



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์และปฏิกริยาโฟโตแคนเตลไลติกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์
ระดับนาโน

Synthesis and photocatalytic activity of ZnO nanoparticles

สำนักวิจัยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

วีระชัย แสงฉาย

คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

รายงานวิจัยฉบับนี้ได้รับเงินอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณกองทุนวิจัย
มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

พ.ศ. 2558

เลข ฉบับ#.....	11385164
วันที่.....	22 กันยายน 2559
เลขเรียกหนังสือ	541.39
	ก ๓๙๕

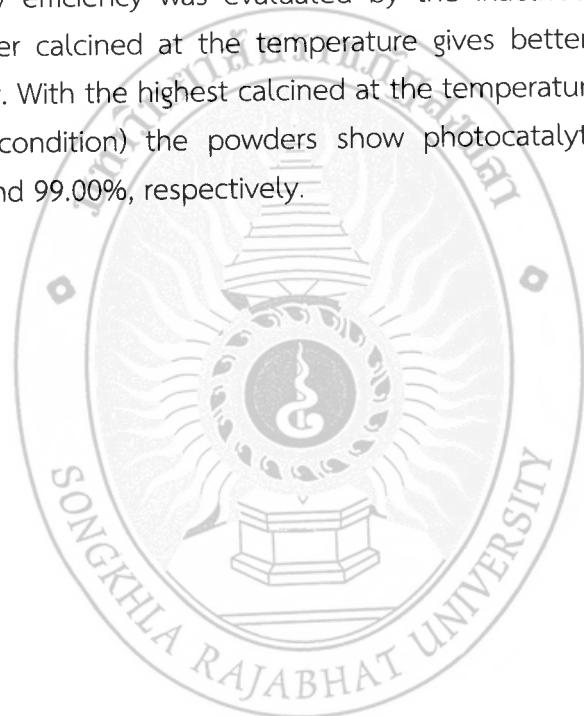
บทคัดย่อ

งานวิจัยในครั้งนี้เป็นการสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่สังเคราะห์ได้เป็นการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพด้วยเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ เช่น XRD, SEM และ TEM ผลการตรวจสอบพบว่ามีเพียงเฟสซิงค์ออกไซด์ในรูป wurtzite เท่านั้น และผงซิงค์ออกไซด์มีการเกาะตัวกัน และมีรูปร่างกลม นอกจากนั้นได้มีทดสอบปฏิกิริยาไฟโตแคตอลิติกในการย่อยสลายสารละลายนมที่ถูกบุหรี่ และประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อ E.coli ภายใต้แสงยูวี ผลการศึกษาพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงจะแสดงสมบัติไฟโตแคตอลิติกและการฆ่าเชื้อที่ดีที่สุด โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) ให้ค่าสมบัติไฟโตแคตอลิติกและการฆ่าเชื้อที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 80.06 และ 99.00 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ



Abstract

We report on synthesis of ZnO powders via sol-gel method. The prepared powders were calcined at the temperature of 300, 500 and 700 °C for 1 h with the heating rate of 10 °C/min. The microstructures of the fabricated powders were characterized by XRD, SEM and TEM techniques, and the results show that all samples were the agglomeration and spherical shape and reveal only the wurtzite phase. The photocatalytic activities of the powders were also tested via the degradation of methylene blue (MB) solution under UV irradiation. Finally, antibacterial activity efficiency was evaluated by the inactivation of *E.coli*. It was observed that higher calcined at the temperature gives better photocatalytic and antibacterial activity. With the highest calcined at the temperature investigated in this experiment (T700 condition) the powders show photocatalytic and antibacterial activities of 80.06 and 99.00%, respectively.



กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่อุปนามและไม่ได้อุปนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้าน ไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ที่สนับสนุนงบประมาณในการดำเนินโครงการวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ภาควิชาศึกษาธิการ เมืองแรร์และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่เดือนุเคราะห์สถานที่ อุปกรณ์ และเครื่องมือต่างๆ สำหรับการดำเนินโครงการวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์และบุคลากร คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ที่ได้ให้กำลังใจ ให้ความช่วยเหลือ และให้ความร่วมมือต่างๆ เป็นอย่างดี

คุณความดีหรือประโยชน์อันได้ของโครงการวิจัยในครั้งนี้ ผู้วิจัยขอขอบแด่บุพการีผู้มีพระคุณ ครูอาจารย์ที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ตั้งแต่แรกเริ่มจนถึงปัจจุบัน

ผู้วิจัย



สารบัญ

รายการ	หน้า
บทคัดย่อ	๗
กิตติกรรมประกาศ	๙
สารบัญ	๑
สารบัญรูป	๒
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	๓
บทที่ 1 บทนำ	๔
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย	๑
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	๒
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	๒
1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย	๒
1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	๕
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	
2.1 วิธีการวิจัย	๑๒
2.2 วัสดุและสารเคมี	๑๒
2.3 การสังเคราะห์พองซิงค์ออกไซด์	๑๒
2.4 การตรวจคุณลักษณะ	๑๔
2.5 การทดสอบปฏิกิริยาไฟโตแคร์โนโลติก	๑๔
2.6 การทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	๑๕
บทที่ 3 ผลและการอภิปรายผล	
3.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ	๑๘
3.2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาไฟโตแคร์โนโลติก	๒๑
3.3 ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	๒๒
บทที่ 4 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	
4.1 สรุปผลการทดลอง	๒๕
4.2 ข้อเสนอแนะ	๒๕
เอกสารอ้างอิง	๒๖
ภาคผนวก	
ผลงานที่ได้รับการเผยแพร่	๓๐

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างแบบเวอร์ตไซต์ของผงซิงค์ออกไซด์	3
1.2 ปฏิกิริยาโพโตแคตัลไลติก	3
1.3 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล	4
1.4 ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล	5
1.5 ภาพ SEM และ TEM ของผงซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Suwanboon (2008)	6
1.6 ภาพ TEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 9 ตามการทดลองของ Rani และคณะ (2008)	7
1.7 ภาพ TEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Ristic และคณะ (2005)	7
1.8 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Chu และคณะ (2000)	8
1.9 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Benhebal และคณะ (2013)	9
1.10 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Xie และคณะ (2011)	10
1.11 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Saravanan และคณะ (2013)	11
2.1 สารเคมีสำหรับการดำเนินงานวิจัย	12
2.2 สารละลายน้ำ Zn(CH ₃ COO) ₂ .2H ₂ O ผสมกับ NaOH	13
2.3 การกรองสารละลายน้ำ Zn(CH ₃ COO) ₂ .2H ₂ O ผสมกับ NaOH	13
2.4 ตู้อบแสงยูวี	15
2.5 อุปกรณ์ต่างๆ สำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	16
2.6 เครื่องมือสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	17
2.7 ตู้ปลอดเชื้อสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	17
3.1 ผล XRD ของผงซิงค์ออกไซด์	18
3.2 ผล SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 30,000 และ 50,000 เท่า	19
3.3 ผล TEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า	20
3.4 อัตราการย่อยสลายสารละลายน้ำที่ลินบลูของผงซิงค์ออกไซด์	21
3.5 เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายน้ำที่ลินบลูของผงซิงค์ออกไซด์	22
3.6 อัตราการลดชีวิตของเชื้อ <i>E.coli</i> หลังทดลองด้วยผงซิงค์ออกไซด์	23

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.7 เปอร์เซ็นต์การตายของเชื้อ <i>E.coli</i> หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์	23
3.8 ภาพถ่ายจำนวนโคโลนีของเชื้อ <i>E.coli</i> ที่รอดชีวิตหลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์	24



ສัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

ສัญลักษณ์คำย่อ	ความหมาย
C_0	ความเข้มข้นเริ่มต้น
C	ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ
Eg	ແບບช่องว่างพลังงาน (eV)
M	หน่วยความเข้มข้นเป็นโมลาร์
MB	สารละลายเมทิลีนบจู
N_0	จำนวนเชื้อตั้งต้น
N	จำนวนเชื้อ ณ เวลาทดสอบ
NaOH	Sodium hydroxide
nm	นาโนเมตร
SEM	Scanning electron microscopy
T300	ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
T500	ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส
T700	ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส
UV-Vis	Ultraviolet-visible spectrophotometer
XRD	X-Ray Diffractometry
$Zn(CH_3COO_2)_2 \cdot 2H_2O$	Zinc acetate dehydrate

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide, ZnO) เป็นวัสดุที่ได้รับการศึกษาและการวิจัยเป็นอย่างมากในยุคปัจจุบัน ทั้งที่อยู่ในรูปของฟิล์มบางและผงที่มีความละเอียดหรือผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร เนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีสมบัติที่เป็นลักษณะเฉพาะตัวหลายอย่างนั้นเอง ซิงค์ออกไซด์จัดเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างของແຄນพังงา (Energy band gap) ค่อนข้างกว้าง ซึ่งมีค่าอยู่ที่ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ณ อุณหภูมิห้อง (Georgekutty et al., 2008; Kittisittipong et al., 2013; Suwanboon, 2008; Welderfael et al., 2013) ซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบhexagonal (Hexagonal closet packed structure) และมีความโปร่งแสงสูง จึงมีการนำซิงค์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ แผงโซล่าเซลล์ ก้าช เช็นเซอร์ และอุปกรณ์ทางแสง (Kolekar et al., 2011; Kuriakose et al., 2014) เป็นต้น เนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง และสมบัติด้านการเร่งปฏิกริยาด้วยแสง หรือ โพโตแคตตาลิติก (Photocatalytic) (Elamin and Elsanousi, 2013; Kaneva et al., 2013; Nirmala et al., 2010; Welderfael et al., 2013) นั้นเอง ทำให้สามารถสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนสามารถดำเนินการได้หลายวิธี เช่น การตกตะกอน (Precipitation) (Bagheri et al., 2013; Hsieh, 2007; Radzimska and Jessionowski, 2014), โซล-เจล (Sol-gel) (Anas et al., 2010; Jianxun et al., 1998; Suwanboon, 2008), เทคนิคสเปรย์ไไฟโรลิซิส (Spray pyrolysis) (Ghaffarian et al., 2011; Panatarani et al., 2003) เป็นต้น และยังมีวิธีอื่นๆ ที่สามารถสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิงค์ออกไซด์ ซึ่งในวิธีการต่างๆ เหล่านี้ วิธีการโซล-เจล นั้น ถือว่ามีการใช้อย่างกว้างขวางในการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโน เพราะเป็นวิธีการที่ได้ออนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และค่าใช้จ่ายในการดำเนินการต่ำ (Anas et al., 2010; Suwanboon, 2008)

ดังนั้น งานวิจัยในครั้งนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล และนำมายังอุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนที่ได้ไปตรวจหาลักษณะเฉพาะต่างๆ ด้วยเครื่องมือและเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD), กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และ กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM) เป็นต้น พัฒนาและทดสอบการย่อยสลายสารละลายนมทีลีนบูล (Methylene blue, MB) เพื่อศึกษาปฏิกริยาโพโตแคตตาลิติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้ออีโคไล (Escherichia coli หรือ E.coli) ภายใต้แสงญี่วี

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล
- 1.2.2 ศึกษาปฏิกิริยาโพโตแคตัลไดติกายใต้แสงยูวีของอนุภาคซิงค์ออกไซด์
- 1.2.3 ศึกษาสมบัติการยับยั้งเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวีของอนุภาคซิงค์ออกไซด์

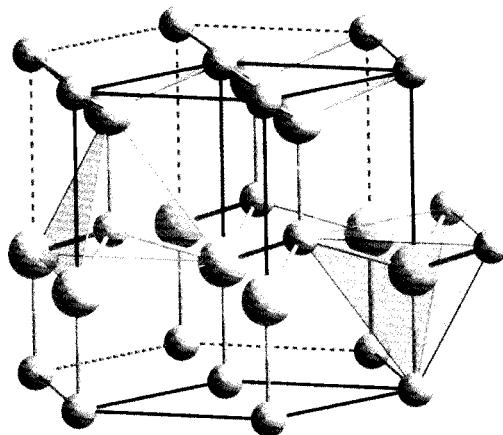
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่ อุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนที่ได้ไปตรวจหา ลักษณะเฉพาะต่างๆ ด้วยเครื่องมือและเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ XRD, SEM และ TEM เป็นต้น พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายน้ำในลิ่นบูล เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโพโตแคตัลไดติก และ ทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

