

การแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวสำหรับประยุกต์เพื่อดำเนินแบคทีเรีย

นางสาวอัษฎิษฐา วงศ์ประพัทธ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

INTERCALATION OF SILVER NANOPARTICLE IN KAOLIN FOR ANTIBACTERIAL APPLICATION

Miss Unchista Wongprat

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 2008

Copyright of Chulalongkorn University

อัญชิษฐา วงศ์ประทัด : การแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวสำหรับประยุกต์เพื่อต้านแบคทีเรีย. (INTERCALATION OF SILVER NANOPARTICLE IN KAOLIN FOR ANTIBACTERIAL APPLICATION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : อ. ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า
คะชีมา, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ผศ. ดร.ชื่นจิต ประภคิตชัยวัฒนา, 97 หน้า.

การพัฒนาวัสดุให้มีสมบัติการต้านแบคทีเรียได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นในปัจจุบัน ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเพิ่มสมบัติการต้านแบคทีเรียในดินเหนียว ซึ่งเป็นวัตถุดิบหลักในอุตสาหกรรมเซรามิก และเนื่องจากแร่กาอลินไนท์ ซึ่งเป็นแร่องค์ประกอบหลักที่พบในดินเหนียวมีลักษณะโครงสร้างเป็นชั้นๆ อนุภาคเงินระดับนาโนจึงถูกแทรกเข้าไปในช่องว่างภายในชั้นของดินระหว่างชั้นของ octahedral และ tetrahedral sheets (OT sheets) โดยมีแนวความคิดว่าชั้นดินจะช่วยป้องกันไม่ให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดการสลายตัวไปที่อุณหภูมิสูง การทดลองเริ่มด้วยการขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ เพื่อให้รอยต่อระหว่างชั้น OT ในแร่กาอลินไนท์ขยายตัวออก จากนั้นเติมสารละลาย $AgNO_3$ ลงไปโดยควบคุมอัตราส่วนของ Ag ต่อดินเหนียวที่ 0.1-20.0% และรีดิวซ์ไอออนเงิน (Ag^+) ให้เป็นอนุภาคเงิน (Ag) ด้วย $NaBH_4$ กรองและปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ผลวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แสดงให้เห็นว่า อนุภาคเงินแทรกตัวเข้าไปในชั้นรอยต่อระหว่างชั้น OT ในแร่กาอลินไนท์จริง และมีอนุภาคเงินบางส่วนที่ไม่ได้แทรกเข้าไปเพียงแต่กระจายตัวอยู่ที่ผิวด้านนอกของแผ่นดินเท่านั้น สุดท้ายได้ทดสอบสมบัติต้านแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว ณ อุณหภูมิต่างๆ เพื่อหาปริมาณอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่แสดงฤทธิ์ต้าน *E. coli* ที่เหมาะสม โดยพบว่า 1, 0.3 และ 1% Ag แสดงฤทธิ์ต้านแบคทีเรียที่ อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 250 °C และที่อุณหภูมิ 1200 °C ตามลำดับ ฤทธิ์การต้านแบคทีเรีย ณ อุณหภูมิต่างๆ แสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิขึ้นรูปเป็นปัจจัยที่ส่งผลโดยตรงต่อสมบัติต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2552

ลายมือชื่อผู้คิด.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

5072566123 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: INTERCALATION / SILVER / NANOPARTICLE / KAOLIN / ANTIBACTERIAL

UNCHISTA WONGPRATAT : INTERCALATION OF SILVER NANOPARTICLE IN

KAOLIN FOR ANTIBACTERIAL APPLICATION. ADVISOR : DUJREUTAI PONGKAO

KASHIMA, Ph.D., CO-ADVISOR : CHEUNJIT PRAKITCHAIWATTANA, Ph.D., 97 pp.

The development of materials having antibacterial properties has been of great interest. In this research, the antibacterial activity of kaolin which is one of important raw materials in ceramic industries would be enhanced. According to the layered structure of Kaolinite, a major mineral found in kaolin, silver nanoparticles were intercalated in an interlamellar space between octahedral and tetrahedral sheets (OT sheets). Based upon this concept, silver nanoparticles would be protected in a layer structure of Kaolinite and they would not be decomposed even at the high temperature. Prior to this step, dispersion of Kaolinite was achieved by dimethyl sulfoxide (DMSO) in order to promote the swelling in lamellae, then it was suspended in aqueous AgNO_3 solution with adjusting ratio of Ag to kaolin from 0.1-20.0%. Finally the adsorbed Ag^+ was reduced to Ag by NaBH_4 , filtered and dried at the room temperature. As a result the as-received silver nanoparticle-Kaolinite was obtained. XRD patterns showed that there were silver nanoparticles intercalated between the OT sheets of the modified Kaolinite. Moreover, with the higher ratio of Ag/Kaolinite, more silver nanoparticles dispersed on the plate of the modified clay. Finally, inhibitory to growth of *Escherichia coli* was also tested at 3 represented temperature to find the optimum inhibitory concentration of silver nanoparticle. The results were 0.1, 0.3 and 1% Ag at room temperature, 250°C and 1200°C respectively. These results confirmed that fabrication temperature plays a role in antibacterial activity of the silver nanoparticle intercalated Kaolin.

Department Materials Science

Field of study Ceramic Technology

Academic year 2008

Student's signature.....

Advisor's signature.....

Co-advisor's signature.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยดี ต้องขอขอบคุณ ความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ดังนี้

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา และอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชื่นจิต ประภิตชัยวัฒนา ที่ให้ความช่วยเหลือ คำชี้แนะ ช่วยชี้แนะแนวทางในการแก้ไขปัญหา ให้ความรู้ และแง่คิดที่ดีต่อการทำงานวิจัยและการดำเนินชีวิต ตลอดจนมอบโอกาสและประสบการณ์ที่ดีแก่ข้าพเจ้า

คณาจารย์ และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่ให้ความรู้ ตลอดจนอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ ด้วยดีมาโดยตลอด

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และคำแนะนำวิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบคุณคณาจารย์ และเพื่อนๆ นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความรู้และให้คำแนะนำ ตลอดจนสอนเทคนิคการทดสอบแบบที่เรียกให้

พีธนิต เจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาจุลชีววิทยา พิธนากร เจ้าหน้าที่ประจำเครื่องมือ SEM จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์ผลการทดลองให้

ดร. เทพีวรรณ จิตรวัชรโกมล กรมวิทยาศาสตร์ ที่ให้ความช่วยเหลือในการให้ยืมอุปกรณ์ เพื่อใช้ในงานวิจัยครั้งนี้

ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง (ADB) ที่ให้ทุนสนับสนุนด้านการศึกษาและการทำงานวิจัย

พี่ๆ เพื่อนๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ สาขาเทคโนโลยีเซรามิกทุกคน ที่คอยให้ความช่วยเหลือ ให้กำลังใจมาโดยตลอด

สุดท้ายขอขอบพระคุณพ่อ แม่ พี่สาว ครอบครัววงศ์ประทัต ที่ให้การอบรมสั่งสอนเลี้ยงดู ให้การสนับสนุน เป็นกำลังใจ พร้อมทั้งมอบโอกาสและประสบการณ์ที่ดีแก่ข้าพเจ้าเสมอมา

สารบัญ

หน้า

| | |
|---|----|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ง |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | จ |
| กิตติกรรมประกาศ..... | ฉ |
| สารบัญ..... | ช |
| สารบัญตาราง..... | ญ |
| สารบัญภาพ..... | ฎ |
| บทที่ 1 บทนำ..... | 1 |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย..... | 2 |
| 1.3 ขอบเขตของการวิจัย..... | 2 |
| 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ..... | 2 |
| บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 3 |
| 2.1 โครงสร้างและความรู้พื้นฐานของแร่ดิน | 3 |
| 2.1.1 โครงสร้างทั่วไปของแร่ดิน..... | 3 |
| 2.2 โครงสร้างชั้นดินแบบ 1:1 เกาลิน..... | 7 |
| 2.2.1 เกาลินไนท์ (Kaolinite)..... | 8 |
| 2.2.2 ฮาลอยไซต์ (Halloysite)..... | 14 |
| 2.2.3 มัลไลท์ (mullite)..... | 15 |
| 2.3 โครงสร้างชั้นดินแบบ 2:1..... | 16 |
| 2.3.1 กลุ่มมอนมอริลโลไนท์ (montmorillonite)..... | 16 |
| 2.3.2 กลุ่มอิลไลท์ (Illite)..... | 17 |
| 2.3.3 แร่เวอร์มิคูไลท์ (Vermiculite)..... | 17 |
| 2.3.4 แร่คลอไรต์ (Chlorite)..... | 17 |
| 2.4 กระบวนการผลิตดินในทางอุตสาหกรรม..... | 18 |
| 2.4.1 กระบวนการตกผลึกและการทำให้ดินมีความบริสุทธิ์..... | 18 |
| 2.5 การประยุกต์ใช้งานของดิน..... | 21 |
| 2.5.1 ดินและแร่ดินที่ใช้ในอุตสาหกรรม (Industrial uses)..... | 22 |
| 2.5.2 การประยุกต์ใช้งานของดินเกาลิน..... | 23 |

หน้า

| | |
|---|----|
| 2.6 การแทรกสารอินทรีย์ในดิน..... | 26 |
| 2.6.1 ปฏิกริยาการแทรกของแร่แคลิไนท์..... | 27 |
| 2.7 ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl Sulfoxide: DMSO)..... | 32 |
| 2.8 สมบัติการต้านแบคทีเรีย (antibacterial) | 33 |
| 2.8.1 กลไกการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงิน..... | 34 |
| 2.8.2 สมบัติทั่วไปของอนุภาคเงิน..... | 37 |
| 2.9 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 38 |
| บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย..... | 39 |
| 3.1 สารเคมีและวัสดุดิบในการทดลอง..... | 39 |
| 3.2 แผนผังการเตรียมตัวอย่าง Ag/Kaolinite..... | 40 |
| 3.3 การเตรียมตัวอย่าง Ag/Kaolinite..... | 41 |
| 3.3.1 ขยายขนาดของชั้นดิน..... | 41 |
| 3.3.2 แทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินเหนียว..... | 41 |
| 3.3.3 การรีดิวซ์ไอออนของอนุภาคเงิน..... | 41 |
| 3.3.4 การเผาสารตัวอย่าง..... | 42 |
| 3.4 แผนผังงานวิจัย..... | 43 |
| 3.5 การวิเคราะห์สมบัติของสารตัวอย่าง..... | 44 |
| 3.5.1 วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบ ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว..... | 44 |
| 3.5.2 วิเคราะห์ผลการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโน ในดินเหนียวต่อการต้านแบคทีเรีย..... | 47 |
| 3.5.3 วิเคราะห์ผลของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว ต่อการต้านแบคทีเรีย..... | 47 |
| 3.5.4 วิเคราะห์ผลของอุณหภูมิของอนุภาคเงินระดับนาโน ในดินเหนียวต่อการต้านแบคทีเรีย..... | 49 |
| บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล..... | 50 |
| 4.1 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียว..... | 50 |
| 4.2 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียว ที่ถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วย ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)..... | 52 |

| | |
|---|----|
| 4.3 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียวที่ ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโน..... | 55 |
| 4.4 สมบัติการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว..... | 60 |
| 4.5 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว..... | 61 |
| 4.6 สมบัติเชิงความร้อนของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว..... | 63 |
| 4.7 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียว ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 250 และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง..... | 67 |
| 4.8 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 250 และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง..... | 71 |
| บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ..... | 76 |
| 5.1 สรุปและอภิปรายผลการวิจัย..... | 76 |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ..... | 76 |
| รายการอ้างอิง..... | 78 |
| ภาคผนวก..... | 81 |
| ภาคผนวก ก..... | 82 |
| ภาคผนวก ข..... | 86 |
| ภาคผนวก ค..... | 90 |
| ภาคผนวก ง..... | 91 |
| ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... | 97 |

สารบัญตาราง

หน้า

| | |
|---|----|
| ตารางที่ 2.1 รูปแบบโครงสร้างและชื่อของแร่ ชนิดต่างๆ | 7 |
| ตารางที่ 2.2 ไอออนในโครงสร้างกาอลินไนท์ (Kaolinite) | 11 |
| ตารางที่ 2.3 สมบัติต่างๆของกาอลินไนท์ (Kaolinite) | 13 |
| ตารางที่ 2.4 รูปแบบโครงสร้างและชื่อของแร่..... | 18 |
| ตารางที่ 2.5 การใช้แร่ดินที่ความถี่ต่อการเกิดปฏิกิริยาในอุตสาหกรรม..... | 23 |
| ตารางที่ 2.6 เงื่อนไขปฏิกิริยา และ basal spacing ของการแทรกสารประกอบในกาอลิน..... | 29 |
| ตารางที่ 2.7 สมบัติทั่วไปของแร่ธาตุเงิน | 37 |
| ตารางที่ 3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง..... | 39 |
| ตารางที่ 3.2 ตัวแปรการใช้เครื่อง X-ray Diffraction..... | 44 |
| ตารางที่ 3.3 หมู่ฟังก์ชันในช่วงเลขคลื่นต่างๆ..... | 46 |
| ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุองค์ประกอบของดินกาอลิน (ดินขาวระนอง) ด้วยเทคนิค XRF..... | 51 |
| ตารางที่ 4.2 จำนวน <i>E. coli</i> และเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่ความเข้มข้นใน การแทรกอนุภาคเงินในดินกาอลินต่างๆ (0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, และ 10.0% Ag)..... | 63 |
| ตารางที่ 4.3 จำนวน <i>E. coli</i> และเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่ความเข้มข้น ในการแทรกอนุภาคเงินในดินกาอลิน 0.1% Ag ที่อุณหภูมิห้อง, 250 °C และ 1200 °C..... | 72 |

สารบัญภาพ

หน้า

| | |
|--|----|
| รูปที่ 2.1 (a) tetrahedron (TO_4) และ (b) tetrahedral sheet | 3 |
| รูปที่ 2.2 (a) O_{oct} จัดเรียงตัวแบบ cis-octahedron และ trans-octahedron (b) บริเวณของตำแหน่ง cis- trans-sites ใน octahedral sheet | 4 |
| รูปที่ 2.3 แบบจำลองโครงการเรียงตัวของชั้นดินแบบ 1:1 และ 2:1 | 5 |
| รูปที่ 2.4 (a) trioctahedral sheet (b) dioctahedral sheet..... | 5 |
| รูปที่ 2.5 โครงสร้างของดิน..... | 6 |
| รูปที่ 2.6 alumina octahedral unit และ alumina octahedral sheet | 9 |
| รูปที่ 2.7 silica tetrahedral unit และ silica tetrahedral sheet | 9 |
| รูปที่ 2.8 โครงสร้างผลึกของเกาลินไนท์ | 10 |
| รูปที่ 2.9 รูปร่างพื้นฐานของผลึกแร่เกาลินไนท์..... | 10 |
| รูปที่ 2.10 โครงสร้างผลึกของเกาลินไนท์ ที่ออกแบบโดย Brindley และ Nakahira..... | 11 |
| รูปที่ 2.11 โครงสร้างของเกาลินไนท์..... | 11 |
| รูปที่ 2.12 การจัดเรียงตัวของ tetrahedral (light) และ octahedral (dark) sheets ของโครงสร้างผลึกเกาลินไนท์..... | 12 |
| รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกของเกาลินไนท์..... | 13 |
| รูปที่ 2.14 ปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงเฟสในขั้นตอนการเผา..... | 14 |
| รูปที่ 2.15 โครงสร้างผลึกของฮาลอยไซต์..... | 15 |
| รูปที่ 2.16 การประยุกต์ใช้งานของมลัไลท์ในด้านการเป็นวัสดุทนไฟ..... | 16 |
| รูปที่ 2.17 dry processing สำหรับ ดินเกาลิน และ เบนโตไนท์..... | 20 |
| รูปที่ 2.18 โรงงานผลิตดินเกาลินใน Georgia, USA..... | 21 |
| รูปที่ 2.19 ปฏิกิริยาเคมีที่ช่องว่างระหว่างชั้นดินของดินที่มีโครงสร้างแบบ 1:1 และ 1:2..... | 27 |
| รูปที่ 2.20 สูตรโครงสร้างพันธะของสารประกอบที่จะนำมาทำการแทรกในชั้นดิน เกาลิน..... | 28 |
| รูปที่ 2.21 การแทรกของ urea (จะเกิดการ saturate ที่ $65^{\circ}C$) ในเกาลินไนท์ที่มีขนาดอนุภาคต่างๆ..... | 30 |
| รูปที่ 2.22 กลไกของการแทรก ตำแหน่งการเกิด N nucleation..... | 31 |
| รูปที่ 2.23 สูตรโครงสร้างของไดเมทิลซัลฟอกไซด์..... | 32 |
| รูปที่ 2.24 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานของไดเมทิลซัลฟอกไซด์..... | 33 |

| | |
|---|----|
| รูปที่ 2.25 กลไกการทำงานของอนุภาคเงินในการต้านแบคทีเรีย..... | 35 |
| รูปที่ 2.26 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะภายในของ (a) เชื้อ <i>E. coli</i> ในภาวะปกติ (b) เชื้อ <i>E. coli</i> ในภาวะที่สัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโน..... | 36 |
| รูปที่ 2.27 ภาพถ่าย TEM ของ (a) เชื้อ <i>E. coli</i> ที่มีอนุภาคเงินระดับนาโน แทรกผ่านเข้าไปภายในผนังเซลล์..... | 36 |
| รูปที่ 2.28 อะตอมและไอออนของเงิน..... | 37 |
| รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมตัวอย่าง Ag/Kaolinite..... | 40 |
| รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว..... | 42 |
| รูปที่ 3.3 อุณหภูมิและเวลาในการเผาผลิกลีกสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1200 °C..... | 43 |
| รูปที่ 3.4 แผนผังงานวิจัย..... | 43 |
| รูปที่ 3.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบระนาบของผลึก..... | 45 |
| รูปที่ 3.6 วิธี spread plate..... | 48 |
| รูปที่ 3.7 เพื่อให้จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานอาหารอยู่ในช่วง ที่สามารถนับได้ | 49 |
| รูปที่ 4.1 ลักษณะโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียว..... | 50 |
| จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และจากภาพถ่าย SEM | |
| รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ดินเหนียว และ ดินเหนียวที่ถูกแทรก ด้วยโมเลกุลของน้ำ, DMSO ที่ระยะเวลาต่างๆ..... | 52 |
| รูปที่ 4.3 ระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ของดินเหนียว และดินเหนียว ที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินระยะเวลา 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง..... | 54 |
| รูปที่ 4.4 อัตราการเพิ่มขึ้นของระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ที่ระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดิน 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง..... | 55 |
| รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ดินเหนียว และ ดินเหนียวที่ ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ไม่ได้ขยายขนาดชั้นดิน และขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO..... | 56 |
| รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ดินเหนียว และ ดินเหนียว ที่ถูกแทรกด้วยโมเลกุลของน้ำ, DMSO ที่ระยะเวลาต่างๆ..... | 57 |
| รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุใช้เทคนิค EDS ของดินที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินที่ผ่านการขยายขนาด ชั้นดินด้วย DMSO..... | 59 |

รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของดินเหนียว และดินเหนียว
 ที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโน.....60

รูปที่ 4.9 สมบัติการต้านแบคทีเรีย *E. coli* ของดินเหนียว และดินเหนียว
 ที่ทำการแทรกอนุภาคเงิน.....62

รูปที่ 4.10 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินเหนียว.....64

รูปที่ 4.11 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินเหนียวที่ทำการขยายชั้นดิน
 ด้วย DMSO.....65

รูปที่ 4.12 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินเหนียวที่ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงิน.....66

รูปที่ 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเหนียวที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ
 250 °C และ 1200 °C เทียบกับที่อุณหภูมิ ห้องที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag.....68

รูปที่ 4.14 หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุในช่วงเลขคลื่น
 450 - 4000 cm^{-1} ของดินเหนียว ดินเหนียวที่ขยายขนาดของชั้นดินด้วย
 DMSO และอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ความเข้มข้น 0.1%.....69

รูปที่ 4.15 หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุในช่วงเลขคลื่น
 450 - 4000 cm^{-1} ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ความเข้มข้น 0.1%
 ที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 250 °C และที่อุณหภูมิ 1200 °C.....70

รูปที่ 4.16 สมบัติการต้านแบคทีเรีย *E. coli* อนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว
 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 250 °C และ 1200 °C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง.....71

รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย TEM ของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินที่ความเข้มข้น
 และอุณหภูมิในการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวต่างๆ.....75

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การพัฒนาวัสดุให้มีสมบัติด้านแบคทีเรียที่นั่นจัดเป็นแนวคิดใหม่ที่เกิดขึ้นในปัจจุบันนี้ โดยมีการพัฒนาให้เกิดสมบัติดังกล่าวในผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น สี เครื่องครัว อุปกรณ์ในโรงเรียนและโรงพยาบาล ฯลฯ สารอนินทรีย์ที่มีสมบัติด้านแบคทีเรียที่ดีควรมีลักษณะที่สำคัญคือ มีความเสถียรทางเคมี ทนความร้อนสูง ปลอดภัยต่อผู้ใช้งาน และมีอายุการใช้งานนานตลอดอายุของผลิตภัณฑ์^[1] สารอนินทรีย์ที่มีสมบัติด้านแบคทีเรียส่วนใหญ่เป็นสารจำพวกไอออนของโลหะ เช่น Ag^+ , Hg^+ , Zn^{2+} และ Cu^{2+} เป็นต้น โดยมีการผสม Ag^+ และ Cu^{2+} ลงในส่วนผสมทางเซรามิกโดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออนในวัตถุดิบตั้งต้น เช่น ซีโอไลต์ และวัตถุดิบที่เป็นอะลูมิเนียมซิลิเกต^[2] เนื่องจากวัตถุดิบเหล่านี้มีสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนสูง พื้นที่ผิวสูง พื้นผิวมีประจุเป็นลบ เชื่อยต่อปฏิกิริยาทางเคมีและมีความเป็นพิษต่ำ^[3]

ในปัจจุบันมีการนำโลหะเงินมาใช้เป็นสารด้านแบคทีเรียอย่างแพร่หลาย เนื่องจากกลไกการทำงานของไอออนเงินจะส่งผลต่อระบบเมแทบอลิซึมของแบคทีเรีย นอกจากนี้ยังทำลายระบบหายใจ ระบบขนย้ายอิเล็กตรอนในกระบวนการเมแทบอลิซึมและระบบขนย้ายซับสเตรตในเยื่อหุ้มเซลล์ของแบคทีเรียอีกด้วย ซึ่งในที่สุดจะส่งผลต่อการต้านแบคทีเรีย^[4]

กาแลนเป็นแร่ดินขาวที่มีสูตรทางเคมีคือ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ซึ่งเป็นโครงสร้างของแร่อะลูมิเนียมซิลิเกต โดยพบวาระยะห่างระหว่างชั้นของดิน (basal spacing) คือ 7.14 Å และยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน ทำให้โมเลกุลของน้ำและไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้^[5] อนุภาคเงินระดับนาโนจะถูกแทรกเข้าไปในชั้นของดินกาแลนหลังจากการขยายโครงสร้างของชั้นดินด้วยการแทรกตัวของสารละลาย ไดเมทิลซัลโฟลไซด์^[6] ก่อน นอกจากไดเมทิลซัลโฟลไซด์ แล้วยังพบว่าสารที่ใช้ในการขยายโครงสร้างของระยะห่างระหว่างชั้นดินนี้ยังประกอบไปด้วยสารกลุ่ม ฟอร์มาไมด์, ยูเรีย, โพแทสเซียม อะซิเตท^[7] รวมถึงสารจำพวกพอลิเมอร์และอัลคิลแอมโมเนียม^[8, 9] ที่ใช้ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นดินเกิดการขยายตัวก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างของชั้นดินกาแลน

ในงานวิจัยนี้จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินกาแลนเพื่อให้เกิดอินเตอร์คาเลชันในระหว่างชั้นของดินกาแลน สำหรับประยุกต์ใช้เพื่อด้านแบคทีเรีย โดยจะศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินกาแลน ได้แก่ ความเข้มข้นของอนุภาคเงิน (0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0 และ 20.0 wt. %) และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างดินกาแลนกับสารที่ใช้ในการขยายโครงสร้างของชั้นดินก่อนการแทรกของอนุภาคเงิน

ระดับนาโน (2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง) ซึ่งขั้นตอนการขยายตัวของชั้นดินนี้ จะช่วยส่งเสริมการแทรกตัวของอนุภาคเงินที่มีขนาดเล็กระดับนาโนให้เข้าไปในโครงสร้างชั้นดินได้ และเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างดินเกาหลีแล้ว จะทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนเสถียรต่อการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี โดยเลือกใช้ NaBH_4 ในการรีดิวซ์ไอออนของ Ag นอกจากนี้ยังศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออนุภาคเงินระดับนาโนต่อการต้านแบคทีเรียด้วย เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการประยุกต์ใช้งาน และเพื่อเป็นตัวแทนของการใช้งานอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิปานกลาง (200-300 °C) เป็นตัวแทนของอุณหภูมิชั้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์ และอุณหภูมิสูง (1200-1300 °C) เป็นตัวแทนของอุณหภูมิการผลิตวัสดุเซรามิกชนิดสโตนแวร์และพอร์ซเลน

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาผลของความเข้มข้น อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสมในการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลี
2. ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีต่อการต้านแบคทีเรีย *E. coli*

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่ความเข้มข้นของอนุภาคเงิน (0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0 และ 20.0 wt. %)
2. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่เวลาในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างดินเกาหลีกับสารที่ใช้ในการขยายโครงสร้างของชั้นดินก่อนการแทรกของอนุภาคเงินระดับนาโน (2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง)
3. ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออนุภาคเงินระดับนาโนต่อการต้านแบคทีเรีย เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการประยุกต์ใช้งาน และเพื่อเป็นตัวแทนของการใช้งานอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิปานกลาง (200-300°C) และอุณหภูมิสูง (1200-1300°C)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

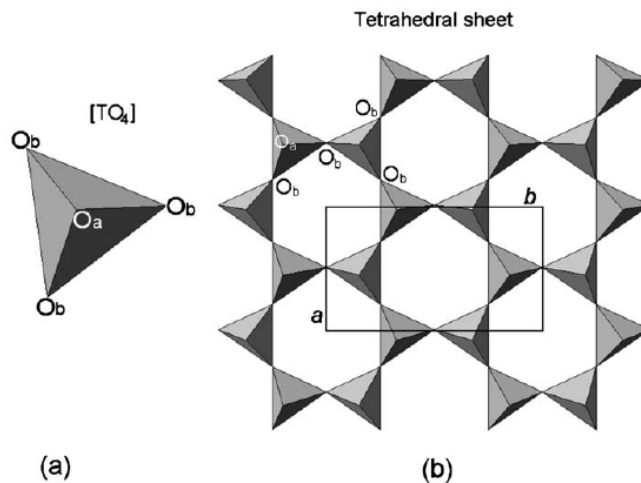
ได้อนุภาคเงินระดับนาโนแทรกตัวในดินเกาหลีและได้ช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการใช้งานเพื่อต้านแบคทีเรีย

บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างและความรู้พื้นฐานของแร่ดิน

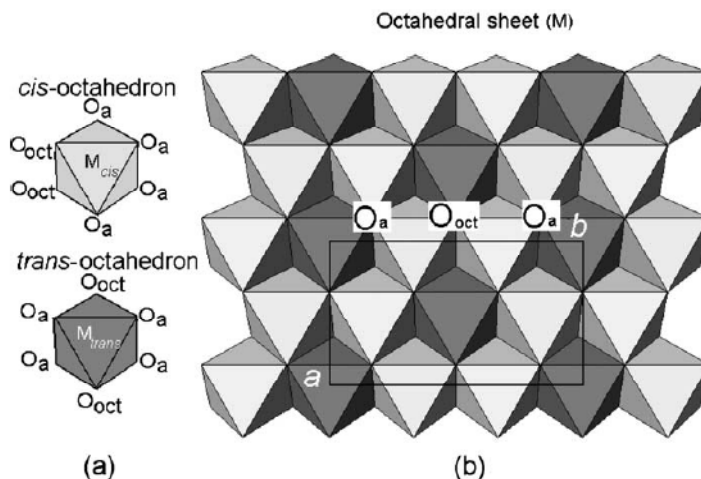
2.1.1 โครงสร้างทั่วไปของแร่ดิน

Phyllosilicates ประกอบด้วย tetrahedral sheet ที่ต่อเนื่อง ซึ่งแต่ละ tetrahedron จะประกอบด้วยแคตไอออน (T) ที่ล้อมรอบด้วยอะตอมออกซิเจน 4 อะตอม (O) โดยแต่ละ tetrahedral จะเชื่อมกันด้วยการใช้ออกซิเจนร่วมกันที่สามมุมของ tetrahedral (basal oxygen atoms, O_b) เพื่อให้เกิดโครงสร้างผลึก hexagonal ในสองมิติดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 (a) tetrahedron (TO_4) และ (b) tetrahedral sheet ซึ่ง O_a และ O_b คือ อะตอมของออกซิเจนที่ยอดและที่ฐานของหน่วยเซลล์ตามลำดับซึ่ง a และ b คือ unit-cell parameters^[10]

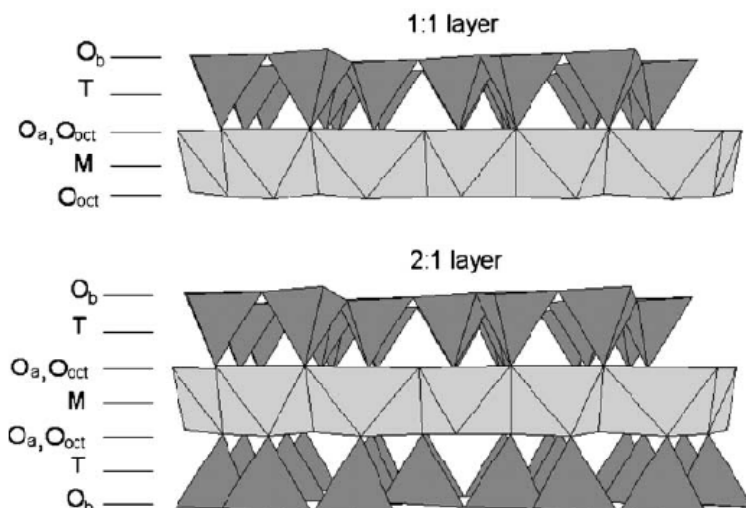
และ octahedral sheet เกิดจากเชื่อมต่อกันของแต่ละ octahedron (M) กับ octahedral ว่างๆ โดยการใช้ขอบของหน่วยเซลล์ร่วมกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 (a) O_{oct} (OH, F, Cl) จัดเรียงตัวแบบ *cis*-octahedron และ *trans*-octahedron (b) บริเวณของตำแหน่ง *cis*- *trans*-sites ใน octahedral sheet เมื่อ O_a and O_b คืออะตอมของออกซิเจนที่ยอดและที่ฐานของหน่วยเซลล์ตามลำดับ ซึ่ง a และ b คือ unit-cell parameters^[10]

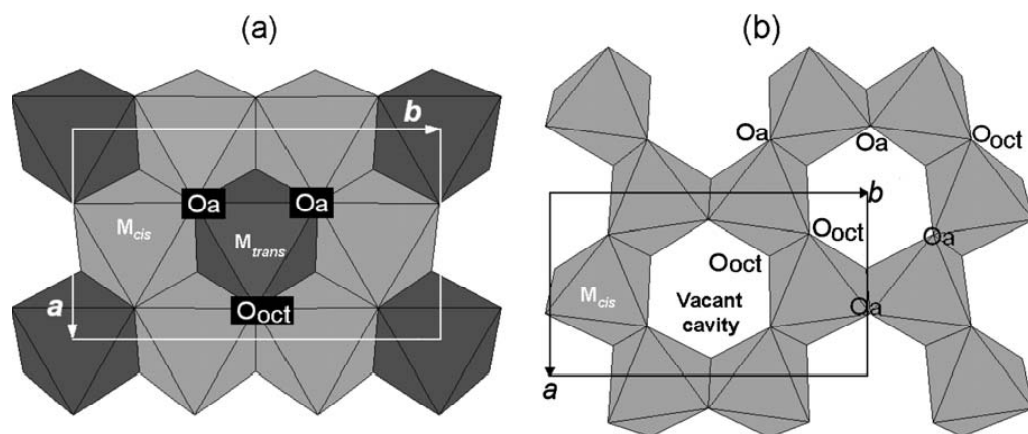
แคตไอออนโดยทั่วไปของหน่วยเซลล์ tetrahedral คือ Si^{4+} , Al^{3+} และ Fe^{3+} ส่วนแคตไอออนของหน่วยเซลล์ octahedral ปกติจะเป็น Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} และ Fe^{2+} นอกจากนั้นยังพบแคตไอออนอื่นๆ เช่น Li^+ , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , V^{3+} , Cr^{3+} และ Ti^{4+} ซึ่ง octahedral จะแสดงความแตกต่างของตำแหน่ง (OH) 2 ตำแหน่ง คือ *cis*- และ *trans*- ดังในรูปที่ 2.2

อะตอมออกซิเจนที่ยอดของหน่วยเซลล์ tetrahedral (O_a) ทั้งหมดจะขึ้นไปในทิศเดียวกันและเชื่อม tetrahedral และ octahedral sheets ให้เกิดเป็นระนาบ ในตำแหน่งแอนไอออนของ octahedral O_{oct} ($O_{oct} = OH, F, Cl, O$) ดังในรูปที่ 2.3 ซึ่ง O_{oct} แอนไอออนวางตัวใกล้กับศูนย์กลางของแต่ละวงแหวนของ tetrahedral 6-fold แต่จะไม่ใช้ออกซิเจนร่วมกันกับ tetrahedral โครงสร้างการเรียงตัวของชั้นดินแบบ 1:1 จะประกอบด้วย 1 tetrahedral sheet และ 1 octahedral sheet ในขณะที่โครงสร้างการเรียงตัวของชั้นดินแบบ 2:1 ประกอบด้วย 1 octahedral sheet ที่ถูกประกบด้วย 2 tetrahedral sheets ดังแสดงในรูปที่ 2.3



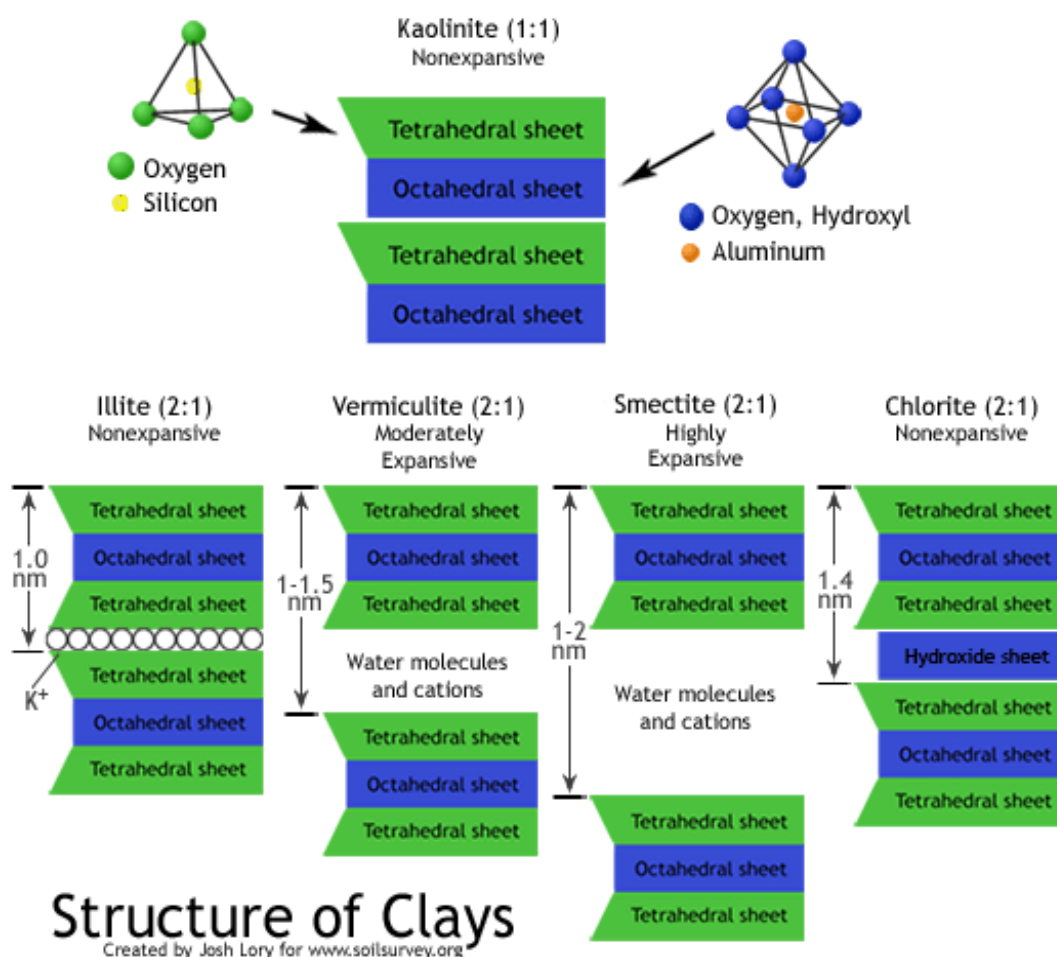
รูปที่ 2.3 แบบจำลองโครงสร้างเรียงตัวของชั้นดินแบบ 1:1 และ 2:1 เมื่อ O_a , O_b , และ O_{oct} คือ อะตอมออกซิเจนที่ยึด ที่ฐาน และตำแหน่งแอนไอออนของ octahedral ตามลำดับ ในขณะที่ M และ T แคตไอออนของหน่วยเซลล์ octahedral และ tetrahedral ตามลำดับ^[10]

โครงสร้างชั้นดินแบบ 1:1 หน่วยเซลล์ประกอบด้วย ตำแหน่ง octahedral 6 ตำแหน่ง (4 cis และ 2 trans-oriented octahedral) และตำแหน่ง tetrahedral 4 ตำแหน่ง ส่วนโครงสร้างชั้นดินแบบ 2:1 จะ ประกอบด้วยตำแหน่ง octahedral 6 ตำแหน่ง และตำแหน่ง tetrahedral 8 ตำแหน่ง โครงสร้างที่ตำแหน่งทั้งหมดของ octahedral มี 6 ตำแหน่งถูกเรียกว่า trioctahedral ดังแสดงในรูปที่ 2.4a แต่ถ้ามีตำแหน่ง octahedral เพียง 4 ตำแหน่งของตำแหน่งทั้งหมด 6 ตำแหน่ง โครงสร้างนี้ถูกเรียกว่า dioctahedral ดังแสดงในรูปที่ 2.4b



รูปที่ 2.4 (a) trioctahedral sheet (b) dioctahedral sheet^[10]

ในโครงสร้างชั้นดินแบบ 1:1 หรือ TM (dioctahedral kaolinite and trioctahedral serpentine) แต่ละชั้นจะมีความหนาประมาณ 0.7 นาโนเมตร ในขณะที่โครงสร้างชั้นดินแบบ 2:1 หรือ TMT ซึ่ง tetrahedral sheets ถูกสับเปลี่ยนที่กันและ 2-3 กลุ่ม hydroxyl ของ octahedral ถูกแทนที่โดย อะตอมออกซิเจนที่ยอดของหน่วยเซลล์ tetrahedral ^[10]



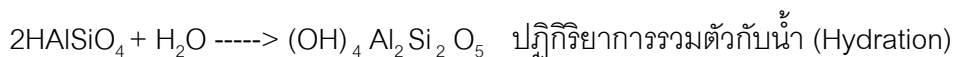
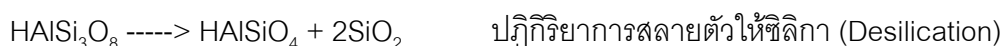
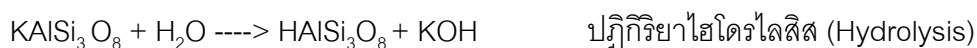
รูปที่ 2.5 โครงสร้างของดิน ^[11]

ตารางที่ 2.1: รูปแบบโครงสร้างและชื่อของแร่ชนิดต่างๆ^[12]

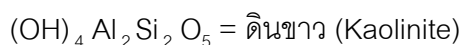
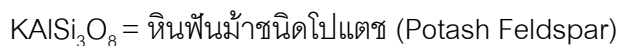
| Layers | Trioctahedral | Diocahedral |
|---|--|--|
| Octahedral only | Brucite, $Mg(OH)_2$ | Gibbsite, $Al(OH)_3$ |
| t-o | Serpentine group $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ | Kaolinite group $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ |
| t-o-t | Talc group $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ | Pyrophyllite, smectite group $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ |
| t-o-t with interlayer cations (e.g., K^+) | Phlogopite micas $K(Mg, Fe^{2+})_3(Si_3AlO_{10})(OH)_2$ | Muscovite micas, illite clays $K_2(Al)_2(Si_3AlO_{10})(OH)_2$ |

2.2 โครงสร้างชั้นดินแบบ 1:1 เกาลิน

ผลิตภัณฑ์ทางด้านเซรามิกได้จากการเผาดินตามธรรมชาติที่ประกอบไปด้วยวัสดุต่างๆ มากมาย แต่อย่างไรก็ตามแร่ธาตุหลักในกระบวนการผลิตก็คือ เกาลินไนท์ พบมากในดินเกาลิน เนื่องจากดินเกาลินมีลักษณะ อ่อนนุ่ม เบา ดินเกาลินจะมีส่วนประกอบส่วนใหญ่เป็นแร่ดินกลุ่ม เกาลินไนท์ ซึ่งมีแหล่งกำเนิดมาจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของ alkali feldspar และ micas มีสี ขาว หรือ ขาวอมเทา กระบวนการการเกิดเป็นดินเกาลิน เรียกว่า kaolinization โดยมีขั้นตอนการ เกิดปฏิกิริยาต่างๆดังต่อไปนี้^[13]



จะได้



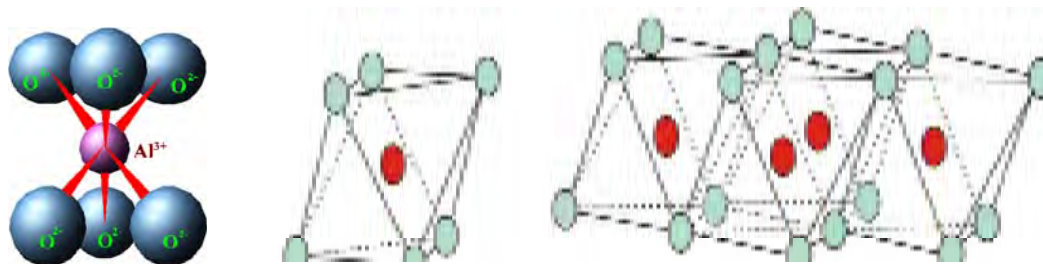
ดินกาฬินเป็นดินที่มีโครงสร้างที่เสถียรต่อปฏิกิริยาเคมีและมีสมบัติทางกายภาพที่ดีต่อผลิตภัณฑ์ทางเซรามิก คือมีความเป็นพลาสติก และระหว่างการทำให้แห้ง (drying) จะเกิดการหดตัว (shrinkage) ต่ำ มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส หลังจากเผาแล้วจะให้สีขาว และดินกาฬินยังเป็นวัตถุดิบเริ่มต้นที่สำคัญในการประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆทางอุตสาหกรรมอีกด้วย เช่น เกาฬินไนท์ เป็นวัตถุดิบในการผลิต porcelain, electroporcelain, tile, brick และ chamotte ด้วยเหตุนี้เอง โครงสร้างเกาฬินไนท์ และการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ เกาฬินไนท์ จึงได้ถูกทำการศึกษาอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน

แร่ดินในกลุ่ม เกาฬิน ประกอบด้วยโครงสร้างชั้นดิน dioctahedral แบบ 1:1 ที่มีสูตรทั่วไปทางเคมีคือ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ซึ่งมี polytypes เป็น kaolinite, dickite และ nacrite โดยลำดับการเรียงซ้อนกันของโครงสร้างชั้นดินของ เกาฬินไนท์ ประกอบด้วย ชั้นดินที่มีลักษณะเหมือนกันวางตัวเรียงซ้อนกันซึ่งการเรียงซ้อนกันของชั้นดินแต่ละชั้นจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยคือ 2a/3 ส่วน dickite และ nacrite มีลำดับการเรียงซ้อนกันของโครงสร้างชั้นดิน 2 ชั้นที่มีตำแหน่งช่องว่างของ octahedral sheet ทำให้เกิดการสลับตำแหน่งกันกับตำแหน่งที่ต่างกัน (Brindley and Brown, 1980) และโครงสร้างผลึกแบบ Halloysite คือ hydrated polymorph ของ เกาฬินไนท์ ที่มีรูปร่างโค้งงอของชั้นดินและมี basal spacing ประมาณ 1 นาโนเมตร ซึ่งจะมีค่าลดลงมาที่ประมาณ 0.7 นาโนเมตรเมื่อเกิดการ dehydration องค์ประกอบของกลุ่มแร่เกาฬินส่วนใหญ่คือ Al^{3+} ในตำแหน่ง octahedral แม้ว่าบางครั้งจะถูกแทนที่โดย Mg^{2+} , Fe^{3+} , Ti^{4+} และ V^{3+} [10]

2.2.1 เกาฬินไนท์ (Kaolinite)

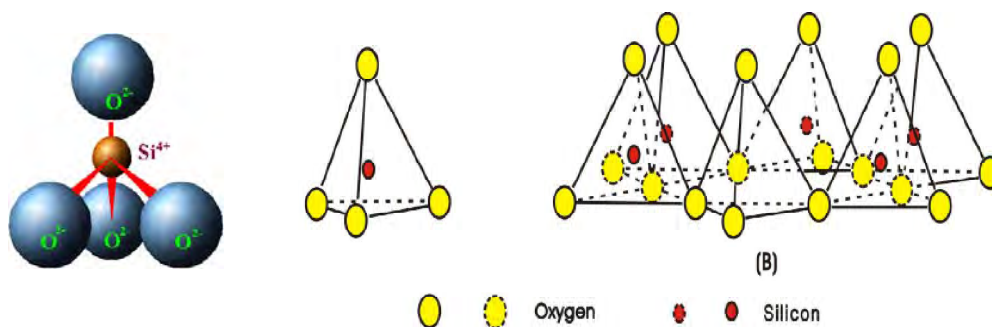
เกาฬินไนท์ เป็นแร่ชนิดหนึ่งในกลุ่มของ แร่อะลูมิเนียมซิลิเกต ซึ่งปกติจะถูกเรียกชื่อ ไชน่าเคลย์ เพราะว่าค้นพบดินชนิดนี้เป็นครั้งแรกที่ Kao-Lin ในประเทศจีน ดินกาฬินจะมีส่วนประกอบส่วนใหญ่เป็นแร่ดินกลุ่มเกาฬินไนท์ ซึ่งมีแหล่งกำเนิดมาจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของ alkali feldspar และ micas และดินกาฬินยังเป็นวัตถุดิบเริ่มต้นที่สำคัญในการประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆทางอุตสาหกรรมอีกด้วย [14] โดยโครงสร้างผลึกของแร่อะลูมิเนียมซิลิเกตนี้ ประกอบไปด้วยหน่วยพื้นฐานของโครงสร้างของผลึกซึ่งมีอยู่ 2 ชนิดด้วยกันคือ

1) Alumina octahedral sheet (O-sheet): โครงสร้างประกอบด้วยธาตุอะลูมิเนียม (aluminium) 1 อะตอม ล้อมรอบด้วยธาตุออกซิเจน (oxygen) 6 อะตอม โดยมีอะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ตรงกลาง เกิดเป็นผลึกที่มีลักษณะเป็นรูปทรงแปดด้าน ซึ่งเรียกหน่วยโครงสร้างนี้ว่า alumina octahedral unit และแต่ละหน่วยเซลล์นี้จะใช้ออกซิเจนร่วมกันเกิดเป็นแผ่นผลึกที่บิไม่มีช่องว่างรูปหกเหลี่ยม แผ่นของอะลูมินาออกไซด์รอนนี้เรียกว่า alumina octahedron sheet หรือเรียกสั้นๆว่าอะลูมินาชีท (alumina sheet) ดังแสดงในรูปที่ 2.6



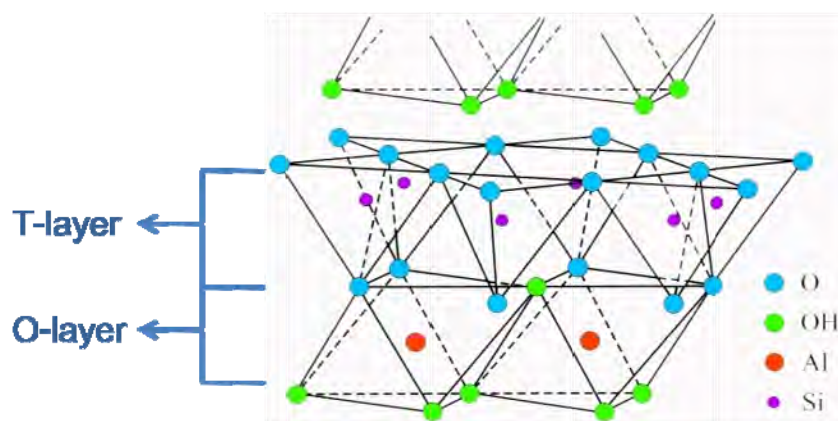
รูปที่ 2.6 alumina octahedral unit และ alumina octahedral sheet ^[15, 16]

2) Silica tetrahedral sheet (T-sheet): โครงสร้างประกอบด้วยธาตุซิลิกอน (silicon) 1 อะตอม ล้อมรอบด้วยธาตุออกซิเจน (oxygen) 4 อะตอม โดยมีอะตอมของซิลิกอนอยู่ตรงกลาง เกิดเป็นผลึกที่มีลักษณะเป็นปิระมิดทรงสี่ด้าน ซึ่งเรียกหน่วยโครงสร้างนี้ว่า silica tetrahedral unit และแต่ละหน่วยเซลล์นี้จะใช้ออกซิเจนร่วมกัน ทำให้เกิดเป็นแผ่นที่มีลักษณะเหมือนรังผึ้ง คือจะเป็นแผ่นที่มีลักษณะเป็นวงหรือช่องรูปหกเหลี่ยม (hexagonal hole) แผ่นนี้มีชื่อเรียกว่า silica tetrahedron sheet หรือเรียกสั้นๆว่า ซิลิกาชีท (silica sheet) ดังแสดงในรูปที่ 2.7

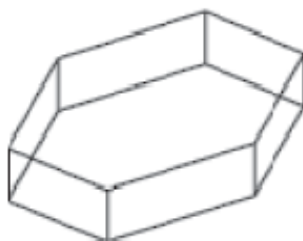


รูปที่ 2.7 silica tetrahedral unit และ silica tetrahedral sheet ^[15, 16]

ตามทฤษฎีสูตรทางเคมีของ เกล็ดหินไนท์ คือ $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ (รูปแบบอื่นๆ คือ $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Al}_2\text{O}_7\text{Si}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) นั่นคือประกอบด้วย 39.8 % อะลูมินา 46.3 % ซิลิกา และ 13.9 % น้ำ ซึ่งประกอบด้วย 2 โครงสร้างผลึก แผ่นซิลิกาหนึ่งแผ่นประกบกับแผ่นอะลูมินาอีกหนึ่งแผ่น โดยที่ Si และ Al จะร่วมเกาะออกซิเจนตัวเดียวกันในด้านที่ประกบเข้าหากัน ทำให้แผ่นทั้งสองเชื่อมกันแน่น รวมเข้ากันเป็นผลึกของแร่เกล็ดหินไนท์ดังแสดงในรูปที่ 2.8 และ 2.9



รูปที่ 2.8 โครงสร้างผลึกของกาอลินไนท์ ที่เกิดจากการประกบกันของแผ่นซิลิกา silica tetrahedral sheet (T-layer) และแผ่นแผ่นอะลูมินา alumina octahedral sheet (O-layer)^[17]



รูปที่ 2.9 รูปร่างพื้นฐานของผลึกแร่กาอลินไนท์^[18]

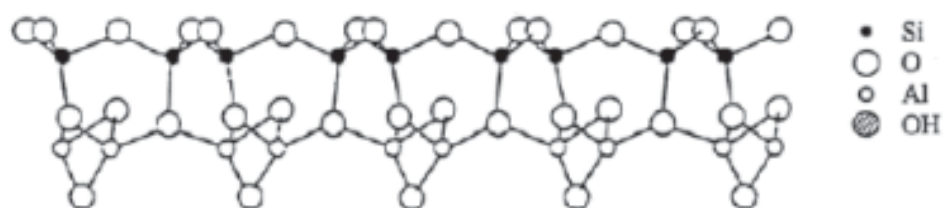
จากการประกบกันของแผ่นซิลิกาและแผ่นอะลูมินาโดยที่ Si และ Al จะร่วมเกาะออกซิเจนตัวเดียวกันในด้านที่ประกบเข้าหากัน ทำให้แผ่นทั้งสองเชื่อมกันแน่น รวมเข้ากันเป็นผลึกของแร่กาอลินไนท์ ดังรูปคือ มีลักษณะผลึกเป็น pseudo-hexagonal triclinic ซึ่งเป็นรูปหกเหลี่ยมมีขอบชัดเจน ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.2-10 ไมโครเมตร หน้า 0.7 นาโนเมตร และมีความหนาแน่น 2.6 กรัม ต่อ ลูกบาศก์เซนติเมตร

กาอลินไนท์มีโครงสร้างผลึกแบบ 1:1 ซึ่งประกอบไปด้วย SiO_4 tetrahedral sheets และ $\text{Al}(\text{O}, \text{OH})_6$ octahedral sheets หรือ $[\text{Si}_2\text{O}_5]^{2-}$ sheet และ $[\text{Al}_2(\text{OH})_4]^{2-}$ sheet ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึก pseudo-hexagonal ที่สมมาตร แผ่นผลึกเหล่านี้ถูกสร้างให้อยู่ในลักษณะแนวราบ ซึ่งมีการยึดกันของโครงสร้างตามสูตรโครงสร้างต่อไปนี้ $\text{O}_6 - \text{Si}_4 - \text{O}_4 - (\text{OH})_2 - \text{Al}_4 - (\text{OH})_6$ โครงสร้างของผลึกกาอลิน คือ plate-like โดยแกน c ของผลึกกาอลินไนท์ คือ เส้นตั้งฉากของระนาบ ระบบโครงสร้างของกาอลินไนท์คือ triclinic แลตทิซพารามิเตอร์ คือ $a = 0.515 \text{ nm}$, $b = 0.895 \text{ nm}$, $c = 0.740 \text{ nm}$, $\alpha = 91.68^\circ$, $\beta = 104.87^\circ$ และ $\gamma = 89.9^\circ$ ^[18] หน่วยเซลล์ของกาอลินไนท์ในทางอุดมคติจะมีค่าทางประจุไฟฟ้าเป็นศูนย์ ดังแสดงในตารางที่ 2.1

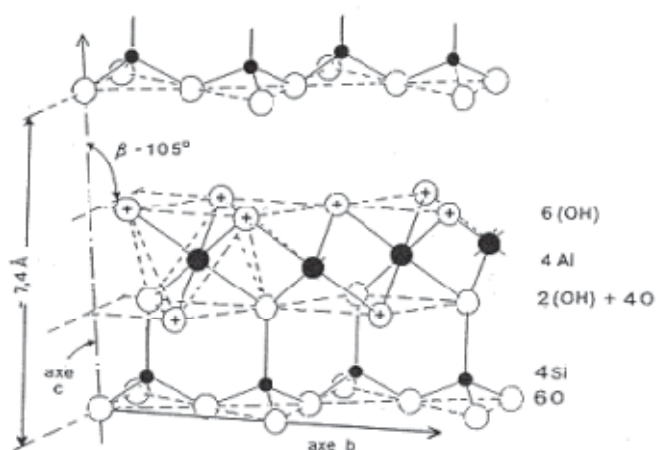
ตารางที่ 2.2: ไอออนในโครงสร้างกาอลินไนท์ (Kaolinite)^[12]

| Layer | Ion | Charge of layer |
|-----------------------|--|-----------------|
| Top octahedral layer | 3 (OH) ⁻ | -3 |
| Centers of octahedra | 2 Al ³⁺ | +6 |
| Layer shared by o-t | 2O ²⁻ ; 1(OH) ⁻ | -5 |
| Centers of tetrahedra | 2Si ⁴⁺ | +8 |
| Base of tetrahedra | 3O ²⁻ | -6 |
| All layers | Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄ | 0 |

แบบจำลองของโครงสร้างผลึกแรกถูกออกแบบโดย Brindley และ Nakahira ดังแสดงในรูปที่ 2.10 และ 2.11 ตามลำดับ



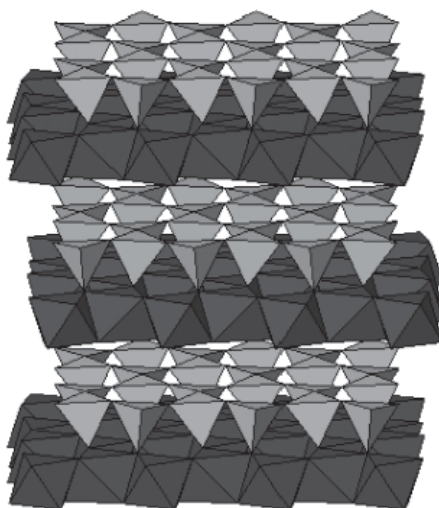
รูปที่ 2.10 โครงสร้างผลึกของกาอลินไนท์ ที่ออกแบบโดย Brindley และ Nakahira^[18]



รูปที่ 2.11 โครงสร้างของกาอลินไนท์^[18]

โครงสร้างของชั้นแลตทิซของเกาลินไนท์ถูกแสดงในรูปที่ 2.12 นั่นคือโครงสร้างของชั้นแลตทิซของผลึกเกาลินไนท์นี้จะเรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ คล้ายๆ แผ่นแร่ mica ชั้นต่างๆนี้จะยึดกันแน่นไว้ด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) ดังนั้นช่องว่างระหว่างชั้นนั้นจะมีระยะห่างคงที่ไม่สามารถขยายให้กว้างขึ้นหรือหดให้แคบลงได้ ช่องว่างระหว่างชั้นนี้อาจเรียกว่า หลืบ ระหว่างแผ่นผลึก (inter layer) ระยะทางที่วัดจากขอบบนของผลึกแผ่นบนจนถึงขอบบนของผลึกแผ่นล่างถัดลงมา ซึ่งรวมทั้งระยะกว้างของหลืบนั้น เรียกว่า basal spacing ซึ่งเป็นคุณสมบัติเฉพาะผลึกของแร่แต่ละชนิด สำหรับแร่เกาลินไนท์ นั้นมีค่า basal spacing เท่ากับ 7 \AA (angstrom)

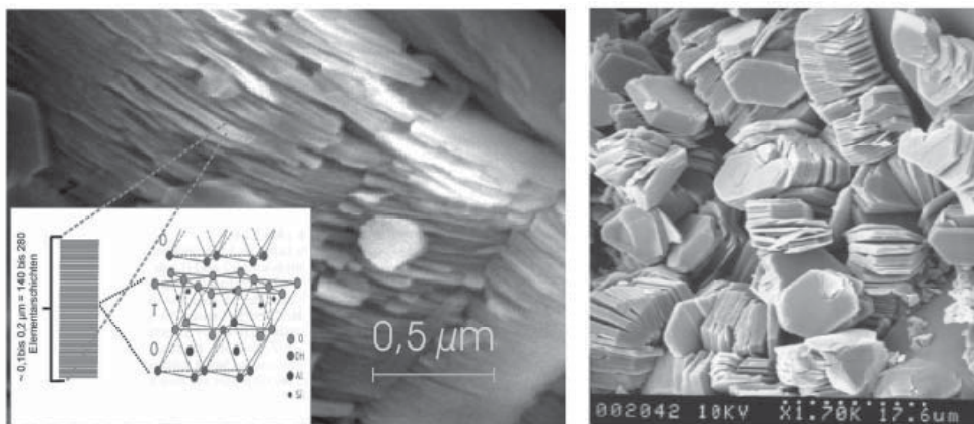
พันธะไฮโดรเจนที่ยึดชั้นผลึกของแร่เกาลินไนท์ไว้นั้น เกิดขึ้นระหว่างอะตอม O ของแผ่นซิลิกา กับอะตอม H ของแผ่นอะลูมินาไม่มี H มีแต่ O ซึ่งตัวนี้จะถูกแทนที่ OH (ไฮดรอกซิล-hydroxyl) พันธะไฮโดรเจนนี้ค่อนข้างแข็งแรงมาก จึงทำให้หลืบระหว่างแผ่นผลึกนั้นแคบและขยายออกไม่ได้ และทำให้โมเลกุลของน้ำและ cation ต่างๆ ไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ในหลืบนั้นได้ จึงเป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลึกของแร่เกาลินไนท์นี้ไม่ขยายหรือหดตัวเมื่อเปียกน้ำและแห้ง ส่วนพื้นที่ผิวภายในหลืบ (internal surface) ก็ไม่มีประโยชน์ในการดูดน้ำหรือไอออนอื่นๆ ดังนั้นจึงถือได้ว่า แร่เกาลินไนท์ไม่มี internal surface และมีแต่ external surface เท่านั้น



รูปที่ 2.12 การจัดเรียงตัวของ tetrahedral (light) และ octahedral (dark) sheets ของโครงสร้างผลึกเกาลินไนท์^[10]

รูปร่างและโครงสร้างของผลึกเกาลินไนท์ที่มีลักษณะเป็นชั้นๆถูกแสดงในรูปที่ 2.13 ซึ่งพบว่า 1 ชั้นของโครงสร้างผลึกจะประกอบไปด้วยชั้นของ elementar ประมาณ 200 ชั้น โครงสร้างผลึกจริงของเกาลินไนท์จะประกอบด้วย defect ซึ่งการมี defect นี้จะส่งผลถึงความเสถียรทาง

ความร้อนของเกาลินไนท์ นั้นคือ ถ้ามีความหนาแน่นของ defect น้อยจะส่งผลให้มีความเสถียรทางความร้อนมาก และทำให้เกิดการ dehydroxylation ที่อุณหภูมิสูงขึ้น^[18]

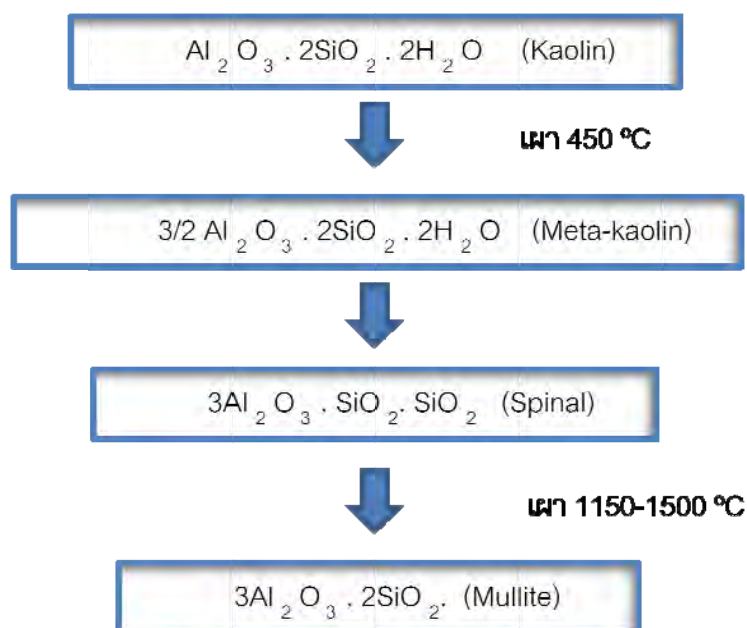


รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกของเกาลินไนท์

ตารางที่ 2.3: สมบัติต่างๆของเกาลินไนท์ (Kaolinite)^[11]

| Property | Kaolinite |
|---|---|
| Layer type | 1:1 |
| Typical chemical formula | $[\text{Si}_4] \text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ |
| Cation Exchange Capacity (cmol _c /kg soil) | 2 - 15 |
| Size (μm) | 0.5-5.0 |
| Shape | Hexagonal crystals |
| External surface area (m ² /g) | 10-30 |
| Internal surface area (m ² /g) | - |
| Plasticity | Low |
| Cohesiveness | Low |
| Swelling capacity | Low |
| Unit-layer charge | 0 |
| Interlayer spacing (nm) | 0.7 |
| Bonding | Hydrogen |
| Net negative charge (cmol _c /kg) | 2-5 |

นอกจากนั้นดินเหนียว kaolinite ยังมีปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงเฟสในขั้นตอนการเผาดังนี้

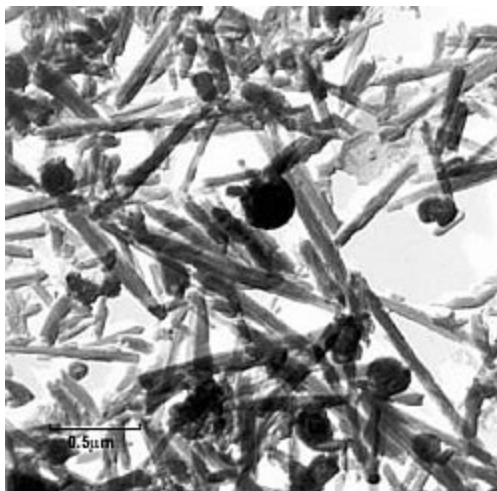


รูปที่ 2.14 ปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงเฟสในขั้นตอนการเผา^[13]

2.2.2 ฮาลอยไซต์ (Halloysite)

ฮาลอยไซต์ คือ เฟสของกาแลนไนท์ที่เกิด hydrated ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของ Hofmann และคณะ (1934) คือ ปฏิกิริยาโมเลกุลของน้ำในชั้นดิน ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมีเป็น $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งไฮเดรต ฮาลอยไซต์ จะมีค่า basal spacing ในช่วง 1 นาโนเมตร (Brindley และ Robinson, 1948) ถูกเรียกว่า halloysite-(10 Å) ซึ่งน้ำในระหว่างชั้นของฮาลอยไซต์ ถูกกำจัดได้ง่าย ซึ่งผลในการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างฮาลอยไซต์จะทำให้ค่า basal spacing ลดลงเป็น 0.72 นาโนเมตร หรือที่เรียกว่า halloysite-(7.2 Å) ซึ่งบางครั้งอาจจะใช้ชื่อ metahalloysite อนุภาคของฮาลอยไซต์ที่มีโครงสร้างผลึกที่ต่างกันดังต่อไปนี้ ทรงกลม หลอด แผ่น และลักษณะเป็นกิ่ง (Churchman และ Theng, 1984) น้ำในระหว่างชั้นของฮาลอยไซต์ ถูกกำจัดโดยการให้ความร้อน (Zvyagin และคณะ, 1966) การกำจัดน้ำของฮาลอยไซต์ถูกอภิปรายโดย Bhattacharjee (1973) และ Mizuki และคณะ (1985) ผู้ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการกำจัดน้ำอยู่ที่ช่วงอุณหภูมิ 70-100 องศาเซลเซียส และจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส Okada และ Ossaka (1983) ได้เสนอว่า ชั้นของฮาลอยไซต์จะเปลี่ยนแปลงจาก 1 เป็น 0.7 นาโนเมตร เมื่อเกิดการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้าง และ Kohyama และคณะ (1978) ได้ทำการวัดพารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์สำหรับ 1 นาโนเมตร และ 0.7 นาโนเมตรของฮาลอยไซต์ ซึ่งโครงสร้างทั้งสองมีพารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์ดังต่อไปนี้ $a = 0.514(4) \text{ nm}$, $b = 0.890(4) \text{ nm}$,

$c = 2.07(1) \text{ nm}$, $\beta = 99.7^\circ$ และ $a = 0.514(4) \text{ nm}$, $b = 0.890(4) \text{ nm}$, $c = 1.49(1) \text{ nm}$, $\beta = 101.9^\circ$ ตามลำดับ^[10]



รูปที่ 2.15 โครงสร้างผลึกของฮาลอยไซต์^[19]

2.2.3 มัลไลต์ (mullite)

สูตรเคมีคือ $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ มีส่วนประกอบของ Al_2O_3 72% และ SiO_2 28% ในธรรมชาติ แร่มัลไลต์พบได้น้อยมาก ดังนั้นมัลไลต์ส่วนใหญ่จึงมาจากการสังเคราะห์ มัลไลต์สามารถสังเคราะห์ได้จากวัตถุดิบที่ประกอบไปด้วย Al_2O_3 และ SiO_2 ได้แก่ ดินขาว, ดินดำ, อะลูมินา, วัตถุดิบที่เป็น SiO_2 ได้แก่ ททราย, Quartz, แกลบ, ไดอะตอมไมท์, ซิลิกาเจล

มัลไลต์มีค่าความถ่วงจำเพาะอยู่ที่ 3.2 g/cc มีจุดหลอมตัวสูง (~1870 °C) มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยเฉียบพลัน มีค่า COE ปานกลาง $\sim 5 \times 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ ซึ่งสูงกว่าคอร์เดียไรท์มาก แต่ถ้าเทียบกับเซรามิกอื่น ๆ ก็ถือได้ว่ามีค่า COE ไม่ถึงกับสูงมากนัก มีความทนทานต่อแรงกดเป็นเวลานานๆ ได้สูง มีความทนทานต่อสารเคมีสูง มีการนำความร้อนต่ำ

การประยุกต์ใช้งานของมัลไลต์

- การประยุกต์ใช้งานด้านวัสดุทนไฟ: เนื่องจากมัลไลต์ทนอุณหภูมิสูง และทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี จึงนิยมนำมัลไลต์มาผลิตหรือใช้เป็นวัตถุดิบร่วมในการผลิตเป็นวัสดุทนไฟสำหรับอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น ฉนวนเตาโรตารี แผ่นรองผลิตภัณฑ์เซรามิกเข้าเตาเผา ฉนวนกันความร้อนในเตาเผา



รูปที่ 2.16 การประยุกต์ใช้งานของมัลติไทในด้านการเป็นวัสดุทนไฟ

- **การประยุกต์ใช้งานด้านวิศวกรรม:** มัลติไทในปัจจุบันถูกควบคุมสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพ เพื่อให้มีสมบัติที่ดีและเหมาะกับการนำไปใช้งานได้อย่างกว้างขวาง สมบัติเชิงกลที่ดีที่อุณหภูมิสูงของมัลติไทที่มีความบริสุทธิ์สูง จะทำให้เมื่อนำมาประยุกต์ใช้งานเป็นเซรามิกสำหรับใช้งานด้านวิศวกรรมมีศักยภาพสูงขึ้น เช่น นำมาประยุกต์งานเป็นส่วนประกอบของ กังหันเครื่องยนต์ (turbine engine) เป็นต้น

- **การประยุกต์ใช้งานด้านอื่น ๆ:** ใช้เป็นอิเล็กทรอนิกส์ซับสเตรท (electronic substrates) และ ใช้งานเคลือบ (protective coatings)^[20]

2.3 โครงสร้างชั้นดินแบบ 2:1

2.3.1 **กลุ่มมอนมอริโลไนท์ (montmorillonite)** แร่ซิลิเกตที่จัดอยู่ในกลุ่มนี้ที่สำคัญ ได้แก่ montmorillonite, beidellite, nontronite, mica และ saponite ซึ่งแร่ montmorillonite จัดว่าสำคัญที่สุดเพราะพบมากในดินทั่วไป

โครงสร้างของแร่กลุ่มนี้ประกอบด้วยแผ่นซิลิกา 2 แผ่น และแผ่นอะลูมินา 1 แผ่น ซึ่งอยู่ตรงกลางระหว่างแผ่นซิลิกาทั้งสอง อะตอม Si และ Al ในแผ่นเหล่านั้นต่างก็เกาะยึด (share) อะตอม O ร่วมกัน ประกอบกันเป็นผลึกของแรมมอนมอริโลไนท์ เนื่องจากโครงสร้างของแร่กลุ่มนี้ประกอบด้วยแผ่นซิลิกา 2 แผ่น และแผ่นอะลูมินา 1 แผ่นจึงมักเรียกว่าเป็นโครงสร้างประเภท 2:1 ผลึกของแร่ชนิดนี้จะซ้อนกันเป็นชั้นๆ เช่นเดียวกับแร่กาโอลินไนท์ แต่ต่างกันตรงที่หลิบระหว่าง

ชั้นผลึกอาจขยายกว้างหรือหดแคบลงได้ จึงทำให้แรงแม่เหล็ก basal spacing ไม่คงที่แน่นอน โดยมีค่าตั้งแต่ 9-21 แองสตรอม การที่หลิบนี้อาจมีระยะกว้างไม่คงที่ก็เนื่องมาจากไม่มีพันธะไฮโดรเจนระหว่างชั้นผลึกที่ซ้อนทับกันอยู่ เพราะทั้งด้านบนและด้านล่างของหลิบนี้อาจมีชั้นนอกสุดของซิลิกา) ต่างก็มีอะตอม O ของแผ่นซิลิกา จึงไม่เกิดพันธะไฮโดรเจน แต่จะเกิดแรงยึดเกาะระหว่างอะตอม O ด้วยกันแทน ซึ่งเป็นแรงยึดเกาะที่อ่อนมากจึงไม่สามารถยึดหลิบบนระหว่างชั้นผลึกให้มีระยะคงที่ได้ คุณสมบัติของแร่ซิลิเกตกลุ่มนี้คือ เมื่อเปียกน้ำจะเหนียว โครงสร้างของผลึกไม่แข็งแรง จะแตกสลายได้ง่ายมาก ขอบผลึกจะฉีกง่ายจนไม่อาจเห็นขอบผลึกที่ชัดเจน อนุภาคแร่กลุ่มนี้มีขนาดเล็กมากระหว่าง 0.01-1 ไมครอน แร่ซิลิเกตในกลุ่มมอนมอริโลไนท์ นี้จะมีสูตรโครงสร้างทางทฤษฎีเหมือนกันคือ $\text{Si}_8\text{Al}_4\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ แต่จะต่างกันที่ปริมาณการถูกไล่ของอะตอม Si หรือ Al ในโครงสร้างของผลึกด้วยธาตุอื่นๆ ซึ่งเรียกการแทนที่แบบนี้ว่า isomorphous substitution

2.3.2 กลุ่มอิลไลต์ (Illite) แร่กลุ่มนี้มีโครงสร้างของผลึกคล้ายกับกลุ่มมอนมอริโลไนท์ โครงสร้างของแร่อิลไลต์ เป็นโครงสร้างประเภท 2:1 มี basal spacing ที่มีระยะคงที่คือ 10 แองสตรอม หลิบบนระหว่างชั้นผลึกที่ซ้อนทับกันอยู่มีระยะคงที่ไม่สามารถยึดเข้าออกได้ บางครั้งจึงเรียกแร่กลุ่มนี้ว่าเป็นประเภท non-expanding lattice

โครงสร้างแร่อิลไลต์ นั้นคล้ายกับแร่ mica มาก จะแตกต่างกันตรงที่ปริมาณการแทนที่ของ Si ด้วย Al ในแผ่นซิลิกานั้นมีน้อยกว่าของแร่ mica ดังนั้นจะมีผลทำให้ปริมาณประจุลบที่ตกค้างมีอยู่น้อยกว่าและมีปริมาณ K ที่เข้ามาทำให้ประจุสมดุลยนั้นน้อยกว่าด้วย

สูตรโครงสร้างของแร่อิลไลต์ คือ $\text{K}_{1.33}(\text{Si}_{6.68}\text{Al}_{1.33})\text{Al}_4\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ และคุณสมบัติทั่วไปของแร่อิลไลต์ จะอยู่ระหว่างคุณสมบัติของแร่กลุ่มกาแลนไนท์ และกลุ่มมอนมอริโลไนท์

2.3.3 แร่เวอร์มิคูไลต์ (Vermiculite) ซึ่งมีโครงสร้างประเภท 2:1 และมีองค์ประกอบคล้ายแร่อิลไลต์ แต่ที่ต่างกันตรงที่อะตอม Al ในแผ่นอะลูมินาจะถูกแทนที่ด้วย Mg ทั้งหมดและในระหว่างหลิบบนของชั้นผลึกที่ซ้อนกันนั้นมีอะตอม Ca และ Mg ฝังยึดอยู่เป็นจำนวนมาก จึงทำให้โมเลกุลของน้ำที่เป็นอิสระแทรกเข้าไปได้น้อยมาก ส่วนที่แทรกเข้าไปได้จะเป็นโมเลกุลของน้ำที่อยู่กับอะตอม Mg ซึ่งจะทำหน้าที่คล้ายๆกับสะพานเชื่อมระหว่างหน่วยผลึก ระดับการยึดตัวและหดตัวของหลิบบนจึงมีน้อยและมี basal spacing เท่ากับ 10-14 แองสตรอม

2.3.4 แร่คลอไรต์ (Chlorite) มีโครงสร้างคล้ายแร่ Vermiculite ต่างกันที่แร่ Chlorite จะมีแผ่นอะลูมินาเพิ่มอีก 1 แผ่น ซึ่งจะอยู่ในหลิบบนระหว่างชั้นผลึกอีกที่ Al ในแผ่นอะลูมินานี้จะถูกอะตอม Mg แทนที่หมดทุกตัว เรียกว่าเป็นโครงสร้างประเภท 2:1:1 หรือ 2:2

โดยทั่วไปแล้วดินในแต่ละแห่งจะมีแร่ซิลิเกตหลายชนิดปะปนอยู่มาก นอกจากนี้ยังอาจมีแร่ดินเหนียว ที่มีคุณสมบัติผสมอยู่ระหว่างคุณสมบัติของแร่กลุ่มที่อธิบายมาแล้ว จึงเรียกแร่ประเภทนี้ว่า intergrade clay mineral หรือบางครั้งอาจจะพบผลึกของแร่ซิลิเกตชนิดต่างๆเรียงซ้อนทับปะปนกันเรียกว่า mixed layer clay mineral หรือ interstratified clay mineral เช่นแร่ Chlorite ^[13]

ตารางที่ 2.4: รูปแบบโครงสร้างและชื่อของแร่ ^[12]

| Layers | Trioctahedral | Dioctahedral |
|---|--|--|
| Octahedral only | Brucite, $Mg(OH)_2$ | Gibbsite, $Al(OH)_3$ |
| t-o | Serpentine group $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ | Kaolinite group $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ |
| t-o-t | Talc group $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ | Pyrophyllite, smectite group $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ |
| t-o-t with interlayer cations (e.g., K^+) | Phlogopite micas $K(Mg, Fe^{2+})_3(Si_3AlO_{10})(OH)_2$ | Muscovite micas, illite clays $K_2(Al)_2(Si_3AlO_{10})(OH)_2$ |

2.4 กระบวนการผลิตดินในทางอุตสาหกรรม

2.4.1 กระบวนการตกผลึกและการทำให้ดินมีความบริสุทธิ์

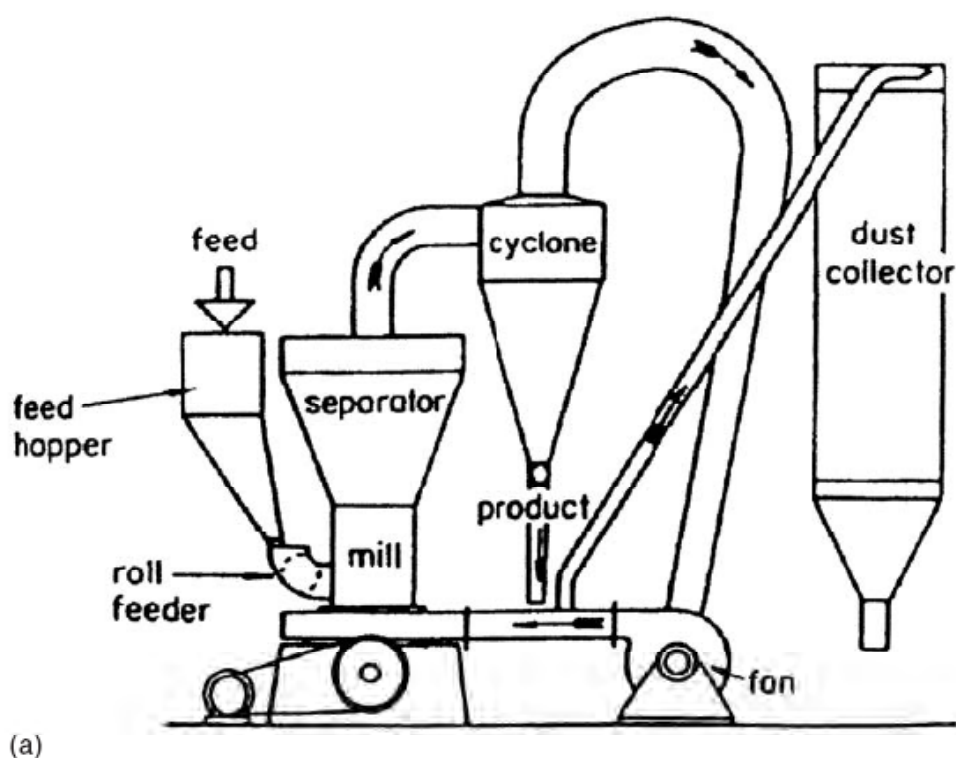
ส่วนใหญ่แล้วเทคนิคที่ถูกนำมาใช้ในการตรวจสอบสมบัติการกระจายตัวของดินและสมบัติต่างๆของดินจะเป็นเทคนิคพื้นฐาน แร่ดินที่มีความบริสุทธิ์จะถูกแยกออกจากสิ่งปนเปื้อนโดยใช้เทคนิค sedimentation ขนาดอนุภาคของผลึกเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับการแยกแร่ดินออกจากแร่ชนิดอื่นๆ กระบวนการแยกด้วยความร้อน (dry separation) เป็นกระบวนการที่ทำให้ขนาดของผลึกลดลง เหลือขนาดประมาณ 7 ไมโครเมตร ส่วนกระบวนการเปียก (wet processing) เป็นกระบวนการสำคัญที่ทำให้ได้ขนาดอนุภาคที่เหมาะสม ซึ่งสำหรับดินที่ต้องการ chemical treatment กระบวนการที่ใช้คือ chemical bleaching หรือ magnetic separation ในกระบวนการเปียกนี้ ขั้นตอนก่อนที่จะทำ sedimentation คือ การเตรียมดินให้เกิดการกระจายตัวโดยการดุลประจุ (charge-balancing) แคทไอออนด้วย โซเดียมไอออน ค่า pH ของการกระจายตัวจะต้องให้อยู่ในช่วง 7-8 เพราะว่าอนุภาคของดินจะเกิดการเกาะรวมตัวกัน (aggregate) ที่ค่า pH ต่ำกว่า 6.5

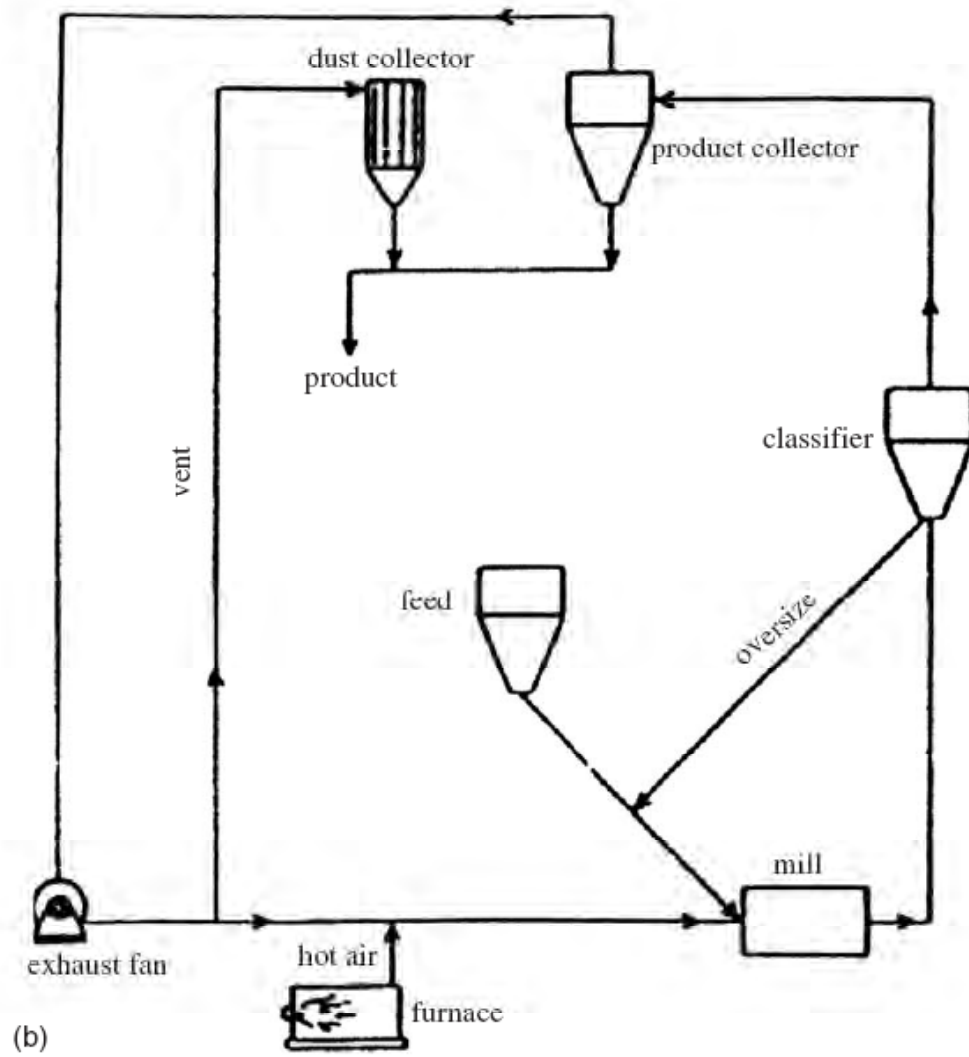
และดินจะเกิดการตกผลึกโดย gravity sedimentation หรือสำหรับอนุภาคที่มีขนาดต่ำกว่า 1 ไมโครเมตรนี้ปกติแล้วจะถูกทำให้เกิดการตกผลึกด้วยวิธี centrifugation

ดินที่มีอยู่ตามธรรมชาติจะเกิดการผสมกันของแร่ดินและสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ ซึ่งดินอาจจะผสมกับ metal hydr(oxides) หรือ carbonates ดังนั้นก่อนที่จะเริ่มกระบวนการต่างๆ จะต้องทำให้แร่ดินเกิดการกระจายตัวแล้วทำการกำจัดสิ่งปนเปื้อนต่างๆออกจากแร่ดิน และทำการกระจายอนุภาคของดินก่อน ซึ่งสามารถสรุปกระบวนการในการผลิตดินได้ดังนี้

- 1) การทำให้บริสุทธิ์
- 2) กระบวนการ wet และ dry
- 3) การแยกขนาดอนุภาค (fractionation)
- 4) กระบวนการ bleaching และ magnetic separation
- 5) กระบวนการ flotation และ selective flocculation
- 6) กระบวนการ drying และ calcinations
- 7) กระบวนการ chemical modification และ activation

ดังจะได้แสดงเครื่องมือและขั้นตอนในการผลิต ดินเกาหลี และ เบนโตไนท์ ในรูปที่ 2.17 และ 2.18





รูปที่ 2.17 dry processing สำหรับดินเหนียว และ เบนโตไนท์ เมื่อ a) Mill, cyclone และ dust collection circuit (b) hot air circuit สำหรับการ drying ใน grinding mill ^[21]



รูปที่ 2.18 โรงงานผลิตดินเผาใน Georgia, USA ^[21]

แต่ดินทั่วไปสำหรับการผลิต กระเบื้อง อิฐ และผลิตภัณฑ์เซรามิก จะมีกระบวนการในการผลิตที่แตกต่างกันไปไม่เหมือนกันทั้งหมด เช่น ในบางกรณีอนุภาคขนาดใหญ่ถูกกำจัดโดยเทคนิค sedimentation พื้นฐานโดยปราศจากกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ เพื่อให้ได้ homogeneous ceramic bodies

2.5 การประยุกต์ใช้งานของดิน

ดินและแร่ดินถูกใช้อย่างกว้างขวางในทางอุตสาหกรรม (Grim, 1962; van Olphen, 1977; Lagaly and Fahn, 1983; Jepson, 1984; Odom, 1984; Murray, 1986, 1999, 2000, 2003; Harvey and Murray, 1997) ดินและแร่ดินเหล่านี้มีการใช้อย่างแพร่หลายซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทด้วยกันคือ

- ดินที่มีความเฉื่อยและเสถียรต่อปฏิกิริยาเคมี ส่งผลให้มีสมบัติการไหลตัวที่ดี ซึ่งจะถูกประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง
- ดินที่มีการเกิดปฏิกิริยา (reactivity) และเร่งปฏิกิริยาได้ (catalytic activity)

ในดินบริสุทธิ์โดยปกติจะไม่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ เราสามารถจำแนกดินเป็น 4 ประเภทด้วยกัน ซึ่งประเภทแรกเรียกว่า common clay มีการประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางในทางวิศวกรรม ดินประเภทนี้ประกอบด้วยส่วนผสมกันของแร่ดินชนิดต่างๆ เช่น illite/smectites, kaolinites, smectites, micas และแร่ที่เกี่ยวข้องอื่นๆ ประเภทที่สองเรียกว่า industrial kaolins ซึ่งประกอบด้วย แร่กาอลินไนท์จำนวนมาก ประเภทที่สาม คือ bentonite ซึ่งประกอบด้วยแร่ montmorillonite (smectite) จำนวนมาก และประเภทสุดท้ายคือ palygorskite-sepiolite clays ซึ่งคล้ายกับดินประเภทที่สาม bentonite และมีสมบัติเฉพาะคือ มีสมบัติเชิงผิวและปฏิกิริยาทางเคมี

กระบวนการผลิตดินกาอลินในทั่วโลกมีประมาณ 20 ล้านตันต่อปี และของ bentonites ประมาณ 13 ล้านตันต่อปี ในขณะที่ palygorskite-sepiolite ผลิตเพียง 2 ล้านตันต่อปี ส่วนจำนวนของ common clays ที่ใช้ทั่วโลกนั้นยากที่จะคาดคะเนได้เพราะไม่มีการทำสถิติไว้ อย่างไรก็ตามกระบวนการผลิต common clays มีประมาณการว่ามากกว่าหลายร้อยล้านตันต่อปี นอกจากนี้ยังมีกลุ่มแร่ 2-3 ชนิดของดินบริสุทธิ์ เช่น halloysite (ใช้ใน porcelain และ catalysis) และ hectorite (ใช้ใน cosmetics และ pharmaceuticals) ซึ่งมีสมบัติเฉพาะตัวคือ high-quality additives กว่า bulk industrial minerals ซึ่งแร่ที่มีสมบัติเหมือนกันแต่มีความละเอียดมากนั้นจะถูกพิจารณาใช้งานด้านอุตสาหกรรมมาก นั่นก็คือพวกแร่ vermiculite, mica, talc and pyrophyllite ^[21]

2.5.1 ดินและแร่ดินที่ใช้ในอุตสาหกรรม (Industrial uses)

ดินและแร่ดินที่ใช้ในทางอุตสาหกรรมประกอบด้วย Common Clays, Kaolins, Bentonites, Vermiculites และ Micas, Talc และ Pyrophyllite, Palygorskite และ Sepiolite รวมถึงการผสมดินและแร่ดินชนิดต่างเพื่อให้ได้สมบัติตามที่ต้องการเพื่อใช้ในทางอุตสาหกรรมด้วย ดังแสดงการใช้แร่ดินในอุตสาหกรรมดังในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5: การใช้แร่ดินที่ความถี่ต่อการเกิดปฏิกิริยาในอุตสาหกรรม ^[21]

| Clay family | Industry | Use |
|-------------------------|-------------------------|--|
| Kaolin | Paper, plastics, rubber | Filler |
| | Pesticides | Carrier, diluent |
| Vermiculite | Building industry | Heat insulation, sound dissipation |
| | Package industry | Shock proof materials, thermal protection, liquid absorption |
| | Foundries | thermal protection |
| Mica | Electrical industry | Insulation |
| | Paints | UV-, heat-stable and under-water paints |
| | Cosmetics | Nacreous pigments |
| | Coating | Corrosion proof, polymer coatings, underseal |
| Talcum, pyrophyllite | Plastics, rubber, paper | Filler |
| | cosmetics, | Powders, pastes, ointments, lotions |
| | pharmaceutics | Refractories |
| | refractory industry | |
| Palygorskite, sepiolite | Pesticides | Carrier for insecticides and herbicides |
| | Chemical industry | Catalyst carrier, filter material, anti-caking agent |
| | Cosmetics, plastics | Filler |

2.5.2 การประยุกต์ใช้งานของดินกาฬิน

กาฬินเป็นวัสดุที่เกดขึ้นเองตามธรรมชาติที่ถูกใช้งานอย่างหลากหลายเพราะความขาวและความเป็นพลาสติกของกาฬินนี้เองที่ทำให้มันถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น ใช้ทำเป็นบรรจุภัณฑ์, extender, วัสดุติบทางเซรามิกและสี นอกจากนั้นดินกาฬินยังมีความสำคัญอย่างมากในการใช้เป็นวัสดุที่ทนความร้อนสูงและใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซีเมนต์ และ ไฟเบอร์กลาส ในอุตสาหกรรม

เกาลินถูกประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆมากมายและเป็นแร่หลักในด้านอุตสาหกรรมเพราะมีความเสถียรทางเคมีมากในช่วง pH กว้าง ซึ่งเหมาะกับการใช้ทำสี หรือ extender ในการเคลือบฟิล์มและประยุกต์ใช้ในบรรจุภัณฑ์ นอกจากนี้เกาลินยังมีลักษณะอ่อน ไม่เกิดการสึกกร่อน มีการนำความร้อนและนำไฟฟ้าต่ำ ดังจะได้แสดงการนำเอาดินขาวไปประยุกต์ใช้งานในด้านอุตสาหกรรมเซรามิกและอุตสาหกรรมอื่นๆ ดังนี้

กระดาษ: ในอุตสาหกรรมกระดาษ ดินเกาลินถูกใช้เป็น filler ใน bulk และใช้เพื่อเคลือบที่ผิวของกระดาษ เนื่องจากดินเกาลินมีความขาว ทึบแสง พื้นที่ผิวสูง และการสึกกร่อนต่ำ จึงทำให้ดินเกาลินเป็นวัตถุดิบที่ดีและเหมาะสมอย่างมากในการผลิตกระดาษ เมื่อใช้ดินเกาลินในการเคลือบที่ผิวของกระดาษ ความขาวของดินเกาลินจะช่วยทำให้กระดาษเกิดความสว่างและทึบแสงมากขึ้นซึ่งทำให้ไม่เห็นตัวหนังสือ หรือลายพิมพ์อื่นๆ ในหน้าตรงข้าม เพิ่มคุณสมบัติดูดซับน้ำหมึก ในขณะที่ขนาดและรูปร่างของอนุภาคดินเกาลินจะให้ความมันวาว ตัวอย่างกระดาษที่มีดินเกาลินเป็นองค์ประกอบ เช่น กระดาษสำหรับแมกซีน แผ่นพับสำหรับโฆษณา กระดาษศิลปะ กระดาษเขียนการ์ตูน เป็นต้น

เซรามิก: ดินเกาลินจะเปลี่ยนเป็น มัลไลต์ และ แก้ว เมื่อเผาที่อุณหภูมิมากกว่า 1000 องศาเซลเซียส ซึ่งจะถูกใช้ในรูปของผลิตภัณฑ์ whitewares ซึ่งประกอบด้วย tableware, sanitaryware และกระเบื้องปูพื้นและผนังห้อง ดินเกาลินจะช่วยในการเพิ่มความแข็งแรงและความยืดหยุ่น (plasticity) ในตัวผลิตภัณฑ์และลด pyroplastic deformation ในกระบวนการเผา ใน tableware การเพิ่มความแข็งแรงและความยืดหยุ่นนั้น เป็นปัจจัยสำคัญสำหรับการเผาที่อุณหภูมิสูงและความขาวที่ได้จากดินเกาลินนี้เพราะดินเกาลินมีส่วนประกอบของธาตุทำให้เกิดสีต่างๆ ปริมาณน้อย เช่น ธาตุเหล็ก และ ไททาเนียม เป็นต้น สำหรับ **sanitaryware** เป็นผลิตภัณฑ์ที่สร้างมาจาก casting (either ใน plaster หรือ resin moulds ภายใต้แรงดัน) ซึ่งดินเกาลินจะช่วยเพิ่มสมบัติการไหลตัว ทำให้ casting slip สามารถไหลและ drain หลังจาก cast ก่อรูป

Fillers: เมื่อดินเกาลินถูกใช้เป็นสีย้อม มีสมบัติที่สำคัญคือ ที่พิเศษกว่าตัวอื่นคือ ความขาว หรือค่อนข้างขาว ทำให้ดินเกาลินเหมาะสำหรับใช้เป็น filler หรือ สีย้อม นอกจากสมบัติดังกล่าวยังมีสมบัติที่สำคัญดังต่อไปนี้ เสถียรใน pH ช่วงกว้าง สึกกร่อนยาก นำไฟฟ้าและความร้อนต่ำ และมีสว่างและทึบแสง

สี: สีที่อยู่ในรูปของเหลวและผง ดินเกาลินสามารถช่วยเพิ่มสมบัติทางแสง สมบัติเชิงกลและการไหลตัวของสีได้ โดยดินเกาลินที่ผ่านการแคลไซน์จะถูกใช้อย่างกว้างขวางในสี satin และ matt ซึ่งดินเกาลินจะช่วยเพิ่ม ความทึบแสง ความขาว และต้านการสึกกร่อน ดังนั้นจึงได้มีการนำดินเกาลินมาใช้แทน TiO_2 บางส่วนในสี

พลาสติก: ดินเหนียวถูกใช้ในพลาสติกเพื่อช่วยให้พื้นผิวเรียบ เกิดความเสถียรและทนต่อปฏิกิริยาเคมี เพื่อปกปิดโครงสร้างของเส้นใย reinforcement และช่วยลดการ shrinkage และ cracking ระหว่างกระบวนการ polymer compounding และ shape forming และใช้ในการปรับปรุงการไหลตัว และการเป็น filler นอกจากนี้ยังใช้ในการเพิ่มสมบัติเชิงกล ทางไฟฟ้าและสมบัติทางความร้อนด้วย การประยุกต์ใช้ดินเหนียวในพลาสติกที่สำคัญคือ ใน PVC cable โดยสมบัติทางด้านไฟฟ้าเป็นสมบัติหลักที่สำคัญ นอกจากนี้ยังมีการประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ ประกอบไปด้วย ในฟิล์มที่มีสมบัติเฉพาะตัวคือ ฟิล์มเคลือบรังสีอินฟราเรด

วัตถุดิบไฟ: วัตถุดิบไฟถูกผลิตจากวัสดุตามธรรมชาติ เกิดจากการรวมกันของส่วนประกอบของแร่ต่างๆ เช่น แร่ดินเหนียว ซึ่งถูกใช้เพื่อสร้างโครงสร้างผลึกของวัตถุดิบไฟที่อุณหภูมิสูง

ไฟเบอร์กลาส: ไฟเบอร์กลาสที่ถูกใช้เพื่อเพิ่มความแข็งแรงในงานด้านต่างๆ ต้องใช้ดินเหนียวเพื่อทำให้เกิดความเข้ากันได้ของ fibres ที่มีสมบัติในการเพิ่มความแข็งแรงรวมเข้ากับวัสดุ ดังจะเห็นการเพิ่มการเข้ากันได้ของ fibres ในพลาสติกด้วยดินเหนียว เช่น อุปกรณ์บางส่วนในรถ, เรือ, อุปกรณ์กีฬา fibreglass insulation, fibreglass air filters, fibreglass tanks and pipes เป็นต้น^[22]

นอกจากการประยุกต์ใช้ดินเหนียวในงานต่างๆข้างต้นยังได้มีการประยุกต์ใช้ในงานที่สำคัญอื่นๆดังต่อไปนี้

- 1) ใช้ทำเป็นเบ้าหลอมในอุตสาหกรรมถลุงเหล็กและหล่อเหล็ก
- 2) ใช้ทำเครื่องกรองน้ำ (Water Filter)
- 3) ใช้ทำฉนวนไฟฟ้า ในการทำฉนวนไฟฟ้าที่ทนแรงดันไฟฟ้าได้สูง (High-tension)
- 4) ใช้ทำเครื่องมือวิทยาศาสตร์ เช่น เบ้าหลอม (Crucible) ผลิตเซรามิกกึ่งตัวนำ (Semi-conducting Ceramic)
- 5) เป็นตัวฟอกสีและตัวเร่งปฏิกิริยา ในอุตสาหกรรมน้ำมันปิโตรเลียม
- 6) ใช้ในอุตสาหกรรมยาง โดยเติมลงไปในยาง (Rubber Filler) ให้มีความแข็งแรงทนทาน
- 7) ใช้ผสมลงในของเหลว ที่ใช้ในงานเจาะ (Drilling Fluid) สำรวจน้ำมันปิโตรเลียม
- 8) ใช้ในอุตสาหกรรมเกษตร เช่น เป็นส่วนผสมของยาฆ่าแมลงและปุ๋ย
- 9) ใช้ในอุตสาหกรรมทำยารักษาโรค เครื่องสำอาง ทำฟันปลอม (Dental Porcelain)

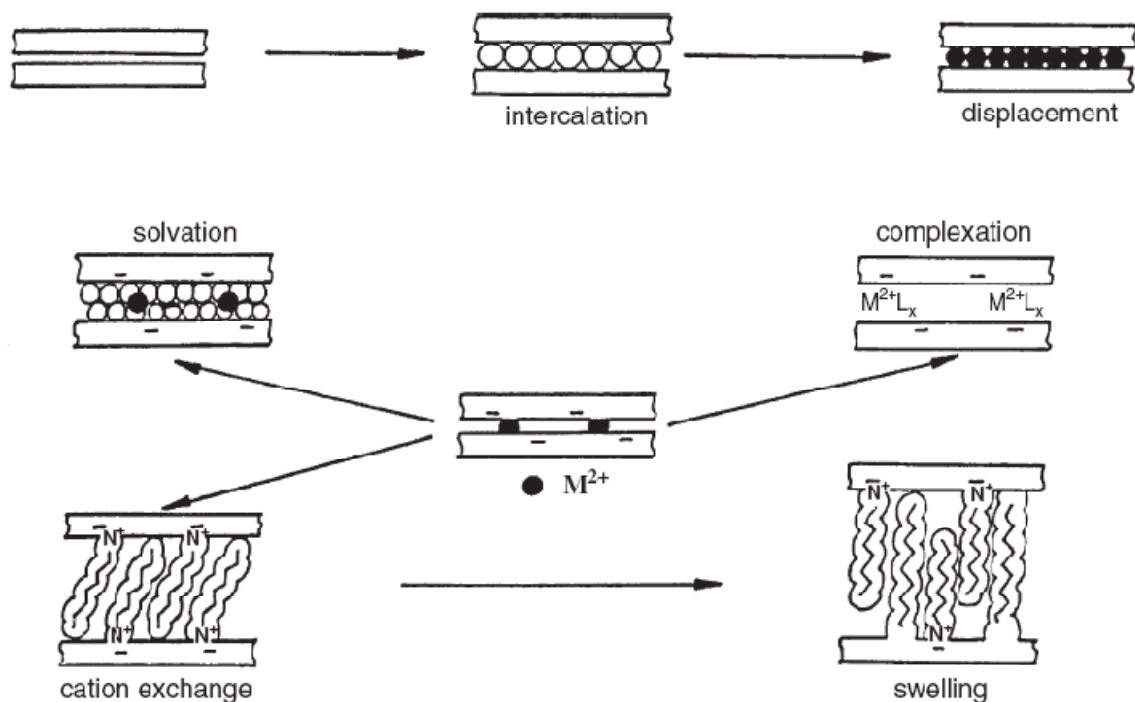
(ดร. พลยุทธ สุขสมิติ: ดินขาวและดินเหนียวดำ สำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 3 เชียงใหม่ พ.ศ.2539)^[13]

2.6 การแทรกสารอินทรีย์ในดิน

แร่ดินสามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีกับสารอินทรีย์ในรูปแบบที่ต่างกันดังแสดงในรูปที่ 2.19 ดินเหนียวที่มีโมเลกุลสารอินทรีย์ที่ไม่มีประจุในระหว่างชั้นดิน การเข้าไปของโมเลกุลสารอินทรีย์ในช่องว่างระหว่างชั้นดินเรียกว่า การแทรก (intercalation) ในขณะที่แร่ดินแบบ 2:1 จะมีรูปแบบการเกิดปฏิกิริยาที่หลากหลายกว่า ซึ่งโมเลกุลของน้ำในระหว่างชั้นดินของ smectites และ vermiculites สามารถถูกแทนที่โดยโมเลกุลของสารอินทรีย์ที่มีขั้ว ส่วน ligand ของสารอินทรีย์ที่ไม่มีประจุสามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับแคตไอออนที่ช่องว่างระหว่างชั้นดิน แคตไอออนที่ช่องว่างระหว่างชั้นสามารถถูกแลกเปลี่ยนโดยแคตไอออนของสารอินทรีย์รูปแบบต่างๆ ในโรงงานอุตสาหกรรมได้มีการใช้ไอออน quaternary Alkylammonium ในการปรับปรุงแร่ bentonite กลุ่มของสารประกอบอินทรีย์อื่นที่มีความสำคัญ คือ cationic dyes และ cationic complexes

Grafting reactions, การเกิดพันธะโคเวเลนต์ระหว่างผิวและสารอินทรีย์เป็นขั้นตอนที่สำคัญต่อความเป็น hydrophobic ที่ผิวของแร่ดิน grafting reactions ของแร่ดินแบบ 2:1 เกิดขึ้นบน edge surface ของกลุ่ม silanol และ aluminol ส่วนกลุ่ม hydroxyl บน interlayer surface ของเกลือไนท์จะเข้าได้กับ grafting agents เมื่อ ช่องว่างระหว่างชั้นดินเกิดการขยายด้วยวิธีการแทรก

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างแร่ดินและสารอินทรีย์ถูกใช้เพื่อระบุความเป็นแร่เกลือไนท์และแร่ดินแบบ 2:1 นอกจากนี้ยังใช้เพื่อปรับปรุงคุณลักษณะของอนุภาคดินและพฤติกรรมความเป็นคอลลอยด์ของการกระจายตัวของดินในการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมด้วย



รูปที่ 2.19 ปฏิกริยาเคมีที่ช่องว่างระหว่างชั้นดินของดินที่มีโครงสร้างแบบ 1:1 และ 1:2 จาก Jasmund และ Lagaly (1993) ^[23]

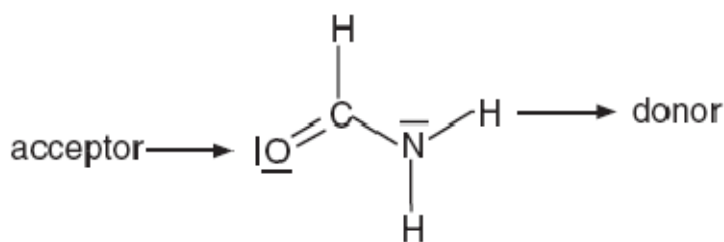
2.6.1 ปฏิกริยาการแทรกของแร่แคลินไนท์

ดินที่มีโครงสร้างผลึกแบบ 1:1 มีเพียงชนิดเดียว นั่นคือ ดินเหนียว ซึ่งถูกแทรกด้วยโมเลกุลของสารอินทรีย์ชนิดต่างๆ ดังได้แสดงในรูปที่ 2.19

- รูปแบบของสารประกอบอื่นที่จะนำมาทำการแทรกในโครงสร้างดินเหนียว

เนื่องจากช่องว่างระหว่างชั้นของดินเหนียวและ polytypes ของดินเหนียว ถูกเชื่อมเข้าด้วยกันด้วยพันธะไฮโดรเจน อันตรกิริยาระหว่าง dipole-dipole และแรงแวนเดอร์วาลส์ สารประกอบอินทรีย์ที่จะนำมาทำการแทรกในโครงสร้างดินเหนียวด้วยวิธีการแทรกสามารถแบ่งได้เป็น 3 กลุ่ม ดังนี้ (Weiss, 1961; Weiss et al., 1963a, 1963b, 1966; Olejnik et al., 1970)

1) สารประกอบที่มีการเชื่อมกันด้วยพันธะไฮโดรเจน เช่น hydrazine urea และ formamide เพื่อทำลายพันธะไฮโดรเจนระหว่างชั้นดิน โมเลกุลที่จะทำการแทรกเหล่านี้จะต้องประกอบด้วย 2 ส่วนที่แยกกันอย่างเด่นชัดเพื่อ accept และ donate พันธะไฮโดรเจน เช่น acid, amides และ urea ดังแสดงในรูปที่ 2.20 (Scheme I) ซึ่งกลุ่ม carbonyl ในโครงสร้างจะเป็น accept และกลุ่ม amide จะเป็น donate กับพันธะไฮโดรเจน ส่วนโมเลกุลของแอลกอฮอล์ จะไม่ถูกแทรกได้โดยตรงเพราะกลุ่ม OH จะรวมสมบัติทั้ง donor และ acceptor เข้าด้วยกัน



Scheme I.



Scheme II.

รูปที่ 2.20 สูตรโครงสร้างพันธะของสารประกอบที่จะนำมาทำการแทรกในชั้นดินเหนียว^[23]

2) สารประกอบที่มีสมบัติความเป็นขั้ว (dipole) สูง เช่น ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) และ pyridine-N-oxide ดังแสดงในรูปที่ 2.20 (Scheme II)

3) Potassium rubidium caesium และ ammonium salts ของกรดไขมันอิ่มตัวโซ่สั้นๆ (acetates, propionates, butyrates, and isovalerates) (Wada, 1961; Weiss et al., 1966) ซึ่งเหตุผลของการเกิดปฏิกิริยาในกรณีนี้ยังไม่ชัดเจน

นอกจากนั้นยังมีการรายงานการเกิดปฏิกิริยาการแทรกของ nacrite และ dickite ด้วย (Weiss and Orth, 1973; Weiss et al., 1973; Adams and Jefferson, 1976b; Adams 1978b; Adams, 1979; Ben Haj Amara et al., 1995)

- กลไกการแทรก

การแทรกสารประกอบทั่วไปถูกเตรียมโดย สารตั้งต้นแร่เหนียวไนท์ และ โมเลกุลของสารที่ต้องการแทรกในเหนียวไนท์ ในรูปของของเหลว สารละลาย หรือ สารละลายเข้มข้น ปกติจะทำได้ อุณหภูมิช่วง 60-80 องศาเซลเซียส การแทรกเป็นกระบวนการที่เป็นไปอย่างช้าๆ ซึ่งปกติจะใช้เวลาหลายวัน ดังแสดงในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6: เส้นไขปฏิกิริยา และ basal spacing ของการแทรกสารประกอบในเกล็ดไนท์^[23]

| Guest compound | Basal spacing (nm) | Reaction conditions |
|---------------------|--------------------|---------------------|
| None | 0.71 | |
| Formamide | 1.01 | 4 days, 60 °C |
| Hydrazine hydrate | 1.04 | 1 day, 60 °C |
| Urea* | 1.07 | 8 days, 60–110 °C |
| N-methylformamide | 1.08 | 2 days, 60 °C |
| Dimethyl sulphoxide | 1.12 | 30 h, 50 °C |
| | 1.12 | 20 min, 150 °C* |
| Potassium acetate* | 1.40 | 1 day, 65 °C |
| Ammonium acetate* | 1.41 | 20 days, 20 °C |

จาก Weiss และคณะ (1966); Weiss และ Orth (1973); Vempati และคณะ. (1996)

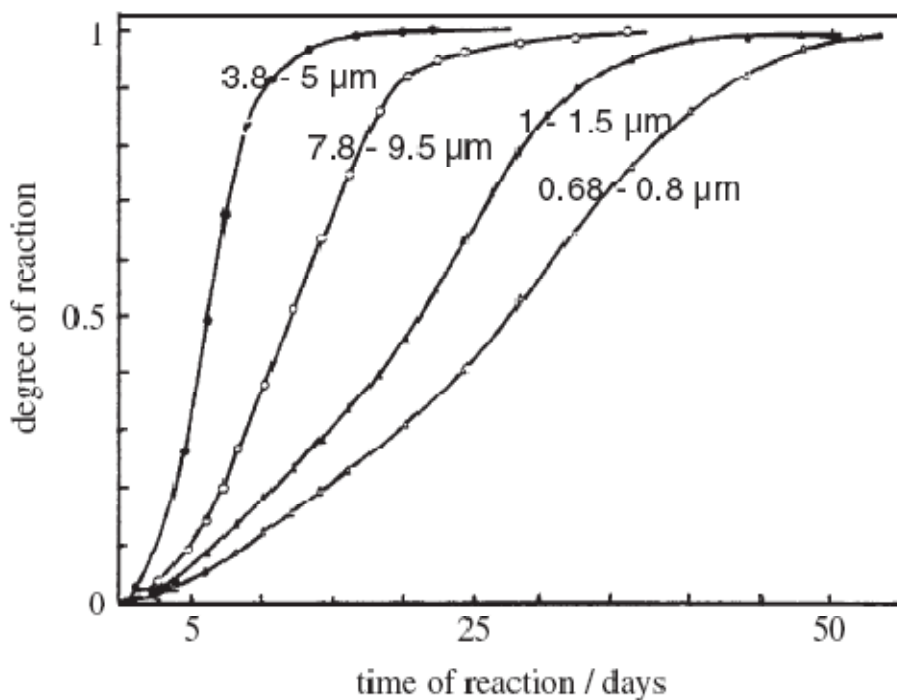
*In saturated aqueous solutions

จากตารางพบว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยาไม่เพียงขึ้นกับรูปแบบของสารประกอบที่จะทำการแทรกแล้ว คุณสมบัติ ความเข้มข้น (ถ้าถูกเตรียมในรูปของสารละลาย) แต่ยิ่งกว่านั้นยังขึ้นกับเกล็ดไนท์และขนาดอนุภาค ซึ่งขึ้นกับ อัตราส่วนโดยมวลของ เกล็ดไนท์และสารประกอบที่จะแทรกด้วย

ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาถูกคำนวณจาก intensity การเลี้ยวของเกล็ดไนท์ (001) ที่ไม่ได้ทำการแทรกสารประกอบอื่นๆเข้าไปในโครงสร้าง I_k และ ที่ถูกแทรกด้วยสารประกอบ I_l ดังสมการ

$$\alpha = I_l / (I_k + I_l)$$

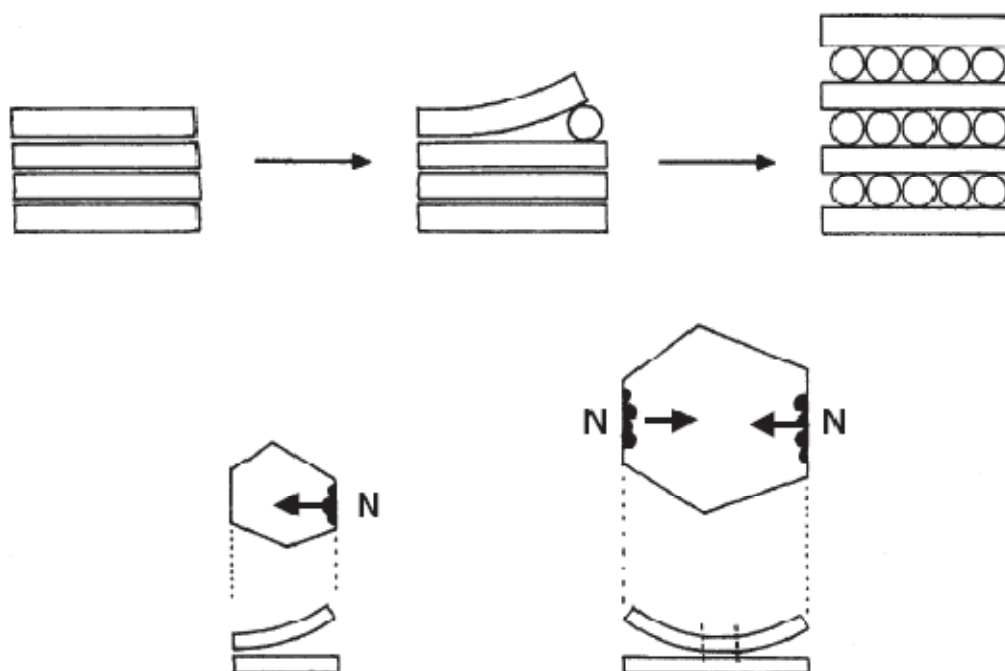
ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาจะเป็นฟังก์ชันของเวลาและจากรูปที่ 2.21 มีลักษณะการเพิ่มขึ้นแบบ S-shaped และอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปตามสมการ Avrami–Erofeev สำหรับปฏิกิริยาที่ phase boundary ของสองมิติ (Fenoll Hach Ali and Weiss, 1969)



รูปที่ 2.21 การแทรกของ urea (จะเกิดการ saturate ที่ 65°C) ในกาลินไนท์ที่มีขนาดอนุภาคต่างๆ (Weiss et al., 1970) จาก Jasmund และ Lagaly (1993)^[23]

Weiss และคณะ สรุปจากข้อมูลการกระเจิงของนิวตรอนว่า ปฏิริยาถูกเริ่มขึ้นโดยการ migration ของโปรตอน หรือ re-orientation ของกลุ่ม OH ภายใต้อิทธิพลของไดโพลโมเมนต์ของโมเลกุลที่จะทำการแทรก จะดูดซับที่ผิวภายนอกของ basal plane (Weiss et al., 1981; see also Lagaly, 1984, 1986a) สาเหตุนี้เองทำให้เกิดการยืดหยุ่นของช่องว่างระหว่างชั้นแร่กาลินไนท์ใกล้กับ basal plane นั่นคือเป็นการทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นเปิดนั่นเอง Electron resonance spectroscopy แสดงให้เห็นชั้นกาลินไนท์เกิดการเปลี่ยนรูปโดยการแทรกโมเลกุลของสารประกอบอื่นในโครงสร้าง (Lipsicas et al., 1986) ซึ่งผลนี้จะเกิดขึ้นจาก DMSO จะมากกว่าจาก N-methylformamide แน่นนอนว่าการเปลี่ยนรูปและความไม่เป็นระเบียบของชั้นดินจะเกิดขึ้นหลังจากการดูดซับโมเลกุลของสารที่ต้องการทำการแทรกในโครงสร้าง

หลังจาก nucleation จะเกิดกระบวนการแทรก หรือ กระบวนการ co-operative (Fenoll Hach- Ali and Weiss, 1969) โมเลกุลแรกของสารที่จะทำการแทรกสามารถจะแทรกซึมเข้าไประหว่างชั้นซิลิเกต เมื่อ 1 หรือ 2 ของชั้นดินเกิดการม้วนตัวขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.22

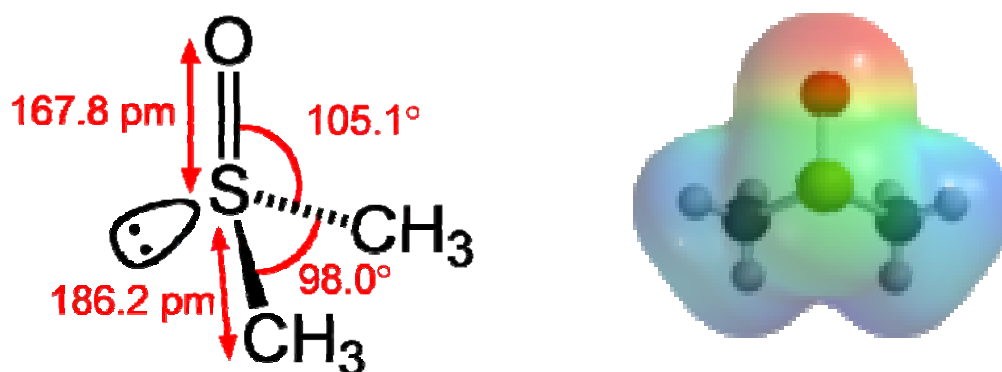


รูปที่ 2.22 กลไกของการแทรก ตำแหน่งการเกิด N nucleation ^[23]

บริเวณการเกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดนี้ขึ้นกับสมบัติความยืดหยุ่นของชั้นซิลิเกต หลังจากขั้นตอนการ nucleation ชั้นดินจะม้วนขึ้นและทำให้เกิดการแทรกซึมของโมเลกุลที่ต้องการทำการแทรกที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับขอบของ N ดังนั้นการแทรกตัวของโมเลกุลอื่นในโครงสร้างดินเกิดจากกระบวนการที่ 2-3 โมเลกุลของสารที่จะทำการแทรกประสบความสำเร็จในการทำให้โครงสร้างของชั้นดินเกิดการม้วนตัวขึ้นทำให้โมเลกุลสารที่จะทำการแทรกจำนวนมากสามารถแทรกซึมเข้ามาระหว่างชั้นดินได้อย่างรวดเร็วและปฏิกิริยาจะเคลื่อนที่ไปข้างหน้าไปยังกึ่งกลางของอนุภาค ปฏิกิริยาการเคลื่อนที่ไปข้างหน้าตามแสดงในรูป 2.22

อัตราการแทรกขึ้นกับ liquid structure ของโมเลกุลของสารที่จะทำการแทรก (Olejnik et al., 1970) ตัวอย่างเช่น ขึ้นกับอัตราส่วนโดยมวลของ DMSO ต่อแร่แคลินไนท์ อัตราการแทรกจะมีค่าสูงสุดเมื่อจำนวนของ DMSO เท่ากับจำนวน monomolecular บนผิวภายนอกของชั้นดิน นอกจากนี้ยังพบว่า การแทรกสารเข้าไปในแร่ดินสามารถแทรกอนุภาคขนาดใหญ่ให้เข้าไปใน lamellae ขนาดเล็กได้ และกระบวนการแทรกที่ทำให้ชั้นดินเกิดการม้วนตัวนี้ยังทำให้เกิดโครงสร้างผลึกแบบฮาโลยไซท์ด้วย (Weiss and Russow, 1963; Poyato-Ferrera et al., 1977; Gardolinski and Lagaly, 2005b) ^[23]

2.7 ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl Sulfoxide: DMSO)



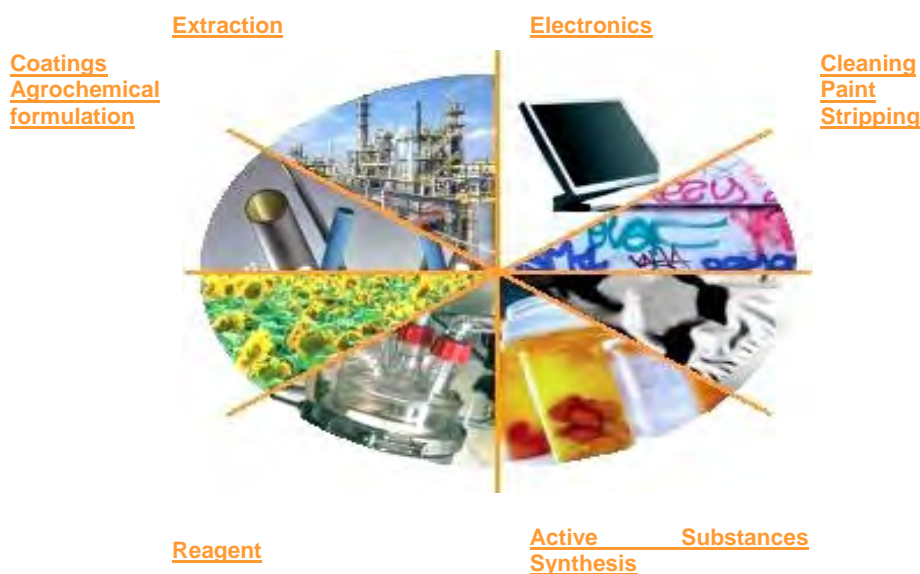
รูปที่ 2.23 สูตรโครงสร้างของไดเมทิลซัลฟอกไซด์^[24, 25]

ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl Sulfoxide: DMSO) เป็นสารที่มีความเป็นขั้วสูง และเป็นตัวทำละลายกลุ่ม Aprotic สูตรทางเคมีคือ C_2H_6OS เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีซัลเฟอร์เป็นธาตุประกอบซึ่ง DMSO เป็นสารที่มีอยู่ในธรรมชาติเช่น ใน ผัก ผลไม้ เมล็ดข้าว และผลิตภัณฑ์จากสัตว์ ซึ่ง DMSO ถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1866 โดยโรงงานอุตสาหกรรมกระดาษและได้เริ่มมีความสนใจนำมาใช้ในส่วนของการบำบัดโรคเมื่อปี ค.ศ. 1963 มีรายงานกล่าวว่า DMSO ถูกใช้ให้ซึมเข้าไปยังผิวเพื่อให้เกิดอาการรู้สึกร้อน ลดความเจ็บปวดและช่วยให้เนื้อเยื่อดีขึ้น และนอกจากนี้ยังพบว่า DMSO สามารถใช้ได้ทั้งในทางการแพทย์และไม่ใช้ทางการแพทย์ด้วย^[26]

DMSO เป็นตัวทำละลายกลุ่ม Aprotic ที่มีประสิทธิภาพและมีข้อดีมากกว่าตัวทำละลายกลุ่ม dimethylformamide และ n-methyl-2-pyrrolidone ดังแสดงต่อไปนี้^[27]

- 1) สมบัติการมีขั้วสูง และมีความเสถียรต่อประจุไฟฟ้า
- 2) มีความเสถียรต่อความร้อนได้ดี เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะสูญเสียความร้อนน้อยกว่า 0.1%
- 3) DMSO ไม่เป็นพิษและยังสามารถถูกนำกลับมาใช้ใหม่อีกครั้งได้
- 4) เมื่อเปรียบเทียบกับตัวทำละลายอื่นๆ พบว่า DMSO จะถูกใช้เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาซึ่งใช้กันอย่างแพร่หลาย และสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ตัวอย่างการประยุกต์ใช้ DMSO ในงานด้านต่างๆ



รูปที่ 2.24 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานของไดเมทิลซัลฟอกไซด์^[27]

2.8 สมบัติการต้านจุลินทรีย์ (antimicrobial property)

การพัฒนาวัสดุให้มีสมบัติต้านจุลินทรีย์นั้นจัดเป็นแนวคิดใหม่ที่เกิดขึ้นในปัจจุบันนี้ โดยมีการพัฒนาให้เกิดสมบัติดังกล่าวในผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น สี เครื่องครัว อุปกรณ์ในโรงเรียนและโรงพยาบาล ฯลฯ สารอนินทรีย์ที่มีสมบัติต้านจุลินทรีย์ที่ดีควรมีลักษณะที่สำคัญคือ มีความเสถียรทางเคมี ทนความร้อนสูง ปลอดภัยต่อผู้ใช้งาน และมีอายุการใช้งานนานตลอดอายุของผลิตภัณฑ์^[1] สารอนินทรีย์ที่มีสมบัติต้านแบคทีเรียส่วนใหญ่เป็นสารจำพวกไอออนของโลหะ เช่น Ag^+ , Hg^+ , Zn^{2+} และ Cu^{2+} เป็นต้น^[2] ซึ่งสารอนินทรีย์ที่ได้รับความสนใจในงานด้านการต้านจุลินทรีย์ในปัจจุบัน คือ อนุภาคเงิน ซึ่งได้แสดงผลการศึกษาประสิทธิภาพการต้านจุลินทรีย์ของอนุภาคเงินในงานวิจัยที่ผ่านมาดังนี้^[28]

1) Dr. Henry Crooks พบว่าสารคอลลอยด์อนุภาคเงินสามารถฆ่าเชื้อไวรัส ยีสต์รา และแบคทีเรียชนิด streptococcus, staphylococcus และจุลินทรีย์ก่อโรคได้ภายใน 3 นาที ซึ่งไม่เป็นอันตรายหรือมีพิษต่อผู้ป่วย และไม่มีผลข้างเคียงใดๆ เมื่อใช้ความเข้มข้นปริมาณสูง

2) จากสิ่งพิมพ์ British Medical Journal ประจำเดือนกุมภาพันธ์ ปี ค.ศ. 1923 ได้กล่าวถึงการเตรียมคอลลอยด์ของอนุภาคเงินเพื่อใช้ในทางยา และพบว่าอนุภาคเงินบริสุทธิ์ไม่ก่อให้เกิดอาการระคายเคือง และเมื่อทดลองที่ความเข้มข้นสูงๆ สามารถฆ่าแบคทีเรียได้อย่างรวดเร็ว จึงสามารถนำมาพิจารณาใช้ในการบำบัดรักษาแบคทีเรียได้

3) Dr. Bjorn Nordstrom ได้ใช้อนุภาคเงินในการรักษาโรคมะเร็ง

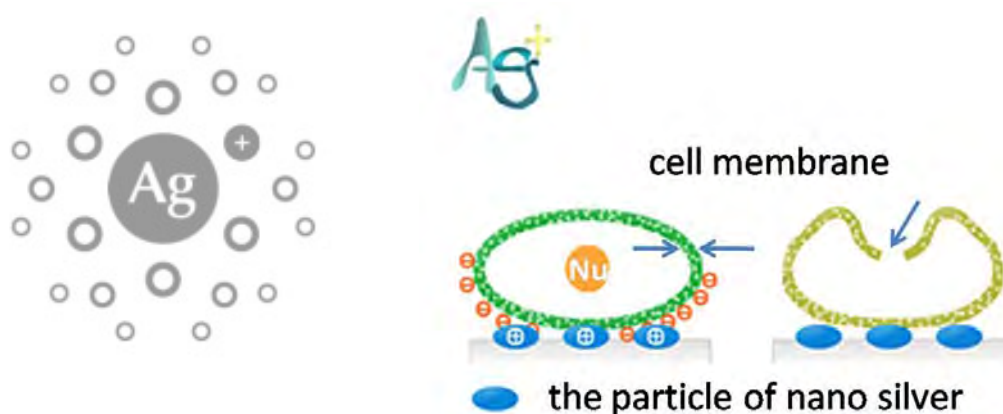
4) จากหนังสือ Science Digest ฉบับเดือนมีนาคม ปี ค.ศ. 1978 รายงานว่าสารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินสามารถฆ่าเชื้อที่ทำให้เกิดโรคได้มากกว่า 650 ชนิดและเป็นตัวที่ฆ่าเชื้อได้ดีที่สุด และไม่เป็นพิษกับมนุษย์

5) ในปี ค.ศ. 1991 FDA ได้มีประกาศอย่างเป็นทางการว่า ได้มีการยอมรับให้สารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินสามารถนำมาใช้เป็นยารักษาโรคที่เกิดจากการติดเชื้อประเภทแบคทีเรียได้ตั้งแต่ก่อนปี ค.ศ. 1938 จึงสามารถนำมาปรับใช้กับสินค้าในตลาดได้

6) จากสิ่งพิมพ์ Provo Herald ประจำเดือนกุมภาพันธ์ ปี ค.ศ. 1992 ได้กล่าวถึงสารคอลลอยด์ของอนุภาคเงินในการรักษาโรคเอดส์

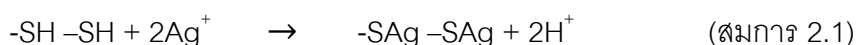
2.8.1 กลไกการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงิน

อนุภาคเงินระดับนาโนในรูปไม่มีประจุ (Ag^0) เมื่อสัมผัสกับบรรยากาศที่มีออกซิเจนจะทำให้อนุภาคบางส่วนเกิดการออกซิไดส์กลายเป็นอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีประจุอีกครั้ง (Ag^+) และอนุภาคเหล่านี้จะไปเกาะที่ผนังเซลล์ของแบคทีเรีย การศึกษาในแบคทีเรียชนิด *E. coli* พบว่าไฮดรอกซิลของเงินจะทำอันตรกิริยากับส่วนประกอบในไซโตพลาสซึม รบกวนกลไกการเกิด oxidative phosphorylation ในกระบวนการเมแทบอลิซึมของเซลล์ ยับยั้งเอนไซม์ในกระบวนการหายใจของเซลล์ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงการซึมผ่านของเยื่อหุ้มเซลล์ หรือรบกวนการส่งผ่านโปรตอนระหว่างเซลล์และสิ่งแวดล้อม



รูปที่ 2.25 กลไกการทำงานของอนุภาคเงินในการต้านแบคทีเรีย ^[28]

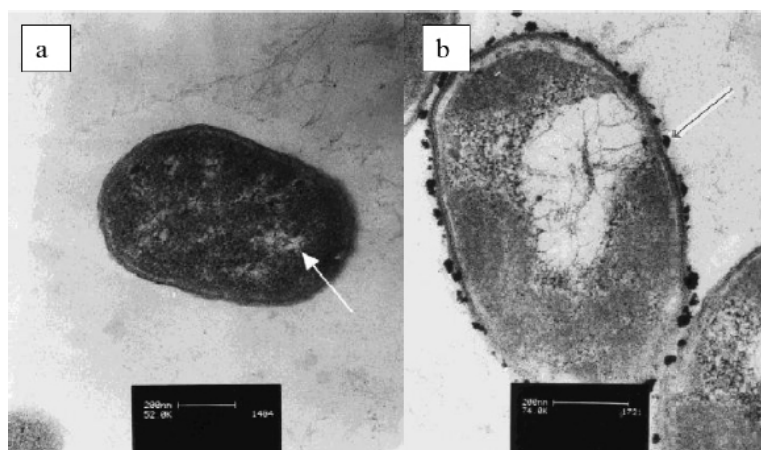
นอกจากกลไกดังกล่าวแล้วยังมีการศึกษาบางส่วนอธิบายเพิ่มเติมว่า สามารถยับยั้งการเจริญของแบคทีเรียได้จากการจับตัวกันของไอออนเงิน (Ag⁺) โดยการแทนที่ไฮโดรเจนไอออนในหมู่ไทออล (-SH) บนโมเลกุลของโปรตีน ทำให้เกิดการยับยั้งการทำงานของโปรตีน ยับยั้งการแบ่งตัวและทำให้เซลล์ตายในที่สุด กลไกการทำงานแบบนี้จะมีความจำเพาะเฉพาะกับเซลล์แบคทีเรียหรือไวรัสที่มีหมู่ไทออลบนโปรตีนบริเวณผนังเซลล์ซึ่งต่างจากเซลล์ของมนุษย์หรือสัตว์ที่ไม่พบหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวดังสมการ



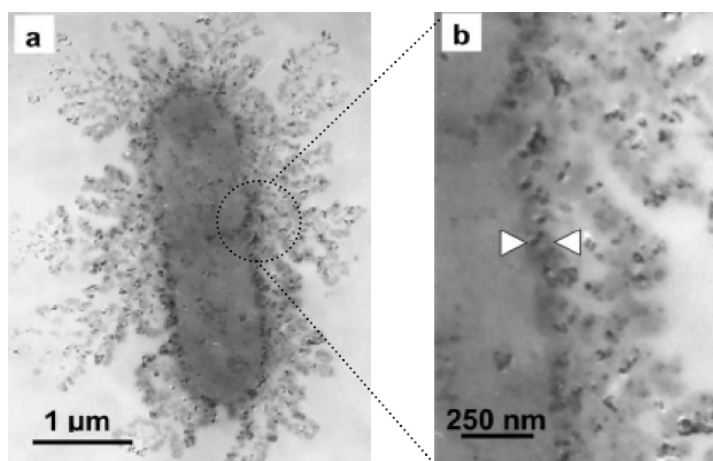
Activated enzyme

Deactivated enzyme

การศึกษานี้สอดคล้องกับการที่พบการสะสมของอนุภาคเงินระดับนาโน เฉพาะบนผิวของผนังเซลล์ของแบคทีเรีย *E. coli* ในรูปที่ 2.26 นอกจากนี้ Sondi, I. และคณะวิจัย ยังพบด้วยว่าอนุภาคเงินระดับนาโนที่สะสมตัวอย่างหนาแน่นที่บริเวณผนังเซลล์สามารถแทรกผ่านเข้าไปภายในเซลล์ของเชื้อ *E. coli* ได้ด้วยดังแสดงจากภาพถ่าย TEM ในรูปที่ 2.27 โดยจะเห็นอย่างชัดเจนว่าผนังเซลล์ถูกทำลาย ^[29]

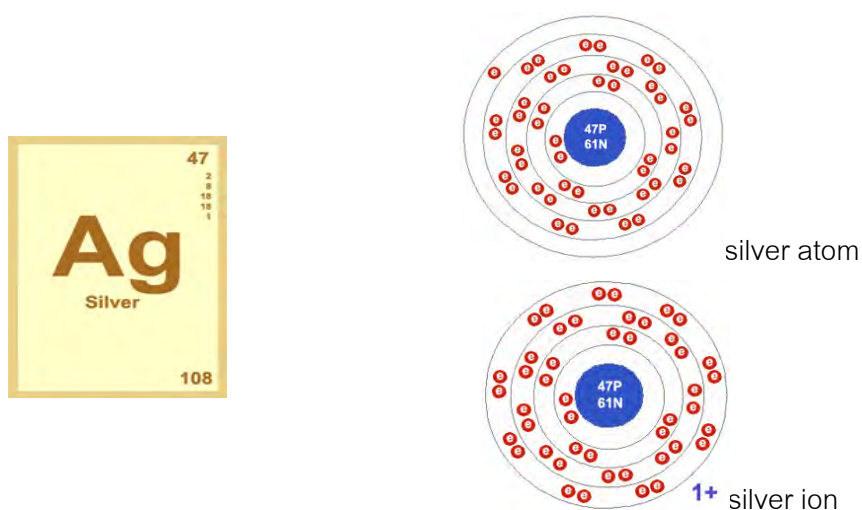


รูปที่ 2.26 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะภายในของ (a) *E. coli* ในภาวะปกติ (b) *E. coli* ในภาวะที่สัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโนและเกิดการสะสมตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคกลมสีดำที่ลูกศรชี้) บริเวณผนังเซลล์ของ *E. coli* ^[29]



รูปที่ 2.27 ภาพถ่าย TEM ของ (a) *E. coli* (รูปร่างเป็นแท่ง) ที่มีอนุภาคเงินระดับนาโน (อนุภาคสีดำ) แทรกผ่านเข้าไปภายในผนังเซลล์ (b). ภาพขยายแสดงการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปภายในผนังเซลล์ของ *E. coli* ^[29]

2.8.2 สมบัติทั่วไปของอนุภาคเงิน



รูปที่ 2.28 อะตอมและไอออนของเงิน ^[30]

ตารางที่ 2.7: สมบัติทั่วไปของแร่ธาตุเงิน ^[30]

| | |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| Relative atomic mass | 107.868 |
| Atomic mass (kg) | 180×10^{-27} |
| Density (g/cm ³) | 10.5 |
| Physical State at STP | Solid |
| Melting point (°C) | 961 |
| Boiling point (°C) | 2210 |
| Crystal Structure of solid element | Face centred cubic |
| Stable isotopes | ¹⁰⁷ Ag, ¹⁰⁹ Ag |
| Atomic radius | 1.60 Å |
| Atomic radius (calc.) | 1.65 Å |
| Covalent radius | 1.53 Å |
| Van der Waals radius | 1.72 Å |

2.9 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 1993 Jasmund และ Lagaly ได้มีการศึกษาปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างช่องว่างระหว่างชั้นดินที่มีโครงสร้างผลึกแบบ 1:1 และ 2:1 กับสารอินทรีย์รูปแบบต่างๆ โดยปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างช่องว่างชั้นดินนั้นเกิดจากการแทรกสารประกอบอินทรีย์ชนิดต่างๆ เข้าไปซึ่งสารประกอบอินทรีย์ที่สามารถนำมาใช้แทรกในโครงสร้างดินเหนียวถูกจำแนกออกได้ 3 กลุ่มโดย Weiss และคณะ ในปี ค.ศ. 1961-1963 และ Olejnik และคณะ ในปี ค.ศ. 1970 ผลจากการแทรกสารประกอบอินทรีย์เหล่านี้ส่งผลให้ค่า basal spacing ของดินเหนียวเพิ่มขึ้น ดังได้แสดงให้เห็นในตารางที่ 2.6 ซึ่งเป็นผลการวิจัยของ Weiss และคณะ ในปี ค.ศ. 1966 Weiss และ Orth ในปี ค.ศ. 1973 และ Vempati และคณะ ในปี ค.ศ. 1996 การแทรกของสารประกอบอินทรีย์จะขึ้นกับปัจจัยต่างๆคือ ขนาดของอนุภาค ลักษณะโมเลกุลของสารที่ต้องการทำการแทรก วิธีที่ใช้ในการแทรก รวมถึงความไม่บริสุทธิ์ของสารด้วย^[34] สารประกอบอินทรีย์ที่น่าสนใจในการนำมาใช้ขยายขนาดของชั้นดินคือ ไดมethylซัลฟอกไซด์ เพราะสามารถขยายขนาดของชั้นดินเหนียวจาก 7.1 Å เป็น 11.2 Å โดยใช้ระยะเวลาในการขยายขนาดของชั้นดินสั้นคือ 30 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 °C และ 20 นาที ที่อุณหภูมิ 150 °C เมื่อเทียบกับสารประกอบอินทรีย์ตัวอื่น นอกจากนั้น ไดมethylซัลฟอกไซด์ยังเป็นสารที่ไม่เป็นพิษอีกด้วย^[27] ต่อมาในปี ค.ศ. 2002 Lopes และคณะ ได้ศึกษาจลศาสตร์การย่อยสลาย (Decomposition kinetics) ของดินเหนียวด้วย ไดมethylซัลฟอกไซด์ โดยใช้เทคนิค TGA/DTA พบว่า ไดมethylซัลฟอกไซด์ ช่วยขยายโครงสร้างของชั้นดินได้^[5] ในปี ค.ศ. 1976 Jackson และ Abdel Kader และ ปี ค.ศ. 1984 พบว่าหลังจากทำการขยายขนาดของชั้นดินด้วย ไฮดรอกซีน และ ไดมethylซัลฟอกไซด์ สามารถทำการแทรก CsCl เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นดินเหนียวได้ ต่อมาได้มีการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างดินเหนียวที่ขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ หลังจากทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นดินแล้วต้องมีการทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดความเสถียรต่อการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี ซึ่งวิธีการทั่วไปที่ใช้ทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนเสถียรต่อการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี คือทำการรีดิวซ์ไอออนเงิน (Ag^+) ด้วย $NaBH_4$ หรือ EDTA โดย Heard และคณะ ในปี ค.ศ. 1983 ซึ่งงานวิจัยดังกล่าวยังให้ผลสอดคล้องกับงานวิจัยของ Carey Lea ที่ใช้รังสี ^{60}Co เพื่อเป็นตัวรีดิวซ์ด้วย และในปี ค.ศ. 1996 Huang และคณะ ในปี ค.ศ. 1998 Henglein และ Kapoor และสุดท้าย ในปี ค.ศ. 2000 Kéki ได้เสนอวิธีการรีดิวซ์อนุภาคเงินระดับนาโนโดยใช้ รังสียูวี ซึ่งพบว่าไอออนของ Ag^+ จะเกิดการรีดิวซ์ได้อย่างรวดเร็ว^[6]

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในแร่กาอลินไนท์ซึ่งเป็นแร่องค์ประกอบหลักที่พบในดินกาอลินซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมเซรามิกเพื่อเพิ่มสมบัติการต้านแบคทีเรีย และจากลักษณะโครงสร้างของแร่กาอลินไนท์ที่มีลักษณะการเรียงตัวแบบซ้อนกันของ O-T sheet โดยคาดหวังว่าโครงสร้างที่เป็นชั้นๆของแร่กาอลินไนท์จะเป็นเสมือนเกราะกักบังอนุภาคเงินระดับนาโนไม่ให้เกิดการสลายตัวไปที่อุณหภูมิสูง ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ในโรงงานอุตสาหกรรมเซรามิก เพื่อให้ยังคงสมบัติต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิสูงได้

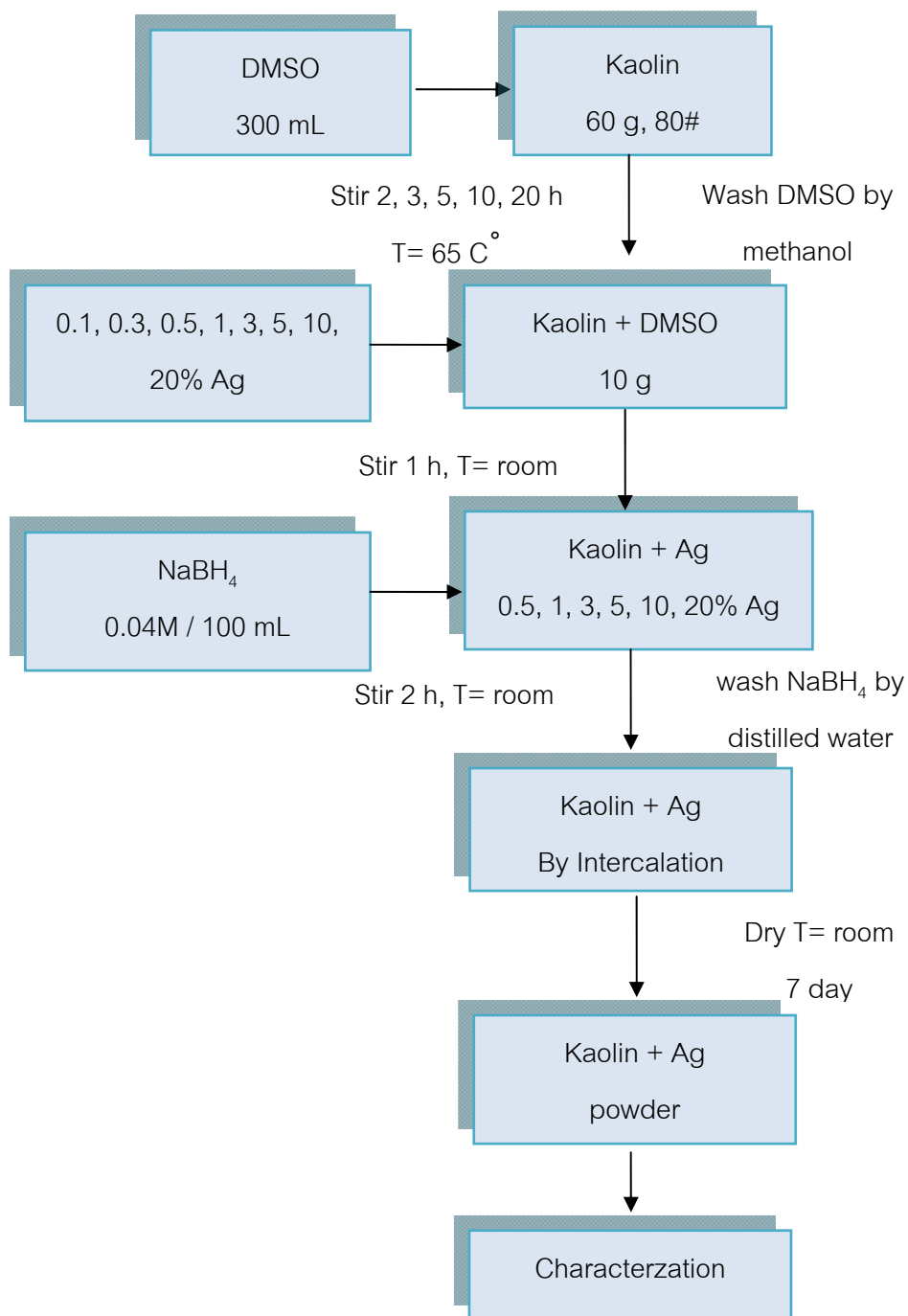
3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง คือ ดินกาอลิน (Kaolin) ที่มีชื่อทางการค้าว่าดินขาวระนอง จะถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วย ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl Sulfoxide: DMSO) ก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินที่อยู่ในรูปของสารละลายในเตรตที่ความเข้มข้นต่างๆ แล้วทำการรีดิวซ์ไอออนของเงินให้มีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) ดังจะแสดงรายละเอียดของสารเคมีและวัตถุดิบดังตาราง

ตารางที่ 3.1: วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

| สารเคมี / วัตถุดิบ | บริษัทผู้ผลิต | รหัสอ้างอิง |
|---------------------------------|---------------------|-------------|
| ดินขาวระนอง (Kaolin) | บริษัทคอมพาวด์เคลย์ | - |
| ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) | Riedel-de Haën | 60153 |
| ซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) | Merck kGaA. Germany | - |
| โซเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) | Laboratory Chemical | A 2334-100G |
| เมทานอล (CH_3OH) | Merck kGaA. Germany | UN 1230 |

3.2 แผนผังการเตรียมตัวอย่าง Ag/Kaolinite



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงการเตรียมตัวอย่างอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว

3.3 การเตรียมตัวอย่างอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลี

3.3.1 การขยายขนาดของชั้นดิน

เนื่องจากโครงสร้างของดินเกาหลีมีลักษณะการเรียงตัวซ้อนกันเป็นชั้นๆ และแต่ละชั้นจะยึดกันแน่นไว้ด้วยพันธะไฮโดรเจน ดังนั้นช่องว่างระหว่างชั้นนั้นจะมีระยะห่างคงที่ไม่สามารถขยายให้กว้างขึ้นหรือหดให้แคบลงได้ ทำให้โมเลกุลของน้ำและไอออนของโลหะไม่สามารถแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นดินได้ เมื่อต้องการแทรกอนุภาคเงินเข้าไปในโครงสร้างดินเกาหลี จึงต้องทำการขยายขนาดช่องว่างระหว่างชั้นดินก่อน ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้ ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ในการขยายขนาดของชั้นดิน โดยนำดินเกาหลี 60 กรัมที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 80 เมช มาทำการปั่นในสารละลาย DMSO ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ด้วยเครื่อง Hot plate stirrer ที่อุณหภูมิประมาณ 65 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลาในการปั่นต่างๆกัน คือ 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมงตามลำดับ หลังจากนั้นนำดินเกาหลีที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO มาทำการล้าง DMSO ส่วนเกินออกด้วยสารละลายเมทานอล โดยล้างผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 (บริษัท, what man) ใน Buchner funnel ที่ผ่านการดูดอากาศออก ล้างจนดินเกาหลีมีสีจางลง แล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

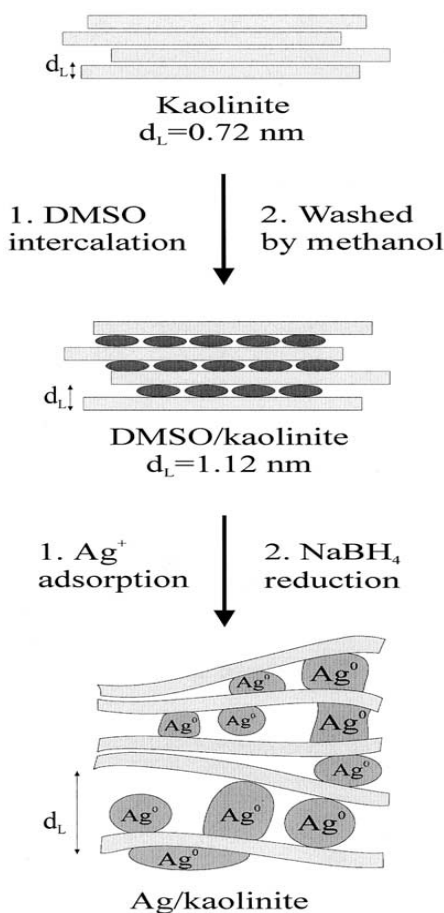
3.3.2 การแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินเกาหลี

นำดินที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO 10 กรัม มาทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนซึ่งเตรียมจาก สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) ที่ความเข้มข้นต่างๆกันคือ 0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0 และ 20.0 เปอร์เซ็นต์ โดยการปั่นดินที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO และสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

3.3.3 การรีดิวซ์ไอออนของอนุภาคเงิน

เพื่อให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดความเสถียรในโครงสร้างดินเกาหลี จึงต้องทำการรีดิวซ์ไอออนของเงินให้เงินมีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้โซเดียมบอโรไฮไดรด์ (NaBH_4) ในอัตราส่วนโดยโมลของ AgNO_3 ต่อ NaBH_4 เป็น 1:4 ในการรีดิวซ์ โดยเตรียมสารละลาย NaBH_4 ที่อัตราส่วนโดยโมลดังกล่าวปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติมน้ำลงในดินเกาหลีที่ผ่านการแทรกอนุภาคเงินในข้อที่ 3.3.2 แล้วปั่นต่อเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

หลังจากนั้นนำสารที่ผ่านการรีดิวซ์แล้วมาล้างด้วยน้ำกลั่นผ่านกระดาษกรองใน Buchner funnel ที่ผ่านการดูดอากาศออก และทำการทดสอบ AgNO_3 ที่เหลืออยู่หลังจากผ่านการล้างด้วยสารละลาย NaCl ซึ่งจะพบการตกตะกอนเกิดขึ้น ล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งไม่พบตะกอน แล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

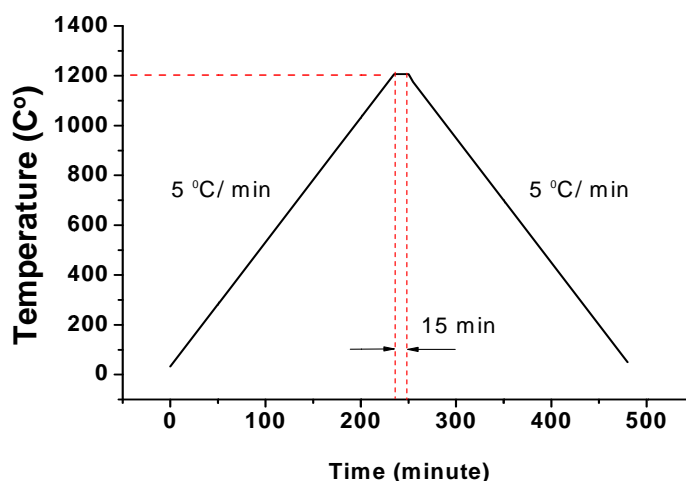


รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว [6]

3.3.4 การเผาสารตัวอย่าง

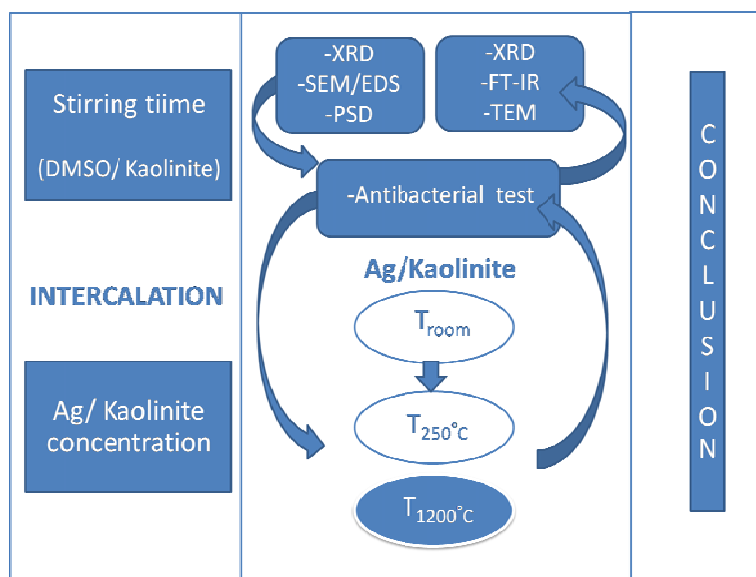
เพื่อวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวต่อการต้านแบคทีเรีย จะทำการเลือกผลของตัวอย่างที่ให้ประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียที่ดีที่สุด เพื่อเป็นตัวแทนของการใช้งานอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่อุณหภูมิห้อง แล้วใช้เตาอบในการเพิ่มอุณหภูมิให้มีอุณหภูมิอยู่ในช่วง (200-300 °C) ซึ่งเป็นตัวแทนของอุณหภูมิขึ้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์ เพื่อเป็น

แนวทางในการประยุกต์อนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวในงานด้านพอลิเมอร์ นอกจากนั้น อุณหภูมิสูง (1200-1300 °C) เป็นตัวแทนของอุณหภูมิการผลิตภัณฑ์เซรามิกชนิด สโตนแวร์ และพอร์ซเลน จะทำการเผาด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C ต่อนาที และทำคงอุณหภูมิไว้ที่ 1200 °C เป็นระยะเวลา 15 นาที แล้วค่อยลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 5°C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิต่ำ ซึ่งลักษณะการเผาแบบนี้เป็นกระบวนการทั่วไปในการเผาผลิตภัณฑ์เซรามิก ดังแสดงในรูปที่ 3.2 จากนั้นนำผงตัวอย่างไปวิเคราะห์ผลต่อไป



รูปที่ 3.3 อุณหภูมิและเวลาในการเผานี้ผงตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1200 °C เพื่อเป็นตัวแทนอุณหภูมิ การเผาผลิตภัณฑ์เซรามิก

3.4 แผนผังงานวิจัย



รูปที่ 3.4 แผนผังงานวิจัย

3.5 การวิเคราะห์สมบัติของสารตัวอย่าง

3.5.1. วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวโดยมีเงื่อนไขต่าง ๆ กัน

วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ปัจจัยต่าง ๆ ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว เพื่อวิเคราะห์การแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเหนียวที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพสูงสุดในการต้านแบคทีเรีย

1) โครงสร้างและองค์ประกอบของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer โดยใช้ตัวแปรและภาวะดังตารางที่ 3.2

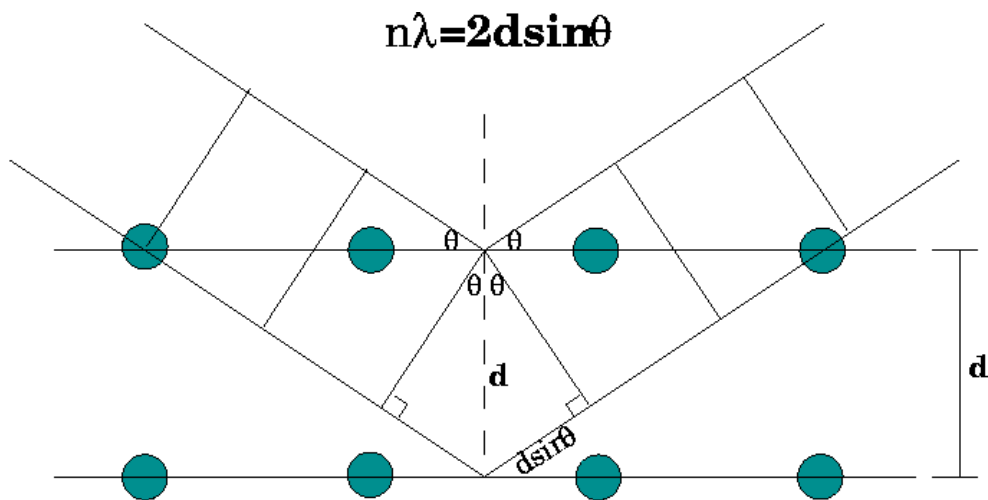
ตารางที่ 3.2: ตัวแปรการใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (Bruker, D8 Advance)

| | |
|--------------------------------|-----------------|
| Scan Angle (degree) | 5-70 |
| Scan Rate ($^{\circ}$ /point) | 0.02 |
| Temp ($^{\circ}$ C) | 25 |
| Target | Cu K_{α} |

และคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างแลตทิซด้วยเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition)

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

| | | |
|-------|-----------|--|
| เมื่อ | d | คือ ระยะห่างระหว่างแลตทิซ |
| | θ | คือ มุมในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ |
| | n | คือ มีค่าเป็นเลขจำนวนเต็มบวก |
| | λ | คือ ความยาวคลื่น X-ray ของ Cu K_{α} มีค่าเท่ากับ 1.5405 Å |



รูปที่ 3.5 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบบระนาบของผลึก ^[32]

2) โครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning electron microscope (SEM) รุ่น XL 30CP ผลิตโดยบริษัท Philips

การเตรียมตัวอย่างสำหรับตรวจลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคโดยนำผงของสารตัวอย่างไปกระจายตัวในเอทานอลหมุนปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก นาน 3 นาที จากนั้นหยดสารตัวอย่าง 1 หยดลงบนกระจกสไลด์ ก่อนที่จะนำตัวอย่างมาติดกับแท่นลองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า ก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคด้วย SEM

3) องค์ประกอบทางเคมีของธาตุใช้เทคนิค Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ด้วยเครื่องมือ Scanning electron microscope (SEM) รุ่น XL 30CP ผลิตโดยบริษัท Philips

นอกจาก SEM จะใช้วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคแล้วยังสามารถใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุได้อีกด้วย ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิค EDS เพื่อตรวจหาอนุภาคของเงินในโครงสร้างของดินเหนียว โดยจะทำการสุ่มเช็คตัวอย่างละ 3 ตำแหน่ง

4) หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุใช้เทคนิค FT-IR ด้วยเครื่องมือ Fourier transform- infrared spectroscope

FT-IR เป็นเทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด (infrared light) ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่างได้ ซึ่งในการทดลอง จะทำการวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น 450 - 4500 cm^{-1} ดังจะได้แสดงหมู่ฟังก์ชันในช่วงเลขคลื่นต่าง ๆ ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3: หมู่ฟังก์ชันในช่วงเลขคลื่นต่างๆ^[5]

| Band observed (cm ⁻¹) | | Band assignment in kaolin – dimethylsulphoxide |
|-----------------------------------|---------|---|
| Lopes | Vempati | |
| 3695 | 3695 | SMO–HO hydrogen bonding in the kaolin–dimethylsulphoxide |
| 3620 | 3621 | |
| 3020 | 3022 | CH-stretching |
| 2937 | 2937 | |
| 1103 | 1099 | |
| 1032 | 1032 | Si–O–Si vibration |
| 1007 | 959 | |
| | 912 | |
| 789 | 789 | Gibbsite-like vibration |
| 770 | | |
| | 687 | Si–O–Al |
| 539 | 557 | |
| 471 | 469 | |
| | 436 | |

5) ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้เทคนิค การส่องผ่านของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Transmission Electron Microscopy (TEM) รุ่น JEM-2100 (200KV) ผลิตโดยบริษัท JEOL, Japan (Resolution Point 0.23 nm และ Lattice 0.14 nm, Single tile และ Double tile ($\pm 30^\circ$) holder)

นอกจาก TEM จะใช้วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคจากภาพถ่ายชนิด Bright-field ซึ่งภาพถ่ายชนิดนี้จะบอกถึงลักษณะรูปร่างและขนาดของวัตถุหรือลักษณะการจัดเรียงตัวของระนาบผลึก (High resolution image, HRTEM) และภาพถ่ายชนิด Electron Diffraction pattern เป็นภาพถ่ายที่บอกถึงระนาบของผลึกทั้งหมด นอกจากนั้นยังสามารถใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุได้อีกด้วย โดยใช้เทคนิค EDX ดังนั้นเพื่อตรวจหาอนุภาคของเงินในโครงสร้างของดินเหนียวจึงใช้เทคนิค EDX นี้

3.5.2 วิเคราะห์ผลการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีต่อการต้านแบคทีเรีย

วิเคราะห์ผลการกระจายตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีต่อการต้านแบคทีเรีย (*Escherichia coli*)

การกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีต่อการต้านแบคทีเรียโดยใช้เทคนิค Laser Light Scattering จากเครื่อง Particle Size Analyzer รุ่น Mastersizer 2000 ผลิตโดยบริษัท Malvern

การเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ เริ่มจากการนำสารตัวอย่างมาทำให้เกิดการกระจายตัวในน้ำกลั่นโดยการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกประมาณ 3 นาทีจนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นใช้หลอดหยดดูดสารตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลี

3.5.3 วิเคราะห์ฤทธิ์ต้าน *E. coli* ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลี

วิเคราะห์ผลของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีต่อการต้าน *E. coli*

วิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรีย (*Escherichia coli*) โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

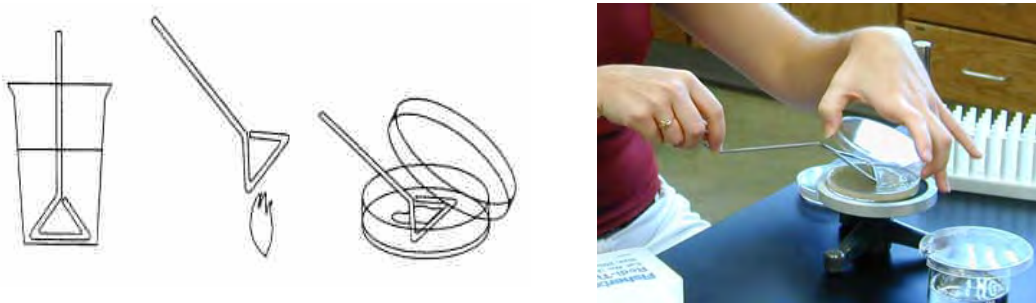
1) เตรียมแบคทีเรีย *Escherichia coli* ที่ใช้ในการทดสอบโดยการเพาะเลี้ยงในอาหารเลี้ยงเชื้อ Nutrient broth (NB) โดยเทคนิคปลอดเชื้อ (aseptic technique) จากนั้นบ่มที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งอาหารเลี้ยงเชื้อ NB ที่ใช้ในการทดลองทุกขั้นตอนต้องผ่านการฆ่าเชื้อด้วยเครื่อง autoclave โดยสภาวะที่ใช้คือ อุณหภูมิ 121 องศาเซลเซียส ความดัน 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้วแล้ว

2) เตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อ NB ปริมาณ 50 มิลลิลิตรใส่ขวดรูปชมพู่ และเติมอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในดินเกาหลีระดับเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นต่างๆคือ 0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0 และ 10.0%Ag ที่จะทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียลงไปปริมาณ 0.1% W/V ในที่นี้คือ 0.05 กรัม

3) เติม *E.coli* ที่เตรียมไว้ในข้อ 1 ลงในอาหารเลี้ยงเชื้อ NB ที่มีระดับอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในดินเกาหลีระดับต่างๆ ดังกล่าวไว้ข้างต้น โดยให้มีจำนวนเซลล์แบคทีเรียเริ่มต้นเท่ากับ 10^8 CFU/ml จากนั้นเขย่าด้วยความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที (rpm) เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้แบคทีเรียสัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในดินเกาหลี

4) ตรวจสอบการรอดชีวิตของแบคทีเรียโดยการปิเปตอาหารเลี้ยงเชื้อ NB ที่มีแบคทีเรียสัมผัสกับอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในดินเกาหลีดังข้อ 3 ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตรลงบนอาหารเลี้ยงเชื้อ Nutrient agar (NA) จากนั้น เกลี่ยให้ทั่วทั้งจานเพาะเชื้อด้วยแท่งแก้วรูปตัวแอล เรียก

เทคนิคนี้ว่าเทคนิค spread plate ดังแสดงในรูปที่ 3.9 (ทำ 3 ซ้ำ) บ่มที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วตรวจผลโดยการนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่รอดชีวิต



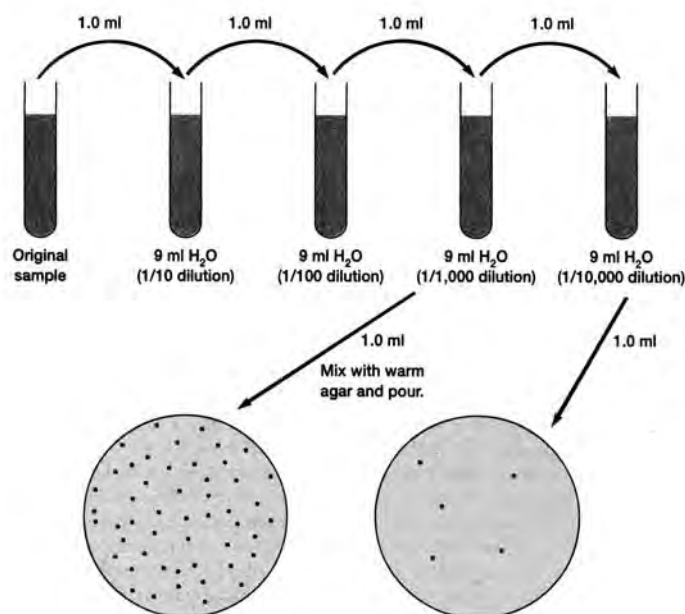
รูปที่ 3.6 วิธี spread plate ^[33]

ในการนับเซลล์จุลินทรีย์ด้วยวิธีนี้จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานอาหารมีความสำคัญ คือต้องมีจำนวนไม่มากหรือน้อยเกินไป โดยทั่วไปจะนับเฉพาะจานอาหารที่มีจำนวนเซลล์ระหว่าง 25-250 เซลล์เท่านั้น ดังนั้นเพื่อให้จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานอาหารอยู่ในช่วงดังกล่าว ควรทำการเจือจางเชื้อเริ่มต้นหลายๆครั้ง โดยทั่วไปทำเป็นลำดับๆละ 10 เท่า (serial dilution) ดังแสดงในรูปที่ 3.7 แล้วทำการเพาะเชื้อจุลินทรีย์ที่แต่ละระดับการเจือจางลงบนจานอาหาร เมื่อเชื้อจุลินทรีย์เจริญบนจานอาหารแล้ว นับจำนวน และทำการคำนวณหาจุลินทรีย์ต่อกรัมหรือมล.ของตัวอย่างได้ การรายงานผลมักรายงานเป็น colony forming unit (CFU) มากกว่าจำนวนจุลินทรีย์ เนื่องจากไม่สามารถบอกได้อย่างแน่นอนว่า 1 โคโลนีมาจาก 1 เซลล์ ^[29] สามารถคำนวณจำนวนแบคทีเรียได้ ดังสมการ

จำนวนแบคทีเรียต่อ มล.ของตัวอย่าง = ค่าเฉลี่ยของจำนวนแบคทีเรียบนจานอาหาร 2 จานที่
ระดับการเจือจางเดียวกัน \times ส่วนกลับของระดับการ

เจือจางมีหน่วยเป็น CFU (Colony forming unit) ต่อ มล.

(สมการ 3.2)



รูปที่ 3.7 การทำเจือจางเพื่อให้จำนวนโคโลนีที่เจริญบนจานอาหารอยู่ในช่วงที่สามารถนับได้^[33]

3.5.4 วิเคราะห์ผลของอุณหภูมิต่อฤทธิ์การต้าน *E. coli* ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว

วิเคราะห์ผลของอุณหภูมิของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวต่อการต้านแบคทีเรียโดยเลือกจากผลตัวอย่างที่ให้ประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียดีที่สุดที่สุดในข้อ 3.5.3 เพื่อเป็นตัวแทนของการใช้งานอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิปานกลาง (200-300 °C) เป็นตัวแทนของอุณหภูมิขึ้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์ และอุณหภูมิสูง (1200-1300 °C) เป็นตัวแทนของอุณหภูมิการเผาผลิตรายกซ์ไฮดรอกไซด์ สโตนแวร์และพอร์ซเลน

นอกจากนี้ยังศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่มีต่อการสลายตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่เตรียมขึ้นโดยใช้เทคนิค TG / DTA เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงความร้อนโดยวัดออกมาในรูปของอุณหภูมิที่ต่างกันระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง (Al_2O_3) ในระหว่างให้ความร้อนอุณหภูมิของตัวอย่างจะเกิดการเปลี่ยนแปลงในลักษณะการดูด (Endothermic) หรือการคายความร้อน (Exothermic) เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายใน (Enthalpic transition) เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงเฟส การละลาย การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก การเดือด การเผาไหม้ การระเหย การคายน้ำ การแตกตัว กระบวนการ Oxidation Reduction และปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาที่ช่วงอุณหภูมิ 25 – 1200 °C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที

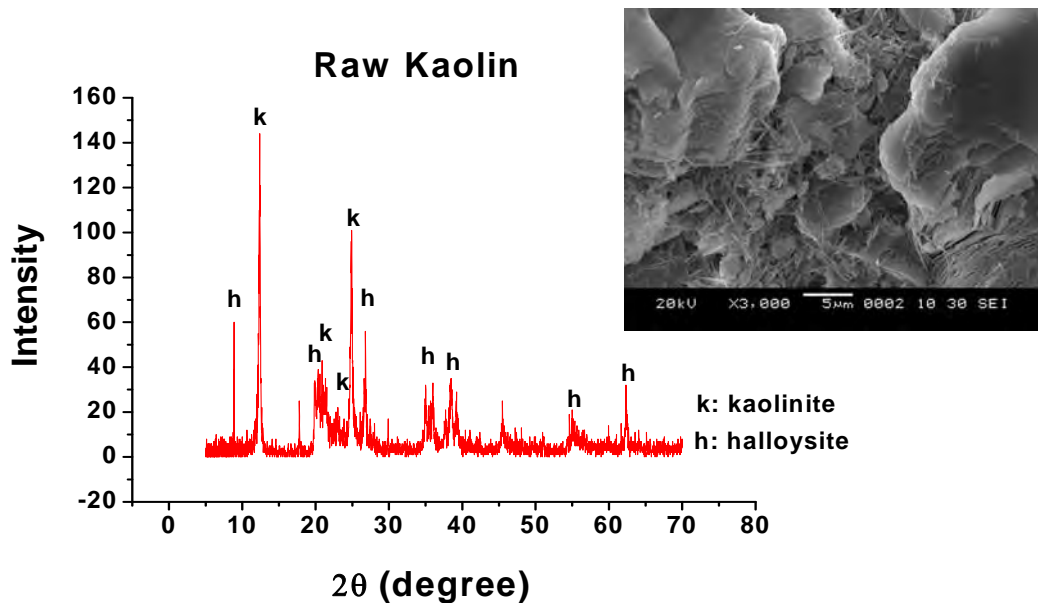
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

นำดินเหนียวและดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้น OT sheet มาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆเพื่อศึกษาองค์ประกอบ โครงสร้างและการแทรกตัวของอนุภาคเงินในชั้นดิน รวมถึงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่ช่วงอุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้ได้อนุภาคเงินระดับนาโนแทรกตัวในดินเหนียวและได้ช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการใช้งานเพื่อต้านแบคทีเรียดังมีรายละเอียดการวิเคราะห์ข้อมูลดังต่อไปนี้

4.1 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียว

นำดินเหนียวซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีขาวไปตรวจวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และทำการเปรียบเทียบกับพีคมาตรฐานพบว่าดินเหนียวที่ใช้ในการทดลองมีพีคที่เกิดขึ้นตรงกับคาร์ดิมาตรฐาน หมายเลข JCPDS 79-1570 ซึ่งเป็นของกาโอลินไนท์ (Kaolinite) และ JCPDS 09-0451 ของฮาลลอยไซต์ (Halloysite) (ภาคผนวก ก) ซึ่งเป็นกลุ่มแร่ที่พบมากในดินเหนียว



รูปที่ 4.1 ลักษณะโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียวจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และจากภาพถ่าย SEM

ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุองค์ประกอบของดินเหนียว (ดินขาวระนอง) ด้วยเทคนิค XRF (ข้อมูลจาก บริษัทคอมพาวด์เคลย์)

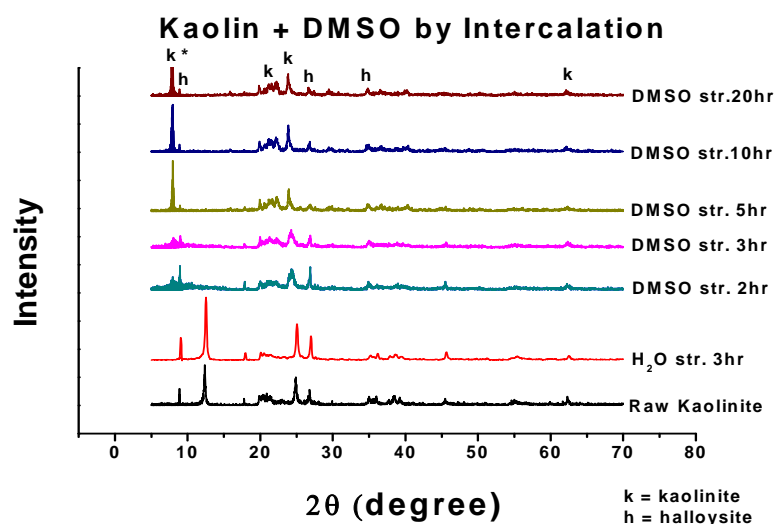
| RAW MATERIAL | ดินเหนียว(ดินขาวระนอง) 200 เมช |
|--------------------------------|--------------------------------|
| SiO ₂ | 46.70 |
| Al ₂ O ₃ | 36.70 |
| Fe ₂ O ₃ | 1.09 |
| TiO ₂ | 0.05 |
| CaO | 0.01 |
| MgO | 0.05 |
| K ₂ O | 1.25 |
| Na ₂ O | 0.09 |
| P ₂ O ₅ | 0.01 |
| MnO | 0.05 |
| Cr ₂ O ₃ | 0.10 |
| LOI | 14.30 |

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะให้ผลสอดคล้องกับภาพถ่าย SEM จากภาพถ่าย SEM พบว่า ในดินเหนียวจะประกอบด้วยโครงสร้างผลึก 2 ลักษณะด้วยกันคือ ลักษณะเป็นแผ่นๆ เรียงซ้อนกัน และลักษณะเป็นแท่งๆ ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างผลึกของแร่กาเลสินไนท์ และแร่ฮาลอยไซต์ ตามลำดับ ซึ่งโครงสร้างผลึกของแร่ทั้งสองนี้มี SiO₂ และ Al₂O₃ เป็นธาตุองค์ประกอบ ซึ่งจะให้ผลสอดคล้องกับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRF คือธาตุองค์ประกอบหลักของดินเหนียวคือ SiO₂ และ Al₂O₃ ส่วนธาตุอื่นๆมีในปริมาณน้อยมากจึงอาจไม่สามารถตรวจพบด้วยเทคนิค XRD และจากลักษณะโครงสร้างผลึกของแร่กาเลสินไนท์ ที่เรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ โดยแต่ละชั้นจะยึดกันแน่นไว้ด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างชั้นและจะมีระยะห่างคงที่ ไม่สามารถขยายให้กว้างขึ้นหรือหดให้แคบลงได้นี้เอง ทำให้โมเลกุลของน้ำและ cation ต่างๆ ไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ในชั้น OT sheet ได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ต้องการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวเพื่อเพิ่มสมบัติการต้านแบคทีเรียในชั้น OT sheet ของแร่กาเลสินไนท์ ดังนั้นจึงต้องใช้วิธีการในการขยายขนาดชั้นดินก่อนการแทรกอนุภาคเงินเข้าไป ดังในงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าส่วนใหญ่จะใช้ ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ในการ

ขยายขนาดของชั้นดิน เนื่องจากไดเมทิลซัลฟอกไซด์ เป็น polar aprotic solvent ซึ่งไม่มีโปรตอนในโครงสร้างที่สามารถละลายได้ทั้งสารที่มีขั้วและไม่มีขั้ว นอกจากนั้นยังเป็นสารที่มีความเป็นพิษน้อยด้วย การไม่มีโปรตอนในโครงสร้างนี้เองจะช่วยทำให้พันธะไฮโดรเจนที่อยู่ระหว่างชั้น OT sheet ต่อกับ OT sheet ในแร่กาลินไนท์ มีแรงที่อ่อนลงจนทำให้อนุภาคอื่นสามารถแทรกตัวเข้าไปแทนที่ได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกไดเมทิลซัลฟอกไซด์ ในการขยายขนาดของชั้นดิน ก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินกาลิน

4.2 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินกาลินที่ถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)

เนื่องจากดินกาลินส่วนใหญ่มีส่วนประกอบของแร่กาลินไนท์ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างผลึกที่เรียงตัวซ้อนกันและเชื่อมกันด้วยพันธะไฮโดรเจน ส่งผลทำให้โมเลกุลของน้ำและแคตไอออนต่างๆ ไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ในชั้น OT sheet ได้ ในงานวิจัยนี้ได้ทำการขยายขนาดของชั้นดินโดยใช้ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ เพื่อศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการขยายขนาดของชั้นดินคือช่วงเวลาในการขยายขนาดของชั้นดินที่ระยะเวลา 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังจะได้แสดงผลการขยายขนาดของชั้นดินด้วย รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ ดินกาลิน และ ดินกาลินที่ถูกแทรกด้วยโมเลกุลของน้ำ, DMSO ที่ปั่นกวน ณ ระยะเวลาต่างๆ

จากพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเหนียว และดินเหนียวที่ทำการขยายขนาดของชั้นดินด้วยน้ำเป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมงมีลักษณะเหมือนกัน เนื่องจากพันธะไฮโดรเจนที่ยึดชั้นผลึกของแร่กาลินไนท์ไว้แน่น เกิดขึ้นระหว่างอะตอม O ของแผ่นซิลิกา กับอะตอม H ของแผ่นอะลูมินาไม่มี H มีแต่ O ซึ่งจะถูกแทนที่ OH (ไฮดรอกซิล-hydroxyl) พันธะไฮโดรเจนนี้ค่อนข้างแข็งแรงมาก ทำให้ระยะห่างระหว่างแผ่นผลึกนั้นแคบและไม่สามารถขยายออกได้ ส่งผลให้โมเลกุลของน้ำไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ภายในชั้นดินได้ ลักษณะดังกล่าวนี้เป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลึกของแร่กาลินไนท์นี้ไม่ขยายหรือหดตัวเมื่อเปียกน้ำและแห้ง หรือกล่าวได้ว่าโมเลกุลของน้ำไม่สามารถช่วยให้เกิดการขยายขนาดของชั้นดินได้นั่นเอง

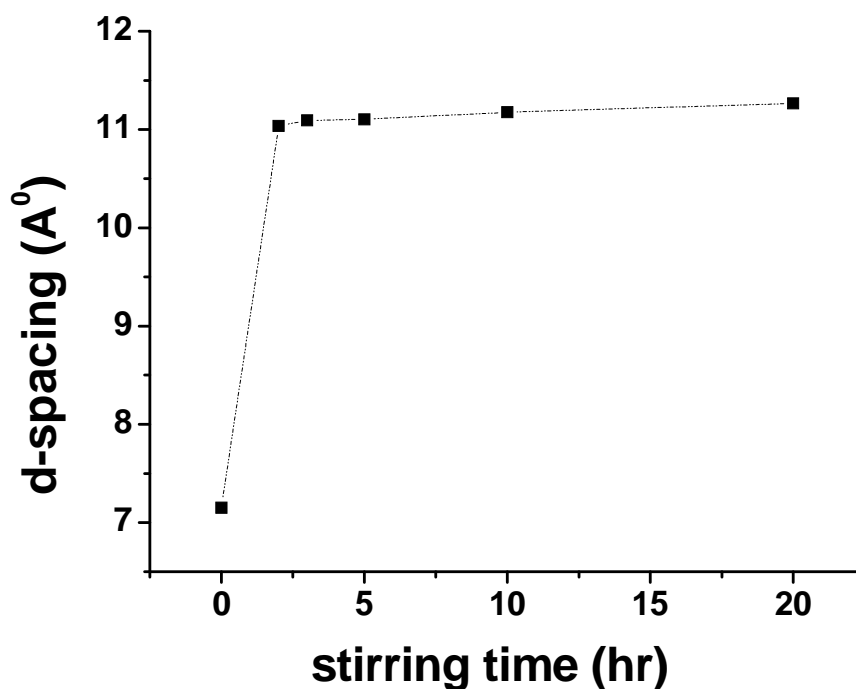
ในขณะที่เมื่อทำการขยายขนาดชั้นดินด้วยสารละลายไดเมทิลซัลโฟลไซด์ พบว่าลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เกิดการเปลี่ยนแปลงไปนั่นคือ พีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของแร่กาลินไนท์ (001) จะเกิดขึ้นที่ค่ามุมการเลี้ยวเบนที่ต่ำลง เมื่อระยะเวลาในการขยายขนาดของดินเหนียวเพิ่มขึ้นซึ่งสามารถอธิบายผลด้วยเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition)

$$d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{สมการ 4.1})$$

| | | |
|-------|-----------|--|
| เมื่อ | d | คือ ระยะห่างระหว่างแลตทิซ |
| | θ | คือ มุมในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ |
| | n | คือ มีค่าเป็นเลขจำนวนเต็มบวก |
| | λ | คือ ความยาวคลื่น X-ray ของ Cu K α มีค่าเท่ากับ 1.5405 Å |

จากเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) พบว่าค่ามุมการเลี้ยวเบนที่ต่ำลงนี้คือ ค่าระยะห่างระหว่างแลตทิซหรือระยะห่างระหว่างชั้นดินเหนียวที่เพิ่มขึ้น หรือเกิดการขยายขนาดของชั้นดินเหนียว และขนาดของชั้นดินจะเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาในการขยายขนาดของดินเหนียวเพิ่มขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องจาก ไดเมทิลซัลโฟลไซด์เป็นสารละลายในกลุ่ม polar aprotic solvent ที่สามารถละลายได้ทั้งสารที่มีขั้วและไม่มีขั้วจึงสามารถแทรกเข้าไปใน OT sheet ของแร่กาลินไนท์ที่ยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนได้ โดย DMSO เป็นโมเลกุลที่ปราศจากอะตอมของ H จึงทำให้ความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนบริเวณ inter layer ลดลง และระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดินจะส่งผลต่อปริมาณการแทรกตัวของ ไดเมทิลซัลโฟลไซด์ ในโครงสร้างดิน จึงส่งผลทำให้ชั้นดินเกิดการ

ขยายตัวเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดินเพิ่มมากขึ้น ดังจะได้แสดงผลการขยายขนาดของชั้นดินในรูปของค่า d-spacing เมื่อระยะเวลาในการขยายขนาดต่างกันในรูปแบบที่ 4.3

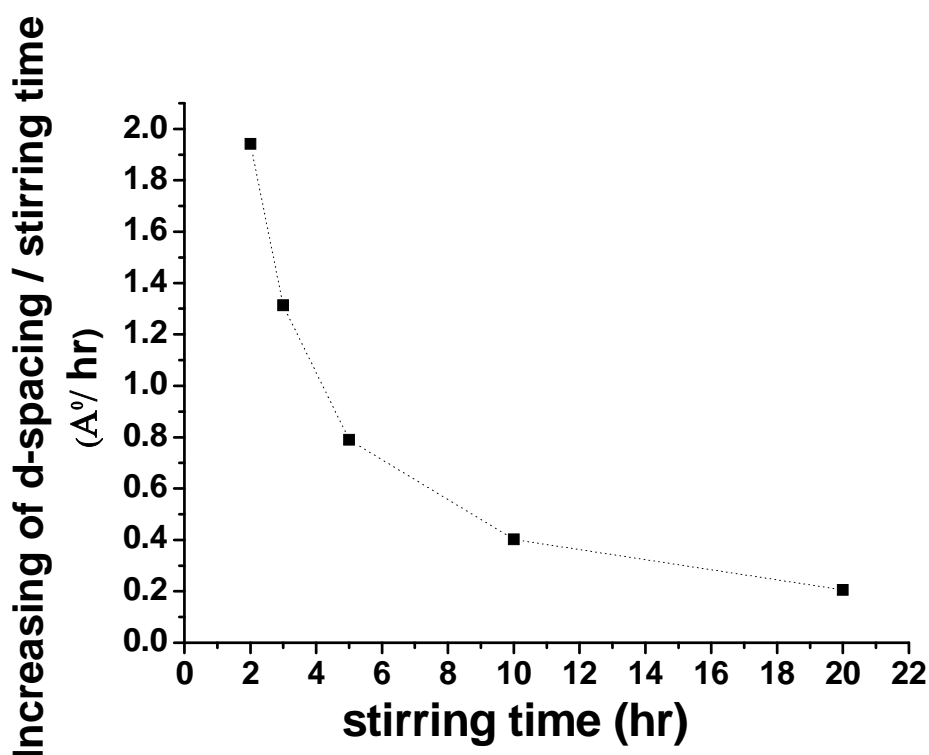


รูปที่ 4.3 ระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ของดินเหนียว และดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินที่ระยะเวลา 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.3 แสดงระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ของดินเหนียว และดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินที่คำนวณจากพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในรูปแบบที่ 4.2 ด้วยเงื่อนไขของแบรกก์ พบว่าดินเหนียวมีระยะห่างระหว่างชั้นดิน 7.1508 Å ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของดินประเภทนี้ และจากรูปพบว่าเมื่อทำการขยายขนาดของชั้นดินโดยการแทรกไดเมทิลซัลโฟลออกไซด์ ที่ระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดินต่างๆกันคือ 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง จะให้ค่าระยะห่างระหว่างชั้นดินที่ได้จากการคำนวณตามสมการ 4.1 เป็น 11.0344, 11.0925, 11.1037, 11.1752 และ 11.2648 Å ตามลำดับ ในขณะที่ระยะห่างระหว่างชั้นดินจากการทำการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO ของ Rita Patakfalvi และ Imre De'ka'ny^[6] ที่ระยะเวลา 24 ชั่วโมงคือ 11.2 Å แสดงว่าระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดินมีผลต่อการขยายขนาดของชั้นดิน ดังจะได้แสดงอัตราการเพิ่มระยะห่างระหว่างชั้นดินต่อระยะเวลาที่ใช้ในการขยายตัวของชั้นดินที่เวลาต่างๆในรูปแบบที่ 4.4

จากรูปที่ 4.4 พบว่าอัตราการเพิ่มขึ้นของระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ต่อเวลาจะมีค่าลดลงเมื่อระยะเวลาในการขยายขนาดของชั้นดินเพิ่มขึ้น และระยะเวลาในการขยายขนาด

ของชั้นดินที่ 10 ชั่วโมงจะมีอัตราการเพิ่มขึ้นของระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ที่ไม่แตกต่างจากระยะเวลาในการขยายขนาดของชั้นดินที่ 20 ชั่วโมงหรือค่อนข้างจะคงที่สำหรับการขยายขนาดของชั้นดิน ซึ่งแสดงถึงโครงสร้างของชั้นดินมีขีดจำกัดในการขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลโฟลิดนั้เอง ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกระยะเวลาในการขยายขนาดของชั้นดินที่ระยะเวลา 10 ชั่วโมงในการใช้เพื่อขยายขนาดของชั้น ก่อนที่จะไปทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนใน OT sheet ของชั้นดินต่อไป



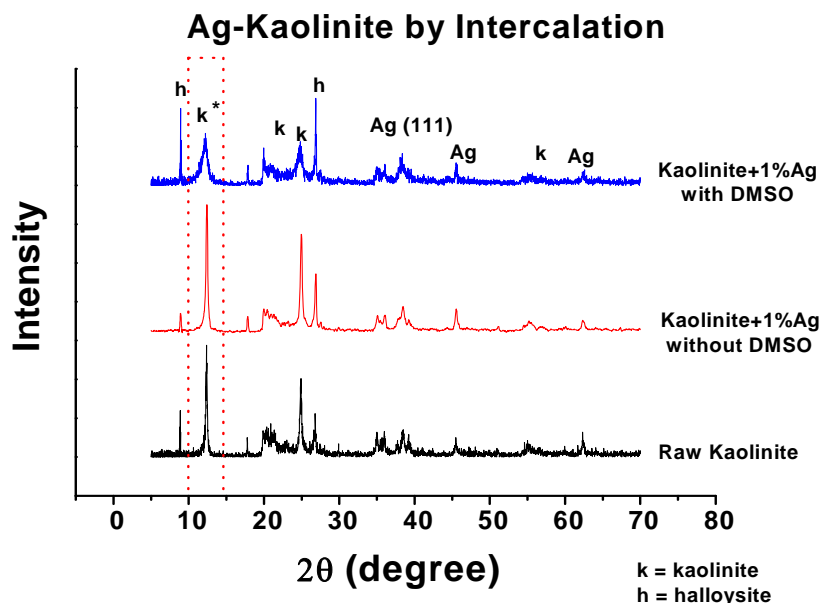
รูปที่ 4.4 อัตราการเพิ่มขึ้นของระยะห่างระหว่างชั้นดิน d-spacing ที่ระยะเวลาในการขยายขนาดชั้นดิน 2, 3, 5, 10 และ 20 ชั่วโมง

4.3 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียวที่ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโน

หลังจากทำการขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลโฟลิดนั้ เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมงแล้วได้ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโน ที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) ที่

ความเข้มข้นต่างๆ และวิธีวัดซีไอออนของเงินให้เงินมีค่าประจุเป็นศูนย์ (Ag^0) ด้วยสารละลายไฮเดียมบอโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$)

เพื่อให้อนุภาคเงินระดับนาโนเกิดความเสถียรในโครงสร้างดินเหนียว ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ผลด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.5 และ 4.6

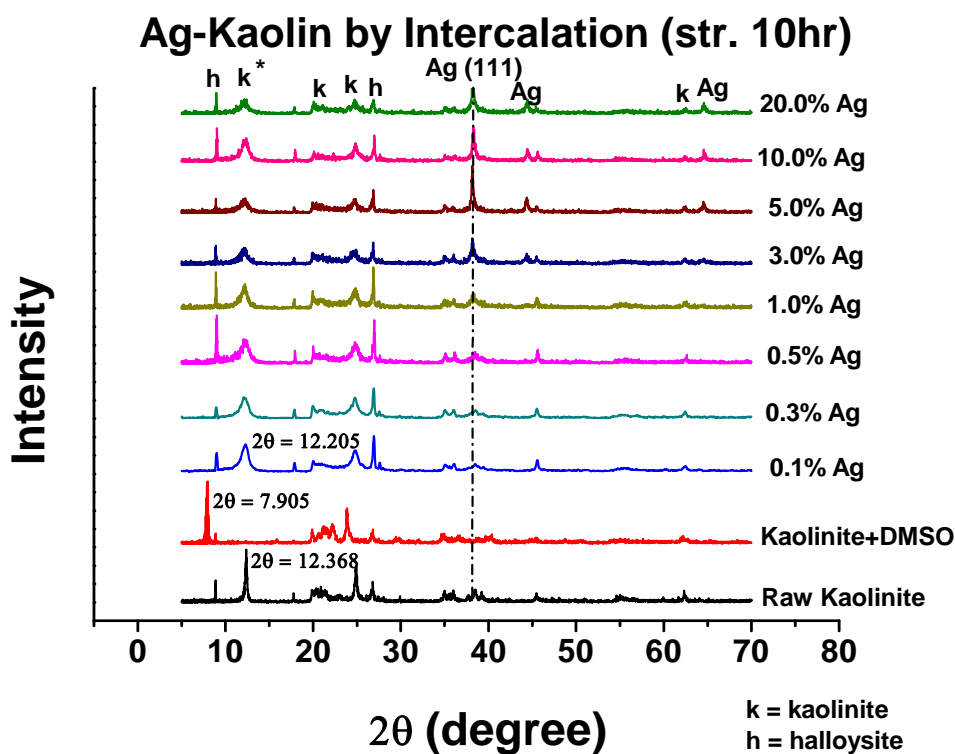


รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ดินเหนียว และ ดินเหนียวที่ถูกแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ไม่ได้ขยายขนาดชั้นดิน และที่ขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO

จากรูปที่ 4.5 จะพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดิน และดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างดินโดยไม่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินนั้นมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่คล้ายคลึงกัน นอกจากนี้ดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างดินโดยไม่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินนั้นจะปรากฏพีคการเลี้ยวเบนของอนุภาคเงินด้วย นั่นแสดงว่าอนุภาคเงินระดับนาโนไม่ได้เข้าไปแทรกในโครงสร้างของดินแต่จะกระจายตัวที่ผิวของโครงสร้างดินเท่านั้น ซึ่งจะต่างจากดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างดินโดยผ่านการขยายขนาดของชั้นดิน จะพบว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์หลักของกาโอลินไนท์ (001) เกิดการเปลี่ยนแปลง นั่นแสดงให้เห็นว่ามีการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินด้วยนั่นเอง

ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินและไม่ได้ผ่านการขยายขนาดชั้นดินในรูปที่ 4.5 นั้นแสดงให้เห็นถึงความ

แข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนที่ยึดชั้นผลึกของแร่กาอลินไนท์ไว้นั้นค่อนข้างแข็งแรงมาก ทำให้ระยะห่างระหว่างแผ่นผลึกนั้นแคบและไม่สามารถขยายออกได้จึงทำให้โมเลกุลของน้ำและ cation ต่างๆไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปในโครงสร้างได้ด้วยวิธีปกติ

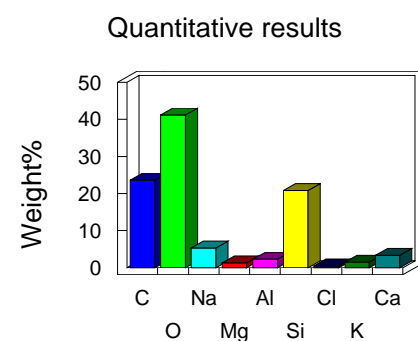
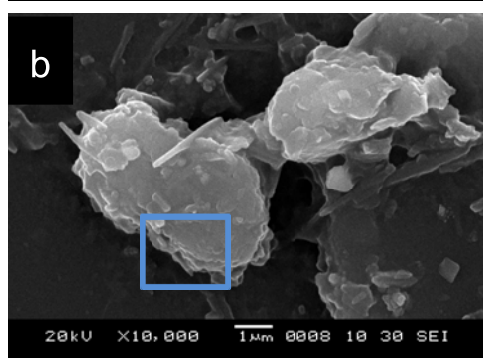
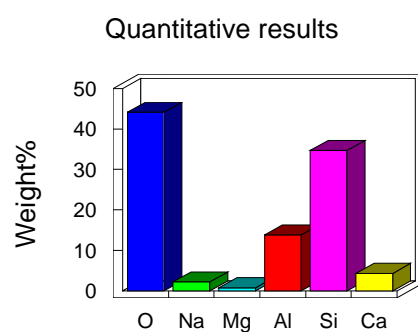
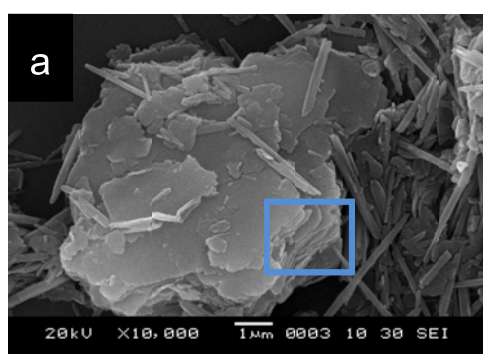


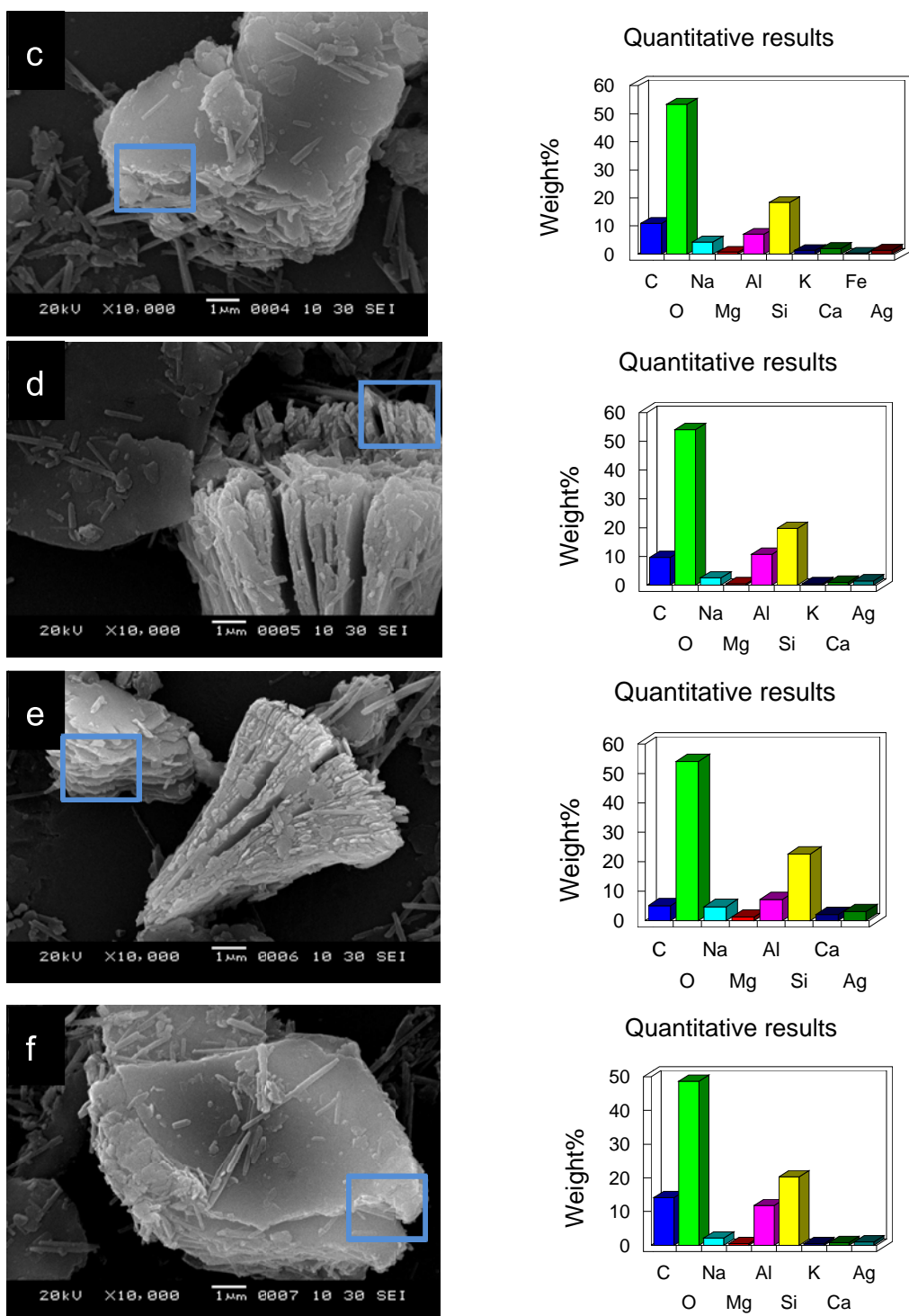
รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ดินกาอลิน และ ดินกาอลินที่ถูกแทรกด้วยโมเลกุลของน้ำ, DMSO ที่ระยะเวลาต่างๆ

และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในรูปที่ 4.6 พบว่าพีคการเลี้ยวเบนหลักรังสีเอ็กซ์ของ เกาอลินไนท์ (001) เมื่อทำการขยายขนาดชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง จะเกิดขึ้นที่ค่ามุมการเลี้ยวเบนต่ำลงคือ ที่มุมการเลี้ยวเบน $2\theta = 7.905$ จากมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเกาอลินไนท์ (001) ที่ $2\theta = 12.368$ ซึ่งค่ามุมที่ลดลงนี้แสดงถึงดินกาอลินถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์จากระยะห่างระหว่างชั้นดินที่ 7.1508 \AA เป็น 11.1752 \AA นั่นเอง และเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในดินกาอลินที่ถูกขยายขนาดของชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลฟอกไซด์ ที่ความเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของอนุภาคเงินต่างๆ พบว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเกาอลินไนท์ (001) เกิดการเปลี่ยนแปลงของมุมการเลี้ยวเบนจาก $2\theta = 7.095$ ซึ่งเป็นมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินกาอลินที่ถูกขยายขนาดด้วย

โดเมทิลซัลฟอกไซด์ไปยังมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ $2\theta = 12.205$ จากเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) พบว่าค่ามุมการเลี้ยวเบนที่เพิ่มขึ้นนี้แสดงถึง ค่ำระยะห่างระหว่างแลตทิซ หรือระยะห่างระหว่างชั้นดินเหนียวที่ลดลง หรือเกิดการหดตัวกลับของขนาดของชั้นดิน จาก 11.1752 \AA เป็น 7.2460 \AA นั่นเอง ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปแทรกตัวภายในชั้น OT sheet ของดินเหนียวเกิดการแทนที่ โดเมทิลซัลฟอกไซด์ และขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนมีขนาด 1.6 \AA ^[31] ซึ่งเล็กกว่าโดเมทิลซัลฟอกไซด์ที่มีขนาด 3.54 \AA ^[24] จึงทำให้เมื่อเกิดการแทนที่กันระหว่าง โดเมทิลซัลฟอกไซด์และอนุภาคเงินระดับนาโนชั้นดินส่งผลให้เกิดการหดตัวกลับของชั้นดินนั่นเอง ซึ่งลักษณะการหดตัวของชั้นดินนี้จะเกิดในทุกเงื่อนไขการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโน นอกจากนี้ยังพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงิน (Ag) เกิดขึ้นด้วย นั่นแสดงว่านอกจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่เกิดการแทรกตัวในโครงสร้างดินแล้วอนุภาคเงินระดับนาโนบางส่วนจะเกิดการกระจายตัวที่ผิวนอกของแผ่นดิน และจับกันด้วยแรงทางไฟฟ้าที่ผิวของโครงสร้างดินแทน เพราะที่ผิวของโครงสร้างดินมีประจุเป็นลบ จึงทำให้ปรากฏฟิสิกการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงินนั่นเอง

ซึ่งผลการแทรกตัวและกระจายตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินเหนียวสามารถยืนยันผลได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคโดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning electron microscope (SEM) และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุใช้เทคนิค Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ดังรูปที่ 4.7



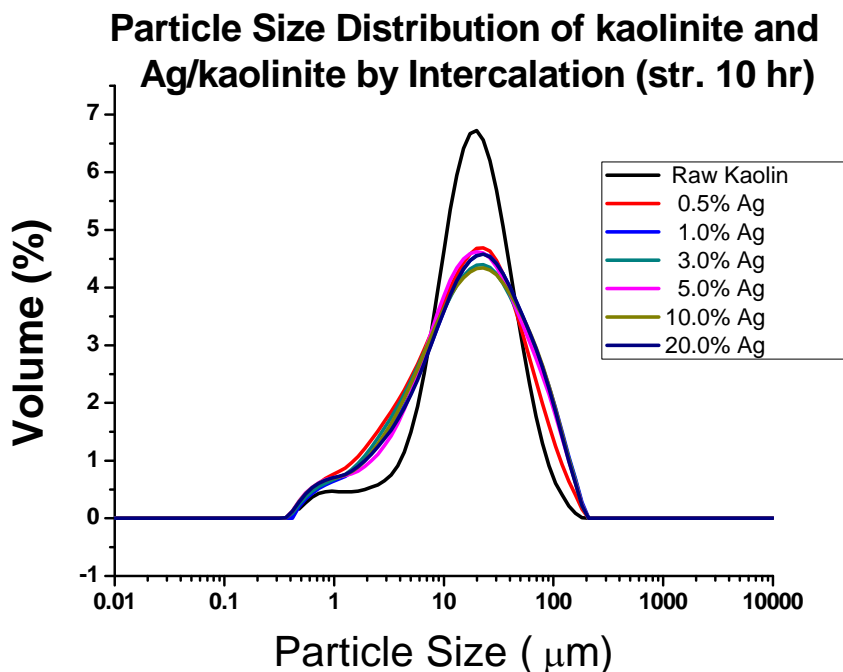


รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุใช้เทคนิค EDS ของดินที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับโนโนโครงสร้างดินที่ผ่านการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ (a) 0.5% Ag, (b) 1.0% Ag, (c) 3.0% Ag, (d) 5.0% Ag, (e) 10.0% Ag และ (f) 20.0% Ag

จากรูปที่ 4.7 พบว่าจะปรากฏองค์ประกอบทางเคมีของธาตุเงินในโครงสร้างดินเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินเข้าไปที่ความเข้มข้น 3.0% Ag ขึ้นไป ทั้งนี้อาจเป็นเพราะความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ทำการแทรกเข้าไปในโครงสร้างดินที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 3.0% Ag มีปริมาณน้อยเกินไปที่เทคนิคการวิเคราะห์ด้วย EDS จะตรวจพบได้ และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุเงินที่พบนี้น่าจะเกิดจากทั้งในส่วนของอนุภาคเงินที่แทรกตัวในโครงสร้างดินและอนุภาคเงินที่กระจายอยู่ที่ผิวนอกของโครงสร้างแผ่นดินซึ่งให้ผลสอดคล้องกับการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นั่นเอง

4.4 สมบัติการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินกาอลิน

เพื่อเป็นการยืนยันผลว่าอนุภาคเงินระดับนาโนที่ทำการแทรกเข้าไปในโครงสร้างดิน เกิดการแทรกตัวในโครงสร้างดินจริงและมีบางส่วนของอนุภาคเงินที่กระจายอยู่ที่ผิวของโครงสร้างดิน เราจึงได้ทำการวิเคราะห์สมบัติการกระจายตัวของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Laser Light Scattering โดยการนำสารตัวอย่างมาทำการกระจายตัวในน้ำกลั่นโดยการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกประมาณ 3 นาที จะได้การกระจายขนาดอนุภาคเงินระดับนาโนในดินกาอลิน ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของดินกาอลิน และดินกาอลินที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้นต่างๆ

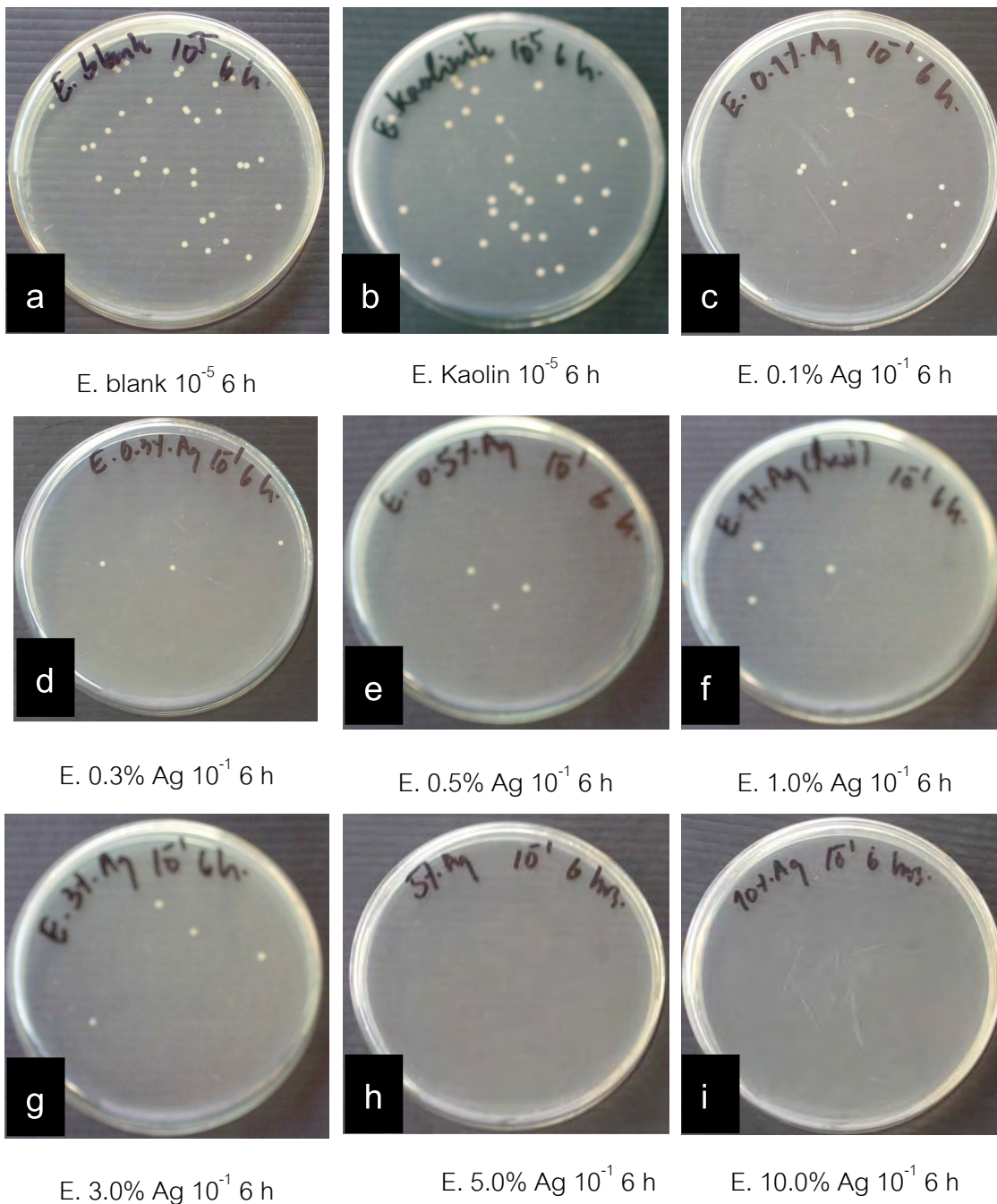
จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียวด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และ ภาพถ่าย SEM ที่ผ่านมา เราพบว่าดินเหนียวจะประกอบด้วยผลึกของแร่กาเลสินไนท์ และแร่ฮาลอยไซต์ ที่มีลักษณะและขนาดของผลึกแร่ที่แตกต่างกัน นั่นคือ ผลึกของแร่กาเลสินไนท์ จะมีลักษณะผลึกเป็นแผ่นเรียงซ้อนกันซึ่งมีขนาดผลึกในช่วง 20 ไมโครเมตร และผลึกของแร่ฮาลอยไซต์ จะมีลักษณะผลึกเป็นแท่งที่มีขนาดผลึกในช่วงต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร จากรูปที่ 4.8 พบว่าลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของดินเหนียวมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาค 2 ช่วงด้วยกัน คือ ช่วงการกระจายตัวของขนาดของผลึกที่ 20 ไมโครเมตร และ 0.8 ไมโครเมตร ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับขนาดผลึกของแร่กาเลสินไนท์ และแร่ฮาลอยไซต์ ที่วิเคราะห์ได้ด้วยภาพถ่าย SEM นอกจากนี้ยังพบอีกว่าดินเหนียวที่ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้นต่างๆมีลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเช่นเดียวกับดินเหนียวที่ไม่ได้ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้าง ซึ่งลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่เหมือนกันนี้อาจกล่าวได้ว่าอนุภาคเงินระดับนาโนเกิดการแทรกตัวในโครงสร้างดินและอาจมีบางส่วนของอนุภาคเงินที่จะกระจายตัวอยู่ที่ผิวของโครงสร้างดินด้วย จึงทำให้ลักษณะการกระจายตัวของดินเหนียวและดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนมีลักษณะเหมือนกัน

4.5 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว

สมบัติการต้านแบคทีเรีย (*E. coli*) ถูกทดสอบด้วยเทคนิค spread plate โดยเลี้ยง *E. coli* ให้สัมผัสกับดินเหนียว และดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีความเข้มข้นต่างๆเป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณสารตัวอย่าง 0.1% W/V ดังแสดงใน รูปที่ 4.9 พบว่าดินเหนียวที่ไม่ได้ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนจะไม่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรีย แต่ดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนจะแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรีย ซึ่งบ่งชี้ได้ว่าสมบัติการต้านแบคทีเรียมีผลมาจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกอยู่ในชั้นดินนั่นเอง ซึ่งอนุภาคเงินระดับนาโนที่อยู่ในชั้นดินจะอยู่ในรูปไม่มีประจุ (Ag^0) เมื่อสัมผัสกับบรรยากาศที่มีออกซิเจนจะทำให้อนุภาคเงินบางส่วนเกิดการออกซิไดส์กลายเป็นอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีประจุ (Ag^+) และอนุภาคเหล่านี้จะไปเกาะที่ผนังเซลล์ของเชื้อแบคทีเรีย โดยไอออนของเงิน (Ag^+) จะเกิดการแทนที่ไฮโดรเจนไอออนในหมู่ไทออล (-SH) ซึ่งเป็นโมเลกุลของโปรตีนที่ผนังเซลล์ของแบคทีเรีย ทำให้เกิดการต้านการทำงานของโปรตีน ด้านการแบ่งตัวและทำให้เซลล์แบคทีเรียตายในที่สุด หรือเกิดสมบัติการต้านแบคทีเรียนั่นเอง

โดยที่ความเข้มข้นต่ำสุดของเงินที่แทรกเข้าไปในโครงสร้างดินที่ยังแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียคือ 0.1% Ag ซึ่งให้ค่าการต้านแบคทีเรียใกล้เคียงกับที่ความเข้มข้นของเงิน 10.0% Ag

จึงแสดงได้ว่าความเข้มข้นของเงินที่แทรกเข้าไปในโครงสร้างดินเพียงเล็กน้อยก็สามารถแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียได้



รูปที่ 4.9 สมบัติการต้านแบคทีเรีย *E. coli* ของดินเหนียว และดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงิน ที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากตารางที่ 4.2 แสดงเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียของ ดินเหนียว ดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนในความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0 และ 10.0% Ag คือ ของแสดงให้เห็นว่าอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวสามารถต้านแบคทีเรียได้ โดยความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ต่ำที่สุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในงานวิจัยนี้คือ 0.1% Ag

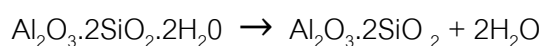
ตารางที่ 4.2: จำนวน E. coli และเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่ความเข้มข้นในการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวต่างๆ (0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, และ 10.0% Ag)

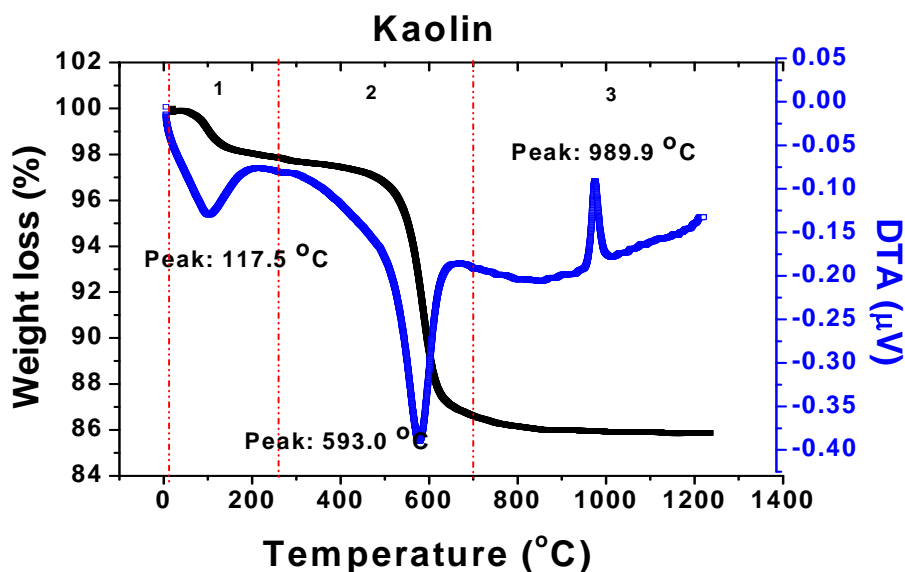
| สารตัวอย่าง | จำนวนเซลล์เริ่มต้น CFU/ml | จำนวนเซลล์ที่สัมผัส กับสารตัวอย่าง (6 h.) CFU/ml | % การลดลง ของ E. coli |
|---------------------|------------------------------|--|--------------------------|
| Kaolin (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | 3.1×10^7 | 8.8 |
| 0.1% Ag (0.1% W/V) | 1.3×10^7 | 7.0×10^2 | 99.9 |
| 0.3% Ag (0.1% W/V) | 1.3×10^7 | 2.0×10^2 | 99.9 |
| 0.5% Ag (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | 2.7×10^2 | 99.9 |
| 1.0% Ag (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | 3.0×10^2 | 99.9 |
| 3.0% Ag (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | 4.3×10^2 | 99.9 |
| 5.0% Ag (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | < 10 | > 99.9 |
| 10.0% Ag (0.1% W/V) | 3.5×10^7 | < 10 | > 99.9 |

4.6 สมบัติเชิงความร้อนของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว

เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้งานของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวในช่วงอุณหภูมิต่างๆคือ อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิปานกลาง (200-300 °C) สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านพอลิเมอร์ และที่อุณหภูมิสูง (1200-1300 °C) สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านเซรามิก จึงได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงความร้อนของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวด้วยเทคนิค TG-DTA ในช่วงอุณหภูมิ 25 -1200 °C

ดินเหนียวที่เกิดจากโครงสร้าง OT sheet จะแสดงปฏิกิริยาทางความร้อนและอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาของดินเหนียวเป็นไปตามสมการ



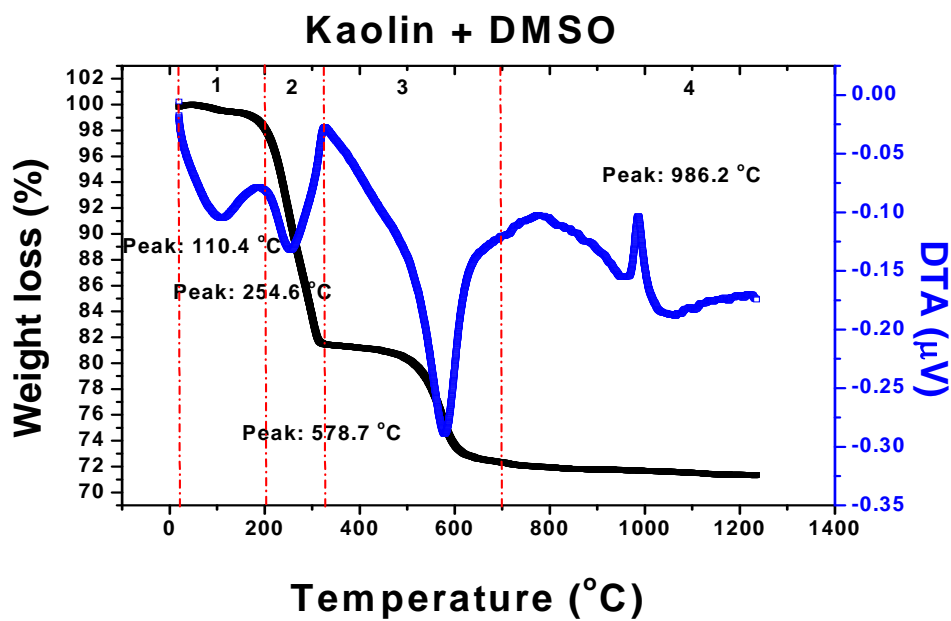


รูปที่ 4.10 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินเหนียว

ดังแสดงในรูปที่ 4.10 จากการวิเคราะห์ด้วย TG / DTA พบว่าสามารถแบ่งช่วงการเกิดปฏิกิริยาทางความร้อนได้ 3 ช่วงซึ่งประกอบไปด้วยปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน (endothermic) ที่อุณหภูมิ 117.5 °C ซึ่งแสดงการสลายตัวของโมเลกุลน้ำจึงทำให้เกิด weight loss คือ $\Delta W_1 = 2.0877$ นอกจากนั้นยังพบปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน (endothermic) ที่อุณหภูมิ 593.0 °C ค่า weight loss คือ $\Delta W_2 = 11.2265$ และปฏิกิริยาการคายความร้อน (exothermic) ที่อุณหภูมิ 989.9 °C ซึ่งปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อนและการคายความร้อนทั้งสองนี้จะแสดงถึงการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากแร่กาโอลินไนท์ และฮาลอยไซต์ในดินเหนียว เป็นโครงสร้างผลึกของแร่มัลไลท์ (mullite) ^[16] ดังจะแสดงผลยืนยันการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของดินเหนียวด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ต่อไป

และเมื่อนำดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG / DTA พบว่าสามารถแบ่งช่วงการเกิดปฏิกิริยาทางความร้อนได้ 4 ช่วงด้วยกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.11 จะประกอบไปด้วยปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน (endothermic) ที่อุณหภูมิ 110.4 °C ซึ่งแสดงถึงการสลายตัวของโมเลกุลน้ำทำให้เกิด weight loss คือ 1.8147 และที่อุณหภูมิ 254.6 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิในการสลายตัวของโมเลกุล DMSO ทำให้เกิด weight loss คือ 16.7756 ซึ่งผลของการเกิดการสลายตัวของโมเลกุล DMSO นี้เองที่แสดงให้เห็นว่า DMSO สามารถแทรกเข้าไปในชั้นดินได้ นอกจากนั้นยังพบปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน

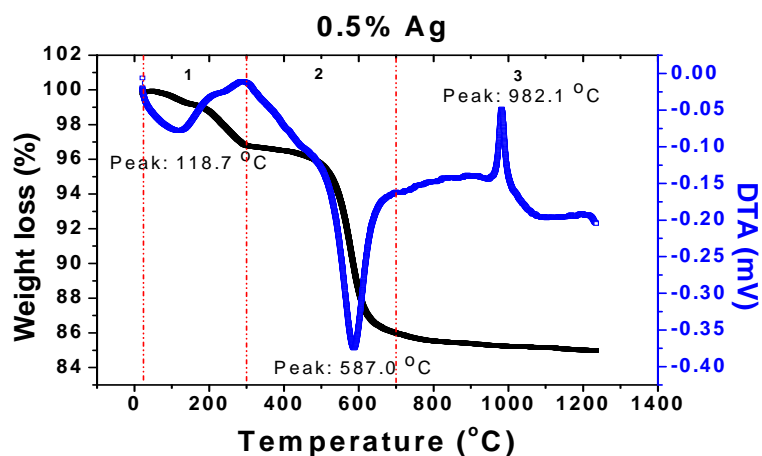
(endothermic) ที่อุณหภูมิ 578.7 °C weight loss คือ 9.1374 และปฏิกิริยาการคายความร้อน (exothermic) ที่อุณหภูมิ 986.2 °C ซึ่งปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อนและการคายความร้อนทั้งสองนี้จะแสดงถึงการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของแร่กาอลินไนท์ และฮาลอยไซต์ในดินกาอลินเป็นโครงสร้างผลึกของแร่มัลไลต์ ดังที่ได้กล่าวแล้วข้างต้น



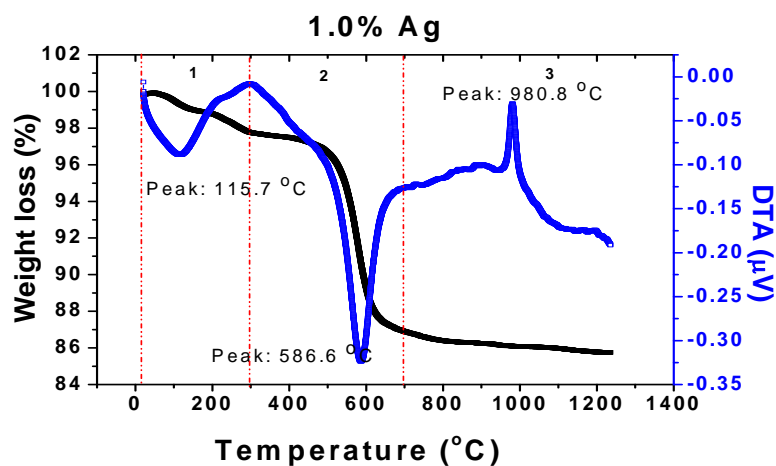
รูปที่ 4.11 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินกาอลินที่ทำการขยายชั้นดินด้วย DMSO

และเมื่อนำดินกาอลินที่ขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO มาทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนมาวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วย TG / DTA ดังแสดงในรูปที่ 4.12 พบว่าสมบัติเชิงความร้อนของดินกาอลินที่ผ่านการแทรกด้วยอนุภาคเงินที่ความเข้มข้น 0.5% Ag, 1.0% Ag และ 3.0% Ag มีลักษณะการเกิดปฏิกิริยาเชิงความร้อนที่เหมือนกัน คือ สามารถแบ่งช่วงการเกิดปฏิกิริยาทางความร้อนได้ 3 ช่วงด้วยกันคือ ปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน (endothermic) ที่ช่วงอุณหภูมิ 113.5 – 118.7 °C ซึ่งแสดงการสลายตัวของโมเลกุลน้ำ โดยจะไม่พบช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวของโมเลกุล DMSO ทั้งนี้เนื่องมาจากโมเลกุลของ DMSO ได้ถูกแทนที่ด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนแล้ว นอกจากนี้ยังพบปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อน (endothermic) ที่ช่วงอุณหภูมิ 583.9 - 587.0 °C และปฏิกิริยาการคายความร้อน (exothermic) ที่ช่วงอุณหภูมิ 973.8 - 982.1 °C ซึ่งปฏิกิริยาการดูดกลืนความร้อนและการคายความร้อนทั้งสองนี้จะแสดงถึงการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของแร่กาอลินไนท์ และฮาลอยไซต์ เป็นโครงสร้างผลึกของ แร่มัลไลต์นั่นเอง

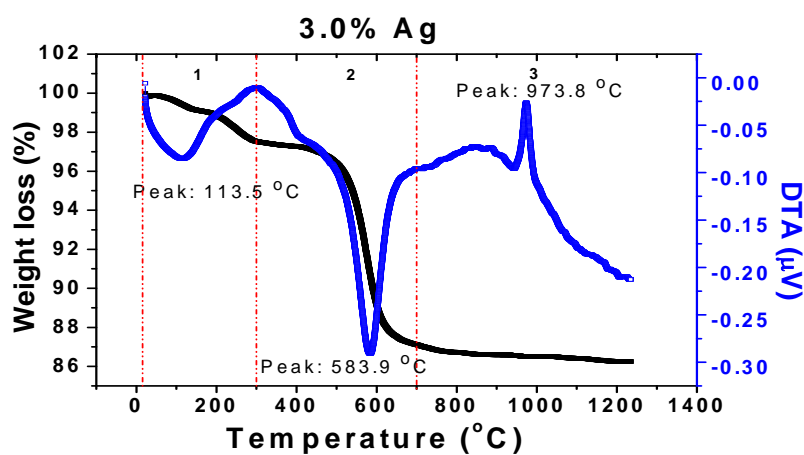
a



b



c



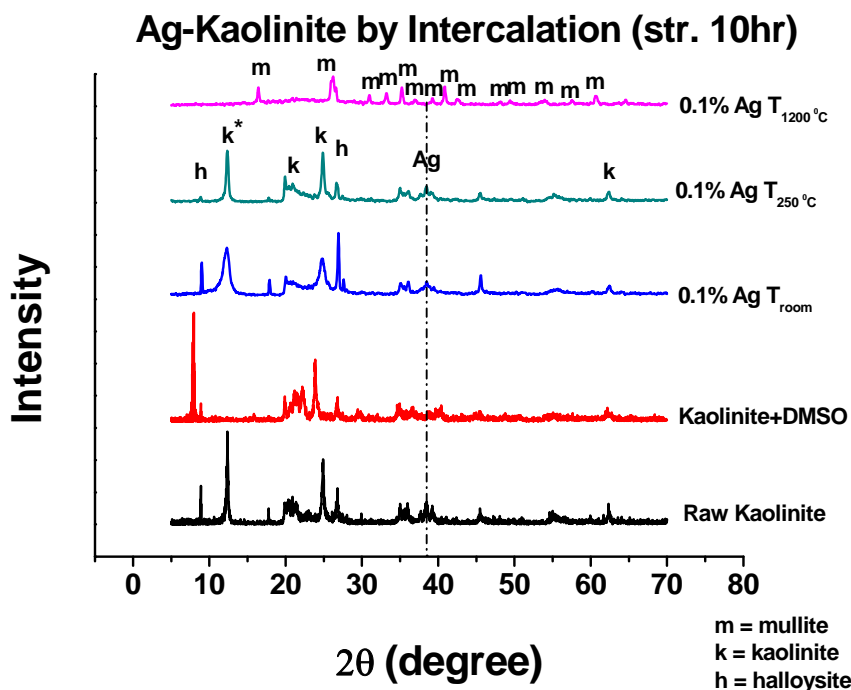
รูปที่ 4.12 สมบัติเชิงความร้อน TG-DTA ของดินเหนียวที่ทำกรแทรกด้วยอนุภาคเงิน

a) 0.5% Ag b) 1.0% Ag และ c) 3.0% Ag

4.7 สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 250°C และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง

ค่าที่แสดงถึงปริมาณของอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกเข้าไปในดินเหนียวที่น้อยที่สุดแต่ให้ประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียได้ดีที่สุดที่ได้จากการทดลองข้างต้นคือ 0.1% Ag เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่อุณหภูมิ 250°C และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง จึงได้นำเอาอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกเข้าไปในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag นี้มาทำการอบที่อุณหภูมิ 250°C เพื่อเป็นแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านพอลิเมอร์ และเผาที่อุณหภูมิ 1200°C สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านเซรามิก ดังแสดงในรูปที่ 4.13

จากรูปที่ 4.13 พบว่าโครงสร้างและองค์ประกอบของดินเหนียวที่ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนความเข้มข้น 0.1% Ag ที่อุณหภูมิห้องและที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 250°C เป็นระยะเวลา 15 นาที ให้ลักษณะพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่คล้ายคลึงกัน โดยลักษณะพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเหนียวที่ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 250°C จะมีลักษณะพีคที่ค่อนข้างจะชัดเจน (sharp) กว่าที่อุณหภูมิห้อง ทั้งนี้เนื่องมาจากที่อุณหภูมิ 250°C จะทำให้โมเลกุลของน้ำและ DMSO ที่ใช้ในการขยายขนาดของชั้นดินในโครงสร้างเกิดการสลายตัวดังได้กล่าวมาแล้วในผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG/DTA จึงทำให้มีความเป็นผลึกของกาเลสินไนท์และฮาลอไซต์เพิ่มมากขึ้นนั่นเอง ส่วนลักษณะพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของดินเหนียวที่ทำการแทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200°C พีคที่เกิดขึ้นจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ต่างไปจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของดินเหนียวและดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO โดยจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับคาร์ดมาตรฐานหมายเลข JCPDS 89-2645 ซึ่งเป็นของมัลไลต์ แสดงให้เห็นว่าดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก กาเลสินไนท์และฮาลอไซต์ เป็นมัลไลต์ และจากรูปจะพบว่าเมื่อเกิดการเปลี่ยนแปลงแล้วจะไม่ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงิน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่ผิวของดินเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากเงินมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่อุณหภูมิ 960 °C แต่อนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกในชั้นดินจะยังคงอยู่ ซึ่งผลการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียจะเป็นตัวสนับสนุนสมมุติฐานดังกล่าว ดังจะได้แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียในลำดับต่อไป

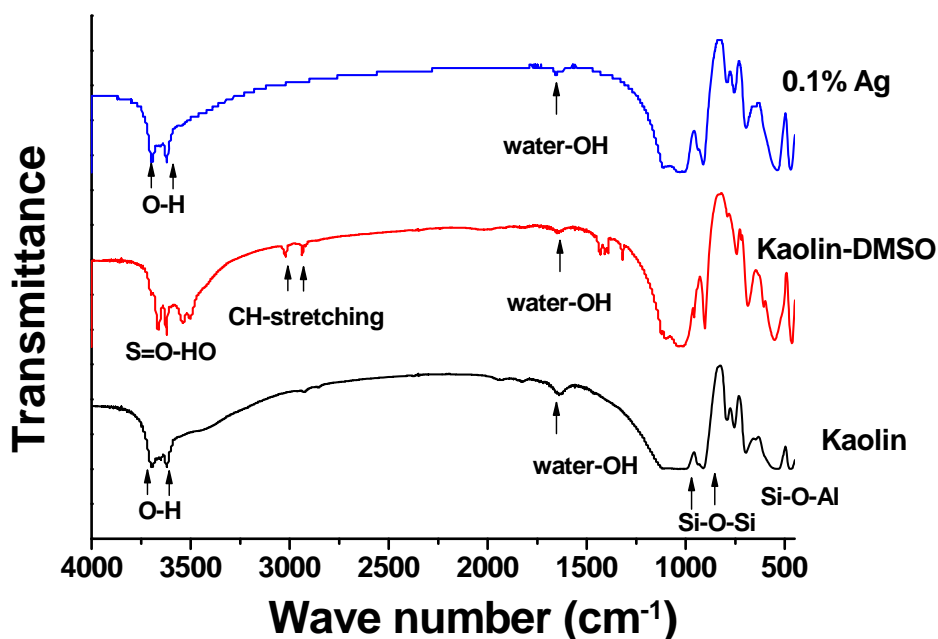


รูปที่ 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของดินเหนียวที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 250 C และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag

นอกจากนี้ยังได้วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวโดยการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุโดยใช้เทคนิค FT-IR อีกด้วย เพื่อระบุหมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่าง ซึ่งในการทดลองจะทำการวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น $450 - 4500 \text{ cm}^{-1}$ ดังแสดงในรูปที่ 4.14

จากรูปที่ 4.14 พบว่ารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดของชั้นดินต่างจากรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของดินเหนียว และอนุภาคเงินระดับนาโนในดิน คือ ลักษณะการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น $3695-3494 \text{ cm}^{-1}$ เกิดการเปลี่ยนแปลง ดังตารางที่ 3.3 ^[5] แสดงให้เห็นว่าช่วงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดช่วงดังกล่าวเป็นช่วงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชัน S=O-HO หรือ พันธะไฮโดรเจนระหว่างดินเหนียวและไดเมทิลซัลฟอกไซด์นั่นเอง นั่นแสดงว่าเมื่อทำการขยายขนาดชั้นดินด้วย ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ จะส่งผลทำให้พันธะไฮโดรเจนในดินเหนียวเกิดการเปลี่ยนแปลง และพบหมู่ฟังก์ชัน CH-stretching ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันของไดเมทิลซัลฟอกไซด์ ($\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$) ในดินเหนียวที่ผ่านการขยาย

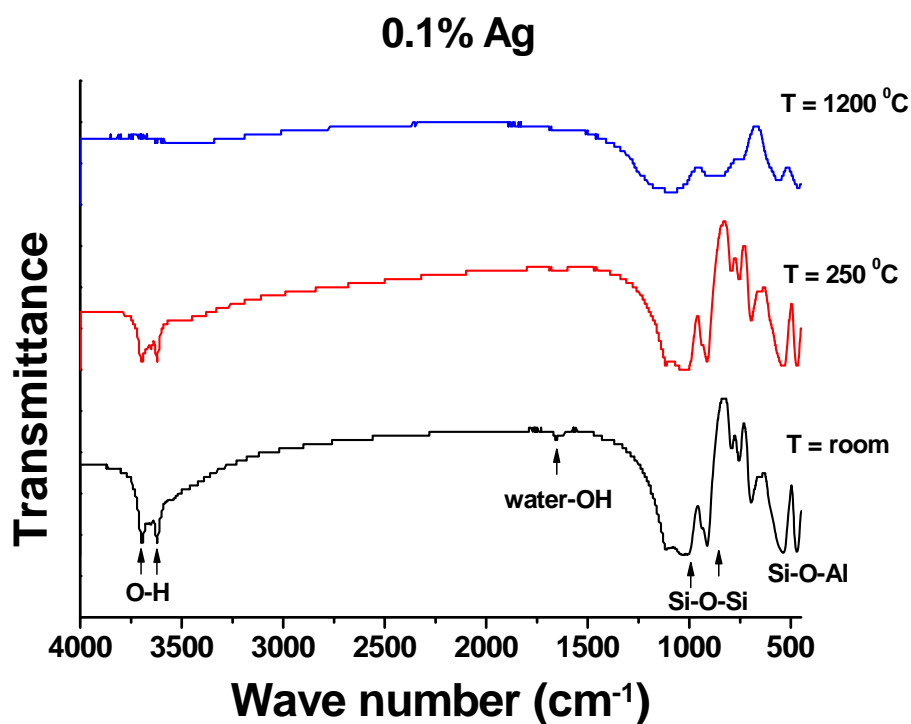
ขนาดของชั้นดินด้วย นอกจากนี้ยังพบหมู่ฟังก์ชันอื่นในทั้งดินเกาหลี ดินเกาหลีที่ขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO และอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่ความเข้มข้น 0.1% คือ หมู่ฟังก์ชัน Si-O-Si และ Si-O-Al ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันพื้นฐานของโครงสร้างของดินเกาหลี และ water-OH [2] แสดงให้เห็นว่าในโครงสร้างดินมีส่วนประกอบของน้ำหรือความชื้นอยู่ในโครงสร้างดินนั่นเอง



รูปที่ 4.14 หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุในช่วงเลขคลื่น 450 - 4000 cm^{-1} ของดินเกาหลี ดินเกาหลีที่ขยายขนาดของชั้นดินด้วย DMSO และอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่ความเข้มข้น 0.1%

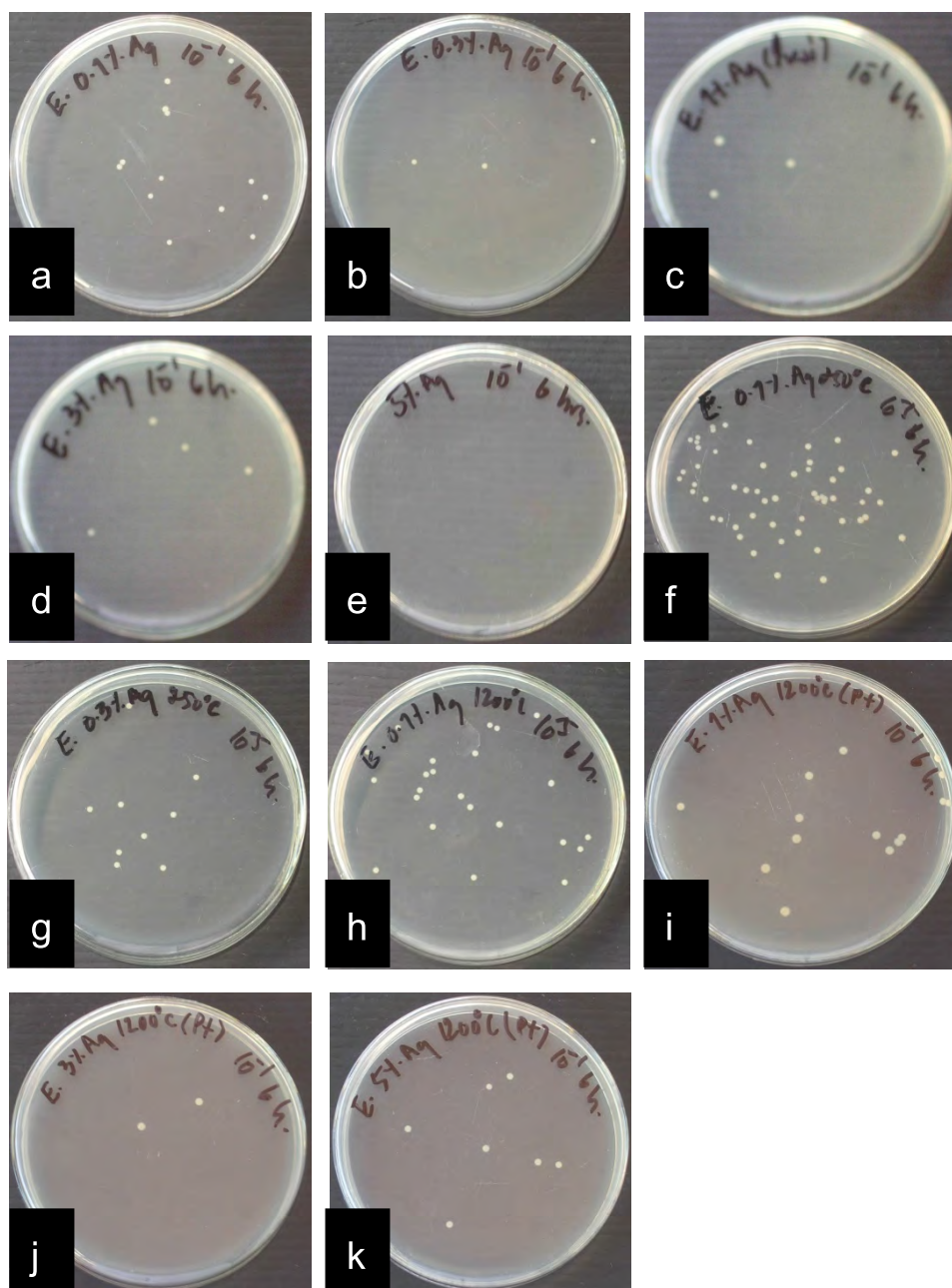
และเมื่อนำอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกเข้าไปในดินเกาหลีที่ค่าความเข้มข้น 0.1% Ag นี้ มาทำการอบที่อุณหภูมิ 250°C และเผาที่อุณหภูมิ 1200°C มาทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างและองค์ประกอบด้วยการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุโดยใช้เทคนิค FT-IR เทียบกับอนุภาคเงินระดับนาโนที่แทรกเข้าไปในดินเกาหลีที่อุณหภูมิห้องดังแสดงในรูปที่ 4.15 พบว่ารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่เผาที่อุณหภูมิ 1200°C ให้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดต่างจากทั้งอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิห้องและอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิ 250°C ทั้งนี้อาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงจากเกาหลีไนท์ และ ฮาลอยไซต์ ไปเป็นมัลไลต์ นั่นเอง นอกจากนี้ยังพบว่าอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิ 250°C และ 1200°C จะไม่พบหมู่ฟังก์ชัน water-OH [2] ใน

โครงสร้างเพราะโมเลกุลของน้ำจะถูกกำจัดออกจากโครงสร้างตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 100 °C เนื่องจากน้ำมีจุดเดือดที่อุณหภูมิ 100 °C จึงทำให้น้ำเกิดการระเหยเป็นไอและถูกขับออกจากโครงสร้างผลึกดิน



รูปที่ 4.15 หมู่ฟังก์ชันและการเกิดพันธะของธาตุในช่วงเลขคลื่น 450 - 4000 cm⁻¹ ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวความเข้มข้น 0.1% ที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 250 °C และที่อุณหภูมิ 1200 °C

4.8 สมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเกาหลีที่อุณหภูมิ 250°C และ 1200°C เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 4.16 สมบัติการต้าน *E. coli* ของดินเกาหลีที่ทำการแทรกอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิในการแทรกอนุภาคเงินในดินเกาหลีต่างๆคือ ที่อุณหภูมิห้อง a) 0.1% Ag, b) 0.3% Ag, c) 1% Ag, d) 3% Ag, e) 5% Ag ที่อุณหภูมิ 250 °C f) 0.1% Ag, g) 0.3% Ag และที่อุณหภูมิ 1200 °C h) 0.1% Ag, i) 1% Ag j) 3% Ag และ k) 5% Ag

เพื่อเป็นการสนับสนุนสมมุติฐานที่ว่าเมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปในชั้นดินแล้ว ชั้นดินจะทำหน้าที่เป็นเกราะกักบังให้กับอนุภาคเงินและจะส่งผลทำให้ไม่เกิดการสลายตัวของอนุภาคเงินที่อุณหภูมิสูงจึงได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อสมบัติการต้านแบคทีเรียซึ่งเป็นสมบัติเกิดขึ้นจากอนุภาคเงินในโครงสร้างดินเหนียวที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อหาปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ทำการแทรกเข้าไปในชั้นดินที่เหมาะสมกับช่วงอุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรีย ดังแสดงผลการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ความเข้มข้น และอุณหภูมิต่างๆ ในรูปที่ 4.16 และเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียได้ถูกคำนวณและแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3: จำนวน *E. coli* และเปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียที่ความเข้มข้นในการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวที่อุณหภูมิห้อง, 250 °C และ 1200 °C

| สารตัวอย่าง | | จำนวนเซลล์เริ่มต้น CFU/ml | จำนวนเซลล์ที่สัมผัส กับสารตัวอย่าง (6 h.) CFU/ml | % การลดลง ของ <i>E. coli</i> |
|-------------|---------|------------------------------|--|---------------------------------|
| T=room | Kaolin | 3.5×10^7 | 3.1×10^7 | 8.8 |
| | 0.1% Ag | 1.3×10^7 | 7.0×10^2 | 99.9 |
| | 0.3% Ag | 1.3×10^7 | 2.0×10^2 | 99.9 |
| | 1% Ag | 3.5×10^7 | 3.0×10^2 | 99.9 |
| | 3% Ag | 3.5×10^7 | 4.3×10^2 | 99.9 |
| | 5% Ag | 3.5×10^7 | < 10 | > 99.9 |
| T= 250 °C | 0.1% Ag | 5.3×10^7 | 4.7×10^7 | 11.3 |
| | 0.3% Ag | 5.3×10^7 | 7.9×10^6 | 85.1 |
| T= 1200 °C | 0.1% Ag | 5.3×10^7 | 1.7×10^7 | 67.9 |
| | 1% Ag | 4.6×10^7 | 9.0×10^2 | 99.9 |
| | 3% Ag | 4.6×10^7 | 2.0×10^2 | 99.9 |
| | 5% Ag | 4.6×10^7 | 4.0×10^2 | 99.9 |

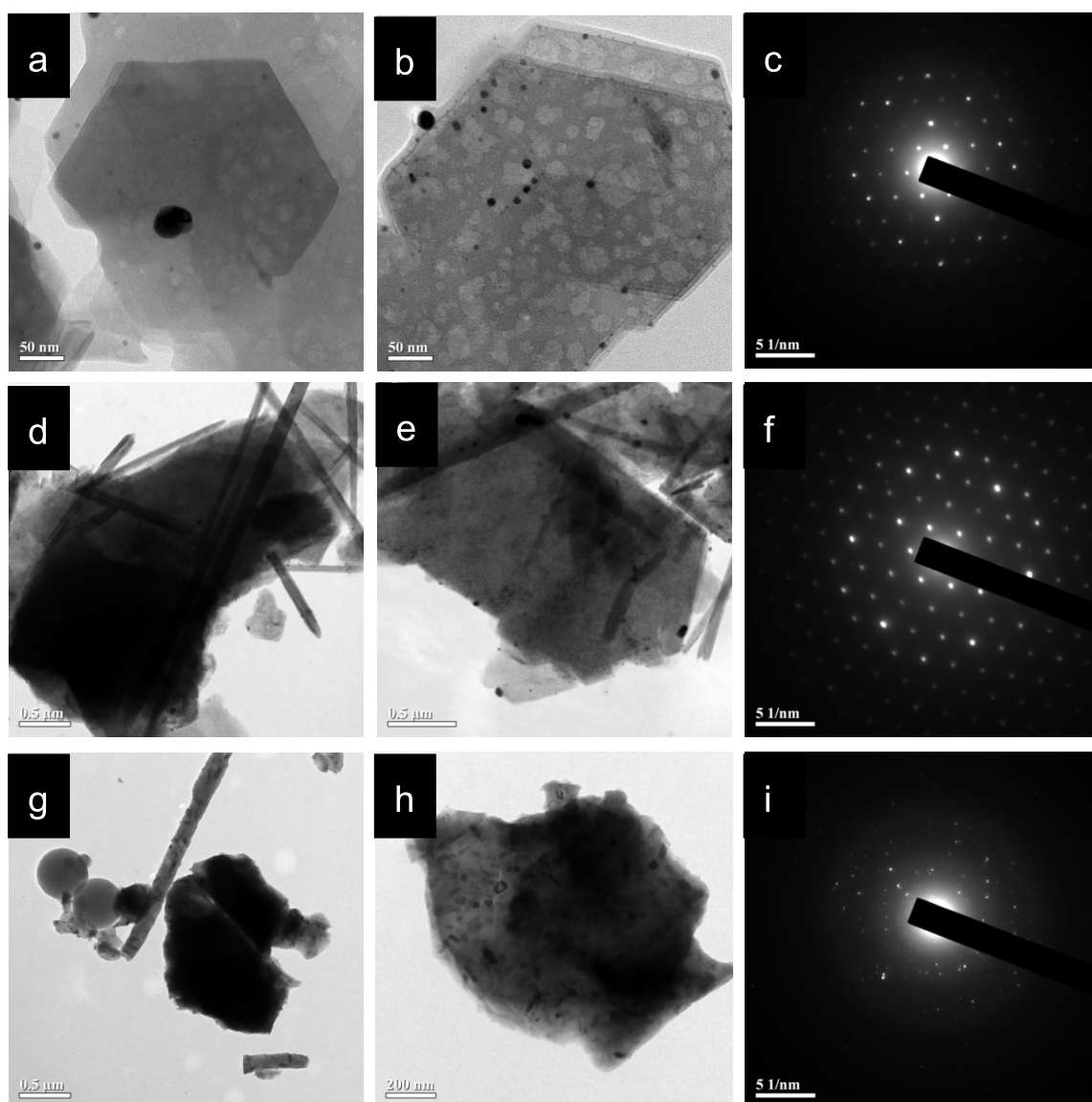
จากรูปที่ 4.16 และตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิในกระบวนการเผาอนุภาคเงินในดินเหนียวส่งผลต่อสมบัติการต้านแบคทีเรียที่เรียกว่าคือ เมื่ออุณหภูมิในกระบวนการเผาอนุภาคเงินสูงขึ้น สมบัติการต้านแบคทีเรียที่ปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินต่ำๆจะลดลง และเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียที่ดีที่สุดที่อุณหภูมิสูง ความเข้มข้นของเงินที่ทำการแทรกเข้าไปในโครงสร้างดินก็ควรจะสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องมาจากที่อุณหภูมิห้องสมบัติการต้านแบคทีเรียอาจมีผลมาจากอนุภาคเงินที่เกาะอยู่ที่ผิวของดินเหนียวแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วย แต่เมื่อทำการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวที่อุณหภูมิสูงขึ้นปริมาณไอออนของเงินที่เกิดจากการแตกตัวมาจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่ผิวของดินเหนียวมีค่าน้อยลง เนื่องมาจากอนุภาคเงินที่ผิวของดินเหนียวเกิดการสลายไปในระหว่างกระบวนการเผาที่อุณหภูมิสูง จึงทำให้สมบัติการต้านแบคทีเรียเกิดจากเฉพาะอนุภาคเงินที่แทรกตัวในโครงสร้างดินเท่านั้น จึงส่งผลทำให้เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นสมบัติการต้านแบคทีเรียที่ปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินต่ำๆจะลดลง

จากผลการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียในตารางที่ 4.3 พบว่าปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ทำการแทรกเข้าไปในชั้นดินที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 250 °C และที่อุณหภูมิ 1200 °C คือ 0.1, 0.3 และ 1% Ag ตามลำดับ ทั้งนี้ผลการต้านแบคทีเรียที่ได้จากการทดลองนี้ได้รับอิทธิพลมาจากเฉพาะอนุภาคเงินเพียงอย่างเดียวซึ่งไม่ได้รับอิทธิพลมาจากธาตุอื่น ดังนั้นเมื่อจะนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ จึงควรทำการศึกษผลสารประกอบตัวอื่นๆในงานที่จะนำไปประยุกต์ใช้ต่อการเกิดสมบัติการต้านแบคทีเรียร่วมกับอนุภาคเงินด้วย เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการต้านแบคทีเรีย

และสมบัติการต้านแบคทีเรียนี้สามารถยืนยันผลได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ซึ่งจะแสดงให้เห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดินเหนียว และปริมาณการกระจายตัวและแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนนี้เองที่เป็นตัวบ่งชี้ถึงสมบัติการต้านแบคทีเรีย ดังแสดงในรูปที่ 4.17

จากรูปที่ 4.17 ภาพถ่าย TEM ที่อุณหภูมิห้องของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag และ 1.0% Ag พบอนุภาคเงินระดับนาโนกระจายตัวที่ผิวของและแทรกตัวในชั้นดินเหนียว โดยมีปริมาณการกระจายตัวและแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวเพิ่มขึ้นเมื่อเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นเพิ่มขึ้น อนุภาคเงินระดับนาโนจะสามารถแทรกเข้าไประหว่างชั้นดินได้ก็ต่อเมื่อขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กกว่าช่องว่างระหว่างชั้นดินที่ถูกขยายด้วยไดเมทิลซัลโฟลิกไซด์ นั่นคือ ขนาดต้องเล็กกว่า 4.024 Å ซึ่งเป็นค่าผลต่าง d-spacing ของดินเหนียวและดินเหนียวที่ผ่านการขยายขนาดช่องว่างระหว่างชั้นดินด้วยไดเมทิลซัลโฟลิกไซด์ ส่วนอนุภาคเงินระดับนาโนที่มีขนาดใหญ่กว่า 4.024 Å จะกระจายตัวที่ผิวของแผ่นดิน นอกจากนี้

ยังพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนของดินเหนียวที่แทรกด้วยอนุภาคเงินระดับนาโนแสดงความเป็นผลึกแบบ hexagonal ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างผลึกของแร่กาลีนไนท์ และภาพถ่าย TEM ที่อุณหภูมิ 250 °C ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag และ 1.0% Ag พบอนุภาคเงินระดับนาโนกระจายตัวที่ผิวหน้าและแทรกตัวระหว่างชั้นดินเหนียวเช่นเดียวกับที่อุณหภูมิห้อง รวมถึงรูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนของดินเหนียวที่ยังคงแสดงความเป็นผลึกแบบ hexagonal ด้วย แต่จะมีปริมาณการกระจายตัวและการแทรกตัวของอนุภาคเงินระดับนาโนที่น้อยกว่าทั้งนี้อาจเนื่องมาจากอนุภาคเงินระดับนาโนที่เกาะที่ผิวหน้าของดินเกิดการหลุดออก จึงส่งผลทำให้สมบัติการต้านแบคทีเรียที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag และ 0.3% Ag มีกว่าที่อุณหภูมิห้อง ส่วนภาพถ่าย TEM ที่อุณหภูมิ 1200 °C ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag และ 1.0% Ag พบว่าโครงสร้างผลึกของดินเหนียวหรือแร่กาลีนไนท์มีลักษณะเปลี่ยนไปซึ่งให้ผลสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG/DTA, XRD และ FT-IR นั่นคือการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของแร่กาลีนไนท์ที่มีลักษณะเป็นแผ่นรูปทรงหกเหลี่ยมไปเป็นแร่มัลไลต์ ที่มีลักษณะผลึกเป็น ทรงกลม ทรงกระบอก แต่ส่วนใหญ่ยังคงหลงเหลือความเป็นแผ่น (plate) ที่เป็นลักษณะผลึกของแร่กาลีนไนท์อยู่ ลักษณะความเป็น plate นี้เองที่ช่วยเป็นเกราะกำบังให้อนุภาคเงินระดับนาโนไม่เกิดการสลายตัวไป ณ ที่อุณหภูมิสูง ส่งผลให้ยังคงมีอนุภาคเงินระดับนาโนในโครงสร้างดินเหนียว ทำให้อนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่อุณหภูมิ 1200 °C ยังคงแสดงสมบัติต้านแบคทีเรียที่เรื้อรังเอง โดยอนุภาคเงินที่อยู่ในโครงสร้างดินเหนียวนี้สามารถยืนยันผลได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ดังจะได้แสดงในภาคผนวก ง



รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย TEM ของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิในการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวต่างๆคือ ที่อุณหภูมิห้อง a) 0.1% Ag, b) 1% Ag, c) รูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน ที่อุณหภูมิ 250 °C d) 0.1% Ag, e) 1% Ag, f) รูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน และที่อุณหภูมิ 1200 °C g) 0.1% Ag, h) 1% Ag i) รูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนสำหรับประยุกต์เพื่อด้านแบคทีเรียซึ่งได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้น อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสมในการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว และผลของอุณหภูมิที่มีต่ออนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวต่อการต้านแบคทีเรีย .ให้ผลดังนี้

1) อนุภาคเงินระดับนาโนสามารถแทรกเข้าไปในชั้น OT sheet ของดินเหนียวได้ด้วยเทคนิคอินเทอร์คาลเลชัน ซึ่งพบว่าการขยายขนาดชั้นดินด้วย DMSO ที่เหมาะสมคือ ที่ระยะเวลา 10 ชั่วโมง ทั้งนี้เพราะชั้นดินเหนียวมีขีดจำกัดในการขยาย ก่อนที่จะทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนในชั้นดิน

2) ความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่แทรกเข้าไปในโครงสร้างดินเหนียวต่ำสุดที่แสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่ดีคือ 0.1% Ag ที่อุณหภูมิห้อง โดยให้เปอร์เซ็นต์การต้านแบคทีเรียถึง 99.9%

3) อุณหภูมิมีผลต่อสมบัติการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียว โดยส่งผลโดยตรงต่ออนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่ความเข้มข้นต่ำ ซึ่งปริมาณความเข้มข้นของอนุภาคเงินที่ทำการแทรกเข้าไปในชั้นดินที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการแสดงสมบัติการต้านแบคทีเรียที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 250 °C และที่อุณหภูมิ 1200 °C คือ 0.1, 0.3 และ 1% Ag ตามลำดับ

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถทำการพัฒนาและปรับปรุงดังนี้

1) ศึกษาปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อการแทรกอนุภาคเงินในดินเหนียวเพื่อให้ได้สมบัติการต้านแบคทีเรียที่ดียิ่งขึ้น

2) ควรมีการทดสอบสมบัติความเป็นพิษของสารต่อร่างกายมนุษย์และสิ่งแวดล้อมด้วย เพื่อให้มั่นใจได้ว่าจะสามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้จริงและไม่ก่อให้เกิดโทษต่อร่างกายมนุษย์และสิ่งแวดล้อม

3) ควรทำการศึกษาผลสารประกอบตัวอื่นๆเช่น โคบอล คอปเปอร์ เหล็ก ที่เป็นตัวทำให้เกิดสีในผลิตภัณฑ์ทางเซรามิก ในงานที่จะนำไปประยุกต์ใช้ต่อการเกิดสมบัติการต้านแบคทีเรียร่วมกับอนุภาคเงินด้วย เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการต้านแบคทีเรีย

รายการอ้างอิง

- [1] B. Li, S. Yu, J. Y. Hwang, and S. Shi. Antibacterial Vermiculite Nano-Material. J. Miner. Mater. Charact. Eng 1 (2002): 61-68.
- [2] S.M. Magaña, P. Quintana, D.H. Aguilar, J.A. Toledo, C. A´ngeles-Cha´vez, M.A. Cort´es, L. Le´on, Y. Freile-Pelegr´ın, T. L´opez and R.M. Torres S´anchez. Antibacterial activity of montmorillonites modified with silver. J. Molecular Catalysis A: Chemical 281 (2008): 192-199.
- [3] M.I. Carretero. Clay minerals and their beneficial effects upon human health. J. Appl. Clay Sci 21 (2002): 155-163.
- [4] K.B. Holt and A.J. Bard. Interaction of Silver(I) Ions with the Respiratory Chain of *Escherichia coli*: An Electrochemical and Scanning Electrochemical Microscopy Study of the Antimicrobial Mechanism of Micromolar Ag⁺. J. Biochemistry 44 (2005): 13214-13223.
- [5] P. Cordeiro Lopes, Francisco A. Dias and L.R. Damasceno da Silva. Decomposition kinetics by thermogravimetry for the intercalation of kaolin with dimethylsulphoxide. J. Materials Letters 57 (2003): 3397-3401.
- [6] R. Patakfalvi, A. Oszko´ and I. De´ka´ny. Synthesis and characterization of silver nanoparticle/kaolinite composites. J. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng 220 (2003): 45-54.
- [7] R.L. Frost a, J. Kristof, E. Horvath and J.T. Klopogge. Vibrational spectroscopy of formamide-intercalated kaolinites. J. Spectrochimica Acta Part A 56 (2000): 1191-1204.
- [8] Y. Komori, Y. Sugahara and K. Kuroda. Intercalation of Alkylamines and Water into Kalolinite with Methanol Kalolinite as an Intermediat. J. Appl. Clay Sci 15 (1999): 241-252.
- [9] Z. Li and L. Gallus. Surface configuration of sorbed hexadecyltrimethylammonium on kaolinite as indicated by surfactant and counterion sorption, cation desorption, and FTIR. J. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng 264 (2005) 61-67.

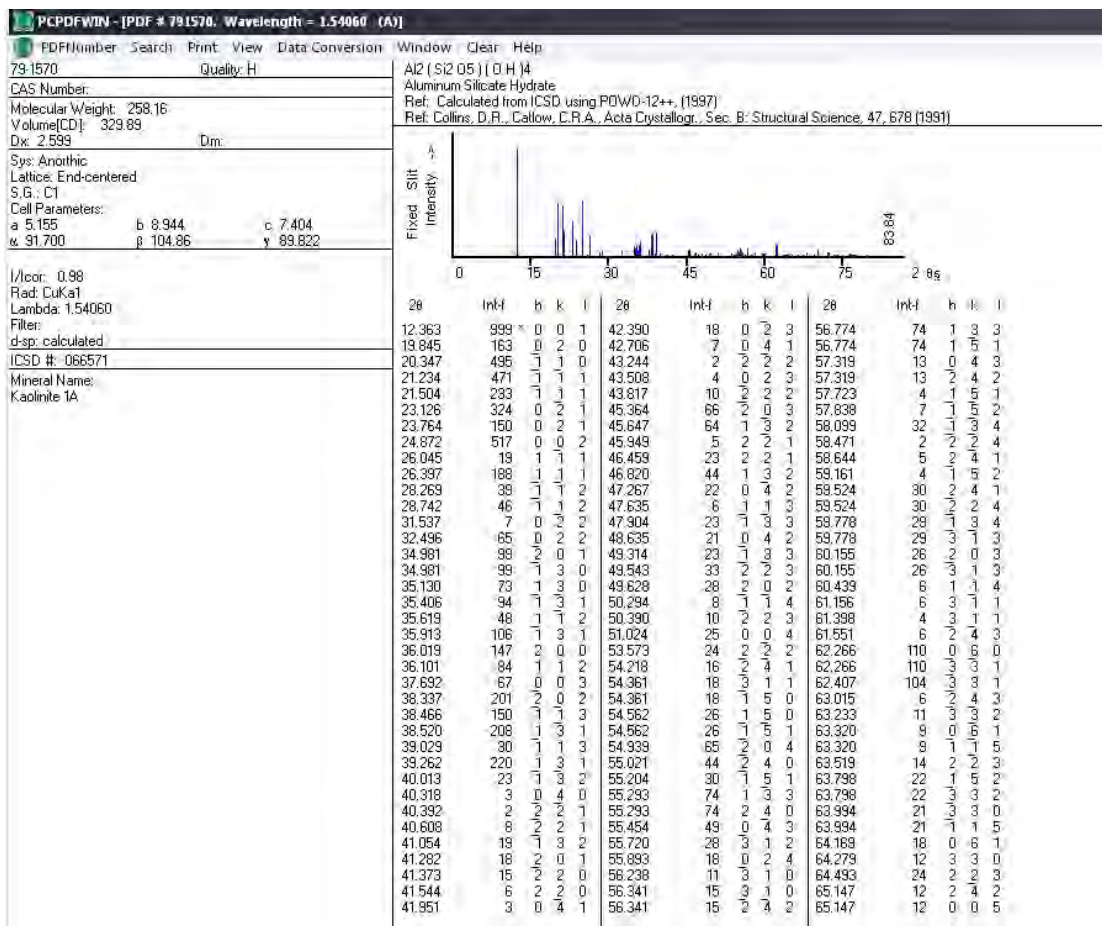
- [10] F. Bergaya, B.K.G. Theng and G. Lagaly. Structures and mineralogy of clay minerals[Online]. M.F. Brigatti^a, E. Galan^b and B.K.G. Theng^c. Handbook of Clay Science. [2008, June 1]
- [11] Soil Texture - Physical Properties[Online]. Available from: <http://soils.missouri.edu/tutorial/page8.asp>[2008, June 13]
- [12] E. Thomas. Clays and Asbestos[Online]. Available from: <http://ethomas.web.wesleyan.edu/ees123/index.htm> [2008, May 17]
- [13] ดินเหนียว [Online]. Available from: http://www.mne.eng.psu.ac.th/staff/lek_files/ceramic/u21-2.htm [2007, November 18]
- [14] Kaolin [Online]. Available from: <http://www.ima-eu.org/kaolin.html> [2008, June 1]
- [15] Building the phyllosilicates[Online]. Available from: <http://pubpages.unh.edu/%7Eharter/crystal.htm>[2008, October 1]
- [16] S.M. Koh. New Understanding of Clay MineralsNew Minerals (ppt). Kaorea: Korea Institute of Geoscience and mineral resources, 2006.
- [17] Kaolinite group[Online]. Available from: <http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/htmldocs/clays/kaogr.htm> [2008, April 17]
- [18] G. Varga. The structure of kaolinite and metakaolinite[Online]. Available from www.szte.mtesz.hu/06journal/2007_1/pdf/epa_2007_1_2.pdf [2008, December 5]
- [19] Halloysite[Online]. Available from: <http://www.landcareresearch.co.nz/services/laboratories/minlab/images/fig4.jpg> [2008, May 10]
- [20] Mullite[Online]. Available from: <http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=925> [2008, June 1]
- [21] F. Bergaya, B.K.G. Theng and G. Lagaly. Conventional applications[Online]. C.C. Harvey^a and G. Lagaly^b. Handbook of Clay Science. [2009, January 11]
- [22] Kaolinite[Online]. Available from: <http://www.imaeu.org/fileadmin/downloads/minerals/Kaolin.pdf> [2008, August 4]
- [23] F. Bergaya, B.K.G. Theng and G. Lagaly. Clay mineral organic [Online]. G. Lagaly^a, M. Ogawa^b and I. Dékány^c. Handbook of Clay Science. [2008, August 28]

- [24] DMSO-2D-dimensions[Online]. Available from: <http://commons.wikimedia.org/wiki/File:DMSO-2D-dimensions.png> [2008, August 12]
- [25] DMSO-elpot[Online]. Available from: <http://commons.wikimedia.org/wiki/File:DM SO-elpot.png> [2008, December 5]
- [26] DMSO (dimethyl sulfoxide)[Online]. Available from: <http://www.wellness.com/reference/herb/dmso-dimethyl-sulfoxide/> [2008, November 28]
- [27] Dimethyl Sulfoxide (DMSO)[Online]. Available from: <http://www.arkema-inc.com/index.cfm?pag=121>[2008, November 28]
- [28] Nano silver[Online]. Available from: www.geocities.com/thanimwas/method.html [2008, November 23]
- [29] ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา. ซิลเวอร์: สารยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรีย หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูงภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2551
- [30] Silver[Online]. Available from: <http://www.saburchill.com/chemistry/visual/atoms/047.html> [2008, September 11]
- [31] Silver[Online]. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Silver> [2008, November 15]
- [32] C. Zayas. Demonstrating Concepts of X-Ray Absorption Spectroscopy with Microwaves[Online]. Available from: <http://laser.physics.sunysb.edu/~czayas/report/index.html> [2008, March 20]
- [33] การนับจำนวนเชื้อจุลินทรีย์[Online]. Available from: <http://science.kmutt.ac.th/class/mic291/mic291lab7.doc>[2008, June 1]
- [34] F. Franco and M. D. Ruiz Cruz. Factors influencing the intercalation degree ('reactivity') of kaolin minerals with potassium acetate, formamide, dimethylsulphoxide and hydrazine. J. Clay Minerals 39 (2004): 193-205.

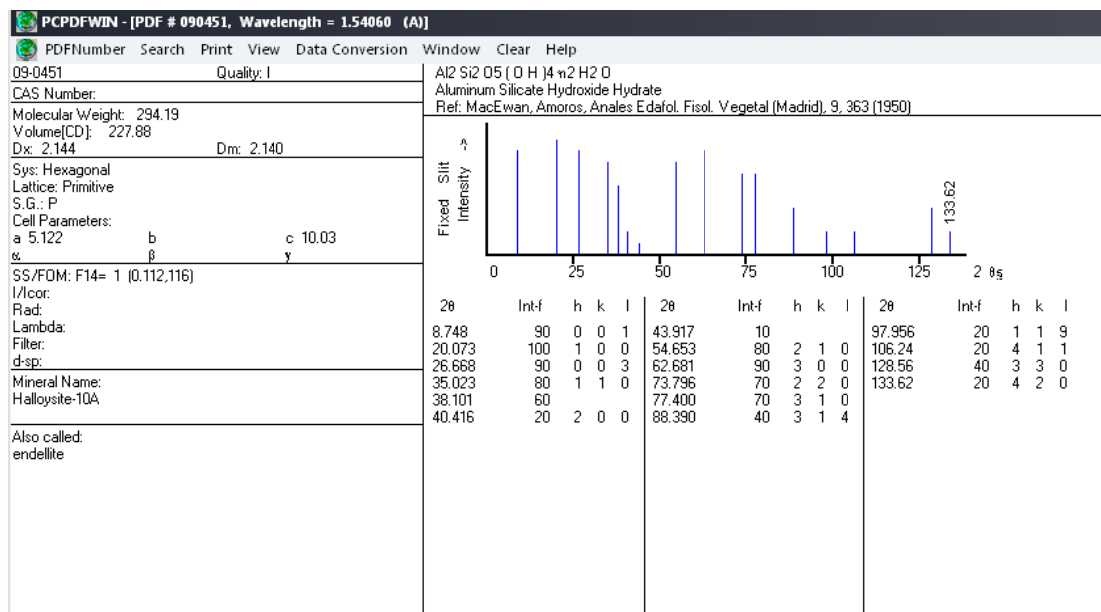
ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

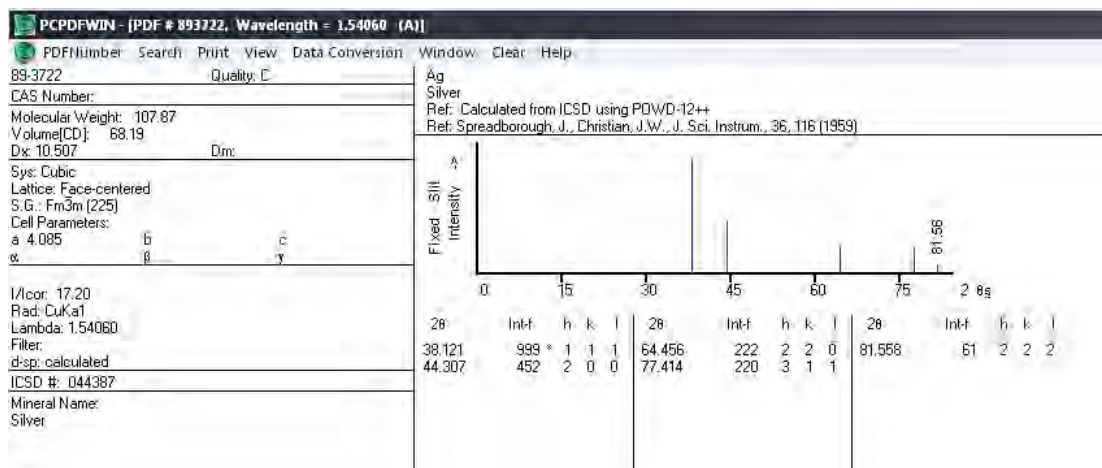
ตารางที่ ก-1 แสดงค่า 2θ, intensity และ hkl ของ Kaolinite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 79-1570



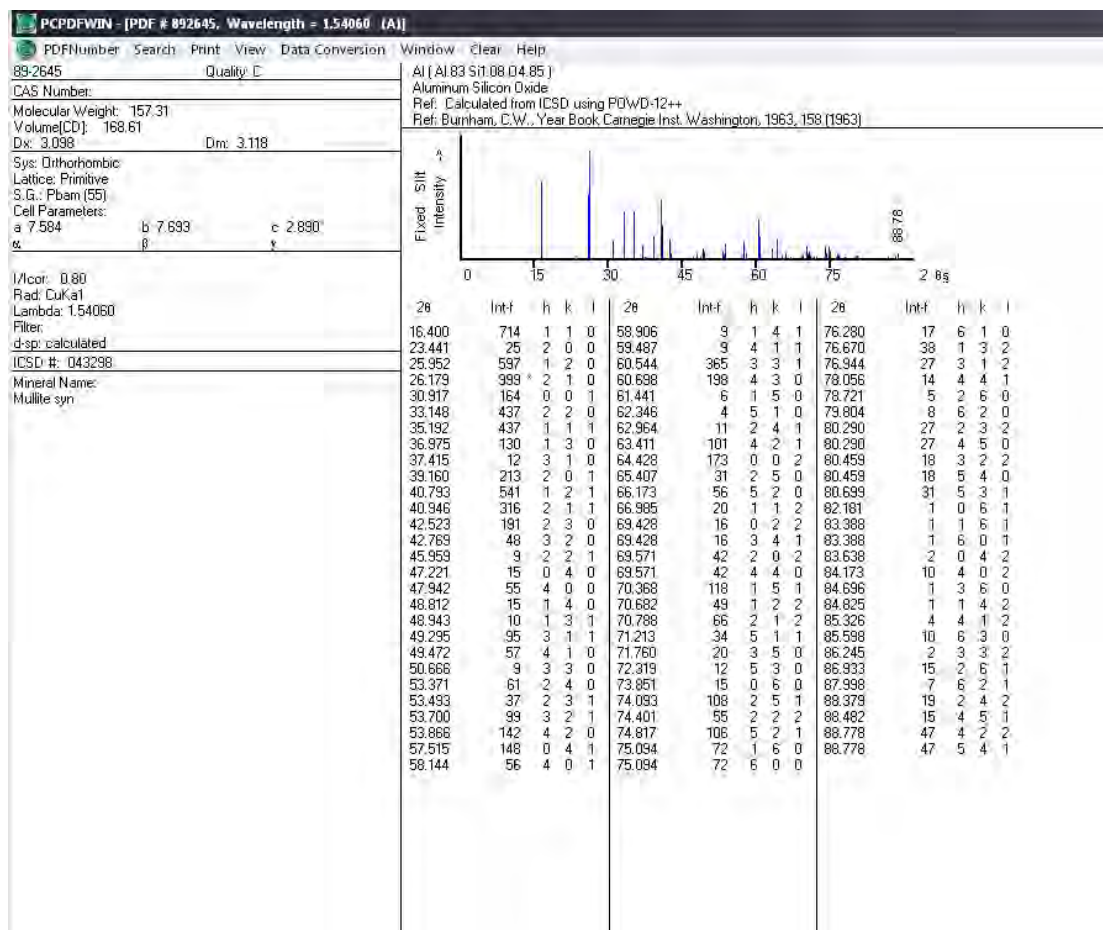
ตารางที่ ก-2 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Halloysite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 09-0451



ตารางที่ ก-3 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Silver ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 89-3722

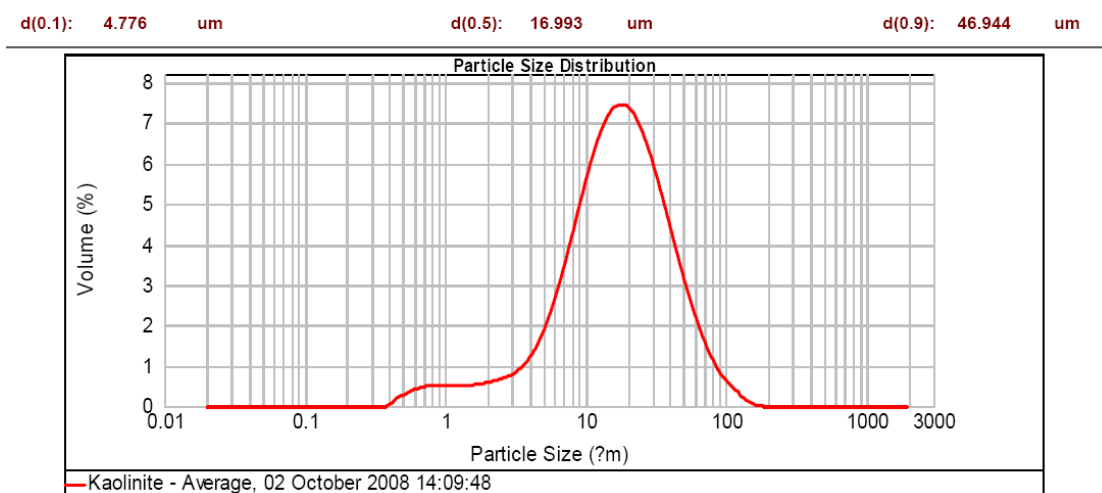


ตารางที่ ก-4 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Mullite ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 89-2645

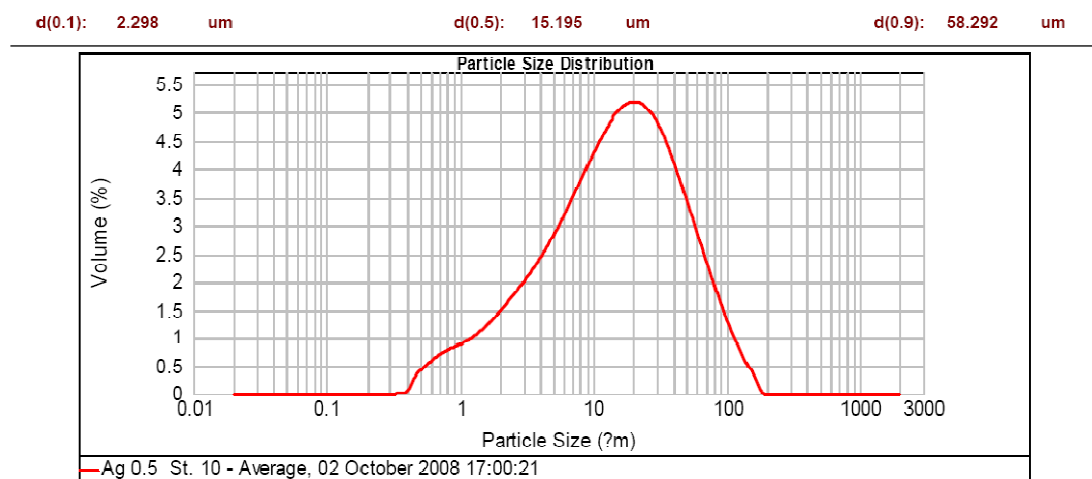


ภาคผนวก ข

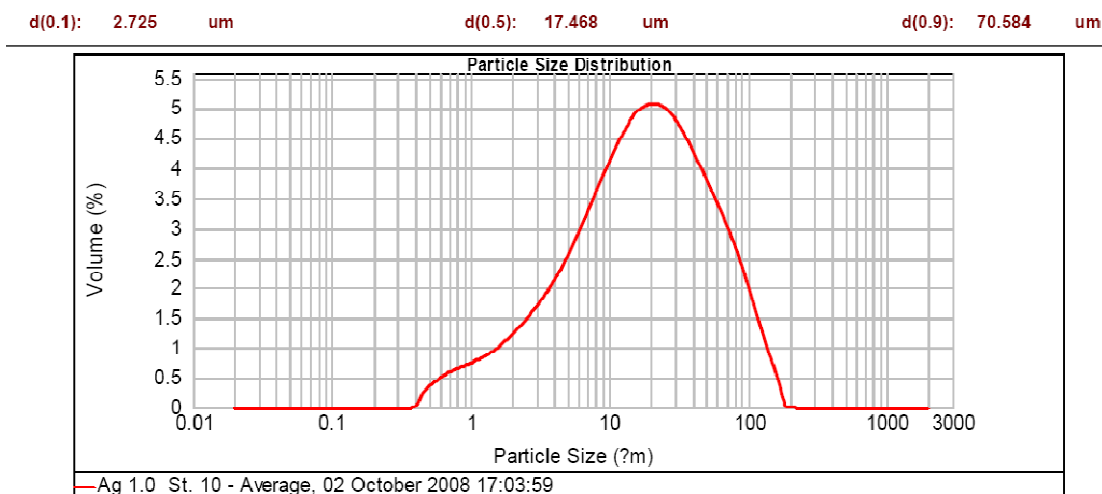
แสดงการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Particle Size Analyzer รุ่น 2000 ผลิตโดยบริษัท Malvern โดยใช้เทคนิค Laser Light Scattering



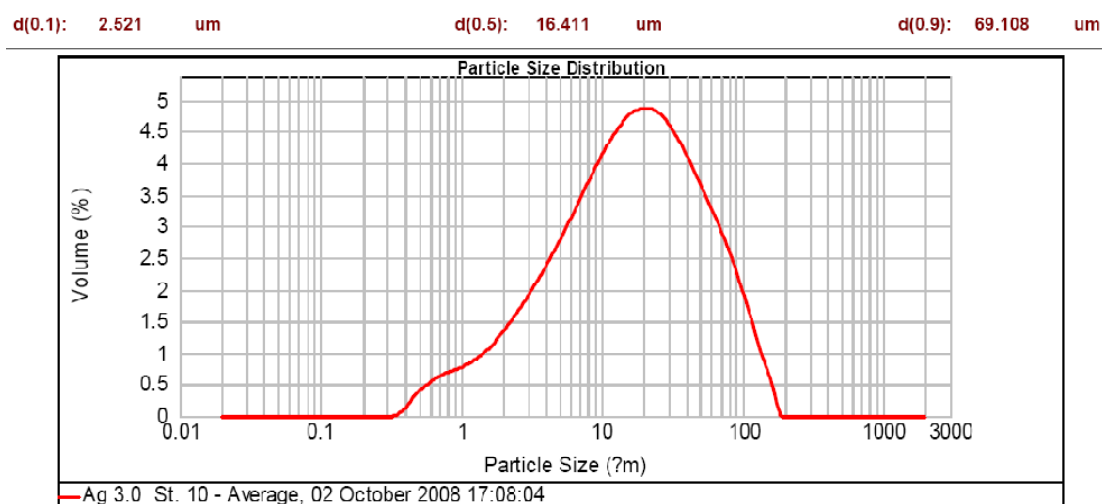
รูปที่ ข-1 การกระจายขนาดอนุภาคของดินเหนียว



รูปที่ ข-2 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 0.5% Ag

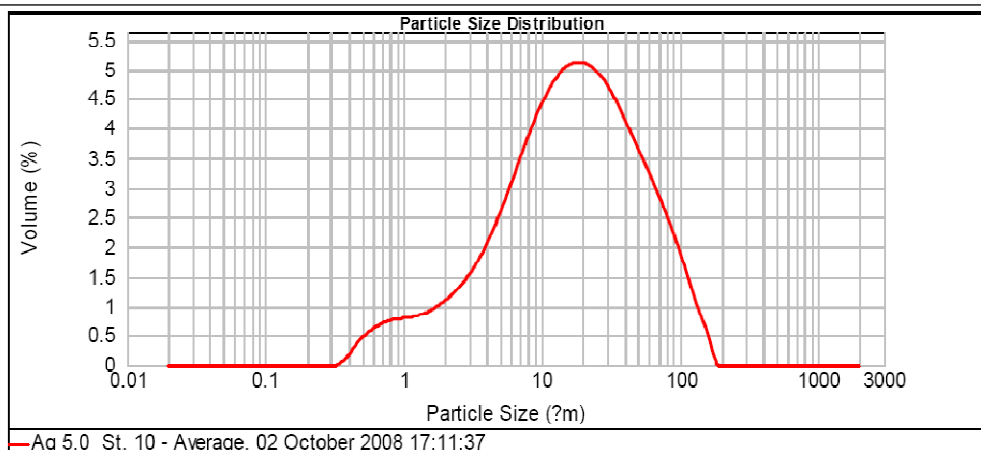


รูปที่ ข-3 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 1.0% Ag



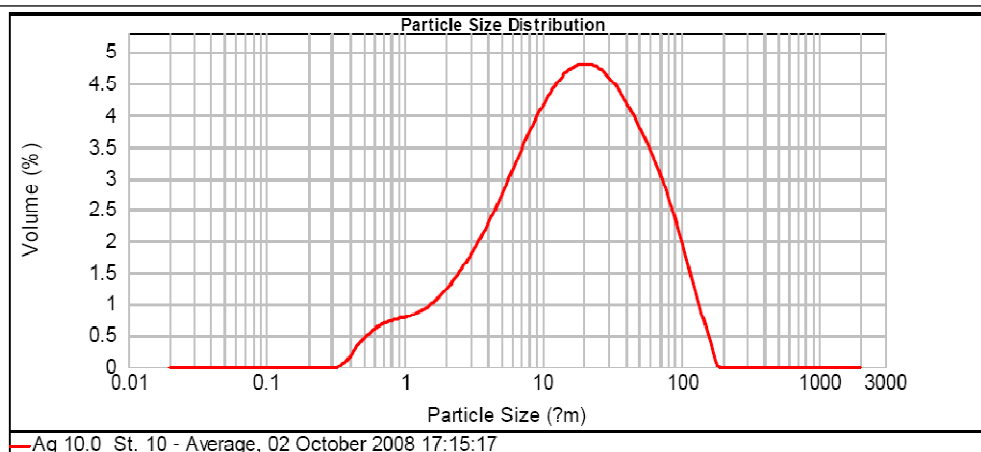
รูปที่ ข-4 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 3.0% Ag

d(0.1): 2.666 um d(0.5): 16.675 um d(0.9): 67.950 um



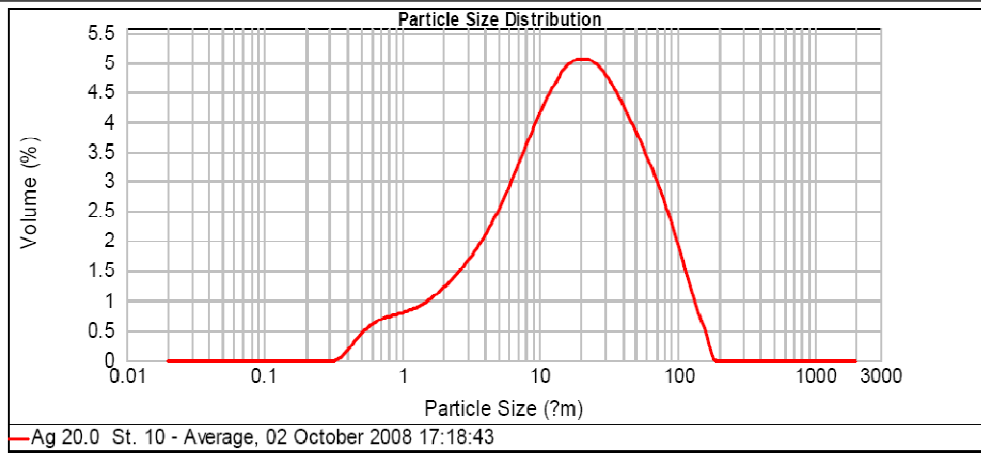
รูปที่ ข-5 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำกรแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 5.0% Ag

d(0.1): 2.532 um d(0.5): 16.683 um d(0.9): 69.742 um



รูปที่ ข-6 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำกรแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 10.0% Ag

d(0.1): 2.545 um d(0.5): 17.230 um d(0.9): 69.072 um



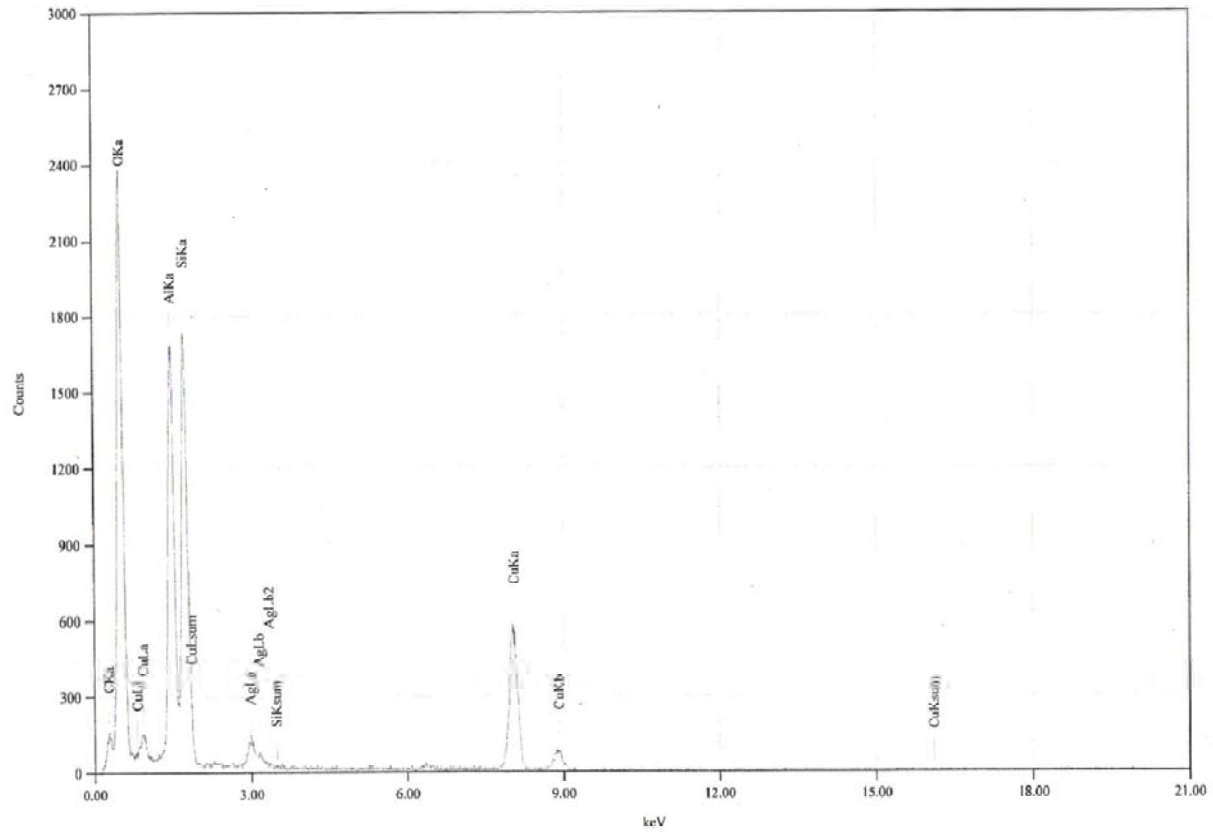
รูปที่ ข-7 การกระจายขนาดของดินเหนียวที่ทำการแทรกอนุภาคเงินระดับนาโนที่ความเข้มข้น 20.0% Ag

ภาคผนวก ค

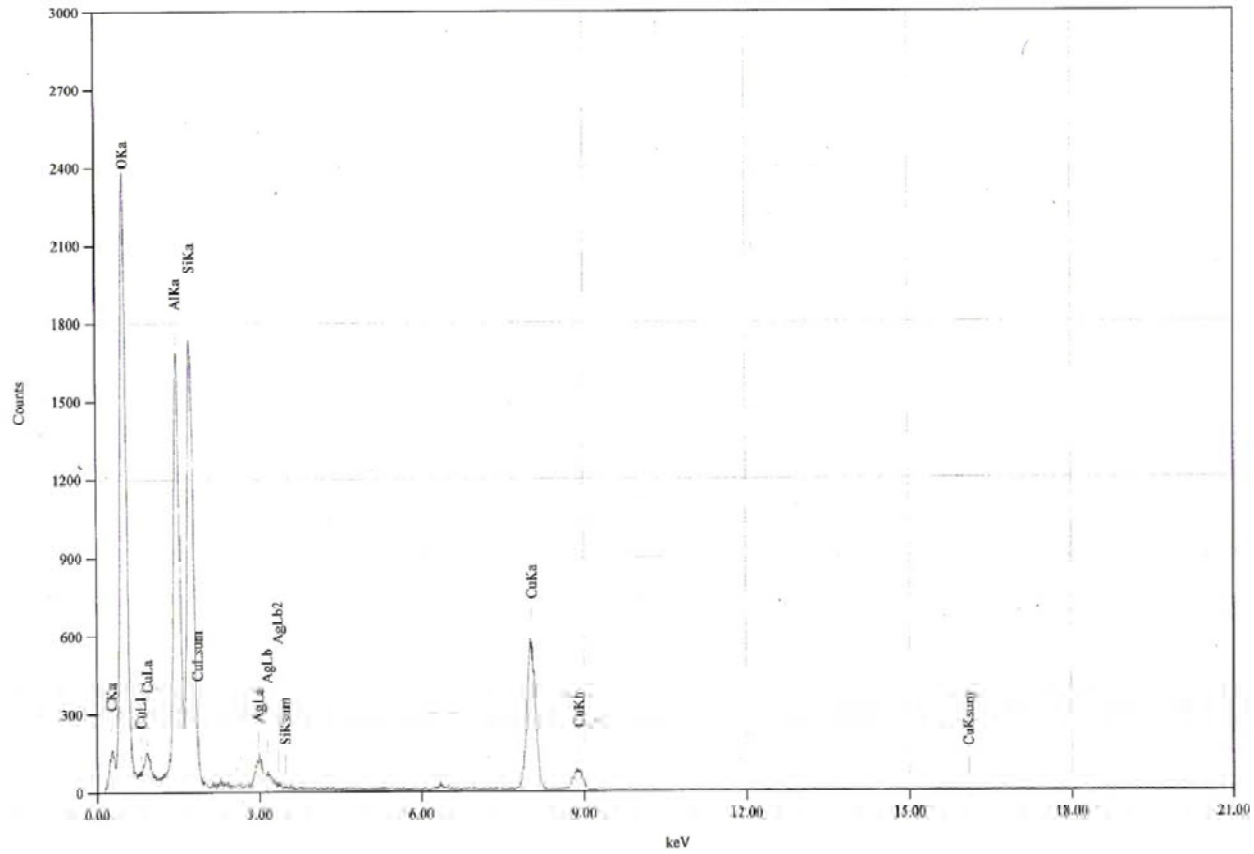
ตารางที่ ค-1 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรีย *E. coli* ของดินเหนียว และดินเหนียวที่ทำการแทรก
อนุภาคเงินที่ความเข้มข้น และอุณหภูมิต่างๆ

| Sample | Concentration | The number of bacteria | | | Average | S.D. | CFU/ml | % Reduction |
|----------------|---------------|------------------------|-----|-----|---------|--------|-------------------|-------------|
| | | | | | | | | |
| E.blank | 10^{-5} | 35 | 31 | 39 | 35 | 4 | 3.5×10^7 | - |
| Kaolin | 10^{-5} | 30 | 31 | 32 | 31 | 1 | 3.1×10^7 | 8.8 |
| 0.5% Ag | 10^{-1} | 1 | 3 | 4 | 2.7 | 1.528 | 2.7×10^2 | 99.9 |
| 1% Ag | 10^{-1} | 3 | 3 | 3 | 3.0 | 0 | 3.0×10^2 | 99.9 |
| 3% Ag | 10^{-1} | 2 | 7 | 4 | 4.3 | 2.517 | 4.3×10^2 | 99.9 |
| 5% Ag | 10^{-1} | - | - | - | 0 | 0 | < 10 | > 99.9 |
| 10% Ag | 0^{-1} | - | - | - | 0 | 0 | < 10 | > 99.9 |
| | | | | | | | | |
| E.blank | 10^{-4} | 145 | 113 | 131 | 129.7 | 16.042 | 1.3×10^7 | - |
| 0.1% Ag | 10^{-1} | 3 | 12 | 7 | 7.3 | 4.509 | 7.3×10^2 | 99.9 |
| 0.3% Ag | 10^{-1} | 3 | 3 | 0 | 2 | 1.732 | 2×10^2 | 99.9 |
| | | | | | | | | |
| E.blank | 10^{-5} | 59 | 57 | 42 | 52.7 | 9.292 | 5.3×10^7 | - |
| 0.1% Ag 250C | 10^{-5} | 35 | 53 | 54 | 47.3 | 10.693 | 4.7×10^7 | 11.3 |
| 0.3% Ag 250C | 10^{-4} | 87 | 76 | 74 | 79 | 7 | 7.9×10^6 | 85.1 |
| 0.1% Ag 1200C | 10^{-4} | 187 | 140 | 190 | 172.3 | 28.042 | 1.7×10^7 | 67.9 |
| | | | | | | | | |
| E.blank | 10^{-5} | 45 | 48 | 47 | 46.7 | 1.528 | 4.6×10^7 | - |
| 1% Ag 1200C Pt | 10^{-1} | 5 | 14 | 8 | 9 | 4.583 | 9.0×10^2 | 99.9 |
| 1% Ag 1200C AI | 10^{-1} | 89 | 95 | 92 | 92 | 3 | 9.0×10^3 | 99.9 |
| 3% Ag 1200C Pt | 10^{-1} | 2 | 2 | 2 | 2 | 0 | 2.0×10^2 | 99.9 |
| 3% Ag 1200C AI | 10^{-1} | 3 | 1 | 2 | 2 | 1 | 2.0×10^2 | 99.9 |
| 5% Ag 1200C Pt | 10^{-1} | 2 | 7 | 3 | 4 | 2.646 | 4.0×10^2 | 99.9 |
| 5% Ag 1200C AI | 10^{-1} | - | - | - | 0 | 0 | < 10 | > 99.9 |

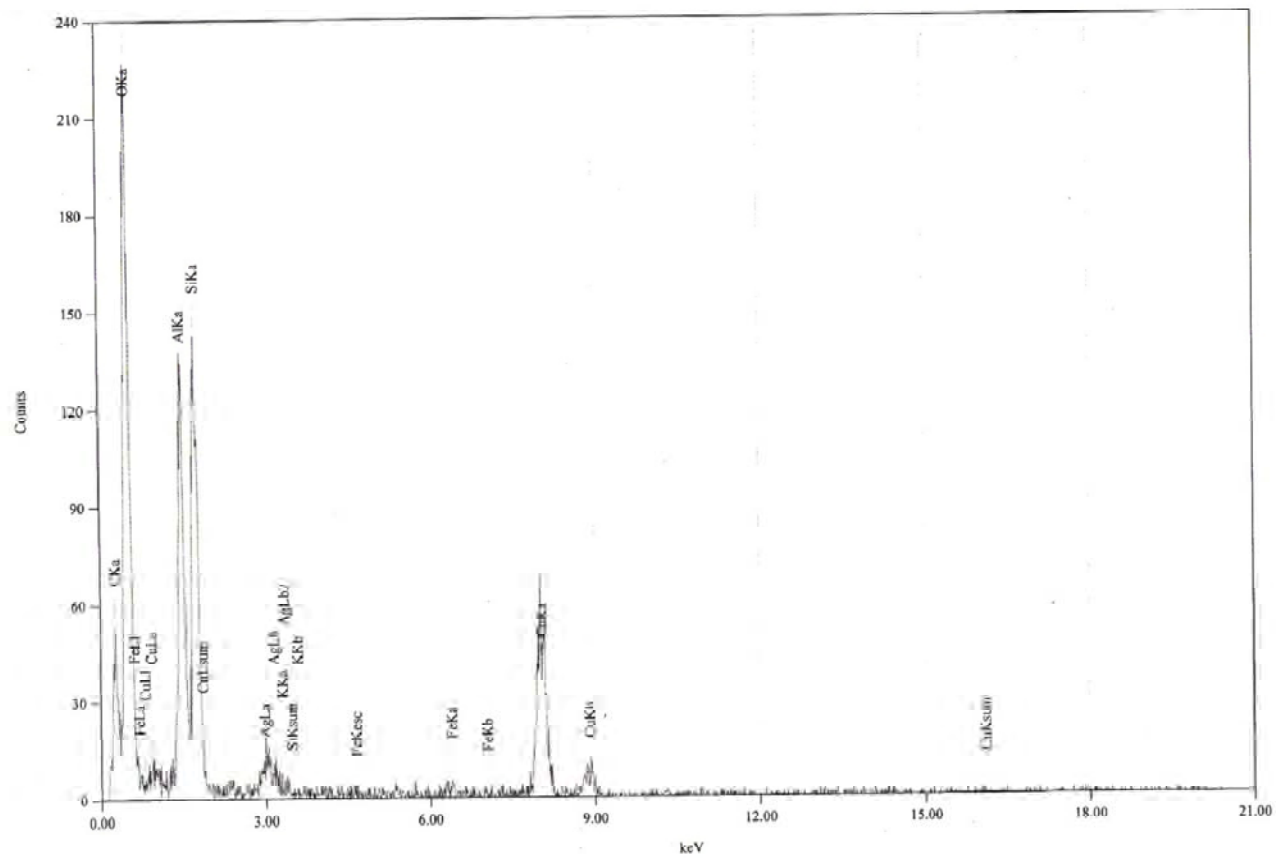
ภาคผนวก ง



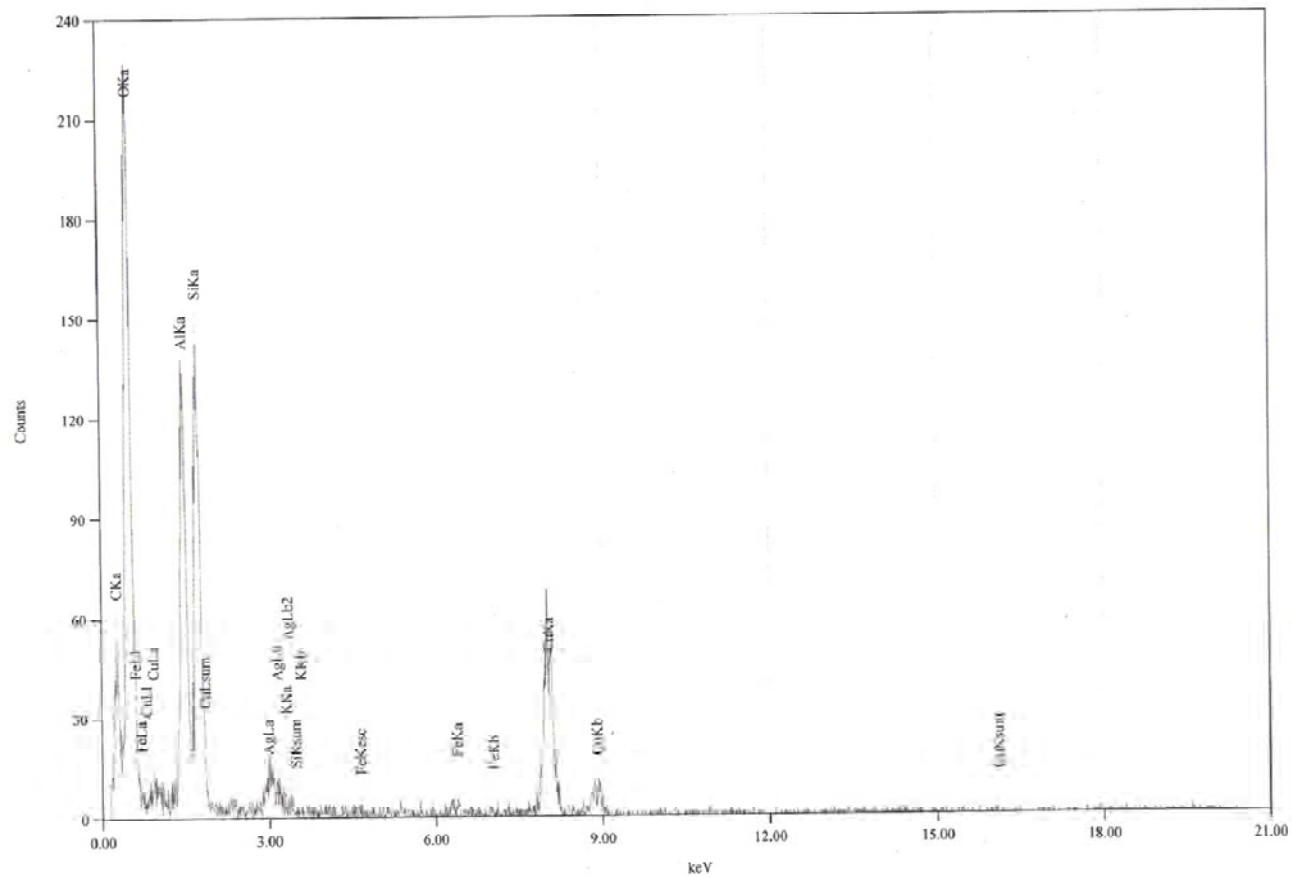
รูปที่ ง-1 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับนาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag ณ จุดหนุมิห้อง



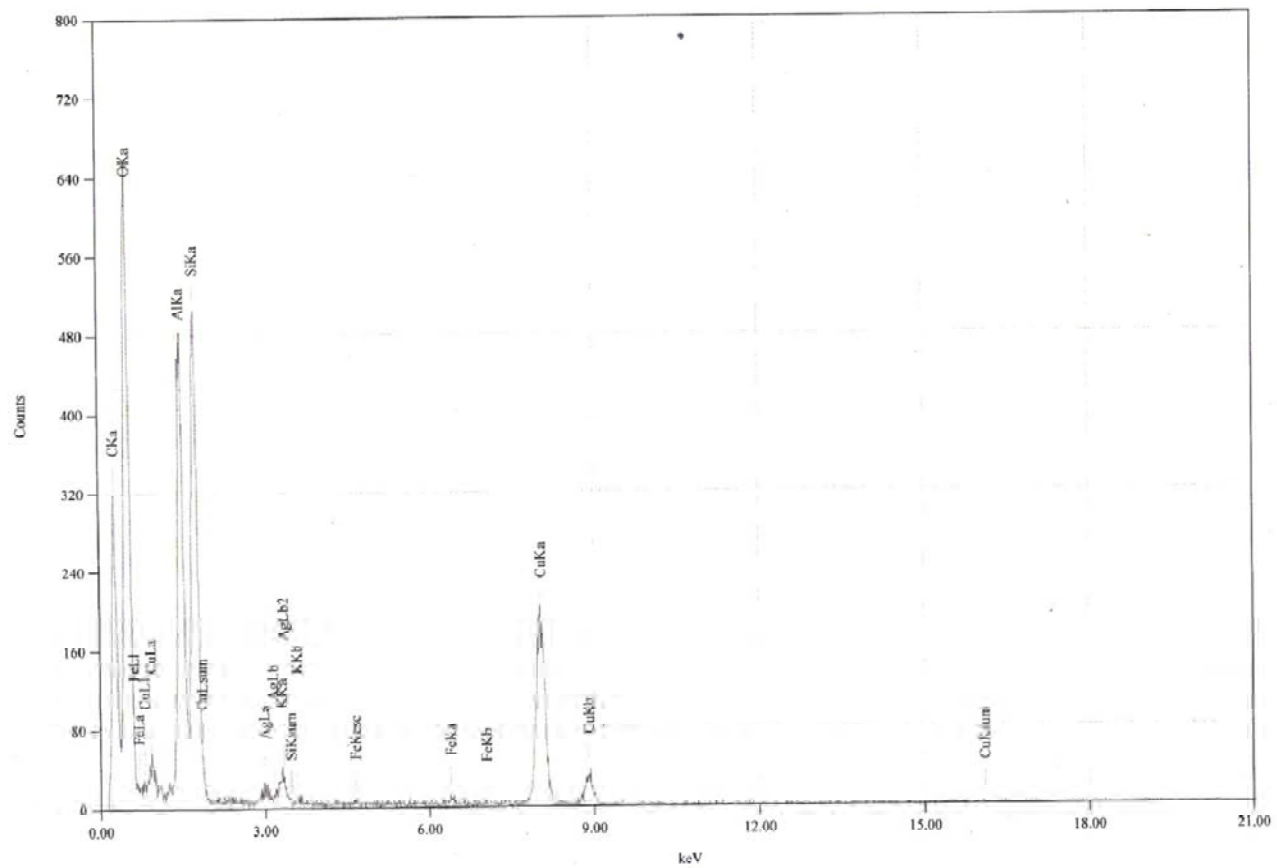
รูปที่ ง-2 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับ นาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 1.0% Ag ณ จุดหมุมมิห้อง



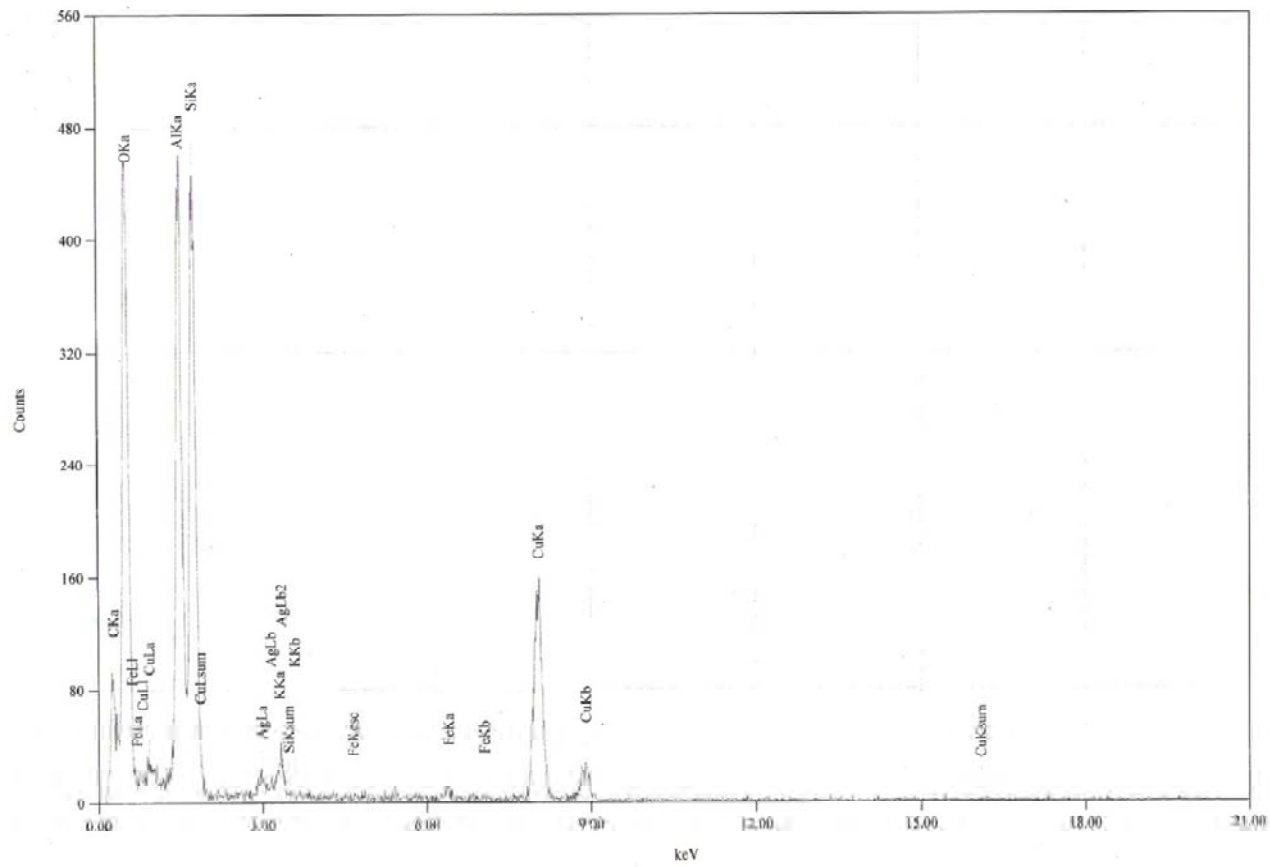
รูปที่ 3-3 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับ นาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag ณ อุณหภูมิ 250 °C



รูปที่ ง-4 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับ นาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 1.0% Ag ณ อุณหภูมิ 250 °C



รูปที่ 5 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับ นาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 0.1% Ag ณ อุณหภูมิ 1200 °C



รูปที่ ง-6 องค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของอนุภาคเงินระดับ นาโนในดินเหนียวที่เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น 1.0% Ag ณ อุณหภูมิ 1200 °C

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวอัญชิษฐา วงศ์ประทัด

เกิดเมื่อวันที่ 17 พฤษภาคม พ.ศ. 2527 สถานที่เกิด จังหวัด นครราชสีมา

จบการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาฟิสิกส์ จากมหาวิทยาลัยขอนแก่น เมื่อปี พ.ศ. 2550 จากนั้นเข้าศึกษาต่อทางด้านวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิก ที่ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และจบการศึกษาใน พ.ศ. 2552

การนำเสนอผลงานทางวิชาการในระดับนานาชาติ

“Characterization of Silver Nanoparticle-Kaolinite Prepared by Intercalation Technique for Antibacterial Application” Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2009). Naresuan University.

