



รายงานการวิจัย

ประสิทธิภาพของสารสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมใน
การยับยั้งเชื้อ *Escherichia coli* และยืดอายุการเก็บรักษาผักและ
ผลไม้

The efficiency of synthesized selenium oxide (SeO_2)-doped
titanium dioxide (TiO_2) in inhibition of *Escherichia coli* growth
and prolonging of fresh vegetables and fruits

มาหามะสุไฮมี มะแซ

Mahamasuhaimi Masae

วิทยา สิริคุณ

Witthaya Sririkun

จัตรงค์ วัลทอง

Jaturong Wallathong

ภัทรพงศ์ รามจันทร์

Patrapong Ramjan

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

งบประมาณเงินรายได้ ประจำปี พ.ศ. 2558

บทคัดย่อ

การศึกษาในครั้งนี้เป็นการสังเคราะห์และการตรวจคุณลักษณะสมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซีลีเนียมออกไซด์ สารสังเคราะห์นี้ทำการเคลือบบนพลาสติกโพลีไวนิลคลอไรด์สำหรับบรรจุภัณฑ์ให้อาหารมีความสดใหม่ การศึกษาในครั้งนี้ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพของสารสังเคราะห์ต่อการยับยั้งเชื้อ *Escherichia coli* ที่มีการแปรผันปริมาณความเข้มข้นของซีลีเนียมออกไซด์คือ 0, 0.5, 1.0 และ 2.0 mole% ในขณะเดียวกัน สารสังเคราะห์ได้ทำการเคลือบบนพลาสติกและทำการทดสอบการยืดอายุของข้าวโพดฝักอ่อนและพริกเหลือง ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ทดลองพบว่าอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซีลีเนียมออกไซด์มีค่า 11.06-14.20 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าเล็กกว่าที่ไม่มีการเจือซีลีเนียมออกไซด์ที่มีค่า 15.80 นาโนเมตร จากผลการทดลองทุกอัตราส่วนที่มีการเจือด้วยซีลีเนียมออกไซด์จะมีความเป็นเฟสอะนาเทสสูงถึง 91% จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาทั้งขนาดอนุภาคและความเป็นผลึกอะนาเทสทำให้อายุของผลิตภัณฑ์ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก ประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือซีลีเนียมที่ 1.0 mole% มีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรียได้ในเวลา 10 นาที ซึ่งฟิล์มพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือด้วยซีลีเนียม 1.0 mole% สามารถลดความเสียหายและยืดอายุของข้าวโพดฝักอ่อนและพริกเหลืองได้จาก 11 วัน เป็น 30 วัน หรือคิดเป็นเวลาที่ยืดอายุได้เพิ่มขึ้นประมาณ 2.5 เท่า เมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ

คำสำคัญ : พลาสติกเคลือบ ไทเทเนียมไดออกไซด์ *E.Coli*

Abstract

This study aimed to synthesize and then characterized the physical property of selenium oxide-doped titanium dioxide. This compound must be used for coating on polyvinylchloride plastic for fresh food packaging. The study also investigated the efficiency of this compound to inhibit the growth of *Escherichia coli* with various concentrations of 0, 0.5, 1.0 and 2.0 mole % doping selenium oxide. In addition, synthesized compound coated plastic was examined in the ability to reduce damage and respiratory rate of baby corn and yellow chili. The result of the physical properties showed the smaller size of selenium oxide dope compound crystal (11.06-14.20 nm.) than undoped crystal (15.80 nm.) by the x-ray refraction test. The result also showed all compound doped selenium oxide produced the high numbers of anatase phase; 91 %. The both small size crystal and high numbers of anatase enhance the photocatalytic reaction. The antibacterial activity against *E. coli* under fluorescent light irradiation showed 1.0 % selenium oxide doped titanium dioxide nanoparticles enhance bacterial inactivation within 10 minutes. In addition, 1.0 mole % doped compound thin films can reduce damage and respiratory rate of baby corn and yellow chili life from 11 days to be 30 days or about 2.5 times longer than of uncoated films.

Keyword : Coated plastic Titaniumdioxide *E.coli*

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าต้องขอขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ทั้งที่
ออกนามและมิได้ออกนาม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย ที่ให้การสนับสนุน
ทุนในการทำวิจัยในครั้งนี้ ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. เล็ก สีกง ที่อนุเคราะห์ให้ใช้ห้องปฏิบัติการ
นาโนเทคโนโลยีเพื่อทำการวิจัยในครั้งนี้ ขอขอบคุณ คุณพีรวัส คงสง ที่คอยให้ความช่วยเหลือที่ดีเสมอมา



มาหามะสุไสมิ มะแซ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ	(1)
กิตติกรรมประกาศ	(3)
สารบัญ	(4)
สารบัญตาราง	(6)
สารบัญรูป	(7)
สัญลักษณ์และคำย่อ	(8)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	4
1.3 ขอบเขต	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂)	8
2.3 ปรากฏการณ์โฟโตแคตะไลติก (Photocatalytic effect)	10
2.4 กระบวนการ โซล - เจล	13
2.5 ลักษณะเชื้อ <i>E. coli</i>	17
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน	19
3.1 แผนการดำเนินงาน	19

(4)

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.2	กระบวนการสังเคราะห์สารละลายทั้งสเดนและไทเทเนียมไดออกไซด์	20
3.3	กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	23
3.4	กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย	23
3.5	การตรวจสอบคุณลักษณะของผง และ ฟิล์มที่เตรียมได้	23
3.6	นำพลาสติกที่ได้ไปทดสอบการฆ่าเชื้อ <i>E.coli</i> ในผักและผลไม้	24
บทที่ 4	ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์	25
4.1	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD	25
4.2	ผลการทดสอบการยับยั้งแบคทีเรียกับผักผลไม้	31
4.3	ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด (SEM)	39
บทที่ 5	สรุปและข้อเสนอแนะ	40
5.1	สรุปผลการทดลอง	40
5.2	ข้อเสนอแนะ	41
บรรณานุกรม		42
การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน		46
ประวัติผู้เขียน		52

สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
2.1	มลสาร (Pollutant) ที่สามารถบำบัดด้วยกระบวนการโฟโตแคตะไลซิส	13
3.1	แผนการดำเนินงานของโครงการ	19
4.1	ขนาดผลึกที่คำนวณโดยใช้สมการของ Scherer ของสารเคลือบจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD	26
4.2	ผลการยับยั้งเชื้อ <i>E. Coli</i> ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสูตรต่างๆ ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนซ์ 0-20 นาที	29
4.3	ผลการยับยั้งเชื้อ <i>E. Coli</i> ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสูตรต่ำ ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนซ์ 0-20 นาที (ต่อ)	30
4.4	ผลการทดสอบการยึดอายุของข้าวโพด ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงของในเวลาต่างๆ	32
4.5	ผลการทดสอบการยึดอายุของข้าวโพดอ่อน ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ (ต่อ)	33
4.6	ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบ โดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย ที่ทำให้ข้าวโพดอ่อนเน่าเสีย	34
4.7	ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบโดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียที่ทำให้ข้าวโพดอ่อนเน่าเสีย (ต่อ)	35
4.8	ผลการทดสอบการยึดอายุของพริกเหลืองด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และ ฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ	36
4.9	ผลการทดสอบการยึดอายุของพริกเหลือง ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และ ฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ (ต่อ)	37
4.10	ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบ โดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย ที่ทำให้พริกเหลืองเน่าเสีย	38

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า	
1.1	สถิติการส่งออกผักและผลไม้ในปี 2553-2556	1
1.2	ตัวอย่างเชื้อ <i>E. Coli</i> ภายใต้กล้องจุลทรรศน์	2
2.1	โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์	9
2.2	กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง	11
2.3	กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก(Photocatalytic)ของไทเทเนียมไดออกไซด์	12
2.4	การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล	14
2.5	กระบวนการโซล-เจล	15
2.6	ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วเคลือบจากกระบวนการโซล-เจล	16
3.1	การเตรียมผงและสารเคลือบ TiO_2 ด้วยวิธีโซล-เจล	21
3.2	การเตรียมผงและสารเคลือบ TiO_2/Se ด้วยวิธีโซล-เจล	22
4.1	XRD สเปกตรัมของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียม	26
4.2	เชื้อ <i>E. coli</i> เมื่อมีฟิล์มที่ไม่เคลือบ และวางไว้ให้รับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 120 นาที	28
4.3	เชื้อ <i>E. coli</i> เมื่อมีฟิล์มที่เคลือบด้วย TiO_2/Se วางไว้ให้รับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 120 นาที	28
4.4	อัตราการรอดชีวิตของ <i>E. Coli</i> ของผงสูตรต่างๆ ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 20 นาที	31
4.5	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่กำลังขยายต่างๆ	39

สัญลักษณ์และคำย่อ

TiO ₂	ไทเทเนียมไดออกไซด์
TTIP	Titanium (IV) isopropoxide
SeO ₂	ซีลีเนียมไดออกไซด์
NaCl	โซเดียมคลอไรด์
M	โมลาร์
XRD	X-ray diffraction
t	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
λ	ความยาวคลื่น
β	Line width at half maximum height (เรเดียน)
SEM	Scanning Electron Microscope
nm	นาโนเมตร
<i>E.coli</i>	<i>Escherichia coli</i>

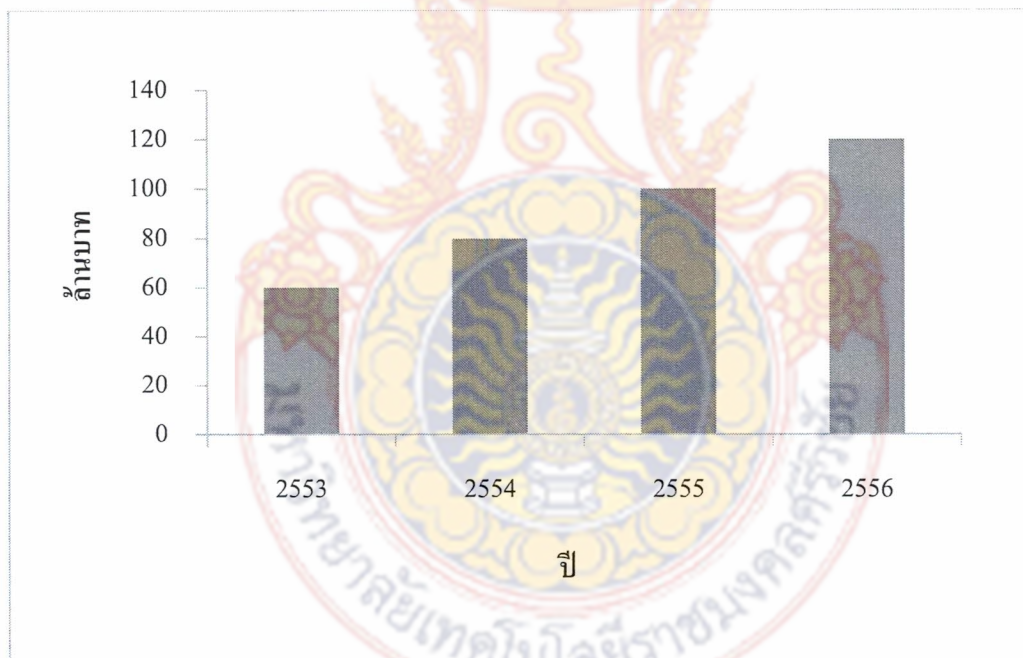


บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ผักและผลไม้เป็นสินค้าเกษตรที่สำคัญของประเทศไทย ทั้งในแง่การบริโภคภายในประเทศและการส่งออก สำหรับในแง่การส่งออก ผักและผลไม้สามารถทำรายได้ให้แก่ประเทศปีหนึ่งหลายพันล้านบาทและยังมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นทุกปี ข้อมูลการส่งออกผักและผลไม้ของกรมศุลกากร ดังรูปที่ 1.1 เป็นสถิติการส่งออกผักและผลไม้ในปี 2553-2556 ที่มีการส่งออกผักและผลไม้สดอันดับต้นๆของประเทศ ผักและผลไม้ที่มีการส่งออกมากได้แก่ หน่อไม้ฝรั่ง ข้าวโพดฝักอ่อน มะเขือเทศ ถั่วฝักยาว ต้นหอม มะม่วง ลำไย ลิ้นจี่ ทุเรียน กล้วยหอม และกล้วยไข่ เป็นต้น ตลาดที่มีการส่งออกมากได้แก่ ฮองกง สิงคโปร์ ญี่ปุ่น ยุโรป และตะวันออกกลาง เป็นต้น [1]

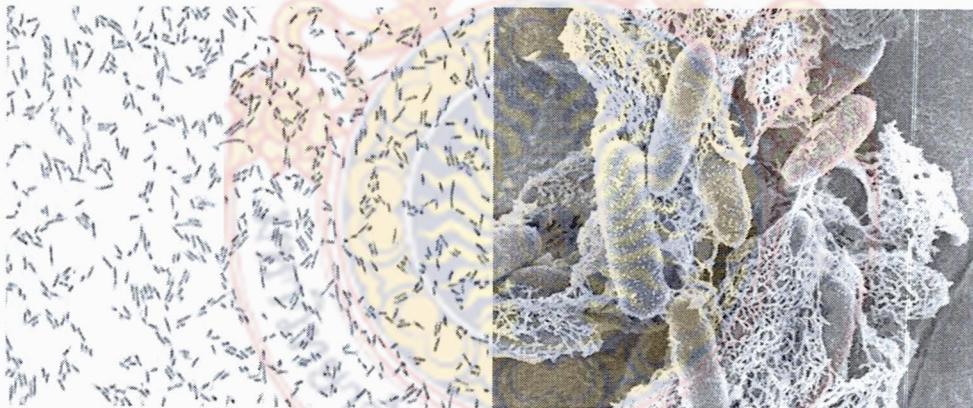


รูปที่ 1.1 สถิติการส่งออกผักและผลไม้ในปี 2553-2556 [1]

ปัญหาสำคัญที่มักประสบในการส่งออกคือ พบการสูญเสียโดยเฉลี่ยสูงถึง ร้อยละ 25 ทั้งนี้เนื่องจาก ผักและผลไม้เป็นสินค้าที่บอบช้ำ และเน่าเสียได้ง่าย สาเหตุที่ทำให้เกิดการเน่าเสียหลังการ

เก็บเกี่ยวของผลไม้และผักสด เนื่องจากโครงสร้างของผักและผลไม้สดประกอบด้วยผนังเซลล์ที่มีเพคติน (Pectin) ซึ่งเป็นสารเชื่อมระหว่างช่องว่าง เรียกว่า มิดเดิล ลามลลา (Middle lamella) โครงสร้างทางเคมีของเพคตินเป็นสารประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดกาแลกทูโรนิก และสารประกอบเพคตินอื่น ๆ สารเหล่านี้ถูกย่อยสลายได้ด้วยเอนไซม์เพคตินเนส (Pectinase) ซึ่งมีหลายชนิด พบว่าแบคทีเรียบางชนิด เช่น *Escherichia coli* สามารถสร้างเอนไซม์เพคตินเนสได้ และสามารถเจริญได้ดีในผักสด เนื่องจากผักสดมีความเป็นกรด-ด่างที่เหมาะสมกับการเจริญของแบคทีเรียที่สร้างเอนไซม์เพคตินเนสได้ นอกจากนี้ แบคทีเรียที่ไม่สร้างเอนไซม์เพคตินเนสก็สามารถเข้าทำลายภายในเซลล์ของพืชได้ โดยจะใช้สารอาหารประเภทคาร์โบไฮเดรตที่มีขนาดโมเลกุลเล็กๆ ไม่ซับซ้อนก่อน ทำให้เกิดการหมักขึ้น และการเจริญของราในผักและผลไม้สด

เชื้อ *Escherichia coli* (*E.Coli*) ดังรูปที่ 1.2 เป็นแบคทีเรียแกรมลบรูปร่างเป็นท่อน (Gram Negative Rod) อยู่ในกลุ่มเอ็นเทอโรแบคทีเรียซี (Family Enterobacteriaceae) ปกติอาศัยอยู่ในลำไส้ของคนและสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม พบเป็นจำนวนมากในอุจจาระ แต่ไม่พบในปัสสาวะ ด้วยเหตุนี้ ทำให้ *E.Coli* มีความสำคัญ ในการตรวจเชื้อเพื่อควบคุมคุณภาพของอาหารและผลิตภัณฑ์ต่างๆ โดยใช้เป็นตัวบ่งชี้ (Indicator) ที่บ่งบอก ว่าผลิตภัณฑ์มีการปนเปื้อนของสิ่งปนเปื้อนหรือไม่



รูปที่ 1.2 ตัวอย่างเชื้อ *E.Coli* ภายใต้อกล้องจุลทรรศน์ [2]

ในภาวะร่างกายปกติ เชื้อ *E.Coli* ไม่ทำให้เกิดโรค แต่จะก่อให้เกิดโรคได้ในกรณีภูมิคุ้มกันบกพร่อง หรือในสภาวะที่ร่างกายอ่อนแอ เรียกว่า เชื้อฉวยโอกาส (Opportunistic Pathogen) ซึ่งเป็นตัวการ สำคัญที่ก่อให้เกิดปัญหาการติดเชื้อในโรงพยาบาล (Secondary Infection) นอกเหนือจากกลุ่มที่กล่าวมา ข้างต้น กลุ่มผู้ที่มีความเสี่ยงต่อการติดเชื้อที่สำคัญคือ ผู้ที่ต้องทำงานเกี่ยวข้องกับเชื้อโรค ทำให้เกิดการติดเชื้อ จากการปฏิบัติงาน (Occupational Infection) ได้แก่ บุคลากรทางการแพทย์ที่

สัมผัสกับผู้ป่วยที่ติดเชื้อ และผู้ที่ทำงานในห้องปฏิบัติการทางการแพทย์ ซึ่งต้องสัมผัสกับสารคัดหลั่งจากร่างกายผู้ที่ติดเชื้อ เป็นต้น

การป้องกันการติดเชื้อ *E. Coli* ทำได้ไม่ยากโดยอาศัยหลัก “ ถูกสุขลักษณะ ” ได้แก่ ล้างมือให้สะอาดหลังเข้าห้องน้ำ ก่อนและหลังรับประทานอาหารทุกครั้ง กินอาหารที่ทำให้สุกแล้ว และควรกินอาหาร ทันที หากยังไม่รับประทานทันที ควรเก็บไว้ในตู้เย็น ควรล้างผักผลไม้ให้สะอาดก่อนรับประทาน เป็นต้น

ในปัจจุบันได้มีการนำสารสังเคราะห์จากไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) มาใช้ในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียหลายชนิดไม่ว่าจะเป็นทางการแพทย์ ทางการเกษตร อุตสาหกรรม เช่น การบำบัดน้ำเสีย และมีบางงานวิจัยได้นำไทเทเนียมไดออกไซด์มาผลิตเป็นฟิล์มบางเพื่อใช้ในการบรรจุภัณฑ์ผักผลไม้เพื่อลดอัตราการหายใจของผักผลไม้หลังการเก็บเกี่ยว การนำเทคนิคโฟโตแคตะไลซิส มาใช้กับการบำบัดน้ำ อาจเป็นผลจากการศึกษาวิจัยเมื่อ 10 กว่าปีมาแล้ว หลักการพื้นฐานของเทคนิคโฟโตแคตะไลซิสเริ่มจากการที่แสงไปกระตุ้นอิเล็กตรอนที่แถบเวเลนซ์ (Valence band) ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เป็นสารประกอบกึ่งตัวนำ ซึ่งแวนดลอยอยู่ในน้ำที่มีสิ่งเจือปนหลุดออกจากตำแหน่งส่งผลให้อิเล็กตรอนที่หลุดไป และโฮล (Hole) ซึ่งเป็นช่องว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอนและมีประจุบวกสามารถสร้างพลังงานความร้อนกลับมารวมตัวกัน หรือทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมภายนอก โดยที่โฮลจะมีปฏิกิริยากับน้ำและหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) เพื่อทำให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl radical) ซึ่งเป็นตัวออกซิไดส์ที่แรงสามารถไปทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ละลายอยู่แตกตัวออกกลายเป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ ผลจากปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของสารไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถนำไปยับยั้งแบคทีเรีย หรือเชื้อราได้ เช่น การศึกษาปฏิกิริยาต่อต้านแบคทีเรีย *E. Coli* K-12 ของ Fe^{3+} -doped Nanostructured TiO_2 Thin Films ที่เคลือบบนกระจก Soda-lime-silica ซึ่งเตรียมจากวิธี โซล - เจล ความเข้มข้นสูงสุดของ Iron Ion ประมาณ 0.5 mol% หลังฉายรังสี 120 นาที สามารถยับยั้งจุลินทรีย์ได้ถึง 95 % เนื่องจากทำให้ Cell wall เกิดความเสียหาย [3] นักวิจัยบางท่านได้ทำการศึกษา Antifungal Activity ของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในรูปของผงไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ เคลือบบนฟิล์มพลาสติกที่ต่อต้าน *Penicillium Expansum* ของผลไม้ ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกลดการเจริญเติบโตของ Fungal pathogen ซึ่งพบว่าความสามารถของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งการเจริญเติบโตของ *Penicillium Expansum* ขึ้นอยู่กับปริมาณผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เพิ่มลงไป ทั้งผงและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถชะลอการเน่าของผลไม้ ในทำนองเดียวกันฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถลด Brown lesion และ *Penicillium Rot* ในมะนาว [4] เมื่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราซึ่งเป็นสาเหตุของการเน่าเสียของผักและผลไม้ จึงได้มี

การทดลองศึกษาโดยนำผง ไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 Degussa) *E.Coli* K-12 โดยใช้ Malondialdehyde (MDA) เป็นดัชนีชี้วัดความสามารถในการยับยั้ง *E.Coli* K-12 ผลปรากฏว่าเมื่อทำการฉายแสงไปประมาณ 30 นาที สามารถที่ยับยั้ง *E.Coli* K-12 ได้ถึงประมาณ 77-93 % [5]

จากปัญหาที่กล่าวไว้ข้างต้นนั้นปริญญาณิพนธ์นี้จึงมีแนวความคิดที่จะผลิตสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมเคลือบบนพลาสติกสำหรับบรรจุผักได้แก่ ข้าวโพดฝักอ่อน พริก เหลือง ตลอดจนทำการศึกษาประสิทธิภาพการยับยั้งแบคทีเรีย *E.Coli*.

1.2 วัตถุประสงค์

1. ผลิตสารเคลือบเพื่อยืดอายุการเก็บรักษาผักผลไม้
2. เพื่อศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมสารเคลือบบนพลาสติกห่อผักผลไม้
3. เพื่อศึกษาผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกและประสิทธิภาพสารเคลือบที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.Coli*

1.3 ขอบเขต

1. สังเคราะห์สารเคลือบ TiO_2 ที่ตัวโตปรวมด้วย SeO_2 โดยวิธี โซล-เจล
2. ศึกษาประสิทธิภาพการเคลือบด้วยการฆ่าเชื้อ *E.Coli*
3. ศึกษาการฆ่าเชื้อ *E.Coli* กับผักผลไม้ตัวอย่างได้แก่ ข้าวโพดฝักอ่อน พริก ฮ่อง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ได้เทคนิคในการสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมระดับนาโนเคลือบบนพลาสติกโดยวิธี โซล-เจล และจุ่มเคลือบ แล้วนำมาประยุกต์ใช้กับการยับยั้งเชื้อ *E.Coli* ที่เป็นเชื้อแบคทีเรียที่สามารถพบในผัก

1.4.2 ได้ทราบถึงผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมสารเคลือบบนพลาสติกห่อผัก

1.4.3 ได้ทราบถึงประสิทธิภาพของพลาสติกห่อผัก ที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมในการยับยั้งเชื้อ *E.Coli*

1.4.4 สามารถออกแบบต้นแบบสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่เหมาะสมในการยับยั้งเชื้อ *E.Coli*

บทที่ 2

งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้ศึกษาสมบัติของตัวแปรสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติการเป็นโฟโตแคตะลิสต์ (Photocatalyst) ของสารเคลือบที่สังเคราะห์และการนำสารเคลือบมาเคลือบบนพลาสติกห่อผักด้วยวิธีการจุ่ม ตลอดจนการศึกษาเรื่องการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E.Coli* และศึกษาการยืดอายุของผักคั้นนั้นในรายละเอียดที่ศึกษาจะกล่าวถึงหัวข้อสำคัญที่เกี่ยวข้องดังนี้

2.1 งานวิจัย

สุพัฒน์ คำไทย [6] ได้ศึกษากระดาษห่อยืดอายุผลไม้กล้วยหอม ซึ่งกระดาษยืดอายุที่คิดค้นขึ้นมีคุณสมบัติดูดซับก๊าซเอทิลีน ซึ่งเกิดจากการหายใจของผลไม้ และเป็นตัวที่ทำให้ผลไม้เปลี่ยนจากดิบเป็นสุก ผลิตโดยใช้เทคนิคอย่างง่าย เพียงนำเยื่อคาลิปต์สมาป็นผสมกับผงถ่านกัมมันต์ และสารยับยั้งเชื้อราในอัตราส่วนที่เหมาะสม และขึ้นรูปเป็นกระดาษสำหรับห่อหุ้มผลไม้ก่อนบรรจุลงกล่อง กระดาษดังกล่าวได้มาตรฐานสำหรับห่ออาหารที่ไม่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภค ที่งานทดสอบใช้งานกับกล้วยหอมทองพบว่าชะลอสุกได้นาน 45 วัน เมื่อขนส่งที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ การเก็บรักษาในสภาวะดังกล่าว เริ่มปรากฏอาการของเชื้อราขึ้นบ้าง ที่ขั้วผลกล้วยหอมทองในวันที่ 21 ของการเก็บรักษา เปรียบเทียบกับชุดกล้วยหอมชุดที่ไม่มีการยืดอายุ จะปรากฏอาการเชื้อราในวันที่ 15 ของการเดินทาง

น้ายืดอายุผักและผลไม้ [7] ผู้คิดค้นได้ใช้หลักการ โดยนำสารประกอบกลุ่มฟลาโวนอยด์ เช่น แอนโทไซยานินรวมกับกรดแอสคอร์บิกอิรีโทรบิกหรืออัลฟา ไลโปอิก ซึ่งพบว่ามีฤทธิ์ยับยั้งเอ็นไซม์และแบคทีเรียที่ทำให้ผักและผลไม้เน่าเสีย

วรรณิ นิธิริกุล และคณะ [8] ได้ศึกษาเทคโนโลยีฟิล์มบรรจุภัณฑ์แอคทีฟสำหรับยืดอายุผักและผลไม้สด ซึ่งฟิล์มที่พัฒนาได้แบ่งเป็น 3 กลุ่มหลักคือ ฟิล์มพลาสติกที่ยอมให้ก๊าซออกซิเจนผ่านได้ปานกลาง ฟิล์มพลาสติกที่ยอมให้ก๊าซออกซิเจนผ่านได้สูง และฟิล์มพลาสติกที่ยอมให้ก๊าซออกซิเจนผ่านได้สูงมาก ที่สำคัญ ฟิล์มที่ผลิตได้ยังช่วยควบคุมอัตราก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ต่อก๊าซออกซิเจนได้ดีขึ้น จึงมีศักยภาพในการเก็บรักษาผลผลิตที่มีอัตราการหายใจสูงและมีอายุสั้นมาก เช่น เห็ด กระเจี๊ยบเขียว และหน่อไม้ฝรั่งได้ ซึ่งสามารถชนะรางวัลนักเทคโนโลยีดีเด่นประจำปี 2548 ของมูลนิธิส่งเสริมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในพระบรมราชูปถัมภ์ งานพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์ของพวกเขาเริ่มต้นจากการศึกษาความรู้ด้านสรีรวิทยาของผลผลิตก่อนเป็นอันดับแรก โดยเฉพาะความเข้าใจเรื่องอัตราการหายใจและคายน้ำของผลผลิตที่มีอัตราต่างกัน

ฟิล์มที่เหมาะสมกับการยืดอายุผลผลิตจะต้องมีคุณสมบัติสามารถดัดแปลงสภาพบรรยากาศภายในบรรจุภัณฑ์ให้เป็นสถานะสมดุล (Equilibrium Modified Atmosphere /EMA) ซึ่งเป็นหลักการหนึ่งในกลุ่มเทคโนโลยีบรรจุภัณฑ์แบบแอคทีฟ ที่ได้รับการยอมรับว่าเป็นเทคโนโลยีการรักษาความสดและถนอมอาหารแห่งศตวรรษที่ 21 มีผลต่อการชะลอการหายใจ การคายน้ำ และการเสื่อมสภาพของผลผลิต สามารถยืดอายุการเก็บรักษาได้นานกว่าเดิม 2-5 เท่า โดยรสชาติ กลิ่น และคุณค่าทางโภชนาการไม่เปลี่ยนแปลง ตัวอย่างผลการใช้ฟิล์มบรรจุภัณฑ์ยืดอายุพอสังเขปว่า เมื่อนำไปใช้กับกล้วยไข่ พบว่าสามารถยืดอายุการเก็บรักษาได้ 25 วันจากปกติที่เก็บไว้เพียง 5 วันก็จะเริ่มมีกลิ่นฉุนไม่น่ารับประทาน นอกจากนี้ ยังเก็บรักษาคะน้าได้นานถึง 22 วันที่อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส และเก็บรักษาพริกชี้ฟ้าได้นาน 36 วัน ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

โสธรา กนกพานนท์ [9] ได้ศึกษาสารยืดอายุผลไม้ ปลดภัยแกมลดความอ้วน ใช้โคโคซานที่สกัดได้จากเปลือกกุ้งและเจลาติน หรือโปรตีนที่อยู่ใต้ผิวหนังสัตว์ อาทิ หมู วัว ควายที่ได้จากโรงฆ่าสัตว์และอุตสาหกรรมหนัง มาเป็นสูตรผสมในการสร้างสารเคลือบในลักษณะของไบโอโพลิเมอร์ที่สามารถผลิตได้เองในประเทศ โดยสารทั้งสองตัวถือเป็นผลิตผลพลอยได้ที่คณะวิจัยสามารถนำมาเพิ่มมูลค่าได้ โดยคุณสมบัติเด่นที่เห็นได้ชัดคือ การยับยั้งแบคทีเรียและลดความอ้วนสำหรับชั้นเคลือบผิวผลไม้ที่เกิดจากส่วนผสมของสารทั้งสองตัวมีขนาดราว 70 ไมครอน สามารถยืดอายุเหียนไม่ให้สุกเร็วเท่ากับขณะที่อยู่ในผล ซึ่งเมื่อนำไปทดสอบวางที่ชั้นวางในซูเปอร์มาร์เก็ตที่อุณหภูมิ 17-20 องศาเซลเซียส เนื้อเหียนสดสามารถอยู่ได้นานประมาณ 2 สัปดาห์ แต่หากปรับอุณหภูมิที่เหมาะสมให้อยู่ที่ประมาณ 5 องศาเซลเซียส สามารถอยู่ได้นานนับเดือน นอกจากนี้ ยังพบว่าเมื่อเคลือบสารตัวนี้ลงบนผิวเนื้อเหียน ไม่ปรากฏเชื้อราและแบคทีเรีย ขณะที่ความสดยังคงมีอยู่ไม่ว่าจะเป็น ความแน่นเนื้อ และน้ำหนักหรืออัตราการสูญเสียน้ำไม่ลดลง ส่วนเรื่องรสชาติยังอยู่ระหว่างการพิสูจน์ แต่ไม่น่าจะมีผลต่อรสของเหียน เนื่องจากเจลาตินไม่มีรส ส่วนโคโคซานอาจมีรสของสารละลาย ซึ่งเป็นกรดอ่อนๆ ติดอยู่ แต่ด้วยฟิล์มเคลือบที่บางมาก จึงไม่น่าจะมีปัญหาในเรื่องรสชาติ

Kim, S.Y. and group [10] ได้ศึกษาการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรลิซิส ซึ่งใช้แอลกอฮอล์และน้ำเป็นตัวทำละลายในการสลายตัวของเมทิลีนบลูในอัตราของเมทิลีนบลู 1200 มิลลิกรัม ต่อผงไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 กรัม แล้วให้แสงจากหลอดยูวี วัดการดูดกลืนแสงที่ 665 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer จากผลการศึกษาข้างต้นพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคของอะนาเทสและรูไทล์จะเพิ่มขึ้นด้วย โดยที่ 400 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 113 m^2/g และสามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ดีที่สุด

Kim, K.D. and group [11] ได้มีการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25 Degussa) เติมด้วยเงิน (Ag) มาทำการยับยั้ง *E. Coli* ภายใต้การฉายแสงด้วยหลอดฟลูออเรสเซนต์ ผลปรากฏว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ และเมื่อใช้เวลานานขึ้นประสิทธิภาพในการยับยั้งโรคก็จะเพิ่มขึ้น

Liu, Z. and group [12] ได้ศึกษากลไกการเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน (N) และแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน (La, N) พบว่าโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน คือ เฟสอะนาเทส และเกิดเฟสผสมระหว่างอะนาเทสกับรูไทล์ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยไนโตรเจน ประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ เจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน ให้ผลสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน เนื่องจากขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจน เล็กกว่า ทำให้มีพื้นที่ผิวสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน การเจือด้วยแลนทานัมร่วมกับไนโตรเจนมีกลไกการเพิ่มปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

Harizanov. and group [13] ทำการศึกษาระบบของ TiO_2/MnO ที่เตรียมด้วยวิธี โซล-เจลโดยใช้ไทเทเนียมเอทอกไซด์ (Titanium Ethoxide) และ แมงกานีสไนเตรต (MnO) เป็นสารตั้งต้น ซีโรเจล (Xerogel) ที่ได้ทำให้แห้ง ที่ 80 องศาเซลเซียส และเผาด้วยอุณหภูมิ 560 องศาเซลเซียส ในอากาศ 1 ชั่วโมง พบว่าวิธีโซล-เจลสามารถเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนได้อย่างมีประสิทธิภาพและ MnO จะมีผลต่อการลดอุณหภูมิของการเปลี่ยนแปลงจากเฟสอะนาเทส ไปเป็นเฟสรูไทล์และส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพโฟโตคะตะลิสต์ด้วย

Zheng. and group [3] ได้มีการศึกษาสมบัติของ TiO_2 ที่เจือกับพลวง (Sb) ในการยับยั้งแบคทีเรีย พบว่า ฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์จะเกิดเฟสอะนาเทส หลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 450 และ 500 องศาเซลเซียส และจะเกิดเฟสอะนาเทสและรูไทล์ ที่ 550 องศาเซลเซียส จากการเจือ Sb กับ TiO_2 จะทำให้การยับยั้งแบคทีเรีย เช่น *E. Coli* สามารถกำจัดได้ภายใน 2 ชั่วโมง โดยใช้รังสียูวี

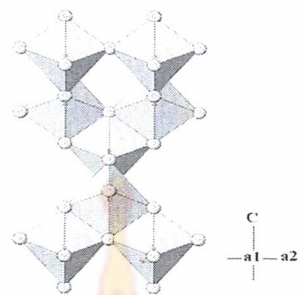
Yelda, Y. and group [14] ได้ศึกษาการใช้ซีลีเนียมเจือสารในไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อเติมปริมาณซีลีเนียม ในช่วง 0.1 – 0.5% จะทำให้มีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 16-19 นาโนเมตร และส่งผลทำให้เกิดการเลื่อนไปยังแสงที่มองเห็นด้วยตาเปล่า จากความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร สามารถเลื่อนได้ถึง 650 นาโนเมตร ซึ่งซีลีเนียมเข้าไปแทนที่ (substitution) ในอะตอมของผลึกไทเทเนียม

ในการวิจัยครั้งนี้ได้มุ่งเน้นการสังเคราะห์สารเคลือบที่มีประสิทธิภาพต่อการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* โดยทำการเจือด้วยธาตุซีลีเนียม (Se) แล้วนำสารสังเคราะห์ดังกล่าวไปเคลือบบน

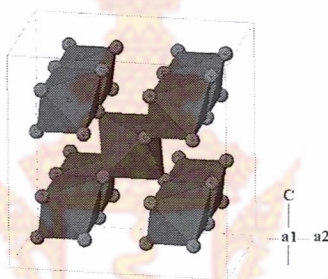
พลาสติกห่อผักแล้วศึกษาการยืดอายุของผักได้ โดยศึกษาปริมาณสารเชื้อที่เหมาะสม ศึกษาถึงรายละเอียดของตัวพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตลอดจนพัฒนาระบบการกระตุ้นด้วยแสงที่ค่อนข้างอยู่ในช่วงแสงที่มองเห็นด้วยตาเปล่ามากขึ้น ตลอดจนการศึกษาศักยภาพการใช้งานจริงเช่น ทดลองห่อผัก ได้แก่ ข้าวโพดอ่อนและพริกเหลือง เป็นต้น

2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)

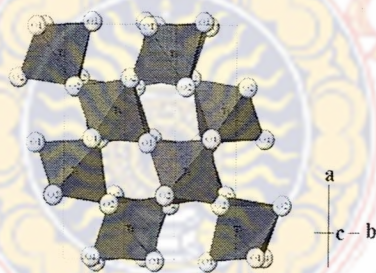
ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้าง 3 แบบแสดงดังรูปที่ 2.1 คือ รูไทล์ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนาล อะนาเทส มีโครงสร้างผลึกแบบ เตตระโกนาล และบรูคไคต์ มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรมบิก อะนาเทสมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.20 eV ซึ่งมากกว่ารูไทล์ (3.02 eV) อะนาเทสจึงมีสมบัติเป็นโฟโตแคตะลิสต์ที่สูงกว่ารูไทล์ อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นของผลึกรูไทล์จะกลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกเร็วมากและเร็วกว่ากรณีของอะนาเทส จึงทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเกิดขึ้นในช่วงเวลาสั้นๆ และมีประสิทธิภาพต่ำ นอกจากนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปเฟสอะนาเทสมีความเป็นผลึกสูงและพื้นที่ผิวมากที่สุด เมื่อเทียบกับเฟสอื่นๆ [19] ซึ่งสมบัติเหล่านี้ส่งผลต่อการเป็นโฟโตแคตะลิสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ คืออัตราส่วนพื้นที่ผิวสำหรับการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก จะให้ผลปฏิกิริยามากขึ้นเมื่อใช้วัสดุที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำเป็นคู่กัน เช่นในระบบของ TiO₂/SnO₂ จากการศึกษาของ Yang และคณะ(2002) พบว่าระบบของ TiO₂/SnO₂ เป็นตัวโฟโตแคตะลิสต์ที่ดีเนื่องจาก High Quantum Yield สูง ความแตกต่างของแถบการนำใน TiO₂ และ SnO₂ ส่งผลให้มีการแยกของ Photoinduce e⁻ - Hole Pair และยังพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ SnO₂ ให้มากขึ้นทำให้เฟส อะนาเทสเสถียรขึ้น ซึ่ง SnO₂ จะไปป้องกันการรวมตัวกลับกันอีกครั้งระหว่างอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวกที่ทำให้ยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งในที่สุดก็ส่งผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดีขึ้นด้วย



(ก) อะนาเทส



(ข) รูไทล์



(ค) บรูคไคต์

รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ [15]

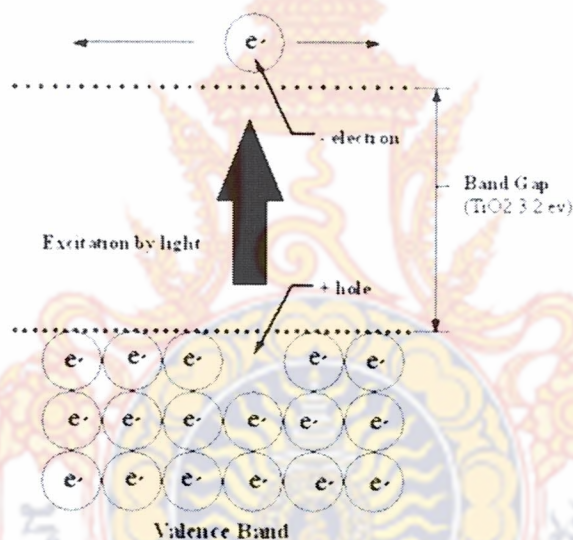
โครงสร้างผลึกอะนาเทส รูไทล์ และบรูกไคต์ สามารถแสดงได้ในรูปของ TiO_2 ที่เป็นปริมาตรฐานสี่เหลี่ยมสองอันประกบกันหรือออกตะฮีดรอล (Octahedral) โดยโครงสร้างผลึกทั้ง 3 ชนิดนี้มีความแตกต่างกันเนื่องมาจากการบิดตัวของแต่ละออกตะฮีดรอลที่เรียงต่อกัน และจากรูปแบบการเรียงตัวของออกตะฮีดรอล โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสเกิดมาจากการเรียงตัวต่อกันโดยใช้ส่วนของยอดของแต่ละออกตะฮีดรอล ในขณะที่โครงสร้างผลึกรูไทล์เกิดมาจากการเรียงตัวต่อกันโดยใช้ส่วนของขอบของแต่ละออกตะฮีดรอล และโครงสร้างผลึกบรูกไคต์เกิดมาจากการเรียงตัวต่อกันโดยใช้ทั้งส่วนของยอดและส่วนของขอบของแต่ละออกตะฮีดรอล ดังรูปที่ 2.1

ถึงแม้ว่าโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์มีอยู่หลายชนิด ตามที่ได้กล่าวมาแล้ว แต่อะนาเทสและรูไทล์เป็นโครงสร้างผลึกที่พบเป็นส่วนใหญ่ โดยปกติแล้วโครงสร้างผลึกอะนาเทส สามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์ได้ที่อุณหภูมิมากกว่า 600°C นับจนถึงปัจจุบัน ได้มีการศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์เป็นอย่างมาก เนื่องจากโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวแปรที่สำคัญมากตัวแปรหนึ่งที่จะกำหนดประสิทธิภาพในการประยุกต์ใช้ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบปกติ (ไม่ใช่แสงร่วม) หรือเซรามิกที่ใช้ทำเยื่อแผ่นบาง (Membrane) โดยนอกจากอุณหภูมิแล้ว ยังมีอีกหลายปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อ การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกดังกล่าว ได้แก่ ความดัน ปริมาณของผลึก ความไม่สมบูรณ์ของผลึก และขนาดของผลึก ในการประยุกต์ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม โครงสร้างผลึกทั้งอะนาเทส และรูไทล์เป็นที่นิยมนำมาศึกษากัน โดยทั่วไป สำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม โดยปกติแล้ว โครงสร้างผลึกอะนาเทสให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกรูไทล์ แต่อย่างไรก็ตามในบางปฏิกิริยา โครงสร้างผลึกรูไทล์ หรือโครงสร้างผลึกผสมระหว่างอะนาเทสและรูไทล์ (เช่น อะนาเทส 70-75% และรูไทล์ 30-25%) มีรายงานว่าให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกอะนาเทส โดยมีตัวแปรหลายตัวแปรที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของแต่ละโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ ได้แก่ พื้นที่ผิว การกระจายตัวของรูพรุน ขนาดของอนุภาคผลึก และที่สำคัญมากคือ วิธีการที่ใช้ในการสังเคราะห์ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์

2.3 ลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม

เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีตำแหน่งที่ว่างของออกซิเจน ในโครงสร้างผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์จึงจัดได้ว่าเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วมที่เป็นสารกึ่งตัวนำนั้น จะมีความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา 2 ชนิดไปพร้อมๆกัน ซึ่งสามารถก่อให้เกิดทั้งปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน

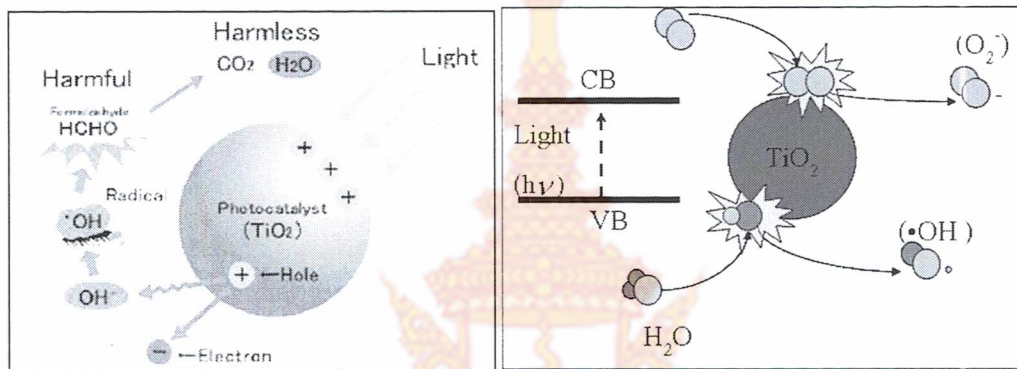
(Oxidation and reduction reactions) โดยการกระตุ้นด้วยการดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy) ความสามารถของสารกึ่งตัวนำที่จะถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยังสารตั้งต้น ในการเกิดปฏิกิริยาที่ถูกดูดซับไว้นั้น ขึ้นอยู่กับตำแหน่งของแถบช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำและตำแหน่งของศักย์พลังงานในการเกิดรีดอกซ์ (Redox) ของสารที่ถูกดูดซับ โดยปกติแล้วระดับของพลังงานที่ต่ำที่สุดของแถบคอนดักชัน (Conduction band) จะเป็นระดับของศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันด้วยอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (Excited electron) ในทางกลับกัน ระดับของพลังงานที่สูงที่สุดของแถบวาเลนซ์ (Valence band) จะเป็นระดับศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโฮล (Hole) ที่เหลืออยู่หลังจากที่อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นไปแล้ว ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง [16]

สารกึ่งตัวนำแตกต่างจากโลหะคือมีความไม่ต่อเนื่องของระดับพลังงานทำให้เกิดเป็นช่องว่างของระดับพลังงานซึ่งส่งผลให้เกิดการแยกจากกันของอิเล็กตรอนและโฮลหลังจากที่ถูกกระตุ้นด้วยแสง ทำให้ทั้งอิเล็กตรอนและโฮลมีระยะเวลาเพียงพอในการเคลื่อนที่ผ่านไปยังพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาและก่อให้เกิดปฏิกิริยาในที่สุด ความแตกต่างของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาทาส และรูไทล์ทำให้เกิดความแตกต่างของความหนาแน่นและโครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์ ส่งผลให้มีค่าแถบช่องว่างพลังงานแตกต่างกันคือ 3.20 eV สำหรับโครงสร้างผลึกอะนาทาส และ 3.02 eV สำหรับโครงสร้างผลึกรูไทล์ ดังนั้นจึงทำให้ความสามารถในการดูดกลืนแสง

เริ่มเกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่นของแสงที่แตกต่างกัน โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 384 นาโนเมตร ในขณะที่โครงสร้างผลึกรูไทล์สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 410 นาโนเมตร ซึ่งส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม



รูปที่ 2.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก(Photocatalytic)ของไทเทเนียมไดออกไซด์ [17]

ไทเทเนียมไดออกไซด์ ถูกใช้เป็นโฟโตแคตะลิสต์ (Photocatalyst) อย่างแพร่หลาย เพราะไทเทเนียมไดออกไซด์ไม่เป็นพิษ มีสมบัติทางเคมีที่เสถียรและมีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกสูง มีสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์อย่างรุนแรง ในขณะเดียวกันผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ยังมีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilicity) สูงด้วย มุมสัมผัสระหว่างน้ำกับผิวฟิล์มที่เคลือบด้วยสารไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า 0° ภายใต้การกระตุ้นด้วยแสงยูวี ซึ่งปรากฏการณ์นี้สามารถอธิบายได้โดยการเปลี่ยนโครงสร้างในผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบเวเลนซ์หลุด เกิดหลุมประจุบวกขึ้นซึ่งหลุมประจุบวกจะตอบสนองต่อผิวของออกซิเจนอะตอมและเกิดหมู่ไฮดรอกซิล จากปรากฏการณ์นี้จึงมีการนำไปใช้งานทางด้านต่างๆ เช่น การทำความสะอาดตัวเองของกระเบื้องหรือการป้องกันจากหมอกจับกระจกรถยนต์ตอนอากาศเย็น [18]

กระบวนการโฟโตแคตะไลซิสเป็นเทคโนโลยีใหม่สำหรับการกำจัดสารพิษ และเป็นที่น่าสนใจที่จะนำมาใช้ในการบำบัดสารมลพิษที่มีความอันตรายจากแหล่งกำเนิดต่างๆ โดยการประยุกต์ใช้นี้ได้หลากหลายดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตาราง 2.1 มลสาร (Pollutant) ที่สามารถบำบัดด้วยกระบวนการโฟโตแคตะไลซิส [19]

ประเภทของมลสาร	Benzene, Toluene, Ethylbenzene, Xylene, Phenols, Trichloroethylene และสารระเหยจำพวก Halogenated Hydrocarbon, Polychlorinated Biphenyls (PCBs), Dichlorodiphenyltrichloroethane (DDT), Dioxins, สารฆ่าแมลงและสารปราบศัตรูพืช, ลิกนิน, สารลดแรงตึงผิว Humic Acids (HA)
มลสารอนินทรีย์	Cyanide, Hydrogen Sulfide, Mercury, Cadmium, Chromium (Cr ⁺⁶), Sulfite, Manganese, Lead, Zinc, Copper, Arsenic
เชื้อโรค	<i>E.Coli</i> , <i>Lactobacillus Acidophilus</i> , <i>Saccharomyces Cerevisiae</i> , <i>Fecal Coliform</i>

การศึกษาประสิทธิภาพโฟโตแคตะไลซิสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสอะนาเทส เป็นไปอย่างกว้างขวาง มีการใช้ตัวเติมลงไปไนไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเป็นโฟโตแคตะไลซิสของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งเป็นการศึกษาที่เน้นใช้ทางด้านสิ่งแวดล้อมและการทำความสะอาดตัวเอง นอกจากนี้มีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นแคตะไลสต์ในปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกไปศึกษาการทำลายเชื้อโรคและกำจัดเซลล์มะเร็ง ซึ่งเป็นโรคที่มีอัตราการตายของคนมาเป็นอันดับต้นๆ [20] รูปแบบของโฟโตแคตะไลสต์ที่เตรียมขึ้นเพื่อนำไปใช้งานอาจอยู่ในรูปผงหรือเป็นฟิล์มบางเคลือบบนวัสดุที่ต้องการทดสอบก็ได้

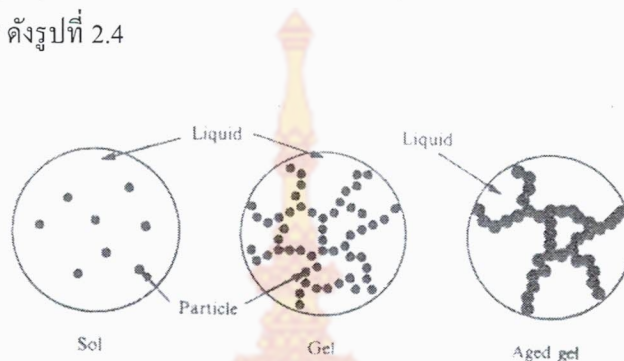
2.4 กระบวนการ โซล-เจล [20]

กระบวนการผลิตด้วยวิธีโซล-เจล เป็นกระบวนการที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกแก้ว และโดยเฉพาะวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูงซึ่งงานวิจัยนี้ได้เลือกกระบวนการโซล-เจล เนื่องจากกระบวนการนี้มีข้อดีหลายอย่างดังนี้

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

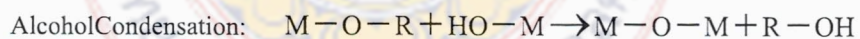
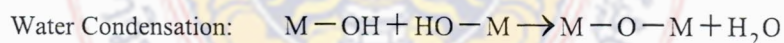
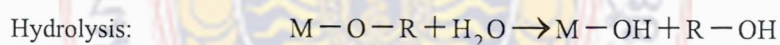
- เตรียมได้ด้วยอุณหภูมิต่ำ

โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” ดังรูปที่ 2.4



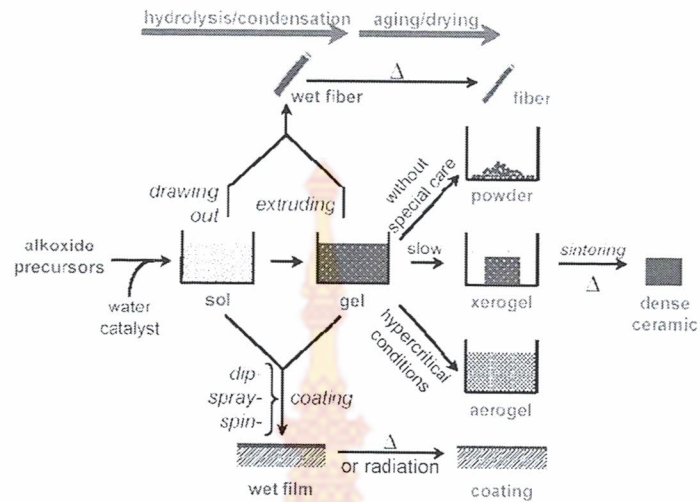
รูปที่ 2.4 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล [20]

ปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นเป็นน้ำ (Water Condensation) และการควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol Condensation) ดังสมการข้างล่าง มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาได้แก่ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำกับโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในภาวะที่ต่างกันทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและ โครงสร้างต่างกัน



เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทนกลุ่มอัลคอกซิล (Alkoxy Group)

ในกระบวนการผลิตทั้งจากภาวะที่เป็น โซล หรือ เจล เมื่อเข้าสู่ภาวะทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น เส้นใย(Fiber) แอโรเจล (Aerogel) ซีโรเจล (Xerogel) ผง (Powder) และ ฟิล์มเคลือบ (Coating Film) เป็นวัสดุพิเศษสำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ต่อไป ดังรูปที่ 2.5

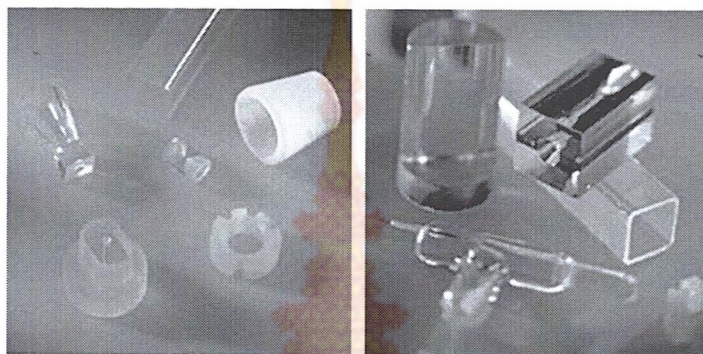


รูปที่ 2.5 กระบวนการโซล-เจล [21]

วิธี โซล-เจล ประกอบด้วย การเตรียมสารละลายเนื้อเดียวกัน เปลี่ยนสารละลายเป็น โซล สำหรับ TEOS ปฏิกิริยาจะเริ่มด้วยการไฮโดรไลซิสกลุ่ม Alkoxyyl หนึ่งหรือมากกว่าของโมเลกุล TEOS ในการผลิตจะใช้น้ำและแอลกอฮอล์ 2 โมเลกุลประกอบด้วย OH- Group จะถูกพอลิเมอไรซ์ โดยกำจัดน้ำออก ทำให้เกิดการฟอร์มตัวด้วยพันธะ Si - O - Si และเมื่อต่อกับกลุ่มอื่นก็จะได้เป็น พันธะ Si - O - Si - O - Si การซ้ำกระบวนการทำให้ได้โมเลกุลเป็นเส้นยาวหรืออนุภาคเป็น 3 มิติที่ โมเลกุลเส้นตรงและอนุภาคละเอียดประกอบด้วยพันธะซ้ำๆกัน ดังรูปที่ 2.5

การนำเทคโนโลยีโซล-เจล มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น พงศเจียค ฟิล์ม บาง เส้นใย และวัสดุก้อน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ ดังรูปที่ 2.6 สารเคลือบ ป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสงและการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซล-เจลจะเป็น ประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารและวัสดุสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูง หรือ แม้แต่การผลิตสารหรือวัสดุทดแทนการใช้แร่ หรือทรัพยากรธรรมชาติหายากและมีอยู่จำกัด ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลจะมีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุ ในระดับโมเลกุลสามารถกำหนดสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้ง่าย นับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรม หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรม เซรามิก เป็นต้น การนำเทคโนโลยีโซล-เจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องศึกษาใน รายละเอียดเกี่ยวกับภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะและสมบัติของสารหรือวัสดุที่ ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำเทคโนโลยีดังกล่าว

มาใช้ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากกระบวนการ โชล-เจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถสนองตอบความต้องการของผู้บริโภคได้จริง



รูปที่ 2.6 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วเคลือบจากกระบวนการ โชล-เจล [22]

มีการศึกษาการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นผงแล้วทำการเคลือบบนแผ่นฟิล์มพลาสติกโดยใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ผสมกับสารละลายอินทรีย์แล้วทำการเคลือบที่อุณหภูมิห้องแล้วทำให้แห้งหลังจากนั้นนำไปยับยั้ง *E. Coli* จากผลการทดลองผลที่ได้พลาสติกที่ทำการเคลือบสามารถยับยั้งได้ [8] นอกจากนั้นยังได้ใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ไปยับยั้งราชนิด *Penicillium Expansum* โดยการเคลือบบนพลาสติก [23]

นอกจากนี้ยังมีการทำวิจัยโดยการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* โดยการเคลือบบนแผ่นแก้วใช้วิธีการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยงความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาทีแล้วนำแผ่นแก้วดังกล่าวไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถยับยั้ง *E. Coli* ได้อย่างมีประสิทธิภาพได้ภายใน 6 ชั่วโมง [24] อีกทั้งยังมีการวิจัยการยับยั้งเชื้อ *E. Coli* ในน้ำด้วยการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซีลีเนียมซึ่งแหล่งทั้งสแตนออกไซด์นั้นได้มาจากกรดทังสติกซึ่งทำการเผาให้ได้ผงที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส [25] นอกจากนี้ยังมีการศึกษาสมบัติของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกของไทเทเนียมเจือด้วยซีลีเนียมซึ่งมีสมบัติดังกล่าวเป็นอย่างดีเมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมที่ไม่มีการเจือ [26] ทั้งยังมีการวิจัยการย่อยสลายสารโคลโรฟีนอลด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เนื่องจากมีสมบัติโฟโตแคตาไลติกที่ดี [27]

งานวิจัยนี้ได้ผลิตสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมเคลือบบนพลาสติกโดยใช้กระบวนการ โชล-เจลที่อุณหภูมิต่ำโดยการใช้ไมโครเวฟในการผลิต ทดสอบการยับยั้งเชื้อ *E. Coli*. และทดลองกับผักได้แก่ ข้าวโพดฝักอ่อน พริกเหลือง

2.5 ลักษณะเชื้อ *Escherichia coli* (*E. Coli*)

เชื้อ *E. Coli* ทำให้เกิดการติดเชื้อโดยเกาะกับผนังเซลล์ของอวัยวะส่วนต่างๆ เช่น ไต กระเพาะ ปัสสาวะ และจะสร้างสารช่วยในการยึดเกาะให้เชื้ออยู่ในบริเวณนั้นได้ และจะสร้างสารต่างๆ ออกมาเพื่อ ทำลายเซลล์ ก่อให้เกิดโรคติดเชื้อขึ้น เชื้อ *E. Coli* ทำให้เกิดกลุ่มอาการที่สำคัญ คือ การติดเชื้อที่ทางเดินปัสสาวะ เยื่อหุ้มสมองอักเสบในทารก และท้องร่วง

การติดเชื้อที่ทางเดินปัสสาวะ (Urinary Tract Infection: UTI) เกิดจากเชื้อ *E. Coli* ที่อาศัยอยู่ในลำไส้ และอุจจาระ โดยเชื้อสามารถเคลื่อนที่ไปยังบริเวณทางเดินปัสสาวะขึ้นไปยังกระเพาะปัสสาวะ หรือไตได้ จากนั้นจะมีการแบ่งตัวของเชื้ออย่างรวดเร็วที่อวัยวะดังกล่าว ทำให้เกิดภาวะพบแบคทีเรียใน ปัสสาวะ (Bacteriuria) โดยสายพันธุ์ของเชื้อ *E. Coli* ที่ทำให้เกิดการติดเชื้อที่ทางเดินปัสสาวะ จะสร้างสารแอดฮีซิน (X Adhesins) ช่วยในการยึดเกาะให้เชื้ออยู่บริเวณทางเดินปัสสาวะได้ และเชื้อจะสร้างสารฮีโมไลซิน (Hemolysin) เพื่อทำลายเซลล์ ทำให้เซลล์เม็ดเลือดและเซลล์ต่างๆ แตก โดยผู้ที่ติดเชื้อที่ทางเดินปัสสาวะ จะมีอาการปวดแสบบริเวณถ่ายปัสสาวะ มีอาการปวดท้อง เสียดท้องขณะปัสสาวะ ปัสสาวะบ่อย และรู้สึก เหมือนปัสสาวะไม่สุด การรักษาการติดเชื้อที่ทางเดินปัสสาวะโดยการให้ยาปฏิชีวนะที่สามารถยับยั้งเชื้อได้ เช่น กลุ่มฟลูออโรควิโนโลน (Fluoroquinolone) อย่างน้อย 7 วัน ร่วมกับการพยายามปรับสภาพปัสสาวะให้เป็นกรด โดยการดื่มน้ำผลไม้ที่มีกรดมากๆ หรือทานน้ำเปล่ามากๆ เพื่อช่วยในการกำจัดเชื้อ

เยื่อหุ้มสมองอักเสบในทารก เกิดจากเชื้อ *E. Coli* สายพันธุ์ที่มีการสร้างแคปซูล (K1 Capsule) ที่ช่วยป้องกันการถูกกินจากเซลล์เม็ดเลือดขาว (Phagocytes) และการถูกทำลายด้วยระบบภูมิคุ้มกันของร่างกาย มักเกิดกับทารกแรกเกิด โดยการติดเชื้อจากมารดาเข้าสู่ทางเดินหายใจหรือทางเดิน อาหารของทารก จากนั้นเชื้อจะผ่านผนังลำไส้เข้าสู่กระแสโลหิตไปยังเยื่อหุ้มสมองในที่สุด โดยทารกที่ติดเชื้อที่ เยื่อหุ้มสมอง จะมีอาการ ไข้สูง คอแข็ง บางรายอาจมีอาการซึมลง คลื่นไส้ อาเจียน ความดันต่ำ สามารถ รักษาด้วยการให้ยาปฏิชีวนะกลุ่มเบต้าแลกแตมส์ (Beta-lactams) เนื่องจากเชื้ออีโคไลสายพันธุ์ที่ทำให้เกิด เยื่อหุ้มสมองอักเสบในทารก เป็นเชื้อที่มีการดื้อยาสูง ดังนั้น การให้ยาปฏิชีวนะอาจจะต้องทดสอบความไวต่อ ยา ก่อน และผู้ป่วยควรได้รับยาอย่างต่อเนื่องและครบถ้วน โดยให้ยาปฏิชีวนะแบบฉีด เป็นเวลา 10 – 14 วัน หลังจากหายจะต้องเฝ้าระวังโรคแทรกซ้อน เช่น หูหนวก ชัก หรือตาบอด เป็นต้น

ท้องร่วง มักเกิดกับทารก ผู้ที่เดินทางไปยังถิ่น หรือผู้ที่รับประทานอาหารหรือน้ำที่มีการปนเปื้อนของเชื้อ *E. Coli* หรือผู้ที่มีภูมิคุ้มกันบกพร่อง โดยเชื้อจะเกาะติดกับผนังลำไส้ จากนั้นจะสร้างสารพิษที่ทำให้เกิดอาการท้องร่วงได้ เชื้อ *E. Coli* บางสายพันธุ์สามารถผลิตสารพิษ (Toxin) ที่เป็นสาเหตุของการเกิดโรค ที่มีความรุนแรงมาก ๒ ชนิด คือ ชิแก์ท็อกซิน (Shiga Toxin) และเอ็น

เทอร์โรท็อกซิน (Enterotoxin) สารพิษ ชิแก์ท็อกซิน สามารถทำให้เกิดท้องร่วงอย่างรุนแรง ในการเกิดโรคเชื้อจะเข้าสู่เซลล์และทำลายเซลล์ ทำให้เกิด โรคท้องร่วงที่มีเลือดออกและมีไข้ร่วมด้วย ส่วนสารพิษเอ็นเทอร์โรท็อกซิน ทำให้เกิดการท้องร่วง เป็นน้ำขาว ขี้วคล้ายยอหิวาห์ โดยการกระตุ้นให้เกิดการหลั่งน้ำเข้าสู่ช่องท้อง ปกติแล้วการรักษาอาการท้องร่วงจากเชื้อ *E. Coli* มักไม่นิยมใช้ยา แต่จะให้ผงน้ำตาลเกลือแร่เพื่อทดแทนการสูญเสียน้ำของร่างกาย อย่างไรก็ตาม ในผู้ป่วยที่มีอาการท้องร่วงจากเชื้อ *E. Coli* สายพันธุ์ที่ก่อให้เกิดอาการที่รุนแรง ควรพิจารณาให้ยาปฏิชีวนะที่สามารถยับยั้งเชื้อได้ เช่น กลุ่มฟลูออโรควิโนโลน (Fluoroquinolone) อย่างน้อย 3 วัน ร่วมกับการให้ผงน้ำตาลเกลือแร่เพื่อทดแทนการสูญเสียของร่างกาย

ส่วนเชื้อ *E. Coli* ที่ทำให้เกิดโรคระบาดในประเทศเยอรมันนั้น เป็นสายพันธุ์ที่มีความรุนแรง (*E. Coli* Strain 0104:H4) สามารถเกาะติดกับผนังลำไส้ และปล่อยสารพิษชิแก์ท็อกซินเพื่อทำลายเซลล์ลำไส้ ก่อให้เกิดอาการท้องเสียจากสารพิษชิแก์ท็อกซิน (Shiga Toxin-Positive Diarrheal Illness: STEC) โดยผู้ที่ ติดเชื้อ *E. Coli* สายพันธุ์นี้ จะมีอาการปวดเกร็งช่องท้องอย่างรุนแรง ท้องร่วง อุจจาระมีเลือดปน คลื่นไส้อาเจียน และมีไข้ต่ำ หลังจากได้รับการรักษาดูแล โดยปกติผู้ป่วยจะมีอาการดีขึ้นภายใน 5 – 7 วัน อย่างไรก็ตาม ผู้ป่วย อาจติดเชื้อ *E. Coli* ที่กลายพันธุ์เป็นสายพันธุ์ที่มีความรุนแรง จะทำให้เกิดอาการเกี่ยวกับระบบทางเดินปัสสาวะ และเซลล์เม็ดแตก (Hemolytic Uremic Syndrome: HUS) ซึ่งผู้ป่วยอาจมีอาการไตวายได้ โดยผู้ป่วยจะมี อาการปัสสาวะลดลง รู้สึกเหนื่อยมาก ผิวหนังมีสีซีดเนื่องจากเกิดภาวะโลหิตจาง ชัก โคม่า สโตรก (Stroke) และเสียชีวิตในที่สุด ซึ่งการรักษาจะรักษาตามอาการ พักผ่อนให้เพียงพอ ร่วมทั้งการให้ยาปฏิชีวนะ และให้ เกลือแร่เพื่อทดแทนการสูญเสียของร่างกาย

บทที่ 3
วิธีการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และวิธีการวิจัย

การศึกษาระบวนการเตรียมสารเคลือบรวมถึงการเคลือบพลาสติกตลอดจนการทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* และทดสอบกับผัก ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ตาราง 3.1 แผนการดำเนินงานของโครงการ

กิจกรรม ระยะเวลา	แผนการดำเนินงาน													
	ปี 2557-2558													
	ต.ค.-ธ.ค.	ม.ค.-ก.พ.	มี.ค.-เม.ย.	พ.ค.-มิ.ย.	ก.ค.-ส.ค.									
1.สังเคราะห์สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียม	---	---	---	---										
2. ทดสอบสารเคลือบ		---	---	---	---									
3. จุ่มเคลือบลงบนพลาสติก			---	---	---									
4. ทดสอบการยับยั้งเชื้อโรค					---	---	---	---						
5.ทดสอบความสดของผัก						---	---	---	---					
6.รวบรวมข้อมูล						---	---	---	---	---				

หมายเหตุ

----- แสดงแผนการดำเนินงาน

————— แสดงการดำเนินงานจริง

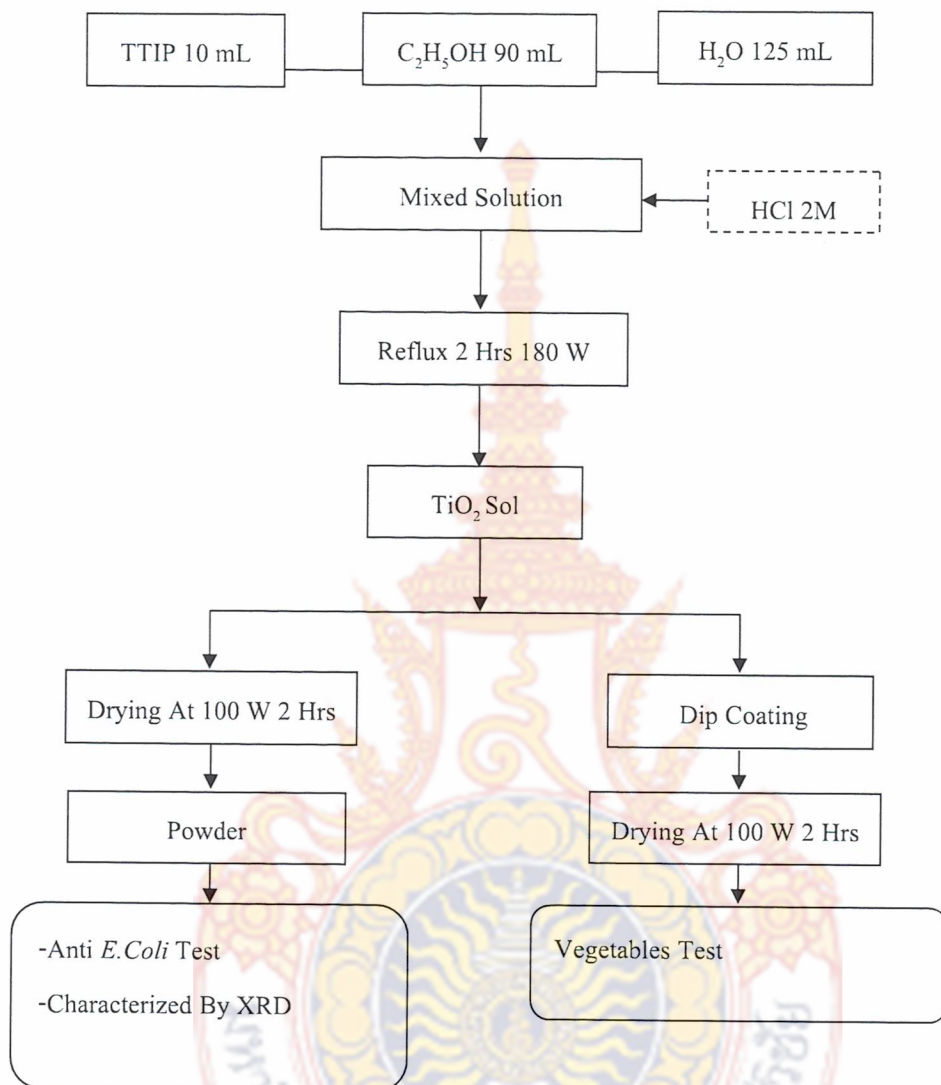
ขั้นตอนที่ 1 สังเคราะห์และเตรียมสารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีสารเจือซีลีเนียม โดยการแปรผันปริมาณซีลีเนียมที่ 0,0.5,1 และ 2mol% ด้วยวิธีการ โซล-เจลที่ใช้ไมโครเวฟ (Microwave-Assisted Sol-Gel) กำลังวัตต์ 180 วัตต์ เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งสารสังเคราะห์ดังกล่าวอยู่ในลักษณะของโซล แบ่งสารที่สังเคราะห์นำไปอบให้แห้งให้ได้ในรูปของผง แล้วนำไปวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง XRD

ขั้นตอนที่ 2 นำพลาสติกชนิดพอลิไวนิลคลอไรด์มาจุ่มเคลือบในโซลที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 1 ศึกษาประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* โดยนำผงเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือและเจือซีลีเนียมมาทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ภายใต้อุณหภูมิที่เวลา 0,5,10,15 และ 20 นาที

ศึกษาการห่อหุ้มได้แก่ ข้าวโพดอ่อน พริกเหลือง โดยใช้พลาสติกที่เคลือบสารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่ได้ผลจากการทดลองในขั้นตอนที่ 2 มาทดสอบโดยการแช่ผัก ดังกล่าวในตู้เย็นภายใต้อุณหภูมิคงที่ 16°C ภายใต้อุณหภูมิที่ขนาด 10 วัตต์ 1 หลอด ห่างจากผัก 20 เซนติเมตร สังเกตและบันทึกข้อมูลทุกวันดูผลการเน่าเสียเปรียบเทียบกับพลาสติกที่ไม่ได้เคลือบ และนำพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่มีประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ดีที่สุด ไปถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคลักษณะของฟิล์มด้วยเครื่อง SEM

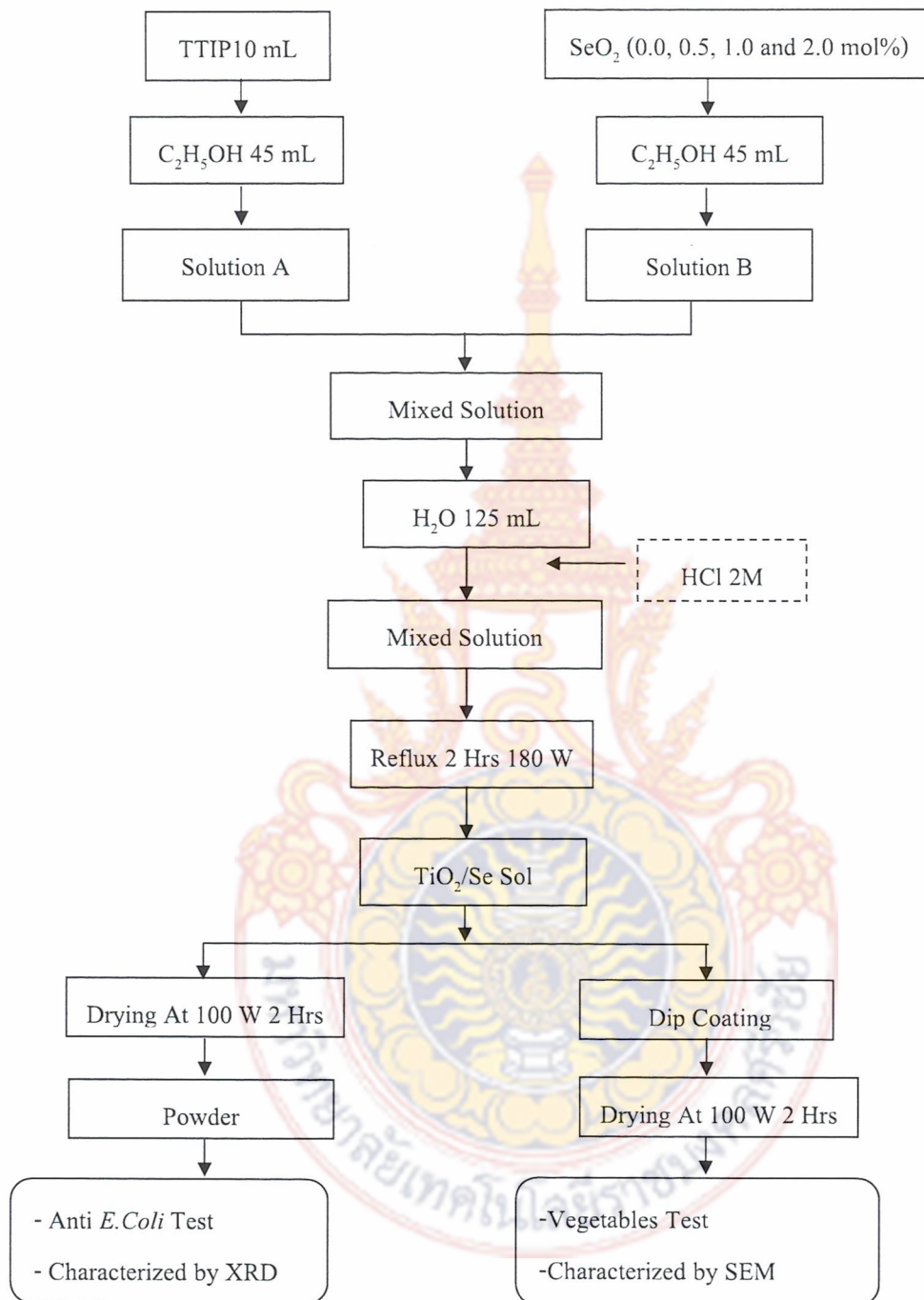
3.2 กระบวนการสังเคราะห์สารละลายซีลีเนียมและไทเทเนียมไดออกไซด์

3.2.1 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ใช้ Titanium (IV) Isopropoxide (TTIP) ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอลปริมาตร 90 มิลลิลิตร จากนั้นใส่ลงไปน้ำปริมาตร 125 มิลลิลิตรและหยดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 2 โมลาร์ (M) จนกระทั่ง pH อยู่ที่ประมาณ 2 กวนที่อุณหภูมิห้อง ด้วยความเร็ว 800 รอบต่อนาที จนครบ 1 ชั่วโมง นำมารีฟลักซ์ 2 ชั่วโมงด้วยเตาอบไมโครเวฟ ที่ 180 วัตต์ จากนั้นจะได้สารละลาย TiO_2 ขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การเตรียมผงและสารเคลือบ TiO₂ ด้วยวิธีโซล-เจล

3.2.2 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียม ใช้ TTIP ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอลปริมาตร 45 มิลลิลิตร และละลาย ซีลีเนียมไดออกไซด์ (SeO₂) ที่ต่างกันคือ 0,0.5,1 และ 2%mol ในเอทานอล 45 มิลลิลิตร จากนั้นใส่ลงไปน้ำปริมาตร 125 มิลลิลิตร และหยดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 2 โมลาร์ (M) จนกระทั่ง pH อยู่ที่ประมาณ 2 แล้วกวนที่อุณหภูมิห้องด้วยความเร็ว 400 รอบต่อนาที จนครบ 1 ชั่วโมง นำมารีฟลักซ์ 2 ชั่วโมงด้วยเตาอบไมโครเวฟที่ 180 วัตต์ จากนั้นจะได้สารละลาย TiO₂/Se ขั้นตอนการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 การเตรียมผงและสารเคลือบ TiO_2/Se ด้วยวิธี โชล-เจล

3.3 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

ในการเคลือบพลาสติกใช้วิธีการเคลือบแบบจุ่มโดยใช้แผ่นพลาสติกพอลิไวนิลคลอไรด์ (PVC) เป็นวัสดุฐานที่มีขนาด 6x18x0.1 เซนติเมตร ก่อนการเคลือบต้องทำความสะอาดแผ่นพลาสติกโดยล้างกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (M) นาน 30 นาที แล้วล้างน้ำ 2-3 ครั้งเพื่อขจัดสารที่เคลือบติดอยู่ที่ผิวของพลาสติกให้หลุดออกไป จากนั้นนำไปตากให้แห้งแล้วนำไปจุ่มในสารเคลือบนาน 2 ชั่วโมง แล้วนำไปตากให้แห้ง จึงนำไปอบด้วยไมโครเวฟ ที่ 100 วัตต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4 กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย

3.4.1 การทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

เชื้อแบคทีเรียที่ใช้ในการทดสอบคือ *E. Coli* เริ่มต้นนำเชื้อ ใสลงในหลอดที่มีอาหารเหลว (Trypticase Soy Broth) แล้วนำไปบ่มที่ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติมเชื้อแบคทีเรียลงใน 0.85% NaCl 9 มิลลิลิตร โดยใช้วิธี Serial Dilution แล้วนำไปหยดบนอาหารแข็ง Macconkey โดยใช้เทคนิค Spread Plate แล้วนับจำนวนเชื้อจนได้จำนวนเชื้ออยู่ในช่วง 30-300 หลังจากที่อยู่ความเข้มข้นตั้งต้นแล้ว นำเชื้อที่ได้ไปเตรียมให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตรโดยมีความเข้มข้นเชื้อประมาณ 10^5 CFU/ml นำผงเคลือบคือผงไทเทเนียมไดออกไซด์และผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมปริมาณ 0.05 กรัม มาใส่ในน้ำเกลือที่เตรียมไว้ ผสมกันโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กจากนั้นนำไปปรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ ขนาด 110 วัตต์ เป็นเวลา 0, 5, 10, 15, 20 นาที และดูดตัวอย่างเชื้อที่ผ่านการปรับแสงที่เวลาต่างๆมา 0.1 มิลลิลิตร หยดลงบนอาหารแข็งที่เตรียมไว้แล้วทำการเกลี่ยให้เชื้อกระจายทั่วบนจานเพาะเชื้อ แล้วนำไปบ่มที่ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายหลังบ่มแล้วโคโลนิของเชื้อแบคทีเรียจะเจริญบนอาหารเลี้ยงเชื้อ หลังจากนั้นทำการบันทึกผลโดยการถ่ายรูปและนับจำนวนเชื้อที่เหลือ

3.5 การตรวจสอบคุณลักษณะของผง และ ฟิล์มที่เตรียมได้

3.5.1 X-ray Diffractometry (XRD)

เทคนิค XRD ใช้ศึกษาวิเคราะห์ชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของเฟสและกำหนดขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นในผงที่สังเคราะห์โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ (1.2)

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (1.2)$$

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

3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เป็นหนึ่งในเครื่องมือที่เป็นประโยชน์มากในการใช้อธิบาย หรือวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัตถุ เนื่องจากให้ภาพที่มีความละเอียดสูง คือ สามารถเห็นรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาด 2-5 นาโนเมตร โดยในบางรุ่นมีกำลังขยายถึง 100,000 เท่า รวมทั้งภาพที่ได้จะมีความชัดลึกสูง มีมิติภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจึงมีความชัดเจนกว่าภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาที่ให้ภาพเป็นแบบ 2 มิติ และมีกำลังขยายเพียง 1,000 เท่า สำหรับงานวิจัยครั้งนี้ทำการตรวจดูโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ พื้นผิวฟิล์มที่เคลือบและวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาค TiO_2 และสารเจือที่กระจายอยู่บนฟิล์มด้วยวิธี ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM; JEOL JSM-5800LV)

3.6 นำพลาสดิกที่ได้ไปทดสอบการยับยั้งเชื้อ *E.coli* ในผัก

หลังจากที่มีการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อ *E.Coli* ที่ดีที่สุดไปทดสอบแล้วจึงนำไปทดสอบกับผัก โดยนำผักทดสอบที่เตรียมไว้มาบรรจุลงในถุงพลาสดิกทั้งที่เคลือบ และไม่เคลือบเก็บในตู้เย็นที่อุณหภูมิคงที่ 16°C ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ และบันทึกข้อมูลทุก 3 วัน เปรียบเทียบกัน

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์

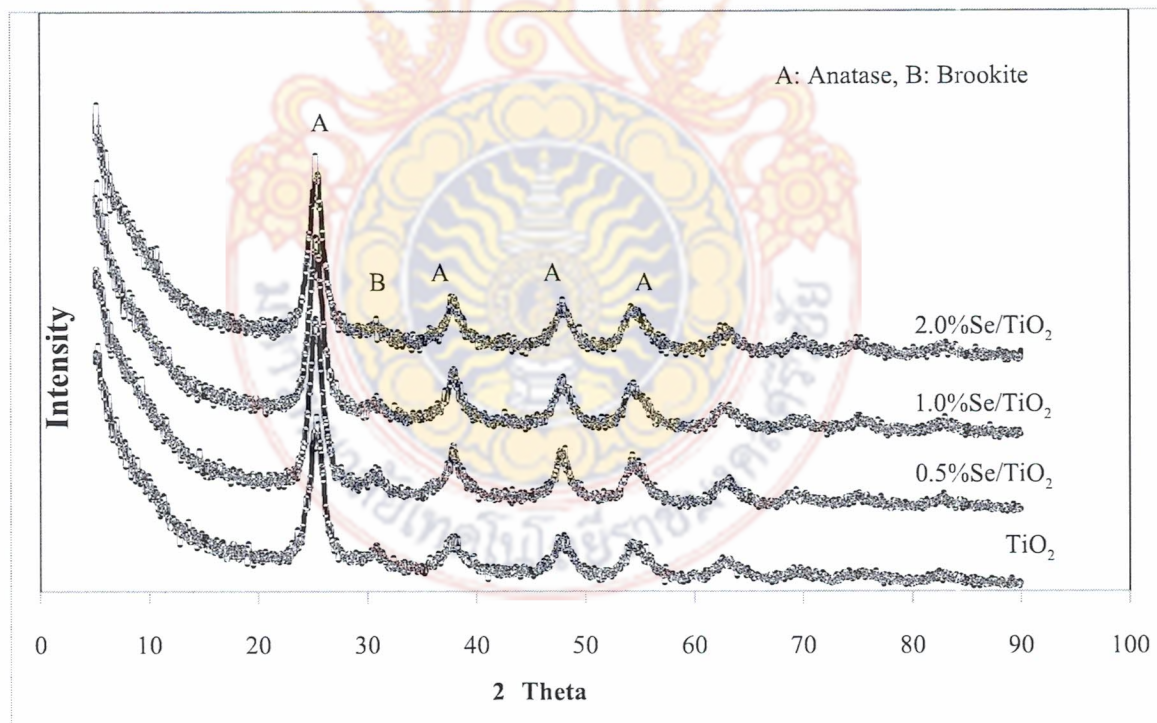
โครงการวิจัยครั้งนี้ทำการศึกษาการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมบนพลาสติกโดยใช้วิธีโซล-เจล และทำการรีฟลักซ์ ที่ 180 วัตต์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยใช้ไมโครเวฟ จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่ 100 วัตต์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้ไมโครเวฟ ซึ่งได้พลาสติกที่เคลือบด้วยวัสดุนาโนเพื่อไปทดสอบในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* และนำพลาสติกเคลือบสารดังกล่าวไปบรรจุผักได้แก่ ข้าวโพดอ่อน พริกเหลือง เพื่อยืดอายุความสดของผัก ซึ่งผลการทดลองจะอธิบายผลดังนี้

4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD

เมื่อนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมในปริมาณ 0, 0.5, 1 และ 2 เปอร์เซ็นต์โมล วิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ให้ผลแสดงดังรูปที่ 4.1 ซึ่งพบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือและเจือซีลีเนียมที่ 0, 0.5, 1 และ 2 เปอร์เซ็นต์ มีเฟสอะนาเทสเกิดขึ้นที่ 25.50° , 37.55° , 48.01° , 54.16° และ 63.40° เกิดเฟสบรูไนต์ที่ 30.64° สำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่ 2 เปอร์เซ็นต์โมล เมื่อพิจารณาขนาดผลึกที่คำนวณจากฟิลที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ตารางที่ 1 โดยใช้สมการของ Scherer พบว่าขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมจะมีขนาดผลึกที่เล็กกว่า 11.06-14.20 นาโนเมตร ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือซีลีเนียม 15.80 นาโนเมตร ในขณะที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ 2 เปอร์เซ็นต์โมลนั้นจะมีความเป็นผลึกของซีลีเนียมเกิดขึ้น 31 เปอร์เซ็นต์ ทำให้เกิดการขัดขวางการเกิดเฟสของอะนาเทสลดลงเหลือ 60 เปอร์เซ็นต์ ตารางที่ 1 ในขณะที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ 0.5 และ 1 เปอร์เซ็นต์โมล ไม่ปรากฏเฟสของซีลีเนียม [15] แต่มีเฟสอะนาเทสสูงถึง 91 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ 1 เปอร์เซ็นต์โมล มีขนาดผลึกเล็กกว่าที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ 0.5 เปอร์เซ็นต์โมล ตารางที่ 1 ซึ่งปริมาณของเฟสอะนาเทสและขนาดผลึกที่เล็กส่งผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ดี

ตาราง 4.1 ขนาดผลึกที่คำนวณโดยใช้สมการของ Scherer ของสารเคลือบจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD

สารเคลือบ	ขนาดผลึก (nm)	ความเป็นผลึกของอะนาเทส (%)
TiO ₂ /0%Se	15.80	อะนาเทส = 91, บรูไคต์ = 9
TiO ₂ /0.5%Se	14.20	อะนาเทส = 91, บรูไคต์ = 9
TiO ₂ /1.0%Se	11.06	อะนาเทส = 91, บรูไคต์ = 9
TiO ₂ /2.0%Se	13.46	อะนาเทส = 91, บรูไคต์ = 9



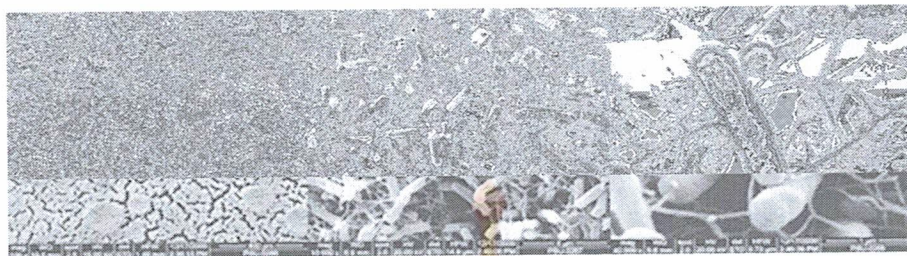
รูปที่ 4.1 XRD สเปกตรัมของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียม

4.1.1 ผลการยับยั้งเชื้อ *E. Coli* ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

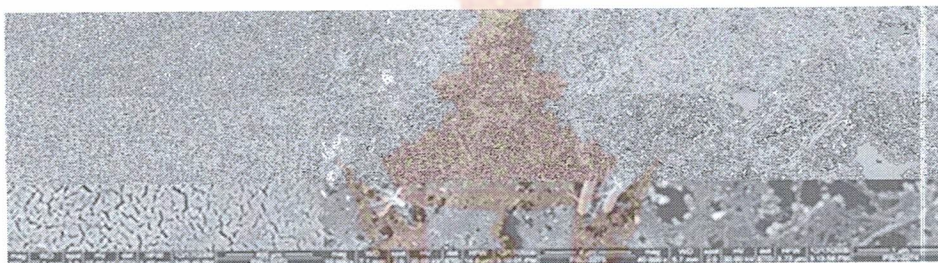
ในการทดสอบการยับยั้งเชื้อ *E. Coli* โดยใช้ผง TiO_2 , 0.5%Se, 1%Se และ 2%Se โดยทำการทดลองภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์ สำหรับการทดลองที่ภาวะแสงฟลูออเรสเซนซ์ ผลการยับยั้งสามารถยับยั้งได้ 100% ภายในเวลาคือ 20 นาที ดังรูปที่ 4.2 ซึ่งผลจากการทดลองพบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียม ที่ 1 mol% จะมีประสิทธิภาพการยับยั้งได้ดีที่สุด ใช้เวลา 10 นาทีสามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ 0.5 mol% ยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลา 15 และที่ 2 mol% ยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลา 20 นาทีในขณะเดียวกันเมื่อเปรียบเทียบกับผงที่ไม่ได้ทำการเคลือบซีลีเนียมนั้นคือผงไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถยับยั้งเชื้อ *E. Coli* ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลานานที่สุดคือ 20 นาที รูปที่ 4.3 จากผลการทดลองดังกล่าวแสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของปริมาณของสารเจือคือซีลีเนียม คือสารที่เหมาะสมคือ 1 mol% เนื่องจากมีขนาดผลึกที่เล็กและมีปริมาณเฟสอะนาเทส 100 เปอร์เซ็นต์ หากมีการเจือซีลีเนียมในปริมาณที่สูงขึ้นจะทำให้เกิดการขัดขวางการเกิดเฟสอะนาเทสด้วยซึ่งเฟสอะนาเทสเป็นเฟสที่มีความไวในการเกิดปฏิกิริยาส่งผลให้ประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* ดีกว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ปริมาณอื่นๆ

4.1.2 ผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. coli* ของฟิล์มที่เคลือบด้วย TiO_2/Se

จากการนำฟิล์มที่ผ่านการเคลือบด้วยผง $TiO_2/1\%Se$ มาทดสอบการฆ่าเชื้อที่เวลา 120 นาที วิเคราะห์เพื่อดูรูปร่างและโครงสร้างเซลล์ด้วยเครื่อง SEM ซึ่งเมื่อดูด้วย SEM ทำให้เห็นรูปร่างและโครงสร้างเซลล์ดังรูปที่ 4.2 และ 4.3 จากรูปพบว่าสำหรับฟิล์มที่ไม่เคลือบเมื่อนำมาทดสอบการฆ่าเชื้อเมื่อเวลารับแสงยูวีผ่านไป 120 นาทีสังเกตเห็นโคโลนีมีจำนวนเพิ่มขึ้นและเมื่อมองในระดับเซลล์พบจำนวนเซลล์มีมากขึ้น และผนังเซลล์เรียบเป็นปกติ (รูปที่ 4.2) สำหรับฟิล์มที่เคลือบเมื่อดูด้วยกำลังขยายต่ำๆ มองไม่เห็นเชื้อในระดับโคโลนี แต่เมื่อเพิ่มกำลังขยายมองเห็นเซลล์ของเชื้อ *E. coli* ผนังเซลล์เริ่มมีการเปลี่ยนแปลงโดยผนังเซลล์เริ่มถูกทำลาย (รูปที่ 4.3) ซึ่งสารเคลือบที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 1 เปอร์เซ็นต์โมลซีลีเนียมสามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีที่สุดภายในเวลา 10 นาที (รูปที่ 4.4)




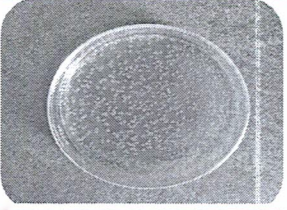

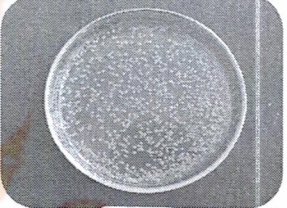
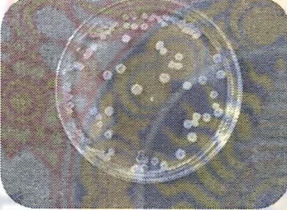
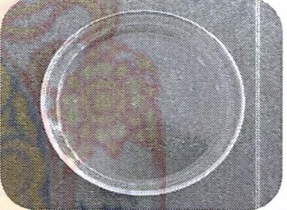


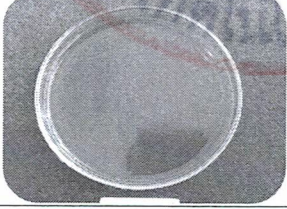
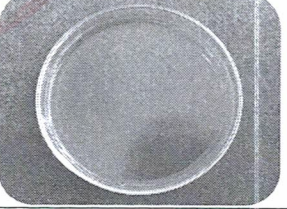
รูปที่ 4.2 เซลล์ *E. coli* เมื่อมีฟิล์มที่ไม่เคลือบ และวางไว้ให้รับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 120 นาที



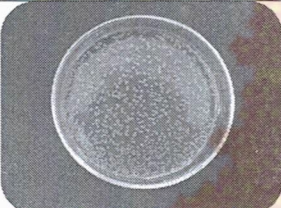
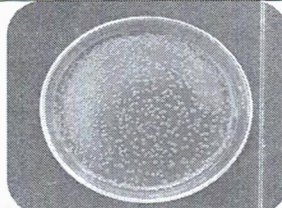

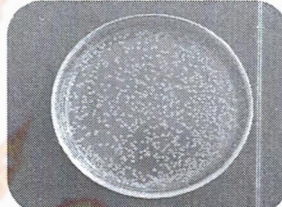

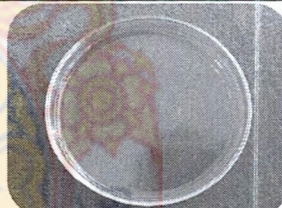

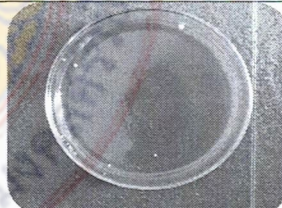
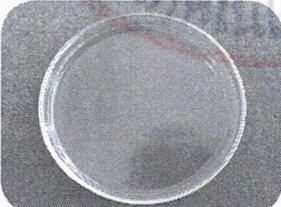
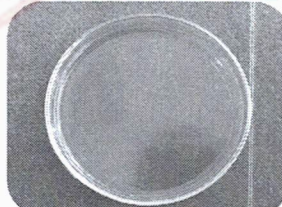
รูปที่ 4.3 เซลล์ *E. coli* เมื่อมีฟิล์มที่เคลือบด้วย TiO₂/Se วางไว้ให้รับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 120 นาที

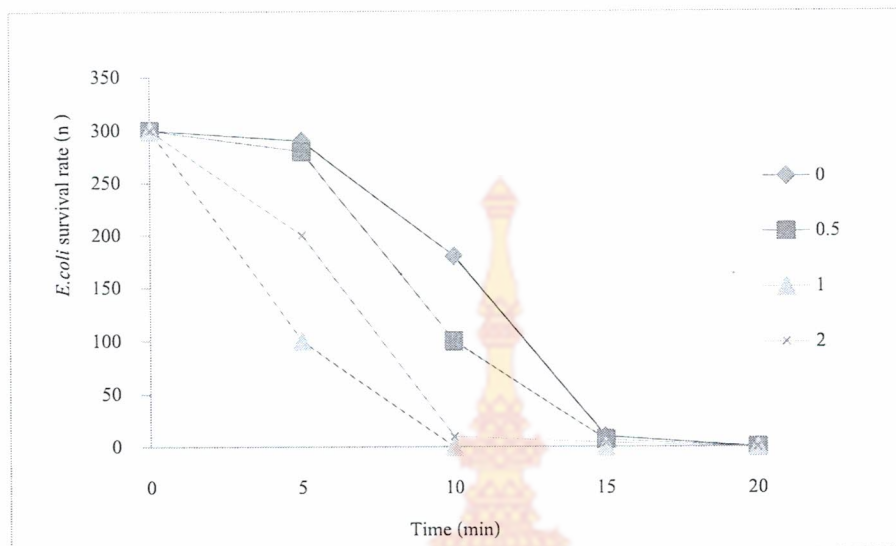


ตาราง 4.2 ผลการยับยั้งเชื้อ *E.Coli* ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสูตรต่างๆ
ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนซ์ 0-20 นาที

สารเคลือบ	0%mol Se/TiO ₂	0.5%mol Se/TiO ₂
เวลา (นาที)		
0		
5		
10		
15		
20		

ตาราง 4.3 ผลการยับยั้งเชื้อ *E.Coli* ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสูตรต่างๆ
ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนต์ 0-20 นาที (ต่อ)

สารเคลือบ เวลา (นาที)	1%mol Se/TiO ₂	2%mol Se/TiO ₂
0		
5		
10		
15		
20		









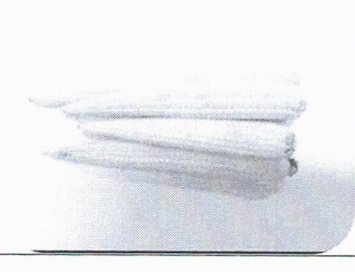
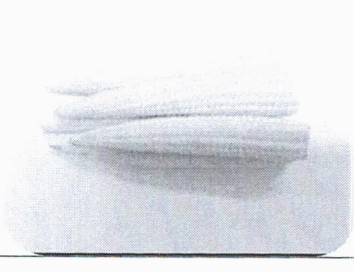


รูปที่ 4.4 อัตราการรอดชีวิตของ *E. Coli* ของผงสูตรต่างๆ ภายใต้เวลารับแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 20 นาที

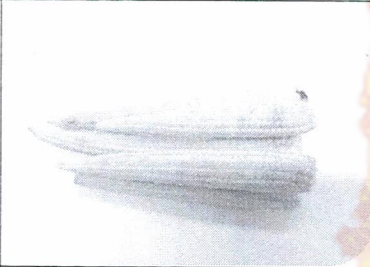
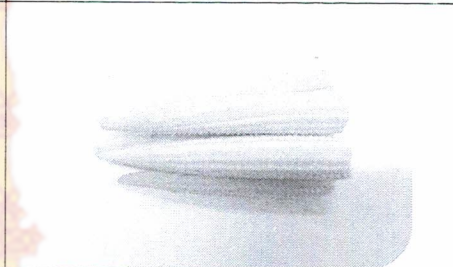



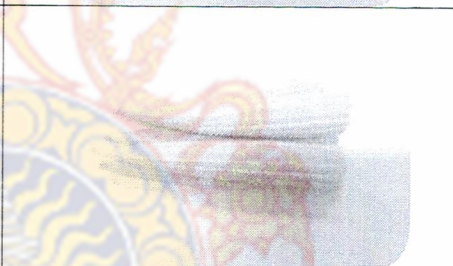


4.2 ผลการทดสอบการยับยั้งแบคทีเรียที่เรียกผักผลไม้

การทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. Coli* กับผัก ข้าวโพดอ่อนและพริกเหลือง โดยทำการทดสอบการยับยั้งเชื้อ *E. Coli* ที่ความเข้มข้นของเชื้อ 10^7 โคโลนีต่อมิลลิลิตร ด้วยสูตร $1\% \text{Se/TiO}_2$ เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีที่สุดภายใต้การรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ ซึ่งในการทดลองจะทำการเคลือบสารดังกล่าวบนพลาสติก แล้วนำผักดังกล่าวไปใส่ในถุงแล้วนำไปใส่ในตู้เย็นที่มีอุณหภูมิคงที่ 16°C ภายใต้การรับแสงฟลูออเรสเซนซ์ แล้วทำการบันทึกผลการทดลอง ซึ่งพบว่าข้าวโพดอ่อนที่บรรจุในถุงที่ไม่เคลือบจะเริ่มเน่าเสียปรากฏให้เห็นเด่นชัดในวันที่ 14 วันที่ 17 ลักษณะของสีจะมีสีที่เปลี่ยนไปเรื่อยๆ และจะเพิ่มมากขึ้น วันที่ 21 ข้าวโพดอ่อน มีสีเปลี่ยนเพิ่มมากขึ้น สำหรับพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมลักษณะของสีและผักข้าวโพดอ่อนยังคงสภาพดั้งเดิมเมื่อเวลาผ่านไป 21 วัน ตาราง 4.4 เช่นเดียวกับพริกเหลืองที่บรรจุในพลาสติกที่ไม่ได้ทำการเคลือบเริ่มเห็นลักษณะการเน่าเสียในวันที่ 7 และจะมีการเน่าเสียเพิ่มมากขึ้นในวันที่ 11 และ 14 วัน ซึ่งวันที่ 14 ก็จะเน่าเสียและผิวของพริกเหลืองจะมีตำหนิเกิดขึ้นสำหรับพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมลักษณะของพริกเหลืองยังคงสภาพดั้งเดิมเมื่อเวลาผ่านไป 17 วันสามารถยืดอายุผักได้ถึง 7 เท่าเนื่องจากเฟสอะนาเทสมิขนาดผลึกที่เล็กจึงทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดี ตาราง 4.6

ตาราง 4.4 ผลการทดสอบการยึดอายุของข้าวโพด ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงของในเวลาต่างๆ

	พลาสติกไม่เคลือบ	พลาสติกเคลือบ
1 วัน		
4 วัน		
7 วัน		
11 วัน		
14 วัน		

ตาราง 4.5 ผลการทดสอบการยึดอายุของข้าวโพดอ่อน ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ (ต่อ)

	พลาสติกไม่เคลือบ	พลาสติกเคลือบ
17 วัน		
21 วัน		
25 วัน		
30 วัน		


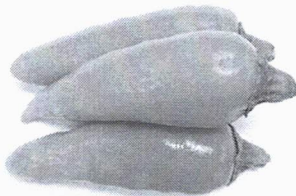






ตาราง 4.6 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบ โดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย
ที่ทำให้ข้าวโพดอ่อนเน่าเสีย

วันที่ทำการ ทดลอง	พลาสติกไม่เคลือบ	พลาสติกเคลือบ
เริ่ม	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักมีสีเหลืองสด และ มีกลิ่นหอมของข้าวโพด ไม่มี รอยดำหนิ	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักมีสีเหลือง สด และ มีกลิ่นหอมของข้าวโพด ไม่มีรอยดำหนิ
4 วัน	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักมีสีเหลืองขุ่น เล็กน้อย	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ มีกลิ่นหอมของข้าวโพดอ่อน ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
7 วัน	ข้าวโพดอ่อนมี ผักมีสีเหลืองขุ่น เล็กน้อยและเริ่มมีรอยดำหนิ	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ มีกลิ่นหอมของข้าวโพดอ่อน ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
11 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองขุ่นเริ่มมี สีขุ่นมากขึ้นและมีรอยดำหนิเห็นได้ ชัดขึ้น	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดอ่อนไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
14 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองขุ่นขึ้นเรื่อยๆเริ่มมีรอยดำหนิเพิ่มขึ้นมาก กว่าเดิม	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดอ่อนไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม

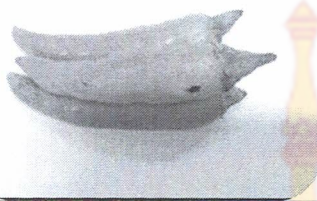
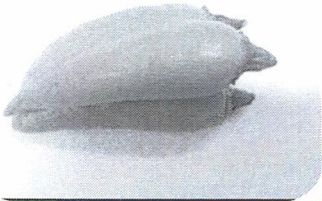

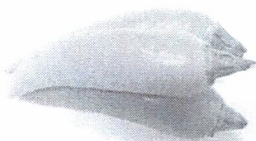




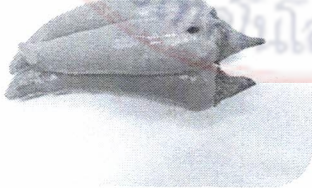

ตาราง 4.7 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบโดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย
ที่ทำให้ข้าวโพดอ่อนเน่าเสีย (ต่อ)

17 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองงุ่นดำขึ้น เริ่มมีรอยดำหนิเพิ่มขึ้นมากกว่าเดิม	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดอ่อนไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
21 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองงุ่นดำขึ้น เรื่อยๆเริ่มมีรอยดำหนิเพิ่มขึ้นมาก กว่าเดิมลักษณะผิวเริ่มเหี่ยว	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดอ่อนไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
25 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองงุ่นดำขึ้น เรื่อยๆเริ่มมีรอยดำหนิเพิ่มขึ้นดำขึ้น ลักษณะเริ่มร่วงหล่น	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดฝักอ่อนมีดำหนิ เล็กน้อยลักษณะผิวคงเดิม
30 วัน	ข้าวโพดอ่อน ผักมีสีเหลืองงุ่นดำขึ้น เรื่อยๆเริ่มมีรอยดำหนิเพิ่มขึ้นดำขึ้น ลักษณะเริ่มร่วงหล่นมากขึ้น	ข้าวโพดอ่อนมีสีสด ผักเหลืองสด และ ข้าวโพดฝักอ่อนมีดำหนิ เล็กน้อยลักษณะผิวคงเดิม

ตาราง 4.8 ผลการทดสอบการยึดอายุของพริกเหลืองด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และ ฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ

	พลาสติกไม่เคลือบ	พลาสติกเคลือบ
1 วัน		
4 วัน		
7 วัน		
11 วัน		

ตาราง 4.9 ผลการทดสอบการยึดอายุของพริกเหลือง ด้วยฟิล์มที่เคลือบด้วย $\text{TiO}_2/1.0\%\text{Se}$ และ ฟิล์มที่ไม่ได้เคลือบ แสดงให้เห็นลักษณะการเปลี่ยนแปลงในเวลาต่างๆ (ต่อ)

14 วัน		
17 วัน		
21 วัน		
25 วัน		
30 วัน		

ตาราง 4.10 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มที่เคลือบ โดยการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย ที่ทำให้พริกเหลืองเน่าเสีย

วันที่ทำการทดลอง	พลาสติกไม่เคลือบ	พลาสติกเคลือบ
เริ่ม	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
4 วัน	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
7 วัน	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด เริ่มมีจุดดำเกิดขึ้น	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
11 วัน	พริกเหลืองมี ผิวมีสีเหลืองมากขึ้น ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
14 วัน	พริกเหลืองมีสีเหลืองมากขึ้นเรื่อยๆ ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น และผิวนิ่มเล็กน้อย	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ ยังคงสภาพเดิม
17 วัน	พริกเหลืองมีสีเหลืองมากขึ้นเรื่อยๆ ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น และผิวนิ่มขึ้น	พริกเหลืองมีสีสด ผิวมีสีเหลือง ส้มสด ไม่มีรอยดำหนิ
21 วัน	พริกเหลืองมีสีเหลืองมากขึ้นเรื่อยๆ ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น และผิวนิ่มขึ้นเรื่อยๆ	พริกเหลือง ผิวมีสีเหลือง ส้มจางๆ ไม่มีรอยดำหนิ
25 วัน	พริกเหลืองมีสีเหลืองมากขึ้นเรื่อยๆ ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น และผิวนิ่มมีน้ำใสๆออกจากผิว	พริกเหลือง ผิวมีสีเหลือง ส้มจางๆ ไม่มีรอยดำหนิ
30 วัน	พริกเหลืองมีสีเหลืองมากขึ้น ลักษณะจุดดำใหญ่ขึ้น และผิวนิ่มมีน้ำใสๆออกจากผิวมีกลิ่นเหม็น	พริกเหลือง ผิวมีสีเหลือง ส้มจางๆ เริ่มมีรอยดำหนิ

4.3 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ผลการวิเคราะห์ลักษณะผิวของฟิล์มพลาสติกเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมแสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งจะเห็นได้ว่าพื้นผิวมีลักษณะเรียบ รูปที่ 4.5 ก ซึ่งลักษณะของผลึกมีรูปร่างเป็นทรงกลมกระจายทั่วบนพลาสติก รูปที่ 4.5 ข. หากพิจารณาขนาดผลึกที่ถ่ายที่กำลังขยายที่สูงขึ้นจะเห็นลักษณะผลึกที่มีขนาดเล็กมากประมาณ 11-15.80 นาโนเมตร รูปที่ 4.5 ค ซึ่งสอดคล้องกับการคำนวณที่ได้ผลจาก XRD



ก) 500x

ข) 5000x

ค) 30000x

รูปที่ 4.5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่กำลังขยายต่างๆ

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือซีลีเนียม ในสัดส่วน $0\% \text{molSe/TiO}_2$, $0.5\% \text{molSe/TiO}_2$, $1\% \text{molSe/TiO}_2$ และ $2\% \text{molSe/TiO}_2$ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลโดยใช้ไมโครเวฟ ซึ่งมีข้อดีคืออุณหภูมิต่ำและใช้เวลาน้อยกว่าการเผาแบบปกติ และนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ไปทดสอบความสามารถในการยับยั้งแบคทีเรีย *E. Coli* ในลักษณะที่เป็นผงเคลือบและพลาสติกเคลือบ ผลจากการทดลองที่ใช้ในลักษณะผงเคลือบปรากฏว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซีลีเนียมที่ $1\% \text{molSe/TiO}_2$ มีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรีย *E. Coli* ได้ดีที่สุดภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์คือใช้เวลา 10 นาที

เมื่อนำพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมที่ $1\% \text{mol Se/TiO}_2$ มาทดสอบกับผักได้แก่ ข้าวโพดอ่อนและพริกเหลือง แล้วนำไปวางในตู้เย็นภายใต้อุณหภูมิคงที่ปรากฏว่าข้าวโพดอ่อนที่บรรจุในพลาสติกที่ไม่ได้เคลือบพบการเน่าเสียในวันที่ 14 สำหรับข้าวโพดอ่อนที่บรรจุในพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสามารถยืดอายุได้ถึง 30 วัน สำหรับพริกเหลืองที่บรรจุในพลาสติกที่ไม่ได้ทำการเคลือบลักษณะการเน่าเสียจะเห็นได้ในวันที่ 7 แต่พริกเหลืองที่บรรจุในพลาสติกที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซีลีเนียมสามารถยืดอายุได้ถึง 25 วัน สามารถยืดอายุผักได้ถึง 7 เท่าเนื่องจากเฟสของอะนาเทสที่มีขนาดเล็กจึงทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกที่ดี

จากผลการทดลองดังกล่าวนี้สามารถอธิบายให้เห็นถึงกลไกของการทำปฏิกิริยาทางแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์และอิทธิพลของซีลีเนียม ซึ่งการเติมซีลีเนียมที่เหมาะสมคือ $1\% \text{molSe}$ นั้นเป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมเนื่องจากเกิดปริมาณเฟสของอะนาเทสได้ 100 เปอร์เซ็นต์ และในปริมาณดังกล่าวได้ขนาดผลึกที่มีขนาดเล็กประมาณ 11.06 นาโนเมตร ซึ่งปริมาณของเฟสอะนาเทสที่เกิดขึ้นและขนาดผลึกที่เล็กส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาทางแสงหรือโฟโตแคตะไลติกได้อย่างมีประสิทธิภาพที่จะไปยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทำลายผนังเซลล์ได้ ซึ่งเมื่อเติมปริมาณของซีลีเนียมมากขึ้นจะทำให้ขนาดผลึกอะนาเทสมีขนาดใหญ่ขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกได้ไม่ดี

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเคลือบโซลบนชิ้นงานต้องทำในขณะบรรยากาศแห้งปราศจากไอน้ำเนื่องจากในภาวะความชื้นสูงโซลจะกลายเป็นผงไทเทเนียมไดออกไซด์และหลุดร่อนออก
2. ควรทดสอบพลาสติกเคลือบและไม่เคลือบกับผักที่อุณหภูมิห้อง
3. ควรศึกษาเพิ่มเติมในเรื่องของความสามารถในการยึดเกาะของฟิล์มที่สังเคราะห์ได้
4. ควรทดสอบเคลือบกับวัสดุอื่น เพื่อสามารถประยุกต์ใช้งานได้กว้างขึ้น
5. ควรศึกษาเพิ่มเติมในเรื่องของอัตราส่วนของซิลิเนียมเพื่อนำมาทดสอบประยุกต์ใช้การยึดอายุผัก



บรรณานุกรม

- [1] กรมศุลกากร. (2556). สถิติการส่งออกผักและผลไม้ในปี 2553-2556. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www2.ops3.moc.go.th/>. (วันที่สืบค้นข้อมูล : 15 พฤษภาคม 2556).
- [2] ความรู้เกี่ยวกับเชื้อ *Escherichia coli*. (2536). ลักษณะเชื้อ *E. coli*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : http://www.oshthai.org/phocadownload/e_coli.pdf. (วันที่สืบค้นข้อมูล : 25/07/2556)
- [3] Zheng, J., Yu, H., Li, X., and Shang. (2007). **Enhanced photocatalytic activity of TiO₂ nano structured thin film with a silver hierarchical configuration.** Applied Surface Science, 254,1630 - 1635.
- [4] Maneerat C., and Hayata, Y. (2006). **Antifungal activity of TiO₂ photocataysis against Penicillum Expansum in vitro and in fruit tests.** International Journal of Food Microbiolog, 107, 99-103.
- [5] Maneerat, C., and Hayata, Y. (2008). **Development of TiO₂ powder-coated food packaging film and its ability to inactivate Escherichia coli in vitro and in actual tests.** International Journal of Food Microbiology., 123,32,288-292.
- [6] นายสุวัฒน์ คำไทย. (2551). กระดาษห่อยืดอายุผลไม้กล้วยหอม. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : http://news.sanook.com/technology/technology_283907.php (วันที่สืบค้นข้อมูล : 15 มีนาคม 2556)
- [7] **Citrus Sensation, Pty. Ltd.** (2544). **น้ำยายืดอายุผักและผลไม้.** สิทธิบัตร : US 6,749,875 B2
- [8] วรณี ฉินศิริกุล ,ดร.อสิรา เฟื่องฟูชาติ และผศ.ดร.วาณี ชนเห็นชอบ. (2548). **เทคโนโลยีฟิล์มบรรจุภัณฑ์แอคทีฟสำหรับยืดอายุผักและผลไม้สด.** [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://newstkc.stkc.go.th/flagship/node/238> (วันที่สืบค้นข้อมูล : 17 มีนาคม 2556)

- [9] โสรดา กนกพานนท์. (2547). สารยึดอายุผลไม้ ปลอดภัยแถมลดอ้วน. [ออนไลน์].
เข้าถึงได้จาก : <http://pr.ku.ac.th/summary/html/18240647.htm>
(วันที่สืบค้นข้อมูล : 13 มีนาคม 2556)
- [10] Kim, S.Y., Chang, T.S., Lee, D.K., and Shin, C.H. (2004). **Photocatalytic decomposition of methylene blue over nanosized titania partical.** *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2, 194-201.
- [11] Kim, K.D., Han, D.N., Lee, J.B., and Kim, H.T. (2005). **Formation and characterization of Ag deposited TiO₂ nanoparticles by chemical reduction method.** *Scripta Materialia*, 54, 143–146.
- [12] Liu, Z., Zhou, Y., Li, Z., Wang, Y., and Ge, C. (2007). **“Enhanced photocatalytic activity of (La, N) co doped TiO₂ by TiCl₄ sol-gel autoigniting synthesis.”** *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 14(6), 552-557.
- [13] Harizanov, O., Ivnova, T., and Harixanova, A. (2001). **“Study of sol –gel TiO₂ and TiO₂ - MnO obtained from a poertized solution.”** *Material Letter*, 49, 165-171.
- [14] Yelda, Y. G., Esra, k. and Zekiye C. (2013) **“Study of sol –gel TiO₂ and SeO₂”**
Yildiz Technology University Turkey
- [15] วิถีพีเดีย สารานุกรมเสรี. (2545). โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์. [ออนไลน์].
เข้าถึงได้จาก : <http://staff.aist.go.jp/nomura-k/english/itscgallery-e.htm>
(วันที่สืบค้นข้อมูล : 13 มีนาคม 2556)
- [16] กระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง [ออนไลน์]
เข้าถึงได้จาก : <http://www.novapure.com/DesktopDefault.aspx?tabid=71&showlogin=1>
(วันที่สืบค้นข้อมูล : 19 พฤษภาคม 2557)
- [17] Yang, J., Li, D., Wang, X., Yang, X., and Lu, L. (2002). **“Rapid synthesis of nanocrystalline TiO₂/SnO₂ inary oxides and their photoinduced decomposition of methyl orange.”** *Journal of Solid State Chemistry*, 165, 193-198.

- [18] Kanai, N., Nuida, T., Ueta, K., Hashimoto, K., Watanabe, T., and Ohsaki, H. (2004).
“Photocatalytic efficiency of TiO₂/SnO₂ thin film stacks prepared by DC magnetron sputtering.” *Vacuum*, 74, 723-727.
- [19] Hoffman et al. (1995). **Hole.** [Online].
 Available : <http://sutir.sut.ac.th:8080/sutir/bitstream/123456789/3977/1/SUT7-715-53-12-37-Fulltext.pdf>. (Access date : March 20 2013)
- [20] Brinker, C.J., and Scherer, G.W. (1990). **“Sol-Gel Science - The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing”**, Academic Press, New York, pp.
- [21] กระบวนการโซล-เจล. (2548). กระบวนการโซล-เจล. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก :
<http://phys.suwon.ac.kr/~jgyoon/lab/solgel.html>.
 (วันที่สืบค้นข้อมูล : 31 พฤษภาคม 2556)
- [22] **Specialty Glass Products.** (2000). **Glass Types & Materials.**
 Available : <http://www.sgpinc.com/materials.htm>. (Access date : March 25 2013)
- [23] Chamorn and Yasuyoshi. (2008). **Development of TiO₂ powder-coated food packaging film and its ability to inactivate Escherichia coli in vitro and in actual tests.** [Online].
 Available : <http://xa.yimg.com/kq/groups/3004572/209420288/name/a.pdf>. (Access date : March 9 2013)
- [24] Tetsu, T.; Shuichi, T.; Shuichi, S.; Yoshihisa, O. (2003) **“Akira, F. Bactericidal effect of an energy storage TiO₂-WO₃ photocatalyst in dark.”** *Electrochemistry Communications.*, 5, 793–796.
- [25] Gondal, M.; Dastageer, M.; Khalil, A. (2009). **“ Synthesis of nano-WO₃ and its catalytic activity for enhanced antimicrobial process for water purification using laser induced photo-catalysis. ”** *Catalysis Communications.*, 11, 214–219.

- [26] Radu, A.C.; Luminita, A.; Anca, D. (2012) “**Photocatalytic activity and stability of TiO₂ and WO₃ thin films**”. MATERIALS CHARACTERIZATION., 70, 68–73.
- [27] Cheng, F.L.; Chung, H.W.; Zong, N. (2008). “**Degradation of 4-chlorophenol in TiO₂, WO₃, SnO₂, TiO₂/WO₃ and TiO₂/SnO₂ systems.**” Journal of Hazardous Materials., 154, 1033–1039.



บทความที่ได้ตอบรับตีพิมพ์ในวารสาร
**WIT Transactions on Engineering
Sciences (ISSN: 1743-3533)**



Low Temperature Synthesis of Se²⁺ Doped TiO₂ Nanoparticles for Inhibition of *Escherichia coli*

Mahamasuhaimi Masae^{1*}, Surasit Rawangwong¹, Witthaya Sririkun¹, Jatulong Walthong¹, and Patrapong Ramjan¹

¹Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Srivijaya, Songkhla, Thailand

*E-mail: susumeme1983@yahoo.com (Corresponding author)

Abstract

Nanocrystalline TiO₂ powder with and without Se²⁺ doping were successfully synthesized at low temperature by a microwave-assisted sol-gel method. The synthesized TiO₂ powders were characterized by XRD, UV-vis, FT-IR and SEM. It was found that anatase and brookite phase was formed after refluxed at 80°C using a domestic microwave oven. The study also investigated the efficiency of this compound to inhibit the growth of *Escherichia coli* with various concentrations of 0, 0.5, 1.0 and 2.0 mole % doping Se²⁺. The antibacterial activity against *Escherichia coli* was investigated with a vitro test, from which the mixture of conidial suspension and Se²⁺ doped TiO₂ powder was added to Macconkey Agar plates under fluorescent light irradiation. It was found that Se²⁺ doped TiO₂ nanoparticles enhance photocatalytic activity and bacterial inactivation efficiency. In addition, 1.0 mole % Se²⁺ doped TiO₂ nanoparticles can destroy the bacteria within 10 min. Furthermore, the disinfection efficiency of Se²⁺ doped TiO₂ is good activity is mainly related to the high OH radicals on its surface. The absorption threshold of the Se²⁺ doped photocatalyst shifted to the visible region of the spectrum.

Keywords: Antibacterial activity, low temperature TiO₂ preparation, sol-gel.

1. Introduction

Human beings are continuously menaced by infection by microorganisms from contaminated air and water. Researchers have tried to develop effective antibacterial methods using various natural or inorganic materials [1]. Among them, titanium dioxide (TiO₂) has been intensively studied as a powerful antibacterial substance [2]. It has already been demonstrated that TiO₂ show strong oxidizing power through the generation of hydroxyl radicals (OH•) and superoxide anions (O₂•⁻) under irradiation with UV light with a wavelength of less than 385 nm [3]. Although the exact bactericidal mechanism of these reactive oxygen species (ROS) is not clearly revealed, these ROS produced from photocatalytic activity of TiO₂ are extremely reactive with the microorganisms they come into contact with, and subsequently cells are killed or deactivated [4]. The photocatalytic activity of TiO₂ nanoparticles is mainly determined by its crystalline phase (anatase and rutile), crystallite size, specific surface area, pore structure, and crystallinity [5]. Many processes have been used for the deposition of TiO₂ films including sol-gel, hydrothermal synthesis followed by dip-coating, spray pyrolysis, pyrosol and chemical vapor deposition [6]. Nevertheless, these techniques generally require high preparing temperature to achieve the anatase phase formation; hence, they are inappropriate for polymer coating application. Recently, there has been an evident of interest regarding the low temperature methods for fabrication of crystalline thin films of advanced materials such as semiconductors, from which not only from the point of view of energy saving, but also for the low thermally resistant substrates such as plastics, wood, or fibers have been reported [7]. Calcination at high temperatures is also incompatible with polymer substrates with poor thermal stability [8]. The anatase thin films based on the various polymeric substrates could be achieved by the deposition of the suspension of anatase particles, crystallized at low temperature or by the deposition of the titania gel following with the crystallization post-treatments by autoclaving or refluxing [9].

In this work, nanocrystalline TiO₂ powder were synthesized at low temperatures by a microwave-assisted sol-gel method. The TiO₂ sol was prepared from titanium tetraisopropoxide (TTIP) in acidic aqueous solutions and was subsequently refluxed at 80°C for 2 h using a domestic microwave oven. The microstructural and the antibacterial behavior of synthesized powders were investigated.

2. Experimental

2.1 Preparation of Se²⁺ Doped TiO₂ Nanoparticles

TiO₂ powders preparation Titanium (IV) isopropoxide (TTIP, 99.95%, Fluka Sigma-Aldrich) and selenium dioxide (SeO₂) were used as starting materials, while hydrochloric acid (Oriental Chemical Industries) was applied as a peptizer. It is noted that water used to prepare TiO₂ sols was distilled. The TiO₂ sol was synthesized by adding the mixture of TTIP (10 ml), ethanol (90 ml) (99.9%; Merck Germany) and SeO₂ (0, 0.5, 1.0 and 2.0 mol%) with water (125 ml) and stirring for 5 min at room temperature. Then 2 M hydrochloric acid was added drop wise to the solution adjust the pH of the system to 2. Then the solution was refluxed for 2 h by a domestic microwave oven at low working power (about 180 W) intermittently leading to a milky solution. The temperature of the solution was measured and controlled at 80°C. It was then dried by a domestic microwave oven at 100 W for 2 h until TiO₂ powders were formed. Finally, as received powders were ground using mortar in order to reduce the agglomerate grains. For Se²⁺ doped TiO₂ powder preparation were added in TiO₂ sols, while further processes were similar to those of pure TiO₂ preparation.

2.2 Materials characterization

In order to determine the effect of Se²⁺ doping on the crystal structure of TiO₂, X-ray diffraction (XRD) patterns were obtained (Phillips X'pert MPD, Cu-K). The band gap energy value of TiO₂ in the powder form was measured by UV-Vis-NIR Spectrometer with integrating sphere attachment (Shimadzu ISR-3100 spectrophotometer by using BaSO₄ as reference). The infrared spectra were recorded using Fourier-transformed infrared spectrophotometer (EQUINOX55, Bruker, Germany) in diffused reflectance mode at 4000–400 cm⁻¹ with KBr as blank. The morphological structure of the Se²⁺ doped TiO₂ photocatalysts were examined on a Scanning Electron Microscope (SEM).

2.3 Antibacterial activity against *E. coli*

Escherichia coli (ATCC 25922) were used as a model bacterium to evaluate the antibacterial activity of TiO₂ nanoparticles. Antibacterial activity of synthesized powder against the bacteria *Escherichia coli* (*E. coli*) was studied and compared to the synthesized TiO₂ powder. Aliquots of 100 mL *E. coli* conidial suspension (10⁵ CFU/ml) were mixed with 50 mg of powder. The mixture was then exposed to visible light for 0, 5, 10, 15 and 20 min. Then, 0.1 mL of mixture suspension was sampled and spread on Macconkey Agar plate and incubated at 37°C for 24 h. After incubation, the number of viable colonies of *E. coli* on each Macconkey Agar plate was observed.

3. Discussed problems

From the XRD study as shown in Fig. 1, the anatase peaks were observed at 25.50°, 37.59°, 48.01°, and 54.16°. A small broad signal at 30.64° is ascribed to TiO₂ brookite traces. It is commonly known that high calcination temperature, at least at 300°C, is required to achieve anatase TiO₂, while it can be successfully achieved here at much lower temperature of 80°C. Furthermore, it can be seen that Se²⁺ doping seems to hinder anatase crystal growth, especially at low temperature synthesis. These results confirm that Se²⁺ doped, can efficiently inhibit the anatase crystal growth. The spectrum (Fig. 2) for the undoped TiO₂ has a sharp absorption edge at around 380 nm, however the absorption threshold of the doped TiO₂ shifted towards the visible region of the spectrum. In contrast to the undoped TiO₂, a high visible light absorption band from 420 nm extending up to 500 nm was obtained, which is consistent with the color of the samples. Thus, the utility range of light is widened, which in turn may considerably increase the photocatalytic activity of TiO₂ under visible light irradiation. Fig. 3, show only 59% of bacteria were killed with synthesized pure TiO₂ powder. This is possibly due to the higher concentration of OH radicals which are very strong oxidant species against microbial on its surfaces. Antibacterial activity under fluorescent irradiations occurred at completely destroyed *E. coli* bacteria after 10 min. The further work could be studied on the development and simplify its use as a thin film coating. As shown in Fig. 4 present the number of bacteria survived after testing under fluorescent light showing decrease in *E. coli* survivals with irradiation time. The result indicated that synthesized Se²⁺ doped TiO₂ exhibited higher antibacterial activity compared to pure TiO₂ powder when exposed to fluorescent light.

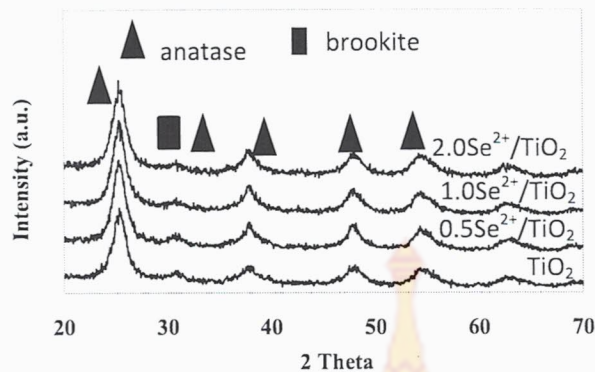


Fig.1: XRD patterns of synthesized powders calcined at 100 W using domestic microwave oven for 2 h for undoped and Se^{2+} doped TiO_2 powders.

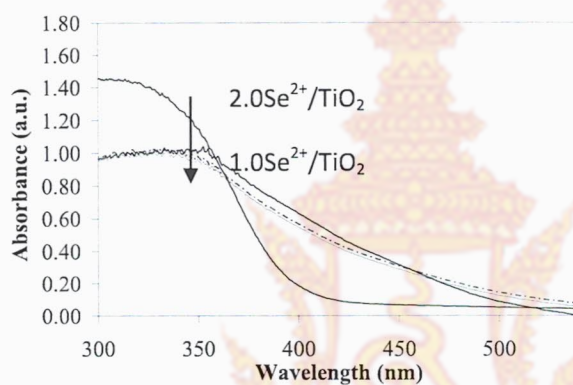


Fig.2: UV-vis diffuse reflectance spectra of undoped TiO_2 and Se^{2+} doped TiO_2 samples

The infrared spectra of synthesized titanium dioxide powders in the range $4000\text{--}400\text{cm}^{-1}$ wave number are shown in Fig. 5. Photogenerated hydroxyl groups on titanium dioxide surface were characterized using FTIR transmittance spectra mainly in the range of $3200\text{--}3600\text{cm}^{-1}$ [10]. The bands appearing at about $3400\text{--}3468\text{cm}^{-1}$ in Se^{2+} doped TiO_2 corresponded to stretching vibration of the OH groups linking with titanium atoms ($\text{TiO}_2\text{-OH}$) which arises from the hydrolysis reaction in the sol-gel process. The broad and strong peaks at $1630\text{--}1640\text{cm}^{-1}$ was ascribed to bending vibration of the OH group of free water or absorbed water [10]. These results confirmed the presence of hydroxyl group generated by the structure of the powders. The larger surface hydroxyl group density will lead to enhancement of the photocatalytic activity since they can interact with photogenerated holes, which give better charge transfer and inhibit the recombination of electron-hole pairs. The FTIR investigation confirms that surface OH group density of pure TiO_2 is lower than that of Se^{2+} doped TiO_2 . The peak at approx. 600cm^{-1} was ascribed to absorption bands of Ti-O and O-Ti-O flexion vibration. It can be seen that synthesized powder enhanced higher transmittance compared to TiO_2 powder due to the absence of high temperature calcination requirement.

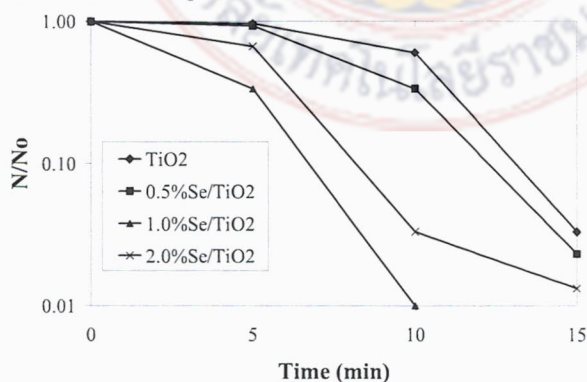


Fig. 3: The survival rate of *E. coli* treated with synthesized powder exposed under fluorescent light irradiations compared with a TiO_2 powders

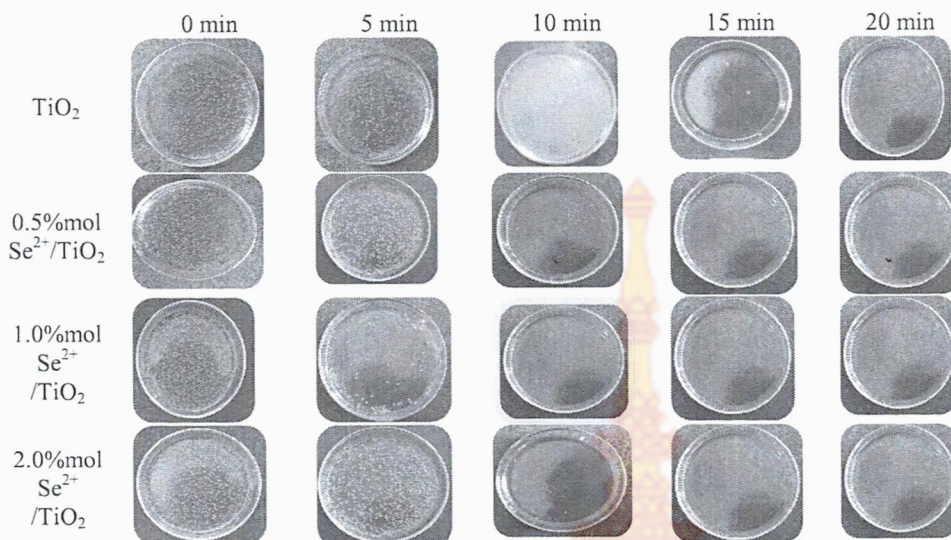


Fig. 4: Photo images for the results of *E. coli* test with synthesized powder under fluorescent light comparing with TiO_2 powder.

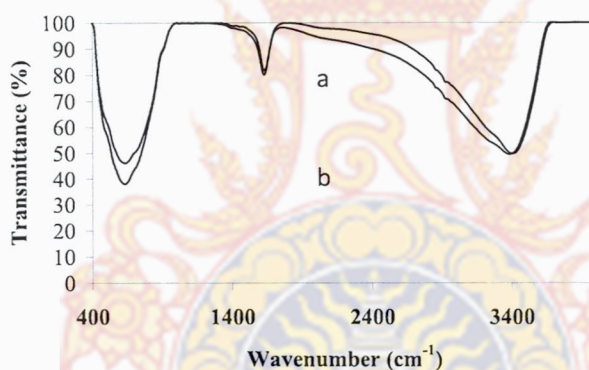


Fig. 5: FTIR spectra of the synthesized (a) TiO_2 and (b) 1.0mol % Se^{2+} doped TiO_2 powders.

The morphology of synthesized 1.0mol % Se^{2+} doped TiO_2 nanoparticles was studied using SEM. The nanoparticles were distributed uniformly with formation of aggregated nanoparticles. It shows that the nanoparticles were densely dispersed with a narrow range of dispersion. Particles were of size with smooth and rough surface (Fig. 6). The observed micrograph shows synthesized Se^{2+} doped TiO_2 aggregates and spherical nanoparticles in the average size range 10–18 nm.



Fig. 6: SEM images of synthesized 1.0 mol% Se^{2+} doped TiO_2 powders calcined at 100W using domestic microwave oven for 2 h at 5,000X (left) and 30,000X (right).

4. Conclusions

Nanocrystalline TiO₂ powder with and without Se²⁺ doping were successfully synthesized at low temperature by a microwave-assisted sol-gel method. The crystallization of TiO₂ precursor was obtained by refluxing using a domestic microwave oven. The as-prepared pure TiO₂ nanoparticles showed excellent antibactericidal activity against *E. coli*; it completely destroyed *E. coli* bacteria after 10 min with fluorescent light. It was also found that TiO₂ doped with Se²⁺ powders to obtain a visible light active photocatalyst with high photocatalytic activity and higher concentration of OH radicals which are very strong oxidant species against microbial than those of TiO₂ due to the absence of high temperature calcination requirement.

Acknowledgements

The research work was supported by Faculty of Engineering Rajamangala University of Technology Srivijaya, Songkhla, Thailand. The authors would like to thank Assoc. Prof. Dr. Lek Sikong, Lecturer and Mr. Peerawas Kongsong at the Prince of Songkla University, for his constructive discussions and great help on this study.

References

- [1] Kim T.N., Feng Q.L., Kim J.O., Wu J., Wang H., Chen G.C. & Cui F.Z. Antimicrobial Effects of Metal Ions (Ag⁺, Cu²⁺, Zn²⁺) in Hydroxyapatite. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 9(3), pp. 129–134, 1998.
- [2] Maness P., Smolinski S., Blake D.M., Huang Z., Wolfrum E.J. & Jacoby W.A. Bactericidal activity of photocatalytic TiO₂ reaction: toward an understanding of its killing mechanism. *Applied and Environmental Microbiology*, 65(9), pp. 4094–4098, 1999.
- [3] Christensen P.A., Curtis T.P., Egerton T.A., Kosa S.A.M. & Tinlin J.R. Photoelectrocatalytic and photocatalytic disinfection of *E. coli* suspensions by titanium dioxide. *Applied Catalysis B: Environmental*, 41(4), pp.371–386, 2003.
- [4] Sunada K., Watanabe T. & Hashimoto K.. Studies on photokilling of bacteria on TiO₂ thin film. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 156, pp. 227–233, 2003.
- [5] Chin S.M., Park E.S., Kim M.S. & Jurng J.S. Photocatalytic degradation of methylene blue with TiO₂ nanoparticles prepared by a thermal decomposition process. *Powder Technology*, 201(2), pp. 171–176, 2010.
- [6]. Duminica F.-D, Maury F. & Hausbrand R. Growth of TiO₂ thin films by AP-MOCVD on stainless steel substrates for photocatalytic applications. *Surface Coating Technology*, 201(22-23), pp. 9304-9308, 2007.
- [7] Ge L., Xu M., Sun M. & Fang H. Fabrication and characterization of nano TiO₂ thin films at low temperature. *Material Research Bulliten*, 41(9), pp. 1596-1603, 2006.
- [8] Yun Y.J., Chunga J.S., Kim S., Hahn S. H. & Kim E.J. Low-temperature coating of sol-gel anatase thin films. *Material Letter*, 58(29), pp. 3703-3706, 2004.
- [9] Liuxue Z., Xiulian W., Peng L. & Zhixing S. Low temperature deposition of TiO₂ thin films on polyvinyl alcohol fibers with photocatalytic and antibacterial activities. *Applied Surface Science*, 254(6), pp. 1771-1774, 2008.
- [10] Lv K., Zuo H., Sun J., Deng K., Liu S., Li X. & Wang D. (Bi, C and N) codoped TiO₂ nanoparticles. *Journal of Hazardous Material*, 161(1), pp. 396–401, 2009.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล	นายมาหามะสุไฮมี มะแซ		
วุฒิการศึกษา	วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)		มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2554
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)		มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2550
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)		มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2549

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

-โครงการทุนศึกษากันกุญแจวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ประจำปี 2551-2552

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

-โครงการทุนบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ประจำปี 2551

-ทุนโครงการพัฒนาอาจารย์และบุคลากรสำหรับสถาบันอุดมศึกษาในเขตพัฒนาเฉพาะกิจจังหวัดชายแดนใต้ประจำปี 2552-2554

การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarmond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Photoactivity and hydrophilicity of B and Ni co-doped TiO₂ films” *Advanced Materials Research* Vols. 148-149 (2011) pp 1473-1479

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarmond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Improvement of hydrophilic property of rubber dipping former surface with Ni/B/TiO₂ nano-composite film” *Applied Surface Science*, Vol 258, (2012), Issue 10, pp4436-4443

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Peerawas Kongsong, Phatcharee Phoempoon, Surasit Rawangwong, and Witthaya Sririkun “Application of rubber wood ash for removal nickel and copper from aqueous solution” *Environment and Natural Resources J.* Vol 11, No.2, (2013) pp17-27

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

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirach Taweepreeda, Fumio Saito and Pitchaya Pitsuwan “Influence of nitrogen doped TiO₂ nano composite film on hydrophilic property of rubber dipping former surface” *Key Engineering Materials* Vol. 608 (2014) pp 141-146

Mahamasuhaimi Masae, Auttakorn Pradupjan, Anon Pisutthipongchoto, Lek Sikong and Peerawas Kongsong “The Efficiency of Synthesized Tungsten Oxide (WO₃) –Doped Titanium Dioxide (TiO₂) in Inhibition of Escherichia coli Growth and Prolonging of Fresh Vegetables and Fruits” *Science and Technology Journal* Vol. 22 (2014) pp 327-336 (Thai)

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

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Peerawas Kongsong, Chaturong Walthong, and Patrapong Ramjan “Low temperature synthesis of Se²⁺ - Doped TiO₂ Nanoparticles for Inhibition of *Escherichia coli*” *WIT Transactions on Engineering Sciences* (Article inpress, 2015)

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Peerawas Kongsong, Pichaya Pitsuwan, Chaturong Pholthawon and Niti Pawanwatcharakorn “Synthesis of Na doped TiO₂ nano photocatalysts film on its photoactivity and hydrophilicity” *Thammasat International Journal of Science and Technology (TIJSAT)* Vol. 20 No.2 (2015) pp 63-71

การเผยแพร่ในการประชุมวิชาการ

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

Lek Sikong, **Mahamasuhaimi Masae**, Kalayanee Kooptarnond and Wirat Tawiprida. “The effect of B and Ni co-doped TiO₂ film coated on glass substrate” 4th International conference on recent advances in materials minerals & environment and 2nd Asian symposium on materials & processing (RAMM&ASMP 2009) Penang, Malaysia. 1-3 June 2009

Lek Sikong, **Mahamasuhaimi Masae**, Kalayanee Kooptarnond and Wirat Tawiprida. “Influence of Ni doping on photoactivity and hydrophilicity of TiO₂ composite film” 10th International seminar on environment & architecture, and 1st international conference on engineering, environment, economic, safety & health (10th SENVAR& 1st CONVEESH 2009) Sulawesi Island, Indonesia. 26-27 October 2009

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Photoactivity and hydrophilicity of B and Ni co-doped TiO₂ films” 2010 International Conference on Advances in Materials and Manufacturing Processes (ICAMMP 2010) Shenzhen, China. 6-8 November 2010

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Improvement of photoactivity and hydrophilicity of rubber latex formers by B and Ni co-doped TiO₂ films” Commission on Higher Education Congress IV: University Staff Development Consortium (CHE-USDC Congress IV) Pattaya, Thailand. 14-16 September 2011

Mahamasuhaimi Masae, Lek Sikong, Kalayanee Kooptarnond, Wirat Tawiprida and Fumio Saito “Influence of Ni/B/N/TiO₂ nano composite film on hydrophilic property of rubber dipping former surface” 2012 International Conference on Frontiers of Mechanical Engineering, Materials and Energy (ICFMEME 2012) Beijing, China December 20-21 2012

สิทธิบัตรและอนุสิทธิบัตร ฯลฯ

๑. สิทธิบัตร เรื่อง สารเคลือบแม่พิมพ์ไทเทเนียมไดออกไซด์และกรรมวิธีเคลือบสารเคลือบนี้ โดย เล็ก สีคง กัลยาณี คุปตานนท์ มหามะสุโฮมี มะแซ และวิรัช ทวีปรีดา เลขที่คำขอ 1101000103 (18 มกราคม 2554)
๒. อนุสิทธิบัตร เรื่อง กรรมวิธีผลิตฟิล์มยางด้วยแม่พิมพ์ที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับผลิตภัณฑ์ยางแบบจุ่มโดย เล็ก สีคง กัลยาณี คุปตานนท์ มหามะสุโฮมี มะแซ และวิรัช ทวีปรีดา เลขที่คำขอ 1103000475 (10 พฤษภาคม 2554) และได้รับอนุมัติการคุ้มครอง ตั้งแต่ 5 กันยายน 2554 ถึง 9 พฤษภาคม 2560
๓. อนุสิทธิบัตร เรื่อง เทียนไขเขียนผ้าบาติกและกรรมวิธีผลิตเทียนไขนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง ชูไฮดี สนิ จุฬาลักษณ์ โรจนานุกูล และพิชญ พิศสุวรรณ เลขที่คำขอ 1303000461 (30 เมษายน 2556) และได้รับอนุมัติการคุ้มครอง ตั้งแต่ 3 มีนาคม 2557 ถึง 25 เมษายน 2562
๔. อนุสิทธิบัตร เรื่อง ตัวดูดซับสารละลายโลหะหนักที่ได้จากเจ้าชัวมวลและกรรมวิธีผลิตตัวดูดซับนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง สุรสิทธิ์ ระวังวงศ์ และวิทยา ศิริคุณ เลขที่คำขอ 1303000462 (30 เมษายน 2556)
๕. อนุสิทธิบัตร เรื่อง กรรมวิธีในการผลิตเคลือบเชื่อมฟอสเฟตจากเถ้าไม้ยางพารา โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เล็ก สีคง พีรวัส คงสง พชรวิทย์ วรรณอและ สรายุทธ สุขเพียร เลขที่คำขอ 1403000145 (16 กุมภาพันธ์ 2557)
๖. อนุสิทธิบัตร เรื่อง สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยสารอินทรีย์เคลือบพลาสติกและโลหะและกรรมวิธีเคลือบสารเคลือบนี้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เลขที่คำขอ 1403000894 (13 สิงหาคม 2557)
๗. อนุสิทธิบัตร เรื่อง สีย้อมผ้าและกรรมวิธีการย้อมผ้าด้วยสีธรรมชาติในท้องถิ่นภาคใต้ โดย มหามะสุโฮมี มะแซ เลขที่คำขอ 1503000117 (29 กุมภาพันธ์ 2558)

รางวัลผลงานวิจัยที่ได้รับ

๑. โครงการเรื่อง กรรมวิธีผลิตฟิล์มยางด้วยแม่พิมพ์ที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับผลิตภัณฑ์แบบจุ่ม ได้รับรางวัล Special Prize ด้านเทคโนโลยีเพื่ออุตสาหกรรม ในงานวันนักประดิษฐ์ 2556 เมื่อวันที่ 2-5 กุมภาพันธ์ 2556 จัดโดยสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช) ณ อิมแพค เมืองทองธานี

๒. รางวัลวิทยานิพนธ์ระดับดีมาก ประจำปี 2555 ระดับปริญญาเอก คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
๓. รางวัลวิทยานิพนธ์ชมเชย ประจำปี 2555 ระดับปริญญาเอก กลุ่มวิทยาศาสตร์กายภาพ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วันนักวิจัยและนวัตกรรม ม.อ. ครั้งที่ 7 ประจำปี 2556

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

1. โครงการวิจัย: การพัฒนาคุณภาพการผลิตผ้าบาติกตามภูมิปัญญาท้องถิ่นในพื้นที่สามจังหวัดชายแดนใต้, หัวหน้าโครงการ, โครงการส่งเสริมการวิจัยในอุดมศึกษาและพัฒนา มหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) ประจำปี 2556, งบประมาณที่ได้รับ จำนวน 300,000 บาท, ระยะเวลาโครงการ ตุลาคม 2555 – กันยายน 2556, สถานภาพของโครงการ เสร็จสิ้นแล้ว
2. โครงการเรื่อง แบบขึ้นรูปถุงมือยางและถุงยางอนามัยที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ไปในโตรเจนและธาตุแอลคาไลน์ที่ทำความสะอาดตัวเองได้, หัวหน้าโครงการ, สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ประจำปี 2556, งบประมาณที่คาดว่าจะได้รับ 350,000 ระยะเวลา 1 ปี เสร็จสิ้นแล้ว
3. โครงการเรื่อง การพัฒนาคุณภาพการย้อมสีผ้าไหมพุ่มเรียงจากสีธรรมชาติตามภูมิปัญญาท้องถิ่นในพื้นที่ภาคใต้, หัวหน้าโครงการ, สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกอ.) ประจำปี 2558 งบประมาณที่ได้รับ 350,000 ระยะเวลา 1 ปี กำลังดำเนินการ