



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์และปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์  
ระดับนาโน

Synthesis and photocatalytic activity of ZnO nanoparticles

สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ  
มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

วีระชัย แสงฉาย

คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

รายงานวิจัยฉบับนี้ได้รับเงินอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณกองทุนวิจัย

มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

พ.ศ. 2558

เลข อยบ#	1198754
วันที่	22 ต.ค. 2559
เลขเรียกหนังสือ	54.39 2355

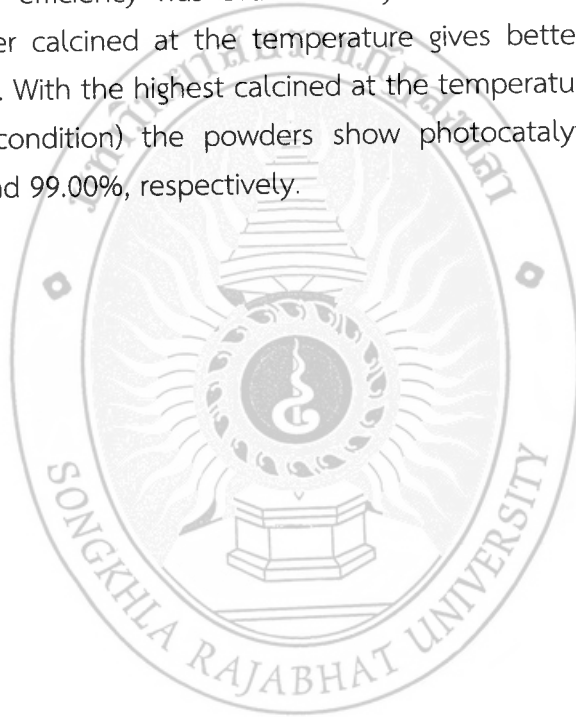
### บทคัดย่อ

งานวิจัยในครั้งนี้เป็นการสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล แล้วนำไปผงที่สังเคราะห์ได้ไปผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพด้วยเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ เช่น XRD, SEM และ TEM ผลการตรวจสอบพบว่ามีเพียงเฟสซิงค์ออกไซด์ในรูป wurtzite เท่านั้น และผงซิงค์ออกไซด์มีการเกาะตัวกัน และมีรูปร่างกลม นอกจากนี้ยังมีทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู และประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี ผลการศึกษาพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงจะแสดงสมบัติโฟโตแคตะไลติกและการฆ่าเชื้อที่ดีที่สุด โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) ให้ค่าสมบัติโฟโตแคตะไลติกและการฆ่าเชื้อที่ดีที่สุด 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 ทั้งที่ออกนามและมิได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ที่สนับสนุนงบประมาณในการดำเนินโครงการวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องแม่เหล็กและวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ได้อนุเคราะห์สถานที่ อุปกรณ์ และเครื่องมือต่างๆ สำหรับการดำเนินโครงการวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์และบุคลากร คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ที่ได้ให้กำลังใจ ให้ความช่วยเหลือ และให้ความร่วมมือต่างๆ เป็นอย่างดี

คุณความดีหรือประโยชน์อันใดของโครงการวิจัยในครั้งนี้ ผู้วิจัยขอมอบแต่บุพการีผู้มีพระคุณ ครูอาจารย์ที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ตั้งแต่แรกเริ่มจนถึงปัจจุบัน

ผู้วิจัย



## สารบัญ

รายการ	หน้า
บทคัดย่อ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ง
สารบัญ	จ
สารบัญรูป	ฉ
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย	2
1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	
2.1 วิธีการวิจัย	12
2.2 วัสดุและสารเคมี	12
2.3 การสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์	12
2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะ	14
2.5 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	14
2.6 การทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	15
บทที่ 3 ผลและการอภิปรายผล	
3.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ	18
3.2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	21
3.3 ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i>	22
บทที่ 4 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	
4.1 สรุปผลการทดลอง	25
4.2 ข้อเสนอแนะ	25
เอกสารอ้างอิง	26
ภาคผนวก	
ผลงานที่ได้รับการเผยแพร่	30

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	โครงสร้างแบบเวอร์ตไซต์ของซิงค์ออกไซด์	3
1.2	ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	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	สารละลายของ $Zn(CH_3COO_2) \cdot 2H_2O$ ผสมกับ NaOH	13
2.3	การกรองสารละลายของ $Zn(CH_3COO_2) \cdot 2H_2O$ ผสมกับ NaOH	13
2.4	ตู้ฉายแสงยูวี	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	อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์	21
3.5	เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์	22
3.6	อัตราการรอดชีวิตของเชื้อ <i>E.coli</i> หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์	23

## สารบัญรูป (ต่อ)

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



## สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

### สัญลักษณ์คำย่อ

$C_0$   
C  
Eg  
M  
MB  
 $N_0$   
N  
NaOH  
nm  
SEM  
T300  
T500  
T700  
UV-Vis  
XRD  
 $Zn(CH_3COO_2) \cdot 2H_2O$

### ความหมาย

ความเข้มข้นเริ่มต้น  
ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ  
แถบช่องว่างพลังงาน (eV)  
หน่วยความเข้มข้นเป็นโมลาร์  
สารละลายเมทิลีนบลู  
จำนวนเชื้อตั้งต้น  
จำนวนเชื้อ ณ เวลาทดสอบ  
Sodium hydroxide  
นาโนเมตร  
Scanning electron microscopy  
ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส  
ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส  
ผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส  
Ultraviolet-visible spectrophotometer  
X-Ray Diffractometry  
Zinc acetate dehydrate



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide, ZnO) เป็นวัสดุที่ได้รับการศึกษาและการวิจัยเป็นอย่างมากในยุคปัจจุบัน ทั้งที่อยู่ในรูปของฟิล์มบางและผงที่มีความละเอียดหรือผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร เนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีสมบัติที่เป็นลักษณะเฉพาะตัวหลายอย่างนั่นเอง ซิงค์ออกไซด์จัดเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy band gap) ค่อนข้างกว้าง ซึ่งมีค่าอยู่ที่ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ณ อุณหภูมิห้อง (Georgekutty et al., 2008; Kittisittipong et al., 2013; Suwanboon, 2008; Welderfael et al., 2013) ซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal closet packed structure) และมีความโปร่งแสงสูง จึงมีการนำซิงค์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ แผงโซลาร์เซลล์ ก๊าซ เซ็นเซอร์ และอุปกรณ์ทางแสง (Kolekar et al., 2011; Kuriakose et al., 2014) เป็นต้น เนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง และสมบัติด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง หรือ โฟโตแคตะไลติก (Photocatalytic) (Elamin and Elsanousi, 2013; Kaneva et al., 2013; Nirmala et al., 2010; Welderfael et al., 2013) นั่นเอง สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนสามารถดำเนินการได้หลายวิธี เช่น การตกตะกอน (Precipitation) (Bagheri et al., 2013; Hsieh, 2007; Radzimska and Jesionowski, 2014), โซล-เจล (Sol-gel) (Anas et al., 2010; Jianxun et al., 1998; Suwanboon, 2008), เทคนิคสเปรย์ไพโรลิซิส (Spray pyrolysis) (Ghaffarian et al., 2011; Panatarani et al., 2003) เป็นต้น และยังมีวิธีอื่นๆ ที่สามารถสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิงค์ออกไซด์ ซึ่งในวิธีการต่างๆ เหล่านี้ วิธีการโซล-เจล นั้น ถือว่ามีการใช้อย่างกว้างขวางในการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโน เพราะเป็นวิธีการที่ได้อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และค่าใช้จ่ายในการดำเนินการต่ำ (Anas et al., 2010; Suwanboon, 2008)

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

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

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

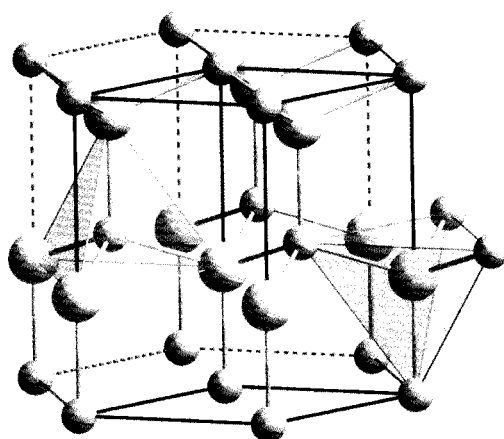
## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนที่ได้ไปตรวจหาลักษณะเฉพาะต่างๆ ด้วยเครื่องมือและเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ XRD, SEM และ TEM เป็นต้น พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

