



ผลกระทบของการสमानรอยด้วยความร้อนต่อขนาดรูพรุนที่กัดรอย  
ด้วยเทคนิคทางนิวเคลียร์บนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

Effect of Thermal Annealing on Nuclear Track-etch  
Polycarbonate Pore Membrane

สันติ แผ่เต็ม  
Santi Paetem

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา  
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Physics  
Prince of Songkla University

2551

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

**ชื่อวิทยานิพนธ์** ผลกระทบของการสมานรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนที่กัดกร่อน  
ด้วยเทคนิคทางนิวเคลียร์บนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

**ผู้เขียน** นายสันติ แม่เต็ม

**สาขาวิชา** ฟิสิกส์

**อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก**

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัช ชิตตระการ)

**คณะกรรมการสอบ**

.....ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์บุญเหลือ พงศ์ดารา)

**อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม**

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ไตรภพ ผ่องสุวรรณ)

.....กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัช ชิตตระการ)

.....กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ไตรภพ ผ่องสุวรรณ)

.....กรรมการ  
(ดร.ประสงค์ เกษราธิคุณ)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้  
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.เกริกชัย ทองหนู)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์	ผลกระทบของการสมานรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตด้วยเทคนิคทางนิวเคลียร์บนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต
ผู้เขียน	นายสันติ แผ่เต็ม
สาขาวิชา	ฟิสิกส์
ปีการศึกษา	2551

### บทคัดย่อ

ได้ดำเนินการศึกษาผลกระทบของความร้อนที่มีต่อการสมานตัวของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตที่กัตรอยด้วยเทคนิคทางนิวเคลียร์ซึ่งผลิตโดยบริษัท Millipore ประเทศไอร์แลนด์ (Ireland) ในรายงานวิจัยนี้ได้เน้นผลของการศึกษาการสมานรอยของ แผ่นเมมเบรนที่มีการประยุกต์ใช้มากในกระบวนการกรองด้วยระบบไมโครฟิวเตรชัน ซึ่งได้เลือกแผ่นเมมเบรนที่ค่าของขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 0.2 ไมโครเมตร ด้วยเงื่อนไขของการอบด้วยเตาอบที่มีอุณหภูมิสูงในช่วง 200-225 องศาเซลเซียส ผลของการศึกษาพบว่าเวลาที่ใช้ในการสมานรอยจนสมบูรณ์ที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิ (หน่วยของค่าสัมบูรณ์) ในการอบทั้งด้านหน้าและด้านหลังของแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตตั้งสมการ  $tf_{in} = 9 \times 10^{-140} e^{152.86T^{-1}}$ ,  $tf_{out} = 2 \times 10^{-199} e^{229.22T^{-1}}$  และ  $tb_{in} = 4 \times 10^{-123} e^{134.51T^{-1}}$ ,  $tb_{out} = 3 \times 10^{-230} e^{264.36T^{-1}}$  ตามลำดับ นอกจากนี้ผลจากการศึกษาดังกล่าวยังเป็นการยืนยันถึงการใช้สมการของโบลซ์มานส์ (Boltzmann' equation) ในการอธิบายการสมานรอยระหว่างเวลา-อุณหภูมิในช่วงกว้างของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลังคือ (20.8 ชั่วโมง/498 เคลวิน ถึง  $3.3 \times 10^{11}$  ชั่วโมง/473 เคลวิน) และ (19.6 ชั่วโมง/498 เคลวิน ถึง  $1.5 \times 10^{13}$  ชั่วโมง/473 เคลวิน) ตามลำดับ ซึ่งผลจากการศึกษาดังกล่าวน่าจะช่วยให้ผู้ที่ออกแบบระบบรวมทั้งการดูแลเกี่ยวกับการกรองที่ใช้ในภาคอุตสาหกรรมและสิ่งแวดล้อมเข้าใจอันจะทำให้สามารถบริหารประสิทธิภาพของระบบกรองได้อย่างเหมาะสม

Thesis Title	Effect of Thermal Annealing on Nuclear Track-etch Polycarbonate Pore Membrane
Author	Mr. Santi Paetem
Major Program	Physics
Academic year	2008

### Abstract

The Effect of Thermal Annealing on thin film Nuclear Track-etch Polycarbonate Pore Membrane has been studied. The Nuclear Track-etch Polycarbonate Pore Membrane was obtained from Millipore Company, Ireland. This project focuses on the membrane that used in the micro filtration process with the averaged pore diameter of 0.2 micrometer. A semi-empirical approach has been used to obtain an analytical expression for the thermal annealing as a function of time and temperature. The validity of the present approach depends upon the applicability of the Boltzmann' equation to the process of annealing of nuclear track-etch in polycarbonate thin film. The annealing times required to enter and exit the stall at a specific temperature are given by equation of  $tf_{in} = 9 \times 10^{-140} e^{152.86T^{-1}}$ ,  $tf_{out} = 2 \times 10^{-199} e^{229.22T^{-1}}$  and  $tb_{in} = 4 \times 10^{-123} e^{134.51T^{-1}}$ ,  $tb_{out} = 3 \times 10^{-230} e^{264.36T^{-1}}$ , respectively. Laboratory track annealing studies confirm the predictive aspects of the present approach and the applicability of Boltzmann' equation to track annealing to enter and exit the stall over a wide time-temperature range(20.8 hours/498 K to  $3.3 \times 10^{11}$  hours/473 K) and (19.6 hours/498 K to  $1.5 \times 10^{13}$  hours/473K), respectively. The outcome from this studied should enhance the capability of the system designer and operators to understand and manage the micro filtration system with more efficiently.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความร่วมมือ ช่วยเหลือ แนะนำ ทั้งด้านวิชาการ และปฏิบัติการ ด้วยความกรุณาจากบุคคลหลาย ๆ ท่าน จึงขอขอบพระคุณไว้ ณ ที่นี้

ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัช ชิตตระการ และ รองศาสตราจารย์ ดร.ไตรภพ ผ่องสุวรรณ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำแนวทางในการแก้ไขปัญหิต่าง ๆ ตลอดจนแนวคิดอันเป็นประโยชน์ต่องานวิจัย ทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์ความรู้ และแนวคิดใหม่ ๆ อันเป็นประโยชน์ต่องานวิจัยและพัฒนาศักยภาพของการทำงานให้มีระบบแบบแผนที่ดียิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์บุญเหลือ พงศ์ดารา และ ดร.ประสงค์ เกษราธิคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาเสนอแนะแนวทางแก้ไขเพิ่มเติม ทำให้วิทยานิพนธ์มีความถูกต้องสมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ ที่ให้การสนับสนุน และอนุเคราะห์เครื่องมือสำหรับการทำวิจัย บัณฑิตวิทยาลัย ที่ให้ทุนอุดหนุนการวิจัย สำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ (พปส.) ที่ให้ความอนุเคราะห์สำหรับการใช้เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู ในงานวิจัย

ขอขอบคุณ เพื่อน ๆ นักศึกษาปริญญาโท น้อง ๆ พี่ ๆ ประจำภาควิชาฟิสิกส์ ตลอดจนอาจารย์หลาย ๆ ท่านที่มีได้เอ่ยนาม ที่ได้ให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ และคอยช่วยเหลือด้วยดีตลอดมา

ท้ายที่สุดข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณครอบครัว คุณพ่อ คุณแม่ น้องสาว น้องชาย ที่คอยช่วยเหลือ เป็นกำลังใจ และให้การสนับสนุนในทุก ๆ ด้านของการทำวิทยานิพนธ์ โดยตลอด

สันติ แม่เต็ม

## สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	(6)
รายการตาราง	(8)
รายการภาพประกอบ	(9)
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 บทนำต้นเรื่อง	1
1.2 การตรวจเอกสาร	1
1.2.1 การผลิตรูปหุ่นบนแผ่นเมมเบรน	1
1.2.2 การหาขนาดและการกระจายของหุ่นบนแผ่นเมมเบรน	3
1.2.3 ผลกระทบของอุณหภูมิ และเวลาของการสมานรอย	3
1.3 วัตถุประสงค์	5
2. ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 ทฤษฎีเกี่ยวกับการผลิตเมมเบรน	6
2.1.1 การทำให้เกิดรอยแฉ่งบนแผ่นฟิล์ม	6
2.1.2 การกักขยายรอย	10
2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการใช้งานแผ่นเมมเบรนในด้านการกรอง	12
2.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการสมานรอยด้วยความร้อน	14
3. วิธีการวิจัย	20
3.1 วัสดุ	20
3.2 อุปกรณ์	20
3.3 วิธีดำเนินการวิจัย	21
3.3.1 การออกแบบและประกอบเตาเพื่อใช้ในการอบแผ่นเมมเบรน	21
3.3.2 การอบแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ	22

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4. ผลและการอภิปรายผล	24
4.1 การวิเคราะห์หาค่าความหนาแน่นของรูพรุน	24
4.1.1 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนมาตรฐาน	24
4.1.2 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ	24
4.2 การหาค่าเปอร์เซ็นต์การสมานรอย	34
4.3 ค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสมานรอยอนุภาค ( $E_{act}$ )	36
5. สรุปผลการศึกษา	38
บรรณานุกรม	40
ภาคผนวก	43
ก ภาพถ่าย SEM ที่อุณหภูมิ และ เวลาต่าง ๆ	44
ข เครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์	49
ค คู่มือการใช้โปรแกรมคาร์นอย (Carnoy)	54
ง การใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM	65
ประวัติผู้เขียน	87

## รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
4.1	ความหนาแน่นของรูปพูนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 200°C	26
4.2	ความหนาแน่นของรูปพูนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 210°C	27
4.3	ความหนาแน่นของรูปพูนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 220°C	29
4.4	ความหนาแน่นของรูปพูนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 225°C	31
4.5	เปอร์เซ็นต์ของการสमानรอยของพื้นผิวด้านหน้า	34
4.6	เปอร์เซ็นต์ของการสमानรอยของพื้นผิวด้านหลัง	35
4.7	ค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสमानรอย	37



## รายการภาพประกอบ

ภาพประกอบที่		หน้า
2.1	ภาพถ่ายของรอยแฝงจาก SEM	6
2.2	การเกิดรอยอนุภาคตามทฤษฎีไอออนเอกซ์โพสิชันสไปด์	8
2.3	การเกิดรอยแฝงบนแผ่นฟิล์ม	9
2.4	รูปทรงของรอยอนุภาคที่ความเร็ว $V_T$ และ $V_G$ คงที่	11
2.5	รูปทรงรอยอนุภาคที่เกิดเมื่อค่า $V_T$ เพิ่มขึ้น	11
2.6	ตัวอย่างอนุภาคที่สามารถแยกโดยเมมเบรนและการกรอง	12
2.7	กราฟระหว่างอุณหภูมิและเวลาของสมการของโบลซ์มานส์	14
2.8	ขั้นตอนการสมานรอยจากเริ่มต้นจนสมานรอยเสร็จสิ้นสมบูรณ์	16
2.9	เปอร์เซ็นต์การสมานรอยสำหรับแร่อะพาไทต์	17
2.10	การจางหายของรอยอนุภาคของชั้นหินกลางมหาสมุทรแอตแลนติก	18
3.1	เตาอบ Climatic Chamber KBF Series FED 115 Programs	21
3.2	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-5800LV, JEOL)	21
3.3	การจัดอุปกรณ์การอบแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต	22
4.1	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเมมเบรนมาตรฐาน	24
4.2	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเมมเบรนอบที่อุณหภูมิ 200°C	25
4.3	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเมมเบรนอบที่อุณหภูมิ 210°C	27
4.4	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเมมเบรนอบที่อุณหภูมิ 220°C	28
4.5	การกระจายตัวของขนาดของรูพรุน	29
4.6	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเมมเบรนอบที่อุณหภูมิ 225°C	30
4.7	การสมานรอยเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ ที่อุณหภูมิ 225 °C	31
4.8	กราฟเอ็กซ์โพเนนเชียล	32
4.9	กราฟลอการิทึม	33
4.10	แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสมานรอยของพื้นผิวด้านหน้า	35
4.11	แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสมานรอยของพื้นผิวด้านหลัง	36
4.12	แสดงพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสมานรอย	37

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 บทนำต้นเรื่อง

ปัจจุบันได้มีการนำเยื่อแผ่นเมมเบรนมาใช้ในกระบวนการกรองทั้งภาคอุตสาหกรรมการผลิตเหล้า ไวน์ รวมทั้งน้ำดื่ม ในงานทางด้านการแพทย์ได้ใช้แผ่นเมมเบรนในเครื่องกรองของไตเทียม หรือในระบบบำบัดน้ำเสียที่ต้องการเพิ่มปริมาณออกซิเจนในบ่อบำบัดให้มีประสิทธิภาพสูงสุด ซึ่งในการกรองสารแขวนลอยจากตัวกลางที่เป็นของไหลในงานวิจัย และการประยุกต์ใช้งานทางวิทยาศาสตร์สาขาต่าง ๆ (Fleischer *et al.*, 1975) ข้อดีของการใช้แผ่นเมมเบรน คือสามารถกรองสิ่งปนเปื้อนขนาดเล็กมาก (เช่นยาฆ่าแมลง พยาธิต่างๆ) อีกทั้งยังช่วยลดปริมาณสารเคมีตกค้างต่างๆได้ ในงานวิจัยต่าง ๆ จำเป็นที่จะต้องใช้แผ่นเมมเบรนที่มีรูพรุนขนาดสม่ำเสมอโดยอาศัยเทคนิคทางนิวเคลียร์เป็นจำนวนมาก อุปสรรคประการหนึ่งในการนำเอาแผ่นเมมเบรนไปใช้ในกระบวนการกรองกล่าวคือขนาดของรูพรุนขนาดเล็ก อาจจะมีขนาดเปลี่ยนแปลง อาจจะเนื่องมาจากอนุภาคของสารแขวนลอยขนาดเล็กได้อุดตัน ซึ่งทั้งนี้ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติทั้งทางกายภาพ (ฟิลิกส์) และทางเคมี นอกเหนือจากตัวแปรดังกล่าวแล้ว อุณหภูมิก็เป็นอีกตัวแปรหนึ่ง ที่มีผลต่อการสมานรอยของรูพรุน กล่าวคือ จะทำให้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนที่กระจายอยู่บนแผ่นเมมเบรนมี ขนาดเล็กลง ซึ่งอาจจะส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของการกรองอนุภาคขนาดเล็กที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวได้ซึ่ง ผลกระทบ ที่เกิดขึ้นจะมากน้อยเท่าใดขึ้นอยู่กับตัวแปรหลัก คือ อุณหภูมิ และเวลา (Fleischer *et al.*, 1975) กล่าวคือความร้อนที่เหมาะสมค่าหนึ่งจะมีผลทำให้รูพรุนเกิดการสมานตัวจนรูพรุนเล็กลงหายไป ซึ่งมีผลอย่างมากต่อการใช้งานเยื่อบางที่มีรูพรุนขนาดเล็กนี้ วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้เลือกศึกษาผลกระทบของขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ที่ผลิตโดยเทคนิคทางนิวเคลียร์ ซึ่งเป็นกลไกที่สามารถผลิตแผ่นเมมเบรนบางที่มีขนาดของรูพรุนเล็กมาก รวมทั้งมีความหนาแน่นของรูพรุนต่อหน่วยพื้นที่ที่เหมาะสมต่อการนำมาประยุกต์ใช้งานด้านการกรองทั้งทางด้านอุตสาหกรรม การแพทย์ หรือสิ่งแวดล้อม

## 1.2 การตรวจเอกสาร

### 1.2.1 การผลิตรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนโดยใช้เทคนิคทางนิวเคลียร์

Gopalan และคณะ (2000) เตรียมแผ่นเมมเบรนชนิดกัทรอยนิวเคลียร์ จาก polyester (polyethyleneterephthalate) โดยการเร่งไอออน  $^{28}\text{Si}^+$  พลังงาน 120 MeV ให้ผ่านเข้าไปใน polyester แล้วนำไปผ่านกระบวนการกัทรอยเพื่อขยายรอยความเสียหายที่เกิดจากไอออน  $^{28}\text{Si}$  แผ่นเมมเบรนชนิดกัทรอยนิวเคลียร์ที่ได้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูอยู่ระหว่าง 0.4 – 1.4  $\mu\text{m}$  โดยสามารถศึกษาสมบัติของเมมเบรนที่ได้โดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopes (SEM))

Osmonics (2000) ผลิตแผ่นเมมเบรน โดยให้ผลผลิตจากปฏิกิริยาฟิชชัน (fission fragment) จากเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์วิ่งเข้าชนแผ่น PC เส้นทางการวิ่งผ่านแผ่น PC จะเกิดเป็นร่องรอยความเสียหายขึ้น (track) จำนวนรอยต่อพื้นที่ขึ้นกับเวลาที่แผ่น PC ทำปฏิกิริยากับผลผลิตจากปฏิกิริยาฟิชชัน โดยวิธีนี้ทำให้สามารถควบคุมความหนาแน่นของรูต่อหน่วยพื้นที่ได้ ต่อมาขยายรอยความเสียหายที่เกิดจากการวิ่งผ่านของอนุภาค โดยรอยที่ได้จะมีลักษณะเป็นทรงกระบอก เวลาในการกัทรอย อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารละลาย จะเป็นตัวกำหนดขนาดและลักษณะของรูพรุน

Structure Probe Inc (2006) ผลิตแผ่นเมมเบรนชนิดกัทรอยนิวเคลียร์ จากแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต (PC) โดยใช้อนุภาคที่มีประจุจากเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์วิ่งเข้าชนแผ่น PC ทำให้เกิดรอยความเสียหายขึ้นบนแผ่นฟิล์มที่เรียกว่า “รอยแฝง” (latent track) โดยที่จำนวนรอยต่อพื้นที่จะขึ้นอยู่กับการเวลาที่แผ่นฟิล์มอยู่ในเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์ แล้ว นำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปกัดขยายรอยด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยที่เวลาความเข้มข้น และอุณหภูมิจะเป็นตัวแปรที่ควบคุมขนาดของรูบนเมมเบรนและใช้ in-line air flow เป็นตัววัดว่าควรหยุดปฏิกิริยาของสารละลาย NaOH เมื่อใด

Millipore Corporation (2007) ผลิตแผ่นเมมเบรนกัทรอยนิวเคลียร์ชนิด Isopore Membrane Filters เป็นพอร์สพอลิคาร์บอเนต (porous polycarbonate) มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนอยู่ระหว่าง 0.025 – 10.0  $\mu\text{m}$  และมีความหนาอยู่ระหว่าง 7.0-22.0  $\mu\text{m}$

### 1.2.2 การหาขนาดและการกระจายของรูบนแผ่นเมมเบรน

Carnoy (2000) ให้บริการ software วิเคราะห์ภาพ โดยแยกภาพที่สนใจศึกษา ออกจากภาพฉากภูมิหลัง (background) ที่ไม่ต้องการ เพื่อหาขนาดและการกระจายของรูพรุนบน แผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

### 1.2.3 ผลกระทบของอุณหภูมิ และเวลาของการสมานรอย

Fleischer และคณะ (1964) ศึกษาการสมานรอย (track annealing) ในวัสดุ ของแข็งโดยนำวัสดุชิ้นงานที่ประกอบด้วยรอยอนุภาคมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ (T) ค่าต่าง ๆ ชุด หนึ่ง และที่เวลา (t) ของการสมานรอยในแต่ละอุณหภูมิที่กำหนดข้างต้น พบว่าความสัมพันธ์ ระหว่างอุณหภูมิและเวลานี้สามารถแสดงได้ในรูปแบบของสมการของโบลซ์มานส์ (Boltzmann equation) ในรูปแบบ  $t = A \exp(E_{act} / kT)$  โดย  $E_{act}$  คือค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการ สมานรอยอนุภาค,  $k$  คือค่าคงที่ของโบลซ์มานส์,  $A$  คือค่าคงที่อื่น ๆ

S. M. Farid (1993) ศึกษา  $^{132}_{54}\text{Xe}$ -Ion Tracks in Makrofol-E Polycarbonate Plastic Track Detector ในส่วนของการสมานรอยจะศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่มีต่ออัตราการ กัดขยายรอย โดยใช้อุณหภูมิ 50, 60, 70, 80 และ 90°C แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ (T) กับอัตราการกัดขยายรอย ( $V_b$ ) ได้ดังนี้คือ  $V_b = A \exp(-E/kT)$  ซึ่งเป็นรูปแบบหนึ่งของการ สมานรอยด้วยความร้อน ที่รูปแบบของสมการจะเหมือนกับสมการของโบลซ์มานส์ (Boltzmann equation)

Jean-Pierre Crine (1997) ศึกษารูปแบบของโมเลกุลที่คำนวณถึงผลกระทบของ เวลาในการเสื่อมสภาพของประจุอิสระในโพลิเมอร์ ไดอิเล็กตริก โดยกล่าวถึง ช่วงความร้อนและ การสัมผัสกับอากาศของโพลิเอทิลีน (thermal aging and weathering of polyethylene) คือ ช่วงความร้อนของโพลิเมอร์เกี่ยวข้องกับการเกิดออกซิเดชัน และน้ำหนักที่สูญเสียไป การเกิด ออกซิเดชันมักเริ่มต้นด้วยการพิจารณาช่วงเวลาการเหนี่ยวนำการออกซิเดชัน OIT (Oxidation Induction Time) ที่ซึ่งสามารถจะคำนวณโดยเครื่อง IR Spectroscopy หรือ DSC (Differential Scanning Calorimetry) ทั้งสองกรณีนี้ โดยปกติแล้วจะพล็อตกราฟ OIT ด้วยฟังก์ชันของอุณหภูมิ ในช่วงเวลาที่ใช้ไป (aging temperature) โดยใช้กราฟอาร์เรเนียส (Arrhenius) ซึ่งมีรูปแบบ ดังนี้คือ  $t = A \exp(E/kT)$  เพื่อที่จะหาค่าของพลังงานกระตุ้นได้จากการพล็อตกราฟระหว่าง  $\ln t$  กับ  $1/T$  ได้

Hallenbeck และคณะ (1998) ทำการทดลองเกี่ยวกับอุณหภูมิที่มีผลต่อการ เปลี่ยนแปลงแสงสี (spectral evolution) ของควันแมกนีเซียม ซิลิเกต (magnesium silicate

smoke) เพื่อที่จะหาจำนวนองศาของการเปลี่ยนแปลงของ ซิลิเกต (silicates) ที่จำเป็นต่อการอธิบายแสงสีที่กระจุกตัวรวมกันอยู่ (spectral stall) สัมพันธ์กับการเริ่มต้น และสิ้นสุดของเวลาในการจางหายไป (annealing time) ของกลุ่มควันดิงกลาว ที่อุณหภูมิเฉพาะดังสมการนี้คือ  $t_{in} = 1.3 \times 10^{-55} \exp(140870/T)$  และ  $t_{out} = 1.7 \times 10^{-70} \exp(177430/T)$  ตามลำดับ โดยเวลา (t) มีหน่วยเป็นวินาที และ อุณหภูมิ (T) มีหน่วยเป็นเคลวิน

J. N. Goswami และคณะ (2002) ศึกษาปริมาณการสमानรอยของรอยอนุภาคในแร่สามัญ (Common Minerals) จากผลสังเกตของการทดลองที่ได้นั้นสามารถนำมาวิเคราะห์หาค่าการสमानรอยของรอยอนุภาคในหินแร่ต่าง ๆ ด้วยฟังก์ชันของอุณหภูมิและเวลา ที่สัมพันธ์กับสมการอาร์เรเนียส (Arrhenius equation) ในการหาค่าและทำนายผลการสमानรอยในช่วงอุณหภูมิ 500 - 1200 °K และเวลาในช่วง 5 - 5000000 s

James และ Durrani (2002) ศึกษาถึงอัตราการกัดขายรอยของรอยอนุภาคที่เกิดจากรังสีคอสมิกในผลึกอุกาบาต (meteoritic crystals) ข้อมูลที่ทำการศึกษานำมาใช้ในการหาค่าสเปกตรัมของพลังงานที่ใช้ในการเร่งอนุภาคของรังสีคอสมิกโบราณ (ancient cosmic ray) มีขั้นตอนดังนี้คือ เปรียบเทียบรอยอนุภาคจากรังสีคอสมิกในฟอสซิล (fossil) ที่เก็บรวบรวมไว้ กับรอยอนุภาคที่เกิดจากการเร่งอนุภาคเพื่อสร้างรอยอนุภาคใหม่ ๆ เพื่อเป็นรอยอนุภาคปรับเทียบ (calibration track) รอยอนุภาคปรับเทียบนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้อง ในขณะที่อุกาบาตนั้นรอยอนุภาคจะเกิดในช่วงเวลาที่อุกาบาตกำลังโคจรเป็นระยะทางห่างไกลจากดวงอาทิตย์ ( $\approx 3-5 AU$ ) โดยที่อุณหภูมิต่ำ ๆ ประมาณ 100-150 °K อายุของรอยอนุภาคบนอุกาบาตจะเกิดจากรังสีคอสมิกเป็นส่วนใหญ่ ส่วนแสงที่เปล่งจากผลึกของอะพาไทต์ (apatite) โอลิวีน (olivine) เอนสตาไทต์ (enstatite) และ ไดออปไซด์ (diopside) ที่มีช่วงอุณหภูมิ 77, 293, 473 และ 573 °K ตามลำดับ เกิดจาก 2 MeV/nucleon ของ  $^{81}Br$  ไอออน แล้วเกิดการกัดขายรอยขึ้น โดยอัตราเร็วการกัดขายรอยที่เพิ่มขึ้น พบว่าอยู่ในอุณหภูมิช่วง 300 - 500 °K โดยขึ้นกับชนิดของผลึกอุกาบาตแต่ละชนิดด้วย และยังพบว่าความไวของการสमानรอยของรอยอนุภาคในฟลูโอโรพาไทต์ อาจเกิดจากอิทธิพลโดยอุณหภูมิต่ำหนึ่ง อุณหภูมิที่เชื่อถือได้นี้มีความสำคัญไม่เพียงบอกถึงลักษณะของอนุภาครังสีคอสมิกเท่านั้น แต่ยังสำคัญสำหรับการระบุอายุของรอยอนุภาคที่เกิดจากปฏิกิริยาฟิชชันของอุกาบาตที่เห็นถึงข้อเท็จจริงที่ซึ่งดาวแม่ของอุกาบาตเคยอยู่ในที่อุณหภูมิสูงกว่าเมื่อตอนเริ่มแรกของช่วงอายุ เมื่อรอยอนุภาคจากฟิชชัน  $^{244}Pu$  เคยเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

K. D. Crowley และคณะ (2003) ศึกษาการสमानรอยของรอยอนุภาคที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาฟิชชันในฟลูโอโรพาไทต์  $(Ca_{4.96}Fe_{0.01}Na_{0.02}Sr_{0.01}REE_{0.01})_{5.01}(P_{2.98}Si_{0.02})_{3.00}O_{12}(F_{1.00}$

$\text{Cl}_{0.02}1.02$  และ สตรอนเชียม ฟลูออโรพาไทต์ ( $\text{Ca}_{4.68}\text{Na}_{0.04}\text{Sr}_{0.02}\text{REE}_{0.03}4.97(\text{P}_{2.98}\text{Si}_{0.03})_{3.01}\text{O}_{12}\text{F}_{1.03}$ ) สามารถศึกษาโดยให้ความร้อนในช่วง 40 - 360 °C แก่ตัวอย่าง 105 ตัวอย่าง ในช่วงเวลา 1, 10, 100 และ 1000 ชั่วโมง คุณลักษณะการสมานรอยโดยการลดความกว้างของรอยอนุภาคด้วยการเพิ่มอุณหภูมิหรือเวลาที่ให้ความร้อนมากขึ้น การลดลงของความกว้างของรอยอนุภาค ( $r$ ) ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิ ( $T$ ) หรือให้ความร้อนเป็นเวลา ( $t$ ) สำหรับข้อมูลการสมานรอยของฟลูออโรพาไทต์ (fluorapatite) และสตรอนเชียมฟลูออโรพาไทต์ (Sr fluorapatite) จะเก็บรวบรวมไว้ที่คณะธรณีวิทยาของมหาวิทยาลัยไมอามี สหรัฐอเมริกา และที่ Green และคณะ (1986) ในข้อมูลการสมานรอยในรูปแบบของดูรานโก อะพาไทต์ (Durango apatite) ที่อธิบายได้ด้วยสมการ  $g(r, \alpha, \beta) = c_0 + [c_1 \ln t + c_2] / [(1/T) - c_3]$  โดย  $g(r, \alpha, \beta)$  คือรูปกำลังของ  $r$  และ  $\alpha, \beta, c_0, c_1, c_2$  และ  $c_3$  เป็นค่าตัวแปร จากสมการอาร์เรเนียส (Arrhenius) การจางหายของรอยเปลี่ยนรูปร่างกราฟตามค่าคงที่  $r$  สำหรับรูปแบบสมการนี้จะพล็อตกราฟได้ชุดกราฟเป็นเส้นตรงที่มีจุดตัดแกนหนึ่งจุดเป็นเทอมคลอสโอเวอร์ (crossover point) โดยจุดคลอสโอเวอร์จะเกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ และเวลาในช่วง  $523^\circ\text{C} \leq T \leq 957^\circ\text{C}$  และ  $10^{-5}\text{ s} \leq t \leq 10^{-2}\text{ s}$  ตามลำดับ จุดนี้ใช้อธิบายถึงข้อจำกัดของเสถียรภาพของรอยอนุภาคในอะพาไทต์ พลังงานกระตุ้น (activation energy) ที่เหมาะสมของการจางหายของรอยอนุภาคจะเพิ่มขึ้นโดยเริ่มจาก 20 kcal/mol ไปสิ้นสุดที่ 66 kcal/mol การเพิ่มขึ้นนี้บ่งบอกถึงรอยอนุภาคที่ถูกด้านทานให้รอยอนุภาคหดแคบลงด้วยการสมานรอยที่มากขึ้น

### 1.3 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาถึงผลกระทบของอุณหภูมิ ที่มีผลต่อการสมานตัวของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนเนต
2. ทำให้ทราบสถานะเงื่อนไขของอุณหภูมิ และเวลา ที่ส่งผลกระทบต่ออัตราการสมานรอยของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนเนต เพื่อประโยชน์ในการใช้งานแผ่นเมมเบรนชนิดนี้ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

## บทที่ 2

### ทฤษฎี

ทฤษฎีต่างๆ ที่เกี่ยวข้องของแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ไม่ว่าจะเป็นการทำให้เกิดรอยแฉ่ง การกัดรอยเพื่อให้ได้รูพรุนตามขนาดที่ต้องการ กระบวนการกรองแบบต่าง ๆ ที่ควรทราบ และทฤษฎีต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับผลกระทบของการสมานรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ซื้อขายในท้องตลาด ดังต่อไปนี้

#### 2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวกับการผลิตรูพรุนบนเมมเบรน

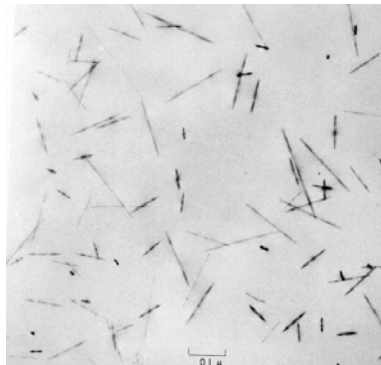
การผลิตเมมเบรนมี 2 ขั้นตอนที่สำคัญคือ การทำให้เกิดรอยแฉ่งบนแผ่นฟิล์ม (track formation) และการกัดขยายรอย (track etching)

##### 2.1.1 การทำให้เกิดรอยแฉ่งบนแผ่นฟิล์ม

การทำให้เกิดรอยแฉ่งบนแผ่นฟิล์ม ความรู้พื้นฐานที่ควรศึกษา ดังนี้

##### 2.1.1.1 การเกิดรอยบนแผ่นฟิล์ม

ขณะที่ทำการอบนิวตรอนช้า นิวตรอนจะทำปฏิกิริยา ( $n, \alpha$ ) กับฉากเปลี่ยนนิวตรอนแล้วปลดปล่อยอนุภาคแอลฟาไปทำให้เกิดการแตกตัว (ionization) ในเนื้อฟิล์มเป็นรอยแฉ่ง (latent track) ขนาด 2-6 นาโนเมตร (nm) ซึ่งสามารถสังเกตเห็นได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ดังภาพประกอบ 2.1



ภาพประกอบ 2.1 ภาพถ่ายของรอยแฉ่งจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

ที่มา: Freisher และคณะ, 1975 : 6

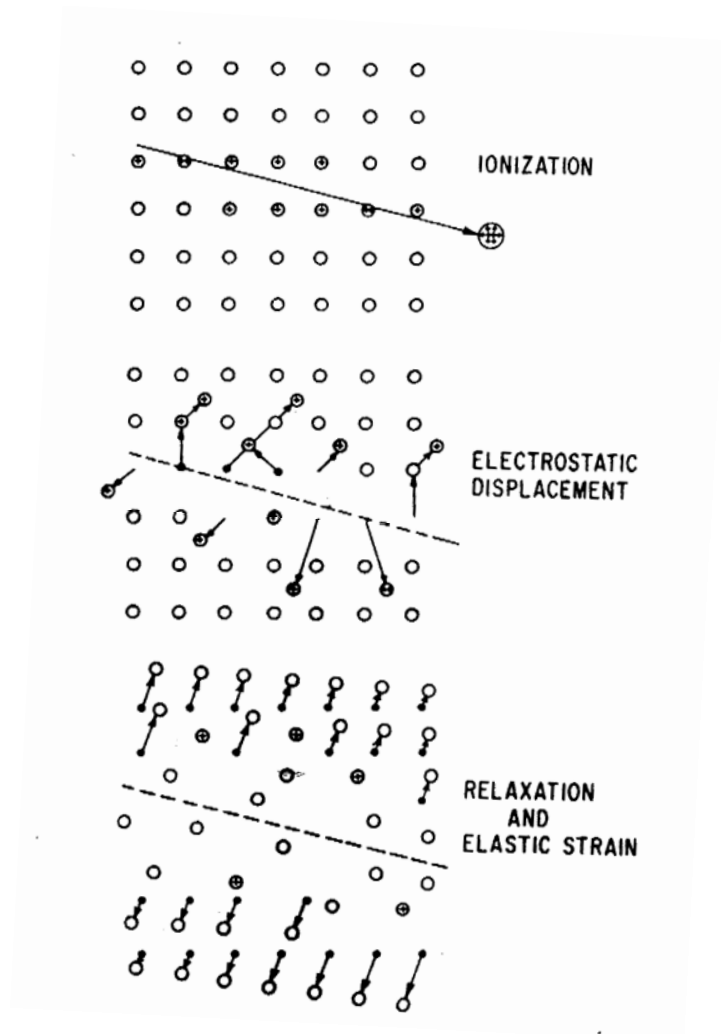
การเกิดรอยอนุภาค มีทฤษฎีที่อธิบายไว้ (Fleischer *et al.*, 1975) เพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาได้อยู่ 2 ทฤษฎี คือ

1. ทฤษฎีเทอร์มัลสไปค์ (thermal spike) กล่าวไว้ว่า "เมื่ออนุภาคมีประจุวิ่งผ่านวัสดุใดๆ จะเกิดการแตกตัวและการกระตุ้น (ionization and excitation) อย่างรุนแรง ตามแนวทางที่อนุภาควิ่งผ่าน ทำให้เกิดความร้อน และอุณหภูมิสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว แต่ถ้าวัตุนั้นเป็นตัวนำความร้อนที่ดี จะสามารถกระจายความร้อนไปสู่บริเวณรอบๆ ทำให้อุณหภูมิที่จุดนั้นสูงไม่มากนัก แต่ถ้าวัตุนั้นเป็นตัวนำความร้อนที่เลว ก็จะไม่สามารถแผ่กระจายความร้อนไปสู่พื้นที่รอบๆ ได้ ทำให้จุดนั้นร้อนจัด เกิดความเครียดขึ้น และเกิดการขยายตัวมากกว่าพื้นที่รอบๆ โครงสร้างที่จุดนั้นถูกทำลายไป เกิดรอยเสียหายในบริเวณดังกล่าวขึ้นมาแทน"

2. ทฤษฎีไอออนเอกซ์พลอสชันสไปค์ (ion explosion spike) กล่าวไว้ว่า "เมื่ออนุภาคมีประจุวิ่งผ่านวัสดุใดๆ อะตอมจะเกิดการสั่นสะเทือนถ้าอะตอมเหล่านั้นได้รับพลังงานมากพอ จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากวงโคจร เกิดประจุบวกขึ้นรอบๆ แนวทางที่อนุภาคเคลื่อนที่ผ่าน และเกิดการผลักกัน ทำให้อะตอมเหล่านั้นไปเบียดกับอะตอมที่อยู่ถัดไป เกิดความเครียดแผ่กระจายออกไป ทำให้เกิดช่องว่างขึ้นหลังจากที่โมเลกุลได้จัดเรียงตัวจนเกิดสมดุลแล้ว" ดังภาพประกอบ 2.2

การเกิดช่องว่างหรือรอยของอนุภาคนี้ มองเห็นได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน จะเกิดได้กับวัสดุที่เป็นฉนวนความร้อน เช่น แก้ว ไมกา พลาสติก แต่หากเป็นวัสดุตัวนำความร้อนที่ดี เช่น โลหะ อะตอมที่เป็นไอออนบวก จะจับกับอิเล็กตรอนบริเวณรอบๆ แล้วกลายสภาพเป็นกลางกลับเข้าสู่สภาวะเดิม จึงไม่เกิดช่องว่างขึ้น



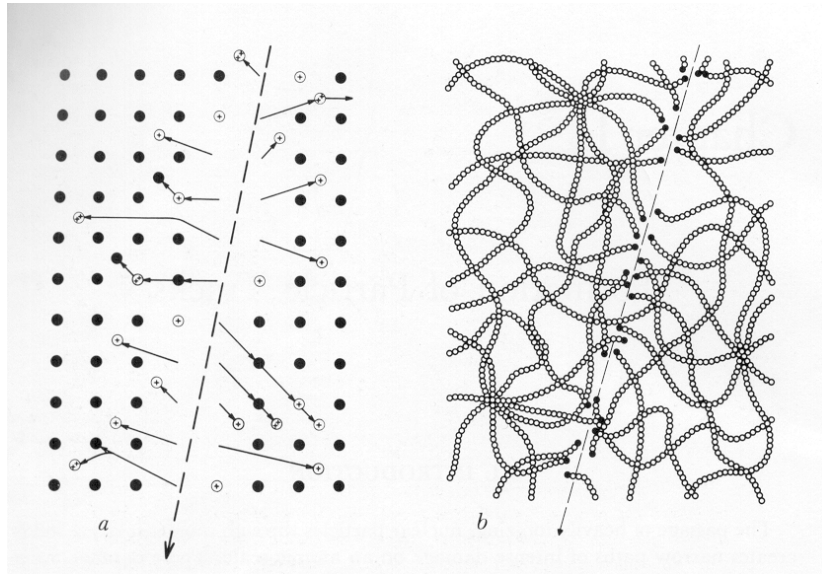


ภาพประกอบ 2.2 การเกิดรอยอนุภาคตามทฤษฎีไอออนเอกซ์โพลาไรซ์  
ที่มา: Freisher และคณะ, 1975 : 32

จากภาพประกอบที่ 2.2 แสดงให้เห็นขั้นตอนการเกิดรอยอนุภาค คือ

1. เกิดไอออนในเซชันหลังจากอนุภาคมีประจุวิ่งผ่าน
2. อะตอมที่อยู่ถัดไปถูกชนและถูกแทนที่
3. เกิดความเครียดแผ่กระจายกว้างออกไป

รอยอนุภาคที่เกิดมักเป็นรอยแคบๆ (ขนาดไม่เกิน 50 อังสตรอม) มีความคงสภาพในการเกิดรอยอนุภาคสามารถแยกได้เป็นวัสดุอินทรีย์ ได้แก่ โพลีเมอร์ (polymer) กับวัสดุอนินทรีย์ ได้แก่ ผลึกและแก้ว เป็นต้น ดังภาพประกอบ 2.3



ภาพประกอบ 2.3 การเกิดรอยแผลงบนแผ่นฟิล์ม a) ผลึก b) พลาสติก

ที่มา: Fleisher และคณะ, 1975 : 4

กลไกการสูญเสียพลังงาน เมื่ออนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่ผ่านเข้าไปในสสารจะมีการสูญเสียพลังงานดังนี้

1. เกิดอันตรกิริยาคูลอมบ์ (Coulomb interaction) กับอิเล็กตรอนและนิวเคลียส (โดยอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนจะมีความสำคัญมากกว่าอันตรกิริยากับนิวเคลียส) ซึ่งเขียนเป็นสมการได้ดังนี้

$$F = \frac{kZe^2}{r^2} \quad (2.1)$$

โดยที่  $Ze$  เป็นประจุของอนุภาค

ผลจากแรงคูลอมบ์ที่เกิดขึ้นอาจทำให้อิเล็กตรอนอยู่ในสถานะกระตุ้น หรือเกิดการแตกตัวเป็นไอออน (ionization) ทั้งนี้ขึ้นกับพลังงานของอนุภาคที่วิ่งเข้ามา

2. ปลดปล่อยรังสีเบรมสตราลุงห์ (Bremsstrahlung) เมื่ออนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่เข้าใกล้อะตอมจะมีการเปลี่ยนแปลงความเร็ว (พลังงานเปลี่ยนแปลงลดลง) พลังงานที่ลดลงนี้จะเปลี่ยนไปเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เรียกว่า เบรมสตราลุงห์ หรือรังสีเอกซ์พลังงานต่อเนื่อง

(continuous X-ray) การสูญเสียพลังงานในการเกิดเบรมสตราลูง์ จะเกิดขึ้นกับอนุภาคที่มีมวลน้อย (อิเล็กตรอน) เป็นส่วนใหญ่ และในดักกลางที่มีมวลมาก

3. เกิดการสั่นสะเทือนของโมเลกุลในขณะที่อนุภาคเคลื่อนที่ผ่าน
4. เกิดการแตกสลายของโซ่โมเลกุล (break a molecular chain)
5. ปล่อยรังสีเชอเรนคอฟ (Cerenkov radiation)

### 2.1.2 การกัดขยายรอย

ฟิล์มที่ถ่ายภาพแล้วเมื่อล้างกัดรอยในสารละลายต่าง เช่น สารละลายโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) หรือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จะละลายของเนื้อฟิล์มออกทั้งในแนวราบและแนวลึก จะทำให้รอยแฝงมีขนาดใหญ่ขึ้น จนทำให้รอยแฝงปรากฏขึ้นมา

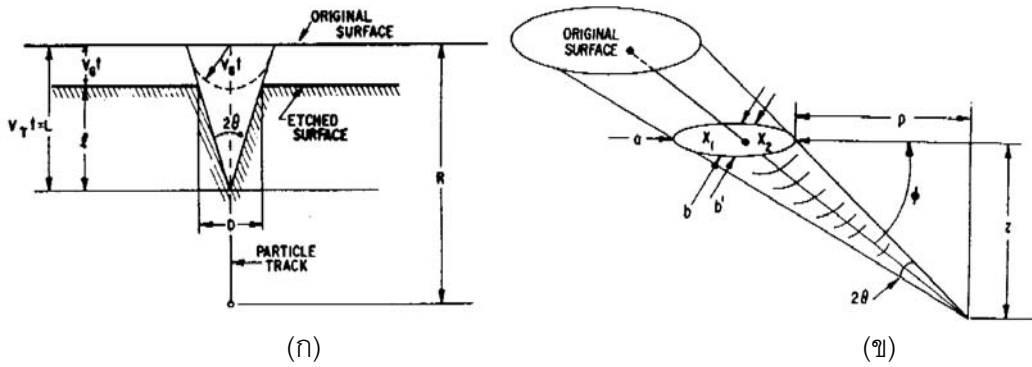
ขณะที่ทำการกัดรอย ทุกส่วนของฟิล์มมีการละลายออกมาตลอดเวลา โดยรอยแฝงของอนุภาคมีอัตราการละลายเร็วกว่าบริเวณอื่น อัตราการละลายของฟิล์มในทิศทางของรอยอนุภาคเป็น  $V_T$  (track etch rate) และอัตราการละลายของฟิล์มในบริเวณอื่นเป็น  $V_G$  (general surface etch rate) รูปร่างของรอยที่เกิดขึ้นภายหลังการล้างกัดรอยขึ้นกับอัตราส่วนของ  $V_T/V_G$  จะมีค่าต่ำสุดเท่ากับ 1 เมื่ออัตราการละลายทุกทิศทางมีค่าเท่ากันแสดงว่าไม่เกิดรอยของอนุภาค

#### 2.1.2.1 รูปทรงทางเรขาคณิตของรอยอนุภาค (track geometry)

##### 2.1.2.1.1 รูปทรงของรอยอนุภาคที่ $V_T$ คงที่

ในการกัดขยายรอยดังภาพประกอบ 2.4 นั้น จะมีปฏิกิริยาเกิดขึ้น 2 ขั้นตอน ที่ทำให้รอยอนุภาคขยายใหญ่ขึ้น คือ

- ก. ความเร็วในการกัดขยายรอยอนุภาค ด้วยสารละลายเคมีตามแนวอนุภาค ( $V_T$ )
- ข. ความเร็วในการกัดขยายรอยอนุภาค ด้วยสารละลายเคมีบนพื้นผิวทั่วไป และบนพื้นผิวภายในของรอยอนุภาคอีกเล็กน้อย ( $V_G$ )

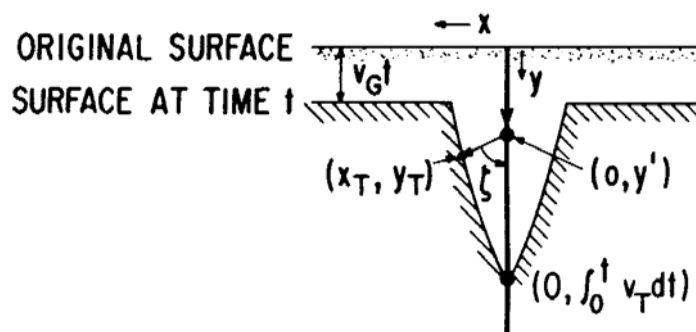


ภาพประกอบ 2.4 รูปทรงของรอยอนุภาคที่ความเร็ว  $V_T$  และ  $V_G$  คงที่ (ก) อนุภาคทำมุมแนวตั้ง (ข) อนุภาคทำมุม  $\phi$

ที่มา: Fleisher และคณะ, 1975 : 51

2.1.2.1.2 รูปทรงของรอยอนุภาคที่  $V_T$  ไม่คงที่

เมื่อ  $V_T$  ไม่คงที่ มีการเพิ่มขึ้นหรือลดลงตามความยาวอนุภาค ย่อมทำให้เกิดความซับซ้อนในรอยของอนุภาคที่ถูกกัดขยาย ซึ่งวัสดุส่วนมากไม่ว่าจะเป็นพลาสติก แก้ว หรือผลึก ค่า  $V_T$  จะเพิ่มขึ้นตามอัตราการแตกตัว ดังภาพประกอบ 2.5

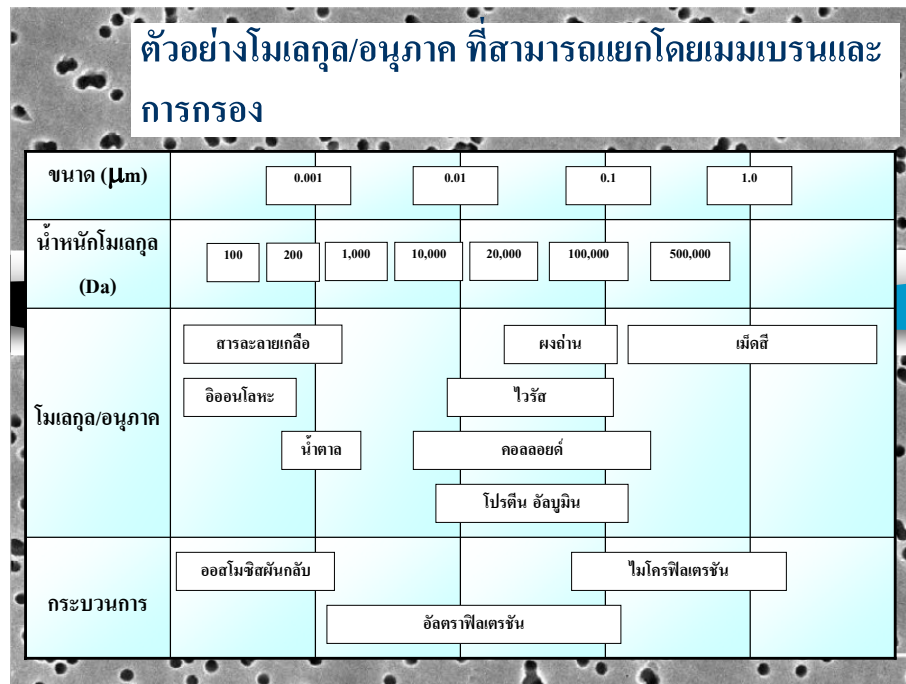


ภาพประกอบ 2.5 รูปทรงรอยอนุภาคที่เกิดเมื่อค่า  $V_T$  เพิ่มขึ้น (รอยอนุภาคโค้งออกมากขึ้น)

ที่มา: Fleisher และคณะ, 1975 : 53

## 2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการใช้งานแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนेटในการกรอง

ปัจจุบันได้มีการนำแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนेटที่มีขนาดรูพรุนเล็กมากมาใช้ในกระบวนการกรองทั้งภาคอุตสาหกรรมการผลิตเหล้า ไวน์ รวมทั้งน้ำดื่ม ในงานทางด้านการแพทย์ ได้ใช้เยื่อบางในเครื่องกรองของไตเทียม หรือในระบบบำบัดน้ำเสียที่ต้องการเพิ่มปริมาณออกซิเจนให้เจือในบ่อบำบัดให้มีประสิทธิภาพสูงสุด ซึ่งในการกรองสารแขวนลอยจากตัวกลางที่เป็นของไหลในงานวิจัยทางวิทยาศาสตร์สาขาต่าง ๆ จำเป็นที่จะต้องใช้เมมเบรนบางที่มีรูพรุนขนาดเล็กในระดับที่เหมาะสม รวมทั้งมีการกระจายหรือความหนาแน่นของรูพรุนต่อหน่วยพื้นที่ที่สม่ำเสมอ ในปัจจุบันในกระบวนการกรองสารแขวนลอยออกจากของไหลได้แบ่งออกเป็นสามกระบวนการที่สำคัญ โดยขึ้นอยู่กับขนาดของรูพรุนดังแสดงในภาพประกอบ 2.6



ภาพประกอบ 2.6 แสดงตัวอย่างโมเลกุลหรืออนุภาคที่สามารถแยกโดยเมมเบรนและการกรอง

กระบวนการกรองแบบต่าง ๆ ที่ควรทราบ

1. กระบวนการกรองแบบออสโมซิสแบบผันกลับ (Reverse Osmosis: RO) นั้นจะอาศัยแผ่นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยบนแผ่นเมมเบรนดังกล่าวที่เล็กกว่า 0.001 ไมโครเมตร

เหมาะสำหรับการกรองสารแขวนลอยที่มีน้ำหนักโมเลกุลในช่วง 100- 100,000 ดาลตัน (Ds) ตัวอย่างของสารแขวนลอยที่มีขนาดดังกล่าวได้แก่ อีออนโลหะ สารละลายเกลือ และน้ำตาลเป็นต้น

2. กระบวนการกรองแบบอัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration:  $\mu$ F) นั้นจะอาศัยแผ่นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยบนแผ่นเมมเบรนดังกล่าวที่อยู่ในช่วง 0.001-0.1 ไมโครเมตรเหมาะสำหรับการกรองสารแขวนลอยที่มีน้ำหนักโมเลกุลในช่วง 1000-100,000 ดาลตัน (Ds) ตัวอย่างของสารแขวนลอยที่มีขนาดดังกล่าวได้แก่ ไวรัส คอลลอยด์ โปรตีน และอัลบูมิน

3. กระบวนการกรองแบบไมโครฟิลเตรชัน (Microfiltration: mF) นั้นจะอาศัยแผ่นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยบนแผ่นเมมเบรนดังกล่าวที่อยู่ในช่วง 0.1-1.0 ไมโครเมตรเหมาะสำหรับการกรองสารแขวนลอยที่มีน้ำหนักโมเลกุลในช่วง 100,000-1,000,000 ดาลตัน (Ds) ตัวอย่างของสารแขวนลอยที่มีขนาดดังกล่าวได้แก่ เม็ดสี เป็นต้น

ประสิทธิภาพของระบบกรองสารแขวนลอยจะขึ้นกับเงื่อนไขของการออกแบบระบบเช่นความดันของของไหลที่จ่ายให้ระบบ ขนาดของรูพรุนและความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรน ระยะเวลาของการใช้งาน รวมทั้งความเข้มข้นของสารแขวนลอยที่อยู่ในของไหลดังกล่าว ดังนั้นเมื่อเวลาผ่านไปแผ่นเมมเบรนที่ใช้ในการกรองจะเริ่มอุดตัน จากการที่อนุภาคของสารแขวนลอยไปเกาะติดในบริเวณขอบของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนบางดังกล่าว ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการไหลที่ผ่านการกรองลดลงไปตามลำดับ

ในกรณีของแผ่นเมมเบรนที่ผลิตโดยวัสดุจำพวกพอลิเมอร์เช่นแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนเนตขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนอาจมีขนาดเล็กถึงได้เมื่อใช้งานอยู่ภายใต้ของไหลที่มีอุณหภูมิที่สูง เพราะภายใต้ของไหลที่มีอุณหภูมิสูงดังกล่าวจะเป็นแหล่งของความร้อนที่จะจ่ายให้กับโครงสร้างของแผ่นเมมเบรนดังกล่าว อันจะส่งผลให้โครงสร้างของสารไฮโดรคาร์บอนมีการเปลี่ยนแปลงในลักษณะของการสमानรอย (annealing) อย่างช้า ๆ แต่จะส่งผลให้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนเริ่มเล็กลงไปตามลำดับ ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการไหลจากกระบวนการกรองลดลงไปตามลำดับ

ดังนั้นในงานวิจัยของวิทยานิพนธ์นี้จึงต้องการจะศึกษาผลกระทบของความร้อนที่มีต่อแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอนเนตโดยจะศึกษาของสองตัวแปรที่สำคัญที่จะส่งผลต่อการสमानรอย เช่น ค่าอุณหภูมิและเวลาที่แผ่นเมมเบรนดังกล่าวได้รับความร้อนในระหว่างการใช้งาน

### 2.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวกับการสมานรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรน

การสมานตัวของรอยอนุภาค (track annealing) เกิดขึ้น ด้วยกระบวนการทางอะตอมที่ยุ่งยากซับซ้อนหลากหลายขั้นตอน สาเหตุสำคัญของการเกิดการสมานรอยเกิดจากความร้อนที่รอยอนุภาคได้รับในช่วงระยะเวลาหนึ่ง ๆ การได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูง ๆ ในช่วงเวลาสั้น ๆ หรือการได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าสูงนักเป็นช่วงเวลายาวนาน มีผลทำให้เกิดการสมานตัวของรอยอนุภาคได้ ถึงกระนั้นขั้นตอนอย่างง่ายของการสมานรอย ปรากฏให้เห็นจากการทดลองวัดค่าการเปลี่ยนแปลงขนาดของรอยอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยนำวัสดุชิ้นงานที่ประกอบด้วยรอยอนุภาคมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ (T) ค่าต่าง ๆ ชุดหนึ่ง และที่เวลา (t) ของการสมานรอยในแต่ละอุณหภูมิที่กำหนดข้างต้น ซึ่งความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลานี้สามารถแสดงได้ในรูปแบบของสมการของโบลซ์มานส์ดังแสดงข้างล่างนี้

$$t = A \exp( E_{act} / kT ) \quad (2.2)$$

โดย

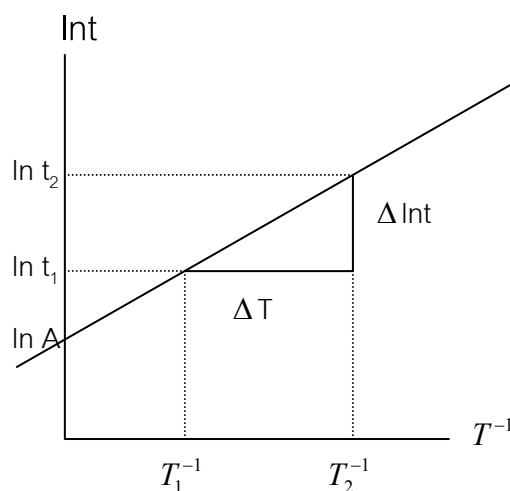
$k$  = ค่าคงที่ของโบลซ์มานส์ =  $1.38 \times 10^{-23}$  (จูล/เคลวิน)

$A$  = ค่าคงที่อื่น ๆ (นาที่)

$E_{act}$  = ค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสมานรอยอนุภาค (จูล)

$t$  = เวลาที่ใช้ในการสมานรอยอนุภาค (นาที่)

$T$  = อุณหภูมิที่ใช้ในการสมานรอยอนุภาค (เคลวิน)



ภาพประกอบ 2.7 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ และเวลา

ของสมการของโบลซ์มานส์

(ดัดแปลงจาก Fleisher และคณะ, 1975 : 22)

จากภาพประกอบ 2.7 และ สมการ (2.2) สามารถแจกแจงในรูปแบบสมการเส้นตรง ได้ดังนี้

$$\ln t = \frac{E_{act}}{k} T^{-1} + \ln A \quad (2.3)$$

ค่าความชัน (slope) ของความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสมการ (2.3)

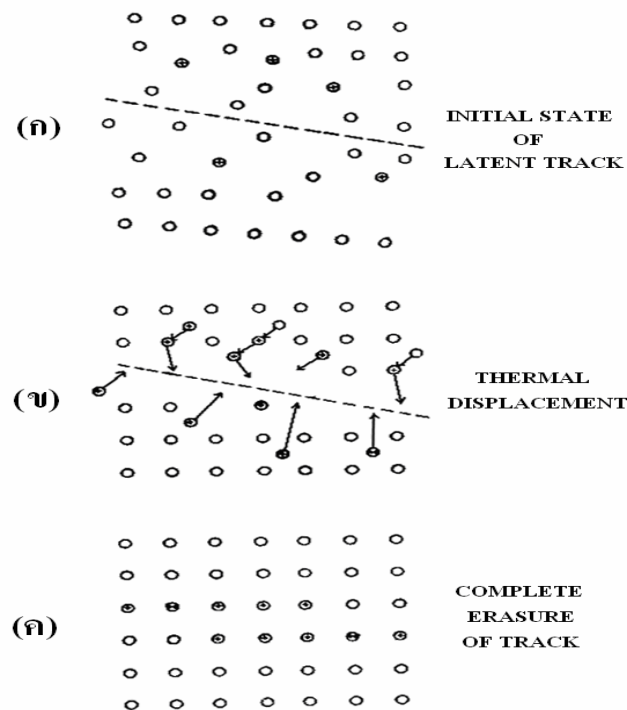
$$slope = \frac{E_{act}}{k} = \frac{\ln t_2 - \ln t_1}{T_2^{-1} - T_1^{-1}} \quad (2.4)$$

ค่าตัดแกนแนวตั้ง คือ  $C = \ln A$

ดังสมการข้างต้นพบว่า อุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของขนาดของรูพรุน เช่นเดียวกับเวลา พบว่าการสมานรอยที่เกิดในอุณหภูมิสูงๆ จะใช้เวลาช่วงสั้น ๆ ในการสมานตัว และ ที่อุณหภูมิต่ำลงมากก็พบว่าต้องให้ความร้อนติดต่อกันเป็นเวลานานกว่าเดิมในการที่รูพรุน จะเกิดการสมานตัว จากสภาวะเงื่อนไขดังกล่าว มีประโยชน์มากต่อการประยุกต์ใช้งานรูพรุนบนแผ่น เยื่อกรองพอลิคาร์บอเนตให้เหมาะสมกับคุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนบนแผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตนี้

รอยอนุภาคในของแข็งจำพวกอนินทรีย์ ที่มีการกระจายการเรียงตัวของอะตอมใน ตำแหน่งที่ไม่ปกติ เช่น ตำแหน่งค่าพลังงานสูงสุด (high free energy) ย่อมต้องใช้พลังงานกระตุ้น ที่มากขึ้นในการสมานรอย ไม่เพียงแต่อะตอมในพื้นที่ผิวต่าง ๆ ที่ซึ่งต้องการให้อะตอมเคลื่อนที่ ออกไปได้โดยง่ายขึ้น โดยใช้พลังงานความร้อนที่มากขึ้นกว่าส่วนอื่น ๆ เท่านั้น ในการเคลื่อนย้าย อะตอมออกไปแต่ละอะตอมเหล่านี้ จะเป็นจุดเริ่มต้นถัดไปสำหรับอะตอมที่ไม่ได้อยู่บนพื้นผิวปกติ ในการสมานรอย ผลที่ตามมา ลำดับแรกอะตอมจะเคลื่อนตัวกลับไปกลับมายังตำแหน่งเดิมใน พื้นผิวปกติที่อะตอมเหล่านั้นอยู่ ดังแสดงในภาพประกอบ 2.8 โดยอาศัยพลังงานที่ทำให้เกิดการ บิดเบี้ยวของการจัดเรียงตัวของอะตอม (high distortion energy) ที่อยู่รอบ ๆ พื้นผิวของอะตอม นั้น ๆ และเกิดการจัดเรียงตัวใหม่อย่างรวดเร็วด้วยพลังงานกระตุ้นที่สูงขึ้น และมีเวลาที่จะเคลื่อนย้าย จากที่หนึ่งไปยังอีกที่หนึ่ง จนในที่สุด การสมานรอยก็เกิดขึ้นจนเสร็จสมบูรณ์บนพื้นผิววัสดุที่ ทดลอง





ภาพประกอบ 2.8 (ก) สถานภาพเริ่มต้นของรอยอนุภาคบนแผ่นเมมเบรน

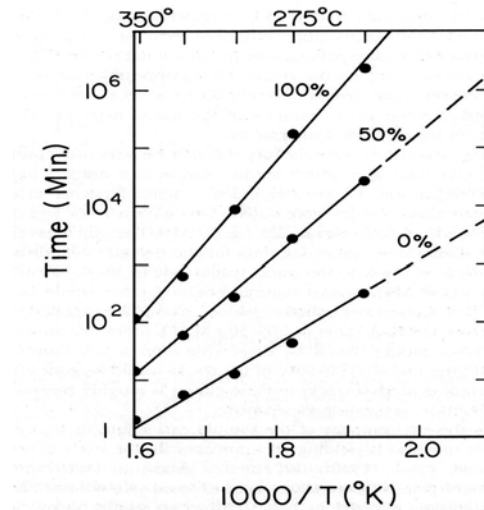
(ข) อะตอมจะเปลี่ยนเป็นไอออนบวกแล้วเคลื่อนตัวกลับไปกลับมา

(ค) อะตอมจัดเรียงตัวใหม่จนในที่สุดการสมานรอยก็เสร็จสมบูรณ์

(ดัดแปลงจาก Fleisher และคณะ, 1975 : 32)

การสมานรอย หรือการจางหายของรอยอนุภาคแม้เพียงเล็กน้อยก็สามารถเกิดขึ้นได้เสมอ เมื่อรอยอนุภาคนั้นได้รับความร้อนที่มีอุณหภูมิสูง แม้เป็นเวลาช่วงสั้น ๆ หรือเมื่อรอยอนุภาคได้รับความร้อนเป็นเวลานาน ที่อุณหภูมิต่ำกว่าก็ตาม นี่เป็นส่วนสำคัญที่ช่วยการคาดคะเนการจางหายของรอยอนุภาคที่อาจเกิดขึ้นมานานแล้วทางธรณีวิทยา หรือทางโบราณคดี การสมานรอยอนุภาคเกิดขึ้นจากขั้นตอนที่ยู่ยาก ที่ไม่สามารถอธิบายด้วยพลังงานกระตุ้นเพียงค่าเดียว หรือด้วยพลังงานจลน์อย่างง่าย (Maurette *et al.*, 1964) จึงศึกษาเพิ่มเติม ซึ่งได้ผลที่คล้ายคลึงกับภาพประกอบ 2.9 (Naeser and Faul, 1969) พบว่าการหาการสมานรอยของอนุภาค สามารถหาได้จากส่วนของรอยอนุภาค ที่เกิดการสมานรอยดังเช่นสมการของอุณหภูมิและเวลา ที่เรียกว่าสมการของโบลท์มานส์ (Boltzmann equation) โดยพล็อตกราฟด้วยจำนวนเปอร์เซ็นต์การจางหายของรอยอนุภาคแสดงเป็นค่าความชันของกราฟ หรือค่าพลังงานกระตุ้น  $U$

ดังนั้นจากการทดลองในห้องปฏิบัติการ สามารถหาผลกระทบของเวลาและอุณหภูมิของการสมานรอยได้ ดังแสดงไว้ด้วยสมการข้างต้น (2.2)

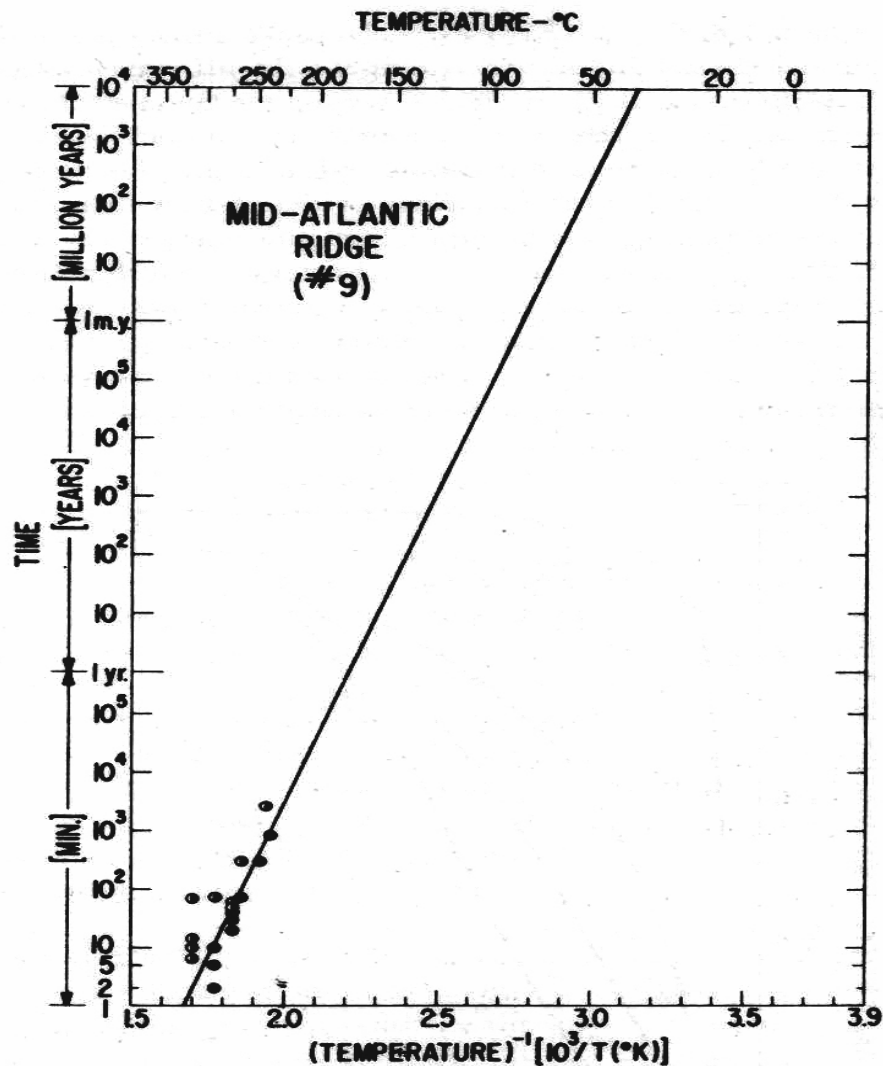


ภาพประกอบ 2.9 เปอร์เซ็นต์การสมานรอยสำหรับแร่อะพาไทต์ (apatite) จากเอลโดรา

โคโลราโด ในหินประเภท amphibolite (After Naeser and Faul, 1969)

ที่มา: Fleisher และคณะ, 1975 : 185

วิธีที่ดีที่สุดในการคาดคะเนการสมานรอยของอนุภาคในทางธรณีวิทยาหรือทางโบราณคดีนั้นคือ การเพิ่มช่วง (extrapolation) ของเส้นตรงของกราฟที่ทดลองด้วยการพล็อตอาร์เรเนียส (Arrhenius plots) ออกไปอีก เช่น การใช้สมการ (2.2) สมมุติค่าของ  $a$  และ  $U$  ที่ไม่ขึ้นกับค่าของอุณหภูมิ  $T$  ดังจะเห็นได้ดังภาพประกอบ 2.9 การคาดคะเนค่าที่มาก ๆ นั้น ถ้าจัดกลุ่มข้อมูล 4 กลุ่ม จะคาดคะเนค่าได้ล่วงหน้าเกินกว่าถึง 11 กลุ่มทีเดียว การสมมติค่านี้โดยอัตราการสมานรอยจะขึ้นอยู่กับตัวแปรของสมการโบลส์มานส์ที่ปรากฏจะสนับสนุนส่วนประกอบนี้ด้วยรอยที่คงอยู่ หรือสมานตัวจนหมด ที่สังเกตได้จากจำนวนของระบบของทางธรณีวิทยาที่สนใจอยู่ ตัวอย่างสองถึงสามตัวอย่างที่ใช้ในการคาดคะเนเส้นกราฟของการสมานรอยในห้องปฏิบัติการของ fission track dating จะนำมาใช้ในภายหลังต่อไป



ภาพประกอบ 2.10 แสดงสภาพการจางหายของรอยอนุภาคสำหรับกกลางมหาสมุทรแอตแลนติก  
ชั้นล่าง ชั้นหินจาก 7.6 กิโลเมตรทางตะวันตกของ Median Valley  
จุดที่บแสดงเวลาและอุณหภูมิที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของรอยอนุภาค  
จุดสว่างแสดงสภาพเมื่อรอยอนุภาคลดลงหรือสมานตัวหมดไป

ที่มา: Fleisher และคณะ, 1975 : 187

วัสดุที่แสดงผลการทดลองในห้องปฏิบัติการที่ง่ายต่อการจางหายของรอยอาจจะ  
บอกถึงอายุของรอยอนุภาคที่น้อยเกินความเป็นจริง ดังเช่นการศึกษาผลกระทบที่มีต่อแก้ว (glass)  
จากแอ่ง Manicouagan และ Clearwater Lakes โดย Fleischer และคณะ (1969 d) สองตัวอย่าง  
แก้วจาก Manicouagan นั้นมีอายุเก่าแก่ ตัวอย่างแรกมีรอยอนุภาคที่มีอายุถึง  $208 \pm 25$  ล้านปี  
หรือในที่ขอมรึบกัน ในอายุของ K-Ar จะมีอายุประมาณ  $225 \pm 30$  ล้านปี ส่วนอีกตัวอย่างมีอายุ

เพียง  $36 \pm 3.5$  ล้านปี ข้อมูลการสमानรอยในห้องปฏิบัติการสำหรับแก้วทั้งสองตัวอย่างนี้แตกต่างกันอย่างเด่นชัด ในตัวอย่างแก้วที่มีอายุ  $36 \pm 3.5$  ล้านปี รอยอนุภาคจะสमानตัวใน 30-40 ล้านปีที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  ขณะที่แก้วจากอีกตัวอย่างนั้นต้องใช้เวลาถึงพันล้านปีสำหรับการสमानรอยที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  จากการศึกษาการสमानรอยในห้องปฏิบัติการบ่งบอกว่ารอยอนุภาคจะตรวจพบการเกิดการสमानรอยขึ้นหลังจากผ่านพื้นมาสองถึงสามร้อยปีที่อุณหภูมิเดียวกันนี้ และพบว่าร้อยละ 70 ถึง 80 ของจำนวนรอยอนุภาคทั้งหมดจะเกิดการจางหายไปของรอยอนุภาคหลังจากผ่านพื้นไป 300 ล้านปี จะเห็นว่าการสमानรอยของรอยอนุภาคในฟอสซิล (fossil) ในตัวอย่างแก้วเหล่านี้จะเป็นการคาดคะเน (extrapolate) อย่างหยาบ ๆ ของการทดลองการสमानรอยในห้องปฏิบัติการ

ในบางกรณีนั้นสิ่งแวดล้อมของตัวอย่างสามารถยืนยันอย่างแน่นอนได้ว่า แม้ที่อุณหภูมิค่าหนึ่งที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงได้ง่าย วัสดุที่ทดลองยังให้ผลการทดลองของอายุที่ถูกต้องแน่นอนได้ ในการศึกษาพื้นล่างใต้มหาสมุทร Fleischer และคณะ (1968, 1971) และ Aumento (1969) ทำการวัดค่าอายุของรอยฟิชชัน (fission track) ของชั้นผิวแก้วที่นำมาจากชั้นผิวนอกของลาวา (exposed pillow lavas) แม้ว่ารอยอนุภาคนี้ชี้ชัดว่าเริ่มเกิดการสमानรอยขึ้นที่อุณหภูมิต่ำ (ประมาณ 1 ล้านปีที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}\text{C}$  ดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.11) จากความรู้ที่มีอยู่นั้นอุณหภูมิของแก้วมีค่าใกล้เคียงกับน้ำที่อยู่ด้านล่างของมหาสมุทร (ประมาณ  $3^{\circ}\text{C}$ ) ทำให้เรามั่นใจว่าได้ค่าอายุของรอยฟิชชัน (fission track) มีค่าที่ถูกต้อง

## บทที่ 3

### วิธีการวิจัย

ในการศึกษาผลกระทบของการสमानรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุน ที่กั้ดรอยด้วยเทคนิคทางนิวเคลียร์บนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ได้แบ่งวิธีดำเนินการออกเป็นขั้นตอนได้ดังนี้

#### 3.1 วัสดุ

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการหาการสमानรอยด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

1. แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตมาตรฐาน Isopore 0.2  $\mu\text{m}$  (Millipore, Ireland)

3.1.2 กลไกที่ใช้ในการหาขนาดและความหนาแน่นของรูบนแผ่นเมมเบรน

1. ไพรอมแกรมคาร์บอนอย (Carnoy)

#### 3.2 อุปกรณ์

3.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาการสमानรอย ด้วยความร้อนต่อขนาดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรน พอลิคาร์บอเนต

1. เตาอบ Climatic Chamber KBF Series FED 115 Programs (BINDER, Germany) (ภาพประกอบ 3.1)
2. แท่นเหล็กยึดแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต
3. คีมจับอุปกรณ์
4. นาฬิกาจับเวลา ความละเอียด 1/100 วินาที

3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาขนาดและความหนาแน่นของรูบนแผ่นเมมเบรน

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด JSM-5200LV (JEOL, Japan)
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด JSM-5800LV (JEOL, Japan) (ภาพประกอบ 3.2)



ภาพประกอบ 3.1 เตาอบ Climatic Chamber KBF Series FED 115 Programs

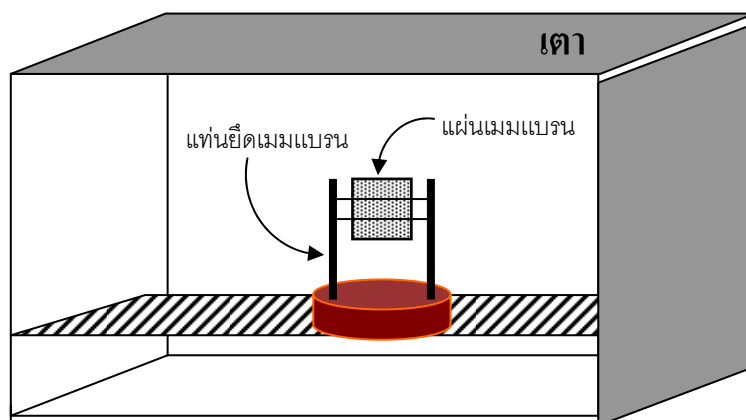


ภาพประกอบ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-5800LV, JEOL)

### 3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.3.1 การออกแบบและประกอบเตาเพื่อใช้ในการอบแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

1. แทนยึดแผ่นเมมเบรนประกอบด้วยฐานวงกลมหนา 2 cm ที่มีเสาเหล็กสองด้านวางห่างกันประมาณ 5 cm สำหรับยึดแผ่นเมมเบรนไว้ด้วยด้าย ดังภาพประกอบ 3.3 ในส่วนของด้ายที่ใช้ยึดเมมเบรนจะพยายามยึดให้อยู่ไกลจากพื้นผิวที่ทดลอง เพื่อลดการนำความร้อนจากด้ายสู่แผ่นเมมเบรน



ภาพประกอบ 3.3 แสดงการจัดอุปกรณ์การอบแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต

2. ในส่วนของการให้ความร้อนแก่แผ่นเมมเบรน เริ่มจากอุณหภูมิห้อง  $25^{\circ}\text{C}$  ผลการทดลองไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แม้ใช้เวลานานนับเดือน ถัดมาได้ใช้วิธีการให้ความร้อนโดยแช่แผ่นเมมเบรนลงในน้ำที่อุณหภูมิไม่เกิน  $90^{\circ}\text{C}$  ผลที่ได้ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แม้ใช้เวลาในการให้ความร้อนแก่แผ่นเมมเบรนนานหลายวัน ซึ่งเป็นอุปสรรคในการทดลองอย่างมาก ต่อมาทดลองโดยใช้เครื่องนึ่งออโตคลฟ (autoclave) เพื่อใช้อบที่อุณหภูมิมากกว่า  $100^{\circ}\text{C}$  เนื่องจากเครื่องนี้ใช้ความดัน เพื่อให้ไอน้ำมีอุณหภูมิสูงถึง  $130^{\circ}\text{C}$  ทำให้แผ่นเมมเบรนเปื่อยยุ่ย ด้วยอุปสรรคหลายอย่างจึงนำเสนอการให้ความร้อนแก่แผ่นเมมเบรนด้วยเตาอบ ซึ่งสามารถปรับค่าอุณหภูมิได้ตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิห้องจนถึงค่าอุณหภูมิที่มากถึง  $300^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเพียงพอต่อการทดลองนี้

### 3.3.2 การอบแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตที่อุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ

1. นำแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ที่มีขนาดรูพรุน  $0.2\ \mu\text{m}$  มาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้ได้ขนาดที่เท่า ๆ กัน ประมาณ 1 ตารางเซนติเมตร
2. นำด้ายมาร้อยด้วยเข็มบนแผ่นเมมเบรนทั้งด้านบนและล่าง เพื่อนำไปยึดด้วยแท่นยึดแผ่นเมมเบรนวัดจากฐานล่างสุดถึงบนสุดของแผ่นเมมเบรน สูง 7.5 cm ความกว้างระหว่างเสาที่ซึ่งด้ายเท่ากับ 5 cm.
3. จัดอุปกรณ์ดังภาพประกอบ 3.3
4. นำแผ่นเมมเบรนที่ยึดกับแท่นยึดแล้วมาวางไว้ตรงตำแหน่งกึ่งกลางของเตาอบ
5. ตั้งค่าอุณหภูมิของเตาอบ ทำการอบแผ่นเมมเบรนด้วยอุณหภูมิ 200, 210, 220 และ  $225^{\circ}\text{C}$

6. จัปเวลา
7. แผ่นเมมเบรนที่ผ่านการอบ ที่อุณหภูมิ และเวลาตามเงื่อนไขแล้ว นำไปวิเคราะห์ภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน
8. หาค่าความหนาแน่นของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนด้วยโปรแกรมคาร์นอย
9. นำค่าความหนาแน่นของรูพรุนที่เปลี่ยนแปลงด้วยอุณหภูมิค่าต่าง ๆ มาคำนวณและเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ของการสมานรอยของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรน



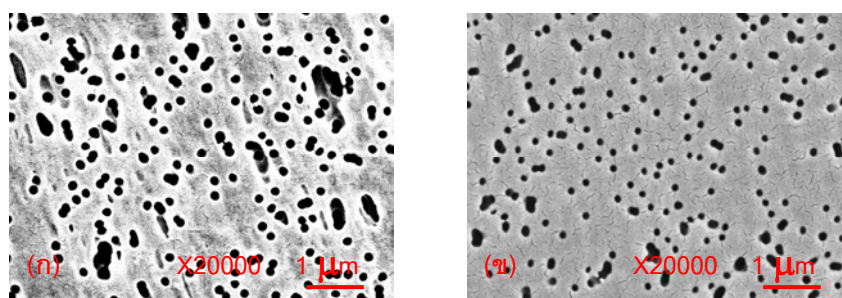
## บทที่ 4

### ผลและการอภิปรายผล

#### 4.1 การวิเคราะห์หาค่าความหนาแน่นของรูพรุน

##### 4.1.1 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนมาตรฐาน

แผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ใช้เป็นชนิด Isopore 0.2  $\mu\text{m}$  (Millipore, Ireland) นำมาถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน รุ่น JSM-5800LV (JEOL, Japan) แสดงลักษณะพื้นผิวด้านหน้า และด้านหลัง ดังภาพประกอบ 4.1 นำมาวิเคราะห์เพื่อหาความหนาแน่นด้วยโปรแกรมคาร์นอย (Carnoy) มีความหนาแน่นของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลังเท่ากับ  $5.63 \pm 0.07$  และ  $5.87 \pm 0.08$  รูต่อตารางไมโครเมตร ตามลำดับ



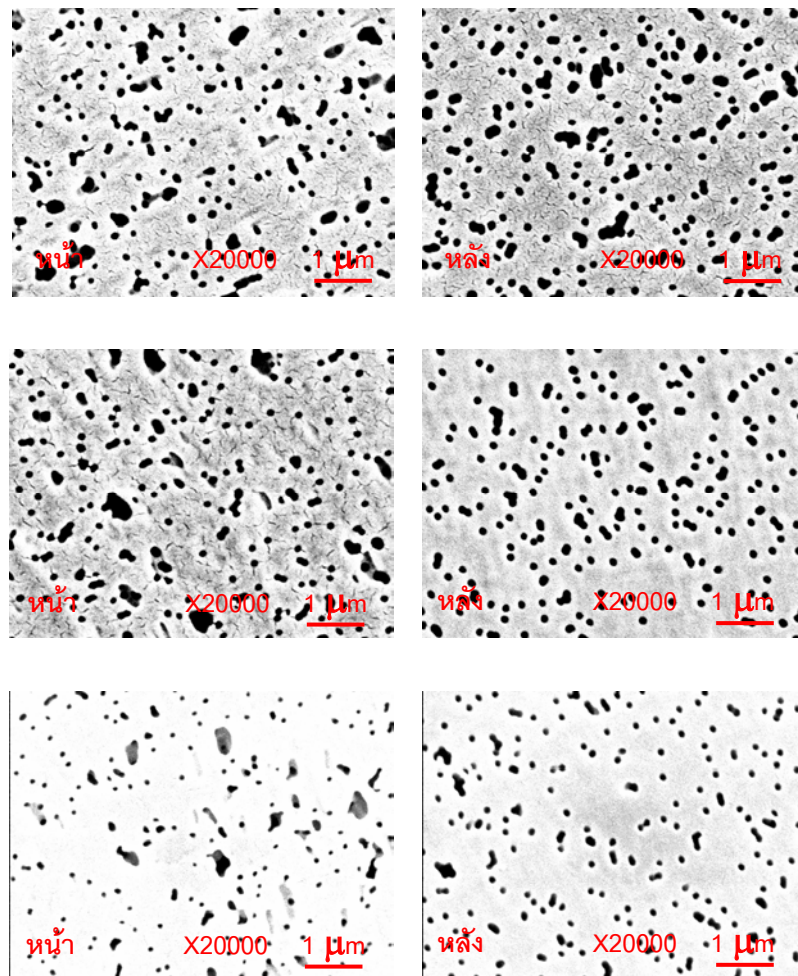
ภาพประกอบ 4.1 แผ่นเมมเบรนมาตรฐาน (ก) พื้นผิวด้านหน้า (ข) พื้นผิวด้านหลัง

##### 4.1.2 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่ผ่านการอบตามเงื่อนไขอุณหภูมิและเวลา

แผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ผ่านการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200, 210, 220 และ 225 องศาเซลเซียส ตามเงื่อนไขของเวลาต่าง ๆ นำมาถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM ไฟล์ข้อมูลภาพที่ได้ วิเคราะห์หาจำนวนรูพรุนที่ปรากฏด้วยโปรแกรมคาร์นอย (Carnoy) ในส่วนของภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM มีขนาดภาพด้านกว้างและด้านยาวเท่ากับ 4.95 และ 6.60 ไมโครเมตร ตามลำดับ สามารถคำนวณหาค่าความหนาแน่นของรูพรุนที่มีพื้นที่ 32.67 ตารางไมโครเมตร นี้ได้

#### 4.1.2.1 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิ 200°C

แผ่นเมมเบรนที่ผ่านการอบ นำไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM ดังภาพประกอบ 4.2 ในส่วนนี้ภาพถ่ายทั้งหมดจะรวบรวมไว้ในภาคผนวก (ก) เพื่อความสะดวกในการอธิบายผลการทดลอง ภาพที่ได้เป็นไฟล์ภาพในรูปแบบ bitmap image (bmp) นำมาวิเคราะห์เพื่อหาความหนาแน่นของรูพรุนด้วยโปรแกรมคาร์นอย (Carnoy) ดังตาราง 4.1



ภาพประกอบ 4.2 ภาพถ่าย SEM อบที่อุณหภูมิ 200°C เวลา (ก) 5 (ข) 250 (ค) 8500 นาที

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM ในภาพประกอบ 4.2 พบว่าลักษณะของพื้นผิวของแผ่นเมมเบรนด้านหน้าจะมีลักษณะของรูพรุนที่มีขนาดใหญ่และผิวขรุขระมากกว่าพื้นผิวด้านหลัง เช่นเดียวกับแผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ยังไม่ได้ผ่านการอบให้ความร้อน ในภาพประกอบ 4.1 ทำให้ความหนาแน่นของรูพรุนของพื้นผิวด้านหน้าน้อยกว่าพื้นผิวด้านหลัง เมื่อ

เปรียบเทียบกับแผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ไม่ผ่านการอบให้ความร้อน จากภาพประกอบ 4.1 ลักษณะของพื้นผิวของแผ่นเมมเบรนมีสภาพไม่แตกต่างกันมากนัก

ตาราง 4.1 ความหนาแน่นของรูพรุนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 200°C ที่เวลาต่าง ๆ

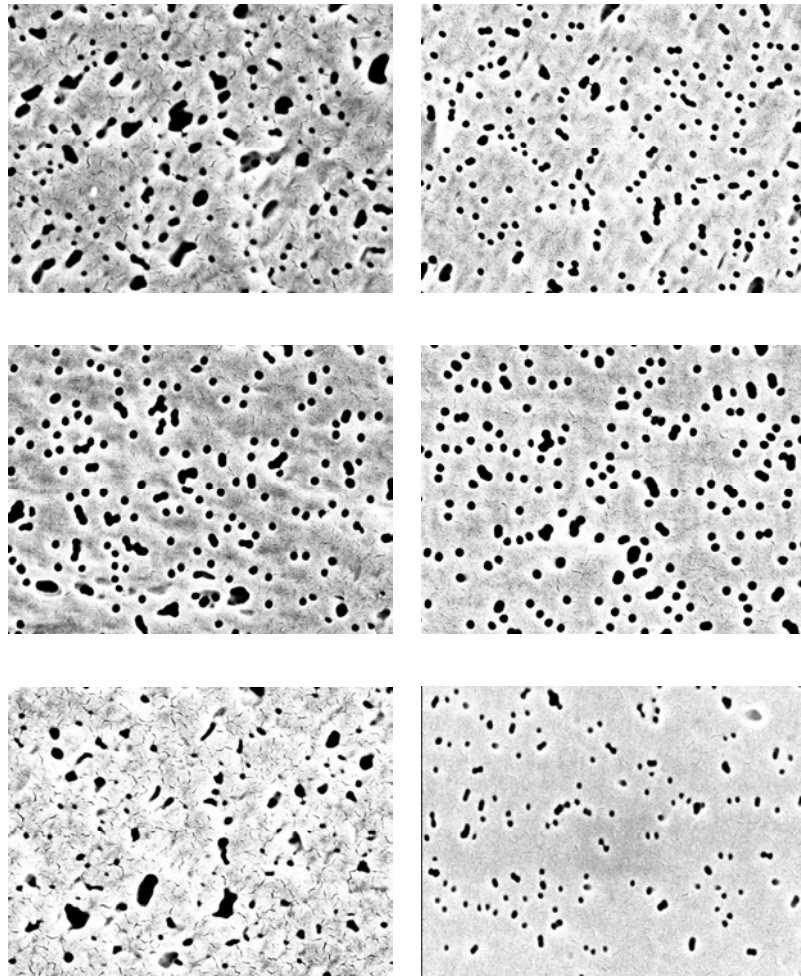
อุณหภูมิ (เซลเซียส)	เวลา (นาที)	จำนวนรูพรุน(รู)		ความหนาแน่น(รู/ตารางไมโครเมตร)	
		พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง	พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง
200	5	192.0±1.3	205.0±8.2	5.88±0.04	6.27±0.25
	150	184.0±1.3	198.5±2.0	5.63±0.04	6.08±0.06
	250	186.0±2.6	189.5±4.9	5.69±0.08	5.80±0.15
	550	183.5±6.2	191.0±4.2	5.62±0.19	5.85±0.13
	8500	164.5±6.2	175.0±4.2	5.04±0.19	5.36±0.13
	10000	151.0±1.3	161.5±4.9	4.62±0.04	4.94±0.15
	15000	144.5±4.9	159.5±3.3	4.42±0.04	4.88±0.10

จากตารางข้างบนนี้ ความหนาแน่นที่เวลา 5-250 นาที มีค่ามากกว่าความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน อาจเป็นเพราะเมื่อแผ่นเมมเบรนได้รับความร้อนในช่วงแรกจะเกิดการหดตัวของพื้นที่ทุกส่วน ทั้งส่วนที่มีรูพรุน และส่วนที่ไม่มีรูพรุนอยู่เลย รูพรุนเลยกระจุกตัวเข้ารวมกัน และความร้อนที่ได้รับในช่วงเวลาสั้น ๆ นี้ไม่สามารถทำให้รูพรุนบางส่วนที่มีขนาดเล็ก เกิดการสมานตัวอย่างสมบูรณ์ หรือหมดไปก่อนได้ จึงทำให้ความหนาแน่นของรูพรุนที่ได้มีค่ามากกว่าความหนาแน่นของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนมาตรฐาน

การสมานรอยของรูพรุนที่อุณหภูมิ 200°C พบว่าเวลาที่ทำให้เกิดการสมานรอยของรูพรุนเป็นไปอย่างช้า ๆ ต้องใช้เวลานานในการทดลองเพื่อทราบค่าความหนาแน่นที่เปลี่ยนแปลงได้ชัดเจน

#### 4.1.2.2 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิ 210°C

พื้นผิวของแผ่นเมมเบรนของการอบที่เวลาต่าง ๆ กัน ดังภาพประกอบ 4.3 พบความแตกต่างของสภาพพื้นผิวมากกว่าการอบที่ 200°C สภาพของรูพรุนมีขนาดเล็กลงอย่างชัดเจน ขนาดของรูพรุนที่ทดลองนี้ประกอบด้วยรูพรุนขนาดเล็ก ความหนาแน่นของรูพรุน ดังตาราง 4.2 พบว่าความหนาแน่นเริ่มลดลงอย่างชัดเจนเมื่อเวลาผ่านไป 300 นาที



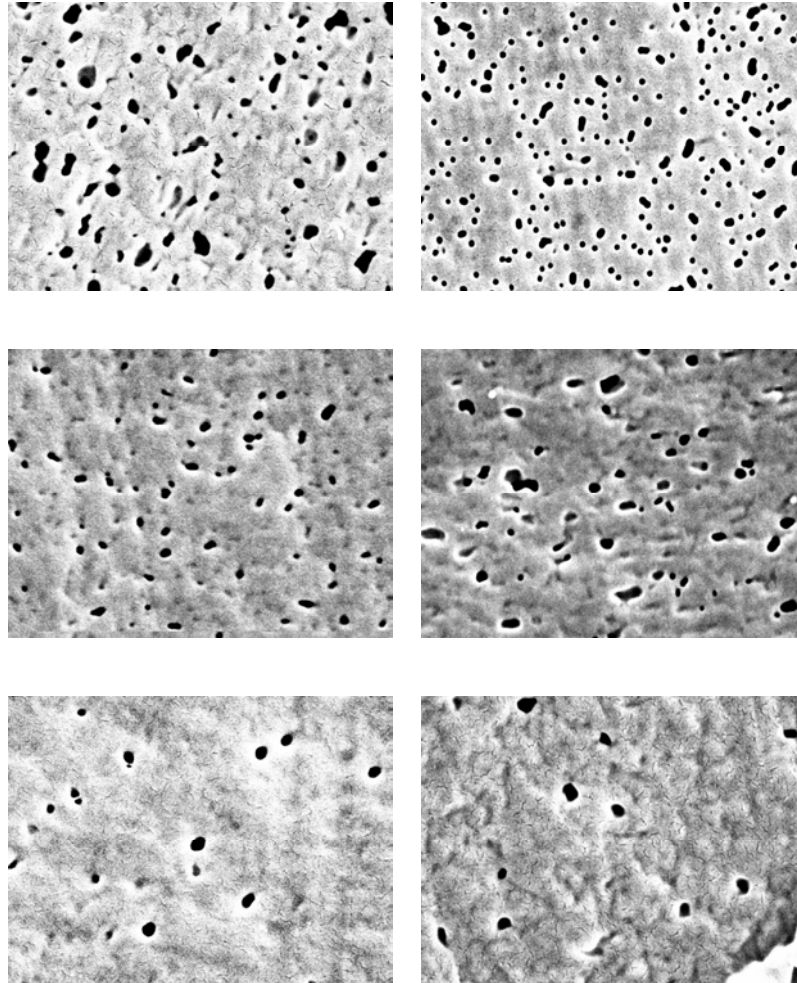
ภาพประกอบ 4.3 ภาพถ่าย SEM อบที่อุณหภูมิ 210°C เวลา (ก) 10 (ข) 300 (ค) 10000 นาที

ตาราง 4.2 ความหนาแน่นของรูพรุนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 210°C ที่เวลาต่าง ๆ

อุณหภูมิ (เซลเซียส)	เวลา (นาที)	จำนวนรูพรุน(รู)		ความหนาแน่น(รู/ตารางไมโครเมตร)	
		พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง	พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง
210	10	177.4±2.3	192.8±2.9	5.43±0.07	5.90±0.09
	40	179.7±3.6	192.8±2.3	5.50±0.11	5.90±0.07
	300	169.9±2.0	175.4±3.9	5.20±0.06	5.37±0.12
	700	160.1±5.2	169.9±4.2	4.90±0.16	5.20±0.13
	4000	143.7±6.5	147.0±5.9	4.40±0.20	4.50±0.18
	8000	133.9±4.2	143.9±2.6	4.10±0.13	4.40±0.08
	10000	119.0±5.6	131.0±3.9	3.64±0.17	4.01±0.12

#### 4.1.2.3 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิ 220°C

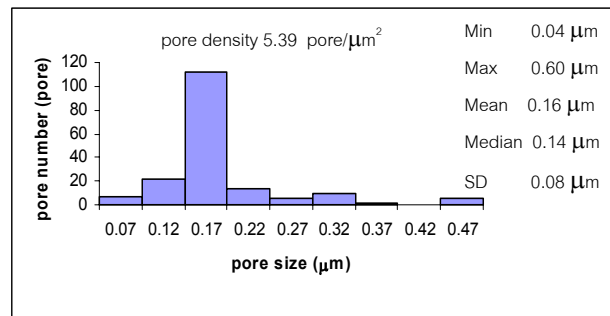
จากภาพถ่าย SEM ดังภาพประกอบ 4.4 รูปพูนเมื่อให้ความร้อนไม่นานนัก ประมาณ 5 นาที การเปลี่ยนแปลงขนาดของรูปพูนเมื่อเกิดการสมานรอยสามารถมองเห็นได้ชัดเจน



ภาพประกอบ 4.4 ภาพถ่าย SEM อบที่อุณหภูมิ 220°C เวลา (ก) 5 (ข) 1000 (ค) 9000 นาที

รูปพูนขนาดเล็กในช่วง 0.05-0.16  $\mu\text{m}$  ดังภาพประกอบ 4.5 ซึ่งมีจำนวนไม่มากนัก ส่วนใหญ่จะสมานตัวหมดไปได้ดีในช่วงอุณหภูมิ 200 และ 210 °C โดยที่อุณหภูมิ 200 °C ต้องใช้เวลานานกว่า แต่ไม่สามารถสมานตัวจนหมดได้ในขนาดรูปพูนเฉลี่ยในช่วง 0.17-0.47  $\mu\text{m}$  จึงพบว่าความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนลดลงไม่มากนัก แม้ใช้เวลาในการให้ความร้อนนาน (ช่วงประมาณ 5-10000 นาที) ส่วนการสมานตัวที่อุณหภูมิ 220 °C พบว่าขนาดรูปพูนที่มีขนาดรู

พอร์นเฉลี่ยในช่วง 0.17-0.47  $\mu\text{m}$  เริ่มเกิดการสμανตัวจนหมดไปบางส่วนแล้วในช่วงเวลาเริ่มแรกไม่นานนัก ดังรายละเอียดความหนาแน่นของรูพอร์นในตาราง 4.3 เมื่อให้ความร้อนเป็นเวลานานถึง 9000 นาที การสมานรอยเกือบเสร็จสิ้นโดยสมบูรณ์



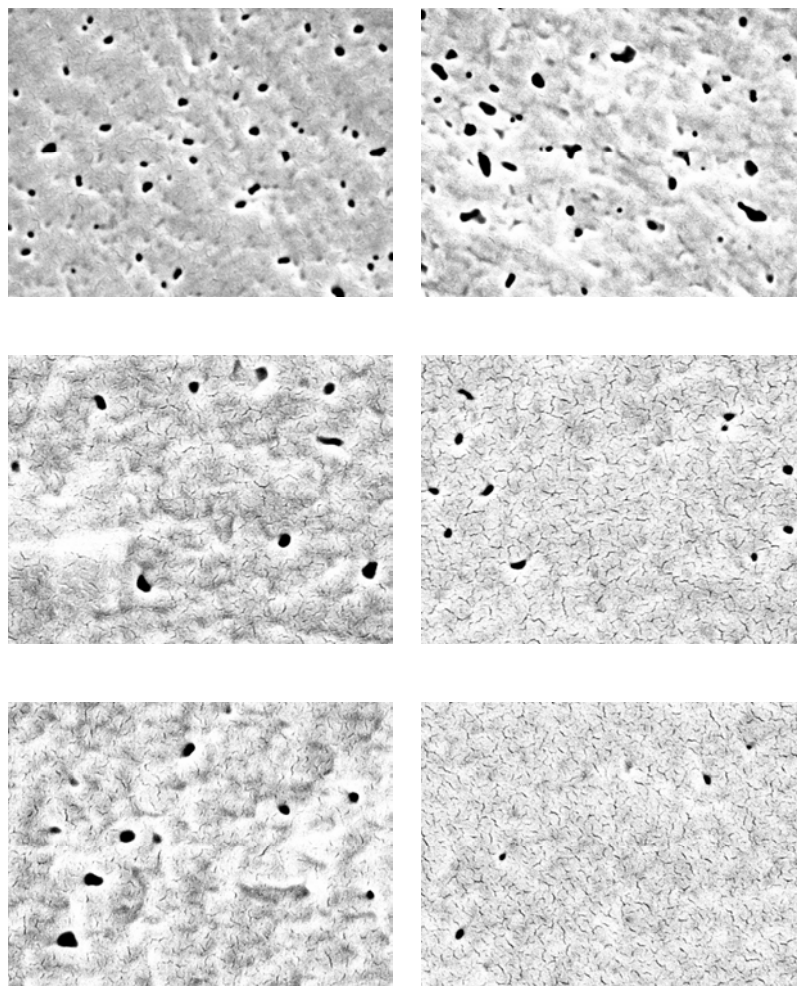
ภาพประกอบ 4.5 การกระจายตัวของขนาดของรูพอร์น

ตาราง 4.3 ความหนาแน่นของรูพอร์นที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 220°C ที่เวลาต่าง ๆ

อุณหภูมิ (เซลเซียส)	เวลา (นาที)	จำนวนรูพอร์น(รู)		ความหนาแน่น(รู/ตารางไมโครเมตร)	
		พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง	พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง
220	5	101.9±3.6	107.8±7.5	3.12±0.11	3.30±0.23
	40	79.7±3.9	81.7±7.8	2.44±0.12	2.50±0.24
	50	71.9±2.9	75.1±4.2	2.20±0.09	2.30±0.13
	1000	65.3±4.2	68.9±5.9	2.00±0.13	2.11±0.18
	5000	35.9±3.9	39.2±4.9	1.10±0.12	1.20±0.15
	8000	13.7±4.9	16.3±2.0	0.42±0.15	0.50±0.06
	9000	16.3±7.2	19.6±3.3	0.50±0.22	0.60±0.10

#### 4.1.2.4 ความหนาแน่นของแผ่นเมมเบรนที่อุณหภูมิ 225°C

ที่อุณหภูมิ 225°C การสमानรอยเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วมาก ใช้เวลาประมาณ 800 นาที การสमानรอยก็เกือบเสร็จสิ้นโดยสมบูรณ์ ดังภาพประกอบ 4.6

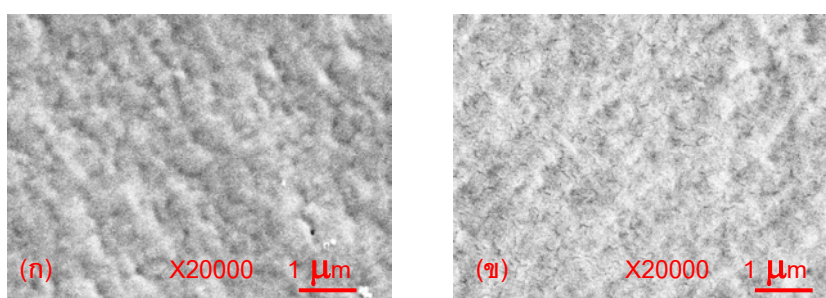


ภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่าย SEM อบที่อุณหภูมิ 225°C เวลา (ก) 20 (ข) 500 (ค) 752 นาที

ตาราง 4.4 ความหนาแน่นของรูพรุนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 225 °C ที่เวลาต่าง ๆ

อุณหภูมิ (เซลเซียส)	เวลา (นาที)	จำนวนรูพรุน(รู)		ความหนาแน่น(รู/ตารางไมโครเมตร)	
		พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง	พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง
225	20	41.5±6.2	48.5±6.2	1.27±0.19	1.48±0.19
	200	17.0±14.0	21.0±12.4	0.52±0.43	0.64±0.38
	400	12.5±2.0	13.0±6.9	0.38±0.06	0.40±0.21
	490	11.5±3.3	19.0±12.4	0.35±0.10	0.58±0.38
	500	9.0±0.0	10.0±1.3	0.28±0.00	0.31±0.04
	600	5.5±0.7	7.5±0.7	0.17±0.02	0.23±0.02
	752	5.5±2.0	5.0±5.6	0.17±0.06	0.15±0.17
	800	4.5±3.3	2.5±0.7	0.14±0.10	0.08±0.02

ความหนาแน่นของรูพรุนที่วัดได้ที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นเฉลี่ยแต่ละอุณหภูมิที่ทำการทดลอง พบว่าแนวโน้มความหนาแน่นของรูพรุนที่เวลาต่าง ๆ จะลดลงเมื่อให้ความร้อนเป็นเวลานานมากขึ้น แสดงว่าที่เวลาเพิ่มมากขึ้น การสमानรอยยิ่งเกิดมากขึ้นด้วย จนกระทั่งเวลาที่มากพอค่าหนึ่ง การสमानรอยจะเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ กล่าวคือรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนจะสमानตัวจนหมดไป ดังภาพประกอบ 4.7



ภาพประกอบ 4.7 การสमानรอยเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ ที่อุณหภูมิ 225 °C เวลา 1200 min

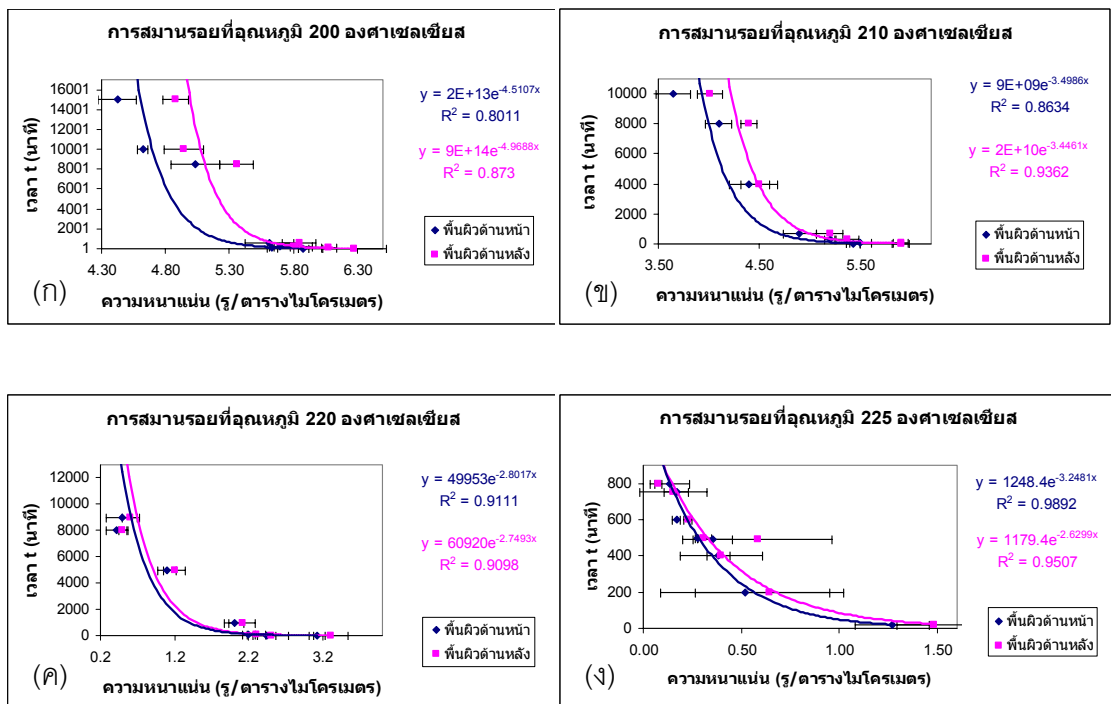
(ก) พื้นผิวด้านหน้า (ข) พื้นผิวด้านหลัง

แนวโน้มความหนาแน่นของรูพรุนที่ให้ความร้อนด้วยเวลาใกล้เคียงกัน พบว่าความหนาแน่นของรูพรุนจะลดลงมากขึ้น ถ้าให้ความร้อนด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า เช่น อบที่อุณหภูมิ 210 °C ที่เวลา 40 นาที มีความหนาแน่นของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลังเท่ากับ  $5.50 \pm 0.11$  และ



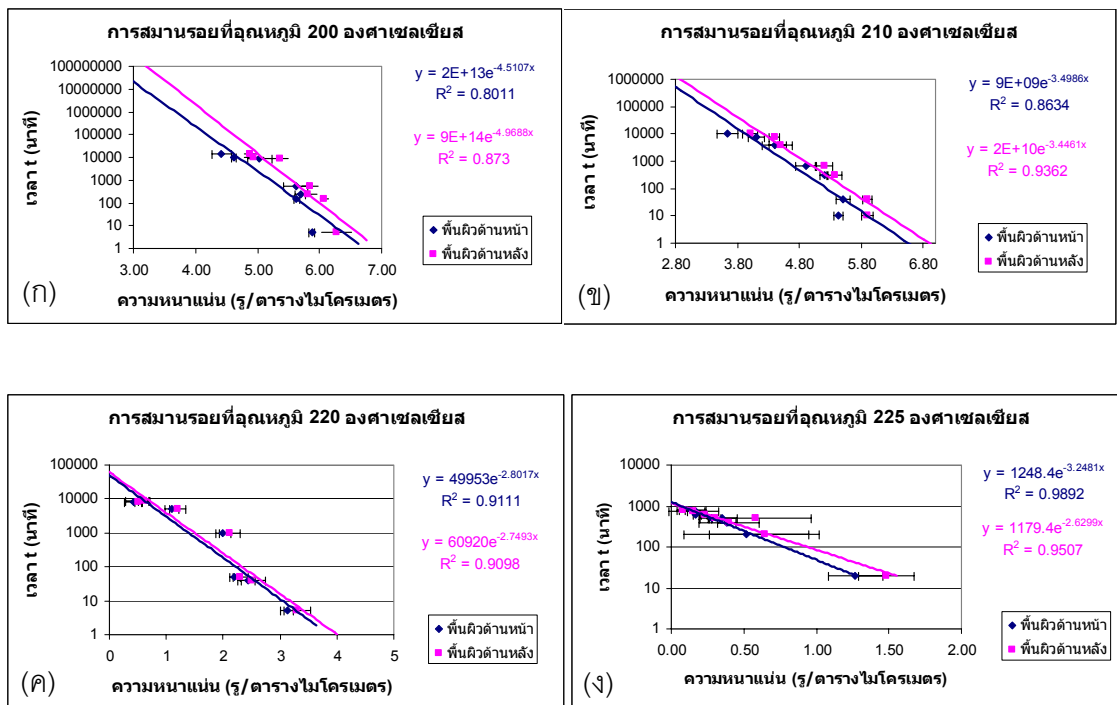
5.90±0.07 รูต่อตารางไมโครเมตร ตามลำดับ แต่เมื่ออบที่อุณหภูมิ 220 °C ที่เวลาเดียวกัน พบว่ามีความหนาแน่นของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลังเท่ากับ 2.44±0.12 และ 2.50±0.24 รูต่อตารางไมโครเมตร ซึ่งมีค่าความหนาแน่นของรูพูนน้อยกว่า แสดงว่า อุณหภูมิที่มากขึ้นส่งผลให้การสมานรอยของรูพูนเกิดขึ้นมากด้วยเช่นกัน

พิจารณาคูณหภูมิแต่ละอุณหภูมิที่ใช้ในการอบ พบว่าเวลาที่ใช้ในการอบจากเวลาน้อยไปสู่เวลาที่มากขึ้นนั้น การสมานรอยที่เกิดขึ้นส่งผลให้ความหนาแน่นของรูพูนมีค่าน้อยลงไป การลดลงของความหนาแน่นของรูพูนเมื่อเวลาเพิ่มมากขึ้นนั้น สอดคล้องกับข้อมูลในรูปแบบของเอ็กซ์โพเนนเชียล (exponential) ซึ่งความสัมพันธ์นี้แสดงไว้ในภาพประกอบ 4.8



ภาพประกอบ 4.8 กราฟเอ็กซ์โพเนนเชียล (ก) 200°C (ข) 210°C (ค) 220°C (ง) 225°C

สามารถนำความสัมพันธ์ของข้อมูลในรูปแบบของเอ็กซ์โพเนนเชียล (exponential) มาแสดงในลักษณะของสมการเส้นตรงได้ด้วยมาตราส่วนลอการิทึม (logarithm) ดังภาพประกอบ 4.9 ซึ่งมีประโยชน์มากสำหรับการคาดคะเนถึงแนวโน้มของการทดลองที่ไม่สามารถทำการทดลองได้เพราะขีดจำกัดเรื่องเวลาในการทดลองนั่นเอง



ภาพประกอบ 4.9 กราฟลอการิทึม (ก) 200°C (ข) 210°C (ค) 220°C (ง) 225°C

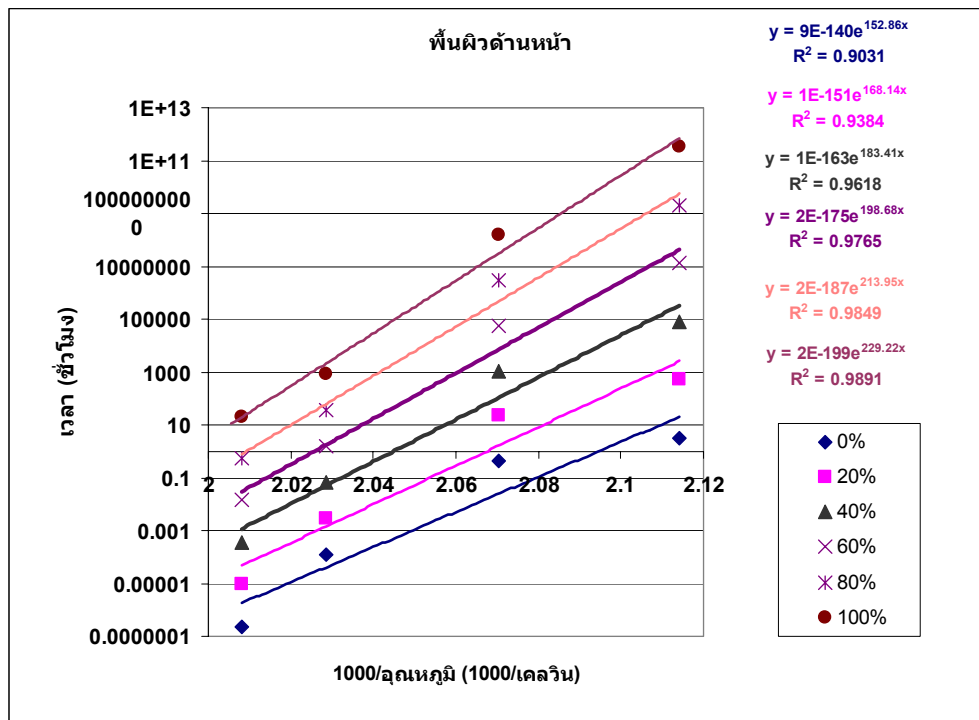
ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตที่ใช้ในการทดลองเปรียบเทียบกับระยะเวลาที่ให้ความร้อนแก่แผ่นเมมเบรนดังกล่าว พบว่าระยะเวลาที่ใช้ในการสมานรอยเพื่อที่จะทำให้การสมานรอยของรูพรุนเสร็จสิ้นสมบูรณ์ กล่าวคือไม่มีจำนวนรูพรุนอีกต่อไป คำนวณโดยสมการที่ได้จากการพล็อตกราฟลอการิทึม เช่นที่อุณหภูมิ 225°C สมการที่ได้จากการพล็อตกราฟคือ  $y = 1248.4e^{-3.2481x}$  และ  $y = 1179.4e^{-2.6299x}$  ของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลัง โดยตัวแปร x คือค่าความหนาแน่น และ y คือ เวลาที่ใช้ในการสมานรอย พบว่าจะใช้เวลาสมานรอยเสร็จสิ้นสมบูรณ์เป็นระยะเวลา 1248.4 นาที และ 1179.4 นาที ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 200, 210, 220°C สำหรับพื้นผิวด้านหน้า ใช้เวลาสมานรอยเสร็จสิ้นสมบูรณ์ เป็นระยะเวลา  $9 \times 10^{14}$ ,  $2 \times 10^{10}$ , 49953 นาที ตามลำดับ ส่วนพื้นผิวด้านหลัง ใช้เวลาสมานรอยเสร็จสิ้นสมบูรณ์ เป็นระยะเวลา  $2 \times 10^{13}$ ,  $9 \times 10^9$ , 60920 นาที ตามลำดับ

## 4.2 การหาค่าเปอร์เซ็นต์การสमानรอย

แสดงเวลาที่ใช้ในการสमानรอยของรูปพุนที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยเปรียบเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ของการสमानรอย เริ่มต้นจากการสमानรอยไม่เกิดขึ้นจนกระทั่งการสमानรอยเสร็จสิ้นอย่างสมบูรณ์ ตัวอย่างเช่น ที่อุณหภูมิ 200°C จากการทดลองสามารถหาความสัมพันธ์ในรูปแบบกราฟเอ็กซ์โพเนนเชียล (exponential) ดังภาพประกอบ 4.3 (ก) สำหรับพื้นผิวด้านหน้า จะได้สมการ  $y = 2 \times 10^{13} e^{-4.5107X}$  โดย y คือค่าของเวลา ส่วนตัวแปร x คือความหนาแน่นของรูปพุน จากนั้นถ้าต้องการหาเวลาที่ใช้ในการสमानรอยที่ 20% ให้นำความหนาแน่นของรูปพุนของแผ่นเมมเบรนมาตรฐานที่ไม่ผ่านการอบเป็นค่าเริ่มต้น ซึ่งมีค่าเท่ากับ 5.63 รูต่อตารางไมโครเมตร มาเทียบส่วนกับ 20% พบว่าความหนาแน่นที่ได้มีค่าเท่ากับ 4.50 รูต่อตารางไมโครเมตร นำมาแทนค่า x ในสมการข้างต้นจะได้เวลาที่ใช้ในการสमानรอยที่ 20% ในส่วนของค่าเวลาที่ใช้ในการสमानรอยที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่คำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์ของการสमानรอยนั้นแสดงไว้ในตาราง 4.5 ดังนี้

ตาราง 4.5 แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสमानรอยจากเริ่มต้นจนสमानรอยหมดของพื้นผิวด้านหน้า

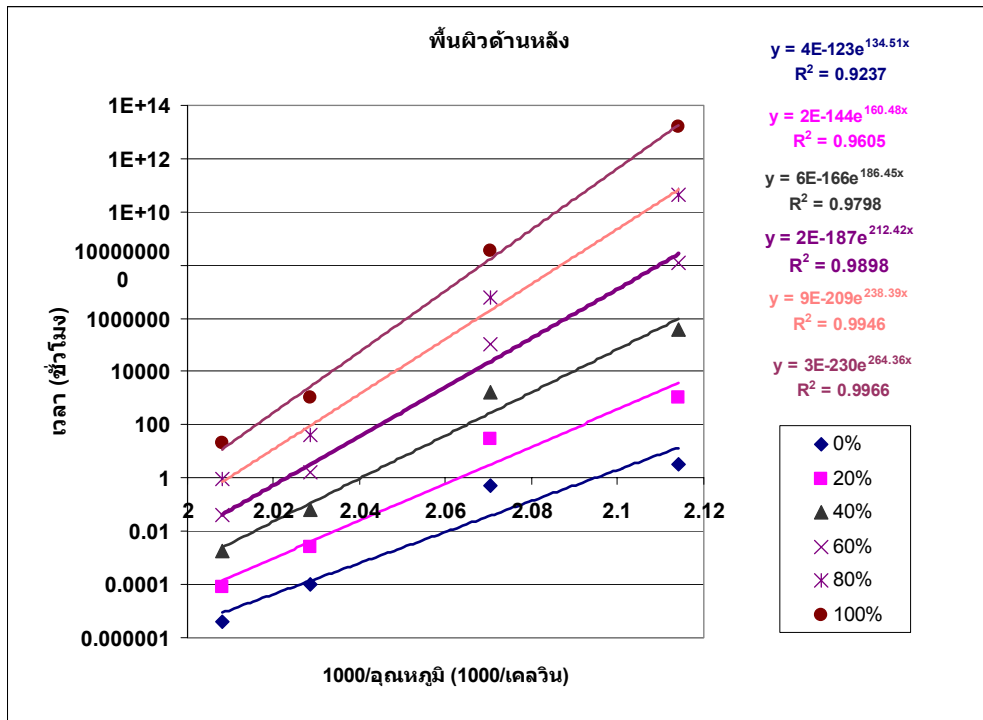
อุณหภูมิ (เซลเซียส)	เวลาที่ใช้ในการสमानรอย(ชั่วโมง)ของพื้นผิวด้านหน้า					
	0%	20%	40%	60%	80%	100%
200	3.08	497.06	$7.99 \times 10^4$	$1.28 \times 10^7$	$2.07 \times 10^9$	$3.33 \times 10^{11}$
210	0.41	21.38	1100.49	56635.43	$2.91 \times 10^6$	$1.50 \times 10^8$
220	0.00011	0.0027	0.060	1.51	35.46	832.55
225	$2.36 \times 10^{-7}$	$9.17 \times 10^{-6}$	0.00035	0.013	0.53	20.80



ภาพประกอบ 4.10 แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสมานรอยจากเริ่มต้นจนสมานรอยหมดของพื้นผิวด้านหน้า

ตาราง 4.6 แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสมานรอยจากเริ่มต้นจนสมานรอยหมดของพื้นผิวด้านหลัง

อนุภาค (เซลล์เซียส)	เวลาที่ใช้ในการสมานรอย(ชั่วโมง)ของพื้นผิวด้านหลัง					
	0%	20%	40%	60%	80%	100%
200	3.11	$1.07 \times 10^3$	$3.68 \times 10^5$	$1.27 \times 10^8$	$4.36 \times 10^{10}$	$1.50 \times 10^{13}$
210	0.53	30.64	1760.08	$1.01 \times 10^5$	$5.80 \times 10^6$	$3.33 \times 10^8$
220	$9.76 \times 10^{-5}$	0.0024	0.062	1.58	40.10	1015.33
225	$3.81 \times 10^{-6}$	$8.39 \times 10^{-5}$	0.0018	0.040	0.89	19.65



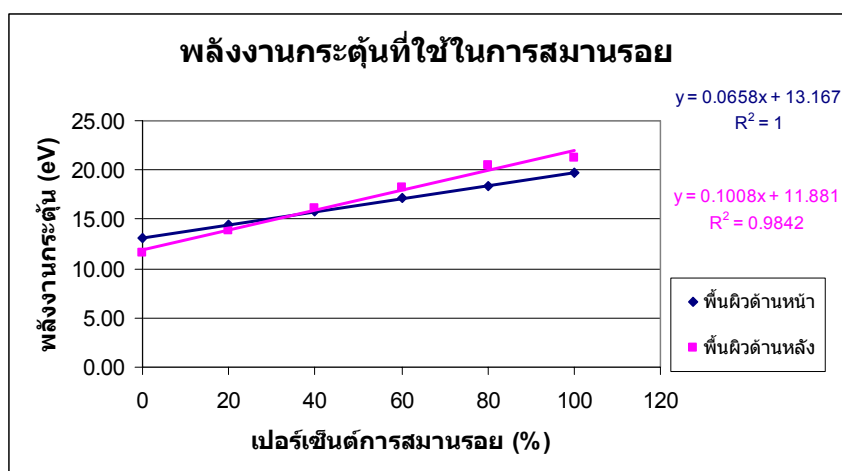
ภาพประกอบ 4.11 แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสมานรอยจากเริ่มต้นจนสมานรอยหมดของพื้นผิวด้านหลัง

### 4.3 ค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสมานรอยอนุภาค ( $E_{act}$ )

ค่าพลังงานกระตุ้น ( $E_{act}$ ) หาได้จากสมการบนแผนภูมิที่แสดงมาตรฐานลอการิทึม (logarithm) เช่น  $y = 2 \times 10^{-199} e^{229.22x}$  ของพื้นผิวด้านหน้า ที่การสมานตัว 100 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 4.7 เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับสมการโบลส์มานส์  $t = Ae^{(E_{act}/kT)}$  สามารถหาค่าพลังงานกระตุ้น ( $E_{act}$ ) ได้ดังนี้คือ  $\frac{E_{act}}{k} = 229.22$  โดย  $k$  คือค่าคงที่ของโบลส์มานส์ มีค่าเท่ากับ  $1.381 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$  และ  $1\text{eV}$  มีค่าเท่ากับ  $1.60217646 \times 10^{-19}$  จูล ดังนั้น  $E_{act}$  ที่หาได้จากความสัมพันธ์เชิงคณิตศาสตร์นี้มีค่าเท่ากับ  $19.74 \text{ eV}$  ดังนั้นถ้าจะสมานรอยจนเสร็จสิ้นสมบูรณ์จะต้องใช้พลังงานกระตุ้นเท่ากับ  $19.74 \text{ eV}$  จากการคำนวณนี้ก็สามารถหาค่าพลังงานกระตุ้น ( $E_{act}$ ) ที่เปอร์เซ็นต์ต่าง ๆ ของการสมานรอยของรูปหุ่นบนพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลังได้ดังตาราง 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ ดังนี้

ตาราง 4.7 แสดงค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสลายอนุภาคจากเริ่มต้นจนสลายตัวหมดของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลัง

เปอร์เซ็นต์การสลายตัว (%)	$E_{act}$ (eV)	
	พื้นผิวด้านหน้า	พื้นผิวด้านหลัง
0	13.17	11.59
20	14.48	13.82
40	15.80	16.06
60	17.11	18.30
80	18.43	20.53
100	19.74	21.22



ภาพประกอบ 4.12 แสดงพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสลายของรูพรุนจากเริ่มต้นจนกระทั่งสลายเสร็จสิ้น

## บทที่ 5

### สรุปผลและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผล

ผลจากการศึกษาการสमानรอยของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ที่มีขนาดความกว้างของรูพรุนเฉลี่ย 0.2 ไมโครเมตร มีความหนาแน่นของพื้นผิวด้านหน้าและพื้นผิวด้านหลังเฉลี่ย 5.63 และ 5.87 รูต่อตารางไมโครเมตร ตามลำดับ โดยใช้ความร้อนจากเตาอบที่มีอุณหภูมิเริ่มจากอุณหภูมิห้อง ซึ่งจากการศึกษาเบื้องต้นพบว่า อุณหภูมิตั้งแต่ 200 องศาเซลเซียสขึ้นไป จะเริ่มส่งผลต่อการสमानรอยของรูพรุนให้มีขนาดเล็กลงอย่างมีนัยสำคัญ จึงเริ่มศึกษาในลักษณะเจาะลึกตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ขึ้นไป ทำการอบด้วยช่วงระยะเวลาต่าง ๆ เพื่อศึกษาอัตราการเปลี่ยนแปลงขนาดความกว้างของรูพรุนเฉลี่ยบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนต ดังกล่าวอย่างต่อเนื่อง จนกระทั่งขนาดของรอยสमानเกือบสมบูรณ์ ผลจากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ (T) ที่ใช้ในการอบแผ่นเมมเบรนกับระยะเวลา (t) ที่ใช้ในการอบแผ่นเมมเบรนดังกล่าว ทำให้เราสามารถหาค่าพลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสमानรอยอนุภาค ( $E_{act}$ ) ได้ จากค่าความชันของกราฟคู่ด้วยค่าคงที่ของโบลซ์มานส์ (k) พบว่ายิ่งต้องการให้สัดส่วนการสमानรอยเกิดขึ้นมากเท่าใดหรือเกิดการสमानรอยจนสมบูรณ์ จำเป็นต้องใช้พลังงานกระตุ้น ( $E_{act}$ ) มากขึ้นด้วย ผลของการศึกษาพบว่าเวลาที่ใช้ในการสमानรอยจนสมบูรณ์ที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิ (หน่วยองศาเซลเซียส) ในการอบทั้งด้านหน้าและด้านหลังของแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตดังสมการ  $tf_{in} = 9 \times 10^{-140} e^{152.86T^{-1}}$ ,  $tf_{out} = 2 \times 10^{-199} e^{229.22T^{-1}}$  และ  $tb_{in} = 4 \times 10^{-123} e^{134.51T^{-1}}$ ,  $tb_{out} = 3 \times 10^{-230} e^{264.36T^{-1}}$  ตามลำดับ ในการสमानรอยจนสมบูรณ์ไม่ว่าจะใช้อุณหภูมิในการอบสูงมากเท่าใดก็ตาม จะต้องใช้เวลาไม่น้อยกว่าค่าขีดจำกัด (threshold) ของพื้นผิวด้านหน้าและด้านหลัง เท่ากับ  $9 \times 10^{-140}$  และ  $4 \times 10^{-123}$  ชั่วโมง ตามลำดับ แผ่นเมมเบรนทั้ง 2 ด้านมีลักษณะแตกต่างกัน โดยที่ พื้นผิวด้านหน้าจะมีลักษณะผิวขรุขระ และขนาดรูพรุนใหญ่กว่าพื้นผิวด้านหลัง ทำให้ความหนาแน่นของรูพรุนของพื้นผิวด้านหน้ามีจำนวนน้อยกว่าพื้นผิวด้านหลังด้วย ดังนั้นจากการทดลองจึงพบว่า พลังงานกระตุ้นที่ใช้ในการสमानรอยของพื้นผิวด้านหน้าจึงน้อยกว่าพื้นผิวด้านหลัง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาการสमानรอยของรูปหุ่นบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตที่มีขนาดอื่น ๆ นอกเหนือจากขนาด 0.2 ไมโครเมตร

2. ตำแหน่งการยึดแผ่นเมมเบรนด้วยด้ายกับแท่นยึด ควรมีความสูง และอยู่ระหว่างเสาของแท่นยึดที่เท่ากันทุกครั้ง ตลอดจนตำแหน่งการวางแผ่นเมมเบรนที่ยึดกับแท่นยึดแล้วในเตาอบนั้น ควรอยู่ตำแหน่งเดียวกันทุกครั้งที่ทดลอง เพื่อให้ความคลาดเคลื่อนเกิดขึ้นน้อยที่สุด

3. ในการยึดแผ่นเมมเบรนควรระมัดระวังถึงอิทธิพลในด้านการนำความร้อนของวัสดุที่นำมาใช้ยึดแผ่นเมมเบรน

4. ศึกษาการสमानรอยในแผ่นเมมเบรนชนิดอื่น ๆ เปรียบเทียบ



### บรรณานุกรม

- ธวัช ชิตตระการ. 2541. การตรวจและการวัดรังสี. กรุงเทพฯ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- นิวัฒน์ ตะโพนทอง. 2530. "การถ่ายภาพด้วยนิวตรอนโดยเทคนิคแตรีก - เอตซ์", วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต สาขานิวเคลียร์เทคโนโลยี มหาวิทยาลัยจุฬาลงกรณ์.
- เวคิน นพินิตย์. 2527. จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน. กรุงเทพฯ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สุนารี บดีพงษ์. 2546. "การพัฒนากระบวนการผลิตรูพรูในระดับไมโครบนแผ่นพอลิคาร์บอเนต โดยเทคนิคทางนิวเคลียร์", วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- Abdel - Naby, A.A. and El - Akkad, F.A. 2001. "Effect of Track Etch Rate on Geometric Track Characteristics for Polymerivc track detector", Radiation Measurements. 33 (2001), 145 - 150.
- Crowley, K.D. 1991. "Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluorapatite", Geochimica et Cosmochimica Acta. 55 (1991), 1449-1465.
- Enge, W. 1980. "Introduction to Plastic Nuclear Track Detectors", Nuclear Track. 4 (1980), 283-308.
- Ferain, E. and Legras, R. 1997. "Charaterisation of Nanoporous Particle Track Etched Membrane", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 131 (1997), 97-102.

Flescher, P.B. and Walker, R.M. 1975. Nuclear in Solid : Principles and Application.

England : University of California Press.

Goswami, J.N., Jha, R. and Lal, D. 1984. "Quantitative treatment of annealing of charged particle tracks in common minerals", Earth and Planetary Science Letters. 71 (1984), 120-128.

FLNR. 2000. Track Etch Technique in Membrane Technology. (online). available from <http://159.93.28.88/exh/index-apelintall.html>. [29 November 2007].

Katholieke Universiteit Leuven. 2005. General Description of Program Carnoy. (online). available from <http://bio.kuleuven.be/sys/carnoy>. [].

Structure Probe. 2007. Polycarbonate Membrane Filters. (online). available from [http://www.2spi.com/catalog/spec\\_prep/filter3.html](http://www.2spi.com/catalog/spec_prep/filter3.html). [29 November 2007].

General Electric Company. 1997. PC Filters Polycarbonate Track-Etch Membrane. (online). available from <http://www.osmonics.com/products/Page97.htm>. [].

Ione, M. Yamazaki, Paterson, R. and Geraldo, L.P. 1996. "A New Generation of Track Etched Membrane for Microfiltration and Ultrafiltration Part I Preparation and Characterisation", Journal of Membrane Science. 118 (1996), 239-245.

James, K. and Durrani, S.A. 1988. "The registration-temperature dependence of heavy-ion track-etch rates and annealing sensitivity in crystals: implications for cosmic ray identification and fission track dating of meteorites", Earth and Planetary Science Letters. 87 (1988), 229-236.

Jain, R.K., Randhawa, G.S., Bose, S.K. and Virk, H.S. 1998. "Etching and Annealing

Kinetics of U-238 Ion Track in Makrofol-N plastic”, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 140 (1998), 367-372.

Jain, R.K., Randhawa, G.S., Bos, S.K. and Virk, H.S. 1998. “Study of Etching and Annealing Characteristics of U - 238 Ion in Trifol - TN Polycarbonate”, Journal of Applied Physics D. 31 (1998), 328-333.

Jean-Pierre C. 1997. “A Molecular Model to Evaluate the Impact of Aging on Space Charge in Polymer Dielectrics”, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. 4 (1997), 487-489.

Farid, S. M. 1993. “Study of  $^{132}_{54}\text{Xe}$  -Ion Track in Makrofol-E Polycarbonate Plastic Track Detector”, Journal of Islamic Academy of Sciences. 6 (1993), 168-169.

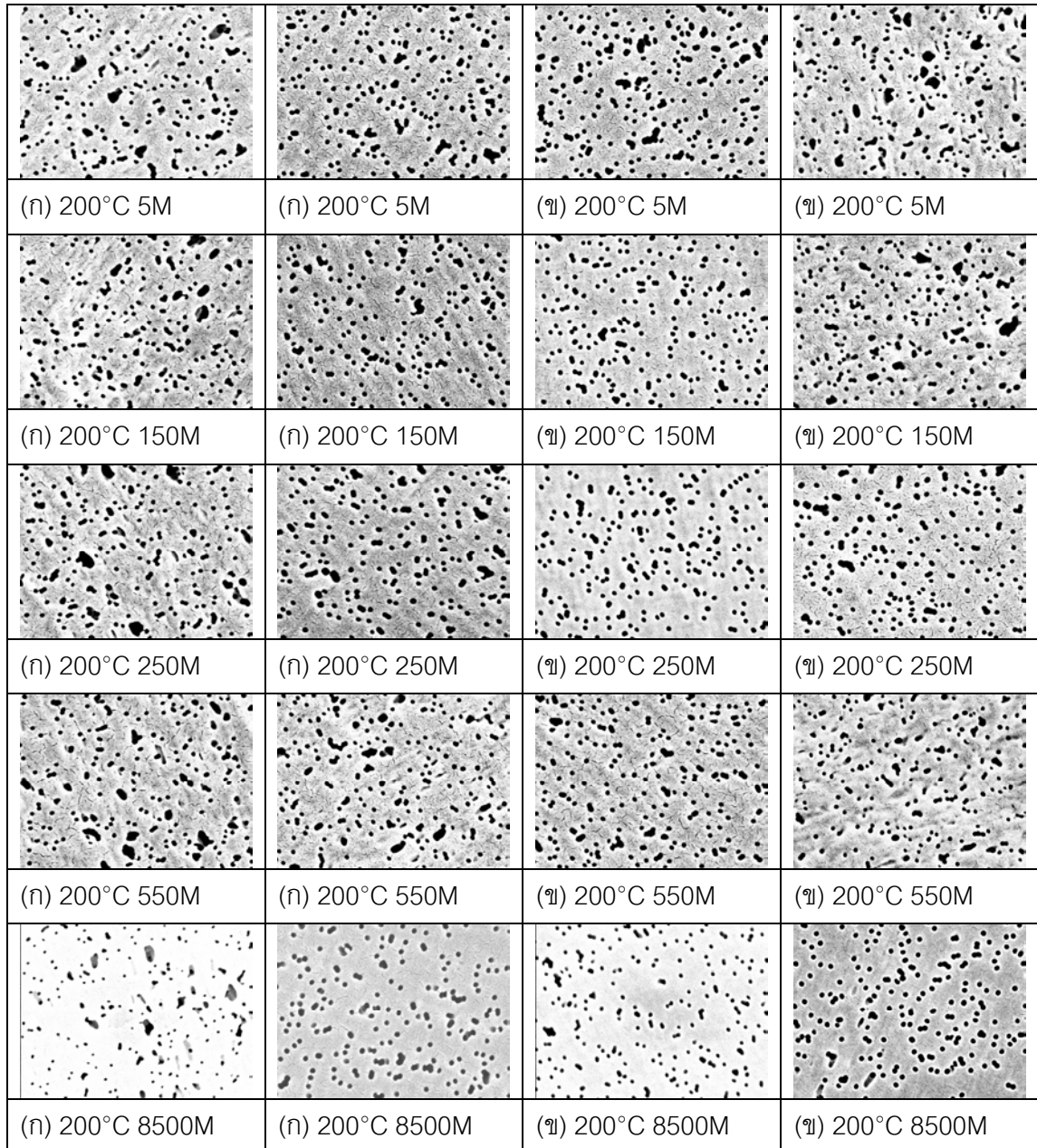
Vilensky, A.I., Nickolsky, E.E., Vlasov S.V. and Mchedlishvili, B.V. 1995. “Properties of Polycarbonate Irradiated by Heavy Ion. Peculiarities of Etching”, Radiation Measurements. 25 (1995), 715-716.

Weast, R.C. 1976, Hand book of chemistry and physics.

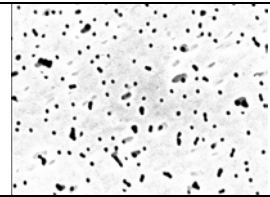
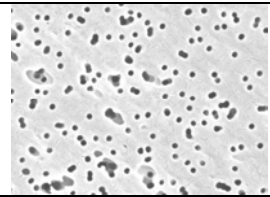
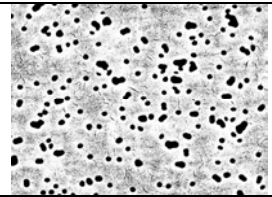
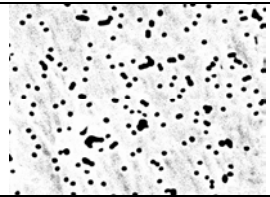
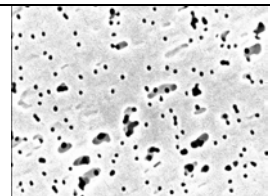
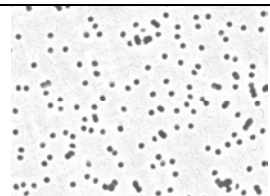
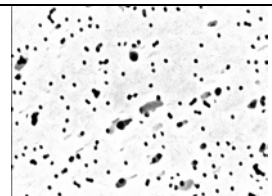
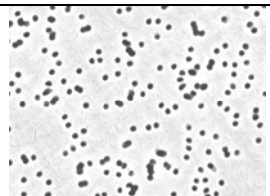
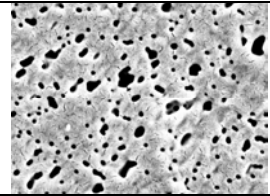
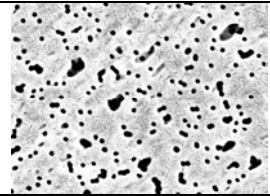
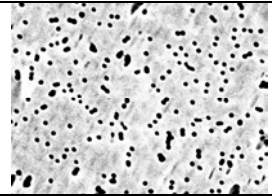
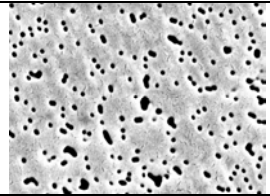
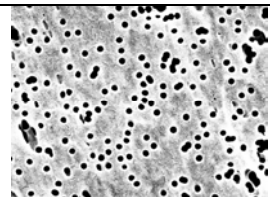
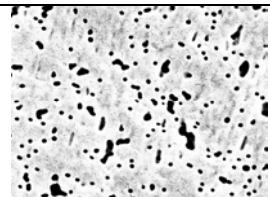
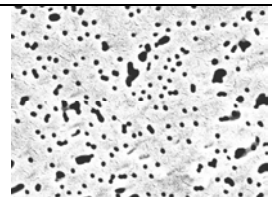
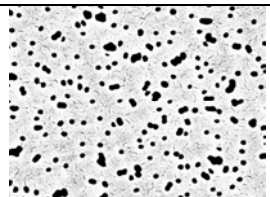
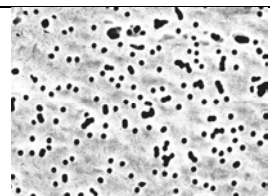
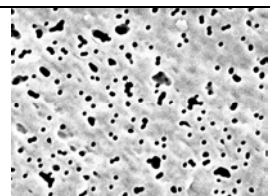
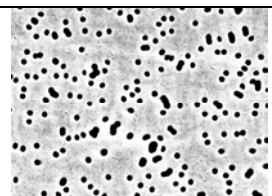
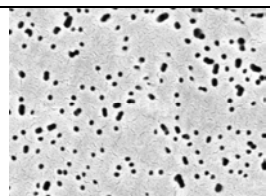
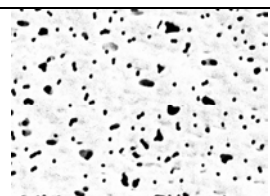
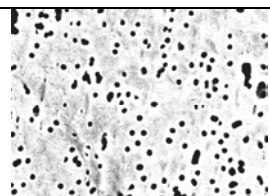
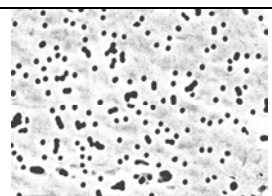
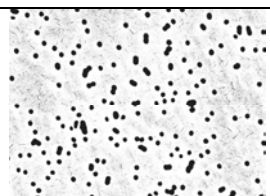
Yunus, A., Cengel., Michael A. and Boles. 1998. Thermodynamics: An Engineering Approach, 3/ED. New York : The McGraw-Hill Companies.

## ภาคผนวก

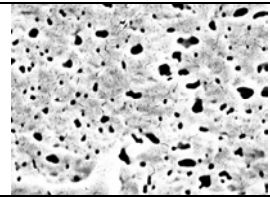
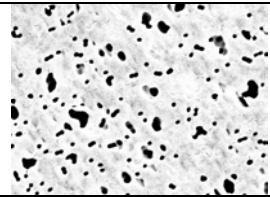
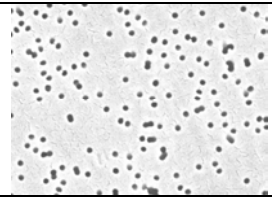
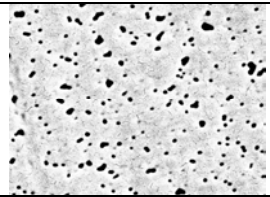
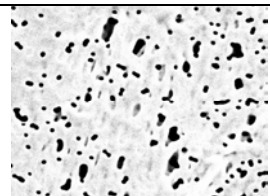
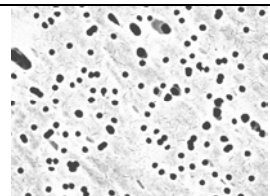
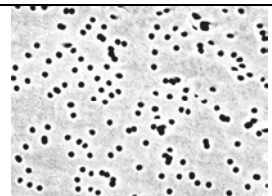
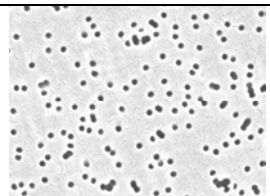
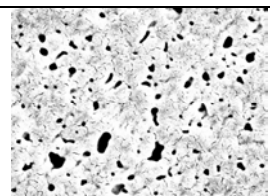
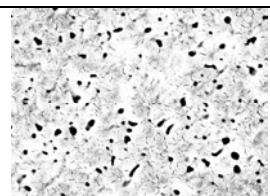
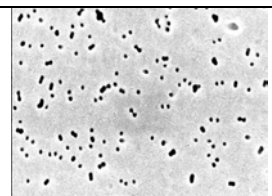
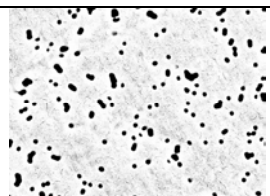
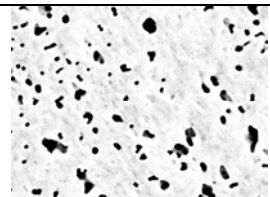
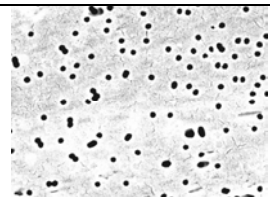
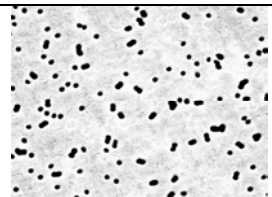
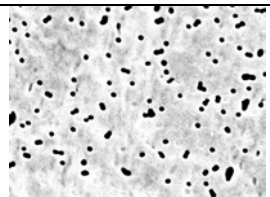
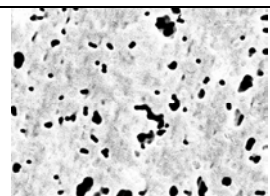
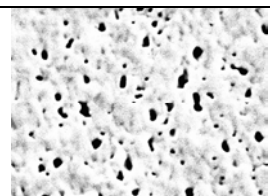
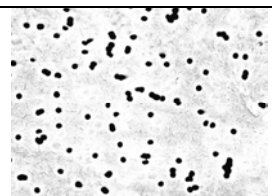
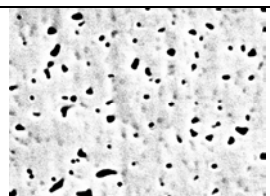
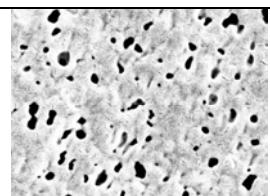
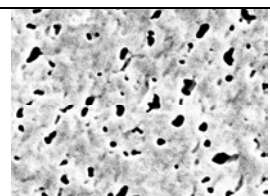
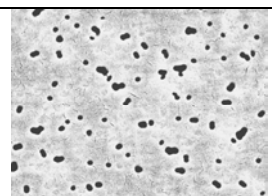

## ภาคผนวก ก



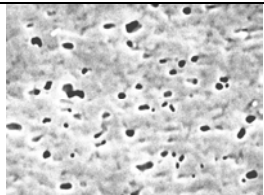
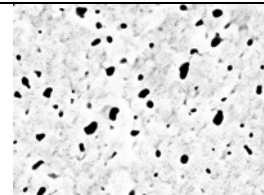
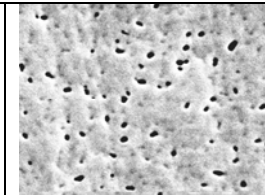
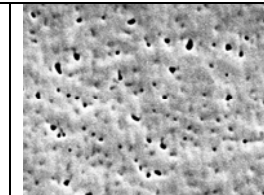
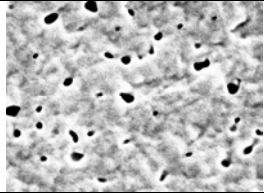
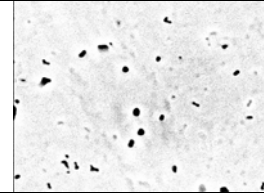
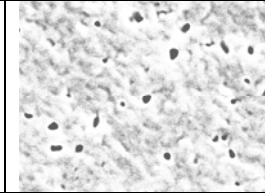
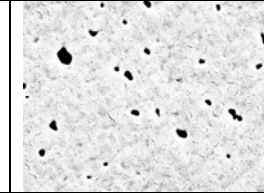
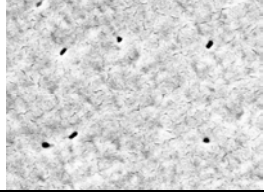
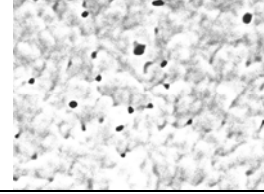
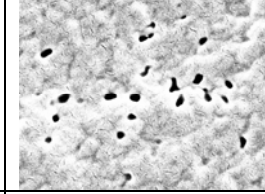
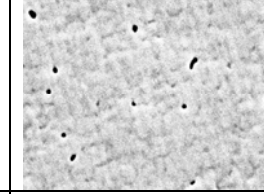
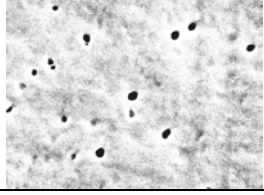
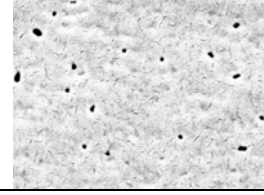
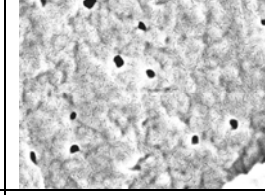
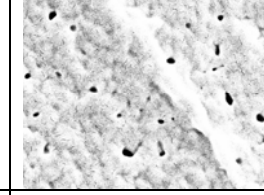
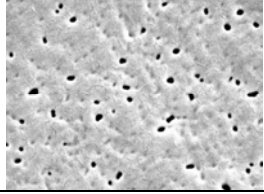
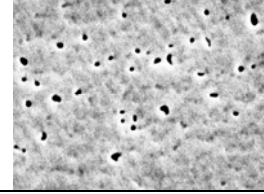
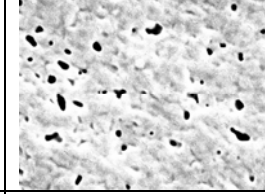
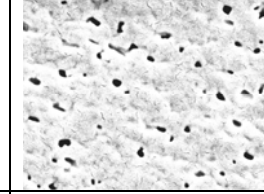
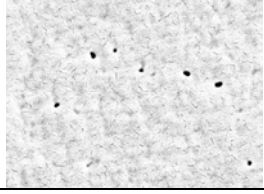
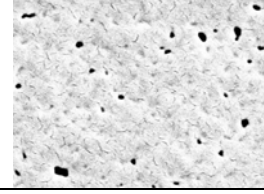
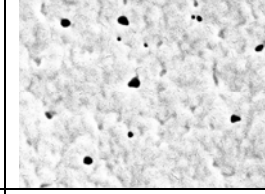
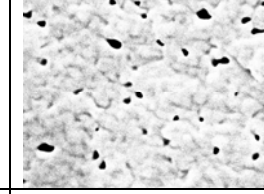
ภาพประกอบ ก.1 ภาพถ่าย SEM อุณหภูมิ 200°C ที่เวลาต่าง ๆ (ก) พื้นผิวด้านหน้า  
(ข) พื้นผิวด้านหลัง

			
(ก) 200°C 10000M	(ก) 200°C 10000M	(ข) 200°C 10000M	(ข) 200°C 10000M
			
(ก) 200°C 15000M	(ก) 200°C 15000M	(ข) 200°C 15000M	(ข) 200°C 15000M
			
(ก) 210°C 10M	(ก) 210°C 10M	(ข) 210°C 10M	(ข) 210°C 10M
			
(ก) 210°C 40M	(ก) 210°C 40M	(ข) 210°C 40M	(ข) 210°C 40M
			
(ก) 210°C 300M	(ก) 210°C 300M	(ข) 210°C 300M	(ข) 210°C 300M
			
(ก) 210°C 700M	(ก) 210°C 700M	(ข) 210°C 700M	(ข) 210°C 700M

ภาพประกอบ ก. 2 ภาพถ่าย SEM อุณหภูมิ 200°C และ 210°C ที่เวลาต่าง ๆ (ก) พื้นผิวด้านหน้า  
(ข) พื้นผิวด้านหลัง

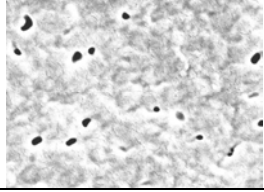
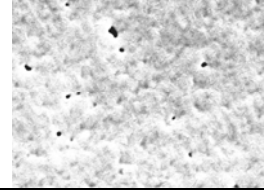
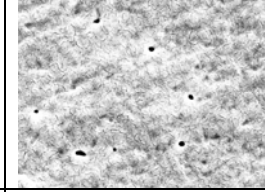
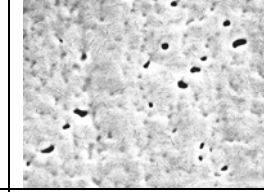
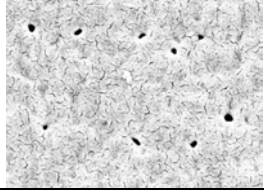
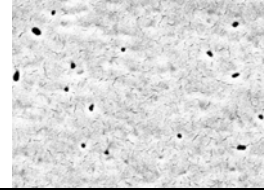
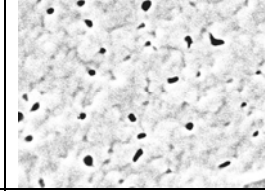
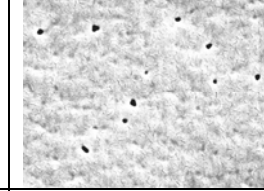
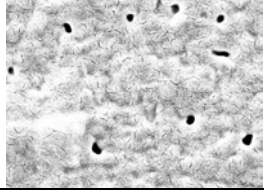
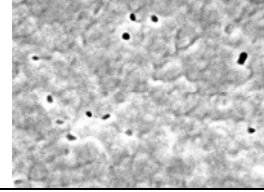
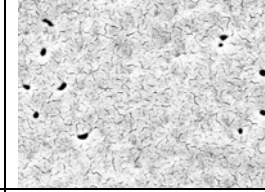
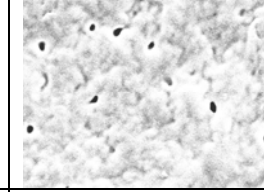
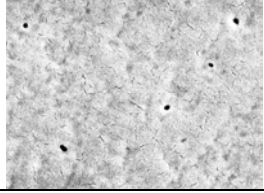
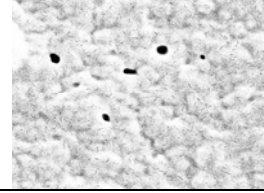
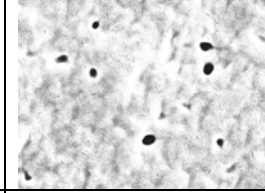
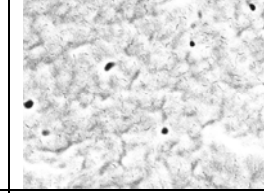
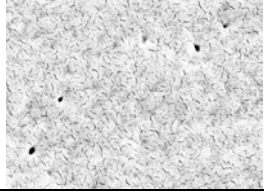
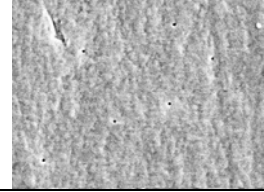
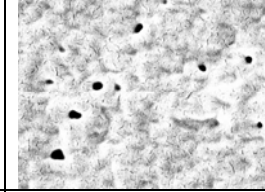
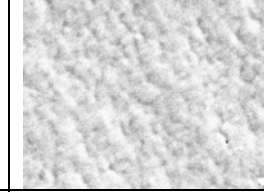
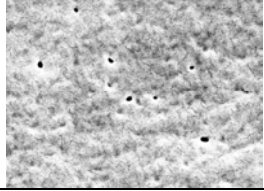

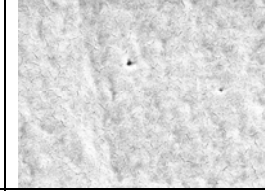
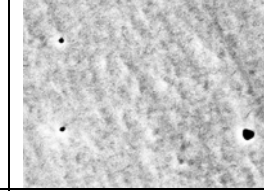
			
(ก) 210°C 4000M	(ก) 210°C 4000M	(ข) 210°C 4000M	(ข) 210°C 4000M
			
(ก) 210°C 8000M	(ก) 210°C 8000M	(ข) 210°C 8000M	(ข) 210°C 8000M
			
(ก) 210°C 10000M	(ก) 210°C 10000M	(ข) 210°C 10000M	(ข) 210°C 10000M
			
(ก) 220°C 5M	(ก) 220°C 5M	(ข) 220°C 5M	(ข) 220°C 5M
			
(ก) 220°C 40M	(ก) 220°C 40M	(ข) 220°C 40M	(ข) 220°C 40M
			
(ก) 220°C 50M	(ก) 220°C 50M	(ข) 220°C 50M	(ข) 220°C 50M

ภาพประกอบ ก. 3 ภาพถ่าย SEM อุณหภูมิ 210°C และ 220°C ที่เวลาต่าง ๆ (ก) พื้นผิวด้านหน้า  
(ข) พื้นผิวด้านหลัง

			
(ก) 220°C 1000M	(ก) 220°C 1000M	(ข) 220°C 1000M	(ข) 220°C 1000M
			
(ก) 220°C 5000M	(ก) 220°C 5000M	(ข) 220°C 5000M	(ข) 220°C 5000M
			
(ก) 220°C 8000M	(ก) 220°C 8000M	(ข) 220°C 8000M	(ข) 220°C 8000M
			
(ก) 220°C 9000M	(ก) 220°C 9000M	(ข) 220°C 9000M	(ข) 220°C 9000M
			
(ก) 225°C 20M	(ก) 225°C 20M	(ข) 225°C 20M	(ข) 225°C 20M
			
(ก) 225°C 200M	(ก) 225°C 200M	(ข) 225°C 200M	(ข) 225°C 200M

ภาพประกอบ ก. 4 ภาพถ่าย SEM อุณหภูมิ 220°C และ 225°C ที่เวลาต่าง ๆ (ก) พื้นผิวด้านหน้า  
(ข) พื้นผิวด้านหลัง



			
(ก) 225°C 400M	(ก) 225°C 400M	(ข) 225°C 400M	(ข) 225°C 400M
			
(ก) 225°C 490M	(ก) 225°C 490M	(ข) 225°C 490M	(ข) 225°C 490M
			
(ก) 225°C 500M	(ก) 225°C 500M	(ข) 225°C 500M	(ข) 225°C 500M
			
(ก) 225°C 600M	(ก) 225°C 600M	(ข) 225°C 600M	(ข) 225°C 600M
			
(ก) 225°C 752M	(ก) 225°C 752M	(ข) 225°C 752M	(ข) 225°C 752M
			
(ก) 225°C 800M	(ก) 225°C 800M	(ข) 225°C 800M	(ข) 225°C 800M

ภาพประกอบ ก. 5 ภาพถ่าย SEM อุณหภูมิ 225°C ที่เวลาต่าง ๆ (ก) พื้นผิวด้านหน้า

(ข) พื้นผิวด้านหลัง

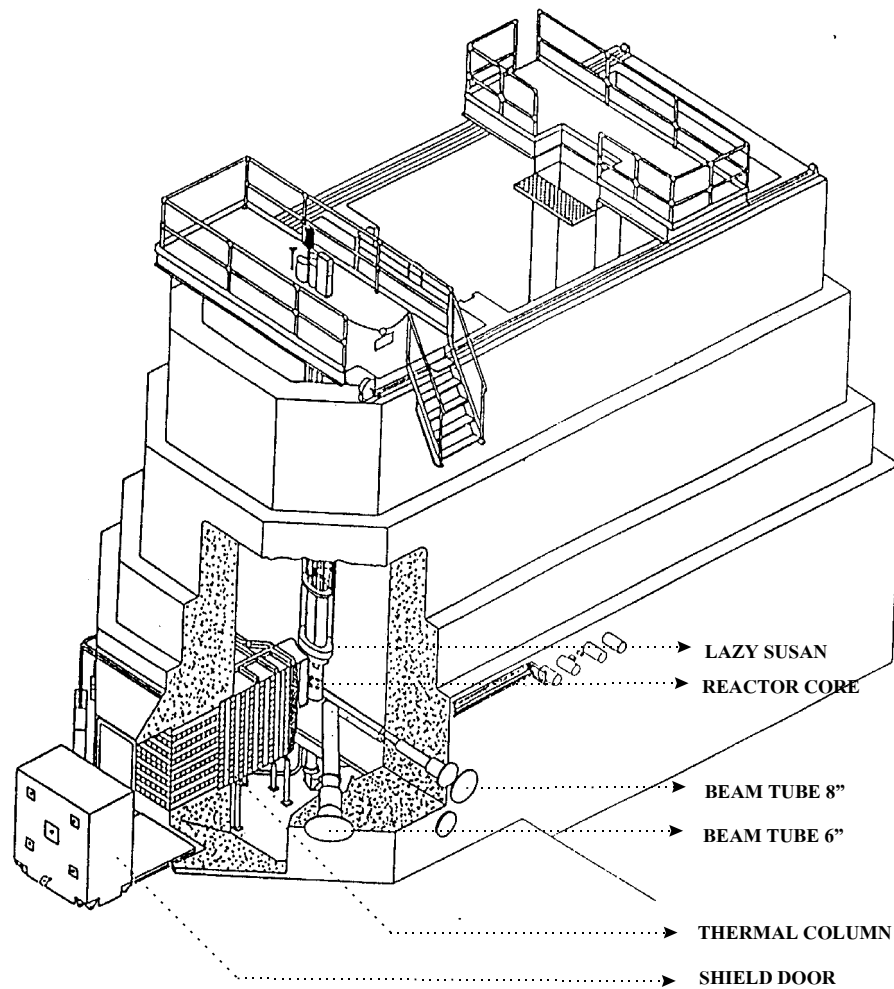
## ภาคผนวก ข

### เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย 1 (ปปว-1/1)

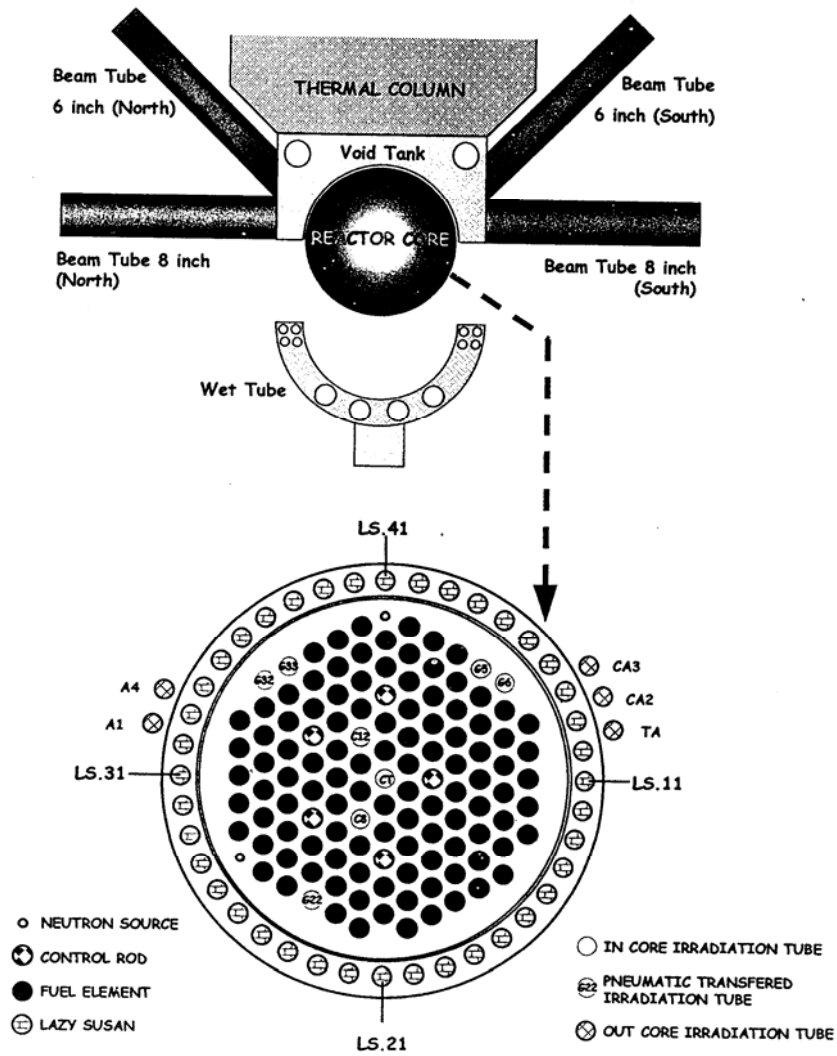
เครื่อง ปปว-1/1 เป็นเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัยแบบสระน้ำ (Swimming pool) โดยได้ทำการดัดแปลงและเปลี่ยนแกนเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูฯจากเดิม (เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย-1 เขียนย่อ ปปว-1) เป็นแบบ TRIGA Mark III ผลิตจากบริษัท General Atomic หรือ GA ประเทศสหรัฐอเมริกา มีกำลังสูงสุด 2000 กิโลวัตต์ (ความร้อนที่กำลังคงที่ (steady state)) ซึ่งคำว่า TRIGA นั้นย่อมาจาก Training Research and Isotope production General Atomic เครื่อง ปปว-1 /1นี้ใช้ยูเรเนียมที่ได้รับการเสริมสมรรถนะไม่เกินร้อยละ 20 (20% Enriched Uranium) เป็นเชื้อเพลิง ใช้น้ำบริสุทธิ์เป็นทั้งสารหน่วงความเร็วนิวตรอนและสารระบายความร้อน คุณสมบัติที่สำคัญของเครื่อง ปปว-1/1มีรายละเอียดดังตารางในหน้าถัดไป

ตาราง ข.1 คุณสมบัติที่สำคัญของเครื่อง ปปว-1/1  
ที่มา: สำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2545

แบบเครื่องปฏิกรณ์	TRIGA Mark III
ระดับคงที่สูงที่สุด	2000 kw (ความร้อน)
พัลส์สูงสุด	2.1%
ลักษณะของแท่งเชื้อเพลิง สารที่ใช้เป็นสารเชื้อเพลิงและสารหน่วงนิวตรอน ปริมาณยูเรเนียม การเสริมสมรรถนะยูเรเนียม รูปร่าง ความยาวของเชื้อเพลิง เส้นผ่าศูนย์กลางของเชื้อเพลิง วัสดุห่อหุ้ม ความหนาของวัสดุห่อหุ้ม	U-ZrH 8.5% wt -% 20%U-235 ทรงกระบอก 38 ซม.(15 นิ้ว) ความยาวรวม 3.63 ซม.(1.43 นิ้ว) เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก เหล็กปลอดสนิม Type 304 SS 0.051 ซม.(0.020 นิ้ว)
จำนวนแท่งเชื้อเพลิง	100
Excess Reactivity, max	6.32%
จำนวนแท่งเชื้อเพลิง Transient Regulation Shim Safety	1 1 2 1
Total Reactivity Worth of Rods	10.12%
การระบายความร้อน	น้ำในสระใช้วิธีการพาความร้อนตามธรรมชาติ



ภาพประกอบ ข.1 อุปกรณ์ให้ประโยชน์ของเครื่อง ปปว-1/1  
 ที่มา: สำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2545



ภาพประกอบ ข.2 อุปกรณ์ใช้ประโยชน์ทั้งภายในและภายนอกของแกนเครื่อง ปปว-1/1  
ที่มา: สำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2545

ตาราง ข.2 อุปกรณ์ / ท่ออบรังสีที่อยู่ในแกนเครื่อง ปปา-  
ที่มา: สำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2545

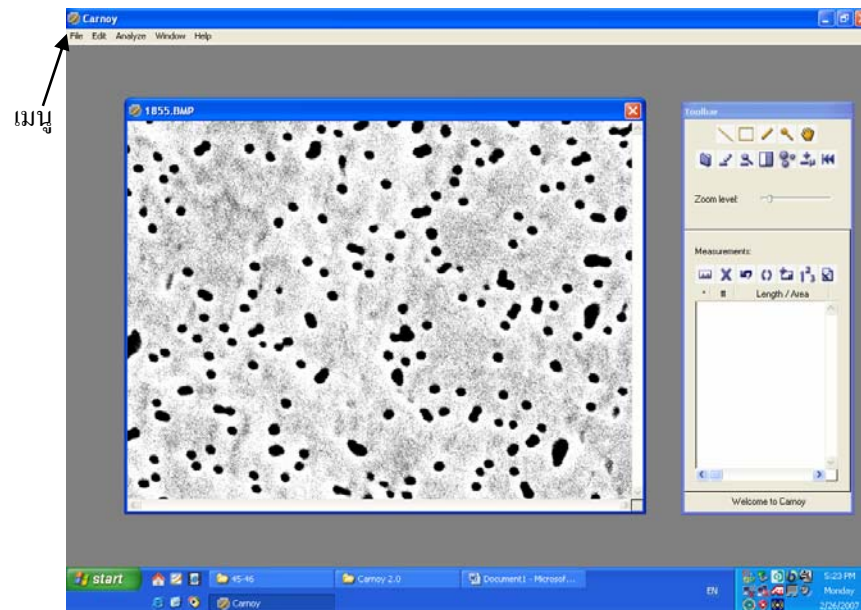
ท่ออบรังสี	จำนวนท่อ	ชนิดของท่ออบรังสี	ขนาด (นิ้ว)	ชนิดวัสดุของท่อ	Neutron flux At 1.2 MW	จำนวนตัวอย่างที่ load/ตำแหน่ง	ขนาด/ชนิด Container	หมายเหตุ
A1	1	แห้ง	1.75	อะลูมิเนียม	$8.7 \times 10^{10}$	1-2		
A4	1	แห้ง	1.75	อะลูมิเนียม	$8.7 \times 10^{10}$	1	1.0"x 3.25"	
CA2	1	แห้ง	1.75	อะลูมิเนียม	$*1.1 \times 10^{10}$	1-2	Polyethylene	*epithermal neutron flux
CA3	1	แห้ง	1.75	อะลูมิเนียม	$*1.0 \times 10^{10}$	1-2		
TA	1	แห้ง	1.75	อะลูมิเนียม	**	1-2		**ไม่มีข้อมูล

## ภาคผนวก ค

### การใช้โปรแกรมคาร์นอย

#### วิธีการวิเคราะห์ภาพโดยโปรแกรมคาร์นอย (Carnoy)

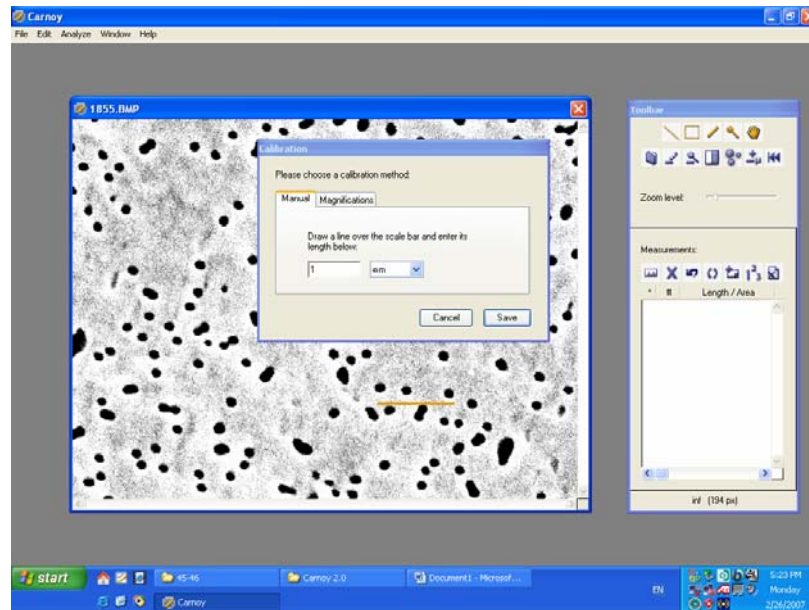
- (1) ตัวอย่างที่นำไปถ่าย SEM จะมีข้อมูลไฟล์รูปภาพรูปแบบ BMP พร้อมทั้งจะนำมาวิเคราะห์หาความหนาแน่นของรูพรุน
- (2) เปิดโปรแกรมคาร์นอยขึ้นมา จากเมนู File เลือก Open เพื่อเปิดภาพที่ได้จากการถ่าย SEM ดังภาพประกอบ ค.1



ภาพประกอบ ค.1 ภาพความหนาแน่นของรูพรุนที่นำมาวิเคราะห์

- (3) ที่กำลังขยายสองหมื่นเท่านี้ ความยาวและความกว้างของภาพมีค่าเท่ากับ  $6.60 \mu\text{m}$  และ  $4.95 \mu\text{m}$  ตามลำดับ นำมาเปรียบเทียบกับอัตราส่วนในปริมาณจุด (pixel) กับความยาวและความกว้างของภาพที่ 1280 pixel และ 960 pixel ตามลำดับ พบว่า ขนาดความยาว  $1 \mu\text{m}$  มีค่าเท่ากับ 194 pixel

(4) ในภาพ ลากเส้นให้มีความยาวเท่ากับ 194 pixel จากนั้นเปิดเมนู Analyze เพื่อเลือกเข้าสู่ Calibrate แล้วใส่ค่าเท่ากับ 1  $\mu\text{m}$  เพื่อทำการปรับเทียบอ้างอิงให้ 194 pixel มีค่าเท่ากับ 1  $\mu\text{m}$  ดังแสดงในภาพประกอบ ค.2



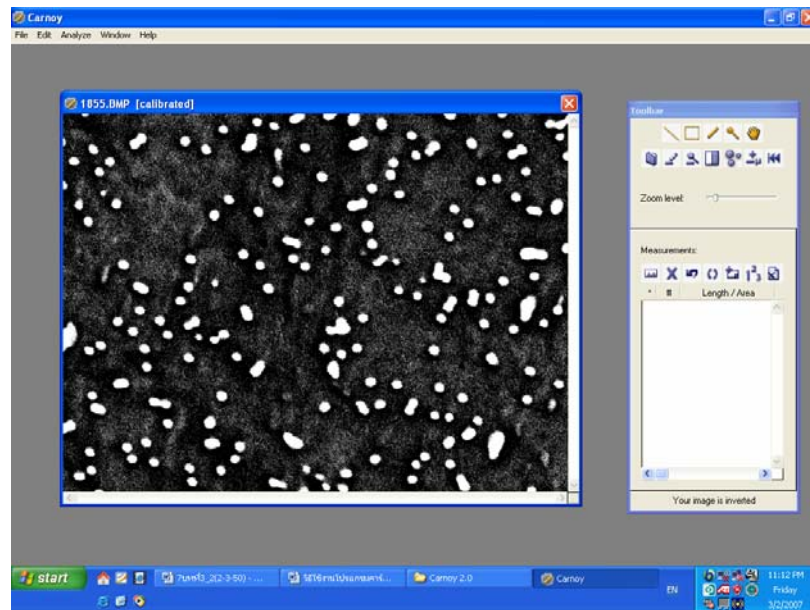
ภาพประกอบ ค.2 การ calibration เพื่อกำหนดอ้างอิงให้ 194 pixel มีค่าเท่ากับ 1  $\mu\text{m}$

(5) ภาพที่ผ่านการ calibrated แล้ว นำมาแยกระหว่างภาพที่เราสนใจ กับภาพฉากภูมิหลัง (background) ที่ไม่ต้องการ โดยใช้หลักการพื้นฐานการไล่ระดับของสีตั้งแต่อ่อนไปจนถึงเข้ม (gray level) โดยภาพที่มีวัตถุที่เราสนใจนั้น มีภาพที่เข้มกว่าภูมิหลัง ต้องทำการปรับ invert ก่อน ดังภาพประกอบ 3.7 โดยเปิดเมนู Edit แล้วเลือก Invert Image

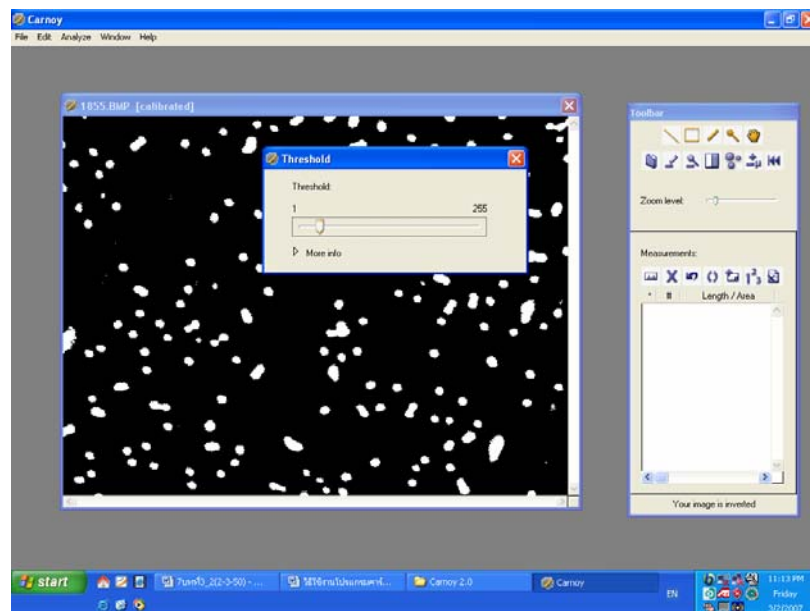
(6) ภาพวัตถุที่สนใจในการวิเคราะห์จะต้องแสดงสีด้วยสีขาวเสมอจึงต้องทำการ invert ก่อนทุกครั้งที่ทำกรวิเคราะห์ และแยกภาพที่เราสนใจศึกษาออกจากภาพฉากภูมิหลัง (background) โดยเปิดเมนู Analyze เลือก Threshold แล้วทำการปรับค่าจากต่ำไปสูง ภาพที่เราสนใจจะยิ่งถูกปรับให้มีสีขาว และแยกภาพฉากภูมิหลังออกไปจนหมด ดังแสดงในภาพประกอบ ค.4

(7) วิเคราะห์ analyze particles โดยเปิดเมนู Analyze เลือก Particles ใส่ค่าขนาดของภาพต่ำสุดและสูงสุด ที่ต้องการตามลำดับ ดังแสดงในภาพประกอบ ค.5

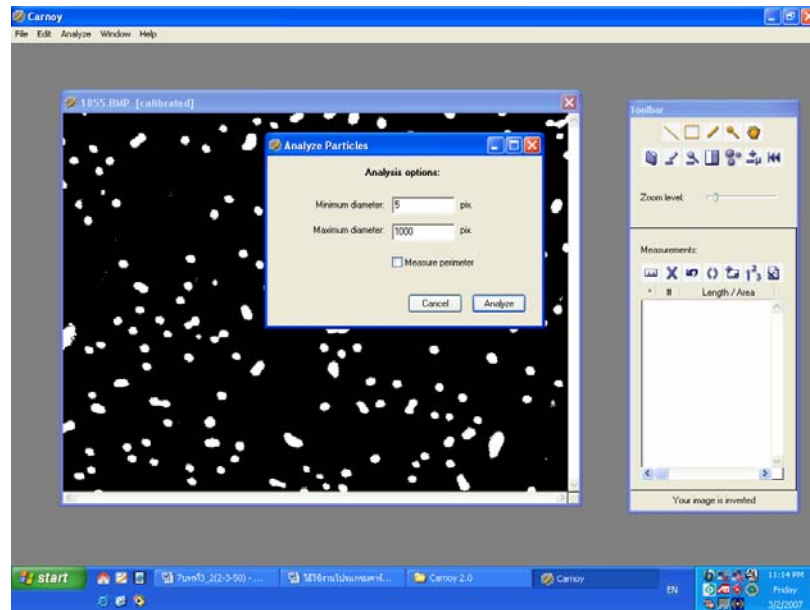




ภาพประกอบ ค.3 การทำภาพ invert ในกรณีที่ภาพวัตถุที่สนใจมีสีเข้มกว่าภูมิหลัง

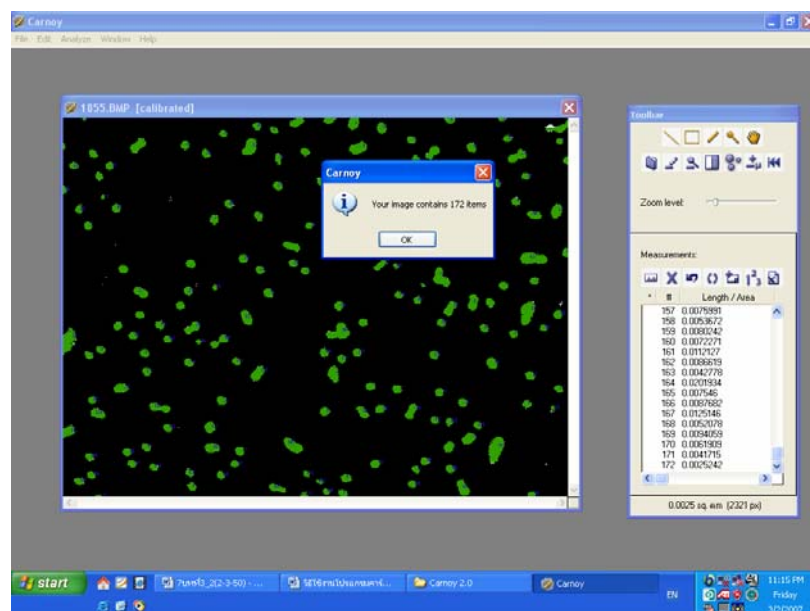


ภาพประกอบ ค.4 การ threshold แยกภาพที่เราสนใจศึกษาออกจากภาพฉากภูมิหลัง



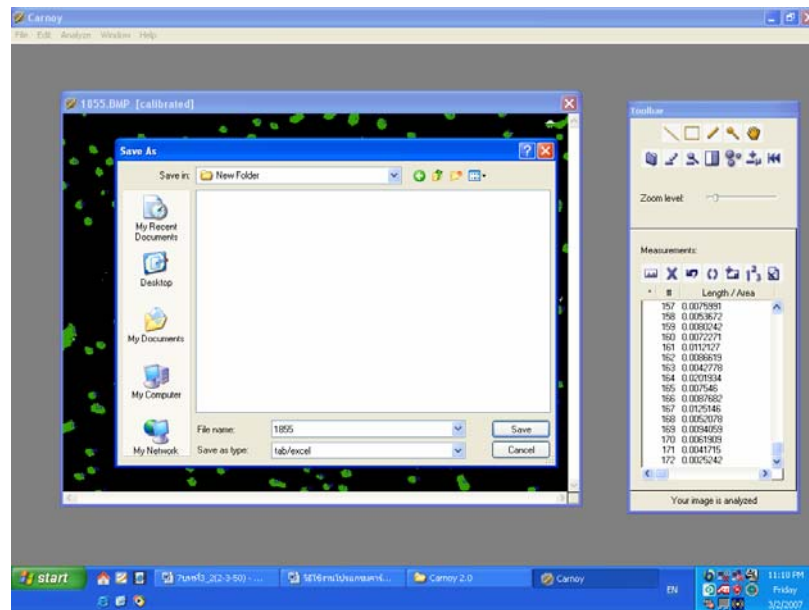
ภาพประกอบ ค.5 การวิเคราะห์ analyze particles

(8) โปรแกรมจะทำการนับจำนวนรูพรุน และแสดงค่าขนาดของรูพรุนที่วิเคราะห์ทั้งหมด ดังแสดงในภาพประกอบ ค.6



ภาพประกอบ ค.6 จำนวนรูพรุนและขนาดของรูพรุนทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้

(9) เปิดเมนู File เลือก Export Results หรือ กดปุ่มพิเศษ Ctrl+E ข้อมูลทั้งหมด ถูกจัดเก็บในรูปแบบเดียวกับข้อมูลในโปรแกรม Excel พร้อมทั้งจะนำไปใช้งานในการวิเคราะห์ อย่างอื่นต่อไป ดังแสดงในภาพประกอบ ค.7



ภาพประกอบ ค.7 ข้อมูลทั้งหมดถูกจัดเก็บในรูปแบบเดียวกับข้อมูลในโปรแกรม Excel

(10) โปรแกรมรูปแบบ Excel จากโปรแกรมคาร์นอย นำมาเปิดโดยโปรแกรม Excel โดยเข้าเมนู แฟ้ม เลือก เปิด แล้วเลือกไฟล์ที่ต้องการ นำมาเปิดจะได้รูปแบบดังแสดงใน ภาพประกอบ ค.8 ข้อมูลที่เป็นขนาดของรูพรุนจะอยู่ในคอลัมน์ D สามารถใช้ฟังก์ชันในโปรแกรม หาค่าขนาดต่ำสุด ค่าเฉลี่ย หรืออื่น ๆ ที่ต้องการได้

	T1	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1			1855 BMP												
2	1	0.001329	0	0.056701	nm										
3	2	0.015145	0	0.175268	nm			1855 BMP							
4	3	0.008449	0	0.154639	nm			min	0.0206186						
5	4	0.01735	0	0.14433	nm			max	0.3453608						
6	5	0.007732	0	0.14433	nm			mean	0.1246404						
7	6	0.003082	0	0.108247	nm			median	0.1134021						
8	7	0.016102	0	0.270351	nm			mode	0.1134021						
9	8	0.007812	0	0.108247	nm			SD	0.0437730						
10	9	0.012701	0	0.118557	nm										
11	10	0.006443	0	0.097938	nm			กำหนดขนาด	20000พลา						
12	11	0.007307	0	0.108047	nm			คือ	จำนวน						
13	12	0.007918	0	0.118557	nm			ชนิดของ	0.2um						
14	13	0.00821	0	0.113402	nm			จำนวน	172						
15	14	0.015809	0	0.180412	nm			อุณหภูมิ	200c						
16	15	0.028962	0	0.180412	nm			เวลา	8200m						
17	16	0.005713	0	0.097938	nm										
18	17	0.008964	0	0.108247	nm										
19	18	0.025773	0	0.237113	nm										
20	19	0.010841	0	0.123711	nm										
21	20	0.00093	0	0.020619	nm										
22	21	0.013817	0	0.148485	nm										
23	22	0.008609	0	0.113402	nm										
24	23	0.007918	0	0.103093	nm										
25	24	0.008901	0	0.108247	nm										
26	25	0.01735	0	0.228804	nm										
27	26	0.007091	0	0.082474	nm										
28	27	0.007456	0	0.103093	nm										
29	28	0.004190	0	0.061895	nm										
30	29	0.00875	0	0.118557	nm										
31	30	0.008476	0	0.108247	nm										
32	31	0.009831	0	0.118557	nm										
33	32	0.007094	0	0.103093	nm										

ภาพประกอบ ค.8 ข้อมูลที่เป็นขนาดของรูพรุนที่ตำแหน่งต่าง ๆ ในแผ่นเมมเบรน



## Carnoy

*easy-to-use software  
specifically designed to  
carry out measurements  
on digital LM, SEM and  
TEM images.*

### Your workplace

#### Tool buttons



The orange buttons are the tool buttons. You can select a tool by clicking one of these five buttons. The selected button has a grey background.

1. Line tool: use this tool to drag lines to measure length
2. Rectangle tool: use this tool to drag rectangles to measure surface area of rectangular objects
3. Pen tool: the pen tool is a freehand selection tool: area and perimeter of selections can be calculated.
4. Wand tool: with this tool, you can measure the surface area and perimeter of irregular objects
5. Hand tool: use this tool to move the image when it is too large to fit in its window

#### Shortcut buttons



1. Open image: presents you the standard open dialog
2. Calibrate: click this button when using manual calibration or choosing a magnification (see the paragraphs on calibration)
3. One Click Calibration (OCC): click this button and then click somewhere on your scale bar for fast calibration
4. Threshold: this button opens a dialog to set the threshold (see the paragraph on thresholding)
5. Analyze particles: performs an automated particle analysis
6. Add scale bar: adds a scale bar to your image (see the paragraph on adding a scale bar)
7. Restore image: restores the image to its original state

#### Buttons for managing data



1. Measure: adds the current measurement to the data list
2. Clear all: deletes all measurements in the data list
3. Undo measurement: removes the last measurement
4. Redo measurement: select a measurement, redo it and then click this button to replace the previous value with the new one
5. Insert / edit comment: insert a comment or change it
6. Statistics: displays basic statistics of selected data
7. Export to file: exports your data list to a tab delimited text file

### Working with images

Open a new image by clicking the **Open image** button, or by choosing Open from the File menu. You can zoom in / out on images by moving the zoom slider on the toolbar or by choosing Zoom in / out from the Window menu. When an image is larger than its window, you can move around using the scrollbars or the Hand tool. Click the **Hand tool** button on the toolbar to drag the image.

You can also open an image on the Internet from within Carnoy\*. Choose Open URL from the File menu and type the image's URL (e.g. [www.kuleuven.ac.be/bio/sys/carnoy/images/ss1.jpg](http://www.kuleuven.ac.be/bio/sys/carnoy/images/ss1.jpg)). You can carry out measurements on this image as if it was on your local computer. This function might come in handy if you need to measure type specimens, available on a website. (\* = not available for Windows).

## Calibrating images

To carry out useful measurements, Carnoy needs to know the relation between pixels and a real world unit (e.g. cm,  $\mu\text{m}$ ,...). There are three methods to calibrate images in Carnoy. If your image has a scale bar (SEM and TEM images), you can use the first two methods. If your image doesn't have a scale bar (LM images), you can use the third method.

### One Click Calibration (OCC)

With OCC you can click a continuous scale bar. Carnoy will highlight the scale bar and a sheet will be presented prompting for the length and unit of the scale bar. OCC only works with a horizontal scale bar. If your image has a vertical scale bar, choose Rotate from the Edit menu.

1. Click the **OCC** button
2. Click somewhere on the scale bar
3. Enter the length and unit of the scale bar

You are now ready to carry out measurements.

### Manual calibration

When for one or the other reason you can't use OCC, you can calibrate your image manually.

1. Click the **Calibrate** button
2. Drag a line over the scale bar (you can zoom in for maximal precision)
3. Enter the length and unit of the scale bar

You are now ready to carry out measurements.

### Selecting a magnification

Use this method when using LM images or images that don't have a scale bar.

You will have to take a picture of a calibration slide or an object of known length at every magnification of your microscope. Repeat the following steps for every magnification:

1. Click the **Line tool** button
2. Drag a line over the object of known size (you can zoom in for maximal precision)
3. Note the pixel size (displayed in the status bar)
4. Go to the Preferences in the Application menu (Macintosh) or to Options in the Analyze menu (Windows)
5. Create a new magnification and enter its name (Click the **New Magnification** button)
6. Enter the number of pixels corresponding to one unit and enter the name of the unit
7. Click the **Save Magnification** button

For example, if your object measures 10  $\mu\text{m}$  and the pixel size was 150 (step 3), enter 15 in the pixels field and enter  $\mu\text{m}$  in the unit field.

When done for every magnification, open a picture, and click the **Calibrate** button. Select the Magnifications tab and choose a magnification from the popup menu to calibrate the image.

Note: Fixed calibration only works if you don't resize images in a graphics program prior to measuring in Carnoy. Also, if you take pictures at different pixel sizes (e.g. 640 x 480, 800 x 600, ...), you must do a separate calibration, not only for every magnification you use, but also for every pixel size you use.

## Measuring length

Once your image is calibrated, you can start length measurements.

1. Click the **Line tool** button
2. Drag a line over the object you want to measure (you can zoom in for maximal precision). The measurements (pixel and real world values) are permanently updated in the status bar
3. Click the **Add measurement** button to add the current value to the length/area column of the data list

If this is your first measurement on this image, Carnoy will add the name of the image file to the data list, so you can keep track of which measurements were made on which image. You can change the name of the image file by clicking on it.

If you want to redo a measurement, repeat steps 1 and 2, select the measurement you want to redo and click the **Redo measurement** button.

## Measuring segments

Carnoy offers the possibility to measure curved objects.

1. Click the **Line tool** button
2. Click the points of the path along which you want to measure while pressing the alt-key. The measurements (pixel and real world values) are permanently updated in the status bar
3. Click the **Add measurement** button (Mac) or shift-click it (Windows) to add the current value to the length/area column of the data list

To create a new path, click the image once without pressing the alt-key and start again.

## Measuring area and perimeter

Camoy can measure rectangular and irregular areas.

To measure a rectangular area:

1. Click the **Rectangle tool** button
  2. Drag a rectangle over the object you want to measure (you can zoom in for maximal precision). The measurement (pixel and real world values) are permanently updated in the status bar
  3. Click the **Add measurement** button to add the current value to the length/area column of the data list
- You can move a rectangle: click inside the rectangle and drag it.

To measure the area and perimeter of an irregular object, you can use either the Pen tool, or the Wand tool. When you have to measure a lot of objects it's more convenient to use the Wand method. If the colors of the objects you want to measure are very similar to the background colors of the image, you will get better results with the Pen method.

The Wand method

To measure the area and perimeter of an object with the Wand button, you first have to set the threshold (see the section on Thresholding).

1. Click the **Threshold** button and move the slider so that the object you want to measure is white and the background is black
  2. Click the **Wand tool** button
  3. Click somewhere on the object you want to measure
  4. The measurement (pixel and real world values) are shown in the status bar
  5. Click the **Add measurement** button to add the current values to the area and perimeter columns of the data list
- If you want to add other areas to the current value, hold the shift key while clicking objects.

The Pen method

1. Click the **Pen tool** button
  2. Draw a closed area (you can zoom in for maximum precision). If drawing a selection does not work well, increase the pen width in the Preferences.
  3. Click the **Add measurement** button. The area and perimeter of the selection will appear in the area and perimeter columns of the data list. The selection itself (the colored pixels) are included in the area value.
- If you want to clear the selection, click the **Restore image** button.

If this is your first measurement on this image, Camoy will add the name of the image file to the data list, so you can keep track of which measurements were made on which image. You can change the name of the image file by clicking on it.

To restore the image to its original state, click the **Restore image** button.

## Thresholding

Thresholding is used to segment an image into objects of interest and background on the basis of gray level. Objects you want to measure are displayed in white and background is black. The more you increase the threshold value, the more objects will be colored white and will be included in further analysis. As you vary the threshold, the effect is continuously displayed (after a few seconds). If the objects you want to measure are darker than the background, you can invert the image before thresholding (Edit - Invert Image).

To restore the image to its original state, click the **Restore image** button.

## Analyzing particles

With the analyze particles function, Camoy counts and measures the surface of particles on a calibrated, thresholded image.

1. Click the **Threshold** button and move the slider so that the object you want to measure is white and the background is black
2. Click the **Analyze particles** button
3. Enter the diameter (pixel size) of the smallest and largest particle Camoy has to analyze
4. Mark the checkbox if you want to measure the perimeter for every particle (measuring the perimeter will increase analysis time)

Camoy will measure the surface area, perimeter (if you have clicked the checkbox) and the longest horizontal axis of every particle that fits your criteria. Every particle will be numbered and this number corresponds to the number next to every value in the data list.

To restore the image to its original state, click the **Restore image** button.

### Adding comments

Every measurement can be annotated. Select the measurement from the data list and click the **Insert / edit comment** button or just double click the measurement. Enter the comment in the text field and click the **Save** button. To remove the comment, click the **Clear** button and the **Save** button. An annotated measurement has an asterisk (\*) next to it. You can add the same comment to several measurements: select them all before clicking the **Insert / edit comment** button.

### Adding a scale bar

When your image is calibrated, but does not have a scale bar, you can add one.

1. Click the **Add scale bar** button
2. Enter the scale bar's length, pixel height and color
3. Mark the checkbox if you want to add a legend
4. Click the **Add** button

To restore the image to its original state, click the **Restore image** button.

You can set the default scale bar options by choosing **Preferences** from the **Application** menu (Macintosh) or **Options** from the **Analyze** menu (Windows). The scale bar options are on the **General** tab.

### Analyzing data

Carnoy is able to export your data to a spreadsheet for further analysis. However, you can perform basic statistics from within Carnoy. Select the measurements you want to use (use **Shift** or **Apple** keys for multiple selections) and select **Statistics** from the **Analyze** menu. Carnoy gives you the minimum, mean, maximum, and standard deviation for the selected data. You can calculate statistics for length/area, perimeter and longest horizontal axis by choosing the right category from the popup list.

### Exporting data

Carnoy exports data to a tab-delimited file, which can be read by every text editor, spreadsheet, or database. Simply click the **Export measurements** button to export the entire data list. The newly generated file will open in Excel by default, but you can open it with another application by dragging the file onto it. Before quitting Carnoy, the program checks for unsaved measurements and presents a dialog box if needed.

You can copy measurements to the clipboard by selecting them (use **Shift** or **Apple** keys for multiple selections) and choosing **Copy** from the **Edit** menu. Select **Edit - Paste** in a spreadsheet.

### Exporting images

You can export images to a lot of file formats, such as BMP, PICT, Photoshop, JPEG, PNG, SGI, TGA, TIFF and Quick-Time image files. Select **Save As** from the **File** menu.

### Contacting the author

We welcome your suggestions, comments and bug reports. Send feedback to: [peter.schols@bio.kuleuven.ac.be](mailto:peter.schols@bio.kuleuven.ac.be)

### Citing Carnoy

You can refer to Carnoy in publications. Please use the following reference: Schols, P & E. Smets. 2001. Carnoy: analysis software for LM, SEM and TEM images. Leuven: distributed by the authors. <http://www.carnoy.org>.

### Registering Carnoy

Carnoy is shareware. If you like the program, please donate \$15 to enable further development. You can register Carnoy by choosing **Register Carnoy** from the **Help** menu. You can pay with Visa or Mastercard: enter your information and click **send**. The information you send will be encrypted using a secure RC4 encryption algorithm. You will receive a serial number within 24 hours. Click **Enter Serial Number** from the **Help** menu and paste your serial number.



## List of shortcut keys

Windows users press the Control Key in stead of the Apple key.

Apple + O	Open Image
Apple + S	Save As
Apple + W	Close Window
Apple + E	Export Results
Apple + P	Print Image
Apple + X	Cut
Apple + C	Copy
Apple + V	Paste
Apple + I	Invert Image
Apple + R	Restore Image
Apple + B	Add Scalebar
Apple + 1	Calibrate
Apple + 2	Measure
Apple + 3	Insert Comment
Apple + Z	Undo Measurement
Apple + Y	Redo Measurement
Apple + T	Threshold
Apple + A	Analyze Particles
Apple + J	Statistics
Apple + L	Clear Data
Apple ++	Zoom In
Apple + -	Zoom Out
Apple + 0	Actual Size

[www.carnoy.org](http://www.carnoy.org)

## ภาคผนวก ง

### กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy)

#### กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy)

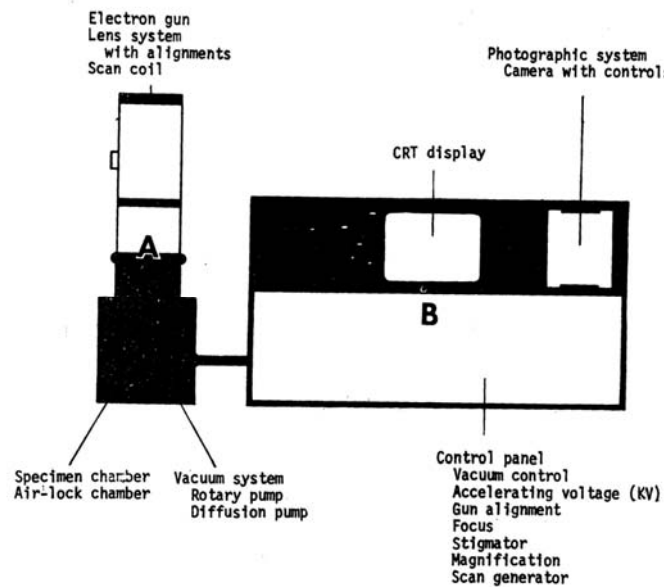
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน หรือส่องกราด (Scanning Electron Microscopy) หรือมักนิยมเรียกว่า SEM (ออกเสียงว่า เอส อี เอ็ม) เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องผ่านวัตถุตัวอย่าง เพื่อให้ได้ข้อมูลของลักษณะพื้นผิว ปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า หรืออาจบันทึกภาพที่ปรากฏบนแผ่นฟิล์มได้

#### 1. วิวัฒนาการและความเป็นมาของ SEM

ด้วยขีดจำกัดของการมองเห็นของกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (optical microscopy) ในด้านกำลังขยาย และการแจจแจงโครงสร้างขนาดเล็ก เพราะขนาดความยาวคลื่นของแสงที่ส่องกระทบโครงสร้างของวัตถุตัวอย่างในช่วงคลื่นที่ตามองเห็นมีขนาดกว้างกว่ารายละเอียดของโครงสร้างขนาดเล็กที่ต้องการศึกษา จึงมีการพัฒนากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนแทนแสงในการส่องกระทบไปบนผิวของวัตถุตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบขึ้นมา โดยนักฟิสิกส์ชาวเยอรมัน 2 คน ชื่อ Ernst Ruska และ Max Knoll โดยพบคุณสมบัติอันหนึ่งของลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary Electron) คือทันทีที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับตัวอย่าง ก็จะทำให้เกิดประจุอิเล็กตรอนชนิดใหม่ที่ให้ชื่อว่า อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ออกมา ซึ่งสัญญาณเหล่านี้สามารถรวบรวมจากแต่ละจุดที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบตัวอย่างแล้วแปลงให้เป็นภาพให้ปรากฏบนจอรับภาพ Cathode Ray Tube (CRT) แต่ยังมีข้อด้อยคือ ขาดความคมชัด ทั้งนี้เพราะประจุอิเล็กตรอนทั้งสองประเภทรบกวนซึ่งกันและกันด้วยสาเหตุที่ลำแสงอิเล็กตรอนที่ถูกปรับให้อยู่บนผิวตัวอย่างคงที่หรือไม่ได้เคลื่อนที่นั่นเอง หลังจากนั้นนักวิทยาศาสตร์ชาวเยอรมันชื่อ Von Ardenne ได้ประดิษฐ์ขดลวดสแกน (scan coils) ที่สามารถผลักหรือขับลำแสงอิเล็กตรอนให้เคลื่อนที่ไปบนผิวของตัวอย่างจากจุดหนึ่งไปยังจุดหนึ่งได้สำเร็จ และสัญญาณจากแต่ละจุดถูกรวบรวมและขยายให้ปรากฏเป็นภาพในจอ CRT ภาพที่ปรากฏมีความชัดเจนมากขึ้น มีความคมชัดที่ดีขึ้นด้วย

## 2. ส่วนประกอบพื้นฐานและหลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM

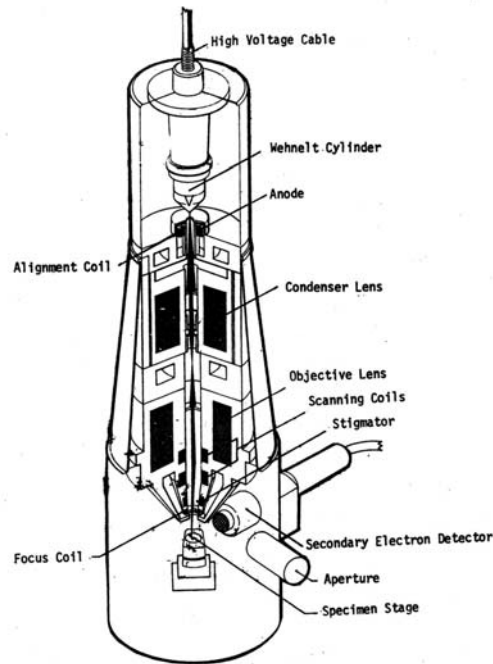
SEM ทั่วไปประกอบด้วยโครงสร้างง่าย ๆ 2 ส่วนใหญ่ ๆ ดังภาพประกอบ ง.1 คือ ส่วนที่มีลักษณะคล้ายปล่องภายในกลวง เรียกว่า Column และส่วนที่เป็นตู้ควบคุมระบบไฟฟ้าทั้งหมด เรียกว่า Console Unit



ภาพประกอบ ง.1 ส่วนประกอบต่าง ๆ รวมทั้งระบบภายใน Column

(A) และ Console Unit (B) ของ SEM

ที่มา: เวคิน นพนิศย์, 2527 : 11



ภาพประกอบ ง.2 แผนภาพส่วนประกอบที่สำคัญของ SEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ  
ที่มา: เวคิน นพินิตย์, 2527 : 12

ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM ซึ่งควรทราบถึงหลักการและเหตุผลพร้อมคำอธิบายตามความจำเป็น (ภาพประกอบ ง.2) ดังนี้

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) อยู่ด้านบนสุดของ column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูง จะประกอบด้วยลวดโลหะ tungsten ที่บิดเป็นรูปตัววี (v) เรียกว่า filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าที่มีแรงดันไฟฟ้าสูงจะไหลเข้าสู่ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูง ประจุอิเล็กตรอนก็จะกระจายออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก(anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนดคือลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง

แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งมี filament และ wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบ ๆ ด้านนอก เพื่อให้อยู่แนวตรงได้ศูนย์กลาง หรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน column ใน SEM สมัยใหม่ นอกจากจะมี

ป้อนหรือสกรูที่ช่วยปรับ electron gun ให้ได้ศูนย์แล้ว ยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่นอาโนด เพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของสนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรก ขดลวดดังกล่าวเรียกว่า alignment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการโดยหมุนและปรับป้อน(alignment knobs) บนแผงของ console Unit เหตุผลที่ต้องปรับ electron gun ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ก็เพื่อจะให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรงกระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวไปจากศูนย์กลาง หากบิดเบี้ยว อิเล็กตรอนปฐมภูมิบางส่วนจะถูกกั้นออกไป ซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ สรุปแล้วการปรับ electron gun (gun alignment) เป็นขั้นตอนที่สำคัญยิ่งเพื่อให้ได้มาซึ่งผลหรือภาพที่สมบูรณ์ที่สุด

2. เลนส์ควบคุมและขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (electronmagnic lens and scan coils) เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบผิวตัวอย่าง และพร้อมกันนั้นก็ใช้สนามแม่เหล็กขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณรูปลี่เหลี่ยมจัตุรัส

โดยทั่วไปแล้วเลนส์ของ SEM ประกอบด้วยเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้าจำนวน 2-3 ชุด ซึ่งวางซ้อนกันในcolumn เลนส์ชุดแรกอยู่ใต้ anode plate ซึ่งอยู่ด้านล่างของ electron gun ชุดอื่น ๆ ก็วางไว้ในแนวเดียวกันถัดลงมาตามลำดับ เลนส์ดังกล่าวจัดว่าเป็นเลนส์รวมแสงอิเล็กตรอน (condensor lens) บางครั้งเลนส์ชุดสุดท้ายซึ่งอยู่ด้านล่างสุดเรียกชื่อเฉพาะว่า objective lens ทั้ง ๆ ที่ทำหน้าที่รวมแสงเพื่อให้ตกกระทบบนตัวอย่าง

เลนส์แต่ละชุดมี aperture โดยภายในบริเวณที่ไว้สนามแม่เหล็กของเลนส์ aperture เหล่านั้นทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่สมมาตร aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อนที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเรียก objective aperture มีไว้เพื่อกองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวยขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุด รวมทั้งกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่าง ๆ บนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึกมากกว่าปกติ นอกจากนี้ยังมี stigmator ในเลนส์ชุดสุดท้าย เพื่อแก้ไขการบิดเบี้ยวของเลนส์ (astigmatism) ชิ้นส่วนดังกล่าวนี้ตามความเป็นจริงแล้วก็คืออุปกรณ์ที่สร้างสนามแม่เหล็กขนาดเล็กซึ่งควบคุมและเปลี่ยนแปลงได้โดยการปรับหรือเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าแรงต่ำที่เข้าไปยังอุปกรณ์นี้ ปุ่มควบคุมอยู่บนแผงของ console unit

สิ่งสำคัญที่ขาดไม่ได้ นั่นคือขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron beam) ให้กราดไปบนผิวของตัวอย่าง ชิ้นส่วนหรือ

อุปกรณ์นี้เรียกว่า scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าที่เรียกว่า scan generator ตัวควบคุมนี้ยังทำหน้าที่ควบคุมการกวาดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ CRT ให้เคลื่อนไปในทิศทางและเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอนที่ส่องกวาดไปบนตัวอย่าง

3. ช่องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber) เป็นช่องว่างใต้เลนส์ชุดสุดท้าย ช่องนี้เป็นช่องสุญญากาศกว้างพอที่ติดตั้งอุปกรณ์ตรวจสอบ หรือรวบรวมสัญญาณต่าง ๆ ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ กับผิวของตัวอย่าง ส่วนสำคัญที่สุดของช่องใส่ตัวอย่างคือฐานวางตัวอย่าง และปุ่มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่าง ๆ เพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เคลื่อนไปมาภายในช่องใส่ตัวอย่างได้

4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (collector and scintillator) เป็นแท่งแก้วใส มีปลายมนทำด้วยพลาสติก ฉาบผิวด้วยอลูมิเนียม และส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวก เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณชนิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิอยู่ภายในช่องใส่ตัวอย่างใต้ column และได้จัดวางไว้ให้ทำมุมกับฐานวางตัวอย่าง เพื่อรวบรวมประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้

5. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (imaging and photographic devices) ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับให้เป็นภาพปรากฏบนจอ CRT และบันทึกได้ด้วยกล้องถ่ายรูปแบบง่าย ๆ อุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วย ท่อนำแสงและเครื่องขยาย และเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้า การสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิ จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสง (light pipe) ในลักษณะของแสง (photons) แสงที่ส่งผ่านท่อแท่งแก้วใสนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (photo-multiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงโปรตอนนี้ไปเป็นอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ CRT ที่ติดตั้งไว้บน console unit ลำแสงไฟฟ้าบนจอรับภาพ CRT สามารถบันทึกได้โดยกล้องถ่ายภาพ โดยบันทึกลำแสงเป็นเส้นที่เคลื่อนที่จากซ้ายไปขวามบนจอ CRT เส้นแล้วเส้นเล่าจนเต็มจอภาพ

6. กลวิธีของการกำเนิดของภาพ สรุปได้ดังนี้ กลุ่มอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่เกิดจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ถูกรวบรวมโดยระบบเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้าให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเป็นรูปทรงกระบอกจะถูกกำหนดให้ตกลง (focus) บนผิวของตัวอย่าง พร้อมกับถูกผลักดันให้เคลื่อนไปบนผิวของตัวอย่างโดย scan coils ขณะที่ลำแสงอิเล็กตรอนกระทบผิวของตัวอย่างก็

จะเกิดสัญญาณออกมาหลายรูปแบบ และสัญญาณเหล่านี้สามารถจับไว้หรือรวมไว้แล้ว  
เปลี่ยนแปลงให้เป็นภาพซึ่งถ่ายไว้ได้

เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron beam) กระแทกกับตัวอย่าง จะ  
เกิดปฏิกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวตัวอย่าง ทำให้มีอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron)  
ซึ่งมีพลังงานต่ำ หนีออกมาจากชั้นบางของพื้นผิว อิเล็กตรอนประเภทนี้บางประจําอาจหนีออกมา  
ไม่ได้เพราะถูกดูดกลับเข้าชั้นในตัวอย่างก็สูญหายไปที่สุดในที่สุด ประจุอิเล็กตรอนบริเวณชั้นบนของผิว  
ตัวอย่างที่หลุดออกมาจะถูกจับและรวมเป็นสัญญาณโดย collector และ scintillator ซึ่งสัญญาณ  
นี้จะเปลี่ยนไปเป็นโฟตอนของแสงและจะถูกส่งผ่านท่อนำแสง (light pipe) ไปยัง photo-multiplier  
ซึ่งจะเปลี่ยนโฟตอนไปเป็นอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชุดหลังจะถูกขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าโดย  
amplifier ให้มีจำนวนเพิ่มขึ้นอย่างมากมาย ในที่สุดสัญญาณไฟฟ้าเหล่านั้นถูกแปรไปเป็นภาพ  
ขาวดำที่ปรากฏบนจอ CRT และพร้อมที่จะบันทึกภาพซึ่งเกิดจากความแตกต่าง (contrast)  
ระหว่างความสว่าง (ขาว) กับความมืด (ดำ) บนจอภาพด้วยกล้องถ่ายภาพ

ภาพที่ปรากฏบนจอ CRT เป็นภาพขยายของบริเวณสี่เหลี่ยมจัตุรัสของพื้นผิวที่  
ลำแสงอิเล็กตรอนเคลื่อนผ่านไปในช่วงเวลานั้น การที่จะเพิ่มหรือลดกำลังขยายของภาพ จำต้อง  
ควบคุมเนื้อที่ ๆ ลำแสงอิเล็กตรอนครอบคลุม เช่น กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิส่องกราด  
ไปบริเวณจัตุรัสขนาดเล็ก ภาพที่ปรากฏจะเป็นภาพขยายใหญ่หรือในทางกลับกัน หากกำหนดให้  
ลำแสงอิเล็กตรอนเคลื่อนไปในบริเวณที่กว้างใหญ่ ภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็เป็นภาพที่มี  
กำลังขยายต่ำ

### 3. หลักการและทฤษฎีเบื้องต้นของ SEM

แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนในคอลัมน์สุญญากาศถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าที่มีความ  
ต่างศักย์สูง เพราะฉะนั้นอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงนี้ จึงมีพฤติกรรมคล้ายคลื่นแสง กำลังขยายของ  
ภาพเกิดจากการบังคับลำอิเล็กตรอนผ่านสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งทำหน้าที่คล้ายเลนส์ มีผลให้  
อิเล็กตรอนมีความยาวคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงในช่วงตามองเห็นได้ ฉะนั้นการเปลี่ยนกำลังขยาย  
และความคมชัดของเลนส์อิเล็กตรอน ให้ปรับความเข้มในขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อเปลี่ยนแปลง  
ความหนาแน่นของฟลักซ์เส้นแรงแม่เหล็ก กล่าวได้ว่ากำลังขยายและความคมชัดของเลนส์  
อิเล็กตรอนขึ้นกับค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเร่งอิเล็กตรอนนั่นเอง

อิเล็กตรอน (e) มีประจุลบ วัดค่าได้ประมาณ  $1.6 \times 10^{-19}$  คูโลมปี และมีมวลนิ่ง  
( $m_0$ ) ประมาณ  $9 \times 10^{-31}$  กิโลกรัม ถ้าอิเล็กตรอนถูกเร่งด้วยความต่างศักย์ (V) สูง ๆ ค่าหนึ่ง และมี

ความเร็ว ( $v$ ) ที่เข้าใกล้ความเร็วของแสง ( $c$ ) มวลของอิเล็กตรอนจะมีค่ามากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับมวลนิ่ง ดังสมการข้างล่างนี้

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} \quad (\text{ง.1})$$

ถ้าเราคิดว่าอิเล็กตรอนเป็นคลื่น แล้วค่าความยาวคลื่นและโมเมนตัมของอิเล็กตรอนจะสัมพันธ์กับสมการความยาวคลื่นเดอบรอย (De Broglie)

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (\text{ง.2})$$

เมื่อค่า  $h$  คือค่าคงที่ของพลังค์ (Planck constant) ดังนั้นเราสามารถเทียบเท่าค่าพลังงานที่ให้แก่อิเล็กตรอน  $eV$  กับค่าพลังงานที่แสดงความสัมพันธ์ที่เปลี่ยนแปลงของมวล ดังนี้

$$eV = (m - m_0)c^2 \quad (\text{ง.3})$$

ถ้าเรารวมสมการที่ (ง.1), (ง.2) และ (ง.3) เข้าด้วยกัน เราสามารถหาค่าความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนที่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์ที่ใช้เร่งอิเล็กตรอน ดังสมการนี้

$$\lambda^2 = h^2 / (2eVm_0 + e^2V^2 / c^2) \quad (\text{ง.4})$$

ค่าคงที่

$$\begin{aligned} c &= 2.998 \times 10^8 \text{ ms}^{-1} \\ e &= 1.602 \times 10^{-19} \text{ C} \\ h &= 6.620 \times 10^{-34} \text{ Js} \\ m_0 &= 9.108 \times 10^{-31} \text{ kg} \end{aligned} \quad (\text{ค.5})$$

นำค่าคงที่ทั้งหมดในสมการ(ง.5) แทนค่าในสมการ (ง.4)



$$\lambda = \sqrt{\left(\frac{1.5}{V + 10^{-6}V^2}\right)}nm . \quad (ง.6)$$

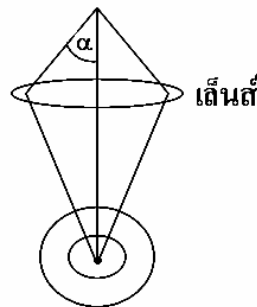
ที่ค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเร่งความเร็วของอิเล็กตรอน จำเป็นมากสำหรับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (ที่มีค่าความต่างศักย์สูงกว่า  $2 \times 10^4$  โวลต์) เพราะอิเล็กตรอนที่ถูกเร่ง ยังมีส่วนสำคัญของความเร็วที่ใกล้เคียงความเร็วของแสง และค่าความยาวคลื่นที่แคบลงทำให้ ศึกษาวัตถุตัวอย่างที่มีขนาดเล็ก ๆ ได้ดียิ่งขึ้น จากสมการ (ง.6) สามารถทำให้อยู่ในรูปอย่างง่ายได้ ดังนี้

$$\lambda = \sqrt{\left(\frac{1.5}{V}\right)}nm . \quad (ง.7)$$

$$\lambda = \frac{12.3}{\sqrt{V}} \text{ \AA}$$

### ความสามารถในการแจกแจงของเลนส์

จุดวัตถุ 2 จุดใกล้กันส่องผ่านเลนส์จะเกิดจุดภาพวงแหวนเหลื่อมกัน ระยะห่างระหว่างจุดยอดของความเข้มของแสงทั้ง 2 จุด (resolution) ค่า resolution ยิ่งน้อยยิ่งดีเพราะวัตถุ ยังมีขนาดเล็กลงมากเท่าใด ระยะห่างระหว่างจุดสองจุด (resolution) จะเล็กลงด้วย



ภาพประกอบ ง.3 แสดงความสามารถในการแจกแจงของเลนส์

$$d = \frac{0.61 \lambda}{n \sin \alpha} \quad (ง.8)$$

$\lambda$  = ความยาวคลื่น (เมตร)

$d$  = ระยะห่างระหว่างจุดยอดของความเข้มของแสงทั้ง 2 จุด (resolution)

$\alpha$  = กึ่งหนึ่งของมุมรูปกรวย (เรเดียน)

$n$  = ดัชนีหักเหของตัวกลาง

แทนค่าสมการที่ (ง.7) ลงในสมการที่ (ง.8)

$$d = \frac{0.61(12.3)}{n \sin \alpha \sqrt{V}} \quad (\text{ง.9})$$

แสดงว่าค่า resolution ขึ้นอยู่กับค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเร่งอิเล็กตรอน กล่าวคือ เมื่อให้ค่าความต่างศักย์ที่สูงในการเร่งความเร็วแก่อิเล็กตรอน เราสามารถทราบรายละเอียดที่เล็กลงของตัวอย่างที่ศึกษา ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อการศึกษาตัวอย่างที่มีขนาดเล็กมากๆ ได้

#### 4. ขั้นตอนการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน SEM

##### 4.1 ส่วนประกอบ (components)



ภาพประกอบ ง.4 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5200

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

### คำอธิบายส่วนประกอบ

1. Electron gun : W Filament
2. Column : ประกอบด้วย condenser lens, objective lens and deflector coil
3. Specimen chamber/Specimen stage
4. Detector : secondary/backscatters electrons detector
5. Attachment installation port: Energy dispersive X-ray spectrometer (EDS), etc.
6. Cabinet : instruction manual, tools
7. Display panel
8. Attachment housing
9. Control panel

## 4.2 วิธีปฏิบัติงานเรื่องการใช้เครื่อง SEM-JSM5200

### 4.2.1 การเปิดเครื่อง

(1) เปิด main switch (ปุ่มสีเขียว) เครื่องทำน้ำหล่อเย็น (cooling) จะเปิดโดยอัตโนมัติ แล้วเปิดสวิตช์ไฟเข้าเครื่อง โดยบิดกุญแจ POWER ไปที่ START แล้วบิดกลับมาที่ ON ตัวหนังสือจะปรากฏบนจอ LCD



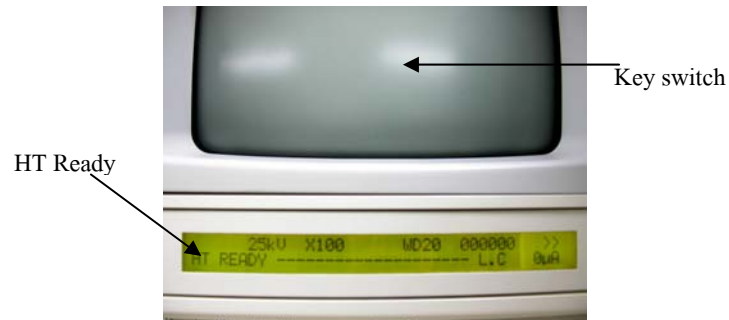
(ก)



(ข)

ภาพประกอบ ง.5 (ก) เปิด Main Switch (ข) เปิดสวิตช์ไฟเข้าเครื่อง โดยบิดกุญแจ Power ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

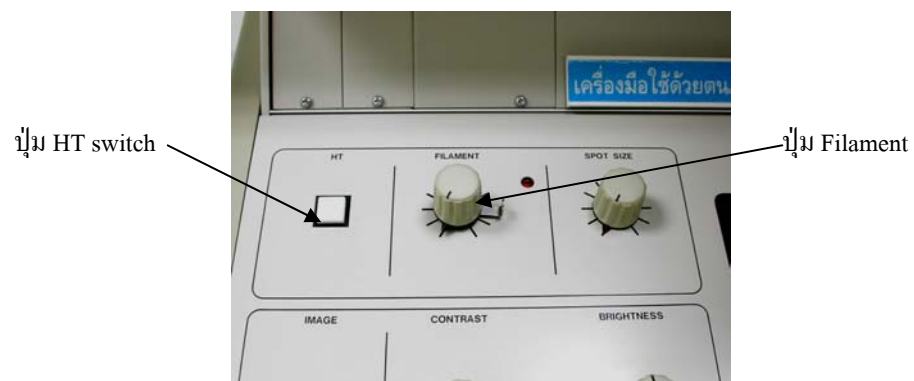
- (2) รอประมาณ 20 นาที
- (3) HT Ready ปรากฏบนจอ LCD



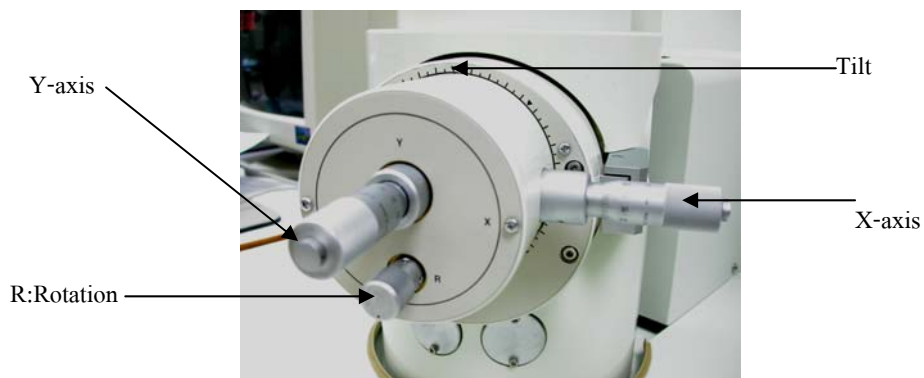
ภาพประกอบ ง.6 เครื่องพร้อมใช้งาน เมื่อปรากฏ HT Ready บนจอ LCD  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

#### 4.2.2 การใส่ตัวอย่างเข้าเครื่องหรือเปลี่ยนตัวอย่าง

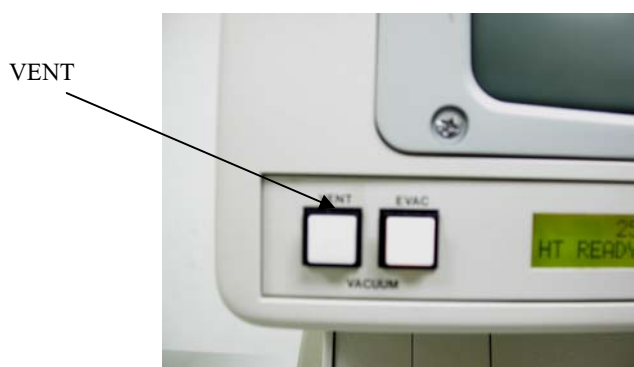
- (1) ตรวจสอบตำแหน่งปุ่มต่างๆ



ภาพประกอบ ง.7 แสดงค่า Filament ต่ำสุด (7 นาฬิกา) HT OFF (ไฟที่ปุ่ม HT ดับ)  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

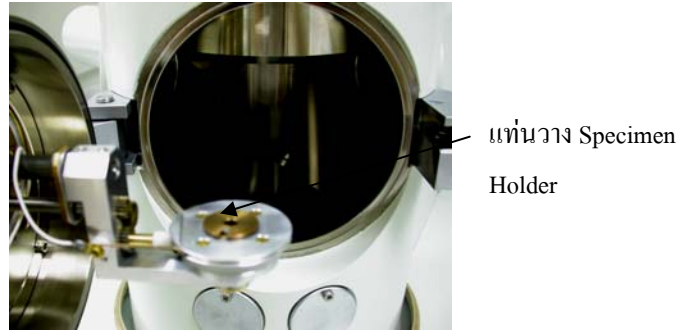


ภาพประกอบ ง.8 ตำแหน่งการปรับ Specimen stage: Tilt = 0, X = 0, Y = 0, R = 0  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549



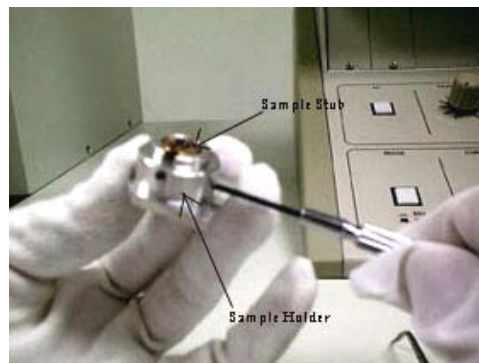
ภาพประกอบ ง.9 แสดงการกดปุ่ม “VENT” แล้วรอประมาณ 1 นาที (ไฟสว่าง)  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

## (2) เปิดช่องใส่ตัวอย่าง



ภาพประกอบ ง.10 แสดงภาพการเปิดช่องใส่ตัวอย่างบนแท่นวาง Specimen Holder  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

## (3) นำ Stub ตัวอย่างใส่ใน Specimen Holder แล้วล็อก



ภาพประกอบ ง.11 แสดงภาพนำ Stub ตัวอย่างใส่ใน Specimen Holder แล้วล็อก  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(4) นำ Specimen Holder เสียบเข้ากับ Specimen Stage



ภาพประกอบ ง.12 แสดงการนำ Specimen Holder เสียบเข้ากับ Specimen Stage

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(5) ปิดช่องใส่ตัวอย่าง ใช้มือกดให้สนิท ตรวจสอบ O-ring ต้องไม่หลุดจากร่อง

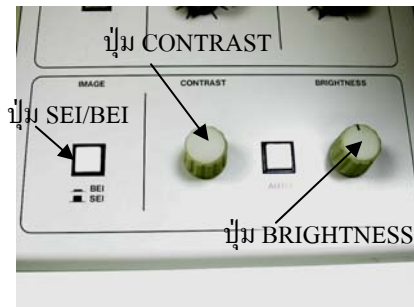
(6) กด “EVAC”

(7) รอจน HT Ready ประมาณ 3 นาที

#### 4.2.3 การตรวจสอบตัวอย่าง

(1) ตรวจสอบตำแหน่งปุ่มและตั้งค่าต่างๆ

- CONTRAST: อยู่ตรงกลาง (สังเกตเครื่องหมาย | ที่ปุ่ม)
- BRIGHTNESS: อยู่ที่ตำแหน่งตรงกลาง
- FILAMENT: ต่ำสุด
- SPOT SIZE: ชีตที่ 4
- SEI/BEI: เลือก SEI
- STIGMATOR: X, Y อยู่ตรงกลาง
- MAGNIFICATION: ต่ำสุด



(ก)

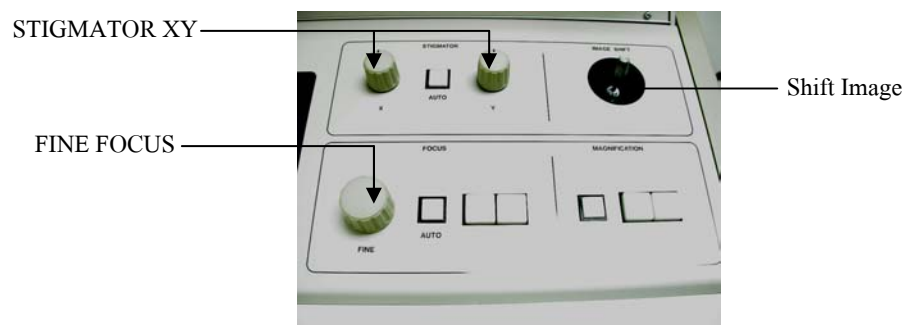


(ข)

ภาพประกอบ ง.13 (ก) แสดงการตั้งค่าปุ่ม Contrast SEI/BEI และปุ่ม Brightness

(ข) แสดงการตั้งค่าปุ่ม Filament และ ปุ่ม Spot Size

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549



ภาพประกอบ ง.14 แสดงการตั้งค่าปุ่ม Stigmator XY Fine Focus และปุ่ม Shift Image

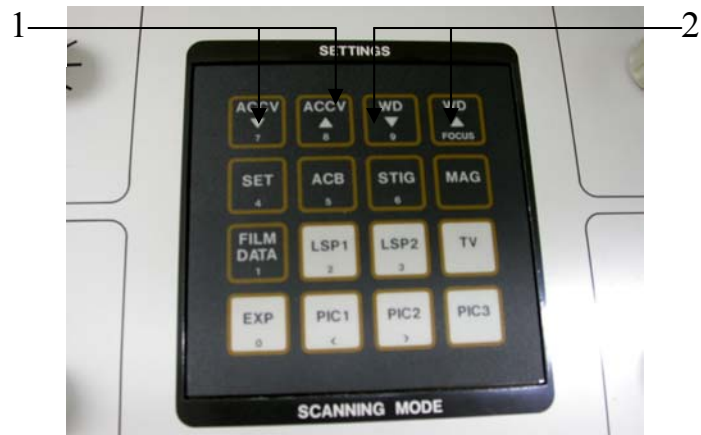
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(1) ตรวจสอบตำแหน่งปุ่มและตั้งค่าต่างๆ

- ACCV (Accelerating Voltage): ตามต้องการ โดยกดเลือกที่ control panel (1)

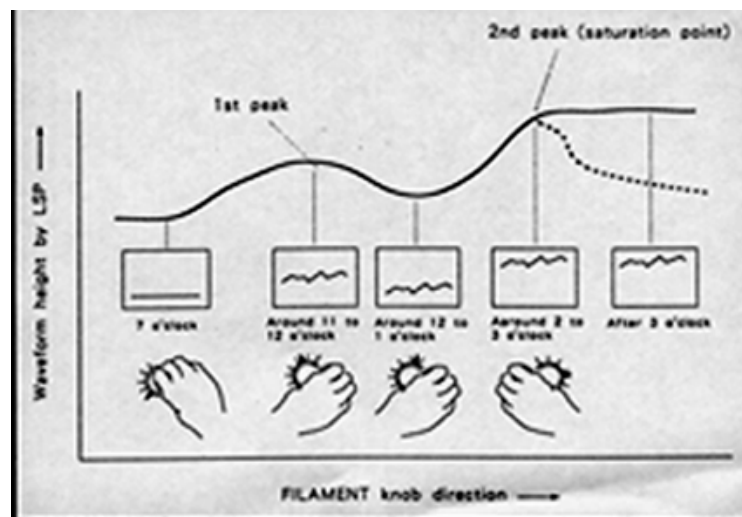
- WD (Working Distance): ตามต้องการ โดยกดเลือกที่ control panel (2)





ภาพประกอบ ง.15 แสดงการตั้งค่า Accelerating Voltage และ Working Distance  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

- กด "HT ON" (ไฟติด)
- กด SCANNING MODE: LSP1 หรือ LSP2
- ค่อย ๆ ปรับ Filament ตามเข็มจนได้ Saturation Point (2<sup>nd</sup> Peak) แล้วตั้ง Filament ไว้ที่ตำแหน่งเริ่ม Saturation ดังภาพประกอบ ง.16



ภาพประกอบ ง.16 แสดงการปรับ Filament ตามเข็มจนได้ Saturation Point (2<sup>nd</sup> Peak)  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(1) ตรวจสอบตำแหน่งป้อนและตั้งค่าต่างๆ (ต่อ)

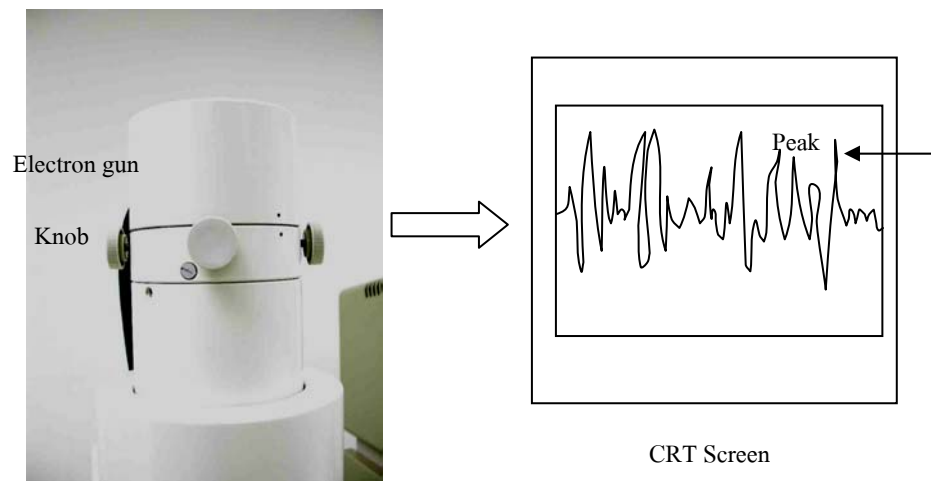
- เปลี่ยน Scanning Mode เป็น PIC 1 หรือ TV Mode จะเห็นภาพบนจอ

CRT

- เปลี่ยนกำลังขยาย, ปรับไฟก๊ส (Coarse /Fine) และ Contrast/Brightness ตามต้องการ เพื่อให้ได้ภาพที่ให้รายละเอียดดีที่สุด

- ปรับ Stigmatism ให้ถูกต้อง ภาพจะคมชัด

- ทำการ Alignment โดยการกดปุ่ม LSP1 จะได้ waveform แล้วหมุนปุ่มที่ Electron gun ครั้งละ สองตัวพร้อมกันในทิศทางเดียวกัน ให้ได้ peak สูงสุดจึงหยุด ดังภาพประกอบ ง.17



ภาพประกอบ ง.17 แสดงการทำ Alignment ให้ได้รูปแบบคลื่นที่มี peak สูงสุด

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

- เลื่อน Specimen Stage x, y หรือ tilt หรือ rotate จนได้ตำแหน่งภาพที่ต้องการ

- ปรับไฟก๊สภาพ ปรับ contrast และ brightness จนได้ภาพที่ต้องการ

- พร้อมถ่ายภาพ

#### 4.2.4 ขั้นตอนการถ่ายภาพ

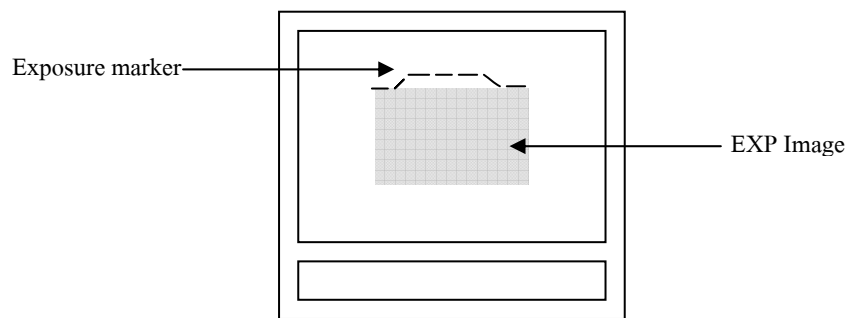
(1) คลิกเลือกโปรแกรม 'Semafor' ในคอมพิวเตอร์

(2) เมื่อได้ตำแหน่งที่ต้องการถ่ายภาพแล้ว ให้ทำการปรับเพิ่มกำลังขยายให้สูงกว่ากำลังขยายที่ต้องการจะถ่ายภาพ 1.5 เท่าขึ้นไป

(3) กด Mode PIC1, PIC2, PIC3 หรือ Mode TV

(4) ปรับโฟกัส ปรับ Stigmatism (X, Y) ให้ได้ภาพชัดจนที่สุดปรับโฟกัสใหม่อีกครั้งให้คมชัดแล้วปรับลดกำลังขยาย ลงมาที่กำลังขยายที่ต้องการจะถ่ายภาพ

(5) เลือก Scanning Mode “EXP” แล้วปรับ Optimum Contrast และ Brightness โดยสังเกตดูจาก Exposure marker ดังภาพประกอบ ง.18



ภาพประกอบ ง.18 แสดงการปรับ Optimum Contrast และ Brightness

โดยสังเกตดูจาก Exposure marker

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(6) เปลี่ยน Mode เป็น “PIC1”

(7) ตั้งหมายเลขฟิล์ม โดยกด SET (1) +FILM DATA (2) แล้วกดหมายเลขที่ต้องการ (มีตัวเลขอยู่ที่ด้านล่างของแต่ละปุ่ม) ดังภาพประกอบ ง.19

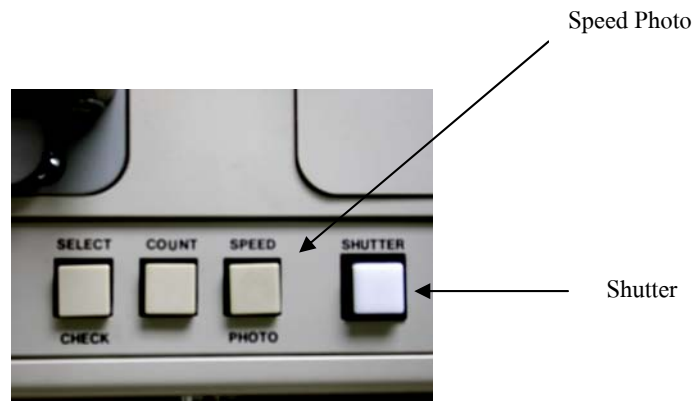


ภาพประกอบ ง.19 แสดงการตั้งหมายเลขฟิล์ม

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(8) เลือก SPEED PHOTO เป็น ">>" กดที่ปุ่ม SPEED PHOTO เพียง 2 ครั้ง

(9) กด Shutter On (ไฟสว่าง) ของเครื่อง SEM แล้วคลิกปุ่ม Shutter ในคอมพิวเตอร์แล้วรอจน Photo Timer บนจอ LCD ลดลงจาก 100 → 0 ดังภาพประกอบ ง.20



ภาพประกอบ ง.20 แสดงการใช้งานปุ่ม Speed Photo และ ปุ่ม Shutter  
ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

(10) Shutter จะตัดอัตโนมัติ (ไฟดับ)

(11) ทำการ save รูปบนหน้าจอคอมพิวเตอร์

(12) สิ้นสุดการถ่ายภาพ

(13) เมื่อเสร็จสิ้นการใช้งาน

- ให้ปรับลด Filament และ Spot Size ลงมาที่ต่ำสุด (หมุนทวนเข็มนาฬิกา)
- กด "HT OFF" (ไฟดับ)
- กดปุ่ม VENT เพื่อนำตัวอย่างออก
- ปิด chamber แล้วกดปุ่ม EVAC
- รอจน HT READY

#### 4.2.5 การปิดเครื่อง

ปิดกุญแจ "Power"ไปที่"Off" (Cooling ปิดเองอัตโนมัติประมาณ 20 นาทีหลังปิดเครื่อง)

#### 4.2.6 การเตรียมตัวอย่าง

ให้นำตัวอย่างมาติดบน Stub โดยใช้เทปกาว 2 หน้า เป็นตัวยึด แล้วนำตัวอย่างไปฉาบทองด้วยเครื่อง Sputter Coater และนำศึกษาด้วย SEM ต่อไป

#### 4.2.7 Sputter Coater

วิธีปฏิบัติการใช้เครื่อง Sputter Coater เพื่อเพิ่ม conductivity ของตัวอย่าง โดยนำทองมาฉาบที่ผิวตัวอย่าง เป็นการเพิ่มการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง ทำให้อิเล็กทรอนิกส์ผ่านสู่พื้นผิวตัวอย่างได้ดียิ่งขึ้น

- (1) ตรวจสอบดูว่า สายดินสีเขียวต้องเสียบอยู่บนฝาของหัว Coater
- (2) ปิด VENT KNOB บริเวณบนฝาของหัว Coater เพื่อ Coater เพื่อ release pressure ออกจาก chamber รอจน สามารถยกหัว Coater ออกได้
- (3) ยกหัว Coater ออก เพื่อวางตัวอย่างบนแท่นวางตัวอย่าง ดังภาพประกอบ

ง.21



ภาพประกอบ ง.21 แสดงการวางตัวอย่างบนแท่นวางตัวอย่าง

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

- (4) นำ STUB ที่ติดตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว วางบนแท่นวางตัวอย่างใน chamber
- (5) นำ Sputter Head (หัว Coater) มาวางบน Chamber ชยับให้เข้าที่
- (6) ปิด VENT KNOB บนฝาของหัว Coater และวาล์ว Gas leak ที่หน้าเครื่องทางด้าน SPI-Module Sputter Coater
- (7) เปิด Power Switch ของ SPI - Module Control และ SPI - Module Sputter Coater



ภาพประกอบ ง.22 การนำ Stub วางใน Chamber เพื่อเตรียมการ Sputter Coater

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2549

- (8) หลังจากนั้นรอจนไฟที่ปุ่ม ON และ READY ติด
- (9) รอจนกระทั่ง Vacuum ต่ำกว่า .05 mtorr (ดูที่ pressure indicator) ให้ตั้ง Timer ที่ 10 วินาที
- (10) เปิด gas Argon ที่วาล์วหัวถัง ปรับ pressure ที่ประมาณ 5 psi (ดูจาก pressure Gauge ที่ถัง)
- (11) ค่อยปรับ gas leak valve เพื่อ flush ในส่วนของ chamber ด้วย Argon
- (12) กดปุ่ม STRAT แล้วดูกระแสให้อยู่ในช่วย 10-20 MA ถ้าไม่อยู่ในช่วงก็ให้ปรับที่ gas leak valve (หมุนทวนหรือตามเข็มนาฬิกา) แล้วดูว่าเพิ่มหรือลดจนได้กระแสที่ต้องการ (ดูกระแสจาก meter ที่หน้าเครื่อง)
- (13) เมื่อครบตามเวลาที่ตั้งไว้ ไฟที่ปุ่ม START จะดับ กระแสที่จะดับโดยอัตโนมัติ
- (14) ตั้งเวลาใหม่ตามความต้องการที่จะให้ได้ความหนาของทองที่ฉาบลงบนตัวอย่างดังสูตร

$$d = KTVI \quad (\text{ง.10})$$

โดย

d = ความหนาของทองที่ฉาบ (A)

K= 0.17

I = กระแส (mA)

V = ค่าศักย์ไฟฟ้า (1 kv)

T = เวลา (วินาที)

ค่าที่ได้โดยประมาณ 3 อังสตรอม ต่อ วินาที

(15) กดปุ่ม START แล้วปรับ gas leak valve ให้ได้กระแสอยู่ในช่วง 10-20 mA เมื่อครบเวลากระแสก็จะตัดโดยอัตโนมัติ

(16) ไฟที่ปุ่มตรง START จะดับ

(17) ให้ปิดสวิตช์ ของ POWER SW โดยกดสวิตช์ไปยังตำแหน่ง OFF

(18) Release pressure โดยค่อยๆ เปิด VENT KNOB ให้อากาศเข้าไป ลอง ขยับหัว Coater ดูว่าสามารถขยับได้โดยง่ายแล้วหรือยัง

(19) ยกหัว Coater ออก เพื่อนำตัวอย่างออกจาก chamber

(20) นำหัว Coater ใส่กลับที่เดิมขยับให้เข้าที่ แล้วปิด VENT KNOB ให้หมด แล้วเปิด สวิตช์ ON เพื่อให้ใน chamber เป็นสุญญากาศ แล้วปิด สวิตช์ OFF

**ประวัติผู้เขียน**

ชื่อ สกุล	นายสันติ แผ่เต็ม		
รหัสประจำตัวนักศึกษา	4222071		
วุฒิการศึกษา		ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วุฒิ		มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2536
วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์)			