



## รายงานการวิจัย

เหล็กกล้าไร้สนิมเคลือบด้วยฟิล์มโพโตแคตะไลติกไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนเพื่อยับยั้งเชื้อ *S. aureus*

**Inactivation of *S. aureus* using sulphur and nitrogen co-doped  
TiO<sub>2</sub> photocatalytic films coatings on stainless steel**

พิชญา พิศสุวรรณ

Pichaya Pitsuwan

มาหามะฮูไฮมี มะแซ

Mahamasuhaimi Masae

ชัยณรงค์ ใจดำ

Chainarong Jaidum

อรุณ รัตนพงศ์

Arun Ratanapong

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

งบประมาณเงินรายได้ ประจำปี พ.ศ. 2558



## บทคัดย่อ

จุดประสงค์การศึกษาในการสังเคราะห์และการตรวจคุณลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนในการเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมโดยวิธีการจุ่ม โดยทำการศึกษา ประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ของเหล็กกล้าไร้สนิมที่มี สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือและไม่เจือซัลเฟอร์และไนโตรเจนโดยเตรียมด้วย กระบวนการโซล เจลที่มีการควบคุมที่อุณหภูมิต่ำ อีกทั้งมีการเปรียบเทียบคุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของฟิล์มเคลือบ ซึ่งใช้เครื่องมือประกอบด้วย เครื่องเอ็กซ์เรย์แบบเลี้ยวเบน (XRD) เครื่อง ส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เครื่องวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน (FTIR) เครื่อง สเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (XPS) และวัดหาความเข้มข้น สารละลายด้วย (ICP) จากผลการทดลองพบว่าขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไท โอxyเรียม (10.3 นาโนเมตร) มีขนาดเล็กกว่าที่ไม่มีการเจือ (11.0 นาโนเมตร) ผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (65%) ภายใต้แสงยูวีของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และ ไนโตรเจนสามารถยับยั้งได้ถึง 150 นาที ซึ่งโครงการนี้สามารถไปประยุกต์ใช้กับวัสดุเทคโนโลยี ใหม่ในอนาคตทางด้านการเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิมที่ใช้เป็นอุปกรณ์ในโรงพยาบาลและเครื่องมือ อิเล็กทรอนิกส์และงานด้านการเคลือบอื่นๆ ได้

คำสำคัญ : ไทเทเนียมไดออกไซด์ *S. aureus* สเตนเลส ไนโตรเจน ซัลเฟอร์

## Abstract

This study aimed to synthesize and then characterized the physical property of sulfur (S) and nitrogen (N) doped titanium dioxide. This compound must be used for dipped coating on stainless steel. The study also investigated the efficiency of this compound to inhibit the growth of *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) with and without sulfur (S) and nitrogen (N) doping were successfully synthesized by low temperature evaporation sol-gel method. We compare the chemical and structural characteristics, and photocatalytic activities of thin films of titania onto stainless steel. The films were analysed using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray photo electron microscopy (XPS) and inductively couple plasma (ICP). The result of the physical properties showed the smaller size of doped compound crystal (10.3 nm.) than undoped crystal (11.0 nm.) by the x-ray refraction test. The antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* (65%) under UV irradiation showed sulfur (S) and nitrogen (N) doped titanium dioxide nano particulates film enhance bacterial inactivation within 150 minutes. The expected overall properties of nanocomposites may open the way towards new applications of high performance stainless steel, leading to an innovative product development in the hospitals, electronics for coatings and many other applications.

Keyword: TiO<sub>2</sub>, *S. aureus*, Stainless, Nitrogen, Sulfur

## กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าต้องขอขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่ออกนามและมิได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย ที่ให้การสนับสนุนทุนในการทำวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. เล็ก สีคง ที่อนุเคราะห์ให้ใช้ห้องปฏิบัติการนาโนเทคโนโลยีเพื่อทำการวิจัยในครั้งนี้ ขอขอบคุณ คุณพิรวัส คงสงและนักศึกษาที่ทำงานร่วมกันคือ นายชัยณรงค์ ใจดำ และนายอรุณ รัตนพงษ์ที่คอยให้ความช่วยเหลือที่ดีเสมอมา



พิชญา พิศสุวรรณ

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(1)
กิตติกรรมประกาศ	(3)
สารบัญ	(4)
สารบัญตาราง	(6)
สารบัญรูป	(7)
สัญลักษณ์และคำย่อ	(9)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	5
1.3 ขอบเขต	5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์	10
2.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO <sub>2</sub> )	11
2.4 ลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดไทเทเนียมไดออกไซด์	13
2.5 ปรากฏการณ์โฟโตแคตะไลติก (Photocatalytic effect)	14
2.6 กลไกการเพิ่มปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก	16
2.7 การทำให้เกิดเฟสสมระหว่างอะนาเทสและรูไทล์	17
2.8 การลดช่องว่างของแถบพลังงาน	19
2.9 กระบวนการ โชล – เจล	20
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน	23
3.1 แผนการดำเนินงาน	23
3.2 ขั้นตอนและวิธีดำเนินงาน	24
3.3 เตรียมสารเคลือบ	26
3.4 การเตรียมอุปกรณ์เลี้ยงเชื้อ	27

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์	31
4.1 ผลการวิเคราะห์ Atomic force microscope (AFM)	31
4.2 ผลการวิเคราะห์ โครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค (X-ray diffraction, XRD)	32
4.3 ผลการวิเคราะห์การเลื่อนไปทางแสงที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า(Visible light) ของสารเคลือบ	33
4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วย (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซัลเฟอร์และไนโตรเจน	35
4.5 ผลการทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย <i>S.aureus</i>	36
4.6 ผลการวิเคราะห์ Inductively Couple Plasma (ICP)	40
4.7 ผลการวิเคราะห์ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)	40
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	46
5.1 สรุปผลการทดลอง	46
5.2 ข้อเสนอแนะ	46
บรรณานุกรม	47
ภาคผนวก ก	50
ผลการทดลอง XPS	50
ประวัติผู้เขียน	59

## สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
3.1 แผนการดำเนินงาน	23
4.1 ขนาดผลึกของสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์	31
4.2 ค่าแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์(Band gap energy)	33
4.3 แสดงความขรุขระและความหนาของชั้นฟิล์มวิเคราะห์ด้วย AFM	34
4.4 ช่วงพลังงานที่พบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย XPS	42
4.5 ปริมาณธาตุที่ปรากฏในสารเคลือบ	42





## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 ลักษณะแบคทีเรีย <i>Staphylococcus aureus</i> (S. aureus)[	2
2.1 การประยุกต์ใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์	10
2.2 โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์	11
2.3 ลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม	13
2.4 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์	15
2.5 กลไกการเพิ่มปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ $TiO_2$ โดยการโด๊ปด้วยแลนทานัม และไนโตรเจน	16
2.6 กลไกการเคลื่อนที่ของประจุในคอมโพสิตฟิล์ม $SnO_2 / TiO_2$	17
2.7 แบบจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นของเฟสอะนาเทส และรูไทล์	18
2.8 แสดงการเกิดปฏิกิริยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่โด๊ปด้วยไนโตรเจน	19
2.9 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล	20
3.1 แผนผังการทำวิจัย	24
3.2 การเตรียมสารแบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ	26
3.3 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม	27
3.4 การจุ่มแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม	27
3.5 การอบเครื่องแก้ว	28
3.6 อาหารสำหรับเลี้ยงเชื้อ <i>S.aureus</i>	28
3.7 วิธีการ Dilute เชื้อแบบวิธี Serial Dilution	29
4.1 ภาพถ่าย AFM แสดงลักษณะพื้นผิวของสารเคลือบที่ติดบนเหล็กกล้าไร้สนิม	32
4.2 ผล XRD ของ(ก) ไทเทเนียมไดออกไซด์และ(ข)ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน	33
4.3 ผลการวิเคราะห์ UV-Vis ความยาวคลื่นของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และไนโตรเจน	34

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วย FTIR ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน	35
4.5 ผลการยับยั้งเชื้อ S.aureus ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน นานาทีที่ 0 - 60 นาที	37
4.6 ผลการยับยั้งเชื้อ S.aureus ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน นานาทีที่ 90 - 150 นาที	38
4.7 อัตราการรอดชีวิตของเชื้อ S.aureus ภายใต้อุณหภูมิที่ 0 - 150 นาที	39
4.8 แสดงการเปรียบเทียบอัตราการรอดชีวิตของ S.aureus ที่ 150 นาที	39
4.9 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้น ของซัลเฟอร์ด้วย ICP	40
4.10 ผลจากการวิเคราะห์ด้วย XPS ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วม ด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน	41
4.11 ช่วงพลังงานที่พบธาตุออกซิเจน	43
4.12 ช่วงพลังงานที่พบธาตุคาร์บอน	43
4.13 ช่วงพลังงานที่พบธาตุไทเทเนียม	44
4.14 ช่วงพลังงานที่พบธาตุซัลเฟอร์	44
4.15 ช่วงพลังงานที่พบธาตุไนโตรเจน	45

## สัญลักษณ์และคำย่อ

TiO <sub>2</sub>	ไทเทเนียมไดออกไซด์
TTIP	Titanium (IV) isopropoxide
S	ซัลเฟอร์
N	ไนโตรเจน
NaCl	โซเดียมคลอไรด์
M	โมลาร์
XRD	X-ray diffraction
t	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
$\lambda$	ความยาวคลื่น
$\beta$	Line width at half maximum height (เรเดียน)
SEM	Scanning Electron Microscope
nm	นาโนเมตร
<i>S. aureus</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
XPS	X-ray photo electron spectroscopy
AFM	Atomic force microscope



## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมา และความสำคัญ

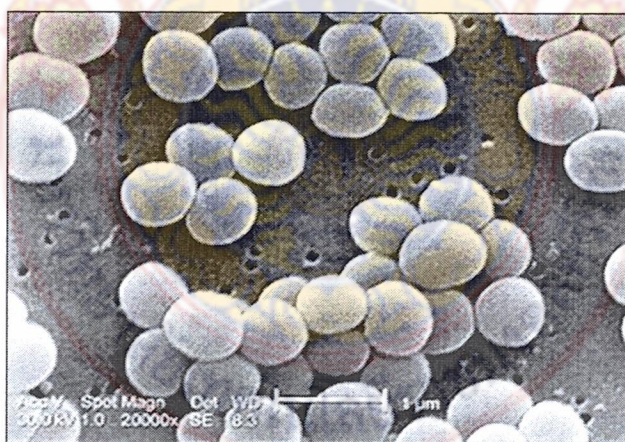
การผ่าตัดที่ทำในอดีตพบว่ามี การติดเชื้อเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก เนื่องจากขาดความรู้ความเข้าใจถึงกลไกที่เป็นสาเหตุในการติดเชื้อ วิวัฒนาการของการผ่าตัดได้เริ่มจากการใช้สารเคมีในการยับยั้งโรค ในปี ค.ศ. 1860 Lister ใช้กรดคาบอริก (Carbolic acid) ทำความสะอาดแผลผ่าตัด และปิดแผล พบว่าสามารถลดการติดเชื้อลงได้มาก นอกจากนี้ยังใช้กรดคาบอริกในการทำ ความสะอาดเครื่องมือผ่าตัดผู้ป่วย รวมถึงฉีดพ่นสัลดยแพทช์ก่อนทำผ่าตัด นับได้ว่าเป็นจุดเริ่มต้นของการทำผ่าตัด โดยการทำให้ปราศจากเชื้อโรค จุดหักเหของการผ่าตัดอีกอันหนึ่งก็คือ การใช้ยาปฏิชีวนะ ในการลดการติดเชื้อจากแบคทีเรียในกลุ่มที่มีโอกาสเสี่ยงต่อการติดเชื้อสูง ปัจจัยที่มีผลต่อการติดเชื้อ มี 2 สิ่งคือ 1 จำนวนของแบคทีเรียหรือจุลินทรีย์อื่นๆ ที่มายังแผลผ่าตัด รวมถึงความรุนแรงของตัวจุลินทรีย์ 2 ความสามารถในการป้องกันการติดเชื้อของร่างกาย เช่น ปริมาณเซลล์เม็ดเลือดขาว ภูมิคุ้มกันที่มีในร่างกาย

จุลินทรีย์ที่ทำให้เกิดการติดเชื้อของแผลผ่าตัด อาจเกิดจากเชื้อที่มีอยู่บนตัวผู้ป่วย หรือจากการที่ผู้ป่วยมีการติดเชื้อจากระบบอื่นๆ เช่น ระบบทางเดินปัสสาวะหรือมีฟันผุ การเตรียมตัวก่อนการผ่าตัดโดยการโกนขน อาจเป็นสาเหตุของการติดเชื้อ ลักษณะของห้องผ่าตัดก็มีส่วนสำคัญ เช่น ไม่ควรปล่อยให้มีคนเดินเข้าออกมาก การไหลเวียนของอากาศควรจะให้ไหลจากบนสู่พื้นไปทางเดียว เพื่อที่จะไม่ทำให้ฝุ่นละออง ที่มีเชื้อจุลินทรีย์เข้ามาในแผล อีกปัจจัยหนึ่งเครื่องมือที่ใช้ทำผ่าตัด ต้องทำความสะอาดให้ปราศจากเชื้อเพื่อที่จะลดจำนวนจุลินทรีย์เข้ามาในแผลผ่าตัด เชื้อโรคบางชนิดที่ทำให้เกิดแผลติดเชื้อมาจากบุคลากรในห้องผ่าตัด เช่น *S. aureus* พบได้ในโพรงจมูกของคน ฝุ่นละอองในอากาศเป็นที่เกาะของจุลินทรีย์มีโอกาสตกใส่แผลขณะผ่าตัด ฝุ่นละอองที่ทำให้เกิดการติดเชื้อส่วนใหญ่มาจาก เศษหนังกำพร้าของบุคลากรในห้องผ่าตัด ผิวหน้าที่ลอก หรือรังแค เป็นต้น

แบคทีเรีย (Bacteria) เป็นสิ่งมีชีวิตชนิดหนึ่งซึ่งมีขนาดเล็กมากจนมองด้วยตาเปล่าไม่เห็น (Microorganism) มีอยู่ทั่วไปในสิ่งแวดล้อม แบคทีเรียบางชนิดสามารถทำให้เกิดโรคในมนุษย์ได้ ในขณะที่เดียวกันก็มีแบคทีเรียบางชนิดที่มีประโยชน์ต่อร่างกายมนุษย์เป็นอย่างดี แบคทีเรียส่วนใหญ่สามารถอยู่เป็นอิสระนอกร่างกายมนุษย์ได้ มีเพียงบางชนิดเท่านั้นที่จำเป็นต้องอาศัยอยู่ในเซลล์ของมนุษย์เพื่อการดำรงชีวิตการจะมองเห็นตัวแบคทีเรียนั้น ต้องใช้กล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายสูงอย่างน้อย 400 ถึง 1,000 เท่า รูปร่างของแบคทีเรียที่มองเห็นได้นั้นมีหลายรูปแบบ

เช่น รูปร่างกลม ซึ่งเรียกว่า คอคคัส (Coccus) และ รูปร่างเป็นแท่ง เรียกว่า บาซิลลัส (Bacillus) มีได้ทั้งเป็นแท่งสั้น และเป็นแท่งยาว อยู่รวมเป็นกลุ่ม อยู่เดี่ยวๆ หรือเรียงตัวต่อกันเป็นสายคล้ายสายสร้อย เป็นต้น ซึ่งรูปร่างของแบคทีเรียเหล่านี้ เป็นสิ่งที่ใช้บอกชนิดของแบคทีเรียเบื้องต้นได้ นอกจากนั้น การที่จะมองเห็นตัวเชื้อแบคทีเรียได้ ยังจำเป็นต้องย้อมสีแบคทีเรียเสียก่อนวิธีย้อมสีแบคทีเรียทางการแพทย์ เรียกว่าการย้อมสีแกรม (Gram stain) ซึ่งเชื้อแบคทีเรียแต่ละชนิดจะติดสีแกรมแตกต่างกันไป ถ้าติดสีน้ำเงิน เรียกว่าติดสีแกรมบวก (Gram positive) ถ้าย้อมแล้วแบคทีเรียติดสีแดง เรียกว่าติดสีแกรมลบ (Gram negative) การติดสีแกรมที่แตกต่างกันนี้ สามารถนำมาใช้บอกชนิดของแบคทีเรียเบื้องต้นได้เช่นกัน

แบคทีเรียที่มีบทบาทในการทำให้เกิดการติดเชื้อคือ *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) รูปที่ 1.1 มาจากการปนเปื้อนในขณะผ่าตัด หรือกระจายไปตามกระแสเลือดจากแหล่งอื่น ลักษณะของแผลหลังผ่าตัด แบ่งได้เป็น 3 ชนิด ตามการติดเชื้อคือ 1. แผลที่ไม่มีการติดเชื้อ (Uninfected wound) มีลักษณะของแผลที่ Healed ดี ไม่มี Discharge ออกมาให้เห็น 2. แผลติดเชื้อ (Definitely infected wound) แผลจะมี Discharge หรือหนองถึงแม้จะไม่สามารถเพาะเชื้อขึ้น 3. แผลที่น่าจะมีการติดเชื้อเกิดขึ้น (Possibly infected wound) มีลักษณะขอบแผลที่แดงบวม แต่อาจไม่มี Discharge ออกมาก็ได้ การตรวจเพาะเชื้ออาจพบว่ามีแบคทีเรียบางชนิดขึ้น



รูปที่ 1.1 ลักษณะแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) [2]

1.1.1 การแบ่งชนิดของแบคทีเรียสามารถแบ่งได้หลายแบบ เช่น

1) แบ่งตามการติดสีย้อมแกรม (Gram stain) ถ้าติดสีน้ำเงินเรียกว่าแบคทีเรียชนิดแกรมบวก (Gram positive bacteria) ถ้าติดสีแดงเรียกว่าแบคทีเรียชนิดแกรมลบ (Gram negative bacteria) ดังได้กล่าวแล้ว

2) แบ่งตามรูปร่างของแบคทีเรีย เช่น แบคทีเรียรูปร่างกลมเรียกว่าคอคคัส (Coccus) แบคทีเรียรูปร่างเป็นแท่งเรียกว่า บาซิลลัส (Bacillus)

3) แบ่งตามการใช้ออกซิเจนของแบคทีเรีย แบคทีเรียที่ต้องใช้ออกซิเจนในการดำรงชีวิตเรียกว่า แอโรบิกแบคทีเรีย (Aerobic bacteria)

4) แบคทีเรียที่ไม่ต้องใช้ออกซิเจนในการดำรงชีวิตเรียกว่า แอนแอโรบิกแบคทีเรีย (Anaerobic bacteria)

ทั้งนี้ชนิดต่างๆของแบคทีเรียทำให้มีความแตกต่างในด้านต่างๆ เช่น

1.1.2 การเกิดโรค

1) แบคทีเรียชนิดแกรมบวก มักทำให้เกิดโรคแบบติดเชื้อเป็นหนองที่ผิวหนัง ทางเดินหายใจส่วนต้น (จมูก และลำคอ) และปอดบวม

2) แบคทีเรียชนิดแกรมลบ มักทำให้เกิดโรคที่ระบบทางเดินอาหาร ระบบทางเดินปัสสาวะ และถุงน้ำดี

3) แบคทีเรียชนิดแอโรบิก มักทำให้เกิดโรคในอวัยวะที่มีออกซิเจนพอเพียง เช่น ผิวหนัง ช่องปาก ปอด ทางเดินหายใจ กระเพาะปัสสาวะ

4) แอนแอโรบิกแบคทีเรีย มักทำให้เกิดโรคในบริเวณที่มีออกซิเจนน้อย เช่น เชื้อบาดทะยัก ซึ่งเป็นแอนแอโรบิกแบคทีเรียชนิดหนึ่งทำให้เกิดโรคในแผลลึกๆที่ถูกตะปูตำ หรือการติดเชื้อในช่องท้องที่เกิดจากการทะลุของลำไส้ เป็นต้น

1.1.3 ความรุนแรงของโรค

1) แบคทีเรียชนิดแกรมบวกที่รูปร่างเป็นคอคคัส มักทำให้เกิดการอักเสบเป็นหนองที่ผิวหนัง ต่อมทอนซิล ทางเดินหายใจ ปอด อาการมักจะไม่รุนแรง และรักษาได้ผลดีด้วยยาปฏิชีวนะในกลุ่มเพนิซิลลิน (Penicillin)