## 1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

### 1.4.1 ข้อมูลเบื้องต้นของซิงค์ออกไซด์

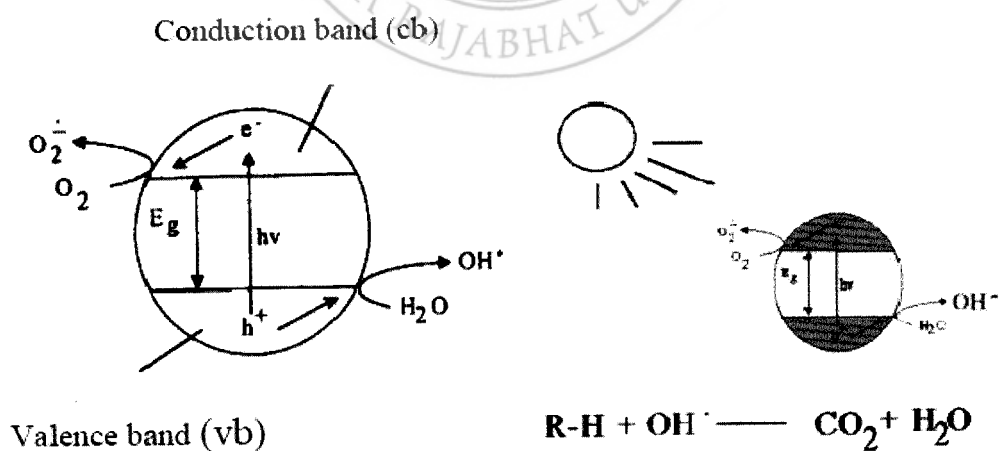
ซิงค์ออกไซด์ เป็นสารประกอบที่สามารถพบเห็นได้ในธรรมชาติ และมีความสำคัญในลักษณะที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำชนิดพี (p-type semiconductors) และ/หรือ ชนิดเอ็น (n-type semiconductors) โดยมีสมบัติทางด้านไฟฟ้าและทางแสงเปลี่ยนแปลงไปอย่างมาก เมื่อเป็นสารบริสุทธิ์หรือเมื่อมีสารเจือปนอยู่ด้วย การเปลี่ยนแปลงไปนั้นจะนำมาเป็นพื้นฐานในการใช้งาน ซึ่งมีข้อดีภายในตัวมันเอง โดยที่ซิงค์ออกไซด์จะมีความกว้างของช่องว่างแถบพลังงานที่กว้าง (Wide bandgap) ประมาณ 3.3-3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งจะมีค่าช่องว่างแถบพลังงาน 3.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ที่อุณหภูมิห้องและมีค่าประมาณ 3.44 อิเล็กตรอนโวลต์ที่ 4 องศาเคลวิน มีโครงสร้างแบบเวอร์ตไซต์ (Wurtzite structure) ดังรูปที่ 11.1 และมีค่าคงที่แลตทิซ คือ  $a = b = 3.24$  อังสตรอม และ  $c = 5.20$  อังสตรอม มีค่ามวลยวดยิ่ง คือ  $0.24m_0$  และ  $0.59m_0$  สำหรับอิเล็กตรอนและโฮล ตามลำดับ ค่าสภาพคล่องในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (Electron mobility) อยู่ระหว่าง  $100-200 \text{ cm}^2/\text{V}$  และค่าสภาพคล่องในการเคลื่อนที่ของโฮล (Hole mobility) มีค่า  $180 \text{ cm}^2/\text{V}$ , มวลโมเลกุล เท่ากับ 81.389 ความถ่วงจำเพาะที่อุณหภูมิห้องคือ  $5.642 \text{ g/cm}^3$  ความแข็งแรงโมดูลัส เท่ากับ 4 จุดหลอมเหลว เท่ากับ 2,250 องศาเคลวิน และมีสภาพการนำความร้อน เท่ากับ  $0.006 \text{ cal/cm/K}$  เป็นต้น (ชัยกานต์, 2548)



รูปที่ 1.1 โครงสร้างแบบเวอริตไซด์ของซิงค์ออกไซด์  
(ที่มา: [http://en.wikipedia.org/wiki/Wurtzite\\_crystal\\_structure#mediaviewer/สี่บั้นวันที่](http://en.wikipedia.org/wiki/Wurtzite_crystal_structure#mediaviewer/สี่บั้นวันที่)  
25 สิงหาคม 2557)

#### 1.4.2 ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติก

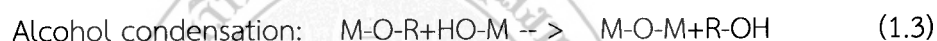
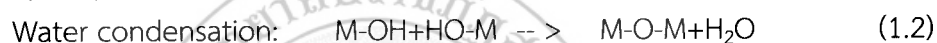
ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติกค้นพบโดย Fujishima เมื่อปี ค.ศ.1967 เป็นปฏิกริยาที่เกิดขึ้นจากการกระตุ้นด้วยแสงยูวี โดยส่วนใหญ่วัสดุที่เป็นโฟโตแคตะไลสต์ จะเป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มของเซมิคอนดักเตอร์ (Semiconductor) โดยหลักการเกิดปรากฏการณ์โฟโตแคตะไลติกมีรายละเอียดดังนี้ เมื่อวัสดุโฟโตแคตะไลสต์ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะดูดซับพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน ทำให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ถูกกระตุ้นและจะกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ ส่งผลให้ในแถบเวเลนซ์เกิดหลุมประจุบวก ( $h^+$ ) ขึ้น เมื่อสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำจะก่อให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ( $OH^\bullet$ ) และซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน ( $O_2^-$ ) (วีระชัย, 2556) ดังรูปที่ 1.2



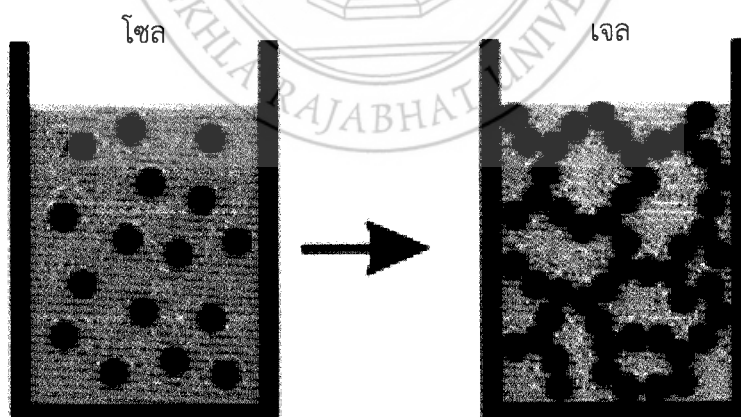
รูปที่ 1.2 ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติก  
(ที่มา: [https://www.teicrete.gr/cmtl/cematep/html/photocatalytic\\_materials.php](https://www.teicrete.gr/cmtl/cematep/html/photocatalytic_materials.php) สืบค้น  
วันที่ 25 สิงหาคม 2557)

### 1.4.3 กระบวนการโซล-เจล

กระบวนการวิธีโซล-เจล เป็นกระบวนการที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกแก้ว และโดยเฉพาะวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน (Micron,  $\mu\text{m}$ ) 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

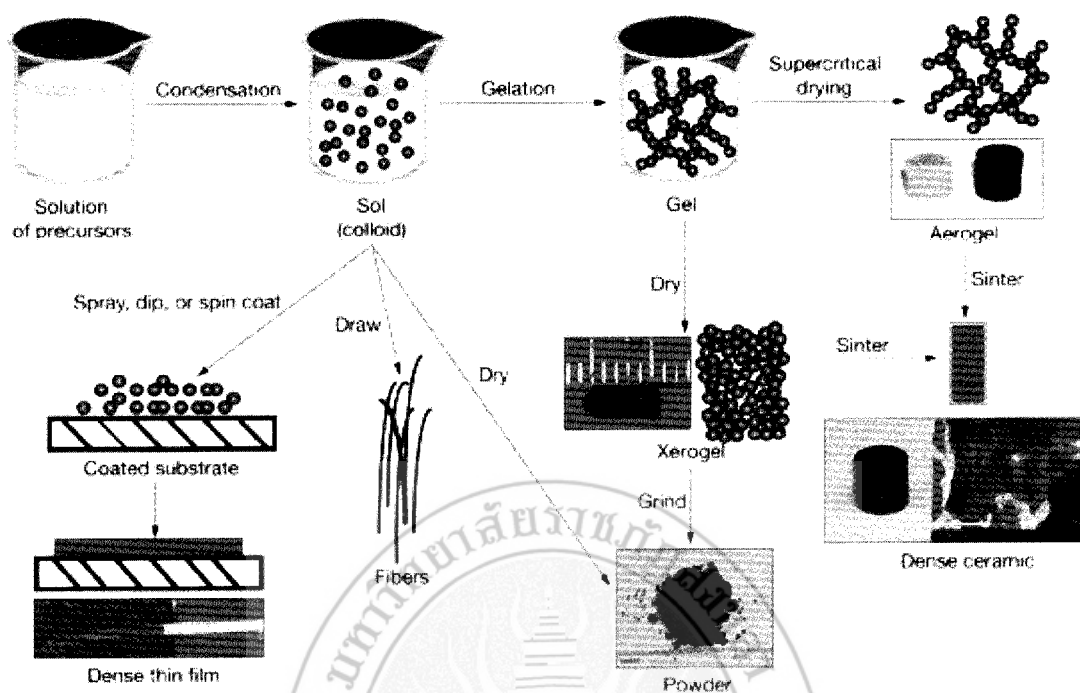


เมื่อ M แทนโลหะได้แก่ ซิลิคอน (Silicon, Si) เซอร์โคเนียม (Zirconium, Zr) ไททาเนียม (Titanium, Ti) อะลูมิเนียม (Aluminium, Al) ตะกั่ว (Tin, Sn) ซีเรียม (Cerium, Ce) และ OR แทนกลุ่มอัลคอกซิล (Alkoxy group) ในกระบวนการผลิตทั้งจากสภาวะที่เป็นโซล-เจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น เส้นใย (Fiber) แอโรเจล (Aerogel) ซีโรเจล (Xerogel) ผง (Powder) และ ฟิล์มเคลือบ (Coating film) เป็นวัสดุดีสำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ต่อไป (เล็ก, 2547; Brinker et al., 1990; Carp et al., 2004) ดังแสดงในรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.3 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

