

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

ในการผลิตรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนพอลิคาร์บอเนตโดยใช้เทคนิคทางนิวเคลียร์ได้แบ่งวิธีดำเนินการออกเป็นขั้นตอนได้ดังนี้

1. การทำให้เกิดรอยแผล โดยอาศัยอนุภาคมีประจุ จากปฏิกิริยาทางนิวเคลียร์ ของนิวตรอน 2 ชนิด คือ

1.1 นิวตรอนช้า (n, α)

1.2 นิวตรอนเร็ว โดยใช้ Recoil Proton จากปฏิกิริยา (n, n')

2. ขั้นตอนการขยายรอยแผล โดยการกัดรอยด้วยสารละลาย NaOH โดยการควบคุมตัวแปรที่เกี่ยวข้องคือ ความเข้มข้นของ NaOH อุณหภูมิ เวลา

3. การทดสอบสมบัติ ของรูพรุนที่ผลิตขึ้นประกอบด้วย

3.1 การถ่ายภาพด้วย SEM

3.2 การวัดอัตราการไหลของน้ำ

3.3 การหาขนาดใหญ่สุดของรูพรุนบนแผ่นเมมเบรนโดคเทคนิคฟองอากาศ

3.4 การวัดขนาด และหาการกระจายของรูพรุน โดยโปรแกรมวิเคราะห์ภาพคาร์บอนย

4. เปรียบเทียบสมบัติของเมมเบรนที่ผลิตขึ้นกับแผ่นเมมเบรนมาตรฐาน

3.1 วัสดุ

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการอาบนิวตรอน

- แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนต ความหนา $6\mu\text{m}$ (Certi Prep)

- ฉากเปลี่ยนนิวตรอนที่เคลือบด้วย B-10 เข้มข้น (Enriched Boron 10 (> 90 %)

KODAK Made in France)

- นาฬิกาจับเวลา ความละเอียด 1/100 วินาที

3.1.2 วัสดุที่ใช้ในการกัดขยายรอย

- แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนต ความหนา $5\mu\text{m}$

- สารเคมี NaOH 98 % ผลิตโดยบริษัท ไทยอาซาฮีเคมีภัณฑ์ จำกัด

- น้ำกลั่น

- แผ่นใสสำหรับถ่ายเอกสาร
- นาฬิกาจับเวลา

3.1.3 วัสดุที่ใช้ในการหาขนาดและความหนาแน่นของรูบนแผ่นเมมเบรน

- แผ่นสไลด์
- แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตที่กัดขยายรอยแล้ว
- โปรแกรมคาร์นอย (www.carnoy.org)

3.1.4 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการหาอัตราการไหลของน้ำผ่านเมมเบรน

- ถังกักไนโตรเจน
- น้ำกลั่น
- แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตที่กัดขยายรอยแล้ว
- นาฬิกาจับเวลา

3.1.5 วัสดุที่ใช้หาขนาดรูใหญ่สุด

- ถังกักไนโตรเจน
- แผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตที่กัดขยายรอยแล้ว
- ชุดทดสอบเทคนิคฟองอากาศ

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการอบนิวตรอน

- เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย (ปปว-1/1)
- X-ray Cassette (อลูมิเนียม)
- แผ่นอลูมิเนียมบาง
- แหล่งจ่ายไฟความต่างศักย์สูง (Model3002D , Canberra)
- ขวดพลาสติกสำหรับอบ นิวตรอนเร็ว

3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการกัดขยายรอย

- แผ่นแม่เหล็ก
- เครื่องชั่ง (OHAUS รุ่น ARB120)
- บีกเกอร์

- เครื่องควบคุมอุณหภูมิน้ำ (Grant ,W14)
- เทอร์โมมิเตอร์

3.2.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาขนาดและความหนาแน่นของรูบนแผ่นเมมเบรน

- กล้องจุลทรรศน์ (OLYMPUS รุ่น BHX)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-5800LV, JEOL)
- เครื่องนับรอยแบบใช้มือกด
- ตารางนับรอย

3.2.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาอัตราการไหลของน้ำผ่านเมมเบรน

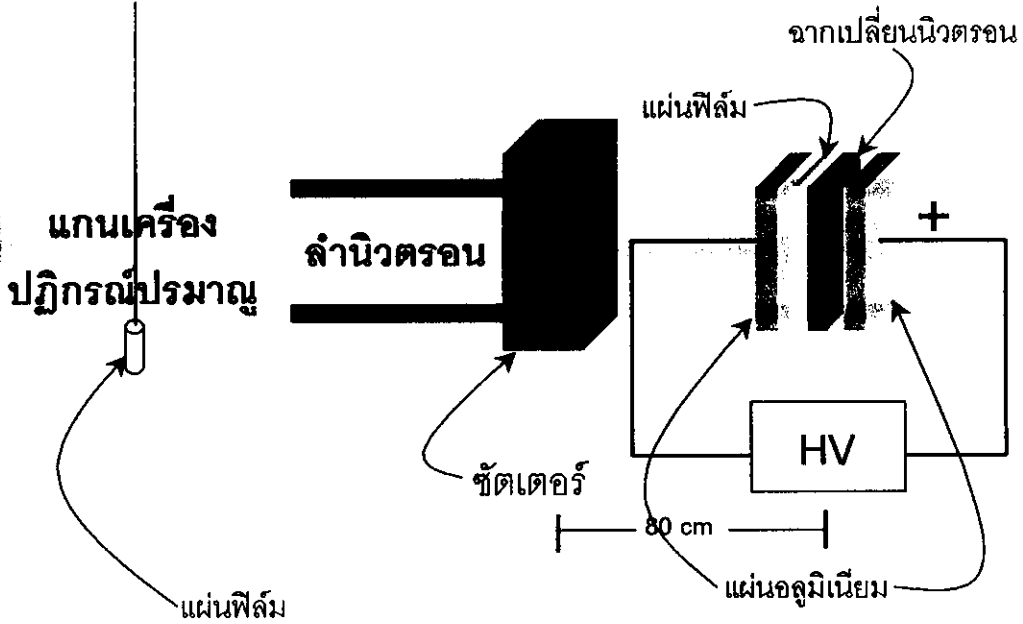
- เกจวัดความดัน ความละเอียด 0.1 kg/cm² (Hi – Light)
- Feed Tank สำหรับใส่น้ำกลั่น
- Test Cell
- เครื่องชั่ง OHAUS รุ่น ARB120

3.2.5 อุปกรณ์ที่ใช้หาขนาดรูใหญ่สุด

- เกจวัดความดัน ความละเอียด 0.1 kg/cm² (Hi – Light)
- Methanol (99.8%. Labscan, Ireland)
- Membrane Filter holder

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 ออบนิวตรอน โดยจัดอุปกรณ์การทดลองดังรูป



รูปที่ 3.1 แสดงการจัดอุปกรณ์ในการออบนิวตรอน

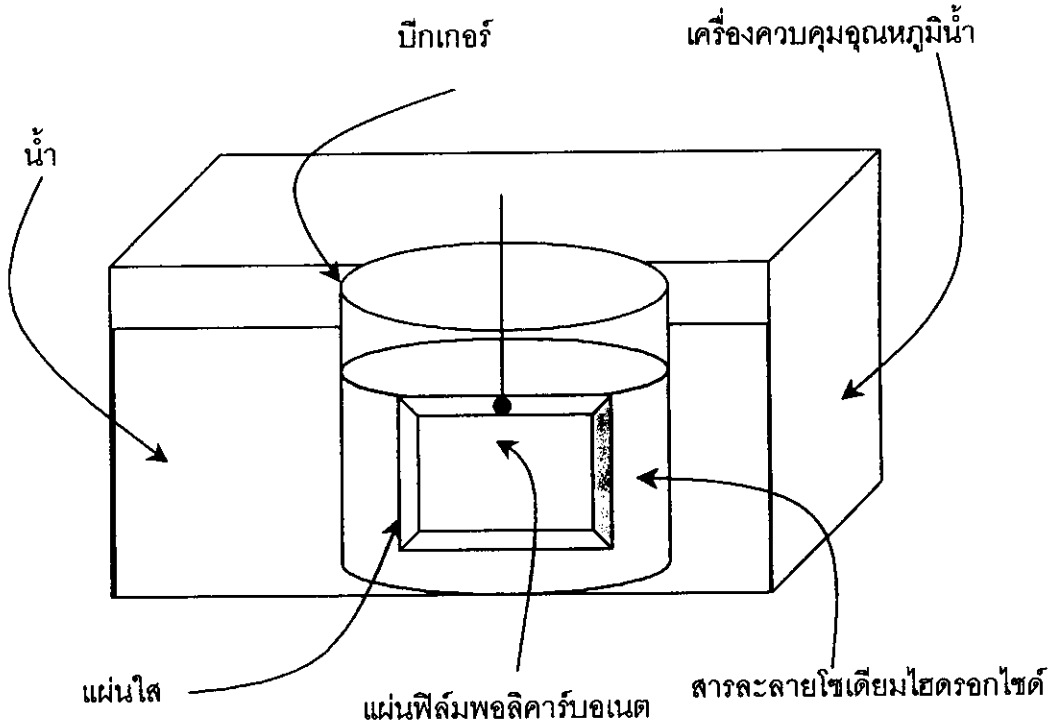
- การออบแผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตด้วย นิวตรอนเทอร์มัล

1. เปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักย์สูง โดยปรับความต่างศักย์ 0, 500, 10000, 1500, 2000 V
2. เปิดชุดเตเตอร์ และเริ่มจับเวลา 15, 20, 25, 30, 35 นาที
3. ปิดชุดเตเตอร์
4. ปิด High voltage
5. นำแผ่นฟิล์มมาเก็บไว้กักขยายรอย

- การออบแผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอเนตด้วย นิวตรอนเร็ว

1. นำแผ่นฟิล์มไปออบนิวตรอน ณ ตำแหน่งออบนิวตรอนเร็ว
2. จับเวลา 5, 10, 20 นาที
3. นำแผ่นฟิล์มออกมาจาก เครื่องปฏิบัติการปรมาณู
4. นำมาวางทิ้งไว้ 1 วันเพื่อให้สารกัมมันตรังสีสลายตัว
5. นำแผ่นฟิล์มมาออบ UV เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
6. นำแผ่นฟิล์มมาเก็บไว้กักขยายรอย

3.3.2 การกักขยายรอย โดยจัดอุปกรณ์ดังนี้



รูปที่ 3.2 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับกักขยายรอยด้วยสารละลาย NaOH

ขั้นตอนการหาตัวเร่งในการกักรอย

1. เตรียม สารละลาย NaOH ตามความเข้มข้นที่ต้องการ
2. เตรียมแผ่นฟิล์มสำหรับกักขยายรอย
3. ขั้นตอนการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา
 - กรณีใช้ Ethanol, Methanol, และ H_2O_2 ให้ใส่สารเคมีดังกล่าวลงในสารละลาย NaOH ขณะกักรอย ตามปริมาณที่ต้องการ
 - กรณีใช้ ก๊าซ O_2 เร่งปฏิกิริยา นำแหล่งกำเนิด ฟองก๊าซวางในสารละลาย NaOH
 - ใช้ UV เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำแผ่นฟิล์มพอลิคาร์บอนเนต ไปอบ UV ตามเวลาที่ ต้องการ
4. นำแผ่นฟิล์มที่เตรียมไว้แช่ในสารละลาย NaOH แล้วจับเวลาตามเวลาที่ต้องการ
5. เมื่อครบตามเวลาที่ต้องการแล้วนำแผ่นฟิล์มไปล้างสารละลายออกให้หมด
6. นำไปผึ่งให้แห้งเพื่อนำไปทดสอบต่อไป

ขั้นตอนการกัดขยายรอยด้วยสารเคมี

1. เตรียมสารละลาย NaOH ตามความเข้มข้นที่ต้องการ
2. เตรียมแผ่นฟิล์มสำหรับกัดขยายรอย
3. นำแผ่นฟิล์มที่เตรียมไว้แช่ในสารละลาย NaOH แล้วจับเวลาตามเวลาที่ต้องการ
4. เมื่อครบตามเวลาที่ต้องการแล้วนำแผ่นฟิล์มไปล้างสารละลายออกให้หมด
5. นำไปผึ่งให้แห้งเพื่อนำไปทดสอบต่อไป

เงื่อนไขการกัดขยายรอย

- 1) กรณีแผ่นฟิล์มอบด้วยนิวตรอนช้า

ตารางที่ 3.1 แสดงเงื่อนไขการกัดขยายรอยของการอบนิวตรอนเทอร์มัล

เวลาอบ นิวตรอน (นาทีก)	อุณหภูมิที่ใช้ใน การกัดขยายรอย ($^{\circ}\text{C}$)	ความต่างศักย์ (V)	ความเข้มข้นของ NaOH (N)	เวลากัดขยาย รอย (นาทีก)
20	85	2000	2.25	180
20	85	2000	3.25	140
20	85	2000	4.25	75
20	85	2000	5.25	40
20	85	2000	6.25	30
20	85	0	6.25	25
20	85	500	6.25	25
20	85	1000	6.25	25
20	85	1500	6.25	25
20	85	2000	6.25	25
15	85	2000	6.25	25
20	85	2000	6.25	25
25	85	2000	6.25	25

2) กรณีแผ่นฟิล์มอาบด้วยนิวตรอนเร็ว

ก. อาบนิวตรอน 5 นาที

ตารางที่ 3.2 แสดงเงื่อนไขการกักขยายรอยของการอาบนิวตรอนเร็ว 5 นาที

NaOH (N)	อุณหภูมิ(°C)	เวลา (นาที)		
2.25	75	34	37	40
	80	31	34	37
	85	28	31	34
4.25	75	18	20	22
	80	16	18	20
	85	14	16	18
6.25	75	7	8	9
	80	6	7	8
	85	5	6	7

ข) อาบนิวตรอน 10 นาที

ตารางที่ 3.3 แสดงเงื่อนไขการกักขยายรอยของการอาบนิวตรอนเร็ว 10 นาที

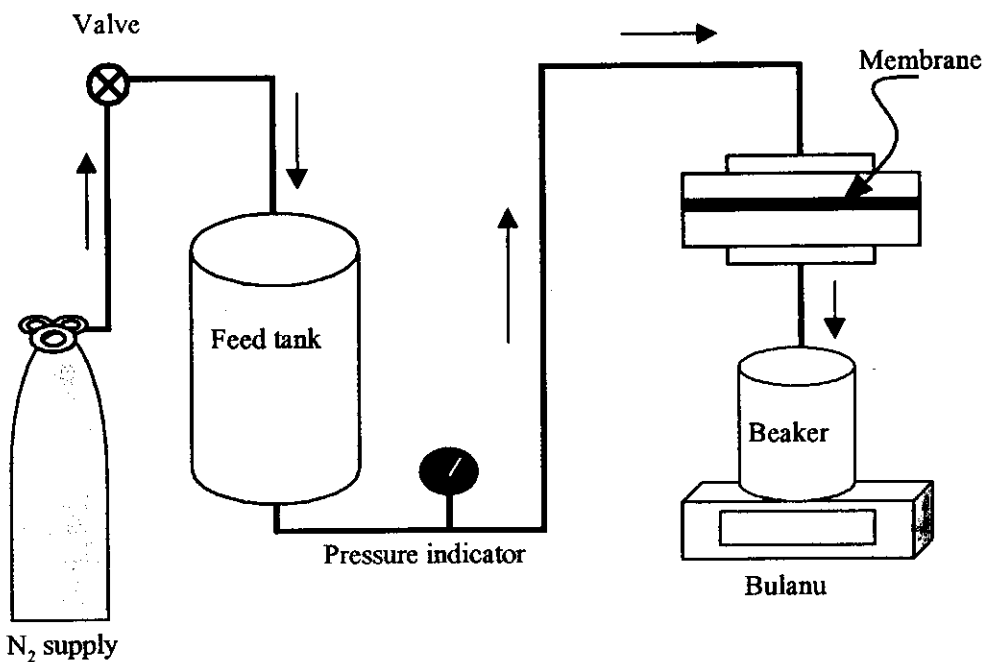
NaOH (N)	อุณหภูมิ(°C)	เวลา (นาที)		
1.25	75	140	150	160
	80	120	130	140
	85	100	110	120
2.25	75	31	33	35
	80	27	29	31
	85	23	25	27
3.25	75	19	21	23
	80	15	17	19
	85	11	13	15

ค) อาบนิวตรอน 20 นาที

ตารางที่ 3.4 แสดงเงื่อนไขการกักขายรอยของการอาบนิวตรอนเร็ว 20 นาที

NaOH (N)	อุณหภูมิ(°C)	เวลา (นาที)		
0.75	75	300	320	340
	80	260	280	300
	85	220	240	260
1.00	75	165	180	195
	80	135	150	165
	85	105	120	135
1.25	75	110	120	130
	80	90	100	110
	85	70	80	90

3.3.3 การทดสอบหาอัตราการไหลของน้ำเมื่อไหลผ่านแผ่นเมมเบรน โดยจัดอุปกรณ์ดังรูป

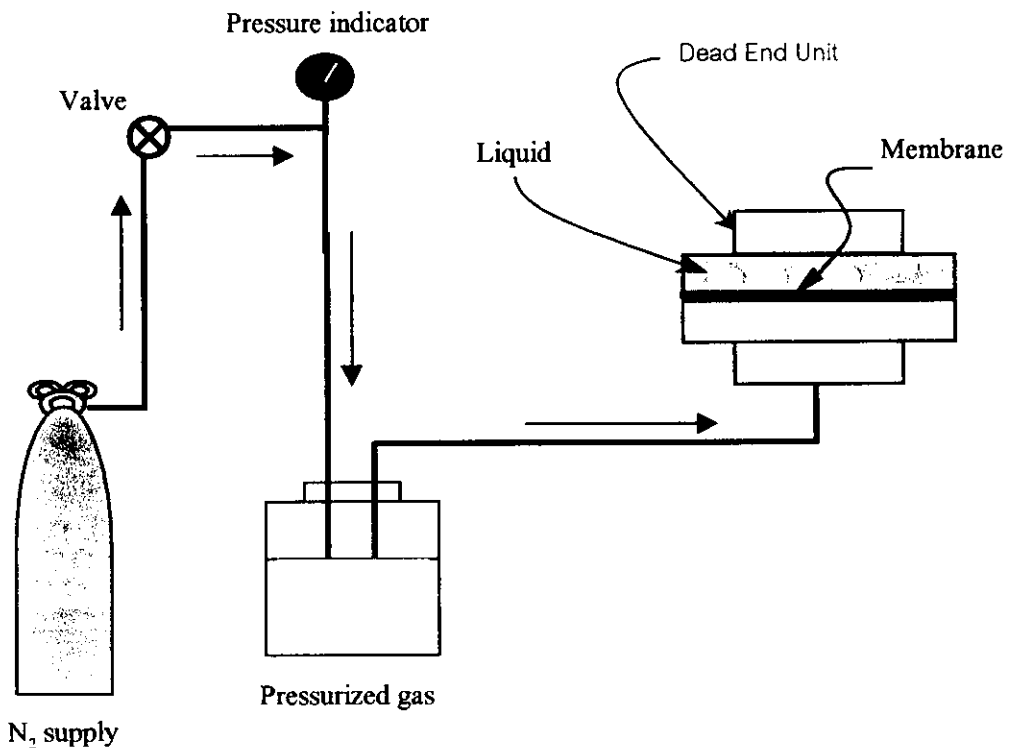


รูปที่ 3.3 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับทดสอบอัตราการไหลของน้ำ

ขั้นตอนการทดลอง

1. จัดอุปกรณ์ดังรูป 3.3
2. นำแผ่นเมมเบรนที่ผ่านการกักขายรอยแล้วมาใส่ใน Test Cell
3. เติมน้ำให้เต็ม Feed Tank
4. เปิดวาล์วถึงก๊าซไนโตรเจน จนน้ำเริ่มไหล
5. จับเวลาเป็นเวลา 5 นาที แล้วบันทึกค่าน้ำหนักของน้ำจากเครื่องชั่ง
6. เพิ่มความดันของก๊าซไนโตรเจน ครั้งละ 100 หรือ 200 kPa ตามความเหมาะสม
7. นำข้อมูลไปคำนวณและเขียนกราฟ

3.3.4 ทดสอบขนาดใหญ่ที่สุดของรูบนแผ่นเมมเบรน ด้วยเทคนิคฟองอากาศ โดยการจัดอุปกรณ์ดังรูป



รูปที่ 3.4 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับหาขนาดใหญ่ที่สุดของรูบนแผ่นเมมเบรน

ขั้นตอนการทดลอง

1. จัดอุปกรณ์ดังรูป
2. นำแผ่นเมมเบรนที่ผ่านการกักขยายรอยแล้วมาใส่ใน Test Cell
3. เติมน้ำของเหลว (methanol) ให้เต็ม Test Cell
4. เปิดวาล์วถึงก๊าซไนโตรเจนช้าๆ จนเริ่มเห็นฟองอากาศลอยขึ้นมา
5. อ่านค่าความดันที่เริ่มเกิดฟองอากาศ
6. ทำซ้ำข้อ 3 – 5 จำนวน 4 ครั้ง แล้วนำค่าความดันที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย
7. หาค่าขนาดใหญสุดของรูบนเมมเบรนจาก สมการ 2.22

3.3.5 หาขนาด การกระจาย และความหนาแน่นของรูพุนบนแผ่นเมมเบรนด้วยโปรแกรม คาร์นอย (รายละเอียดการใช้โปรแกรมอยู่ภาค ผนวก ช)