

การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์โดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบ
สังกะสีแบบจุ่มร้อน

นางสาวทิพเนตร นิลผาย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2554
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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

SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLES USING ZINC DUST WASTE
FROM HOT-DIP GALVANIZING PROCESS

Miss Thippaned Ninpai

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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์โดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

โดย

นางสาว ทิพนตร นิลผาย

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจิตวรกุล

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชีมา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจิตวรกุล)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.ศิริพร ลามเกียรติถาวร)

ทิพนตร นิลผาย : การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรของซิงก์ออกไซด์โดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLES USING ZINC DUST WASTE FROM HOT-DIP GALVANIZING PROCESS) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ.ดร.พรนภา สุจริตวรกุล , 77 หน้า

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนโดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น ด้วยวิธีตกตะกอน โดยศึกษาภาวะในการเตรียม เช่น ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ค่าความเป็นกรดต่างของสารละลาย (พีเอช) อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ และสารช่วยกระจายอนุภาค ต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ พบว่าความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอชที่ใช้ตกตะกอน และอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็นตัวแปรที่สำคัญต่อความเป็นผลึก ขนาดผลึก พื้นที่ผิวจำเพาะ ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ โดยที่ภาวะการเตรียมที่พีเอช 13 ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน 8 โมลาร์ และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ให้ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ที่มีอนุภาคขนาด 69 นาโนเมตร พื้นที่ผิวจำเพาะ 14.648 ตารางเมตร/กรัม ซึ่งแสดงสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ในการย่อยสลายเมทิลีนบลูที่สูงกว่าสารที่เตรียมได้ที่ภาวะอื่น และเมื่อนำไปศึกษาผลของสารช่วยกระจายอนุภาคโดยเติมเอชพีซี ในปริมาณที่เหมาะสมคือ 0.05 กรัม ต่อสารละลาย 60 มิลลิลิตร จะได้อนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่มีการกระจายตัวที่ดี ซึ่งแสดงสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ในการย่อยสลายเมทิลีนบลูสูงกว่าอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่ไม่มีการเติมเอชพีซี แต่การเติมสารพีวีพีทำให้ซิงก์ออกไซด์ที่ได้มีสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ต่ำลง จากการศึกษาชี้ให้เห็นว่า อนุภาคที่จะแสดงสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ที่ได้นั้น ต้องประกอบด้วยปัจจัยสำคัญร่วมกัน ได้แก่ ความเป็นผลึก ขนาดอนุภาค ความบริสุทธิ์ พื้นที่ผิว ซึ่งสามารถควบคุมสมบัติเหล่านี้ได้ด้วยการปรับภาวะต่างๆ ในการเตรียม

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

5272322523 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : ZINC OXIDE / WASTE / HOT-DIP GALVANIZING / HPC / PVP

THIPPANED NINPAI : SYNTHESIS OF ZINC OXIDE NANOPARTICLES USING
ZINC DUST WASTE FROM HOT-DIP GALVANIZING PROCESS.

ADVISOR : PORNAPA SUDJARIDWORAKUN, Ph.D., 77 pp.

In this work, the synthesis of nano sized zinc oxide particles by using zinc dust waste from hot-dip galvanizing process as a starting material via precipitation method was studied. The effects of various parameters such as sodium hydroxide concentration, precipitation pH, calcination temperatures and dispersant on the physical properties and photocatalytic activity of synthesized powder were investigated. It was found that sodium hydroxide concentration, precipitation pH, calcination temperatures were crucial parameters affecting on the degree of crystallinity, crystalline size, specific surface area and photocatalytic property of the synthesized zinc oxide. By using synthesis condition of 8 M sodium hydroxide, adjusting pH at 13, and calcining at 600°C for 2 h result in phase zinc oxide with crystalline size about 69 nm and specific surface area of 14.648 m²/g with perform the highest photocatalytic degradation of methyleneblue solution under UV irradiation. The addition of optimum amount of HPC which acted as a dispersant, 0.05 g per 60 ml of solution had resulted in the improvement of photocatalytic activity of synthesized ZnO compared with that of without addition of HPC. But the photocatalytic activity of ZnO was decreased by adding with PVP. It can be suggested that the efficiency of photocatalytic activity of zinc oxide was affected by the combination factors such as the degree of crystallinity, particle dispersion, specific surface area, which could be controlled these properties by varying synthesis parameters.

Department : Materials Science

Student's Signature

Field of Study : Ceramic Technology

Advisor's Signature

Academic Year : 2011...

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยความสามารถจาก ผศ.ดร.พรนภา สุจริตวรกุล อาจารย์ที่ปรึกษา ที่ให้ความช่วยเหลือ คำชี้แนะ ช่วยแก้ไขปัญหา ให้ความรู้ และแง่คิดที่ดีต่อการทำงานวิจัย และการดำเนินชีวิต ตลอดจนมอบโอกาสและประสบการณ์ที่ดีแก่ข้าพเจ้า

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา ผศ.ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ และ ดร. ศิริพร ลากเกียรติถาวร ที่ให้เกียรติเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และให้ความกรุณาในการเสนอแนะและตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์นี้ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คุณวิระพงษ์ ครอบนอม พนักงานวิทยาศาสตร์ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างและให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือเป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณ คุณศรารุท สาลีผลิน และคุณสุทิน ยืนยาว ที่คอยให้คำปรึกษา แนะนำช่วยเหลือ ในการทำงานวิจัย เป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณ คุณกรกมล เนตรชลายุทธ์ ที่คอยให้ความช่วยเหลือ แลกเปลี่ยนความคิดเห็นในการทำงานวิจัยเป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณอาจารย์ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านที่ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่กรุณาให้คำปรึกษา ความช่วยเหลือ ข้อเสนอแนะ ให้โอกาสและประสบการณ์ที่ดีมาเสมอ

ขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่อนุเคราะห์เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ ตลอดจนเจ้าหน้าที่ที่ดูแล วิเคราะห์ทดสอบและให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือเป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณ ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง (ADB) และบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ พี่ๆ น้องๆ สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คอยให้ความช่วยเหลือ แลกเปลี่ยนความคิดเห็น และเป็นกำลังใจที่ดีมาโดยตลอด

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และสมาชิกในครอบครัวของผู้เขียนทุกท่านที่คอยอบรมสั่งสอน เป็นกำลังใจและให้การสนับสนุนในทุกด้าน ทำให้การศึกษาสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ซ
สารบัญภาพ.....	ฅ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 ชิงก์ออกไซด์	3
2.1.1 นาโนซิงก์ออกไซด์ (nano zinc oxide) [9]	4
2.1.2 กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic)	5
2.2 กระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (HOT-DIP GALVANIZING PROCESS)	7
2.3 กระบวนการเตรียมซิงก์ออกไซด์.....	8
2.4 สารช่วยกระจายตัวของอนุภาค.....	10
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	18
3.1 สารเคมีวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง.....	18
3.2 ศึกษาสมบัติเฉพาะของสารตั้งต้น(ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน)	18
3.3 การเตรียมสารละลายตั้งต้น.....	18

3.4	ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ในการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนและ เผาแคลไซน์.....	19
3.5	ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวในการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์.....	21
3.6	วิเคราะห์ผงตัวอย่างที่เตรียมได้.....	23
3.6.1	เฟส และขนาดผลึก.....	23
3.6.2	สัณฐานวิทยา (morphology) และขนาดอนุภาค.....	23
3.6.3	พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area).....	23
3.6.4	ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution).....	24
3.6.5	สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic activity).....	24
3.6.6	สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียด้วยวิธีการกระจายเชื้อ.....	24
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล.....	25
4.1	องค์ประกอบทางเคมีของฝุ่นผงสังกะสี.....	25
4.2	ผลของตัวแปรต่างๆ ในการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์.....	26
4.2.1	ผลของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอน.....	26
4.2.1.1	เฟสและขนาดผลึก.....	26
4.2.1.2	สัณฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ.....	29
4.2.1.3	ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค.....	30
4.2.1.4	สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	31
4.2.2	ผลของค่าความเป็นกรดต่างของสารละลาย (พีเอช) ในการตกตะกอน.....	33
4.2.2.1	เฟสและขนาดผลึก.....	33
4.2.2.2	สัณฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ.....	35
4.2.2.3	สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	37
4.2.2.4	สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย.....	38
4.2.3	ผลของอุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซน์.....	39
4.2.3.1	เฟสและขนาดผลึก.....	39
4.2.3.2	สัณฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ.....	41
4.2.3.3	สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	41
4.3	ผลของการเติมสารช่วยกระจายตัว.....	42

4.3.1	ผลของการเติมไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (hydroxypropylcellulose; HPC).....	42
4.3.1.1	เฟสและขนาดผลึก	42
4.3.1.2	สัมฐานวิทยา.....	44
4.3.1.3	ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค.....	48
4.3.1.4	สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	49
4.3.1.5	สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย.....	51
4.3.2	ผลของการเติมพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (polyvinylpyrrolidone; PVP)	51
4.3.2.1	เฟส	51
4.3.2.2	สัมฐานวิทยา.....	52
4.3.2.3	ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค.....	55
4.3.2.4	สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	56
4.3.2.5	สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย.....	57
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	59
5.1	สรุปผลการวิจัย.....	59
5.2	ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยเพิ่มเติม.....	60
	รายการอ้างอิง.....	61
	ภาคผนวก.....	64
	ภาคผนวก ก.....	65
	ภาคผนวก ข.....	74
	ภาคผนวก ค.....	76
	ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	77

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของซิงก์ออกไซด์	3
ตารางที่ 2.2 ภาวะในการเตรียมซิงก์ออกไซด์และผลการทดลอง.....	12
ตารางที่ 2.3 พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดอนุภาคของ ZnO ที่เติมพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุล ต่างกัน	17
ตารางที่ 3.1 ภาวะต่างๆ ที่ใช้เตรียมผงซิงก์ออกไซด์.....	20
ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุองค์ประกอบในฝุ่นผงสังกะสี	25
ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 11 ด้วยความ เข้มข้น NaOH ที่ต่างกัน และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส	30
ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการ Scherrer และพื้นที่ผิวจำเพาะของสาร ตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างกัน	37
ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ต่างกัน.....	40
ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมี ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังเติม HPC (0.05 g).....	44
ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิวจำเพาะและค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา (k) ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจาก NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกัน.....	49
ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมี ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังเติม PVP (0.05 g)	52
ตารางที่ 4.8 ค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา (k) ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสโดยเติม PVP ในปริมาณต่างกัน.....	56

สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1	โครงสร้างผลึกของซิงก์ออกไซด์ (ก) เวอร์ทไซต์ (ข) ซิงก์เบลนด์ และ (ค) รอคซอลท์....	3
ภาพที่ 2.2	กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของซิงก์ออกไซด์	6
ภาพที่ 2.3	กระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน	8
ภาพที่ 2.4	ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน.....	8
ภาพที่ 2.5	ภาพ TEM ของ ZnO ที่เตรียมจากพีเอช 7 และอุณหภูมิ 160 เซลเซียส แต่ใช้เวลา ไฮโดรเทอร์มัลต่างกัน ก) 15 นาที และ ข) 72 ชม.	13
ภาพที่ 2.6	แผนผังการทดลองการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธี ไฮโดรเทอร์มัล จากสารตั้งต้นที่เป็นผงสังกะสีกับเอทานอล.....	14
ภาพที่ 2.7	แผนผังการทดลองการเตรียม ZnO จากสารตั้งต้นคือสารละลายซิงก์ซัลเฟตและแอมโมเนียไปคาร์บอนต.....	14
ภาพที่ 2.8	ภาพ TEM ของผงแอนาเทสที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชเป็น 4 อุณหภูมิเคลไซน์ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. ก) ไม่เติม HPC, ข) HPC 0.05 กรัม และ ค) HPC 0.30 กรัม.....	15
ภาพที่ 2.9	ภาพ SEM ของ ZnO ที่เติม PVP ที่ความเข้มข้นต่างกันโดย ก) 0, ข) 0.25, ค) 0.5, ง) 1.0, จ) 2.5, ฉ) 5.0 และ ช) 10 มิลลิโมลลาร์.....	16
ภาพที่ 3.1	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น.....	19
ภาพที่ 3.2	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์.....	20
ภาพที่ 3.3	สูตรโครงสร้างของพอลิเมอร์ ก) HPC และ ข) PVP.....	21
ภาพที่ 3.4	แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ออกไซด์ที่เติมสารช่วยกระจายตัว..	22
ภาพที่ 4.1	กราฟ XRD ของฝุ่นผงสังกะสี (Zinc-dust waste)	25
ภาพที่ 4.2	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH ต่างกัน ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลลาร์ ที่พีเอชเป็น 11 ก่อนเผาเคลไซน์.....	27
ภาพที่ 4.3	กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นเมื่อมีการปรับค่าพีเอชเป็น 11 ด้วยความเข้มข้นของ NaOH ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลลาร์ และเผาเคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส	28
ภาพที่ 4.4	ภาพ SEM ของสารตัวอย่างที่เตรียมจาก NaOH ที่มีความเข้มข้น ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาเคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม.....	29

- ภาพที่ 4.5 กราฟการกระจายของขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้น เมื่อมีการปรับค่าพีเอชเป็น 11 ด้วยความเข้มข้นของ NaOH ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลาร์ และเผา แคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส..... 31
- ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ กับเวลาหลังการฉายแสง UV ของ สารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้น NaOH (●) 2, (▲) 4 และ (▼) 8 โมลาร์ พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส . 33
- ภาพที่ 4.7 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช ก) 9, ข) 10, ค) 11, ง) 12 และจ) 13 ก่อนเผาแคลไซน์..... 34
- ภาพที่ 4.8 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช ก) 8, ข) 9, ค) 10, ง) 11, จ) 12 และ ฉ) 13 และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส. 35
- ภาพที่ 4.9 ภาพ SEM ของสารตัวอย่าง ที่เตรียมจาก ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช ก) 8, ข) 9, ค) 10, ง) 11, จ) 12 และ ฉ) 13 และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส 36
- ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ กับเวลาหลังการฉายแสง UV ของ สารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้น NaOH 8 โมลาร์ พีเอช (●) 8, (▲) 9, (▼) 10, (◆) 11, (◀) 12 และ (▶) และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส 38
- ภาพที่ 4.11 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH เป็น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส 39
- ภาพที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ ก) 500, ข) 600 และ ค) 700 องศาเซลเซียส 40
- ภาพที่ 4.13 ภาพ SEM ของสารตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ ก) 600 และ ข) 700 องศาเซลเซียส 41
- ภาพที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ กับเวลา หลังจากฉายแสง UV ของ สารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจาก NaOH 8 โมลาร์ ที่ค่า พีเอช 11 โดย และเผาแคลไซน์ที่ (●) 500, (▲) 600 และ (▼) 700 องศาเซลเซียส. 42
- ภาพที่ 4.15 กราฟ XRD ของผง ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 โดยเติม HPC ปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม และเผา แคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส..... 43

ภาพที่ 4.16 ภาพ SEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากพีเอช 13 ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม 45

ภาพที่ 4.17 กราฟ EDX ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม HPC 0.05 กรัม..... 46

ภาพที่ 4.18 ภาพ TEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดย ก) ไม่เติม HPC และ ข) เติม HPC 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม 47

ภาพที่ 4.19 การกระจายของขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยที่ ไม่เติม และเติมสาร HPC ในปริมาณต่างกัน..... 48

ภาพที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\text{Co/Ct})$ กับเวลาหลังจากฉายแสง UV ของสารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกันโดย (●) ไม่เติม, (▲) 0.025, (▼) 0.05 และ (◆) 0.075 กรัม . 50

ภาพที่ 4.21 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เติม HPC 0.05 กรัม 51

ภาพที่ 4.22 กราฟ XRD ของผงตัวอย่าง ZnO ที่เตรียมจากพีเอช 13 ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ เผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP ในปริมาณต่างกันโดย ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม 52

ภาพที่ 4.23 ภาพ SEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสโดยเติม PVP ในปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม 53

ภาพที่ 4.24 กราฟ EDX ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP 0.05 กรัม 54

ภาพที่ 4.25 ภาพ TEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดย ก) ไม่เติม และ ข) เติม PVP 0.05 กรัม 54

- ภาพที่ 4.26 การกระจายของขนาดอนุภาคของของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เมาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยที่ไม่เติม สาร PVP และเติมสาร PVP 0.05 กรัม 55
- ภาพที่ 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลา หลังจากฉายแสง UV ของ สารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เมาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP ใน ปริมาณต่างกันโดย (●) ไม่เติม, (▲) 0.025, (▼) 0.05 และ (◆) 0.075 กรัม 57
- ภาพที่ 4.28 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากการเติม PVP โดย ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เติม PVP 0.05 กรัม 58

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในอุตสาหกรรมผลิตเหล็กแผ่นหรือท่อโลหะจะมีกระบวนการชุบโลหะด้วยสังกะสี เพื่อป้องกันการกัดกร่อน ซึ่งจะได้แผ่นที่มีโลหะสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก เป็นของเสียจากกระบวนการนี้ โดยปกติของเสียจะถูกส่งไปขายในราคาไม่สูงแก่โรงถลุงเพื่อทำให้บริสุทธิ์และหลอมนำกลับมาใช้ใหม่ ดังนั้นจึงมีแนวคิดในการเพิ่มมูลค่าแก่ของเสียที่ได้นี้ โดยนำไปเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโน เนื่องจากซิงก์ออกไซด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเด่นหลายประการและถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลากหลาย และนอกจากนี้ซิงก์ออกไซด์อนุภาคนาโนจะสามารถแสดงสมบัติโฟโตคะตะลิสต์และยับยั้งแบคทีเรียได้ เนื่องจากซิงก์ออกไซด์มีสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ซึ่งจะเกิดขึ้นเมื่อวัสดุชนิดนี้ได้รับพลังงานจากแสง UV กระตุ้นให้เกิดการออกซิเดชัน-รีดักชัน ของคู่อิเล็กตรอน – โฮลที่บริเวณผิวของซิงก์ออกไซด์เพื่อย่อยสลายสารอินทรีย์ที่เป็นมลพิษที่มาสัมผัสกับผิวของซิงก์ออกไซด์ โดยประสิทธิภาพของสมบัติโฟโตคะตะลิสต์นั้นขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ได้แก่ ความบริสุทธิ์ ความเป็นผลึก ขนาดผลึก และพื้นที่ผิวจำเพาะ เป็นต้น ประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะสูงขึ้น เมื่ออนุภาคซิงก์ออกไซด์มีขนาดเล็กลง เนื่องจากพื้นที่ผิวในการถูกกระตุ้นด้วยแสงมีมากขึ้น ดังนั้นงานวิจัยในปัจจุบันจึงมุ่งเน้นที่การสังเคราะห์อนุภาคนาโน โดยการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนสามารถเตรียมจากหลายวิธี เช่น วิธีไฮโดรเทอร์มัล ไมโครเวฟ โซล-เจล การสลายตัวทางความร้อน สเปร์รี่ไพโรไลซิส เป็นต้น ซึ่งกระบวนการส่วนใหญ่เหล่านี้มีข้อจำกัด อาทิ เป็นกระบวนการเตรียมที่ซับซ้อน ต้องการการควบคุมพิเศษ ใช้อุณหภูมิการเตรียมสูง เครื่องมือราคาแพง เตรียมได้สารในปริมาณน้อย ทำให้ต้นทุนสูงตามไปด้วย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีตกตะกอนสารละลายเกลือของสังกะสี เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ไม่ต้องอาศัยเครื่องมือพิเศษ ต้นทุนไม่สูง และสามารถเตรียมสารได้ในปริมาณมาก โดยใช้ของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีนี้เป็นสารตั้งต้น ซึ่งยังไม่มีรายงานการศึกษามาก่อน แต่ปัญหาส่วนใหญ่ที่พบในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน คือ การรวมตัวกันของอนุภาค ซึ่งสามารถลดปัญหาดังกล่าวได้โดยใช้สารช่วยกระจายตัว ในขั้นตอนการเตรียมด้วยปริมาณ และภาวะในการเตรียมที่เหมาะสม

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาผลของตัวแปรในการเตรียม ได้แก่ ความเข้มข้นของสารที่ใช้ตกตะกอน ค่าความเป็นกรดต่างในการตกตะกอน อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์และศึกษาผลของ

การใช้สารช่วยกระจายอนุภาคเฮกซี (hydroxypropyl cellulose; HPC) และพีวีพี (polyvinylpyrrolidone; PVP) ในขณะที่ตกตะกอน เพื่อให้ได้ซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนที่มีการกระจายตัว และ สมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ที่สูง นอกจากนี้ยังมีการทดสอบสมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย เพื่อให้ได้วัสดุที่มีประสิทธิภาพในการนำไปประยุกต์ใช้งานต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพและความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนที่สังเคราะห์ได้ที่ภาวะต่างๆ
2. ศึกษาผลของสารช่วยกระจายอนุภาคต่อสมบัติต่างๆ ของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารที่ใช้ตกตะกอน ค่าความเป็นกรดต่างในการเตรียมและอุณหภูมิในการการเผาแคลไซน์ ต่อสมบัติทางกายภาพ และความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยวิธีตกตะกอน
2. ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค HPC และ PVP ต่อสมบัติทางกายภาพและความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีตกตะกอน

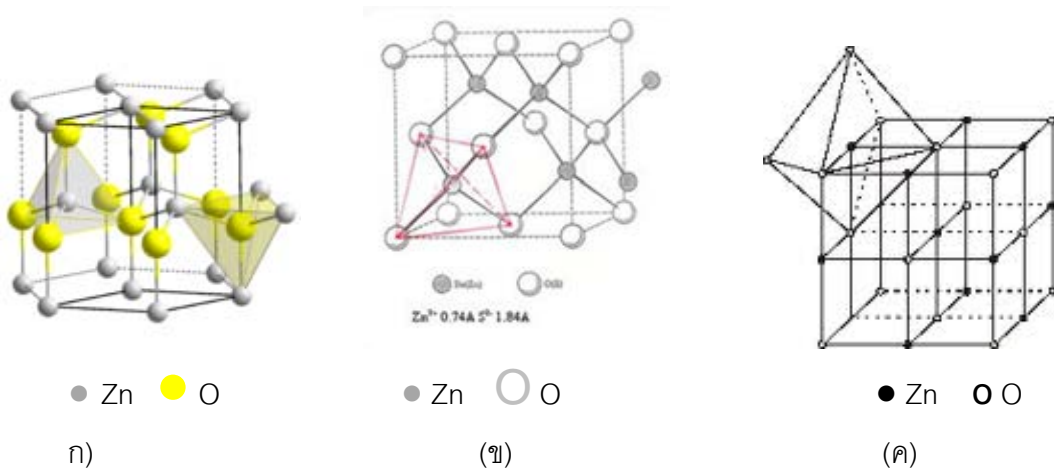
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ซิงก์ออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนที่มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์และยับยั้งแบคทีเรีย ที่เตรียมได้จากผงโลหะสังกะสีที่เป็นของเสียจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน
2. สามารถทราบถึงภาวะที่เหมาะสมและผลของสารช่วยกระจายตัวในการเตรียมซิงก์ออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธีตกตะกอนและเผาแคลไซน์

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ชิงก์ออกไซด์

ชิงก์ออกไซด์ (ZnO) เป็นวัสดุพื้นฐานชนิดหนึ่ง สามารถพบได้ในธรรมชาติเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า ชิงก์ไซต์มีโครงสร้างผลึก 3 ชนิด แสดงในรูปที่ 2.1 คือ เวอร์ทไซต์ (wurtzite) หรือชิงก์ไซต์ (zincite) ซึ่งมีความเสถียรที่อุณหภูมิต่ำสามารถพบได้ทั่วไปในธรรมชาติ [1] ชิงก์เบลนด์ (zincblend) ซึ่งได้จากการทำให้โครงสร้างผลึกแบบชิงก์ไซต์มีการเติบโต [2] และรอกซอลท์ (rocksalt) ซึ่งพบได้ที่ภาวะการเตรียมที่มีความดันสูง [3]



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของชิงก์ออกไซด์ (ก) เวอร์ทไซต์ (ข) ชิงก์เบลนด์ และ (ค) รอกซอลท์

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของชิงก์ออกไซด์

Property	Molecular weight (g/mol)	Density (g/cm ³)	Melting Point (°C)	Refractive index	Band gap energy (eV)
Value	81.408	5.606	1975	2.0041	3.3

ชิงก์ออกไซด์เป็นที่รู้จักมานานแล้ว และถูกนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ อย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีคุณสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ เช่น เป็นสารกึ่งตัวนำ มีความขาวสว่างมาก ใฝ่เยื่อต่อปฏิกิริยา ดูดซับแสงยูวี ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม ราคาถูก [4] เป็นต้น และโดยเฉพาะชิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนจะมีมูลค่าที่สูงขึ้นเนื่องจากมีคุณสมบัติที่แตกต่างและมีประสิทธิภาพสูงกว่า

ซิงก์ออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคปกติ เช่น สมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงหรือโฟโตคะตะลิสต์ (photocatalyst) [5-6] สมบัติการยับยั้งแบคทีเรีย [7-8] เป็นต้น

2.1.1 นาโนซิงก์ออกไซด์ (nano zinc oxide) [9]

ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโน หรือเรียกง่ายๆ ว่า “นาโนซิงก์ออกไซด์” เป็นวัสดุที่นิยมใช้ในชีวิตประจำวันและในอุตสาหกรรมหลากหลาย เช่น

ด้านเครื่องสำอาง นาโนซิงก์ออกไซด์ถูกนำไปเป็นส่วนผสมของผลิตภัณฑ์กันแดด สำหรับผิว เพื่อป้องกันรังสียูวี เนื่องจาก นาโนซิงก์ออกไซด์มีสมบัติในการป้องกันรังสียูวีเอ และยูวีบี ได้อย่างมีประสิทธิภาพ และมีความปลอดภัย ไม่ก่อให้เกิดอาการแพ้ และนอกจากนี้ นาโนซิงก์ออกไซด์เมื่อนำไปผสมในครีมหรือโลชั่นกันแดด จะมีสมบัติโปร่งใส ไม่มีสี เมื่อทาลงบนผิวจะไม่ทิ้งคราบขาว ซึ่งต่างจากซิงก์ออกไซด์ธรรมดาที่มีขนาดอนุภาคปกติ

อุตสาหกรรมเซรามิก นาโนซิงก์ออกไซด์จะถูกนำไปใช้ในการให้สีขาวกับเซรามิก เนื่องจากมีค่าดัชนีหักเหแสงที่สูง และมีความขาวสว่างมาก และนอกจากนี้ยังช่วยลดอุณหภูมิในการเผาเซรามิกและช่วยให้ผิวของเซรามิกมีความมันวาวคล้ายกระจกหลังการเผาอีกด้วย

อุตสาหกรรมการผลิตยาง นาโนซิงก์ออกไซด์ช่วยเพิ่มอายุการใช้งานของยางให้นานขึ้น โดยการช่วยเพิ่มความแข็งแรง ทนทาน และยืดหยุ่นของยาง ช่วยป้องกันรอยขีดข่วนที่จะเกิดกับยางขณะใช้งาน เนื่องจากนาโนซิงก์ออกไซด์เป็นสารตัวหนึ่งที่มีสมบัติในการลดแรงดึงผิว จึงทำให้ผิวของยางแข็งแรงขึ้น

อุตสาหกรรมอาหารและยา ซิงก์ออกไซด์ใช้เติมในอาหารเพื่อเสริมธาตุสังกะสี เพราะธาตุสังกะสีเป็นธาตุที่จำเป็นต่อร่างกายมนุษย์และสัตว์ ในการเป็นองค์ประกอบและส่วนสำคัญในการช่วยการทำงานของเซลล์ประสาทและสมอง แต่ร่างกายมักดูดซึมได้น้อยเพราะมีอนุภาคขนาดใหญ่จึงต้องเติมในอาหาร ในปริมาณมากเพื่อให้ได้รับธาตุสังกะสีเพียงพอ แต่เมื่อถูกทำให้เป็นนาโนซิงก์ออกไซด์ พบว่าร่างกายสามารถดูดซึมได้มากขึ้นเพราะมีขนาดอนุภาคเล็กมาก ทำให้ช่วยลดปริมาณในการเติมในอาหารลงได้

อุตสาหกรรมสี นาโนซิงก์ออกไซด์เมื่อนำไปเติมในเรซินจะสามารถนำไปใช้ป้องกันไฟฟ้าสถิตย์ได้ เนื่องจากนาโนซิงก์ออกไซด์มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ โดยมีความกว้างของแถบพลังงาน 3.3 eV

