ผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนระหว่างแผ่นผลึกเคโอลิไนต์สำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย

นางสาว อุษณี เอ่งล่อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF REDUCING AGENTS ON SILVER NANOPARTICLE INTERCALATED ON KAOLINITE PLATED FOR ANTIBACTERIAL APPLICATIONS

Miss Utsanee Anglong

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2010
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนระหว่างแผ่นผลึกเคโอลิไนต์สำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย
โดย	นางสาวอุษณี เอ่งล่อง
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

.... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

.... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา)

.... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์)

.... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

.... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ดร. ธรรมรัตน์ ปัญญธรรมาภรณ์)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อุษณี เอ่งล่อง : ผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนระหว่างแผ่นผลึกเคโอลิไนต์สำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย. (EFFECTS OF REDUCING AGENTS ON SILVER NANOPARTICLE INTERCALATED ON KAOLINITE PLATED FOR ANTIBACTERIAL APPLICATIONS) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา, 104 หน้า.

ในการทดลองนี้ได้สังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนด้วยกระบวนการทางเคมี แล้วนำไปแทรกในชั้นดินเกาลินซึ่งเป็นวัตถุดิบหลักในอุตสาหกรรมเซรามิก โดยจะใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อน 3 ชนิดด้วยกัน ได้แก่ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคส และแสง UV เป็นตัวรีดิวซ์ให้ไอออนเงินกลายเป็นอนุภาคเงินแล้วแทรกในชั้นดินเกาลินเพื่อเพิ่มสมบัติการต้านแบคทีเรีย แต่อย่างไรก็ตาม ก่อนที่จะทำการรีดิวซ์อนุภาคเงินจะต้องขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ แล้วจึงนำไปผสมกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 1 wt % Ag/kaolin ผลการศึกษาพบว่า กรดแอสคอร์บิค เข้มข้น 0.4 M เป็นตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสม เนื่องจากร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีปริมาณสูงและอนุภาคเงินที่ได้มีขนาดเล็ก วิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของดินที่ผ่านการแทรกด้วยอนุภาคเงินแล้ว เรียกว่าซิลเวอร์เคลย์ ด้วยเทคนิค XRD วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM และ TEM แสดงให้เห็นว่ามีอนุภาคเงินแทรกอยู่ในชั้นดินเกาลิน เป็นสัดส่วนที่สัมพันธ์กับอัตราส่วนของ wt % Ag/kaolin ตอนเริ่มต้น สุดท้ายศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียชนิด E.coli ของซิลเวอร์เคลย์ที่เตรียมได้ ณ อุณหภูมิห้อง และซิลเวอร์เคลย์ที่นำมาผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ด้วยเทคนิค spread plate เพื่อหาปริมาณต่ำสุดของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่แสดงผลต้านแบคทีเรีย พบว่า 0.3 wt % Ag/kaolin แสดงผลการต้านแบคทีเรียทั้งที่อุณหภูมิห้องและ 1200 °C นอกจากนี้ ยังพบว่าผลการต้านแบคทีเรียที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค disc diffusion แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่า ค่าการต้านแบคทีเรียที่วิเคราะห์ได้จากการวัดเส้นผ่าศูนย์การของ inhibition โซน มีขนาด 17 และ 15 mm ที่อุณหภูมิห้องและ 1200 °C ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์	ลายมือชื่อนิสิต อุษณี เอ่งล่อง
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
ปีการศึกษา 2553	

5172561023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : REDUCING AGENT / SILVER / NAPARTICLE / KAOLINITE / ANTIBACTERIAL

UTSANEE ANGLONG : EFFECTS OF REDUCING AGENTS ON SILVER NANOPARTICLE INTERCALATED ON KAOLINITE PLATED FOR ANTIBACTERIAL APPLICATIONS. THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR DUJREUTAI PONGKAO KASHIMA, D.Eng., 104 pp.

Silver nanoparticles were synthesized by chemical reduction, then intercalated into a layer of kaolinite, one of an important raw material in ceramic industries was performed. Three kinds of weak reducing agents : Ascorbic acid, D-glucose and UV irradiation, were used to reduce the absorbed silver ion (Ag^{+}) to metallic silver nanoparticles (Ag^{0}) for antimicrobial purpose. Prior to this step, the lamellae of kaolin was enlarged by intercalation of dimethyl sulfoxide (DMSO), then it was suspended in aqueous $AgNO_3$ solution with various ratios of Ag to kaolin at 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 and 1 wt %. The results indicated that 0.4 M ascorbic acid was the optimum reducing agent because it could produce the highest percent yield and the smallest particle size of Ag particles. Phase analysis of the as-prepared modified kaolin which is so called as "silver clay" characterized by XRD, microstructure observed by SEM and TEM showed that there were silver particles in the silver clay which was correlated to the initial ratio of Ag to kaolin. Finally, antibacterial activities against E.coli of the as-prepared silver clay and the as-calcined silver clay at 1200 °C were tested by spread plate technique to find the minimum inhibitory concentration (MIC) of silver nanoparticle. The result showed that 0.3 wt % Ag/kaolin was the MIC for both of the as-prepared and the as-calcined samples. Moreover, the result of antibacterial activity performed by disc diffusion method also clearly observed that the mean diameters of inhibition zone were 17 and 15 mm for the as-prepared and the as-calcined Ag clay, respectively.

Department : Materials Science — Student's Signature: Utsanee Anglong

Field of Study : Ceramic Technology — Advisor's Signature: Dujreutai Pongkao Kashima

Academic Year : 2010

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ดังนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ สำหรับคำแนะนำ แนวทางการดำเนินงานวิจัย และคำปรึกษา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณาจารย์ และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทุกท่านที่ให้ความรู้ ตลอดจนอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆด้วยดีมาโดยตลอด

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และคำแนะนำวิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบคุณ ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง (Center for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials) ที่ให้การสนับสนุนด้านทุนการศึกษาและทุนวิจัยตลอดระยะเวลาการศึกษา

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พี่ๆ เพื่อนๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ สาขาเทคโนโลยีเซรามิกทุกคน ที่คอยให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจมาโดยตลอด

สุดท้าย กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัว ที่อบรมสั่งสอนและให้กำลังใจมาโดยตลอด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย...ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ...จ

กิตติกรรมประกาศ...ฉ

สารบัญ ...ช

สารบัญตาราง...ญ

สารบัญภาพ ...ฏ

บทที่ 1 บทนำ...1

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา...1

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย...2

1.3 ขอบเขตของการวิจัย ...2

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ...2

บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง...3

2.1.1 Nacrite ($Al_2Si_2O_5$ $(OH)_4$) ...3

2.1.2 Dickite ...3

2.1.3 Halloysite ...3

2.1.4 Kaolinite ...4

2.2 การแทรกของสารอินทรีย์ในดินเกาลิน ...5

2.3 สมบัติการต้านแบคทีเรีย (antibacterial) ...7

2.4 การสังเคราะห์อนุภาคเงินด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical method)...11

2.4.1 ตัวรีดิวซ์...13

2.5 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง...19

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย...26

3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง...26

3.2 แผนผังแสดงการเตรียมตัวอย่าง Ag Clay ในภาวะต่างๆ และการเลือกตัวรีดิวที่...27

3.2.1 ศึกษาผลของการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วยสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)...27

3.2.2 การเลือกตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองในขั้นต่อไปเพื่อทดแทนโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ...29

3.2.3 การเตรียมตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลิน........... 32
3.2.4 ศึกษาผลของการเผาตัวอย่าง Ag Clay ต่อประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรีย 34
3.3 การวิเคราะห์สมบัติของสารตัวอย่าง 35
3.3.1 วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโน.. 35
3.3.2 วิเคราะห์ผลของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินต่อการต้านแบคทีเรีย..... 37
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล.. 42
4.1 ศึกษาผลของการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน 42
4.1.1 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเกาลิน 42
4.1.2 ศึกษาผลการทดลองจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน.. 47
4.1.3 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินในดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน.. 49
4.2 ศึกษาการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินในโครงสร้างของชั้นดินเกาลินเพื่อทดแทนโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 54
4.2.1 ศึกษาองค์ประกอบของอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยตัวรีดิวซ์ชนิดต่างๆ . 55
4.2.2 ศึกษาร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากผลการทดลอง (% yield) 57
4.2.3 การศึกษาลักษณะของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคส 59
4.3 ผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างของดินเกาลิน..... 61
4.3.1 ศึกษาตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินและมีการเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน... 61
4.3.2 ศึกษาตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินที่ไม่มีการเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 69
4.4 สรุปปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย 82
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ 84
5.1 สรุปผลการวิจัย.. 84
5.2 ข้อเสนอแนะ 85
รายการอ้างอิง 86
ภาคผนวก 90

ภาคผนวก ก 91
ภาคผนวก ข 95
ภาคผนวก ค 97
ภาคผนวก ง 101
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ 104

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 แสดงการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนด้วยวิธีการต่างๆ 12
ตารางที่ 2.2 สารตั้งต้น ตัวรีดิวซ์ และสารเพิ่มความเสถียรที่นิยมใช้ในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโน 13
ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 27
ตารางที่ 3.2 ตัวแปรการใช้เครื่อง x-rayDiffraction…………………………………………………36
ตารางที่ 4.1 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิห้อง 51
ตารางที่ 4.2 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}$C...... 52
ตารางที่ 4.3 แสดงร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคสที่มีความเข้มข้น 0.1 M, 0.2 M และ 0.4 M ตามลำดับ 58
ตารางที่ 4.4 แสดงร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตที่ระยะเวลาต่างๆ 58
ตารางที่ 4.5 แสดงขนาดอนุภาคของเงินจาก SEM ที่เตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml 60
ตารางที่ 4.6 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 Mและเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิ 25 $^{\circ}$C.. 67
ตารางที่ 4.7 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิ25 $^{\circ}$C 68
ตารางที่ 4.8 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิ 25 $^{\circ}$C.. 73

ตารางที่ 4.9 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิ 1200 °C........ 73
ตารางที่ 4.10 แสดงสาเหตุในการเลือกใช้ปัจจัยที่เกี่ยวข้องในงานวิจัยนี้........ 82

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างของดินเกาลิน 5
รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของสารประกอบกลุ่ม donor และ acceptor 6
รูปที่ 2.3 โครงสร้างเรโซแนนซ์ของสารประกอบ DMSO 6
รูปที่ 2.4 การแทรกตัวของ DMSO เข้าไปในชั้นระหว่างชั้นของของแร่ดินเกาลินไนท์ 7
รูปที่ 2.5 แสดงการจับตัวกันของไอออนของเงินอกับหมู่ไธออล 9
รูปที่ 2.6 แสดงกลไกการยับยั้งแบคทีเรียและการฆ่าเชื้อของ Nano-Silver 10
รูปที่ 2.7 ภาพถ่าย TEM แสดงลักษณะภายในของ a) เชื้อ E.coli ในภาวะปกติ b) เชื้อ E.coli ในภาวะที่สัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโนและเกิดการสะสมตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคกลมสีดำที่ลูกศรชี้) บริเวณผนังเซลล์ของเชื้อ E.coli 10
รูปที่ 2.8 ภาพถ่าย TEM ของ a) เชื้อ E.coli (รูปร่างเป็นแท่ง) ที่มีอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคสีดำ) แทรกผ่านเข้าไปภายในผนังเซลล์ b) ภาพขยายแสดงการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปภายในผนังเซลล์ของเชื้อ E.coli 11
รูปที่ 2.9 การเกาะระหว่างไอออนของซิเทรตกับพื้นผิวของอนุภาคเงิน 15
รูปที่ 2.10 โครงสร้างของหมู่คาร์บอนิล 16
รูปที่ 2.11 โครงสร้างเรโซแนนซ์ของหมู่คาร์บอนิล 16
รูปที่ 2.12 โครงสร้างของน้ำตาลดี-กลูโคส a) การจัดเรียงแบบวงแหวน b) การจัดเรียงแบบสายโซ่ 17
รูปที่ 2.13 โครงสร้างของตัวรีดิวซ์ชนิดกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคส 19
รูปที่ 2.14 รูป SEM ของอนุภาคเงินระดับนาโนตามเงื่อนไขดังนี้ a) Daxad 19 และ $AgNO_3$ 0.18 mol dm^{-3} b) Daxad 19 และ $AgNO_3$ 0.3 mol dm^{-3} 21
รูปที่ 2.15 การเปรียบเทียบการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิคเคลียร์โซนระหว่างสารมาตรฐานที่ต้านแบคทีเรีย (SAM, Ampicilin/Sulbactam) กับ (a) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ (B-N) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 550 ^{o}C (B-550T)และที่เติมอนุภาคเงิน (B-550T/Ag) และ (b) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการบดละเอียด 100 s (B-300s)และที่เติมอนุภาคเงิน (B-300s/Ag) 23
รูปที่ 2.16 แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียของแบคทีเรียเซลลูโลสที่อัตราส่วนระหว่าง $NaBH_4$: $AgNO_3$ 100:1 ต่อการต้านแบคทีเรีย a) E.coli และ b) S.aureus 24
รูปที่ 2.17 แสดงการต้านแบคทีเรีย S.aureus ของ (a) Si(C)N (b) *nc*-Ag/Si(C)N ที่เตรียมได้ ... 25

รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการศึกษาผลของการไม่ขยายขนาดชั้นดินเกาลินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ต่อการแทรกด้วยอนุภาคเงิน 28
รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างในการเลือกตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองในขั้นต่อไป 30
รูปที่ 3.3 สูตรโครงสร้างของกรดแอสคอร์บิค 31
รูปที่ 3.4 โครงสร้างของน้ำตาลดี-กลูโคส 31
รูปที่ 3.5 การเกิดปฏิกิริยาของ แสงอัลตราไวโอเลต 32
รูปที่ 3.6 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินในภาวะที่มีการเติมและไม่เติม PVP โดยใช้กรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์ 33
รูปที่ 3.7 แสดงอุณหภูมิการเผาผงตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง 1200 $^{\circ}$C 35
รูปที่ 3.8 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 36
รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการวิเคราะห์การต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค spread plate 38
รูปที่ 3.10 แสดงขั้นตอนการเจือจางแบบ 10 serial dilutions 39
รูปที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบทางเฟสของดินเกาลินจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ 43
รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง 44
รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ หลังผ่านการเผา อุณหภูมิที่ 1200 $^{\circ}$C 44
รูปที่ 4.4 แสดงภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDS ของดินเกาลินที่ยังไม่ขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินที่เติมด้วยอนุภาคเงินในอัตราส่วน a) 0.1, b) 0.3, c) 0.5 และ d) 1% ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก 46
รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้อง ณ อัตราส่วนต่างๆ คือ a) 0.1% Ag, b) 0.3% Ag, c) 0.5% และ d) 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก 48
รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิ1200 $^{\circ}$C ณ อัตราส่วนต่างๆ คือ a) 0.5% และ b) 1% Ag ต่อดินเกาลิน...... 49
รูปที่ 4.7 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิห้อง 51

รูปที่ 4.8 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C 52
รูปที่ 4.9 แสดงโครงสร้างดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน 54
รูปที่ 4.10 แสดงโครงสร้างการแทรกตัวของ DMSOในชั้นดิน 54
รูปที่ 4.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคเงินที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 56
รูปที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml และรีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคส 57
รูปที่ 4.13 แสดงรูปถ่ายจาก SEM ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml และรีดิวซ์ด้วย a) กรดแอสคอร์บิค และ b) น้ำตาลดี-กลูโคส ที่ความเข้มข้นต่างๆ 59
รูปที่ 4.14 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่านของอนุภาคเงินที่แทรกในดินเกาลินที่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M ที่ใช้กำลังขยายสูง 61
รูปที่ 4.15 โครงสร้างของพอลิไวนิลไพโรลิโดน (polyvinylpyrrolidone, PVP) 62
รูปที่ 4.16 แสดงสมการการเกาะของอนุภาคเงินกับพอลิไวนิลไพโรลิโดน 62
รูปที่ 4.17 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V 64
รูปที่ 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V 64
รูปที่ 4.19 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง 69
รูปที่ 4.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง 71

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.21 แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion methodที่ 2 อุณหภูมิดังนี้ ที่อุณหภูมิห้อง a) ดินเกาลิน ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น b) 0.3 % Ag และ c) 0.5 % Ag และที่อุณหภูมิสูง 1200 °C d) ดินเกาลิน ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น e) 0.3 % Ag และ f) 0.5 % Ag........ 76

รูปที่ 4.22 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้อง ณ ความเข้มข้นที่ a) 0.3 c) 0.5 และ e) 0.7 wt % Ag/kaolin ตามลำดับและที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ที่ความเข้มข้น b) 0.3 d) 0.5 และ f) 0.7 wt % Ag/kaolin ตามลำดับ........ 78

รูปที่ 4.23 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDX ที่ได้จากกกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนความเข้มข้น 0.3 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิห้อง 80

รูปที่ 4.24 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDX ที่ได้จากกกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนความเข้มข้น 0.3 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิ 1200 °C........ 81

รูปที่ 5.1 สูตรโครงสร้างของกรดแอสคอร์บิค........ 85

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การสังเคราะห์อนุภาคโลหะระดับนาโนนั้นได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากสามารถแสดงสมบัติทางแสง สมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ สมบัติทางแม่เหล็ก และสมบัติทางเคมีที่ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ อนุภาคโลหะระดับนาโนได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการพัฒนาเทคโนโลยีต่างๆโดยเฉพาะอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นได้รับความสนใจเป็นอย่างมากโดยสามารถนำมาใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ (catalysts) อุปกรณ์ที่มีความไวสูง ใช้เป็นตัวตรวจจับและนอกจากนี้ยังมีสมบัติในการต้านแบคทีเรีย เนื่องจากเมื่ออนุภาคเงินระดับนาโนสัมผัสกับผนังเซลล์จะสามารถแพร่ผ่านเข้าไปในเซลล์ของแบคทีเรียหรือเชื้อราได้ จึงส่งผลต่อระบบเมตะบอลิซึมทำให้เกิดการยับยั้งการเจริญเติบโตของเซลล์ ทำลายระบบหายใจ ระบบขนย้ายอิเล็กตรอนในกระบวนการเมตะบอลิซึม และระบบขนย้ายซับสเตรทในเยื่อหุ้มเซลล์ส่งผลให้เกิดการยับยั้งการเพิ่มจำนวนของแบคทีเรียซึ่งเป็นสาเหตุของการติดเชื้อ

ดินเกาลินเป็นแร่ดินขาวซึ่งเป็นโครงสร้างของอลูมิโนซิลิเกตประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระฮีดรอลและอลูมินาออกตระฮีดรอล แต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้ อนุภาคเงินระดับนาโนจะถูกแทรกเข้าไปในชั้นดินได้หลังจากขยายโครงสร้างของชั้นดินด้วยสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ แล้วทำการรีดิวซ์ไอออนของเงินด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ เพื่อต้องการให้อนุภาคเงินมีความเสถียรทางเคมี เนื่องจากโซเดียมบอโรไฮไดรด์มีสภาพเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงจึงทำให้สามารถรีดิวซ์ไอออนของเงินได้ดี แต่อย่างไรก็ตามโซเดียมบอโรไฮไดรด์นั้น ก็มีความเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและยังเป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิต นอกจากโซเดียมบอโรไฮไดรด์แล้วยังมีตัวรีดิวซ์อื่นๆ ที่นิยมนำมาใช้รีดิวซ์ไอออนของเงิน เช่น น้ำตาลดี-กลูโคส กรดแอสคอร์บิค เนื่องจากตัวรีดิวซ์เหล่านี้มีองค์ประกอบของไฮดรอกซิลและหมู่คาร์บอนิล ตามลำดับ ซึ่งหมู่องค์ประกอบเหล่านี้เป็นแหล่งของอิเล็กตรอนจึงสามารถรีดิวซ์ไอออนของเงินให้เป็นอนุภาคเงินได้

เกาลินที่ผ่านการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโน ลงในโครงสร้างแล้วหรือเรียกว่า ซิลเวอร์เคลย์ สามารถแสดงสมบัติต้านแบคทีเรียได้ซึ่งต่างจากเกาลินโดยทั่วไปที่พบตามธรรมชาติที่ไม่แสดงสมบัติต้านแบคทีเรีย ซิลเวอร์เคลย์ที่เตรียมได้ สามารถใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการผลิตผลิตภัณฑ์เซรามิกเช่น โถสุขภัณฑ์ กระเบื้องปูพื้น ซึ่งสัมผัสกับแบคทีเรียอยู่ตลอดการใช้งาน และทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผลิตภัณฑ์เซรามิกที่สามารถต้านแบคทีเรียได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อเตรียมดินเกาลิน ที่แทรกตัวด้วยอนุภาคเงินสำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย

1.2.2 ศึกษาอิทธิพลของตัวรีดิวซ์ชนิดต่างๆ ต่อการแทรกอนุภาคเงินในดินเกาลิน

1.2.3 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินต่อการต้านแบคทีเรีย

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ศึกษาผลของสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ต่อการขยายโครงสร้างของชั้นดินเกาลินเพื่อลดปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1.3.2 ศึกษาผลของตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮโดรด์ ต่อการดิวซ์ไอออนของเงินให้เป็นอนุภาคเงินระดับนาโนเพื่อแทรกลงในโครงสร้างดินเกาลิน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมที่ซึ่งไม่เป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อมเพื่อใช้สำหรับการเตรียมอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินสำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยครั้งนี้ มุ่งที่จะนำอนุภาคเงินที่มีระดับนาโนแทรกลงในชั้นดินเกาลินเพื่อเพิ่มสมบัติต้านแบคทีเรียและนำดินเกาลินที่เตรียมได้มาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตเซรามิก โดยทั่วไปการรีดิวซ์ให้ได้อนุภาคเงินระดับนาโนนั้นมักจะใช้ตัวรีดิวซ์ที่แรงเช่น โซเดียมบอร์โรไฮไดรด์ ซึ่งในงานวิจัยครั้งนี้ต้องการลดความแรงของตัวรีดิวซ์ลง โดยเลือกใช้ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดีกลู-โคส และแสงยูวีเพื่อศึกษาความสามารถของตัวรีดิวซ์เหล่านี้ต่อการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลิน

2.1 แร่ดินเกาลินไนท์[1-2]

ในแร่ดินกลุ่มนี้จะประกอบไปด้วยโครงสร้างชั้นดิน dioctahedral แบบ 1:1 จะประกอบไปด้วย nacrite, dickite, halloysite และ kaolinite

2.1.1 Nacrite ($Al_2Si_2O_5$ $(OH)_4$)[1, 3]

โครงสร้างของ nacrite จะวางซ้อนกันเป็นชั้นโดยเป็นการเรียงตัวของ kaolin unit ที่วางซ้อนกัน 6 unit ทำให้ตำแหน่งของออกตระฮีดรอลต่างกันจึงมีแลตทิซพารามิเตอร์ คือ a = 5.15 Å, b = 8.96 Å, c = 14.4 Å และการที่อะตอมในชั้นของซิลิกาจะตรงกับอะตอมในชั้นของซิลิกาแต่ละชั้นที่เรียงซ้อนกันนั้น ทำให้ มุม α และ $\beta = 90^\circ$ ผลึกของ nacrite คือ โมโนคลินิก

2.1.2 Dickite[1, 4]

แต่ละ unit cell ของ dickite จะประกอบไปด้วยหน่วยเกาลิน 2 หน่วย ที่เชื่อมโดยการเข้าแทนที่ในตำแหน่ง a-axis จะทำให้มุม β มีค่า = 96.8° และพารามิเตอร์ ดังนี้ $\alpha = \gamma = 90^\circ$ และ a = 5.51 Å, b = 8.95 Å และ c = 14.4 Å มีรูปแบบผลึกเป็นโมโนคลินิก มีความมันเงาเหมือนไข่มุกจึงเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า Nacre

2.1.3 Halloysite

ฮาลอยไซท์เป็นส่วนหนึ่งของเกาลินไนต์ที่เกิดจากการ hydrated จากผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของ Hofman และคณะพบว่าโมเลกุลของน้ำในชั้นดินที่ปรากฏนั้นมีสูตรโครงสร้างทางเคมี $Si_2Al_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$ ซึ่งมีค่า basal spacing ในช่วง 1 นาโนเมตร (Brindley และ Robinson,1948) เรียกว่า halloysite-(10 Å) ซึ่งน้ำในระหว่างชั้นของฮาลอยไซท์สามารถถูกกำจัด

ได้ง่าย และเมื่อนำมาวิเคราะห์โครงสร้างพบว่า basal spacing ลดลงเป็น 0.72 นาโนเมตร หรือเรียกว่า halloysite- (7.2 Å) ซึ่งบางครั้งอาจจะใช้ชื่อว่า metahallysite อนุภาคของฮาลอยไซท์ มีโครงสร้างที่แตกต่างจากแร่ในกลุ่ม คือ เป็นหลอด ทรงกลม แผ่น และลักษณะเป็นกิ่ว (Churchman และ Theng,1984) น้ำในระหว่างชั้นของฮาลอยไซท์จะถูกกำจัดโดยการให้ความช้อนโดย Mizuki และคณะจะแสดงให้เห็นว่าการจำกัดน้ำอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 70 – 100 องศาเซลเซียส และมีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างที่อุณหภูมิ 400 องศาสเซลเซียส พารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์ สำหรับ 1 นาโนเมตร และ 0.7 นาโนเมตรของฮาลอยไซท์ ซึ่งทั้งสองโครงสร้างมีพารามิเตอร์ดังต่อไปนี้ a = 0.514 nm. , b = 0.890 nm, c = 2.07 nm, β= 99.7° และ a = 0.514 nm, b = 0.890 nm, c = 1.49 nm, β = 101.9° ตามลำดับ

2.1.4 Kaolinite

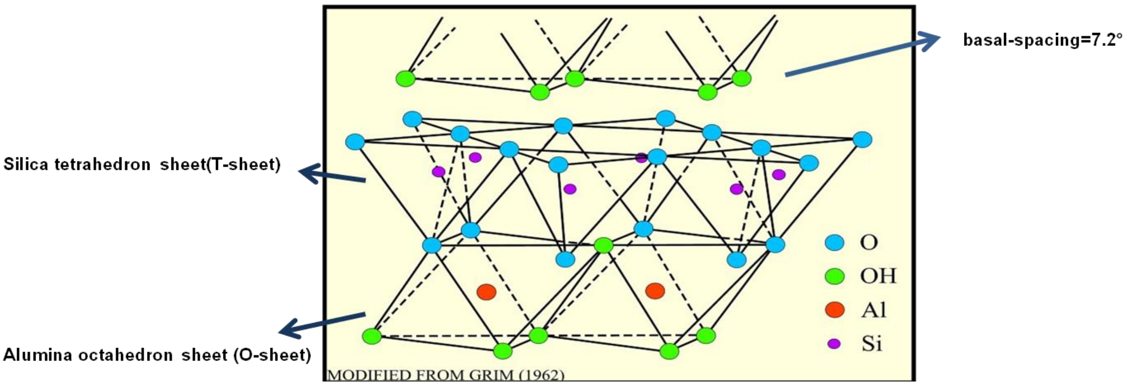
แร่ kaolinite เป็นแร่หลักที่พบมากในดินเกาลิน ซึ่งเป็นวัตถุดิบสำคัญที่ใช้ในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์เซรามิก เนื่องจากเกาลินมีลักษณะสีขาว อ่อนนุ่ม เบา แร่เคโอลินไนต์ มีแหล่งกำเนิดมาจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของแอลคาไล เฟลด์สปาร์ (alkali feldspar) และ ไมกา (mica) ซึ่งมีสีขาว ในกระบวนการการเกิดของดินเกาลินจะเรียกว่า kaolinization โดยมีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาต่างๆดังนี้ [5]

$KAlSi_3O_8 + H_2O \longrightarrow HAlSi_3O_8 + KOH$ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) (2.1)

$HAlSi_3O_8 \longrightarrow HAlSiO_4 + 2SiO_2$ ปฏิกิริยาการสลายตัวให้ซิลิกา (Desilication) (2.2)

$2HAlSiO_4 + H_2O \longrightarrow (OH)_4\,Al_2Si_2O_5$ ปฏิกิริยาการรวมตัวกับน้ำ (Hydration) (2.3)

ดินเกาลินมีโครงสร้างผลึกของแร่อะลูมิโนซิลิเกตที่มีโครงสร้างผลึกแบบ 1:1 และประกอบด้วยหน่วยพื้นฐานของโครงสร้างผลึก ซึ่งมีอยู่ 2 ชนิด คือ Alumina octahedral sheet (O - sheet) และ Silica tetrahedral Sheet (T - sheet) โดยจะมีการยึดสลับระหว่างชั้นของ T – sheet และ O – sheet ระหว่างไฮโดรเจนไอออน (H^+ion) ในหมู่ของ ไฮดรอกซิล (OH^-) กับออกซิเจนไอออนในชั้นถัดไปหรือแต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้[6] ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.1 ทำให้ดินชนิดนี้ไม่มีการดูดซับน้ำเข้ามาในโครงสร้างได้ และมีระยะห่างระหว่างชั้นเท่ากับ 0.72 นาโนเมตร แร่ดินชนิดนี้จึงไม่มีการบวมอืดเมื่อแช่น้ำ[7] ระบบโครงผลึกของแร่เคโอลินไนต์ คือ triclinic มีแลตทิซพารามิเตอร์ คือ a = 0.515 nm, b = 0.895 nm, c = 0.739 nm, α = 91.8°, B = 104.5° และ γ = 90°[1]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของดินเกาลิน[8]

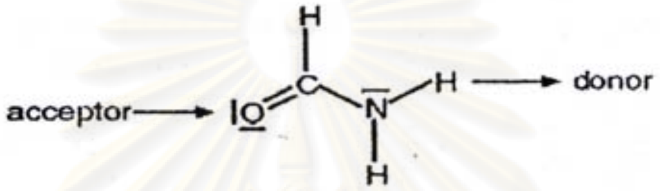
ดินชนิดนี้มีโครงสร้างที่เสถียรต่อปฏิกิริยาเคมีและมีสมบัติทางกายภาพที่ดีต่อผลิตภัณฑ์ทางเซรามิก เนื่องจากมีความเป็นพลาสติก และระหว่างการทำให้แห้ง (drying) การหดตัว (shrinkage) ต่ำ มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ ทำให้ดินเกาลินมีการดูดซึมน้ำได้น้อย มีความทนไฟสูงเนื่องจากมีปริมาณฟลักซ์ และธาตุปนเปื้อนอื่นน้อยกว่าแร่ดินประเภทอื่นๆ หลังจากเผาแล้วจะให้สีขาว ดังนั้นจึงนิยมนำมาใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นสำหรับเพื่อใช้ในการเตรียมผลิตภัณฑ์เซรามิก หรือประยุกต์ใช้งานทางด้านต่างๆ ทางอุตสาหกรรมอีกด้วย เช่น ใช้เป็นส่วนผสมในเนื้อดินปั้นสุขภัณฑ์ ลูกถ้วยไฟฟ้า กระเบื้องฝาผนัง กระเบื้องปูพื้น กระเบื้องขาวหรือพอร์ซเลน (porcelain) โบนไชน่า หรือจะใช้ดินเกาลินจำนวนเล็กน้อยผสมกับดินเหนียวเพื่อลดการหดตัวกันการแตกร้าว ในผลิตภัณฑ์สโตนแวร์ ใช้ทำเครื่องมือวิทยาศาสตร์ เช่น เบ้าหลอม ใช้เป็นตัวฟอกสีและตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมน้ำมันปิโตรเลียม ใช้ทำฉนวนไฟฟ้า ใช้ในอุตสาหกรรมสีโดยใช้ผลิตสีขาว แล้วยังใช้เป็น ฟิลเลอร์ และ โคตติง (coating) ในอุตสาหกรรมผลิตกระดาษและยาง เป็นต้น ด้วยเหตุนี้เอง จึงนิยมศึกษาโครงสร้างของดินเกาลินและเพิ่มสมบัติของดินเกาลิน เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ มากขึ้นในปัจจุบัน[5, 9]

2.2 การแทรกของสารอินทรีย์ในดินเกาลิน

ดินเกาลินมีโครงสร้างเป็นอะลูมิโนซิลิเกต (aluminosilicate) ประกอบไปด้วยชั้นของ T-sheet และ O-sheet ซึ่งมีการใช้ oxygen atom ร่วมกันและระหว่างชั้นดินจะยึดด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ดินเกาลินเกิดการบวมตัว (swelling) ได้ยาก เนื่องจากมีอันตรกิริยาระหว่าง dipole-dipole และแรงแวนเดอร์วาล สารอินทรีย์ที่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินทำให้เกิดพันธะระหว่างโมเลกุลที่เข้าไปแทรกกับไฮโดรเจนขึ้นและไม่มีการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างชั้นเกิดเป็น Intercalation สารประกอบอินทรีย์ที่นำมาทำการแทรกในโครงสร้างดินเกาลิน เพื่อทำให้เกิดการ Intercalation แบ่งได้เป็น 3 กลุ่มดังนี้[10]

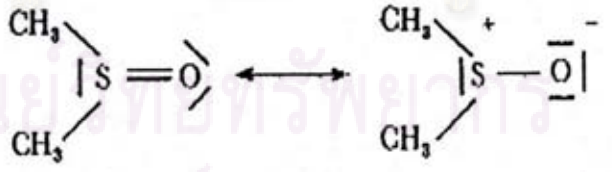
ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. สารประกอบที่มีการเชื่อมพันธะไฮโดรเจน เช่น hydrazine urea และformamide เพื่อที่จะทำลายพันธะไฮโดรเจนที่อยู่ระหว่างชั้นดิน โดยสารที่ใส่เข้าไปเพื่อทำการแทรกในชั้นดินจะต้องประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ กลุ่มที่รับ (acceptor) และกลุ่มที่ให้ (donor) พันธะไฮโดรเจน เช่น กรดเอไมด์ (acid amides) และยูเรีย (urea) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.2 ซึ่งกลุ่ม carbonyl จะเป็นกลุ่มที่รับพันธะไฮโดรเจน และกลุ่ม amide จะเป็นกลุ่มที่ให้พันธะไฮโดรเจน ส่วนโมเลกุลของแอลกอฮอล์จะไม่ถูกแทรกโดยตรง เนื่องจากว่ากลุ่ม OH จะมีสมบัติทั้ง donor และ acceptor ที่รวมเข้าอยู่ด้วยกัน



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของสารประกอบกลุ่ม donor และ acceptor[10]

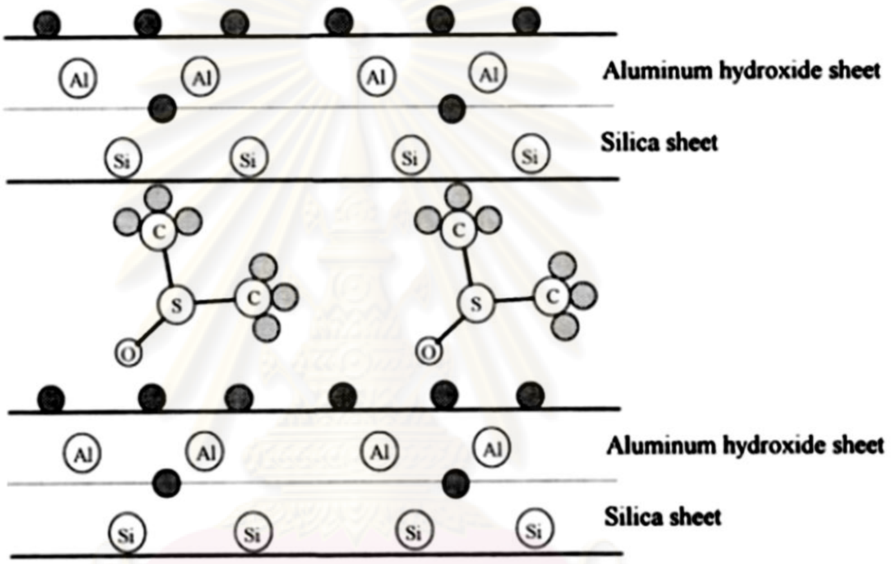
2. สารประกอบที่มีสมบัติความเป็นขั้ว (dipole) สูง เช่น ไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl sulfoxide (DMSO)) และ pyridine-N-oxide แสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างเรโซแนนซ์ของสารประกอบ DMSO[10]

3. เกลือ Potassium Rubidium และ Ammonium ที่เป็นกรดไขมันอิ่มตัว แต่เหตุผลของการเกิดปฏิกิริยาในกรณีนี้ยังไม่ชัดเจนซึ่งโมเลกุลเหล่านี้จะมีหมู่คาร์บอนิล หรือหมู่อะมิโน ซึ่งสามารถทำให้เกิด dipole interaction กับชั้นของซิลิเกตหรือโครงสร้างพันธะเคมีใหม่ที่ภายในพื้นผิวของชั้นจากเหตุผลนี้ทำให้ไฮโดรเจนกับโมเลกุลเกิดพันธะขึ้นในหมู่และไม่มีการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างชั้น สารอินทรีย์จึงไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้แต่มีหมู่ -NH-, -CO-, -CO-NH- จะสามารถใช้เป็นประโยชน์ของปฏิกิริยาการแทนที่หรือ active molecule เพื่อเข้าไปในชั้นดิน[11]

Dimethyl sulfoxide เป็นสารตั้งต้นที่สำคัญในการเตรียม intercalate เชิงซ้อนมี dipole moment สูงและสามารถแทรกเข้าในชั้นของดินเกาลินได้โดยตรงดังนั้นสามารถทำให้ดินเกาลินกับสารอินทรีย์เชิงซ้อนขยายขนาดใหญ่ขึ้นได้ จากการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบ Kaolinite/DMSO ที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค solid state NMR พบว่า มีสูตรเคมี คือ $Al_2Si_2O_5(OH)_4.(CH_3)_2SO$ ผลจากการวิเคราะห์ทำให้เห็นว่าเกิดความไม่สมมาตรที่หมู่ $-CH_3$ ทั้ง 2 หมู่ของ DMSO ที่แทรกตัวอยู่ในชั้นของแร่เคโอลิไนต์ ที่อุณหภูมิในช่วง 170-330 K (-103-57 °C) ซึ่งแสดงว่าไม่มีการแลกเปลี่ยนกันระหว่างหมู่ $-CH_3$ ทั้งสองนี้ ดังแสดงในรูปที่ 2.4[12]