1.4.1 ข้อมูลเบื้องต้นของซิงค์ออกไซด์

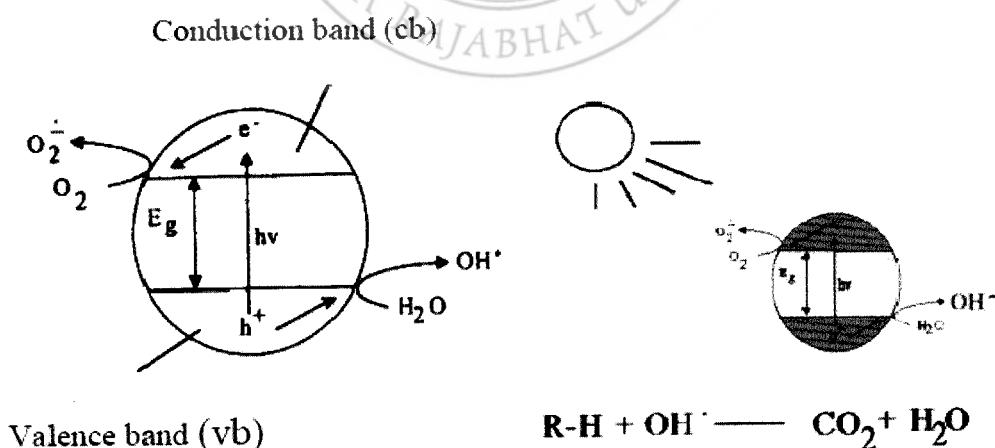
ซิงค์ออกไซด์ เป็นสารประกอบที่สามารถพบเห็นได้ในธรรมชาติ และมีความสำคัญใน ลักษณะที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำชนิดพี (p-type semiconductors) และ/หรือ ชนิดเอ็น (n-type semiconductors) โดยมีสมบัติทางด้านไฟฟ้าและทางแสงเปลี่ยนแปลงไปอย่างมาก เมื่อเป็นสาร บริสุทธิ์หรือเมื่อมีสารเจือปนอยู่ด้วย การเปลี่ยนแปลงไปนั้นจะนำมาเป็นพื้นฐานในการใช้งาน ซึ่งมี ข้อดีภายในตัวมันเอง โดยที่ซิงค์ออกไซด์จะมีความกว้างของช่องว่างแบบพลังงานที่กว้าง (Wide bandgap) ประมาณ 3.3-3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งจะมีค่าซ่องว่างแบบพลังงาน 3.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ที่อุณหภูมิห้องและมีค่าประมาณ 3.44 อิเล็กตรอนโวลต์ที่ 4 องศาเคลวิน มีโครงสร้างแบบเวอร์ตไซต์ (Wurtzite structure) ดังรูปที่ 11.1 และมีค่าคงที่ผลติทิช คือ $a = b = 3.24 \text{ Å}$ และ $c = 5.20 \text{ อังศตروم}$ มีค่ามวลยังผล คือ $0.24 m_0$ และ $0.59 m_0$ สำหรับอิเล็กตรอนและไฮด์โรล ตามลำดับ ค่า สภาพคล่องในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (Electron mobility) อยู่ระหว่าง $100-200 \text{ cm}^2/\text{V}$ และ ค่า สภาพคล่องในการเคลื่อนที่ของไฮด์โรล (Hole mobility) มีค่า $180 \text{ cm}^2/\text{V}$, มวลโมเลกุล เท่ากับ 81.389 ความถ่วงจำเพาะที่อุณหภูมิห้องคือ 5.642 g/cm^3 ความแข็งแรงโมดูลัส เท่ากับ 4 จุด หลอมเหลว เท่ากับ $2,250$ องศาเคลวิน และมีสภาพการนำความร้อน เท่ากับ 0.006 cal/cm/K เป็น ต้น (ขัยกานต์, 2548)



รูปที่ 1.1 โครงสร้างแบบเวอร์ตไซต์ของซิงค์ออกไซด์
(ที่มา: http://en.wikipedia.org/wiki/Wurtzite_crystal_structure#mediaviewer/สืบค้นวันที่ 25 สิงหาคม 2557)

1.4.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติก

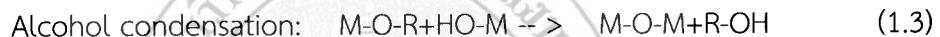
ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกนับโดย Fujishima เมื่อปี ค.ศ.1967 เป็นปฏิกิริยาที่เกิดจากการระตุนด้วยแสงยูวี โดยส่วนใหญ่สุดที่เป็นโฟโตแคตตาลิสต์ จะเป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มของเชมิคอนดักเตอร์ (Semiconductor) โดยหลักการเกิดปรากฏการณ์โฟโตแคตตาไลติกมีรายละเอียดดังนี้ เมื่อวัสดุโฟโตแคตตาลิสต์ถูกการระตุนด้วยแสงจะดึงชุดขับพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแบบซึ่งว่างพลังงานทำให้อิเล็กตรอนในแบบเวลน์ถูกกระตุนและจะกระโดดขึ้นไปอยู่ในแบบการนำ ส่งผลให้ในแบบเวลน์เกิดหลุ่มประจุบวก (h^+) ขึ้น เมื่อสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำจะก่อให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคอล (OH^\bullet) และซุปเปอร์ออกไซด์เรดิคอลแอนิโอน (O_2^\bullet) (วีระชัย, 2556) ดังรูปที่ 1.2



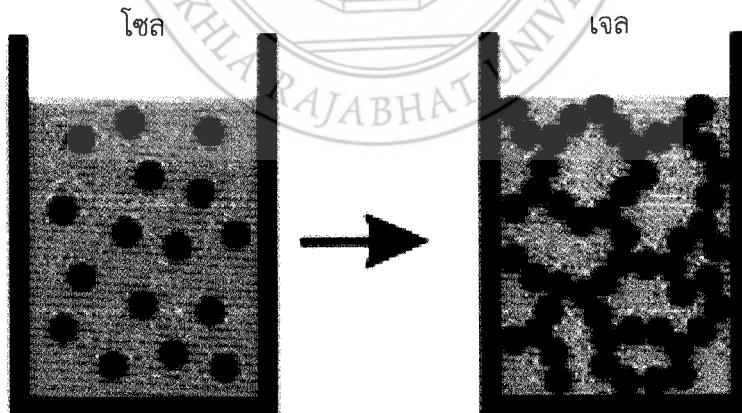
รูปที่ 1.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติก
(ที่มา: https://www.teicrete.gr/cmtl/cematep/html/photocatalytic_materials.php สืบค้นวันที่ 25 สิงหาคม 2557)

1.4.3 กระบวนการโซล-เจล

กระบวนการวิธีโซล-เจล เป็นกระบวนการที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกแก้ว และโดยเฉพาะวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน (Micron, um) เป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” ดังแสดงในรูปที่ 1.3 โดยปฏิกิริยาสำคัญในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water condensation และ Alcohol condensation ดังสมการที่ (1.1)-(1.3) โดยมีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาได้แก่ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ เป็นต้น ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติที่แตกต่างกัน

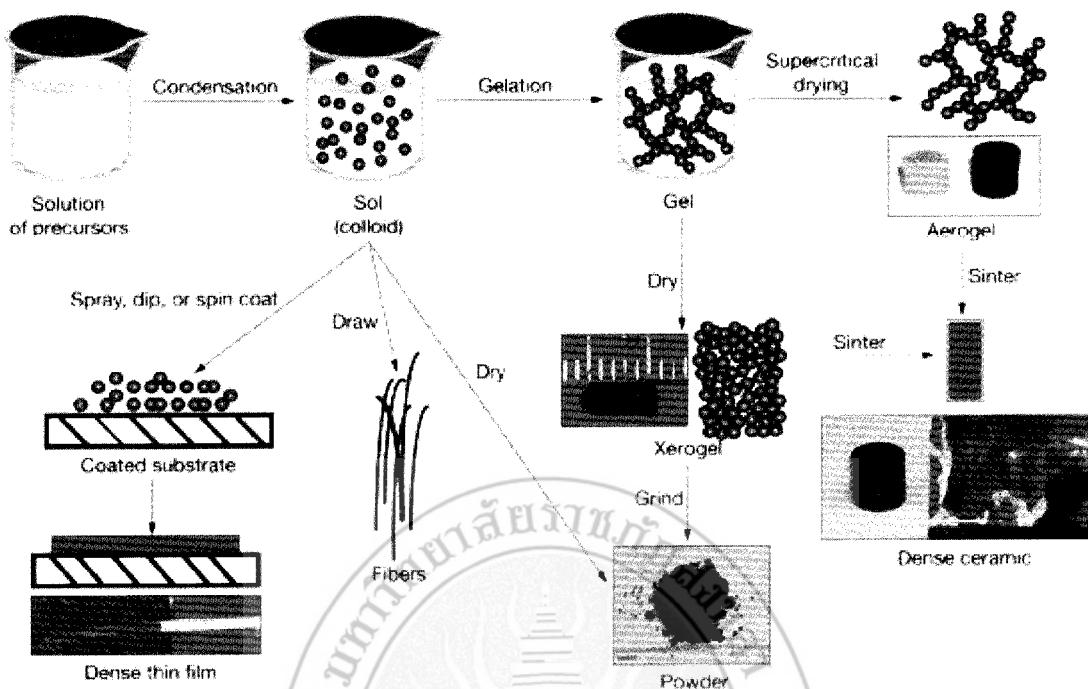


เมื่อ M แทนโลหะได้แก่ ซิลิโคล (Silicon, Si) เชอร์โคโรเนียม (Zirconium, Zr) ไททาเนียม (Titanium, Ti) อะลูมิเนียม (Aluminium, Al) ตะกั่ว (Tin, Sn) ซีเรียม (Cerium, Ce) และ OR แทนกลุ่มอัลกออล (Alkoxyl group) ในกระบวนการผลิตทั้งจากสภาวะที่เป็นโซล-เจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น เส้นใย (Fiber) แอโรเจล (Aerogel) ชีโรเจล (Xerogel) ผง (Powder) และ พิล์มเคลือบ (Coating film) เป็นวัสดุดีบสำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ต่อไป (เล็ก, 2547; Brinker et al., 1990; Carp et al., 2004) ดังแสดงในรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.3 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

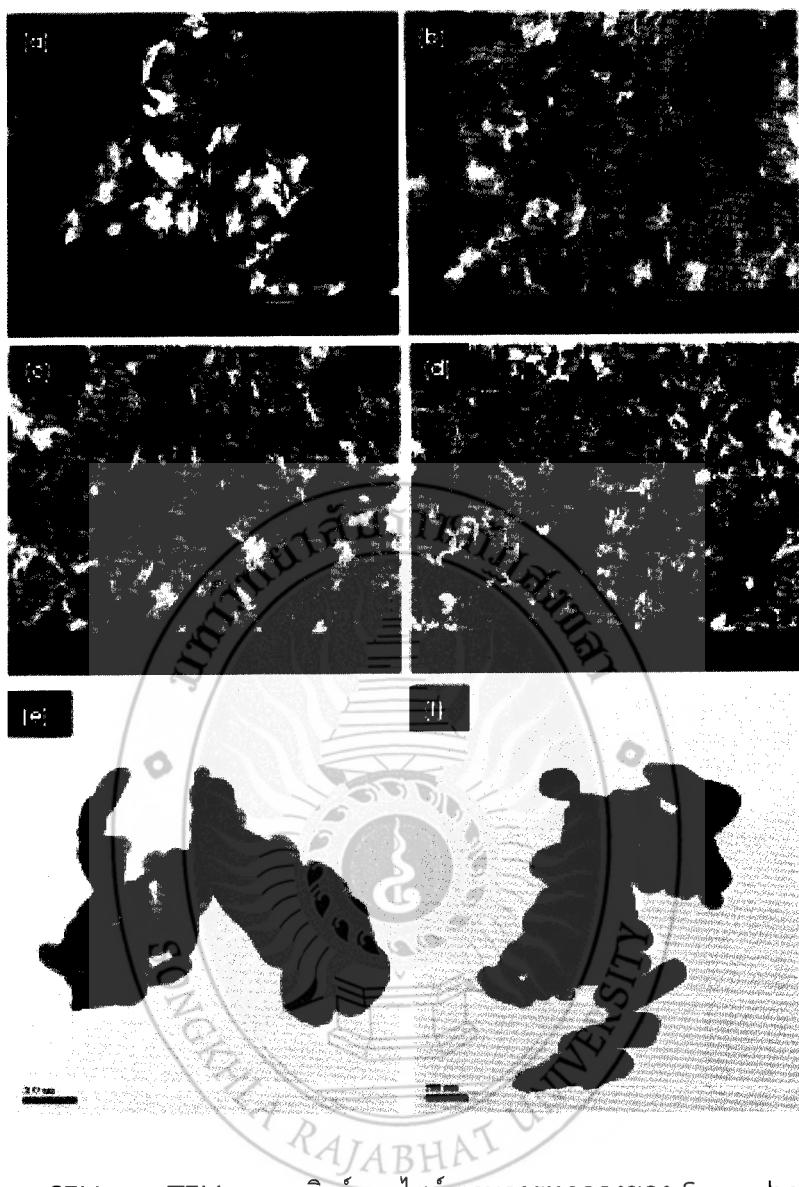
(ที่มา: <http://phys.suhan.ac.kr/jgyoon/lab/solgel.html> สืบคันวันที่ 25 สิงหาคม 2557)



รูปที่ 1.4 ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล
(ที่มา: <https://www.llnl.gov/str/May05/Satcher.html> สืบคันวันที่ 25 สิงหาคม 2557)

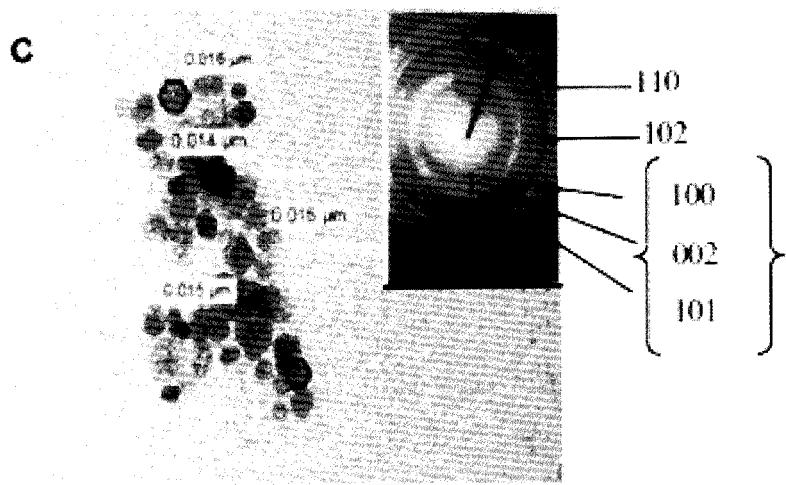
1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโน ด้วยวิธีการโซล-เจล ตัวอย่างเช่น Suwanboon (2008) สังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ zinc acetate dehydrate และ polyvinylprrolidone (PVP) เป็นสารตั้งต้น ซึ่งจะใช้อุณหภูมิในการเผาผgangซิงค์ออกไซด์ที่ 600 องศาเซลเซียส ผลการทดลองพบว่า ขนาดผลึกมีค่าเท่ากับ 45 นาโนเมตร และขนาดอนุภาคประมาณ 100 นาโนเมตร จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD และ TEM ตามลำดับ (รูปที่ 1.5) และรูปร่างมีขนาดเป็นลักษณะแท่งเพิ่มขึ้น เมื่อทำการปรับเพิ่มปริมาณของ PVP และผงซิงค์ออกไซด์จะแสดงแบบซ่องว่างพลังงานระหว่าง 3.222-3.237 อิเล็กตรอนโวลต์

