



การสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อยับยั้งการเกิดเชื้อราสำหรับเลนส์
ของกล้องจุลทรรศน์

Synthesis of Anti-Fungal-TiO₂ Film for Optical Microscope Lens

จุฬารัตน์ ไยทองคำ

Jularat Yaithongkum

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา

วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of

Master of Engineering in Materials Engineering

Prince of Songkla University

2554

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์ฟิล์มโพลีเอทิลีนไดออกไซด์เพื่อยับยั้งการเกิดเชื้อราสำหรับเลนส์
ของกล้องจุลทรรศน์

ผู้เขียน นางสาวจุฬารัตน์ ไยทองคำ

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

คณะกรรมการสอบ

.....
(รองศาสตราจารย์กัลยาณี คุปตานนท์)

.....ประธานกรรมการ
(ดร.ชีวิตา สุวรรณชาลิต)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์กัลยาณี คุปตานนท์)

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงพร กันธโชติ)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีรวรรณ สุทธิศรีปก)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงพร กันธโชติ)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

.....
(ศาสตราจารย์ ดร.อมรรัตน์ พงศ์คารา)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อยับยั้งการเกิดเชื้อราสำหรับเลนส์
ของกล้องจุลทรรศน์
ผู้เขียน นางสาวจุฬารัตน์ ไยทองคำ
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ
ปีการศึกษา 2553

บทคัดย่อ

การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเติมสาร SnO₂, SiO₂ ที่ 1mol% และแปรค่าปริมาณซิลเวอร์ที่ 0.1-1.0mol% (TiO₂, TiO₂/SnO₂/SiO₂, TiO₂/SnO₂/SiO₂+0.1-1.0mol%Ag) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกและสมบัติการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *Penicillium expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. โดยการศึกษาได้สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ผสม ในรูปของผงและฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นแก้ว เพื่อประยุกต์ใช้ในการเคลือบเลนส์กล้องจุลทรรศน์ ซึ่งมักเกิดปัญหาถูกเชื้อราทำลายผิวเลนส์ทำให้เลนส์นั้นเสื่อมประสิทธิภาพ การศึกษาการสังเคราะห์ผงและฟิล์มตัวอย่าง เตรียมโดยวิธีโซล-เจล และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และเคลือบลงบนแผ่นแก้วด้วยวิธีหมุนเหวี่ยง ได้ฟิล์มที่มีความหนา 1.25±0.24 ไมโครเมตร และฟิล์มที่เคลือบไม่ได้มีผลกระทบต่อดัชนีหักเหของแผ่นแก้วที่เป็นฐานรองรับงานวิจัยนี้ เน้นการศึกษาผลของชนิดของตัวอย่างที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพ การเกิดเฟสประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติก และสมบัติการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา การวิเคราะห์องค์ประกอบ โครงสร้างจุลภาค ขนาดอนุภาคผลึก ด้วยเทคนิค X-ray diffractometer ผลการวิเคราะห์ชนิดของเฟสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่า เกิดเฟสอะนาเทสในตัวอย่างผงและฟิล์ม ซึ่งมีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 13-20 และ 11-19 นาโนเมตร ตามลำดับ ผลการศึกษาประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา ภายใต้การกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ให้ประสิทธิภาพดีกว่าการใช้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ นอกจากนี้ ประสิทธิภาพยังเพิ่มขึ้นตามปริมาณซิลเวอร์ที่ใช้ได้เป็นอย่างดี โดยที่สามารถใช้ป้องกันการเจริญเติบโตของเชื้อ *P. expansum* ได้ดีกว่า *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ตามลำดับ

Thesis Title Synthesis of Anti-Fungal-TiO₂ Film for Optical Microscope Lens
Author Miss Jularat Yaithongkum
Major Program Materials Engineering
Academic Year 2010

Abstract

Titanium dioxide composites with the addition of SnO₂, SiO₂ and silver were synthesized. Amount of SnO₂ and SiO₂ were fixed at 1mol% while amount of Ag doped was varied 0.1-1.0mol%. The fungal genera (*Penicillium expansum*, *Aspergillus* sp. and *Rhizopus* sp.) were used to test anti-fungal properties of synthesized powders and films. This anti-fungal film will be applied for coating on the microscope lens which their surfaces were often damaged by fungi. TiO₂ composites powders and films were synthesized by sol-gel method and calcined at 500 °C. The film samples were prepared by spin coating on a glass plate. The films thickness was about 1.25±0.24 microns and the coated film had not disturbed the refraction property of the glass substrate. This research focuses on the effect of the type of additions and amount of silver on physical properties, photocatalytic and anti-fungal activity. After calcinations only anatase phase was found in all samples with crystallite size in the range of 13-20 and 11-19 nm for powders and films respectively. Anti-fungal test showed that the growth of fungal infections was inhibited under UV light greater than under visible light radiation. The antifungal efficiencies were also significantly enhanced with the increasing amount of Ag doped. These films can prevent the infection of *P. expansum* better than *Aspergillus* sp. and *Rhizopus* sp. respectively.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(3)
กิตติกรรมประกาศ	(5)
สารบัญ	(6)
รายการตาราง	(10)
รายการรูป	(11)
สัญลักษณ์และคำย่อ	(15)
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 บทนำสั้นเรื่อง	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	2
1.2.1 นาโนเทคโนโลยี	2
1.2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์	3
1.2.3 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	6
1.2.4 ทฤษฎีโซล-เจล	11
1.2.5 กระบวนการเคลือบผิว	17
1.2.6 เชื้อราที่มักเกิดบนเลนส์	19
1.2.7 เลนส์	21
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	29
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	29
1.6 ขอบเขตการวิจัย	29
2 วิธีการวิจัย	30
2.1 วิธีการวิจัย	30
2.2 สารเคมี เชื้อรา เครื่องมือ อุปกรณ์ เครื่องมือวิเคราะห์และทดสอบ	30
2.2.1 สารเคมี	30
2.2.2 เชื้อรา	31

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์	31
2.2.4 เครื่องมือวิเคราะห์และทดสอบ	32
2.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์	32
2.3.1 การสังเคราะห์ผง TiO_2	32
2.3.2 การสังเคราะห์ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$	32
2.3.3 การสังเคราะห์ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/\text{Ag}$	33
2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	37
2.4.1 การสังเคราะห์ฟิล์ม TiO_2	37
2.4.2 การสังเคราะห์ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$	37
2.4.3 การสังเคราะห์ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/0.1, 0.5$ และ $1.0 \text{ mol}\% \text{Ag}$	37
2.5 การตรวจสอบคุณลักษณะของผง และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	39
2.5.1 X-ray Diffractometry (XRD)	39
2.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)	39
2.5.3 Ultraviolet- visible spectrophotometer	39
2.5.4 Fourier Transform Infrared Spectrometer; (FT-IR)	40
2.5.5 Atomic Force Microscope, (AFM)	40
2.5.6 ABBE Refractometer	40
2.6 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ด้วยผงที่สังเคราะห์ได้	41
2.6.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน	41
2.6.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู	41
2.7 กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งการเจริญของเชื้อราที่สามารถเจริญบนเลนส์ต่างๆ จากผงและฟิล์มที่สังเคราะห์ได้	41
2.7.1 การทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราจากผงที่สังเคราะห์ได้	42
2.7.2 การทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราจากฟิล์มที่สังเคราะห์ได้	42
3 ผลและการอภิปรายผล	43

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.1 ผลวิเคราะห์ชนิดของเฟสและขนาดผลึกด้วยเทคนิค XRD	43
3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	46
3.2.1 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของผงไทเทเนียมไดออกไซด์	48
3.2.2 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	51
3.3 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค Fourier-transformed infrared spectrophotometer (FT-IR)	54
3.4 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค Ultraviolet- visible spectrophotometer	57
3.5 การวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเทคนิค Atomic Force Microscope, AFM	60
3.6 ค่า Refractive Index	61
3.7 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู	62
3.8 อิทธิพลของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา <i>P. expansum</i> ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	65
3.9 อิทธิพลของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา <i>P. expansum</i> เมื่อไม่ได้รับแสงรับแสงอัลตราไวโอเล็ต และรับแสงฟลูออเรสเซนต์	67
3.10 อิทธิพลของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา <i>Aspergillus</i> sp., <i>P. expansum</i> และ <i>Rhizopus</i> sp. ภายใต้แสงชนิดต่างๆ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	72
3.10.1 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด <i>P. expansum</i>	72
3.10.2 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด <i>Aspergillus</i> sp.	73
3.10.3 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด <i>Rhizopus</i> sp.	75
4 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	78
4.1 บทสรุป	78
4.2 ข้อเสนอแนะ	79
บรรณานุกรม	80
ภาคผนวก	85

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ก. การคำนวณหาค่าขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์	86
ข. ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น (C_0) เท่ากับ 1×10^{-5} โมลาร์ และความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เวลาได้รับรังสียูวี(C)	88
ค. ค่า Refractive Index	90
ง. ทฤษฎีและหลักการทำงานของเครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ	93
จ. เทคนิคการเลี้ยงเชื้อรา	99
ฉ. ผลงานที่ตีพิมพ์	105
ประวัติผู้เขียน	112

รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	สมบัติทางกายภาพของโครงสร้าง TiO ₂	5
3.1	ขนาดผลึกของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส	45
3.2	ขนาดผลึกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส	46
3.3	ความถี่และชนิดของการสั่นสะเทือนด้วยเทคนิคFT-IR ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	57
3.4	แถบช่องว่างพลังงานของผงไทเทเนียมไดออกไซด์สูตรต่างๆ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	59
3.5	ค่า Refractive Index	62
ก.1	ข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคXRD ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์	86
ก.2	ข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคXRD ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	86
ข.1	ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ (C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น (C ₀) ของตัวอย่างผงไทเทเนียมไดออกไซด์	87
ข. 2	ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ (C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น (C ₀) ของตัวอย่างฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	88
ข. 3	ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสีฟลูออเรสเซนส์ในเวลาต่างๆ(C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น (C ₀) ของตัวอย่างฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	88
ค.1	ค่า Refractive Index ของแผ่นแก้ว	89
ค.2	ค่า Refractive Index ของ TP	89
ค.3	ค่า Refractive Index ของ TSS	90
ค.4	ค่า Refractive Index ของ TSSA0.1	90
ค.5	ค่า Refractive Index ของ TSSA0.5	90
ค.6	ค่า Refractive Index ของ TSSA1.0	91

รายการรูป

รูปที่		หน้า
1.1	โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์	4
1.2	กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง	7
1.3	กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสที่เกิดขึ้นเมื่อมีการฉายแสงลงบนอนุภาคแคตะลิสต์	9
1.4	กระบวนการโฟโตแคตะไลติกของสารไทเทเนียมไดออกไซด์	11
1.5	Sol-gel technologies and their products	12
1.6	กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS	14
1.7	กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS	15
1.8	การก่อตัวของพอลิเมอร์และการเกิดเจลในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	15
1.9	การเคลือบฟิล์มบางด้วยเทคนิคการหมุนเหวี่ยง (Spin coating)	17
1.10	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับความเร็ว เวลาและปริมาตรของสารละลายที่ใช้ในการหมุนเหวี่ยง	18
1.11	กระบวนการจุ่มเคลือบ (Dip coating)	18
1.12	การหักเหของแสง	22
2.1	การสังเคราะห์ผงและฟิล์มตัวอย่าง TiO_2	34
2.2	การสังเคราะห์ผงและฟิล์มตัวอย่าง $TiO_2/SnO_2/SiO_2$	35
2.3	การสังเคราะห์ผงตัวอย่าง $TiO_2/SnO_2/SiO_2+TiO_2/Ag$	36
2.4	ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์ม $TiO_2/0.1-1.0mol\%Ag$	38
2.5	การลากเส้นเพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน band gap	40
2.6	โครงสร้างของ เมทิลีนบลู	41
3.1	XRD pattern ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	44
3.2	XRD pattern ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	46
3.3	ลักษณะผงไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่กำลังขยายต่าง	49

รายการรูป

รูปที่		หน้า
3.4	EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TP	49
3.5	EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSS	49
3.6	EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSSA0.1	50
3.7	EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSSA1.0	50
3.8	โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อผ่านการเคลือบผิวด้วยวิธี หมุนเหวี่ยง และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	52
3.9	EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TP	52
3.10	EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSS	53
3.11	EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA0.1	53
3.12	EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA0.5	54
3.13	EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA1.0	54
3.14	FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่าง TP	55
3.15	FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่าง TSS	55
3.16	FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่าง TSSA0.1	56
3.17	FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่าง TSSA1.0	56
3.18	การดูดกลืน spectra ของผงสูตรต่างๆ	58
3.19	ตัวอย่างการคำนวณค่าแถบช่องว่างพลังงานของตัวอย่าง TSSA1.0	59
3.20	ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TP	60
3.21	ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSS	60
3.22	ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA0.1	61
3.23	ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA0.5	61
3.24	ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA1.0	62
3.25	ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C_0 ของ เมทิลีนบลู ของผงตัวอย่าง ภายในเวลา 100 นาที ของการรับแสงอัลตราไวโอเลต เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	63
3.26	ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C_0 ของ เมทิลีนบลู ของฟิล์มตัวอย่าง ภายในเวลา 6 ชั่วโมงของการรับแสงอัลตราไวโอเลต เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	64

รายการรูป

รูปที่		หน้า
3.27	ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C ₀ ของ เมทิลีนบลู ของฟิล์มตัวอย่าง ภายในเวลา 6 ชั่วโมงการรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	64
3.28	การย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ของผงตัวอย่าง ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 100 นาที	65
3.29	การย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ของฟิล์มตัวอย่าง ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	65
3.30	เชื้อ <i>P. expansum</i> เมื่อถูกยับยั้งการเจริญเติบโตด้วยผงไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 1, 2 และ 3 วันตามลำดับ	67
3.31	ปริมาณเชื้อที่สามารถเจริญเติบโตได้ภายหลังการทดสอบที่เวลาต่างกัน	68
3.32	การทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด <i>P. expansum</i> ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยการสัมผัสฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 เมื่อไม่ได้รับแสงและรับแสงอัลตราไวโอเล็ต	71
3.33	การทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด <i>P. expansum</i> ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยการสัมผัสฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 เมื่อไม่ได้รับแสงและรับแสงฟลูออเรสเซนซ์	73
3.34	ตัวอย่างเชื้อ <i>P. expansum</i> ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อไม่ได้รับแสง	73
3.35	ตัวอย่างเชื้อ <i>P. expansum</i> ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง	74
3.36	ตัวอย่างเชื้อ <i>P. expansum</i> ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	74
3.37	ตัวอย่างเชื้อ <i>Aspergillus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film ไม่ได้รับแสง	75
3.38	ตัวอย่างเชื้อ <i>Aspergillus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง	76

รายการรูป

รูปที่		หน้า
3.39	ตัวอย่างเชื้อ <i>Aspergillus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	76
3.40	ตัวอย่างเชื้อ <i>Rhizopus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อไม่ได้รับแสง	77
3.41	ตัวอย่างเชื้อ <i>Rhizopus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง	78
3.42	ตัวอย่างเชื้อ <i>Rhizopus</i> sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	78
ง.1	ขั้นตอนการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	94
ง.2	แผนภูมิระบบ The Michelson Interferometer	95
ง.3	อินฟราเรดสเปกตรัม (IR Spectrum)	96
ง.4	หลักการการทำงานของเครื่อง AFM	97
ง.5	การทำงานของปลายแหลมในเครื่อง AFM	98
ฉ.1	วิธีการ Spread plate	100
ฉ.2	การทำเจือจางลำดับส่วน	101
ฉ.3	วิธีการ Streak plate	102
ฉ.4	Haemocytometer	103
ฉ.5	ตารางนับเซลล์เมื่อมองด้วยกำลังขยายสูง	103

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำต้นเรื่อง

ประเทศในเขตร้อนมักประสบปัญหาของเชื้อรา ซึ่งสามารถเจริญเติบโตบนพื้นผิวของเลนส์เช่น เลนส์กล้องถ่ายภาพ เลนส์แว่นตา เลนส์กล้องจุลทรรศน์ เมื่อมีความชื้นที่เหมาะสม มีฝุ่นผง หรือกาที่ใช้ในการประกอบเลนส์ถึงเกิดเชื้อราที่สร้างความเสียหายให้กับผิวเคลือบเลนส์ ลักษณะการเกิดเชื้อราบนเลนส์มีลักษณะเป็นเส้น ๆ คล้ายรากไม้แผ่กระจายไปทั่วผิวเลนส์ บางครั้งก็เป็นจุดขาว ๆ ตรงกลางและมีเส้นแผ่กระจายออกจากจุด ผิวเคลือบเลนส์มีหน้าที่ป้องกันแสงสะท้อน เมื่อผิวเคลือบเลนส์ถูกทำลายไปแล้ว การกำจัดเชื้อราออก ก็ไม่สามารถทำให้เลนส์กลับมามีประสิทธิภาพเหมือนเดิมได้ เชื้อราที่ทำลายเข้าไปในผิวของเลนส์ มีผลทำให้เกิดความเสียหายอย่างถาวรกับตัวเลนส์ โดยทำให้สมบัติ และประสิทธิภาพของเลนส์ลดลงอย่างชัดเจน มีผลทำให้ภาพขาดความคมชัด นอกจากนี้ เชื้อราบางประเภท ไม่สามารถทำความสะอาดด้วยวิธีการทำความสะอาดแบบธรรมดา ถึงแม้ได้ผ่านกระบวนการฆ่าเชื้อแล้วก็ตาม สาเหตุส่วนใหญ่ของเชื้อราที่เกิดขึ้นกับเลนส์ มาจากเชื้อราที่กระจายอยู่ในอากาศที่เข้าไปสัมผัสเลนส์ เลนส์ทุกตัวที่ผลิตออกมาจากโรงงาน เมื่อนำมาใช้งานจึงมีเชื้อราอยู่ภายในเสมอ เมื่อเชื้อราได้รับความชื้น และอุณหภูมิที่เหมาะสมก็ทำให้สามารถเจริญเติบโตขึ้นได้ วิธีการป้องกันไม่ควรเก็บเลนส์ไว้ในที่อับชื้น และร้อนเป็นเวลานาน สภาพร้อนชื้นทำให้เชื้อราสามารถเติบโตได้เป็นอย่างดี วิธีแก้ไขคือ การส่งเลนส์ไปล้าง หากปล่อยไว้นาน ทำให้เชื้อรากินเข้าไปในเนื้อแก้ว และเลนส์เสียหายไปอย่างถาวร (<http://favor.igetweb.com/index.php?mo=3&art=187124>: 27/08/2551)

ปัจจุบันได้มีการนำสารสังเคราะห์จากไทเทเนียมไดออกไซด์(TiO_2) มาใช้ในทางการเกษตร การแพทย์ อุตสาหกรรม และอื่นๆ เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำ ที่มีสมบัติทางด้านการเป็นโฟโตแคตะไลติกที่ดี อีกทั้งไม่เป็นสารอันตราย สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ หรือสารที่เป็นอันตรายบางชนิด ในน้ำหรืออากาศ เมื่อปฏิกิริยาถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต นอกจากนี้ยังมีสมบัติพิเศษที่สามารถฆ่าเชื้อโรค หรือมีสมบัติที่สามารถทำความสะอาดตัวเองได้ จึงได้มีการศึกษาวิจัย การประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางและจัดอยู่ในสารลำดับต้นๆ ที่นำมาประยุกต์ใช้กับการฆ่าเชื้อจุลินทรีย์ โดยกลไกของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก เริ่มจากเมื่อมีแสงมากระทบ ไทเทเนียมไดออกไซด์ทำปฏิกิริยากับน้ำหรือความชื้น ทำให้เกิด Super oxygen กับ Hydroxyl radical ซึ่งสามารถไปสลายสารอินทรีย์ให้กลายเป็นน้ำ

และคาร์บอนไดออกไซด์ จึงสามารถใช้ในการฆ่าจุลินทรีย์ เช่นแบคทีเรีย และเชื้อราได้(Agustina et al, 2005) โดยที่เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ในน้ำ มีประจุเป็นบวกและเข้าทำลายผนังเซลล์ของเชื้อราที่มีประจุเป็นลบ(Sichel et al., 2007) การโต้ปด้วยไอออนของโลหะบางชนิดยังเป็นการช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของการทำงาน(Mahanty et al, 2004) นอกจากนี้การนำวัสดุอื่นมาเป็นตัวประสาน ช่วยทำให้ การเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เกาะยึดบนวัสดุฐาน ได้ดีขึ้น (Evans et al, 2007) ส่วนใหญ่แล้วการเตรียมสารหรือการสังเคราะห์ มักเตรียมในรูปของฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุ หรือเป็นผงอนุภาคระดับนาโน วิธีผลิตมีหลายวิธีเช่น Sol-gel, Chemical vapor deposition (CVD), Hydrothermal, Electrophoresis deposition (EPD), Physical vapor deposition (PVD) โดยวิธี Sputtering และ Ion implantation เป็นต้น

1.2 ทฤษฎีและหลักการ

1.2.1 นาโนเทคโนโลยี (<http://www.vcharkarn.com/varticle/324: 08/07/2553>)

ความหมายของนาโนเทคโนโลยี ที่ถูกนิยามขึ้น โดยมูลนิธิวิทยาศาสตร์แห่งชาติ (National Science Foundation, NSF) ของสหรัฐอเมริกา มีอยู่ 3 มุมมองด้วยกันคือ

1. การวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีในระดับอะตอม โมเลกุล หรือโมเลกุลมหภาค(Macromolecule) ที่มีขนาดเล็กในช่วง 1 ถึง 100 นาโนเมตร
2. การสร้างและการใช้ประโยชน์จากโครงสร้าง อุปกรณ์ หรือระบบต่างๆ ที่มีสมบัติและหน้าที่ใหม่ๆเกิดขึ้นอันเนื่องมาจากความเล็กในระดับนาโนของสิ่งนั้นๆ
3. ความสามารถในการควบคุมและจัดการได้อย่างถูกต้องและแม่นยำในระดับอะตอม ดังนั้นความหมายโดยรวมของนาโนเทคโนโลยี ก็คือ “การจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุ อุปกรณ์และระบบต่างๆ ที่มีขนาดเล็กอยู่ในช่วง 1 ถึง 100 นาโนเมตร ด้วยความถูกต้องและแม่นยำ ซึ่งส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์ต่างๆมี “สมบัติที่พิเศษขึ้น” ทำให้เกิดประโยชน์ ต่อผู้ใช้สอยและเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้”

เทคโนโลยีระดับนาโนมีการนำไปใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง เช่นทางด้านสิ่งแวดล้อม โซลาร์เซลล์ หรือแม้กระทั่งด้านการฆ่าเชื้อ ซึ่งเป็นจุดมุ่งหมายของโครงการวิจัยนี้ด้วย อีกทั้ง ยังมีความสำคัญในกระบวนการย่อยสลายโดยใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หรือตัวแคตะลิสต์ (Catalyst) นั่นเองซึ่งการสังเคราะห์สารให้มีขนาดเล็กในระดับนาโนเป็นการเพิ่มสมบัติให้สารนั้น สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงขึ้นได้

1.2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีเฟสที่สำคัญ 3 เฟส คือ อะนาเทส (Anatase) รูไทล์ (Rutile) และ บรูคไคต์ (Brookite) แต่โอกาสเกิดเฟสบรูคไคต์นี้มีน้อยมาก โดยแต่ละเฟสสามารถนำไปใช้งานในด้านที่แตกต่างกัน เนื่องจากแต่ละเฟสมีการจัดเรียงตัวของออกตะไซด์รา (TiO_6^{2-}) แตกต่างกัน จึงมีผลให้แต่ละเฟสมีสมบัติบางประการที่แตกต่างกัน

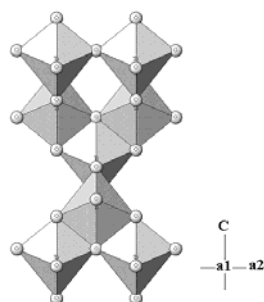
1.) สมบัติทางกายภาพทั่วไปของไทเทเนียมไดออกไซด์

ชื่อ	Titanium dioxide
สูตรโมเลกุล	TiO_2
น้ำหนักโมเลกุล	79.9
ลักษณะและสี	ของแข็งสีขาว
จุดเดือด	2500 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	1830 องศาเซลเซียส
ดัชนีหักเห (Refractive index)	
	อะนาเทส 2.49
	รูไทล์ 1.903
ความหนาแน่น (g/cm^3)	
	อะนาเทส 3.84
	รูไทล์ 4.26

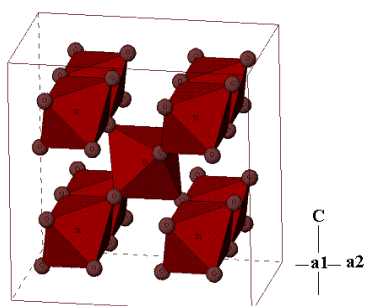
2.) โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในเฟสอะนาเทสและรูไทล์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ซึ่งประกอบไปด้วยแต่ละหน่วยของออกตะไซด์รา (TiO_6^{2-}) มาเชื่อมต่อกันในแต่ละออกตะไซด์รานี้ ประกอบด้วย Ti^{4+} อยู่ตรงกลางและถูกล้อมรอบด้วย O^{2-} แต่การเชื่อมต่อกันของออกตะไซด์ราในทั้งสองเฟสนี้แตกต่างกันออกไป ในกรณีของเฟสรูไทล์นี้ เกี่ยวข้องกับการใช้ขอบและมุมของออกตะไซด์ราในการเชื่อมต่อ โดยด้านที่อยู่ตรงข้ามกันของออกตะไซด์ราถูกเชื่อมต่อกันทำให้เกิดเป็นเส้นตรง (Linear chain) และแต่ละเส้นนี้ ถูกเชื่อมต่อกันโดยใช้ออกซิเจนที่อยู่ตรงมุมร่วมกัน ส่วนในกรณีของเฟสอะนาเทสนี้ การเชื่อมต่อกันของออกตะไซด์ราเกี่ยวข้องกับการใช้ขอบร่วมกันเท่านั้น

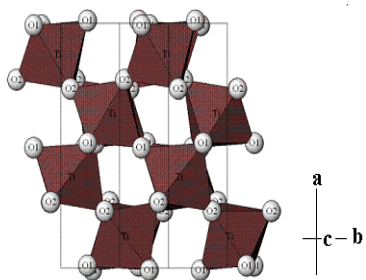
(ก) อะนาเทส



(ข) รูไทล์



(ค) บรูคไซต์



รูปที่ 1.1 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) อะนาเทส (ข) รูไทล์ และ (ค) บรูคไซต์

(<http://staff.aist.go.jp/nomura-k/english/itscgallery-e.htm>: 27/07/2551)

ตารางที่ 1.1 สมบัติทางกายภาพของโครงสร้าง TiO_2

ที่มา: E.P. Meagher and G.A. Lager, The Canadian Mineralogist, 17, 77 (1979).

Material name			Rutile			
Composition			TiO_2			
System			Tetragonal			
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)			25			
$a(\text{\AA}), b(\text{\AA}), c(\text{\AA})$			4.593(2)	4.593(2)	2.959(2)	
$\alpha(\text{deg}), \beta(\text{deg}), \gamma(\text{deg})$			90	90	90	
Unit cell volume (\AA^3)			62.42			
D_x (g/cm^3)			4.25			
Space group			$P4_2/mnm$ (No.136)			
Atom	Site	G	x/a	y/b	z/c	B (\AA^2)
Ti	$2a$	1	0	0	0	0.42(6)
O	$4f$	1	0.3051(7)	0.3051(7)	0	0.6(6)

ที่มา: M. Horn, C.F. Schwerdtfeger, and E.P. Meagher, Zeitschrift für Kristallographie, 136, 273 (1972).

Material name			Anatase			
Composition			TiO_2			
System			Tetragonal			
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)			25			
$a(\text{\AA}), b(\text{\AA}), c(\text{\AA})$			3.7842(13)	3.7842(13)	9.5146(15)	
$\alpha(\text{deg}), \beta(\text{deg}), \gamma(\text{deg})$			90	90	90	
Unit cell volume (\AA^3)			136.3			
D_x (g/cm^3)			3.89			
Space group			$I4_1/amd$ (No.141)			
Atom	Site	G	x/a	y/b	z/c	B (\AA^2)
Ti	$4a$	1	0	0	0	0.390(63)
O	$8e$	1	0	0	0.2081(2)	0.613(90)

ที่มา: E.P. Meagher and G.A. Lager, The Canadian Mineralogist, 17, 77 (1979).

Material name		Brookite				
Composition		TiO ₂				
System		Orthorhombic				
Temperature (°C)		25				
<i>a</i> (Å), <i>b</i> (Å), <i>c</i> (Å)		9.174(2)	5.449(2)	5.138(2)		
α (deg), β (deg), γ (deg)		90	90	90		
Unit cell volume (Å ³)		257				
<i>D_x</i> (g/cm ³)		4.13				
Space group		<i>Pbca</i> (No.61)				
Atom	Site	<i>G</i>	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	<i>B</i> (Å ²)
Ti	8 <i>c</i>	1	0.1289(1)	0.0972(1)	0.8628(1)	0.37(3)
O1	8 <i>c</i>	1	0.0095(4)	0.1491(5)	0.1835(5)	0.46(6)
O2	8 <i>c</i>	1	0.2314(4)	0.1110(4)	0.5366(6)	0.53(7)

1.2.3 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก (Photocatalytic reaction)

ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเป็นปฏิกิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวกระตุ้นโมเลกุลของสาร และหากการกระตุ้นด้วยแสงอาศัยตัวโฟโตแคตะลิสต์ในกระบวนการเรียกว่าโฟโตแคตะไลซิส (Photocatalysis) ซึ่งปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลซิสนี้เกิดขึ้นได้เมื่อได้รับพลังงานแสงในรูปโฟตอนที่มีพลังงานที่กระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีได้ ซึ่งเรียกว่า พลังงานกระตุ้น (Activation energy) สามารถคำนวณได้จากสูตร

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (1.1)$$

โดยที่ *E* คือ พลังงานควอนตัมของโฟตอน(จูล)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's constant) มีค่า 6.625×10^{-34} (จูล-วินาที)

v คือ ความถี่ของคลื่นแสง (วินาที⁻¹)

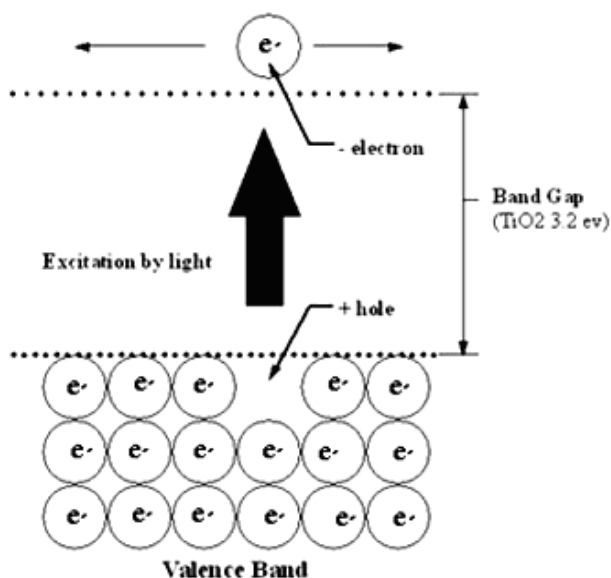
c คือ ความเร็วแสง มีค่า 2.997×10^8 เมตร/วินาที

λ คือ ความยาวคลื่นแสง (เมตร)

โฟโตแคตะลิสต์ที่ใช้ในปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกมี 2 ชนิด ได้แก่

1. โลหะตัวนำ (Transition metal) เช่น ทองแดง โครเมียม นิกเกิล เป็นต้น
2. สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ แคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) และสังกะสีออกไซด์ (ZnO) เป็นต้น

องค์ประกอบของโลหะตัวนำและสารกึ่งตัวนำประกอบด้วยแถบวาเลนซ์ (Valence band) และแถบการนำ (Conduction band) โดยที่โลหะตัวนำมีแถบวาเลนซ์และแถบการนำอยู่ติดกัน แต่ในสารกึ่งตัวนำแถบทั้งสองอยู่ห่างกัน โดยถูกคั่นด้วยช่องว่างพลังงาน เมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานจากแสงที่มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับขนาดช่องว่างพลังงาน ทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำ และขณะเดียวกันในแถบวาเลนซ์เกิดช่องว่าง (hole) ซึ่งมีประจุเป็นบวกและสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระในแถบวาเลนซ์ ส่วนอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ได้อย่างอิสระในแถบการนำเช่นกัน ปรากฏการณ์นี้ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอนโฮล (Electron-hole pairs, e^-/h^+) ในโลหะตัวนำนั้นคู่อิเล็กตรอน-โฮลสามารถเคลื่อนที่ไปมาได้อย่างสะดวกในแถบการนำและแถบวาเลนซ์ตามลำดับ โดยไม่มีช่องว่างพลังงานมากนัก จึงเป็นสาเหตุให้คู่อิเล็กตรอนโฮลกลับรวมตัวได้ง่าย ในทางตรงกันข้าม การรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนโฮลในสารกึ่งตัวนำเกิดได้ยากกว่าเพราะมีช่องว่างพลังงานคั่นเอาไว้ ทำให้คู่อิเล็กตรอนโฮลอยู่ได้นานกว่ากรณีของโลหะตัวนำ



รูปที่ 1.2 กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียม ไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง (ที่มา: <http://www.novapure.com/DesktopDefault.aspx?tabid=71&showlogin=1>)

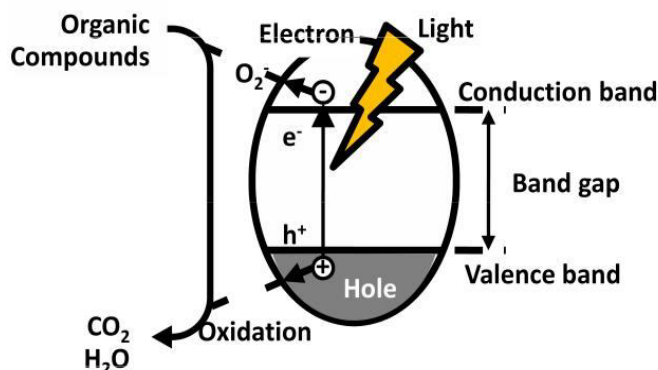
หลักการเบื้องต้นของกระบวนการโฟโตแคตะไลซิสคือ การที่มีการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยการฉายแสงไปที่ตัวแคตะลิสต์ ทำให้ปฏิกิริยานั้นๆ เกิดได้เร็วขึ้น กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสเป็นกระบวนการที่มีการใช้แสงร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วย 2 ขั้นตอนคือ

1.) การเกาะหรือดูดติดผิว (Adsorption process)

เป็นความสามารถของสารบางชนิดในการดึงโมเลกุลหรือคอลลอยด์ซึ่งอยู่ในของเหลวหรือก๊าซให้มาเกาะจับและติดบนผิวของแคตะลิสต์ปรากฏการณ์เช่นนี้เป็นการเคลื่อนย้ายสารจากของเหลวหรือก๊าซมายังผิวของของแข็ง โมเลกุลหรือคอลลอยด์เรียกว่า ตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) ส่วนของแข็งที่มีผิวเป็นที่เกาะจับเรียกว่า ตัวดูดซับ (Adsorbent) การเกาะจับของโมเลกุลบนผิวของสารอาจเกิดขึ้นด้วยแรงทางกายภาพหรือด้วยแรงเคมีหรือทั้งสองอย่างรวมกัน ส่วนในกระบวนการโฟโตแคตะไลซิสการดูดซับเกิดจากแรงทางเคมีเป็นหลัก

2.) การฉายแสง (Irradiation process)

เมื่ออนุภาคสารกึ่งตัวนำที่ถูกอนุภาคของแสง ซึ่งมีพลังงานเท่ากับหรือสูงกว่าช่องว่างพลังงาน (Eg) ตกกระทบผิวหน้าอนุภาคสารกึ่งตัวนำทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้น เปลี่ยนที่อยู่จากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบคอนดักชัน ทำให้เกิดสภาวะขาดแคลนอิเล็กตรอนที่แถบวาเลนซ์เรียกว่า โฮล (Hole) ซึ่งแทนด้วยสัญลักษณ์ h^+_{vb} ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นไปอยู่ในแถบคอนดักชัน แทนด้วยสัญลักษณ์ e^-_{cb} แคตะลิสต์ ถูกฉายด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) ถูกทำให้เกิดคู่ของอิเล็กตรอน (e^-) และโฮล (h^+) ซึ่งอิเล็กตรอนและโฮลมีบทบาทในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันรีดักชัน โดยอิเล็กตรอนสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับสารอินทรีย์ทำให้เกิดการลดออกซิเดชันสแตต ทำให้ความเป็นพิษของสารอินทรีย์ลดลง ส่วนโฮล (h^+) สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารอินทรีย์หรือไอออนต่างๆ ในน้ำได้



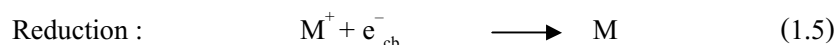
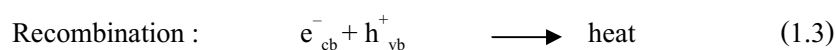
รูปที่ 1.3 กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสที่เกิดขึ้นเมื่อมีการฉายแสงลงบนอนุภาคแคตะลิสต์

(ที่มา: <http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm:10/01/2554>)

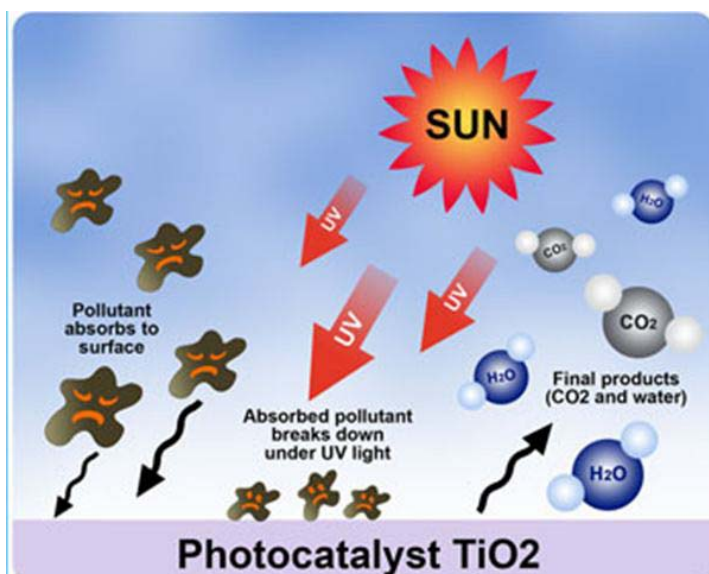
ค่าของแถบช่องว่างพลังงานขึ้นอยู่กับชนิดของแคตะลิสต์ แคตะลิสต์ที่ใช้ในกระบวนการโฟโตแคตะไลซิสมีหลายชนิด ทั้งที่อยู่ในรูปออกไซด์และซัลไฟด์ ตัวกลางแต่ละชนิดมีค่าของแถบช่องว่างพลังงานแตกต่างกัน เช่น TiO_2 ($E_g = 3.2 \text{ eV}$), WO_3 ($E_g = 2.8 \text{ eV}$), SrTiO_3 ($E_g = 3.2 \text{ eV}$), ZnO ($E_g = 3.2 \text{ eV}$), ZnS ($E_g = 3.6 \text{ eV}$) แต่อย่างไรก็ตามไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นแคตะลิสต์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดในด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวกลางที่มีเสถียรภาพมากที่สุด ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม หลังการใช้งานเกิดการกัดกร่อนเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

ไทเทเนียมไดออกไซด์ ถูกใช้เป็นโฟโตแคตะลิสต์ (Photocatalyst) อย่างแพร่หลาย เพราะไทเทเนียมไดออกไซด์ไม่เป็นพิษ มีสมบัติทางเคมีที่เสถียรและมีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสูง มีสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์อย่างรุนแรง ในขณะเดียวกันผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ยังมีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilicity) สูงด้วย มุมสัมผัสระหว่างน้ำ กับผิวฟิล์มที่เคลือบด้วยสารไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า 0° ภายใต้การกระตุ้นด้วยแสงยูวี ซึ่งปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้โดยการเปลี่ยนโครงสร้างในผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบเวเลนซ์หลุด เกิดหลุมประจุบวกขึ้นซึ่งหลุมประจุบวกตอบสนองต่อผิวของออกซิเจนอะตอมและเกิดหมู่ไฮดรอกซิล จากปรากฏการณ์นี้จึงมีการนำไปใช้งานทางด้านต่างๆ เช่น การทำความสะอาดตัวเองของกระเบื้องหรือการป้องกันจากหมอกจับกระจกรถยนต์ตอนอากาศเย็น (Kanai et al., 2004; Hubbell et al., U.S. Patent 0159309, 2005) และไทเทเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติพิเศษ คือ ไม่แสดงประจุใดๆ ขณะยังไม่ได้รับการเหนี่ยวนำ แต่หากถูกเหนี่ยวนำโดยสิ่งแวดล้อมทำให้แสดงประจุชนิดเดียวกันกับสิ่งแวดล้อมซึ่งแตกต่างจากคอลลอยด์ตามธรรมชาติที่มีประจุเป็นลบ ยกตัวอย่างเช่น ถ้าหากใส่ไทเทเนียมได

ออกไซด์ลงไปในตัวที่มีค่าพีเอชต่ำๆ ซึ่งในตัวน้ำมีประจุบวกอยู่มากทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกเหนี่ยวนำเป็นบวก และถ้าหากใส่ไปในตัวที่มีพีเอชสูงๆ ซึ่งในตัวน้ำมีประจุลบอยู่มากไทเทเนียมไดออกไซด์ก็ถูกเหนี่ยวนำเป็นประจุลบ ด้วยลักษณะสมบัติเช่นนี้จึงทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ช่วยในการกำจัดมลภาวะในตัวน้ำเสีย โดยโลหะหนักหรือสารอินทรีย์ที่เจือปนอยู่ในตัวน้ำเสียถูกดูดซับอยู่บนผิวของโฟโตแคตะลิสต์ นอกจากการกำจัดสารอินทรีย์และโลหะหนักโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันรีดักชันแล้ว สารมลพิษอื่นๆ ทั้งสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์อาจถูกกำจัดจากสารละลาย ด้วยการดูดซับไว้ที่ผิวของโฟโตแคตะลิสต์กระบวนการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต เพื่อกระตุ้นอิเล็กตรอนบริเวณแถบวาเลนซ์ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ ส่งผลให้ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดสภาวะที่ถูกกระตุ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอน (e^-) ถูกกระตุ้นจากบริเวณแถบวาเลนซ์ไปสู่แถบคอนดักชัน และเกิดโฮล (h^+) ซึ่งเป็นช่องว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอนบริเวณแถบวาเลนซ์ กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสโดยมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแสดงได้ดังสมการ(1.2) ถึง (1.5)