2) แบคทีเรียชนิดแกรมลบที่รูปร่างเป็นบาซิลลัส มักทำให้เกิดโรคในทางเดินอาหาร ทางเดินปัสสาวะ ไต ถุงน้ำดี ใ้ต้องการรักษายากกว่าเพราะมักคือต่อยาปฏิชีวนะและมีโอกาสที่เชื้อจะแพร่ไปในกระแสเลือดเกิดภาวะช็อกตามมาได้

3) แบคทีเรียชนิดแอโรบิก มักทำให้เกิดโรคที่ผิวหนัง ช่องปาก ทางเดินหายใจ ปอด อาการมักไม่รุนแรง และรักษาหายได้ด้วยยาปฏิชีวนะที่ใช้อยู่ทั่วไป

4) แบคทีเรียชนิดแอนแอโรบิก ทำให้เกิดโรคที่ร้ายแรง เช่น โรคบาดทะยัก เพราะมีการสร้างสารพิษออกมาจากเชื้อแบคทีเรียที่มีผลต่อระบบประสาท (Neurotoxin) สามารถเป็นอันตรายถึงชีวิตได้ การติดเชื้อแบคทีเรียชนิดแอนแอโรบิกในช่องท้องมักจะติดต่อจากผิวหนังทั่วไป และต้องใช้ยาปฏิชีวนะชนิดพิเศษที่เฉพาะเจาะจงต่อแบคทีเรียชนิดนี้ ทำให้การรักษาไม่ค่อยได้ผล

1.1.4 โรคจากการติดเชื้อแบคทีเรียมีเป็นจำนวนมากมาที่พบบ่อยในบ้านเรา ได้แก่ อหิวาตกโรค โรคปอดบวม หรือปอดอักเสบ โรคไอกรน โรคบาดทะยัก โรคฉี่หนู โรคไทฟอยด์ วัณโรค โรคต่อมทอนซิลอักเสบ โรคหูส่วนกลางอักเสบเป็นหนอง โรคไส้ติ่งอักเสบ โรคหนองใน อาการพบบ่อยจากการติดเชื้อแบคทีเรีย ได้แก่

1) ไข้ (Fever) เป็นอาการสำคัญที่สุด ที่มักจะเกิดขึ้นในการติดเชื้อแบคทีเรียเกือบทุกชนิด ลักษณะการเกิดไข้จะแตกต่างกันไปในแต่ละโรค และแต่ละชนิดของเชื้อแบคทีเรีย

2) หนอง (Pus) มักเกิดในการติดเชื้อแบคทีเรียหลายชนิด ลักษณะของหนอง อาจเกิดที่แผลมีหนองไหลออกมา หรือเป็นฝี หรือมีน้ำมูก หรือเสมหะสีเขียวขุ่น หรือเหลือง ก็เป็นสิ่งบ่งชี้ว่าเกิดการติดเชื้อแบคทีเรียแล้วทั้งสิ้น ตัวอย่างเชื้อแบคทีเรียที่ทำให้เกิดหนอง ได้แก่ สเตรปโตคอคคัส (*Streptococcus*) และ สแตฟีโลคอคคัส (*Staphylococcus*) เป็นต้น

3) อาการปวดเจ็บไส้ติ่งอักเสบ เป็นต้น (Pain) ในบริเวณที่มีการติดเชื้อ เช่น ปวดท้องน้อยด้าน ขวาในโรค

4) อาการบวม (Edema) จากการติดเชื้อ เกิดได้ทั้งอวัยวะภายนอก เช่น ผิวน้ำบวม และปวด หรือ อวัยวะภายในบวม เช่น ปอดที่ติดเชื้อแบคทีเรียจะบวมใหญ่เรียกว่าโรคปอดบวม (Pneumonia) เป็นต้น [1]

สแตนเลสหรือชื่ออย่างเป็นทางการคือ เหล็กกล้าไร้สนิม เป็นศัพท์ทั่วไปที่ใช้เรียกเหล็กในกลุ่มที่มีความต้านทานการกัดกร่อนสูง สแตนเลสเป็นโลหะผสมระหว่างเหล็ก และคาร์บอน ซึ่งส่วนประกอบจะมีปริมาณคาร์บอนต่ำ มีโครเมียมเป็นส่วนผสมหลักประมาณ 10.5 % หรือมากกว่าทำให้เกิดการสร้างฟิล์มออกไซด์ (Chromium oxide film: CrO<sub>2</sub>) หรือเรียกว่า Passive film ที่มองไม่เห็นเกาะติดแน่นอยู่ที่ผิวหน้าทำให้เหล็กกล้ามีความต้านทานการกัดกร่อน เหล็กกล้าไร้สนิมมีการแบ่งชนิดหลายแบบ ระบบที่ใช้กันมากที่สุดเป็น SAE (Society of automotive engineers) AISI (American iron and steel institute) และ ASTM (American society for testing and materials) ซึ่งเครื่องมือในโรงพยาบาล เวชภัณฑ์ตู้รถไฟตู้คอนเทนเนอร์ ใช้ในอุตสาหกรรมอาหารเครื่องดื่ม อุปกรณ์ในกระบวนการทางเคมีอุปกรณ์เครื่องครัวเครื่องใช้บนโต๊ะอาหารเครื่องใช้ในบ้านเครื่องล้างจานอ่างล้างจานและภาชนะหุงต้ม เป็นต้น เป็นสแตนเลสเกรดออสเทนนิติก (Austenitic) ที่พบ

เห็นและใช้แพร่หลายที่สุด มีส่วนผสมของโครเมียม (Chromium) ประมาณ 18% และนิกเกิล (Nickel) ประมาณ 8% เป็นสแตนเลสชนิด 304

จากปัญหาที่กล่าวไว้ข้างต้นนั้น โครงการวิจัยนี้จึงมีแนวความคิดการนำเหล็กกล้าไร้สนิมมาเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนด้วยกระบวนการโซลเจลแบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ซึ่งเป็นสาเหตุของการติดเชื้อที่มีลักษณะมองเห็นได้ด้วยตา คือ อาการเป็นหนองบริเวณผิวหนัง เพื่อประยุกต์ใช้ในงานด้านอุปกรณ์การแพทย์และงานด้านสุขอนามัย

## 1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 ผลิตสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน

1.2.2 เพื่อยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus*

1.2.3 ศึกษาการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนบนเหล็กกล้าไร้สนิมวิธีการโซล - เจล แบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ

## 1.3 ขอบเขตของการทำโครงการ

1.3.1 ศึกษาประสิทธิภาพของสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนระบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ และทำการวิเคราะห์ด้วย XRD

1.3.2 ศึกษาประสิทธิภาพของเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus* ภายใต้อุณหภูมิ 0-150 นาที

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้สารสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนโดยวิธีโซล-เจล และควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำที่สามารถยับยั้ง *S. aureus*

1.4.2 เป็นแนวทางในการผลิตสารเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิมซึ่งเป็นวัสดุในการผลิตอุปกรณ์การแพทย์และงานด้านต่างๆ

1.4.3 เป็นแนวทางเพื่อการพัฒนาและนำไปใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์ด้านการผลิตวัสดุยับยั้งเชื้อโรคได้



## บทที่ 2

### งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้ศึกษาสมบัติของตัวแปรสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติการเป็น โฟโตแคตะลิสต์ (Photocatalyst) ของสารเคลือบที่สังเคราะห์และการนำสารเคลือบมาเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยวิธีการจุ่ม ตลอดจนการศึกษาเรื่องการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus* ดังนั้นในรายละเอียดที่ศึกษาจะกล่าวถึงหัวข้อสำคัญที่เกี่ยวข้องดังนี้

#### 2.1 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

Zheng and group ได้ศึกษาผลจากปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสามารถนำไปยับยั้งแบคทีเรียหรือเชื้อราได้ เช่น การศึกษาปฏิกิริยาต่อต้านแบคทีเรีย *Escherichia coli* K-12 ของ Fe<sup>3+</sup>-doped nanostructured TiO<sub>2</sub> thin films ที่เคลือบบนกระจก Soda-lime-silica ซึ่งเตรียมจากวิธี โซล-เจล ความเข้มข้นสูงสุดของ Iron ion ประมาณ 0.5 mol% หลังฉายรังสี 120 นาที สามารถยับยั้งจุลินทรีย์ได้ถึง 95 % เนื่องจากทำให้ Cell wall เกิดความเสียหาย [3]

Mancerat and Hayata ได้ทำการศึกษา Antifungal activity ของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในรูปของผงไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบบนฟิล์มพลาสติกที่ต่อต้าน *Penicillium expansum* ของผลไม้ ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกลดการเจริญเติบโตของ Fungal pathogen ซึ่งพบว่าความสามารถของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งการเจริญเติบโตของ *Penicillium expansum* ขึ้นอยู่กับปริมาณผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เพิ่มลงไป ทั้งผงและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถชะลอการเน่าของผลไม้ ในทำนองเดียวกันฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถลด Brown lesion และ *Penicillium rot* ในมะนาว [4]

Maness and group ได้มีการทดลองศึกษาโดยนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 degussa) *Escherichia coli* K-12 โดยใช้ Malondialdehyde (MDA) เป็นดัชนีชี้วัดความสามารถในการยับยั้ง *Escherichia coli* K-12 ผลปรากฏว่าเมื่อทำการฉายแสงไปประมาณ 30 นาที สามารถที่ยับยั้ง *Escherichia coli* K-12 ได้ถึงประมาณ 77-93 % [5]

Kim and group ได้มีการพัฒนาโดยใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 degussa) ใ้ปด้วย Ag มาทำการยับยั้ง *Escherichia coli* ภายใต้การฉายแสงด้วยหลอดฟลูออเรสเซนต์ ผลปรากฏว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ และเมื่อใช้เวลามากขึ้นประสิทธิภาพในการยับยั้งโรค [6]

Evans and Sheel [7] ได้ศึกษาประยุกต์ใช้ในเทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสีย การฟอกอากาศและพื้นผิวที่ทำความสะอาดตัวเอง เช่น ใช้ในโรงพยาบาลหรือขั้นตอนการเตรียมอาหาร

Benabbou.and group [8] ศึกษาผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้วิธีโซล-เจล พบว่ากลไกการยับยั้งโรคที่สำคัญมาจากปฏิกิริยาของไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH-radical) ได้ทำการศึกษาเชื้อโรคหลายชนิด เช่น Bacterial, Fungal และ Protozoan ชนิดต่างๆ โดยใช้วิธี SPC-DIS coating ผลการทดลองพบว่า การใช้แสงยูวีร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 สามารถยับยั้ง *E.coli* ได้ดีกว่าการใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียวถึง 50 เปอร์เซ็นต์ ในการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับแสงจากอาทิตย์และการใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียวจะให้ประสิทธิภาพต่ำในการสลายพวก Protozoa อีกทั้งยังมีงานวิจัยที่ใช้หลักการใส่สีย้อมเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์โดยมีชั้นของซิลิกาเป็นตัวประสานให้ติดชิ้นงานเพื่อยับยั้ง *E.coli* ด้วยกระบวนการเคลือบผิวแบบ FACVD (Flame-assisted chemical vapor deposition) ผลการทดลองแผ่นชิ้นงานเคลือบสามารถยับยั้งแบคทีเรียได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลา 3 ชั่วโมง

Fujishima and group [9] ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide,  $TiO_2$ ) มีสมบัติทางเคมีที่คิดหลายอย่างเช่น มีความต้านทานการกัดกร่อนสูง เช่น จากสารจำพวกกรด ก๊าซคลอรีนหรือจำพวกเกลือ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และราคาถูก ด้วยสมบัติเหล่านี้  $TiO_2$  จึงถูกนำมาประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ มากมาย

Rao and group [10] การนำ  $TiO_2$  มาประยุกต์ใช้เป็นสารยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย โดยการสังเคราะห์  $TiO_2$  กับ  $AgNO_3$  ที่แขวนลอยอยู่ในน้ำโดยวิธี Chemical reduction method เพื่อต้องการให้เป็น  $TiO_2/Ag$  แล้วนำมาทดลองยับยั้งหรือฆ่าแบคทีเรีย *E.coli* ผลคือ  $TiO_2$  สามารถยับยั้งแบคทีเรียได้ดีแต่  $Ag/TiO_2$  ก็สามารถยับยั้งได้ดีกว่าที่มี  $TiO_2$  อย่างเดียวถึง 50 เปอร์เซ็นต์

วิธีการเตรียมอนุภาคหรือฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโน เตรียมได้หลายวิธีได้แก่วิธี Hydrothermal CVD (Chemical vapor deposition), PVD (Physical deposition) EPD (Electrophoresis deposition) และวิธีโซล-เจล การเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโซล-เจลเป็นวิธีที่ง่ายและราคาไม่แพง ซึ่งเตรียมจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยาควบน้ำ (Condensation reaction) ของไทเทเนียมไดออกไซด์โพพรอกไซด์บิส (เพนแทนไดโอน) และ 1,3-โพพรอนไดออล โดยเผาที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส เพื่อควบคุมเฟสและขนาดอนุภาคของสารสังเคราะห์ เพราะอุณหภูมิในการเผามีผลต่อโครงสร้างของผลึกและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเฟสอะนาเทสเท่านั้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นสูงถึง 700 องศาเซลเซียส โครงสร้างของผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์จะเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์เกือบทั้งหมด ส่วนการ

สังเคราะห์ ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนที่อุณหภูมิต่ำ (180-240 องศาเซลเซียส) ทำได้โดยการเติมสารละลายเพื่อลดแรงตึงผิวในกรณีที่ใช้ Titanium iso-propoxide เป็นการใส่สารตั้งต้นต่ออัตราส่วนน้ำหนักสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์อัตราส่วนน้ำหนักดังนี้ คือ 15/100, 25/100 และ 35/100 ฟิล์มตกตะกอนโดยใช้วิธี Spray deposition สมบัติเป็นผลึกระดับนาโนและมีลักษณะพรุนหลังจากการทำอบผนึกการเตรียมอนุภาคระดับนาโนและฟิล์มสามารถใช้เป็น Gas sensing ใช้งานทางด้านชีววิทยาและ Photo-electrodes เพื่อทำ Dye-sensitized solar cell

Liu and group [11] ได้ศึกษากลไกการเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน (N) และแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน (La, N) พบว่าโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน คือ เฟสอะนาเทส และเกิดเฟสผสมระหว่างอะนาเทสกับรูไทล์ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยไนโตรเจนประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน ให้ผลสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน เนื่องจากขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจนเล็กกว่าทำให้มีพื้นที่ผิวสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน การเจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจนมีกลไกการเพิ่มปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

Hou and group [12] อธิบายกลไกการได้  $\text{SnO}_2$  เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งแถบช่องว่างพลังงานของ  $\text{SnO}_2$  เท่ากับ 3.80 อิเล็กตรอน โวลต์ และ  $\text{TiO}_2$  อะนาเทส เท่ากับ 3.20 อิเล็กตรอน โวลต์ [Sayilkan et al., 2007] กว้างกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ดังนั้นตำแหน่งแถบการนำของ  $\text{SnO}_2$  มีค่าต่ำกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังรูปที่ 2 เมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยพลังงานจากแสงยูวีที่มากพอ อิเล็กตรอนจะหลุดจากแถบเวเลนซ์ไปยังแถบการนำของไทเทเนียมไดออกไซด์ทำให้อิเล็กตรอนในแถบการนำสามารถเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำของ  $\text{SnO}_2$  ซึ่งมีพลังงานน้อยกว่าได้และจะถูกกักเก็บไว้ที่ผิวของ  $\text{SnO}_2$  ทำให้ลดระยะเวลาในการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวกในไทเทเนียมไดออกไซด์มีผลให้หลุมประจุบวกที่เกิดบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และทำให้ประสิทธิภาพสูงขึ้น

Zhao and group [13] การเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์อีกวิธีหนึ่ง ก็คือ การสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของเฟสผสม ระหว่างเฟสอะนาเทสและรูไทล์ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม เช่น ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ Degussa P25 ซึ่งเป็นที่นิยมใช้กันทั่วไป โดยมีอัตราส่วนผสมระหว่างอะนาเทสต่อรูไทล์เท่ากับ 75:25 ซึ่งผลิตโดยวิธีไฮโดรไลซิส Tetra-isopropyl - orthotitanate ต่อด้วย

วิธีการทำให้ชิ้นงานแน่นขึ้น (Densification) ภายใต้อุณหภูมิ 1500-4000 กิโลปาสกาลการศึกษา และทดลองจากงานวิจัยหลายๆ งาน พบว่า เฟสผสมสามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิติกได้สูง เช่นกัน กลไกการเกิดปฏิกิริยาของเฟสผสม อาจเกิดจากเมื่ออิเล็กตรอนของเฟสอะนาเทสถูกกระตุ้น ด้วยพลังงาน ทำให้มีระดับพลังงานสูงขึ้นจนข้ามช่องว่างไปสู่แถบการนำไฟฟ้า แต่มีโอกาที่จะ กลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกได้อีก แต่เมื่อมีเฟสรูไทล์อยู่ด้วย รูไทล์จะทำหน้าที่เป็นตัวจับ อิเล็กตรอนไว้ Electron sink [Hurum et al., 2003] การใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์ต้องการแสงยูวี ในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาที่น่าสนใจคือแสงในช่วง Visiblelight เพราะสามารถใช้ในร่มหรือ แสงอาทิตย์ในที่แจ้ง จึงเริ่มมีการศึกษาเรื่องนี้ในปี 2001 โดยนักเคมีชื่อ Asahi เขาได้ทำการศึกษา ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่โด๊ปด้วยไนโตรเจนผลทำให้มีประสิทธิภาพสูงในการเกิดปฏิกิริยาสำหรับ แสงยูวีและ Visiblelight ซึ่งสามารถใช้ได้ในช่วงความยาวคลื่นแสง 390-500 นาโนเมตร การเพิ่ม ประสิทธิภาพโดยการเติมไนโตรเจนลงไป ได้อธิบายโดย Nakoto (2004) และ Trie (2003)

Jiaqing and group [14] การเติม ไนโตรเจน ทำให้แถบช่องว่างพลังงานแคบลงเนื่องจากใน ชั้นออบิทัลของ 2p-N มีช่องว่างที่น้อยกว่าออบิทัลของ 2p-O ทำให้อิเล็กตรอนกระโดดจาก 2p-O ไป ยัง 2p-N และกระโดดต่อไปยัง 3d Ti ทำให้สามารถลดพลังงานในการกระตุ้นได้ โดยแสดงดังรูปที่ 1.11 [Michael, 2009] มีการศึกษาการโด๊ปไนโตรเจน

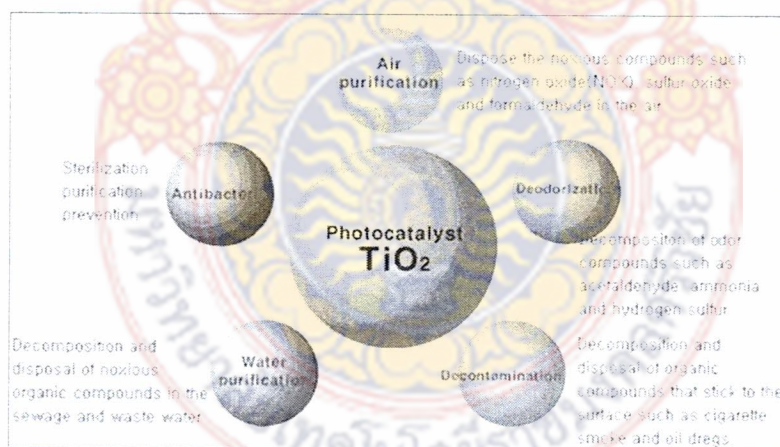
Geng and group [15] ได้ทดลองโดยวิธี Hydrothermal แหล่งไนโตรเจนคือ Guanine carbonate ได้ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถใช้ได้ในช่วงความยาวคลื่น 350-500 นาโน เมตร มีการทดสอบปฏิกิริยาภายใต้แสงจากดวงอาทิตย์ พบว่า ที่ 7 ชั่วโมง สามารถย่อยสลายเมทิลีน บลูได้ 95.1 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังมีการศึกษาแหล่ง ไนโตรเจนที่ต่างกัน

Benabbou and group [16] ศึกษาผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้ วิธี โชล-เจล พบว่ากลไกการยับยั้งโรคที่สำคัญมาจากปฏิกิริยาของไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH<sup>-</sup> radical)

Lonnen and group [17] ได้ทำการศึกษาเชื้อโรคหลายชนิด เช่น *Bacterial*, *Fungal* และ *Protozoan* ชนิดต่างๆ โดยใช้วิธี SPC-DIS coating ผลการทดลอง พบว่า การใช้แสงยูวีร่วมกับ ไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 สามารถยับยั้ง *E.coli* ได้ดีกว่าการใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียวถึง 50 เปอร์เซ็นต์ในการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับแสงจากอาทิตย์ และการใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียว จะให้ประสิทธิภาพต่ำในการสลายพวก *Protozoa*

## 2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>)

ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนียเป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียม ซึ่งอยู่ในกลุ่มโลหะทรานซิชันแถวแรกของตารางธาตุไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในการนำมาประยุกต์สำหรับการใช้งานด้านต่างๆเนื่องจากมีความเสถียรต่อสารเคมีไม่มีความเป็นพิษและราคาไม่แพงมาก รูปที่ 2.1 โดยเฉพาะอย่างยิ่งในด้านการเปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานรูปอื่นเช่น เปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้าในเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) และเปลี่ยนเป็นพลังงานเคมีในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม (Photocatalysis) เป็นต้น เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าดัชนีการหักเหของแสงสูงจึงถูกนำมาใช้เป็นสารเคลือบป้องกันการสะท้อนของแสงในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดซิลิคอน (Silicon solar cell) และในอุปกรณ์ทางการมองเห็นชนิดแผ่นบาง (Thin film optical device) หลายชนิด ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังถูกนำมาใช้เป็นตัวตรวจสอบก๊าซ (Gas sensor) เนื่องจากมีค่าการนำไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงไปได้ตามองค์ประกอบของก๊าซที่สภาวะบรรยากาศเช่น สามารถใช้ตรวจสอบก๊าซออกซิเจน คาร์บอนมอนอกไซด์และมีเทน เป็นต้น นอกจากนี้เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเข้ากับร่างกายมนุษย์ได้ จึงถูกนำมาใช้เป็นวัสดุทางชีวภาพเช่น กระดูกเทียม เป็นต้น



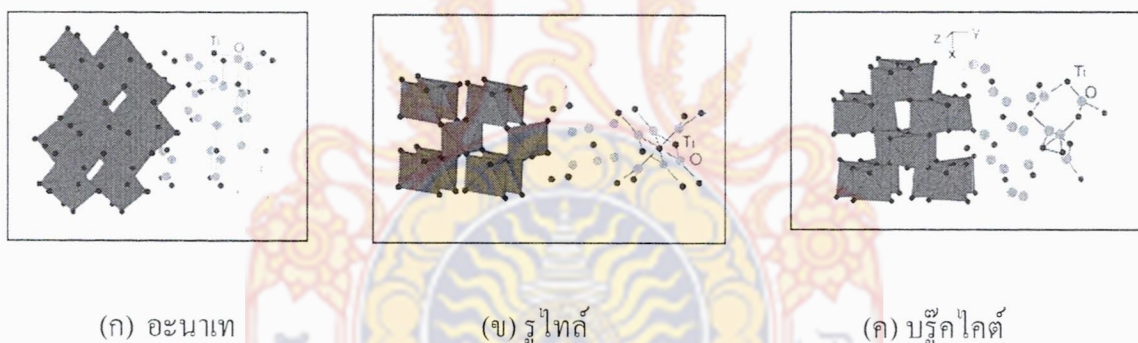
รูปที่ 2.1 การประยุกต์ใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์ [18]

นอกจากไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีประสิทธิภาพสูง ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วมแล้วยังสามารถนำมาใช้ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบปกติไม่ใช้แสงร่วมได้ดีอีกด้วยโดย

สามารถใช้เป็นทั้งตัวเพิ่มความสามารถในการทำปฏิกิริยา (Promoter) และตัวรองรับ (Support) ซึ่งกระบวนการที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ในการเร่งปฏิกิริยา เช่นการกำจัดสารประกอบออกไซด์ของไนโตรเจน ( $\text{NO}_x$ ) การกำจัดสารประกอบสารอินทรีย์ระเหยง่าย เช่น ไดออกซินและสารประกอบคลอรีนการผลิตไฮโดรเจนด้วยปฏิกิริยา Gas shift reaction กระบวนการสังเคราะห์สาร Fischer-Tropsch และการกำจัดสารประกอบซัลเฟอร์ ( $\text{SO}_2$ ) เป็นต้น

### 2.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ )

ไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งอยู่ในกลุ่มโลหะทรานซิชันแถวแรก ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่พบบ่อยมีโครงสร้าง 3 ชนิดแสดงดังรูปที่ 2.2 คือ รูไทล์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) อะนาเทสมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) และบรูคไคต์มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) อะนาเทสมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.22 อิเล็กตรอน โวลต์ซึ่งมากกว่ารูไทล์ 3.02 อิเล็กตรอน โวลต์



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ [19]

อะนาเทสจึงมีสมบัติเป็นโฟโตแคตะลิสต์ที่สูงกว่ารูไทล์ อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นของผลึกรูไทล์จะกลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกเร็วมากและเร็วกว่ากรณีของอะนาเทสจึงทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์เกิดขึ้นในช่วงเวลาสั้นๆ และมีประสิทธิภาพต่ำ นอกจากนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปเฟสอะนาเทสมีความเป็นผลึกสูงและพื้นที่ผิวมากที่สุด เมื่อเทียบกับเฟสอื่นๆ [13] ซึ่งสมบัติเหล่านี้ส่งผลต่อการเป็นโฟโตแคตะลิสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ คืออัตราส่วนพื้นที่ผิวสำหรับการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก จะให้ผลปฏิกิริยาดีมากขึ้นเมื่อใช้วัสดุที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำเป็นคู่กัน เช่นในระบบของ  $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$  จากการศึกษาของ Yang และคณะ พบว่าระบบของ  $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$  เป็นตัวโฟโตแคตะลิสต์ที่ดีเนื่องจาก Quantum yield สูง ความแตกต่างของ

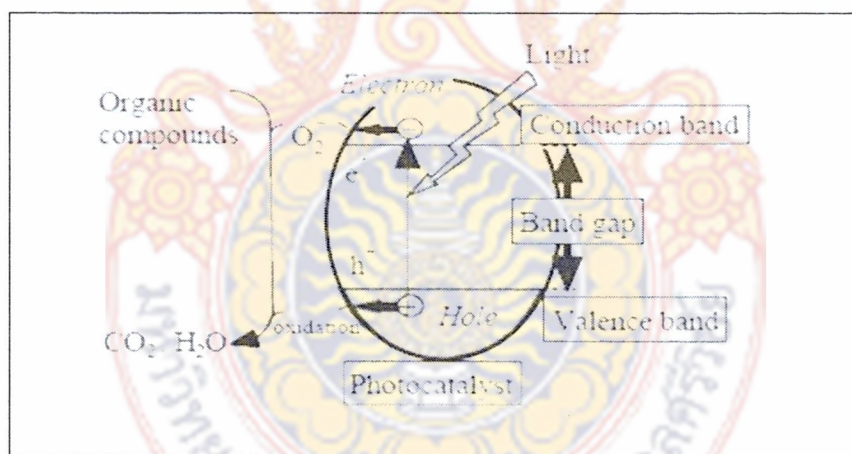
แถบการนำใน  $\text{TiO}_2$  และ  $\text{SnO}_2$  ส่งผลให้มีการแยกของ Photoinduce  $e^-$ -hole pair และยังคงพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ  $\text{SnO}_2$  ให้มากขึ้นทำให้เฟสอะนาเทสเสถียรขึ้น ซึ่ง  $\text{SnO}_2$  จะไปป้องกันการรวมตัวกลับกันอีกครั้งระหว่างอิเล็กตรอน และหลุมประจุบวกที่ทำให้ยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งในที่สุดก็ส่งผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดีขึ้นด้วย

โครงสร้างผลึกอะนาเทสรูไทล์และบรูคไคต์ สามารถแสดงได้ในรูปของ  $\text{TiO}_2$  ที่เป็นประมิตฐานสี่เหลี่ยมสองอันประกบกันหรือออกตะฮีดรอล (Octahedral) โดยโครงสร้างผลึกทั้ง 3 ชนิดนี้มีความแตกต่างกันเนื่องมาจากการบิดตัวของแต่ละออกตะฮีดรอลที่เรียงต่อกัน และจากรูปแบบการเรียงตัวของออกตะฮีดรอล โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสเกิดมาจากการเรียงตัวต่อกัน โดยใช้ส่วนยอดของแต่ละออกตะฮีดรอล ในขณะที่โครงสร้างผลึกรูไทล์เกิดมาจากการเรียงตัวต่อกัน โดยใช้ส่วนของขอบของแต่ละออกตะฮีดรอลและโครงสร้างผลึกบรูคไคต์เกิดมาจากการเรียงตัวต่อกัน โดยใช้ทั้งส่วนยอดและส่วนของขอบของแต่ละออกตะฮีดรอล แสดงดังรูปที่ 2.2

ถึงแม้ว่าโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์มีอยู่หลายชนิด ตามที่ได้กล่าวมาแล้วแต่อะนาเทสและรูไทล์เป็นโครงสร้างผลึกที่พบเป็นส่วนใหญ่ โดยปกติแล้วโครงสร้างผลึกอะนาเทสสามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์ได้ที่อุณหภูมิมากกว่า 600 องศาเซลเซียส [20] นับจนถึงปัจจุบันได้มีการศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์เป็นอย่างมากเนื่องจากโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวแปรที่สำคัญมากตัวแปรหนึ่งที่จะกำหนดประสิทธิภาพในการประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบปกติไม่ใช้แสงร่วมหรือเซรามิกที่ใช้ทำเยื่อแผ่นบาง (Membrane) โดยนอกจากอุณหภูมิแล้ว ยังมีอีกหลายปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อ การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกดังกล่าว ได้แก่ ความดัน ปริมาณของผลึก ความไม่สมบูรณ์ของผลึกและขนาดของผลึก ในการประยุกต์ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม โครงสร้างผลึกทั้งอะนาเทส และรูไทล์เป็นที่นิยมนำมาศึกษา กัน โดยทั่วไปสำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม โดยปกติแล้ว โครงสร้างผลึกอะนาเทสให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกรูไทล์แต่อย่างไรก็ตามในบางปฏิกิริยา โครงสร้างผลึกรูไทล์ หรือโครงสร้างผลึกผสมระหว่างอะนาเทสและรูไทล์ เช่นอะนาเทส 70-75 เปอร์เซ็นต์และรูไทล์ 30-25 เปอร์เซ็นต์ มีรายงานว่าให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกอะนาเทส โดยมีตัวแปรหลายตัวแปรที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของแต่ละโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ ได้แก่พื้นที่ผิวการกระจายตัวของรูพรุนขนาดของอนุภาคผลึกและที่สำคัญมาก คือวิธีการที่ใช้ในการสังเคราะห์ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ [20]

## 2.4 ลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม

เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีตำแหน่งที่ว่างของออกซิเจน ในโครงสร้างผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์จึงจัดได้ว่าเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วมที่เป็นสารกึ่งตัวนำนั้น จะมีความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา 2 ชนิดไปพร้อมๆ กัน ซึ่งสามารถก่อให้เกิดทั้งปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน (Oxidation and reduction reactions) โดยการกระตุ้นด้วยการดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy) ความสามารถของสารกึ่งตัวนำที่จะถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยังสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยาที่ถูกดูดซับไว้นั้น ขึ้นอยู่กับตำแหน่งของแถบช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำ และตำแหน่งของศักย์พลังงานในการเกิดรีดอกซ์ (Redox) ของสารที่ถูกดูดซับโดยปกติแล้วระดับของพลังงานที่ต่ำที่สุดของแถบคอนดักชัน (Conduction band) จะเป็นระดับของศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันด้วยอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (Excited electron) ในทางกลับกัน ระดับของพลังงานที่สูงที่สุดของแถบวาเลนซ์ (Valence band) จะเป็นระดับศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโฮล (Hole) ที่เหลืออยู่หลังจากที่อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นไปแล้ว รูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง

[19]

สารกึ่งตัวนำแตกต่างจากโลหะ คือ มีความไม่ต่อเนื่องของระดับพลังงาน ทำให้เกิดเป็นช่องว่างของระดับพลังงาน ซึ่งส่งผลให้เกิดการแยกจากกันของอิเล็กตรอนและโฮลหลังจากที่ถูกกระตุ้นด้วยแสง ทำให้ทั้งอิเล็กตรอนและโฮลมีระยะเวลาเพียงพอในการเคลื่อนที่ผ่านไปยังพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาและก่อให้เกิดปฏิกิริยาในที่สุด ความแตกต่างของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียม



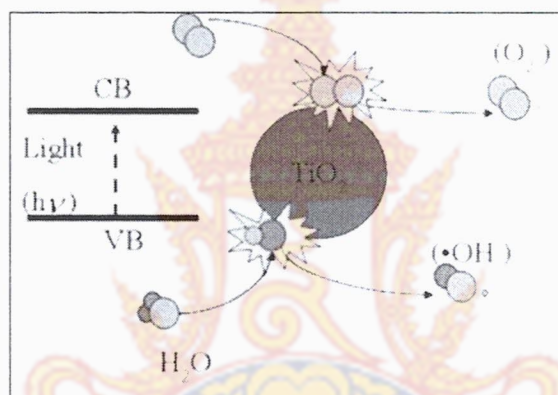
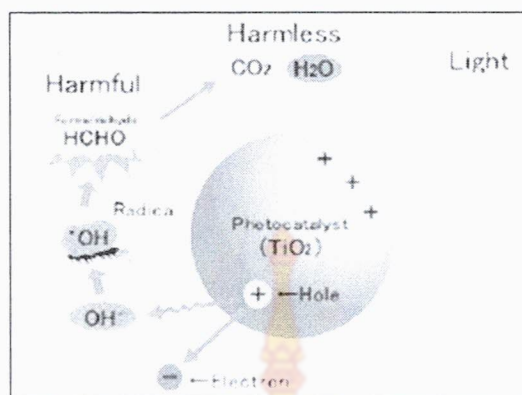
ไดออกไซด์ ชนิด อะนาเทส และ รูไทล์ ทำให้เกิดความแตกต่างของความหนาแน่นและโครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์ ส่งผลให้มีค่าแถบช่องว่างพลังงานแตกต่างกันคือ 3.20 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับโครงสร้างผลึกอะนาเทส และ 3.02 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับโครงสร้างผลึกรูไทล์ ดังนั้นจึงทำให้ความสามารถในการดูดกลืนแสงเริ่มเกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่นของแสงที่แตกต่างกัน โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 384 นาโนเมตร ในขณะที่โครงสร้างผลึกรูไทล์สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 410 นาโนเมตร ซึ่งส่งผลกระทบโดยตรงต่อประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม [20]

## 2.5 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก (Photocatalytic effect)

ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกถูกค้นพบโดย [7] เมื่อปี ค.ศ.1967 เป็นปฏิกิริยาที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสง โดยส่วนใหญ่วัสดุที่เป็นโฟโตแคตะลิสต์ จะเป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มของเซมิคอนดักเตอร์ หลักการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเมื่อวัสดุโฟโตแคตะลิสต์ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะดูดซับพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน ทำให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ถูกกระตุ้น และจะกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำทำให้ในแถบเวเลนซ์เกิดหลุมประจุบวกขึ้น เมื่อสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำจะก่อให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ( $\text{OH}^\cdot$ ) และซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน ( $\text{O}_2^-$ ) โดยในที่นี้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นโฟโตแคตะลิสต์แสดงดังสมการต่อไปนี้



ไฮดรอกซิลเรดิคัลและซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออนเป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดีสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ทำให้เกิดการสลายตัวได้กลไกการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.4



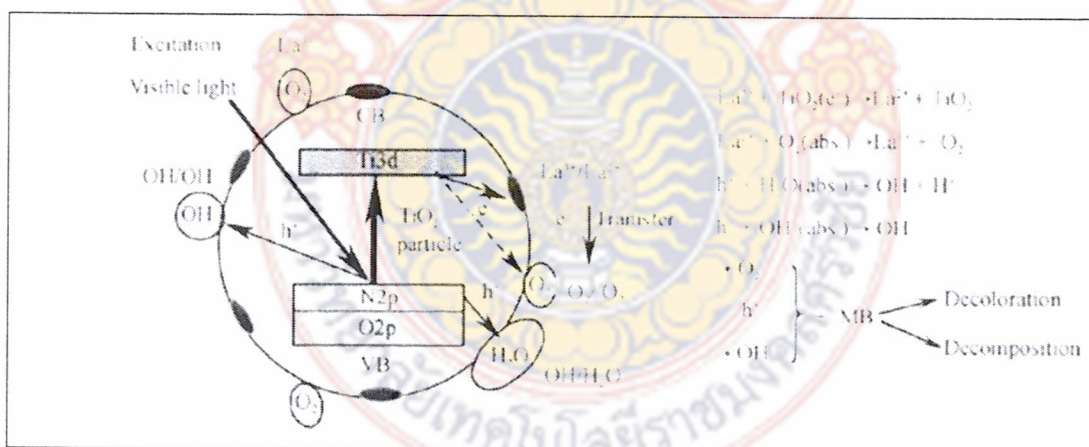
รูปที่ 2.4 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ [20]

ไทเทเนียมไดออกไซด์ ถูกใช้เป็นโฟโตแคตะไลสต์ (Photocatalyst) อย่างแพร่หลาย เพราะไทเทเนียมไดออกไซด์ไม่เป็นพิษ มีสมบัติทางเคมีที่เสถียรและมีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสูง มีสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์อย่างรุนแรง ในขณะที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ยังมีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilicity) สูงด้วย มุมสัมผัสระหว่างน้ำกับผิวฟิล์มที่เคลือบด้วยสารไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า 0 องศา ภายใต้การกระตุ้นด้วยแสงยูวี ซึ่งปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้โดยการเปลี่ยนโครงสร้างในผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบเวเลนซ์หลุด เกิดหลุมประจุบวกขึ้นซึ่งหลุมประจุบวกจะตอบสนองต่อผิวของออกซิเจนอะตอมและเกิดหมู่ไฮดรอกซิล จากปรากฏการณ์นี้จึงมีการนำไปใช้งานทางด้านต่างๆ เช่น การทำความสะอาดตัวเองของกระเบื้องหรือการป้องกันจากหมอกจับกระจกรถยนต์ตอนอากาศเย็น [21]

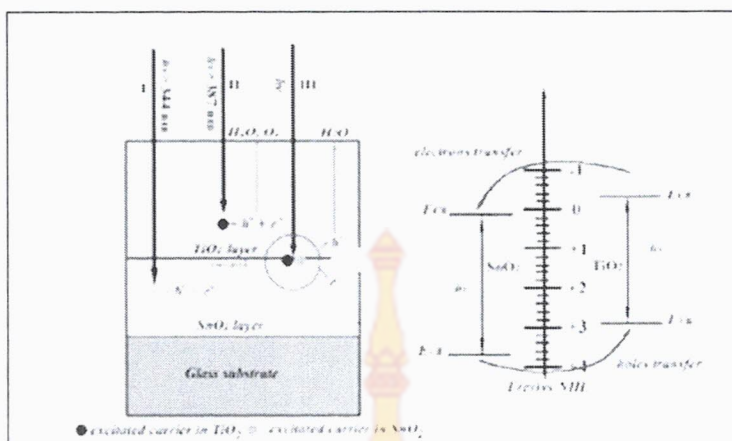
## 2.6 กลไกการเพิ่มประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติก

การได้ไปด้วยโลหะหรือโลหะการเพิ่มประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกให้กับไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการได้ไปด้วยโลหะ และ อโลหะ เป็นวิธีที่มีการศึกษากันอย่างแพร่หลาย กลไกการเพิ่มประสิทธิภาพของการได้ปโลหะและอโลหะได้มีการอธิบายไว้หลายๆ โมเดลด้วยกัน แตกต่างกันไปตามชนิดของตัวได้ป

[20] ศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ปด้วยไนโตรเจน (N) และ แลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน (La, N) พบว่าโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน คือ เฟสอะนาเทส และเกิดเฟสผสมระหว่างอะนาเทสกับรูไทล์เมื่อได้ปด้วยไนโตรเจนอย่างเดียวประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน สูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ปด้วยไนโตรเจนอย่างเดียว เนื่องจากขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ปด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจนเล็กกว่าทำให้มีพื้นที่ผิวสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ปด้วยไนโตรเจน การได้ปด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจนมีกลไกการเพิ่มประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติก แสดงดังรูปที่ 2.5 และ 2.6



รูปที่ 2.5 กลไกการเพิ่มประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลติกของ TiO<sub>2</sub> โดยการได้ปด้วยแลนทานัม และไนโตรเจน [18]



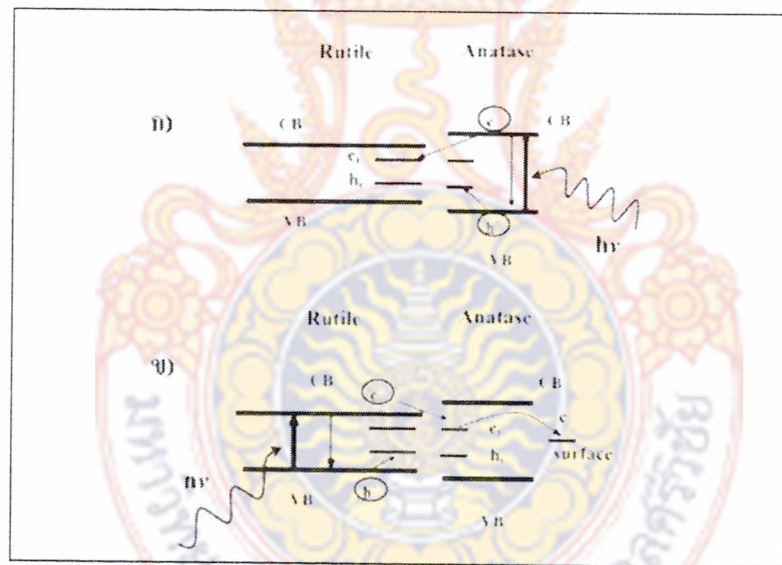
รูปที่ 2.6 กลไกการเคลื่อนที่ของประจุในคอมพอสิตฟิล์ม  $\text{SnO}_2 / \text{TiO}_2$  [10]

อธิบายกลไกการได้ป  $\text{SnO}_2$  เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งแถบช่องว่างพลังงานของ  $\text{SnO}_2$  เท่ากับ 3.80 อิเล็กตรอนโวลต์และ  $\text{TiO}_2$  อะนาเทส เท่ากับ 3.20 อิเล็กตรอนโวลต์ [Sayilkan et al., 2007] กว้างกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังนั้นตำแหน่งแถบการนำของ  $\text{SnO}_2$  มีค่าต่ำกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังรูปที่ 6 และ 7 เมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยพลังงานจากแสงยูวีที่มากพอ อิเล็กตรอนจะหลุดจากแถบเวเลนซ์ไปยังแถบการนำของไทเทเนียมไดออกไซด์ทำให้อิเล็กตรอนในแถบการนำสามารถเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำของ  $\text{SnO}_2$  ซึ่งมีพลังงานน้อยกว่าได้และจะถูกกักเก็บไว้ที่ผิวของ  $\text{SnO}_2$  ทำให้ลดระยะเวลาในการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวกในไทเทเนียมไดออกไซด์มีผลให้หลุมประจุบวกที่เกิดบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และทำให้ประสิทธิภาพสูงขึ้น

## 2.7 การทำให้เกิดเฟสผสมระหว่าง อะนาเทส และ รูไทล์

การเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์อีกวิธีหนึ่ง ก็คือ การสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของเฟสผสม ระหว่างเฟสอะนาเทสและรูไทล์ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม เช่นผงไทเทเนียมไดออกไซด์ Degussa P25 ซึ่งเป็นที่นิยมใช้กันทั่วไป โดยมีอัตราส่วนผสมระหว่างอะนาเทสต่อรูไทล์ เท่ากับ 75:25 ซึ่งผลิตโดยวิธีไฮโดรไลซิส Tetra-isopropyl - orthotitanate ต่อด้วยวิธีการทำให้ชิ้นงานแน่นขึ้น (Densification) ภายใต้อุณหภูมิ 1500-4000 กิโลปาสกาล[20] จากเดิมเรารู้ว่าเฟสอะนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์จะไวต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ดีที่สุด แต่จากการศึกษาและ ทดลองจากงานวิจัยหลายๆ งาน พบว่า เฟสผสมสามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้สูง

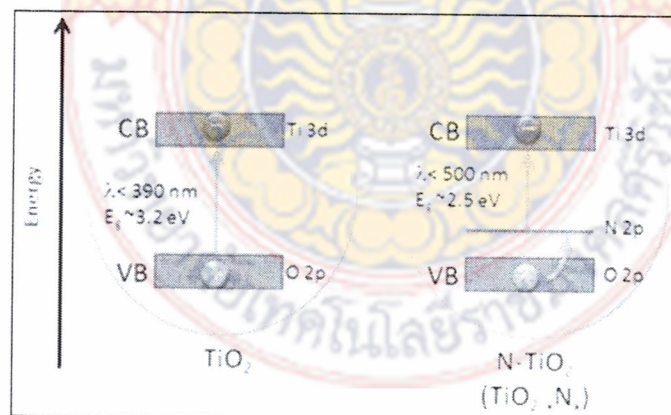
เช่นกัน กลไกการเกิดปฏิกิริยาของเฟสผสม อาจเกิดจากเมื่ออิเล็กตรอนของเฟสอะนาเทสถูกกระตุ้นด้วยพลังงาน ทำให้มีระดับพลังงานสูงขึ้นจนข้ามช่องว่าง ไปสู่แถบการนำไฟฟ้า แต่มีโอกาที่จะกลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกได้อีก แต่เมื่อมีเฟสรูไทล์อยู่ด้วย รูไทล์จะทำหน้าที่เป็นตัวจับอิเล็กตรอนไว้ (Electron sink) [13] สามารถป้องกันไม่ให้อิเล็กตรอนกลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกได้เร็วซึ่งกลไกแสดงดังรูปที่ 2.7 (ก) หรืออาจพิจารณากลับกันตามรูปที่ 2.7 (ข) โดยเมื่อเฟสผสมถูกกระตุ้นด้วยพลังงาน อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ของรูไทล์จะถูกกระตุ้นได้ง่ายกว่า เนื่องจากมีช่องว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.02 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งน้อยกว่า อะนาเทส (3.20 อิเล็กตรอนโวลต์) แต่อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นไปสู่แถบการนำไฟฟ้าแล้วกลับมารวมกับหลุมประจุบวกในแถบเวเลนซ์ได้อย่างรวดเร็ว อย่างไรก็ตามเมื่อมีเฟสอะนาเทสผสมอยู่ด้วย อะนาเทส จะทำหน้าที่กักอิเล็กตรอนไว้ และ ในที่สุดอิเล็กตรอนปรากฏตัวทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้



รูปที่ 2.7 แบบจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นของเฟสอะนาเทส และรูไทล์ (ก) แบบจำลองแบบเก่าของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Degussa P25) และมีรูไทล์ทำหน้าที่เป็น Electron sink (ข) แบบจำลองของ Hurum และคณะ (2003) เกี่ยวกับเฟสรูไทล์[13]

## 2.8 การลดช่องว่างของแถบพลังงาน

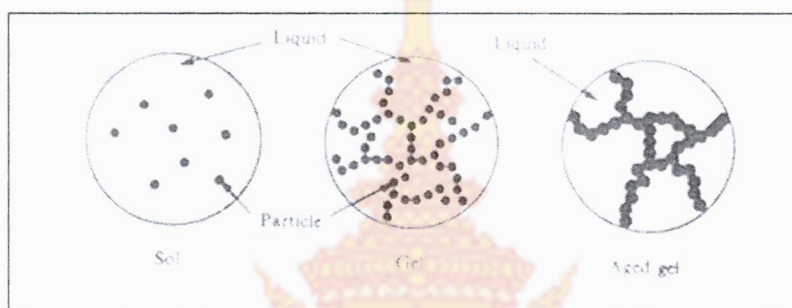
การใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์ต้องการแสงยูวีในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาที่น่าสนใจคือแสงในช่วง Visiblelight เพราะสามารถใช้ในร่มหรือแสงอาทิตย์ในที่แจ้ง จึงเริ่มมีการศึกษาเรื่องนี้ในปี 2001 โดยนักเคมีชื่อ Asahi เขาได้ทำการศึกษาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ไปด้วยไนโตรเจนผลทำให้มีประสิทธิภาพสูงในการเกิดปฏิกิริยาสำหรับแสงยูวี และ Visiblelight ซึ่งสามารถใช้ได้ในช่วงความยาวคลื่นแสง 390-500 นาโนเมตร การเพิ่มประสิทธิภาพโดยการเติมไนโตรเจนลงไปได้อธิบายโดย [22] การเติม ไนโตรเจน ทำให้แถบช่องว่างพลังงานแคบลงเนื่องจากในชั้นออบิทัลของ 2p-N มีช่องว่างที่น้อยกว่าออบิทัลของ 2p-O ทำให้อิเล็กตรอนกระโดดจาก 2p-O ไปยัง 2p-N และกระโดดต่อไปยัง 3d Ti ทำให้สามารถลดพลังงานในการกระตุ้นได้ โดยแสดงดังรูปที่ 2.8 มีการศึกษาการได้ไปไนโตรเจนโดย Nakoto (2004) และ Trie (2003)วิธี Hydrothermal แหล่งไนโตรเจนคือ Guanine carbonate ได้ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถใช้ได้ในช่วงความยาวคลื่น 350-500 นาโนเมตร มีการทดสอบปฏิกิริยาภายใต้แสงจากดวงอาทิตย์ พบว่าที่ 7 ชั่วโมงสามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ 95.1 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังมีการศึกษาแหล่ง ไนโตรเจนที่ต่างกันของ [13] โดยใช้แหล่ง ไนโตรเจน จาก Triethylamine, Ethylamine, Ammonium hydroxide พบว่าการใช้ Triethylamine ได้ผลปฏิกิริยาดีที่สุดในภายใต้ Visiblelight โดยสามารถลดช่องว่างของแถบพลังงานจาก 3.20 อิเล็กตรอนโวลต์ เหลือ 2.91 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 2.8 แสดงการเกิดปฏิกิริยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ไปด้วยไนโตรเจน [23]

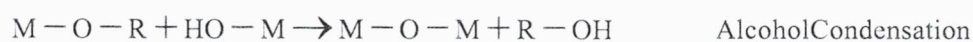
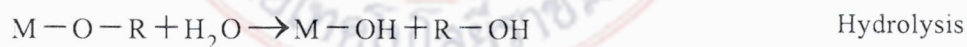
## 2.9 กระบวนการ โซล - เจล

กระบวนการผลิตด้วยวิธี โซล - เจล เป็นกระบวนการที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิต เซรามิกแก้ว และ โดยเฉพาะวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร เป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” แสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล [24]

ปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นเป็นน้ำ (Water condensation) และ การควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังสมการข้างล่าง มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาได้แก่ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วน โมลของน้ำกับโลหะ และ อุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในภาวะที่ต่างกันทำให้โซล และ เจลที่ได้มีสมบัติ และ โครงสร้างต่างกัน เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทนกลุ่มอัลคอกซิล (Alkoxy group)



### ข้อดีของวิธีโซล-เจล

- ทำให้เกิดพันธะบางๆระหว่างวัสดุฐาน (Substrate) กับตัวสารเคลือบ
- สามารถเคลือบให้มีความหนาเพื่อป้องกันการกัดกร่อนได้
- สามารถเคลือบได้ทั้งวัสดุที่มีรูปร่างง่าย ๆ และที่มีรูปร่างซับซ้อน
- ทำได้ง่าย ราคาถูก และเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบสูง
- มีความบริสุทธิ์สูง
- ความเป็นเนื้อเดียวกัน

### การประยุกต์ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้านการยับยั้งโรค

ผลจากปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสามารถนำไปยับยั้งแบคทีเรีย หรือ เชื้อราได้ เช่น การศึกษาปฏิกิริยาต่อต้านแบคทีเรีย *Escherichia coli* K-12 ของ Fe<sup>3+</sup>-doped nanostructured TiO<sub>2</sub> thin films ที่เคลือบบนกระจก Soda-lime-silica ซึ่งเตรียมจากวิธี โซล – เจล ความเข้มข้นสูงสุดของ Iron ion ประมาณ 0.5 mol % หลังฉายรังสี 120 นาที สามารถยับยั้งจุลินทรีย์ได้ถึง 95 % เนื่องจากทำให้ Cell wall เกิดความเสียหาย [1] นักวิจัยบางท่านได้ทำการศึกษา Antifungal activity ของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในรูปของผงไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบบนฟิล์มพลาสติกที่ต่อต้าน *Penicillium expansum* ของผลไม้ ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกลดการเจริญเติบโตของ Fungal pathogen ซึ่งพบว่าความสามารถของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งการเจริญเติบโตของ *Penicillium expansum* ขึ้นอยู่กับปริมาณผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เพิ่มลงไป ทั้งผงและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถชะลอการเน่าของผลไม้ ในทำนองเดียวกันฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถลด Brown lesion และ *Penicillium rot* ในมะนาว [2] เมื่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราซึ่งเป็นสาเหตุของการเน่าเสียของผักและผลไม้ จึงได้มีการทดลองศึกษาโดยนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 degussa) *Escherichia coli* K-12 โดยใช้ Malondialdehyde (MDA) เป็นดัชนีชี้วัดความสามารถในการยับยั้ง *Escherichia coli* K-12 ผลปรากฏว่าเมื่อทำการฉายแสงไปประมาณ 30 นาที สามารถที่ยับยั้ง *Escherichia coli* K-12 ได้ถึงประมาณ 77 - 93 % [3]

หลังจากนั้นไม่กี่ปีก็ได้มีการพัฒนาโดยใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 degussa) โต้ปด้วย Ag มาทำการยับยั้ง *Escherichia coli* ภายใต้การฉายแสงด้วยหลอดฟลูออเรสเซนต์ ผลปรากฏว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ และเมื่อใช้เวลานานขึ้น ประสิทธิภาพในการยับยั้ง โรคก็จะเพิ่มขึ้นเช่นกัน [4] โฟโตแคตะไลซิสถูกนำไปประยุกต์ใช้ใน



เทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสีย การฟอกอากาศและพื้นผิวที่ทำความสะอาดตัวเอง เช่น ใช้ในโรงพยาบาลหรือขั้นตอนการเตรียมอาหาร [5] นอกจากนี้ยังมีการศึกษา ผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้วิธี โชล - เจล พบว่ากลไกการยับยั้งโรคที่สำคัญมาจากปฏิกิริยาของไฮดรอกซิลเรดิคัล ( $\text{OH}^{\cdot}$  radical) [17] ยังมีนักวิจัยได้ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเพื่อยับยั้งโรคต่างๆ เช่น ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก มีการนำกระบวนการนี้ไปศึกษาในการกำจัดเซลล์มะเร็งซึ่งเป็นโรคที่มีอัตราการตายของคนมาเป็นอันดับต้นๆนอกจาก *E.coli* แล้วยังมีการศึกษาในเชื้อโรคชนิดอื่นๆ อีก เช่น [18] ได้ทำการศึกษาเชื้อโรคหลายชนิด เช่น *Bacterial*, *Fungal* และ *Protozoan* ชนิดต่างๆ โดยใช้วิธี SPC-DIS coating ผลการทดลอง พบว่า การใช้แสงยูวีร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 สามารถยับยั้ง *E.coli* ได้ดีกว่าการใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียวถึง 50 เปอร์เซ็นต์ในการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับแสงจากอาทิตย์ และ การใช้แสงอาทิตย์อย่างเดียวจะทำให้ประสิทธิภาพต่ำในการสลายพวก Protozoa อีกทั้งยังมีงานวิจัยที่ใช้เหล็กกล้าไร้สนิมเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์โดยมีชั้นของซิลิกาเป็นตัวประสานให้ติดชิ้นงานเพื่อยับยั้ง *E.coli* ด้วยกระบวนการเคลือบผิวแบบ FACVD (Flame - assisted chemical vapor deposition) ผลการทดลองแผ่นชิ้นงานเคลือบสามารถยับยั้งแบคทีเรียได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลา 3 ชั่วโมง [7] และยังมี การนำเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 มาเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซีเรียมแล้วทำการยับยั้งแบคทีเรียสามารถยับยั้งได้ 95 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่ได้เจือซีเรียมสามารถยับยั้งได้ 85 เปอร์เซ็นต์

งานวิจัยนี้จึงทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย ซัลเฟอร์ และไนโตรเจน ด้วยวิธี โชล - เจล แบบความหนืดที่อุณหภูมิต่ำ แล้วเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมและศึกษาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกนำไปยับยั้งเชื้อ *S.aureus* เพื่อประยุกต์ใช้ด้านอุปกรณ์ทางการแพทย์

บทที่ 3  
วิธีการดำเนินงาน

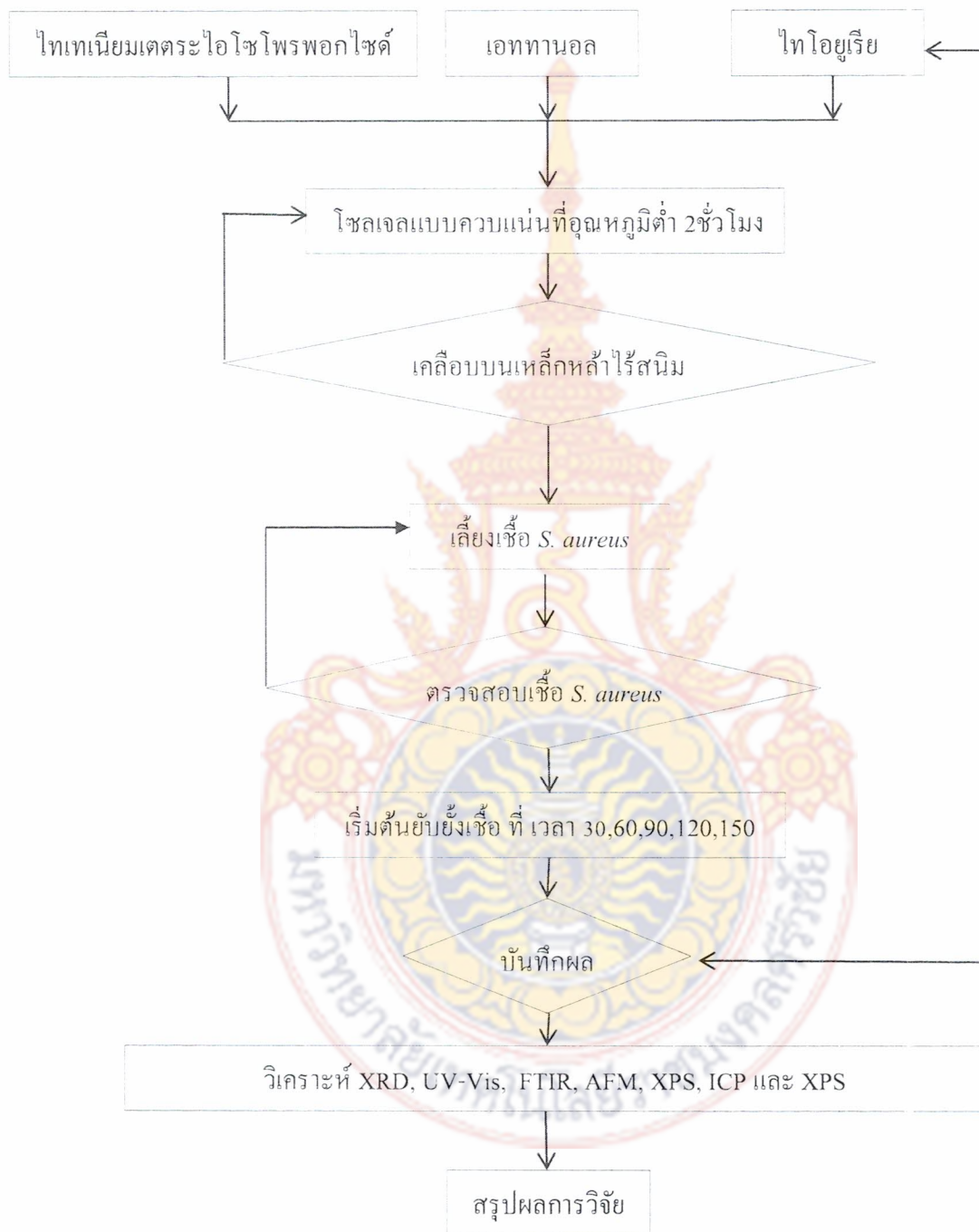
3.1 แผนการดำเนินงาน

ศึกษาการสังเคราะห์สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย ซัลเฟอร์และไนโตรเจนบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยกระบวนการ โชล - เจล แบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำเพื่อยับยั้งเชื้อเชื้อ *Staphylococcus aureus* (*S.aureus*) และ ทดสอบโครงสร้างของสารเคลือบด้วยวิธี X-ray diffractometry (XRD), Ultraviolet-visible spectrophotometer (UV-VIS), Atomic Force Microscopy (AFM) และ Inductively Couple Plasma (ICP) และ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ซึ่งแผนการดำเนินงานดังตารางที่ 3.1 และแผนผังการทำวิจัย รูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงาน

แผนการดำเนินงาน	2557-2558				
	มกราคม	กุมภาพันธ์	มีนาคม	เมษายน	พฤษภาคม
1. สังเคราะห์สารเคลือบ TiO <sub>2</sub> และ S/N/TiO <sub>2</sub>					
2. ทดสอบสารเคลือบ					
3. เคลือบสารลงบนแผ่น เหล็กกล้าไร้สนิม					
4. ทดสอบการยับยั้งเชื้อเชื้อโรค					
5. ทดสอบโครงสร้างของสารเคลือบ XRD, UV-Vis, FTIR, AFM, ICP และ (XPS)					
6. สรุปผลและเขียนรายงาน โครงการงาน และจัดพิมพ์					

## 3.2 ขั้นตอนและวิธีดำเนินงาน



รูปที่ 3.1 แผนผังการทำวิจัย

การตรวจสอบคุณลักษณะสารเคลือบโฟโตแคตะลิสต์

1) X-ray diffraction (XRD)

เทคนิค XRD ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นบนฟิล์มเคลือบ โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 1

$$t = 0.9\lambda / \beta \cos\theta_B$$

เมื่อ  $t$  คือ ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 0.15406$  นาโนเมตร)

$\beta$  คือ Line width at half maximum height (เรเดียน)

$\theta$  คือ มุมสะท้อน (องศา)

2) Ultraviolet - vis - NIR Spectrometer (UV-Vis-NIR)

โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 200 - 800 นาโนเมตร โดยรายงานออกมาในรูปเส้นกราฟ แสดงให้เห็นถึงการเลื่อน (shift to visible) ของเส้นกราฟไปในทางช่วงความยาวคลื่นที่แสงมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ด้วยเครื่องรุ่น ShimadzuISR-3100 spectrophotometer แล้วนำเส้นกราฟมาคำนวณดังสมการ

$$E_g = 1239.8 / \lambda$$

เมื่อ  $E_g$  คือ แถบช่วงพลังงาน (eV)

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)

3) Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 500 - 4000  $\text{cm}^{-1}$  และวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันต่างๆ โดยรายงานออกมาในรูปกราฟ ด้วยเครื่องรุ่น Bruker EQUINOX 55

4) Atomic force microscopy (AFM)

ส่องดูความราบเรียบของพื้นผิวที่เคลือบด้วยสารเคลือบโฟโตแคตะลิสต์ และคำนวณหาขนาดอนุภาคของฟิล์ม และความหนาของชั้นเคลือบ อีกทั้งยังหาความราบเรียบของฟิล์มเคลือบสารเคลือบโฟโตแคตะลิสต์ ด้วยเครื่อง Atomic force microscope (AFM) ยี่ห้อ SEIKO รุ่น SPA 400 Atomic forcemicroscope (AFM) ยี่ห้อ SEIKO รุ่น SPA 400

5) X-ray photo electron spectroscopy (XPS)

โดยทำการสแกนที่พลังงานอิเล็กตรอน 0 - 1200 อิเล็กตรอนโวลต์ และวัดปริมาณของสารเติมแต่ง ที่เติมลงไปโดยรายงานออกมาในรูปเชิงปริมาณและการจับตัวของสารเติม โดยดูที่พลังงานอิเล็กตรอนว่าสารเติมมีการจับตัวในแลททิซในรูปแบบใด ด้วยเครื่อง XPS; AXIS ULTRADLD, Kratos analytical, Manchester, UK โดยใช้ซอฟต์แวร์ “VISION II” by Kratos analytical, Manchester, UK ภายใต้ความดัน  $5 \times 10^{-9}$  torr

### 3.3 เตรียมสารเคลือบ

3.3.1) ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน โดยการเตรียมไทเทเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ (TTIP) 8.8 มิลลิลิตร เอทานอล (Ethanol) 142.92 มิลลิลิตร และ ไทโอยูเรีย 5 mol % ทำการกวนสารให้เข้ากันโดยใช้ระยะเวลาในการกวนสารอย่างน้อย 2 ชั่วโมง แบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ (Low Temperature Evaporation-Assisted sol-gel) ดังรูปที่ 3.2



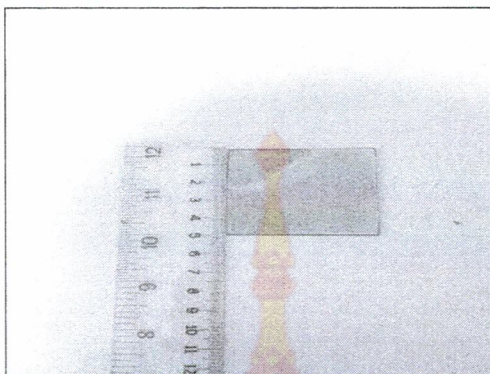
ก. การเตรียมสาร  $\text{TiO}_2$

ข. การเตรียมสาร  $\text{S/N/TiO}_2$

รูปที่ 3.2 การเตรียมสารแบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ

2) ไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเตรียมไทเทเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ (TTIP) 8.88 มิลลิลิตร เอทานอล (Ethanol) 142.92 มิลลิลิตร ทำการกวนสารให้เข้ากัน โดยใช้ระยะเวลาในการกวนสาร อย่างน้อย 2 ชั่วโมง แบบควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ

3) เตรียมแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมเตรียมขนาด 5 X 5 เซนติเมตร ตามรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

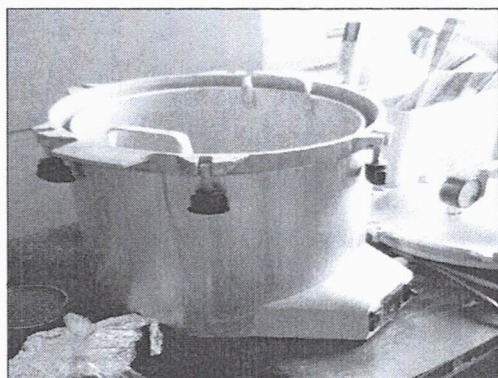
4) นำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เตรียมไว้มาจุ่มในสารเคลือบให้ทั่ว ดังรูปที่ 3.4



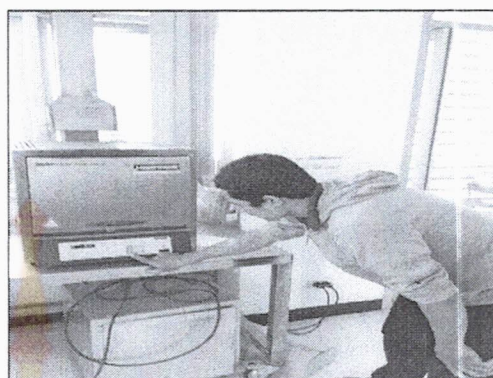
รูปที่ 3.4 การจุ่มแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

### 3.4 การเตรียมอุปกรณ์เลี้ยงเชื้อ

3.4.1) การเตรียมเครื่องแก้ว อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองเป็นอุปกรณ์เครื่องแก้วทั้งหมดเพื่อง่ายต่อการควบคุม และป้องกันการปนเปื้อนจากเชื้อแบคทีเรียต่างๆ โดยจะต้องผ่านการยับยั้งเชื้อด้วยอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง รูปที่ 3.5



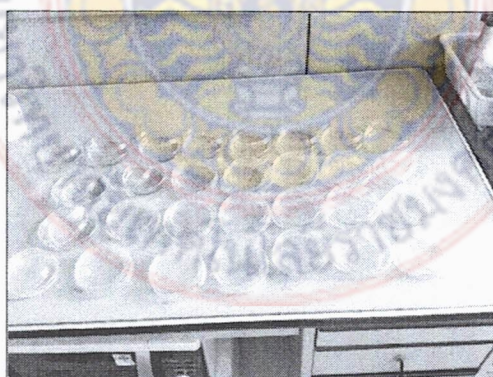
(ก) หม้อนึ่งไอน้ำ

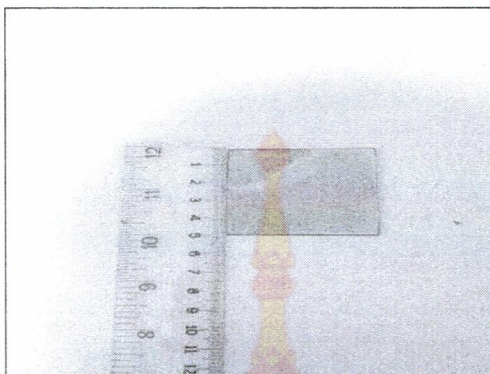


(ข) ตู้อบยับยั้งเชื้อ

รูปที่ 3.5 การอบเครื่องแก้ว

3.4.2) การเตรียมอาหาร การเตรียมอาหารสำหรับเชื้อ *S.aureus* จะใช้อาหาร Ager Nutriente ที่เป็นอาหารแข็งโดยจะทำไปผสมกับน้ำกลั่นใน อัตราส่วน 50 กรัม : 1 ลิตร ผสมให้เข้ากัน และนำไปให้ความร้อน ด้วย ตู้อบ Autoclave ที่ อุณหภูมิ 121 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 15 นาที หลังจากนั้นเมื่อได้เวลาครบตามกำหนดทำการปล่อยแรงดันภายในเตาอบก่อนทำความเปิดฝาและสวมใส่ถุงมือกันความร้อนพร้อมนำอาหารเหลวออกจากเตาอบ และ ทำการเทใส่ลงในจานอาหารสำหรับเพาะเชื้อ ที่ได้เตรียมเอาไว้บนโต๊ะ ทิ้งให้เย็นตัว จากอาหารเหลว กลายเป็นวุ้นโดยใช้เวลา ประมาณ 40 นาที หลังจากนั้นนำใส่ถุงพลาสติก หรือหีบห่อ ที่มีฉีดยึด แล้วนำเก็บใส่ตู้เย็นเพื่อรอทำการทดลองต่อไป ดังรูปที่ 3.6

รูปที่ 3.6 อาหารสำหรับเลี้ยงเชื้อ *S.aureus*



รูปที่ 3.3 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

4) นำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เตรียมไว้มาจุ่มในสารเคลือบให้ทั่ว ดังรูปที่ 3.4

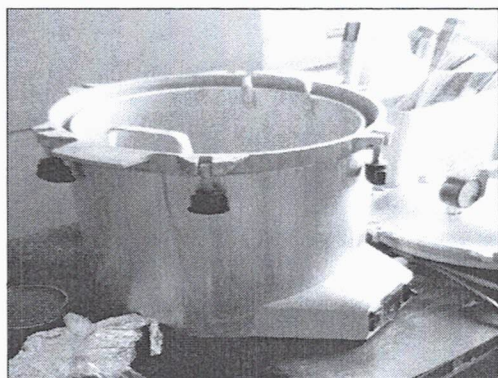


รูปที่ 3.4 การจุ่มแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

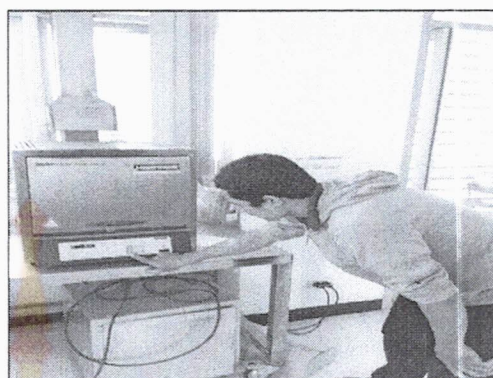
### 3.4 การเตรียมอุปกรณ์เลี้ยงเชื้อ

3.4.1) การเตรียมเครื่องแก้ว อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองเป็นอุปกรณ์เครื่องแก้วทั้งหมดเพื่อง่ายต่อการควบคุม และป้องกันการปนเปื้อนจากเชื้อแบคทีเรียต่างๆ โดยจะต้องผ่านการยับยั้งเชื้อด้วยอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง รูปที่ 3.5





(ก) หม้อนึ่งไอน้ำ



(ข) ตู้อบยับยั้งเชื้อ

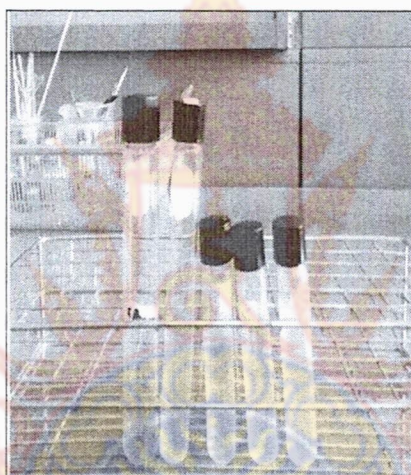
รูปที่ 3.5 การอบเครื่องแก้ว

3.4.2) การเตรียมอาหาร การเตรียมอาหารสำหรับเชื้อ *S.aureus* จะใช้อาหาร Ager Nutriente ที่เป็นอาหารแข็งโดยจะทำไปผสมกับน้ำกลั่นใน อัตราส่วน 50 กรัม : 1 ลิตร ผสมให้เข้ากัน และนำไปให้ความร้อน ด้วย ตู้อบ Autoclave ที่ อุณหภูมิ 121 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 15 นาที หลังจากนั้นเมื่อได้เวลาครบตามกำหนดทำการปล่อยแรงดันภายในเตาอบก่อนทำความเปิดฝาและสวมใส่ถุงมือกันความร้อนพร้อมนำอาหารเหลวออกจากเตาอบ และ ทำการเทใส่ลงในจานอาหารสำหรับเพาะเชื้อ ที่ได้เตรียมเอาไว้บนโต๊ะ ทิ้งให้เย็นตัว จากอาหารเหลว กลายเป็นวุ้นโดยใช้เวลา ประมาณ 40 นาที หลังจากนั้นนำใส่ถุงพลาสติก หรือหีบห่อ ที่มีฉีดยุติ แล้วนำเก็บใส่ตู้เย็นเพื่อรอทำการทดลองต่อไป ดังรูปที่ 3.6

รูปที่ 3.6 อาหารสำหรับเลี้ยงเชื้อ *S.aureus*

### 3.4.3) กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งเชื้อเชื้อแบคทีเรีย

การทดสอบการยับยั้งเชื้อเชื้อแบคทีเรียไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไทโอยูเรีย และ เชื้อแบคทีเรียที่ใช้ในการทดสอบคือ *S.aureus* เริ่มต้น โดยการนำเชื้อตั้งต้นใส่ลงในหลอดที่มีอาหารเหลว (Trypticase Soy Broth) 4 มิลลิลิตร แล้วนำไปบ่มที่ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเชื้อที่ได้เติมเชื้อแบคทีเรียลงใน 0.85% NaC 19 มิลลิลิตร โดยใช้วิธี Serial Dilution จำนวน 6 หลอด แล้วนำไปหยดบนอาหารแข็ง Nutriente สำหรับเชื้อ *S.aureus* โดยใช้เทคนิค Spread Plate แล้วนับจำนวนเชื้อให้ได้จำนวนเชื้อที่อยู่ในช่วง 100 -300 ซึ่งในที่นี้เชื้อ *S.aureus* ใช้หลอดที่ 4 ตามขั้นตอนในการ Dilute ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 วิธีการ Dilute เชื้อแบบวิธี Serial Dilution

### 3.4.4) การทดลองยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย

นำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบไว้มาวางใส่ในตู้ยูวี เพื่อป้องกันสิ่งปนเปื้อนจากเชื้อโรคอื่น ๆ ดึงเชื้อที่ทำการ Dilute ไว้ โดย *S.aureus* ใช้หลอดที่ 4 ไปหยดลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมเคลือบไว้ในตู้ยูวี 3 มิลลิลิตร และ ทำการยับยั้งเชื้อ ดังนี้

1) ใช้ปิเปตดึงเชื้อจากแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมภายในตู้ยูวีด้วยปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร มาหยดลงที่ตำแหน่งตรงกลางจานเพาะเชื้อ

2) จุ่มแท่งแก้วรูปตัวแอล (Spreader) ในแอลกอฮอล์เข้มข้นร้อยละ 95 แล้วเอียง Spreader ที่ขอบของบีกเกอร์เพื่อแยกแอลกอฮอล์ส่วนเกินออก

3) นำแท่งแก้วเกลี่ย Spreader ที่ผ่านการจุ่มแอลกอฮอล์ไปเผาไฟจนแอลกอฮอล์ไหม้หมด และปล่อยให้ spreader เย็น

4) นำ Spreader เกลี่ยเชื้อให้ทั่วจานเพาะเชื้อ และ ระวัง ระวัง ไม่ให้มือสัมผัสกับขอบด้านในของจานเพาะเชื้อ

5) จุ่ม Spreader ในแอลกอฮอล์เข้มข้นร้อยละ 95 และกำจัดแอลกอฮอล์ส่วนเกินโดยให้แท่งแก้วสัมผัสกับขอบปีกเกอร์นำเผาไฟจนแอลกอฮอล์ไหม้หมดปล่อยให้เย็น และนำไปเกลี่ยเชื้อแบคทีเรียในจานเพาะเชื้อที่เหลือโดยขั้นตอนการ Spread plate

6) กลับจานเพาะเชื้อให้ด้านที่มีอาหารเพาะเชื้ออยู่ด้านบน แล้วนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส สนาน 24-48 ชั่วโมง

7) ทำการยับยั้งเชื้อ ตอนขึ้นตอนข้างต้น โดยมีระยะห่างกัน 30 นาทีจนครบงานสุดท้ายที่ 150 นาที และนำไปบ่มที่ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

#### 3.4.5) เครื่องมือในการทดลอง

- 1) Beaker
- 2) Test Tube
- 3) Erlenmeyer Flask
- 4) Funnel
- 5) Dropper
- 6) Forceps
- 7) Test Tube rack
- 8) Test Tube brush
- 9) Autoclave
- 10) Oven
- 11) Volumetric Pipette
- 12) Cylinder
- 13) Laminar Air flow

## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์

จากการทดลองสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมโดยใช้วิธีโซล-เจล เพื่อยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ซึ่งเป็นสาเหตุของการติดเชื้อและมีผลการทดลองดังนี้

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์ Atomic force microscope (AFM)

จากผลการวิเคราะห์ด้วย AFM ของแผ่นเคลือบทำให้พบว่าค่าความแตกต่าง ความขรุขระของชั้นฟิล์มระหว่างสารทั้ง 2 สารเคลือบแตกต่างกัน ดังแสดงตารางที่ 4.1 โดยแผ่นเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.1(ก) มีค่าความขรุขระพื้นผิวของฟิล์ม 122.12 นาโนเมตร และแผ่นเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน ดังรูปที่ 4.1(ข) มีค่าความขรุขระพื้นผิวของฟิล์ม 720.40 นาโนเมตร จะเห็นได้ว่าแผ่นเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ มีค่าความขรุขระน้อยกว่า ดังแสดงตารางที่ 4.1 ที่เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน จากเหตุผลดังกล่าวทำให้พื้นที่ผิวของสารเคลือบที่เคลือบบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือด้วย ซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน มีพื้นที่ผิวสูงส่งผลให้มีประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีกว่าแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีพื้นที่ผิวน้อย

จากตารางที่ 4.1 เป็นการเปรียบเทียบค่าความแตกต่างความขรุขระของชั้นฟิล์ม และความหนาของชั้นฟิล์ม ของสารเคลือบทั้ง 2 ซึ่ง  $\text{TiO}_2$  มีค่าความแตกต่างความขรุขระของชั้นฟิล์ม และความหนาของชั้นฟิล์มน้อยกว่า  $\text{S/N/TiO}_2$  ดังแสดงตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงความขรุขระ และความหนาของชั้นฟิล์มวิเคราะห์ด้วย AFM

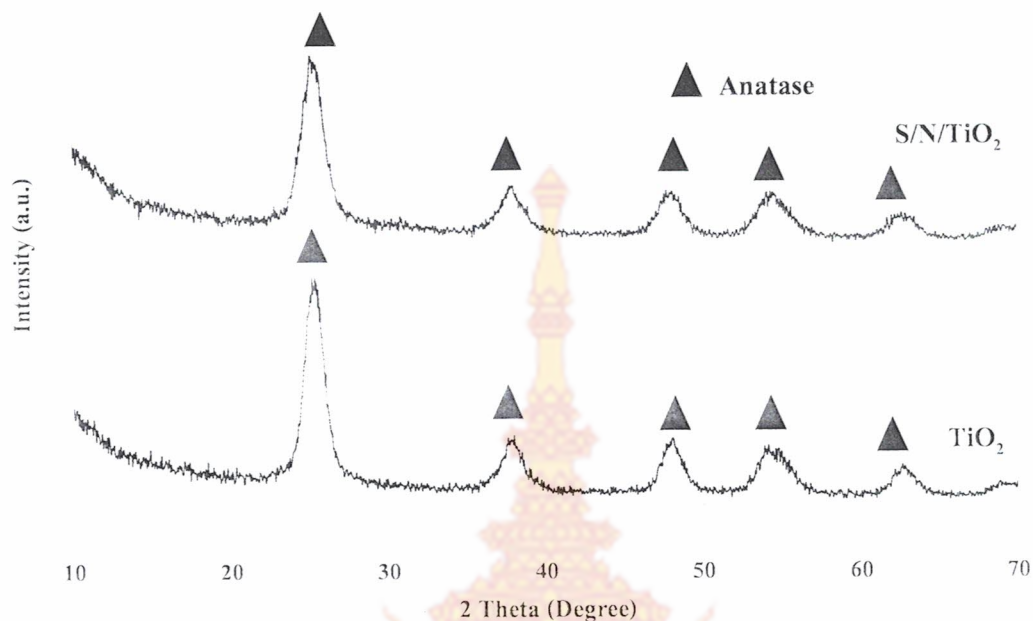
ตัวอย่าง	ความขรุขระของชั้นฟิล์ม (nm)	ความหนาของชั้นฟิล์ม (nm)
$\text{TiO}_2$	122.12	298.58
$\text{S/N/TiO}_2$	720.40	330.34



รูปที่ 4.1 ภาพถ่าย AFM แสดงลักษณะพื้นผิวของสารเคลือบที่ติดบนเหล็กกล้าไร้สนิม

#### 4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค (X-ray diffractometry XRD)

เมื่อนำไทเทเนียมไดออกไซด์ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน ปริมาณ 5 mol % วิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ให้ผลแสดงดังรูปที่ 4.2 ซึ่งพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือ และเจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน มีเฟสอะนาเทสเกิดขึ้นที่ 25°, 38°, 48°, 55° และ 63° จากผลการวิเคราะห์ XRD สามารถนำไปคำนวณขนาดผลึกพบว่าสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดผลึก 11.0 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน 10.3 นาโนเมตร ดังแสดงตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกของอะนาเทสที่เล็กแสดงให้เห็นถึงการมีพื้นที่ผิวที่มากขึ้นและส่งผลต่อปฏิกิริยาได้ดีขึ้น



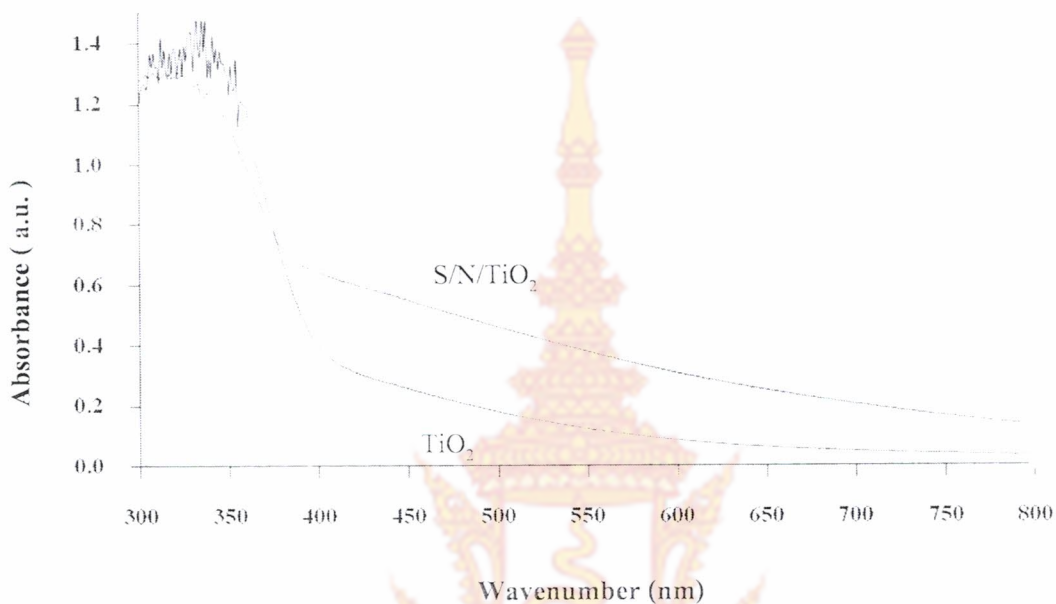
รูปที่ 4.2 ผล XRD ของ(ก) ไทเทเนียมไดออกไซด์และ(ข)ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน

ตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกของสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่าง	ขนาดผลึกอะนาทาส (nm.)	ความเป็นผลึกอะนาทาส (%)
TiO <sub>2</sub>	11.0	100
S/N/TiO <sub>2</sub>	10.3	100

4.3 ผลการวิเคราะห์การเลื่อนไปทางแสงที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า (Visible light) ของสารเคลือบ จากผลการดูดกลืนสเปกตรัม (UV- vis absorption spectra) ดังรูปที่ 4.3 ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน มีผลต่อระดับพลังงานของแผ่นเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน มีผลต่อการเลื่อนไปทางพลังงานที่ถูกดูดกลืนเข้าสู่ช่วงแสงที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า (Visible light) ที่ความยาวคลื่นมากกว่า 400 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ไม่ได้เจือร่วมด้วยซิลเฟอร์ และไนโตรเจน ซึ่งสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน มีค่าแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ 2.82 eV น้อยกว่าสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์คือ 3.02 eV ดังแสดงตารางที่ 4.3 การที่มีแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ที่แคบ แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการทำงาน

อย่างต่อเนื่อง ของปฏิกิริยาที่สามารถทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพเนื่องจากอิเล็กทรอนิกส์ใช้พลังงานต่ำในต่ำกว่าแผ่นเคลือบของไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างเดียว



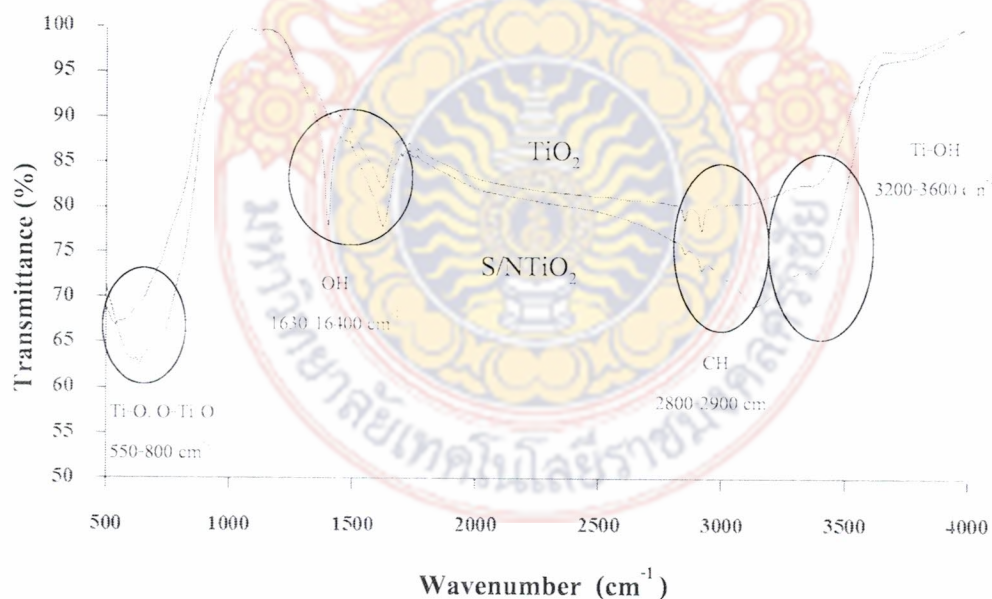
รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ UV-Vis ความยาวคลื่นของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน

ตารางที่ 4.3 ค่าแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ (Band gap energy)

ตัวอย่าง	แถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ (eV)
TiO <sub>2</sub>	3.20
S/N/TiO <sub>2</sub>	2.82

#### 4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วย (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซิลเฟอร์และไนโตรเจน

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมา แสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือความยาวคลื่น (Wave Number) กับค่าการส่งผ่านของแสง เรียกว่า IR Spectrum ซึ่งลักษณะสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารแต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติเฉพาะ โมเลกุลของสารจึงสามารถดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ที่ความถี่ต่างกันขึ้นอยู่กับความแข็งแรงของพันธะ และน้ำหนักของอะตอมของ Functional Groups ในโมเลกุลนั้น ๆ ซึ่งการสั่นของพันธะในช่วงความยาวคลื่นที่ 1400 , 1450 , 1650 , 1750 , 2800 และ 2900 ดังรูปที่ 4.4 เป็นการสั่นของกลุ่มไฮโดรคาร์บอน (CH) สำหรับการสั่นที่ความยาวคลื่น 550-800  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ Ti-O และ O-Ti-O สอดคล้องกับงานวิจัย (Kolinko et al., 2007, Peng et al., 2008) ซึ่งการสั่นของพันธะในช่วงความยาวคลื่นที่ 3500-3600  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของกลุ่มไฮดรอกซิลบนพื้นผิวไทเทเนียมไดออกไซด์ Ti-OH สอดคล้องกับงานวิจัย (Xu et al., 2008, Kang et al., 2008) ซึ่งการสั่นของพันธะในช่วงความยาวคลื่นที่ 1630-16400  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของกลุ่มไฮดรอกซิลบนพื้นผิวไทเทเนียมไดออกไซด์ (OH) สอดคล้องกับงานวิจัย (Xu et al., 2008, Kang et al., 2008)

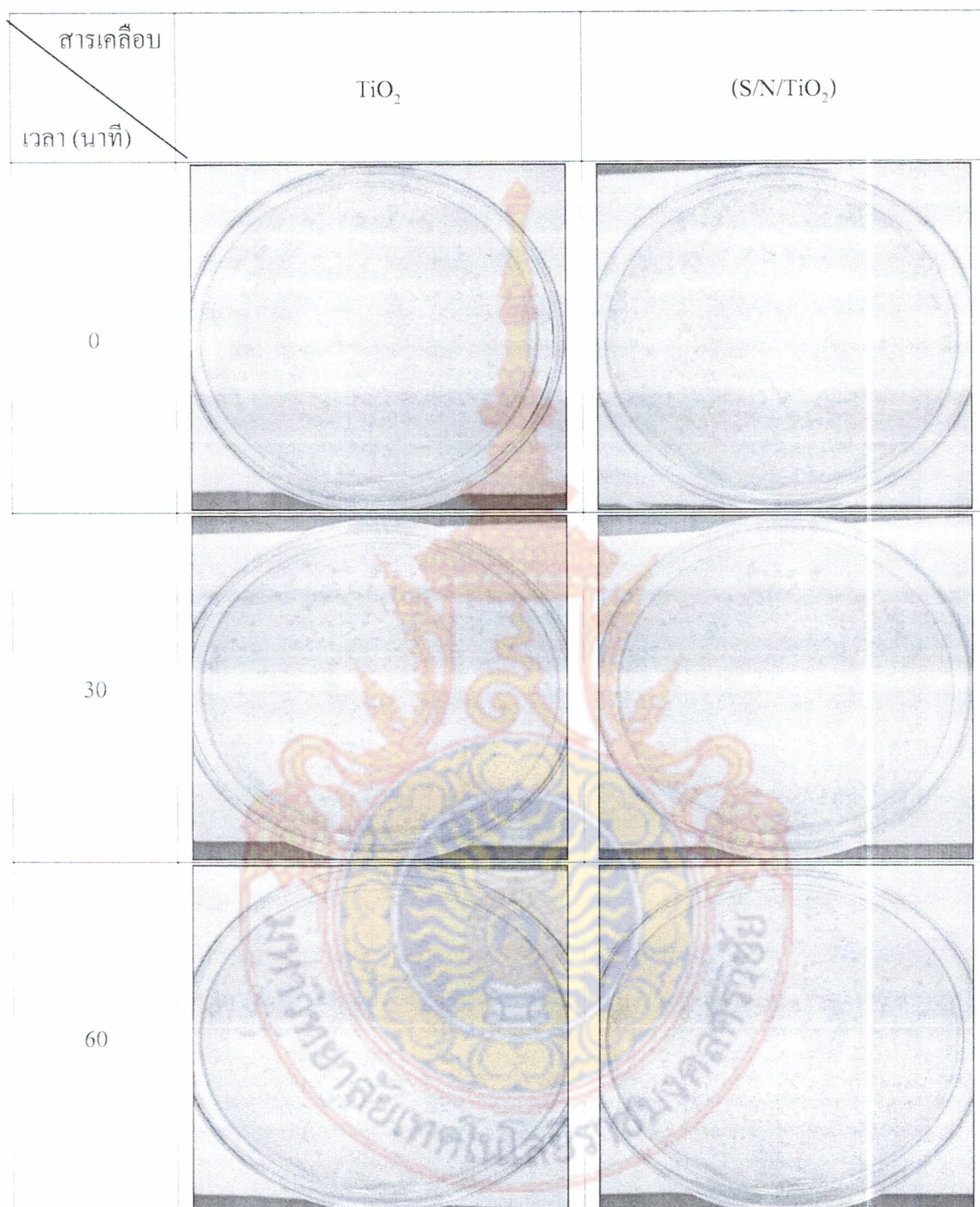


รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วย FTIR ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซิลเฟอร์ และ ไนโตรเจน

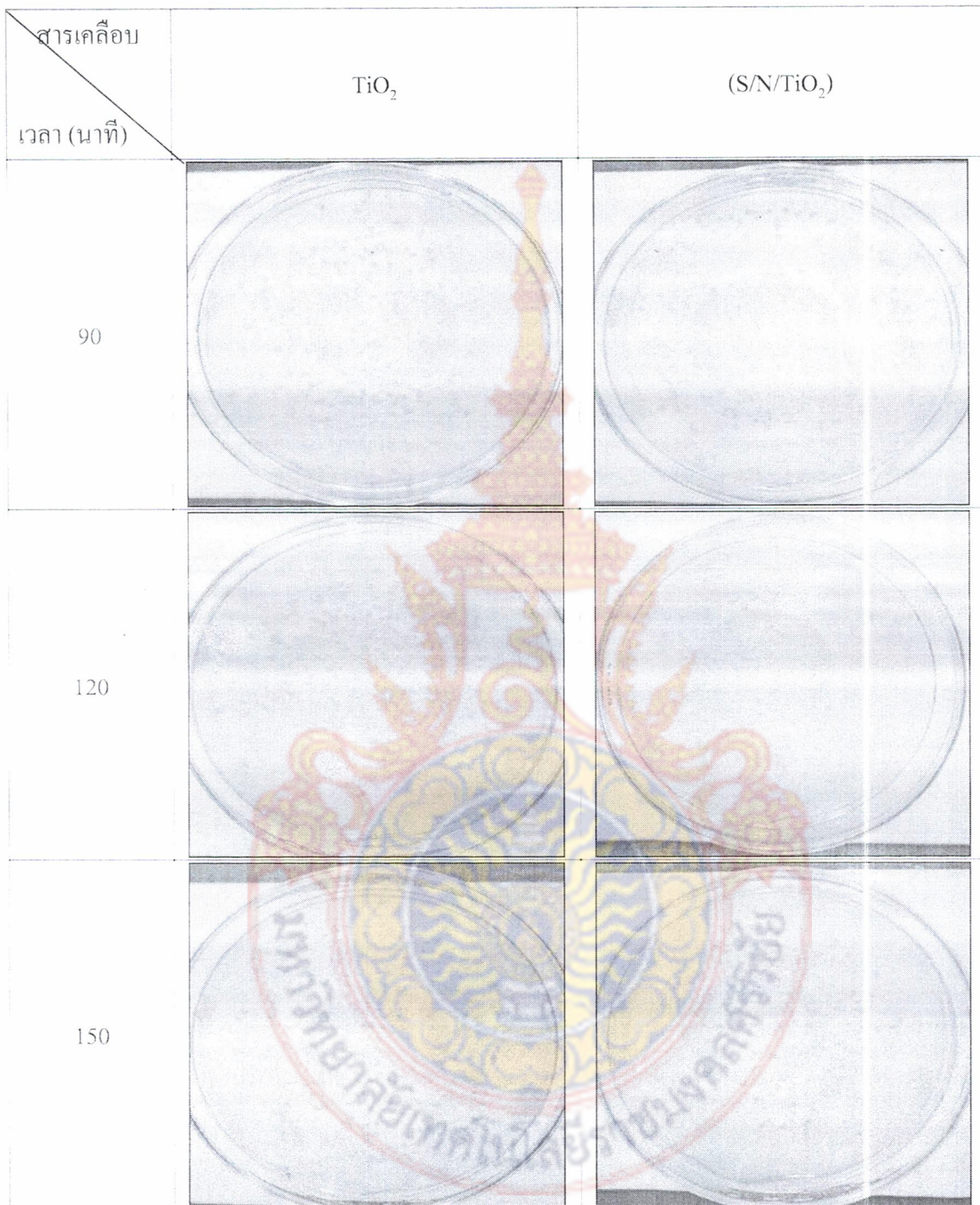


#### 4.5 ผลการทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S.aureus*

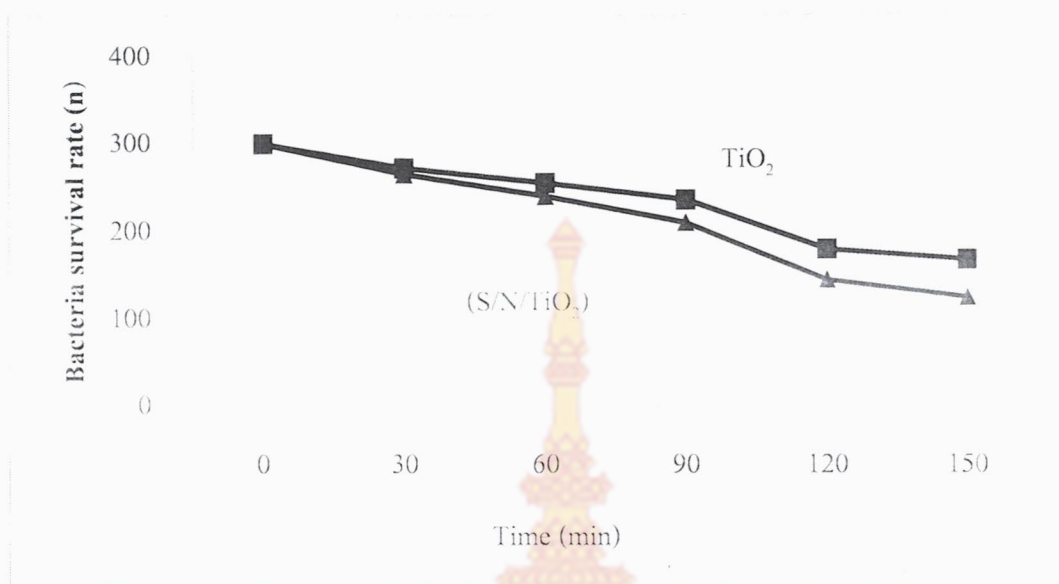
ผลการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวมด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน จะเห็นได้ว่าลักษณะการกระจายของเชื้อมีการกระจายอย่างสม่ำเสมอ ภายใต้แสงยูวี ดังรูปที่ 4.5 จากการพิจารณาจำนวนเชื้อ *S.aureus* ตอนเริ่มต้นจะมีความหนาแน่นสูงที่ 0 นาที เมื่อวางเชื้อลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าที่เวลา 30, 60, 90, 120 และ 150 นาที จำนวนเชื้อ *S.aureus* จะลดลงตามเวลาคือ 272 , 255, 236 , 180 และ 168 โคโลนี ตามลำดับ ในขณะที่เดียวกันสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวมด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน พบว่าที่เวลา 30, 60, 90, 120 และ 150 นาที จำนวนเชื้อ *S.aureus* จะลดลงตามเวลาคือ 265, 240, 210, 145 และ 125 โคโลนี ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.6 ผลการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* ที่เวลา 150 นาที จะเห็นได้ว่าสารเคลือบของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวมด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน ซึ่งยังคงเหลือจำนวนแบคทีเรีย 125 โคโลนี และ สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เหลือ 168 โคโลนี ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 จากผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบการยับยั้งของเชื้อแบคทีเรีย ระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน จะพบได้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน สามารถยับยั้งได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ สารเคลือบที่เคลือบบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน มีพื้นที่ผิวขรุขระสูงและมีขนาดผลึกที่เล็กกว่าจากผลวิเคราะห์ XRD ที่ได้กล่าวข้างต้น อีกทั้งยังมีปริมาณไฮดรอกซิลเรดิเคิลสูงกว่าที่ไม่ได้เติมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน ส่งผลให้มีประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีกว่าแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีพื้นที่ผิวขรุขระต่ำกว่า ดังนั้นจึงสามารถยับยั้งแบคทีเรียได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบภายใต้ระยะเวลาเดียวกันผลการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) และไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน ( $\text{S/N/TiO}_2$ )



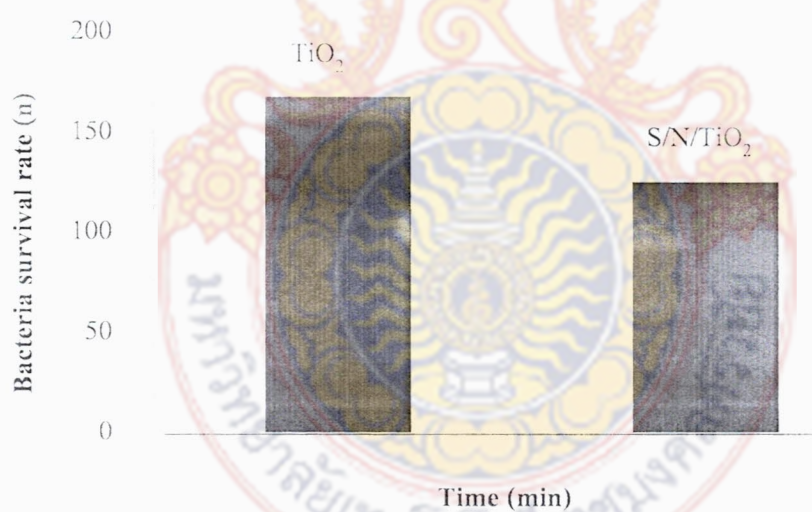
รูปที่ 4.5 ผลการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย ซัลเฟอร์ และ ไนโตรเจน นาทึที่ 0 - 60 นาทึ



รูปที่ 4.6 ผลการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* ของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์เจือรวม  
ด้วยซิลเฟอร์ และ ไนโตรเจน นาทืที่ 90 - 150 นาทื



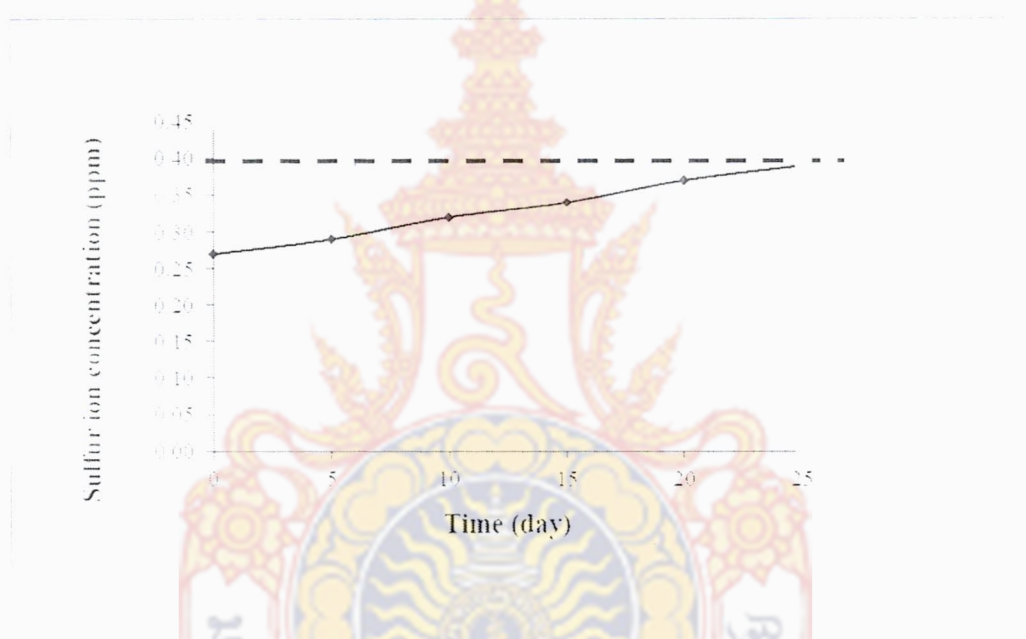
รูปที่ 4.7 อัตราการรอดชีวิตของเชื้อ *S.aureus* ภายใต้เวลาที่ 0 - 150 นาที



รูปที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบอัตราการรอดชีวิตของ *S.aureus* ที่ 150 นาที

#### 4.6 ผลการวิเคราะห์ Inductively Couple Plasma (ICP)

ผลการทดลองหาความเข้มข้นของซัลเฟอร์ (Sulfur) ดังรูปที่ 4.9 ด้วยเครื่อง Inductively Couple Plasma (ICP) พบว่าปริมาณของซัลเฟอร์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเริ่มที่จะหลุดออกจากแผ่นเคลือบ พบได้ในวันที่ 25 มีปริมาณของซัลเฟอร์หลุดออกมา 0.4 part per million (ppm) ซึ่งเป็นค่ามาตรฐานตามพระราชบัญญัติส่งเสริมและรักษาคุณภาพสิ่งแวดล้อมแห่งชาติในสิ่งแวดล้อมที่ยอมรับให้มีปริมาณซัลเฟอร์หลุดออกมาได้ในปริมาณ 0.4 ppm [27]

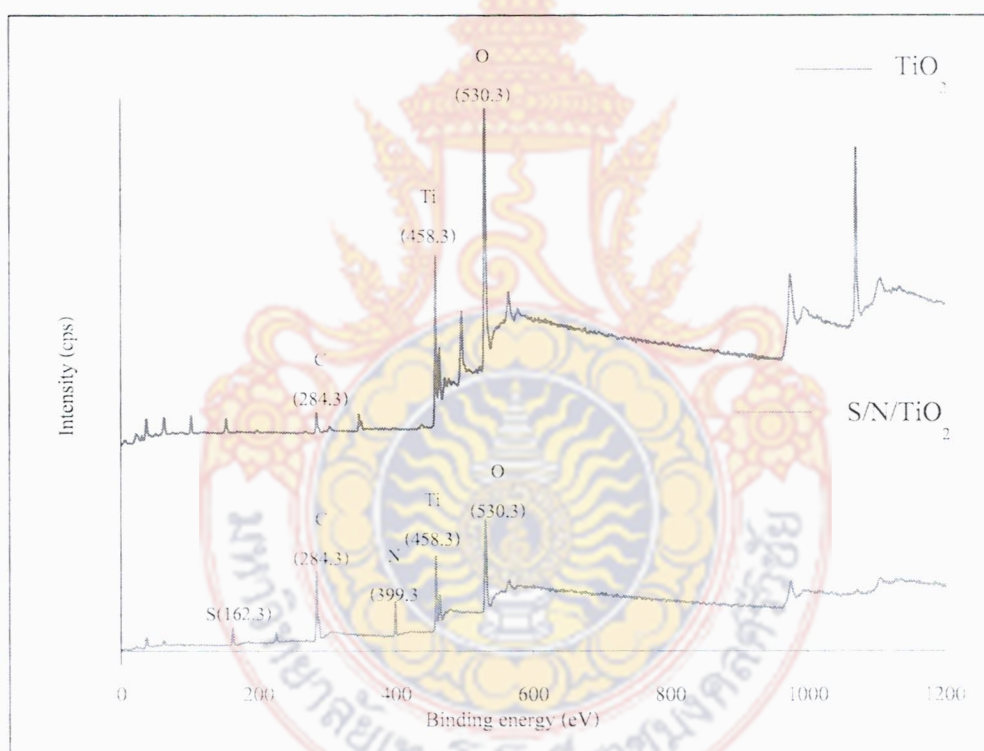


รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้น ของซัลเฟอร์ด้วย ICP

#### 4.7 ผลการวิเคราะห์ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

จากผลการทดสอบด้วยเครื่อง XPS รูปที่ 4.10 ของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน ซึ่งพบธาตุ Ti, O, N, S และ C (ตารางที่ 4.4) ซึ่งมีอัตราส่วนอะตอมเท่ากับ 6.5, 25.0, 9.0, 4.7 และ 54.8 % (ตารางที่ 4.5) สำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน ซึ่งธาตุดังกล่าวพบที่ชั้นออบิทอลที่ Ti2p, O1s, N1s, S2p และ C1s (รูปที่ 4.11-4.15) มีแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์เท่ากับ 458.3, 530.3, 399.3, 162.3 และ 284.3 eV ตามลำดับ สำหรับผลการได้ปซัลเฟอร์นั้นในช่วงแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ในช่วง 160-163 eV เป็นการเกิดพันธะของ Ti-S ที่ไอออนของ  $S^{2-}$  ไปแทนที่  $O^{2-}$  ซึ่งการพบไอออนของ  $S^{2-}$  เนื่องจาก

สารตั้งต้นเป็นไทโอยูเรีย และไอออนของ  $S^{2-}$  อยู่ในพันธะดังกล่าวแบบแทนที่ (Substitutional  $S^{2-}$  ions) ในไทเทเนียมไดออกไซด์ สำหรับซัลเฟอร์ที่พบในแถบพลังงานที่ (S 2p= S 2p : 161.9, 162.2, 163.0 และ 163.6 eV) รูปที่ 4.14 สำหรับช่วงแถบพลังงานอิเล็กตรอนในช่วง 161.0-164.0 eV เป็นโครงสร้างของไทเทเนียมซัลไฟด์ (TiS) หรือ ไทเทเนียมไดซัลไฟด์ (TiS<sub>2</sub>) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย Changseok et al., 2011 [28] สำหรับไนโตรเจนที่พบในแถบพลังงานอิเล็กตรอนที่ 399.3 eV เป็นอะตอมแบบแทนที่ของไนโตรเจน (Substitutional nitrogen atom) ซึ่งจับด้วยพันธะ O-Ti-N ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย Peerawas et al., 2014[29] สำหรับคาร์บอนที่พบเป็นการพบในปริมาณน้อยที่อาจเกิดจากสารตั้งต้นที่มีคาร์บอน



รูปที่ 4.10 ผลจากการวิเคราะห์ด้วย XPS ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือร่วมด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน

ตารางที่ 4.4 ช่วงพลังงานงานที่พบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย XPS

ธาตุที่พบ	ช่วงพลังงานงาน
S	162.300
C	284.300
N	399.300
Ti	458.300
O	530.300

ตารางที่ 4.5 ปริมาณธาตุที่ปรากฏในสารเคลือบ

ปริมาณธาตุ	TiO <sub>2</sub> (At%)	S/N/TiO <sub>2</sub> (At%)
S	-	4.66
C	11.57	54.79
N	-	8.96
Ti	11.03	6.51
O	57.11	25.08

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

การวิจัยนี้ได้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนเป็นสารเคลือบผิวบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมโดยใช้วิธีโซล-เจล แบบความหนาที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ซึ่งเป็นสาเหตุของการติดเชื้อในแผลและทำให้เกิดเป็นหนองจากการวิจัยสามารถสรุปผลได้ดังนี้

อิทธิพลของสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนต่อการเกิดเฟสอะนาเทสที่มีขนาดผลึกเล็กกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน อีกทั้งสารเคลือบผิวที่มีการเจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนมีการเลื่อนไปทางแสงที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า (Visible) แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการทำปฏิกิริยาที่สภาวะปกติได้ดี เมื่อคู่อค์ประกอบของหมู่ฟังก์ชันจะพบว่ามีไฮดรอกซิลเรดิคัลเกิดและไทเทเนียมอะตอมอยู่บนพื้นผิวเคลือบแสดงให้เห็นว่าทำปฏิกิริยาในการออกซิไดซ์ที่ดี ส่งผลต่อการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus* อีกทั้งยังพื้นผิวของสารเคลือบที่ติดบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมมีลักษณะเป็นชั้นๆ เหลื่อมๆ ซึ่งสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจนมีความขรุขระมากกว่าสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างเดียวซึ่งสอดคล้องกับผลที่เกิดขึ้นข้างต้นเนื่องจากมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากสำหรับการหาปริมาณความเข้มข้นของซัลเฟอร์ที่หลุดออกจากสารเคลือบนั้นได้ผ่านตามเกณฑ์ที่กำหนด

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

การศึกษาประสิทธิภาพของสารเคลือบนั้นนอกจากการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียแล้วควรมีการศึกษาความแข็งแรงของฟิล์มเคลือบด้วย และการศึกษาประสิทธิภาพของการยับยั้งแบคทีเรียภายใต้ความยาวคลื่นแสงต่างๆ ด้วย





### บรรณานุกรม

- [1] ลักษณะแบคทีเรีย *Salmonella typhi* ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://salmonellatyphi.org> .(วันที่ค้นข้อมูล : 8 กันยายน 2557)
- [2] ลักษณะแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : [http://en.wikipedia.org/wiki/Staphylococcus\\_aureus](http://en.wikipedia.org/wiki/Staphylococcus_aureus) .(วันที่ค้นข้อมูล : 8 กันยายน 2557)
- [3] Zheng, J., Yu, H., Li, X., and Shang. (2007). Enhanced photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> nano structured thin film with a silver hierarchical configuration. *Applied Surface Science*, 254,1630 - 1635.
- [4] Maneerat C., and Hayata, Y. (2006). “Antifungal activity of TiO<sub>2</sub>photocataysis against *PenicillumExpansum* in vitro and in fruit tests”.*InternationlJournal of Food Microbiolog*, 107, 99-103.
- [5] Maness, P.C., Smolinski, S., Blake,D.M.,Huang, Z.,Wolfrum, E.J., and Jacoby,W.A. (1999). Bactericidal activity of photocatalytic TiO<sub>2</sub> reaction: toward an understanding of its killing mechanism. *Applied EnvironmentalMicrobiology*.65 (9) : 4094–4098.
- [6] Kim, K.D., Han, D.N., Lee, J.B., and Kim, H.T. (2005). “Formation and characterization of Ag deposited TiO<sub>2</sub> nanoparticles by chemical reduction method.” *ScriptaMaterialia*, 54,143–146.
- [7] Evans, P., and Sheel, D.W. (2007).“Photoactive and antibacterial TiO<sub>2</sub> thin films on stainless steel” *Surface & coatings Technology*, 201, 9319-9324.
- [8] Benabbou, A.K., Derriche, Z., Felix, C., Lejeune, P., and Guillard, C. (2007).“Photocatalytic inactivation *Escherischia coli* effect of concentration of TiO<sub>2</sub> and microorganism, nature and intensity of UV irradiation.” *Applied Catalysis B: Environmental*, 76, 257-263.
- [9] Fujishima, A.; Rao, T.N.; Tryk, D.A. Titanium Dioxide Photocatalysis.*Journal of Photochemistry and Photobiology C:Photochemistry Reviews*. 2000, 1(1), 1-21.
- [10] Rao, A.R., and Dutta, V. (2007).“Law-temperature synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles and preraration of TiO<sub>2</sub> thin films by spray deposition.”*Solar Energy Materials & Solar Cells*,91,1075– 1080.
- [11] Liu, Z., Zhou,Y., Li, Z., Wang, Y., and Ge, C. (2007). “Enhanced photocatalytic activity of (La, N) co doped TiO<sub>2</sub> by TiCl<sub>4</sub> sol-gel autoigniting synthesis.” *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 14(6), 552-557.

บรรณานุกรม (ต่อ)

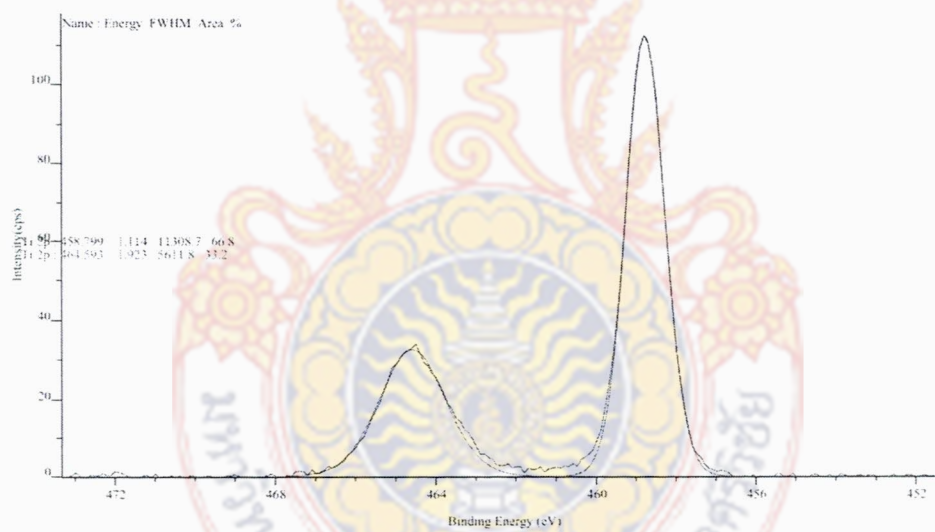
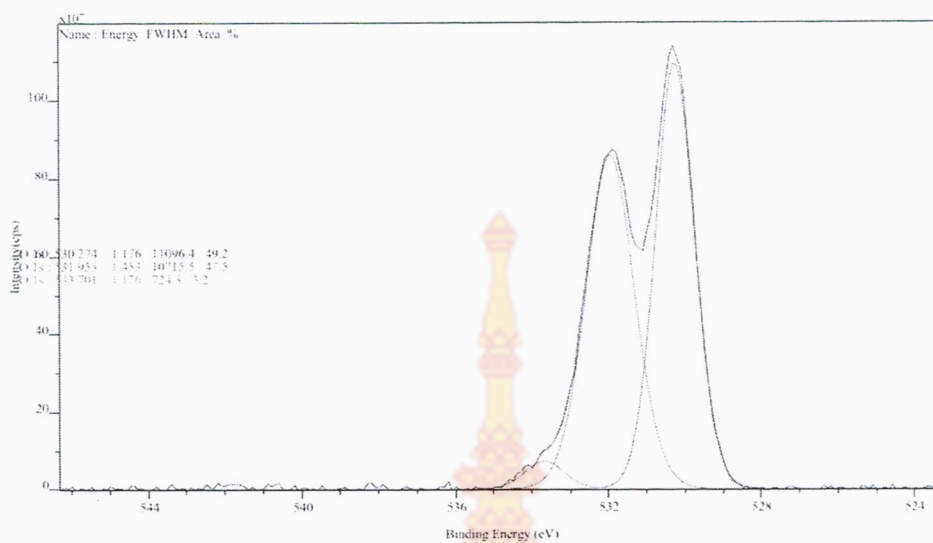
- [12] Hou, L.R.; Yuan, C.Z.; Peng, Y. Synthesis and Photocatalytic Property of SnO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> Nanotubes Composites. *Journal of Hazardous Materials*.2007, B139, 310-315.
- [13] Zhao, L.; Han, M.; Lian, J. Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Films With Mixed Anatase and Rutile Structures Prepared by Pulsed Laser Deposition. doi:10.1016/j.tsf.2007.10.102. 2007
- [14] Jiaqing, G.; Dong, Y.; Juhong, Z.; Daimei, C.; Zhongyi, J. Nitrogen-Doped TiO<sub>2</sub> Nanotubes with Enhanced Photocatalytic Activity Synthesized by a Facile Wet Chemistry Method. *Materials Research Bulletin* 2009 , 44, 146–150.
- [15] Geng, J.; Yang, D.; Zhu, J.; Chen, D.; Jiang, Z. Nitrogen-Doped TiO<sub>2</sub> Nanotubes with Enhanced Photocatalytic Activity Synthesized by a Facile Wet Chemistry Method. *Materials Research Bulletin*.2000, 44, 146-150.
- [16] Benabbou, A.K., Derriche, Z., Felix, C., Lejeune, P., and Guillard, C. (2007).“Photocatalytic inactivation *Escherichia coli* effect of concentration of TiO<sub>2</sub> and microorganism, nature and intensity of UV irradiation.” *Applied Catalysis B: Environmental*, 76, 257-263.
- [17] Lonnen, J.; Kilvington, S.; Kehoe, S.C.; Al-Touati, F.; McGuigan, K.G. Solar and Photocatalysis Disinfection of Protozoan, Fungal and Bacterial Microbes in Drinking Water. *Water research*. 2005, 39, 877-883.
- [18] การประยุกต์ใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์ , (2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.onlinemarket.com.au/whatisnew/photocatalyst> (วันที่ค้นข้อมูล 15 กุมภาพันธ์ 2557)
- [19] Dadjour, M.F., Ogino, C., Matsumura, S., and Shimizu, N. (2006). “Disinfection of *Legionella Pneumophila* by ultrasonic treatment with TiO<sub>2</sub>.” *Water Research*, 40, 1137- 1142.
- [20] ธรรมนุญ ศรีทะวงศ์. 2550. ไททาเนีย:ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม.วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.<http://www.vcharkarn.com/varticle/27809>.(วันที่ค้นข้อมูล 7 สิงหาคม 2557)
- [21] กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://believerwoman.wordpress.com/what-is-hydrosynthetic-photocatalyst>.(วันที่ค้นข้อมูล 28 มิถุนายน 2557)
- [22] กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : [www.antonio.licciulli.unile.it](http://www.antonio.licciulli.unile.it).(วันที่ค้นข้อมูล 10 มิถุนายน 2557)

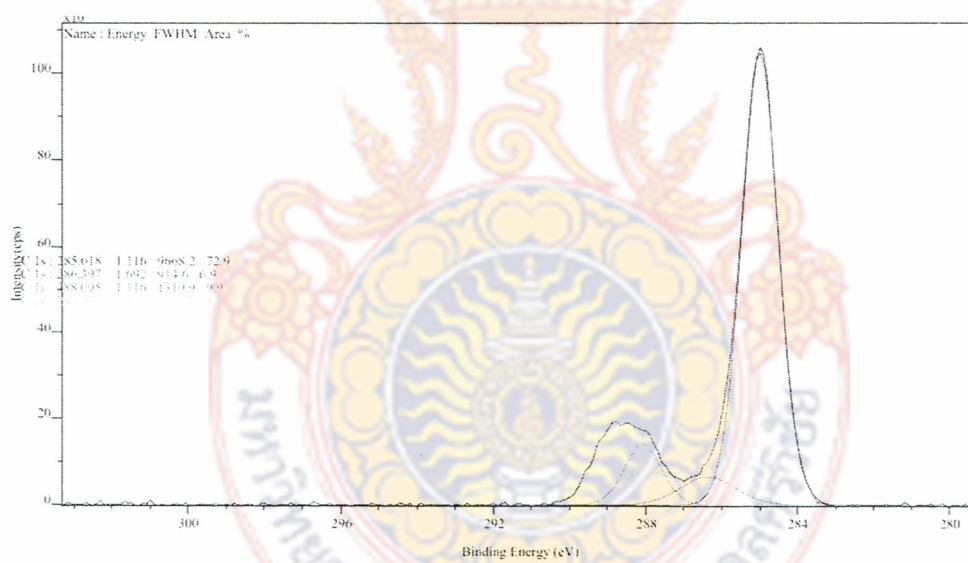
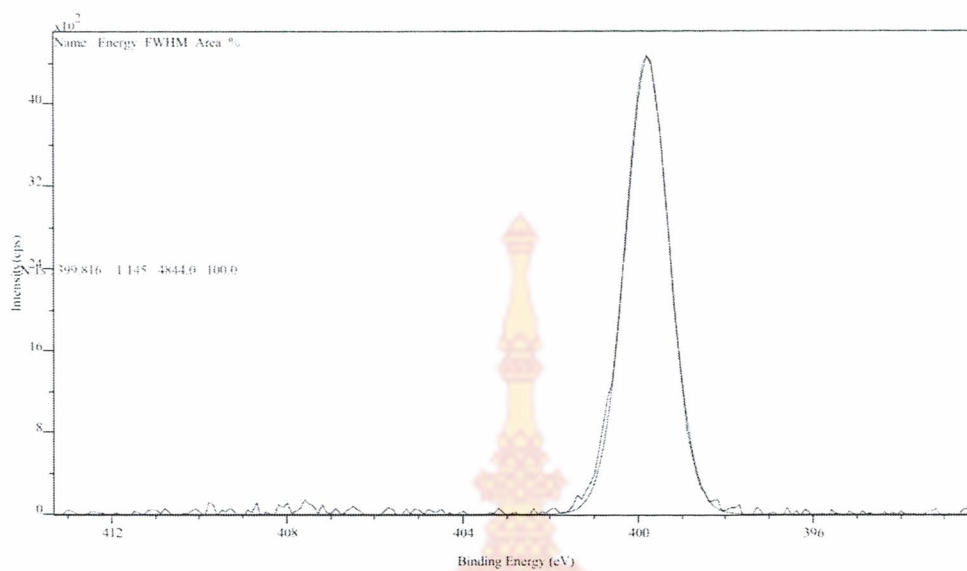
### บรรณานุกรม (ต่อ)

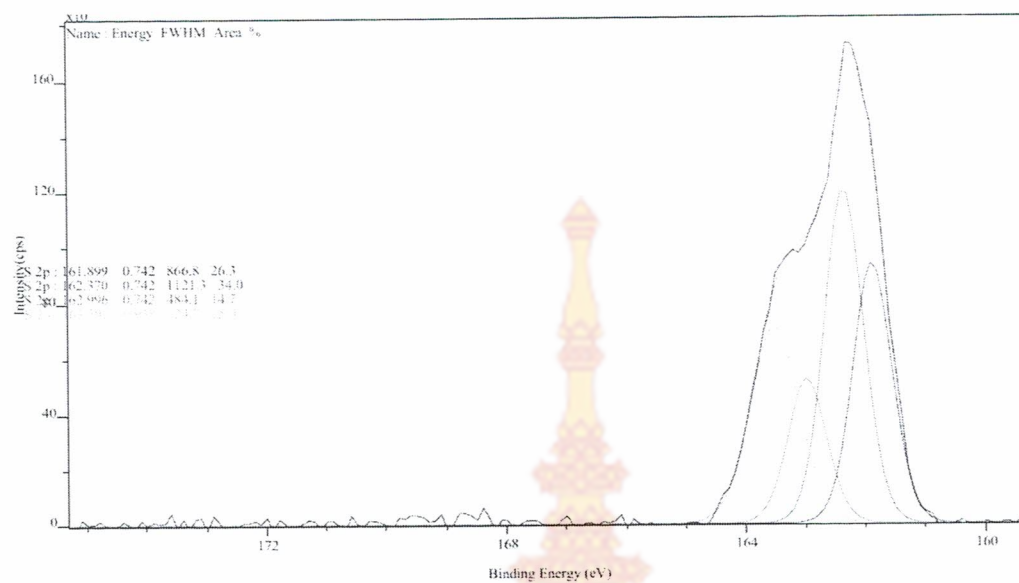
- [23] Kanai, N.; Nuida, T.; Ueta, K.; Hashimoto, K.; Watanabe, T.; Ohsaki, H. Photocatalyt Efficiency of  $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$  Thin Film Stacks Prepared by DC Magnetron Sputtering. *Vacuum*.2004,74,723-727.
- [24] โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ , (2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.staff.aist.go.jp/.../english/itscgallery-e.htm> (วันที่ค้นข้อมูล 19 พฤษภาคม 2557 )
- [25] แสดงการเกิดปฏิกิริยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่โต้ปด้วยไนโตรเจน ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://photochemistryportal.net/home/index.php/metal-oxide-photocatalysis>. (วันที่ค้นข้อมูล 17 สิงหาคม 2557)
- [26] การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล ,(2557). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://phys.suwan.ac.kr/jgyoon/lab/solgel.ht>; Brinker and Scherer, 1990.(วันที่ค้นข้อมูล 15 สิงหาคม 2557)
- [27] ค่ามาตรฐานในสิ่งแวดล้อม , (2557) . [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.summacheeva.org>.(วันที่ค้นข้อมูล : 29 ตุลาคม 2557)
- [28] C. Han et al. / *Applied Catalysis B: Environmental* 107 (2011) 77–87
- [29] *Photochemistry and Photobiology*, 2014, 90: 1243–1250

ภาคผนวก ก  
ผลการทดสอบ XPS











## ประวัติผู้เขียน

1. ชื่อ สกุล นางสาวพิชญา พิศสุวรรณ

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมอุตสาหการและระบบ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2553
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมอุตสาหการ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2551

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

1. Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarmond, Wirach Taweepreeda, Fumio Saito and **Pitchaya Pitsuwan** "Influence of nitrogen doped TiO<sub>2</sub> nano composite film on hydrophilic property of rubber dipping former surface" *Key Engineering Materials Vol. 608 (2014) pp 141-146*

2. พิชญา พิศสุวรรณ และ อุ่น สัจพงษ์. 2551. การออกแบบและสร้างเก้าอี้สำหรับการนั่งเรียนของนักศึกษาที่เหมาะสมตามหลักกายศาสตร์. ปรินญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

3. พิชญา พิศสุวรรณ อุ่น สัจพงษ์ และ วิริยะ ทองเรือง. 2553. สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของพื้นรองเท้าและพื้นเดินภายใต้สภาวะพื้นผิวที่แตกต่างกัน. วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการและระบบ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

4. พิชญา พิศสุวรรณ อุ่น สัจพงษ์ และ วิริยะ ทองเรือง. 2553. สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของพื้นรองเท้าจากยางธรรมชาติ ภายใต้สภาวะพื้นผิวที่แตกต่างกัน. การประชุมวิชาการทางวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ครั้งที่ 8, สงขลา, 22-23 เมษายน 2553. หน้า 575-580.

5. จตุพร ใจดำรงค์ และ พิชญา พิศสุวรรณ. 2554. อิทธิพลของแบบรวมของปัญหาการตัดชิ้นงานแบบหนึ่งมิติให้ได้เศษตัดที่มีประสิทธิภาพ. การประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรมอุตสาหการ ประจำปี 2554, ชลบุรี, 20-21 ตุลาคม 2554. หน้า 154.

2. ชื่อ สกุล นายมาหามะสุโฮมี มะแซ

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2554
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2550
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2549

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

-โครงการทุนศึกษากันกุญแจวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ประจำปี 2551-2552

-ศูนย์เครือข่ายความเป็นเลิศด้านนาโนเทคโนโลยีภาคใต้ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ (NANOTEC Center of Excellence at Prince of Songkla University) ประจำปี 2551-2552

-โครงการทุนบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ประจำปี 2551

-ทุนโครงการพัฒนาอาจารย์และบุคลากรสำหรับสถาบันอุดมศึกษาในเขตพัฒนาเฉพาะกิจจังหวัดชายแดนใต้ประจำปี 2552-2554

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Photoactivity and hydrophilicity of B and Ni co-doped TiO<sub>2</sub> films” *Advanced Materials Research* Vols. 148-149 (2011) pp 1473-1479

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Improvement of hydrophilic property of rubber dipping former surface with Ni/B/TiO<sub>2</sub> nano-composite film” *Applied Surface Science*, Vol 258, (2012), Issue 10, pp4436-4443

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Peerawas Kongsong, Phatcharee Phoempoon, Surasit Rawangwong, and Witthaya Sririkun “Application of rubber wood ash for removal nickel

and copper from aqueous solution” *Environment and Natural Resources J.* Vol 11, No.2, ( 2013) pp17-27

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Peeraws Kongsong, Pichaya Pitsuwan, Zuhaidee Seni, Withaya Sririkun and Julaluck Rodjananugoon “Comparative of paraffin and turpentine used in wax resist dying on batik fabric” *Journal of community development research* 6 (1) (2013) pp 31-41 (Thai)

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirach Taweepreeda, Fumio Saito and Pitchaya Pitsuwan “Influence of nitrogen doped TiO<sub>2</sub> nano composite film on hydrophilic property of rubber dipping former surface” *Key Engineering Materials* Vol. 608 (2014) pp 141-146

**Mahamasuhaimi Masae**, Auttakorn Pradupjan, Anon Pisutthipongchoto, Lek Sikong and Peerawas Kongsong “The Efficiency of Synthesized Tungsten Oxide (WO<sub>3</sub>)–Doped Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) in Inhibition of Escherichia coli Growth and Prolonging of Fresh Vegetables and Fruits” *Science and Technology Journal* Vol. 22 (2014) pp 327-336 (Thai)

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Peerawas Kongsong, Patcharee Phoempoon and Pichya Pitsuwan “Thermo- physical characterization of paraffin and beeswax on cotton fabric” *Thammasat International Journal of Science and Technology (TIJSAT)* Vol. 19 No.4 (2014) pp 69-77

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Peerawas Kongsong, Chaturong Walthong, and Patrapong Ramjan “Low temperature synthesis of Se<sup>2+</sup> - Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles for Inhibition of *Escherichia coli*” *WIT Transactions on Engineering Sciences* (Article inpress, 2015)

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong , Peerawas Kongsong, Pichaya Pitsuwan, Chaturong Pholthawon and Niti Pawanwatcharakorn “Synthesis of Na doped TiO<sub>2</sub> nano photocatalysts film on its photoactivity and hydrophilicity” *Thammasat International Journal of Science and Technology (TIJSAT)* Vol. 20 No.2 (2015) pp 63-71

#### การเผยแพร่ในการประชุมวิชาการ

**Masae, M.** Tonnayopas, D. Kooptarnond, K. “Development and investigation of granite waste tiles body incorporated with oil palm fiber ash” International Conference on Mining, Materials, and Petroleum Engineering: The Frontiers of Technology (ICFT-2007) Phuket, Thailand. 10-12 May 2007

Lek Sikong, **Mahamasuhaimi Masae**, Kalayanee Kooptarnond and Wirat Tawiprida. "The effect of B and Ni co-doped TiO<sub>2</sub> film coated on glass substrate" 4th International conference on recent advances in materials minerals & environment and 2nd Asian symposium on materials & processing (RAMM&ASMP 2009) Penang, Malaysia. 1-3 June 2009

Lek Sikong, **Mahamasuhaimi Masae**, Kalayanee Kooptarnond and Wirat Tawiprida. "Influence of Ni doping on photoactivity and hydrophilicity of TiO<sub>2</sub> composite film" 10th International seminar on environment & architecture, and 1st international conference on engineering, environment, economic, safety & health (10th SENVAR& 1st CONVEESH 2009) Sulawesi Island, Indonesia. 26-27 October 2009

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito "Photoactivity and hydrophilicity of B and Ni co-doped TiO<sub>2</sub> films" 2010 International Conference on Advances in Materials and Manufacturing Processes (ICAMMP 2010) Shenzhen, China. 6-8 November 2010

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito "Improvement of photoactivity and hydrophilicity of rubber latex formers by B and Ni co-doped TiO<sub>2</sub> films" Commission on Higher Education Congress IV: University Staff Development Consortium (CHE-USDC Congress IV) Pattaya, Thailand. 14-16 September 2011

**Mahamasuhaimi Masae**, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito "Influence of Ni/B/N/TiO<sub>2</sub> nano composite film on hydrophilic property of rubber dipping former surface" 2012 International Conference on Frontiers of Mechanical Engineering, Materials and Energy (ICFMEME 2012) Beijing, China December 20-21 2012

#### สิทธิบัตรและอนุสิทธิบัตร ฯลฯ

๑. สิทธิบัตร เรื่อง สารเคลือบแม่พิมพ์ไทเทเนียมไดออกไซด์และกรรมวิธีเคลือบสารเคลือบนี้ โดย เล็กสีกง กัลยาณี คุปตานนท์ มาหามะฮูไฮมี มะแซ และวิรัช ทวีปรีดา เลขที่คำขอ 1101000103 (18 มกราคม 2554)
๒. อนุสิทธิบัตร เรื่อง กรรมวิธีผลิตฟิล์มยางด้วยแม่พิมพ์ที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับผลิตภัณฑ์ยางแบบจุ่มโดย เล็ก สีกง กัลยาณี คุปตานนท์ มาหามะฮูไฮมี มะแซ และวิรัช ทวีปรีดา เลขที่คำขอ 1103000475 (10 พฤษภาคม 2554) และได้รับอนุมัติการคุ้มครอง ตั้งแต่ 5 กันยายน 2554 ถึง 9 พฤษภาคม 2560

๓. อนุสิทธิบัตร เรื่อง เทียนไขเขียนผ้าบาติกและกรรมวิธีผลิตเทียนไขนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง ชูไฮดี สนิ จุฬาลักษณ์ โรจนานุกูล และพิชญา พิศสุวรรณ เลขที่คำขอ 1303000461 (30 เมษายน 2556) และได้รับอนุหมัตการคุ้มครอง ตั้งแต่ 3 มีนาคม 2557 ถึง 25 เมษายน 2562
๔. อนุสิทธิบัตร เรื่อง ตัวดูดซับสารละลายโลหะหนักที่ได้จากเถ้าชีวมวลและกรรมวิธีผลิตตัวดูดซับนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง สุรสิทธิ์ ระวังวงศ์ และวิทยา ศิริคุณ เลขที่คำขอ 1303000462 (30 เมษายน 2556)
๕. อนุสิทธิบัตร เรื่อง กรรมวิธีในการผลิตแคลเซียมฟอสเฟตจากเถ้าไม้ยางพารา โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง พชรวิทย์ วรรณอและ ศรายุทธ สุขเพียร เลขที่คำขอ 1403000145 (16 กุมภาพันธ์ 2557)
๖. อนุสิทธิบัตร เรื่อง สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยสารอินทรีย์เคลือบพลาสติกและโลหะและกรรมวิธีเคลือบสารเคลือบนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เลขที่คำขอ 1403000894 (13 สิงหาคม 2557)
๗. อนุสิทธิบัตร เรื่อง สีย้อมผ้าและกรรมวิธีการย้อมผ้าด้วยสีธรรมชาติในท้องถิ่นภาคใต้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เลขที่คำขอ 1503000117 (29 กุมภาพันธ์ 2558)

#### รางวัลผลงานวิจัยที่ได้รับ

๑. โครงการเรื่อง กรรมวิธีผลิตฟิล์มยางด้วยแม่พิมพ์ที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับผลิตภัณฑ์แบบจุ่ม ได้รับรางวัล Special Prize ด้านเทคโนโลยีเพื่ออุตสาหกรรม ในงานวันนักประดิษฐ์ 2556 เมื่อวันที่ 2-5 กุมภาพันธ์ 2556 จัดโดยสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช) ณ อิมแพค เมืองทองธานี
๒. รางวัลวิทยานิพนธ์ระดับดีมาก ประจำปี 2555 ระดับปริญญาเอก คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
๓. รางวัลวิทยานิพนธ์ชมเชย ประจำปี 2555 ระดับปริญญาเอก กลุ่มวิทยาศาสตร์กายภาพ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วันนักวิจัยและนวัตกรรม ม.อ. ครั้งที่ 7 ประจำปี 2556

#### ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

1. โครงการวิจัย: การพัฒนาคุณภาพการผลิตผ้าบาติกตามภูมิปัญญาท้องถิ่นในพื้นที่สามจังหวัดชายแดนใต้, หัวหน้าโครงการ, โครงการส่งเสริมการวิจัยในอุดมศึกษาและพัฒนา มหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) ประจำปี 2556,

งบประมาณที่ได้รับ จำนวน 300,000 บาท, ระยะเวลาโครงการ ตุลาคม 2555 – กันยายน 2556, สถานภาพของโครงการ เสร็จสิ้นแล้ว

2. โครงการเรื่อง แบบขึ้นรูปถุงมือยางและถุงยางอนามัยที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ไปในโตรเจนและธาตุแอลคาไลน์ที่ทำความสะอาดตัวเองได้, หัวหน้าโครงการ,สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ประจำปี 2556, งบประมาณที่คาดว่าจะได้รับ 350,000 ระยะเวลา 1 ปี เสร็จสิ้นแล้ว

3. โครงการเรื่อง การพัฒนาคุณภาพการย้อมสีผ้าไหมพรมเรียงจากสีธรรมชาติตามภูมิปัญญาท้องถิ่นในพื้นที่ภาคใต้, หัวหน้าโครงการ,สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกอ.) ประจำปี 2558 งบประมาณที่ได้รับ 350,000 ระยะเวลา 1 ปี กำลังดำเนินการ

