บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ และขั้นตอนในการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ในการวิจัย

3.1.1 ตัวอย่างลิกไนต์จำนวน 61 ตัวอย่าง จากเหมืองแม่เมาะจังหวัดลำปาง ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จาก การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย ตัวอย่างทั้งหมดนี้ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณเถ้า ความชื้น กำมะถันรวม (total sulfur) และกำมะถันในรูปต่าง ๆ คือ pyritic sulfur, sulfate sulfur และ organic sulfur โดยวิธีเคมีมาตรฐาน ตามมาตรฐาน ASTM (D 3177, D 3174 , D 2492) ที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ

3.1.2 เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ WDX Spectrometer JEOL JSX - 60 PA ซึ่งใช้ผลึก LiF(200) สำหรับวิเคราะห์ธาตุที่มีเลขอะตอม ตั้งแต่ 22 คือ ไททาเนียม (Ti) ขึ้นไป และใช้ผลึก EDDT (020) สำหรับวิเคราะห์ธาตุที่มี เลขอะตอมเท่ากับ 12 (แมกนีเซียม , Mg) จนถึง 21 (สแกนเดียม , Sc) ดังแผนผังซึ่งแสดงในรูปที่ 3.1

3.1.3 เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ EDX Spectrometer: ประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบหลายช่อง (multichannel analyzer CANBERRA series 40), หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง [high purity germanium, HPGe (model number GLP - 06165)] หัววัดแบบพรอพอร์ชันนัล (proportional counter) บรรจุก๊าซคริปตรอน (Kr) และบรรจุก๊าซซีนอน (Xe) ขนาด 2x2x6 เซนติเมตร หน้าต่างทำด้วยเบริลเลียม เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร การจัดระบบวัดรังสี เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในลิกไนต์ แสดงไว้ในแผนผังดัง

รูปที่ 3.2 และ 3.3

3.1.4 ต้นกำเนิดรังสีพลูโทเนียม - 238 (Plutonium - 238 , Pu-238) แบบวงแหวนความแรง 30 มิลลิคูรี ต้นกำเนิดรังสีเหล็ก-55 (Iron-55, Fe-55) แบบวงแหวนความแรง 20 มิลลิคูรี

3.1.5 เครื่องสุ่มตัวอย่างแบบ Jone Riffle

3.1.6 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (Mettler Model H54AR)

3.1.7 เครื่องบดตัวอย่าง ครกบดตัวอย่าง และเครื่องอัดตัวอย่าง

3.1.8 เตาอบชนิดปรับอุณหภูมิได้

3.1.9 เดสิคเคเตอร์ (desiccator)

3.1.10 อะลูมิเนียมฟอยด์ (aluminium foil) สำหรับใส่ลิกไนต์ไว้อบ

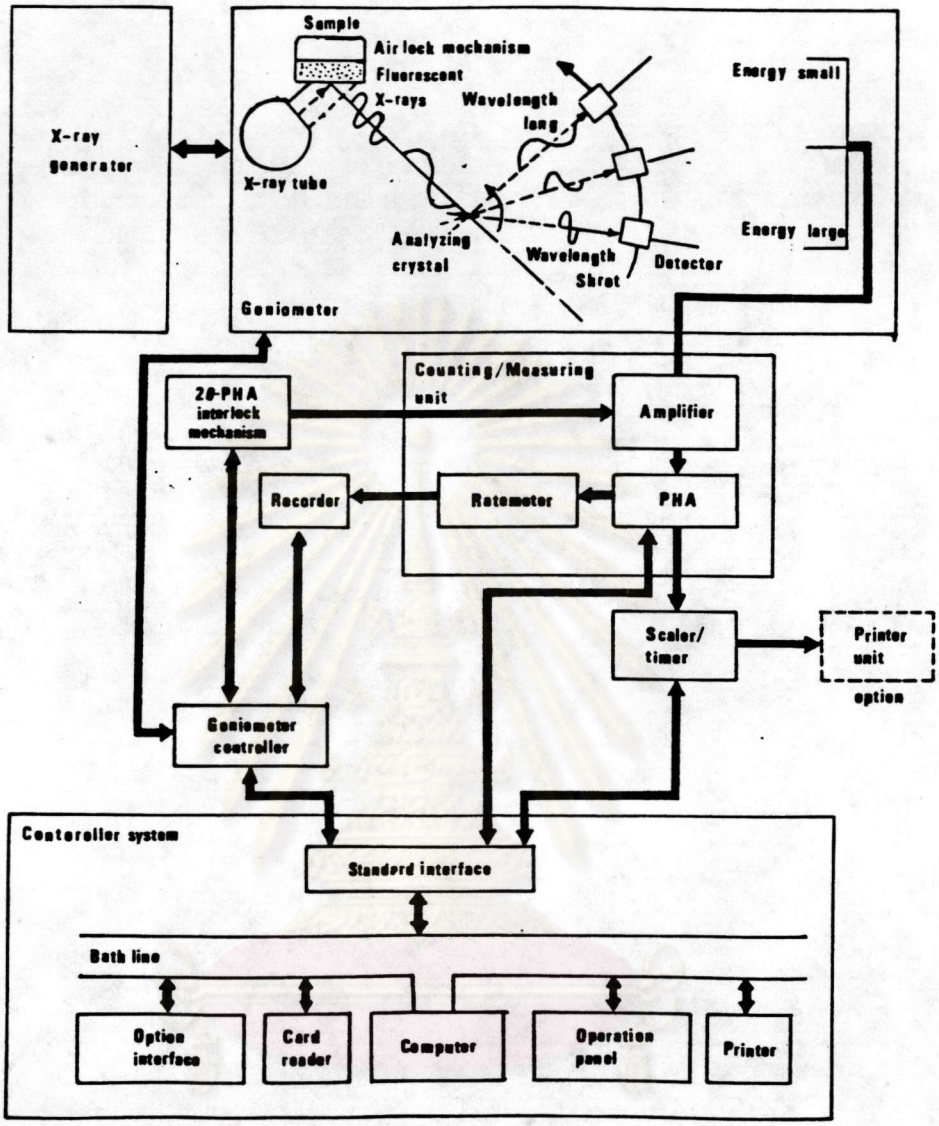
3.1.11 วงแหวนพลาสติคขนาดความหนา 0.1- 1.4 เซนติเมตร เพื่อใช้ปรับหาระยะ ระหว่างต้นกำเนิดรังสีกับลิกไนต์

3.1.12 แผ่นอะลูมิเนียมเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.2 เซนติเมตร หนา 0.2 เซนติเมตร แผ่นเหล็กเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.9 เซนติเมตร หนา 0.1 เซนติเมตร แผ่นเหล็กวงกลมเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.7 เซนติเมตร หนา 0.05 เซนติเมตร

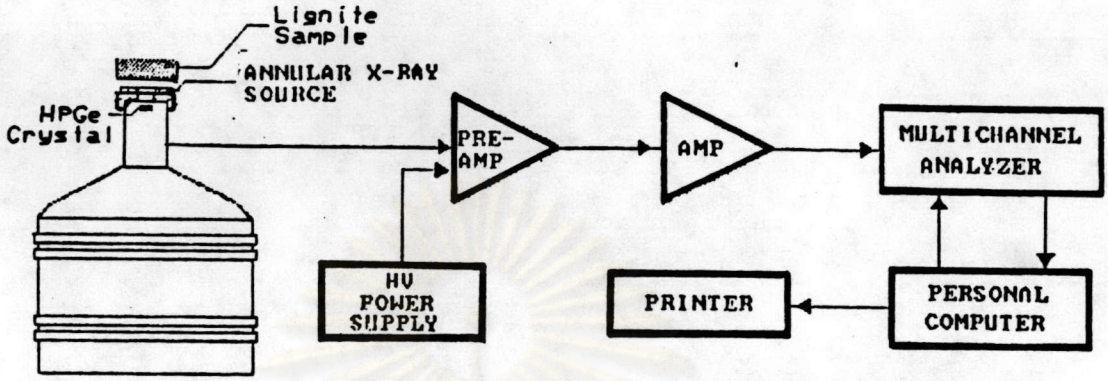
3.1.13 ท่ออะลูมิเนียมขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง 2.8 เซนติเมตร หนา 0.5 เซนติเมตร ใช้สำหรับเป็นภาชนะอัดลิกไนต์ และสารตัวอย่าง