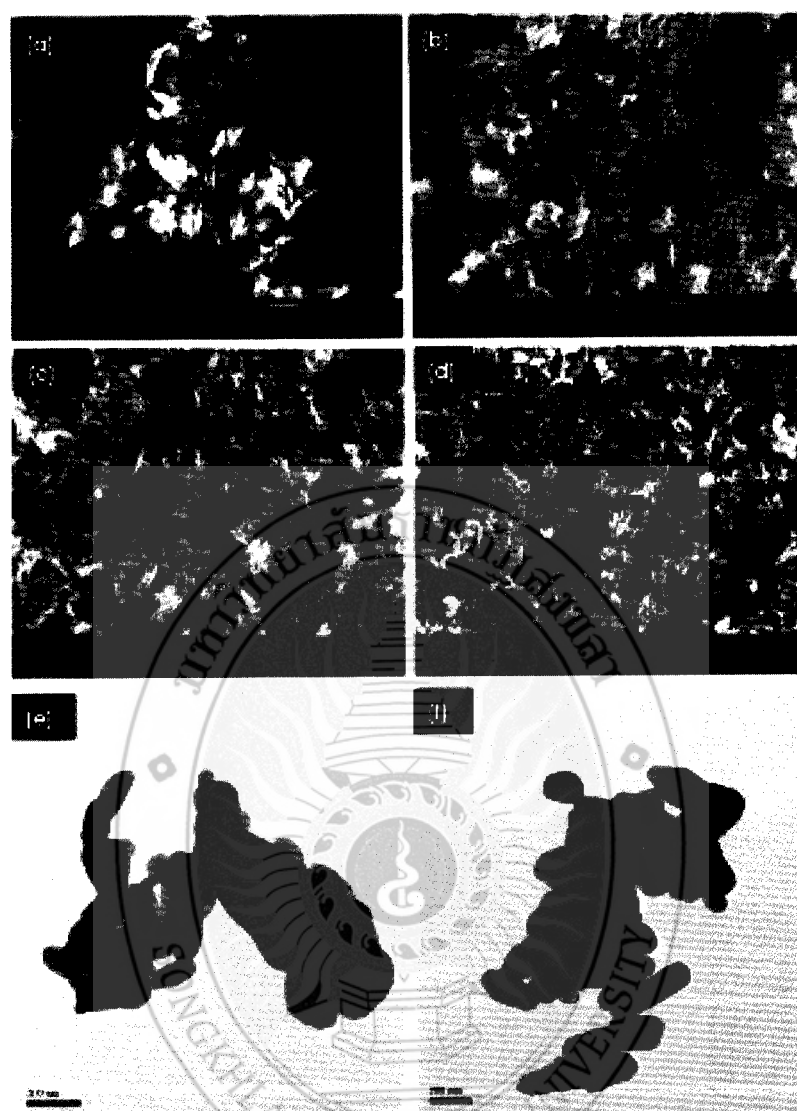
(ที่มา: <http://phys.suwan.ac.kr/jgyoon/lab/solgel.html> สืบค้นวันที่ 25 สิงหาคม 2557)



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

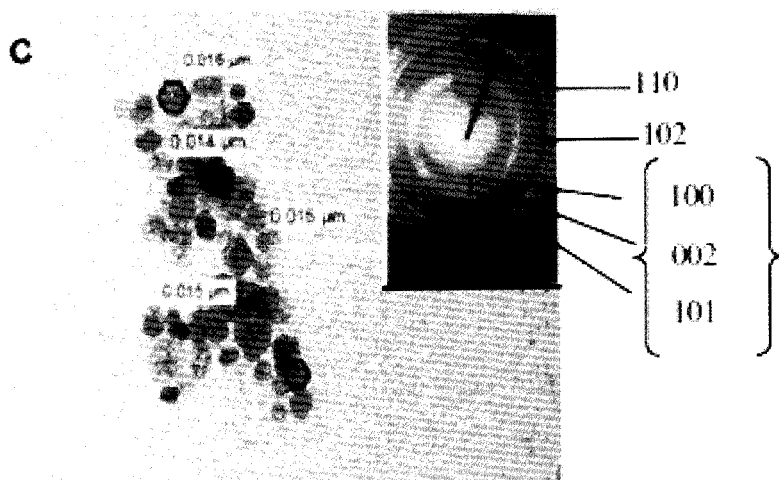
### 1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

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

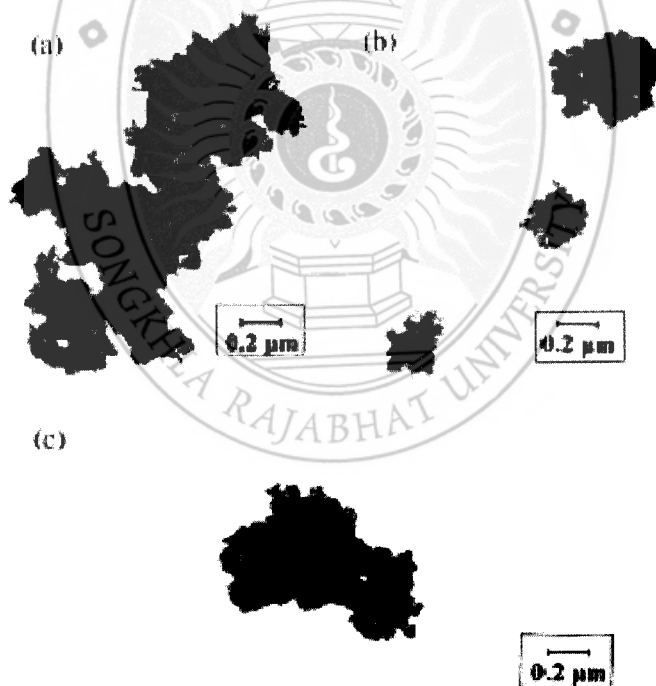


รูปที่ 1.5 ภาพ SEM และ TEM ของผงซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Suwanboon (2008)

Rani และคณะ (2008) ดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีแบบโซล-เจล โดยศึกษาเกี่ยวกับค่า pH ที่มีผลต่อขนาดผลึก และโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ด้วยเทคนิค XRD, TEM และ SEM ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่า ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH 9 มีขนาดประมาณ 14 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่เล็กที่สุดเมื่อใช้ pH ในการทดลองเท่ากับ 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 แสดงให้ทราบว่าขนาดอนุภาคมีค่าประมาณ 35-45 นาโนเมตร ในส่วนของ TEM แสดงขนาดอนุภาคประมาณ 25-50 นาโนเมตร (รูปที่ 1.7) นอกจากนี้ผลการทดลองยังสามารถสรุปได้ว่า ขนาดอนุภาคไม่เปลี่ยนแปลงตามปริมาณที่มีการแปรผันของ zinc 2-ethylhexanoate



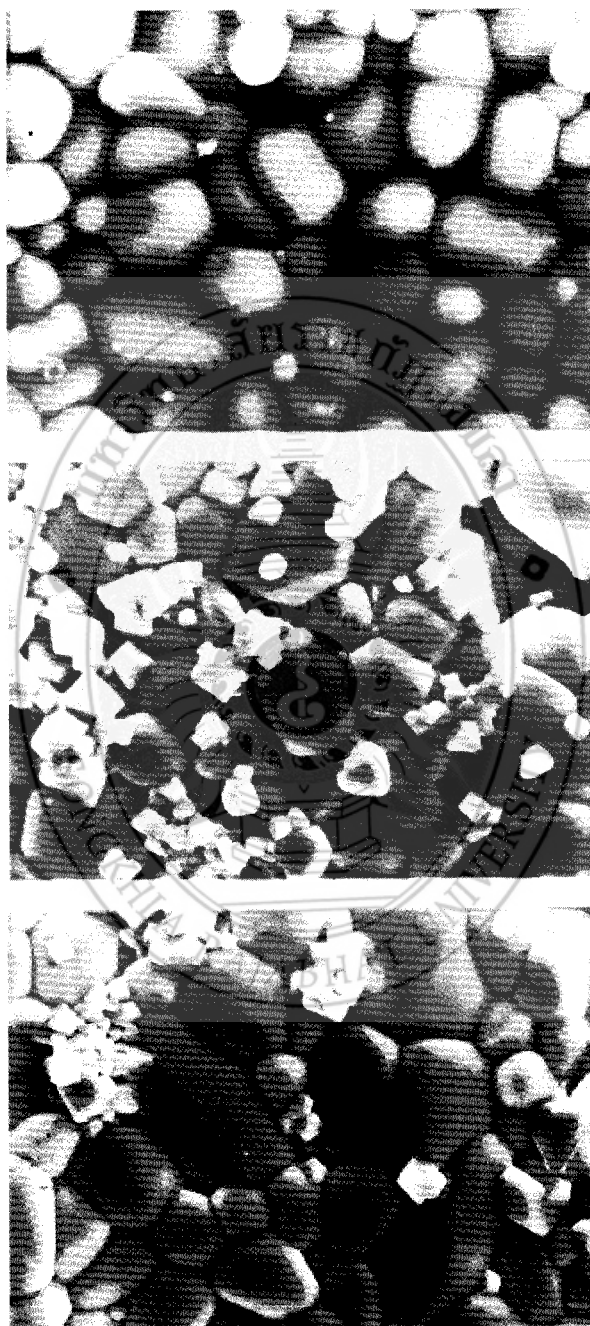
รูปที่ 1.6 ภาพ TEM ของอนุภาคชิ่งค์ออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 9 ตามการทดลองของ Rani และคณะ (2008)



