

การเคลือบอนุภาคเงินลงบนผิวแก้วด้วยการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า

นางสาวเนตรชนก จิตรวรรณันท์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2554

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR) are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

COATING OF Ag PARTICLES ON GLASS SURFACE BY ELECTROLESS PLATING

Miss Natechanok Chitvoranund

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเคลือบอนุภาคเงินลงบนผิวแก้วด้วยการจุ่มเคลือบแบบ ไม่ใช่ไฟฟ้า
โดย	นางสาวเนตรชนก จิตรวรรณันท์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก๋า คະซีมา
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัดน์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก๋า คະซีมา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(ดร.พิศิษฐ์ เกษี)

เนตรชนก จิตวรรณันท์ : การเคลือบอนุภาคเงินลงบนผิวแก้วด้วยการจุ่มเคลือบแบบ  
ไม่ใช้ไฟฟ้า (COATING OF Ag PARTICLES ON GLASS SURFACE BY  
ELECTROLESS PLATING) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ. ดร.ดุจฤทัย พงษ์แก้ว  
คะชีมา, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ผศ. ดร.ศิริพันธ์ เจียมศิริเลิศ, 144 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาการเคลือบอนุภาคเงินลงบนผิวแก้วด้วยการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้  
ไฟฟ้าในสารละลายทอลเลนส์ (Tollen's reagent) พบว่ามีหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อการยึดติด  
ระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้ว ปัจจัยเรื่องการสันด้วยอัลตราโซนิกไม่สามารถช่วยให้เกิดการยึด  
ติดที่ดีของฟิล์มเงินกับผิวแก้วได้ ในขณะที่การปรับผิวด้วยวิธีทางกายภาพนั้นส่งเสริมการยึด  
ติดที่ดีมากกว่าการปรับผิวด้วยวิธีทางเคมี การปรับผิวแบบสองขั้นตอนด้วยวิธีการขัดด้วย  
กระดาษทรายหมายเลข 320 จากนั้นกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที  
(SPHF) นั้นให้ค่าการยึดติดที่ดีที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสภาพผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี  
อื่นๆ อีก 5 ภาวะโดยแสดงผลการทดสอบด้วยวิธี Cross-cut test (method B) ในระดับ 5B  
นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิยังมีส่วนช่วยส่งเสริมการยึดติดให้มากยิ่งขึ้น โดยชั้นงานฟิล์มเงิน  
หลังผ่านกระบวนการทางความร้อนแสดงค่าการยึดติดบนผิวแก้วดีกว่าชั้นงานก่อนผ่าน  
กระบวนการทางความร้อน

เลือกชั้นงานฟิล์มเงินที่แสดงค่าการยึดติดกับผิวแก้วดีที่สุดจากภาวะการปรับสภาพ  
ผิวแก้วด้วยวิธี SPHF มาวิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำโดยการวัดมุมสัมผัสและวิเคราะห์การ  
ต้านแบคทีเรียด้วยวิธีการกระจายเชื้อและเคลียร์โซนของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นทั้งก่อนและหลังจาก  
ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อสภาพผิวเปลี่ยนจะ  
ทำให้ค่ามุมสัมผัสเปลี่ยนไปด้วย ซึ่งผิวแก้วที่ปรับผิวด้วยวิธี SPHF ก่อนการเคลือบฟิล์มเงินจะ  
แสดงสมบัติความชอบน้ำมากที่สุด แต่ภายหลังจากการเคลือบฟิล์มเงินลงผิวแก้วดังกล่าวจะ  
แสดงสมบัติความชอบน้ำที่ลดลง และเมื่อฟิล์มเงินผ่านกระบวนการทางความร้อนจะทำให้  
กลับมามีสมบัติความชอบน้ำที่ใกล้เคียงกับผิวแก้วก่อนการเคลือบฟิล์มเงินอีกครั้ง นอกจากนี้  
ยังพบว่าชั้นงานฟิล์มเงินก่อนและหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน แสดงสมบัติการ  
ต้านเชื้อ E.coli ทดสอบด้วยวิธีการกระจายเชื้อได้ 99.99% และ 100% ตามลำดับ แต่การ  
ทดสอบด้วยวิธีเคลียร์โซนจะไม่พบ Inhibition zone ที่ชัดเจน โดยสามารถยับยั้งแบคทีเรียใน  
บริเวณที่สัมผัสกับฟิล์มเงินเท่านั้น

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์..... ลายมือชื่อนิสิต.....  
สาขาวิชา.....เทคโนโลยีเซรามิก..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....  
ปีการศึกษา.....2554..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

# # 5272385023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : ELECTROLESS PLATING / SILVER FILM / SURFACE TREATMENTS / ADHESION / ANTIBACTERIAL ACTIVITY

NATECHANOK CHITVORANUND: COATING OF Ag PARTICLES ON GLASS SURFACE BY ELECTROLESS PLATING. ADVISOR: ASST. PROF. DUJREUTAI PONGKAO KASHIMA, Ph.D., CO-ADVISOR: ASST. PROF. SIRITHAN JIEMSIRILERS, Ph.D., 144 pp.

Silver film was fabricated on a glass substrate by electroless plating in Tollen's reagent. Many parameters which effected on adhesion between silver film and a glass substrate were studied. The results showed that using ultrasonic vibration did not enhance adhesion between the two phases while the physical surface treatment played more important roles than the chemical one and ultrasonication. The combined treatment of grinding with silicon carbide number 320 then etching with hydrofluoric acid for 90 seconds (SPHF) showed the highest adhesion reported in scale of 5B using cross cut test (method B). Moreover, heat treatment could enhance adhesion between silver film and a glass substrate as well. In addition, when comparing the contact angle of before and after silver plating of SPHF condition, it was found that both of them performed hydrophilicity. However, a glass with silver film presented higher contact angle than a glass surface without silver film. Furthermore, silver film both before and after heat treatment of 550 °C exhibited 99.99% and 100% reduction of E.coli respectively which was confirmed by spread plate method. Although it was hardly seen the inhibition zone in disc diffusion method, silver film could inhibit only E.coli where they were contacted with the film.

Department : Materials Science..... Student's Signature .....

Field of Study : Ceramic Technology..... Advisor's Signature .....

Academic Year : 2011..... Co-advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

ในงานวิจัยและการเขียนวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ได้รับความกรุณาจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจดัทพ์ พงษ์เก่า คະซีมา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งกรุณาให้คำปรึกษา แนะนำและอบรม สั่งสอนทั้งในด้านวิชาการและการใช้ชีวิต รวมถึงคอยให้กำลังใจตลอดระยะเวลาในการดำเนินงาน

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ร่วมและดำรงตำแหน่งหัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย สำหรับคำปรึกษาต่างๆ ในเรื่องเกี่ยวกับแก้ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัทธรา จินาวัฒน์ สำหรับคำปรึกษาต่างๆ เพื่อใช้ในการเขียนเล่มวิทยานิพนธ์ และคณาจารย์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่าน ที่สั่งสอนความรู้ที่จะ นำมาใช้ในงานวิจัย ให้คำปรึกษาในด้านต่างๆ และอำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ เครื่องมือในการวิจัย

ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และ คำแนะนำวิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ คุณธนกร เทพามาตย์ และ คุณวุฒิชัย โภญจนาท สำหรับความช่วยเหลือในการใช้เครื่องมือ SEM เพื่อวิเคราะห์ทดสอบ คุณวีระพงษ์ ครพนม เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ XRD สำหรับความช่วยเหลืออย่างดีในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบ คุณภววรรณพ เหมพันธุ์พิรุฬห์ สำหรับการวัดมุมสัมผัสน้ำ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับความ อนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือซัด และ คุณสมคิด ทองศิลา สำหรับคำแนะนำในการใช้เตาเผา

ขอขอบคุณ หน่วยงานปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ ศูนย์ความเป็นเลิศด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง (ADB) สำหรับ ทุนการศึกษาและทุนวิจัย

ขอขอบคุณแหล่งทุนวิจัยจากโครงการมหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ (National Research University of CHE) ทุนวิจัยโครงการ AM1005I

ขอขอบคุณ พี่ น้อง และเพื่อนในสาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่คอยเป็นกำลังใจ ให้คำปรึกษา และช่วยเหลือมา โดยตลอด ทำให้รู้สึกอบอุ่นเสมอมา

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่ให้มอบความรัก ความอบอุ่น ความห่วงใย ความดูแล และให้กำลังใจกันมาโดยตลอดจนถึงวันนี้

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 วิธีการเคลือบฟิล์ม.....	4
2.1.1 วิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า (Electroplating) .....	8
2.1.2 วิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....	9
2.2 ปฏิกิริยาการเกิดกระจกเงิน (SILVER MIRROR REACTION).....	12
2.2.1 หลักการการเคลือบเงิน (Silvering).....	13
2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการเกิด Silver mirror.....	13
2.2.3 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา Silver mirror .....	15
2.3 การยึดติดระหว่างฟิล์มกับซับสเตรต.....	16
2.3.1 สาเหตุของการยึดติด.....	18
2.3.2 ประเภทของพันธะ.....	21
2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อการยึดติด .....	23
2.4.1 วัสดุที่ใช้เคลือบและวัสดุที่ใช้เป็นซับสเตรต .....	23
2.4.2 การเตรียมซับสเตรต.....	23
2.4.3 อิทธิพลของวิธีการเคลือบ .....	31
2.4.4 การบ่ม (Aging).....	31

2.5 สมบัติการต้านแบคทีเรีย (ANTIBACTERIAL ACTIVITY) .....	31
2.5.1 สารต้านแบคทีเรีย (Antibacterial agents).....	33
2.5.2 กลไกในการต้านแบคทีเรีย .....	36
2.5.3 ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติความชอบน้ำกับการต้านแบคทีเรีย.....	40
2.6 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	41
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย .....	45
3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	45
3.2 วิธีการวิจัยและแผนผังงานวิจัย.....	46
3.2.1 การทำความสะอาดแก้วก่อนการปรับผิวหน้า.....	46
3.2.2 การปรับผิวหน้าของแก้ว .....	47
3.2.3 การเตรียมสารละลายที่ใช้จุ่มเคลือบ .....	49
3.2.4 กระบวนการจุ่มเคลือบอนุภาคเงิน .....	50
3.2.5 กระบวนการอบแก้ว (Annealing).....	50
3.3 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของชิ้นงาน .....	51
3.3.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของแก้ว .....	51
3.3.2 วิเคราะห์โครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของฟิล์ม .....	52
3.3.3 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผิวแก้วและฟิล์มเงิน .....	52
3.3.4 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาพื้นผิวแก้ว.....	53
3.3.5 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของแก้ว .....	53
3.3.6 วิเคราะห์สมบัติการยึดติดระหว่างฟิล์มกับผิวแก้ว.....	54
3.3.7 วิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำ.....	56
3.3.8 วิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงิน.....	56
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล .....	61
4.1 การศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติดที่ระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว.....	61
4.1.1 ศึกษาลักษณะของผิวแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวและฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น (ภาวะอ้างอิง).....	61
4.1.2 ศึกษาลักษณะผิวแก้วที่ถูกปรับผิวหน้าด้วยวิธีต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ.....	69
4.1.3 ศึกษาการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วในแบบต่างๆ .....	73
4.1.4 ศึกษาผลของวิธีการจุ่มเคลือบต่อการยึดติด.....	82



4.1.5	ศึกษาผลของลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นบนพื้นผิว 6 ภาวะต่อการยึดติด .....	82
4.1.6	ศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการยึดติด .....	93
4.2	การศึกษาสมบัติของฟิล์มเงิน .....	104
4.2.1	สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มเงิน.....	104
4.2.2	ความสามารถในการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงิน .....	105
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ .....	110
5.1	สรุปผลการวิจัย.....	110
5.2	ข้อเสนอแนะ .....	111
รายการอ้างอิง.....		112
ภาคผนวก .....		121
ภาคผนวก ก .....		122
ภาคผนวก ข .....		123
ภาคผนวก ค .....		124
ภาคผนวก ง.....		126
ภาคผนวก จ .....		128
ภาคผนวก ฉ .....		130
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....		144

## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1	การแบ่งวิธีการเคลือบต่างๆ ตามลักษณะการเคลือบ .....	5
ตารางที่ 2.2	เปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของวิธีการต่างๆ ในการเคลือบฟิล์มเงิน .....	6
ตารางที่ 2.3	เปรียบเทียบความแตกต่างระหว่าง Physisorption กับ Chemisorption .....	22
ตารางที่ 2.4	แสดงสารต้านแบคทีเรียในกลุ่ม Non-residue-Producing antibacterials.....	32
ตารางที่ 2.5	แสดงสารต้านแบคทีเรียในกลุ่ม Residue-producing antibacterial .....	33
ตารางที่ 2.6	สรุปวิธีการทางเคมีในการยับยั้งและควบคุมจุลินทรีย์.....	35
ตารางที่ 2.7	ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัสกับความชอบน้ำของพื้นผิว.....	41
ตารางที่ 3.1	สารเคมีที่ใช้ในการปรับผิวหน้าของแก้ว .....	45
ตารางที่ 3.2	สารเคมีที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ.....	46
ตารางที่ 3.3	ตัวแปรการใช้เครื่อง X-ray fluorescence .....	51
ตารางที่ 3.4	ตัวแปรในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer.....	52
ตารางที่ 3.5	ตัวแปรการใช้เครื่อง Differential Scanning Calorimeter .....	54
ตารางที่ 3.6	การจัดแบ่งประเภทของผลทดสอบการยึดติด .....	55
ตารางที่ 4.1	ความสัมพันธ์ของหมายเลขกระดาษทรายกับขนาดเกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	72
ตารางที่ 4.2	ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน ขั้นที่ 1.....	74
ตารางที่ 4.3	ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน ขั้นที่ 2.....	75
ตารางที่ 4.4	ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน ขั้นที่ 3.....	75
ตารางที่ 4.5	ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าแบบสอง ขั้นตอนทั้ง 3 ตัวอย่างก่อนนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน .....	81
ตารางที่ 4.6	แสดงค่าความขรุขระของพื้นผิวแก้วที่ทำการปรับผิวดังวิธีต่างๆ .....	85
ตารางที่ 4.7	องค์ประกอบธาตุของแก้วโซดาไลม์ที่นำมาใช้ในการทดลองวิเคราะห์ด้วย XRF ..	94
ตารางที่ 4.8	ค่า $\Delta H_{(t)}^0$ และ $\Delta S_{(t)}^0$ ของ $Ag_{(s)}$ , $O_{2(g)}$ และ $Ag_2O_{(s)}$ ที่อุณหภูมิ $25^\circ C$ .....	96

ตารางที่ 4.9	ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินและผิวแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียสโดยทำการวัด 3 ครั้งในแต่ละอุณหภูมิ.....	99
ตารางที่ 4.10	แสดงค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยของชิ้นงานทั้ง 4 ประเภท .....	104
ตารางที่ 4.11	ผลการต้านแบคทีเรียชนิด E.coli ของแก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิว (Untreated) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และฟิล์มเงินที่เคลือบบนผิวแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T) เปรียบเทียบกับเชื้อปกติ (Pure)....	106
ตารางที่ 4.12	ผลการวัด Inhibition zone ของแก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวน้ำ (Untreated) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T).....	108

## สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1	วิธีการเคลือบโลหะเงินด้วยกระแสไฟฟ้า .....	8
ภาพที่ 2.2	ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า.....	10
ภาพที่ 2.3	เปรียบเทียบลักษณะเคลือบที่ได้ระหว่าง (ก) การใช้วิธีจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า กับ(ข) วิธีเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า.....	11
ภาพที่ 2.4	Silver mirror .....	12
ภาพที่ 2.5	โครงสร้างของหมู่ฟังก์ชัน (a) แอลดีไฮด์ และ (b) คีโตน.....	13
ภาพที่ 2.6	โครงสร้างของซิลเวอร์ในเตรต .....	14
ภาพที่ 2.7	โครงสร้างของแอมโมเนีย .....	14
ภาพที่ 2.8	โครงสร้างของดี-กลูโคส (a) การจัดเรียงแบบสายโซ่ (b) การจัดเรียงแบบวงแหวน..	15
ภาพที่ 2.9	การเสียสภาพในรูปแบบของ (a) Adhesive และ (b) Cohesive.....	17
ภาพที่ 2.10	ลักษณะรอยต่อแบบ Mechanical anchoring.....	19
ภาพที่ 2.11	ลักษณะรอยต่อแบบ Monolayer on monolayer .....	19
ภาพที่ 2.12	ลักษณะรอยต่อแบบ Chemical-bonding interfacial layer.....	20
ภาพที่ 2.13	ลักษณะรอยต่อแบบ Diffusion interfacial layer .....	20
ภาพที่ 2.14	ลักษณะรอยต่อแบบ Pseudodiffusion interfacial layer .....	21
ภาพที่ 2.15	การเกิด pinholes ที่เกิดจากอนุภาคของสิ่งปนเปื้อนตกค้างอยู่บนพื้นผิว .....	24
ภาพที่ 2.16	ประเภทโครงสร้างของผิวขั้วสเตรต.....	26
ภาพที่ 2.17	โครงสร้างของกรดไฮโดรฟลูออริก.....	27
ภาพที่ 2.18	โครงสร้างผิวของ Silica tetrahedron ทั้ง 4 แบบ.....	28
ภาพที่ 2.19	การเข้าทำปฏิกิริยาของ HF บนโครงข่ายซิลิคอน.....	28
ภาพที่ 2.20	ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของกระดาษทรายซิลิคอนคาร์ไบด์ (No.600) .....	30
ภาพที่ 2.21	ส่วนประกอบผนังเซลล์ของแบคทีเรียชนิด (a) แกรมบวก (Gram-positive) และ (b) แกรมลบ (Gram-negative).....	37
ภาพที่ 2.22	กลไกในการยับยั้งแบคทีเรียด้วยไอออนของเงิน .....	38
ภาพที่ 2.23	ขั้นตอนการในการยับยั้งแบคทีเรียด้วยไอออนของเงิน .....	38
ภาพที่ 2.24	ภาพถ่าย SEM (a, b) และ TEM (c, d) ของการยับยั้ง E.coli ด้วยอนุภาคเงิน ระดับ นาโน โดย a, c เป็นโครงสร้างของ E.coli เริ่มต้น และ b, d เป็น โครงสร้างของ E.coli หลังจากผ่านอนุภาคเงินระดับนาโน .....	39

ภาพที่ 2.25 แรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวของแข็ง..... 40

ภาพที่ 2.26 ผลการด้านแบคทีเรียชนิดแกรมบวก S.aureus ณ ระยะเวลา 24 ชั่วโมง  
 (a) ไม่มีการโคปนุภาคเงิน (b) มีการโคปนุภาคเงิน ..... 43

ภาพที่ 2.27 ผลการด้านแบคทีเรียชนิดแกรมลบ E.coli ณ ระยะเวลา 24 ชั่วโมง  
 (a) ไม่มีการโคปนุภาคเงิน (b) มีการโคปนุภาคเงิน ..... 44

ภาพที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดแก้วก่อนการปรับผิวหน้า..... 47

ภาพที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการปรับผิวหน้าแก้ว ..... 48

ภาพที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ..... 49

ภาพที่ 3.4 ลักษณะการจุ่มแบบ(a) การใช้การสั่น (b) ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก..... 50

ภาพที่ 3.5 ส่วนประกอบของเครื่อง X-ray fluorescence..... 51

ภาพที่ 3.6 ลักษณะของคานในระบบกึ่งสัมผัส (Tapping mode)..... 53

ภาพที่ 3.7 ลักษณะรูปแบบการกรีดผิวฟิล์มเงินเพื่อทำการทดสอบสมบัติการยึดติด ..... 55

ภาพที่ 3.8 วิธีการทำให้เชื้อกระจาย (Spread plate)..... 57

ภาพที่ 3.9 ขั้นตอนการเจือจางแบคทีเรียแบบ Serial dilution ..... 58

ภาพที่ 3.10 แสดงตำแหน่งการวัดระยะเพื่อคำนวณหาความกว้างของเคลือบรีโชน..... 59

ภาพที่ 3.11 แผนผังงานวิจัย ..... 60

ภาพที่ 4.1 ลักษณะผิวแก้วปกติ ..... 61

ภาพที่ 4.2 การเปลี่ยนแปลงสารละลายเมื่อผสมซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO<sub>3</sub>) กับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH<sub>4</sub>OH) (a) เริ่มปฏิกิริยา (b) เริ่มเกิดการเปลี่ยนสี (c) เริ่มมีตะกอนเกิดขึ้น (d) เริ่มเกิด Silver mirror เกาะที่ปีกเกอร์ (e) Silver mirror ..... 63

ภาพที่ 4.3 ลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนชั้นสเตรตที่เป็นแก้วที่แขวนห้อยอยู่ในสารละลาย  
 (a) ด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับสารละลาย และ (b) ด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับแก้ว ..... 64

ภาพที่ 4.4 บริเวณจุดรอยต่อระหว่างเฟสสองเฟสที่เกิดขึ้นในระบบ..... 64

ภาพที่ 4.5 ลักษณะตะกอนที่เกิดขึ้นที่ก้นปีกเกอร์..... 64

ภาพที่ 4.6 องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์..... 66

ภาพที่ 4.7 ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของฟิล์มเงินจากวิธีการเคลือบ (a) ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (b) ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก โดยทำการจุ่มเคลือบเป็นเวลา  
 (1) 60 นาที (2) 90 นาที และ (3) 120 นาที..... 67

ภาพที่ 4.8	เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเงิน(a) ไม่ใช้การสั่น (b) ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (ลดกำลังขยายลงเพื่อให้เห็นภาพรวม) .....	67
ภาพที่ 4.9	ลักษณะโครงสร้างภาคตัดขวางของฟิล์มเงินจากวิธีการเคลือบ (a) ไม่ใช้การสั่นด้วย อัลตราโซนิก (b) ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก โดยทำการจุ่มเคลือบเป็นเวลา (1) 60 นาที (2) 90 นาที และ (3) 120 นาที.....	68
ภาพที่ 4.10	ช่องว่างระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว .....	68
ภาพที่ 4.11	ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกโดยใช้เวลาในการจุ่ม (a) 60 (b) 90 และ (c) 120 วินาที.....	70
ภาพที่ 4.12	ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการจุ่มสารละลายสแตนเนสคลอไรด์โดยมีความเข้มข้น (a) 0.05 (b) 0.1 (c) 0.5 โมลาร์ ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า และ (d) 0.5 โมลาร์ ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า.....	71
ภาพที่ 4.13	ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการขัดกระดาษทรายโดยใช้หมายเลขกระดาษทราย (a) 240 (b) 320 และ (c) 600 .....	73
ภาพที่ 4.14	ภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDS ของฟิล์มบางที่ปรากฏหลังจากที่ดึงเทปใส .....	77
ภาพที่ 4.15	ลักษณะผิวแก้วที่ถูกขัดด้วยกระดาษทราย (a) ก่อนผ่านการกัดผิวด้วยกรด HF (b) หลังผ่านการกัดผิวด้วยกรด HF กลายเป็นการปรับผิวสองขั้นตอนแบบที่ 1 (SPHF) .....	79
ภาพที่ 4.16	ลักษณะผิวแก้วที่ถูกขัดด้วยกระดาษทราย (a) ก่อนผ่านการจุ่มในสารละลาย SnCl <sub>2</sub> (b) หลังผ่านการจุ่มในสารละลาย SnCl <sub>2</sub> กลายเป็นผ่านการปรับผิวสองขั้นตอนแบบที่ 2 (SPSn).....	80
ภาพที่ 4.17	องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินทั้ง 6 ภาวะจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์....	83
ภาพที่ 4.18	ภาพสามมิติของพื้นผิวแก้วที่ถูปรับด้วยวิธีการต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ (a) HF, (b) Sn, (c) SP, (d) SPHF และ (e) SPSn (ต่อ).....	84
ภาพที่ 4.19	ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นในภาวะพื้นผิวต่างๆ (a) ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (b) HF, (c) Sn, (d) SP, (e) SPHF และ (f) SPSn.....	87
ภาพที่ 4.20	ลักษณะโครงสร้างของฟิล์มเงินโดยรวมที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวที่ผ่านการปรับผิวหน้าโดยการจุ่มด้วยสแตนเนสคลอไรด์ (a) Sn และ (b) SPSn.....	87

ภาพที่ 4.21 ภาคตัดขวางของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนภาวะพื้นผิวต่างๆ (a) ไม่มีการปรับผิวหน้า, (b) HF, (c) Sn, (d) SP, (e) SPHF และ (f) SPSn ..... 88

ภาพที่ 4.22 การเปรียบเทียบลักษณะของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนผิวแก้วหลังจากทำการจุ่มเคลือบเพียง 5 นาที (a) ไม่มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรด์ (b) มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรด์ ก่อนการจุ่มเคลือบ ..... 91

ภาพที่ 4.23 เปรียบเทียบความโปร่งแสงของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น (a) ไม่มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรด์ (b) มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรด์ ก่อนการจุ่มเคลือบฟิล์มเงินให้เห็นฉากหลังที่เป็นตัวอักษรคำว่า Science ..... 92

ภาพที่ 4.24 ภาพภาคตัดขวางของฟิล์มที่แสดงถึงความเหนียวของฟิล์มเงิน..... 93

ภาพที่ 4.25 กราฟแสดงความเหนียวที่เปลี่ยนไปตามอุณหภูมิของแก้วโซดาไลม์..... 94

ภาพที่ 4.26 ลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้น (a) ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (ด้านหน้า), (b) หลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (ด้านหน้า), (c) แก้วที่มีการเปลี่ยนสีบริเวณรอยต่อระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว (ด้านหลัง) ..... 95

ภาพที่ 4.27 เฟสไดอะแกรมของเงินกับออกซิเจน ..... 98

ภาพที่ 4.28 องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินทั้ง 6 ภาวะจากรูปแบบการเลี้ยงเบนรังสีเอ็กซ์หลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ..... 101

ภาพที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวฟิล์มเงินที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน ..... 103

ภาพที่ 4.30 จำนวนแบคทีเรียชนิด E.coli ที่เหลือหลังจากทำการ incubate สัมผัสกับชิ้นงานเป็นเวลา 24 ชั่วโมงของ(a) แก้วที่ไม่มีการปรับผิว (Untreated) (b) แก้วที่ปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) และ (c) ฟิล์มเงิน ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) (d) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)..... 107

ภาพที่ 4.31 ภาพการวัด Inhibition zone ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานแต่ละประเภท (a) แก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (Untreated) (b) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) (c) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และ (d) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)..... 108

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันนี้วิธีการที่ใช้ในการเคลือบวัสดุต่างๆ มีหลายวิธีทั้งในเชิงกายภาพและเชิงเคมี เช่น กระบวนการตกเคลือบด้วยไอทางกายภาพ (Physical vapor deposition: PVD) กระบวนการตกเคลือบด้วยไอทางเคมี (Chemical vapor deposition: CVD) วิธีการพ่นฝอย (Spraying) วิธีการทางเคมีอื่นๆ โดยวิธีการเคลือบส่วนใหญ่มักใช้ไฟฟ้าซึ่งจะทำให้เกิดความยุ่งยากในการเตรียมอุปกรณ์ที่ใช้ในการเคลือบ และอุปกรณ์มักมีราคาแพง แต่วิธีการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้านั้นสามารถทำได้ง่าย ปฏิกริยาสามารถเกิดขึ้นเอง (Spontaneous reaction) และสามารถเคลือบวัสดุที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ทั้งสองด้านได้ในเวลาเดียวกันด้วย<sup>(1)</sup> การเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้านิยมใช้อย่างกว้างขวางในการเคลือบอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก (Microelectronics) วิศวกรรมคอมพิวเตอร์ และ วิศวกรรมอากาศยาน<sup>(2)</sup>

วิธีการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) คือวิธีการที่ทำให้เกิดการเกาะของอนุภาคโดยปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นได้เองเพื่อให้เกิดเป็นฟิล์มต่อเนื่องบนพื้นผิวของซับสเตรตซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาในสารละลายของเกลือโลหะกับตัวรีดิวซ์โดยไม่ต้องใช้กระแสไฟฟ้า<sup>(3, 4)</sup> ไอออนของโลหะที่อยู่ในรูปของเกลือจะถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นอนุภาคโลหะที่ไม่มีประจุและเกาะอยู่บนพื้นผิววัสดุที่เรานำมาเคลือบอย่างต่อเนื่องจนกลายเป็นฟิล์ม<sup>(5)</sup> ข้อดีของวิธีการนี้คือ สามารถใช้เคลือบบนพื้นผิวทั้งวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าและไม่สามารถนำไฟฟ้าได้<sup>(3, 6)</sup> เช่น แก้วและพลาสติก เป็นต้น ทำให้วิธีการนี้เป็นวิธีการเคลือบที่น่าสนใจมากอีกวิธีหนึ่ง

สิ่งสำคัญในการเคลือบฟิล์มลงบนพื้นผิวจำเป็นต้องคำนึงถึงการยึดติดที่ระหว่างฟิล์มกับพื้นผิว การปรับผิวหน้าของแก้วเป็นหนึ่งในปัจจัยสำคัญที่จะต้องนำมาพิจารณาในการเคลือบฟิล์มเพื่อให้เกิดการยึดติดที่ดี การปรับผิวหน้าของแก้วไม่เพียงแต่จะเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางกายภาพ แต่ยังสามารถเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของพื้นผิววัสดุได้อีกด้วย<sup>(7)</sup>

วิธีการปรับผิวหน้าของแก้วก่อนการเคลือบเพื่อให้เกิดการยึดติดที่ระหว่างฟิล์มและแก้วที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายนั้นมี 3 วิธีนั่นคือการใช้สารเคมีกัดผิวแก้วโดยใช้กรดไฮโดรฟลูออริก (กรดกัดแก้ว) การเติมชั้นรอยต่อ (Interface layer) เข้าไประหว่างฟิล์มกับซับสเตรตโดยใช้สารสแตนนัสคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_2$ )<sup>(8)</sup> และการขัดผิวด้วยกระดาษทรายซึ่งเป็นวิธีเชิงกล เป็นต้น การใช้กรดไฮโดรฟลูออริกเพื่อทำการปรับผิวแก้วนั้นจัดเป็นทั้งวิธีเชิงกายภาพและเชิงเคมีเนื่องจากลักษณะทางกายภาพของผิวแก้วที่ได้จะมีความขรุขระมากขึ้นและจะทำให้เกิดกลุ่มไฮดรอกซิล (Silanol



group, SiOH) ที่ผิวแก้วอีกด้วยซึ่งเป็นบริเวณที่สามารถทำปฏิกิริยาได้ง่าย<sup>(9)</sup> ส่วนวิธีการเติมชั้นรอยต่อด้วยสแตนเนสคลอไรด์เป็นวิธีที่นิยมใช้กันมานานซึ่งถือเป็นการปรับผิวแก้วเชิงเคมีโดยเข้าไปเปลี่ยนโครงสร้างที่ผิว<sup>(6, 8)</sup> ตัวไอออนของสแตนเนส ( $\text{Sn}^{2+}$ ) จะเข้าไปเกาะกับผิวแก้วและพร้อมที่จะรีดิวซ์ไอออนของซิลเวอร์ ( $\text{Ag}^+$ ) ให้กลายเป็นอนุภาคซิลเวอร์ ( $\text{Ag}^0$ ) ในที่สุด<sup>(8)</sup> วิธีสุดท้ายคือการขัดผิวแก้วด้วยกระดาษทรายซึ่งทำมาจากซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) วิธีนี้เป็นวิธีการปรับผิวเชิงกายภาพเนื่องจากทำให้พื้นผิวขรุขระมากขึ้นโดยที่ไม่มีปฏิกิริยาเคมีเข้ามาเกี่ยวข้อง การที่พื้นผิวมีลักษณะขรุขระนั้นแสดงถึงพื้นที่ผิวมีมากขึ้นและจะทำให้พื้นที่ในการเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์ซึ่งแข็งแรงยึดเกาะระหว่างอนุภาคกับซับสเตรตมีมากขึ้นด้วยทำให้สามารถเพิ่มการยึดติดให้ดีขึ้นได้<sup>(7, 10)</sup>

นอกจากนี้กระบวนการสั้นด้วยอัลตราโซนิกและการผ่านกระบวนการทางความร้อนก็เป็นอีกปัจจัยที่ส่งผลต่อการยึดติดของฟิล์มกับซับสเตรต การทำให้ซับสเตรตเกิดการสั้นด้วยอัลตราโซนิกระหว่างกระบวนการเคลือบจะทำให้เพิ่มการเคลื่อนที่ของอะตอมซึ่งทำให้อนุภาคเกาะกลุ่มกันมากขึ้นและทำให้อัตราการเกาะของอนุภาคบนซับสเตรตสูงขึ้นอีกด้วย<sup>(11)</sup> ส่วนการผ่านกระบวนการทางความร้อนนั้นเป็นอีกปัจจัยที่จะสามารถทำให้การยึดติดดีขึ้นได้เนื่องจากแก้วเมื่อได้รับความร้อนมากขึ้น ความหนืดจะลดลง<sup>(12)</sup> และเมื่อได้รับความร้อนที่อยู่ในช่วงอุณหภูมิที่เริ่มเปลี่ยนสถานะจากของแข็งกลายเป็นของเหลวเย็นยิ่งยวด (Supercooled liquid) หรือที่เรียกกันว่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Glass transition temperature,  $T_g$ ) แล้วจะทำให้โครงสร้างของแก้วหลวมมากขึ้น ฟิล์มจะสามารถยึดกับผิวหน้าของแก้วได้ดีขึ้น เมื่อทำให้แก้วเย็นตัวลง ฟิล์มกับแก้วจะแข็งตัวไปพร้อมกัน ทำให้ส่งเสริมการยึดติดให้ดีขึ้น<sup>(13)</sup>

อนุภาคโลหะหนักที่มีสมบัติในการต้านแบคทีเรียนั้นมีหลายชนิด เช่น Hg, Cu, Pb และ Ag เป็นต้น แต่อนุภาคที่ถูกนำมาใช้งานด้านนี้กันอย่างแพร่หลายที่สุดคืออนุภาคโลหะเงิน เนื่องจากไม่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภค<sup>(14)</sup> มีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียสูง<sup>(15, 16)</sup> และราคาไม่สูงมากนักเพราะสามารถเตรียมได้จากสารประกอบเกลือของซิลเวอร์ เช่น ซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ), ซิลเวอร์ซัลเฟต ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ), ซิลเวอร์อะซิเตต ( $\text{AgC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ) เป็นต้น

งานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเคลือบฟิล์มเงินลงบนผิวแก้ว เช่น การปรับผิวแก้วก่อนการจุ่มเคลือบ วิธีการและเวลาที่ใช้ในการจุ่ม และผลของอุณหภูมิเพื่อที่จะทำให้อนุภาคเงินสามารถยึดติดกับแก้วที่ใช้เป็นซับสเตรตได้อย่างดีโดยไม่ใช้ไฟฟ้าเพื่อนำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาการต้านแบคทีเรียต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อทำให้เกิดการยึดติดของอนุภาคเงินที่ตีบนแก้วโดยวิธีการเคลือบที่ไม่ใช้ไฟฟ้า
- 1.2.2 เพื่อเตรียมแก้วที่มีสมบัติในการต้านแบคทีเรีย

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาวิธีปรับผิวแก้วให้มีการยึดติดของอนุภาคเงินที่ตีบนผิวแก้วโดยวิธีการเคลือบที่ไม่ใช้ไฟฟ้า
- 1.3.2 ศึกษาสมบัติในการต้านแบคทีเรียจากแก้วที่ผ่านการเคลือบอนุภาคเงิน

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้วิธีการเคลือบอนุภาคเงินที่สามารถยึดติดดีกับแก้วและสามารถนำไปใช้ในการต้านแบคทีเรียได้

## บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันเป็นที่รู้กันโดยทั่วไปว่าอนุภาคเงินนั้นมีประสิทธิภาพสูงในการต้านแบคทีเรียทำให้มีการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคเงินหรือฟิล์มเงินกันอย่างแพร่หลาย<sup>(15-17)</sup> ซึ่งงานวิจัยในครั้งนี้ต้องการขึ้นรูปฟิล์มเงินบนแก้วด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าเพื่อต้องการให้แก้วมีสมบัติในการต้านแบคทีเรีย และสามารถนำไปพัฒนาเพื่อใช้ประโยชน์ในงานด้านอุตสาหกรรมแก้ว เช่น แก้วบรรจุภัณฑ์ กระจก หรือ การนำไปประยุกต์ใช้เป็นลูกแก้วดักจับแบคทีเรีย เป็นต้นเพื่อเพิ่มมูลค่าให้กับสินค้า และเป็นประโยชน์แก่ผู้บริโภคอีกด้วย ซึ่งในบทนี้จะขอกล่าวถึงข้อมูลต่างๆ เกี่ยวกับวิธีการขึ้นรูปฟิล์มเงินรวมถึงข้อดีของการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า ปฏิบัติการที่ใช้ในการเกิดฟิล์มเงิน การยึดติดระหว่างฟิล์มกับซับสเตรต ปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติด และการต้านแบคทีเรียด้วยเงินดังต่อไปนี้

### 2.1 วิธีการเคลือบฟิล์ม

การเคลือบคือการคลุมพื้นผิวของวัสดุหรือที่เรียกกันว่าซับสเตรตโดยมีวัตถุประสงค์เพื่อป้องกันพื้นผิวซับสเตรต ใช้ในการตกแต่งให้สวยงาม และเพิ่มสมบัติบางประการให้แก่ซับสเตรต<sup>(18)</sup> อาทิเช่น การนำไฟฟ้า เป็นต้น วิธีการเคลือบในปัจจุบันมีหลายวิธีโดยแบ่งตามลักษณะการเคลือบได้เป็น 4 ประเภทคือ การเคลือบในระดับอะตอม การเคลือบระดับอนุภาค การเคลือบที่มีความหนา และการเคลือบเพื่อการปรับปรุงผิว<sup>(19)</sup> ดังแสดงในตารางที่ 2.1 โดยวิธีในการเคลือบฟิล์มเงินที่นิยมใช้ได้แก่

- วิธีสปัตเตอริง (Sputtering)<sup>(20)</sup>
- วิธีการสปิน (Spin coating)<sup>(21)</sup>
- วิธีการตกเคลือบด้วยไอเคมี (Chemical vapor deposition)<sup>(22)</sup>
- วิธีเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า (Electroplating)<sup>(23)</sup>
- วิธีเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

แต่ละวิธีจะทำให้เกิดฟิล์มในลักษณะต่างกันและมีข้อดีข้อเสียแตกต่างกันออกไปดังแสดงในตารางที่ 2.2 โดยการเลือกวิธีการเคลือบที่จะนำมาใช้จะต้องคำนึงถึงสิ่งสำคัญดังต่อไปนี้<sup>(7)</sup>

- |                                    |                                   |
|------------------------------------|-----------------------------------|
| - สารที่ใช้ทำให้เกิดฟิล์ม          | - อุปกรณ์ที่ใช้ในการเคลือบ        |
| - อัตราการเคลือบ (Deposition rate) | - อุณหภูมิที่ต้องการของซับสเตรต   |
| - สามารถทำได้ซ้ำ                   | - สมบัติของเคลือบต้องมีความเสถียร |

ตารางที่ 2.1 การแบ่งวิธีการเคลือบต่างๆ ตามลักษณะการเคลือบ<sup>(19)</sup>

Atomistic deposition	Particulate deposition	Bulk coatings	Surface modification
Electrolytic environment	Thermal spraying	Wet processes	Chemical conversion
Electroplating	Plasma spraying	Painting	Electrolytic
Electroless plating	D-gun	Dip coating	Anodization (oxide)
Fused salt electrolysis	Flame spraying	Electrostatic spraying	Fused salts
Chemical displacement	Fusion coatings	Printing	Chemical-liquid
Vacuum environment	Thick film ink	Spin coating	Chemical vapor
Vacuum evaporation	Screen printing	Cladding	Thermal
Ion beam deposition	Jet printing	Explosive	Plasma
Laser ablation	Enameling	Roll bonding	Leaching
Molecular beam epitaxy	Electrophoretic	Overlaying	Mechanical
Cathodic arc	Impact plating	Weld coating	Shot peening
Vacuum polymer deposition			Thermal
Plasma environment			Surface enrichment
Sputter deposition			Diffusion from bulk
Activated reactive evaporation			Sputtering
Cathodic arc			Ion implantation
Plasma polymerization			Self-assembly
Ion plating			
Chemical vapor environment			
Plasma enhanced			
Atomic layer deposition			
Reduction			
Decomposition			
Spray pyrolysis			
Liquid phase epitaxy			

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของวิธีการต่างๆ ในการเคลือบฟิล์มเงิน<sup>(24, 25)</sup>

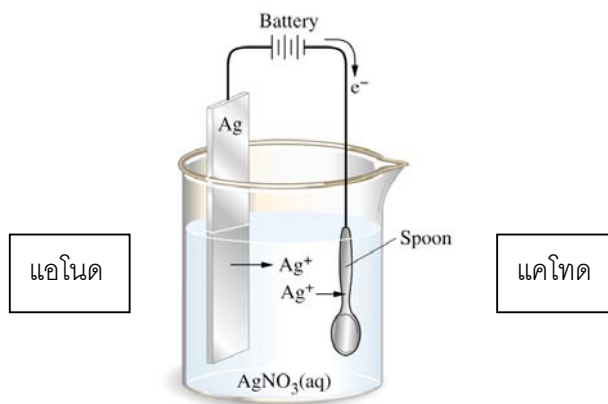
วิธีการ	ข้อดี	ข้อเสีย
สปัตเตอร์ริง (Sputtering)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- สามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำโดยไม่ต้องการให้ความร้อนที่ผิวชั้นสเตรต</li> <li>- ความหนาของฟิล์มสม่ำเสมอ</li> <li>- การยึดติดของฟิล์มดี</li> <li>- เป็นที่ยอมรับในกระบวนการอุตสาหกรรม</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- อัตราการเคลือบช้า</li> <li>- ไม่เหมาะสำหรับชิ้นงานลักษณะเป็นท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กหรือชิ้นงานที่ใหญ่เกินไป</li> <li>- ต้องมีการเตรียมผิวของชั้นสเตรตให้เหมาะสมเพื่อกำหนดการยึดติดของฟิล์มและสมบัติต่างๆ</li> <li>- ค่าใช้จ่ายในการติดตั้งสูงเพราะว่าต้องใช้งานในสภาพสุญญากาศและประสิทธิภาพต่ำ (70% หรือมากกว่าของพลังงานที่ให้จะใช้เพิ่มความร้อนให้แก่เป้า)</li> </ul>
การสปิน (Spin coating)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เคลือบได้อย่างรวดเร็ว</li> <li>- ฟิล์มมีความสม่ำเสมอ</li> <li>- สามารถทำซ้ำได้</li> <li>- อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน</li> <li>- ค่าใช้จ่ายไม่แพง</li> <li>- สามารถเคลือบชั้นสเตรตได้ทั้งนำและไม่นำไฟฟ้า</li> <li>- สามารถควบคุมความหนาได้ง่าย</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เคลือบได้เพียงด้านเดียวหรือที่ละส่วนเท่านั้น</li> <li>- ไม่สามารถเคลือบชิ้นงานที่มีความซับซ้อนได้</li> <li>- ขอบของฟิล์มไม่สม่ำเสมอ</li> <li>- ชั้นสเตรตจะต้องแบนและเรียบ</li> <li>- สูญเสียสารละลายที่ไม่ได้เกิดฟิล์มไปกว่า 70%</li> </ul>
การตกเคลือบด้วยไอเคมี (Chemical vapor deposition)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- สามารถทำที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของวัสดุที่ถูกเคลือบได้มาก</li> <li>- ลักษณะทางจุลภาค เช่น การจัดเรียงตัวของเกรนและขนาดเกรน สามารถควบคุมผ่านตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการเคลือบ</li> <li>- อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน</li> <li>- สามารถปรับเปลี่ยนให้เหมาะสมกับการใช้งาน</li> <li>- ประหยัด</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- สารเคมีเป็นพิษจึงต้องทำในระบบปิด</li> <li>- ผลพลอยได้อาจจะเป็นพิษและสามารถกักความร้อนได้ จึงต้องกำจัดออกไปด้วยวิธีที่เหมาะสม</li> <li>- อาจต้องการพลังงานสูงโดยเฉพาะเมื่อต้องการทำการเคลือบที่อุณหภูมิสูง</li> <li>- ประสิทธิภาพของกระบวนการต่ำทำให้ค่าใช้จ่ายสูง</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>- สามารถใช้ในบรรยากาศปกติ</li> <li>- อัตราเร็วในการเคลือบสูงและได้เคลือบหนา</li> <li>- ได้พันธะที่ยึดกันดีถ้ามีการเตรียมพื้นผิวของขั้วสเตรตอย่างเหมาะสม</li> </ul>	
การเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า (Electroplating)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เป็นกระบวนการที่ยอมรั้งกันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม</li> <li>- ค่าใช้จ่ายไม่แพง</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ชิ้นงานขนาดใหญ่อาจทำให้ยากในการเคลือบเนื่องจากข้อจำกัดในเรื่องขนาดของถังที่บรรจุอิเล็กโทรไลต์</li> <li>- การเคลือบชิ้นงานที่มีความซับซ้อนทำได้ยาก</li> <li>- ความสม่ำเสมอของเคลือบขึ้นอยู่กับ การกระจายกระแสไฟฟ้าในชิ้นงาน</li> <li>- สารละลายที่ใช้ในการเคลือบอาจไม่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม</li> </ul>
การจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- फिल्मมีความสม่ำเสมอ</li> <li>- เป็นกระบวนการที่ยอมรั้งกันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม</li> <li>- กระบวนการไม่ซับซ้อนและค่าใช้จ่ายด้านแรงงานต่ำ</li> <li>- ขั้วสเตรตสามารถเป็นวัสดุที่ไม่ต้องนำไฟฟ้า</li> <li>- เปลี่ยนสมบัติของขั้วสเตรตจากที่ไม่นำไฟฟ้าให้เป็นนำไฟฟ้าได้</li> <li>- ใช้ได้กับทุกวัสดุ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- อัตราการเคลือบช้า</li> <li>- ค่าใช้จ่ายของสารเคมีสูงกว่าวิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า</li> </ul>

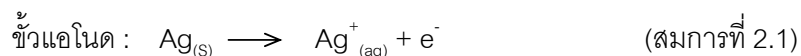
กระบวนการจุ่มเคลือบ (Plating) เป็นหนึ่งในวิธีที่ใช้กระบวนการทางเคมีในการเคลือบซึ่งอาศัยหลักการเกิดปฏิกิริยาเคมีในระหว่างการจุ่มเคลือบ และเป็นวิธีที่ใช้กันมานานตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันซึ่งวิธีนี้สามารถจัดหาอุปกรณ์ได้ง่ายและราคาไม่แพงเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ทำให้เป็นที่น่าสนใจในการทำทดลอง วิธีการจุ่มเคลือบเป็นการจุ่มขั้วสเตรตลงในสารละลายที่เกิดปฏิกิริยาเคมีถูกแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้ากับการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า โดยในหัวข้อต่อไปนี้จะขอกว่าถึงหลักการของทั้ง 2 กระบวนการเพื่อเปรียบเทียบวิธีการ และข้อดีข้อเสียของทั้งสองวิธีนี้

### 2.1.1 วิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า (Electroplating)<sup>(18, 26)</sup>

วิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้าคือกระบวนการที่อาศัยการเคลื่อนที่ของอนุภาคโลหะที่มีประจุ (Metal ions) ผ่านสารละลายอิเล็กโทรไลต์ซึ่งจะต้องเป็นไอออนของโลหะชนิดเดียวกับโลหะที่ใช้ชุบภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าภายนอกเพื่อเคลือบผิวอีกด้านหนึ่ง วิธีการนี้ แอโนดและแคโทดที่อยู่ในเซลล์จะถูกเชื่อมต่อกับไฟฟ้ากระแสตรง (Direct current) จากภายนอก เช่น แบตเตอรี่ หรือ เครื่องปรับกระแสสลับให้เป็นกระแสตรง (Rectifier) โดยแอโนด (วัสดุที่ใช้เคลือบ) จะต่อกับขั้วบวกของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าและแคโทด (วัสดุที่ถูกเคลือบ) จะต่อกับขั้วลบ เมื่อให้กระแสไฟฟ้าจากภายนอกเข้าไปในระบบ จากโลหะที่ขั้วแอโนดที่ไม่มีประจุจะถูกออกซิไดซ์ให้กลายเป็นแคตไอออนที่เป็นประจุบวกซึ่งโลหะที่อยู่ขั้วนี้จะถูกกัดกร่อนไปเรื่อยๆ แคตไอออนจะเข้าไปรวมกับแอนไอออนที่อยู่ในสารละลายและที่ขั้วแคโทดโดยแคตไอออนจะถูกรีดิวซ์ที่ขั้วแคโทด จากนั้นจะไปเคลือบโลหะที่ต้องการเคลือบที่อยู่ในขั้วแอโนด ยกตัวอย่างเช่นการเคลือบโลหะเงินบนชิ้นเหล็กดังแสดงในภาพที่ 2.1 ขั้วแอโนดคือโลหะเงินบริสุทธิ์ (วัสดุที่ใช้เคลือบ) ส่วนขั้วแคโทดคือชิ้นเหล็ก (วัสดุที่ถูกเคลือบ) เมื่อให้กระแสไฟฟ้าเข้าไป โลหะเงินบริสุทธิ์ (Ag) เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วซึ่งจะจ่ายอิเล็กตรอนออกไปกลายเป็นไอออนของเงิน ( $Ag^+$ ) ละลายอยู่ในสารละลายดังสมการที่ 2.1 จากนั้นที่ขั้วแคโทดจะเกิดปฏิกิริยารีดักชันขึ้น นั่นคือซิลเวอร์ไอออนจะไปรับอิเล็กตรอนที่ผ่านมาจากขั้วแคโทดทำให้กลายเป็นโลหะเงินบริสุทธิ์เคลือบอยู่บนชิ้นเหล็กได้ดังสมการที่ 2.2



ภาพที่ 2.1 วิธีการเคลือบโลหะเงินด้วยกระแสไฟฟ้า<sup>(26)</sup>



โดยมากแล้วโลหะที่เคลือบจะอยู่ในรูปของโลหะบริสุทธิ์ไม่ใช่โลหะผสม ถ้ากระแสไฟฟ้าที่  
 ให้อิทธิพลใช้เพียงแค่ละลายและเคลือบโลหะ กระบวนการนี้จะมีประสิทธิภาพ 100% แต่ใน  
 ความเป็นจริงแล้วกระแสไฟฟ้าบางส่วนจะถูกเปลี่ยนไปเป็นการเกิดปฏิกิริยาอื่นๆ เช่นการเกิด  
 ไฮโดรเจนที่ขั้วแคโทดซึ่งจะทำให้ประสิทธิภาพในการเคลือบลดลงเช่นเดียวกับการเปลี่ยนแปลงค่า  
 ความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการนี้มีอิทธิพลอย่างมากต่อ  
 อัตราเร็วในการเคลือบ (Deposition rate) การยึดเกาะ และคุณภาพของการเคลือบ ยิ่งให้  
 กระแสไฟฟ้าเข้าไปในระบบมากเท่าไรจะยิ่งทำให้อัตราเร็วในการเคลือบมีมากขึ้นเท่านั้น แต่ถ้า  
 ให้กระแสไฟฟ้ามากเกินไปจะทำให้การยึดติดและคุณภาพของการเคลือบต่ำ นอกจากนี้ขั้วสเตรต  
 ยังต้องเป็นวัสดุที่นำไฟฟ้าหรือต้องเคลือบผิวให้นำไฟฟ้าได้ก่อนด้วย

### 2.1.2 วิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)<sup>(4)</sup>

ในวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้านั้นเป็นหนึ่งในวิธีการเคลือบที่ใช้ปฏิกิริยาเคมีโดยไม่ต้องอาศัยกระแสไฟฟ้าในการทำให้เกิดฟิล์มซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาขึ้นได้เอง (Autocatalytic deposition) โลหะที่เคลือบเกิดมาจากผลของปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวรีดิวซ์และไอออนของโลหะ ทำให้เกิดเฟสโลหะซึ่งอาจจะเกิดในรูปของสารละลายหรือการตกตะกอนในรูปของฟิล์มบนผิวของของแข็ง วิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้านิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในวัสดุต่างๆ<sup>(27, 28)</sup> เช่น วัสดุที่ไม่นำไฟฟ้า วัสดุกึ่งตัวนำ และ โลหะ เป็นต้น ดังนั้นจุดเด่นของวิธีนี้ที่แตกต่างจากวิธีอื่นคือวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าสามารถเคลือบวัสดุที่นำและไม่นำไฟฟ้าได้ทั้งสองประเภท

#### 2.1.2.1 สารละลายที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ (Plating solution)

สารละลายที่ใช้ในการจุ่มเคลือบนั้นประกอบด้วยสารละลายหลักอยู่ 2 ประเภทคือ

1. สารละลายที่ใช้เป็นตัวเกิดไอออนของโลหะ (Silver source): โดยมากแล้วสารละลายประเภทนี้จะเป็นเกลือของโลหะเนื่องจากสามารถแตกตัวในตัวทำละลายแล้วทำให้เกิดไอออนของโลหะได้

2. สารละลายของตัวรีดิวซ์ (Reducing agent): จะทำหน้าที่รีดิวซ์หรือจ่ายอิเล็กตรอนให้แก่ไอออนของโลหะทำให้กลายเป็นอนุภาคโลหะที่ไม่มีประจุ

นอกเหนือจากสารละลายหลักทั้งสองประเภทแล้วยังมีสารตัวเติมอื่นๆ อีกด้วยซึ่งจะแบ่งออกเป็น 3 ประเภทคือ

1. ลิแกนด์ (Ligands): จะละลายกลายเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนของโลหะและการใช้งานของสารเชิงซ้อนที่เสถียรนี้จะช่วยเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาขึ้นเองได้

2. สารที่ใช้ควบคุมและทำให้ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายคงที่



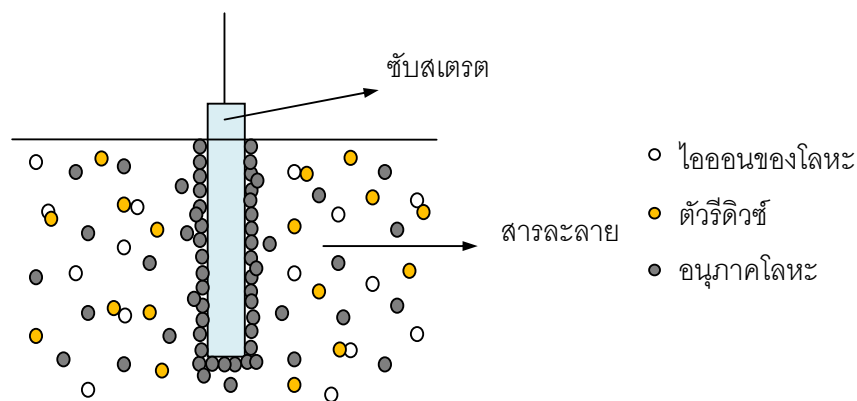
3. Stabilizer: ทำหน้าที่ช่วยทำให้ปฏิกิริยารีดักชันในสารละลายเกิดช้าลงเพื่อที่จะเพิ่มการเกิดการเร่งปฏิกิริยาเองซึ่งสารประเภทนี้อาจมีหรือไม่มีในปฏิกิริยาก็ได้

