



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวิจัย

การศึกษาสมบัติทางกายภาพและการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

A Study of Physical and Antibacterial Properties of Tantalum Oxide Thin Films

โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อารยา มุ่งชำนานุกิจ

สนับสนุนโดย

สถาบันวิจัย มหาวิทยาลัยรังสิต

2558

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวิจัย

การศึกษาสมบัติทางกายภาพและการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

A Study of Physical and Antibacterial Properties of Tantalum Oxide Thin Films

โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อารยา มุ่งชำนานุกิจ

สนับสนุนโดย
สถาบันวิจัย มหาวิทยาลัยรังสิต
2558

Title : A Study of Physical and Antibacterial Properties of Tantalum Oxide Thin
Researcher: Assistant Professor Dr. Araya Mungchamnankit Institution: Rangsit
University

Year of Publication : 2017

Publisher: Rangsit University

Sources: Rangsit University

No. of page : 42 pages

Keyword: thin films, tantalum oxide

Copyright : Rangsit University

Abstract

This research interested in the physical and antibacterial properties of tantalum oxide (TaO) thin films that were deposited by dc reactive magnetron sputtering at room temperature. A target of tantalum (99.995%) and a mixture of high purity argon and oxygen gases (99.999%) were used to deposit tantalum oxide films on to silicon wafers (100) and BK7 glass substrate. The influence of annealing temperatures (500–900°C) on structural morphology and antibacterial properties were investigated. Grazing incident X-ray diffraction (GIXRD), field-emission scanning electronic microscope (FE-SEM), atomic force microscope (AFM) measurements are carried out to identify the crystalline structure, film morphology and surface roughness, respectively. Antimicrobial activity was tested on 4 bacterial strains, Staphylococcus aureus, Staphylococcus epidermidis, Escherichia coli and Pseudomonas aeruginosa. The antibacterial behavior of the tantalum oxide were not active against the tested bacteria.



กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากสถาบันวิจัย มหาวิทยาลัยรังสิต ขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร. พิเชษฐ ลีมสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ในการให้คำปรึกษา และขอขอบคุณ ดร. มติ ห่อประทุม นักวิจัยห้องปฏิบัติการฟิล์มบาง ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (เนคเทค) ที่อนุเคราะห์ห้องปฏิบัติการ

นอกจากนี้ยังมีผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องอีกมากมายที่มีส่วนช่วยให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ ผู้วิจัยระลึกถึงเสมอว่า ถ้าไม่มีผู้ให้ความอนุเคราะห์ในเรื่องต่างๆ งานวิจัยนี้คงไม่สำเร็จ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อารยา มุ่งชำนาญกิจ

14 พฤศจิกายน 2560



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ก
Abstract	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
ที่มาและความสำคัญของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของโครงการ	2
ขอบเขตของการวิจัย	2
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับแทนทาลัม	4
แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับฟิล์มบาง	5
แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับการทดสอบสมบัติของฟิล์มบาง	10
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	15
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	17
เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย	17
การสร้างเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย	18
การวิเคราะห์ข้อมูล	19
บทที่ 4 ผลการวิจัย	20
โครงสร้างผลึก	21
ภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบาง	21
ความหยาบผิวของฟิล์มบาง	22
ค่าการดูดกลืนแสงของฟิล์มบาง	22
สมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบาง	23
บทที่ 5 สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัย	27
เอกสารอ้างอิง	28
ภาคผนวก	29
บทความวิจัยที่สืบเนื่องจากงานวิจัย	30
ประวัติผู้วิจัย	30

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
4.1	เทคนิคสำหรับวิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างของฟิล์ม	10



สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	กระบวนการในการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	6
2.2	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิวของแผ่นรองรับ	8
2.3	ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบดีซีสปัตเตอร์ริง	9
2.4	(ก) X-ray diffractometer (ข) Intensity peak ที่แสดงถึงระนาบผลึกของวัสดุในตำแหน่งการสะท้อนรังสี	12
2.5	เส้นทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวชิ้นงานในกล้อง SEM	14
2.6	แสดงไดอะแกรมของเครื่อง AFM	15
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์	20
4.2	ภาคตัดขวางของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบปกติและอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ	21
4.3	ความหยาบผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ได้จาก AFM	22
4.4	ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ	22
4.5	การเจริญของเชื้อ <i>Staphylococcus aureus</i> บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์	23
4.6	การเจริญของเชื้อ <i>Staphylococcus epidermidis</i> บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์	24
4.7	การเจริญของเชื้อ <i>Escherichia coli</i> บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์	25
4.8	การเจริญของเชื้อ <i>Pseudomonas aeruginosa</i> บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์	25

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุและอุปกรณ์ทางการแพทย์เป็นสิ่งจำเป็นทางการแพทย์และการสาธารณสุข ปัจจุบัน วัสดุและอุปกรณ์ทางการแพทย์ของไทยมีแนวโน้มสูงขึ้นตามความต้องการของตลาดที่สนองต่อคุณภาพชีวิตและปัญหาสุขภาพความเจ็บป่วยของประชาชน แต่อุตสาหกรรมวัสดุเครื่องมือและอุปกรณ์ทางการแพทย์ในประเทศไทยยังไม่มีการพัฒนาเท่าที่ควร อีกทั้งประเทศไทยยังต้องนำเข้าวัสดุเหล่านี้จากต่างประเทศซึ่งมีราคาสูง ทำให้ผู้ป่วยที่มีฐานะยากจนไม่สามารถเข้าถึงระบบการแพทย์ที่ดีได้ งานวิจัยทางการพัฒนาวัสดุและอุปกรณ์ทางการแพทย์จึงควรได้รับการส่งเสริมอย่างเร่งด่วน ถึงแม้จะเป็นเพียงการเริ่มต้นแต่หากมีการนำไปต่อยอดองค์ความรู้ก็จะเกิดเป็นการพัฒนาอย่างต่อเนื่องก่อให้เกิดนวัตกรรมใหม่เกิดขึ้น

สปีดเตอริงเป็นวิธีการเคลือบในสุญญากาศที่ใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมอีกวิธีหนึ่ง แต่ใช้หลักการที่แตกต่างจากการระเหยในสุญญากาศ เพราะไอของสารเคลือบไม่ได้มาจากการหลอมละลายของสารเคลือบ สปีดเตอริงอาศัยสนามไฟฟ้า ทำให้อะตอมของแก๊สภายในภาชนะสุญญากาศแตกตัวเป็นไอออน ซึ่งจะถูกเร่งจนมีพลังงานสูง ก่อนวิ่งเข้าชนกับแผ่นของแข็งที่ทำจากสารเคลือบที่เรียกว่าเป้า เมื่อเกิดการถ่ายเทโมเมนตัม ระหว่างไอออนกับอนุภาคของสารเคลือบที่อยู่บนผิวของเป้า อนุภาคของสารเคลือบที่บริเวณผิวจะกระเด็นออกมา เรียกว่าเกิดการสปีดเตอริง (คล้ายกับน้ำที่กระเซ็น เมื่อขว้างก้อนหินไปกระทบกับผิวน้ำ) อนุภาคของสารเคลือบก็จะไปติดบนผิวของชิ้นงาน ถ้าชิ้นงานถูกจัดวางไว้ไม่ห่างจากเป้าหมายนัก (ประมาณ 15 เซนติเมตร) ก็จะถูกเคลือบด้วยอนุภาคของสารเคลือบที่กระจายออกจากเป้า (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ, 2551)

เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการนำเหล็กกล้าไร้สนิม, โคบอลต์ผสมโครเมียม, ไทเทเนียม และ โลหะผสมของไทเทเนียม มาใช้ในทางการแพทย์ โดยโลหะดังกล่าวข้างต้นพบว่า เหล็กกล้าไร้สนิมประเภท ออสเทนิติก (austenitic stainless steel) ชนิด 316L เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมในการนำมาใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีต้นทุนในการผลิตต่ำ มีความต้านทานการกัดกร่อนได้ดี อย่างไรก็ตามจากการทดลองใช้ในทางการแพทย์พบว่าโลหะเหล่านี้ส่งผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์ในระยะยาว เนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดนี้จะปลดปล่อยไอออนของโลหะ เช่น เหล็ก นิกเกิล และโมลิบดีนัม ออกมา ซึ่งอาจรวมตัวกับเนื้อที่อยู่รอบๆ หรือ เคลื่อนย้ายไปยังส่วนอื่นของร่างกาย โดยไอออนของโลหะที่ปลดปล่อยออกมานี้ส่วนหนึ่งเป็นผลมาจากการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมประเภทออสเทนิติกที่ใส่เข้าไปในร่างกายมนุษย์นั่นเอง ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้เกิดแอนติเจนบนพื้นผิว lymphocyte ของมนุษย์ และยับยั้งการตอบสนองต่อการเกิด lymphocyte proliferation นอกจากนี้ยังพบว่าเนื้อเยื่อของคนไข้ที่สัมผัสกับโลหะไม่สามารถทนทานต่อสารพิษ อาการแพ้ สารก่อการกลายพันธุ์ หรือ การก่อเกิดเป็นมะเร็งอีกด้วย (ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล, อติศร บุรณวงศ์ และ นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2557)

ปัจจุบันได้มีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาประยุกต์สำหรับการใช้งานด้านต่าง ๆ เนื่องจากมีความเสถียรต่อสารเคมีไม่มีความเป็นพิษ ราคาไม่แพงมาก และสมบัติพิเศษที่เป็นประโยชน์ที่ต้ออีกหลายอย่าง โดยเฉพาะอย่างยิ่งไทเทเนียมไดออกไซด์มีการศึกษาประสิทธิภาพโฟโตแคตะลิสต์ของ

ไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างกว้างขวาง นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลของไทเทเนียมไดออกไซด์ในการฆ่าแบคทีเรีย *E. coli* (Dechakiatkrai C. et. al, 2007; Mungchamnankit A. et al., 2013) *Penicillium expansum* (Madhugiri S. et. al., 2004) *Pseudomonas aeruginosa* (Bao S. et. al., 2007) *Enterobacter cloacae* (Guo X. et. al., 2009) *Staphylococcus aureus* (Hwang S. H., Kim C. and Jang J., 2011) และการยับยั้งเซลล์มะเร็ง (Zhu W. et. al., 2009)

เมื่อไม่กี่ปีที่ผ่านมาได้งานวิจัยนำโลหะแทนทาลัม (Ta) เคลือบบนวัสดุการแพทย์ที่ใช้ฝังในร่างกาย เช่น งานด้านออร์โธปิดิกส์ และการประยุกต์ทางทันตกรรมเนื่องจากแทนทาลัมมีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนได้ดี ทนต่อการแตกหัก เหนียว มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ซึ่งดีกว่าไทเทเนียม (Fukunaga, Chu and McHenry, 1998; Balla V.K., et. al., 2010; Sagomonyants K.B., 2011; Wang N., et. al., 2012; Chang Y.Y., et. al., 2014) ในการทดสอบการฝังกระดูกที่เคลือบสารโลหะแทนทาลัมในสัตว์ทดลอง ผลการทดสอบเป็นไปตามที่คาดไว้คือการยึดติดกับเซลล์ข้างเคียงมีประสิทธิภาพ ทั้งนี้แทนทาลัมจะแสดงสมบัติที่ต่างกันเมื่อนำมาเคลือบบนวัสดุชนิดที่ต่างกันอีกด้วย (Welldon K.J., et. al, 2008; Balagna C., Faga M. and Spriano S., 2012) ส่วนงานวิจัยทางด้านฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ Chang Y.Y. และคณะ ได้ศึกษาฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอร์แล้วนำมาทดสอบกับเชื้อแบคทีเรีย 2 ชนิด ได้แก่ *Staphylococcus aureus* และ *Actinobacillus actinomycetemcomitans* (*A. actinomycetemcomitans*) พบว่า ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์แบบอสัณฐานมีประสิทธิภาพในการต้านเชื้อแบคทีเรีย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่มีผลต่อการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียชนิดต่างๆ ได้แก่ *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* และ *Pseudomonas aeruginosa* เพื่อเทียบกับผลการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของไทเทเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยอื่น ซึ่งผลของงานวิจัยนี้จะสามารถทำให้เห็นแนวทางการพัฒนาฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไปเป็นวัสดุการแพทย์ในอนาคต

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์
2. ศึกษาผลของการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* และ *Pseudomonas aeruginosa* ของฟิล์มบางแทนทาลัม

ขอบเขตของการวิจัย

ศึกษาสมบัติทางกายภาพ และการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

คำถามวิจัย

1. ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้นั้นมีสมบัติอย่างไร
2. ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรียชนิดใดได้บ้าง

กรอบแนวคิดการวิจัย

ศึกษาสมบัติทางกายภาพและการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เหมาะสมเพื่อหาแนวทางพัฒนาไปสู่การประยุกต์ทางวัสดุทางการแพทย์

นิยามศัพท์เฉพาะ

ฟิล์มบาง (thin films) หมายถึง ชั้นของอะตอม หรือ กลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบางๆ บนวัสดุรองรับ หรือ แผ่นฐาน ส่วนใหญ่จะเตรียม หรือ เคลือบ ด้วยกระบวนการเคลือบในสุญญากาศ

สปัตเตอริง (sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ (สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันตร์ วิฑิตอนันต์ และ อติศร บูรณวงค์ม 2557)

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ฟิล์มบางแทนทาลัมที่มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย
2. แนวทางการพัฒนาฟิล์มบางแทนทาลัมเป็นวัสดุทางการแพทย์
3. ส่งเสริมให้มีการพัฒนาวัสดุทางการแพทย์มากขึ้น

บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง โดยเสนอตั้งแต่ทฤษฎีของสารตั้งต้นไปจนถึงกระบวนการทดสอบสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ซึ่งประกอบด้วยหัวข้อดังต่อไปนี้ คือ

1. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับแทนทาลัม
2. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับฟิล์มบาง
3. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับการทดสอบสมบัติของฟิล์มบาง
4. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับแทนทาลัม

แร่แทนทาลัมที่พบมีอยู่มากกว่า 70 ชนิด แต่แร่ที่มีความสำคัญ ได้แก่ แทนทาลิต (Tantalite) ไมโครไลต์ (Microlite) และ Wodginite โดยทั่วไปมักพบแร่แทนทาลัมเกิดรวมกันกับแร่ไนโอเบียม (Niobium) หรือโคลัมเบียม (Columbium) แทนทาลัม เป็นโลหะทรานซิชัน (Transition Metals) มีสีเทาเงิน เป็นโลหะที่มีคุณสมบัติทนความร้อนสูงมาก มีความแข็งแรงและเหนียว มีความต้านทานการกัดกร่อน เป็นสื่อนำไฟฟ้าและความร้อนที่ดี และมีคุณสมบัติด้านการเก็บประจุไฟฟ้าที่ดี นอกจากนี้ยังสามารถนำไปผสมกับโลหะอื่นๆ ได้