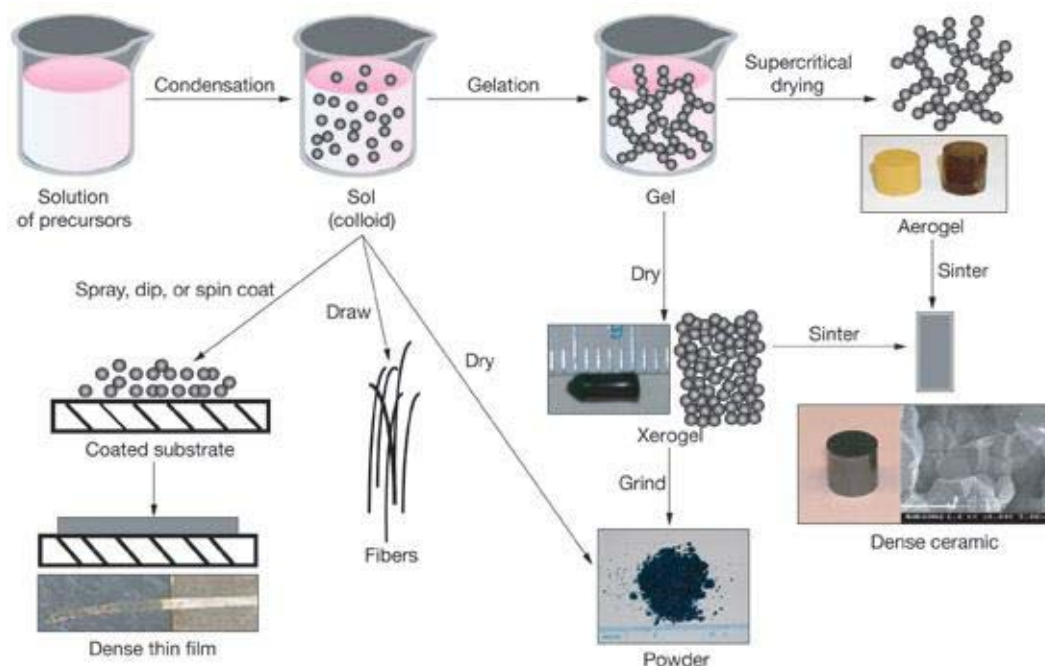
โฮลทำปฏิกิริยากับน้ำ และหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl, OH) เพื่อทำให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\cdot) ที่สามารถไปทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ละลายอยู่แตกตัวออกกลายเป็นน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และผลิตภัณฑ์อนินทรีย์อื่นๆ ในที่สุดอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาสามารถช่วยลดปริมาณโลหะหนักบางชนิดที่ละลายอยู่ในตัวน้ำเสียได้ด้วย เพื่อรักษาความสมดุลทางไฟฟ้า (Electroneutrality) ดังนั้นปฏิกิริยาทั้งสองก็ควบคู่กันไปทันที คือสารอินทรีย์ถูกกำจัดโดยปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกออกซิเดชัน (Photocatalytic oxidation) ในขณะที่โลหะหนักถูกกำจัดโดยปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) โดยความสามารถของอิเล็กตรอนและโฮลที่ทำปฏิกิริยารีดอกซ์เปลี่ยนแปลงให้เหมาะสมได้โดยเลือกใช้ค่าพีเอชที่เหมาะสม



รูปที่ 1.4 กระบวนการโฟโตแคตะไลติกของสารไทเทเนียมไดออกไซด์
(ที่มา: <http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm>: 12/09/2552)

1.2.4 ทฤษฎีโซล-เจล

กระบวนการ โซล-เจล (Sol-gel) เป็นวิธีการที่ใช้เตรียมสารละลายในการสร้างวัสดุจำพวกเซรามิกและแก้ว หลักการพื้นฐานของกระบวนการ คือ สารที่นำมาใช้ในการเตรียมการเคลือบเป็นสารละลายของสารประกอบโลหะหรือสารแขวนลอยที่มีอนุภาคเล็กๆ ในของเหลว และเปลี่ยนสถานะจากของเหลว (Sol) เป็นสถานะกึ่งของเหลวที่เรียกว่า เจล (Gel) โดยการดึงน้ำ ออก หรือการเพิ่มอุณหภูมิ หลังจากนั้นนำไปผ่านความร้อนที่อุณหภูมิที่เหมาะสมได้เป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ดังขั้นตอนที่แสดงในรูปที่.5



รูปที่ 1.5 Sol-gel technologies and their products

(<https://www.llnl.gov/str/May05/Satcher.html:20/10/2553>)

1.) ความหมายของคำว่าโซลและเจล

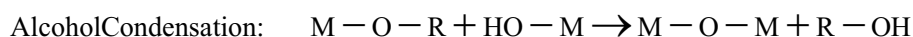
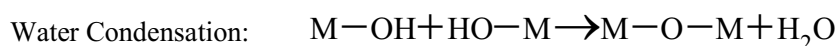
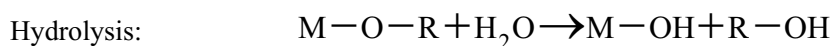
โซล (Sol) คือ การแขวนลอยของอนุภาคของแข็งอยู่ในของเหลว โดยที่โซลมีความหนาแน่นอนุภาคของแข็งมากกว่าของเหลวที่อยู่รอบๆ อนุภาคของแข็งที่อยู่ภายในของเหลวมีขนาดเล็กมาก (ประมาณ 1 – 1,000 นาโนเมตร) จนมีแรงต้านทางแรงโน้มถ่วงจึงไม่มีการตกตะกอนและมีการกระจายตัวอยู่ทั่วไป โดยคอลลอยด์บางชนิดเปลี่ยนสภาพกลับไปมาระหว่างโซลกับเจลได้ขึ้นอยู่กับสถานะ เช่น อุณหภูมิ

เจล (Gel) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นของแข็งที่เกิดจากของแข็งแขวนลอยอยู่ในของเหลว ซึ่งเป็นโครงข่ายเชื่อมโยง 3 มิติของของแข็งที่มีความพรุนที่กระจายปกคลุมอยู่ทั่วเฟสของเหลว เมื่อผ่านการกำจัดตัวทำละลาย (Solvents) และการทำให้แห้งที่เหมาะสม ทำให้ได้ผงของโลหะออกไซด์ที่มีลักษณะที่ดี เนื่องจากกระบวนการเริ่มต้นในหน่วยนาโนเมตรและอยู่ภายใต้ปฏิกิริยาระดับนาโนเมตร ดังนั้นวัสดุที่ได้อยู่ในระดับนาโนเมตรด้วย

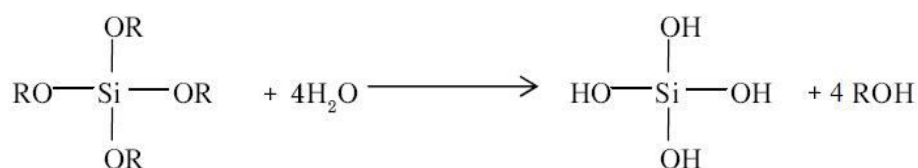
2.) กระบวนการ โซล - เจล (Brinker and Scherer, 1990; เล็ก สีคง, 2547)

ปฏิกิริยาในกระบวนการ โซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นเป็นน้ำ (Water condensation) และการควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังสมการข้างล่าง มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาได้แก่ H^+ ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วน

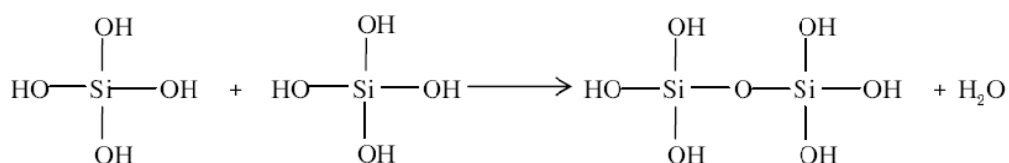
โมลของน้ำ กับโลหะ และออกซิเจน ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในภาวะที่ต่างกันทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทนกลุ่มอัลคอกซิล (Alkoxy group)



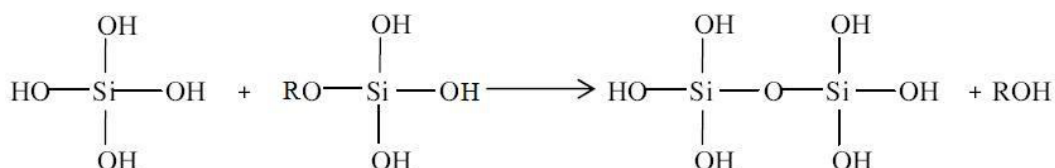
ขั้นตอนแรกของการทำโซลเจล คือผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะบางชนิดที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TEOS) ส่วนอัลคอกไซด์ (Alkoxide) ชนิดอื่น เช่น อะลูมินาต (Aluminate) ไทเทเนต (Titanate) และบอร์เรต (Borate) มีใช้กันแพร่หลาย และมักใช้ร่วมกับ TEOS เช่น $\text{Si}(\text{OR})_4$ ซึ่ง R คือ CH_3 (TMOS) C_2H_5 (TEOS) หรือ C_3H_7 เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับน้ำ ดังสมการ



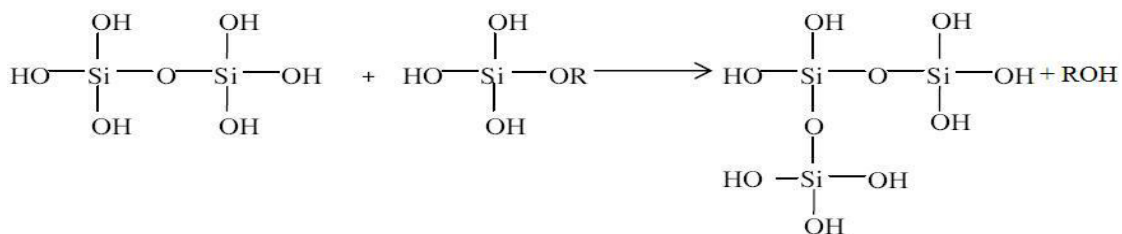
และในขณะเดียวกันก็เกิดปฏิกิริยาควบแน่นในน้ำ



หรือ การควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์



สารประกอบที่เกิดขึ้นเกิดปฏิกิริยาควบแน่นต่อไปจนกลายเป็นโครงตาข่าย ซิลิกา (Silica network) อยู่ในภาวะที่เรียกว่า เจล จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวนี้อีกว่า พอลิคอนเดนเซชัน

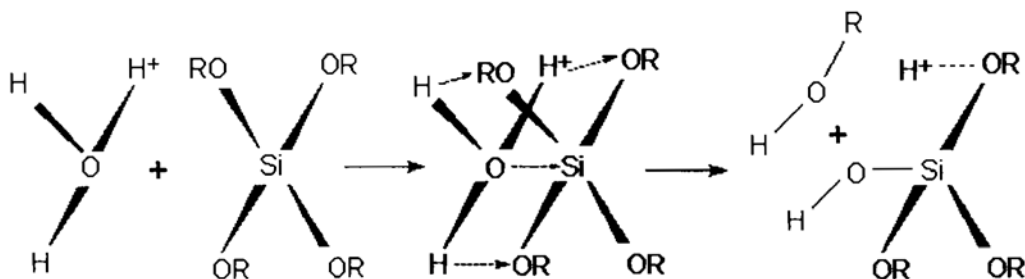


อัตราการเกิดไฮโดรไลซิสและการรวมตัวกันเป็นปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อคุณสมบัติต่อผลผลิตสุดท้าย การควบคุมให้เกิดไฮโดรไลซิสช้าๆ ทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลงและมีคุณสมบัติเฉพาะตัว

3.) ตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล (Brinker and Scherer, 1990)

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมสารละลายในกระบวนการ โซล-เจล (sol-gel) แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ การใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และการใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งทั้งสองสภาวะนี้ ส่งผลต่อการเกิดเจลที่แตกต่างกัน

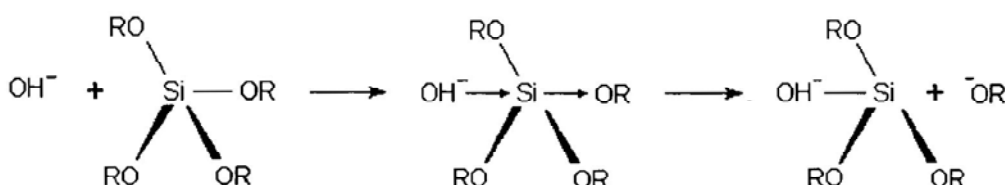
ก.) ภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในสภาวะนี้ อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเร็วกว่าปฏิกิริยาการควบแน่น โดยในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นนำไปสู่การขยายตัวของพอลิเมอร์สายโซ่ตรง และพอลิเมอร์ที่มีโซ่กิ่งดังรูปที่ 1.4 ซึ่งการเกิดเจลเกิดขึ้นเมื่อพอลิเมอร์ที่กำลังขยายตัวมีการพันกันและเกิดพันธะข้ามระหว่างสายโซ่ และกรดเป็นตัวช่วยทำให้อนุภาคของโลหะอัลคอกไซด์มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ซึ่งกรดที่เลือกมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานี้ มีหลายชนิดด้วยกัน เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก เป็นต้น



รูปที่ 1.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS

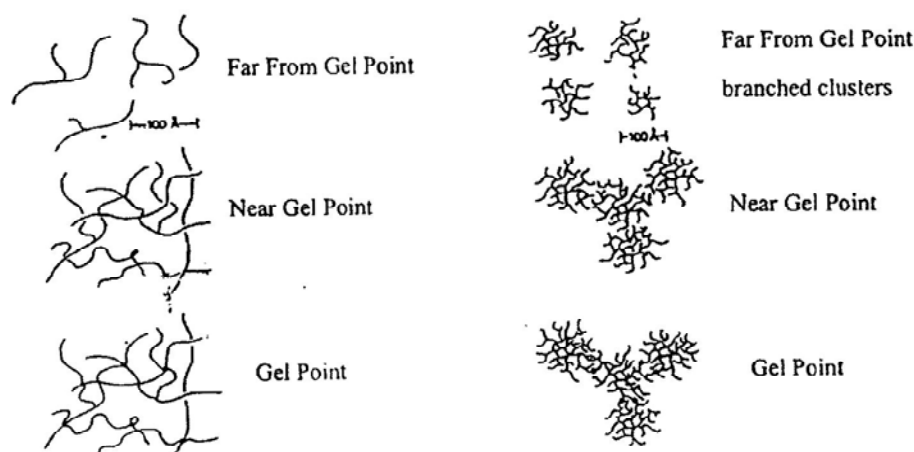
(tetraethoxysilane, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$) (Brinker and Scherer, 1990)

ข.) ภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในสภาวะนี้ อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสช้ากว่าปฏิกิริยาการควบแน่น ทำให้เกิดกลุ่มของพอลิเมอร์ที่เป็นสายโซ่กิ่ง (branched polymeric cluster) ดังรูปที่ 1.6 และเจลเกิดขึ้นเมื่อมีการเชื่อมต่อกันระหว่างกลุ่มพอลิเมอร์



รูปที่ 1.7 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS (tetraethoxysilane, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$) (Brinker and Scherer, 1990)

ทั้งนี้ กรดและด่างยังส่งผลต่อการเกิดเจล และการเชื่อมต่อกันของกลุ่มพอลิเมอร์ที่แตกต่างกัน ดังรูปที่ 1.7



(ก) สภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

(ข) สภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

รูปที่ 1.8 การก่อตัวของพอลิเมอร์และการเกิดเจลในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นกรด (ก) และต่าง (ข) ตามลำดับ (Brinker and Scherer, 1990)

วิธี โซล-เจล ประกอบด้วย การเตรียมสารละลายเนื้อเดียวกัน เปลี่ยนสารละลายเป็น โซล สำหรับ TEOS ปฏิกิริยาเริ่มด้วยการไฮโดรไลซิสกลุ่ม Alkoxyyl หนึ่งหรือมากกว่าของ โมเลกุล TEOS ในการผลิตใช้น้ำและแอลกอฮอล์ โมเลกุลประกอบด้วย OH^- group ซึ่งถูกพอลิ

เมอไรซ์โดยกำจัดน้ำ ออก ทำได้ด้วยการฟอร์มตัวด้วยพันธะ Si – O – Si และเมื่อต่อกับกลุ่มอื่นก็ได้เป็นพันธะ Si – O – Si – O – Si การซ้ำกระบวนการทำให้ได้โมเลกุลเป็นเส้นยาวหรืออนุภาคเป็นมิติที่โมเลกุลเส้นตรงและอนุภาคละเอียดประกอบด้วยพันธะซ้ำ ๆ กัน

ข้อดีของวิธีโซล-เจล

1. ได้โครงสร้างเอกพันธ์(Homogeneity)
2. ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ สูง
3. ทำงานที่อุณหภูมิต่ำ
 - 3.1 ประหยัดพลังงาน
 - 3.2 ไม่เกิดปฏิกิริยาข้างเคียง
4. ได้ของแข็งอสัณฐานชนิดใหม่
5. ได้ของแข็งที่มีโครงสร้างผลึกชั้นใหม่
6. ได้เจลที่มีคุณสมบัติเฉพาะ
7. ทำให้เกิดพันธะบางๆ ระหว่างวัสดุฐาน(Substrate) กับตัวสารเคลือบ
8. สามารถเคลือบให้มีความหนาเพื่อป้องกันการกัดกร่อนได้
9. สามารถเคลือบได้ทั้งวัสดุที่มีรูปร่างง่ายๆ และที่มีรูปร่างซับซ้อน
10. ทำได้ง่าย ราคาถูก และเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบสูง

การนำเทคโนโลยีโซล-เจล มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ฟิล์มบาง เส้นใย และวัสดุก้อน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น แก้ว สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสงและการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซล-เจลเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารและวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูง หรือแม้แต่การผลิตสารหรือวัสดุทดแทนการใช้แร่ หรือทรัพยากรธรรมชาติหายากและมีอยู่จำกัด ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการ โซล-เจลมีความบริสุทธิ์ สูง เนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลสามารถกำหนดสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้ง่าย นับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น การนำเทคโนโลยีโซล-เจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องศึกษาในรายละเอียดเกี่ยวกับภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะและสมบัติของสารหรือวัสดุที่ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำเทคโนโลยีดังกล่าวมาใช้ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากกระบวนการโซล-เจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำ

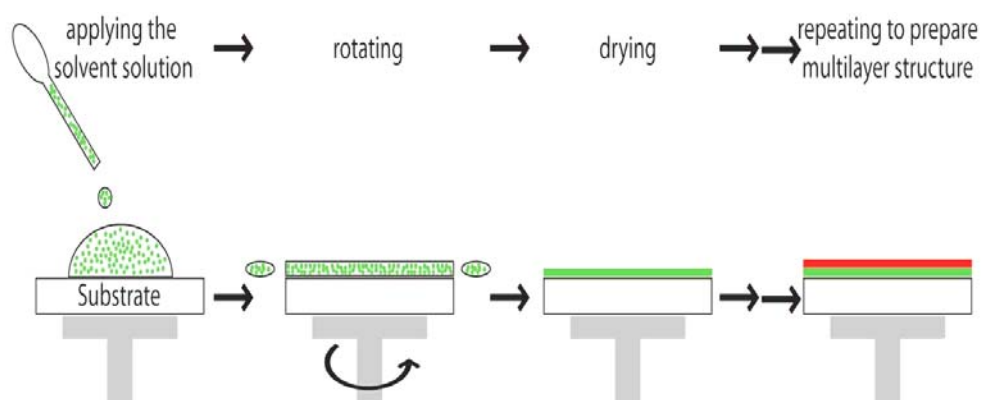
ได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรมซึ่งสามารถสนองตอบความต้องการของผู้บริโภคได้จริง

1.2.5 กระบวนการเคลือบผิว

วิธีการเคลือบด้วยโซล-เจลนั้น การระเหยมักขึ้นอยู่กับกำลังของฟิล์มที่เคลือบ โดยปัจจัยที่สำคัญที่สุดของอัตราการระเหย นั้นคือ อัตราการแพร่ของไอที่แพร่ออกจากผิวหน้าของฟิล์ม ซึ่งขึ้นอยู่กับเคลื่อนที่ของก๊าซที่ชั้นขอบเขตบางๆ ที่อยู่ติดกับผิวหน้าของฟิล์ม เนื่องจากการพามวลที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของก๊าซเพียงเล็กน้อยก็สามารถทำให้การแพร่เพิ่มขึ้นได้อย่างมาก

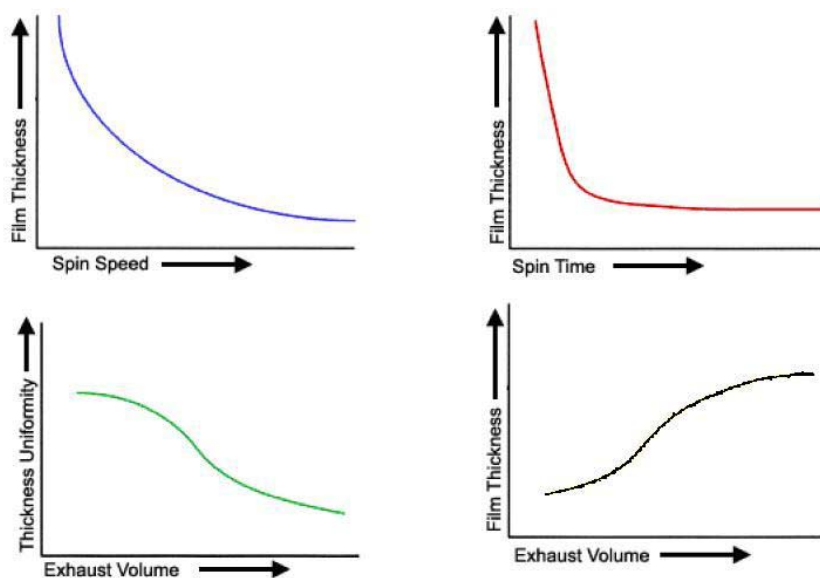
1.) การเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coating)

การเคลือบแบบหมุนเหวี่ยงเป็นวิธีการเคลือบที่นิยมใช้ในการผลิตฟิล์มบาง โดยกระบวนการหยดสารเคลือบซึ่งอยู่ในสถานะที่เป็นของเหลวลงบนจุดศูนย์กลางของวัสดุฐานและเหวี่ยงด้วยความเร็วสูง (3,000 รอบต่อนาที) ความเร่งสู่ศูนย์กลางทำให้สารเคลือบกระจายไปทั่วแผ่นรอง สุดท้ายเกิดฟิล์มบางเคลือบบนวัสดุฐาน ความหนาและสมบัติอื่นๆของฟิล์มบางขึ้นอยู่กับสมบัติของสารเคลือบ เช่น ความหนืด อัตราการทำให้แห้ง (Rate of drying) เปรอร์เซ็นของแข็งและแรงดึงผิว (Surface tension) ปัจจัยที่มีผลต่อความหนาฟิล์มในกระบวนการหมุนเหวี่ยง คือ ความเร็วของการหมุน เวลาในการหมุน ปริมาณของสารเคลือบ จากกราฟในรูปที่ 1.9 จากความสัมพันธ์ระหว่างความหนาฟิล์มกับความเร็วในการหมุนและเวลาในการหมุน โดยความหนาฟิล์มบางลงเมื่อความเร็วและเวลาในการหมุนมากขึ้น



รูปที่ 1.9 การเคลือบฟิล์มบางด้วยเทคนิคการหมุนเหวี่ยง

(ที่มา: http://materials.web.psi.ch/Research/Thin_Films/Methods/Spin.htm:27/07/2551)

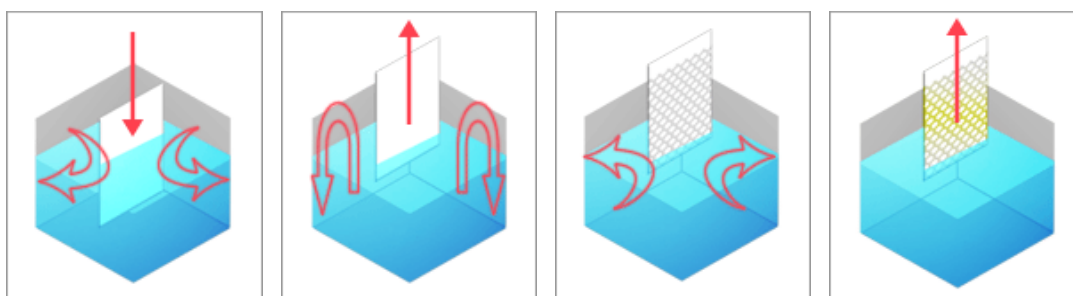


รูปที่ 1.10 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับความเร็ว เวลาและปริมาณของสารละลายที่ใช้ในการหมุนเหวี่ยง

(ที่มา: <http://www.clean.cise.columbia.edu/process/spintheory.pdf:27/07/2551>)

2.) กระบวนการจุ่มเคลือบ(Dip coating)

กระบวนการจุ่มเคลือบ เป็นเทคนิคในการเคลือบผิววัสดุวิธีหนึ่ง โดยการจุ่มวัสดุฐาน (substrate) ลงในของเหลว โดยความหนาของฟิล์มที่เคลือบในแต่ละครั้ง ขึ้นอยู่กับอัตราในการจุ่ม และความหนืดของของเหลว (รูปที่ 1.10)



รูปที่ 1.11 กระบวนการจุ่มเคลือบ

(<http://www.sdicompany.com/en/principle/index.html:27/07/2551>)

1.2.6 เชื้อราที่มักเกิดบนเลนส์

ปัญหาเกี่ยวกับการเสื่อมลงของเครื่องมือทางแสงโดยเชื้อราที่มีการสืบค้นมาอย่างต่อเนื่อง จนกระทั่งปี 1939 มีผู้พบว่าสภาวะที่อบอุ่นและความชื้นเป็นสาเหตุทำให้เชื้อราสามารถเจริญเติบโตบนบริเวณผิวภายนอกของเลนส์กล้องส่องทางไกล เครื่องมือวัดระยะทาง กล้องโทรทรรศน์ กล้องถ่ายภาพและเครื่องมืออื่นๆ ที่คล้ายคลึงกัน ลักษณะภูมิอากาศที่เหมาะสมโดยที่อุณหภูมิสูงและความชื้นจากการควบแน่นของไอน้ำ ในเวลากลางคืน มีผลให้เครื่องมือทางแสงมีแนวโน้มที่เกิดการโจมตีจากเชื้อรา ทำให้เครื่องมือดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการทำงานลดลง (Saxena et al., 1963)

สปอร์ของเชื้อราเจริญเติบโตบนผิวของเลนส์แก้วที่มีความชื้น หรือพบบ่อยบนอนุภาคของฝุ่น เวกซ์ ส่วนที่ทำด้วยไม้ก๊อกหรือส่วนที่เป็นซากของสารอินทรีย์ต่างๆ ส่วนใยของเชื้อราแพร่กระจายออกไปครอบคลุมบนผิวของเลนส์ที่สะอาด และทำให้เลนส์หมอง ถ้าเส้นใยยังสัมผัสกับแก้วมันกัดเข้าไปในเนื้อแก้วเป็นเวลานาน โดยปกติแล้วสามารถนำเส้นใยออกได้เพียงแบบบางเท่านั้น ซึ่งเหมือนกับฟิล์มน้ำมัน ซึ่งสามารถนำออกได้โดยการขัดด้วย Cerium oxide ชนิดของเชื้อราที่เข้ารบกวนส่วนต่างๆ ของกล้องส่องทางไกล ในที่ร้อนหรือที่ชื้น เช่นที่ Calcutta, Cachin และ Bombay ได้แก่ *Aspergillus niger*, *A. fumigates*, *A. candidus*, *P. expansum*, *Paecilomyces* sp., *Syncephalastrum* sp., *Sepedonium* sp., *Curvularia* sp., *Fusarium* sp., *Monilia* sp., และ *Cladosporium* sp. (Turner et al., 1946)

เชื้อราที่สามารถเจริญเติบโตได้ในอุปกรณ์ทางแสงอยู่ในกลุ่มของ Phycomyces, Ascomycetes และ Fungi Imperfecti (วิทยา มีวุฒิสถ และคณะ 2550) ส่วนเชื้อราที่มักเกิดบนเลนส์ที่ได้ทำการศึกษาในโครงการวิจัยได้แก่

1.) *Penicillium* sp. (*P. expansum*)

เชื้อราชนิดนี้มีโคโลนีในระยะแรกเป็นสีขาว ต่อมาประมาณ 4 วัน มีการสร้าง Conidia โคโลนีเปลี่ยนเป็นสีเขียวแกมน้ำเงิน และขอบรอบนอกสีขาว แต่มีบางชนิด (Species) ที่โคโลนีเป็นสีอื่นที่เป็นส่วนผสมของสี เหลือง เขียว น้ำตาล และแดง *Penicillium mameffeii* ซึ่งเป็นเชื้อราก่อโรคสำคัญ ราชนิดนี้เจริญบนอาหารเลี้ยงเชื้ออย่างช้าๆ ใช้เวลาประมาณ 2 สัปดาห์กว่าได้โคโลนีเจริญเต็มที่ มีเส้นใย (Hypha) ค่อนข้างเล็ก กว้างประมาณ 3 ไมโครเมตร ไม่มีสี มีผนังกันระหว่างเซลล์ (Septate hypha) เชื้อสร้าง Conidiphore หรือ ก้านชูโคโคนีเดีย จากเส้นใย และแตกแขนงออก (Septum) คล้ายลักษณะของไม้กวาดหรือแปรงทาสี ซึ่งลักษณะดังกล่าวเรียกว่า Penicillus ไม่มีสี หรือมีสีอ่อน

2.) *Aspergillus* sp.

เชื้อราชนิดนี้เจริญได้รวดเร็วเมื่อเลี้ยงบนSabouraud dextrose agar ในระยะแรก โคลนนี้ประกอบด้วยเส้นใยสีขาว จากนั้นเปลี่ยนเป็นสีเหลือง เขียว หรือน้ำตาล ขึ้นอยู่กับชนิดของเชื้อนั้นๆ ด้านบนผิวเนื้อของโคโลนี มีลักษณะเหมือนกำมะหยี่ (Velvety) หรือเป็นผง (Granular) โดยปกติ โคลนนี้มีลักษณะแบนราบ หรือเป็นร่องตามแนวรัศมี ด้านใต้โคโลนี อาจพบการสร้างสารสีเหลือง น้ำตาลแกมชมพู หรือขาวด้านนอกของโคโลนี เป็นเส้นใยที่ยังอ่อนอยู่ และยังไม่มีการสร้าง Conidia จึงเห็นเป็นสีขาว ส่วนด้านในถัดเข้าไปถึงกึ่งกลางโคโลนี มีการสร้าง Conidia จำนวนมากเป็นสีน้ำตาลเขียวอมเหลือง เมื่อดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ พบว่าเส้นใยเป็นชนิดไม่มีสี ขนาดเส้นใยค่อนข้างกว้าง มีผนังกันเชื้อสร้าง Conidiophore หรือ ก้านชูโคนิเดีย จากเส้นใยส่วนที่เจริญมาจาก Foot cell ส่วนของก้านชูโคนิเดีย มีความยาวได้ถึง 850 ไมโครเมตร กว้างประมาณ 5-8 ไมโครเมตร โดยส่วนปลายสุดขยายใหญ่ขึ้น เป็นโครงสร้างที่เรียกว่า Vesicle มีรูปร่างกลม หรือครึ่งวงกลม หรือเหมือนไม้ตีเบสบอล มีขนาดราว 20-65 ไมโครเมตร บน Vesicle นี้ อาจมีเซลล์ทรงสูงรูปร่างคล้ายแจกัน เรียกว่า Sterigmata หรือ Phialide เรียงตัวกันอยู่ อาจมีทั่วไปทุกด้าน หรือมีเฉพาะด้านบนของ Vesicle ขึ้นกับสายพันธุ์ของรา Genus นี้ ตรงปลายของ Phialide มีเซลล์สืบพันธุ์ เรียกว่า Conidia มีลักษณะกลม หรือรูปไข่ ขนาดโดยเฉลี่ยประมาณ 4 ไมโครเมตร สร้างต่อกันไปเป็นเส้นยาว Conidia นี้ อาจมีผิวเรียบ หรือผิวขรุขระ หรือเป็นหนาม ซึ่งเห็นได้หากใช้กล้องกำลังขยายสูง ลักษณะการที่มี Phialide ชั้นเดียวและสร้าง Conidia จากเซลล์ชั้นนี้โดยตรงเรียกว่า Uniseriate conidiation และเรียกเชื้อราที่มีลักษณะเช่นนี้ว่า Uniseriate strains

Vesicle ของ *Aspergillus* บางสายพันธุ์อาจมีเซลล์ทรงสูง เรียงซ้อนกันสองชั้น ชั้นแรกมีรูปร่างค่อนข้างเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้า เรียกว่า Metulae ส่วนชั้นที่สองเป็นรูปทรงแจกัน เรียกว่า Secondary phialide เชื้อราที่มีลักษณะเช่นนี้ จัดว่าเป็น Biseriate strains

3.) *Rhizopus* sp.

เป็นเชื้อราที่เจริญได้เร็วมาก ภายในเวลาประมาณ 2-4 วัน โคลนนี้ประกอบด้วยเส้นใยสีขาวฟู คล้ายสำลี (Floccose) ซึ่งเมื่ออายุหลายมากขึ้น โคลนนี้เปลี่ยนเป็นสีเทาอมน้ำตาล ด้านใต้ไม่มีสี หรือสีครีมอ่อนๆ หากอายุมากขึ้นอีก มีการสร้าง Sporangia มองเห็นเป็นเม็ดสีดำเล็กๆ บนผิวหน้าโคโลนี มีขนาดเซลล์ค่อนข้างใหญ่ เป็นเส้นใยขนาดใหญ่ กว้างประมาณ 10 ไมโครเมตร ผนังบาง ไม่มีผนังกันระหว่างเซลล์ (non septate hypha) หรือมีน้อยมาก มี Rhizoide สีเหลือง หรือสีน้ำตาลอ่อน มีก้านชูสปอร์ เรียกว่า Sporangiphore สีน้ำตาลอ่อน ส่วนปลายของ Sporangiphore โป่งออกเป็นกระเปาะ เรียกว่า Columella ทำหน้าที่เป็นฐานให้กับ Sporangium ซึ่ง Sporangium มีรูปร่างกลม เมื่อแรกไม่มีสี มีขนาดอยู่ระหว่าง 100-150 ไมโครเมตร และสีเข้มขึ้น

เมื่อมีการสร้าง Sporangiospores อยู่ภายใน โดย Sporangiopore แต่ละอันเป็นเซลล์เดี่ยว ทรงรูปไข่ หรือทรงรี มีฐานแบนราบผิวเรียบ หรือผิวเป็นหนาม หรือเป็นลายทาง ไม่มีสี หรือสีน้ำตาลอ่อน เมื่อ Sporangia แก่ได้ที่แล้วแตกออก เพื่อปลดปล่อย Sporangiopore ออกมา ส่วน Columella มักยุบตัวลง มีลักษณะคล้ายร่มที่กางกลับด้าน

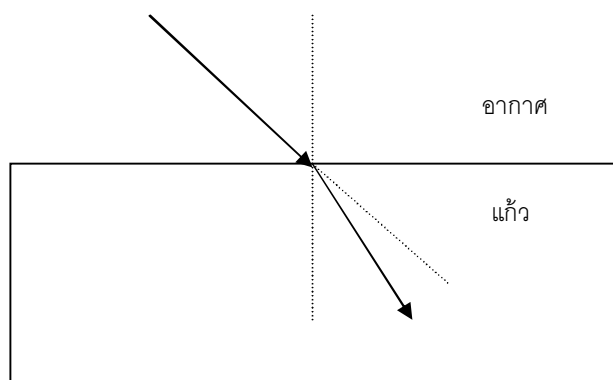
1.2.7 เลนส์ (FOTOINFO MAGAZINE No.4: กรกฎาคม 2548)

เลนส์อาจเริ่มมีมาตั้งแต่ยุคสมัยกรีกและโรมัน คนในยุคนี้ใช้ภาชนะเป็นลูกแก้วทรงกลม ภายในลูกแก้วบรรจุน้ำไว้จนเต็ม การใช้ลูกแก้วนี้กับแสงแดดเพื่อให้เกิดจุดโฟกัสเป็นความร้อนจนเป็นประกายไฟ เหมือนแว่นขยายในปัจจุบัน จนถึงราวปลายศตวรรษที่ 13 จึงได้มีการผลิตเลนส์ขึ้นในประเทศในทวีปยุโรป กระบวนการผลิตเลนส์ยังคงล้ำสมัยและไม่แพร่หลายมากนัก จนกระทั่งเซอร์ไอแซค นิวตัน นักคณิตศาสตร์ชาวอังกฤษ ได้เผยแพร่วิธีการผลิตและขัดผิวเลนส์ออกมา ซึ่งนับเป็นการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญของกระบวนการผลิตเลนส์

การหักเหของแสง (Refraction) (FOTOINFO MAGAZINE No.4: กรกฎาคม 2548)

การหักเหของแสงไม่ใช่หมายถึงเฉพาะที่แสงเกิดการเบี่ยงเบนเมื่อกระทบวัตถุใดวัตถุหนึ่งเท่านั้น แต่ยังมีคามหมายถึงการหักเหของแสงเมื่อผ่านวัตถุใสอย่างหนึ่งไปสู่วัตถุใสอีกอย่างหนึ่งด้วย และผลที่เกิดขึ้นนี้ ก็มีความสำคัญขึ้นด้วย ซึ่งไปเกี่ยวข้องกับความเร็วในการเดินทางของแสงซึ่งทำให้เกิดผลหลายอย่างตามมา เลนส์ถ่ายภาพนั้นประกอบด้วยชิ้นเลนส์ที่มีรูปทรงแตกต่างกันหลายชิ้นและภายในกระบอกเลนส์ก็ยังมีช่องว่างระหว่างเลนส์ด้วย โดยธรรมชาติแล้วแสงเดินทางด้วยความเร็วสูงสุดในอากาศ แต่เมื่อแสงเดินทางผ่านวัตถุตัวกลางที่มีความใส เช่น แก้ว กระจก น้ำ ความเร็วการเดินทางของแสงก็ลดลง แลเมื่อแสงกลับเข้าสู่อากาศอีกครั้งหนึ่ง ความเร็วการเดินทางของแสงก็เพิ่มขึ้น ขณะเดียวกันเมื่อแสงเดินทางผ่านกระจกในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวของมัน แนวทางเดินของแสงไม่เกิดการเบี่ยงเบน แต่หากแสงเดินทางผ่านกระจกในแนวที่ทำมุมกับพื้นผิวของกระจก ทิศทางของแสงเบี่ยงเบนทันที

งานวิจัยทางด้านวัสดุศาสตร์ก็ได้ทำควบคู่กันไปด้วย โดยการค้นคว้าสมบัติจำเพาะของสารบางตัวที่นำมาใช้ในการผลิตเลนส์หรือนำมาเป็นส่วนผสมกับวัสดุเดิมเพื่อให้ได้แก้วเลนส์ที่มีสมบัติที่ดี ซึ่งนอกจากช่วยลดความคลาดเคลื่อนบางอย่างแล้วยังได้ภาพถ่ายที่คมชัด มีสีสันที่สดใสและเป็นธรรมชาติยิ่งขึ้นอีก



รูปที่ 1.12 การหักเหของแสง

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัสดุที่นำมาใช้ในงานทางด้าน การเคลือบกันอย่างแพร่หลายมาเป็นเวลาหลายปี โดยได้มีการนำมาเคลือบบนผิวของวัสดุต่างๆ เช่น Stainless steel เนื่องจากสามารถปรับปรุงสมบัติบางอย่างของวัสดุให้ดีขึ้น เช่น สมบัติทางด้านการป้องกันการกัดกร่อน สมบัติด้านความแข็งแรง สมบัติโฟโตแคตะไลซิส และสมบัติเชิงกลอื่นๆ เป็นต้นนอกจากไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่นำมาใช้เคลือบยังมีการผสมตัวได้ป็นอื่นๆ ลงไป เพื่อให้ได้สมบัติที่เฉพาะตัวมากขึ้น เช่น มีการเติม Ag, Zn, Fe และ Si เป็นต้น (Balamuruganet et al., 2005)

Lee และคณะ (2003) ได้นำอนุภาคของ TiO_2 และ SiO_2 ซึ่งเตรียมโดยวิธีไมโครอิมัลชัน (Microemulsion) โดยใช้ Titanium tetraisopropoxide (TTIP) เป็นสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับน้ำใน Sodium bis(2-ethylhexyl)sulfosuccinate ได้อนุภาคของ TiO_2 และอนุภาคของ $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ เตรียมได้จากเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ที่มีซิลิกอนเป็นองค์ประกอบ พบว่า เฟสรูไทล์ มีผลต่อปฏิกิริยาน้อยกว่าเฟสอะนาทาส ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โครงสร้างที่เป็นอะมอร์ฟัสของซิลิกาทำให้อนุภาค TiO_2 (Anatase) มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง และยับยั้งการเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์ ขนาดผลึกมีขนาดเล็กลงและพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกา อนุภาค $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ มีสมบัติเป็นตัวโฟโตแคตะลิสต์มากกว่า TiO_2 ที่บริสุทธิ์ และที่ $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2 = 90/10$ แสดงเป็นสารโฟโตแคตะลิสต์ที่ดีที่สุด

Wang และคณะ (2005) ศึกษาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ $\text{ZnO}/\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$ ในอัตราส่วนของ $\text{ZnO} : \text{TiO}_2 : \text{SnO}_2$ คือ 4 : 1 : 1 และเผาที่อุณหภูมิ 200-1300 องศาเซลเซียส ศึกษาการสลาย Methylene Orange (MO) ในปฏิกิริยากระตุ้นด้วยแสงโดยใช้ $\text{ZnO}/\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$ ในรูปผงเป็นตัวแคตะลิสต์เติมใน MO และกระตุ้นด้วยแสงยูวี (Hg lamp) โดยมีความเข้มแสง $2.9 \times 10^4 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ ที่เวลาการรับแสงแตกต่างกัน พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาลงถึง 700-

900 องศาเซลเซียส เกิดเฟสของ ZnO และ TiO₂ และฟอร์้มตัวเกิดเป็น Zn₂TiO₄ (ลูกบาศก์) ขึ้น เฟสอะนาทาสของ TiO₂ ถูกเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 1000-1100 องศาเซลเซียส ซึ่งสูงกว่าอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสในภาวะเป็น TiO₂ บริสุทธิ์ (800-900 องศาเซลเซียส) เกิดเฟสใหม่ขึ้น ด้วยที่ 1100 องศาเซลเซียส คือ Zn₂SnO₄ (ลูกบาศก์) และเกิด Zn₂Ti_{0.5}Sn_{0.5}O₄ ที่ 1300 องศาเซลเซียส พื้นที่ผิวของตัวอย่างมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ เนื่องจากมีการเปลี่ยนแปลงขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นเนื่องจากการอบผนึก

Mahanty และคณะ (2004) ได้ศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีการโด๊ปด้วยดีบุก โดยกระบวนการโซล-เจล พบว่าเมื่อปริมาณการโด๊ปดีบุกมากขึ้น ทำให้เกิดเฟสรูไทล์มากขึ้น และทำให้ค่าดัชนีหักเหของแสงเพิ่มขึ้นเมื่อเฟสอะนาทาสเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์ ส่วน Yang และคณะ (2002) พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปเฟสอะนาทาสมีความเป็นผลึกสูงและพื้นที่ผิวมากที่สุด เมื่อเทียบกับเฟสอื่นๆ ซึ่งสมบัติเหล่านี้ ส่งผลต่อประสิทธิภาพโฟโตแคตะลิสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยอัตราส่วนพื้นที่ผิวสำหรับการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก ส่งผลให้ปฏิกิริยาดีขึ้นเมื่อใช้วัสดุที่มีสมบัติเป็น สารกึ่งตัวนำควบคู่กัน เช่น ในกรณีของ TiO₂/SnO₂ พบว่าระบบของ TiO₂/SnO₂ เป็นตัวโฟโตแคตะลิสต์ที่ดีเนื่องจากมี High quantum yield สูง ระดับพลังงานที่แตกต่างกันของแถบตัวนำใน TiO₂ และ SnO₂ ส่งผลให้มีการแยกของ Photoinduce e⁻-hole pair และเมื่อปริมาณของ SnO₂ เพิ่มมากขึ้น มีผลให้เฟสอะนาทาสเสถียรมากยิ่งขึ้น โดยที่ SnO₂ ช่วยป้องกันไม่ให้อิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก กลับมารวมตัวกันอีกครั้ง ระหว่างการเกิดปฏิกิริยา จึงมีผลทำให้ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกดีขึ้นด้วย จากการศึกษาอิทธิพลของสาร โด๊ป SnO₂ และ SiO₂ (Damchan และคณะ, 2008) พบว่า ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วย SiO₂ และ SnO₂ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ปริมาณของ SiO₂ ทำให้เฟสอะนาทาสเกิดได้น้อย ทำนองเดียวกันกับที่เติม SiO₂ หรือ SnO₂ เพียงอย่างเดียว ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า SiO₂ และ SnO₂ ที่เติมลงไป ในไทเทเนียมไดออกไซด์มีผลต่อการเกิดเฟสอะนาทาส ดังนั้นการเติมด้วยสารเติมตัวที่สองชนิดด้วยปริมาณน้อยๆ ที่ mol%SiO₂ และ 1 mol%SnO₂ ให้ประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีสารเติมแต่ง แต่ประสิทธิภาพต่ำกว่าฟิล์มที่ใช้ 3 mol%SnO₂ และนอกจากการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ ลงไปบนวัสดุฐานโดยตรงแล้ว ยังได้มีการนำวัสดุอื่นมาเป็นตัว Interlayer เพื่อช่วยทำให้การเกาะยึดดีขึ้น โดยได้มีการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ผ่านลงไปบนชั้นของ SiO₂ ที่เคลือบอยู่บนเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งจากการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก พบว่าการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ผ่านชั้นของ SiO₂ มีปฏิกิริยาที่ดีกว่าการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ ลงไปบนผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม โดยตรง (Evans และคณะ, 2007) จึงต้องมีการโด๊ป SiO₂ ร่วมด้วย

Wang และคณะ (2009) ได้ทำการศึกษาลักษณะและสมบัติทางแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการโด๊ปด้วย Fe^{3+} โดยกระบวนการโซล-เจล และชุบเคลือบผิวโดยวิธีการหมุนเหวี่ยง ผลจากการศึกษาสมบัติทางแสง พบว่า ค่าดัชนีหักเหของแสงลดลงเมื่อค่าความยาวคลื่นลดลงและเมื่อปริมาณของความเข้มข้นของเหล็กที่โด๊ปเข้าไปมีปริมาณมากขึ้น ค่าดัชนีหักเหของแสงก็ลดลงด้วยเช่นกัน ที่เป็นเช่นนี้ขึ้นอยู่กับความเป็นผลึก ความหนาแน่น โครงสร้างทางไฟฟ้าและจุดบกพร่องของวัสดุ

Negishi และ Takeuchi (1999) ได้ศึกษาวิธีเตรียมฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่เตรียมฟิล์มด้วยกระบวนการเคลือบผิวแบบจุ่มเคลือบ ซึ่งพบว่าอิทธิพลของอุณหภูมิการเผาที่ 450 องศาเซลเซียส ทำให้ฟิล์มบางที่ได้มีขนาดอนุภาคระดับนาโน และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิมีผลทำให้โครงสร้างของพื้นผิวความเป็นผลึก และ พื้นผิวเปลี่ยนแปลง แต่ถ้าอุณหภูมิต่ำกว่า 800 องศาเซลเซียส มีผลให้ไม่ได้อนุภาคระดับนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ และฟิล์มไม่มีความใส นอกจากนี้ยังมีผลทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนจากแบบอะนาเทส เป็นแบบรูไทล์

Capan และคณะ (2004) ได้ศึกษาวิธีเตรียมฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์บนวัสดุรองรับซิลิกอนด้วยวิธีเคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยง ที่ความเร็วตั้งแต่ 1,000–6,000 รอบต่อนาที โดยใช้ Titanium tetraisopropoxide ($Ti(OC_3H_7)_4$) เป็นสารตั้งต้นในตัวทำละลาย เอทานอล เข้มข้น 1.9 โมลาร์ และปรับให้สารละลายมีสถานะเป็นกรดด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน พบว่า ได้ฟิล์มบางใสที่มีผลึกแบบอะนาเทส โดยค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มขึ้นอยู่กับความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ

Kim และคณะ (2002) ศึกษาผลของอุณหภูมิต่อโครงสร้าง และคุณสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ เตรียมโดยวิธีโซล-เจล พบว่า เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็น Titanium tetraisopropoxide ($Ti(OC_3H_7)_4$): Isopropanol: 0.7N hydrochloric acid เท่ากับ 1: 26.5: 1.5 (molar ratio) อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที และทำการแปรค่าอุณหภูมิ ตั้งแต่ 400, 500, 600, 700, 800, 900 และ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าที่ 400 องศาเซลเซียส รูปผลึกแบบอะนาเทส เริ่มปรากฏขึ้นอย่างชัดเจนขึ้นจนถึงที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 -1,000 องศาเซลเซียสขึ้นไป พบว่ารูปผลึกแบบอะนาเทสเริ่มลดลง โดยมีรูปผลึกแบบรูไทล์ ปรากฏชัดเจนขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส พบว่า รูปผลึกแบบอะนาเทสหายไปหมดในขณะที่ยังมีรูปผลึกแบบรูไทล์เพิ่มมากขึ้น

Yu และคณะ (2001) ศึกษากระบวนการโฟโตแคตะไลซิส ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล พบว่า เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟิล์มของไทเทเนียมไดออกไซด์แปรสภาพเป็นผลึกแบบอะนาเทส ทดสอบฟิล์มไทเทเนียมได

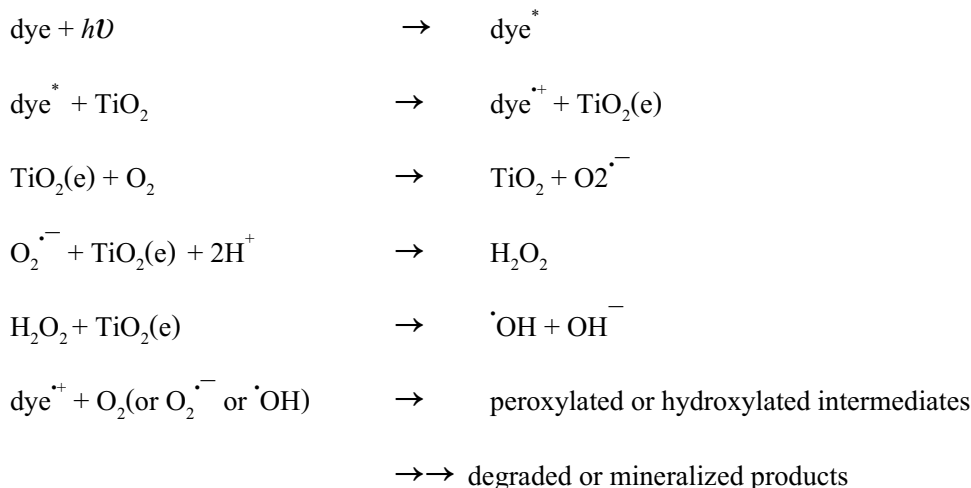
ออกไซด์ที่เคลือบบนแก้ว ภายใต้สภาวะความดันบรรยากาศ ใช้ความเร็วในการจุ่มเคลือบ 1 มิลลิเมตร/ วินาที ความหนาของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ขึ้นอยู่กับจำนวนรอบในการเคลือบคือ 1, 5, 10 และ 15 รอบ ณ อุณหภูมิ 300-500 องศาเซลเซียส พบว่า กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสของ ผลึกแบบอะนาเทส นั้นสูงกว่าแบบรูไทล์ ซึ่งเผาที่ 500 องศาเซลเซียส

Chae และคณะ (2003) เตรียมอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีเฟสอะนาเทส ขนาด 7 – 25 นาโนเมตร โดยใช้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal) ของไทเทเนียมอัลคอกไซด์ ที่สภาวะกรดโดยใช้สารละลายเอทานอลและน้ำ เป็นตัวทำละลาย ซึ่งอนุภาคระดับนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดอนุภาคขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของไทเทเนียมอัลคอกไซด์และอัตราส่วนของตัวทำละลายที่ใช้ ซึ่งอนุภาคนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาด 7 นาโนเมตร (ขนาดเล็กที่สุด) ต้องใช้ความเข้มข้นของไทเทเนียมอัลคอกไซด์ 0.10 โมลาร์ และใช้อัตราส่วน เอทานอลต่อน้ำ เป็น 4 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิ 260-300 องศาเซลเซียส และเมื่อนำอนุภาคระดับนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มาเตรียมฟิล์ม พบว่า ฟิล์มที่เตรียมได้มีความใสและมีประสิทธิภาพในการสลายของสารอินทรีย์ในปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ดีกว่า Degussa P-25 ซึ่งเป็นสารมาตรฐานถึง 1.6 เท่า

Yu และ Zhao (2001) ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาของแสงกับพื้นผิวและสมบัติไฮโดรฟิลิก (Hydrophilic) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ แบบฟิล์มบางเตรียมโดยวิธีโซล-เจล ด้วยเทคนิคการเคลือบผิวแบบจุ่มเคลือบ โดยการทดลองนี้เตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ให้อยู่ในรูปผลึกแบบอะนาเทส ซึ่งศึกษาภายใต้เงื่อนไขต่างๆ เช่น การเปลี่ยนจำนวนรอบของการจุ่มโดยจำนวนรอบที่ใช้คือ 5, 10 และ 15 รอบ ฟิล์มของไทเทเนียมไดออกไซด์มีความหนาเพิ่มขึ้น และพบว่าเมื่อนำไปย่อยสลายสี Methyl Orange สามารถย่อยสลายสีได้อย่างน้อย 5 เปอร์เซ็นต์

Chen และคณะ (2004) ได้ศึกษาการเตรียมอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบบนซิลิกาเจล (Silica gel) ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$) เตรียมโดยวิธีโซล-เจล และนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อม Acid Orange 7 (AO7) ในน้ำ ด้วยแสง ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีพื้นผิวขนาดใหญ่ ทนต่อความร้อนสูง และสามารถตกตะกอนได้ดี จากการทดลองพบว่า อัตราเร็วในการย่อยสลายสีย้อม Acid Orange 7 ของ $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ มากกว่าการใช้ TiO_2 (P-25) และ TiO_2 เพียงอย่างเดียวถึง 2.3 และ 12.3 เท่า ตามลำดับ และจากการศึกษากระบวนการโฟโตแคตะไลซิส ของไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ดูดกลืนแสงยูวี ($\lambda < 300$ นาโนเมตร) แล้วกระตุ้นอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ ขึ้นไปบนแถบคอนดักชัน ทำให้เกิดโฮล ขึ้นที่แถบวาเลนซ์ ซึ่งโฮลนี้สามารถเกิดปฏิกิริยาไปรับอิเล็กตรอนจากน้ำ หรือไฮดรอกไซด์ไอออน ทำให้เกิดเป็นไฮดรอก

ซิลเรดิคัล ที่ว่องไว และสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับ โมเลกุลของสีย้อมหรือสารมลพิษต่างๆ ให้เกิดการสลายตัวได้ ดังสมการ



Gelover และคณะ (2004) ได้ทำการศึกษาผลของการใช้ฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เป็นผลึกแบบอะนาเทส โดยใช้เทคนิค โซล-เจล เคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนชิ้นแก้วทรงกระบอกขนาดเล็ก ความหนาเฉลี่ย 600 นาโนเมตร และมีแถบช่องว่าง เท่ากับ 3.28 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ในกระบวนการย่อยสลายด้วยแสง (Photocatalytic degradation) ของ 4-คลอโรฟีนอล (4-chlorophenol) และคาร์บาริริว (Cabaryl) ซึ่งเป็นสารพิษจากยาฆ่าแมลง (Carbamic pesticide) ผลที่ได้พบว่า ในปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปของฟิล์มบางมีประสิทธิภาพเทียบเท่ากับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นผงของแข็ง Degussa P-25

Hou และคณะ (2007) ได้ทำการวิจัยโดยการเติม SnO_2 เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกใน TiO_2 ซึ่งแถบช่องว่างพลังงานของ SnO_2 เท่ากับ 3.8 eV และ TiO_2 เท่ากับ 3.2 eV ซึ่งกว้างกว่า TiO_2 ดังนั้นตำแหน่งแถบการนำของ SnO_2 มีค่าต่ำกว่า TiO_2 เมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยพลังงานจากแสงยูวีที่มากพอ อิเล็กตรอนจะหลุดจากแถบเวเลนซ์ไปยังแถบการนำของ TiO_2 ทำให้อิเล็กตรอนในแถบการนำสามารถเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำของ SnO_2 ซึ่งมีพลังงานน้อยกว่าได้และจะถูกกักเก็บไว้ที่ผิวของ SnO_2 ทำให้ลดระยะเวลาในการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวกใน TiO_2 มีผลให้หลุมประจุบวกที่เกิดบนผิวของ TiO_2 สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและทำให้ประสิทธิภาพสูงขึ้น

Kwon และคณะ (2004) ได้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนวัสดุฐาน (Substrate) ชนิดต่างๆ ได้แก่ แก้ว, พอลิคาร์บอนเนต

(Polycarbonate), พอลิเมทิลเมทาคริเลต (Polymethyl methacrylate) และอะลูมิเนียม ด้วยกระบวนการโซล-เจล ได้ผลิตแบบอะนาเทส ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโน (<10 นาโนเมตร) และพบที่เป็น มีผลึกแบบรูไทล์ เพียงเล็กน้อยเท่านั้น โดยสมบัติของฟิล์มบางขึ้นกับชนิดของวัสดุฐาน และได้ศึกษาความสามารถในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู (Methylene blue) พบว่า เมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นส่งผลให้การย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู ที่ใช้แสงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง

อุณหภูมิกการเคลือบโซลมีผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก เมื่อทดลองเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยซิลเวอร์ เคลือบบนแผ่นกระเบื้องเคลือบ โดยกระบวนการโซลเจล (Ubonchonlakat และคณะ, 2008) พบว่า ปริมาณซิลเวอร์ส่งผลต่อ ขนาดผลึก ปริมาณเฟส และปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ผลจาก การวิเคราะห์โครงสร้างเฟสพบว่า เกิดเฟสอะนาเทสเมื่อมีอุณหภูมิกการเคลือบโซลที่อุณหภูมิก 400-500 องศาเซลเซียส และเริ่มเกิดเฟสรูไทล์เมื่อมีอุณหภูมิกการเคลือบโซลที่ 700 องศาเซลเซียส ปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของซิลเวอร์ที่เติมเพิ่มมากขึ้น ที่ปริมาณ 0-2%Ag และลดลงเมื่อมีปริมาณมากกว่า 3 mol %Ag และขนาดผลึกเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิกเพิ่มสูงขึ้นที่อุณหภูมิก 600 องศาเซลเซียส ขนาดผลึกลดลง เมื่อปริมาณซิลเวอร์เพิ่มขึ้น 0-1 mol %Ag และขนาดผลึกเพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีการ เติบซิลเวอร์มากกว่า 2 mol %Ag และ ฟิล์มที่ 1 mol%Ag และเคลือบโซลที่อุณหภูมิก 500 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสูงที่สุด

การใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ โฟโตแคตะไลสต์นำไปสู่การสร้างแอทที่พออกซิเจนสปีชีส์และ ไฮดรอกซิลเรดิคัล ซึ่งมีประสิทธิภาพเพียงพอที่ออกซิไดซ์สารอินทรีย์ ให้สลายเป็นน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ได้ (Agustina และคณะ, 2005) จึงได้มีคณะวิจัยต่าง ๆ นำไปศึกษาพัฒนาแนวทางการใช้ฆ่าเชื้อโรค แบคทีเรีย และเชื้อรา อย่างแพร่หลาย

การศึกษาประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอะนาเทส เป็นไปอย่างกว้างขวาง มีการใช้ตัวเติมลงไปไนไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเป็นโฟโตแคตะไลสต์ ซึ่งเป็นการศึกษาที่ประยุกต์ใช้ทางด้านสิ่งแวดล้อมและการทำความสะอาดตัวเอง นอกจากนี้ มีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นแคตะไลสต์ ในปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ศึกษาการทำลายเชื้อโรคและกำจัดเซลล์มะเร็ง ซึ่งเป็นโรคที่มีอัตราการตายของคนมาเป็นอันดับต้นๆ (Blake และคณะ, 1999) รูปแบบของโฟโตแคตะไลสต์ที่เตรียมขึ้นเพื่อนำไปใช้งานอาจอยู่ในรูปผงหรือเป็นฟิล์มบางเคลือบบนวัสดุที่ต้องการทดสอบก็ได้

Erkan และคณะ (2006) พบว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอะนาเทส ที่ได้ปด้วยดีบุก และพัลลาเดียม (Palladium) เคลือบบนแก้วไพเร็กซ์ (Pyrex) ด้วยวิธีโซล-เจล สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของ *Escherichia coli* ได้ดีมากกว่า *Staphylococcus aureus*, *Saccharomyces cerevisiae* และ *Aspergillus niger* ตามลำดับ เนื่องจากความแข็งแรงของ

ผนังเซลล์ที่เพิ่มขึ้น จะเห็นได้ว่าผนังเซลล์ของเชื้อรามีความต้านทานต่อการทำลายจากสารที่ทดสอบได้มากกว่าแบคทีเรีย

Sichel และคณะ (2007) ได้สังเคราะห์ TiO_2 และศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ในการฆ่าเชื้อ *Fusarium* species พบว่า สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อราได้ดีเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง ที่เป็นเช่นนั้นเนื่องจาก อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ในน้ำ มีประจุเป็นบวกเข้าทำลายเชื้อราที่มีผนังเซลล์ประจุเป็นลบ

Saien และ Khezrianjoo S. (2008) ศึกษากระบวนการโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ ภายใต้แสง UV ในการทำลายเชื้อราชนิด *Fusarium oxysporum* พบว่าที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และ pH 6.73 สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อราได้มากกว่า 90%

Maneerat และ Hahata (2006) ศึกษาการยับยั้งการเจริญเชื้อราของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลซิสในรูปของผงไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนฟิล์มเพื่อยับยั้งการเจริญของเชื้อ *Penicillium expansum* ของผลไม้ พบว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลซิสของไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถลดการเจริญเติบโตของ *Penicillium expansum* ขึ้นอยู่กับปริมาณของผงที่เพิ่มเข้าไป ซึ่งสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตได้ทั้งชนิดผงและชนิดฟิล์ม สามารถชะลอการเน่าเสียของผลไม้ได้

Damchan และคณะ(2008) ได้มีการศึกษาสมบัติของสารเคลือบ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติก โดยใช้วิธีโซล-เจล และเคลือบบนแก้วโซดาไลม์โดยวิธีหมุนเหวี่ยง พบว่าการใช้ 1mol%Si และ 1mol%Sn จะให้เฟสอะนาเทสได้สมบูรณ์ เนื่องจากเมื่อเติมในปริมาณที่มากกว่านี้ โครงสร้างจะเปลี่ยนเป็นแบบออสัญฐาน การเกิดเฟสอะนาเทสที่สมบูรณ์นั้นจะช่วยส่งผลดีต่อประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกด้วย ในส่วนของการเติมสารซิลเวอร์ (Ubonchonlakat และคณะ, 2008) พบว่า ปริมาณเฟสอะนาเทสจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อปริมาณซิลเวอร์เพิ่มมากขึ้นในช่วง 0-2mol%Ag และลดลงเมื่อมากกว่า 3mol%Ag นอกจากนี้ยังพบว่าประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อ *Pseudomonas aeruginosa* แปรตามปริมาณซิลเวอร์ที่เพิ่มมากขึ้น

การวิจัยนี้จึงสนใจ พัฒนาสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่นำมาใช้ในการยับยั้งการเจริญของเชื้อราบนเลนส์ โดยเลือกใช้ตัวเติม เช่น ดีบุก(Sn) ซิลิกา (SiO_2) และซิลเวอร์ (Ag) โดยเลือกแปรค่าปริมาณสารซิลเวอร์ที่ 0.1-1.0mol%Ag เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และประสิทธิภาพทางด้านการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ซึ่งเป็นเชื้อที่มีโอกาสเจริญเติบโตบนเลนส์ได้

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมสารเคลือบและกระบวนการเคลือบ
2. เพื่อศึกษาสมบัติต่างๆ ของสารเคลือบที่สังเคราะห์ขึ้น
3. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ของผง และฟิล์มที่สังเคราะห์ขึ้น

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบเทคนิคและวิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเคลือบบนแผ่นแก้ว โดยวิธีโซล-เจล
2. ทำให้ทราบถึงผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมสารเคลือบบนแผ่นแก้ว
3. ทำให้ทราบถึงประสิทธิภาพของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. เพื่อประยุกต์ใช้กับเลนส์กล้องจุลทรรศน์ได้

1.6 ขอบเขตการวิจัย

1. สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอะนาทาส และ ติโปด้วย SnO_2 , SiO_2 และ AgNO_3 โดยวิธีโซล-เจล
2. ทดสอบประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้ Methylene blue method
3. ทดสอบสมบัติการยับยั้งการเจริญของเชื้อรา *P. expansum* ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์
4. เคลือบฟิล์มของไทเทเนียมไดออกไซด์บนแก้วโดยวิธีหมุนเหวี่ยง (Spin coating) และวิธีจุ่ม (Dip coating)
5. ทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. บนฟิล์มที่สังเคราะห์

บทที่ 2

วิธีการวิจัย

2.1 วิธีการวิจัย

การศึกษาแบ่งเป็น 5 ขั้นตอน ขั้นตอนที่ 1 สังเคราะห์และเตรียมสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ และสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีสารโดีป ด้วยวิธีการโซล-เจล นำเจลที่ได้จากการสังเคราะห์ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำผงที่ได้เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นำผงที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค โดยวิธี XRD, SEM, UV-vis spectrophotometer และ FT-IR ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาประสิทธิภาพการทำปฏิกิริยาของสารที่สังเคราะห์ได้จากขั้นตอนที่ 1 โดยนำผงที่ได้ไปทดสอบการย่อยสลายสีของมทิลินบลู ภายใต้รังสียูวี (Back light 50 วัตต์) ความเข้มแสง 3.89 mW/cm² ตรวจสอบการย่อยสลายสีโดยวัดความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย UV-Visible Spectrometer และนำผงไปทดสอบปฏิกิริยาการฆ่าเชื้อราที่เกิดขึ้นบนเลนส์ คือเชื้อ *P. expansum* ขั้นตอนที่ 3 ศึกษาวิธีการเคลือบและตัวแปรที่มีผลต่อการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีหมุนเหวี่ยง (Spin coating) และวิธีจุ่มเคลือบ (Dip coating) เนื่องจากการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีจุ่มเคลือบนั้น ฟิล์มที่ได้ภายหลังการเผามีลักษณะของผิวเคลือบที่ไม่มีคุณภาพคือ มีการเกาะติดของฟิล์มที่ไม่เท่ากัน และเมื่อสัมผัสฟิล์มพบว่าเกิดการหลุดร่อน ฉะนั้นผลการทดสอบที่แสดงต่อไปนี้เป็นการใช้วิธีเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง เท่านั้น ขั้นตอนที่ 4 ศึกษาผลจากปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของฟิล์มที่เคลือบบนกระจก ด้วยการทดสอบการฆ่าเชื้อราที่เกิดขึ้นบนเลนส์คือ *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. สำหรับขั้นตอนที่ 5 ศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นแก้วที่ใช้ผลิตเลนส์

2.2 สารเคมี เครื่องมือ และอุปกรณ์

2.2.1 สารเคมี

1. Titanium (IV) isopropoxide (TTIP, 99.95%, Fluka Sigma-Aldrich) (AR grade)
2. Ethanol (C₂H₅OH, 99.9%, Merck Germany) (AR grade)
3. Tin (IV) chloride pentahydrate (SnCl₄·5H₂O, 98%, Fluka Sigma-Aldrich) (AR grade)
4. Tetraethyl orthosilicate (TEOS, 98%, Fluka Sigma-Aldrich) (AR grade)
5. Silver nitrate (AgNO₃, VWR Prolabo, United Kingdom) (AR grade)

6. Methylene Blue ($C_{16}H_{18}N_3ClS \cdot 2H_2O$, Unilab, Austrealia) (AR grade)
7. Potato dextrose agar (PDA, Difco™ Potato Dextrose Agar)

2.2.2 เชื้อรา

ชนิดของเชื้อราที่ใช้ในการวิจัยนี้ได้แก่ *P. expansum* (*Penicillium expansum*), *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ได้รับความอนุเคราะห์จากภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง
2. เครื่องชั่งไฟฟ้า 3 ตำแหน่ง
3. Hemacytometer (ERMA, Tokyo)
4. กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง
5. พลาสเจอร์ปิเปต (Pasture pipette)
6. เครื่องกวนแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
7. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Furnace, Nebertherm)
8. เตาอบ (Oven)
9. เครื่องเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (Centrifuge, KCE Model PLC-05)
10. บีกเกอร์
11. แท่งแก้วคนสารละลาย
12. ปิเปต ขนาด 10 และ 1 มิลลิลิตร
13. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
14. หลอดทดลอง (test tube)
15. ขวดบรรจุอาหารเลี้ยงเชื้อ 1000 มิลลิลิตร
16. จานเพาะเชื้อ (Petri dish)
17. แท่งเกลี่ยเชื้อ รูปตัวแอล (glass spreader)
18. เข็มเย็บเชื้อ (needle, loop, treasing)
19. ตู้ทดสอบ
20. หม้อนึ่งความดันไอน้ำ (Autoclave)
21. ตู้บ่มเชื้อ (Incubator)

2.2.4 เครื่องมือวิเคราะห์และทดสอบ

1. Fourier Transform Infrared Spectrometer; (FT-IR, Perkin Elmer Model Spectrum 2000)

2. UV-Visible Spectrophotometer; (UV-Vis, UV-VIS spectroscopy (UV-2401, Shimadzu, Japan.)) วิเคราะห์ผงตัวอย่าง
3. UV-Visible Spectrophotometer; (GENESYS 10 spectrophotometer) วิเคราะห์สารละลาย
4. X-ray diffractometer; (XRD, Philips Model X'Pert)
5. SEM และ EDS mapping (Scanning Electron Microscope and Energy dispersive spectrometer; JEOL JSM-5800LV)
6. ABBE refractrometer (NAR-3T ATAGO, Japan)
7. Atomic Force Microscope (AFM, easyScan 2 version 2.0, Nanosurf)

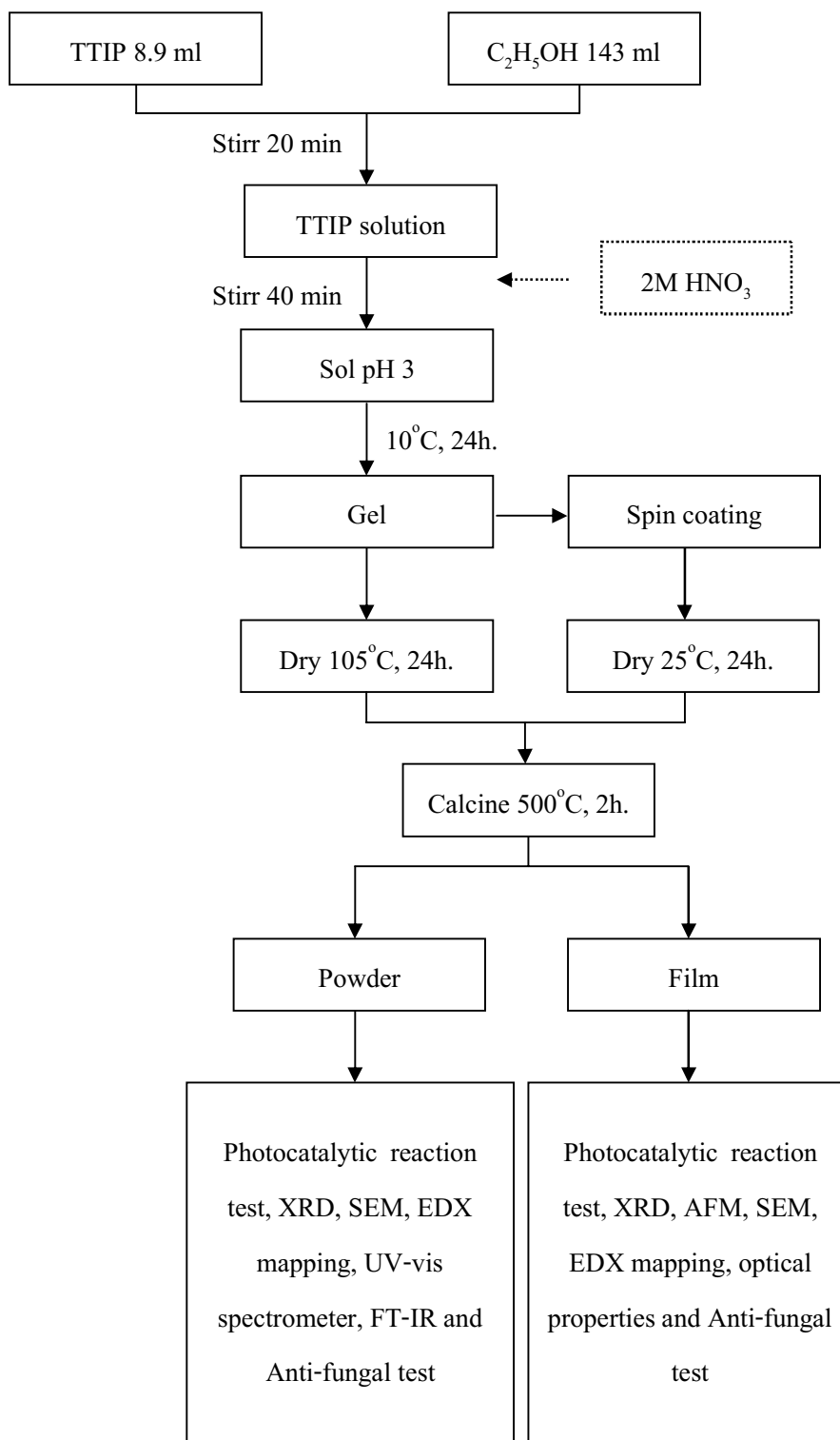
2.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์

2.3.1 การสังเคราะห์ผง TiO_2 ใช้แทนด้วยสัญลักษณ์ TP ขั้นตอนการสังเคราะห์ โดยการใช้ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) ปริมาณ 8.9 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอล ปริมาตร 143 มิลลิลิตร กวนด้วยความเร็ว 800 รอบต่อนาทีจนครบ 30 นาที และหยดกรดไนตริก 2 โมลาร์ ลงไปจนกระทั่ง pH เท่ากับ 3 กวนสารละลายต่อด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก จนครบ 30 นาที กวนที่อุณหภูมิห้อง 30 นาที จนครบ 1 ชั่วโมง เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สัดส่วนโดยโมลของ TTIP: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: H_2O เท่ากับ 1:82:3 อัตราส่วนโดยโมล (อ้างอิงจากงานวิจัยของ Qingju Liu และคณะ (2002)) นำเจลที่ได้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบได้สภาวะบรรยากาศด้วยตาเผาอุณหภูมิต่ำ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ควบคุมความร้อน ณ อุณหภูมิสูงสุดที่ต้องการเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 1

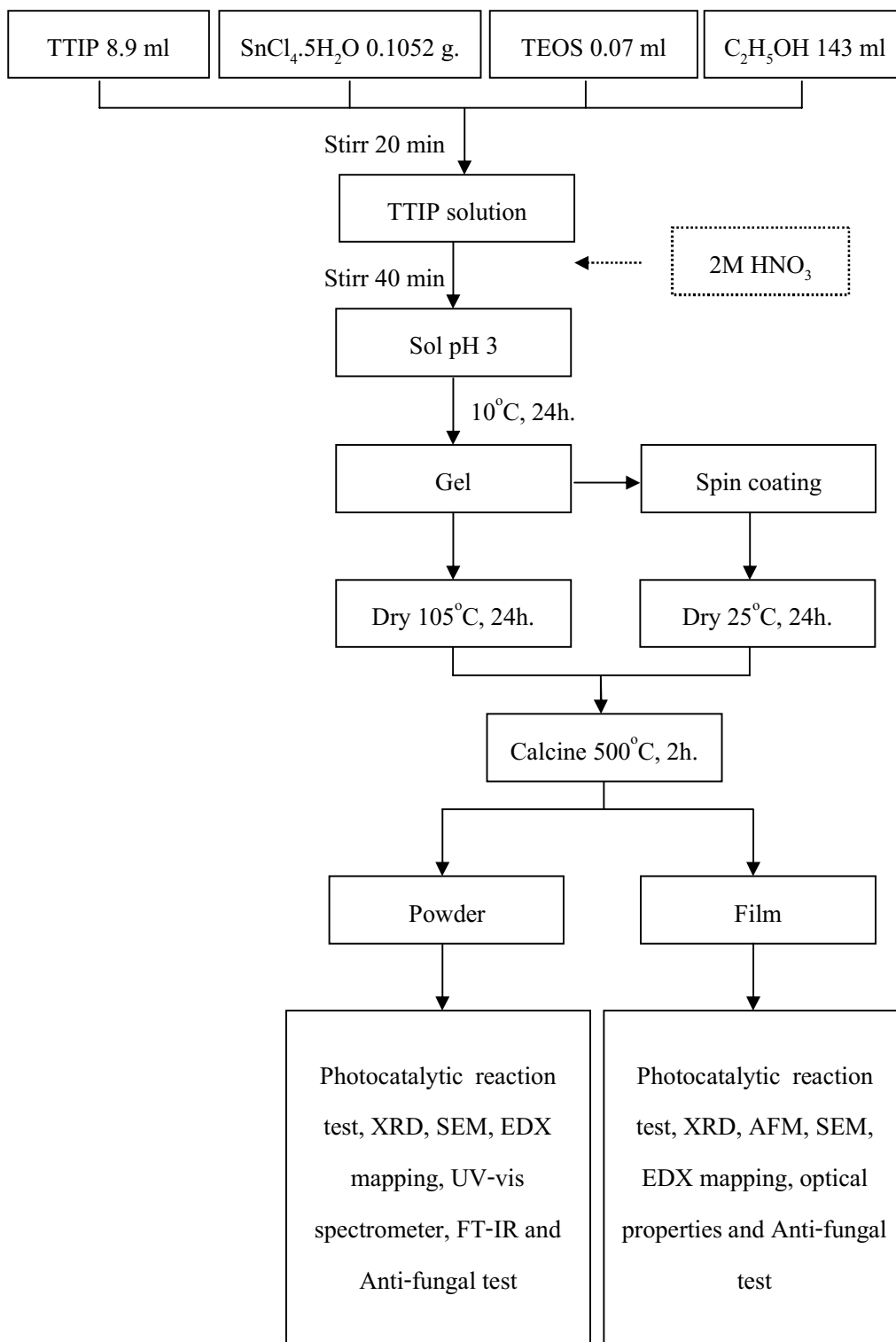
2.3.2 การสังเคราะห์ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ ใช้แทนด้วยสัญลักษณ์ TSS ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยการใช้ TTIP ปริมาณ 8.9 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอลปริมาตร 143 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติม Tin (IV) chloride pentahydrate ปริมาณ 0.1052 กรัม และ Tetraethyl orthosilicate (TEOS) ปริมาตร 0.07 มิลลิลิตร กวนด้วยความเร็ว 800 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เป็นเวลา 30 นาที หยดกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ ลงไปเพื่อปรับสภาพสารละลายให้มีค่า pH ประมาณ 3 กวนจนครบ 1 ชั่วโมง เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สัดส่วนของ TTIP: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: H_2O เท่ากับ 1:82:3 อัตราส่วนโดยโมล (อ้างอิงจากงานวิจัยของ Qingju Liu และคณะ (2002)) นำเจลอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเปรียบเทียบได้สภาวะบรรยากาศด้วยตาเผาอุณหภูมิต่ำ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ

10 องศาเซลเซียสต่อนาที ควบคุมความร้อน ณ อุณหภูมิสูงสุดที่ต้องการเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการสังเคราะห์ แสดงดังรูปที่ 2.2

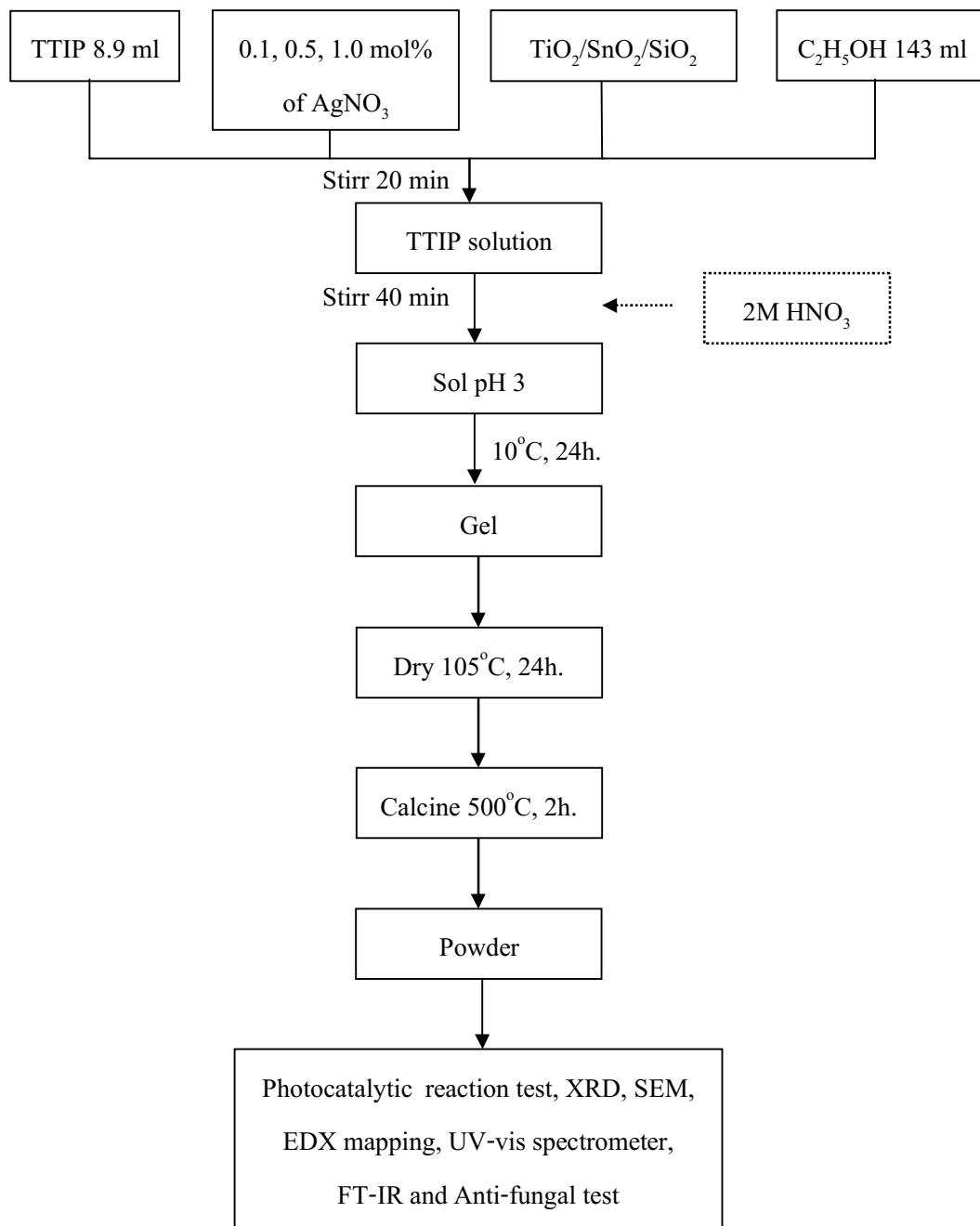
2.3.3 การสังเคราะห์ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/\text{Ag}$ ใช้แทนด้วยสัญลักษณ์ TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 เมื่อสังเคราะห์โดยการแปรผันปริมาณซิลเวอร์ (Ag) เท่ากับ 0.1mol%, 0.5mol% และ 1.0 mol% ตามลำดับ ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยใช้ TTIP ปริมาณ 8.9 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอล ปริมาตร 143 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติม Tin (IV) chloride pentahydrate ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ปริมาณ 0.1052 กรัม และ TEOS ปริมาตร 0.07 มิลลิลิตร กวนด้วยความเร็ว 800 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เป็นเวลา 30 นาที หยดกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ ลงไปเพื่อปรับสภาพสารละลายให้มีค่า pH เท่ากับ 3 กวนต่อที่อุณหภูมิห้อง จนครบ 1 ชั่วโมง เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส สัดส่วนของ TTIP: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}:\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 1:82:3 อัตราส่วนโดยโมล (อ้างอิงจากงานวิจัยของ Qingju Liu และคณะ (2002)) หลังจากอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ บดเพื่อให้อนุภาคผงกระจายตัวก่อนนำไปผสมกับ โพลี ที่เตรียมได้จากขั้นตอนการสังเคราะห์โดยใช้ TTIP ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอลปริมาตร 143 มิลลิลิตร และเติมสาร AgNO_3 ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1.0 mol% กวนด้วยความเร็ว 800 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เป็นเวลา 15 นาที หยดกรดไนตริก 2 โมลาร์ ลงไปเพื่อปรับสภาพสารละลายให้มีค่า pH เท่ากับ 3 กวนต่ออีก 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นเติมผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ ที่ได้จากขั้นตอนแรก และกวนจนครบ 1 ชั่วโมง นำเจลอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเผาภายใต้สภาวะบรรยากาศด้วยเตาเผาอุณหภูมิต่ำ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อ นาที ควบคุมความร้อน ณ อุณหภูมิสูงสุดที่ต้องการเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Ag}$ ขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์ผงและฟิล์มตัวอย่าง TiO_2



รูปที่ 2.2 การสังเคราะห์ผงและฟิล์มตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$



รูปที่ 2.3 การสังเคราะห์ผงตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/\text{Ag}$

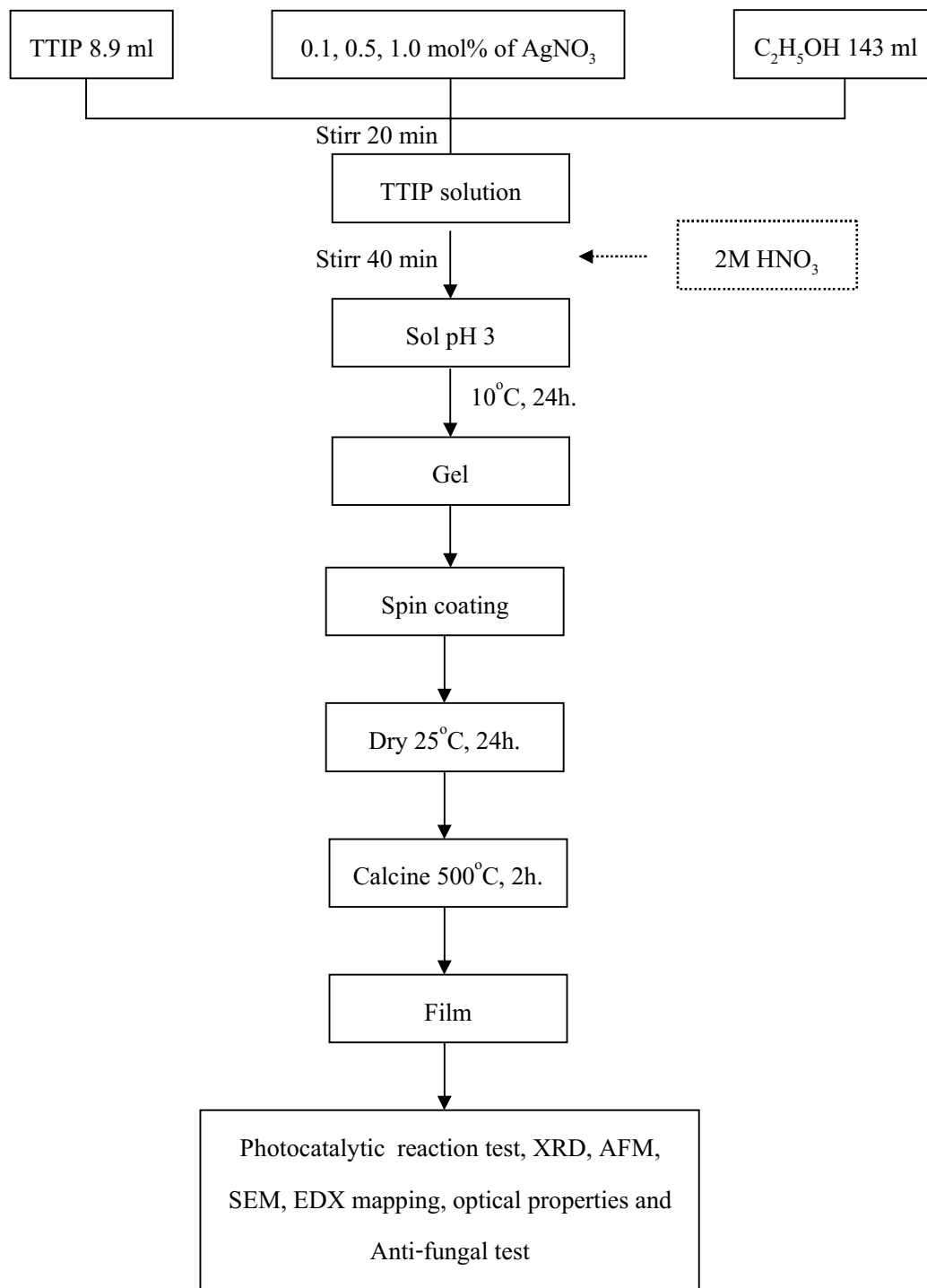
2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

สารเคลือบที่อยู่ในสถานะโซลหลังจากสังเคราะห์เสร็จ ตั้งทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยา โดยสมบูรณ์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปเคลือบบนแก้วโซดาไลม์ ขนาด $10 \times 10 \times 0.3$ เซนติเมตร โดยวิธีการหมุนเหวี่ยง ก่อนทำการเคลือบทำความสะอาดกระจกโดยล้างด้วยกรดอ่อนเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดสารที่เคลือบติดอยู่ที่ผิวของกระจกให้หลุดออกไป หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทำการเคลือบตามขั้นตอนการสังเคราะห์ที่แสดงไว้ด้านล่าง และเคลือบผิวด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง ความเร็วในการหมุนเหวี่ยง 1700 รอบต่อนาที ระยะเวลา 30 วินาที ทำการเคลือบจำนวน 5 ชั้นเคลือบ ตั้งขึ้นงานทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำชิ้นงานเผาภายใต้ภาวะบรรยากาศ โดยใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิคงที่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.4.1 การสังเคราะห์ฟิล์ม TiO_2 ใช้สัญลักษณ์เป็น TP ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยการใช้โซล จากขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.1 ภายหลังการเผาได้ฟิล์ม TiO_2

2.4.2 การสังเคราะห์ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ ใช้สัญลักษณ์เป็น TSS ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยการใช้โซล จากขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.2 ภายหลังการเผาได้ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$

2.4.3 การสังเคราะห์ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/0.1, 0.5$ และ 1.0 mol\% Ag ใช้สัญลักษณ์เป็น TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ตามลำดับ ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยการใช้โซล จากขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.2 เคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยงบนแก้วโซดาไลม์ จำนวน 2 ชั้นเคลือบ และ ใช้โซล จากขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.4 เคลือบผิวบนชั้น TSS อีกจำนวน 3 ชั้นเคลือบ รวมทั้งหมดเป็น 5 ชั้นเคลือบ ภายหลังการเผาได้ฟิล์ม $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/0.1, 0.5$ และ 1.0 mol\% Ag ตามลำดับ



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์ม TiO₂/0.1-1.0mol%Ag

2.5 การตรวจสอบคุณลักษณะของผง และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

2.5.1 X-ray powder diffractometry (XRD)

เทคนิค XRD ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นในผงที่สังเคราะห์โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ (2.1)

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.1)$$

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

2.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

ตรวจดูโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ และพื้นผิวฟิล์มความหนาของฟิล์มที่เคลือบ และวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ และสารเติมที่กระจายอยู่บนฟิล์มด้วยวิธี X-ray mapping ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM; JEOL JSM-5800LV)

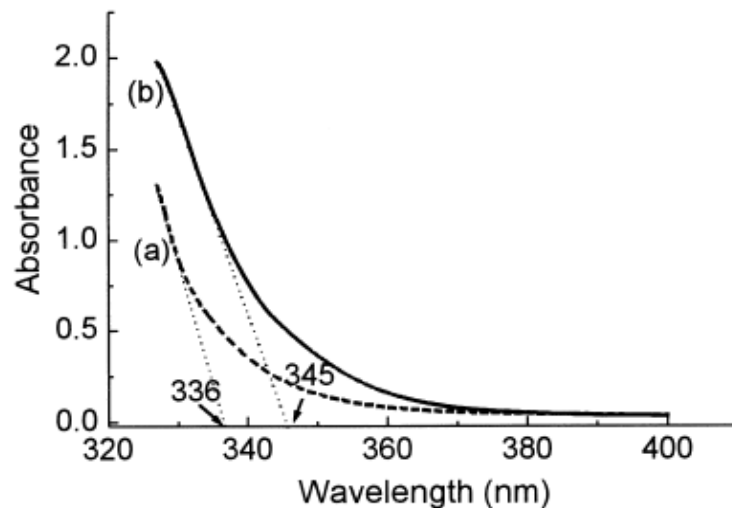
2.5.3 Ultraviolet- visible spectrophotometer

โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และวัดปริมาณความเข้มข้นสี เมทิลีนบลู เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงยูวี (310 - 400 นาโนเมตร) โดยเลือกความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่เมทิลีนบลู สามารถดูดกลืนได้

Ultraviolet- visible spectrophotometer (UV-2401, Shimadzu, Japan.) ถูกใช้ในการวัดการดูดกลืนแสงของผงที่สังเคราะห์และคำนวณแถบช่องว่างระหว่างพลังงานของ TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 โดยใช้ BaSO_4 เป็นตัวอ้างอิงแถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อสะดวกในการวัด ลากเส้นความชันสัมพันธ์กับเส้นโค้ง ดังแสดงในรูปที่ 2.5 (Zhang et al. 2000) แถบช่องว่างระหว่างพลังงานสามารถคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1,239.8}{\lambda} \quad (2.2)$$

เมื่อ	E_g	คือ แถบช่องว่างระหว่างพลังงาน (อิเล็กตรอน โวลต์)
	h	คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.67×10^{-34} จูล-วินาที)
	c	คือ ความเร็วของแสง (3×10^8 เมตรต่อวินาที)
	λ	คือ ความยาวคลื่นที่ดูดกลืน (เมตร)



รูปที่ 2.5 การลากเส้นเพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน band gap

2.5.4 Fourier Transform Infrared Spectrometer; (FT-IR)

ซึ่งในการทดลองใช้เครื่อง FT-IR (Bruker Equinox 55) ในช่วงความยาวคลื่น อยู่ใน ช่วง $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ของผงตัวอย่าง TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ตามลำดับ เพื่อ ใช้ดูหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกันในผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้

2.5.5 Atomic Force Microscope, (AFM)

เทคนิค AFM เพื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เตรียมได้เป็นการสัมผัส พื้นผิวพร้อมกับการลากปลายแหลมไปบนพื้นผิวนั้นๆ ข้อมูลที่ได้เป็นภาพซึ่งสามารถอธิบาย ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เตรียมได้

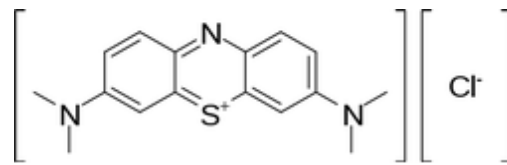
2.5.6 ABBE Refractrometer

เป็นการทดสอบเพื่อหาค่าดัชนีหักเหของแสงเมื่อผ่านฟิล์มตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์ ปัจจัยที่ส่งผลต่อสมบัติทางแสงที่เปลี่ยนไป เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างแผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการ เคลือบด้วยฟิล์มตัวอย่าง

2.6 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู ด้วยผงที่สังเคราะห์ได้

2.6.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐาน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการนำไปวิเคราะห์ผลโดยเตรียมสารละลายเมทิลีนบลูที่มีโครงสร้างตาม รูปที่ 2.6 ความเข้มข้นอยู่ในช่วง (0.5×10^{-5}) ถึง (3×10^{-5}) โมลาร์ วัดการดูดกลืนแสง โดยUltraviolet-visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของ เมทิลีนบลู

2.6.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู

ชิ้นงานที่นำมาทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู อยู่ในรูปของผง ในการทดสอบใช้ผง 0.0375 กรัม ต่อสารละลาย เมทิลีนบลู ความเข้มข้น 1×10^{-5} โมลาร์ 10 มิลลิลิตร นำผงและสารละลายเมทิลีนบลูใส่ในหลอดทดลอง แล้วนำไปวางในตู้เพื่อรับแสงยูวีขนาด 110 วัตต์ที่มีความเข้มแสง 3.89 mW/cm^2 ความยาวคลื่น 310-400 นาโนเมตร เป็นเวลา 20, 40, 60, 80 และ 100 นาที วัดความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงของสารละลายด้วยเครื่อง Ultraviolet-visible spectrophotometer และบันทึกผล เพื่อศึกษาอัตราการลดลงของความเข้มข้นของเมทิลีนบลู เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น การทดลองภาวะละ 3 ตัวอย่าง

การคำนวณหา %Degradation ของเมทิลีนบลูโดยใช้สูตรดังสมการที่ 2.3

$$\% \text{Degradation} = \frac{(C_0 - C)}{C_0} \times 100 \% \quad (2.3)$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น เท่ากับ $\times 10^{-5}$ โมลาร์

C คือ ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ (โมลาร์)

2.7 กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งการเจริญของเชื้อราที่สามารถเจริญบนเลนส์ต่างๆ จากผงและฟิล์มที่สังเคราะห์ได้

การยับยั้งการเจริญของเชื้อราบนเลนส์ โดยอาศัยปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกนั้นสามารถทดสอบได้ภายใต้แสงยูวีและแสงที่สามารถมองเห็นได้ (ฟลูออเรสเซนซ์) ซึ่งต้องอาศัยอุปกรณ์ที่สำคัญในการทดสอบคือกล้องจุลทรรศน์ เป็นเครื่องมือสำคัญมากที่สุดอย่างหนึ่งใน

การศึกษาวิชาทางจุลชีววิทยา เนื่องจากเชื้อจุลินทรีย์ที่ศึกษามีขนาดเล็กมากจนไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าจึงต้องมีการใช้กล้องจุลทรรศน์ช่วยส่องดูและต้องอาศัยเทคนิคเฉพาะทางหลายวิธี

2.7.1 การทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราจากผงที่สังเคราะห์ได้

เชื้อราที่ใช้ในการทดลอง คือ *P. expansum* เริ่มต้นนำเชื้อ เชื้อใส่ในหลอดที่มี Normal saline solution (0.85%NaCl) แล้วเขย่า นับสปอร์โดยใช้ฮีมาไซโตมิเตอร์ และคำนวณปริมาณที่ต้องดูดจากเชื้อตั้งต้นเพื่อผสมกับ Normal saline solution (0.85%NaCl) และปรับปริมาณให้เท่ากับ 10 มิลลิลิตร เพื่อให้ได้ความเข้มข้น 2.5×10^5 spore/ml ที่ต้องการ เติมน้ำด้วยอย่าง 250 มิลลิกรัมลงไป แล้วนำหลอดทดลองรับแสง ยูวี ฟลูออเรสเซนซ์ และไม่ได้รับแสง เป็นเวลาต่างๆ (0, 1, 2, 3 และ 4 วัน) ชักตัวอย่างเชื้อที่ผ่านการรับแสงที่เวลาต่างๆมา 0.1 มิลลิลิตร หยดลงบนอาหารแข็ง (Potato dextrose agar) ที่เตรียมไว้ แล้วทำการเกลี่ยบนจานเพาะเชื้อ (Spread plate) แล้วนำจานเพาะเชื้อไปบ่มที่ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการบันทึกผลโดยการถ่ายรูปและนับจำนวนเชื้อที่เหลืออยู่เทียบกับชุดควบคุมที่ไม่มีการเติมผง

2.7.2 การทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราจากฟิล์มที่สังเคราะห์ได้

เชื้อราที่ใช้ในการทดลอง คือ *P. expansum* เริ่มต้นนำเชื้อ เชื้อใส่ในหลอดที่มี Normal saline solution (0.85%NaCl) แล้วเขย่า นับสปอร์โดยใช้ Hemacytometer และคำนวณปริมาณที่ต้องดูดจากเชื้อตั้งต้นเพื่อผสมกับ Normal saline solution (0.85%NaCl) และปรับปริมาณให้เท่ากับ 10 มิลลิลิตร เพื่อให้ได้ความเข้มข้นในช่วง 10^3 - 10^5 spore/ml เพื่อใช้ทดสอบผงและฟิล์มตัวอย่างไทเทเนียมไดออกไซด์ ชักตัวอย่างเชื้อ 0.1 มิลลิลิตร หยดลงบนอาหารแข็ง (Potato dextrose agar) ที่เตรียมไว้ แล้วทำการเกลี่ยบนจานเพาะเชื้อ (Spread plate) และนำแก้วที่เคลือบด้วยฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ขนาด 5x5 เซนติเมตร วางทับลงบนอาหารที่มีเชื้อกระจายอยู่ แล้วนำจานเพาะเชื้อนั้น รับแสงยูวีฟลูออเรสเซนซ์ และไม่รับแสงเป็นเวลาต่างๆ (0, 12, 36 และ 48 ชั่วโมง) เมื่อรับแสงครบตามเวลาดังกล่าวแล้วนำฟิล์มออกและนำจานเพาะเชื้อบ่มที่ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการบันทึกผลโดยการถ่ายรูปและนับจำนวนเชื้อที่เหลือ จนทราบตัวอย่างและเวลารับแสงที่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้ดีที่สุด นำมาทดสอบกับเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ต่อไป โดยทำในลักษณะเดียวกับที่กล่าวมา เชื้อราทั้งหมดที่ใช้ทดสอบได้รับความอนุเคราะห์จากภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

บทที่ 3

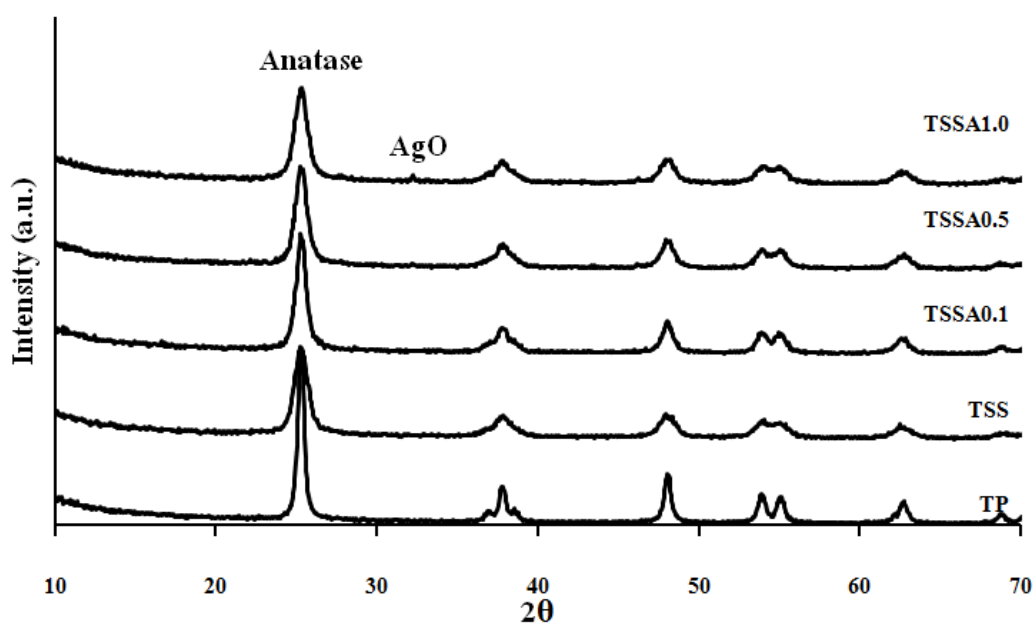
ผลและการอภิปรายผล

จากการทดลองสังเคราะห์สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปของฟิล์มโดยศึกษาอิทธิพลของสารตัวเติม Ag ที่ปริมาณ 0.1-1.0mol% เพื่อปรับปรุงให้ได้สมบัติโพโตคะตะลิสต์ที่ดีขึ้น และศึกษาผลการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. โดยเบื้องต้นเป็นการศึกษาลักษณะเฉพาะ และสมบัติตัวอย่างในรูปของผง อีกทั้งการวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง รวมถึงการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* ก่อนพัฒนา มาในส่วนของฟิล์มซึ่งทำการเคลือบด้วยเทคนิคการหมุนเหวี่ยง

3.1 ผลวิเคราะห์ชนิดของเฟสและขนาดผลึกด้วยเทคนิค XRD (X-ray diffractometer)

จากการวิเคราะห์ชนิดของเฟสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$, $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$, $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/0.1\text{mol}\% \text{Ag}$, $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/0.5\text{mol}\% \text{Ag}$ และ $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/1.0\text{mol}\% \text{Ag}$ (TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ตามลำดับ) เมื่อสังเคราะห์ด้วยวิธี โซล-เจล และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 3.1 พบว่าเกิดเฟสอะนาเทสในทุกตัวอย่าง เนื่องจากที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่สามารถทำให้เกิดเฟสอะนาเทสได้ และพบเฟสซิลเวอร์ออกไซด์ (Ag_2O) เฉพาะในตัวอย่าง TSSA1.0 ในส่วนของตัวอย่างที่มีซิลเวอร์น้อยกว่า 1 mol% อาจมีปริมาณที่น้อยเกินไปจึงไม่สามารถพบฟลักของซิลเวอร์ออกไซด์ และจากรูปที่ 3.1 พบว่าขนาดผลึกที่เตรียมได้อยู่ในระดับนาโนเมตรแต่ขนาดผลึกที่ตรวจพบมีความแตกต่างกัน โดยที่ TP มีขนาดผลึกที่เล็กที่สุด และสังเกตได้ว่าในตัวอย่าง TSS ฟลักอะนาเทสมีลักษณะที่กว้างกว่าในตัวอย่างที่เติมสารซิลเวอร์ เนื่องจากกระบวนการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันซึ่งในตัวอย่าง TSSA เมื่อทำการแปรค่าปริมาณซิลเวอร์ มีการสังเคราะห์แบบ 2 ขั้นตอนเพื่อหลีกเลี่ยงเฟสซิลเวอร์คลอไรด์ ซึ่งคลอไรด์ จาก $\text{Ti}(\text{IV})$ chloride ที่เติมในระบบเพื่อให้เกิดทินออกไซด์ (SnO_2) และ สารละลายกรดเกลือที่ใช้ปรับสภาพกรด รวมตัวกับซิลเวอร์ จากซิลเวอร์ไนเตรด เกิดเป็นสารประกอบซิลเวอร์คลอไรด์ ซึ่งเป็นเฟสที่ไม่ต้องการเนื่องจากเมื่อพัฒนาเป็นสารเคลือบฟิล์มที่ได้มีลักษณะที่ทึบแสงเพิ่มมากขึ้นตามปริมาณสารเติมซิลเวอร์เพิ่มมากขึ้น จึงจำเป็นต้องสังเคราะห์ตัวอย่างเป็น 2 ขั้นตอนเพื่อไม่ให้เกิดซิลเวอร์คลอไรด์ ในขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวอย่างที่มีการเติมสารซิลเวอร์สังเคราะห์โดยเติมลงในตัวอย่าง TP และเคลือบบนตัวอย่างแผ่นแก้วขึ้นบน และตัวอย่าง TSS บนแผ่นแก้วขึ้นล่าง ภายหลังการเผาตัวอย่าง TSSA จึงมีปริมาณไทเทเนียม

มากกว่าในตัวอย่าง TSS ซึ่งไทเทเนียมเป็นสารที่ทำให้ขนาดผลึกเล็กลง สืบเนื่องจากตัวอย่าง TP ซึ่งมีขนาดผลึกที่เล็กที่สุด จึงทำให้ในตัวอย่าง TSSA มีขนาดผลึกที่เล็กกว่าตัวอย่าง TSS ส่วนในตัวอย่าง TSSA เมื่อได้แปรค่าปริมาณสารตัวเติมซิลเวอร์ พบว่ามีขนาดผลึกที่ไม่ต่างกันมากนักโดยอยู่ในช่วง 16-20 นาโนเมตร แสดงให้เห็นว่าสารตัวเติมซิลเวอร์ไม่ได้มีผลในการขัดขวางการเกิดผลึกของสารตัวอย่างและในตัวอย่าง TSSA1.0 ตรวจพบเฟสซิลเวอร์ออกไซด์ ซึ่งมีขนาดผลึก 28 นาโนเมตร



รูปที่ 3.1 XRD pattern ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟสและคำนวณหาขนาดของสารเคลือบ โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 3.1

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.1)$$

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

แสดงตัวอย่างการคำนวณขนาดผลึกของผงตัวอย่าง TP แสดงดังนี้ (ค่า FWHM อ้างอิงจากภาคผนวก ก.1

$$\beta = \frac{FWHM \times \pi}{180}$$

$$\beta = \frac{0.5769 \times \pi}{180}$$

$$= 1.006 \times 10^{-2} \text{ เรเดียน}$$

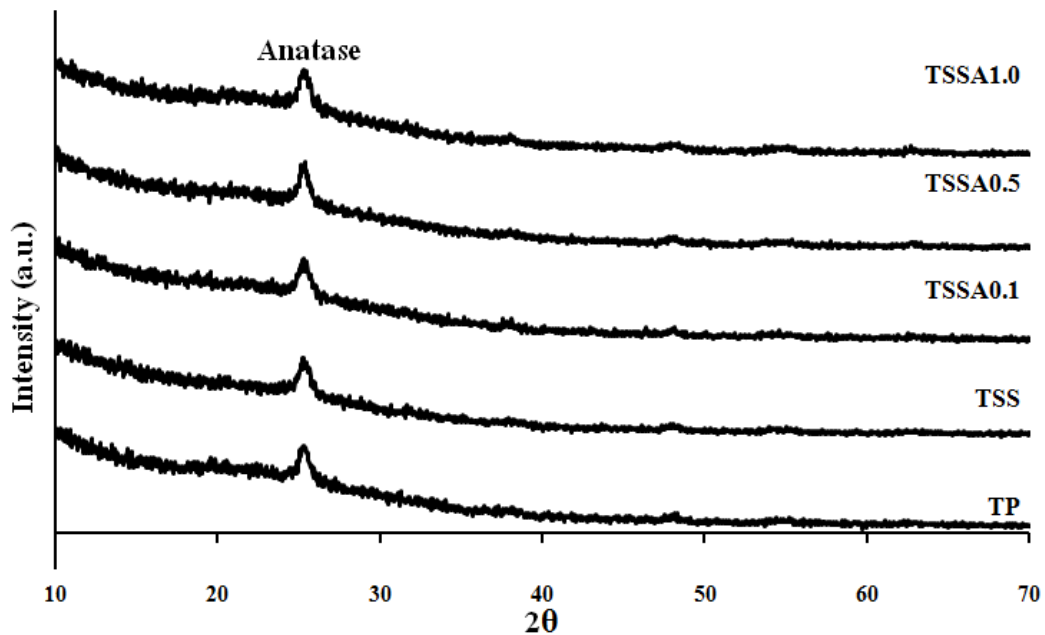
$$t = \frac{0.9 \times 0.15406}{1.006 \times 10^{-2} \times 0.9991}$$

$$t = 13.79 \text{ นาโนเมตร}$$

ตารางที่ 3.1 ขนาดผลึกของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	ขนาดผลึก (nm)	
	Anatase	AgO
TP	13.79	-
TSS	18.39	-
TSSA0.1	16.55	-
TSSA0.5	18.38	-
TSSA1.0	20.68	28.0

เมื่อวิเคราะห์ชนิดเฟสของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่าในทุกตัวอย่างพบเฟสอะนาทาสที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25 องศา ปริมาณเฟสอะนาทาสที่พบมีปริมาณที่ใกล้เคียงกันและไม่พบเฟสซิลเวอร์ออกไซด์เนื่องจากฟิล์มมีลักษณะที่บางมาก ปริมาณเฟสที่ตรวจพบก็น้อยไปด้วย จึงทำให้สารที่เติมเข้าไปในระบบที่มีปริมาณน้อยอาจไม่สามารถตรวจพบได้ในตัวอย่างที่เตรียมเป็นฟิล์ม



รูปที่ 3.2 XRD pattern ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.2 ขนาดผลึกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
	Anatase
TP	15.3
TSS	19.7
TSSA0.1	19.7
TSSA0.5	11.5
TSSA1.0	13.8

3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

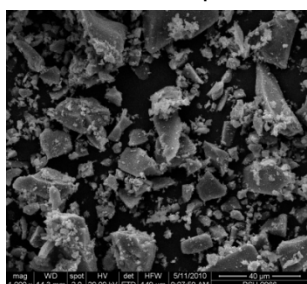
ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยใช้กำลังขยายที่ต่างกัน คือ 1,000, 10,000 และ 35,000 เท่า ตามลำดับ พบว่า พื้นผิวของอนุภาคมีลักษณะที่เป็นเหลี่ยมคม เนื่องจากในขั้นตอนการสังเคราะห์ต้องมีการบดเพื่อลดขนาดอนุภาค ซึ่งเมื่อผงไทเทเนียมไดออกไซด์ภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส แล้วนั้นอนุภาคต่างๆ จับตัวกันเป็นก้อน ทำให้ต้องผ่านขั้นตอนการบดก่อนนำไปทดสอบสมบัติต่างๆต่อไป

ซึ่งในแต่ละตัวอย่างนั้นได้ขนาผลลักษณะอนุภาคที่มีลักษณะใกล้เคียงกัน ส่วนในรูปที่ 3.4-3.7 เป็นตัวอย่าง TP, TSS, TSSA0.1 และ TSSA1.0 ตามลำดับ ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ชนิดขององค์ประกอบของผงตัวอย่างด้วยเทคนิค X-ray mapping จากรูปที่ 3.4 เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบของผงตัวอย่าง TP พบธาตุ Ti ในปริมาณมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างอื่น ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD และขนาดผลึกที่มีขนาดเล็กกว่าตัวอย่างอื่น และมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และพบธาตุ Ti, Sn และ Si ในตัวอย่าง TSS และ TSSA0.1 (รูปที่ 3.5-3.6) ซึ่งในตัวอย่าง TSSA0.1 ไม่พบธาตุ Ag เนื่องจากการเติมสาร ซิลเวอร์ในเตรตในตัวอย่างนี้มีปริมาณที่น้อยจนไม่สามารถตรวจจับได้ และในตัวอย่าง TSSA1.0 (รูปที่ 3.7) พบธาตุ Ti, Sn, Si และ Ag ที่กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

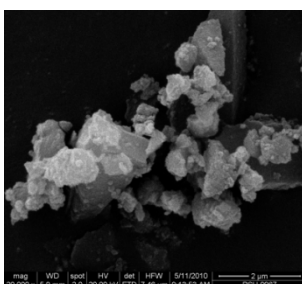
จากรูปที่ 3.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้พบว่าในตัวอย่าง ลักษณะของฟิล์มมีความเรียบ ซึ่งเมื่อวิเคราะห์ภาพตัดขวางของฟิล์ม พบว่าฟิล์มที่ผ่านการเคลือบด้วยกระบวนการหมุนเหวี่ยง และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่ามีความหนา 1.25 ± 0.24 ไมโครเมตร ซึ่งในตัวอย่างที่มีการเติมสารซิลเวอร์ในปริมาณที่มาก (รูปที่ 3.8ข และ 3.8ฉ) พบว่าลักษณะพื้นผิวมีก้อนเล็กๆกระจายทั่วพื้นผิวซึ่งเกิดจากซิลเวอร์เนื่องจากซิลเวอร์ที่เติมลงในระบบเมื่อวิเคราะห์ที่กำลังขยายสูงพบว่าซิลเวอร์ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกับฟิล์ม

ผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุในฟิล์มโดยวิธี X-ray mapping แสดงในรูปที่ 3.9 -3.13 พบว่า การกระจายตัวของธาตุ Ti และ O มีการกระจายทั่วชิ้นงาน ส่วนสูตรที่มีการได้ไป SnO_2 และ Ag เนื่องจากมีปริมาณที่น้อยมากทำให้ไม่สามารถแสดงผล X-ray mapping แต่สำหรับการกระจายตัวของ SiO_2 บนผิวตัวอย่างไม่สามารถวิเคราะห์บ่งบอกได้ เนื่องจากสารเติมแต่งเป็นสารชนิดเดียวกับวัสดุฐานที่เป็นแผ่นแก้ว ซึ่งโดยทั่วไปมีปริมาณของ SiO_2 เป็นส่วนผสมหลักอยู่แล้ว ดังนั้นในการตรวจสอบพบ SiO_2 ที่เป็นส่วนประกอบของแก้ว เมื่อมีการเติมสารซิลเวอร์เข้าไปในระบบส่งผลให้ปริมาณของธาตุไทเทเนียมที่พบเพิ่มมากขึ้นด้วย

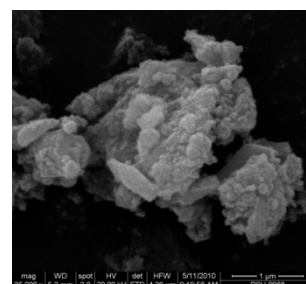
3.2.1 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของผงไทเทเนียมไดออกไซด์



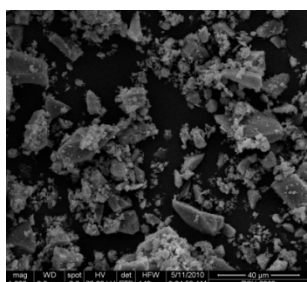
ก. TP (1, 000x)



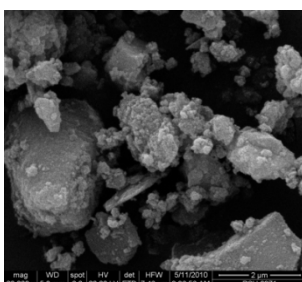
ข. TP (20,000x)



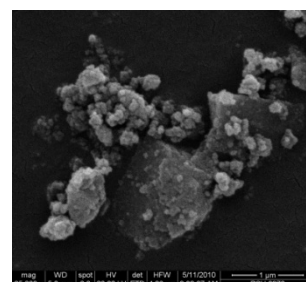
ค. TP (35,000x)



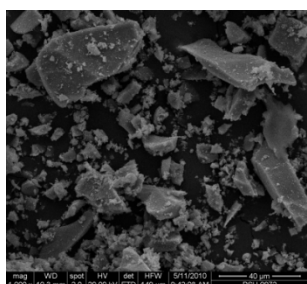
ง. TSS (1, 000x)



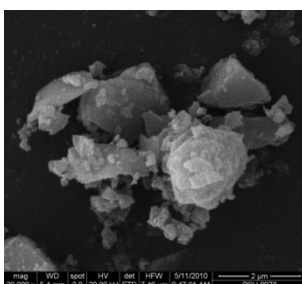
จ. TSS (20, 000x)



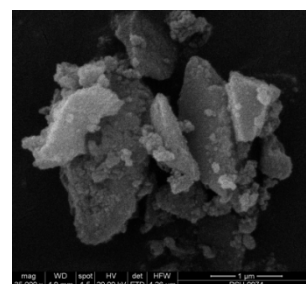
ฉ. TSS (35, 000x)



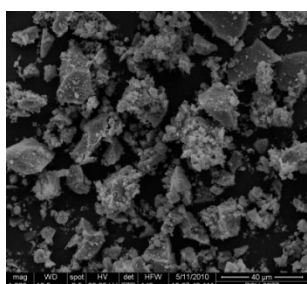
ช. TSSA0.1 (1, 000x)



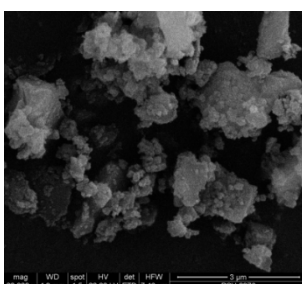
ซ. TSSA0.1 (20, 000x)



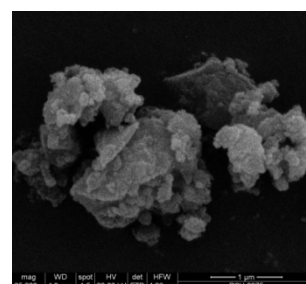
ฌ. TSSA0.1 (35, 000x)



ฎ. TSSA1.0 (1, 000x)

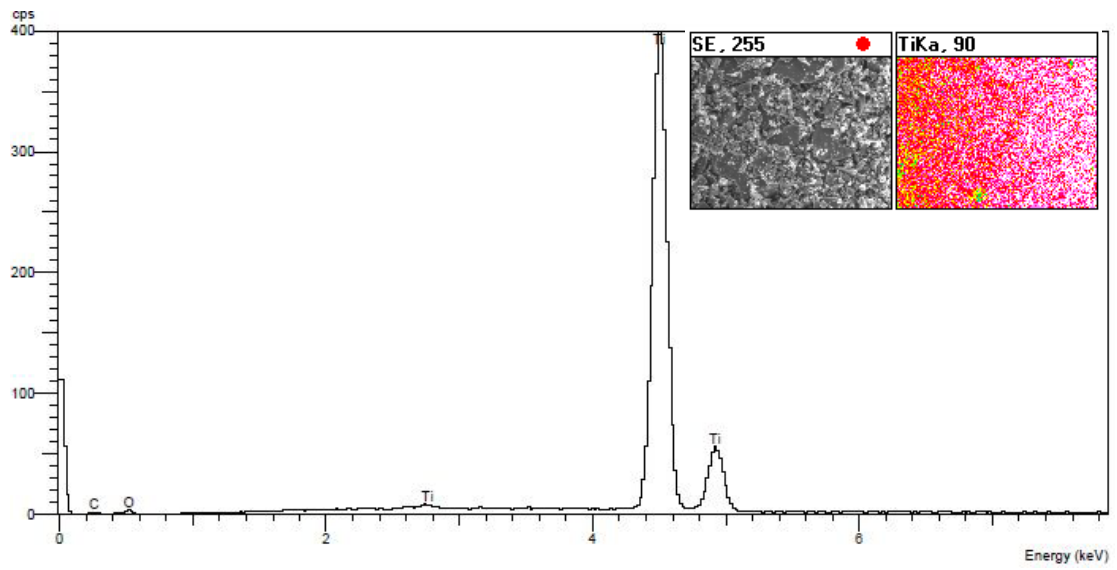


ฏ. TSSA1.0 (20, 000x)

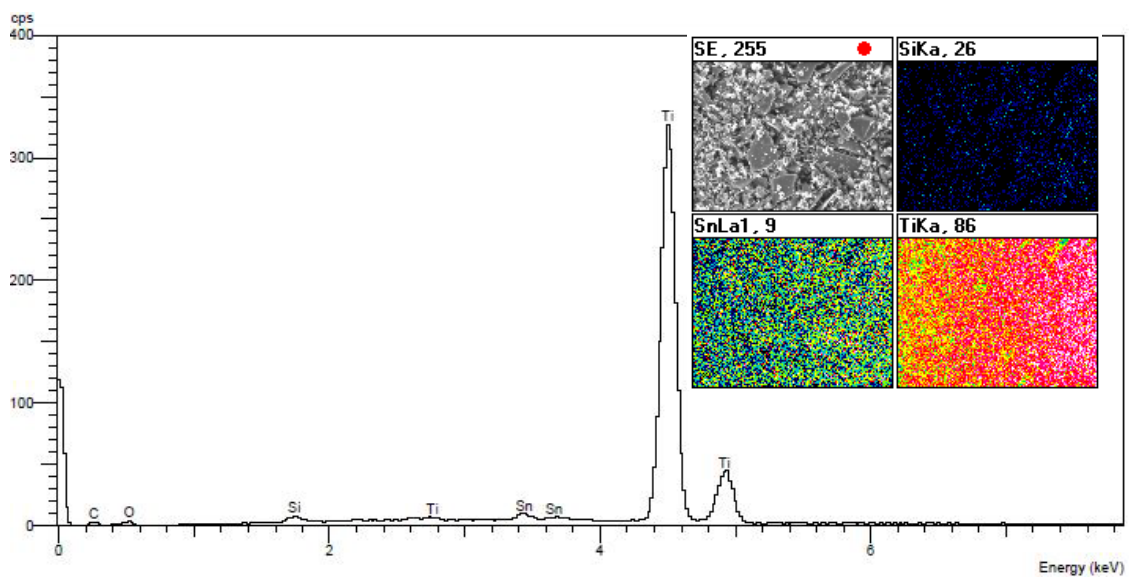


ฏ. TSSA1.0 (35, 000x)

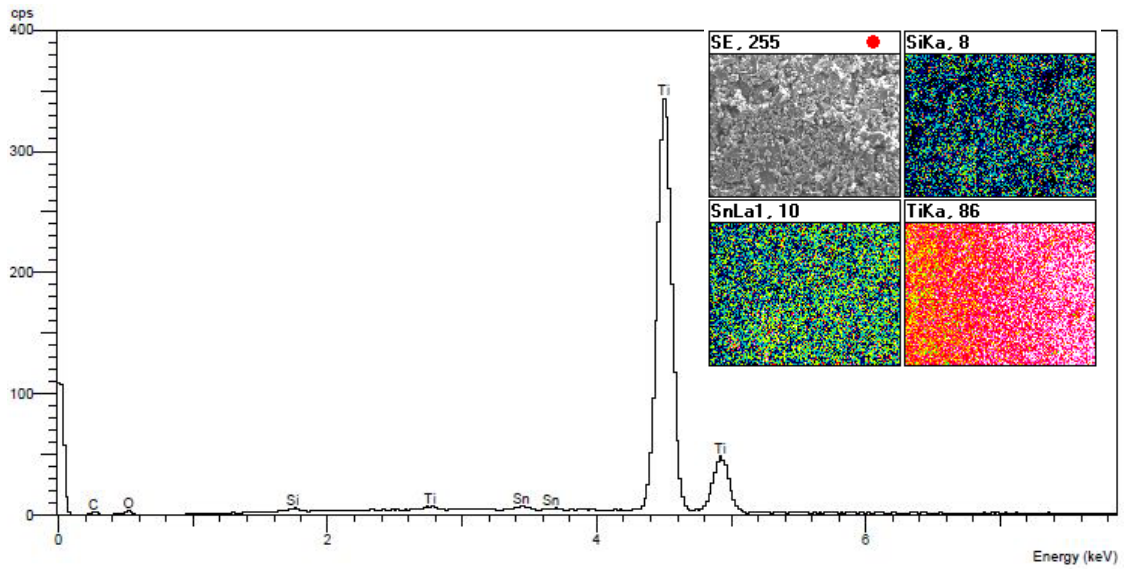
รูปที่ 3.3 ลักษณะผงไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยายต่างๆ



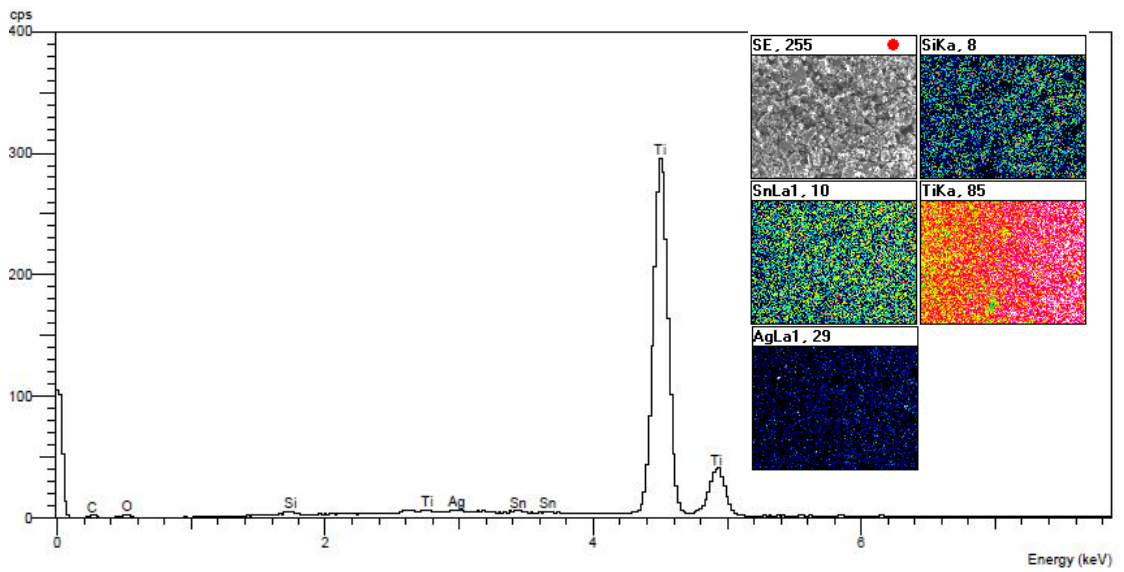
รูปที่ 3.4 EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TP



รูปที่ 3.5 EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSS

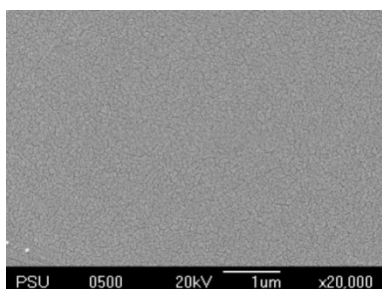


รูปที่ 3.6 EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSSA0.1

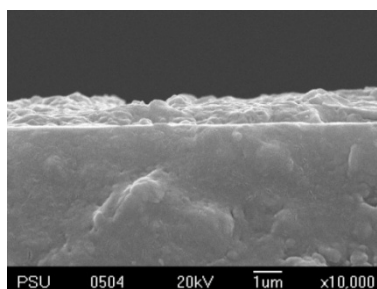


รูปที่ 3.7 EDX spectra และ mapping ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ TSSA1.0

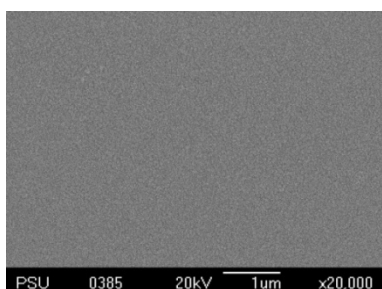
3.2.2 โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์



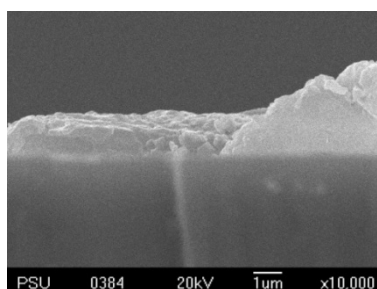
ก. พื้นผิวฟิล์มTP



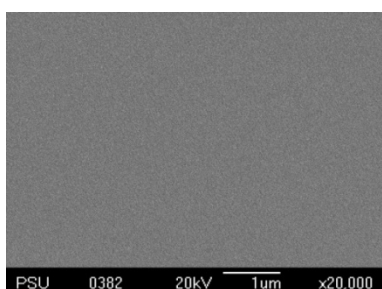
ข. ภาพตัดขวางฟิล์มTP



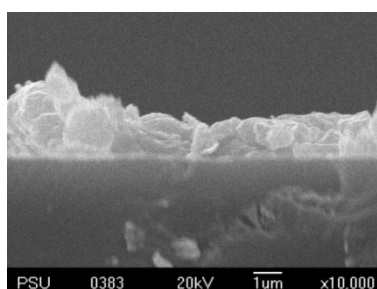
ค. พื้นผิวฟิล์มTSS



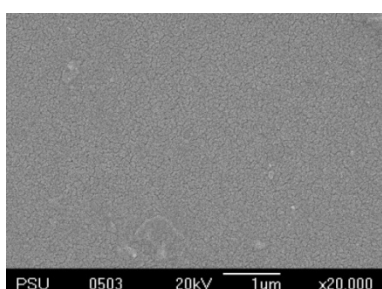
ง. ภาพตัดขวางฟิล์มTSS



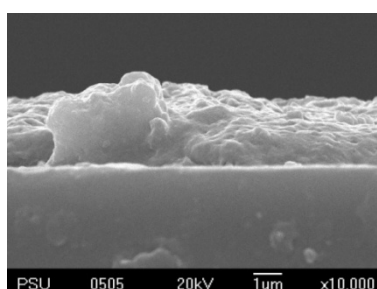
จ. พื้นผิวฟิล์มTSSA0.1



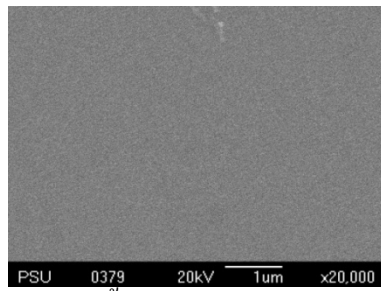
ฉ. ภาพตัดขวางฟิล์มTSSA0.1



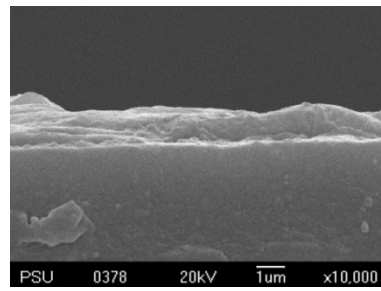
ช. พื้นผิวฟิล์มTSSA0.5



ซ. ภาพตัดขวางฟิล์มTSSA0.5

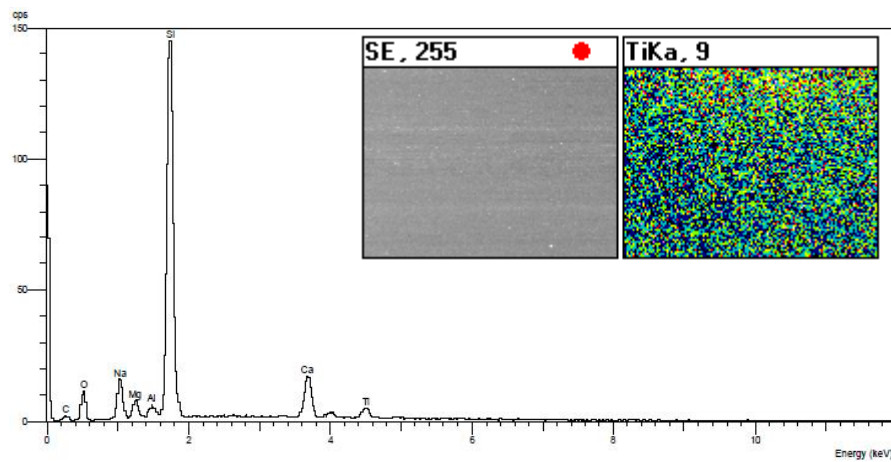


ฉ. พื้นผิวฟิล์มTSSA1.0

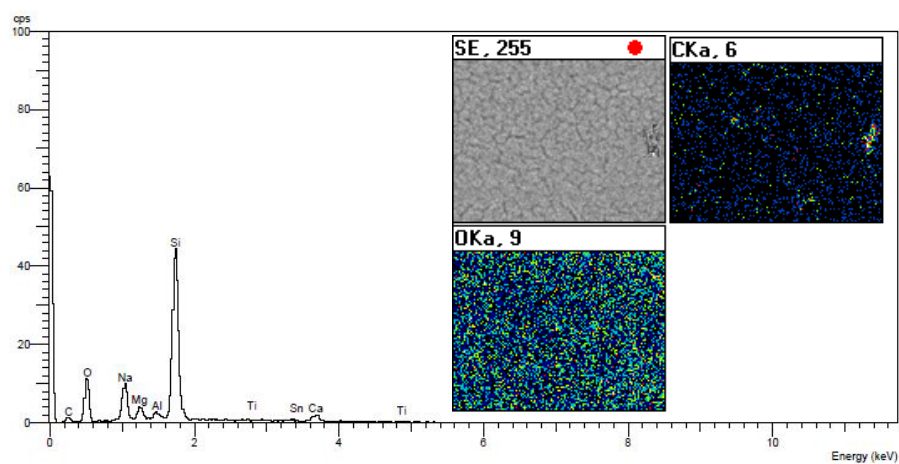


ญ. ภาพตัดขวางฟิล์มTSSA1.0

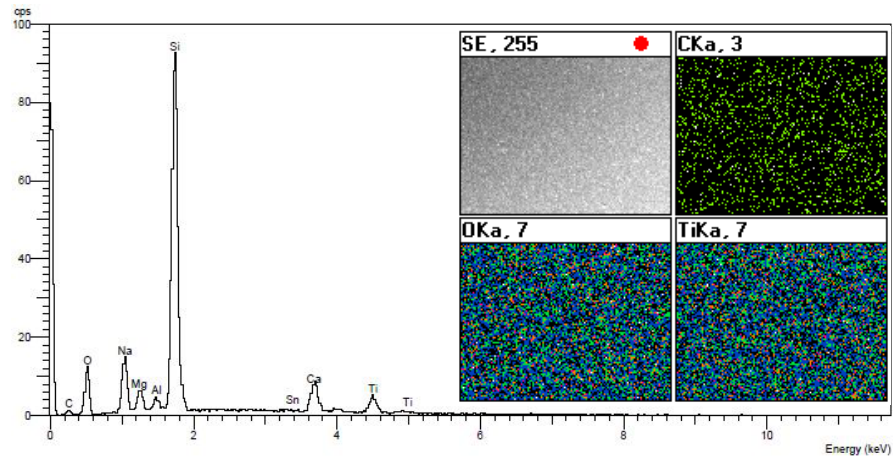
รูปที่ 3.8 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อผ่านการเคลือบผิวด้วยวิธีหมุนเหวี่ยง และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



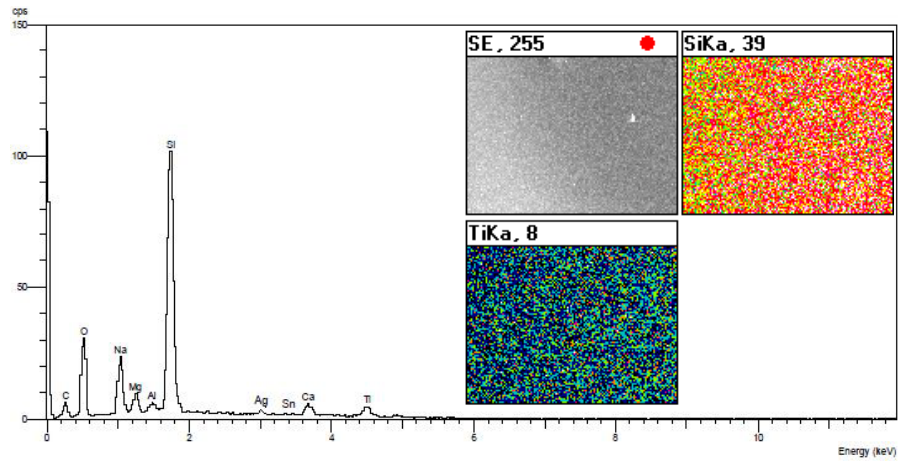
รูปที่ 3.9 EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TP



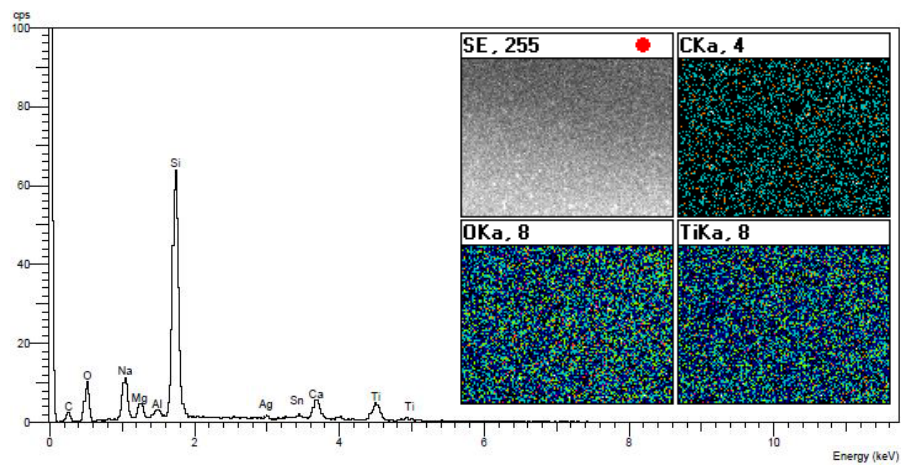
รูปที่ 3.10 EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSS



รูปที่ 3.11 EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA0.1



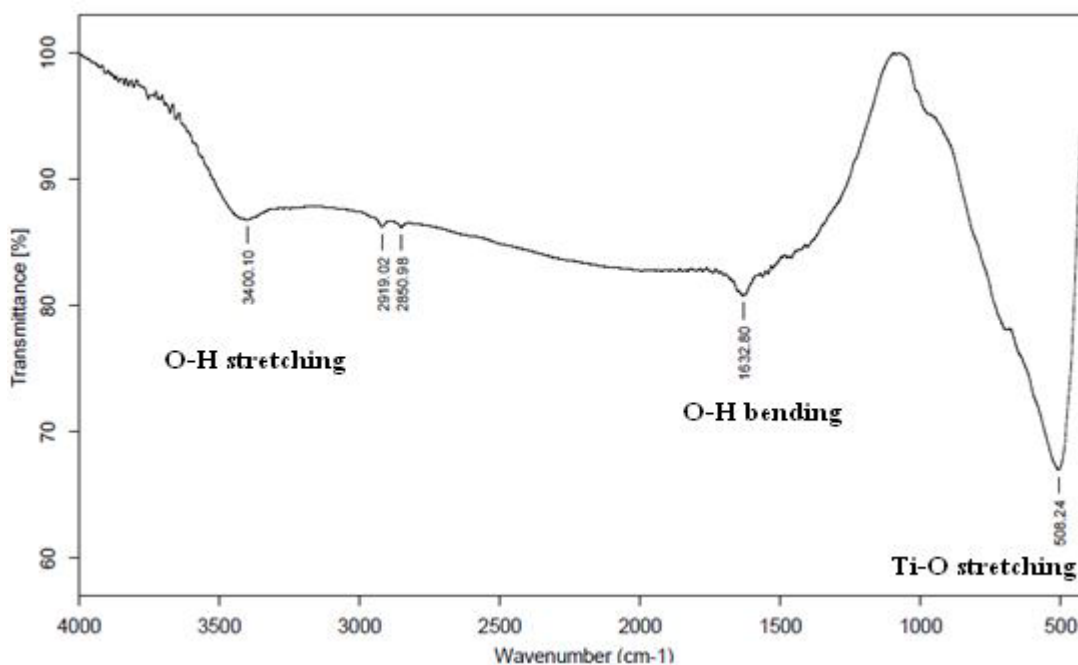
รูปที่ 3.12 EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA0.5



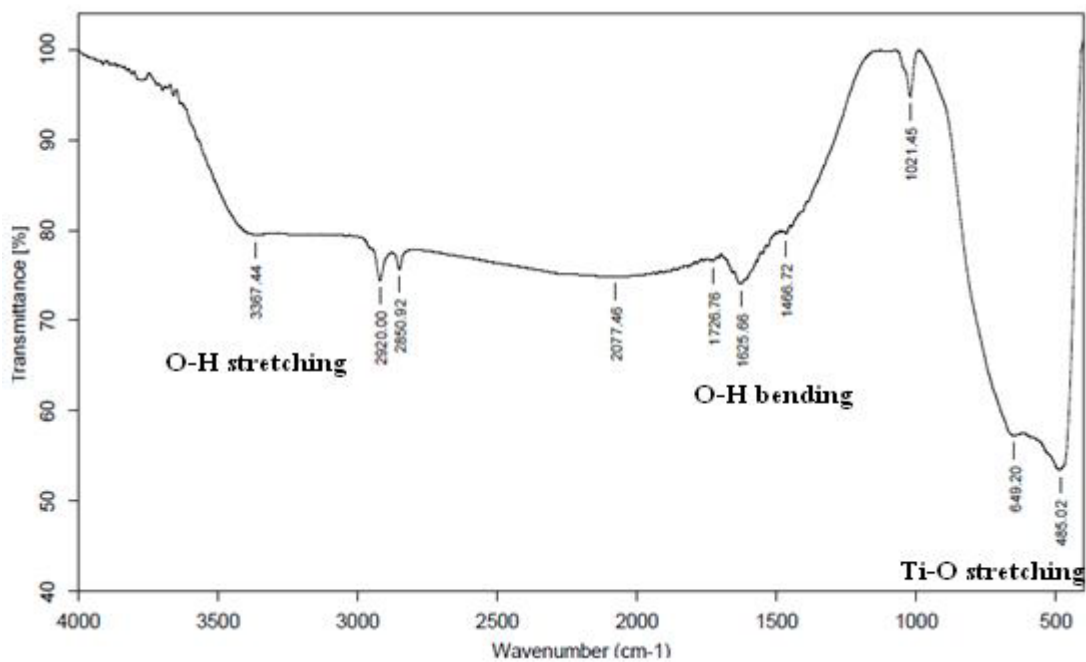
รูปที่ 3.13 EDX spectra และ mapping ของฟิล์ม TSSA1.0

3.3 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค Fourier-transformed infrared spectrophotometer (FT-IR)

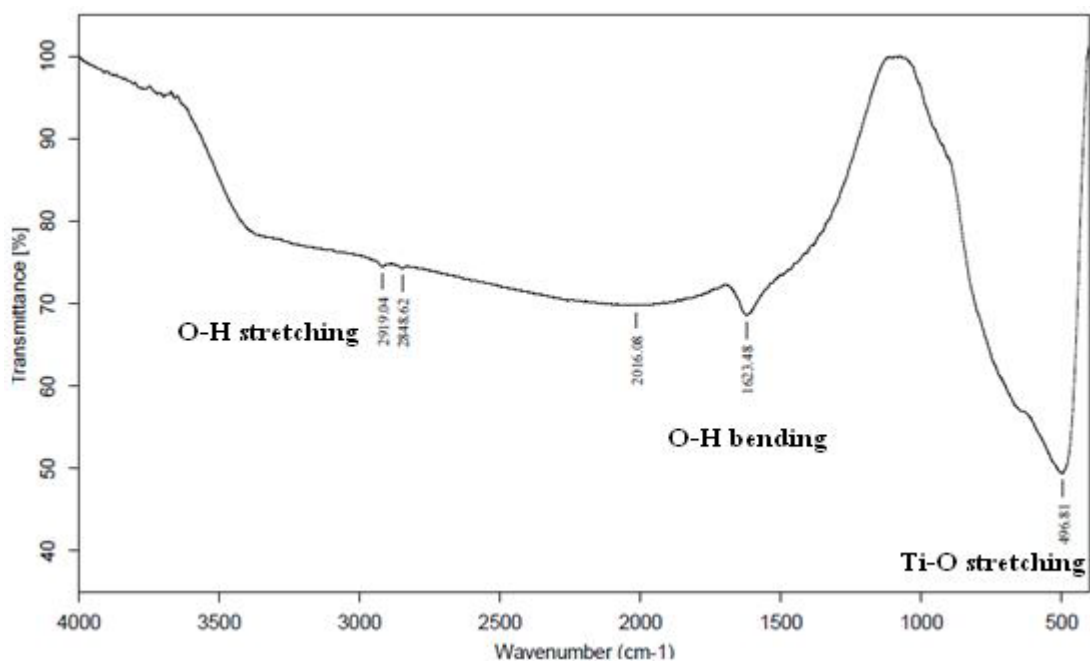
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เตรียมโดยวิธีโซล-เจล เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ดังในรูปที่ 3.14-3.17 และข้อมูลเกี่ยวกับตำแหน่งความถี่และชนิดของการสั่น (Senthilnathan et al, 2010) สรุปดังตารางที่ 3.3 เห็นได้ว่าที่เลขคลื่น $3400\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$ มีกลุ่มของ O-H stretching โดยเป็นพันธะไฮโดรเจนที่มีลักษณะพีคที่กว้าง ที่เลขคลื่น $1600\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคของ O-H bending และที่ตำแหน่งพีค $649\text{--}485\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคของ Ti-O stretching จากผล FT-IR ดังกล่าวสามารถยืนยันพันธะที่เกิดขึ้นในผงที่เตรียมได้



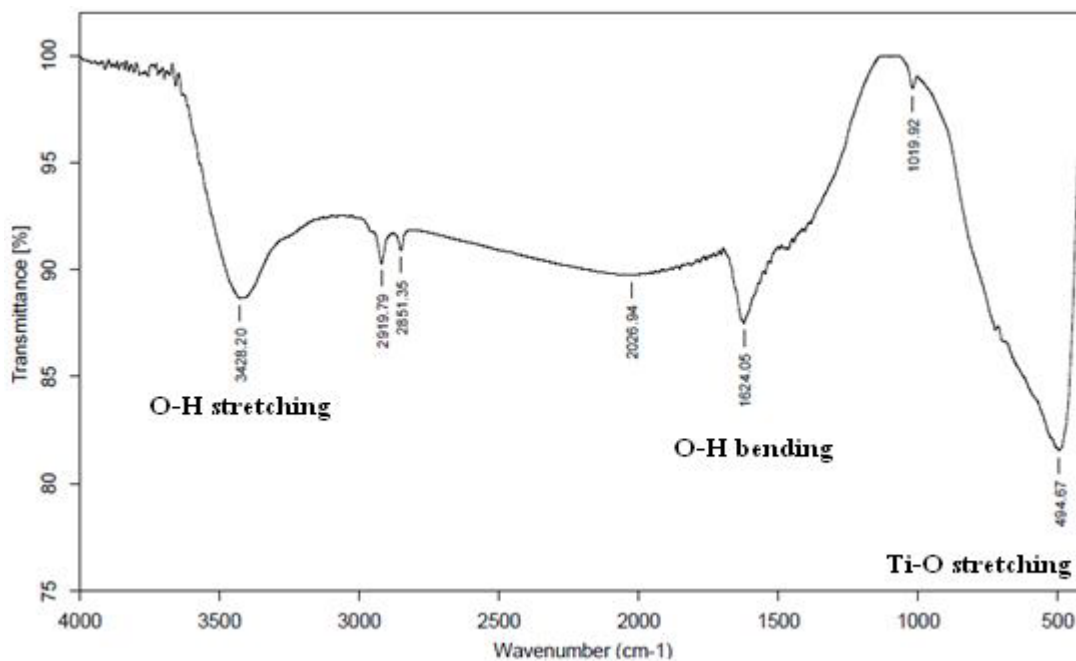
รูปที่ 3.14 FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่างTP



รูปที่ 3.15 FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่างTSS



รูปที่ 3.16 FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่างTSSA0.1



รูปที่ 3.17 FT-IR สเปกตรัมของผงตัวอย่าง TSSA1.0

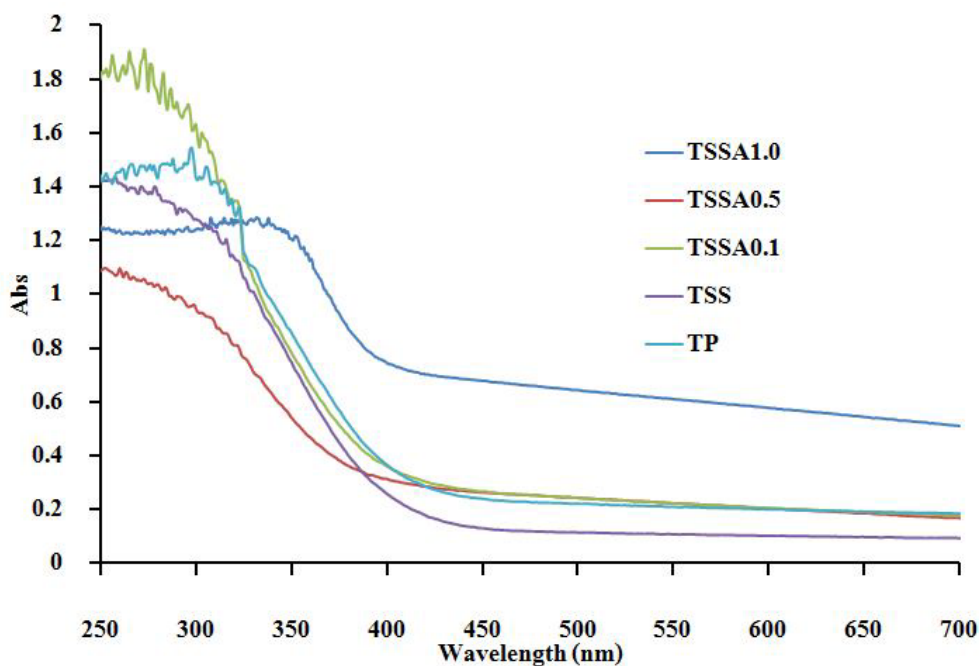
ตารางที่ 3.3 ความถี่และชนิดของการสั่นสะเทือนด้วยเทคนิค FT-IR ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (Senthilnathan et al, 2010)

ชนิดของสาร	Wave no. (cm ⁻¹)	Vibrational mode
TP	508.24	Ti-O stretching
	1632.80	O-H bending
	2850.98-3400.10	O-H stretching
TSS	485.20-649.20	Ti-O stretching
	1021.45	O-H bending
	2850.92-3367.44	O-H stretching
TSSA0.1	496.81	Ti-O stretching
	1623.48	O-H bending
	2848.62-2919.04	O-H stretching
TSSA1.0	494.67	Ti-O stretching
	1019.92-1624.05	O-H bending
	2851.35-3428.20	O-H stretching

3.4 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค Ultraviolet-visible spectrophotometer

Ultraviolet-visible spectrophotometer ถูกใช้ในการวัดการดูดกลืนแสงของผงที่สังเคราะห์และคำนวณหาแถบช่องว่างระหว่างพลังงานของผง TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 โดยเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 3.18 ในการทดสอบใช้ BaSO_4 เป็นตัวอ้างอิงแถบพลังงานของผงไทเทเนียมไดออกไซด์สูตรต่างๆ ที่สังเคราะห์ได้ เพื่อสะดวกในการวัดลากเส้นความชันสัมพันธ์กับเส้นโค้งของสเปกตรัมที่ได้ แล้วนำไปคำนวณหาค่าช่องว่างแถบพลังงานโดยใช้ สมการของ Plank ซึ่งช่องว่างแถบพลังงานที่คำนวณได้แสดงในตารางที่ 3.4

ผลการทดสอบพบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ผงสูตร TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 มีผลดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 410-450 นาโนเมตร แถบช่องว่างพลังงานอยู่ในช่วง 2.76-3.02 eV ซึ่งปริมาณซิลเวอร์ที่เพิ่มขึ้นมีผลทำให้สารที่สังเคราะห์ได้เลื่อนไปสู่ความยาวคลื่น Visible light เพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย เมื่อเลื่อนไปยังค่าความยาวคลื่นที่เพิ่มมากขึ้นก็จะส่งผลให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานลดลง ซึ่งจะเห็นได้ว่าในตัวอย่าง TSSA1.0 จะมีค่าแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำที่สุด เมื่อนำผลนี้ ทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของหมึกลิ้นบลู แล้วน่าจะช่วยให้ประสิทธิภาพดีขึ้นเนื่องจาก เมื่อมีพลังงานมากกระตุ้น การกระโดดของอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบการนำได้ง่ายขึ้น ทำให้ประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกน่าจะดีขึ้นด้วยการเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก สามารถทำได้ด้วยวิธีเติมโลหะหรือ ไอออนโลหะ และอโลหะ (Wang และคณะ (2005), Hou และคณะ (2007)) สำหรับงานวิจัยนี้ได้พบว่าการเติมด้วย Ag มีผลให้การดูดกลืนแสงเลื่อนจาก 410 นาโนเมตรไปยัง 450 นาโนเมตร และมีผลให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานลดลงจาก 3.2 eV ซึ่งเป็นค่าแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ (http://www.tyndall.ie/research/electronic-theory-group/cm4105/bandstructs/TiO2_b.pdf) ไปเป็น 2.76 eV ซึ่งเป็นค่าแถบช่องว่างพลังงานของงานวิจัยนี้ได้ผลมีแนวโน้มคล้ายคลึงกับงานวิจัยของ S. Rengaraj และ X.Z. Li (2006) พบว่าเมื่อปริมาณสารเติม Ag ที่เพิ่มมากขึ้นจะช่วยส่งผลให้ค่าการดูดกลืนจะมีการเลื่อนไปยังความยาวคลื่นที่มากขึ้นจาก 345 นาโนเมตร ไปยัง 360 นาโนเมตร และจะส่งผลถึงค่าแถบช่องว่างพลังงานที่ลดลงจาก 3.59 eV ไปเป็น 3.44 eV



รูปที่ 3.18 การดูดกลืน spectra ของผงสูตรต่างๆ

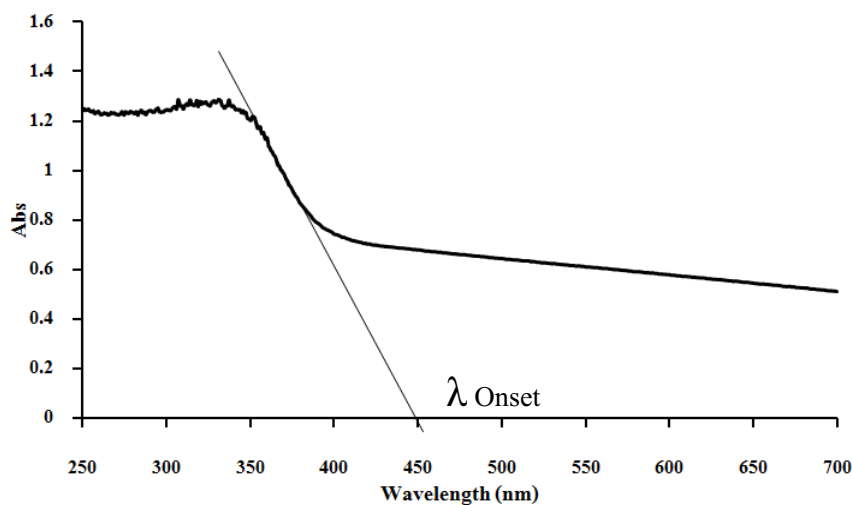
ตัวอย่างการคำนวณ ค่าแถบช่องว่างพลังงานของตัวอย่าง TSSA1.0 แสดงดังต่อไปนี้

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1,239.8}{\lambda} \quad (3.2)$$

เมื่อ E_g คือ แถบช่องว่างระหว่างพลังงาน (อิเล็กตรอนโวลต์)
 h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.67×10^{-34} จูล-วินาที)
 c คือ ความเร็วของแสง (3×10^8 เมตรต่อวินาที)
 λ คือ ความยาวคลื่นที่ดูดกลืน (เมตร)

จากรูปที่ 3.19 เมื่อลากเส้นจนตัดแกน x (Wavelength) สามารถตัดแกน x ได้ที่ 450 นาโนเมตร คือค่าความยาวคลื่นที่ดูดกลืน แทนค่าในสมการที่ 3.2 เท่ากับ

$$\begin{aligned} E_g &= \frac{hc}{\lambda} = \frac{1,239.8}{450} \\ &= 2.76 \text{ eV.} \end{aligned}$$



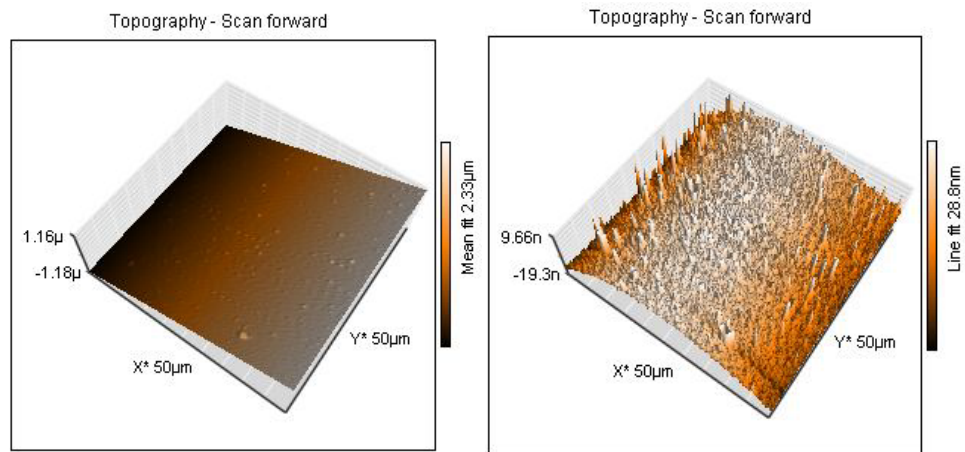
รูปที่ 3.19 ตัวอย่างการคำนวณค่าแถบช่องว่างพลังงานของตัวอย่างTSSA1.0

ตารางที่ 3.4 แถบช่องว่างพลังงานของผงไทเทเนียม ไดออกไซด์สูตรต่างๆ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

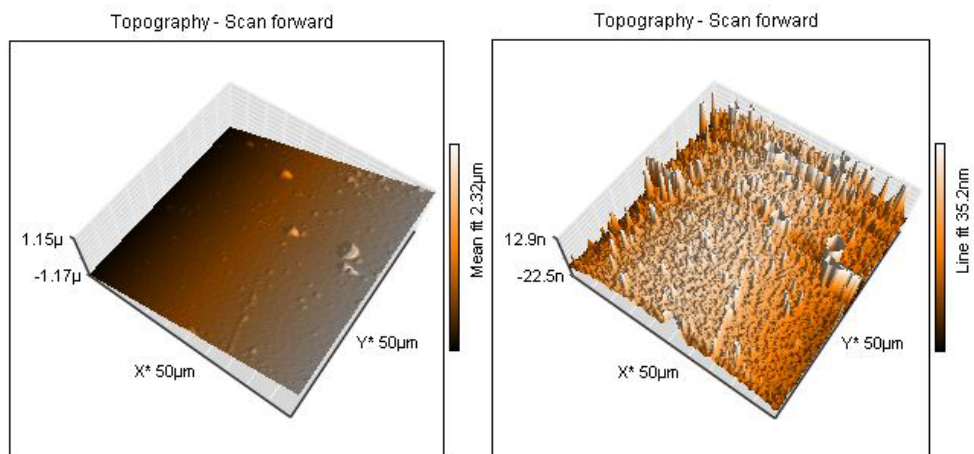
ชนิดของผง	ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)	แถบช่องว่างพลังงาน (eV)
TP	420	2.95
TSS	410	3.02
TSSA0.1	420	2.95
TSSA0.5	420	2.95
TSSA1.0	450	2.76

3.5 การวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเทคนิค Atomic Force Microscope, AFM

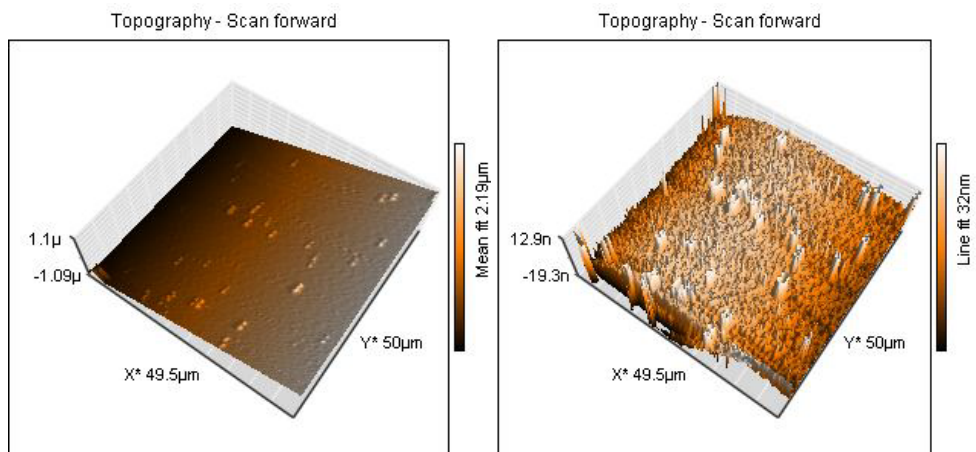
การวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างด้วยเทคนิค AFM พบว่าจากรูปที่ 3.20 เป็นฟิล์มตัวอย่าง TP มีอนุภาคขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วพื้นผิวฟิล์มอย่างสม่ำเสมอ และเมื่อมีการเติมสารทินออกไซด์และซิลิกาเข้าไปในระบบพบว่าได้อนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นบนผิวฟิล์ม และเมื่อเติมสารซิลเวอร์เข้าไปในระบบในปริมาณที่มากขึ้นจาก 0.1-1.0 โมล (รูปที่ 3.47-3.49) พบว่าเกิดอนุภาคขนาดใหญ่เพิ่มมากขึ้นเกาะอยู่บนผิวฟิล์ม ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 3.46 ซึ่งเป็นตัวอย่าง TSS ซึ่งเป็นตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารซิลเวอร์ แล้วพบอนุภาคขนาดใหญ่เกาะอยู่บนผิวฟิล์มมากกว่า เพราะฉะนั้น อนุภาคที่เกาะบนผิวฟิล์มที่เพิ่มมากขึ้นนี้ เป็นอนุภาคของซิลเวอร์ ซึ่งจับพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้นเมื่อปริมาณซิลเวอร์เพิ่มมากขึ้น



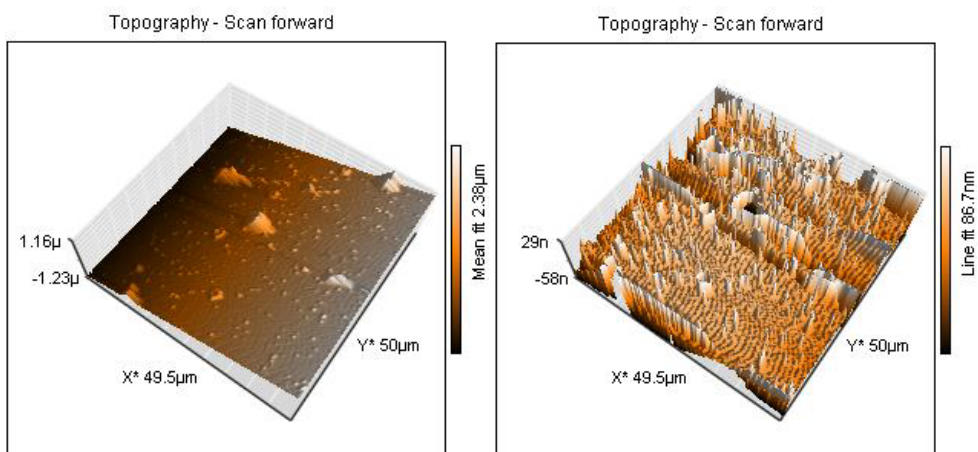
รูปที่ 3.20 ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TP



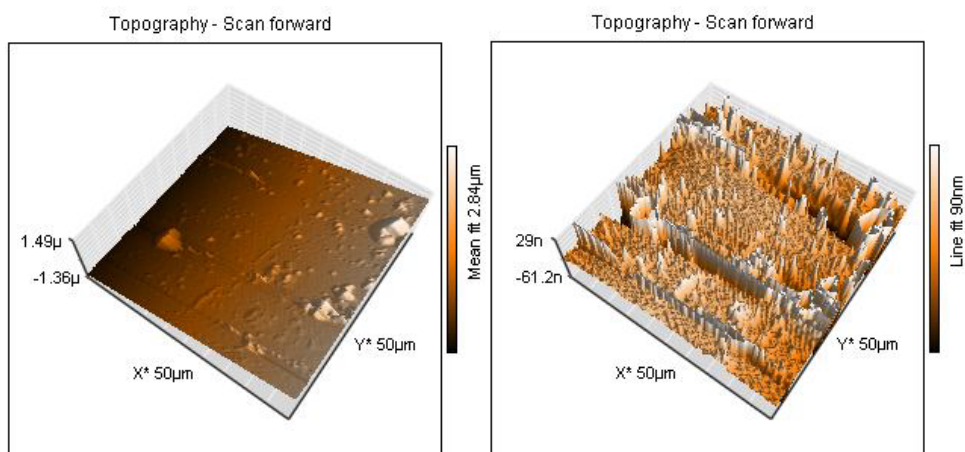
รูปที่ 3.21 ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSS



รูปที่ 3.22 ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA0.1



รูปที่ 3.23 ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA0.5



รูปที่ 3.24 ภาพถ่าย AFM ความขรุขระของผิวฟิล์ม TSSA1.0

3.6 ค่า Refractive Index

จากการทดสอบค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มตัวอย่าง ด้วยเครื่อง ABBE Refractometer ดังแสดงในตารางที่ 3.5 พบว่าค่าที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันในแต่ละตัวอย่างและไม่มีความแตกต่างกันแม้เทียบกับแผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการเคลือบก็ตาม เมื่อพิจารณาอนุภาคที่เพิ่มมากขึ้นนี้ ในตัวอย่าง TSSA1.0 เทียบกับตัวอย่าง TSS ซึ่งเป็นการเติมซิลเวอร์พบว่า TSSA1.0 มีอนุภาคขนาดใหญ่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งผลนี้สามารถคาดการณ์ได้ว่า อนุภาคที่เพิ่มมากขึ้นนี้คืออนุภาคซิลเวอร์ที่เติมลงไป

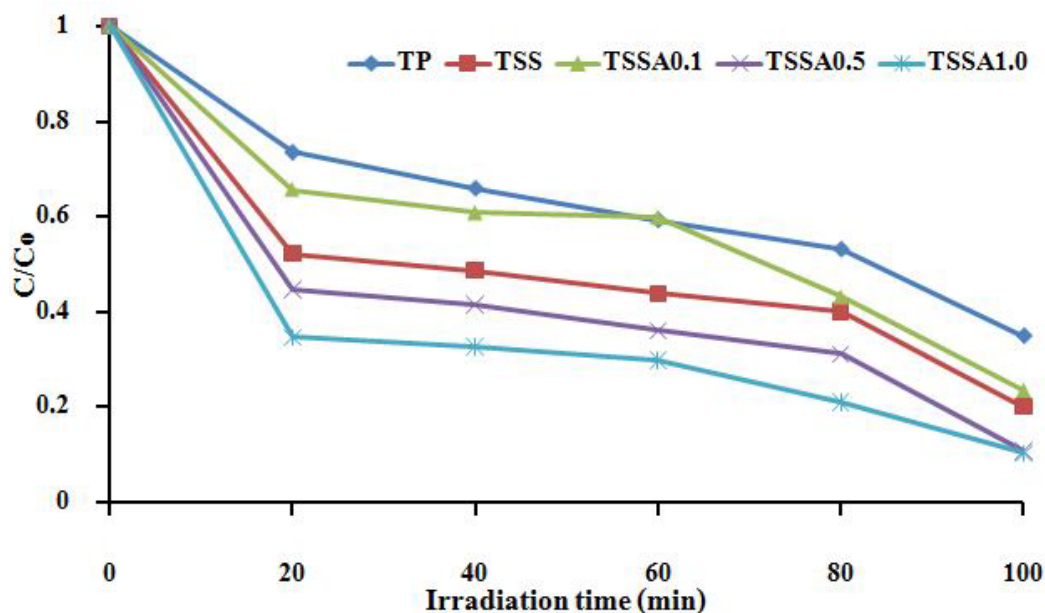
ตารางที่ 3.5 ค่า Refractive Index

ตัวอย่าง	RI _{Average}
แผ่นแก้ว	1.52
TP	1.52
TSS	1.52
TSSA0.1	1.52
TSSA0.5	1.52
TSSA1.0	1.52

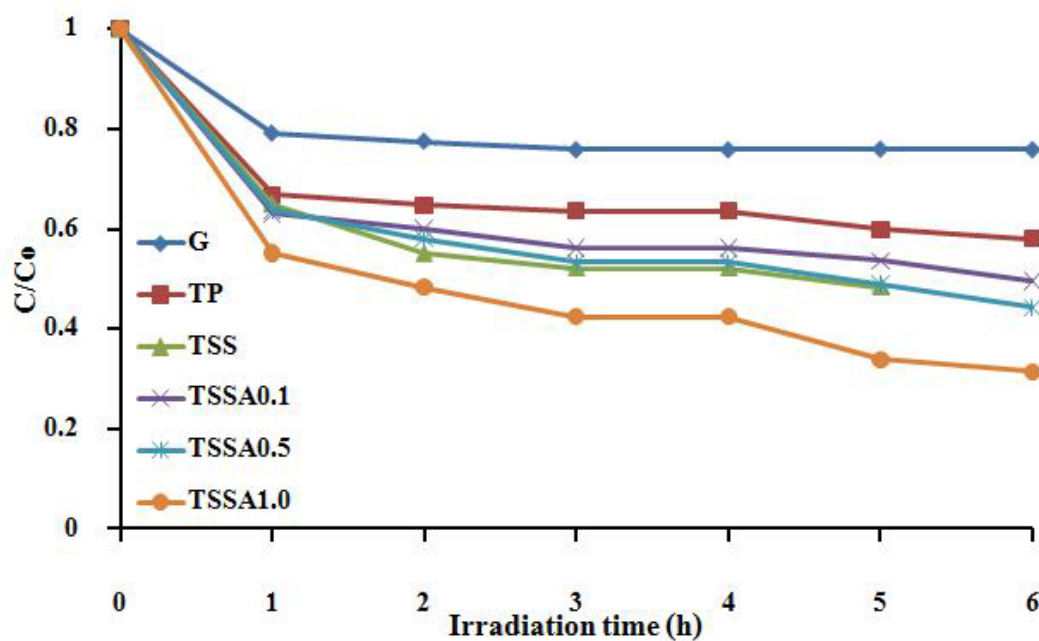
3.7 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู

จากการทดลองทดสอบปฏิกิริยาการย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู โดยใช้ผงและฟิล์ม ดังแสดงในรูปที่ 3.25-3.26 ตามลำดับ ซึ่งมีตัวอย่าง TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 โดยเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาทดสอบเป็นเวลา 100 นาที เมื่อทดสอบด้วยผง ตัวอย่าง และ 6 ชั่วโมง เมื่อทดสอบด้วยฟิล์มตัวอย่าง จากรูปที่ 3.25 เมื่อนำผลการทดสอบมาเทียบ กันทุกสูตร ที่อุณหภูมิเผา 500 องศาเซลเซียส ณ เวลาทดสอบที่ 100 นาที ภายใต้แสง อัลตราไวโอเลต ผลการทดสอบพบว่าผงตัวอย่าง TSSA1.0 มีแนวโน้มที่สามารถย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลูได้ดีที่สุด เมื่อเทียบกับตัวอย่างอื่นดังแสดงในรูปที่ 3.25 ซึ่งเป็นไปในทิศทางเดียวกันกับ การทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสี เมทิลีนบลู ด้วยฟิล์มตัวอย่างตัวอย่าง TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต (รูปที่ 3.26) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แต่ ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ (รูปที่ 3.27) นั้น ให้ผลที่ น้อยกว่าภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต แสดงในรูปที่ 3.29 จากผลการทดสอบค่าแถบช่องว่างพลังงาน ซึ่งพบว่าในตัวอย่าง TSSA1.0 ให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานที่ แคบที่สุดซึ่งจะส่งผลต่อค่า ประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกที่ดีขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Hou และคณะ (2007) จะพบว่า การเติม SnO₂ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกใน TiO₂ นั้น ค่า แถบช่องว่างพลังงานของ SnO₂ มีค่าเท่ากับ 3.8 eV และ TiO₂ มีค่าเท่ากับ 3.2 eV ซึ่ง SnO₂ กว้างกว่า TiO₂ ดังนั้น ตำแหน่งแถบการนำของ SnO₂ มีค่าต่ำกว่า TiO₂ เมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยพลังงาน จากแสงยูวีที่มากพอ อิเล็กตรอนจะหลุดจากแถบเวเลนซ์ไปยังแถบการนำของ TiO₂ ทำให้ อิเล็กตรอนในแถบการนำสามารถเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำของ SnO₂ ซึ่งมีพลังงานน้อยกว่าได้ และจะถูกกักเก็บไว้ที่ผิวของ SnO₂ ทำให้ลดระยะเวลาในการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนและ

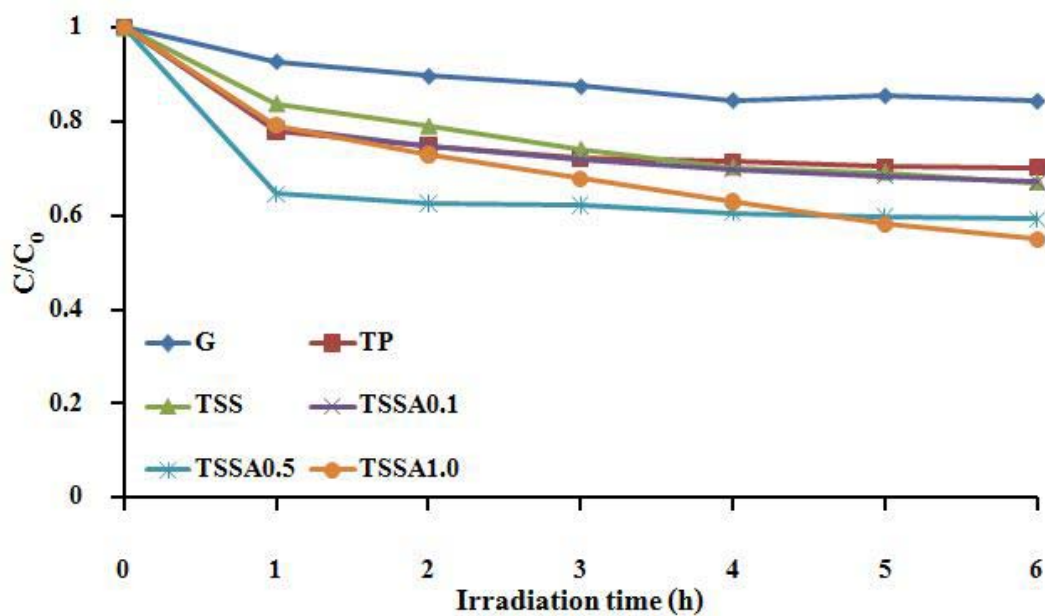
หลุมประจุบวกใน TiO_2 มีผลให้หลุมประจุบวกที่เกิดบนผิวของ TiO_2 สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและทำให้ประสิทธิภาพสูงขึ้น



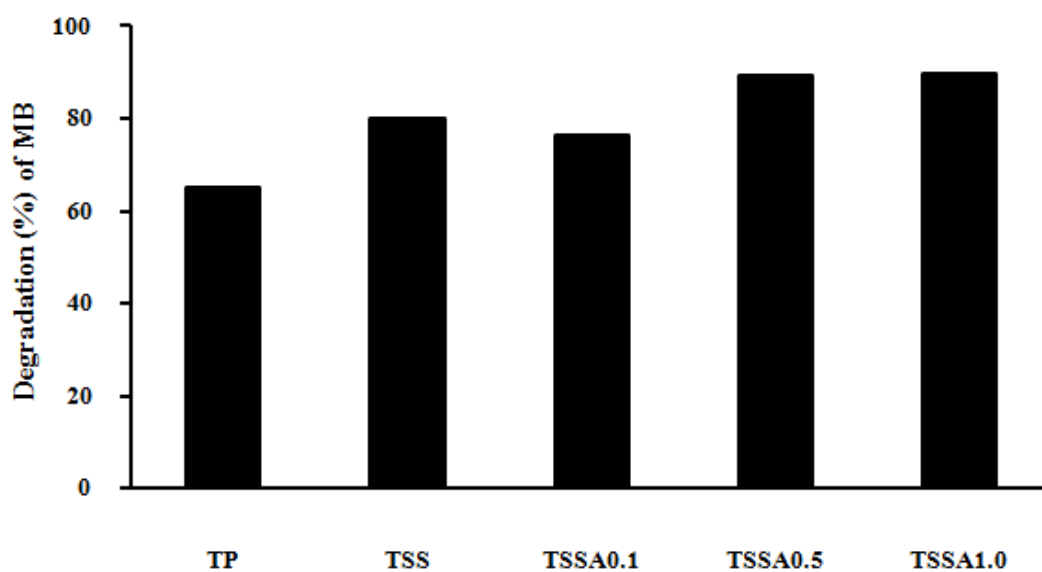
รูปที่ 3.25 ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C_0 ของ เมทิลีนบลู ของผงตัวอย่าง ภายในเวลา 100 นาทีของการรับแสงอัลตราไวโอเล็ต เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



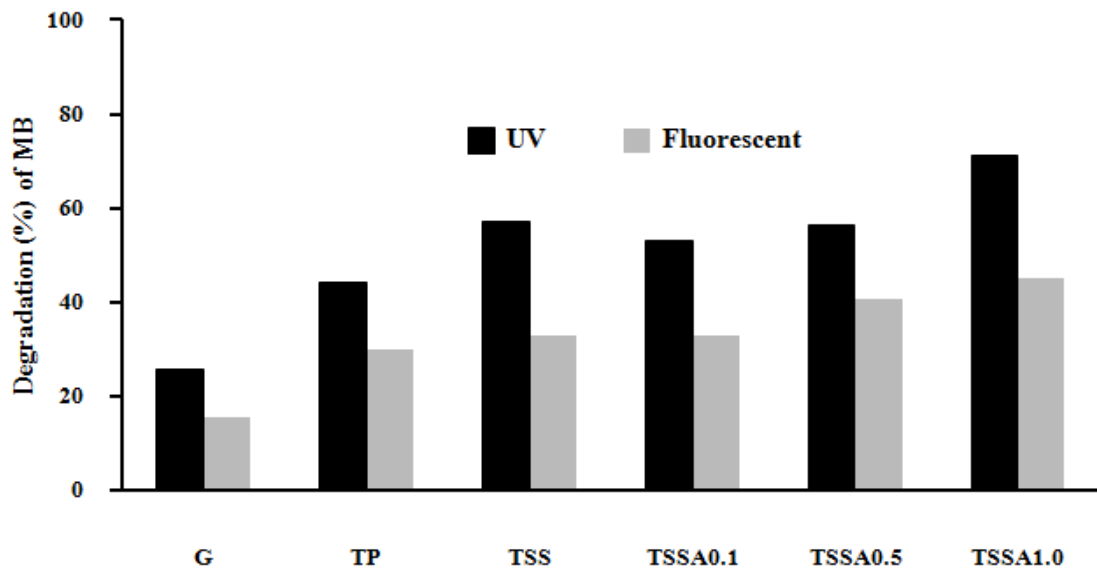
รูปที่ 3.26 ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C_0 ของ เมทิลีนบลู ของฟิล์มตัวอย่าง ภายในเวลา 6 ชั่วโมงของการรับแสงอัลตราไวโอเล็ต เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.27 ความสัมพันธ์อัตราส่วน C/C_0 ของ เมทิลีนบลูของฟิล์มตัวอย่าง ภายในเวลา 6 ชั่วโมงการรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส


















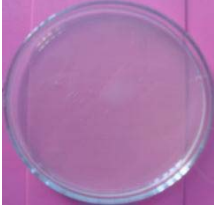


รูปที่ 3.28 การย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ของผงตัวอย่าง ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตที่เวลา 100 นาที



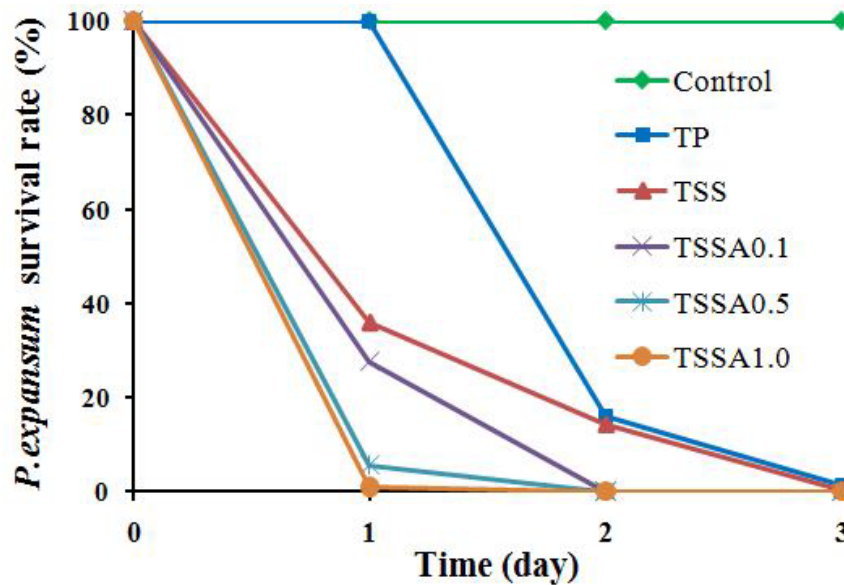
รูปที่ 3.29 การย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลู ของฟิล์มตัวอย่าง ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและฟลูออเรสเซนต์ที่เวลา 6 ชั่วโมง

3.8 อิทธิพลของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

จากรูปที่ 3.30 เป็นการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 2.5×10^5 CFU/ml ด้วยผงตัวอย่าง TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ปริมาณ 250 มิลลิกรัม เวลาการรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 1, 2 และ 3 วันตามลำดับ พบว่า ที่เวลาการรับแสงอัลตราไวโอเล็ต 1 วัน ภายหลังจากบ่มเป็นเวลา 2 วัน มีปริมาณเชื้อ *P. expansum* ลดลงเมื่อมีปริมาณการเติมสารซิลเวอร์เพิ่มมากขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสูตร TP และ TSS พบว่า ที่สูตร TSS มีผลยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้ดีกว่าเมื่อใช้เวลารับแสงอัลตราไวโอเล็ตผ่านไป 1 วัน แต่เมื่อใช้เวลารับแสงอัลตราไวโอเล็ตที่นานขึ้น ผลที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนัก และเมื่อมีการเติมสารซิลเวอร์เข้าไปในระบบ พบว่าซิลเวอร์ช่วยส่งเสริมการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* เมื่อเวลารับแสงอัลตราไวโอเล็ต (รูปที่ 3.30) ภายใน 3 วัน พบว่าในตัวอย่าง TSSA1.0 มีผลในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราได้ 100% จากงานวิจัยของ Maneerat และคณะ ทำการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* ของผงตัวอย่าง TiO_2 เช่นกัน พบว่าเมื่อใช้ปริมาณ 10mg TiO_2 /ml ภายใต้แสง UVA นั้นให้ผลที่ดีที่สุด ซึ่งมีขนาดเพียง 7 นาโนเมตร แต่ก็ยังแย่กว่างานวิจัยที่ได้ทำการศึกษา ซึ่งมีขนาดถึง 14 ไมโครเมตร

	เวลารับแสง (วัน)		
	1	2	3
<i>P. expansum</i> (control)			
TP			
TSS			
TSSA0.1			
TSSA0.5			
TSSA1.0			

รูปที่ 3.30 เชื้อ *P. expansum* เมื่อถูกยับยั้งการเจริญเติบโตด้วยผงไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 1, 2 และ 3 วันตามลำดับ



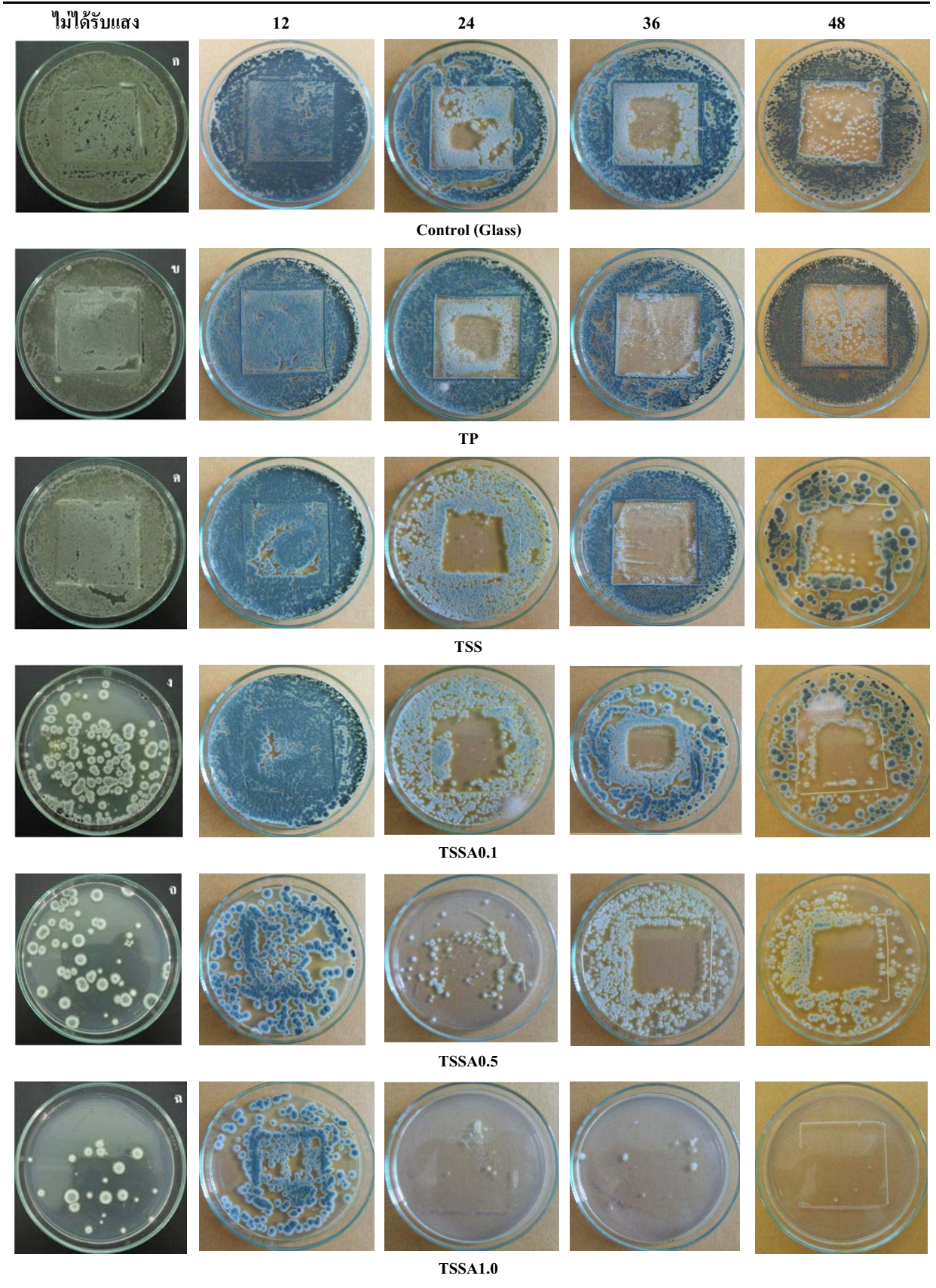
รูปที่ 3.31 ปริมาณเชื้อที่สามารถเจริญเติบโตได้ภายหลังการทดสอบที่เวลาต่างกัน

3.9 อิทธิพลของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* เมื่อไม่ได้รับแสง รับแสงอัลตราไวโอเล็ต และรับแสงฟลูออเรสเซนต์

จากรูปที่ 3.32 เป็นการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยฟิล์มที่สังเคราะห์ได้เมื่อไม่ได้รับแสง พบว่าที่สูตรต่างๆ แทบไม่เห็นผลที่แตกต่างกัน และพบว่าแสงมีส่วนช่วยในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* โดยรูปที่ 3.32 เมื่อทดสอบภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต และภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ (รูปที่ 3.33) ได้

การทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยการสัมผัสฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 12, 24, 36 และ 48 ชั่วโมง (รูปที่ 3.32) พบว่า เมื่อให้เวลารับแสงเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* มีผลเมื่อสัมผัสฟิล์มเมื่อมีการเติมสารซิลเวอร์ที่สูตร TSSA0.5 และ TSSA1.0 แสดงให้เห็นว่าปริมาณซิลเวอร์มีผลต่อประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ภายใต้การรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเพียง 12 ชั่วโมงเท่านั้น และเมื่อใช้เวลารับแสงเพิ่มมากขึ้นที่ 24 ชั่วโมง เมื่อระยะเวลาการสัมผัสฟิล์มที่นานขึ้นภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตมีผลต่อการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* แม้เป็นเพียงแผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยฟิล์มก็ตาม แต่อิทธิพลของฟิล์มมีผลต่อประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรามากกว่าเช่นกัน สังเกตได้จากเมื่อมีการเติมสารตัวเติมต่างๆ เช่น คีบูกออกไซด์ และ ซิลเวอร์ ในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น ส่งผลต่อประสิทธิภาพการยับยั้ง

การเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้จริง โดยเฉพาะในฟิล์มชนิด TSSA1.0 สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* เกือบ 100% และเมื่อเพิ่มเวลารับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็น 36-48 ชั่วโมง ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* มีเพิ่มมากขึ้น

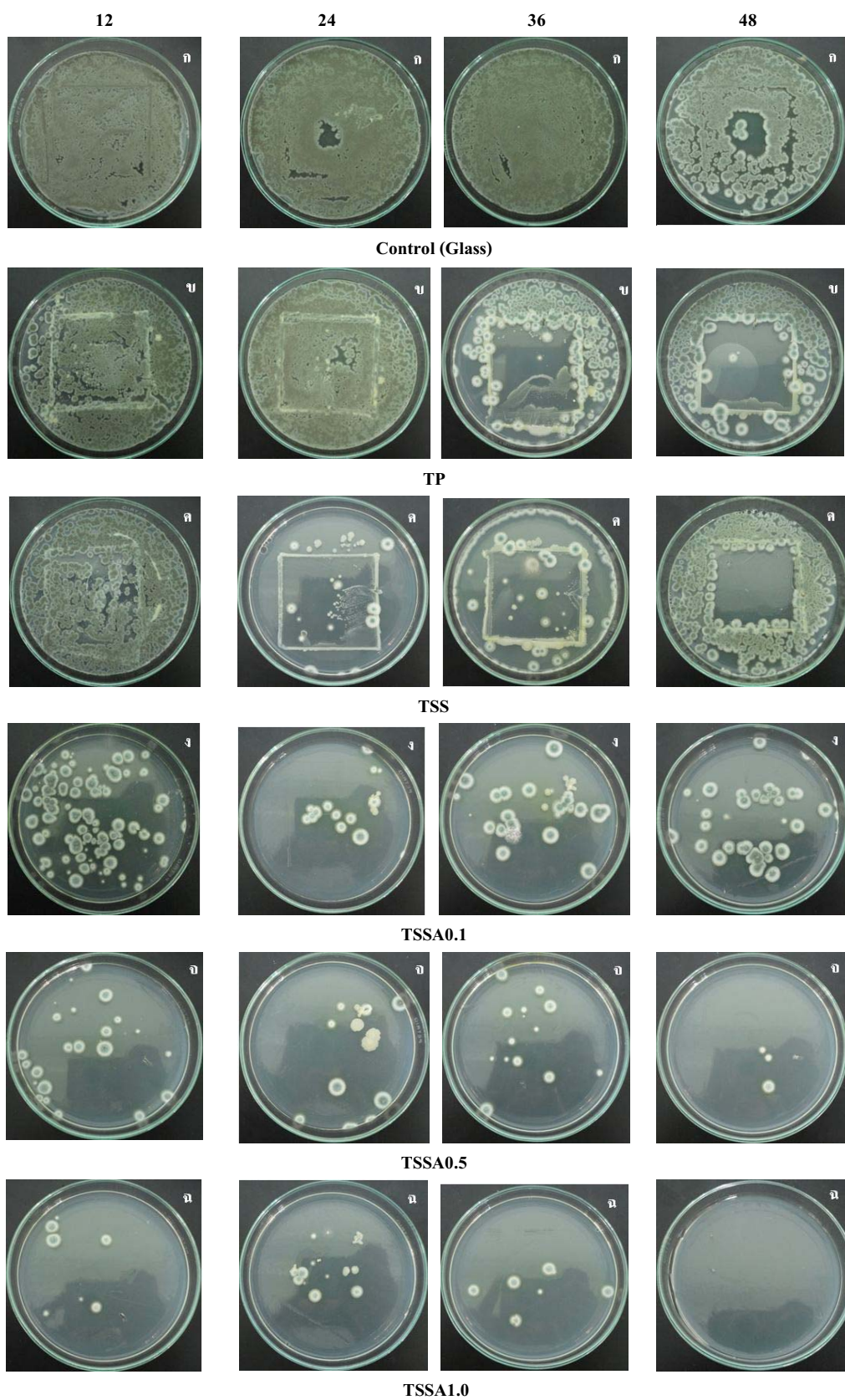


รูปที่ 3.32 การทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยการสัมผัสฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 เมื่อไม่ได้รับแสงและรับแสงอัลตราไวโอเล็ต

จากรูปที่ 3.33 เป็นการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ด้วยฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 12, 24, 36 และ 48 ชั่วโมง พบว่าชนิดของฟิล์มมีผลต่อประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* เมื่อมีการสัมผัสด้วยฟิล์มชนิด TP และ TSS พบว่าผลที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันมากนักแต่เมื่อมีการสัมผัสด้วยฟิล์ม TSSA0.1 เริ่มเห็นผลมากขึ้นสังเกตได้จากพื้นผิวบริเวณที่มีการสัมผัสฟิล์มเริ่มมีปริมาณเชื้อที่สามารถเจริญเติบโตได้ลดน้อยลง จนเหลือประมาณ 2 โคโลนีเท่านั้นเมื่อสัมผัสด้วยฟิล์ม TSSA1.0 ซึ่งระยะเวลาที่เพิ่มมากขึ้นเป็น 24 ชั่วโมงให้ผลไม่แตกต่างกันมากนักเมื่อเทียบกับเวลา 12 ชั่วโมง ยกเว้น เมื่อสัมผัสด้วยฟิล์ม TSS และ TSSA0.1 ให้ผลที่เด่นชัดมากขึ้นในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* เมื่อเพิ่มระยะเวลาที่รับแสงเป็น 36-48 ชั่วโมงพบว่าสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้ โดยที่ตัวอย่าง TP และ TSS เมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 36 ชั่วโมงพบว่าเชื้อสามารถเจริญเติบโตได้บริเวณขอบของฟิล์มและมีเจริญเติบโตขึ้นบ้างเล็กน้อยบริเวณพื้นที่ใต้ฟิล์ม และเมื่อฟิล์มเป็น TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 พบเชื้อเจริญเติบโตลดลงตามลำดับ จากตัวอย่างที่ผ่านการรับแสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 48 ชั่วโมงพบว่า สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้ 100% เมื่อสัมผัสด้วยฟิล์ม TSSA1.0

รูปที่ 3.33

เวลาเริ่มแสงฟลูออเรสเซนซ์ (ชั่วโมง)

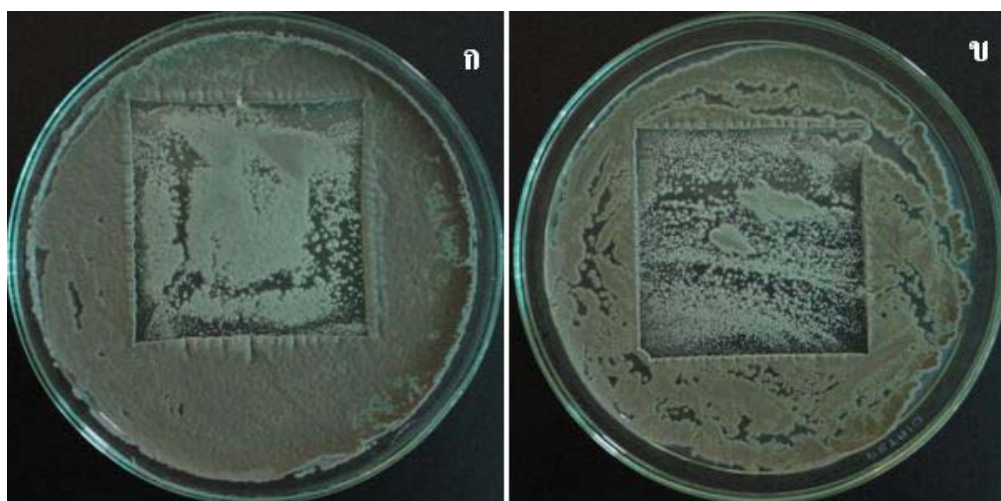


รูปที่ 3.33 การทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^4 CFU/ml ด้วยการสัมผัสฟิล์ม TP, TSS, TSSA0.1, TSSA0.5 และ TSSA1.0 เมื่อไม่ได้รับแสงและรับแสงฟลูออเรสเซนส์

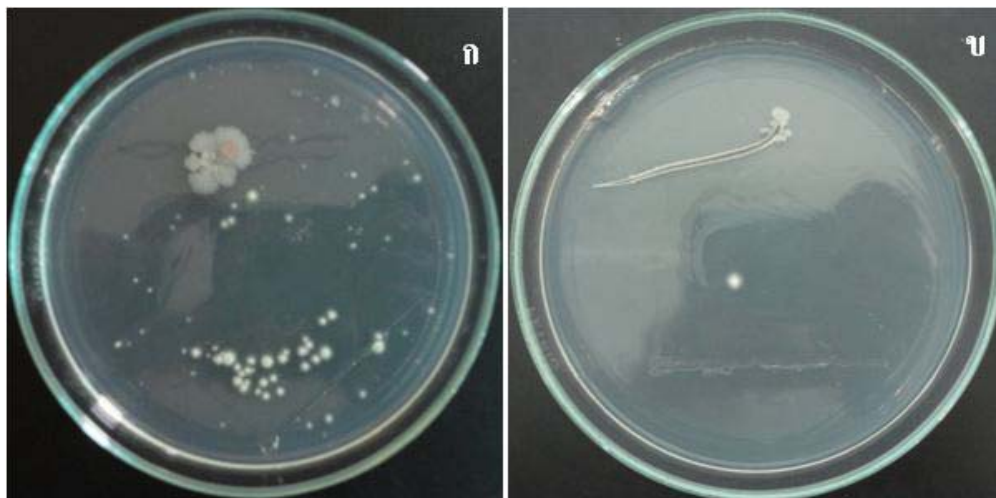
3.10 อิทธิพลของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ภายใต้แสงชนิดต่างๆ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.10.1 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum*

จากรูปที่ 3.34-3.36 พบว่าสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ที่ความเข้มข้นเท่ากับ 1×10^3 CFU/ml ได้ดีเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตมากกว่ารับแสงฟลูออเรสเซนส์และไม่ได้รับแสง เมื่อเปรียบเทียบอิทธิพลตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบฟิล์มตัวอย่าง TSSA1.0 และตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเคลือบฟิล์มพบว่าตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบฟิล์ม TSSA1.0 ส่งผลต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *P. expansum* ได้

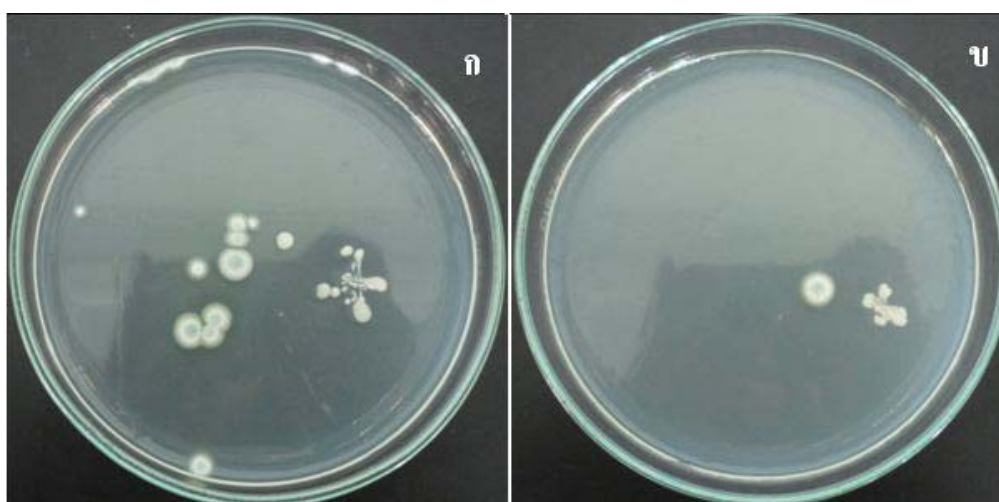


รูปที่ 3.34 ตัวอย่างเชื้อ *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อไม่ได้รับแสง



รูปที่ 3.35 ตัวอย่างเชื้อ *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข.

TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



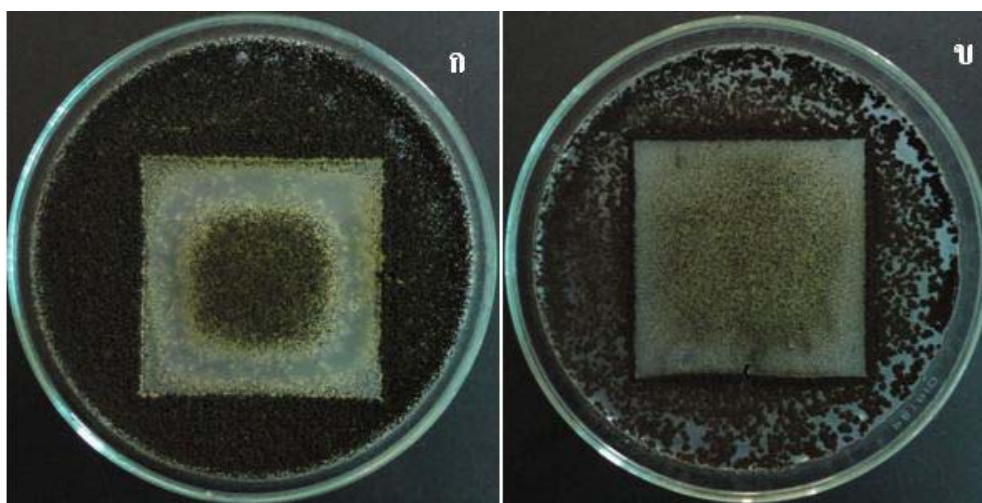
รูปที่ 3.36 ตัวอย่างเชื้อ *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข.

TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

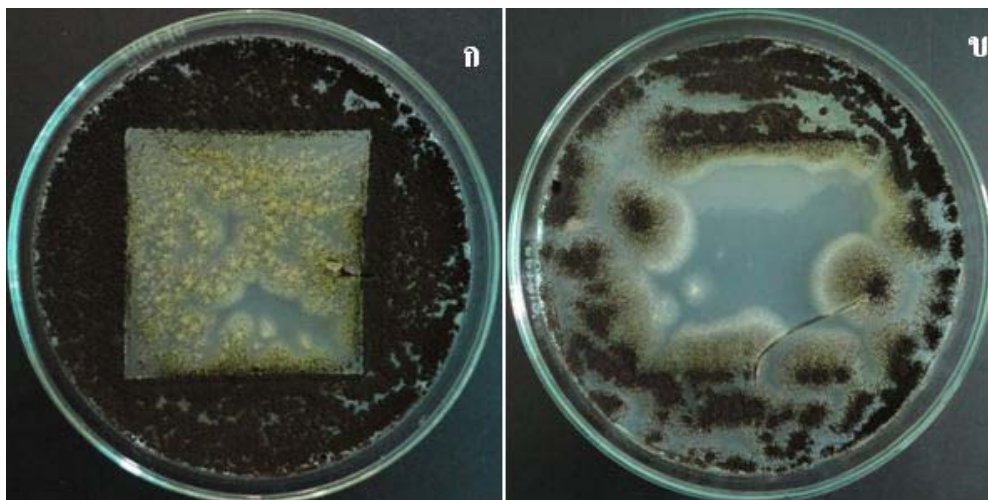
3.10.2 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp.

จากรูปที่ 3.37 เป็นการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อตัวอย่างไม่ผ่านการรับแสง พบว่าทั้งสัมผัสด้วยแผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยฟิล์มตัวอย่างและผ่านการเคลือบด้วยฟิล์ม TSSA1.0 ไม่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. ได้ และเมื่อตัวอย่างรับแสง

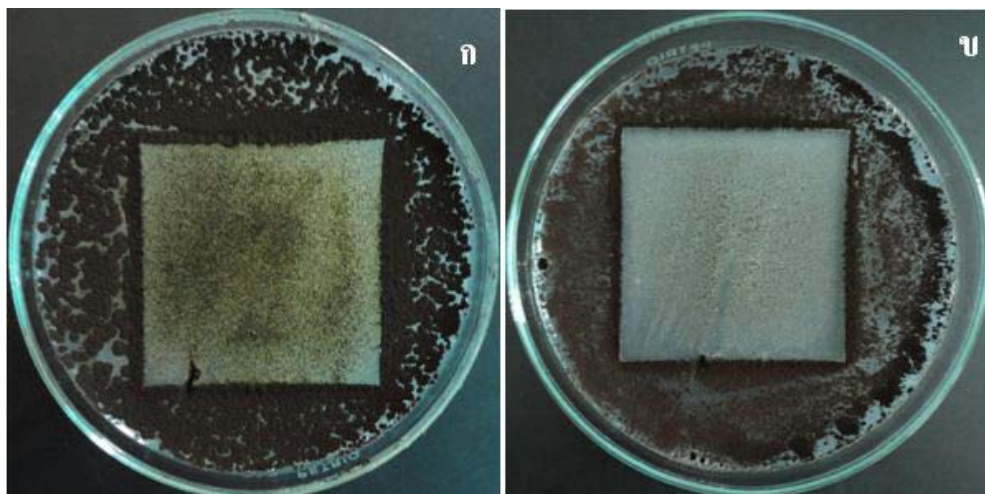
อัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (รูปที่ 3.38) พบว่าจำนวนเชื้อที่สามารถเจริญเติบโตได้ภายหลังการสัมผัสแผ่นแก้วและฟิล์ม TSSA1.0 แสดงผลที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน โดยที่สัมผัสด้วยแผ่นแก้วปกติ มีเชื้อเจริญเติบโตอยู่ทั่วไปอย่างหนาแน่น ส่วนตัวอย่างที่สัมผัสด้วยฟิล์ม TSSA1.0 นั้นสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. ได้โดยเชื้อเจริญเติบโตเฉพาะบริเวณที่ไม่สัมผัสฟิล์มเท่านั้น ส่วนตัวอย่างเชื้อที่ผ่านการรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ (รูปที่ 3.39) นั้นให้ผลการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราที่น้อยกว่าการรับแสงอัลตราไวโอเล็ต โดยยังมีเชื้อที่สามารถเจริญเติบโตภายใต้ฟิล์มได้ ซึ่งกระจายอยู่ทั่วไป แต่ยังมีปริมาณเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. ที่น้อยกว่าตัวอย่างที่ไม่ได้รับแสงและตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยฟิล์ม แสดงว่าฟิล์มที่สังเคราะห์ได้มีผลต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. ได้ และประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้นเมื่อมีการรับแสงอัลตราไวโอเล็ตและฟลูออเรสเซนซ์



รูปที่ 3.37 ตัวอย่างเชื้อ *Aspergillus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film ไม่ได้รับแสง



รูปที่ 3.38 ตัวอย่างเชื้อ *Aspergillus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

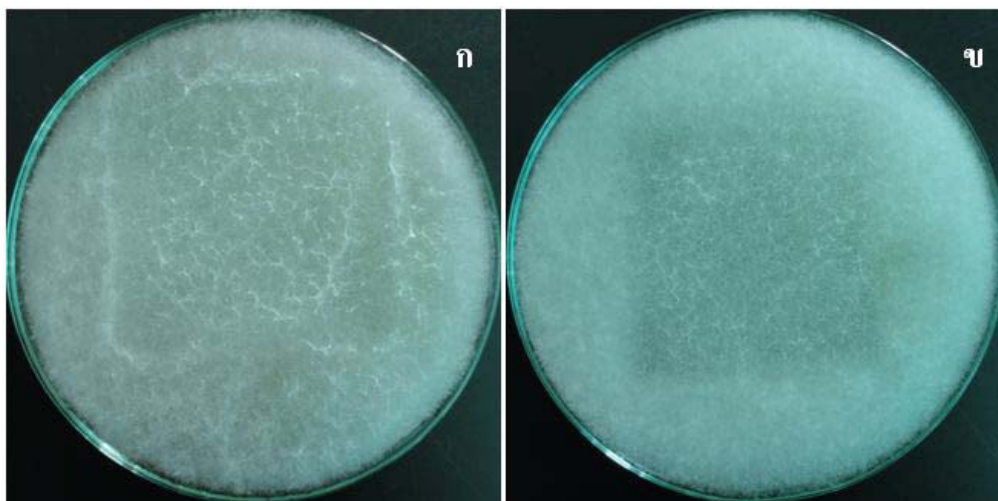


รูปที่ 3.39 ตัวอย่างเชื้อ *Aspergillus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

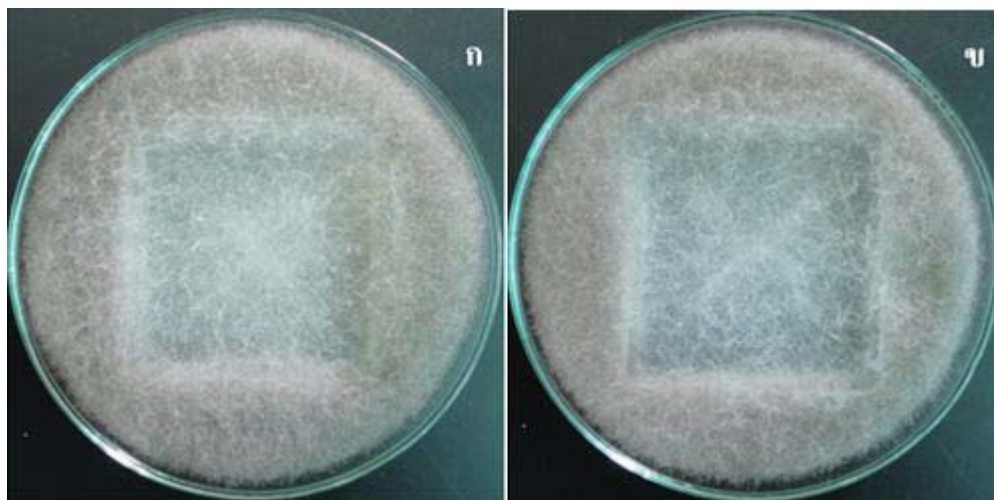
3.10.3 ประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp.

จากรูปที่ 3.40-3.42 เป็นการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. ที่ความเข้มข้นเท่ากับ 1×10^3 CFU/ml ตัวอย่างที่ใช้ทดสอบคือ แผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการเคลือบ และตัวอย่างฟิล์ม TSSA1.0 เมื่อไม่ได้รับแสง (รูปที่ 3.40) รับแสงอัลตราไวโอเล็ต (รูปที่ 3.41) และรับแสงฟลูออเรสเซนต์ (รูปที่ 3.42) จากผลการทดสอบพบว่า อิทธิพลของแสงที่ใช้ใน

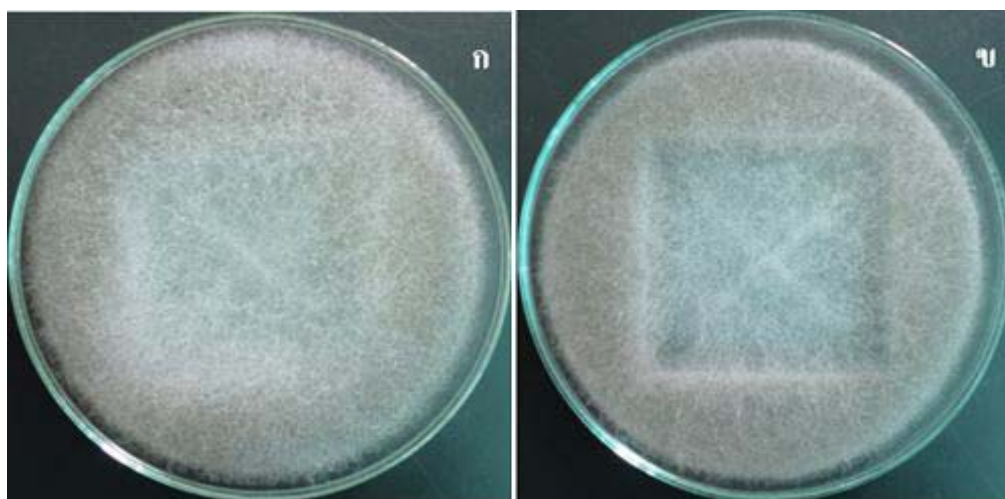
การทดสอบมีผลต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. โดยเมื่อตัวอย่างไม่ผ่านการรับแสงเชื้อเจริญเติบโตเต็มจานเพาะเชื้อ แม้สัมผัสด้วยฟิล์ม TSSA1.0 ก็ตาม เนื่องจากเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. มีการสร้างสปอร์อย่างรวดเร็ว โดยที่ลักษณะของสปอร์ฟูเต็มจานเพาะเชื้ออย่างรวดเร็วแม้ระยะเวลาการบ่มยังไม่ครบ 48 ชั่วโมงทำให้สังเกตปริมาณเชื้อได้ยาก และเมื่อตัวอย่างรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (รูปที่ 3.41) พบว่าฟิล์ม TSSA1.0 สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. ได้เมื่อเทียบกับตัวอย่างแผ่นแก้วที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยฟิล์มและไม่ได้รับแสง เมื่อทดสอบภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ (รูปที่ 3.42) พบว่าสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. ได้แต่มีประสิทธิภาพน้อยกว่าทดสอบภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต



รูปที่ 3.40 ตัวอย่างเชื้อ *Rhizopus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข. TSSA1.0 film และเมื่อไม่ได้รับแสง



รูปที่ 3.41 ตัวอย่างเชื้อ *Rhizopus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว
ข. TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.42 ตัวอย่างเชื้อ *Rhizopus* sp. ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU /ml เมื่อสัมผัสด้วย ก. แผ่นแก้ว ข.
TSSA1.0 film และเมื่อรับแสงฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

บทที่ 4

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

4.1 บทสรุป

การวิจัยนี้ได้พัฒนาสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์และสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใส่ตัวเติม SiO_2 ร่วมกับ SnO_2 และ กรณียของ SiO_2 - SnO_2 ร่วมกับ Ag ที่มีการแปรค่าปริมาณ Ag ที่ 0.1-1.0 mol% แล้วเคลือบลงบนแผ่นแก้ว ด้วยวิธีการหมุนเหวี่ยง เเผที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และนำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติต่างๆ ด้วยเทคนิค XRD, SEM, EDX mapping, UV-vis spectra, FT-IR, AFM รวมไปถึงปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสีของสารละลายเมทิลีนบลู และอาศัยปฏิกิริยานี้ในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum*, *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ภายใต้สภาวะรับ แสงยูวี แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ และไม่ได้รับแสง ซึ่งผลการทดลองสามารถจำแนกอิทธิพลของชนิดของสารตัวเติมปริมาณสารตัวเติมมีผลต่อสมบัติของสารเคลือบที่พัฒนาได้ ดังนี้

1. สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์และสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมสารตัวเติม SiO_2 , SnO_2 และ SiO_2 , SnO_2 ที่มีการแปรค่าปริมาณสารตัวเติม Ag 0.1-1.0mol% และเผที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสออกไซด์ในทุกตัวอย่าง และในตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/1.0\text{mol}\% \text{Ag}$ พบเฟส AgO ด้วย
2. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงและฟิล์มตัวอย่างพบว่า ลักษณะผงตัวอย่างที่ได้มีขนาดหลายขนาดและมีลักษณะใกล้เคียงกันในทุกตัวอย่างและเมื่อวิเคราะห์หาชนิดของธาตุองค์ประกอบของผงตัวอย่างพบธาตุ Ti ในทุกตัวอย่าง ธาตุ Sn และ Si ในตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ และ $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/0.1\text{mol}\% \text{Ag}$ และ ในตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/1.0\text{mol}\% \text{Ag}$ พบธาตุ Ti, Sn, Si และ Ag เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มตัวอย่างพบว่าฟิล์มที่สังเคราะห์ได้มีความเรียบ ความหนาของฟิล์มประมาณ 1.25 ± 0.24 ไมโครเมตร และประกอบด้วยธาตุ Ti ในทุกตัวอย่างยกเว้นที่ตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ ส่วนสารอื่นที่เติมลงในระบบไม่สามารถตรวจวัดได้
3. เมื่อปริมาณการเติมสารตัวเติม Ag เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูเพิ่มมากขึ้นซึ่งมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกันทั้งการทดสอบภายใต้แสงยูวี และแสงฟลูออเรสเซนต์

4. ผลการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* ด้วยผงตัวอย่าง ภายใต้แสงยูวีเมื่อมีระยะเวลารับแสงที่ 1, 2 และ 3 วัน พบว่า เมื่อเวลารับแสงผ่านไป 1 วัน ในตัวอย่าง $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2+\text{TiO}_2/1.0\text{mol}\%\text{Ag}$ สามารถยับยั้งเชื้อราได้ 100 % ผลการศึกษาประสิทธิภาพการยับยั้ง การเจริญเติบโตของเชื้อราภายใต้การกระตุ้นด้วยอัลตราไวโอเล็ต ให้ประสิทธิภาพดีกว่าการใช้ฟลูออเรสเซนต์ และแทบไม่ส่งผลเลยเมื่อทดสอบโดยปราศจากการกระตุ้นด้วยแสง นอกจากนี้ ประสิทธิภาพยังเพิ่มขึ้นตามปริมาณซิลเวอร์ที่ใช้ได้เป็นอย่างดี โดยที่สามารถใช้ป้องกันการเจริญเติบโตของเชื้อรา *P. expansum* ได้ดีกว่า *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ตามลำดับในการทดสอบประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อราชนิด *Aspergillus* sp. และ *Rhizopus* sp. ให้ผลในทิศทางเดียวกันกับเชื้อรา *P. expansum* แต่การสังเกตผลจากเชื้อราชนิด *Rhizopus* sp. เป็นไปได้ยากกว่าเนื่องจากเชื้อราชนิดนี้มีความต้านทานดีกว่าจึงทำให้สังเกตผลได้ยาก

4.2 ข้อเสนอแนะ

1. แผ่นแก้วที่ใช้เป็นวัสดุรองรับต้องผ่านการทำความสะอาดเป็นอย่างดี และ โขลที่ใช้ต้องมีความหนืดที่เหมาะสมในการเคลือบผิวตัวอย่าง เพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีคุณภาพดี เหมาะแก่การใช้งาน
2. ควรศึกษาเทคนิคการเคลือบผิวด้วยวิธีอื่นๆ เช่น CVD ซึ่งฟิล์มที่ได้จากเทคนิคนี้มีความเรียบสูง
3. ศึกษาประสิทธิภาพของผงและฟิล์มที่มีต่อการยับยั้งการเจริญของเชื้อ *Rhizopus* sp. และ *Aspergillus* sp. เพื่อนำไปเปรียบเทียบกับเชื้อ *P. expansum* ที่ความเข้มข้น 1×10^3 CFU/ml
4. ศึกษาประสิทธิภาพระยะเวลาการทำงานของฟิล์ม

บรรณานุกรม

- ไขปริศนา...นาโนเทคโนโลยี [Online], Available: <http://www.vcharkarn.com/varticle/324> [2010, August 8].
- เชื้อรา ศัตรูตัวฉกาจสำหรับเลนส์ [Online], Available: <http://favor.igetweb.com/> [2009, August 27].
- นิตยสาร FOTOINFO MAGAZINE No.4: กรกฎาคม 2548
- วิทยา มีวุฒิสม และคณะ.2550.คู่มือปฏิบัติการ *Basic microbiology*. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยมหิดล, 2550
- Agustina T.E.; Ang H.M.; Vareek V. K. A Review of Synergistic Effect of Photocatalysis and Ozonation on Wastewater Treatment. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 6. **2005**, 264–273.
- Balamurugan A., Kannan S., Rajeswari S. Evaluation of TiO₂ Coatings Obtained Using the Sol–Gel Technique on Surgical Grade Type 316L Stainless Steel in Simulated Body Fluid. *Materials Letters*. **2005**, 59, 3138-3143.
- Blake D.M., Maness P.C., Huang Z., Wolfrum E.J., Huang J., Jacoby W.A. Application of the Photocatalytic Chemistry of Titanium Dioxide to Disinfection and the Killing of Cancer Cells. *Separation and Purification Methods*. **1999**, 28(1), 1-50.
- Brinker C.J. and Scherer G.W. (1990). Sol-Gel Science–The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing, Academic Press, New York.
- Capan, R., Chaure, N. B., Hassan, A. K. Optical Dispersion in Spun Nanocrystalline Titania Thin Films. *Semiconductor Science and Technology*. **2004**, 19, 198-202.
- Chae, Y.S., Park, K.M., Lee, K.S., Kim, Y.T., Kim, K.S. and Lee, I.W. Preparation of Size-Controlled TiO₂ Nanoparticle and Derivation of Optically Transparent Photocatalytic Films. *Chemistry of Material*. **2003**, 15, No. 17, 3326-3331.
- Chen, Y., Wang K. and Lou L. Photodegradation of Dye Pollutants on Silica Gel Supported TiO₂ Particles under Visible Light Irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. **2004**, 163, 281–287.
- Damchan J., Sikong L., Kooptarnond K., Niyomwas S. Effect of Doped SiO₂ and Calcinations Temperature on Phase Transformation of TiO₂ Photocatalyst Prepared by Sol-Gel Method. *Songklanakarin J. Sci. Technol*. **2008**, 30 (3), 385-391.

- E.P. Meagher and G.A. Lager, *The Canadian Mineralogist*, **17**, 77 (1979).
- Erkan A., Bakir U., Karakas G. Photocatalytic Microbial Inactivation over Pd Doped SnO₂ and TiO₂ Thin Films. *Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. **2006**, 184, 313–321.
- Evans P., English T., Hammond D., Pemble M.E., Sheel D.W. The Role of SiO₂ Barrier Layers in Determining the Structure and Photocatalytic Activity of TiO₂ Films Deposited on Stainless Steel. *Applied Catalysis A: General*. **2007**, 321, 140–146.
- Gelover, S., Mondragón, P., Jiménez, A. Titanium Dioxide Sol–Gel Deposited over Glass and Its Application as a Photocatalyst For Water Decontamination. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. **2004**, 165, 241–246.
- Horn M., Schwerdtfeger C.F., and Meagher E.P., *Zeitschrift für Kristallographie*, **1972**, 136, 273
- Hou, L.R., Yuan, C.Z., and Peng, Y. Synthesis and Photocatalytic Property of SnO₂/TiO₂ Nanotubes Composites. *Journal of Hazardous Materials, B*. **2007**, 139, 310-315.
- Kanai N., Nuida T., Ueta K., Hashimoto K., Watanabe T., Ohsaki H. Photocatalytic Efficiency of TiO₂/SnO₂ Thin Film Stacks Prepared by DC Magnetron Sputtering. *Vacuum*. **2004**, 74, 723-727.
- Kim, J.D., Hahn, Oh, H.S., and Kim, J.E. Influence of Calcination Temperature on Structural and Optical Properties of TiO₂ Films Prepared by Sol-Gel Dip Coating. *Material Letter*. **2002**, 57, 355-360.
- Kwon, C.H., Shin, H., Kim, J.H., Choi, W.S. and Yoon, K.H. Degradation of Methylene Blue via Photocatalysis of Titanium Dioxide. *Materials Chemistry and Physics*. **2004**, 86, 78–82.
- Lee M.S., Park S.S., Lee G.D., Ju C.S., Hong S.S. Synthesis of TiO₂ Particles by Reverse Microemulsion Method using Nonionic Surfactants with Different Hydrophilic and Hydrophobic Group and Their Photocatalytic Activity. *Catalysis Today*. **2005**, 101, 283-290.
- Liu, Q., Wu, X., Wang, B., and Liu, Q. Preparation and Super-Hydrophilic Properties of TiO₂/SnO₂ Composite Thin Film. *Materials Research Bulletin*. **2002**, 37, 2255-2262.
- Mahanty S., Roy S., Suchitra S. Effect of Sn Doping on the Structural and Optical Properties of Sol-Gel TiO₂ Thin Film. *Journal of Crystal Growth*. **2004**, 261, 77-81.

- Maneerat C. and Hahata Y. Antifungal Activity of TiO₂ Photocatalysis against *Penicillium expansum* in Vitro and in Fruit Tests. *Internal journal of Food Microbiolog.* **2006**, 107, 99-103.
- Negishi, N. and Takeuchi, K. Structural Changes of Transparent TiO₂ Thin Films with Heat Treatment. *Material Letter.* **1999**, 38,150-153.
- Rengaraj S. and Li X.Z. Enhanced Photocatalytic Activity of TiO₂ by Doping with Ag for Degradation of 2,4,6-trichlorophenol in Aqueous Suspension. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical.* **2006**, 243, 60–67.
- Saien J., Khezrianjoo S. Degradation of the Fungicide Carbendazim in Aqueous Solutions with UV/TiO₂ Process: Optimization, Kinetics and Toxicity Studies. *Journal of Hazardous Materials.* **2008**, 157, 269-276.
- Saxena, B.B.L., Nigam S.S., Sengupta S.R. Fungal Attack of Optical Instruments&Its Prevention. *Indian Journal of Technology.* **1963**, 1, 283-286.
- Senthilnathan, J., Philip, L. Photocatalytic Degradation of Lindane under UV and Visible Light using N-Doped TiO₂. *Chemical Engineering Journal.* **2010**, 161, 83-92
- Sichel C., de Cara M., Tello J. Blanco J., and Fernandez-Ibanez P. Solar Photocatalytic Disinfection of Agricultural Pathogenic Fungi: *Fusarium* Species. *Applied Catalysis B: Environmental.* **2007**, 74, 335-341.
- Turner J.S., McLennan E.I., Rogers J.S., Matthaehi E. Tropic-Proofing of Optical Instruments by a Fungicide. *International weekly journal of science.* **2005**, 158, 469-472.
- Ubonchonlakat K., Sikong L., Kooptarnond K. Effect of Calcinations Temperature on Catalytic Activity of Ag-doped TiO₂ Coated on Tile Substrate. *Chiang Mai University Journal of Natural Sciences.* **2008**, 7 (1), 43-50.
- Wang C., Xu, B.Q., Wang, X., Zhao, J. Preparation and Photocatalytic Activity of ZnO/TiO₂/SnO₂ Mixture. *Journal of Solid State Chemistry.* **2005**, 178, 3500-3506.
- Wang M.C., Lin H.J., Yang T.S. Characteristics and Optical Properties of Iron Ion (Fe³⁺)-Doped Titanium Oxide Thin Films Prepared by a Sol–Gel Spin Coating. *Journal of Alloys and Compounds.* **2009**, 473, 394-400.

- Yang J., Li D., Wang X., Yang X., Lu L. Rapid Synthesis of Nanocrystalline TiO₂/SnO₂ Binary Oxides and Their Photoinduced Decomposition of Methyl Orange. *Journal of Solid State Chemistry*. **2002**, 165, 193-198.
- Yu, J. and Zhao X. Effect of Surface Treatment on the Photocatalytic Activity and Hydrophilic Property the Sol-Gel Derived TiO₂ Films. *Material Research Bulletin*. **2001**, 36, 97-107.
- Yu, J., Zhao X. and Q. Zhao. Photocatalytic Activity of Nanometer TiO₂ Thin Films Prepared by the Sol-Gel Method. *Material Chemistry and Physics*. **2001**, 69, 25-29.
- Zhang, Q., Gao, L., Guo, J. Effect of Hydrolysis Conditions on Morphology and Crystallization of Nanosized TiO₂ Powder. *Journal of the European Ceramic Society*. **2000**, 20, 2153-2158.
- Introduction to Nanotechnology [Online], Available: http://almonz.blogspot.com/2009_12_01_---archive.html [2010, October 22].
- Atomic Force Microscope (AFM) [Online], Available: <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/39-2009-06-05-03-28-18/219-atomic-force-microscope-afm-.html> [2010, October 20].
- Crystal Structure Gallery [Online], Available: <http://staff.aist.go.jp/nomura-k/english/itscgallery-e.htm> [2008, July 27].
- Fourier Transform InfraRed Spectrometer [Online], Available: http://www.dss.go.th/dssweb/st-articles/files/lpd_10_2546_ft-ir.pdf [2009, August 12].
- Mechanism of Photocatalysis [Online], Available: <http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm> [2011, January 10].
- Novel Materials from Sol gel Chemistry [Online], Available: <https://www.llnl.gov/str/May05/Satcher.html> [2010, October 20].
- Spin Coating [Online], Available: http://materials.web.psi.ch/Research/Thin_Films/Methods/Spin.htm [2008, July 27].
- Spin Coating Process Theory [Online], Available: <http://www.clean.cise.columbia.edu/process/spintheory.pdf> [2008, July 27].
- System Summary Dip Coater [Online], Available: <http://www.sdicompany.com/en/principle/index.html> [2008, July 27].

http://www.agro.cmu.ac.th/e_books/602122/E-learning%20PDF/Sasithon4.pdf : สืบค้นเมื่อวันที่
19 พฤศจิกายน 2552

http://www.tyndall.ie/research/electronic-theory-group/cm4105/bandstructs/TiO2_b.pdf: สืบค้น
เมื่อวันที่ 19 พฤศจิกายน 2552

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก. การคำนวณหาค่าขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์

ตาราง ก.1 ข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคXRD ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	Pos. [2θ]	cosθ	FWHM[2θ]	β (เรเดียน)	Background	Height
TP	25.28	0.997	0.3936	0.007	98.00	1972.00
TSS	25.18	0.999	0.4428	0.008	101.1	961.14
TSSA0.10	25.3193	0.995	0.4920	0.009	94.00	1283.04
TSSA0.25	25.3885	0.991	0.6396	0.0119	103.83	1092.57
TSSA0.50	25.4793	0.985	0.4428	0.008	95.01	992.98
TSSA0.75	25.3294	0.995	0.6396	0.011	98.00	1158.29
TSSA1.00	25.3492	0.994	0.5904	0.010	96.00	1044.56

ตาราง ก. 2 ข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคXRD ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	Pos. [2θ]	cosθ	FWHM[2θ]	β (เรเดียน)	Background	Height
TP	25.1836	0.999	0.5314	0.009	283.38	158.96
TSS	25.2608	0.997	0.4133	0.007	272.81	183.42
TSSA0.10	25.4147	0.990	0.4133	0.007	257.68	211.65
TSSA0.50	25.4235	0.989	0.7085	0.012	237.00	167.28
TSSA1.00	25.3561	0.993	0.5904	0.010	274.63	198.54

การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size) จาก Scherrer's equation โดยใช้ข้อมูลจากตาราง ก.

เทคนิค XRD ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นในผงที่สังเคราะห์โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการ

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

เมื่อ t คือ ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (CuK α = 0.15406 นาโนเมตร)

β คือ Line width at half maximum height (เรเดียน)

θ คือ มุมสะท้อน (องศา)

ตัวอย่างการคำนวณขนาดผลึกของผงตัวอย่างTP ดังนี้

$$\beta = \frac{FWHM \times \pi}{180}$$

$$\beta = \frac{0.5769 \times \pi}{180}$$

$$= 1.006 \times 10^{-2} \text{ เรเดียน}$$

$$t = \frac{0.9 \times 0.15406}{1.006 \times 10^{-2} \times 0.9991}$$

$$t = 13.79 \text{ นาโนเมตร}$$

ภาคผนวก ข. ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น (C_0) เท่ากับ 1×10^{-5} โมลาร์ และความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เวลาได้รับรังสียูวี(C)

ตาราง ข. 1 ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ (C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น(C_0) ของตัวอย่างผงไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	เวลา (นาที)				
	20	40	60	80	100
TP	0.735	0.659	0.592	0.531	0.348
TSS	0.522	0.486	0.438	0.400	0.200
TSSA0.1	0.656	0.608	0.597	0.431	0.234
TSSA0.5	0.446	0.414	0.360	0.311	0.107
TSSA1.0	0.346	0.326	0.297	0.209	0.102

ตาราง ข. 2 ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสียูวีในเวลาต่างๆ (C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น(C_0) ของตัวอย่างฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	เวลา (ชั่วโมง)					
	1	2	3	4	5	6
TP	0.668	0.647	0.636	0.636	0.599	0.580
TSS	0.650	0.550	0.521	0.521	0.472	0.442
TSSA0.1	0.630	0.599	0.561	0.561	0.536	0.495
TSSA0.5	0.637	0.580	0.533	0.533	0.489	0.483
TSSA1.0	0.551	0.482	0.423	0.423	0.339	0.314

ตาราง ข. 3 ตารางความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเมทิลีนบลูที่รับรังสีฟลูออเรสเซนซ์ในเวลาต่างๆ (C) เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูเริ่มต้น(C_0) ของตัวอย่างฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	เวลา (ชั่วโมง)					
	1	2	3	4	5	6
TP	0.778	0.747	0.722	0.713	0.703	0.701
TSS	0.838	0.790	0.740	0.701	0.691	0.669
TSSA0.1	0.785	0.748	0.720	0.698	0.684	0.671
TSSA0.5	0.645	0.625	0.622	0.606	0.596	0.592
TSSA1.0	0.792	0.729	0.678	0.629	0.581	0.549

ภาคผนวก ค. ค่า Refractive Index

ตาราง ค.1 ค่า Refractive Index ของแผ่นแก้ว

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย RI _{Average}	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
2	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

ตาราง ค.2 ค่า Refractive Index ของ TP

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย RI _{Average}	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
2	1	1.5214	1.5214	0.0000
	2	1.5214		
	3	1.5214		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

ตาราง ค.3 ค่า Refractive Index ของ TSS

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย $RI_{Average}$	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
2	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

ตาราง ค.4 ค่า Refractive Index ของ TSSA0.1

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย $RI_{Average}$	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
2	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

ตาราง ค.5 ค่า Refractive Index ของ TSSA0.5

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย $RI_{Average}$	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5212	1.5212	0.0001
	2	1.5211		
	3	1.5212		
2	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

ตาราง ค.6 ค่า Refractive Index ของ TSSA1.0

x dope	ครั้งที่	ค่า Refractive index	ค่าเฉลี่ย $RI_{Average}$	ส่วนเบี่ยงเบน SD
1	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
2	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		
3	1	1.5200	1.5200	0.0000
	2	1.5200		
	3	1.5200		

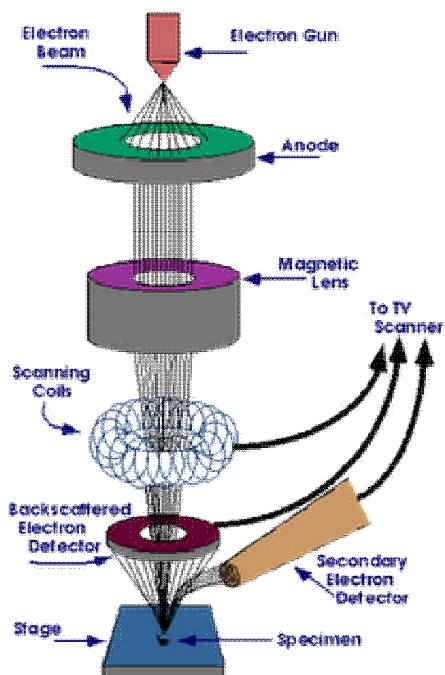
ภาคผนวก ง. ทฤษฎีและหลักการทำงานของเครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ

ภาคผนวก ง. 1 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เป็นหนึ่งในเครื่องมือที่เป็นประโยชน์มากในการใช้อธิบาย หรือวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัตถุ เนื่องจากให้ภาพที่มีความละเอียดสูง คือ สามารถเห็นรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาด 2-5 นาโนเมตรได้ โดยในบางรุ่นมีกำลังขยายถึง 100,000 เท่า รวมทั้งภาพที่ได้จะมีความชัดลึกสูง มีมิติ ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจึงมีความชัดเจนกว่าภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาที่ให้ภาพเป็นแบบ 2 มิติ และมีกำลังขยายเพียง 1,000 เท่า โดยขั้นตอนการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ ง.1) เริ่มจากการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้าให้กับลวด (filament) จนถึงค่า breakdown voltage เพื่อเร่งการปลดปล่อยอิเล็กตรอน ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electrons) อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกบีบโดยใช้เลนส์ (condenser lens) เพื่อรวบรวมลำอิเล็กตรอนให้หนาแน่นขึ้นลงมายังเลนส์โฟกัสภาพ (objective lens) และโฟกัสลงไปยังชิ้นงาน โดยขดลวด (scanning coil) จะเป็นตัวบังคับให้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดไปให้ทั่วชิ้นงานในระนาบ-y ทำให้สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electrons) สัญญาณนี้จะเข้าสู่เครื่องดีเทคเตอร์ (detector) แปลงเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ และนำไปขยายสัญญาณเพื่อส่งต่อไประบบสร้างภาพบนจอ Cathode Ray Tube (CRT) โดยที่การใช้งานทั่วไปสามารถพิจารณาตัวแปรที่สำคัญ ตัวแปร คือ

1. ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอิเล็กตรอน
2. กระแสของลำอิเล็กตรอน
3. มุมกระเจิงของลำอิเล็กตรอน

ตัวแปรทั้ง 3 ตัวแปรนี้ จะมีความสัมพันธ์ซึ่งกันและกัน เช่น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลำอิเล็กตรอนเล็กลง ค่าของกระแสของลำอิเล็กตรอนก็จะน้อยลงด้วย แต่มุมกระเจิงของลำอิเล็กตรอนจะมากขึ้น

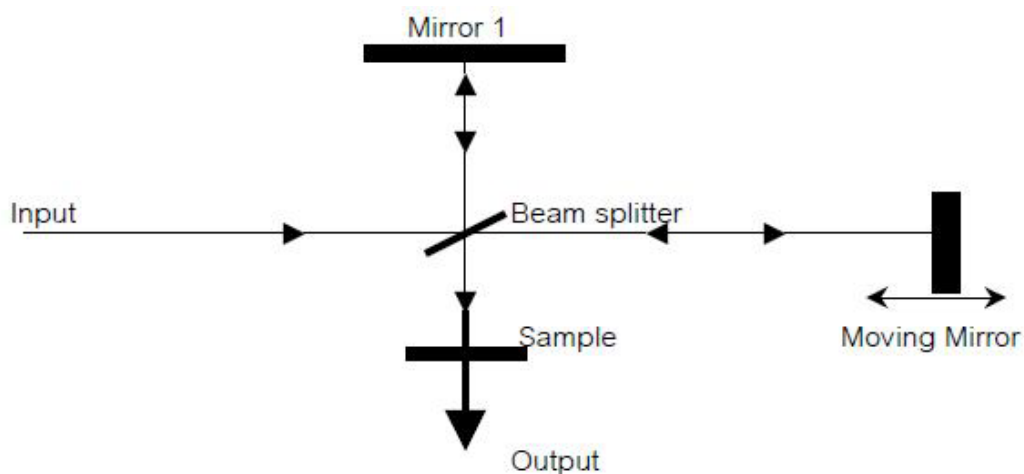


รูปที่ ง.1 ขั้นตอนการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope, SEM) (http://almonz.blogspot.com/2009_12_01_archive.html: 22/10/2553)

ภาคผนวก ง.2 Fourier Transform Infrared Spectrometer

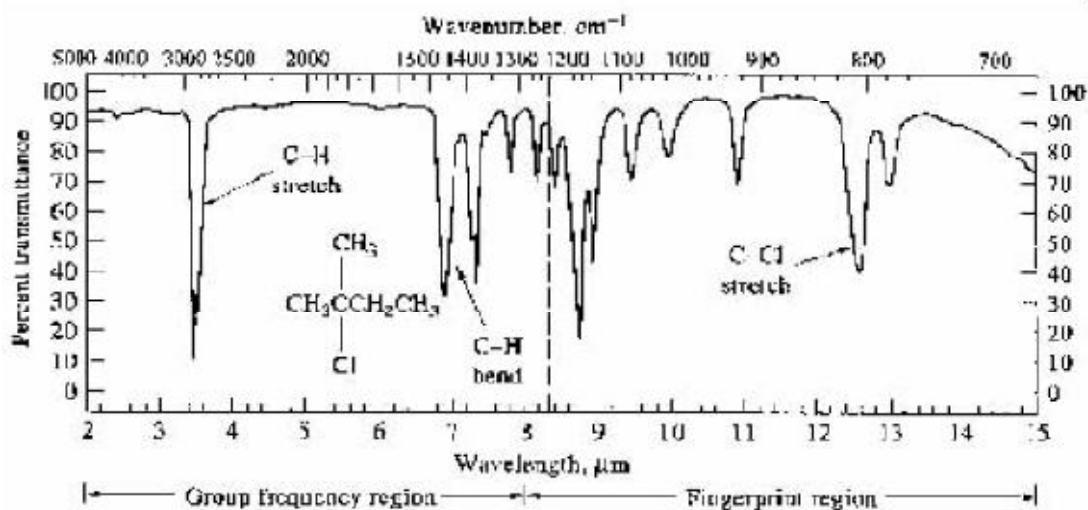
(<http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/39-2009-06-05-03-28-18/219-atomic-force-microscope-afm-.html>:20/10/2010)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง ที่พัฒนามาจาก เครื่อง IR Spectrometer เพื่อให้สามารถทำงานได้รวดเร็วขึ้น มีความสามารถในการแยกสูง และสภาพไวสูง สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีในปริมาณน้อยๆ ได้ แหล่งกำเนิดคลื่นอินฟราเรดของเครื่อง FT-IR Spectrometer เป็นแท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความร้อน ทำให้เกิดรังสีอินฟราเรดสู่กระจกเงาที่ทำด้วยโลหะขดมันสะท้อนคลื่นแสงสู่ส่วนสำคัญคือตัวแยกแสง(Beam Splitter) เพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็นสองส่วนเท่าๆกัน ส่วนหนึ่งจะผ่านทะลุออกไปอีก ส่วนหนึ่งจะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่คลื่นที่ได้โดยมีแสงเลเซอร์ปรับระยะการเคลื่อนที่ของกระจก ให้มีระยะและทิศทางที่คลื่นแสงทั้งสองส่วนมารวมกันเป็นลำแสงเดี่ยวผ่านไปยังสารตัวอย่างซึ่งเรียกระบบนี้ว่า The Michelson Interferometer ดังในรูปที่ ง.2



รูปที่ ๓.๒ แผนภูมิระบบ The Michelson Interferometer

คลื่นรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้อยู่ระหว่างย่านที่มองเห็น (Visible region) กับย่านไมโครเวฟ ความยาวของคลื่นอินฟราเรด แบ่งเป็นช่วงๆคือ ช่วง wave number 4,000 – 12,800 ซม.⁻¹ (2.5 – 0.78 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดใกล้(Near infrared region) ช่วง wave number 200 – 4,000 ซม.⁻¹ (50-2.5 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดกลาง (Middle infrared region) ช่วง wave number 10 – 200 ซม.⁻¹ (1,000 – 50 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดไกล (Far infrared region) นักเคมีวิเคราะห์จะให้ความสนใจ และใช้ประโยชน์คลื่นรังสีอินฟราเรดช่วงกลาง (Middle IR.) มากกว่าช่วงอื่นคลื่นอินฟราเรดในช่วง wave number 4,000 – 400 ซม.⁻¹ ซึ่งจัดเป็นแสงอินฟราเรดช่วงกลาง(Middle IR.) มีความถี่ซึ่งตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะของโมเลกุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุลทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมา ผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือwave number กับค่าการส่งผ่านของแสงเรียกว่าอินฟราเรด สเปกตรัม (Infrared Spectrum –IR spectrum) ดังในรูปที่ ๓.๓

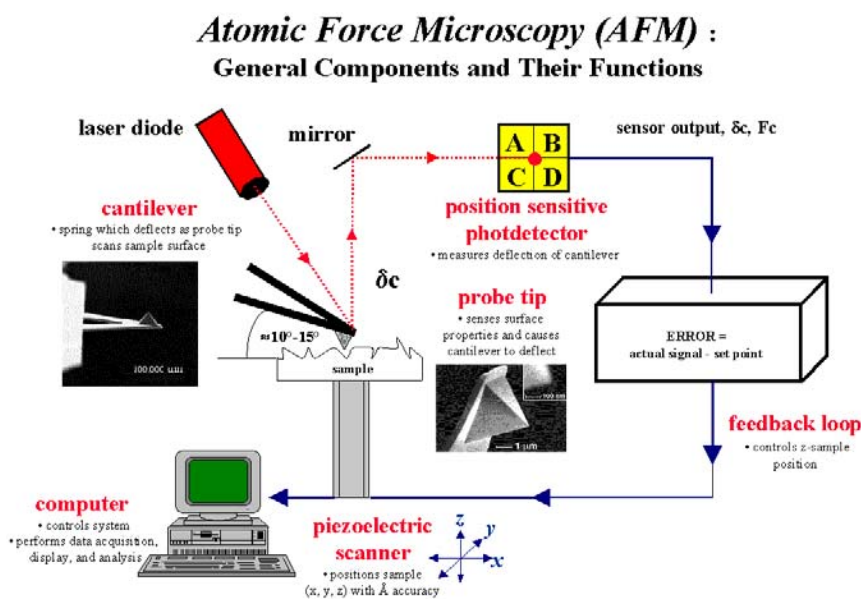


รูปที่ 3.3 อินฟราเรดสเปกตรัม (IR Spectrum)

อินฟราเรดสเปกตรัมเป็นข้อมูลเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดซึ่งแตกต่างจากสารชนิดอื่น โมเลกุลที่มีพันธะต่างชนิดกันจะมีความถี่ของการดูดกลืนคลื่นต่างกันทำให้ทราบข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้น ๆ ว่ามีหมู่ฟังก์ชันอะไรบ้างในตำแหน่งไหน เช่น สารกลุ่มแอลกอฮอล์ จะพิกของพันธะ O-H อยู่ที่ประมาณ 3,300-3,600 cm^{-1} หมู่เอมีน มีพิกพันธะ N-H อยู่ที่ 3,500 cm^{-1} สารเอสเทอร์ พิกของหมู่ C-O อยู่ที่ประมาณ 1,000-1,300 cm^{-1} เป็นต้นเมื่อพิจารณาในรายละเอียดที่ปรากฏใน IR spectrum พิกในช่วง 1,350 – 4,000 cm^{-1} จะเป็นช่วงความถี่ของแถบการดูดกลืนคลื่นแสงของพันธะในของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ที่ค่อนข้างคงที่ซึ่งกำหนดเป็นย่านความถี่ของหมู่ฟังก์ชัน (Group functional region) และในช่วงประมาณ 910 – 1,350 cm^{-1} จะได้แถบการดูดกลืนคลื่นแสงที่มีลักษณะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัวเรียกว่าย่านรอยพิมพ์นิ้วมือ (Finger print region) การใช้เครื่อง FT-IR Spectrometer วิเคราะห์ตัวอย่างใช้เวลาน้อยมากและไม่สิ้นเปลืองสารเคมีจึงนิยมนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการวิเคราะห์ เพื่อการตรวจสอบสารในเชิงคุณภาพ หรือเพื่อการยืนยันสูตรโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยการพิจารณา เปรียบเทียบจากอินฟราเรด สเปกตรัมของสารประกอบมาตรฐานกับตัวอย่างที่วัดในตัวอย่างชนิดเดียวกันเมื่อนำมาเปรียบเทียบกันพิกต่อพิกถ้าตรงกันเหมือนกันย่อมว่าเป็นสารชนิดเดียวกันขั้นการวิเคราะห์ชนิดหมึกพิมพ์บนแผ่นกระดาษชนิดเส้นใยของสิ่งทอ สารเคลือบผิวภาชนะบรรจุอาหาร ตัวอย่าง โพลีเมอร์ แผ่นพลาสติก เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยการเทียบ ค่า % Transmittance เช่น การหาปริมาณตัวยา, สารออกฤทธิ์ ในยาเม็ด เป็นต้น

ภาคผนวก ง.3 Atomic Force Microscope, AFM (<http://www.nano.kmitl.ac.th:20/10/2553>)

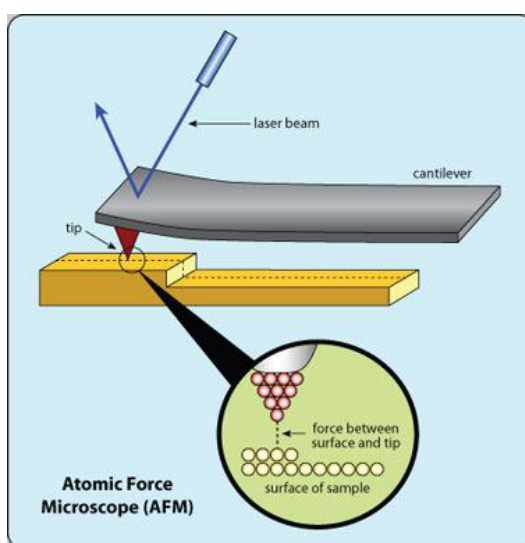
เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโนโดยอาศัยหลักการของอันตรกิริยาของแรงระหว่างอะตอม(atomic force) ระหว่างหัวเข็มวัดในระดับนาโนกับพื้นผิวของสาร และจะทำการประมวลผลออกในลักษณะของภาพพื้นผิวAtomic Force Microscope (AFM) เป็นเครื่องมือที่ใช้งานทางด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโนโดยเฉพาะเช่นเดียวกันกับ STM แต่เครื่อง AFM ถูกพัฒนาขึ้นมาหลังจากเครื่องSTM และสร้างขึ้นมาด้วยหลักการพื้นฐานเดียวกันกับเครื่องSTM โดยเครื่อง AFM จะสามารถทำงานได้โดยการใช้อุปกรณ์ตรวจหรือโพรบ (probe) ที่มีปลายแหลมเล็ก (เหมือนกันกับเครื่องSTM) ซึ่งติดอยู่กับคานยื่น(cantilever) ที่สามารถโก่งงอตัวได้เคลื่อนที่สัมผัสไปบนพื้นผิวของวัตถุซึ่งสามารถที่จะวัด แรงกระทำที่ปลายแหลมของโพรบได้แม้ว่าจะมีขนาดน้อยมากในระดับนาโนก็ตาม) และคุณสมบัติของเครื่อง AFM ที่มีมากกว่าเครื่อง STM ก็คือ สามารถที่จะตรวจวัดพื้นผิวที่เป็นฉนวนไฟฟ้าได้ เช่น พื้นผิวโพลีเมอร์ เซรามิก คอมโพสิต กระจกหรือแก้ว หรือแม้แต่โมเลกุลทางชีวภาพต่าง ๆ ก็สามารถที่จะวัดได้



รูป ง.4 หลักการทำงานของเครื่องAFM

หลักการทำงานของเครื่องAFM การผ่านแสงเลเซอร์ไปให้กับส่วนปลายแหลม (tip) ของคานยื่นที่มีขนาดระดับอะตอมในระยะใกล้ ซึ่งส่วนปลายแหลมของคานยื่นจะไปสัมผัสแบบกระดกในทิศทางขึ้นและลงกับพื้นผิวของวัตถุ และเมื่อเครื่อง AFM ลากส่วนปลายแหลมผ่าน

โครงสร้างระดับนาโน แรงปฏิกิริยาที่กระทำในแนวตั้งฉากที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมของพื้นผิวกับปลายแหลมจะดึงคาน ทำให้คานโก่งงอตัวทำให้สามารถตรวจวัดขนาดของแรงเชิงปฏิกิริยาระหว่างความสัมพัทธ์เชิงตำแหน่งของส่วนปลายแหลมและพื้นผิวของวัสดุทำให้สามารถทราบถึงระดับพลังงานที่เกิดขึ้นได้ ซึ่งจะถูกนำมาแปรสัญญาณรวมกันเพื่อนำมาสร้างเป็นภาพพื้นผิวที่เป็นลักษณะเชิงโครงสร้างระดับอะตอมที่มีกำลังขยายสูงไปแสดงบนจอภาพที่เป็นมอนิเตอร์



รูปที่ 5.5 การทำงานของปลายแหลมในเครื่อง AFM

วิธีการทำงานของเครื่อง AFM ที่นำมาใช้งานทางด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโน สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี ได้แก่

1. เป็นการสัมผัสพื้นผิวพร้อมกับการลากปลายแหลมไปบนพื้นผิวนั้นๆ ตลอดเวลาข้อเสียของวิธีนี้คือ จะทำให้เกิดแรงต้านในแนวของการเคลื่อนที่ซึ่งขนานกับพื้นผิวขึ้น อันอาจทำให้คานของโพรบที่ใช้วัดเกิดการโก่งงอตัวหรือเกิดบิดเบี้ยวไป โดยที่มิได้เกิดจากแรงดึงดูดที่ปลาย เนื่องจากแรงในแนวตั้งฉากเพียงอย่างเดียว จึงทำให้ข้อมูลความสูงของพื้นผิวที่วัดได้นั้น อาจผิดไปจากความสูงที่แท้จริง

2. เป็นการสัมผัสพื้นผิวโดยให้ปลายแหลมสัมผัสกับพื้นผิวเป็นระยะเวลาสั้นๆ ในแนวตั้งฉากกับพื้นผิว(คล้ายกับการใช้ปลายนิ้วเคาะโต๊ะเป็นจังหวะๆ นั่นเอง) ด้วยลักษณะการสัมผัสแบบนี้แรงต้านในแนวตั้งฉากจะไม่เกิดขึ้น แต่เนื่องจากปลายแหลมสัมผัสพื้นผิวเป็นระยะสั้นๆ จึงทำให้เกิดการสั่นของคานซึ่งจะส่งผลให้ค่าสัญญาณที่ตรวจวัดได้นั้นไม่คงที่หรือไม่แม่นยำได้

ภาคผนวก จ. เทคนิคการเลี้ยงเชื้อรา

1. การถ่ายเชื้อ

เทคนิคทางจุลชีววิทยาทางอาหารที่ใช้กันบ่อยที่สุดเกี่ยวกับการถ่ายเชื้อที่เลี้ยงไว้ในรูปของเชื้อบริสุทธิ์ จากสิ่งแวดล้อมหนึ่ง เช่น หลอดหรือจานเลี้ยงเชื้อไปสู่สิ่งแวดล้อมหนึ่ง แต่เนื่องจากว่าในบรรยากาศและบนผิวของสิ่งต่างๆ รอบตัวเรามีจุลินทรีย์มากมายหลายชนิดจึงจำเป็นต้องป้องกันเชื้อบริสุทธิ์ ที่มีอยู่ไม่ให้ถูกปนเปื้อนจากจุลินทรีย์ดังกล่าว นอกจากนั้นเรายังต้องป้องกันไม่ให้เชื้อที่เราศึกษากระจายไปในสิ่งแวดล้อม การที่เชื้อบริสุทธิ์ บริสุทธิ์ ได้ตลอดไป ทุกสิ่งทุกอย่างที่นำมาสัมผัสกับเชื้อนั้นต้องปราศจากเชื้อซึ่งในการถ่ายเชื้อหรือปลูกเชื้อควรใช้อุปกรณ์ที่เหมาะสมและควรปฏิบัติดังนี้

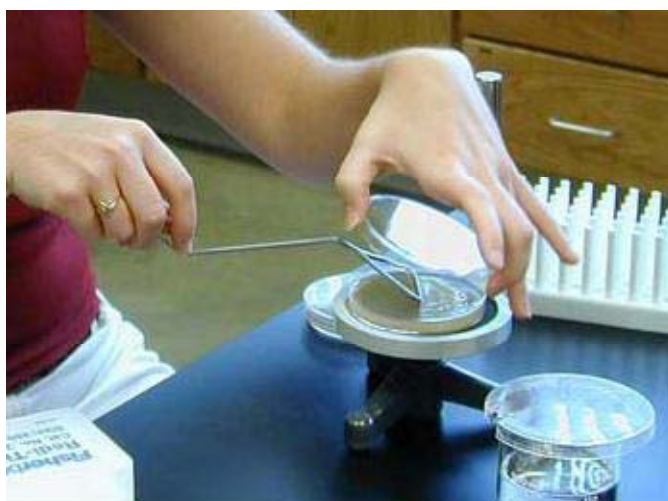
- ถ่ายเชื้อจากอาหารแข็งไปปลูกเชื้อในอาหารแข็ง ควรใช้ loop
- ถ่ายเชื้อจากอาหารแข็งไปปลูกเชื้อในอาหารเหลว ควรใช้ needle
- ถ่ายเชื้อจากอาหารเหลวไปปลูกเชื้อในอาหารแข็ง ควรใช้ loop
- ถ่ายเชื้อจากอาหารแข็งไปปลูกเชื้อในอาหารเหลว ควรใช้ loop
- ถ่ายเชื้อจากอาหารเหลวไปปลูกเชื้อในอาหารเหลวหลายๆ หลอด เช่น ควรใช้ ปิเปิด

การป้องกันไม่ให้เกิดการปนเปื้อน (Contamination) ในขณะที่มีการถ่ายเชื้อนั้นทำได้โดยอาศัยเทคนิคต่างๆ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. ถือ loop ระหว่างนิ้วหัวแม่มือและนิ้วชี้ของมือขวา
2. ทำให้ปราศจากเชื้อโดยนำไปเผาด้วยเปลวไฟจากตะเกียงแอลกอฮอล์ให้ร้อนแดงประมาณ $\frac{3}{4}$ ของความยาว
3. ทิ้งให้เย็นสักครู่ (10-15 วินาที)
4. ใช้นิ้วก้อยของมือขวายึดฝาของหลอดทดลองไว้พร้อมๆ กับถือหลอดทดลองในมือซ้าย
5. ดึงฝาดอกโดยการบิดไม่ใช่ดึงออกตรงๆ ถ้าเป็นฝาเกลียวให้เปิดฝาดอกออกโดยใช้ นิ้วหัวแม่มือและนิ้วชี้ของมือซ้าย
6. ลนปากหลอดทดลองอย่างรวดเร็วด้วยเปลวไฟ
7. สอด loop ลงไปในหลอดและแตะเชื้อที่ขึ้นอยู่เบาๆ
8. ดึง loop ออกจากปากหลอดโดยไม่ให้สัมผัสกับผิวในของหลอดและเอาปากหลอดสนไปอย่างรวดเร็ว
9. ปิดฝาด้านใน ถ้าเป็นขวดฝาเกลียวให้ใช้นิ้วหัวแม่มือและนิ้วชี้ที่ถือฝาดอกไว้ปิดฝาดอกให้แน่นดังเดิม เชื้อที่ได้บน loop โดยวิธีนี้ นำไปศึกษาต่อไป

2. การแยกจุลินทรีย์ให้บริสุทธิ์และการเพาะเลี้ยงจุลินทรีย์

ในการแยกจุลินทรีย์ออกจากแหล่งธรรมชาติส่วนมากกระทำ โดยการใช้อาหารแข็ง (Solid medium) ซึ่งมีส่วนผสมของวุ้น (Agar) และมีสารที่เหมาะสมสำหรับการเจริญของจุลินทรีย์ที่ต้องการศึกษา จุลินทรีย์ถูกตรึงอยู่กับที่ เจริญและแบ่งตัวจากเซลล์เดี่ยวๆ กลายเป็นหลายๆ เซลล์อยู่บนอาหาร จนมีขนาดใหญ่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า เรียกว่าโคโลนี วิธีการนี้เหมาะกับจุลินทรีย์ที่สามารถเจริญเติบโตได้บนอาหารแข็งเท่านั้น เช่นเทคนิคที่ใช้ในการทดลองนี้คือ Spread plate technique เป็นการแยกจุลินทรีย์ให้บริสุทธิ์ ที่สามารถตรวจนับปริมาณได้โดยมีการเจือจางเป็นลำดับส่วน (Serial dilution) จากนั้นก็เปิดตัวอย่างที่มีความเจือจางตามต้องการ โดยวิธี aseptic technique ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ใส่ตัวอย่างลงบนอาหารวุ้นแข็ง (PDA) และทำการเกลี่ยตัวอย่างให้กระจายทั่วผิวน้ำอาหารด้วย Sterile spreader รูปแอล ที่ทำ จากแท่งแก้ว โคโลนีของจุลินทรีย์เจริญบนอาหารวุ้นแข็งเท่านั้น

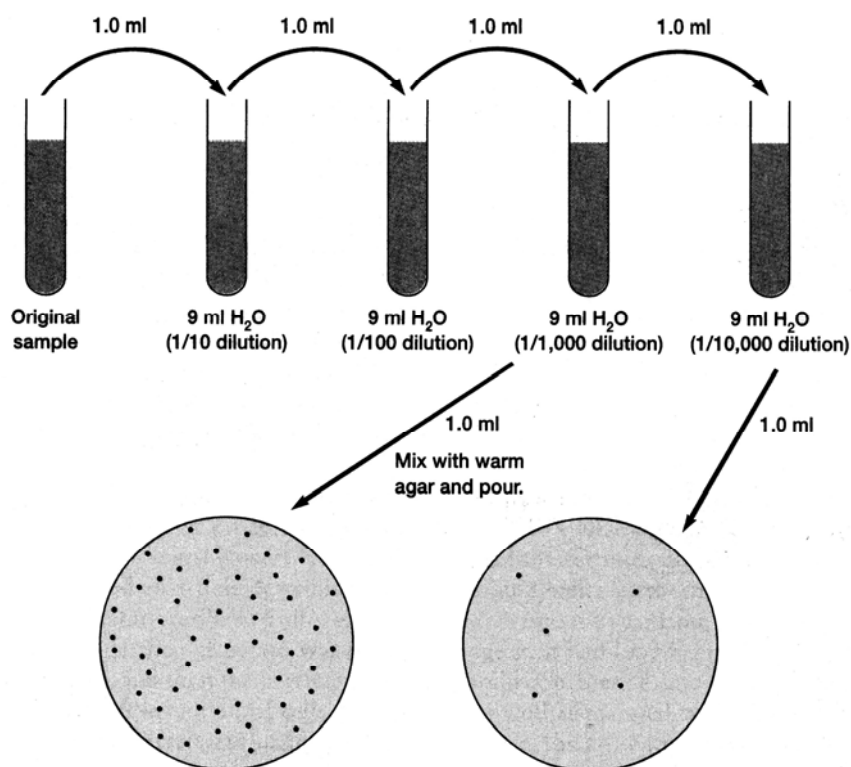


รูปที่ ๑.1 วิธีการ spread plate

(ที่มา:http://www.agro.cmu.ac.th/e_books/602122/E-learning%20PDF/Sasithon4.pdf:19/11/2552)

Spread plate ปฏิบัติ ดังนี้

1. เจือจางตัวอย่างลำดับส่วนแบบ 10 เท่า เมื่อถึงความเจือจาง $1:10^4$ ใช้ปิเปตอันใหม่ดูดตัวอย่างที่ผสมเข้ากันดีกับนี้ ากลับจำนวน 0.1 มิลลิลิตรใส่ลงในอาหาร PDA และใช้ปิเปตอันเดียวกัน ดูดของผสมใส่ในขวดที่มีน้ำ ากลับ ไร่เชื้ออยู่ 0.1 มิลลิลิตร ดูดน้ำ ้าในขวดขึ้นลงเพื่อล้างปิเปตจำนวน 5 ครั้ง ผสมให้เข้ากันดี ได้ความเจือจางเป็น $1:10^5$



รูปที่ ๑.๒ การทำเจือจางลำดับส่วน

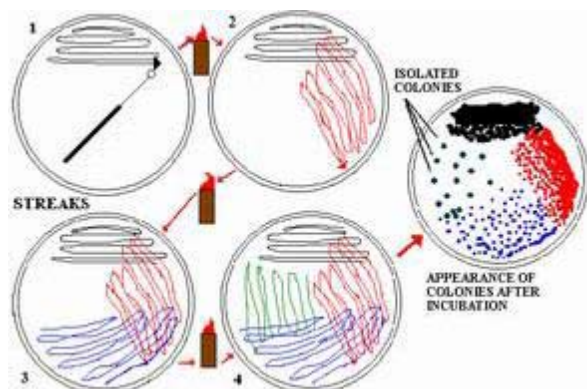
2. ใช้ปิเปตอันใหม่ดูดตัวอย่างที่มีความเจือจาง $1:10^5$ จำนวน 0.1 มิลลิลิตร ใส่บนอาหาร PDA ก่อน ใช้ปิเปตอันเดียวกันดูดของผสมใส่ในขวดที่มีน้ำ กัดันไว้เชื้อ ๑ มิลลิลิตร ดูดน้ำในขวดขึ้นลงเพื่อล้างปิเปตจำนวน ๕ ครั้งผสมให้เข้ากันดี ได้ความเจือจางเป็น $1:10^6$

3. ใช้ปิเปตอันใหม่ดูดตัวอย่างที่มีความเจือจาง $1:10^6$ จำนวน 0.1 มิลลิลิตร ที่ผสมเข้ากันดีแล้ว ใส่บนอาหาร PDA

4. ใช้ sterile spreader รูปตัว L กลีดยตัวอย่างบนผิวหน้าอาหาร PDA ให้กระจายทั่วทั้งจาน ก่อนนำไปบ่มที่อุณหภูมิห้อง นาน 24-48 ชั่วโมง

Streak plate technique

เป็นวิธีแยกเชื้อบริสุทธิ์ ที่สะดวกและดีที่สุดในลำดับแรก สำหรับจุลินทรีย์ที่เจริญเป็นโคโลนีบนอาหารวุ้น หลักการคือ ทำให้เจือจางลงเรื่อยๆ โดยการใช้อุปกรณ์ที่ฆ่าเชื้อแล้วและเช็ด และนำไปลาก (Streak) บนผิวอาหารแข็ง ไม่ให้เส้นทับกันกับรอยลากแรก ๆ ให้การเจริญที่ติดต่อกัน รอยลากท้าย ๆ ทำให้เซลล์ แต่ละเซลล์เจริญขึ้นเป็นโคโลนีที่แยกกัน เนื่องจาก โคโลนีเจริญมาจากเซลล์ 1 เซลล์ ดังนั้นแต่ละ โคโลนี ถือได้ว่าเป็นเชื้อบริสุทธิ์



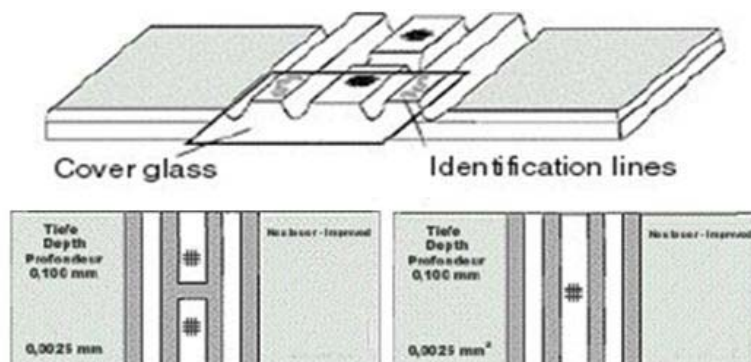
รูปที่ ๑.3 วิธีการ streak plate

ใช้ Loop ที่ฆ่าเชื้อแล้วแตะเชื้อหรือสารตัวอย่าง ที่ต้องการแยกเชื้อไปป้ายบนผิววุ้น ในจานที่ตำแหน่ง 1. แล้วนำ Loop ไปปนไฟด้วยเปลวไฟจากตะเกียง เพื่อฆ่าเชื้อที่ติดอยู่กับ loop ให้หมด รอให้ loop เย็นลง ลากเชื้อออกจาก 1. ตามแนว 2. จากนั้นลากเชื้อออกจาก 2. ตามแนว 3. จนถึงแนวที่ 4 เมื่อเชื้อเจริญกระจายไปตามแนวที่ลาก

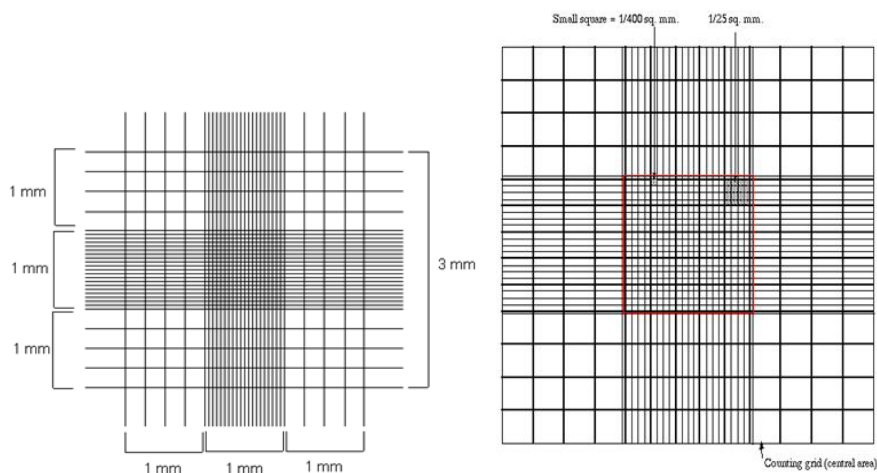
การเตรียม Spore suspension นำปลายเส้นใยของเชื้อมาวางบนอาหาร PDA บ่มไว้ ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 7 วัน เตรียม Spore suspension โดยเทน้ำ ากล้นปลอดเชื้อลงในจานอาหาร ใช้แท่งแก้วรูปตัวแอลกลีดยให้เส้นใยและสปอร์ของเชื้อราหลุดจากผิวของอาหาร นำ Spore suspension ที่ได้ไปปรับปริมาณสปอร์ด้วย ฮีมาไซโตมิเตอร์ (Haemocytometer) ในน้ำ ากล้นปลอดเชื้อให้ได้ 2.5×10^5 spore/ml ในการทดสอบผงตัวอย่าง และ $1 \times 10^3 - 1 \times 10^4$ spore/ml ในการทดสอบฟิล์มตัวอย่าง ตามลำดับซึ่งวิธีการใช้ฮีมาไซโตมิเตอร์ โดย

1. ใช้ฟาสเจอร์ปีเปตตูด Normal saline solution (0.85% NaCl) หยดลงด้านซ้ายและขวาของ cover glass ตามรูปที่ ๑.4 และใช้กระดาษซับสารละลายที่เกินออก
2. ใช้ ฟาสเจอร์ปีเปตตูด Spore suspension หยดลงด้านบนและล่างตามรูปที่ 2.9 และใช้กระดาษซับสารละลายตัวอย่างที่เกินออก
3. นำวิธีการใช้ฮีมาไซโตมิเตอร์ วางบนแท่นวางตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์และปรับภาพที่กำลังขยาย 400 เท่า เห็นภาพตามรูปที่ 2.10
4. สี่เหลี่ยม 9 ช่องใหญ่ มีขนาด 1 มิลลิเมตร x 1 มิลลิเมตร และรูปสี่เหลี่ยมตรงกลางมี 25 ช่องย่อยมีขนาด $0.2 \text{ mm} \times 0.2 \text{ mm} = 0.04 \text{ mm}^2$ ซึ่งมีความลึก 0.1 mm ปริมาตรมีค่าเท่ากับ $0.04 \text{ mm}^2 \times 0.1 \text{ mm} = 0.004 \text{ mm}^3$ ซึ่ง $1 \text{ ml} = 1 \text{ cm}^3 = 1000 \text{ mm}^3$ ($10 \text{ mm} = 1 \text{ cm}$) ซึ่งเท่ากับ 4×10^{-6} มิลลิลิตร ถ้านับได้ a เซลล์ ใน 1

มิลลิลิตร แทนค่าในสูตรได้ $\times 10^6/4$ เซลล์ เช่น เมื่อต้องการเตรียมเชื้อที่มีความเข้มข้น 2.5×10^5 spore/ml ที่ปริมาตร 10 มิลลิลิตรต้องคูณเชื้อจากเชื้อตั้งต้นปริมาตรเท่ากับ $[(2.5 \times 10^5 \text{ สปอร์/มล.})(10 \text{ มล.})]/\text{จำนวนเซลล์ใน 1 มล.}$ เมื่อใช้ทดสอบผงตัวอย่างและ $[(1 \times 10^4 \text{ สปอร์/มล.})(10 \text{ มล.})]/\text{จำนวนเซลล์ใน 1 มล.}$ เมื่อใช้ทดสอบฟิล์มตัวอย่าง



รูปที่ ๓.4 Haemacytometer



รูปที่ ๓.5 ตารางนับเซลล์เมื่อมองด้วยกำลังขยายสูง

3. การเตรียมสถานะไร้เชื้อด้วยความร้อนชื้น

ทำได้โดยให้จุลินทรีย์สัมผัสกับน้ำ ร้อนหรือไอน้ำ ความร้อนชื้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส วิธีนี้เป็นวิธีการทำ ไร้เชื้อและฆ่าสปอร์ที่ทนทานต่อความร้อนสูง การทำ Steaming ที่ 100 องศาเซลเซียส อาจใช้ฆ่าเชื้อในอาหารวุ้น (nutrient agar) และอาหารเหลว (nutrient broth) แต่ไม่ดีเท่ากับการใช้ความร้อนภายใต้ความดัน (autoclaving) พบว่าการเตรียมสถานะไร้เชื้อด้วยหม้อนึ่งอัดไอ (sterilization by autoclave) เป็นวิธีการฆ่าเชื้อด้วยไอน้ำ ภายใต้

ความดันซึ่งร้อนกว่าน้ำเดือดและ free flowing stream ความดันยิ่งสูงอุณหภูมิยิ่งสูงเป็นวิธีที่นำเชื้อถือและใช้กันมากที่สุดในการsterilize อาหารเลี้ยงเชื้อและเครื่องมือผ่าตัดและอื่นๆ ไอน้ำชื้นสามารถทะลุทะลวงวัตถุที่มีรูพรุนเช่น จุกสำลี กระดาษหรือผ้าที่ใช้ห่อและวัตถุที่กลวงทั้งหลาย ข้อจำกัดของวิธีนี้คือ ไอน้ำที่ใช้ต้องเป็นไอน้ำบริสุทธิ์ ไม่มีอากาศปน เมื่อไอน้ำที่อึดตัวอยู่ไต่ย ความดันที่สูงกว่าความดันบรรยากาศและอุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นประโยชน์ในกระบวนการทำ ไร้เชื้อที่เรียกว่าautoclaving เครื่องมือที่ใช้เรียกว่า หม้อนึ่งความดันไอน้ำ อุณหภูมิ, ความดัน, เวลาที่ใช้คือ 121 องศาเซลเซียส, 15 lbs / in² ตามลำดับ เป็นเวลา15-20 นาที

ภาคผนวก จ. ผลงานที่ตีพิมพ์

Photocatalytic Activity Against *Penicillium expansum* of Ag-doped $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$

Jularat Yaiithongkum^{1,a}, Kalayanee Kooptamond^{1, b,*}, Lek Sikong^{1, c,*}
 and Duangporn Kantachote^{2, d}

¹Department of Mining and Materials Engineering, Faculty of Engineering,

²Department of Microbiology, Faculty of Science,

Prince of Songkla University (PSU), Hatyai, Thailand 90110

^aNANOTEC Center of Excellence at Prince of Songkla University, Thailand.

^bbube07@hotmail.com, ^ckalayanee.k@psu.ac.th, ^elek.s@psu.ac.th and ^dduangporn.k@psu.ac.th

Keywords: Photocatalytic, Ag-doped $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$, sol-gel, TiO_2 , *Penicillium expansum*

Abstract. The effect of 0.1-1 mol%Ag doping on crystallite size, morphology, photocatalytic and fungal growth suppression activities of $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ nano-composite powders were investigated. The powder was synthesized by sol-gel method and studied for physicochemical properties by XRD, spectrometric techniques, FTIR, SEM, EDX and BET. The anatase structure was formed after calcination at 500°C. Photocatalytic activities towards *Penicillium expansum* growth suppression correlated to the amount of silver doped in $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ nano-composite powder under ultraviolet radiation. Ag 1.0mol% doped in $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{SnO}_2$ composite has a significant effect on antifungal behaviour. It could completely kill *Penicillium expansum* within one day of photocatalytic treatment under UV irradiation.

Introduction

Titanium dioxide (TiO_2) is used in wide applications in photocatalyst [1, 2], self-cleaning surfaces [3] and optical coating [4]. The tetrahedral anatase TiO_2 structure is the most efficient for photo-induced technological applications. The high surface area and good photocatalytic activity of anatase thin films have been prepared with crystallization temperature at 500 °C by sol-gel method [5]. However major limitations of fast recombination rate of hole-electron pairs within nanoseconds lead in application of additives such as Sn, Si and Ag for improving the photocatalytic efficiency of TiO_2 [5-8]. Suitable silver dopant can increase the activity which the mechanism is mainly attributed to the change of anatase grain size [9].

Numerous applications to antimicrobial by photocatalyst TiO_2 powder has been reported [10]. When exposed to sunlight or ultraviolet light, TiO_2 exhibits antimicrobial activity due to its strong oxidizing property [11]. The microbial destruction achieved through direct damage of its cell walls caused by hydroxyl radical ($\text{OH}\cdot$) [12].

Since ancient times silver has been used as anti-microbial agents against infections and prevent spoilage [13]. At present, many researchers have focused on anti-bacterial and multi-functional properties of silver nano-particles [13-16]. Using silver nano-particles leads to increase in number of particles per unit area and maximized anti-bacterial effects [17]. Tin oxide (SnO_2) and SiO_2 doped were also use for many advantages in environmental improvements and industrial technology [18, 19].

This promoted us to carry out $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ - TiO_2/Ag composite powder synthesis by sol-gel method and study for photocatalytic and *P. expansum* inhibitor efficiency. This will be the preliminary guide for thin film coating process with antifungal effect for glass or lens devices.

Experiment and Details

Reagents and materials

Titanium (IV) isopropoxide (TTIP, 99.95%, Fluka Sigma-Aldrich), tetrachlorostannane pentahydrate ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 98%, Fluka Sigma-Aldrich) and tetraethylorthosilicate (TEOS, 98%, Fluka Sigma-Aldrich) were used as starting materials. Ethanol (99.9%, Merck Germany) was used as a solvent and silver nitrate (AgNO_3 , UN1943) as a doping agent.

Preparation of TiO_2 nano-composite powders.

(1) TiO_2 (TP): 2M HNO_3 was added drop wise into the stirring solution containing 8.9 ml TTIP in 143 ml ethanol to fix pH at 3. The mixture was continuously stirred at room temperature until a clear and homogeneous solution was obtained.

(2) $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ (TSS): A mixture composed of TTIP 8.9 ml, ethanol 143 ml, TEOS 0.07 ml and $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1052 g was stirred for 15 min and then 2M HNO_3 was added to get the pH 3 and further stirred for 45 min.

(3) $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Ag}$ (TSSA): 0.1, 0.50, 1.0 mol% of Ag samples were symbolized as TSSA0.1, TSSA0.5 and TSSA1.0, respectively prepared by adding a designed quantity of AgNO_3 solution to TiO_2 sol (1), then mixed with $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ sol (2) and stirred roughly for 45 min.

Three types of sols were changed to powder form by drying at 105°C for 24 h and then calcined at 500°C for 2 h.

Materials characterization

The XRD patterns were obtained via the X-ray diffractometer (PHILIP X'Pert MPD). The average crystallite size was determined from XRD peaks using the Scherer's formula [20].

The infrared spectra were recorded using Fourier-transformed infrared spectrophotometer (FT-IR, EQUINOX55, Bruker, Germany) in diffused reflectance mode at $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ with KBr as blank. The SEM micrographs were performed on gold-coated samples using a Jeol apparatus (JSM-5800 LV) equipped with a link analyzer (ISIS300) for X-ray energy-dispersive analyses. The Brunauer-Emmett-Teller surface areas of powders were determined by means of Coulter SA 3100 using nitrogen adsorption at 196°C .

The band gap energies of powders were determined using UV-vis spectrophotometer (Shimadzu UV-2401). The spectra were recorded in diffused reflectance mode with BaSO_4 as a reference. The band gap energies (E_g) of the catalyst were calculated by the Planck's equation, Eq 1,

$$E_g = hc/\lambda = 1240/\lambda \quad (1)$$

When E_g is the band gap energy (eV), h is the Planck's constant, c is the light velocity (m/s) and λ is the wavelength (nm).

Photocatalytic reaction of Ag-doped $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ powders against *Penicillium expansum*

P. expansum was provided by Department of Microbiology, Faculty of Science, Prince of Songkla University (PSU). It was grown on potato dextrose agar (PDA), and its conidial spore suspensions were prepared by spread on a culture plate containing a 2 week-old sporulating culture with sterile distilled water. Spore suspension was counted using a haemocytometer (FERMA, Tokyo), and was adjusted to a concentration of 1.6×10^7 spore/ml for investigating the anti-fungal activity of Ag-doped $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$ photocatalytic reaction against the growth of *P. expansum*. To obtain a final concentration of 2.6×10^5 spore/ml, 1.6 ml spore suspension was inoculated into 8.4 ml normal saline solution (0.85% NaCl) containing 250 mg of TP, TSS and TSSA powders. After well mixing, 0.1 ml of mixture suspension was doped on PDA plates and cultured at room temperature under UVA (315–400 nm) irradiation for 72 h. After irradiation, the PDA plates were placed in the dark for an additional 24 h. The control experiments were carried out in the dark throughout the experiment period. The numbers of viable colonies of *P. expansum* on each PDA plate were observed. Five replicates per treatment were used.

Results and Discussion

XRD and SEM analyses

XRD patterns of TP, TSS and TSSA powders calcined at 500°C are present in Fig. 1. All samples exhibit anatase phase except for TSSA1.0 sample, AgO phase was also formed. The crystallite size of anatase of all samples derived from XRD data was about 13-20 nm and that of AgO phase was 28 nm for TSSA1.0 sample. Furthermore, it was also found that the considered dopants have an effect on reduction in degree of anatase crystallinity.

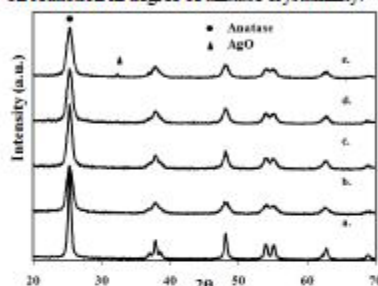


Fig. 1 XRD patterns of a) TP, b) TSS, c) TSSA0.1, d) TSSA0.5 and e) TSSA1.0 powders.

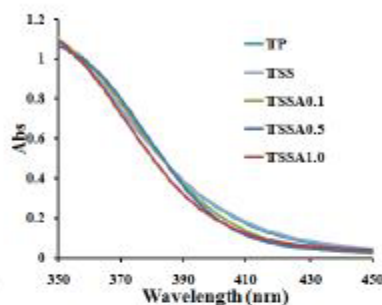


Fig. 2 UV-visible absorbance spectra of TP, TSS and TSSA powders prepared by sol-gel process and calcined at 500°C.

UV-Visible absorption spectra and energy band gap measurements

UV-Vis data (Fig. 2) are consistent with the changes in crystalline structure observed from XRD. Only TSSA1.0 sample showed a shift of absorption onset to the red part of the spectrum (Fig. 4) which might be caused by AgO crystalline. However, the other samples did not change the position of the absorption onset.

It can be seen that all synthesized TiO₂ samples have an effect on the UV-Vis spectra, especially in the case of TSS and TSSA specimens. Therefore, E_g of these samples were narrowed as 2.38-2.48 eV comparing to 3.06 eV of pure TiO₂. This change demonstrates a strategy for shaping photocatalysis by an atomic-level doping for nano-catalyst.

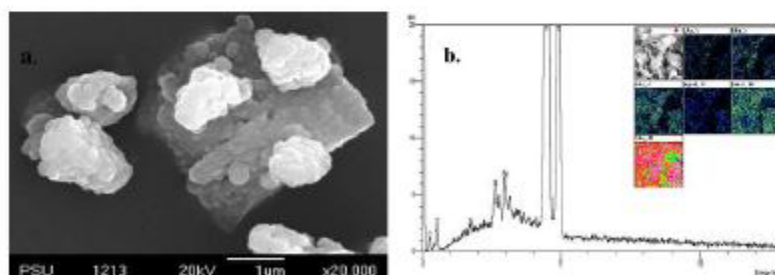


Fig. 3 SEM images and EDX spectra of TSSA powders prepared by sol-gel process and calcined at 500°C.

SEM image shows the agglomerate grains of TSSA1.0 powders (Fig. 3) which have an average particle size of 14 μm and specific surface area of 72.2 m²/g (BET analysis). It can be seen from

EDX spectrum of TSSA1.0 sample that Ag is present in this powder together with Ti, Sn, Si, C and O. All of these elements were well dispersed in TiO₂ nano-composite powders shown by X-ray mapping technique in the insert of Fig. 3b.

FT-IR spectra and photocatalytic activity against *P. expansum*

The infrared spectra of all the synthesized nano-composite powder in the range 4000–400 cm⁻¹ wave number are shown in Fig. 4. The large broad band at 3400–3300 cm⁻¹ can be assigned to mixed OH modes. The results are comparable with literature [19, 20]. These bands are in the hydroxyl stretching region and should correspond to O–H vibration of the Ti–OH groups and H₂O molecules [21]. The rather narrow bands around 1600 cm⁻¹ and 1400 cm⁻¹ can be assigned to OH modes (bending modes) of hydroxyl (OH) groups. The peaks at 649–485 cm⁻¹ correspond to the vibration of Ti–O [22]. It can be seen that TSS sample exhibits higher concentration of OH radicals on TiO₂ surfaces than that of pure TiO₂ or TP sample. This results in a higher photocatalytic activity against *P. expansum* of TSS. FT-IR spectrum of TSSA0.1 seems similarly to that of TSS sample since a very low quantity of Ag doped in TSS so that it has a little effect on FT-IR peak. Ag doping influenced on FT-IR spectra that it reduced a concentration of photo-generated OH radicals on powder surfaces.

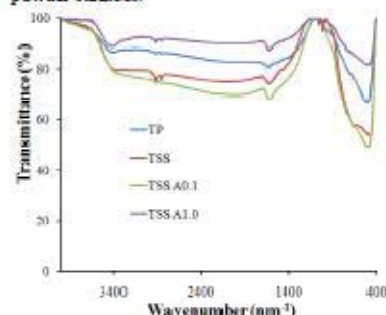


Fig.4 FT-IR spectra of the synthesized nano-composite powders.

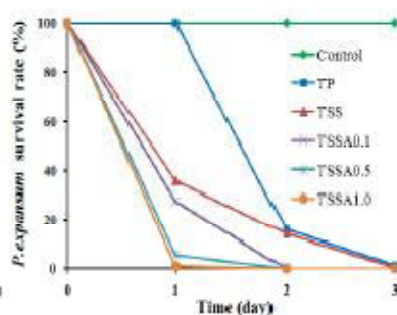


Fig.5 Photocatalytic anti-fungal activity of the synthesized nano-composite powders.

Photocatalytic activity of TiO₂ nano-composite powders against *P. expansum*

Fig. 5 illustrates the *P. expansum* killing efficiency over treatment time of synthesized nano-composite powders calcined at 500 °C. It was shown that TSSA1.0 sample had the highest activity against *P. expansum* due to the effect of TiO₂ photocatalysis and antimicrobial behavior of doping silver. Reactive oxygen species (ROS), such as OH[•], O₂^{•-}, and H₂O₂ generated on the irradiated photocatalyst surface have been proposed to attack polyunsaturated phospholipids of fungal cell [23]. *P. expansum* was completely destroyed during one day of photocatalytic treatment under UV irradiation while the killing efficiencies of TSSA0.5, TSSA0.1, TSS and TP samples were 95, 82, 75 and 57%, respectively (Fig.5). For longer photocatalytic treatment, all samples exhibited 100% killing efficiency (Fig. 5 and Fig.6). Ag doped TiO₂ seems to be a good catalyst for antifungal applications such as thin film coating for antifungal glass or lens devices.

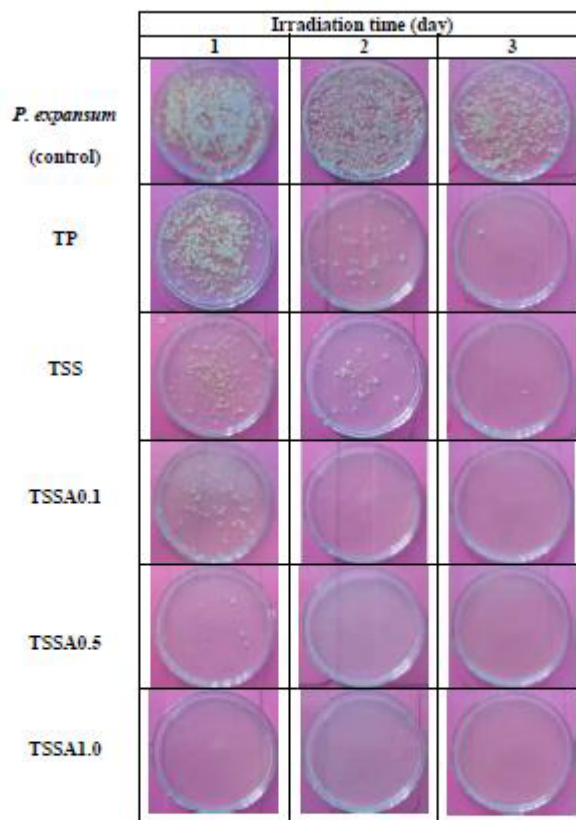


Fig. 6. Growth of *P. expansum* on potato dextrose agar (PDA) plates with the presence of TiO₂ nano-composites exposed to UVA (315–400 nm).

Summary

Pure TiO₂, TiO₂/SiO₂/SnO₂ and TiO₂/SiO₂/SnO₂ with 0.1-1 mol%Ag nano-composite powders were prepared by sol gel process. Only anatase structure was formed at calcination temperature of 500°C while silver oxide was also found in TiO₂/SiO₂/SnO₂ with 1mol%Ag. It was obvious that the augment of silver doped in TiO₂/SiO₂/SnO₂ nano-composite powder leads to a superior efficiency on *Penicillium expansum* growth suppression.

Acknowledgment

The authors are pleased to acknowledge NANOTEC Center of Excellence at Prince of Songkla University and Department of Mining and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Thailand for the financial support of this research.

References

- [1] R.S. Sonawane, B.B. Kale and M.K. Dongare: *Materials Chemistry and Physics* 85 (2004), p.52
- [2] M. Langlet, S. Pempoon, D. Riassetto, G. Berthomé, E. Pernaot and J.C. Joud: *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 181 (2006), p. 203
- [3] T. Watanabe, A. Nakajima, R. Wang, M. Minabe, S. Koizumi, A. Fujishima and K.Hashimoto: *Thin Solid Films* 351 (1999), p. 260
- [4] D.J. Kim, S.H. Hahn, S.H. Oh and E.J. Kim: *Materials Letters* 57 (2002), p.355
- [5] E.M.El-Maghraby, Y. Nakanmura and S. Rengakuji: *Catalysis Communications* 9 (2008), p.2357
- [6] L. Sikong, J. Damchan, K. Kooptanond and S. Niyomwas: *Songklanakarin J. Sci. Technol.* 30 (3) (2008), p. 385
- [7] L.Sikong, K. Kooptanond, S. Niyomwas and J. Damchan: *Songklanakarin Journal of Science and Technology* 32(4) (2010), p.413
- [8] S. Rengaraj and X.Z. Li: *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 243 (2006), p. 60
- [9] H.E. Chao, Y.U. Yun, H.U. Xingfang and A. Larbot: *Journal of the European Ceramic Society* 23 (2003), p. 1457
- [10] T. Matsunaga, R. Tornada, T. Nakajima and H. Wake: *FEMS Microbiology Letters* 29 (1–2) (1985), p.211
- [11] P.C. Maness, S. Smolinski, D.M. Blake, Z. Huang, E.J. Wolfum and W.A. Jacoby: *Applied and Environmental Microbiology* 65 (9) (1999), p. 4094
- [12] K.P. Kuhn, I.F. Chaberny, K. Masholder, M. Strickler, V.W. Benz, H.G. Sonntag, and L.Erdinger: *Chemosphere* 53 (1) (2003), p. 71
- [13] M. Rai, A. Yadav and A. Gade: *Biotechnology Advances* 27 (1) (2009), p.76
- [14] H.H. Nersisyan, J.H. Lee, H.T. Son, C.W. Won and D.Y. Maeng: *Materials Research Bulletin* 38 (2003), p. 949
- [15] S.H. Jeong, S.Y. Yeo and S.C. Yi: *Journal of Materials Science* 40 (2005), p. 5407
- [16] S.Y. Yeo, H.J. Lee and S.H. Jeong: *Journal of Materials Science* 38 (2003), p. 2143
- [17] S.Y. Yeo and S.H. Jeong: *Polymer-International* 52 (7) (2003), p. 1053
- [18] K. Shiba, H. Hinode and M. Wakihara: *React.Kinet.Catal.Lett.* 64 No. 2 (1998), p.281
- [19] I. Itisz, Z. LaÁszló and A. Dombi: *Applied Catalysis A: General* 180 (1999), p.25
- [20] S. Bakardjieva, J. S'ubrt, V. S'tengl, M. J. Dianez and M. J. Sayagues: *Applied Catalysis B: Environmental* 58 (2005), p. 193
- [21] M. Kamna and S. Wongnawa: *Materials Chemistry and Physics* 110 (2008), p. 166
- [22] W.-Chi Hung, S.-Han Fu, J.-JenTseng, H. Chu and T.-Hsing Ko: *Chemosphere* 66 (2007), p. 2142
- [23] C. Maneerat and Y. Hayata: *International Journal of Food Microbiology* 107 (2006), p. 99

Address of the corresponding author:

Author: Associate Professor, Kalayanee Kooptanond

Institute: Department of Mining and Materials Engineering, Prince of Songkla University (PSU)

Street: Kamjanawanich

City: Hadyai, Songkhla

Country: Thailand

Telephone: +66-7455-8834

Fax: +66-7455-8834

Email: kalayanee.k@psu.ac.th

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล นางสาวจุฬารัตน์ ไชทองคำ

รหัสประจำตัวนักศึกษา 5110120010

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิทยาศาสตรบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2550

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

- ทุนค่าเล่าเรียน ของนักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- ทุนอุดหนุนการวิจัยจาก ศูนย์ความเป็นเลิศด้านนาโนเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินรายได้มหาวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

- Jularat Yaithongkum, Kalayanee Kooptarnond, Lek Sikong and Duangporn Kantachote "Photocatalytic activity against *Penicillium expansum* of Ag-doped $TiO_2/SnO_2/SiO_2$ " 2011 International Conference on Key Engineering Materials (ICKEM2011), Yuhai Int'l Resort Apartment & SPA, Sanya, China, 25-27 March, 2011.

- Jularat Yaithongkum, Kalayanee Kooptarnond, Lek Sikong and Duangporn Kantachote "Photocatalytic activity against *Penicillium expansum* of Ag-doped $TiO_2/SnO_2/SiO_2$ " *Advanced Materials Research* Vol. 214 (2011) pp 212-217, ISSN: 1022-6680.