รูปที่ 2.4 การแทรกตัวของ DMSO เข้าไปในชั้นระหว่างชั้นของของแร่ดินเกาลินไนท์[12]

2.3 **สมบัติการต้านแบคทีเรีย** (antibacterial)

ในปีที่ผ่านมานี้การพัฒนาวัสดุหรือผลิตภัณฑ์ให้มีสมบัติในการต้านเชื้อแบคทีเรียนั้น ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก สมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียได้ถูกนำมาประยุกต์ในผลิตภัณฑ์ที่เกี่ยวข้องกับชีวิตประจำวัน ได้แก่ สี เครื่องใช้ในครัวเรือน อุปกรณ์และเครื่องมือในโรงพยาบาลและโรงเรียน ฯลฯ วัสดุต้านแบคทีเรียชนิดอนินทรีย์มีข้อดีแตกต่างจากวัสดุต้านแบคทีเรียชนิดอนินทรีย์ คือมีความเสถียรภาพทางเคมี มีความต้านทานความร้อนสูง มีความปลอดภัยขณะใช้งาน และมีอายุการใช้งานนานตลอดอายุของผลิตภัณฑ์ สารอนินทรีย์ที่มีสมบัติต้านแบคทีเรียส่วนใหญ่เป็นสารจำพวกไอออนของโลหะ เช่น Ag^+ Zn^{2+} Cu^{2+} เป็นต้น[13] สารอนินทรีย์ที่ได้รับความสนใจสำหรับในงานการต้านแบคทีเรียในปัจจุบันนี้ คือ อนุภาคเงิน ซึ่งมีตัวอย่างการศึกษาเรื่อง

ประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินของนักวิทยาศาสตร์ต่างๆ ดังสรุปได้เป็นข้อๆ ดังนี้[14]

1. Dr.Henry Crooks พบว่าสารคอลลอยด์ของของอนุภาคเงินสามารถต้านเชื้อ virus fungus bacterium,streptococcus, staphylococcus, pathogenic organisms ได้ภายใน 3 นาทีและไม่เป็นอันตรายหรือมีพิษที่จะเป็นอันตรายต่อผู้ป่วย และไม่มีผลข้างเคียงใดๆ เมื่อใช้ในระดับความเข้มข้นสูง

2. จากสิ่งพิมพ์ British Medical Journal ประจำเดือนกุมภาพันธ์ ปี 1923 ได้กล่าวถึง การเตรียมคอลลอย์ของอนุภาคเงินเพื่อใช้ในทางยา และพบว่าอนุภาคเงินบริสุทธิ์ไม่ก่อให้เกิดอาการระคายเคือง และเมื่อทดลองที่ความเข้มข้นสูงๆ สามารถต้านเชื้อแบคทีเรียได้อย่างรวดเร็ว

3. จากหนังสือ Science Digest ฉบับเดือนมีนาคม ปี 1978 รายงานว่า สารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินสามารถฆ่าเชื้อที่ทำให้เกิดโรคได้มากกว่า 650 ชนิด และเป็นตัวฆ่าเชื้อโรคที่ดีที่สุดที่เคยมีและไม่เป็นพิษกับมนุษย์

4. ในปี 1991FDA ได้มีการประกาศอย่างเป็นทางการว่า ตามที่ได้มีการยอมรับว่าสารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินสามารถนำมาใช้เป็นยาต้านแบคทีเรียได้ตั้งแต่ก่อนปี 1938 จึงให้สามารถนำออกมาปรับใช้กับสินค้าในตลาดได้

5. จากสิ่งพิมพ์ Provo Herald ประจำเดือนกุมภาพันธ์ ปี 1992 ได้กล่าวถึง สารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินในการรักษาโรคเอดส์

6. Bernardi (1848) ระบุว่าซิลเวอร์ไนเตรตจะสามารถใช้รักษาแผลไฟไหม้ได้ในกรณีที่ผิวหนังชั้นนอก แต่ไม่เหมาะสมที่จะใช้กับผิวหนังชั้นใน และสามารถรักษาแผลให้หายเร็วขึ้นเมื่อเทียบกับการรักษาด้วยน้ำและน้ำมันซึ่งเป็นวิธีรักษาในอดีต

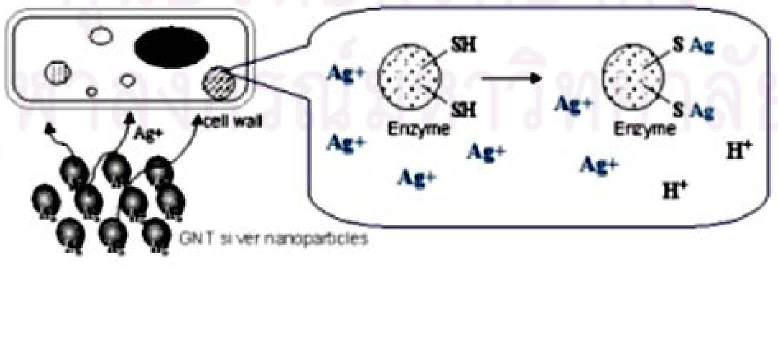
7.จากบทความในวารสาร Burns ได้กล่าวไว้ว่าการใช้ซิลเวอร์ไนเตรต ในครั้งแรก (ประมาณปี คริสตศักราช 1800) เพื่อใช้รักษาแผลเรื้อรัง (chronic wound) และแผลในกระเพาะอาหาร (ulcer) โดยใช้ในรูปของแข็ง ที่มีเรียกชื่อต่างๆกันไป เช่น “lunar caustic” ในภาษาอังกฤษ “Lapis infernalis” ในภาษาละติน เป็นต้น

จากตัวอย่างในข้อ 1-7 นี้ แสดงให้เห็นว่า อนุภาคเงินเป็นสารที่มีสมบัติต้านแบคทีเรีย ซึ่งมีการประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง ทั้งในวงการแพทย์ตั้งแต่อดีตถึงปัจจุบัน และในปัจจุบันยังพบอีกว่ามีการนำอนุภาคเงินและอนุพันธ์มาประยุกต์ใช้ในวงการอุตสาหกรรมอีกด้วย

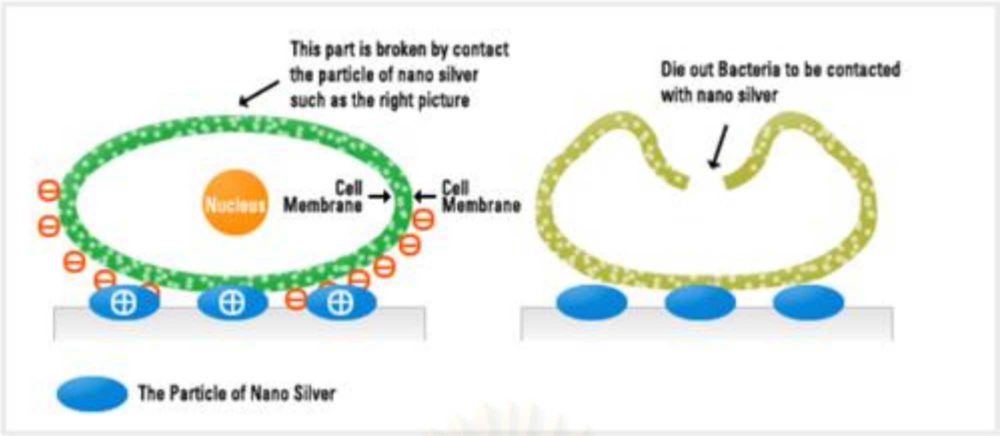
สารต้านแบคทีเรีย เป็นสารที่ทำลายหรือยับยั้งการเติบโตหรือการแพร่พันธุ์ของเชื้อแบคทีเรีย โดยสารต้านแบคทีเรียจะเข้าไปทำลายหรือยับยั้งการทำงานของโปรตีนภายในเซลล์แบคทีเรียทำให้เกิดความเสียหายต่อผนังเซลล์และเยื่อหุ้มเซลล์หรือต่อสารพันธุกรรมที่เรียกว่า

DNA (Deoxyribonucleic acid) มีผลทำให้แบคทีเรียไม่สามารถแบ่งเซลล์ได้และทำให้เซลล์ตายในที่สุด

กลไกการทำงานของอนุภาคเงินระดับนาโนนั้น จากการศึกษาพบว่าอนุภาคในรูปที่ไม่มีประจุของเงินนี้ เมื่อสัมผัสกับบรรยากาศที่มีออกซิเจนจะทำให้อนุภาคบางส่วนเกิดการออกซิไดซ์กลายเป็นไอออนเงินในรูปประจุอีกครั้ง และอนุภาคเหล่านี้เมื่อไปเกาะอยู่บริเวณผนังเซลล์ของแบคทีเรียชนิด E.coli พบว่าไอออนของเงินจะทำอันตรกิริยากับส่วนประกอบในไซโตพลาสซึมของแบคทีเรีย ทำให้รบกวนกลไกการเกิด oxidative phosphorylation ในกระบวนการเมตะบอลิซึมของเซลล์ ยับยั้งเอนไซม์ในกระบวนการหายใจของเซลล์ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงการซึมผ่านของเยื่อหุ้มเซลล์ หรือรบกวนการส่งผ่านโปรตอนระหว่างเซลล์และสิ่งแวดล้อมภายในระยะเวลาไม่นาน นอกจากกลไกดังกล่าวแล้วยังมีการศึกษาบางส่วนอธิบายเพิ่มเติมว่า สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรียได้จากการจับตัวกันของไอออนของเงิน (Ag^{+}) กับหมู่ไธออล (-SH group) ของเอนไซน์โปรติเนสที่ทำหน้าที่เกี่ยวกับเมตะบอลิซึมของเซลล์ โดยหมู่ไธออลจะมีอะตอมของซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบจะจับตัวกับไอออนของเงินหรือไอออนของเงินจะแทนที่ไฮโดรเจนไอออนในหมู่ไธออล (-SH) แสดงดังรูปที่ 2.5 จึงส่งผลให้ระบบเมตะบอลิซึมในเซลล์ของเชื้อแบคทีเรียมีการยับยั้งการเจริญเติบโต นอกจากนี้ยังทำลายระบบหายใจ ระบบขนย้ายอิเล็กตรอนในกระบวนการเมตะบอลิซึม และระบบขนย้ายซับสเตรทในเยื่อหุ้มเซลล์ ส่งผลให้เกิดการยับยั้งการเพิ่มจำนวนของแบคทีเรียซึ่งเป็นสาเหตุของการติดเชื้อกลไกการทำงานแบบนี้จะมีความจำเพาะกับเซลล์แบคทีเรียหรือไวรัสที่มีหมู่ไธออลบนโปรตีนบริเวณผนังเซลล์ซึ่งต่างจากเซลล์ของมนุษย์หรือสัตว์ที่ไม่พบหมู่ฟังก์ชันนี้แสดงดังรูปที่ 2.6

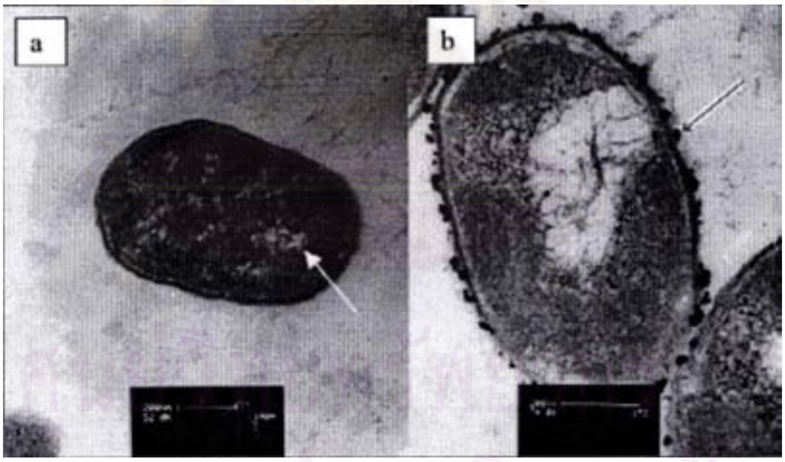


รูปที่ 2.5 แสดงการจับตัวกันของไอออนของเงินอกับหมู่ไธออล[14]

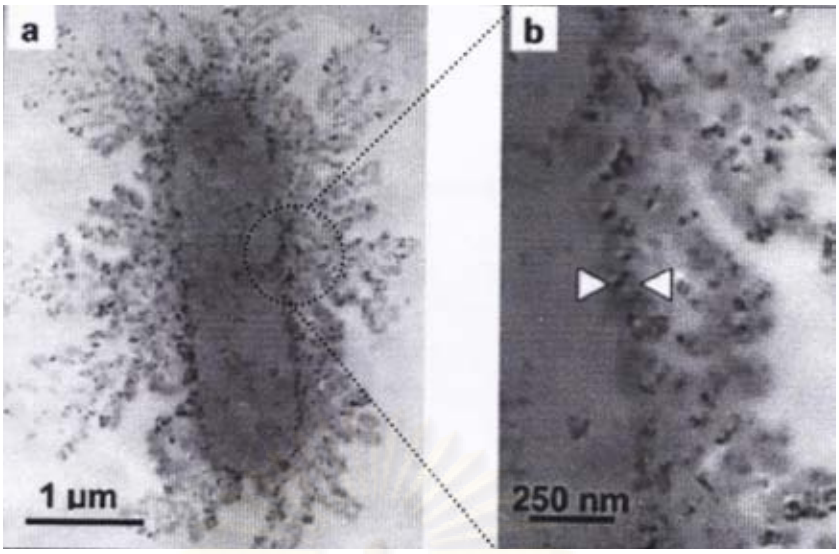


รูปที่ 2.6 แสดงกลไกการยับยั้งแบคทีเรียและการฆ่าเชื้อของ Nano-Silver [14]

การศึกษานี้ได้สอดคล้องกับการที่พบการสะสมของอนุภาคเงินระดับนาโนเฉพาะบนผิวของผนังเซลล์ของแบคทีเรีย E.coli ในรูปที่ 2.7 Sondi, I. และคณะวิจัย พบว่าอนุภาคเงินระดับนาโนที่สะสมตัวกันอย่างหนาแน่นที่บริเวณผนังเซลล์สามารถแทรกผ่านเข้าไปภายในเซลล์ของเชื้อ E.coli ได้ด้วยซึ่งแสดงจากภาพถ่าย TEM ในรูปที่ 2.8 โดยจะเห็นอย่างชัดเจนว่าผนังเซลล์ถูกทำลายลง[15]



รูปที่ 2.7 ภาพถ่าย TEM แสดงลักษณะภายในของ a) เชื้อ E.coli ในภาวะปกติ b) เชื้อ E.coli ในภาวะที่สัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโนและเกิดการสะสมตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคกลมสีดำที่ลูกศรชี้) บริเวณผนังเซลล์ของเชื้อ E.coli[15]



รูปที่ 2.8 ภาพถ่าย TEM ของ a) เชื้อ E.coli (รูปร่างเป็นแท่ง) ที่มีอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคสีดำ) แทรกผ่านเข้าไปภายในผนังเซลล์ b) ภาพขยายแสดงการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปภายในผนังเซลล์ของเชื้อ E.coli[15]

2.4 **การสังเคราะห์อนุภาคเงินด้วยกระบวนการทางเคมี** (Chemical method)

ในการสังเคราะห์อนุภาคโลหะระดับนาโนนั้นได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากสามารถแสดงสมบัติทางแสง สมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ สมบัติทางแม่เหล็ก และสมบัติทางเคมีที่ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ อนุภาคโลหะระดับนาโนได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการพัฒนาเทคโนโลยีต่างๆโดยเฉพาะอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยสามารถนำมาใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ (catalysts) อุปกรณ์ที่มีความไวสูง ใช้เป็นตัวตรวจจับและนอกจากนี้ยังมีสมบัติในการต้านแบคทีเรีย[16] และกระบวนการในการสังเคราะห์อนุภาคเงินนั้นมีหลากหลายวิธีซึ่งได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งมีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกันดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนด้วยวิธีการต่างๆ[17]

Method	Description of method	Advantages	Disadvantages
Molecular beams	Beams are directed towards specific metal targets using a variety of methods; laser vaporization, pulsed arc, ion and magnetron sputtering. This creates clusters of metallic nanoparticles including nanoalloys	(1) Any type of nanoparticle or nanoalloy can be created from metallic/alloy targets. (2) Nanoparticle synthesis is quick and not lengthy	(1) Process is expensive, and requires equipment setup in most cases
Chemical reduction	Use of precursor salts, reducing agents and stabilizer to synthesize nanoparticles. In most cases a catalyst and some heating is used.	(1) Can readily produce bulk quantities of nanoparticles and nanoalloys. (2) Process can be easily scaled up to meet mass manufacturing needs. (3) Process enables synthesis of particles close to 1 nm and this can easily be controlled. (4) Process is relatively cheaper compared to other synthesis methods since the technology is quite standard.	(1) Mass use of chemicals and some may be harmful to the environment. (2) Processing is time consuming and depends on many parameters.
Thermal decomposition of metals	Thermal decomposition of metal or metal complexes (for nanoalloys) is produced using high temperature mediums or solvents.	(1) Nanoparticles can be created at relatively low temperatures. (2) Process can create nanoparticles in a wide range of sizes.	(1) Requires use of chemicals and solvents which may be harmful to the environment.
Ion implantation	This method is used to create nanoalloys by implanting two or more metal ions into a specific matrix. This generates metallic/bimetallic clusters.	(1) Metallic ions can be implanted into exact positions in a matrix. (2) Various combinations of ions can be used to yield nanoalloy clusters.	(1) Requires equipment setup which is relatively expensive compared to chemical reduction.
Electro-chemical synthesis	Using an electrolysis cell and two electrodes of metallic elements, bimetallic alloys/nanoalloys can be created in solution. Core-shell structures have also been created via this method.	(1) Various nanoalloy combinations can be synthesized. (2) Cell setup is rather easy and does not need extensive equipments.	(1) Use of chemicals as electrolytes which may yield harmful/toxic gases as by products from the process.
Radiolysis	Radiolysis of an aqueous solution of metal ions to produce nanoparticles. This method has also been used to create nanoalloys/bimetallic particles.	(1) Irradiation of molecules is able to create nanoparticles with a wide range of sizes, as well as very narrow sizes.	(1) Requires expensive equipment setup. (2) Radiation is harmful to the health of living organisms, including humans. (3) The use of this method requires extensive clearance from concerned authorities.
Sonochemical synthesis	Irradiation of metal salt solutions using ultrasound to create nanoparticles and nanoalloys.	(1) Sonic wave irradiation is able to create narrow particle sizes.	
Biosynthesis	Biological means are used to synthesize nanoparticles and nanoalloys using microorganisms or plants. Synthesis of nanoparticles using these mediums can make the nanoparticles more bio-compatible.	(1) This method is cheap and uses sources from nature. (2) The method does not produce waste detrimental to human beings. (3) Does not require extensive equipment setup.	(1) This method is slow and takes time.

ในงานวิจัยนี้จะสังเคราะห์อนุภาคเงินด้วยกระบวนการการสังเคราะห์ทางเคมี (Chemical method) โดยมีลักษณะเฉพาะ คือ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเล็กเมื่อเปรียบกับการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการทางกายภาพ (physical method) ข้อดีของการสังเคราะห์ด้วยกระบวนทางเคมีคือ สามารถเซ็ตอุปกรณ์ได้ง่าย ราคาก็ขึ้นอยู่กับการทดลอง ข้อเสียคือ ถ้าใช้สารเคมีที่มีความเป็นพิษจะทำให้เป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต ในกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมีมีวัตถุดิบหลักที่สำคัญ 3 อย่าง คือ 1. สารตั้งต้นหรือเกลือของโลหะ 2. ตัวรีดิวซ์ 3. สารเพิ่มความเสถียร โดยที่สารตั้งต้น ตัวรีดิวซ์และสารเพิ่มความเสถียรที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนนั้นจะแสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สารตั้งต้น ตัววีดิวซ์ และสารเพิ่มความเสถียรที่นิยมใช้ในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโน[17]

Ag^{+} ion source	Reduction agents	Surfactants and stabilizers
Silver acetate	Sodium citrate	Sodium citrate
Silver tetrafluoroborate	Ascorbic/tannic acid	Daxad 19
Silver hexafluoroantimonate	DMSO	SDBS
Silver oxide	Pyridine	Polyvinylpyrrolidone, PVP
Silver nitrate	PEG/EG	Various thiols
2 silver 2-ethylhexonate	Hydrazine	Polyvinylacetate
Silver perchlorate	Potassium bitartate	CTAB/DTAB/TTAB
Silver sulphate	Ethanol/alcohols	NaAOT
Silver citrate	DMF and DMAC	Sodium dodecyl sulphate (SDS)
	Liquid ammonia	β-Cyclodextrin
	Ferrous sulphate	Cholic acid
	Formalin	Sulfonates
	EDTA	CTACL/CTPTS/CPB
	Sodium borohydride	PEG/ethylene glycol (EG)
	Tollens reagents	Adenine hydrochloride
	Sodium hypophosphite	Organoalkoxysilanes
	Amines/amino acids	Ethoxylated alkylphenols
	Aldehydes	
	Raney nickel	
	Glucose/saccharides	
	Sodium formaldehydesulfoxylate	
	Polycyclic hydrocarbon/carboxyl acids	
	Polyvinylalcohol	
	Acetonitrile	
	THF (tetrahydrofuran)	
	Phenol derivatives and PBHA	

และวิธีการสังเคราะห์ทางเคมี (Chemical method) จะเป็นวิธีที่ทำการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของเกลือโลหะโดยจะใช้ตัววีดิวซ์ที่หลากหลาย เช่น borohydride, citrate, ethylene glycol, aldehyde หรือ แสงที่ทำให้เกิดอิเล็กตรอน

2.4.1 ตัววีดิวซ์

ตัววีดิวซ์คือธาตุหรือสารประกอบในปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) เป็นปฏิกิริยาที่มีการถ่ายโอนอิเล็กตรอนหรือปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน (oxidation-reduction) เป็นปฏิกิริยาที่มีการถ่ายโอนโปรตอน ตัวอย่างของปฏิกิริยา[18]

$$2[Fe(CN_6)]^{4-} + Cl_2 \longrightarrow 2[Fe(CN_6)]^{3-} + 2Cl^- \qquad (2.4)$$

ตัววีดิวซ์ในปฏิกิริยานี้คือ Ferrocyanide ($2[Fe(CN_6)]^{4-}$) เป็นตัวให้อิเล็กตรอนทำให้เปลี่ยนแปลงเป็น fericyanide ($2[Fe(CN_6)]^{3-}$) ในขณะเดียวกันนั้นเกิดปฏิกิริยารีดักชันของคลอรีนเป็นคลอไรด์

ตัวรีดิวซ์โดยทั่วไปนั้นจะมีความแรงที่แตกต่างกันตัวรีดิวซ์ที่แรงนั้นในการเกิดปฏิกิริยาจะทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอนได้ง่าย และตัวรีดิวซ์ที่ดีและแรงนั้นจะต้องมีรัศมีอะตอมที่มีขนาดใหญ่ เนื่องจาก ระยะห่างระหว่าง nucleus กับวาเลนซ์อิเล็กตรอนมีระยะห่างมาก อิเล็กตรอนเหล่านี้จึงไม่มีแรงดึงดูดระหว่าง nucleus กับวาเลนซ์อิเล็กตรอน จึงทำให้เป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงและตัวรีดิวซ์ที่ดีนั้นจะมีอะตอมที่มี อิเล็กโทรเนกาติวิตีที่ต่ำซึ่งเป็นความสามารถในการดึงดูดอิเล็กตรอนของธาตุต่างๆในอะตอมหรือโมเลกุลของสารประกอบที่ยึดกันด้วยพันธะ และนอกจากนั้นจะมีพลังงาน ionization ต่ำ วัสดุที่ถูกออกซิไดซ์หรือสูญเสียอิเล็กตรอน เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าแบบออกซิเดชัน (oxidation potential)

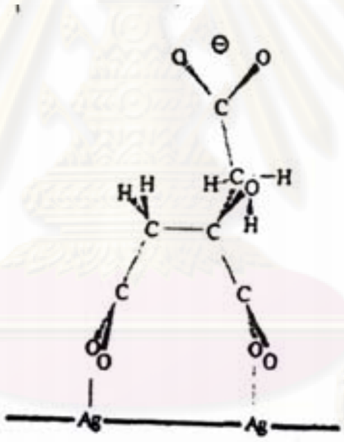
2.4.1.1 การรีดิวซ์ด้วยบอโรไฮไดรด์[19]

เตตระไฮโดรโบรเรตของไอออนโลหะแอลคาไลน์ถูกใช้เป็นตัวรีดิวซ์ (MBH_4) สารเหล่านี้มักจะถูกนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์ ในการสังเคราะห์อนุภาคโลหะระดับนาโนในตัวกลางที่เป็นสารละลายบอโรไฮไดร์จะรีดิวซ์ไอออนของโลหะโดยมีค่าศักย์ไฟฟ้าแบบรีดักชัน (reduction potential) – 1.24 V .ในสารละลายแอลคาไลน์เมื่อเปรียบเทียบกับไอออนโลหะทรานซิชันที่มีค่าศักย์ไฟฟ้าแบบรีดักชัน0.5-1.0 V จะพบว่าปฏิกิริยาที่ถูกรีดิวซ์ด้วยสารบอโรไฮไดรด์จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดการ นิวคลีเอชันของอนุภาคโลหะอย่างรวดเร็ว อนุภาคโลหะที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวอย่างแคบ ในปฏิกิริยาทางเคมีจะเห็นได้ว่าการย้ายอิเล็กตรอนจากตัวรีดิวซ์ไปยังไอออนโลหะโดยผ่านองค์ประกอบของสารที่ซับซ้อนนั้นจะต้องลดพลังงานการย้ายอิเล็กตรอน ซึ่งยากที่จะทำการควบคุมปฏิกิริยา จึงทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ และนอกจากนั้นแล้วสารบอโรไฮโดรด์ถึงแม้จะเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงก็ตาม แต่สารบอโรไฮไดรด์นั้นจะคงเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิตดังนั้นอนุภาคโลหะที่สังเคราะห์ได้จึงไม่ควรนำมาประยุกต์ใช้เกี่ยวกับการรักษาโรคหรือไม่เช่นนั้นก็ควรทำให้อนุภาคโลหะที่สังเคราะห์ได้นั้นมีความบริสุทธิ์ก่อนที่จะนำไปใช้ในกระบวนการต่อไป ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนโดยใช้สารบอโรไฮไดรด์นั้นได้มีผู้ที่ศึกษาไว้อย่างมาก เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดได้เร็ว

โซเดียมบอโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงจึงนิยมนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์ในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโน เนื่องจากโซเดียมบอโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์ที่ทำปฏิกิริยาได้ดีเยี่ยมในการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโน แต่ข้อเสียของโซเดียมบอโรไฮไดรด์ คือ นอกจากจะเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิตแล้ว มักจะเกิดการปนเปื้อนของไอออน BH_4 ที่มีประจุลบกับพื้นผิวของอนุภาค แต่อย่างไรก็ตาม โซเดียมบอโรไฮไดรด์ ก็ยังคงถูกใช้อย่างกว้างขวางในการสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโน[20]

2.4.1.2 การรีดิวซ์ด้วยซิเทรต

ไอออนของสารกลุ่มซิเทรตจะถูกนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์ในการสังเคราะห์คอลลอยด์ของโลหะ โดยวิธีการนี้ถูกคิดค้นจาก John Turkevich ซึ่งจะถูกใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคของทองระดับนาโนให้มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีการกระจายตัวอย่างแคบ โดยกระบวนการนี้เรียกอีกอย่างว่า Turkevich ในกระบวนการจะพบว่าไอออนของซิเทรตจะเป็นตัวรีดิวซ์ที่อ่อน ซึ่งเป็นสาเหตุทำ ให้เกิดการนิวคลีเอชันของอนุภาคเงินระดับนาโนอย่างช้า อนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยซิเทรตจะมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่และมีการกระจายตัวอย่างกว้างกว่าการรีดิวซ์ด้วยสารบอโรไฮไดรด์ ไอออนของซิเทรตจะทำปฏิกิริยากับอนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.9 จะแสดงถึงความเสถียรและในปฏิกิริยานี้จะเกิดการขัดขวางหรือทำให้อนุภาคเกิดการรวมตัวหรือเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างช้าๆ ดังนั้นสามารถสังเคราะห์อนุภาคเงินระดับนาโนด้วยตัวรีดิวซ์ซิเทรตที่ปราศจาก สารเพิ่มเสถียร (stabilizer) ได้เนื่องจากไอออนของซิเทรตสามารถประพฤติตัวป็นได้ทั้งตัวรีดิวซ์และสารเพิ่มเสถียร (stabilizer)



รูปที่ 2.9 การเกาะระหว่างไอออนของซิเทรตกับพื้นผิวของอนุภาคเงิน [19]

2.4.1.3 การรีดิวซ์ด้วยแอลดีไฮด์

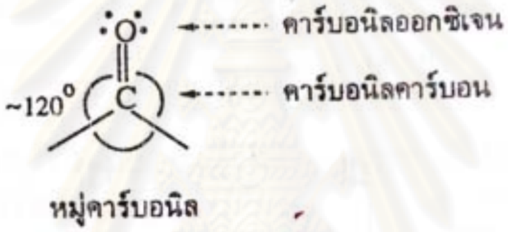
ในสารกลุ่มนี้จะใช้ฟอร์มัลดีไฮด์หรือกรดแอสคอร์บิค เป็นตัวรีดิวซ์ไอออนของเงินหรือเรียกว่าปฏิกิริยาทอลเลนส์ (Tollen's reaction) ปฏิกิริยานี้นิยมใช้ในการสร้าง silver mirror ลงบนตัวรองรับที่เป็นของแข็งแต่กระบวนการนี้นำมาดัดแปลงในการสังเคราะห์อนุภาคโลหะระดับนาโนและสามารถอธิบายการเกิดปฏิกิริยาทอลเลนส์ได้ดังสมการนี้

$$2[Ag(NH_3)_2]^+ + RCHO + OH^- \longrightarrow 2Ag + RCOOH + 4NH_3 + H_2O \qquad (2.5)$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อนุภาคเงินที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาทอลเลนส์จะมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 50-200 nm และการรีดิวซ์ด้วยปฏิกิริยาทอลเลนส์เหมาะสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคเงินมากกว่าการเตรียมเป็นฟิล์มเงิน เนื่องจากอนุภาคที่เตรียมได้จะมีความเสถียรมาก

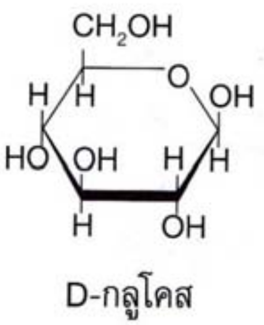
นอกจากนั้นแล้วสารในกลุ่มนี้จะมีหมู่คาร์บอนิลเป็นหมู่ฟังก์ชัน ซึ่งคาร์บอนิลคาร์บอนเหล่านี้จะมีไฮบริดออร์บิทัลชนิด sp^2 และอะตอมทั้งสามที่มีพันธะกับคาร์บอนิลคาร์บอนจึงอยู่บนระนาบเดียวกันโดยมีมุมระหว่างพันธะกว้างประมาณ 120° คาร์บอนิลออกซิเจนมีอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยว 2 คู่ เนื่องจากออกซิเจนมีสภาพไฟฟ้าลบสูงกว่าคาร์บอน จึงเหนี่ยวนำอิเล็กตรอนในพันธะได้มากกว่าทำให้คาร์บอนิลคาร์บอนมีประจุเป็นบวกเล็กน้อย และคาร์บอนิลออกซิเจนมีประจุลบเล็กน้อย ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.10 และนอกจากนั้นแล้วหมู่คาร์บอนิลจะมีโครงสร้างเรโซแนนซ์ดังรูปที่ 2.11 จึงทำให้เป็นแหล่งในการเกิดอิเล็กตรอน[21]



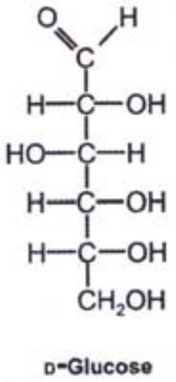
รูปที่ 2.10 โครงสร้างของหมู่คาร์บอนิล[21]

รูปที่ 2.11 โครงสร้างเรโซแนนซ์ของหมู่คาร์บอนิล[21]

ส่วนน้ำตาลดี-กลูโคสจะเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวหรือมอนอแซ็กคาไรด์ซึ่งเป็นสารประกอบจำพวกแอลดีไฮด์หรือคีโตนที่ประกอบไปด้วยหมู่คาร์บอกซาลดีไฮด์ (Carboxaldehyde : -CHO) และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และจัดเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวประเภทน้ำตาลอัลโดส (Aldose sugar) ซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 2.12



a)



b)

รูปที่ 2.12 โครงสร้างของน้ำตาลดี-กลูโคส a) การจัดเรียงแบบวงแหวน b) การจัดเรียงแบบสายโซ่[22]

นอกจากนั้นแล้วน้ำตาลดี-กลูโคสยังมีสมบัติเป็นน้ำตาลรีดิวซ์ เนื่องจากเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่มีหมู่คาร์บอนิลซึ่งจะสามารถถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย และสามารถใช้ตรวจสอบปริมาณสารโดยอาศัยคุณสมบัติที่สามารถรีดิวซ์ไอออนของโลหะเช่น Cu^{2+}, Ag^{+} เป็นต้น ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่ละลาย ส่วนกรดแอสคอร์บิค นั้นจะเป็นสารประกอบอีนไดออล (enediol) ของแลคโทนที่ได้จากกรดน้ำตาล D-Glucuronate จึงไม่จัดเป็นน้ำตาลรีดิวซ์

2.4.1.4 รีดิวซ์ด้วยกระบวนการโฟโตเคมีหรือโฟโตไลซิสและรังสีอัลตราไวโอเลต

การสังเคราะห์อนุภาคของโลหะระดับนาโนด้วยกระบวนการโฟโตไลซิสซึ่งเป็นกระบวนการแยกสลายสารประกอบ หรือการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเคมีโดยพลังงานแสงซึ่งกระบวนการเหล่านี้จะเป็นแหล่งกำเนิดให้เกิดอิเล็กตรอน อนุมูล และสปีชีส์ที่ถูกกระตุ้น (excited species) แต่กระบวนการเหล่านี้จะมีข้อดีคือจะปราศจากสารมลทิน (impurity) ดังนั้นเมื่อนำมาสังเคราะห์อนุภาคโลหะระดับ นาโนจึงมีความบริสุทธิ์และยังเป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิต่ำ

กระบวนการเหล่านี้มักจะฉายแสงในสารละลายเพื่อสังเคราะห์อนุภาคโลหะ โดยจะเกิดการตกตะกอน และในสารละลายนั้นจะประกอบไปด้วยสารละลายของโลหะที่ละลายในตัวทำละลาย เช่น น้ำ, แอลกอฮอล์ และ ตัวทำละลายอินทรีย์ (organic solvent) หลังจากที่ฉายแสงในสารละลายจะเกิดปฏิกิริยาดังนี้

$$H_2O \xrightarrow{h\nu} H^+ + OH^- + e^- \qquad (2.6)$$

จากสมการ 2.6 เมื่อแสงอัลตราไวโอเลต (ความยาวคลื่นประมาณ 200-400 นาโนเมตร) และ วิสิเบิล (ความยาวคลื่นประมาณ 400-700 นาโนเมตร) ในรูปโฟตอน ($h\nu$) เมื่อเกิดอันตรกิริยากับโมเลกุลของสารใดๆ (M) โมเลกุลจะดูดกลืนพลังงานจากแสง แล้วเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอกของโมเลกุลจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้น หรือมีพลังงานสูงกระบวนการเกิดขึ้นนี้เรียกว่า “อิเล็กทรอนิกทรานสิชัน” (electronic transition)[23]

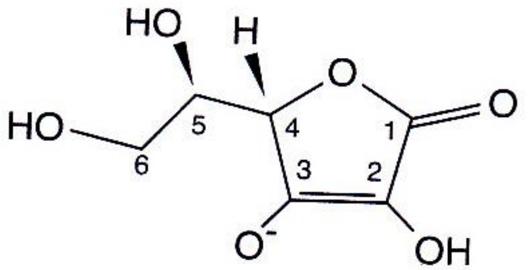
เมื่อสารละลายโดนกระตุ้นจะทำให้เกิดอิเล็กตรอน และในสารละลายมีจำนวนไอออนของโลหะจึงทำให้ไอออนของโลหะไปเกาะกับอิเล็กตรอนที่ได้จากการแตกตัวของแสง จึงทำให้ได้อนุภาคโลหะเกิดขึ้น ดังสมการ

$$M^{+} + e^{-} \longrightarrow M \qquad (2.7)$$

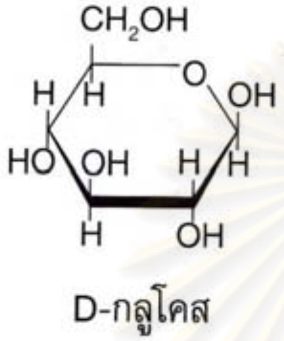
ถึงแม้การฉายแสงช่วยในการเกิดอนุภาคของโลหะแต่อนุภาคเงินที่ได้จะมีการรวมตัวหรือเกาะเป็นกลุ่มก้อนเช่นกัน

ในการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ได้แก่ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคส และแสงอัลตราไวโอเลต ปัจจัยที่ทำให้ตัวรีดิวซ์เหล่านี้สามารถรีดิวซ์ไอออนของเงินให้กลายเป็นอนุภาคเงิน นั้นก็คือ หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตัวรีดิวซ์ หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้คือส่วนของโมเลกุลที่มีความไวต่อปฏิกิริยาเคมีและเป็นส่วนกำหนดบทบาทของสารอินทรีย์แต่ละประเภท สารอินทรีย์บางโมเลกุลมีหมู่ฟังก์ชันเพียงชนิดเดียวแต่บางโมเลกุลก็มีหมู่ฟังก์ชันหลายชนิดหรือชนิดเดียวแต่มีหลายตำแหน่ง ถ้าพิจารณาจากโครงสร้างของตัวรีดิวซ์ที่อ่อนที่นำมาใช้ในงานวิจัยจะเห็นได้ว่ากรดแอสคอร์บิคประกอบไปด้วย หมู่คาร์บอนิล หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และหมู่ฟังก์ชันแอลคีน ซึ่งหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้จะสามารถรับอะตอม และเกิดการแตกตัวเป็นแหล่งของอิเล็กตรอนได้ และจะเห็นได้ว่ากรดแอสคอร์บิคจะมีหมู่ฟังก์ชันที่มากกว่าน้ำตาลดี-กลูโคส ที่ประกอบไปด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และ หมู่คาร์บอกซาลดีไฮด์ (-CHO) ซึ่งมีเพียงแค่สองหมู่เท่านั้น และหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของกรดแอสคอร์บิคที่มีมากกว่าน้ำตาลดี-กลูโคสอาจจะทำให้กรดแอสคอร์บิคมีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงกว่าน้ำตาลดี-กลูโคสได้ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.13

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



กรดแอสคอร์บิค



น้ำตาลดี-กลูโคส

รูปที่ 2.13 โครงสร้างของตัวรีดิวซ์ชนิดกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคส[22]

ส่วนแสงอัลตราไวโอเลตนั้นจะไปกระตุ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีในสารละลายทำให้อนุภาคในสารละลายเกิดการแตกตัวขึ้น ซึ่งกระบวนการเหล่านี้จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนขึ้น แต่อย่างไรก็ตามความเข้มแสงที่ใช้ในการฉายก็มีผลต่อการรีดิวซ์ และระยะเวลาในการฉายก็มีผลต่อขนาดอนุภาคที่ได้อีกด้วย[24] นอกจากนั้นการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและไม่เป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิต

2.5 **เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง**

จากการศึกษาค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้องของกลุ่มตัวรีดิวซ์นี้ พบว่างานวิจัยของ A. Murugadoss และคณะ[25] ได้นำกรดแอสคอร์บิคมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์เส้นใยแอสคอร์บิคเพื่อใช้เป็นตัวรองรับในการเคลือบอนุภาคทองที่มีขนาดนาโนและยังใช้เป็นตัวรีดิวซ์ เนื่องจากกรดแอสคอร์บิคเป็นกรดที่ทราบกันดีแล้วว่าสามารถออกซิไดซ์ตัวเองได้แล้วสามารถสลายตัวเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลากหลายเช่น การเกิดพอลิเมอร์ในสารละลายและนอกจากนี้ยังพบอีกว่า ถ้าใช้กรดแอสคอร์บิคสังเคราะห์เป็นเส้นใยเมื่อนำอนุภาคทองมาเคลือบบนเส้นใยจะพบว่าอนุภาคทองที่เคลือบจะกระจายตัวได้ดีไม่เกิดการเกาะเป็นกลุ่มก้อนและงานวิจัยของ W. songping และคณะ[26]เป็นการเตรียมผงเงินให้มีขนาดเล็กที่มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและไม่เกิดการรวมตัวกันของอนุภาคเงินโดยวิธีการ chemical reduction ซึ่งใช้กรดแอสคอร์บิค

เป็นตัวรีดิวซ์เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ใน multi - layer chip inductor (MLCI) พบว่ากรดแอสคอร์บิคมีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์โดยสามารถแสดงดังสมการนี้

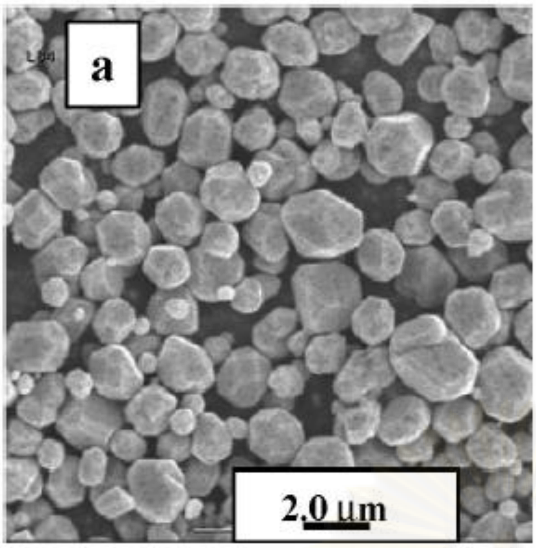
$$2Ag^{+} + C_6H_8O_6 \longrightarrow 2Ag + C_6H_6O_6 + 2H^{+} \qquad (2.8)$$

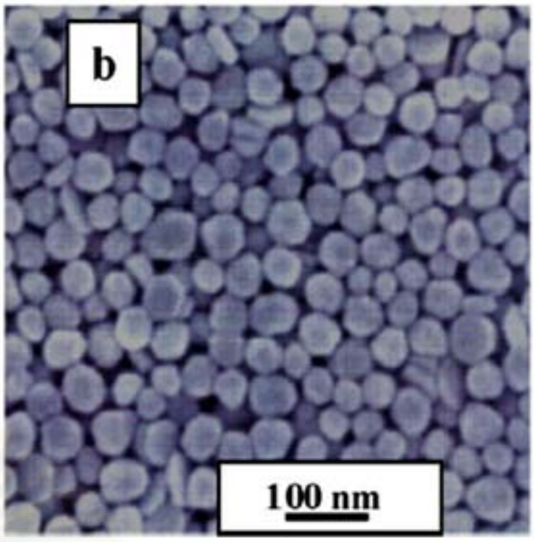
และนอกจากนั้นเมื่อให้อุณหภูมิจาก 20 °C ถึง 60 °C ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคเงิน (D_{50}) ลดลงเป็นเส้นตรงจาก 3.1 μm เป็น 1.0 μm เมื่อให้อุณหภูมิขณะทดลองจาก 20 °C - 60 °C จากอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ความสามารถในการรีดิวซ์ของกรดแอสคอร์บิคเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกันเนื่องจากขนาดอนุภาคเงินที่สังเคราะห์นั้นมีขนาดเล็กลง เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น นอกจากนั้นงานวิจัยของ L.Suber และคณะ[(27)] ในงานวิจัยนี้จะมีการเตรียมและศึกษากลไกของอนุภาคเงินที่มีรูปร่างที่แตกต่างกันในสารละลายเนื้อเดียว ในการสร้างเฟสของโลหะเงินในสารละลายนั้นในการทดลองนี้เป็นผลโดยตรงมาจากการย้ายอิเล็กตรอนที่ได้จากตัวกรดแอสคอร์บิคที่ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่มีประสิทธิภาพในภาวะที่เป็นกรดโดยมีสมการดังนี้

$$2AgNO_3 + C_6H_8O_6 \rightleftharpoons 2Ag^{0} + C_6H_6O_6 + 2HNO_3 \qquad (2.9)$$

และนอกจากนั้นได้เปรียบเทียบปฏิกิริยาของกรดแอสคอร์บิคต่อ Daxad 19 ในการทดลองที่เหมือนกันนั้น พบว่ารูปร่างของอนุภาคมีขนาดสม่ำเสมอโดยการใช้กรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์ และเกิดปฏิกิริยาที่แรงระหว่างกลุ่มซัลโฟนิกของ Daxad 19 กับพื้นผิวของไอออนเงิน และยังพบว่าซิลเวอร์ไนเตรต ($AgN0_3$) ที่มีความเข้มข้นสูงจะได้อนุภาคเงินที่มีขนาดเล็กแสดงดังรูปที่ 2.14

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 2.14 รูป SEM ของอนุภาคเงินระดับนาโนตามเงื่อนไขดังนี้ a) Daxad 19 และ $AgNO_3$ 0.18 mol dm^{-3} b) Daxad 19 และ $AgNO_3$ 0.3 mol dm^{-3}[27]

และงานวิจัยของ J. Soukupová และคณะ[28] ได้ศึกษาเกี่ยวกับบทบาทของสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุและไม่มีประจุต่ออนุภาคเงินในระดับนาโนโดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้น้ำตาลกลูโคสเป็น ตัวรีดิวซ์ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของเงินและในงานวิจัยของ R. Janardhanan และคณะ[29] น้ำตาลกลูโคสเป็นส่วนประกอบที่สำคัญที่ใช้ในการรีดิวซ์ไอออนเงินให้กลายเป็นอนุภาคเงินและปริมาณความเข้มข้นของกลูโคสจะไม่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคที่ได้ แต่ไฮดรอกซีไอออนที่ได้จากสารละลายเอมีนจะทำให้น้ำตาลกลูโคสเปลี่ยนเป็นกรดคลูโคนิค ซึ่งกรดชนิดนี้จะเป็นปัจจัยตัวหนึ่งที่ใช้ในการควบคุมขนาดของอนุภาคเงินและนอกจากนี้ยังพบว่าสามารถใช้แสงอัลตราไวโอเลตเป็นตัวรีดิวซ์ไอออนของเงิน จากงานวิจัยของ R. J. B. Pinta และคณะ[30] ได้ทำการศึกษาการรีดิวซ์อนุภาคเงินภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตรที่กำลังไฟฟ้า 8 โวลต์ และทำการรีดิวซ์ อนุภาคเงินด้วยสารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์พบว่าปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ได้มีความแตกต่างกันและนอกจากนี้ทำการศึกษาการปลดปล่อยไอออนของอนุภาคเงินเมื่อนำไปแช่ในน้ำเกลือเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าจำนวนอนุภาคเงินที่เตรียมได้จากการรีดิวซ์ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตจะมีปริมาณไอออนของอนุภาคเงินที่หลุดออกมาต่ำกว่าการรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์ และงานวิจัยของ S. Keki และคณะ[31] ได้ใช้แสงอัลตราไวโอเลตทำการรีดิวซ์ไอออนเงินที่แทรกตัวในพอลิอะมิโด เอมีน (polyamido amine) จากภาพถ่าย TEM ชนิด dark-field พบว่า อนุภาคเงินมีการกระจายตัวอย่างแคบ รูปร่างที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมแบบปิด มีขนาดเส้นผ่าศูนย์ประมาณ6.5 นาโนเมตร โดยการรีดิวซ์ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตจะทำให้จำนวนของอนุภาคเงินเพิ่มขึ้น เนื่องจากแสงอัตราไวโอเลตเป็นอิเล็กตรอนทรานเฟอร์ เอเจนต์ (electron-transfer agent) และ M. Darroudi และคณะ[24]

ได้ใช้แสงอัลตราไวโอเลตในการรีดิวซ์ไอออนเงินให้กลายเป็นอนุภาคเงินเพื่อแทรกในชั้นดินของดินมอนท์มอริลโลไนท์โดยฉายแสงอัลตราไวโอเลตที่มีความยาวคลื่น 365 nm และมีความเข้มแสง 6 W โดยนำดินมอนท์มอริลโลไนท์ 5 g ผสมกับน้ำกลั่น 500 ml ปั่นทิ้งไว้ 1 h แล้วเติมสารละลาย $AgNO_3$ ที่เข้มข้น 0.02 M ปริมาณ 500 ml แล้วปั่นทิ้งไว้ 1 h จากนั้นนำไปฉายแสง 1 h 3 h 18 h 46 h และ 96 h ตามลำดับ จากนั้นนำมากรองแล้วอบให้แห้ง มาวิเคราะห์ด้วย TEM จะพบว่าที่เวลาฉายแสง 3 h 46 h และ 96 h อนุภาคที่ได้จะมีขนาด 30.53 nm 6.01 nm และ 4.24 nm ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าการเพิ่มเวลาฉายแสงจะทำให้อนุภาคเงินมีขนาดเล็กลงและมีการกระจายตัวอย่างแคบ และการแตกตัวของอนุภาคเงินโดยแสงนั้นสามารถอธิบายได้ดังนี้

$$(Ag)_n + 2h\nu \longrightarrow (Ag)^+_n + e^-_{aq} \quad (2.10)$$

$$(Ag)^+_n + e^-_{aq} \longrightarrow (Ag)_n \quad (2.11)$$

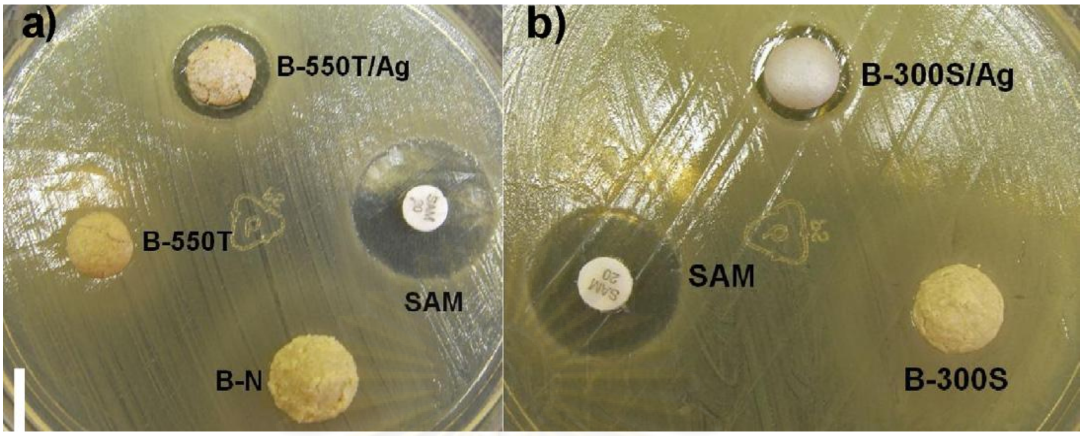
$$(Ag)^+_n \longrightarrow (Ag)_{n-1} + Ag^+ \quad (2.12)$$

โดยที่ $(Ag)_n$ คือ กลุ่มก้อนของเงินที่ประกอบด้วย n อะตอม

e^-_{aq} คือ อิเล็กตรอนที่แตกตัวในสารละลาย

และการแทรกตัวของอนุภาคเงินนั้นจะสังเกตได้จากค่าระยะห่างระหว่างชั้นดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่มีการเติมอนุภาคเงิน จะมีขนาดเพิ่มขึ้นเป็น 1.41 nm จากระยะห่างระหว่างชั้นดินมอนท์มอริลโลไนท์ปกติ 1.24 nm จึงสามารถบอกได้ว่าอนุภาคเงินนอกจากจะกระจายตัวอยู่ที่ขอบและพื้นผิวด้านบนแผ่นดินแล้วจะยังคงแทรกตัวอยู่ในระหว่างชั้นดินอีกด้วย ซึ่งยืนยันได้จากระยะห่างระหว่างชั้นดินที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง นอกจากนี้แล้วยังมีงานวิจัยของ S. M. Magana และคณะ[13] ได้มีการเตรียมดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 550 $^{\circ}$C (B-550T) และบดละเอียด 100 s (B-300s) แล้วเติม $AgNO_3$ 0.1 N 30 ml ปั่นทิ้งไว้ 1สัปดาห์ เพื่อให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออน และได้นำมาทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยแบคทีเรีย E.coli ด้วยวิธีทดสอบแบบเคลียร์โซน โดยจะกระจายเชื้อ E.coli บนจานเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37°C บ่มเป็นเวลา 24 h จากนั้นนำตัวอย่างที่อัดเป็นรูปเหรียญไป วางบนจานเพาะเชื้อ ตัวอย่างในการทดลองนี้จะแบ่งออกเป็น 5 ตัว คือ ดินมอนท์มอริลโลไนท์ (B-N) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 550 $^{\circ}$C (B-550T) และที่เติมอนุภาคเงิน(B-550T/Ag) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการบดละเอียด 100 s (B-300s) และที่เติมอนุภาคเงิน (B-300s/Ag) จะพบว่า ตัวอย่างที่มีการเติมอนุภาคเงินจะมีการต้านแบคทีเรียเกิดขึ้นซึ่งดูได้จาก inhibition zone ของ B-550T/Ag และ B-300s/Ag ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 13.3 และ 12.3 mm ตามลำดับ ส่วน B-N B-550T และ B-300s จะไม่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งดูได้จากใน รูปที่ 2.15 การต้านแบคทีเรียของดินที่มีการเติมอนุภาคเงิน เป็นผลสืบเนื่องมาจาก การมีอยู่ของไอออนเงินซึ่งในงานวิจัยนี้ยืนยันด้วยเทคนิค XPS ถ้าไอออนเงิน มีความเข้มข้นบนพื้นผิวของอนุภาคโลหะเงินจะทำให้ตัวอย่างแสดงผล

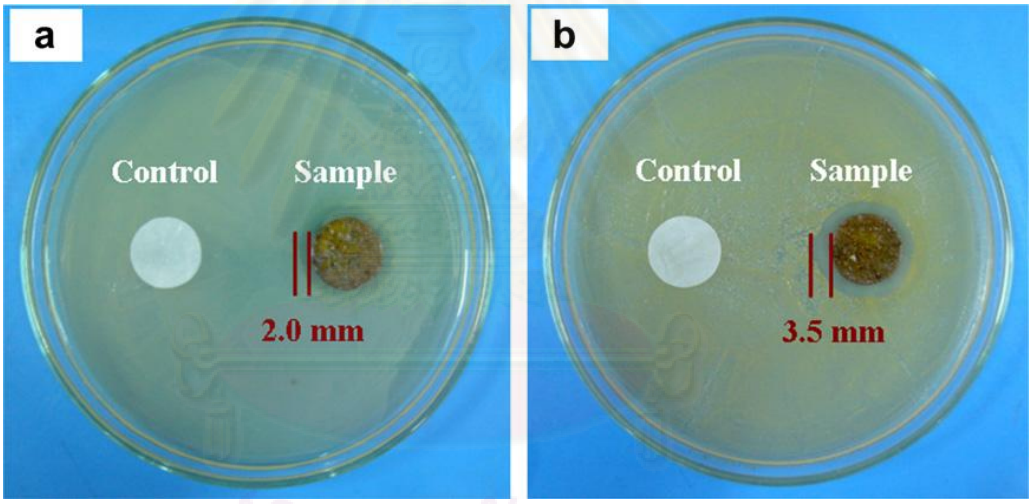
ต้านแบคทีเรียที่ดีและปริมาณอนุภาคเงินในดินมอนท์มอริลโลไนท์เกิดจากการแลกเปลี่ยนไอออนกัน



รูปที่ 2.15 การเปรียบเทียบการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิคเคลียร์โซนระหว่างสารมาตรฐานที่ต้านแบคทีเรีย (SAM, Ampicilin/Sulbactam) กับ (a) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ (B-N) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 550 $^{\circ}$C (B-550T)และที่เติมอนุภาคเงิน (B-550T/Ag) และ (b) ดินมอนท์มอริลโลไนท์ที่ผ่านการบดละเอียด 100 s (B-300s)และที่เติมอนุภาคเงิน (B-300s/Ag)

อย่างไรก็ตามยังมีงานวิจัยที่ใช้อนุภาคเงินในการต้านแบคทีเรียและมีการแทรกในวัสดุชนิดอื่นๆ ที่นอกเหนือจากดินอีกด้วยซึ่งได้แก่ งานวิจัยของ T. Maneerung และคณะ[32]ได้เตรียมแบคทีเรียเซลลูโลสที่เต็มไปด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนสำหรับทำผ้าพันบาดแผลที่ต้านแบคทีเรีย โดยนำเยื่อแบคทีเรียเซลลูโลสจุ่มในสารละลาย $AgNO_3$ 0.001 M เป็นเวลา 1 h จากนั้นล้างด้วยสารละลายเอทานอล แล้วนำมารีดิวซ์ด้วยสารละลาย $NaBH_4$ ที่มีความเข้มข้น 0.001 0.01 และ 0.1 M เป็นเวลา 10 นาที แล้วล้างสารเคมีที่เป็นส่วนเกินออกจากตัวอย่างแล้วนำไปแช่แข็งที่อุณหภูมิ - 40 $^{\circ}$C และทำให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ – 52 $^{\circ}$C จากการทดลองจะเลือกตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่าง $NaBH_4$: $AgNO_3$ 100:1 มาทำการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย เนื่องจากอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กประมาณ 5.47 nm และมีการกระจายตัวดี จากการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย โดยใช้แบคทีเรีย E.coli และ S.aureus ด้วยเทคนิค disc diffusion method พบว่าแบคทีเรียเซลลูโลสที่เต็มไปด้วยอนุภาคเงินระดับนาโน สามารถยับยั้งการโตของแบคทีเรีย E.coli และ S.aureus โดยสามารถวัด inbibition zone ได้ค่าเท่ากับ 2 และ 3.5 mm ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ที่ไม่แสดงการต้านแบคทีเรียซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.16 จาก

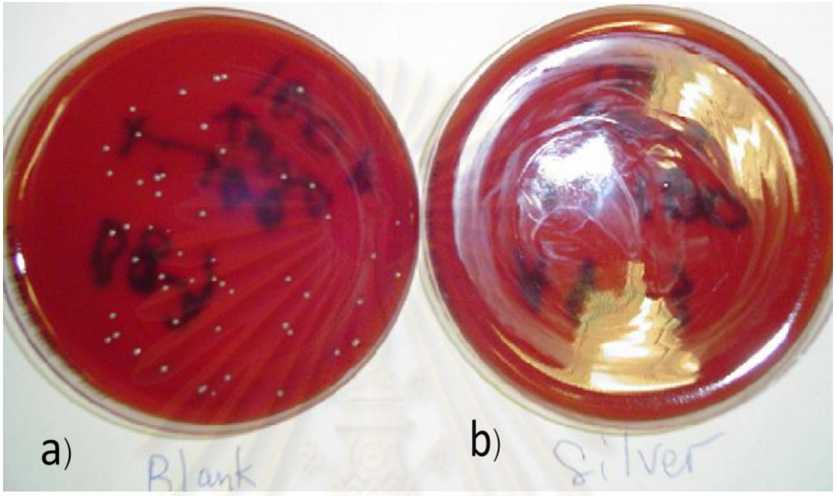
พฤติกรรมการต้านแบคทีเรียของแบคทีเรียเซลลูโลสที่มีอนุภาคเงินระดับนาโนแสดงให้ เห็นว่าสามารถต้านแบคทีเรียได้ดีกว่าแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (control) นอกจากนั้นแล้วยังทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยการนับจำนวนโคโลนี พบว่า แบคทีเรียเซลลูโลสที่มีอนุภาคเงินสามารถต้านแบคทีเรีย E.coli และ S.aureus เช่นกัน ซึ่งเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรียที่คำนวณได้ 99.7 % และ 99.9 % ตามลำดับ ส่วนแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ จะคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย 34.6 % และ 40.7 % ที่ทดสอบกับแบคทีเรีย E.coli และ S.aureus ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าแบคทีเรียเซลลูโลสที่มีอนุภาคเงินจะแสดงสมบัติต้านแบคทีเรียได้ดี และสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในผ้าพันบาดแผลได้และไม่เป็นอันตรายกับเซลล์เนื้อเยื่อของมนุษย์ เนื่องจากอนุภาคเงินที่ฝังอยู่ในแบคมีเรียเซลลูโลสนั้นมีจำนวนไม่สูงพอที่จะทำอันตรายกับเซลล์เนื้อเยื่อของมนุษย์ และไม่สามารถนำมาใช้ได้เป็นเวลานานเพราะว่าอนุภาคเงินที่มีอยู่จะค่อยๆเปลี่ยนเป็นไอออนเงิน แล้วทำปฏิกิริยากับผนังเซลล์ของแบคทีเรียอย่างช้าๆแล้วจะหมดไปในที่สุด



รูปที่ 2.16 แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียของแบคทีเรียเซลลูโลสที่อัตราส่วนระหว่าง $NaBH_4$: $AgNO_3$ 100:1 ต่อการต้านแบคทีเรีย a) E.coli และ b) S.aureus [32]

นอกจากนั้นแล้วยังมีการแทรกในวัสดุชนิดอื่นซึ่งจากงานวิจัยของ V. Bakumov และคณะ[33] ยังใช้อนุภาคเงินผสมกับ polysilazane (Si(C)N) เพื่อต้านแบคทีเรียซึ่งจะนำไปใช้ในทางการแพทย์หรืออุตสาหกรรมอาหารโดยจะทดสอบการต้านแบคทีเรีย S.aureus ที่กระจายตัวในจานเพาะเชื้อจากนั้นนำตัวอย่าง *nc*-Ag/Si(C)N นาโนคอมโพสิตมาวางบนจานเพาะเชื้อแล้วบ่มทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 37 ^{o}C เป็นเวลา 18 h แล้วนับจำนวนโคโลนีพบว่า *nc*-Ag/Si(C)N มีการต้านแบคทีเรียเกิดขึ้นซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 2.17 การต้านแบคทีเรียที่เกิดขึ้นเกิดจากอนุภาคเงินที่แทรกอยู่ในเมทริกซ์ Si(C)N

จะถูกออกซิไดซ์กลายเป็น ไอออนเงินซึ่งจะปล่อยอย่างช้าบนพื้นผิวของวัสดุเซรามิก แต่อย่างไรก็ตามการออกซิไดซ์ของอนุภาคเงินอาจจะเกิดขึ้นบนพื้นผิวของวัสดุ เนื่องจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีขนาดเล็กมากและมีปริมาณมากอยู่บนพื้นผิว polysilazane (Si(C)N) จึงเป็นสาเหตุให้เกิดการต้านแบคทีเรียของวัสดุคอมโพสิตระดับนาโน และ *nc*-Ag/Si(C)N ที่เตรียมได้นี้จะนำไปประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ ทางอาหาร หรือในอุตสาหกรรมอื่น



รูปที่ 2.17 แสดงการต้านแบคทีเรีย S.aureus ของ (a) Si(C)N (b) *nc*-Ag/Si(C)N ที่เตรียมได้[33]

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของตัวรีดิวซ์ต่ออนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกตัวในดินเกาลิน เพื่อเพิ่มสมบัติการต้านแบคทีเรียของดินเกาลิน ซึ่งดินเกาลินนั้นเป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก โดยมีโครงสร้างที่มีลักษณะที่เป็นแผ่นเรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ ด้วยลักษณะเช่นนี้จึงคาดว่าดินเกาลิน จะทำหน้าที่เป็นเสมือนเกราะกำบังให้กับอนุภาคเงินระดับนาโนไม่ให้เกิดการสลายตัวเมื่อนำไปใช้ที่อุณหภูมิสูงและจะยังคงก่อให้เกิดสมบัติต้านแบคทีเรียแม้จะผ่านการเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิสูงด้วยเช่นกัน

3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง คือ ดินเกาลิน ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิก ซึ่งจะถูกขยายขนาดของชั้นดินโดยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl sulfoxide : DMSO) ก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินที่อยู่ในรูปสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.01 M ในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 1 wt % Ag/kaolin แล้วทำการรีดิวซ์ไอออนของเงินให้มีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ด้วยตัวรีดิวซ์ ได้แก่ โซเดียมบอโรไฮโดรด์ ($NaBH_4$) กรดแอสคอร์บิค (ascorbic acid) น้ำตาลดี-กลูโคส (D-glucose) และ แสงอัลตราไวโอเลต (แสง UV) ดังแสดงรายละเอียดของสารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในตารางที่ 3.1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี / วัตถุดิบ	บริษัทผู้ผลิต	รหัสอ้างอิง
ดินขาวระนอง (kaolin)	บริษัทคอมพาวด์เคลย์	-
ไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)	Riedel-de Haën	60153
ซิลเวอร์ไนเตรต ($AgN0_3$)	Fisher Chemical	-
พอลีไวนิลไพโรลิโดน Polyvinyl pyrrolidone K30 ($M_w \sim$ 40,000)	Fluka chemika	9003-39-8
โซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$)	Laboratory chemical	16940-66-2
เมทานอล (CH_3OH)	Merck kGaA., Germany	67-56-1
กรดแอสคอร์บิค (ascorbic acid, $C_6H_8O_6$)	PoCH	529150113
น้ำตาลดี-กลูโคส (D-Glucose, $C_6H_{12}O_6$)	Ajax Finechem Pty Ltd.	-
น้ำรีเวอร์สออสโมซีส (Reverse osmosis)	บริษัท น้ำดื่มสยาม	-
หลอดอัลตราไวโอเลต	Black Light Blue 10 BLB NEC	-

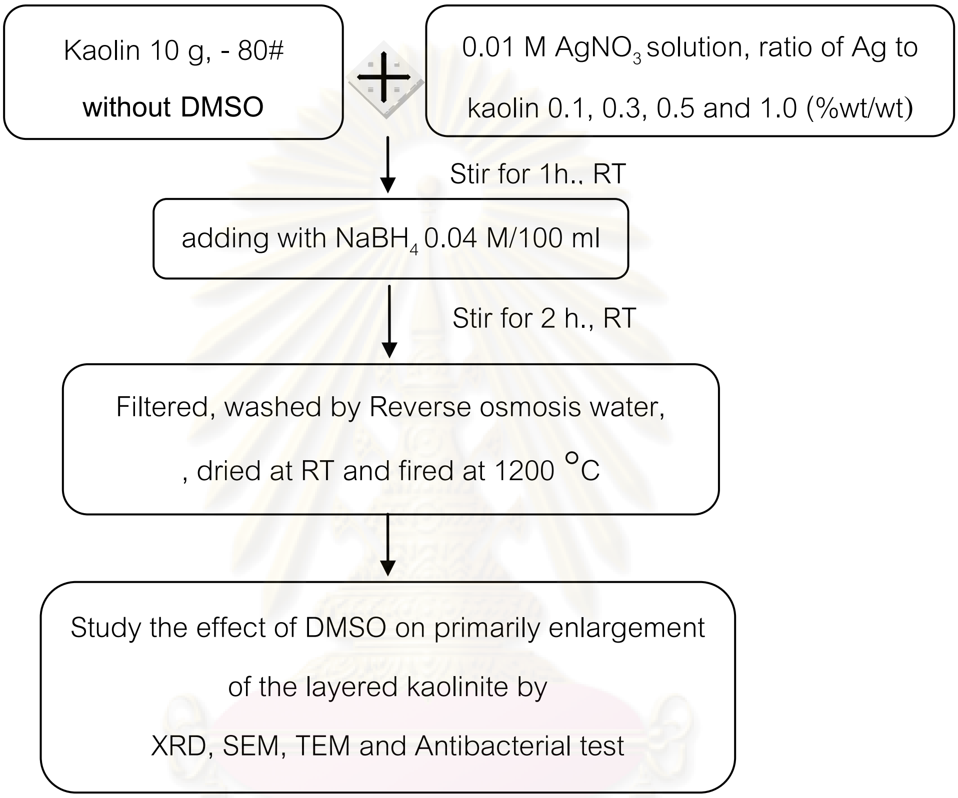
3.2 แผนผังแสดงการเตรียมตัวอย่าง Ag Clay ในภาวะต่างๆ และการเลือกตัวรีดิวที่เหมาะสม

3.2.1 ศึกษาผลของการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วยสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)

จากงานวิจัยที่ผ่านมา U. Wongpratat และคณะ[34] แสดงให้เห็นว่าการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินโดยการใช้ตัวรีดิวซ์ที่แรง คือ โซเดียมบอโรไฮไดรด์ นั้นสามารถเพิ่มสมบัติต้านแบคทีเรียให้กับดินเกาลินสูงถึง 100 % ในงานวิจัยดังกล่าวนี้ได้มีการใช้ไดเมทธิลซัลฟอกไซด์เติมลงไปในดินเกาลินเพื่อขยายขนาดของช่องระหว่างชั้นดินก่อน จากนั้นจึงค่อยแทรกอนุภาคเงินที่ผ่านการรีดิวซ์ด้วย โซเดียมบอโรไฮไดรด์ลงไป จากประเด็นดังกล่าวนี้เป็นมูลเหตุจูงใจให้

คณะผู้วิจัยในครั้งนี้ต้องการพิสูจน์ว่า หากตัดขั้นตอนการขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ออก แล้วทำการแทรกอนุภาคเงินลงไปในชั้นของดินเกาลินโดยตรงนั้น จะสามารถทำการแทรกอนุภาคเงินลงไปได้หรือไม่

การทดลองที่ 3.2.1 จึงเป็นการทดลองที่ต้องการศึกษาผลของการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดิน และมีขั้นตอนการทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการศึกษาผลของการไม่ขยายขนาดชั้นดินเกาลินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ต่อการแทรกด้วยอนุภาคเงิน

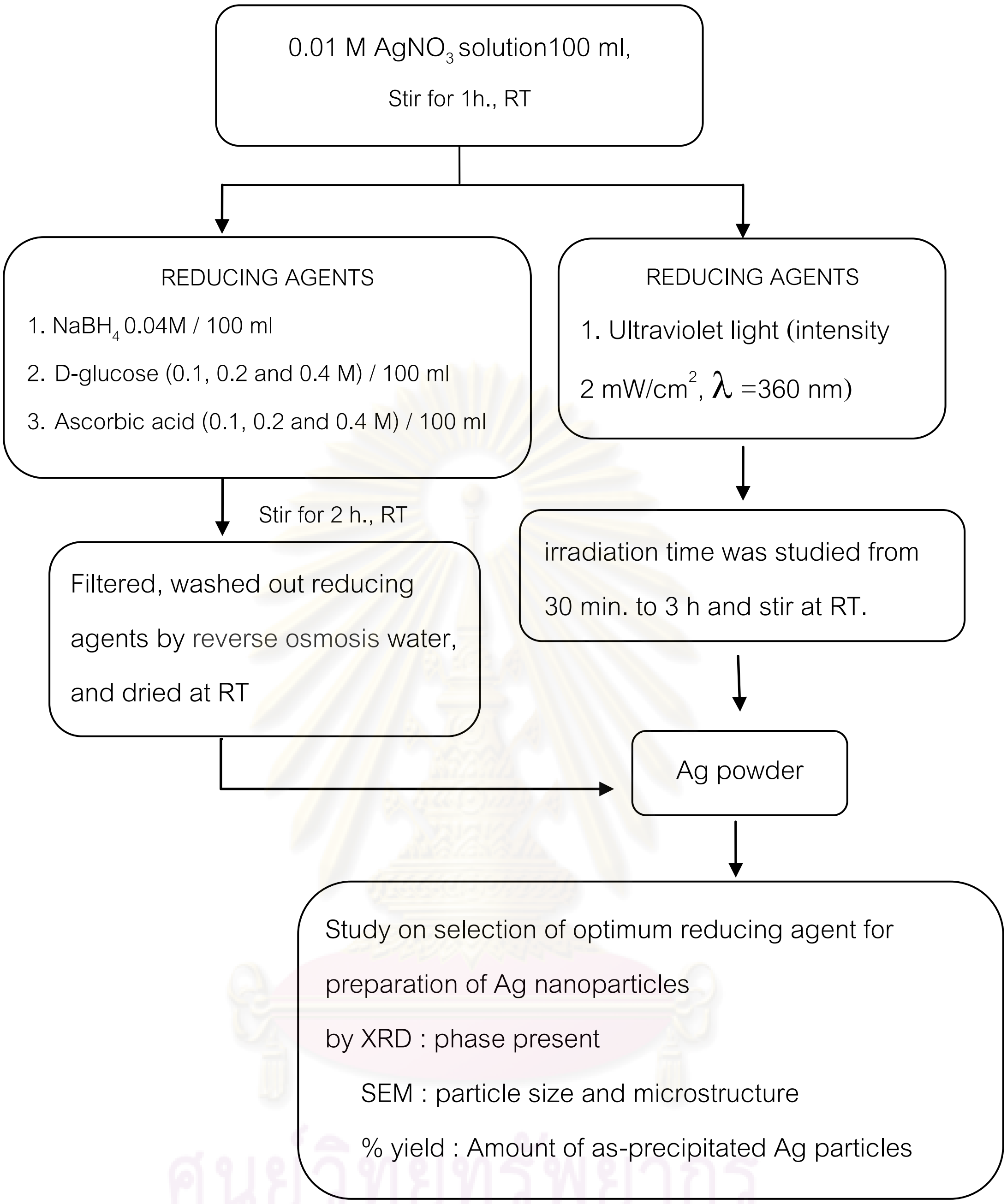
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากรูปที่ 3.1 โดยทั่วไปแล้วดินเกาลินเป็นแร่ดินขาวซึ่งมีโครงสร้างของอลูมิโนซิลิเกต ประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระฮีดรอล และอลูมินาออกตระฮีดรอล และแต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้ ดังนั้นในงานวิจัยก่อนหน้านี้จึงใช้สารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) เป็นตัวช่วยในการขยายขนาดของชั้นดินเกาลินเพื่อทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนแทรกในชั้นดินได้ แต่อย่างไรก็ตามในกระบวนการทดลองเพื่อจะขยายขนาดชั้นดินนั้นจะต้องใช้เวลาปั่นสารละลายทิ้งไว้ถึง 10 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อนำดินเกาลินที่ผ่านการดัดแปลงนี้ไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆจะทำให้ขั้นตอนการผลิตมี