3.1.14 ตัวอย่างมาตรฐาน SL-1 และ SOIL-5 ของ IAEA (International Atomic Energy Agency) และตัวอย่างถ่าน หินมาตรฐาน SRM 2683, SRM 2685 ของ National Bureau of Standards แห่งสหรัฐอเมริกา

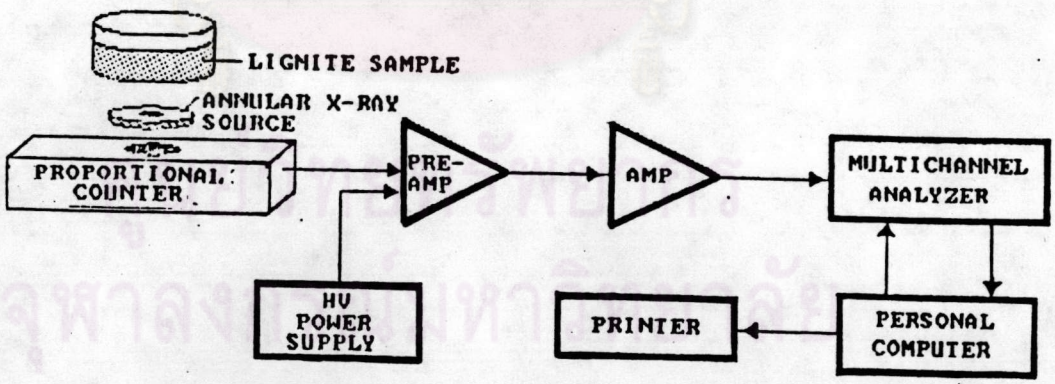
3.1.15 ลิกไนต์จำนวน 10 ตัวอย่าง ใช้ในการตรวจสอบวิธีวิเคราะห์



รูปที่ 3.1 แผนผังระบบวัดรังสีแบบ WDX (JEOL JSX - 60 PA)



รูปที่ 3.2 แผนผังระบบวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองที่ใช้หัววัดแบบเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 3.3 แผนผังระบบวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองที่ใช้หัววัดแบบพรอพอร์ชันนัล

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.2.1 นำลิกไนต์ไปผ่านเครื่องสุ่มตัวอย่างแบบ Jone Riffle เพื่อสุ่มลิกไนต์ และนำไปใช้ในขั้นตอนต่าง ๆ

3.2.2 นำลิกไนต์และตัวอย่างมาตรฐานไปบดละเอียดขนาดอนุภาคเล็กกว่า 40 เมช (mesh) แล้วนำไปหาเปอร์เซ็นต์ความชื้น

3.2.3 นำลิกไนต์ และ ตัวอย่างมาตรฐานไปอัดในกรอบอะลูมิเนียม

3.2.4 ศึกษาทดลองจัดระบบวัดรังสี และเตรียมเงื่อนไขให้เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ เช่นการจัดระบบระหว่างต้นกำเนิดรังสีกับตัวอย่าง และหัววัดรังสี ฯลฯ

3.2.5 นำตัวอย่างลิกไนต์ 5 กรัม ไปวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันรวม อีก 5 กรัม ไปวิเคราะห์ปริมาณเถ้าและความชื้น และอีก 50 กรัม ไปวิเคราะห์รูปของกำมะถันโดยวิธีเคมีตามมาตรฐาน ASTM (D 2492) ที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ

3.2.6 วิเคราะห์ปริมาณธาตุที่มีปริมาณสูง เช่น เหล็ก แคลเซียม ด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบ EDX ที่ใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง และตรวจสอบ เหล็ก แคลเซียม รวมทั้งธาตุที่มีปริมาณสูงอื่น ๆ เช่น อะลูมิเนียม ซิลิคอน ด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบ WDX ควบคู่กันไปด้วย

3.2.7 พิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเหล็ก กับปริมาณกำมะถัน ในตัวอย่างลิกไนต์ และเปรียบเทียบปริมาณกำมะถันที่ได้จากวิธีทางเคมีมาตรฐาน

3.2.8 พิจารณาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อการวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันโดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ เช่น ส่วนประกอบ ปริมาณเถ้า ความชื้น ฯลฯ เพื่อเป็นแนวทางในการหาวิธีวิเคราะห์ที่ให้ผลได้ สะดวก รวดเร็ว และให้ผลถูกต้อง

3.2.9 ศึกษาผลการวิเคราะห์ปริมาณ กำมะถันในตัวอย่างลิกไนต์ ตามแนวทางที่ได้จากหัวข้อ 3.2.8 และ 3.2.9 โดยการใช้หัววัดรังสีแบบ พรอพอร์ชันนัล

3.2.10 ทดลองวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันในตัวอย่างลิกไนต์ 10 ตัวอย่าง เทียบกับผลจากวิธีทางเคมีมาตรฐาน และ ทดลองวิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหินมาตรฐาน SRM 2683 และ 2685

3.2.11 สรุปผล กำหนดวิธีการที่เหมาะสมและหาขีดจำกัด

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมตัวอย่าง

ก. นำลิกไนต์ที่บดละเอียดขนาดเล็กกว่า 40เมช และตัวอย่างมาตรฐานไปชั่ง ให้ได้น้ำหนัก 5 กรัม โดยใส่ลิกไนต์ไว้ในอะลูมิเนียมฟอยด์ จากนั้นนำลิกไนต์และตัวอย่างมาตรฐานไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น

ข. นำลิกไนต์และตัวอย่างมาตรฐานออกจากเตาอบใส่ในเดสิคเคเตอร์ ปิดฝา ทิ้งไว้จนอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง

ค. นำลิกไนต์และตัวอย่างมาตรฐานออกจากเดสิคเคเตอร์ไปชั่งน้ำหนัก แล้วจดบันทึกน้ำหนักไว้ จากนั้นนำลิกไนต์ และ ตัวอย่างมาตรฐานเก็บไว้ในถุงพลาสติกเพื่อช่วยป้องกันความชื้น แล้วเก็บไว้ในเดสิคเคเตอร์

ง. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความชื้น

จ. ชั่งน้ำหนักของกรอบอะลูมิเนียมพร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักไว้ แล้วเก็บไว้ในถุงพลาสติค

ฉ. นำตัวอย่างมาตรฐาน และลิกไนต์ไปอัดโดยใช้กรอบอะลูมิเนียม เส้นผ่าศูนย์กลาง 2.8 เซนติเมตร ซึ่งตัดให้มีความหนา 0.5 เซนติเมตร เป็นภาชนะสำหรับอัด แล้วนำไปชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาน้ำหนักลิกไนต์จริง ๆ ที่ติดในวงแหวนภายหลังการอัด

อนึ่งการวิจัยเรื่องนี้ต้องใช้เวลานาน เนื่องจากมีตัวอย่างจำนวนมาก และต้องทำการวิเคราะห์แบบ WDX และ EDX หลายครั้งเพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง จึงต้องเก็บรักษาตัวอย่างไว้ให้อยู่ในสภาพเดิมโดยตลอด ภายหลังการอบไล่ความชื้นแล้ว ตัวอย่างทั้งหมดได้ถูกเก็บไว้ในถุงพลาสติกปิดผลิก ใส่ไว้ในเดสิเคเตอร์ และมีการตรวจสอบน้ำหนักทุกครั้งที่นำตัวอย่างไปวิเคราะห์

3.3.2 หาปริมาณธาตุที่มีปริมาณสูงในตัวอย่างลิกไนต์ ด้วยเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ WDX

ก. หาปริมาณเหล็ก

1. ตัดแผ่นทองเหลืองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.7 เซนติเมตร หนา 0.1 เซนติเมตร เจาะรูตรงกลางขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.9 เซนติเมตร ใช้สำหรับปิดทับลิกไนต์ในขณะวัด เนื่องจากตัวอย่างมีขนาดเล็ก

