

การสังเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติทางแสงและสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโน
ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเตรียมโดยเทคนิคโซล-เจล

SYNTHESIS, OPTICAL, AND MORPHOLOGICAL STUDIES OF
Pd-DOPED ZnO NANOPARTICLES FABRICATED BY SOL-GEL
TECHNIQUE



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2565

KMITL-2022-SC-M-030-081

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS, OPTICAL, AND MORPHOLOGICAL STUDIES OF
Pd/ZnO POWDERS FABRICATED BY SOL-GEL METHOD



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR THE
DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED PHYSICS
DEPARTMENT OF PHYSICS SCHOOL OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2022

KMITL-2022-SC-M-030-081

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2022

SCHOOL OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติทางแสงและสัญญาณ วิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเตรียม โดยเทคนิคโซล-เจล
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกันยารัตน์ กำเหนิดอูย
รหัสประจำตัว	62605029
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชา	ฟิสิกส์
พ.ศ.	2564
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร.ภัทริยา ดำรงค์ศักดิ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บดินทร์ ดำรงค์ศักดิ์

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้ทำการศึกษาประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่ถูกเตรียมด้วยเทคนิคโซล - เจล โดยแบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ ตอนที่ 1 ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ด้วยเทคนิคโซล - เจล และวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพด้วยเทคนิค XRD และ ภาพถ่ายจาก TEM พบว่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ย เท่ากับ 18 และ 20 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลมและมีความเป็นผลึกสูง และวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค spectrometer พบว่ามีค่าช่องว่างแถบพลังงานเท่ากับ 397 และ 401 นาโนเมตร ตามลำดับ ตอนที่ 2 ศึกษาการต้านอนุมูลอิสระ DPPH ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ภายใต้แสงยูวีเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีความสามารถในการทำลายสารต้านอนุมูลอิสระได้ดีที่สุด มีค่า EC_{50} เท่ากับ 0.0044 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เนื่องจากการเจือแพลเลเดียมทำให้ค่าช่องว่างพลังงานลดลง และขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าจะมีอัตราพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง ทำให้เกิดกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสที่ดี กระตุ้นให้เกิดการสร้าง Reactive oxygen species (ROS) เข้าทำลายสารอนุมูลอิสระ DPPH

คำสำคัญ : โซล-เจล ดีพีพีเอช แพลเลเดียม สารต้านอนุมูลอิสระ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Synthesis, Optical, and Morphological Studies of Pd-doped ZnO Nanoparticles Fabricated by Sol-Gel Technique
Student Name	Kanyarat Kumnoedauy
Student ID	62605029
Degree	Master of Science (Applied Physics)
Department	Physics
Year	2022
Thesis Advisor	Assoc.Prof.Dr. Pattareeya Damrongsak
Thesis Co-advisor	Asst.Prof.Dr. Badin Damrongsak

Abstract

This research aimed to study the antioxidant efficacy of zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) and palladium-doped zinc oxide nanoparticles (Pd/ZnO NPs) prepared by the sol-gel method. The study was divided into 2 parts: Part 1 The synthesis of ZnO NPs and Pd/ZnO NPs prepared by sol-gel method. The physical characterization by XRD and TEM showed that the mean particle sizes were 18 and 20 nm, respectively and the particles were spherical and highly crystalline. The optical properties were analyzed by spectrometer technique and found that the energy band gaps were 397 and 401 nm, respectively. Part 2 studied the DPPH antioxidant of ZnO NPs, and Pd/ZnO NPs under UV light compared to commercial zinc oxide nanoparticles. It was found that Pd/ZnO NPs had the best antioxidant capacity, with an EC50 value of 0.0044 mg/ml due to palladium doping, the energy gap decreases, and smaller particle sizes have a high surface area to volume ratio resulting in a good photocatalyst process and stimulate the generation of reactive oxygen species (ROS) to destroy free radicals DPPH.

Keywords: Antiradical; DPPH; Palladium; Sol-gel; ZnO nanoparticles.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์และงานวิจัยฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ช่วยเหลือ สนับสนุนและได้รับคำแนะนำจากบุคคลหลายท่านที่สละเวลาให้คำแนะนำที่ดีตลอดการทำวิจัยในครั้งนี้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งต้องขอขอบพระคุณ รศ.ดร.ภทรียา ดำรงค์ศักดิ์ อาจารย์ประจำสาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ผศ.ดร.บดินทร์ ดำรงค์ศักดิ์ อาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากรและเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ รวมถึง ผศ.ดร. จิตรา เกตุแก้ว อาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือตลอดจนแนวทางในการแก้ไขปัญหาจนทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.กฤษกร โส้เจริญรัตน์ และ ดร.เมตยา กิตติวรรณ อาจารย์ประจำสาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้กรุณาให้ความอนุเคราะห์ห้องปฏิบัติการทดลองและอุปกรณ์ในการทดลองตลอดจนให้คำแนะนำระหว่างทำการทดลอง และขอขอบพระคุณอาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้อบรมสั่งสอนและให้ความรู้ ทำให้ผู้จัดทำสามารถนำความรู้ที่ได้มาประยุกต์ใช้ในงานวิจัยนี้จนสำเร็จ

ขอขอบพระคุณสำนักงานการวิจัยแห่งชาติและมหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ช่วยเหลือสนับสนุนจนทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วง และขอขอบพระคุณคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้ทุนการศึกษาตลอดปีการศึกษา

ขอขอบคุณนางสาวสุทธิรักษ์ ไพโรจน์ รวมถึงเพื่อน พี่ น้อง ที่ได้ให้คำปรึกษาและให้กำลังใจอย่างดีเสมอมา สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณคุณพ่อ ครอบครัว ที่ได้ดูแลและเป็นกำลังใจที่สำคัญที่สุดที่ทำให้ผู้จัดทำทำงานวิจัยได้สำเร็จลุล่วง ผู้จัดทำต้องขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

นางสาวกัญยรัตน์ กำเหนิดอูย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ก
Abstract	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ณ
คำย่อและสัญลักษณ์	ฐ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
1.3 ขอบเขตโครงการวิจัย	3
1.4 ขั้นตอนและระเบียบการวิจัย	3
1.5 ระยะเวลาดำเนินงานวิจัย	4
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 นาโนเทคโนโลยี (Nanotechnology)	6
2.2 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO)	7
2.3 แพลเลเดียม (Palladium; Pd)	9
2.4 เทคนิคโซล - เจล (Sol - gel method)	9
2.4.1 การเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล	10
2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล	13
2.5 กระบวนการโฟโตคะตะลิซิส (Photocatalysis)	13
2.5.1 หลักของกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสของ ZnO	14
2.5.2 การปรับปรุงประสิทธิภาพของซิงค์ออกไซด์	15
2.6 อนุมูลอิสระ (Free radical)	16
2.7 สารต้านอนุมูลอิสระ (Antioxidants)	19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า	
2.7.1	การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระ	19
2.7.2	การวิเคราะห์การต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธีการทำลายอนุมูลอิสระดีพีพีเอช (Diphenyl-picrylhydrazyl (DPPH) radical scavenging assay)	20
2.7.3	การวิเคราะห์การต้านอนุมูลอิสระด้วยการฟอกสีอนุมูลอิสระเอบีทีเอส (ABTS radical cation decolorization assay)	21
2.7.4	การวิเคราะห์ความสามารถในการรีดิวซ์เฟอร์ริกของสารต้านอนุมูลอิสระ (Ferric ion reducing antioxidant power (FRAP) assay)	22
2.8	เทคนิคและเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์	23
2.8.1	เทคนิคการเลี้ยวเบนโดยใช้รังสีเอกซ์ (X – ray diffraction ; XRD)	23
2.8.2	เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron microscope; TEM)	25
2.8.3	เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV – visible spectroscopy; UV - vis)	27
2.9	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	29
2.9.1	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	29
2.9.2	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	30
2.9.3	การทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	32
บทที่ 3	วิธีการดำเนินงานวิจัย	34
3.1	สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์	34
3.1.1	วัสดุสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	34
3.1.2	อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	38
3.1.3	วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย	43
3.1.4	ระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย	44
3.2	การสังเคราะห์และการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล-เจล	44
3.2.1	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล – เจล	44
3.2.2	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล – เจล	45
3.2.3	การวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
3.2.4 การวิเคราะห์ห่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือ แพลเลเดียมด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	50
3.2.5 การวิเคราะห์ห่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือ แพลเลเดียมด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี	55
3.3 การทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี	59
3.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานของสารอนุมูลอิสระ DPPH	59
3.3.2 การทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนา โนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี	60
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	63
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ด้วยเทคนิคโซล - เจล	63
4.2 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนา โนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	64
4.2.1 ผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	65
4.2.2 ผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	66
4.3 ผลวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออก ไซด์เจือแพลเลเดียม	69
4.4 ผลของการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ เจือแพลเลเดียม	70
4.4.1 คุณสมบัติทางแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH	70
4.4.2 ผลการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay	71
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและอภิปรายผล	81
5.1 สรุปผลการวิจัย	81
5.1.1 สรุปผลการสังเคราะห์และวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาและแสงของ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วย เทคนิคโซล - เจล	81

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
5.1.2	สรุปผลการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์
5.2	ข้อเสนอแนะ
เอกสารอ้างอิง	ภาคผนวก
	81
	82
	83
	91



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2562	4
ตารางที่ 1.2 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2563	4
ตารางที่ 1.3 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2564	5
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์	8
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของแพลเลเดียม	9
ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างของ RS โดยแบ่งประเภทตามโมเลกุลที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา oxidation และ แบ่งย่อยโดยลักษณะของการเป็น radical ของโมเลกุล	18
ตารางที่ 3.1 คุณสมบัติของ Zinc acetate 2-hydrate	35
ตารางที่ 3.2 คุณสมบัติของ Palladium (II) nitrate dihydrate	35
ตารางที่ 3.3 คุณสมบัติของ Sodium hydroxide	36
ตารางที่ 3.4 คุณสมบัติของ สารอนุมูลอิสระ DPPH	37
ตารางที่ 3.5 ตารางแสดงการเจือจางสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	60
ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบปริมาณอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือ แพลเลเดียมในทางทฤษฎีและที่สังเคราะห์ได้จริง	64
ตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	66
ตารางที่ 4.3 สมการเชิงเส้นของการกำจัดสารอนุมูลอิสระและค่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ความเข้มข้น ต่าง ๆ ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	75

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 2.1 ซิงค์ออกไซด์	8
รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์แบบ (ก) Zincblende และ (ข) Wurtzite	8
รูปที่ 2.3 แพลเลเดียม	9
รูปที่ 2.4 กระบวนการโซล - เจล	10
รูปที่ 2.5 กลไกการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	15
รูปที่ 2.6 กลไกการเพิ่มคู่อิเล็กตรอนโฮลอิสระจากรอยต่อ Schottky ระหว่าง ZnO NPs กับโลหะที่มาเกาะติด	16
รูปที่ 2.7 อนุมูลอิสระ	17
รูปที่ 2.8 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ DPPH ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ	20
รูปที่ 2.9 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ ABTS ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ	22
รูปที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ FRAP ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ	22
รูปที่ 2.11 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก	24
รูปที่ 2.12 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของซิงค์ออกไซด์	24
รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบภายในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM)	26
รูปที่ 2.14 การส่องผ่านของแสงในตัวอย่าง	28
รูปที่ 3.1 Zinc acetate 2-hydrate ที่ใช้ในงานวิจัย	34
รูปที่ 3.2 Palladium (II) nitrate dihydrate ที่ใช้ในงานวิจัย	35
รูปที่ 3.3 Sodium hydroxide ที่ใช้ในงานวิจัย	36
รูปที่ 3.4 เมทานอลที่ใช้ในงานวิจัย	36
รูปที่ 3.5 เอทานอลที่ใช้ในงานวิจัย	37
รูปที่ 3.6 สารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ใช้ในงานวิจัย	37
รูปที่ 3.7 เครื่องชั่งสารดิจิตอล ยี่ห้อ Ohaus รุ่น Pioneer	38
รูปที่ 3.8 เครื่องเขย่าสาร ยี่ห้อ Vortex mixer รุ่น Genie 2 (G560E)	38
รูปที่ 3.9 เครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อน ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS 7	39
รูปที่ 3.10 เครื่องวัดความเป็นกรดและด่าง (pH meter) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Sevencompact	39
รูปที่ 3.11 เครื่องหมุนเหวี่ยงตกตะกอน ยี่ห้อ Force micro รุ่น Force 1418	40
รูปที่ 3.12 ตู้อบลมร้อน ยี่ห้อ Memmert รุ่น UN 55	40
รูปที่ 3.13 เตาเผาสาร ยี่ห้อ Thermolyne รุ่น 47900	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 3.14 เครื่องล้างอัลตราโซนิก ยี่ห้อ KA	41
รูปที่ 3.15 เครื่อง UV chamber ยี่ห้อ Spectroline รุ่น CX-21	41
รูปที่ 3.16 เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ยี่ห้อ Avantes รุ่น Avaspec – 2048	42
รูปที่ 3.17 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ยี่ห้อ Rigaku รุ่น Miniflex 300/600	42
รูปที่ 3.18 เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-1400	43
รูปที่ 3.19 แผนภาพระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย	44
รูปที่ 3.20 แผนผังแสดงการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือ แพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล	47
รูปที่ 3.21 การเตรียมอนุภาคตัวอย่างลงใน Sample holder	48
รูปที่ 3.22 การใส่ Sample holder ในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	48
รูปที่ 3.23 การสร้างกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro	49
รูปที่ 3.24 การหาค่า B จากกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro	49
รูปที่ 3.25 ค่า B หรือ FWHM ที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro	50
รูปที่ 3.26 การนำเข้ารูปในโปรแกรม ImageJ	50
รูปที่ 3.27 การกำหนดสเกลอ้างอิงในโปรแกรม ImageJ	51
รูปที่ 3.28 การวัดขนาดของอนุภาคในโปรแกรม ImageJ	51
รูปที่ 3.29 การสร้างกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro	52
รูปที่ 3.30 การหาปริมาณของอนุภาคในกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro	52
รูปที่ 3.31 การสร้างกราฟปริมาณของอนุภาคในโปรแกรม OriginPro	53
รูปที่ 3.32 การ Fitting กราฟปริมาณของอนุภาคในโปรแกรม OriginPro	53
รูปที่ 3.33 การนำกราฟปริมาณของอนุภาครวมกับกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro	54
รูปที่ 3.34 กราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro	54
รูปที่ 3.35 แผนผังแสดงการทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี	62
รูปที่ 4.1 (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม สังเคราะห์ด้วย เทคนิคโซล - เจล	64
รูปที่ 4.2 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโน ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม เปรียบเทียบกับ JCPDS files	65
รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	67

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 4.4 กราฟฮิสโทแกรมแสดงการกระจายตัวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	67
รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	68
รูปที่ 4.6 กราฟฮิสโทแกรมแสดงการกระจายตัวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	68
รูปที่ 4.7 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	69
รูปที่ 4.8 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 10 – 100 μM	70
รูปที่ 4.9 กราฟสอบเทียบของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	71
รูปที่ 4.10 การเปลี่ยนสีของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่างกันที่เวลา 1440 นาที โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	72
รูปที่ 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความเข้มข้นต่าง ๆ เทียบกับเวลาของ (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ	73
รูปที่ 4.12 (ก) กราฟแสดงค่าความเข้มข้นของสารอนุมูลอิสระ DPPH เทียบกับเวลา ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ	74
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงอัตราการเกิดปฏิกิริยาเทียบกับค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ	76
รูปที่ 4.14 กลไกการเพิ่มคู่อิเล็กตรอนและไฮดรอกซิลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม	77
รูปที่ 4.15 การถ่ายเทพะจูลีอิเล็กตรอนจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ไปสู่ออกซิเจนโดยผ่านโลหะ (แพลเลเดียม) ที่เคลือบอยู่ที่ผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	78
รูปที่ 4.16 (ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือเทียบกับเวลาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ	78

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือ ณ สถานะคงตัว เทียบกับเวลาของสารต้านอนุมูลอิสระ	80



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อและสัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์หน่วย	คำอธิบาย
A	ค่าการดูดกลืนแสง
Abs_{515nm}	ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 515 นาโนเมตร
C_{DPPH^*}	ค่าความเข้มข้นของสารอนุมูลอิสระ DPPH
C_{is}	ค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH
C_{ss}	ค่าความเข้มข้นในสถานะอิ่มตัวของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH
DI	Deionized water
$DPPH^*$	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate
EC_{50}	ค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ DPPH ลดลง 50%
eV	อิเล็กตรอนโวลต์
g	กรัม
mg	มิลลิกรัม
mg/ml	มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร
ml	มิลลิลิตร
nm	นาโนเมตร
Pd	แพลเลเดียม
Pd/ZnO	อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม
pH	ค่าความเป็นกรด - เบส
rpm	รอบต่อนาที
R_s	อัตราการเกิดปฏิกิริยา
UV	แสงอัลตราไวโอเล็ต
ZnO NPs	อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์
μM	ไมโครโมลาร์
λ	ความยาวคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

นาโนเทคโนโลยีเป็นเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับวัสดุหรืออุปกรณ์ที่มีขนาดไม่เกิน 100 นาโนเมตร เป็นผลให้เกิดคุณสมบัติพิเศษทั้งในทางกายภาพ เคมี และชีวภาพ ซึ่งในปัจจุบันนาโนเทคโนโลยีเข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวันเป็นอย่างมากเนื่องจากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อย่างกว้างขวาง ทั้งในด้านอิเล็กทรอนิกส์ การเกษตร สิ่งแวดล้อม วัสดุ และการแพทย์ เป็นต้น จึงทำให้นาโนเทคโนโลยีเป็นที่สนใจของนักวิจัยและนักวิทยาศาสตร์ทั่วโลก ซึ่งวัสดุนาโนเป็นหนึ่งในนาโนเทคโนโลยีที่นำไปต่อยอดได้อย่างหลากหลาย โดยวัสดุนาโนถูกสร้างหรือสังเคราะห์จากโลหะ เซรามิกส์ พอลิเมอร์ และสารกึ่งตัวนำ ด้วยวิธีต่างกันอย่างเหมาะสม ทำให้สามารถพัฒนาสมบัติทางกล ทางไฟฟ้า ทางแม่เหล็ก และสมบัติอื่น ๆ ของวัสดุได้ [1]

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide nanoparticles; ZnO NPs) เป็นหนึ่งในวัสดุนาโนที่ได้รับความนิยมจากนักวิจัยและนักวิทยาศาสตร์ โดยมีลักษณะเป็นผงสีขาว ไม่ละลายในน้ำ มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซด์ (wurtzite hexagonal) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นที่มีช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีการตกตะกอน (Cocipitation) [2] ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) [3] โซล-เจล (Sol-gel) [4] และเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส (Flame spray pyrolysis) [5] ซึ่งในวิธีเหล่านี้ เทคนิคโซล-เจลมีข้อได้เปรียบมากกว่าเทคนิคอื่น เนื่องจากสามารถผลิตอนุภาคนาโนได้ขนาดเล็ก มีขนาดสม่ำเสมอและมีความบริสุทธิ์สูง อีกทั้งยังสามารถเกิดผลึกได้ในอุณหภูมิต่ำกว่าเทคนิคอื่น ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เทคนิคโซล-เจล ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ [6 – 8]

จากการค้นคว้าพบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์นำมาใช้งานทั้งในรูปแบบของฟิล์มบางและรูปแบบผงที่มีความละเอียดหรือผงที่มีขนาดเล็ก [9,10] เช่น งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ [11 – 14] ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง [15 – 16] จนถึงงานในด้านชีวการแพทย์ [17 - 19] เนื่องจากได้รับการยอมรับว่าไม่มีความเป็นพิษและปลอดภัยสำหรับการใช้ในอาหารและยา โดยองค์กร FDA (Food and Drug Administration) ของ ประเทศสหรัฐอเมริกา จัดให้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นสารชนิด GRAS (Generally Recognized as Safe) [20] ทำให้ในปัจจุบันอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีบทบาทอย่างมากในการนำไปประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์อย่างการทำหน้าที่ลำเลียงยาและแพร่เข้าสู่เซลล์มะเร็งเป้าหมาย โดยความเป็นพิษต่อเซลล์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาค หากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดต่ำกว่า 10 นาโนเมตร สามารถทำลายเซลล์มะเร็งได้ดี

แต่ยังสามารถเข้าทำลายเซลล์ปกติได้เช่นกัน จึงกล่าวได้ว่า ขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่เหมาะสมต่องานด้านชีวการแพทย์จะอยู่ในช่วง 10 – 100 นาโนเมตร [21,22] นอกจากนี้เมื่ออนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงยูวีจะช่วยสร้างคู่อิเล็กตรอนและโฮลอิสระเกิดเป็น Reactive oxygen species (ROS) ที่เกิดจากคุณสมบัติพิเศษของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์อย่างการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis) เพื่อช่วยในการทำลายเซลล์มะเร็งอีกทางด้วย แต่อย่างไรก็ตาม ปัญหาหลักของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง คือการรวมตัวกันของอิเล็กตรอนและโฮล ทำให้ความสามารถของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงลดลง จึงได้มีการศึกษาและปรับปรุงผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยการเจือโลหะทรานซิชัน เช่น ทอง (Au) เงิน (Ag) และ แพลเลเดียม (Pd) เพื่อเพิ่มความสามารถของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง [23,24] โดยเงินและทองเป็นโลหะทรานซิชันลำดับต้น ๆ ที่นักวิจัยนำมาศึกษาในด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง แต่จากการศึกษาค้นพบว่าทองและเงินอาจเป็นพิษและสะสมอยู่ในร่างกาย [25,26] นอกจากนี้ผลจากการเปรียบเทียบการสลายเมทิลีนบลูระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เจือทอง เงิน และแพลเลเดียม พบว่า แพลเลเดียมมีความสามารถในการสลายเมทิลีนบลูสูงที่สุด [27] อย่างไรก็ตาม แพลเลเดียมมักถูกนำมาใช้งานในด้านอิเล็กทรอนิกส์ เครื่องประดับ ชีวการแพทย์ ด้านทันตกรรม รวมถึงใช้งานในด้านการเร่งปฏิกิริยาโดยเฉพาะ และยังมีความเป็นพิษต่ำ รวมถึงมีความสามารถในการทำลายเซลล์มะเร็งได้อีกด้วย

จากงานวิจัยก่อนหน้านี้ [28] ได้ศึกษาประสิทธิภาพในการต้านมะเร็งของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบเชิงพาณิชย์ที่มีขนาดไม่เกิน 100 นาโนเมตร เพื่อใช้ในการรักษามะเร็งจอประสาทตาในเด็ก พบว่า ในการศึกษาการต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay เมื่อใช้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว มีประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระที่ต่ำกว่าการกระตุ้นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยแสงยูวี เนื่องจากการ แสงยูวีกระตุ้นให้เกิดการสร้าง ROS เข้าไปทำลายอนุมูลอิสระ ถึงแม้ว่า ขนาดของอนุภาคที่ใช้ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ จะมีขนาดอยู่ในช่วงที่เหมาะสมกับงานด้านชีวการแพทย์ แต่อย่างไรก็ตาม อนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีอัตราของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง ซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการต้านสารอนุมูลอิสระ โดยที่ต้องทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ขึ้นเอง เพื่อให้ได้ขนาดของอนุภาคตามที่ต้องการ นอกจากนี้การเจือธาตุโลหะลงบนอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีแนวโน้มในการพัฒนาประสิทธิภาพในการสร้าง ROS รวมถึงช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระด้วย

ในโครงการวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงทำการศึกษาเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธีโซล-เจล ให้มีขนาดของอนุภาคอยู่ระหว่าง 10 – 100 นาโนเมตร และแบ่งการวิเคราะห์ออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่ 1. การวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) 2. การวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV – visible spectroscopy; UV-vis) 3. การทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี โดยใช้สารอนุมูลอิสระ

เป็น 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล
- 2) เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางแสงและสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม
- 3) เพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์จากสารอนุมูลอิสระ 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*)

1.3 ขอบเขตโครงการวิจัย

- 1) ศึกษาค้นคว้า ทบทวนบทความวิจัย และทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล-เจลที่เหมาะสมเพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาการต้านอนุมูลอิสระ
- 2) ศึกษาและวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม
- 3) ศึกษาและทดสอบความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมจากสารต้านอนุมูลอิสระ 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*)

1.4 ขั้นตอนและระเบียบการวิจัย

- ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาความสัมพันธ์ของขนาดอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ส่งผลต่อการต้านอนุมูลอิสระ
- ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล-เจล
- ขั้นตอนที่ 3 หาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมให้มีขนาดอยู่ระหว่าง 10 – 100 นาโนเมตร
- ขั้นตอนที่ 4 เขียนเล่มวิทยานิพนธ์บทที่ 1 – 3 และเอกสารประกอบการสอบหัวข้อและเค้าโครงวิทยานิพนธ์ และสอบหัวข้อและเค้าโครงวิทยานิพนธ์
- ขั้นตอนที่ 5 สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล-เจล
- ขั้นตอนที่ 6 วิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ขั้นตอนที่ 7 วิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV – visible spectroscopy; UV-vis)
- ขั้นตอนที่ 8 ทดสอบประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี โดยใช้สารอนุมูลอิสระเป็น 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*)
- ขั้นตอนที่ 9 รวบรวมผลการทดลองเพื่อวิเคราะห์ข้อมูล
- ขั้นตอนที่ 10 จัดทำและเผยแพร่ผลงานทางวิชาการ
- ขั้นตอนที่ 11 เขียนเล่มวิทยานิพนธ์บทที่ 4 - 5 ฉบับสมบูรณ์
- ขั้นตอนที่ 12 สอบปกป้องวิทยานิพนธ์

1.5 ระยะเวลาดำเนินงานวิจัย

ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2562

ขั้นตอนที่	ปีการศึกษา 2562											
	ภาคเรียนที่ 1						ภาคเรียนที่ 2					
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.
1												
2												
3												

ตารางที่ 1.2 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2563

ขั้นตอนที่	ปีการศึกษา 2563											
	ภาคเรียนที่ 1						ภาคเรียนที่ 2					
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.
4												
5												
6												
7												

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 1.3 ขั้นตอนการดำเนินงานปีการศึกษา 2564

ขั้นตอนที่	ปีการศึกษา 2564											
	ภาคเรียนที่ 1					ภาคเรียนที่ 2						
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.
8												
9												
10												
11												
12												

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ได้รับความรู้เชิงเทคนิคในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมโดยเทคนิคโซล - เจล
- 2) สามารถระบุคุณสมบัติทางแสงและสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจลได้
- 3) สามารถพัฒนาประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์จากสารอนุมูลอิสระ 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) ได้
- 4) สามารถนำงานวิจัยนี้ไปพัฒนาสำหรับงานด้านชีวการแพทย์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีต่าง ๆ และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม รวมถึงการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระ เพื่อใช้ในการพัฒนาประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระและนำไปพัฒนาสำหรับงานด้านชีวการแพทย์

2.1 นาโนเทคโนโลยี (Nanotechnology)

ในปี 1959 ริชาร์ด ฟายน์แมน (Richard Philips Feynman) ถือว่าเป็นคนแรกที่แสดงถึงแนวโน้มน่าจะเป็นไปได้ และโอกาสของประโยชน์ที่มาจากได้นาโนเทคโนโลยี ซึ่งในขณะนั้นใช้คำว่า Minimanufacturing ในการบรรยายเรื่อง There's plenty of room at the bottom ที่สถาบันเทคโนโลยีแคลิฟอร์เนีย ต่อมา ในปี 1974 ศาสตราจารย์โนริโอะ ทานิกูจิ (Norio Taniguchi) แห่งมหาวิทยาลัยวิทยาศาสตร์โตเกียวเป็นคนแรกที่เริ่มใช้คำว่า "Nanotechnology" ต่อมาในปี 1996 โรเบิร์ต เคิร์ล (Robert Curl) เซอร์แฮโรลด์ โครโต (Sir Harold Kroto) และริชาร์ด สมอลลีย์ (Richard Smalley) ได้รับรางวัลโนเบลสาขาเคมี สำหรับการค้นพบฟูลเลอรีน ซึ่งมีลักษณะเป็นท่อนาโน (Nanotube) หลังจากนั้นนักวิทยาศาสตร์หลายท่าน เริ่มหันมาสนใจศึกษานาโนเทคโนโลยีอย่างจริงจังมากขึ้น [29,30]

คำว่า นาโน (Nano) มีรากศัพท์มาจากคำในภาษากรีกว่า Nanos แปลว่า แคระหรือเล็ก แต่ในทางวิทยาศาสตร์ จะรู้จักกันว่าเป็นคำอุปสรรคในระบบเอสไอ ซึ่งเป็นคำนำหน้าของหน่วยวัดพื้นฐาน โดยนาโนมีอัตราส่วนคือเศษหนึ่งส่วนพันล้าน และนาโนเมตร หมายถึง เศษหนึ่งส่วนพันล้านส่วนของหนึ่งเมตร ที่ขนาด 1 นาโนเมตรนั้นมีขนาดเล็กกว่าเส้นผมมนุษย์ประมาณ 8 หมื่นถึง 1 แสนเท่า ซึ่งมนุษย์ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า จึงต้องใช้อุปกรณ์ที่มีกำลังขยายสูงมาก เช่น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อใช้ในการศึกษาและวิจัยทางด้านนาโนเทคโนโลยี [1]

นาโนเทคโนโลยี (Nanotechnology) เป็นเทคโนโลยีของวิทยาศาสตร์ประยุกต์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องจักรหรือผลิตภัณฑ์ที่มีขนาดเล็กในระดับ 1 – 100 นาโนเมตร ซึ่งส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์ต่าง ๆ มีหน้าที่และคุณสมบัติที่พิเศษมากขึ้นทั้งในด้านฟิสิกส์ เคมี หรือชีวภาพ ส่งผลให้เกิดประโยชน์ต่อผู้ใช้สอยและเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้

ในปัจจุบันนาโนเทคโนโลยีเป็นประโยชน์อย่างมาก สามารถนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ ได้อย่างกว้างขวาง เช่น ด้านอิเล็กทรอนิกส์ ให้อุปกรณ์มีขนาดเล็กลงแต่ยังทำงานได้รวดเร็ว มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้นและประหยัดพลังงาน ด้านการเกษตรและสิ่งแวดล้อม ช่วยให้คิดค้นอุปกรณ์ที่ประหยัดพลังงานหรือเพื่อเพิ่มผลผลิตทางการเกษตร กำจัดศัตรูพืชได้ดีขึ้น ด้านวัสดุนาโน เป็นการพัฒนาเพื่อให้มี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คุณสมบัติพิเศษเฉพาะด้าน มีคุณภาพที่ดีขึ้น มีความแข็งแรงมากขึ้น เหมาะสมกับการใช้งาน และด้านการแพทย์ นำมาสร้างหุ่นยนต์ขนาดเล็กที่สามารถเข้าไปในร่างกายเพื่อหาจุดบกพร่องในเซลล์และทำลายเซลล์ที่ผิดปกติในร่างกายได้ เป็นต้น [32]

2.2 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO)

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO) เป็นสารอนินทรีย์ มีลักษณะเป็นผงสีขาวที่ไม่ละลายน้ำ ใช้เป็นสารเติมแต่งในวัสดุและผลิตภัณฑ์มากมาย เช่น ยาง พลาสติก เซรามิก แก้ว น้ำมันเครื่อง สีทา สารยัดเกาะ อาหาร แบตเตอรี่ และยา เป็นต้น ซึ่งซิงค์ออกไซด์ในธรรมชาติพบได้ในรูปแบบซิงไซต์ (Zincite) ดังแสดงในรูปที่ 2.2(ก) แต่ส่วนใหญ่จะได้จากการสังเคราะห์ขึ้น [30,33]

ซิงค์ออกไซด์จากการสังเคราะห์ ส่วนใหญ่แล้วมีโครงสร้างแบบเวิร์ตไซต์ (Wurtzite) ดังแสดงในรูปที่ 2.2(ข) มีค่าคงที่ผลึก (Lattice constants) ที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน เป็น $a = b = 3.2495 \text{ \AA}$, $c = 5.2069 \text{ \AA}$ และมีค่าอัตราส่วน $c/a = 1.602$ (ค่า 1.633 เป็นค่าสำหรับโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลที่สมบูรณ์แบบ) โดยพันธะในซิงค์ออกไซด์เป็นพันธะแบบไอออนิก ($\text{Zn}^{2+}\text{O}^{2-}$) เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type semiconductor) ซึ่งมีค่าช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ทำให้มีคุณสมบัติการดูดกลืนแสงในย่านรังสียูวี (Ultraviolet)

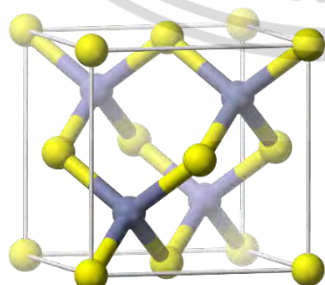
ซิงค์ออกไซด์ถูกนำมาใช้งานในรูปแบบของวัสดุนาโน เช่น การใช้งานในกลุ่มของอิเล็กทรอนิกส์หรืออุปกรณ์ตรวจจับก๊าซ ใช้ในการบำบัดสิ่งแวดล้อมเนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง นอกจากนี้ยังได้รับการยอมรับว่าไม่มีความเป็นพิษและปลอดภัยสำหรับการใช้ในอาหารและยา โดยองค์กร FDA (Food and Drug Administration) ของ ประเทศสหรัฐอเมริกา จัดให้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นสารชนิด GRAS (Generally Recognized as Safe) และยังมีสมบัติด้านการเร่งปฏิกิริยาดูดซับแสง ทำให้สามารถนำไปใช้สำหรับการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียในทางทันตกรรม ใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ใช้กับคนโดยตรงคือเครื่องสำอางโดยเฉพาะอย่างยิ่งโลชั่นกันแดดที่เริ่มนิยมนำซิงค์ออกไซด์ขนาดนาโนมาใช้เป็นองค์ประกอบ เนื่องจากมีระดับความสามารถในการป้องกันรังสียูวีได้ ซึ่งข้อได้เปรียบของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์กับอนุภาคที่ใช้ในครีมกันแดดแต่มีขนาดใหญ่กว่าคือการส่งผ่านแสงได้ดีกว่า ทำให้ไม่ทิ้งร่องรอยให้เห็นเป็นสีขาวอย่างชัดเจนบนผิว เป็นต้น [34]



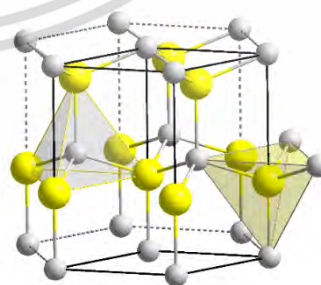
รูปที่ 2.1 ซิงค์ออกไซด์ [33]

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์ [33]

คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์	
สูตรเคมี	ZnO
มวลต่อหนึ่งโมล	81.406 g/mol
ลักษณะทางกายภาพ	ของแข็งสีขาว
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น
ค่าคงที่ผลึก	$a = b = 3.2495 \text{ \AA}$, $c = 5.2069 \text{ \AA}$
ความหนาแน่น	5.606 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	1975 C, 2248 K, 3587 F (สลายตัว)
จุดเดือด	1975 C, 2248 K, 3587 F (สลายตัว)
ความสามารถในการละลายได้ในน้ำ	ไม่ละลายน้ำ
โครงสร้างผลึก	Wurtzite, Zincblende
Coordination geometry	Tetrahedral
ช่องว่างแถบพลังงาน	3.37 อิเล็กตรอนโวลต์



(ก) Zincblende



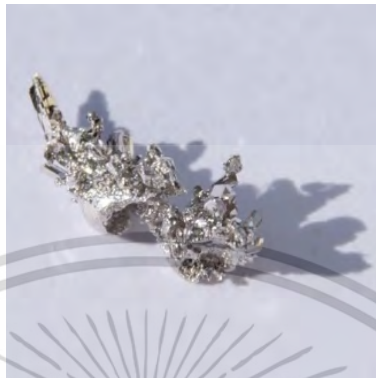
(ข) Wurtzite

รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์แบบ (ก) Zincblende และ (ข) Wurtzite [33]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 แพลเลเดียม (Palladium; Pd)

แพลเลเดียมเป็นโลหะทรานซิชันหายาก ซึ่งเป็นพวกโลหะมีตระกูล ลักษณะมีสีขาวเงิน สามารถสกัดได้จากแร่ทองแดงและนิกเกิล สามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและอุตสาหกรรมเครื่องเพชร [35]



รูปที่ 2.3 แพลเลเดียม [35]

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของแพลเลเดียม [35]

คุณสมบัติของแพลเลเดียม	
ชื่อ, สัญลักษณ์, เลขอะตอม	แพลเลเดียม, Pd, 46
อนุกรมเคมี	โลหะทรานซิชัน
หมู่, คาบ, บล็อก	10, 5, d
ลักษณะ	โลหะสีขาวเงิน
มวลอะตอม	106.42 g/mol
การจัดเรียงอิเล็กตรอน	[Kr] 4d ¹⁰
อิเล็กตรอนต่อระดับพลังงาน	2, 8, 18, 13, 5
สถานะ	ของแข็ง
ความหนาแน่น (near r.t.)	12.023 g/cm ³
ความหนาแน่นของของเหลว (at m.p.)	10.38 g/cm ³
จุดหลอมเหลว	1554.9 C, 1828.05 K, 2830.82 F
จุดเดือด	2963 C, 3236 K, 5365 F
โครงสร้างผลึก	fcc