การใช้เวลาที่นานขึ้น ดังนั้นจึงได้ลดสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) โดยนำดินเกาลิน 10 กรัม ที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 80 เมช มาเติมในสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.01 M ที่มีอัตราส่วนของ Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนักเท่ากับ 0.1, 0.3, 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จากนั้นปั่นทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนแทรกในชั้นดินเกาลิน หลังจากนั้นทำการรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) ในอัตราส่วนโดยโมลของ $AgNO_3$ ต่อ $NaBH_4$ เป็น 1:4 ในการรีดิวซ์ โดยเตรียมสารละลาย $NaBH_4$ ที่อัตราส่วนโดยโมลดังกล่าวปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วปั่นต่อเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง เพื่อทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดความเสถียรในโครงสร้างดินเกาลิน จึงรีดิวซ์ไอออนของเงินให้มีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) แล้วนำสารที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วมากรองและล้างด้วยน้ำรีเวอร์สออสโมซีส ผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 (บริษัท, whatman) ใน Buchner funnel ที่ผ่านการดูดอากาศออก และทำการทดสอบ $AgNO_3$ ที่เหลืออยู่หลังจากผ่านการล้างด้วยสารละลาย NaCl ซึ่งจะพบการตกตะกอนเกิดขึ้น ล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งไม่พบตะกอน แล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

3.2.2 การเลือกตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองในขั้นต่อไปเพื่อทดแทนโซเดียมบอโรไฮไดรด์

การทดลองที่ 3.2.2 เป็นการทดลองที่ต้องการหาตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ได้แก่ น้ำตาลดี-กลูโคส กรดแอสคอร์บิค และแสงอัลตราไวโอเลต มาใช้เพื่อทดแทนตัวรีดิวซ์ที่แรง ซึ่งได้ดำเนินการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดย การรีดิวซ์ไอออนของอนุภาคเงินเพื่อทำให้อนุภาคเงินระดับนาโน ที่มาแทรกในชั้นดินเกาลินนั้นมีความเสถียรทางเคมีจะต้องทำการรีดิวซ์ไอออนของเงินให้มีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะศึกษาผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเกาลิน โดยตัวรีดิวซ์ที่จะเลือกใช้จะต้องมีประสิทธิภาพที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงที่นิยมใช้กันทั่วไป แต่เมื่อใช้ในปริมาณมากก็จะเป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งที่จะใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนลง ได้แก่ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคส และแสงUV เนื่องจากมีราคาถูกและส่งผลเสียกับสิ่งแวดล้อมน้อยกว่าโดยดำเนินการทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 3.2

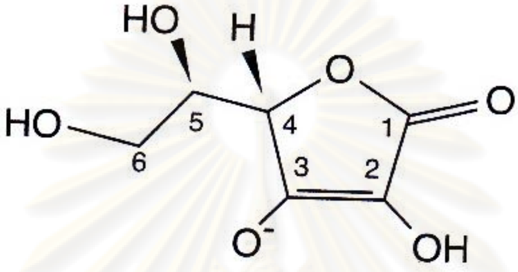


รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างในการเลือกตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองในขั้นต่อไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2.1 กรดแอสคอร์บิค ascorbic acid

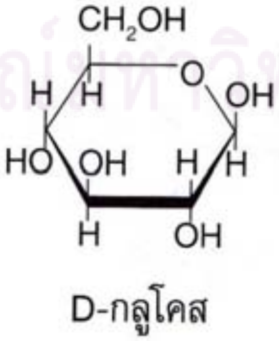
เตรียมสารละลายแอสคอร์บิค ที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 โมลาร์ ตามลำดับ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และผสมกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ที่ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปั่นทิ้งไว้ 3 ชม.จากนั้นนำมากรองด้วยกระดาษกรอง แล้วใช้น้ำ R.O. ล้างและตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำตะกอนไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิคที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไปซึ่งจะมีสูตรโครงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 สูตรโครงสร้างของกรดแอสคอร์บิค[22]

3.2.2.2 น้ำตาลดี-กลูโคส

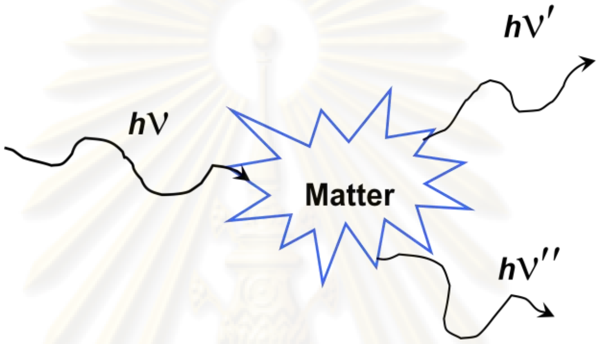
เตรียมน้ำตาลดี-กลูโคส ที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 โมลาร์ ตามลำดับ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ที่ 100 มิลลิลิตร ปั่นทิ้งไว้ 3 ชม.จากนั้นนำมากรองด้วยกระดาษกรอง แล้วใช้น้ำ R.O. ล้างและตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องแล้วนำตะกอนไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของน้ำตาลดี-กลูโคสที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไป ซึ่งจะมีสูตรโครงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 โครงสร้างของน้ำตาลดี-กลูโคส[22]

3.2.2.3 แสงอัลตราไวโอเลต

เตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปั่นพร้อมทั้งฉายแสงเป็นเวลา 30 นาที 1ชม. 1.30 ชม. 2 ชม. 2.30 ชม.และ 3 ชม. แสงอัลตราไวโอเลตในรูปโฟตอน ($h\nu$) เมื่อเกิดอันตรกิริยากับโมเลกุลของสารใดๆ โมเลกุลจะดูดกลืนพลังงานจากแสงแล้วเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอกของโมเลกุลจาก สถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้นซึ่งการเกิดปฏิกิริยาทำให้แสงอัลตราไวโอเลตเป็นอิเล็กตรอนทรานเฟอร์ เอเจนต์ (electron-transfer agent) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.5

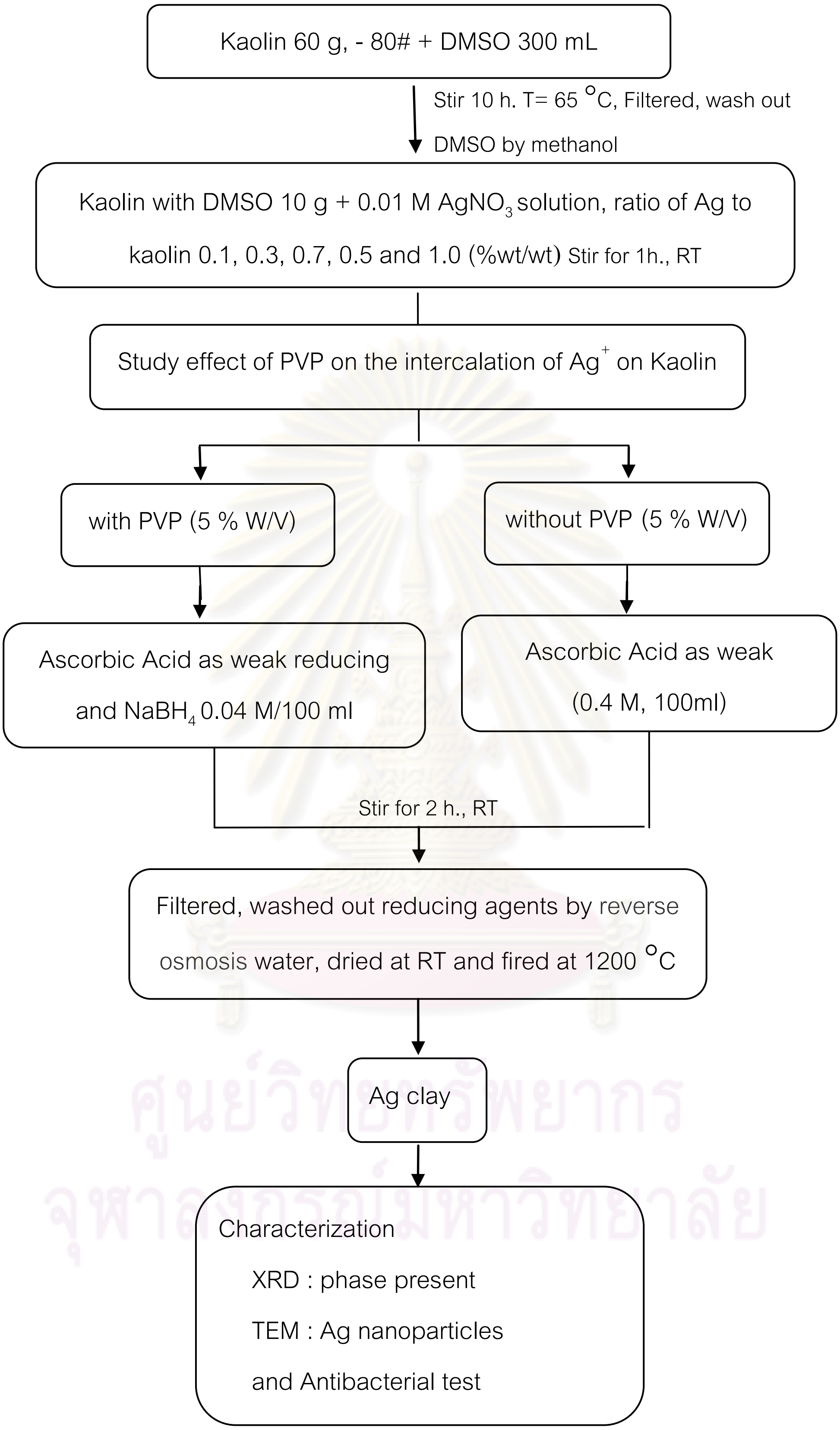


รูปที่ 3.5 การเกิดปฏิกิริยาของ แสงอัลตราไวโอเลต

3.2.3 การเตรียมตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลิน

ผลจากการทดลองที่ 3.2.2 พบว่ามีแนวทางที่สามารถใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนเพื่อทดแทนโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงได้ แต่พบว่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นอนุภาคเงินที่ได้นั้นเกิดขึ้นต่ำ ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงได้เลือกตัวเติมคือ PVP (polyvinylpyrrolidone) ซึ่งเป็น lewis base ที่ดีเติมลงไปเพื่อต้องการใช้ไปจับอนุภาคของ Ag^+ ในสารละลาย ซิลเวอร์ไนเตรต ($AgN0_3$) ไว้ก่อนเพื่อให้การเกิดของอนุภาคเงินเกิดได้มากขึ้น การดำเนินการทดลองแสดงในหัวข้อ 3.2.3

การทดลองที่ 3.2.3 เป็นการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนลงในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินแล้วทั้งในภาวะที่มีการเติม PVP และไม่เติม PVP ลงในปฏิกิริยาโดยดำเนินการทดลองดังรูปที่ 3.6



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.6 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินในภาวะที่มีการเติมและไม่เติม PVP โดยใช้กรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์

3.2.3.1 การขยายขนาดชั้นดินเกาลิน

จากการทดลองในหัวข้อ 3.2.1. พบว่าการขยายขนาดชั้นดินเกาลินเป็นสิ่งที่จำเป็นต้องทำ เนื่องจากดินเกาลินเป็นแร่ดินขาวซึ่งมีโครงสร้างของอลูมิโนซิลิเกตประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระฮีดรอล และอลูมินาออกตระฮีดรอล และแต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้ ดังนั้นถ้าต้องการแทรกอนุภาคเงินเข้าไปในโครงสร้างของชั้นดินเกาลิน จะต้องทำการขยายขนาดของชั้นดิน โดยนำดินเกาลิน 60 กรัม ที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 80 เมช มาทำการปั่นในสารละลาย DMSO ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ด้วยเครื่อง Hot plate stirrer ที่อุณหภูมิประมาณ 65 องศาเซลเซียส โดยจะใช้เวลาปั่น 10 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำดินที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วยสารละลาย DMSO มาทำการล้างผ่านกระดาษกรอง เบอร์ 42 (บริษัท, whatman) ด้วยสารละลายเมทานอล เพื่อล้างและกำจัด DMSO ส่วนเกินออกจากดินเกาลินใน Buchner funnel ที่ผ่านการดูดอากาศออก และล้างจนกระทั่งดินเกาลินมีสีจางลง แล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

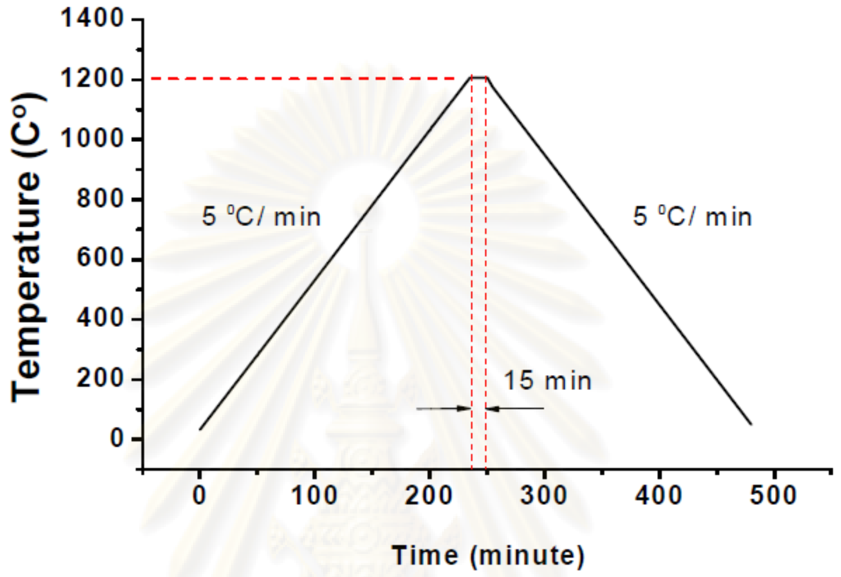
3.2.3.2 การแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเกาลิน

การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดด้วย DMSO โดยนำดินเกาลินที่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินด้วย DMSO ในหัวข้อ 3.2.1 มา 10 กรัม แล้วทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งได้จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.01 M ที่มีอัตราส่วนของ Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นทำการเติมและไม่เติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP) ที่มีความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักต่อ 100 ปริมาตร[35]ทุกเงื่อนไข โดยนำมาปั่นเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.6

3.2.4 ศึกษาผลของการเผาตัวอย่าง Ag Clay ต่อประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรีย

เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาตัวอย่าง Ag Clay ต่อการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลิน เนื่องจากอนุภาคเงินจะเกิดการหลอมที่อุณหภูมิประมาณ 961 °C [36] ดังนั้นเราจึงต้องการจะศึกษาว่าหากนำอนุภาคเงินที่แทรกตัวลงในดินเกาลินแล้วไปเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาผลิตภัณฑ์เซรามิกแล้วนั้น ตัวอย่าง Ag Clay ที่มีอนุภาคเงินแทรกตัวอยู่แล้วนั้นจะเกิดการหลอมตัวของอนุภาคเงิน แล้วจะส่งผลต่อสมบัติการต้านแบคทีเรียหรือไม่ โดยจะเลือกผลของตัวอย่างที่มีประสิทธิภาพในการต้านทานแบคทีเรียที่ดีที่สุด เป็นตัวแทนของการใช้งานที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิสูง (1200 °C) เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการเผาผลิตภัณฑ์เซรามิก นำตัวอย่างซิลเวอร์เคลย์ใส่ลงในถ้วยอะลูมินาครูซิเบิลแล้วปิด

ฝา แล้วทำการเผาด้วยเตาเผาที่อุณหภูมิสูงโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 5 °C ต่อนาที และทำการคงอุณหภูมิที่ 1200 °C เป็นระยะเวลา 15 นาที แล้วค่อยลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ซึ่งลักษณะการเผาแบบนี้เป็นกระบวนการทั่วไปที่ใช้ในการเผาผลิตภัณฑ์เซรามิก ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.7 จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ผลต่อไป



รูปที่ 3.7 แสดงอุณหภูมิการเผาผงตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง 1200 °C

3.3 **การวิเคราะห์สมบัติของสารตัวอย่าง**

3.3.1 วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโน

อนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกตัวในดินเกาลินตามเงื่อนไขที่ได้กล่าวมาแล้วเพื่อวิเคราะห์การแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเกาลินที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรีย จากนั้นนำไปวิเคราะห์ในหัวข้อต่างๆ ดังนี้

1). โครงสร้างและองค์ประกอบของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง x-ray Diffraction (D8-Advance, Bruker) โดยใช้ตัวแปรและภาวะดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรการใช้เครื่อง x-ray Diffraction

Scan Angle (degree)	5-70
Scanning Rate (° / min)	2.4
Temperature (°c)	25
Target	CuK_{α}

และคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างแลตทิซด้วยสมการของแบรกก์ (Bragg's equation)

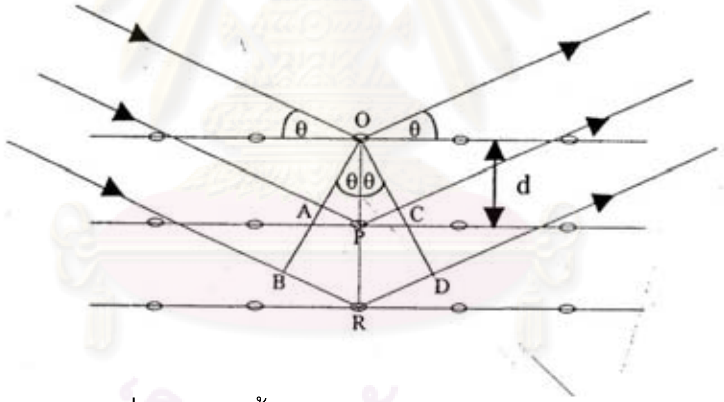
$$2d \sin\theta = n\lambda \qquad \text{(สมการ 3.1)}$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก

e คือ มุมในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

n คือ ตัวเลขจำนวนเต็มบวก

λ คือ ความยาวคลื่น x-ray ของ CuK_{α} มีค่าเท่ากับ 1.5405 Å



รูปที่ 3.8 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์[37]

แล้วนอกจากนี้นำค่ามุม 2θ ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Power Diffraction Standard) และจากการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ทำให้ทราบถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของชั้นดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วยสารละลายไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ซึ่งจะกล่าวรายละเอียดในบทที่ 4

2).โครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM-64 80LV, JEOL, Japan

การเตรียมตัวอย่างสำหรับตรวจลักษณะโครงสร้างโดยนำผงของสารตัวอย่างไปกระจายตัวในเอทานอลปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิค นาน 10 นาที จากนั้นหยดสารตัวอย่าง 1 หยดลงบนกระจกสไลด์ ก่อนที่จะนำตัวอย่างมาติดกับแท่งรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคด้วย SEM

3). ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของธาตุใช้เทคนิค Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM-64 80LV, JEOL, Japan

นอกจาก SEM จะใช้วิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคแล้วยังสามารถใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุได้อีกด้วย ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิค EDS เพื่อตรวจหาอนุภาคของเงินในโครงสร้างของดินเกาลิน โดยจะทำสุ่มเช็คตัวอย่างละ 3 ตำแหน่ง

4). ศึกษาลักษณะและองค์ประกอบภายในดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินในระดับนาโนด้วยเครื่องมือ Transmission Electron Microscope รุ่น JEM-2100, JEOL, Japan (Resolution Point 0.23 nm และ Lattice 0.14 nm, Single tilt และ Double tilt (±30°) holder)

นอกจากนี้ TEM ยังจะบอกถึงลักษณะรูปร่างและขนาดของวัตถุหรือลักษณะการจัดเรียงตัวของระนาบผลึก (High resolution image, HRTEM) สำหรับการวัดขนาดของวัตถุจะวัดเทียบกับ Scale bar ที่ปรากฏในรูป โดยมีสูตรคำนวณดังนี้

ขนาดวัตถุจริง = ขนาดของวัตถุที่สนใจในหน่วย cm × ตัวเลขที่ปรากฏเหนือ scale bar ในหน่วยnm

ขนาดของ scale bar ในหน่วย cm

(สมการ 3.2)

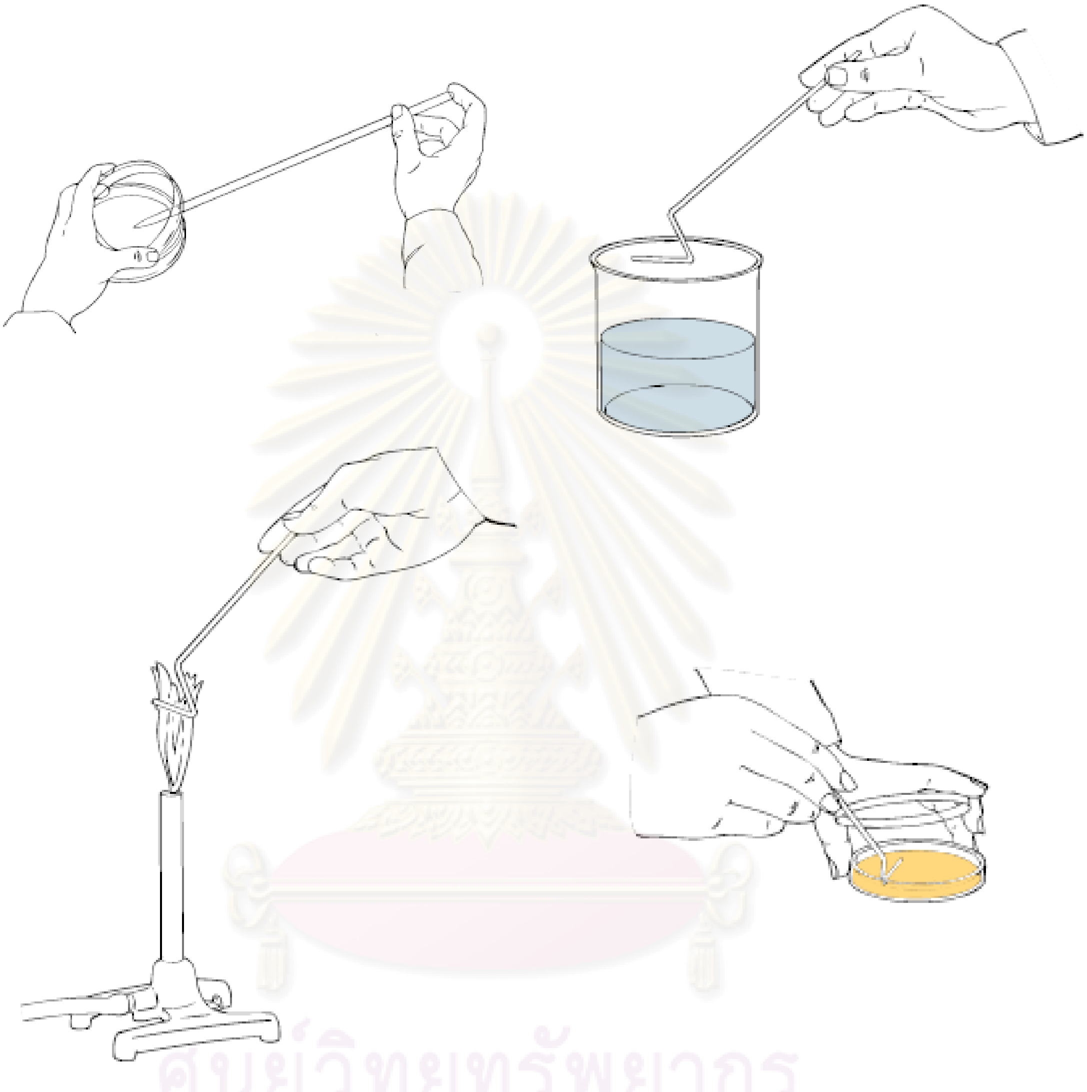
3.3.2 วิเคราะห์ผลของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินต่อการต้านแบคทีเรีย

การต้านเชื้อแบคทีเรีย คือความสามารถในการยับยั้งการเจริญหรือความสามารถในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียแต่การทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรีย คือ การทดสอบความไวของเชื้อต่อสารต้านแบคทีเรียหรือตัวอย่าง

3.3.2.1 วิเคราะห์สมบัติแบคทีเรียด้วยเทคนิค spread plate[38]

วิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่อุณหภูมิห้องโดยใช้เทคนิค spread plate ซึ่งเทคนิคนี้แบคทีเรียจะถูกทำให้เจือจางให้มีจำนวนประมาณ 100-200 เซลล์ หรือน้อยกว่า โดยหยดเชื้อแบคทีเรีย 0.1 มิลลิลิตร ลงบนจานเพาะเชื้อที่ซึ่งมีอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่แล้ว จากนั้นเกลี่ยให้ทั่วทั้งจานเพาะเชื้อด้วยแท่งแก้วรูปตัวแอล (spreader) ที่ผ่านการ

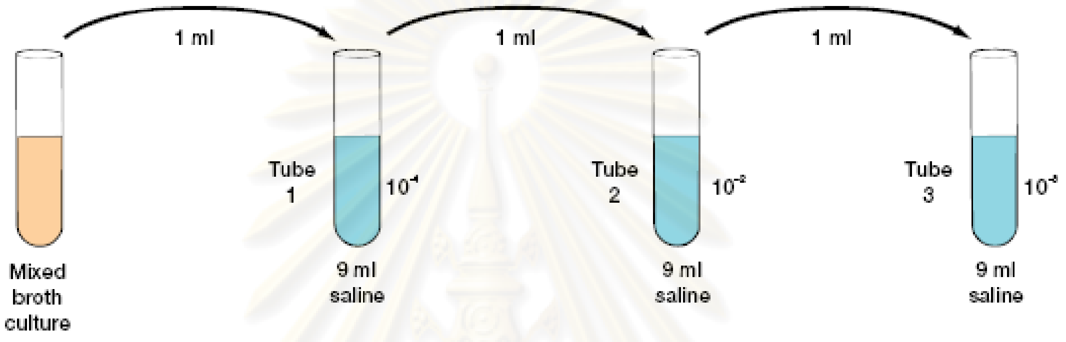
จุ่มแอลกอฮอล์ไปเผาจนแอลกอฮอล์ไหม้หมดและปล่อยให้เย็นเพื่อทำการฆ่าเชื้อ จากนั้นบ่มที่อุณหภูมิ 37 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 3.9 แล้วตรวจผลโดยการนับจำนวนโคโลนี (colony) ของแบคทีเรียที่รอดชีวิต โดยรายงานผลเป็นจำนวน Colony Forming Unit/ml (CFU/ml)



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการวิเคราะห์การต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค spread plate[38]

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ในการนับจำนวนเซลล์แบคทีเรียด้วยวิธีนี้ จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานที่มีอาหารเลี้ยงเชื้อมีความสำคัญ คือ จะต้องมีจำนวนไม่มากหรือน้อยเกินไป โดยทั่วไปจะนับเฉพาะจานอาหารเลี้ยงเชื้อที่มีจำนวนเซลล์ระหว่าง 25-250 เซลล์เท่านั้น ดังนั้นเพื่อให้จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่ในช่วงดังกล่าว ควรทำการเจือจางเชื้อเริ่มต้นให้มีความเข้มข้นหลายๆ ระดับด้วยเทคนิค serial dilution ดังแสดงในรูปที่ 3.10 แล้วทำการเพาะเชื้อแบคทีเรียที่แต่ละระดับการเจือจางลงบนจานอาหารเลี้ยงเชื้อ เมื่อเชื้อแบคทีเรียเจริญบนจานอาหารแล้วนับจำนวนและทำการคำนวณหาแบคทีเรียต่อกรัม หรือมล.ของตัวอย่างได้



รูปที่ 3.10 แสดงขั้นตอนการเจือจางแบบ 10 serial dilutions [38]

การรายงานผลมักรายงานเป็น Colony Forming Unit (CFU) มากกว่าจำนวนแบคทีเรีย เนื่องจากไม่สามารถบอกได้อย่างแน่นอน และชัดเจนว่า 1 โคโลนีมาจาก 1 เซลล์สามารถคำนวณจำนวนแบคทีเรียได้ดังสมการ 3.3

จำนวนแบคทีเรียต่อมล.ของตัวอย่าง = ค่าเฉลี่ยของจำนวนแบคทีเรียบนจานอาหาร 2 จานที่ระดับการเจือจางเดียวกัน × ส่วนกลับของระดับการเจือจางมีหน่วยเป็น CFU (colony forming unit) ต่อ มล. (สมการ 3.3)

โดยเทคนิคนี้จะเป็นการทดสอบในเชิงปริมาณเพราะสามารถทราบค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่ทำลายเชื้อแบคทีเรียได้ นิยมใช้ทดสอบเชื้อแบคทีเรียที่เจริญได้ช้า และใช้ทดสอบความไวของเชื้อแบคทีเรียที่ไม่ใช้อากาศในการดำรงชีพ (anaerobe) โดยจะสังเกตจากจำนวนแบคทีเรียที่มีหรือไม่มีการเจริญเติบโตขึ้นบนอาหารเพาะเชื้อเป็นตัวบ่งชี้ค่า MIC (minimal inhibitory concentration) ซึ่งค่านี้จะเป็นค่าแสดงความเข้มข้นต่ำสุดของสารตัวอย่างที่สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ หน่วยที่ใช้โดยทั่วไป คือ ไมโครกรัม (μg) ต่อมิลลิลิตร (ml) หรือหน่วยสากล

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(IU, international unit) ต่อมิลลิลิตร ค่า MIC นี้ สามารถนำมาใช้เป็นค่าเปรียบเทียบเพื่อดูความไวของเชื้อหนึ่งๆ ต่อตัวต้านแบคทีเรียหลายๆ ชนิด ในการทดสอบเพื่อหาค่า MIC สารตัวอย่างจะได้รับการเจือจางให้มีความเข้มข้นลดลงทุก 2 เท่า ไปเรื่อยๆ (2-fold serial dilution) โดยค่า MIC ได้ถูกกำหนดวิธีการทดสอบความไวของเชื้อต่อสารต้านแบคทีเรียเป็นวิธีมาตรฐานโดยThe National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS) ประเทศ สหรัฐอเมริกา โดยมีขั้นตอนที่ชัดเจนตามชนิดของเชื้อ (รวมถึงเชื้อดื้อยาที่เป็นปัญหา) อาหารเลี้ยงเชื้อ ความหนาของอาหารเลี้ยงเชื้อ การเตรียมเชื้อในการทดสอบ อุณหภูมิ เวลา และสภาวะในการบ่ม เพาะเชื้อตลอดจนการอ่านและแปรผล ดังนั้นห้องปฏิบัติการต้องปฏิบัติตามแบบแผนอย่างถูกต้องทุกขั้นตอน จึงจะทำให้ผลการทดสอบความไวต่อสารต้านแบคทีเรียเชื่อถือได้และทำให้การอ่านและแปรผลถูกต้อง[39]

3.3.2.2 วิเคราะห์สมบัติแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion method [39-41]

นอกจากนั้นแล้วสามารถทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียได้โดยวิธี disc diffusion method หรือ เคลียร์โซน (clear zone) ซึ่งจะเป็นวิธีที่ใช้แพร่หลายมากที่สุด เนื่องจากสะดวก ประหยัด และใช้เวลาน้อยกว่าวิธีอื่นๆ วิธีนี้เป็นการทดสอบในเชิงคุณภาพสามารถบอกผลได้ว่า เชื้อมีความไวต่อการทดสอบหรือไม่ ไม่อาจทราบค่า MIC หรือ MLC ได้ ไม่เหมาะในการทดสอบเชื้อแบคทีเรียที่เจริญช้า และเชื้อแบคทีเรียที่ไม่ใช้อากาศในการดำรงชีพ หลักการทั่วไปคือ นำตัวอย่างในแต่ละความเข้มข้นหยดลงบนแผ่นกระดาษกรอง (paper disc) ซึ่งจะใช้ได้กับสารตัวอย่างที่สามารถละลายน้ำได้แต่ถ้าตัวอย่างที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ดังเช่นตัวอย่างของงานวิจัยนี้คือ ซิลเวอร์เคลย์ ที่ความเข้มข้มต่างๆ นำมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานรูปเหรียญที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 12 mm แล้วนำไปวางบนอาหารเลี้ยงเชื้อ NA ที่ได้กระจายเชื้อ (spread) ในจำนวนที่เหมาะสมไว้แล้วนำไปเพาะเลี้ยงเชื้อโดยการบ่มที่อุณหภูมิ 37 $^{\circ}$C นาน 24 ชม.ให้เชื้อเจริญเติบโต แล้วอ่านผลการทดสอบโดยการวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone ซึ่งจะ เห็นเป็นวงใสไม่มีโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียรอบๆ แผ่น disc ความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียแปรตามขนาดของ inhibition zone ซึ่งวิธีการนี้โดยทั่วไปมักทำการทดสอบแบคทีเรียเพียงความเข้มข้นเดียว และใช้เป็นการตรวจฤทธิ์การต้านเชื้อของแบคทีเรียในเบื้องต้น ขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางของบริเวณใสที่ได้จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความไวของเชื้อต้านแบคทีเรียที่ทดสอบ

จากเทคนิคทั้ง 2 ชนิดจะเห็นได้ว่า เทคนิค spread plate จะเป็นการทดสอบในเชิงปริมาณเพราะสามารถทราบค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่ทำลายเชื้อได้โดยจะมีการรายงานผลเป็น Colony Forming Unit (CFU) จำนวนโคโลนีที่มีหรือไม่มีการเจริญเติบโตขึ้นบนอาหารเพาะเชื้อเป็นตัวบ่งชี้ค่า MIC (Minimal Inhibitory Concentration) ส่วนเทคนิค disc diffusion method ซึ่ง

จะเป็นวิธีที่ใช้แพร่หลายมากที่สุด เนื่องจากสะดวก ประหยัด และใช้เวลาน้อยกว่าวิธีอื่นๆ วิธีนี้เป็นการทดสอบในเชิงคุณภาพสามารถบอกผลได้จากการอ่านผลการทดสอบโดยการวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone ซึ่งจะ เห็นเป็นวงใสไม่มีเชื้อโคโลนีรอบๆ แผ่น disc ความสามารถในการยับยั้งเชื้อแปรตามขนาดของ inhibition zone ที่เกิดขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเพิ่มวิธีทดสอบการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion method และนอกจากนั้นแล้วจะเห็นได้ว่าตัวอย่างที่นำมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานรูปเหรียญที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 12 mm นั้นจะเป็นตัวแทนของชิ้นผลิตภัณฑ์ในการนำไปประยุกต์ใช้ในทางเซรามิกอีกด้วย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

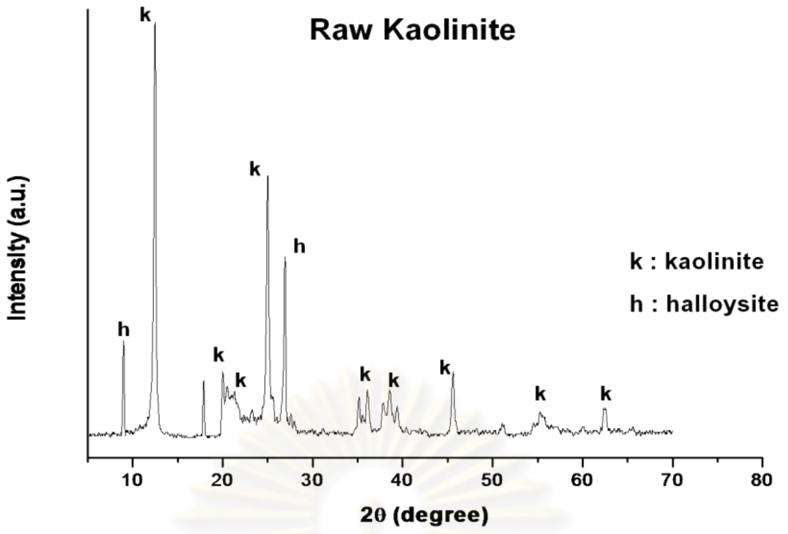
บทที่ 4
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมดินเกาลินที่ขยายโครงสร้างชั้นดินด้วย DMSO นั้นโดยทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งใช้ตัวรีดิวซ์ต่างชนิดกัน และในงานวิจัยนี้ได้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ส่วนที่หนึ่งกล่าวถึงผลของการไม่ขยายขนาดชั้นดินเกาลินด้วย DMSO ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน ส่วนที่สองจะเป็นเนื้อหาที่กล่าวถึงผลของการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงิน และส่วนสุดท้ายกล่าวถึงผลของดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินต่อสมบัติในการต้านแบคทีเรีย ซึ่งจะกล่าวถึงรายละเอียดของผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผลการวิจัยในหัวข้อดังต่อไปนี้

4.1 ศึกษาผลของการแทรกอนุภาคเงินลงในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน

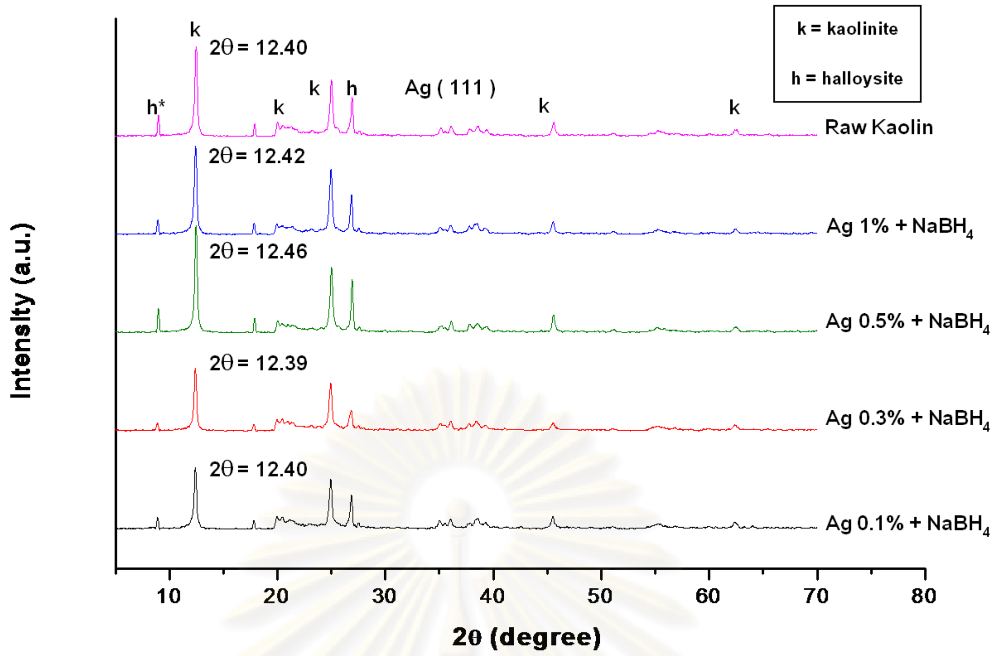
4.1.1 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเกาลิน

หลังจากนำดินเกาลินที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวไปตรวจสอบองค์ประกอบของเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าดินเกาลินที่ใช้ในการทดลองนั้นมีพีคที่สอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน หมายเลข JCPDS 001-0527 ซึ่งเป็นของเกาลินไนท์ (Kaolinite) และ JCPDS 00-029-1489 ของฮาลอยไซท์ (Halloysite) ซึ่งเป็นกลุ่มแร่ที่พบมากในดินเกาลิน และดินเกาลินที่ได้มีสูตรโครงสร้าง คือ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ (รายละเอียดของเฟสแต่ละชนิดแสดงในภาคผนวก ก.) ดินเกาลินส่วนใหญ่มีส่วนประกอบของแร่เกาลินไนท์ ซึ่งมีโครงสร้างของอลูมิโนซิลิเกตประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระฮีดรอลและอะลูมินาออกตระฮีดรอล แต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้โมเลกุลของน้ำและแคตไอออนต่างๆ ไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปได้ ซึ่งในงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าส่วนใหญ่จะใช้ ไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ในการขยายขนาดของชั้นดินเนื่องจากไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ เป็นสารเคมีที่เป็น polar aprotic solvent จึงไม่มีโปรตอนหรือไม่มีไฮโดรเจนอะตอมชนิดที่มีความเป็นกรด ดังนั้นจึงไม่สามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนได้ จึงทำให้พันธะไฮโดรเจนที่อยู่ระหว่างชั้น OT sheet ต่อกับ OT sheet มีแรงที่อ่อนลงจนทำให้อนุภาคอื่นสามารถแทรกตัวเข้าไปแทนที่ได้

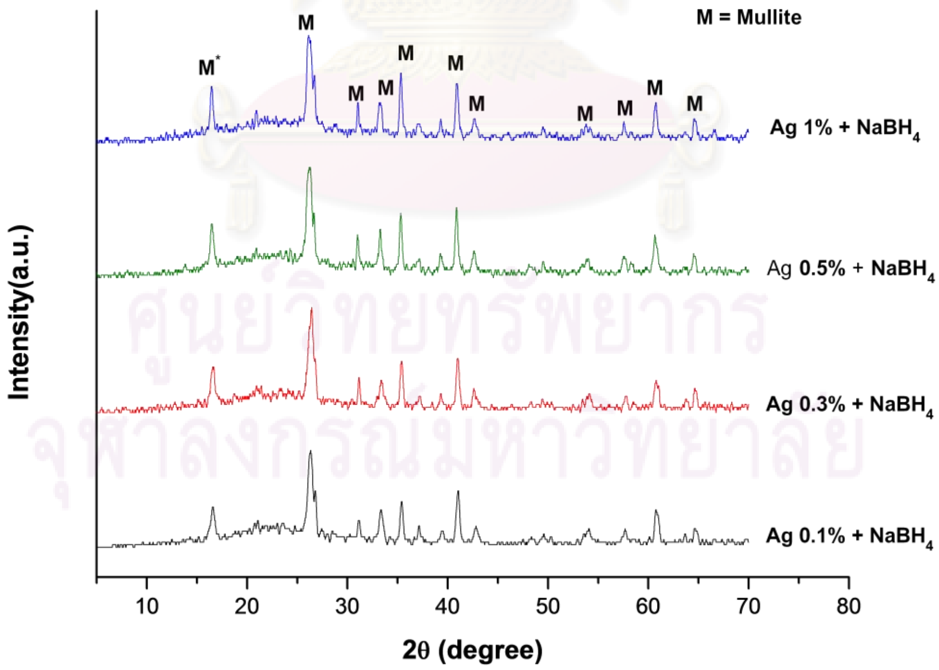


รูปที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบทางเฟสของดินเกาลินจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

แต่ด้วยการขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินเป็นกระบวนการที่ใช้เวลานานและในงานวิจัยนี้ต้องการลดปริมาณของสารเคมี จึงนำดินเกาลินที่ยังไม่ขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก โดยจะใช้โซเดียมบอโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์ซึ่งจะเตรียมตัวอย่างดังแผนผังแสดงการทดลองที่ 3.2.1 จากนั้นนำไปวิเคราะห์ผลด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พบว่า พีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ (001) ที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก จะมีมุมการเลี้ยวเบน 2θ เท่ากับ 12.4°, 12.39°, 12.46° และ 12.42° ตามลำดับ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับพีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ที่ $2\theta = 12.40°$ จากพีคการเลี้ยวเบนนี้สามารถนำมาคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างแลตทิซหรือระยะห่างระหว่างชั้นดินเกาลินด้วยเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) ซึ่งได้จากค่ามุมที่ได้จากพีคการเลี้ยวเบนหลักของตัวอย่างเหล่านี้ทำให้ทราบว่าระยะห่างระหว่างชั้นดินเกาลินไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่เติมลงในดินเพิ่มขึ้นจะปรากฏพีคการเลี้ยวเบนหลักของอนุภาคเงิน (111) ที่ $2\theta = 39°$ ขึ้นซึ่งบ่งบอกเพียงว่ามีอนุภาคเงินอยู่ในดินเกาลินแต่ไม่สามารถบอกได้ว่ามีอนุภาคเงินแทรกอยู่ในชั้นดินหรือไม่



รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง

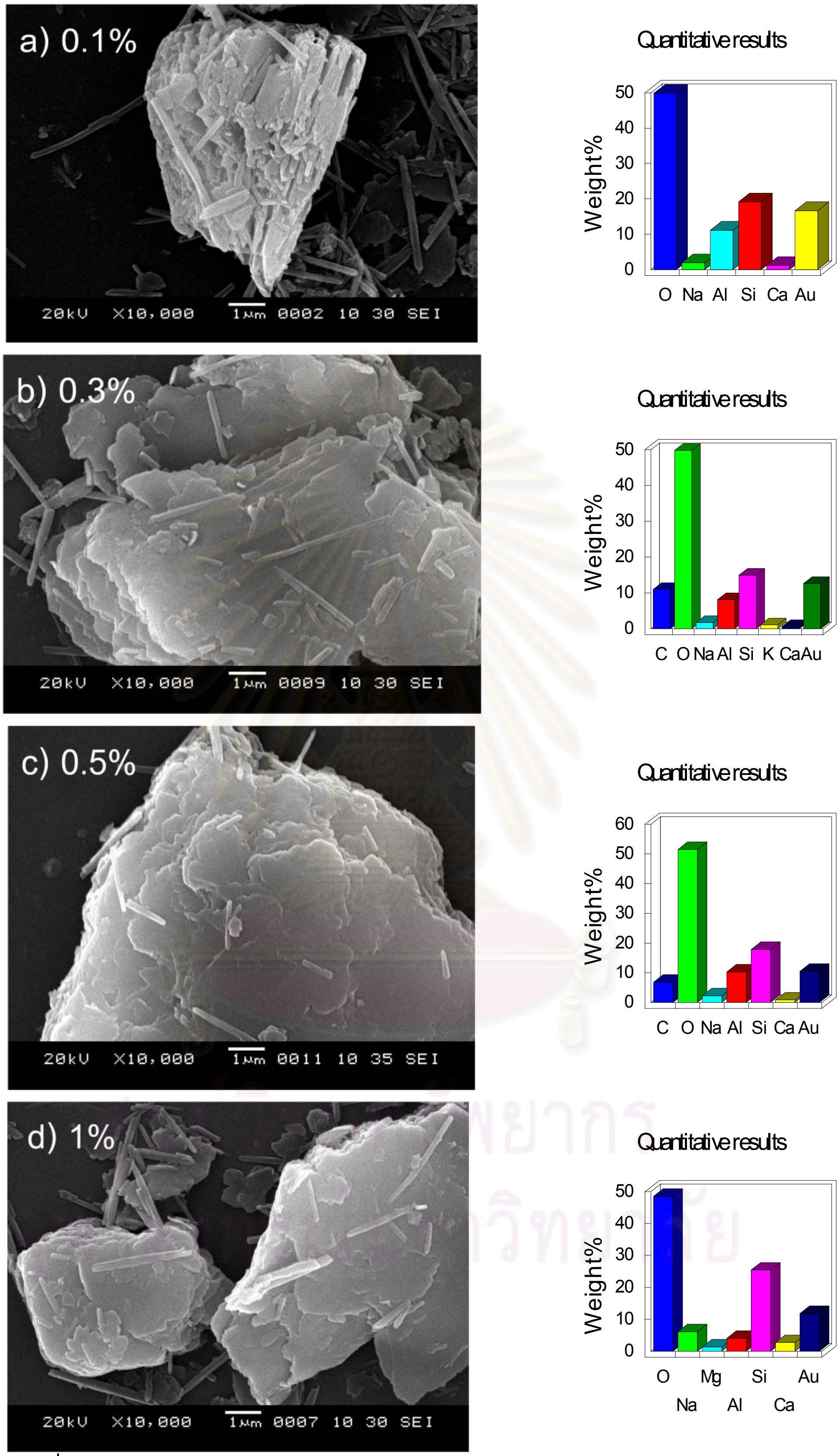


รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ หลังผ่านการเผา อุณหภูมิ ที่ 1200 °C

แต่อย่างไรก็ตามในกระบวนทางเซรามิกเพื่อขึ้นรูปผลิตภัณฑ์นั้น ปัจจัยของอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปจะมีส่วนเกี่ยวข้องอย่างมาก จึงได้นำดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ มาเผาที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C ซึ่งเป็นอุณหภูมิทั่วไปที่ใช้เผาผลิตภัณฑ์เซรามิก แล้วนำมาวิเคราะห์พีคการเลี้ยวเบนของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C ด้วยเทคนิค XRD ซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 4.3 พบว่าดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่อัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก พีคที่เกิดขึ้นจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ต่างไปจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง (รูปที่ 4.2) โดยจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับการ์ดมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-083-1881 ซึ่งเป็นมัลไลท์ (แสดงในภาคผนวก ก) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่อัตราส่วนต่างๆ เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจากเกาลินไนท์และฮาลอยไซท์ เป็นมัลไลท์ และนอกจากนั้นจากรูปที่ 4.3 จะพบว่าเมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสแล้วจะไม่ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนของอนุภาคเงิน เนื่องจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่เกาะตัวบนผิวของแผ่นดินอาจจะเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากอนุภาคเงินมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 961^{o}C แต่ก็ยังคาดว่าอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินจะยังคงมีอยู่บ้าง ซึ่งผลการทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียจะเป็นตัวสนับสนุนสมมุติฐานดังกล่าว ดังแสดงรายละเอียดในหัวข้อ 4.1.3

อย่างไรก็ตามการแทรกตัวของอนุภาคเงินไม่สามารถยืนยันได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เพียงอย่างเดียว ดังนั้นจึงนำดินเกาลินที่ยังไม่ผ่านการขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนักมาวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM) และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ดังรูปที่ 4.4

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



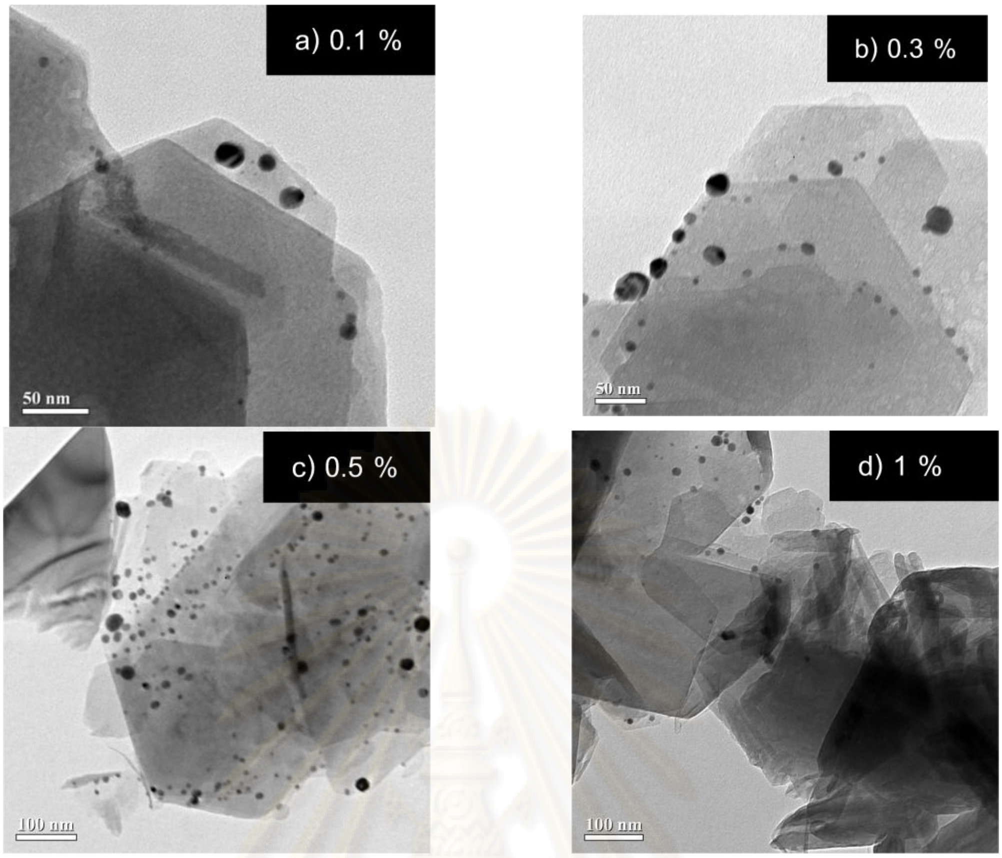
รูปที่ 4.4 แสดงภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDS ของดินเกาลินที่ยังไม่ขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินที่เติมด้วยอนุภาคเงินในอัตราส่วน a) 0.1, b) 0.3, c) 0.5 และ d) 1% ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก

จากรูปที่ 4.4 แสดงภาพถ่าย SEM พบว่า ดินเกาลินจะประกอบไปด้วยโครงสร้างผลึก 2 ลักษณะด้วยกันคือ ลักษณะเป็นแผ่นๆเรียงซ้อนกัน และลักษณะเป็นแท่งๆ ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างผลึกของแร่เกาลินไนท์ และแร่ฮาลอยไซท์ ตามลำดับ จากข้อมูลของโครงสร้างดังกล่าว พบว่ามีความสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่ประกอบไปด้วยเฟสของแร่เกาลินไนท์ และฮาลอยไซท์ นอกจากนั้นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคเงินที่เติมลงไปในดินเกาลินนั้นไม่ปรากฏธาตุของอนุภาคเงินในชั้นดินเกาลิน เนื่องจากปริมาณของอนุภาคเงินที่เติมลงไปในดินเกาลินมีปริมาณน้อยเกินไปที่เทคนิควิเคราะห์ EDS จะตรวจพบได้

4.1.2 ศึกษาผลการทดลองจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน

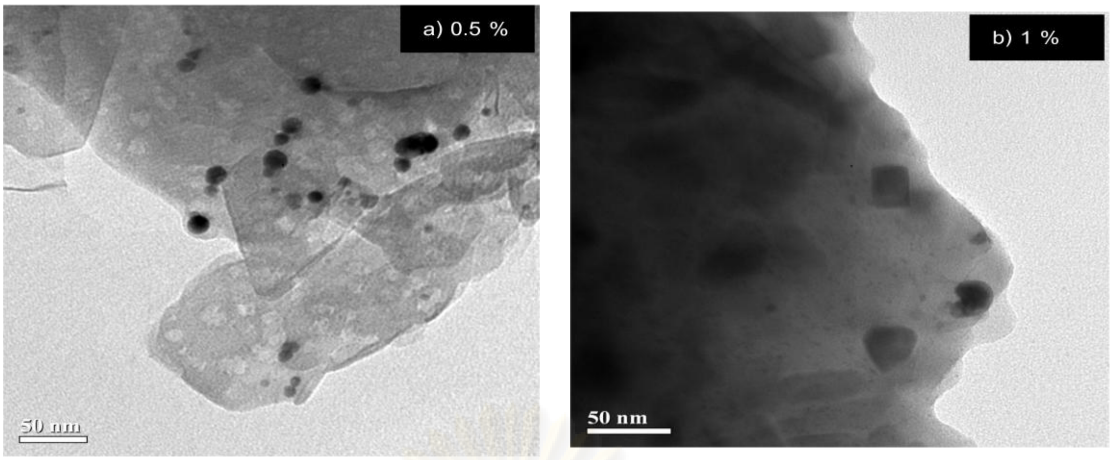
เพื่อเป็นการยืนยันว่ามีอนุภาคเงินอยู่ในชั้นดินหรือไม่ จึงได้นำดินเกาลินที่ยังไม่ผ่านขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนในอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิห้องซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 4.5 ปรากฏว่ามีอนุภาคเงินกระจายอยู่บนพื้นผิวของดินเกาลินและเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินเพิ่มขึ้นการกระจายตัวของอนุภาคเงินจะเห็นได้อย่างชัดเจนยิ่งขึ้นซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย XRD

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้อง ณ อัตราส่วนต่างๆ คือ a) 0.1% Ag, b) 0.3% Ag, c) 0.5% และ d) 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก

ในกระบวนทางเซรามิกเพื่อขึ้นรูปผลิตภัณฑ์นั้น ปัจจัยของอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปจะมีส่วนเกี่ยวข้องอย่างมาก จึงได้นำดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ มาเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิทั่วไปที่ใช้เผาผลิตภัณฑ์เซรามิก แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 4.6 พบว่าดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่อัตราส่วน 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก ยังปรากฏอนุภาคเงินแต่ในปริมาณที่น้อยมากและหาได้ยาก ส่วนที่อัตราส่วน 0.1 และ 0.3 % Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก ไม่พบปริมาณของอนุภาคเงินหลงเหลืออยู่ ดังนั้นด้วยเหตุนี้ในงานวิจัยนี้ยังคงใช้ DMSO ในการขยายโครงสร้างของชั้นดิน เนื่องจากถ้ามีการขยายโครงสร้างของดินจะทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนสามารถแทรกเข้าไปในชั้นดินได้ และโครงสร้างของชั้นดินเกาลินจะทำหน้าที่เป็นเกราะกำบังไม่ให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดการหลอมตัวไปก่อนเมื่อนำดินเกาลินไปใช้งานที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิ1200 ^{o}C ณ อัตราส่วนต่างๆ คือ a) 0.5% และ b) 1% Ag ต่อดินเกาลิน

4.1.3 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินในดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน

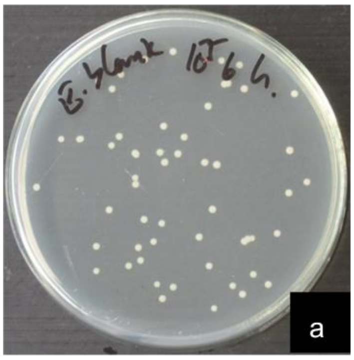
สมบัติการต้านแบคทีเรีย (Escherichia coli: E.coli) ถูกทดสอบด้วยเทคนิค Spread plate โดยการให้เชื้อ E .coli สัมผัสกับดินเกาลิน ดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณสารตัวอย่าง 0.1% W/V ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่าดินเกาลินไม่แสดงสมบัติในการต้านเชื้อแบคทีเรีย ส่วนดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้องแสดงสมบัติในการต้านเชื้อแบคทีเรียซึ่งแสดงให้เห็นว่าสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียมีผลมาจากอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินและกระจายตัวอยู่บนผิวดิน โดยอนุภาคเงินเหล่านี้จะไปเกาะที่ผนังเซลล์ของเชื้อแบคทีเรีย โดยไอออนของเงิน จะเข้าไปแทนที่ไฮโดรเจนในหมู่ไธออล (-SH) ซึ่งเป็นโปรตีนที่ผนังของเซลล์จึงทำให้เกิดการต้านการทำงานของโปรตีน ยับยั้งการแบ่งเซลล์และทำให้เซลล์ของแบคทีเรียตายในที่สุดซึ่งผลที่ได้จากสมบัติต้านแบคทีเรียนี้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ซึ่งพบอนุภาคเงินกระจายตัวอยู่บนผิวดิน นอกจากนั้นเมื่อปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินที่ไม่มีการขยายขนาดชั้นดินเพิ่มขึ้นทำให้การต้านแบคทีเรียเพิ่มขึ้นเช่นกันซึ่งแสดงในตารางแสดงเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียในตารางที่ 4.1 จากตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคเงินที่กระจายตัวอยู่บนผิวดินสามารถต้านแบคทีเรียได้ นอกจากนั้นยังพบว่าเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินเพิ่มขึ้น เปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียก็เพิ่มขึ้นเช่นกัน และนอกจากนั้นจะเห็นได้ว่าที่ความเข้มข้นของอนุภาคเงินในดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่ 0.1% Ag ที่อุณหภูมิห้องก็สามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรีย แต่อย่างไรก็ตามเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ใน

งานทางด้านเซรามิกนั้นจะต้องผ่านขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นจึงนำดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆมาเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C ซึ่งเป็นตัวแทนของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลิตภัณฑ์ทางด้านเซรามิกแล้วนำมาทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO พบว่าดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิ 1200 °C แสดงการต้านทานแบคทีเรียโดยเฉพาะที่ 1% Ag แสดงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียอย่างชัดเจน เนื่องจากจำนวนแบคทีเรียลดจำนวนลงอย่างเห็นได้ชัดซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.8

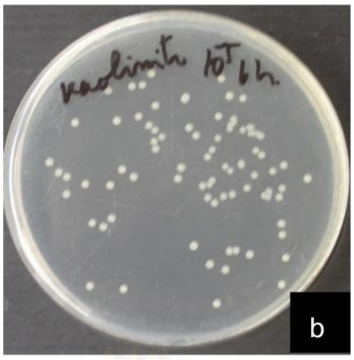
และนอกจากนี้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคที่เรียที่แสดงในตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่ความเข้มข้น 1 % Ag นั้น มีเปอร์เซ็นการต้านแบคทีเรียสูงที่สุด แต่ที่ความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ 0.1, 0.3 และ 0.5 % Ag นั้นเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียต่ำมากเมื่อเปรียบเทียบกับผลการต้านทานแบคทีเรียของอนุภาคเงินที่แทรกในดินเกาลินที่ไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งจากผลการต้านแบคทีเรียนี้บ่งชี้ให้เห็นว่าอนุภาคเงินที่เกาะกระจายตัวอยู่บนผิวนอกของชั้นดินหรืออาจจะมีการแทรกตัวในชั้นดินนั้นเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูง อนุภาคเงินเหล่านั้นจะเกิดการสลายตัว (อนุภาคเงินมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่อุณหภูมิ 961°C) เนื่องจาก ไม่มีสิ่งใดมาห่อหุ้มหรือเป็นเกราะกำบัง

และจากสมบัติการต้านแบคทีเรียของสารตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1200 °C พบว่ามีการต้านแบคทีเรียลดลงซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาณอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินนั้นมีปริมาณน้อย ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TEM ที่ความเข้มข้นของอนุภาคเงินต่ำกว่าที่ 1% Ag นั้นมีปริมาณอนุภาคเงินที่น้อยมากหรือไม่พบเลย

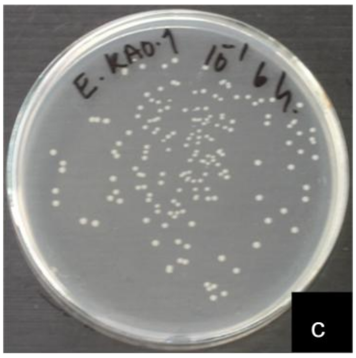
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



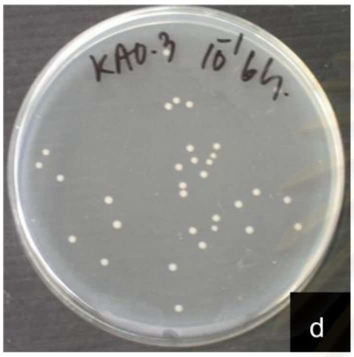
Blank



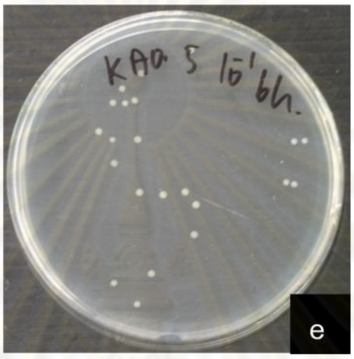
Kaolin



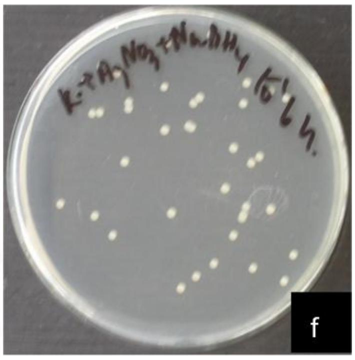
Kaolin+ Ag 0.1%



Kaolin+Ag 0.3%



Kaolin+Ag 0.5%



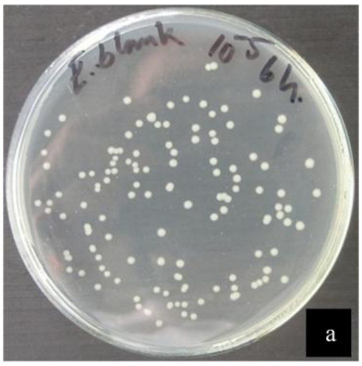
Kaolin+Ag 1%

รูปที่ 4.7 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิห้อง

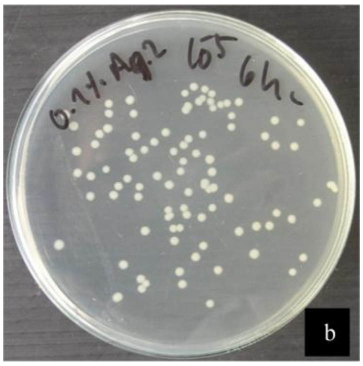
ตารางที่ 4.1 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิห้อง (ภาคผนวก ง)

sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	5.1×10^{7}	-
Kaolin	8.0×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.1%	1.2×10^{4}	99.98
Kaolin+ Ag 0.3%	4.0×10^{3}	99.995
Kaolin+ Ag 0.5%	1.8×10^{2}	99.999
Kaolin+ Ag 1 %	2.5×10^{3}	99.995

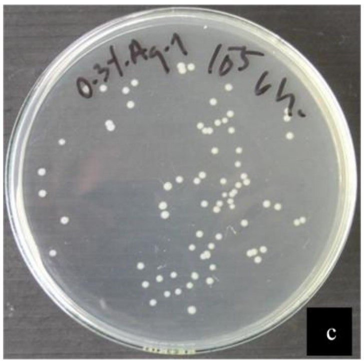
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



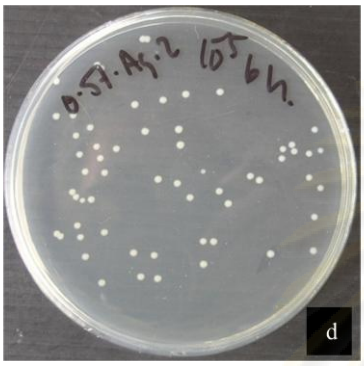
Blank



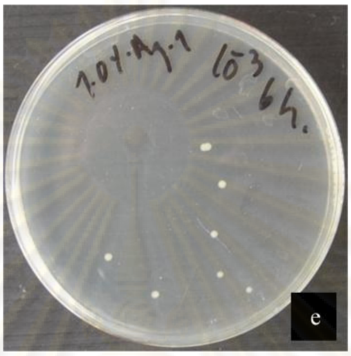
Kaolin+ Ag 0.1%



Kaolin+ Ag 0.3%



Kaolin+ Ag 0.5%



Kaolin+ Ag 1%

รูปที่ 4.8 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1200 °C

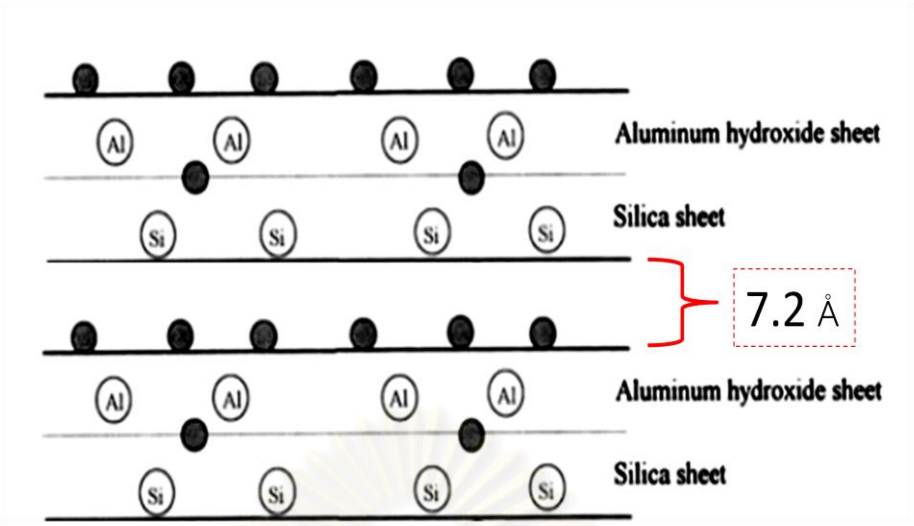
ตารางที่ 4.2 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิ 1200 °C (ภาคผนวก ง)

sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	9.5×10^{7}	-
Kaolinite+ Ag 0.1%	9.2×10^{7}	3.15
Kaolinite+ Ag 0.3%	7.9×10^{7}	16.84
Kaolinite+ Ag 0.5%	5.5×10^{7}	42.10
Kaolinite+ Ag 1 %	5.0×10^{4}	99.94

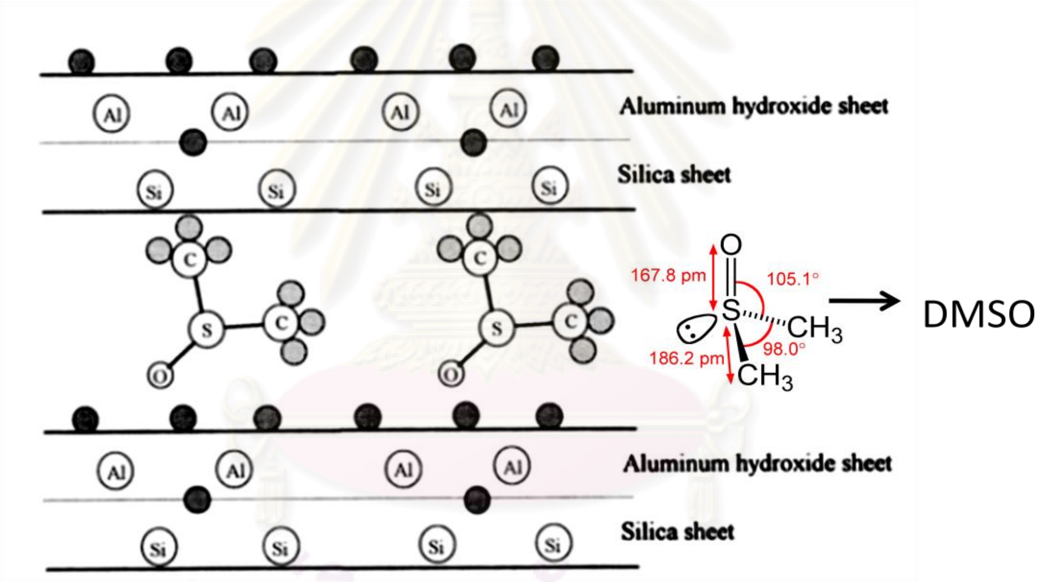
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

งานวิจัยของ S. Hayashi[12] ซึ่งแสดง ดังรูปที่ 4.9 จะสังเกตได้ว่าดินเกาลินเป็นแร่ดินขาวซึ่งเป็นโครงสร้างของอลูมิโนซิลิเกตประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระฮีดรอลและอลูมินาออกตระฮีดรอล แต่ละชั้นจะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้ไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้และมีระยะห่างระหว่างชั้นดินเท่ากับ 7.2 Å ส่วนรูปที่ 4.10 แสดงการขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินด้วย DMSO จากโครงสร้างของ DMSO ซึ่งเป็นสารละลายในกลุ่ม polar aprotic solvent ที่สามารถละลายได้ทั้งในสารที่มีขั้วและไม่มีขั้วจึงสามารถแทรกเข้าไปใน โครงสร้าง OT sheet ของดินเกาลินที่ยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนได้ โดย DMSO จะเป็นโมเลกุลที่ปราศจาก H จึงทำให้ความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนบริเวณระหว่างชั้นของดินลดลง จนทำให้อนุภาคอื่นสามารถแทรกตัวเข้าไปแทนที่ได้ และจากการทดลองทำให้ทราบว่าเมื่อทำการขยายขนาดชั้นดินเกาลินด้วย DMSO แล้วจะทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นดินเพิ่มขึ้นจาก 7.132 Å เป็น 10.911 Å ซึ่งจะกล่าวรายละเอียดต่อไปใน หัวข้อ 4.3.2 ซึ่งจากระยะห่างระหว่างชั้นดินที่เพิ่มขึ้นนี้ ทำให้คาดว่าไอออนเงินซึ่งมีขนาดรัศมีอะตอม1.26 x 10^{-2} Å[42] ซึ่งมีขนาดเล็กว่าระยะห่างระหว่างชั้นดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินจึงสามารถแทรกเข้าไปในชั้นดินเกาลินได้และเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินเข้าไปในชั้นดินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แล้วจากโครงสร้างของ DMSO ที่มีประจุลบที่ออกซิเจน อาจจะช่วยในการยึดเกาะของอนุภาคเงินให้เข้าไปแทรกในชั้นดินได้เนื่องจากเมื่อพิจารณาจากค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตี (EN) ซึ่งเป็นค่าที่บอกให้ทราบถึงความสามารถในการดึงดูดอิเล็กตรอนจะพบว่าค่า EN ของออกซิเจน (3.44) สูงกว่าค่า EN ของเงิน (1.93)[43] ซึ่งอาจจะเป็นเหตุผลหนึ่งที่ช่วยในการดึงดูดไอออนเงินแล้วทำให้เกิดการยึดเกาะของอนุภาคเงินในชั้นดินเกาลินด้วยเช่นกันและนอกจากนี้ DMSO ยังคงมีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ซึ่งแสดงดังตารางที่ 2.2 ซึ่งอาจจะทำให้อนุภาคเงินมีจำนวนเพิ่มขึ้นได้ ดังนั้นด้วยเหตุนี้ ในงานวิจัยครั้งนี้จึงสามารถสรุปได้ว่าจำเป็นต้องใช้ DMSO เป็นสารเคมีที่ช่วยทำให้เกิดการขยายขนาดโครงสร้างชั้นดินก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินลงไปในขั้นตอนต่อไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.9 แสดงโครงสร้างดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดิน



รูปที่ 4.10 แสดงโครงสร้างการแทรกตัวของ DMSOในชั้นดิน[12]

4.2 ศึกษาการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินในโครงสร้างของชั้นดินเกาลินเพื่อทดแทนโซเดียมบอโรไฮไดรด์

ก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินในโครงสร้างชั้นดินเกาลินนั้นจะต้องใช้ตัวช่วยในการรีดิวซ์ไอออนของเงิน (Ag^{+}) ให้เป็นอนุภาคเงินที่ไม่มีประจุ (Ag^{0}) เพื่อที่จะแทรกตัวในชั้นดินเกาลิน เมื่ออนุภาคเงินที่ไม่มีประจุสัมผัสกับบรรยากาศที่มีออกซิเจนจะทำให้อนุภาคเงินบางส่วนเกิดการออกซิไดซ์กลายเป็นอนุภาคเงินที่มีประจุ และอนุภาคเหล่านี้จะไปเกาะที่ผนังเซลล์ของเชื้อแบคทีเรีย โดยไอออนของเงิน (Ag^{+}) จะเข้าไปแทนที่ไฮโดรเจนไอออนในหมู่ไธออล (-SH) ซึ่งเป็น

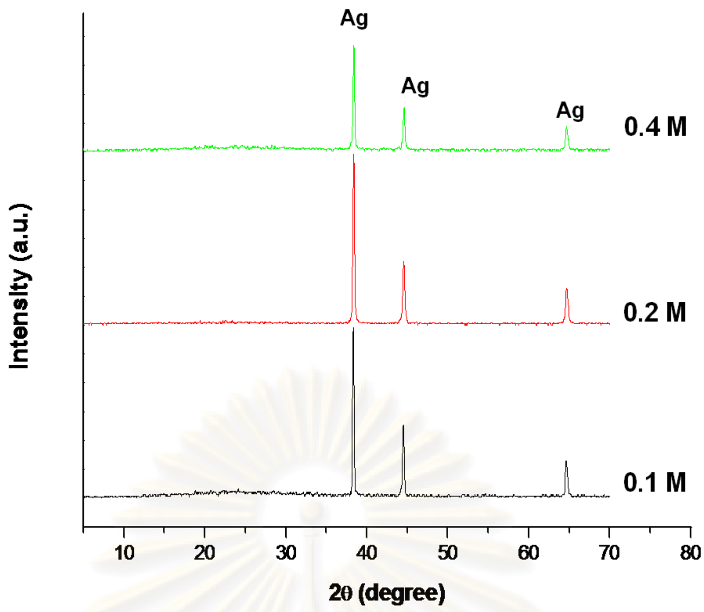
โมเลกุลของโปรตีนที่ผนังเซลล์แบคทีเรีย จึงทำให้โปรตีนหยุดทำงาน และทำให้เซลล์ของแบคทีเรียตายในที่สุด