### 2.1.2.2 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า

ในความเป็นจริงแล้วกลไกการเกิดปฏิกิริยาของวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ายังไม่เป็นที่แน่ชัดเนื่องจากสารละลายที่ใช้ในการเคลือบมีความหลากหลายและซับซ้อน ซึ่งในปัจจุบันสามารถอธิบายได้เพียงปฏิกิริยาเบื้องต้นเท่านั้น ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าคือปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction)<sup>(29)</sup> ซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่มีการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันของสารโดยจะเกิดการถ่ายโอนอิเล็กตรอนในสารละลายที่ได้มาจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวรีดิวซ์ เมื่อจุ่มชิ้นสเตรตลงไปในสารละลายที่ใช้เคลือบ สารประกอบเชิงซ้อนของโลหะหรือไอออนของโลหะจะถูกรีดิวซ์โดยตัวรีดิวซ์ทำให้เกิดเป็นโลหะเคลือบอยู่บนชิ้นสเตรตดังแสดงในภาพที่ 2.2 ได้ปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันดังสมการที่ 2.3 และ 2.4 ตามลำดับ<sup>(30)</sup>



ดังนั้นปฏิกิริยารวมจะเป็นดังสมการที่ 2.5



ภาพที่ 2.2 ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า

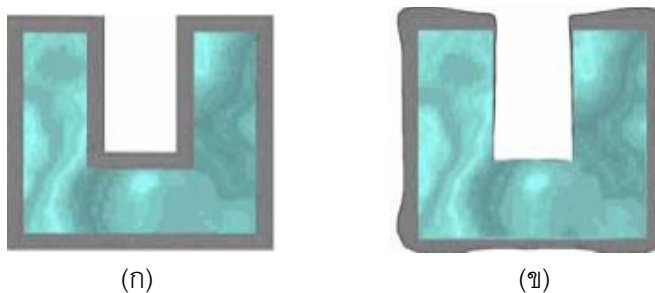
เมื่อเริ่มปฏิกิริยาสารละลายที่ใช้ในการเคลือบจะไม่เสถียรในทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamics) เพราะตัวรีดิวซ์และเกลือของโลหะพร้อมที่จะทำปฏิกิริยาตลอด<sup>(3)</sup> ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะดำเนินไปเรื่อยๆ โดยที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาในระยะเริ่มต้นจะเร็วและค่อยๆ ลดลงเมื่อเวลาผ่านไป การเคลือบโลหะที่นิยมใช้วิธีการนี้ได้แก่ การเคลือบผิวด้วยนิกเกิล ทองแดง เงิน และทอง<sup>(31-34)</sup> เป็นต้น

### 2.1.2.3 ข้อเปรียบเทียบระหว่างวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ากับวิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า

เมื่อเปรียบเทียบวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ากับวิธีการเคลือบผิวด้วยไฟฟ้าพบว่าวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ามีข้อได้เปรียบกว่าบางประการดังนี้

1. สามารถเคลือบวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้าได้ (บนพื้นผิวใดก็ได้ที่เสถียรเมื่ออยู่ในสารละลายที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ)
2. สามารถเคลือบให้มีความหนาสม่ำเสมอโดยไม่คำนึงถึงรูปร่างของวัสดุที่นำมาเคลือบ
3. วิธีการเคลือบทำได้ง่าย เพียงจุ่มวัสดุในสารละลายที่นำมาใช้ในการจุ่มเคลือบเท่านั้น
4. ได้ผิวเคลือบวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะทางกายภาพ ทางแม่เหล็ก และทางเคมี

ในทางกลับกันข้อจำกัดของวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้านั้นมีอยู่ 2 ปัจจัยคือต้นทุนทางด้านสารเคมีแพงกว่า เนื่องจากจะต้องอาศัยตัวรีดิวซ์ในการทำให้เกิดโลหะซึ่งตัวรีดิวซ์มีค่าใช้จ่ายสูงกว่าค่าไฟที่ใช้ในการเคลือบด้วยไฟฟ้า อีกปัจจัยหนึ่งคือความรุนแรงในการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าทำให้ส่งผลกระทบต่อระยะเวลาที่ใช้ในการจุ่มเคลือบดังนั้นตัวรีดิวซ์จึงเป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาเช่นกัน

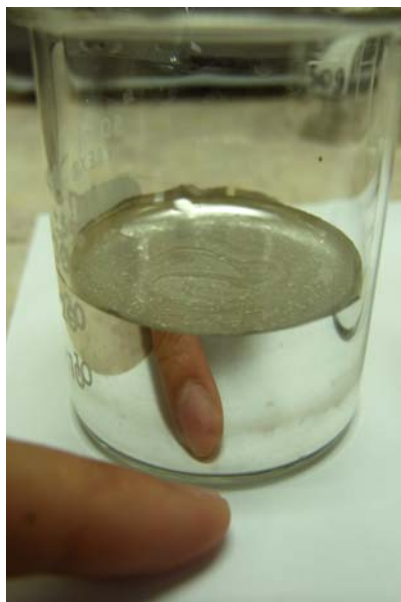


ภาพที่ 2.3 เปรียบเทียบลักษณะเคลือบที่ได้ระหว่าง (ก) การใช้วิธีจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ากับ (ข) วิธีเคลือบผิวด้วยกระแสไฟฟ้า<sup>(35)</sup>

งานวิจัยนี้เลือกวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าเนื่องจากวิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายต่อการขึ้นรูปฟิล์ม ไม่ต้องอาศัยอุปกรณ์ที่มีความซับซ้อนและราคาแพง และสามารถเคลือบบนวัสดุที่ไม่สามารถนำไฟฟ้าได้เช่น แก้ว และพลาสติก เป็นต้น โดยเลือกใช้แก้วเป็นขั้วสเตรตในการทดลองนี้ ข้อเด่นของวิธีนี้คือสามารถเลือกโลหะที่นำมาเคลือบให้มีสมบัติตามที่ต้องการได้ รวมถึงสามารถเปลี่ยนตัวขั้วสเตรตที่ไม่นำไฟฟ้าให้มีสมบัตินำไฟฟ้าได้หลังจากผ่านการเคลือบในครั้งแรก จากนั้นสามารถเคลือบขั้วสเตรตนี้ซ้ำได้ด้วยวิธีที่ต้องใช้ไฟฟ้า

## 2.2 ปฏิกริยาการเกิดกระจกเงิน (Silver mirror reaction)<sup>(36)</sup>

การเกิดปฏิกริยา Silver mirror นั้นเกิดขึ้นตั้งแต่ปีคริสต์ศักราช 1830 ค้นพบโดย Drayton และพัฒนาโดย Liebig ซึ่งปฏิกริยานี้เป็นปฏิกริยาที่ใช้ทำกระจกเงาในสมัยโบราณ โดยจะรีดิวซ์เกลือของซิลเวอร์ที่อยู่ในรูปไอออนของเงิน ( $Ag^+$ ) ด้วยแอลดีไฮด์ ( $R-CHO$ ) และใช้ขั้วสเตรตที่เป็นแก้ว การเคลือบเงิน (Silvering) เกิดขึ้นผ่านการยี้ดเกาะของอนุภาคเงินที่อยู่บนขั้วสเตรตกับประจุบวกที่เกิดในสารละลายสะสมตัวกันเรื่อยๆ การทำให้อนุภาคเงินมีความเสถียรในสารละลายได้นานนั้นทำได้โดยใส่สารป้องกันการเกิดคอลลอยด์ลงไปในภาชนะที่บรรจุสารเคลือบเงิน เช่น เจลาติน คอปเปอร์ซัลเฟต และเกลือของสังกะสีหรือตะกั่ว เป็นต้น



ภาพที่ 2.4 Silver mirror

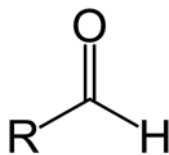
### 2.2.1 หลักการการเคลือบเงิน (Silvering)<sup>(36)</sup>

หลักการการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์สามารถปรับใช้ได้กับการเคลือบเงินเพราะเงินเป็นโลหะที่สามารถเกิดปฏิกิริยาขึ้นเองได้ (Autocatalytic reaction) ซึ่งโลหะที่สามารถเกิด Autocatalytic reaction ได้คือโลหะที่อยู่ในกลุ่มของธาตุทรานซิชันได้แก่ วาเนเดียม โครเมียม เหล็ก โคบอลต์ นิกเกิล คอปเปอร์ รูทีเนียม โรเดียม แพลเลเดียม แพลตินัม เงิน และทอง ดังนั้นตัวมันเองจะต้องเป็นตัวเร่ง (Catalytic) เพื่อให้ฟิล์มเกิดการแผ่ขยายตัว (Film growth) ต่อไปหลังจากเริ่มกระบวนการ เมื่อปฏิกิริยาเริ่มขึ้นแล้วความหนาจะเพิ่มขึ้นตามเวลาที่เปลี่ยนไป นอกจากนี้เงินเป็นโลหะที่ทนต่อการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันในอากาศ (Noble metal) ทำให้สามารถใช้ตัวรีดิวซ์ได้หลากหลาย ในการจุ่มเคลือบฟิล์มเงินแบบไม่ใช้ไฟฟ้า ตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้ ได้แก่ Sodium potassium tartrate (Rochelle salt,  $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ), Hydrazine( $\text{N}_2\text{H}_2$ ) และน้ำตาล เป็นต้น แต่การใช้ตัวรีดิวซ์ที่ต่างกันจะส่งผลต่อลักษณะฟิล์มที่ต่างกันออกไปเช่นกัน ซึ่งการที่จะทำให้ฟิล์มเกิดเป็น Silver mirror นั้นจะต้องอาศัยสารเคมีที่เรียกว่าสารทอลเลนส์ (Tollen's reagent) และตัวรีดิวซ์ในการทำปฏิกิริยา

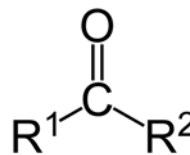
### 2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการเกิด Silver mirror

#### 2.2.2.1 Tollen's reagent

Tollen's reagent เป็นสาร Diamminesilver (I) ion  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของเงิน โดยส่วนมากจะอยู่ในรูปของ Ammonical silver nitrate  $[(\text{Ag}(\text{NH}_3)_2)\text{NO}_3]$  นิยมใช้เป็นตัวทดสอบสารประกอบที่มีหมู่คาร์บอนิล (C=O) ว่าเป็นหมู่แอลดีไฮด์ (R-CHO) หรือคีโตน (R-CO-R) ถ้าสารใดมีหมู่แอลดีไฮด์เมื่อทำการทดสอบโดยหยดสารที่เราต้องการทดสอบลงไป ใน Tollen's reagent แล้ว จะปรากฏเป็นสีเงินที่มีความเงาขาวหลอดทดลองเพียงแค่นี้ในระยะเวลาสั้นๆ (ระดับนาที่) แต่ถ้าเป็นสารที่มีหมู่คีโตนเป็นองค์ประกอบอยู่ก็จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง<sup>(37)</sup>



(a)

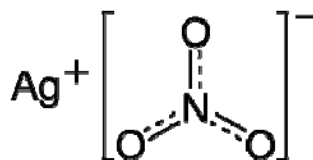


(b)

ภาพที่ 2.5 โครงสร้างของหมู่ฟังก์ชัน (a) แอลดีไฮด์ และ (b) คีโตน<sup>(38)</sup>

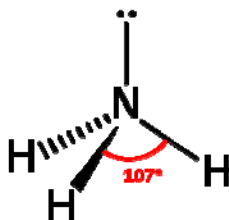
ปฏิกิริยาที่ทำให้เกิด Tollen's reagent เป็นดังสมการที่ 2.6 และมีส่วนประกอบดังนี้

1. *เกลือของเงิน* (Silver salt): สมบัติของ Silver salt คือสามารถละลายน้ำได้เช่น ซิลเวอร์ซัลเฟต ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) ซิลเวอร์คลอไรด์ ( $\text{AgCl}$ ) และ ซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) โดยมากแล้วซิลเวอร์ไนเตรตจะนิยมใช้ในการทำปฏิกิริยาให้เกิดเป็น Silver mirror



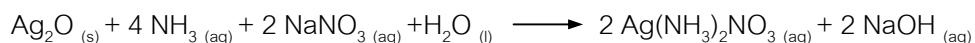
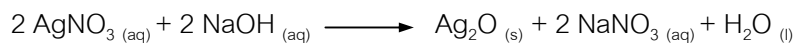
ภาพที่ 2.6 โครงสร้างของซิลเวอร์ไนเตรต<sup>(39)</sup>

2. *แอมโมเนีย* ( $\text{NH}_3$ ): การที่แอมโมเนียมีฤทธิ์เป็นเบสเนื่องจากแอมโมเนียมีอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวอยู่หนึ่งคู่ซึ่งทำให้มีสภาพเป็น Proton acceptor (รับ  $\text{H}^+$ ) และยังเป็นตัวที่ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของเงินในสารละลายที่ใช้เคลือบของปฏิกิริยา Silver mirror อีกด้วย



ภาพที่ 2.7 โครงสร้างของแอมโมเนีย<sup>(40)</sup>

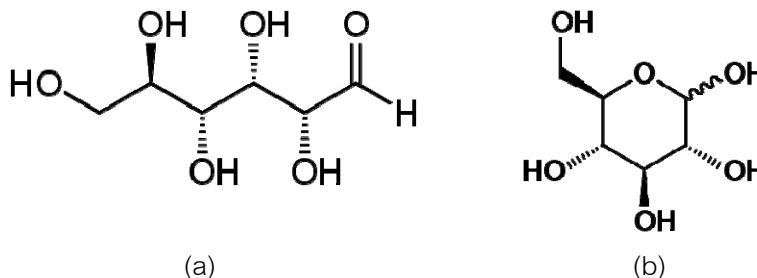
*ปฏิกิริยาในการเกิด Tollen's reagent*



(สมการที่ 2.6)

### 2.2.2.2 ตัวรีดิวซ์ (Reducing agent)

ในการเกิดปฏิกิริยา Silver mirror ตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้คือ กลูโคส หรือ ดี-กลูโคส (*D-glucose*) ซึ่งเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวหรือมอนอแซ็กคาไรด์ เนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันแอลดีไฮด์อยู่ในโครงสร้างดังภาพที่ 2.8 ซึ่งสามารถรีดิวซ์สารประกอบเชิงซ้อนของเงินให้กลายเป็น Silver mirror ได้

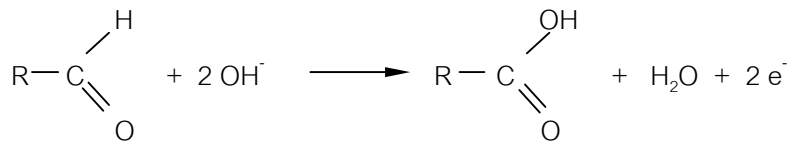


ภาพที่ 2.8 โครงสร้างของดี-กลูโคส (a) การจัดเรียงแบบสายโซ่ (b) การจัดเรียงแบบวงแหวน<sup>(41)</sup>

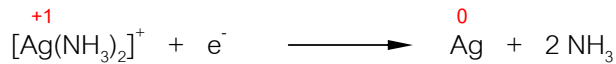
### 2.2.3 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา Silver mirror

เมื่อผสมซิลเวอร์ไนเตรตกับแอมโมเนียเข้าด้วยกันแล้ว  $\text{Ag}^+$  จะทำปฏิกิริยากับ  $\text{OH}^-$  ของสารละลายแอมโมเนียเกิดตะกอนสีน้ำตาลของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  จากนั้นตะกอนดังกล่าวจะละลายในแอมโมเนียจนหายกลายเป็นสารละลายใสเพื่อให้เกิดการสร้างสารประกอบเชิงซ้อน Diamminesilver (I) ion  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  ขึ้นในสารละลายซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่ป้องกันการรีดิวซ์ไอออนของเงินด้วยตัวรีดิวซ์อื่นๆ ภายในภาชนะแต่จะยอมให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันกับสารเคมีเฉพาะ (Selective chemical reagent) บนผิวของขั้วสเตรตเท่านั้น หลังจากนั้นเติม  $\text{NaOH}$  เข้าไปเพื่อทำให้สารละลายมีความเป็นเบส ต่อมา  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$  จะถูกรีดิวซ์ด้วยกลูโคสให้กลายเป็นโลหะเงินและกลูโคสจะถูกออกซิไดซ์ให้กลายเป็น Gluconic acid ( $\text{R}-\text{COOH}$ ) ดังสมการที่ 2.7<sup>(42)</sup> หลังจากที่ขั้วสเตรตถูกจุ่มลงไปในสารละลายแล้ว ผิวของขั้วสเตรตจะช่วยเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวรีดิวซ์ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนซึ่งในทางกลับกันก็คือเกิดการรีดิวซ์ไอออนของเงินที่ผิวของขั้วสเตรต เมื่อเวลาผ่านไปจะเกิดเป็นอนุภาคเงินเกาะรอบๆ ขั้วสเตรตมากขึ้นเรื่อยๆ และต่อเนื่องกันจนกลายเป็นฟิล์ม<sup>(43)</sup>

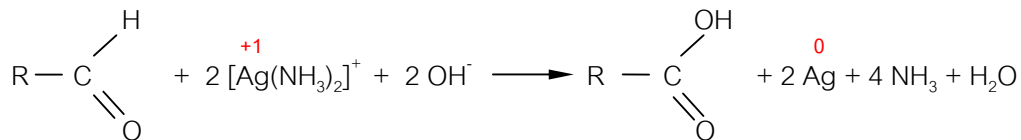
ปฏิกิริยาออกซิเดชัน



ปฏิกิริยารีดักชัน



ปฏิกิริยารวม



(สมการที่ 2.7)

### 2.3 การยึดติดระหว่างฟิล์มกับซับสเตรต<sup>(7, 19)</sup>

ความต้องการขั้นพื้นฐานของการเคลือบในระบบใดๆ คือการทำให้ฟิล์มและซับสเตรตมีการยึดติด (Adhesion) ที่ดี การยึดติดที่ดีถูกกำหนดโดยหลายปัจจัยซึ่งจะเกิดได้เมื่อบริเวณรอยต่อ (หรือบริเวณใกล้เคียง) ไม่เกิดการแยกออกจากกันภายใต้สภาวะที่กำหนดหรือภายใต้การขึ้นรูปและการทดสอบ

ความหมายโดยทั่วไป ของการยึดติดคือพันธะหรือความแข็งแรงของพันธะที่เกิดขึ้นระหว่างสองพื้นผิวของวัสดุในระดับโมเลกุล เกิดเป็นรอยต่อระหว่างพื้นผิว (Interface) ส่วนใน American Society for Testing and Materials (ASTM) ได้ให้นิยามไว้ว่า "การยึดติดคือการที่สองพื้นผิวถูกยึดติดกันด้วยแรงระหว่างอิเล็กตรอนชั้นนอกสุดหรือการยึดติดเชิงกล (Mechanical anchoring) หรือทั้งสองแบบ" ในทางกลับกันการยึดติดที่ไม่ดีคือการที่วัสดุแยกออกจากกันตรงรอยต่อหรือใกล้เคียงกับรอยต่อเป็นบริเวณกว้างซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ความเค้น (Stress) การยึดติดที่ไม่ดีถือว่าเป็นข้อสรุปสุดท้ายของการแตกหักหรือการเปลี่ยนรูปของวัสดุ ซึ่งอาจขึ้นกับสมบัติของซับสเตรตใกล้เคียง รอยต่อ วัสดุตรงรอยต่อ หรือฟิล์ม

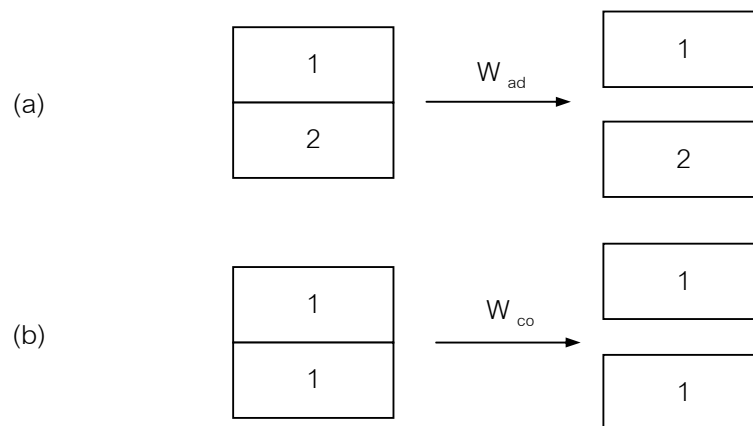
หลักการเบื้องต้นที่ทำให้เกิดการยึดติดที่ดีคือ การลดพลังงานผิว การที่วัสดุมีพลังงานที่ต้องใช้ในการทำให้เกิดการแตกหัก (Fracture energy) ตรงบริเวณรอยต่อสูง หรือการใช้สารที่ทำ

ให้เกิดพันธะระหว่างสองพื้นผิว โดยแรงยึดติดอาจเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์หรือแรงไฟฟ้าสถิตย์ และ/หรือ แรงพันธะเคมี (Chemical bond) ที่มีผลตลอดทั่วทั้งรอยต่อและระดับการยึดติดจะมากหรือน้อยขึ้นกับปริมาณของงาน (Work) ที่สามารถแยกอะตอมหรือโมเลกุลออกจากกันที่รอยต่อดังนั้นคำว่าพลังงานผิว (Surface energy) จะหมายถึงงานในการยึดติด (Adhesive,  $W_{ad}$ ) หรืองานในการยึดเหนี่ยว (Cohesive,  $W_{co}$ ) แต่จะเป็นงานประเภทใดนั้นขึ้นอยู่กับว่าการเสียหายเป็นแบบ Adhesive หรือ Cohesive failure (ภาพที่ 2.9)<sup>(44)</sup> งานในการยึดติดและงานในการยึดเหนี่ยวสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.8 และ 2.9 ตามลำดับซึ่งจะใช้หน่วยแรงหรือพลังงานต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่

$$W_{ad} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (\text{สมการที่ 2.8})$$

$$W_{co} = 2\gamma_1 \quad (\text{สมการที่ 2.9})$$

- เมื่อ  $W_{ad}$  คือ พลังงานในการยึดติดสุทธิ (Net adhesive energy)  
 $W_{co}$  คือ พลังงานในการยึดเหนี่ยวสุทธิ (Net cohesion energy)  
 $\gamma_1$  คือ Specific surface energy ของวัสดุ 1  
 $\gamma_2$  คือ Specific surface energy ของวัสดุ 2  
 $\gamma_{12}$  คือ Interfacial energy ของวัสดุ 1 และ 2



ภาพที่ 2.9 การเสียหายในรูปแบบของ (a) Adhesive และ (b) Cohesive

พลังงานในการยึดติดขึ้นกับพลังงานผิวของแต่ละวัสดุ ( $\gamma_1$ ,  $\gamma_2$ ) และพลังงานรอยต่อขึ้นใหม่ ( $\gamma_{12}$ ) ผลรวมของพลังงานรอยต่อของแต่ละวัสดุสามารถเป็นได้ทั้งบวกและลบ ซึ่งจะบ่งบอกถึงแรงที่ใช้ในการยึดติดตรงรอยต่อ (Specific interfacial force,  $f_{ad}$ ) ได้ว่าเป็นแรงดูดหรือแรงผลัก



ในขณะที่จุดสัมผัสระหว่างวัสดุจะนำไปสู่การเกิดรอยต่อเช่น Grain boundary ( $\gamma_{11}$  หรือ  $\gamma_{22}$ ) ที่เกิดขึ้นในวัสดุเดียวกันหรือกับ Phase boundary ( $\gamma_{12}$ ) ที่เกิดขึ้นในวัสดุต่างชนิดกัน เมื่อพลังงานผิวของแต่ละวัสดุมีค่าต่ำจะทำให้แรงในการยึดระหว่างรอยต่อน้อยตาม ด้วยเหตุนี้ทำให้สามารถคาดการณ์เกี่ยวกับแรงที่ใช้ในการยึดติดของวัสดุต่างๆ ได้จากสมการดังกล่าว

พลังงานรอยต่อ ( $\gamma_{12}$ ) จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความแตกต่างของวัสดุทั้งสองชนิดเช่น ชนิดของอะตอม ระยะห่างระหว่างอะตอม และลักษณะพันธะ ในขณะที่พลังงานรอยต่อและแรงในการยึดติดระหว่างรอยต่อจะลดลงเมื่อเป็นวัสดุชนิดเดียวกัน และถ้าพลังงานรอยต่อในระบบการยึดติดเป็นศูนย์ นั้นแสดงถึงว่าวัสดุชนิดที่ 1 นั้นมีลักษณะใกล้เคียงหรือเหมือนกันกับวัสดุชนิดที่ 2 ซึ่งอาจเกิดขึ้นในกรณีที่พื้นผิวของทั้งสองวัสดุหายไปและกลายเป็นหนึ่งเดียว ดังนั้นพลังงานในการยึดติดจะมีค่าสูงสุดเป็น  $W_{ad} = 2 \gamma_1$  นั่นคือพลังงานในการยึดติดจะถูกเปลี่ยนไปเป็นพลังงานการยึดเหนี่ยว ( $W_{co}$ ) แทน

ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานในการยึดติด ( $W_{ad}$ ) กับแรงที่ใช้ในการยึดติดทั้งหมด ( $F_{ad}(x)$ ) ตลอดระยะทางที่ถูกแบ่งแยก ( $x$ ) ระหว่างฟิล์มกับผิวของซับสเตรตสามารถแสดงได้ดังสมการที่ 2.10

$$W_{ad} = \int F_{ad}(x) dx \quad (\text{สมการที่ 2.10})$$

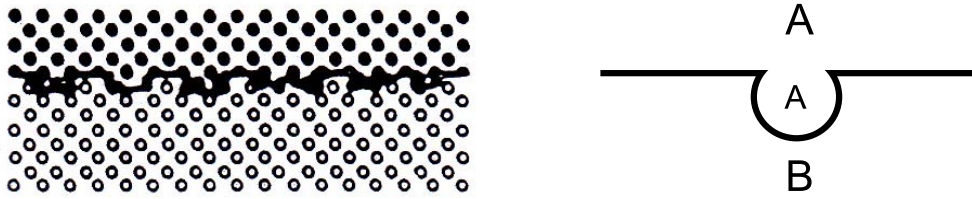
โดยมากระยะทาง  $x$  จะเป็นขนาดของโมเลกุลซึ่งเป็นพื้นที่เล็ก สิ่งที่ต้องคำนึงถึงในเรื่องการยึดติดคือความแข็งแรงของการยึดติดที่รอยต่อจะกระจายได้ไม่ทั่วบริเวณรอยต่อเพราะโครงสร้างพื้นผิวของซับสเตรตและฟิล์มส่วนมากมักต่างชนิดกัน (Heterogeneous) นอกจากนี้สิ่งปนเปื้อนที่ปกคลุมพื้นที่เล็กๆ และสิ่งปนเปื้อนที่เป็นโมเลกุลเดี่ยวบนพื้นผิวของซับสเตรตก็เป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ความแข็งแรงของการยึดติดเปลี่ยนไป ดังนั้นการกำหนดค่าการยึดติดควรจะมาจากค่าเฉลี่ยตลอดทั้งพื้นผิวของบริเวณรอยต่อ

### 2.3.1 สาเหตุของการยึดติด

สมบัติเชิงกลของวัสดุตรงบริเวณรอยต่อเป็นสิ่งสำคัญมากต่อการยึดติดที่ดี วัสดุตรงรอยต่ออาจมีส่วนประกอบ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติที่ต่างกันจากเนื้อวัสดุซึ่งบริเวณรอยต่อพื้นผิวอาจขรุขระหรือเรียบก็ได้ คุณภาพของการยึดติดระหว่างของแข็งเช่นการยึดติดระหว่างฟิล์มกับซับสเตรตขึ้นกับสภาวะของชั้นรอยต่อ (Interfacial layer) ที่เกิดขึ้นซึ่งสามารถแยกเป็นประเภทต่างๆ ได้ดังนี้

### 1. Mechanical interfacial layer

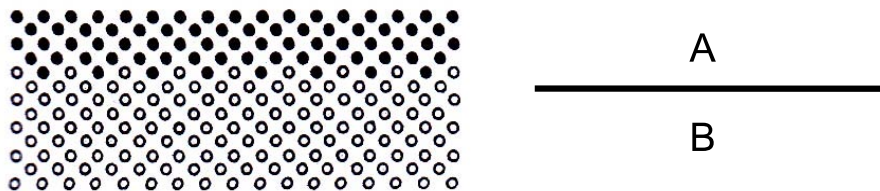
ชั้นรอยต่อประเภทนี้จะเกิดขึ้นกับชั้นสเตรตที่มีความขรุขระหรือเป็นรูพรุน फिल्मจะเข้าไปในรูพรุนรวมถึงในบริเวณอื่นๆ เมื่อมี Surface mobility และ Wetting ที่เพียงพอทำให้การยึดติดเชิงกลเกิดขึ้น (Interlocking) การยึดติดขึ้นกับลักษณะทางกายภาพของวัสดุที่นำมารวมกัน ในกรณีนี้จะให้การยึดติดที่ดีถ้าพื้นผิวที่ขรุขระถูกเติมเต็มอย่างทั่วถึงและไม่มีการเกิดช่องว่างของรอยต่อ



ภาพที่ 2.10 ลักษณะรอยต่อแบบ Mechanical anchoring

### 2. Monolayer on monolayer

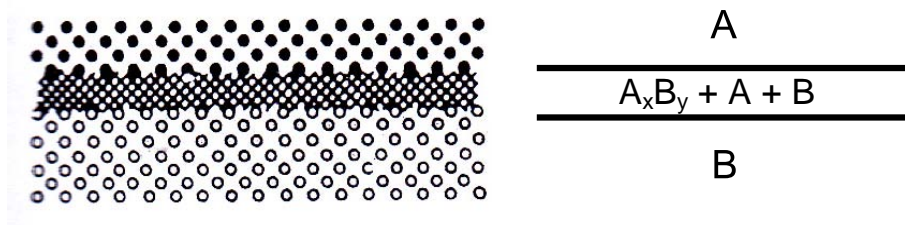
รอยต่อประเภทนี้จะเกิดจากการส่งผ่าน (Transition) จากวัสดุที่เป็นฟิล์มไปยังวัสดุที่เป็นชั้นสเตรตอย่างรวดเร็ว บริเวณที่เกิดการส่งผ่านจะบางประมาณ 0.2 – 0.5 nm รอยต่อประเภทนี้จะเกิดโดยที่ไม่มีการแพร่ (Diffusion) เกิดขึ้น ซึ่งหมายถึงจะไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเคมี และผิวของชั้นสเตรตจะต้องแน่นและเรียบ และเนื่องจากไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเคมีทำให้อาจเกิดช่องว่างตรงรอยต่อทำให้การยึดติดไม่ดี



ภาพที่ 2.11 ลักษณะรอยต่อแบบ Monolayer on monolayer

### 3. Chemical-bonding interfacial layer

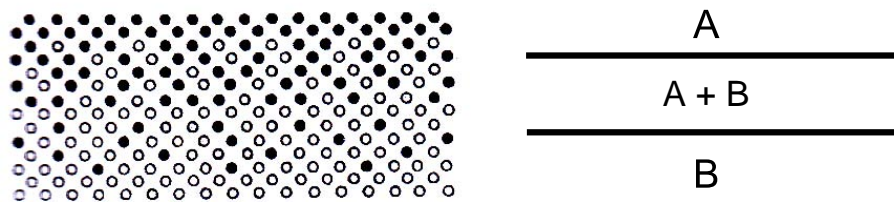
ชั้นรอยต่อประเภทนี้เกิดจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างอะตอมของฟิล์มกับอะตอมของซับสเตรตและเป็นลักษณะที่มีส่วนประกอบทางเคมีที่คงที่ตลอดระยะทางที่เป็นรอยต่อ วัสดุตรงรอยต่อที่เกิดขึ้นอาจเปราะ มีช่องว่างและพัฒนาการเป็นรอยแตกขนาดเล็ก (Microcrack) เนื่องจากความเครียดเพิ่มขึ้นจากการเกิดวัสดุประกอบ (Compound material) ขึ้นใหม่ การเกิดสิ่งเหล่านี้จะทำให้ Fracture strength ของบริเวณรอยต่อลดลงและอาจทำให้การยึดติดของฟิล์มต่ำลงได้



ภาพที่ 2.12 ลักษณะรอยต่อแบบ Chemical-bonding interfacial layer

### 4. Diffusion interfacial layer

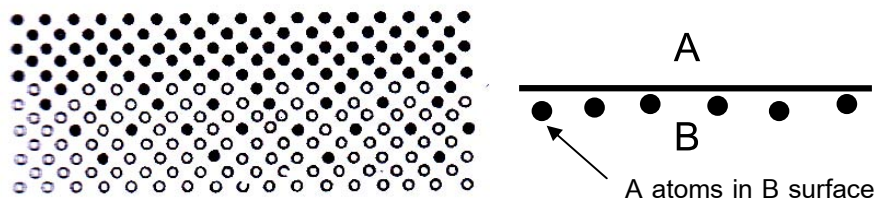
ลักษณะของชั้นรอยต่อประเภทนี้จะค่อยๆ มีการเปลี่ยนแปลงของแลตทิซและส่วนประกอบภายในพื้นที่การส่งผ่านของฟิล์มกับซับสเตรตซึ่งอย่างน้อยจะต้องเกิดการละลายได้บางส่วนเพื่อให้เกิดการแพร่ระหว่างฟิล์มกับซับสเตรต (Interdiffusion) ปัญหาที่เกิดกับรอยต่อประเภทนี้อาจจะเกิดช่องว่างตรงบริเวณรอยต่อของวัสดุถ้าอัตราการแพร่ของวัสดุต่างกัน แต่ในขณะเดียวกันชั้นของการแพร่อาจมีประโยชน์ในด้านที่เป็นชั้นที่เกิดการส่งผ่านระหว่างวัสดุที่แตกต่างกัน อาทิเช่น สามารถลด Mechanical stress ที่เกิดมาจากความแตกต่างของ Thermal expansion ได้



ภาพที่ 2.13 ลักษณะรอยต่อแบบ Diffusion interfacial layer

### 5. Pseudodiffusion interfacial layer

ชั้นรอยต่อประเภทนี้สามารถเกิดได้จากกระบวนการฝังอนุภาคโดยใช้พลังงานสูงหรือกระบวนการของ Sputtering และ Ion plating โดยทำให้เกิดการกระจายอะตอมของชั้นสเตรตในสถานะแก๊สซึ่งจะผสมกับอะตอมที่เป็นไอของวัสดุเคลือบ ในที่สุดนำมาสู่การควบแน่นบนชั้นสเตรต Pseudodiffusion interfacial layer อาจมีประโยชน์เช่นเดียวกับ Diffusion interfacial layer แต่ไม่เหมือนกันตรงที่ชั้นรอยต่อประเภทนี้สามารถเกิดได้ในวัสดุที่ไม่เกิดการแพร่ร่วมกัน การทำ Ion bombard ก่อนการเคลือบสามารถเพิ่มการละลายในชั้นรอยต่อได้ทำให้สามารถเพิ่มการแพร่



ภาพที่ 2.14 ลักษณะรอยต่อแบบ Pseudodiffusion interfacial layer

ในการเกิดฟิล์มจะไม่ค่อยพบการเกิดชั้นรอยต่อเพียงประเภทใดประเภทหนึ่ง โดยมากแล้วมักจะเกิดจากชั้นรอยต่อหลายประเภทร่วมกัน นอกจากนี้การวิเคราะห์ชั้นรอยต่อทำได้ยากเพราะชั้นรอยต่อมีความบางและยังขึ้นกับสมบัติของวัสดุตรงบริเวณตำแหน่งของรอยต่อรวมถึงสมบัติของวัสดุโดยรอบ

## 2.3.2 ประเภทของพันธะ<sup>(7)</sup>

### 2.3.2.1 Physisorption

คือ แรงดึงดูดอ่อนๆ ระหว่างโมเลกุลของฟิล์มกับชั้นสเตรตซึ่งเกิดจากแรงแวนเดอร์วาลส์ และไม่มีการเกิดปฏิกิริยาขึ้น<sup>(45)</sup> อะตอมของฟิล์มที่เข้ามาใกล้กับอะตอมของชั้นสเตรตจะเกิดการดูดกันก่อนในขั้นแรกจากนั้นจะเกิดการผลัดกันในที่สุดจะอยู่ในสถานะสมดุล ในกรณีของ Charging effect ก็สามารถจัดให้อยู่ในกลุ่มของ Physisorption ได้เช่นกัน เนื่องจากเมื่อสองวัสดุที่มีสัมพรรคภาพอิเล็กตรอน (Electron affinity) แตกต่างกันมารวมกัน ทำให้เกิด Electrical double layer ซึ่งจะส่งเสริมการยึดติดให้มากขึ้น

### 2.3.2.2 Chemisorption

คือ แรงดึงดูดระหว่างฟิล์มกับซับสเตรตที่มีความแข็งแรงและมีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้น โดยเกิดการเคลื่อนย้ายหรือการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน และโมเลกุลของฟิล์มเกิดพันธะเคมีกับโมเลกุลที่ผิวของซับสเตรตเกิดเป็นสารประกอบใหม่เช่น ออกไซด์ และ ซัลไฟด์ เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบความแตกต่างระหว่าง Physisorption กับ Chemisorption<sup>(46)</sup>

Physisorption	Chemisorption
แรงในการดึงดูดคือแรงแวนเดอร์วาลส์	แรงในการดึงดูดคือแรงพันธะเคมี
เอนทาลปีของการดูดซับต่ำ (20 - 40kJ/mol)	เอนทาลปีของการดูดซับสูง (200 – 400 kJ/mol)
เกิดในสภาวะอุณหภูมิต่ำ	เกิดในสภาวะอุณหภูมิสูง
อาจเกิด Multi-molecular layer	เกิด Monomolecular layer
เป็นกระบวนการผันกลับได้	เป็นกระบวนการผันกลับไม่ได้

### 2.3.2.3 Mechanical bonding

คือรูปแบบของการยึดติดในเชิงกายภาพที่เป็น Interlocking ของสารประกอบต่างชนิดกัน โดยไม่มีการเชื่อมกันของพันธะหรือการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนระหว่างวัสดุสองชนิด<sup>(47)</sup> การยึดติดประเภทนี้จะเกิดการเชื่อมประสานระหว่างโมเลกุลหรืออะตอมของสารสองชนิดตามรูพรุนหรือช่องว่าง แต่ไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น ทำให้ Mechanical bonding จัดอยู่ในกลุ่มพันธะที่ไม่แข็งแรง (Weak bond)

### 2.3.2.4 Chemical bonding

คือแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมภายในโมเลกุลหรือระหว่างโมเลกุลซึ่งเกิดมาจากการดึงดูดของแรงแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic force) ระหว่างประจุตรงข้าม หรือระหว่างอิเล็กตรอนกับนิวเคลียส หรือการดึงดูดแบบไดโพล (Dipole attraction) ความแข็งแรงของพันธะเคมีมีทั้งพันธะที่แข็งแรง เช่น พันธะโควาเลนต์ พันธะไอออนิก และพันธะที่ไม่แข็งแรง เช่น

แรงระหว่างขั้ว แรงลอนดอน และพันธะไฮโดรเจน เป็นต้น ซึ่งความแข็งแรงของพันธะขึ้นกับระดับของการถ่ายโอนอิเล็กตรอน (Electron transfer)

ในกรณีของการเกิดฟิล์มบนแก้วอาจเกิดการดูดซับแบบ Physisorption ซึ่งยึดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ก่อนและนำไปสู่การเกิด Mechanical bond ซึ่งเกิดการยึดกันจากการทับถมของฟิล์มเป็นแบบ Interlocked molecule จนสุดท้ายอาจนำไปสู่การเกิด Chemical bonding ซึ่งฟิล์มจะสามารถเกาะกับซับสเตรตได้อย่างแน่นหนามากขึ้น

## 2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อการยึดติด

การยึดติดของฟิล์มได้รับอิทธิพลจากปัจจัยต่างๆ มากมายตั้งแต่ก่อนการเคลือบจนกระทั่งหลังจากเคลือบเสร็จรวมถึงรายละเอียดเล็กๆ น้อยๆ ในแต่ละขั้นตอนของการเคลือบ เช่น อุณหภูมิที่ใช้เคลือบ อุณหภูมิของซับสเตรต องศาในการจุ่ม วิธีการจุ่ม ลักษณะพื้นผิวของซับสเตรต เป็นต้น ปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อการยึดติดสามารถแบ่งได้ดังนี้

### 2.4.1 วัสดุที่ใช้เคลือบและวัสดุที่ใช้เป็นซับสเตรต

ส่วนใหญ่ซับสเตรตจะถูกเลือกเป็นอันดับแรกก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบและวัสดุที่ใช้เคลือบจะถูกใช้เพื่อเปลี่ยนลักษณะเฉพาะของซับสเตรต เช่น การเคลือบเพื่อลดการสะท้อนของเลนส์ ป้องกันการสึกกร่อนของโลหะ หรือการปรับปรุงความแข็งแรงของพื้นผิว ดังนั้นการเลือกวัสดุที่นำมาเป็นซับสเตรตและวัสดุที่ใช้เคลือบต้องคำนึงถึงประเภทพันธะ ประเภทการแพร่ หรือแม้กระทั่งแรงอ่อนๆ ที่ยึดกันระหว่างรอยต่อ ถ้าวัสดุที่เลือกมาใช้นั้นมีการยึดติดที่ไม่แข็งแรงจะต้องทำการปรับปรุงการยึดติดโดยอาจเติมสารที่เหมาะสมในชั้นรอยต่อหรือการปรับผิวของซับสเตรต นอกจากนี้สมบัติของฟิล์มที่เกิดขึ้นจะส่งผลต่อการยึดติดของฟิล์มกับซับสเตรตอย่างชัดเจน เช่น สมบัติการเปลี่ยนรูป ยิ่งไปกว่านั้นโครงสร้างจุลภาค และรูปร่างของฟิล์มจะเป็นตัวกำหนดความสามารถของวัสดุในด้านต่างๆ อีกด้วย

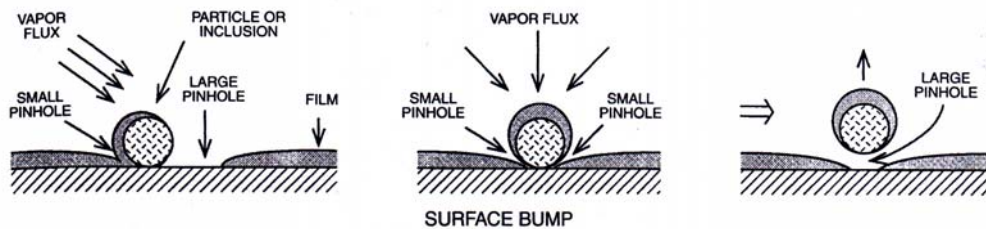
### 2.4.2 การเตรียมผิวซับสเตรต

การเตรียมผิวหน้าของซับสเตรตอาจอยู่ในรูปแบบของการทำความสะอาด การปรับรูปร่างผิวเชิงเคมี การปรับรูปร่างผิวเชิงกายภาพหรือสมบัติของลักษณะรูปร่างที่ผิว การเกิด Nucleation site หรือการเติมของ Nucleation agent (Sensitizing) และการกระตุ้นผิวเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมี โดยมีวัตถุประสงค์หลักคือเพื่อที่จะทำให้ผิวมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) ให้ได้มากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้

การทำความสะอาดผิวหน้าและวิธีการปรับผิวหน้าอาจมีได้หลายขั้นตอนและหลากหลายวิธีทั้งในเชิงกายภาพและเชิงเคมี การทำความสะอาดจะต้องกำจัดสิ่งปนเปื้อนหรือสิ่งที่ไม่ต้องการออกไปจากผิวของวัสดุชั้นสเตรตให้มากที่สุดเพื่อทำให้เกิดการยึดติดที่ดี ส่วนการปรับผิวหน้าไม่เพียงแต่จะเปลี่ยนโครงสร้างเชิงกลแต่ยังเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของผิวหน้าอีกด้วยซึ่งอาจเป็นประโยชน์หรือก่อความเสียหายให้กับการยึดติด ดังนั้นการเตรียมชั้นสเตรตควรจะใช้วิธีที่เหมาะสมเพื่อทำให้เกิดการเพิ่มสมบัติการยึดติดให้มีมากขึ้น

#### 2.4.2.1 การทำความสะอาด

ปกติแล้วสิ่งปนเปื้อนเช่น ชั้นของไฮโดรคาร์บอน จะทำให้เกิดการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างฟิล์มกับผิวชั้นสเตรตและอนุภาคขนาดเล็กจะทำให้เกิดรูเข็มขนาดเล็ก (Pinholes) ภายในฟิล์มดังแสดงในภาพที่ 2.15 ดังนั้นการทำความสะอาดผิวชั้นสเตรตก่อนการเคลือบนั้นเป็นสิ่งที่สำคัญมากในกระบวนการเคลือบผิว



ภาพที่ 2.15 การเกิด pinholes ที่เกิดจากอนุภาคของสิ่งปนเปื้อนตกค้างอยู่บนพื้นผิว<sup>(19)</sup>

การทำความสะอาดพื้นผิวแบ่งได้เป็น 2 ประเภท: Atomically clean surface และ Technologically clean surface โดยประเภทแรกใช้เมื่อมีวัตถุประสงค์ทางด้านวิทยาศาสตร์ที่เฉพาะเจาะจงและจะทำใน Ultra high vacuum เท่านั้น ทำให้โดยมากแล้วจะใช้วิธีการแบบ Technologically clean surface มาทำความสะอาดชั้นสเตรตก่อนการเคลือบทั่วไป ซึ่งจะแบ่งกลุ่มใหญ่ๆ ออกเป็นการทำความสะอาดในบรรยากาศปกติกับการทำความสะอาดในสุญญากาศ ถ้ามีตัวทำละลายเข้ามาเกี่ยวข้องในกระบวนการทำความสะอาดจะทำให้ไม่สามารถทำในสุญญากาศได้

## 1. การทำความสะอาดด้วยตัวทำละลาย

### 1.1 การเช็ดและการจุ่มในตัวทำละลาย (Rubbing and immersion)

วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดในการกำจัดสิ่งสกปรกออกจากผิวแก้วและส่วนมากจะใช้เป็นวิธีทำความสะอาดในขั้นตอนแรกโดยการเช็ดหรือจุ่มซับสเตรตลงไปในตัวทำละลาย

### 1.2 การกำจัดไขมันด้วยไอ (Vapour degreasing)

วิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้กำจัดฟิล์มไขมันที่ติดอยู่บนผิวของซับสเตรต ตัวทำละลายจะได้รับความร้อนจนระเหยกลายเป็นไออยู่ในภาชนะที่มี Condenser coil อยู่ด้านบน ตัวทำละลายที่ใช้ต้องมีความสามารถในการละลายไขมัน จากนั้นซับสเตรตจะถูกนำไปแช่ภายในภาชนะที่เต็มไปด้วยไอ เมื่อไอควบแน่นบนแก้วจะกลายเป็นสารละลายรวมกับสิ่งปนเปื้อนและหยดออกไปในที่สุด

### 1.3 การใช้อัลตราโซนิก (Ultrasonic cleaning)

การทำความสะอาดด้วยอัลตราโซนิกสามารถกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่ติดแน่นกับผิวให้หลุดออกได้และสามารถทำได้อย่างรวดเร็วและหลายครั้ง วิธีการนี้อาศัยการเคลื่อนไหวของฟองอากาศปะทะกับพื้นผิวแก้วทำให้อนุภาคที่เกาะอยู่บนผิวซับสเตรตจับกันอย่างหลวมๆ มากขึ้น ฟองอากาศเกิดมาจากส่วนของ Tension wave ของคลื่นอัลตราโซนิกในตัวกลางที่เป็นของเหลว ส่วนการเกิดคลื่นอัลตราโซนิกจะมาจากตัวแปลงสัญญาณไฟฟ้าให้กลายเป็นแรงกล โดยทั่วไปแล้วการทำความสะอาดแก้วจะใช้ความถี่อยู่ระหว่าง 20 – 40 กิโลเฮิร์ตซ์

### 1.4 การใช้การพ่นฝอย (Spray cleaning)

วิธีนี้อาศัยหลักการแรงเฉือนผ่านของเหลวที่เคลื่อนที่บนอนุภาคเล็กๆ เพื่อทำลายแรงในการยึดติดระหว่างอนุภาคกับพื้นผิว ยิ่งของเหลวที่นำมาทำความสะอาดมีความหนืดและความหนาแน่นมากก็จะทำให้มีโมเมนตัมในการทำให้อนุภาคเข้ามาติดได้มากขึ้น

## 2. การทำความสะอาดด้วยความร้อนและรังสี (Heating and irradiation)

การทำความสะอาดด้วยความร้อนจะมีประโยชน์อย่างมากกับระบบที่ต้องการฟิล์มที่มีสมบัติพิเศษ การทำความสะอาดที่ผ่านเปลวไฟจะเหมือนเป็นการปลดปล่อยพลังงานสูงออกมาและทำให้เกิดการแตกตัวของไอออนที่ผิวโดยการกำจัดวัสดุออกจากผิวแก้วในเปลวไฟอาจเกิดขึ้นเนื่องจากอนุภาคที่มีพลังงานสูงถ่ายเทพลังงานไปยังสิ่งปนเปื้อนที่ติดอยู่ ส่วนการทำความสะอาดโดยใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตเพื่อสลายสารอินทรีย์นั้นเป็นเทคนิคใหม่ โดยโมเลกุลของสิ่งปนเปื้อนจะถูกกระตุ้นและทำให้แยกออกจากกันภายใต้อิทธิพลของแสงอัลตราไวโอเล็ต



### 3. การทำความสะอาดด้วยการดึงเคลือบเงา (Stripping lacquer coatings)

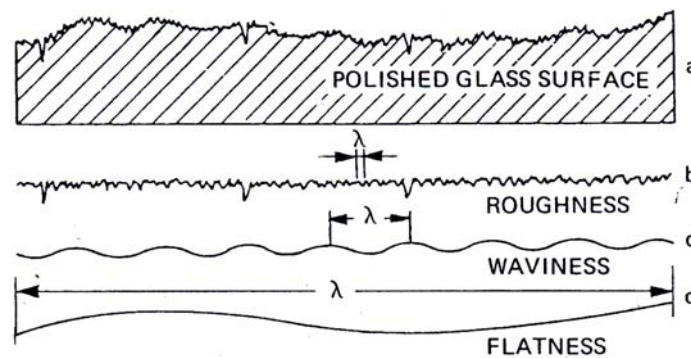
การใช้การดึงกระดาษขาวหรือเคลือบเงาเพื่อที่จะกำจัดฝุ่นผงออกจากผิวหน้าเป็นกระบวนการทำความสะอาดด้วยวิธีนี้ค่อนข้างง่ายโดยเคลือบแลกเกอร์บนพื้นผิวที่ผ่านการปิดหรือการจุ่ม และทิ้งไว้ให้แห้ง จากนั้นจึงดึงฟิล์มแลกเกอร์ออกซึ่งจะทำภายใน Laminar flow เพื่อป้องกันการปนเปื้อนอีกครั้ง

### 4. การทำความสะอาดด้วยการปล่อยประจุไฟฟ้า (Electrical discharge)

วิธีการนี้เป็นวิธีทำความสะอาดที่จะทำการลดความดันอย่างรวดเร็วก่อนที่จะเคลือบฟิล์มโดยปกติแล้วจะทำภายใต้บรรยากาศออกซิเจนและอาร์กอนและใช้ความต่างศักย์ในการปล่อยประจุไฟฟ้าอยู่ในช่วง 500 – 5,000 โวลต์ ชับสเตรตจะเข้าไปอยู่ใน Plasma โดยที่ไม่ต้องต่อเข้ากับวงจรและจะถูกระดมยิงด้วยอิเล็กตรอน (Electron bombardment) ซึ่งเป็นไอออนบวก ความร้อนและการระดมยิงด้วยอิเล็กตรอนหรือด้วยไอออนที่มีพลังงานต่ำจะทำให้การคายน้ำ (Desorption) ที่ถูกดูดซับและสิ่งปนเปื้อนที่เป็นสารอินทรีย์ ผลกระทบของออกซิเจนที่ถูกกระตุ้นจะนำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาเคมีกับสิ่งปนเปื้อนที่เป็นสารอินทรีย์ ทำให้เกิดโมเลกุลที่มีน้ำหนักเบาและสารประกอบที่ระเหยง่าย

#### 2.4.2.2 การปรับผิวซับสเตรต

การเกิดชั้นรอยต่อและการยึดติดได้รับอิทธิพลอย่างมากจากโครงสร้างทางกายภาพและโครงสร้างทางเคมีของผิวซับสเตรตรวมถึงพื้นที่ใกล้เคียง (ลักษณะเรียบ เป็นคลื่น และขรุขระ) ดังนั้นการปรับผิวหน้าของซับสเตรตทำให้โครงสร้างผิวเปลี่ยนไปและอาจส่งผลต่อการยึดติดได้

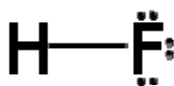


ภาพที่ 2.16 ประเภทโครงสร้างของผิวซับสเตรต<sup>(7)</sup>

การปรับผิวหน้าที่ใช้กับแก้วมีได้หลายวิธีแต่วิธีที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายคือการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก<sup>(48)</sup> การปรับผิวโดยการเติมชั้นรอยต่อระหว่างฟิล์มกับซับสเตรต<sup>(49, 50)</sup> และการทำให้ผิวหน้ามีลักษณะโครงสร้างที่เปลี่ยนไปโดยการขัดด้วยกระดาษทราย<sup>(48)</sup>

### 1. การกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF)

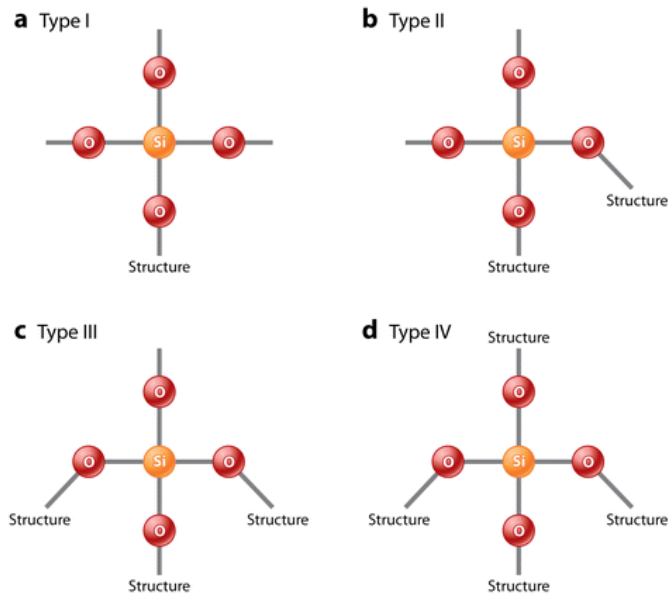
กรดไฮโดรฟลูออริกหรือที่เรียกกันว่ากรดกัดแก้วเป็นกรดอนินทรีย์ที่มีฤทธิ์การกัดกร่อนรุนแรงแต่จัดว่าเป็นกรดอ่อน มีความสามารถในการละลายวัสดุได้หลายชนิดโดยเฉพาะประเภทออกไซด์ ดังนั้น HF จึงเป็นที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในการกัดผิวแก้วเนื่องจากแก้วมีส่วนประกอบหลักเป็นซิลิคอนไดออกไซด์หรือซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) นอกจากนี้กรดชนิดนี้ยังสามารถกำจัดหรือทำให้รอยแตกเกิดการที่ลดลงได้ในวัสดุที่เปราะ<sup>(48)</sup> และสามารถกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่ยากแก่การกำจัดจึงทำให้เป็นที่นิยมในการนำมาใช้ทำความสะอาดผิวหน้าของซับสเตรตก่อนการเคลือบอีกด้วย<sup>(51)</sup>



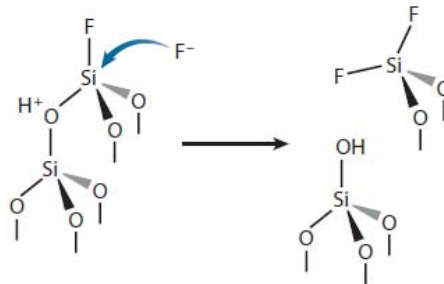
ภาพที่ 2.17 โครงสร้างของกรดไฮโดรฟลูออริก<sup>(52)</sup>

การกัดผิวด้วยกรดสามารถเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีที่ผิวได้ เมื่อซิลิคอนถูกกัดผิวด้วย HF จะทำให้ผิวหน้าของซิลิคอนเกิดปลายที่เป็นไฮโดรเจน (-H) หรือไฮดรอกซิล (-OH) ขึ้นซึ่งจะแสดงสมบัติต่างกันคือ ถ้าบริเวณผิวเกิดปลายไฮโดรเจนจะทำให้แสดงสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) แต่ถ้าปลายเป็นไฮดรอกซิลจะทำให้มีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilic)

ในช่วงต้นศตวรรษ 1960 นักวิจัยได้จำแนกโครงสร้างที่ผิวของ  $\text{SiO}_2$  ออกเป็น 4 แบบ<sup>(53)</sup> ดังแสดงในภาพที่ 2.18 โดยที่การกัดผิวที่เป็นการเปิดผิวหน้าทำให้โครงสร้างผิวมีความขรุขระจะมีลักษณะโครงสร้างในแบบ I, II และ III และมีการสันนิษฐานว่าแบบ II และ III จะสามารถเกิดการแทนที่  $\text{OH}^-$  ด้วย  $\text{F}^-$  และมีการเกิด Nucleophilic attack ซึ่งคือการที่  $\text{OH}^-$  เข้าไปสร้างกลุ่ม Silanol บนผิวของ  $\text{SiO}_2$  ได้ง่ายอีกด้วย นอกจากนี้ได้มีการตั้งสมมุติฐานว่า HF จะเข้าไปปะทะที่บริเวณโครงข่ายของซิลิคอนกับออกซิเจน (Silicon-oxygen network) โดยเมื่อ HF แตกตัวในสารละลาย  $\text{F}^-$  จะเข้าไปปะทะที่อะตอมของซิลิคอนและ  $\text{H}^+$  จะเข้าไปปะทะอะตอมของออกซิเจน ทำให้สามารถเปิดผิวหน้าของ  $\text{SiO}_2$  ได้ (แสดงในภาพที่ 2.19) ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการปะทะของโครงสร้าง  $\text{SiO}_2$  นั้นสำคัญต่อการเปิดผิวหน้า การที่มีน้ำเข้าร่วมในปฏิกิริยาจะช่วยเข้าไปทำลายโครงสร้างผิวของ  $\text{SiO}_2$  ให้เกิดเป็นแบบ II ซึ่งง่ายแก่การกัดด้วยกรด HF

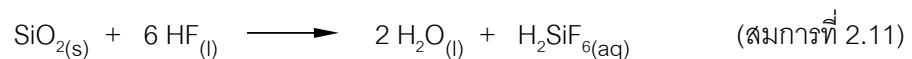


ภาพที่ 2.18 โครงสร้างผิวของ Silica tetrahedron ทั้ง 4 แบบ<sup>(54)</sup>



ภาพที่ 2.19 การเข้าทำปฏิกิริยาของ HF บนโครงข่ายซิลิคอน<sup>(54)</sup>

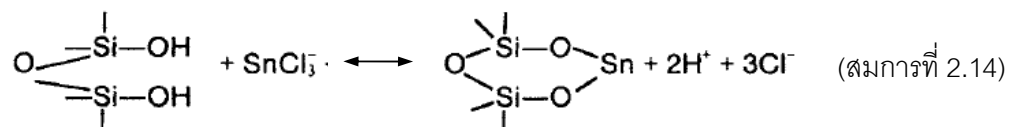
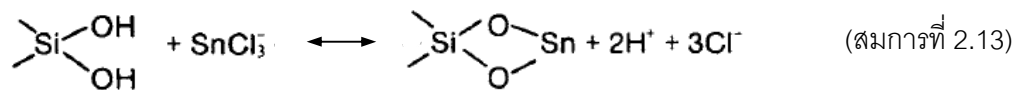
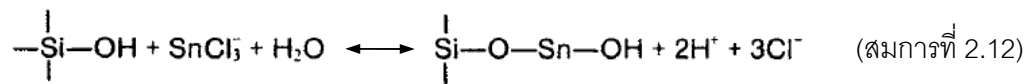
ปฏิกิริยาของการกัดผิว  $\text{SiO}_2$  ซึ่งเป็นโครงสร้างหลักของแก้วด้วย HF มีความซับซ้อนมากกว่าที่แสดงในสมการที่ 2.11 ซึ่งแสดงถึงปฏิกิริยาโดยรวม กลไกการเกิดปฏิกิริยาโดยสรุปจะเริ่มจาก HF จะเข้าไปดูดซับที่ Silicon lattice bond ซึ่งจะทำให้พันธะระหว่างซิลิคอนกับออกซิเจนอ่อนแอลงและเกิดการสลายพันธะขึ้น<sup>(53)</sup> ดังนั้นการปรับผิวหน้าด้วยวิธีนี้จะทำให้ผิวมีความขรุขระมากขึ้นซึ่งจะช่วยเพิ่ม Mechanical bonding และยังทำให้เกิดกลุ่ม Silanol บนผิวแก้วซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับไอออนของโลหะได้ทำให้ส่งเสริมการยึดติดให้มากยิ่งขึ้น<sup>(55)</sup>



## 2. การเติมชั้นรอยต่อระหว่างฟิล์มกับชั้นสเตรตด้วยสแตนนัสคลอไรด์ (SnCl<sub>2</sub>)<sup>(36)</sup>

ในกระบวนการเคลือบฟิล์มเงินด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าส่วนมากจะใช้แก้วเป็นชั้นสเตรตซึ่งเป็นวัสดุที่ไม่ใช่ Catalytic surface ดังนั้นการที่จะทำให้เกิด Autocatalytic deposition ได้ดียิ่งขึ้นจึงนิยมทำการปรับผิวหน้าก่อนการเคลือบด้วยการจุ่มแก้วในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ วิธีการนี้ถือว่าเป็นการเติมชั้นรอยต่อระหว่างฟิล์มกับชั้นสเตรตที่เรียกกันว่ากระบวนการ Sensitizing ซึ่งหมายถึงการเติมวัสดุปริมาณน้อยๆ ให้อยู่บนผิวเพื่อใช้เป็นตำแหน่งที่ทำให้เกิดนิวเคลียส (Nucleation site) สำหรับการเกิดนิวเคลียสของ Adatom<sup>(56)</sup>

อนุภาคเงินเล็กๆ ที่เป็นประจุบวกในสารละลายจะยึดติดกับแก้วได้อย่างง่ายดายเพราะเมื่อ SnCl<sub>2</sub> ในสารละลายแตกตัวออก ผิวแก้วจะดูดซับ Sn<sup>2+</sup> บนผิวเป็น Monolayer ได้โดยเกิดจากการแยกสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) ระหว่าง SiOH ที่อยู่บนผิวแก้วกับ Sn<sup>2+</sup> ที่อยู่ในสารละลายทำให้อะตอมของไฮโดรเจนหลุดออกจากผิวแก้วและ Sn<sup>2+</sup> จะเข้าไปจับกับอะตอมของออกซิเจนบนผิวแก้วแทนซึ่งจะทำให้อยู่ในรูปของ SnO<sub>2</sub> ผิวแก้วจึงมีความเป็นประจุลบมากขึ้นเนื่องจาก Sn มีประจุเป็น +2 ในขณะที่ออกซิเจน 2 อะตอม มีประจุลบรวมกันแล้วเป็น -4 ดังนั้นประจุรวมทั้งหมดบนผิวแก้วจึงเป็น -2 ทำให้ Ag<sup>+</sup> สามารถเข้ามาใกล้กับผิวแก้วได้ จากนั้น Ag<sup>+</sup> จะถูกรีดิวซ์ด้วย Sn<sup>2+</sup> และเกาะอยู่บนผิว กลไกการเกิดปฏิกิริยาของ Sn บนผิวแก้วซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS โดย Pederson สามารถเกิดขึ้นได้ดังสมการที่ 2.12, 2.13 และ 2.14



สมการข้างต้นแสดงปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนของ Sn<sup>2+</sup> ที่เกิดขึ้นบนผิวแก้ว หลังจากนั้น Ag<sup>+</sup> ค่อยเข้ามาเคลือบบนแก้วดังแสดงในสมการที่ 2.15 ทำให้ในระยะแรกของการเกิดปฏิกิริยา Ag<sup>+</sup> จะถูกเหนี่ยวนำและสามารถเคลือบบนผิวแก้วได้ เมื่อ Ag<sup>+</sup> มาเกาะอยู่บนผิวแก้วและถูกรีดิวซ์ด้วย Sn<sup>2+</sup> โดย Sn<sup>2+</sup> จะให้อิเล็กตรอนแก่ Ag<sup>+</sup> จนกลายเป็นอนุภาคเงิน Ag<sup>0</sup> และ Sn<sup>2+</sup> จะกลายเป็น Sn<sup>4+</sup> ซึ่งการรีดิวซ์ของ Sn<sup>2+</sup>



### 2.4.3 อิทธิพลของวิธีการเคลือบ

การเกิดชั้นรอยต่อได้รับอิทธิพลอย่างมากจากกระบวนการเคลือบ ในแต่ละขั้นตอนของกระบวนการเคลือบนั้นมีส่วนสำคัญที่จะทำให้เกิดการยึดติดที่ดีได้ สำหรับการยึดติดที่ดีระหว่างฟิล์มกับซับสเตรตโดยทั่วไปแล้วการให้พลังงานเข้าไปในกระบวนการเคลือบเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อทำให้เกิดพลังงานกระตุ้นทำให้สามารถเกิดกระบวนการทางกายภาพและกระบวนการทางเคมี พลังงานอาจทำให้เกิดโมเลกุล หรือ ไอออนพลังงานสูงขึ้น นอกจากนี้คุณสมบัติของซับสเตรตก็มีผลต่อการยึดติดอย่างมาก ดังนั้นอัตราการระเหย สภาพการเคลื่อนที่ของผิวหน้า การแพร่ และความไวต่อปฏิกิริยาเคมีนั้นจะได้รับผลกระทบอย่างมากจากคุณสมบัติของซับสเตรต ซึ่งให้เห็นว่าค่าการยึดติดที่หลากหลายเกิดมาจากพันธะทางกายภาพและพันธะเคมีซึ่งขึ้นกับพลังงานของ Incident atom และคุณสมบัติของซับสเตรตเป็นหลัก

### 2.4.4 การบ่ม (Aging)

ฟิล์มที่เคลือบบนซับสเตรตในหลายๆ กรณีนั้นระบบจะไม่เสถียรหลังจากเคลือบเสร็จใหม่ๆ ระบบจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและเคมีไปเรื่อยๆ จนกว่าจะเสถียรจึงจะต้องมีการบ่มเพื่อให้ระบบมีความเสถียรมากขึ้น ขั้นตอนการบ่มที่จะต้องดำเนินไปอย่างช้าๆ มีอยู่ 3 กระบวนการคือ การเกิดปฏิกิริยาเคมีในบริเวณชั้นรอยต่อ การแพร่ข้ามผ่านชั้นรอยต่อเข้าไปยังเนื้อวัสดุ และการเปลี่ยนโครงสร้างผลึก กระบวนการเหล่านี้จะขึ้นกับคุณสมบัติอย่างมาก

นอกจากปัจจัยที่กล่าวมาในข้างต้นแล้วยังมีปัจจัยอื่นๆ อีกมากมายที่ส่งผลต่อการยึดติดที่ดีระหว่างฟิล์มกับซับสเตรตตั้งแต่กระบวนการก่อนเคลือบ ระหว่างเคลือบ และหลังเคลือบซึ่งปัจจัยทางด้านคุณสมบัติในขั้นตอนต่างๆ เป็นสิ่งสำคัญมากที่ส่งผลต่อการยึดติดเช่นกันและการที่จะเพิ่มการยึดติดให้ดีขึ้น วัสดุจะต้องมี Fracture toughness สูง ตำหนิน้อย (Flaws และ Defects) รอยแตกที่ไม่เรียบคม (Blunt crack) ความขรุขระของรอยต่อซึ่งจำเป็นต่อการเปลี่ยนทิศทางการแพร่รอยแตก (Crack propagation) ความเค้นตึง และต้องไม่มีกลไกการเสื่อมสภาพ ดังนั้นการเคลือบฟิล์มจึงเป็นสิ่งที่ละเอียดอ่อนที่จะต้องใส่ใจในทุกรายละเอียดและทุกขั้นตอน

## 2.5 สมบัติการต้านแบคทีเรีย (Antibacterial activity)<sup>(60)</sup>

ในปัจจุบันมีแบคทีเรียมากมายปะปนอยู่ในชีวิตประจำวันของคนซึ่งเป็นอันตรายต่อสุขภาพทำให้มีการศึกษาค้นคว้าเกี่ยวกับการต้านแบคทีเรียด้วยวิธีต่างๆ เช่น ยาที่เข้าไปยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียโดยตรงภายในร่างกาย<sup>(61)</sup> หรือว่าสิ่งของต่างๆ ที่ใช้ในชีวิตประจำวัน<sup>(62)</sup>

การค้นคว้าสิ่งเหล่านี้เพื่อที่จะป้องกันไม่ให้เกิดการแพร่กระจายโรคมามากขึ้นทำให้คนมีสุขภาพดี มีความเสี่ยงในการเป็นโรคน้อยลง

ความหมายทั่วไปของการต้านแบคทีเรีย (Antibacterial) คือ สารที่เข้าไปรบกวนการเจริญเติบโตและการแพร่พันธุ์ของแบคทีเรีย ซึ่งจะแบ่งออกเป็นสองกลุ่มใหญ่ๆ ตามความเร็วในการยับยั้งและการเกิดสิ่งตกค้าง กลุ่มแรกจะเป็นกลุ่มที่ทำลายแบคทีเรียได้ทันทีแต่สารจะหายไปอย่างรวดเร็ว (โดยการระเหยหรือการสลายตัว) และไม่ทิ้งส่วนตกค้างที่มีผลในการต้านแบคทีเรียไว้ (Non-residue-producing) เช่น แอลกอฮอล์ คลอรีน เปอร์ออกไซด์และแอลดีไฮด์ อีกกลุ่มหนึ่งส่วนมากประกอบไปด้วยสารประกอบตัวใหม่ที่มีสิ่งตกค้างในการยับยั้งแบคทีเรียได้นานบนพื้นผิวเพื่อฆ่าเชื้อและมีประสิทธิภาพยาวนานขึ้น (Residue-producing) เช่น ไตรโคซาน ไตรโคคาร์บาน เบนซาลคอกเนียมคลอไรด์ เป็นต้น ดังแสดงในตารางที่ 2.4 และตารางที่ 2.5 ซึ่งกลุ่มของโลหะหนักจัดอยู่ในประเภทของ Residue-producing antibacterial

ตารางที่ 2.4 แสดงสารต้านแบคทีเรียในกลุ่ม Non-residue-Producing antibacterials<sup>(60)</sup>

Substance group	Substance
1. Alcohols	Ethanol Isopropanol
2. Aldehyde	Glutaraldehyde Formaldehyde
3. Halogen – releasing compounds	Chlorine compounds Iodine compounds
4. Peroxide	Hydrogen peroxide Ozone Peracetic acid
5. Gaseous substance	Ethylene oxide Formaldehyde

ตารางที่ 2.5 แสดงสารต้านแบคทีเรียในกลุ่ม Residue-producing antibacterial<sup>(60)</sup>

Substance group	Substance
1. Anilides	Tricocarban
2. Biguanides	Chlorhexidine Alexidine Polymeric biguanides
3. Bisphenols	Triclosan Hexachlorophene
4. Halophenols	PCMX (p-chloro-m-xyleneol)
5. Heavy metals	Silver compounds Mercury compounds
6. Phenols and cresols	Phenol Cresol
7. Quaternary ammonium compounds	Cetrimide Benzalkonium chloride Cetylpyridinium chloride

### 2.5.1 สารต้านแบคทีเรีย (Antibacterial agents)<sup>(63)</sup>

ในการควบคุมแบคทีเรียจะแบ่งออกเป็น 2 วิธีคือวิธีการทางกายภาพ เช่น การใช้ความร้อน การทำ Autoclave การทำพาสเจอร์ไรส์ เป็นต้น และวิธีการทางเคมีโดยอาศัยสารเคมีเป็นหลัก การใช้สารเคมีที่ใช้ในการต้านแบคทีเรียจะมีผลต่อ ผนังเซลล์ เยื่อหุ้มเซลล์ โปรตีน หรือ DNA (Deoxyribonucleic acid) ซึ่งเป็นสารพันธุกรรมของแบคทีเรียทำให้แบคทีเรียไม่สามารถแบ่งเซลล์ได้และตายไปในที่สุด ผลของสารเคมีจะเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ ระยะเวลาในการสัมผัส และปริมาณของสารอินทรีย์ที่ปนเปื้อนในอากาศ นอกจากนี้ยังขึ้นกับ ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ความเข้มข้น และความใหม่ของสารเคมี โดยสารที่ใช้ในการต้านแบคทีเรียมีดังต่อไปนี้

1. *Phenolic* เป็นสารที่เข้าได้กับเชื้อโรคหลายชนิด ซึ่งเป็นการปรับเปลี่ยนโมเลกุลของฟีนอล ให้ผลการฆ่าเชื้อโรคในระดับต่ำถึงปานกลางด้วยการปรับเปลี่ยนโครงสร้างโมเลกุลของโปรตีนและทำลายเยื่อหุ้มเซลล์ของเชื้อ



2. *Alcohol* ให้ผลเช่นเดียวกับ Phenolic โดยมากจะใช้ความเข้มข้นของสารละลาย 70% หรือ 90% หรือในทิงเจอร์ซึ่งเป็นสารที่ผสมระหว่างแอลกอฮอล์กับสารเคมีต้านแบคทีเรียตัวอื่นๆ
3. *Halogen* (ไอโอดีน คลอรีน โบรมีน และ ฟลูออรีน) เป็นสารที่ให้ระดับการต้านเชื้อปานกลางและจะทำลายในน้ำหรือบนเครื่องมือแพทย์หรือผิวหนัง ซึ่งยังไม่สามารถระบุประเภทของการต้านเชื้อได้แต่คาดว่าจะเข้าไปปรับเปลี่ยนโครงสร้างโมเลกุลของโปรตีน
4. *Oxidizing agent* เช่น Hydrogen peroxide, Ozone และ Peracetic acid เป็นสารที่ให้ผลการต้านแบคทีเรียสูงโดยการปล่อยอนุมูลของออกซิเจน (Oxygen radical) ซึ่งเป็นพิษกับจุลินทรีย์โดยเฉพาะแบคทีเรียประเภทที่ไม่ต้องการออกซิเจนในการหายใจ
5. *Surfactant* สารที่จัดอยู่ในกลุ่มนี้คือ สบู่และผงซักฟอก โดยจะเข้าไปทำลายไขมันบนผนังเซลล์ของเชื้อซึ่งจัดอยู่ในกลุ่มที่ให้ผลการต้านเชื้อต่ำ
6. *Heavy-metal ions* เช่น As, Ag, Hg, Cu และ Zn เป็นสารที่ให้ผลการต้านเชื้อต่ำซึ่งจะเข้าไปทำลายโครงสร้างโปรตีนของเชื้อ
7. *Aldehyde* เป็นสารที่ให้ผลการต้านอยู่ในระดับสูงเนื่องจากเกิดการเชื่อมโยงกันของหมู่ฟังก์ชันในโปรตีนและกรดนิวคลีอิกของเชื้อ นิยมใช้ 2% ของสารละลายกลูตาแอลดีไฮด์ หรือ 37% ของสารละลายฟอร์มาลดีไฮด์ในการฆ่าเชื้อในอุปกรณ์ทางการแพทย์และใช้ในการดองศพ
8. *Gaseous agent* ได้แก่ Ethylene oxide, Propylene oxide และ Beta-propiolactone ให้ผลการต้านเชื้อระดับสูงใช้สำหรับการทำให้อุปกรณ์ขึ้นใหญ่ๆ ปราศจากเชื้อ (Sterilize) แต่แก๊สเหล่านี้สามารถเกิดการระเบิดได้และยังเป็นสารก่อมะเร็งอีกด้วย
9. *Enzyme* เป็นตัวที่นิยมใช้ในการถนอมอาหารและเป็นวิธีที่ไม่เกิดการกีดกร่อนและทำลายในการกำจัด Prion ในเครื่องมือทางการแพทย์
10. *Antimicrobial* ที่รวม Antibiotic, Semisynthetics และ Synthetic เป็นสารที่ใช้ในการรักษาโรคแต่สามารถจัดให้อยู่ในระดับปานกลางในการฆ่าเชื้อ

ตารางที่ 2.6 สรุปวิธีการทางเคมีในการยับยั้งและควบคุมจุลินทรีย์<sup>(63)</sup>

Method	Action(s)	Level of Activity	Some Uses
<b>Phenol</b> (carbolic acid)	Denatures protein and disrupts cell membranes	Intermediate to low	Original surgical antiseptic; now replaced by less odorous and injurious phenolics
<b>Phenolics</b> (chemically altered phenol; bisphenols are composed of a pair of linked phenolics)	Denatures protein and disrupts cell membranes	Intermediate to low	Disinfectants and antiseptics
<b>Alcohols</b>	Denatures protein and disrupts cell membranes	Intermediate	Disinfectants, antiseptics and as a solvent in tinctures
<b>Halogens</b> (iodine, chlorine, bromine, and fluorine)	Presumably denature proteins	Intermediate	Disinfectants, antiseptics, and water purification
<b>Oxidizing agents</b> (peroxides, ozone, and peracetic acid)	Denature proteins by oxidation	High	Disinfectants and antiseptics for deep wounds, water purification, and sterilization of food-processing and medical equipment
<b>Surfactants</b> (soap and detergents)	Decrease surface tension of water and disrupt cell membranes	Low	Soaps: degerming; detergents: antiseptic
<b>Heavy metals</b> (arsenic, zinc, mercury, <i>silver</i> , copper, etc.)	Denature proteins	Low	Fungistats in paints; silver nitrate cream: surgical dressings, burn cream, and catheters; copper: algicide in water reservoirs, swimming pools, and aquariums
<b>Aldehydes</b> (glutaraldehyde and formaldehyde)	Denature proteins	High	Disinfectant and embalming fluid

<b>Gaseous agents</b> (ethylene oxide, propylene oxide, and beta-propiolactone)	Denature proteins	High	Sterilization of heat-and water-sensitive objects
<b>Enzymes</b>	Denature proteins	High against target substrate	Removal of prions on medical instruments
<b>Antimicrobials</b>	Act against cell walls, cell membranes, protein synthesis, and DNA transcription and replication	Intermediate to low	Disinfectants and treatment of infectious diseases

### 2.5.2 กลไกในการต้านแบคทีเรีย<sup>(63)</sup>

การต้านแบคทีเรียทั้งในเชิงเคมีและกายภาพนั้นมีหลากหลายแบบแต่รูปแบบในการเข้า  
ต้านแบคทีเรียแบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือกระบวนการปรับเปลี่ยนผนังเซลล์หรือเยื่อหุ้มเซลล์  
และกระบวนการหยุดระบบเมตาบอลิซึมและการแพร่พันธุ์ของเซลล์โดยการแทรกตัวเข้าไปใน  
โครงสร้างของโปรตีนและกรดนิวคลีอิก

#### 2.5.2.1 การปรับเปลี่ยนของผนังเซลล์และเยื่อหุ้มเซลล์

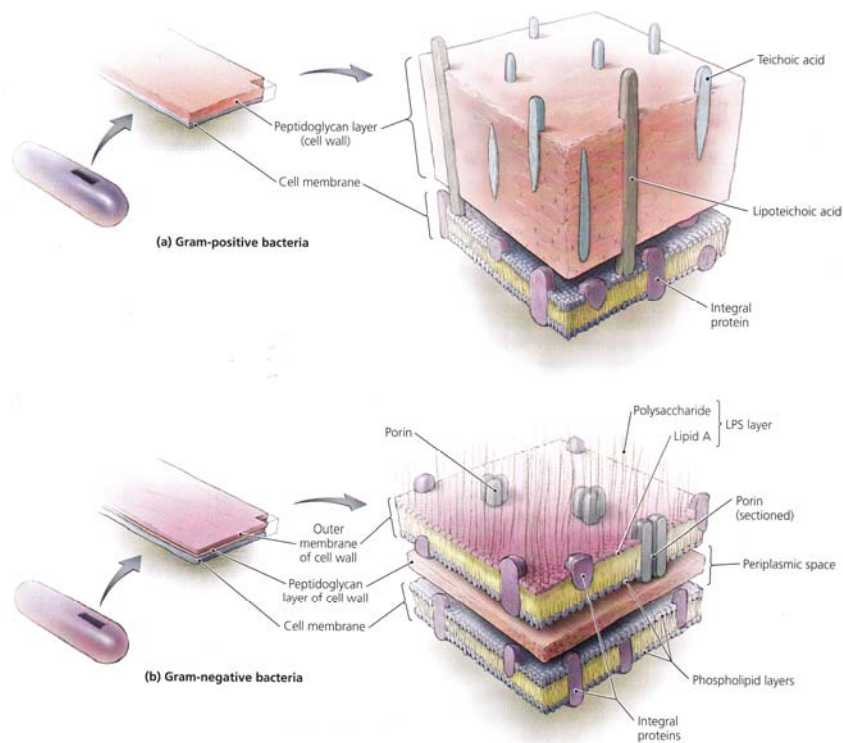
ผนังเซลล์ประกอบไปด้วยการรวมกันของเซลล์หลายเซลล์เพื่อลดผลกระทบของ  
กระบวนการออสโมซิสเมื่อเซลล์อยู่ในสารละลายไฮเพอร์โทนิก (สารละลายที่มีความเข้มข้นสูง  
กว่าสารละลายภายในเซลล์) ถ้าผนังถูกทำลายโดยสารต้านแบคทีเรียจะทำให้แบคทีเรียไม่  
สามารถต้านทานแรงดันน้ำที่เข้ามาภายในเซลล์ได้และทำให้เซลล์แตกสลายในที่สุด

ภายใต้ผนังเซลล์ (Cell wall) จะมีเยื่อหุ้มเซลล์ (Cell membrane) ทำหน้าที่เป็นเหมือนถุง  
หุ้มไซโตพลาสซึมและควบคุมการผ่านเข้าออกของสารเคมีในเซลล์ การทำลายเยื่อหุ้มโปรตีนหรือ  
ฟอสโฟลิปิด (Phospholipid) ด้วยสารใดๆ ก็ตามจะทำให้สิ่งที่บรรจุอยู่ภายในเซลล์เกิดการรั่วไหล  
ซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เซลล์ตายได้

### 2.5.2.2 การทำลายโปรตีนและกรดนิวคลีอิก

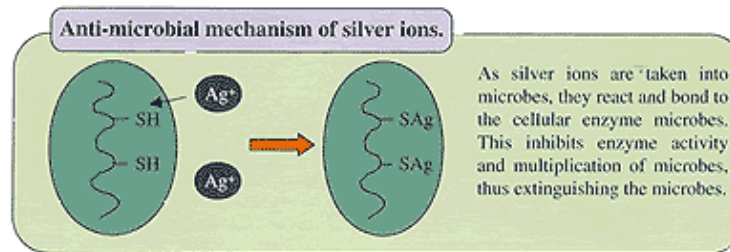
โปรตีนเป็นตัวควบคุมกระบวนการเมตาบอลิซึมของเซลล์ซึ่งทำหน้าที่เป็นเอนไซม์ในปฏิกิริยาเมตาบอลิซึม และสร้างส่วนประกอบโครงสร้างในเยื่อหุ้มเซลล์และไซโตพลาสซึม การทำงานของโปรตีนขึ้นกับรูปร่างที่คงไว้ด้วยพันธะไฮโดรเจนและไดซัลไฟด์ระหว่างกรดอะมิโน เมื่อพันธะเหล่านี้ถูกทำลายโดยความร้อนสูงหรือสารเคมีบางชนิด รูปร่างของโปรตีนจะเปลี่ยนไป การปรับเปลี่ยนโครงสร้างโปรตีนจะทำให้หยุดการทำงานของเซลล์และทำให้เซลล์ตายในที่สุด

สารเคมี รังสี และความร้อนสามารถเปลี่ยนและทำลายกรดนิวคลีอิกได้เช่นกัน เนื่องจากยีนส์ของเซลล์ประกอบไปด้วยกรดนิวคลีอิก การทำให้โมเลกุลเหล่านี้แตกออกสามารถทำให้เกิดการกลายพันธุ์ที่ทำให้เซลล์ตายได้ นอกจากนี้สารเคมีต่างๆ ที่เข้าไปรบกวนกรดนิวคลีอิกจะไปหยุดการสร้างโปรตีนซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เซลล์ตายได้อีกด้วย

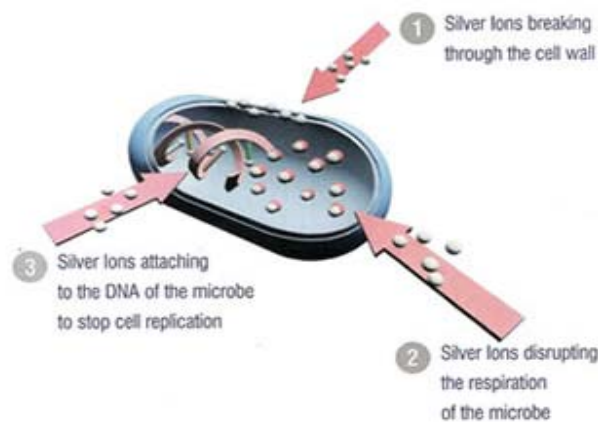


ภาพที่ 2.21 ส่วนประกอบผนังเซลล์ของแบคทีเรียชนิด (a) แกรมบวก (Gram-positive) และ (b) แกรมลบ (Gram-negative)<sup>(64)</sup>

ในส่วนของกลไกการต้านแบคทีเรียด้วยอนุภาคเงินนั้น อนุภาคเงินที่ไม่มีประจุ ( $Ag^0$ ) เมื่อสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมจะทำให้กลายเป็นไอออน ( $Ag^+$ ) ซึ่งเป็นสารที่สามารถทำให้เกิดการยับยั้งแบคทีเรียได้ โดยไอออนของเงินจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับกลุ่มไธออล (-SH) ของโปรตีนและเบสของ DNA ดังแสดงในภาพที่ 2.22 ซึ่งนำไปสู่การยับยั้งกระบวนการหายใจหรือการคลายเกลียวของ DNA นอกจากนี้ยังมีผลต่อการแบ่งตัวของเซลล์และทำลายสิ่งที่ห่อหุ้มเซลล์ (Cell envelope) ชั้นนอกที่ประกอบไปด้วยผนังเซลล์และเยื่อหุ้มเซลล์ซึ่งกลไกในการต้านแบคทีเรียจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ให้มีมากขึ้น<sup>(65)</sup> โดยขั้นตอนในการยับยั้งแบคทีเรียของเงินจะดังแสดงในภาพที่ 2.23

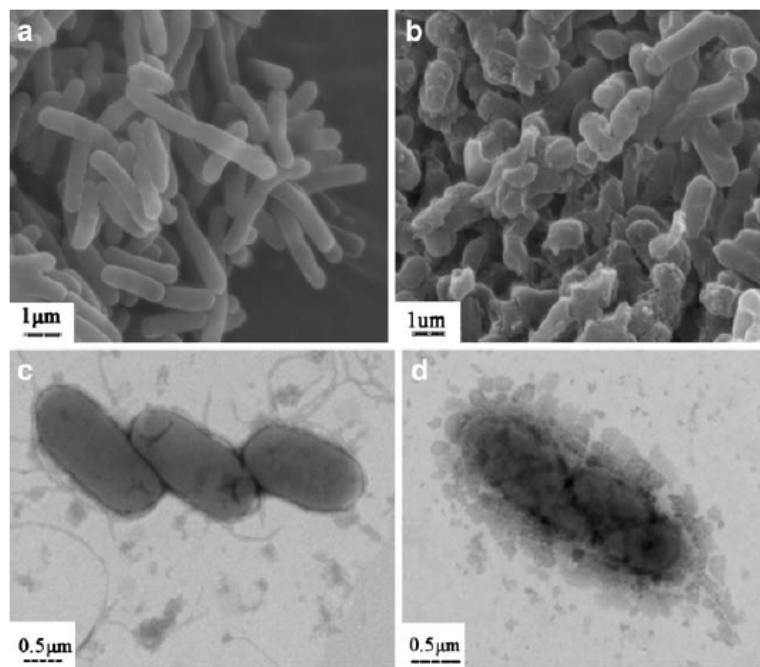


ภาพที่ 2.22 กลไกในการยับยั้งแบคทีเรียด้วยไอออนของเงิน<sup>(66)</sup>



ภาพที่ 2.23 ขั้นตอนการในการยับยั้งแบคทีเรียด้วยไอออนของเงิน<sup>(67)</sup>

จากงานวิจัยของ W.L. Li และคณะ<sup>(17)</sup> ที่ได้ศึกษากลไกการต้านแบคทีเรียของอนุภาคเงินระดับนาโนต่อแบคทีเรีย *Escherichia coli* (*E.coli*) ซึ่งเป็นแบคทีเรียชนิดแกรมลบพบว่ายิ่งเพิ่มความเข้มข้นของอนุภาคเงินระดับนาโนมากเท่าใดจะยิ่งทำให้ลดการทำงานของเอนไซม์ซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการยับยั้งการหายใจของ *E.coli* ได้มากเท่านั้นและได้ตั้งข้อสันนิษฐานรูปแบบในการต้านแบคทีเรียไว้ว่าอนุภาคเงินระดับนาโนจะทำลายเยื่อหุ้มเซลล์ชั้นนอก (Outer membrane) Peptidoglycan และ Periplasm ก่อน ซึ่งเป็นผลทำให้เกิดการรั่วไหลของเซลล์ ต่อมาอนุภาคเงินระดับนาโนเข้าไปยังเยื่อหุ้มเซลล์ชั้นใน (Inner membrane) และเข้าทำลายระบบการหายใจ Dehydrogenases จนทำให้เซลล์ตาย ซึ่งยืนยันได้จากภาพที่ 2.24 พร้อมกันนี้อนุภาคเงินระดับนาโนสามารถส่งผลกระทบต่อโปรตีนและไขมันฟอสเฟต (Phosphate lipid) และนำไปสู่การทำลายเยื่อหุ้มเซลล์ทำให้เซลล์เกิดการสลายตัวและตายไปในที่สุด

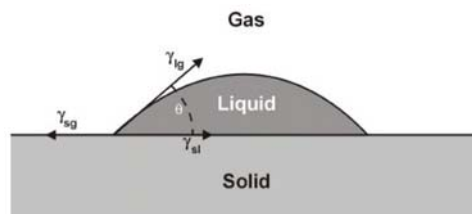


ภาพที่ 2.24 ภาพถ่าย SEM (a, b) และ TEM (c, d) ของการยับยั้ง *E.coli* ด้วยอนุภาคเงินระดับนาโน โดย a, c เป็นโครงสร้างของ *E.coli* เริ่มต้น และ b, d เป็นโครงสร้างของ *E.coli* หลังจากผ่านอนุภาคเงินระดับนาโน<sup>(17)</sup>

### 2.5.3 ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติความชอบน้ำกับการต้านแบคทีเรีย

สมบัติความชอบน้ำคือความสามารถของของเหลวที่ยังคงสัมผัสอยู่กับผิวของแข็ง เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุลเมื่อทั้งสองสิ่งเข้ามาใกล้กัน ระดับความชอบน้ำ (Wettability) ถูกกำหนดด้วยแรงสมดุลระหว่างแรง Adhesive กับ Cohesive ซึ่งแรงแบบ Adhesive ระหว่างของเหลวกับของแข็งจะทำให้ของเหลวที่หยดลงไปเกิดการแผ่กระจายตัวบนพื้นผิว ส่วนแรงแบบ Cohesive จะเกิดภายในของเหลวจะทำให้เกิดเป็นหยดน้ำกลมๆ และหลีกเลี่ยงการสัมผัสกับพื้นผิว<sup>(68)</sup>

การวัดสมบัติความชอบน้ำทำได้โดยการวัดมุมสัมผัส (Contact angle หรือ Wetting angle,  $\theta$ ) บริเวณที่ของเหลวสัมผัสกับของแข็งซึ่งเป็นผลจากแรงระหว่าง Adhesive กับ Cohesive ถ้าของเหลวสามารถแผ่กระจายบนพื้นผิวได้นั้นแสดงว่าของแข็งมี Surface energy สูงและจะทำให้มุมสัมผัสลดลง ซึ่งการหามุมสัมผัสสามารถคำนวณได้จากแรงตึงผิวระหว่างเฟสต่างๆ ดังแสดงในภาพที่ 2.25 และสมการที่ 2.16 (Young's equation)



ภาพที่ 2.25 แรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวของแข็ง<sup>(69)</sup>

$$\gamma_{lg} \cos \theta = \gamma_{sg} - \gamma_{sl} \quad (\text{สมการที่ 2.16})$$

เมื่อ  $\gamma_{lg}$  คือแรงระหว่างของเหลวกับแก๊ส

$\gamma_{sg}$  คือแรงระหว่างของแข็งกับแก๊ส



$\gamma_{sl}$  คือแรงระหว่างของแข็งกับของเหลว

$\theta$  คือค่ามุมสัมผัส (Wetting angle)

ถ้า  $\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$  จะทำให้  $\cos \theta > 0$  และ  $\theta < 90^\circ$  แสดงสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilicity)

ถ้า  $\gamma_{sg} < \gamma_{sl}$  จะทำให้  $\cos \theta < 0$  และ  $\theta > 90^\circ$  แสดงสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity)

ตารางที่ 2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัสกับความชอบน้ำของพื้นผิว<sup>(70)</sup>

มุมสัมผัส	Wettability	ลักษณะที่ปรากฏ
$\theta = 0^\circ$	Perfect wetting	
$\theta < 90^\circ$	High wettability	
$\theta = 90^\circ$	Incomplete wetting	
$\theta > 90^\circ$	Low wettability	
$\theta = 180^\circ$	Perfect non-wettability	

ในการด้านแบคทีเรีย สมบัติความชอบน้ำมีส่วนช่วยในการอธิบายเกี่ยวกับการทำให้วัสดุปราศจากแบคทีเรียเนื่องจากโดยทั่วไปแบคทีเรียจะปะปนมากับตัวกลางที่เป็นของเหลวเช่น น้ำ ถ้าวัสดุมีสมบัติความชอบน้ำแสดงว่าเกิดการแผ่กระจายของน้ำบนวัสดุได้มากทำให้โอกาสที่แบคทีเรียจะสัมผัสกับสารต้านแบคทีเรียที่อยู่บนวัสดุมีเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้มีประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียมากขึ้นตาม ในขณะที่ถ้าวัสดุยังมีสมบัติไม่ชอบน้ำมากเท่าใด หยดน้ำจะไม่สามารถเกาะกับพื้นผิวของวัสดุ (เกิด Lotus effect) ทำให้โอกาสที่แบคทีเรียจะอยู่บนวัสดุนั้นน้อยลงส่งผลให้วัสดุปราศจากแบคทีเรียได้เช่นกันซึ่งในกรณีนี้จะใช้งานในลักษณะ Self-cleaning surface

## 2.6 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

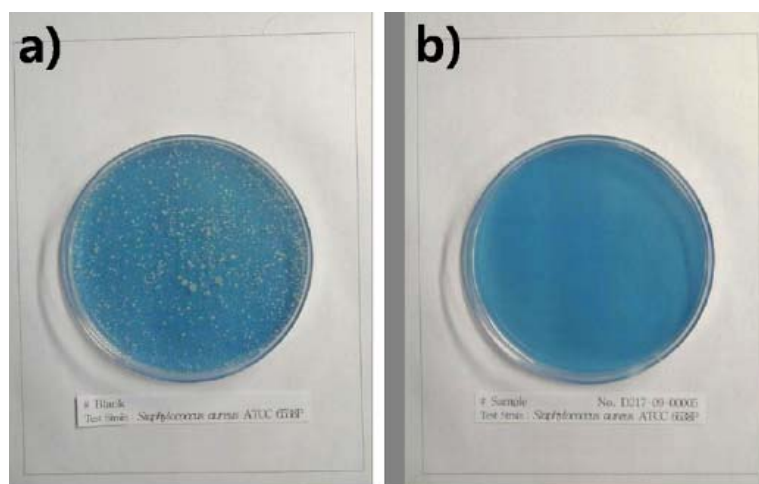
การยึดติดระหว่างวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้ากับฟิล์มโลหะจะขึ้นกับลักษณะพื้นผิวของซัพสเตรตเป็นอย่างมากจึงจำเป็นต้องทำการปรับผิววัสดุเพื่อให้มีการยึดติดที่ดีโดยอาจทำให้ผิวมีความขรุขระมากขึ้นด้วยวิธีการทางกายภาพหรือเคมี การกัดผิวด้วยกรด การเติมชั้นรอยต่อระหว่างวัสดุ เป็นต้น จากงานวิจัยของ D.J. Monk และคณะ<sup>(53)</sup> ได้นำเสนอกลไกการเกิดปฏิกิริยาของการกัดผิวซิลิคอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ ) ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เพื่อการให้ประโยชน์ในด้าน Micromachining พบว่าปฏิกิริยาการกัดผิวเบื้องต้นประกอบไปด้วยปฏิกิริยาเคมีที่ผิวของ  $\text{SiO}_2$  โดยเริ่มจากกรดไปทำลายพันธะ Siloxane ( $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ ) ที่ผิวของ  $\text{SiO}_2$  ให้กลายเป็นหมู่ Silanol



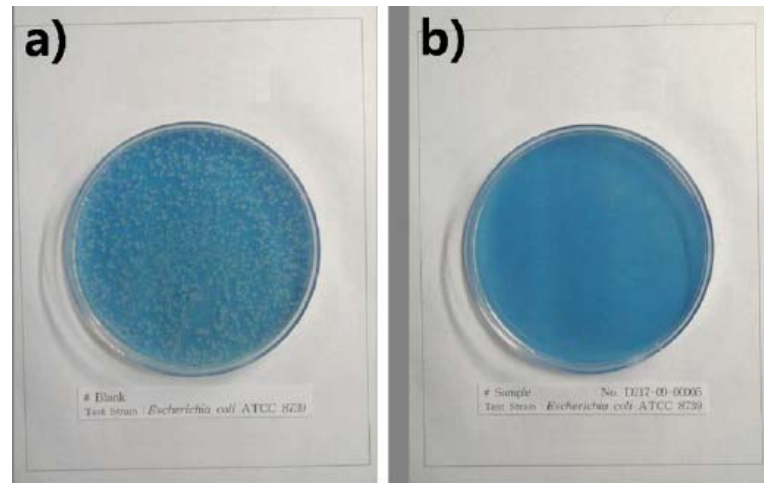
กระบวนการนี้เป็นการเพิ่มที่ว่างของผิว  $\text{SiO}_2$  เพื่อให้ Fluorinate species ( $\text{F}^-$ ) ทำปฏิกิริยากับซิลิคอน ซึ่งหมู่ Silanol จะมีปลายเป็น OH ทำให้ง่ายแก่การทำปฏิกิริยากับสารอื่นโดยการแลกเปลี่ยนประจุ และจากงานวิจัยของ D.B. Fan และคณะ<sup>(71)</sup> ได้ศึกษากระบวนการปรับผิวด้วย HF ก่อนการเคลือบฟิล์มบาง MnS บนแก้วพบว่าการใช้ HF มีบทบาทสำคัญในการยึดติดระหว่างฟิล์ม MnS กับแก้วโดยแก้วที่ผ่านการปรับผิวจะมีการยึดติดของฟิล์มที่ดีกว่าแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวเพราะ HF จะทำให้ผิวมีความขรุขระมากขึ้นซึ่งเป็นการเพิ่ม Nucleation site ในการเกิดปฏิกิริยาแบบ Heterogeneous หรือเพิ่มพื้นผิวที่สามารถดูดซับคอลลอยด์ที่เกิดในสารละลายให้มากยิ่งขึ้น นอกจากวิธีการปรับผิวด้วย HF แล้ว ยังมีการปรับผิวด้วยวิธีทางเคมีที่ นิยมใช้กับแก้ว นั่นคือวิธี Sensitizing โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_2$ ) จากงานวิจัยของ L.R. Pederson<sup>(8)</sup> ได้เปรียบเทียบการศึกษาประสิทธิภาพผลของสารละลาย  $\text{SnCl}_2$  และ  $\text{SnCl}_4$  ที่ทำหน้าที่เป็น Sensitizing agent ด้วยเครื่องมือ X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) เพื่อใช้อธิบายกลไกของกระบวนการ Sensitization พบว่าทั้งสองสารละลายในชั้นของสแตนนัสที่เกาะกับแก้วจะไม่มีคลอไรด์ปรากฏและมีแต่  $\text{Sn}^{2+}$  เท่านั้นที่จะเป็นตัวเชื่อมระหว่าง Ag กับแก้วซึ่ง Ag จะจับกับอะตอมของ Sn ในอัตรา 2:1 ทำให้  $\text{Sn}^{2+}$  กลายเป็น  $\text{Sn}^{4+}$  งานวิจัยนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ J. Jie และ X. Chao<sup>(72)</sup> ที่ได้วิเคราะห์ Oxidation state ของ Sn ที่เกิดขึ้นด้วยวิธี XPS พบว่า Sn ที่เกิดขึ้นจะมี Oxidation state เป็น +4, +2 และ 0 ในสัดส่วนที่ต่างกันซึ่งขึ้นกับความลึกของแก้วโดยยิ่งลึกมากเท่าไร สัดส่วนของ  $\text{Sn}^{4+}$  ก็จะมีน้อยลง ในขณะที่  $\text{Sn}^{2+}$  และ  $\text{Sn}^0$  จะเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยของ J. H. Moon และคณะ<sup>(50)</sup> ที่ศึกษาการควบคุมความหนาของการเคลือบ Ag ให้สม่ำเสมอโดยหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Sn กับความเข้มข้นของ Ag เพื่อให้ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการเคลือบ Ag พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ Sn จะทำให้เกิดการเคลือบของ Ag เพิ่มมากขึ้น ในขณะที่บนผิวแก้วที่ไม่มีอะตอมของ Sn อยู่จะไม่พบการเคลือบของ Ag เกิดขึ้น ในส่วนของความเข้มข้นของ Sn นั้นพบว่าเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นขนาดเกรนของอนุภาค Ag จะยังคงเท่าเดิม นอกจากปัจจัยทางด้าน การปรับผิวก่อนการเคลือบแล้ว ยังมีสาเหตุอื่นในขั้นตอนต่างๆ ที่ทำให้เกิดการยึดติดที่ดีเช่นกระบวนการจุ่มเคลือบ โดยจากงานวิจัยของ Y.Lu<sup>(34)</sup> ได้ศึกษาการเคลือบฟิล์ม Cu บนฟิล์มพอลิเอทิลีนที่ถูกปรับผิวด้วยไฮเลน โดยใช้การสั่นอัลตราโซนิคร่วมด้วยพบว่าประโยชน์ของการสั่นด้วยอัลตราโซนิคในงานนี้คือแรงสั่นจะช่วยไล่แก๊สที่อยู่บนผิวของฟิล์มพอลิเอทิลีนทำให้ Cu สามารถเกาะกับผิวฟิล์มพอลิเอทิลีนได้ดีขึ้นและแรงสั่นจะทำให้เกรนขนาดใหญ่ของ Cu แตกออกเป็นอนุภาคเล็กๆ ซึ่งจะนำไปสู่การเคลือบฟิล์มที่บางและมีความเรียบสม่ำเสมอได้ อีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อการยึดติดคืออุณหภูมิในการ Anneal ซึ่งจากงานวิจัยของ G.J. Yang และคณะ<sup>(73)</sup> ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการ Anneal อนุภาค  $\text{TiO}_2$

ในช่วง 300 – 600 °C ต่อการยึดติดพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการ Anneal ไปจนถึง 500 °C จะทำให้การยึดติดดีขึ้นและหลังจากอุณหภูมิดังกล่าวแนวโน้มในการยึดติดก็จะมีลดลงแสดงว่ากระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิเหมาะสมสามารถช่วยการยึดติดได้

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาเคลือบฟิล์มเงินลงบนแก้วซึ่งเป็นที่ทราบโดยทั่วกันว่าฟิล์มเงินนั้นมีสมบัติในการต้านแบคทีเรียที่มีประสิทธิภาพสูงทำให้มีงานวิจัยมากมายที่ศึกษาเกี่ยวกับประสิทธิภาพของอนุภาคเงินต่อการต้านแบคทีเรีย เช่น งานวิจัยของ G.J. Chi และคณะ<sup>(15)</sup> ได้เคลือบอนุภาคเงินลงบนฟิล์มแอโนไดซ์ของอะลูมิเนียมโดยในชั้นแรกจะทำให้อะลูมิเนียมเกิดฟิล์มออกไซด์จากการใช้กระบวนการไฟฟ้าเคมีที่ใช้กระแสตรงโดยปรับเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ที่ 5, 10 และ 15 โวลต์ จากนั้นจะนำไปเคลือบอนุภาคเงินโดยใช้กระแสสลับและนำไปทดสอบการต้านแบคทีเรียโดยเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานที่เคลือบกับไม่ได้เคลือบอนุภาคเงินที่ใช้ความต่างศักย์ต่างๆ กันพบว่าชิ้นงานที่มีการเคลือบอนุภาคเงินจะมีความสามารถในการต้านแบคทีเรียสูงกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ทุกชิ้น โดยการปรับเปลี่ยนค่าความต่างศักย์นั้นไม่ได้ส่งผลต่อความสามารถในการต้านแบคทีเรียแต่จะส่งผลต่อขนาดของรูพรุนของฟิล์มแทน และจากงานวิจัยของ S. M. Lee และคณะ<sup>(16)</sup> ได้ศึกษาผลของอนุภาคเงินที่มีต่อความสามารถในการต้านแบคทีเรียทั้งแบบแกรมบวกและแกรมลบ จากผลวิเคราะห์การต้านแบคทีเรียที่ใช้ความเข้มข้นตั้งต้นของซิลเวอร์ไนเตรตที่ 0.1 ไมลาร์ เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ถูกโคปด้วยอนุภาคเงินพบว่า ชิ้นงานที่มีการโคป อนุภาคเงินนั้นมีความสามารถในการต้านแบคทีเรียแกรมบวกและแกรมลบสูงถึงร้อยละ 99.99



ภาพที่ 2.26 ผลการต้านแบคทีเรียชนิดแกรมบวก *S.aureus* ณ ระยะเวลา 24 ชั่วโมง (a) ไม่มีการโคปอนุภาคเงิน (b) มีการโคปอนุภาคเงิน



ภาพที่ 2.27 ผลการต้านแบคทีเรียชนิดแกรมลบ E.coli ณ ระยะเวลา 24 ชั่วโมง (a) ไม่มีการโตป  
อนุภาคเงิน (b) มีการโตปอนุภาคเงิน

### บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเคลือบอนุภาคเงินบนผิวแก้วด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า โดยได้มีการปรับผิวหน้าก่อนการจุ่มเคลือบ จากนั้นจะนำแก้วที่ได้ไปจุ่มสารละลายที่ใช้เคลือบโดยแบ่งออกเป็นสองวิธีคือการใช้และไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกในระหว่างการจุ่ม เมื่อได้อนุภาคเงินเคลือบอย่างต่อเนืองอยู่บนแก้วจนกลายเป็นฟิล์มเรียบร้อยแล้ว นำฟิล์มที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อน เพื่อจุดประสงค์หลักในการเพิ่มการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วให้มากขึ้น ต่อมานำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาการต้านแบคทีเรีย โดยคาดหวังว่าจะได้ฟิล์มเงินที่มีการยึดติดกับแก้วและมีความชอบน้ำเพื่อส่งผลกระทบต่อกระบวนการต้านแบคทีเรียโดยเกิดการแผ่กระจายน้ำบนผิวฟิล์ม ทำให้แบคทีเรียที่มากับน้ำสามารถสัมผัสกับฟิล์มได้เป็นบริเวณกว้างและเกิดการต้านแบคทีเรียที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น

#### 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แบ่งออกเป็นสองส่วนใหญ่คือสารเคมีที่ใช้ในการปรับผิวหน้าก่อนการเคลือบและสารเคมีที่ใช้ในการจุ่มเคลือบอนุภาคเงินแบบไม่ใช้ไฟฟ้าโดยวิธีที่ใช้ในการปรับผิวมีอยู่สามวิธีคือการกัดผิวหน้าด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก การเคลือบสแตนเลสคลอไรด์ และการขัดด้วยกระดาษทรายเพื่อทำให้เกิดการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วดีขึ้น ในส่วนของอนุภาคเงินที่อยู่บนผิวแก้วนั้นได้มาจากปฏิกิริยาทอลเลนส์ (Tollen's reagent) ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาของสารละลายสามชนิดคือสารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียซึ่งทำหน้าที่เป็นแหล่งให้อนุภาคซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 5% สารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ทำหน้าที่เป็นตัวควบคุมความเป็นเบสที่ความเข้มข้น 10% และสารละลายดี-กลูโคสทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ที่ความเข้มข้น 5% ตามลำดับ<sup>(74)</sup> ซิลเวอร์ไอออนจะถูกรีดิวซ์ด้วยตัวรีดิวซ์ให้กลายเป็นอนุภาคซิลเวอร์และไปเกาะอยู่บนผิวแก้ว สารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองทั้งสองส่วนแสดงในตารางที่ 3.1 และ ตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการปรับผิวหน้าของแก้ว

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัท	รหัสอ้างอิง
Hydrofluoric acid	HF	Merck	32057-09-3
Stannous(II)Chloride	SnCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	Ajax Finechem	10025-69-1
Hydrochloric acid	HCl	Merck	7647-01-0

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัท	รหัสอ้างอิง
Silver nitrate	AgNO <sub>3</sub>	PROLABO	7761-88-8
Ammonium hydroxide	NH <sub>4</sub> OH	Merck	1336-21-6
Sodium Hydroxide	NaOH	Ajax Finechem	1310-73-2
D-glucose	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub>	Ajax Finechem	50-99-7

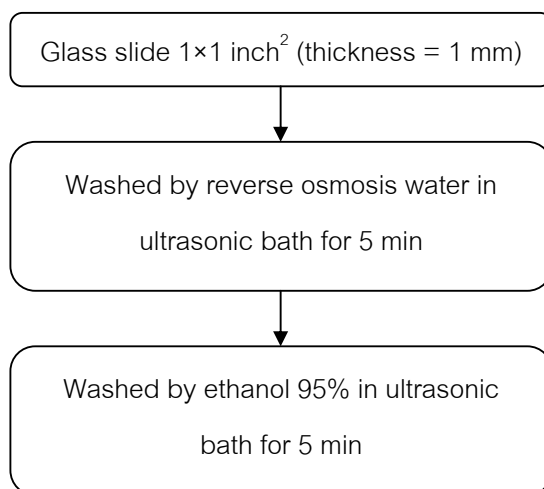
## 3.2 วิธีการวิจัยและแผนผังงานวิจัย

### 3.2.1 การทำความสะอาดแก้วก่อนการปรับผิวหน้า

โดยปกติแล้วเมื่อผิวของซัพสเตรตสัมผัสกับอากาศมักจะเกิดการปนเปื้อนสารต่างๆ ซึ่งเป็นสิ่งที่ไม่ต้องการให้เกิดในการทดลองเพราะมันอาจส่งผลต่อการยึดติดและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มได้ ผิวของซัพสเตรตจะมีแรงที่ทำให้อนุภาคเล็กๆ เกาะอยู่บนผิวซึ่งเป็นแรงที่มีความแข็งแรงค่อนข้างสูง การทำให้สารปนเปื้อนหลุดออกไปนั้นจะต้องทำลายพันธะระหว่างสารปนเปื้อนกับซัพสเตรตซึ่งในกรณีนี้ซัพสเตรตเป็นแก้ว สารปนเปื้อนมักจะเป็นอนุภาคของสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ สารออกไซด์ที่ประกอบไปด้วยน้ำและฟิล์มที่มีส่วนประกอบของไขมัน เป็นต้น การทำความสะอาดผิวแก้วมีได้หลายวิธีเช่นการใช้ตัวทำละลาย การใช้ความร้อน และการใช้กระแสไฟฟ้า เป็นต้น เพื่อให้การเคลือบฟิล์มมีประสิทธิภาพสูงสุดนั้น การทำความสะอาดผิวซัพสเตรตจึงเป็นสิ่งสำคัญที่ต้องทำก่อนการทดลองเสมอ<sup>(7)</sup>

ในการทดลองนี้ได้เลือกกระบวนการทำความสะอาดผิวแก้วด้วยวิธีการใช้เครื่องอัลตราโซนิก (Transonic 310, Elma) โดยอาศัยแรงสั่นซึ่งเป็นแรงทางกายภาพที่ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างสารปนเปื้อนกับผิวแก้วและเกาะกันอย่างหลวมมากขึ้นและหลุดออกไปในที่สุด แรงสั่นที่ใช้ในการทดลองนี้มีความถี่ 30 กิโลเฮิรตซ์

การเตรียมแก้วเริ่มจากการตัดแผ่นแก้ว (Microscope slides ground edges ยี่ห้อ Sail Brand) ให้มีขนาด 1x1 ตารางนิ้ว (ความหนา 1 มิลลิเมตร) แล้วนำไปทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโดยแช่ในน้ำ รีเวอร์สออสโมซิส (Reverse osmosis water) และเอทานอล อย่างละ 5 นาทีตามลำดับ



ภาพที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดแก้วก่อนการปรับผิวหน้า

### 3.2.2 การปรับผิวหน้าของแก้ว

หลังจากทำความสะอาดแก้วเสร็จแล้ว แก้วจะแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ แก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้าซึ่งจะใช้เป็นตัวอ้างอิงในการเปรียบเทียบความแตกต่าง และแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าโดยการปรับผิวหน้าแก้วในการทดลองนี้แบ่งออกเป็น 3 วิธีดังต่อไปนี้

#### 3.2.2.1 การปรับผิวหน้าด้วยการกัดกรดไฮโดรฟลูออริก

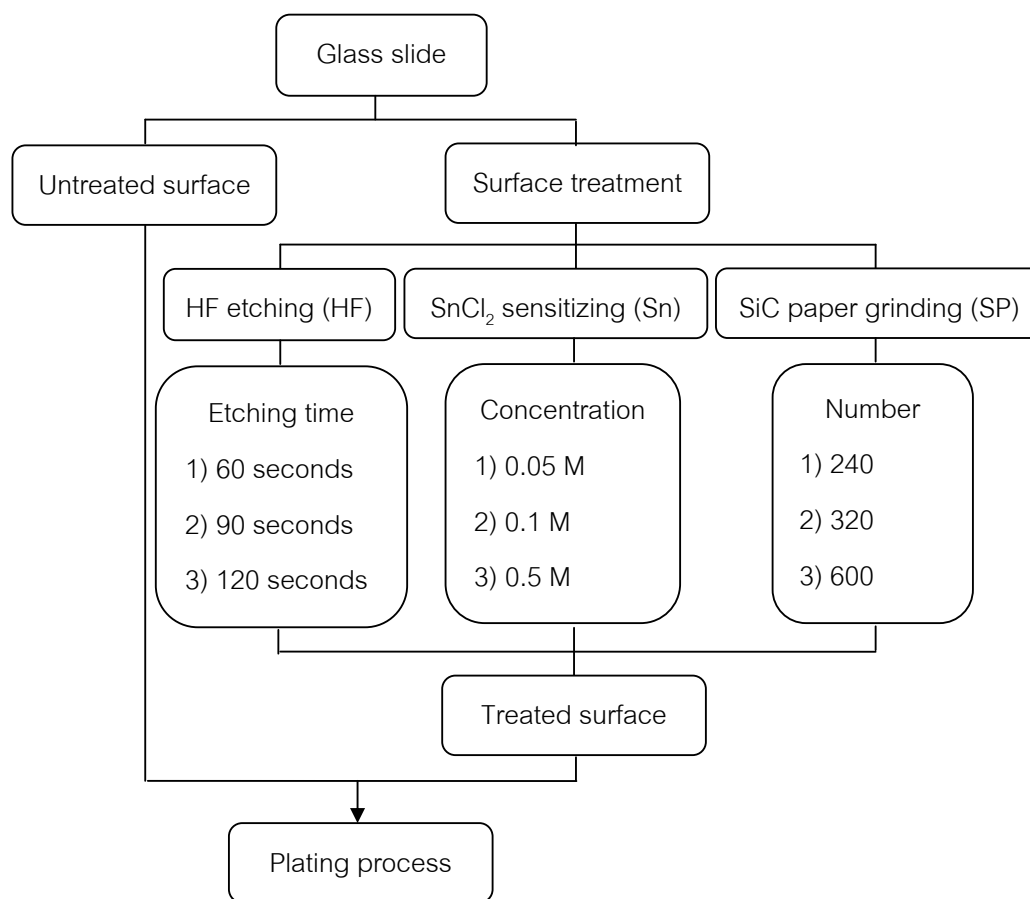
นำแก้วจุ่มในกรดไฮโดรฟลูออริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์เป็นเวลา 60, 90 และ 120 วินาที จากนั้นนำแก้วไปล้างด้วยน้ำรีเวอร์สออสโมซิส แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง

#### 3.2.2.2 การปรับผิวหน้าด้วยการจุ่มในสารละลายสแตนเนสคลอไรด์

นำแก้วจุ่มในสารละลายสแตนเนสคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.5 โมลาร์ โดยควบคุมค่าความเป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ให้มีค่าอยู่ในช่วง 1.0 – 2.0 จากนั้นนำแก้วไปล้างด้วยน้ำรีเวอร์สออสโมซิสแล้วทิ้งไว้ให้แห้ง

#### 3.2.2.3 การปรับผิวหน้าด้วยการขัดด้วยกระดาษทราย

นำแก้วขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 240 (MEGA advance, Thailand), 320 (Buehler, Germany) และ 600 (MEGA advance, Thailand) เป็นเวลา 5 นาทีโดยใช้ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องขัดรุ่น Phoenix 4000 ยี่ห้อ Buehler



ภาพที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการปรับผิวหน้าแก้ว

การปรับผิวหน้าในการทดลองนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือการปรับผิวหน้าแบบขั้นตอนเดียว และการปรับผิวหน้าแบบสองขั้นตอน ซึ่งการปรับผิวหน้าแบบขั้นตอนเดียว ขึ้นงานจะผ่านการปรับผิวหน้าแค่วิธีเดียวเท่านั้น แต่การปรับผิวหน้าแบบสองขั้นตอนนั้น ขึ้นงานจะถูกปรับผิวหน้า 2 วิธีโดยแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มดังนี้

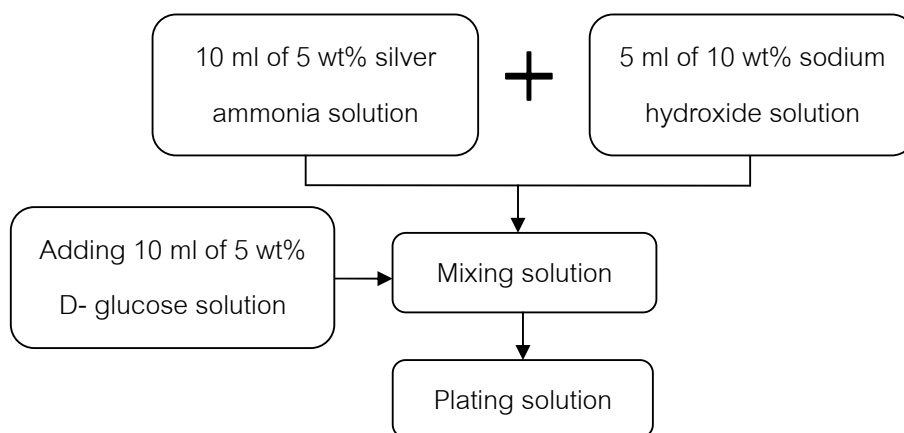
1. การปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 320 และทำการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที (SP320HF90)
2. การปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 320 และทำการจุ่มสารละลายสแตนเลสคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ (SP320Sn0.05)

### 3.2.3 การเตรียมสารละลายที่ใช้จุ่มเคลือบ

สารละลายที่ใช้จุ่มเคลือบนั้นมาจากปฏิกิริยาทอลเลน (Tollen's reaction) ประกอบด้วยสารละลายหลักคือสารละลายที่ให้อนุภาคเงินซึ่งจะเป็นสารไอออนของเงิน ( $\text{Ag}^+$ ) กับสารละลายของตัวรีดิวซ์และอาจมีสารละลายตัวเติมอื่นๆ (Additives) เพื่อช่วยควบคุมปฏิกิริยา โดยในการทดลองนี้จะใช้สารละลายต่างๆ<sup>(74)</sup> ดังนี้

1. สารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียความเข้มข้น 5% โดยน้ำหนักทำหน้าที่เป็นแหล่งของอนุภาคเงิน
2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10% โดยน้ำหนักทำหน้าที่เป็นตัวควบคุมความเป็นกรด-ด่าง
3. สารละลายน้ำตาลดี-กลูโคสความเข้มข้น 5% โดยน้ำหนักทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ไอออนของเงิน ( $\text{Ag}^+$ ) ให้กลายเป็นอนุภาคเงิน ( $\text{Ag}^0$ )

นำสารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียปริมาณ 10 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตรเข้าด้วยกัน จากนั้นเทสารละลายน้ำตาลดี-กลูโคสปริมาณ 10 มิลลิลิตรลงไปนในสารละลายที่ผสมแล้วเพื่อรีดิวซ์ไอออนของเงิน

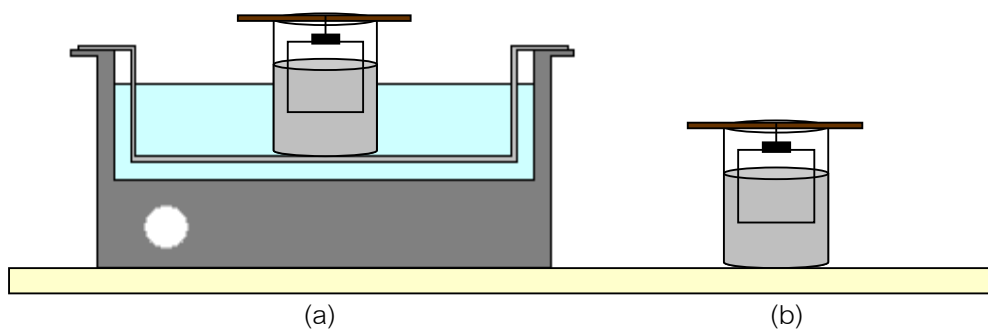


ภาพที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ



### 3.2.4 กระบวนการจุ่มเคลือบอนุภาคเงิน

นำแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับผิวหน้ามาจุ่มลงในสารละลายที่เตรียมไว้โดยใช้วิธีการแขวนแผ่นแก้วเพื่อให้ปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นได้อย่างอิสระทั้งสองด้านดังแสดงในภาพที่ 3.4 เวลาในการจุ่มจะทำที่ 60, 90 และ 120 นาที และจะแบ่งกระบวนการในการจุ่มออกเป็น 2 วิธีคือ การใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกกับไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก เมื่อจุ่มครบตามกำหนดเวลาแล้วนำแก้วที่มีฟิล์มเงินเกาะอยู่บนผิวออกจากสารละลายแล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศปกติ สารละลายผสมปริมาตร 25 ลูกบาศก์มิลลิตรจะใช้เพียงครั้งเดียวต่อรอบการจุ่มแก้วหนึ่งชิ้นเท่านั้นและสารละลายจะถูกเตรียมขึ้นใหม่ทุกครั้งเพื่อเป็นการควบคุมปฏิกิริยาและจำนวนอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นเนื่องจากสารต่างๆ ที่อยู่ในสารละลายจะถูกใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเรื่อยๆ และอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดช้าลงเมื่อเวลาผ่านไป<sup>(4)</sup>



ภาพที่ 3.4 ลักษณะการจุ่มแบบ (a) การใช้การสั่น (b) ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก

### 3.2.5 กระบวนการอบแก้ว (Annealing)

นำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มเงินบนพื้นผิวแก้วลักษณะต่างๆ ไปผ่านกระบวนการทางความร้อน (Annealing) ที่อุณหภูมิ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียสโดยใช้อัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที และคงอุณหภูมิที่ต้องการไว้เป็นระยะเวลา 30 นาทีในบรรยากาศปกติ

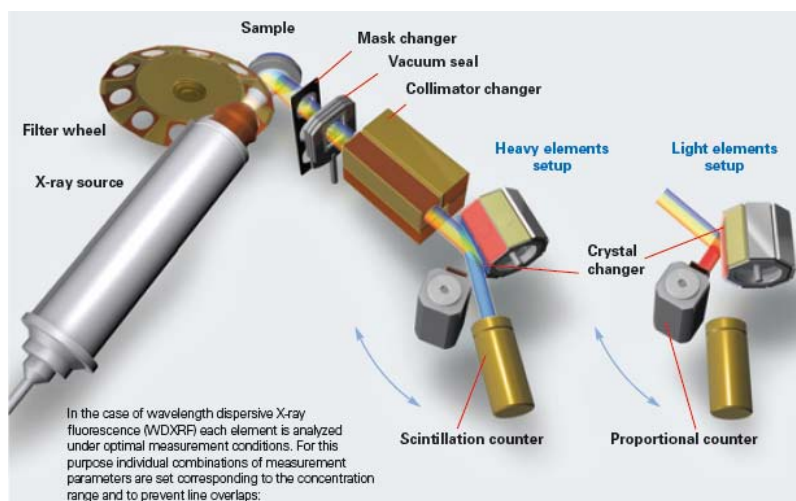
### 3.3 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของชิ้นงาน

#### 3.3.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของแก้ว

การวิเคราะห์องค์ประกอบของแก้วที่ใช้เป็นชั้นสเตรตในการเคลือบอนุภาคเงิน จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Wavelength-dispersive XRF spectrometer (XRF รุ่น S8 Tiger, Bruker AXS) โดยนำแก้วไปบดและทำการห่อมให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นแผ่นกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 40 มิลลิเมตร (ภาพที่ 3.5) ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ และตัวแปรต่างๆ ที่ใช้แสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรการใช้เครื่อง X-ray fluorescence

Target	Rhodium
Voltage (kV)	10-60
Scan speed (min)	3-30
Current (mA)	5-170



ภาพที่ 3.5 ส่วนประกอบของเครื่อง X-ray fluorescence<sup>(75)</sup>

### 3.3.2 วิเคราะห์โครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของฟิล์ม

วิเคราะห์โครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มที่ได้ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer (XRD, D8-Advance, Bruker AXS Model D8 Discover) ดังมีตัวแปรต่างๆ ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer

Target	CuK $\alpha$
Voltage (kV)	40
Current (mA)	40
Angle (degree)	10-80
Scan speed (sec/step)	0.3
Temperature ( $^{\circ}$ C)	25

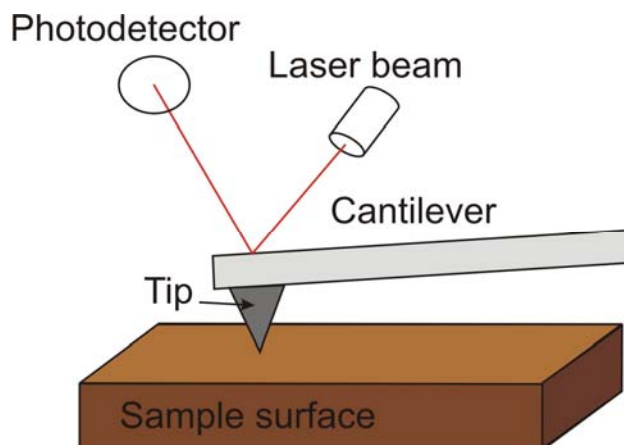
ในการศึกษาเฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงิน จะนำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบแล้วไปวางบนแท่นวางชิ้นงานโดยติดไว้กับดินน้ำมัน ให้ผิวหน้าของแผ่นแก้วอยู่ในระนาบเดียวกันกับดินน้ำมัน จากนั้นจึงยิงรังสีเอ็กซ์เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป

### 3.3.3 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผิวแก้วและฟิล์มเงิน

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทั้งก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มนั้น จะทำโดยเทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนด้วยเครื่องมือ Scanning Electron Microscope (SEM รุ่น JSM-64 80LV, JEOL, Japan) การเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทำได้โดยตัดแก้วทั้งที่ไม่ผ่านการเคลือบและผ่านการเคลือบฟิล์มเงินให้เป็นชิ้นเล็กขนาดประมาณ 5×5 มิลลิเมตร นำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปติดกับแท่นรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่แล้วนำไปเคลือบผิวบางๆ ด้วยทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าและทำให้เห็นภาพโครงสร้างระดับจุลภาคชัดเจน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 15 kV และถ่ายภาพที่กำลังขยายต่างๆ

### 3.3.4 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาพื้นผิวแก้ว

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพื้นผิวแก้วก่อนเคลือบฟิล์มเงินเพื่อศึกษาลักษณะความขรุขระของพื้นผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีการต่างๆ ด้วยเครื่อง Scanning Probe Microscope (SPM รุ่น IV, Veeco) โดยใช้หัวโพรบเป็นซิลิคอน และใช้ระบบกึ่งสัมผัส (Tapping mode) วิธีการคือจะทำการสแกนหัวโพรบไปบนพื้นผิวโดยหัวโพรบจะสั่นขึ้นลงด้วยความถี่ที่กำหนดไว้และทำการยิงแสงเลเซอร์ไปพร้อมๆ กับที่สแกนพื้นผิว แสงเลเซอร์จะตกกระทบกับฉากของโพรบและเข้าสู่ตัวรับสัญญาณ (Detector) จากนั้นจะทำการแปลงสัญญาณในคอมพิวเตอร์ให้ปรากฏออกมาเป็นภาพลักษณะพื้นผิวตามการเปลี่ยนแปลงระดับของโพรบที่เคลื่อนผ่านพื้นผิวของชิ้นงาน วิธีนี้สามารถวัดค่าระดับความขรุขระของพื้นผิวและสามารถเห็นลักษณะของพื้นผิวได้อีกด้วย



ภาพที่ 3.6 ลักษณะของคานในระบบกึ่งสัมผัส (Tapping mode)<sup>(76)</sup>

### 3.3.5 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของแก้ว

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของแก้วจะใช้เครื่อง Thermogravimetric/differential scanning calorimeter (TG/DSC , รุ่น STA499 F3 Jupiter ยี่ห้อ Netzsch) เพื่อหาอุณหภูมิสภาพแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) โดยวัดจากการเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานดูดและคายความร้อน ซึ่งจะใช้ตัวแปรดังแสดงในตารางที่ 3.5

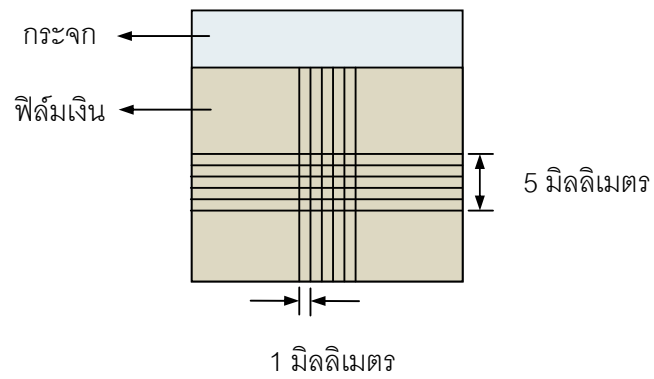
ตารางที่ 3.5 ตัวแปรการใช้เครื่อง Differential Scanning Calorimeter

Atmosphere	Air (O <sub>2</sub> : N <sub>2</sub> = 80 : 20)
Pan	Pt
Rate	10 °C/min
Temperature range	25 – 900 °C

### 3.3.6 วิเคราะห์สมบัติการยึดติดระหว่างฟิล์มกับผิวแก้ว

การศึกษาศักยภาพการยึดติดระหว่างฟิล์มกับผิวแก้วทดสอบโดยวิธี Cross-cut tape test – test method B (ASTM D 3359 – 02) ซึ่งจะกรีดผิวฟิล์มให้เป็นช่องตาราง 5×5 ช่อง โดยแต่ละช่องมีขนาด 1 มิลลิเมตรดังแสดงในภาพที่ 3.7 จากนั้นติดเทปใส (Transparent tape 600, 3M Scotch®-tape) ลงบนฟิล์มเงินและรีดเทปไม่ให้มีฟองอากาศเพื่อให้เทปติดกับฟิล์มในทุกพื้นที่ ต่อมาให้ดึงเทปออกอย่างรวดเร็ว และประเมินการยึดติดของฟิล์มกับผิวแก้วโดยเปรียบเทียบกับ ตารางมาตรฐานที่แสดงการจัดแบ่งประเภทผลทดสอบการยึดติด บันทึกผลในมาตรา OB - 5B (ตารางที่ 3.6) โดยจะบ่งบอกระดับการยึดติดดังนี้

- 5B ขอบของรอยกรีดเรียบและสมบูรณ์ ไม่มีช่องใดที่ฟิล์มหลุดออก
- 4B แผ่นฟิล์มเล็กๆ หลุดออกตรงจุดตัดซึ่งน้อยกว่า 5% ของพื้นที่ทั้งหมด
- 3B แผ่นฟิล์มเล็กๆ หลุดออกตามขอบและจุดตัดของรอยกรีดซึ่งอยู่ระหว่าง 5 – 15% ของพื้นที่ทั้งหมด
- 2B ฟิล์มหลุดออกเป็นแผ่นตามขอบของรอยกรีดและในบางส่วนของพื้นที่สี่เหลี่ยมจัตุรัสซึ่งอยู่ระหว่าง 15 – 35% ของพื้นที่ทั้งหมด
- 1B ฟิล์มหลุดออกเป็นแผ่นตามขอบของรอยกรีดและในพื้นที่สี่เหลี่ยมจัตุรัสเป็นบริเวณกว้างซึ่งอยู่ระหว่าง 35 – 65% ของพื้นที่ทั้งหมด
- 0B ฟิล์มหลุดออกจากชั้นสเตรตมากกว่า 65% ของพื้นที่ทั้งหมด



ภาพที่ 3.7 ลักษณะรูปแบบการกรีดผิวฟิล์มเงินเพื่อทำการทดสอบสมบัติการยึดติด

ตารางที่ 3.6 การจัดแบ่งประเภทของผลทดสอบการยึดติด<sup>(77)</sup>

Classification	% of Area Removed	Surface of Cross-cut Area From Which Flaking has Occured for 6 Parrallel Cuts & Adhesion range by %
5B	0% None	
4B	Less than 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Greater than 65%	

### 3.3.7 วิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำ

การศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มเงินจะวัดค่ามุมสัมผัสโดยใช้เครื่อง Contact angle meter (Goniometer) รุ่น CAM-PLUS Tanteq และวิเคราะห์ผลของลักษณะพื้นผิวฟิล์มต่อสมบัติความชอบน้ำเพื่อใช้เป็นแนวทางประกอบข้อสรุปในขั้นตอนการศึกษาการด้านแบคทีเรีย วิธีการทดสอบจะใช้วิธี Sessile drop ซึ่งหยดน้ำกลั่นจะถูกหยดจากหลอดฉีดยาขนาดเล็กลงบนพื้นผิวฟิล์มโดยการค่อยๆ หมุนเกลียวของเครื่องวัดที่ติดกับบริเวณด้านบนของหลอดฉีดยาซึ่งจะต้องนำผิวฟิล์มขึ้นไปสัมผัสกับหยดน้ำที่อยู่บริเวณปลายเข็มเพื่อให้ได้หยดน้ำกลั่นเพียงหยดเดียวที่สัมผัสกับผิวฟิล์ม จากนั้นแสงจะส่องผ่านด้านหน้าของหยดน้ำเกิดเป็นเงากระทบกับฉากที่อยู่ด้านหลังของหยดน้ำ จากนั้นวัดหามุมสัมผัสโดยใช้โปรเทคเตอร์

การวัดมุมสัมผัสจะทำการทดสอบชิ้นงาน 5 ชิ้นเฉพาะภาวะที่ผิวแก้วผ่านการปรับผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 320 และนำไปกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที (SPHF) โดยในแต่ละชิ้นจะทำการวัด 5 จุด จากนั้นนำมาหาค่าเฉลี่ย โดยผลการวัดมุมสัมผัสกับหยดน้ำจะแสดงไว้ในภาคผนวก ค

### 3.3.8 วิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงิน

การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงินทำเพื่อทดสอบประสิทธิภาพและความสามารถของฟิล์มต่อการต้านแบคทีเรียชนิด Escherichia coli ATCC 25922 (E.coli) โดยแบ่งออกเป็น 2 วิธีทดสอบดังนี้

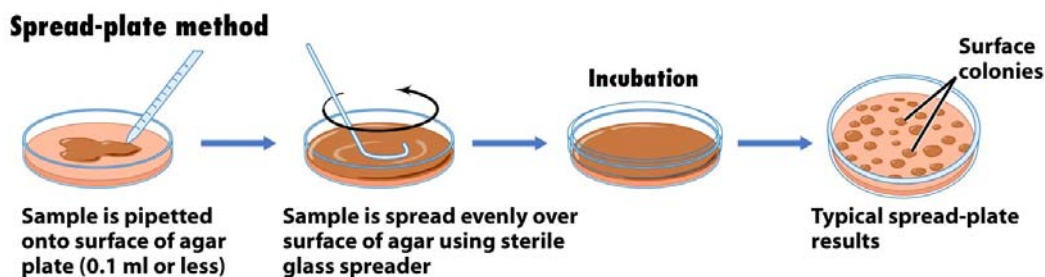
#### 3.3.8.1 การวิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยวิธี Spread plate

วิธีการกระจายเชื้อ (Spread plate) ซึ่งอ้างอิงตามมาตรฐานของ JIS Z 2801 (ดูภาคผนวก ฉ) เป็นการทดสอบในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis) ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้เนื่องจากใช้เครื่องมือน้อย สะดวก และรวดเร็ว โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานจุ่มลงในขวดเลี้ยงเชื้อที่มีปริมาตร 20 มิลลิลิตรและมีจำนวนแบคทีเรียเป็น  $10^6$  CFU/ml (จำนวนเชื้อตั้งต้น) จากนั้นนำขวดดังกล่าวไปทำการสั่นด้วยเครื่อง Shaker เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อสั่นครบตามเวลาแล้วจะดูดเชื้อจากขวดปริมาณ 1 มิลลิลิตรมาเจือจางเป็นลำดับ (Serial dilution) ให้อยู่ในระดับความเข้มข้นประมาณ  $10^{-4}$  เพื่อให้จำนวนโคโลนีอยู่ในช่วงที่กำหนดและนำแบคทีเรียที่ผ่านการเจือจางแล้วปริมาณ 0.1 มิลลิลิตรหยดลงตรงกลางบนจานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่ จากนั้นนำแท่งแก้วรูปตัวแอล (L-spreader) ที่ผ่านการฆ่าเชื้อโดยทำการจุ่มแอลกอฮอล์ 95% แล้วฉีกแอลกอฮอล์แห้งหมดไปและทิ้งให้เย็นซักครู่ มาเกลี่ยเชื้อให้ทั่วทั้งจานอาหารวุ้นเพื่อเป็นการทำให้เซลล์ต่างๆ แยกและกระจายออกจากกัน เลือกลงเชื้อที่มีการยึดติดดีที่สุดที่สุดมาทดสอบ 3 ตัวอย่าง ต่อมานำจานเพาะ

เชื้อไปบ่มไว้ที่อุณหภูมิ 37 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วตรวจผลโดยการนับจำนวนโคโลนี (Colony) ของแบคทีเรียที่รอดชีวิตด้วยตาเปล่าโดยรายงานเป็นจำนวน Colony Forming Unit/ml (CFU/ml) และนำมาหาค่าเฉลี่ยของจำนวนเชื้อในแต่ละเงื่อนไข จากนั้นนำไปคำนวณเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย (% Reduction) ตามสมการที่ 3.1

$$R = \frac{100(A - B)}{A} \quad (\text{สมการที่ 3.1})$$

- เมื่อ R คือเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย  
 A คือจำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อของจานควบคุม (Untreated control specimen)  
 B คือจำนวนแบคทีเรียที่เกิดขึ้นในจานเพาะเชื้อของชิ้นงานตัวอย่าง (Treated test specimen)



ภาพที่ 3.8 วิธีการทำให้เชื้อกระจาย (Spread plate)<sup>(78)</sup>

การนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่เจริญบนจานเพาะเชื้อจะต้องอาศัยวิธีการเจือจางเป็นลำดับ (Serial dilution) ดังแสดงในภาพที่ 3.9 เนื่องจากการนับจำนวนเซลล์จะต้องมีจำนวนไม่มากหรือน้อยเกินไป ถ้าจำนวนเชื้อมีมากเกินไปจะทำให้ความถูกต้องแม่นยำในการนับลดลง ถ้าจำนวนเชื่อน้อยเกินไปจะไม่สามารถเป็นตัวแทนของจำนวนเชื้อตั้งต้นได้เพราะว่าโอกาสผิดพลาดในการประเมินจำนวนประชากรของเชื้อที่เจริญเติบโตจะมีสูงขึ้น โดยทั่วไปจะนับเฉพาะ



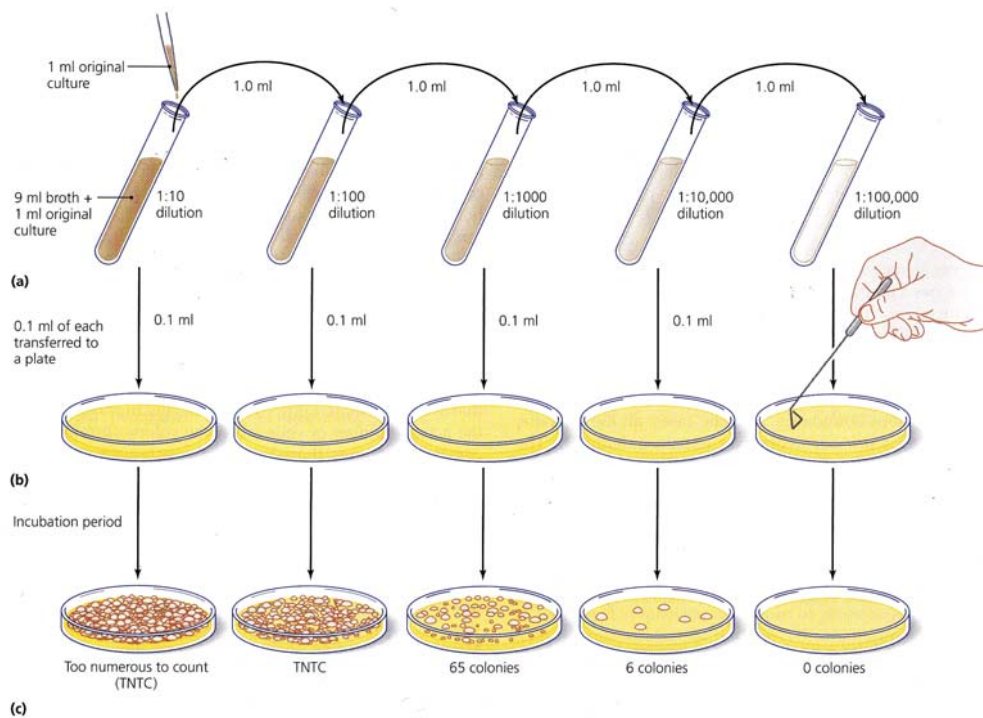
งานเลี้ยงเชื้อที่มีจำนวนเซลล์ระหว่าง 25 - 250 เซลล์เท่านั้น<sup>(63, 79)</sup> ซึ่งเทคนิคนี้จะเจือจางเชื้อแบคทีเรียหลายครั้งก่อนที่จะนำไปทดสอบด้วยวิธีต่างๆ

การรายงานผลโดยวิธีการนับจำนวนแบคทีเรียในงานเพาะเชื้อนิยมรายงานเป็น Colony Forming Unit (CFU) เนื่องจากไม่สามารถบอกได้อย่างชัดเจนว่า 1 โคโลนีมาจาก 1 เซลล์ ดังนั้นจำนวนแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรจะคำนวณได้จากการนำจำนวนโคโลนีคูณด้วย 10 เพราะว่าได้นำเชื้อมาในปริมาณเพียง 0.1 มิลลิลิตรซึ่งเป็นตัวแทนของ 1 มิลลิลิตร และคูณด้วยส่วนกลับของระดับการเจือจางเพื่อประมาณค่าความเข้มข้นของเชื้อตั้งต้น<sup>(80)</sup> ดังสมการที่ 3.2

$$\text{จำนวนแบคทีเรีย (Bacteria/ml)} = \text{จำนวนโคโลนีบนงานเพาะเชื้อ} \times 10 \\ \times \text{ส่วนกลับของระดับการเจือจาง} \quad (\text{สมการที่ 3.2})$$

ตัวอย่างการคำนวณ เช่น จากภาพที่ 3.9 ในงานที่เจือจางเชื้อให้อยู่ในระดับ 1:1000 สามารถนับจำนวนโคโลนีได้ 65 โคโลนี ซึ่งจะสามารถคำนวณจำนวนเชื้อตั้งต้นต่อมิลลิลิตรได้ดังนี้

$$65 \text{ colonies} \times 10 \times 1000 = 650,000 \text{ bacteria/ml}$$



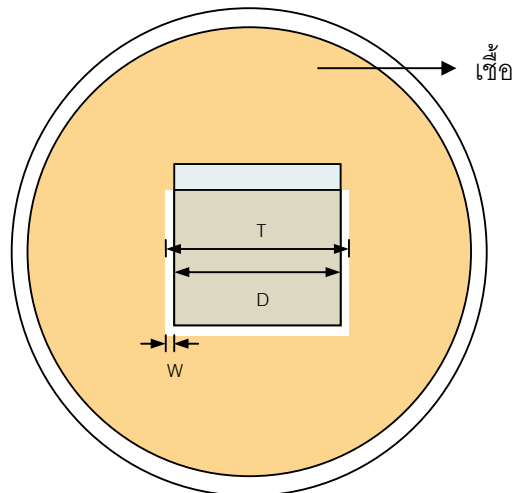
ภาพที่ 3.9 ขั้นตอนการเจือจางแบคทีเรียแบบ Serial dilution<sup>(63)</sup>

### 3.3.8.2 วิเคราะห์สมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยวิธี Disc diffusion method

วิธี Disc diffusion method หรือ Kirby-Bauer test หรืออีกชื่อหนึ่งคือ เคลียร์โซน (Clear zone) นั้นเป็นการทดสอบในเชิงคุณภาพ (Qualitative analysis) สามารถบอกได้ว่าเชื้อมีความไวต่อการทดสอบหรือไม่ ในการทดลองนี้จะเลือกชิ้นงานที่มีเงื่อนไขดีที่สุดที่สุดมาทำการทดสอบ 3 ตัวอย่าง โดยเริ่มจากการเกลี่ยเชื้อ (Spread) ให้ทั่วจานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้ออยู่ จากนั้นนำชิ้นงานไปวางไว้ตรงกลางของจานเพาะเชื้อโดยชิ้นงานด้านที่เคลือบฟิล์มเงินจะเป็นด้านที่สัมผัสกับเชื้อแล้วนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 37 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้เชื้อเจริญเติบโต เมื่อบ่มเสร็จก็จะวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ Inhibition zone ซึ่งในบริเวณนี้จะเป็นวงใสไม่เห็นเชื้อปรากฏอยู่ ลักษณะโดยความสามารถในการยับยั้งแบคทีเรียจะแปรตามขนาดของ Inhibition zone และสามารถคำนวณความกว้างของเคลียร์โซนได้จากสมการที่ 3.3

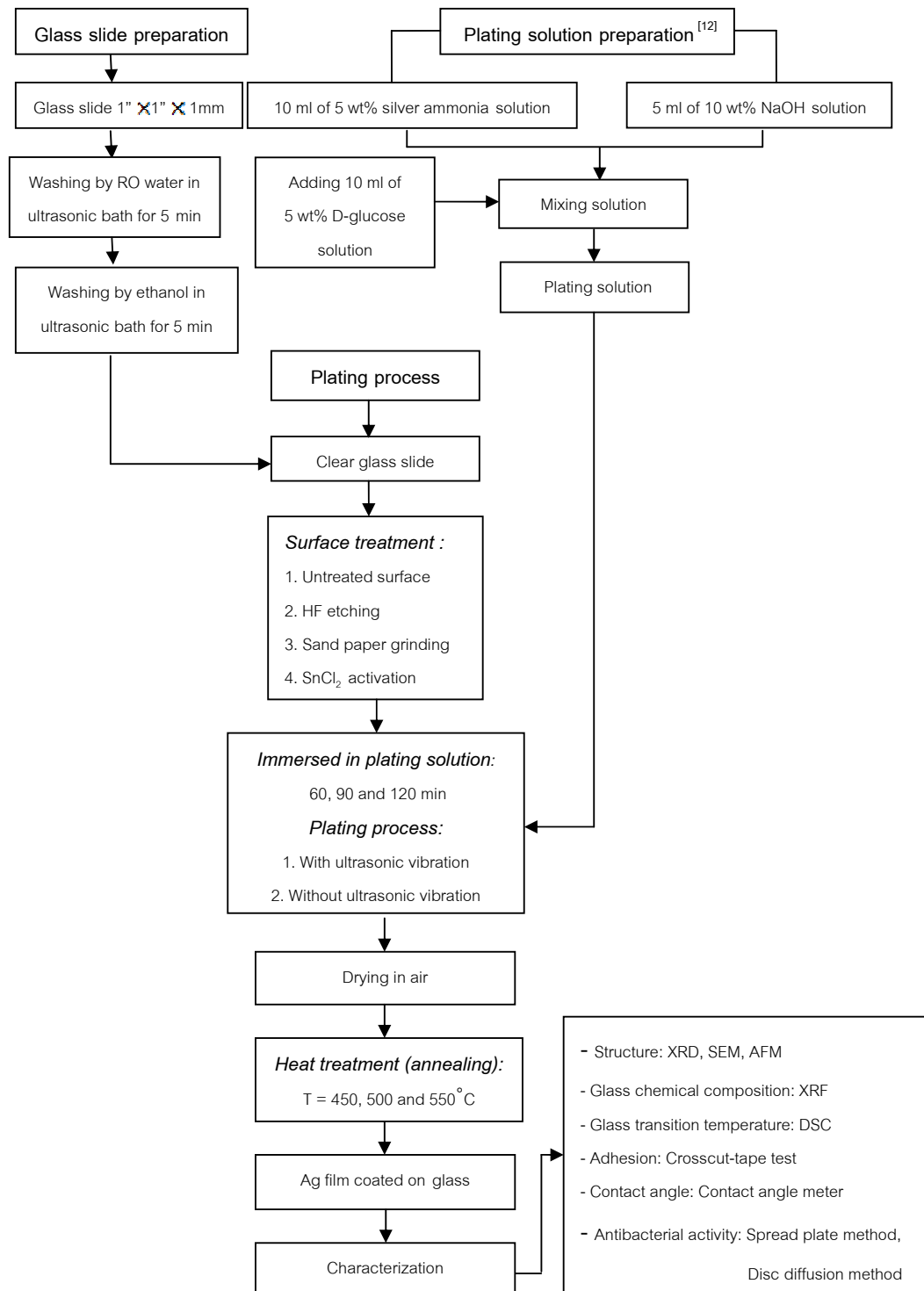
$$W = \frac{(T - D)}{2} \quad (\text{สมการที่ 3.3})$$

- เมื่อ W คือความกว้างของเคลียร์โซน (มิลลิเมตร)  
 T คือความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานและเคลียร์โซน (มิลลิเมตร)  
 D คือความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)



ภาพที่ 3.10 แสดงตำแหน่งการวัดระยะเพื่อคำนวณหาความกว้างของเคลียร์โซน

วิธีการดำเนินงานวิจัยทั้งหมดจะสรุปเป็นแผนผังไว้ในภาพที่ 3.11 เพื่อให้เห็นภาพรวมของงานวิจัยในครั้งนี้



ภาพที่ 3.11 แผนผังงานวิจัย

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

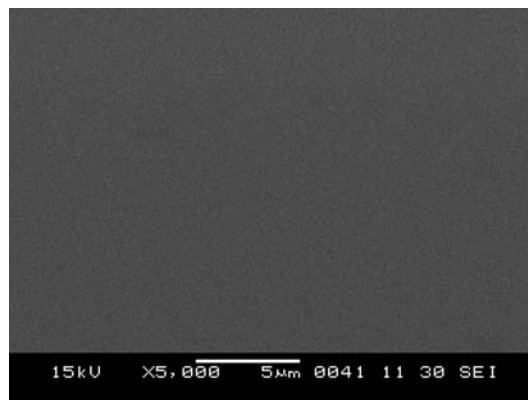
งานวิจัยนี้ได้เคลือบฟิล์มเงินบนผิวแก้วด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าซึ่งจะแบ่งการวิเคราะห์ออกเป็น 2 ส่วนคือการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติดที่ติระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว โดยวิเคราะห์ในรายละเอียดเกี่ยวกับลักษณะผิวแก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิว ลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจากปัจจัยในด้านเวลาที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ วิธีที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวในแบบต่างๆ และอุณหภูมิ นอกจากนี้ยังทำการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วย อีกส่วนหนึ่งคือการศึกษาสมบัติของฟิล์มเงินที่มีผลต่อการต้านแบคทีเรีย โดยจะกล่าวถึงรายละเอียดของผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลในหัวข้อต่อไป

#### 4.1 การศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติดที่ติระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว

##### 4.1.1 ศึกษาลักษณะของผิวแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวและฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น (ภาวะอ้างอิง)

###### 4.1.1.1 ผิวแก้วก่อนทำการจุ่มเคลือบ

แก้วที่นำมาศึกษาในครั้งนี้เป็นแก้วประเภทโซดาไลม์ (Soda-lime glass) ซึ่งถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวางในการทำเป็นกระจกเนื่องจากความใสของแก้วหรือนำไปทำเป็นภาชนะหรือขวดน้ำเพราะโดยปกติแล้วผิวแก้วจะเป็นผิวที่เรียบมากดังแสดงในภาพที่ 4.1 จึงง่ายต่อการทำความสะอาด



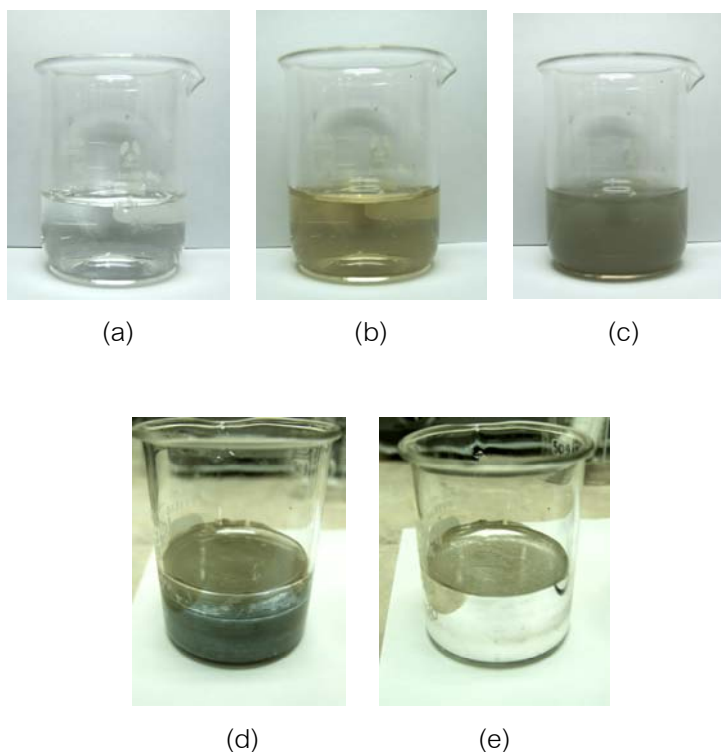
ภาพที่ 4.1 ลักษณะผิวแก้วปกติ

#### 4.1.1.2 การเกิดฟิล์มเงินระหว่างการจุ่มเคลือบในสารละลาย

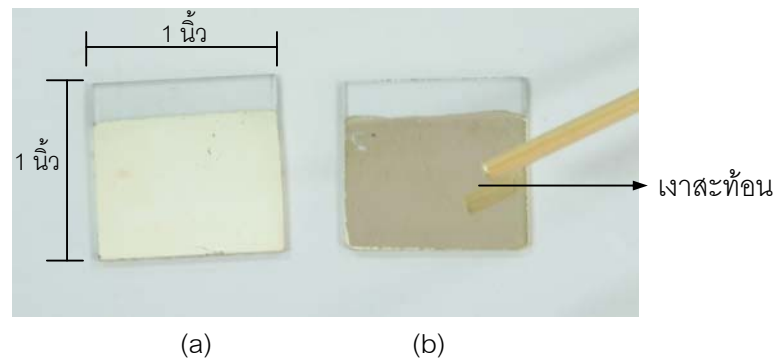
จากการที่นำซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) ผสมกับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) เพื่อให้เกิดเป็นสารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียนั้น ลักษณะของสารละลายที่ปรากฏก่อนทำการกวนให้เข้ากันจะมีการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลายจากที่ใสไม่มีสีกลายเป็นสีน้ำตาลเข้มในบริเวณที่ก้นบีกเกอร์มีซิลเวอร์ไนเตรตตกตะกอนอยู่ซึ่งตะกอนสีน้ำตาลที่เกิดขึ้นคือ  $\text{Ag}_2\text{O}$  โดยเกิดมาจากการที่  $\text{Ag}^+$  ทำปฏิกิริยากับ  $\text{OH}^-$  ของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และเมื่อทำการกวนเพื่อให้ซิลเวอร์ไนเตรตละลายในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์สีน้ำตาลของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  จะละลายหายไปเกิดสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^{+(42)}$  สารละลายกลับมาใสเหมือนเดิม จากนั้นเทสารละลายไฮดรอกไซด์ลงไป ในสารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียเพื่อเป็นการควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างให้อยู่ในช่วงที่มีความเป็นด่างและเติมสารละลายดี-กลูโคสเป็นลำดับสุดท้ายเพื่อรีดิวซ์สารประกอบเชิงซ้อน  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$  เมื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายพบว่าในช่วงแรกของการเกิดปฏิกิริยาจะยังไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงจนเมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 1 นาที สารละลายจะเริ่มเปลี่ยนจากสารละลายใสไม่มีสีกลายเป็นสีเหลืองใสแล้วค่อยๆ เข้มขึ้นจนเป็นสีน้ำตาลใสและกลายเป็นสีเทา จนในที่สุดเกิด Silver mirror ขึ้นบนผิวแก้วที่เป็นชั้นสเตรตกับภายในบีกเกอร์ดังแสดงในภาพที่ 4.2 ฟิล์มเงินบนชั้นสเตรตที่เป็นแก้วเกิดขึ้นได้ง่ายเนื่องจากแก้วมีพันธะเป็นโควาเลนต์จึงจัดอยู่ในกลุ่มของ Hard solid และมีค่าการแผ่คลุม (Spreading parameter) ระหว่างสองเฟส (ชั้นสเตรตกับสารละลาย) นั้นมากกว่า 0 ทำให้สารละลายต้องการที่จะแผ่คลุมชั้นสเตรตเพื่อลดพลังงานผิว<sup>(81)</sup> ด้วยเหตุนี้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เกิดขึ้นสามารถถือได้ว่าเป็นการเกิดแบบ Heterogeneous nucleation

ฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นแต่ละด้านตรงบริเวณรอยต่อจะแตกต่างกัน เมื่อลอกฟิล์มด้านใดด้านหนึ่งออกแล้วมองผ่านด้านนั้นจะเห็นด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับแก้ว (รอยต่อระหว่างฟิล์มกับชั้นสเตรต) จะเกิดเป็น Silver mirror ซึ่งมีการสะท้อนแสงได้ดี และในด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับสารละลายจะเกิดเป็นสีขาวนวล<sup>(82)</sup> ดังแสดงในภาพที่ 4.3 และภาพที่ 4.4 การสะท้อนในกรณีนี้จะเกิดขึ้นเนื่องจากอนุภาคเรียงชิดติดกันตรงบริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุสองชนิดซึ่งเป็นบริเวณที่มี Surface energy ต่ำกว่าเนื้อวัสดุโดยยิ่งถ้าวัสดุมีความเรียบมากเท่าใดจะยิ่งทำให้การสะท้อนดีมากขึ้น ผิวที่เรียบจะทำให้อนุภาคสามารถเรียงชิดติดกันได้ดีและอนุภาคที่เป็นโลหะจะช่วยส่งเสริมการสะท้อนโดยหยุดยั้งการกระจายของคลื่น<sup>(83, 84)</sup> ดังนั้นด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับแก้วสามารถเกิดการสะท้อนขึ้นได้ ส่วนในด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับสารละลายจะเห็นเป็นสีขาวนวลเนื่องจากอนุภาคไม่ได้เรียงชิดติดกันมากนักทำให้ไม่เกิดการสะท้อนดังจะเห็นได้จากรูป SEM ที่ทำการวิเคราะห์ผิวฟิล์มในด้านนี้ อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นไม่เพียงแต่จะเกาะบนชั้นสเตรตแก้วอย่างต่อเนื่องจนกลายเป็นฟิล์มแต่ยังตกตะกอนอยู่ที่ก้นบีกเกอร์อีกด้วย โดยตะกอนจะมีสีเทาดังแสดง

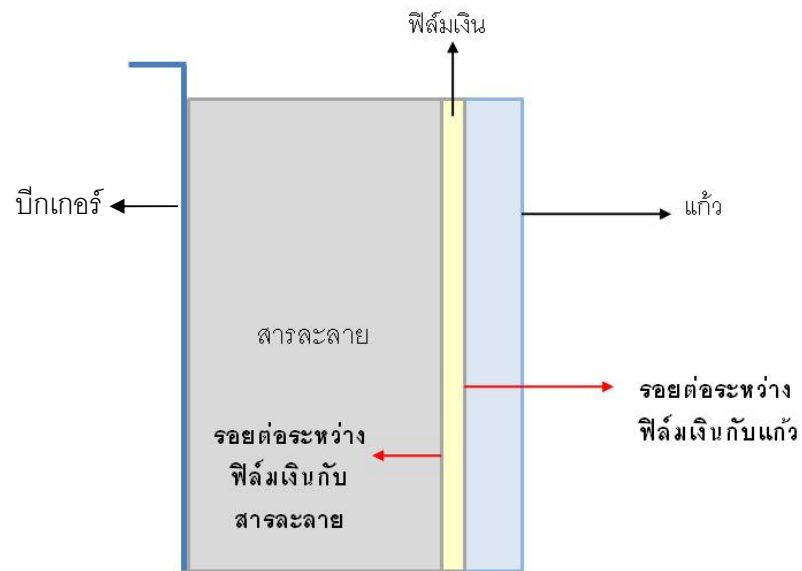
ในภาพที่ 4.5 การทดลองนี้จะศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ (60, 90 และ 120 นาที) และศึกษาผลของวิธีการจุ่มเคลือบโดยแบ่งออกเป็นวิธีที่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกกับวิธีที่ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกโดยประโยชน์ของการใช้อัลตราโซนิกคือการเพิ่มอัตราการเคลือบให้เร็วขึ้นเกิดการกระจายตัวของอนุภาคได้ดีขึ้น และสามารถช่วยเพิ่มการยึดติดโดยการไล่ฟองอากาศที่ผิวของซับสเตรตทำให้อนุภาคที่จะเกิดฟิล์มสามารถเข้าไปเคลือบผิวซับสเตรตได้ดีขึ้นและมีความหนาแน่นของฟิล์มเพิ่มขึ้น<sup>(34, 85, 86)</sup>



ภาพที่ 4.2 การเปลี่ยนแปลงสารละลายเมื่อผสมซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) กับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) (a) เริ่มปฏิกิริยา (b) เริ่มเกิดการเปลี่ยนสี (c) เริ่มมีตะกอนเกิดขึ้น (d) เริ่มเกิด Silver mirror เกาะที่ปีกเกอร์ (e) Silver mirror



ภาพที่ 4.3 ลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนขั้วสเตรตที่เป็นแก้วที่แขวนห้อยอยู่ในสารละลาย  
(a) ด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับสารละลาย และ (b) ด้านที่ฟิล์มเงินสัมผัสกับแก้ว



ภาพที่ 4.4 บริเวณจุดรอยต่อระหว่างเฟสสองเฟสที่เกิดขึ้นในระบบ



ภาพที่ 4.5 ลักษณะตะกอนที่เกิดขึ้นที่ก้นปิกเกอร์

#### 4.1.1.3 เฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น

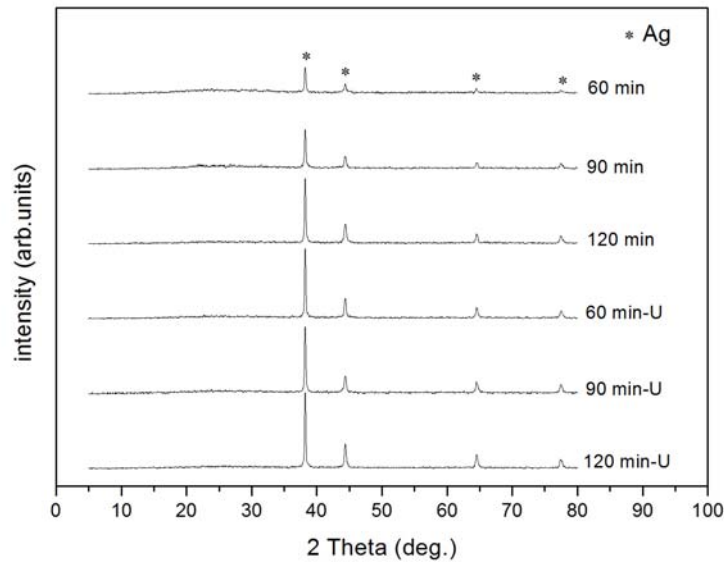
การวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นจะอาศัยเทคนิค XRD โดยทำการวิเคราะห์ทั้งหมด

6 ภาวะคือ

1. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 60 นาทีโดยไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (60 min)
2. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีโดยไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (90min)
3. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 120 นาทีโดยไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (120min)
4. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 60 นาทีโดยใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (60 min-U)
5. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีโดยใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (90min-U)
6. การจุ่มเคลือบเป็นเวลา 120 นาทีโดยใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (120min-U)

จากภาพที่ 4.6 พบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นมีพีคสอดคล้องกับการวัดมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-087-0720 ซึ่งเป็นของโลหะเงิน (Ag) โดยไม่พบพีคออกไซด์ของเงินหรือเฟสอื่นๆ นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบในวิธีการเดียวกันพบว่าความเข้มของพีคจะสูงขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการจุ่มเคลือบนานขึ้นซึ่งจะมีความสัมพันธ์ในลักษณะนี้ทั้ง 2 กระบวนการและเมื่อเปรียบเทียบระหว่างวิธีการที่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกกับไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกในการจุ่มเคลือบ พบว่าความเข้มพีคของภาวะที่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกจะสูงกว่าภาวะที่ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกในระหว่างกระบวนการจุ่มเคลือบแสดงให้เห็นว่าการใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกจะช่วยเพิ่มความเป็นผลึกของฟิล์มเงินมากขึ้นเนื่องจากความเข้มพีคแสดงถึงการกระจายตัวของอะตอมอย่างเป็นระบบและสมมาตรภายในโครงสร้าง<sup>(87)</sup>





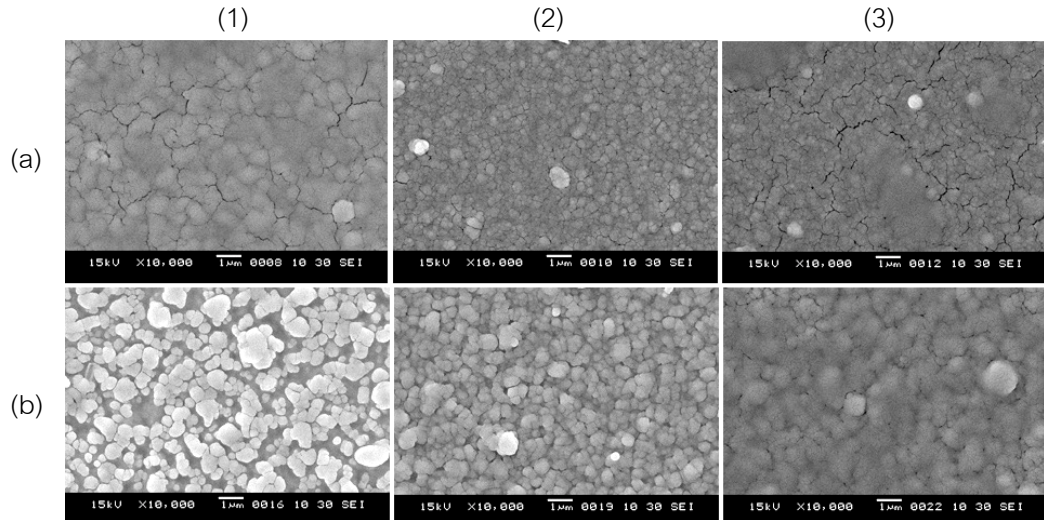
ภาพที่ 4.6 องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

#### 4.1.1.4 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงิน

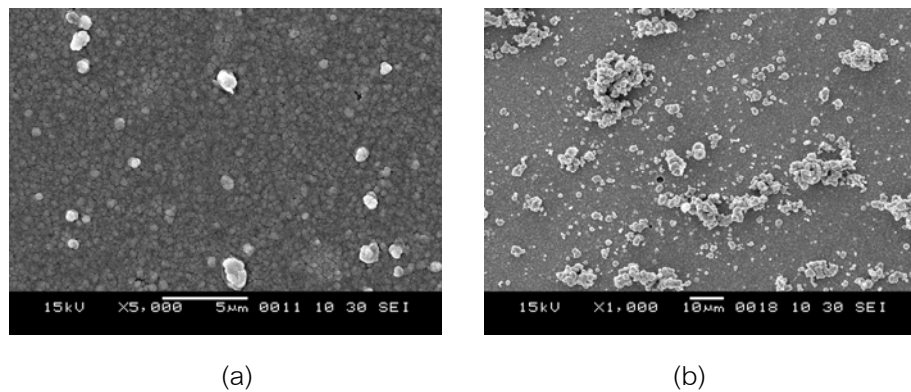
โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินจะถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM โดยศึกษาพื้นผิวของฟิล์มเงิน (Surface analysis) และภาคตัดขวางของฟิล์ม (Cross sectional analysis) เพื่อวิเคราะห์หาความหนาของฟิล์มที่เกิดขึ้นในแต่ละภาวะการทดลอง

##### 1. ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเงิน

ลักษณะพื้นผิวฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจะแสดงดังในภาพที่ 4.7 เมื่อเปรียบเทียบวิธีการที่ใช้ในการจุ่มเคลือบระหว่างการใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกกับไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกพบว่าขนาดอนุภาคของการที่ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกจะเล็กกว่าการที่มีกระบวนการสั่นเข้ามาเกี่ยวข้อง ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการสั่นในกรณีนี้จะทำให้อนุภาคเงินขนาดเล็กเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomeration) มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ M.Pattabi และคณะ<sup>(11)</sup> ที่ได้ศึกษาผลของการสั่นของขั้วสเตรตต่อการรวมกลุ่มของฟิล์มเงินพบว่าทำให้ขั้วสเตรตสั่นในขณะจุ่มเคลือบด้วยอัลตราโซนิกจะทำให้เกิดการรวมกลุ่มของฟิล์มเงินขึ้น การรวมกลุ่มกันของอนุภาคเงินส่วนมากจะพบบนพื้นผิวของชิ้นงานที่มีการใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกดังแสดงในภาพที่ 4.8 ในงานวิจัยนี้ฟิล์มเงินที่เกิดจากกระบวนการที่ไม่มีการใช้การสั่นจะเรียกว่าการที่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกเพราะว่าอนุภาคมีการเรียงชิดติดกันอย่างแน่นและสม่ำเสมอ



ภาพที่ 4.7 ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของฟิล์มเงินจากวิธีการเคลือบ (a) ไม่ใช้การสั้่นด้วยอัลตราโซนิก (b) ใช้การสั้่นด้วยอัลตราโซนิก โดยทำการจุ่มเคลือบเป็นเวลา (1) 60 นาที (2) 90 นาที และ (3) 120 นาที

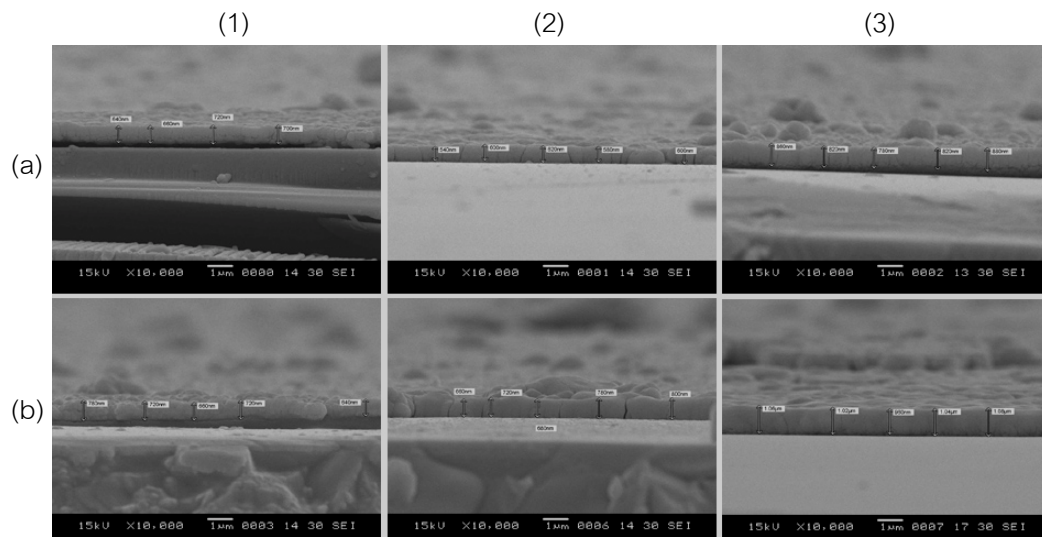


ภาพที่ 4.8 เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเงิน(a) ไม่ใช้การสั้่น (b) ใช้การสั้่นด้วยอัลตราโซนิก (ลดกำลังขยายลงเพื่อให้เห็นภาพรวม)

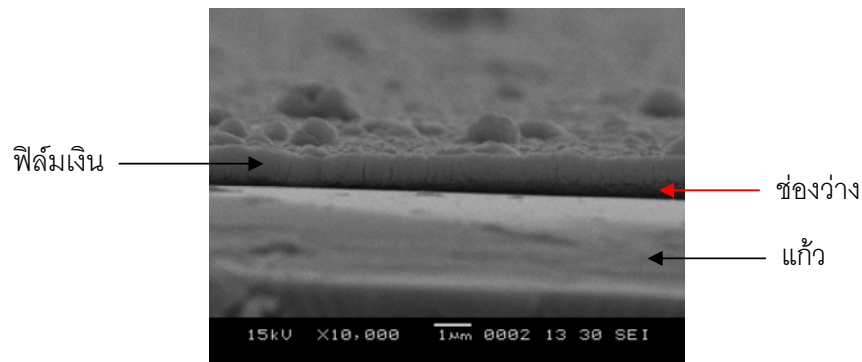
## 2. ภาคตัดขวางของฟิล์มเงิน

ภาพภาคตัดขวางของฟิล์มเงินในชิ้นงานต่างๆ วิเคราะห์โดยเทคนิค SEM ดังแสดงในภาพที่ 4.9 สามารถบ่งบอกเกี่ยวกับความหนาของฟิล์มและแสดงถึงข้อมูลเบื้องต้นของการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วได้ เมื่อเวลาในการจุ่มเคลือบเพิ่มมากขึ้นก็จะยิ่งทำให้อนุภาคเคลือบผิวซับซ้อนมากขึ้นตามส่งผลทำให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น และผลของการใช้การสั้่นด้วยอัลตราโซนิกจะทำให้ฟิล์มหนากว่ากระบวนการที่ไม่ใช้การสั้่นซึ่งมีความหนาของฟิล์มเงินอยู่ในช่วง 680 – 835 นาโนเมตร ในขณะที่ความหนาของฟิล์มเงินที่ใช้กระบวนการสั้่นด้วยอัลตราโซนิกอยู่

ในช่วงประมาณ 700 นาโนเมตร - 1 ไมครอน จากภาพที่ 4.10 จะสังเกตเห็นว่าบางบริเวณพบช่องว่างระหว่างฟิล์มกับแก้วซึ่งจะพบในทุกๆ ภาวะที่ทำการทดลองในส่วนนี้ ดังนั้นอาจจะสามารถสรุปข้อมูลเบื้องต้นได้ว่าการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วต่ำเนื่องจากไม่มีการปรับผิวหน้าของแก้วทั้งในเชิงกายภาพและในเชิงเคมีทำให้ฟิล์มเงินกับแก้วยึดติดกันแค่เพียงแรงแวนเดอร์วาลส์ซึ่งเป็นแรงอ่อนๆ เท่านั้นจึงทำให้เฟสทั้งสองไม่สามารถยึดติดกันได้หรือจะกล่าวอีกนัยหนึ่งว่าอนุภาคเงินเพียงไปเกาะอยู่บนผิวแก้วและหลุดออกจากผิวซับสเตรตได้อย่างง่าย



ภาพที่ 4.9 ลักษณะโครงสร้างภาคตัดขวางของฟิล์มเงินจากวิธีการเคลือบ (a) ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก (b) ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก โดยทำการจุ่มเคลือบเป็นเวลา (1) 60 นาที (2) 90 นาที และ (3) 120 นาที



ภาพที่ 4.10 ช่องว่างระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว

#### 4.1.2 ศึกษาลักษณะผิวแก้วที่ถูกปรับผิวหน้าด้วยวิธีต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ

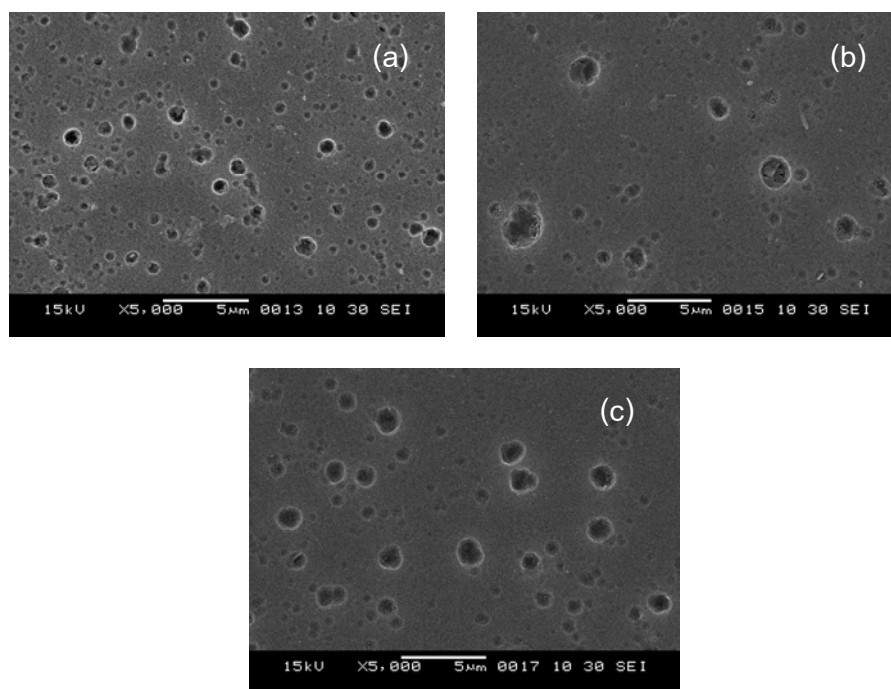
ในการทดลองนี้ได้ศึกษาลักษณะพื้นผิวแบบต่างๆ ก่อนการจุ่มเคลือบที่จะส่งผลต่อลักษณะฟิล์มเงินและการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วโดยลักษณะพื้นผิวขั้วสเตรตเป็นสิ่งสำคัญ เพราะสามารถส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุได้<sup>(7)</sup> เพื่อเป็นการเปรียบเทียบผลของลักษณะพื้นผิวที่มีต่อการยึดติดของฟิล์มเงิน แก้วจะผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธีต่างๆ ก่อนที่แก้วจะทำการจุ่มเคลือบทำให้มีลักษณะของผิวแก้วที่แตกต่างกันด้วยวิธีการปรับผิวในแบบต่างๆ ดังนี้

- 1) การกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก
- 2) การจุ่มในสารละลายสแตนเนสคลอไรด์
- 3) การขัดด้วยกระดาษทราย

##### 1. วิธีการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF)

ในการปรับผิววิธีนี้ได้ศึกษาผลของเวลาในการกัดผิวแก้วลงในกรดไฮโดรฟลูออริกที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์โดยใช้เวลาในการกัดผิวต่างกันคือ 60, 90 และ 120 วินาที เมื่อสังเกตลักษณะทางกายภาพโดยการมองด้วยตาเปล่าแล้วจะพบว่าแก้วมีความขุ่นมากขึ้นเนื่องจากผิวที่ขรุขระมากขึ้นทำให้การหักเหแสงเปลี่ยนไปจากเดิม จากภาพที่ 4.11 แสดงภาพถ่าย SEM ของลักษณะพื้นผิวจุลภาคของแก้วโดยจะเห็นได้ว่าการจุ่มแก้วลงในกรดไฮโดรฟลูออริกจะทำให้ลักษณะพื้นผิวของแก้วเปลี่ยนไปจากผิวแก้วปกติที่มีความเรียบกลายเป็นผิวแก้วที่มีรูเปิด (Open pore) กระจายทั่วบริเวณผิวซึ่งผลของการใช้เวลาในการกัดผิวแก้วลงในกรดที่ต่างกันจะทำให้ผิวแก้วมีขนาดและจำนวนของรูเปิดที่แตกต่างกันด้วย แก้วที่ได้รับการกัดผิวเป็นเวลา 60 วินาทีจะเกิดรูเปิดขนาดเล็กกับขนาดกลางเป็นจำนวนมากซึ่งการกระจายรูเปิดค่อนข้างสม่ำเสมอทั่วทั้งผิวแก้ว ในขณะที่ผิวแก้วที่ผ่านการกัดกรดเป็นเวลา 90 และ 120 วินาทีจะเริ่มปรากฏรูเปิดขนาดใหญ่มากขึ้นโดยชิ้นงานที่ถูกกัดผิวเป็นเวลา 90 วินาทีจะเริ่มมีรูเปิดขนาดใหญ่เกิดขึ้นในปริมาณที่ไม่มากนัก อยู่ปะปนกับรูเปิดขนาดเล็ก และจากภาพของชิ้นงานที่ผ่านการกัดผิวเป็นเวลา 120 วินาทีพบว่ารูเปิดขนาดใหญ่มีจำนวนเพิ่มมากขึ้นและกระจายอยู่ทั่วผิวแก้วและจะเห็นได้ว่ารูเปิดขนาดเล็กเริ่มลดลงเนื่องจากรูเปิดขนาดใหญ่เกิดขึ้นจากการรวมกันของรูเปิดขนาดเล็กในบริเวณใกล้ๆ กันโดยค่าเฉลี่ยของขนาดรูเปิดซึ่งสุ่มเลือกรูเปิดขนาดใหญ่ที่เห็นได้ชัดในแต่ละภาพของเวลาในการกัดผิว 60, 90 และ 120 วินาที จำนวน 10 รู คือ 0.99, 1.36 และ 1.48 ไมครอน ตามลำดับ

การเกิดรูเปิดจะทำให้บริเวณนั้นง่ายต่อการทำปฏิกิริยามากขึ้นเพราะว่าพันธะของซิลิกาจะถูกปะทะด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกทำให้พันธะซิลิกา (Si-O) แตกออกและเกิดเป็นพันธะ Si-F และกลุ่ม Silanol (Si-OH) ขึ้นที่ผิวซึ่งเป็นส่วนที่ทำปฏิกิริยากับสารอื่นได้ง่าย<sup>(9, 53)</sup> นอกจากนี้จะพบว่า รูเปิดขนาดใหญ่จะมีความลึกมากกว่ารูเปิดขนาดเล็กและภายในรูเปิดขนาดใหญ่จะมีลักษณะของรอยแตกปรากฏอยู่ด้วย ดังนั้นปัจจัยทางด้านเวลาของการจุ่มแก้วลงในกรดไฮโดรฟลูออริกจะส่งผลต่อลักษณะพื้นผิวแก้วโดยถ้าเวลาในการจุ่มกรดน้อยจะได้พื้นผิวที่มีรูเปิดขนาดเล็กจำนวนมากและเมื่อเพิ่มเวลาในการจุ่มมากขึ้นจะพบขนาดของรูเปิดที่ใหญ่ขึ้นและมากขึ้นตาม ในขณะที่จำนวนของรูเปิดขนาดเล็กจะลดน้อยลง

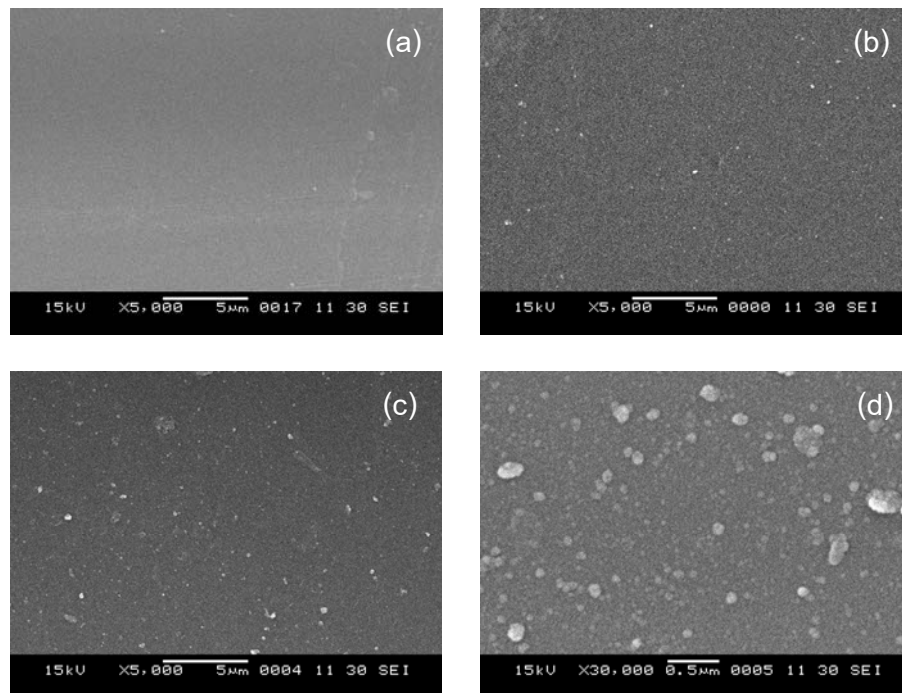


ภาพที่ 4.11 ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกโดยใช้เวลาในการจุ่ม (a) 60 (b) 90 และ (c) 120 วินาที

## 2. วิธีการจุ่มในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_4$ )

การปรับผิววิธีนี้ได้ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายสแตนนัสคลอไรด์โดยใช้ความเข้มข้นที่ 0.05, 0.1 และ 0.5 โมลาร์ และทำการจุ่มแก้วลงไปในการละลายสแตนนัสคลอไรด์เป็นเวลา 5 นาที ฟิล์มที่ได้จะใสไม่มีสี การจุ่มแก้วในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ไม่ได้ทำลายผิวแก้วแต่จะมีอนุภาคของสแตนนัสมาเกาะที่ผิวแก้ว จากภาพที่ 4.12 เมื่อเปรียบเทียบภาพ (a) – (c)

ที่ใช้กำลังขยายเท่ากันที่ 5,000 เท่า พบว่าการเพิ่มความเข้มข้นของ สแตนเนสคลอไรด์จะทำให้มีปริมาณของอนุภาคสแตนเนสมาเกาะที่ผิวกระจกเพิ่มมากขึ้นและขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นอีกด้วย จากรูป (d) เป็นส่วนขยายจากภาพ (c) เพื่อวิเคราะห์ลักษณะของอนุภาค สแตนเนสให้ชัดเจนมากขึ้นพบว่า อนุภาคของสแตนเนสมีลักษณะค่อนข้างกลม มีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเกาะต่อเนื่องกันอย่างหนาแน่น ซึ่งลักษณะของอนุภาคสแตนเนสสอดคล้องกับงานวิจัยของ Y. Kobayashi<sup>(49)</sup> ที่วิเคราะห์ชั้นของอนุภาคสแตนเนสบน Silica sphere ด้วยเทคนิค TEM ดังนั้น ปัจจุบันในด้านการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายสแตนเนสคลอไรด์จะสามารถปรับผิวแก้วได้โดยมีชั้นของอนุภาคสแตนเนสที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนมาเกาะอยู่และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายให้มากขึ้นจะส่งผลต่อขนาดและปริมาณของอนุภาคสแตนเนสอีกด้วย



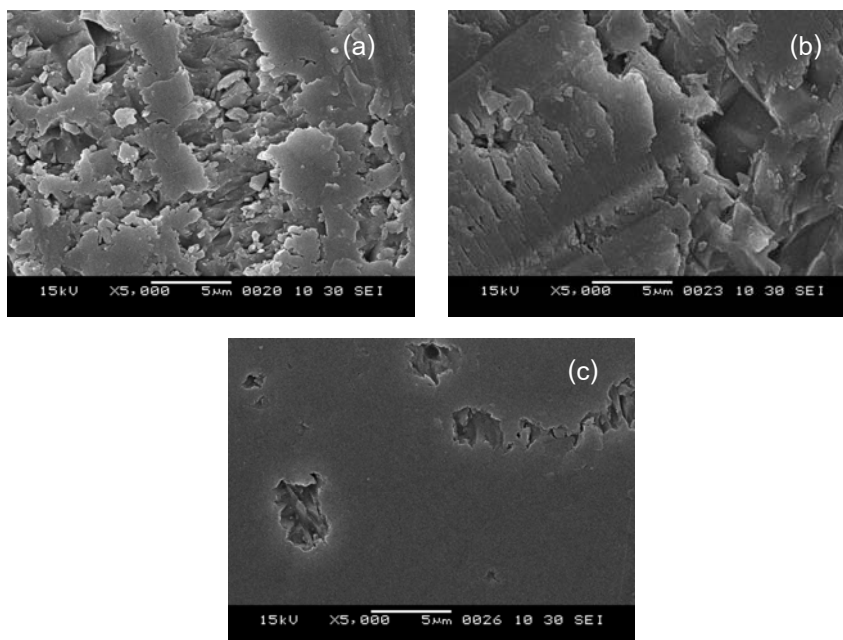
ภาพที่ 4.12 ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการจุ่มสารละลายสแตนเนสคลอไรด์โดยมีความเข้มข้น (a) 0.05 (b) 0.1 (c) 0.5 โมลาร์ ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า และ (d) 0.5 โมลาร์ที่ กำลังขยาย 30,000 เท่า

### 3. วิธีการขัดด้วยกระดาษทราย (SP)

การปรับผิวด้วยวิธีนี้ได้ศึกษาผลของระดับความหยาบของกระดาษทรายโดยใช้หมายเลขกระดาษทราย 240, 320 และ 600 ตามมาตรฐานของ Federation of European Producers of Abrasive (FEPA) ขัดเป็นเวลา 5 นาทีโดยกระดาษทรายแต่ละหมายเลขจะมีขนาดเกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์แตกต่างกันดังแสดงในตารางที่ 4.1 ทำให้ได้ลักษณะผิวแก้วที่แตกต่างกันดังแสดงในภาพที่ 4.13 ซึ่งจะเห็นได้ว่าการขัดด้วยกระดาษทรายสามารถทำลายพื้นผิวของแก้วได้มากกว่าวิธีการปรับผิวสองวิธีแรก เกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์มีความแข็งมากกว่าแก้วจึงสามารถทำให้แก้วเป็นรอยได้ การใช้กระดาษทรายที่มีหมายเลขต่ำจะมีระดับความหยาบสูงนั่นคือขนาดเกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใหญ่ขึ้น ทำให้ผิวแก้วมีความขรุขระมากขึ้นตาม จากภาพที่ 4.13 พบว่าการใช้กระดาษทรายหมายเลข 240 และ 320 สามารถทำให้ผิวแก้วแตกเป็นร่องได้อย่างชัดเจนโดยกระดาษทรายหมายเลข 240 จะเป็นร่องของรอยแตกลึกและแทบจะไม่เห็นความเรียบปรากฏอยู่ในภาพ ส่วนการใช้กระดาษทรายหมายเลข 320 จะเห็นว่ารอยแตกจะไม่ละเอียดมากนักทำให้พบผิวแก้วที่อยู่ในระนาบเดียวกันบ้างบางส่วน ในขณะที่การใช้กระดาษทรายหมายเลข 600 จะทำลายผิวแก้วได้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น ยังคงเห็นผิวแก้วเรียบอยู่เป็นส่วนใหญ่และจะปรากฏรอยแตกที่ไม่เป็นแนวต่อเนื่องกันเหมือนกับการใช้กระดาษทรายหมายเลข 240 และ 320 ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบการใช้กระดาษทรายหมายเลขที่ต่างกันพบว่าระดับการทำลายผิวแก้วเรียงลำดับจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ กระดาษทรายหมายเลข 240 > 320 > 600 ซึ่งส่งผลต่อระดับความขรุขระของแก้วที่ปรากฏเช่นกัน

ตารางที่ 4.1 ความสัมพันธ์ของหมายเลขกระดาษทรายกับขนาดเกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์<sup>(88)</sup>

หมายเลขกระดาษทราย	ขนาดเกรนซิลิคอนคาร์ไบด์ (ไมครอน)	ระดับความละเอียด
240	58.5	Very fine
320	46.2	Very fine
600	25.8	Extra fine



ภาพที่ 4.13 ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการขัดกระดาษทรายโดยใช้หมายเลขกระดาษทราย (a) 240 (b) 320 และ (c) 600

#### 4.1.3 ศึกษาการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วในแบบต่างๆ

การทดลองนี้จะศึกษาปัจจัยในด้านวิธีการเคลือบฟิล์ม และลักษณะโครงสร้างของผิวแก้วที่มีต่อลักษณะของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น โดยได้มุ่งประเด็นไปที่การทำให้เกิดการยึดติดที่ระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วเป็นหลัก ดังนั้นการวิเคราะห์ถึงสาเหตุของการยึดติดจะเลือกเปรียบเทียบเพียงบางภาวะจากผลการทดลองทดสอบด้วยวิธี Crosscut - tape test (test method B) ก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ถึงปัจจัยที่ส่งเสริมการยึดติดและนำชิ้นงานที่ถูกเลือกไปผ่านกระบวนการทางความร้อนต่อไป

ในเบื้องต้นจะขอกล่าวถึงผลของการยึดติดก่อนนำฟิล์มเงินไปผ่านกระบวนการทางความร้อนซึ่งได้ศึกษาการปรับผิวหน้าในแบบต่างๆ ที่ใช้เพียงแค่ขั้นตอนเดียวมาเปรียบเทียบกับผลของการยึดติดกับผิวแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวหน้าโดยการปรับผิวหน้าที่เลือกมาใช้ได้แก่

- วิธีการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกที่เวลาต่างกัน (60, 90 และ 120 วินาที) แทนด้วยตัวอักษร HF
- วิธีการจุ่มสารละลายสแตนเนสคลอไรด์ที่มีความเข้มข้นต่างกัน (0.05, 0.1 และ 0.5 โมลาร์) แทนด้วยตัวอักษร Sn



- วิธีการขัดด้วยกระดาษทรายโดยใช้หมายเลขกระดาษทรายต่างกัน (หมายเลข 240, 320 และ 600) แทนด้วยตัวอักษร SP

นอกจากนี้ยังได้ศึกษาวิธีการในการจุ่มเคลือบในแต่ละภาวะเพื่อวิเคราะห์ปัจจัยของการยึดติด โดยแบ่งออกเป็นกลุ่มดังนี้

- ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก
- ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก

เมื่อแก้วผ่านการปรับผิวแล้วจะเข้าสู่กระบวนการจุ่มเคลือบที่เวลาต่างๆ เพื่อหาปัจจัยด้านเวลาที่เหมาะสมโดยจะจุ่มเคลือบฟิล์มเงินเป็นเวลา 60, 90 และ 120 นาที ผลการยึดติดของฟิล์มเงินกับผิวแก้วทั้งหมด 60 ภาวะซึ่งแต่ละภาวะจะทำการทดสอบ 3 ซ้ำงานเป็นไปดังในตารางที่ 4.2 - ตารางที่ 4.4 ผลของการยึดติดจะรายงานในเชิงกึ่งปริมาณ (Semi-quantitative) ซึ่งจะต้องนำรหัสที่อยู่ในตารางไปเปรียบเทียบกับตารางมาตรฐานดังแสดงในตารางที่ 3.6 โดยรหัสแสดงถึงพื้นที่ที่ฟิล์มหลุดออกจากผิวแก้วหลังจากดึงเทปใสออกซึ่งรหัส 0B แสดงถึงพื้นที่ฟิล์มหลุดออกไปมากที่สุด (>65%) และรหัส 5B แสดงถึงพื้นที่ฟิล์มหลุดออกไปน้อยที่สุด (0%) นั่นคือมีการยึดติดระหว่างฟิล์มกับแก้วที่ดีที่สุด นอกจากนี้จะบรรยายเกี่ยวกับลักษณะฟิล์มหลังจากที่ผ่านการดึงเทปใสควบคู่กันไป

ตารางที่ 4.2 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนขั้นที่ 1

Sample 1		Plating time without ultrasonic (min)			Plating time with ultrasonic (min)		
Treatment	Condition	60	90	120	U60	U90	U120
Untreated surface		0B	0B	0B	0B	0B	0B
HF	60s	4B	0B	0B	0B	0B	0B
	90s	5B	5B	0B	0B	0B	0B
	120s	4B	5B	1B	0B	0B	0B
Sn	0.05M	0B	0B	0B	0B	0B	1B
	0.1M	0B	1B	0B**	0B*	0B**	0B
	0.5M	0B	0B**	0B**	0B*	0B*	0B*
SP	No.240	3B	4B	2B	0B	0B	0B
	No.320	4B	5B	0B	0B	0B	0B
	No.600	2B	1B	0B	0B	2B	0B

ตารางที่ 4.3 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนขั้นที่ 2

Sample 2		Plating time without ultrasonic (min)			Plating time with ultrasonic (min)		
Treatment	Condition	60	90	120	U60	U90	U120
Untreated surface		0B	0B	0B	0B	0B	0B
HF	60s	2B	0B	0B	0B	0B	0B
	90s	4B	4B	0B	0B	0B	0B
	120s	2B	0B	0B	2B	0B	0B
Sn	0.05M	0B*	0B*	0B*	0B**	0B*	0B**
	0.1M	0B	0B*	0B	0B**	0B	0B*
	0.5M	0B**	0B*	0B*	0B	0B	0B**
SP	No.240	2B	0B	0B	0B	0B	1B
	No.320	2B	4B	4B	0B	0B	0B
	No.600	0B	2B	0B	0B	0B	1B

ตารางที่ 4.4 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนขั้นที่ 3

Sample 3		Plating time without ultrasonic (min)			Plating time with ultrasonic (min)		
Treatment	Condition	60	90	120	U60	U90	U120
Untreated surface		0B	0B	0B	0B	0B	0B
HF	60s	3B	0B	0B	0B	0B	0B
	90s	4B	4B	0B	0B	0B	0B
	120s	3B	1B	1B	0B	0B	0B
Sn	0.05M	0B*	0B*	0B	0B**	0B	0B
	0.1M	0B*	0B**	0B*	0B	0B*	0B**
	0.5M	0B	0B**	0B**	0B*	0B	0B
SP	No.240	1B	2B	1B	0B	0B	0B
	No.320	2B	4B	1B	0B	0B	0B
	No.600	1B	1B	0B	0B	1B	0B

หมายเหตุ : \* หมายถึง फिल्मส่วนมากหลุดออกหลังจากดึงเทปใสแต่ยังคงเหลือชั้นฟิล์มบางอยู่บนผิวแก้วในปริมาณน้อย

\*\* หมายถึง फिल्मส่วนมากหลุดออกหลังจากดึงเทปใสแต่ยังคงเหลือชั้นฟิล์มบางอยู่บนผิวแก้วในปริมาณมาก

จากตารางผลของการยึดติดที่ทำการวัดทั้งหมด 3 ครั้ง จะเห็นว่าการใช้วิธีการสั้นด้วยอัลตราโซนิกไม่ทำให้เกิดการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับซับสเตรตได้เลย ดังนั้นปัจจัยของการสั้นด้วยอัลตราโซนิกจะไม่นำมาพิจารณาในหัวข้อต่อจากนี้ ภาวะที่มีการยึดติดดีที่สุดในแต่ละวิธีการปรับผิวจะถูกเลือกเพื่อนำมาเปรียบเทียบและวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะผิวแก้วแบบต่างๆ กับลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นที่ส่งผลต่อการยึดติดต่อไปโดยการยึดติดของลักษณะผิวแก้วต่างๆ เป็นดังนี้

#### 1. แก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิว

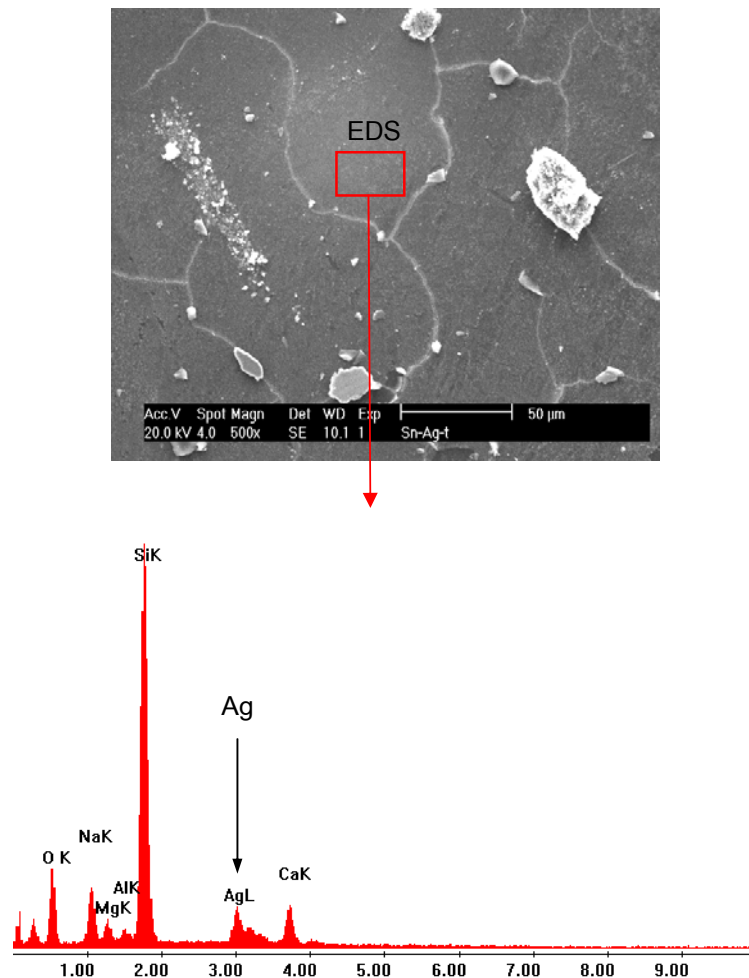
เมื่อพิจารณาลักษณะของผิวแก้วปกติจะเห็นได้ชัดเจนว่าหลังจากการดึงเทปใสออกแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวน้ำไม่สามารถยึดติดกับฟิล์มเงินได้เลยเนื่องจากผิวแก้วมีความเรียบมากดังแสดงในภาพที่ 4.1 และแก้วไม่เกิดปฏิกิริยาเคมีที่สร้างพันธะกับฟิล์มเงินจึงไม่เกิดการยึดติดที่ดีระหว่างกัน ฟิล์มเงินเพียงแค่อะอยู่บนผิวแก้วด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์อ่อนๆ ซึ่งเป็นลักษณะของ Physisorption เพียงอย่างเดียว

#### 2. แก้วที่ผ่านการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก

จากตารางของผลการยึดติดทั้ง 3 ครั้งพบว่าภาวะของการกัดผิวแก้วในเวลาต่างๆ ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกที่มีผลการยึดติดดีที่สุดคือภาวะที่ทำการกัดผิวแก้วเป็นเวลา 90 วินาทีเนื่องจากแสดงค่าการยึดติดสูงเมื่อเปรียบเทียบกับเวลาอื่นที่ใช้ในการกัดผิว ส่วนเวลาในการจุ่มเคลือบที่เหมาะสมที่สุดกับภาวะของการกัดกรดคือการจุ่มเคลือบ 60 นาทีเนื่องจากการจุ่มเคลือบที่ระยะเวลาที่ฟิล์มเงินสามารถติดกับแก้วได้ในทุกภาวะเวลาของการกัดผิว แต่ยังมีอีกหนึ่งภาวะที่แสดงการยึดติดที่ดีเช่นกัน นั่นคือภาวะของการกัดผิวเป็นเวลา 90 วินาทีและจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีซึ่งให้ค่าการยึดติดที่สูงเช่นกัน นอกจากนี้เมื่อลองชุบผิวฟิล์มเงินที่เหลืออยู่หลังจากการดึงเทปใสออกพบว่าฟิล์มเงินที่ติดอยู่กับแก้วจะไม่ทนต่อการชุบซ้ำโดยจะเห็นฟิล์มเงินเป็นรอยลึกลงไปถึงซับสเตรตที่เป็นแก้ว

### 3. แก้วที่ผ่านการจุ่มด้วยสารละลายสแตนนัสคลอไรด์

จากผลของการยึดติดพบว่า การปรับผิวหน้าด้วยวิธีนี้ในทุกๆ ความเข้มข้นไม่สามารถทำให้ฟิล์มเงินยึดติดกับแก้วได้ดีเนื่องจากฟิล์มเงินถูกดึงหลุดออกไปจากผิวแก้วได้อย่างง่ายดาย แต่ในชิ้นงานส่วนใหญ่จะพบคราบฟิล์มบางที่ยังคงเหลือบนผิวแก้วซึ่งมีปริมาณมากน้อยต่างกันได้ดังที่ได้ทำเครื่องหมาย (\*) ในตาราง การพบฟิล์มบางบนผิวแก้วนี้ถือเป็นลักษณะพิเศษที่เกิดขึ้นของการปรับผิวหน้าด้วยวิธีนี้เนื่องจากไม่พบลักษณะฟิล์มบางปรากฏอยู่ในภาวะผิวหน้าที่ถูกปรับในแบบอื่น และจากการยิง EDS ตรงบริเวณฟิล์มบาง ผลปรากฏว่าพบพีคของเงินเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้นแต่ไม่พบพีคของสแตนนัสอยู่อาจเนื่องมาจากการที่ชั้นสแตนนัสมีความบางมาก จึงทำให้ EDS ไม่สามารถตรวจจับได้ดังแสดงในภาพที่ 4.14



ภาพที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM และองค์ประกอบทางเคมีของธาตุโดยใช้เทคนิค EDS ของฟิล์มบางที่ปรากฏหลังจากที่ดึ่งเทปใส

#### 4. แก้วที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทราย

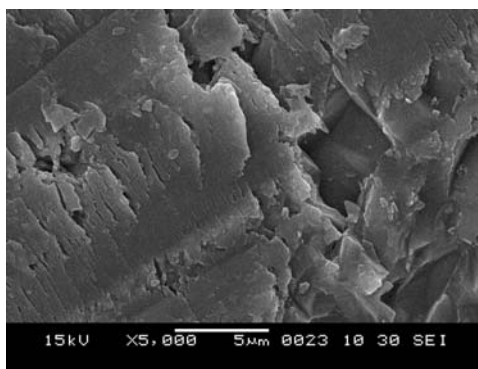
จากผลของการยึดติดในตารางโดยรวมพบว่าการใช้วิธีการขัดด้วยกระดาษทรายเพื่อสร้างความขรุขระให้กับผิวแก้วเป็นวิธีที่ค่อนข้างส่งเสริมการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วให้มีมากขึ้นในหลายๆ ภาวะ แต่จะช่วยให้ได้มากหรือน้อยนั้นแล้วแต่ภาวะที่ทำการทดลอง จากตารางจะเห็นได้ว่าการใช้กระดาษทรายหมายเลข 320 เป็นวิธีที่สามารถทำให้เกิดการยึดติดได้มากกว่ากระดาษทรายหมายเลขอื่นๆ และการใช้เวลาในการจุ่มเคลือบ 90 นาทีจะทำให้มีค่าการยึดติดที่ดีโดยพบการหลุดลอกของฟิล์มน้อยกว่า 5% นอกจากนี้เมื่อลองชุบผิวฟิล์มเงินพบว่าฟิล์มเงินจะเป็นรอยเพียงเล็กน้อยแต่จะไม่ลึกลงไปจนเห็นชั้นสเตรตด้านล่าง ในส่วนของการใช้กระดาษทรายหมายเลข 240 จะทำให้เกิดการยึดติดได้ในระดับพอใช้เมื่อเทียบกับแก้วที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวหน้า และการใช้กระดาษทรายหมายเลข 600 นั้นจะช่วยทำให้เกิดการยึดติดเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

ปัจจัยของเวลาที่ใช้ในการจุ่มเคลือบจะส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นเมื่อมองด้วยตาเปล่าโดยฟิล์มที่จุ่มเคลือบเป็นเวลา 60 นาทีจะมีสีไม่สม่ำเสมอซึ่งตามปกติจะเห็นเป็นสีขาวนวล ฟิล์มจะเริ่มมีสีขาวนวลสม่ำเสมอหลังจากเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีไปแล้ว แต่การเคลือบที่ใช้เวลา 120 นาทีมักจะพบรอยแตกของฟิล์มบริเวณด้านล่างของแผ่นแก้วเสมอ เพราะฉะนั้นเวลาที่เหมาะสมสำหรับการจุ่มเคลือบคือ 90 นาที จากข้อมูลในตารางที่แสดงผลของการยึดติดทำให้สามารถเลือกภาวะที่จะนำมาศึกษาต่อไปได้โดยจะศึกษาเวลาที่ใช้ในการจุ่ม 90 นาทีโดยไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก และในกระบวนการปรับผิวหน้าโดยการกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกจะเลือกศึกษาที่เวลาการกัดผิว 90 วินาที เนื่องจากมีค่าการยึดติดที่ดี ส่วนผลของความเข้มข้นของสารละลายสแตนเนสคลอไรด์ที่มีต่อการยึดติดนั้นจะเห็นได้ว่าถึงแม้ว่าจะใช้ความเข้มข้นสูงมากเพียงใดก็ไม่ได้ช่วยในเรื่องการยึดติดที่ดีในภาพรวมจึงทำการเลือกที่จะศึกษาที่ความเข้มข้นต่ำที่สุดคือ 0.05 โมลาร์ ในวิธีการปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายนั้นจะเลือกภาวะที่ใช้กระดาษทรายหมายเลข 320 เนื่องจากให้ผลการยึดติดที่ดีที่สุดในตารางทั้ง 3 ชิ้นงาน ซึ่งแสดงถึงความคงที่ของการยึดติด

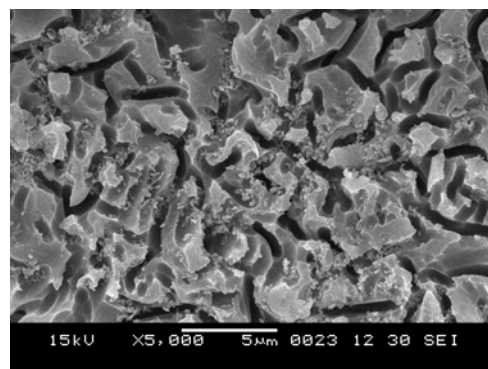
นอกจากวิธีการปรับผิวชั้นตอนเดียวที่ได้กล่าวมาในข้างต้นแล้ว ยังมีวิธีการปรับผิวสองชั้นตอนซึ่งเกิดมาจากการรวมกัน ของการปรับผิวชั้นตอนเดียว 2 วิธี โดยการปรับผิวสองชั้นตอนนี้เกิดขึ้นหลังจากทำการทดสอบในเรื่องการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วและได้เงื่อนไขที่เหมาะสมแล้ว การปรับผิวสองชั้นตอนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงคุณภาพของการยึดติดของฟิล์มเงินให้มีการยึดติดที่ดีขึ้นกับผิวแก้วมากกว่าภาวะที่ดีที่สุดของวิธีการปรับผิวเพียงชั้นตอนเดียวที่ยังคงมีการหลุดลอกของฟิล์มเงินเกิดขึ้นบ้างเล็กน้อย โดยลักษณะผิวแก้วของวิธีการปรับผิวสองชั้นตอนจะมีสองแบบซึ่งมีดังต่อไปนี้

1. การปรับผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 แล้วนำมาจุ่มด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที (SPHF)

ลักษณะผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีการนี้เมื่อมองด้วยตาเปล่าแก้วจะมีความขุ่นมากที่สุดเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีอื่น ลักษณะพื้นผิวจะเป็นฝ้าขาวและผิวด้านแต่ยังคงความโปร่งแสงเพียงเล็กน้อย จากภาพที่ 4.15 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของวิธีการปรับผิวสองขั้นตอนแบบที่ 1 พบว่าวิธีการนี้ทำให้ผิวแก้วมีความขรุขระและเกิดเป็นร่องรอยแตกที่ลึกขึ้นอย่างชัดเจนจำนวนมากและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ นอกจากนี้จะสังเกตเห็นเศษกระจกเล็กๆ อยู่ตามร่องรอยแตกเป็นจำนวนมากอีกด้วย ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการขัดผิวด้วยกระดาษทรายเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวของแก้วที่สามารถทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรฟลูออริกทำให้กรดไฮโดรฟลูออริกเข้าไปทำปฏิกิริยากัดร่องของรอยแตกที่เกิดจากการขัดด้วยกระดาษทรายให้ลึกมากขึ้น พื้นผิวจึงแตกแยกดังแสดงในภาพที่ 4.15 ส่วน ระดับของความขรุขระในวิธีการปรับผิวสองขั้นตอนจะมากกว่าวิธีการปรับผิวขั้นตอนเดียวทั้งในการขัดด้วยกระดาษทรายและการจุ่มด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ดังนั้นวิธีการนี้เป็นวิธีการที่เปลี่ยนกายภาพของผิวแก้วไปอย่างสิ้นเชิง กล่าวคือจากผิวแก้วที่เรียบจะกลายเป็นผิวแก้วที่มีความขรุขระมากจนไม่สามารถสังเกตเห็นความเรียบได้อีก และเมื่อผิวแก้วมีความขรุขระมากขึ้นแสดงว่าพื้นที่ผิวของแก้วจะมีเพิ่มมากขึ้นด้วย ลักษณะผิวแก้วที่เกิดขึ้นจะคล้ายกับการทดลองของ M.Kolli<sup>(48)</sup> ที่ได้ศึกษาลักษณะของแก้วที่ผ่านการพ่นทรายและกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเช่นกัน



(a)

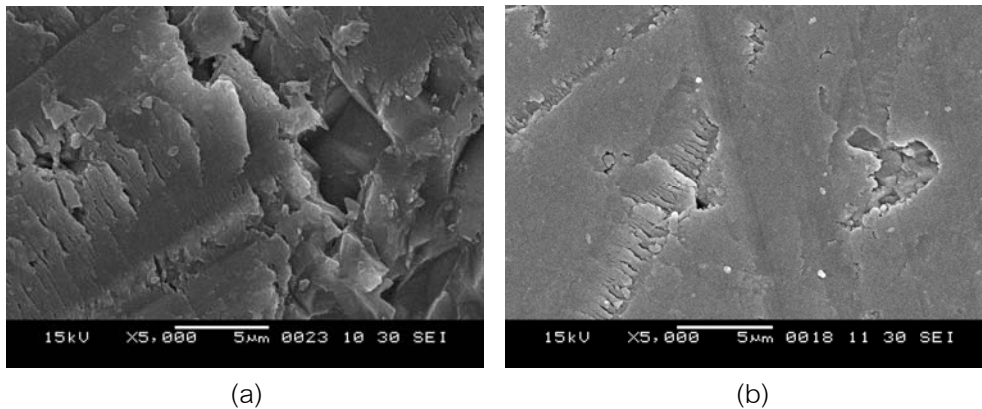


(b)

ภาพที่ 4.15 ลักษณะผิวแก้วที่ถูกขัดด้วยกระดาษทราย (a) ก่อนผ่านการกัดผิวด้วยกรด HF (b) หลังผ่านการกัดผิวด้วยกรด HF กลายเป็นการปรับผิวสองขั้นตอนแบบที่ 1 (SPHF)

2. การปรับผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 แล้วนำมาจุ่มในสารละลายสแตนเนสโคลไรด์ที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ (SPSn)

ลักษณะภายนอกของผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีนี้รอยแตกจะมีลักษณะเป็นชั้นๆ เหมือนกับการขัดด้วยกระดาษทรายแต่ความลึกของร่องรอยแตกจะมีความลึกไม่เท่า ที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องมาจากอนุภาคของสแตนเนสเข้าไปแทรกตามร่องเหล่านั้นทำให้ร่องรอยแตกตื้นขึ้น จึงทำให้ลักษณะพื้นผิวมีความเรียบมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายเพียงวิธีเดียว ในทางกลับกัน เมื่อเปรียบเทียบกับผิวแก้วที่จุ่มด้วยสารละลายสแตนเนสโคลไรด์เพียงอย่างเดียวพบว่าลักษณะผิวแก้วที่ถูกปรับสองขั้นตอนแบบนี้จะมีพื้นที่ผิวที่จะให้อนุภาคของสแตนเนสเข้ามาเกาะบนผิวแก้วเพิ่มมากขึ้น ระดับความขรุขระของผิวแก้วจะอยู่ระหว่างการปรับผิวขั้นตอนเดียว ด้วยการจุ่มในสารละลายสแตนเนสโคลไรด์กับการขัดด้วยกระดาษทราย ดังนั้นในการปรับผิวด้วยวิธีนี้จะทำให้ผิวแก้วมีความขรุขระน้อยลงเมื่อเทียบกับการปรับผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทราย



ภาพที่ 4.16 ลักษณะผิวแก้วที่ถูกขัดด้วยกระดาษทราย (a) ก่อนผ่านการจุ่มในสารละลาย  $\text{SnCl}_2$  (b) หลังผ่านการจุ่มในสารละลาย  $\text{SnCl}_2$  กลายเป็นผ่านการปรับผิวสองขั้นตอนแบบที่ 2 (SPSn)

หลังจากที่ได้ทำการปรับผิวหน้าแบบสองขั้นตอนแล้วก็จะนำแก้วไปจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีเพื่อใช้ในการเปรียบเทียบกับลักษณะผิวหน้าแบบอื่นๆ ที่ได้เลือกไว้แล้วข้างต้น และศึกษาการยึดติดด้วยวิธีเดียวกันดังแสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าการปรับผิวสองขั้นตอนสามารถเพิ่มการยึดติดให้แก่ชิ้นงานได้โดยการปรับผิวด้วยวิธี SPHF แสดงค่าการยึดติดที่สูงที่สุดในบรรดาภาวะต่างๆ ที่ได้ทำการทดลองซึ่งไม่พบการหลุดลอกของฟิล์มแต่อย่างใด ในขณะที่การยึดติดของแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPSn จะสามารถเพิ่มการยึดติดได้เมื่อเปรียบเทียบกับแก้วที่ปรับผิวด้วยวิธีการจุ่ม

ในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์เพียงวิธีเดียว แต่จะทำให้ค่าการยึดติดลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับแก้วที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายทำให้ค่าการยึดติดของการปรับผิวแบบ SPSn จะอยู่ระหว่างวิธีการจุ่มในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์กับวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายเนื่องจากอนุภาคสแตนนัสเข้าไปปกคลุมผิวแก้วที่ถูกขัดตามร่องต่างๆ ทำให้ผิวแก้วที่ถูกขัดจากเดิมจะมีความขรุขระสูงกลายเป็นผิวแก้วมีความเรียบมากขึ้นแต่จะยังคงมีร่องของการขัดอยู่บ้างดังจะเห็นได้จากภาพที่ 4.16

ตารางที่ 4.5 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าแบบสองขั้นตอนทั้ง 3 ตัวอย่างก่อนนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน

Sample	Adhesion		
	No. 1	No. 2	No. 3
SPHF	5B	5B	5B
SPSn	2B	2B	3B

จากการศึกษาความสามารถในการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วจากความแตกต่างของลักษณะพื้นผิวทำให้เลือกภาวะทั้งหมด 6 ภาวะที่จะนำไปศึกษาและวิเคราะห์ถึงปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติดซึ่งทุกภาวะที่ทำการศึกษาคือจะจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีดังนี้

1. ไม่มีการปรับผิวหน้า (Untreated surface)
2. ปรับผิวหน้าโดยการกัดผิวแก้วด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที (HF)
3. ปรับผิวหน้าโดยการจุ่มในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ (Sn)
4. ปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 (SP)
5. ปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 แล้วกัดผิวแก้วด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาที (SPHF)
6. ปรับผิวหน้าโดยการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 แล้วจุ่มในสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ (SPSn)



#### 4.1.4 ศึกษาผลของวิธีการจุ่มเคลือบต่อการยึดติด

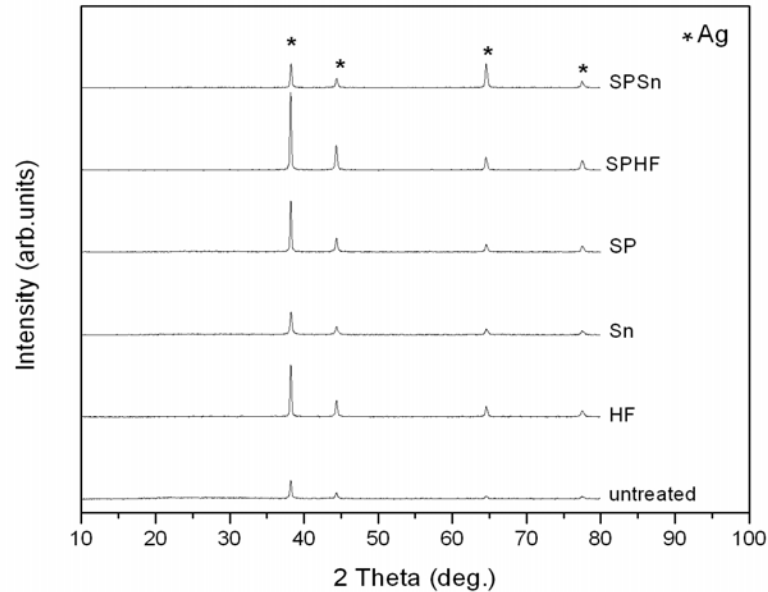
จากผลของการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วทั้ง 3 ชิ้นงานเมื่อเปรียบเทียบผลการยึดติดระหว่างวิธีการใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกกับไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกพบว่า เกือบทุกกรณีของการใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกไม่ได้ช่วยทำให้ฟิล์มยึดติดกับผิวแก้ว ตรงกันข้ามฟิล์มกลับไม่สามารถยึดติดกับแก้วได้เลยถึงแม้ว่าแก้วจะผ่านการปรับผิวมาแล้วก็ตาม การใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกในระหว่างการจุ่มเคลือบจะทำให้ฟิล์มเงินหลุดออกบางส่วนหลังจากที่นำชิ้นงานออกจากสารละลาย สาเหตุของการที่ฟิล์มเงินยึดติดไม่ดีเมื่อใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกคือการสั่นจะทำให้อนุภาคกระจายตัวซึ่งผลการทดลองนี้ขัดแย้งกับงานวิจัยของ Y.Lu<sup>(34)</sup> ที่ได้เคลือบฟิล์มทองแดงลงบนฟิล์มพอลิเอทิลีนที่ผ่านการปรับผิวด้วยไซเลนซึ่งนำเสนอว่าการใช้เทคนิคอัลตราโซนิกจะช่วยให้การยึดติดเพราะว่าแรงสั่นอัลตราโซนิกจะไปไล่แก๊ส  $H_2$  ที่อยู่บนผิวฟิล์มพอลิเอทิลีนทำให้ส่งเสริมการยึดติดให้มากขึ้น แต่ในงานวิจัยนี้ใช้สเตรตเป็นแก้วซึ่งเป็นของแข็งที่ไม่มีสมบัติด้านความเหนียวและยืดหยุ่นดีเหมือนฟิล์มพอลิเอทิลีน ดังนั้นเมื่ออนุภาควิ่งชนผิวแก้วด้วยความเร็วที่ได้รับพลังงานมาจากแรงสั่นของอัลตราโซนิกอาจทำให้ไม่สามารถดูดซับพลังงานและยึดอนุภาคเงินไว้ได้และทำให้อนุภาคกระเด็นออกจากผิวแก้วได้ง่าย

#### 4.1.5 ศึกษาผลของลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นบนพื้นผิว 6 ภาวะต่อการยึดติด

หลังจากที่จุ่มเคลือบฟิล์มเงินและนำไปศึกษาการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วแล้ว จะนำฟิล์มเงินที่ได้จากภาวะที่ถูกเลือกไปทำการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของฟิล์มที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง XRD และวิเคราะห์ลักษณะจุลภาคของระดับความขรุขระของผิวแก้ว 6 ภาวะด้วยเครื่อง SPM รวมถึงวิเคราะห์ลักษณะจุลภาคของฟิล์มด้วยเครื่อง SEM เพื่อเปรียบเทียบลักษณะของฟิล์มที่เกิดขึ้นในแต่ละสภาพผิวแก้วแบบต่างๆ ดังนี้

##### 4.1.5.1 เฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงิน

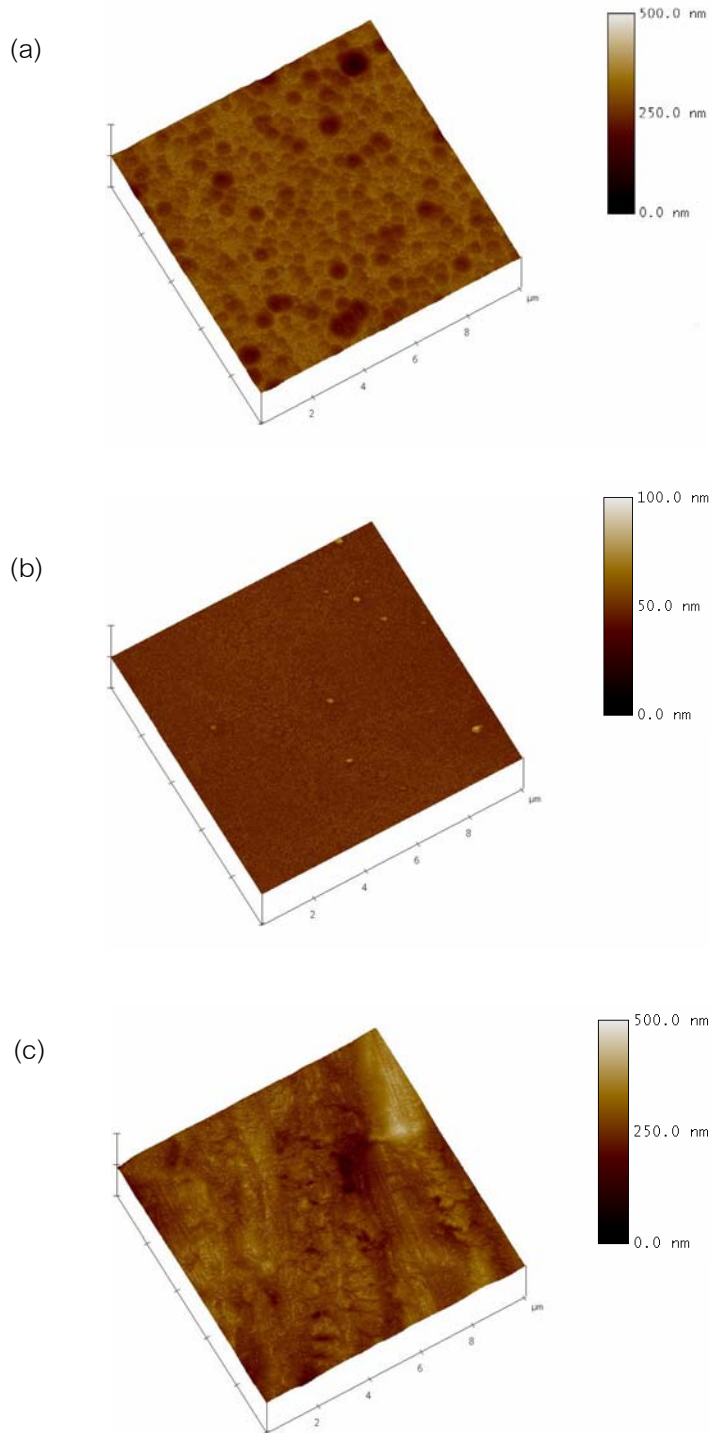
เฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจากสภาพพื้นผิวที่ต่างกันแสดงในภาพที่ 4.17 ทั้ง 6 ภาวะนั้นสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน หมายเลข 01-087-0720 ซึ่งเป็นพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเงินที่มีพีคสูงสุดอยู่ที่  $2\theta = 38.2^\circ$  โดยไม่พบเฟสอื่นปรากฏ เมื่อพิจารณาพีคในแต่ละภาวะพบว่าภาวะที่มีการยึดติดดีจะมีความเข้มพีคสูงแสดงว่าฟิล์มเงินที่เกิดบนพื้นผิวของภาวะ SPHF มีความเป็นผลึกสูงสุด แต่ในพื้นที่ผิวภาวะ SPSn ที่  $2\theta = 64.6^\circ$  จะพบว่ามีพีคสูงผิดปกติซึ่งอาจเกิดจากการเรียงตัวในแนวใดแนวหนึ่งของอะตอมที่มากกว่าปกติ (Prefer orientation) ทำให้มีพื้นที่ผิวมากขึ้น ความเข้มพีคของเงินจึงเพิ่มมากขึ้นด้วย



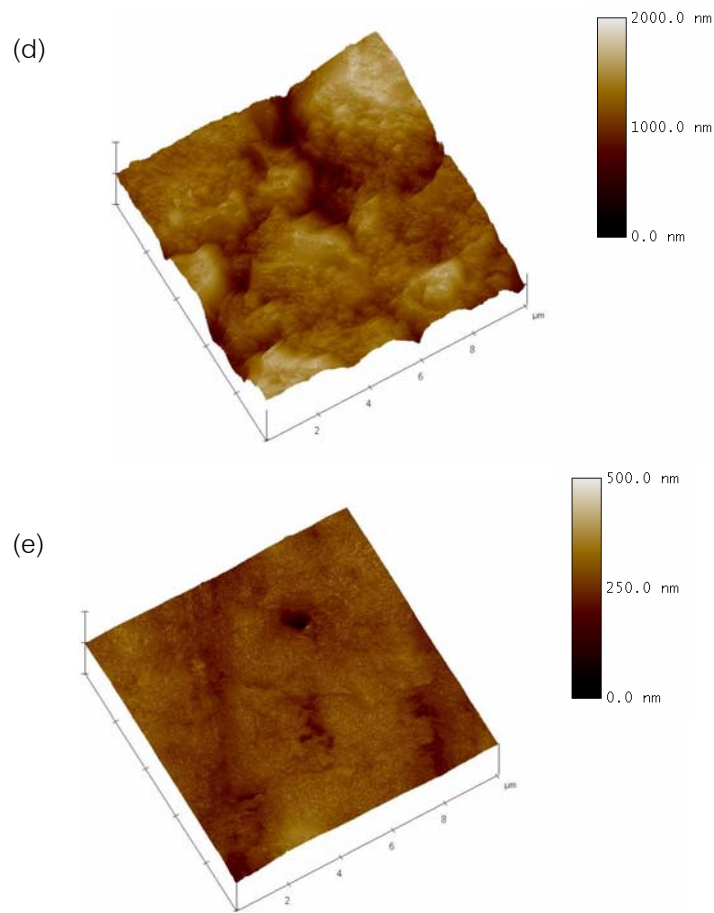
ภาพที่ 4.17 องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินทั้ง 6 ภาวะจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

#### 4.1.5.2 ความขรุขระของผิวแก้วแบบต่างๆ ก่อนการเคลือบ

จากภาพที่ 4.18 แสดงภาพสามมิติที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SPM ของพื้นผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธีทั้ง 5 วิธี เพื่อเปรียบเทียบความขรุขระของแต่ละพื้นผิว โดยค่าความขรุขระของวิธีการต่างๆ เป็นดังในตารางที่ 4.6 จากตารางพบว่าค่าความขรุขระเรียงจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ วิธีการปรับผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกมีค่ามากที่สุด (SPHF) > วิธีการขัดด้วยกระดาษทราย (SP) > วิธีการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วนำไปจุ่มในสารละลายสแตนเนสโคลไรด์ (SPSn) > วิธีการกัดผิวแก้วด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) > วิธีการจุ่มในสารละลายสแตนเนสโคลไรด์ (Sn) ซึ่งค่าความขรุขระดังกล่าวจะสอดคล้องกับภาพสามมิติ (ภาพที่ 4.18) และภาพ SEM ที่ได้ทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวที่ถูกปรับด้วยวิธีต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ



ภาพที่ 4.18 ภาพสามมิติของพื้นผิวแก้วที่ถูกปรับด้วยวิธีการต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ (a) HF, (b) Sn, (c) SP, (d) SPHF และ (e) SPSn (ต่อ)



ภาพที่ 4.18 ภาพสามมิติของพื้นผิวแก้วที่ถูกปรับด้วยวิธีการต่างๆ ก่อนทำการจุ่มเคลือบ (a) HF, (b) Sn, (c) SP, (d) SPHF และ (e) SPSn

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความขรุขระของพื้นผิวแก้วที่ทำการปรับผิวด้วยวิธีต่างๆ

Label	วิธีการปรับผิว	ค่าความขรุขระ (nm)
(a)	HF	27.423
(b)	Sn	2.537
(c)	SP	47.592
(d)	SPHF	361.09
(e)	SPSn	44.969

#### 4.1.5.3 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวต่างๆ

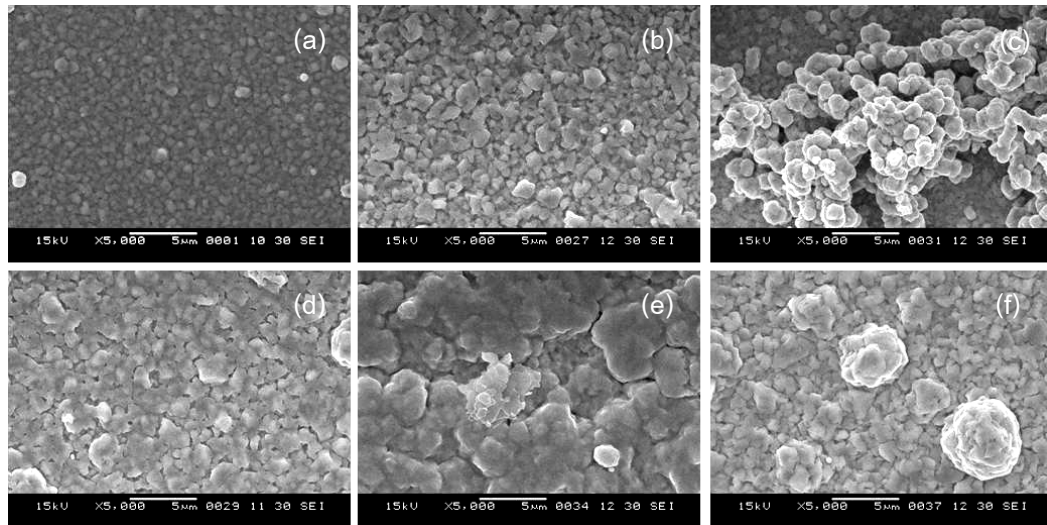
##### 1. ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเงิน

ลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวในทุกภาวะ (ภาพที่ 4.19) จะเกิดจากอนุภาคเงินเรียงตัวชิดต่อเนื่องกันแต่จะมีลักษณะของอนุภาคที่แตกต่างกันออกไปและอนุภาคเงินที่เกิดบนพื้นผิวที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้าจะมีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอนซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ C.J. Lee และคณะ<sup>(74)</sup> ที่ได้ขนาดอนุภาคเงินประมาณ 400 นาโนเมตร ในขณะที่อนุภาคเงินที่เรียงตัวบนพื้นผิวที่ผ่านการปรับผิวหน้าจะมีขนาดใหญ่กว่า 1 ไมครอน ในการปรับผิวโดยการกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) จะมีลักษณะโครงสร้างของอนุภาคเงินใกล้เคียงกันกับภาวะที่ไม่มีการปรับผิวหน้าของแก้วซึ่งจะมีรูปร่างของอนุภาคเป็นทรงกลม

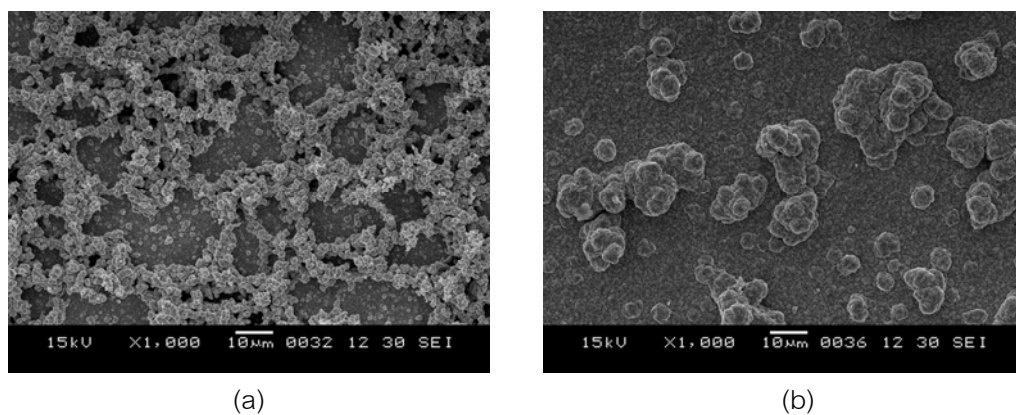
ในวิธีการปรับผิวที่มีการใช้สารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (Sn) เพื่อเป็นการกระตุ้นผิว (Surface activation) จะทำให้มีลักษณะฟิล์มต่างจากภาวะอื่นๆ อย่างชัดเจนโดยจะพบการรวมตัวกันเป็นกลุ่มของอนุภาคกลายเป็นอนุภาคขนาดใหญ่และมีปริมาณมากกระจายอยู่ทั่วพื้นผิวดังแสดงในภาพที่ 4.20 ไอออนของสแตนนัส ( $\text{Sn}^{2+}$ ) ที่อยู่บนผิวแก้วจะมีผลต่อการรีดิวซ์เพียงระยะเริ่มต้นของปฏิกิริยาโดยหลังจากที่ผิวแก้วถูกปกคลุมไปด้วยชั้นอะตอมของสแตนนัสในชั้นแรกแล้วสแตนนัสส่วนเกินจะทำให้เกิดกลุ่มของอนุภาคเงิน (Silver cluster) รวมตัวกันอยู่บนผิวฟิล์มชั้นแรกและทับถมกันเรื่อยๆ จนเกิดชั้นต่อๆ มารวมถึงเกิดกลุ่มของอนุภาคเงินที่ใหญ่ขึ้นได้อีกด้วย<sup>(50)</sup> หลังจากนั้นดี-กลูโคสจะมารับหน้าที่ในการรีดิวซ์ไอออนของเงินต่อจาก  $\text{Sn}^{2+}$  ดังนั้นอนุภาคเงินที่อยู่บนผิวแก้วในชั้นแรกจะถูกรีดิวซ์ด้วย  $\text{Sn}^{2+}$  และจากนั้นไอออนของเงินจะถูกรีดิวซ์ด้วยดี-กลูโคสและตกลงบนอนุภาคเงินในชั้นแรกซึ่งเป็นชั้นที่อนุภาคเงินมีขนาดเล็กและทับถมกันแน่นดังแสดงในภาพที่ 4.19 (c) อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นในระยะใกล้สิ้นสุดปฏิกิริยาจะไม่มีพื้นที่ให้เกาะและทับถม ดังนั้นกรณีนี้จึงเป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้พบกลุ่มของอนุภาคเงินขนาดใหญ่อยู่บนผิวฟิล์มที่มีการใช้สารละลายสแตนนัสคลอไรด์<sup>(33)</sup>

ส่วนลักษณะอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทราย (SP) จะไม่เป็นรูปทรงทางเรขาคณิต (Irregular shape) โดยอนุภาคเงินจะเติมเต็มช่องว่างบนผิวแก้วที่เกิดจากการขัดจนเกิดเป็นฟิล์มเงินที่มีผิวเรียบเช่นเดียวกับในกรณีผิวแก้วผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (SPHF) ที่มีลักษณะอนุภาคเงินไม่เป็นรูปทรงเรขาคณิตแต่ต่างกันตรงที่อนุภาคเงินที่เกิดขึ้นบนผิวที่ผ่านการปรับผิวแบบสองขั้นตอนด้วยวิธี SPHF จะมีขนาดใหญ่กว่า

นอกจากนี้ในภาวะพื้นผิวแบบสุดท้ายคือผิวแก้วที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วนำไปจุ่มสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (SPSn) ลักษณะอนุภาคที่เกิดขึ้นจะเรียงตัวติดกันกลายเป็นฟิล์มแน่นแต่จะยังคงพบกลุ่มของอนุภาคเงินอยู่บนพื้นผิวฟิล์มซึ่งเหมือนกับในกรณีที่ผิวแก้วถูกปรับผิวโดยการจุ่มในสารละลาย สแตนนัสคลอไรด์เพียงวิธีเดียวแต่จะมีขนาดใหญ่กว่าและเชื่อมต่อกันน้อยกว่า



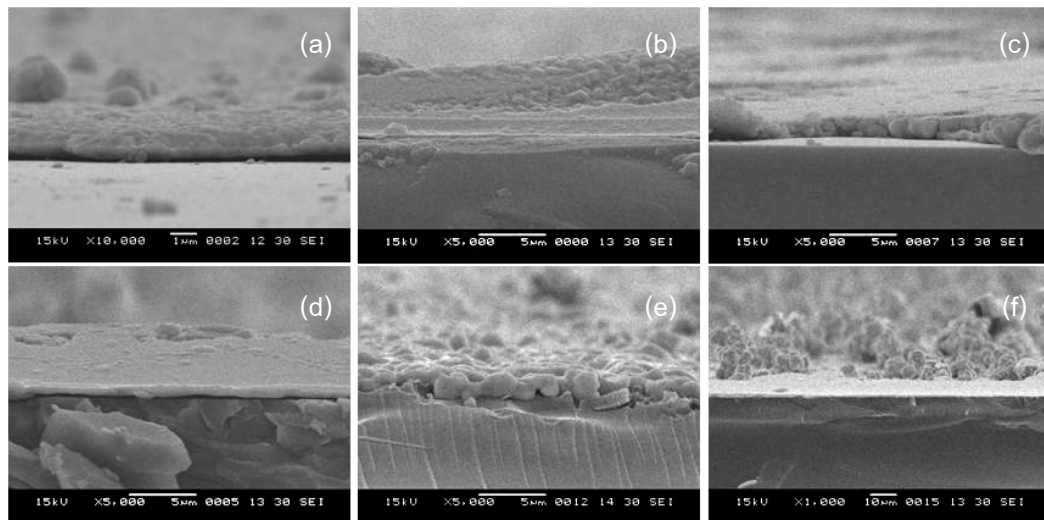
ภาพที่ 4.19 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นในภาวะพื้นผิวต่างๆ (a) ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (b) HF, (c) Sn, (d) SP, (e) SPHF และ (f) SPSn



ภาพที่ 4.20 ลักษณะโครงสร้างของฟิล์มเงินโดยรวมที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวที่ผ่านการปรับผิวหน้าโดยการจุ่มด้วยสแตนนัสคลอไรด์ (a) Sn และ (b) SPSn

## 2. ภาคตัดขวางของฟิล์มเงิน

จากชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการปรับผิวหน้าจะพบว่า มีช่องว่างเกิดขึ้นระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วที่ใช้เป็นซับสเตรตตั้งที่ได้กล่าวไปแล้วในข้างต้นซึ่งสอดคล้องกับผลของการยึดติดที่รายงานระดับการยึดติดเป็น 0B แต่ในทางกลับกันฟิล์มที่เกิดขึ้นบนผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าแทบจะไม่พบช่องว่างระหว่างสองเฟสนี้เลย เมื่อพิจารณาชิ้นงานที่ผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วนำไปกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นจะมีความขรุขระมาก อนุภาคเงินจะเข้าไปตามร่องที่ถูกขัดตามผิวของซับสเตรต นอกจากนี้ฟิล์มที่เกิดบนพื้นผิวแก้วในภาวะสุดท้าย (ใช้กำลังขยาย 1,000 เท่า) จะพบกลุ่มของอนุภาคเงินเกาะอยู่บนผิวฟิล์มเป็นจำนวนมากซึ่งสอดคล้องกับภาพ SEM ที่วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวฟิล์มเงินดังที่ได้กล่าวมาแล้ว



ภาพที่ 4.21 ภาคตัดขวางของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนภาวะพื้นผิวต่างๆ (a) ไม่มีการปรับผิวหน้า (b) HF, (c) Sn, (d) SP, (e) SPHF และ (f) SPSn

### 4.1.5.4 วิเคราะห์ผลของลักษณะพื้นผิวแก้วต่อการยึดติด

จากข้อมูลที่ได้นำเสนอไปข้างต้นจะเห็นว่านอกจากลักษณะพื้นผิวแก้วที่แตกต่างกันจะส่งผลทำให้ลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นมีความแตกต่างกันแล้วยังจะส่งผลต่อการยึดติดที่เกิดขึ้นกับฟิล์มเงินในลักษณะที่แตกต่างกันด้วยเช่นกันเพราะลักษณะพื้นผิวแก้วที่ต่างกันเกิดจากกระบวนการปรับผิวเชิงกายภาพและเชิงเคมีซึ่งจะให้ส่งผลต่อการยึดติดไม่เหมือนกัน ดังจะเห็นได้ว่าในภาพรวมของการยึดติดจากกระบวนการปรับผิวในเชิงกายภาพจะส่งผลมากกว่าการปรับผิวในเชิงเคมีเนื่องจากการปรับผิวในเชิงกายภาพจะมีผลต่อการยึดติดของฟิล์มในลักษณะการเกิด

Mechanical interlocking ซึ่งจะทำให้อนุภาคที่จะเกิดเป็นฟิล์มเข้าไปเติมเต็มร่องความขรุขระและจากความขรุขระนี้จะส่งผลให้พื้นที่ที่เกิดแรงแวนเดอร์วาลส์มีมากขึ้น ในขณะที่การปรับผิวในเชิงเคมีจะมีผลกับการเกิดฟิล์มเพียงชั้นแรกซึ่งเป็นชั้นฟิล์มบางเท่านั้น

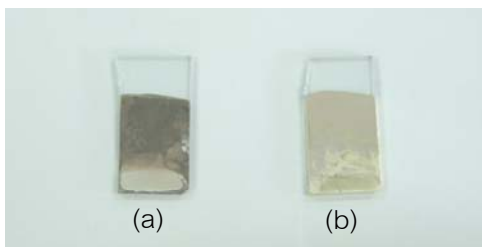
การยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วที่ไม่มีการปรับผิวหน้าจะมีการยึดติดที่ต่ำที่สุดเพราะหลังจากดึงเทปใสออกฟิล์มจะหลุดจากซับสเตรตแล้วติดไปกับเทปใส 100% ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าผิวแก้วที่ไม่มีการปรับผิวหน้าไม่สามารถยึดติดกับฟิล์มเงินได้ การที่แก้วไม่มีการปรับผิวหน้าจะทำให้ชั้นรอยต่อที่เกิดขึ้นระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วอยู่ในรูปแบบของ Monolayer on monolayer ซึ่งไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเคมีและ Mechanical bonding ใดๆ ในกรณีนี้มีโอกาสเกิดช่องว่างระหว่างฟิล์มกับซับสเตรตตรงบริเวณรอยต่อได้มากและสมบัติของวัสดุมีระดับการเปลี่ยนแปลงเป็นบริเวณกว้างทำให้มีการยึดติดที่ไม่ดี<sup>(19)</sup> ดังนั้นการที่จะเพิ่มการยึดติดให้มากยิ่งขึ้นจะต้องทำการปรับผิวหน้าเพื่อที่จะทำให้เกิดแรงทางกายภาพและทางเคมีซึ่งใช้ในการยึดระหว่างอนุภาคของฟิล์มเงินกับแก้วให้มากยิ่งขึ้น<sup>(89)</sup> จากผลการทดลองของการยึดติดโดยรวมพบว่ากรณีที่แก้วจะมีการยึดติดที่ดีปัจจัยหลักคือต้องทำให้เกิดพื้นผิวที่ไม่เรียบเพื่อเพิ่ม Mechanical bonding และจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวแก้วทำให้เป็นการเพิ่มพื้นที่ในการเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์ให้มากยิ่งขึ้น เมื่อพื้นที่ผิวมากขึ้นการที่จะให้อนุภาคเข้าไปเกาะได้ก็จะมากยิ่งขึ้นตาม อนุภาคเหล่านั้นจะเข้าไปอยู่ตามร่องและเกิดการทับถมกันเรื่อยๆ จนอนุภาคเกิด Interlocking กับซับสเตรตและเกิดชั้นรอยต่อแบบ Mechanical Anchoring ซึ่งจะส่งเสริมการยึดติดให้มากยิ่งขึ้นด้วย<sup>(19)</sup> เช่นในกรณีของ SPHF ซึ่งให้ค่าการยึดติดที่ดีที่สุดเนื่องจากการเกิดพื้นผิวที่มีความขรุขระสูงมากที่สุดและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ อนุภาคจึงเข้าไปอยู่ในร่องของรอยขีดข่วนจะเห็นได้จากภาพภาคตัดขวางของฟิล์ม ในขณะที่เดียวกันการปรับผิวด้วยวิธี SPHF นี้ไม่เพียงแต่จะเพิ่ม Micromenchanical bonding ให้แก่ฟิล์มเงินและซับสเตรตแต่ยังเพิ่ม Chemical bonding อีกด้วย ในกรณีนี้ HF จะช่วยเพิ่มทั้งความขรุขระและการเปิดผิวหน้าที่เกิดจากการขัดมาก่อนให้เกิดเป็น Silanol group ซึ่งง่ายต่อการทำปฏิกิริยากับอนุภาคเงินเนื่องจาก Silanol group มีหมู่ฟังก์ชัน SiOH อยู่บริเวณผิวซึ่งจะเกิดการแลกเปลี่ยนระหว่างไฮดรอกซิลของเงินซึ่งเป็นประจุบวกที่อยู่ในสารละลายกับผิวแก้วได้<sup>(55)</sup> ดังนั้นวิธี SPHF จึงเป็นการผสมผสานระหว่าง Mechanical และ Chemical bonding เข้าด้วยกัน ดังนั้นชั้นรอยต่อระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วด้วยการปรับผิววิธีนี้จะเกิดแบบ Mechanical interfacial layer แต่อย่างไรก็ตามการเกิดพื้นผิวที่มีความขรุขระอย่างมากจะมีผลต่อภาพรวมของการยึดติดมากกว่าการเกิดการยึดกันเชิงเคมี



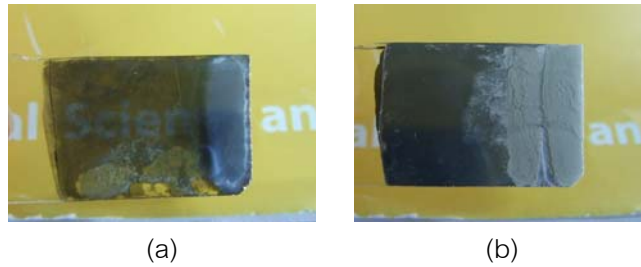
การปรับผิวด้วย HF ทำให้เกิด Micromechanical bonding ซึ่งพื้นผิวจะขรุขระเพียงเล็กน้อยเท่านั้นและทำให้เกิด Chemical bonding เช่นกัน จากการยึดติดเมื่อวิเคราะห์ผลของเวลาในการกัดผิวจะพบว่าการใช้เวลากัดผิวเพิ่มขึ้นไม่ได้มีผลต่อการยึดติดที่ดีขึ้น การกัดผิวที่ใช้เวลามากขึ้นจะทำให้พื้นผิวเกิดความขรุขระมากขึ้นแต่ความขรุขระที่เกิดขึ้นไม่ได้เกิดร่องลึกแต่อย่างใด พื้นที่ส่วนใหญ่ยังคงเป็นผิวเรียบอยู่เพียงแต่มีปริมาณและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูเปิดเพิ่มขึ้นเท่านั้น อนุภาคจึงมีที่เกิด Interlocking เพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับในกรณีของ SPHF การที่ใช้เวลาในการกัดผิว 90 วินาทีแล้วให้ผลการยึดติดที่ดีขึ้นเนื่องจากความขรุขระของพื้นผิวจะต้องมีความเหมาะสมกับขนาดอนุภาคที่เข้ามายึดเกาะกับพื้นผิวนั้นด้วย การที่ขนาดของรูเปิดที่เกิดขึ้นจะส่งผลต่ออนุภาคที่เข้ามายึดเกาะโดยถ้ารูเปิดมีขนาดเล็กเกินไป อนุภาคจะไม่สามารถเกิด Interlocking กับพื้นผิวได้ และถ้ารูเปิดมีขนาดใหญ่มากเกินไป อนุภาคจะเกาะบนพื้นผิวโดยที่ไม่ได้เกิดการ Interlocking เช่นกันเนื่องจากลักษณะพื้นผิวจะเรียบเหมือนเป็นเพียงพื้นผิวต่างระดับเท่านั้นซึ่งไม่ได้ช่วยในการยึดติดที่ดีขึ้น แต่การที่รูเปิดมีขนาดเหมาะสมกับขนาดอนุภาคหรือกลุ่มของอนุภาคก็จะทำให้อนุภาคเข้าไปในรูเปิดนั้นและสามารถเกิด Interlocking กับพื้นผิวซับซ้อนได้ เช่นเดียวกันกับในกรณีการขัดผิวด้วยกระดาษทราย การใช้กระดาษทรายที่มีความหยาบสูงเพื่อที่จะทำให้พื้นผิวขรุขระมากขึ้นไม่ได้ส่งผลต่อการยึดติดโดยจะเห็นได้ว่าการใช้กระดาษทรายหมายเลข 240 ซึ่งเป็นหมายเลขที่ทำให้พื้นผิวหยาบได้มากที่สุดไม่ได้มีการยึดติดที่ดีที่สุดแต่กลับเป็นการใช้กระดาษทรายหมายเลข 320 ที่ให้ค่าการยึดติดที่สูงกว่าแสดงให้เห็นในเบื้องต้นว่าความหยาบระดับจุลภาคจากกระดาษทรายเบอร์สูงๆ นั้นมีผลที่ดีต่อการยึดติดของฟิล์มเงินกับซับสเตรตมากกว่าความหยาบระดับมหภาคจากกระดาษทรายเบอร์ต่ำ

ในภาวะการปรับผิวที่มีการใช้สแตนเลสคลอไรด์เข้ามาเกี่ยวข้องจะเห็นได้ชัดว่าลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นจะแตกต่างจากวิธีอื่นเนื่องจากการปรับผิวด้วยวิธีนี้เป็นวิธีทางเคมีซึ่งจะให้ผลการยึดติดในภาพรวมไม่ดี กล่าวคือฟิล์มจะหลุดติดไปกับเทปใสหลังดึงออกเกือบ 100% คงเหลือไว้แต่เพียงชั้นฟิล์มบางเท่านั้น และจากภาพถ่ายของพื้นผิวฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของภาชนะนี้จะพบการรวมกลุ่มกันของอนุภาคเงินกระจายอยู่ทั่วผิวฟิล์มซึ่งเป็นลักษณะที่แตกต่างจากการปรับผิวในภาวะอื่นดังที่ได้กล่าวไปแล้ว นอกจากนี้การใช้สแตนเลสคลอไรด์มาทำการปรับผิว (Sensitizing) ก่อนการเคลือบฟิล์มเงินจะสามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาในช่วงแรกได้ซึ่งเป็นเหมือนการกระตุ้นผิว (Surface activation) ให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น<sup>(90)</sup> เนื่องจาก  $\text{Sn}^{2+}$  จะอยู่ที่ผิวแก้วและสามารถรีดิวซ์  $\text{Ag}^+$  ได้ทำให้  $\text{Ag}$  สามารถเกาะติดที่ผิวแก้วได้ในทันที<sup>(49)</sup> โดยจะเห็นได้จากภาพที่ 4.22 เป็นการเปรียบเทียบลักษณะของฟิล์มที่เกิดขึ้นบนผิวแก้วหลังจากจุ่มเคลือบฟิล์มเงินเพียง 5 นาทีพบว่าชิ้นงานไม่ได้ผ่านการเคลือบสแตนเลสคลอไรด์มาก่อน จะยังไม่เกิดฟิล์มขึ้น โดยเกิดแค่เพียง

อนุภาคเงินเกาะบนผิวแก้วกระจายอยู่ทั่วพื้นผิวแต่ไม่ต่อเนื่องกันจนกลายเป็นฟิล์ม ในขณะที่ชั้นงานที่ผ่านการเคลือบสแตนเนสโครไรด์มาก่อนจะเกิดเป็นฟิล์มเงินที่มีความเงา จากภาพที่ 4.23 เป็นการพิสูจน์ความโปร่งแสงของฟิล์มที่เกิดขึ้น พบว่าชั้นงานที่ไม่มีการเคลือบสแตนเนสโครไรด์จะมีความโปร่งแสงซึ่งจะสามารถเห็นตัวหนังสือที่อยู่ด้านหลังชั้นงานได้ แต่ในชั้นงานที่มีการเคลือบสแตนเนสโครไรด์เมื่อนำมาไว้ด้านหน้าตัวอักษรจะไม่เห็นตัวอักษรดังกล่าวซึ่งความทึบแสงเป็นตัวแสดงให้เห็นว่าอนุภาคเงินสามารถเกาะกันอย่างต่อเนื่องจนกลายเป็นฟิล์มเงินแล้วนั่นเอง ดังนั้นการใช้สแตนเนสโครไรด์เป็นการปรับผิวในเชิงเคมีที่สามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาการเกิด Silver mirror ในช่วงแรกได้เพื่อทำให้เกิดฟิล์มเงินเร็วขึ้นแต่การปรับผิวเชิงเคมีนี้จะช่วยยึดฟิล์มเงินกับซับสเตรตที่เป็นแก้วหลังจากที่เกิดการทับถมของอนุภาคเงินได้เพียงชั้นบางๆ (Monolayer) ซึ่งฟิล์มบางเหล่านี้จะมีการยึดติดที่ดีกับแก้วอีกด้วย การเร่งปฏิกิริยาในการเกิด Silver mirror ด้วยสแตนเนสโครไรด์เกิดได้โดยไอออนของ สแตนเนสที่มีประจุ  $2+$  จะเข้าไปเกาะอยู่บนผิวแก้วก่อน จากนั้นเมื่อจุ่มเคลือบฟิล์มเงิน ไอออนของเงินที่อยู่บริเวณผิวแก้วจะถูกรีดิวซ์ด้วยไอออนของสแตนเนส  $\text{Sn}^{2+}$  ให้กลายเป็น  $\text{Sn}^{4+}$  โดยตรง ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการรีดิวซ์ปกติที่ใช้ดี-กลูโคส ไอออนของเงินเกิดการรีดิวซ์ในสารละลายก่อนแล้วค่อยๆ ตกทับถมกันบนผิวแก้ว เพราะฉะนั้นการรีดิวซ์โดยตรงโดยใช้ไอออนของสแตนเนสจะทำให้เกิดฟิล์มได้อย่างรวดเร็ว



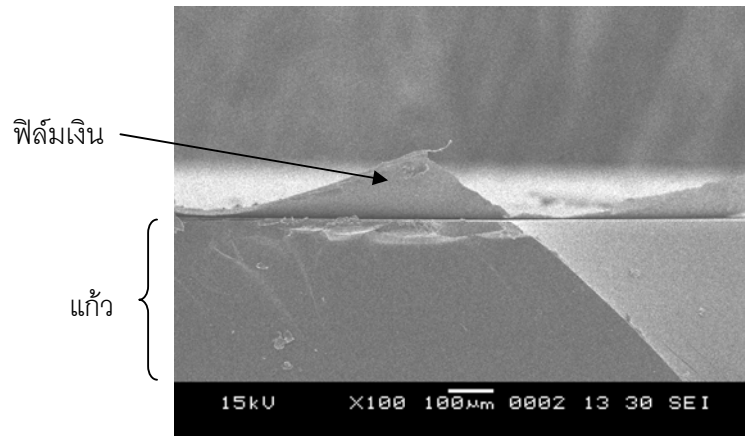
ภาพที่ 4.22 การเปรียบเทียบลักษณะของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นบนผิวแก้วหลังจากทำการจุ่มเคลือบเพียง 5 นาที (a) ไม่มีการเคลือบสแตนเนสโครไรด์ (b) มีการเคลือบสแตนเนสโครไรด์ ก่อนการจุ่มเคลือบ



ภาพที่ 4.23 เปรียบเทียบความโปร่งแสงของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้น (a) ไม่มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรต์ (b) มีการเคลือบสแตนท์สโคลไรต์ ก่อนการจุ่มเคลือบฟิล์มเงินให้เห็นฉากหลังที่เป็นตัวอักษรคำว่า Science

จากทั้งหมดที่ได้กล่าวมาทำให้วิเคราะห์ได้ว่าค่าความขรุขระไม่ได้เป็นตัวชี้วัดว่าการยึดติดระหว่างของสองสิ่งนั้นจะดีหรือไม่ เพียงแต่บอกถึงแนวโน้มของการยึดติดว่าจะมีมากหรือน้อยเพียงใดเท่านั้นโดยในงานวิจัยของ D.E. Packham<sup>(44)</sup> ได้กล่าวไว้ว่าทราบได้ที่ความขรุขระไม่ได้ลดบริเวณที่สัมผัสระหว่างสองพื้นผิว การที่พื้นผิวมีความขรุขระที่พอเหมาะจะสามารถเพิ่มพื้นที่ผิวและนำไปสู่การยึดติดที่ดีขึ้นได้ ดังนั้นสิ่งสำคัญที่จะต้องนำมาพิจารณาในเรื่องการยึดติดควบคู่ไปกับค่าความขรุขระคือลักษณะของพื้นผิวที่เกิดขึ้น เพราะค่าความขรุขระเท่ากันแต่การกระจายตัวของลักษณะพื้นผิวไม่เหมือนกันอาจทำให้คุณภาพของการยึดติดแตกต่างกันได้ ซึ่งลักษณะที่ทำให้เกิดการยึดติดที่ดีจะต้องมีร่องที่มีความลึกและกว้างพอสมควรให้เหมาะกับขนาดของอนุภาคที่จะสามารถเข้าไปในร่องและเกิดการทับถมกัน และจะต้องมีการกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอเพื่อที่จะให้เกิดแรงยึดที่กระจายตามพื้นผิวอย่างทั่วถึงซึ่งจะทำให้มีความแข็งแรงมากกว่าการที่มีแรงยึดบนพื้นผิวเพียงบางจุดเท่านั้น

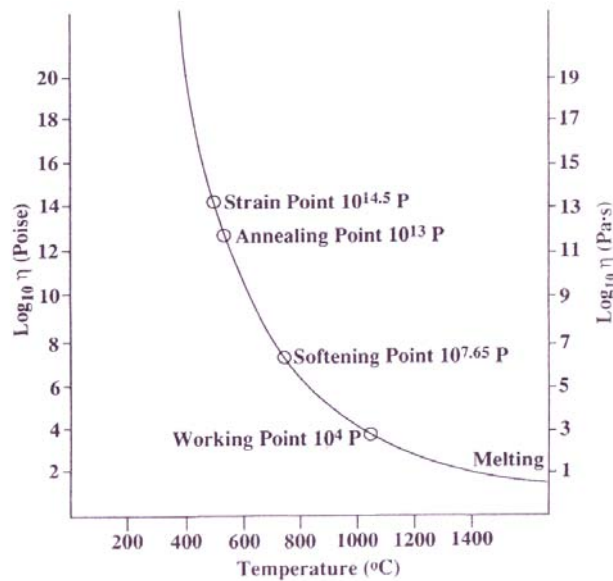
นอกจากนี้ ปัจจัยที่มีความสำคัญมากอีกปัจจัยหนึ่งคือความหนาของฟิล์มซึ่งจะมีผลต่อการยึดติดอย่างมาก การที่ฟิล์มมีความหนามากเกินไปจะเกิดการยึดติดไม่ดีเนื่องจากฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความเหนียวดังจะเห็นได้จากภาพที่ 4.24 ทำให้เมื่อดึงเทปใสออกแล้ว แรงในการยึดติดระหว่างแก้วกับฟิล์มเงินจะส่งไปไม่ถึงในชั้นบนของผิวฟิล์มทำให้แรงในการดึงเทปใสมีมากกว่าแรงในการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วและประกอบกับความเหนียวของฟิล์มที่มีมาก ทำให้ฟิล์มเงินหลุดออกจากผิวติดไปกับเทปใสได้อย่างง่ายดาย



ภาพที่ 4.24 ภาพภาคตัดขวางของฟิล์มที่แสดงถึงความเหนียวของฟิล์มเงิน

#### 4.1.6 ศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการยึดติด

การศึกษาค้นคว้าของอุณหภูมิที่มีต่อการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วและการศึกษาลักษณะที่เปลี่ยนแปลงของฟิล์มเงินที่อุณหภูมิต่างๆ จะนำแก้วไปผ่านกระบวนการทางความร้อนในบรรยากาศปกติ ซึ่งช่วงอุณหภูมิที่เลือกนำมาใช้จะอ้างอิงถึงการวิเคราะห์ห้วงศ์ประกอบของแก้วและการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเพื่อหาอุณหภูมิสภาพแก้วหรือ Glass transition temperature ( $T_g$ ) เนื่องจากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิมากขึ้นแก้วจะมีความหนืดต่ำลง<sup>(12)</sup> ดังแสดงในภาพที่ 4.25 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึงจุด  $T_g$  จะทำให้แก้วมีการเปลี่ยนแปลงจากสถานะของแข็งกลายเป็นของเหลวเย็นยิ่งยวด (Supercooled liquid) ซึ่งโครงสร้างของแก้วจะหลวมมากขึ้น จากข้อมูลดังกล่าวจึงทำให้ตั้งสมมุติฐานว่าอุณหภูมิจะสามารถช่วยส่งเสริมการยึดติดได้เพราะการที่แก้วมีโครงสร้างหลวมมากขึ้นจะทำให้ฟิล์มเงินที่อยู่บริเวณผิวแก้วสามารถแทรกซึมเข้าไปในโครงสร้างแก้วได้บ้างเล็กน้อยและเมื่อแก้วเย็นตัวลงจะทำให้ฟิล์มเงินแข็งไปพร้อมกันกับแก้วและสามารถยึดติดกับแก้วได้



ภาพที่ 4.25 กราฟแสดงความหนืดที่เปลี่ยนไปตามอุณหภูมิของแก้วโซดาไลม์<sup>(12)</sup>

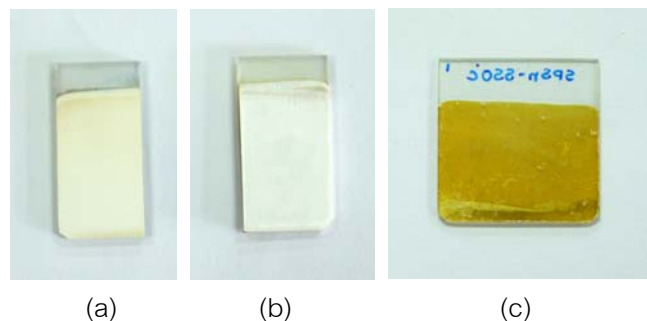
ในการเลือกอุณหภูมิที่นำมาใช้ในการทดลองจะเลือกจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเพื่อหาจุด  $T_g$  ของแก้ว และจากรายงานผลวิเคราะห์ DSC พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานที่อุณหภูมิ 512.9 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอุณหภูมิ  $T_g$  ของแก้วที่นำมาใช้เป็นวัสดุในการทดลองนี้ โดยทั่วไปแล้วแก้วโซดาไลม์มี  $T_g$  อยู่ในช่วงประมาณ 520 - 600 องศาเซลเซียส<sup>(91)</sup> แต่แก้วที่นำมาใช้นั้นมีส่วนประกอบที่เป็นโซเดียมออกไซด์ ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) ซึ่งทำหน้าที่เป็น Network modifier อยู่ในโครงสร้างค่อนข้างมาก(ดังแสดงในตารางที่ 4.7) จึงทำให้จุด  $T_g$  ของแก้วที่นำมาใช้ในการทดลองนี้มีค่าต่ำกว่าแก้วโซดาไลม์ทั่วไป จากข้อมูลดังกล่าวทำให้สามารถเลือกอุณหภูมิที่นำมาใช้ในการทดลองได้คือ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียสซึ่งอุณหภูมิช่วงนี้เป็นตัวแทนอุณหภูมิตั้งแต่ก่อนจนถึงหลังจากจุด  $T_g$  และทำการเผาในบรรยากาศปกติ

ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบธาตุของแก้วโซดาไลม์ที่นำมาใช้ในการทดลองวิเคราะห์ด้วย XRF

Constituent	$\text{Na}_2\text{O}$	MgO	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{SO}_3$	Cl	$\text{K}_2\text{O}$	CaO	$\text{TiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	CuO
Wt%	14.63	3.90	1.49	71.60	0.22	0.05	0.68	7.22	0.03	0.18	0.01

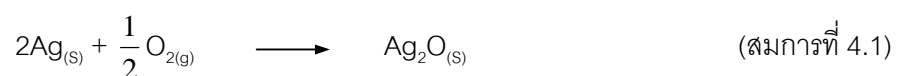
#### 4.1.6.1 ลักษณะฟิล์มเงินที่ปรากฏ

หลังจากที่ฟิล์มเงินผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้ว จากฟิล์มที่มีสีขาวนวลจะเปลี่ยนเป็นสีเงินและมีความต้านมากขึ้นและเมื่อพลิกด้านหลังของชิ้นงานที่ทำการชุดลอกฟิล์มออกด้านหนึ่งเพื่อให้เห็นตรงบริเวณรอยต่อระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วจะพบว่าแก้วจะเปลี่ยนจากใสไม่มีสีเป็นสีเหลืองใสดังแสดงในภาพที่ 4.26 โดยในงานวิจัยของ W. Li และคณะ<sup>(92)</sup> ได้กล่าวว่าเงินถูกใช้ในการย้อมสีแก้วให้เป็นสีเหลืองมาตั้งแต่ในอดีตซึ่งสีที่เกิดขึ้นมาจาก Surface plasmon resonance ของอิเล็กตรอนที่นำไฟฟ้าในอนุภาคโลหะเงินระดับนาโนและเกิดการแพร่ของไอออนของเงินไปสู่แก้ว นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบปริมาณของฟิล์มเงินระหว่างก่อนและหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วพบว่าส่วนมากฟิล์มเงินจะหายไปในบริเวณด้านบนของชิ้นงานหลงเหลือไว้เพียงแต่ฟิล์มบริเวณด้านล่างเนื่องจากฟิล์มเงินบริเวณด้านบนมีความบางกว่าด้านล่างจึงทำให้ไอออนของเงินเกิดการออกซิเดชันและหลุดออกจากผิวหน้าได้ง่ายกว่า



ภาพที่ 4.26 ลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้น (a) ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (ด้านหน้า), (b) หลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (ด้านหน้า), (c) แก้วที่มีการเปลี่ยนสีบริเวณรอยต่อระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว (ด้านหลัง)

การปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Ag ไปเป็น  $\text{Ag}_2\text{O}$  ดังแสดงในสมการที่ 4.1 สามารถศึกษาได้จากการคำนวณทางเทอร์โมไดนามิก (สมการที่ 4.2 - 4.6) โดยกำหนดให้ค่า Activity ของ Ag เท่ากับ 1 Activity ของ  $\text{O}_2$  ในอากาศเท่ากับ 0.21 และ activity ของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  เท่ากับ 1



ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส สามารถคำนวณ  $\Delta G_{\text{reaction}}$  ได้จากค่าเอนทัลปี ( $\Delta H_{(i)}^0$ ) และ ค่า เอนโทรปี ( $\Delta S_{(i)}^0$ ) ของสารที่ใช้ในการเกิด  $\text{Ag}_2\text{O}$  จากค่าที่แสดงในตารางที่ 4.8 และค่า  $\Delta G_{\text{reaction}}$  ที่คำนวณได้ ณ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสมีค่าติดลบแสดงว่าจะสามารถเกิด  $\text{Ag}_2\text{O}$  ขึ้นได้ที่อุณหภูมิห้อง

ตารางที่ 4.8 ค่า  $\Delta H_{(i)}^0$  และ  $\Delta S_{(i)}^0$  ของ  $\text{Ag}_{(s)}$ ,  $\text{O}_{2(g)}$  และ  $\text{Ag}_2\text{O}_{(s)}$  ที่อุณหภูมิ 25 °C<sup>(93)</sup>

Chemical species	$\Delta H_{(i)}^0$ [KJ/mol]	$\Delta S_{(i)}^0$ [J/mol·K]
Ag	0.0	42.6
O <sub>2</sub>	0.0	205.2
Ag <sub>2</sub> O	-31.1	121.3

$$\text{โดยที่ } \Delta H_{\text{reaction}}^0 = \Delta H_{\text{Ag}_2\text{O}}^0 - (2\Delta H_{\text{Ag}}^0 + \frac{1}{2}\Delta H_{\text{O}_2}^0) \quad (\text{สมการที่ 4.2})$$

$$= -31.1 \quad \text{KJ/mol}$$

$$\Delta S_{\text{reaction}}^0 = \Delta S_{\text{Ag}_2\text{O}}^0 - (2\Delta S_{\text{Ag}}^0 + \frac{1}{2}\Delta S_{\text{O}_2}^0) \quad (\text{สมการที่ 4.3})$$

$$= -0.0665 \quad \text{KJ/mol}\cdot\text{K}$$

$$\text{ดังนั้น } \Delta G_{\text{reaction}}^0 = \Delta H_{\text{reaction}}^0 - T\Delta S_{\text{reaction}}^0 \quad (\text{สมการที่ 4.4})$$

$$= -11.283 \quad \text{KJ/mol}$$

$$\text{จากสมการ } \Delta G = \Delta G^0 + RT \ln J_a \quad (\text{สมการที่ 4.5})$$

$$\text{และ } \ln J_a = \ln \frac{a_{\text{Ag}_2\text{O}}}{a_{\text{Ag}}^2 \times a_{\text{O}_2}^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{สมการที่ 4.6})$$

$$\text{เพราะฉะนั้น } \Delta G^{T=25^\circ\text{C}} = -9,350.49 \text{ J/mol}$$

โดยที่ R คือ ค่าคงที่ของแก๊สในอุดมคติ (Universal gas constant, 8.314 J/mol·K)

T คือ อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา (K)

a<sub>i</sub> คือ ค่า Activity of species i (Ag = 1, O<sub>2</sub> = 0.21 และ Ag<sub>2</sub>O = 1)

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้ระบบจนถึง 147 องศาเซลเซียส Ag จะเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับ ออกซิเจนที่อยู่ในอากาศกลายเป็น  $\text{Ag}_2\text{O}$  ( $\Delta G = 0$ ) ดังแสดงในสมการที่ 4.7 – 4.8

$$\Delta G^0 = -RT \ln K_a \quad (\text{สมการที่ 4.7})$$

นำ  $\Delta G^0 = -30,540 + 66.11T$  <sup>(94)</sup> แทนในสมการที่ 4.7

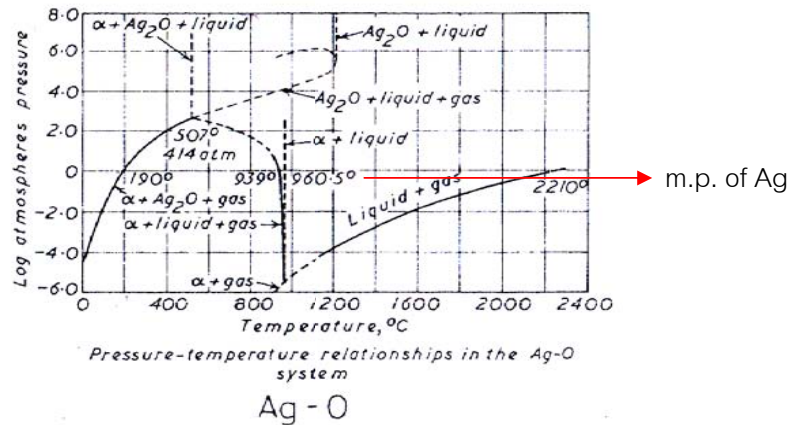
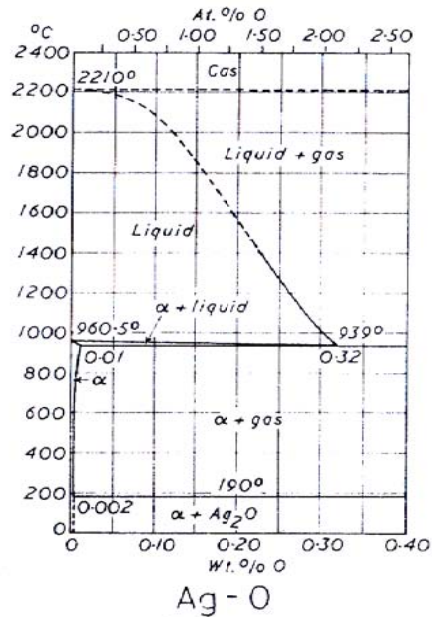
$$\text{จะได้} \quad -30540 + 66.11T = -RT \ln K_a \quad (\text{สมการที่ 4.8})$$

เพราะฉะนั้น  $T = 420 \text{ K}$  หรือ  $147^\circ \text{C}$

และจากงานวิจัยที่ผ่านมา<sup>(92)</sup> ยังพบอีกว่าการเกิดออกซิเดชันของเงินในชั้นสเตรตที่เป็นแก้ว โซดาไลม์ อุณหภูมิของการสลายตัวของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  จะเพิ่มสูงขึ้นจากเดิมโดยมีการสลายตัวจนถึง อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเนื่องจากเกิดการแพร่ของไฮเดียมเข้าไปในชั้นฟิล์มโดยการแพร่ ระหว่างเงินในชั้นฟิล์มกับไฮเดียมในชั้นสเตรตซึ่งจะช่วยส่งเสริมให้  $\text{Ag}_2\text{O}$  มีความเสถียรที่อุณหภูมิ สูงมากขึ้น ดังนั้นอุณหภูมิที่ 550 องศาเซลเซียสจะทำให้  $\text{Ag}_2\text{O}$  สลายตัวไปหมด ยิ่งไปกว่านั้นการ ที่ฟิล์มเงินบางส่วนหลุดไปจากผิวแก้วสามารถอธิบายได้จากเฟสไดอะแกรมในภาพที่ 4.27 ของ เงินกับออกซิเจนพบว่าช่วงอุณหภูมิ 450 – 550 องศาเซลเซียสจะมีการเกิดแก๊สขึ้น แสดงว่าฟิล์ม เงินที่ได้รับอุณหภูมิในช่วงดังกล่าวจะมีการหลุดออกไปจากแก้วโดยเกิดการเปลี่ยนเฟสไปเป็น สถานะแก๊ส ปริมาณที่ฟิล์มเงินหลุดออกจากแก้วในแต่ละชิ้นงานและแต่ละภาวะจะไม่เท่ากัน บาง ชิ้นงานฟิล์มเงินจะเหลือเพียงคราบบางๆ เท่านั้น โดยปัจจัยหลักที่ทำให้ฟิล์มเงินหลุดไม่เท่ากัน น่าจะเกิดมาจากความหนาของฟิล์มก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ไม่สม่ำเสมอในแต่ละ บริเวณ

จากการคำนวณจะเห็นว่าพลังงานอิสระของกิบส์ในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ  $\text{Ag}_2\text{O}$  มีค่าเป็นลบและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาแบบ Forward reaction แสดงว่า  $\text{Ag}_2\text{O}$  สามารถเกิดขึ้นได้ตั้งแต่ที่อุณหภูมิห้องและเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 147 องศาเซลเซียส  $\text{Ag}_2\text{O}$  จะ เริ่มเกิดการสลายตัวและจะเกิดไปจนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส  $\text{Ag}_2\text{O}$  จะสลายตัวออกไป หมดซึ่งการที่  $\text{Ag}_2\text{O}$  สลายตัวจะทำให้ปริมาณฟิล์มลดน้อยลงได้ และเมื่อลดอุณหภูมิลงมายัง อุณหภูมิห้อง  $\text{Ag}_2\text{O}$  ก็สามารถเกิดขึ้นได้อีกครั้งจากปริมาณ Ag ที่เหลืออยู่ แต่จะเกิดช้าหรือเร็วขึ้น ขึ้นกับสภาพแวดล้อม





ภาพที่ 4.27 เฟสไดอะแกรมของเงินกับออกซิเจน<sup>(95)</sup>

4.1.6.2 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินและผิวแก้ว

การทดลองนี้ได้ศึกษาปัจจัยในด้านกระบวนการทางความร้อนต่อภาวะที่ถูกเลือกทั้ง 6 ภาวะ (Untreated surface, HF, Sn, SP, SPHF และ SPSn) โดยได้นำชิ้นงานไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการยึดติดของฟิล์มเงินและแก้วดังแสดงในตารางที่ 4.9 โดยหลังจากที่ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้ว ฟิล์มเงินจะมีปริมาณลดลงซึ่งโดยมากจะพบว่าการหลุดของฟิล์มเงินในบริเวณด้านบนและในบางชิ้นงานจะพบเพียงแค่วรอยฟิล์มเงินเพียงเล็กน้อยหลงเหลืออยู่ด้านล่างเท่านั้น ทำให้ไม่สามารถทำการทดสอบการยึดติดได้ ดังนั้นจะระบุในตารางเป็นสัญลักษณ์ N/A

ตารางที่ 4.9 ผลการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินและผิวแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียสโดยทำการวัด 3 ครั้งในแต่ละอุณหภูมิ

Sample	450°C			500°C			550°C		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Untreated surface	2B	1B	4B	2B	0B	2B	2B	4B	5B
HF	5B	5B	5B	4B	5B	3B	5B	5B	5B
Sn	0B**	0B**	0B**	0B*	0B*	0B**	0B**	0B*	0B
SP	5B	2B	5B	5B	5B	5B	4B	5B	5B
SPHF	5B	N/A	5B	5B	N/A	N/A	5B	5B	5B
SPSn	3B	4B	2B	N/A	4B	2B	3B	N/A	3B

หมายเหตุ : \* หมายถึง ฟิล์มส่วนมากหลุดออกหลังจากดึงเทปใสแต่ยังคงเหลือชั้นฟิล์มบางอยู่บนผิวแก้วในปริมาณน้อย

\*\* หมายถึง ฟิล์มส่วนมากหลุดออกหลังจากดึงเทปใสแต่ยังคงเหลือชั้นฟิล์มบางอยู่บนผิวแก้วในปริมาณมาก

N/A หมายถึง ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ได้

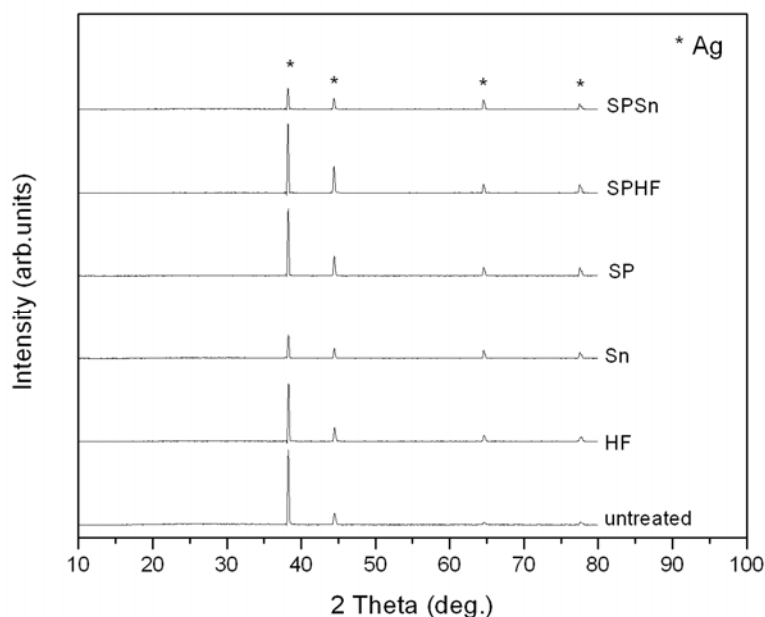
เมื่อเปรียบเทียบผลการยึดติดในตารางที่ 4.9 กับผลการยึดติดก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนพบว่าโดยรวมแล้วความร้อนสามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วได้ดังเช่นกรณีของ HF และ SP ที่ก่อนฟิล์มเงินได้รับความร้อนจะมีค่าการยึดติดอยู่ที่ 4B แต่เมื่อหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วให้ผลการยึดติดที่ดีขึ้นเป็น 5B นอกจากนี้ในกรณีของชิ้นงานที่แก้วไม่ได้ผ่านการปรับผิวซึ่งมีค่าการยึดติดก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนที่มีค่าต่ำที่สุดคือ 0B และฟิล์มเงินหลุดออกจากผิวแก้ว 100% พบว่าอุณหภูมิจะช่วยให้พื้นผิวที่เรียบมากของแก้วสามารถยึดติดกับฟิล์มเงินได้ดีขึ้นซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ C.N. Xu และคณะ<sup>(13)</sup> ที่ได้เตรียมฟิล์ม ZnS บนแก้วด้วยวิธี Ion plating และนำไป Anneal พบว่าการที่ฟิล์ม ZnS ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ จนถึง 700 องศาเซลเซียสจะช่วยเพิ่มการยึดติดกับแก้วที่เป็นข้อเสียดรตได้ดีขึ้นเนื่องจากแก้วบางส่วนเกิดการหลอมที่ผิวซึ่งมีจุด Softening point ที่อุณหภูมิ 708 องศาเซลเซียสทำให้เกิดการแพร่และมีการเกิดพันธะเคมีขึ้นบริเวณรอยต่อ นอกจากนี้ใน

งานวิจัยของ F. Mei และ D. Shi<sup>(33)</sup> ได้ศึกษาการกลไลในการเกิดปฏิกิริยาในการเคลือบฟิล์มเงินบนชั้นสเตรตที่เป็นอนุภาคนาที่มีรูพรุนด้วยวิธีการเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าพบว่า การเผาผนึกฟิล์มเงินที่อุณหภูมิ 400 – 600 องศาเซลเซียสจะช่วยเพิ่มความแข็งแรงของพันธะได้โดยตรวจสอบด้วยวิธีการดึงเทปแล้วนับจำนวนอนุภาคเงินที่ติดอยู่บนเทป ดังนั้นการที่แก้วกับฟิล์มเงินสามารถยึดติดกันได้ดีขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนเป็นเพราะผิวแก้วมีความหนืดต่ำลงทำให้เกิดการแพร่ระหว่างฟิล์มเงินกับแก้ว<sup>(92)</sup> จึงมีชั้นรอยต่ออยู่ในประเภท Diffusion interfacial layer ซึ่งมีความแข็งแรงสูง

จากผลของการยึดติด อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสจะถูกเลือกเพื่อจะนำไปศึกษาเฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงินหลังการเผาและสมบัติของฟิล์มเงินต่อการต้านแบคทีเรียเนื่องจากที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสจะให้ผลโดยรวมของการยึดติดที่ดีและค่อนข้างคงที่สม่ำเสมอเมื่อเทียบกับอุณหภูมิที่ต่ำกว่า

#### 4.1.6.3 เฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงิน

เฟสองค์ประกอบของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจากสภาพพื้นผิวทั้ง 6 ภาวะหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสดังแสดงในภาพที่ 4.28 นั้นสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน หมายเลข 01-087-0720 ซึ่งยังคงเป็นพีคการเลี้ยวเบนของเงินอยู่โดยที่ไม่พบเฟสอื่นปรากฏ แต่จากเฟสไดอะแกรมและจากข้อมูลทางเทอร์โมไดนามิกที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ดังกล่าวจะพบว่ามีการเกิด  $Ag_2O$  ขึ้นได้ซึ่งในการทดลองนี้เทคนิค XRD ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ การที่ไม่พบเฟส  $Ag_2O$  อาจเป็นเพราะเฟส  $Ag_2O$  นี้มีปริมาณน้อยมากเมื่อเทียบกับเฟสเงินบริสุทธิ์ (Ag) จึงไม่สามารถยืนยันได้ว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นเป็นเฟสของเงินบริสุทธิ์เพียงอย่างเดียวเท่านั้นซึ่งการเกิด  $Ag_2O$  อาจเกิดเพิ่มขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้นก็เป็นได้ สอดคล้องกับค่าพลังงานเสรีของกิบส์ที่มีค่าติดลบที่อุณหภูมิห้องแสดงให้เห็นว่าการเกิดเฟส  $Ag_2O$  อันเนื่องมาจากปฏิกิริยา  $2Ag_{(s)} + \frac{1}{2}O_{2(g)} \longrightarrow Ag_2O_{(s)}$  นั้นสามารถเกิดขึ้นได้เองแม้ที่อุณหภูมิห้องปกติก็ตาม เมื่อพิจารณาพีคจะเห็นได้ว่าภาวะการปรับผิวที่ให้การยึดติดของฟิล์มเงินกับแก้วที่ดีนั้นพบว่าจะมีความเข้มข้นสูงซึ่งบ่งบอกถึงความเป็นผลึกของฟิล์มเงินนั้นมีมาก ในทางกลับกันการใช้สแตนเลสคอล์โรต์มาปรับผิวแก้วนั้นกลับให้ความเข้มข้นของฟิล์มเงินต่ำกว่าภาวะอื่นๆ อย่างเห็นได้ชัดอาจเนื่องมาจากการมีไอออนของ Sn อยู่บนผิวแก้วนั้นมิได้ส่งเสริมการเกาะของฟิล์มเงินมากเท่าที่ควร จึงเป็นเหตุให้ปริมาณของ Ag บนผิวแก้วมีน้อย ส่งผลต่อพีค XRD อย่างเห็นได้ชัด



ภาพที่ 4.28 องค์ประกอบทางเฟสของฟิล์มเงินทั้ง 6 ภาวะจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์หลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส

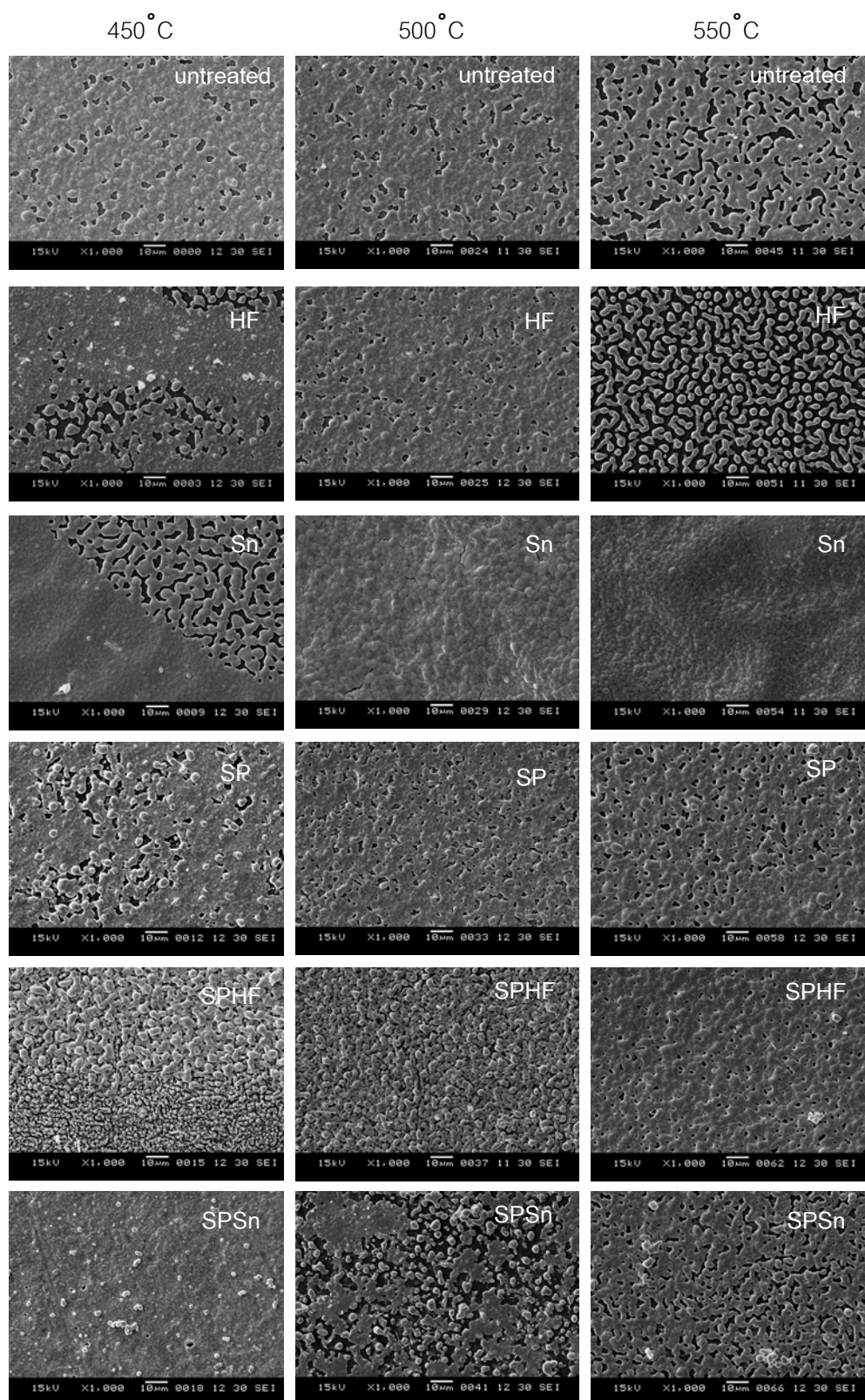
#### 4.1.6.4 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงิน

การศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินโดยใช้เทคนิค SEM จะทำการศึกษาเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นในภาวะผิว 6 ภาวะที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียสดังแสดงในภาพที่ 4.29 จากภาพดังกล่าวทำให้เห็นถึงภาพรวมของลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินซึ่งทำให้สรุปได้ว่าหลังจากที่ฟิล์มเงินผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วลักษณะของฟิล์มเงินจะเปลี่ยนไปจากเดิม โดยในชิ้นงานเดียวกันจะมีลักษณะฟิล์มแต่ละบริเวณแตกต่างกัน (Heterogeneous) ซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคเงินรวมตัวกันทำให้ฟิล์มเกิดการหดตัวในแต่ละพื้นที่ไม่เท่ากัน สามารถเกิดเป็นลักษณะ Dewetting, Island structure หรือ Droplet ขึ้น โดยส่วนมากจะพบฟิล์มอยู่ในลักษณะของ Dewetting

เมื่อพิจารณาลักษณะฟิล์มเงินหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนบนผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีการจุ่มในสารละลายสแตนเนสคอลลอยด์ ซึ่งเป็นภาวะที่ยังคงแสดงการยึดติดที่ไม่ดีอยู่พบว่าฟิล์มมีเงินจะเกิดเป็นคลื่นและยังคงเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องคล้ายกับลักษณะฟิล์มเงินก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนซึ่งแตกต่างจากภาวะอื่นๆ ที่ลักษณะฟิล์มเงินหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วจะเกิดการหดตัว แสดงให้เห็นว่าที่ภาวะนี้การยึดติดระหว่างอนุภาคเงินด้วยกัน

เองมีสูงว่าการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วส่งผลให้ค่าการยึดติดที่ภาวะนี้ยังคงต่ำอยู่ โดยสาเหตุอาจเนื่องมาจากการปรับผิวเชิงเคมีไม่ได้ส่งผลต่อการยึดติดในระดับมหภาคตั้งแต่ก่อนที่จะผ่านกระบวนการทางความร้อน จึงทำให้ค่าการยึดติดของฟิล์มเงินหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนคงที่ แต่การปรับผิวด้วยวิธีนี้อาจส่งผลต่อการยึดติดหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน ในชั้นฟิล์มบางเท่านั้นซึ่งสังเกตจากปริมาณฟิล์มบางที่หลงเหลืออยู่จะมีเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นคลื่นอาจเนื่องมาจากกลุ่มของอนุภาคเงินขนาดใหญ่ที่รวมตัวกันอยู่บนผิวฟิล์มเงินเป็นจำนวนมากเกิดการเชื่อมติดกันกับฟิล์มเงินหลังจากได้รับความร้อนทำให้ฟิล์มเงินไม่อยู่ในระนาบเดียวกันทั่วพื้นผิว

ในการทดลองนี้ไม่สามารถสรุปความสัมพันธ์ระหว่างการยึดติดกับลักษณะโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนได้อย่างชัดเจนเนื่องจากลักษณะฟิล์มที่เกิดขึ้นในแต่ละอุณหภูมิมีได้หลากหลายอีกทั้งในแต่ละชั้นงานยังมีลักษณะฟิล์มเงินไม่เหมือนกัน ทำให้ยากแก่การชี้ชัดว่าลักษณะฟิล์มเงินแบบใดที่จะทำให้เกิดการยึดติดที่ดี ซึ่งต้องทำการศึกษาในเชิงลึกกว่านี้ แต่อย่างไรก็ตามยังสามารถสรุปได้ว่าปัจจัยทางด้านอุณหภูมิสามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วให้มีมากขึ้นได้



ภาพที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวฟิล์มเงินที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน

## 4.2 การศึกษาสมบัติของฟิล์มเงิน

### 4.2.1 สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มเงิน

ในการทดลองนี้ได้ศึกษาสมบัติความชอบน้ำและจะเลือกศึกษาในภาวะของการปรับผิวที่ทำกราดด้วยกระดาษทรายแล้วนำไปกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (SPHF) เนื่องจากภาวะการปรับผิวนี้ให้ผลการยึดติดที่ดีที่สุดระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้ว ดังนั้นจะวัดมุมสัมผัสขึ้นงาน 4 ประเภทดังนี้

1. แก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (Untreated)
2. แก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธี SPHF (SPHF)
3. ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธี SPHF ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส (Ag)
4. ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วที่ผ่านการปรับผิวหน้าด้วยวิธี SPHF หลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส (Ag-T)

วิธีการทดสอบจะใช้วิธี Sessile drop ซึ่ง หยดน้ำกลั่นจะถูกหยดจากหลอดฉีดยาขนาดเล็กลงบนพื้นผิวฟิล์มเงินโดยการค่อยๆ หมุนเกลียวของเครื่องวัดที่ติดกับบริเวณด้านบนของหลอดฉีดยาซึ่งจะต้องนำผิว ฟิล์มขึ้นไปสัมผัสกับหยดน้ำที่อยู่บริเวณปลายเข็มเพื่อให้ได้หยดน้ำกลั่นเพียงหยดเดียวที่สัมผัสกับผิวฟิล์ม จากนั้นแสงจะส่องผ่านด้านหน้าของหยดน้ำเกิดเป็นเงากระทบกับฉากที่อยู่ด้านหลังของหยดน้ำ และวัดหามุมสัมผัสโดยใช้โปรเตคเตอร์โดยจะวัดขึ้นงานละ 5 จุดและวัดขึ้นงานแต่ละประเภทซ้ำกัน 5 ครั้ง จากนั้นนำมาหาค่าเฉลี่ยรวมดังแสดงในตารางที่ 4.10 โดยการวัดค่ามุมสัมผัสของขึ้นงานทั้งหมดจะแสดงในภาคผนวก ค

ตารางที่ 4.10 แสดงค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยของขึ้นงานทั้ง 4 ประเภท

Sample	Untreated	SPHF	Ag	Ag-T
Average contact angle (°)	51.32	24.72	68.08	29.24

จากตารางที่ 4.10 พบว่าแก้วปกติมีค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยเท่ากับ  $51.32^{\circ}$  ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของ W. Su และคณะ<sup>(27)</sup> ที่วัดมุมสัมผัสของแก้วมีค่าเท่ากับ  $47.3^{\circ}$  ดังนั้นแก้วโซดาไลม์ปกติที่ไม่ผ่านการปรับผิวจึงแสดงสมบัติความชอบน้ำ (Hydrophilicity) เนื่องจากแก้วเป็นวัสดุที่มีพลังงานผิว (Surface energy) สูง ทำให้มีความสามารถในการสร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างพื้นผิวกับโมเลกุลของน้ำ<sup>(96)</sup> หลังจากแก้วผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF จะเห็นได้ว่ามีค่ามุมสัมผัส

ลดลงเหลือ  $24.72^\circ$  เนื่องจากลักษณะพื้นผิวของแก้วมีร่องอยู่มากทำให้น้ำบางส่วนที่หยดลงบนพื้นผิวแก้วเกิดการซึมไปตามร่องเหล่านั้น ทำให้แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีนี้มีสมบัติความชอบน้ำมากกว่าแก้วปกติ และเมื่อเคลือบฟิล์มเงินลงบนผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีดังกล่าวก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน มุมสัมผัสที่วัดได้มีค่าเท่ากับ  $68.08^\circ$  ซึ่งเป็นค่ามุมสัมผัสที่มากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับพื้นผิวทั้ง 4 ประเภท มุมสัมผัสมีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากพื้นผิวของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดเล็กกระจายตัวอย่างเป็นระเบียบและเกาะต่อเนื่องกันซึ่งคล้ายกับลักษณะพื้นผิวของใบบัวมากขึ้นและโดยทั่วไปแล้วฟิล์มโลหะจะมีพลังงานผิวดำกว่าแก้วจึงทำให้แสดงสมบัติความชอบน้ำลดลงซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ X. Liu และคณะ<sup>(97)</sup> ที่ได้เคลือบฟิล์มทองแดงบนผิวแก้วและวัดค่ามุมสัมผัสเปรียบเทียบกับก่อนและหลังการเคลือบ พบว่าฟิล์มทองแดงซึ่งเป็นฟิล์มโลหะมีค่ามุมสัมผัสสูงกว่าแก้วปกติที่ไม่ผ่านการเคลือบฟิล์ม อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าฟิล์มโลหะเงินจะมีพลังงานผิวดำกว่าแก้วแต่ก็ยังจัดอยู่ในประเภทของวัสดุที่มีพลังงานผิวดำสูงเมื่อเทียบกับวัสดุพอลิเมอร์<sup>(96)</sup> ทำให้ค่ามุมสัมผัสยังคงต่ำกว่า  $90^\circ$  หรือกล่าวได้ว่าฟิล์มเงินยังคงแสดงสมบัติความชอบน้ำอยู่ นอกจากนี้ในภาวะสุดท้ายคือกรณีที่ฟิล์มเงินผ่านกระบวนการทางความร้อนพบว่ามุมสัมผัสลดลงเหลือ  $29.24^\circ$  เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มเงินที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการทางความร้อนเพราะว่าฟิล์มเงินเกิดการ Dewetting ขึ้น ฟิล์มเงินจึงไม่สามารถปกคลุมทั่วผิวแก้วได้เช่นเดิม ทำให้แสดงพื้นผิวแก้วบางส่วนที่เป็นร่องลึกจากการปรับผิวด้วยวิธี SPHF ออกมา น้ำจึงสามารถแผ่คลุมพื้นผิวฟิล์มและแทรกไปตามร่องของผิวแก้วได้ดีเช่นเดียวกับแก้วที่ผ่านเพียงการปรับผิวด้วยวิธี SPHF

#### 4.2.2 ความสามารถในการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงิน

การทดลองนี้ได้ศึกษาความสามารถในการต้านแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* (E.coli) ของฟิล์มเงินที่เคลือบบนผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF ทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนโดยนำมาเปรียบเทียบกับภาวะของแก้วปกติและแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF ที่ไม่ผ่านการเคลือบฟิล์มซึ่งเป็นภาวะเช่นเดียวกับการศึกษาสมบัติความชอบน้ำทั้ง 4 ภาวะวิธีการทดสอบจะแบ่งออกเป็น 2 วิธีดังต่อไปนี้

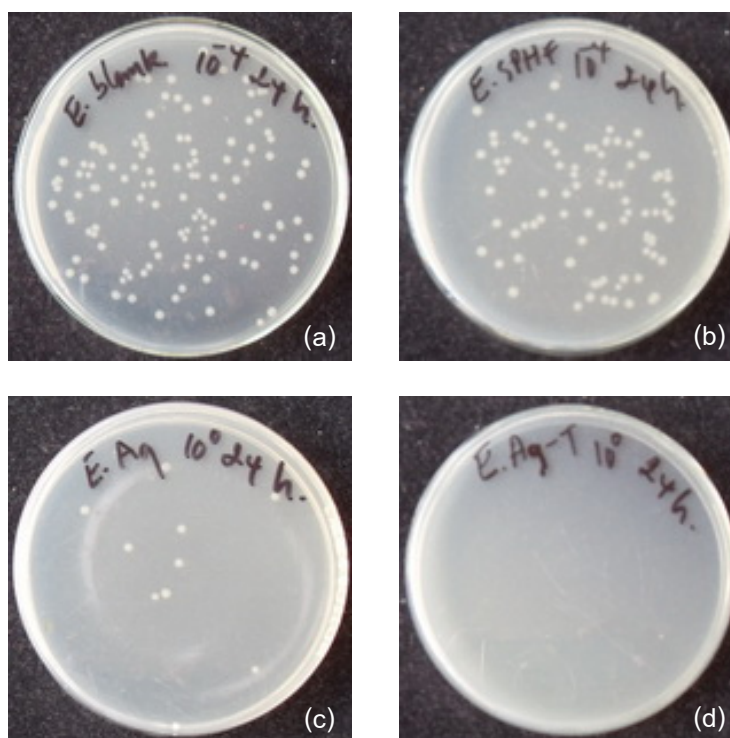


#### 4.2.2.1 Spread plate method

การทดสอบด้วยเทคนิคการกระจายเชื้อเป็นการทดสอบเชิงปริมาณเพื่อวิเคราะห์ว่าฟิล์มเงินมีความสามารถสามารถต้านแบคทีเรียได้มากน้อยเพียงใด จากตารางที่ 4.11 และ ภาพที่ 4.30 พบว่าฟิล์มเงินก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนให้การต้านแบคทีเรีย *E.coli* ถึง 99.99% เช่นเดียวกับฟิล์มเงินหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ให้การต้านแบคทีเรียสูงถึง 100% เมื่อเทียบกับผิวแก้วที่ไม่มีฟิล์มเงินที่ไม่แสดงผลการต้านแบคทีเรีย แสดงว่าฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจากวิธีการเคลือบด้วยการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้ามีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียชนิด *E.coli* ซึ่งเป็นแบคทีเรียชนิดแกรมลบสูงกว่า 99.99% ทั้งก่อนและหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน

ตารางที่ 4.11 ผลการต้านแบคทีเรียชนิด *E.coli* ของแก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิว (Untreated) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนผิวแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และฟิล์มเงินที่เคลือบบนผิวแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T) เปรียบเทียบกับเชื้อปกติ (Pure)

Test microorganisms	Sample	The number of bacteria CFU/ml (6 h.)	%Reduction
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	Pure	$7.6 \times 10^6$	-
	Untreated	$9.4 \times 10^6$	0
	SPHF	$8.5 \times 10^6$	0
	Ag	$5.6 \times 10$	99.99%
	Ag-T	0	100%



ภาพที่ 4.30 จำนวนแบคทีเรียชนิด *E. coli* ที่เหลือหลังจากทำการ incubate สัมผัสกับชิ้นงานเป็นเวลา 24 ชั่วโมงของ (a) แก้วที่ไม่มีการปรับผิว (Untreated) (b) แก้วที่ปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) และ (c) ฟิล์มเงิน ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) (d) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้ว หลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)

#### 4.2.2.2 Disc diffusion method

การทดสอบด้วยเทคนิคเคิลรีโชนเป็นการทดสอบเชิงคุณภาพเพื่อประเมินว่าฟิล์มเงินมีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรีย *E. coli* เป็นวงกว้างได้หรือไม่ จากผลการทดสอบในตารางที่ 4.12 และภาพที่ 4.31 พบว่าฟิล์มเงินไม่สามารถเกิดการยับยั้งแบคทีเรียในวงกว้างได้โดยจะพบเคิลรีโชนน้อยกว่า 1 มิลลิเมตร ดังที่แสดงค่าในตารางซึ่งฟิล์มเงินสามารถต้านแบคทีเรีย *E. coli* เฉพาะบริเวณที่สัมผัสกันเท่านั้น สาเหตุเนื่องมาจากฟิล์มเงินไม่สามารถเกิดการแพร่ในอาหารเลี้ยงเชื้อได้ ทำให้พบเคิลรีโชนเป็นบริเวณน้อยมาก แต่ยังสามารถสรุปได้ว่าฟิล์มเงินยังคงมีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียอยู่เพียงแต่ไม่สามารถต้านเป็นวงกว้างได้

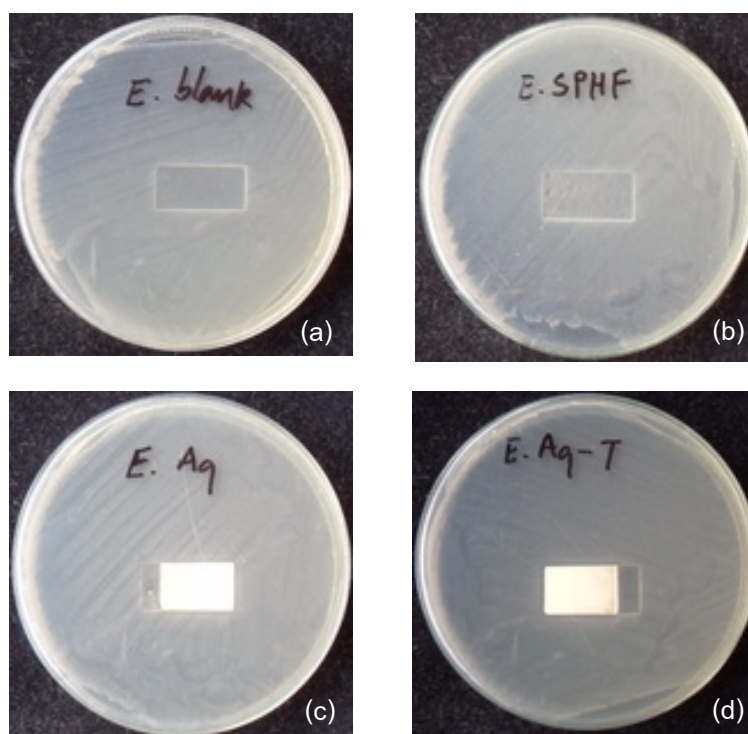
ตารางที่ 4.12 ผลการวัด Inhibition zone ของแก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (Untreated) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)

Bacteria	Untreated		SPHF		Ag		Ag-T	
	T (mm)	W (mm)	T (mm)	W (mm)	T (mm)	W (mm)	T (mm)	W (mm)
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	NZ/NI	0	NZ/NI	0	1	<1	1	<1

NZ = No clear zone

NI = No inhibition of growth under the sample

I = Inhibition of growth under the sample



ภาพที่ 4.31 ภาพการวัด Inhibition zone ที่เกิดขึ้นในงานแต่ละประเภท (a) แก้วที่ไม่ผ่านการปรับผิวหน้า (Untreated) (b) แก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธี SPHF (SPHF) (c) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag) และ (d) ฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)

#### 4.2.2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความชอบน้ำกับการต้านแบคทีเรีย

จากผลการศึกษาสมบัติของฟิล์มเงินในด้านความชอบน้ำและการต้านแบคทีเรียทำให้ทราบถึงลักษณะในการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงินชนิดนี้ กล่าวคือฟิล์มเงินจะสามารถต้านแบคทีเรียที่ปนเปื้อนมากับน้ำได้โดยการที่น้ำจะแผ่ไปบนผิวฟิล์มได้เป็นอย่างดีเนื่องจากมีสมบัติ Hydrophilicity ทำให้แบคทีเรียสัมผัสกับฟิล์มเงินได้ในปริมาณมากและทั่วถึงมากขึ้นและทำให้กลไกการต้านแบคทีเรียมีประสิทธิภาพสูงดังจะเห็นได้จากผลการทดลองสมบัติการต้านแบคทีเรียที่สามารถต้านแบคทีเรียได้มากกว่า 99.99%

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยได้เคลือบอนุภาคเงินลงบนผิวแก้วด้วยการจุ่มเคลือบแบบไม่ใช้ไฟฟ้าโดยมุ่งเน้นที่จะศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อการยึดติดที่ีระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วและศึกษาสมบัติในด้านการต้านแบคทีเรียของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นซึ่งการเตรียมฟิล์มเงินจะทำการจุ่มเคลือบเป็นเวลา 90 นาทีเนื่องจากที่ระยะเวลาสั้นให้ผลการยึดติดที่ดีในหลายๆ ภาวะและลักษณะฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นมีความสม่ำเสมอโดยให้ผลการทดลองดังนี้

1. ปัจจัยในด้านกระบวนการในการจุ่มเคลือบโดยใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิกนั้นจะไม่ส่งเสริมการยึดติดที่ีระหว่างฟิล์มเงินกับผิวแก้วดังจะเห็นได้จากผลของการยึดติดที่รายงานในระดับ OB แต่อย่างไรก็ตามปัจจัยด้านนี้จะส่งเสริมให้มีอัตราการเคลือบเร็วขึ้นซึ่งจะเห็นได้จากภาพภาคตัดขวางของฟิล์มเงินที่แสดงถึงความหนาของฟิล์มที่มีมากกว่ากระบวนการที่ไม่ใช้การสั่นด้วยอัลตราโซนิก

2. ปัจจัยด้านการปรับผิวหน้าของแก้วจะมีส่วนช่วยในการยึดติดอย่างมากโดยเฉพาะการปรับผิวด้วยวิธีทางกายภาพ เช่น การขัดด้วยกระดาษทรายและการกัดผิวหน้าด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ในขณะที่การปรับผิวด้วยการจุ่มแก้วในสารละลายสแตนเนสคลอไรด์ซึ่งเป็นวิธีการปรับผิวเชิงเคมีจะส่งผลต่อชั้นฟิล์มบางในชั้นแรกเท่านั้น โดยดูจากลักษณะทางกายภาพหลังจากดึงเทปใสออกจะยังคงพบฟิล์มเงินบางอยู่บนผิวแก้ว โดยภาวะผิวแก้วที่มีผลการยึดติดที่ดีที่สุดคือการปรับผิวสองขั้นตอนด้วยวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายหมายเลข 320 แล้วกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 90 วินาทีเนื่องจากลักษณะผิวแก้วมีร่องลึกเป็นจำนวนมากโดยแสดงค่าความขรุขระที่มากที่สุดซึ่งแสดงถึงแนวโน้มที่อาจเกิดการยึดติดได้มากและร่องลึกเหล่านี้ยังกระจายตัวทั่วทั้งบริเวณผิวแก้ว ทำให้อนุภาคเงินมีพื้นที่ผิวที่จะสามารถเข้าไปยึดเกาะได้ด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์มากขึ้น

3. ปัจจัยด้านอุณหภูมิจะส่งผลต่อการยึดติดไปในทางที่ดีขึ้นดังจะเห็นได้ชัดจากชิ้นงานฟิล์มเงินที่เคลือบอยู่บนผิวแก้วที่ไม่มีการปรับผิว ก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน ฟิล์มจะหลุดติดไปกับเทปใส 100% แต่หลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วพบว่าสามารถรายงานค่าการยึดติดระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วได้บ้าง แต่อย่างไรก็ตามฟิล์มเงินที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนจะมีบางส่วนที่เกิดการสลายตัวกลายเป็นแก๊ส ซึ่งจะทำให้ปริมาณฟิล์มที่เคลือบอยู่บนผิวแก้วลดลงและจะยิ่งเห็นชัดในบริเวณที่ฟิล์มมีความบาง เช่น ด้านบนของชิ้นงาน บริเวณนี้จะพบการ

สลายตัวของฟิล์มมากจนเหลือเพียงแค่วอยฟิล์มบางเท่านั้น การสลายตัวเหล่านี้จะทำให้โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็น Dewetting, Island structure และ Droplet ซึ่งเกิดจากการที่ฟิล์มเงินหดตัวเข้าด้วยกันและมีบางส่วนของฟิล์มเกิดการสลายตัวไป

4. การวัดมุมสัมผัสจะเลือกพื้นผิวที่ผ่านภาวะการปรับผิวสองขั้นตอนด้วยวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายและกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกมาเปรียบเทียบภาวะต่างๆ พบว่าเมื่อเคลือบฟิล์มเงินลงบนผิวแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีดังกล่าว จะทำให้ค่าเฉลี่ยของการวัดมุมสัมผัสมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงที่สุดเนื่องจากฟิล์มเงินมีค่าพลังงานผิวน้อยเมื่อเทียบกับผิวแก้วปกติและฟิล์มเงินเกิดจากการที่อนุภาคเงินเรียงตัวชิดติดกันอย่างเป็นระบบทำให้มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคคล้ายกับใบบัวมากยิ่งขึ้น อย่างไรก็ตามฟิล์มเงินยังคงแสดงสมบัติของความชอบน้ำอยู่เนื่องจากมุมสัมผัสมีค่าน้อยกว่า  $90^{\circ}$  และเมื่อฟิล์มเงินผ่านกระบวนการทางความร้อนจะสามารถวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำได้ใกล้เคียงกับผิวแก้วที่ปรับผิวโดยไม่มีการเคลือบฟิล์มเงินเนื่องจากลักษณะของฟิล์มเงินมีการหดตัว ทำให้น้ำสามารถสัมผัสกับร่องลึกของผิวแก้วได้และเกิดการซึมของน้ำได้บ้าง ดังนั้นพื้นผิวฟิล์มเงินที่เกิดขึ้นจะยังคงแสดงสมบัติความชอบน้ำอยู่

5. ในการทดสอบการต้านแบคทีเรียชนิด E.coli ซึ่งเป็นแบคทีเรียประเภทแกรมลบพบว่าในการทดสอบด้วยวิธีการกระจายเชื้อ (Spread-plate method) ฟิล์มเงินสามารถต้านแบคทีเรียชนิดนี้ได้มากกว่า 99.99% ทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน ในขณะที่การทดสอบเคลียร์โซนจะพบ Inhibition zone ของฟิล์มเงินน้อยกว่า 1 มิลลิเมตร ซึ่งแสดงว่าฟิล์มเงินไม่สามารถเกิดการแพร่ทำให้ไม่สามารถต้านแบคทีเรียเป็นวงกว้างได้ ดังนั้นแบคทีเรียจะตายก็ต่อเมื่อได้สัมผัสกับฟิล์มเงินเท่านั้น โดยฟิล์มเงินที่มีสมบัติความชอบน้ำจะทำให้เกิดการแผ่กระจายของน้ำได้ดีทำให้แบคทีเรียที่ปนเปื้อนมากับน้ำสัมผัสกับฟิล์มเงินได้ดีขึ้นทำให้มีประสิทธิภาพในการต้านแบคทีเรียสูง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยและการทดลองนี้สามารถทำการปรับปรุงและพัฒนาได้ดังนี้

1. ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์แอมโมเนียเพื่อหาความเข้มข้นที่น้อยที่สุดแต่ได้ประสิทธิภาพดีที่สุดในการเกิดฟิล์มเงิน
2. ศึกษาการปรับผิววิธีอื่นหรือการรวมการปรับผิวแบบสามขั้นตอนคือผสมผสานทั้งการขัด การกัดผิว และการเติมชั้นรอยต่อ เข้าด้วยกัน
3. ศึกษาชั้นรอยต่อระหว่างฟิล์มเงินกับแก้วเพื่อวิเคราะห์เกี่ยวกับพันธะที่ใช้ในการยึดติด
4. ศึกษาประจุที่ผิวของแก้วเพื่อใช้ในการอธิบายการเกาะของอนุภาคเงินที่ผิวแก้ว

## รายการอ้างอิง

- (1) Carter, C. B., and Norton, M. G. Ceramic Materials Science and Engineering. New York: Springer, 2007.
- (2) Liu, Z.-C., et al. Self-assembly monolayer of mercaptopropyltrimethoxysilane for electroless deposition of Ag. Materials Chemistry and Physics 82 (2003): 301-305.
- (3) Kirk, R. E., and Othmer, D. F., Kirk – Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 3<sup>rd</sup> ed., 8, A Wiley-Interscience Publication, 1979, 738-749.
- (4) Tracton, A., and Satas, D. Coatings Technology Handbook. USA: Marcel Dekker Inc., 2000.
- (5) Encyclopedia Britannica. Electroless plating[Online]. 2011. Available from: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/183107/electroless-plating> [ 2011, May 23]
- (6) Yang, Y. A., Wei, Y. B., Loo, B. H., and Yao, J. N. Electroless copper plating on a glass substrate coated with ZnO film under UV illumination. Journal of Electroanalytical Chemistry 462 (1999): 259-263.
- (7) Pulker, H. K. Coatings on glass. Elsevier Science publishers B.V., 1984.
- (8) Pederson, L. R. Comparison of stannous and stannic chloride as sensitizing agents in the electroless deposition of silver on glass using X-ray photoelectron spectroscopy. Solar Energy Materials 6 (1982): 221-232.
- (9) Mitra, A., and Rimstidt, J. D. Solubility and dissolution rate of silica in acid fluoride solutions. Geochimica et Cosmochimica Acta 73 (2009): 7045-7059.
- (10) Sun, R. D., Tryk, D. A., Hashimoto, K., and Fujishima, A. Adhesion of electroless deposited Cu on ZnO-coated glass substrates: the effect of the ZnO surface morphology. Journal of the Electrochemical Society 146 (1999): 2117-2122.
- (11) Pattabi, M., Uchil, J., and Mohan Rao, K. The effect of substrate vibration on mobility coalescence in silver island films. Thin Solid Films 305 (1997): 196-200.
- (12) Varshneya, A. K. Fundamentals of Inorganic Glasses. Boston, London: Academic Press Inc. Harcourt Brace & Company, 1993.

- (13) Xu, C.-N., Watanabe, T., Akiyama, M., and Zheng, X. G. Development of strongly adherent triboluminescent zinc sulfide films on glass substrates by ion plating and annealing. Journal of the American Ceramic Society 82 (1999): 2342-2344.
- (14) Salt Lake Metals. The antibacterial effects of silver and It's compound[Online]. 2011. Available from: [http://www.saltlakemetals.com/Silver\\_Antibacterial.htm](http://www.saltlakemetals.com/Silver_Antibacterial.htm) [2011, May 24]
- (15) Chi, G. J., Yao, S. W., Fan, J., Zhang, W. G., and Wang, H. Z. Antibacterial activity of anodized aluminum with deposited silver. Surface and Coatings Technology 157 (2002): 162-165.
- (16) Lee, S. M., Lee, B. S., Byun, T. G., and Song, K. C. Preparation and antibacterial activity of silver-doped organic-inorganic hybrid coatings on glass substrates. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 355 (2010): 167-171.
- (17) Li, W.-R., Xie, X.-B., Shi, Q.-S., Zeng, H.-Y., OU-Yang, Y.-S., Chen, a. Y.-B. Antibacterial activity and mechanism of silver nanoparticles on *Escherichia coli*. Applied microbial and cell physiology 85 (2010): 1115-1122.
- (18) McGraw-Hill, Electroplating, 7th edition, Encyclopedia of Science & Technology, vol. 6, USA, McGraw-Hill, 1992.
- (19) Martin, P. M. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings. Science, Application and Technology. USA: Elsevier Inc., 2010.
- (20) Sant, S. B., Gill, K. S., and Burrell, R. E. Morphology of novel antimicrobial silver films deposited by magnetron sputtering. Scripta Materialia 41 (1999): 1333-1339.
- (21) Lee, M.-H. Long-range surface plasmon polariton waveguides containing very thin spin-coated silver films. Thin Solid Films 519 (2011): 6097-6101.
- (22) Brook, L. A., et al. Highly bioactive silver and silver/titania composite films grown by chemical vapour deposition. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 187 (2007): 53-63.
- (23) Hansen, K., and Pantleon, K. Microstructure stability of silver electrodeposits at room temperature. Scripta Materialia 58 (2008): 96-98.



- (24) Muralidharan, G., Wilson, D. G., Walker, L. R., Santella, M. L., and Holcomb, D. E., Cladding alloys for fluoride salt compatibility, USA, Materials Science and Technology Division, 2011.
- (25) Mitzi, D. B. Solution Processing of Inorganic Materials. USA: John Wiley & Sons, 2009.
- (26) New World Encyclopedia contributors. Electroplating[Online]. 2008. Available from: <http://www.newworldencyclopedia.org/entry/Electroplating?oldid=679400> [2011, August 4]
- (27) Su, W., Yao, L., Yang, F., Li, P., Chen, J., and Liang, L. Electroless plating of copper on surface-modified glass substrate. Applied Surface Science 257 (2011): 8067-8071.
- (28) Chen, H.-I., Chou, Y.-I., and Chu, C. Y. A Novel high-sensitive Pd/InP hydrogen sensor fabricated by electroless plating. Sensors and Actuators B: Chemical 85 (2002): 10-18.
- (29) Fred Senese. What is electroless plating?[Online]. Available from: <http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/redox/faq/electroless-plating.shtml> [ 2011, August 8]
- (30) O'Sullivan, E. J. Electroless plating[Online]. 2011. Available from: <http://electrochem.cwru.edu/encycl/art-d02-eless-dep.htm>
- (31) Kinoshita, H., Yonezawa, S., Kim, J.-h., Kawai, M., Takashima, M., and Tsukatani, T. Electroless Ni-plating on PTFE fine particles. Journal of Fluorine Chemistry 129 (2008): 416-423.
- (32) Osaka, T., Okinaka, Y., Sasano, J., and Kato, M. Development of new electrolytic and electroless gold plating processes for electronics applications. Science and Technology of Advanced Materials 7 (2006): 425-437.
- (33) Mei, F., and Shi, D. Electroless plating of thin silver films on porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrate and the study of deposition kinetics. Tsinghua Science & Technology 10 (2005): 680-689.