รูปที่ 1.7 ภาพ TEM ของอนุภาคชิ่งค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Ristic และคณะ (2005)

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

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

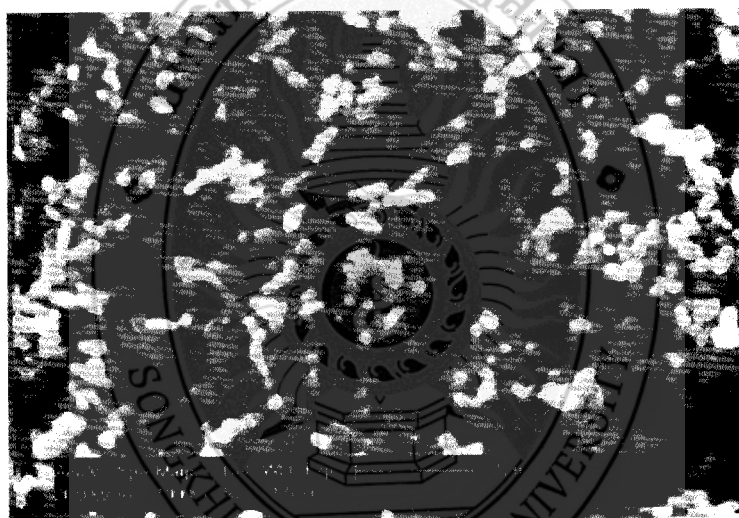


รูปที่ 1.8 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Chu และคณะ (2000)

นอกจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการโซล-เจล ดังข้อมูลที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว ณ ปัจจุบันพบว่า นักวิจัยได้ศึกษาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโต



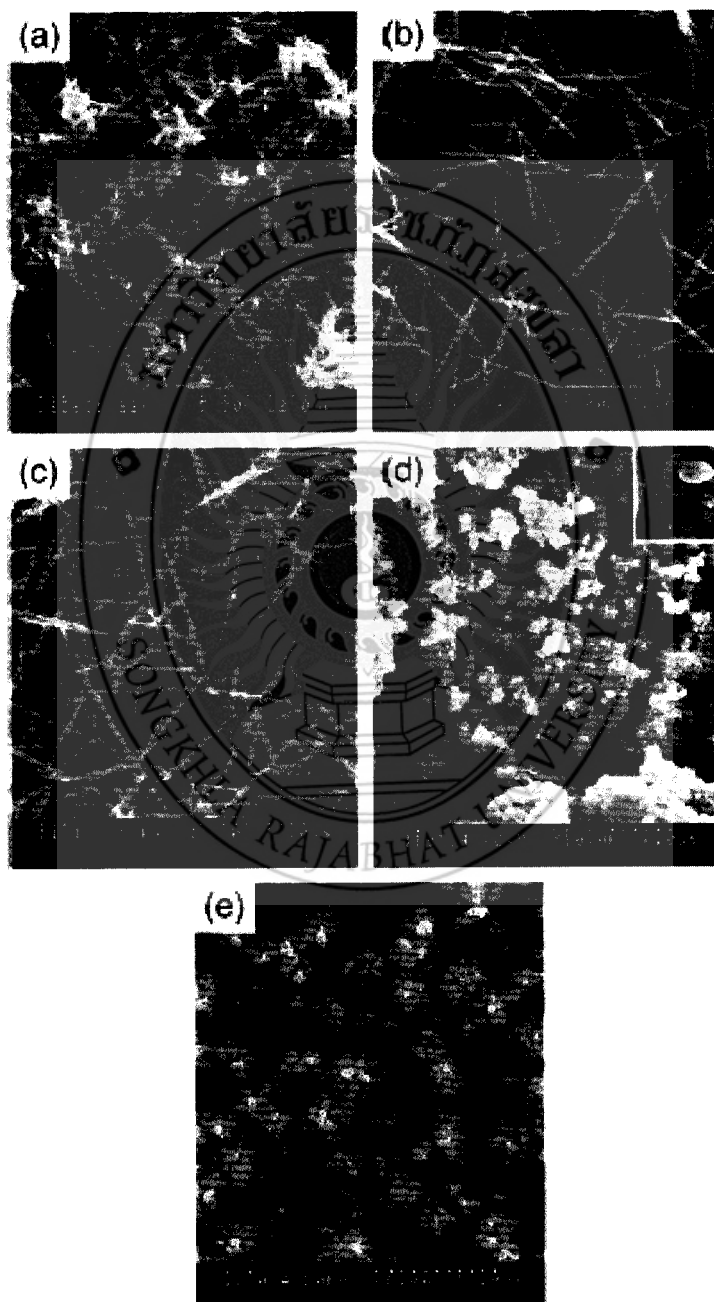
แคตอะไลติกในการย่อยสลายสารต่างๆ อีกด้วย เช่น Benhebal และคณะ (2013) ทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตอะไลติกในการย่อยสลาย phenol และ กรด benzoic ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมจากกระบวนการโซล-เจล โดยกระบวนการเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ จะใช้ zinc acetate เป็นสารตั้งต้น และมีวิธีการหรือขั้นตอนดังนี้ นำ zinc acetate ผสมกับ ethanol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



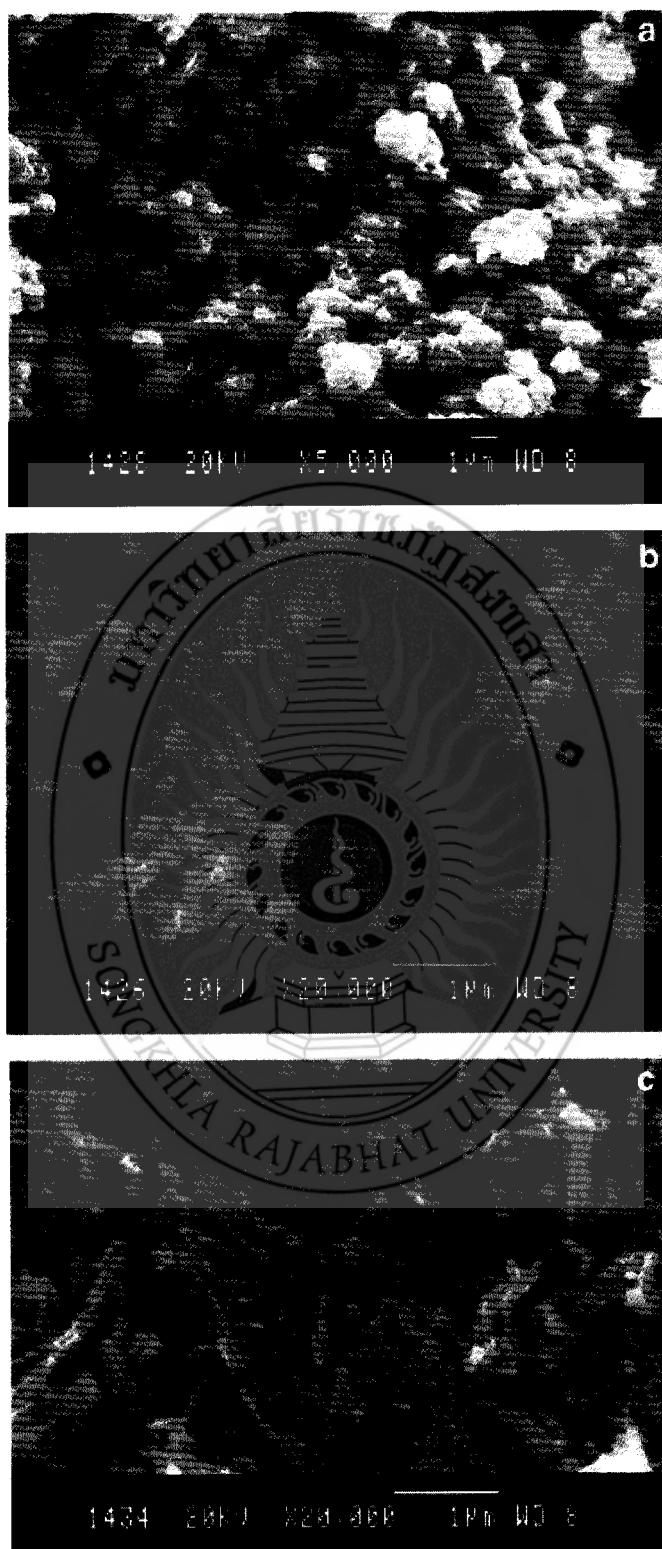
รูปที่ 1.9 ภาพ SEM ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตามการทดลองของ Benhebal และคณะ (2013)

Xie และคณะ (2011) ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตอะไลติกของผงซิงค์ออกไซด์ที่มีรูปร่างที่แตกต่างกัน ซึ่งมาจากวิธีการเตรียมที่แตกต่างกันนั่นเอง ผลการทดลองพบว่า ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตอะไลติกในการย่อยสลายสารละลาย methy orange ขึ้นอยู่กับรูปร่างของอนุภาค/ผงซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้น โดยรูปร่างของผงซิงค์ออกไซด์แสดงดังรูปที่ 1.10 นอกจากงานวิจัยของ Benhebal และคณะ (2013) และงานวิจัยของ Xie และคณะ (2011) แล้ว ยังมีอีกงานวิจัยที่น่าสนใจ คือ งานวิจัยของ Saravanan และคณะ (2013) ซึ่ง Saravanan และคณะ (2013) ได้เปรียบเทียบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตอะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการที่แตกต่างกัน ได้แก่ วิธีการโซล-เจล, วิธีการตกตะกอน และ วิธี thermal decomposition ผลการทดลองพบว่า รูปร่างหรือลักษณะอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีลักษณะแตกต่างกัน (รูปที่ 1.11) เนื่องจากวิธีการเตรียมที่แตกต่าง

กันนั่นเอง ในส่วนของประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู จะขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค รูปร่างอนุภาค และพื้นที่ผิวของอนุภาค ซึ่งผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการโซล-เจล จะแสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด เนื่องจากผงซิงค์ออกไซด์มีขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการอื่นๆ 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

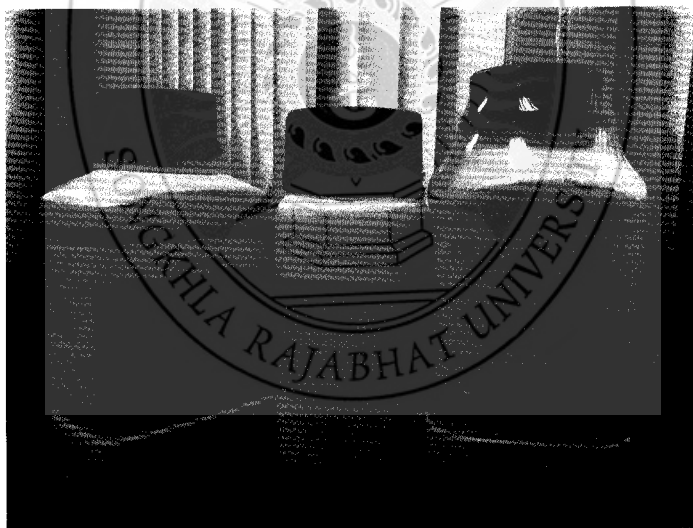
### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 2.1 วิธีการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตรวจสอบลักษณะเฉพาะต่างๆ ด้วยเครื่องมือและเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ XRD, SEM และ TEM พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

#### 2.2 วัสดุและสารเคมี

การดำเนินการงานวิจัยจะใช้สารเคมีเกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ ซึ่งสารเคมีและวัสดุหลักๆ สำหรับการดำเนินงานวิจัยมีดังนี้ Zinc acetate dehydrate ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) และ Sodium hydroxide (NaOH) 97 เปอร์เซ็นต์ (รูปที่ 2.1)



รูปที่ 2.1 สารเคมีสำหรับการดำเนินงานวิจัย

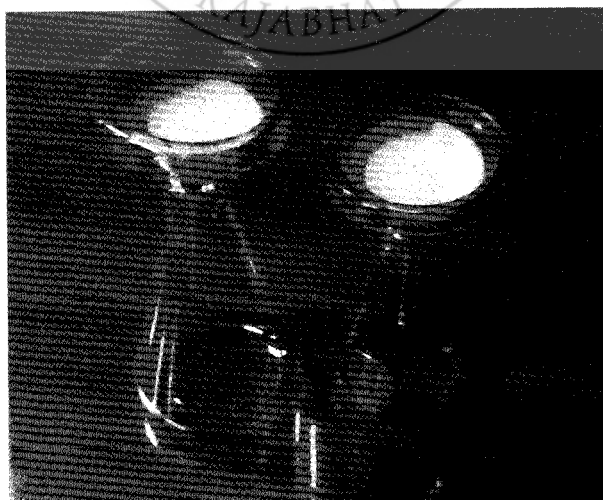
#### 2.3 การสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์

สังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล ดำเนินการโดยดัดแปลงงานวิจัยของ Suwanboon (2008) เริ่มต้นนำ  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ปริมาณ 2.1949 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแท่งแม่เหล็กด้วยความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที จนครบ 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลาย NaOH อย่างช้าๆ (NaOH ปริมาณ 1.6 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร) หลังจากนั้น กวนสารละลายด้วยเครื่องกวน

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



รูปที่ 2.2 สารละลายของ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  ผสมกับ NaOH



รูปที่ 2.3 การกรองสารละลายของ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  ผสมกับ NaOH

## 2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะ

### 2.4.1 X-Ray Diffractometry (XRD)

เทคนิค XRD (รุ่น X'Pert MPD, PHILIPS, Netherlands) ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นของผงซิงค์ออกไซด์ 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),  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 0.15406$  นาโนเมตร),  $\beta$  คือ Line width at half maximum height (เรเดียน) และ  $\theta$  คือ มุมสะท้อน (องศา)

### 2.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

ตรวจดูโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของผงซิงค์ออกไซด์ (รุ่น Quanta 400, FEI, Czech Republic)

### 2.4.3 Transmission Electron Microscope (TEM)

ตรวจดูรูปร่างและขนาดอนุภาคของผงซิงค์ออกไซด์ (รุ่น JEM 2010, JEOL)

### 2.4.4 Ultraviolet Visible spectrophotometer (UV-Vis)

โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และวัดปริมาณความเข้มสีของสารละลายเมทิลีนบลู เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงยูวี (แสงยูวีมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 310-400 นาโนเมตร) โดยเลือกความยาวคลื่นที่ 664 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่สารละลายเมทิลีนบลูสามารถดูดกลืนได้ดี (GENESYS<sup>TM</sup> 10S)

## 2.5 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

เตรียมสารละลายมาตรฐาน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์ผล โดยเตรียมสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้นอยู่ในช่วง  $0.5 \times 10^{-5}$  ถึง  $3 \times 10^{-5}$  โมลาร์ วัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Vis ในช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และเลือกความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ในการวัดค่าการดูดกลืนสีของสารละลายเมทิลีนบลู สำหรับการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูจะใช้ผงซิงค์ออกไซด์ เท่ากับ 0.0375 กรัม ต่อสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้น  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำผงซิงค์ออกไซด์และสารละลายเมทิลีนบลูใส่ในหลอดทดลองวางในที่มืดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อลดการดูดกลืนสีของสารตัวอย่าง หลังจากนั้นนำไปวางในตู้เพื่อรับแสงยูวีขนาด 50 วัตต์ จำนวน 11 หลอด ที่มีความเข้มแสง  $3.89 \text{ mW/cm}^2$  (รูปที่ 2.4) โดยความยาวคลื่นย่านยูวี (310-400 นาโนเมตร) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สุ่มเก็บตัวอย่าง

สารละลายเมทิลีนบลู ทุกๆ 1 ชั่วโมง แล้วนำไปวัดค่าความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่อง UV-Vis แล้วบันทึกผลเพื่อศึกษาอัตราการลดลงของความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูหรืออัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู ( $C/C_0$ ) (Sangchay, 2013) เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ทดลองสภาวะละ 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 (ในการทดลองนี้ ใช้หน่วยเป็นโมลาร์)



รูปที่ 2.4 ตู้ฉายแสงยูวี

## 2.6 การทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

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

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

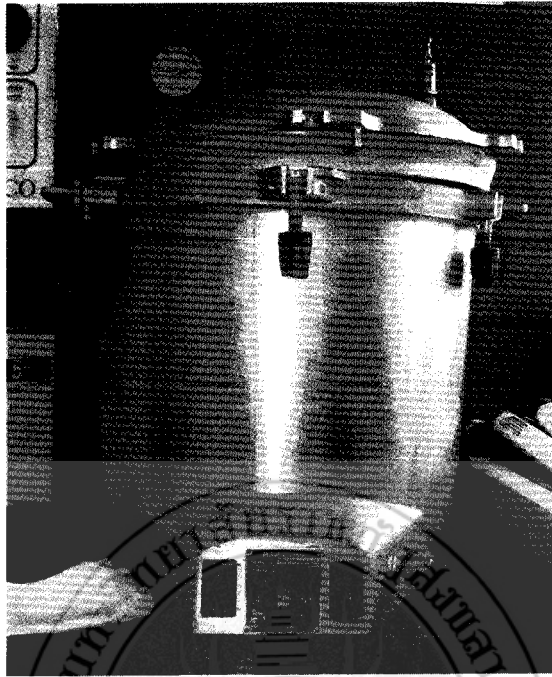
$$E.coli \text{ killing percentage} = 100 \times (N_0 - N) / N_0 \quad (2.3)$$

เมื่อ  $N_0$  คือ จำนวนเชื้อตั้งต้น และ  $N$  คือ จำนวนเชื้อ ณ เวลาทดสอบ (ในการทดลองนี้ ใช้หน่วยเป็นโคโลนี)



รูปที่ 2.5 อุปกรณ์ต่างๆ สำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*





รูปที่ 2.6 เครื่องมือสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*



รูปที่ 2.7 ตู้ปลอดเชื้อสำหรับการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

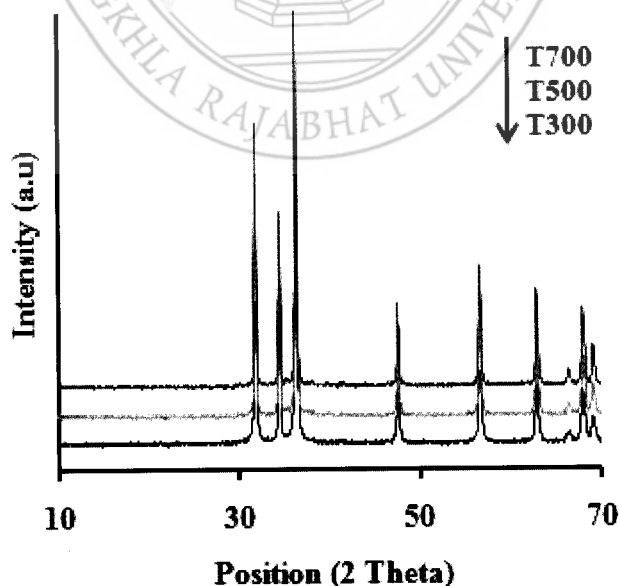
## บทที่ 3

### ผลและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ตรวจสอบลักษณะเฉพาะต่างๆ พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่อศึกษา ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวี

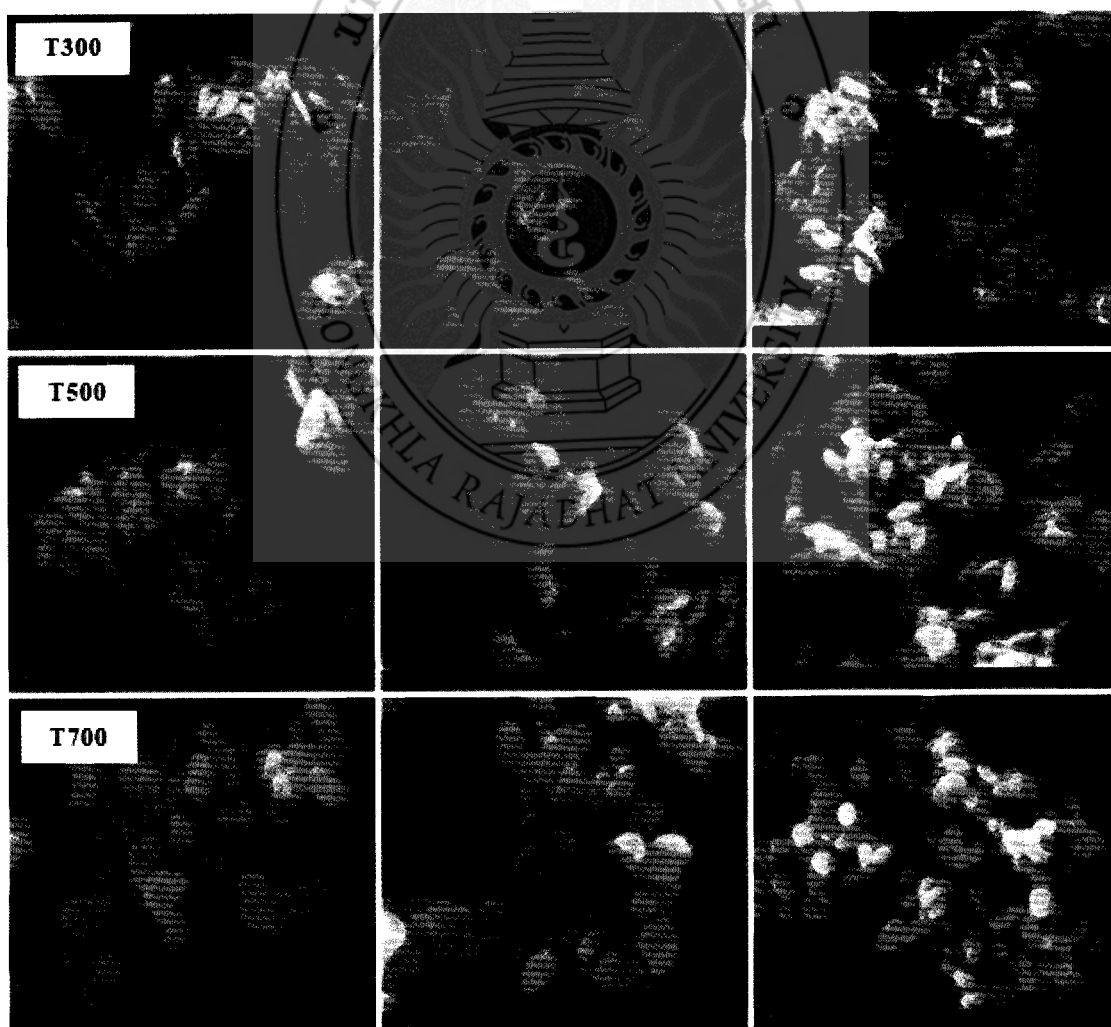
#### 3.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ

ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นของผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 3.1 จากรูปพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ จะเกิดเฟสเพียงเฟสซิงค์ออกไซด์เท่านั้น โดยเกิดที่ระนาบ (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) เมื่อนำข้อมูลจากการ ตรวจสอบด้วย XRD มาคำนวณหาขนาดผลึกของเฟสซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นตามสมการของ Scherer ซึ่งผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 28.3, 22.5 และ 12.5 ตามลำดับ พบว่าขนาดมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา ซึ่งเป็นผลมาจาก อิทธิพลของอุณหภูมิ ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิในการเผาผงซิงค์ออกไซด์มีผลต่อขนาดผลึก โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) มีขนาดผลึกที่เล็กที่สุด

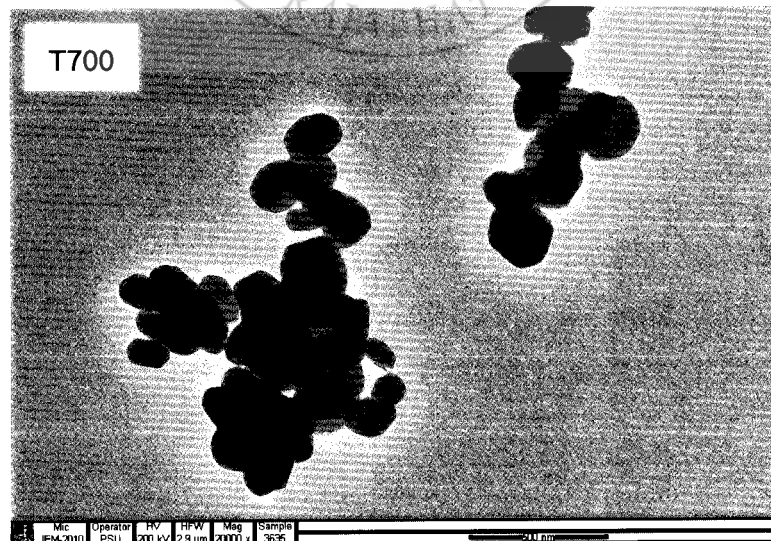
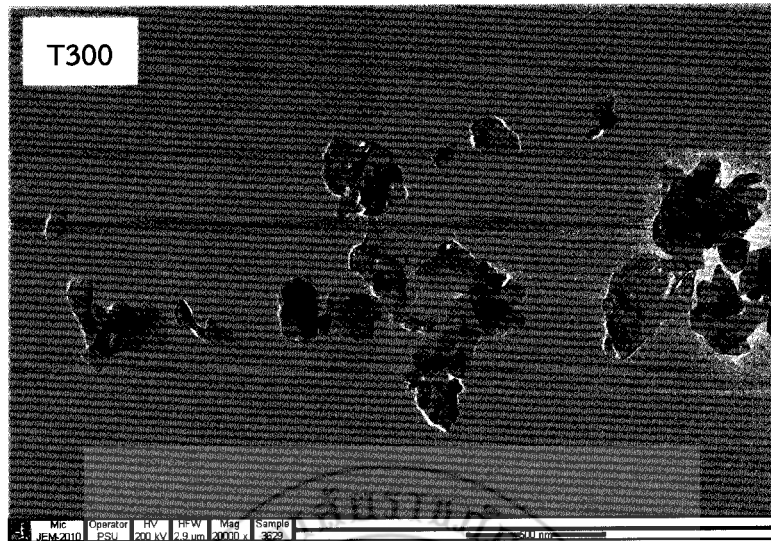


รูปที่ 3.1 ผล XRD ของผงซิงค์ออกไซด์

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 (Hairui et al., 2015) นอกจากนี้ผลจาก SEM แล้ว รูปที่ 3.3 แสดงผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและรูปร่างจากเครื่อง TEM ที่กำลังขยายเท่ากับ 20,000 เท่า โดยผลการตรวจสอบพบว่าสอดคล้องกับผลของ SEM ดังนี้ อุณหภูมิในการเผาที่สูงส่งผลให้รูปร่างอนุภาคมีลักษณะเปลี่ยนจากรูปร่างแผ่นเป็นรูปร่างกลม และขนาดอนุภาคของผงซิงค์ออกไซด์อยู่ในช่วงขนาด 250-500 นาโนเมตร



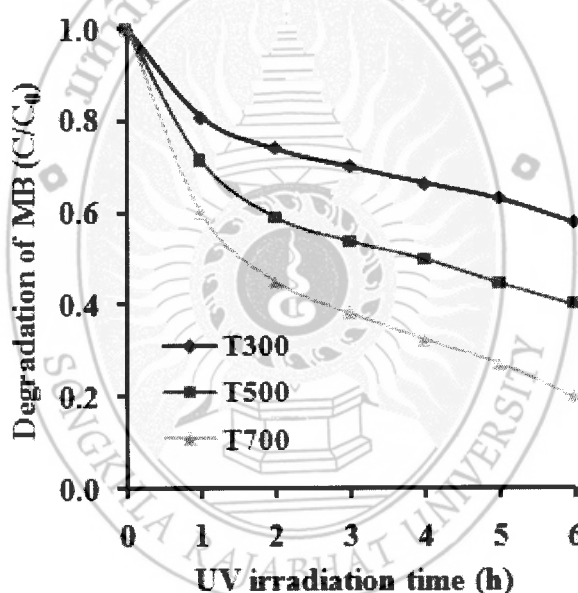
รูปที่ 3.2 ผล SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 30,000 และ 50,000 เท่า



รูปที่ 3.3 ผล TEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

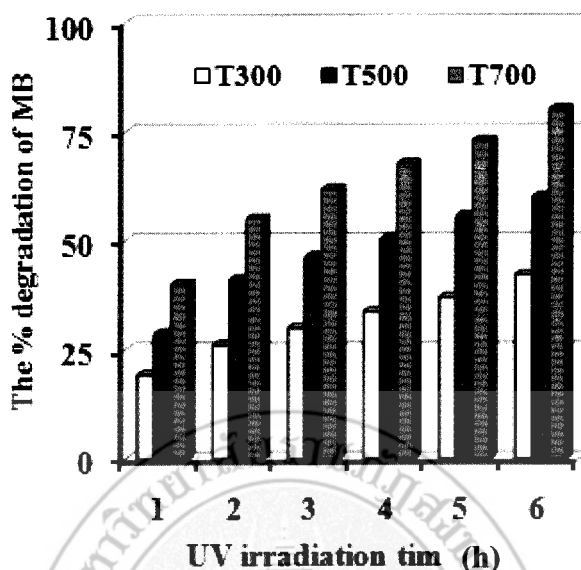
### 3.2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของผงซิงค์ออกไซด์ สำหรับงานวิจัยในครั้งนี้ จะรายงานผลเป็นค่าของอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์ ภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่างๆ โดยผลการศึกษาดังรูปที่ 3.4 พบว่าอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น (Hairui et al., 2015) โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด มีเนืองมาจากอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผา ส่งผลให้ขนาดผลึกของเฟสซิงค์ออกไซด์ขนาดเล็กและมีรูปร่างกลม โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกจะขึ้นอยู่กับขนาดผลึกที่แนวโน้มลดลงและรูปร่างของอนุภาค ซึ่งเมื่อขนาดผลึกลดลงและรูปร่างเป็นทรงกลมทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้มีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดี



รูปที่ 3.4 อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์

นอกจากการศึกษาอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่ออธิบายประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกแล้ว ในการทดลองครั้งนี้ได้คำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูเพิ่มเติมอีก ดังแสดงในรูปที่ 3.5 จากข้อมูลดังกล่าวพบว่า เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของผงซิงค์ออกไซด์ภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 42.10, 60.01 และ 80.06 เปอร์เซ็นต์ สำหรับผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) จะแสดงค่าเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด หรือกล่าวได้อีกนัยหนึ่งว่า แสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดีที่สุดนั่นเอง

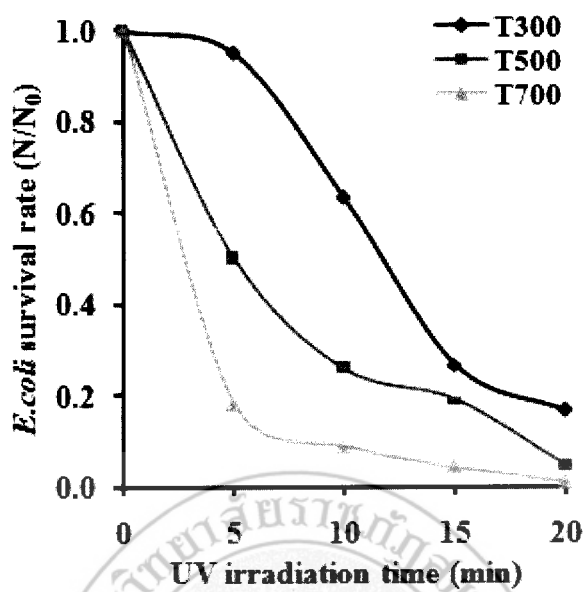


รูปที่ 3.5 เปอร์เซนต์การย่อยสลายสารละลายเมทิลินบลูของผงซิงค์ออกไซด์

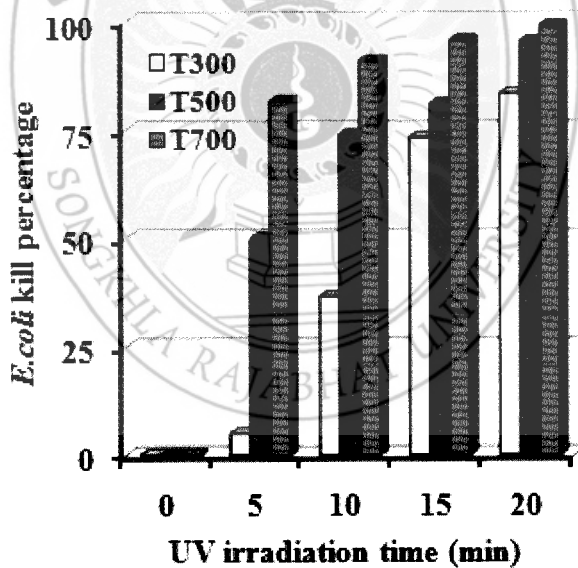
### 3.3 ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อ *E.coli*

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

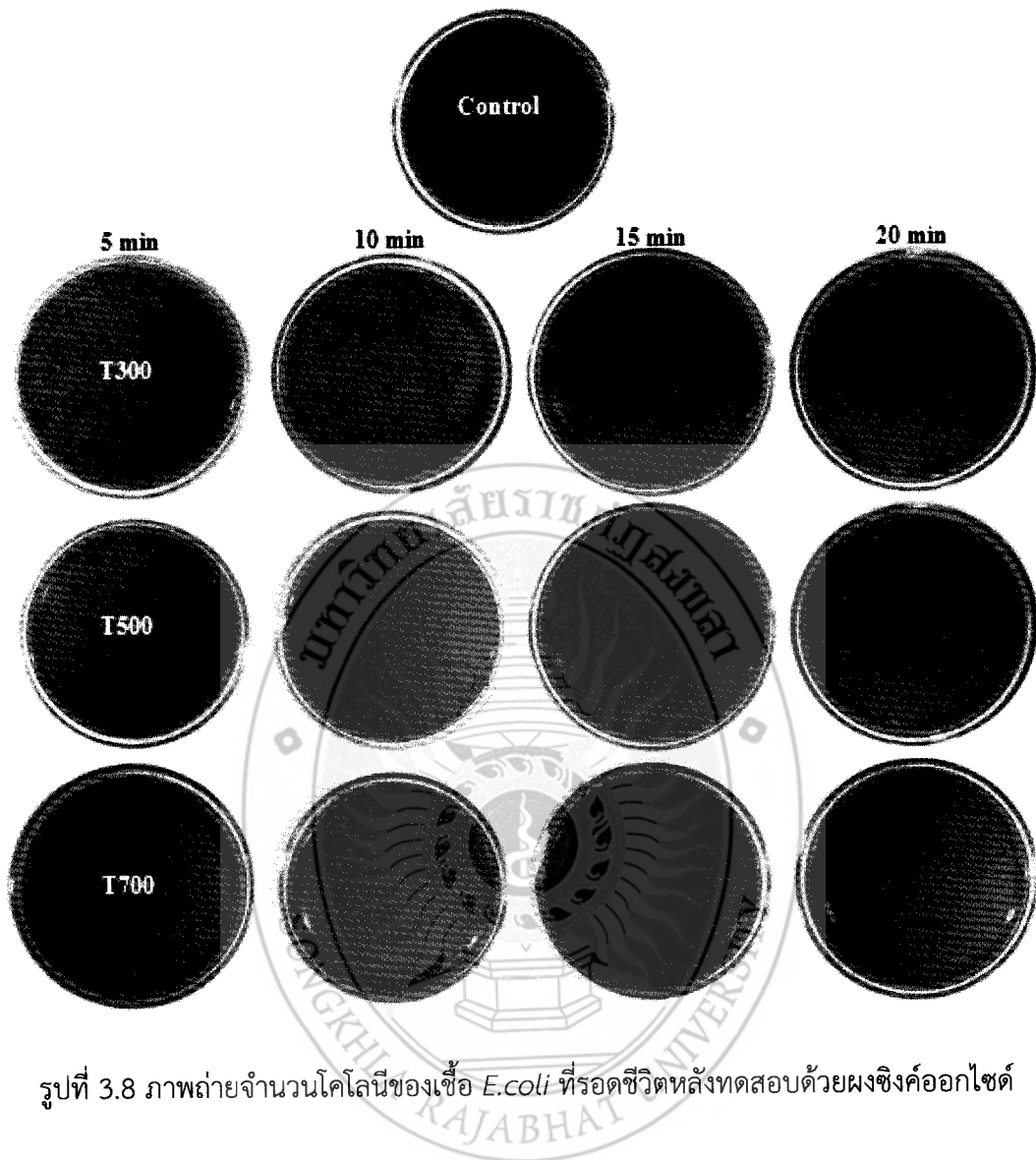
สำหรับรูปที่ 3.7 แสดงเปอร์เซนต์การตายของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ จากรูปพบว่าเมื่อเวลาในการได้รับแสงยูวีเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซนต์การตายของเชื้อ *E.coli* มากขึ้น เนื่องมาจากผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ติดนั่นเอง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผงตัวอย่าง ทำให้การตายของเชื้อ *E.coli* เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน เนื่องมาจากผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดี ส่งผลให้ไปทำลายผนังเซลล์ของเชื้อได้ดีขึ้น (Bhadra et al., 2011) เมื่อผนังเซลล์ของเชื้อถูกทำลายก็จะเสียชีวิตในที่สุด โดยเปอร์เซนต์การตายของเชื้อ *E.coli* หลังทดสอบด้วยผงซิงค์ออกไซด์ภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 20 นาที มีค่าเท่ากับ 83.33, 93.33 และ 99.00 เปอร์เซนต์ สำหรับผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และพบว่าผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (T700) จะแสดงประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ที่ดีที่สุด และภาพถ่ายจำนวนโคโลนี (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







## บทที่ 4

### บทสรุปและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำผงซิงค์ออกไซด์ตรวจหาลักษณะเฉพาะต่างๆ พร้อมทั้งนำไปทดสอบการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู เพื่อศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อ *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. ผลการทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกด้วยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีของผงซิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพิ่มมากขึ้น โดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะแสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกด้วยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 80.06 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้การได้รับแสงยูวี 6 ชั่วโมง

3. ผลการทดสอบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงยูวีของผงซิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มเช่นเดียวกับกรณีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก 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 เลี้ยวหิรัญ (2548). การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบบนแก้วลอย. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- วีระชัย แสงฉาย (2556). การสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำความสะอาดและเปลี่ยนสีด้วยตัวเอง. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- เล็ก สีคง. (2547). วัสดุวิศวกรรมและอุตสาหกรรม, หน่วยโสตทัศนศึกษา 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 TiO<sub>2</sub> 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 nanopowders 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+Zn 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 TiO<sub>2</sub> nanoparticles." *KKU Research Journal*, 18(5), 731-738.
- Sangchay, W. (2014). "Contact angle of TiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub> 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, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and TiO<sub>2</sub>) 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/cj.materials.20150101

## 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]

$$D = 0.9\lambda / \beta \cos\theta \quad (1)$$

where D is the average crystallite size,  $\lambda$  is the wavelength of the Cu K $\alpha$  line (0.15406),  $\theta$  is the Bragg angle and  $\beta$  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 ( $10^7$  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.supub.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 ( $N_0/N_t$ ) [18-19]. Percentage bacterial reduction or *E. coli* kill percentage was calculated according to the following equation, Eq. (2) [18-19].

$$E = 100(N_0 - N_t) / N_0 \quad (2)$$

Where E is the percentage bacterial reduction or *E. coli* kill percentage,  $N_0$  and  $N_t$  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

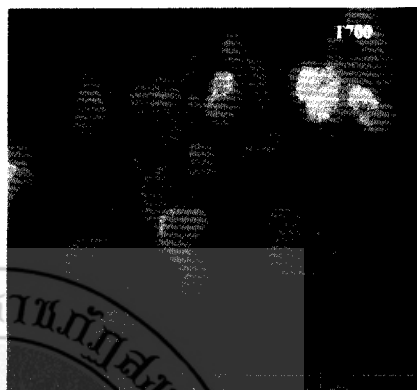
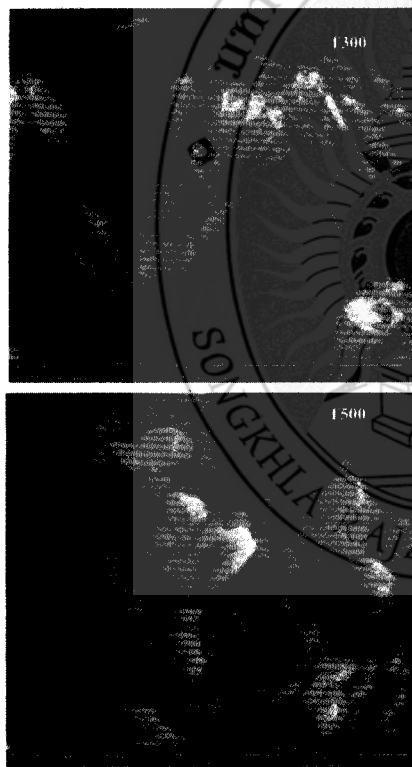


Figure 1. SEM surface morphology images of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C (magnification 5,000X).

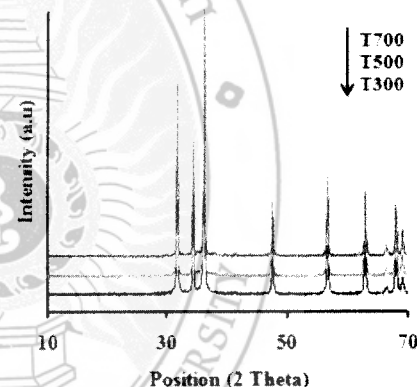


Figure 2. XRD patterns of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C.

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

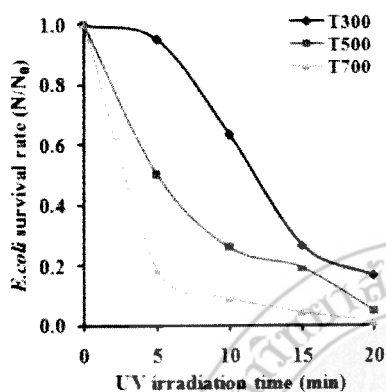


Figure 3. The antibacterial activity of ZnO powders under UV irradiation.

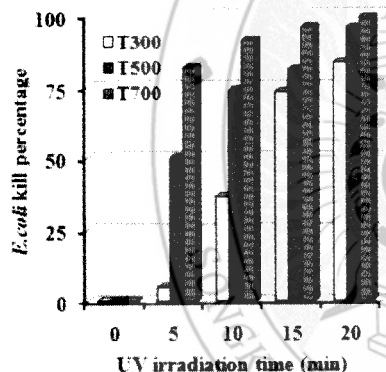


Figure 4. *E. coli* kill percentage of ZnO powders under UV irradiation.

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 follows.

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.

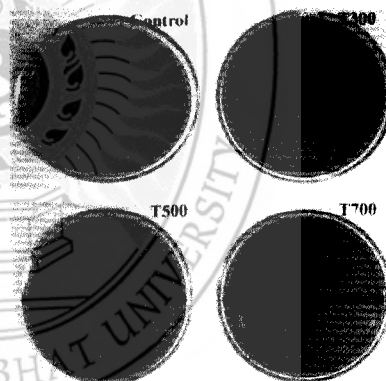


Figure 5. Photo of viable *E. coli* colonies during 20 min UV irradiation of ZnO powders calcined at the temperatures at 300, 500 and 700°C, compared with control condition.

### 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-Lang Liu, Ai-Ting Zhang, Peng Xie, Jian-Jun Lu and Xiao-Feng 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 Djurisić, 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, Yuxin 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 Morimoto, "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-Iiang Kuo, Cheng-Li Wang, Horng-Huey Ko, Wang-Sing Hwang, Kuo-Ming Chang, Wang-Ling Li, Hong-Hsin Huang, Yen-Hwei Chang and Moo-Chin Wang, "Synthesis of zinc oxide nanocrystalline powders for cosmetic applications", *Ceramics International*, vol. 36, pp. 693-698, 2010.
- [6] Trieu Hung Le, Anh Tuan 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, Liang Lu, Qian Liu and Xinfeng Cheng, "Combined sterilizing effects of nano-ZnO and ultraviolet on convenient vegetable dishes", *IWT-Food Science and Technology*, vol. 61, pp. 638-643, 2015.
- [8] Shiv Shankar, Xiuman Teng, Gaobin Li and Jong-Wan Rhim, "Preparation, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/ZnO nanocomposites films", *Food Hydrocolloids*, vol. 45, pp. 264-271, 2015.
- [9] K Ravichandran, R Rathi, M Banerjee, K Karthika, P V Rajkumar, B Sakthivel and R Damodaran, "Effect of Fe-F doping on the antibacterial activity of ZnO powder", *Ceramics International*, vol. 41, pp. 3390-3395, 2015.
- [10] Nasrin Faibian, Seyedeh Marin Aminnezhad and Monir Dousti, "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] Maniula G Nair, M Nirmala, K Rekha and A Anukafani, "Structure, optical, photo catalytic and antibacterial of ZnO and co doped ZnO nanoparticles", *materials letters*, vol. 65, pp. 1797-1800, 2011.
- [12] Sumetha Suwanboon, Sarunya Klubnuan, Nutsakon Jandha, Pongsaton 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] Sumetha Suwanboon, Pongsaton Amornpitoksuk, Phuwadol Bangrak and Channan Random, "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 Weng, Jing-Heng Chen, Shih-Hsin Ma, Kuan-Huang Chen, Tzyy-Leng Horng, Chien-Yic Tsay, Chi-Jung Chang, Cheng-Kwei Lin and Jerry J Wu, "Photocatalyst ZnO-doped Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder prepared by spray pyrolysis", *Powder Technology*, vol. 272, pp. 316-321, 2015.
- [15] Beril K Ozeelik and Celaleddin Ergun, "Synthesis of ZnO nanoparticles by an aerosol process", *Ceramics International*, vol. 40, pp. 7107-7116, 2014.
- [16] Sumetha Suwanboon, "Structural and optical properties of nanocrystalline ZnO powder from sol-gel method", *Science Asia*, vol. 33, pp. 31-34, 2008.
- [17] Libing Duan, Xiaoru Zhao, Zhujun Zheng, Yajuan Wang, Wangchang Geng and Fuli Zhang, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 76, pp. 88-93, 2015.
- [18] Weerachai Sangchay, "Photocatalytic and antibacterial activity of Ag-doped TiO<sub>2</sub> nanoparticles", *KKU Research Journal*, vol. 8, no. 3, pp. 757-758, 2012.
- [19] Weerachai Sangchay, "Fe doped TiO<sub>2</sub> 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, pp. 1503-1603, 2014.