ตัวรีดิวซ์ที่จะทำให้ไอออนของเงินเปลี่ยนเป็นอนุภาคของเงินนั้น มีหลายตัวด้วยกัน ตัวที่นิยมใช้กันมาก คือ โซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) เป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงจึงทำให้สามารถรีดิวซ์ไอออนเงินได้ดีแต่อย่างไรก็ตาม $NaBH_4$ นั้นก็มีความเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและยังเป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิตดังนั้นในงานวิจัยนี้ จะเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่มีสภาพที่อ่อนกว่ามาใช้ในการทดลองซึ่ง ตัวรีดิวซ์ที่จะเลือกใช้ ได้แก่ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคส และแสงอัลตราไวโอเลต เนื่องจากตัวรีดิวซ์เหล่านี้เป็นแหล่งของอิเล็กตรอนจึงสามารถรีดิวซ์ไอออนของเงินให้เป็นอนุภาคเงินได้และยังเป็นสารเคมีที่ไม่เป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ซึ่งจะแสดงดังแผนผังการทดลองที่ 3.3.2

4.2.1 ศึกษาองค์ประกอบของอนุภาคเงินที่ได้จากการรีดิวซ์ด้วยตัวรีดิวซ์ชนิดต่างๆ

หลังจากเตรียมตัวอย่างของอนุภาคเงินที่ไม่มีการแทรกในชั้นดินเกาลินและรีดิวซ์ด้วยตัวรีดิวซ์แต่ละชนิดและใช้ความเข้มข้นที่แตกต่างกันมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบของเฟสดังรูปที่ 4.11 จะแสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M จะปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคเงินขึ้นทุกความเข้มข้นซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน หมายเลข 01-087-0720 ซึ่งเป็นพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงิน (รายละเอียดจะแสดงในภาคผนวก ก)

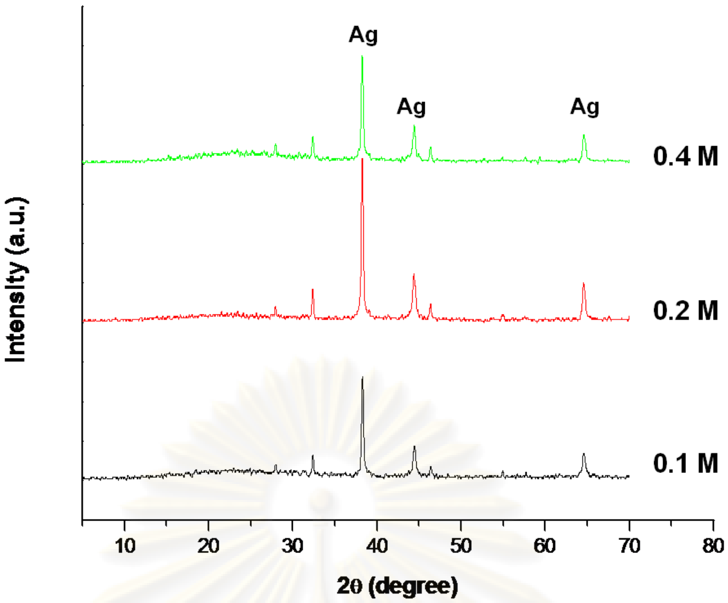
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคเงินที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค

ส่วนตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M จะยังคงปรากฏพีคของอนุภาคเงินทุกความเข้มข้นเช่นกันซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐาน หมายเลข 01-087-0720 ซึ่งเป็นพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงิน แสดงดังรูปที่ 4.12

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml และรีดิวซ์ด้วย น้ำตาลดี-กลูโคส

4.2.2 ศึกษาร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากผลการทดลอง (% yield)

ถึงแม้ว่าการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคสที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M จะปรากฏพีคของอนุภาคเงินก็ตามแต่ปริมาณของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์ก็ยังคงเป็นปัจจัยหนึ่งต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินในชั้นดินเกาลิน ดังนั้นจึงได้หาร้อยละของผลิตภัณฑ์ของสารตัวอย่างที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคสและโซเดียมบอโรไฮไดรด์ (ใช้เป็นตัวอ้างอิง) ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า ปริมาณร้อยละของผลิตภัณฑ์อนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยกรดคอร์บิคที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M ตามลำดับ นั้นจะมีค่า 61, 60 และ 56.89 ตามลำดับ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับปริมาณร้อยละของผลิตภัณฑ์อนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์ที่ความเข้มข้น 0.04 M จะมีค่า 60.76 และสุดท้ายปริมาณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M ตามลำดับ จะมีค่า 4.82, 5.17 และ3.84 ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่าที่ได้มีปริมาณน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับ ตัวรีดิวซ์ชนิดอื่น ส่วนการรีดิวซ์ซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตนั้นจะไม่ปรากฏการตกตะกอนของอนุภาคเงินแต่อย่างใดซึ่งแสดงในตารางที่ 4.4 (รายละเอียดของการคำนวณหาร้อยละของผลิตภัณฑ์แสดงในภาคผนวก ข)

ตารางที่ 4.3 แสดงร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคสที่มีความเข้มข้น 0.1 M, 0.2 M และ 0.4 M ตามลำดับ

ความเข้มข้นของตัวรีดิวซ์	ชนิดของตัวรีดิวซ์ที่ใช้ในการทดลอง		
	$NaBH_4$	Ascorbic acid	D-Glucose
0.04 M	60.76	-	-
0.1 M	-	61	4.82
0.2 M	-	60	5.17
0.4M	-	56.89	3.84

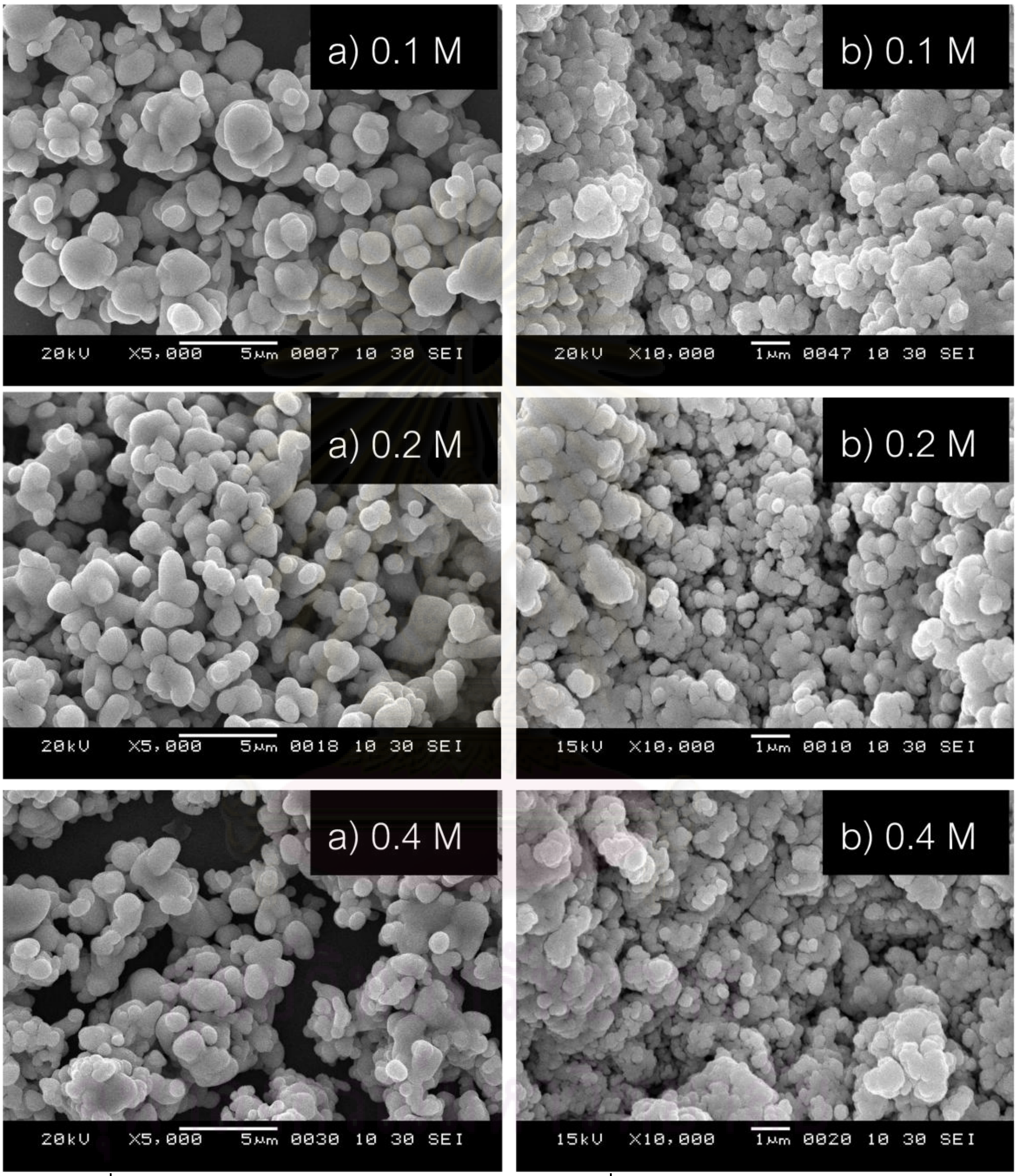
ตารางที่ 4.4 แสดงร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml เมื่อรีดิวซ์ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตที่ระยะเวลาต่างๆ

ระยะเวลาที่ใช้ในการฉายแสง	ชนิดของตัวรีดิวซ์
	แสงอัลตราไวโอเลต
30 นาที	n.d.
1 ชั่วโมง	n.d.
2 ชั่วโมง	n.d.
3 ชั่วโมง	n.d.

และจากข้อมูลในการหาร้อยละของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01M 100 ml นั้นและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคสและแสงอัลตราไวโอเลต สามารถให้ข้อสรุปได้ว่าตัวรีดิวซ์ที่จะเลือกนำมาใช้ในการทดลองขั้นต่อไปนั้นคือ กรดแอสคอร์บิค เนื่องจากปริมาณร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับโซเดียมบอโรไฮไดรด์ซึ่งใช้เป็นตัวอ้างอิงสำหรับงานวิจัยนี้ และนอกจากนั้นกรดแอสคอร์บิคจะมีโครงสร้างของหมู่คาร์บอนิลซึ่งมีออกซิเจนที่มีอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยว 2 คู่ ซึ่งเป็นแหล่งอิเล็กตรอนจึงทำให้มีอิเล็กตรอนไปจับกับไอออนเงินของซิลเวอร์ไนเตรตจึงทำให้เกิดอนุภาคเงินขึ้น หลังจากนั้นศึกษาลักษณะโครงสร้างของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคสที่ความเข้มข้นต่างๆเพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.3 การศึกษาลักษณะของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและน้ำตาลดี-กลูโคส



รูปที่ 4.13 แสดงรูปถ่ายจาก SEM ของอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml และรีดิวซ์ด้วย a) กรดแอสคอร์บิค และ b) น้ำตาลดี-กลูโคส ที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากรูปที่ 4.13 (a) จะเห็นได้ว่าอนุภาคเงินที่ได้จากการสังเคราะห์จากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M ตามลำดับจะพบว่าอนุภาคเงินที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็ก

เกาะเป็นกลุ่มก้อนและมีการกระจายตัวต่ำ แต่ขนาดของอนุภาคเงินที่คำนวณได้จากรูป SEM ที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M จะมีขนาด 1.24 μm, 1.08 μm และ 947.6 nm ตามลำดับ (แสดงในตารางที่ 4.5) ส่วนจากรูปที่ 4.13 (b) แสดงรูป SEM ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าอนุภาคเงินมีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็กเช่นกันแต่มีการเกาะเป็นก้อนมากกว่าอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคและขนาดของอนุภาคที่คำนวณได้ประมาณ 367 nm, 357 nm และ 339 nm ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2 และ 0.4 M ตามลำดับ (แสดงในตารางที่ 4.5) ถึงแม้ว่าอนุภาคเงินที่ได้มีขนาดเล็กกว่าการรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคก็ตาม แต่ก็ไม่สามารถนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ เนื่องจากร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่สังเคราะห์ได้จากการใช้น้ำตาลดี-กลูโคสเป็นตัวรีดิวซ์นั้นมีปริมาณน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับการรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.3 ดังนั้นในงานวิจัยครั้งนี้จึงเลือกกรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์ในขั้นตอนต่อไปแต่อย่างไรก็ตาม ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิคที่เหมาะสมเพื่อใช้สำหรับในการทดลองครั้งนี้จะสังเกตได้จากขนาดของอนุภาคเงินที่คำนวณได้ จะมีขนาดลดลงเมื่อความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิคเพิ่มขึ้น การที่ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิคเพิ่มขึ้นนั้นอาจจะช่วยเพิ่มจำนวนอิเล็กตรอนให้ไปจับกับไอออนของเงิน จึงทำให้เพิ่มการเกิดการตกตะกอนของอนุภาคเงินและทำให้มีขนาดเล็กอีกด้วย ดังนั้นจากขนาดอนุภาคที่คำนวณได้จึงทำให้เลือกใช้กรดแอสคอร์บิคที่มีความเข้มข้น 0.4 M สำหรับในงานวิจัยครั้งนี้ในขั้นตอนต่อไป

ตารางที่ 4.5 แสดงขนาดอนุภาคของเงินจาก SEM ที่เตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ความเข้มข้น 0.01 M 100 ml

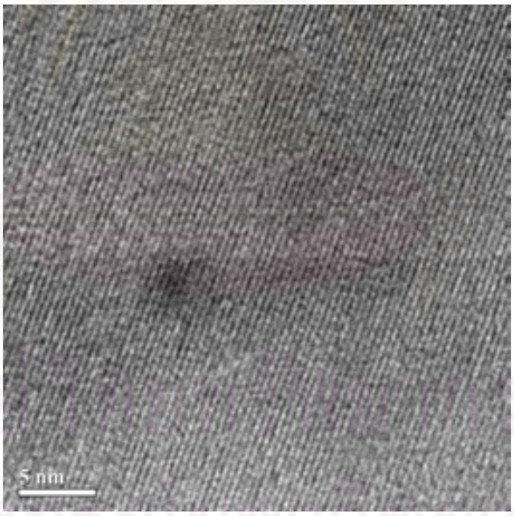
ความเข้มข้นของตัวรีดิวซ์	ขนาดอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยแอสคอร์บิค	ขนาดอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคส
0.1 M	1.24 μm	367 nm
0.2 M	1.08 μm	357 nm
0.4 M	947.6 nm	339 nm

4.3 ผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกตัวอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างของดินเกาลิน

4.3.1 ศึกษาตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินและมีการเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน

4.3.1.1 ศึกษาการยึดเกาะของอนุภาคเงินระดับนาโนบนผิวชั้นนอกของดินเกาลินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน

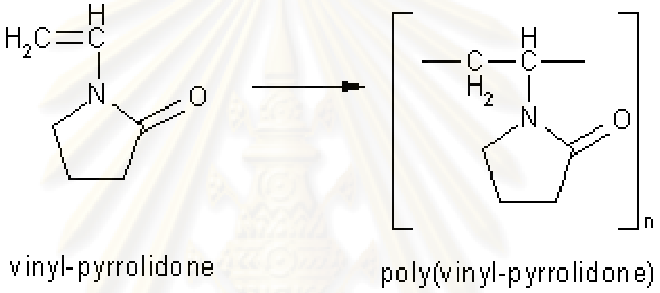
นอกจากนั้นจากรูปถ่าย TEM แสดงการเลี้ยวเบนของอนุภาคเงินที่แทรกในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M ซึ่งเป็นข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยของอัญชิษฐาและคณะ[34] ทำให้ทราบว่าอนุภาคเงินระดับนาโนบางส่วนนั้นกระจายอยู่บนผิวนอกของแผ่นดิน และเมื่อใช้กำลังขยายที่สูงขึ้นเพื่อดูลักษณะการจัดเรียงตัวของระนาบผลึกของดินเกาลินซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่าอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นสามารถเข้าไปแทรกระหว่างชั้นดินได้ก็ต่อเมื่อมีขนาดที่เล็กกว่าช่องว่างระหว่างชั้นดินที่ถูกขยายด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ซึ่งจะมีค่าประมาณ 2.4 Å



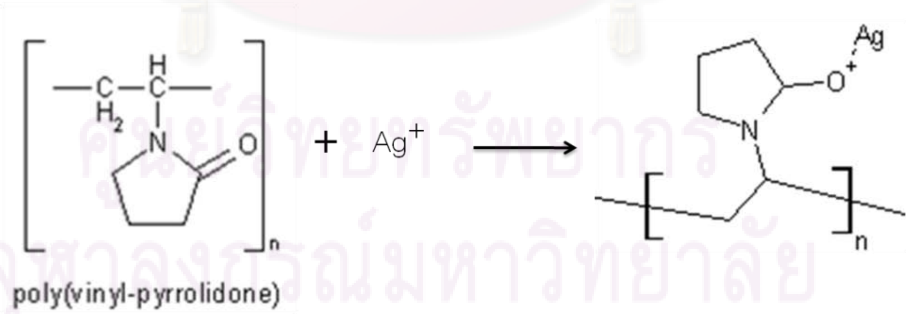
รูปที่ 4.14 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่านของอนุภาคเงินที่แทรกในดินเกาลินที่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M ที่ใช้กำลังขยายสูง

และด้วยเหตุนี้เองจึงทำให้เกิดสมมุติฐานว่าถ้าอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นไม่สามารถแทรกในชั้นดินแต่อนุภาคเงินระดับนาโนนั้นสามารถยึดเกาะบนพื้นผิวของแผ่นดินชั้นนอกแทนโดยมีตัวช่วยมาทำให้เกิดการยึดเกาะกันระหว่างตัวอนุภาคเงินระดับนาโนกับพื้นแผ่นผิวดินชั้นนอกซึ่งอาจจะ

ส่งผลทำให้ประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียดีขึ้น เนื่องจากมีปริมาณอนุภาคเงินระดับนาโนเพิ่มขึ้นนั่นเองและในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้พอลิไวนิลไพโรลิโดน (polyvinylpyrrolidone, PVP) ซึ่งเป็นโฮโมโพลิเมอร์ของ เอ็น-ไวนิลไพโรลิโดน (*N*-vinyl-pyrrolidone) มาทำหน้าที่เป็นสารเพิ่มเสถียร (stabilizer) หรือ การปกป้องพื้นผิว (capping agent) โดยสารเหล่านี้จะช่วยให้อนุภาคมีการกระจายตัวเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน[44] ซึ่งที่เป็นสารพอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้วสามารถละลายในน้ำได้และจากโครงสร้างของพอลิไวนิลไพโรลิโดนที่มีโครงสร้างของหมู่คาร์บอนิลอาจจะเกิดการแตกตัวทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนมาเกาะที่โครงสร้างได้ดังแสดงในรูปที่ 4.15 และ รูปที่ 4.16 เมื่ออนุภาคเงินระดับนาโนมาเกาะอาจจะทำให้ปริมาณอนุภาคเงินเพิ่มขึ้นส่งผลทำให้ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนมีสมบัติการต้านแบคทีเรียดีขึ้น



รูปที่ 4.15 โครงสร้างของพอลิไวนิลไพโรลิโดน (polyvinylpyrrolidone, PVP)[45]



รูปที่ 4.16 แสดงสมการการเกาะของอนุภาคเงินกับพอลิไวนิลไพโรลิโดน

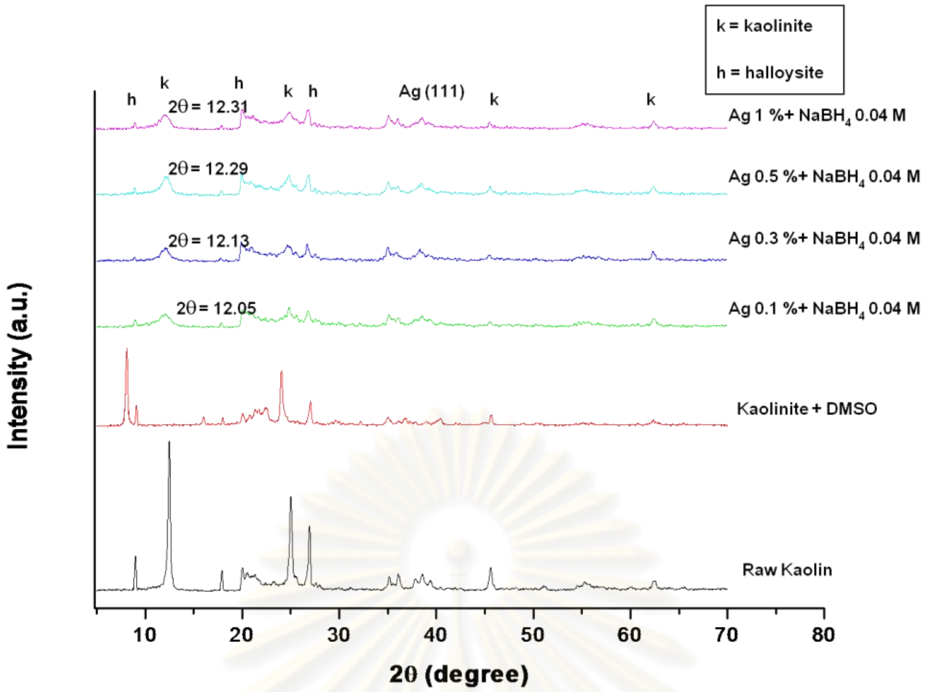
นอกจากนั้นแล้ว K.–S. Chou และคณะ[46] ได้กล่าวว่า PVP เป็น protecting agent ซึ่งเป็นสิ่งจำเป็นในการควบคุมการโตของคอลลอยด์โลหะจนถึงการเกาะกลุ่มกัน ตัวอย่างของสารเหล่านี้ที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินคือ PVP และ PVA สาร PVP นั้นตามที่ Zhang และ

คณะ ได้กล่าวว่า PVP สามารถสร้างรูปร่างที่ซับซ้อนกับไอออนของเงินและสามารถดูดซึมบนอนุภาคเงินได้ดีโดยเลือกใช้ PVP ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 10,000 ใช้ซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.01 M และใช้ฟอร์มัลดีไฮด์เป็นตัวรีดิวซ์พบว่า PVP ที่เติมในการทดลองนั้นมีบทบาทในการป้องกันการเกิดการเกาะกลุ่ม เนื่องจากเป็นตัวขัดขวางการโตของคอลลอยด์เงินทำให้อนุภาคคอลลอยด์เงินมีการกระจายตัวดีและอนุภาคเงินที่ได้จะมีขนาด 7- 20 nm

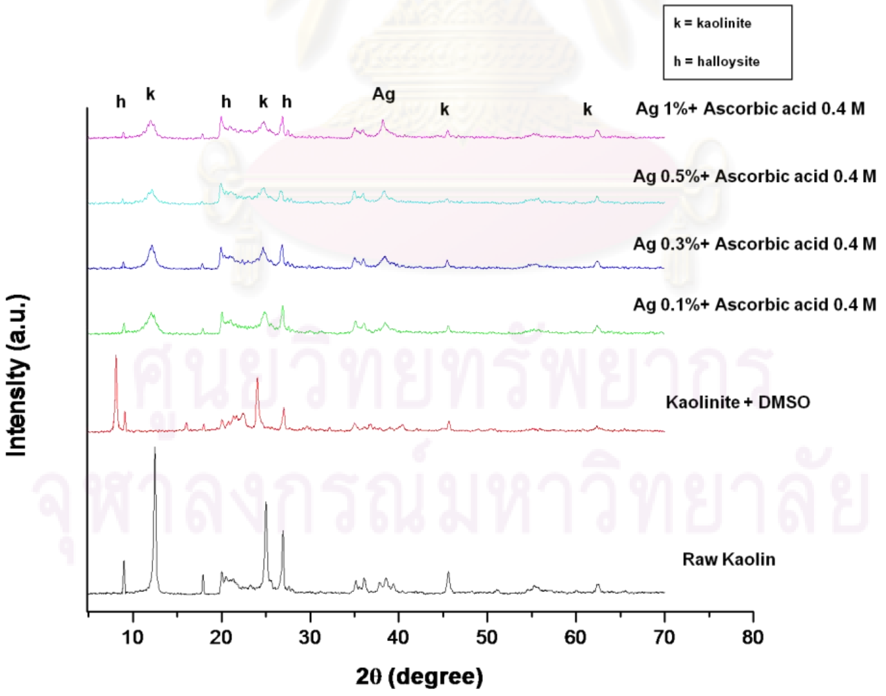
4.3.1.2 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเกาลินที่ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีการเติมพอลิไวนิลไพโรลิโดน

หลังจากได้ข้อสรุปจากผลการทดลองก่อนหน้านี้ว่าจะต้องใช้ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ในการขยายขนาดชั้นดินเพื่อทำให้ชั้นดินที่มีการขยายขนาดโครงสร้างทำหน้าที่ในการห่อหุ้มอนุภาคเงินไม่ให้สลายตัวที่อุณหภูมิสูงและจากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่านในหัวข้อ 4.3.1 ที่เห็นได้ว่าอนุภาคเงินเกิดการเกาะตัวอยู่บนผิวของแผ่นดินเกาลิน ด้วยเหตุนี้จึงตั้งสมมุติฐานว่าถ้าเติมตัวช่วยที่จะทำให้เกิดการยึดเกาะของอนุภาคเงินกับผิวด้านนอกของแผ่นดินแล้วอาจจะส่งผลต่อสมบัติในการต้านทานแบคทีเรียของดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนให้ดียิ่งขึ้น จึงได้นำสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V[35] มาเติมลงในขณะเตรียมตัวอย่างจากสารสะลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ในดินเกาลินที่ขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์เป็นเวลา10 ชั่วโมงที่มีการรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 Mตามลำดับ ดังแสดงการทดลองที่ 3.2.3 นำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์ผลด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.17 และ 4.18 ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.17 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V



รูปที่ 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V

จากรูปที่ 4.17 จะพบว่าพีคการเลี้ยวเบนของสารก็ยังประกอบไปด้วยพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ และฮาลอยไซท์ พีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ ที่มีอนุภาคเงินอัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.5 และ 1% Agต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนัก แทรกในชั้นดินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินและเติมสารละละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V จะมีมุมการเลี้ยวเบน 2θ เท่ากับ 12.05°, 12.13°, 12.29° และ 12.31° ตามลำดับ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับพีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ที่ 2θ = 12.40° แต่จากพีคการเลี้ยวเบนนี้สามารถนำมาคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างแลตทิซหรือระยะห่างระหว่างชั้นดินเกาลินด้วยเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) ได้จากค่ามุมที่ได้จากพีคการเลี้ยวเบนหลักของตัวอย่างเหล่านี้ทำให้ทราบว่าค่าระยะห่างระหว่างชั้นดินไม่ต่างกันมากนัก นอกจากนั้นแล้วพีคการเลี้ยวเบนของอนุภาคเงินระดับนาโนยังปรากฏที่มุมการเลี้ยวเบนหลักของเงิน (111) ที่ประมาณ 2θ = 38.39° แต่ปริมาณของพีคการเลี้ยวเบนของเงินนั้นจะสูงขึ้นเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่เติมเพิ่มสูงขึ้น แต่อนุภาคเงินที่ปรากฏนั้นอาจจะแทรกระหว่างชั้นดินหรืออาจจะกระจายตัวบนผิวแผ่นดินก็ได้ ดังนั้นจึงทำการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งจะกล่าวในหัวข้อที่ 4.3.1.3 ส่วนการรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M จะแสดงดังรูปที่ 4.18 จะเห็นได้ว่าพีคการเลี้ยวเบนส่วนใหญ่จะประกอบไปด้วยพีคของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ และฮาลอยไซท์ เช่นกัน ส่วนพีคการเลี้ยวเบนของเงินจะพบเฉพาะในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่มีการแทรกอนุภาคเงินลงในอัตราส่วน 0.5 และ 1 % Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนักเท่านั้น และจะปรากฏพีคการเลี้ยวเบนหลักของเงินที่มุมการเลี้ยวเบนประมาณ 38.19° เพื่อเป็นการยืนยันการมีอยู่ของอนุภาคเงินในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินและมีการเติมสารละละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ด้วยการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อ 4.3.1.3 ต่อไป

4.3.1.3 สมบัติการต้านแบคทีเรียของดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนและเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน

หลังจากศึกษาองค์ประกอบของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้นต่างๆและมีการเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดนจะมีพีคการเลี้ยวเบนของเงินเกิดขึ้นจึงทำให้เกิดการคาดว่าการเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดนจะช่วยทำให้อนุภาคเงินมีขนาดเล็ก ทำให้เกิดการยึดเกาะและมีการกระจายตัวอยู่ที่ผิวนอกของแผ่นดินแต่เพื่อเป็นการยืนยันการปรากฏพีคของอนุภาคเงินเหล่านี้จึงได้นำไปทำการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Escherichia coli: E.coli) ซึ่งจะถูกทดสอบด้วยเทคนิค Spread plate โดยการให้เชื้อ E .coli สัมผัสกับดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M

และกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ตามลำดับ ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา6 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณสารตัวอย่าง 0.1% W/V โดยใช้สารตัวอย่างที่อุณหภูมิห้องซึ่งแสดงดังภาคผนวก ค รูปที่ ค-1 และ ค-2 ตามลำดับ ซึ่งภาคผนวก ค รูปที่ ค-1 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M และมีการเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิห้อง จะเห็นได้ว่าดินเกาลินที่ไม่ได้แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนจะไม่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียแต่ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนถึงแม้จะเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดนจะแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าสมบัติการต้านแบคทีเรียมีผลจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่เกาะและกระจายบนผิวของแผ่นดินนั่นเอง ซึ่งอนุภาคเงินระดับนาโนที่ยึดเกาะอยู่บนผิวของแผ่นดินนั้นจะอยู่ในรูปที่ไม่มีประจุ (Ag^0) แต่เมื่อสัมผัสกับบรรยากาศที่มีออกซิเจนจะทำให้อนุภาคเงินเกิดการออกซิไดส์กลายเป็นอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีประจุ (Ag^+) แล้วอนุภาคเหล่านี้จะเข้าไปแทนที่ไฮโดรเจนไอออนในหมู่ไธออล (-SH) ซึ่งเป็นโมเลกุลของโปรตีนที่ผนังเซลล์ของแบคทีเรีย การเกาะของอนุภาคเงินทำให้เกิดการต้านการทำงานของแบคทีเรียขึ้น ต้านการแบ่งเซลล์ทำให้แบคทีเรียตายในที่สุด จากการแสดงสมบัติต้านแบคทีเรียนี้เองสามารถบ่งบอกว่าเมื่อเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V และรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M จะทำให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆ นั้นจะเพิ่มสูงขึ้นเมื่อปริมาณการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนเพิ่มสูงขึ้น (แสดงดังตารางที่ 4.6) ซึ่งจะสอดคล้องกับพีคการเลี้ยวเบนของเงินที่วิเคราะห์ผลด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์นั่นเอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.6 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 Mและเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิ 25 °C (ภาคผนวก ง)

sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	1.8×10^{7}	-
Kaolin	1.1×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.1%	1.9×10^{4}	99.88
Kaolin+ Ag 0.3%	1.5×10^{3}	99.98
Kaolin+ Ag 0.5%	1.9×10^{3}	99.98
Kaolin+ Ag 1 %	8.6×10^{2}	99.98

ส่วนการรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M นั่นซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่อ่อนที่ถูกเลือกนำมาใช้ในการทดลองจะแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียดังภาคผนวก ค รูปที่ ค- 2 จะเห็นได้ว่าดินเกาลินที่ไม่ได้แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนจะไม่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียแต่ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ ถูกรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิห้อง จะแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่มีปริมาณการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนที่เข้มข้น 1% Ag ต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนักเท่านั้น ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิห้อง จะพบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่สามารถต้านแบคทีเรียได้คือ 5.55 ซึ่งตรงกับเงื่อนไขของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่เข้มข้น 1% Ag ต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนักเท่านั้นเช่นกัน ส่วนกรณีอื่นจะพบว่าจะไม่มีเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียเกิดขึ้น (ดังตารางที่ 4.7)

ตารางที่ 4.7 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิ 25 ^{o}C (ภาคผนวก ง)

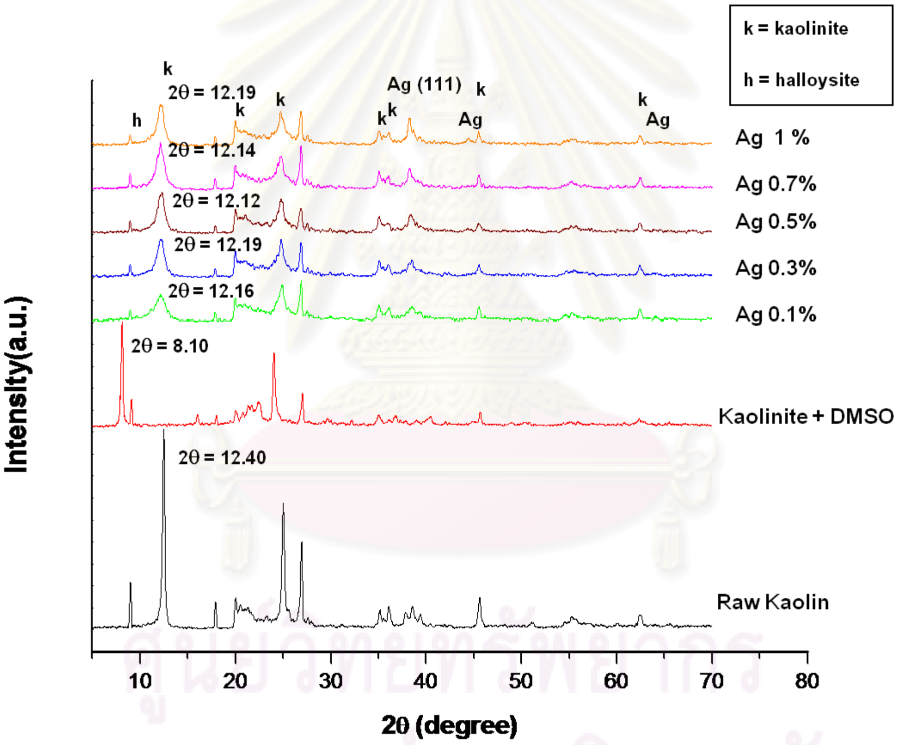
sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	7.9×10^{6}	-
Kaolin	1.1×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.1%	5.0×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.3%	1.9×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.5%	4.6×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 1 %	1.7×10^{7}	5.55

จากสมบัติการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M และกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ตามลำดับ การเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V จะไม่ส่งผลต่อการเกาะตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในกรณีที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ซึ่งแสดงให้เห็นได้จากเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียดังตารางที่ 4.7 ซึ่งไม่ปรากฏเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียในทุกเงื่อนไขและนอกจากนั้นสาร PVP ที่นำมาใช้ในการทดลองนี้มีน้ำหนักโมเลกุลประมาณ 40,000 g/mol (Dalton) ซึ่งเมื่อนำมาใช้จะมีความหนืดและเหนียวมากจึงทำให้ Ag clay ที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้กรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์นั้นไม่สามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียได้ เนื่องจากสาร PVP มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจึงทำให้เกิดการขัดขวางการยึดเกาะของอนุภาคเงินบนผิวของดินเกาลิน ดังนั้นด้วยสาเหตุนี้เองจึงทำให้ยกเลิกการใช้สารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่ทำให้อนุภาคนาโนเกิดการยึดเกาะบนผิวแผ่นดินและเพิ่มการกระจายตัวในงานวิจัยนี้และนอกจากนั้นแล้วยังคงลดปริมาณสารเคมีที่จะนำมาใช้ในงานวิจัยในครั้งนี้อีกด้วย

4.3.2 ศึกษาตัวอย่างของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินที่ไม่มีการเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน

4.3.2.1 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเกาลินที่ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนโดยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M เป็นตัวรีดิวซ์

ในการทดลองขั้นตอนต่อไปจะแทรกอนุภาคเงิน ที่เตรียมได้จากสารสะลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แล้วทำการรีดิวซ์ไอออนเงินให้เงินมีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่ได้จากหัวข้อ 4.2เพื่อให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดความเสถียรในโครงสร้างดินเกาลิน ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ผลด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.19

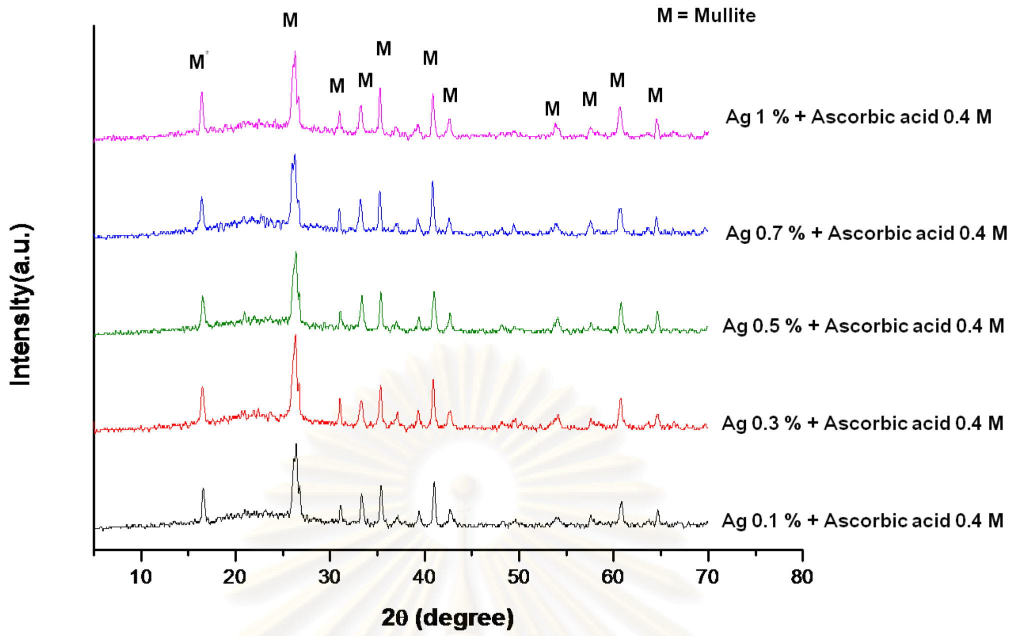


รูปที่ 4.19 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในรูปที่ 4.19 พบว่าพีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ (001) เมื่อทำการขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมงจะเกิดค่ามุมการเลี้ยวเบนต่ำลง ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 8.10^\circ$ จากมุมการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของเกาลินไนท์ (001) ที่ $2\theta = 12.40^\circ$ ซึ่งค่ามุมที่ลดลงนี้แสดงถึงดินเกาลินถูกขยายขนาด