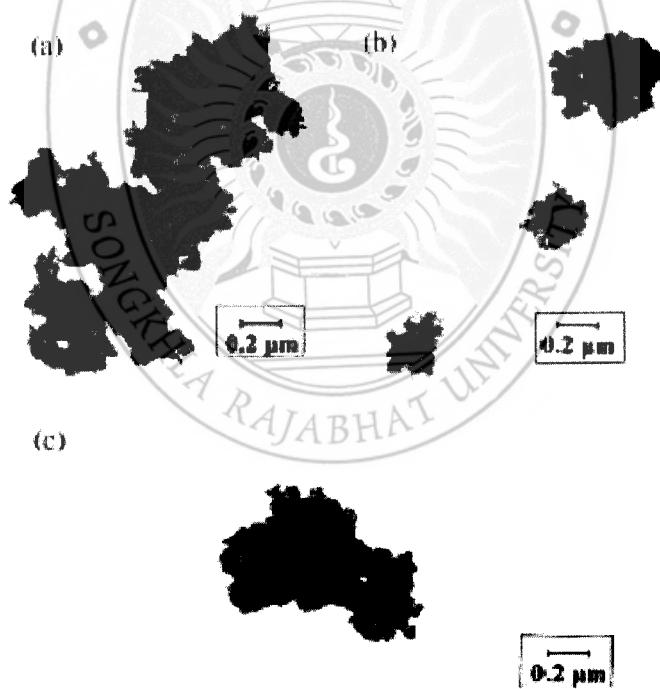


รูปที่ 1.5 ภาพ SEM และ TEM ของผงซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Suwanboon (2008)

Rani และคณะ (2008) ดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีแบบโซลเจล โดยศึกษาเกี่ยวกับค่า pH ที่มีผลต่อขนาดผลึก และโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ด้วยเทคนิค XRD, TEM และ SEM ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่า ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้น มีขนาดประมาณ 14 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่เล็กที่สุดเมื่อใช้ pH ใน การทดลองเท่ากับ 9 ดังรูปที่ 1.6 และ Ristic และคณะ (2005) ได้สังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้ zinc 2-ethylhexanoate, 2-propanol และ tetramethylammonium (TMAH) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ผลการทดลองพบว่า รูปร่างของอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่ง (Cylinder) และผล XRD แสดงให้ทราบว่า ขนาดอนุภาคมีค่าประมาณ 35-45 นาโนเมตร ในส่วนของ TEM แสดงขนาดอนุภาคประมาณ 25-50 นาโนเมตร (รูปที่ 1.7) นอกจากนี้ผลการทดลองยังสามารถสรุปได้ว่า ขนาดอนุภาคไม่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณที่มีการแปรผันของ zinc 2-ethylhexanoate



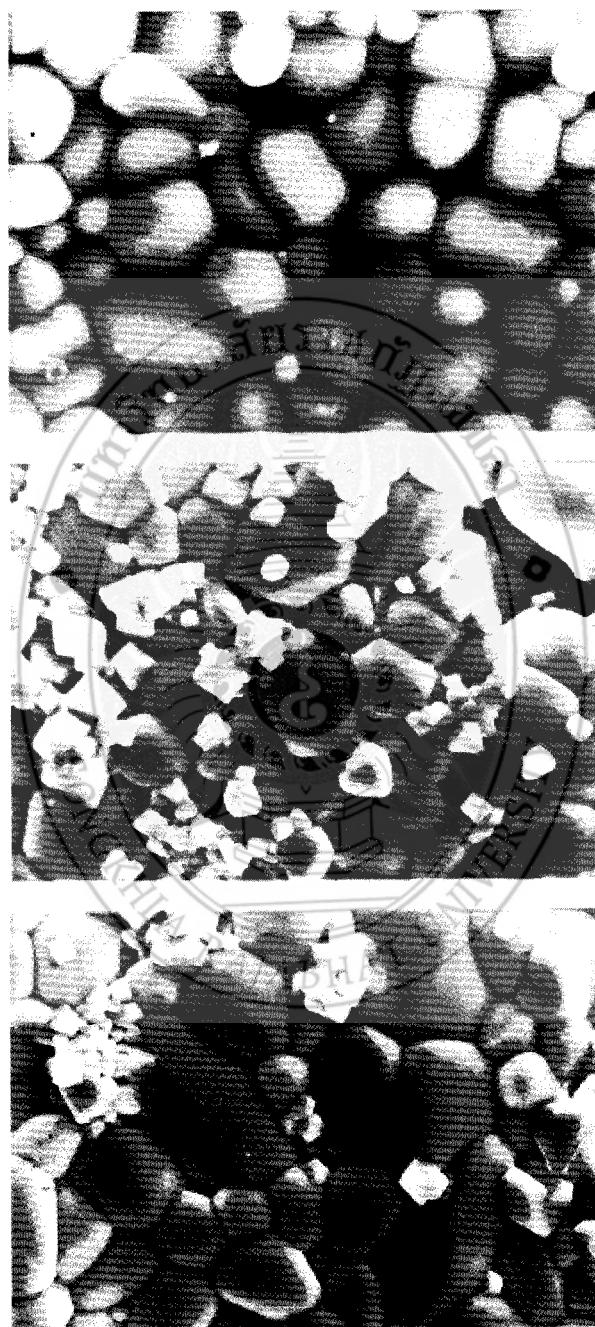
รูปที่ 1.6 ภาพ TEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 9 ตามการทดลองของ Rani และคณะ (2008)



รูปที่ 1.7 ภาพ TEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Ristic และคณะ (2005)

Chu และคณะ (2000) ได้สังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้ zinc acetate dihydrate, ethylene glycol, n-propyl alcohol และ glycerol เป็นวัสดุเริ่มต้นในการสังเคราะห์ แล้วนำผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 900-1,200 องศาเซลเซียส เป็น

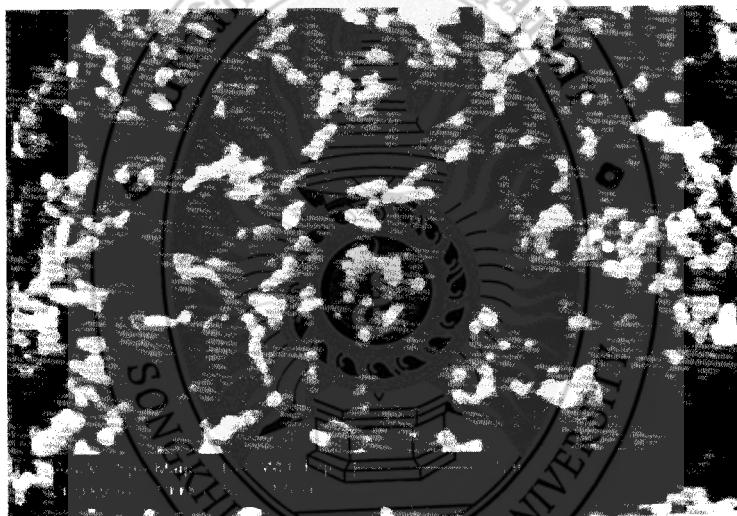
เวลา 2 ชั่วโมง พร้อมทั้งศึกษาลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้น และสมบัติทางด้านไฟฟ้า ผลการทดลองพบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส แสดงขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 2 นาโนเมตร (รูปที่ 1.8) และแสดงสมบัติทางด้านไฟฟ้าที่ดีที่สุดเช่นกัน



รูปที่ 1.8 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Chu และคณะ (2000)

นอกจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการโซลเจล ดังข้อมูลที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว ณ ปัจจุบันพบว่า นักวิจัยได้ศึกษาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟฟ์

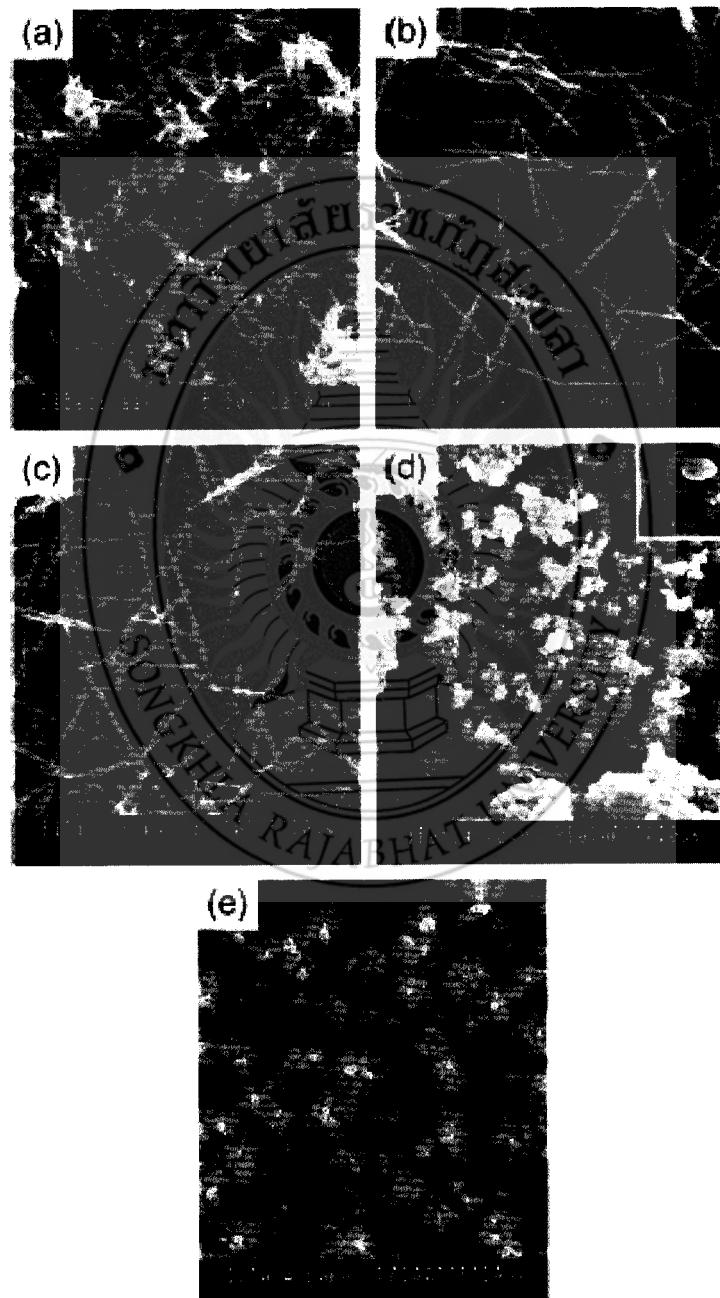
แคตตาล็อกในการย่อยสลายสารต่างๆ อีกด้วย เช่น Benhebal และคณะ (2013) ทดสอบปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกในการย่อยสลาย phenol และ กรด benzoic ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมจากกระบวนการโซล-เจล โดยกระบวนการเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ จะใช้ zinc acetate เป็นสารตั้งต้น และมีวิธีการหรือขั้นตอนดังนี้ นำ zinc acetate ผสมกับ ethanol ปริมาตร 300 มิลลิลิตร แล้วทำการวนผลsmithให้เข้ากันภายใต้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นผสมกรด oxalic ลงไปอย่างช้าๆ แล้วกวนต่อไปอีก 60 นาที แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากนั้นนำผงที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจสอบลักษณะเฉพาะ พิรุณทั้งทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกในการย่อยสลาย phenol และ กรด benzoic ต่อไป ผลการทดลองพบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มีลักษณะการเกาะกลุ่มกัน และมีรูปร่างทรงกลม (ดังรูปที่ 1.9) และประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกในการย่อยสลาย phenol และ กรด benzoic มีค่าเท่ากับ 60 เปอร์เซ็นต์ ภายในระยะเวลา 120 นาที



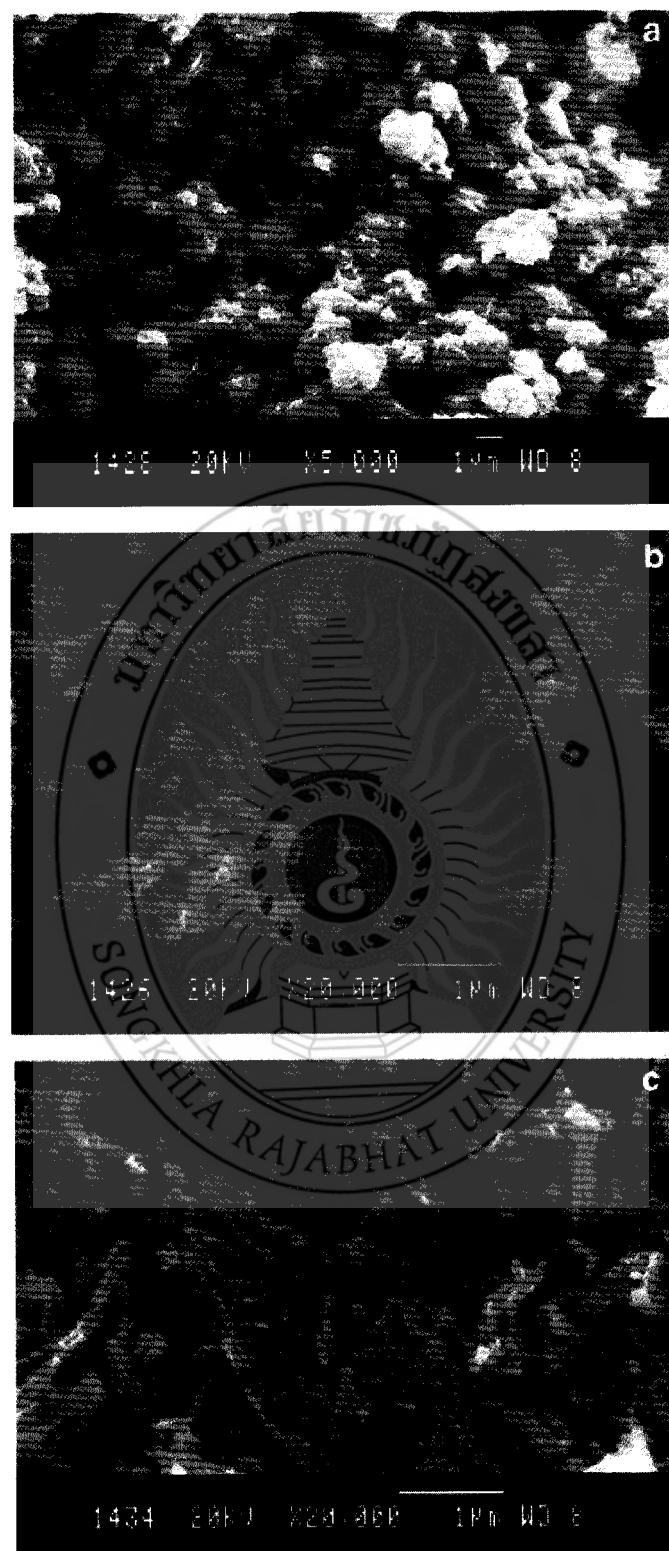
รูปที่ 1.9 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Benhebal และคณะ (2013)

Xie และคณะ (2011) ศึกษาปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกของผงซิงค์ออกไซด์ที่มีรูปร่างที่แตกต่างกัน ซึ่งมาจากวิธีการเตรียมที่แตกต่างกันนั้นเอง ผลการทดลองพบว่า ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกในการย่อยสลายสารละลาย methy orange ขึ้นอยู่กับรูปร่างของอนุภาค/ผงซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้น โดยรูปร่างของผงซิงค์ออกไซด์แสดงดังรูปที่ 1.10 นอกจากงานวิจัยของ Benhebal และคณะ (2013) และงานวิจัยของ Xie และคณะ (2011) แล้ว ยังมีงานวิจัยที่น่าสนใจ คือ งานวิจัยของ Saravanan และคณะ (2013) ซึ่ง Saravanan และคณะ (2013) ได้เปรียบเทียบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตตาล็อกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบูลภายในตัวอย่างของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการที่แตกต่างกัน ได้แก่ วิธีการโซล-เจล, วิธีการตกตะกอน และ วิธี thermal decomposition ผลการทดลองพบว่า รูปร่างหรือลักษณะอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีลักษณะแตกต่างกัน (รูปที่ 1.11) เนื่องมาจากการเตรียมที่แตกต่าง

กันน้ำเงา ในส่วนของประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตํ่าไลติกในการย่อยสลายสารละลายนมที่ลีนบูล จะขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค รูปร่างอนุภาค และพื้นที่ผิวของอนุภาค ซึ่งผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการโซล-เจล จะแสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาไฟโตแคตํ่าไลติกในการย่อยสลายสารละลายนมที่ลีนบูลที่ดีที่สุด เนื่องมาจากผงซิงค์ออกไซด์มีขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการอื่นๆ โดยมีขนาดอนุภาคประมาณ 16 นาโนเมตร



รูปที่ 1.10 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Xie และคณะ (2011)



รูปที่ 1.11 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Saravanan และคณะ (2013)

บทที่ 2

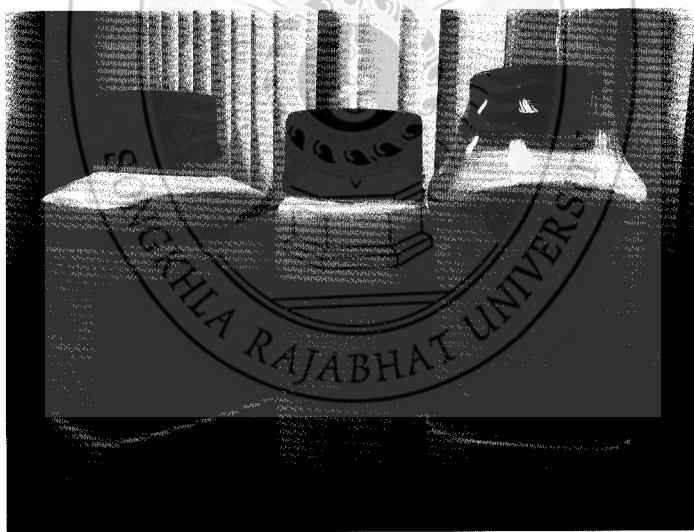
วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วิธีการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตรวจหาลักษณะเฉพาะต่างๆ ด้วยเครื่องมือและเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ XRD, SEM และ TEM พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายนมที่ลีนบูล เพื่อศึกษาปฏิกิริยาฟ็อกแครตอลิติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

2.2 วัสดุและสารเคมี

การดำเนินการงานวิจัยจะใช้สารเคมีเกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ ซึ่งสารเคมีและวัสดุ หลักๆ สำหรับการดำเนินงานวิจัยมีดังนี้ Zinc acetate dehydrate ($Zn(CH_3COO_2)_2 \cdot 2H_2O$) และ Sodium hydroxide (NaOH) 97 เปอร์เซ็นต์ (รูปที่ 2.1)



รูปที่ 2.1 สารเคมีสำหรับการดำเนินงานวิจัย

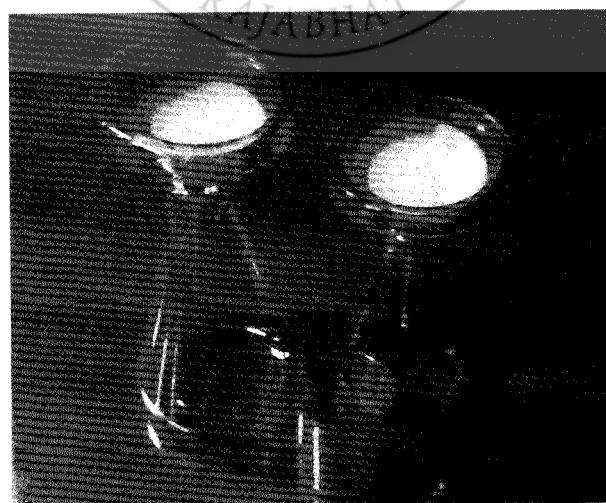
2.3 การสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์

สังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล ดำเนินการโดย ดัดแปลงงานวิจัยของ Suwanboon (2008) เริ่มต้นนำ $Zn(CH_3COO_2)_2 \cdot 2H_2O$ ปริมาณ 2.1949 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร กรณสารละลายน้ำด้วยเครื่องกรองแท่งแม่เหล็กด้วยความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที จนครบ 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลายน้ำ NaOH อย่างช้าๆ (NaOH ปริมาณ 1.6 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร) หลังจากนั้น กรณสารละลายน้ำด้วยเครื่องกรอง

แท่งแม่เหล็กด้วยความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที จนครบ 45 นาที ที่อุณหภูมิห้อง (รูปที่ 2.2) แล้วนำสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรอง (รูปที่ 2.3) แล้วใช้น้ำกล่อมล้าง จำนวน 3 ครั้ง หลังจากนั้นนำสารที่ได้ไปอบให้แห้งด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำผงที่ได้ไปเผาด้วยเตาเผาไฟฟ้าภายใต้ภาวะบรรยายกาศที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ทิ้งไว้ ณ อุณหภูมนั้น เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อสิ้นสุดกระบวนการก็จะได้ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (Sangchay, 2015) โดยสัญลักษณ์ที่ใช้สำหรับการวิจัยในครั้งนี้ ได้แก่ T300, T500 และ T700 สำหรับผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ



รูปที่ 2.2 สารละลายของ $Zn(CH_3COO_2)_2 \cdot 2H_2O$ ผสมกับ NaOH



รูปที่ 2.3 การกรองสารละลายของ $Zn(CH_3COO_2)_2 \cdot 2H_2O$ ผสมกับ NaOH

2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะ

2.4.1 X-Ray Diffractometry (XRD)

เทคนิค XRD (รุ่น X'Pert MPD, PHILIPS, Netherlands) ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นของผงชิงค์ออกไซด์ โดยใช้สมการ Scherer (Khatamian et al., 2009; Sangchay, 2014) ดังสมการที่ (2.1)

$$t = 0.9 \lambda / \beta \cos \theta_B \quad (2.1)$$

เมื่อ t คือ ขนาดของผลึก (นาโนเมตร), λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ($\text{CuK}\alpha = 0.15406$ นาโนเมตร), β คือ Line width at half maximum height (เรเดียน) และ θ คือ มุมสะท้อน (องศา)

2.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

ตรวจดูโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของผงชิงค์ออกไซด์ (รุ่น Quanta 400, FEI, Czech Republic)

2.4.3 Transmission Electron Microscope (TEM)

ตรวจดูรูปร่างและขนาดอนุภาคของผงชิงค์ออกไซด์ (รุ่น JEM 2010, JEOL)

2.4.4 Ultraviolet Visible spectrophotometer (UV-Vis)

โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และวัดปริมาณความเข้มสีของสารละลายเมทิลีนบลู เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาระดับด้วยแสงยูวี (แสงยูวีมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 310-400 นาโนเมตร) โดยเลือกความยาวคลื่นที่ 664 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่สารละลายเมทิลีนบลูสามารถดูดกลืนได้ (GENESYS™ 10S)

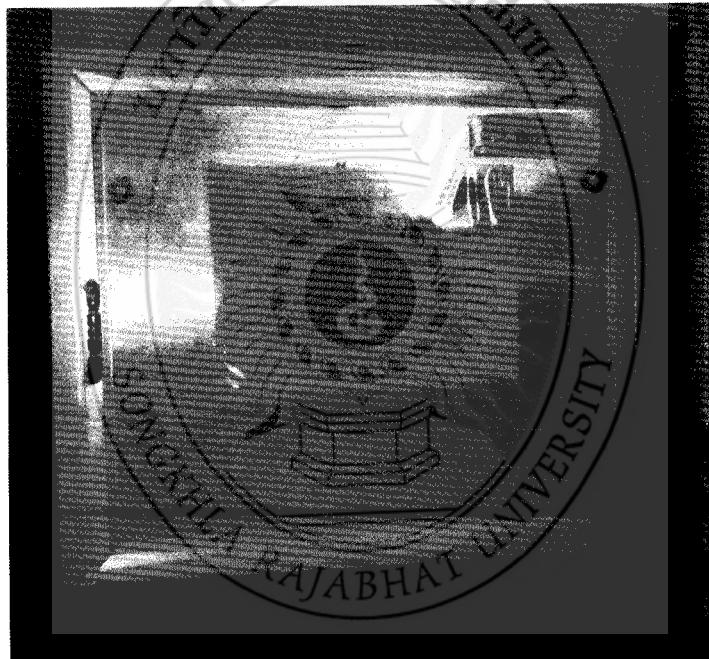
2.5 การทดสอบปฏิกิริยาฟ็อกต์แคตalogik

เตรียมสารละลายมาตรฐาน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์ผล โดยเตรียมสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.5×10^{-5} ถึง 3×10^{-5} มิลิาร์ วัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Vis ในช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และเลือกความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ในการวัดค่าการดูดกลืนสีของสารละลายเมทิลีนบลู สำหรับการทดสอบปฏิกิริยาฟ็อกต์แคตalogik ในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูจะใช้ผงชิงค์ออกไซด์ เท่ากับ 0.0375 กรัม ต่อสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้น 1×10^{-5} มิลลิาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำผงชิงค์ออกไซด์และสารละลายเมทิลีนบลูใส่ในหลอดทดลองวางในที่มีเดินเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อลดการดูดกลืนสีของสารตัวอย่าง หลังจากนั้นนำไปป่วงในตู้เพื่อรับแสงยูวีขนาด 50 วัตต์ จำนวน 11 หลอด ที่มีความเข้มแสง 3.89 mW/cm^2 (รูปที่ 2.4) โดยความยาวคลื่นย่านยูวี (310-400 นาโนเมตร) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สูงเก็บตัวอย่าง

สารละลายเมทิลีนบลู ทุกๆ 1 ชั่วโมง แล้วนำไปวัดค่าความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่อง UV-Vis และบันทึกผลเพื่อศึกษาอัตราการลดลงของความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูหรืออัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู (C/C_0) (Sangchay, 2013) เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ทดลองส่วนจะละ 3 ตัวอย่าง การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การย่อยสลาย (Percentage of degradation) สารละลายเมทิลีนบลู โดยใช้สูตรดังสมการที่ (2.2) (Sangchay et al., 2013; Sangchay, 2014; Sangchay, 2015; Sangchay, 2015)

$$\text{Percentage of degradation} = 100 \times (C_0 - C)/C_0 \quad (2.2)$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น และ C คือ ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ (ในการทดลองนี้ใช้หน่วยเป็นไมลาร์)



รูปที่ 2.4 ตู้ฉายแสงญวี

2.6 การทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

อุปกรณ์ต่างๆ และเครื่องมือสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli* สำหรับการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้ แสดงดังรูปที่ 2.5-2.7 ซึ่งมีรายละเอียดและขั้นตอนในการดำเนินงานดังนี้ เริ่มต้นนำเชื้อใส่ลงในหลอดที่มีอาหารเหลว (Trypticase soy broth) และนำไปบ่มที่ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติมเชื้อแบคทีเรียลงใน 0.85 เปอร์เซ็นต์ NaCl (9 มิลลิลิตร) โดยใช้วิธี Serial dilution และนำไปหยดบนอาหารแข็ง Macconkey โดยใช้เทคนิค Spread plate และนับจำนวนเชื้อจนได้จำนวนเชื้อยูในช่วง 30-400 หลังจากที่ทราบความเข้มเชื้อตั้งต้นแล้ว นำเชื้อที่ได้ไปเตรียมให้ได้ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ซึ่งจะมีความเข้มข้นเชื้อประมาณ 10^5 CFU/ml และนำผงซิงค์ออก

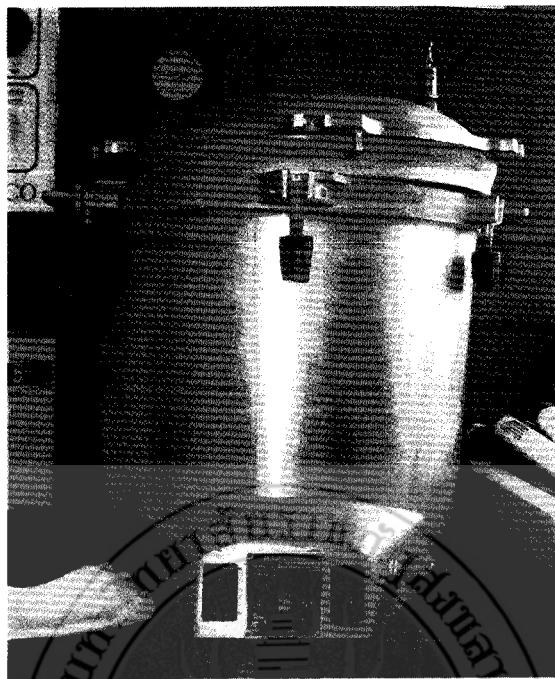
ไซด์ จำนวน 0.05 กรัม มาใส่ในน้ำเกลือ (มีเชื้อความเข้มข้น 10^5 CFU/ml จำนวน 10 มิลลิลิตร) ที่เตรียมไว้ผัดสมกัน จากนั้นนำไปรับแสงยูวี ขนาด 50 วัตต์ จำนวน 11 หลอด เป็นเวลา 0, 5, 10, 15 และ 20 นาที นำตัวอย่างเชื้อที่ผ่านการรับแสงที่เวลาต่างๆ จำนวน 0.1 มิลลิลิตร หยดลงบนอาหารแม็ชที่เตรียมไว้ แล้วทำการเกลี่ยให้เชื้อกระจายทั่วบนจานเพาะเชื้อ แล้วนำไปบ่มที่ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายหลังปั๊บแล้วโคลนีของเชื้อแบคทีเรียจะเริ่มบ่นอาหารเลี้ยงเชื้อ หลังจากนั้นทำการบันทึกผลโดยการถ่ายรูปและนับจำนวนเชื้อที่เหลือ โดยทดสอบภาวะละ 3 ตัวอย่าง แล้วนำมารายงานผลเป็นค่าเฉลี่ย (Sangchay, 2013; Sangchay, 2015; Sangchay, 2015) ของอัตราการลดชีวิตของเชื้อ *E.coli* (N/N_0) และเปอร์เซ็นต์การเสียชีวิตหรือการตายของเชื้อ *E.coli* ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสูตรดังสมการที่ (2.3) (Deng et al., 2007; Sangchay, 2013; Sangchay, 2014; Sangchay, 2015; Sangchay, 2015)

$$E.coli \text{ killing percentage} = 100 \times (N_0 - N) / N_0 \quad (2.3)$$

เมื่อ N_0 คือ จำนวนเชื้อตั้งต้น และ N คือ จำนวนเชื้อ ณ เวลาทดสอบ (ในการทดลองนี้ใช้หน่วยเป็นโคลนี)



รูปที่ 2.5 อุปกรณ์ต่างๆ สำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*



รูปที่ 2.6 เครื่องมือสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*



รูปที่ 2.7 ตู้ปลอดเชื้อสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

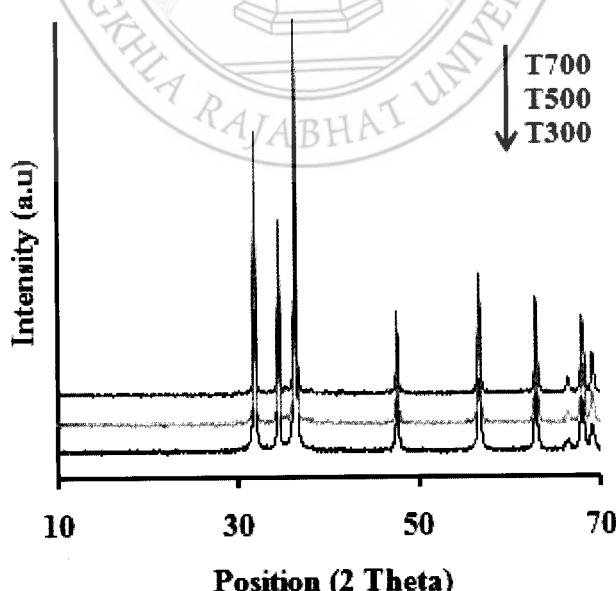
บทที่ 3

ผลและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตรวจหาลักษณะเฉพาะต่างๆ พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบูล เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโพโตเคนตัลไลติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

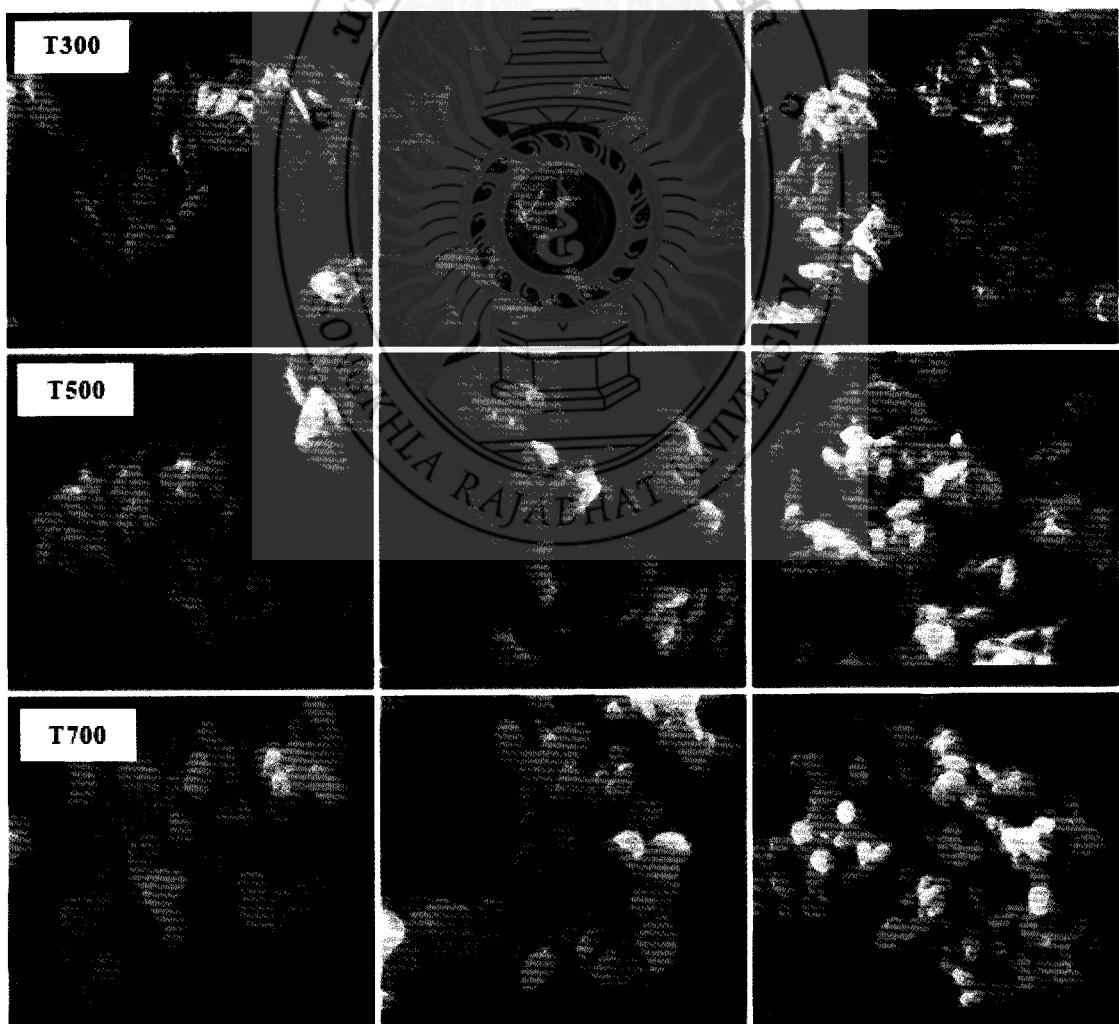
3.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ

ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นของผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 3.1 จากรูปพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ จะเกิดเฟสเพียงเฟสซิงค์ออกไซด์เท่านั้น โดยเกิดที่รัฐาน (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) และ (201) ตามมาตรฐาน JCPDS (card number 36-1451) (Ozcelik et al., 2014) ซึ่งหมายถึงเฟสของซิงค์ออกไซด์ในรูป Wurtzite (Ozcelik et al., 2014) เมื่อนำข้อมูลจากการตรวจสอบด้วย XRD มาคำนวณหาขนาดผลึกของเฟสซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นตามสมการของ Scherer ซึ่งผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 28.3, 22.5 และ 12.5 ตามลำดับ พบร่องรอยขนาดผลึกเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา ซึ่งเป็นผลมาจากการอิทธิพลของอุณหภูมิ ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิในการเผาผงซิงค์ออกไซด์มีผลต่อขนาดผลึกโดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) มีขนาดผลึกที่เล็กที่สุด

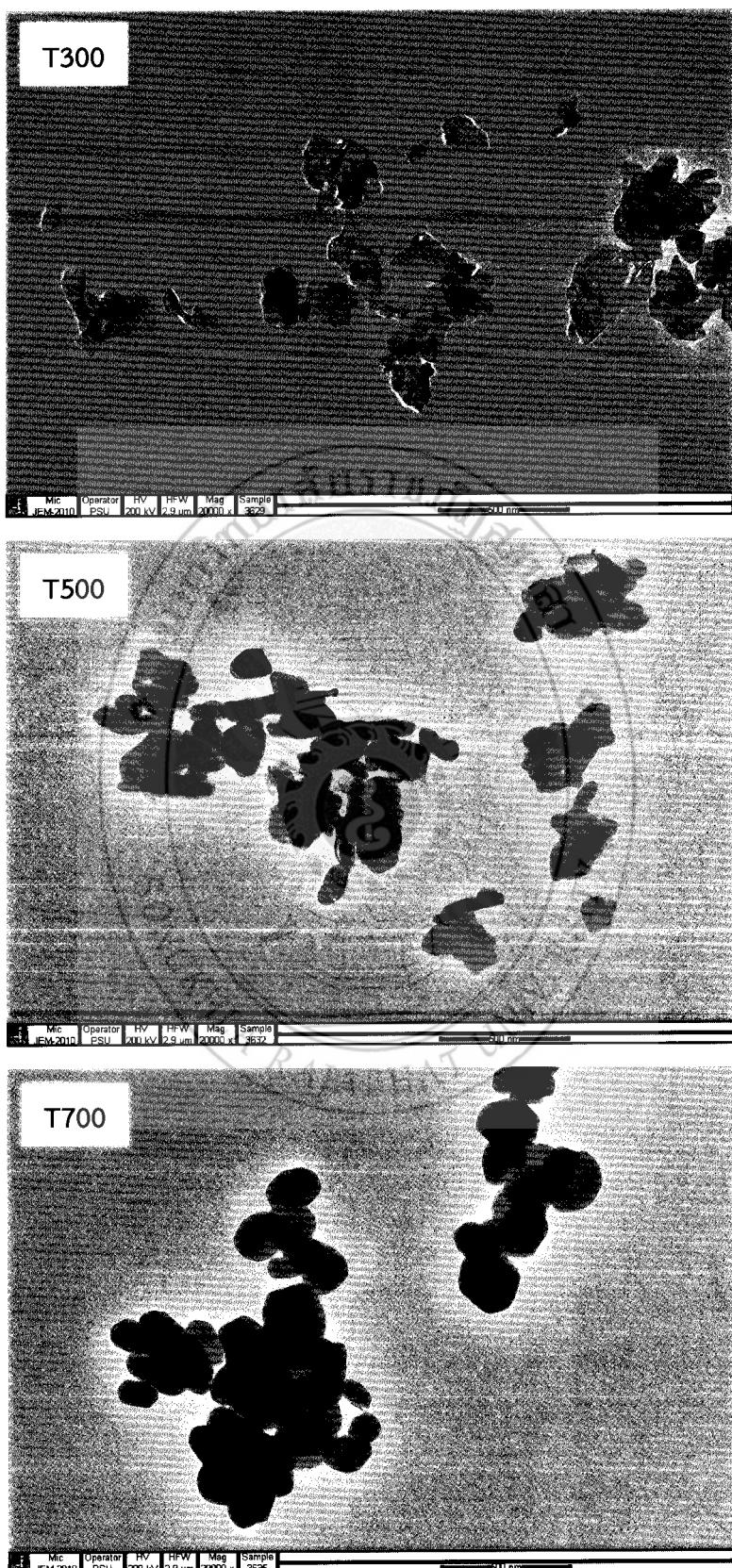


รูปที่ 3.1 ผล XRD ของผงซิงค์ออกไซด์

ผลการตรวจสอบลักษณะรูปร่างของผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยายเท่ากับ 30,000 เท่า และ 50,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 3.2 จากผลการตรวจสอบพบว่าขนาดอนุภาคของผงซิงค์ออกไซด์อยู่ในช่วงขนาด 250-500 นาโนเมตร และมีการรวมกลุ่มกัน โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีรูปร่างเป็นแผ่น ส่วนผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มีรูปร่างเป็นแผ่นผสมกับรูปร่างกลม และผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีรูปร่างกลม ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผามีผลต่อรูปร่างของผงซิงค์ออกไซด์ โดยอุณหภูมิในการเผาที่สูงส่งผลให้รูปร่างอนุภาคมีลักษณะเปลี่ยนจากรูปร่างแผ่นเป็นรูปร่างกลม และขนาดอนุภาคของผงซิงค์ออกไซด์อยู่ในช่วงขนาด 250-500 นาโนเมตร (Hairui et al., 2015) นอกจากผลจาก SEM แล้ว รูปที่ 3.3 แสดงผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและรูปร่างจากเครื่อง TEM ที่กำลังขยายเท่ากับ 20,000 เท่า โดยผลการตรวจสอบพบว่าสอดคล้องกับผลของ SEM ดังนี้ อุณหภูมิในการเผาที่สูงส่งผลให้รูปร่างอนุภาคมีลักษณะเปลี่ยนจากรูปร่างแผ่นเป็นรูปร่างกลม และขนาดอนุภาคของผงซิงค์ออกไซด์อยู่ในช่วงขนาด 250-500 นาโนเมตร



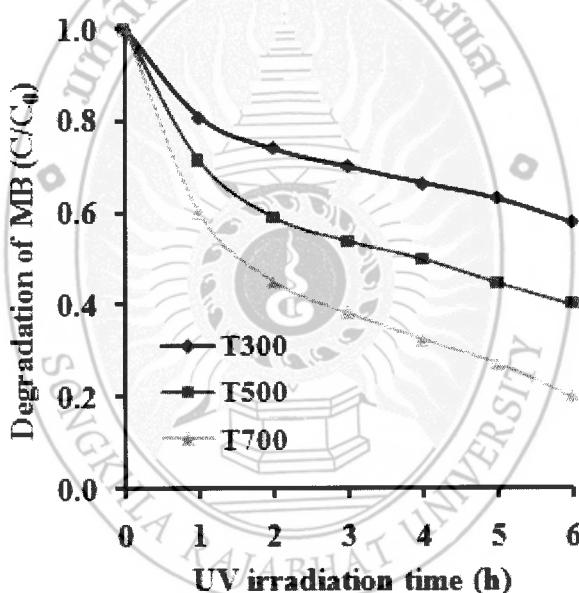
รูปที่ 3.2 ผล SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 30,000 และ 50,000 เท่า



รูปที่ 3.3 ผล TEM ของผงชิ้งค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

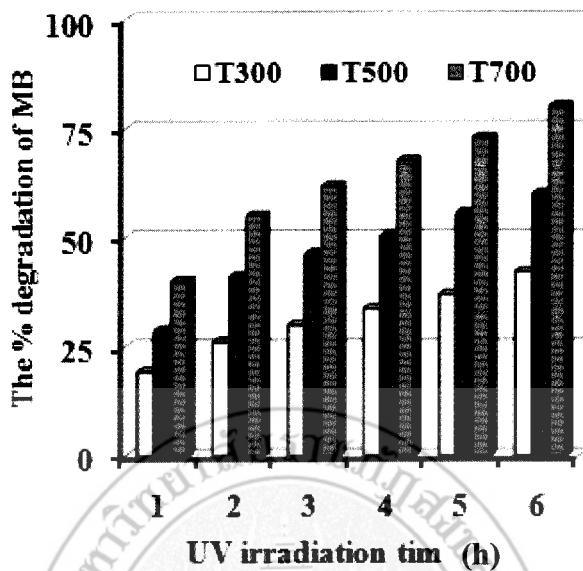
3.2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโพโตแคตัลไลติก

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแคตัลไลติกของผงชิงค์ออกไซด์ สำหรับงานวิจัยในครั้งนี้ จะรายงานผลเป็นค่าของอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงชิงค์ออกไซด์ ภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่างๆ โดยผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 3.4 พบร่วมกับอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงชิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น (Hairui et al., 2015) โดยผงชิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด มีเนื่องมาจากการอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผา ส่งผลให้ขนาดผลลัพธ์ของเฟสซิงค์ออกไซด์ขนาดเล็กและมีรูปร่างกลม โดยปฏิกิริยาโพโตแคตัลไลติกจะขึ้นอยู่กับขนาดผลลัพธ์ที่แนวโน้มลดลง และรูปร่างของอนุภาคนั้น เมื่อขนาดผลลัพธ์ลดลงและรูปร่างเป็นทรงกลมทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้มีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแคตัลไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดี



รูปที่ 3.4 อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงชิงค์ออกไซด์

นอกจากการศึกษาอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่อขอรับการประเมินเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูเพิ่มเติมอีก ดังแสดงในรูปที่ 3.5 จากข้อมูลดังกล่าวพบว่า เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงชิงค์ออกไซด์ภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 42.10, 60.01 และ 80.06 เปอร์เซ็นต์ สำหรับผงชิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และพบว่าผงชิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) จะแสดงค่าเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด หรือกล่าวได้อีกนัยหนึ่งว่า แสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแคตัลิกที่ดีที่สุดนั่นเอง

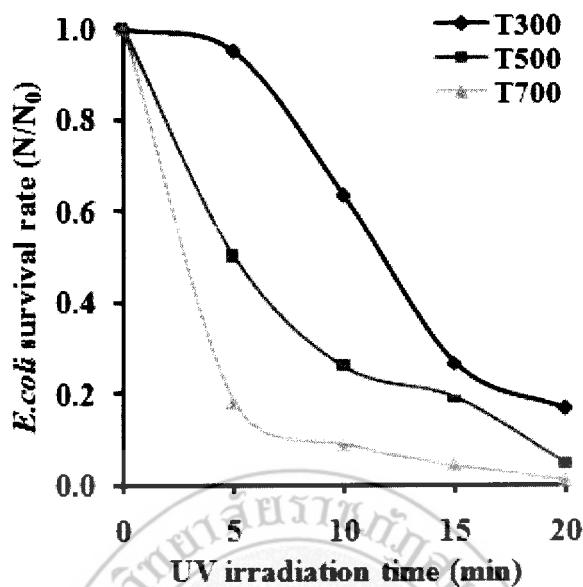


รูปที่ 3.5 เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายนมทีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์

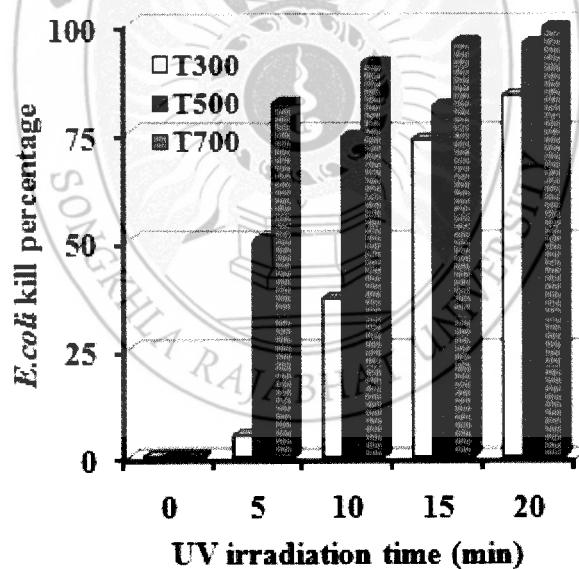
3.3 ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

การศึกษาประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.6 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการรอดชีวิตของเชื้อ *E.coli* กับเวลาในการได้รับแสงยูวี จากรูปพบว่าอัตราการรอดชีวิตของเชื้อ *E.coli* ลดลง เมื่อเวลาในการได้รับแสงยูวีเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของนักวิจัยหลายๆ ท่านที่เคยได้ศึกษา (Ravichandran et al., 2015; Thabitha et al., 2013) และพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา จะส่งผลให้อัตราการรอดชีวิตของเชื้อ *E.coli* ลดลง ซึ่งผลจะสอดคล้องกับผลปฏิกริยาโพโตแคนตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายนมทีนบลูดังที่ได้กล่าวมาแล้ว จึงส่งผลให้ประสิทธิภาพในการทำลายเชื้อที่ดีด้วย (Ravichandran et al., 2015)

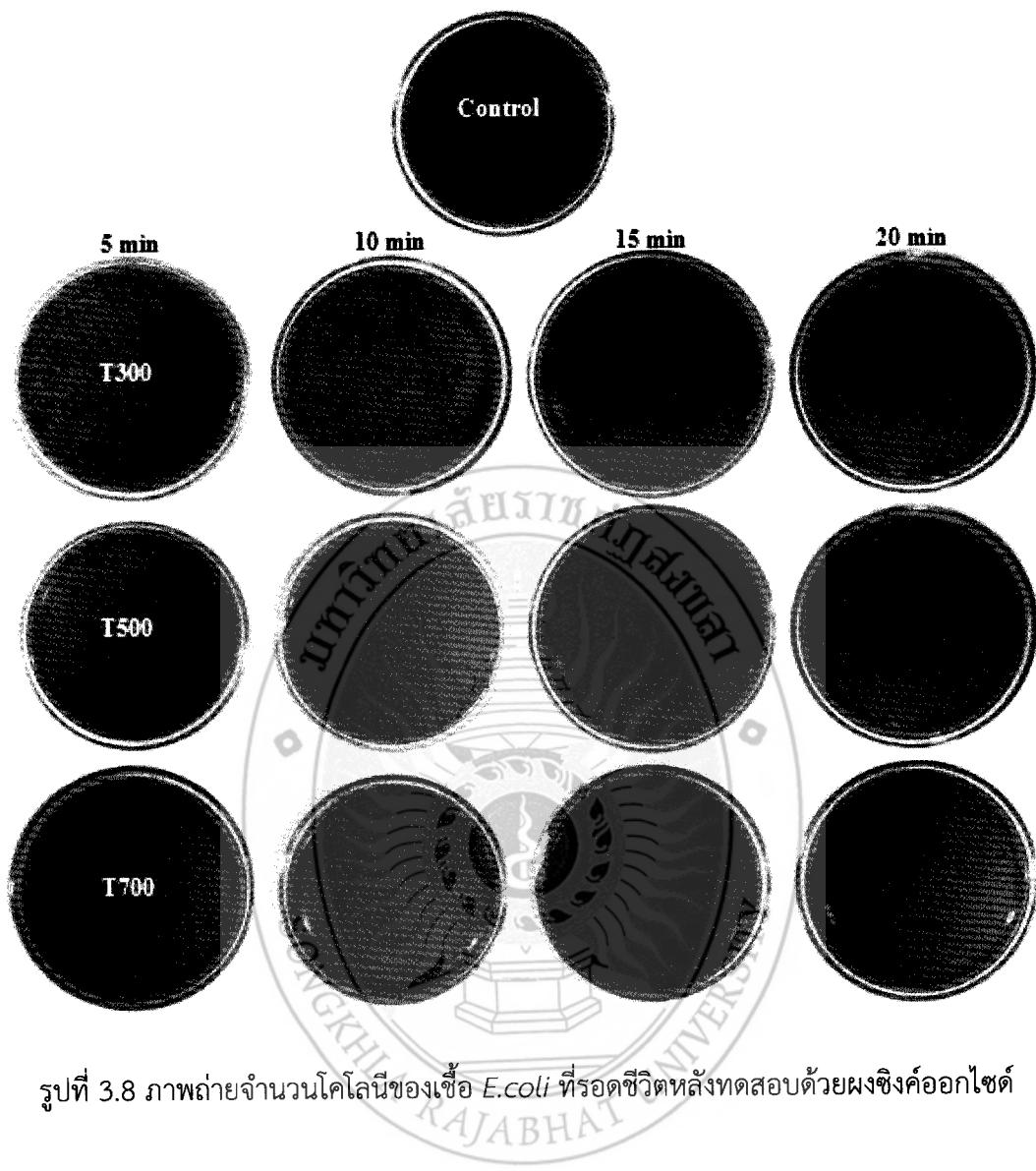
สำหรับรูปที่ 3.7 แสดงเปอร์เซ็นต์การตายของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ จากรูปพบว่าเมื่อเวลาในการได้รับแสงยูวีเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การตายของเชื้อ *E.coli* มากขึ้น เนื่องมาจากผลของปฏิกริยาโพโตแคนตะไลติกที่ดีนั่นเอง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาลง ตัวอย่าง ทำให้การตายของเชื้อ *E.coli* เพิ่มขึ้น เช่นเดียวกัน เนื่องมาจากผลของปฏิกริยาโพโตแคนตะไลติกที่ดี ส่งผลให้ไปทำลายผนังเซลล์ของเชื้อได้ดีขึ้น (Bhadra et al., 2011) เมื่อผนังเซลล์ของเชื้อถูกทำลายก็จะเสียชีวิตในที่สุด โดยเปอร์เซ็นต์การตายของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ ภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 20 นาที มีค่าเท่ากับ 83.33, 93.33 และ 99.00 เปอร์เซ็นต์ สำหรับผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส (T700) จะแสดงประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ที่ดีที่สุด และภาพถ่ายจำนวนโนโคลอนี (จุดแดง) ของเชื้อ *E.coli* ที่รอดชีวิต หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ภายใต้แสงยูวีที่เวลา 0, 5, 10, 15 และ 20 นาที แสดงดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.6 อัตราการรอดชีวิตของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์



รูปที่ 3.7 เปอร์เซ็นต์การตายของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์





สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ

มหาวิทยาลัยราชภัฏสังขละ

บทที่ 4

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำผงซิงค์ออกไซด์ตราชาลักษณะเฉพาะต่างๆ พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบูล เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโพโตแครเตติกและทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี ณ เวลาต่างๆ

4.1 สรุปผลการทดลอง

1. อุณหภูมิในการเผาผงซิงค์ออกไซด์ เท่ากับ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศ ส่งผลให้เกิดเพียงเฟสซิงค์ออกไซด์เท่านั้น โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะมีขนาดผลึกที่เล็กที่สุด และมีรูปร่างอนุภาคเป็นทรงกลม

2. ผลการทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแครเตติกด้วยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบูลภายใต้แสงยูวีของผงซิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพิ่มมากขึ้น โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะแสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแครเตติกด้วยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบูลที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 80.06 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้การไดร์บ์แสงยูวี 6 ชั่วโมง

3. ผลการทดสอบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวีของผงซิงค์ออกไซด์ มีแนวโน้มเช่นเดียวกับกรณีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโพโตแครเตติก โดยประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* มีค่าเพิ่มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพิ่มมากขึ้น และพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะแสดงประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 99.00 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงยูวี 20 นาที

4.2 ข้อเสนอแนะ

สำหรับงานวิจัยในครั้งต่อไปที่เกี่ยวข้องหรือใกล้เคียงกับงานวิจัยครั้งนี้ ควรมีการศึกษาและทดสอบเพิ่มเติมในประเด็นต่างๆ ดังต่อไปนี้ ได้แก่ ประสิทธิภาพในการใช้งาน เป็นต้น เพื่อให้งานวิจัยสามารถนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรมได้ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

- ชัยกานต์ เลิยวิริณี (2548). การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบบนเก้าโลย. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- วีระชัย แสงฉาย (2556). การสังเคราะห์พิล์มไทด์ที่ทำความสะอาดและเปลี่ยนสีด้วยตัวเอง. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาบริการม้วสุด คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- เล็ก สีคง. (2547). วัสดุวิศวกรรมและอุตสาหกรรม หน่วยโสดทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, สงขลา.
- Anas, S., Mukundan, P., Sanoj, A.M., Mangalaraja, V.R. and Ananthakumar, S. (2010). “Synthesis of ZnO based nanopowders via a non-hydrolytic sol gel technique and their densification behavior and varistor properties.” *Processing and Application of Ceramics*, 4(1), 7-14.
- Bagheri, S., Chandrappa, K.G. and Abd Hanid, S.B. (2013). “Facile synthesis of nano-sized ZnO by direct precipitation method.” *Der Pharma Chemica*, 5(3), 265-270.
- Benhebal, H., Chaib, M., Salmon, T., Geens, J., Leonard, A., Lambert, S.D., Crine, M. and Heinrichs, B. (2013). “Photocatalytic degradation of phenol and benzoic acid using zinc oxide powders prepared by the sol-gel process.” *Alexandria Engineering Journal*, 52, 517-523.
- Bhadra, P., Mitra, M.K., Das, G.C., Dey, R. and Mukherjee, S. (2011). “Interaction of chitosan capped ZnO nanorods with *Escherichia coli*.” *Materials Science and Engineering C*, 31, 929-937.
- Brinker, C.J. and Scherer, G.W. (1990). *Sol-Gel Science - The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, New York.
- Carp, O., Huisman, C.L. and Reller, A. (2004). “Photoinduced reactivity of titanium dioxide.” *Progress in Solid State Chemistry*, 32, 33-177.
- Chu, S.Y., Yan, T.M. and Chen, S.L. (2000). “Analysis of ZnO varistors prepared by the sol-gel method.” *Ceramics International*, 26, 733-737.
- Deng, H., Cheuk, K., Zheng, W.N., Wen, C., and Xiao, C.F. (2007). “Low temperature preparation of nano TiO₂ and its application as antibacterial agents.” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17, 700-703.
- Elamin, N. and Elsanousi, A. (2013). “Synthesis of ZnO nanostructure and their photocatalytic activity.” *Journal of Applied and Industrial Sciences*, 1(1), 32-35.

- Georgekutty, R., Seery, M.K. and Pillai, S.C. (2008). "A high efficient Ag-ZnO photocatalyst: synthesis, properties, and mechanism." *The Journal of Physical Chemistry C*, 112, 13563-13570.
- Ghaffarian, H.R., Saiedi, M., Mahboobeh, S. and Mohammad, A. (2011). "Synthesis of ZnO nanoparticles by spray pyrolysis method." *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, 30(1), 1-6.
- Hairui, L., Yanchun, H., Zhuxia, Z., Xuguang, L., Husheng, J. and Bingshe, X. (2015). "Synthesis of spherical Ag/ZnO heterostructural composites with excellent photocatalytic activity under visible light and UV irradiation." *Applied surface Science*, 355, 644-652.
- Hsieh, C.H. (2007). "Spherical zinc oxide nano particles from zinc acetate in the precipitation method." *Journal of the Chinese Chemical Society*, 54, 31-34.
- Jianxun, C., Ruirong, Z. and Hanying, J. (1998). "Preparation of ZnO ceramic powder by sol-gel method and its voltage sensitive properties." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 8(2), 324-328.
- Kaneva, N., Ponomareva, A., Krasteva, L., Dimitrov, D., Bojinova, A., Papazova, K., Suchaneck, G. and Moshnikov, V. (2013). "Surface and photocatalytic properties of nanostructured ZnO thin films doped with iron." *Bulgarian Chemical Communications*, 45(4), 635-643.
- Khatamian, M. and Irani, M. (2009). "Preparation and characterization of nanosized ZSM-5 zeolite using kaolin and investigation of kaolin content, crystallization time and temperature changes on the size and crystallinity of products." *Journal of the Iranian Chemical Society*, 6(1), 187-194.
- Kittisittipong, C., Larpkiattaworn, S. and Sujaridworakun, P. (2012). "Photocatalytic activity of ZnO particles prepared from various precursors by hydrothermal process." *Suranaree Journal of Science and Technology*, 21(1), 35-40.
- Kolekar, T.V., Yadav, H.M., Bandgar, S.S. and Deshmukh, P.Y. (2011). "Synthesis by sol-gel method and characterization of ZnO nanoparticles." *Indian Streams Research Journal*, 1(1), 1-4.
- Kuriakose, S., Choudhary, V., Satpati, B. and Mohapatra, S. (2014). "Enhanced photocatalytic activity of Ag-ZnO hybrid plasmonic nanostructures prepared by a facile wet chemical method." *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 5, 639-650.

- Nirmala, M., Nair, M.G., Rekha, K., Anukaliani, A., Samdarshi, S.K. and Nair, R.G. (2010). "Photocatalytic activity of ZnO nanopoeders synthesized by DC thermal plasma." *African Journal of Basic & Applied Sciences*, 2(5-6), 161-166.
- Panatarani, C., Lenggoro, I.W. and Okuyama, K. (2003). "Synthesis of single crystalline ZnO nanoparticles by salt-assisted spray pyrolysis." *Journal of Nanoparticles Research*, 5(1-2), 47-53.
- Ozcelik, B.B. and Ergun, C. (2014). "Synthesis of ZnO nanoparticles by an aerosol process." *Ceramics International*, 40, 7107-7116.
- Radzimska, A.K. and Jesionowski, T. (2014). "Zinc-oxide-from synthesis to application: A review." *Materials*, 7, 2833-2881.
- Rani, S., Suri, P., Shishodia, P.K. and Mehra, R.M. (2008). "Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol-gel for dye-sensitized solar cells." *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 92, 1639-1645.
- Ravichandran, K., Rathi, R., Baneto, M., Karthika, K., Rajkumar, P.V., Sakthivel, B. and Damodaran, R. (2015). "Effect of Fe+F doping on the antibacterial activity of ZnO powder." *Ceramics International*, 41, 3390-3395.
- Ristic, M., Music, S., Ivanda, M. and Popovic, S. (2005). "Sol-gel synthesis and characterization of nanocrystalline ZnO powders." *Journal of Alloys and Compounds*, 397, L1-L4.
- Saravanan, R., Gupta, V.K., Narayanan, V. and Stephen, A. (2013). "Comparative study on photocatalytic activity of ZnO prepared by different methods." *Journal of Molecular Liquids*, 18, 133-141.
- Sangchay, W. (2013). "Photocatalytic and antibacterial activity of Ag-doped TiO₂ nanoparticles." *KKU Research Journal*, 18(5), 731-738.
- Sangchay, W. (2014). "Contact angle of TiO₂/SnO₂ thin films coated on glass substrate." *Walailak Journal of Science and Technology*, 11(5), 429-436.
- Sangchay, W. (2015). "Antibacterial activity of ZnO powders preparation via sol-gel method." *American Journal of Materials Science*, 5(3B), 1-4.
- Sangchay, W. (2015). "Self-cleaning and antibacterial of *E.coli* properties of TiO₂/SnO₂ composites thin films." *Engineering Journal Chang Mai University*, 22(2), 31-37.
- Suwanboon, S. (2008). "Structure and optical properties of nanocrystalline ZnO powder from sol-gel method." *Science Asia*, 34, 31-34.

- Thabitha, P.D., Kavitha, P. and Hwang, H.M. (2013). "Determination of the mechanism of photoinduced toxicity of selected metal oxide nanoparticles (ZnO, CuO, Co₃O₄ and TiO₂) to *E. coli* bacteria." *Journal of Environmental Sciences*, 25(5), 882-888.
- Welderfael, T., Yadav, O.P., Tadesse, A.M. and Kaushal, J. (2013). "Synthesis, characterization and photocatalytic activities of Ag-N-codoped ZnO nanoparticles for degradation of methyl red." *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia*, 27(2), 221-232.
- Xie, J., Li, Y., Zhao, W., Bian, L. and Wei, Y. (2011). "Simple fabrication and photocatalytic activity of ZnO particles with different morphologies." *Powder Technology*, 207, 140-144.



ภาคผนวก

ผลงานที่ได้รับการเผยแพร่



Sangchay, W. (2015). "Antibacterial activity of ZnO powders preparation via sol-gel method." *American Journal of Materials Science*, 5(3B), 1-4.

American Journal of Materials Science 2015, 5(3B): 1-4
DOI: 10.5923.c.materials.201501.01

Antibacterial Activity of ZnO Powders Preparation via Sol-Gel Method

Weerachai Sangchay

Faculty of Industrial Technology, Songkhla Rajabhat University, Songkhla, Thailand

Abstract The ZnO powders were prepared by sol-gel method. The prepared powders were calcined at the temperature of 300, 500 and 700°C for 1 h with the heating rate of 10°C/min. The microstructures of the fabricated powders were characterized by SEM and XRD techniques, and the results show that all samples were the agglomeration and spherical shape and reveal only the wurtzite phase. The antibacterial activity efficiency was evaluated by the inactivation of *E. coli*. It was observed that higher calcined at the temperature gives better antibacterial activity. With the highest calcined at the temperature investigated in this experiment (T700 condition) the powders show antibacterial activities of 99.00% for under UV irradiation 20 min.

Keywords Antibacterial activity, ZnO powders, *E. coli*, Sol-gel method

1. Introduction

Zinc oxide (ZnO) is an important inorganic material, which has multiple properties, such as semiconducting properties, antibacterial activity and growth promoter [1]. It is widely applied in the field of optoelectronics [2-3], pharmaceuticals [4], cosmetics [5-6], food science [7-8] and agriculture [1]. The antibacterial activity of ZnO has been widely explored [1, 9-11]. It has been documented that concentration, size and heating temperature can affect the antibacterial activity. ZnO as an inorganic antibacterial reagent is more stable than the organic reagents [1].

Up to now, a number of chemical routes have been used to synthesize ZnO powders such as hydrothermal method [12-13], spray pyrolysis [14-15] and sol-gel method [16-17]. Among these methods, sol-gel shows many advantages over other techniques such as its simplicity and low equipment cost. Therefore, in this study we had concentrated the effect of calcined temperature on controlling the structural and antibacterial activity of ZnO powders by sol-gel method.

2. Experimental and Details

2.1. Powders Preparation

ZnO powders were prepared via sol-gel method [16]. Firstly, 2.1949 g of zinc acetate dehydrate ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) was dissolved in 50 ml distilled water and mixture

the vigorously stirred at room temperature for 15 min. Finally, 1.6 g NaOH that was dissolved in 50 ml distilled water was slowly added to the zinc precursor solution. The white precipitates were achieved and were then vigorously at room temperature for 45 min before filtering, rinsing with distilled water, drying at 60°C for 24 h and calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C in air for 1 h with a heating rate of 10°C/min.

For this work the ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C were designated as T300, T500 and T700, respectively.

2.2. Powders Characterizations

The morphology and particle size of the fabricated powders were characterized by Scanning Electron Microscope (SEM-Quanta 400). The phase composition was characterized using an X-ray diffractometer (XRD) (Phillips X'pert MPD, Cu-K). The crystallite size was calculated by the Scherer equation, Eq. 1. [18]

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

where D is the average crystallite size, λ is the wavelength of the Cu K α line (0.15406), θ is the Bragg angle and β is the full-width at half-maximum (FWHM) in radians.

2.3. Antibacterial Activity Test

The antibacterial activity of powders against the bacteria *Escherichia coli* (*E. coli*) was studied. Aliquots of 10 ml *E. coli* conidial suspension (10^6 CFU/ml) were mixed with 0.05 g of powders. The mixture was then exposed to either UV irradiation (eleven 50 W of black light lamps) for 0, 5, 10, 15 and 20 min. Then, 0.1 ml of mixture suspension was sampled and spread on Macconkey Agar plate and

* Corresponding author
weerachai.sang@yahoo.com (Weerachai Sangchay)
Published online at <http://journal.sapub.org/materials>
Copyright © 2015 Scientific & Academic Publishing. All Rights Reserved

incubated at 37°C for 24 h. After incubation, the number of viable colonies of *E. coli* on each Macconkey Agar plate was observed and disinfection efficiency of each test was calculated in comparison to that of the initial or control (N_0/N) [18-19]. Percentage bacterial reduction or *E. coli* kill percentage was calculated according to the following equation, Eq. (2) [18-19].

$$E = \frac{100(N_0 - N)}{N_0} \quad (2)$$

Where E is the percentage bacterial reduction or *E. coli* kill percentage, N_0 and N are the average number of live bacterial cells per milliliter in the flask of the initial or control and powders finishing agent or treated fabrics, respectively.

3. Result and Discussion

3.1. Powders Characterizations

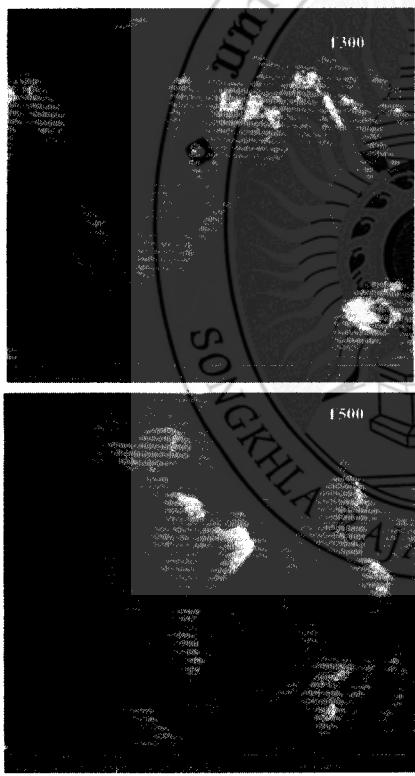


Figure 1. SEM surface morphology images of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700 °C (magnification 5,000X).

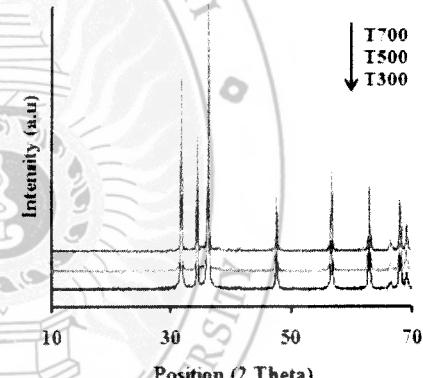


Figure 2. XRD patterns of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700 °C.

The surface morphology was observed with SEM. Figure 1 shows surface morphologies of ZnO powders. It was seen that for all powders, the agglomeration and spherical shape with increasing calcined temperatures at 300 to 700 °C.

From the XRD study as shown in Figure 2, it was found that ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700 °C reveal only the ZnO phase. The peaks corresponded to the (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) and 201 plans of ZnO in the wurtzite structure correspondence with JCPDS (card number 36-1451) [16]. The crystallite size of nanocrystalline ZnO powders which was calculated by Scherrer's formula gave the values of about 28.3, 42.5 and 42.5 nm for calcined at the temperatures at 300, 500 and 700 °C, respectively.

3.2. Antibacterial Activity

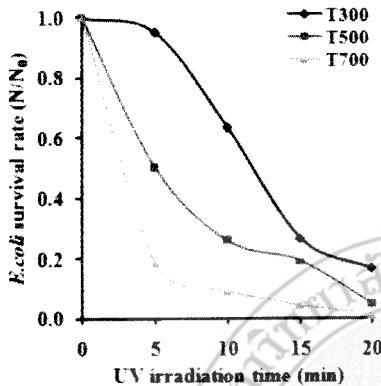


Figure 3. The antibacterial activity of ZnO powders under UV irradiation

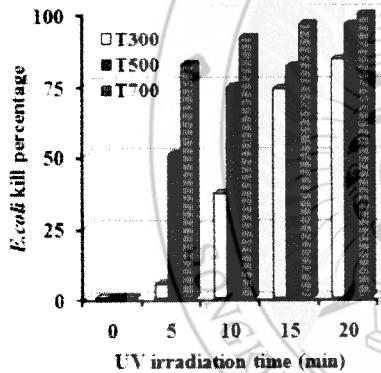


Figure 4. *E. coli* kill percentage of ZnO powders under UV irradiation

Figure 3 displays the *E. coli* survival rate (N/N_0) after testing with UV illumination on ZnO powders. The result shows that the *E. coli* survivals decrease with UV-irradiation time. It also indicates that the ZnO powders calcined at 700°C exhibit higher antibacterial activity compared to the ZnO powders calcined at 300 and 500°C, respectively.

The *E. coli* kill percentage of ZnO powders under UV irradiation is shown in Figure 4. It is found that the *E. coli* kill percentage of ZnO powders under UV irradiation for 20 min are 83.33, 93.33 and 99.00% for ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C, respectively. In this research, Researchers have studied the influence of UV disinfection affecting *E. coli* (case no ZnO powders) from testing found the *E. coli* kill percentage infection was very

low. The percent mortality was only 5% under UV irradiation for 20 min, so the factors that affect the *E. coli* kill percentage infection for this research came from the influence of powders.

The photo of viable bacterial colonies (red spots) on fabricated ZnO powders and the control treated with UV for 20 min are illustrated in Figure 5.

4. Conclusions

In this work, ZnO powders were fabricated by sol-gel method. The effect of calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C on microstructure and antibacterial activity were investigated and concluded as followings:

1. ZnO powders reveal only the wurtzite phase and surface morphologies was found that for all powders, the agglomeration and spherical shape was observed and the particle size increases with increasing calcined temperatures.
2. The antibacterial activities of ZnO powders increases with increasing calcined temperatures and thus, ZnO powders calcined at the temperatures at 700°C (T700) exhibits higher antibacterial activities under UV irradiation with *E. coli* kill percentage of 99.00% for 20 min.

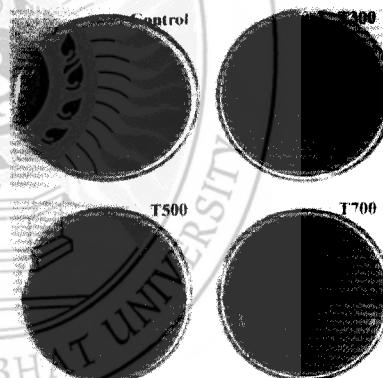


Figure 5. Photo of viable *E. coli* colonies during 20 min UV irradiation of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C compared with control condition

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to acknowledge Institute of Research & development, Songkhla Rajabhat University, Thailand for financial support of this research.

REFERENCES

- [1] Chao Wang, Jian-Long Liu, Ai-Ting Zhang, Peng Xie, Jian-Jun Li and Xiao-Ping Zou, "Antibacterial effect of zinc oxide nanoparticles on *Escherichia coli K88*", African Journal of Biotechnology, vol. 11, no. 44, pp. 10248-10254, 2012.
- [2] A B Djurisic, A M C Ng and X Y Chen, "ZnO nanostructures for optoelectronics: Materials properties and device applications", Progress in Quantum Electronics, vol. 34, pp. 191-259, 2010.
- [3] Zhikun Zhang, Jiming Bian, Jingchang Sun, Xiaowen Ma, Yaxin Wang, Chuanhui Cheng, Yingmin Luo and Hongzhu Liu, "High optical quality ZnO films grown on graphite substrate for transferable optoelectronics devices by ultrasonic spray pyrolysis", Materials Research Bulletin, vol. 47, pp. 2685-2688, 2012.
- [4] Shigeo Yamamura and Yasunori Momose, "Quantitative analysis of crystalline pharmaceuticals in powders and tablets, by a pattern-fitting procedure using X-ray powder diffraction data", International Journal of Pharmaceutics, vol. 212, pp. 203-212, 2001.
- [5] Chia-Liang Kuo, Cheng-Li Wang, Horng-Huey Ko, Weng-Sing Hwang, Kuo-Ming Chang, Wang-Long Li, Hong-Ism Huang, Yen-Hwei Chang and Moo-Chin Wang, "Synthesis of zinc oxide nanoprecrystalline powders for cosmetic applications", Ceramics International, vol. 36, pp. 693-698, 2010.
- [6] Trien Hung Le, Anh Luan Bui and Dien Khoa Le, "The effect of Fe doping on the suppression of photocatalytic activity of ZnO nanopowder for the application in sunscreens", Powder Technology, vol. 268, pp. 173-176, 2014.
- [7] Ning Yu, Min Zhang, Md Nahidul Islam, Liqun Liu, Qian Liu and Xinfeng Cheng, "Combined sterilizing effects of nano-ZnO and ultraviolet on convenient vegetable dishes", LWT-Food Science and Technology, vol. 61, pp. 638-643, 2015.
- [8] Shiv Shankar, Xianan Tang, Gaobin Li and Jong-Whan Rhim, "Preparation, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/ZnO nanocomposites/films", Food Hydrocolloids, vol. 35, pp. 264-271, 2015.
- [9] K Ravichandran, R Rathi, M Baneto, k Karthika, P V Rajkumar, B Sakhivel and R Damodaran, "Effect of Fe+Fe doping on the antibacterial activity of ZnO powder", Ceramics International, vol. 41, pp. 3390-3395, 2015.
- [10] Nastin Falbian, Seyedeh Maimi Amminezhad and Monir Doudi, "Controllable synthesis of ZnO nanoparticles and their morphology-dependent antibacterial and optical properties", Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, vol. 120, pp. 66-73, 2013.
- [11] Manjula G Nair, M Nirmala, K Rekha and A Annakalani, "Structure, optical, photo catalytic and antibacterial of ZnO and co doped ZnO nanoparticles", materials letters, vol. 65, pp. 1797-1800, 2011.
- [12] Suwetha Suwanboon, Sarunya Klubnuan, nutsakorn Jantha, Pongsator Amornpitoksuk and Phuwadol Bangrak, "Influence of alkaline solution on morphology of ZnO prepared by hydrothermal method for using as photocatalyst and bactericidal agent", Materials Letters, vol. 115, pp. 275-278, 2014.
- [13] Suwetha Suwanboon, Pongsator Amornpitoksuk, Phuwadol Bangrak, and Chaimarn Randorn, "Physical and chemical properties of multifunctional ZnO nanostructures prepared by precipitation- and hydrothermal methods", Ceramics International, vol. 40, pp. 975-983, 2014.
- [14] Chin-Yi Chen, Jui-Chung Wong, Jing-Heng Chen, Shih-Hsin Ma, Kun-Huang Chen, Tzyy-Leng Horng, Chien-Yie Tsay, Chi-Jung Chang, Chung-Kwei Lin and Jerry J. Wu, "Photocatalyst Zn_x-doped Bi₂O₃ powder prepared by spray pyrolysis", Powder Technology, vol. 272, pp. 316-321, 2015.
- [15] Beril K Ozelik and Ufuktekin Ergun, "Synthesis of ZnO nanoparticles by an aerosol process", Ceramics International, vol. 36, pp. 7107-7116, 2011.
- [16] Suwetha Suwanboon, "Structural and optical properties of nanocrystalline ZnO powder from sol-gel method", Science Asia, vol. 34, pp. 31-34, 2008.
- [17] Libing Duan, Xiaoru Zhao, Zhujun Zheng, Yajun Wang, Wangchang Geng and Fuh Zhang, "Journal of Physics and Chemistry of Solids", vol. 76, pp. 88-93, 2015.
- [18] Weerachai Sangchay, "Photocatalytic and antibacterial activity of Ag-doped TiO₂ thin films coated on glass fiber to inhibit bacterial of *E. coli* prepared by sol-gel method", Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, vol. 9, no. 4-00, 1593-1601, 2014.
- [19] Weerachai Sangchay, "Fe doped TiO₂ thin films coated on glass fiber to inhibit bacterial of *E. coli* prepared by sol-gel method", Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, vol. 9, no. 4-00, 1593-1601, 2014.