อุตสาหกรรมสิ่งทอและเคมีอื่นๆ นาโนซิงก์ออกไซด์จะช่วยในการระงับกลิ่นอันไม่พึงประสงค์ เนื่องจาก สามารถทำปฏิกิริยากับสารที่เป็นกรดและเบส โดยการทำปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว

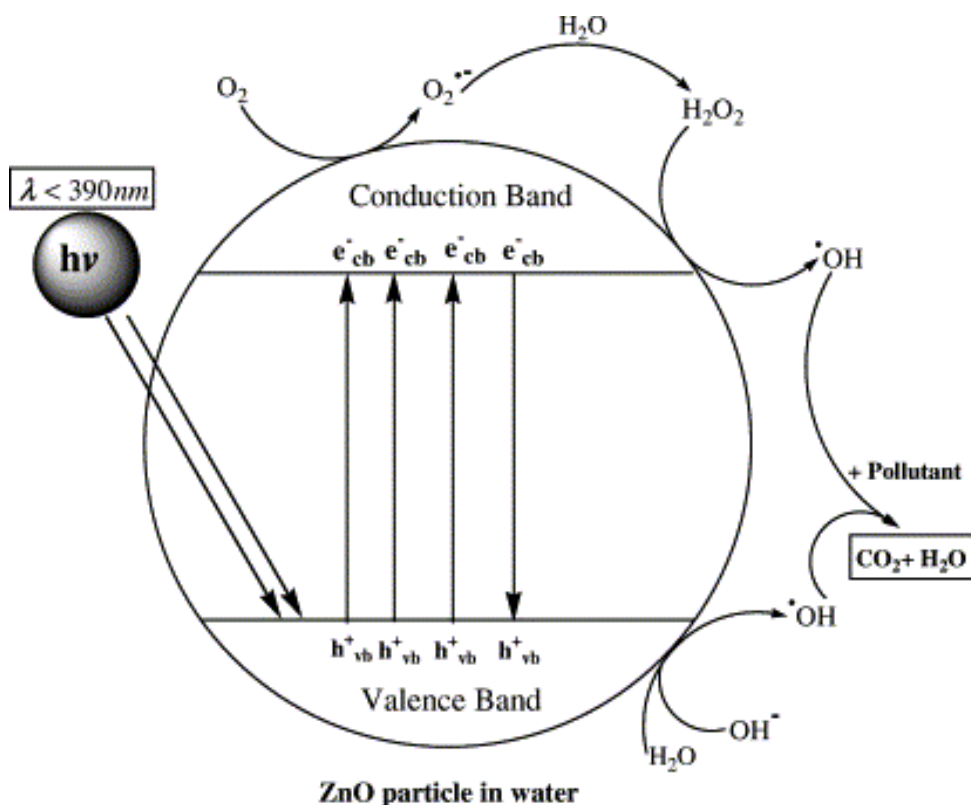
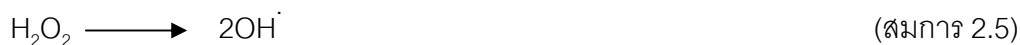
กับโมเลกุลของแอมโมเนีย จากร่างกายหรือสิ่งแวดล้อม กับโมเลกุลของไทออล สาเหตุของกลิ่นเหม็น แล้วกลายเป็นเป็นซิงก์ซัลไฟด์ที่ไม่มีกลิ่น และช่วยป้องกันการหมักหมมของโปรตีนที่เป็นสาเหตุของกลิ่นอันไม่พึงประสงค์อีกอย่างหนึ่งด้วย และนอกจากนี้นาโนซิงก์ออกไซด์ยังถูกใช้เป็นหนึ่งในสารสำคัญในการต้านเชื้อแบคทีเรีย เนื่องจากช่วยยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย ลดโอกาสการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของแบคทีเรีย และฆ่าแบคทีเรียได้

2.1.2 กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic)

กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงหรือโฟโตคะตะไลซิส เป็นกระบวนการดูดซับโฟตอน ($h\nu$) ที่มีพลังงานมากกว่าช่องว่างแถบพลังงาน (band gap energy) ของสารกึ่งตัวนำ ($ZnO = 3.3 \text{ eV}$) จะทำให้อิเล็กตรอน (e^-) ในแถบวาเลนซ์ (valence band) ถูกกระตุ้นไปยังแถบตัวนำ (conduction band) และเกิดโฮล (hole, h^+) ซึ่งเป็นช่องว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอนที่แถบวาเลนซ์ โฮลและอิเล็กตรอนจะกลับมารวมตัวกันได้และปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมา นอกจากนี้จะมีอะตอมข้างเคียงหรือที่เข้ามาใกล้ๆ สารกึ่งตัวนำมาทำปฏิกิริยา โดยเรียกปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้ว่า “ปฏิกิริยาการใช้แสง” (photoreactions) โดยปฏิกิริยานี้ถูกกระตุ้นด้วยโฟตอน ถ้าทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysts) จะเรียกปฏิกิริยานี้ว่า “ปฏิกิริยาใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยอาศัยแสง” (photocatalytic) [6]

สำหรับปรากฏการณ์ของกระบวนการที่เกิดขึ้นนี้ ประจุที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันในสารละลายของปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox) โดยโฮลจะทำปฏิกิริยากับน้ำ (H_2O) และหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) ทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลแรดิคัล (hydroxyl radical, OH^\cdot) ดังสมการ 2.1-2.2 ส่วนอิเล็กตรอนจะทำปฏิกิริยากับออกซิเจน (O_2) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน ($O_2^{\cdot-}$) ซึ่งเป็นตัวกลางในการเกิดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำ ดังสมการ 2.3-2.5 และอิเล็กตรอนและโฮลก็สามารถรวมตัวกัน โดยปราศจากผู้ใช้ให้อิเล็กตรอนหรือผู้รับ ซึ่งแสดงในสมการ 2.6 [10]





ภาพที่ 2.2 กระบวนการการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของซิงก์ออกไซด์

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ มีหลายประการ เช่น ลักษณะความเป็นผลึก (crystallinity) ความบริสุทธิ์ (purity) ขนาดอนุภาค (particle size) และพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) เป็นต้น [11-12]

ในแต่ละวิธีของการเตรียมมีหลายปัจจัยที่เป็นตัวควบคุมลักษณะของสมบัติทางกายภาพของผงซิงก์ออกไซด์ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ได้แก่

ขนาด โดยพบว่าขนาดอนุภาคที่เล็ก จะมีประสิทธิภาพในการเป็นคะตะลิสต์ที่ดี เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงทำให้ปฏิกิริยาที่ถูกเร่งด้วยแสงซึ่งจะเกิดที่บริเวณผิวของอนุภาคมีได้มาก ดังนั้นจึงมีความเป็นคะตะลิสต์ที่ดี [13]

ความเป็นผลึก โดยพบว่าประสิทธิภาพของสมบัติดังกล่าวจะเกิดขึ้นกับผง ZnO ที่มีความเป็นผลึกที่สมบูรณ์ เนื่องจากผลึกที่สมบูรณ์จะมีประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยาที่สูง

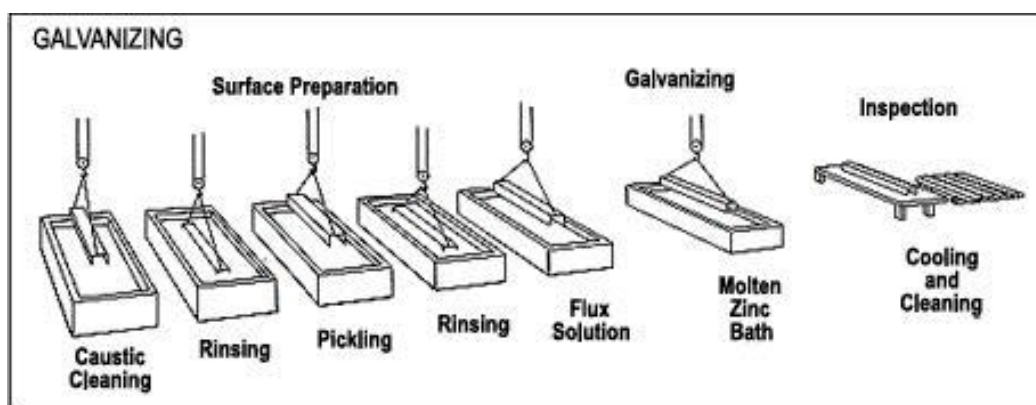
ค่า zeta potential ที่ผิวของอนุภาค ZnO เป็นค่าที่บอกถึงขนาดประจุบนผิวอนุภาค หากมีค่ามากก็จะเกิดการผลักหรือดึงดูดกันได้มากซึ่งใช้อธิบายความคงตัวของอนุภาคที่แขวนลอย [14]

การกระจายตัวของอนุภาค พบว่าผง ZnO ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีไม่เกาะกลุ่มกัน (flocclulate) ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ทำให้เพิ่มการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวมากขึ้น ความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจึงมีประสิทธิภาพ [15]

เนื่องจากซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนมีคุณสมบัติที่ดีกว่าซิงก์ออกไซด์ขนาดปกติ จึงทำให้เป็นที่สนใจต่อการศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนอย่างกว้างขวาง และจากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่า การสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนแต่ละกระบวนการส่วนใหญ่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นสารละลายเกลือของโลหะสังกะสี และบางงานวิจัยถึงแม้ว่าจะเตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นโลหะสังกะสี แต่เป็นสังกะสีบริสุทธิ์ ส่วนการใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น ยังไม่มีรายงานการศึกษามาก่อน

2.2 กระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (Hot-Dip Galvanizing process)

โดยปกติเหล็กเป็นโลหะที่มักเกิดสนิมได้ง่าย ดังนั้นวิธีหนึ่งที่ใช้ป้องกันไม่ให้เหล็กเกิดสนิมคือการชุบเคลือบปิดผิวโดยใช้โลหะอื่น ซึ่งมีด้วยกันหลายชนิด และสังกะสีก็เป็นโลหะหนึ่งที่ยิมนำมาใช้ชุบเหล็กเพื่อป้องกันสนิม การชุบสังกะสีมีหลายวิธี และวิธีชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นการชุบเคลือบผิวเหล็กวิธีหนึ่ง ซึ่งมีหลายขั้นตอน โดยแต่ละขั้นตอนมีวิธีการดังนี้คือ ขั้นแรกทำความสะอาดผิวเหล็กที่ต้องการชุบเคลือบ ตามด้วยปรับสภาพผิวของเหล็กเพื่อให้เหมาะต่อการชุบเคลือบ จากนั้นนำเหล็กจุ่มลงไปในอ่างสังกะสีที่หลอมเหลว สังกะสีก็จะเคลือบปิดผิวเหล็ก หลังจากนั้นจะนำเหล็กที่ชุบสังกะสีเสร็จแล้วไปกำจัดสังกะสีส่วนเกินออก โดยวิธีเขย่า ล้าง หรือหมุนเหวี่ยง ซึ่งในขั้นตอนนี้จะมีกากฝุ่นสังกะสี (Zinc-dust west) ที่เป็นส่วนเกินเกิดขึ้น [16] แสดงในภาพที่ 2.3 จึงมีแนวคิดในการนำฝุ่นผงนี้มาเพิ่มมูลค่าโดยการนำไปเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโน



ภาพที่ 2.3 กระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน



ภาพที่ 2.4 ฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

2.3 กระบวนการเตรียมซิงก์ออกไซด์

การเตรียม ZnO ในปัจจุบันมีการศึกษาด้วยกันหลายวิธี ได้แก่

วิธีโซล-เจล (sol-gel method) ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมทางเคมีแบบเปียก (wet process) ชนิดหนึ่งที่มีความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพสูงเตรียมโดยทำให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) จนเกิดปฏิกิริยาการรวมตัวขึ้นอย่างต่อเนื่องทำให้เกิดเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่ขึ้นกลายเป็นโซล โดยโซลจะยึดเกาะตัวกันเป็นร่างแหแบบไม่เป็นระเบียบทำให้เกิดเป็นเจล จากนั้นทำให้เจลแห้งแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้สารมีความเป็นผลึกมากขึ้น แต่วิธีนี้มีข้อเสียคือสารที่สังเคราะห์ได้อ่อนนุ่มมีรูปร่างเป็นอสัณฐานจึงต้องผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง [17]

วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal method) เป็นวิธีสังเคราะห์สารโดยนำสารละลายตั้งต้นใส่ในภาชนะปิดทรงกระบอกที่เรียกว่า Autoclave หลังจากนั้นจะให้ความร้อนกับสารตั้งต้นที่อยู่ใน Autoclave อุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 100-350 องศาเซลเซียส แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาจนได้สารตามต้องการจากนั้นนำสารที่ได้ไปกรองและล้างแล้วอบให้แห้ง การสังเคราะห์สารด้วยวิธีนี้ แม้ว่าไม่จำเป็นต้องเผาที่อุณหภูมิสูง แต่มีข้อเสียคือได้สารในปริมาณน้อยเนื่องจากข้อจำกัดของขนาดของ Autoclave และอาจเกิดการระเบิดเป็นอันตรายได้ กรณีที่ใช้ความดันสูง สามารถใช้แรงดันที่สูงถึง 15 เมกะปาสคาล (MPa) หรือประมาณ 150 เท่าของความดันบรรยากาศปกติ ในการเตรียม [18]

วิธีการการตกตะกอน (precipitation method) เป็นวิธีการสังเคราะห์สารโดยนำสารตั้งต้นซึ่งส่วนมากเป็นสารละลายเกลือของสังกะสี เช่น ซิงก์ซัลเฟต ($ZnSO_4$) ซิงก์อะซิเตต ($Zn(CH_3COO)_2$) ซิงก์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$) เป็นต้น แล้วทำให้ตกตะกอนด้วยสารละลายที่เป็นด่าง เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) แอมโมเนียมคาร์บอเนต ($(NH_4)_2CO_3$) แอมโมเนียมไบคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) เป็นต้น จนได้สารที่มีลักษณะเป็นตะกอนขาวขุ่น จากนั้นนำตะกอนไปล้างและอบให้แห้ง แล้วจึงนำไปเผาแคลไซน์ (calcination) ก็จะได้สารตามต้องการ วิธีนี้นิยมใช้กันมาก เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้เครื่องมือไม่ซับซ้อน ไม่ต้องอาศัยความชำนาญพิเศษในการเตรียม เครื่องมือราคาไม่แพง แต่มีข้อเสียคือต้องผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงและการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค [19]

วิธี solution combustion เป็นวิธีสังเคราะห์สารโดยใช้สารตั้งต้นที่เป็น ซิงก์ไนเตรต (Zinc nitrate) และสารที่เป็นเชื้อเพลิง เช่น ยูเรีย (urea) ไกลซีน (glycine) เป็นต้น แล้วนำไปผสมกัน จากนั้นให้ความร้อนจนเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ ก็จะได้ซิงก์ออกไซด์ วิธีนี้แม้จะได้สารที่มีขนาดนาโนและขนาดสม่ำเสมอ แต่ต้องใช้ความร้อนสูง และมีการเผาไหม้เกิดขึ้นในการเตรียมซึ่งอาจเกิดอันตรายได้ [20]

วิธี flame spray pyrolysis เป็นวิธีสังเคราะห์สารโดยการนำสารละลายตั้งต้นที่เป็นเกลือของโลหะสังกะสีฉีดพ่นผ่านความร้อนด้วยเปลวไฟ โดยจะมีการปล่อยก๊าซเชื้อเพลิงเช่น ออกซิเจน มีเทน เป็นต้น ไปรอบหัวฉีดเปลวไฟเพื่อทำให้สารละลายตั้งต้นติดไฟ และเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้จนได้ผงสารตัวอย่างตามต้องการ วิธีนี้เป็นวิธีสังเคราะห์ที่ได้สารที่มีความบริสุทธิ์ และมีขนาดสม่ำเสมอ แต่ต้องใช้เครื่องมือเฉพาะและมีราคาสูงมาก ขั้นตอนการเตรียมมีความยุ่งยากผู้ทำการทดลองต้องมีความชำนาญในการใช้เครื่องมืออย่างมาก [21]

จากงานวิจัยที่ผ่านมากระบวนการส่วนใหญ่เตรียมจากสารตั้งต้นที่เป็นสารละลายเกลือของโลหะซิงก์ เช่น ซิงก์อะซิเตต (Zinc acetate) ซิงก์ไนเตรต (Zinc nitrate) ซิงก์ซัลเฟต (Zinc

sulfate) เป็นต้น และกาฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนยังไม่พบว่าเคยมีการศึกษาการใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิงก์ออกไซด์ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษากการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธีตกตะกอนสารละลายเกลือของโลหะซิงก์โดยใช้กาฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายไม่ซับซ้อน ไม่ต้องอาศัยเครื่องมือพิเศษ ต้นทุนไม่สูง และได้สารในปริมาณมาก

2.4 สารช่วยกระจายตัวของอนุภาค

ในการเตรียมอนุภาคขนาดนาโนมักประสบปัญหาสำคัญอย่างหนึ่ง คือ การเกาะกลุ่มกันของอนุภาค (agglomeration) เนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีแรงขับเคลื่อน (driving force) ในการเคลื่อนที่เข้าหากันของอนุภาคสูง การรวมตัวกันของอนุภาคขนาดเล็กสามารถอธิบายได้ด้วยผลของแรงดึงดูด แรงผลัก หรือค่าพลังงานศักย์ระหว่างอนุภาค โดยสามารถแบ่งแรงดึงดูดได้เป็น 3 ประเภท คือ

1. แรงดึงดูดชนิด van der waals เป็นแรงดึงดูดแบบอ่อนๆ ที่ช่วยยึดโมเลกุลเข้าด้วยกันซึ่งเกิดจากจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้วชนิดขั้วถาวรกับขั้วถาวร (dipole-dipole) โมเลกุลชนิดขั้วถาวรกับขั้วชนิดเหนี่ยวนำ (dipole-induced dipole) และโมเลกุลชนิดไม่มีขั้วด้วยกันแต่สามารถเกิดขั้วชั่วคราว (London) ที่อยู่บนผิวของอนุภาค

2. แรงผลักทางไฟฟ้า (electrostatic force) เป็นแรงผลักไฟฟ้าระหว่างอนุภาคที่พื้นผิวมีประจุชนิดเดียวกัน ซึ่งมักพบในกรณีที่อนุภาคกระจายอยู่ในของเหลวที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง (dielectric constant) คือมีความสามารถในการเก็บประจุทางไฟฟ้าสูง โดยแรงผลักทางไฟฟ้าชนิดนี้จะเกี่ยวข้องกับการเกิดขึ้นของประจุไฟฟ้าสองชั้น (electrical double layer) ของอนุภาคที่มีทั้งประจุบวกและประจุลบ (Dipoles) และมีแนวโน้มที่จะขึ้นมัจจัดเรียงตัวที่ผิว หรือขวางอยู่ระหว่างผิว ซึ่งเป็นผลทำให้เกิดประจุไฟฟ้าสองชั้น

3. แรงผลักชนิด steric force เป็นแรงผลักที่เกี่ยวข้องกับสายโซ่ของพอลิเมอร์ที่เกาะอยู่บนผิวของอนุภาค โดยจะเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคเคลื่อนที่เข้าใกล้กันมากจนกระทั่งสายโซ่ของพอลิเมอร์ซ้อนทับกัน ถ้าหากแรงมีแรงดึงดูดมากกว่าแรงผลักจะทำให้อนุภาคเกิดการดึงดูดกันและจับตัวกันเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น (flocculation) แต่ถ้าหากแรงมีแรงผลักมากกว่าแรงดึงดูดก็จะทำให้อนุภาคเคลื่อนที่ออกห่างกันเป็นอนุภาคเดี่ยวๆ (single unit) ไม่จับตัวกันและสามารถกระจายตัวได้ดี ทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลง

ดังนั้นวิธีการทำให้อนุภาคมีการเกาะกลุ่มกันน้อยลง สามารถทำได้โดยการใส่สารช่วยกระจายอนุภาค ซึ่งจะทำให้อนุภาคสามารถแขวนลอยอยู่ในสารละลายโดยไม่จับตัวกันในขณะที่ตกตะกอนได้เรียกว่า “stabilization” อาจทำได้ 3 วิธี คือ

1. ใช้หลักเสถียรภาพทางไฟฟ้า (Electrostatic stabilization) ซึ่งทำให้อนุภาคไม่เกาะกัน โดยทำให้เกิดจากการผลักกันทางไฟฟ้าของ Double Layer ที่อยู่ล้อมรอบอนุภาคที่มีประจุ ซึ่งการเกิดประจุบนอนุภาคจะขึ้นอยู่กับความสามารถในการแตกตัวของอนุภาคนั้นๆ ในเซรามิกนั้นการเกิดประจุ เกิดจากอนุภาค หรือขั้วคู่ ที่มาจากตัวกลาง เช่น H^+ , OH^- , NH_4^+ , SO_3^- เป็นต้น ไปเกาะบนผิวหน้าของอนุภาคซึ่งอนุภาคเหล่านี้สามารถเป็นได้ทั้งขั้วบวกและลบ เมื่ออยู่ในตัวกลางที่มีน้ำ การที่ผิวหน้าของอนุภาคนี้จะเป็นขั้วบวก หรือลบ ก็ขึ้นอยู่กับค่า ความเป็นกรดเบสของน้ำ เมื่อตัวกลางเป็นเบส อนุภาคจะแสดงขั้วเป็นลบ ที่ผิวหน้า โดยไอออน H^+ จากผิวหน้าจะแตกตัวไปรวมกับไอออน OH^- ของน้ำ ในขณะที่เมื่อตัวกลางเป็นกรด อนุภาคจะแสดงความเป็นบวก โดยการเกิดพันธะระหว่างไอออน H^+ ของตัวกลางกับหมู่ OH^- บนผิวหน้าของอนุภาค การวัดขนาดของประจุที่อยู่บนอนุภาค สามารถทำได้โดยเครื่องวัด Zeta Potential การมีขนาดประจุมาก การผลักรังจะมีมากด้วยเช่นกัน

2. ใช้พอลิเมอร์ช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค (Steric stabilization) เป็นการทำให้อนุภาคไม่เกาะกลุ่มกัน โดยการเติมพอลิเมอร์ในสารละลายเพื่อให้ไปเคลือบรอบๆ อนุภาคซึ่งพอลิเมอร์ที่ใช้ในการช่วยกระจายตัว จะต้องมี 2 หมู่ทางเคมีที่แตกต่างกัน หมู่แรกจะต้องชอบเกาะบนอนุภาค อีกหมู่หนึ่งชอบที่จะยึดตัวออกไป ในตัวทำละลาย ดังนั้นการผลักรังจะมีประสิทธิภาพมาก หรือน้อย จึงขึ้นอยู่กับปัจจัยต่อไปนี้ การเกาะของพอลิเมอร์บนอนุภาค การมีขนาดของระยะยึด ของพอลิเมอร์ที่มาก และการเลือกตัวทำละลาย ที่สนั่นสนุนให้พอลิเมอร์ยึดตัวออกมา เมื่ออนุภาคเคลื่อนที่เข้าใกล้กันสายโซ่ก็จะซ้อนทับกัน เหนียวนำไปให้ตัวทำละลาย เคลื่อนที่เข้าไปในบริเวณที่สายโซ่ซ้อนทับกัน เกิดเป็นแรงผลักรังออสโมซิส ดันให้อนุภาคเคลื่อนที่ออกจากกัน และหากเติมในปริมาณต่างๆ กันก็จะมีผลต่อขนาดของการผลักรังที่แตกต่างกัน พอลิเมอร์ที่เติมเพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีได้แก่ Darvan 7, hydroxypropyl cellulose (HPC), polyacrylic acid (PAA), Displex A40 (commercial PAA, MW 10,000) เป็นต้น [22]

3. Electrosteric stabilization เป็นการทำให้อนุภาคไม่เกาะกลุ่มหรือจับกัน โดยอาศัยหลักการของวิธีที่ 1 และ 2 รวมกัน กล่าวคือเป็นการใส่พอลิเมอร์ที่มีประจุไปเคลือบรอบๆ ผิวของ

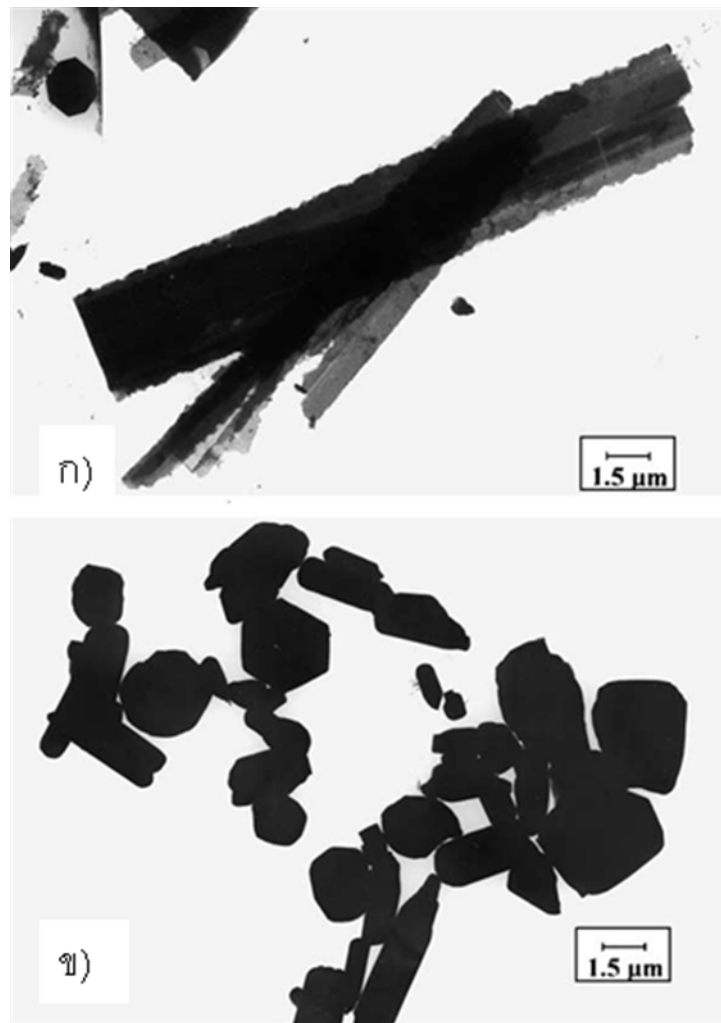
อนุภาคนั้นเองโดยพอลิเมอร์ที่ใช้ได้แก่ polyvinylpyrrolidone (PVP), polyethylene oxide (PEO), polyethylene imine (PEI) เป็นต้น [23]

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 2007 S. Music, D. Dragcevic และ S. Popovic ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลจากสารละลายซิงก์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นตัวตกตะกอน โดยศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของสารที่ใช้ตกตะกอน ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพองค์ประกอบทางเคมี/เฟส ของนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคจะใหญ่ขึ้น และเมื่ออุณหภูมิและพีเอชที่ใช้ตกตะกอนสูงขึ้น จะได้ขนาดอนุภาคเล็กลง โดยผลการทดลองแสดงในตารางที่ 2.1 และภาพที่ 2.5 [24]

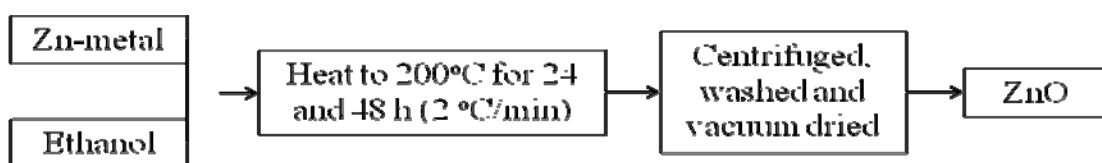
ตารางที่ 2.2 ภาวะในการเตรียมซิงก์ออกไซด์และผลการทดลอง

Sample	H ₂ O (ml)	NH ₄ OH (ml)	Time of autoclaving	pH (final)	XRD analysis	B.E.T. Analysis (m ² /g)
C1	7	3	15 min	7	Zn(II)-complex+ZnO (molar fraction 0.1–0.2)	
C2	7	3	2 h	7	ZnO	0.62
C3	7	3	72 h	7	ZnO	0.49
C4	5	5	15 min	8	ZnO+very small fraction of Zn(II)-complex	
C5	5	5	2 h	8	ZnO	1.15
C6	5	5	72 h	8	ZnO	1.07
C7	0	10	15 min	10	ZnO	1.52
C8	0	10	2 h	10	ZnO	1.82
C9	0	10	72 h	10	ZnO	1.45



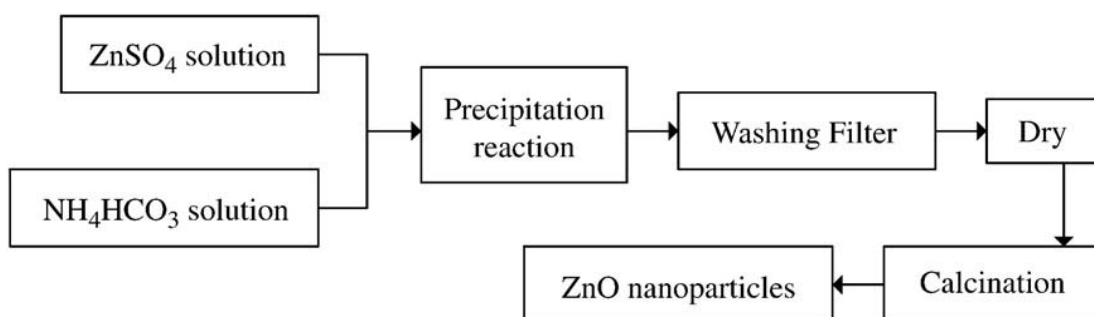
ภาพที่ 2.5 ภาพ TEM ของ ZnO ที่เตรียมจากพีไอซี 7 และอุณหภูมิ 160 เซลเซียส แต่ใช้เวลาไฮโดรเทอร์มัลต่างกัน ก) 15 นาที และ ข) 72 ชม.

ในปี ค.ศ. 2009 M. A. Shah และ M. Al-Shahry ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล จากสารตั้งต้นที่เป็นผงสังกะสีกับเอทานอล ดังแสดงในภาพที่ 2.6 โดยใช้อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และใช้เวลา 24 และ 48 ชั่วโมง พบว่าที่ใช้เวลาไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 100 นาโนเมตร และที่ใช้เวลา 48 ชั่วโมง ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 200 นาโนเมตร [25]



ภาพที่ 2.6 แผนผังการทดลองการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล จากสารตั้งต้นที่เป็นผงสังกะสีกับเอทานอล

ในปี ค.ศ. 2010 Y. Wang และคณะ ได้ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนด้วยวิธีตกตะกอนจากสารละลายซิงก์ซัลเฟต ($ZnSO_4$) และใช้แอมโมเนียมไบคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) เป็นตัวตกตะกอน ดังแสดงในภาพที่ 2.7 โดยศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาในการเผาแคลไซน์ และความเข้มข้นของสารตั้งต้น ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพ องค์ประกอบทางเคมี/เฟส ของนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ พบว่าอุณหภูมิและเวลาในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นมีผลทำให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นและมีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่สูงขึ้นมีผลให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น [26]

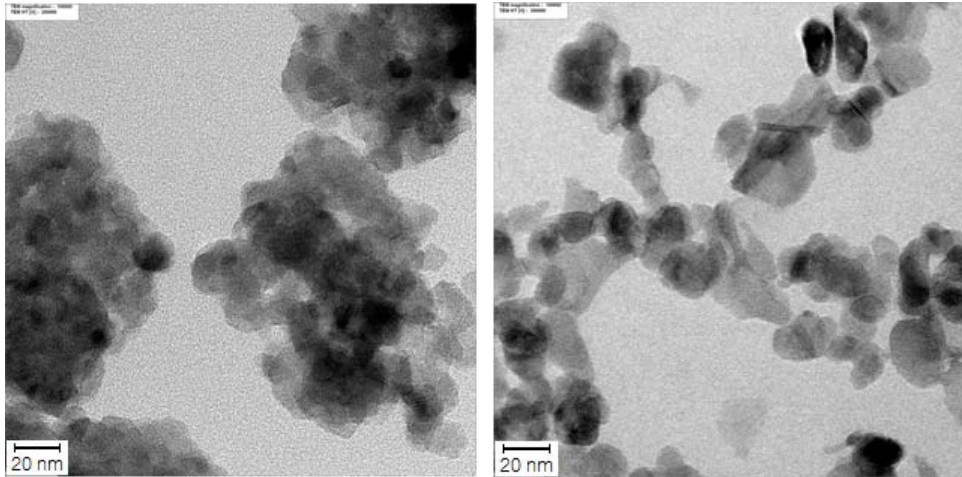


ภาพที่ 2.7 แผนผังการทดลองการเตรียม ZnO จากสารตั้งต้นคือสารละลายซิงก์ซัลเฟตและแอมโมเนียมไบคาร์บอเนต

อย่างไรก็ดี การเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนสารละลายเกลือของสังกะสีนั้นอนุภาคของตะกอนที่ได้มักจะมีการเกาะกลุ่มกัน ทำให้สารที่เตรียมได้มีอนุภาคที่ใหญ่ จากปัญหาดังกล่าวจึงได้มีการปรับปรุงโดยการเติมสารจำพวกพอลิเมอร์เพื่อช่วยให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีขึ้น

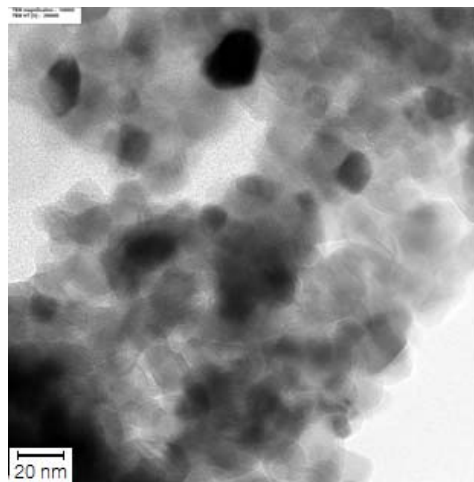
ในปี ค.ศ.2007 อุบลวรรณ ชูติพันธุ์ภิญโญ ได้ศึกษาผลของการเติมสาร hydroxypropyl cellulose (HPC) ที่มีผลต่อขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการแยกสลายด้วยน้ำ-การตกตะกอน พบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติม HPC มีขนาดอนุภาคลดลง และมีการ

กระจายตัวเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เติม HPC ดังแสดงในภาพที่ 2.8 [27]



ก)

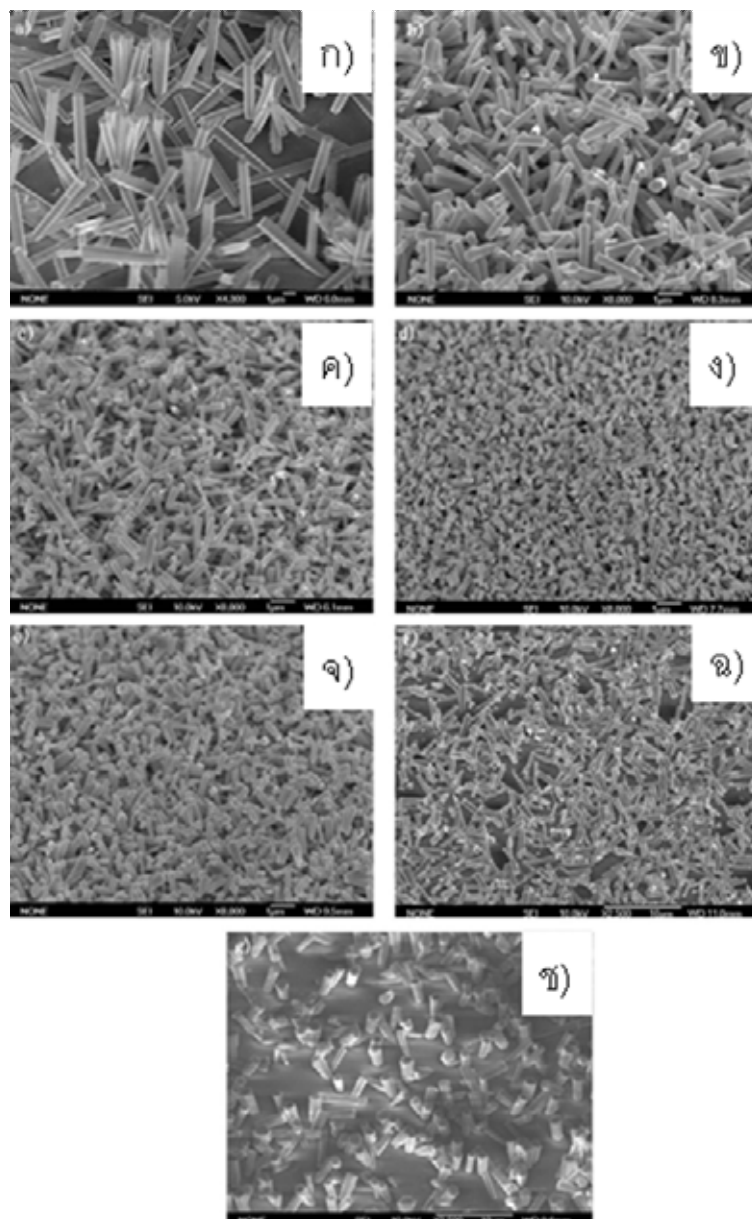
ข)



ค)

ภาพที่ 2.8 ภาพ TEM ของผงแอนาเทสที่เตรียมได้ที่ค่าพีเอชเป็น 4 อุณหภูมิเคลไซน์ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. ก) ไม่เติม HPC, ข) HPC 0.05 กรัม และ ค) HPC 0.30 กรัม

ในปี ค.ศ. 2009 S.F. Wei, J.S. Lian และ Q. Jiang ได้ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวคือ พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน ที่มีผลต่อรูปร่างและขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ ด้วยเตรียมได้จากวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และใช้ซิงก์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) และเมททิลเอไมน์ เป็นสารตั้งต้น พบว่าปริมาณของพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน ที่ต่างกันมีผลให้อนุภาคของซิงก์ออกไซด์มีขนาดต่างกันด้วย ดังแสดงในภาพที่ 2.11 [28]



ภาพที่ 2.9 ภาพ SEM ของ ZnO ที่เติม PVP ที่ความเข้มข้นต่างกันโดย ก) 0, ข) 0.25, ค) 0.5, ง) 1.0, จ) 2.5, ฉ) 5.0 และ ช) 10 มิลลิโมลลาร์

ในปี ค.ศ. 2010 A. Aimable และคณะ ได้ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวที่มีผลต่อขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ โดยเตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน และใช้ซิงก์ในเตรตและไฮเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้น ซึ่งสารช่วยกระจายตัวเป็นพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ และแต่ละชนิดใช้มวลโมเลกุลต่างกัน พบว่าชนิดและมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ต่างกันส่งผลต่อขนาดและอนุภาคของซิงก์ออกไซด์โดยพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลน้อยกว่าจะส่งผลให้ผลึกมีขนาดเล็กและสม่ำเสมอมากขึ้น แสดงในตารางที่ 2.2 [29]

ตารางที่ 2.3 พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดอนุภาคของ ZnO ที่เติมพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลต่างกัน

พอลิเมอร์ที่เติม	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ขนาดอนุภาค (XRD [100] (nm))	ขนาดอนุภาค (XRD [002] (nm))
ไม่เติมพอลิเมอร์	9.5	27	37
PVP (MW 8,000)	6.4	27	35
PVP (MW 40,000)	7.1	28	37
PAA (MW 2,000)	75.0	24	31
PAA (MW 10,000)	40.0	25	29

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

- ผุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน (Zinc-dust waste, Pacific Pipe Public Co., Ltd.)
- กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (H_2SO_4 , 95% AR grade, Merck)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, AR grade, Ajax Finechem)
- เมทิลีนบลู (Methelene blue, BDH Certistain)
- เอทานอล (Ethanol absolute, Carlo errba)
- ไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (Hydroxypropyl cellulose ; HPC, MW 100,000, Aldrich Chem)
- พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone; PVP, MW 40,000, Aldrich Chem)

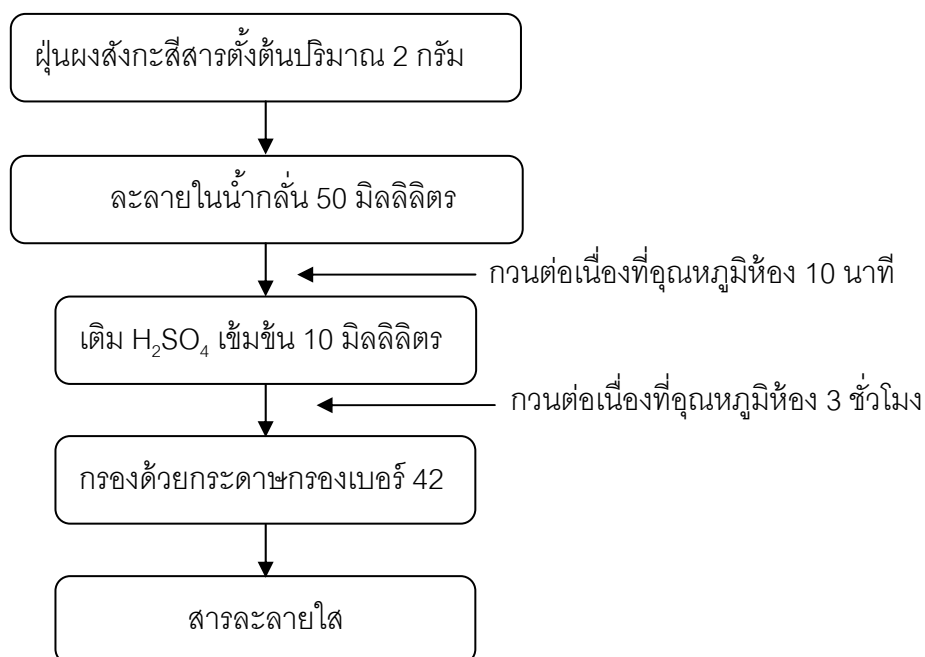
3.2 ศึกษาสมบัติเฉพาะของสารตั้งต้น(ผุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน)

นำผุ่นผงสังกะสีไปศึกษาลักษณะเฉพาะดังต่อไปนี้

- ศึกษาองค์ประกอบเฟส ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (JSM 6400) โดยใช้มุม 2 theta จาก 10 ถึง 70 องศา
- องค์ประกอบทางเคมีด้วย X-ray fluorescence

3.3 การเตรียมสารละลายตั้งต้น

เตรียมสารละลายโดยนำผุ่นผงสังกะสีที่ได้จากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนมา 2 กรัม เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ผสมกันจากนั้นกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) 10 นาที แล้วค่อยๆ หยดกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc H_2SO_4) 10 มิลลิลิตร กวนต่อไปจนละลายใช้เวลา 3 ชั่วโมงจากนั้นกรองส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42



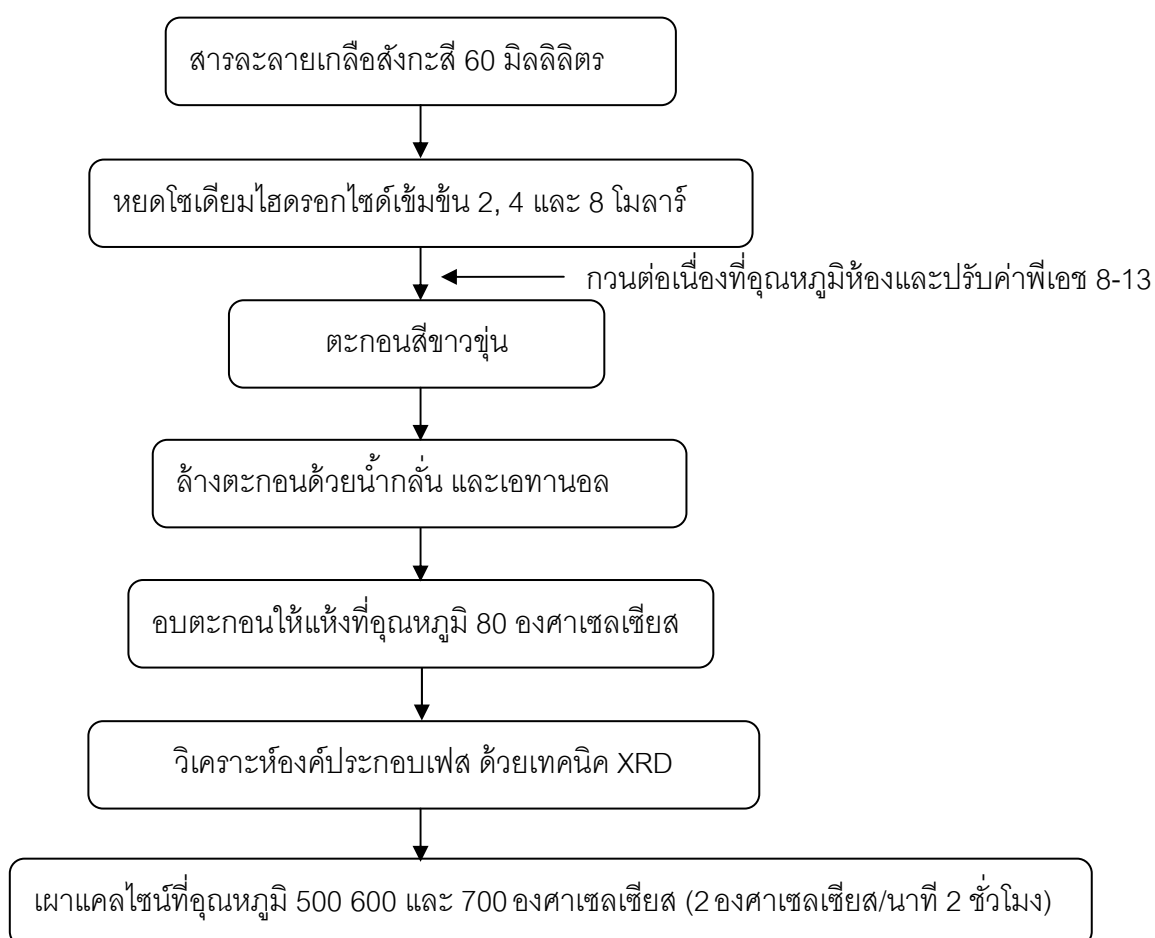
ภาพที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น

3.4 ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ในการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนและเผาแคลไซน์

นำสารละลายเกลือของโลหะซิงก์ที่เตรียมได้ในข้อ 3.3 ไปตกตะกอนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 2, 4 และ 8 โมลาร์ โดยแต่ละความเข้มข้นตกตะกอนที่ค่าพีเอช (pH) 8, 9, 10, 11, 12 และ 13 จากนั้นกรองและล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลแล้วอบตะกอนให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส แล้วนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส ด้วยเทคนิค XRD และนำตะกอนไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 2 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยคงอุณหภูมิไว้ 2 ชม. และค่อยๆ ลดอุณหภูมิลงด้วยอัตราเร็ว 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิห้อง

ตารางที่ 3.1 ภาวะต่างๆ ที่ใช้เตรียมผงซิงก์ออกไซด์

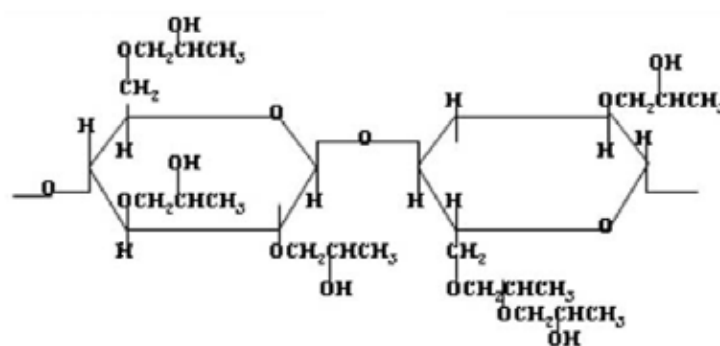
สารตัวอย่าง	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ค่าพีเอช	11	11	8	9	10	11	11	11	12	13
NaOH (โมลาร์)	2	4	8	8	8	8	8	8	8	8
อุณหภูมิแคลไซน์(°C)	600	600	600	600	600	500	600	700	600	600



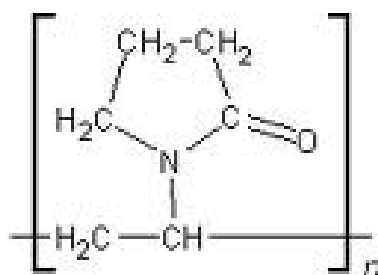
ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์

3.5 ศึกษาผลของการเติมสารช่วยกระจายตัวในการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์

สารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ สารช่วยกระจายอนุภาคไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (Hydroxypropyl cellulose ; HPC, MW 100,000 Aldrich Chem) และพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone; PVP, MW 40,000) สูตรโครงสร้างของสารพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดแสดงในภาพที่ 3.3



ก)

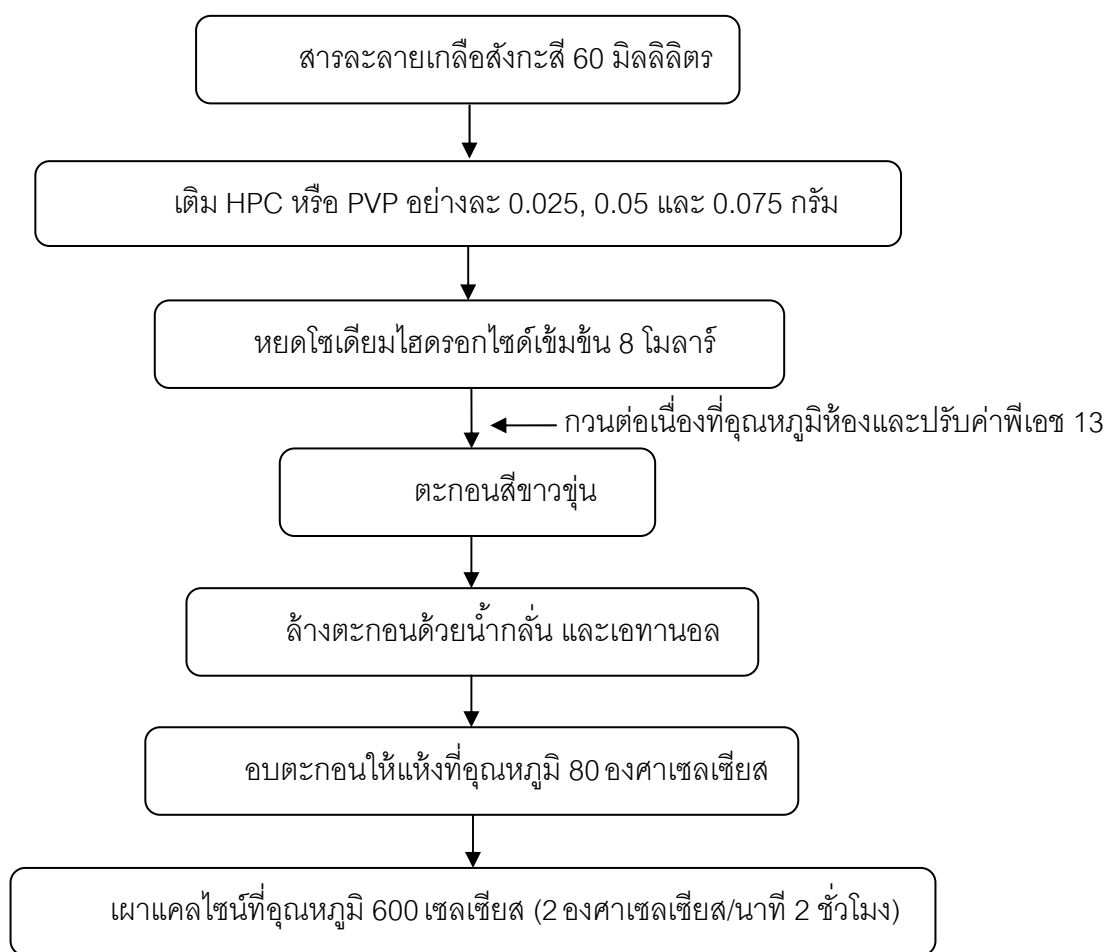


ข)

ภาพที่ 3.3 สูตรโครงสร้างของพอลิเมอร์ ก) HPC และ ข) PVP

เติมสารช่วยกระจายตัวไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลสหรือพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน ลงในสารละลายเกลือของสังกะสี ในปริมาณ 0.025, 0.05 และ 0.075 กรัม และกวนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จนสารช่วยกระจายตัวละลายหมด จากนั้นปรับค่าพีเอชด้วยการหยด

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 8 โมลาร์ (NaOH) ให้ได้ค่าพีเอช 13 จะเกิดการตกตะกอนสีขาวขึ้น นำตะกอนที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล แล้วอบตะกอนให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นนำตะกอนไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 2 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วคงอุณหภูมิไว้ 2 ชม.และค่อยๆ ลดอุณหภูมิลงด้วยอัตราเร็ว 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิต่ำ



ภาพที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ออกไซด์ที่เติมสารช่วยกระจายตัว

3.6 วิเคราะห์ผงตัวอย่างที่เตรียมได้

3.6.1 เฟส และขนาดผลึก

วิเคราะห์เฟสด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD; Bruker D8 Advance) โดยมี Cu-K α ($\lambda = 0.154$ นาโนเมตร) เป็นแหล่งกำเนิดแสง X-ray ที่ค่าความต่างศักย์เป็น 40 กิโลโวลต์ และกระแสไฟฟ้าเป็น 25 มิลลิแอมแปร์ อัตราการวิเคราะห์เฟสเป็น 0.2 องศา/วินาที โดยใช้มุม 2θ จาก 10 ถึง 70 องศา แล้วทำการเปรียบเทียบพีคมาตรฐานกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard file) และคำนวณขนาดผลึกด้วยสมการ Scherrer (สมการ 3.1)

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

เมื่อ	D_c	คือขนาดผลึกเฉลี่ย
K		คือค่าคงที่ Scherrer มีค่าเท่ากับ 0.89
λ		คือความยาวคลื่น X-ray มีค่าเท่ากับ 0.154 นาโนเมตร
β		คือความกว้างของความสูงครึ่งหนึ่งของพีค XRD (full width at half-maximum (FWHM))
θ		คือมุมสะท้อน (diffraction angle)

3.6.2 สัณฐานวิทยา (morphology) และขนาดอนุภาค

ศึกษาสัณฐานวิทยา และขนาดอนุภาค ของผงตัวอย่างด้วยเทคนิค transmission electron microscope (TEM; JEOL JEM-2010) และเทคนิค scanning electron microscope (SEM; JEOL JSM-6400) โดยนำผงตัวอย่างไปทำให้กระจายตัวด้วย ultrasonic probe ในเอทานอลก่อนนำไปวิเคราะห์

3.6.3 พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area)

วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เทคนิค Brunauer Emmett Teller (BET; Coulter SA 3100) ใช้ผงตัวอย่างประมาณ 0.15 กรัม ไล่ลงหลอดแก้ว BET จากนั้นนำเข้าเครื่อง BET ใน

ตำแหน่งที่ทำให้แห้งและเป็นสุญญากาศที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จากนั้นย้ายหลอด BET ไปที่ตำแหน่งวิเคราะห์ ซึ่งจุ่มลงในไนโตรเจนเหลวเพื่อวัดความสามารถในการดูดซับไนโตรเจนที่ผิว

3.6.4 ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution)

วิเคราะห์ขนาดและการกระจายของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค laser light scattering (Mastersizer 2000, Malvern Instruments) โดยนำผงตัวอย่างประมาณ 0.02 กรัมไปทำให้กระจายตัวด้วย ultrasonic bath ในน้ำกลั่นก่อนนำไปวิเคราะห์

3.6.5 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic activity)

ทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยการย่อยสลายของเมทิลีนบลู โดยนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้ 0.02 กรัม ใส่ลงในสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้น 0.02 มิลลิโมลลาร์ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใช้ปิ๊กเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร โดยกวนอย่างต่อเนื่องในตู้ที่มีดสนิท เป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้เกิดการอิมมัลชันของการดูดซับเมทิลีนบลูที่ผิวของอนุภาค จากนั้นฉายแสง UV เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปตรวจเช็คการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู โดยดูดสารตัวอย่างในปิ๊กเกอร์ใส่ลงในหลอดทดลอง นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่อง centrifuge แล้วดูเฉพาะส่วนที่ใส ด้านบนของหลอดทดลองไปวัดค่าการดูดซับ (absorption) ของสารละลายเมทิลีนบลูที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง UV – VIS (Perkin Elmer inst., Lambda 35) ทำซ้ำทุก 30 นาที จนสีของสารละลายเมทิลีนบลูจางหายไป จากนั้นนำไปคำนวณกลับเป็นความเข้มข้นของเมทิลีนบลู โดยเทียบกับสารละลายเมทิลีนบลู

3.6.6 สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียด้วยวิธีการกระจายเชื้อ

วิธีการกระจายเชื้อ (Spread plate) เป็นการทดสอบสมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย ซึ่งงานวิจัยนี้ทดสอบกับแบคทีเรียชนิด E.coli โดยเจือจางแบคทีเรียให้มีจำนวนประมาณ 100-200 เซลล์ หรือน้อยกว่าต่อหนึ่งจานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่แล้ว จากนั้นปล่อยให้สารตัวอย่างสัมผัสกับเชื้อแบคทีเรียที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วตรวจผลโดยการนับจำนวนโคโลนี (colony) ของแบคทีเรียที่รอดชีวิต โดยรายงานผลเป็นจำนวน colony forming unit/ml (CFU/ml)

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

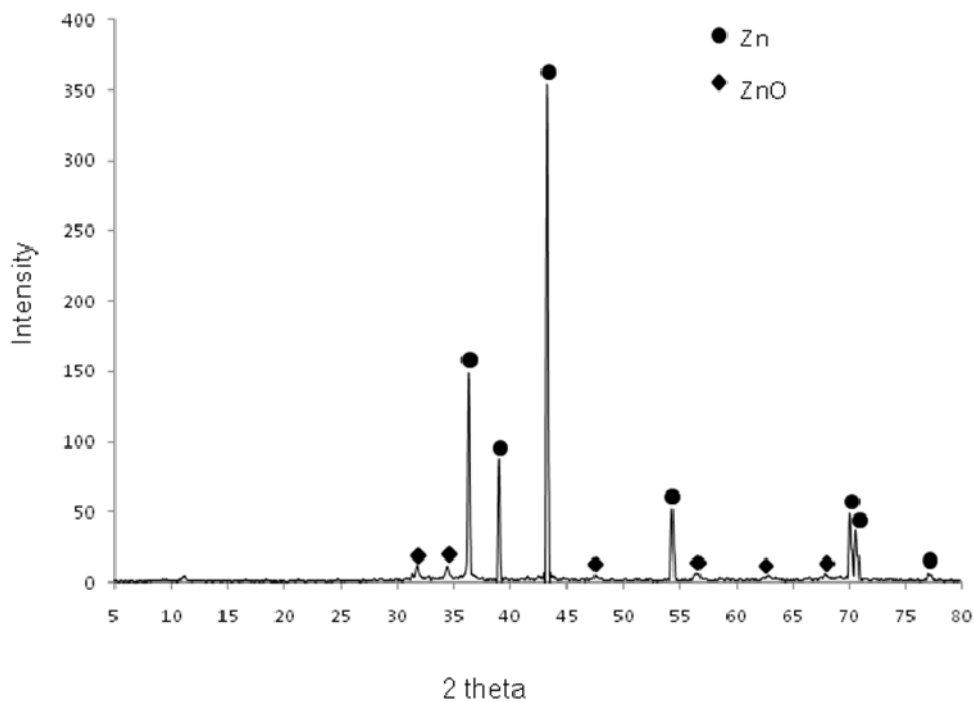
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของฝุ่นผงสังกะสี

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้นที่เป็นฝุ่นผงสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน ด้วยเทคนิค XRF พบว่ามีโลหะสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก และมีโลหะอื่นๆ ผสมอยู่ด้วยในปริมาณต่างกัณดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุองค์ประกอบในฝุ่นผงสังกะสี

ธาตุองค์ประกอบ	Zn	S	P	Pb	Fe	Al	Ca	Si	O
ปริมาณ (% wt)	77.1	0.79	0.34	0.32	0.15	0.14	0.11	0.06	~21.99

จากการศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.1 พบว่าฝุ่นผงที่ได้มาจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนประกอบไปด้วยโลหะสังกะสี (Zn; JCPDS: 00-004-0831) และมี ZnO (JCPDS: 36-1451) ปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย



ภาพที่ 4.1 กราฟ XRD ของฝุ่นผงสังกะสี (Zinc-dust waste)

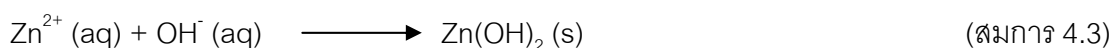
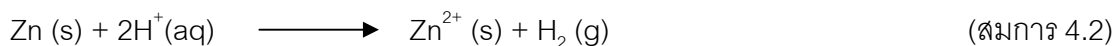
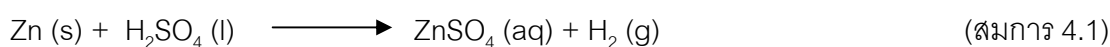
4.2 ผลของตัวแปรต่างๆ ในการเตรียมอนุภาคซิงก์ออกไซด์

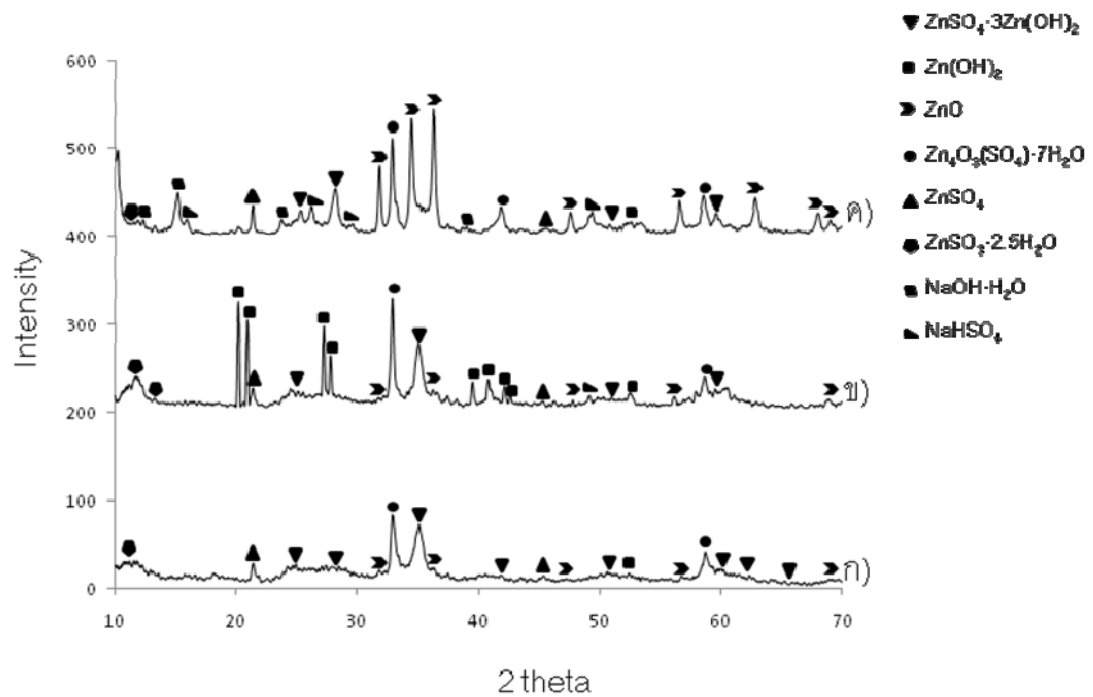
4.2.1 ผลของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอน

4.2.1.1 เฟสและขนาดผลึก

จากการนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2, 4 และ 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 ไปศึกษาองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ก่อนนำผงตัวอย่างไปเผาแคลไซน์ ดังแสดงในภาพที่ 4.2 พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 โมลาร์ มีหลายเฟสโดยประกอบด้วย ซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต ($Zn_4O_3(SO_4) \cdot 7H_2O$: JCPDS 00-003-0797) และซิงก์ซัลเฟตไฮดรอกไซด์ ($ZnSO_4 \cdot 3Zn(OH)_2$: JCPDS 00-044-0675) เป็นเฟสหลัก และประกอบด้วยเฟสอื่นปริมาณน้อย ได้แก่ ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) ซิงก์ไฮดรอกไซด์ ($Zn(OH)_2$: JCPDS 01-089-0138) ซิงก์ซัลเฟต ($ZnSO_4$: JCPDS 00-001-1086) และซิงก์ซัลไฟด์ไฮเดรต ($ZnSO_3 \cdot 2.5H_2O$: JCPDS) เมื่อความเข้มข้นเพิ่มเป็น 4 โมลาร์ จะพบเฟสของ $Zn(OH)_2$ เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนและมีเฟสอื่นเกิดขึ้น ได้แก่ เฟสของโซเดียมไฮดรเจนซัลเฟต ($NaHSO_4$: JCPDS 70-2324) และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 8 โมลาร์ พบเฟสของ ZnO สูงขึ้นเป็นเฟสหลัก เฟสของ $ZnSO_3 \cdot 2.5H_2O$ และ $Zn(OH)_2$ ลดลงส่วนเฟสของ $NaHSO_4$ หายไป และมีเฟสของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไฮเดรต ($NaOH \cdot H_2O$: JCPDS 00-030-1194) เกิดขึ้นเล็กน้อย

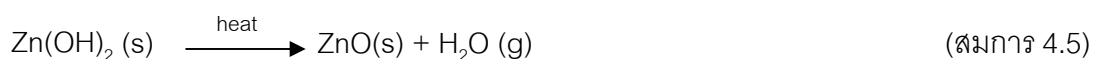
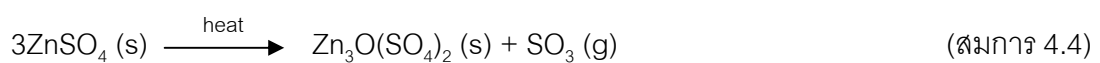
จากผลการศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของ $NaOH$ ที่ใช้ในการตกตะกอนส่งผลต่อการเกิดเฟสของสารประกอบที่ตกตะกอน ซึ่งปฏิกิริยา โดยทั่วไปในการละลายโลหะ Zn ในกรด H_2SO_4 และตกตะกอนด้วยเบส สามารถเขียนแสดงได้ดังสมการต่อไปนี้

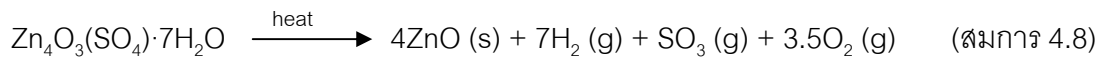
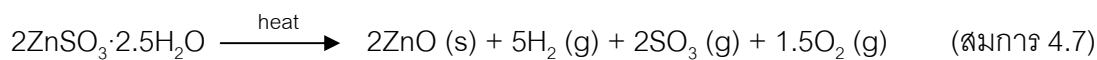
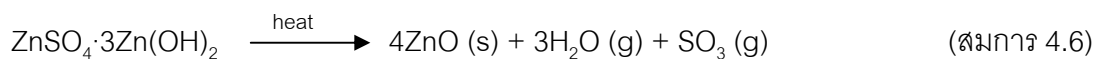




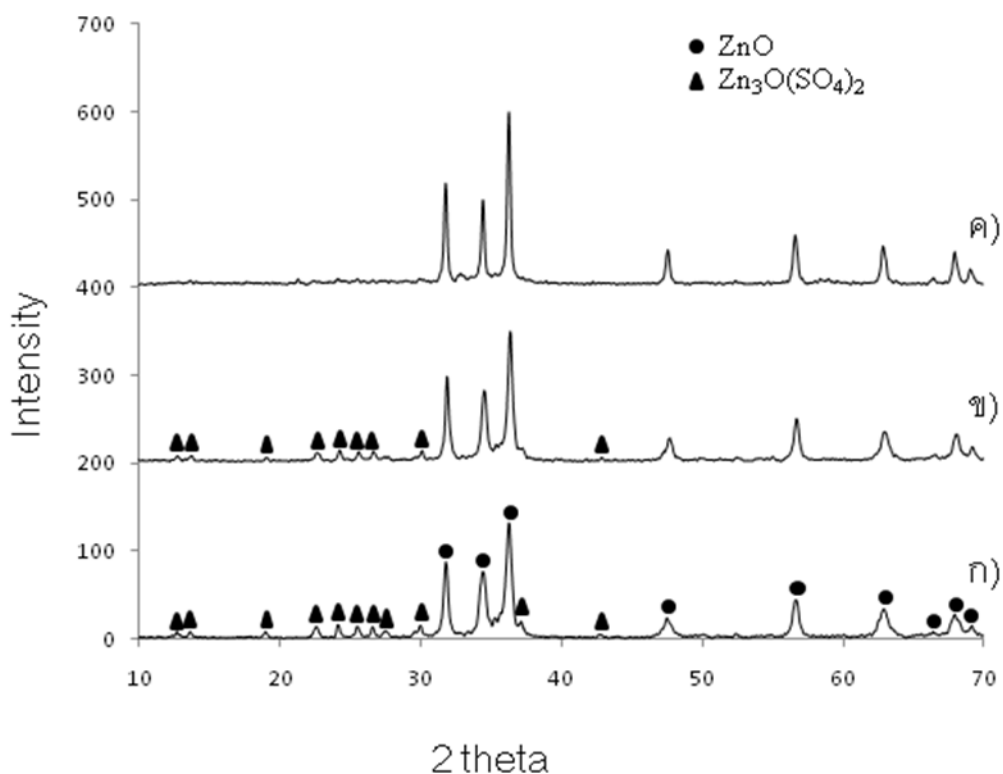
ภาพที่ 4.2 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH ต่างกัน ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลาร์ ที่พีเอชเป็น 11 ก่อนเผาแคลไซน์

เมื่อนำผงตัวอย่างที่ตกตะกอนซึ่งเตรียมจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2, 4 และ 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 ไปเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 2 องศาเซลเซียสต่อ นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเมื่อศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.3 พบว่าผงตัวอย่างที่เตรียมโดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 และ 4 โมลาร์ มีเฟสของ ZnO เป็นองค์ประกอบหลักและมีซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต ($Zn_3O(SO_4)_2$; JCPDS: 00-016-0821) ปนอยู่เล็กน้อย $Zn_3O(SO_4)_2$ ที่เกิดขึ้นหลังจากการเผาแคลไซน์อาจเกิดมาจากการสลายตัวของสารประกอบซิงก์ซัลเฟตที่เกิดขึ้นก่อนเผา ดังสมการ 4.4 และที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 8 โมลาร์ พบว่าพีคของ $Zn_3O(SO_4)_2$ หายไปเหลือเพียง ZnO แสดงว่าการเผาแคลไซน์ทำให้สารประกอบซิงก์ซัลเฟตต่างๆ เกิดการสลายตัวเป็น ZnO ดังแสดงในสมการ 4.5-4.8 และทำให้ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีค่าความเป็นผลึกสูงขึ้นและมีความบริสุทธิ์มากขึ้น





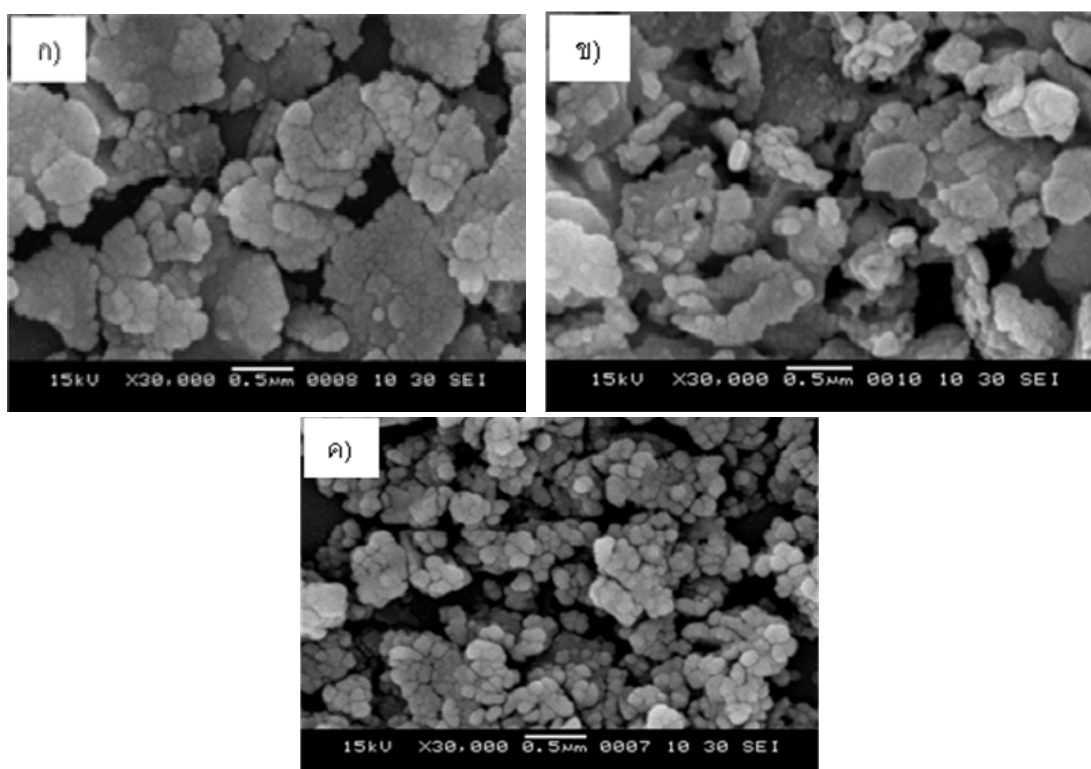
ขนาดผลึกเฉลี่ยที่คำนวณจากกราฟ XRD ที่พีค 2 θ เท่ากับ 36.3 องศา ด้วยสมการ Scherrer แสดงให้เห็นว่าขนาดผลึกเฉลี่ยของซิงก์ออกไซด์ของสารตัวอย่างที่เตรียมได้มีแนวโน้มของขนาดใหญ่มากขึ้นเมื่อค่าความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการเตรียมเพิ่มขึ้น แสดงในตาราง 4.2 โดยขนาดผลึกที่คำนวณได้อยู่ในช่วง 30-80 นาโนเมตร



ภาพที่ 4.3 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นเมื่อมีการปรับค่าพีเอชเป็น 11 ด้วยความเข้มข้นของ NaOH ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลาร์ และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส

4.2.1.2 สันฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ

เมื่อนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้ไปศึกษาสันฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.4 พบว่ารูปร่างอนุภาคที่เตรียมได้จากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 และ 4 โมลาร์ มีลักษณะของการเกาะกันของอนุภาคขนาดเล็กเป็นแผ่นระดับไมครอนขนาดไม่สม่ำเสมอ และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 8 โมลาร์ พบว่าอนุภาคลักษณะคล้ายทรงกลมมีขนาดใหญ่ขึ้น และกระจายตัวกันไม่เกาะเป็นแผ่น ซึ่งเป็นภาวะที่เตรียมได้ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ แสดงว่าอนุภาคของซิงก์ออกไซด์มีลักษณะคล้ายทรงกลม และผลการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของซิงก์ออกไซด์ลดลงเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่มขึ้น คือ ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 2, 4 และ 8 โมลาร์ พื้นที่ผิวจำเพาะของซิงก์ออกไซด์จะมีค่า 17.85, 14.20 และ 9.23 ตารางเมตร/กรัม ตามลำดับ



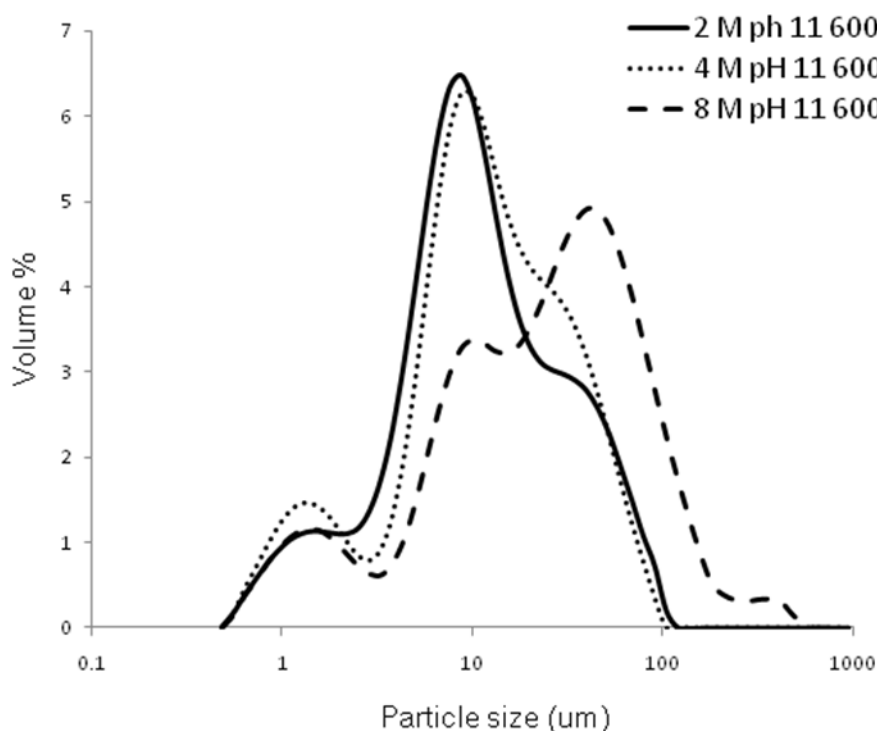
ภาพที่ 4.4 ภาพ SEM ของสารตัวอย่างที่เตรียมจาก NaOH ที่มีความเข้มข้น ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม.

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 11 ด้วยความเข้มข้น NaOH ที่ต่างกัน และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส

Sample	NaOH conc.(M)	Surface area (m ² /g)	Crystalline size (nm)
1	2	17.85	33
2	4	14.20	48
3	8	9.23	79

4.2.1.3 ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค

จากการนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์การกระจายของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Laser Light Scattering ดังแสดงในภาพที่ 4.5 พบว่าอนุภาคที่เตรียมได้มีการกระจายขนาดที่กว้าง โดยอนุภาคที่เตรียมได้มีแนวโน้มใหญ่ขึ้นเมื่อความเข้มข้นของ NaOH เพิ่มขึ้นจาก 2, 4 และ 8 โมลาร์ ขนาดที่ใหญ่ขึ้นอาจเนื่องมาจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคขนาดเล็ก โดยเฉพาะที่ 8 โมลาร์ ซึ่งผลการศึกษานี้สอดคล้องกับผลการศึกษาด้วย BET ที่พบว่าพื้นที่ผิวดลดลงเมื่อความเข้มข้นของ NaOH เพิ่มขึ้น



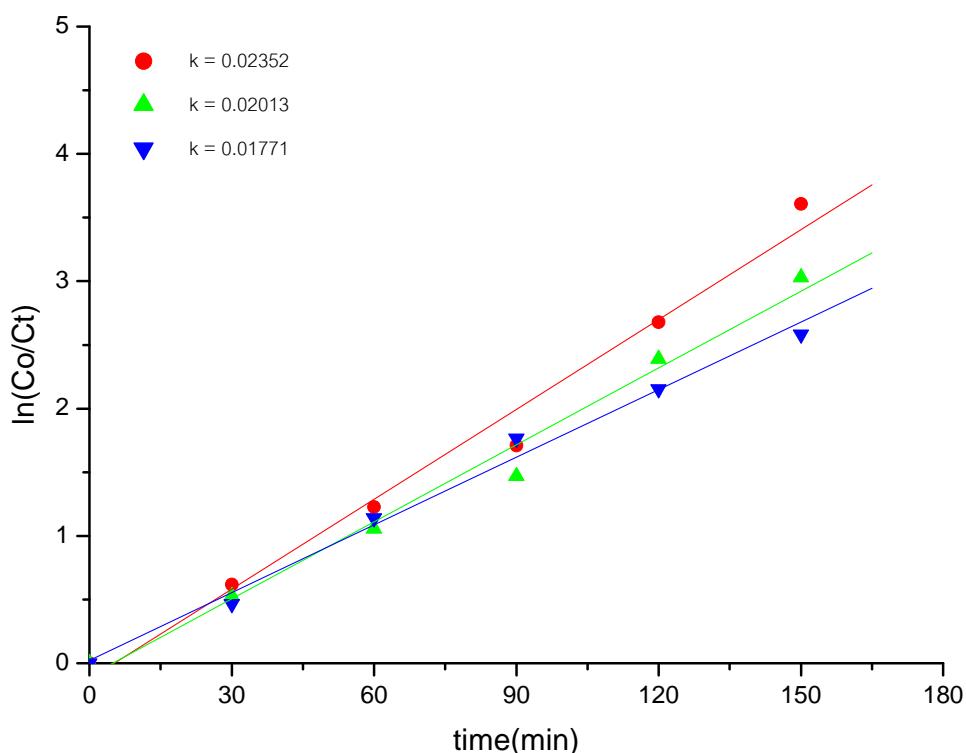
ภาพที่ 4.5 กราฟการกระจายของขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นเมื่อมีการปรับค่าพีเอชเป็น 11 ด้วยความเข้มข้นของ NaOH ก) 2, ข) 4 และ ค) 8 โมลาร์ และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส

4.2.1.4 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

จากการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (photocatalytic activity) ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้โดยการย่อยสลายเมทิลีนบลู ดังแสดงในภาพที่ 4.6 ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่มีอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2, 4 และ 8 โมลาร์ กระจายตัวอยู่ หลังจากที่ถูกเก็บไว้ในที่มืดเป็นเวลา 60 นาที มีค่าลดลงจากความเข้มข้นเริ่มต้นเล็กน้อย และแตกต่างกันในแต่ละภาวะการเตรียมแสดงถึงความสามารถในการดูดซับเมทิลีนบลูที่ต่างกัน และเมื่อถูกฉายด้วยแสง UV เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปรากฏว่าการลดลงของความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูหลังจากการฉายแสง UV ของแต่ละผงตัวอย่างแตกต่างกัน แสดงถึงประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูแตกต่างกัน และเมื่อนำไปพลอทกราฟระหว่างค่า $\ln(C_0/C_t)$ กับเวลาเพื่อหาค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (k) จากความชันของกราฟพบว่า ค่า k ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ มีค่า k สูงที่สุดในกลุ่ม คือ มีค่าเท่ากับ 23.52×10^{-3} ส่วนตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้น 4 และ 8 โม

ลาร์ มีค่า k เป็น 20.13 และ 17.71 ตามลำดับ แสดงว่าซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์สูงที่สุดในกลุ่มนี้ แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอนส่งผลต่อสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ ซึ่งผลของประสิทธิภาพการเกิดโฟโตคะตะลิสต์ที่แตกต่างกันนี้อาจเนื่องมาจากขนาดผลึกซึ่งส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา แต่ความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกก็เป็นปัจจัยที่ต้องคำนึงถึงด้วย

เนื่องจากที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ตกตะกอน 2 โมลาร์ ทำให้ได้สารตัวอย่างที่มีผลึกของซิงก์ออกไซด์ขนาดเล็กเพียง 33 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวสูงถึง 17.85 ตารางเมตร/กรัม จึงทำให้มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์สูงที่สุดในกลุ่ม ทั้งนี้สารที่มีขนาดผลึกเล็กกว่าย่อมมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสต์ในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมากกว่า แต่สาเหตุที่มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์สูงแต่สูงกว่าเพียงเล็กน้อยนั้น เป็นเพราะสารตัวอย่างมีความบริสุทธิ์ต่ำกว่า ซึ่งหมายถึงมีปริมาณซิงก์ออกไซด์น้อยกว่าสารตัวอื่นที่มีน้ำหนักเท่ากัน และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ตกตะกอนเป็น 4 และ 8 โมลาร์ พบว่าสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ต่ำลง เนื่องจาก ZnO มีขนาดผลึกใหญ่ขึ้นและพื้นที่ผิวดำลง



ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลาหลังการฉายแสง UV ของสารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้น NaOH (●) 2, (▲) 4 และ (▼) 8 โมลาร์ พีเอช 11 และเผาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียส

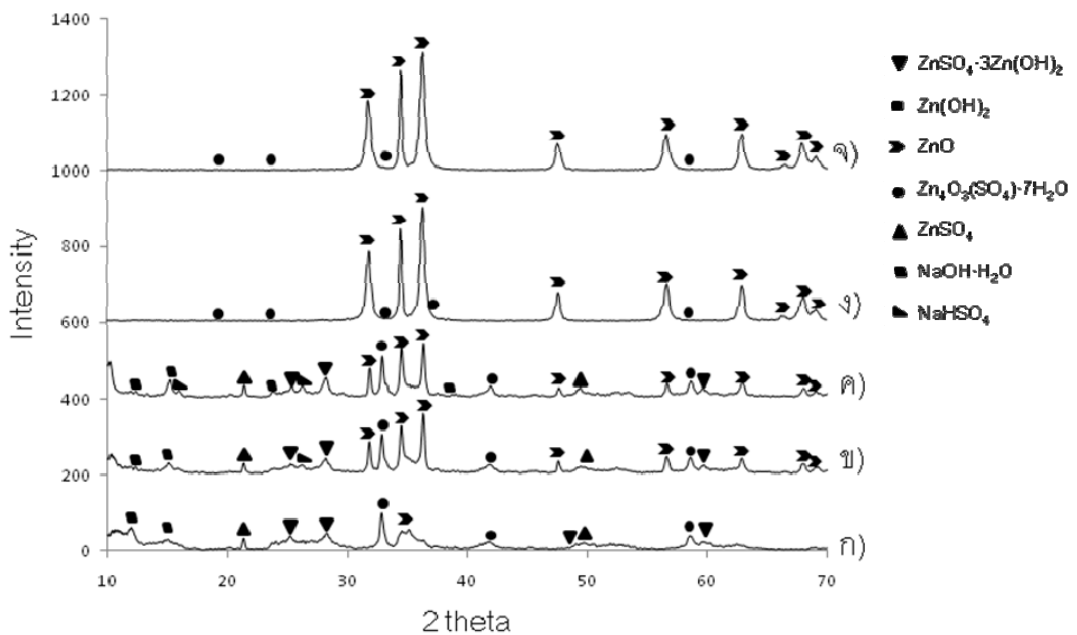
4.2.2 ผลของค่าความเป็นกรดต่างของสารละลาย (พีเอช) ในการตกตะกอน

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.1 พบว่าที่ภาวะการเตรียมที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 8 โมลาร์ ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ จึงเลือกภาวะดังกล่าวมาศึกษาผลของพีเอชที่ใช้ตกตะกอน โดยศึกษาค่าพีเอช 8-13 และเผาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียส

4.2.2.1 เฟสและขนาดผลึก

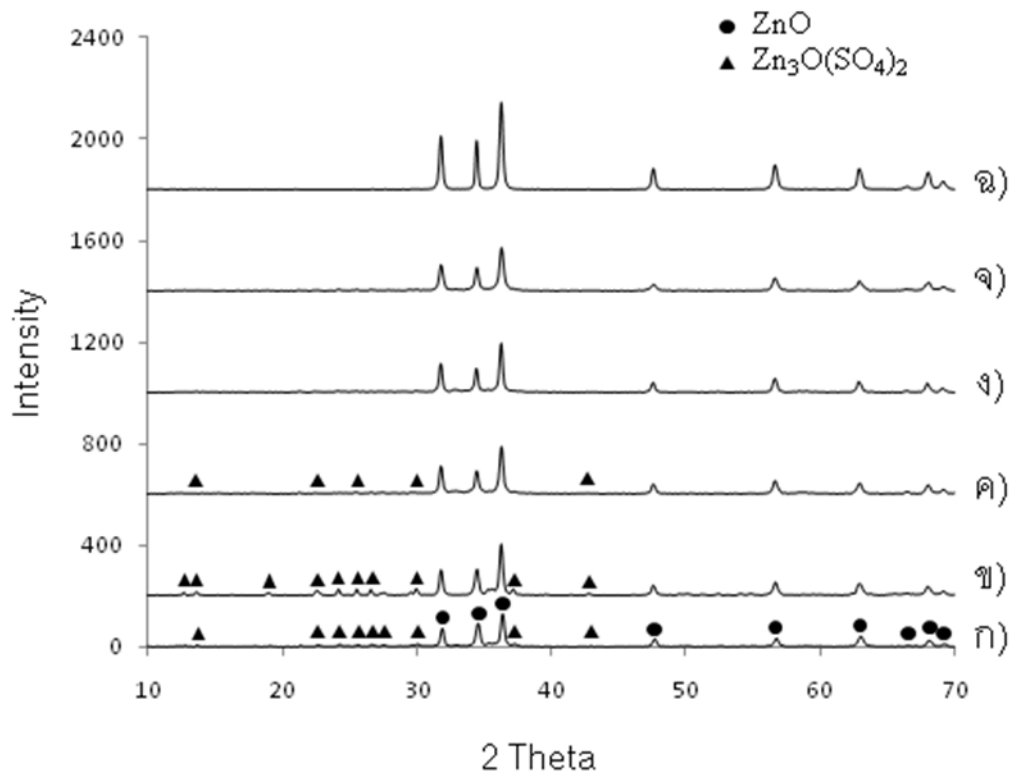
จากการศึกษาองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 8 โมลาร์ และที่พีเอช 9-13 ก่อนเผาแคลไซต์ดังแสดงในภาพที่ 4.7 พบว่าที่พีเอช 9 มีเฟสของสารประกอบ $Zn_4O_3(SO_4) \cdot 7H_2O$ เป็นเฟสหลัก และมี $ZnSO_4 \cdot 3Zn(OH)_2$, ZnO , $ZnSO_4$ และ $NaOH \cdot H_2O$ เมื่อพีเอชเพิ่มขึ้นจะเห็นว่าเฟสของสารประกอบซิงก์ซัลเฟตจะค่อยๆ

ลดลงและเฟสของซิงก์ออกไซด์สูงขึ้นจนถึงพีเอช 12 และ 13 ผงตัวอย่างประกอบไปด้วย ZnO เกือบบริสุทธิ์ มีปริมาณ $Zn_4O_3(SO_4) \cdot 7H_2O$ เพียงเล็กน้อย แสดงว่าเมื่อพีเอชเพิ่มขึ้นส่งผลต่อการเกิด ZnO เพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4.7 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช ก) 9, ข) 10, ค) 11, ง) 12 และจ) 13 ก่อนเผาแคลไซน์

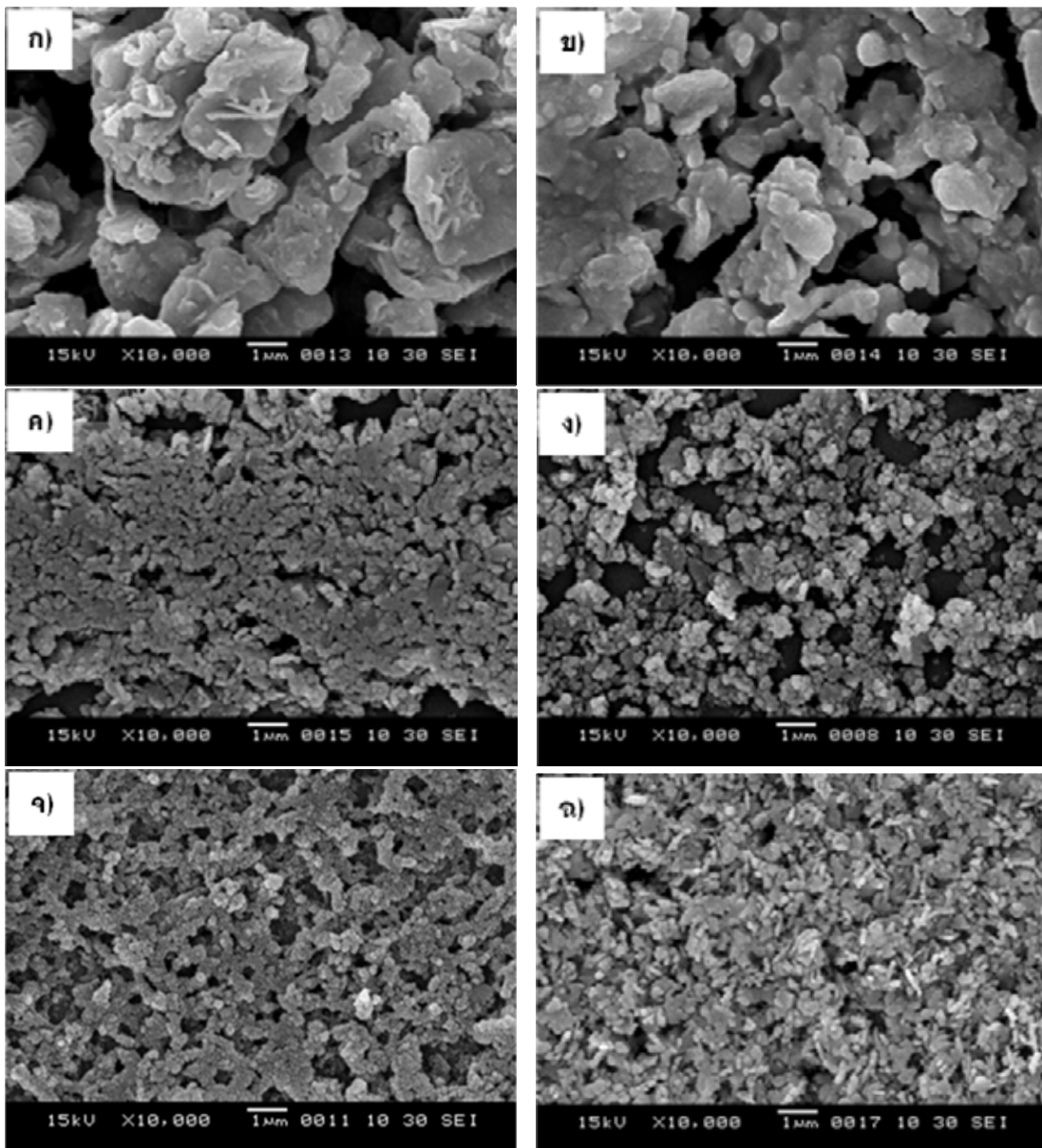
เมื่อนำผงตัวอย่างที่ได้จากการตกตะกอนไปเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.8 พบว่าผงตัวอย่างที่เตรียมจากพีเอช 8 ถึง 10 มีเฟสของ ZnO เป็นหลัก และมีเฟสของ $Zn_3O(SO_4)_2$ เล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มพีเอชจาก 11 ถึง 13 พบเพียงพีคของ ZnO เฟสเดียว แสดงว่าการเผาแคลไซน์ทำให้สารประกอบซิงก์ซัลเฟตเกิดการสลายตัวเป็น ZnO ซึ่งอธิบายทำนองเดียวกับสมการ 4.4-4.8 และทำให้ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์และมีความเป็นผลึกสูงขึ้น ขนาดผลึกและพื้นที่ผิวของสารที่เตรียมได้แสดงดังในตารางที่ 4.3 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าค่าพีเอชที่เหมาะสมในงานวิจัยนี้คือ ที่ 11-13 เนื่องจากได้ซิงก์ออกไซด์ที่บริสุทธิ์ เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.8 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช ก) 8, ข) 9, ค) 10, ง) 11, จ) 12 และ ฉ) 13 และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส

4.2.2.2 สันฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ

จากภาพ SEM กำลังขยาย 10,000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่ารูปร่างอนุภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 8 มีลักษณะเป็นแผ่น ขนาดใหญ่ระดับไมครอน ประกอบไปด้วยอนุภาคเป็นแผ่นขนาดเล็กเกาะกลุ่มกัน เมื่อพีเอชเพิ่มเป็น 9 เริ่มมีการเปลี่ยนแปลงของอนุภาคจากที่เป็นแผ่นกลายเป็นการเชื่อมต่อกันของอนุภาคคล้ายทรงกลม ซึ่งจาก XRD พบว่าที่พีเอชดังกล่าวมีเฟส Zn₃O(SO₄)₂ ปนอยู่ในปริมาณหนึ่ง เมื่อพีเอชเพิ่มเป็น 10 พบว่ามีอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลมขนาดเล็กลงในระดับนาโนเมตรเกาะกัน แต่เมื่อพีเอชเพิ่มเป็น 11 และ 12 พบว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลมระดับนาโนเมตรขนาดใหญ่ขึ้นที่เกาะกัน และเมื่อพีเอชเพิ่มขึ้นถึง 13 พบว่าอนุภาคมีรูปร่างที่เปลี่ยนไปคล้ายเป็นแท่งเล็กๆ (rod shape) ซึ่งเกาะกลุ่มกัน จากผลของ SEM นี้แสดงให้เห็นว่าค่าพีเอชของสารละลายส่งผลต่อขนาดและสันฐานของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เตรียม



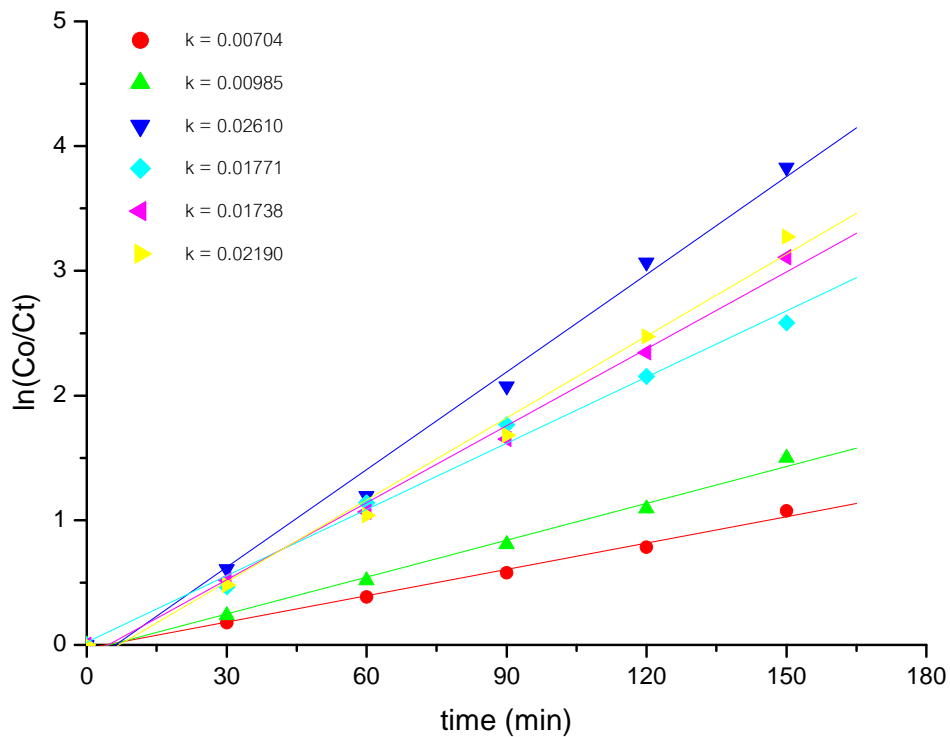
ภาพที่ 4.9 ภาพ SEM ของสารตัวอย่าง ที่เตรียมจาก ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช
 ก) 8, ข) 9, ค) 10, ง) 11, จ) 12 และ ฉ) 13 และเผาแคลไซน์ ที่ 600 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคที่คำนวณจากสมการ Scherrer และพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอชต่างกัน

Sample	pH	Surface area (m ² /g)	Crystalline size (nm)
1	8	9.762	63
2	9	8.132	54
3	10	11.587	62
4	11	9.232	79
5	12	9.629	76
6	13	14.648	69

4.2.2.3 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

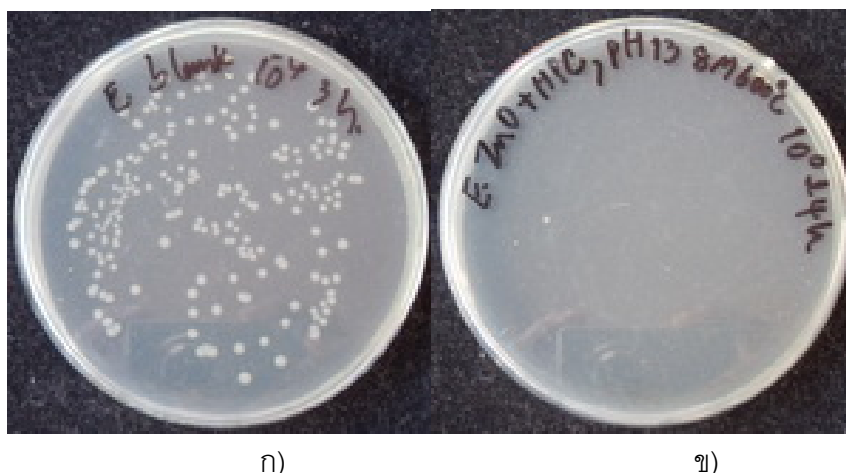
จากการศึกษาสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 8 โมลาร์ เคาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และที่พีเอช 8 ถึง 13 เมื่อพิจารณาค่า k จากกราฟระหว่างค่า $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ กับเวลา ดังแสดงในภาพที่ 4.10 พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 10-13 มีประสิทธิภาพสูงกว่าที่เตรียมที่พีเอช 8 และ 9 มาก เนื่องจากผงตัวอย่างที่พีเอช 8 และ 9 มีความบริสุทธิ์ต่ำกว่า คือมี $\text{Zn}_3\text{O}(\text{SO}_4)_2$ และ ZnO ที่เกิดขึ้นมีความเป็นผลึกต่ำกว่า ส่วนประสิทธิภาพที่แตกต่างกันช่วงพีเอช 10-13 ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ขนาดผลึก พื้นที่ผิว และสัณฐานของอนุภาค ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่มีพื้นที่ผิวสูงไม่ได้แสดงสมบัติโฟโตคะตะลิสต์สูงเสมอไป สังเกตจากตัวอย่างที่เตรียมที่พีเอช 13 ซึ่งมีพื้นที่ผิวสูงแต่อนุภาคมีสัณฐานเป็นแท่งเมื่อเทียบกับที่พีเอช 10 อนุภาคเป็นทรงกลม



ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลาหลังการฉายแสง UV ของสารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้น NaOH 8 โมลาร์ พีเอช (●) 8, (▲) 9, (▼) 10, (◆) 11, (◄) 12 และ (►) และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส

4.2.2.4 สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย

เมื่อนำผง ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่ค่าพีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นตัวแทนของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ไปทดสอบการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียเทียบกับที่ไม่มีการเติมผงซิงก์ออกไซด์ พบว่าผงซิงก์ออกไซด์สามารถยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียได้ดี โดยแบคทีเรียลดลง 99.99 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในภาพที่ 4.11

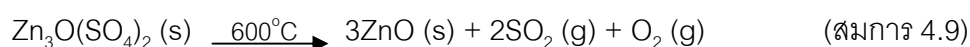


ภาพที่ 4.11 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH เป็น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส

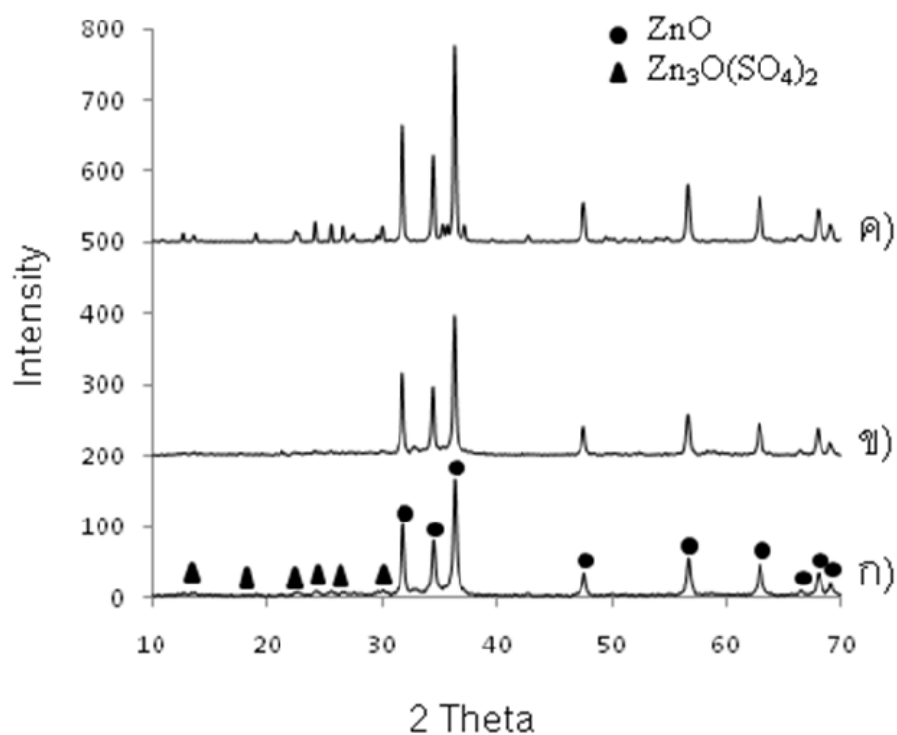
4.2.3 ผลของอุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซน์

4.2.3.1 เฟสและขนาดผลึก

จากการศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.12 พบว่าผงตัวอย่างที่เตรียมจากการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส ลักษณะของพีคแสดงให้เห็นว่า ไม่ได้พบสารเพียงเฟสเดียวนั้นคือมีพีคของ ZnO และพบ $Zn_3O(SO_4)_2$ ปนอยู่เล็กน้อยและเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 600 และ 700 องศาเซลเซียส พบ $Zn_3O(SO_4)_2$ ในปริมาณลดลง ซึ่งโดยปกติ $Zn_3O(SO_4)_2$ จะสลายตัวเมื่ออุณหภูมิการแคลไซน์สูงกว่า 600 องศาเซลเซียส ดังแสดงในสมการ 4.9



จากลักษณะของพีค แสดงให้เห็นว่าสัดส่วนความสูงต่อความกว้างของพีคซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น แสดงว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ซิงก์ออกไซด์มีความเป็นผลึกสูงขึ้น โดยขนาดผลึกที่คำนวณได้จากกราฟ XRD ที่พีค 2 theta เท่ากับ 36.3 องศา ด้วยสมการ Scherrer มีขนาด 57, 79 และ 99 นาโนเมตร เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ เป็น 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับแสดงในตารางที่ 4.4 ทั้งนี้เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะส่งเสริมความเป็นผลึกและการโตของอนุภาคซึ่งส่งผลให้พื้นที่ผิวลดลง



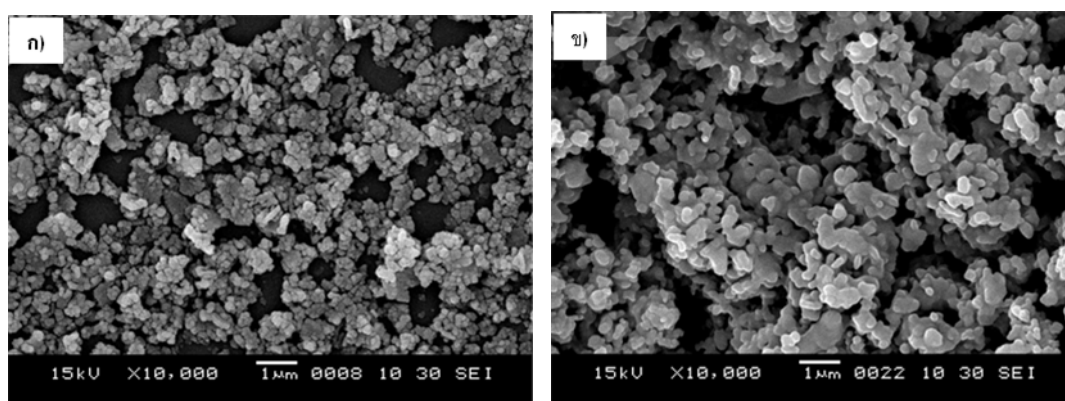
ภาพที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ ก) 500, ข) 600 และ ค) 700 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ต่างกัน

Sample	Calcine (°C)	Surface area (m ² /g)	Crystalline size (nm)
1	500	12.707	57
2	600	9.232	79
3	700	6.735	99

4.2.3.2 สันฐานวิทยาและพื้นที่ผิวจำเพาะ

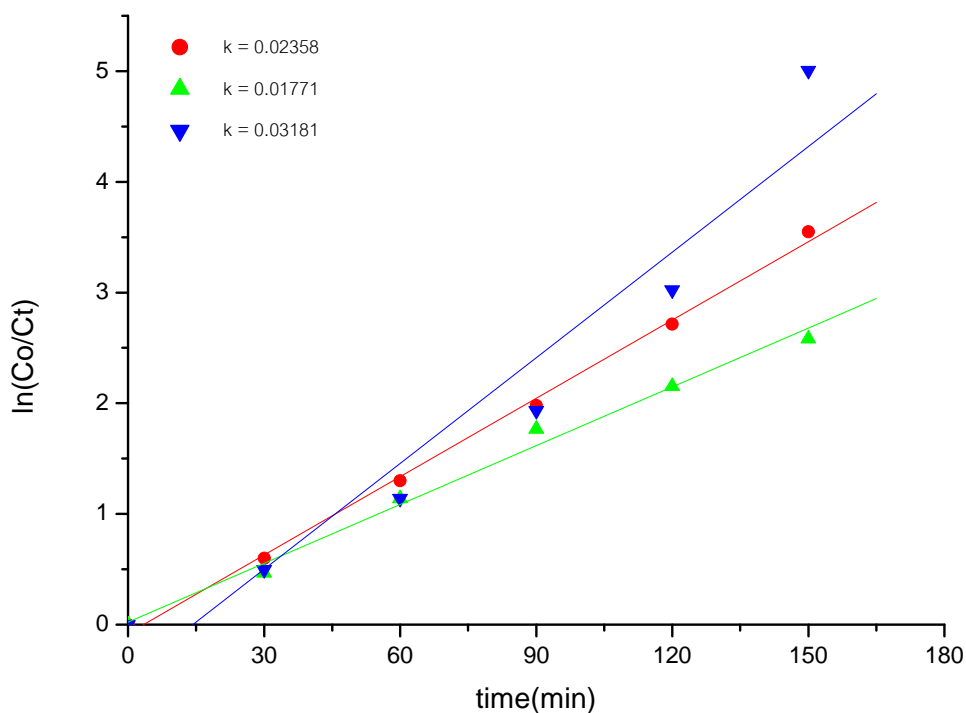
จากการนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้ไปศึกษาสันฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย 10,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.13 พบว่าอนุภาคนิวเมอในการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส อนุภาครูปร่างคล้ายทรงกลม ขนาดเล็กระดับนาโนเมตรมีการเกาะกลุ่มกัน และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 700 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจนและมีการเชื่อมติดกัน ระหว่างอนุภาคซึ่งส่งผลให้มีพื้นที่ผิวลดลงมาก



ภาพที่ 4.13 ภาพ SEM ของสารตัวอย่างที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 11 และเผาแคลไซน์ที่ ก) 600 และ ข) 700 องศาเซลเซียส

4.2.3.3 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

จากการศึกษาสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังแสดงในภาพที่ 4.14 พบว่ากราฟระหว่าง $\ln(C_0/C_t)$ กับเวลา ค่า k ของสารตัวอย่างที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 0.023, 0.017 และ 0.031 ตามลำดับ แสดงว่าที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส จะได้สารที่มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์สูงสุด รองลงมาคือสารที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ผลึกของสารมีขนาดใหญ่กว่าที่ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จึงทำให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยากับสารละลายเมทิลีนบลูได้น้อย ดังนั้นจึงมีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ต่ำกว่า และที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส สารตัวอย่างมีความเป็นผลึกที่สูง พิจารณาได้จากกราฟ XRD จึงช่วยเพิ่มความสามารถในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมากขึ้น แม้ว่าจะมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส ก็ตาม



ภาพที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลา หลังจากฉายแสง UV ของสารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจาก NaOH 8 โมลาร์ ที่ค่าพีเอช 11 โดยและเผาแคลไซน์ที่ (●) 500, (▲) 600 และ (▼) 700 องศาเซลเซียส

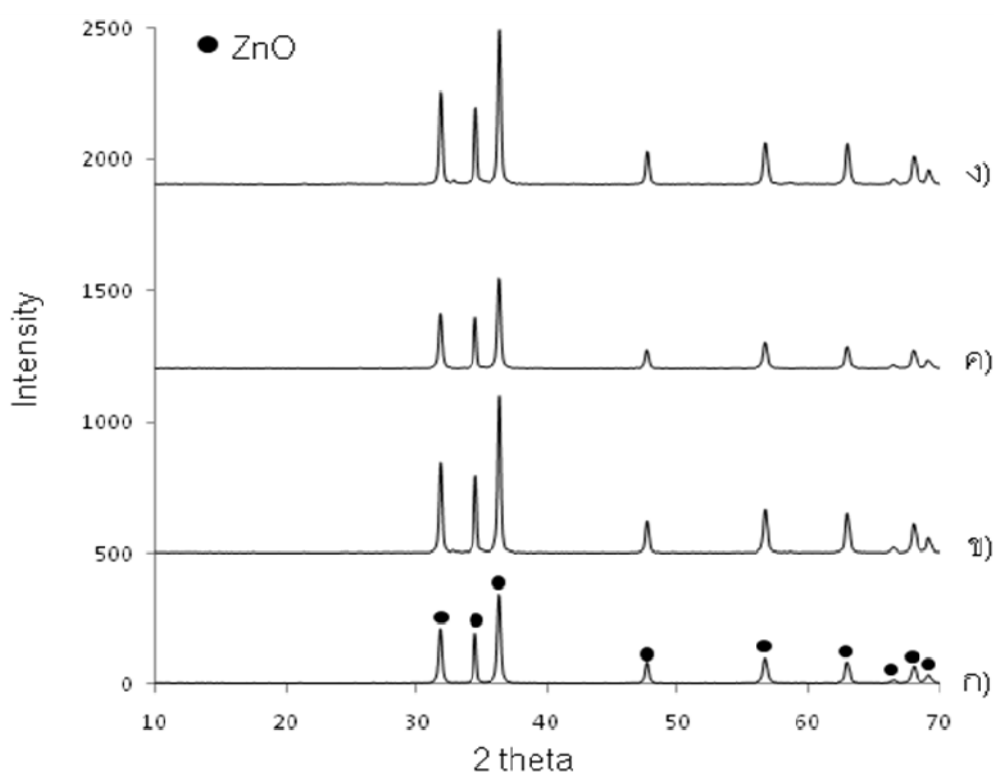
4.3 ผลของการเติมสารช่วยกระจายตัว

4.3.1 ผลของการเติมไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (hydroxypropylcellulose; HPC)

4.3.1.1 เฟสและขนาดผลึก

จากการศึกษาเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.15 พบว่าผงตัวอย่างที่ไม่เติมและเติม HPC ด้วยปริมาณต่างกันคือ 0.025, 0.050 และ 0.075 กรัม มีรูปแบบพีคตรงกับซิงก์ออกไซด์เพียงเฟสเดียวที่ทุกภาวะ คำนวณขนาดของผลึกเฉลี่ยจากกราฟ XRD ที่พีค 2 theta เท่ากับเป็น 36.3 องศา ด้วยสมการ Scherrer ขนาดผลึกที่คำนวณอยู่ในช่วง 69-85 นาโนเมตร โดยพบว่าการเติมสารช่วยกระจายอนุภาค HPC ปริมาณ 0.05 กรัม จะให้ขนาดผลึกที่ใกล้เคียงกับการเตรียมโดยไม่เติมแต่มีการกระจายตัวดีขึ้นและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น เนื่องจาก HPC มีสมบัติเป็น Steric stabilization กล่าวคือ HPC จะไปเคลือบรอบผิวของอนุภาค ทำให้อนุภาคผละออก

จากกัน อนุภาคจึงไม่เกาะกลุ่มกันขณะที่ตกตะกอน [22] นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเพิ่มและลด ปริมาณ HPC จากปริมาณที่เหมาะสมคือ 0.05 กรัม เป็น 0.075 และ 0.025 กรัม ตามลำดับ ขนาดผลึกเฉลี่ยมีแนวโน้มใหญ่ขึ้น เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณ HPC จะเกิดสายโซ่ของ HPC ซ้อนทับกันทำให้อนุภาคชิดเข้าหากันในขณะที่ตกตะกอน และยากต่อการเผาไหม้ HPC ให้หมดไป แม้ว่าจะเผาที่อุณหภูมิการสลายตัวของ HPC ก็ตาม แต่ถ้าลดปริมาณ HPC ลงจะทำให้เกิดชั้นของ พอลิเมอร์ไปเคลือบรอบผิวของอนุภาคน้อยลง ทำให้อนุภาคติดจับกันได้มากขึ้น อนุภาคจึงเกาะ กลุ่มกันขณะที่ตกตะกอน [27]



ภาพที่ 4.15 กราฟ XRD ของผง ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 โดยเติม HPC ปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม และเผา แคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส

จากการนำผงตัวอย่างที่เตรียมจาก NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 2 องศา/นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค XRF เพื่อยืนยันความบริสุทธิ์ของสารที่เตรียมได้เนื่องจากสารปนเปื้อนถ้ามีอยู่ในปริมาณ

ต่ำมากไม่สามารถวิเคราะห์ได้ด้วย XRD ซึ่งพบวก่อนและหลังเติม HPC สารที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูง ประกอบไปด้วย Zn มากกว่า 99 wt% ซึ่งมีโลหะหนัก (Fe) และธาตุอื่นๆ ปริมาณน้อย ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ที่ชี้ให้เห็นว่ามี ZnO เพียงเฟสเดียว ดังแสดงในตารางที่ 4.5

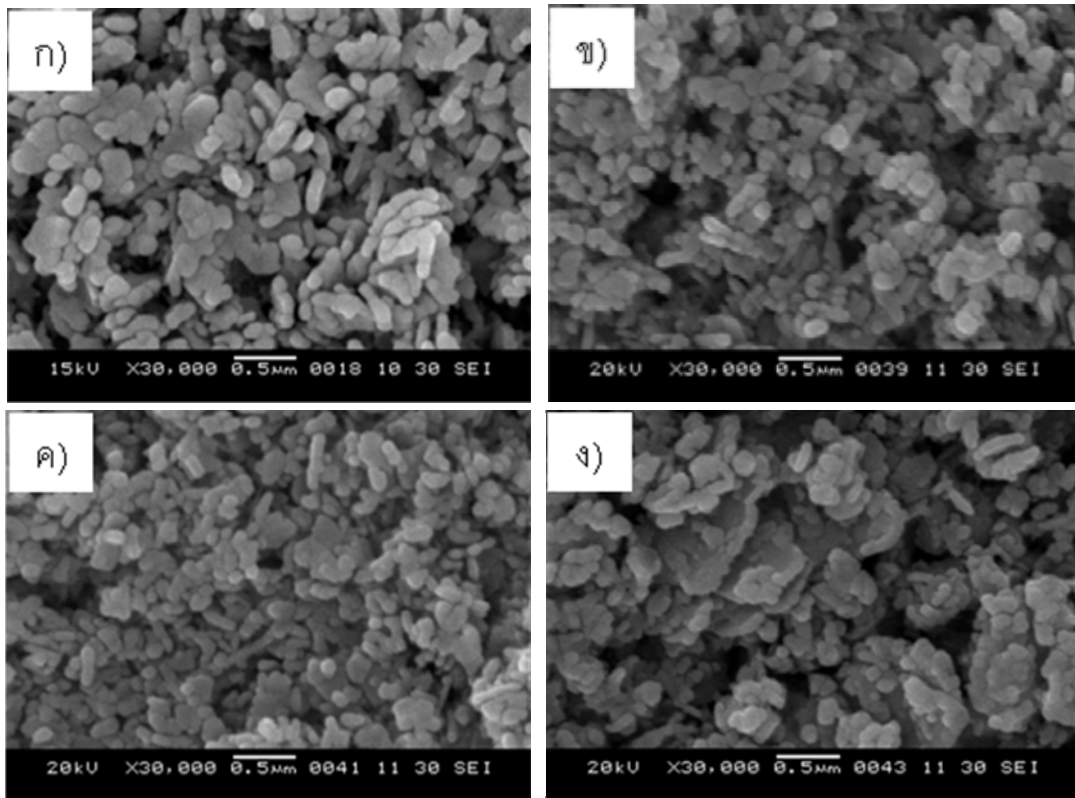
ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมี ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากไฮเดรียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังเติม HPC (0.05 g)

ธาตุองค์ประกอบ (wt%)	Zn	S	Fe	Si	Al	Ca
ก่อนเติม HPC	99.812	0.05	0.11	-	-	0.028
หลังเติม HPC	99.707	0.117	0.123	-	0.053	-

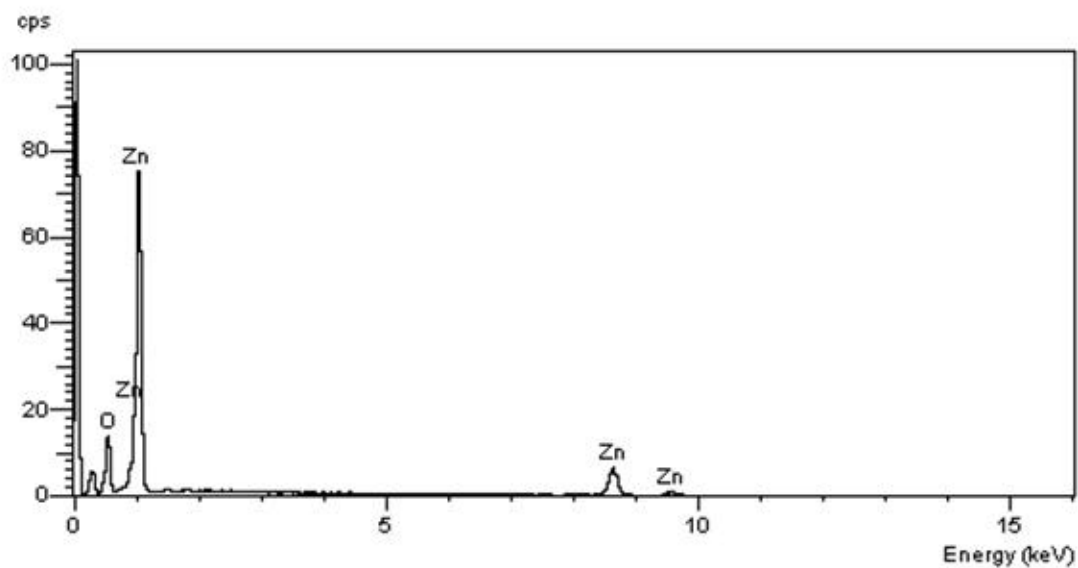
4.3.1.2 สันฐานวิทยา

จากภาพ SEM กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.16 พบว่าเมื่อเติม HPC ในปริมาณที่ต่างกันไม่ส่งผลต่อรูปร่างอนุภาคมากนัก คือยังคงมีลักษณะเช่นเดียวกับซิงก์ออกไซด์ที่ยังไม่เติม HPC โดยมีรูปร่างคล้ายทรงกลมขนาดเล็กเชื่อมติดกันคล้ายแท่งสั้นๆ แต่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคเล็กน้อย กล่าวคือเมื่อเติม HPC ในปริมาณที่เหมาะสมคือ 0.05 กรัม จะทำให้อนุภาคมีการกระจายตัวเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มปริมาณมากขึ้นเป็น 0.075 อนุภาคมีการเกาะกลุ่มกันเชื่อมติดกันเป็นแผ่นมากขึ้นทำให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น แต่เมื่อลดปริมาณ HPC ลงอนุภาคจะเกาะกลุ่มกันน้อยกว่าอนุภาคที่เติม HPC มากเกินไป ซึ่งเหตุผลดังที่ได้กล่าวไปข้างต้นถึงผลของปริมาณ HPC ที่เติมต่อการกระจายตัวของอนุภาค

จากการศึกษาสันฐานของอนุภาคของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค TEM ดังแสดงในภาพที่ 4.18 จะพบว่ารูปร่างอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ที่ไม่เติม และเติม HPC ในปริมาณต่างกัน มีลักษณะไม่แตกต่างกัน แต่อนุภาคมีการกระจายตัวเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเติม HPC 0.05 กรัม แต่เมื่อมีการเติม HPC เพิ่มขึ้นพบว่ารอบๆ อนุภาคมีลักษณะคล้ายฟิล์มบางเคลือบอยู่ แสดงว่าเมื่อเติม HPC มากเกินไปจะทำให้เกิดชั้นของ HPC ไปเคลือบอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ จึงส่งผลให้อนุภาคของซิงก์ออกไซด์เกาะกลุ่มกันมากขึ้น

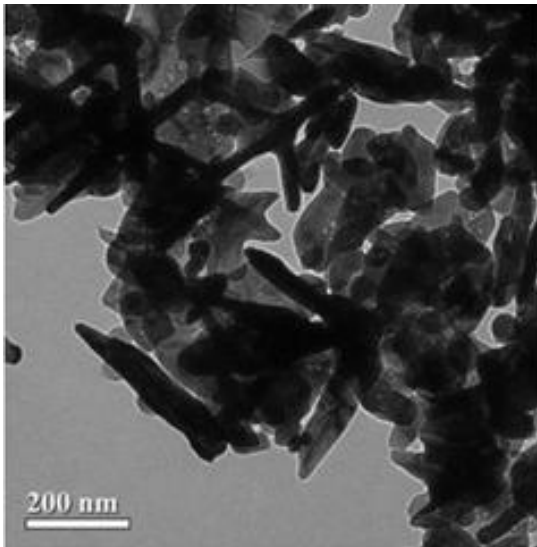


ภาพที่ 4.16 ภาพ SEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากพีเอช 13 ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ และเผาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม

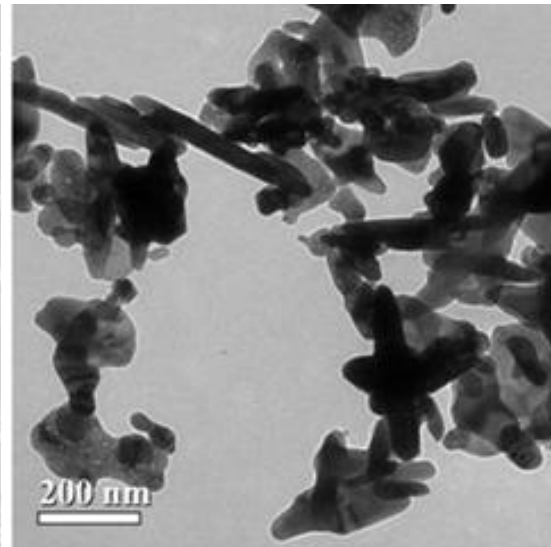


ภาพที่ 4.17 กราฟ EDX ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เมาแคลไซไนท์ 600 องศาเซลเซียส และเติม HPC 0.05 กรัม

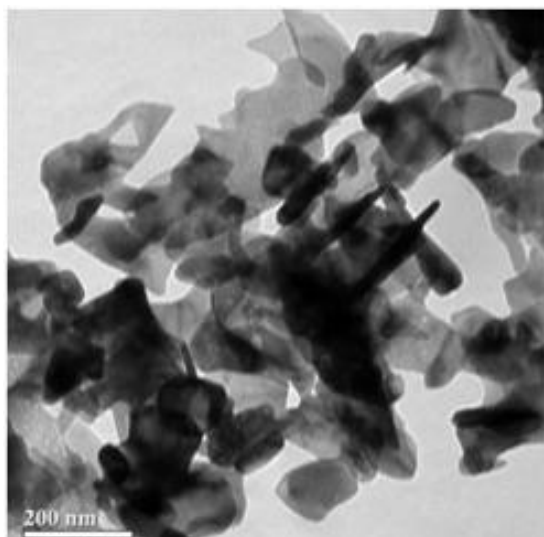
ผลการศึกษาด้วย XRF ดังแสดงในภาพที่ 4.17 แสดงให้เห็นว่าสารที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ ซึ่งประกอบไปด้วย Zn และ O ถึงแม้จะมีการเติมพอลิเมอร์ HPC



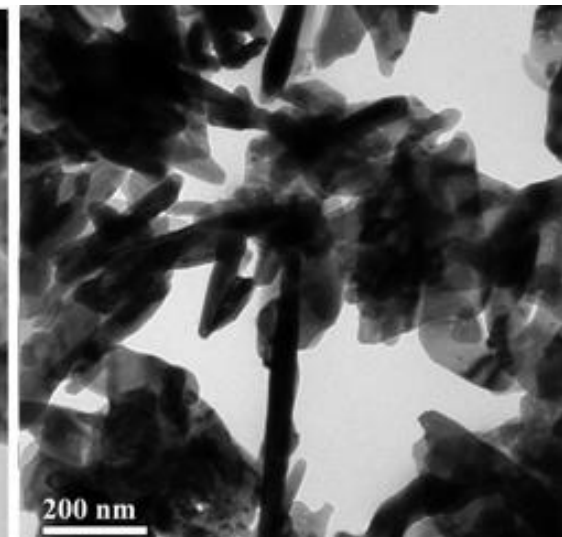
ก)



ข)



ค)

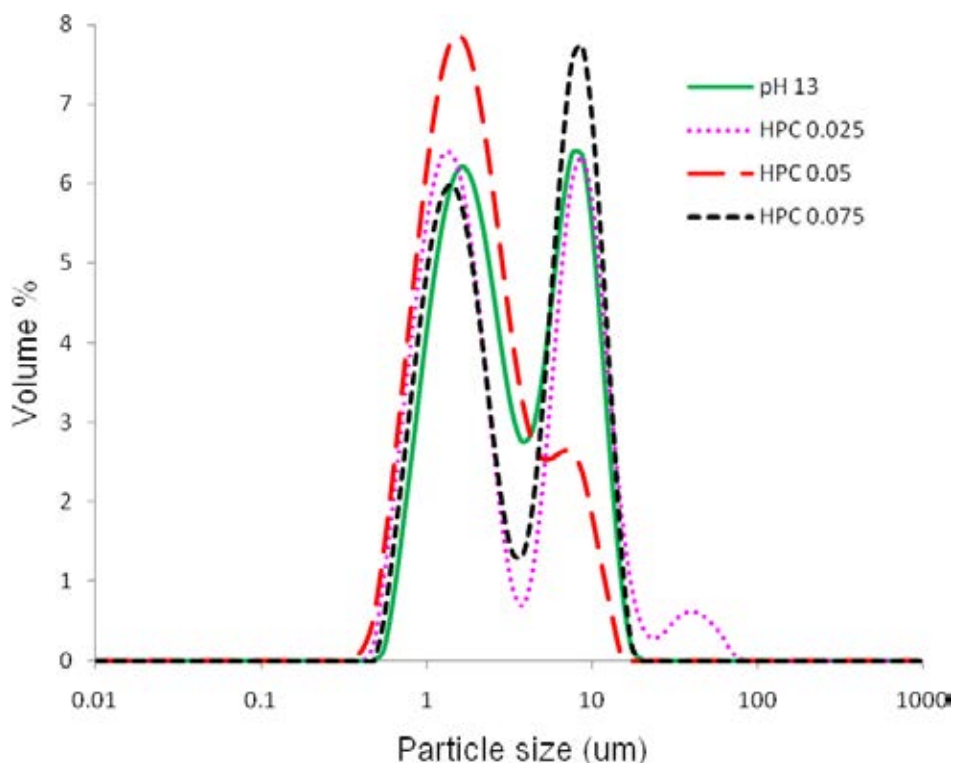


ง)

ภาพที่ 4.18 ภาพ TEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เมาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดย ก) ไม่เติม HPC และ ข) เติม HPC 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม

4.3.1.3 ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค

จากการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมโดยไม่เติม และเติม HPC ในปริมาณต่างกัน พบว่าก่อนเติม HPC อนุภาคมีการเกาะกลุ่มกัน โดยมีขนาดอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 5 และ 5 ถึง 20 ไมโครเมตร แต่เมื่อเติมสาร HPC 0.05 กรัม พบว่าอนุภาคมีการกระจายของขนาดอนุภาค อยู่ในช่วง 0.5 ถึง 5 ไมโครเมตร มากขึ้น และขนาดในช่วง 5 ถึง 20 ไมโครเมตร ลดลงมาก เมื่อเติมสาร HPC ในปริมาณ 0.025 กรัม ลักษณะของกราฟและการกระจายขนาดของอนุภาคไม่ต่างจากที่ไม่เติมสาร HPC แต่มีอนุภาคในช่วง 20 ถึง 100 ไมโครเมตร เกิดขึ้น และเมื่อเติม HPC 0.075 กรัม การกระจายขนาดของอนุภาคในช่วง 5 ถึง 20 ไมโครเมตร เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับที่ไม่เติม ดังแสดงในภาพที่ 4.19 แสดงว่าการเติม HPC 0.05 กรัม ส่งผลให้อนุภาคมีการกระจายตัวเพิ่มขึ้น อนุภาคขนาดเล็กเพิ่มขึ้น แต่ถ้าเติมน้อยเกินไป (0.025 กรัม) ไม่ช่วยการกระจายตัว หรือมากเกินไป (0.075 กรัม) จะส่งผลให้อนุภาคใหญ่ขึ้น เกิดการเกาะกลุ่มกันมากขึ้น



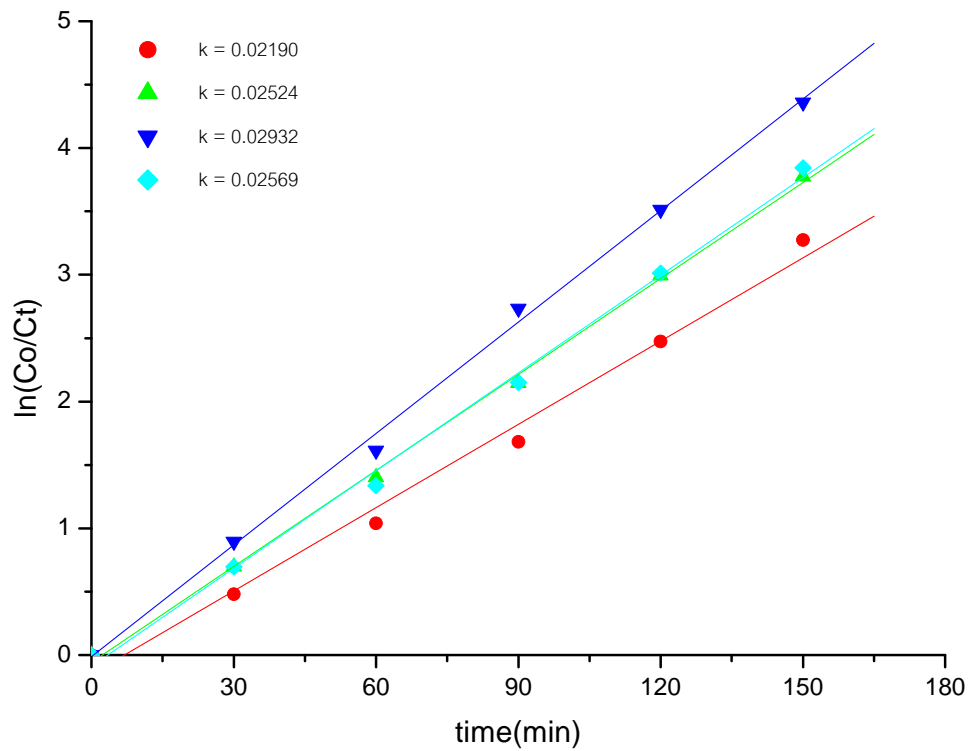
ภาพที่ 4.19 การกระจายของขนาดอนุภาคของของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เผาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยที่ไม่เติม และเติมสาร HPC ในปริมาณต่างกัน

4.3.1.4 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

จากการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ของตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังแสดงในภาพที่ 4.20 พบว่าปริมาณ HPC ที่เติมส่งผลต่อสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ของซิงก์ออกไซด์ โดยค่า k ของสารตัวอย่างที่เติม HPC มีค่าสูงกว่าสารตัวอย่างที่ไม่เติม HPC ดังแสดงในตารางที่ 4.6 โดยสารตัวอย่างที่เติม HPC ในปริมาณที่เหมาะสมคือ 0.05 กรัมจะทำให้สมบัติโฟโตคะตะลิสต์มีประสิทธิภาพสูงกว่าที่ไม่เติม แต่เมื่อลดและเพิ่มปริมาณของ HPC ที่เติมเล็กน้อยคือ 0.025 และ 0.075 กรัม ทำให้สมบัติโฟโตคะตะลิสต์ลดลงกว่าการเติมในปริมาณที่เหมาะสม แต่ยังคงสูงกว่าสารที่ไม่เติม HPC เนื่องจากการเติม HPC ในปริมาณที่เหมาะสมจะทำให้อนุภาคของซิงก์ออกไซด์มีการกระจายตัวเพิ่มขึ้น จึงช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู แต่ถ้าเติมน้อยกว่าปริมาณที่เหมาะสมจะไม่ได้ช่วยทำให้อนุภาคของซิงก์ออกไซด์กระจายตัวได้ และหากเติมมากเกินไปส่งเสริมการเกาะตัวกันของอนุภาค เนื่องจากทำให้เกิดชั้นของพอลิเมอร์เคลือบรอบๆ ผิวของอนุภาคของซิงก์ออกไซด์มากเกินไป และสายโซ่เกิดการเกาะเกี่ยวกันมากขึ้นทำให้อนุภาคเกิดการเกาะกันเพิ่มขึ้นสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ จึงต่ำ

ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิวจำเพาะและค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา (k) ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจาก NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกัน

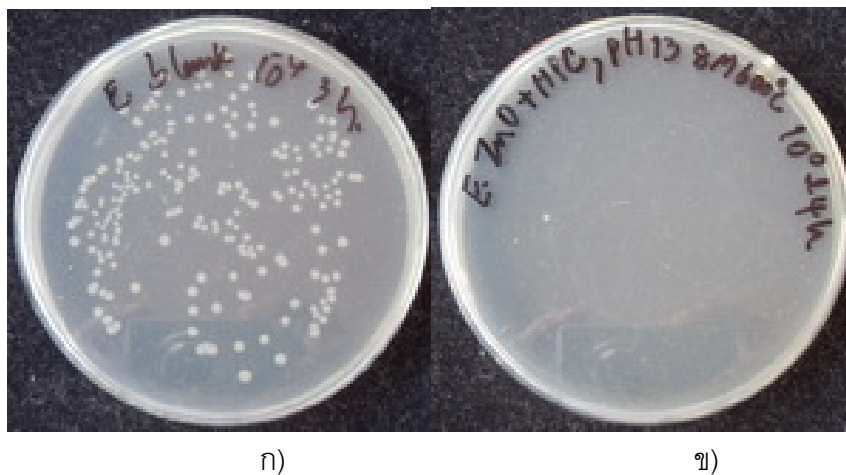
Sample	Amount of HPC (g)	Surface area (m^2/g)	K (min^{-1}) ($\times 10^{-3}$)
1	0	16.432	21.90
2	0.025	22.605	25.24
3	0.050	17.834	29.32
4	0.075	23.192	25.69



ภาพที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลาหลังจากฉายแสง UV ของสารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยเติม HPC ในปริมาณต่างกันโดย (●) ไม่เติม, (▲) 0.025, (▼) 0.05 และ (◆) 0.075 กรัม

4.3.1.5 สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย

จากการทดสอบการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.Coli ของผง ZnO ที่เติม HPC 0.05 พบว่าสามารถยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียได้ดี โดยแบคทีเรียลดลง 99.99 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในภาพที่ 4.21 ซึ่งผลที่ได้ใกล้เคียงกับตัวอย่างที่ไม่เติม HPC



ภาพที่ 4.21 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เติม HPC 0.05 กรัม

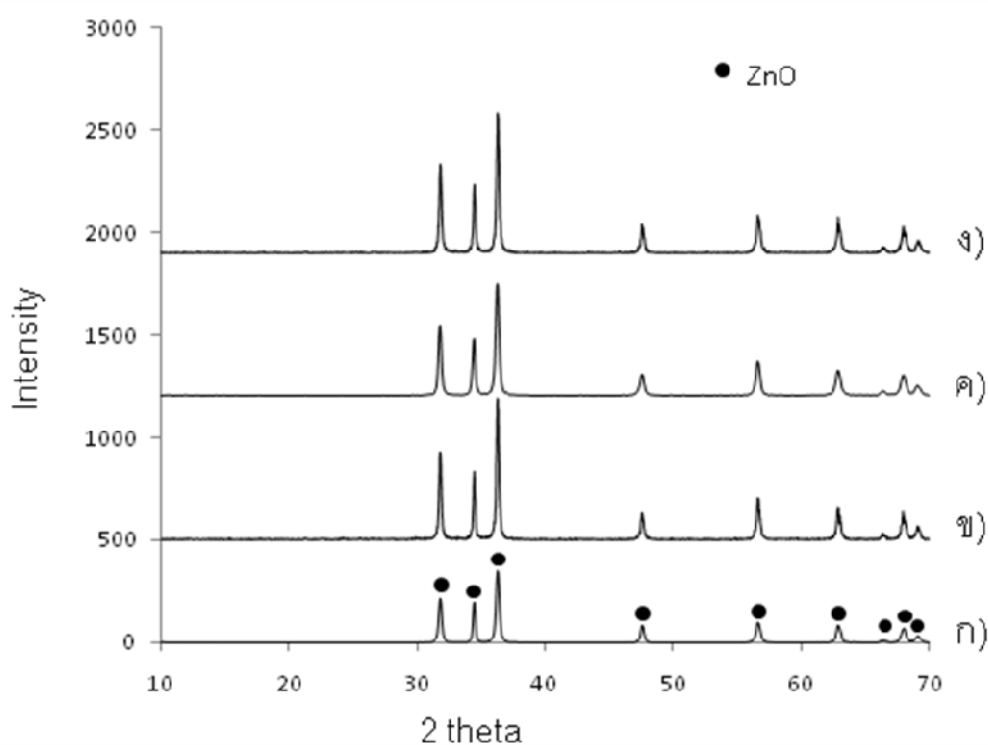
4.3.2 ผลของการเติมพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (polyvinylpyrrolidone; PVP)

4.3.2.1 เฟส

จากกราฟ XRD ดังแสดงในภาพที่ 4.22 พบว่าผงตัวอย่างที่ไม่เติมและเติม PVP ในปริมาณต่างกันคือ 0.025, 0.050 และ 0.075 กรัม ประกอบด้วยเฟสเดียวคือซิงก์ออกไซด์ที่ทุกภาวะ และพีคของสารที่เติม PVP ในทุกปริมาณมีสัดส่วนของความสูงต่อความกว้างสูงกว่า สารที่ไม่เติม PVP แสดงถึงการมีขนาดผลึกที่ใหญ่ขึ้น และเมื่อนำไปศึกษาองค์ประกอบทางเคมีพบว่าไม่แตกต่างจากผงตัวอย่างที่ไม่เติม PVP โดยมี Zn เป็นองค์ประกอบหลักมากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมี ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังเติม PVP (0.05 g)

ธาตุองค์ประกอบ (wt%)	Zn	S	Fe	Si	Ca
ก่อนเติม PVP	99.812	0.05	0.11	-	0.028
หลังเติม PVP	99.707	4.223	0.194	0.106	-



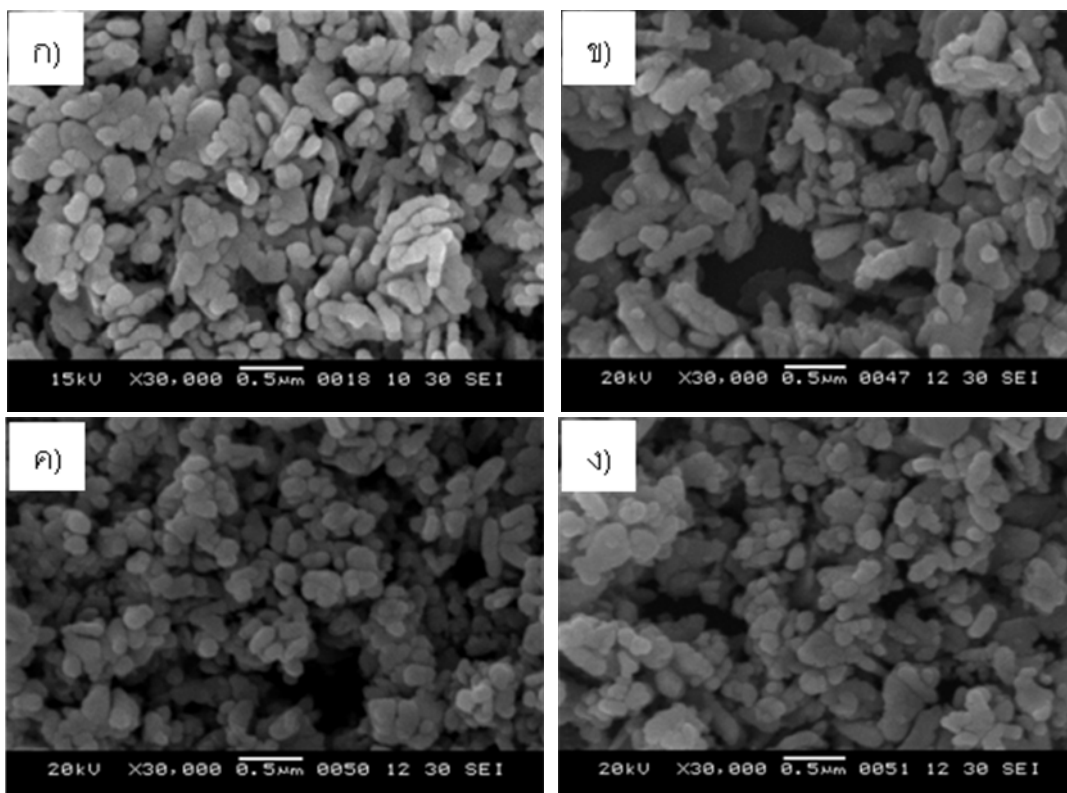
ภาพที่ 4.22 กราฟ XRD ของผงตัวอย่าง ZnO ที่เตรียมจากพีเอช 13 ความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ เเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP ในปริมาณต่างกันโดย ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม

4.3.2.2 สันฐานวิทยา

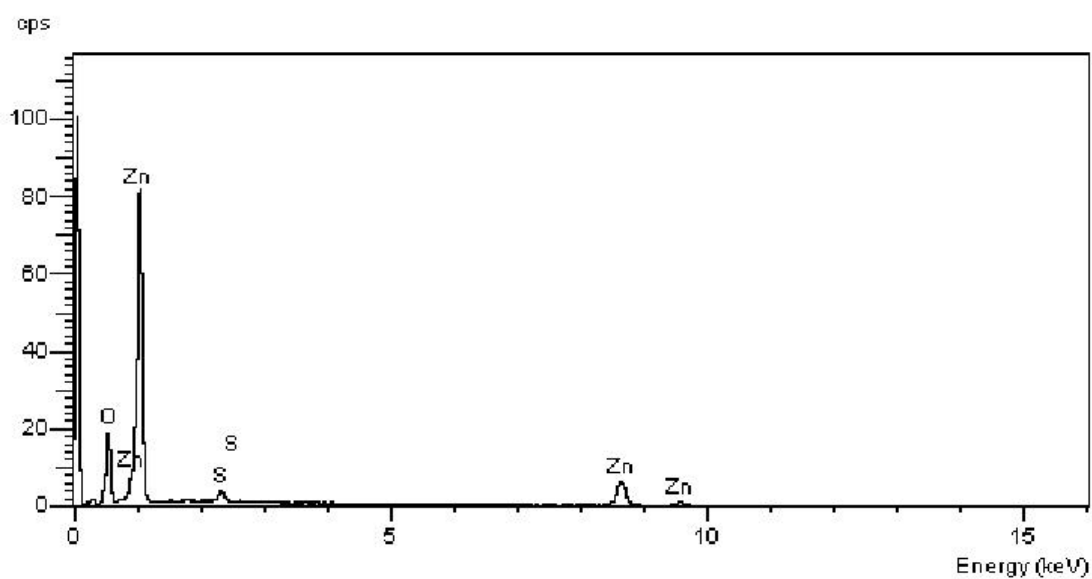
จากภาพ SEM กำลังขยาย 30,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 4.23 แสดงให้เห็นว่าสารตัวอย่างที่เติม PVP ในปริมาณต่างๆ ไม่ส่งผลต่อสันฐานของอนุภาคซึ่งการเติม PVP ที่ 0.05 กรัม อนุภาคมีการแยกกันเมื่อเทียบกับไม่เติมและเติมที่มากกว่าและน้อยกว่า แต่เมื่อพิจารณาจากภาพ TEM ดังแสดงในภาพที่ 4.21 พบว่าสารตัวอย่างที่ไม่เติม PVP อนุภาคมีลักษณะคล้ายแท่งความ

ยาวประมาณ 200 นาโนเมตร แต่เมื่อเติม PVP อนุภาคมีรูปร่างเปลี่ยนไปคือ มีสัดส่วนของความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำลงมากเกือบเป็น ทรงกลม

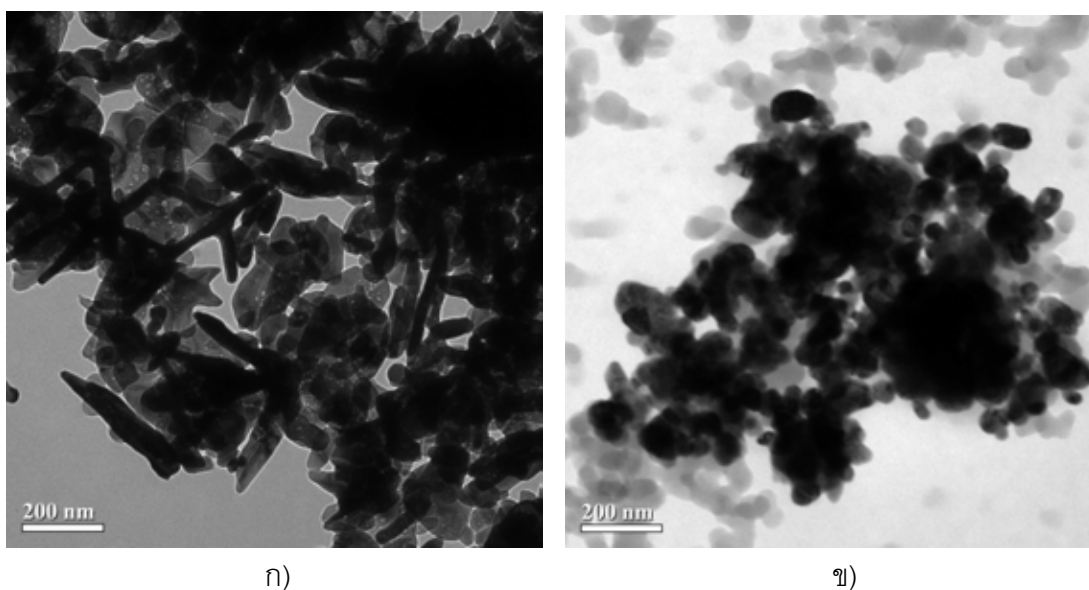
จากผลการวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่าสารที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูง ประกอบไปด้วย Zn และ O ที่พบปริมาณ S เล็กน้อย ซึ่งสอดคล้องกับผล XRF



ภาพที่ 4.23 ภาพ SEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสโดยเติม PVP ในปริมาณต่างกัน ก) ไม่เติม ข) 0.025, ค) 0.05 และ ง) 0.075 กรัม



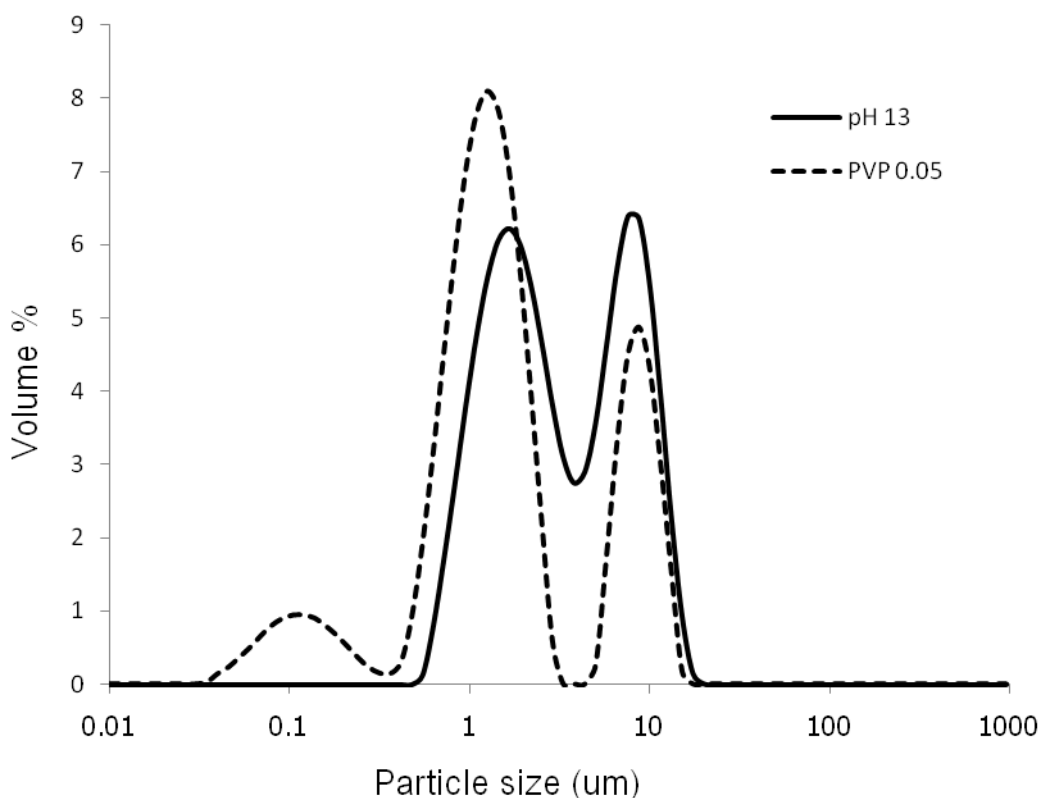
ภาพที่ 4.24 กราฟ EDX ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เผลแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP 0.05 กรัม



ภาพที่ 4.25 ภาพ TEM ของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผลแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดย ก) ไม่เติม และ ข) เติม PVP 0.05 กรัม

4.3.2.3 ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาค

จากการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคของผงตัวอย่างเมื่อเติม PVP 0.05 กรัม พบว่าอนุภาคมีการกระจายขนาดแบ่งเป็น 3 กลุ่ม มีอนุภาคขนาดเล็กในช่วง 0.03 ถึง 0.3 ไมโครเมตร เพิ่มขึ้น และขนาดในช่วง 0.3 ถึง 3 ไมโครเมตร เป็นส่วนใหญ่ และ 3 ถึง 15 ไมโครเมตร ร่องลงมา ดังแสดงในภาพที่ 4.26 แสดงว่าการเติม PVP ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง หรือมีการเกาะกลุ่มกันน้อยลงเมื่อเทียบกับอนุภาคที่ไม่เติม PVP ซึ่งมีขนาดอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 15 ไมโครเมตร



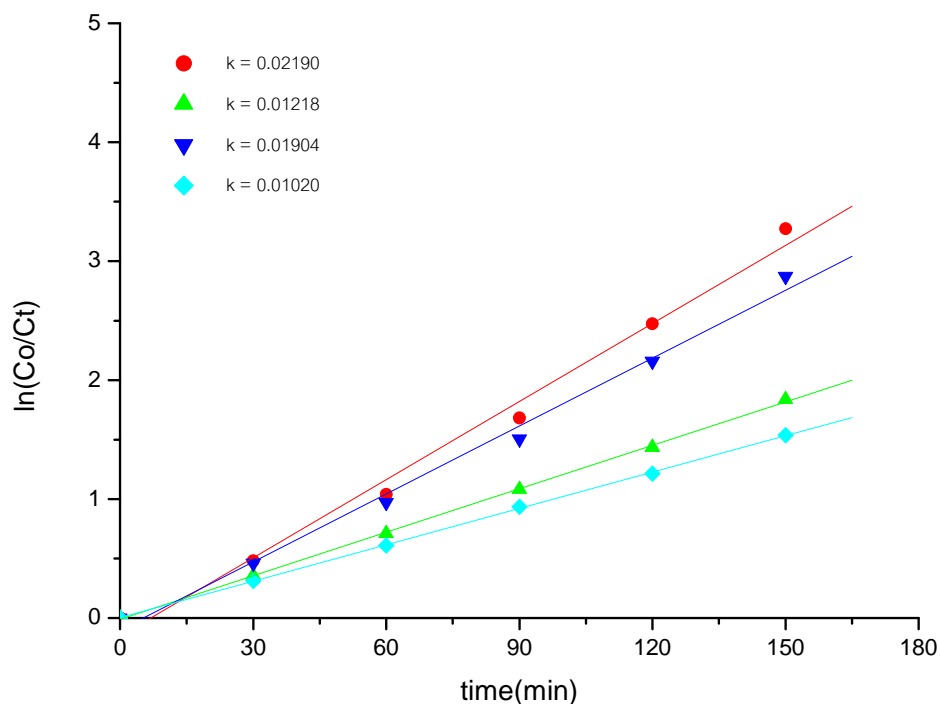
ภาพที่ 4.26 การกระจายของขนาดอนุภาคของของซิงก์ออกไซด์ ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และ เมทาแคลไซต์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยที่ ไม่เติม และเติมสาร PVP 0.05 กรัม

4.3.2.4 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

จากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\text{Co}/\text{Ct})$ กับเวลา ดังแสดงในภาพที่ 4.27 พบว่าค่า k ของสารตัวอย่างที่เติม PVP ในทุกปริมาณมีค่าต่ำกว่าสารตัวอย่างที่ไม่เติม PVP แสดงว่าการเติม PVP ส่งผลให้สมบัติโฟโตคะตะลิสต์มีประสิทธิภาพลดลง เนื่องจากเมื่อเติม PVP จะเกิดชั้นพอลิเมอร์ไปเคลือบรอบผิวของอนุภาค ซึ่งอาจถูกเผาไหม้ไม่หมด ดังนั้นจึงอาจส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ผิวอนุภาค จึงทำให้มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ลดลง ซึ่งการที่มีขนาดลดลงไม่ได้ช่วยส่งเสริมปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสต์

ตารางที่ 4.8 ค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา (k) ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 และเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสโดยเติม PVP ในปริมาณต่างกัน

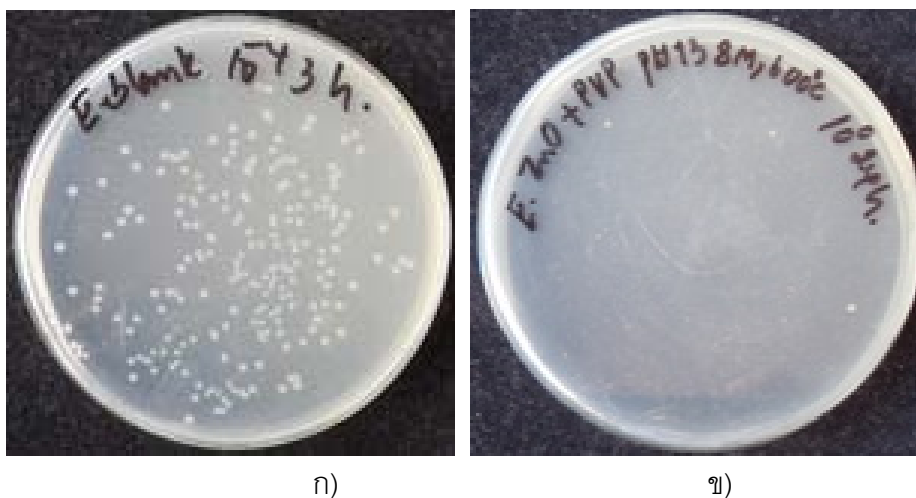
Sample	Amount of PVP (g)	k (min^{-1}) ($\times 10^{-3}$)
1	0	21.90
2	0.025	12.18
3	0.050	19.04
4	0.075	10.20



ภาพที่ 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(Co/Ct)$ กับเวลา หลังจากฉายแสง UV ของ สารละลายเมทิลีนบลูในสารแขวนลอยที่มี ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เคาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP ในปริมาณต่างกันโดย (●) ไม่เติม, (▲) 0.025, (▼) 0.05 และ (◆) 0.075 กรัม

4.3.2.5 สมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย

จากการนำผง ZnO ที่เตรียมจากความเข้มข้นของ NaOH 8 โมลาร์ ที่พีเอช 13 เคาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส และเติม PVP 0.05 กรัม ไปทดสอบการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียพบว่าประสิทธิภาพใกล้เคียงกับตัวอย่างที่ไม่เติมและเติม HPC ซึ่งสามารถยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียได้ 99.99 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในภาพที่ 4.28



ก)

ข)

ภาพที่ 4.28 การยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E.coli ของผงซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากการเติม PVP โดย ก) ไม่มี ZnO ข) ZnO ที่เติม PVP 0.05 กรัม

จากผลการทดสอบสมบัติการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียของผงตัวอย่างที่เตรียมจากภาวะที่ไม่เติมและเติมพอลิเมอร์ พบว่าสามารถยับยั้งการเติบโตแบคทีเรียได้ทุกภาวะ โดยซิงก์ออกไซด์มีสมบัติในการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรียโดยไม่ต้องอาศัยแสงเมื่อสัมผัสกับแบคทีเรียจะสามารถทำให้เกิดความเสียหายต่อเยื่อหุ้มเซลล์และเข้าไปทำลายเซลล์ของแบคทีเรีย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิงก์ออกไซด์ขนาดนาโนโดยใช้กากฝุ่นสังกะสีจากกระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนเป็นสารตั้งต้น โดยวิธี การตกตะกอน พบว่ามีหลายปัจจัยที่มีผลต่อ ขนาดผลึก ความบริสุทธิ์ ความเป็นผลึก พื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายตัวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ซึ่งส่งผลต่อสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ ได้แก่

1. ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอน ส่งผลต่อขนาดผลึก พื้นที่ผิวจำเพาะ ของซิงก์ออกไซด์ โดยเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นทำให้ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น ขนาดผลึกมีแนวโน้มใหญ่ขึ้น ทำให้สมบัติโฟโตคะตะลิสต์ลดลง

2. พีเอชที่ใช้ในการตกตะกอนส่งผลต่อการเกิดเฟส ความเป็นผลึก และสัณฐานของซิงก์ออกไซด์ โดยที่ค่าพีเอช 8 ถึง 10 สารที่ได้ประกอบไปด้วยซิงก์ออกไซด์ และสารประกอบซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต แต่เมื่อเพิ่มพีเอชเป็น 11 ถึง 13 ได้ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ ความเป็นผลึกมีแนวโน้มสูงขึ้น และสัณฐานของผลึกเปลี่ยนไปจากลักษณะทรงกลมเป็นแท่ง โดยที่ซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้ที่พีเอช 10 ให้สมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์สูงสุดเนื่องจากมีขนาดผลึกที่เล็ก ซึ่งการที่อนุภาคมีพื้นที่ผิวสูงไม่ได้แสดงสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ที่สูงเสมอไป ทั้งนี้ประกอบด้วยปัจจัยอื่นๆ ร่วมด้วย

3. อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ส่งผลต่อความเป็นผลึก ขนาดผลึก และความบริสุทธิ์ เมื่ออุณหภูมิการแคลไซน์สูงถึง 600 องศาเซลเซียส สามารถกำจัดซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์ใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งความเป็นผลึกที่สูงขึ้นจากการแคลไซน์ส่งผลให้อนุภาคที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส มีสมบัติโฟโตคะตะลิสต์มีประสิทธิภาพสูงสุด แม้ว่าพื้นที่ผิวลดต่ำลง

4. การเติมสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคด้วย HPC ในปริมาณที่เหมาะสม คือที่ประมาณ 0.05 กรัม ต่อสารละลายตั้งต้น 60 มิลลิลิตร ช่วยให้อนุภาคมีการกระจายตัวที่ดีขึ้นและส่งผลให้สมบัติโฟโตคะตะลิสต์มีประสิทธิภาพสูงขึ้นกว่าการไม่เติม HPC หรือการเติมที่น้อย และมากเกินไป ส่วนการเติมสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคด้วย PVP ไม่ได้ช่วยส่งเสริมสมบัติโฟโตคะตะลิสต์ แต่กลับทำให้มีประสิทธิภาพลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยเพิ่มเติม

- ศึกษาค่าประจุที่ผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ ด้วยการวัดค่า Zeta potential ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อสารช่วยกระจายตัวที่ใช้ และการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสต์

- ศึกษาการใช้สารช่วยกระจายตัวอื่นที่เหมาะสมกับอนุภาคที่เตรียม เพื่อลดการเกาะกลุ่มของอนุภาคซึ่งจะช่วยส่งเสริม ประสิทธิภาพโฟโตคะตะลิสต์

รายการอ้างอิง

- [1] Z. Fan and J. G. Lu. Zinc Oxide Nanostructures: Synthesis and Properties. (2001).
- [2] Z. Xin-Yu, I. et al. Ab Initio Comparative Study of Zincblende and Wurtzite ZnO. Chinese Physics Letter 24 (2007):1032.
- [3] A. Segura and J. A. Sans. Optical properties and electronic structure of rock-salt ZnO under pressure. Applied Physics Letters 83 (2003).
- [4] C. Li, I. et al. Preparation and performance of ZnO nanoparticle aggregation with porous morphology. Journal of Alloys and Compounds 475 (2009): 718-722.
- [5] J. J. VORA, I. et al. Kinetic Study of Application of ZnO as a Photocatalyst in Heterogeneous Medium. E-Journal of Chemistry 6(2) (2009): 531-536.
- [6] N. Daneshvar, I. et al. Preparation and Investigation of Photocatalytic Properties of ZnO Nanocrystals: Effect of Operational Parameters and Kinetic Study. World Academy of Science, Engineering and Technology 29 (2007).
- [7] O. Yamamoto, I. et al. Effect of lattice constant of zinc oxide on antibacterial characteristics. Journal of Material Science : Material in medicine 15 (2004): 847-851.
- [8] R. Rajendran, I. et al. Use of zinc oxide nano particles for production of antimicrobial textiles. International Journal of Engineering, Science and Technology 2 (2010): 202-208.
- [9] ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ. Nanotechnology with Healthy. วารสารนาโนเทคโนโลยี 2 (2) (2549): 2-6.
- [10] ฉลาด บรรเทา และ ชูสิทธิ์ ศรีสุทธิกมล. 2548. กระบวนการ Photocatalytic. <http://www.software602.com>. (4 สิงหาคม 2554).
- [11] L. Yansheng, I. et al. Regeneration of nano-ZnO photocatalyst by the means of soft-mechanochemical ion exchange method. Journal of Environmental Sciences Supplement (2009): S69-S72.
- [12] R.Y. Hong, I. et al. Synthesis, surface modification and photocatalytic property of ZnO nanoparticles. Powder Technology 189 (2009): 426-432.

- [13] R. Hong, I. et al. Synthesis and surface modification of ZnO nanoparticles. Chemical Engineering Journal 119 (2006): 71-81.
- [14] R. Ullah and J. Dutta. Photocatalytic activities of ZnO nanoparticles synthesized by wet chemical techniques. (2006).
- [15] R. Hong, I. et al. Synthesis and surface modification of ZnO nanoparticles. Chemical Engineering Journal 119 (2006): 71-81.
- [16] American Galvanizers Association. Hot-Dip Galvanizing for Corrosion Protection: A Guide to Specifying and Inspecting Hot-Dip Galvanized Reinforcing Steel. (2004).
- [17] K. Hayat, I. et al. Nano ZnO synthesis by modified sol gel method and its application in heterogeneous photocatalytic removal of phenol from water. Applied Catalysis A: General 393 (2011):122-129.
- [18] R. Hong, I. et al. Synthesis and surface modification of ZnO nanoparticles. Chemical Engineering Journal 119 (2006): 71-81.
- [19] J.E. Rodriguez-Peaz. Controlled precipitation methods: formation mechanism of ZnO nanoparticles. Journal of the European Ceramic Society 21 (2001): 925-930.
- [20] S. Rasouli and Sh. Saket. One Step Rapid Synthesis of Nano-Crystalline ZnO by Microwave-Assisted Solution Combustion Method. Progress in Color Colorants Coating 3(2010): 19-25.
- [21] M. J. Height, I. et al. Nanorods of ZnO Made by Flame Spray Pyrolysis. Chem. Mater 18 (2006): 572-578.
- [22] B.A. Rozenberg and R. Tenne. Polymer-assisted fabrication of nanoparticles and nanocomposites. Progress in polymer science 33 (2008): 40-112.
- [23] K. Shqau. Electrosteric dispersants used in colloidal processing of ceramics. Group inorganic material science (2004).
- [24] S. Music, I. et al. Precipitation of ZnO particles and their properties. Materials Letters 59 (2005): 2388 -2393.
- [25] M. A. Shah and M. Al-Shahry. Zinc Oxide Nanoparticles Prepared by the Reaction of Zinc Metal with Ethanol. JKAU: Science 21(2009): 61-67.

- [26] Y. Wang. Preparation of ZnO nanoparticles using the direct precipitation method in a membrane dispersion micro-structured reactor. Powder Technology 202 (2010): 130-136.
- [27] อุบลวรรณ ชูติพันธุ์ภิญโญ, การสังเคราะห์อนุภาคแอนนาเทสขนาดนาโนจากผงรูไทล์เชิงพาณิชย์. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (2550).
- [28] S.F. Wei, J.S. Lian and Q. Jiang. Controlling growth of ZnO rods by polyvinylpyrrolidone (PVP) and their optical properties. Applied Surface Science 255 (2009): 6978-6984.
- [29] A. Aimable, I. et al. Polymer-assisted precipitation of ZnO nanoparticles with narrow particle size distribution. Journal of the European Ceramic Society 30 (2010): 591-598.
- [30] A. Degen and M. Kosec. Effect of pH and impurities on the surface charge of zinc oxide in aqueous solution. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000): 667-673.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.

JCPDS (36-1451) ของซิงก์ออกไซด์

36-1451		Wavelength= 1.5405981			
ZnO	2 θ	Int	h	k	l
Zinc Oxide	31.770	57	1	0	0
	34.422	44	0	0	2
	36.253	100	1	0	1
Zincite, syn	47.539	23	1	0	2
Rad.: CuK α λ : 1.540598 Filter: Graph Mono d-sp: Diff.	56.603	32	1	1	0
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/Icor.:	62.864	29	1	0	3
Ref: McMurdie, H et al., Powder Diffraction, 1, 76 (1986)	66.380	4	2	0	0
	67.963	23	1	1	2
	69.100	11	2	0	1
	72.562	2	0	0	4
	76.955	4	2	0	2
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 $_{3mc}$ (186)	81.370	1	1	0	4
a: 3.24982(9) b: c: 5.20661(15) A: C: 1.6021	89.607	7	2	0	3
α : β : γ : Z: 2 mp:	92.784	3	2	1	0
Ref: Ibid.	95.304	6	2	1	1
	98.613	4	1	1	4
	102.946	2	2	1	2
	104.134	5	1	0	5
Dx: 5.675 Dm: SS/FOM: F $_{27} = 131(.0071 . 29)$	107.430	1	2	0	4
ω : η ω β : 2.013 ϵ γ : 2.029 Sign: + 2V:	110.392	3	3	0	0
Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I, 504	116.279	8	2	1	3
	121.572	4	3	0	2
	125.188	1	0	0	6
	133.932	3	2	0	5
	136.520	1	1	0	6
Color: Colorless	138.513	2	2	1	4
Peak height intensity. The approximate temperature of data collection was 26 C. References to other early patterns may be found in reference (5). The sample was obtained from the New Jersey Zinc Co., Bethlehem, Pennsylvania, USA. CAS #: 1314-13-2. The structure was determined by Bragg (1) and refined by Abrahams, Bernstein (2). $\sigma(I_{obs}) = \pm 0.01$. A high pressure cubic NaCl-type of ZnO is reported by Bates et al. (3) and a cubic, sphalerite type is reported by Radczewski, Schicht (4). S Zn type. Wurtzite SuperGroup, 2H Group. Also called: chinese white, zinc white.PSC: hP4. To replace 5-664 (5). Mwt: 81.38. Volume[CD]: 47.62.	142.918	3	2	2	0



JCPDS (04-0831) ของโลหะซิงก์

04-0831		Wavelength= 1.5405			
Zn	2 θ	Int	h	k	l
Zinc	36.295	53	0	0	2
	38.991	40	1	0	0
	43.230	100	1	0	1
Zinc, syn	54.333	28	1	0	2
	70.053	25	1	0	3
Rad.: CuK α 1	λ : 1.5405	Filter: Ni	Beta	d-sp:	
				70.657	21
Cut off:	Int.: Diffract.		l/lor.:	3.80	2
				77.024	2
Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 16 (1953)				82.098	23
				83.761	5
				86.553	17
				89.916	3
Sys.: Hexagonal		S.G.: P6 $_3$ /mmc (194)			5
				94.895	2
a: 2.665	b:	c: 4.947	A:	C: 1.8563	109.122
					115.791
α :	β :	γ :	Z: 2	mp: 420	116.378
Ref: Ibid.					124.040
					127.478
					131.831
					138.199
Dx: 7.136	Dm: 7.050	SS/FOM: F $_{20}$ = 55(.0182 , 20)			138.935
					9
ω :	η ω β : 2.58	σ :	Sign: 2V:		
Ref: Winchell, Elements of Optical Mineralogy, 1 (1927)					

Color: Bluish white
 Pattern taken at 26 C. Sample from New Jersey Zinc Company, Sterling Hill, New Jersey, USA. CAS #: 7440-66-6. Spectroscopic analysis shows faint traces of Pb, Cu, Mg, Si. Mg type. Zinc Group. PSC: hP2. Mwt: 65.38. Volume[CD]: 30.43.

JCPDS (03-0797) ของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต

03-0797		Wavelength= 0.70926		
Zn403(SO4)·7H2O	2 θ	Int	h	k l
Zinc Oxide Sulfate Hydrate	9.757	12		
	11.564	4		
	14.983	100		
	15.925	32b		
	18.988	16		
Rad.: MoK α 1	λ : 0.70926	Filter:	d-sp:	
Cut off:	Int.:	l/lor.:		
		22.598	4	
		23.520	4	
		25.941	80	
Ref: New Jersey Zinc Co., Palmerton, PA, USA, Private Communication		30.230	4b	
		34.676	2b	
		40.278	4b	
Sys.:	S.G.:			
a:	b:	c:	A:	C:
α :	β :	γ :	Z:	mp:
Ref:				
Dx:	Dm:	SS/FOM: F =		

Delete: see Berry comments January 31, 1957. Mwt: 531.68.



© 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.4

JCPDS (89-0138) ของซิงก์ไฮดรอกไซด์

89-0138		Wavelength= 1.54060										C		
ε-Zn(OH) ₂														
Zinc Hydroxide														
2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
20.182	999*	0	1	1	47.797	53	0	2	3					
20.910	804	1	0	1	49.162	59	2	0	3					
20.910		0	0	2	50.109	6	1	1	4					
25.068	55	1	1	0	51.505	15	2	2	0					
27.217	626	1	1	1	51.505		1	2	3					
27.217		0	1	2	52.478	77	2	1	3					
27.803	393	1	0	2	52.648	84	2	2	1					
32.893	322	1	1	2	54.572	14	0	3	1					
34.862	49	0	2	0	56.143	122	2	2	2					
36.258	69	0	1	3	56.143		0	2	4					
36.486	58	0	2	1	56.847	19	1	3	0					
36.612	79	2	0	0	57.188	58	0	1	5					
36.688	78	1	0	3	57.348	38	3	0	1					
38.171	47	2	0	1	57.438	56	2	0	4					
39.537	271	1	2	0	57.438		1	0	5					
40.796	231	2	1	0	57.971	130	1	3	1					
40.796		1	1	3	57.971		0	3	2					
41.003	65	1	2	1	59.256	16	3	1	0					
41.003		0	2	2	59.554	126	1	2	4					
42.158	185	2	1	1	60.352	59	3	1	1					
42.649	103	0	0	4	60.439	82	2	1	4					
45.163	24	1	2	2	60.439		1	1	5					
46.234	40	2	1	2	60.663	102	3	0	2					
46.318	26	0	1	4	61.265	12	1	3	2					

Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated
 Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icon.: 2.79
 Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++
 Ref: Stahl, R et al., Z. Anorg. Allg. Chem., 624, 1130 (1998)

Sys.: Orthorhombic S.G.: P2₁2₁2₁ (19)
 a: 4.905(3) b: 5.143(4) c: 8.473(2) A: 0.9537 C: 1.6475
 α: β: γ: Z: 4 mp:
 Ref: Ibid.

Dx: 3.089 Dm:

Peak height intensity, R-factor: 0.025. C.D. Cell: a=5.143, b=8.473, c=4.905, a/b=0.6070, c/b=0.5789, S.G.=P212121(19). PSC: oP20. Mwt: 99.39. Volume[CD]: 213.74.

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
61.676	18	2	2	3	82.198	7	3	3	1
63.421	4	0	3	3	82.321	19	1	3	5
63.571	11	3	1	2	82.321	19	0	4	3
65.966	39	3	0	3	83.562	1	3	2	4
65.966		0	2	5	84.379	8	3	1	5
66.114	22	0	0	6	84.500	5	1	1	7
66.540	36	2	3	0	85.179	8	2	4	0
66.540		1	3	3	85.179		1	4	3
67.080	4	2	0	5	86.083	6	2	4	1
67.519	43	2	3	1	86.444	5	4	0	3
67.876	4	3	2	0	88.387	17	2	2	6
68.750	34	3	1	3	88.988	17	0	4	4
68.895	41	3	2	1	88.988	17	4	1	3
68.895	41	2	2	4	89.395	6	0	2	7
69.171	21	1	0	6	89.80	4	3	3	3
69.844	9	2	1	5	89.936	8	0	3	6
70.562	20	2	3	2					
70.562		0	3	4					
71.897	45	1	1	6					
71.897		3	2	2					
73.047	1	3	0	4					
73.612	18	1	3	4					
73.612		0	4	0					
74.596	1	0	4	1					
75.514	14	2	3	3					
75.716	20	3	1	4					
76.537	4	1	4	0					
76.830	20	3	2	3					
76.971	10	0	2	6					
77.509	11	1	4	1					
77.509		0	4	2					
77.879	8	4	0	0					
77.879		2	2	5					
78.017	4	2	0	6					
78.798	8	4	0	1					
79.458	2	0	3	5					
79.855	1	1	2	6					
80.449	20	1	4	2					
80.449		4	1	0					
80.633	15	2	1	6					
81.241	12	3	3	0					
81.408	9	4	1	1					
81.653	10	0	1	7					
81.653		4	0	2					
81.912	10	1	0	7					



JCPDS (01-1086) ของซิงก์ซัลเฟต

01-1086		Wavelength= 0.709					
ZnSO ₄		2 θ	Int	h	k	l	
Zinc Sulfate Oxide		9.777	38	1	0	1	
		11.271	15	2	1	0	
		11.527	33	1	1	1	
Zinkosite		12.077	5	0	2	0	
		15.613	100	1	2	1	
Rad.: MoK α	λ : 0.709	Filter:		d-sp:			
Cut off:	Int.:			I/Icor.:			
				17.205	10	0	2
Ref: New Jersey Zinc Co., Palmerton, PA, USA, Private Communication				17.733	10	3	1
				19.626	5	2	0
				20.114	5	0	3
				20.628	25	3	2
Sys.: Orthorhombic	S.G.:			22.717	15	4	2
a: 8.58	b: 6.73	c: 4.76	A: 1.2749	23.240	25	3	3
			C: 0.7073	24.363	13	0	4
α :	β :	γ :	Z: 4	25.440	2	3	2
			mp:	25.765	5	0	0
Ref: The Structure of Crystals, 1st Ed.				26.270	23	1	4
				28.303	15	3	4
Dx: 3.901	Dm: 3.740	SS/FOM: F ₂₅ = 3(0.049 , 163)		29.123	10	1	2
				29.771	15	0	4
ω : 1.658	$\eta_{\omega\beta}$: 1.669	$\omega\gamma$: 1.670	Sign: - 2V: 15(15) *	32.157	2	1	5
Ref: Ibid.				33.785	1	3	5
				34.663	1	0	0
				35.909	1	7	2
				38.324	5	1	6
Color: Colorless							
C.D. Cell: a=6.730, b=8.580, c=4.760, a/b=0.7844,							
c/b=0.5548, S.G.=. Deleted by NBS card Set 8. Mwt: 161.44.							
Volume[CD]: 274.86.							



JCPDS (00-032-1475) ของซิงก์ออกไซด์ซัลเฟต

Pattern : 00-032-1475		Radiation = 1.540598		Quality : Indexed		
Zn ₃ O(SO ₄) ₂		2th	i	h	k	l
Zinc Oxide Sulfate		12.670	20	2	0	0
		13.512	16	-1	0	1
		13.562	16	1	0	1
		18.923	25	-1	1	1
		19.029	8	1	1	1
		22.422	50	-3	0	1
		22.659	50	3	0	1
		24.118	80	0	0	2
		25.458	80	4	0	0
		26.571	70	0	2	0
		27.165	14	-2	0	2
		27.438	45	2	0	2
		27.559	16	0	1	2
		28.785	8	-4	1	0
		29.505	45	2	2	0
		29.889	45	-1	2	1
		29.982	45	1	2	1
		30.294	2	-2	1	2
		30.517	2	2	1	2
		34.129	35	-5	0	1
		34.399	7	5	0	1
		35.136	80	-4	0	2
		35.583	80	4	0	2
		36.176	100	0	2	2
		36.712	2	-1	2	2
		37.026	10	-1	0	3
		37.105	85	-4	2	0
		37.653	8	-4	1	2
		38.084	8	4	1	2
		38.388	8	-2	2	2
		38.576	8	2	2	2
		39.456	25	-1	1	3
		42.696	45	-1	3	1
		43.495	2	-3	1	3
		43.917	10	3	1	3
		44.577	3	-4	2	2
		44.974	3	3	3	0
		45.790	9	-6	0	2
		46.284	2	6	0	2
		46.713	5	3	3	1
		46.892	2	-4	1	3
		47.228	5	7	0	1
		47.463	15	-6	2	0
		48.321	3	6	1	2
Lattice : Monoclinic S.G. : P21/n (14) a = 13.98700 b = 6.70600 c = 7.37900 a/b = 2.08574 c/b = 1.10036 beta = 90.69 Z = 4		Mol. weight = 404.25 Volume [CD] = 692.08 Dx = 3.880				
General comments : N phase of zinc oxide sulfate transforms to orthorhombic form above 420 C. Additional pattern : To replace 16-821. Additional pattern : See ICSD 15280 (PDF 71-2475). Data collection flag : Ambient.						
Spiess, M., Gruehn, Z. Anorg. Allg. Chem., volume 456, page 222 (1979)						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30= 33(0.0161,56)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Guinier				

JCPDS (44-675) ของซิงก์ซัลเฟตไฮดรอกไซด์

44-0675		Wavelength= 1.5418			
ZnSO ₄ ·3Zn(OH) ₂	2 θ	Int	h	k	l
Zinc Sulfate Hydroxide	12.397	100	0	0	1
	17.354	1	0	1	1
	21.204	1	1	2	0
	24.660	27	0	2	0
	25.084	93	0	0	2
Rad.: CuK α	λ : 1.5418	Filter: Mono	d-sp: Diff.		
Cut off:	Int.: Diffract.	I/Icor.:			
Ref: Bear, L. CSIRO Division of Mineral Chemistry, Victoria, Australia, Private Communication, (1987)	27.969	96	0	1	2
	32.731	78	1	3	0
	35.151	100	1	3	1
	37.295	5	0	3	0
	41.698	20	1	3	2
	45.272	3	2	2	1
Sys.: Triclinic	S.G.:				
a: 8.356(2)	b: 8.356(2)	c: 7.084(3)	A: 1.0000	C: 0.8478	
α : 90.00	β : 90.00	γ : 120.00	Z: 2	mp:	
Ref: Bear, I et al., Aust. J. Chem., 40, 539 (1987)	51.266	39	1	3	3
	52.113	9	4	4	1
	56.985	3	2	5	1
	58.407	19	1	5	0
	60.034	12	1	5	1
	62.500	33	2	1	4
	65.918	3	0	0	5
Dx: 3.563	Dm:	SS/FOM: F ₂₀ = 7(0.049 . 56)			
		68.60	3	2	6
		70.061	4	2	6
Color: White powder					
Integrated intensities. Pseudohexagonal. C.D. Cell: a=8.356,					
b=8.356, c=7.084. α =90.00, β =90.00, γ =120.00.					
a/b=1.0000, c/b=0.8478, S.G.=. Silicon used as an internal					
stand. Mwt: 459.62. Volume[CD]: 428.36.					



JCPDS (70-2324) ของโซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต

70-2324		Wavelength= 1.54060										C			
α-NaHSO ₄															
Sodium Hydrogen Sulfate															
Rad.: CuKα1	λ: 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated												
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Incr.: 0.68															
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)															
Ref: Sonneveld, E.J., Visser, J.W., Acta Crystallogr., Sec. B, 35, 1975 (1979)															
Sys.: Triclinic		S.G.: P1 (2)													
a: 7.005(1)	b: 7.125(1)	c: 6.712(1)	A: 0.9832	C: 0.9420											
α: 95.940(2)	β: 87.690(2)	γ: 104.480(2)	Z: 4	mp:											
Ref: Ibid.															
Dx: 2.472		Dm:													
Peak height intensity. R-factor: 0.059. C.D. Cell: a=7.005, b=7.125, c=6.712, α=95.94, β=92.31, γ=75.52, a/b=0.9832, c/b=0.9420, S.G.=P-1(2), PSC: aP28. Deleted by 87-837, WFM 1/01. Mwt: 120.06. Volume[CD]: 322.58.															

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
39.846	31	3	0	0	49.655	58	1	3	2	58.082	26	0	1	4	65.875	6	4	1	2
40.257	27	2	2	2	49.800	56	3	3	1	58.598	11	1	4	0	65.875		1	5	0
40.374	93	0	3	1	50.092	12	2	2	3	58.598		3	0	3	66.011	10	1	5	1
40.374		3	1	1	50.436	3	0	3	2	58.757	14	3	1	3	66.011	10	2	1	4
40.509	92	0	0	3	50.436	3	1	2	3	58.911	17	3	4	0	66.722	8	2	3	3
40.509		1	2	2	50.822	15	1	3	2	58.911		1	2	4	66.823	10	2	5	1
41.398	41	0	1	3	50.978	12	0	2	3	59.008	16	2	3	2	66.823	10	2	4	0
41.717	41	3	1	1	51.194	21	1	2	3	59.233	54	1	1	4	67.435	50	3	1	4
41.717	41	2	3	0	51.544	29	2	2	2	59.233	54	4	1	0	67.435	4	4	1	1
41.783	25	2	2	0	51.544		1	4	0	59.529	10	4	2	2	67.645	28	5	2	0
42.006	30	1	3	1	51.971	36	1	4	1	59.772	13	4	3	1	67.909	15	1	4	2
42.006	30	3	2	0	52.301	119	3	2	2	59.988	22	3	2	2	67.909		5	1	1
42.329	10	1	1	3	52.301		3	3	1	60.199	19	2	1	4	68.029	26	3	2	3
42.329		3	0	1	52.682	15	2	3	2	60.434	16	1	1	4	68.029		2	2	4
42.536	17	1	0	3	52.877	39	3	1	2	60.740	33	4	1	2	68.238	14	0	5	0
42.621	10	2	3	1	53.386	74	2	1	3	60.740		0	3	3	68.339	7	0	5	1
42.861	19	2	1	2	53.516	91	2	3	0	60.863	23	4	0	2	68.339		4	3	2
42.934	19	1	0	3	53.516	91	4	1	1	60.863		4	1	1					
42.934		0	3	1	53.633	64	1	3	3	61.270	7	2	2	3					
43.326	11	2	2	1	53.633		3	1	2	61.628	8	1	4	1					
43.669	52	1	2	2	53.797	29	3	2	0	61.718	8	1	4	2					
43.934	29	0	1	3	53.797		0	4	1	61.718	8	3	1	3					
44.203	6	2	2	2	54.031	22	4	2	0	61.991	3	3	2	2					
44.716	11	2	2	1	54.031		4	0	0	62.136	8	3	4	1					
44.716	11	1	3	0	54.345	33	3	3	2	62.136	8	2	2	4					
44.817	10	1	1	3	54.451	33	2	3	1	62.330	10	2	0	4					
45.189	22	3	1	0	54.451		1	2	3	62.535	5	2	3	2					
45.189		1	1	3	54.636	34	0	3	3	62.676	16	1	2	4					
45.270	14	3	2	1	54.909	39	1	3	2	62.838	19	3	1	3					
45.270		2	3	1	54.909		1	4	1	62.838		2	3	3					
45.818	32	1	3	1	55.100	22	3	2	1	62.964	12	3	4	2					
45.818		0	3	2	55.100		2	2	3	62.964		4	2	2					
46.259	19	1	2	3	55.340	6	0	1	4	63.604	27	1	4	3					
46.480	129	3	1	2	55.750	2	4	0	1	63.604	27	2	1	4					
47.095	2	3	1	1	55.750		3	1	3	63.788	17	4	3	2					
47.402	7	2	1	3	56.038	24	1	1	4	64.280	1	2	1	4					
47.507	16	3	1	1	56.225	33	2	3	3	64.280		0	2	4					
47.738	61	2	3	2	56.321	36	2	3	1	64.566	4	1	2	4					
48.244	4	3	0	2	56.799	17	4	2	1	64.691	6	3	3	0					
48.629	8	3	2	2	56.799		2	4	1	64.691		1	3	3					
48.762	14	3	1	2	56.980	10	1	0	4	65.007	13	1	3	4					
48.964	169	3	0	2	57.308	4	3	2	3	65.168	9	2	4	3					
48.964		2	2	2	57.944	47	2	2	3	65.318	6	0	4	3					
49.101	97	3	3	0	57.944	47	0	4	2	65.559	11	3	3	1					

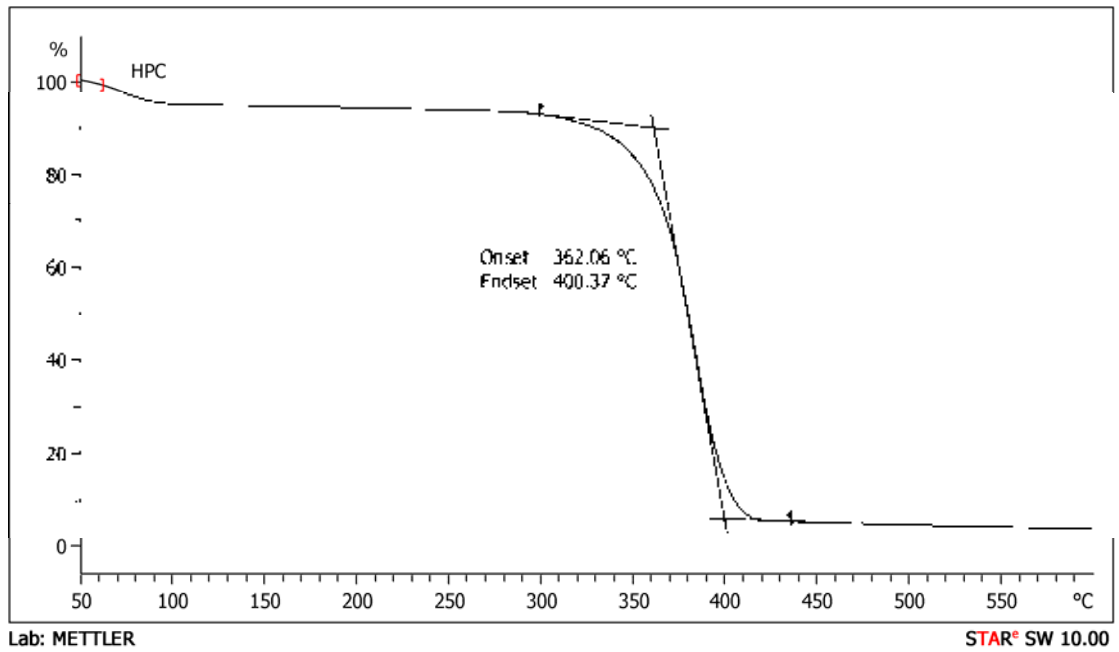


JCPDS (00-030-1194) ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไฮเดรต

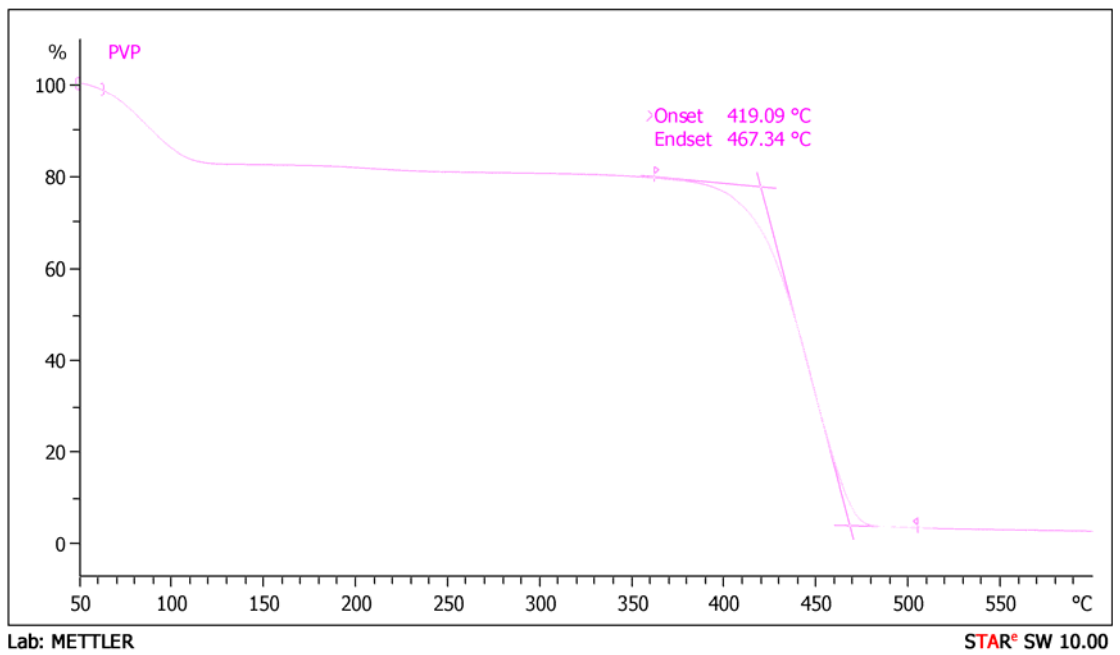
Pattern : 00-030-1194		Radiation = 1.540600		Quality : High		
NaOH·H ₂ O		<i>d</i> (Å)	<i>i</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Sodium Hydroxide Hydrate		5.92000	100	0	2	0
		4.08000	3	1	1	1
		3.10800	10	2	0	0
		3.04000	6	0	0	2
		2.96300	50	0	4	0
		2.94500	20	0	1	2
		2.76800	12	2	0	1
		2.70600	12	0	2	2
		2.69500	55	2	1	1
		2.67400	12	1	4	0
		2.66100	14	1	1	2
		2.50800	40	2	2	1
		2.47900	55	1	2	2
		2.44700	25	1	4	1
		2.41000	4	0	3	2
		2.26700	40	2	3	1
		2.24700	1	1	3	2
		2.14600	6	2	4	0
		2.13800	10	2	1	2
		2.12200	8	0	4	2
		2.02200	12	2	4	1
		2.00800	18	1	4	2
		1.97470	3	0	6	0
		1.95420	4	3	2	0
		1.93490	6	3	1	1
		1.90240	35	1	1	3
		1.88210	8	1	6	0
		1.86930	14	0	5	2
		1.86220	25	3	2	1
		1.83230	2	1	2	3
		1.79780	14	1	6	1
		1.75690	8	3	3	1
		1.73270	2	1	3	3
		1.69880	18	3	4	0
		1.65490	4	0	6	2
		1.64560	8	3	2	2
		1.63540	6	3	4	1
		1.57160	2	3	3	2
		1.56070	1	2	3	3
		1.55380	5	4	0	0
		1.50550	3	4	0	1
		1.49540	3	1	5	3
		1.48170	2	0	8	0
		1.47320	1	2	4	3
		1.45970	1	4	2	1
		1.43820	3	3	1	3
		1.41890	4	0	3	4
		1.38200	2	1	3	4
		1.34790	3	4	2	2
		1.33140	2	0	8	2
		1.30570	6	2	8	1
Lattice : Orthorhombic S.G. : Pcab (61)		Mol. weight = 58.01 Volume [CD] = 447.88				
a = 6.21720 b = 11.84900 c = 6.07970 a/b = 0.52470 c/b = 0.51310		Dx = 1.721 Z = 8 I/cor = 0.90				
Melting point: 65 C Sample source or locality: Sample obtained by exposure of very pure sodium to air. General comments: Lines from sodium hydroxide omitted. Additional pattern: To replace 3-89. Data collection flag: Ambient.						
Visser, J., Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands., ICDD Grant-in-Aid (1977)						
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54060 SS/FOM : F30= 83(0.0095,38)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Guinier Internal standard : Si				

ภาคผนวก ข

กราฟ TG/DTA ของ HPC



กราฟ TG/DTA ของ PVP



ภาคผนวก ค

ผลการทดสอบการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย E. coli ของซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมจากภาวะต่างๆ

Sample	CFU/ml	% Reduction
Blank	1.4×10^7	-
ZnO pH13, 8M 600°C	1.0×10	99.99
ZnO + PVP 0.05g, pH13, 8M 600°C	2.0×10	99.99
ZnO + HPC 0.05, pH13, 8M 600°C	1.0×10	99.99

การคำนวณเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย (% Reduction)

$$R = 100(A-B)/A$$

โดยที่ R คือ เปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย

A คือ จำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อของจานควบคุม

B คือ จำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อที่มีสารตัวอย่าง

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวทิพนเตร นิลผาย เกิดวันที่ 12 กันยายน พ.ศ. 2526 ที่จังหวัดเลย สำเร็จการศึกษา มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนมัธยมสันติวิทยาสุวรรณ สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเทคโนโลยีอัญมณี วิทยาลัยอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา เดือนมีนาคม พ.ศ. 2550 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาเทคโนโลยี เซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสำเร็จการศึกษาดูลาคม พ.ศ. 2554

การนำเสนอผลงานทางวิชาการระดับนานาชาติแบบ Poster presentation เรื่อง “Synthesis of zinc oxide nanoparticles using zinc-ash waste from galvanizing plant” ในการประชุมทางวิชาการ *Pure and Applied Chemistry International Conference* วันที่ 5-7 มกราคม พ.ศ. 2553 จัดโดย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ณ โรงแรมมิราเคิล แกรนด์ กรุงเทพมหานคร และได้รับการตีพิมพ์ผลงานแบบ Proceeding

การนำเสนอผลงานระดับชาติแบบ Oral presentation เรื่อง “Effects of preparation paramiters on photocatalytic activity of zinc oxide using waste from hot-dip galvanizing process” การประชุมทางวิชาการ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 37 วันที่ 12 ตุลาคม 2554 จัดโดย มหาวิทยาลัยมหิดล ณ โรงแรมเซนทารา แกรนด์ กรุงเทพมหานคร