ของชั้นดินด้วยไดเมธิลซัลฟอกไซด์จากระยะห่างระหว่างชั้นดินที่ 7.132 .Å เป็น 10.911 Å นั่นเอง และเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในชั้นดินเกาลินที่ถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของอนุภาคเงินต่างๆพบว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลินไนท์ (001) เกิดการเปลี่ยนแปลงของมุมเลี้ยวเบนจาก $2\theta = 8.10^{\circ}$ ซึ่งเป็นมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลินที่ถูกขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ ไปยังมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ $2\theta = 12.16^{\circ}$ จากเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) ค่ามุมการเลี้ยวเบนที่เพิ่มขึ้นนี้ แสดงค่าระยะห่างระหว่างชั้นดินเกาลินที่ลดลง หรือเกิดการหดตัวกลับของขนาดของชั้นดินเกาลินจาก 10.911 Å เป็น 7.273 Å เนื่องจากอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปแทรกตัวในชั้น OT sheet ของดินเกาลินเกิดการแทนที่ไดเมทธิลซัลฟอกไซด์ จากการแทนที่ระหว่างไดเมทธิลซัลฟอกไซด์และอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินนี้เอง จึงทำให้เกิดการหดตัวกลับของชั้นดิน ซึ่งลักษณะการหดตัวกลับของชั้นดินนี้จะเกิดในทุกเงื่อนไขของการแทรกตัวด้วยอนุภาคเงินระดับนาโน และนอกจากนั้นแล้วยังพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงิน (Ag) เกิดขึ้นด้วย โดยที่มุมการเลี้ยวเบนหลักของเงิน (111) ที่ประมาณ $2\theta = 38.23^{\circ}$ นั่นแสดงให้เห็นว่าอนุภาคเงินเกิดการแทรกตัวอยู่ในชั้นดินเกาลินแต่อย่างไรก็ตามยังไม่สามารถยืนยันได้อย่างแน่นอน เนื่องจากบางส่วนอาจจะเกิดการกระจายตัวที่ผิวนอกของแผ่นดินโดยจะจับตัวกันด้วยแรงทางไฟฟ้าที่ผิวของโครงสร้างดินแทน เพราะที่ผิวของโครงสร้างดินมีประจุเป็นลบ จึงทำให้ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงินนั่นเอง แต่การนำซิลเวอร์เคลย์ที่สังเคราะห์ได้นั้นนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมทางเซรามิเพื่อขึ้นรูปผลิตภัณฑ์นั้น ปัจจัยของอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปจะมีส่วนเกี่ยวข้องอย่างมาก จึงได้นำดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ มาเผาที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}$C ซึ่งเป็นอุณหภูมิทั่วไปที่ใช้เผาผลิตภัณฑ์เซรามิก แล้วนำมาวิเคราะห์พีคการเลี้ยวเบนของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}$C ด้วยเทคนิค XRD ซึ่งแสดงได้ดัง รูปที่ 4.20

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดิน และที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่เปอร์เซ็นความเข้มข้นต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง

จากรูปที่ 4.20 พบว่าดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่อัตราส่วน 0.1, 0.3, 0.7, 0.5 และ 1% Ag ต่อดินเกาลินโดยน้ำหนัก พีคที่เกิดขึ้นจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ต่างไปจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินที่อัตราส่วนต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง (รูปที่ 4.19) โดยจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับการ์ดมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-083-1881 ซึ่งเป็นมัลไลท์ (แสดงรายละเอียดของเฟสในภาคผนวก ก) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่อัตราส่วนต่างๆ เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจากเกาลินไนท์และฮาลอยไซท์ เป็นมัลไลท์ และนอกจากนั้นจากรูปจะพบว่าเมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสแล้วจะไม่ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนของอนุภาคเงิน แต่จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ก็ไม่สามารถยืนยันได้ว่ามีอนุภาคเงินแทรกอยู่ในระหว่างชั้นของดินเกาลินแต่จากสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินสามารถแสดงให้เห็นว่ามีอนุภาคเงินคงเหลืออยู่ถึงแม้จะผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C แล้วก็ตาม ซึ่งจะกล่าวรายละเอียดในหัวข้อ 4.3.2.2

4.3.2.2 สมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลิน

หลังจากศึกษาองค์ประกอบของดินเกาลินที่ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนโดยคาดว่าน่าจะมีอนุภาคเงินเกิดการแทรกตัวอยู่ในชั้นดินและมีการกระจายตัวอยู่ที่ผิวนอกของแผ่นดินแล้วจึงทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Escherichia coli: E.coli) ซึ่งจะถูกทดสอบด้วยเทคนิค Spread plate โดยการให้เชื้อ E .coli สัมผัสกับดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายโครงสร้างชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณสารตัวอย่าง 0.1% W/V โดยในการทดลองตัวอย่างจะแบ่งเป็น 2 อุณหภูมิ คือ ตัวอย่างที่อุณหภูมิห้องและตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่ 1200 °C ซึ่งแสดงดังภาคผนวก ค รูปที่ ค-3 และ ค-4 ตามลำดับ

จากภาคผนวก ค รูปที่ ค-3 จะเห็นได้ว่าสมบัติการต้านแบคทีเรียของดินเกาลินเพียงอย่างเดียวนั้นจะไม่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรีย แต่ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่มีการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้นต่างๆและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิห้องนั้นแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียอย่างเห็นได้ชัดเจนซึ่งดูได้จากจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่มีปริมาณลดลงเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินเกาลินเพิ่มขึ้น เพื่อเป็นการแสดงการลดของแบคทีเรียจึงได้นำมาคำนวณเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียแสดงดังตารางที่ 4.8 จะเห็นได้ว่าเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 และ 1.0% Ag โดยน้ำหนัก จะแสดงให้เห็นว่าอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินสามารถต้านแบคทีเรียได้ โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.3 % Ag โดยให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.97 % แต่อย่างไรก็ตาม ในทางเซรามิกนั้นส่วนใหญ่จะนำดินเกาลินมาประยุกต์ใช้งานที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นจึงมีการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิสูงคือที่อุณหภูมิ 1200 °C เพื่อดูว่าดินเกาลินนั้นจะสามารถทำหน้าที่เป็นเกราะกำบังสำหรับอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินได้หรือไม่และยังคงแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียเช่นเดียวกันกับดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินและแทรกอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆที่อุณหภูมิห้องซึ่งแสดงดังภาคผนวก ค รูปที่ ค-4

ตารางที่ 4.8 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลิน ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิ 25 ^{o}C (ภาคผนวก ง)

sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	1.5×10^{7}	-
Kaolin	1.7×10^{7}	0
Kaolin+ Ag 0.1%	5.5×10^{5}	96.33
Kaolin+ Ag 0.3%	2.6×10^{3}	99.97
Kaolin+ Ag 0.5%	1.0×10^{4}	99.91
Kaolin+ Ag 0.7%	4.1×10^{5}	97.26
Kaolin+ Ag 1 %	0	100

ตารางที่ 4.9 จำนวน E.coli และเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงิน ณ ความเข้มข้นต่างๆและรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C (ภาคผนวก ง)

sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	% Reduction
Blank	1.2×10^{7}	-
Kaolin+ Ag 0.1%	1.1×10^{6}	90.83
Kaolin+ Ag 0.3%	4.8×10^{3}	99.95
Kaolin+ Ag 0.5%	1.6×10^{2}	99.99
Kaolin+ Ag 0.7%	0	100

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากภาคผนวก ค รูปที่ ค-4 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายชั้นดินด้วย DMSO ที่แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C จะเห็นได้ว่ายังคงแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียเช่นกัน ซึ่งดูได้จากจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่มีปริมาณลดลงเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในดินเกาลินเพิ่มขึ้น การลดลงของจำนวนโคโลนีสามารถยืนยันด้วยเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนแสดงดังตารางที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียของดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 % Ag ต่อดินเกาลิน โดยน้ำหนัก ยังคงแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียเช่นกัน ถึงแม้จะผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C แล้วก็ตามสามารถชี้ให้เห็นว่าดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO สามารถเป็นเสมือนเกราะกำบังให้อนุภาคเงินที่แทรกในระหว่างชั้นดินได้และความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิในงานวิจัยนี้ คือ 0.3 % Ag โดยให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.95 %

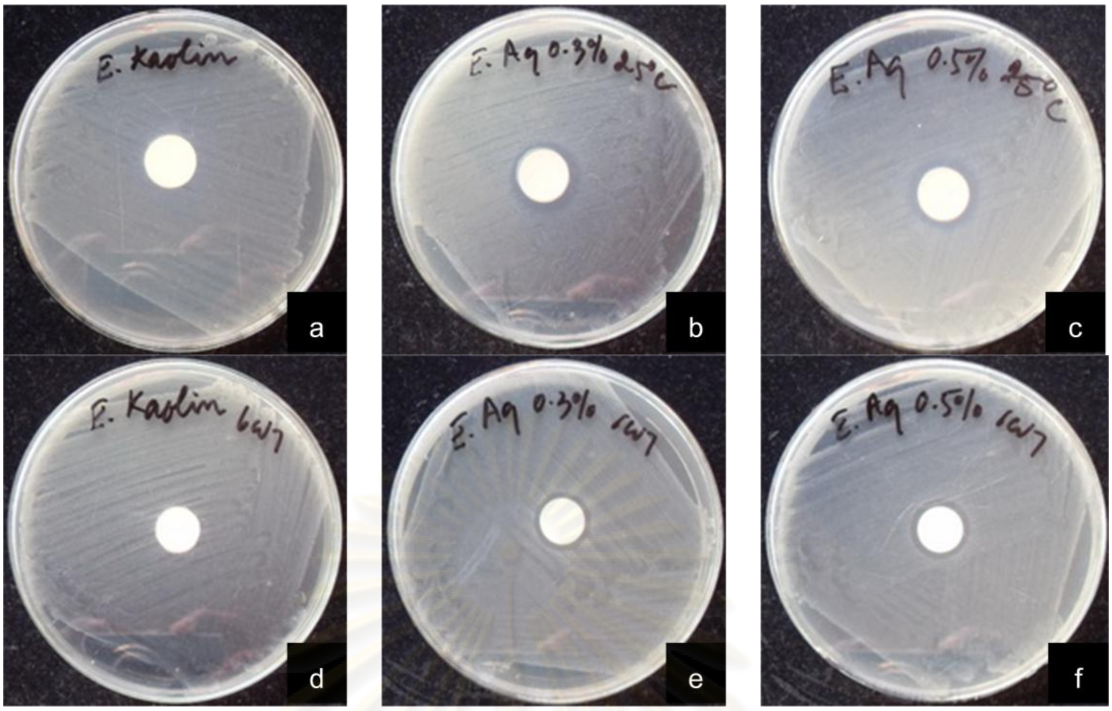
จากงานวิจัยจะเห็นได้ว่าสมบัติการต้านแบคทีเรียของซิลเวอร์เคลย์ที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคนั้นสามารถต้านแบคทีเรียได้โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.3 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิห้อง โดยให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.97 % ส่วนซิลเวอร์เคลย์ที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C พบว่าซิลเวอร์เคลย์ยังคงสามารถต้านแบคทีเรียเช่นกัน โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.3 wt % Ag/Kaolin ซึ่งให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.95 % แต่เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของอัญชิษฐาและคณะ[34] ที่สังเคราะห์ซิลเวอร์เคลย์โดยใช้สารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นของอนุภาคเงิน ระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.1 wt % Ag/Kaolinที่อุณหภูมิห้อง ให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.99 % ถึงแม้จะใช้สารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์ที่ให้ความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งใช้ปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่น้อยและให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียสูงกว่าการรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค แต่อย่างไรก็ตามการรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์ มีความเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิตเนื่องจากเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรง มีค่า LD_{50}= 162 mg/kg ที่ทดลองกับหนูซึ่งเป็นค่าที่แสดงความเป็นพิษ ส่วนซิลเวอร์เคลย์ที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C มีความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 1 wt % Ag/Kaolin ซึ่งให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.99 % ซึ่งไม่สามารถเปรียบเทียบได้เนื่องจากความเข้มข้นที่ 1 wt %

Ag/Kaolin จะมีอัตราส่วนของอนุภาคเงินที่มีปริมาณมากย่อมแสดงสมบัติการแบคทีเรียที่ดีกว่าอัตราส่วนของอนุภาคเงินที่มีปริมาณน้อย

แต่อย่างไรก็ตาม นอกจากจะทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค spread plate ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ทดสอบในเชิงปริมาณ เนื่องจากสามารถทำให้ทราบค่าความเข้มข้นต่ำสุดของสารตัวอย่างที่สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรียได้ (MIC) นั้นยังสามารถทดสอบด้วยเทคนิค disc diffusion method หรือเรียกอีกอย่างว่า การทดสอบแบบเคลียร์โซน ซึ่งเทคนิคนี้จะทดสอบในเชิงคุณภาพซึ่งสามารถบอกผลได้จาก การวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone และเพื่อเป็นการยืนยันสมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินที่แทรกในชั้นดินเกาลินที่ได้จากเทคนิคspread plate ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะเลือกเฉพาะเงื่อนไขที่มีการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเกาลินที่ความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 % Ag มาทำการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิคdisc diffusion method ในการทดลองจะแบ่งตัวอย่างเป็น 2 อุณหภูมิเช่นกัน คือที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิสูง 1200 °C โดยนำตัวอย่างมาอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานรูปเหรียญที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง2 mm แล้วนำไปวางบนอาหารเลี้ยงเชื้อ NA ที่มีแบคทีเรีย E.Coli กระจายไว้แล้วหลังจากนั้นไปบ่มที่อุณหภูมิ 37 °C เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแสดงดังรูปที่ 4.21

นอกจากนั้นแล้วการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion method นั้นจำเป็นต้องอัดขึ้นรูปชิ้นงานเป็นรูปเหรียญนั้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการนำดินเกาลินมาใช้ในกระบวนการอุตสาหกรรมทางเซรามิกที่มีกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานผลิตภัณฑ์เช่นกัน ว่ายังคงสามารถแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียได้อีกหรือไม่

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.21 แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion method ที่ 2 อุณหภูมิดังนี้ ที่อุณหภูมิห้อง a) ดินเกาลิน ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น b) 0.3 % Ag และ c) 0.5 % Ag และที่อุณหภูมิสูง 1200 ^{o}C d) ดินเกาลิน ดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น e) 0.3 % Ag และ f) 0.5 % Ag

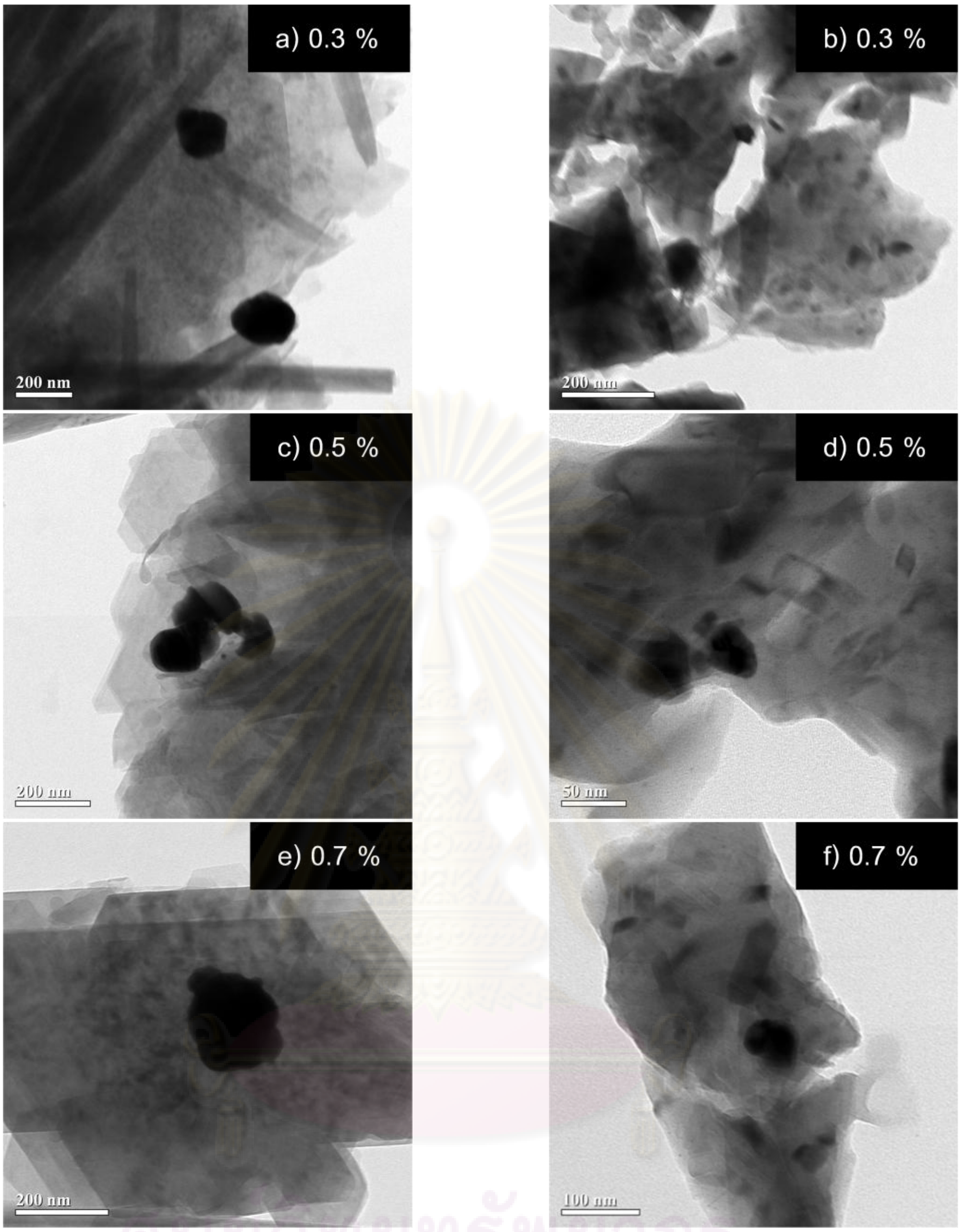
จากรูปที่ 4.21 a) จะเห็นได้ว่า ดินเกาลินไม่มีการเกิด inhibition zone จึงแสดงให้เห็นว่าไม่มีการต้านแบคทีเรียเกิดขึ้น ส่วนดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น 0.3 % Ag และ 0.5 % Ag แสดงดังรูปที่ 4.21 b) และ c) ที่อุณหภูมิห้อง นั้นจะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone ซึ่งจะเห็นเป็นวงใสไม่มีโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียล้อมรอบจะมีขนาด 17 และ 18 mm ตามลำดับ จากขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone นี้สามารถบ่งบอกว่าดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 0.3 % Ag และ 0.5 % Ag สามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียเมื่อเทียบกับดินเกาลิน ส่วนที่อุณหภูมิสูง 1200 ^{o}C นั้นจะพบว่าดินเกาลินที่ไม่ได้แทรกด้วยอนุภาคเงินไม่มีสมบัติการต้านแบคทีเรียเกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 4.21 d) แต่ดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้น 0.3 % Ag และ 0.5 % Ag แสดงดังรูปที่ 4.21 e) และ f) ยังคงแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งดูได้จากขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone ที่มีขนาด 15 และ 16 mm เมื่อเทียบกับดินเกาลินที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 ^{o}C เช่นกัน

จากการแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิค disc diffusion method จะแสดงให้เห็นว่าดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นมีการต้านแบคทีเรียซึ่งบ่งบอกว่า มีอนุภาคเงินแทรกตัวระหว่างชั้นดินหรือกระจายตัวบนแผ่นดิน แต่อย่างไรก็ตามสามารถยืนยันการมีอยู่ของอนุภาคเงินได้ด้วยเทคนิค TEM ซึ่งแสดงในหัวข้อ 4.3.2.3

4.3.2.3 ตรวจวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของเดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่าน

หลังจากศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้นต่างๆที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M นั้นสามารถต้านแบคทีเรียได้ เนื่องจากมีอนุภาคเงินระดับนาโนแทรกอยู่ในชั้นดินเกาลินหรือกระจายตัวอยู่บนผิวแผ่นดินดังนั้นเพื่อเป็นการยืนยันการมีอยู่ของอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นจึงนำดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 0.3, 0.5, และ 0.7 % Ag ซึ่งเป็นความเข้มข้นที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่ดี มาตรวจวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค TEM แสดงดังรูปที่ 4.22

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

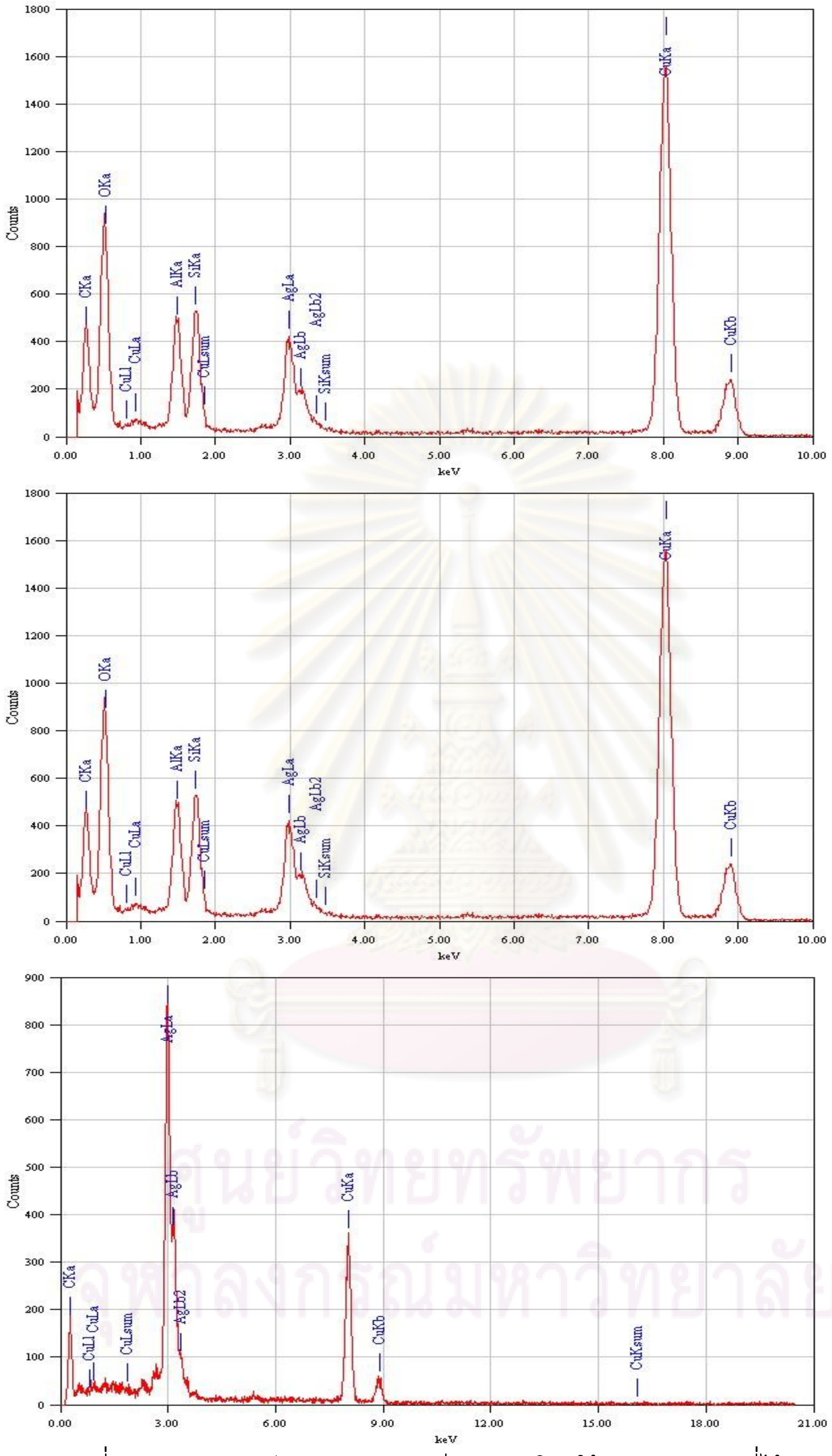
รูปที่ 4.22 แสดงภาพถ่าย TEM ของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้อง ณ ความเข้มข้นที่ a) 0.3 c) 0.5 และ e) 0.7 wt % Ag/kaolin ตามลำดับ และที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ที่ความเข้มข้น b) 0.3 d) 0.5 และ f) 0.7 wt % Ag/kaolin ตามลำดับ

จะเห็นได้ว่ารูปที่ 4.22 (a), (c) และ (e) ของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่อุณหภูมิห้องที่ความเข้มข้น 0.3, 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ตามลำดับนั้นจะมีอนุภาคสีดำแทรกตัวอยู่และมีการเกาะอยู่บนผิวแผ่นดินคือ อนุภาคเงินนั่นเอง ซึ่งสามารถยืนยันด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX จะแสดงดังรูปที่ 4.23 พบว่ามีอนุภาคเงินปรากฏอยู่ใน

ดินเกาลิน และนอกจากนั้นแล้วเมื่อทดสอบดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 ^{o}C ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.22 (b), (d) และ (f) นั่นที่ความเข้มข้นของอนุภาคเงิน 0.3, 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ตามลำดับจะเห็นว่ามีอนุภาคเงินแทรกอยู่หรือเกาะบนผิวแผ่นดินเช่นเดียวกันและสามารถยืนยันได้ด้วยเทคนิค EDX จะแสดงดังรูปที่ 4.24 ว่าเป็นอนุภาคสีดำนั่นคืออนุภาคเงิน

การมีอยู่ของอนุภาคเงินในดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่มีความเข้มข้น 0.4 M จะสอดคล้องกับสมบัติต้านแบคทีเรียดังหัวข้อที่ 4.3.2.2 และมีความเข้มต่ำสุดที่สามารถต้านแบคทีเรียได้คือ ที่ 0.3 wt % Ag/Kaolin และนอกจากนั้นแล้วสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงนั้นยังคงมีอนุภาคเงินหลงเหลืออยู่เช่นกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าดินเกาลินนั้นทำหน้าที่เป็นเกราะกำบังไม่ให้อนุภาคเงินเกิดสลายตัวที่อุณหภูมิสูง ซึ่งจากการทดลองในครั้งนี้สามารถนำดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นไปประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมทางเซรามิกที่ใช้อุณหภูมิสูงได้ แต่การมีอยู่ของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกตัวในชั้นดินเกาลินนั้นก็ยังไม่สามารถยืนยันได้ว่าเกิดการแทรกตัวในชั้นดินเกาลินอย่างแน่นอน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



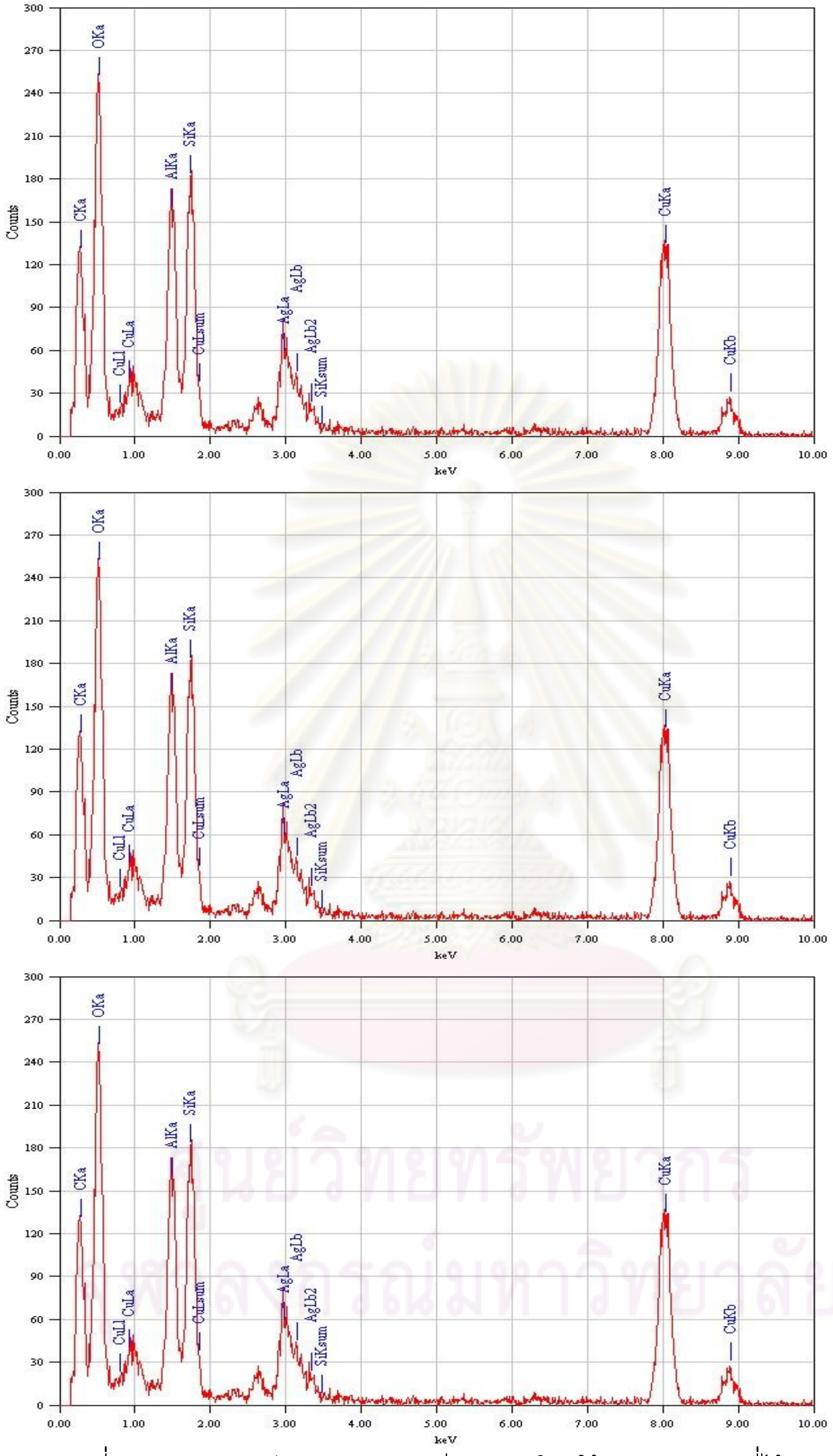
a) 0.3 wt % Ag/Kaolin

b) 0.5 wt % Ag/Kaolin

c) 0.7 wt % Ag/Kaolin

รูปที่ 4.23 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDX ที่ได้จากกกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนความเข้มข้น 0.3 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



a) 0.3 wt % Ag/Kaolin

b) 0.5 wt % Ag/Kaolin

c) 0.7 wt % Ag/Kaolin

รูปที่ 4.24 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDX ที่ได้จากกกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านของดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแล้วแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนความเข้มข้น 0.3 0.5 และ 0.7 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิ 1200 °C

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4 สรุปปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้มีปัจจัยที่เกี่ยวข้องหลายชนิดด้วยกันซึ่งสามารถสรุปปัจจัยเหล่านี้ได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 แสดงสาเหตุในการเลือกใช้ปัจจัยที่เกี่ยวข้องในงานวิจัยนี้

ตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย		การเลือก	เหตุผลที่ต้อง
1. DMSO	1.การเติม DMSO	✓	ในงานวิจัยนี้ต้องมีการเติม DMSO เพื่อทำให้ขนาดของชั้นดินเกาลินเกิดการขยายตัวออกทำให้อนุภาคเงินเข้าไปแทรกในชั้นดินที่ผ่านการขยายด้วย DMSO ได้นอกจากนั้นแล้วยังสามารถทำหน้าที่เป็นเสมือนเกราะกำบังไม่ให้อนุภาคเงินเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิสูงและยังสามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ที่อุณหภูมิสูงได้อีกด้วย
	2.การไม่เติม DMSO	✗	
2.ตัวรีดิวซ์	1.กรดแอสคอร์บิค	✓	ในงานวิจัยนี้ได้มีการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ในการรีดิวซ์ไอออนเงินให้กลายเป็นอนุภาคเงิน เพื่อทำให้กระบวนการสังเคราะห์ Ag Clay มีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและไม่เป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิต โดยเลือกกรดแอสคอร์บิคมาใช้ในการทดลองเนื่องจากแอสคอร์บิคจะมีโครงสร้างที่ประกอบไปด้วยหมู่คาร์บอนิลและหมู่ไฮดรอกซิลที่เป็นแหล่งของอิเล็กตรอนจึงทำให้รีดิวซ์ไอออนเงินให้กลายเป็นอนุภาคเงินได้ นอกจากนั้นแล้วยังมีพันธะคู่ในโครงสร้างอีกด้วยจึงสามารถรีดิวซ์ได้ดีกว่าตัวรีดิวซ์ชนิดอื่นที่มีความเข้มข้นเท่ากัน
	2.น้ำตาลดี-กลูโคส	✗	
	3.แสงอัลตราไวโอเลต	✗	
3.PVP	1.การเติม PVP	✗	ในงานวิจัยนี้เราไม่สามารถยืนยันได้แน่นอนว่าอนุภาคเงินเกิดการแทรกในดินเกาลินที่ผ่านการผ่านการขยายขนาดชั้นดินดังนั้นจึงนำตัวช่วยมาใช้ในการยึดเกาะคือ สาร PVP แต่สาร PVPที่นำมาใช้ในการทดลองนี้มีน้ำหนักโมเลกุล
	2. การไม่เติม PVP	✓	

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

			ประมาณ 40,000 g/mol (Dalton)ซึ่งเมื่อนำมาใช้จะมีความหนืดและเหนียวมากจึงทำให้ Ag clay ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กรดแอสคอร์บิคเป็นตัวรีดิวซ์นั้นไม่สามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียได้ จึงยกเลิกการเติมสาร PVP ในงานวิจัยครั้งนี้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5
สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

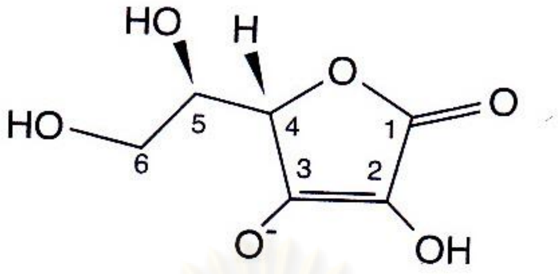
5.1 สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับผลของตัวรีดิวซ์ต่อการแทรกระหว่างแผ่นผลึกเคโอลิไนต์ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินสำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย โดยทำการเตรียมดินเกาลินที่ขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แล้วทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งจะใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรง มีความเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อมและยังเป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิต ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งที่จะเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่อ่อนลง ได้แก่ กรดแอสคอร์บิค น้ำตาลดี-กลูโคส แสงUV เนื่องจากมีราคาถูกและส่งผลเสียกับสิ่งแวดล้อมน้อยกว่าและในงานวิจัยครั้งนี้จะแบ่งการทดลองออกเป็นสามส่วนด้วยกัน ส่วนที่หนึ่งกล่าวถึงผลของการไม่ขยายขนาดชั้นดินเกาลินด้วย DMSO ต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน ส่วนที่สองจะเป็นเนื้อหาที่กล่าวถึงผลของการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะต่อการแทรกตัวของอนุภาคเงิน และส่วนสุดท้ายกล่าวถึงผลของดินเกาลินที่แทรกด้วยอนุภาคเงินต่อสมบัติในการต้านแบคทีเรีย ซึ่งสามารถได้ข้อสรุปดังนี้

1. ในการเตรียมดินเกาลินก่อนที่จะทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนนั้นจะต้องทำการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO ก่อน เพื่อที่จะทำให้ระยะระหว่างชั้นของดินเกาลินเพิ่มขึ้นจาก 7.132 .Å เป็น 10.911 Å จึงทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนแทรกในระหว่างชั้นดินได้และนอกจากนั้นแล้วเมื่อนำดินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO มาแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนมาเผาที่อุณหภูมิสูง 1200 ^{o}C จะเห็นได้ว่าดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับ นาโนนั้นจะคงสามารถแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียซึ่งจะเห็นว่าดินเกาลินเปรียบเสมือนเกราะที่ป้องกันการสลายตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนอีกด้วย

2. ในการเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ที่เหมาะสมสำหรับในงานวิจัยนี้ก็ยังเป็นปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งเช่นกัน โดยการเลือกตัวรีดิวซ์ที่อ่อนกว่าโซเดียมบอโรไฮไดรด์ซึ่งได้แก่ น้ำตาลดี-กลูโคส กรดแอสคอร์บิค และแสงอัลตราไวโอเลตมาใช้เพื่อทดแทนตัวรีดิวซ์ที่แรง เนื่องจากตัวรีดิวซ์เหล่านี้เป็นแหล่งของอิเล็กตรอนจึงสามารถรีดิวซ์ไอออนของเงินให้เป็นอนุภาคเงินได้และยังเป็นสารเคมีที่ไม่เป็นอันตรายกับสิ่งแวดล้อมอีกด้วย จากการทดลองจึงได้ข้อสรุปว่าจะเลือกใช้กรดแอสคอร์บิคที่มีความเข้มข้น 0.4 M มาใช้ในงานวิจัยครั้งนี้ เนื่องจากขนาดอนุภาคเงินที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กกว่าตัวรีดิวซ์ชนิดอื่น ร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้มีค่าใกล้เคียงร้อยละผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์และนอกจากนี้แล้วกรดแอสคอร์บิคก็มีโครงสร้างที่

ประกอบไปด้วยหมู่คาร์บอนิล หมู่ไฮดรอกซิลและมีพันธะแอลคีน ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนทำให้มีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์ที่ดีกว่าตัวรีดิวซ์ชนิดอื่น แสดงดังรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 สูตรโครงสร้างของกรดแอสคอร์บิค[22]

3.สมบัติการต้านแบคทีเรียของซิลเวอร์เคลย์ที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคนั้นสามารถต้านแบคทีเรียได้โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.3 wt % Ag/Kaolin ที่อุณหภูมิห้อง โดยให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.97 % แต่อย่างไรก็ตาม ในทางเซรามิกนั้นส่วนใหญ่จะนำดินเกาลินมาประยุกต์ใช้งานที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นจึงมีการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิสูงคือที่อุณหภูมิ 1200 °C พบว่าซิลเวอร์เคลย์ยังคงสามารถต้านแบคทีเรียเช่นกัน โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลินที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.3 wt % Ag/Kaolin ซึ่งให้เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียถึง 99.95 % นอกจากนั้นยังทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วย เทคนิคเคลียร์โซน พบว่าซิลเวอร์เคลย์ที่มีความเข้มข้นของอนุภาคเงิน 0.3 wt % Ag/Kaolin ทั้งที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ตามลำดับนั้น ยังคงแสดงสมบัติในการต้านแบคทีเรียเช่นกัน ซึ่งดูได้จากขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ inhibition zone ที่มีขนาด 17 และ 15 mm ตามลำดับ

5.2 **ข้อเสนอแนะ**

ในงานวิจัยและการทดลองนี้สามารถทำการพัฒนาและปรับปรุงดังนี้

1. ศึกษาตัวรีดิวซ์ชนิดอื่นที่อาจจะส่งผลต่อการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาลิน

2. ศึกษาและทดสอบความเป็นพิษของซิลเวอร์เคลย์ที่เตรียมได้ต่อร่างกายของสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อมด้วย เนื่องจากเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ได้จริงนั้นจะต้องไม่ก่อให้เกิดโทษกับสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

(1) Worrall, W. E. Clays and ceramic raw materials. London: Elsevier Applied Science Publishers.Ltd., 1975.

