สมบูรณ์ เนื่องจากผลึกที่สมบูรณ์จะมีประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยาที่สูง⁽²⁹⁾

ค่า zeta potential ที่ผิวของอนุภาคผงซิงก์ออกไซด์เป็นค่าที่บอกถึงขนาดประจุบนผิวอนุภาค หากมีค่ามากก็จะเกิดการผลักหรือดึงดูดกันได้มากซึ่งใช้อธิบายความคงตัวของอนุภาคที่แขวนลอย⁽³⁰⁾

การกระจายตัวของอนุภาค พบว่าผงซิงก์ออกไซด์ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดี ไม่เกาะกลุ่มกัน (floculate) ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ทำให้เพิ่มการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวมากขึ้น ความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจึงมีประสิทธิภาพ⁽³¹⁾

เนื่องจากซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนมีคุณสมบัติที่ดีกว่าซิงก์ออกไซด์ขนาดปกติ จึงทำให้เป็นที่สนใจต่อการศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนอย่างกว้างขวาง โดยเฉพาะการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค

2.5 การกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอย

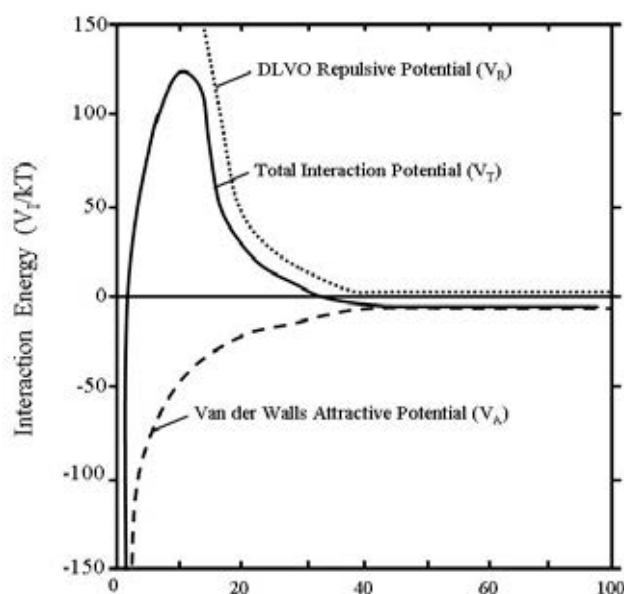
การเตรียมสารแขวนลอยโดยการเติมผงของอนุภาคลงในของเหลว⁽³¹⁾ อนุภาคขนาดเล็กหรืออนุภาคระดับนาโนเมตร จะมีแนวโน้มที่จะเข้ารวมตัวและเกาะตัวกันเป็นกลุ่มอนุภาคที่มีขนาดใหญ่และจะไม่สามารถกระจายตัวได้ดี ซึ่งส่งผลให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาลดลง ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการเติมสารช่วยกระจายตัวลงไปในสารละลายที่มีอนุภาคขนาดเล็กเพื่อลดปัญหาดังกล่าว

จากทฤษฎี DLVO ได้อธิบายเสถียรภาพของการแขวนลอยของอนุภาคในตัวกลางว่าขึ้นอยู่กับพลังงานศักย์รวม ดังสมการนี้

$$V_T = V_A + V_R \quad (\text{สมการ 2.9})$$

เมื่อ	V_T	=	พลังงานศักย์รวม (total potential energy) มีหน่วยเป็น joule
	V_A	=	พลังงานศักย์ดึงดูดแวนเดอร์วาลส์ (van der waals attractive potential energy)
	V_R	=	พลังงานศักย์ผลัก (repulsive potential energy)

ความสัมพันธ์จากสมการข้างต้นจะแสดงด้วยกราฟพลังงานศักย์ระหว่างอนุภาคดังภาพที่ 2.9⁽³¹⁾ เมื่ออนุภาคอยู่ใกล้กันมากๆ พลังงานดึงดูด (V_A) จะมีค่ามากและทำให้พลังงานศักย์รวม (V_T) มีค่าติดลบ แต่เมื่ออนุภาคอยู่ห่างกันมากขึ้น พลังงานศักย์ผลึก⁽¹⁴⁾ จะมีค่ามาก จึงทำให้พลังงานศักย์รวม (V_T) มีค่าเป็นบวก และเมื่ออนุภาคอยู่ห่างจากกันออกไปอีกพลังงานศักย์ดึงดูดและพลังงานศักย์ผลึก จะมีอิทธิพลต่อพลังงานศักย์รวมเท่ากัน ดังนั้น V_T จึงมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ ทฤษฎี DLVO อธิบายว่าหากอนุภาคสองอนุภาคที่เคลื่อนที่เข้ามาชนกันด้วยพลังงานจลน์ที่มีค่ามากพอที่จะเอาชนะพลังงานศักย์ผลึกได้⁽³¹⁾ ทำให้อนุภาคทั้งสองเข้ามาอยู่ใกล้กันมาก ทำให้พลังงานศักย์ดึงดูดดึงให้อนุภาคทั้งสองเข้ามาชิดกันแล้วเกิดการดูดจับกัน คือ เกิดการรวมกัน (agglomerate) ของอนุภาคและเกิดเป็นอนุภาคขนาดใหญ่



ภาพที่ 2.9 ความสัมพันธ์ของพลังงานศักย์ระหว่างอนุภาค

แรงระหว่างอนุภาคสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท⁽³²⁾ ดังนี้

1. แรงดึงดูดชนิด van der waals เป็นแรงดึงดูดทางไฟฟ้าแบบอ่อนๆ ที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างขั้วคู่ชนิดถาวรและขั้วคู่ชนิดเหนี่ยวนำ (permanent and induced dipoles) ที่อยู่บนพื้นผิวของอนุภาค

2. แรงผลัทางไฟฟ้า (electrostatic force) เป็นแรงผลัทางไฟฟ้าระหว่างอนุภาคที่พื้นผิวมีประจุชนิดเดียวกันหรือแรงดึงดูดระหว่างประจุเดียวกัน

3. แรงผลักระหว่าง steric force เป็นแรงผลักระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่เกาะอยู่บนผิวของอนุภาค แรงผลักระหว่างจะเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคเข้าใกล้กันมากจนกระทั่งสายโซ่พอลิเมอร์ซ้อนทับกัน

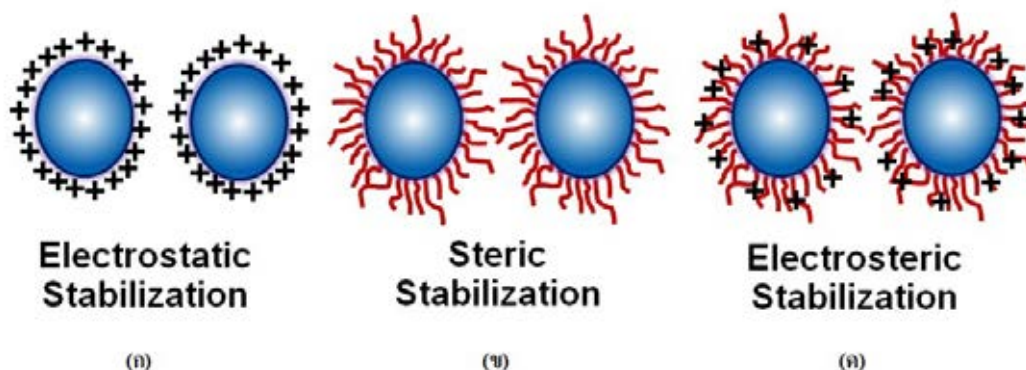
จะเห็นได้ว่าในทางทฤษฎีถ้าหากแรงมีแรงดึงดูดมากกว่าแรงผลักระหว่างจะทำให้อนุภาคเกิดการดึงดูดกันและจับตัวกันเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น (flocculation) แต่ถ้ามีแรงผลักระหว่างมากกว่าแรงดึงดูดก็ทำให้อนุภาคเคลื่อนที่ออกจากกัน ไม่จับตัวกันและสามารถกระจายตัวได้ดีเป็นอนุภาคเดี่ยว (single unit)

กระบวนการที่ทำให้อนุภาคกระจายตัวได้ดี และมีการเกาะตัวกันน้อยลง สามารถทำได้โดยการเติมสารช่วยกระจายตัวลงในสารละลาย จะช่วยให้ไม่เกิดการรวมตัวกันขณะที่ตกตะกอน เรียกว่า “stabilization” ซึ่งแบ่งได้ 3 แบบ คือ

1. Electrostatic stabilization เป็นการทำให้อนุภาคกระจายตัว ไม่รวมตัวกันด้วยแรงผลักระหว่างไฟฟ้าระหว่างประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นรอบ ๆ ผิวของอนุภาค ดังแสดงในภาพที่ 2.10 (ก) อนุภาคที่มีประจุชนิดเดียวกันเกิดการผลักระหว่างกัน ไม่เกาะกันเป็นกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่

2. Steric stabilization เป็นการทำให้อนุภาคแยกออกจากกันและกระจายตัวในสารละลายได้อย่างเสถียร ด้วยชั้นเคลือบของพอลิเมอร์ที่อยู่บนพื้นผิวของอนุภาค ดังแสดงในภาพที่ 2.10 (ข) ชั้นของพอลิเมอร์จะเป็นตัวทำหน้าที่เหมือนกับเกราะกันชนไม่ให้อนุภาคเข้าใกล้กัน อนุภาคจึงไม่เกิดการดูดจับกันเป็นกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่ โดยพอลิเมอร์ที่เติมเพื่อช่วยกระจายตัวอนุภาค ด้านหนึ่งจะชอบเกาะอยู่กับอนุภาคส่วนอีกด้านจะยึดตัวอยู่ในสารละลาย พอลิเมอร์ที่เติมเพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีได้แก่ Darvan 7, hydroxypropyl cellulose (HPC), Displex A40 (commercial PAA, MW 10,000) เป็นต้น⁽³³⁾

3. Electrosteric stabilization เป็นการทำให้อนุภาคกระจายตัวและแขวนลอยได้อย่างเสถียรในตัวกลาง โดยอาศัยหลักการของวิธีที่ 1 และ 2 รวมกัน กล่าวคือ ใช้สารช่วยกระจายตัวประเภทพอลิอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งสามารถแตกตัวให้ประจุลบหรือบวกได้ อนุภาคจะถูกแยกออกจากกันด้วยแรงผลักระหว่าง electrostatic จากประจุและแรงผลักระหว่าง steric จากความยาวของสายโซ่พอลิเมอร์ ดังแสดงในภาพที่ 2.10 (ค) พอลิเมอร์ที่เติมเพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีได้แก่ poly (acrylic acid), poly (acrylic acid-co-maleic acid), poly (acrylamide), sodium carboxymethyl cellulose, ammonium polyacrylate และ sulphonic acid เป็นต้น⁽³⁴⁾



ภาพที่ 2.10 การ stabilization ของอนุภาคเซรามิก (ก) Electrostatic stabilization

(ข) Steric stabilization และ (ค) Electrosteric stabilization

2.6 สารช่วยกระจายตัว (dispersant)

การสังเคราะห์สารอนุภาคขนาดนาโนเมตรโดยทั่วไปอนุภาคจะเกิดปัญหาการเกาะตัวกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ส่งผลให้สมบัติที่ต้องการนำไปใช้งานมีประสิทธิภาพลดลง เช่น พื้นที่ผิวลดลงส่งผลให้ความสามารถในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู้น้อยลงและสมบัติการดูดซับแสงยูวีลดลง การช่วยให้อนุภาคขนาดนาโนเมตรแยกออกจากกันและกระจายตัวอย่างเสถียรทำได้โดยการเติมสารตัวกระจายตัว ที่มีความสามารถในการปรับพื้นผิวระหว่างสารที่มีเฟสต่างกัน โดยสารช่วยกระจายตัวสามารถจัดเรียงตัวไปตามขั้วของเฟสที่ตรงข้ามกัน คือ ส่วนที่มีขั้ว (polar/hydrophilic) และส่วนที่ไม่มีขั้ว (nonpolar/lipophilic) ซึ่งส่วนที่มีขั้วก็จะจับกับเฟสที่มีขั้ว ส่วนที่ไม่มีขั้วก็จะจับกับเฟสที่ไม่มีขั้ว⁽³⁵⁾

การแบ่งประเภทของสารช่วยกระจายตัวในนี้จะแบ่งตามความเป็น ionic และ nonionic ของสาร โดยจะแบ่งสารช่วยกระจายตัวออกเป็น 4 ประเภท ได้แก่

1. สารช่วยกระจายตัวประเภท amphoteric เป็นสารช่วยกระจายตัวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) สามารถเป็นได้ทั้งประจุบวกและลบ ขึ้นอยู่กับสภาพความเป็นกรด-ด่างของสภาวะแวดล้อม ถ้าเป็นด่าง ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic จะเป็นลบ ถ้าสภาวะเป็นกรด จะเป็นบวกและถ้าสภาวะที่เป็นกลางจะไม่เกิดประจุไฟฟ้าบน hydrophilic ตัวอย่างของสารในกลุ่มนี้ได้แก่ alkylamido alkyl amines และ alkyl substituted amino acid

2. สารช่วยกระจายตัวประเภท anionic เป็นสารช่วยกระจายตัวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) เป็นประจุลบ ส่วนมากแสดงอยู่ในรูป carboxylate, sulfate, sulfonate

หรือ phosphate ตัวอย่างของสารในกลุ่มนี้ ได้แก่ acylated amino acids and และ acyl peptides carboxylic acids

3. สารช่วยกระจายตัวประเภท cationic เป็นสารช่วยกระจายตัวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) เป็นประจุบวก ส่วนมากเป็นพวก quaternary ammonium สารช่วยกระจายตัวประเภทนี้จะไม่สามารถทำงานได้ในสภาวะที่เป็นสูง (pH10 -11) เนื่องจาก ammonium salt จะมีการสูญเสียประจุบวก ทำให้เกิดการตกตะกอนได้ ตัวอย่างของสารในกลุ่มนี้ ได้แก่ quaternaries และ alkyl imidazolines

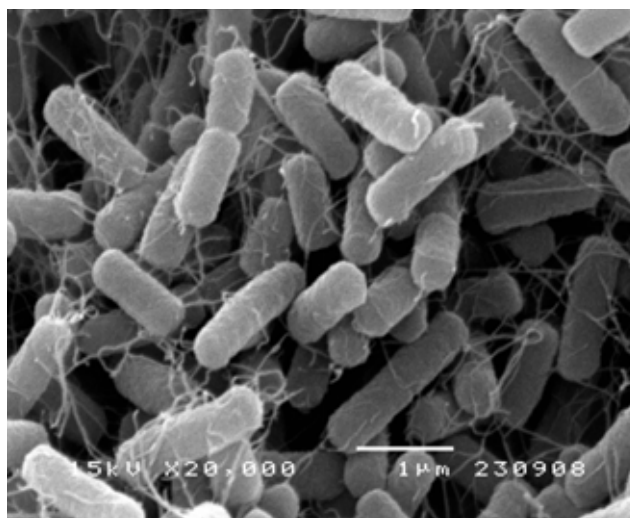
4. สารช่วยกระจายตัวประเภท nonionic surfactant สารช่วยกระจายตัวประเภทนี้จะต่างจากสารช่วยกระจายตัวประเภท anionic และ cationic ตรงที่เป็นโมเลกุลที่ไม่มีประจุ โดยมีพวก polyether หรือ polyhydroxyl เป็นกลุ่มที่แสดงสมบัติคล้ายพวกที่มีประจุ ตัวอย่างของสารในกลุ่มนี้ ได้แก่ alcohols และ alkanolamides

2.7 สมบัติการต้านแบคทีเรีย

เนื่องจากสภาพแวดล้อมและมลภาวะรอบตัวของเรามีเชื้อโรคอยู่เป็นจำนวนมาก แต่ที่ใกล้ตัวเรามากที่สุดก็คือแบคทีเรีย ที่มักจะสะสมอยู่ในเสื้อผ้าเครื่องนุ่งห่ม อาหาร⁽³⁶⁾ หรือสิ่งต่างๆ ที่ใช้ในชีวิตรประจำวัน ทำให้เป็นอันตรายต่อสุขภาพและมีความเสี่ยงต่อการเกิดโรคต่างๆ ที่มีสาเหตุจากเชื้อแบคทีเรีย⁽³⁷⁾ ส่งผลให้มีคนใส่ใจเรื่องนี้กันมากขึ้น จึงมีการศึกษาเกี่ยวกับการต้านแบคทีเรียด้วยวิธีต่างๆ เพื่อที่จะป้องกันไม่ให้เกิดการแพร่กระจายโรคมาสู่คนทำให้คนมีสุขภาพดี ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้นำผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากกากของเสียที่เป็นฝุ่นผงสังกะสี มาศึกษาการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli*

2.7.1 *Escherichia coli*

Escherichia coli หรือ *E. coli*⁽³⁶⁾ เป็นแบคทีเรียในกลุ่มโคลิฟอร์ม และถูกจัดอยู่ในกลุ่มแบคทีเรียแกรมลบ (gram-negative) ลักษณะเซลล์ *E. coli* จะมีรูปร่างเป็นแท่งคล้ายทรงกระบอก มีความยาวประมาณ 2 ไมครอน และเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 ไมครอน ส่วนประกอบในเซลล์ *E. coli* จะมี flagella ซึ่งมีลักษณะเป็นเส้นยาวๆ อยู่รอบเซลล์รูปทรงกระบอกเพื่อช่วยให้ *E. coli* เคลื่อนที่ได้ ลักษณะของเชื้อแบคทีเรีย แสดงในภาพที่ 2.11 (ภาพถ่ายจากงานวิจัยนี้) และเชื้อแบคทีเรียชนิดนี้สามารถพบได้ในสิ่งแวดล้อม เช่น น้ำ พืช อากาศและดิน เป็นต้น



ภาพที่ 2.11 ลักษณะของแบคทีเรีย *Escherichia coli*

2.7.2 สารต้านแบคทีเรีย

สารต้านแบคทีเรีย⁽³⁸⁾ แบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ สารต้านแบคทีเรียกลุ่มอินทรีย์ เช่น ไคโตซาน เป็นสารที่สามารถสังเคราะห์จากธรรมชาติได้ จึงมีความเป็นพิษน้อย สามารถใช้กับกระบวนการผลิตอาหาร เวชภัณฑ์หรือเวชสำอางได้ แต่ข้อจำกัดของการใช้สารต้านแบคทีเรียกลุ่มอินทรีย์คือ ไม่สามารถนำไปใช้กับกระบวนการผลิตที่ต้องใช้อุณหภูมิสูง เพราะจะเกิดการสลายตัว และสารต้านแบคทีเรียอีกกลุ่มคือ กลุ่มอนินทรีย์ กลไกในการทำงานของกลุ่มอนินทรีย์จะเข้าไปทำลายระบบการทำงานของดีเอ็นเอและเอ็นไซม์ภายในเซลล์ของแบคทีเรีย และทำให้ปฏิกิริยาต่างๆ ในเซลล์ของแบคทีเรียล้มเหลวและตายในที่สุด ได้แก่ โลหะและออกไซด์ของโลหะบางชนิด เช่น ซิลเวอร์ คอปเปอร์ ซิงค์ หรือ ออกไซด์ของซิงค์ออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ ข้อดีของสารต้านแบคทีเรียกลุ่มนี้คือ ทนต่ออุณหภูมิสูง สามารถประยุกต์ใช้กับกระบวนการผลิตที่มีอุณหภูมิสูงได้ เช่นอุตสาหกรรมการผลิตแก้วหรือกระจก อุตสาหกรรมผลิตยาหรือเวชภัณฑ์ เป็นต้น แต่มีข้อจำกัดคือ เนื่องจากกลไกในการทำงานของสารต้านแบคทีเรียกลุ่มอนินทรีย์มีผลต่อเซลล์โดยตรง จึงอาจส่งผลกระทบต่อการทำงานของเซลล์ข้างเคียงหรือเซลล์ที่ไม่ต้องการทำลายได้ โอกาสเกิดความเป็นพิษในเซลล์มีสูง

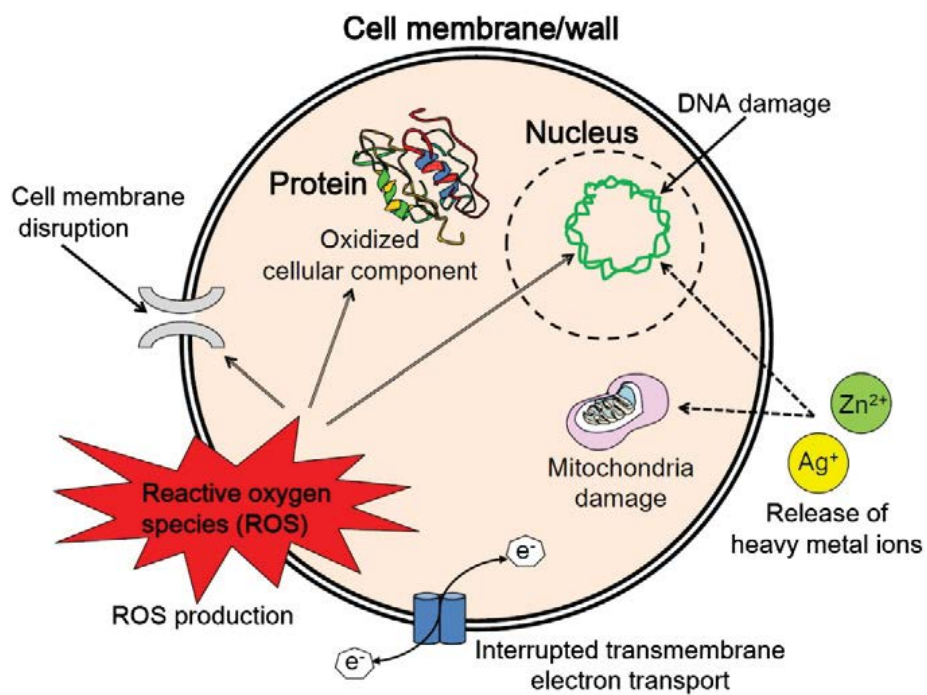
2.7.3 สารต้านแบคทีเรียอินทรีย์นาโน

สารต้านแบคทีเรียชนิดอินทรีย์ ได้แก่ กลุ่มโลหะและออกไซด์โลหะ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ ซิลเวอร์และซิงก์ออกไซด์ โดยกลไกการต้านแบคทีเรียและการนำไปประยุกต์ใช้งานของสารอินทรีย์ชนิดต่างๆ จะแสดงในตารางที่ 2.2⁽³⁾ สารอินทรีย์พวกนี้จะมีความเป็นพิษกับเชื้อแบคทีเรีย แต่จะมีผลน้อยมากกับคนและเซลล์สัตว์^(38, 39) ยกตัวอย่าง เช่น ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับยา อาหาร เครื่องสำอาง และวัสดุทางการแพทย์^(40, 41) โดยที่ซิงก์ออกไซด์นั้นมีข้อดีที่เหนือกว่าซิลเวอร์ตรงที่ซิงก์ออกไซด์มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร มีราคาที่ถูกกว่า ซึ่งมีลักษณะผงเป็นสีขาวและนิยมนำไปใช้เป็นส่วนผสมกับผลิตภัณฑ์ครีมกันแดด (UV-blocking)^(9, 42) อนุภาคที่มีขนาดนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์จะเป็นสารที่มีอนุภาคขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง จึงสามารถเข้าไปสัมผัสกับเชื้อแบคทีเรียได้อย่างทั่วถึง ส่งผลให้การต้านแบคทีเรียมีประสิทธิภาพสูง โดยจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับโปรตีนของแบคทีเรีย ซึ่งจะส่งผลให้ระบบเมทาโบลิซึมในเซลล์ของเชื้อแบคทีเรียมีหยุดทำงาน โดยสารต้านแบคทีเรียจะทำลายระบบหายใจและระบบขนย้ายอิเล็กตรอนในกระบวนการเมทาโบลิซึมและเซลล์ก็จะตายในที่สุด อย่างไรก็ตามสารต้านเชื้อแบคทีเรียนี้ ยังสามารถช่วยลดการเพิ่มจำนวนของแบคทีเรียได้อีกด้วย⁽³⁸⁾

ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตรสามารถต้านแบคทีเรียได้ ด้วยกลไกสองแบบด้วยกัน แบบแรก คือ อาศัยแสง (photocatalyst) โดยเกิด reactive oxygen species (ROS) เมื่อได้รับแสงกระตุ้นจะเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งเชิงแสง เกิดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) ที่เป็นตัวออกซิไดซ์ทำลายเซลล์แบคทีเรียและซากของสารอินทรีย์โดยการย่อยสลายหมดไป และแบบที่สอง คือ ไม่ต้องอาศัยแสง โดยไอออนของโลหะ (heavy metal ions) คือ ซิงก์ไอออน (Zn^{2+}) จะเจาะเข้าผนังเซลล์ (cell membrane) ของแบคทีเรีย เพื่อเข้าไปจับกับ -SH ของโปรตีนซึ่งเป็นตัวควบคุมกระบวนการเมตาบอลิซึมของเซลล์ ทำให้เซลล์หยุดทำงาน เกิดการปรับเปลี่ยนโครงสร้างของโปรตีน ของเหลวภายในเซลล์จะรั่วไหลออกมาภายนอกและเซลล์ก็จะตายในที่สุด กลไกการต้านแบคทีเรียที่กล่าวมาข้างต้นดังแสดงในภาพที่ 2.12⁽³⁾

ตารางที่ 2.2 แสดงกลไกในการต่อต้านแบคทีเรียของวัสดุนาโนต่างๆ และการนำไปใช้งาน

Nanomaterial	Antimicrobial mechanism	Clinical and industrial applications
Ag NPs	Release of Ag ⁺ ions; disruption of cell membrane and electron transport; DNA damage	Dressing for surgical wound and diabetic foot; coatings for medical devices; portable water filters; antibacterial agent; antifungal agent
ZnO NPs	Intracellular accumulation of NPs; cell membrane damage; H ₂ O ₂ production; release of Zn ²⁺ ions	Antibacterial creams; lotions and ointment; surface coating of medical device; mouthwash
TiO ₂ NPs	Production of ROS; cell membrane and wall damage	Antibacterial agent; food sterilizing agent; air purifiers; water treatment systems
Au NPs	Interaction with cell membranes; strong electrostatic attraction	Photothermal therapy with near infrared light; adjuvant treatment after serious infections antibacterial agent; antifungal agent
Chitosan	Increased permeability and rupture of membrane; chelation of trace metals; enzyme inactivation	Drinking water disinfectants; bacteria immobilizer; microbicide in biomedical products
Fullerenes	Destruction of cell membrane integrity; enhancing activity of infiltrating neutrophil	Potential disinfection applications
CNTs	Cell membrane damage by ROS; oxidation of cell membrane proteins and lipids	Antibacterial agent; biofouling-resistant membranes; water filter; surface-coating
NO-releasing NPs	NO release and production of ROS	Infected wound and diabetic foot treatment
Nanoemulsion	Membrane disruption; disruption of the spore coat	Antimicrobial inhaler; anti-biofilm agent; nasal application; vaccine delivery agents



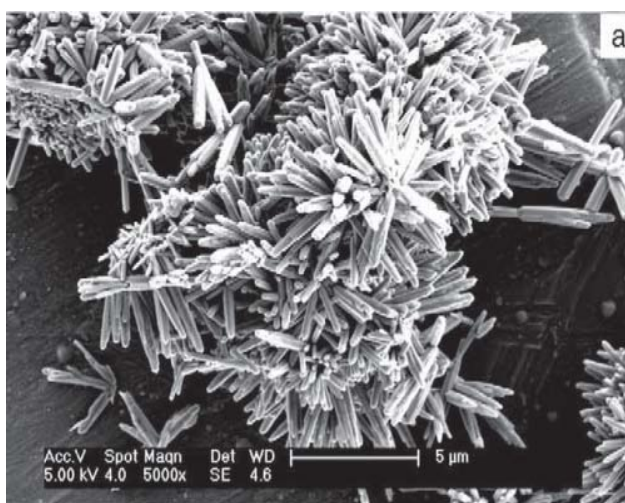
ภาพที่ 2.12 กลไกการต้านแบคทีเรียของอนุภาคนาโน.

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

C.Hariharan⁽²¹⁾ ได้ศึกษาสมบัติ Photocatalyst ของซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโน ที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจล โดยทดสอบการย่อยสลายสารละลาย aromatics และ chloroaromatics ซึ่งเป็นสารละลายในกลุ่ม organic contaminants พบว่า ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโน จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สามารถย่อยสลายสาร organic contaminants เหล่านี้ได้

L. S. Panchakarla และคณะ⁽⁴³⁾ ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโน ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มัล (solvothermal) จากโลหะซิงก์ ด้วยการทำปฏิกิริยาของอะลิฟาติก แอลกอฮอล์ (aliphatic alcohols) เช่น methanol ethanol และ t-butanol กับผงสังกะสี (zinc metal) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่า t-butanol สามารถสังเคราะห์ได้ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร โดยจะเกิดพันธะระหว่าง C-O ของแอลกอฮอล์

Y. Chen และคณะ⁽⁴⁴⁾ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากสารละลายซิงก์ไนเตรตไฮเดรต ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) ไฮดรอกซีน ไฮเดรต ($N_2H_4H_2O$, 85%) และโพแทสเซียม ไอโอไดด์ (KI) สังเคราะห์ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นดอกไม้ (flower-like rod) ซึ่งมีขนาดผลึก 200 ถึง 500 นาโนเมตร ดังแสดงในภาพที่ 2.13 พบว่าโพแทสเซียม ไอโอไดด์ มีผลกับสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ในความเป็นผลึกของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

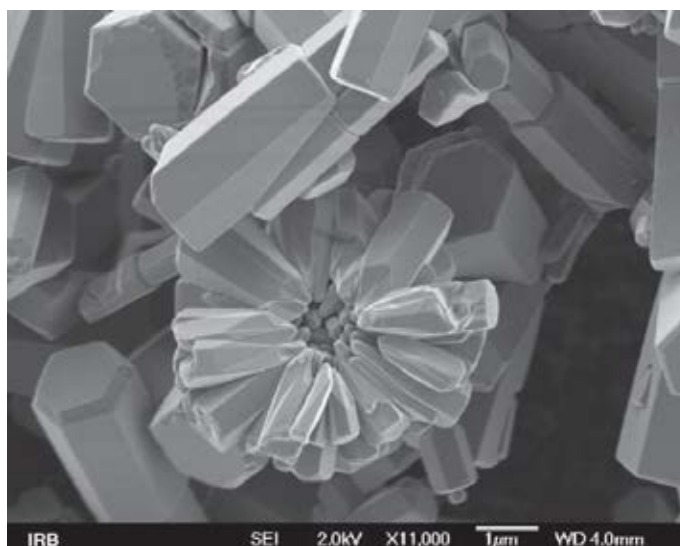


ภาพที่ 2.13 ลักษณะ flower-like rod ของอนุภาคซิงก์ออกไซด์

งานวิจัยที่ผ่านมาได้ศึกษาผลของสารตั้งต้น สารลดแรงตึงผิว และภาวะในการเตรียมในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ต่อรูปร่างสัณฐานของซิงก์ออกไซด์ดังแสดงในตารางที่ 2.3⁽⁴⁴⁾
 ตารางที่ 2.3 งานวิจัยที่สังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะต่างๆ

Starting materials	Surfactant	Conditions	Structure	Morphology
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, ammonia ⁽⁴⁵⁾	PEG (10000)	200°C for 10 h	Hexagonal structure	Regular whiskers with 150 nm in diameter, 2-4 μm in length
Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O, (NH ₂) ₂ CO ⁽⁴⁶⁾	-	150°C for 24 h	Hexagonal structure	Rosette-like nanocrystals
ZnSO ₄ , NaOH ⁽⁴⁷⁾	Carbamide (CO(NH ₂) ₂)	160°C for 12 h	Hexagonal structure	Nanobelts arranged in bush-like
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, (NH ₄) ₂ CO ₃ ⁽⁴⁸⁾	PEG (10000)	200°C for 10 h	Hexagonal structure	Nanowires with 50-80 nm in diameter, 6 μm in length
Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O, NaOH ⁽⁴⁹⁾	-	110°C for 13 h	Hexagonal structure	Bush-like with 60-120 nm in diameter, 200-400 nm in length
Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O, NaOH ⁽⁵⁰⁾	-	200°C for 20 h	Hexagonal structure	Flower-like, disc-like
ZnCl ₂ , KOH ⁽⁵¹⁾	CTAB	120°C for 5 h	Hexagonal structure	Rod-like
Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O, NaOH, N ₂ H ₄ ·H ₂ O ⁽⁵²⁾	-	160°C for 48 h	Hexagonal structure	Hexagonal prism shape with 2-4 μm in diameter, 2- 5 μm in length
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, N ₂ H ₄ ·H ₂ O	-	180°C for 24 h	Hexagonal structure	Flower-like, cauliflower-like clusters
Zn(Ac) ₂ ·2H ₂ O, NaOH	PEG (400)	140°C for 24 h	Hexagonal structure	One-dimensional rods
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, N ₂ H ₄ ·H ₂ O	KI	150°C for 24 h	Hexagonal structure	Rods cover from 200-500 nm in diameter and 2-5 nm in length. The diameter shrunk in the middle.

S. Music และคณะ⁽¹⁹⁾ ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 20 และ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 30 และ 35 นาที กับ 2 และ 72 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายซิงก์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$) และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารที่ทำให้ตกตะกอน และปรับพีเอชเท่ากับ 6 7 และ 13 ลักษณะของอนุภาคที่ปรับพีเอชเท่ากับ 6 และ 7 จะมีลักษณะเป็นแผ่น (plate like) ซึ่งตรงกับเฟสของ $Zn_5(OH)_8(NO_3)_2(H_2O)_2$ และที่พีเอช 13 อนุภาคจะมีลักษณะเป็นแฮกซะโกนอล พีระมิด (hexagonal pyramid) แสดงดังภาพที่ 2.14 โดยศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของสารที่ใช้ตกตะกอน พบว่ามีผลต่อขนาดของอนุภาคและองค์ประกอบทางเคมี/เฟส ของนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้

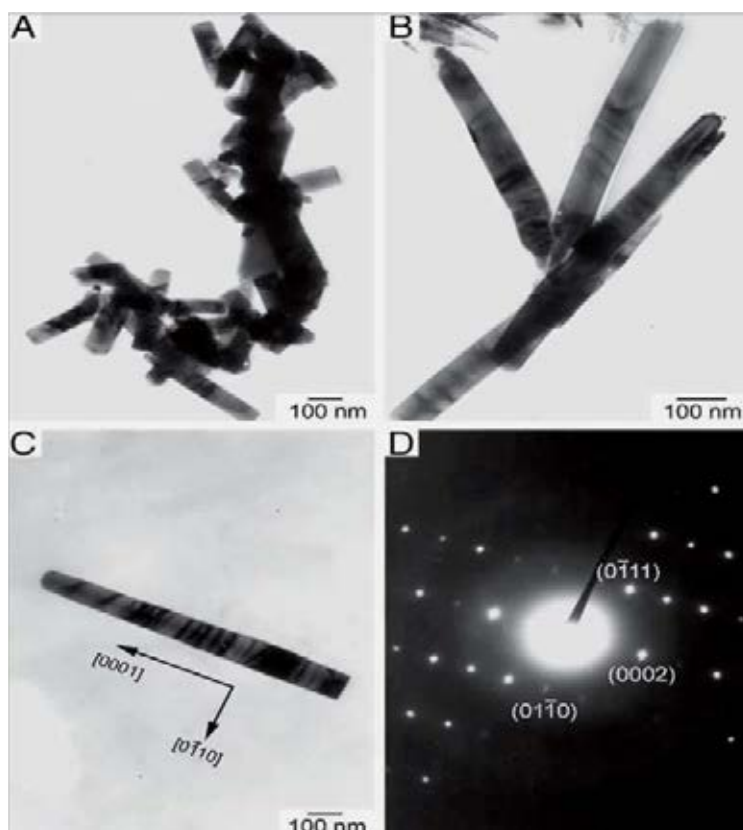


ภาพที่ 2.14 ภาพถ่าย FE-SEM ของซิงก์ออกไซด์ (hexagonal pyramid)

M. A. Shah และคณะ⁽⁵³⁾ ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล จากสารตั้งต้นที่เป็นผงโลหะสังกะสีที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง กับเอทานอล พบว่าที่เวลา 24 ชั่วโมง ได้ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่มีอนุภาคขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 100 นาโนเมตร ที่เวลา 48 ชั่วโมง ได้ซิงก์ออกไซด์อนุภาคเฉลี่ย 200 นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นแท่ง (nanorods) โดยเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างพันธะ C-O ของเอทานอล

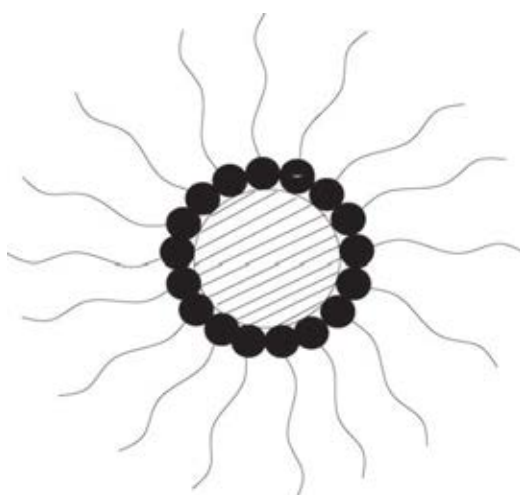
B. S. Yu และคณะ⁽⁵⁴⁾ ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์จากสารตั้งต้นที่เป็นของเสียจาก electric arc furnace dust (EAFD) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยศึกษาผลของอุณหภูมิ เวลา ความดัน เป็นกรดเป็นด่าง และอัตราส่วนของของแข็งต่อของเหลว ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 22 นาโนเมตร และได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99% อย่างไรก็ตาม การเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนสารละลายเกลือของสังกะสีนั้นอนุภาคของตะกอนที่ได้มักจะมีการเกาะกลุ่มกัน ทำให้สารที่เตรียมได้มีอนุภาคที่ใหญ่ จากปัญหาดังกล่าวจึงได้มีการปรับปรุงโดยการเติมสารจำพวกพอลิเมอร์เพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีขึ้น

Y. Wang และคณะ⁽⁵⁵⁾ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้ ซิงก์อะซิเตท: $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ PEG 400 และตกตะกอนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ลักษณะของอนุภาคเป็นแท่ง (nanorods) ของเฮกซะโกนอล เวอร์ทไซต์ (hexagonal wurtzite) ขนาดผลึกประมาณ 60 ถึง 120 นาโนเมตร ดังแสดงในภาพที่ 2.15 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเติม PEG400 สามารถสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ ที่มีรูปร่างเป็นแท่งขนาดนาโนเมตรได้



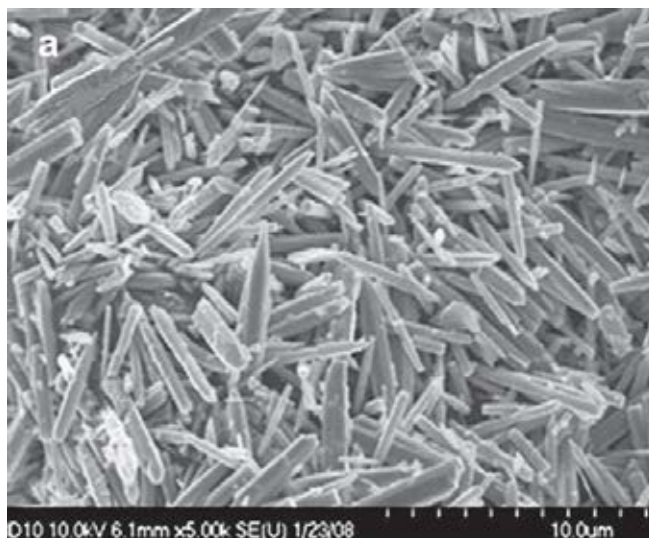
ภาพที่ 2.15 ภาพถ่าย TEM ของซิงก์ออกไซด์ (ZnO nanorods)

R. Hong และคณะ⁽⁵⁶⁾ ได้ศึกษาผลของการเติมสาร SiO_2 ต่อขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนจากสารละลายซิงก์อะซิเตท (zinc acetate) และใช้แอมโมเนียมคาร์บอเนต $((\text{NH}_4)_2\text{CO}_3)$ เป็นตัวตกตะกอน แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าผงซิงก์ออกไซด์ที่เติม SiO_2 ในปริมาณที่เหมาะสม จะไปเคลือบเกิดเป็นฟิล์มบางที่ผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ทำให้อนุภาคกระจายตัวดี ไม่เกาะตัวกัน แต่ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงจะลดลงเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ที่ไม่มี SiO_2 เคลือบที่ผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ และศึกษาการปรับแต่งผิวอนุภาคด้วย oleic acid พบว่าปริมาณในการเติมมีผลต่อการกระจายตัว การเติมในปริมาณความเข้มข้นที่พอเหมาะทำให้เกิด saturation ของ single-molecular layer ดูดซับที่ผิวอนุภาคซึ่งช่วยให้อนุภาคมีการกระจายตัวดีขึ้น แบบจำลองการเคลือบที่ผิวของอนุภาคแสดงดังภาพที่ 2.16 แต่การเติมในความเข้มข้นไม่พอเหมาะจะไม่ได้ช่วยในการปรับปรุงการกระจายตัว



ภาพที่ 2.16 แบบจำลองของการเคลือบด้วย oleic acid ที่ผิวของซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร

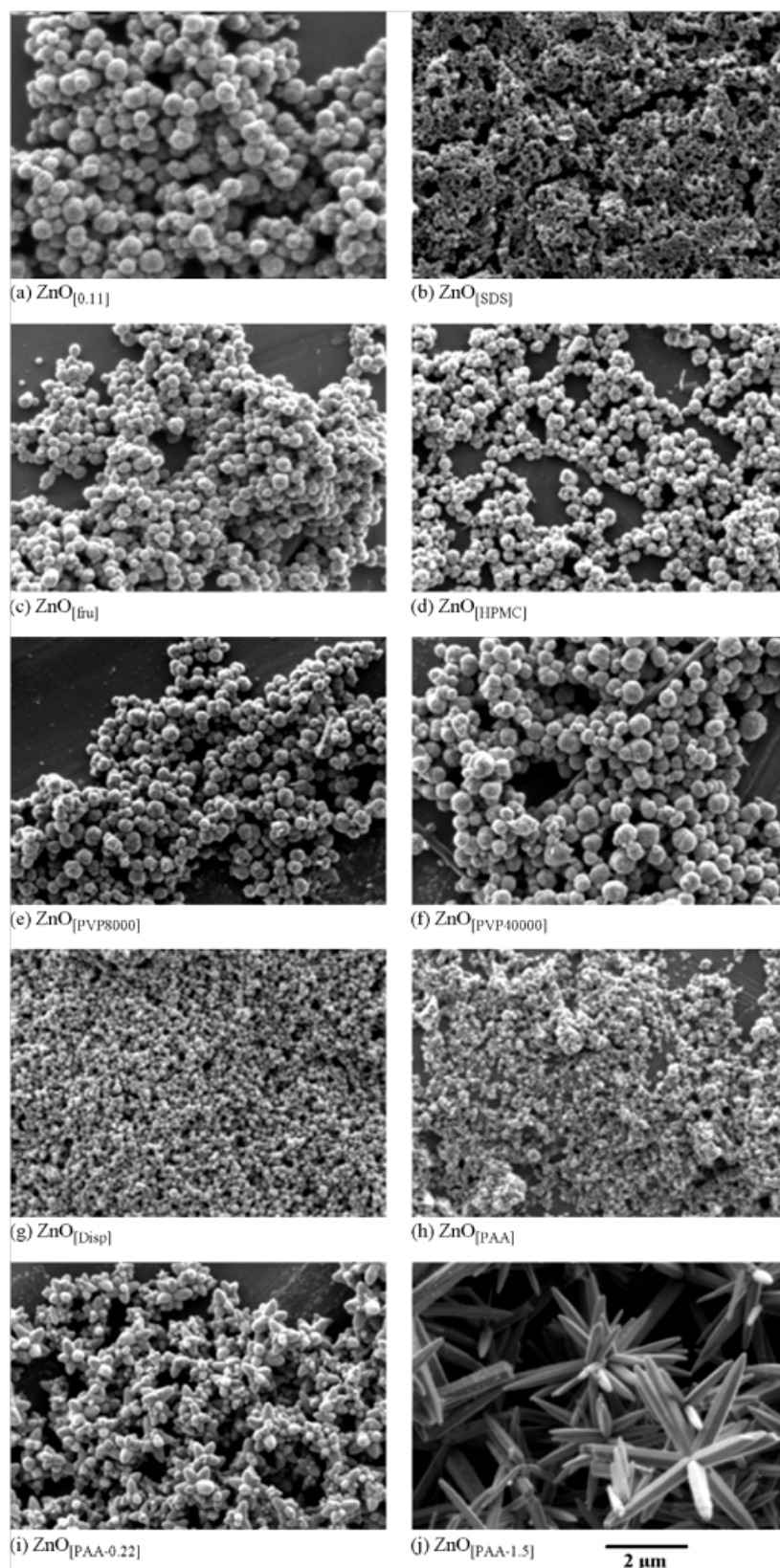
R. Wahab และคณะ⁽⁵⁷⁾ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ด้วย refluxing process ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 12 18 และ 24 ชั่วโมง โดยใช้ซิงก์อะซิเตท ไดไฮเดรต: $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ อนุภาคของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแท่ง (nanorods) แสดงในภาพที่ 2.17 โดยมีความกว้างในช่วง 50 ถึง 100 นาโนเมตร และ ความยาวอยู่ในช่วง 6 ถึง 7 ไมโครเมตร



ภาพที่ 2.17 ภาพถ่าย FE-SEM ของซิงก์ออกไซด์ไฮโดรเทอร์มัลที่เวลา 6 ชั่วโมง

A. M. Zobir และคณะ⁽⁵⁸⁾ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์โดยวิธีเอทิลีนไกลคอลไฮโดรเทอร์มัล (ethylene glycol-hydrothermal) โดยศึกษาผลการกระจายตัวของอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะจากการเติม polyvinyl alcohol (PVA) ซึ่งพบว่าสามารถเพิ่มการกระจายตัวของอนุภาคได้และอนุภาคที่ได้มีขนาด 5 ถึง 8 นาโนเมตรและช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะได้ถึง 50 เปอร์เซ็นต์

Aimable และคณะ⁽³³⁾ ได้ศึกษากระบวนการเตรียมซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส โดยศึกษาผลของขนาดและการกระจายของอนุภาคจากการเติม polyvinylpyrrolidone (PVP Mw~40,000), fructose, hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), poly acrylic acid (PAA Mw 2,000) และ sodium dodecylsulfate (SDS) พบว่าสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค PAA มีประสิทธิภาพดีที่สุดเมื่อเทียบกับสารช่วยกระจายตัวชนิดอื่น ดังแสดงลักษณะของอนุภาคดังภาพที่ 2.18 จึงมีการศึกษาเพิ่มเติมโดยเพิ่มความเป็นต่างมากขึ้น และพบว่าสามารถเปลี่ยนรูปร่างจากอนุภาคกลม (roundish nanoparticles) กลายเป็นอนุภาคดอกไม้ (branched flower-like particles) ได้



ภาพที่ 2.18 ภาพถ่าย SEM แสดงผลของชนิดและปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อรูปร่างของ

ซิงก์ออกไซด์

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงสารเคมี วัสดุดิบ การอธิบายขั้นตอนและแผนงานวิจัย ตลอดจนกระบวนการวิเคราะห์และทดสอบของสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสีและผงซิงออกไซด์อนุภาคระดับนาโนเมตรที่เราสังเคราะห์ได้ ดังแสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีและวัสดุดิบที่ใช้ในการทดลอง

- ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (Zinc-dust waste, Pacific Pipe Public Co., Ltd.)
- กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (H_2SO_4 , 98% AR grade, Merck)
- กรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3 , 65% AR grade, Merck)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, AR grade, Ajax Finechem)
- เมทิลีนบลู (Methelene blue, BDH Certistain)
- เอทานอล (Ethanol absolute, Carlo errba)
- ไนโตรเจนเหลว (สำหรับการวัดพื้นที่ผิวจำเพาะ)
- ไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (Hydroxypropyl cellulose : HPC, MW 100,000, Aldrich Chem)

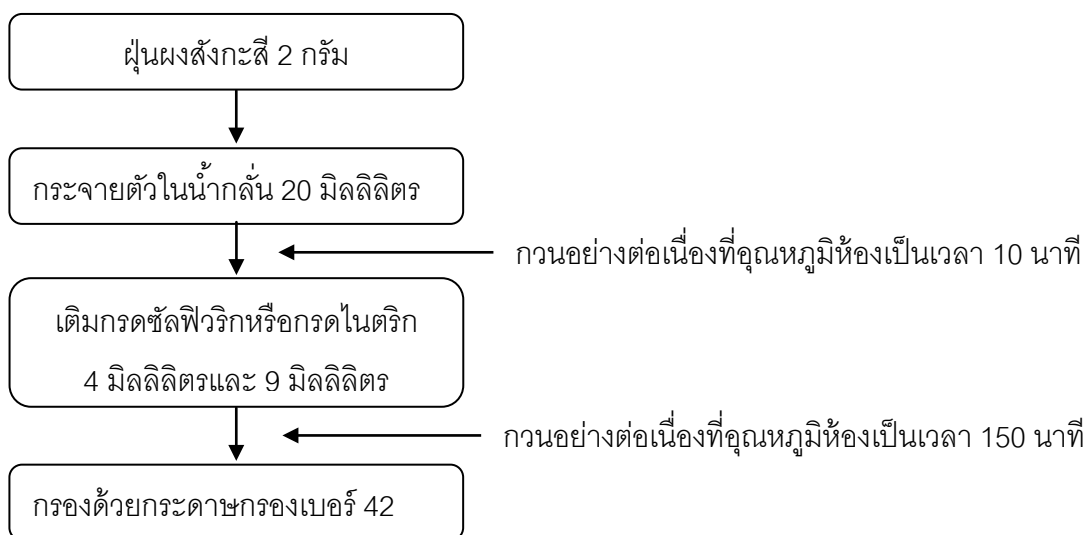
3.2 วิธีการวิจัยและแผนผังงานวิจัย

3.2.1 ศึกษาสมบัติเฉพาะของสารตั้งต้น (ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน)

นำฝุ่นผงสังกะสีไปศึกษาองค์ประกอบเฟส ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD; D8-Advance, Bruker AXS Model D8 Discover) โดยใช้มุม 2-theta จาก 10 ถึง 70 องศา และองค์ประกอบทางเคมีด้วย X-ray fluorescence (Philips PE 2400, wavelength dispersive)

3.2.2 การเตรียมสารละลายตั้งต้น

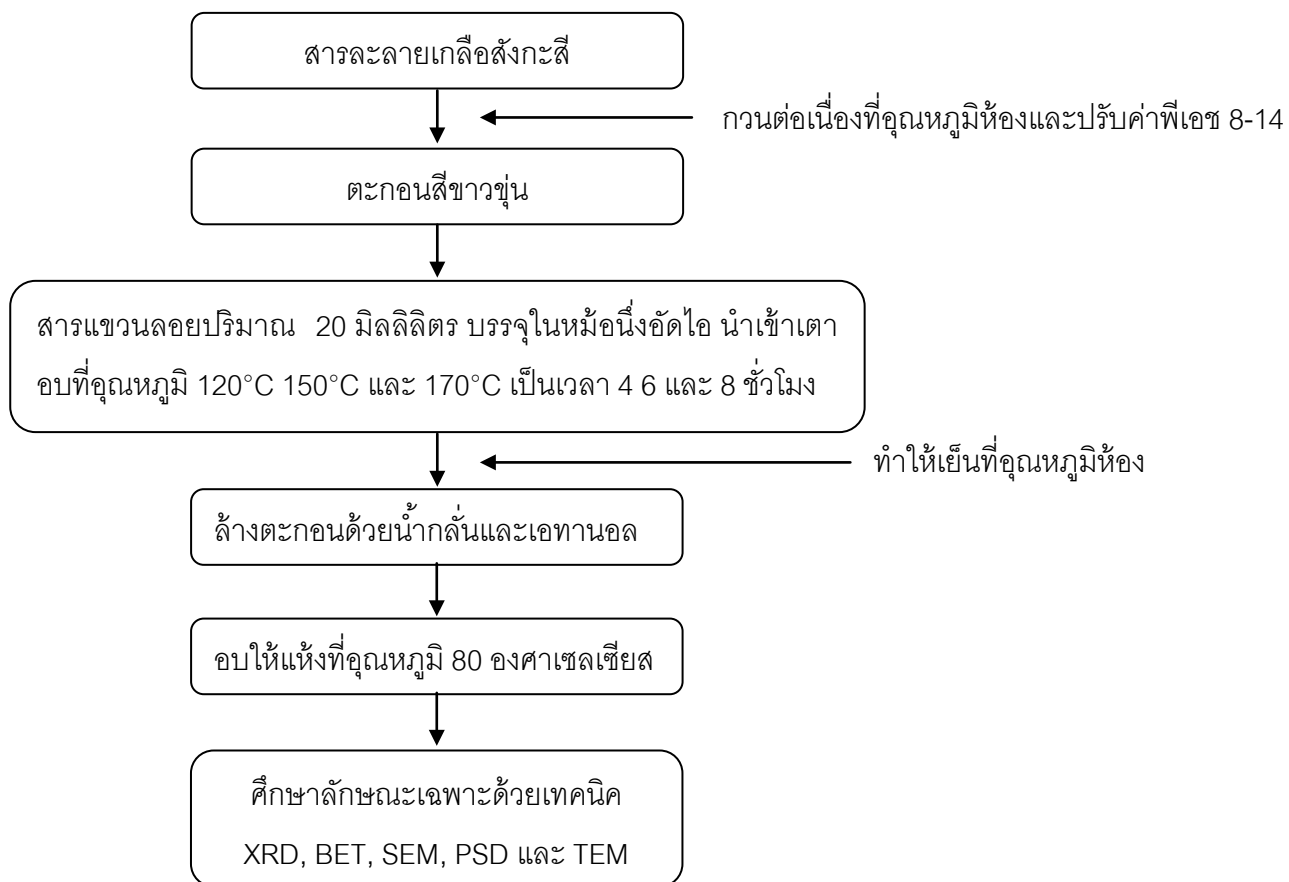
เตรียมสารละลายเกลือของสังกะสีไอออน โดยการนำฝุ่นผงสังกะสีที่ได้จากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนมาละลายในกรดซัลฟิวริก หรือกรดไนตริก โดยเติมน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร ลงในผงสังกะสี 2 กรัม จากนั้นกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 10 นาที แล้วค่อยๆ หยดกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98% (conc H_2SO_4) ลงไปโดยให้ได้อัตราส่วนของกรดต่อน้ำเป็น 1:5 โดยปริมาตร ในขณะที่กรดไนตริกเข้มข้น 65% (conc HNO_3) จะใช้อัตราส่วนของกรดต่อน้ำเป็น 1:2.22 จากนั้นกวนต่อไปอีกประมาณ 150 นาที กรองส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ดังแสดงในภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น

3.2.3 ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์

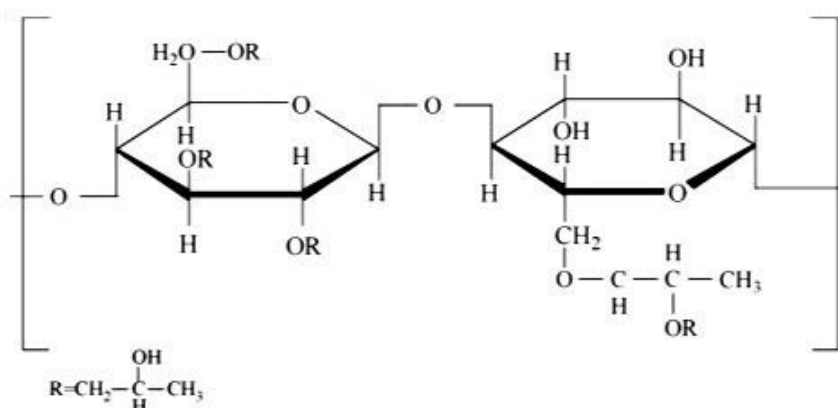
ตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ ค่าพีเอช อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยมีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้ นำสารละลายเกลือของโลหะซิงก์ที่เตรียมได้ ไปตกตะกอนด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ความเข้มข้น 12 โมลาร์ โดยตกตะกอนที่ค่าพีเอช⁽⁵⁹⁾ 8 10 12 และ 14 ภายใต้การกวนต่อเนื่อง จากนั้นเทสารละลายที่ปรับพีเอชแล้วปริมาตร 20 มิลลิลิตร ลงในภาชนะเพפלอนที่บรรจุอยู่ในหม้อนึ่งอัดไอ (autoclave) สเตนเลสสตีล โดยปิดฝาให้สนิท แล้วจึงนำเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 120 150 และ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 6 และ 8 ชั่วโมง แล้วจึงนำหม้อนึ่งอัดไอออกจากเตาอบ ทิ้งให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นนำสารที่ได้ไปกรองและล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลแล้วอบตะกอนให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วบดด้วยโกร่ง จะได้ผงตัวอย่างเพื่อเตรียมวิเคราะห์ต่อไป



ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์

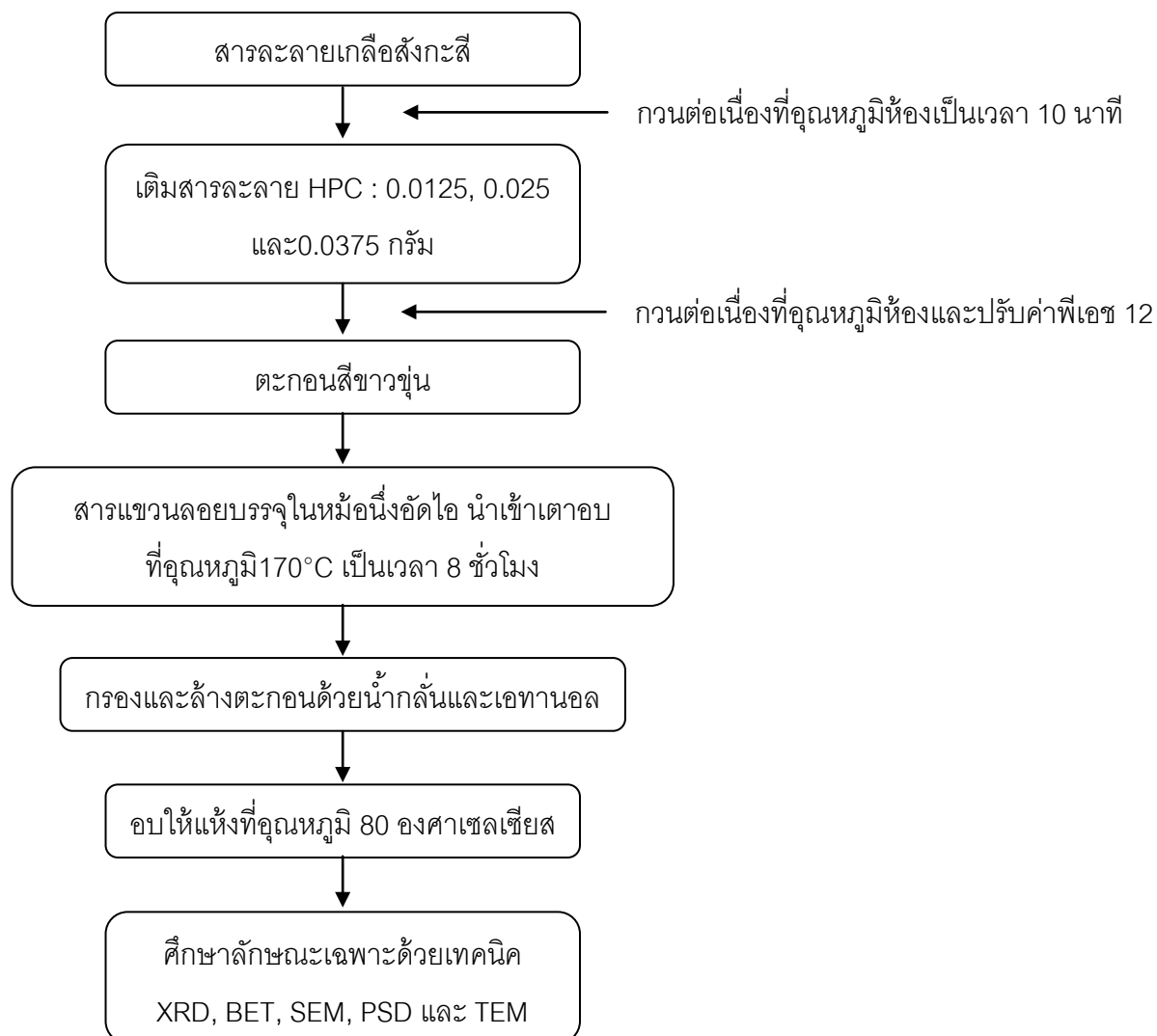
3.2.4 ศึกษาผลการเติมสารช่วยกระจายตัว (HPC)

สารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่ใช้ ในงานวิจัยนี้คือ ไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (Hydroxypropyl cellulose ; HPC, MW 100,000 Aldrich Chem)⁽⁶⁰⁾ เป็นสารช่วยกระจายตัวชนิด non-ionic polymer ละลายได้ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียสขึ้นไป เมื่อละลายจะให้ความเป็นขั้วออกมาในสารละลาย^(61, 62) และสามารถช่วยกระจายตัวได้แบบ steric stabilization ดังที่กล่าวไปแล้วในบทที่ 2 และมีสูตรโครงสร้างของสารพอลิเมอร์ HPC แสดงในภาพที่ 3.3⁽⁶²⁾



ภาพที่ 3.3 แผนผังแสดงสูตรโครงสร้างของพอลิเมอร์ HPC

เตรียมสารละลายไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลสในปริมาณ 0.0125 0.025 และ 0.0375 กรัม โดยละลายผง HPC ในน้ำกลั่นปริมาตร 5 มิลลิลิตร และกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 นาที จนได้สารละลายใส ทิ้งให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง และนำไปหยดลงในสารละลายเกลือของสังกะสีที่เตรียมไว้ปริมาตร 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำ สารละลายที่เตรียมได้ ไปตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 12 โมลาร์ ปรับค่าความเป็นกรดต่าง ให้ได้ค่าพีเอช 12 ภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่อง จากนั้นจึงนำเข้าเตาอบ ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส (ได้จากการเตรียมในข้อ 3.2.3) จากนั้นนำไปกรองและล้างตะกอน ที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล แล้วอบตะกอนให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ออกไซด์ที่เติมสารช่วยกระจายตัว

3.3 วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 วิเคราะห์โครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของผงซิงก์ออกไซด์

วิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของซิงก์ออกไซด์ทั้งก่อนและหลังการไฮโดรเทอร์มัล ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยเครื่อง X-ray diffraction (XRD; D8- Advance, Bruker AXS Model D8 Discover) โดยมี Cu-K α ($\lambda = 0.154$ นาโนเมตร) เป็นแหล่งกำเนิดแสง X-ray ที่ค่าความต่างศักย์เป็น 40 กิโลโวลต์ และกระแสไฟฟ้าเป็น 25 มิลลิแอมแปร์ อัตราการวิเคราะห์เฟสเป็น 0.2 องศา/วินาที โดยใช้มุม 2θ จาก 10 ถึง 70 องศา

3.3.2 โครงสร้างผลึกและขนาดผลึก

นำผงตัวอย่างซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มาศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray diffraction โดยใช้มุม 2θ จาก 10 ถึง 70 องศา แล้วนำกราฟดิฟแฟรกโตแกรม และระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้มาทำการเปรียบเทียบกับกราฟดิฟแฟรกโตแกรม และข้อมูลมาตรฐานจากฐานข้อมูลของ JCPDS file (Joint Committee on Powder Diffraction Standard file) และคำนวณหาขนาดผลึกด้วยสมการ Scherrer

$$\text{Scherrer : } D_c = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (\text{สมการ 3.1})$$

เมื่อ	D_c	คือ	ขนาดผลึกเฉลี่ย
	K	คือ	ค่าคงที่ Scherrer มีค่าเท่ากับ 0.89
	λ	คือ	ความยาวคลื่น X-ray มีค่าเท่ากับ 0.154 nm
	β	คือ	ความกว้างของความสูงครึ่งหนึ่งของพีค XRD (full width at half-maximum (FWHM))
	θ	คือ	มุมเลี้ยวเบน (diffraction angle)

3.3.3 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา (morphology) และขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์

วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM รุ่น JSM-6480LV, JEOL, Japan) และ Transmission electron microscope (TEM; JEOL JEM-2010) การเตรียมเพื่อวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ ของการทดสอบด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope ทำโดยตัดกระจกสไลด์ให้เป็นชิ้นเล็กขนาดประมาณ 5×5 มิลลิเมตร นำกระจกที่ได้ไปทำความสะอาดโดยการล้างด้วยอัลตราโซนิก ในน้ำกลั่นและเอทานอลเป็นเวลาอย่างละ 10 นาที นำผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ 0.01 กรัม ใส่ลงในเอทานอลปริมาตร 10 มิลลิลิตร และนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic probe) เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปหยดลงบนกระจกที่เตรียมไว้ ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องและอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน จากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปติดกับแท่นรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่แล้วนำไปเคลือบผิวบางๆ ด้วยทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าและทำให้เห็นภาพโครงสร้างระดับจุลภาคชัดขึ้น จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 15 kV และถ่ายภาพที่กำลังขยายต่างๆ ส่วนการทดสอบด้วยเครื่องมือ Transmission electron microscope จะเตรียมเหมือนกับวิธีที่กล่าวมาข้างต้น แต่จะหยดสารละลายลงบนกริดคอปเปอร์ (grid) ทิ้งให้แห้งและเก็บใน desiccator ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน

3.3.4 วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area)

วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เทคนิค Brunauer Emmett Teller (BET; Coulter SA 3100) ใช้ผงตัวอย่างประมาณ 0.15 กรัม ใส่ลงหลอดแก้ว BET จากนั้น นำเข้าเครื่อง BET ในตำแหน่งที่ทำให้แห้งและเป็นสุญญากาศ (out gas) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาทีต่อ 1 ตัวอย่าง จากนั้นย้ายหลอด BET ไปที่ตำแหน่งวิเคราะห์ ซึ่งจุ่มลงในไนโตรเจนเหลวเพื่อวัดความสามารถในการดูดซับไนโตรเจนที่ผิว

3.3.5 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalytic activity)

ศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ด้วยวิธีการทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู ภายใต้แสงยูวีด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer (Perkin Elmer Lambda 35) โดยนำผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มา 0.02 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายเมทิลีนบลู (Methylene blue) เข้มข้น 0.02 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ผสมกันโดยทำการกวนอย่างต่อเนื่องในที่มีตัวเร่งเครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) 30 นาที จากนั้นนำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวก์ (centrifuge) 10 นาที แล้วแยกเอาเฉพาะส่วนที่เป็นสารละลายใสไปวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงยูวีที่ความยาวคลื่น 664 nm ด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer โดยจะทำการวิเคราะห์ในช่วง UV-Visible wavelengths (300 ถึง 800 นาโนเมตร) ทำซ้ำเป็นจำนวน 3 ครั้ง หรือจนค่าการดูดกลืนไม่เปลี่ยนแปลง จากนั้นนำผงซิงก์ออกไซด์ที่ผสมกับสารละลายเมทิลีนบลูไปทำการกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมกับฉายแสงยูวี (UV-A) ที่ความเข้มแสง 2 mW/cm^2 เป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยนำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวก์ 10 นาที แล้วแยกเอาเฉพาะส่วนที่เป็นสารละลายใสไปวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงยูวี ด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer และทำซ้ำทุก 30 นาที จนสีของสารละลายเมทิลีนบลู เปลี่ยนจากสีฟ้ากลายเป็นสารละลายใสไม่มีสี

จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงที่เวลาต่างๆ ไปเปลี่ยนเป็นค่าความเข้มข้น (C) ซึ่งการคำนวณหาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู สามารถคำนวณได้จากสมการ 3.2 โดยการ plot กราฟระหว่าง $\ln \frac{C_0}{C_t}$ กับ เวลาในการย่อยสลายเมทิลีนบลู (t) และค่าความชันของกราฟที่ได้ คือ ค่าอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู (k)

$$kt = \ln \frac{C_0}{C_t} \quad (\text{สมการ 3.2})$$

- โดยที่
- C_0 = ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเมทิลีนบลู (มิลลิโมลาร์)
 - C_t = ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เวลาต่างๆ (มิลลิโมลาร์)
 - k = อัตราเร็วในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู (นาที⁻¹)
 - t = เวลาที่ใช้ในการฉายแสง (นาที)

3.3.6 วิเคราะห์ประจุที่ผิวของอนุภาค

วิเคราะห์ค่า zeta potential เพื่อศึกษาประจุที่ผิวของอนุภาคด้วยเครื่อง Zeta potential Analyzer (ZetaPALS, Brookhaven Instrument) เพื่อหาค่าประจุที่ผิวของอนุภาคที่ค่าพีเอชของสารแขวนลอยจาก 6 ถึง 12 โดยเตรียมสารแขวนลอยจากผงของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในน้ำที่มีปริมาณของของแข็ง 0.01% โดยน้ำหนัก ใช้ตัวปรับความเป็นกรดด้วย HNO_3 ที่ความเข้มข้น 0.01M และ 0.1M และตัวปรับความเป็นเบสด้วย NaOH ที่ความเข้มข้น 0.01M และ 0.1M

3.3.7 ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution)

วิเคราะห์ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค laser light scattering (Mastersizer 2000, Malvern Instruments) โดยนำผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ 0.01 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำบีกเกอร์ใส่ลงในเครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic bath) เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวก่อนนำสารละลายไปทำการวิเคราะห์

3.3.8 สมบัติการต้านการเติบโตของแบคทีเรีย

การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยทำการทดสอบประสิทธิภาพและความสามารถของผงซิงก์ออกไซด์ต่อการต้านแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* ATCC 25922 (*E.coli*)

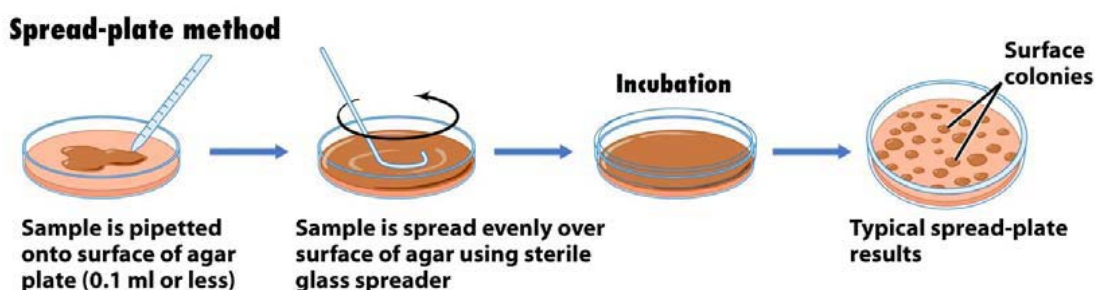
3.3.8.1 การวิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยวิธี Spread plate

วิธีการกระจายเชื้อ (spread plate)⁽⁶³⁾ ซึ่งอ้างอิงตามมาตรฐานของ JIS Z 2801 เป็นการทดสอบในเชิงปริมาณ (quantitative analysis) ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้เนื่องจากใช้เครื่องมือมีน้อย สะดวก และรวดเร็ว โดยเริ่มจากการนำผงซิงก์ออกไซด์ 0.05 กรัม ลงในขวดเลี้ยงเชื้อที่มีปริมาตร 20 มิลลิลิตรและมีจำนวนแบคทีเรียเป็น 10^6 CFU/ml (จำนวนเชื้อตั้งต้น) จากนั้นนำขวดดังกล่าวไปทำการสั่นด้วยเครื่องเขย่าควบคุมอุณหภูมิ (incubator shaker, GYROMAX™ 737) ที่อุณหภูมิ 35 ถึง 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาแล้วจะดูดเชื้อจากขวดปริมาณ 1 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ (serial dilution) ที่ปราศจากเชื้อและทราบปริมาณที่

แน่นอน ให้อยู่ในระดับความเข้มข้นประมาณ 10^{-4} เพื่อให้จำนวนโคโลนีอยู่ในช่วงที่กำหนด คือ ช่วง 30 ถึง 99 โคโลนี โดยแต่ละโคโลนีจะเจริญมาจากเซลล์เซลล์เดียว ดังนั้นการนับเซลล์โคโลนีจึงเป็นการนับเซลล์ที่มีชีวิตเท่านั้น จากนั้นนำแบคทีเรียที่ผ่านการเจือจางแล้วปริมาณ 0.1 มิลลิลิตร หยดลงบนจานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่ จากนั้นนำแท่งแก้วรูปตัวแอล (L-spreader) ที่ผ่านการฆ่าเชื้อโดยทำการจุ่มแอลกอฮอล์ 95 เปอร์เซ็นต์ แล้วฉีกแอลกอฮอล์แห้งหมดไปและทิ้งให้เย็นซักครู่ จากนั้นนำแท่งแก้วมาเกลี่ยเชื้อให้ทั่วทั้งจานอาหารวุ้นเพื่อเป็นการทำให้เซลล์ต่างๆ แยกและกระจายออกจากกัน ดังแสดงในภาพที่ 3.5⁽⁶⁴⁾ ต่อมานำจานเพาะเชื้อไปบ่มไว้ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วตรวจผลโดยการนับจำนวนโคโลนี (colony) ของแบคทีเรียที่รอดชีวิตด้วยตาเปล่าโดยรายงานเป็นจำนวน colony Forming Unit/ml (CFU/ml)⁽³⁸⁾ และนำมาหาค่าเฉลี่ยของจำนวนเชื้อในแต่ละเงื่อนไข จากนั้นนำไปคำนวณเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย (% reduction)⁽⁶⁵⁾ ตามสมการ 3.3

$$R = \frac{100(A - B)}{A} \quad (\text{สมการ 3.3})$$

เมื่อ	R	คือ	เปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย
	A	คือ	จำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อของจานควบคุม (untreated control specimen)
	B	คือ	จำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อของชิ้นงานตัวอย่าง (treated test specimen)



ภาพที่ 3.5 วิธีการทำให้เชื้อกระจาย (spread plate)

การนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่เจริญบนจานเพาะเชื้อจะต้องอาศัยวิธีการเจือจาง (serial dilution) เพื่อไม่ให้เกิดการนับจำนวนเซลล์มีจำนวนไม่มากหรือน้อยเกินไป ถ้าจำนวนเชื้อมีมากเกินไปจะทำให้ความถูกต้องแม่นยำในการนับลดลง ถ้าจำนวนเชื้อมีน้อยเกินไปจะไม่สามารถเป็นตัวแทนของจำนวนเชื้อตั้งต้นได้เพราะว่าโอกาสผิดพลาดในการประเมินจำนวนของเชื้อที่เจริญเติบโตจะมีสูงขึ้น โดยทั่วไปจะให้จำนวนเซลล์ระหว่าง 25 ถึง 250 เซลล์ ดังนั้นจึงควรทำการเจือจางเชื้อลงทีละ 10 เท่าก่อนจะนำไปทดสอบด้วยวิธีต่างๆ การรายงานผลโดยวิธีการนับจำนวนแบคทีเรียในจานเพาะเชื้อจะรายงานเป็น Colony Forming Unit (CFU)⁽⁶⁶⁾ เนื่องจากไม่สามารถบอกได้อย่างชัดเจนว่า 1 โคโลนีมาจาก 1 เซลล์ ดังนั้นจากในแต่ละความเจือจางจึงดูตาม 0.1 มิลลิลิตร ใส่จานเพาะเชื้อที่มีอาหารวุ้นลงไป บ่มเชื้อไว้ให้เจริญเป็นโคโลนี เพื่อนับจำนวนโคโลนีที่เกิดขึ้นต่อมิลลิลิตร ในที่นี้จานที่ 4 นับได้ 17 โคโลนี แต่นำเชื้อมาเพียง 0.1 มิลลิลิตร จากหลอดความเจือจาง 10^{-4} ดังนั้นเชื้อตั้งต้นจะมีจำนวนเชื้อ = $17 \times 10 \times 10^4 = 1.7 \times 10^6$ CFU/ml ดังแสดงในภาพที่ 3.6⁽⁶³⁾ และ แสดงดังสมการที่ 3.4

$$\text{จำนวนแบคทีเรีย (bacteria/ml)} = \text{จำนวนโคโลนีบนจานเพาะเชื้อ} \times 10 \\ \times \text{ส่วนกลับของระดับการเจือจางที่มีหน่วย CFU}$$

(สมการ 3.4)

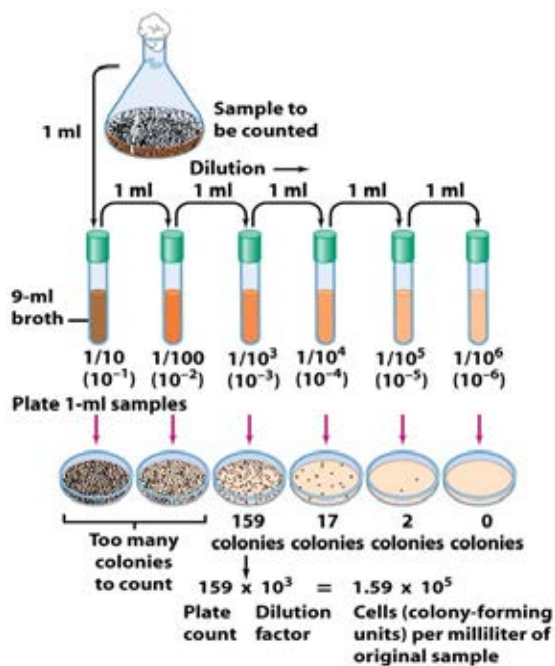


Figure 6-11 Brock Biology of Microorganisms 11/e
© 2006 Pearson Prentice Hall, Inc.

ภาพที่ 3.6 ขั้นตอนการเจือจางแบคทีเรียแบบ serial dilution

บทที่ 4

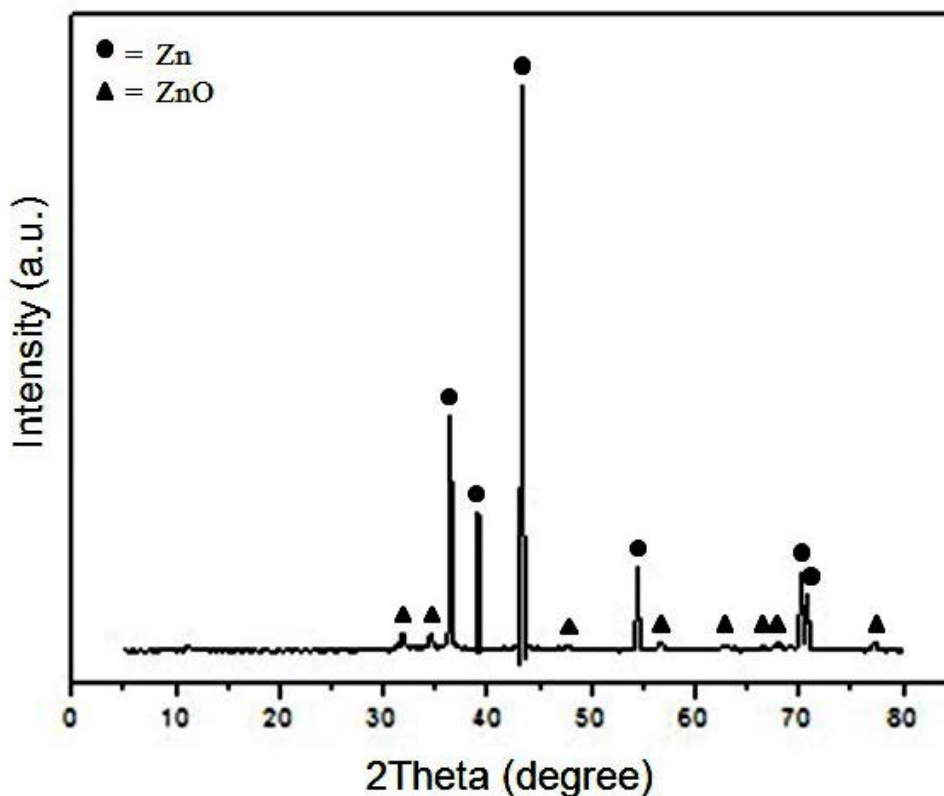
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์จากฝุ่นสังกะสีที่เป็นกากของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งแบ่งผลการศึกษาออกเป็นหลายหัวข้อ ได้แก่ ศึกษาสมบัติก่อนและหลังการไฮโดรเทอร์มัล ชนิดของกรดที่ใช้ในการละลาย ค่าความเป็นกรดต่างในการตกตะกอน อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มัล และผลการเติมสารช่วยกระจายตัว ต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้มีการศึกษาถึงผลการต่อต้านแบคทีเรีย โดยผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลแสดงรายละเอียดดังหัวข้อต่อไปนี้

4.1 ผลการศึกษาสมบัติของสารตั้งต้น

4.1.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ

ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนด้วยเทคนิค X-ray diffraction แสดงในภาพที่ 4.1 พบว่าฝุ่นผงที่ได้มาจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนประกอบไปด้วยโลหะสังกะสี (Zn, JCPDS : 00-004-0831) และซิงก์ออกไซด์ (ZnO, JCPDS : 36-1451) ปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย



ภาพที่ 4.1 กราฟ XRD ของฝุ่นผงสังกะสี (zinc-dust waste)

4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

ผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนด้วยเทคนิค X-ray fluorescence พบว่ามีโลหะสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก และมีโลหะอื่นๆ ผสมอยู่ด้วยในปริมาณเล็กน้อย ดังตารางที่ 4.1

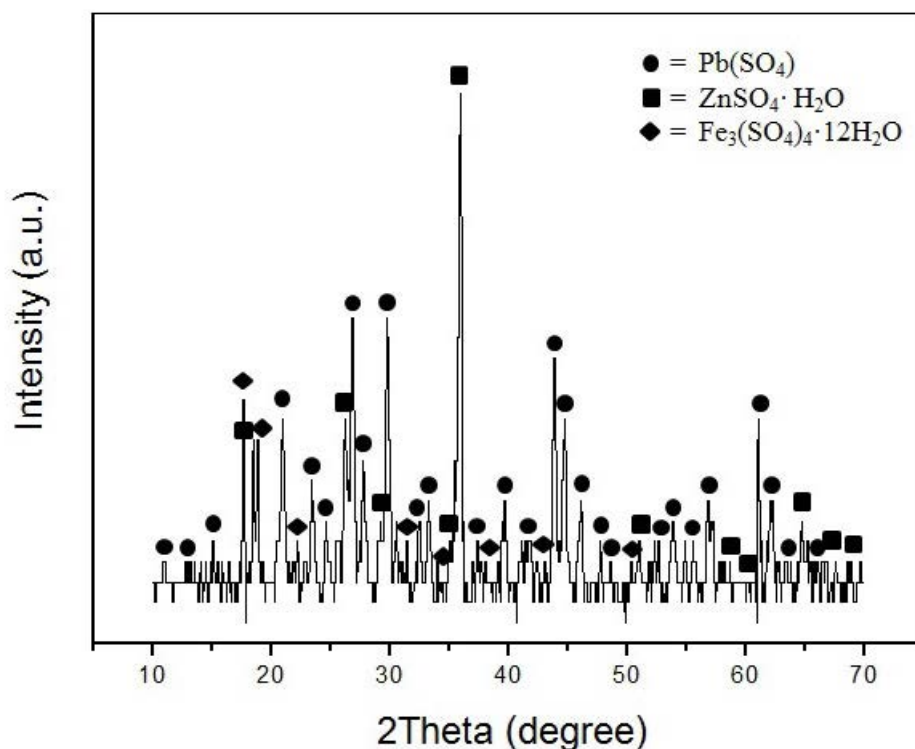
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีในฝุ่นผงสังกะสี

องค์ประกอบเคมี	ปริมาณ (wt.%)
Zn	97.48
SO ₃	1.48
Pb	0.41
Cl	0.43
Fe ₂ O ₃	0.19

4.2 ผลการศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริก

4.2.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบตะกอนสารตั้งต้นที่ไม่ละลายในกรดซัลฟิวริก

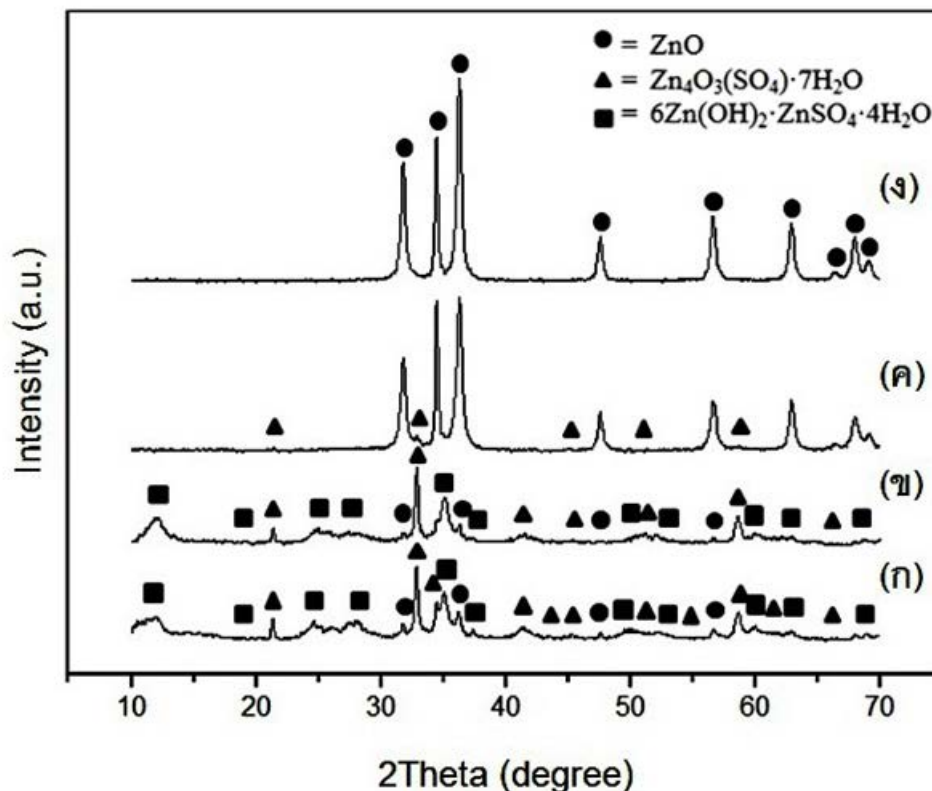
ผลการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของกากตะกอนที่กรองได้จากการละลายสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสีในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98% (conc H_2SO_4) เป็นเวลา 150 นาที แล้วนำไปอบแห้ง ดังแสดงในภาพที่ 4.2 พบว่าตะกอนที่ได้ประกอบด้วยเฟสของ เลทซัลเฟต ($\text{Pb}(\text{SO}_4)$, JCPDS : 01-082-1854) ซิงก์ซัลเฟตไฮเดรต ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, JCPDS : 00-001-0621) และ ไอรอน ซัลเฟตไฮเดรต ($\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, JCPDS : 00-004-0267) จากผล XRD เฟสที่พบสอดคล้องกับองค์ประกอบเคมีที่พบในฝุ่นผงสังกะสีดังแสดงในผล XRF ของสารตั้งต้น ซึ่งโลหะซิงก์ส่วนใหญ่ละลายในกรดเกิดเป็นสารละลายเกลือของซัลเฟต และเหลือตะกอนบางส่วนปริมาณเล็กน้อยที่ไม่ละลาย ส่วนตะกอนมีความสามารถในการละลายในกรดซัลฟิวริกต่ำ จะเกิดเป็นตะกอนของ $\text{Pb}(\text{SO}_4)$ และโดยปกติในกระบวนการชุบเคลือบเหล็กด้วยซิงก์ ในขั้นตอน pickling ที่จุ่มเหล็กลงในกรดซัลฟิวริกมักเกิด FeSO_4 เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการ



ภาพที่ 4.2 กราฟ XRD ของส่วนประกอบของฝุ่นผงสังกะสีในส่วนที่ไม่ละลายในกรดซัลฟิวริก

4.2.2 ผลของค่าพีเอชในการตกตะกอน

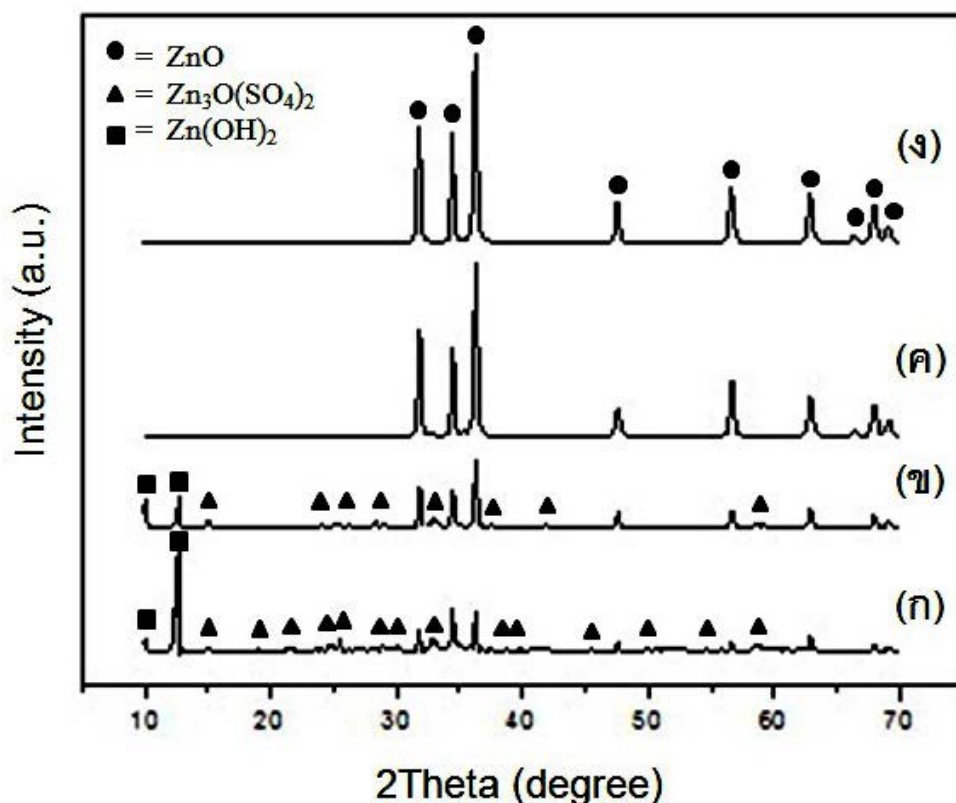
4.2.2.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ



ภาพที่ 4.3 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล

(ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14

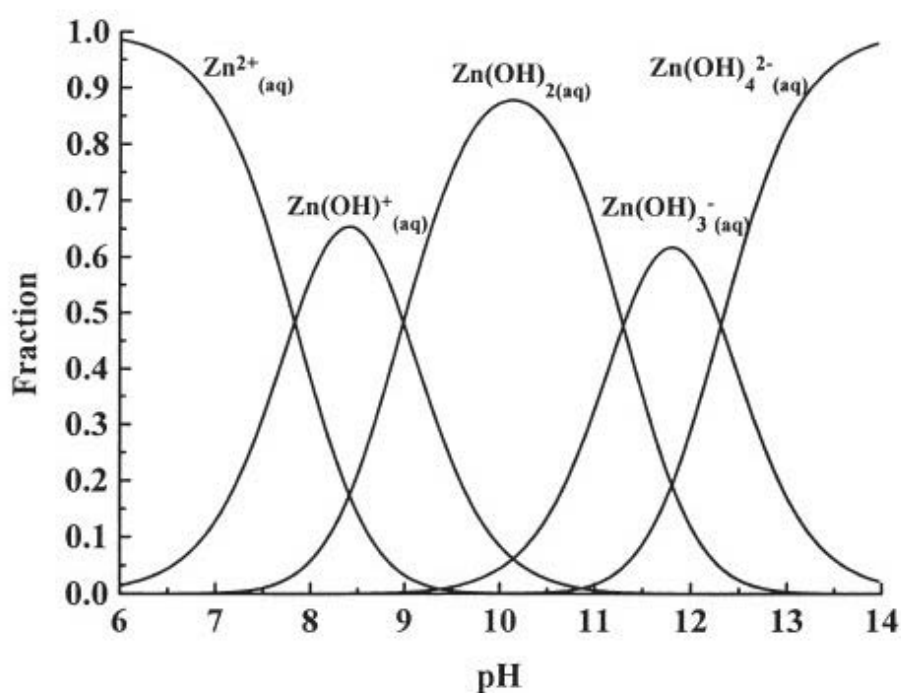
ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของผงตัวอย่างก่อนผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ที่เตรียมได้จากการนำสารละลายที่ได้จากการละลายฝุ่นผงสังกะสีด้วยกรดซัลฟิวริกแล้วกรองตะกอนที่ไม่ละลายออก และนำไปตกตะกอนโดยปรับค่าพีเอชที่ 8 ถึง 14 แสดงดังในภาพที่ 4.3 พบว่าผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่พีเอช 8 และ 10 ประกอบด้วยสารประกอบไฮดรอกไซด์และซัลเฟต ได้แก่ ซิงก์ซัลเฟตไฮดรอกไซด์ไฮเดรต ($6\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot \text{ZnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, JCPDS : 00-011-0280) ซิงก์ออกไซด์ซัลเฟตไฮเดรต ($\text{Zn}_4\text{O}_3(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, JCPDS : 00-003-0797) เป็นเฟสหลักและมีเฟสของซิงก์ออกไซด์ (ZnO , JCPDS : 00-036-1451) เกิดขึ้นเล็กน้อย เมื่อค่าพีเอชเพิ่มขึ้นเป็น 12 พบว่าเฟสของซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน แต่ยังคงพบเฟสของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟตไฮเดรต ซึ่งมีปริมาณที่ลดลงมากเมื่อเทียบกับที่พีเอช 8 และ 10 และเมื่อเพิ่มพีเอชถึง 14 จะพบเพียงเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว



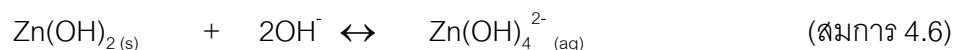
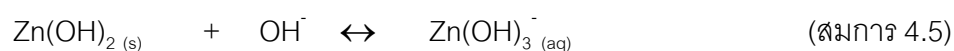
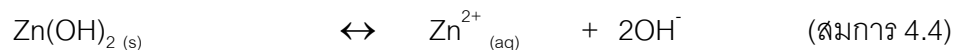
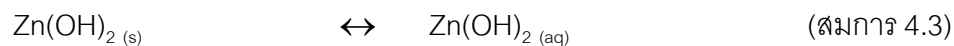
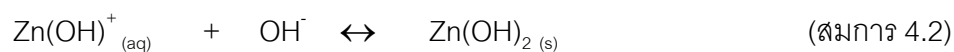
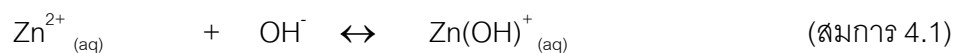
ภาพที่ 4.4 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่พีเอชต่างๆ หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัล (ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14

หลังจากนำสารที่เตรียมได้จากการตกตะกอนที่พีเอช 8 ถึง 14 ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ไปศึกษาองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.4 พบว่าที่พีเอช 8 ประกอบด้วยเฟสหลักคือ ซิงก์ไฮดรอกไซด์ (Zn(OH)_2 , JCPDS : 00-012-0142) รองมาคือ ซิงก์ออกไซด์ และเฟสของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต ($\text{Zn}_3\text{O(SO}_4)_2$, JCPDS : 00-032-1475) เมื่อเพิ่มพีเอชถึง 10 พบว่ามีปริมาณของเฟสซิงก์ไฮดรอกไซด์ลดลง เฟสของซิงก์ออกไซด์สูงขึ้น แต่ยังคงมีซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต และเมื่อเพิ่มพีเอชไปถึง 12 และ 14 พบว่าเฟสของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟตและซิงก์ไฮดรอกไซด์หายไปเหลือเพียงแต่เฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว ด้วยกระบวนการ dissolution/precipitation ภายใต้ไฮโดรเทอร์มัล ดังนั้นหากต้องการเตรียมให้ได้เฟสซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ต้องปรับพีเอชในการตกตะกอนตั้งแต่พีเอช 12 เป็นต้นไป และสังเกตเห็นว่าผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัลมีความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกของซิงก์ออกไซด์ที่สูงกว่า ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาในการเตรียมซิงก์ออกไซด์ด้วย

กระบวนการตกตะกอน หรือ ไฮโดรเทอร์มัล จะเกิดซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ได้ที่พีเอชเป็นด่างสูงประมาณ 11 ถึง 13⁽¹⁹⁾ เป็นผลมาจากปริมาณของไฮดรอกซิลในสารละลายที่ไปจับกับไอออนบวกของซิงก์ที่เหมาะสม โดยทั่วไปมีการอธิบายว่าขนาดและรูปร่างของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ถูกควบคุมด้วยสถานะทางเคมี (chemical state) ของไอออนของซิงก์ (Zn^{2+} ions) ในสารละลาย นอกจากนี้การเกิดการตกตะกอนของซิงก์ออกไซด์ยังขึ้นกับปัจจัยทางอุณหพลศาสตร์ (thermodynamic) และจลนศาสตร์ (kinetic) ด้วย ซึ่งสถานะทางเคมีของไอออนของซิงก์ในสารละลายขึ้นอยู่กับพีเอชและชนิดของไอออนลบ โดย species ของไอออนของซิงก์ที่พีเอชต่างๆ แสดงดังในภาพที่ 4.5⁽⁶⁷⁾ และสามารถเขียนเป็นสมการ⁽⁶⁷⁾ ได้ดังต่อไปนี้

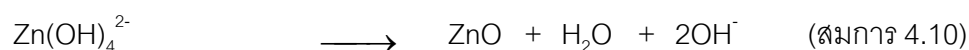
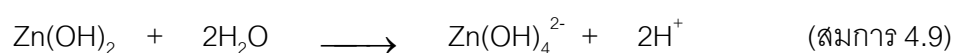
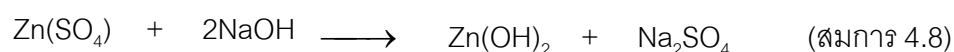
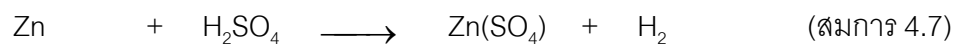


ภาพที่ 4.5 สัดส่วนของ Zn (II) ions species ที่พีเอชต่างๆ วัดที่ 25°C



การเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายเกลือของซิงก์ไอออน จะเกิดสารประกอบ $\text{Zn}(\text{OH})^+$ และตามด้วยการตกตะกอนของ $\text{Zn}(\text{OH})_2$ เมื่อพีเอชสูงขึ้นที่ 12 ถึง 14 เกิดการ dissolution ของตะกอนที่เกิดขึ้น เกิดเป็นสารประกอบ $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ และสุดท้ายได้เป็นตะกอนของ ซิงก์ออกไซด์ (ZnO)

ดังนั้นสามารถเขียนปฏิกิริยารับขั้นตอนการเกิดซิงก์ออกไซด์จากการละลายฝุ่นผงสังกะสีใน กรดซัลฟิวริก (conc H_2SO_4) เกิดเป็นสารละลายเกลือของซิงก์ซัลเฟตและตกตะกอนด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แสดงได้ดังสมการ^(13, 19, 57, 68) ต่อไปนี้



4.2.2.2 ผลวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค

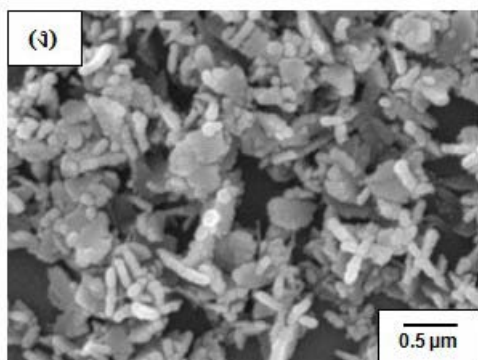
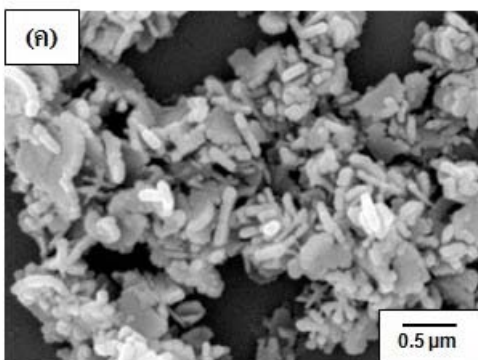
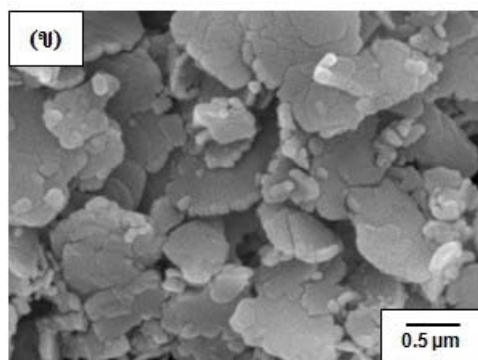
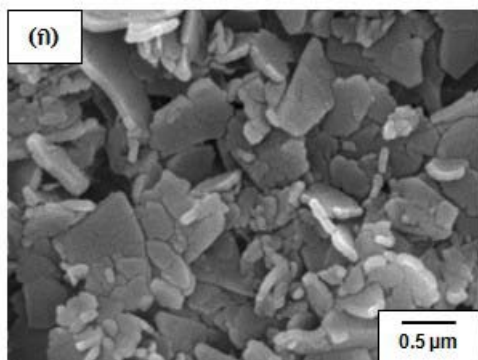
นำผงตัวอย่างที่เตรียมได้โดยการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริกและปรับค่าพีเอชเป็น 8 ถึง 14 ไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า เปรียบเทียบระหว่างก่อนและหลังการไฮโดรเทอร์มัล ดังแสดงในภาพที่ 4.6 พบว่าผงตัวอย่างก่อนการไฮโดรเทอร์มัลที่ค่าพีเอช 8 และ 10 อนุภาคมีลักษณะเป็นแผ่น (plate-like) ขนาดใหญ่ ระดับไมครอน ซึ่งน่าจะเป็นสารประกอบซิงก์ซัลเฟตไฮดรอกไซด์ไฮเดรตโดยอ้างอิงจากผล XRD และสอดคล้องกับผลการรายงานที่ผ่านมาซึ่งพบเฟสและรูปร่างสัณฐานเช่นเดียวกัน⁽¹⁹⁾ ที่พีเอช 10 เริ่มมีอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กเกิดขึ้น และเมื่อพีเอชเพิ่มขึ้นเป็น 12 และ 14 อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กลงและมีอนุภาคที่เป็นแท่งเล็กๆ เกิดขึ้น ซึ่งคือซิงก์ออกไซด์

ผงตัวอย่างหลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่เตรียมที่พีเอช 8 ค่อนข้างต่างจากก่อนการไฮโดรเทอร์มัล เนื่องจากเฟสที่เกิดขึ้นต่างกัน คือมีทั้งอนุภาคเล็กคล้ายทรงกลมเกาะอยู่ซึ่งน่าจะเป็นซิงก์ออกไซด์บนแผ่นของซิงก์ไฮดรอกไซด์ แต่ขนาดของแผ่นจะเล็กกว่าก่อนการไฮโดรเทอร์มัล และที่พีเอช 10 และ 12 อนุภาคทรงกลมมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อเพิ่มพีเอชถึง 14 พบว่าลักษณะคล้ายกับก่อนไฮโดรเทอร์มัลเป็นแผ่นและแท่งขนาดเล็ก จากภาพถ่าย SEM พบว่าเมื่อปรับค่าพีเอชในช่วงพีเอช 8 ถึง 12 อนุภาคจะมีแนวโน้มที่ขนาดลดลงและขนาดมีความสม่ำเสมอมากขึ้นโดยจากภาพ SEM ภาพที่ 4.6 (ค) จะพบว่าที่ค่าพีเอช 12 ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอและมีขนาดเล็กที่สุดเมื่อเทียบกับที่พีเอชอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์พื้นที่ผิวดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าสูงขึ้นเมื่อพีเอชเพิ่มมากขึ้นในช่วงพีเอช 8 ถึง 12 คือ 10.51 12.73 และ 17.72 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะกลับลดลงที่พีเอช 14 ค่าที่วัดได้คือ 15.73 ตารางเมตรต่อกรัม ผลการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS ดังแสดงในภาพที่ 4.7 และภาพที่ 4.8 ยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์มีเพียงสเปคตรัมของ Zn (ส่วน สเปคตรัมของ Cu และ C มาจากกิริตในการเตรียมตัวอย่าง)

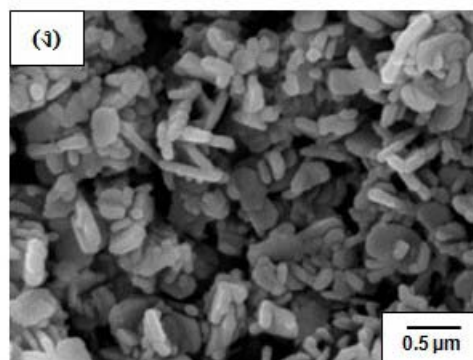
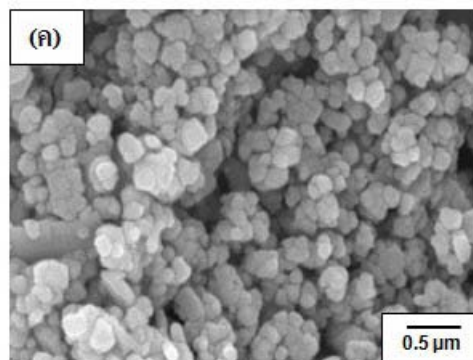
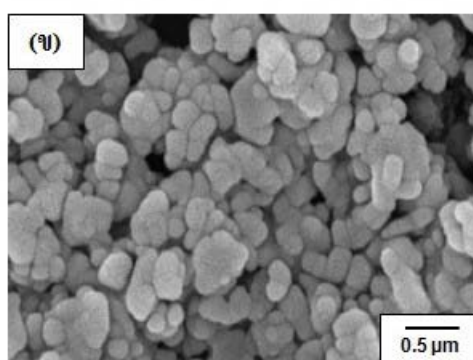
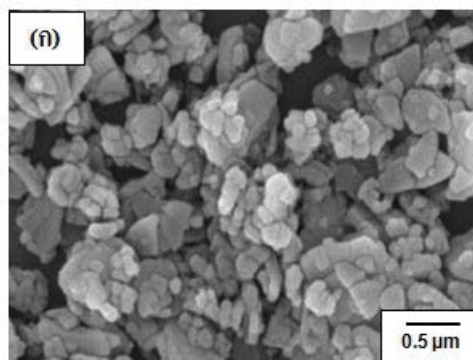
ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ

พีเอช	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ขนาดผลึก (nm)
8	10.51	113.53
10	12.73	104.63
12	17.72	98.44
14	15.73	63.91

ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล



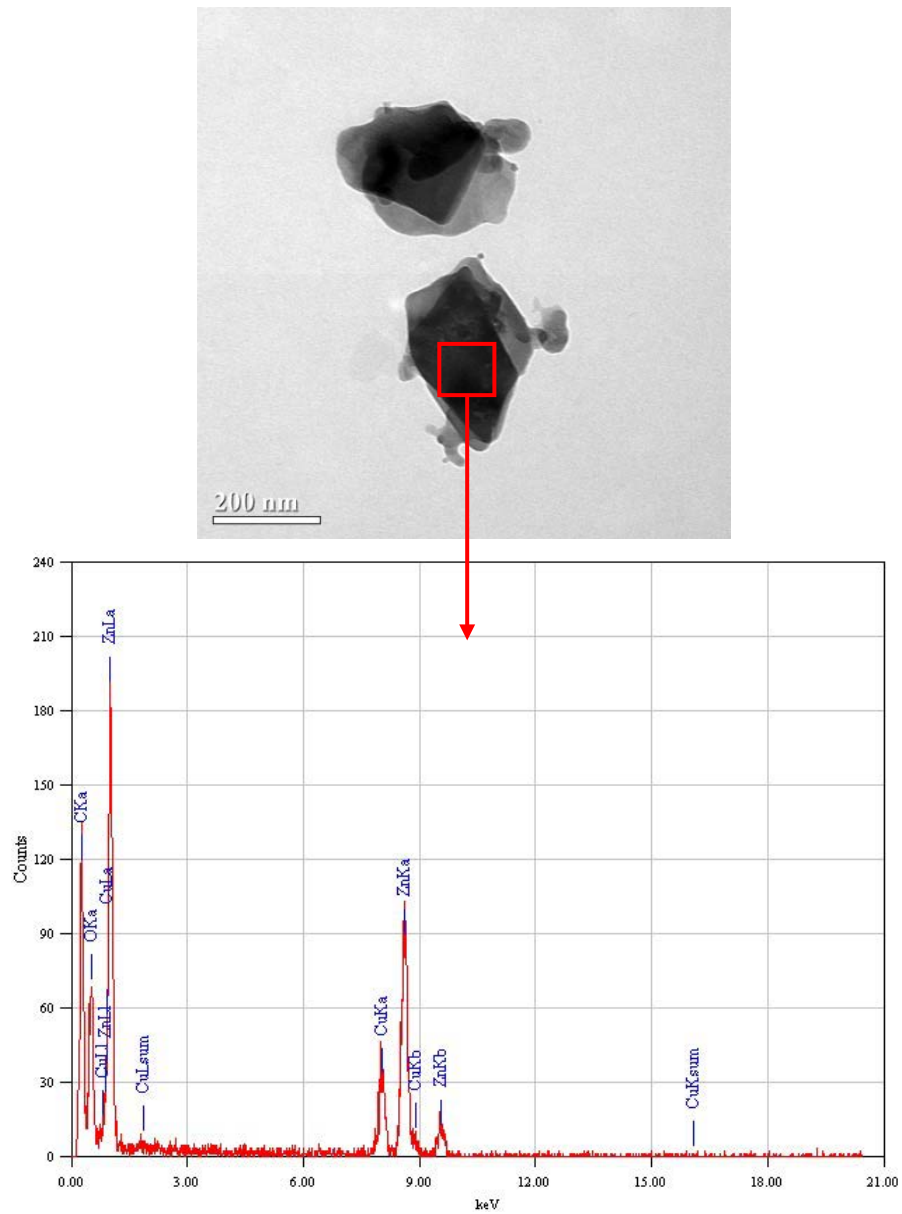
หลังการไฮโดรเทอร์มัล



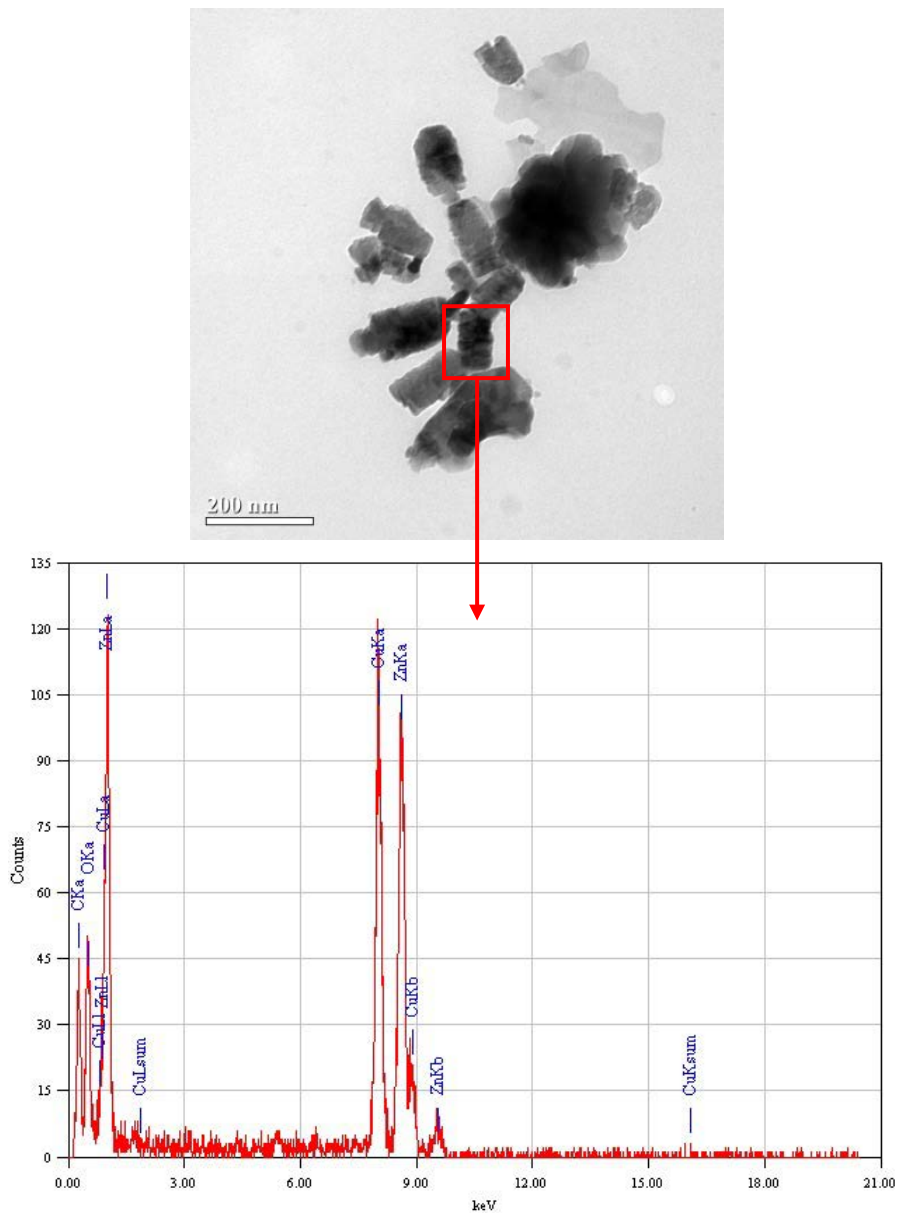
ภาพที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้

ที่ค่าพีเอชต่างๆ ทั้งก่อน (ซ้าย) และหลัง (ขวา) การไฮโดรเทอร์มัล

(ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14



ภาพที่ 4.7 ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัล ที่พีเอช 8

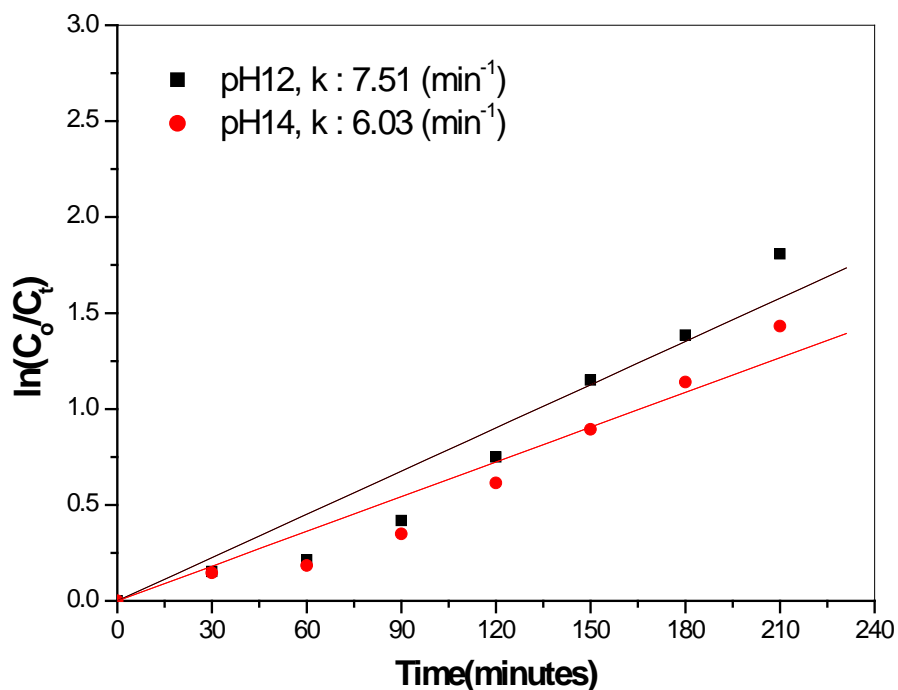


ภาพที่ 4.8 ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังจากการไฮโดรเทอร์มัล ที่พีเอช 12

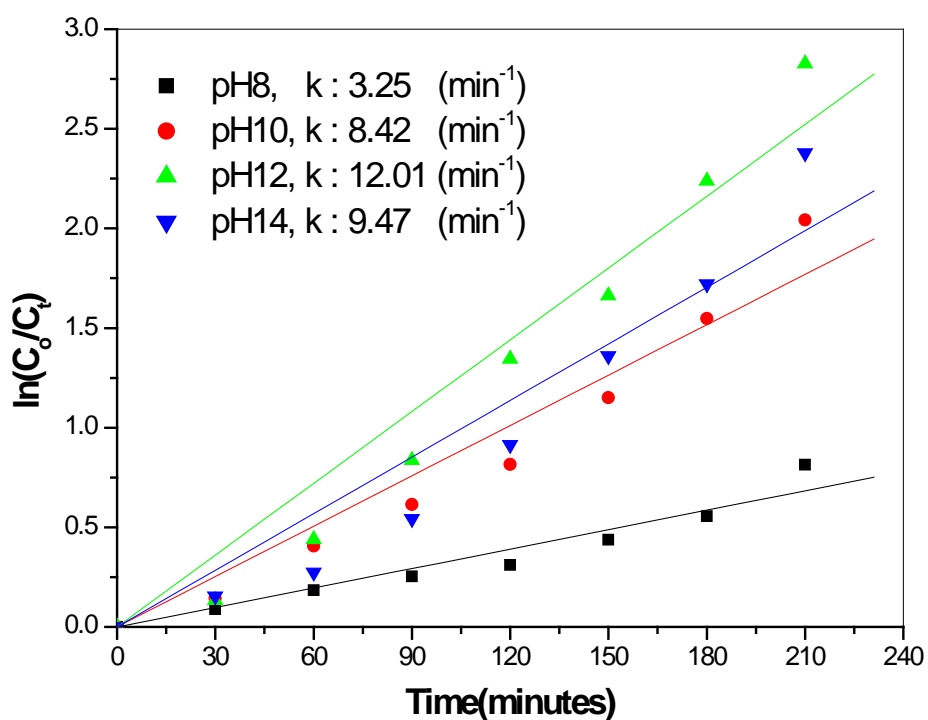
4.2.2.3 ผลวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

ผลการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงในการย่อยสลายเมทิลีนบลู ภายใต้แสงยูวีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังไฮโดรเทอร์มัล แสดงในภาพที่ 4.9 และภาพที่ 4.10 พบว่าซิงก์ออกไซด์ที่ตกตะกอนที่พีเอช 12 และ 14 ก่อนผ่านการไฮโดรเทอร์มัล มีอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูมีเท่ากับ 7.51×10^{-3} และ 6.03×10^{-3} นาที่ ตามลำดับ ส่วนผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 8 ถึง 14 หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัล พบว่าผงตัวอย่างที่แสดงอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูสูงที่สุด คือ ซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมที่พีเอช 12 มีค่าเท่ากับ 13.69×10^{-3} นาที่ รองลงมาได้แก่ ค่าพีเอชที่ 14, 10 และ 8 โดยมีค่าอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูเท่ากับ 11.16 9.42 และ 3.51×10^{-3} นาที่ ตามลำดับ ทั้งนี้ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูได้แก่ ความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่าง เนื่องจากจากผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่ำ คือ 8 และ 10 มีเฟสของซิงก์ซัลไฟด์และไฮดรอกไซด์เหลืออยู่ จึงมีประสิทธิผลต่ำกว่าซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ นอกจากนี้ขนาดและรูปร่างพื้นฐานของอนุภาคที่ส่งผลต่อพื้นที่ผิวของสารเป็นปัจจัยสำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง สารที่มีพื้นที่ผิวสูงจะช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาได้ดี และอีกปัจจัยหนึ่งคือ ความเป็นผลึก (crystallinity) ผลึกที่ไม่สมบูรณ์ มีจุดบกพร่อง (defect) หรือเป็นอสัณฐาน (amorphous) จะส่งเสริมการเกิดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอน และโฮล (recombination) ที่เกิดขึ้นจากกลไกการกระตุ้นด้วยแสง เนื่องจาก คู่อิเล็กตรอน และโฮล ที่เกิดขึ้นจะเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อการเกิดตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงในการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่ผิวของอนุภาค หากคู่อิเล็กตรอน และโฮล เกิดขึ้นและเกิดการกลับมารวมตัวกัน จะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวต่ำลง ซึ่งการวัดอัตราการเกิด recombination โดยตรงนั้นกระทำได้ยาก แต่ได้มีงานวิจัยมากมายที่มีการรายงานถึงผลของความเป็นผลึกต่อประสิทธิภาพของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง^(26, 29)

ดังนั้นอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีความเป็นผลึกที่สูงกว่าอนุภาคที่ไม่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัล จึงมีประสิทธิผลสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับที่การเตรียมที่พีเอชเดียวกันสามารถอธิบายได้ด้วยเหตุผลข้างต้น



ภาพที่ 4.9 อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทิลีนบลูของของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากค่าพีเอช 12 และ 14 ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล

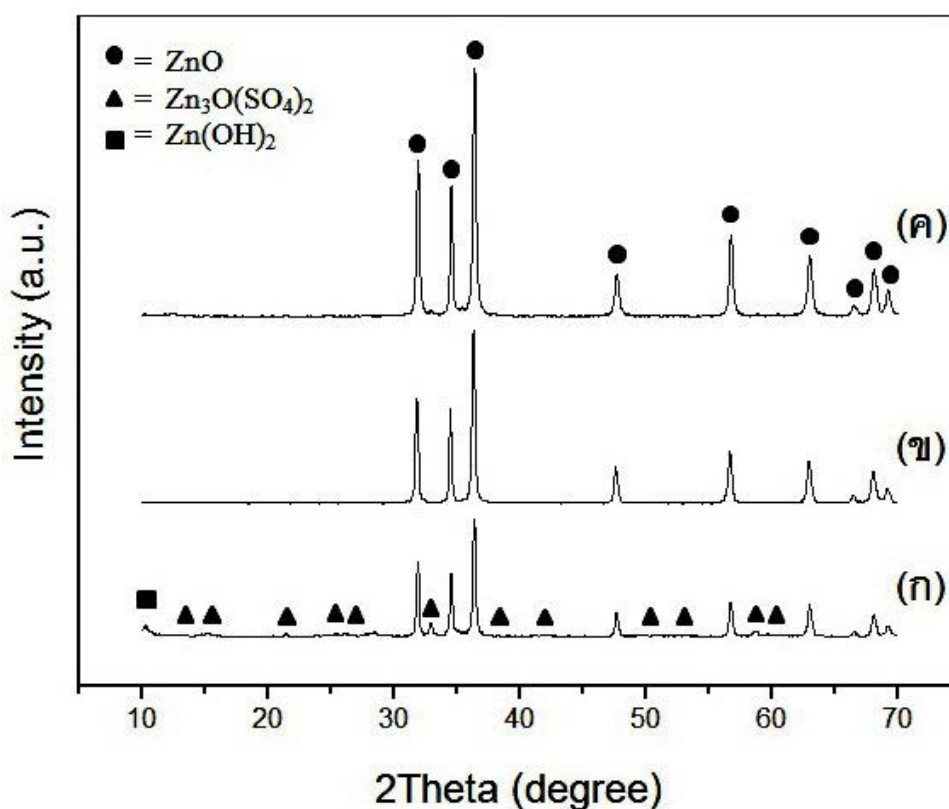


ภาพที่ 4.10 อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงซิงก์ออกไซด์ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัล

4.2.3 ผลของอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล

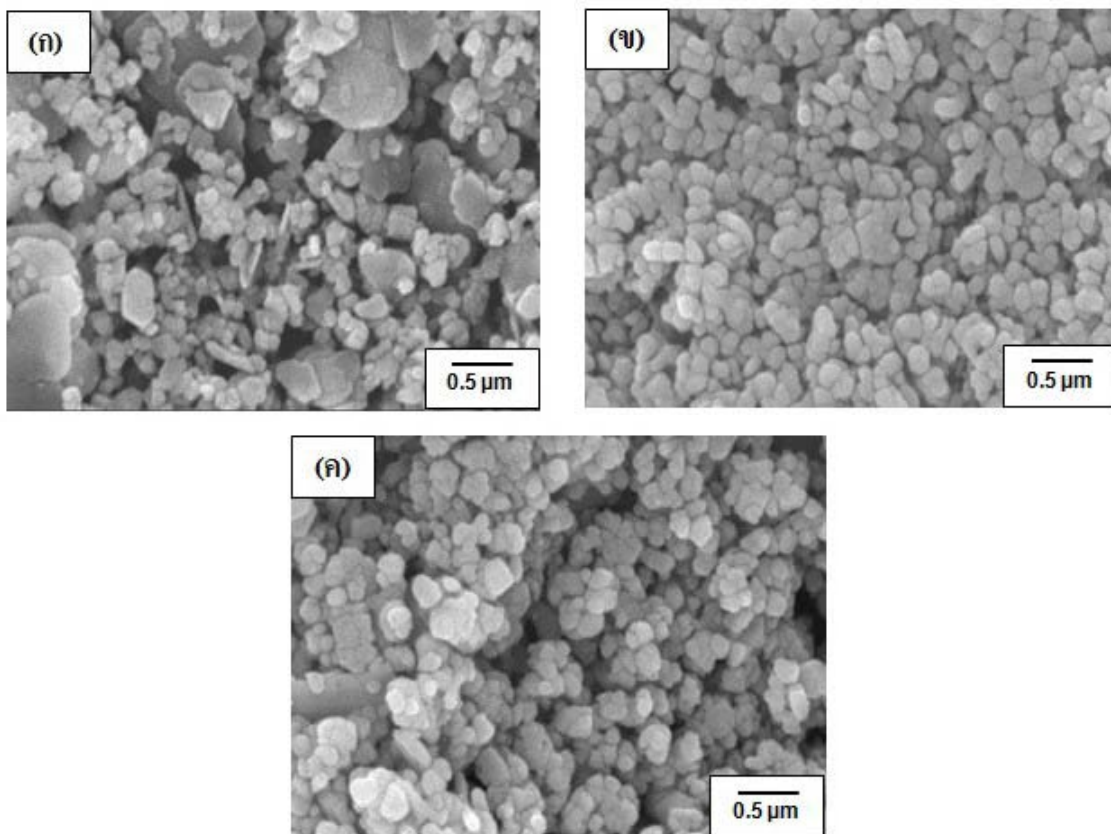
4.2.3.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ

เมื่อนำผงตัวอย่างที่เตรียมจากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริกและตกตะกอนที่พีเอช 12 โดยผ่านวิธีการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง มาศึกษาด้วยเทคนิค XRD พบว่าเกิด ซิงก์ออกไซด์เกือบบริสุทธิ์และมีเฟสของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟตกับซิงก์ไฮดรอกไซด์เหลืออยู่เล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัลเป็น 150 จนถึง 170 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ชัดว่ามีเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว โดยเฟสของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟตกับซิงก์ไฮดรอกไซด์สลายไปเกิดซิงก์ออกไซด์สมบูรณ์ จากลักษณะกราฟ XRD ในภาพที่ 4.11 แสดงให้เห็นชัดเจนว่าความเป็นผลึกของซิงก์ออกไซด์สูงขึ้น เมื่อผ่านอุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัลสูงขึ้น โดยสังเกตจากอัตราส่วนระหว่างความสูงของพีกต่อความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงมีค่าสูงขึ้น



ภาพที่ 4.11 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 และผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ (ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส

4.2.3.2 ผลวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐาน ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค



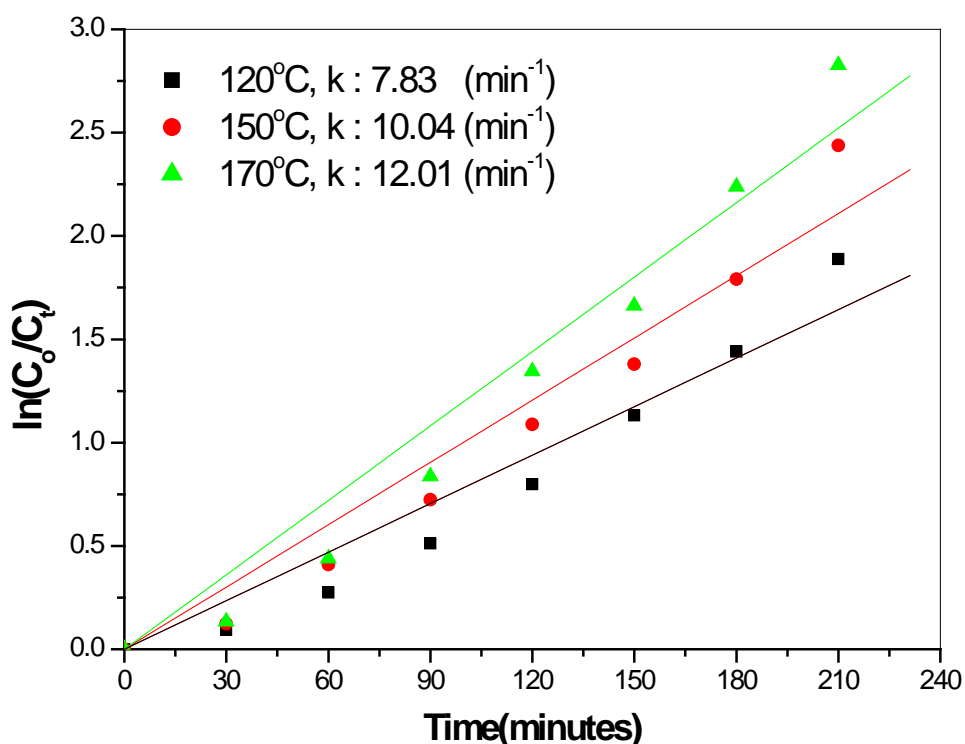
ภาพที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ (ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.3 พื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)	ขนาดผลึก (nm)
120	13.22	68.72
150	16.72	63.43
170	17.72	98.44

จากการนำผงที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่างๆ ไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.12 พบว่าที่อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัล 120 องศาเซลเซียส อนุภาคเป็นแผ่นซึ่งมีความเป็นไปได้ที่เป็นซิงก์ไฮดรอกไซด์หรือซัลเฟตที่ยังเหลืออยู่ และอนุภาคทรงกลมเกาะบนแผ่นเป็นอนุภาคซิงก์ออกไซด์ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 150 องศาเซลเซียส พบว่าลักษณะที่เป็นแผ่นเปลี่ยนเป็นอนุภาคมีลักษณะค่อนข้างกลมและเกาะกลุ่มกัน และที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคซิงก์ออกไซด์เป็นทรงกลมขนาดใกล้เคียงกับที่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัล 150 องศาเซลเซียส แต่เกาะตัวกันน้อยกว่า จากนั้นศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET ดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าผงที่เตรียมได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ในช่วง 13.22 ถึง 17.72 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งค่าที่อุณหภูมิ 150 และ 170 องศาเซลเซียส ถือว่าไม่ต่างกันมากนัก อุณหภูมิในช่วงที่ทำการศึกษานี้มีผลเพียงเล็กน้อยต่อพื้นที่ผิวจำเพาะที่สังเคราะห์ได้เนื่องจากขนาดและรูปร่างอนุภาคที่ใกล้เคียงกัน

4.2.3.3 ผลวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

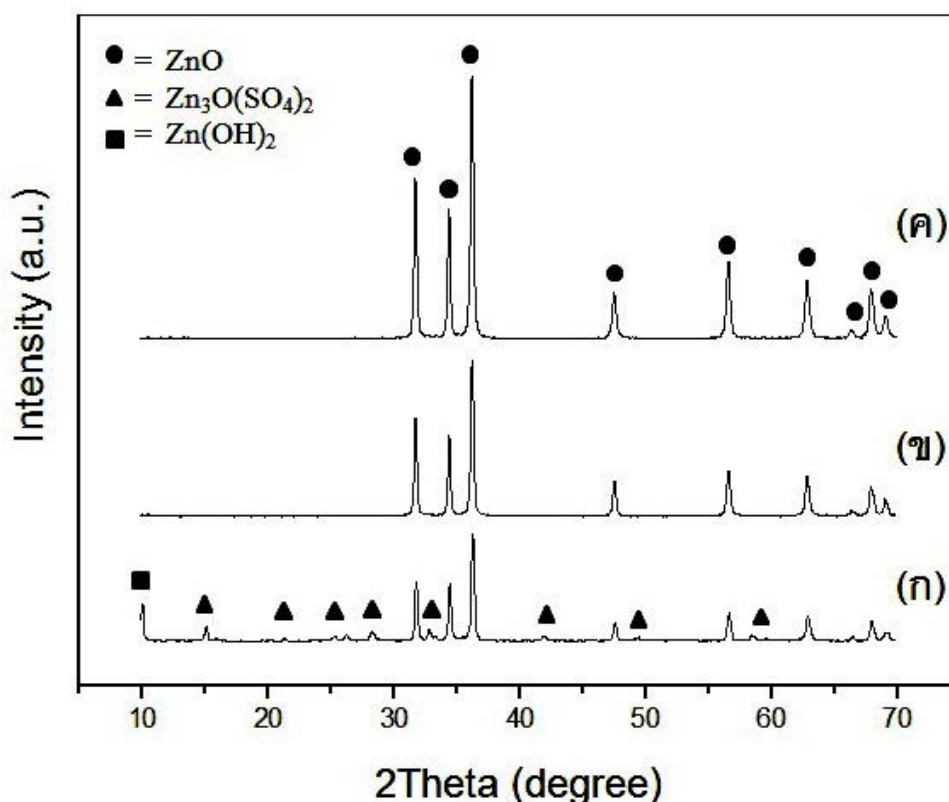


ภาพที่ 4.13 อัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมโดยผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ

ผลการศึกษสมบัติความเป็นของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ด้วยการทดสอบอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู แสดงในภาพที่ 4.13 พบว่าที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูดีที่สุด รองมาได้แก่ ที่อุณหภูมิ 150 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ผลดังกล่าวอธิบายได้ด้วยเหตุผล คือ การเพิ่มอุณหภูมิปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเป็นการส่งเสริมความสมบูรณ์ของผลึก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความเป็นผลึกก็เพิ่มสูงขึ้น ประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งเชิงแสงจึงสูงขึ้น

4.2.4 ผลของเวลาในการไฮโดรเทอร์มัล

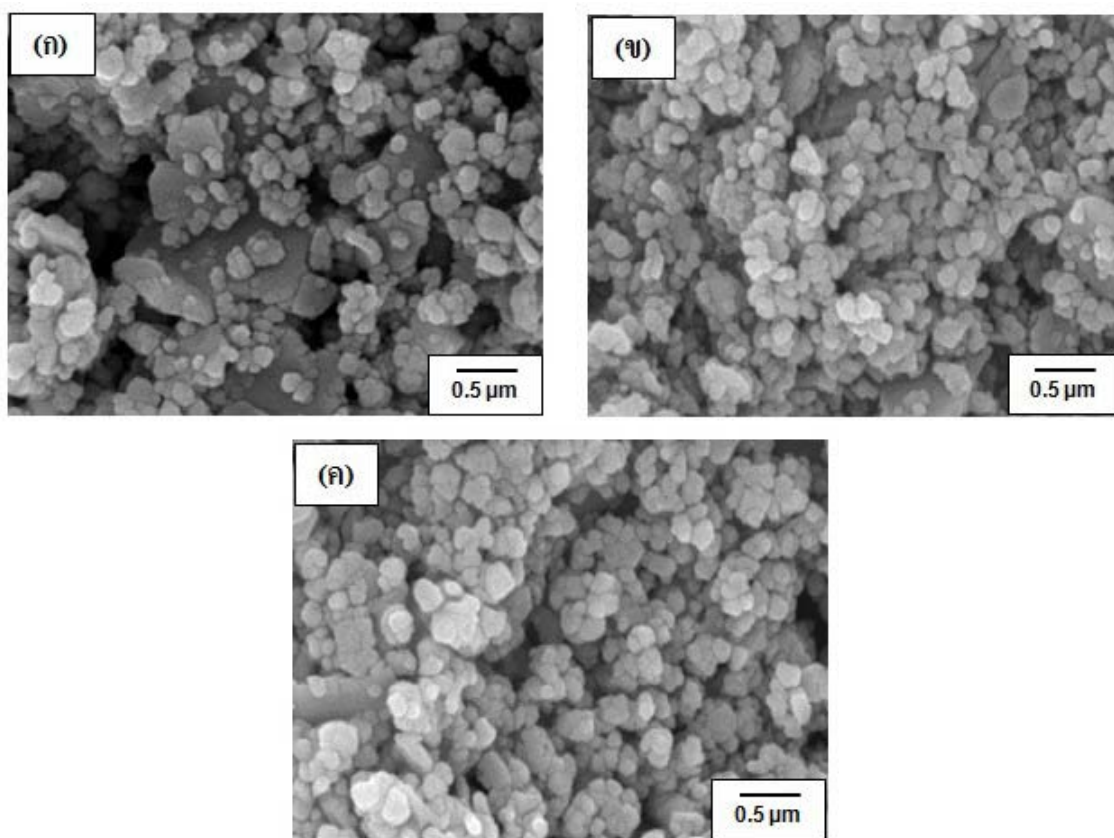
4.2.4.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ



ภาพที่ 4.14 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ โดย (ก) 4 (ข) 6 และ (ค) 8 ชั่วโมง

จากการศึกษาเฟสของสารที่สังเคราะห์ได้จากการเตรียมสารละลายที่พีเอช 12 และ
อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส ที่เวลา 4 6 และ 8 ชั่วโมงด้วยเทคนิค XRD ดัง
แสดงในภาพที่ 4.14 พบว่าที่เวลา 4 ชั่วโมง ยังมีเฟสของซิงก์ซัลเฟตและซิงก์ไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็น
เฟสที่ไม่เสถียรเหลืออยู่เล็กน้อย ร่วมกับเฟสหลักคือซิงก์ออกไซด์ และเมื่อเพิ่มเวลามากขึ้นเป็น 6
และ 8 ชั่วโมง ซิงก์ซัลเฟตและซิงก์ไฮดรอกไซด์เปลี่ยนเป็นซิงก์ออกไซด์สมบูรณ์ โดยที่เมื่อเวลา
เพิ่มขึ้นเป็นเวลา 8 ชั่วโมง อนุภาคซิงก์ออกไซด์โตขึ้นโดยจะเห็นความสูงของพีคเพิ่มขึ้นชัดเจน
ดังนั้นการสังเคราะห์ด้วยเวลาที่เหมาะสมเพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาช่วยให้สามารถเตรียมซิงก์
ออกไซด์ที่บริสุทธิ์ได้

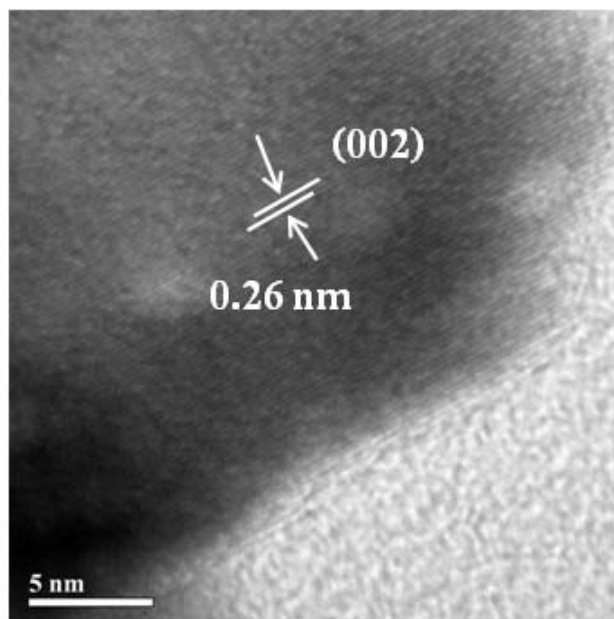
4.2.4.2 ผลวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐาน ขนาดและพื้นที่ผิวของอนุภาค



ภาพที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ โดย (ก) 4 (ข) 6 และ (ค) 8 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.4 พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ

เวลา (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ขนาดผลึก (nm)
4	10.76	77.94
6	14.61	76.75
8	17.72	98.44

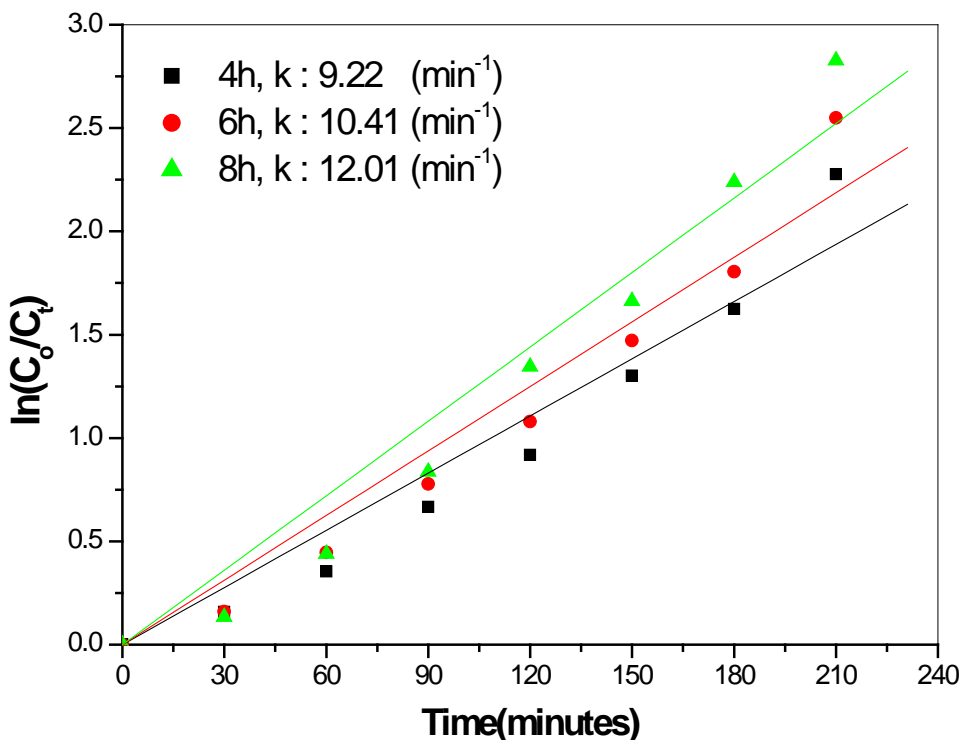


ภาพที่ 4.16 ภาพ TEM ที่กำลังขยายสูงของผงชิ่งก์ออกไซด์
ที่เตรียมที่พีเอช 12 ไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

จากการศึกษาผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอช 12 อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างๆ ด้วย SEM แสดงดังในภาพที่ 4.15 พบว่าที่เวลาในการไฮโดรเทอร์มัล 4 ชั่วโมง อนุภาคมีลักษณะเกาะกันเป็นแผ่นและมีอนุภาคทรงกลมกระจายอยู่ เมื่อเพิ่มเวลามากขึ้นเป็น 6 และ 8 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคทรงกลมมีขนาดเล็กเกิดเพิ่มขึ้นและขณะที่อนุภาคที่เป็นแผ่นค่อยๆ หายไป

จากการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET ดังแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่ามีความสอดคล้องกับผลจาก SEM ที่เวลาการไฮโดรเทอร์มัล 8 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่มีค่ามากที่สุดคือ 17.72 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งมีอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กและกระจายตัวดี รองลงมาคือที่เวลา 6 และ 4 ชั่วโมง ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะคือ 14.61 และ 10.76 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ เพื่อยืนยันขนาดและรูปร่างพื้นฐานของอนุภาคจึงไปศึกษาด้วย TEM ดังแสดงในภาพที่ 4.16 พบว่าเมื่อทำการถ่ายภาพที่กำลังขยายสูง พบว่าค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (D-spacing) มีค่าเท่ากับ 0.26 นาโนเมตร ซึ่งตรงกับระนาบ (002)⁽²⁶⁾ ของชิ่งก์ออกไซด์ (ภาคผนวก ก) และตรงกับงานวิจัยที่มีการรายงานมา⁽²⁶⁾

4.2.4.3 ผลวิเคราะห์อัตราเกิดการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง



ภาพที่ 4.17 อัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของ
ผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 12 ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ

ผลการศึกษาสมบัติความเป็นของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง พบว่าที่ซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ที่เวลาไฮโดรเทอร์มัลเป็น 8 ชั่วโมง มีอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูดีที่สุดมีค่าเท่ากับ 12.01×10^{-3} นาที ตามมาด้วยที่เวลา 4 และ 6 ชั่วโมงมีค่าใกล้เคียงกัน คือ 9.22×10^{-3} และ 10.41×10^{-3} นาที ตามลำดับ จากข้อมูลดังกล่าวพบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลจะมีความเป็นผลึกมากขึ้น ดังนั้นในการศึกษานี้เวลาที่ 8 ชั่วโมงจึงเป็นเวลาการไฮโดรเทอร์มัลที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์

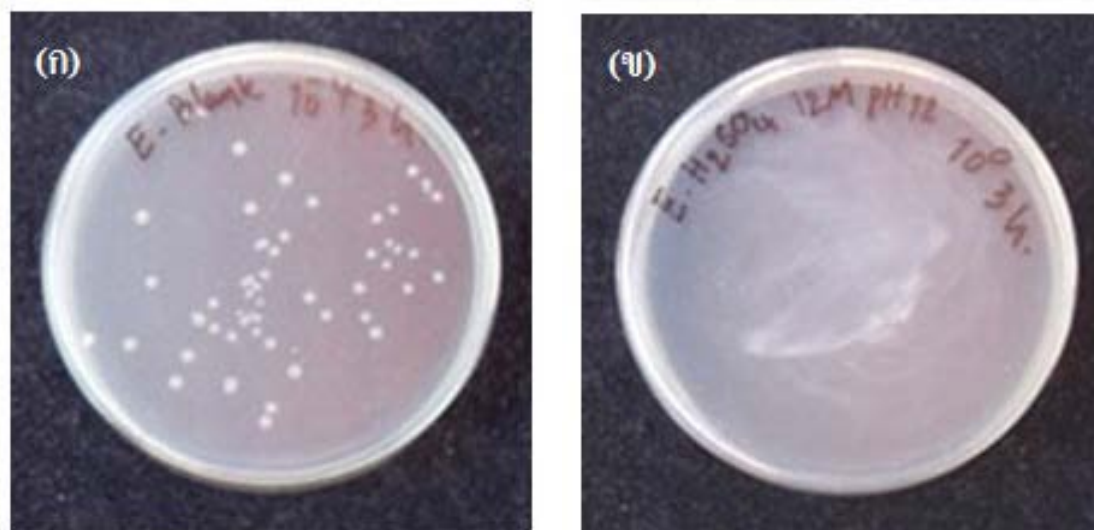
4.2.5 องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

ผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างด้วยเทคนิค X-ray fluorescence พบว่ามีซิงก์ออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก มีความบริสุทธิ์ 94 เปอร์เซ็นต์ และมีออกไซด์อื่นผสมอยู่ด้วยเล็กน้อยในปริมาณต่างกัน แสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

องค์ประกอบเคมี	ปริมาณ (wt.%)
ZnO	94.144
SO ₃	5.7
Fe ₂ O ₃	0.088
SiO ₂	0.069

4.2.6 ผลการทดสอบความสามารถในการต้านแบคทีเรียของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้



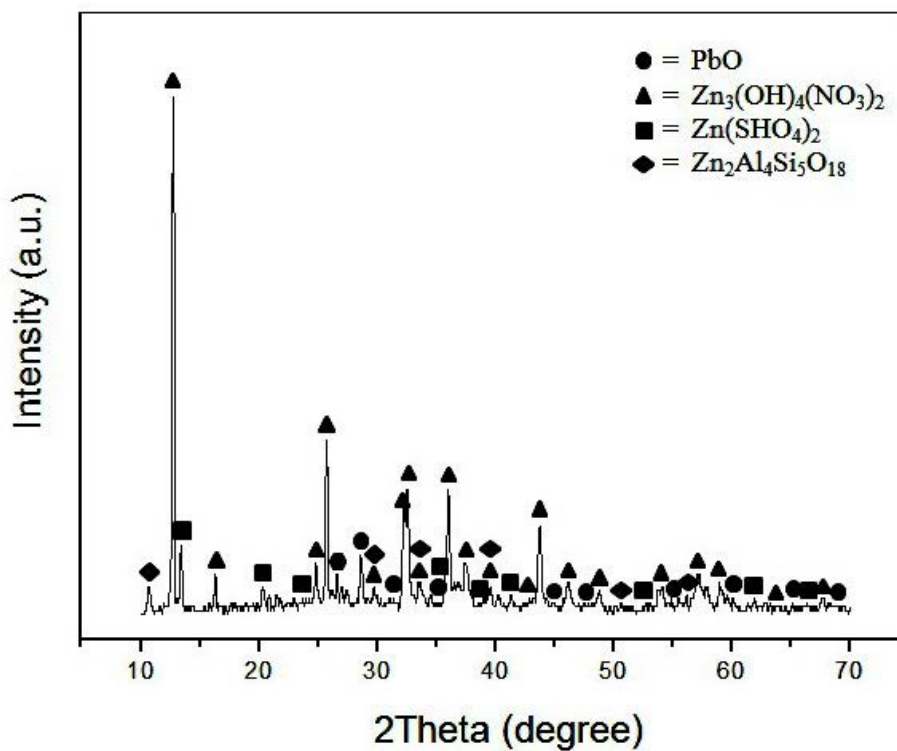
ภาพที่ 4.18 จำนวนแบคทีเรียชนิด *E.coli* ที่เหลือหลังจากทำการ incubate เป็นเวลา 3 ชั่วโมงของ (ก) ไม่เติมผง ZnO และ (ข) เติมผง ZnO ที่สังเคราะห์ได้

จากการศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริกและปรับค่าความเป็นกรดต่างที่พีเอช 12 โดยไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ดังแสดงในภาพที่ 4.18 เปรียบการทดสอบกับงานที่ไม่มีการเติมผงซิงก์ออกไซด์ โดยให้เชื้อแบคทีเรียสัมผัสกับผงซิงก์ออกไซด์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าผงซิงก์ออกไซด์สามารถต้านแบคทีเรียได้ 100 เปอร์เซ็นต์ (ภาคผนวก ค) จะสังเกตเห็นว่าไม่มี colony สีขาวของแบคทีเรียเหลืออยู่เลยในงานที่เติมผงซิงก์ออกไซด์

4.3 ผลการศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดไนตริก

4.3.1 ผลวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบตะกอนสารตั้งต้นที่ไม่ละลายในกรดไนตริก

ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบภาคตะกอนของสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสี ในส่วนที่ไม่ละลายในกรดไนตริกเข้มข้น 65% (conc HNO_3) ในเวลา 150 นาที โดยผ่านการกรองแยกออกจากสารละลายซิงก์ไฮดรอกไซด์และอบให้แห้งแล้วไปตรวจวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงผลในภาพที่ 4.19

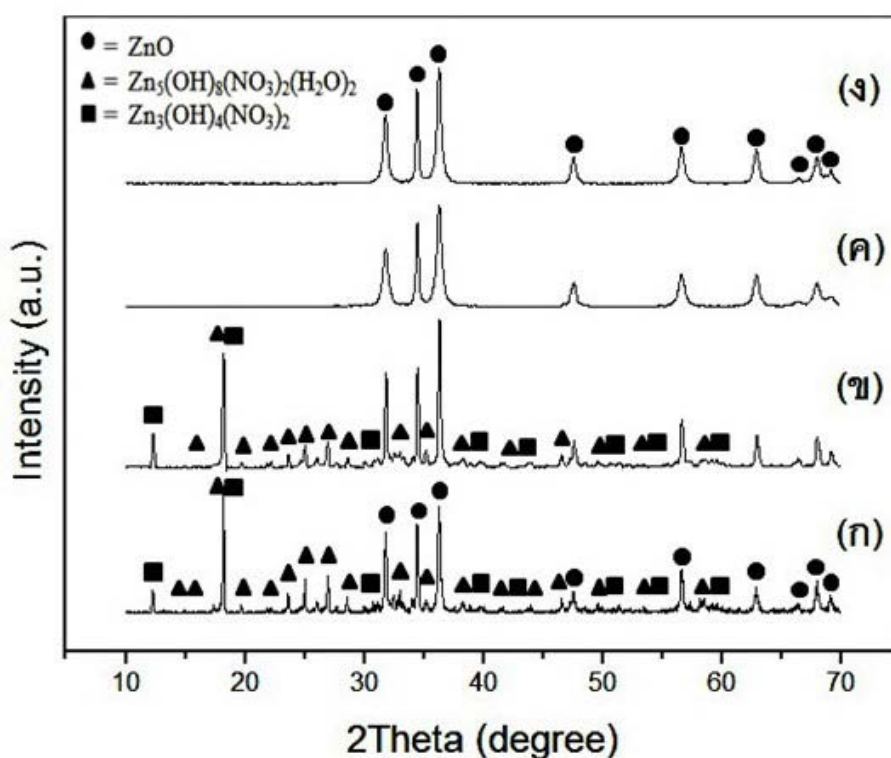


ภาพที่ 4.19 กราฟ XRD ของส่วนประกอบของฝุ่นผงสังกะสีในส่วนที่ไม่ละลายในกรดไนตริก

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า ประกอบด้วยเฟสของซิงก์ไฮดรอกไซด์ไนเตรต ($\text{Zn}_3(\text{OH})_4(\text{NO}_3)_2$, JCPDS : 01-070-1361) เป็นเฟสหลักและมีเฟสของ ตะกั่วออกไซด์ (PbO, JCPDS : 01-085-1739), เฟสของซิงก์ออลูมิเนียมซิลิเกต ($\text{Zn}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$, JCPDS : 00-032-1456) และซิงก์ไฮโดรเจน ซัลเฟต ($\text{Zn}(\text{HSO}_4)_2$, JCPDS : 01-078-2208) เป็นเฟสรอง ดังแสดงในภาพที่ 4.19

4.3.2 ผลของพีเอชในการตกตะกอน

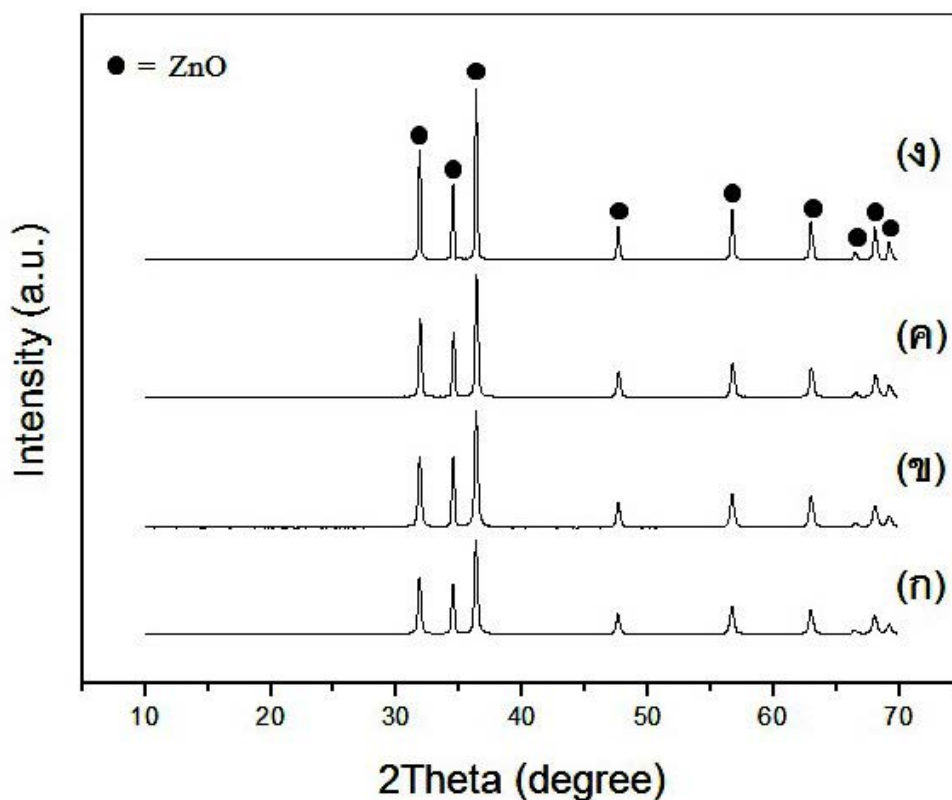
นำผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากการปรับค่าพีเอชตั้งแต่ 8 ถึง 14 มาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆ เพื่อศึกษาองค์ประกอบ โครงสร้างจุลภาค พื้นที่ผิวจำเพาะและสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง รวมถึงสมบัติการต้านแบคทีเรีย เพื่อให้ได้ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ ดังมีรายละเอียดการวิเคราะห์ทดสอบดังต่อไปนี้



ภาพที่ 4.20 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชต่างๆ ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล

(ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14

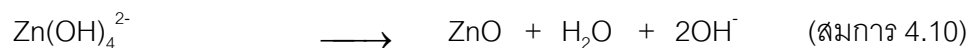
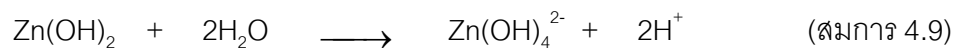
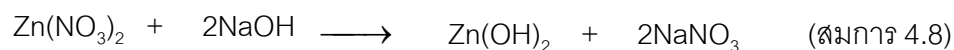
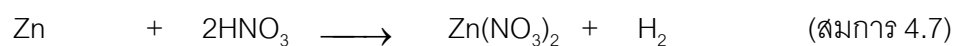
จากการนำสารละลายที่ปรับค่าความเป็นกรดต่างที่พีเอช 8 ถึง 14 ที่ได้จากการละลายสารตั้งต้นฝุ่นผงสังกะสีด้วยกรดไนตริก ไปศึกษาองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ก่อนนำสารละลายเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ดังแสดงในภาพที่ 4.20 พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอช 8 และ 10 ประกอบด้วยกันหลายเฟส แต่มีเฟสหลักๆ คือ เฟสของซิงก์ออกไซด์ (ZnO, JCPDS : 00-016-1451) และพบเฟสของซิงก์ไฮดรอกไซด์ไนเตรทไฮเดรต ($Zn_5(OH)_8(NO_3)_2(H_2O)$, JCPDS : 01-072-0627) ซิงก์ไฮดรอกไซด์ไนเตรท ($Zn_3(OH)_4(NO_3)_2$, JCPDS : 01-070-1361) เจือปนอยู่ในปริมาณน้อย เมื่อเพิ่มพีเอชเป็น 12 และ 14 จะพบเฟสของซิงก์ไฮดรอกไซด์ไนเตรทไฮเดรตและซิงก์ไฮดรอกไซด์ไนเตรท หายไป เหลือเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว แสดงว่าพีเอชตั้งแต่ 12 ขึ้นไปมีผลต่อการเกิดซิงก์ออกไซด์มากขึ้น



ภาพที่ 4.21 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชต่างๆ หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัล (ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14

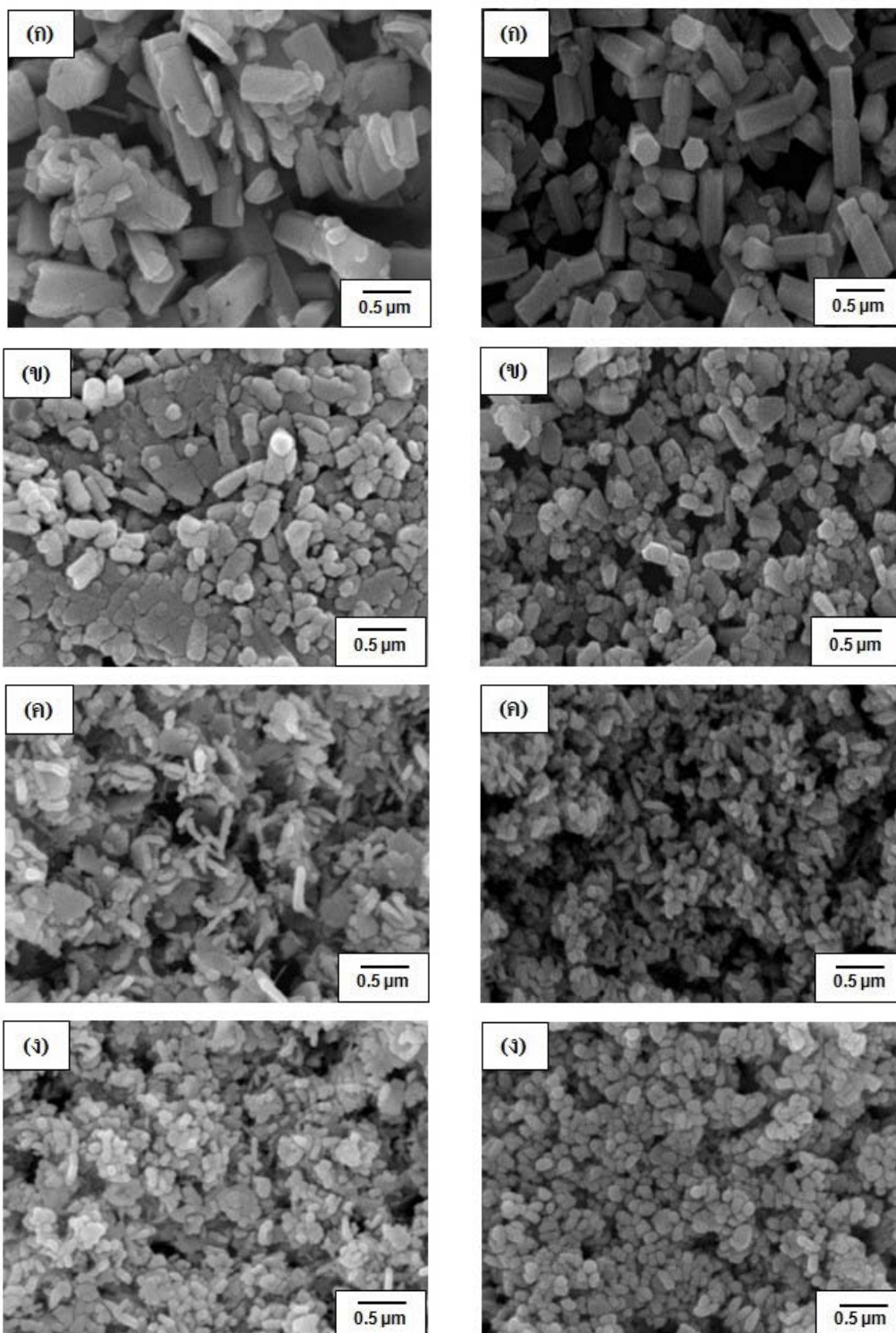
สารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 8 ถึง 14 ภายใต้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง องค์ประกอบเฟสวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.21 พบว่ามีรูปแบบพีคตรงกับซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียวที่ทุกพีเอช และสังเกตเห็นว่าเมื่อพีเอช สูงขึ้นความสูงของพีคซิงก์ออกไซด์ก็สูงขึ้นด้วย แสดงว่าการเพิ่มพีเอชส่งผลให้เกิดซิงก์ออกไซด์มากขึ้นและมีความเป็นผลึกสูงขึ้น

การเกิดซิงก์ออกไซด์ด้วยการละลายผงโลหะซิงก์ในกรดไนตริก (conc HNO_3) และ ตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถเขียนแสดงได้ดังสมการ^(13, 19, 57, 68) ต่อไปนี้



ก่อนผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

หลังผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.22 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชต่างๆ ทั้งก่อน (ซ้าย) และหลัง (ขวา) การไฮโดรเทอร์มัล

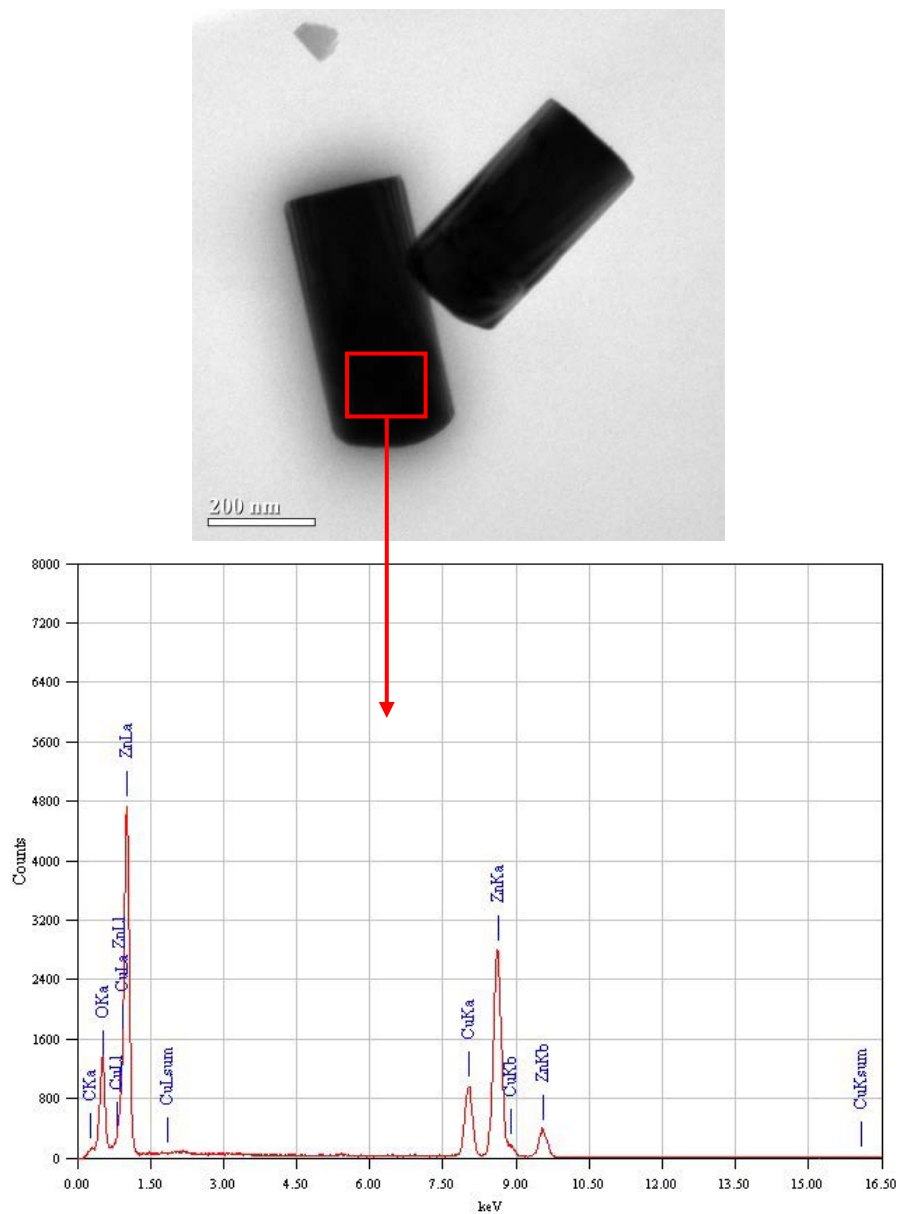
(ก) พีเอช 8 (ข) พีเอช 10 (ค) พีเอช 12 และ (ง) พีเอช 14

ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิวจำเพาะของผงตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างๆ หลังการไฮโดรเทอร์มัล

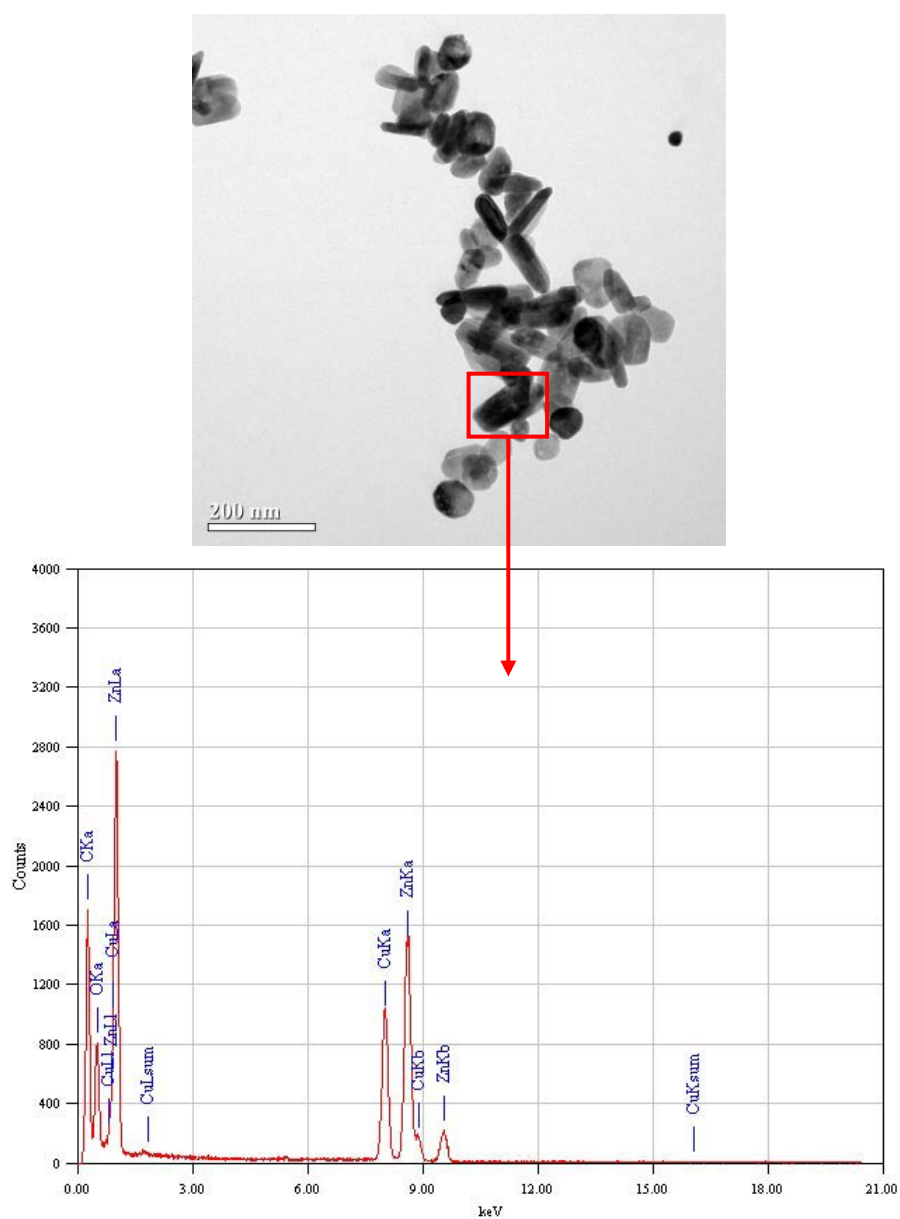
พีเอช	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)	ขนาดผลึก (nm)	
		ยาว (nm)	กว้าง (nm)
8	6.04	455	224
10	9.17	170	62
12	17.92	152	61
14	18.83	133	36

จากการนำผงตัวอย่างที่ได้จากการตกตะกอนสารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากกรดไนตริก และปรับค่าพีเอชตั้งแต่ 8 ถึง 14 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์มาศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.22 พบว่าผงตัวอย่างที่พีเอช 8 อนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งขนาดใหญ่ขนาดไม่สม่ำเสมอ เมื่อเพิ่มพีเอชเป็น 10 และ 12 อนุภาคมีขนาดเล็กลง จนกระทั่งที่พีเอช 14 อนุภาคเล็กลงและลักษณะคล้ายทรงกลม

เมื่อนำตะกอนข้างต้นไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่าลักษณะพื้นฐานของอนุภาคที่เกิดขึ้นที่แต่ละพีเอชสอดคล้องกับก่อนการไฮโดรเทอร์มัล แต่หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัลอนุภาคมีลักษณะพื้นฐานที่ชัดเจนและสม่ำเสมอมากขึ้น อีกทั้งขนาดยังลดลง โดยเฉพาะที่พีเอช 8 อนุภาคมีลักษณะเป็น แท่งหกเหลี่ยม (Hexagonal prism) อย่างชัดเจน แสดงให้เห็นว่ากระบวนการไฮโดรเทอร์มัลช่วยส่งเสริมความเป็นผลึกและพื้นฐานของอนุภาค และค่าพีเอชในการตกตะกอนเป็นตัวแปรสำคัญส่งผลต่อขนาดและการเกิดพื้นฐานของอนุภาค ผลวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วย BET ดังแสดงในตารางที่ 4.6 สอดคล้องกับขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นที่ค่าพีเอชต่างๆ กล่าวคือ ค่าของพื้นที่ผิวของผงตัวอย่างที่เตรียมได้เพิ่มขึ้นจาก 6.04 ถึง 18.83 ตารางเมตรต่อกรัม เมื่อพีเอชเพิ่มขึ้นจาก 8 ถึง 14 เนื่องจากขนาดอนุภาคที่เล็กลงตามลำดับ



ภาพที่ 4.23 ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัล ที่พีเอช 8



ภาพที่ 4.24 ภาพถ่าย TEM และธาตุองค์ประกอบวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังผ่านการไฮโดรเทอร์มัล ที่พีเอช 12

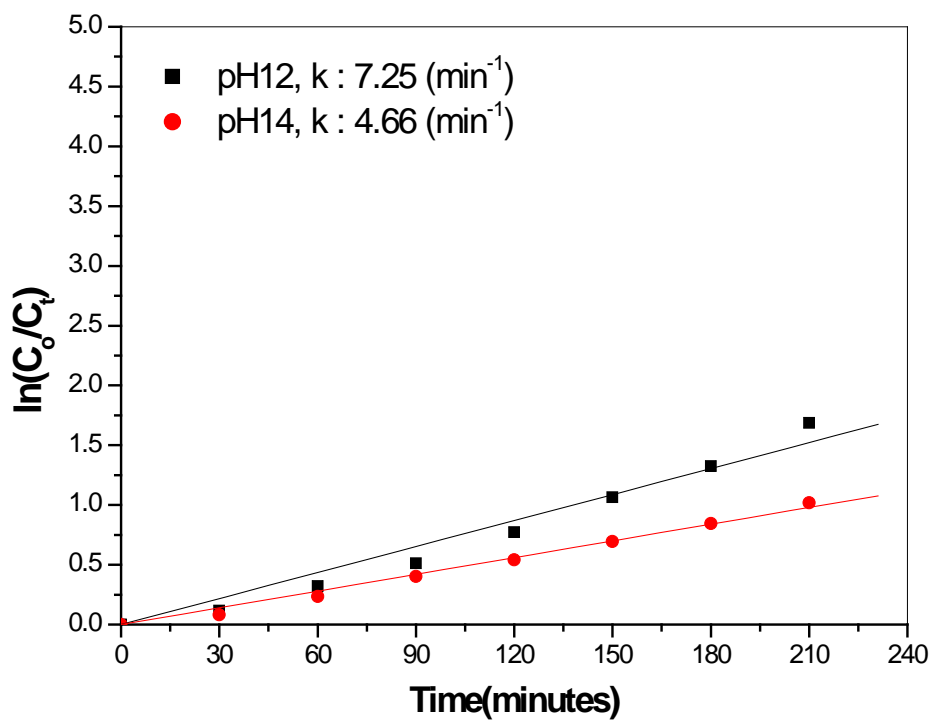
ภาพถ่าย TEM ในภาพที่ 4.23 และภาพที่ 4.24 แสดงขนาดและสัณฐานของอนุภาคชัดเจน ซึ่งก็สอดคล้องกับภาพถ่าย SEM ข้างต้น และเห็นได้ชัดเจนว่าอนุภาคทั้งหมดลักษณะเป็นแท่ง โดยอนุภาคที่เตรียมที่พีเอช 8 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 200 นาโนเมตรและความยาวประมาณ 500-600 นาโนเมตร อนุภาคที่เตรียมได้ที่พีเอช 10 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 นาโนเมตรและความยาวประมาณ 28 นาโนเมตร อนุภาคที่เตรียมได้ที่พีเอช 12 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 นาโนเมตรและความยาวประมาณ 20 นาโนเมตร

ผลการวิเคราะห์ด้วย EDS ดังแสดงในภาพที่ 4.23 ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่พีเอช 12 พบเพียงสเปกตรัมของซิงก์ ซึ่งยืนยันถึงความบริสุทธิ์ของสารที่เตรียมได้

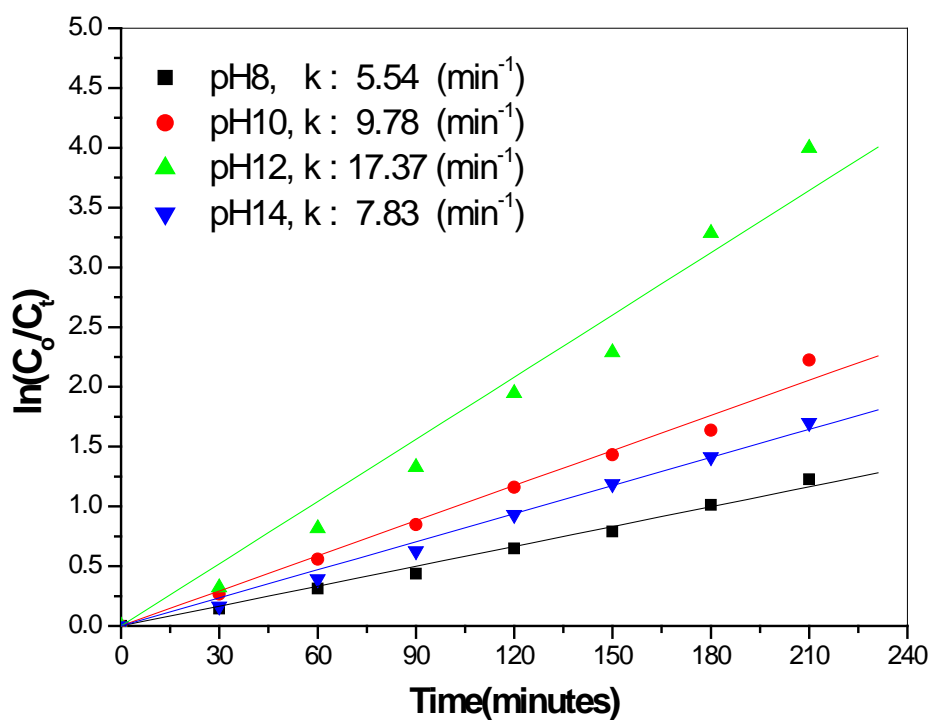
4.3.2.1 ผลวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

ผลการศึกษาสมบัติความเป็นของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง โดยการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวี แบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ ผงตัวอย่างซิงก์ออกไซด์ก่อนการไฮโดรเทอร์มัลที่เตรียมที่พีเอช 12 และ 14 ดังแสดงในภาพที่ 4.25 พบว่าผงตัวอย่างมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายได้ โดยมีค่าอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูเท่ากับ 7.25×10^{-3} และ 4.66×10^{-3} นาที ตามลำดับ แต่ประสิทธิภาพต่ำกว่าผงตัวอย่างซิงก์ออกไซด์ที่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลมาก เมื่อเทียบกับที่เตรียมที่พีเอชเดียวกัน ทั้งนี้เนื่องจากผงตัวอย่างก่อนการไฮโดรเทอร์มัลถึงแม้จะเป็นซิงก์ออกไซด์แต่มีความเป็นผลึกยังไม่สมบูรณ์ เมื่อเทียบกับซิงก์ออกไซด์ที่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลซึ่งความสมบูรณ์ของผลึกหรือจุดบกพร่องในผลึก เป็นปัจจัยหนึ่งที่สำคัญต่อประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาเชิงแสงของสาร

ผงตัวอย่างที่แสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูสูงที่สุดคือ ซิงก์ออกไซด์ที่ผ่านการไฮโดรเทอร์มัลโดยเตรียมที่พีเอช 12 ซึ่งมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 17.37×10^{-3} นาที รองลงมาคือ ที่พีเอช 10, 14 และ 8 โดยอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่วัดได้คือ 9.78, 7.83 และ 5.54×10^{-3} นาที ตามลำดับ จากข้อมูลดังกล่าวจะพบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ขึ้นอยู่กับความเป็นผลึกและขนาดของอนุภาค ซึ่งส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา

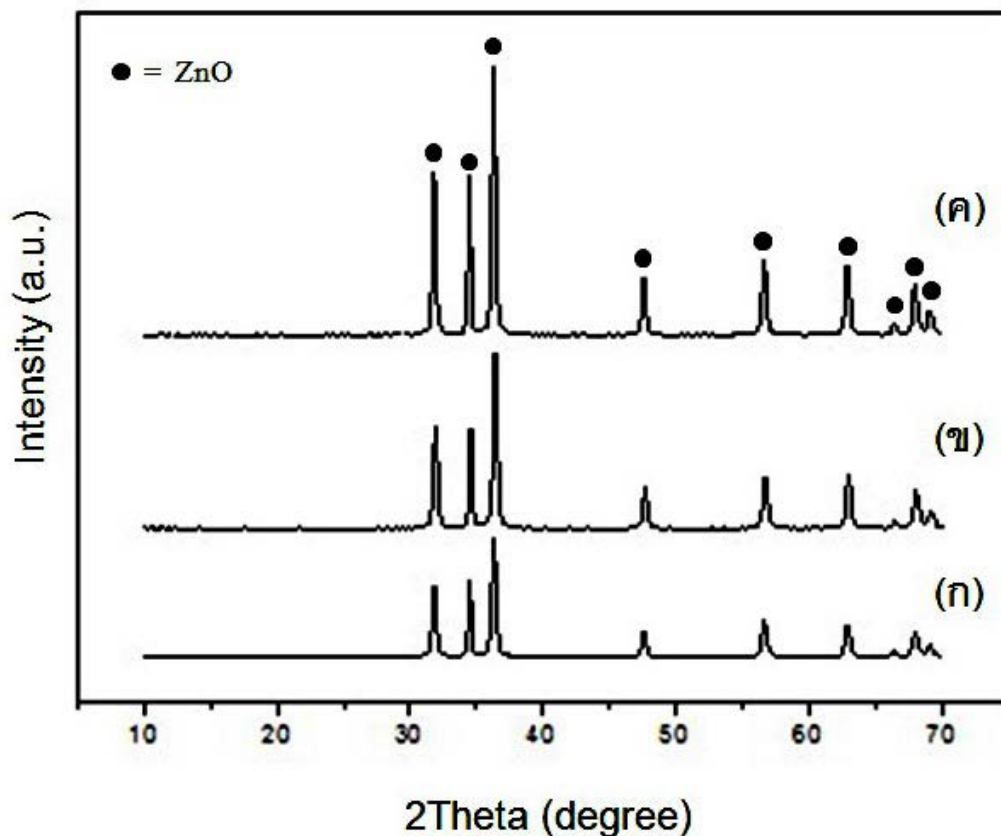


ภาพที่ 4.25 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอช 12 และ 14 ก่อนการไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.26 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของของผงตัวอย่างที่เตรียมที่ค่าพีเอชต่างๆ หลังจากผ่านการไฮโดรเทอร์มัล

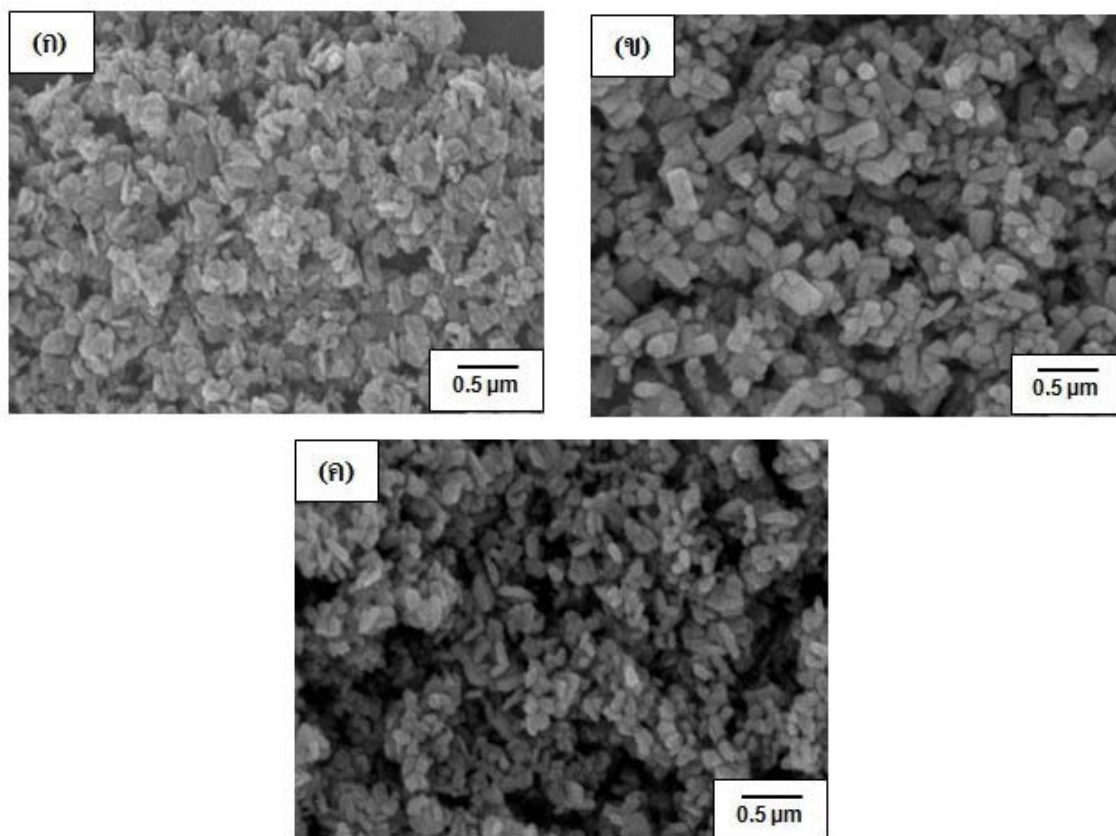
4.3.2.2 ผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.27 กราฟ XRD แสดงผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัลต่อการเกิดผลึกของซิงก์ออกไซด์
(ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส

เนื่องจากค่าพีเอชในการตกตะกอนที่ 12 ให้เฟสซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และให้ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดีที่สุดดังแสดงข้างต้น จึงเลือกที่พีเอชนี้มาใช้ในการศึกษาผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 120 150 เทียบกับที่ 170 องศาเซลเซียส ที่เวลา 8 ชั่วโมง จากภาพที่ 4.27 พบว่าผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากทั้งสามอุณหภูมิประกอบด้วยเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว และสังเกตชัดเจนว่าอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ความสูงของพีคก็สูงเพิ่มขึ้นไปด้วย ซึ่งโดยปกติการเพิ่มอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัลเป็นการส่งเสริมความเป็นผลึกหรือความสมบูรณ์ของผลึกของออกไซด์

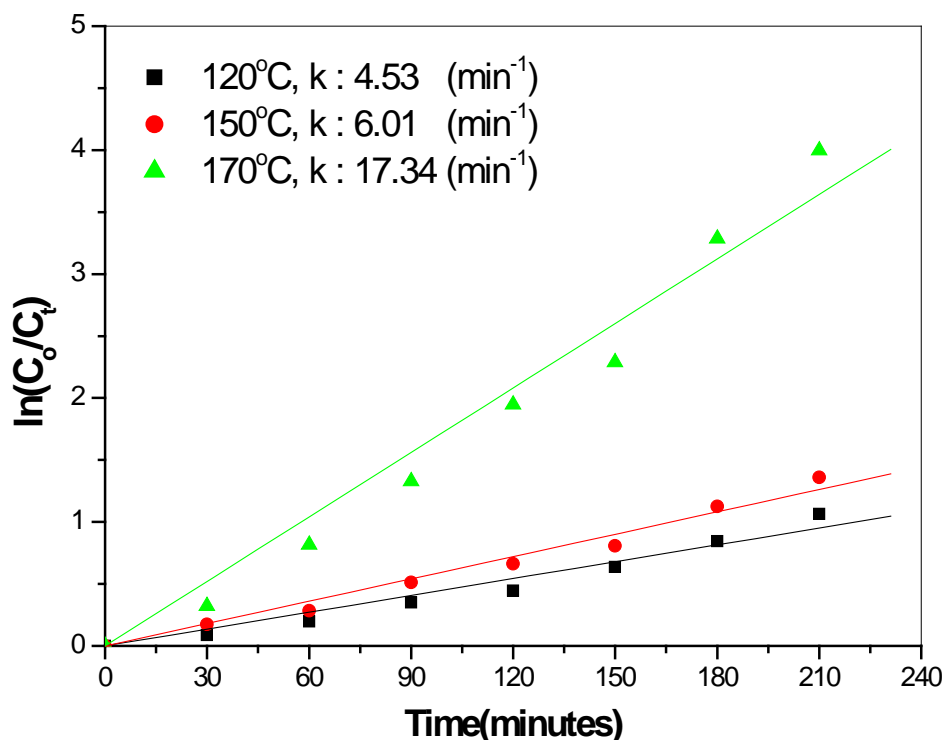
4.3.2.3 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ



ภาพที่ 4.28 โครงสร้างจุลภาคด้วย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ (ก) 120 (ข) 150 และ (ค) 170 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.7 พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสารตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ

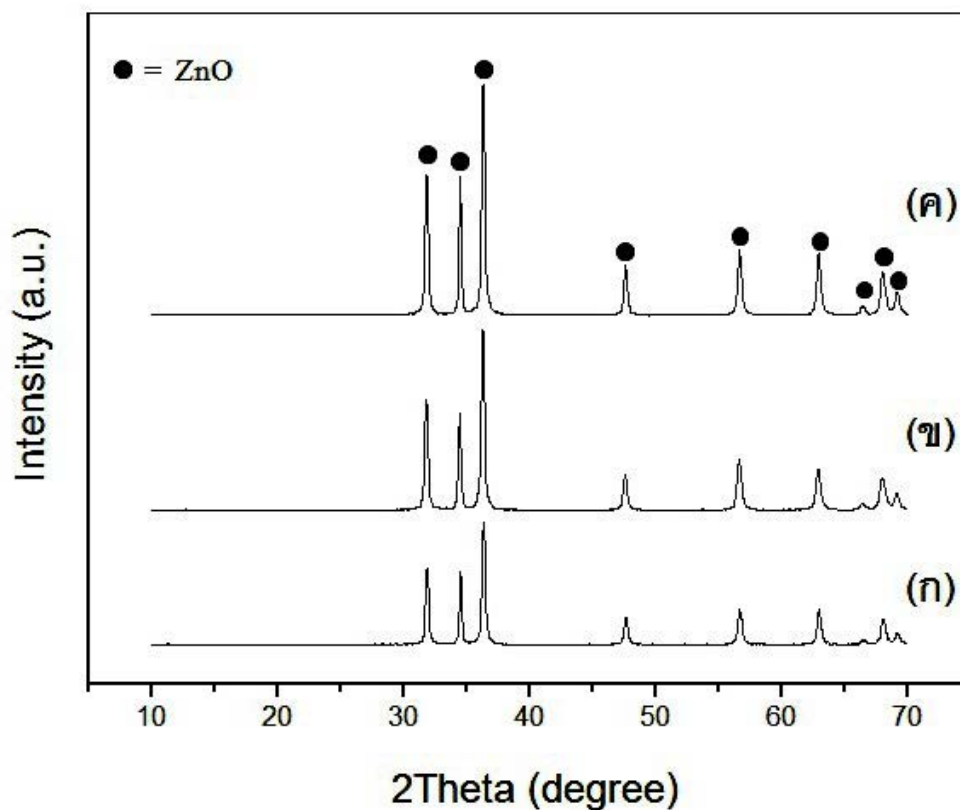
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ขนาดผลึก (nm)	
		ยาว (nm)	กว้าง (nm)
120	13.50	179	63
150	15.98	158	58
170	17.92	152	61



ภาพที่ 4.29 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่างๆ

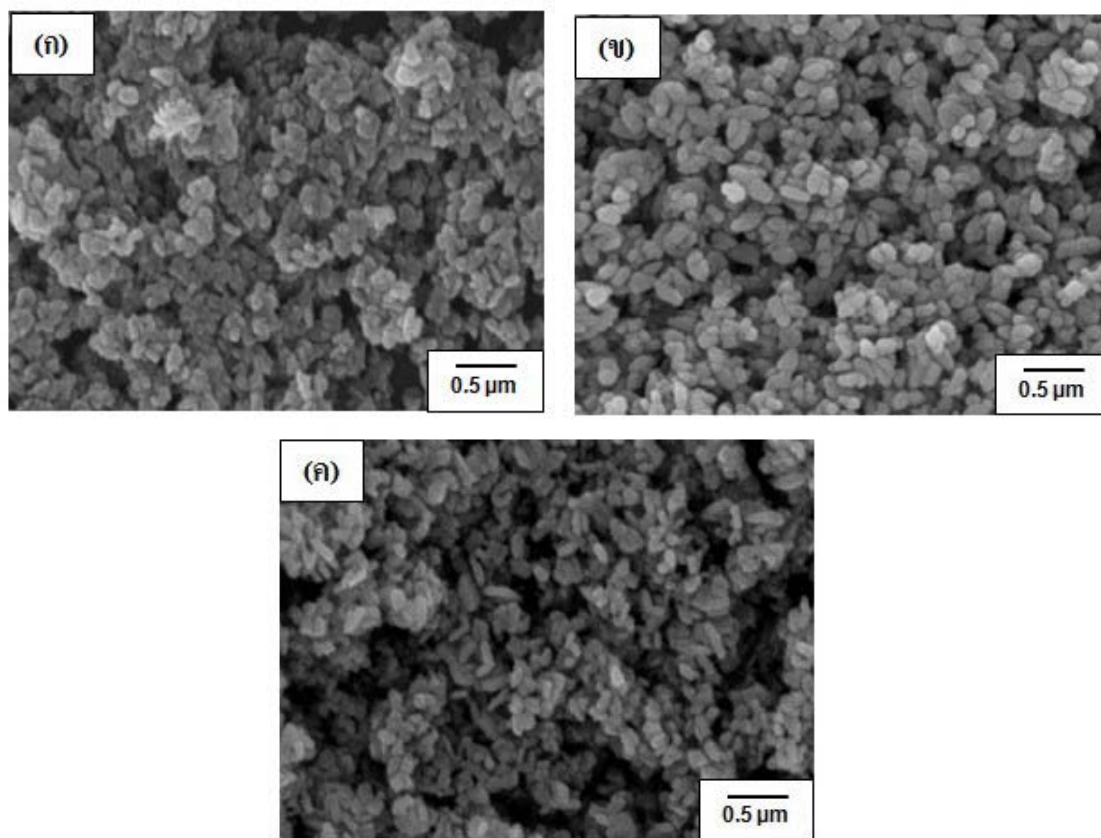
จากการนำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ ที่ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 12 และใช้อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัลที่ 120 150 และ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง มาศึกษาโครงสร้างจุลภาค ด้วย SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.28 พบว่าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อนุภาคเป็นแผ่นเกาะตัวกัน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ 150 องศาเซลเซียส อนุภาคที่เป็นแผ่นลดลง กลายเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแท่งเกิดขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 170 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งและมีขนาดเล็ก เมื่อเทียบกับอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ผลจากการดูโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM สอดคล้องกับผลของพื้นที่ผิวจำเพาะของผงตัวอย่าง โดยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มมากขึ้นขนาดของอนุภาคลดลง ในขณะที่พื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.7 จากนั้นนำผงตัวอย่างมาทำการศึกษสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง แสดงในภาพที่ 4.29 พบว่าอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพมากที่สุดคือ 17.37×10^{-3} นาที เนื่องจากมีที่อุณหภูมินี้ มีอนุภาคขนาดเล็กส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่มาก ทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยามาก รองลงมาคือ ที่อุณหภูมิ 150 และ 120 องศาเซลเซียส อัตราในการย่อยสลายเมทิลีนบลูคือ 6.01×10^{-3} และ 4.53×10^{-3} นาที ตามลำดับ

4.3.2.4 ผลของเวลาไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.30 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ
(ก) 4 (ข) 6 และ (ค) 8 ชั่วโมง

จากการศึกษาเฟสของสารที่เตรียมได้จากการปรับความเป็นกรดต่างที่พีเอช 12 และ อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส ที่เวลา 4 6 และ 8 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD พบว่าทั้งสามสภาวะพบเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียว นอกจากนั้นยังพบว่าเมื่อเวลานานมากขึ้นความสูงของพีคก็จะเพิ่มมากขึ้น โดยจะเห็นว่าที่เวลา 8 ชั่วโมง จะมีความสูงมากที่สุด รองลงมาคือที่เวลา 6 และ 4 ชั่วโมง ตามลำดับ จากความแตกต่างของความสูงของพีค พบว่า ความสูงของพีคส่งผลต่อความเป็นผลึกของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ คือเมื่อเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลมากขึ้น ความเป็นผลึกก็จะเพิ่มสูงขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 4.30

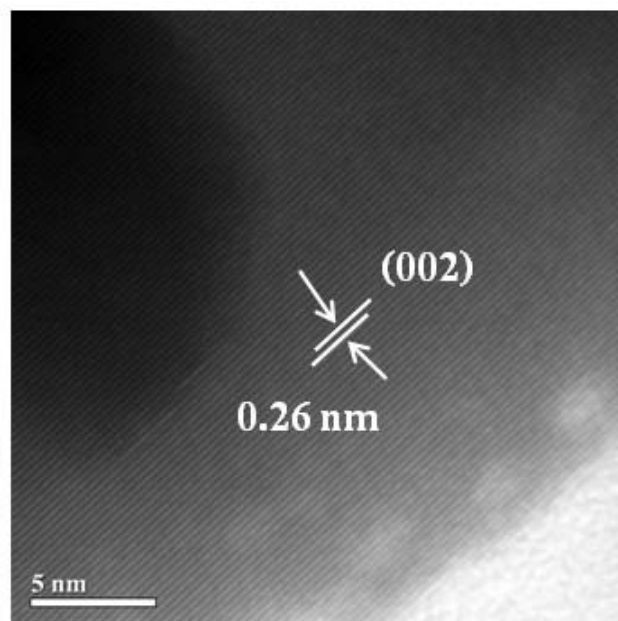


ภาพที่ 4.31 ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่เวลาไฮโดรเทอร์มัลต่างๆ

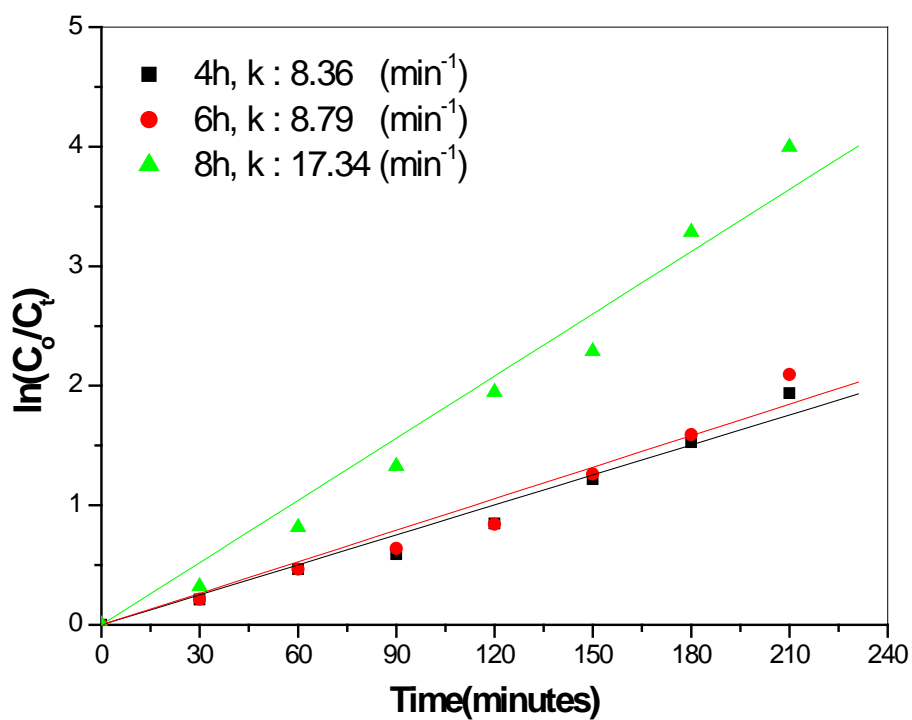
(ก) 4 (ข) 6 และ (ค) 8 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.8 พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของผงตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ

เวลา (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ขนาดผลึก (nm)	
		ยาว (nm)	กว้าง (nm)
4	13.47	190	72
6	15.21	165	55
8	17.92	152	61



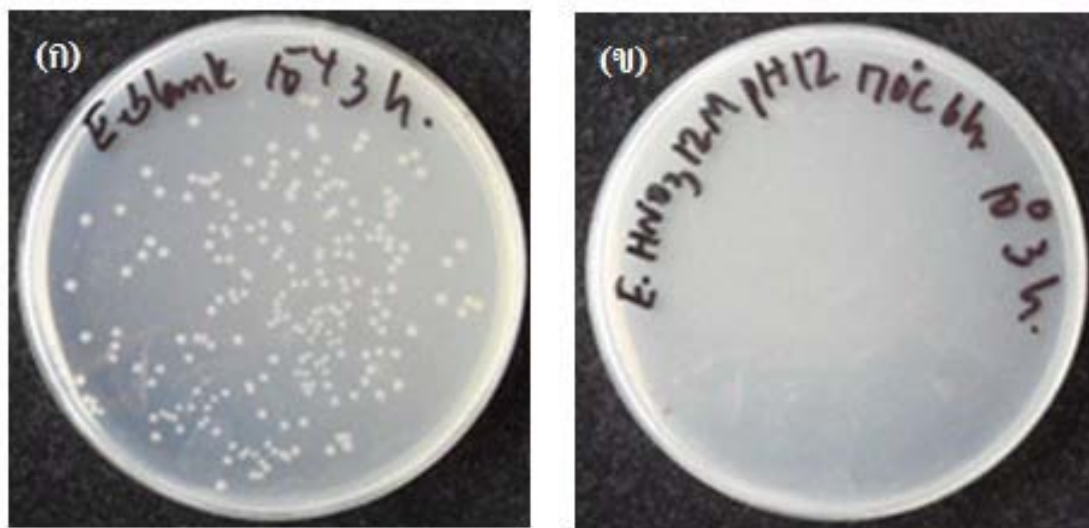
ภาพที่ 4.32 ภาพ TEM ที่กำลังขยายสูงของผงซิงก์ออกไซด์
ที่เตรียมที่พีเอช 12 ไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.33 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู
ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากการไฮโดรเทอร์มัลที่เวลาต่างๆ

จากการนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากการละลายของสารตั้งต้นด้วยกรดไนตริก และปรับค่าพีเอชเป็น 12 และเข้าสู่การไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ที่เวลา 4 6 และ 8 ชั่วโมง ไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในภาพที่ 4.31 พบว่าเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลที่ 4 ชั่วโมง อนุภาคที่เป็นแผ่นเกาะตัวรวมกัน มีขนาดเล็ก ส่วนที่ 6 ชั่วโมง อนุภาคมีลักษณะเป็นแท่ง โดยอนุภาคที่เกาะตัวรวมกันลดลง และเมื่อเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลไปที่ 8 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่ง มีขนาดเล็กลง อยู่ในระดับนาโนเมตร และนำผงตัวอย่างมาศึกษาผลของพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET ดังแสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่วัดได้มีค่าเท่ากับ 13.47 15.21 และ 17.92 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ถือว่าไม่ต่างกันมากนัก แสดงว่าการเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มัลจากเวลาที่ 4 6 และ 8 ชั่วโมง มีผลเพียงเล็กน้อยต่อพื้นที่ผิวของอนุภาคผงตัวอย่างที่เตรียมได้ จากนั้นเมื่อทดสอบด้วยกำลังขยายที่สูง ดังแสดงในภาพที่ 4.32 พบว่าค่าระยะห่างระหว่างระนาบมีค่าเท่ากับ 0.26 นาโนเมตร ซึ่งตรงกับระนาบ (002)⁽²⁶⁾ ของซิงก์ออกไซด์ (ภาคผนวก ก) หลังจากนั้นศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังแสดงในภาพที่ 4.33 พบว่าที่ 4 ชั่วโมง มีความสามารถในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูต่ำที่สุด คือ 8.36×10^{-3} นาที่ ส่วนที่เวลา 6 ชั่วโมง คือ 8.79×10^{-3} นาที่ และที่เวลา 8 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายเมทิลีนบลูมากที่สุด คือ 17.34×10^{-3} นาที่ จากข้อมูลข้างต้นพบว่าเวลาในการไฮโดรเทอร์มัล มีผลต่อประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากที่เวลา 8 ชั่วโมง มีผลึกที่มีขนาดเล็กพื้นที่ผิวจำเพาะสูงและความเป็นสมบรูณ์ของผลึก จึงมีประสิทธิภาพมากที่สุดในสภาวะนี้

4.3.3 ความสามารถในการต้านแบคทีเรียของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้



ภาพที่ 4.34 จำนวนแบคทีเรียชนิด *E. coli* ที่เหลือหลังจากทำการ incubate สัมผัสกับผงตัวอย่างเป็นเวลา 3 ชั่วโมงของ (ก) ก่อนเติมผงตัวอย่าง และ (ข) หลังเติมผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

การทดลองนี้ได้ศึกษาความสามารถในการต้านแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* (*E. coli*) ด้วยเทคนิคการกระจายเชื้อเป็นการทดสอบเชิงปริมาณเพื่อวิเคราะห์ว่าผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล มีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียได้มากน้อยเพียงใด จากภาพที่ 4.34 โดยเลือกตัวอย่างซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมที่พีเอช 12 ไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมงไปทดสอบการต้านแบคทีเรีย เปรียบเทียบกับที่ไม่มีการเติมผงซิงก์ออกไซด์ (blank) พบว่าจานที่เติมผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียสูงถึง 100 เปอร์เซ็นต์ คือ ไม่พบโคโลนีของแบคทีเรียเหลืออยู่ (ภาคผนวก ก)

4.3.4 องค์ประกอบทางเคมี

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการละลายสารตั้งต้นด้วยกรดไนตริก โดยเทคนิค X-ray fluorescence พบว่าผงตัวอย่างซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.8 เปอร์เซ็นต์ และมีออกไซด์โลหะอื่นๆ ได้แก่ Fe_2O_3 และ NiO ปนเปื้อนอยู่ปริมาณน้อยมาก แสดงดังตารางที่ 4.9 ซึ่งซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูงกว่าที่เตรียมจากกรดซัลฟิวริกเนื่องจากไม่มีซัลเฟต แต่มีปริมาณออกไซด์ของเหล็กที่สูงกว่าเล็กน้อยเนื่องจากเหล็กละลายในกรดไนตริกได้ดีจึงละลายอยู่ในสารละลายที่นำมาเตรียม และไม่พบในตะกอนที่กรองจากสารตั้งต้น

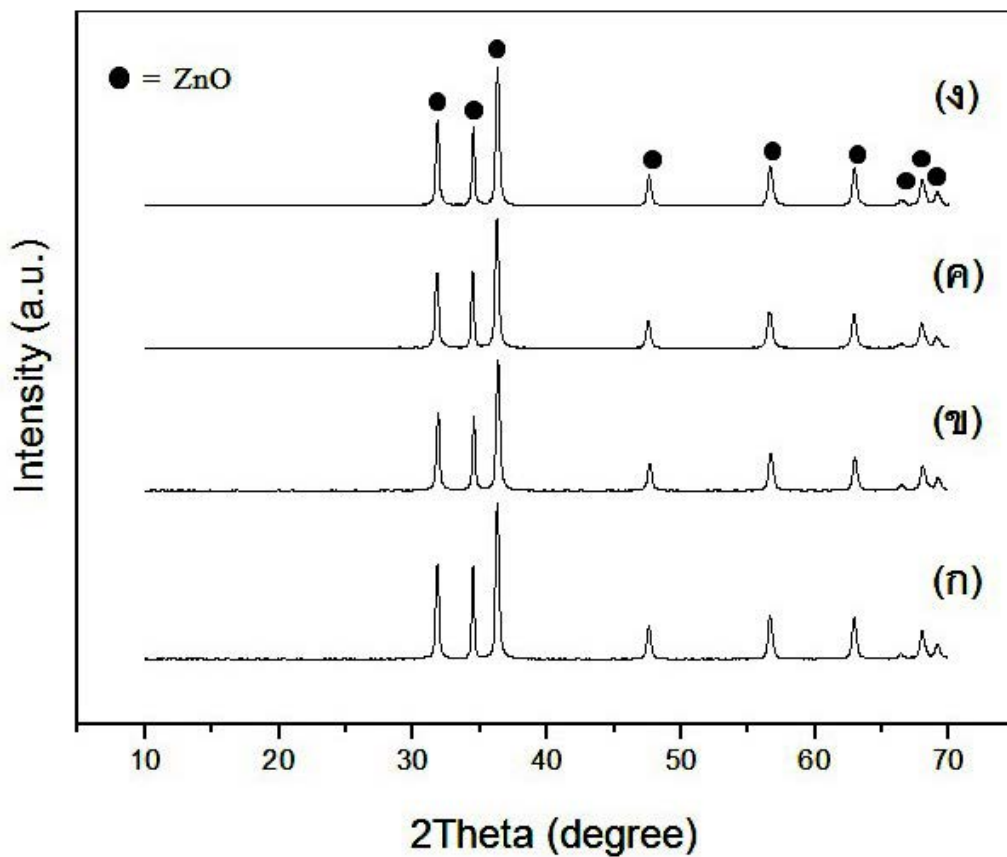
ตารางที่ 4.9 องค์ประกอบทางเคมีของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

องค์ประกอบเคมี	ปริมาณ (wt.%)
ZnO	99.8
Fe_2O_3	0.16
NiO	0.04

4.4 ผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (hydroxypropyl cellulose, HPC)

เนื่องจากปัญหาที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโน คือการเกาะตัวกันของอนุภาคทำให้พื้นที่ผิวลดลง จึงทำการศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัว คือ HPC (hydroxypropyl cellulose) ซึ่งมีสมบัติเป็น steric stabilization โดยการเติมในปริมาณต่างๆ และหาปริมาณที่เหมาะสม ในการทำให้อนุภาคกระจายตัวและช่วยปรับปรุงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ซึ่งเลือกศึกษาการเติมในสารละลายที่เตรียมจากการละลายในกรดไนตริก และตกตะกอนที่พีเอช 12 ไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

4.4.1 ผลการศึกษาเฟสและขนาดผลึก



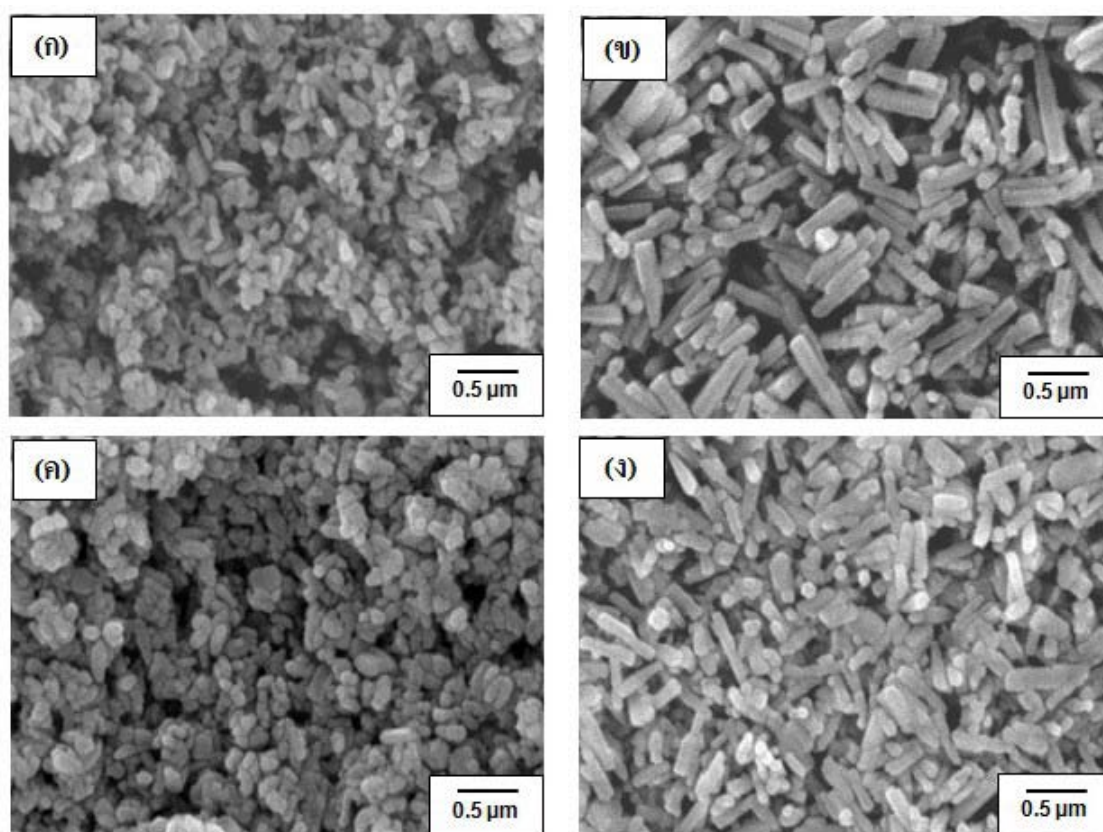
ภาพที่ 4.35 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยการเติม HPC ปริมาณต่างๆ กัน
(ก) ไม่เติม (ข) 0.0125 (ค) 0.025 และ (ง) 0.0375 กรัม

ตารางที่ 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสารตัวอย่างที่เติมสารช่วยกระจายตัว HPC ที่ปริมาณต่างๆ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

ปริมาณ HPC (กรัม)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)	ขนาดผลึก (nm)	
		ยาว (nm)	กว้าง (nm)
no HPC	17.92	152	61
0.0125	12.94	394	67
0.025	15.10	121	63
0.0375	9.53	342	67

ผลการศึกษาเฟสองค์ประกอบด้วย XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.35 พบว่าผงตัวอย่างที่ไม่เติมและเติม HPC ที่ปริมาณต่างกันคือ 0.0125, 0.025 และ 0.0375 กรัม มีเฟสของซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียวในทุกสภาวะ ดังนั้นการเติมสารช่วยกระจายตัว HPC ลงในการเตรียมจึงไม่มีผลต่อการเกิดเฟสอื่นนอกจากซิงก์ออกไซด์ แต่ส่งผลต่อขนาดและความเป็นผลึกโดยสังเกตจากลักษณะของพีค จากกราฟวิเคราะห์พื้นที่ผิวที่แสดงในตารางที่ 4.10 พบว่าการเติมสารช่วยกระจายอนุภาคทำให้พื้นที่ผิวต่ำลง โดยเฉพาะการเติมในปริมาณที่ต่ำคือ 0.0125 กรัม และสูง คือ 0.0375 กรัม ส่วนการเติมที่ 0.025 กรัม สารที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่ใกล้เคียงกับการเตรียมโดยไม่เติม

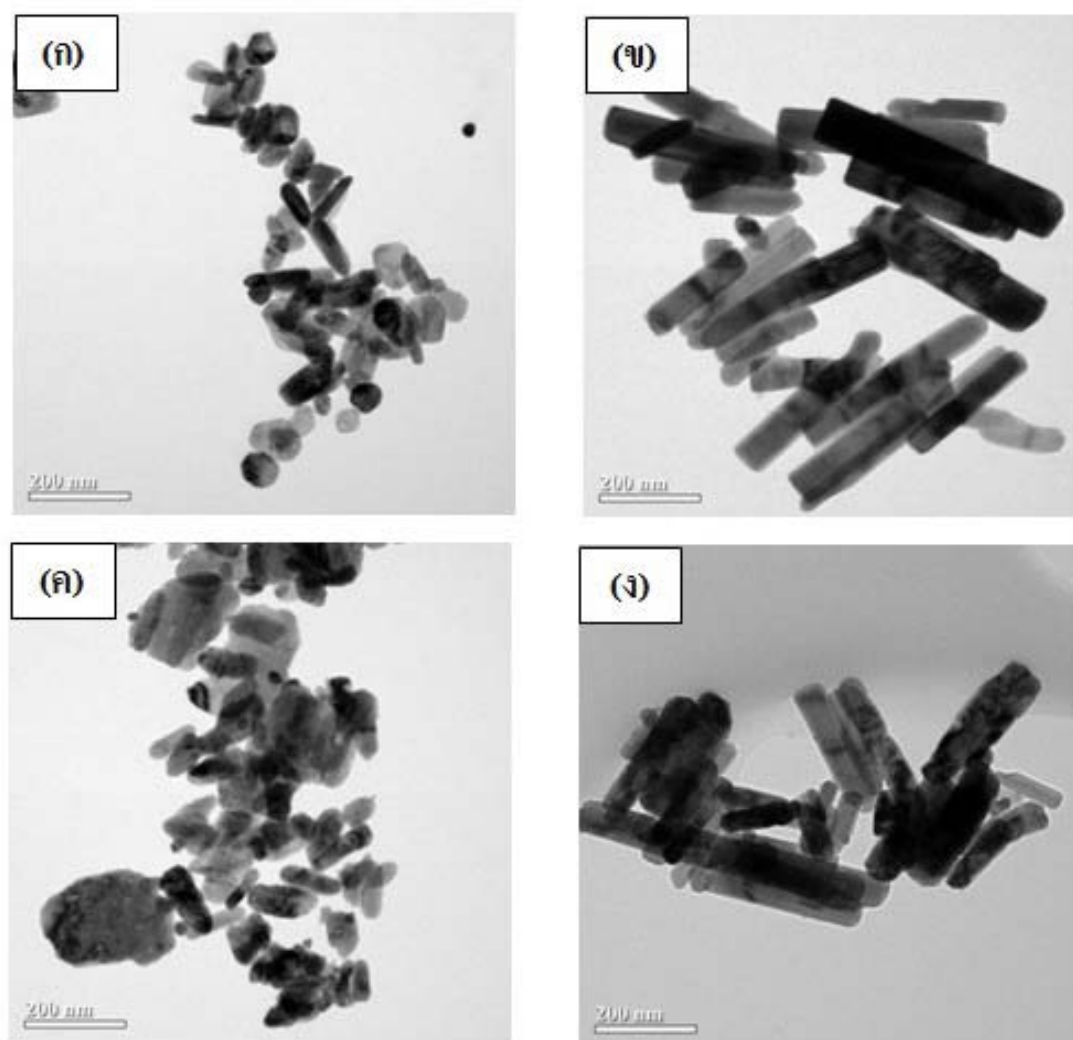
4.4.2 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐาน ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิว



ภาพที่ 4.36 ภาพถ่าย SEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยเติม HPC ที่ปริมาณต่างๆ

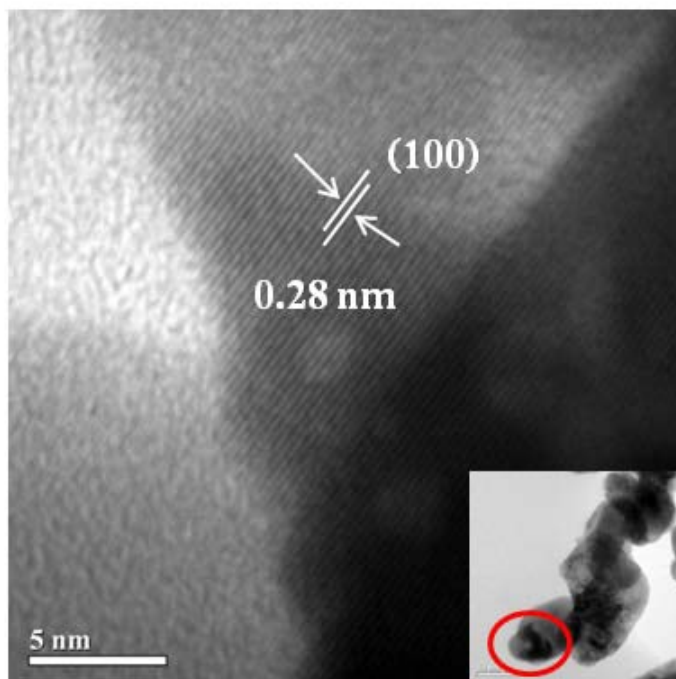
(ก) ไม่เติม (ข) 0.0125 (ค) 0.025 และ (ด) 0.0375 กรัม

ภาพถ่าย SEM ภาพที่ 4.36 แสดงผลของการเติม HPC ต่อลักษณะพื้นฐานของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ซึ่งพบว่าอนุภาคก่อนการเติมสารช่วยกระจายตัวมีรูปร่างเป็นแท่งที่มีขนาดเล็ก ระดับนาโนเมตร แต่เมื่อเติม HPC ปริมาณ 0.0125 และ 0.0375 กรัม อนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งที่มีขนาดใหญ่ขึ้นโดยสัดส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคสูงขึ้นมาก เมื่อเทียบกับอนุภาคที่ไม่มีการเติม HPC ทำให้พื้นที่ผิวมีค่าลดลง จาก 17.92 เป็น 12.94 และ 9.53 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.10 ส่วนการเติม HPC ปริมาณ 0.025 กรัม รูปร่างและขนาดอนุภาคไม่แตกต่างจากที่ไม่เติม HPC ซึ่งทำให้มีค่าพื้นที่ผิวที่ใกล้เคียงกัน คือ 15.10 ตารางเมตรต่อกรัม



ภาพที่ 4.37 ภาพถ่าย TEM ของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยเติม HPC ที่ปริมาณต่างๆ

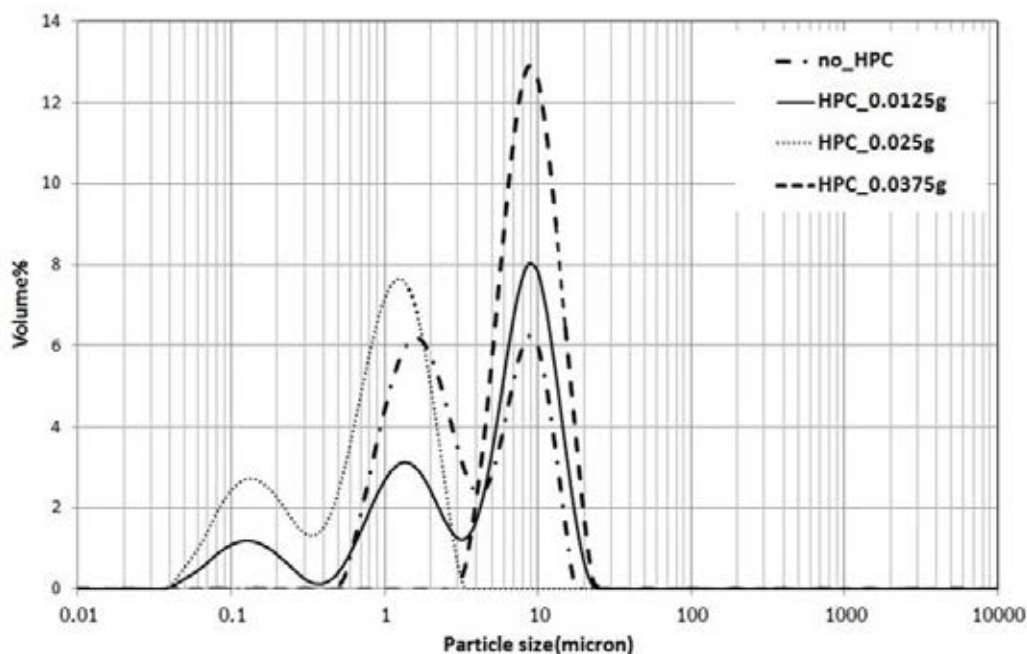
(ก) ไม่เติม (ข) 0.0125 (ค) 0.025 และ (ง) 0.0375 กรัม



ภาพที่ 4.38 ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยายสูงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียม
โดยการเติม HPC กรัม

ภาพถ่าย TEM ในภาพที่ 4.37 และภาพที่ 4.38 ยืนยันผลการศึกษาด้วย SEM ถึงผลของปริมาณการเติม HPC ต่อลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ซึ่งเห็นการกระจายของอนุภาค และสามารถวัดขนาดอนุภาคได้ชัดเจน พบว่าอนุภาคที่ไม่เติมและเติม HPC ที่ 0.025 กรัม ได้อนุภาคขนาดใกล้เคียงกัน ส่วนที่เติม HPC ที่ 0.0125 กรัม ขนาดใหญ่ที่สุดมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 นาโนเมตรและความยาว 65 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับเมื่อเติม HPC ที่ 0.0375 กรัม และเมื่อศึกษาที่กำลังขยายสูงเพื่อคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ (D-spacing) พบว่ามีค่าเท่ากับ 0.28 นาโนเมตร ซึ่งตรงกับระนาบ (100)⁽⁶⁹⁾ ของซิงก์ออกไซด์ (ภาคผนวก ก) โดยผลึกมีการโตในทิศทางแกน c (c-axis)^(26, 55, 69)

4.4.3 ผลการศึกษาการกระจายขนาดของอนุภาค



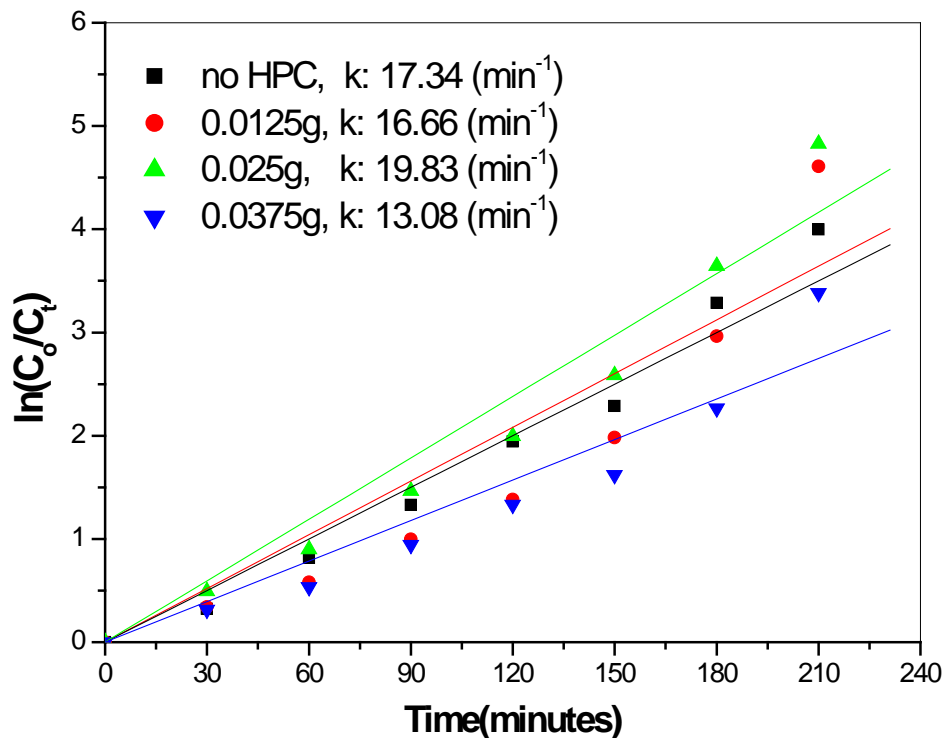
ภาพที่ 4.39 การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ โดยเติมสารช่วยกระจายตัวที่ปริมาณต่างๆ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

เพื่อศึกษาผลของการเติม HPC ต่อการกระจายตัวของอนุภาค จึงทำการศึกษาขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Laser light scattering ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ทั้งก่อนเติมและหลังเติมสารช่วยกระจายตัว HPC ที่ปริมาณต่างๆ ดังแสดงในภาพที่ 4.39 พบว่าผงตัวอย่างที่เติม HPC 0.025 กรัม มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีที่สุดมีขนาดเล็กที่สุด เมื่อเทียบกับที่ไม่มีการเติม HPC หรือเติมที่ปริมาณมากหรือน้อยกว่า โดยอนุภาคที่เติม HPC 0.025 กรัม มีการกระจายขนาดเป็นสองช่วงคือ ขนาดในช่วง 0.05 ถึง 0.5 ไมครอน และ 0.5 ถึง 5 ไมครอน ส่วนอนุภาคที่ไม่เติม HPC มีการกระจายขนาดสองช่วงคือ ในช่วง 0.5 ถึง 5 ไมครอน และ 5 ถึง 20 ไมครอนในปริมาณที่พอกัน เมื่อเติม HPC 0.0125 กรัม การกระจายขนาดแบ่งเป็นสามช่วง คือ มีขนาดในช่วง 0.05 ถึง 0.5 ไมครอน เล็กน้อย ขนาดในช่วงกลาง 0.5 ถึง 5 ไมครอนลดลง และ 5 ถึง 20 ไมครอน เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่ม HPC เป็น 0.0375 กรัม พบว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจนโดยมีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วง 5 ถึง 20 ไมครอน เพิ่มสูงขึ้น และขนาดในช่วงที่เล็กหายไป แสดงถึงการรวมตัวกันของอนุภาคเล็กเป็นอนุภาคใหญ่ขึ้น (ภาคผนวก ข) ดังนั้นจึง

แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าปริมาณ HPC ที่เติมลงไปส่งผลต่อการกระจายตัวของอนุภาค โดยในการศึกษานี้พบว่า การเติม HPC 0.025 กรัม เป็นปริมาณที่เหมาะสม ที่ช่วยให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้นและลดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ผลของปริมาณการเติม HPC สามารถอธิบายได้ว่า การเติมในปริมาณที่น้อยไป สายโซ่ของพอลิเมอร์เข้าไปล้อมรอบอนุภาคได้ไม่ทั่วถึง จึงไม่ได้ช่วยแยกอนุภาคออกจากกัน และอนุภาคที่ไม่ได้ล้อมรอบด้วยพอลิเมอร์ เกิดการเกาะตัวกันทำให้มีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อมีการเติมในปริมาณที่เหมาะสม สายโซ่พอลิเมอร์จะเข้าไปล้อมรอบได้ทั่วผิวอนุภาคเกิดแรงผลักระหว่างอนุภาคแบบ steric stabilization ป้องกันการรวมตัวกันของอนุภาค แต่หากเติมในปริมาณที่มากเกินไปกลับส่งเสริมการเกาะตัวกันของอนุภาค เนื่องจากทำให้เกิดชั้นของพอลิเมอร์ที่หนาแน่นกว่าหนึ่งชั้น เคลือบรอบๆ ผิวของอนุภาค สายโซ่พอลิเมอร์จึงเกี่ยวพันกันมากขึ้นทำให้อนุภาคเกิดการเกาะกันเป็นขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นชั้นของพอลิเมอร์ที่ปริมาณเหมาะสมและเคลือบผิวอนุภาคพอดีจะป้องกันไม่ให้อนุภาคมารวมตัวกันได้ และอนุภาคกระจายตัวไม่เกาะกลุ่มกัน โดยประสิทธิภาพการกระจายตัวที่ดีจะขึ้นอยู่กับระยะยืดของสายโซ่พอลิเมอร์ ถ้าสายโซ่ยาวและมีการยืดตัวที่ดี ก็ส่งผลให้การกระจายตัวของอนุภาคดีมากขึ้น^(33, 62)

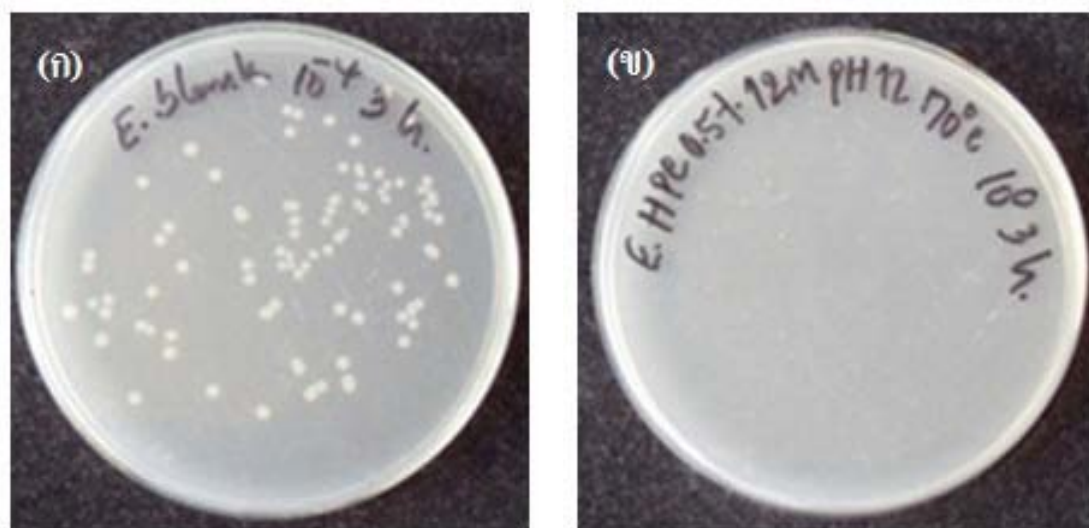
4.4.4 ผลการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง



ภาพที่ 4.40 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงซิงก์ออกไซด์ที่ไม่เติมและเติมสารช่วยกระจายตัวที่ปริมาณต่างๆ

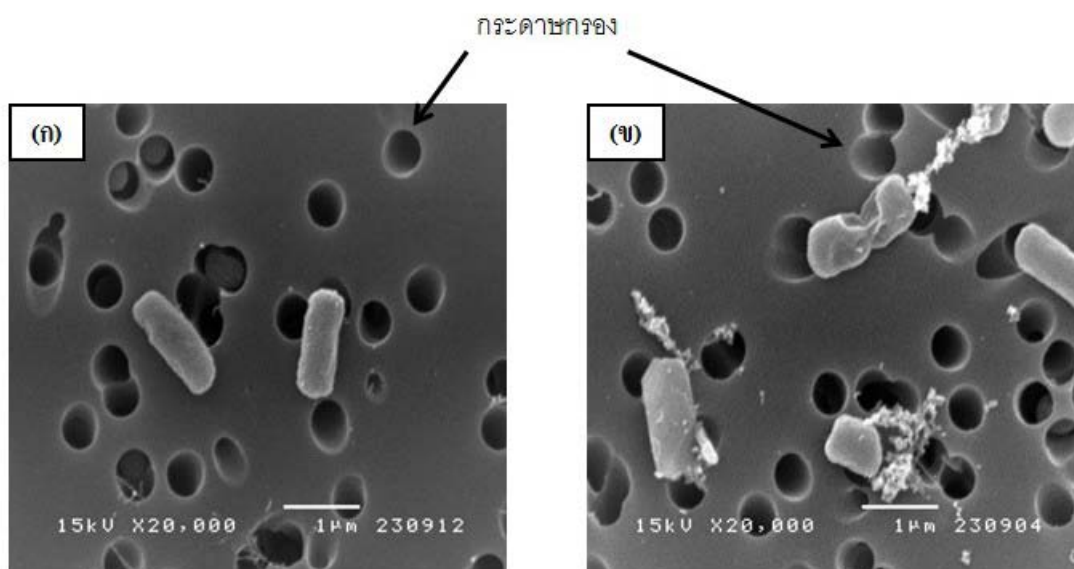
ผลจากการนำผงตัวอย่างไปศึกษาสมบัติความเป็นของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของผงตัวอย่างที่เติมและไม่เติมสารช่วยกระจายตัว HPC ดังแสดงในภาพที่ 4.40 พบว่าอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลูของผงตัวอย่างที่เติมสารช่วยกระจายตัว HPC ที่ปริมาณ 0.025 กรัม มีประสิทธิภาพมากที่สุดคือ 19.83×10^{-3} นาที รองลงมาคือ ที่ HPC ปริมาณ 0.0125 กรัม ผงตัวอย่างที่ไม่เติม และเติมที่ปริมาณ 0.0375 กรัม มีค่าเท่ากับ 16.66×10^{-3} , 18.98×10^{-3} และ 13.08×10^{-3} นาที ตามลำดับ สาเหตุที่ปริมาณ 0.025 กรัม ของ HPC มีความสามารถในการย่อยสลายมากที่สุด เนื่องจากการเติมสารช่วยกระจายตัวในปริมาณที่เหมาะสม ช่วยให้การเกาะกลุ่มของอนุภาคลดลง ดังแสดงผลการกระจายขนาดอนุภาคข้างต้น จึงส่งเสริมให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคมากขึ้น

4.4.5 ผลการศึกษาสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย



ภาพที่ 4.41 จำนวนแบคทีเรียชนิด *E.coli* ที่เหลือหลังจากทำการ incubate สัมผัสกับผงตัวอย่างเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

(ก) ไม่เติม ZnO และ (ข) เติม ZnO (HPC 0.025 กรัม)

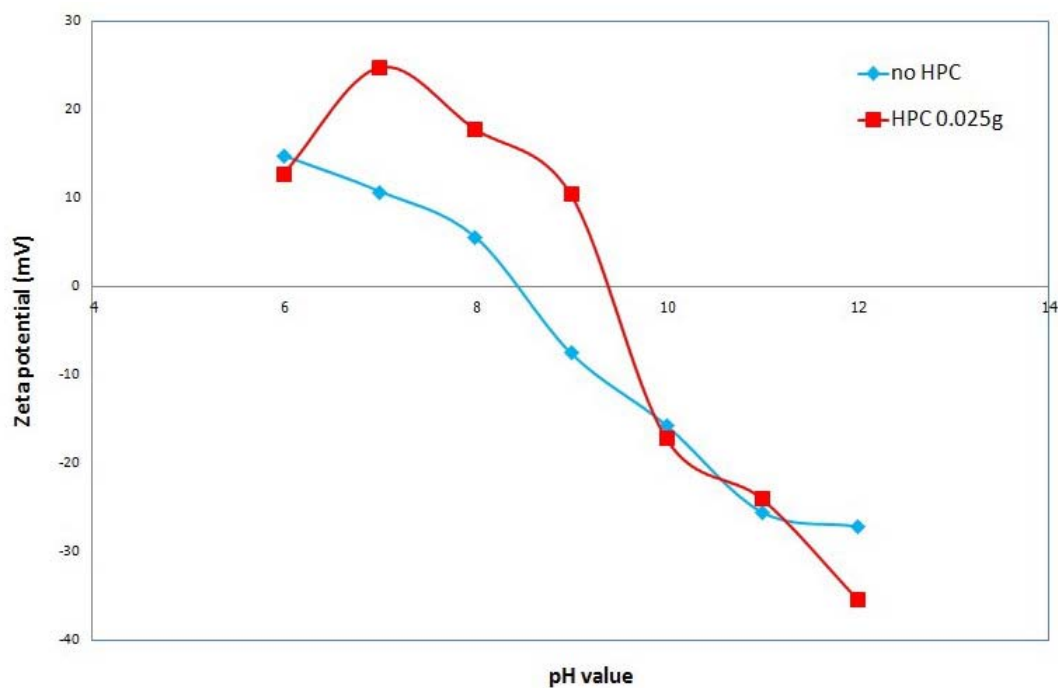


ภาพที่ 4.42 โครงสร้างจุลภาคลักษณะของเซลล์ *E.coli*
(ก) ไม่เติมผง ZnO และ (ข) เติมผง ZnO (HPC 0.025 กรัม)

จากการทดสอบความสามารถในการต้านแบคทีเรียเชื้อ *E.Coli* ด้วยเทคนิคการกระจายเชื้อแสดงในภาพที่ 4.41 ของผงชิ่งก์ออกไซด์ที่เตรียมจากการละลายสารตั้งด้วยกรดไนตริก จากนั้นเติมสารช่วยกระจายตัว HPC 0.025 กรัม และปรับค่าพีเอชเป็น 12 อุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่าสามารถต้านแบคทีเรียได้มีประสิทธิภาพดี โดยแบคทีเรียลดลง 100 เปอร์เซ็นต์ และนำไปศึกษาโครงสร้างเซลล์ของเชื้อแบคทีเรียที่ก่อนและหลังการเติมผงตัวอย่างด้วย SEM ดังแสดงในภาพที่ 4.42 พบว่าเซลล์แบคทีเรียที่ไม่สัมผัสกับผงชิ่งก์ออกไซด์มีรูปร่างเป็นทรงกระบอก ซึ่งเป็นลักษณะของเซลล์ที่สมบูรณ์ แสดงดังภาพที่ 4.42 (ก) และลักษณะของเซลล์ที่สัมผัสกับผงชิ่งก์ออกไซด์ พบว่าเซลล์ของแบคทีเรียถูกทำลายผนังเซลล์ (cell membrane) โดยจะเห็นได้ชัดว่าเซลล์มีลักษณะลีบ ผนังเซลล์แตกและเซลล์ฉีกขาดออกจากกัน

4.5 ผลการศึกษาผลของพีเอชสารละลายเมทิลีนบลูต่อสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของซิงก์ออกไซด์

4.5.1 ผลการศึกษาประจุที่ผิวของอนุภาคด้วยเครื่อง Zeta potential

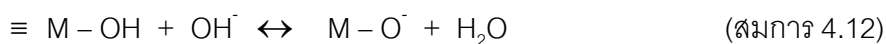
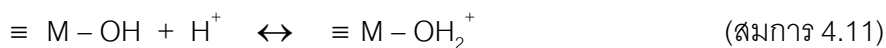


ภาพที่ 4.43 ค่า zeta potential ของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ที่พีเอชต่างๆ

ตารางที่ 4.11 ค่า zeta potential ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยการเติมและไม่เติม HPC

ตัวอย่าง	Zeta potential pH7	Zeta potential pH12
no HPC	10.76	-27.09
0.025 กรัม	24.81	-35.31

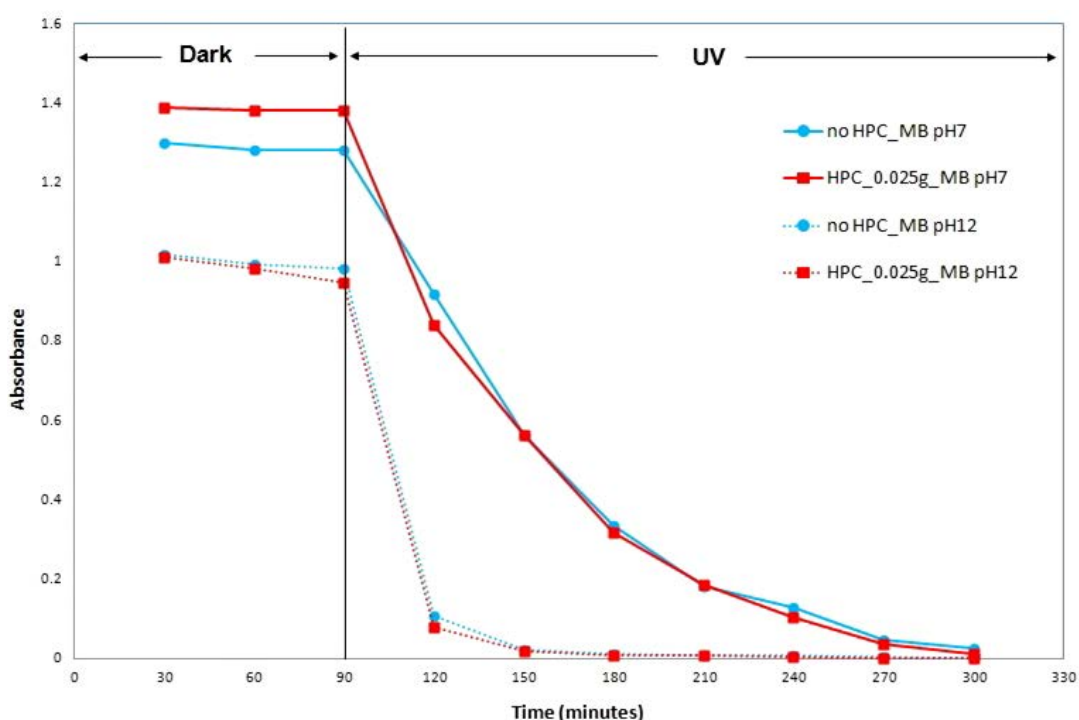
การวัดประจุที่ผิวของอนุภาค (surface charge) ซึ่งก็ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมโดยไม่เติม และที่เติม HPC ในปริมาณที่เหมาะสม คือ HPC 0.025 กรัม ทดสอบด้วยเครื่อง zeta potential และปรับค่าพีเอชในช่วง 6 ถึง 12 ดังแสดงในภาพที่ 4.43 พบว่าอนุภาคที่ไม่เติมและที่เติม HPC 0.025 กรัม มีค่า point of zero charge (pzc) คือ ประจุที่พื้นผิวมีค่าเป็นศูนย์ ที่พีเอชประมาณ 8.5 และ 9.5 ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับค่า pzc ของซิงก์ออกไซด์ที่รายงานโดยทั่วไปอยู่ที่ประมาณ 9⁽⁶⁷⁾ โดยความเป็นประจุที่ผิวของอนุภาคออกไซด์ในน้ำที่พีเอชต่ำและสูงกว่าที่จุด pzc จะมีค่าเป็นบวกและลบ ตามลำดับซึ่งแสดงดังสมการ



จากกราฟในภาพที่ 4.43 ที่พีเอช 7 และ 12 ประจุที่ผิวมีค่าเป็นบวกและลบสูงสุดตามลำดับ และค่าของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมโดยการเติมสารช่วยกระจายตัว HPC มีค่าสูงกว่าที่ไม่เติม ทำให้อนุภาคในสารแขวนลอยน่าจะมีความเสถียรและเกิดการผลักรั้วกันระหว่างอนุภาคให้เกิดการกระจายตัวดีกว่า ดังแสดงค่าประจุที่ผิวในตารางที่ 4.11 จากข้อมูลในตารางเมื่อพิจารณาความเป็นประจุที่ผิวซึ่งน่าจะเป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อความสามารถในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูที่ผิว เนื่องจากเมทิลีนบลูเป็น cationic die ที่มีประจุเป็นบวก ดังนั้นจึงทำการศึกษาผลของค่าความเป็นประจุที่ผิวอนุภาคต่อการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยการกระตุ้นด้วยแสง โดยทำการปรับพีเอชของสารละลายเมทิลีนบลู ซึ่งปกติมีค่าอยู่ที่ประมาณ 7 เป็นพีเอช 12 เพื่อเปรียบเทียบผล

4.5.2 ผลการศึกษาผลของพีเอชสารละลายเมทิลีนบลูต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงซิงก์ออกไซด์

เมื่อเรานำผงตัวอย่างที่เตรียมได้มาศึกษาความสามารถในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู โดยปรับค่าความเป็นกรดต่างของเมทิลีนบลูให้มีค่าพีเอชเป็น 12 ดังแสดงในภาพที่ 4.44 พบว่าการดูดซับเมทิลีนบลูในที่มีดีมีประสิทธิภาพมากขึ้นกว่าเมทิลีนบลูที่ไม่ได้ปรับค่าพีเอช (ประมาณ 7) อย่างเห็นได้ชัดโดยสังเกตจากค่า absorbance ที่ลดลง เนื่องจากสารละลายเมทิลีนบลูเป็น cationic dye⁽²³⁾ และซิงก์ออกไซด์มีประจุที่ผิวเป็นบวกที่พีเอช 7 แต่ซิงก์ออกไซด์จะมีประจุที่ผิวเป็นลบเมื่ออยู่ในสภาวะที่พีเอชสูงกว่าจุด PZC⁽³⁰⁾ และเป็นลบมากขึ้นเรื่อยๆจนมีค่าลบมากที่สุดที่พีเอช 12 ซึ่งทำให้ความสามารถในการดูดซับเมทิลีนบลูที่มีประจุตรงข้ามที่ผิวสูงขึ้น และความสามารถในการดูดซับที่สูงช่วยส่งเสริมปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทิลีนบลูที่ผิวได้ดีขึ้น ทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูลดลงอย่างรวดเร็วหลังฉายแสง ดังนั้นพีเอชของสารละลายส่งผลต่อความเป็นประจุที่ผิวของซิงก์ออกไซด์ซึ่งส่งผลต่อปฏิกิริยาการย่อยสลายที่ผิว



ภาพที่ 4.44 ผลการศึกษาอัตราเร็วในการย่อยสลายเมทิลีนบลู ซึ่งมีค่าพีเอชเป็น 12 ของตัวเร่งปฏิกิริยาของผงตัวอย่างที่ก่อนและหลังเติมสารช่วยกระจายตัวที่ปริมาณต่างๆ

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้สามารถเตรียมซิงก์ออกไซด์ระดับนาโนเมตรที่มีสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง โดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ในการเตรียม ได้แก่ การละลายตั้งต้นด้วยกรดซัลฟิวริกและไนตริก ค่าพีเอชในการตกตะกอน อุณหภูมิ เวลา และผลการเติมเอชพีซี ต่อสมบัติต่างๆ ของสารที่เตรียมได้ ดังสรุปผลได้ดังต่อไปนี้

1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นด้วยกรดไนตริกและซัลฟิวริกให้ซิงก์ออกไซด์ที่มีสมบัติต่างกัน โดยซิงก์ออกไซด์เตรียมจากกรดไนตริกมีความบริสุทธิ์สูงกว่า ขนาดอนุภาคเล็กกว่า และให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่สูงกว่าการเตรียมจากกรดซัลฟิวริก

2. ค่าพีเอชในการตกตะกอนเป็นตัวแปรสำคัญที่ส่งผลต่อการเกิดซิงก์ออกไซด์ที่บริสุทธิ์ ซึ่งจากการทดลองพบว่าการเตรียมจากสารละลายกรดซัลฟิวริกจะได้ ซิงก์ออกไซด์เฟสเดียวที่พีเอช 12 ส่วนการเตรียมจากสารละลายกรดไนตริกเฟสเดียวตั้งแต่พีเอช 8 ทั้งนี้พีเอชยังส่งผลสำคัญต่อ รูปร่างสัณฐาน ความเป็นผลึกและขนาดของอนุภาค ซึ่งสมบัติเหล่านี้มีผลต่อสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

3. กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลช่วยส่งเสริมความบริสุทธิ์ ความเป็นผลึก และความสม่ำเสมอของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ภายใต้อุณหภูมิ และเวลาที่เพียงพอในการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ซึ่งช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพของปฏิกิริยาเร่งเชิงแสง

4. การเติม HPC ในปริมาณที่เหมาะสมช่วยส่งเสริมให้อนุภาคกระจายตัวดีและเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายเมทิลีนบลู แต่หากเติมในปริมาณน้อยหรือมากเกินไปจะส่งเสริมให้อนุภาคเกิดการเกาะกลุ่มกันและทำให้ประสิทธิภาพลดลง นอกจากนี้การเติมเอชพีซียังส่งผลต่อรูปร่างสัณฐานอนุภาคด้วย

5. จากการศึกษานี้พบว่าอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่แสดงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูสูงที่สุดที่เตรียมได้มีรูปร่างเป็นแท่ง มีขนาดความกว้างประมาณ 121 นาโนเมตร ความยาว 63 นาโนเมตรและพื้นที่ผิว 15.10 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเตรียมจากการละลายฝุ่นสังกะสีด้วยกรดไนตริก ปรับค่าพีเอชในการตกตะกอนที่ 12 เติมเอชพีซี 0.025 กรัม และผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ 170 เซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

6. อนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้แสดงความสามารถในการต้านแบคทีเรียโดยไม่ต้องฉายแสงได้มีประสิทธิภาพโดยการทดสอบกับเชื้อ *E.Coli* ด้วยการกระจายเชื้อ

7. พีเอชของสารละลายเมทิลีนบลูส่งผลต่อความเป็นประจุที่ผิวของซิงก์ออกไซด์ทำให้ความสามารถในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูที่ผิวเปลี่ยนไปซึ่งมีผลต่อปฏิกิริยาการย่อยสลายภายใต้การฉายแสง

5.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยเพิ่มเติม

ในงานวิจัยและการทดลองนี้สามารถทำการปรับปรุงและพัฒนาได้ดังนี้

1. ศึกษาการใช้สารช่วยกระจายตัวอื่นที่เหมาะสมกับอนุภาคที่เตรียม เพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีขึ้นซึ่งจะช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงให้ดีขึ้น
2. นำผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ เช่น การบำบัดน้ำเสีย

รายการอ้างอิง

- (1) Po-Yi, W., Jenna, P., Feng, Z. and Siu-Wai, C., Low-Temperature Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. International journal of Applied Ceramic Technology 3 (2006): 272-278.
- (2) Hirota, K., et al., Preparation of zinc oxide ceramics with a sustainable antibacterial activity under dark conditions. Ceramics International 36 (2010): 497-506.
- (3) Huh, A. J. and Kwon, Y. J., "Nanoantibiotics": A new paradigm for treating infectious diseases using nanomaterials in the antibiotics resistant era. Journal of Controlled Release 156 (2011): 128-145.
- (4) Chen, C., Liu, P. and Lu, C., Synthesis and characterization of nano-sized ZnO powders by direct precipitation method. Chemical Engineering Journal 144 (2008): 509-513.
- (5) Moezzi, A., McDonagh, A. M. and Cortie, M. B., Zinc oxide particles: Synthesis, properties and applications. Chemical Engineering Journal 185–186 (2012): 1-22.
- (6) กรมโรงงานอุตสาหกรรม. ความเป็นมาของอุตสาหกรรมชุบโลหะ [Online]. 2552. Available from: http://www2.diw.go.th/I_Standard/Web/pane_files/Industry26.asp [24 มิถุนายน 2554]
- (7) บุญรักษ์ กาญจนวรรณิชย์. ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับเหล็กชุบเคลือบสังกะสี [Online]. 2551. Available from: http://www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=70&Itemid=36 [18 สิงหาคม 2554]
- (8) ดร. สุพิณ แสงสุข. ผลเสียของซิงก์ออกไซด์ [Online]. 2010. Available from: <http://ryusaki.siam2web.com/?cid=627782> [28 กุมภาพันธ์ 2555]
- (9) Morkoc, H. and Özgür, Ü. Zinc Oxide: Fundamentals, Materials and Device Technology. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2009.

- (10) Chemexplore. Electron-Doped Antifluorites as Superconductors [Online]. 2010. Available from: <http://www.chemexplore.net/antifluorites.htm> [2012, May 3]
- (11) Andrew, R., Barron, K. and Carissa, S. Crystal Structure [Online]. 2010. Available from: <http://cnx.org/content/m16927/latest/> [2012, May 3]
- (12) Baruwati, B., Kumar, D. K. and Manorama, S. V., Hydrothermal synthesis of highly crystalline ZnO nanoparticles: A competitive sensor for LPG and EtOH. Sensors and Actuators B: Chemical 119 (2006): 676-682.
- (13) Xu, H., et al., Hydrothermal synthesis of zinc oxide powders with controllable morphology. Ceramics International 30 (2004): 93-97.
- (14) Zhang, P., Xu, F., Navrotsky, A., Lee, J. S., Kim, S. T., and Liu, J., Surface enthalpies of nanophase ZnO with different morphologies. Chemistry of Materials 19 (2007): 5687-5693.
- (15) Salavati-Niasari, M., Davar, F., and Fereshteh, Z., Synthesis and characterization of ZnO nanocrystals from thermolysis of new precursor. Chemical Engineering Journal 146 (2009): 498-502.
- (16) Kuo, C.-L., et al., Synthesis of zinc oxide nanocrystalline powders for cosmetic applications. Ceramics International 36 (2010): 693-698.
- (17) Fatimah, I., Wang, S. and Wulandari, D., ZnO/montmorillonite for photocatalytic and photochemical degradation of methylene blue. Applied Clay Science 53 (2011): 553-560.
- (18) Hayat, K., Gondal, M. A., Khaled, M. M., Ahmed, S. and Shemsi, A. M., Nano ZnO synthesis by modified sol gel method and its application in heterogeneous photocatalytic removal of phenol from water. Applied Catalysis A: General 393 (2011): 122-129.
- (19) Music, S., Dragcevic, D. and Popovic, S., Influence of synthesis route on the formation of ZnO particles and their morphologies. Journal of Alloys and Compounds 429 (2007): 242-249.
- (20) Fujishishima, A., hashimoto, K., watanabe, T. TiO₂ Photocatalysis Fundamental and applications. BKC, Inc., 1999.

- (21) Hariharan, C., Photocatalytic degradation of organic contaminants in water by ZnO nanoparticles: Revisited. Applied Catalysis A: General 304 (2006): 55-61.
- (22) ผศ.ดร.พรนภา สุจริตวรกุล, ไททาเนียมไดออกไซด์โฟโตคะตะลิสต์กับชีวิตประจำวัน, in: น. ภ. ค. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย '(Ed.)'^(Eds.)', 2548.
- (23) Kaneko, M. and Okura, I. Photocatalysis Science and Technology. February 2002.
- (24) Food network solution. Catalyst [Online]. 2010. Available from: <http://www.foodnetworksolution.com/vocab/wordcap/> [2012, March 15]
- (25) Carryboy. ozone [Online]. 2011. Available from: <http://www.ozonefilm.com/filminfo.php> [2012, March 17]
- (26) Zhu, Z., Yang, D. and Liu, H., Microwave-assisted hydrothermal synthesis of ZnO rod-assembled microspheres and their photocatalytic performances. Advanced Powder Technology 22 (2011): 493-497.
- (27) Pare, B., Sarwan, B. and Jonnalagadda, S. B., Photocatalytic mineralization study of malachite green on the surface of Mn-doped BiOCl activated by visible light under ambient condition. Applied Surface Science 258 (2011): 247-253.
- (28) Centre for Resesrch in Engineering Surface Technoligy. Semiconductor Nanomaterials Group [Online]. 2010. Available from: http://www.crestdit.com/research/rgroup_semic.html [2012, April 10]
- (29) M.Kaneko and Okura, I. Photocatalysis Science and Technology. 2002.
- (30) Ying, K.-L., Hsieh, T.-E. and Hsieh, Y.-F., Colloidal dispersion of nano-scale ZnO powders using amphibious and anionic polyelectrolytes. Ceramics International 35 (2009): 1165-1171.
- (31) Srilomsak, S., Stabilization of Ceramic Slip I and II. Suranaree Journal of Science and Technology 13(3) (2006): 259-270.

- (32) P. Davide, C., Andreas, K. and Horst, W., Low-temperature synthesis of soluble and processable organic-capped anatase TiO₂ nanorods. Journal of the American Chemical Society 125 (2003): 14539–14548.
- (33) Aimable, A., Buscaglia, M. T., Buscaglia, V. and Bowen, P., Polymer-assisted precipitation of ZnO nanoparticles with narrow particle size distribution. Journal of the European Ceramic Society 30 (2010): 591-598.
- (34) P.Greil, D. H. a. Materials Science and Engineering. 1995.
- (35) เล็ก สีคง. Engineering ceramic. ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2545.
- (36) วรวิมล เจริญศิริ. เชื้ออีโคไล คืออะไร [Online]. 2553. Available from: <http://www.bangkokhealth.com/index.php/2009-01-19-04-20-20/951--o157h7> [18 มีนาคม 2555]
- (37) Chang, J. M. and Fang, T. J., Survival of Escherichia coli O157:H7 and Salmonella enterica serovars Typhimurium in iceberg lettuce and antimicrobial effect of rice vinegar against E. coli O157:H7. Food Microbiol 24 (2007): 745-751.
- (38) Bauman, R. W. Microbiology with Diseases by Taxonomy. San Francisco, USA, 2010.
- (39) Roberta, B., et al., Toxicological Impact Studies Based on Escherichia coli Bacteria in Ultrafine ZnO Nanoparticles Colloidal Medium. Nano Letters 6 (2006): 866-870.
- (40) Jun, Z., Ningsheng, X. and Zhong L., W., Dissolving Behavior and Stability of ZnOWires in Biofluids: A Study on Biodegradability and Biocompatibility of ZnO Nanostructures. Advanced Materials 18 (2006): 2432-2435.
- (41) Peng, J., et al., Hierarchical Shelled ZnO Structures Made of Bunched Nanowire Arrays. Advanced Functional Materials 17 (2007): 1303-1310.
- (42) Dastjerdi, R. and Montazer, M., A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: focus on anti-microbial properties. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces 79 (2010): 5-18.

- (43) L.S. Panchakarla, A. G., and C. N. R. Rao. Formation of ZnO Nanoparticles by the Reaction of Zinc Metal with Alcohols. Journal of Cluster Science 18 (2007): 660-670.
- (44) Chen, Y., Yu, R., Shi, Q., Qin, J. and Zheng, F., Hydrothermal synthesis of hexagonal ZnO clusters. Materials Letters 61 (2007): 4438-4441.
- (45) Wang, J. and Gao, L., Synthesis of uniform rod-like, multi-pod-like ZnO whiskers and their photoluminescence properties. Journal of Crystal Growth 262 (2004): 290-294.
- (46) Zou, G., et al., Controlled synthesis of ZnO nanocrystals with column-, rosette- and fiber-like morphologies and their photoluminescence property. Materials Chemistry and Physics 88 (2004): 150-154.
- (47) Zhang, X. Y., et al., Hydrothermal synthesis of oriented ZnO nanobelts and their temperature dependent photoluminescence. Chemical Physics Letters 393 (2004): 17-21.
- (48) Wang, J. and Gao, L., Hydrothermal synthesis and photoluminescence properties of ZnO nanowires. Solid State Communications 132 (2004): 269-271.
- (49) Wei, H., Wu, Y., Lun, N. and Hu, C., Hydrothermal synthesis and characterization of ZnO nanorods. Materials Science and Engineering: A 393 (2005): 80-82.
- (50) Zhang, H., et al., Controllable growth of ZnO nanostructures by citric acid assisted hydrothermal process. Materials Letters 59 (2005): 1696-1700.
- (51) Ni, Y.-h., Wei, X.-w., Hong, J.-m. and Ye, Y., Hydrothermal preparation and optical properties of ZnO nanorods. Materials Science and Engineering: B 121 (2005): 42-47.
- (52) Wen, F., Li, W., Moon, J.-H. and Kim, J. H., Hydrothermal synthesis of ZnO:Zn with green emission at low temperature with reduction process. Solid State Communications 135 (2005): 34-37.
- (53) Shah, M. A. and Al-Shahry, M., Zinc Oxide Nanoparticles Prepared by the Reaction of Zinc Metal with Ethanol. Journal of King Abdulaziz University 21 (2007): 61-67.

- (54) Yu, B.-S., Wang, Y.-R. and Chang, T.-C., Hydrothermal treatment of electric arc furnace dust. Journal of Hazardous Materials 190 (2011): 397-402.
- (55) Wang, Y. and Li, M., Hydrothermal synthesis of single-crystalline hexagonal prism ZnO nanorods. Materials Letters 60 (2006): 266-269.
- (56) Hong, R., Pan, T., Qian, J. and Li, H., Synthesis and surface modification of ZnO nanoparticles. Chemical Engineering Journal 119 (2006): 71-81.
- (57) Rizwan, W., Young-Soon, K. and Hyung-Shik, S., Fabrication, Characterization and growth mechanism of heterostructured zinc oxide nanostructure via solution method. Current Applied Physics 11 (2011): 334-340.
- (58) Zobir, S. A. M., Zainal, Z. and Hussein, M. Z., The effect of polyvinyl alcohol addition on the physicochemical properties of ZnO synthesized by ethylene glycol-hydrothermal method. Materials Chemistry and Physics 124 (2010): 477-481.
- (59) Tamaekong, N., Liewhiran, C., Wisitsoraat, A. and Phanichphant, S., Acetylene sensor based on Pt/ZnO thick films as prepared by flame spray pyrolysis. Sensors and Actuators B: Chemical 152 (2011): 155-161.
- (60) Zhu, L., Seburg, R. A. and Tsai, E. W., Determination of surface-bound hydroxypropylcellulose (HPC) on drug particles in colloidal dispersions using size exclusion chromatography: A comparison of ELS and RI detection. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis 40 (2006): 1089-1096.
- (61) Rossi, S., Luckham, P. F. and Tadros, T. F., Influence of non-ionic polymers on the rheological behaviour of Na⁺-montmorillonite clay suspensions—I Nonylphenol–polypropylene oxide–polyethylene oxide copolymers. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 201 (2002): 85-100.
- (62) Mezdour, S., Lepine, A., Erazo-Majewicz, P., Ducept, F. and Michon, C., Oil/water surface rheological properties of hydroxypropyl cellulose (HPC) alone and

- mixed with lecithin: Contribution to emulsion stability. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 331 (2008): 76-83.
- (63) Kamp, H. Spread plate [Online]. 2009. Available from:
<http://www.microbelibrary.org/ASMOOnly/details.asp?id=2320&Lang> [2011, February 20]
- (64) Introductory microbiology lab [Online]. 15 December 2011. Available from:
http://people.rit.edu/~gtfsbi/IntroMicro/20071images/06_F10
- (65) นางลักษณี่ สุวรรณพินิจ และ ปรีชา สุวรรณพินิจ. จุลชีวะวิทยาทั่วไป. 2542.
- (66) Tortora, G. J., Funke, B. R., and Case, C. L. Microbiology. San Francisco, USA: Benjamin Cummings, 2005.
- (67) Degen, A. and Kosec, M., Effect of pH and impurities on the surface charge of zinc oxide in aqueous solution. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000): 667-673.
- (68) Zhengzhi, Z., Yong, D., Xihong, Z. and Yulin, D., ZnO spheres and nanorods formation: their dependence on agitation in solution synthesis. Journal of Nanoparticle Research 13 (2011): 1689-1696.
- (69) Rai, P., et al., Microwave assisted hydrothermal synthesis of single crystalline ZnO nanorods for gas sensor application. Materials Letters 68 (2012): 90-93.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก-1 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Oxide ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-036-1451

Pattern : 00-036-1451		Radiation = 1.540598		Quality : High		
ZnO		2θ	I	h	k	l
Zinc Oxide Zincite, syn Also called: chinese white, zinc white		31.770	57	1	0	0
		34.422	44	0	0	2
		36.253	100	1	0	1
		47.539	23	1	0	2
		56.603	32	1	1	0
		62.864	29	1	0	3
		66.380	4	2	0	0
		67.963	23	1	1	2
		69.100	11	2	0	1
		72.562	2	0	0	4
		76.955	4	2	0	2
		81.370	1	1	0	4
		89.607	7	2	0	3
		92.784	3	2	1	0
		95.304	6	2	1	1
		98.613	4	1	1	4
		102.946	2	2	1	2
		104.134	5	1	0	5
		107.430	1	2	0	4
		110.392	3	3	0	0
		116.279	8	2	1	3
		121.572	4	3	0	2
		125.188	1	0	0	6
		133.932	3	2	0	5
		136.520	1	1	0	6
		138.513	2	2	1	4
		142.918	3	2	2	0
Lattice : Hexagonal S.G. : P63mc (186) a = 3.24982 c = 5.20661 Z = 2		Mol. weight = 81.38 Volume [CD] = 47.62 Dx = 5.675				
<p>Sample source or locality: The sample was obtained from the New Jersey Zinc Co., Bethlehem, Pennsylvania, USA. Color: Colorless General comments: The structure was determined by Bragg (1) and refined by Abrahams, Bernstein (2). Polymorphism: A high pressure cubic NaCl-type of ZnO is reported by Bates et al. (3) and a cubic, sphalerite type is reported by Radczewski, Schlicht (4). Temperature of data collection: The approximate temperature of data collection was 26 C. Additional pattern: To replace 5-664 (5). Powder data (additional reference): References to other early patterns may be found in reference (5). Optical data: B=2.013, Q=2.029, Sign=+ Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretkin, B., Wong-Ng, W., Ettlinger, L., Hubbard, C., Powder Diffraction, volume 1, page 76 (1986) CAS Number: 1314-13-2</p>						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54060 SS/FOM : F27-131(0.0071,29)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Diffractometer				

ตารางที่ ก-2 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-004-0831

Pattern : 00-004-0831		Radiation = 1.540598		Quality : High		
Zn		2θ	I	h	k	l
Zinc		36.297	53	0	0	2
Zinc, syn		38.993	40	1	0	0
		43.232	100	1	0	1
		54.337	28	1	0	2
		70.058	25	1	0	3
		70.662	21	1	1	0
		77.029	2	0	0	4
		82.105	23	1	1	2
		83.767	5	2	0	0
		86.560	17	2	0	1
		89.923	3	1	0	4
		94.903	5	2	0	2
		109.132	8	2	0	3
		115.803	6	1	0	5
		116.390	11	1	1	4
		124.054	5	2	1	0
		127.492	9	2	1	1
		131.847	2	2	0	4
		138.218	1	0	0	6
		138.955	9	2	1	2
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 65.38				
S.G. : P63/mmc (194)		Volume [CD] = 30.43				
a = 2.66500	Z = 2	Dx = 7.136				
c = 4.94700		Dm = 7.050				
		I/Cor = 3.80				
<p>Sample source or locality: Sample from New Jersey Zinc Company, Sterling Hill, New Jersey, USA. Temperature of data collection: Pattern taken at 25 C. Melting point: 420° Optical data: B=2.58 Color: Bluish white Analysis: Spectroscopic analysis shows faint traces of Pb, Cu, Mg, Si. Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Swanson, Talge., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume I, page 16 (1953) CAS Number: 7440-66-6</p>						
Radiation : CuK α		Filter : Beta				
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given				
SS/FOM : F20- 55(0.0182,20)						

ตารางที่ ก-3 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Lead Sulfate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-082-1854

Pattern : 01-082-1854		Radiation = 1.540598					Quality : Alternate				
Pb(SO ₄)		2 θ	i	h	k	l	2 θ	i	h	k	l
Lead Sulfate		16.466	25	1	0	1	75.065	14	2	4	1
		20.811	806	0	1	1	75.509	14	0	4	2
		20.937	403	2	0	0	75.945	15	6	2	0
		23.328	546	1	1	1	76.183	17	3	0	5
		24.568	199	2	0	1	76.484	46	1	4	2
		25.580	289	0	0	2	77.009	17	1	3	4
		26.717	864	2	1	0	77.388	17	6	2	1
		27.690	685	1	0	2	78.236	78	5	2	3
		29.688	999	2	1	1	79.385	3	6	0	3
		32.356	375	1	1	2	*79.385	3	2	4	2
		33.169	458	0	2	0	79.578	2	4	2	4
		33.284	284	2	0	2	79.910	16	2	3	4
		34.214	91	3	0	1	*79.910	16	3	4	1
		37.324	170	2	1	2	80.404	1	7	0	1
		38.168	19	3	1	1	80.885	20	2	2	5
		39.553	181	2	2	0	81.110	36	5	1	4
		40.275	46	1	0	3	81.672	6	6	2	2
		41.112	59	3	0	2	*81.672	6	6	1	3
		41.709	254	2	2	1	82.763	9	7	1	1
		42.350	52	0	2	2	82.919	46	4	0	5
		*42.350	52	0	1	3	*82.919	46	5	3	2
		42.616	6	4	0	0	83.234	34	0	0	6
		43.762	814	1	2	2	83.616	6	1	4	3
		*43.762	814	1	1	3	84.165	6	3	4	2
		44.546	357	3	1	2	*84.165	6	1	0	6
		44.651	476	4	0	1	84.678	38	7	0	2
		45.959	196	4	1	0	*84.678	38	3	3	4
		47.699	35	2	2	2	85.648	12	3	2	5
		*47.699	35	2	1	3	86.580	48	1	1	6
		47.882	20	4	1	1	*86.580	48	4	4	1
		48.394	62	3	2	1	86.993	18	7	1	2
		50.883	159	3	0	3	*86.993	18	2	0	6
		52.491	76	0	3	1	87.755	16	6	3	0
		53.129	7	1	2	3	88.810	14	0	3	5
		53.334	25	4	1	2	89.159	23	6	3	1
		53.742	101	1	0	4	*89.159	23	6	0	4
		53.831	123	3	2	2	89.366	31	2	1	6
		*53.831	123	3	1	3	89.989	13	5	3	3
		55.433	65	2	3	0					
		55.747	24	5	0	1					
		56.586	45	1	1	4					
		*56.586	45	2	2	3					
		56.738	176	4	2	1					
		57.121	103	2	3	1					
		58.526	10	5	1	1					
		58.744	57	1	3	2					
		59.923	15	2	1	4					
		60.703	6	5	0	2					
		62.098	158	3	2	3					
		62.591	10	3	3	1					
		*62.591	10	3	0	4					
		63.346	74	5	1	2					
		63.578	47	0	2	4					
		64.629	102	1	2	4					
		65.252	57	3	1	4					
		66.059	6	6	0	0					
		66.428	34	5	2	1					
		66.651	97	1	3	3					
		67.243	68	3	3	2					
		67.587	16	6	0	1					
		67.731	15	2	2	4					
		68.328	54	4	3	0					
		68.481	70	5	0	3					
		68.589	59	6	1	0					
		69.620	51	0	4	0					
		69.718	43	2	3	3					
		*69.718	43	0	1	5					
		69.831	32	4	3	1					
		70.089	56	6	1	1					
		70.723	14	1	1	5					
		70.969	30	5	2	2					
		*70.969	30	5	1	3					
		71.255	16	2	0	5					
		72.075	2	6	0	2					
		*72.075	2	1	4	1					
		72.356	19	4	1	4					
		73.703	42	2	1	5					
		74.260	10	4	3	2					
		74.512	16	6	1	2					
		74.675	30	3	3	3					
Lattice : Orthorhombic		Mol. weight = 303.26									
S.G. : Pnma (62)		Volume [CD] = 318.49									
a = 8.47920		Dx = 6.324									
b = 5.39750		I/cor = 4.20									
c = 6.95900		Z = 4									
a/b = 1.57095											
c/b = 1.28930											
ICSD collection code: 075955											
Temperature factor: ITF											
Data collection flag: Ambient.											
Andreev, Yu.G., J. Appl. Crystallogr., volume 27, page 268 (1994)											
Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)											
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified									
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings									
SS/FOM : F30-335(0.0024,37)											

ตารางที่ ก-4 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Sulfate Hydrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐาน จาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-001-0621

Pattern : 00-001-0621		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
ZnSO ₄ ·H ₂ O		2 θ	I	h	k	l
Zinc Sulfate Hydrate		18.469	64			
		23.391	11			
		26.189	100			
		29.160	40			
		35.997	40			
		37.442	6			
		38.439	11			
		41.187	14			
		43.038	10			
		44.142	5			
		46.035	13			
		47.569	8			
		50.375	8			
		53.888	3			
		54.936	11			
		56.783	8			
		58.357	8			
		60.459	2			
		61.799	5			
		64.678	5			
		66.229	2			
		68.999	2			
		70.785	2			
		73.997	3			
		75.374	3			
Lattice : Not assigned		Mol. weight = 179.45				
S.G. : (255)		Dm = 3.195				
Deleted and rejected by: Delete: Weissman, February 1961, see 12-781. Melting point: 238d Data collection flag: Ambient.						
Hanawalt, et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)						
Radiation : MoK α 1		Filter : Beta				
Lambda : 0.70900		d-sp : Not given				

ตารางที่ ก-5 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Iron Sulfate Hydrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐาน จาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-004-0267

Pattern : 00-004-0267		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
$\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ $/\text{FeSO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ Iron Sulfate Hydrate Roemertite Also called: Iron (II, III)		2 θ	I	h	k	l
		17.653	60			
		18.666	100			
		21.874	100			
		26.507	10			
		27.421	10			
		28.494	30			
		29.356	30			
		30.378	20			
		31.589	20			
		34.467	30			
		35.597	20			
		37.768	20			
		40.991	20			
		43.038	20			
		48.104	20			
Lattice : Not assigned S.G. : (255)		Mol. weight = 767.95				
		Dm = 2.174				
Deleted and rejected by: Delete: Berry February 23, 1962, for Set 13. Optical data: A=1.522, B=1.571, Q=1.582, Sign--, 2V~45° Color: Brownish Sample source or locality: Specimen from Chile. Data collection flag: Ambient.						
Michigan Alkali Co., Wyandotte, Michigan, USA., Private Communication						
Radiation : CuK α Lambda : 1.54000		Filter : Not specified d-sp : Not given				

ตารางที่ ก-6 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Sulfate Hydroxide Hydrate ซึ่งเป็น
ข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN)
หมายเลข JCPDS 00-011-0280

Pattern : 00-011-0280		Radiation = 1.540598		Quality : Not Indexed		
$6\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot \text{ZnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Zinc Sulfate Hydroxide Hydrate		2 θ	I	h	k	l
		10.278	6			
		11.790	100			
		13.612	4			
		16.372	6			
		19.029	4			
		21.187	12			
		23.205	6			
		24.232	15			
		26.189	15			
		26.914	6			
		27.769	4			
		31.704	10			
		32.655	6			
		34.196	60			
		34.743	70			
		35.744	2			
		37.281	10			
		40.606	15			
		43.254	2			
		44.600	8			
		45.306	4			
		48.763	15			
		49.498	10			
		51.627	6			
		52.423	4			
		56.479	4			
		58.519	40			
		59.812	20			
		60.987	4			
		63.932	4			
		67.143	2			
		68.482	6			
		69.879	6			
		72.160	4			
		73.729	4			
		77.775	2			
Lattice : Not assigned S.G. : (0)		Mol. weight = 829.87				
Data collection flag: Ambient.						
New Jersey Zinc Company, New Jersey, USA., Private Communication						
Radiation :	Filter : Not specified d-sp : Not given					

ตารางที่ ก-7 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Oxide Sulfate Hydrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-003-0797

Pattern : 00-003-0797		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
<chem>Zn4O3(SO4)·7H2O</chem> Zinc Oxide Sulfate Hydrate		2θ 21.290 25.281 32.902 35.023 41.989 50.375 52.553 58.357 68.999 80.678 95.811	I 12 4 100 32 16 4 4 80 4 2 4	h	k	l
Lattice : Not assigned S.G. : (0)		Mol. weight = 531.68				
Deleted and rejected by: Delete: see Berry comments January 31, 1957. Data collection flag: Ambient.						
New Jersey Zinc Co., Palmerton, PA, USA., Private Communication						
Radiation : MoK α 1 Lambda : 0.70926		Filter : Not specified d-sp : Not given				

ตารางที่ ก-8 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Hydroxide ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-012-0142

Pattern : 00-012-0142		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
Zn(OH) ₂		2θ	I	h	k	l
Zinc Hydroxide		11.886	5			
		12.690	100			
		13.067	10			
		18.666	10			
		20.165	10			
		20.985	20			
		23.580	10			
		23.967	10			
		25.502	15			
		27.507	10			
		28.871	30			
		30.064	30			
		31.362	10			
		32.412	20			
		33.280	20			
		34.868	5			
		37.572	5			
		38.662	5			
		45.619	5			
		52.423	20			
		54.653	5			
Lattice : Not assigned		Mol. weight = 99.39				
S.G. : (0)						
Deleted and rejected by: Deleted: see 12-479. Data collection flag: Ambient.						
Roy, Mumpton., Econ. Geol., volume 51, page 432 (1956)						
Radiation : CuK α		Filter : Beta				
Lambda : 1.54200		d-sp : Not given				

ตารางที่ ก-9 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Oxide Sulfate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐาน จาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-016-0821

Pattern : 00-016-0821		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
Zn ₃ O(SO ₄) ₂		2 θ	I	h	k	l
Zinc Oxide Sulfate		8.257	40			
		12.708	50			
		13.633	60			
		19.071	40			
		22.549	50			
		22.783	50			
		24.232	80			
		25.577	60			
		26.668	80			
		27.594	50			
		29.655	30			
		30.064	100			
		35.251	60			
		35.759	70			
		36.343	100			
		37.281	80			
		42.952	50			
Lattice : Not assigned		Mol. weight = 404.25				
S.G. : (0)						
Deleted and rejected by: Deleted by 32-1475 and 31-1469. Data collection flag: Ambient.						
Ingraham, Kellogg., Trans. Am. Inst. Min. Eng., volume 227, page 1419 (1963)						
Radiation : Co		Filter : Not specified				
Lambda : 1.78897		d-sp : Not given				

ตารางที่ ก-10 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Hydroxide Nitrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-070-1361

Pattern : 01-070-1361		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
$Zn_3(OH)_4(NO_3)_2$ Zinc Hydroxide Nitrate		2θ	I	h	k	l	2θ	I	h	k	l
Lattice : Monoclinic S.G. : P21/c (14) a = 7.03800 b = 9.65800 c = 11.18200 a/b = 0.72672 c/b = 1.15780		Mol. weight = 388.18 Volume [CD] = 746.21 Dx = 3.455 Dm = 3.410 I/Corr = 4.33					12.196 5 0 1 1 12.802 960 1 0 0 0 15.757 12 1 1 0 0 16.134 1 0 0 2 1 16.960 3 -1 1 1 1 18.578 0 0 1 2 0 *18.578 1 -1 0 2 2 18.804 2 1 1 1 1 20.072 2 0 2 1 2 20.783 8 -1 1 2 0 22.444 3 1 2 0 0 **22.444 3 1 0 2 2 23.022 9 -1 2 1 1 24.337 11 1 2 1 1 24.533 8 0 2 2 2 24.707 3 1 2 2 1 25.788 241 -2 2 0 2 26.264 32 -1 2 2 2 26.910 2 -1 1 3 3 27.130 15 -2 1 1 1 27.398 39 2 1 0 2 27.751 2 -2 1 3 0 28.878 1 0 3 1 1 29.195 3 1 2 2 2 29.991 18 2 1 1 0 30.829 9 1 3 1 0 *30.829 9 0 2 3 3 31.135 9 1 1 3 3 31.408 4 -1 2 3 3 31.599 8 -2 2 0 0 31.823 2 2 2 0 0 32.209 124 0 3 2 2 32.345 78 1 3 1 1 32.713 182 4 0 4 4 33.134 4 2 0 2 2 33.578 39 -1 3 3 3 34.038 23 -1 1 4 4 34.112 15 2 2 1 2 34.445 1 2 1 3 3 35.138 1 1 2 3 3 *35.967 231 1 3 2 2 37.458 48 0 4 4 1 37.757 84 -1 0 4 4 *37.757 84 -1 2 4 4 38.180 2 2 3 0 0 38.841 1 1 1 4 4 39.078 10 0 0 0 0 39.803 34 -2 3 2 2 40.153 1 2 3 1 1 40.547 2 -3 1 2 2 40.785 4 0 4 2 2 40.908 7 1 4 1 1 41.047 4 1 3 3 3 41.758 1 -1 1 5 5 41.919 1 -1 4 4 4 42.020 1 1 2 4 4 42.174 1 0 1 5 5 42.292 2 -2 2 4 1 42.819 1 3 1 1 42.828 1 -3 2 1 1 *42.828 1 -2 3 3 43.240 8 -3 1 3 3 *43.240 8 0 3 4 4 43.374 5 -1 3 3 3 43.707 130 2 3 2 2 43.804 82 -3 2 2 2 44.043 2 -1 4 4 4 *44.043 2 0 4 4 45.478 3 3 0 2 2 *45.478 3 -1 4 3 45.848 2 -2 4 1 1 45.812 3 2 4 0 0 45.938 10 2 0 4 4 46.360 48 -3 2 3 3 *46.360 48 -4 0 4 4 46.489 27 3 1 2 2 47.045 8 -2 4 2 2 47.211 4 1 3 4 4 47.359 16 -3 1 4 4 47.480 15 -2 3 4 4 *47.480 15 2 4 1 1 47.771 1 0 5 4 1 47.949 1 -3 3 1 1 48.309 1 1 4 3 3 48.584 2 3 3 0 0 *48.584 2 2 3 3 3 48.845 35 -2 3 2 2 48.978 21 -1 0 6 6 49.218 2 -1 5 1 1 49.434 2 3 2 2 2 49.584 1 2 2 2 2 49.923 5 -2 4 3 3 *49.923 5 -1 1 6 6 50.018 3 0 5 2 2 50.112 3 1 2 4 4 50.265 4 -3 2 2 2 *50.265 4 0 4 4 50.370 3 -1 4 4 1 50.857 3 0 4 4 1 *50.857 1 2 4 2 2 50.980 1 -1 5 2 2 51.193 1 -3 3 3 3 51.581 4 2 3 3 3 51.868 2 -2 0 6 6 52.375 4 -4 0 2 2 52.738 3 -1 2 8 8 *52.738 3 1 1 8 8 52.877 4 -4 1 1 1				
ICSD collection code: 002605 Remarks from ICSD/CSD: ATOM H 1+1 16.00 Atoms not located in unit cell. Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable. Test from ICSD: At least one TF missing. Temperature factor: ITF Data collection flag: Ambient.		52.985 5 4 0 0 0 53.174 3 -2 3 3 3 53.289 1 -4 1 1 2 53.514 5 0 0 2 2 53.808 3 0 0 3 3 53.873 7 1 4 4 4 *53.873 7 4 1 1 4 54.078 44 3 3 3 2 54.078 44 -1 4 4 1 54.200 24 1 3 5 5 *54.200 24 1 3 5 5 54.498 2 2 3 4 1 *54.498 2 -3 4 1 1 54.857 6 -3 3 4 0 55.061 4 3 4 4 0 *55.061 4 2 4 4 4 55.357 4 -3 4 3 2 *55.357 4 -3 2 5 2 55.488 8 -2 5 2 2 *55.488 8 -2 2 2 2 55.971 6 -4 3 3 3 56.225 4 4 1 1 1 56.225 4 -1 4 1 1 56.615 2 1 5 3 3 *56.615 2 0 4 3 3 56.814 10 3 0 4 4 56.873 14 3 4 4 0 57.191 84 0 6 8 1 *57.191 84 -1 3 3 0 57.323 43 -4 4 3 3 57.478 9 -3 4 4 3 57.713 4 -4 4 3 3 *57.713 4 0 1 4 1 58.023 25 -2 5 5 5 *58.023 25 -2 5 5 5 58.373 2 0 6 4 0 58.445 2 -1 6 4 0 58.880 39 1 1 8 8 *58.880 39 -3 2 8 8 58.982 22 4 0 10 2 59.804 17 -2 8 6 6 *59.804 17 4 1 2 2 59.912 10 1 8 1 1 60.284 16 -4 3 2 2 60.284 16 1 4 4 4 60.740 2 -4 2 4 4 *60.740 2 -2 1 4 4 60.885 1 -1 4 4 4 61.093 1 -1 2 2 1 61.288 1 2 3 5 5 61.448 3 -3 2 5 5 61.880 2 1 1 4 4 *61.880 2 2 2 5 5 62.459 1 -4 1 5 5 *62.459 1 2 1 5 5 62.727 4 2 3 5 5 *62.727 4 2 5 5 5 62.985 2 -3 2 2 2 63.077 4 0 4 4 4 *63.077 4 -1 4 4 4 63.228 2 -2 2 2 2 63.490 1 -1 2 2 2 *63.733 9 0 4 6 6 63.854 5 -1 5 5 5 64.188 1 0 5 5 5 64.499 3 3 3 3 *64.499 3 4 1 1 64.849 3 3 3 3 *64.849 3 -2 4 4 64.822 3 -4 4 4 64.987 2 -3 5 5 65.520 5 -3 3 3 *65.520 5 -2 4 4 65.754 3 1 6 6 65.987 2 -4 4 4 *65.987 2 -3 1 1 66.371 15 4 4 3 66.504 9 4 4 4 *66.504 9 -5 4 4 66.959 3 4 2 2 *66.959 3 2 4 4 67.069 2 -2 6 6 *67.069 2 -2 3 3									
Louer, M., Grandjean, D., Weigel, D., Acta Crystallogr., Sec. B, volume 29, page 1703 (1973) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)		Radiation : CuK α Lambda : 1.54060 SS/FOM : F30-223(0.0036,37)		Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings							

ตารางที่ ก-11 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Lead Oxide ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-085-1739

Pattern : 01-085-1739		Radiation = 1.540598		Quality : Alternate		
PbO		2 θ	I	h	k	l
Lead Oxide		17.643	40	0	0	1
Litharge, syn		28.628	999	1	0	1
		31.836	307	1	1	0
		35.722	104	0	0	2
		36.628	1	1	1	1
		42.554	14	1	0	2
		45.643	140	2	0	0
		48.592	217	1	1	2
		49.301	7	2	0	1
		54.769	256	2	1	1
		54.769	256	0	0	3
		59.271	80	2	0	2
		59.903	84	1	0	3
		64.166	6	2	1	2
		64.771	10	1	1	3
		66.532	35	2	2	0
		69.439	2	2	2	1
		73.979	44	3	0	1
		73.979	44	2	0	3
		75.652	42	3	1	0
		75.652	42	0	0	4
		77.872	30	2	2	2
		78.428	62	3	1	1
		78.428	62	2	1	3
		80.083	6	1	0	4
		82.248	1	3	0	2
		84.434	19	1	1	4
		86.579	52	3	1	2
Lattice : Tetragonal		Mol. weight = 223.20				
S.G. : P4/nmm (129)		Volume [CD] = 79.25				
a = 3.97200	Z = 2	Dx = 9.354				
c = 5.02300		Dm = 9.300				
		I/cor = 22.67				
<p>ICSD collection code: 070127 Remarks from ICSD/CSD: REM M PDF 5-561, distorted NaCl-type. Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable. Test from ICSD: No R value given. Test from ICSD: At least one TF missing. Additional pattern: See PDF 85-1289. Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Bystrom, A., Ark. Keml. Mineral. Geol., volume 20, page 1 (1945) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>						
Radiation : CuK α		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F24-407(0.0021,28)						

ตารางที่ ก-12 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Aluminum Silicate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-032-1456

Pattern : 00-032-1456		Radiation = 1.540598		Quality : High		
$Zn_2Al_4Si_5O_{18}$ Zinc Aluminum Silicate		2θ 10.548 21.712 26.450 28.550 29.706 34.102 37.053 38.502 50.838 54.452	I 100 60 70 30 50 30 15 10 2 10	h 1 1 1 2 2 2 2 0 3 2	k 0 0 1 0 1 2 2 0 0 2	l 0 2 1 2 1 0 4 4 4 4
Lattice : Hexagonal S.G. : P6/mcc (192)		Mol. weight = 667.10 Volume [CD] = 761.88 Dx = 2.908				
a = 9.69900 c = 9.35200	Z = 2					
Color: White Sample preparation: Synthesized by reheating of devitrified glass of composition Zn Al ₂ Si ₂ O ₈ +10% ZnO to about 840 C. Extra phase present is high-quartz solid solution. Structure: Phase has high-cordierite structure type. Data collection flag: Ambient.						
von Berg, Behruz, Institut für Krist., Technische Hochschule, Aachen, Germany., ICDD Grant-In-Aid (1981)						
Radiation : CuK α Lambda : 1.54056 SS/FOM : F10- 21(0.0138,34)		Filter : Beta d -sp : Guinier				

ตารางที่ ก-13 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Hydrogen Sulfate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-078-2208

Pattern : 01-078-2208		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
Zn(HSO₄)₂ Zinc Hydrogen Sulfate		2θ	I	h	k	l	2θ	I	h	k	l
Lattice : Monoclinic S.G. : P2 ₁ /n (14) a = 7.21600 b = 8.34500 c = 4.88300 a/b = 0.86471 c/b = 0.58514		Mol. weight = 259.51 Volume [C/D] = 290.57 Dx = 2.966 I/cor = 1.77		beta = 98.82 Z = 2		*88.444 45 2 1 1 3 88.859 26 3 3 3 0 89.022 7 7 -3 3 3 0 *89.022 7 -2 3 3 3 89.271 9 -4 3 2 2 *89.271 9 4 4 4 1 89.487 22 -5 4 4 0 89.838 17 -4 4 1 1 *89.838 17 -3 5 5 2 70.240 14 -4 0 1 2 70.394 8 0 6 1 1 70.998 3 1 5 2 1 71.188 3 -1 1 1 1 71.395 1 -2 5 5 2 71.561 4 3 2 3 3 71.780 8 5 0 0 1 72.460 17 1 1 1 1 *72.460 17 -5 1 1 2 72.805 5 5 1 1 1 72.953 2 2 6 8 0 73.867 2 3 5 1 1 73.918 20 4 1 1 3 *73.918 20 -1 4 3 3 74.154 10 -3 3 3 3 74.418 4 0 4 4 3 74.629 3 2 -5 3 3 74.731 3 5 0 0 1 *74.731 3 5 0 0 74.892 2 4 4 4 1 75.528 5 -5 2 2 2 *75.528 5 3 2 2 2 75.848 8 5 2 2 1 76.189 2 -2 4 4 3 76.442 5 -4 4 4 2 *76.442 5 2 6 5 2 76.639 3 2 2 2 3 76.903 8 -4 2 2 3 77.085 4 -3 5 5 2 77.230 4 2 1 1 1 77.350 9 3 3 3 4 78.432 1 4 5 5 0 78.937 2 -4 5 5 1 79.256 7 1 1 1 4 79.476 24 0 8 2 2 79.804 11 -1 8 6 4 79.878 7 3 6 0 0 *79.878 7 -2 0 0 4 80.336 11 3 3 3 3 *80.336 11 0 1 4 1 80.888 15 5 3 3 4 *80.888 15 -2 1 1 4 80.954 17 -3 6 6 1 81.070 11 -6 1 1 4 *81.070 11 -3 4 3 1 81.618 9 -5 4 1 1 81.857 19 1 1 7 0 *81.857 19 -4 5 3 3 82.059 9 1 6 2 2 82.438 2 -2 6 6 2 82.898 1 -1 5 5 3 83.320 4 0 2 2 4 *83.320 4 0 5 3 3 83.453 8 0 7 1 1 83.581 5 2 4 5 3 83.824 8 -2 2 2 4 *83.824 8 4 5 5 1 84.024 13 -6 2 2 1 84.157 7 1 1 4 4 *84.157 7 -1 7 1 1 84.295 8 -5 1 3 3 84.458 9 3 5 2 2 84.743 11 5 2 2 0 85.104 11 -2 3 3 3 *85.104 11 -3 1 4 4 85.405 12 -4 5 5 2 *85.405 12 1 7 1 1 85.893 1 1 7 0 0 86.249 5 -6 1 2 2 *86.249 5 4 4 4 2 86.549 3 1 3 3 3 87.065 4 1 4 4 4 *87.065 4 -1 3 3 4 87.233 12 -5 2 2 3 87.782 3 5 4 4 1 *87.782 3 5 2 2 2 88.098 2 -3 2 2 4 88.378 9 8 1 1 1 88.733 8 8 -4 4 3 *88.733 8 -2 3 3 4					
ICSD collection code: 063418 ICSD space group comment: ICSD SG: P2 ₁ /N1 IT ls: 14 SG short form: P2 ₁ /n Temperature factor: ITF Data collection flag: Ambient.		37.282 248 0 0 0 2 *37.282 248 0 3 1 1 38.473 12 -1 3 3 1 38.823 86 0 1 2 2 39.023 105 -1 1 2 2 39.385 30 -3 1 0 1 39.563 11 -3 0 0 1 39.972 82 2 2 1 1 40.382 8 1 3 1 1 41.081 95 -2 3 0 0 *41.081 95 -2 3 0 0 41.835 1 -2 0 0 2 42.727 42 1 1 2 2 43.278 22 0 4 0 0 *43.278 22 0 4 0 0 43.467 26 -1 2 2 2 43.859 35 -2 3 2 2 43.798 20 3 0 1 1 44.989 83 3 0 0 0 45.251 15 1 4 0 0 45.389 18 -3 2 1 1 46.354 8 3 1 2 2 46.886 1 1 2 2 2 47.068 4 2 3 1 1 47.398 82 -2 2 2 2 *47.398 82 0 4 1 4 48.424 41 -1 4 1 1 50.025 34 0 3 2 2 *50.025 34 1 4 1 1 50.186 41 -1 3 2 2 50.277 52 3 0 0 0 50.463 95 3 3 3 3 50.855 85 2 4 0 2 50.788 88 -3 1 2 2 51.202 46 4 0 0 0 51.878 2 -3 3 3 1 52.445 3 4 1 0 0 52.831 10 -2 4 1 1 53.068 14 4 2 2 2 53.250 53 1 3 2 2 53.880 85 2 2 2 2 *53.880 85 -2 3 2 2 54.453 6 -3 2 2 2 55.815 3 2 4 1 1 56.054 2 4 2 0 0 56.387 9 3 3 3 1 56.589 30 1 5 0 0 *56.589 30 -4 2 1 1 57.817 1 -1 1 1 3 58.435 48 0 4 2 2 *58.435 48 0 4 2 2 58.582 28 -1 4 2 2 58.919 19 4 1 1 1 59.320 8 -1 5 1 1 59.515 38 -4 0 0 0 *59.515 38 2 3 3 3 59.831 21 3 1 1 1 60.129 40 -3 4 1 1 60.254 39 -3 3 2 2 60.374 23 -2 1 3 3 60.719 30 1 5 1 1 60.908 52 1 0 3 3 61.218 38 -1 2 3 3 *61.218 38 2 5 0 0 61.382 35 1 4 2 2 61.809 23 0 2 3 3 *61.809 23 -2 4 2 2 62.020 14 1 1 3 3 62.320 45 4 2 1 1 *62.320 45 -4 3 1 1 62.971 9 3 3 2 2 63.205 17 5 6 6 6 63.891 8 -2 2 3 3 63.951 8 -4 2 2 2 64.241 4 3 4 1 1 64.780 0 3 0 3 0 65.289 1 -5 0 1 1 *65.289 1 1 2 3 3 65.890 47 -3 1 1 1 *65.890 47 -2 5 6 6 66.359 14 -5 1 1 1 66.455 39 5 1 0 0 66.853 23 -1 3 3 3 67.182 29 0 3 3 3 *67.182 29 2 4 4 4 67.262 28 0 8 0 0 67.871 15 4 3 1 1 67.880 8 -5 4 4 4 68.331 24 0 8 8 8 *68.331 24 3 3 3 3 68.444 45 -1 5 2 2									
Radiation : CuK α Lambda : 1.54060 SS/FOM : F30=182(0.0047,35)		Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings									

ตารางที่ ก-14 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Hydroxide Nitrate Hydrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-072-0627

Pattern : 01-072-0627		Radiation = 1.540598					Quality : Calculated				
Zn ₅ (OH) ₈ (NO ₃) ₂ (H ₂ O) ₂		2 θ	I	h	k	l	2 θ	I	h	k	l
Zinc Hydroxide Nitrate Hydrate		9.087	999	2	0	0	92.494	3	4	4	0
		14.902	14	1	0	0	92.494	3	-1	1	2
		18.079	1	0	0	1	83.861	1	-9	3	1
		18.035	15	-2	0	1	84.082	2	7	1	3
		18.232	122	4	0	0	84.338	5	-10	2	2
		18.951	3	2	0	1	84.338	5	-7	3	1
		19.735	22	3	1	0	84.872	3	-4	4	1
		21.795	16	-1	1	1	85.030	3	-12	0	2
		22.183	17	1	1	1	85.313	3	4	4	1
		23.887	57	-4	0	1	85.313	3	8	0	3
		25.094	91	-3	1	1	86.078	2	11	1	2
		*25.094	91	4	0	1	86.278	18	-12	2	1
		26.059	42	3	1	1	86.478	9	8	4	0
		26.993	115	5	1	0	86.574	4	7	3	2
		27.485	2	8	0	0	86.574	4	-9	1	3
		28.597	49	0	2	0	87.034	1	8	2	3
		30.865	26	2	2	0	87.354	2	14	0	0
		30.875	23	-5	1	1	87.518	1	10	2	2
		31.181	27	-8	0	1	88.030	8	-1	3	3
		32.283	35	5	1	1	88.030	8	0	0	4
		32.485	55	0	0	-2	88.189	7	-2	0	2
		32.826	19	8	0	1	88.189	7	-2	0	2
		32.978	70	0	2	1	88.433	4	-8	4	1
		33.274	34	-2	0	2	88.433	4	-14	0	2
		34.018	45	-2	2	0	88.520	7	0	0	2
		34.126	33	4	2	0	89.171	1	0	4	2
		34.319	9	2	0	2	89.171	7	-8	2	3
		34.532	121	2	2	1	89.425	6	8	4	1
		35.337	27	7	1	0	89.425	6	2	0	4
		35.898	10	-1	1	2	89.629	5	-2	1	1
		36.181	8	1	1	2	89.785	2	11	3	0
		36.537	32	-4	0	2	89.785	2	-4	0	4
		36.947	3	8	0	0	70.247	2	2	4	2
		37.589	13	-3	1	2	70.247	2	-9	3	2
		38.231	24	-7	1	1	70.489	1	1	1	4
		38.407	30	4	2	0	70.489	1	3	3	3
		*38.407	30	4	0	2	70.895	1	-3	1	4
		38.996	22	3	1	2	70.842	1	14	0	1
		39.826	5	-8	1	1	71.284	1	-11	3	1
		39.848	19	7	1	1	71.808	4	-13	1	2
		40.386	14	8	2	0	*71.808	4	-4	4	2
		41.415	3	8	0	1	71.897	4	-5	3	3
		41.845	7	-5	1	2	71.896	2	8	4	0
		41.773	11	-8	0	2	72.324	2	3	1	4
		42.815	1	-8	2	1	72.532	2	3	1	4
		43.787	12	5	1	2	*72.532	2	-12	2	2
		*43.787	12	0	2	2	72.773	1	10	0	3
		44.083	22	6	2	1	72.974	1	11	3	1
		44.433	1	-2	2	-2	72.974	1	9	3	2
		45.258	1	2	2	2	73.109	1	-8	0	4
		45.790	2	3	3	0	*73.109	1	-5	1	4
		46.687	15	10	0	0	73.804	1	-8	4	1
		46.801	9	-1	3	1	73.781	1	-11	1	3
		47.040	5	1	3	1	73.977	2	5	3	5
		*47.040	5	-4	2	2	74.889	1	-14	0	2
		47.387	28	8	2	0	*74.889	1	15	1	0
		*47.387	28	-7	1	2	75.058	1	-8	4	2
		48.470	11	-8	0	2	75.209	3	-10	2	3
		48.508	14	-3	3	1	75.509	3	13	3	3
		*48.508	14	4	2	2	75.738	3	-7	3	3
		49.126	5	3	3	1	76.015	3	-12	0	3
		49.582	14	-8	2	1	*76.015	3	-14	2	1
		*49.582	14	0	0	3	76.134	3	12	2	2
		49.878	17	5	3	0	76.134	3	12	2	2
		50.063	11	7	1	0	76.859	1	8	0	4
		50.821	1	10	0	1	76.975	2	-7	1	4
		51.101	12	8	2	1	77.161	1	-4	2	4
		*51.101	12	2	0	3	77.449	1	-11	3	5
		51.408	14	-6	2	2	77.850	1	-8	0	4
		51.505	13	8	0	2	77.917	1	3	5	0
		51.821	1	-1	1	3	78.146	1	14	2	1
		52.098	5	-5	3	1	*78.146	1	15	1	1
		52.196	5	-4	0	3	78.563	3	10	4	0
		52.374	2	1	1	3	78.868	3	7	3	3
		53.013	7	5	3	1	*78.868	3	14	0	2
		53.803	11	6	2	2	79.534	1	4	2	4
		54.371	3	4	0	3	79.750	1	0	0	3
		*54.371	3	-8	1	3	79.970	3	10	2	3
		54.704	1	3	1	3	*79.970	3	-3	5	1
		55.125	5	7	3	0	80.234	3	-8	2	4
		55.358	2	-1	3	2	80.421	1	3	5	1
		55.820	4	-11	1	1	80.705	1	11	3	2
		*55.820	4	10	2	0	80.844	2	0	4	3
		56.081	12	-5	1	3	*80.844	2	5	5	0
		*56.081	12	-8	0	3	81.118	1	7	1	4
		56.280	12	-10	0	2	81.118	1	-9	3	3
		56.737	8	-3	3	2	81.344	1	12	0	3
		*56.737	8	12	0	0	81.578	1	10	4	1
		57.211	7	-7	3	1	81.588	1			2
		*57.211	7	-8	2	2					
		57.485	19	-10	2	1					
		57.583	11	9	1	2					
		57.777	4	3	3	3					
		58.287	34	0	2	3					
		58.413	23	-12	0	1					
		*58.413	23	7	3	1					
		58.800	25	-2	2	2					
		59.200	30	8	0	3					
		*59.200	30	0	4	0					
		59.818	15	2	2	3					
		59.707	15	10	0	2					
		59.782	12	-5	3	3					
		60.033	10	8	2	2					
		*60.033	10	2	4	0					
		60.408	1	12	0	1					
		60.838	7	-4	2	3					
		*60.838	7	-7	1	3					
		61.449	4	5	3	2					
		*61.449	4	-8	0	3					

○

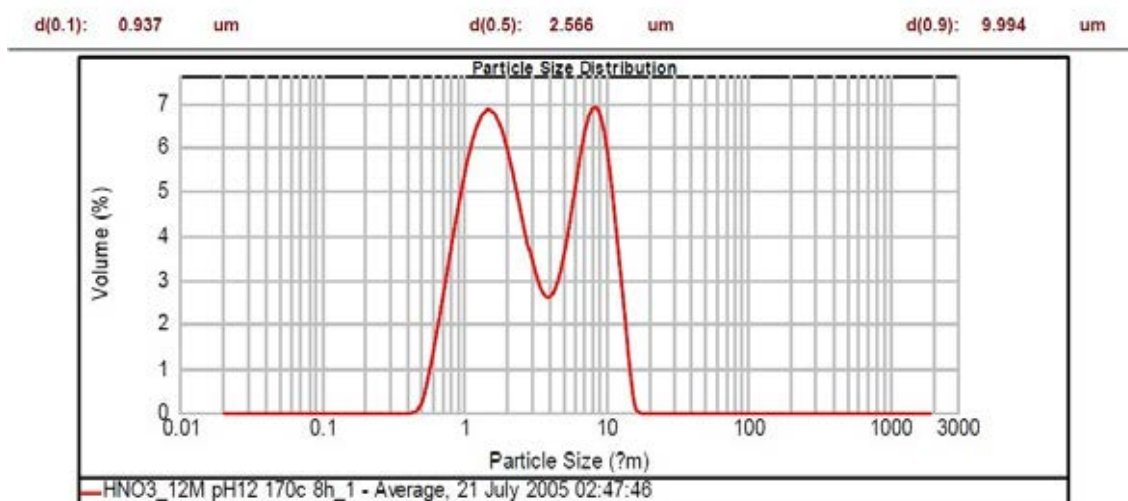
○

ตารางที่ ก-15 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Zinc Hydroxide Nitrate ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-070-1361

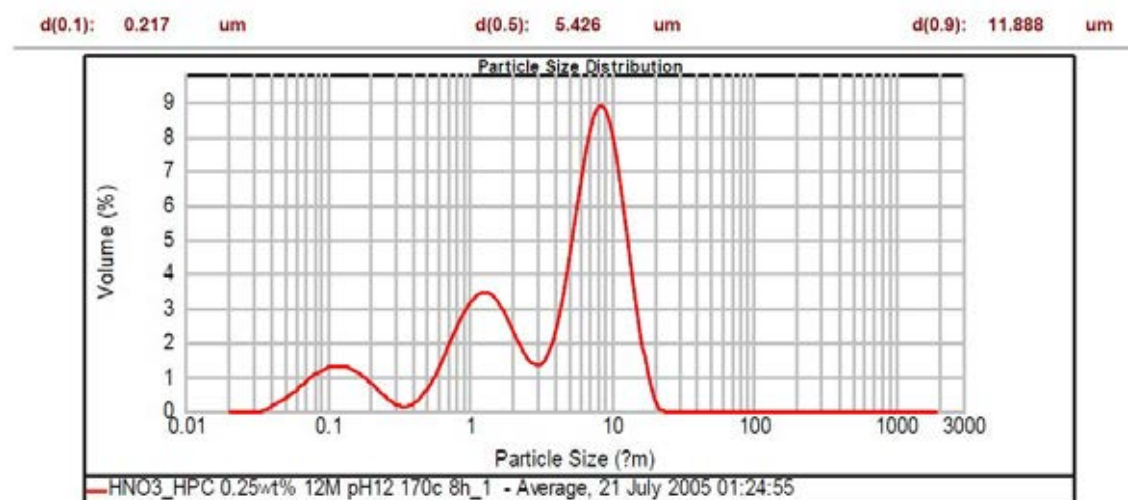
Pattern : 01-070-1361		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated									
$Zn_3(OH)_4(NO_3)_2$ Zinc Hydroxide Nitrate		2θ	I	h	k	l	2θ	I	h	k	l					
Lattice : Monoclinic S.G. : P21/c (14) a = 7.03800 b = 9.65800 c = 11.18200 a/b = 0.72672 c/b = 1.15780		Mol. weight = 388.18 Volume [C ³] = 746.21 Dx = 3.455 Dm = 3.410 I/Corr = 4.33					12.196 5 0 1 1 12.802 960 1 0 0 0 15.757 12 1 1 0 0 16.134 1 0 0 2 1 16.960 3 -1 1 1 1 18.578 0 0 1 2 0 *18.578 1 -1 0 2 2 18.804 2 1 1 1 1 20.072 2 0 2 1 2 20.783 8 -1 1 2 0 22.444 3 1 2 0 0 *22.444 3 1 0 2 2 23.022 9 -1 2 1 1 24.337 11 1 2 2 2 24.533 8 0 2 2 2 24.707 3 1 2 1 1 25.788 241 -2 2 0 2 26.264 32 -1 2 2 2 26.910 2 -1 1 3 3 27.130 15 -2 1 1 1 29.991 39 2 1 0 2 30.829 9 1 3 1 0 28.878 1 0 3 1 1 29.195 3 1 2 2 2 29.991 18 2 1 1 0 30.829 9 1 3 1 0 *30.829 9 0 2 3 3 31.135 9 1 1 3 3 31.408 4 -1 2 3 3 31.599 8 -2 2 0 0 31.823 2 2 2 0 0 32.209 124 0 3 2 2 32.345 78 1 3 1 1 32.713 182 4 0 4 4 33.134 4 2 0 2 2 33.578 39 -1 3 3 3 34.038 23 -1 1 4 4 34.112 15 2 2 1 2 34.445 1 2 1 3 3 35.138 1 1 2 3 3 *35.967 231 1 3 2 2 37.458 48 0 4 4 1 37.757 84 -1 2 4 4 *37.757 84 -1 2 4 4 38.180 2 2 3 0 0 38.841 1 1 1 4 4 39.078 10 0 0 0 0 39.803 34 -2 3 2 2 40.153 1 2 3 1 1 40.547 2 -3 1 2 2 40.785 4 0 4 2 2 40.908 7 1 4 1 1 41.047 4 1 3 3 3 41.758 1 -1 1 5 5 41.919 1 -1 4 4 4 42.020 1 1 2 4 4 42.174 1 0 1 5 5 42.292 2 -2 2 4 4 42.819 1 3 1 1 1 42.828 1 -3 2 1 1 *42.828 1 -2 3 3 3 43.240 8 -3 1 3 3 *43.240 8 0 3 4 4 43.374 5 -1 3 3 3 43.707 130 2 3 2 2 43.804 82 -3 2 2 2 44.043 2 -1 4 4 4 *44.043 2 0 4 4 4 45.478 3 3 0 2 2 *45.478 3 -1 4 3 3 45.848 2 -2 4 1 1 45.812 3 2 4 0 0 45.938 10 2 0 4 4 46.360 48 -3 2 3 3 *46.360 48 -3 0 4 4 46.489 27 3 1 2 2 47.045 8 -2 4 2 2 47.211 4 1 3 4 4 47.359 16 -3 1 4 4 47.480 15 -2 3 4 4 *47.480 15 2 4 1 1 47.771 1 0 5 4 4 47.949 1 -3 3 1 1 48.309 1 1 4 3 3 48.584 2 3 3 0 0 *48.584 2 2 3 3 3 48.845 35 -2 3 2 2 48.978 21 -1 0 6 6 49.218 2 -1 5 1 1 49.434 2 3 2 2 2 49.584 1 2 2 2 2 49.923 5 -2 4 4 4 *49.923 5 -1 1 6 6 50.018 3 0 5 2 2 50.112 3 1 2 4 4 50.265 4 -3 2 2 2 *50.265 4 0 4 4 4 50.370 3 -1 4 4 4 50.857 3 3 3 3 3 *50.857 1 2 4 2 2 50.980 1 -1 5 2 2 51.193 1 -3 3 3 3 51.581 4 -3 3 3 3 51.868 2 -2 0 6 6 52.375 4 -4 0 2 2 52.738 3 -1 2 8 8 *52.738 3 1 1 8 8 52.877 4 -4 1 1 1					52.985 5 4 0 0 0 53.174 3 -2 3 3 3 53.289 1 -4 1 1 2 53.514 5 0 0 2 2 53.808 3 0 0 4 4 53.873 7 1 1 4 4 *53.873 7 4 1 1 4 54.078 44 3 3 3 3 54.078 44 -1 4 4 4 54.200 24 1 1 3 3 *54.200 24 1 3 3 5 54.498 2 2 2 3 4 *54.498 2 -3 4 1 1 54.857 6 -3 3 3 4 55.061 4 3 4 4 0 *55.061 4 2 4 4 4 55.357 4 -3 4 3 3 55.488 8 -2 5 2 2 *55.488 8 8 -2 2 2 55.971 6 -4 3 3 3 56.225 4 4 1 1 1 56.615 2 1 1 5 5 *56.615 2 0 6 6 6 56.814 10 3 0 4 4 56.873 14 3 4 4 0 57.191 84 0 0 6 6 *57.191 84 -1 3 3 57.323 43 -4 4 4 3 57.478 9 -3 4 4 3 57.713 4 -4 4 3 3 *57.713 4 4 0 3 6 58.023 25 -2 5 5 3 *58.023 25 -2 5 3 6 58.373 2 0 0 6 6 58.445 2 -1 6 6 6 58.880 39 1 1 0 0 *58.880 39 -3 2 2 58.982 22 2 0 0 0 59.804 17 -2 2 2 2 *59.804 17 4 1 2 2 59.912 10 1 6 1 1 60.284 16 -4 3 3 3 60.284 16 1 1 4 4 60.749 2 -4 2 2 4 *60.749 2 -2 1 4 7 60.885 1 -3 1 4 4 61.093 1 -1 2 2 1 61.288 1 2 3 5 5 61.448 3 -3 2 2 6 61.880 2 1 1 4 4 *61.880 2 2 2 5 5 62.459 1 -4 1 1 5 62.459 1 2 1 1 1 62.727 4 3 5 5 6 *62.727 4 2 5 5 3 62.985 2 -3 2 2 2 63.077 4 0 0 6 6 *63.077 4 -1 4 4 7 63.228 2 -2 2 2 7 63.490 1 -1 2 2 2 *63.733 9 0 2 4 6 63.854 5 -1 0 5 5 64.186 1 1 1 5 5 64.499 3 3 3 3 *64.499 3 4 1 1 64.849 3 3 3 3 64.849 3 -2 4 2 64.822 3 -4 3 3 64.967 2 -3 5 3 65.520 5 -3 3 3 6 *65.520 5 -2 4 4 6 65.754 3 1 6 6 6 65.987 2 -4 4 4 7 *65.987 2 -3 1 1 7 66.371 15 4 4 3 3 66.504 9 4 4 4 4 *66.504 9 -5 4 2 2 66.959 3 4 2 2 2 *66.959 3 2 4 4 5 67.069 2 -2 6 6 6 *67.069 2 -2 3 3 5				
ICSD collection code: 002605 Remarks from ICSD/CSD: ATOM H 1+1 16.00 Atoms not located in unit cell. Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable. Test from ICSD: At least one TF missing. Temperature factor: ITF Data collection flag: Ambient.		Louer, M., Grandjean, D., Weigel, D., Acta Crystallogr., Sec. B, volume 29, page 1703 (1973) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)														
Radiation : CuK α Lambda : 1.54060 SS/FOM : F30-223(0.0036,37)		Filter : Not specified d -sp : Calculated spacings														

ภาคผนวก ข

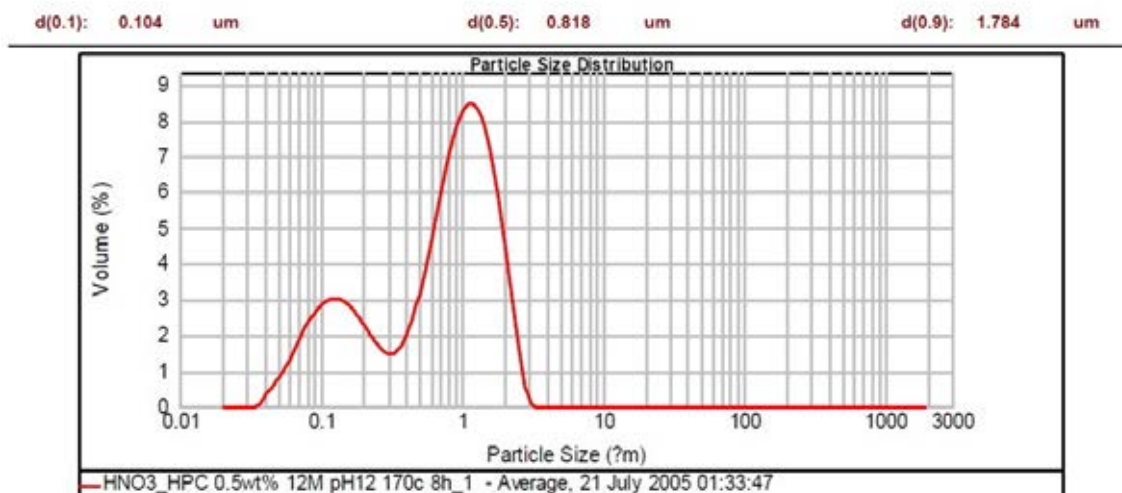
แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Particle size Analyzer รุ่น 2000 ผลิตโดยบริษัท Malvern โดยใช้เทคนิค Laser Light Scattering



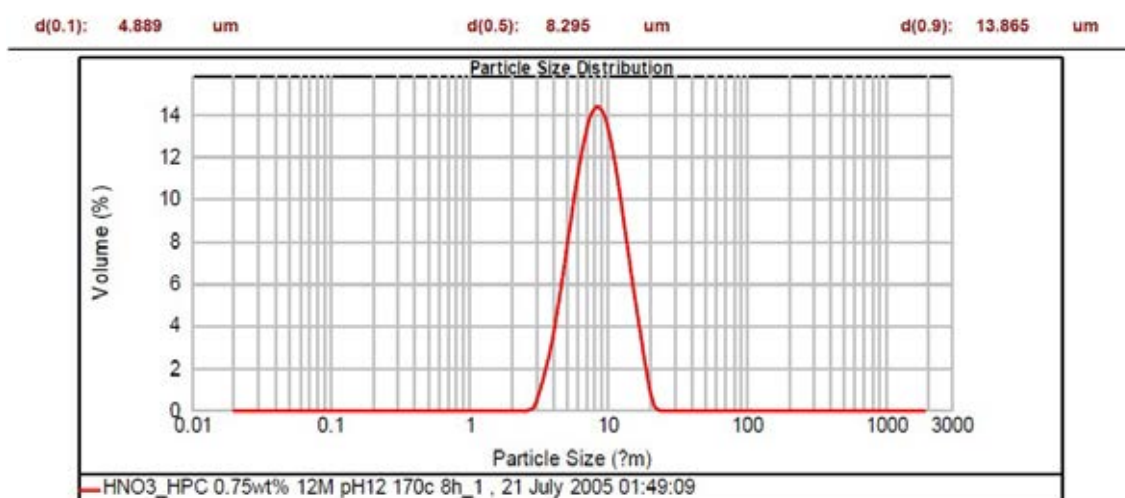
ภาพที่ ข-1 การกระจายขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ (พีเอช12 อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มัล 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง)



ภาพที่ ข-2 การกระจายขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ (เติม HPC 0.0125 กรัม)



ภาพที่ ข-3 การกระจายขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
(เติม HPC 0.025 กรัม)



ภาพที่ ข-4 การกระจายขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
(เติม HPC 0.0375 กรัม)

ภาคผนวก ค

ตารางที่ ค-1 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรีย *E. coli* ของซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่เตรียมจากภาวะต่างๆ

Sample	The number of bacteria CFU/ml, (3h)	% Reduction
Blank	9.7 x 10 ⁶	-
H ₂ SO ₄ _12M pH12 170°C 8h	0	100
HNO ₃ _12M pH12 170°C 8h	0	100
HNO ₃ -HPC 0.025g_12M pH12 170°C 8h	0	100

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวกรกมล เนตรชลายุทธ เกิดวันที่ 30 พฤศจิกายน พ.ศ. 2530 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษามัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนสารวิทยา สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ สาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ เดือนกุมภาพันธ์ พ.ศ. 2552 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ สาขาเทคโนโลยีเซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2552 และสำเร็จการศึกษาในปี 2554

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Oral presentation เรื่อง “Hydrothermal Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticle from Zinc-Dust Waste for Photocatalytic and Antibacterial Applications” ในการประชุมทางวิชาการ Chiang Mai International Conference on Biomaterials & Applications (CMICBA 2011) วันที่ 9-10 สิงหาคม พ.ศ. 2554 จัดโดย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ณ โรงแรมดิ เอ็มเพรส เชียงใหม่ และได้รับการตีพิมพ์ผลงานแบบ Journal ของ Advanced Materials Research Vol. 506 (2012) pp 78-81

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “Effects of Hydrothermal Conditions on Properties of ZnO Photocatalyst Using Zn-dust waste as Starting Materials” ในการประชุมทางวิชาการ The 7th Mathematics and Physical Sciences Graduate Congress (MPSGC) ระหว่างวันที่ 12-14 ธันวาคม พ.ศ. 2554 จัดโดย National University of Singapore และได้รับรางวัล Best Poster Presentation Award (Chemistry Session)

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “Photocatalytic activity of ZnO nano powder synthesized from Zn-dust waste via hydrothermal process” ในการประชุมทางวิชาการ The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers ในวันที่ 24 เมษายน 2555 จัดโดย ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติ ด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง ร่วมกับวิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ และได้รับรางวัล Gold Poster Presentation Award