2.4 เทคนิคโซล - เจล (Sol - gel method)

เทคนิคโซล - เจล มีมาตั้งแต่ช่วงปี ค.ศ. 1800 เป็นที่รู้จักในชื่อ กระบวนการสารละลายโซล - เจล (solution – sol – gel process) เป็นวิธีการผลิตวัสดุจำพวกแก้วและเซรามิก (ceramics) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

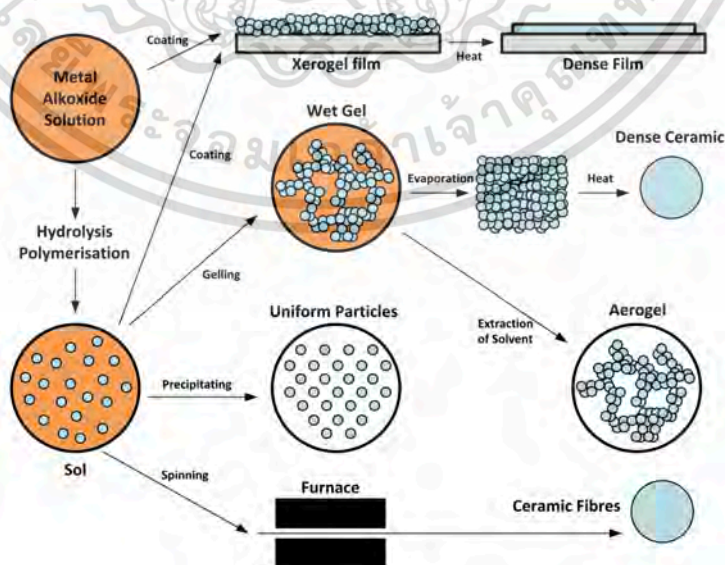
สามารถเตรียมได้โดยการผสมของแข็งที่เป็นผงละเอียด เช่น สารประกอบออกไซด์ ได้แก่ ซิลิกอนไดออกไซด์(SiO_2) อะลูมิเนียมออกไซด์(Al_2O_3) เลดออกไซด์(PbO) เฟอริกออกไซด์(Fe_2O_3) หรือสารประกอบของโลหะอื่น ๆ [36]

ในปัจจุบันเทคนิคโซล - เจล เป็นวิธีการทางสารเคมีสารละลายชนิดหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมวัสดุเซรามิก แก้ว และคอลลอยด์ของโลหะต่าง ๆ ที่เกิดการเปลี่ยนเฟสจากของเหลวที่เรียกว่า โซล (sol) ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคของแข็งเล็ก ๆ จำนวนมากที่แขวนลอยอย่างเสถียรในสารละลายกลายเป็นเจล (gel) หรือของเหลวหนืดที่อนุภาคจับตัวกันเป็นโครงร่างตาข่ายอย่างต่อเนื่องในเฟสของเหลวด้วยพันธะโคเวเลนต์ แรงแวนเดอร์วาลส์ หรือพันธะไฮโดรเจน ซึ่งของเหลวหนืดที่เกิดขึ้นนี้ถูกเปลี่ยนให้เป็นผง เส้นใยหรือฟิล์มบาง ขึ้นกับกระบวนการที่กระทำต่อไปภายหลัง

ข้อดีของเทคนิคโซล - เจล คือ ผงที่ได้จากวิธีนี้จะมีขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูงมาก สามารถสังเคราะห์สารได้ที่อุณหภูมิไม่สูงมากนัก

2.4.1 การเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล

การเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล เป็นวิธีการสังเคราะห์สารเคมีแบบเปียก (Wet process) ซึ่งเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูง นอกจากนี้ยังได้ผลิตภัณฑ์หลายแบบ เช่น ไฟเบอร์ แอโรเจล ซีโรเจล ฟิล์มบาง และแบบผง โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้นของอัลคอกไซด์ในตัวทำละลายที่เหมาะสมซึ่งส่วนใหญ่มักเป็นแอลกอฮอล์ จากนั้นปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส (hydrolysis) ตามด้วยปฏิกิริยารวมตัว (condensation) ที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องทำให้เกิดเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่ขึ้น ซึ่งจะกลายเป็นโซลหรือเจล ตามลำดับ



รูปที่ 2.4 กระบวนการโซล - เจล [37]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปการสังเคราะห์สารเคมีด้วยเทคนิคโซล - เจล สามารถแบ่งได้เป็น 4 ขั้นตอน ดังนี้

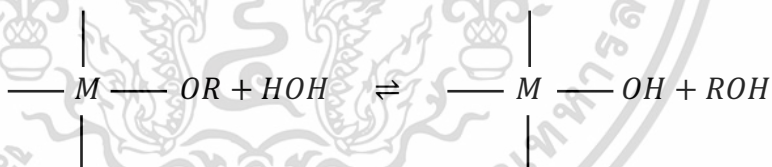
1. การเกิดโซล (Formation of sol)

ขั้นตอนแรกของการทำโซล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) ที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมครอน ในปริมาณที่เหมาะสมผสมลงในน้ำ เรียกว่า ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส ซึ่งเป็นปฏิกิริยาระหว่างโลหะอัลคอกไซด์ (Metal alkoxide : $M(OR)_n$ เมื่อ $R = CH_3-, C_2H_5-, C_3H_7-$ เป็นต้น และ $M =$ โลหะ เช่น Si, Zr, Ti, Al, Zn, Sn, Ce) ที่นิยมใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับเตรียมอนุภาคนาโนออกไซด์กับโลหะและโมเลกุลของน้ำ แล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้กระจายตัวอยู่ในสารละลายมีสภาพเป็นคอลลอยด์

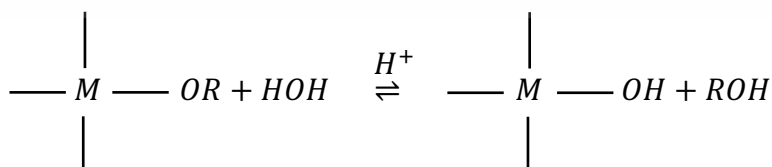
จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของโลหะอัลคอกไซด์โดยปกติแล้วจะเกิดขึ้นช้ามาก จึงต้องเติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นสารที่มีฤทธิ์เป็นกรดและเบส เนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสเป็นปฏิกิริยาชนิดหนึ่งของกรดและเบส เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดอะซิติก โซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น ซึ่งค่า pH ที่เหมาะสมกับการเกิดปฏิกิริยารวมตัว ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขความต้องการของผู้สังเคราะห์เอง เนื่องจากเป็นปัจจัยหลักที่มีผลต่อความเป็นผลึกและขนาดของอนุภาคที่ถูกเตรียมด้วยเทคนิคโซล -

เจล

1.1 ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสที่ใช้เบสเป็นตัวเร่ง



1.2 ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสที่ใช้กรดเป็นตัวเร่ง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

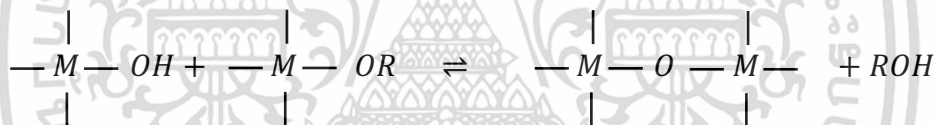
2. การเกิดเจล (Formation of gel)

เจลเกิดจากปฏิกิริยาการควบแน่นของ -M-OH ที่เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีหมู่ -M-O-M ขึ้น และผลิตภัณฑ์พลอยได้เป็นโมเลกุลเล็ก ๆ เช่น น้ำ แอมโมเนีย และแอลกอฮอล์ เป็นต้น ภายใต้สภาวะทั่วไป การควบแน่นและปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสจะเกิดควบคู่กันไป ซึ่งจะเกิดมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับจำนวนโมลของน้ำต่อจำนวนโมลของสารตั้งต้น ซึ่งการควบแน่นแบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ

2.1 การควบแน่นน้ำ



2.2 การควบแน่นแอลกอฮอล์



3. การระเหยของเหลว (Drying)

การระเหยของเหลว คือ การไล่ของเหลวออกจากรูพรุนที่อยู่ในตัวเจล ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกัน จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ ซึ่งแทบจะไม่ทำให้เกิดการหดตัวเกิดขึ้นเลย

4. การให้ความร้อน (Heat treatment)

การให้ความร้อนเป็นการนำเจลมาเผาในสภาวะที่มีก๊าซว่องไว เช่น การเผาในบรรยากาศของอากาศ โดยการเพิ่มความร้อนมากขึ้นเรื่อย ๆ เพื่อเป็นการกำจัดสารอินทรีย์ที่ไม่อยู่ในโครงสร้างออกไป เหลือไว้เฉพาะสารประกอบออกไซด์ในรูปของแข็ง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา รวมถึงระยะเวลาที่ใช้ในการเผา เป็นปัจจัยสำคัญสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคด้วย

2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล

การเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์ที่มีลักษณะสัญญาณที่ต่างกัน จำเป็นต้องควบคุมตัวแปรดังนี้

1) สารตั้งต้น

สารตั้งต้นเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อการเกิดเฟสหรือสัญญาณที่แตกต่างกัน เนื่องจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกันหรือสารตั้งต้นที่มีไอออนร่วมแตกต่างกันจะเกิดปฏิกิริยาด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกันทำให้อสัญญาณที่เกิดขึ้นแตกต่างกัน

2) ตัวทำละลาย

ตัวทำละลายมีผลต่อสัญญาณของอนุภาค เนื่องจากตัวทำละลายแต่ละชนิดมีสมบัติทางกายภาพและความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน

3) pH ของสารละลาย

pH ของสารละลายส่งผลต่อความเป็นผลึกและขนาดของอนุภาค

4) สารเติม (additives)

สารเติมหรือสารลดแรงตึงผิวส่งผลต่อขนาดอนุภาค เนื่องจากการดูดซับบนผิวอนุภาคจะทำหน้าที่ป้องกันการโต นอกจากนี้ยังส่งผลต่อการเกิดรูปร่างที่แตกต่างกัน

5) ผลของสารเจือ (dopant)

การเจือสารด้วยปริมาณน้อย ๆ เพื่อเพิ่มสมบัติด้านต่าง ๆ ของวัสดุ ซึ่งส่งผลต่อขนาดผลึก ขนาดอนุภาค การกระจายตัวของอนุภาค และรูปร่างของอนุภาค โดยทั่วไปสารเจือแต่ละชนิดส่งผลในรูปแบบที่แตกต่างกัน

6) อุณหภูมิแคลไซน์ (calcination temperature)

เนื่องจากการเตรียมอนุภาคนาโนโลหะออกไซด์บางครั้งมีการเติมสารบางชนิด ทำให้อนุภาคที่เกิดขึ้นอาจมีสารอื่นเจือปนอยู่ จึงต้องกำจัดด้วยการเผาสารตัวอย่าง เพื่อให้สารมีความบริสุทธิ์และทำให้อนุภาคโตขึ้นด้วย โดยทั่วไปควรเลือกอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดที่สามารถกำจัดสารอื่นได้ทั้งหมด

2.5 กระบวนการโฟโตคะตะลิซิส (Photocatalysis)

กระบวนการโฟโตคะตะลิซิส (Photocatalysis) คือ ปฏิกิริยาที่เกิดจากพลังงานแสงรังให้ปฏิกิริยาทางเคมีกับสารเร่งปฏิกิริยาโดยที่ตัวสารไม่ถูกทำให้เปลี่ยนแปลงหรือทำให้หมดไปในกระบวนการที่เกิดขึ้น ซึ่งเป็นคุณสมบัติพิเศษที่เกิดขึ้นกับสารกึ่งตัวนำและสารนาโนโลหะออกไซด์ เนื่องจากสารกึ่งตัวนำจะมีแถบวาเลนซ์ (Valence Band, VB) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction Band, CB) อยู่ห่างกันเท่ากับความกว้างของแถบพลังงาน (Band Gap) โดยความกว้างของแถบพลังงานในแต่ละสารจะมีค่าที่ต่างกันขึ้นกับคุณสมบัติของสารนั้น ๆ [23]

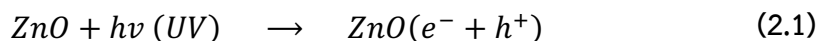
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.1 หลักของกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสของ ZnO

โดยทั่วไปกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสประกอบด้วย 4 ขั้นตอนต่อไปนี้

1) การสร้างพาหะตัวนำ (Charge – Carrier Generation)

เมื่อ ZnO ในน้ำได้รับแสงหรือโฟตอนที่มีพลังงานมากกว่าหรือเท่ากับความกว้างของแถบพลังงาน จะทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮล ($e^- + h^+$) ดังสมการ (2.1

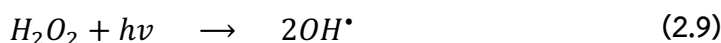
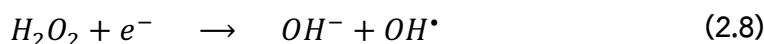
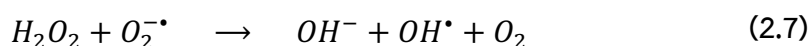
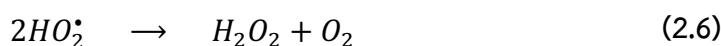


2) การตรึงพาหะตัวนำ (Charge – Carrier Trapping)

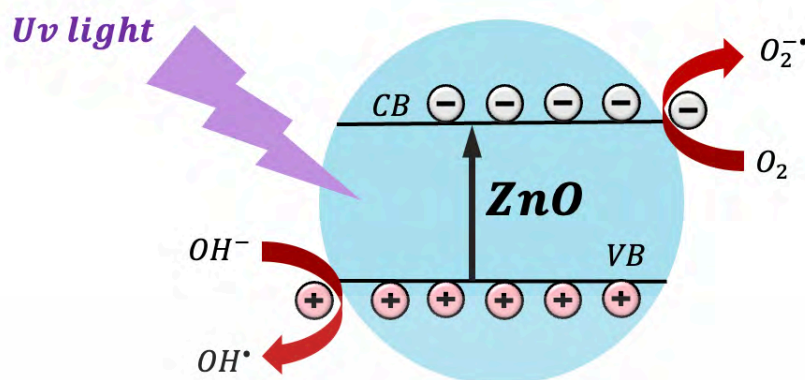
โมเลกุลปนเปื้อนภายในระบบ เช่น น้ำ ออกซิเจน จะช่วยตรึงอิเล็กตรอนและโฮล โดยทำหน้าที่จับอิเล็กตรอน จะไม่ทำให้เกิดการรวมตัวกันระหว่างคู่อิเล็กตรอนและโฮล (Electron – hole pair recombination) ซึ่งเป็นกระบวนการสำคัญในการยับยั้งการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะลิซิส โดยโมเลกุลที่มีจำนวนอิเล็กตรอนมาก มีแนวโน้มที่จะให้อิเล็กตรอน เช่น โมเลกุลน้ำหรือไฮดรอกซิลไอออน (OH^-) เมื่อเกิดปฏิกิริยาระหว่างโฮลและโมเลกุลน้ำจะให้ผลิตภัณฑ์เป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\bullet) เรียกว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังสมการ (2.2 และ (2.3



โมเลกุลที่มีจำนวนอิเล็กตรอนมากอีกตัว คือ โมเลกุลออกซิเจน (O_2) ซึ่งมีความสามารถในการรับอิเล็กตรอนที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสง จะให้ผลิตภัณฑ์เป็นซูเปอร์ออกไซด์ ($\text{O}_2^{\bullet -}$) หรือไฮโดรเจนเปอร์ออกซิลเรดิคัล (HO_2^\bullet) เรียกว่า ปฏิกิริยารีดักชัน ดังแสดงในสมการ (2.4 ถึง (2.9



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 กลไกการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

3) การรวมตัวกันของพาหะตัวนำ (Charge – Carrier Recombination)

เมื่อ ZnO ได้รับความกระตุ้นจากแสง จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนและโฮลอิสระ โดยอิเล็กตรอนและโฮลนี้ จะทำการจับคู่กับสารอินทรีย์ เช่น น้ำ ออกซิเจน นอกจากนี้เมื่ออิเล็กตรอนและโฮลรวมตัวกันนั้นจะให้ความร้อนออกมา ซึ่งเป็นกระบวนการที่ยับยั้งการทำงานของกระบวนการโฟโตคะตะลิสต์ ดังแสดงในสมการ (2.10)



4) การสลายสารอินทรีย์ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะลิสต์ (Photocatalytic degradation)

กลไกการสลายสารอินทรีย์ เกิดจากการที่โครงสร้างบางส่วนถูกทำลายโดยกระบวนการโฟโตคะตะลิสต์ของปฏิกิริยาออกซิเดชัน ($O_2^{\bullet-}$, OH^{\bullet} , OH_2^{\bullet}) โดยปฏิกิริยาจะเกิดซ้ำ ๆ จนโมเลกุลจะสลายกลายเป็นโมเลกุลขนาดเล็ก ๆ

2.5.2 การปรับปรุงประสิทธิภาพของซิงค์ออกไซด์

1) การปรับปรุงโครงสร้างระดับนาโนของซิงค์ออกไซด์

หากอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรของการคะตะลิสต์เพิ่มมากขึ้นก็จะสามารถดูดซับโมเลกุลของสารอินทรีย์ได้มาก ทำให้ประสิทธิภาพและอัตราการสลายสารอินทรีย์ดีมากขึ้น นอกจากนี้ ยังสามารถช่วยลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอนและโฮลซึ่งเป็นตัวการสำคัญในการยับยั้งกระบวนการโฟโตคะตะลิสต์

2) การคู่ควบซิงค์ออกไซด์กับสารกึ่งตัวนำอื่น

การรวมตัวกันของอิเล็กตรอนและโฮลที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสง เป็นปัจจัยหลักที่

ยับยั้งการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะลิสต์ ทำให้การจับคู่อิเล็กตรอนและโฮลกับโมเลกุล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

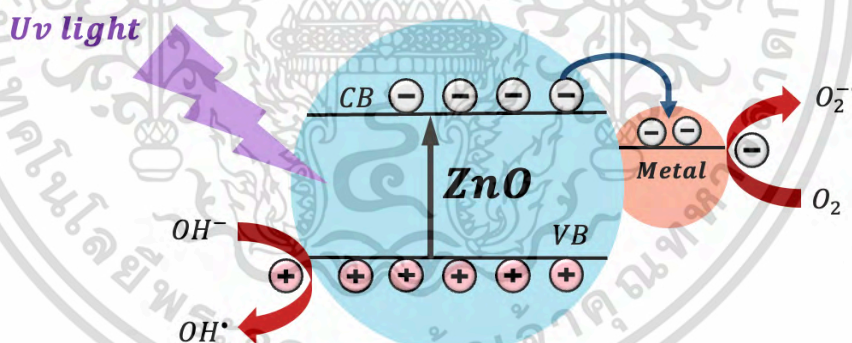
สารอินทรีย์ลดลง ซึ่งปัญหานี้ลดลงได้โดยการควบคุมสารกึ่งตัวนำชนิดที่มีแบนด์แก๊ปกว้างกับแบนด์แก๊ปแคบ โดยระดับพลังงานในชั้นตัวนำของสารกึ่งตัวนำที่มีแบนด์แก๊ปแคบสูงกว่าระดับพลังงานชั้นตัวนำของสารกึ่งตัวนำที่มีแบนด์แก๊ปกว้าง เพื่อให้อิเล็กตรอนที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสงบนชั้นตัวนำที่มีแบนด์แก๊ปแคบไหลอย่างอิสระไปยังชั้นตัวนำของสารกึ่งตัวนำที่มีแบนด์แก๊ปกว้างที่มีระดับพลังงานต่ำกว่า ซึ่งจะช่วยให้แยกอิเล็กตรอนและโฮลออกจากกัน อีกทั้งยังเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดกลืนแสงช่วงพลังงานต่ำทำให้มีช่วงกว้างมากยิ่งขึ้น

3) การเจือด้วยธาตุโลหะ

การเจือด้วยธาตุโลหะเป็นการปรับแถบพลังงานด้วยการขยับช่วงการดูดกลืนแสงของ ZnO บริสุทธิ์ที่ต้องการพลังงานในช่วงแสงยูวีไปยังช่วงแสงในย่านที่ตามองเห็น สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการสลายสารอินทรีย์ อีกทั้งยังสามารถเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการเจือโลหะจะมีตำแหน่งโลหะแปลกปลอมในแถบโครงสร้างของพลังงานของ ZnO เป็นแบบ Schokky ทำหน้าที่เป็นตัวตรึงอิเล็กตรอนและโฮล และลดการเกิดการรวมตัวกันของอิเล็กตรอนและโฮลที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสง ดังแสดงในรูปที่ 2.6

4) การเจือด้วยธาตุอโลหะ

การเจือด้วยธาตุอโลหะ เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของสารคะตะลิสต์ ทำให้ขยับช่วงการดูดกลืนแสงไปยังช่วงแสงในย่านที่ตามองเห็น



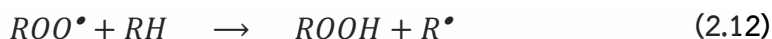
รูปที่ 2.6 กลไกการเพิ่มคู่อิเล็กตรอนโฮลอิสระจากรอยต่อ Schottky ระหว่าง ZnO NPs กับโลหะที่มาเกาะติด

2.6 อนุมูลอิสระ (Free radical)

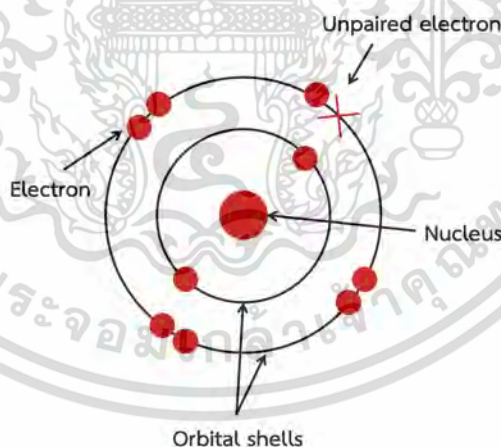
อนุมูลอิสระ คือ โมเลกุลหรืออะตอมที่ไม่เสถียรเนื่องจากขาดอิเล็กตรอนอย่างน้อย 1 อิเล็กตรอน ดังแสดงรูปที่ 2.7 เกิดขึ้นได้เมื่อพันธะระหว่างอะตอมแตกออก อนุมูลอิสระนั้นไม่เสถียรและไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลข้างเคียงเพื่อทำให้ตัวเองเสถียรขึ้น ทำให้โมเลกุลข้างเคียงที่สูญเสียอิเล็กตรอนกลายเป็นอนุมูลอิสระตัวใหม่ ที่พร้อมจะเข้าทำปฏิกิริยากับโมเลกุลอื่นต่อไปเป็น

ปฏิกิริยาลูกโซ่ (Chain reaction) ดังสมการที่ (2.11 และ (2.12 ซึ่งอนุมูลอิสระพบได้ในสิ่งแวดล้อม เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เช่น มลพิษในอากาศ แสงแดด ความร้อน และพบได้ในกระบวนการเผาผลาญและการสร้างพลังงานภายในเซลล์ โดยทั่วไป ร่างกายจะมีกระบวนการที่จะกำจัดสารอนุมูลอิสระ แต่เมื่อใดก็ตามที่มีสารอนุมูลอิสระมีปริมาณมากเกินไปกว่าความสามารถที่ร่างกายจะกำจัดได้ก็จะทำให้เกิดโรคเรื้อรังต่าง ๆ [38,40]



แต่อย่างไรก็ตาม ไม่สามารถสรุปได้ว่าอนุมูลอิสระทุกชนิดเป็นสารพิษต่อร่างกาย โดยสิ่งที่ควรนำมาใช้บอกระดับความเป็นพิษ ควรจะเป็นความสามารถในการ oxidize สารชีวโมเลกุลในร่างกายมากกว่า สารที่มีความสามารถในการ oxidize สารชีวโมเลกุลในร่างกาย เรียกว่า Reactive species (RS) ซึ่งส่วนใหญ่อยู่ในรูปของ Reactive oxygen species (ROS) และยังพบในรูปของ Reactive chlorine species และ Reactive nitrogen species ตามโมเลกุลที่สามารถทำให้เกิดปฏิกิริยา oxidation อาจจะได้พบได้ในรูปของ lipid radical หรือ genetic radical RS นั้นไม่จำเป็นต้องอยู่ในรูปของ free radical เสมอไป สารประกอบบางโมเลกุลที่อยู่ในรูป non-radical แต่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา oxidation เช่น H_2O_2 ก็จัดเป็น RS เช่นกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.3



รูปที่ 2.7 อนุมูลอิสระ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างของ RS โดยแบ่งประเภทตามโมเลกุลที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา oxidation และแบ่งย่อยโดยลักษณะของการเป็น radical ของโมเลกุล [38]

Reactive oxygen species			
Free radicals	Formula	Non-radicals	Formula
Oxygen radical	O_2^\bullet	Singlet oxygen	$^1O_2^*$
Superoxide radical	$O_2^{\bullet-}$	Hydrogen peroxide	H_2O_2
Hydroxyl radical	OH^\bullet	Ozone	O_3
Hydroperoxyl radical	HO_2^\bullet	Organic peroxide	$ROOH$
Peroxyl radical	RO_2^\bullet		
Alkoxy radical	RO^\bullet		
Carbonate radical	$CO_3^{\bullet-}$		
Reactive chlorine species			
Chlorine radical	Cl^\bullet	Hypochloric acid	$HOCl$
		Nitryl chloride	NO_2Cl
		Chlorine gas	Cl_2
Reactive nitrogen species			
Nitric oxide radical	NO^\bullet	Nitric oxide	HNO_2
Nitrogen dioxide radical	NO_2^\bullet	Peroxynitrite	$ONOO^-$
		Peroxynitrous acid	$ONOOH$
		Nitryl chloride	$NOOCl$

Reactive oxygen species (ROS) นั้นเกิดจากการเผาผลาญอาหาร สารต่าง ๆ กระบวนการสร้างพลังงาน การหายใจระดับเซลล์ รวมไปถึงเกิดขึ้นในกลไกการป้องกันตัวเองของร่างกายจากเชื้อจุลินทรีย์ต่าง ๆ หากร่างกายมีกระบวนการดังกล่าวที่มากเกินไปหรือการที่ร่างกายขาดสารต้านอนุมูลอิสระ จะทำให้มีการสะสมของ ROS มากขึ้น และทำให้เกิดภาวะ oxidative stress ขึ้นได้ ภาวะ oxidative stress นั้น หากเกิดขึ้นในระยะเวลาดสั้น ๆ ในช่วงขณะนั้น จะไม่ส่งผลกระทบต่อสุขภาพมากนัก แต่หากเกิดภาวะดังกล่าวเป็นเวลานาน จะทำให้มีความเสี่ยงที่จะมีผลไปทำลายเนื้อเยื่อต่าง ๆ เยื่อหุ้มเซลล์ รวมถึง DNA และจะนำไปสู่โรคในหลายระบบ และนำไปสู่ความเสี่ยงของอวัยวะต่าง ๆ ได้ เช่น โรคในระบบหัวใจและหลอดเลือด โรคทางสมองและระบบประสาท ผลกระทบต่อระบบต่อมไร้ท่อต่าง ๆ มะเร็ง รวมไปถึงมีผลต่อความยืดหยุ่นของผิวหนัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 สารต้านอนุมูลอิสระ (Antioxidants)

สารต้านอนุมูลอิสระ คือ สารที่สามารถป้องกันหรือชะลอการเกิดปฏิกิริยา oxidation ซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิด Reactive oxygen species (ROS) ดังนั้นร่างกายจึงต้องสร้างสารต้านอนุมูลอิสระขึ้นเพื่อกำจัดและลดความรุนแรงของ Reactive oxygen species ที่เกิดขึ้นด้วย โดยปกติแล้วร่างกายจะสร้างสารต้านอนุมูลอิสระอย่างเพียงพอต่ออนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นภายในร่างกาย แต่หากมีสภาวะผิดปกติในร่างกาย เช่น ความเครียด การนอนติดต่อกันนาน ๆ หรือสภาวะโรคต่าง ๆ ก็อาจจะทำให้การสร้างอนุมูลอิสระเพิ่มมากขึ้นจนเสียสมดุล และอนุมูลอิสระเกิดเป็นภาวะ oxidative stress อนุมูลอิสระที่ไม่ได้ถูกกำจัดไปจะไปทำลายเซลล์และเนื้อเยื่อทำให้เป็นต้นเหตุของโรคต่าง ๆ ได้ จะเห็นได้ว่า สารต้านอนุมูลอิสระในร่างกายนั้นมีความสำคัญในการป้องกันโรคและความเสื่อมของร่างกายอย่างมาก ตัวอย่างของสารต้านอนุมูลอิสระ เช่น วิตามินเอ วิตามินอี วิตามินซี เบต้า-แคโรทีน แอลฟา-แคโรทีน เป็นต้น [38,39]



โดยที่ R^{\bullet} และ RO^{\bullet} เป็นอนุมูลอิสระ และ AH เป็นสารต้านอนุมูลอิสระ

2.7.1 การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระ

การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระ เป็นการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในสารตัวอย่างต่าง ๆ โดยวิธีการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระเชิงปริมาณ แบ่งได้ 2 แบบ คือ

1. แบบปริมาณความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระที่มีในตัวอย่าง ซึ่งค่าตัวเลขสูงก็แสดงว่ามีฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระสูง
2. แบบปริมาณความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่ทำให้อนุมูลอิสระลดลง 50% (IC_{50} , 50% of inhibitory concentration) โดยค่าตัวเลขต่ำแสดงว่ามีฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระสูง

ทั้งสองแบบสามารถแสดงหน่วยได้หลากหลาย ได้แก่ $\mu M/mg$, mM/mg , $\mu M/ml$, mM/ml

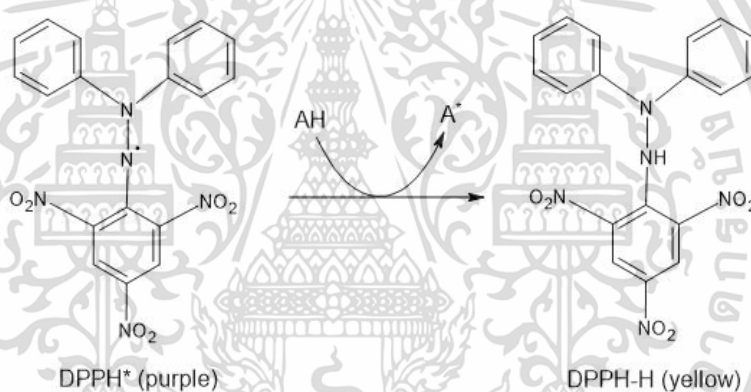
เป็นต้น

วิธีที่นิยมนำมาวิเคราะห์ประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระ ได้แก่ การวิเคราะห์ด้วยการทำลายสารอนุมูลอิสระดีพีพีเอช (DPPH^{*}) การวิเคราะห์ความสามารถในการต้านสารอนุมูลอิสระด้วยการฟอกสีอนุมูลอิสระเอบีทีเอส (ABTS⁺) และการวิเคราะห์ความสามารถในการรีดิวซ์เฟอร์ริกของสารต้านอนุมูลอิสระ (FRAP assay) ซึ่งวิธีที่กล่าวมาข้างต้นจะมีการสร้างอนุมูลอิสระที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.2 การวิเคราะห์การต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธีการทำลายอนุมูลอิสระดีพีพีเอช (Diphenyl-picrylhydrazyl (DPPH) radical scavenging assay)

DPPH assay เป็นการทดสอบด้วยวิธีทางเคมีโดยใช้สารที่มีคุณสมบัติเป็นอนุมูลอิสระ ในที่นี้คืออนุมูลอิสระดีพีพีเอช (DPPH[•], diphenyl-picrylhydrazyl radical) ซึ่งเป็นสารสังเคราะห์ที่อยู่ในรูปอนุมูลอิสระที่คงตัวและมีสีม่วงสามารถดูดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น 515 นาโนเมตร เมื่อ DPPH[•] ปฏิกริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ (AH) หรือกับ Radical species (R[•]) ซึ่งทำให้สีม่วงจางลง ๆ จนเป็นสีเหลือง ดังแสดงในรูปที่ 2.8 ดังสมการที่ (2.15 และ (2.16 [39,41]



รูปที่ 2.8 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ DPPH ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ

ถ้าตัวอย่างมีความสามารถในการต้านสารอนุมูลอิสระสูง ความเข้มของสารละลายสีม่วงก็จะลดลง ซึ่งจะรายงานผลการทดลองเป็นค่า 50% effective concentration (EC₅₀) ซึ่งหมายถึงปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่ทำให้ความเข้มข้นของ DPPH[•] เหลืออยู่ 50%

การศึกษาความสามารถในการต้านสารอนุมูลอิสระในสารตัวอย่างนิยมรายงานเป็นค่า EC₅₀ ทำโดยการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง %Remaining DPPH[•] กับความเข้มข้นของสารมาตรฐานต่อสารตัวอย่าง เพื่อหาค่า EC₅₀ โดยคำนวณ %Remaining DPPH[•] ตามสมการที่ (2.17

$$\%Remaining\ DPPH^{\bullet} = \frac{Abs_{sample}}{Abs_{control}} \times 100 \quad (2.17)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และนอกจากนี้แล้วยังมีการรายงานในรูปของค่า 50% Inhibitory concentration (IC₅₀) ซึ่งหมายถึงปริมาณความเข้มข้นที่มีความสามารถในการลดการเกิดอนุมูลอิสระได้ 50% ทำโดยสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง %Inhibition DPPH* กับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง เพื่อหาค่า IC₅₀ โดยคำนวณ %Inhibition DPPH* ตามสมการที่ (2.18)

$$\%Inhibition DPPH^{\bullet} = \left(\frac{Abs_{control} - Abs_{sample}}{Abs_{control}} \right) \times 100 \quad (2.18)$$

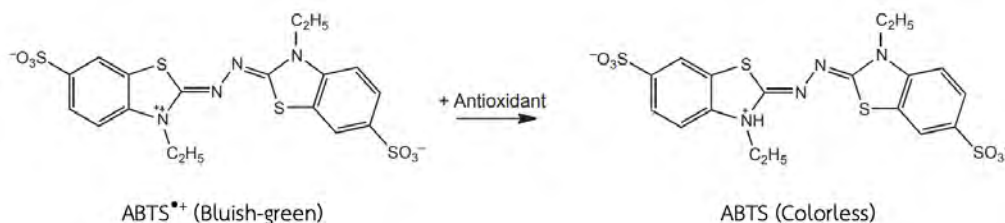
ข้อดีของวิธีนี้ คือ เป็นวิธีที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว ง่ายต่อการวิเคราะห์ และสามารถทำซ้ำแล้วได้ผลเหมือนเดิม แต่มีข้อเสียคือ DPPH* ค่อนข้างเสถียร ไม่ไวต่อปฏิกิริยาเหมือนอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจริงในร่างกาย และต้องวัดในปฏิกิริยาที่เป็นแอลกอฮอล์จึงทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นเลือดได้

2.7.3 การวิเคราะห์การต้านอนุมูลอิสระด้วยการฟอกสีอนุมูลอิสระเอบีทีเอส (ABTS radical cation decolorization assay)

ABTS assay เป็นวิธีการวัดความสามารถในการฟอกสีอนุมูลอิสระเอบีทีเอส (ABTS^{•+}, 2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) radical ซึ่งเป็นสารสังเคราะห์ที่มีสีเขียวปนน้ำเงิน สามารถดูดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น 743 นาโนเมตร เนื่องจากสีของ ABTS^{•+} ปกติ จะมีค่าการดูดกลืนแสงสูง จึงต้องทำการเจือจาง ABTS^{•+} ด้วยฟอสเฟตบัฟเฟอร์จากนั้นนำ ABTS^{•+} ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างที่ละลายด้วยเอทานอลเจือ จางซึ่งจะทำให้สีจางลง ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ดังสมการที่ (2.19) และตั้งทิ้งไว้เพื่อให้เกิดปฏิกิริยา จึงสามารถหาความเป็นสารต้านอนุมูลอิสระของสารตัวอย่างได้จากการคำนวณสีที่จางลงของการยับยั้งอนุมูลอิสระ ABTS^{•+} ซึ่งวิธีการคำนวณและการเทียบกับสารมาตรฐาน Trolox กระทำเช่นเดียวกับวิธี DPPH [39,41]



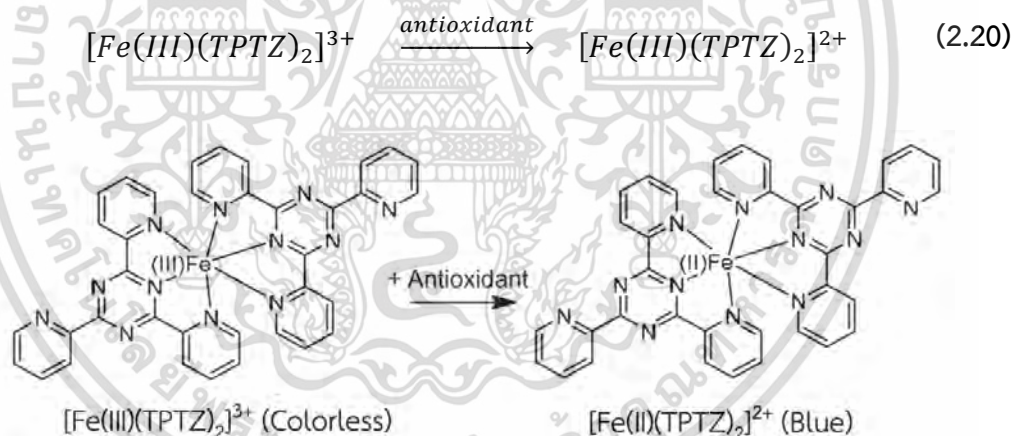
ข้อดีของวิธีนี้ คือ ABTS^{•+} ละลายได้ดีในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ จึงทำปฏิกิริยาได้อย่างรวดเร็ว และทำปฏิกิริยาได้ดีในช่วง pH กว้าง แต่มีข้อเสียคือ ABTS^{•+} ไม่เป็นสารธรรมชาติที่พบในร่างกายหรือเซลล์ของสิ่งมีชีวิตและต้องมีการทำปฏิกิริยากับสารอื่นก่อนถึงจะเกิดเป็นอนุมูลอิสระ



รูปที่ 2.9 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ ABTS ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ

2.7.4 การวิเคราะห์ความสามารถในการรีดิวซ์เฟอร์ริกของสารต้านอนุมูลอิสระ (Ferric ion reducing antioxidant power (FRAP) assay)

FRAP assay เป็นวิธีการที่อาศัยหลักการของสารต้านอนุมูลอิสระสามารถถ่ายเทอิเล็กตรอนสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Fe(III)(TPTZ)}_2]^{3+}$ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็น $[\text{Fe(II)(TPTZ)}_2]^{2+}$ ดังแสดงในรูปที่ 2.10 ดังสมการที่ (2.20) ซึ่งมีความสามารถในการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 593 นาโนเมตร ปริมาณ $[\text{Fe(II)(TPTZ)}_2]^{2+}$ ที่เกิดขึ้นสามารถประมาณความสามารถในการเป็นสารต้านอนุมูลอิสระได้ในรูป FRAP value เทียบกับกราฟมาตรฐานของเฟอร์รัสซัลเฟต (FeSO_4) [38,40]



รูปที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระ FRAP ทำปฏิกิริยากับสารต้านอนุมูลอิสระ

ข้อดีของวิธีนี้ คือ เป็นวิธีการที่ง่าย ใช้เวลาน้อย ไม่แพง และสามารถทำซ้ำแล้วได้ผลเหมือนเดิม แต่ข้อเสียคือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาเคมีที่ไม่เกี่ยวข้องกับสภาวะร่างกาย และสารละลายที่ใช้อ้างอิงต้องใช้น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

2.8 เทคนิคและเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์

2.8.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนโดยใช้รังสีเอกซ์ (X – ray diffraction ; XRD)

รังสีเอกซ์ถูกค้นพบในปี ค.ศ. 1895 โดยวิลเฮล์ม คอนราด เรินต์เกน (Wilhelm Conrad Röntgen) เป็นรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วง 10 ถึง 0.01 นาโนเมตร ตรงกับความถี่ในช่วง 30 ถึง 30,000 เพตะเฮิร์ต ซึ่งรังสีเอกซ์มักถูกใช้ในงานด้านการแพทย์ เช่น การถ่ายภาพเพื่อการวินิจฉัยโรค และงานฟิสิกส์ศาสตร์ จากการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสาร ทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การเปล่งแสง (Emission) การดูดกลืน (Absorbance) การกระเจิง (Scattering) การเลี้ยวเบน (Diffraction) เป็นต้น ซึ่งปรากฏการณ์เหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละสาร จึงนำมาวิเคราะห์และระบุชนิดสารประกอบ โครงสร้างผลึกของสารประกอบทั้งในเชิงคุณภาพ (Qualitative) และเชิงปริมาณ (Quantitative) ขนาดของอนุภาค วิเคราะห์ตัวอย่างฟิล์มบาง เป็นต้น [42]

1) กระบวนการเกิดรังสีเอกซ์

กระบวนการเกิดรังสีเอกซ์มีทั้งที่มนุษย์สร้างขึ้นและเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งเข้าชน ทำให้อิเล็กตรอนที่ถูกชนเปลี่ยนตำแหน่งการโคจรรอบนิวเคลียส ทำให้เกิดเป็นที่ว่างของอิเล็กตรอนในวงโคจรรอบนิวเคลียสเต็ม นั่นคือเกิดภาวะไม่เสถียร ทำให้อิเล็กตรอนตัวอื่นที่อยู่ตำแหน่งวงโคจรที่สูงกว่าลดระดับพลังงานลงมา ซึ่งพลังงานส่วนเกินนี้จะถูกปลดปล่อยออกมาในรูปแบบของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่สูงพอ จะเรียกว่า รังสีเอกซ์

2) การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การเลี้ยวเบนโดยใช้รังสีเอกซ์ อาศัยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ที่ว่า เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกหรือโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวกันเป็นระนาบของอะตอมอย่างมีระเบียบ จะเกิดการสะท้อนบนระนาบของผลึกและเกิดการแทรกสอด ดังแสดงในรูปที่ 2.11 เมื่อใดที่ผลต่างของระยะทางเดินของรังสีเอกซ์มีค่าเท่ากับจำนวนเท่าของความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ ดังสมการที่ (2.21) จะทำให้เกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี (Diffraction pattern) ซึ่งแต่ละธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกันจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน สังเกตได้จากพิกของการเลี้ยวเบน

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.21)$$

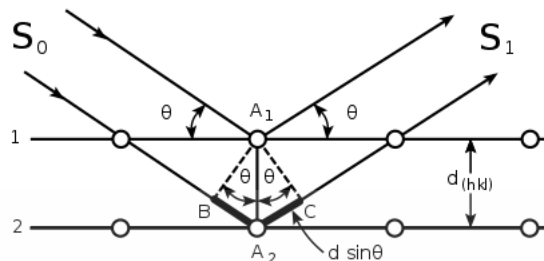
โดยที่ d คือ ระยะระหว่างระนาบของผลึก

θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

n คือ เลขจำนวนเต็ม (1, 2, 3, ...)

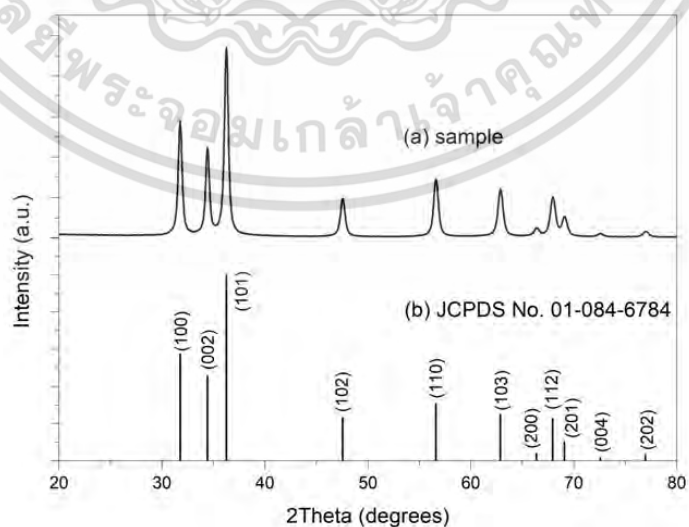
λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์



รูปที่ 2.11 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก [43]

การนำเทคนิคนี้ไปใช้งานนั้น สิ่งสำคัญที่สุดที่จะต้องมามี คือ เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) ส่วนผลที่ได้จากเครื่องวัดจะแสดงออกมาเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะแสดงในรูปของกราฟที่บันทึกระหว่าง ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้ (Intensity) กับมุมที่ทำกรวัด (2θ) ซึ่งถ้าหากเราเทียบตำแหน่งมุมของพีคในรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์กับตำแหน่งมุมของพีคที่ได้จากการทดสอบเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Standards (JCPDS files) จะทำให้สามารถระบุชนิดของสารที่สนใจได้ว่าเป็นธาตุหรือสารประกอบอะไร รวมถึงสามารถระบุโครงสร้างผลึกของสารชนิดนั้นได้ว่ามีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณขนาดของผลึก (Crystallite size) มักจะวัดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โดยวัสดุส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของผลึกผง ซึ่งสามารถนำมาคำนวณขนาดผลึกได้จากสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer's equation) แต่มีข้อจำกัดคือ จะใช้สมการเชอร์เรอร์คำนวณก็ต่อเมื่อขนาดของอนุภาคมีขนาดไม่เกิน 100 – 200 นาโนเมตร ดังนี้

$$d = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.22)$$

โดยที่ d คือ ขนาดผลึกของสารตัวอย่าง

K คือ ค่าคงที่ Shape factor มีค่าเท่ากับ 0.94 (รูปร่างทรงกลม)

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

B คือ ค่าความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของพีการเลี้ยวเบน (Full width half maximum, FWHM)

θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบผลึก

2.8.2 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron microscope; TEM)

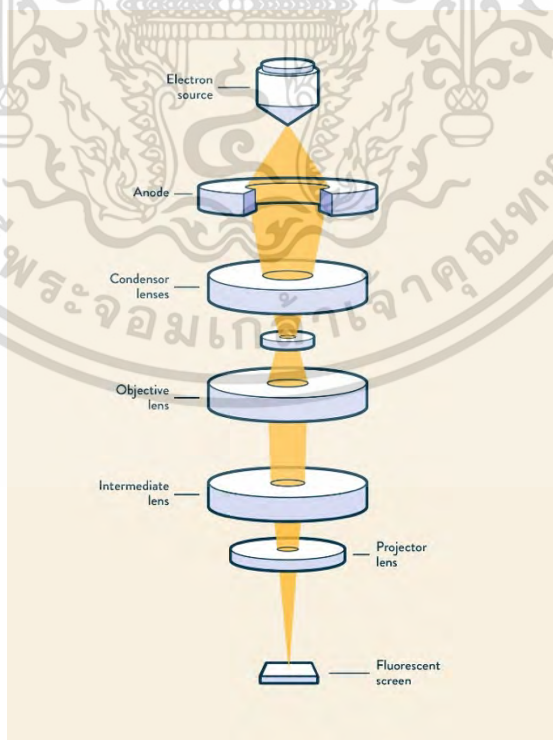
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ในการศึกษาสิ่งเล็ก ๆ ในระดับนาโนเมตร โดยอาศัยการยิงลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานตัวอย่างที่มีความบางในระดับนาโนเมตร (1 – 100 นาโนเมตร) ซึ่งลำอิเล็กตรอนที่ทะลุและเลี้ยวเบนผ่านตัวอย่างจะถูกนำมาสร้างภาพด้วยการโฟกัสและขยายด้วยเลนส์แม่เหล็กและฉายลงบนฉากรับภาพ ซึ่งกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน เหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น [44]

หลักการทำงานของ TEM คล้ายกับกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope, OM) โดยปกติกล้อง OM จะใช้แสงเป็นแหล่งกำเนิดในการส่องผ่าน หรือสะท้อนจากวัตถุ และใช้เลนส์นูนสำหรับหักเหแสงเพื่อขยายขนาด วัตถุเข้าสู่ตาผู้สังเกต ส่วนกล้อง TEM จะใช้ลำอิเล็กตรอนในการส่องผ่านวัตถุ และใช้เลนส์แม่เหล็กในการเบี่ยงเบนลำอิเล็กตรอนเพื่อขยายขนาดวัตถุเข้าสู่จอร์รับภาพ

เนื่องจากอิเล็กตรอนมีความยาวคลื่นสั้นกว่าแสงมาก จึงทำให้กล้อง TEM มีกำลังขยาย (Magnification) และ ความละเอียด (Resolution) สูงกว่ากล้อง OM มาก โดย TEM และ OM มีความละเอียดประมาณ 0.23 นาโนเมตร และ 0.2 ไมโครเมตร ตามลำดับ

ส่วนประกอบสำคัญของกล้อง TEM ได้แก่ แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ระบบเลนส์แม่เหล็ก ระบบสุญญากาศ และระบบหล่อเย็น เป็นต้น แต่ในที่นี้จะกล่าวถึงส่วนประกอบหลักที่เกี่ยวข้องกับการถ่ายภาพและการวิเคราะห์ผลเท่านั้น

- 1) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ส่วนบนสุดของเครื่อง TEM ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนหรือฟิลาเมนต์ (Filament) ที่มีลักษณะปลายแหลมเพื่อให้อิเล็กตรอนหลุดออกมาได้ง่าย ฟิลาเมนต์อาจทำจาก LaB_6 (Lanthanum hexaboride) โดยในขณะใช้งานจะให้ความร้อนที่ปลายฟิลาเมนต์ เพื่อกระตุ้นให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา (Thermionic emission) จากนั้นใช้สนามไฟฟ้าดึงดูดเพื่อเร่งอิเล็กตรอนให้พุ่งไปยังตัวอย่างที่อยู่ด้านล่าง
- 2) เลนส์แม่เหล็ก (Magnetic Lens) เป็นส่วนประกอบที่สำคัญอย่างหนึ่งของกล้อง TEM ทำหน้าที่เบี่ยงเบนลำอิเล็กตรอนให้ไปยังตำแหน่งต่าง ๆ โดยทั่วไปเลนส์แม่เหล็กประกอบด้วยขดลวดทองแดงขดตัวเป็นวงกลมล้อมรอบบริเวณแกนกลางของเครื่อง TEM ที่ลำอิเล็กตรอนวิ่งผ่าน ซึ่งภายในเครื่อง TEM จะประกอบด้วยเลนส์แม่เหล็กจำนวนมาก เมื่อจ่ายกระแสค่าต่าง ๆ เข้าไปภายในขดลวดทองแดงจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กรอบ ๆ ทางผ่านของอิเล็กตรอนโดยสนามแม่เหล็กที่เกิดจากเลนส์แม่เหล็กแต่ละตัวจะควบคุมทิศทางลำอิเล็กตรอนให้เบี่ยงเบน หรือโฟกัสในตำแหน่งที่เหมาะสมได้ซึ่งเหมือนกับการทำงานของเลนส์นูนในกล้อง OM



รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบภายในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) [45]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8.3 เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV – visible spectroscopy; UV - vis)

เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี เป็นการตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มแสงในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาว (100 – 800 นาโนเมตร) ที่ทะลุผ่านหรือดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่บนเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ [46]

คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นระดับพลังงานสูงกว่าเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่าง เทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่าง ๆ จากกฎของเบียร์ - แลมเบิร์ต (Beer - Lambert) ค่าดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในการระบุชนิดและปริมาณของสารต่าง ๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

กฎของเบียร์ - แลมเบิร์ต (Beer - Lambert's Law)

กฎของเบียร์ (Beer's law) มีใจความว่า “เมื่อแสงที่มีความยาวคลื่นเดียวผ่านตัวกลางเนื้อเดียว สัดส่วนของความเข้มของแสงที่ถูกตัวกลางนั้นดูดกลืนไว้จะแปรผันโดยตรงกับปริมาณของตัวกลางที่ดูดกลืนแสงนั้น”

$$A = \epsilon bc \quad (2.23)$$

โดย A คือ ค่าการดูดกลืนแสง

ϵ คือ ค่าโมลาร์แอบซอร์ปทิวิตี (molar absorptivity) ($\text{dm}^3\text{cm}^{-1}\text{g}^{-1}$)

c คือ ความเข้มข้นของสารละลาย (g dm^{-3} หรือ mol L^{-1} หรือ molar)

กฎของแลมเบิร์ต (Lambert's law) มีใจความว่า “เมื่อมีแสงที่มีความยาวคลื่นเดียว (monochromatic light) ผ่านตัวกลางเนื้อเดียว สัดส่วนของความเข้มของแสงที่ถูกตัวกลางนั้นดูดกลืนไว้ ไม่ขึ้นอยู่กับความเข้มของแสงที่กระทบตัวกลางนั้น และความเข้มของแสงจะถูกแต่ละชั้นของตัวกลางดูดกลืนไว้ในสัดส่วนที่เท่ากัน” ดังนั้นตัวกลางชนิดเดียวกันที่มีความหนาเท่ากัน จะดูดกลืนพลังงานแสงได้เท่ากัน ซึ่งความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของตัวกลางและการดูดกลืนแสงเป็นดังสมการ

$$\log \left(\frac{I_0}{I} \right) = \frac{k}{2.303} b \quad (2.24)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ I_0 คือ ความเข้มแสงเมื่อเริ่มตกกระทบสาร

I คือ ความเข้มแสงหลังผ่านสารตัวกลาง

b คือ ความหนาของตัวกลาง

k คือ ค่าคงตัวปฏิกิริยา (Proportional constant)

เมื่อเราวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย ปริมาณความเข้มของแสงที่ถูกดูดกลืนจะขึ้นอยู่กับทั้งความเข้มข้นของสารละลายและความหนาของสารละลายที่ลำแสงต้องผ่าน จึงจำเป็นต้องรวมกฎของเบียร์และกฎของแลมเบิร์ต เรียกเป็น กฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law)

การวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างเราสามารถทำได้โดยให้ลำแสงผ่านเข้าไปในตัวอย่าง (Incident light : I_0) แล้ววัดปริมาณแสงที่เหลือผ่านออกมา (I) โดยเทียบกับแสงที่ผ่านออกมาเมื่อไม่มีสารตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 2.14



จากรูปที่ 2.14 ค่าการส่องผ่านของแสง (Transmittance : T) เป็นสัดส่วนปริมาณแสงที่ผ่านออกมา (I) ต่อปริมาณแสงที่ผ่านเข้าไปในตัวอย่าง (I_0) ดังสมการ (2.25)

$$T = \frac{I_0}{I} \quad (2.25)$$

ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance : A) เขียนสมการได้เป็น

$$A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) = -\log T \quad (2.26)$$

โดยทั่วไปการรายงานค่าการส่องผ่านของแสงเป็นเปอร์เซ็นต์ (% T) ดังนั้น

$$\%T = 100 \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (2.27)$$

$$\log \%T = \log 100 \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (2.28)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\log \%T = 2 + \log \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (2.29)$$

$$\log \%T = 2 - A \quad (2.30)$$

$$A = 2 - \log \%T \quad (2.31)$$

ดังนั้น ค่าการส่งผ่านของแสงจะมีค่าอยู่ในช่วง 0 – 1 และ %T มีค่าตั้งแต่ 0 – 100 ส่วน $A = 0$ เมื่อแสงที่ผ่านเข้าไปในตัวอย่างไม่ถูกดูดกลืนไว้และผ่านออกมา 100%

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.9.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

ในปี 2008 Rani และคณะ [47] ได้ศึกษาผลกระทบของค่าความเป็นกรด - ด่าง (pH) ในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคต่อขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล พบว่าที่ค่า pH ต่ำกว่า 7 มีความเป็นผลึกต่ำ เนื่องจากความเข้มข้นของไฮดรอกซิล (OH⁻) ต่ำซึ่งเป็นส่วนสำคัญที่ก่อให้เกิดเป็นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ในขณะที่ค่า pH เป็น 8 ยังคงมีความไม่ชัดเจนของผลึก โดยเมื่อค่า pH เป็น 9 พบว่ามีขนาดของผลึกอนุภาคสูงที่สุด มีค่าประมาณ 14 นาโนเมตร แต่เมื่อค่า pH เป็น 10 ทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลงเหลือประมาณ 11 นาโนเมตร และค่า pH เป็น 11 ทำให้ขนาดของอนุภาคสูงขึ้นเล็กน้อย

ในปี 2010 Alias และคณะ [48] ได้ศึกษาผลกระทบของค่าความเป็นกรด - ด่าง (pH) ในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคต่อขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล พบว่าค่า pH ต่ำกว่า 7 มีความเป็นผลึกต่ำ เนื่องจากความเข้มข้นของไฮดรอกซิล (OH⁻) ต่ำ ในขณะที่ค่า pH มากกว่า 8 มีความเป็นผลึกสูง โดยที่ค่า pH เป็น 9 มีขนาดของอนุภาคสูงที่สุด มีค่าขนาดของผลึก เท่ากับ 25.36 นาโนเมตร และขนาดของอนุภาค เท่ากับ 48.31 นาโนเมตร และที่ค่า pH ตั้งแต่ 10 ขึ้นไป มีขนาดของอนุภาคลดลงอย่างเห็นได้ชัด แต่ค่าช่องว่างแถบพลังงานแปรผันตรงกับค่า pH ในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาค โดยมีค่าประมาณ 3.25 – 3.14 อิเล็กตรอนโวลต์

ในปี 2013 Ashraf และคณะ [49] ได้ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเผาอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล โดยใช้อุณหภูมิเผาสารอยู่ที่ 0, 100, 200, 300, 400, และ 500 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาสารเพิ่มขึ้นขนาดของอนุภาคจะเล็กลง โดยมีขนาดของผลึกอนุภาคลดลงจาก 24 นาโนเมตร เป็น 17 นาโนเมตร จนกระทั่งอุณหภูมิเผาสารเพิ่มสูงขึ้นเป็น 400 องศาเซลเซียส ทำให้ขนาดของอนุภาคเพิ่มสูงเป็น 18 – 19 นาโนเมตร และค่าช่องว่างแถบพลังงานของอนุภาคที่ใช้

อุณหภูมิการเผาสารอยู่ระหว่าง 100 – 300 องศาเซลเซียส มีค่าอยู่ในช่วง 3.39- 3.41 อิเล็กตรอนโวลต์

ในปี 2015 Kayani และคณะ [50] ได้ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเผาอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล โดยใช้อุณหภูมิเผาสารอยู่ที่ 0, 300, 500, 650, 700, และ 750 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแปรผันตรงกับขนาดของอนุภาคโดยตรง โดยมีขนาดของผลึกอนุภาคอยู่ที่ 20.0 – 34.9 นาโนเมตร และขนาดของอนุภาคอยู่ที่ 27.9 – 54.3 นาโนเมตร ในขณะเดียวกัน ค่าช่องว่างแถบพลังงานแปรผันตรงกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเช่นกัน โดยมีค่าอยู่ในช่วง 3.08 - 3.16 อิเล็กตรอนโวลต์

ในปี 2015 Kayani และคณะ [51] ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีโซล - เจลแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคมีโครงสร้างแบบ Wurtzite ซึ่งขนาดของอนุภาคที่ได้จากการคำนวณคือ 27.9 นาโนเมตร นอกจากนี้ยังศึกษาคุณสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยวัดค่าการดูดกลืน ซึ่งมีค่าเท่ากับ 358 นาโนเมตร และมีค่าช่องว่างแถบพลังงานเป็น 3.09 อิเล็กตรอนโวลต์

ในปี 2016 Balcha และคณะ [52] ได้ตรวจสอบกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสโดยการสลายเมทิลีนบลูในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนและเทคนิคโซล - เจล พบว่าการสลายตัวของเมทิลีนบลูในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล มีค่าเท่ากับ 92.5 % ซึ่งสูงกว่าการสลายตัวของเมทิลีนบลูในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนมีค่าเท่ากับ 81 %

ในปี 2017 Nagaraju และคณะ [53] ได้ตรวจสอบกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสโดยการสลายเมทิลีนบลูในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการเผาที่อุณหภูมิสูง พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดของผลึกประมาณ 19 นาโนเมตร มีค่าช่องว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.29 อิเล็กตรอนโวลต์ และพบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นวัสดุโฟโตคะตะไลติกที่ดี

ในปี 2019 Ismail และคณะ [54] ได้ตรวจสอบฤทธิ์การต้านจุลชีพของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล โดยใช้อุณหภูมิเผาสารอยู่ที่ 0, 70, 300, และ 400 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิในการเผาสารเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคก็จะเพิ่มขึ้นด้วย และเมื่อตรวจสอบฤทธิ์การต้านจุลชีพ พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้อุณหภูมิเผาสารที่ 300 องศาเซลเซียส มีผลการต้านจุลชีพที่ดีที่สุด

2.9.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

ในปี ค.ศ. 2008 Siriwong และคณะ [55] ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 0.5 mol/L และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

0.25, 0.50, 0.75, และ 1.0 mol% Pd ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสโดยใช้สารละลายเป็น Toluene และ Acetonitrile ในอัตราส่วน 80:20 vol% จากการวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคพบว่า อนุภาคที่รูปร่างเป็นทรงกลมและทรงแท่งมีขนาด 5 – 25 นาโนเมตร และอนุภาคที่รูปร่างเป็นแท่งมีขนาดความกว้าง 10 – 20 นาโนเมตร ความยาว 20 – 40 นาโนเมตร ไม่พบ Amorphous และ Pd peak คาดว่า แพลเลเดียมมีจำนวนน้อยและขนาดเล็กมาก การเจือแพลเลเดียมจึงไม่ได้ทำให้ความเป็นผลึกของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เปลี่ยนไป เมื่อนำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม มาทำการทดสอบกิจกรรมโฟโตคะตะไลติก พบว่า การเจือแพลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถปรับปรุงประสิทธิภาพของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ได้อย่างมาก โดยอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม 0.50 mol% Pd ใช้เวลาสั้นที่สุดในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกและดีที่สุดในการปรับปรุงประสิทธิภาพของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

ในปี 2009 Chang และคณะ [3] ทำการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ และอนุภาคซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1.91, 3.01, 4.07, 4.71 และ 5.11 at.% Pd ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แล้วนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ ปรากฏว่าพบแพลเลเดียมบนผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ และจากการวิเคราะห์คุณสมบัติของโฟโตคะตะไลติกด้วยการสลายตัวของโรดามีนบี ปรากฏว่า การเจือด้วยแพลเลเดียมทำให้มีการยกระดับของพลังงานเฟอร์มิ ส่งผลให้ปริมาณของไฮดรอกซิลบนผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เพิ่มขึ้นและการรวมตัวของอิเล็กตรอนและโฮลลดลง

ในปี 2012 Zhong และคณะ [56] ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 %Pd ด้วยวิธีโซล-เจล จากการวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคพบว่าอนุภาคนาโนมีขนาด 25, 26, 29, 32 และ 33 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อนำมาวิเคราะห์กิจกรรมโฟโตคะตะไลติก โดยสังเกตจากการสลายตัวของเมทิลออเรนจ์ (MO) ด้วยแสง พบว่าเกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮลก่อให้เกิดการสร้าง hydroxyl radical, superoxide radical และ hydroperoxyl radical ซึ่งเป็นอนุมูลอิสระในกลุ่ม ROS โดยที่ความเข้มข้น 3%Pd มีการกำจัด MO ได้มากที่สุด 48.2% ในเวลา 60 นาที ซึ่งเพิ่มจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ถึง 18%

ในปี 2013 Han และคณะ [57] ทำการเตรียมนาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์และนาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 at% Pd ด้วยเทคนิค Electrospinning โดยใช้ Zinc acetate และ Palladium chloride ผสมลงใน Ethanol, acid acetate และ น้ำ ในอัตราส่วน 8:5:2 เป็นสารตั้งต้น เมื่อวิเคราะห์ลักษณะนาโนไฟเบอร์ด้วย XRD ไม่สามารถสังเกตฟีกของแพลเลเดียมได้ อาจเนื่องจากการเจือแพลเลเดียมในปริมาณที่ต่ำ แต่เมื่อสังเกตด้วย TEM ยังสามารถเห็นอนุภาคแพลเลเดียมขนาดไม่เกิน 10 นา

โนเมตรอยู่บนนาโนไฟเบอร์ของซิงค์ออกไซด์ จากการศึกษาคุณสมบัติโฟโตคะตะไลติกโดยเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสลายตัวด้วยแสงของเมทิลีนบลู (MB) ในนาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์และนาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ผลการทดลองพบว่านาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีความสามารถในการสลายเมทิลีนบลูได้ดีกว่านาโนไฟเบอร์ซิงค์ออกไซด์ โดยความเข้มข้น 1.5 at%Pd มีความสามารถในการสลายเมทิลีนบลูได้ดีที่สุด

ในปี 2019 Hashim และคณะ [58] ได้ตรวจสอบกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสโดยการสลาย Maxilon blue ในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือเงินและแพลเลเดียมที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลและ Photochemical พบว่า เมื่อวิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคด้วย XRD ไม่สามารถสังเกตเห็นพีคของเงินหรือแพลเลเดียมได้ มีขนาดของอนุภาคประมาณ 30 นาโนเมตร และจากการตรวจสอบกระบวนการโฟโตคะตะลิซิสพบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีประสิทธิภาพสูงกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือเงินสูงถึง 25 %

2.9.3 การทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

ในปี 2013 Das และคณะ [59] ได้ศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสารอนุมูลอิสระโดยวิธี DPPH assay ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยวิธีการสลายตัวด้วยความร้อน และวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะโดย UV-vis spectroscopy, XRD, SEM, EDX, และ TEM ซึ่งอนุภาคที่ได้มีโครงสร้างแบบเวิร์ธไซด์ เกือบจะเป็นทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 46.49 นาโนเมตร และประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แปรผันตรงกับความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยมีการกำจัดอนุมูลอิสระได้สูงถึง 91 % ภายในเวลา 90 นาที และพบว่าความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ 2.5 mg/ml ทำให้เซลล์ของเม็ดเลือดแดงแตกได้ จึงกล่าวได้ว่าที่ความเข้มข้นต่ำจะมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพมากกว่า

ในปี 2017 Senthilkumar และคณะ [60] ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารสกัดจากใบ TectonaGrandis(L.) พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดผลึกประมาณ 59 นาโนเมตร และถูกวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะโดย FTIR, Raman spectroscopy, FESEM, และ TEM นอกจากนี้ยังพบค่าการดูดกลืนแสงที่ 370 นาโนเมตร ได้ค่าช่องว่างแถบพลังงานแสง เท่ากับ 3.35 eV มีลักษณะเป็นสารคอลลอยด์ที่มีความเสถียร (Zeta potential = -25.8 mV) และพบว่ามีการเกาะกลุ่มกันทำให้มีขนาดอนุภาค 124.6 นาโนเมตร และพบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีความสามารถในการต้านแบคทีเรียทั้งแกรมลบและแกรมบวกและสามารถต้านอนุมูลอิสระ โดยมีค่า IC₅₀ เท่ากับ 39.67 µg/ml

ในปี 2019 Ananthalakshmi และคณะ [61] ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารสกัดจาก Luffa acutangular และศึกษาประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระพบว่า อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีการดูดกลืนแสงที่ 377 นาโนเมตร มีรูปร่างแบบทรงกลม

และทรงลูกบาศก์ มีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร และประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์อธิบายด้วยค่า IC₅₀ เท่ากับ 134 µg/ml

ในปี 2020 Pairoj และคณะ [28] ได้ศึกษาประสิทธิภาพในการต้านมะเร็งจำลองของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดไม่เกิน 100 นาโนเมตร เพื่อใช้ในการรักษามะเร็งจอประสาทตาในเด็ก พบว่า ในการศึกษาการต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay เมื่อใช้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว มีประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระที่ต่ำกว่าการกระตุ้นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยแสงยูวี เนื่องจากภายใต้แสงยูวีทำให้เกิดกิจกรรมโฟโตคะตะไลติก ซึ่งสร้างอนุมูลอิสระไฮดรอกซิลที่เป็นอนุมูลอิสระในกลุ่ม ROS และเข้าทำลายสารอนุมูลอิสระ DPPH

จากการรวบรวมวรรณกรรมที่ผ่านมา ถึงแม้ว่าจะมีผู้ที่มีความสนใจในการวิจัยเกี่ยวกับคุณสมบัติของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ อย่างการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เพื่อนำไปใช้ในด้านการบำบัดน้ำเสีย หรือแม้กระทั่งในทางชีวการแพทย์ เนื่องจากความเป็นพิษต่ำของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ทั้งนี้ในวรรณกรรมก่อนหน้าพบว่า การเจือปนเพียงเล็กน้อยในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถเพิ่มความสามารถของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการสลายสารสีย้อมหรือสารอนุมูลอิสระ แต่อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีการศึกษาสำหรับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดเล็กกว่า 50 นาโนเมตรพร้อมกับการเจือสารอื่นในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์นั้นเพื่อใช้สำหรับการต้านอนุมูลอิสระและพัฒนาไปสู่งานวิจัยด้านชีวการแพทย์ ในงานวิจัยนี้จึงมีจุดประสงค์ที่จะพัฒนาประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์เจือปนเพียงเล็กน้อย

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

เนื้อหาในบทนี้จะอธิบายถึงหลักการและหน้าที่ของอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง วิธีการเตรียมสารเพื่อใช้ในการทดลองและการจัดระบบการทดลองที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ รวมถึงกระบวนการดำเนินงานวิจัย โดยมีเนื้อหาหลักดังนี้

3.1 สารเคมี วัสดุอุปกรณ์และระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย

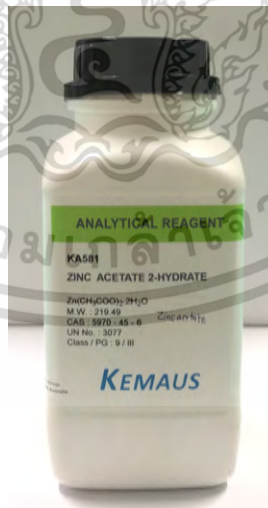
3.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ด้วยเทคนิคโซล-เจล

3.3 การทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี

3.1 สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์

3.1.1 วัสดุสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. Zinc acetate 2-hydrate มีลักษณะเป็นผลึกสีขาวขนาดเล็ก ใช้เป็นสารตั้งต้น สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงคุณสมบัติในตารางที่ 3.1 จากบริษัท KemaAus ดังแสดงในรูปที่ 3.1



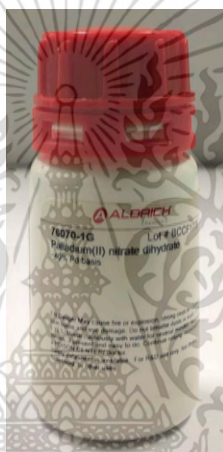
รูปที่ 3.1 Zinc acetate 2-hydrate ที่ใช้ในงานวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 คุณสมบัติของ Zinc acetate 2-hydrate

คุณสมบัติ	Zinc acetate 2-hydrate
สูตรเคมี	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$
มวลโมเลกุล	219.49 g/mol
Assay	99.5 – 101.0 %

2. Palladium (II) nitrate dihydrate มีลักษณะเป็นผงขนาดเล็กสีแดง-น้ำตาล ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ซึ่งมีคุณสมบัติตามตารางที่ 3.2 จากบริษัท Sigma Aledrich ดังแสดงในรูปที่ 3.2



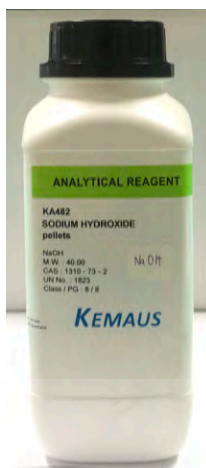
รูปที่ 3.2 Palladium (II) nitrate dihydrate ที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 3.2 คุณสมบัติของ Palladium (II) nitrate dihydrate

คุณสมบัติ	Palladium (II) nitrate dihydrate
สูตรเคมี	$Pd(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$
มวลโมเลกุล	266.46 g/mol
Assay	40 % Pd basis

3. Sodium hydroxide เป็นสารประกอบที่มีความเป็นด่างสูงและมีฤทธิ์กัดกร่อน มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาว ละลายน้ำได้ง่าย ซึ่งมีคุณสมบัติตามตารางที่ 3.3 จากบริษัท Sigma Aledrich ดังแสดงในรูปที่ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

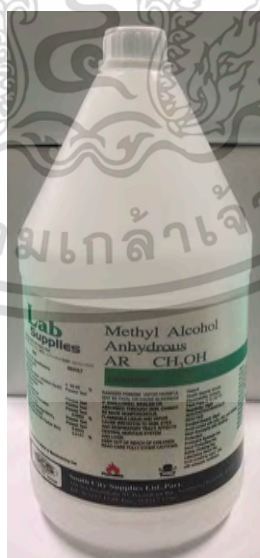


รูปที่ 3.3 Sodium hydroxide ที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 3.3 คุณสมบัติของ Sodium hydroxide

คุณสมบัติ	Sodium hydroxide
สูตรเคมี	NaOH
มวลโมเลกุล	40 g/mol
Assay	97 %

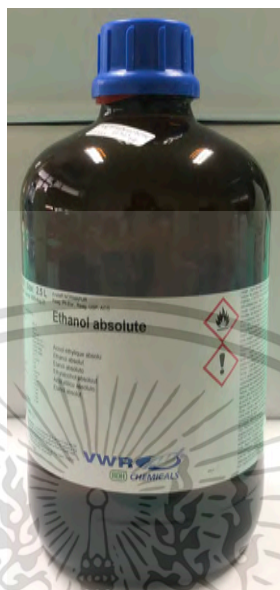
4. เมทานอล (Methanol) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % จากบริษัท Lab supplies ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เมทานอลที่ใช้ในงานวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เอทานอล (Ethanol) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % จากบริษัท VWR Chemicals ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เอทานอลที่ใช้ในงานวิจัย

6. สารอนุมูลอิสระ 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) มีลักษณะเป็นผงสีม่วง ไม่ละลายในน้ำ ละลายในเอทานอลและเมทานอลซึ่งมีคุณสมบัติตามตารางที่ 3.4 จากบริษัท Sigma Aledrich ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 สารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 3.4 คุณสมบัติของ สารอนุมูลอิสระ DPPH

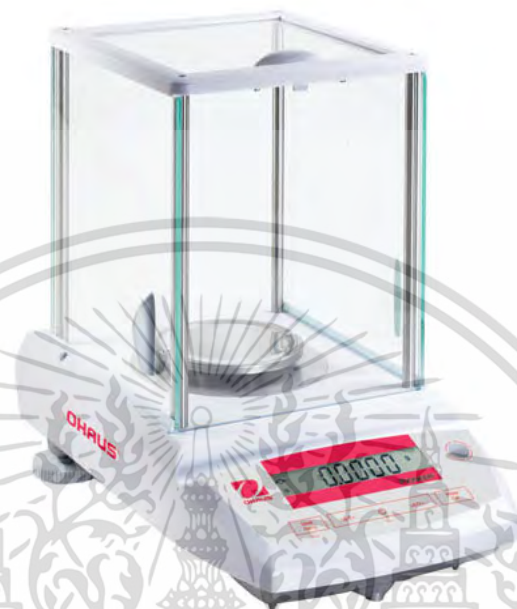
คุณสมบัติ	สารอนุมูลอิสระ DPPH
สูตรเคมี	C ₁₈ H ₁₂ N ₅ O ₆
มวลโมเลกุล	394.32 g/mol
Assay	95 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องชั่งสารดิจิตอล ยี่ห้อ OHAUS รุ่น Pioneer ทำหน้าที่ชั่งตวงสาร ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องชั่งสารดิจิตอล ยี่ห้อ Ohaus รุ่น Pioneer [62]

2. เครื่องเขย่าสาร ยี่ห้อ Vortex mixer รุ่น Genie 2 (G560E) ทำหน้าที่เขย่าผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 เครื่องเขย่าสาร ยี่ห้อ Vortex mixer รุ่น Genie 2 (G560E) [63]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อน (Hotplate Stirrer) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS 7 ทำหน้าที่กวนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 เครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อน ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS 7 [64]

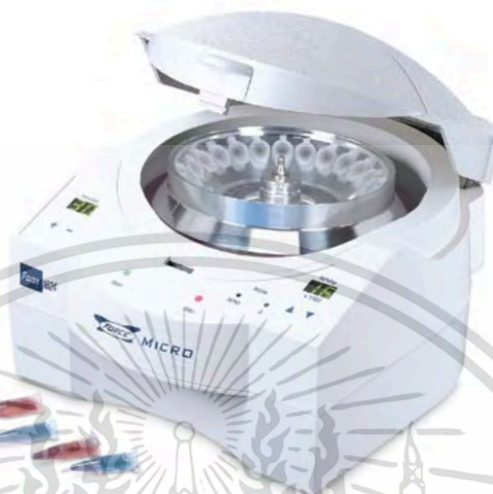
4. เครื่องวัดความเป็นกรดและด่าง (pH meter) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Sevencompact ทำหน้าที่วัดค่าความเป็นกรดและด่างของสารละลายตั้งต้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดความเป็นกรดและด่าง (pH meter) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Sevencompact [65]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เครื่องหมุนเหวี่ยงตกตะกอน (Centrifuge) ยี่ห้อ Force micro รุ่น Force 1418 ทำหน้าที่แยกส่วนของแข็งออกจากส่วนที่เป็นของเหลวที่อยู่ในสารละลาย ดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่องหมุนเหวี่ยงตกตะกอน ยี่ห้อ Force micro รุ่น Force 1418 [66]

6. ตู้อบลมร้อน ยี่ห้อ Memmert รุ่น UN 55 ทำหน้าที่อบแห้งอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 ตู้อบลมร้อน ยี่ห้อ Memmert รุ่น UN 55 [67]

7. เตาเผาสาร ยี่ห้อ Thermolyne รุ่น 47900 ทำหน้าที่เผาอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เพื่อกำจัดสารอื่นที่ไม่ต้องการ ดังแสดงรูปที่ 3.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 เตาเผาสาร ยี่ห้อ Thermolyne รุ่น 47900 [68]

8. เครื่องล้างอัลตราโซนิก (Ultrasonic cleaner) ยี่ห้อ KA ทำหน้าที่ละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ให้เป็นสารคอลลอยด์ด้วยคลื่นความถี่สูง ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องล้างอัลตราโซนิก ยี่ห้อ KA

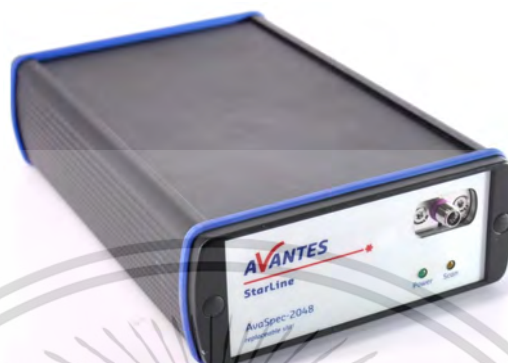
9. เครื่อง UV chamber ยี่ห้อ Spectroline รุ่น CX-21 ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดแสงยูวีที่มีความยาวคลื่น 256 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.15 เครื่อง UV chamber ยี่ห้อ Spectroline รุ่น CX-21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (Spectrometer) ยี่ห้อ Avantes รุ่น Avaspec – 2048 ทำหน้าที่วัดปริมาณแสงและความเข้มแสงในช่วง 200 – 1100 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ยี่ห้อ Avantes รุ่น Avaspec – 2048 [69]

11. ไมโครปิเปตขนาด 10 – 100 ไมโครลิตร และ 100 – 100 ไมโครลิตร ทำหน้าที่วัดปริมาตรของสารละลาย
12. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X – ray diffraction, XRD) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น Miniflex 300/600 ทำหน้าที่ตรวจสอบความเป็นผลึกและระบุชนิดของสารตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 3.17



รูปที่ 3.17 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ยี่ห้อ Rigaku รุ่น Miniflex 300/600 [70]

13. เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-1400 ทำหน้าที่ตรวจสอบขนาดและรูปร่างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้เผยแพร่โดยไม่เสียค่าใช้จ่าย
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.18 เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-1400 [71]

3.1.3 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

1. บีกเกอร์ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร
2. โกร่งบดสาร
3. เตาหลอม (Crucible)
4. ขวดแก้วขนาด 10 มิลลิลิตร
5. คิวเวทท์ (Cuvette) ขนาดกว้าง ยาว และสูง เท่ากับ $1.0 \times 1.0 \times 4.0$ เซนติเมตร
6. แขนวางคิวเวทท์ (Cuvette rack)
7. หลอดดูดสารละลาย (Pipette tips)
8. หลอดขนาดเล็กสำหรับปั่นเหวี่ยง (Micro centrifuge tube) ขนาด 2 มิลลิลิตร
9. จานหลุมสำหรับเพาะเลี้ยง ชนิด 24 หลุม
10. ซ้อนตักสาร
11. กระดาษ Kimwipes
12. กระดาษสำหรับชั่งสาร
13. ถุงมือยาง
14. หน้ากากอนามัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

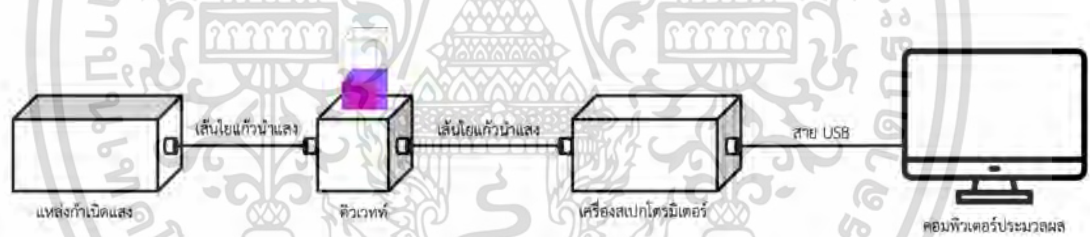
3.1.4 ระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย

ในหัวข้อนี้จะอธิบายถึงระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม รวมถึงอุปกรณ์ที่ใช้ในระบบวัด ดังนี้

อุปกรณ์ในระบบวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย

1. เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ยี่ห้อ Avantes รุ่น Avaspec – 2048 โดยวัดในช่วงความยาวคลื่น 200 – 1100 นาโนเมตร
2. แหล่งกำเนิดแสง โดยใช้แหล่งกำเนิดแสงจากหลอดไฟทั้งสแตน จากบริษัท Schott Megalight 100 โดยมีสเปกตรัมอยู่ในช่วง 400 - 900 นาโนเมตร ใช้แรงดันไฟฟ้า 12 โวลต์ ใช้กระแสไฟฟ้า 0.9 แอมแปร์
3. เส้นใยแก้วนำแสง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร ใช้นำแสงจากแหล่งกำเนิดแสงไปยังสารตัวอย่าง
4. เครื่องคอมพิวเตอร์ สำหรับใช้ประมวลผลค่าการดูดกลืนแสงผ่านโปรแกรม Avasoft 7

โดยได้จัดระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย ดังแสดงในรูปที่ 3.19



รูปที่ 3.19 แผนภาพระบบการวัดการดูดกลืนแสงของสารละลาย

3.2 การสังเคราะห์และการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล-เจล

ในงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล ดังหัวข้อต่อไปนี้

3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล

ขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงภาพรวมในรูปที่ 3.20

1. ชั่ง Zinc acetate 2-hydrate ปริมาณ 1.6545 กรัม ผสมกับเมทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ เป็นสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์
2. ตั้งบีกเกอร์สารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์บนเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ 90 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เตรียมเบส โดยชั่ง Sodium hydroxide ปริมาณ 3.08 กรัม ผสมกับน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เป็นสารละลายเบส
4. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์จากข้อ 2 มาปรับค่า pH ให้อยู่ที่ 10 จะได้สารละลายสีขาวขุ่นคล้ายนม
5. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์ที่ปรับค่า pH แล้ว กวนบนเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ 60 นาที จะสังเกตเห็นตะกอนสีขาว
6. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เทใส่หลอดสำหรับปั่นเหวี่ยง แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกส่วนของเหลวและตะกอน โดยใช้ความเร็ว 5000 rpm เป็นเวลา 15 นาที
7. เทส่วนของเหลวทิ้งให้เหลือแค่ส่วนตะกอนของซิงค์ออกไซด์ด้านล่าง แล้วนำเอทานอลผสมกับน้ำ DI ที่อัตราส่วน 60:40 เทใส่หลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่มีตะกอนอยู่ทำการเขย่า และนำไปปั่นเหวี่ยงอีกครั้งที่ความเร็ว 5000 rpm ที่เวลา 5 นาที ทำซ้ำ 2 ครั้ง
8. นำตะกอนของซิงค์ออกไซด์ที่ได้ ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นนำเข้าสู่ตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อไล่น้ำออกจากตะกอนซิงค์ออกไซด์ทำให้ตะกอนแห้งกลายเป็นผง
9. บดผงซิงค์ออกไซด์ด้วยโกร่งบดสาร จนละเอียด แล้วนำใส่ Crucible พร้อมปิดฝา
10. นำ Crucible เข้าเตาเผา ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที
11. บดผงซิงค์ออกไซด์หลังการเผาด้วยโกร่งบดสารอีกครั้ง จนละเอียด ได้เป็นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

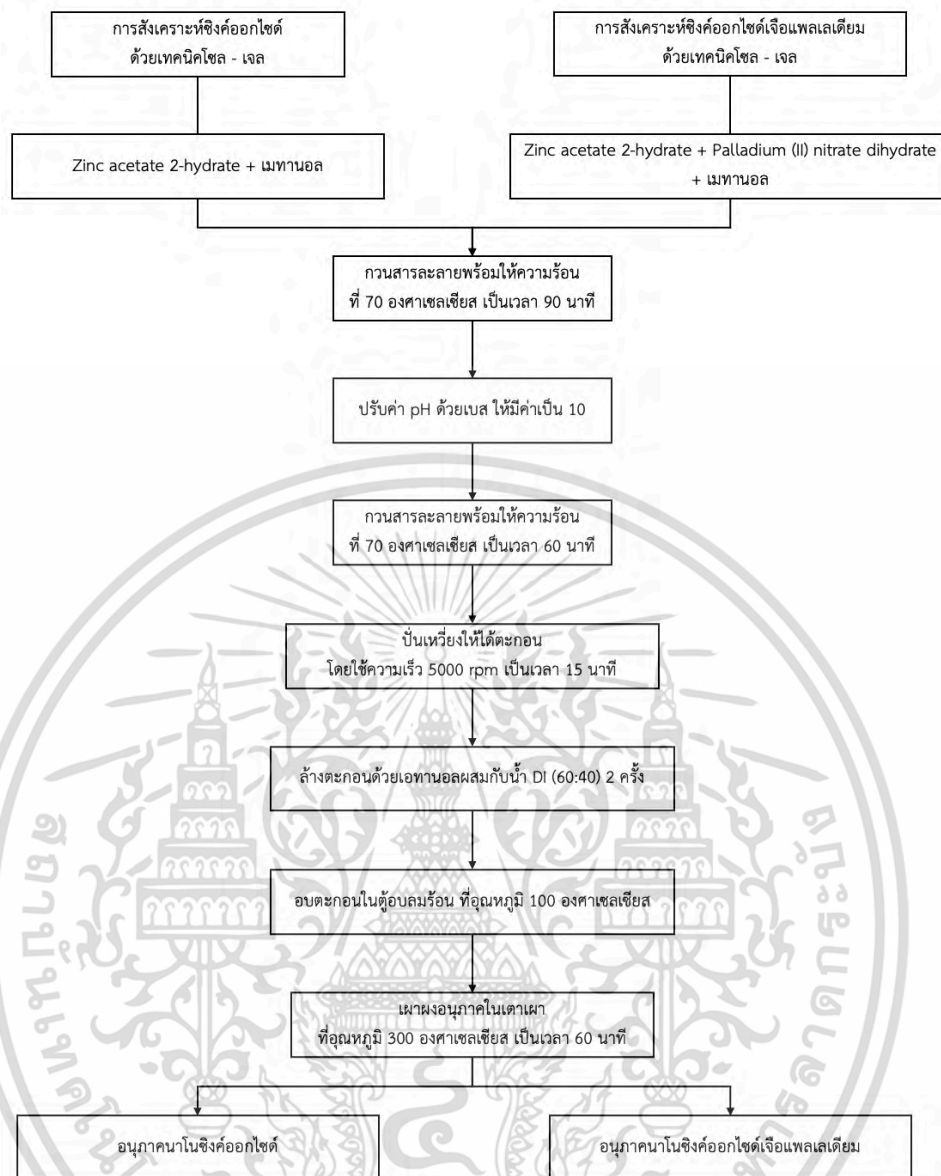
3.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล – เจล ขั้นตอนการสังเคราะห์ที่แสดงภาพรวมในรูปที่ 3.20

1. ชั่ง Zinc acetate 2-hydrate ปริมาณ 1.6545 กรัม และชั่ง Palladium (II) nitrate dihydrate ปริมาณ 0.1545 กรัม ผสมกับเมทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ เป็นสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม
2. ตั้งบีกเกอร์สารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมบนเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ 90 นาที
3. เตรียมเบส โดยชั่ง Sodium hydroxide ปริมาณ 3.08 กรัม ผสมกับน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เป็นสารละลายเบส
4. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมจากข้อ 2 มาปรับค่า pH ให้อยู่ที่ 10 จะได้สารละลายสีเทาขุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่ปรับค่า pH แล้ว กวนบนเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ 60 นาที จะสังเกตเห็นตะกอนสีเทาดำ
6. นำสารละลายตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเทใส่หลอดสำหรับปั่นเหวี่ยง แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกส่วนของเหลวและตะกอน โดยใช้ความเร็ว 5000 rpm เป็นเวลา 15 นาที
7. เทส่วนของเหลวทิ้งให้เหลือแค่ส่วนตะกอนของซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้านล่าง แล้วนำเอทานอลผสมกับน้ำ DI ที่อัตราส่วน 60:40 เทใส่หลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่มีตะกอนอยู่ ทำการเขย่า และนำไปปั่นเหวี่ยงอีกครั้งที่ความเร็ว 5000 rpm ที่เวลา 5 นาที ทำซ้ำ 2 ครั้ง
8. นำตะกอนของซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่ได้ ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นนำเข้าสู่อบลมร้อนเพื่อไล่น้ำออกจากตะกอนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมทำให้ตะกอนแห้งกลายเป็นผง
9. บดผงซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยโถรงบดสาร จนละเอียด แล้วนำใส่ Crucible พร้อมปิดฝา
10. นำ Crucible เข้าเตาเผา ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที
11. บดผงซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมหลังการเผาด้วยโถรงบดสารอีกครั้ง จนละเอียด ได้เป็นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.20 แผนผังแสดงการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล

3.2.3 การวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X - ray diffraction, XRD) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น Miniflex 300/600 ในการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ ดังนี้

1. เปิดเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และเปิดโปรแกรม Miniflex สำหรับการวัดรูปแบบการเลี้ยวเบน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. เตรียมอนุภาคตัวอย่างใส่ลงใน Sample holder โดยให้บริเวณตรงกลางมีผิวหน้าเรียบเสมอกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.21



รูปที่ 3.21 การเตรียมอนุภาคตัวอย่างลงใน Sample holder

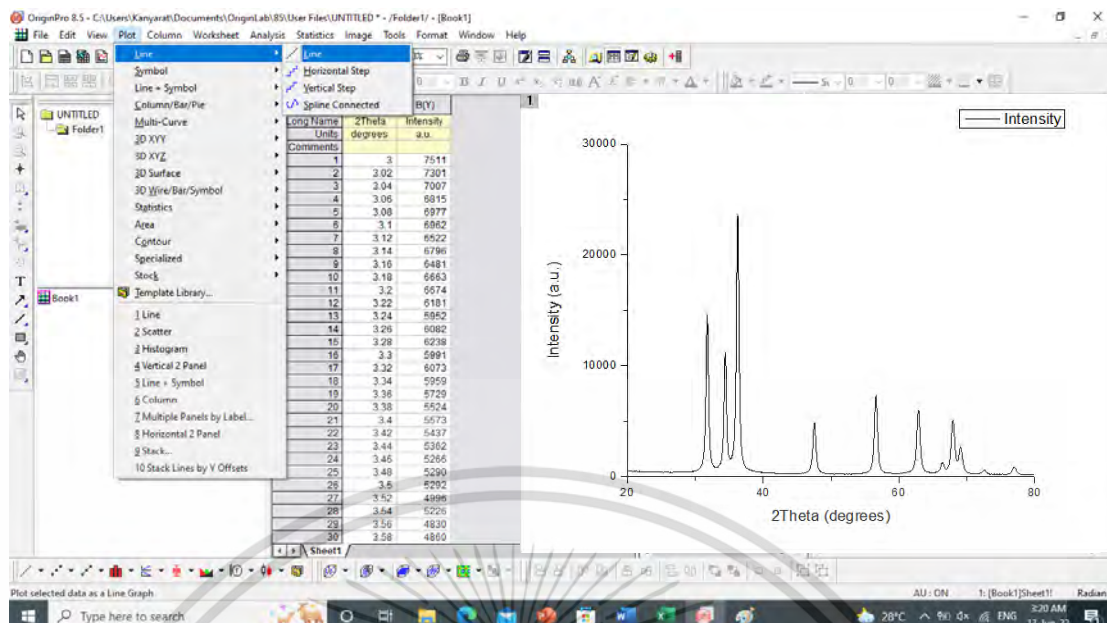
3. ใส่ Sample holder ในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แล้วกดเริ่มการวัดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ดังแสดงในรูปที่ 3.22



รูปที่ 3.22 การใส่ Sample holder ในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

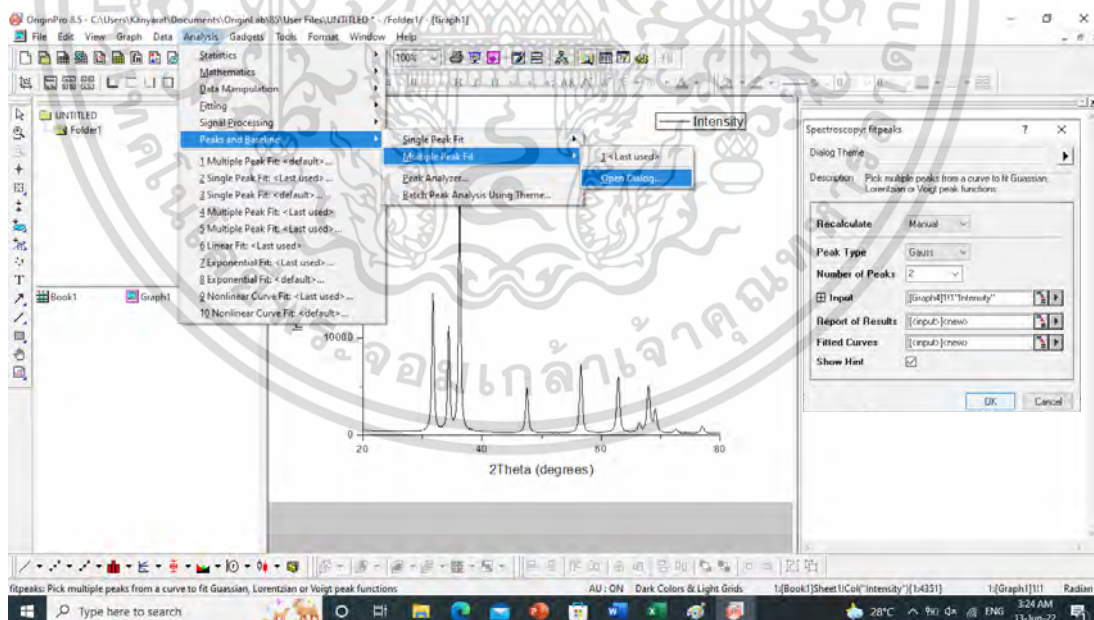
4. วิเคราะห์และเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์กับฐานข้อมูล JCPDS ด้วยโปรแกรม PDXL2
5. นำข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้ ไปสร้างเป็นกราฟในโปรแกรม OriginPro โดยนำข้อมูลที่ใส่ลงในตาราง > Plot > Line

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.23 การสร้างกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro

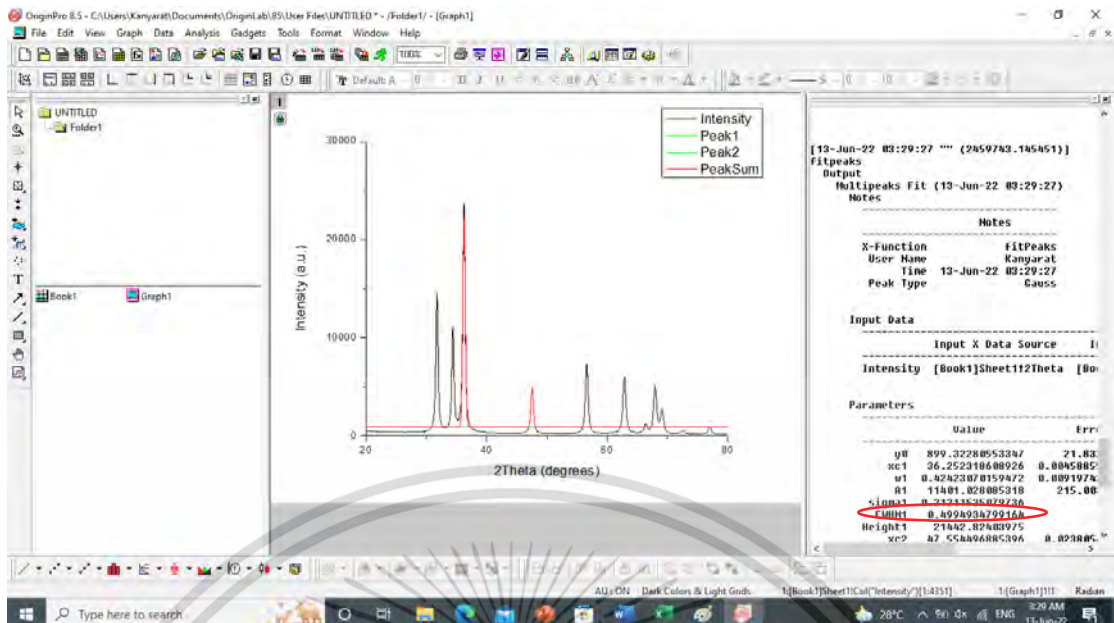
6. จากนั้นนำกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้ ไปคำนวณหา B จากสมการที่ (2.22) โดยคลิก Analysis > Peaks and Baseline > Multiple Peak Fit > Open Dialog > OK



รูปที่ 3.24 การหาค่า B จากกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro

7. เลือกพิกที่ต้องการใช้เพื่อหาค่าขนาดของอนุภาค จากสมการที่ 2.22 > ได้ค่า B จากค่า FWHM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

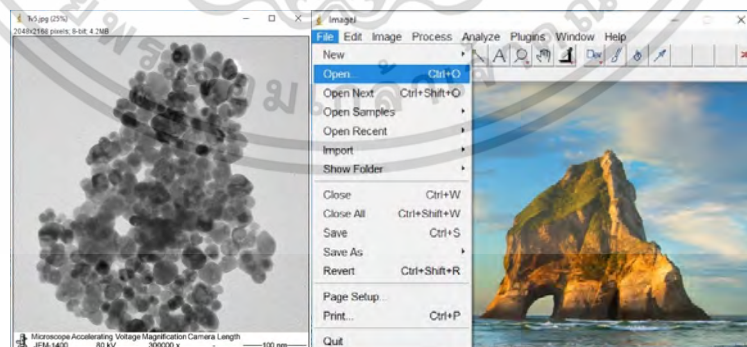


รูปที่ 3.25 ค่า B หรือ FWHM ที่ได้จากกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยโปรแกรม OriginPro


3.2.4 การวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ในงานวิจัยนี้ ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-1400 ในการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยส่งอนุภาคตัวอย่างไปวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย แล้วนำข้อมูลที่ได้อีกกลับมาวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาค จากโปรแกรม ImageJ โดยมีขั้นตอนดังนี้

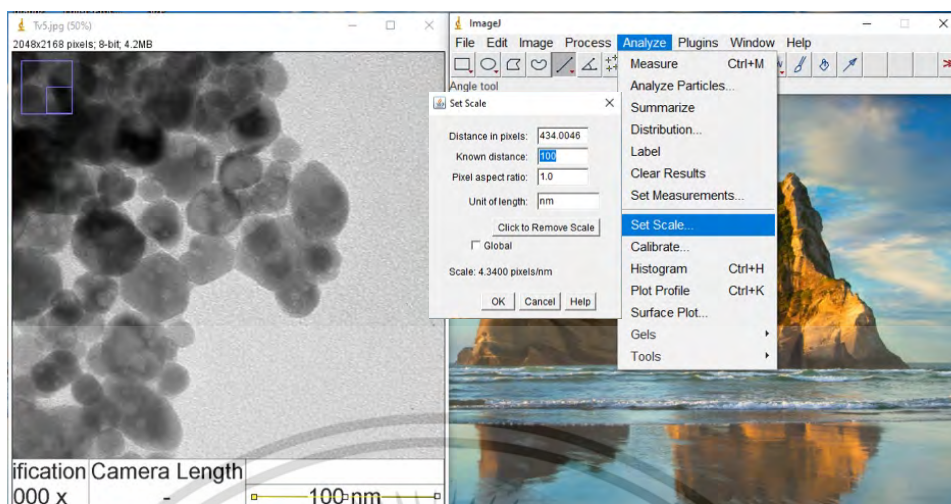
1. เปิดโปรแกรม ImageJ นำเข้ารูปภาพโดยคลิก File > Open > เลือกไฟล์รูป



รูปที่ 3.26 การนำเข้ารูปในโปรแกรม ImageJ

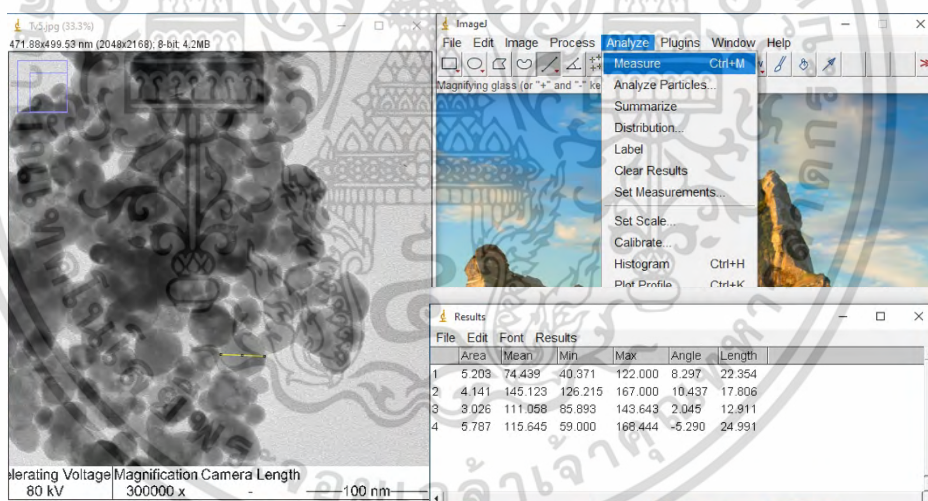
2. กำหนดสเกลอ้างอิง โดยคลิก  > ลากเส้นขนาดอ้างอิง > Analyze > Set Scale > กำหนดสเกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.27 การกำหนดสเกลอ้างอิงในโปรแกรม ImageJ

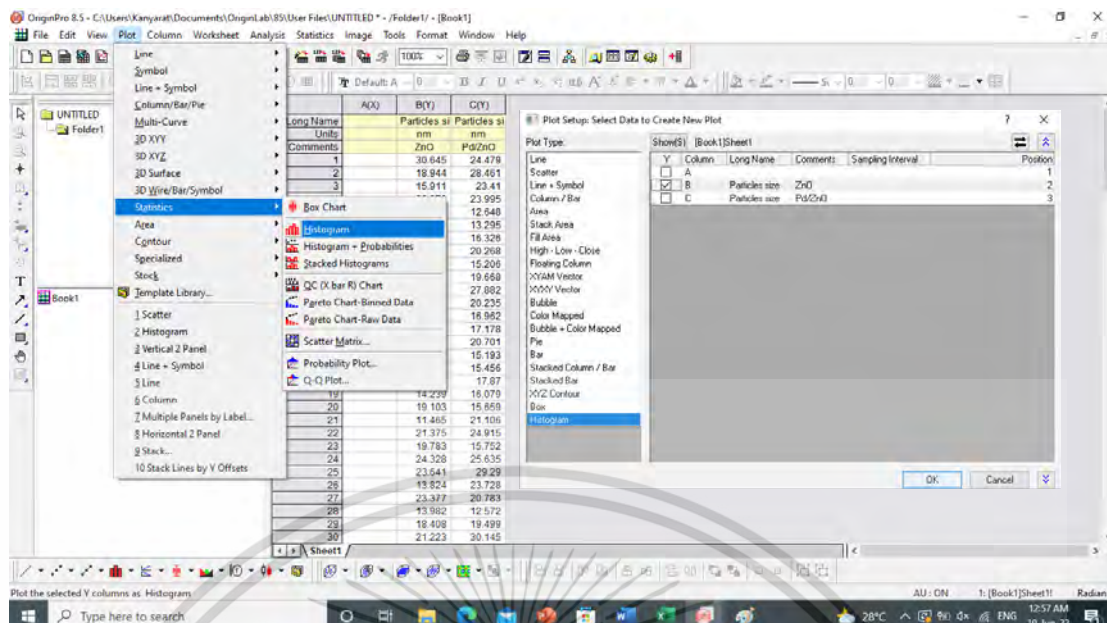
3. วัดขนาดของอนุภาค โดยคลิก  > ลากเส้นหาขนาดอนุภาค > Analyze > Measure



รูปที่ 3.28 การวัดขนาดของอนุภาคในโปรแกรม ImageJ

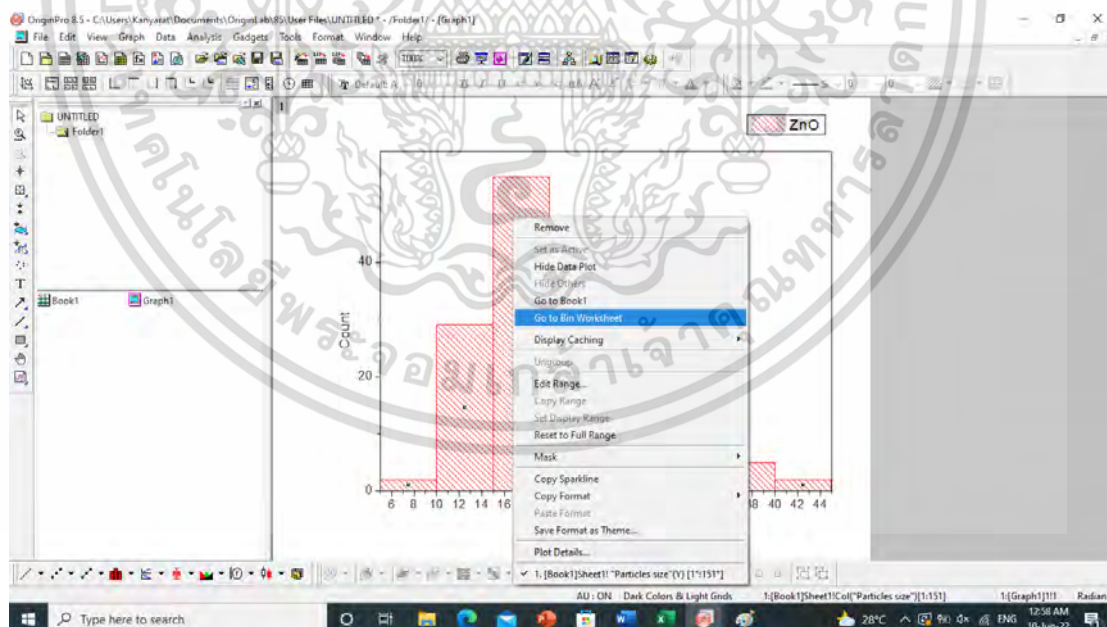
4. จากนั้นนำขนาดที่ได้มาสร้างกราฟฮิสโตรแกรมในโปรแกรม OriginPro เพื่อหาค่าเฉลี่ยของขนาดของอนุภาค โดยเมื่อเปิดโปรแกรม OriginPro และนำค่าข้อมูลที่ได้ใส่ลงในตารางแล้ว ทำการคลิก > Plot > Statistics > Histogram > เลือกแกนที่ต้องการสร้างกราฟแบบฮิสโตรแกรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.29 การสร้างกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro

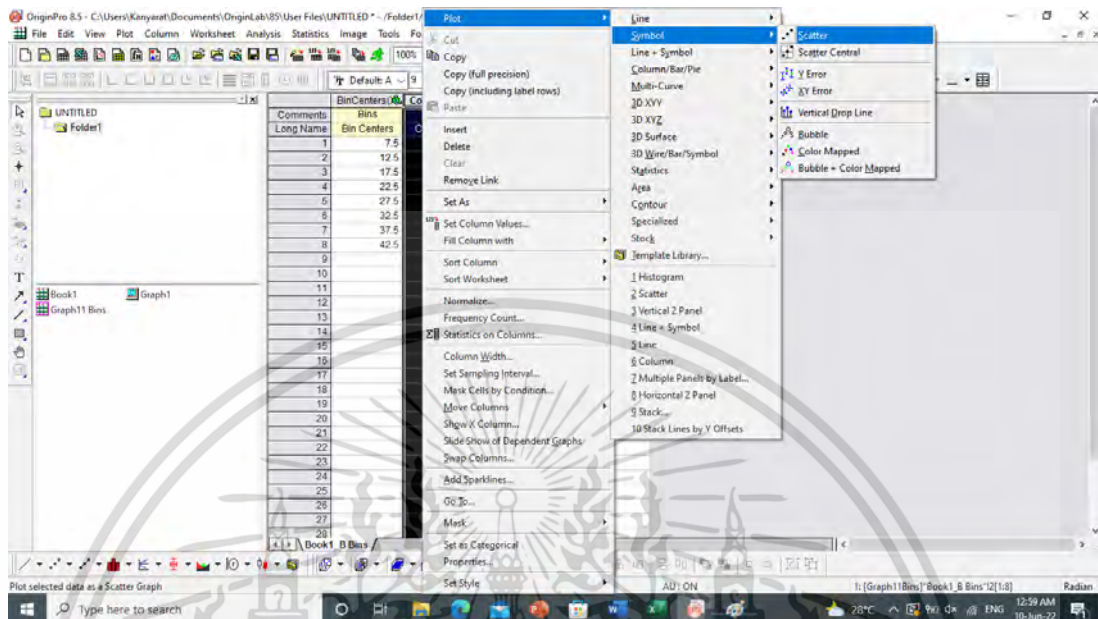
5. เมื่อสร้างกราฟฮิสโทแกรมได้แล้ว ต้องการทราบจำนวนของอนุภาคที่ขนาดต่างๆ และเพื่อสร้างเส้นกราฟ ทำได้โดยคลิกขวาที่รูปกราฟ > Go to Bin Worksheet



รูปที่ 3.30 การหาปริมาณของอนุภาคในกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro

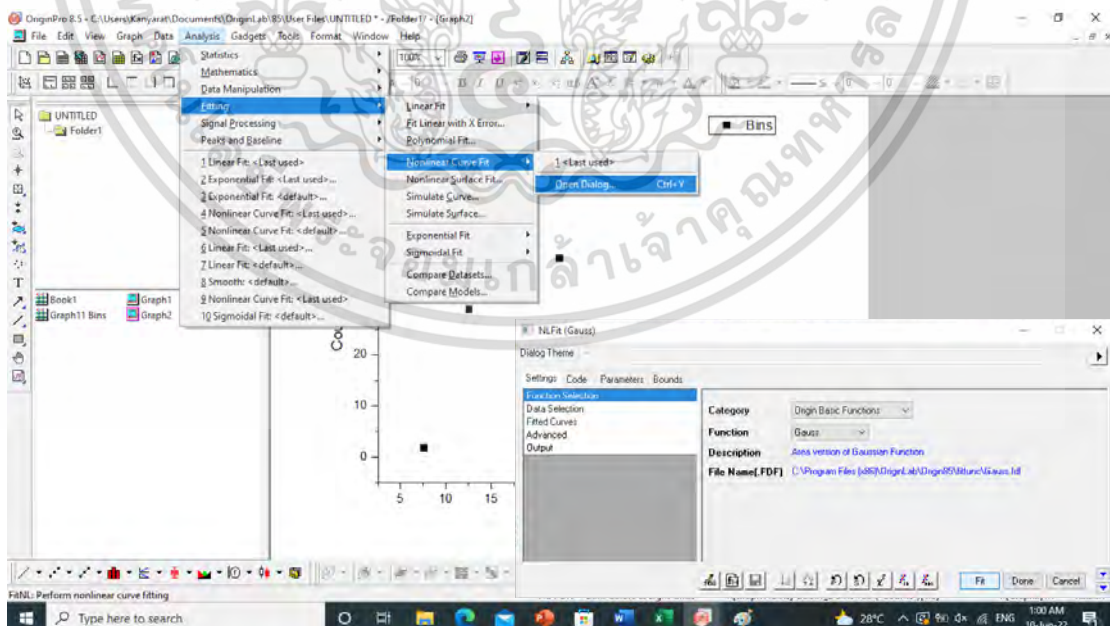
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. สร้างเส้นกราฟปริมาณของอนุภาคที่ขนาดต่าง ๆ โดยคลิกขวาที่ตารางช่อง 2 > Plot > Symbol > Scatter



รูปที่ 3.31 การสร้างกราฟปริมาณของอนุภาคในโปรแกรม OriginPro

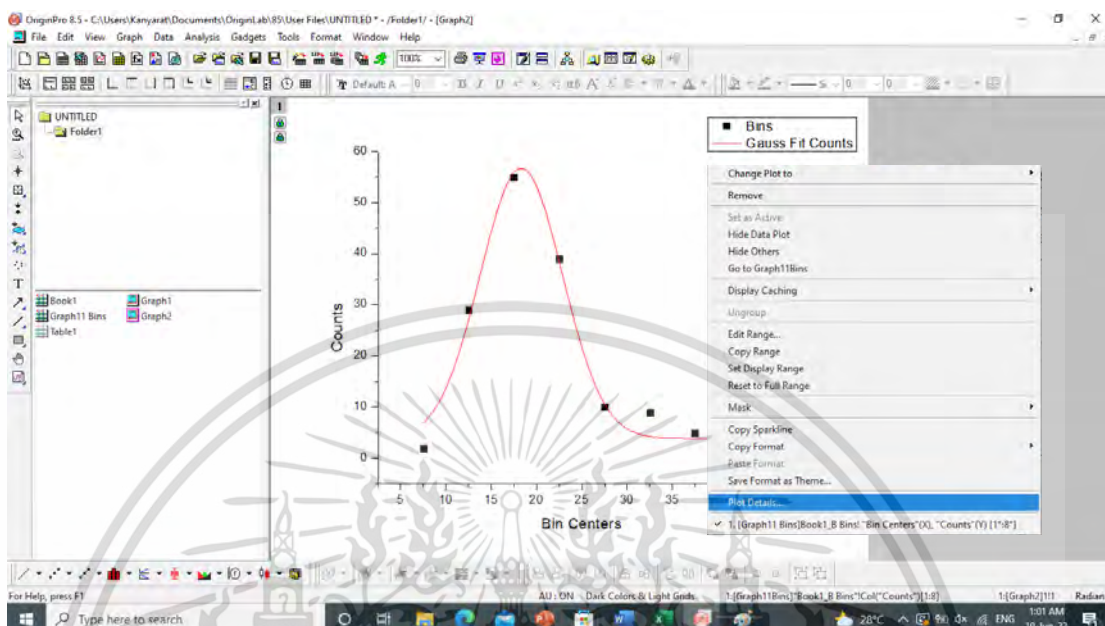
7. ทำการ Fitting เส้นกราฟปริมาณของอนุภาคที่ขนาดต่าง ๆ โดยคลิก Analysis > Fitting > Nonlinear Curve Fit > Open dialog > เลือก Gauss > Fit



รูปที่ 3.32 การ Fitting กราฟปริมาณของอนุภาคในโปรแกรม OriginPro

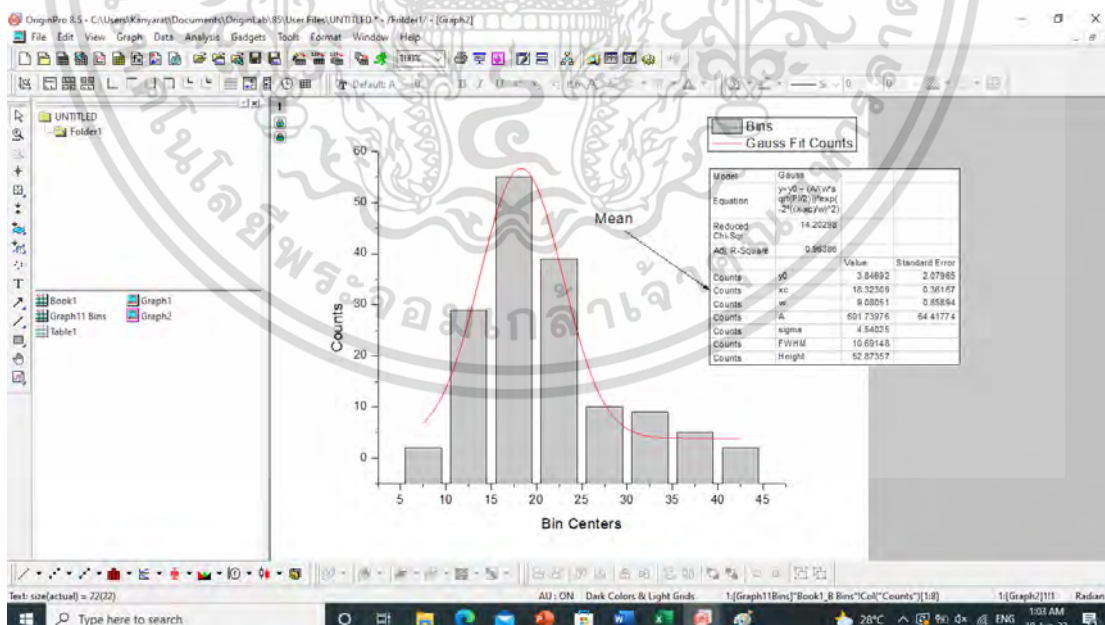
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. เมื่อ Fitting กราฟปริมาณของอนุภาคแล้ว นำกราฟที่ได้รวมกับกราฟฮิสโทแกรม โดยคลิกขวาที่เส้นกราฟ > Plot detail



รูปที่ 3.33 การนำกราฟปริมาณของอนุภาครวมกับกราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro

9. คลิกเลือก Column Bar > OK > ได้เป็นกราฟฮิสโทแกรม



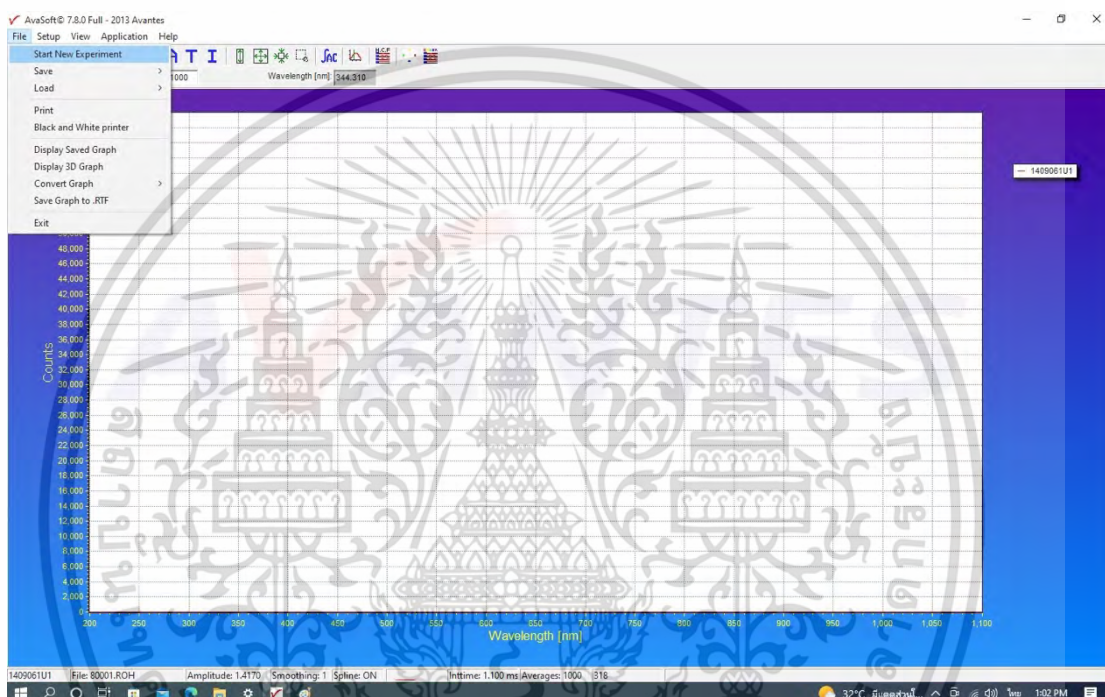
รูปที่ 3.34 กราฟฮิสโทแกรมในโปรแกรม OriginPro

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.5 การวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี

ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (Spectrometer) ยี่ห้อ Avantes รุ่น Avaspec – 2048 ทำหน้าที่วัดปริมาณแสงและความเข้มแสงในช่วง 200 – 1100 นาโนเมตร โดยใช้โปรแกรม Avasoft ในการวิเคราะห์หาสเปกตรัมการดูดกลืนแสง และนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงด้วยโปรแกรม OriginPro โดยมีขั้นตอนดังนี้

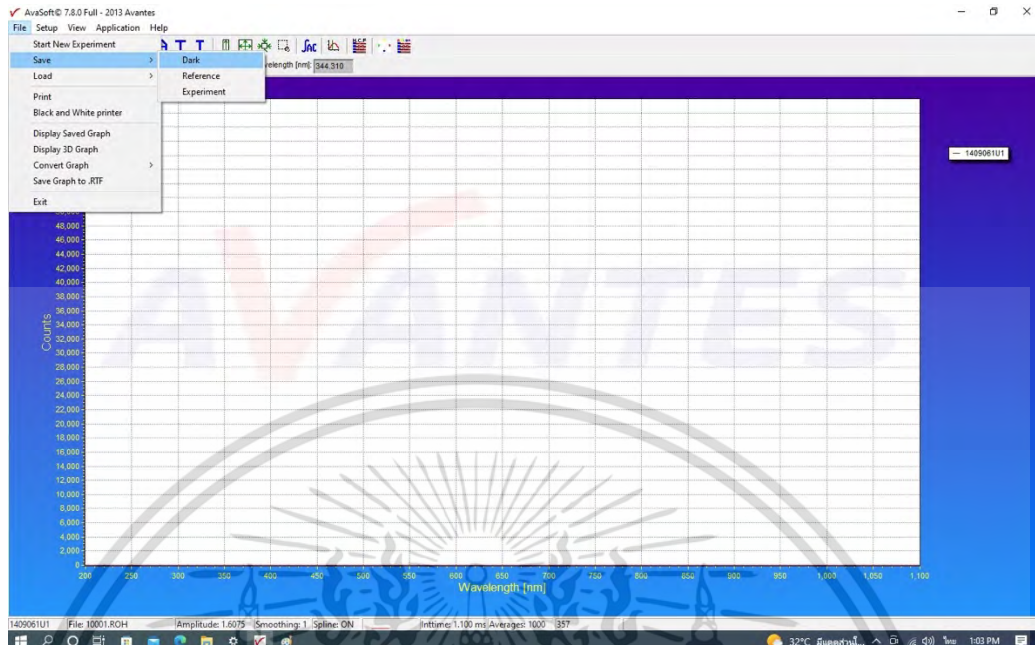
1. คลิก File > Start New Experiment > ตั้งชื่อไฟล์สำหรับบันทึก



รูปที่ 3.35 การบันทึกชื่อไฟล์ในโปรแกรม Avasoft

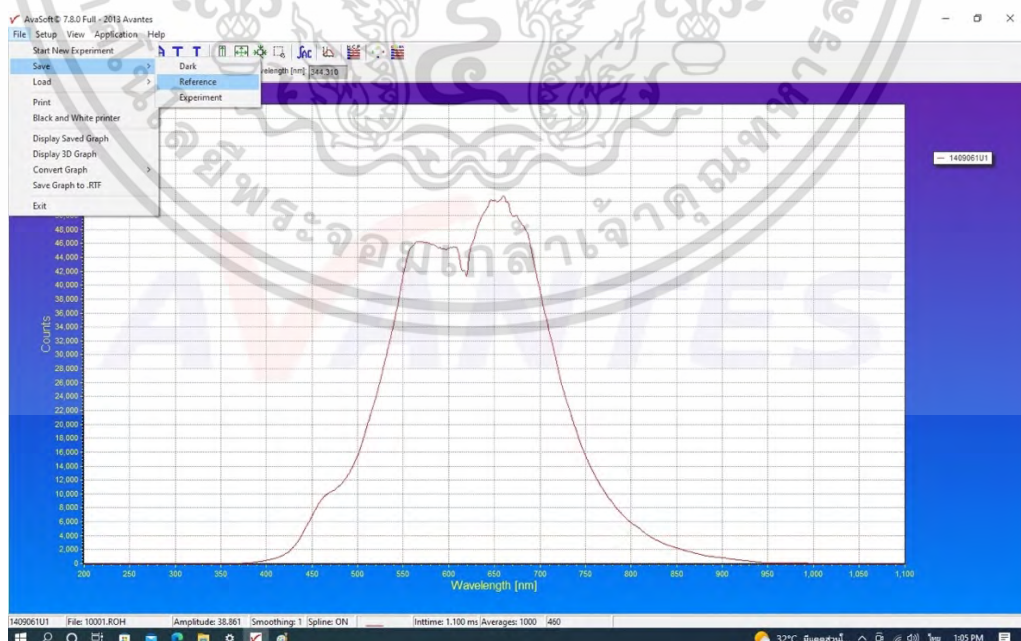
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. คลิก File > Save > Dark เพื่อทำการบันทึกแสงในที่มืด




รูปที่ 3.36 การบันทึกแสงในที่มืดในโปรแกรม Avasoft

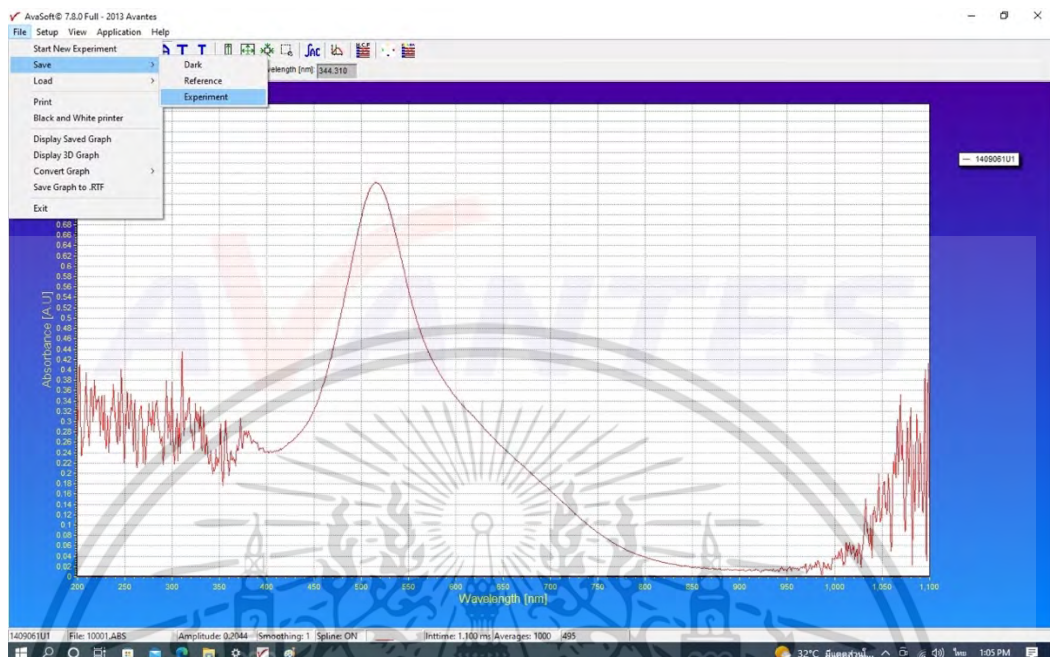
3. เปิดแหล่งกำเนิดแสงไว้ 5 นาที จากนั้นใส่ควิเวทท์ที่จะให้เป็นสารอ้างอิงลงในที่ใส่ตัวอย่าง แล้วคลิก File > Save > Reference เพื่อทำการบันทึกแสงสำหรับใช้เป็นแสงอ้างอิง



รูปที่ 3.37 การบันทึกแสงอ้างอิงในโปรแกรม Avasoft

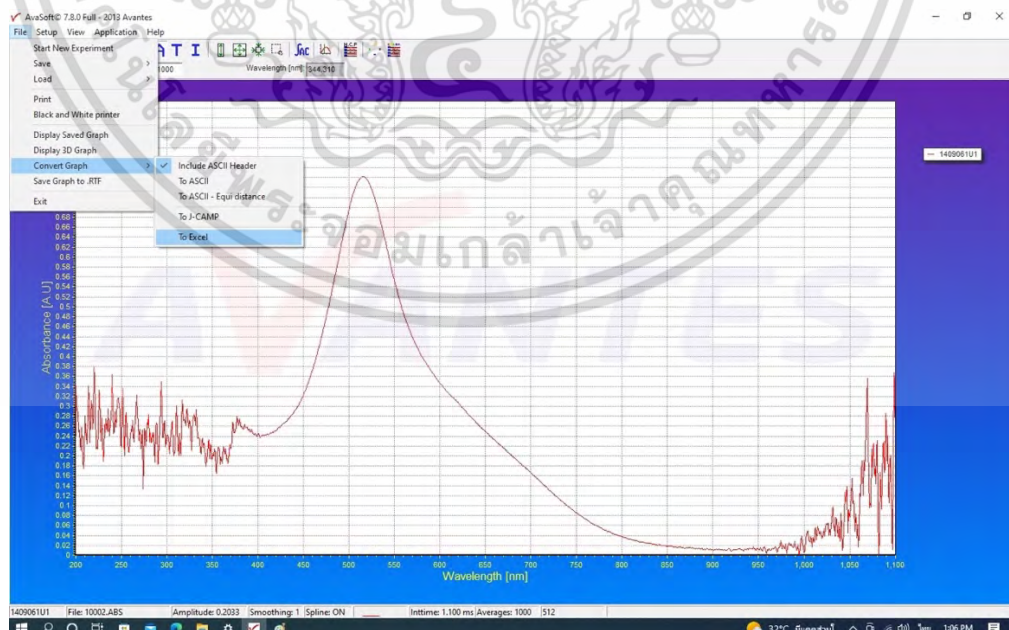
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ใส่คิวนเวทของสารที่ต้องการวัดลงในช่องใส่ตัวอย่าง ปิดกล่องให้สนิท แล้วคลิก  > File > Save > Experiment เพื่อบันทึกค่าการดูดกลืนแสง



รูปที่ 3.38 การบันทึกค่าการดูดกลืนแสงในโปรแกรม Avasoft

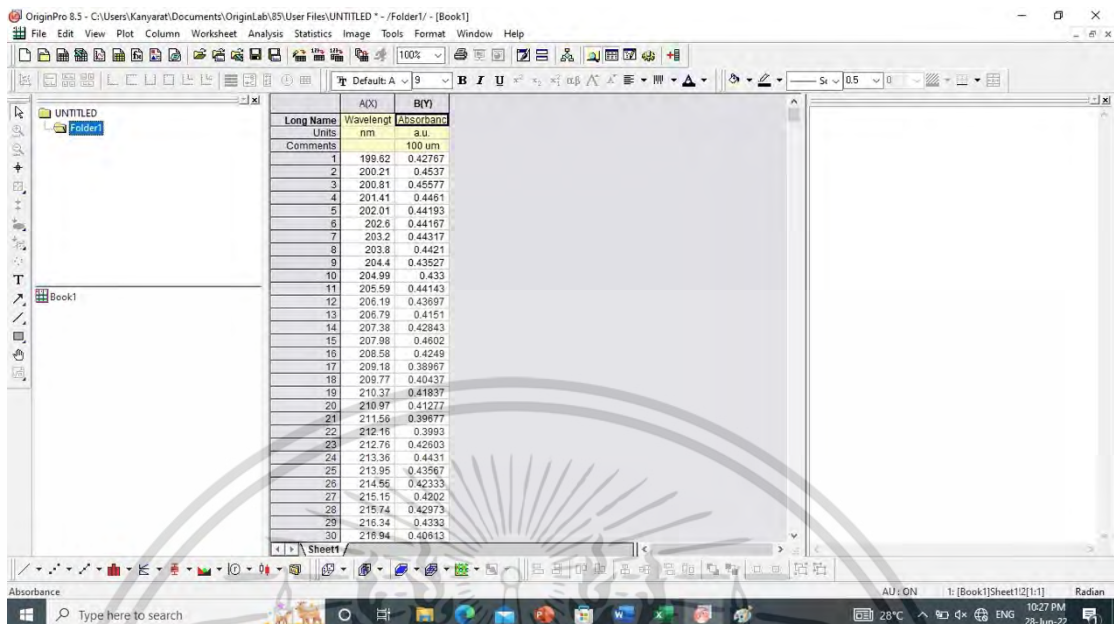
5. แล้วแปลงไฟล์ให้อยู่ในรูปแบบ Excel เพื่อง่ายต่อการนำข้อมูลไปสร้างกราฟในโปรแกรม OriginPro



รูปที่ 3.39 การแปลงไฟล์ให้อยู่ในรูป Excel

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

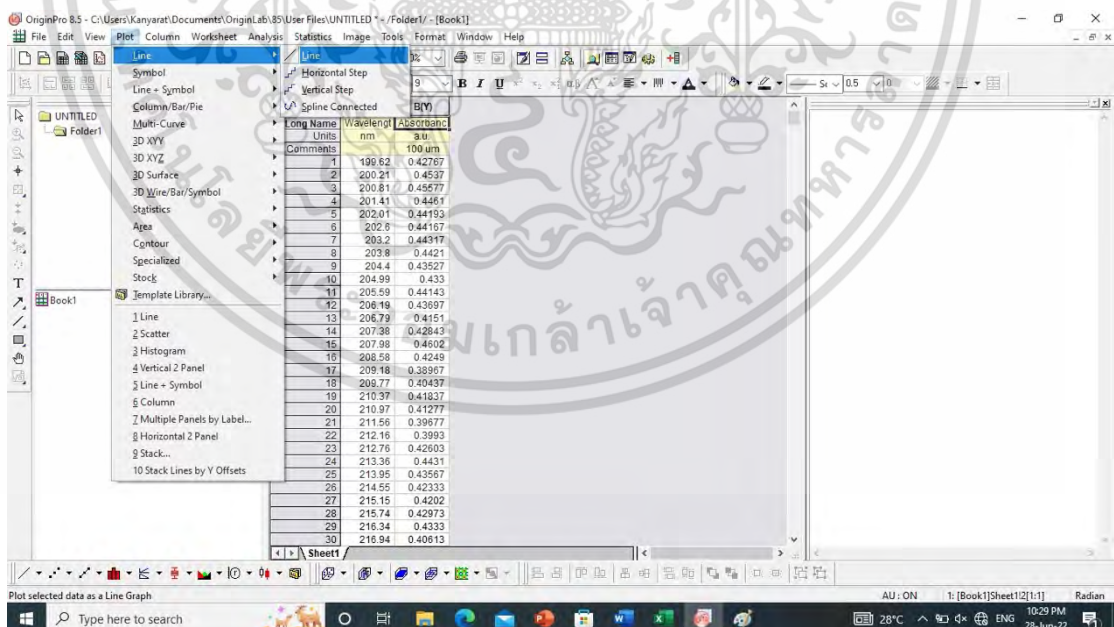
6. นำข้อมูลที่ได้จากโปรแกรม Avasoft มาใส่ข้อมูลลงในตาราง



Long Name	Units	Wavelength nm	Absorbance a.u.
1		199.52	0.42767
2		200.21	0.4537
3		200.81	0.45577
4		201.41	0.4461
5		202.01	0.44193
6		202.6	0.44167
7		203.2	0.44317
8		203.8	0.4421
9		204.4	0.43527
10		204.99	0.433
11		205.59	0.44143
12		206.19	0.43697
13		206.79	0.4151
14		207.38	0.42843
15		207.98	0.4602
16		208.58	0.4249
17		209.18	0.38967
18		209.77	0.40437
19		210.37	0.41837
20		210.97	0.41277
21		211.56	0.39677
22		212.16	0.3993
23		212.76	0.42603
24		213.36	0.4431
25		213.95	0.43567
26		214.55	0.42333
27		215.15	0.4202
28		215.74	0.42973
29		216.34	0.4333
30		216.94	0.40813

รูปที่ 3.40 ข้อมูลการดูดกลืนแสงที่ได้จากโปรแกรม Avasoft

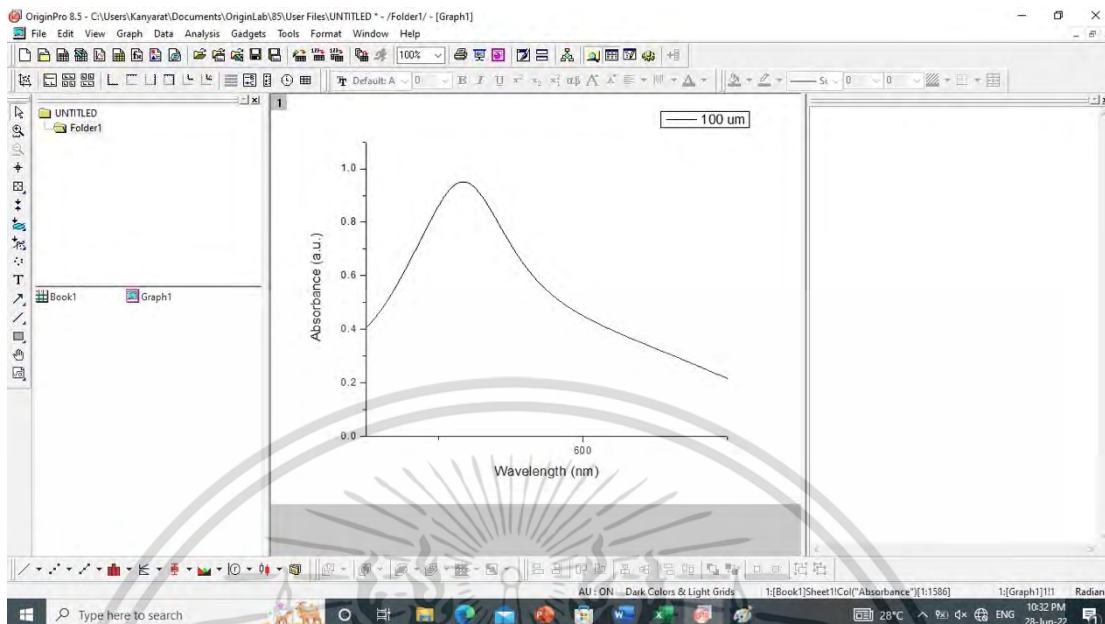
7. คลิก Plot > Line > Line เพื่อใช้ในการสร้างกราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความยาวคลื่น



รูปที่ 3.41 การสร้างกราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. ได้เป็นกราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความยาวคลื่น



รูปที่ 3.42 กราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความยาวคลื่นจากโปรแกรม OriginPro

3.3 การทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี

3.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานของสารอนุมูลอิสระ DPPH

ในการคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระที่ทำให้สารอนุมูลอิสระ DPPH ลดลง 50 % (EC_{50}) จำเป็นต้องทราบค่าความเข้มข้น (C) ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่าการดูดกลืนแสง (A) เพื่อให้ทราบค่าความเข้มข้นของสารอนุมูลอิสระของ DPPH จึงต้องสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ด้วยวิธีดังนี้

1. ชั่งสารอนุมูลอิสระ DPPH ปริมาณ 0.0008 กรัม ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 20 มิลลิลิตร ได้สารละลายที่ความเข้มข้น $100 \mu\text{M}$
2. ทำการเจือจางสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH จากความเข้มข้น $100 \mu\text{M}$ ตามตารางที่ 3.5
3. ผสมสารด้วยเครื่องเขย่าสาร เป็นเวลา 1 นาที จะได้สารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100, 90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20 และ $10 \mu\text{M}$
4. เทสารละลายอนุมูลอิสระลงในคิวเวทแล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ
5. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างค่าความเข้มข้นกับความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.5 ตารางแสดงการเจือจางสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น DPPH (μM)	สารละลายอนุมูลอิสระ DPPH (ml)	เมทานอล (ml)	ปริมาตรรวม (ml)
100	2.0	0.0	2.0
90	1.8	0.2	2.0
80	1.6	0.4	2.0
70	1.4	0.6	2.0
60	1.2	0.8	2.0
50	1.0	1.0	2.0
40	0.8	1.2	2.0
30	0.6	1.4	2.0
20	0.4	1.6	2.0
20	0.2	1.8	2.0

3.3.2 การทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี

ขั้นตอนการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระแสดงภาพรวมใน รูปที่ 3.43

1. เตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์หรืออนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ผสมกับเมทานอลเพื่อให้มีค่าความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml โดยเตรียมใส่ขวดแก้วขวดละ 1 มิลลิลิตร
2. เตรียมอนุมูลอิสระ DPPH ผสมกับเมทานอลที่ความเข้มข้น 100 μM ใส่ลงในขวดแก้วของสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นปริมาตรขวดละ 2 มิลลิลิตร
3. เขย่าขวดแก้วของสารตัวอย่างด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลา 1 นาที
4. เทใส่ลงในจานหลุมสำหรับเพาะเลี้ยง ชนิด 24 หลุม โดยใส่หลุมละ 1 ความเข้มข้น ใส่ในเครื่อง UV chamber โดยใช้ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร
5. เก็บสารตัวอย่างทุก ๆ 30 นาที เป็นเวลา 1440 นาที แล้วนำมาปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 500 rpm เป็นเวลา 15 นาที
6. นำส่วนของเหลววัดค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสง แล้วคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายจากกราฟมาตรฐาน
7. นำค่าความเข้มข้นของสารละลายจากกราฟมาตรฐาน คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือ (%Remaining DPPH) จากสมการ 3.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ใช้ได้พิมพ์เอกสารนี้แล้ว กรุณาอย่าเผยแพร่เอกสารนี้ไปยังที่อื่นโดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\%Remaining\ DPPH^{\bullet} = \frac{C_{ss}}{C_{is}} \times 100 \quad 3.1$$

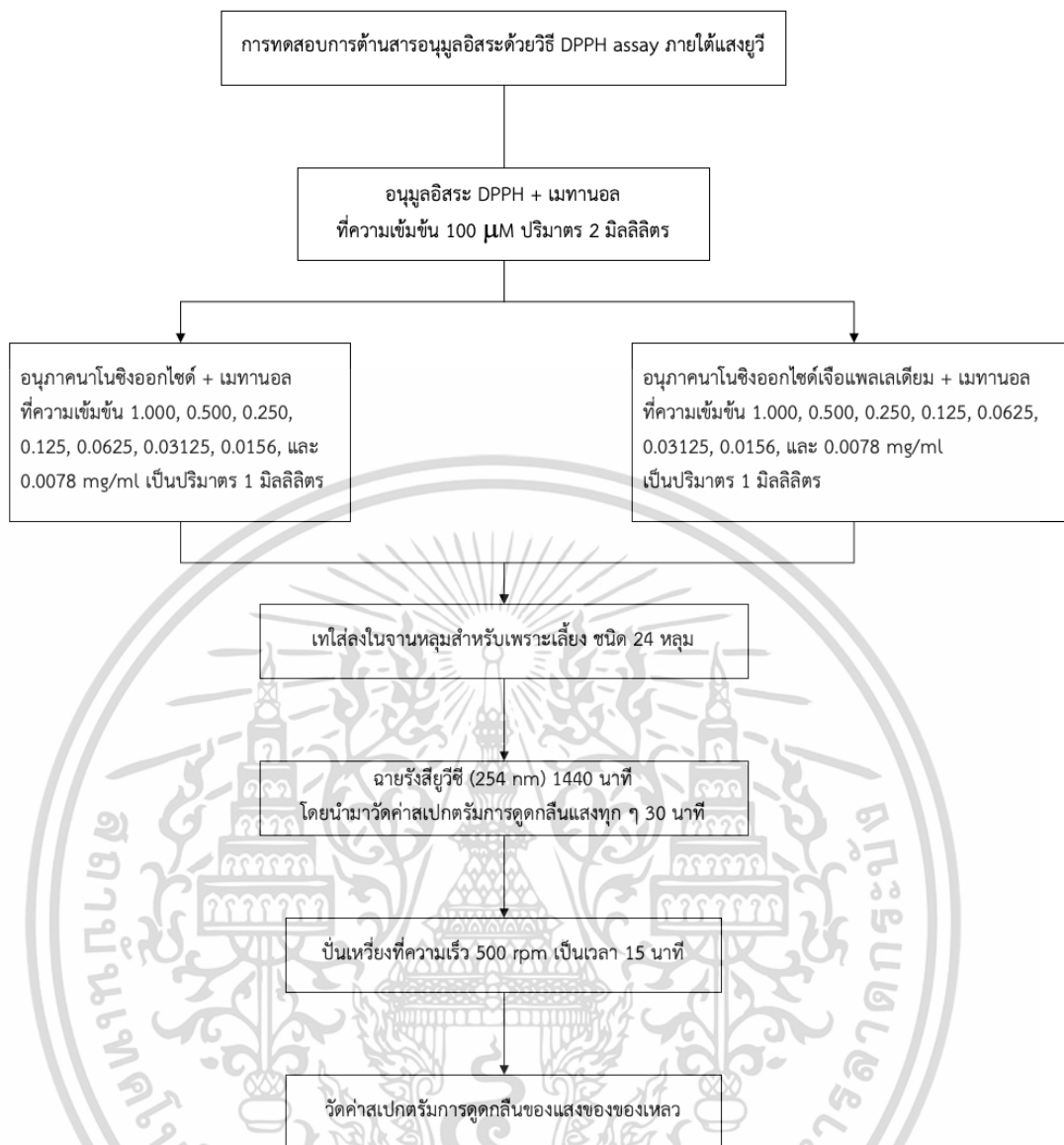
โดยที่ C_{is} คือ ค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH

C_{ss} คือ ค่าความเข้มข้นในสถานะอิ่มตัวของสารละลายอนุมูลอิสระ

DPPH ที่ได้จากกราฟมาตรฐาน

8. สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %Remaining DPPH เทียบกับเวลาที่เกิดปฏิกิริยา เพื่อวิเคราะห์ปริมาณของ DPPH ที่สถานะคงตัว
9. เลือกส่วนที่เป็นเชิงเส้นจากกราฟในข้อ 8 มาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยา (R_s) เทียบกับค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ
10. นำข้อมูลจากกราฟในข้อ 8 มาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %Remaining DPPH ที่สถานะคงตัว เทียบกับค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ เพื่อหาค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระที่ทำให้สารอนุมูลอิสระ DPPH ลดลง 50 % (EC_{50})

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.43 แผนผังแสดงการทดสอบการต้านสารอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

เนื้อหาในบทนี้จะอธิบายถึงผลที่ได้จากการสังเคราะห์และผลของการศึกษาการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม โดยมีเนื้อหาหลักดังนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล

4.2 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

4.3 ผลวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

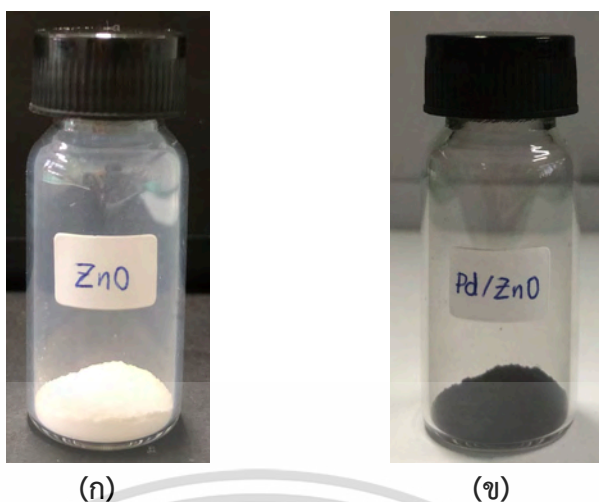
4.4 ผลของการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล

ในงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล โดยใช้สารตั้งต้นเป็น Zinc acetate และ Palladium (II) nitrate dihydrate ในการสังเคราะห์ เป็นปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งมีวิธีการเตรียมดังหัวข้อ 3.2

จากรูปที่ 4.1 (ก) พบว่าลักษณะภายนอกของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นผงละเอียดสีขาว และจากรูปที่ 4.1 (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเป็นผงละเอียดสีเทาดำ

จากตารางที่ 4.1 พบว่าร้อยละที่ได้ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่สังเคราะห์ได้มีค่าประมาณ 80 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้ส่วนที่หายไปอาจเนื่องมาจากสารที่ใช้สังเคราะห์ติดไปกับอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น ปีกเกอร์ หลอดขนาดเล็กสำหรับปั่นเหวี่ยง เป็นต้น จึงทำให้ปริมาณที่สังเคราะห์ได้จริงน้อยกว่าปริมาณจากทางทฤษฎี



รูปที่ 4.1 (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม
สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล - เจล

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบปริมาณอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมในทางทฤษฎีและที่สังเคราะห์ได้จริง

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม (ร้อยละโดยโมล)	ครั้งที่	ปริมาณที่ควรสังเคราะห์ได้ในทางทฤษฎี (กรัม)	ปริมาณที่สังเคราะห์ได้จริง (กรัม)	คิดเป็นร้อยละ
0	1	0.6103	0.5041	82.6
	2	0.6103	0.4647	76.1
	3	0.6103	0.4265	69.9
3.0	1	0.6350	0.5731	90.3
	2	0.6350	0.5460	86.0
	3	0.6350	0.5406	85.1

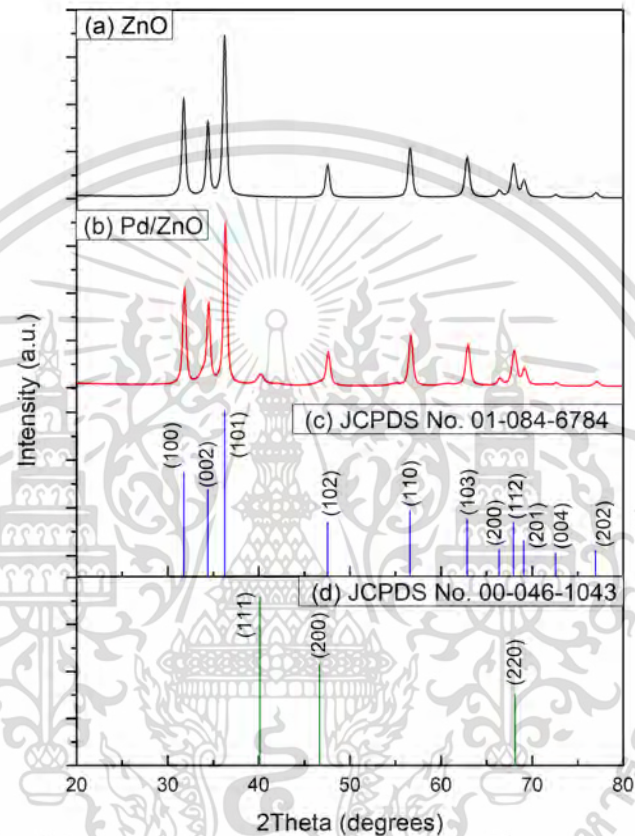
4.2 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เพื่อตรวจสอบรูปร่างและโครงสร้างของอนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.1 ผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากนั้นนำข้อมูลที่ได้เปรียบเทียบกับฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Standards (JCPDS files) เพื่อระบุชนิดของสารประกอบดังแสดงในรูปที่ 4.2 และขนาดผลึกของอนุภาคคำนวณจากสมการที่ (2.22)



รูปที่ 4.2 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม เปรียบเทียบกับ JCPDS files

จากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้น มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง 2θ อยู่ที่ตำแหน่งเดียวกัน คือ 31.78° , 33.9° , 36.8° , 47.63° , 56.67° , 62.94° และ 67.98° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (100), (002), (101), (102), (110), (103) และ (112) ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับเฟสของซิงค์ออกไซด์ JCPDS file No. 01-084-6784 ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ตไซต์ (Hexagonal wurtzite) โดยในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม พบพีคที่ตำแหน่ง 2θ คือ 41.12° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (111) ซึ่งระบุได้ว่า เป็นพีคของแพลเลเดียม เมื่อเปรียบเทียบกับ JCPDS file No. 00-046-1043 ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก กล่าวคือแพลเลเดียมถูกเจือลงในอนุภาคซิงค์ออกไซด์ได้จริง และเมื่อคำนวณขนาดของผลึกจากสมการที่ 2.22 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่า อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดผลึกประมาณ 16.32 ± 1.64 นาโนเมตร และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีขนาดประมาณ 20.64 ± 1.0 นาโนเมตร และขนาดของแพลเลเดียมมีขนาด 10.01 ± 0.86 นาโนเมตร ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

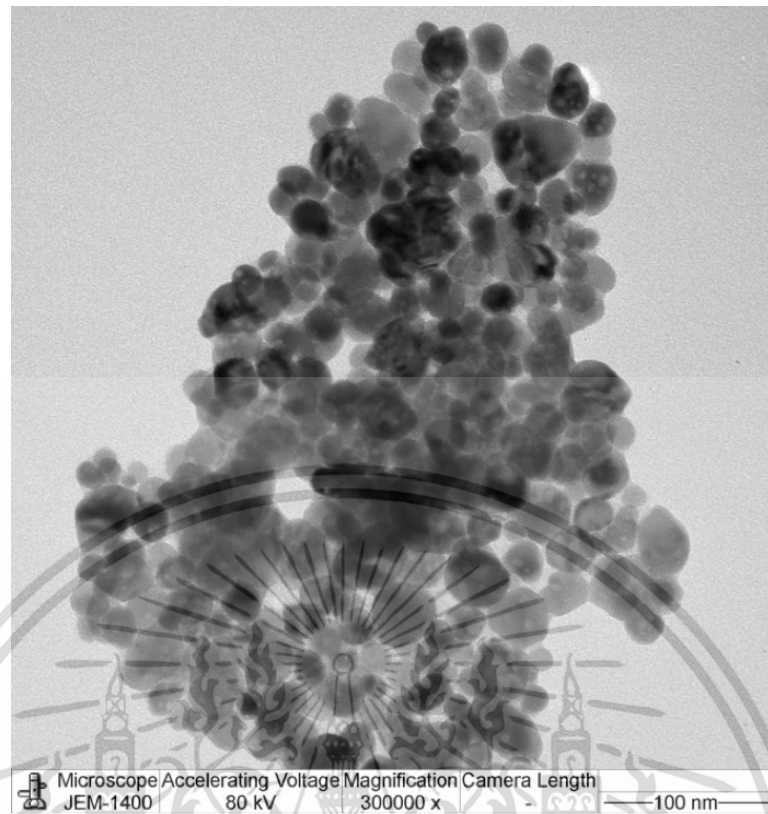
อนุภาคนาโน	ครั้งที่	ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)	ขนาดเฉลี่ยของผลึก (นาโนเมตร)
อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	1	14.442	16.32 ± 1.64
	2	17.076	
	3	17.443	
อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือ แพลเลเดียม	1	21.666	20.64 ± 1.22
	2	19.297	
	3	20.957	
อนุภาคแพลเลเดียม	1	9.125	10.01 ± 0.86
	2	10.05	
	3	10.841	

4.2.2 ผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

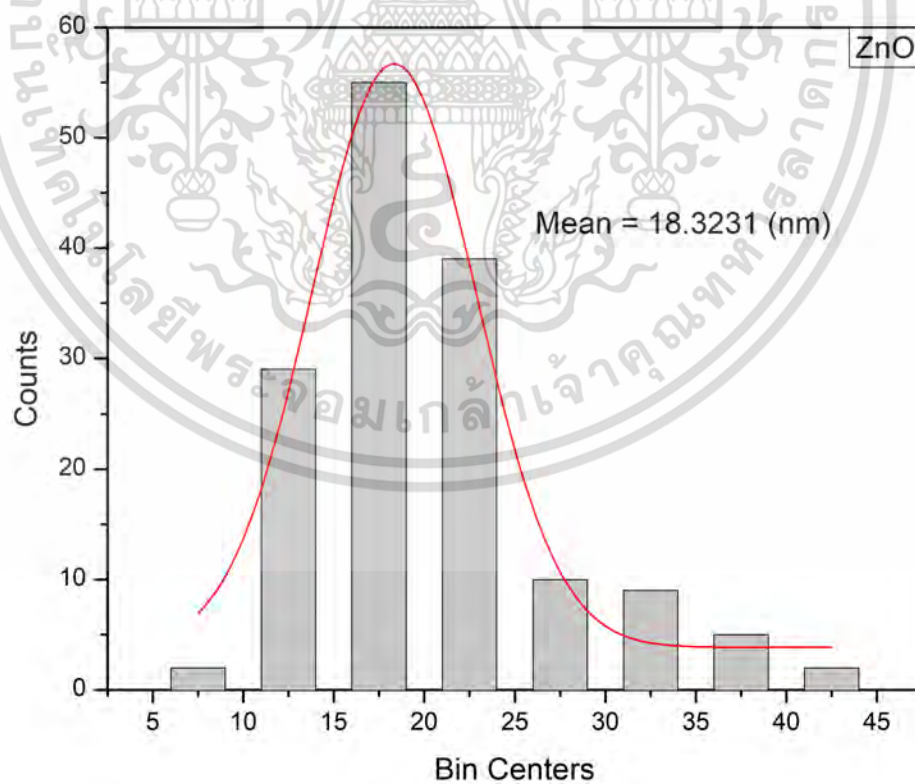
ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เพื่อตรวจสอบขนาดและรูปร่างของอนุภาคสารตัวอย่าง

จากรูปที่ 4.3 พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ส่วนใหญ่มีการกระจายตัวที่ดี เกาะติดกันเป็นกลุ่มก้อน โดยมีรูปร่างแบบเฮกซะโกนอลแบบทรงกลม และใกล้เคียงกับทรงกลม มีขนาดของอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 18.32 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.4

จากรูปที่ 4.5 พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่สังเคราะห์ได้ ส่วนใหญ่มีการกระจายตัวที่ดี เกาะติดกันเป็นกลุ่มก้อน โดยมีรูปร่างแบบเฮกซะโกนอลแบบทรงกลม และใกล้เคียงกับทรงกลม มีขนาดของอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 20.20 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เล็กน้อย แต่ไม่สามารถสังเกตเห็นอนุภาคของแพลเลเดียม อาจเนื่องมาจากขนาดของอนุภาคแพลเลเดียมเล็กเกินไป โดยจากการคำนวณขนาดด้วยสมการที่ 2.22 พบว่าขนาดของอนุภาคแพลเลเดียมมีขนาดเพียง 10.01 ± 0.86 นาโนเมตร

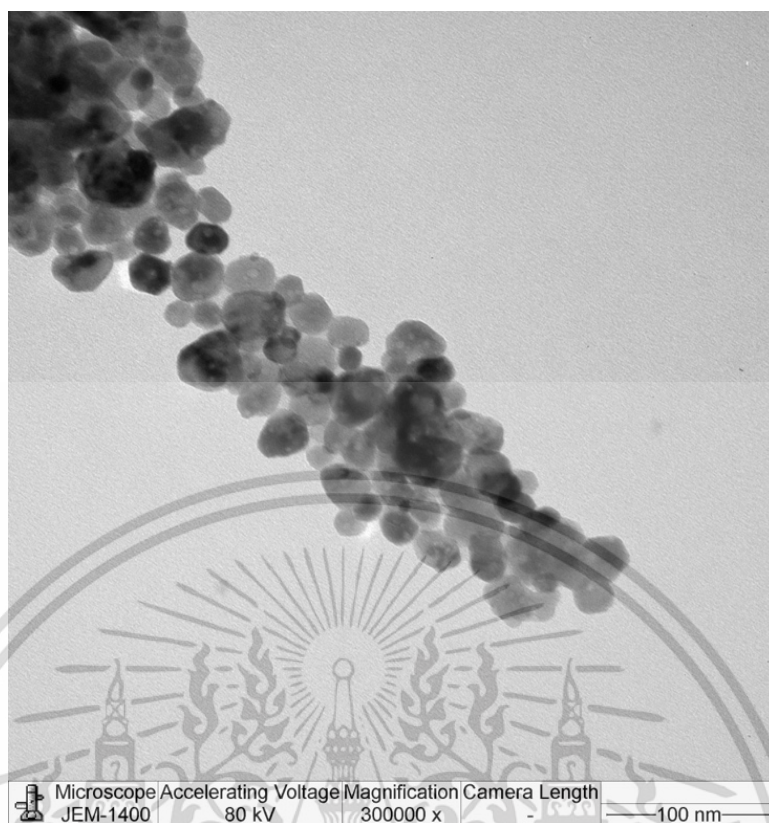


รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

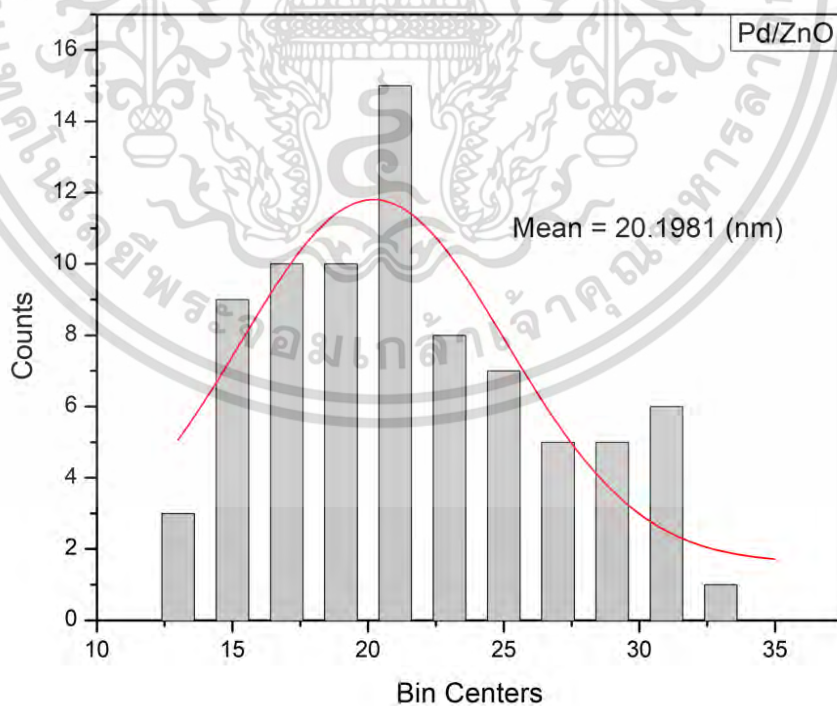


รูปที่ 4.4 กราฟฮิสโทแกรมแสดงการกระจายตัวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

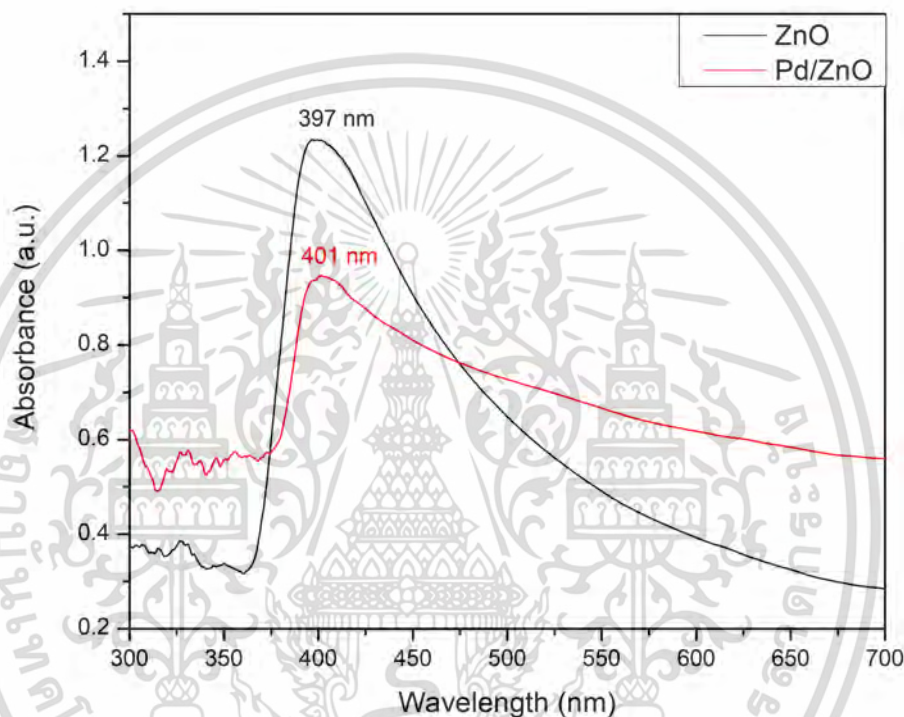


รูปที่ 4.6 กราฟฮิสโทแกรมแสดงการกระจายตัวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ผลวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV – visible spectroscopy; UV-vis) โดยใช้ค่าความเข้มข้นของสารละลายสำหรับการวัดค่าการดูดกลืนแสงเป็นปริมาณเท่ากัน คือ 1 mg/ml แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนและค่าความยาวคลื่นดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

จากรูปที่ 4.7 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีค่าประมาณ 397 และ 401 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยพีคการดูดกลืนแสงมีการขยับไปทาง Red shift ซึ่งส่งผลให้ค่าความกว้างแถบพลังงานเปลี่ยนไปด้วย จากความสัมพันธ์ $E(eV) = \frac{1240}{\lambda_{nm}}$ กล่าวคือ เมื่อความยาวคลื่นของการดูดกลืนมีค่าสูงขึ้น (Red shift) ส่งผลให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานสูงขึ้นเช่นกัน ซึ่งได้ค่าความกว้างแถบพลังงานของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เท่ากับ 3.12 และค่าความกว้างแถบพลังงานของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเท่ากับ 3.09 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงให้เห็นว่า การเจือแพลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ทำให้เกิดการปรับปรุงความกว้างของแถบพลังงานให้มีความลดลง ซึ่งมีแนวโน้มว่า จากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีการดูดกลืนแสงช่วงยูวี ถูกขยับไปให้เกิดการดูดกลืนแสงในช่วงแสงขาวได้ นอกจากนี้ ยัง

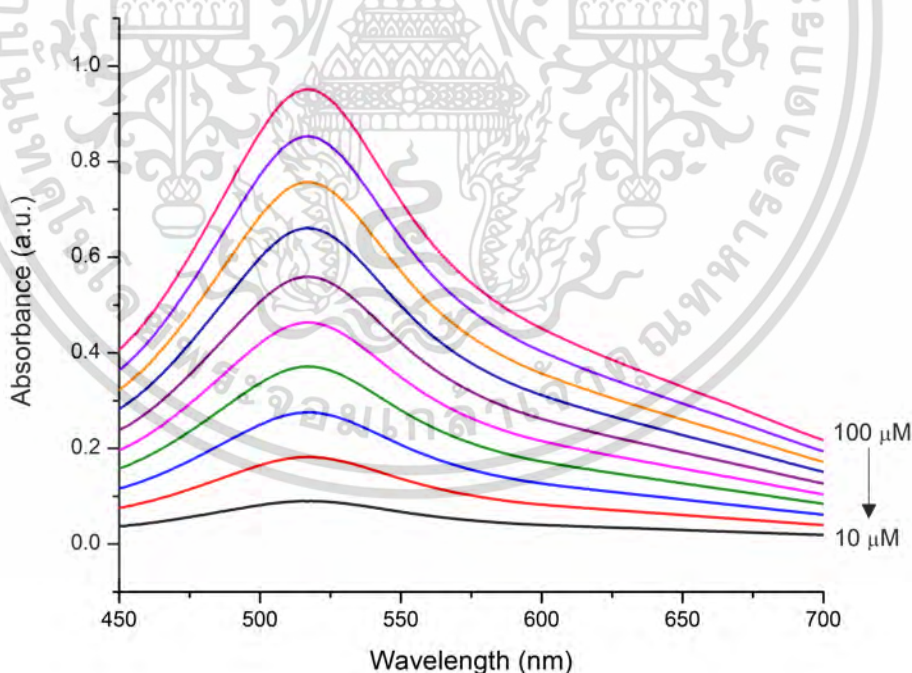
ส่งผลให้ลดปัญหาการรวมตัวกันของกระบวนการโฟโตคะตะลิสซิส ซึ่งเป็นหนึ่งในปัจจัยที่ทำให้ประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระลดลง

4.4 ผลของการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการทดลองประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay โดยใช้สารอนุมูลอิสระเป็น 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) เพื่อทดสอบความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมเปรียบเทียบกับงานวิจัยก่อนหน้า [27] ที่ใช้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในเชิงพาณิชย์

4.4.1 คุณสมบัติทางแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH

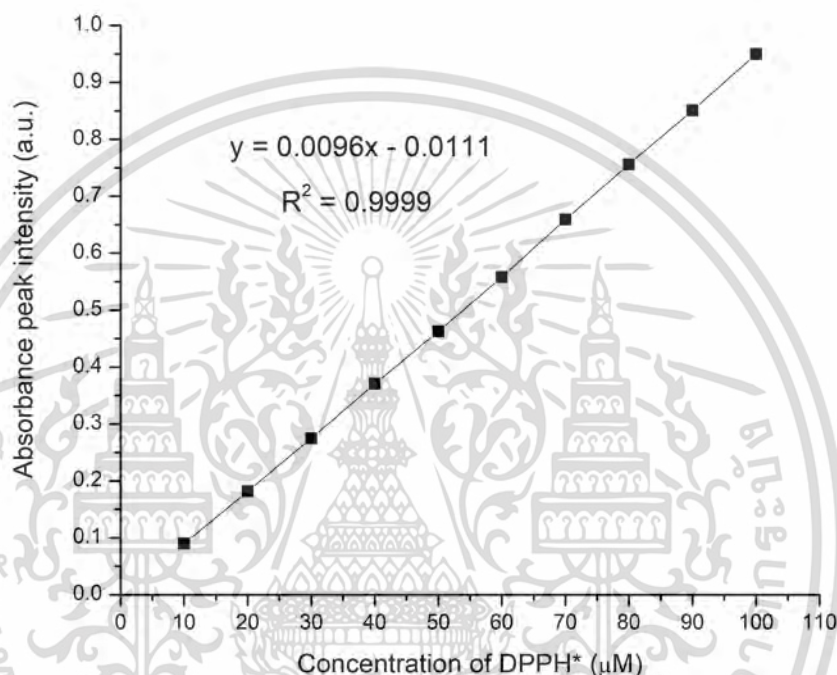
จากการนำสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ถูกปรับความเข้มข้นอย่างเป็นสัดส่วน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) โดยวิธีทำการทดลองแสดงในหัวข้อ 3.3.1 พบว่า ผลการวัดค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ในช่วงความเข้มข้น 10 – 100 μM แสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 10 – 100 μM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.8 พบว่า ที่ความเข้มข้น 100 μM มีค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุด และเมื่อความเข้มข้นต่ำลง ค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงมีค่าต่ำลงอย่างเป็นสัดส่วน แสดงให้เห็นว่าค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH แปรผันตรงกับความเข้มข้นตามกฎของเบียร์ – แลมเบิร์ต (Beer – Lambert law) ซึ่งที่ค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุด เท่ากับ 515 นาโนเมตร และเมื่อนำค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุดของแต่ละความเข้มข้นมาเขียนเป็นกราฟ จะได้กราฟเส้นตรง เป็นกราฟสอบเทียบมาตรฐาน ดังแสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 กราฟสอบเทียบของสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.9 แสดงให้เห็นว่าค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นแบบเชิงเส้นตามความเข้มข้นของสารละลาย โดยมีสมการเส้นตรงของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารอนุมูลอิสระ DPPH กับค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด เป็น $y = 0.0096x - 0.0111$ และมีค่า R^2 เท่ากับ 0.9999 หรือ $C_{DPPH^*} = \frac{Abs_{515nm} + 0.0111}{0.0096}$ ซึ่งนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือ (%Remaining DPPH) และหาค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระที่ทำให้สารอนุมูลอิสระ DPPH ลดลง 50% (EC_{50}) เพื่อนำไปวิเคราะห์ผลต่อไป

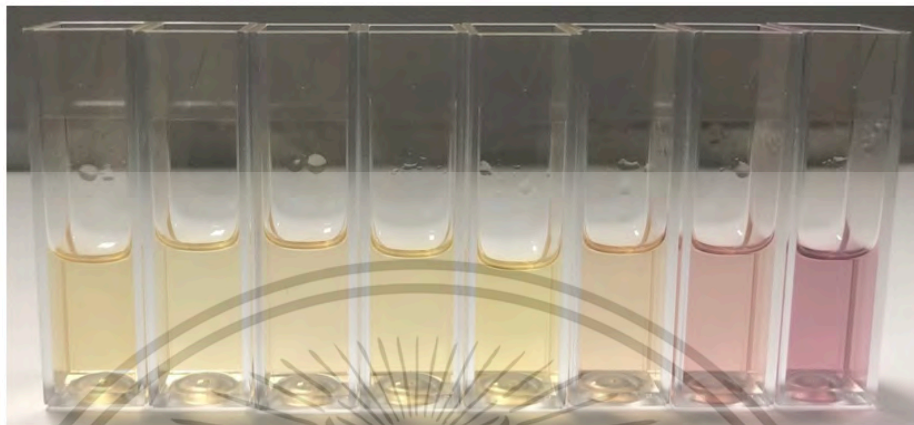
4.4.2 ผลการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระด้วยวิธี DPPH assay

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ทำหน้าที่เป็นสารต้านอนุมูลอิสระ โดยมีอนุมูลอิสระเป็น 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) ในการทดลองจะทิ้งไว้เป็นระยะเวลาหนึ่งภายใต้แสงยูวีจนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว สังเกตได้จากสี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของสารอนุมูลอิสระ DPPH เปลี่ยนจากสีม่วงเป็นสีเหลือง ดังแสดงในรูปที่ 4.10 โดยแสดงเป็นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุดเทียบกับเวลาในรูปที่ 4.11

(ก) A —————→ H

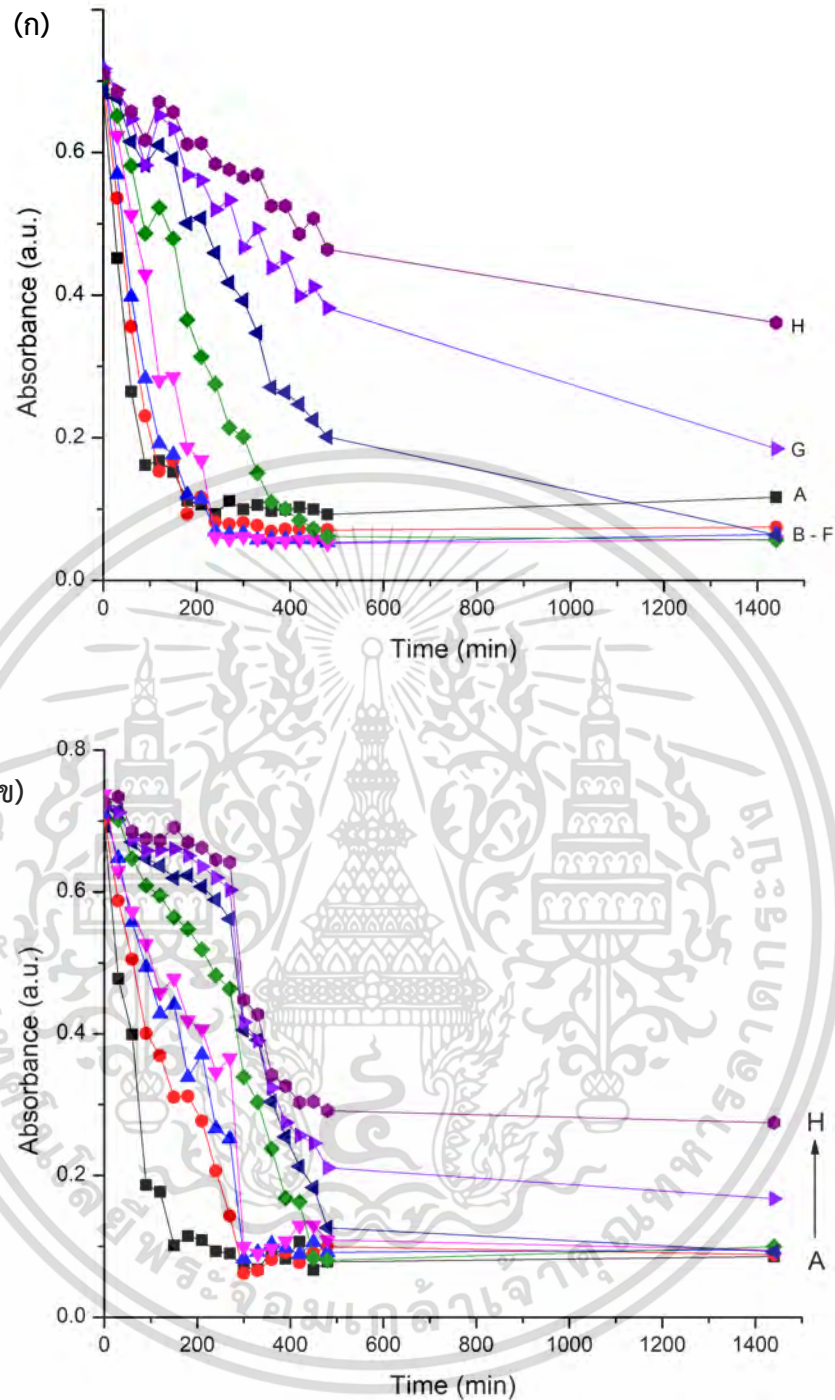


(ข) A —————→ H



รูปที่ 4.10 การเปลี่ยนสีของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้นต่างกันที่เวลา 1440 นาที โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

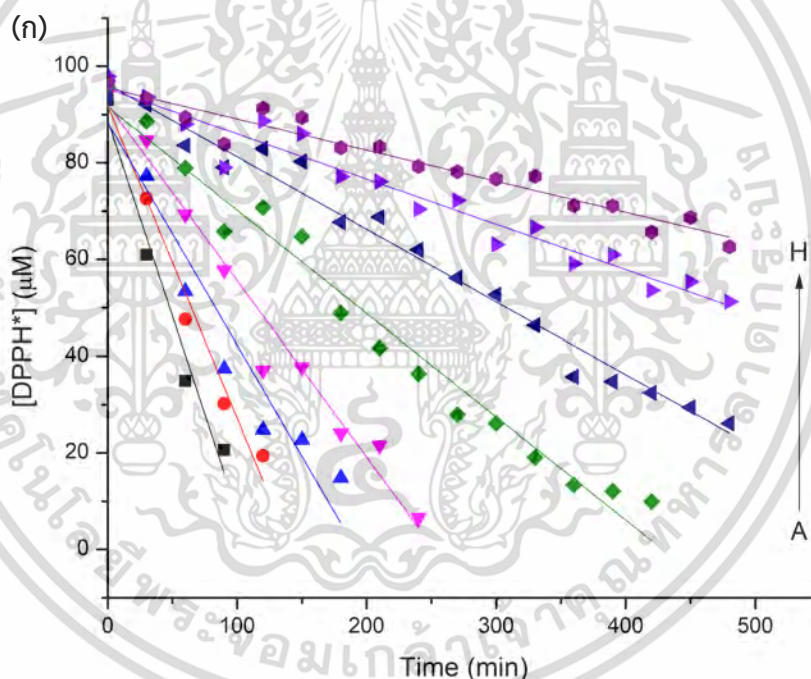


รูปที่ 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความเข้มข้นต่าง ๆ เทียบกับเวลาของ (ก) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ข) อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่า ความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระทั้งสองแปรผันตรงกับการกำจัดสารอนุมูลอิสระ DPPH โดยสังเกตได้ว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ใช้เวลากำจัดสารเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

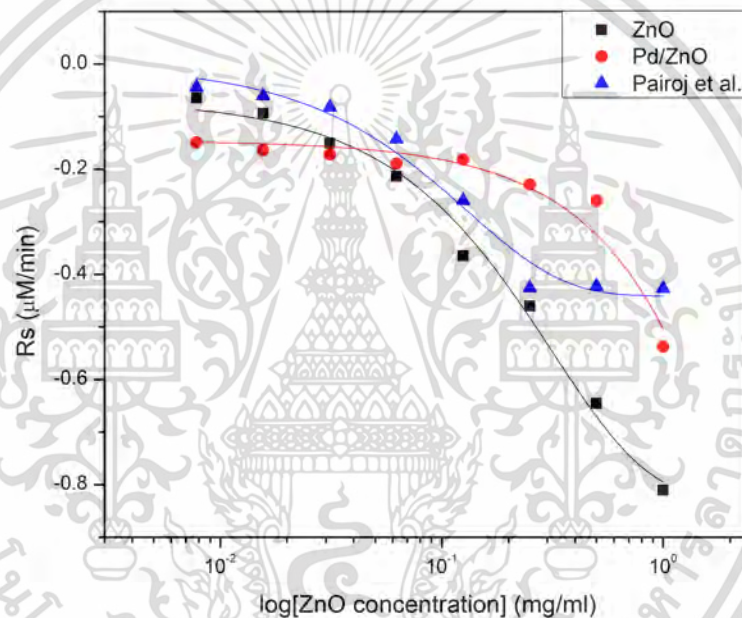
อนุมูลอิสระจนกระทั่งเข้าสู่สถานะคงตัวเริ่มเกิดขึ้นที่เวลา 250 นาที ในขณะที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมใช้เวลาในการกำจัดสารอนุมูลอิสระจนกระทั่งเข้าสู่สถานะคงตัวเร็วกว่า โดยเริ่มเกิดขึ้นที่เวลา 200 นาที ดังนั้นการศึกษาประสิทธิภาพของการต้านสารอนุมูลอิสระจึงพิจารณาการเข้าสู่สถานะคงตัวที่เวลา 1440 นาทีแทน เพื่อหลีกเลี่ยงความผิดพลาดของข้อมูล อีกทั้งยังสามารถใช้เพื่อเปรียบเทียบกับค่าต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ด้วย [27]

นอกจากนี้ ในงานวิจัยของ Jabbari et al. [72] ได้กล่าวถึงการนำส่วนของการกำจัดสารอนุมูลอิสระที่มีการลดลงแบบเชิงเส้นมาวิเคราะห์หาอัตราการเกิดปฏิกิริยา (R_s) หรือค่าความชันของเส้นตรง ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์กำจัดสารอนุมูลอิสระที่มีการลดลงแบบเชิงเส้นเช่นเดียวกัน ทั้งของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ แสดงในรูปที่ 4.12(ก) และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม แสดงในรูปที่ 4.12(ข) ปรากฏว่าได้สมการเส้นตรงและค่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาดังแสดงในตารางที่ 4.3



รูปที่ 4.12 (ก) กราฟแสดงค่าความเข้มข้นของสารอนุมูลอิสระ DPPH* เทียบกับเวลา ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ

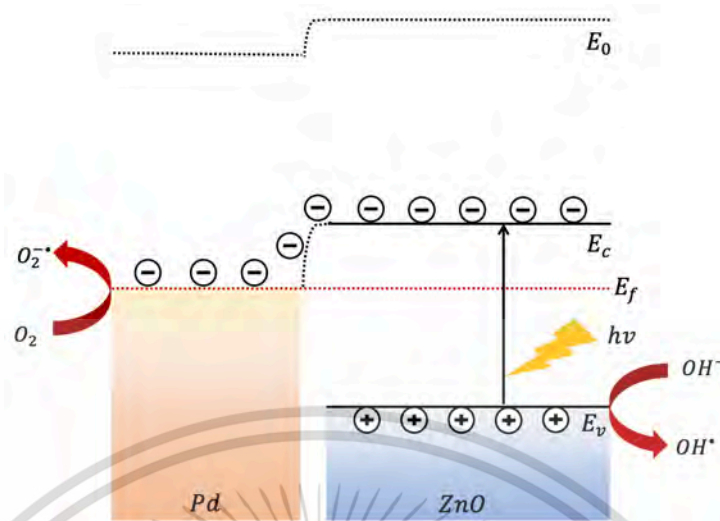
เมื่อนำค่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาของทั้งอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม มาสร้างกราฟเทียบกับความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.13 พบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เมื่อค่าความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ซึ่งแนวโน้มของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นเองคล้ายกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในเชิงพาณิชย์ แต่อัตราการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในเชิงพาณิชย์นั้น เข้าสู่สภาวะคงที่เมื่อค่าความเข้มข้นของสารละลายมากกว่า 0.25 mg/ml ในขณะที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นยังคงสามารถกำจัดสารอนุมูลอิสระได้ แม้ว่าความเข้มข้นจะสูงถึง 1 mg/ml และมีแนวโน้มว่าหากทำการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระที่ความเข้มข้นสูงกว่า 1 mg/ml อาจทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเข้าสู่สภาวะคงที่เช่นเดียวกัน แต่อย่างไรก็ตามยังคงต้องทำการศึกษาเพิ่มเติมต่อไป



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงอัตราการเกิดปฏิกิริยาเทียบกับค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ

ในทางกลับกันพบว่า ที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ เราจะเห็นว่าการมีอยู่ของแพลเลเดียม ช่วยให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาดีกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ เนื่องจาก การปรับปรุงความกว้างของแถบพลังงานด้วยการเจือแพลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ทำให้ค่าความกว้างของแถบพลังงานลดลงจาก 3.12 eV เป็น 3.09 eV สามารถลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอนและโฮลอิสระของกระบวนการโฟโตคะตะลิสซิสภายใต้แสงยูวีได้ ทำให้คู่อิเล็กตรอนและโฮลอิสระนี้มีโอกาสเปลี่ยนไฮดรอกซิลไอออน (OH^-) ให้เป็นไฮดรอกซิลอนุมูลอิสระ (OH^\bullet) และเปลี่ยนโมเลกุลออกซิเจน (O_2) ให้เป็นซูเปอร์ออกไซด์ ($O_2^{\bullet-}$) หรืออนุมูลอิสระไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (HO_2^\bullet) ซึ่งเป็น Reactive oxygen species (ROS) เข้าทำลายสารอนุมูลอิสระ DPPH ได้ดีกว่าสารต้านอนุมูลอิสระอื่น ๆ [3, 55 - 58, 73] ดังแสดงในรูปที่ 4.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



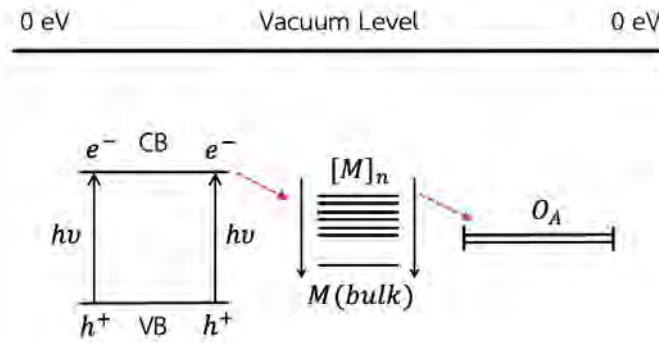
รูปที่ 4.14 กลไกการเพิ่มคู่อิเล็กตรอนและไฮดรอกซิลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

แต่อย่างไรก็ตาม ที่ความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมสูงกว่า 0.625 mg/ml พบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาไม่ดีขึ้น เป็นผลมาจาก 2 สาเหตุ ดังนี้

1. เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมสูงเกินไป ทำให้ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของแพลเลเดียมลดลง เนื่องจากระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของแพลเลเดียมมีค่าต่ำกว่าระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของออกซิเจน ออกซิเจนจะไม่สามารถรับอิเล็กตรอนผ่านทางแพลเลเดียมได้ แต่ทำให้อิเล็กตรอนและไฮดรอกซิลอิสระจะเกิดการรวมตัวกันอีกครั้งที่พลังงานต่ำกว่าแทน จึงกล่าวได้ว่า เมื่อความเข้มข้นของการเจือแพลเลเดียมในปริมาณที่สูงเกินไปทำให้ความสามารถของการเร่งปฏิกิริยาดำเนินไปด้วยแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ลดลง จึงสังเกตเห็นได้ว่าที่ความเข้มข้นน้อย ๆ อาจมีปริมาณของแพลเลเดียมน้อยกว่า ทำให้ออกซิเจนสามารถรับอิเล็กตรอนผ่านทางแพลเลเดียมได้ เนื่องจากระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของแพลเลเดียมมีค่าสูงกว่าระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของออกซิเจนแต่ต่ำกว่าระดับพลังงานแถบนำของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.15 [74]
2. เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมสูงเกินไป ทำให้อนุภาคของแพลเลเดียมครอบคลุมพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มากเกินไป ซึ่งจะลดปริมาณของแสงที่จะเข้าไปถึงพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ส่งผลให้เกิดจำนวนของคู่อิเล็กตรอนและไฮดรอกซิลอิสระลดลง [75, 76]

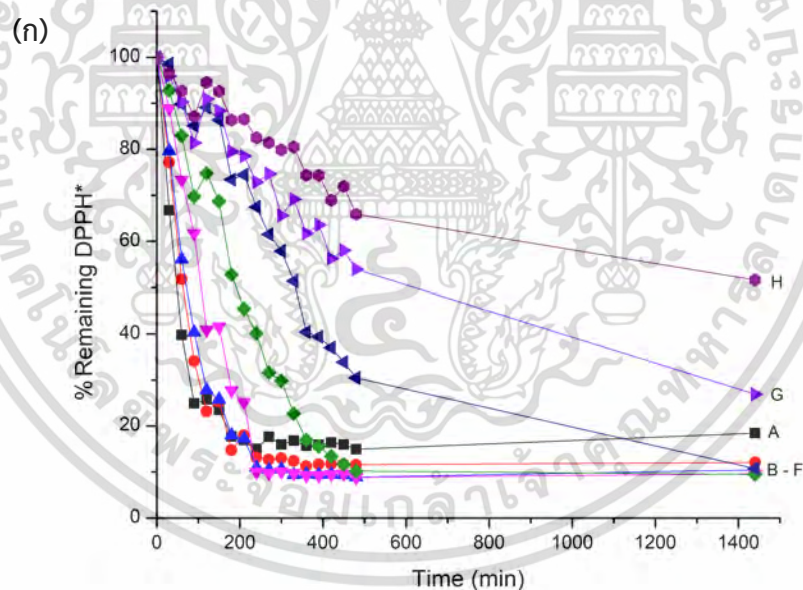
จากสาเหตุที่กล่าวมาข้างต้น บ่งบอกได้ว่าหากลดค่าความเข้มข้นในการเจือแพลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์อาจมีผลที่ดีกว่า อย่างไรก็ตามยังคงต้องทำการศึกษาเพิ่มเติมต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



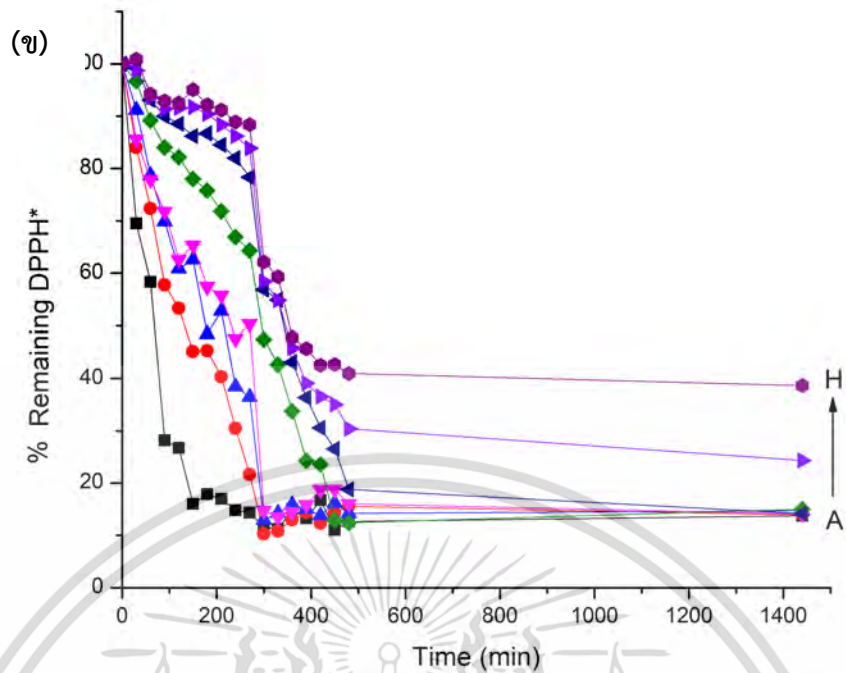
รูปที่ 4.15 การถ่ายเทพะจูลีเล็กตรอนจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ไปสู่ออกซิเจนโดยผ่านโลหะ (แพลเลเดียม) ที่เคลือบอยู่ที่ผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ [74]

จากค่าสเปกตรัมการดูดกลืนแสงในรูปที่ 4.11 แสดงถึงสารอนุมูลอิสระ DPPH คงเหลืออยู่ในการวัดค่าสเปกตรัมที่เวลาต่าง ๆ ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนสีของสารอนุมูลอิสระ DPPH จากสีม่วงเป็นสีเหลือง เมื่อแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือเทียบกับเวลาของการทำปฏิกิริยา ดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 (ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือเทียบกับเวลาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.16 (ข) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือเทียบกับเวลาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม โดยที่ A, B, C, D, E, F, G, และ H แสดงถึงความเข้มข้น 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, และ 0.0078 mg/ml ตามลำดับ

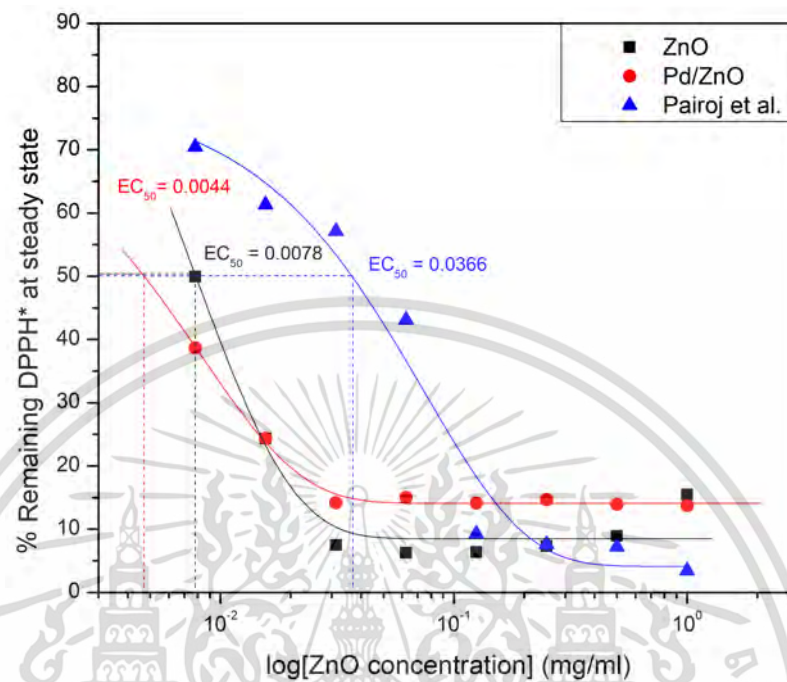
ซึ่งในทางชีวภาพ ประสิทธิภาพของการต้านสารอนุมูลอิสระบ่งบอกได้ในรูปแบบของค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระที่ทำให้สารอนุมูลอิสระ DPPH ลดลง 50% (EC_{50}) กล่าวได้ว่า ค่า EC_{50} ที่มีค่าน้อยกว่า (ค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระต่ำ) แสดงถึงประสิทธิภาพการต้านสารอนุมูลอิสระที่ดีกว่า (กำจัดอนุมูลอิสระได้ดี) โดยแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือ ณ สถานะคงตัว เทียบกับค่าความเข้มข้นของสารต้านอนุมูลอิสระ ดังแสดงในรูปที่ 4.17 และค่า EC_{50} ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบเชิงพาณิชย์ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม มีค่า 0.0366, 0.0078 และ 0.0044 mg/ml ตามลำดับ โดยอันดับของการกำจัดสารอนุมูลอิสระ DPPH ภายใต้แสงยูวีของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ คือ Pd/ZnO > ZnO > Commercial ZnO

เมื่อนำมาเปรียบเทียบกัน พบว่า ภายใต้แสงยูวี การกำจัดสารอนุมูลอิสระ DPPH ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม (Pd/ZnO) มีประสิทธิภาพมากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) ประมาณ 8.3 เท่า และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) มีประสิทธิภาพมากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) ประมาณ 4.7 เท่า ในขณะที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม (Pd/ZnO) มีประสิทธิภาพ

มากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ประมาณ 1.6 เท่า ดังนั้นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม (Pd/ZnO) มีประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระที่ดีกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) อย่างชัดเจน

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แพลเลเดียม (Pd/ZnO) เป็นสารต้านอนุมูลอิสระที่ดีที่สุด และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) มีประสิทธิภาพในการต้านอนุมูลอิสระต่ำที่สุด



รูปที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์ของสารอนุมูลอิสระ DPPH ที่คงเหลือ ณ สถานะคงตัว เทียบกับเวลาของสารต้านอนุมูลอิสระ

จากที่กล่าวมาข้างต้น ความสามารถในการกำจัดสารอนุมูลอิสระที่ดีขึ้น เกิดจากการเจือแพลเลเดียมลงบนอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ทำให้เกิดการปรับปรุงความกว้างแถบพลังงาน เพื่อลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอน - โฮล ซึ่งเป็นปัญหาหลักของกระบวนการโฟโตคะตะลิสซิส นอกจากนี้ ความสามารถในการกำจัดสารอนุมูลอิสระยังขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคอีกด้วย เนื่องจากขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าจะมีอัตราพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง ซึ่งเพิ่มพื้นที่สัมผัสกับอนุมูลอิสระเพิ่มขึ้น นำไปสู่การกำจัดสารอนุมูลอิสระที่ดีกว่า ซึ่งขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์มีค่าประมาณ 18 นาโนเมตร และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีค่าประมาณ 20 นาโนเมตร แต่ในขณะที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์มีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร ทำให้อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมมีประสิทธิภาพในการกำจัดสารอนุมูลอิสระ DPPH ได้ดีกว่า

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของการกำจัดสารอนุมูลอิสระ ด้วยการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล - เจล ทำให้มีขนาดที่เล็กลง และปรับปรุงความกว้างแถบพลังงานด้วยการเจือปนแอลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนหลัก ๆ คือ 1. การสังเคราะห์และวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาและแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล 2. การทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียมเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ โดยผลการวิจัยสามารถสรุปตามหัวข้อได้ดังนี้

5.1.1 สรุปผลการสังเคราะห์และวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาและแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียม มีขนาดของอนุภาคใกล้เคียงกันประมาณ 18 นาโนเมตร และ 20 นาโนเมตร ตามลำดับ อนุภาคมีลักษณะใกล้เคียงทรงกลม มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซต์ (Hexagonal wurtzite) พบค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียมมีค่าประมาณ 397 และ 401 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยพีคการดูดกลืนแสงมีการขยับไปทาง red shift ซึ่งได้ค่าความกว้างแถบพลังงาน เท่ากับ 3.12 และ 3.09 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า การเจือปนแอลเลเดียมลงในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ทำให้เกิดการปรับปรุงความกว้างของแถบพลังงานให้มีค่าลดลงเพื่อลดปัญหาการรวมตัวกันของกระบวนการโฟโตคะตะลิสซิส

5.1.2 สรุปผลการทดสอบการต้านอนุมูลอิสระของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียมเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์

ประสิทธิภาพการต้านอนุมูลอิสระของสารต้านอนุมูลอิสระสองตัว คือ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียม โดยมีอนุมูลอิสระเป็น 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) ทดลองด้วยวิธี DPPH assay ภายใต้แสงยูวี พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแอลเลเดียม (Pd/ZnO) เป็นสารต้านอนุมูลอิสระที่ดีที่สุด ซึ่งมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประสิทธิภาพมากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) ประมาณ 8.3 เท่า และมีประสิทธิภาพมากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ประมาณ 1.6 เท่า ในขณะที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) มีประสิทธิภาพมากกว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ (Commercial ZnO) ประมาณ 4.7 เท่า เนื่องจากการเจือปนของแพลเลเดียมลงบนอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ทำให้ลดการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอน – โฮลอิสระ ซึ่งเป็นปัญหาหลักของการลดลงของกระบวนการโฟโตคะตะลิซิส นอกจากนี้ ขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าจะมีอัตราพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง ซึ่งเพิ่มพื้นที่สัมผัสกับอนุมูลอิสระเพิ่มขึ้น นำไปสู่การกำจัดสารอนุมูลอิสระที่ดีกว่า และด้วยคุณสมบัติของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ภายใต้แสงยูวี ทำให้เกิดกระบวนการโฟโตคะตะลิซิส กระตุ้นให้เกิดการสร้าง Reactive oxygen species (ROS) เข้าทำลายสารอนุมูลอิสระ DPPH แต่อย่างไรก็ตาม ที่ความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแพลเลเดียมสูง ๆ จะเกิดปฏิกิริยาได้ไม่ดinkin เนื่องจาก เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือปนแพลเลเดียมสูงเกินไป ทำให้ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของแพลเลเดียมมีค่าต่ำกว่าระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของออกซิเจน ออกซิเจนจะไม่สามารถรับอิเล็กตรอนผ่านทางแพลเลเดียมได้ และทำให้อนุภาคของแพลเลเดียมครอบคลุมพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มากเกินไป ซึ่งจะลดปริมาณของแสงที่จะเข้าไปถึงพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ส่งผลให้การทำลายอนุมูลอิสระลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) งานวิจัยนี้เป็นการทดสอบกับสารอนุมูลอิสระเท่านั้น ดังนั้นงานวิจัยนี้สามารถนำไปวิจัยในด้านการแพทย์ได้ เช่น ทดลองใช้กับเซลล์มะเร็ง
- 2) อาจทำการเจือปนแพลเลเดียมที่ความเข้มข้นน้อยกว่านี้ เพื่อเปรียบเทียบความสามารถในการทำลายสารอนุมูลอิสระ
- 3) อาจเจือปนชนิดอื่นที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับแพลเลเดียม เช่น ทอง เงิน เป็นต้น เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารอนุมูลอิสระ
- 4) ควรเตรียมสารเพื่อใช้สำหรับหนึ่งวันเท่านั้น ไม่ควรเตรียมสารทิ้งไว้ เพราะอาจส่งผลต่อการวัดและวิเคราะห์

เอกสารอ้างอิง

- [1] นาโนเทคโนโลยี. [online]. 2 ธันวาคม 2563.
Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/นาโนเทคโนโลยี>
- [2] Devi, P. Geetha, and A. Sakthi Velu. 2016. "Synthesis, structural and optical properties of pure ZnO and Co doped ZnO nanoparticles prepared by the co-precipitation method." *Journal of Theoretical and Applied Physics* 10(3) : 233-240.
- [3] Chang, Y., Xu, J., Zhang, Y., Ma, S., Xin, L., Zhu, L., Xu, C. 2009. "Optical properties and photocatalytic performances of Pd modified ZnO samples." *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(43) : 18761-18767.
- [4] Chitradevi, Thangaraju, A. Jestin Lenus, and N. Victor Jaya. 2019. "Structure, morphology and luminescence properties of sol-gel method synthesized pure and Ag-doped ZnO nanoparticles." *Materials Research Express* 7(1) : 015011.
- [5] Teoh, Wey Yang, Rose Amal, and Lutz Mädler. 2010 "Flame spray pyrolysis: An enabling technology for nanoparticles design and fabrication." *Nanoscale* 2(8) : 1324-1347.
- [6] Prasad, Sudha, et al. 2018. "Engineered nanomaterials: nanofabrication and surface functionalization." *Emerging Applications of Nanoparticles and Architecture Nanostructures*. Elsevier : 314.
- [7] MODAN, Ecaterina Magdalena, and Adriana Gabriela PLĂIAȘU. (2020) "Advantages and disadvantages of chemical methods in the elaboration of nanomaterials." *The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati. Fascicle IX, Metallurgy and Materials Science* 43(1) : 53-60.
- [8] ดร.สิทธิสุนทร สุโพธิณะ. 2543. "การเตรียมผงเซรามิกส์โดยวิธีทางเคมี ตอนที่ 1." *Advanced ceramics*. : 51-55
- [9] Vaseem, Mohammad, Ahmad Umar, and Yoon-Bong Hahn. 2010. "ZnO nanoparticles: growth, properties, and applications." *Metal oxide nanostructures and their applications* 5(1) : 10-20.
- [10] Djurišić, A. B., Chen, X., Leung, Y. H., Ng, A. M. C. 2012. "ZnO nanostructures: growth, properties and applications". *Journal of Materials Chemistry*, 22(14) : 6526-6535.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [11] Rahman, F. 2019. "Zinc oxide light-emitting diodes: a review." *Optical Engineering*, 58(1) : 010901.
- [12] Bhati, Vijendra Singh, Mirabbos Hojamberdiev, and Mahesh Kumar. 2020. "Enhanced sensing performance of ZnO nanostructures-based gas sensors: A review." *Energy Reports* 6 : 46-62.
- [13] Shashanka, R., Esgin, H., Yilmaz, V. M., Caglar, Y. 2020. "Fabrication and characterization of green synthesized ZnO nanoparticle based dye-sensitized solar cells." *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 5(2) : 185-191.
- [14] Narayana, A., Bhat, S. A., Fathima, A., Lokesh, S. V., Surya, S. G., Yelamaggad, C. V. 2020. Green and low-cost synthesis of zinc oxide nanoparticles and their application in transistor-based carbon monoxide sensing. *RSC Advances*, 10(23) : 13532-13542.
- [15] Awan, F., Islam, M. S., Ma, Y., Yang, C., Shi, Z., Berry, R. M., & Tam, K. C. 2018. "Cellulose nanocrystal-ZnO nanohybrids for controlling photocatalytic activity and UV protection in cosmetic formulation." *ACS omega*, 3(10) : 12403-12411.
- [16] Nguyen, N. T., Nguyen, T. M. N., Le, N. T., & Le, T. K. 2020. "Suppressing the photocatalytic activity of ZnO nanoparticles by Al-doping for the application in sunscreen products." *Materials Technology*, 35(6) : 349-355.
- [17] Mishra, P. K., Mishra, H., Ekielski, A., Talegaonkar, S., Vaidya, B. 2017. "Zinc oxide nanoparticles: a promising nanomaterial for biomedical applications." *Drug discovery today*, 22(12) : 1825-1834.
- [18] Martínez-Carmona, M., Gun'ko, Y., Vallet-Regí, M. 2018. "ZnO nanostructures for drug delivery and theranostic applications." *Nanomaterials*, 8(4) : 268.
- [19] da Silva, B. L., Caetano, B. L., Chiari-Andréo, B. G., Pietro, R. C. L. R., Chiavacci, L. A. 2019. "Increased antibacterial activity of ZnO nanoparticles: Influence of size and surface modification." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 177 : 440-447.
- [20] **CFR – Code of Federal Regulation Title 21.** [online]. 12 พฤษภาคม 2565.
Available : <https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/CFRSearch.cfm?fr=73.1991&SearchTerm=zinc%20oxide>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [21] Rasmussen, J. W., Martinez, E., Louka, P., Wingett, D. G. 2010. "Zinc oxide nanoparticles for selective destruction of tumor cells and potential for drug delivery applications." *Expert opinion on drug delivery*, 7(9) : 1063-1077.
- [22] Bisht, G., Rayamajhi, S. 2016. "ZnO nanoparticles: a promising anticancer agent." *Nanobiomedicine*, 3(Godište 2016), 3-9.
- [23] ศุภมาส ตำนวิททยากุล. 2556. **ซิงค์ออกไซด์กับการบำบัดน้ำเสียปนเปื้อนสีย้อมผ้า.** ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ.
- [24] Thurber, A., Wingett, D. G., Rasmussen, J. W., Layne, J., Johnson, L., Tenne, D. A., ... & Punnoose, A. 2012. "Improving the selective cancer killing ability of ZnO nanoparticles using Fe doping." *Nanotoxicology*, 6(4) : 440-452.
- [25] Sani, A., Cao, C., Cui, D. 2021. "Toxicity of gold nanoparticles (AuNPs): A review." *Biochemistry and biophysics reports*, 26 : 100991.
- [26] Jaswal, T., & Gupta, J. 2021. "A review on the toxicity of silver nanoparticles on human health." *Materials Today: Proceedings*.
- [27] Lin, W. H., Chiu, Y. H., Shao, P. W., Hsu, Y. J. 2016. "Metal-particle-decorated ZnO nanocrystals: photocatalysis and charge dynamics." *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(48) : 32754-32763.
- [28] Pairoj, S., Damrongsak, P., Damrongsak, B., Jinawath, N., Kaewkhaw, R., Leelawattananon, T., Locharoenrat, K. 2019. "Antiradical properties of chemo drug, carboplatin, in cooperation with ZnO nanoparticles under UV irradiation in putative model of cancer cells." *Biocybernetics and Biomedical Engineering*, 39(3) : 893-901.
- [29] N. Taniguchi, 1974. "On the Basic Concept of 'Nano-Technology'," Proc. Intl. Conf. Prod. Eng. Tokyo, Part II, Japan Society of Precision Engineering.
- [30] Nunes, D., Pimentel, A., Santos, L., Barquinha, P., Pereira, L., Fortunato, E., & Martins, R. (2018). "Metal oxide nanostructures: Synthesis, properties and applications." *Elsevier*. : 1-19
- [31] Baig, N., Kammakakam, I., Falath, W. 2021. "Nanomaterials: A review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges." *Materials Advances*, 2(6) : 1821-1871.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [32] สุเมธา สุวรรณบุรณ์. (2555). การสังเคราะห์และสมบัติของวัสดุนาโน. สงขลา: ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- [33] **ซิงค์ออกไซด์**. [online]. 26 พฤศจิกายน 2563.
Available : http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide
- [34] **นาโนซิงค์ออกไซด์**. [online]. 26 พฤศจิกายน 2563.
Available : http://www.chemtrack.org/NewsDetail.asp?TID=5&ID=6&fbclid=IwAR2ixIkUsg-fHGoWUJS8_ZzTH1mT1zPt9XEa-fV1YMU48XedSqVBewUxp2k
- [35] **แพลเลเดียม**. [online]. 26 พฤศจิกายน 2563.
Available : <https://th.m.wikipedia.org/wiki/แพลเลเดียม>
- [36] ธิติพันธ์ ทองเต็ม. 2561. กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน. เชียงใหม่: คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [37] **Sol-gel process**. [online]. 23 มิถุนายน 2565.
Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Sol-gel_process
- [38] ดร.อริป สกฤตผ็อก. **อนุโมลิสระและสารต้านอนุโมลิสระ**.
- [39] บุหรีน พันธุ์สุวรรณค์. 2556. “อนุโมลิสระ สารต้านอนุโมลิสระ และการวิเคราะห์ฤทธิ์ต้านอนุโมลิสระ.” *วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี*. 21(3) : 275-286.
- [40] **สารอนุโมลิสระ**. [online]. 12 พฤษภาคม 2565.
Available : https://bangkokhatyai.com/en/medical_services/article_detail/50/359/สารอนุโมลิสระ-คือ
- [41] ปรียานนท์ บัวสด. 2549. “การตรวจสอบความสามารถในการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของเครื่องตีหมาโดยวิธีไซคลิกโวลแทมเมตรี.” *ปริญญาวิทยาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยศิลปากร*.
- [42] ศุภฤกษ์ เห็นประเสริฐแท้. 2555. **ทำไมต้องมีเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction)**. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ.
- [43] **Angle Bragg's Law Bragg Diffraction Wavelength**. [online]. 12 พฤษภาคม 2565.
Available : <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>
- [44] วิศิษฎ์พงศ์ ยอดศรี. 2557. **การทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน**. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [45] SEM vs TEM. [online]. 12 พฤษภาคม 2565.
Available : https://favpng.com/png_view/angle-angle-braggs-law-bragg-diffraction-wavelength-png/
- [46] กฎของเบียร์-แลมเบิร์ต. [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : https://il.mahidol.ac.th/e-media/color-light/page2_2.html
- [47] Rani, S., Suri, P., Shishodia, P. K., Mehra, R. M. 2008. "Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol-gel route for dye-sensitized solar cells." *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92(12) : 1639-1645.
- [48] Alias, S. S., Ismail, A. B., & Mohamad, A. A. 2010. "Effect of pH on ZnO nanoparticle properties synthesized by sol-gel centrifugation." *Journal of Alloys and Compounds*, 499(2) : 231-237.
- [49] Ashraf, R., Riaz, S., Kayani, Z. N., Naseem, S. 2015. "Effect of Calcination on properties of ZnO nanoparticles." *Materials Today: Proceedings*, 2(10) : 5468-5472.
- [50] Kayani, Z. N., Saleemi, F., Batool, I. 2015. "Effect of calcination temperature on the properties of ZnO nanoparticles." *Applied Physics A*, 119(2), 713-720.
- [51] Kayani, Z. N., Saleemi, F., Batool, I. 2015. "Synthesis and characterization of ZnO nanoparticles." *Materials Today: Proceedings*, 2(10), 5619-5621.
- [52] Balcha, A., Yadav, O. P., Dey, T. 2016. "Photocatalytic degradation of methylene blue dye by zinc oxide nanoparticles obtained from precipitation and sol-gel methods." *Environmental Science and Pollution Research*, 23(24) : 25485-25493.
- [53] Nagaraju, G., Shivaraju, G. C., Banuprakash, G., Rangappa, D. 2017.
"Photocatalytic activity of ZnO nanoparticles: synthesis via solution combustion method." *Materials Today: Proceedings*, 4(11) : 11700-11705.
- [54] Ismail, A. M., Menazea, A. A., Kabary, H. A., El-Sherbiny, A. E., Samy, A. 2019.
"The influence of calcination temperature on structural and antimicrobial characteristics of zinc oxide nanoparticles synthesized by Sol-Gel method." *Journal of Molecular Structure*, 1196 : 332-337.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [55] Siriwong, C., Liewhiran, C., Wetchakun, N., Phanichphant, S. 2008. "Characterization and photocatalytic activity of Pd-doped ZnO nanoparticles synthesized by flame spray pyrolysis." In *2008 2nd IEEE International Nanoelectronics Conference* : 869-874).
- [56] bo Zhong, J., zhang Li, J., yang He, X., Zeng, J., Lu, Y., Hu, W., & Lin, K. 2012. "Improved photocatalytic performance of Pd-doped ZnO." *Current Applied Physics*, 12(3) : 998-1001.
- [57] Han, Z., Li, S., Chu, J., & Chen, Y. 2013. "Electrospun Pd-doped ZnO nanofibers for enhanced photocatalytic degradation of methylene blue." *Journal of sol-gel science and technology*, 66(1) : 139-144.
- [58] Hashim, F. S., Alkaim, A. F., Salim, S. J., Alkhayatt, A. H. O. 2019. "Effect of (Ag, Pd) doping on structural, and optical properties of ZnO nanoparticales: as a model of photocatalytic activity for water pollution treatment." *Chemical Physics Letters*, 737 : 136828.
- [59] Das, D., Nath, B. C., Phukon, P., Dolui, S. K. 2013. "Synthesis of ZnO nanoparticles and evaluation of antioxidant and cytotoxic activity." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 111 : 556-560.
- [60] Senthilkumar, N., Nandhakumar, E., Priya, P., Soni, D., Vimalan, M., Potheher, I. V. 2017. "Synthesis of ZnO nanoparticles using leaf extract of *Tectona grandis* (L.) and their anti-bacterial, anti-arthritic, anti-oxidant and in vitro cytotoxicity activities." *New Journal of Chemistry*, 41(18) : 10347-10356.
- [61] Ananthalakshmi, R., Rajarathinam, S. R., Sadiq, A. M. 2019. "Antioxidant activity of ZnO Nanoparticles synthesized using *Luffa acutangula* peel extract." *Research Journal of Pharmacy and Technology*, 12(4) : 1569-1572.
- [62] เครื่องชั่งความละเอียดสูง OHAUS PA323C. [online]. 31 พฤษภาคม 2563. Available : <https://kilothai.co.th/product/ohaus-pa/>
- [63] เครื่องเขย่าสาร (Vortex Mixer GENIE 2). [online]. 31 พฤษภาคม 2563. Available : <https://www.provsci.com/product/เครื่องเขย่าสาร-vortex-mixer-genie-2/>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [64] **HOTPLATE MAGNETIC STIRRER เครื่องกวนสารให้ความร้อน C-MAG HS7.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.ponpe.com/hotplate-stirrer/hotplate-magnetic-stirrer-เครื่องกวนสารให้ความร้อน-c-mag-hs7-detail.html>
- [65] **Mettler-Toledo 30096985 S220 Sevencompact Micro pH/Ion Meter Kit.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.amazon.com/Mettler-Toledo-30096985-Sevencompact-Micro-Meter/dp/B01MZ4HB4P>
- [66] **Micro Centrifuge.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <http://dynamicstar.com.hk/page12.html>
- [67] **Universal oven UN55.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.memmert.com/products/heating-drying-ovens/universal-oven/UN55/>
- [68] **Thermo Scientific ELED F48025-60-80 Thermolyne Benchtop Muffle Furnace with (C1) Digital Programmable Temperature Controller, 120V, 5.8 Liter Capacity, 100 to 1200 Degree C.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.amazon.ca/Scientific-F48025-60-80-Thermolyne-Programmable-Temperature/dp/B005SUUHAA>
- [69] **Avantes AvaSpec-2048 Optical Fiber Spectrometer Portable Spectrometer Card.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.aliexpress.com/item/1005003753547077.html?gatewayAdapt=glo2tha>
- [70] **Benchtop powder X-ray diffraction (XRD) instrument.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.axt.com.au/products/miniflex-benchtop-xrd/>
- [71] **JEM-1400Flash Electron Microscope.** [online]. 31 พฤษภาคม 2563.
Available : <https://www.jeol.co.jp/en/products/detail/JEM-1400Flash.html>
- [72] Jabbari, M., Jabbari, A. 2016. "DPPH radical-scavenging activity and kinetics of antioxidant agent hesperidin in pure aqueous micellar solutions." *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, 89(8) : 869-875.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [73] Güy, N., Çakar, S., Özacar, M. 2016. "Comparison of palladium/zinc oxide photocatalysts prepared by different palladium doping methods for congo red degradation." *Journal of Colloid and Interface Science*, 466 : 128-137.
- [74] Liqiang, J., Dejun, W., Baiqi, W., Shudan, L., Baifu, X., Honggang, F., Jiazhong, S. 2006. "Effects of noble metal modification on surface oxygen composition, charge separation and photocatalytic activity of ZnO nanoparticles." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 244(1-2) : 193-200.
- [75] Xiaoliang, W., Shihua, D., Yong, P., Qin, X., Yun, L. 2013. "Study of the photocatalytic activity of Na and Al-doped ZnO powders." *Ferroelectrics*, 455(1), 90-96.
- [76] Cardoza-Contreras, M. N., Vásquez-Gallegos, A., Vidal-Limon, A., Romo-Herrera, J. M., Águila, S., Contreras, O. E. 2019. "Photocatalytic and antimicrobial properties of Ga doped and Ag doped ZnO nanorods for water treatment." *Catalysts*, 9(2) : 165.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ตอนที่ 1 การเตรียมสารเพื่อใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอนุภาคนาโน

ซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมด้วยเทคนิคโซล - เจล

1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

การคำนวณปริมาณสาร Zinc acetate 2-hydrate ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

ต้องการสารตั้งต้นผสมกับเมทานอลปริมาณ 50 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้น 0.15 M

โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) เท่ากับ 219.49 g/mol และมีค่า Assay เท่ากับ 99.5 %

ปริมาณสาร $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ สามารถคำนวณได้จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

เมื่อ mol คือ โมลของสาร คำนวณจาก $mol = M \times V$

g คือ ปริมาณสาร (กรัม)

MW คือ มวลโมเลกุล (กรัม/โมล)

V คือ ปริมาตรที่ต้องการ (ลิตร)

แสดงการคำนวณหาโมลของ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

จาก $mol = M \times V$

จะได้ $mol = (0.15 M) \times (50 \times 10^{-3} L)$

$mol = 0.0075 mol$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

จาก $mol = \frac{g}{MW}$

จะได้ $(0.0075 mol) = \frac{g}{(219.49 g/mol)}$

$g = 1.6462 g$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใส่จริง

หากค่า Assay เท่ากับ 99.5 % ใส่ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 1.6462 g

แล้วค่า Assay เท่ากับ 100 % ใส่ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ $\frac{100 \times 1.6462}{99.5}$
 $= 1.6545 g$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้น ต้องชั่ง $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 1.6545 กรัม ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้นของสารตั้งต้นเป็น 0.15 M ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

2. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม การคำนวณปริมาณสาร Palladium (II) nitrate dihydrate ($\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

ต้องการสารตั้งต้นโดยผสม $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 3 mol% ลงในเมทานอลปริมาณ 50 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้น 0.15 M ซึ่ง $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ คิดเป็น 97 mol% ปริมาณ 1.6545 กรัม โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) ของ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 266.46 g/mol และมีค่า Assay เท่ากับ 40 %

แสดงการคำนวณหาโมลของ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned} \text{จาก } \text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ คิดเป็น } 97 \text{ mol\%} & \quad \text{มีโมล } 0.0075 \text{ mol} \\ \text{แล้ว } \text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ คิดเป็น } 3 \text{ mol\%} & \quad \text{มีโมล } \frac{3 \times 0.0075}{97} \\ & \quad = 2.3196 \times 10^{-4} \text{ mol} \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned} \text{จาก} & \quad \text{mol} = \frac{g}{\text{MW}} \\ \text{จะได้} & \quad (2.3196 \times 10^{-4} \text{ mol}) = \frac{g}{(266.46 \text{ g/mol})} \\ & \quad g = 0.0618 \text{ g} \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใส่จริง

$$\begin{aligned} \text{หากค่า Assay เท่ากับ } 40 \% & \quad \text{ใส่ } \text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ ปริมาณ } 0.0618 \text{ g} \\ \text{แล้วค่า Assay เท่ากับ } 100 \% & \quad \text{ใส่ } \text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ ปริมาณ } \frac{100 \times 0.0618}{40} \\ & \quad = 0.1545 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องชั่ง $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 0.1545 กรัม กับ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 1.6545 กรัม ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

3. การเตรียมสารละลายเบส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต้องการสารละลายเบสที่ความเข้มข้น 1.5 M โดยใช้สารตั้งต้นเป็น Sodium hydroxide (NaOH) ปริมาณ 3.08 กรัม ผสมลงในน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) ของ NaOH เท่ากับ 40 g/mol และ มีค่า Assay เท่ากับ 97.5 %

แสดงการคำนวณหาโมลของ NaOH

$$\begin{aligned} \text{จาก} & \quad mol = M \times V \\ \text{จะได้} & \quad mol = (1.5 M) \times (50 \times 10^{-3} L) \\ & \quad mol = 0.075 mol \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ NaOH

$$\begin{aligned} \text{จาก} & \quad mol = \frac{g}{MW} \\ \text{จะได้} & \quad (0.075 mol) = \frac{g}{(40 g/mol)} \\ & \quad g = 3.000 g \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของ NaOH ที่ใส่จริง

$$\begin{aligned} \text{หาค่า Assay เท่ากับ 97.5 \%} & \quad \text{ใส่ NaOH ปริมาณ 3.000 g} \\ \text{แล้วค่า Assay เท่ากับ 100 \%} & \quad \text{ใส่ NaOH ปริมาณ } \frac{100 \times 3.000}{97.5} = 3.08 g \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องชั่ง NaOH ปริมาณ 0.1545 กรัม ผสมลงในน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายเบส สำหรับใช้ปรับค่า pH ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

4. การคำนวณร้อยละของปริมาณอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคโซล - เจล ร้อยละของปริมาณอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ สามารถคำนวณได้ตามสมการ

$$\text{ร้อยละของผลที่ได้} = \frac{\text{ปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้จริง}}{\text{ปริมาณของสารที่สังเคราะห์ได้ในทางทฤษฎี}} \times 100\%$$

โดยปริมาณของสารที่สังเคราะห์ได้ในทางทฤษฎี สามารถคำนวณได้จากความเข้มข้นของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ตามสมการ

$$mol = \frac{g}{MW}$$

เมื่อ mol คือ โมลของสาร คำนวณจาก $mol = M \times V$
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

g คือ ปริมาณสาร (กรัม)
 MW คือ มวลโมเลกุล (กรัม/โมล)

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

แสดงการคำนวณหาปริมาณของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในทางทฤษฎี โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) ของซิงค์ออกไซด์ เท่ากับ 81.379 g/mol

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & mol = \frac{g}{MW} \\ \text{จะได้} \quad & (0.0075 \text{ mol}) = \frac{g}{(81.379 \text{ g/mol})} \\ & g = 0.6103 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ปริมาณของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในทางทฤษฎี เท่ากับ 0.6103 กรัม หากซังสารหลังการสังเคราะห์ เป็นปริมาณที่สังเคราะห์ได้จริง เท่ากับ 0.5041 กรัม

แสดงการคำนวณหาร้อยละของปริมาณอนุภาคที่สังเคราะห์ได้

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = \frac{\text{ปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้จริง}}{\text{ปริมาณของสารที่สังเคราะห์ได้ในทางทฤษฎี}} \times 100\% \\ \text{จะได้} \quad & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = \frac{0.5041}{0.6103} \times 100\% \\ & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = 82.6\% \end{aligned}$$

ดังนั้น ร้อยละของปริมาณอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ คิดเป็น 82.6%

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม

แสดงการคำนวณหาปริมาณของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในทางทฤษฎี โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) ของแพลเลเดียม เท่ากับ 106.42 g/mol

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & mol = \frac{g}{MW} \\ \text{จะได้} \quad & (2.3196 \times 10^{-4} \text{ mol}) = \frac{g}{(106.42 \text{ g/mol})} \\ & g = 0.0247 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ปริมาณของแพลเลเดียมในทางทฤษฎี เท่ากับ 0.0247 กรัม และปริมาณของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม เท่ากับ $0.6103 + 0.0247 = 0.6350$ กรัม หากซังสารหลังการสังเคราะห์ เป็นปริมาณที่สังเคราะห์ได้จริง เท่ากับ 0.5731 กรัม

แสดงการคำนวณหาร้อยละของปริมาณอนุภาคที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = \frac{\text{ปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้จริง}}{\text{ปริมาณของสารที่สังเคราะห์ได้ในทางทฤษฎี}} \times 100\% \\ \text{จะได้} \quad & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = \frac{0.5731}{0.6350} \times 100\% \\ & \text{ร้อยละของผลที่ได้} = 90.3\% \end{aligned}$$

ดังนั้น ร้อยละของปริมาณอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมที่สังเคราะห์ได้ คิดเป็น 90.3 %

ตอนที่ 2 การเตรียมสารเพื่อใช้ในการทดสอบความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระ

1. การเตรียมสารอนุมูลอิสระ DPPH สำหรับใช้สร้างกราฟมาตรฐาน

ต้องการสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM เป็นปริมาตร 20 มิลลิลิตร โดยที่ค่ามวลโมเลกุล (MW) ของสารอนุมูลอิสระ DPPH เท่ากับ 394.32 g/mol และมีค่า Assay เท่ากับ 95 %

แสดงการคำนวณหาโมลของสารอนุมูลอิสระ DPPH

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & \text{mol} = M \times V \\ \text{จะได้} \quad & \text{mol} = (100 \times 10^{-6} \text{ M}) \times (20 \times 10^{-3} \text{ L}) \\ & \text{mol} = 2.000 \times 10^{-6} \text{ mol} \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของสารอนุมูลอิสระ DPPH

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad & \text{mol} = \frac{g}{\text{MW}} \\ \text{จะได้} \quad & (2.000 \times 10^{-6} \text{ mol}) = \frac{g}{(394.32 \text{ g/mol})} \\ & g = 0.0008 \text{ g} \end{aligned}$$

แสดงการคำนวณหาปริมาณของสารอนุมูลอิสระ ที่ใส่จริง

$$\begin{aligned} \text{หากค่า Assay เท่ากับ 95 \%} \quad & \text{ใส่สารอนุมูลอิสระ DPPH ปริมาณ } 0.0008 \text{ g} \\ \text{แล้วค่า Assay เท่ากับ 100 \%} \quad & \text{ใส่สารอนุมูลอิสระ DPPH ปริมาณ } \frac{100 \times 0.0008}{95} \\ & = 0.0008 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องชั่งสารอนุมูลอิสระ DPPH ปริมาณ 0.0008 กรัม ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 20 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ใช้สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน

จากนั้นเจือจางสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่มีความเข้มข้นก่อนเจือจาง เท่ากับ 100 μM ให้มีความเข้มข้นหลังเจือจาง เท่ากับ 90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20 และ 10 μM โดยให้แต่ ละความเข้มข้นมีปริมาตร 2 มิลลิลิตร

การเจือจางสารละลาย สามารถคำนวณได้จากสูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ C_1 คือ ความเข้มข้นก่อนเจือจาง

V_1 คือ ปริมาตรก่อนเจือจาง

C_2 คือ ความเข้มข้นหลังเจือจาง

V_2 คือ ปริมาตรหลังเจือจาง

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 90 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

จะได้

$$(100 \mu\text{M})V_1 = (90 \mu\text{M})(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 1.8 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 1.8 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 0.2 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ความเข้มข้น 90 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 80 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

จะได้

$$(100 \mu\text{M})V_1 = (80 \mu\text{M})(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 1.6 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 1.6 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 0.4 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ความเข้มข้น 80 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุโมลิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 70 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะได้

$$(100 \mu M)V_1 = (70 \mu M)(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 1.4 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 1.4 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 0.6 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 70 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 60 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

จะได้

$$(100 \mu M)V_1 = (60 \mu M)(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 1.2 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 1.2 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 0.8 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 60 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 50 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

จะได้

$$(100 \mu M)V_1 = (50 \mu M)(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 1.0 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 50 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 40 μM

จาก

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

จะได้

$$(100 \mu M)V_1 = (40 \mu M)(2 \text{ ml})$$

$$V_1 = 0.8 \text{ ml}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 0.8 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 1.2 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 40 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 30 μM

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1 V_1 = C_2 V_2 \\ \text{จะได้} & (100 \mu\text{M}) V_1 = (30 \mu\text{M})(2 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.6 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 0.6 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 1.4 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 30 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 20 μM

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1 V_1 = C_2 V_2 \\ \text{จะได้} & (100 \mu\text{M}) V_1 = (20 \mu\text{M})(2 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.4 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 0.4 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 1.6 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 20 μM

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 10 μM

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1 V_1 = C_2 V_2 \\ \text{จะได้} & (100 \mu\text{M}) V_1 = (10 \mu\text{M})(2 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.2 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ที่ความเข้มข้น 100 μM ปริมาตร 0.2 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 1.48 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุมูลอิสระ DPPH ความเข้มข้น 10 μM

2. การเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียมสำหรับทดสอบความสามารถในการทำลายสารอนุมูลอิสระ

ต้องการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml เป็นปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยการชั่งอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์หรืออนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ปริมาณ 0.1000 มิลลิกรัม ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำใส่เครื่องล้างอัลตราโซนิค 30 นาที เพื่อให้ได้เป็นสารแขวนลอย จากนั้นเจือจางสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม โดยความเข้มข้นก่อนเจือจาง เท่ากับ 1 mg/ml ให้มีความเข้มข้นหลังเจือจาง เท่ากับ 0.50, 0.25, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156 และ 0.0078 mg/ml โดยให้แต่ละความเข้มข้นมีปริมาตร 10 มิลลิลิตร

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.5 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1 V_1 = C_2 V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml}) V_1 = (0.5 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 5.0 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องตูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.5 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.25 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1 V_1 = C_2 V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml}) V_1 = (0.25 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 2.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องตูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอลปริมาตร 7.5 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.25 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.125 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1V_1 = C_2V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml})V_1 = (0.125 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 1.25 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 8.75 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.125 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.0625 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1V_1 = C_2V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml})V_1 = (0.0625 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.625 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 0.625 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 9.375 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.0625 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.03125 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1V_1 = C_2V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml})V_1 = (0.03125 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.3125 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 0.3125 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 9.6875 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.03125 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.0156 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1V_1 = C_2V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml})V_1 = (0.0156 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.156 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 0.156 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 9.844 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.0156 mg/ml

แสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 0.0078 mg/ml

$$\begin{aligned} \text{จาก} & C_1V_1 = C_2V_2 \\ \text{จะได้} & (1 \text{ mg/ml})V_1 = (0.0078 \text{ mg/ml})(10 \text{ ml}) \\ & V_1 = 0.078 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ต้องดูดสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้น 1 mg/ml ปริมาตร 0.078 มิลลิลิตร ผสมลงในเมทานอล ปริมาตร 9.922 มิลลิลิตร ได้เป็นสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และสารละลายอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เจือแพลเลเดียม ความเข้มข้น 0.0078 mg/ml

ภาคผนวก ข

งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติ

Available online at <http://www.ssstj.sci.sru.ac.th>

Suan Sunandha Science and Technology Journal
©2022 Faculty of Science and Technology, Suan Sunandha Rajabhat University



Preparation, Characterization and Antiradical Activity of Zinc Oxide Nanoparticles

Kanyarat Kumnoedaui¹, Pattareeya Damrongsak¹, Kitsakorn Locharoenrat¹,
Badin Damrongsak^{2*}

¹Biomedical Physics Research Unit, Department of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, 10520, Thailand

²Department of Physics, Faculty of Science, Silpakorn University, Nakornpathom, 73000, Thailand

*Corresponding author e-mail: badin@rocketmail.com

Received: 9 February 2022 / Revised: 27 April 2022 / Accepted: 26 May 2022

Abstract

Zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) have recently been studied as a multi-functional and multi-target nanomedicine for cancer treatment. They can be used not only as a nanocarrier for delivery of the chemotherapy drug but also as an antiradical agent due to their photo-catalytic and photo-oxidizing abilities. Our previous work showed a potential use of commercial-available ZnO NPs without and with carboplatin for the treatment of retinoblastoma. The aim of this work was to synthesize ZnO NPs having smaller particle size than the commercial ones, i.e., 100 nm average diameter, in order to improve the reaction time. ZnO NPs were prepared by a sol-gel technique and calcined with different calcination conditions. The structure and particle size of ZnO powders were characterized using an x-ray diffractometer and a particle size analyzer. Average nanoparticle sizes of 16.32 ± 1.64 nm were achieved at a calcination temperature of 300 degree Celsius and 1 hour holding time. The antiradical activity of prepared ZnO NPs in cooperation with ultraviolet irradiation was assessed using a putative model of cancer cells, i.e., 2,2(diphenyl-1-picrylhydrazyl) radicals (DPPH*). An optical spectroscopy was used to detect the decrease in peak absorbance of the antiradical solution at a wavelength of 515 nm, which in turn can be used to calculate the percent remaining of DPPH*. The disappearance of DPPH* with respect to the reaction time revealed that prepared ZnO NPs (16.32 ± 1.64 nm) improved response time as compared with ZnO NPs (100 nm). Moreover, the effective ZnO concentrations to reduce the initial DPPH* concentration by 50%, also known as the EC50 value in the present study, is lower indicating the improvement of anti-proliferative activity when compared to the commercial ZnO NPs.

Keywords: Antiradical, DPPH, Sol-gel, ZnO nanoparticles

1. Introduction

Zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) are a wide band gap semiconductor with a particle size less than 100 nm. They are one of the most abundant metal oxides, making them relatively inexpensive. ZnO NPs have, moreover, been proven non-toxic and safe to be used in food and drugs, approved by FDA (The US Food and Drug Administration). Therefore, they have received an extensive research for a long period in wide varieties of applications, from semiconductor devices (Bhati, Hojamberdiev, & Kumar, 2020; Narayana et al., 2020; Rahman, 2019; Shashanka, Esgin, Yilmaz, & Caglar, 2020) and cosmetic products (Awan et al., 2018; Nguyen, Nguyen, Le, & Le, 2020) to biomedical applications (da Silva, Caetano, Chiari-Andreo, Pietro, & Chiavacci, 2019; Martinez-Carmona, Gun'ko, & Vallet-Regi, 2018; Mishra, Mishra, Ekielski,

Talegaonkar, & Vaidya, 2017;). Currently, ZnO NPs play a significant role in modern anticancer applications (Bisht & Rayamajhi, 2016; Chen et al., 2019; Singh, Das, & Sil, 2020; Wahab et al., 2014). They not only show relatively high biocompatibility but also selective cytotoxicity against cancerous cells.

It was reported that the cytotoxicity of ZnO NPs is size-dependent. The nanoparticles with a diameter below 10 nm can penetrate more deeply in tumors and affect the cell viability; however, these small-diameter ZnO NPs can penetrate and cause toxicity to normal tissues as well. The target size for ZnO NPs is in a range of 10 – 100 nm, which is considered suitable for biomedical applications. Several methods have been studied to prepare the ZnO NPs (Devi & Velu, 2016; Manikandan, Endo, Kaneko, Murali, & John, 2018; Wallace, Brown,

Vol.09, No.2 DOI:xxx

Brydson, Wegner, & Milne, 2013; Wasly, Abd El-Sadek, & Henini, 2018). Among them, a chemical sol-gel process has many advantages due to ease of synthesis, cost-effectiveness and excellent homogeneity and purity. The most common precursors for synthesis of ZnO NPs are zinc acetate dihydrate, methanol and sodium hydroxide. It was reported that the size of ZnO NPs was affected by the variation in pH value of the solution (Alias, Ismail, & Mohamad, 2010). The particle size was found to decrease with an increase in the pH value.

The most widely used method for evaluating the antiradical properties of ZnO NPs is by scavenging free radicals of 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl hydrate (DPPH*) with varying the concentration of the nanoparticles (Brand-Williams, Cuvelier, & Berset, 1995). UV-visible spectrometry is typically employed to measure the absorbance of the mixtures as the indirect measurement of the antiradical activity.

In our previous study (Pairoj et al., 2019), the antiradical performance of commercial ZnO NPs was investigated for being used as an anticancer drug for retinoblastoma treatment. The results showed that the nanoparticles alone had low antiradical efficiency and the number of reduced DPPH* increased by applying UV illumination. In this work, we aimed to prepare ZnO NPs with a diameter less than 100 nm (the size of the commercially available ZnO NPs) in order to improve the antiradical activity. The sol-gel method was chosen to synthesize ZnO NPs. The synthesized NPs were characterized and compared with those results obtained from the commercially available nanoparticles.

2. Materials and Methods

2.1 Materials

Precursors used for the formation of the zinc oxide nanoparticles were zinc acetate dihydrate ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) with $\geq 99.5\%$ purity and sodium hydroxide (NaOH) with $\geq 97\%$ purity. Both were purchased from KemAus. Sodium hydroxide was used to control the pH of the solution. Methanol ($> 99.9\%$, from Labsupplies) was used as a reagent and DI water was used for dilution.

2.2 Methods

(1) Synthesis of ZnO NPs

The ZnO sols were prepared by adding 0.15 M ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) to methanol at room temperature. The solution was stirred at a temperature of $70^\circ C$ for 90 min using a magnetic stirrer until a clear solution without turbidity was obtained. The pH level of the solution affects the particle size of synthesized ZnO powders (Alias et al., 2010; Rani, Suri, Shishodia, & Mehra, 2008). Therefore, the prepared solution was adjusted to the pH value of 10 by adding 1.5 M NaOH, aiming to control the size of ZnO particles close to 10 nm. The resulting milky white gel was then stirred at a temperature of $70^\circ C$ for 60 minutes. After this process, the sol was centrifuged for 15 minutes at 5000 rpm. The sample was washed with a 40:60 mixture of DI water and ethanol in order to remove organic materials left on the surface of synthesized ZnO powders. The sediment was dried at $100^\circ C$ for 8 hours. Finally, the dried precipitate was calcined in air at $300^\circ C$ for 60 minutes.

(2) Physical characterization

The crystal structure of the synthesized samples was determined by the Rigaku X-ray diffractometer (XRD). The X-ray source of Cu K α radiation, having the monochromatic wavelength of 1.5406 Å, was used. The diffraction pattern was recorded in the range of 2θ - 80° for the ZnO samples. The XRD results were compared to the Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) data file. The crystallite size of the samples was estimated using the Scherrer formula:

$$d_{XRD} = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

where d_{XRD} is the average diameter of nanoparticles, K is a shape factor (0.9 for spherical particles), λ is the wavelength of X-ray source (1.5406 Å), B is the line broadening of the strong XRD peak (101) at half its peak height, and θ is the Bragg angle.

(3) Determination of antiradical activity

The antiradical activity of the prepared ZnO NPs was determined by a spectrophotometric method, also called DPPH method. In this method, a solution of 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH*) was used as the putative model of cancer cells (Aruoma & Cuppett, 1997), acting as a free radical source. Prior adding a solution of synthesized ZnO NPs into the solution, the DPPH* the solution had a deep violet color. When a solution of synthesized ZnO NPs was added into the DPPH* solution, the

free radicals were scavenged resulting in a change of the color in the solution as shown in Figure 1. This process was quantitatively monitored by measuring the absorbance spectra of the solution using Avantes UV-visible spectrometer.

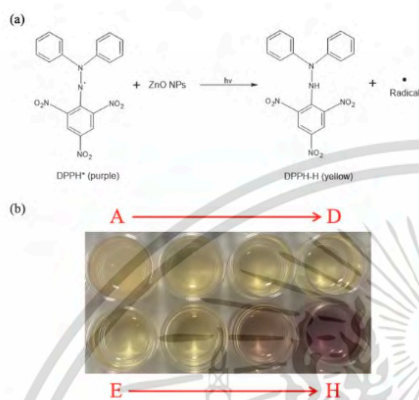


Figure 1. (a) Mechanism of the DPPH* scavenging activity of the ZnO NPs. (Marin-Flores et al., 2021) (b) The color change of DPPH* with respect to the different concentrations of ZnO NPs at 1440 min. A, B, C, D, E, F, G, and H represent 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, and 0.0078 mg/ml respectively.

In this experiment, a 100 μ M solution of the DPPH* Methanol was prepared and then added with a solution of the synthesized nanoparticles at various concentrations, ranging from 0.0078 to 1.000 mg/ml. The mixture was sonicated for 90 minutes at room temperature. Each mixed solution was illuminated by an 8-W, 254 nm UV lamp (Spectroline: CX-21, Germany) in order to introduce the photoexcitation process. After that, the solution was taken for measuring the absorbance at a peak wavelength of 515 nm for a time duration from 0 to 1440 minutes (no decrease in the absorbance can be observed). The percentage of residual DPPH* with respect to the reaction time was calculated using:

$$\%RemainingDPPH^* = \frac{C_{ss}}{C_{is}} \times 100 \quad (2)$$

where C_{is} and C_{ss} are to concentration of DPPH* at initial state and steady state, respectively. The

concentrations of DPPH* were determined by using the linear equation obtained from the calibration curve reported in Pairoj et al., 2019.

$$C_{DPPH^*} = (Abs_{515nm} - 0.0132)/0.0072 \quad (3)$$

3. Results and Discussion

The X-ray diffraction pattern of prepared ZnO NPs was shown in Figure 2. It showed the diffraction peaks at angles of 31.78°, 33.9°, 36.8°, 47.63°, 56.67°, 62.94° and 67.98°, respectively, corresponding to the Bragg reflections (100), (002), (101), (102), (110), (103) and (112) of ZnO having a typical hexagonal wurtzite structure. All peaks were in good agreement with the standard JCPDS file no. 01-084-6784 (Kinnunen, Lahtinen, Arstila, & Sajavaara, 2021). From Scherrer formula, the average crystalline size of the prepared ZnO NPs was 16.32 ± 1.64 nm. The size of the synthesized nanoparticles was approximately 5 times smaller than that of commercial ZnO NPs (Sigma Aldrich, USA having a diameter of 100 nm) which was used as a reference.

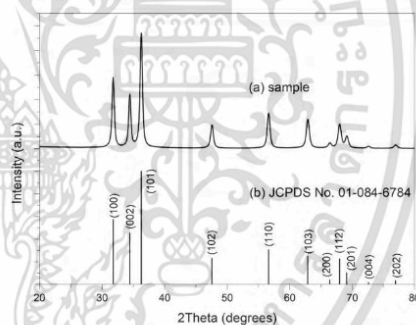


Figure 2. XRD pattern of the synthesized ZnO NPs.

The antiradical activity of prepared ZnO NPs was measured by monitoring the color of the DPPH* solution after adding the ZnO NPs for some period of time until the reaction reaches a steady state. The solution was illuminated by a constant power UV light source at a room temperature. At every 10 minutes, one tube of the samples was taken out in order to measure the absorbance spectrum. Figure 3

shows an example of the monitored absorbance spectra for the DPPH* solution in the presence of ZnO NPs with the concentration of 0.25 mg/ml. It can be observed that a peak intensity at 515 nm moderately decreases with time and starts reaching a steady state after 250 minutes. A decrease of the peak absorbance is related to a change in color of the solution, which can be implied that the added ZnO NPs scavenged the free radicals in the DPPH* solution over time. The peak absorbance values at the wavelength of 515 nm were recorded to determine the antiradical activity of the tested ZnO NPs.

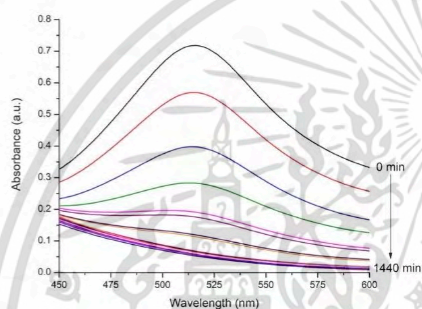
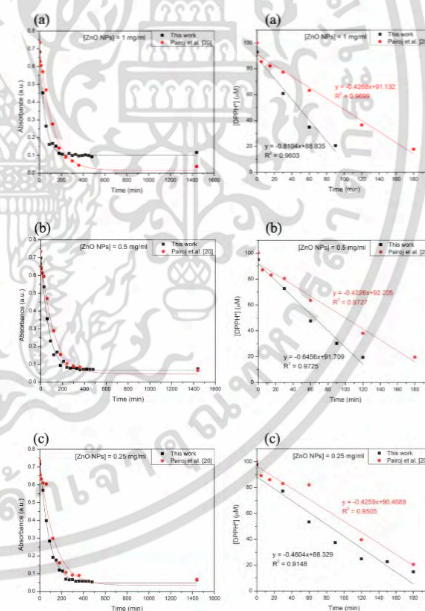


Figure 3. Absorbance spectra for the DPPH* solution in the presence of ZnO NPs with the concentration of 0.25 mg/ml at a different time interval.

The peak absorbance at 515 nm as a function of exposed time for the prepared ZnO NPs with different concentrations was plotted and compared with those obtained from the reference commercial ZnO NPs. For a quantitative comparison, the DPPH* concentration that calculated from equation (3) was plotted against the exposed time in order to estimate the rate of reaction (Rs). For a sake of clarity, only the linear region was considered. The rate of reaction at which the DPPH* concentration decreased over the exposed time can then be estimated from the slope. Figure 4 shows the peak absorbance of the DPPH* solution and DPPH* concentration in the presence of ZnO NPs. The rate of reaction corresponding to the concentration of the synthesized and the reference ZnO NPs was shown in Figure 5. As can be seen, the rate of reaction increases when the nanoparticle concentration increases, having a similar trend for both the ZnO

NPs prepared in this work and the commercial ones. The rate of reaction obtained from the nanoparticles in this work, which have much smaller particle size (16 nm), was slightly higher. Interestingly, it was observed that the rate of reaction of the commercial ZnO NPs reached the saturation state when the solution concentration was over 0.25 mg/ml. On the other hand, the smaller size of the prepared ZnO NPs still kept attacking the free radicals even though the concentration was as high as 1 mg/ml.

To summarize, the ability of the free radical scavenging activity of the prepared ZnO NPs was better than the reference nanoparticles. This was due to the relatively smaller size of the prepared nanoparticles, making them be able to penetrate more deeply in the putative model or in our case the DPPH*. In addition, the smaller size leads to a high surface area to volume ratio, which in turn increases a surface contact to the targeted radicals. In addition, under UV irradiation, the prepared nanoparticles were able to release much more amount of toxic Zn²⁺ ions into the DPPH* due to the large surface area.



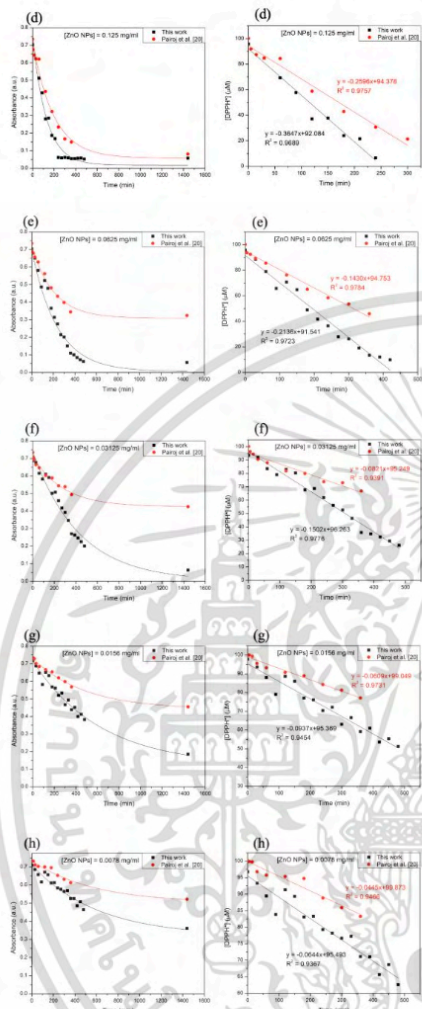


Figure 4. Peak absorbance at 515 nm and DPPH* concentration corresponding to the exposed time for the DPPH* solution in the presence of ZnO NPs with the concentration of (a) 1.000 mg/ml, (b) 0.500 mg/ml, (c) 0.250 mg/ml, (d) 0.125 mg/ml, (e) 0.0625 mg/ml, (f) 0.03125 mg/ml, (g) 0.0156 mg/ml, and (h) 0.0078 mg/ml.

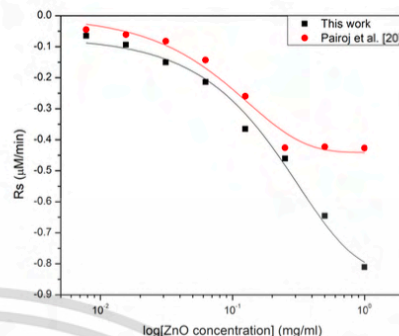


Figure 5. Rate of reaction (R_s) corresponding to the concentrations of ZnO NPs; a black line represents the data from the prepared ZnO NPs in this work, while a red line represents the data obtained from the reference commercial ZnO NPs.

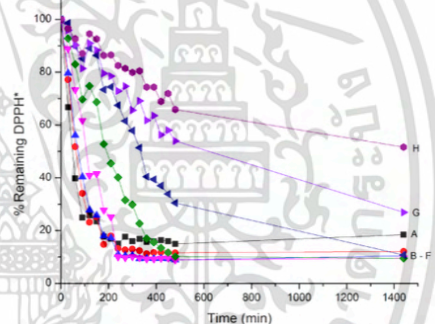


Figure 6. The percentage of residual DPPH* with respect to the reaction time at the different concentration. A, B, C, D, E, F, G, and H represent 1.000, 0.500, 0.250, 0.125, 0.0625, 0.03125, 0.0156, and 0.0078 mg/ml respectively.

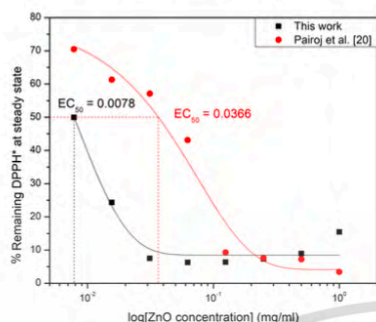


Figure 7. The percentage of residual DPPH* with respect to a mole ratio of antiradical agent to DPPH*. The effective concentration (EC50) value of each antiradical agent is also presented.

In biological studies, a half maximal effective concentration (EC50), which is defined as the concentration of ZnO NPs sample required for a 50% decrease in the DPPH* concentration, is typically used to express and compare the efficiency of the antiradical activity with different other samples. Thus, the amount of residual DPPH* in the presence of the prepared ZnO NPs at different concentrations was calculated using equations (2) and the percent remaining of the DPPH* corresponding to the reaction time was shown in Figure 6. In Figure 7, The percentage of residual DPPH* at a steady state (1440 minutes of the reaction) with regard to the concentration of ZnO NPs was plotted in order to estimate the EC50 value. As can be seen, the EC50 value in this work was approximately 5 times lower than the EC50 obtained from the commercial ZnO NPs. This can be implied that the antiradical activity had significantly improved.

4. Conclusions

ZnO NPs were synthesized by using a sol-gel method. By adjusting the pH of the solution, ZnO NPs with an average particle size of 16.32 ± 1.64 nm were achieved. The free radical scavenging capacity of the ZnO NPs at different concentrations was analyzed using the DPPH test; in this study, the rate of reaction and EC50 value were determined and compared with results obtained from the commercial ZnO NPs used in our previous work. According to the experimental results, the ability of the free

radical scavenging activity of the prepared ZnO NPs was significantly improved over the reference nanoparticles. The EC50 value of the ZnO NPs in this work was approximately 5 times better than the results from the commercial ZnO NPs (100 nm in diameter). This was obvious that the relatively smaller size of the prepared ZnO NPs made them penetrating deeper into the DPPH*. Because of the large surface area, the particles had more chance to contact the targeted radicals and, under the UV photoexcitation, were able to produce many toxic Zn²⁺ ions, increasing the antiradical activity.

5. Acknowledgement

Authors would like to thank the National Research Council of Thailand (NRCT), Silpakorn University and King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang for financial support.

6. References

- Alias, S. S., Ismail, A. B., & Mohamad, A. A. (2010). Effect of pH on ZnO nanoparticle properties synthesized by sol-gel centrifugation. *Journal of Alloys and Compounds*, 499(2), 231-237. doi:10.1016/j.jallcom.2010.03.174
- Aruoma, O. I., & Cuppett, S. L. (Eds.). (1997). *Antioxidant methodology: In vivo and in vitro concepts*. The American Oil Chemists Society.
- Awan, F., Islam, M. S., Ma, Y., Yang, C., Shi, Z., Berry, R. M., & Tam, K. C. (2018). Cellulose nanocrystal-ZnO nanohybrids for controlling photocatalytic activity and UV protection in cosmetic formulation. *ACS Omega*, 3(10), 12403-12411. doi:10.1021/acsomega.8b01881
- Bhati, V. S., Hojamberdiev, M., & Kumar, M. (2020). Enhanced sensing performance of ZnO nanostructures-based gas sensors: A review. *Energy Reports*, 6, 46-62. doi:10.1016/j.egy.2019.08.070
- Bisht, G., & Rayamajhi, S. (2016). ZnO nanoparticles: A promising anticancer agent. *Nanobiomedicine*, 3. doi:10.5772/63437
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 28(1), 25-30. doi:10.1016/S0023-6438(95)80008-5
- Chen, P., Wang, H., He, M., Chen, B., Yang, B., & Hu, B. (2019). Size-dependent cytotoxicity study of ZnO nanoparticles in HepG2

- cells. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 171, 337-346. doi:10.1016/j.ecoenv.2018.12.096
- da Silva, B. L., Caetano, B. L., Chiari-Andréo, B. G., Pietro, R. C. L. R., & Chiavacci, L. A. (2019). Increased antibacterial activity of ZnO nanoparticles: Influence of size and surface modification. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 177, 440-447. doi:10.1016/j.colsurfb.2019.02.013
- Devi, P. G., & Velu, A. S. (2016). Synthesis, structural and optical properties of pure ZnO and Co doped ZnO nanoparticles prepared by the co-precipitation method. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 10(3), 233-240. doi:10.1007/s40094-016-0221-0
- Kinnunen, S., Lahtinen, M., Arstila, K., & Sajavaara, T. (2021). Hydrogen and deuterium incorporation in ZnO films grown by atomic layer deposition. *Coatings*, 11(5), 542. doi:10.3390/coatings11050542
- Manikandan, B., Endo, T., Kaneko, S., Murali, K. R., & John, R. (2018). Properties of sol gel synthesized ZnO nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(11), 9474-9485. doi:10.1007/s10854-018-8981-8
- Marin-Flores, C. A., Rodríguez-Nava, O., García-Hernández, M., Ruiz-Guerrero, R., Juárez-López, F., & Morales-Ramírez, A. D. J. (2021). Free-radical scavenging activity properties of ZnO sub-micron particles: Size effect and kinetics. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 1665-1675. doi:10.1016/j.jmrt.2021.05.050
- Martínez-Carmona, M., Gun'ko, Y., & Vallet-Regí, M. (2018). ZnO nanostructures for drug delivery and theranostic applications. *Nanomaterials*, 8(4), 268. doi:10.3390/nano8040268
- Mishra, P. K., Mishra, H., Ekielski, A., Talegaonkar, S., & Vaidya, B. (2017). Zinc oxide nanoparticles: A promising nanomaterial for biomedical applications. *Drug Discovery Today*, 22(12), 1825-1834. doi:10.1016/j.drudis.2017.08.006
- Narayana, A., Bhat, S. A., Fathima, A., Lokesh, S. V., Surya, S. G., & Yelamaggad, C. V. (2020). Green and low-cost synthesis of zinc oxide nanoparticles and their application in transistor-based carbon monoxide sensing. *RSC Advances*, 10(23), 13532-13542. doi:10.1039/D0RA00478B
- Nguyen, N. T., Nguyen, T. M. N., Le, N. T., & Le, T. K. (2020). Suppressing the photocatalytic activity of ZnO nanoparticles by Al-doping for the application in sunscreen products. *Materials Technology*, 35(6), 349-355. doi:10.1080/10667857.2019.1684733
- Pairoj, S., Damrongsak, P., Damrongsak, B., Jinawath, N., Kaewkhaw, R., Leelawattananon, T., ... & Locharoenrat, K. (2019). Antiradical properties of chemo drug, carboplatin, in cooperation with ZnO nanoparticles under UV irradiation in putative model of cancer cells. *Biocybernetics and Biomedical Engineering*, 39(3), 893-901. doi:10.1016/j.bbe.2019.08.004
- Rahman, F. (2019). Zinc oxide light-emitting diodes: A review. *Optical Engineering*, 58(1). doi:10.1117/1.OE.58.1.010901
- Rani, S., Suri, P., Shishodia, P. K., & Mehra, R. M. (2008). Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol-gel route for dye-sensitized solar cells. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92(12), 1639-1645. doi:10.1016/j.solmat.2008.07.015
- Shashanka, R., Esgin, H., Yilmaz, V. M., & Caglar, Y. (2020). Fabrication and characterization of green synthesized ZnO nanoparticle based dye-sensitized solar cells. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 5(2), 185-191. doi:10.1016/j.jsamd.2020.04.005
- Singh, T. A., Das, J., & Sil, P. C. (2020). Zinc oxide nanoparticles: A comprehensive review on its synthesis, anticancer and drug delivery applications as well as health risks. *Advances in Colloid and Interface Science*, 286. doi:10.1016/j.cis.2020.102317
- Wahab, R., Siddiqui, M. A., Saquib, Q., Dwivedi, S., Ahmad, J., Musarrat, J., ... Shin, H. S. (2014). ZnO nanoparticles induced oxidative stress and apoptosis in HepG2 and MCF-7 cancer cells and their antibacterial activity. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 117, 267-276. doi:10.1016/j.colsurfb.2014.02.038
- Wallace, R., Brown, A. P., Brydson, R., Wegner, K., & Milne, S. J. (2013). Synthesis of ZnO nanoparticles by flame spray pyrolysis and characterisation protocol. *Journal of Materials Science*, 48(18), 6393-6403. doi:10.1007/s10853-013-7439-x
- Wasly, H. S., Abd El-Sadek, M. S., & Henini, M. (2018). Influence of reaction time and synthesis temperature on the physical properties of ZnO nanoparticles synthesized by the hydrothermal method. *Applied Physics A*, 124, 1-12. doi:10.1007/s00339-017-1482-4

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ	นางสาวกันยารัตน์ กำเนิดอูย	
วัน เดือน ปีเกิด	31 มีนาคม 2540	
ที่อยู่ปัจจุบัน	178/20 หมู่ 3 ตำบลบางพลีใหญ่ อำเภอบางพลี จังหวัดสมุทรปราการ รหัสไปรษณีย์ 10540	
ประวัติการศึกษา	(2561) วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขา ฟิสิกส์ประยุกต์ (สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง) (2565) วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขา ฟิสิกส์ประยุกต์ (สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง)	เกรดเฉลี่ย 3.32 เกรดเฉลี่ย 3.87
ทุนการศึกษาที่ได้รับ	ทุนอุดหนุนการศึกษาในระดับบัณฑิตศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	
ผลงานทางวิชาการ	Preparation, Characterization and Antiradical Activity of Zinc Oxide Nanoparticles	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้