(2) Brigatti, M. F., Galan, E., and Theng, B. K. G. Hand book of Clay Science : Structures and Mineralogy of Clay Minerals[Online]. Available from: [2010, November 15]

(3) Nacrite[Online]. Available from: http://www.mindat.org/min-2826.html [2010, November 15]

(4) Dickite[Online]. Available from: http://www.mindat.org/min-1287.html [2010, November 15]

(5) ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. เซรามิกส์. สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.

(6) Lopes, P. C., Dias, F. A., Silva, d., and Damasceno, L. R. Decomposition kinetics by thermogravimetry for the intercalation of kaolin with dimethylsulphoxide. Materials Letters 57 (2003): 3397-3401.

(7) ดรุณี วัฒนศิริเวช และ สุธี วัฒนศิริเวช. การวิเคราะห์แร่ดิน เคลือบและตำหนิในผลิตภัณฑ์เซรามิก กรุงเทพฯ สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2552.

(8) Survey, U. S. G. A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction[Online]. Available from: http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/htmldocs/clays/kaogr.htm [2009, October 6]

(9) ไพจิตร อิ่งศิริวัฒน์. เนื้อดินเซรามิก. กรุงเทพฯ: โอ.เอส. พริ้นติ้ง เฮ้าส์, 2541.

(10) Brigatti, M. F., Galan, E., and Theng, B. K. G. Hand book of Clay Science : Clay Mineral Organic Interaction[Online]. Available from: [2010, November 15]

(11) Zhang, X., and Xu, Z. The effect of microwave on preparation of kaolinite/dimethylsulfoxide composite during intercalation process. Materials Letters 61 (2007): 1478-1482.

(12) Hayashi, S. NMR Study of Dynamics of Dimethyl Sulfoxide Molecules in Kaolinite/Dimethyl sulfoxide Intercalation Compound. Journal of Physical Chemistry 99 (1995): 7120-7129.

(13) Magaña, S. M., et al. Antibacterial activity of montmorillonites modified with silver. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 281 (2008): 192-199.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(14) Nano-Silver[Online]. Available from: www.littleray.net/method.html [2009, October 6]

(15) ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา. ซิลเวอร์ : สารยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรีย. Ceramics (2551): 85-88.

(16) Shahverdi, A. R., Fakhimi, A., Shahverdi, H. R., and Minaian, S. Synthesis and effect of silver nanoparticles on the antibacterial activity of different antibiotics against Staphylococcus aureus and Escherichia coli. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine 3 (2007): 168-171.

(17) Manikam, V. R., Cheong, K. Y., and Razak, K. A. Chemical reduction methods for synthesizing Ag and Al nanoparticles and their respective nanoalloys. Materials Science and Engineering: B 176 (2011): 187-203.

(18) Chang, R. Chemistry. กรุงเทพฯ: บริษัท สำนักพิมพ์ท้อป จำกัด, 2546.

(19) วีร์ พัฒนพีระเดช. การสังเคราะห์อนุภาคเงินนาโนโดยรีดักชันด้วยความร้อนของละอองเกลือเงิน. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, กรุงเทพฯ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550.

(20) Tolaymat, T. M., et al. An evidence-based environmental perspective of manufactured silver nanoparticle in syntheses and applications: A systematic review and critical appraisal of peer-reviewed scientific papers. Science of The Total Environment 408 (2010): 999-1006.

(21) พิมพ์จิต ดามพวรรณ. เคมีอินทรีย์เบื้องต้น. กรุงเทพ: โอ.เอส.พริ้นติ้งเฮาส์, 2539.

(22) ดาวัลย์ ฉิมภู่. ชีวเคมี. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2553.

(23) ลาวัลย์ ศรีพงษ์. อัลตราไวโอเลตวิสิเลบสเปกโตรสโกปี. คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543.

(24) Darroudi, M., Ahmad, M. B., Shameli, K., Abdullah, A. H., and Ibrahim, N. A. Synthesis and characterization of UV-irradiated silver/montmorillonite nanocomposites. Solid State Sciences 11 (2009): 1621-1624.

(25) Murugadoss, A., Pasricha, R., and Chattopadhyay, A. Ascorbic acid as a mediator and template for assembling metallic nanoparticles. Journal of Colloid and Interface Science 311 (2007): 303-310.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(26) Songping, W., and Shuyuan, M. Preparation of ultrafine silver powder using ascorbic acid as reducing agent and its application in MLCI. Materials Chemistry and Physics 89 (2005): 423-427.

(27) Suber, L., Sondi, I., Matijevic, E., and Goia, D. V. Preparation and the mechanisms of formation of silver particles of different morphologies in homogeneous solutions. Journal of Colloid and Interface Science 288 (2005): 489-495.

(28) Soukupova, J., Kvitek, L., Panacek, A., Nevecna, T., and Zboril, R. Comprehensive study on surfactant role on silver nanoparticles (NPs) prepared via modified Tollens process. Materials Chemistry and Physics 111 (2008): 77-81.

(29) Janardhanan, R., Karuppaiah, M., Hebalkar, N., and Rao, T. N. Synthesis and surface chemistry of nano silver particles. Polyhedron 28 (2009): 2522-2530.

(30) Pinto, R. J. B., et al. Antibacterial activity of nanocomposites of silver and bacterial or vegetable cellulosic fibers. Acta Biomaterialia 5 (2009): 2279-2289.

(31) Kéki, S., Török, J., Deák, G., Daróczi, L., and Zsuga, M. Silver Nanoparticles by PAMAM-Assisted Photochemical Reduction of Ag+. Journal of Colloid and Interface Science 229 (2000): 550-553.

(32) Maneerung, T., Tokura, S., and Rujiravanit, R. Impregnation of silver nanoparticles into bacterial cellulose for antimicrobial wound dressing. Carbohydrate Polymers 72 (2008): 43-51.

(33) Bakumov, V., Gueinzius, K., Hermann, C., Schwarz, M., and Kroke, E. Polysilazane-derived antibacterial silver-ceramic nanocomposites. Journal of the European Ceramic Society 27 (2007): 3287-3292.

(34) Wongpratat, U., Pongkao Kashima, D. and Prakitchaiwattana, C. Characterization of Silver Nanoparticle-Kaolinite Prepared by Intercalation Technique for Antibacterial Application. Pure and Applied Chemistry International Conference (2009): 328-330.

(35) Shin, H., Kim, H., Ha, J., Lim, K.-S., and Lee, M. Langmuir-Blodgett Ag nanoparticle monolayer patterned by pulsed laser-induced selective desorption. Superlattices and Microstructures 44 (2008): 657-663.

(36) McColm, J., I. Dictionary of ceramic science and engineering. New York, N.Y.: Plenum Press, 1994.

(37) วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ. เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ : ทฤษฎีและหลักการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.

(38) อภิญญา จันทรวัฒนะ. เทคนิคพื้นฐานทางจุลชีววิทยา กรุงเทพ คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ,

(39) ประสาทพร บริสุทธิ์เพ็ชร, พิทัย กาญบุตร และ สาธร พรตระกลูพิพัฒน์. การทดสอบฤทธิ์ต้านเชื้อของสมุนไพร. ประชุมวิชาการสัตวแพทยศาสตร์ มข. ครั้งที่ 9 (2551):

(40) ธุรวัตร ผดุงการ, ธนภร อำนวยกิจ และ ฉัตรชัย วัฒนาภิรมย์สกุล. แผ่นแปะต้านเชื้อแบคทีเรียจากสารสกัดเปลือกมังคุด. การประชุมเสนอผลงานวิจัย ระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ (2552):

(41) Chuenarom, V., Kerdchoechuen, O., Laohakunjit, N., and Tungsangprateep, S. The Use of Natural Essential Oils for Antifungal on High Cellulose MaterialsAgricultural Sci. J. 41 (2010): 625-628.

(42) สำราญ พฤกษ์สุนทร. เคมี ม.4 เล่ม 2. กรุงเทพฯ: พัฒนาศึกษา, 2543.

(43) สำราญ พฤกษ์สุนทร. เคมี ม . 4 เล่ม 1. กรุงเทพฯ: พัฒนาศึกษา, 2540.

(44) Wang, Y.-B., Lou, Y., Luo, Z.-F., Zhang, D.-F., and Wang, Y.-Z. Induction of apoptosis and cell cycle arrest by polyvinylpyrrolidone K-30 and protective effect of [alpha]-tocopherol. Biochemical and Biophysical Research Communications 308 (2003): 878-884.

(45) Poly vinyl pyrrolidone[Online]. Available from: http://www.chemistrydaily.com/chemistry/Poly_vinyl_pyrrolidone [2011, January 2]

(46) Chou, K.-S., and Ren, C.-Y. Synthesis of nanosized silver particles by chemical reduction method. Materials Chemistry and Physics 64 (2000): 241-246.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก- 1 แสดงค่า 2θ, intensity และ hkl ของ Kaolinite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-001-0527

Pattern : 00-001-0527 ***Radiation =*** 1.540598 ***Quality :*** Deleted

$Al_2Si_2O_5(OH)_4$

Aluminum Silicate Hydrate
Kaolinite

Lattice : Anorthic (triclinic)

S.G. : (0)

Mol. weight = 258.16

Volume [CD] = 327.34

a = 5.14000 ***alpha =*** 91.80 ***Dx =*** 1.310

b = 8.93000 ***beta =*** 104.50 ***Dm =*** 2.580

c = 7.37000 ***gamma =*** 90.00

a/b = 0.57559

c/b = 0.82531

Deleted and rejected by: Deleted by 5-143, see 6-221, replaced by 14-164, 12-447.
Color: Colorless
Optical data: A=1.561, B=1.565, Q=1.566, Sign=-, 2V=36°
Data collection flag: Ambient.

Hanawalt. et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)

Radiation : MoKa ***Filter :*** Beta

Lambda : 0.70900 ***d-sp :*** Not given

SS/FOM : F19= 1(0.0430,360)

d (Å)	*i*	*h*	*k*	*l*
7.20000	80	0	0	1
4.45000	80	0	2	0
4.30000	64	1	1	0
4.20000	48	-1	-1	1
4.04000	32	-1	1	1
3.59000	100	0	0	2
2.56000	48	-1	3	0
2.50000	48	-1	3	1
2.34000	80	1	-3	1
1.99000	32	1	-3	2
1.90000	8	2	3	0
1.85000	8	-2	-3	2
1.80000	8	-2	2	3
1.67000	40	1	4	2
1.54000	16	-1	3	4
1.49000	56	1	-5	2
1.31000	8	3	2	2
1.29000	16	1	0	5
1.24000	16	2	-6	1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก- 2 แสดงค่า 2θ, intensity และ hkl ของ Halloysite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-029-1489

Pattern : 00-029-1489 ***Radiation =*** 1.540598 ***Quality :*** High

$Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$

Aluminum Silicate Hydroxide Hydrate
Halloysite-10A
Also called: hydrated halloysite

2th	i	h	k	l
8.836	100	0	0	1
20.352	70	1	0	0
26.587	40	0	0	3
35.308	35	1	1	0
54.865	14	0	0	6
62.728	30	3	0	0
73.930	8	2	2	0

Lattice : Hexagonal
S.G. : P (0)
a = 5.11800
c = 10.03000
Z = 1
Mol. weight = 294.19
Volume [CD] = 227.53
Dx = 2.147

Sample source or locality: Specimen from Indiana, USA.
Additional pattern: See ICSD 26716 (PDF 74-1022).
Data collection flag: Ambient.

Brindley, G., Penn State Univ., University Park, PA, USA., ICDD Grant-in-Aid (1977)

Radiation : CuKa
Lambda : 1.54180
SS/FOM : F7= 1(0.1320,40)
Filter : Beta
d-sp : Diffractometer

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก- 3 แสดงค่า 2θ, intensity และ hkl ของ silver ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 01-087-0720

Pattern : 01-087-0720 | *Radiation* = 1.540598 | *Quality :* Calculated

Ag

Silver
Silver 3C

2th	i	h	k	l
38.201	999	1	1	1
44.402	452	2	0	0
64.602	223	2	2	0
77.600	220	3	1	1
81.757	61	2	2	2

Lattice : Face-centered cubic
S.G. : Fm-3m (225)
a = 4.07724
Z = 4

Mol. weight = 107.87
Volume [CD] = 67.78
Dx = 10.571
Dm = 10.500
I/Icor = 17.20

ICSD collection code: 064997
Remarks from ICSD/CSD: REM M PDF 4-783, thermal expansion coeff. (*10-6/C) = 19.7.
Remarks from ICSD/CSD: REM TEM 293.
Test from ICSD: Calc. density unusual but tolerable.
Test from ICSD: No R value given.
Test from ICSD: At least one TF missing.
Additional pattern: See PDF 87-597.
Data collection flag: Ambient.

Becherer, G., Ifland, R., Naturwissenschaften, volume 41, page 471 (1954)
Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)

Radiation : CuKa1
Lambda : 1.54060
SS/FOM : F5=1000(0.0004,5)

Filter : Not specified
d-sp : Calculated spacings

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก- 4 แสดงค่า 2θ, intensity และ hkl ของ Mullite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 01-083-1881

Pattern : 01-083-1881 | ***Radiation =*** 1.540598 | ***Quality :*** Calculated

$Al(Al_{1.272}Si_{0.728}O_{4.864})$

Aluminum Silicate
Mullite

Lattice : Orthorhombic
S.G. : Pbam (55)

Mol. weight = 159.57
Volume [CD] = 167.56
Dx = 3.163

a = 7.55300
b = 7.68600
c = 2.88640
a/b = 0.98270
c/b = 0.37554

Z = 2

I/Icor = 0.85

ICSD collection code: 100805
Test from ICSD: At least one TF missing.
Data collection flag: Ambient.

Saalfeld, H., Guse, W., Neues Jahrb. Mineral., Monatsh., volume 1981, page 145 (1981)
Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)

Radiation : CuKa1
Lambda : 1.54060
SS/FOM : F30=1000(0.0001,31)

Filter : Not specified
d-sp : Calculated spacings

2th	i	h	k	l
16.442	543	1	1	0
23.126	1	0	2	0
23.539	32	2	0	0
25.993	667	1	2	0
26.272	999	2	1	0
30.956	184	0	0	1
33.234	372	2	2	0
35.247	480	1	1	1
37.022	128	1	3	0
37.562	12	3	1	0
38.995	9	0	2	1
39.254	161	2	0	1
40.852	570	1	2	1
42.609	187	2	3	0
42.910	33	3	2	0
46.053	6	2	2	1
47.267	10	0	4	0
48.151	63	4	0	0
48.869	7	1	4	0
49.007	6	1	3	1
49.439	90	3	1	1
49.679	18	4	1	0
50.803	15	3	3	0
53.461	64	2	4	0
53.590	37	2	3	1
53.844	76	3	2	1
54.069	115	4	2	0
57.579	144	0	4	1
58.350	55	4	0	1
58.980	14	1	4	1
59.693	11	4	1	1
60.690	362	3	3	1
60.898	192	4	3	0
61.511	5	1	5	0
62.622	3	5	1	0
63.068	4	2	4	1
63.617	69	4	2	1
64.518	167	0	0	2
65.507	34	2	5	0
66.447	56	5	2	0
67.086	9	1	1	2
69.578	14	0	2	2
*69.578	14	3	4	1
69.772	42	4	4	0
70.455	106	1	5	1
70.787	46	1	2	2
70.917	64	2	1	2
71.493	29	5	1	1
71.907	15	3	5	0
72.594	8	5	3	0
73.930	13	0	6	0
74.208	108	2	5	1
74.534	47	2	2	2
75.099	103	5	2	1
*75.099	103	1	6	0
75.456	34	6	0	0
76.642	18	6	1	0
76.783	29	1	3	2
77.119	10	3	1	2
78.270	19	4	4	1
78.837	5	2	6	0
80.167	7	6	2	0
80.431	23	2	3	2
80.639	15	3	2	2
80.985	26	5	3	1
82.278	1	0	6	1
83.761	4	0	4	2
*83.761	4	6	0	1
84.410	10	4	0	2
84.860	1	3	6	0
*84.860	1	6	1	1
85.566	4	4	1	2
85.967	6	6	3	0
86.433	5	3	3	2
87.067	10	2	6	1
88.377	6	6	2	1
88.533	18	2	4	2
88.710	13	4	5	1
89.024	36	4	2	2
*89.024	36	5	4	1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

แสดงการคำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่ได้จากผลการทดลอง (% yield)

จากสมการ

% yield = (wt. of product abtained / wt. of staring $AgNO_3$)x 100

1. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่ความเข้มข้ม 0.1 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.1923 g

% yield = (wt. of product abtained / wt. of starting $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.1923 / 0.315)x 100

= 61 %

2. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่ความเข้มข้ม 0.2 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.1902g

% yield = (wt. of product abtained / wt. of statring $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.1902 / 0.315)x 100

= 60 %

3. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่ความเข้มข้ม 0.4 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.1792 g

% yield = (wt. of product abtained / wt. of statring $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.1792 / 0.315)x 100

= 56.89 %

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่ความเข้มข้น 0.1 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.0152 g

% yield = (wt. of product abtained / wt. of starting $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.0152 / 0.315)x 100

= 4.82 %

5. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่ความเข้มข้น 0.2 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.0163 g

% yield = (wt. of product abtained / wt. of starting $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.0163 / 0.315)x 100

= 5.17 %

6. คำนวณร้อยละของผลิตภัณฑ์ของอนุภาคเงินที่รีดิวซ์ด้วยน้ำตาลดี-กลูโคสที่ความเข้มข้น 0.4 M

$AgNO_3$ = 0.315 g

wt. of Ag abtained = 0.0121 g

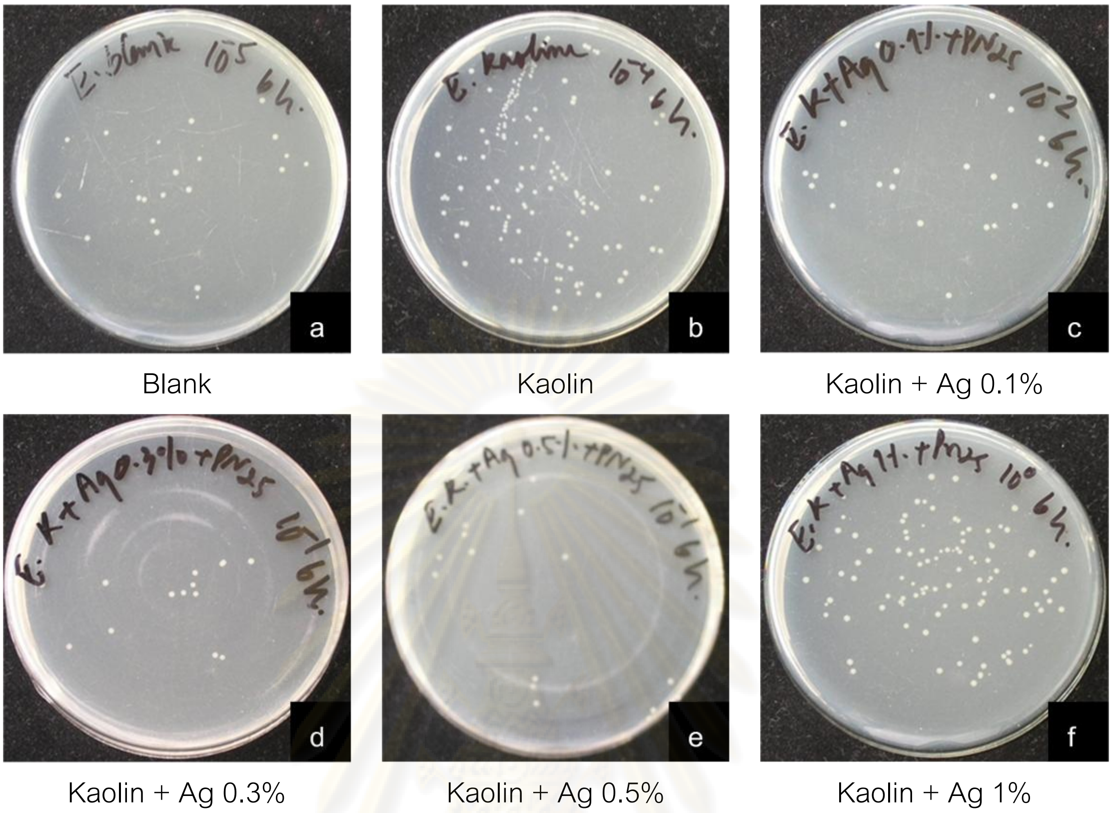
% yield = (wt. of product abtained / wt. of starting $AgNO_3$)x 100

% yield = (0.0121 / 0.315)x 100

= 3.84%

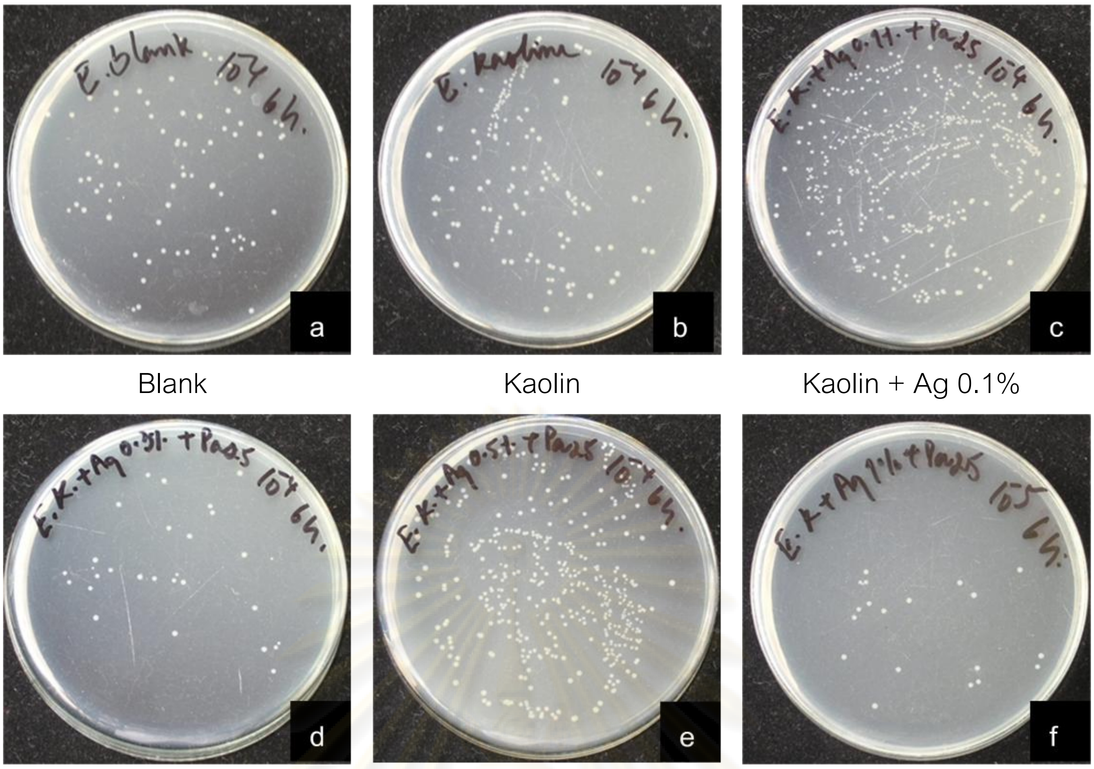
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค



รูปที่ ค-1 แสดงผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 Mและเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

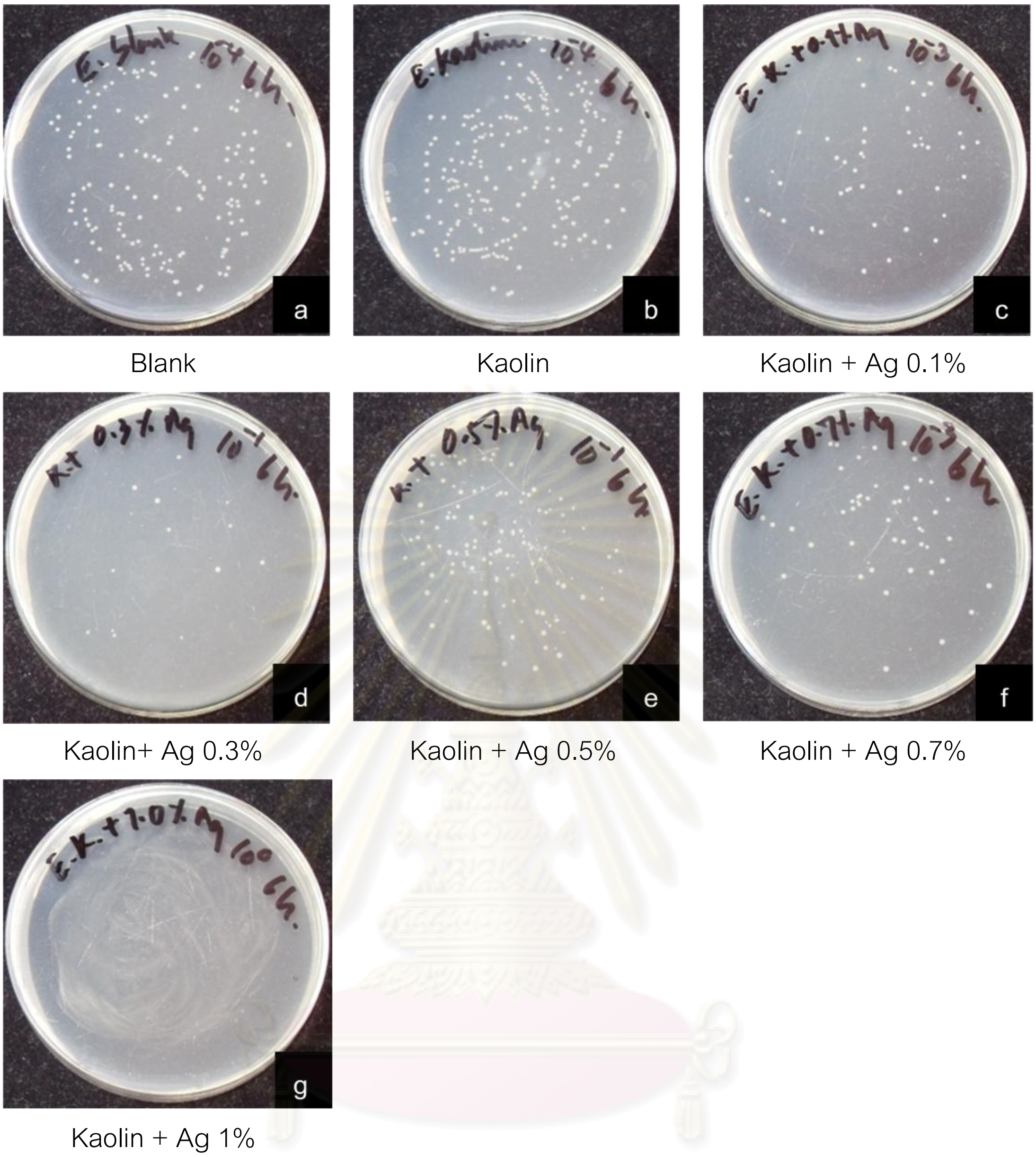


Blank | Kaolin | Kaolin + Ag 0.1%

Kaolin + Ag 0.3% | Kaolin + Ag 0.5% | Kaolin + Ag 1%

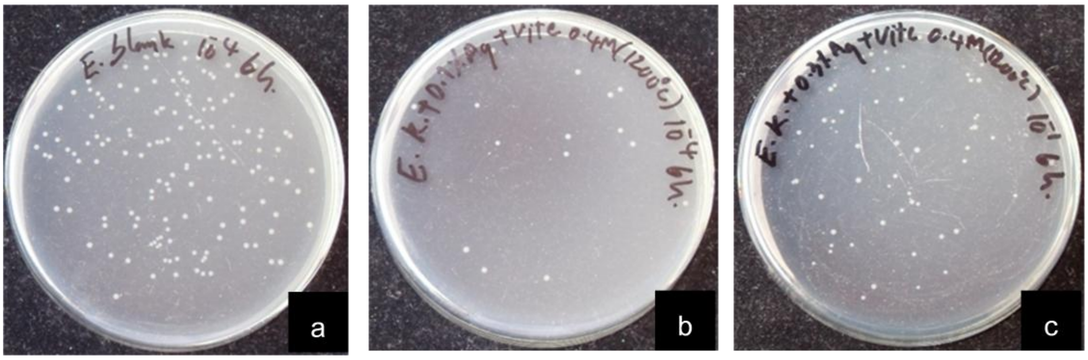
รูปที่ ค-2 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ รีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M และเติมสารละลายพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V ที่อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

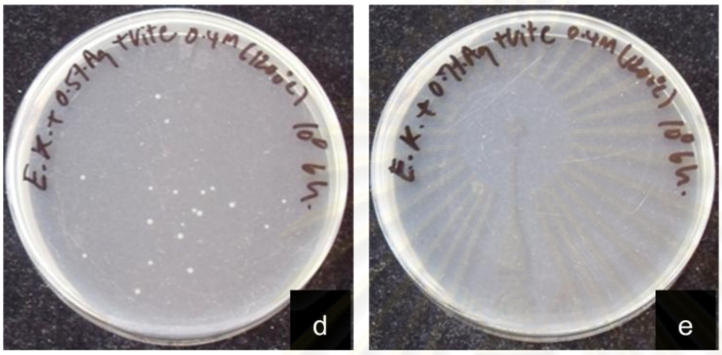


รูปที่ ค-3 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



Blank　　　Kaolin+ Ag 0.1%　　　Kaolin + Ag 0.3%



Kaolin+ Ag 0.5%　　　Kaolin + Ag 0.7%

รูปที่ ค-4 แสดงสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นต่างๆ และรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิค 0.4 M ที่อุณหภูมิ 1200 ^{o}C

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง

ตารางผนวก ง-1 แสดงผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ไม่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น และที่อุณหภูมิต่างๆ

sample	Concentration	The number of bacteria CFU/ml						Average	CFU/ml	% Reduction
E.blank	10^{-5}	57	44	51	48	52	50	51	5.1×10^{7}	-
Kaolin	10^{-5}	80	79	80	80	81	79	80	8.0×10^{7}	0
0.1%Ag	10^{-1}	120	108	114	130	159	144.5	129	1.2×10^{4}	99.98
0.3%Ag	10^{-1}	44	65	54.5	22	31	26.5	40.5	4.0×10^{3}	99.995
0.5%Ag	10^{0}	181	147	164	202	207	204.5	184	1.8×10^{2}	99.999
1%Ag	10^{-1}	24	33	31	23	16	20	25	2.5×10^{3}	99.995
E.blank	10^{-5}	120	116	118	80	64	72	95	9.5×10^{7}	-
0.1%Ag 1200 ^{o}C	10^{-5}	90	91	91	87	98	93	92	9.2×10^{7}	3.15
0.3%Ag 1200 ^{o}C	10^{-5}	50	69	60	104	92	98	79	7.9×10^{7}	16.84
0.5%Ag 1200 ^{o}C	10^{-5}	64	61	63	41	50	46	55	5.5×10^{7}	42.10
1%Ag 1200 ^{o}C	10^{-4}	7	7	7	-	2	2	5	5.0×10^{4}	99.94

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางผนวก ง-2 แสดงผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น ที่อุณหภูมิห้อง และมีการเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V โดยรีดิวซ์ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.04 M

sample	Concentration	The number of bacteria CFU/ml			Average	CFU/ml	% Reduction
E.blank	10^{-5}	20	15	21	18.66	1.8×10^{7}	-
Kaolin	10^{-4}	103	140	95	112	1.1×10^{7}	0
0.1%Ag	10^{-2}	17	22	19.5	19.5	1.9×10^{4}	99.88
0.3%Ag	10^{-1}	15	18	12	15	1.5×10^{3}	99.98
0.5%Ag	10^{-1}	22	20	15	19	1.9×10^{3}	99.98
1%Ag	10^{0}	86	87	86	86	8.6×10^{2}	99.98

ตารางผนวก ง-3 แสดงผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น ที่อุณหภูมิห้อง และมีการเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน 5 % W/V โดยรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่เข้มข้น 0.4 M

sample	Concentration	The number of bacteria CFU/ml			Average	CFU/ml	% Reduction
E.blank	10^{-4}	83	77	79	79	7.9×10^{6}	-
Kaolin	10^{-4}	103	140	95	112	1.1×10^{7}	0
0.1%Ag	10^{-5}	54	45	51	50	5.0×10^{7}	0
0.3%Ag	10^{-5}	17	25	15	19	1.9×10^{7}	0
0.5%Ag	10^{-5}	58	34	46	46	4.6×10^{7}	0
1%Ag	10^{-5}	24	29	9	17.33	1.7×10^{7}	5.55

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางผนวก ง-4 แสดงผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียแบคทีเรีย E.coli ของดินเกาลิน และดินเกาลินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น ที่อุณหภูมิต่างๆ และไม่มีการเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดนโดยรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิคที่เข้มข้น 0.4 M

sample	Concentration	The number of bacteria CFU/ml			Average	CFU/ml	% Reduction
E.blank	10^{-4}	129	184	145	152.66	1.5×10^{7}	-
Kaolin	10^{-4}	173	172	186	177	1.7×10^{7}	0
0.1%Ag	10^{-3}	58	58	49	55	5.5×10^{5}	96.33
0.3%Ag	10^{-1}	39	24	15	26	2.6×10^{3}	99.97
0.5%Ag	10^{-5}	108	91	118	105.6	1.0×10^{4}	99.91
0.7%Ag	10^{-3}	46	31	47	41.33	4.1×10^{5}	97.26
1%Ag	10^{-1}	0	0	0	0	0	100
E.blank	10^{-4}	114	150	112.5	125.5	1.2×10^{7}	-
0.1%Ag 1200 °C	10^{-3}	116	121	109.5	115.5	1.1×10^{6}	90.83
0.3%Ag 1200 °C	10^{-1}	57	39	48	48	4.8×10^{3}	99.95
0.5%Ag 1200 °C	10^{0}	13	0	19	16	1.6×10^{2}	99.99
0.7%Ag 1200 °C	10^{0}	0	0	0	0	0	100

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวอุษณี เอ่งล่อง เกิดวันที่ 27 มกราคม พ.ศ. 2528 ที่จังหวัดกระบี่ สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต จากหลักสูตรวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ในปี 2549 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาลัย ในปี 2551 และสำเร็จการศึกษาในปี 2553

ในระหว่างการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษานั้น ได้มีโอกาสไปนำเสนอผลงานทางวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ ในการประชุมทางวิชาการ Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2010) ระหว่างวันที่ 21-23 มกราคม พ.ศ. 2553 จัดโดย คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี และนำเสนอผลงานแบบ Oral presentationในการประชุมทางวิชาการ The 6^{th} Mathematics and Physical Sciences Graduate Congress 2010 (MPSGC 2010) ระหว่างวันที่ 13-15 ธันวาคม พ.ศ.2553 จัดโดย Faculty of Science,University of Malaya, Kuala Lumpur

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย