

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมีในการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

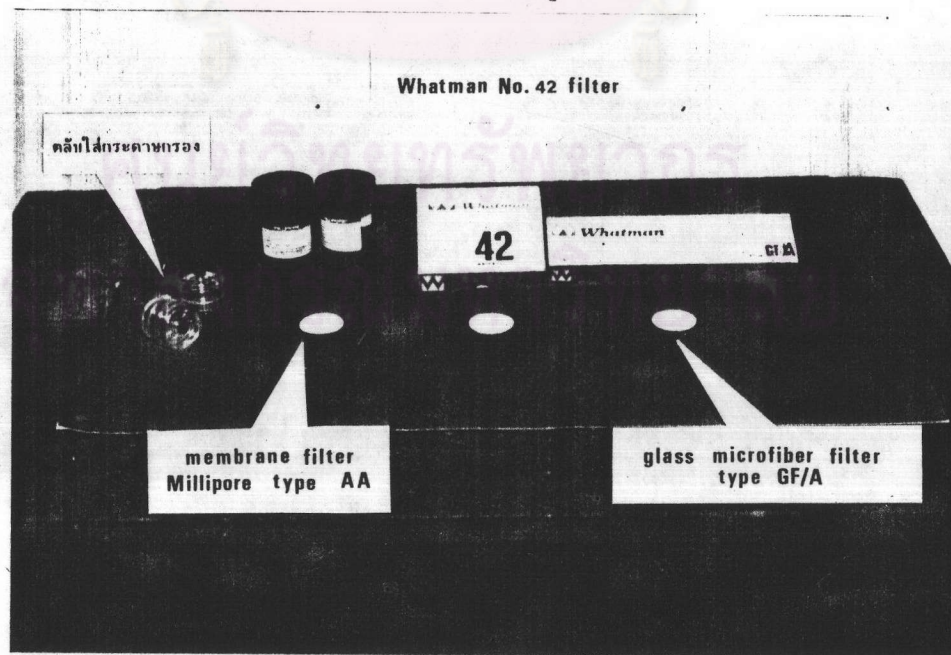
3.1.2 กระจาดกรองที่ใช้ในการวิจัยนี้ ได้แก่

ก. กระจาดกรองใยแก้ว (glass microfiber filter) ของ Whatman ชนิด GF/A ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.7 เซนติเมตร มี pore size 1.6 ไมครอน (micron)

ข. กระจาดกรองเมมเบรน (membrane filter) ของ Millipore ชนิด AA ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.7 เซนติเมตร มี pore size 0.8 ไมครอน

ค. กระจาดกรอง Whatman เบอร์ 42 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.7 เซนติเมตร มี pore size 2.5 ไมครอน

ตัวอย่างของกระจาดกรองดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.1.1



รูปที่ 3.1.1 แสดงชนิดของกระจาดกรองที่ใช้ในการวิจัย

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่

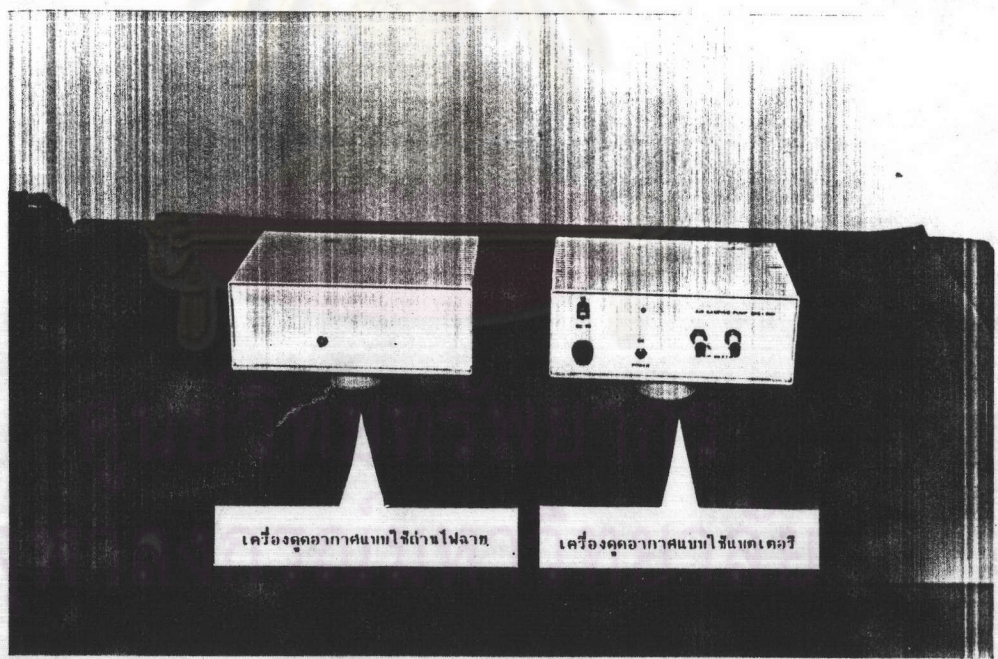
ก. แอมโมเนียมซัลเฟต : $(NH_4)_2SO_4$, โซเดียมซัลไฟต์ : Na_2SO_3
เพื่อใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟอร์

ข. โซเดียมคาร์บอเนต : Na_2CO_3 และกลีเซอรอล : $C_3H_5(OH)_3$
อย่างละ 5% โดยน้ำหนัก เพื่อใช้ในการเก็บก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ค. Silica Gel

ง. กรดซัลฟูริก : H_2SO_4

3.1.4 เครื่องดูดอากาศ สำหรับเก็บตัวอย่างอากาศ ซึ่งสามารถทำงานได้ตลอด 24 ชั่วโมง เป็นเครื่องดูดอากาศราคาถูก ที่ได้พัฒนาขึ้นเองที่ภาควิชาวิศวกรรมเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปรับอัตราการไหลให้คงที่ อยู่ที่ค่า 2.0 และ 0.2 ลิตรต่อนาที ตามลำดับ โดยอัตราการไหลที่ค่า 0.2 ลิตรต่อนาที จะใช้ critical orifice และใช้แบตเตอรี่รถยนต์ได้ อุปกรณ์นี้ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.1.2

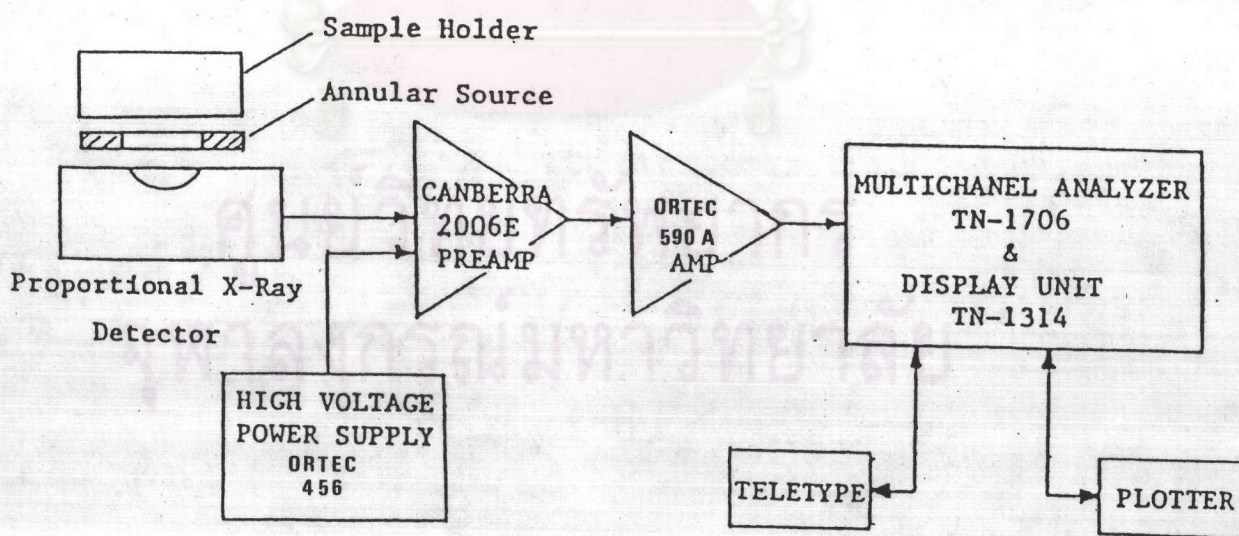
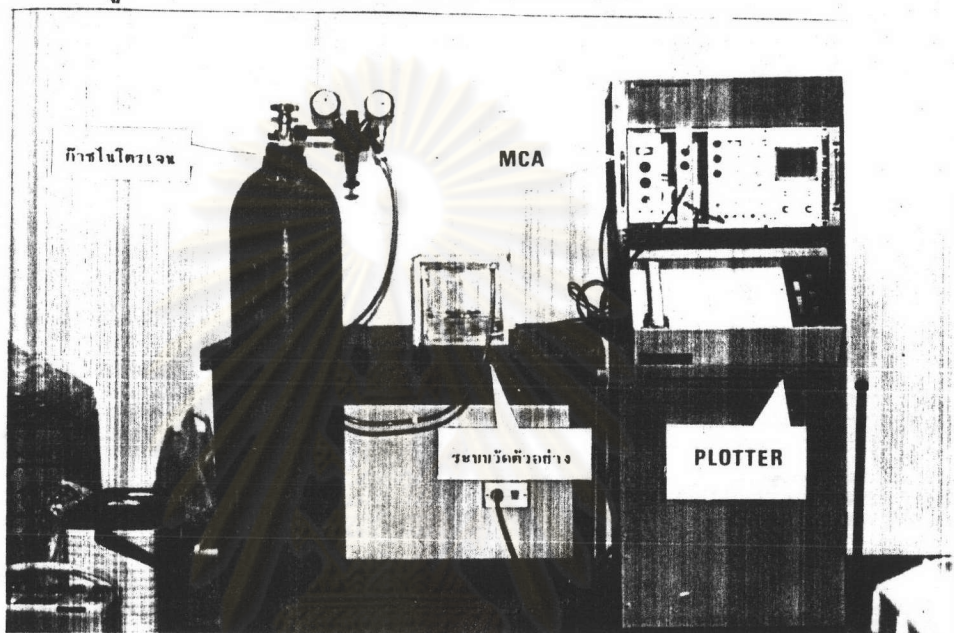


รูปที่ 3.1.2 แสดงเครื่องดูดอากาศ

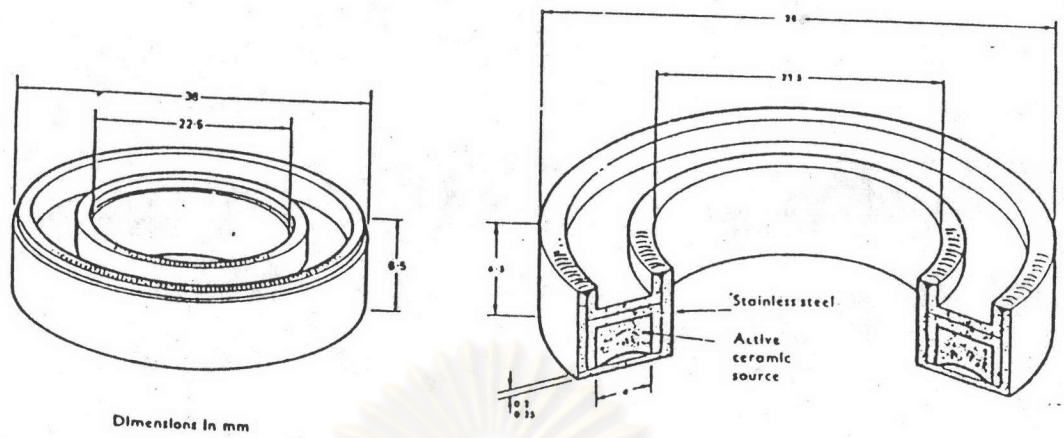
3.2 อุปกรณ์วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

การวิจัยนี้จะใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ทั้งระบบ EDX และ WDX ซึ่งแต่ละระบบมีอุปกรณ์สำคัญ ดังนี้

3.2.1 ระบบ EDX กับหัววัดพรอพอชันนัล และลักษณะต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทป รังสี ที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.2.1 และ 3.2.2 ตามลำดับ



รูปที่ 3.2.1 แผนภาพเครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัดพรอพอชันนัล

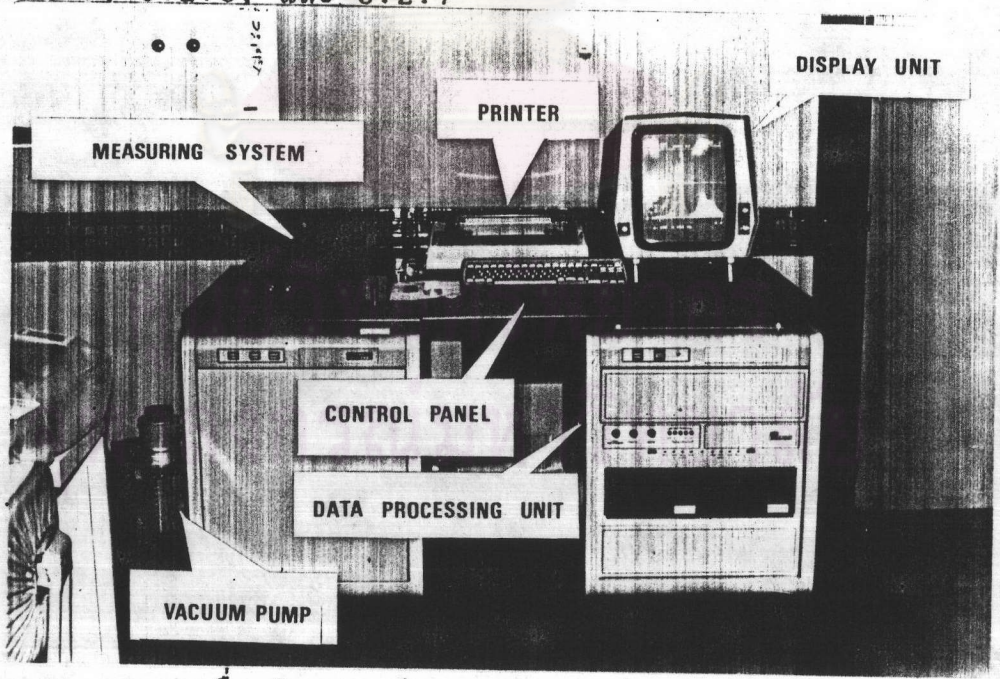


Dimensions in mm

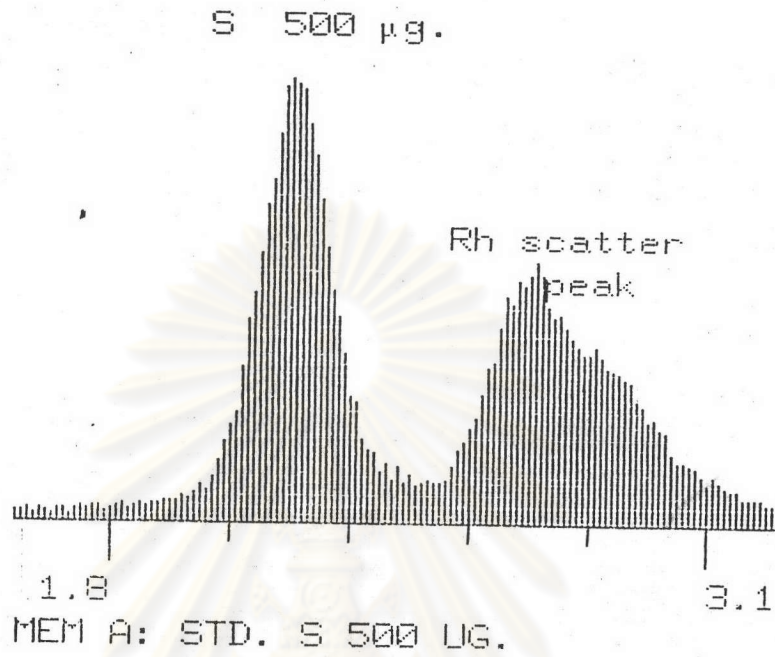
รูปที่ 3.2.2 แสดงลักษณะคันทก้าเนคริงสี่ชนิดไอโซโทปรังสี

3.2.2 ระบบ EDX(XR200) ของ LINK ซึ่งใช้หัววัด Si(Li) ดังแสดงในรูปที่ 3.2.3 และ 3.2.4

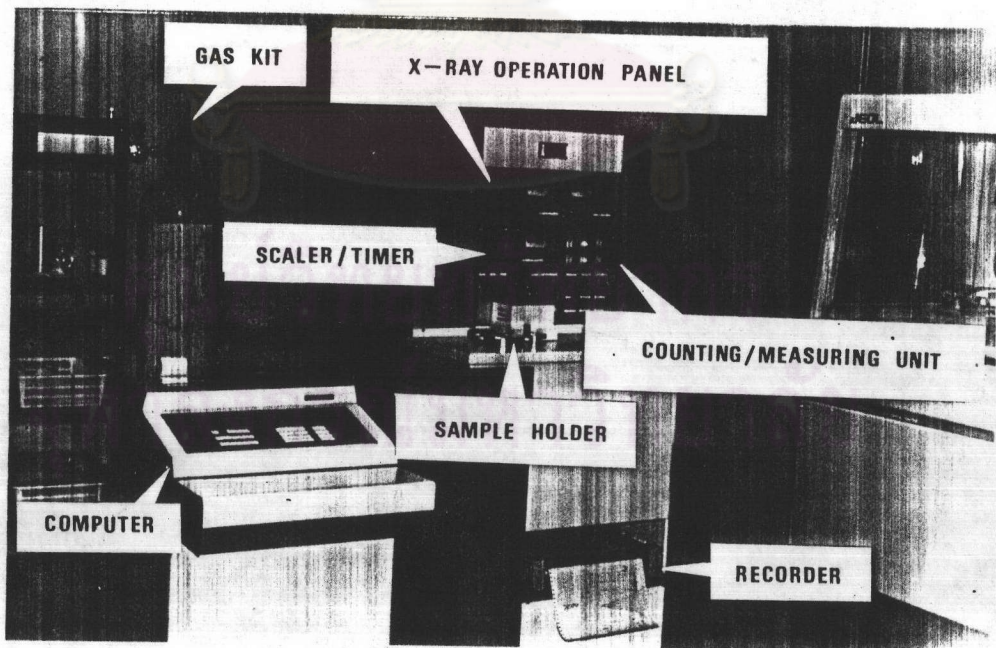
3.2.3 ระบบ WDX ในการวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ของ JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.2.5, 3.2.6, และ 3.2.7



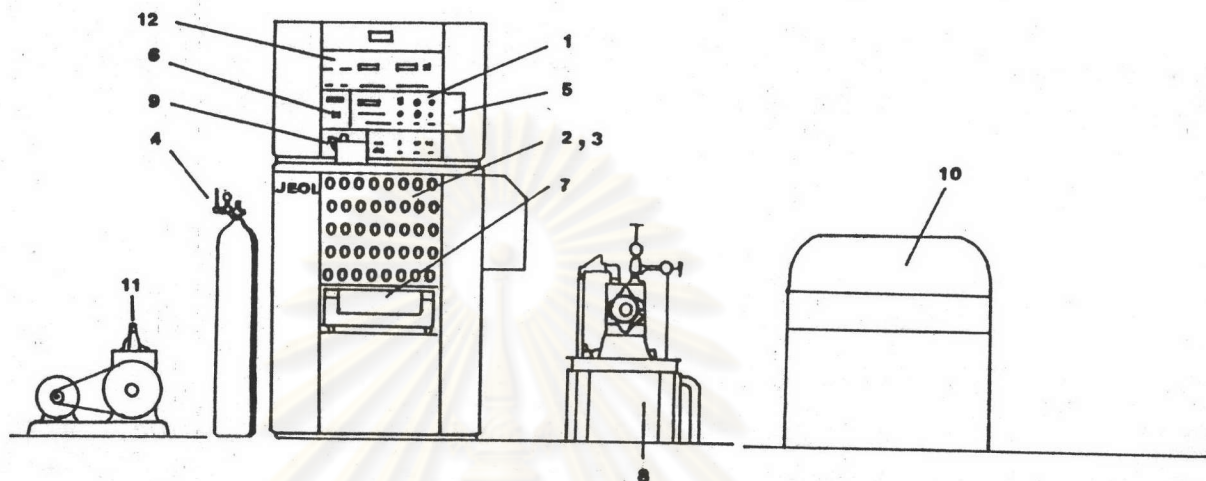
รูปที่ 3.2.3 แสดงเครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX(XR200) ของ LINK ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2.4 แสดงพีคของซิลเพอร์จากเครื่องวิเคราะห์ EDX(XR200)

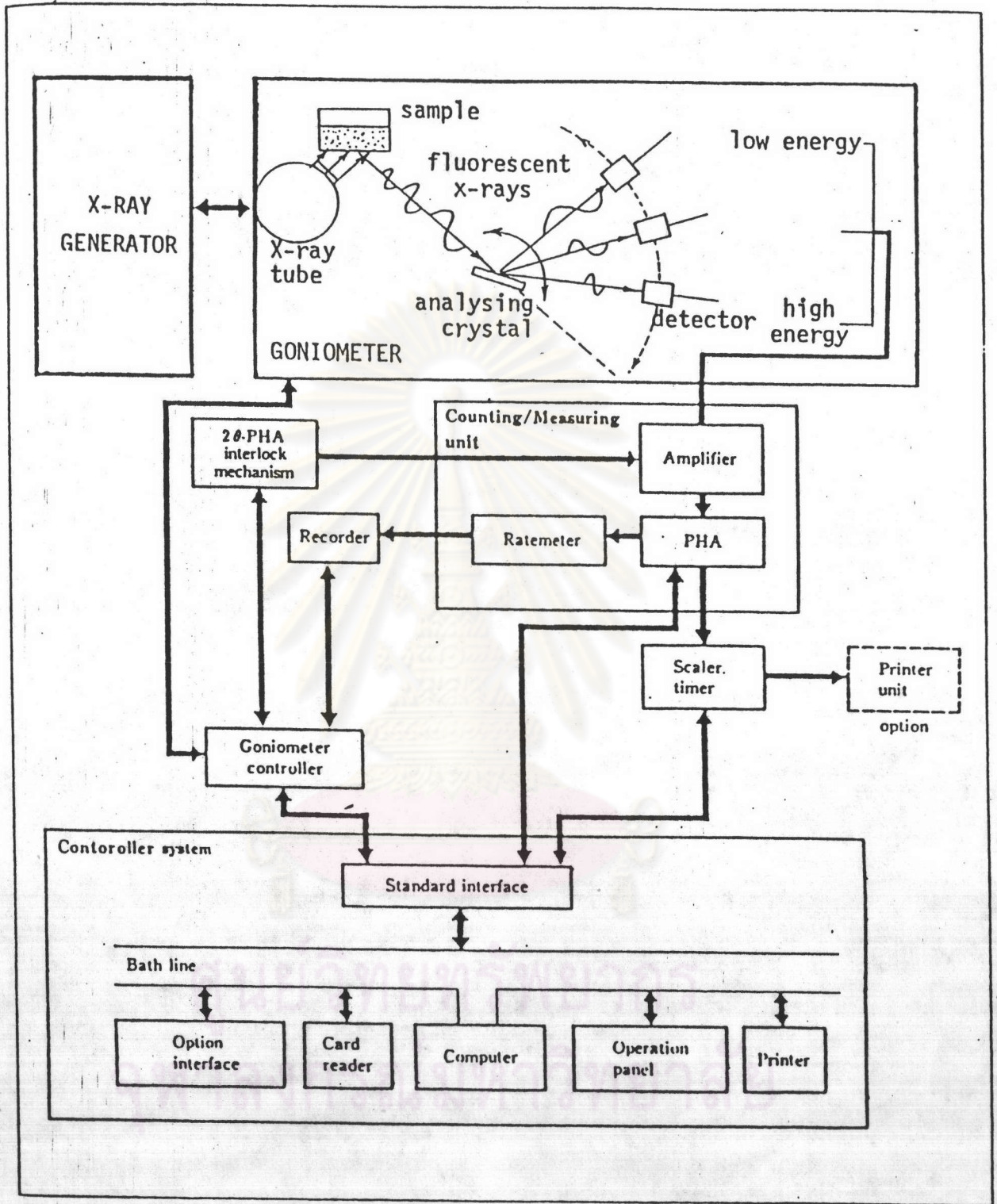


รูปที่ 3.2.5 เครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



No.	Name	No.	Name
1.	Counting/Measuring Unit	7.	Recorder
2.	Scintillation counter	8.	Water supply Unit
3.	Proportional counter	9.	Angle indicator
4.	Gas kit	10.	Computer
5.	2θ-PHA interlock	11.	Vacuum pump
6.	Scaler/timer	12.	X-ray operation panel

รูปที่ 3.2.6 แสดงส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



รูปที่ 3.2.7 แพนดิ่งของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมงานขั้นต้น

- ศึกษาและค้นคว้าทางเอกสาร ที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ก๊าซซิลเฟอร์ ไดออกไซด์

- ศึกษาทางเอกสารเกี่ยวกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

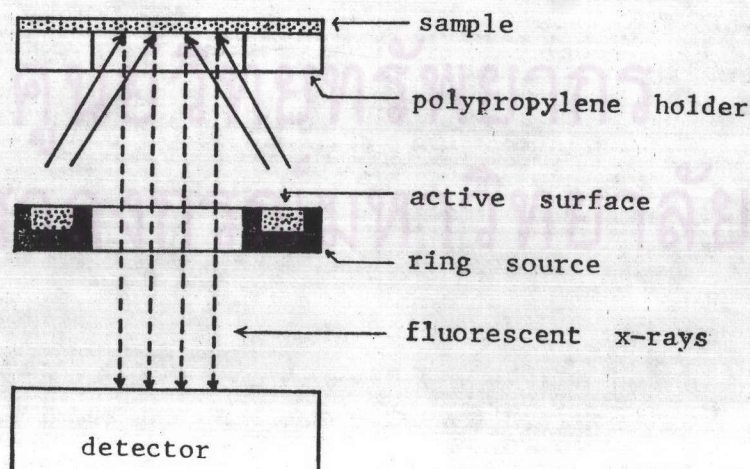
- จัดหาวัสดุ อุปกรณ์ สารเคมีและวิธีอื่นๆ ที่จำเป็นต้องใช้สำหรับการวิจัย

3.3.2 ขั้นตอนการวิจัย

3.3.2.1 ศึกษาความเหมาะสมของเครื่องวิเคราะห์ตัวอย่างบนกระดาษกรอง

ในระบบ EDX ปรับเทียบเครื่องวิเคราะห์และศึกษาตำแหน่งของพีค (peak) ของรังสีเอกซ์เรืองของซิลเฟอร์ ซึ่งได้เลือกใช้ต้นกำเนิดรังสีเหล็ก-55 เพราะให้รังสีเอกซ์ที่มีพลังงาน 5.898 keV ซึ่งสูงกว่า K absorption edge ของซิลเฟอร์อยู่ไม่มาก (K absorption edge ของซิลเฟอร์ = 2.470 keV) จึงมีประสิทธิภาพในการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองของซิลเฟอร์ดีกว่าโดยดู K X-Rays ของซิลเฟอร์ นอกจากการเลือกต้นกำเนิดรังสีแล้ว ยังต้องคำนึงถึงสิ่งต่อไปนี้เป็นคือ ชนิดและขนาดของกระดาษกรอง พื้นที่ที่ใช้วิเคราะห์ ตลอดจนจากความแรงรังสีที่ใช้วิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์ซิลเฟอร์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX ในการวิจัยนี้ได้จัดระบบในการวิเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3.1



รูปที่ 3.3.1 การจัดระบบวิเคราะห์แบบโคแอกเซียล

3.3.2.2 ทหาระยะทางที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่าง ต้นกำเนิดรังสี และ หัววัดรังสี สำหรับระบบ EDX

เนื่องจากการวิเคราะห์ซีลเฟออร์ ได้มีการรบกวนจาก K X-Rays ของอาร์กอน ซึ่งมีค่าเท่ากับ 2.957 keV ใกล้เคียงกับ K X-Rays ของซีลเฟออร์ คือ 2.308 keV พบว่า K X-Rays ของอาร์กอนนั้นมาจากอาร์กอนที่อยู่ในอากาศ (ในอากาศมีก๊าซอาร์กอนอยู่ 0.93%) ดังนั้นจึงต้องแก้ปัญหาเนื่องจากการรบกวนของอาร์กอน โดยหาระยะทางที่เหมาะสมในการวิเคราะห์

3.3.2.3 เตรียมสารมาตรฐาน

เตรียมสารให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เพื่อนำไปใช้ในการวิเคราะห์แล้วหาขีดจำกัดในการวิเคราะห์ซีลเฟออร์

3.3.2.4 หาขีดจำกัดในการวิเคราะห์ซีลเฟออร์ทั้งระบบ EDX และ WDX

หาขีดจำกัดในการวิเคราะห์ซีลเฟออร์ โดยใช้กระดาษกรอง 3 ชนิด คือ กระดาษกรองใยแก้ว ของ Whatman ชนิด GF/A กระดาษกรองเมมเบรน ของ Millipore ชนิด AA และกระดาษ Whatman เบอร์ 42 ซึ่งคำนวณหาขีดจำกัดในการวิเคราะห์โดยใช้สมการ

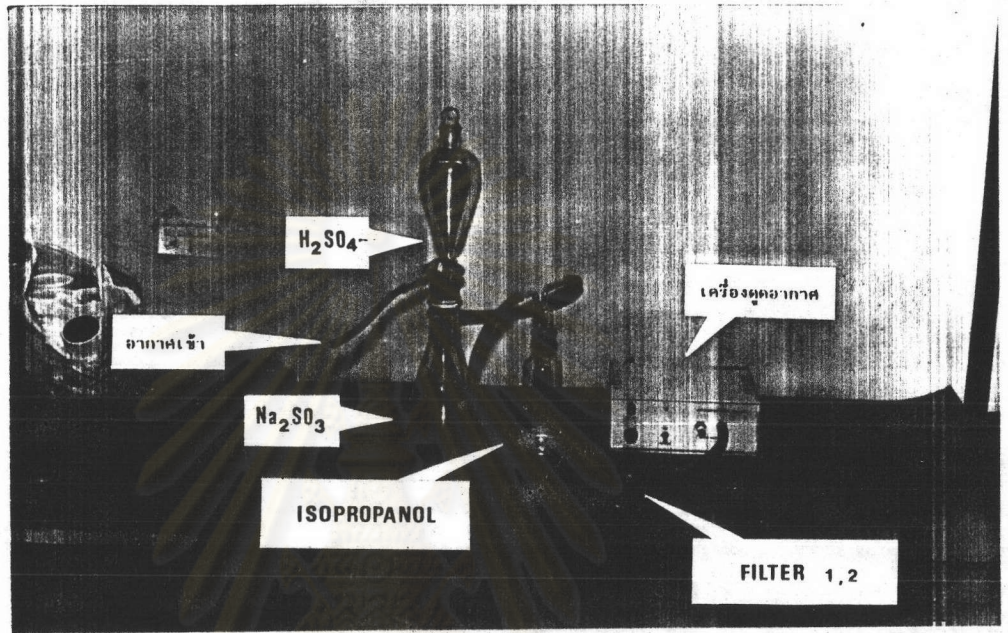
$$LLD = \frac{2\sqrt{2}}{m} \sqrt{\frac{R_b}{T}} \dots\dots\dots (3.1)$$

เมื่อ	LLD	คือ ขีดจำกัดในการวิเคราะห์
	R _b	คือ จำนวนนับรังสีของแบคกราวนด์
	T	คือ เวลาในการนับรังสีรวม
	m	คือ จำนวนนับของซีลเฟออร์ K X-Rays ต่อซีลเฟออร์ 1 ไมโครกรัม ซึ่งได้จากความชันของเส้นกราฟ

3.3.2.5 หาประสิทธิภาพในการตรวจจับก๊าซซีลเฟออร์ไดออกไซด์

การเก็บตัวอย่างอากาศในรูปของอนุภาคจะใช้วิธีเก็บโดยการดูดอากาศผ่านกระดาษกรอง แล้วนำกระดาษกรองนั้นไปวิเคราะห์ธาตุที่ติดอยู่บนกระดาษกรองเพื่อหาปริมาณต่อไป แต่ตัวอย่างอากาศในรูปก๊าซกระดาษกรองไม่สามารถจับได้ เช่น ก๊าซซีลเฟออร์ไดออกไซด์ จึงจำเป็นต้องใช้สารเคมีเป็นตัวจับ ในการวิจัยนี้ได้เลือกใช้

กระดาษกรองเมมเบรนของ Millipore ชุบสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 5% โดยน้ำหนักเป็นตัวอย่าง แล้วนำกระดาษกรองนี้ไปวิเคราะห์ซิลเฟอร์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ต่อไป แต่จะต้องหาประสิทธิภาพในการตรวจจับก๊าซซิลเฟอร์ไดออกไซด์ก่อน โดยจัดเตรียมอุปกรณ์การวิจัยดังแสดงในรูปที่ 3.3.2



รูปที่ 3.3.2 แสดงอุปกรณ์ในการหาประสิทธิภาพ ในการตรวจจับก๊าซซิลเฟอร์ไดออกไซด์

ขั้นตอนการวิจัย มีดังนี้

ก. หาประสิทธิภาพในการตรวจจับก๊าซซิลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่เปอร์เซ็นต์ต่าง ๆ กันของสารละลายที่ชุบโดยใช้เปอร์เซ็นต์ของโซเดียมคาร์บอเนตต่าง ๆ กันคือ 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10% ซึ่งดำเนินการวิจัยดังนี้

- ใส่สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ซึ่งมีซิลเฟอร์ 2000 ไมโครกรัมลงใน flask ซึ่งปิดด้วยจุกยางที่เจาะรูสำหรับเสียบกรวยแยก (separatory funnel)
- ใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้นมากเกินไปลงในกรวยแยกเพื่อจะให้ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ที่ต้องการ
- เปิดสวิทช์เครื่องดูดอากาศ
- ให้กรดซัลฟูริกเข้มข้น ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมซัลไฟต์อย่าง

ช้า ๆ

- ใช้เวลาคุกอากาศ 1 ชั่วโมง เพื่อดูความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิลเฟอร์ที่จับได้กับเปอร์เซ็นต์ของสารละลายที่ซุบ
- นำกระดาษกรองไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ ระบบ EDX
- คำนวณหาประสิทธิภาพในการจับก๊าซซิลเฟอร์ไดออกไซด์

ข. ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพในการตรวจจับก๊าซซิลเฟอร์ไดออกไซด์กับเวลาที่ใช้ในการคุกอากาศ

3.3.2.6 การเก็บตัวอย่างภาคสนาม

การเก็บตัวอย่างภาคสนามที่โรงบ่มไบยาสูบ ในเขตอำเภอสันทราย จังหวัดเชียงใหม่ 2 โรง ซึ่งลักษณะของเตาบ่มไบยาสูบประกอบด้วยตัวเตาบ่ม ท่อให้ความร้อนในเตา และเตาเชื้อเพลิงหรือตั้งเตา ตัวเตาบ่มเป็นแบบสี่เหลี่ยมทรงสูง หลังคารูปจั่ว มีช่องระบายอากาศที่ด้านบนหลังคา และที่ด้านล่างของตัวเตาบ่ม ตัวเตาบ่มด้านล่างที่ติดกับพื้นดิน มักจะทำด้วยอิฐก่อสร้างหรือคอนกรีต วัสดุที่เหมาะสมในการนำมาทำหลังคาและหลังคา ได้แก่ อิฐก่อสร้าง คอนกรีตบล็อก กระเบื้องกระดาก เป็นต้น ภายในเตาบ่มจะมีไม้ยึดและไม้แร็ค สำหรับแขวนไบยาสูบไว้ ขนาดของเตาบ่มจะขึ้นอยู่กับการบรรจุไบยาสูบ ดังแสดงในรูปที่ 3.3.3 และ 3.3.4

การเก็บตัวอย่างภาคสนาม ได้ทำการเก็บ 2 ลักษณะ คือ

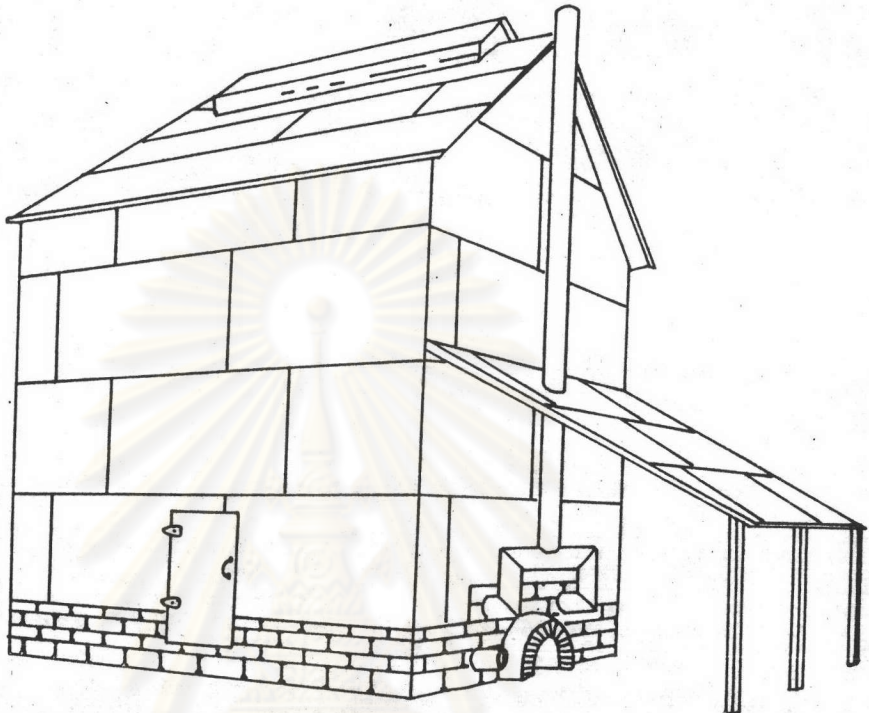
ก. เก็บในบรรยากาศทั่วไป (ambient) ซึ่งมีแต่ SO_2 เป็นการเก็บตัวอย่างตลอด 24 ชั่วโมง เพื่อเปรียบเทียบกับวิธีทางเคมี ที่โรงบ่มไบยาสูบในเขตอำเภอสันทราย จังหวัดเชียงใหม่ โดยใช้กระดาษกรอง whatman เบอร์ 42 ซุบสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต และกลีเซอรอลอย่างละ 5% โดยน้ำหนัก

ข. เก็บในปล่องซึ่งมีทั้ง SO_2 , SO_3 , H_2SO_3 และ H_2SO_4 เป็นการเก็บตัวอย่างในระยะเวลานั้น ที่โรงบ่มไบยาสูบในเขตอำเภอสันทราย จังหวัดเชียงใหม่ โดยใช้กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 เหมือนข้อ ก.

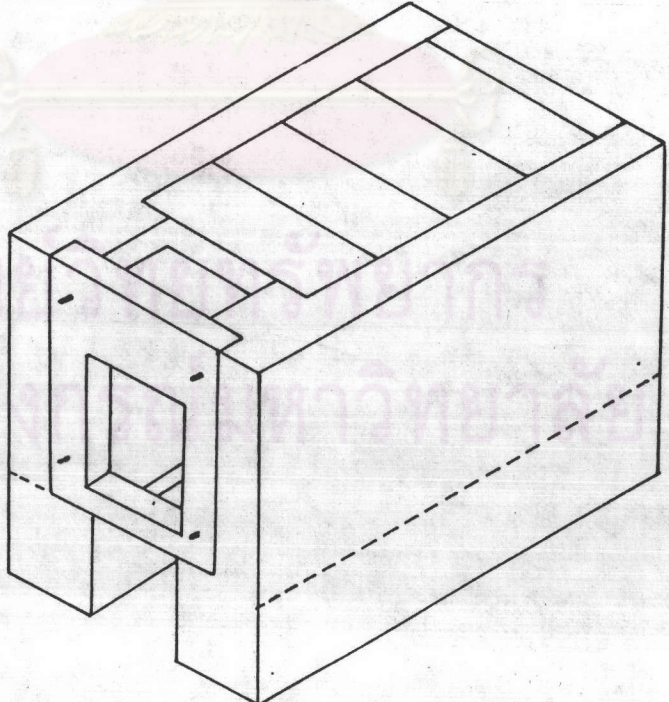
เครื่องมือที่ใช้เก็บตัวอย่างได้ดัดแปลงให้ใช้เก็บตัวอย่างอากาศบนกระดาษกรอง เพื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ และเก็บในรูปของสารละลาย

เพื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางเคมี ดังแสดงในรูปที่ 3.3.5, 3.3.6 และ 3.3.7 ตามลำดับ

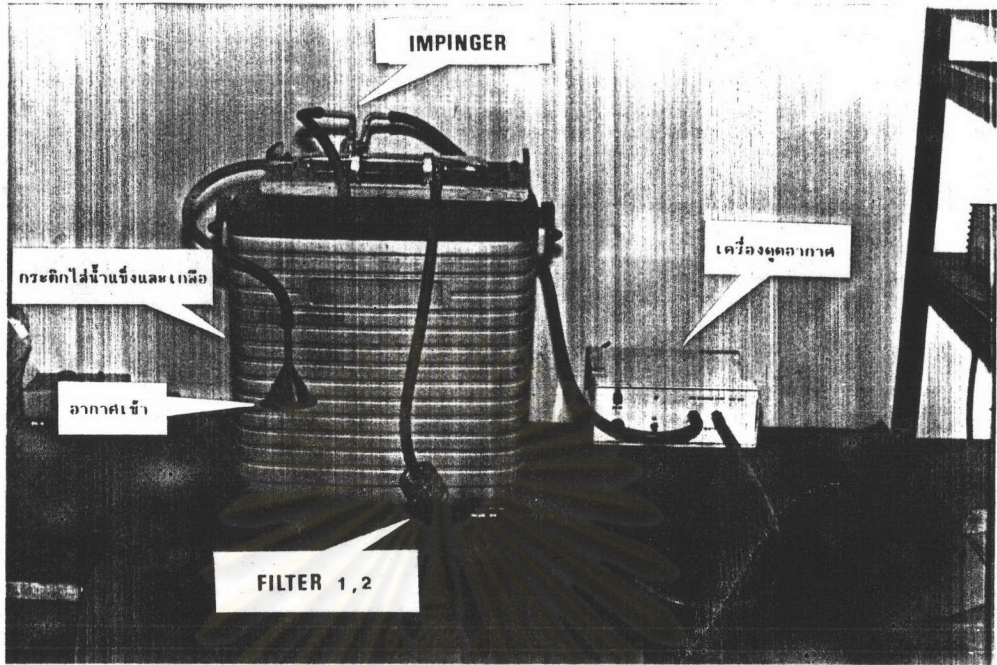
บริเวณโรงบ่มใบยาสูบ ก. และ ข. ที่ใช้เป็นสถานที่เก็บตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 3.3.8 และ 3.3.9



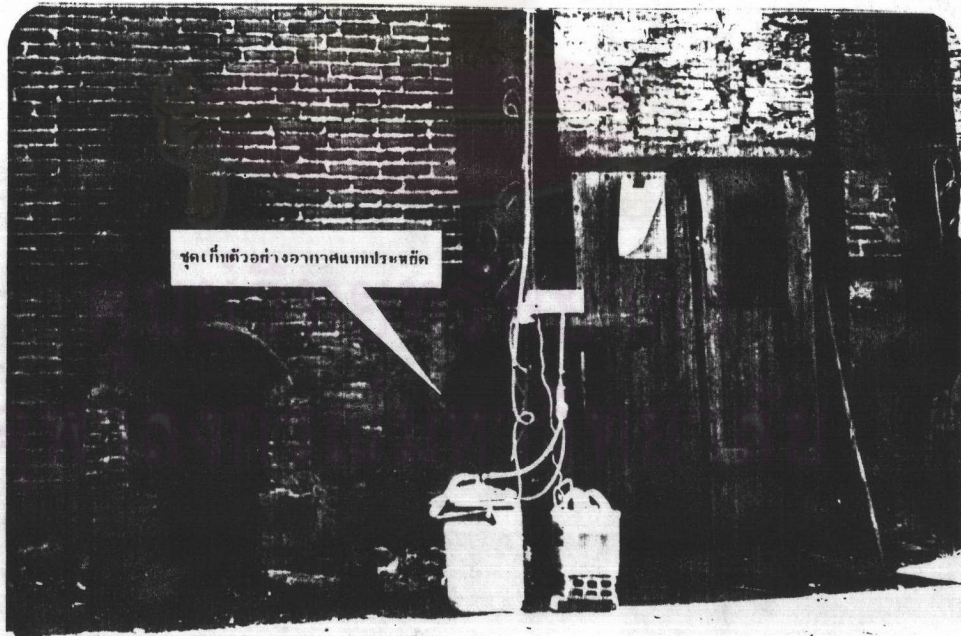
รูปที่ 3.3.3 เตาบ่มใบยาสูบแบบใช้ถ่านลิกไนต์



รูปที่ 3.3.4 ดังเตาบ่มใบยาสูบแบบใช้ถ่านลิกไนต์



รูปที่ 3.3.5 แสดงการจัดอุปกรณ์เพื่อออกเก็บตัวอย่าง



รูปที่ 3.3.6 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในภาคสนามโดยเก็บในปล่อง



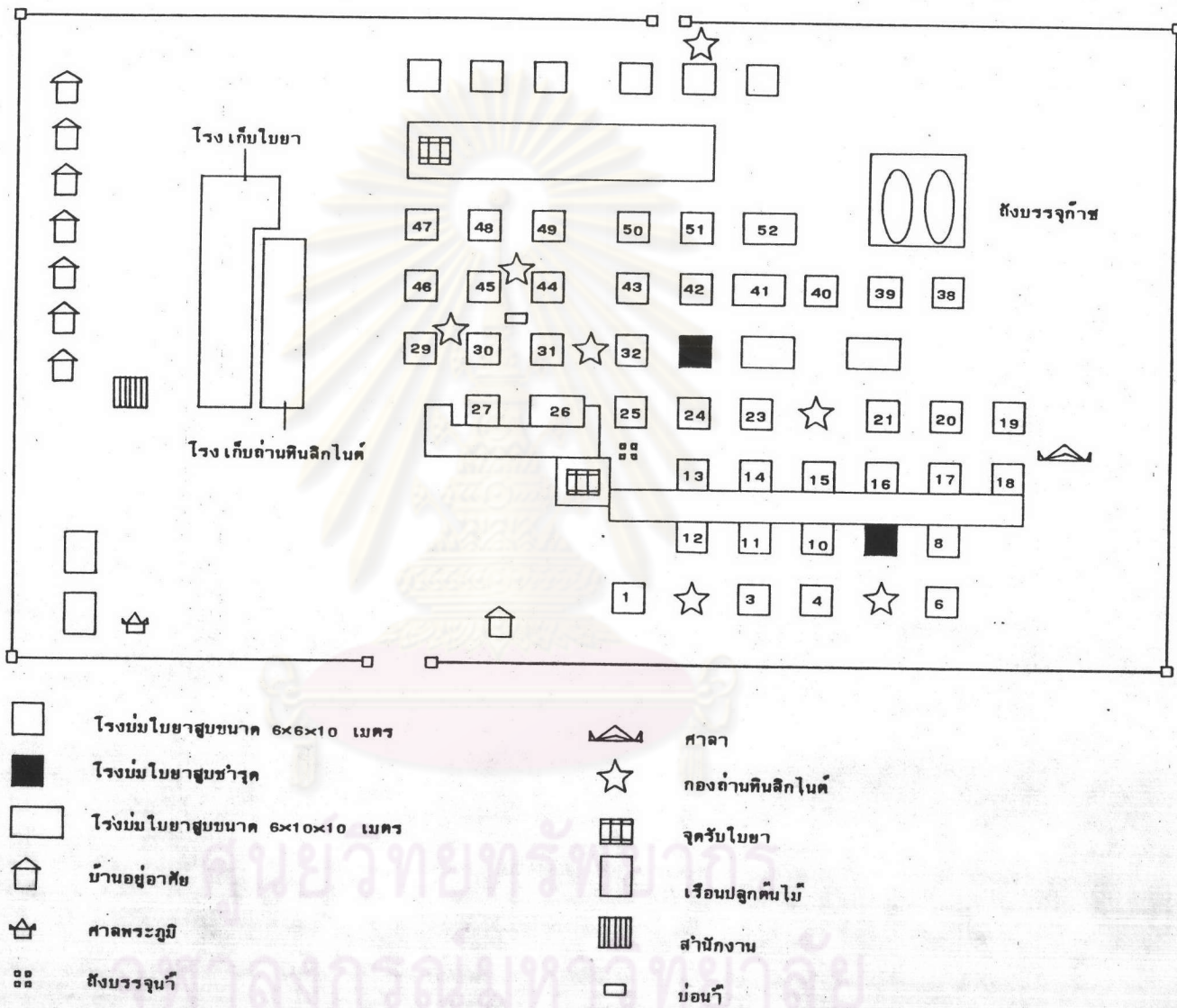
รูปที่ 3.3.7 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในภาคสนาม โดยเก็บในบรรยากาศทั่วไป

3.3.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล

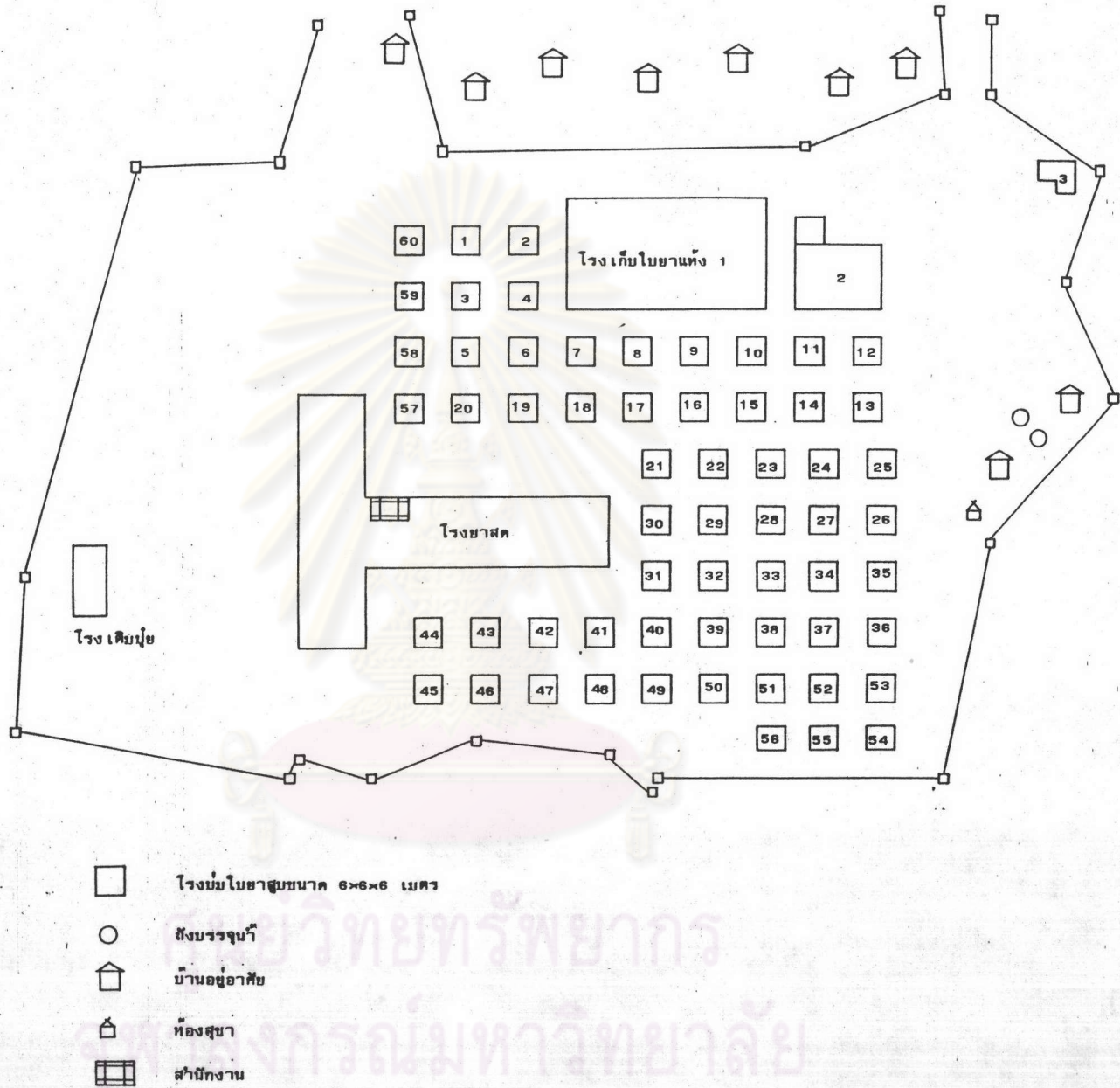
- วิเคราะห์เปรียบเทียบผลที่ได้จากเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX และ WDX กับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางเคมี
- นำผลที่ได้ไปปรับปรุงเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสี

3.3.4 รวบรวมข้อมูลที่ได้ สรุปผลการวิจัย และเขียนรายงาน

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.3.8 แสดงแผนผังโรงเรียนโยธา ก.



รูปที่ 3.3.9 แสดงแผนผังโรงบ่มใบยาสูบ ข.