- (34) Lu, Y. Improvement of copper plating adhesion on silane modified PET film by ultrasonic-assisted electroless deposition. Applied Surface Science 256 (2010): 3554-3558.
- (35) Maharashtra Industries Directory, Alumin group. Electroless nickel plating[Online]. Available from: [http://www.alufingroup.com/electroless\\_nickel\\_plating.htm](http://www.alufingroup.com/electroless_nickel_plating.htm) [2011, August 5]
- (36) Koura, N. Electroless Plating of Silver. Electroless Plating Fundamental & Applications USA: Noys publications/William Andrew Publishing, 1990.
- (37) Clark, J. Oxidation of aldehydes and ketones[Online]. 2004. Available from: <http://www.chemguide.co.uk/organicprops/carbonyls/oxidation.html> [2011, August 11]
- (38) Kamp Chemistry. Organic chemistry - aldehydes & ketones Pg.1[Online]. Available from: <http://kampchemistry.blogspot.com/2011/02/organic-chemistry-aldehydes-ketones-pg1.html> [2011, August 12]
- (39) Wikipedia. Silver nitrate[Online]. 2011. Available from: [http://en.wikipedia.org/wiki/Silver\\_nitrate](http://en.wikipedia.org/wiki/Silver_nitrate) [2011, August 12]
- (40) Wikipedia. Ammonia[Online]. 2006. Available from: <http://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B9%81%E0%B8%AD%E0%B8%A1%E0%B9%82%E0%B8%A1%E0%B9%80%E0%B8%99%E0%B8%B5%E0%B8%A2> [2011, August 12]
- (41) Wikipedia. Glucose[Online]. 2009. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Glucose> [2011, August 12]
- (42) Keusch, P. Tollens reaction - silver mirror test[Online]. 2003. Available from: <http://www.demochem.de/D-Tollens-e.htm> [2011, August 10]
- (43) Kozlov, A. S., Palanisamy, T., and Narasimhan, D., electroless silver plating, P. LLC., 6387542, USA, Honeywell International Inc., 2000.
- (44) Packham, D. E. Surface energy, surface topography and adhesion. International Journal of Adhesion and Adhesives 23 (2003): 437-448.
- (45) Venables, J. A. Introduction to Surface and Thin Film Processes. United Kingdom: The Press Syndicate of the University of Cambridge, 2001.

- (46) TutorVista. Types of adsorption[Online]. 2005. Available from: <http://www.tutorvista.com/content/chemistry/chemistry-iv/surface-chemistry/absorption-types.php> [2011, August 13 ]
- (47) Answers.com. A Dictionary of Chemistry, Oxford University Press. Mechanical bonding[Online]. 2008. Available from: <http://www.answers.com/topic/mechanical-bonding> [2011, August 16]
- (48) Kolli, M., Hamidouche, M., Bouaouadja, N., and Fantozzi, G. HF etching effect on sandblasted soda-lime glass properties. Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): 2697-2704.
- (49) Kobayashi, Y., Salgueirino-Maceira, V., and Liz-Marzan L.M. Deposition of silver nanoparticles on silica spheres by pretreatment steps in electroless plating. Chemistry of Materials 13 (2001): 1630-1633.
- (50) Moon, J. H., Kim, K. H., Choi, H. W., Lee, S. W., and Park, S. J. Electroless silver coating of rod-like glass particles. Ultramicroscopy 108 (2008): 1307-1310.
- (51) Kondoh, E., Baklanov, M. R., Jonckx, F., and Maex, K. Characterisation of HF-last cleaning of ion-implanted Si surfaces. Materials Science in Semiconductor Processing 1 (1998): 107-117.
- (52) Chemical Distributors Inc. Hydrofluoric acid[Online]. Available from: <http://www.cdibuffalo.com/hydrofluoricacid.html> [2011, August 14]
- (53) Monk, D. J., Soane, D. S., and Howe, R. T. A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications. Thin Solid Films 232 (1993): 1-12.
- (54) Levitin, G., Hess, a. D. W. Surface reactions in microelectronics process technology. The Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering (2011): 299 - 324.
- (55) Srivastava, V. C., Mall, I. D., and Mishra, I. M. Characterization of mesoporous rice husk ash (RHA) and adsorption kinetics of metal ions from aqueous solution onto RHA. Journal of Hazardous Materials 134 (2006): 257-267.
- (56) Bunshah, R. F., Handbook of Deposition Technologies for Film and Coatings, Rointan F. Bunshah, G. E. McGuire, 2<sup>nd</sup> ed., USA, Noyes publication, 1994.

- (57) Agarwal, S., and Rao, P. V. Experimental investigation of surface/subsurface damage formation and material removal mechanisms in SiC grinding. International Journal of Machine Tools and Manufacture 48 (2008): 698-710.
- (58) Gopal, A. V., and Rao, P. V. Selection of optimum conditions for maximum material removal rate with surface finish and damage as constraints in SiC grinding. International Journal of Machine Tools and Manufacture 43 (2003): 1327-1336.
- (59) PACE technologies. Metallographic abrasive grinding[Online]. 2011. Available from: <http://www.metallographic.com/Technical/Abrasive%20grinding.htm> [2011, August 18]
- (60) Alliance for the prudent use of antibiotics. General background: antibiotic agents[Online]. 2010. Available from: [http://www.tufts.edu/med/apua/about\\_issue/agents.shtml](http://www.tufts.edu/med/apua/about_issue/agents.shtml) [ 2011, August 19]
- (61) Brantner, A., and Grein, E. Antibacterial activity of plant extracts used externally in traditional medicine. Journal of Ethnopharmacology 44 (1994): 35-40.
- (62) Fontenoy, C., and Kamel, S. O. Silver in the medical devices/equipments: Marketing or real clinical interest? Le Pharmacien Hospitalier 46 (2011): e1-e11.
- (63) Bauman, R. W. Microbiology with Diseases by Taxonomy. San Francisco, USA: Pearson Education, 2011.
- (64) Bauman, R. W. Microbiology. USA: Pearson Benjamin Cummings, 2005.
- (65) Industrial Microbiological Service Ltd., Technical white paper: antimicrobial activity of silver, V 1.0, England, 2005.
- (66) Ishizuka Glass Co. Ionpure. Antibacterial mechanism of silver ion [Online]. Available from: <http://www.marubeni-sunnyvale.com/antibacterial.html> [2011, August 20]
- (67) Barwick, S. Experts: it's the silver ion that gives colloidal silver its antimicrobial power... [Online]. 2011. Available from: <http://colloidalsilversecrets.blogspot.com/2011/03/experts-its-silver-ion-that-gives.html> [ 2011, Aug 20]
- (68) Wikipedia. Wetting[Online]. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Wetting> [2011, September 7]
- (69) Glover, P. Wettability. Formation Evaluation MSc Course Notes

- (70) DSM. Adhesive bonding[Online]. 2011. Available from: [http://www.dsm.com/en\\_US/html/dep/adhesive\\_bonding.htm](http://www.dsm.com/en_US/html/dep/adhesive_bonding.htm) [2011, August 20]
- (71) Fan, D., Wang, H., Zhang, Y., Cheng, J., Wang, B., and Yan, H. Preparation of crystalline MnS thin films by chemical bath deposition. Materials Chemistry and Physics 80 (2003): 44-47.
- (72) Jie, L., and Chao, X. XPS examination of tin oxide on float glass surface. Journal of Non-Crystalline Solids 119 (1990): 37-40.
- (73) Yang, G. J., Li, C. J., Fan, S. Q., Zhang, L. Z., Li, C. X., and Wang Y.Y., Influence of annealing treatment on the photocatalytic performance of the nanostructured TiO<sub>2</sub> coating deposited by vacuum cold spray, China, State key laboratory for mechanical behavior of materials.
- (74) Lee, C. J., Lee, S. Y., Karim, M. R., and Lee, M. S. Comparison of the adsorption orientation for 2-mercaptobenzothiazole and 2-mercaptobenzoxazole by SERS spectroscopy. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy 68 (2007): 1313-1319.
- (75) Bruker AXS Inc. Instruction of XRF: S8 Tiger. Federal Republic of Germany: 2011.
- (76) Barron, A. R. The application of VSI (Vertical Scanning Interferometry) to the study of crystal surface processes[Online]. 2009. Available from: <http://cnx.org/content/m22326/latest/> [2011, July 30]
- (77) The American Society for Testing and Materials (ASTM), Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test (D3359-02), USA, 2002.
- (78) Introductory microbiology lab[Online]. Available from: [http://people.rit.edu/~gtfsbi/IntroMicro/20071images/06\\_F10.jpg](http://people.rit.edu/~gtfsbi/IntroMicro/20071images/06_F10.jpg) [2011, July 28]
- (79) Tortora, G. J., Funke, B. R., and Case, C. L. Microbiology. an introduction. San Francisco, USA: Benjamin Cummings, 2005.
- (80) นงลักษณ์ สุวรรณพินิจ และ ปรีชา สุวรรณพินิจ. จุลชีววิทยาทั่วไป. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2541.
- (81) HML research group. Fundamentals of surface tension/wettability[Online]. Available from: <http://web.mit.edu/nnf/education/wettability/wetting.html> [ 2011, August 26]

- (82) Pitts, J. R., Thomas, T. M., and Czanderna, A. W. Surface analysis of silver mirrors made from organometallic solutions. Solar Energy Materials 11 (1984): 261-271.
- (83) Wikipedia. Reflection(physics)[Online]. 2011. Available from: [http://en.wikipedia.org/wiki/Reflection\\_%28physics%29](http://en.wikipedia.org/wiki/Reflection_%28physics%29) [2011, September 1]
- (84) การสะท้อนของแสงและการเกิดภาพจากกระจกเงา[Online]. 2550. Available from: <http://thenestacademy.is.in.th/?md=webboard&ma=showtopic&id=402> [2550, กันยายน 1]
- (85) Jin, J.-G., Lee, S.-K., and Kim, Y. H. Adhesion improvement of electroless plated Ni layer by ultrasonic agitation during zincating process. Thin Solid Films 466 (2004): 272-278.
- (86) Jun, J., Kim, J., Bae, Y., and Seo, Y. S. Enhancement of dispersion and adhesion of B4C particles in epoxy resin using direct ultrasonic excitation. Journal of Nuclear Materials 416 (2011): 293-297.
- (87) Materials Research Laboratory at UCSB. Introduction to X-ray diffraction[Online]. Available from: <http://www.mrl.ucsb.edu/mrl/centralfacilities/xray/xray-basics/index.html> [2011, August 31]
- (88) Sizes.Inc. Sandpaper (coated abrasive)[Online]. 2004. Available from: <http://www.sizes.com/tools/sandpaper.htm> [2011, August 25]
- (89) Ersu, B., Yuzugullu, B., Ruya Yazici, A., and Canay, S. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. Journal of Dentistry 37 (2009): 848-856.
- (90) Schaefers, S., Rast, L., Stanishevsky, A. Electroless silver plating on spin-coated silver nanoparticle seed layers. Materials Letters 60 (2006): 706-709.
- (91) Wikipedia. Glass transition[Online]. 2011. Available from: [http://en.wikipedia.org/wiki/Glass\\_transition](http://en.wikipedia.org/wiki/Glass_transition) [2011, September 15]
- (92) Li, W., et al. Physical and optical properties of sol-gel nano-silver doped silica film on glass substrate as a function of heat-treatment temperature. journal of applied physics 93 (2003): 9553 - 9561.
- (93) Lide, D. R. CRC Handbook of Chemistry and Physics. USA: Chemical Rubber, 2008.

- (94) Gaskell, D. R. Introduction to the Thermodynamics of Materials. USA: Taylor & Francis, 1995.
- (95) Smithells, C. J., and Brandes, E. A. Metals reference book. England: Butter Worths, 1976.
- (96) Fuchs, A., Kanoufi, F., Combellas, C., and Shanahan, M. E. R. Wetting and surface properties of (modified) fluoro-silanised glass. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 307 (2007): 7-15.
- (97) Liu, X., Jiang, Z., Guo, Y., Zhang, Z., and Ren, L. Fabrication of super-hydrophobic nano-sized copper films by electroless plating. Thin Solid Films 518 (2010): 3731-3734.

ภาคผนวก



## ภาคผนวก ก

ตาราง ก แสดงค่า  $2\theta$ , intensity และ hkl ของ silver ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 01-087-0720

Pattern : 01-087-0720		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
Ag		2th	i	h	k	l
		38.201	999	1	1	1
		44.402	452	2	0	0
		64.602	223	2	2	0
Silver		77.600	220	3	1	1
Silver 3C		81.757	61	2	2	2
<b>Lattice</b> : Face-centered cubic <b>S.G.</b> : Fm-3m (225)		<b>Mol. weight</b> = 107.87 <b>Volume [CD]</b> = 67.78				
<b>a</b> = 4.07724  <b>Z</b> = 4		<b>Dx</b> = 10.571 <b>Dm</b> = 10.500  <b>Mcor</b> = 17.20				
<p><b>ICSD collection code:</b> 064997  <b>Remarks from ICSD/CSD:</b> REM M PDF 4-783, thermal expansion coeff. (*10<sup>5</sup>/C) = 19.7.  <b>Remarks from ICSD/CSD:</b> REM TEM 293.  <b>Test from ICSD:</b> Calc. density unusual but tolerable.  <b>Test from ICSD:</b> No R value given.  <b>Test from ICSD:</b> At least one TF missing.  <b>Additional pattern:</b> See PDF 87-597.  <b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>						
<p>Becherer, G., Ifland, R., Naturwissenschaften, volume 41, page 471 (1954)            Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>						
<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F5=1000(0.0004,5)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings				

## ภาคผนวก ข

ตาราง ข เปรียบเทียบหมายเลขกระดาษทรายที่ใช้ในการขัดละเอียดในระบบ CAMI กับ FEPA และขนาดอนุภาคเฉลี่ยของซิลิคอนคาร์ไบด์ในแต่ละหมายเลข

Microgrits	CAMI Grade	FEPA P-Grade	Average particle size in microns
Very fine		P240	58.5
	240		53.5
		P280	52.2
		P320	46.2
	280		44.0
Extra fine	320		36.0
		P400	35.0
		P500	30.2
	360		28.8
		P600	25.8
Super fine	400		23.6
		P800	21.8
	500		19.7
		P1000	18.3
	600		16.0
		P1200	15.3
Ultra fine		P1500	12.6
	800		12.2
		P2000	10.3
	1000		9.2
		P2500	8.4
	1200		6.5
	1500		3.0
	2000		1.0

## ภาคผนวก ค

ตาราง ค-1 ผลการวัดมุลัมผัสกับน้ำของแก้วที่ไม่มีการปรับผิว (Untreated)

ชิ้นงานที่	ค่ามุลัมผัสกับน้ำ (องศา)					เฉลี่ย
1	50	51	51	45	49	49.2
2	52	60	53	46	52	52.6
3	47	49	47	51	50	48.8
4	50	52	41	50	51	48.8
5	53	54	58	61	60	57.2
					รวม	51.32

ตาราง ค-2 ผลการวัดมุลัมผัสกับน้ำของแก้วที่ผ่านการปรับผิวด้วยวิธีการขัดด้วยกระดาษทรายแล้วกัดผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (SPHF)

ชิ้นงานที่	ค่ามุลัมผัสกับน้ำ (องศา)					เฉลี่ย
1	37	29	32	28	32	31.6
2	24	20	21	22	27	22.8
3	24	24	19	20	29	23.2
4	26	25	25	26	25	25.4
5	21	21	22	20	19	20.6
					รวม	24.72

ตาราง ค-3 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วที่ผ่านการปรับผิวก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag)

ชั้นงานที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ (องศา)					เฉลี่ย
1	90	68	80	79	92	81.8
2	35	60	58	40	57	50.0
3	68	74	70	67	67	69.2
4	71	72	84	88	92	81.4
5	44	40	62	81	63	58.0
					รวม	68.08

ตาราง ค-4 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มเงินที่เคลือบบนแก้วที่ผ่านการปรับผิวหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (Ag-T)

ชั้นงานที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ (องศา)					เฉลี่ย
1	21	22	34	25	31	26.6
2	20	21	51	29	46	33.4
3	22	18	36	34	28	27.6
4	31	36	27	34	32	32.0
5	20	22	27	31	33	26.6
					รวม	29.24

ภาคผนวก ง

มาตรฐานของเทปใสยี่ห้อ 3M หมายเลข 600

# Scotch® Transparent Tape 600



## Technical Data

**Product Description** Scotch® Tape 600 is a transparent film tape that is excellent for various packaging applications. It has a pressure sensitive acrylic adhesive system which is long aging and highly transparent, so it has stain and sunlight resistance which makes it an excellent choice for use on fabrics. Recommended for gift-wrapping, combining, attaching, light duty carton sealing and miscellaneous store use.

Construction	Backing	Adhesive	Colors
	Polyolefin	Pressure sensitive acrylic	Transparent

**Typical Physical Properties** **Note: The following technical information and data should be considered representative or typical only, and should not be used for specification purposes.**

		ASTM Test Method
Adhesion to Steel:	16 oz./in. width	D-3330
Transverse Tensile Strength:	14 lbs./in. width	D-3759
Elongation at Break:	70 %	D-3759
Tape Thickness - Total :	1.8 mil (0.045 mm)	D-3652

- Features**
- Easy-release treated.
  - Moisture and chemical resistance.
  - Roll stability.
  - Long aging.
  - Controlled, smooth unwind.
  - Has good edge tear and breakage resistance.
  - Easy to read through.
  - Excellent holding and good dispensing properties.
  - Does not yellow on fabrics.

## Scotch® Transparent Tape

600

Available Sizes	Standard Widths:	3/8 in., 1/2 in., 3/4 in., 1 in., 1 1/2 in., 2 in.
	Available by Special Order:	Custom widths and lengths available on request, subject to minimum order requirements.
	Core Size (ID):	3 in.
	Lengths:	72 yds.

**Application Techniques** An extensive line of manual, semi-automatic and automatic equipment is available to facilitate application of Scotch® Tape 600.

**Storage Conditions** Storage of Scotch® Tape 600 at 70°F (21°C) and 40-50% relative humidity is recommended.

**For Additional Information** To request additional product information or to arrange for sales assistance, call toll free 1-800-362-3550 or visit [www.3M.com/packaging](http://www.3M.com/packaging). Address correspondence to: 3M Industrial Adhesives and Tapes Division, Building 21-1W-10, 900 Bush Avenue, St. Paul, MN 55144-1000. Our fax number is 651-778-4244. In Canada, phone: 1-800-364-3577. In Puerto Rico, phone: 1-787-750-3000. In Mexico, phone: 52-70-04-00.

**Important Notice** 3M MAKES NO WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING, BUT NOT LIMITED TO, ANY IMPLIED WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE. User is responsible for determining whether the 3M product is fit for a particular purpose and suitable for user's application. Please remember that many factors can affect the use and performance of a 3M product in a particular application. The materials to be bonded with the product, the surface preparation of those materials, the product selected for use, the conditions in which the product is used, and the time and environmental conditions in which the product is expected to perform are among the many factors that can affect the use and performance of a 3M product. Given the variety of factors that can affect the use and performance of a 3M product, some of which are uniquely within the user's knowledge and control, it is essential that the user evaluate the 3M product to determine whether it is fit for a particular purpose and suitable for the user's application.

**Limitation of Remedies and Liability** If the 3M product is proved to be defective, THE EXCLUSIVE REMEDY, AT 3M'S OPTION, SHALL BE TO REFUND THE PURCHASE PRICE OF OR TO REPAIR OR REPLACE THE DEFECTIVE 3M PRODUCT. 3M shall not otherwise be liable for loss or damages, whether direct, indirect, special, incidental, or consequential, regardless of the legal theory asserted, including, but not limited to, contract, negligence, warranty, or strict liability.



This Industrial Adhesives and Tapes Division product was manufactured under a 3M quality system registered to ISO 9002 standards.

### 3M

Industrial Business  
Industrial Adhesives and Tapes Division  
3M Center, Building 21-1W-10, 900 Bush Avenue  
St. Paul, MN 55144-1000




Recycled Paper  
40% pre-consumer  
10% post-consumer

Printed in U.S.A.  
©3M 2003 70-0710-0229-2 (4/03)



ภาคผนวก จ

มาตรฐานน้ำดื่มตราสยาม

FROM : FAX NO. : 023185502206 Apr. 19 2011 05:12PM P1



สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร (ทศอ.)  
กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข  
ถนนวิภาวดีรังสิต อ่างทองเมือง จังหวัดนนทบุรี 11000  
โทรศัพท์ / โทรสาร 0 2951 1021  
<http://www.dmsc.moph.go.th/webroot/BQSF/index.htm>

หมายเลขทะเบียน 4043/50

---

**รายงานการตรวจวิเคราะห์**

หมายเลขตัวอย่าง 2053-007872 รายงานฉบับที่ 53 / 010121

**รายละเอียดตัวอย่าง**

ชื่อตัวอย่าง น้ำดื่มตราสยาม

ผู้ส่งและผู้ผลิต บริษัท ทีทีซี น้ำดื่มสยาม จำกัด 77 หมู่ 3 ถนนศูนย์ศิลป์ปาริยามาภิบาล  
ตำบลเชิงกรานน้อย อำเภอสามโก้ จังหวัดปทุมธานี

วันที่เก็บตัวอย่าง MPG 300610 วันหมดอายุ EXP 290612 รุ่นการผลิต FI

ภาชนะบรรจุ ขวดพลาสติกใส ฝาเกลียวพลาสติกสีน้ำเงิน ขนาดบรรจุ 1.5 ลิตร จำนวน 12 ขวด

ฉลาก แจ้งชื่อตัวอย่าง ผู้ผลิต ปริมาตรสุทธิ และเลขสารบบอาหาร (อย.13-2-00441-2-0001)


ลักษณะตัวอย่าง ของเหลวใส ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีตะกอน

วันที่รับตัวอย่าง 6 กรกฎาคม 2553

วันที่เริ่มทำการวิเคราะห์ 6 กรกฎาคม 2553

**ผลการตรวจวิเคราะห์**

รายการ	ผล	วิธีวิเคราะห์	มาตรฐาน
ค่าความเป็นกรด-ด่าง (ที่ 25°C)*	7.7	APHA 2005 (4500-H <sup>+</sup> B)	6.5-8.5
ปริมาณสารทั้งหมด (มีลิกกรัมต่อลิตร)	น้อยกว่า 25	APHA 2005 (2540 B)	ไม่เกิน 500.0
ความกระด้างทั้งหมด โดยคำนวณเป็นแคลเซียมคาร์บอเนต (มีลิกกรัมต่อลิตร)	ไม่พบ	APHA 2005 (2340 C)	ไม่เกิน 100.0
คลอไรด์ โดยคำนวณเป็นคลอไรด์ (มีลิกกรัมต่อลิตร)	3.1	APHA 2005 (4110 B)	ไม่เกิน 250.0
ไนเตรท โดยคำนวณเป็น ไนโตรเจน (มีลิกกรัมต่อลิตร)	ไม่พบ	APHA 2005 (4110 B)	ไม่เกิน 4.0
ฟลูออไรด์ โดยคำนวณเป็นฟลูออไรด์ (มีลิกกรัมต่อลิตร)	น้อยกว่า 0.05	APHA 2005 (4110 B)	ไม่เกิน 1.5
เหล็ก (มีลิกกรัมต่อลิตร)	ไม่พบ	APHA 2005 (3111 B)	ไม่เกิน 0.3
ตะกั่ว (มีลิกกรัมต่อลิตร)*	ไม่พบ	APHA 2005 (3113 B)	ไม่เกิน 0.05

  
 (นายปริษา จึงสมบูรณ์)  
 นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ชำนาญการพิเศษ  
 ปฏิบัติการแทน อธิบดีกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

รายงานนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่ทำการทดสอบเท่านั้น  
 ห้ามทำซ้ำในรายงานนี้หว่าบางส่วน โดยไม่ได้รับอนุญาตเป็นลายลักษณ์อักษร  
 ห้ามนำรายงานนี้ไปประกาศโฆษณา

RJM :

FAX NO. : 023185502206

Apr. 19 2011 05:10PM P3



สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร (สกอ.)  
กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข  
ถนนวิภาวดีรังสิต แขวงจตุจักร กรุงเทพมหานคร 11000  
โทรศัพท์ / โทรสาร 0 2951 1021  
<http://www.dmsc.moph.go.th/webroot/BQSF/index.htm>



หมายเลขทะเบียน 4043/50

รายงานการตรวจวิเคราะห์ (ต่อ)

หมายเลขตัวอย่าง 2053-007872

รายงานฉบับที่ 53 / 010121

ผลการตรวจวิเคราะห์

รายการ	ผล	วิธีวิเคราะห์	มาตรฐาน
MPN Coliforms / 100 มิลลิลิตร*	น้อยกว่า 1.1	APHA 2005 (9221 A-C)	น้อยกว่า 2.2
<i>E. coli</i> / 100 มิลลิลิตร*	ไม่พบ	APHA 2005 (9221 E-F, 9225 D)	ไม่พบ
<i>Staphylococcus aureus</i> / 100 มิลลิลิตร	ไม่พบ	APHA 2005 (9213 B)	ไม่พบ
<i>Salmonella</i> spp. / 100 มิลลิลิตร	ไม่พบ	ISO 6340 : 1995	ไม่พบ

\*รายการตรวจวิเคราะห์นี้ได้รับการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2005

ผู้รายงาน

(นางปิยมาศ แอน่มศรี)

นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ชำนาญการ

ผู้รับรอง

(นางสาวทิพวรรณ นิ่งน้อย)

นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ชำนาญการพิเศษ

วันที่

๑๑ เม.ย. ๕๓

(นายปรัชญา จึงสมานกุล)  
นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ชำนาญการพิเศษ  
ผู้ปฏิบัติราชการแทน อธิบดีกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

รายงานนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่ทำการทดสอบเท่านั้น  
ห้ามใช้สำหรับรายงานเป็นพยานบางส่วนโดยไม่ได้รับอนุญาตเป็นลายลักษณ์อักษร



ภาคผนวก จ

มาตรฐาน JIS Z 2801

JAPANESE  
INDUSTRIAL  
STANDARD

Translated and Published by  
Japanese Standards Association

---

JIS Z 2801 : 2000

Antimicrobial products—  
Test for antimicrobial activity  
and efficacy

---

ICS 07.100.10; 11.100

Descriptors : bactericide-activity determination, microbiological-resistance tests,  
biological hazards, culture techniques

Reference number : JIS Z 2801 : 2000 (E)

Z 2801 : 2000

### Foreword

This translation has been made based on the original Japanese Industrial Standard established by the Minister of International Trade and Industry through deliberations at the Japanese Industrial Standards Committee in accordance with the Industrial Standardization Law:

Date of Establishment: 2000-12-20

Date of Public Notice in Official Gazette: 2000-12-20

Investigated by: Japanese Industrial Standards Committee  
Divisional Council on Consumer Life

---

JIS Z 2801:2000, First English edition published in 2001-08

Translated and published by: Japanese Standards Association  
4-1-24, Akasaka, Minato-ku, Tokyo, 107-8440 JAPAN

---

In the event of any doubts arising as to the contents,  
the original JIS is to be the final authority.

© JSA 2001

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Printed in Japan

## Antimicrobial products— Test for antimicrobial activity and efficacy

**Introduction** This Japanese Industrial Standard has been prepared for standardizing the method for evaluating antimicrobial efficacy in antimicrobial products shown in the report of the Meeting on Life-Related Processed Products with New Functions (Antimicrobial Products): December 1998 (so-called "Guidelines for Antimicrobial Products"). This standard specifies the antimicrobial efficacy, a part of the performance considered to be important for antimicrobial products, and the testing methods. Other information considered to be important for antimicrobial products including safety, duration of antimicrobial efficacy, and marking on the product shall be referred to in the "Guidelines for Antimicrobial Products".

1 **Scope** This Standard specifies the testing methods to evaluate antimicrobial activity and antimicrobial efficacy on bacteria on the surface of antimicrobial products (including intermediate products).

4 **Remarks**: The secondary effects of antimicrobial efficacy, such as being antifungal and deodorizing efficacy, shall not be included in this Standard.

2 **Normative references** The following standards contain provisions which, through reference in this Standard, constitute provisions of this Standard. The most recent editions of the standards indicated below (including amendments) shall be applied.

- JIS K 0950 *Sterilized plastic petri dishes*
- JIS K 0970 *Piston operated micro-volumetric apparatus*
- JIS K 3800 *Class II biological safety cabinets*
- JIS K 8101 *Ethanol (99.5)*
- JIS K 8150 *Sodium chloride*
- JIS K 8180 *Hydrochloric acid*
- JIS K 8263 *Agar*
- JIS K 8576 *Sodium hydroxide*
- JIS K 9007 *Potassium dihydrogenphosphate*
- JIS K 9017 *Dipotassium hydrogenphosphate*
- JIS L 1902 *Testing method for antibacterial of textiles*
- JIS R 3505 *Volumetric glassware*

3 **Definitions** The definitions of the main terms used in this Standard are as follows:

- a) **antimicrobial** The condition inhibiting the growth of bacteria on the surface of products.

Z 2801:2000

- b) antimicrobial finish A finishing treatment for antimicrobial efficacy.
- c) antimicrobial products Products treated with antimicrobial finish.
- d) value of antimicrobial activity This value shows the difference in the logarithmic value of viable cell counts between antimicrobial products and untreated products after inoculation and incubation of bacteria.

Informative reference: The value of bacteriostatic activity in JIS L 1902 expresses that of the antimicrobial activity in this Standard.

- e) antimicrobial efficacy The efficacy of antimicrobial products judged from the value of antimicrobial activity.

4 Antimicrobial efficacy The value of antimicrobial activity obtained by the testing methods of this Standard shall not be less than 2.0 for the antimicrobial efficacy of antimicrobial products. Values of over 2.0 may be applicable subject to the agreement between parties concerned with delivery.

#### 5 Testing method

5.1 Testing method for textile products The testing method for textile products shall be in accordance with 8 of JIS L 1902.

5.2 Testing method for plastic products, etc. This testing method is applicable to products other than textile products, such as plastic products, metal products, and ceramic products. Testing method 5.1 may be used, however, for products judged to be suitable for using the testing method for textile products from the usage and form of the product.

5.2.1 Bacteria to be used for the tests The species of bacteria to be used for the tests shall be as follows, and each bacteria shall be used for the test:

- a) *Staphylococcus aureus*
- b) *Escherichia coli*

An example of the bacterial strain to be used for the tests is shown in Table 1. If the bacterial strain is contributed by other culture collection shown in Table 1, then it shall be obtained from member agencies of the World Federation of Culture Collection (WFCC) or the Japan Society of Culture Collection (JSCC) and the same strain as that shown in Table 1.

Table 1 Bacterial strain to be used for the tests

Bacteria	Strain number	Institution of culture collection
<i>Staphylococcus aureus</i>	ATCC6538P	American Type Culture Collection
	FDA209P	Food and Drug Administration
	IFO12732	Institute for Fermentation
<i>Escherichia coli</i>	ATCC8739	American Type Culture Collection
	IFO3972	Institute for Fermentation

5.2.2 **Chemicals, materials and apparatus** The chemicals, materials and apparatus to be used in this Standard shall be given as follows, unless otherwise designated.

Ethanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	Class I as specified in JIS K 8102 or superior.
Beef extract	For microbial tests.
Peptone	For microbial tests.
Sodium chloride (NaCl)	Guaranteed reagent specified in JIS K 8150.
Purified water	Conforms to the reference of the 13th revised Japanese Pharmacopoeia.
Agar	Guaranteed or superior reagent specified in JIS K 8263.
Yeast extract	For microbial tests.
Tryptone	For microbial tests.
Glucose	For microbial tests.
Casein peptone	For microbial tests.
Soybean peptone	For microbial tests.
Lecithin	For microbial tests.
Nonionic surfactant	Polyoxyethylene sorbitan monooleate [Polysorbate 80 (Tween 80)].
Potassium dihydrogenphosphate (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	Guaranteed reagent specified in JIS K 9007.
Dipotassium hydrogenphosphate (K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	Guaranteed reagent specified in JIS K 9017.
Sodium hydroxide (NaOH)	Guaranteed reagent specified in JIS K 8576.
Hydrochloric acid (HCl)	Guaranteed reagent specified in JIS K 8180.
Cotton stopper, etc.	ÔME cotton, otherwise silicone, metal, or morton stopper.
Platinum loop	With a loop of about 4 mm at the point.
Dry-heat sterilizer	Capable of keeping the temperature from 160 °C to 180 °C.
Autoclave	Capable of keeping at 121 °C temperature and 103 kPa of pressure.
Safety cabinet	A performance conforming to or equivalent to JIS K 3800
Clean bench	For microbial tests.
Pipet	Precision conforming to or equivalent to JIS K 0970 or the class A specified in JIS R 3505.
Incubator	Capable of keeping the temperature $\pm 1$ °C.
Petri dish	Made of glass with about 90 mm of inside diameter or conforming to No. 90A or 90B as specified in JIS K 0950.
Stomacher pouch	For microbial tests.

Z 2801: 2000

Stomacher

Film

For microbial tests.

A material not affecting microbial growth and that does not absorb water. The thickness is not specified, but one with good adherence shall be used.

### 5.2.3 Sterilization method

- a) **Dry-heat sterilization** Put the object to be sterilized in a dry-heat sterilizer heated from 160 °C to 180 °C, and heat it for 30 min to 60 min<sup>(1)</sup>.

Note <sup>(1)</sup> After dry-heat sterilization is finished, when the cotton stopper or packaging paper is wet with water, do not use the apparatus referred to.

- b) **High pressure steam sterilization** Place water in an autoclave, and put the objects to be sterilized, which have been kept in a metal net basket, on a metal net shelf in the autoclave. Tighten the lid on the autoclave, heat it, and keep it at 121 °C temperature and 103 kPa pressure for 15 min to 20 min. Stop heating it, naturally cool it to lower than 100 °C, and open an exhaust valve to draw off the steam. Then take out the sterilized objects after opening the lid, and if necessary, cool them on a clean bench or in a safety cabinet. In order to keep the autoclave clean from contamination by incubation or processing chemicals, wash it with neutral detergent if needed, and rinse it sufficiently with water.
- c) **Flame sterilization** Put the objects to be sterilized into a gas or alcohol flame. For a platinum loop, red heat it sufficiently, and for a test tube, let it touch the flame for 2 s or 3 s.
- d) **Preparation of apparatus** Wash well glassware such as test tubes or flasks with alkali or neutral detergent, rinse them sufficiently with water, dry them, and use them after either dry-heat sterilization or high pressure steam sterilization.

5.2.4 **Culture medium, etc.** The culture medium as shown below shall be used. A commercially available one may be used if it is of the same composition.

- a) **Nutrient broth** Take 3.0 g of beef extract, 10.0 g of peptone, and 5.0 g of sodium chloride in 1 000 ml of purified water or ion-exchanged water. Put them in a flask, mix them, dissolve them completely, and adjust the pH to 7.0 to 7.2 (25 °C) using a sodium hydroxide solution or a hydrochloric acid solution. When the medium is used, take a part into a test tube, put in a cotton stopper, and sterilize it with high-pressure steam. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. Never use a nutrient broth that has been kept for one month or longer after preparation.
- b) **Nutrient agar** Take 5.0 g of beef extract, 10.0 g of peptone, 5.0 g of sodium chloride, and 15.0 g of agar powder in 1 000 ml of purified water or ion-exchanged water. Put them in a flask, mix them, and heat in a boiling water bath to dissolve them sufficiently. Adjust the pH to 7.0 to 7.2 (25 °C) using a sodium hydroxide solution or a hydrochloric acid solution, put in a cotton stopper, and sterilize it with high pressure steam. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. Never use a nutrient agar kept for one month or longer after preparation.

- c) **Plate count agar** Take 2.5 g of yeast extract, 5.0 g of tryptone, 1.0 g of glucose, and 15.0 g of agar powder in 1 000 ml of purified water or ion-exchanged water. Put them in a flask, mix them, and heat in a boiling water bath to dissolve them sufficiently. Adjust the pH to 7.0 to 7.2 (25 °C) using a sodium hydroxide solution or a hydrochloric acid solution, put in a cotton stopper, and sterilize with high pressure steam. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. Never use a plate count agar kept for one month or longer after preparation.
- d) **Slant culture medium** Pour 6 ml to 10 ml of nutrient agar b) which has been warmed to dissolve into a test tube. Put in a cotton stopper and sterilize with high pressure steam. After sterilization, place the test tube in a clean room at a slant of about 15° to the horizontal plane, and solidify the contents. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. If there is no condensed water, dissolve it, and employ it after solidifying it again. Never use a slant culture medium kept for one month or longer after preparation.
- (e) **SCDLP broth** Take 17.0 g of casein peptone, 3.0 g of soybean peptone, 5.0 g of sodium chloride, 2.5 g of disodium hydrogen phosphate, 2.5 g of glucose, and 1.0 g of lecithin in 1 000 ml of purified water or ion-exchanged water. Put them in a flask, mix them, and add 7.0 g of nonionic surfactant to dissolve them. Adjust the pH to 6.8 to 7.2 (25 °C) using a sodium hydroxide solution or a hydrochloric acid solution. When the medium is used, dispense it into test tubes or Erlenmeyer flasks, put in cotton stoppers and sterilize with high pressure steam. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. Never use an SCDLP broth kept for one month or longer after preparation.
- f) **Phosphate buffer solution** Take 34.0 g of potassium dihydrogen phosphate in a volumetric flask, then add and mix 500 ml of purified water or ion-exchanged water to dissolve the content sufficiently. Adjust the pH to 6.8 to 7.2 (25 °C) with a sodium hydroxide solution. Further, add purified water or ion-exchanged water to make 1 000 ml. When the solution is used, dispense the solution into test tubes or Erlenmeyer flasks, put in cotton stoppers, and sterilize with high-pressure steam. Never use a phosphate buffer solution kept for one month or longer after preparation.
- g) **Phosphate buffered physiological saline** Dilute the phosphate buffer solution in f) with physiological saline (0.85 % sodium chloride solution) into an 800-fold volume. When the solution is used, dispense it into test tubes or Erlenmeyer flasks, put in cotton stoppers, and sterilize with high-pressure steam. If it is not used immediately after preparation, then preserve it at 5 °C to 10 °C. Never use a phosphate buffered physiological saline kept for one month or longer after preparation.

5.2.5 **Preservation of bacteria** Transplant the test bacteria aseptically. Use a safety cabinet if necessary. Hold both the stock strain and slant culture medium in 5.2.4 d) (nutrient agar) in one hand ready to be transferred, hold the stem of the platinum loop in the other hand, and pull out the cotton test tube stopper with this hand. Then sterilize the mouth of the test tube with flame. Sterilize the platinum loop with flame, apply the tip of the platinum loop to a part with condensed water on the new slant culture medium and cool it. Scrape out the bacteria from the breeding surface of the bacteria using the platinum loop and spread it in streaks on a fresh slant culture medium (?). Sterilize the mouth of the test tube again with flame, and

Z 2801 : 2000

place a cotton stopper as it was before. Sterilize the platinum loop with flame. Incubate the transferred slant culture medium at  $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 24 h to 48 h, and then store it at  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Within one month of the transfer, transfer it on a fresh slant culture medium to make the passage transfer. The passage transfer shall be, however, not more than ten passages counting from the original strain contributed by the institution of culture collection. Furthermore, when kept for one month or more from the last transfer, it shall not be used for the following transfer.

Note (2) As shown in Fig. 1, insert the tip of the platinum loop into condensed water to disperse the bacteria, and draw a straight line aslant to get to the upper part with the platinum loop, or insert the tip of the platinum loop into condensed water again, and draw a zigzag line up to the upper part.

Remarks: For bacterial strains contributed by the institutions of culture collection which were preserved by methods such as lyophilization and freezing for long time preservation, the number of passages cultured from the original strain to prepare the bacterial strain for preservation shall be considered as the number of passages of the stock strain.

If this stock strain is used for the test, the passage transfer shall be not more than the number obtained by subtracting the number of passages of the stock strain from 10.

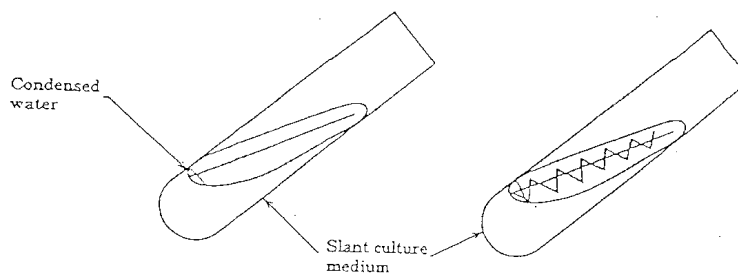


Fig. 1 Transfer of bacteria

5.2.6 Test operation Bacteria shall be handled aseptically, and attention shall be paid to the contamination of testing personnel, apparatus, and working environment with bacteria. A safety cabinet shall be used if necessary.

a) Preincubation of bacteria Using a platinum loop, transfer one platinum loop of bacteria from the stock culture in 5.2.5 to the slant culture medium in 5.2.4 d), and incubate at  $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 16 h to 24 h. Further, from this inoculum, transfer one platinum loop of bacteria into a fresh slant culture medium and incubate at  $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 16 h to 20 h.

b) Preparation of test piece Cut the flat part of the product into a square of  $50\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$  (within 10 mm in thickness)<sup>(3)</sup>, and use it as the standard size test piece. Prepare 6 pieces<sup>(5)</sup> for the untreated test pieces<sup>(4)</sup> and 3 pieces for the antimicrobial test pieces. If untreated test pieces cannot be prepared, then the film in 5.2.2 may be used. Pay close attention to contamination with microorganisms and mutual contamination between products and filth for preparing



Z 2911. 2111

test pieces. It is desirable to collect the test pieces from the product itself, but if it is difficult to prepare the test pieces because of the shape of the product, then the test piece may be prepared from the product separately processed to a plate with the same raw material and processing method.

Notes (3) If it is difficult or impossible to cut the product into a square of 50 mm  $\pm$  2 mm (within 10 mm in thickness), then a test piece of shape and size other than specified may be used if it can be covered with a film of the surface area of 400 mm<sup>2</sup> to 1 600 mm<sup>2</sup>.

(4) Test piece cut from untreated product or film

(5) Among 6 untreated test pieces, use 3 test pieces to count viable cells immediately after inoculation and 3 test pieces to count viable cells after incubation for 24 h.

- c) **Cleaning of the test piece** Wipe the whole surface of the test piece in b) lightly with gauze or absorbent cotton immersed in ethanol 2 or 3 times and dry it completely.

If changes such as softening of the test piece, dissolution of the surface coating and elution of components occur after these treatments, and it is considered that these treatments affect the test results, then clean the test piece with another appropriate method, or use it as it is without cleaning.

- d) **Preparation of test inoculum** Dilute the nutrient broth in 5.2.4 a) with purified water to a 500-fold volume, adjust the pH to 6.8 to 7.2 with a sodium hydroxide solution or a hydrochloric acid solution, sterilize with high pressure steam, and use it as 1/500 NB. Disperse one platinum loop of the test bacteria preincubated in a) into a small amount of 1/500 NB evenly, and estimate the number of bacteria with direct microscopic observation or another appropriate method. Dilute this inoculum with 1/500 NB as appropriate so that the number of bacteria is 2.5 to  $10 \times 10^5$  cells/ml, and use this solution as the test inoculum. If the test inoculum is not used immediately, then cool it on ice (0 °C) and use it within 4 h of storage.

- e) **Inoculation of test inoculum** Place each test piece in c) in a sterilized petri dish making the test surface<sup>(6)</sup> up. Take exactly 0.4 ml of the test inoculum in d) with a pipet<sup>(7)</sup>, and instill it onto each test piece in the petri dish. Cover the instilled test inoculum with a film<sup>(8)</sup>, press the film so that the test inoculum spreads over the film while paying attention so that the inoculum does not spill over from the edge of film, and place the lid of the petri dish on (see Fig. 2).

Notes (6) The test surface shall be the surface of the antimicrobial product. Even when the product uses antimicrobial processing to a depth, never use the cross section as the test surface!

(7) The volume of the inoculum of the test piece to be inoculated of a size other than the standard one shall be divided proportionally by the ratio of the area of coated film. Even if the test piece is of standard size, when the inoculum is inoculated on the volume based on provisions, the film of the test piece of very good wettability, such as ceramics, tile, enamel, and glass, may move at a small slant, and the inoculum may escape from the edge of film. In this case, the volume of inoculum may be reduced up to 1/4 of the specified volume. If the volume of inoculum is reduced, however, the number of bacterial

Z 2801 : 2000

cells to be inoculated onto the test piece shall be  $1.0$  to  $4.0 \times 10^5$  per test piece similar to a standard size test piece. In this case, the number of cells in the test inoculum shall not be in accordance with the provisions in d) but shall be calculated from the volume of the inoculum to be inoculated.

- (6) The standard size of film shall be the size of a square of  $40 \text{ mm} \pm 2$ . If the test piece is not standard size, then adjust the size so that the film may be located more than  $2.5 \text{ mm}$  inside of the test piece. Do not, however, reduce the size of film to less than  $40 \text{ mm}$ . Further, if it is difficult to adhere the film closely since the shape of test piece is not flat, and if the inoculum spreads over the test piece without covering the film since the test piece is hydrophilic or water absorbent, then the process of covering the film can be omitted.

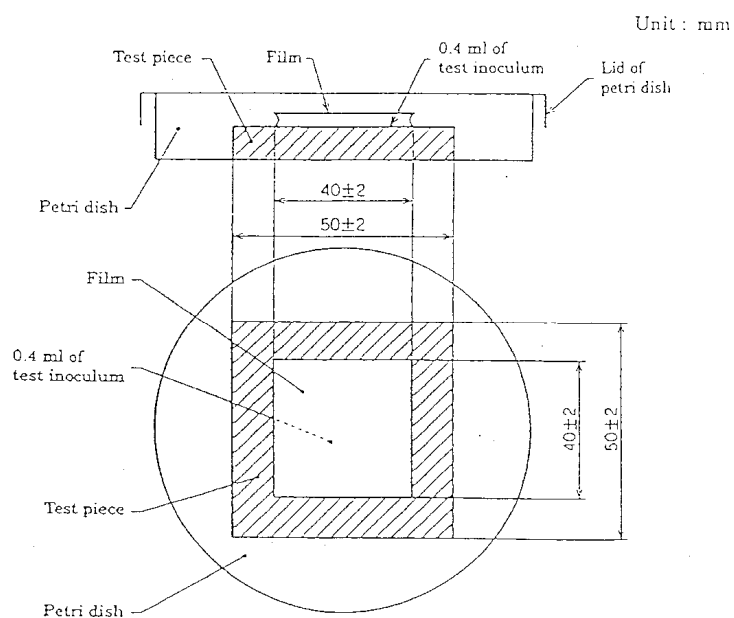


Fig. 2 Instillation of inoculum onto the test piece and covering with film

- d) Incubation of the test piece inoculated with the test inoculum Incubate the petri dish containing the test piece inoculated with the test inoculum (3 untreated test pieces and 3 antimicrobial test pieces) at a temperature of  $35 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  and a relative humidity of not less than 90 % for  $24 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$ .

Informative reference : The antimicrobial efficacy of a product is evaluated from the value of antimicrobial activity obtained from the test at the incubation temperature specified here, but the temperature established considering the actual use of the antimicrobial product (such as room temperature) may be examined together.

## g) Washing out the test bacteria inoculated

- 1) Test piece immediately after inoculation of test inoculum<sup>(9)</sup> For the 3 untreated test pieces immediately after the inoculation of the test inoculum, place the covering film and the test piece in a sterilized stomacher pouch using sterilized tweezers with caution so that the test inoculum does not spill. Add 10 ml of the SCDLP broth in 5.2.4 e) with a pipet and massage the test piece and the covering film sufficiently with hands or an extractor (such as stomacher) for the microbial test to wash out the test bacteria. Proceed immediately to count viable cells of bacteria in the washings.
- 2) Test piece after incubation<sup>(9)</sup> For the test piece after the incubation in f), wash out the test bacteria in a similar manner to 1). Proceed immediately to count viable cells of bacteria in the washings.

Note <sup>(9)</sup> For washing out the test bacteria, if other methods show a recovery rate equivalent to or superior to the method above, such methods may be used. If it is difficult to wash out the test bacteria with 10 ml of the SCDLP broth because of the size and characteristics of the test piece, then the volume of solution may be increased.

- h) Viable cell count of bacteria by the agar plate culture method. Take exactly 1-ml of the washings in g) with a pipet and place it in a test tube containing 9.0 ml of phosphate buffered physiological saline in 5.2.4 g), and mix it well. Then take 1 ml from this test tube with a new pipet and place it in another test tube containing 9.0 ml of phosphate buffered physiological saline and mix it well. Repeat these procedures to prepare 10-fold serial dilutions. Dispense 1 ml each of the washings and each dilution into 2 sterilized petri dishes. To each petri dish, add 15 ml to 20 ml of the plate count agar in 5.2.4 c) warmed at 46 °C to 48 °C and mix it well. Place the lids on the petri dishes, and allow them to stand at room temperature. After solidifying the culture medium, invert the petri dishes, and incubate them at 35 °C ± 1 °C for 40 h to 48 h. After incubation, count the number of colonies in a serially diluted petri dish in which 30 to 300 colonies appear. If the number of colonies is less than 30 in the agar plate dispensed with 1 ml of the washings, then count the number of colonies of this plate. If there are not any colony formations in any agar plate, then record it as "< 1". Further, if the number of colonies is not inversely proportional to the dilution ratio, since it is considered that the formation of colonies is inhibited by the effects of the antimicrobial agent, then determine the number of viable cells of bacteria using a method which forms colonies without being affected by the antimicrobial agent with the use of an inactivating agent or dilution.

Informative reference: For the methods of adoption of the number of colonies other than specified above, refer to 1.2 *Microorganism tests*, 3) *Viable cell count of bacteria*, (1) *Pour plating method of Standard Method of Analysis for Hygienic Chemists* (2000) edited by the Pharmaceutical Society of Japan, or 2. *Spoilage indicator bacteria*, 1. *Total bacterial count of Standard Methods of Analysis in Food Safety Regulation* supervised by the Environmental Health Bureau of the Ministry of Health and Welfare, Japan.

10  
Z 2801:2000

5.2.7 Calculation of the number of viable cells of bacteria Determine the number of viable cells of bacteria by the counts of colonies according to the formula (1).

$$N = C \cdot D \times V \dots\dots\dots (1)$$

- N: number of viable cells of bacteria (per test piece)
- C: number of colonies (average of the number of colonies in two petri dishes adopted)
- D: dilution ratio (dilution ratio of the diluted solution dispensed into the petri dish adopted)
- V: volume (ml) of the SCDLP broth used for washing out

# 8.

Record the number of viable cells of bacteria with two significant figures after rounding the third significant figure off. The number of viable cells of bacteria in the number of colonies of "< 1" shall be recorded as "< 10" (in the case of the V of 10 ml). When an average of the number of viable cells of bacteria is determined, average the number of viable cells of bacteria in each of the three test pieces arithmetically and express it with two significant figures after rounding the third significant figure off. When the number of viable cells of bacteria is "< 10", calculate the average considering the number of viable cells of bacteria as 10.

5.2.8 Test results

a) Judgment of the conditions of test effectiveness When the following three conditions of test effectiveness are all satisfied, then judge the test to be effective. Unless all the conditions are satisfied, judge the test as not effective, and carry out a retest.

1) The following formula is established for the logarithmic value of the number of viable cells of bacteria immediately after inoculation on untreated test pieces:

$$(L_{max} - L_{min}) / (L_{mean}) \leq 0.2$$

where,  $L_{max}$ : maximum logarithm of the number of viable cells of bacteria

$L_{min}$ : minimum logarithm of the number of viable cells of bacteria

$L_{mean}$ : average of the logarithm of the number of viable cells of bacteria in three test pieces

on base 10  
3.85  
3.85

2) The average of the number of viable cells of bacteria immediately after inoculation on an untreated test piece shall be within the range of  $1.0$  to  $4.0 \times 10^4$  cells.

3) The number of viable cells of bacteria on an untreated test piece after 24 h shall not be less than  $1.0 \times 10^3$  cells on all 3 test pieces. When a film is used on the untreated test piece, however, the number of viable cells of bacteria after 24 h shall not be less than  $1.0 \times 10^4$  cells on all 3 test pieces.

- b) Calculation of the value of antimicrobial activity When the test has been effective, calculate the value of antimicrobial activity according to the formula (2). Record the value to the first decimal place after rounding the second decimal place down.

$$R = [\log (B/A) - \log (C/A)] = [\log (B/C)] \quad (2)$$

- where,  $R$  : value of antimicrobial activity  
 $A$  : average of the number of viable cells of bacteria immediately after inoculation on the untreated test piece  
 $B$  : average of the number of viable cells of bacteria on the untreated test piece after 24 h  
 $C$  : average of the number of viable cells of bacteria on the antimicrobial test piece after 24 h

## 6 Record of test results

**6.1 Textile products** The species of test bacteria, strain number of bacteria, concentration of inoculum (number of viable cells of bacteria in the test inoculum), value of antimicrobial activity (bacteriostatic activity), and the type of sample (type of test piece) shall be recorded. Further, if nonionic surfactant is added to the test inoculum, then the name and concentration shall be mentioned.

**6.2 Plastic products** The type, size, shape, and thickness of antimicrobial and untreated test pieces, the type, size, shape, and thickness of film, species of test bacteria, strain number of bacteria, volume of test inoculum inoculated, number of viable cells of bacteria in the test inoculum, the values of  $A$ ,  $B$  and  $C$  in 5.2.8 b), and the value of antimicrobial activity shall be recorded.

Errata for JIS (English edition) are printed in *Standardization Journal*, published monthly by the Japanese Standards Association, and also provided to subscribers of JIS (English edition) in *Monthly Information*.

Errata will be provided upon request, please contact:  
Standardization Promotion Department, Japanese Standards Association  
4-1-24, Akasaka, Minato-ku, Tokyo, 107-8440 JAPAN  
TEL. 03-3583-8002 FAX. 03-3583-0462

### ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวเนตรชนก จิตรวรรณันท์ เกิดเมื่อวันที่ 18 มกราคม พ.ศ. 2529 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2550 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2552 และสำเร็จการศึกษาในปี 2554

ในระหว่างการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษานั้น ได้มีโอกาสไปนำเสนอผลงานทางวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ ในการประชุมทางวิชาการ Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2011) ระหว่างวันที่ 5-7 มกราคม พ.ศ. 2554 ณ โรงแรมมิราเคิล แกรนด์ กรุงเทพมหานคร จัดโดย คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒโดยนำเสนอหัวข้อ Effect of Ultrasonic Vibration on Surface Morphology of Silver Film Prepared by Electroless plating (ตีพิมพ์ในรูปแบบ proceeding) และนำเสนอผลงานในรูปแบบ Oral presentation ในการประชุมวิชาการ The 9<sup>th</sup> International Meeting of Pacific Rim Ceramic Societies (PACRIM9) ระหว่างวันที่ 10 – 14 กรกฎาคม 2554 ณ เมือง Cairns รัฐ North Queensland ประเทศ Australia จัดโดย Australian Ceramics Society โดยนำเสนอหัวข้อ Effect of Surface Treatments on Adhesion of Silver Film on Glass Substrate Fabricated by Electroless Plating