ประโยชน์ของแทนทาลัม

แทนทาลัมมีคุณสมบัติที่ดีเด่นในหลายๆด้าน ดังนั้นแทนทาลัมจึงถูกนำไปใช้ประโยชน์ ดังนี้

1. ใช้ทำแทนทาลัม คาปาซิเตอร์ พาวเวอร์ (Tantalum Capacitor Power) ที่ใช้ในการผลิตตัวเก็บประจุไฟฟ้า (Capacitor : คาร์ปาซิเตอร์) ซึ่งใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่ต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูงต่างๆ เช่น เครื่องคอมพิวเตอร์ เครื่องคำนวณ เครื่องมือสื่อสาร เครื่องส่งสัญญาณเตือนภัย หม้อแปลงไฟฟ้า และเครื่องมือเครื่องใช้ไฟฟ้าต่างๆ

2. ใช้ในรูปของโลหะแทนทาลัม (Tantalum Metal) ทำเครื่องมือและอุปกรณ์ทางเคมี ซึ่งต้องการความต้านทานและคงทนต่อการกัดกร่อนของน้ำยาเคมี และสารเคมีชนิดต่างๆได้เป็นอย่างดี และใช้ทำภาชนะใส่น้ำยา และสารประกอบเคมีบางชนิด

3. ใช้ทำแทนทาลัมคาร์ไบด์ (Tantalum Carbide) ที่มีความแข็ง และทนทานต่อการกัดกร่อนได้ดี หรือใช้ผสมกับโลหะคาร์ไบด์ชนิดอื่นๆ เช่น ทังสเตนคาร์ไบด์ หรือไนโอเบียมคาร์ไบด์ เพื่อใช้ในการทำเครื่องมือ กลึง เจาะ ใส หรือตัดเหล็ก และโลหะอื่น

4. ใช้ทำโลหะผสม (Tantalum Niobium Alloy) ชนิดพิเศษที่ใช้ในเครื่องยนต์ และลำตัวของยานอวกาศ ตลอดจนยานพาหนะที่ต้องการให้มีความคงทนต่อความร้อนที่เกิดจากการเสียดสี เช่น เครื่องบิน รถยนต์ หรือ รถไฟความเร็วสูง ใช้ทำขดลวดความร้อนคอนเดนเซอร์วาล์ว และปั๊ม

โลหะพิเศษชนิดที่ใช้แทนทาลัมผสมกับโลหะอื่นๆ เช่น โคบอลต์ เหล็ก นิกเกิล ไทเทเนียม และ ไนโอเบียม เป็นต้น

5. ใช้ทำเครื่องมือพิเศษหรือเพื่อวัตถุประสงค์พิเศษอื่นๆ เช่น ใช้เป็นตัวเชื่อมต่อกระตุก หรือ ด้ายเย็บกระตุก ใช้ทำเครื่องมือผ่าตัด ใช้ดูดฟัน ใช้ทำเครื่องมือผลิตโพลีสังเคราะห์ และเครื่องมือ เครื่องใช้ในห้องปฏิบัติการ เป็นต้น

นอกจากนี้ แทนทาลัมออกไซด์ ยังใช้ทำเลนส์สำหรับกล้องถ่ายรูป และกล้องจุลทรรศน์ที่ต้องการค่าดัชนีหักเหสูงมากเป็นพิเศษ สารประกอบบางตัวของแทนทาลัมยังใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำวัตถุสังเคราะห์ต่างๆ เช่น ยางเทียมได้อีกด้วย

ในปี 2551 ผลผลิตแทนทาลัมของโลกใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ โดยเฉพาะการผลิต ตัวเก็บประจุไฟฟ้าหรือคาปาซิเตอร์ (capacitor) ส่วนที่เหลือใช้ในอุตสาหกรรมเคมี แทนทาลัมคาร์ไบด์ และซูเปอร์อัลลอย (Super Alloy) เป็นต้น (กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, 2560 : ออนไลน์)

2. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับฟิล์มบาง

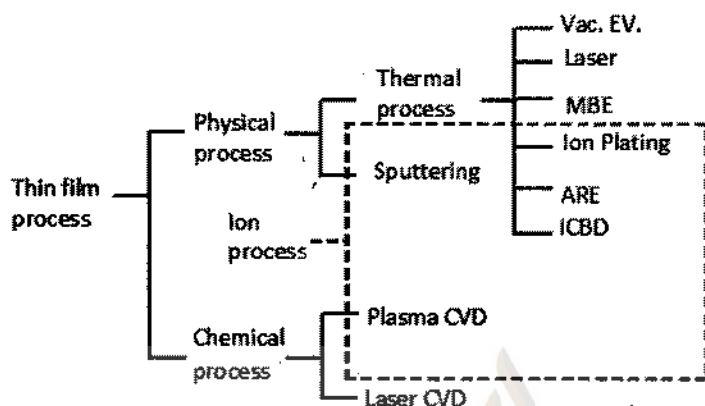
ฟิล์มบาง (thin films) หมายถึง ชั้นของอะตอม หรือ กลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้น บางๆ บนวัสดุรองรับหรือ แผ่นฐาน ส่วนใหญ่จะเตรียม หรือ เคลือบ ด้วยกระบวนการเคลือบในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางในระดับนาโนเมตร (สุรสิงห์ ไชยคุณ และคณะ, 2557)

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) ทั้งนี้สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอ ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบ กลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจน กลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำ ปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการ เคลือบ



ภาพที่ 2.1 กระบวนการในการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ (Wasa & Hayakawa, 1992)

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New Species) ตกเคลือบ

บนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และ วิธี Laser CVD เป็นต้น

2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัย การทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น โดยการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นอาศัยการทำให้อะตอมสารเคลือบหลุดจากผิวของสารตั้งต้นแล้วฟุ้งกระจายไปยึดติดผิววัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลักๆ (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ, 2551; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้ นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กทริก (Dielectric) เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ (MgF₂) หรือ ออกไซด์ (Oxide) ของโลหะที่มีสมบัติโปร่งใสบนวัสดุที่ต้องการ

เคลือบ เช่น เลนส์กล้องถ่ายรูป แว่นตาและกระจกเลเซอร์ ฯลฯ สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือ แรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อน หรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นการพอกพูนของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริง โดยการเคลือบเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและพอกพูนได้เป็นฟิล์มบาง กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบโดยอนุภาคที่เข้าชนมีพลังงานสูง ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งกระทบวัสดุรองรับจะฝังลงในเนื้อวัสดุทำให้การยึดเกาะดีมาก (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ์ และ ธนสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2.2) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

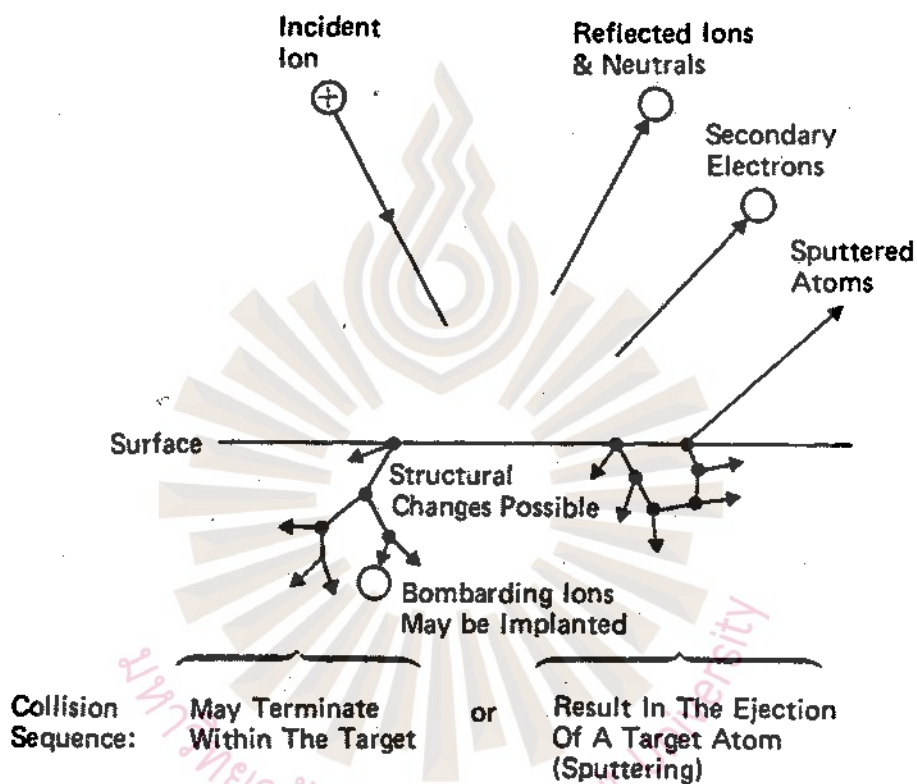
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอร์ (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปัตเตอร์



ภาพที่ 2.2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิวของแผ่นรองรับ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอร์ เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุตั้งกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอร์ คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

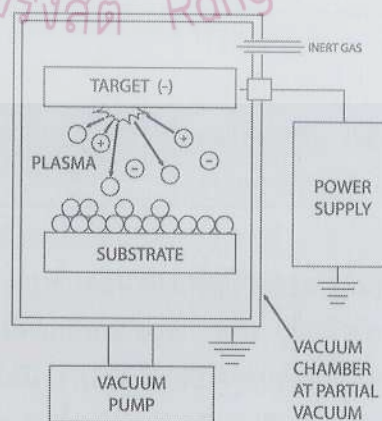
2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุด

ออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอร์ริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอร์ริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง อย่างง่ายที่สุด แสดงในภาพที่ 2.3 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิษฐา รัตนะ, 2547) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนดคือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกลว์ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ(ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดิสชาร์จ กระบวนการไอออไนเซชันจะรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ตราบที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10-2 mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2.3 ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบดีซีสปัตเตอร์ริง

3. แนวคิดและทฤษฎีเกี่ยวกับการทดสอบสมบัติของฟิล์มบาง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, 2551)

การเตรียมงานทางโลหะวิทยา (Metallographic)

เทคนิคการเตรียมชิ้นงานตามมาตรฐานทางโลหะวิทยา (standard metallographic preparation technique) สามารถนำมาใช้ได้กับชิ้นงานเคลือบฟิล์มบาง การเตรียมชิ้นงานในภาคตัดขวางก็สามารถช่วยในการศึกษาความหนาและความสม่ำเสมอของฟิล์มได้ โดยปกติเราจะตัดชิ้นงานฟิล์มบางด้วยเลื่อยตัดชนิดที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปต่ำ (low deformation) โดยมีทิศทางการตัดจากฟิล์มไปยังวัสดุรองรับ ชิ้นตัวเรือนชิ้นงานในเรซินก่อนการขัดมัน (polishing) ซึ่งนิยมการขึ้นตัวเรือนแบบร้อนมากกว่า (hot mounting) ยกเว้นในกรณีชิ้นงานที่ไวต่อความร้อนอาจต้องใช้เรซินแบบขึ้นตัวเรือนเย็น (cold setting resin) แทน ชิ้นงานที่ผ่านการตัดควรขัดหยาบ (grinding) เพื่อปรับความเรียบและขจัดผิวที่เสียหายเนื่องจากเศษของรอยตัด การขัดหยาบควรใช้ขนาดเม็ดกริด (grit size) ที่ละเอียด และควรขัดในทิศทางที่ผ่านจากเนื้อวัสดุรองรับไปยังฟิล์มเพื่อรักษาความคมของขอบผิว

ตารางที่ 2.1 เทคนิคสำหรับวิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างของฟิล์ม

สมบัติของฟิล์ม	เทคนิคการวิเคราะห์
ส่วนผสมของเฟส (phase composition)	x-ray หรือ electron diffraction
การกระจายของเฟส (phase distribution)	metallographic sections, SEM, TEM, optical microscopy
ขนาดเกรน (grain size)	x-ray diffraction, SEM, TEM (plus image analyzer)
รูปร่างของเกรน (grain shape)	SEM, TEM (plus image analyzer)
การเรียงตัว (preferred orientation)	x-ray diffraction, TEM
ลักษณะทางพื้นผิว (surface morphology)	SEM
ความพรุน (porosity)	TEM, mercury intrusion porosimetry, metallographic section (plus image analyzer)

การขัดละเอียดจะดำเนินไปตามขั้นตอนของเทคนิคการเตรียมทางโลหะวิทยาที่ใช้กับวัสดุ ก่อน จุดประสงค์ของการขัดละเอียดมีด้วยกัน 2 ประการคือ เพื่อกำจัดร่องรอยความเสียหายที่อาจเกิดจากการขัดหยาบ และเพื่อให้ได้ผิวงานสุดท้ายที่มีความเรียบสูง (high surface finish) สำหรับฟิล์มที่บางมากควรใช้เรซินสำหรับขึ้นเรือนชนิดที่ช่วยรักษาความคมที่ขอบชิ้นงาน การเตรียมฟิล์มเพื่อศึกษาความหนาและความสม่ำเสมอของผิวเคลือบ อาจทำเพียงการขัดละเอียดในภาคตัดขวางก็เพียงพอแล้ว แต่ต้องกระทำอย่างพิถีพิถันเพื่อไม่ให้ผิวเคลือบเสียหาย รูพรุนที่พบใน

ผิวเคลือบอาจจะเป็นสิ่งประดิษฐ์ (artifact) จากการเตรียม เนื่องจากการหลุดของเกรนในขณะขัดละเอียดขั้นสุดท้าย อย่างไรก็ตามถ้าต้องการศึกษาความพรุนในเนื้อฟิล์มอาจต้องใช้เทคนิคอื่น ๆ ช่วยประกอบกัน

ในบางกรณีการเตรียมชิ้นงานในภาคตัดขวางของฟิล์มที่บางมาก ๆ อาจต้องใช้เทคนิคการตัดขวางให้เป็นเทเปอร์ (taper section) ซึ่งช่วยให้เห็นรายละเอียดของฟิล์มได้มากขึ้น ด้วยมุมที่เฉียงประมาณ 5.7 องศา [63] จะเพิ่มระนาบของการตัดได้มากถึง 10 เท่า วิธีการทำได้โดยเม้าท์ชิ้นงานในเรซิน โดยวางชิ้นงานให้ด้านหนึ่งเฉียงสูงขึ้นเพื่อให้ได้มุมเฉียงตามต้องการและตามด้วยขั้นตอนการเตรียมแบบปกติ โครงสร้างเกรนของผิวเคลือบและวัสดุรองรับจะแสดงให้เห็นได้โดยการเลือกสารละลายกรดกัดที่เหมาะสมเช่นเดียวกับในกรณีของวัสดุก้อน ทั้งนี้อาจต้องใช้กระบวนการกัดกรดแบบหลายสถานะ (multi-stage etching process) แต่ต้องระวังเรื่องของการเกิดรูพรุนชั้นภายใน (interfacial porosity) ที่อาจเกิดขึ้นด้วย

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction)

เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสี (diffraction analysis) ได้มีการนำมาใช้เพื่อการแยกแยะโครงสร้างของผิวเคลือบ การวิเคราะห์อาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของตัวอย่างกับของมาตรฐาน เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะอาศัยลำรังสีเอกซ์ (x-ray beam) ที่มีค่าความยาวคลื่นเป็น λ จากแหล่งกำเนิดพุ่งชนกับผิวเคลือบ เกิดการเลี้ยวเบนขึ้น ความเข้มของลำรังสีที่เลี้ยวเบนออกมานั้นจะถูกเก็บบันทึกในรูปของฟังก์ชันของมุมการเลี้ยวเบน (diffracted angle, θ) โดยความเข้มของสัญญาณ (intensity) จะมีค่าไม่เป็นศูนย์ถ้ามุมของการเลี้ยวเบนเป็นไปตามกฎของแบร็ก (Bragg's Law)

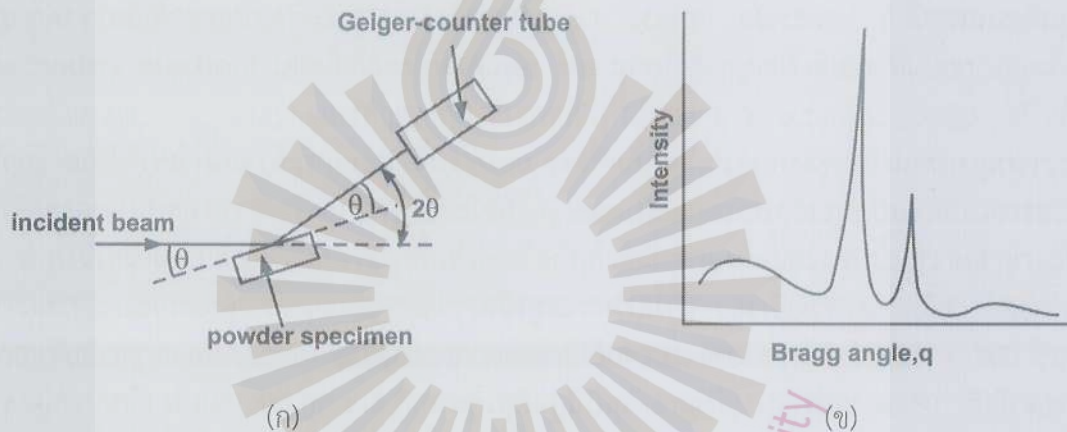
$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (2.1)$$

เมื่อ d_{hkl} คือระยะห่างระหว่างระนาบของแลตทิซที่มีดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) ของระนาบ hkl

ธาตุหรือสารประกอบทั่วไปจะประกอบด้วยอะตอมที่จัดเรียงตัวในแลตทิซ (lattice) โดยมีรูปทรงและระยะห่างเหมือนกันและมีหน่วยเซลล์ (unit cell) เป็นหน่วยที่เล็กที่สุดที่บอกถึงโครงสร้างผลึกของธาตุหรือสารประกอบนั้นๆ การเรียงตัวอย่างสมมาตรในสามมิตินี้ทำให้ผลึกสามารถประพฤติตัวเสมือนเป็นเกรตติงของการเลี้ยวเบน (diffraction grating) เมื่อลำรังสีเอกซ์ที่มีความถี่ค่าหนึ่งชนกับอะตอม อันตรกิริยาที่กระทำกับอิเล็กตรอนในอะตอมทำให้อิเล็กตรอนสั่นด้วยความถี่เท่ากับของรังสีเอกซ์ และปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาในทุกทิศทาง โดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงความถี่ ถ้าการเลี้ยวเบนเกิดกับอะตอมในผลึกที่เรียงห่างกันเป็นระยะเท่าๆ กันรังสีที่ปลดปล่อยออกมาจะเกิดการแทรกสอดกันซึ่งมีทั้งการแทรกสอดแบบเสริมและแบบหักล้าง สัญญาณจะเกิดการแทรกสอดแบบ

เสริมได้เมื่อมุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน การสะท้อนของรังสีเอกซ์จะเกิดจากอะตอมในระนาบต่างๆ ที่ขนานกันและห่างเท่าๆ กัน

X-ray diffractometer เป็นอุปกรณ์สำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก โดยมีอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ประกอบอยู่ เช่น หลอดวัดไกเกอร์ (Geiger counter tube) จากรูปที่ 5.2 (ก) แสดงให้เห็นว่าทั้งชิ้นงานและหลอดวัดไกเกอร์จะเคลื่อนที่ โดยหลอดวัดไกเกอร์เคลื่อนที่เร็วกว่าเป็น 2 เท่าเสมอ ทำให้อุปกรณ์ตรวจจับรังสีนี้อยู่ในมุมที่เหมาะสมสำหรับการสะท้อนรังสีตามกฎของเบรค โดยปกติ x-ray diffractometer ใช้กับชิ้นงานที่เป็นผงที่อัดให้มีขนาด 25×12.5 ตารางมิลลิเมตร สัญญาณที่ตรวจจับได้จะแสดงออกมาในรูปของรูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ดังรูปที่ 5.2 (ข) ความเข้มของสัญญาณขึ้นอยู่กับหลายแฟกเตอร์ด้วยกัน เช่น โครงสร้างของวัสดุ ปริมาตรของวัสดุที่แผ่รังสี รูปทรงของการเลี้ยวเบน (diffraction geometry) และการวางชิ้นงาน (sample alignment) เป็นต้น



ภาพที่ 2.4 (ก) X-ray diffractometer (ข) Intensity peak ที่แสดงถึงระนาบผลึกของวัสดุในตำแหน่งการสะท้อนรังสี (พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ, 2551: Reed-Hill R.E., 1991)

ตำแหน่งของพีค (peak) ที่มีค่ามากที่สุด สามารถบอกถึงขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ในขณะที่ความกว้างใช้หาค่าขนาดการจัดเรียงตัว (orientation) และความเครียด (strain) ภายในเกรนของวัสดุหลายผลึก บางครั้งตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่วัดได้อาจจะเลื่อนไปด้วยค่ามุมที่สูงขึ้นเนื่องจากผลของความเค้นที่หลงเหลือ (residual stress) ในผิวเคลือบนั้นเอง ส่วนความเข้มของสัญญาณที่ได้ อาจไม่เป็นไปตามค่าในฐานข้อมูลมาตรฐาน (standard file) ก็เป็นเพราะการจัดเรียงตัวในทิศทางที่ชอบ (preferred orientation) ของอะตอมในฟิล์ม

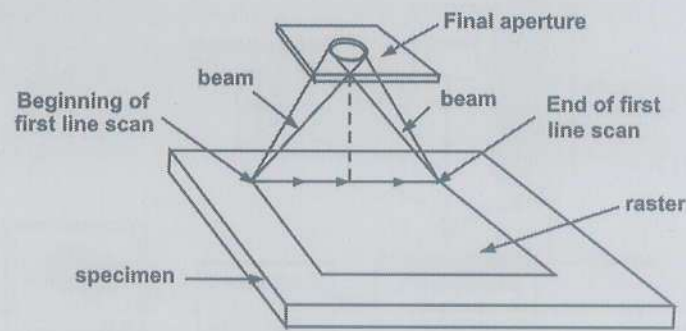
นอกจากนี้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ยังสามารถให้ข้อมูลที่บอกถึงองค์ประกอบทางเคมีของเฟส (phase composition) และค่าพารามิเตอร์ของแลตทิซ (lattice parameter) ที่มีความสำคัญต่อการหาค่าความเค้นหลงเหลือหรือต่อการประมาณค่าของ stoichiometry หรือส่วนผสมทางเคมีของสารละลายของแข็งได้เช่นกัน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy)

เป็นเครื่องมือสำหรับศึกษาชิ้นงานที่ต้องการกำลังขยาย (magnification) และความชัดลึก (depth of field) สูง ชิ้นงานตัวอย่างที่จะนำมาศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้ ส่วนใหญ่ต้องได้รับการขัดละเอียดและกัดกรวดเช่นเดียวกับการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดใช้แสง กำลังขยายของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะอยู่ในช่วง 1,500 ถึงมากกว่า 50,000 เท่า ส่วนความชัดลึกจะมากกว่ากล้องชนิดใช้แสงถึง 300 เท่า

การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดโดยทั่วไป อาศัยหลักการเร่งอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดด้วยศักย์ไฟฟ้าค่าสูง (ประมาณ 5-30 กิโลโวลต์) ลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า ทำให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดของโพรบ (probe) เล็กลง เมื่อตกกระทบชิ้นงาน ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะปรากฏที่หน้าจอมอนิเตอร์ พื้นผิวของชิ้นงานจะถูกกราดด้วยลำอิเล็กตรอนขนาดเล็กๆ เป็นพื้นที่ที่เรียกว่าราสเตอร์ (raster) อันตรกิริยาระหว่างลำอิเล็กตรอนกับพื้นผิวชิ้นงานทำให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาหลายรูปแบบ เช่นอิเล็กตรอนชุดที่เกิดการกระเจิงกลับ (back scatter electron) อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) โอลิอิเล็กตรอน (Auger electron) สัญญาณรังสีเอกซ์ที่เกิดแบบต่อเนื่อง (continuous x-ray) และสัญญาณรังสีเอกซ์ที่มีค่าเฉพาะ (characteristic x-ray) เป็นต้น สัญญาณที่ได้เหล่านี้จะให้ข้อมูลของชิ้นงาน ณ จุดที่อิเล็กตรอนตกกระทบ ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดมาตรฐานจะใช้สัญญาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิเป็นหลักในการสร้างภาพ ทั้งนี้เพราะเป็นสัญญาณที่มาจากพื้นที่ที่สัมผัสกับลำอิเล็กตรอนโดยตรง ดังนั้นความสามารถในการแยก (resolution) รายละเอียดของภาพจึงสูงมากหรือให้รายละเอียดของภาพดีกว่า อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ (detector) จะอยู่ด้านขวาของลำอิเล็กตรอน โดยมีตะแกรงไบแอส + 200 โวลต์ ติดอยู่ด้านหน้า เนื่องจากสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีพลังงานเพียงประมาณ 30-50 อิเล็กตรอนโวลต์เท่านั้น ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานต่ำเหล่านี้ถูกดึงให้วิ่งไปยังอุปกรณ์ตรวจจับได้ด้วยศักย์ไบแอส 200 โวลต์

บริเวณผิวของชิ้นงานที่ใช้ในการสร้างภาพคือบริเวณราสเตอร์ ลำอิเล็กตรอนจะวิ่งกราดเป็นเส้นตรง (line scan) เท่ากับความกว้างของราสเตอร์ (ดูรูปที่ 5.3) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนเคลื่อนที่นั้น สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกปล่อยออกมาจากพื้นผิวและถูกจับด้วยอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ ความเข้มของสัญญาณที่ไม่เท่ากันจะเป็นสิ่งที่ควบคุมความสว่าง (brightness) ของภาพที่จอมอนิเตอร์ เมื่ออิเล็กตรอนกราดไปจนถึงจุดสิ้นสุดของเส้น มันจะวิ่งกลับไปยังขอบเริ่มต้นอย่างรวดเร็วและเลื่อนตำแหน่งต่ำลงจากเส้นที่เพิ่งกราดไป และกราดไปเช่นนี้จนเต็มพื้นที่ราสเตอร์ เราจะได้ภาพของพื้นที่ที่ถูกลำอิเล็กตรอนกราดนั้น โดยปกติกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีเส้นตรง (line scan) ประมาณ 1000 เส้น เพื่อสร้างภาพขนาด 10 X 10 ตารางเซนติเมตร การส่องกราดที่สมบูรณ์จะเกิดภายใน 1/30 วินาที นั่นคือภาพที่ปรากฏที่หน้าจอ

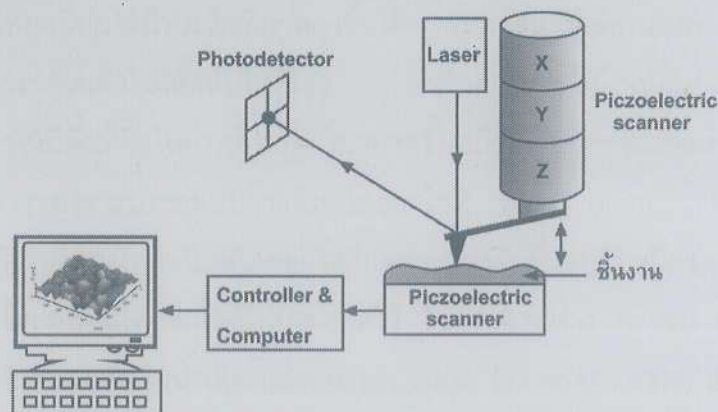


ภาพที่ 2.5 เส้นทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวชิ้นงานในกล้อง SEM (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, 2551: Reed-Hill R.E., 1991)

จำนวนของอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่มาถึงอุปกรณ์ตรวจจับขึ้นอยู่กับหลายแฟกเตอร์เช่น ความลาดเอียงของพื้นผิวชิ้นงานที่สัมพันธ์กับตำแหน่งของอุปกรณ์ตรวจจับ เช่นถ้าพื้นผิวเอียงเข้าหาอุปกรณ์ตรวจจับ จำนวนอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่ไปถึงก็จะมีจำนวนมาก ภาพที่ได้จะมีความสว่างมาก ส่วนสัญญาณของอิเล็กตรอนชุดที่เกิดการกระเจิงกลับ (back scatter electron) ก็สามารทำให้ข้อมูลที่แสดงลักษณะของพื้นผิวได้ แต่อุปกรณ์ตรวจจับได้รับศักย์ไบแอสเพียง -50 โวลต์ ซึ่งเพียงพอที่จะผลักสัญญาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ แต่ไม่มากพอที่จะผลักสัญญาณของอิเล็กตรอนชุดที่เกิดการกระเจิงกลับที่มีพลังงานสูง 16-18 อิเล็กตรอนโวลต์ อิเล็กตรอนชุดที่เกิดการกระเจิงกลับมีแนวโน้มที่จะเดินทางเป็นเส้นตรง ดังนั้นสัญญาณที่อยู่ในแนว (line-of-sight) ระหว่างจุดที่อิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงานกับด้านหน้าของอุปกรณ์ตรวจจับจึงถูกตรวจจับ นั่นหมายถึงอิเล็กตรอนชุดที่เกิดการกระเจิงกลับแสดงลักษณะของความแตกต่างทางพื้นผิว (topographic contrast) ได้ดีกว่า

กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic force microscope, AFM) (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, 2551)

ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกประการหนึ่งของฟิล์มบางคือ ลักษณะพื้นผิวและความหนา เทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน คือ Atomic force microscopy (AFM) เป็นการสร้างภาพของผิววัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิววัสดุกับตัวตรวจวัดที่ทำจากเข็มขนาดเล็ก (probe tip) และเป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มของ Scanning probe microscopy (SPM) ซึ่งเป็นกลุ่มเทคนิคที่สามารถใช้ในการศึกษาสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่างๆ



ภาพที่ 2.6 แสดงไดอะแกรมของเครื่อง AFM (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ, 2551)

ภาพที่ 2.6 แสดงไดอะแกรมของเครื่อง AFM ซึ่งประกอบด้วยเข็มปลายแหลม (tip) ที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ (silicon nitride) ความยาวประมาณ 10-15 ไมโครเมตร ถูกยึดติดที่ปลายของคาน (cantilever) ซึ่งมีความกว้างประมาณ 30-40 ไมโครเมตร และความยาวประมาณ 100-200 ไมโครเมตร ปลายเข็มจะถูกลากหรือสแกนไปทั่วบริเวณต่างๆ ของผิววัสดุ โดยการควบคุมการเคลื่อนที่ด้วยพีโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (piezoelectric scanner) สภาพพื้นผิวที่แตกต่างกันไปของแต่ละบริเวณ จะทำให้ตัวคานมีการเบี่ยงเบนขึ้นลงหรือมีการโค้งงอ (bending) ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้ลำแสงเลเซอร์ยิงไปที่ปลายคานแล้วเกิดการสะท้อนไปยังโฟโตดีเทคเตอร์ ที่เป็นตัววัดแสง ซึ่งจะถูกแปลงเป็นสัญญาณไฟฟ้าเพื่อนำไปประมวลผลเป็นภาพต่อไป ภาพที่ได้จากเทคนิคนี้จะสอดคล้องกับสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ตรวจสอบ

สิ่งที่ทำให้คานที่มีเข็มยึดติดอยู่เกิดการโค้งงอขึ้นก็คือแรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งในกรณีนี้หมายถึงแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals force) ที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมที่พื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างและอะตอมที่อยู่บริเวณปลายเข็ม โดยแรงนี้อาจจะเป็นแรงดูดหรือแรงผลักก็ได้ ขึ้นกับระยะห่างระหว่างอะตอมของวัตถุทั้งสอง

4. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่นิยมใช้เป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาย่อยสลายด้วยแสงอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีแถบช่องว่างพลังงานประมาณ 3.2 eV ซึ่งจำเพาะทั้งกับแสงยูวีเอและยูวีบี ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายภายใต้แสงสูง มีรายงานว่า ประสิทธิภาพของโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปผลึกอะนาเทสติกสูงกว่าไทล์ เพราะมีอัตราการกลับไปรวมตัวของอิเล็กตรอนและโฮล (electron-hole recombination) น้อยกว่า อีกทั้งมีความสามารถในการดูดติดสารบนผิวสูงกว่าไทล์ (ชลดา ธีรการณวงศ์, 2555) นอกจากนี้ หากเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยโลหะ เช่น เหล็ก ดีบุก หรือโครเมียม จะช่วยเพิ่มการถ่ายเท

อิเล็กทรอนิกส์ของไทเทเนียมให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้นได้ เพราะโลหะที่เจือในไทเทเนียมไดออกไซด์จะกักอิเล็กทรอนิกส์ที่กระตุ้นแล้วไม่ให้เกิดปฏิกิริยา หรืออาจช่วยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดอนุภาคลดลง ทำให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น หรือเป็นการเพิ่มตำแหน่งที่ว่างไว (active site) ในโครงสร้างของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (Wang et al., 2005) อย่างไรก็ตามกลไกการเกิดปฏิกิริยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ผสมจะต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะเจือ ซึ่งที่ผ่านมามีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ ในงานด้านต่าง ๆ เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับย่อยสลายสารมลพิษในน้ำเสีย (Sun et al., 2004; Ou et al., 2006) เป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับเซลล์แสงอาทิตย์ (Almedis et al., 2004) เป็นขั้วแอโนดในลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ (Bao et al., 2007) เป็นตัวตรวจวัดความชื้น ไอระเหยของสารอินทรีย์และก๊าซชนิดต่าง ๆ (Chen et al., 2004; Otake et al., 2004) เป็นส่วนประกอบของสีทาอาคาร (Dhang et al., 2004) และใช้เป็นสารเคลือบวัสดุหรือสีเพื่อป้องกันแบคทีเรีย (Egerton et al., 2005; Mungchamnankit A., et. al., 2013) ในทางการแพทย์ ไทเทเนียมจะมีความต้านทานต่อการกัดกร่อนดีที่สุด เนื่องจากชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ มีความแข็งแรงสูง ข้อสะโพกเทียมที่เคลือบสารไทเทเนียมมีอายุการใช้งานที่ยาวนานและมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Guo J., et. al., 2007; Sousa S.R., et. al., 2008)

ได้มีการวิจัยนำโลหะแทนทาลัม (Ta) เคลือบบนวัสดุทางการแพทย์ที่ใช้ฝังในร่างกาย เช่น งานด้านออร์โธปิดิกส์ และการประยุกต์ทางทันตกรรมเนื่องจากแทนทาลัมมีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนได้ดี ทนต่อการแตกหัก เหนียว มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ซึ่งดีกว่าไทเทเนียม (Fukunaga, 1998; Balla V.K., et. al., 2010; Sagomonyants K.B., 2011; Wang N., et. al., 2012; Chang Y.Y., et.al., 2014) ในการทดสอบการฝังกระดูกที่เคลือบสารโลหะแทนทาลัมในสัตว์ทดลอง ผลการทดสอบเป็นไปตามที่คาดไว้คือการยึดติดกับเซลล์ข้างเคียงมีประสิทธิภาพ ทั้งนี้แทนทาลัมจะแสดงสมบัติที่ต่างกันเมื่อนำมาเคลือบบนวัสดุชนิดที่ต่างกันอีกด้วย (Welldon K.J., et. al, 2008; Balagna C., Faga M. and Spriano S., 2012)

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้จะกล่าวถึง อุปกรณ์ เครื่องมือ และวัสดุที่ใช้ในการวิจัยตลอดจนถึงขั้นตอนและวิธีการทดลองตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ การศึกษาผลของอุณหภูมิอบอ่อนที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ศึกษาลักษณะเฉพาะฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และวิธีการทดสอบสมบัติของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์กับแบคทีเรีย 4 ชนิด ได้แก่ Staphylococcus aureus, Escherichia coli, Bacillus subtilis และ Pseudomonas aeruginosa ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย
2. การสร้างเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย
3. การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์
 - 1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ คีซี แมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง
 - 1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง
 - 1.2.1 เป้าสารเคลือบที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นเป้าแทนทาลัม (Ta)
 - 1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) ประกอบด้วย กระจกสไลด์ BK7 และแผ่นซิลิกอน
 - 1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบไปด้วยแก๊ส 2 ชนิด คือ
 1. แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999%
 2. แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์ 99.999%
2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์
 - 2.1 X-Ray Diffractometer ศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง ใช้เครื่อง grazing-incidence Xray diffraction (GIXRD; Rigaku)
 - 2.2 Atomic Force Microscope ศึกษาลักษณะพื้นผิว โดยเครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Seiko (SPI4000)
 - 2.3 Scanning Electron Microscopy ศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนา และภาคตัดขวางของฟิล์ม โดยเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE- SEM), Hitachi, S-4700
 - 2.4 UV-VIS spectrophotometer ศึกษาการดูดกลืนแสงของฟิล์มบาง โดยเครื่อง spectrophotometer รุ่น Shimadzu 3600

3. วัสดุที่ใช้ในการทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย

3.1 Bacterial strain

แบคทีเรียที่ใช้ทดสอบมี 4 สายพันธุ์ คือ *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* และ *Pseudomonas aeruginosa*

3.2 อาหารเลี้ยงเชื้อ

อาหารเลี้ยงเชื้อที่ใช้ในการทดสอบคือ Tryptic soy agar และ Tryptic soy broth

2. การสร้างเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟ ดีซี สปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามที่ต้องการต้องลดความดันภายในห้องเคลือบสุญญากาศให้อยู่ที่ 10^{-6} Torr ส่วนประกอบของเครื่องสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ระบบ คือ ระบบสุญญากาศ ระบบเคลือบ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ประกอบด้วย เครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีปั๊มโรตารี เป็นเครื่องสูบล้าง ดีดมาตรวัดความดัน PFEIFFER ส่วนแสดงผล และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนที่ใช้เตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด ติดตั้งเป้าแทนทาลัม (99.995%) พร้อมส่วนจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ส่วนจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเตอริง ใช้แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไอปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ มี 3 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ : เริ่มจากการนำวัสดุรองรับ (substrage) เคลือบเข้าห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงาน ซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจาก เป้าสารเคลือบได้ตามต้องการ หลังจากนั้นทำการเลื่อนชัตเตอร์มาปิดระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ ซึ่งเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศโดย ลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดัน เท่ากับ 10^{-6} Torr

2. การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบชิ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำทำความสะอาดหน้าเป้าโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนเข้าห้องเคลือบเพื่อทำการเคลือบ ในขั้นนี้หากต้องการควบคุมความดันรวมขณะเคลือบ สามารถทำได้โดยการปรับวาล์วสุญญากาศของเครื่องเคลือบเพื่อเพิ่มหรือลดอัตราการสูบล้างของเครื่องสูบล้าง เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่คาโทดทั้ง 2 ชุด เพื่อสร้าง สารเคลือบจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ ขั้นนี้สามารถกำหนดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบโดยการแปรค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด ซึ่งสามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าให้คงที่หรือศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ก็ได้ (แล้วแต่เงื่อนไขในการทดลองนั้นๆ) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด

และกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่แปรค่า จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม (Pt) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตามระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบแล้วปล่อยอากาศเข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

3. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบแล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบด้วยตาเปล่า ว่ามีลักษณะความเรียบและสม่ำเสมอหรือไม่ ก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3. การวิเคราะห์ข้อมูล

หลังจากที่เตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์แล้วนั้น นำฟิล์มบางดังกล่าวไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C แล้วนำฟิล์มดังกล่าวไปวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ลักษณะโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และการดูดกลืนแสง ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์ โดยนำฟิล์มที่เคลือบบนแผ่น BK7 และฟิล์มบางที่ผ่านการอบที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยใช้ Cu-K α ที่ 50 kV เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 10⁰ – 70⁰ บันทึกข้อมูลในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบค่ามุม 2 θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของฐานข้อมูลแฟ้ม JCPDS

2. การหาขนาดผลึกของฟิล์มบาง คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง XRD โดยใช้ Scherrer Equation

3. การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม โดยใช้สมการทางคณิตศาสตร์ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก

4. การศึกษาภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิว และความหนาของฟิล์มบางที่ได้ด้วยเทคนิค FE-SEM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบลงแผ่นสไลด์ BK7 ฟิล์มบางที่ผ่านการอบที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FE-Scanning Electron Microscope

5. การศึกษาความหยาบผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์ที่ได้ด้วยเทคนิค Atomic Force Microscope โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบลงแผ่นสไลด์ BK7 ฟิล์มบางที่ผ่านการอบที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AFM โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์ในพื้นที่ 1 × 1 μm^2

6. การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมไดออกไซด์ที่ได้ และ ฟิล์มบางที่ผ่านการอบที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ วิเคราะห์ด้วยเครื่อง spectrophotometer

7. การวิเคราะห์สมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบาง มีรายละเอียดดังนี้คือ

1. ทำการเพาะเลี้ยงแบคทีเรียใน Tryptic soy broth ที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 18-24 ชั่วโมง จากนั้นนำแบคทีเรียที่เพาะเลี้ยงนี้ มาปรับจำนวนเซลล์ให้ได้ 1×10^5 cells/ml
2. นำแบคทีเรีย 1×10^5 cells/ml ปริมาตร 20 μ l ใส่บนผิวของฟิล์มบาง แทนทาลัมออกไซด์ และ ฟิล์มบางที่ผ่านการอบที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ ที่ใช้ทดสอบ จากนั้นนำ melted soft Tryptic Soy Agar (TSA) ปริมาตร 1 ml ใส่บนผิวของฟิล์ม ที่ใส่แบคทีเรียไว้แล้ว
3. นำฟิล์มบางที่มีแบคทีเรียทดสอบ บ่มใน moist chamber ที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 18-24 ชั่วโมง จากนั้นสังเกตการเจริญของแบคทีเรียทดสอบบนแผ่นฟิล์มบาง



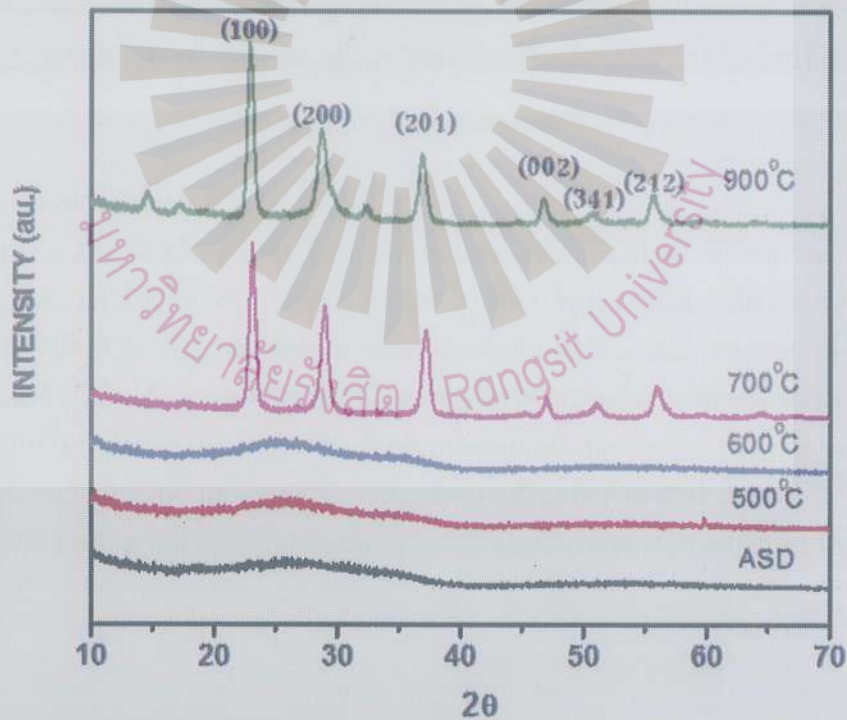
บทที่ 4 ผลการวิจัย

เนื่องจากงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการทดลองซ้ำหลายรอบ แล้วได้แบ่งผลบางส่วนไปนำเสนอในงานประชุมวิชาการ 2 ครั้ง (ภาคผนวก) ซึ่งผลการวิเคราะห์บางผลการทดลองให้ผลคล้ายกัน ดังนั้นในรายงานฉบับนี้จะนำเสนอเพียงผลการวิเคราะห์สมบัติด้านต่างๆของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เด่นชัดในแต่ละด้าน สามารถแบ่งได้ตามหัวข้อต่อไปนี้คือ

1. โครงสร้างผลึก
2. ภาควัดตขวาง ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบาง
3. ความหยาบผิวของฟิล์มบาง
4. ค่าการดูดกลืนแสงของฟิล์มบาง
5. สมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบาง

1. โครงสร้างผลึก

โครงสร้างผลึกของฟิล์มจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังแสดงในภาพที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

รูปแบบของการเลี้ยวเบนของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบแบบปกติ และฟิล์มบางที่นำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 และ 600 °C แสดงถึงความเป็นออสัญฐานหรือยังไม่เป็นโครงสร้างผลึกนั่นเอง ฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 และ 900 °C แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบอโรธโรมบิกของสารประกอบแทนทาลัมเพนตะออกไซด์ หรือ Ta₂O₅ สอดคล้องกับมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 25-0922 โดยระนาบการเลี้ยวเบนที่ชัดเจนได้ระบุไว้ในภาพที่ 4.1

2. ภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบาง

ภาพที่ 4.2 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบปกติ และ อบอ่อนที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 900 °C ตามลำดับ ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FE-SEM ผลที่ได้แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าฟิล์มบางที่เคลือบปกติบางกว่าฟิล์มบางที่นำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500°C และ ที่ 600 °C ความหนาของชั้นฟิล์มบางลงทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิ 600 °C ฟิล์มบางเริ่มก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกซึ่งสอดคล้องกับผล XRD เมื่อฟิล์มเริ่มมีโครงสร้างผลึก ค่าความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงขึ้น



ภาพที่ 4.2 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบปกติและอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ

3. ความหยาบผิวของฟิล์มบาง

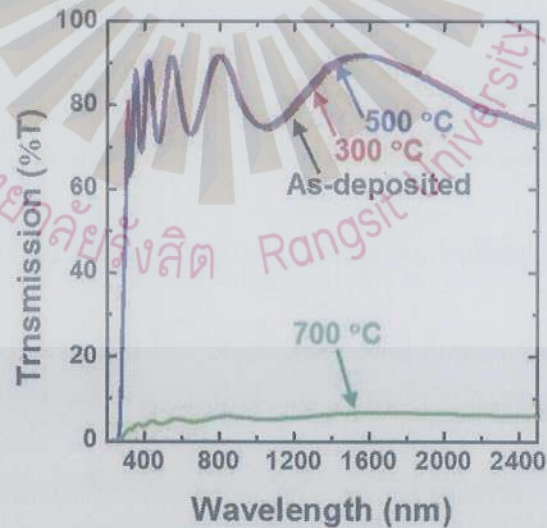
ภาพที่ 4.3 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) พบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบปกติมีเกรนขนาดเล็กกระจายทั่วพื้นผิวฟิล์ม เมื่ออุณหภูมิของการอบอ่อนเพิ่มขึ้น พบว่าเกรนมีการเกาะกลุ่มกันมากขึ้นและมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งยืนยันได้จากผล XRD ที่ว่าเมื่ออุณหภูมิการอบเพิ่มขึ้นพบพีคมีความเข้มสูงขึ้น ส่วนค่าความหยาบผิวเฉลี่ยกำลังสอง (R_{rms}) ของฟิล์มที่เคลือบโดยปกติมีค่าอยู่ที่ 0.167 nm และเมื่อนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 600 700 และ 900 °C ค่าความหยาบผิวเฉลี่ยกำลังสอง มีค่าเท่ากับ 0.137, 0.121, 0.521 และ 0.666 nm ตามลำดับ เนื่องจากมีการก่อตัวของเกรนใหญ่ขึ้นจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 °C และ 900 °C



ภาพที่ 4.3 ความหยาบผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ได้จาก AFM

4. ค่าการดูดกลืนแสงของฟิล์มบาง

งานวิจัยนี้ศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์โดยมุ่งเน้นไปทางค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มไม่ได้หาค่าพลังงานในการดูดกลืนหรือการส่องผ่าน หรือแถบพลังงานว่างของฟิล์ม โดยใช้เครื่อง spectrophotometer วัดค่าการส่องผ่านแสงที่ความยาวคลื่น 200 – 2500 nm แสดงดังภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.4 ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ฟิล์มบางที่เคลือบแบบปกติ และอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 และ 500 °C ให้ค่าการส่องผ่านแสงสูง มีความใส ส่วนค่าฟิล์มบางที่อบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 °C ขึ้นไป มีค่าการส่องผ่านแสงต่ำเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของแผ่นกระจกสไลด์ BK7 เนื่องจากความร้อนในการอบอ่อน

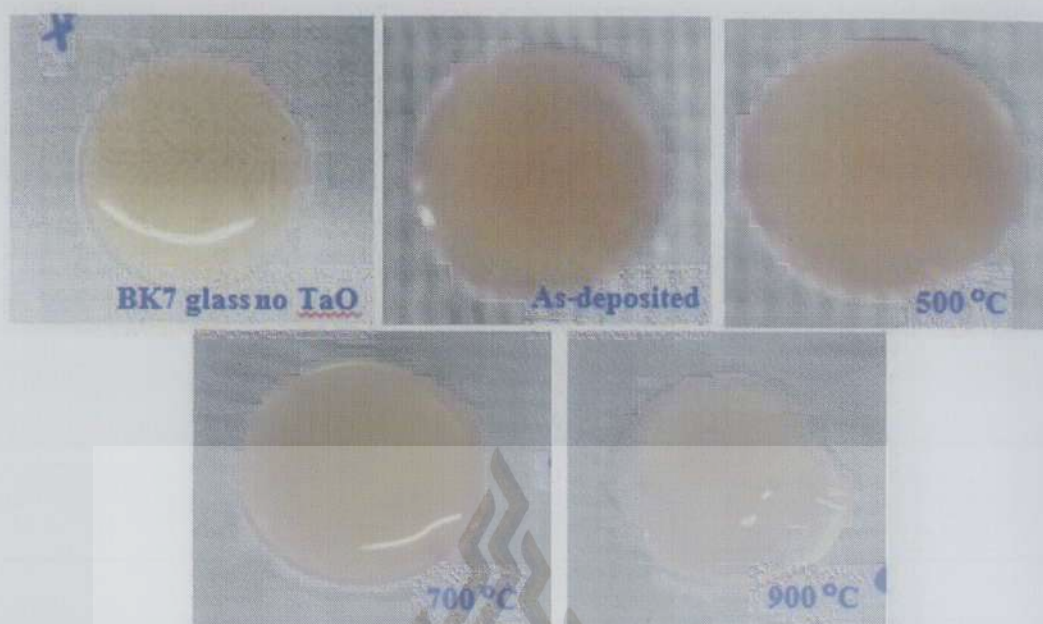
5. สมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบาง

ผลการทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้ง 4 สายพันธุ์ ได้แก่ *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* และ *Pseudomonas aeruginosa* แสดงดังภาพที่ 4.5-4.8 ตามลำดับ



ภาพที่ 4.5 การเจริญของเชื้อ *Staphylococcus aureus* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

จากภาพที่ 4.5 การเจริญของเชื้อ *Staphylococcus aureus* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยเทียบกับการเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 พบว่า การเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่เคลือบแบบปกติใกล้เคียงกันกับ BK 7 ส่วนการเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 700 และ 900 °C มีจำนวนโคโลนีของเชื้อ *Staphylococcus aureus* น้อยกว่า



ภาพที่ 4.6 การเจริญของเชื้อ *Staphylococcus epidermidis* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

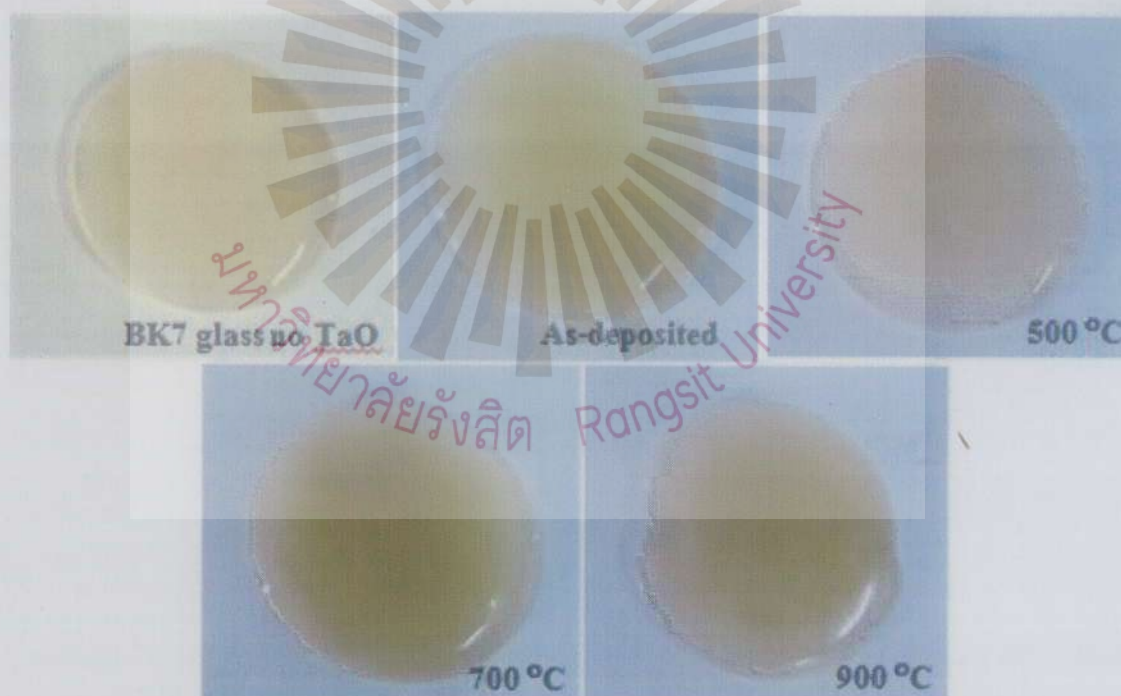
จากภาพที่ 4.6 การเจริญของเชื้อ *Staphylococcus epidermidis* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยเทียบกับการเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 พบว่า การเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่เคลือบแบบปกติและอบอ่อนที่ 500°C ใกล้เคียงกันกับ BK 7 ส่วนการเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 และ 900°C มีจำนวนโคโลนีของเชื้อ *Staphylococcus epidermidis* น้อยกว่า

จากภาพที่ 4.7 การเจริญของเชื้อ *Escherichia coli* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยเทียบกับการเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 พบว่า การเจริญของเชื้อ *Escherichia coli* บนฟิล์มบางที่เคลือบแบบปกติ ใกล้เคียงกันกับเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 ส่วนการเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 , 700 และ 900°C มีจำนวนโคโลนีของเชื้อ *Escherichia coli* น้อยกว่า และมีรูปแบบการกระจายตัวที่เปลี่ยนไปจากการเจริญของเชื้อบนกระจกสไลด์ BK7

จากภาพที่ 4.8 การเจริญของเชื้อ *Pseudomonas aeruginosa* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยเทียบกับการเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 พบว่า การเจริญของเชื้อบนฟิล์มบางที่เคลือบแบบปกติและอบอ่อนที่ 500 , 700 และ 900°C ใกล้เคียงกันกับการเจริญของเชื้อบนแผ่นกระจกสไลด์ BK 7 ลักษณะการกระจายตัวของโคโลนีไม่มีความแตกต่างกัน



ภาพที่ 4.7 การเจริญของเชื้อ *Escherichia coli* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์



ภาพที่ 4.8 การเจริญของเชื้อ *Pseudomonas aeruginosa* บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

จากผลการทดสอบการเจริญของเชื้อทั้ง 4 สายพันธุ์ ได้แก่ *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* และ *Pseudomonas aeruginosa* ยังคงมีการเจริญของโคโลนีของเชื้อทั้ง 4 ชนิดได้บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบแบบแกติและผ่านการอบอ่อน ที่อุณหภูมิ 500 700 และ 900 °C แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไม่มีสมบัติในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย



บทที่ 5

สรุป อภิปราย และ ข้อเสนอแนะ

ในบทนี้จะเป็นการสรุป อภิปราย และ ข้อเสนอแนะ เกี่ยวกับการศึกษาสมบัติทางกายภาพ และการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. สมบัติทางกายภาพของฟิล์มบาง ได้แก่ โครงสร้างผลึก ภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว และค่าการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบแบบปกติ และ อบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 และ 600°C มีลักษณะเป็นอสัณฐาน เมื่อนำฟิล์มบางไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 และ 900°C ฟิล์มบางแสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกของสารประกอบแทนทาลัมเพนตะออกไซด์ (Ta_2O_5) สอดคล้องกับมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 25-0922

ภาคตัดขวางและความหยาบผิวของฟิล์มบางสอดคล้องกับผล XRD โดยฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 และ 900°C ที่แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกนั้นมีความหนาของชั้นฟิล์มและความหยาบผิวเฉลี่ยกำลังสอง (R_{rms}) เพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการก่อตัวของเกรน

ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบแบบปกติ และ อบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 และ 500 °C มีค่าการส่องผ่านแสงสูง ส่วนฟิล์มบางที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700°C มีค่าการส่องผ่านแสงต่ำ เนื่องจากกระจกสไลด์ BK7 ผิดรูปเนื่องจากความร้อน

2. สมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบาง

การทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้ง 4 สายพันธุ์ ได้แก่ *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* และ *Pseudomonas aeruginosa* พบว่าเชื้อแบคทีเรียทั้ง 4 สายพันธุ์สามารถเจริญได้บนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ถึงแม้ว่าบางสายพันธุ์จะมีการกระจายตัวของโคโลนีที่ผิดปกติ นั้นแสดงว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไม่มีสมบัติในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย

3. ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากงานวิจัยนี้เป็นการทดสอบสมบัติของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียโดยศึกษาจากงานวิจัยจากแหล่งอื่นที่ว่าแทนทาลัมมีสมบัติใกล้เคียงกับไททาเนียมที่นำไปใช้เป็นสารเคลือบในวัสดุการแพทย์ ดังนั้นในด้านสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย แทนทาลัมน่าจะให้ผลการทดสอบที่ดีด้วย แต่จากงานวิจัยนี้ยืนยันแล้วว่าแทนทาลัมไม่มีสมบัติในการต้านเชื้อแบคทีเรีย จึงไม่สามารถนำแทนทาลัมไปเป็นส่วนประกอบของวัสดุต้านเชื้อ

อย่างไรก็ตาม จากงานวิจัยข้างต้นทำให้เห็นแนวทางในการพัฒนาวัสดุการแพทย์ที่นำแทนทาลัมมาเป็นส่วนประกอบ ซึ่งควรมีการวิจัยต่อยอดจากงานวิจัยเดิมเพื่อนำมาสร้างนวัตกรรมในด้านวัสดุการแพทย์ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

- ชลดา อีรการณวงศ์, โทเทเนียมไดออกไซด์ : วัสดุผิวเคลือบที่เรีย, วารสารวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น, (2555):1049-1058.
- พิเชษฐ ลีสมบูรณ์. 2551. เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ. กรุงเทพมหานคร : ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลีสมบูรณ์ และธันสถา รัตน์. 2547. การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547 ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม. กรุงเทพมหานคร : ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ และ อติศร บุรณวงศ์. 2557. ผลของกระแสโครเมียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีเอกทีฟแมกนีตรอนโคสแปตเตอร์ริง. โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2557: มหาวิทยาลัยบูรพา
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์ และ อติศร บุรณวงศ์. 2557. ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีเอกทีฟแมกนีตรอนโคสแปตเตอร์ริง. โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2557: มหาวิทยาลัยบูรพา
- Almedis, P. D., Van Deelen, J., Catry, C., Sneyers, H., Pataki, T., Andriessen, R., Van Roost, C. and Kroon, J.M. 2004. Microstructure characterization of titanium dioxide nanodispersions and thin films for dyesensitized solar cell devices. *Appl. Phys. AMater.* 79: 1819-1828
- Balla, V.K., Bodhak, S., Bose, S. and Bandyopadhyay, A.. 2010. Porous tantalum structures for bone implants: fabrication, mechanical and in vitro biological properties. *Acta Biomater.* 6 : 3349.
- Balagna, C., Faga M. and Spriano, S.. 2012. Characterization of Co-Cr-Mo alloys after a thermal treatment for high wear resistance. *Mater. Sci. Eng. C* 32: 215.
- Bao S. J., Bao Q. L., Li C. M., Dong Z. L.. 2007. Novel porous anatase TiO₂ nanorods and their high lithium electroactivity. *Electrochem. Commun.* 9 : 1233-1238.
- Chang, Y.Y., Huang, H.L., Chena, H.J., Lai C.H. and Wen, C.Y.. 2014. Antibacterial properties and cytocompatibility of tantalumoxide coatings, *J. Surf. & Coat. Tech.* 259 : 193-198.
- Chapman, B..1980. *Glow Discharge Processes*. New York, John Wiley & Sons.

- Dechakiatkrai C., Chen J., Lynam C., Phanichphant S., Wallace G. G. 2007. Photocatalytic degradation of methanol using titanium dioxide/single walled carbon nanotube composite. **J. Electrochem. Soc.** 154(5), A407- A411.
- Fukunaga, A., Chu, S.Y. and McHenry, M.E.. 1998. Synthesis, structure, and superconducting properties of tantalum carbide nanorods and nanoparticles. **J. Mat. Res.** 13 (9) 2465.
- Guo X., Guo A-J, Qiu X-P., Chen L-Q., Zhu W-T. 2009. Excellence dispersion and electrocatalytic properties of Pt nanoparticles supported on novel porous anatase TiO₂ nanorods. **J. Power Sources.** 194: 281-285.
- Hwang S. H., Kim C., Jang J. 2011. "SnO₂ nanoparticle embedded TiO₂ nanofibers - Highly efficient photocatalyst for the degradation of rhodamine B. **Catal Comm.** 12: 1037-1041.
- Madhugiri S., Sun B., Smirniotis P. G., Ferraris J. P., Balkus Jr. K. J. 2004. Electrospun mesoporous titanium dioxide fibers. **Microporous and Mesoporous Materials.** 69: 77-83.
- Mungchamnankit, A., Sornsanit, K., Horprathum, M., Chananonawathorn, C., Eiamchai, P. Aiempanakit, K., Kaewkhao, J., 2013. Structural, Optical and Anti-Bacterial Properties of TiO₂ Thin Films Prepared by DC Reactive Magnetron Sputtering. **Advanced Materials Research.** 770: 283-286.
- Ou, Y., Lin, J., Fang, S. and Liao, D.. 2006. MWNT-TiO₂: Ni composite catalyst : a new class of catalyst for photocatalytic H₂ evolution from water under visible light illumination. **Chem.Phys. Lett.** 429: 199-203
- Reed-Hill, R.E. 1991. **Physical Metallurgy Principles**, 3rd ed., PWS-Kent, Boston, 33-58
- Sagomyants, K.B., Hakim-Zargar, M., Jhaveri, A., Aronow, M.S., Gronowicz G. and Orthop. J.. 2011. **Porous tantalum stimulates the proliferation and osteogenesis of osteoblasts from elderly female patients.** **Res.** 29 (2011) 609.
- Sousa, S.R., Lamghari, M., Sampaio, P., Moradas-Ferreira, P. and Barbosa, M.A. 2008. Osteoblast adhesion and morphology on TiO₂ depends on the competitive preadsorption of albumin and fibronectin **J. Biomed.Mater. Res.** 84A : 281-290.
- Sun, J., Iwasa, M., Gao, L. and Zhang, Q. 2004. Singlewalled carbon nanotubes coated with titania nanoparticle. **Carbon.** 42: 885-901.

- Wang, N., Li, H.Y., Wang, J.S., Chen, S., Ma, Y.P. and Zhang, Z.T.. 2012 Formation and osteoblast behavior of HA nano-rod/fiber patterned coatings on tantalum in porous and compact forms. **ACS Appl.Mater. Interfaces** 4:4516.
- Wang, W., Serp, P., Kalck, P. and Faria, J.L. 2005. Visible light photodegradation of phenol on MWNT-TiO₂ composite catalysts prepared by a modified sol-gel method. **J. Mol. Catal. AChem.**,235: 194-199.
- Welldon, K.J., Atkins, G.J. , Howie D.W. and Findlay, D.M.. 2008. Primary human osteoblasts grow into porous tantalum and maintain an osteoblastic phenotype. **J. Biomed. Mater. Res.** 84A : 691.
- Zhu W., Wang G., Hong X., Shen X., Li,D., Xie X. 2009. Metal nanoparticle chains embedded in TiO₂ nanotubes prepared by one-step electrodeposition. **Electrochim Acta** 55: 480-484.



ภาคผนวก



Fabrication and Characterization of Antibacterial Tantalum Oxide Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering

Araya Mungchamnankit^{1,a}, Mati Horprathum^{2,b},
Chanunthorn Chananonawathorn^{2,c}, Viyapol patthanasettakul^{2,d},
Pitak Eiamchai^{2,e}, Acharawan Thongmee^{3,f} and Patamaporn Sukplang^{3,g}

¹Department of Physics, Faculty of Science, Rangsit University, Pathumthani, 12000, Thailand

²Optical Thin-Film Laboratory, National Electronics and Computer Technology Center, Pathumthani, 12120, Thailand

³Department of Medical Science, Faculty of Science, Rangsit University, Pathumthani, 12000, Thailand

^aaraya@rsu.ac.th, ^bmati.horprathum@nectec.or.th, ^cchanunthorn_fon@hotmail.com,

^dviyapol.patthanasettakul@nectec.or.th, ^epitak.eiamchai@nectec.or.th, ^facharawan@rsu.ac.th, ^gpatamaporn@rsu.ac.th

Keywords: Tantalum oxide; Sputtering; Antibacterial

Abstract. Tantalum oxide (TaO) thin films were deposited by dc reactive magnetron sputtering at room temperature. A target of tantalum (99.995%) and a mixture of argon and oxygen gases were used to deposit TaO films on to silicon wafers (100) and BK7 glass substrate. The effects of annealing temperature (300–700 °C) on structural, morphology and anti-bacterial properties were investigated. Grazing incident X-ray diffraction (GIXRD), atomic force microscope (AFM) measurements are carried out to identify the crystalline structure, film morphology and surface roughness, respectively. The antibacterial behavior of the tantalum oxide thin films will be discussed in this paper.

Introduction

Biomedical devices such as radiographic marker, vascular clips, flexible stent, dental implants and other miscellaneous applications have definitely represented an important role in transforming lives and improving the quality of living. Biomaterial is a term used to categorize such materials and devices that directly interact with human tissues and organs [1]. Biomaterials interact with biological systems through their surfaces. It is important to control the surface properties of a biomaterial so that it integrates well with host tissues that make the material biocompatible.

Tantalum (Ta) became a promising metal for biomedical implants or implants coatings for the orthopedic and dental applications in recent years due to its excellent corrosion resistance, fracture, toughness, and biocompatibility, and has been applied to different orthopedic implants [2-6]. Ta metal is good for the osteogenesis in animal implantation tests, and suitable for cell adhesion, proliferation and differentiation in-vitro studies [7, 8]. Ta composites show the different material characteristics depending on the surface modification techniques and the chemical bonding structures.

In this study, we therefore investigated the effect of the annealing treatment, from 300 to 700 °C of the TaO thin films deposited on glassed and silicon wafers. The physical, microstructural and optical properties evolutions, as well as the antibacterial properties, were then examined as a function of annealing temperature.

Experimental

Tantalum oxide thin films were deposited onto BK7 glass substrates and silicon wafers, using dc magnetron sputtering. The substrates were ultrasonically cleaned in DI water, acetone and isopropanol and dried in nitrogen atmosphere. The based pressure of the vacuum chamber was kept

at 10^{-6} Torr. The gas used in this study was the high purity argon (99.999%) and oxygen (99.999%). The flow rates of Ar and O₂, controlled with mass flow meters (MKS), were both kept constant at 10 sccm. The as-deposited TaO thin films were annealed in quartz tube furnace equipped with temperature controller. Annealing temperature was set to 300, 500 and 700 °C, respectively.

The crystal structure of the tantalum oxide thin films were characterized by grazing-incidence X-ray diffraction (GIXRD; Rigaku) with a Cu-K α radiation at 50 kV applied voltage and 300 mA current. The data was recorded at 2θ from 20° to 60°, with a scan rate of 2° per minute. The transmission spectra of the as-deposited and the annealed TaO thin films on BK7 glass substrate at 300 - 700 °C in air for 1 hour, recorded as a function of wavelength in the range 300–2500 nm. The surface morphology of the films was examined by atomic force microscope (AFM) manufactured by Seiko (SPI4000), the surface scanned was $1 \times 1 \mu\text{m}$. Twenty microliters of *Staphylococcus aureus* (ATCC25923) bacterial suspension (1×10^5 cfu/ml) was added to the surface of the tantalum oxide thin films. One milliliter of melted soft Tryptic Soy agar (TSA) was then added on the top of the bacteria. After incubation for 24 hours at 37 °C, colonies of tested bacteria were observed under stereomicroscope.

Results and discussion

XRD patterns of TaO thin films deposited at room temperature, annealed at 200, 300, 400 and 500 °C were shown in Fig. 1 (a). The results show that as-deposited and TaO thin film annealed at 300-500 °C exhibited amorphous structure and the crystallinity of the orthorhombic phase TaO thin film could be improved by increasing annealing temperature at 700 °C. The three-dimensional surface morphologies of as-deposited and annealed TaO thin films were carried out by AFM were shown in Fig 1 (b). From the AFM micrograph, it is seen that the surface roughness increase as the annealing temperature increases from 300 - 700 °C due to the annealed temperature enhances elongated grain size on the film surface.

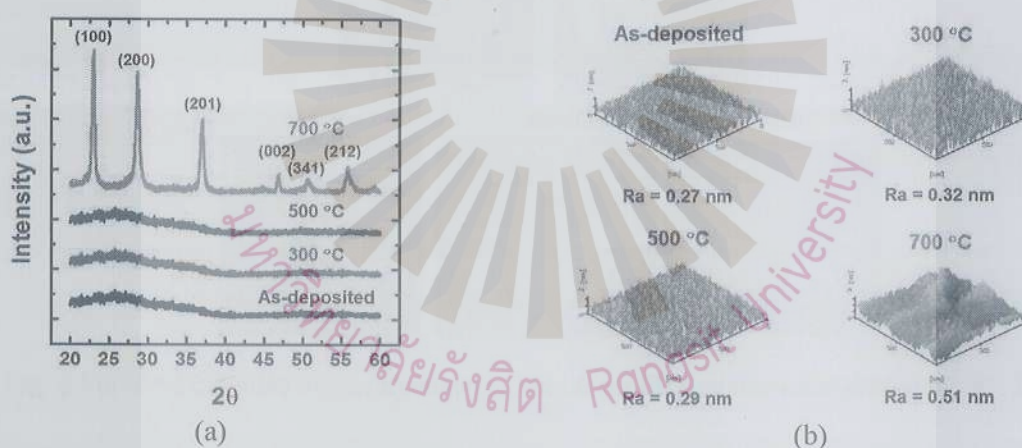


Fig. 1 (a) GIXRD pattern of TaO thin films at difference annealing temperature, (b) morphology of TaO thin films at difference annealing temperature

The influence of annealing temperature on the optical transmittance of TaO thin film were shown in Fig. 2 (a). The transmittance spectra were recored in the wavelength 250-2500 nm. The as-deposited and TaO annealed at 300-500 °C show high optical transmittance spectra. The trasmittance spectra of the film abruptly decrease at 700 °C-annealed temperature because of the deformed of BK7 glass substrate by thermal stress at high annealing temperature.

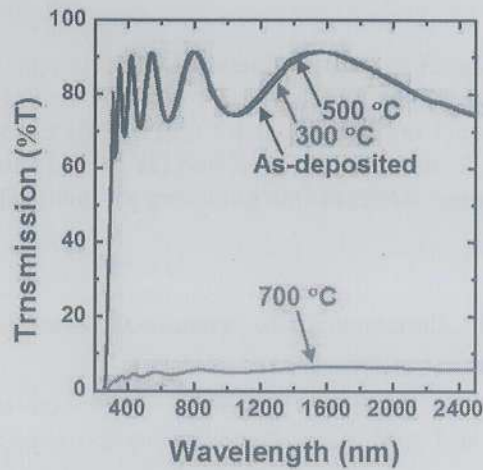


Fig. 2 Transmission spectra of TaO thin films at different annealing temperature

In this study, the antibacterial activity of the sample suspension towards *Staphylococcus aureus* was tested by an agar well diffusion method. The results of antibacterial activity test showed that the colonies of *Staphylococcus aureus* were formed on the tantalum oxide thin films as showed in Fig. 3. Therefore, the tantalum oxide thin films were not found to be active against the tested bacteria. However, the result indicated that annealing temperature increasing the colonies of *Staphylococcus aureus* that can widely spread out.

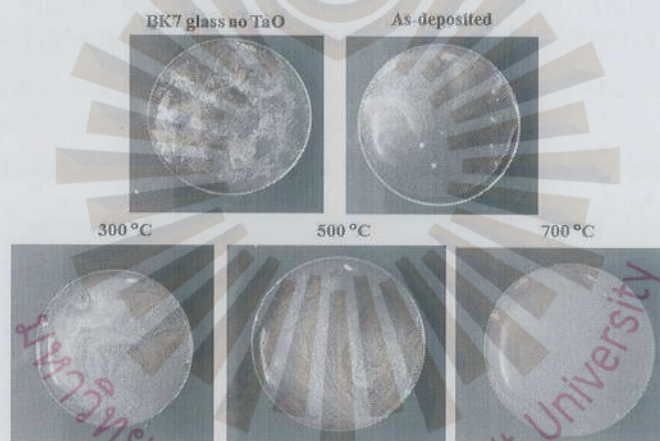


Fig. 3 Survived colonies of *Staphylococcus aureus* on PCA plates incubated at 37 °C, 24 h

Conclusion

The TaO thin films were successfully deposited on the BK7 glass and silicon wafer substrates by the DC reactive magnetron sputtering. The obtained films were annealed treatment from 300 up to 700 °C annealing temperature in air for 1 hour. In this study, the variations in the structural, morphological, optical and antibacterial activity of these sample that result from the annealing temperature. As-deposited and the TaO thin film annealed at 300-500 °C displayed an amorphous crystallographic structure. With increasing annealing temperature at 700 °C, the crystalline of the TaO thin films improve, but the optical transmittance decrease due to the glass substrate deformed at high annealing temperature. The antibacterial activity test of the TaO thin films were not found to be active.

Acknowledgements

This work was financially supported by Research Institute of Rangsit University, Thailand. This work was also supported by Optical Thin-Film Technology Laboratory (OTL), National Electronics and Computer Technology Center (NECTEC) for the deposition facilities and the characterization equipments. The authors would like to acknowledge Department of Medical Science, Faculty of Science, Rangsit University, Thailand for providing anti-bacterial testing.

References

- [1] D.F. Williams, *The Williams Dictionary of Biomaterials*, Liverpool University Press, Liverpool, 1999.
- [2] A. Fukunaga, S.Y. Chu and M.E. McHenry, Synthesis, structure, and superconducting properties of tantalum carbide nanorods and nanoparticles. *J. Mat. Res.* 13 (9) (1998) 2465.
- [3] N. Wang, H.Y. Li, J.S. Wang, S. Chen, Y.P. Ma and Z.T. Zhang, Formation and osteoblast behavior of HA nano-rod/fiber patterned coatings on tantalum in porous and compact forms. *ACS Appl. Mater. Interfaces* 4(2012) 4516.
- [4] V.K. Balla, S. Bodhak, S. Bose and A. Bandyopadhyay, Porous tantalum structures for bone implants: fabrication, mechanical and in vitro biological properties. *Acta Biomater.* 6 (2010) 3349.
- [5] K.B. Sagomonyants, M. Hakim-Zargar, A. Jhaveri, M.S. Aronow, G. Gronowicz and J. Orthop. Porous tantalum stimulates the proliferation and osteogenesis of osteoblasts from elderly female patients. *Res.* 29 (2011) 609.
- [6] Y.Y. Chang, H.L. Huang, H.J. Chena, C.H. Lai and C.Y. Wen, Antibacterial properties and cytocompatibility of tantalumoxide coatings, *J. Surf. & Coat. Tech.* 259 (2014) 193–198.
- [7] C. Balagna, M. Faga and S. Spriano, Characterization of Co-Cr-Mo alloys after a thermal treatment for high wear resistance. *Mater. Sci. Eng. C* 32 (2012) 215.
- [8] K.J. Welldon, G.J. Atkins, D.W. Howie and D.M. Findlay, Primary human osteoblasts grow into porous tantalum and maintain an osteoblastic phenotype. *J. Biomed. Mater. Res.* 84A (2008) 691.



A Study of Physical and Antibacterial Properties of Tantalum Oxide Thin Films Deposited by DC Reactive Magnetron Sputtering

Araya Mungchamnankit^{1,a*}, Mati Horprathum^{2,b}, Chanunthorn Chananonawathorn^{2,c},
Viyapol Patthanasettakul^{2,d}, Pitak Eiamchai^{2,e}, Acharawan Thongmee^{3,f}
and Patamaporn Sukplang^{3,g}

¹Department of Physics, Faculty of Science, Rangsit University, Pathumthani, 12000, Thailand

²Optical Thin-Film Laboratory, National Electronics and Computer Technology Center, Pathumthani, 12120, Thailand

³Department of Medical Science, Faculty of Science, Rangsit University, Pathumthani, 12000, Thailand

*araya@rsu.ac.th, ^bmati.horprathum@nectec.or.th, ^cchanunthorn_fon@hotmail.com, ^dviyapol.patthanasettakul@nectec.or.th,
^epitak.eiamchai@nectec.or.th, ^facharawan@rsu.ac.th, ^gpatamaporn@rsu.ac.th

Abstract

This research interested in the physical and antibacterial properties of tantalum oxide (TaO) thin films that were deposited by dc reactive magnetron sputtering at room temperature. A target of tantalum (99.995%) and a mixture of high purity argon and oxygen gases (99.999%) were used to deposit tantalum oxide films on to silicon wafers (100) and BK7 glass substrate. The influence of annealing temperatures (500–900°C) on structural morphology and antibacterial properties were investigated. Grazing incident X-ray diffraction (GIXRD), field-emission scanning electronic microscope (FE-SEM), atomic force microscope (AFM) measurements are carried out to identify the crystalline structure, film morphology and surface roughness, respectively. Antimicrobial activity was tested on 4 bacterial strains, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa*. The antibacterial behavior of the tantalum oxide thin films will be discussed in this paper.

Keywords: Tantalum oxide, Sputtering, Antibacterial

Introduction

A biomaterial is a material used in medical devices intended to interact with biological systems through evaluate, treat, augment or replace any human tissue, organ or function of the body. It is significant to control the surface properties of a biomaterial so that it integrates well with host tissues that make the material biocompatible [1,2]. Tantalum (Ta) became a promising metal for biomedical implants or implants coatings for the orthopedic, bone ingrowth, dental applications in recent years due to its excellent corrosion resistance, fracture, toughness, and biocompatibility, and has been applied to different orthopedic implants [3-9].

In the previous work, we fabricated and characterized physical and antibacterial properties of tantalum oxide (TaO) thin films, the annealing treatment from 300 to 700 °C. The results of antibacterial activity test showed that the colonies of *Staphylococcus aureus* were formed on the TaO thin films. Therefore, TaO thin films were not active against the tested bacteria [10]. However, we also want to study the effect of TaO thin films on other bacteria such as *Staphylococcus aureus*,

Staphylococcus epidermidis, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa*. Our aim in this study was to characterize TaO thin films in terms of physical and antibacterial properties. We therefore investigated the effect of the annealing treatment, from 500 to 900 °C of the TaO thin films deposited on glassed and silicon wafers. The microstructural and as well as the antibacterial properties, were then examined as a function of annealing temperature.

Experimental

TaO thin films were prepared on BK7 glass substrates and (100) silicon wafers, using dc magnetron sputtering. The substrates were ultrasonically cleaned in DI water, acetone and isopropanol and dried in nitrogen atmosphere. The based pressure of the vacuum chamber was kept at 10⁻⁶ Torr. The gas used in this study was the high purity argon (99.999%) and oxygen (99.999%). The flow rates of Ar and O₂, controlled with mass flow meters (MKS), were both kept constant at 10 sccm. The as-deposited TaO thin films were annealed in quartz tube furnace equipped with temperature

controller. Annealing temperature was set to 500, 600, 700 and 900 °C, respectively.

The crystal structure of the TaO thin films were characterized by grazing-incidence X-ray diffraction (GIXRD; Rigaku) with a Cu-K α radiation at 50 kV applied voltage and 300 mA current. The data was recorded at 2 θ from 10° to 70°, with a scan rate of 2° per minute. The surface morphology of the films was examined by atomic force microscope (AFM) manufactured by Seiko (SPI4000), the surface scanned was 1 \times 1 μ m. A field emission scanning electron microscopy (FE-SEM, Hitachi model S-4700) was used to analyze surface morphological. Antimicrobial activity was tested on 4 bacterial strains, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa*. Twenty microliters of tested bacteria suspension (1 \times 10⁵ CFU/ml) was added to the surface of the films. One milliliter of melted soft Tryptic Soy Agar (TSA) was then added on the top of the bacterial suspension. The films with bacteria on the surface were incubated in moist chamber at 37 °C for 24 hours. After incubation period the growth of tested bacteria on the films was observed.

Results and discussion

The microstructure of the Ta and TaO thin films were showed as Fig. 1,2. It shows that the diffraction peaks in as-deposited and annealing temperature at 500, 600, 700 and 900 °C. TaO thin film annealed at 500-600 °C exhibited amorphous structure. The crystallinity of the orthorhombic phase TaO thin film could be improved by increasing annealing temperature at 700 °C. The 3-D surface morphologies of as-deposited and annealed TaO thin films were carried out by AFM were shown in Fig. 2. From the AFM micrograph, it is obvious that the surface roughness increase as the annealing temperature increases from 600, 700 and 900 °C due to the annealed temperature enhances elongated grain size on the film surface.

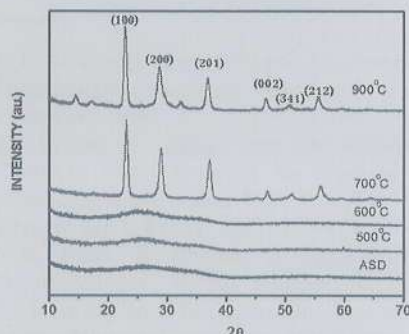


Fig. 1 XRD pattern of TaO thin films synthesized by DC Reactive Magnetron Sputtering,

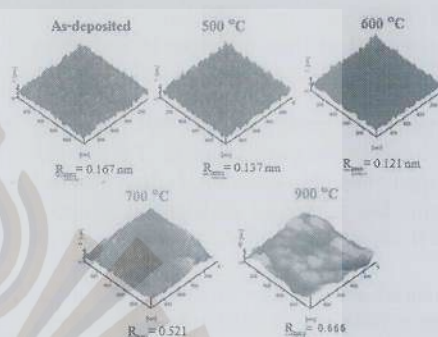


Fig. 2 Morphologies of TaO thin films.

Fig. 3 shows the SEM micrographs (cross section) of the as-deposited and the annealed film at 500, 600, 700 and 900 °C. The surface morphology of the TaO thin films was clearly different between the as-deposited and the annealed films. The thickness and grain size of the crystalline structures was increased with the increased annealing temperature. The results were in good agreement with XRD patterns and AFM micrograph.



Fig. 2 SEM micrographs (cross section) of TaO thin films at different annealing temperature

The results of antimicrobial testing showed that the growth of all tested bacteria on the TaO thin film surface was observed (Fig. 3). The colonies of *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa* can widely spread out. Therefore, the films were not active against the tested bacteria.

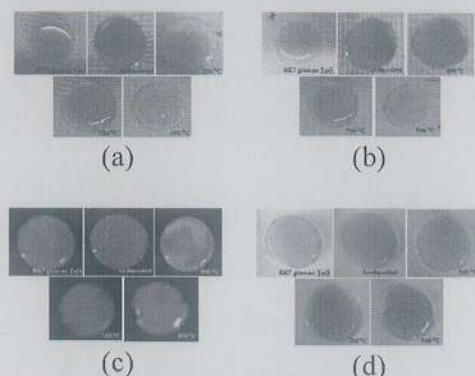


Fig. 3 The growth of (a) *Staphylococcus aureus* (b) *Staphylococcus epidermidis* (c) *Escherichia coli* (d) *Pseudomonas aeruginosa*.

Conclusion

The TaO thin films were successfully deposited on the BK7 glass and silicon wafer substrates by the DC reactive magnetron sputtering. The obtained films were annealed treatment from 500 to 700 900°C annealing temperature in air for 1 hour. The alterations in the structural, morphological and the antimicrobial testing of these sample that result from the annealing temperature. As-deposited and the TaO thin film annealed at 500-600 °C displayed an amorphous crystallographic structure. With increasing annealing temperature at 700 °C to 900°C the crystalline of the TaO thin films improve. The antibacterial activity test of the TaO thin films were not found to be active. Therefore, The TaO thin films were not suitable for use as an antimicrobial materials. In the future work, we will focus on the biocompatibility of TaO thin film for use as bioactive surface in biomaterials.

Acknowledgements

This work was financially supported by Research Institute of Rangsit University, Thailand. This work was also supported by Optical Thin-Film Technology Laboratory (OTL), National Electronics and Computer Technology Center (NECTEC) for the deposition facilities and the characterization equipments. The authors would like to acknowledge Department of Medical Science, Faculty of Science, Rangsit University, Thailand for providing antibacterial testing.

References

- [1] D.F. Williams, The Williams Dictionary of Biomaterials, Liverpool University Press, Liverpool, 1999.
- [2] D. Cristea, I. Ghiuță and D. Munteanu, Tantalum based materials for implants and prostheses Applications. Bull. Transilv. Univ. Brasov Ser. I. 8 (57) (2015) 151-158.
- [3] V.K. Balla, S. Bodhak, S. Bose and A. Bandyopadhyay, Porous tantalum structures for bone implants: fabrication, mechanical and in vitro biological properties. Acta Biomater. 6 (2010) 3349-3359.
- [4] A. Fukunaga, S.Y. Chu and M.E. McHenry, Synthesis, structure, and superconducting properties of tantalum carbide nanorods and nanoparticles. J. Mat. Res. 13 (9) (1998) 2465-2471.
- [5] N. Wang, H.Y. Li, J.S. Wang, S. Chen, Y.P. Ma and Z.T. Zhang, Formation and osteoblast behavior of HA nano-rod/fiber patterned coatings on tantalum in porous and compact forms. ACS Appl.Mater. Interfaces 4(2012) 4516-4525.
- [6] K.B. Sagomyants, M. Hakim-Zargar, A. Jhaveri, M.S. Aronow, G. Gronowicz and J. Orthop. Porous tantalum stimulates the proliferation and osteogenesis of osteoblasts from elderly female patients. Res. 29 (2011) 609-616.
- [7] Y.Y. Chang, H.L. Huang, H.J. Chena, C.H. Lai and C.Y. Wen, Antibacterial properties and cytocompatibility of tantalumoxide coatings. J. Surf. & Coat. Tech. 259 (2014) 193-198.
- [8] R. Bo, Z. Zhenbo, G. Kai, L. Yanpu, H. Weihuan, Z. Qingsheng and Z. Jinyu, The application of porous tantalum cylinder to the repair of comminuted bone defects: a study of rabbit firearm injuries. Int. J. Clin. Exp. Med. 8(4) (2015) 5055-5064.
- [9] Y.X. Leng, J.Y. Chen, P. Yang, H. Sun, J. Wang and N. Huang, The biocompatibility of the tantalum and tantalum oxide. Nucl. Instrum. Meth. B. 242 (2006) 30-32.
- [10] M. Araya, H. Mati, C. Chanunthorn, P. Viyapol, E. Pitak, T. Acharawan and S. Patamaporn, Fabrication and Characterization of Antibacterial Tantalum Oxide Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering. Key. Eng. Mat. 675-676 (2016) 185-188.



ประวัติผู้วิจัย

คำนำหน้า นาย นาง นางสาว

ตำแหน่งทางวิชาการ ศ. รศ. ผศ. อื่นๆ -

ชื่อผู้วิจัย อารยา นามสกุลผู้วิจัย มุ่งชำนานุกิจ

ชื่อภาษาอังกฤษ Araya นามสกุลภาษาอังกฤษ Mungchamnankit

วัน/เดือน/ปี เกิด 23 ธันวาคม 2522

ที่อยู่(บ้าน) 312/4 หมู่ 9 ตำบลบ่อพลับ อำเภอเมือง

จังหวัด(บ้าน) นครปฐม

รหัสไปรษณีย์(บ้าน) 73000

โทรศัพท์(บ้าน) -

แฟกซ์(บ้าน) -

ที่อยู่(ที่ทำงาน) ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรังสิต

จังหวัด(ที่ทำงาน) ปทุมธานี

รหัสไปรษณีย์(ที่ทำงาน) 12000

โทรศัพท์(ที่ทำงาน) 02 997 2200 ต่อ 1428

แฟกซ์(ที่ทำงาน) 02 997 2200 ต่อ 1408

E-Mail Address : araya_mck@yahoo.co.th, ayajung@hotmail.com

การศึกษาระดับอุดมศึกษา

คุณวุฒิ	ปี พ.ศ. ที่จบ	ชื่อสถานศึกษาและประเทศ
ปร.ด. (ฟิสิกส์)	2551	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
วท.ม. (ฟิสิกส์)	2548	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
วท.บ. (ฟิสิกส์)	2543	มหาวิทยาลัยศิลปากร

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารภายในประเทศ(โปรดระบุวารสารที่ตีพิมพ์ด้วย)

1. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P. and Winotai, P., 2007, The Color Changing in Zircon by Heat Treatment, **NPRU Journal of Science and Technology**, Vol. 1 , 19-24.

2. Mungchamnanakit, A., Limsuwan, S., Winotai, P. and Meejoo, S., 2007, LA-ICP-MS Study of Impurity Ion Concentrations in Zircon, **Kasetsart Journal**, Vol. 41, No. 5, pp. 267-271.
3. Horprathum, M., Chindaudom, P., Mungchamnankit, A. and Limsuwan, P., 2008, Effects of Annealing Temperature on the Structure of TiO₂ Thin Films, **NPRU Journal of Science and Technology**, Vol. 1, pp. 6-11.

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารต่างประเทศ(โปรดระบุวารสารที่ตีพิมพ์ด้วย)

1. Mungchamnankit, A. and Limsuwan, P., 2007, ESR Study of Spin Hamiltonian and Crystal Field Energy Levels of Gd³⁺ in Natural Zircon, **International Review of Physics**, Vol. 1, No. 5, pp. 340-344.
2. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P., Thongcham, K., and Meejoo, S., 2008, The Electron Spin Resonance Study of Gd³⁺ in Natural Zircon, **Journal of Magnetism and Magnetic Material**, Vol. 320, Issue 3-4, pp. 479-482.
3. A. Mungchamnankit, T. Kittiauchawal, J. Kaewkhao, P. Limsuwan, 2012, The Color Change of Natural Green Sapphires by Heat Treatment, **Procedia Engineering**, Vol. 32, pp. 950-955.
4. T. Kittiauchawal, A. Mungchamnankit, S. Sujinnapram, J. Kaewkhao and P. Limsuwan, 2012, The Effect of Heat Treatment on Crystal Structure in Zircon Monitored by ESR and XRD, **Procedia Engineering**, Vol. 32, pp. 706-713.
5. A. Mungchamnankit, K. Sornsanit, M. Horprathum, C. Chananonawathorn, P. Eiamchai, K. Aiempanakit, J. Kaewkhao, Structural, Optical and Anti-Bacterial Properties of TiO₂ Thin Films Prepared by DC Reactive Magnetron Sputtering, 2013, **Advanced Materials Research**, Vol. 770, pp. 283-286.
6. Araya Mungchamnankit, Pitak Eiamchai, Chanunthorn Chananonawathorn, Saksorn Limwichean, Mati Horprathum, Acharawan Thongmee and Patamaporn Sukplang, Effect of Annealing Temperature on ZnO Nanorods Prepared by Hydrothermal Process, 2014, **Advanced Materials Research**, Vol. 979, pp 204-207.
7. Araya Mungchamnankit, Mati Horprathum, Chanunthorn Chananonawathorn, Viyapol Patthanasettakul, Pitak Eiamchai, Acharawan Thongmee and Patamaporn Sukplang,

Fabrication and Characterization of Antibacterial Tantalum Oxide Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering, 2016, **Key Engineering Materials**, Vols. 675-676, pp 185-188.

ผลงานวิจัยที่ได้นำเสนอในการประชุมทางวิชาการภายในประเทศ(ไปรตระบวนหัวข้อประชุม/สัมมนา และสถานที่ด้วย)

1. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P. and Winotai, P., 2005, Preliminary Study on Color Changing in Zircon by Heat Treatment, **The Proceeding of 31st Congress on Science and Technology of Thailand 2005**, Nakhonratchasima, Thailand, p. 212.
2. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P. and Winotai, P., 2006, Electron Spin Resonance Study of Gd^{3+} in Zircon, **The Proceeding of 1st National Symposium on Physics Graduate Research**, Chaiyapoom, Thailand, pp. 19-21
3. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P. and Winotai, P., 2006, Fine Structure of Gadolinium in Zircon – An Electron Paramagnetic Resonance Study, **Thai journal of Physics, The Proceeding of Siam Physics Congress 2006**, Chonburi, Thailand, pp. 109-111.
4. Mungchamnanakit, A., Limsuwan, S., Winotai, P. and Meejoo, S., 2007, LA-ICP-MS Study of Impurity Ion Concentrations in Zircon, **The Proceeding of 45th Kasetsart University Annual Conference**, Bangkok, Thailand, pp. 689-694.
5. Kedkaew, C., Mungchamnankit, A. and Limsuwan, S., 2007, Investigation of Trace Elements in Natural Quartz by LA-ICP-MS, **Thai journal of Physics, Proceeding of Siam Physics Congress 2007**, Nakhonpathom, Thailand. pp. 160-162.
6. Kedkaew, C., Mungchamnankit, A., Kittiauchawal, T. and Limsuwan, S., 2007, The Study of Point Defect in α -Quartz by LA-ICP-MS and ESR spectrometers, **Proceeding of The 33rd Congress on Science and Technology of Thailand 2007**, Nakhonsritammarat, Thailand, pp. 205.
7. Mungchamnankit, A., Kedkaew, C. and Limsuwan, S., 2007, The Investigation of Gd^{3+} in Natural Zircon by ESR spectrometer, **Proceeding of The 33rd Congress on Science and Technology of Thailand 2007**, Nakhonsritammarat, Thailand, pp. 202.
8. Mungchamnankit, A., Limsuwan, S. and Ngotawornchai, B., 2008, Effect of Heat Treatment on Crystal Structure of Natural Zircon, **The Proceeding of 46th Kasetsart University Annual Conference**, Bangkok, Thailand. pp. 551-556.

9. Tuscharoen, S., Kaewkhao, J., Mungchamnankit, A. and Chewpraditkul, W., Study on Properties of Barium Borate Glass System, **Proceeding of The 34th Congress on Science and Technology of Thailand 2008**, Bangkok, Thailand
10. W. Kaewwiset, J. Kaewkhao, A. Mungchamnankit and P. Limsuwan, Study on Er_2O_3 Doped Soda-Lime-Silicate Glass, **Thai journal of Physics, Proceeding of Siam Physics Congress 2009**, Phetchburi, Thailand.
11. A. Mungchamnankit and S. Limsuwan, An Effect of Atmosphere on Color in Zircon, **Proceeding of The 35th Congress on Science and Technology of Thailand 2009**, Cholburi, Thailand.
12. Y. Ruangtaweep, T. Kittiauchawal, J. Kaewkhao, A. Mungchamnankit, K. Thamaphat and P. Limsuwan, Study of ESR Spectra for Fe^{3+} Ions in Soda-Lime-Silica Glass, **Thai journal of Physics, Proceeding of Siam Physics Congress 2010**, Kanchanaburi, Thailand.
13. J. Kaewkhao, N. Ngao-kok, N. Srisittipokakun, C. Kedkaew, A. Mungchamnankit and P. Limsuwan, Effect of Manganese (IV) oxide to Properties of Soda-lime Silicate System, **Proceeding of RSU conference 2010**, Pathumtani, Thailand.
14. A. Mungchamnankit, J. Kaewkhao and P. Limsuwan, Effect of CeO_2 to Properties of Soda Lime Silicate Glass, **Proceeding of The 36th Congress on Science and Technology of Thailand 2010**, Bangkok, Thailand.
15. Supawan Suanploy, Wattana Rumm-ed and Araya Mungchamnankit, The Use of Tracker as an Assisted-Teaching Program to Develop Mattayomsuksa 4 Students' Physics Learning Achievement in Periodic Motion A Case Study of Princess Chulabhorn's College Pathumthani, **Proceeding of RSU conference 2015**, Pathumtani, Thailand.
16. Pathunthip In-ek and Araya Mungchamnankit, The Development of Electronics Book (E-Book) on Radioactivity as Instructional Media to Support Physics Learning Achievement of Mattayomsuksa 4 Students at Triamudomsuksa Pattanakan Nonthaburi School, **Proceeding of National and International Research Conference 2015 (NIRC 2015)**, Buriram Rajabhat University, Buriram, Thailand,
17. Wittawin Thongmongkorn and Araya Mungchamnankit. Technique for Teaching The Nature of Science Through Context Based Approach in Grade 10, **Proceedings of the 12th**

National Conference, 8-9 December 2015, Kasetsart University, Kampaengsaen Campus, , pp. 727-734.

18. Tussanai Pankune, Araya Mungchamnankit and Sangwan Hounghang, The Development of Grade 11 Students' Problem Solving Skills and Social Group Work Skill by Using Group Investigation, **Proceedings of the 12th National Conference**, 8-9 December 2015, Kasetsart University, Kampaengsaen Campus, pp. 735-743.

19. Paweena Kowiwat and Araya Mungchamnankit, Using Virtual Lab in Learning 5E's to result achievement in Physics of High School Students, **Proceedings of The Innovation for Learning and Invention 2017 Conference**, 4 April 2017, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, pp. 815-824.

ผลงานวิจัยที่ได้นำเสนอในการประชุมทางวิชาการในต่างประเทศ(ไปรตระบุหัวข้อประชุม/สัมมนา และสถานที่ด้วย) –

1. Mungchamnankit, A., Limsuwan, P. and Winotai, P., 2006, Electron Spin Resonance Study of Gd^{3+} in Zircon, **Laos Journal on Applied Science, The Proceedings of International Conference on Applied Science (ICAS-2006)**, Vientiane, Laos, Vol.1, pp. 63-68.

2. Mungchamnankit, A. and Limsuwan, P., 2007, The Investigation of Trace Elements in Heat Treated Zircon Using LA-ICP-MS, **The Proceedings of International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2007)**, Bangkok, Thailand. pp. 111-113.

3. Mungchamnankit, A. and Limsuwan, S., 2008, Effect of Heat Treatment on Crystal Structure of Natural Zircon, **The Proceedings of Commemorative International Conference on the Occasion of the 4th Cycle Celebration of KMUTT, Sustainable Development to Save the Earth (SDSE 2008)**, Bangkok, Thailand. pp. 867-871

4. Araya Mungchamnankit, Suwimon Ruengsri, Jakrapong Kaewkhao and Pichet Limsuwan, The Optimized Temperature of Heat Treatment Zircon in Argon Atmosphere, **Proceeding of Pure and Applied Chemistry Conference 2012 (PACCON 2012)**, 1616-1618.

5. A. Mungchamnankit, S. Ruengsri, A. Angnanon, N. Srisittipokakun, J. Kaewkhao, The Effect of Heat Treatment and CO_2 Atmosphere on Color Changing in Zircon, **Proceedings of 4th**

International Science, Social Science, Engineering and Energy Conference (ISEEC 2012), 2013, 564-569

6. A. Mungchamnankit, K. Sornsanit, M. Horprathum, C. Chananonawathorn, P. Eiamchai, K. Aiempanakit, J. Kaewkhao, **Structural, Optical and Anti-Bacterial Properties of TiO₂ Thin Films Prepared by DC Reactive Magnetron Sputtering, Proceedings of International Conference on Applied Physics and Material Applications (ICAPMA2013), Golden Beach Cha-Am Hotel, Petchburi, Thailand**

7. Supawan Suanploy, Suphawan Hougchang and Araya Mungchamnankit, **Using Tracker as an Assisted-Teaching Program for Understanding Simple Pendulum Motion, Proceedings of 6th International Science, Social Science, Engineering and Energy Conference (ISEEC 2014), 17-19 December, 2014, Prajaktra Design Hotel, UdonThani, Thailand**

8. Araya Mungchamnankit, Mati Horprathum, Chanunthorn Chananonawathorn, Viyapol Patthanasettakul, Pitak Eiamchai, Acharawan Thongmee and Patamaporn Sukplang. **A Study of Physical and Antibacterial Properties of Tantalum Oxide Thin Films Deposited by DC Reactive Magnetron Sputtering, Proceedings of The 3rd International Conference on Applied Physics and Material Applications (ICAPMA2017), May 31 - June 2, 2017, Pattaya, Thailand.**

ผลงานวิจัยที่ได้รับการจดสิทธิบัตร

1. **Rungnapa Tongpool, Kittinan Aunnon, Araya Mungchamnankit and Jiradech Narkngerntong, Products of elastic recycled car tires and the process thereof, Thai petty patent, requested no. 803001044, 25 August 2008.**
2. **Rungnapa Tongpool, Kittinan Aunnon, Araya Mungchamnankit and Jiradech Narkngerntong, Products of designed recycled car tires and the process thereof, Thai petty patent, requested no. 803001045, 25 August 2008.**
3. **Rungnapa Tongpool, Kittinan Aunnon, Araya Mungchamnankit and Jiradech Narkngerntong, Products of strong and flexible recycled car tires and the process thereof, Thai petty patent, requested no. 803001046, 25 August 2008.**

สาขาวิชาที่นักวิจัยเชี่ยวชาญ

ฟิสิกส์ อัญมณี วัสดุการแพทย์