2. นำลิกไนต์และตัวอย่างมาตรฐานที่อัดไว้แล้วมาทำการวัดความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของเหล็ก ใช้เวลานับรังสี 50 วินาที โดยทำการวัดตัวอย่างละ 2 ครั้ง

3. บันทึกค่าความเข้มรังสีเอกซ์เรืองของเหล็ก และนำค่าที่ได้มาคำนวนหาปริมาณเปรียบเทียบกับตัวอย่างมาตรฐาน และทำการแก้แมทริกซ์เอฟเฟคท์ด้วยรังสีเอกซ์กระเจิงกลับของ Uranium L X-ray จากต้นกำเนิดรังสีพลูโทเนียม-238 ซึ่งเป็นผลที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์แบบ EDX ที่ใช้หัววัดเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง ผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ข. หาปริมาณกำมะถัน อะลูมิเนียม แคลเซียม และซิลิคอน

1. ทำการทดลองเหมือนข้อ ก. โดยเปลี่ยนผลิกเป็น EDDT 020 ใช้เวลาวัด 60 วินาที สำหรับวัดกำมะถัน อะลูมิเนียม และแคลเซียมโดยใช้เวลาวัด 80 วินาที สำหรับวัดซิลิคอน โดยทำการวัดตัวอย่างละ 2 ครั้ง ผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.1 ส่วนข้อมูลการวัดรังสีและตัวอย่างวิธีคำนวณแสดงไว้ในภาคผนวก ก.

3.3.3 หาปริมาณธาตุที่มีปริมาณสูงในตัวอย่างลิกไนต์ ด้วยเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ EDX ที่ใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง

ก. หาปริมาณเหล็ก และความเข้มรังสีเอกซ์กระเจิงกลับ

1. วางต้นกำเนิดรังสีพลูโทเนียม-238 บนหัววัด วางแผ่นอะลูมิเนียมหนา 0.2 เซนติเมตร เจาะรูเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.2 เซนติเมตรไว้เหนือต้นกำเนิดรังสี โดยใช้วงแหวนพลาสติคสูง 1.3 เซนติเมตรรอง พร้อมทั้งวัดความเข้มรังสีเอกซ์เรือง โดยไม่มีลิกไนต์ ใช้เวลา 300 วินาที

2. นำลิกไนต์ไปชั่งพร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักไว้ ก่อนนำมาวัดความเข้มรังสีเอกซ์เรือง

3. ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง (วัดทั้ง 2 ด้าน)

4. คำนวนหาค่าความเข้มรังสีเอกซ์เรืองของเหล็ก และคำนวนหาปริมาณเหล็กเปรียบเทียบกับตัวอย่าง มาตรฐานและทำการแก้แมทริกซ์เอฟเฟคท์ด้วยรังสีเอกซ์ กระเจิงกลับพร้อมทั้งวัดค่า รังสีเอกซ์กระเจิงกลับ ผลวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ข. หาปริมาณแคลเซียม ไททาเนียม และความเข้มรังสีเอกซ์กระเจิงกลับ

1. ทำการทดลองเหมือนข้อ ก. เปลี่ยนเป็นต้นกำเนิดรังสีเหล็ก - 55 ใช้วงแหวนพลาสติคสูง 1.4 เซนติเมตร ใช้เวลาวัด 1000 วินาที

2. คำนวนหาค่าความเข้มรังสีเอกซ์เรืองของ แคลเซียม ไททาเนียม และคำนวนหาปริมาณแคลเซียม ไททาเนียม เปรียบเทียบกับตัวอย่างมาตรฐาน และ สำหรับการคำนวณปริมาณแคลเซียมได้ทำการแก้ แมทริกซ์เอฟเฟคท์ด้วยรังสีเอกซ์กระเจิงกลับของแมงกานีส จากต้นกำเนิดรังสีเหล็ก-55 ผลวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ค. หาปริมาณ แคลเซียม และ เหล็กที่เฉลี่ยที่ได้จากการวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ WDX และ EDX ผลวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ง. ดูความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณกำมะถัน และปริมาณเหล็ก ผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.2 และในรูปที่ 4.1 และรูปที่ 4.2

จ. พิจารณาผลกระทบของธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบที่สำคัญรวมทั้งปริมาณเถ้า ที่มีต่อความเข้มรังสีเอกซ์เรืองของกำมะถัน

3.3.4 การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันในลิกไนต์ โดยใช้เครื่องวิเคราะห์แบบ EDX ที่ใช้หัววัดพรอพอร์ชันนัล

3.3.4.1 ใช้หัววัดรังสีพรอพอร์ชันนัลแบบบรรจุ ก๊าซคริปตอน (Krypton,Kr) สำหรับการวัดรังสีเอกซ์เรืองของกำมะถัน และ แคลเซียม การที่ใช้หัววัดบรรจุก๊าซคริปตอนก็เพื่อหลีกเลี่ยงการรบกวนของ escape peak จาก Mn K X-ray ต่อการวัดรังสีเอกซ์เรืองของกำมะถัน ขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

1. วางต้นกำเนิดรังสีเหล็ก - 55 บนหัววัด วางแผ่นเหล็กหนา 0.1 เซนติเมตร เจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.9 เซนติเมตรไว้เหนือต้นกำเนิดรังสี โดยใช้วงแหวนพลาสติกสูง 12 เซนติเมตรรอง โดยใช้เวลาวัด 1000 วินาที และทำการวัดตัวอย่างทั้งสองด้าน ๆ ละไม่น้อยกว่า 1 ครั้ง

2. นำลิกไนต์ไปชั่งพร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักไว้

3. คำนวนหาความเข้มรังสีเอกซ์เรือง ของกำมะถัน แคลเซียม และคำนวนหาปริมาณ แคลเซียม เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างมาตรฐาน และทำการแก้แมทริกซ์เอฟเฟคท์ ด้วยรังสีเอกซ์กระเจิงกลับของแมงกานีสจากต้นกำเนิดรังสีเหล็ก-55 ผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.3

3.3.4.2 วิเคราะห์ปริมาณเหล็กโดยใช้หัววัดพรอพอร์ชันนัล บรรจุก๊าซซีนอน (Xenon , Xe)

การที่ไม่ใช้หัววัดบรรจุก๊าซคริปตอนในการวิเคราะห์เหล็ก ก็เพราะมีการรบกวนจาก escape peak จากต้นกำเนิดรังสีพลูโทเนียม-238 ในการวัดรังสีเอกซ์เรืองของเหล็กขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

1. วางต้นกำเนิดรังสีพลูโทเนียม - 238 บนหัววัด วางแผ่นอะลูมิเนียมหนา 0.2 เซนติเมตร เจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.2 เซนติเมตรไว้เหนือต้นกำเนิดรังสีโดยใช้วงแหวนพลาสติกสูง 1.2 เซนติเมตรรอง ทำการวัดความเข้มรังสีเอกซ์เรืองเป็นเวลา 100 วินาที โดยวัดทั้งสองด้าน ๆ ละอย่างน้อย 1 ครั้ง

2. นำลิกไนต์ไปชั่ง พร้อมทั้งบันทึกค่าไว้

3. คำนวนหาค่าความเข้มรังสีเอกซ์เรืองของเหล็ก และคำนวนหาปริมาณเหล็ก เมื่อเปรียบเทียบกับ ตัวอย่างมาตรฐาน และทำการแก้แมทริกซ์เอฟเฟคท์ด้วยรังสีเอกซ์กระเจิงกลับ ผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.3

4. พิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณกำมะถัน กับปริมาณเหล็กผลการวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.5 ,4.6

5. พิจารณาการวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันโดยการหาปริมาณเหล็ก และ การวิเคราะห์กำมะถันโดยตรง

6. ทดสอบหาปริมาณ กำมะถันในตัวอย่างลิกไนต์ 10 ตัวอย่าง และสารมาตรฐาน 2 ตัวอย่าง

7. สรุปผล

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย