บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการวิจัย

<u>วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง</u>

1. สารรังสีมาตรฐาน

   น้ำตริเตียมมาตรฐาน (Standard Tritiated Water) จาก NIST

   ความแรงรังสีจำเพาะ 1.123 Bq/gram (27 August 1987) , Uncertainty 0.97 %

2. Liquid Scintillator

   2.1 Ready gel , Beckman

   2.2 Pico-flour LLT , Packard

   2.3 Ready safe , Beckman

   2.4 Ultima gold LLT , Packard

   2.5 Quick Safe 400 , Zinsser

3. สารเคมีทั่วไป

   3.1 Sodium peroxide (Na_2O_2) AR. Grade

   3.2 Potassium permanganate ($KMnO_2$) AR. Grade

   3.3 Carbondioxide Gas , Industrial grade 99.5 %

   3.4 Nitrogen Gas , Ultra High Purified 99.999 %

   3.5 Ethylene Glycol

   3.6 Silicone Oil

4. อุปกรณ์และเครื่องมือ

   4.1 Electrolytic Cell & Electrode 16 ชุด

   4.2 เครื่องชั่งไฟฟ้า ขนาด 2.00 กิโลกรัม และขนาด 6.00 กิโลกรัม

   4.3 อ่างทำความเย็น (Cooling Bath)

   4.4 เครื่องจ่ายกระแส (Switched Mode DC Power Supplies)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 เครื่องควบคุมและนับกระแส (Electronic Ampere-Hour Counter)

4.6 เครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic Cleaner)

4.7 เตาอบไฟฟ้า (Oven)

4.8 เครื่องวัดรังสีแบบซิลทิลเลชันของเหลว (Liquid Scintillation Counter)

4.9 เครื่องไมโครคอมพิวเตอร์ (Microcomputer)

4.10 เครื่องทำน้ำร้อน

4.11 Reaction Flask & Distillation glass wares & Lab Jack

4.12 Polyethylene Scintillation Vial with Cap 20 ml.

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

1. การทดสอบคุณสมบัติของ Liquid Scintillator

การนับรังสีระดับต่ำจะต้องใช้เวลานับรังสีนานเพื่อได้ค่าการนับรังสีที่ถูกต้อง ค่าความคลาดเคลื่อนอยู่ในขอบเขตที่ยอมรับได้ ซึ่งต้องใช้เวลานานประมาณ 1 เดือน ดังนั้นตัวอย่างที่นับรังสีจะต้องคงตัว (Stable) อยู่ตลอด ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆในช่วงเวลาที่นับรังสี ทำการทดลองคุณสมบัติของ Liquid Scintillator จำนวน 5 ชนิด

ก. Ready gel , Beckman

ข. Pico-flour LLT , Packard

ค. Ready safe , Beckman

ง. Ultima gold LLT , Packard

จ. Quick Safe 400 , Zinsser

วิธีการทดสอบ

1.1 ชั่งสารรังสีมาตรฐานน้ำตริเตียม จาก NIST ปริมาณ 10.00 g. ลงในขวดโพลีเอทิลีน (Polyethylene Vial) ขนาด 20 ml. จำนวน 5 ขวด

1.2 เติม Liquid Scintillator 5 ชนิด ลงในขวดตัวอย่าง จำนวน 10 ml. ชนิดละ 1 ตัวอย่าง

1.3 เขย่าให้ผสมเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปนับรังสีด้วยเครื่องวัดรังสีแบบซิลทิลเลชันของเหลว LKB 1220 Quantulus เป็นเวลา 50 นาที ซ้ำ 20 ครั้ง บันทึกค่าการนับ

1.4 สังเกตุความเปลี่ยนแปลงด้านน้ำหนักและสภาพของผสมในขวดตัวอย่าง ทุก 5 วัน นานต่อเนื่องกัน 40 วัน

2. การทดลองหา Figure of Merit (FM) และ Counting Efficiency (E)

การวัดรังสีแบบซิลทิลเลชันของเหลวจะถูกต้องเหมาะสมและมีประสิทธิภาพสูงสุด โดยการนับรังสีที่ดีจะต้องมีอัตรานับรังสีแบคกราวด์ต่ำ แต่อัตรานับรังสีตัวอย่างสูง โดยการพิจารณาจากค่า FM และ Efficiency

วิธีการ

2.1 ชั่งสารรังสีมาตรฐาน น้ำตริเตียม จาก NIST ความแรงรังสี 1.123 Bq/gm. เมื่อ 27 August 1987 จำนวน 10.00 g. ลงในขวดตัวอย่าง Polyethylene Vial ขนาด 20 ml.

2.2 ปีเปต Liqiud Scintillator ที่คัดเลือกได้จากข้อ 1 ลงในตัวอย่างจำนวน 10.0 ml. เขย่าให้ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

2.3 นำไปพักเก็บไว้ในเครื่องวัดรังสีประมาณ 2 ชั่วโมง แล้วนับรังสีเป็นเวลา 100 นาที ทำการปรับ Window โดยเลื่อนหน้าต่างบน (Upper Level of Discriminator , ULD) จนกระทั่งได้ค่า FM และ Efficiency สูงสุด จากนั้น เลื่อนหน้าต่างล่าง (Lower Level of Discriminator , LLD) จนกระทั่งได้ค่า FM และ Efficiency สูงสุด

3. การหาค่า Enrichment Factor ของชุด Electrolytic Cell

Enrichment Factor (R) เป็นค่าที่แสดงความสามารถในการแยกไอโซโทปในขบวนการเพิ่มความเข้มข้นตริเตียมโดยวิธีอิเล็กโตรลิซีส โดยปกติค่า Enrichment Factor จะเป็นค่าเฉพาะตัวของอิเล็กโทรดและอิเล็กโตรลิติกเซลล์แต่ละชุด ซึ่งจะต้องใช้เวลาในการหาค่า R จากการปรับเทียบหลายๆครั้ง แต่โดยทฤษฎี ค่า R ของระบบควรมีค่าเท่ากัน ค่า R ของ Electrode & Cell ชุดใดๆ สามารถใช้เป็นตัวแทนของความสามารถในการแยกไอโซโทปได้

วิธีการหาค่า Enrichment factor (R) ของระบบ

3.1 เตรียม Electrode & Electrolytic Cell จำนวน 16 ชุด

3.2 ชั่งน้ำตริเตียมที่มีความแรงรังสีเดียวลงใน Electrolytic Cell ทั้ง 16 ชุด จำนวน 600.00 g. (Wi)

3.3 เติม Na_2O_2 ปริมาณ 3.00 g. ลงใน Cell

3.4 นำ Electrolytic Cell ลงใน Cooling Bath ที่ปรับอุณหภูมิไว้ที่ -1°C

3.5 ต่อระบบไฟฟ้าแบบอนุกรม ปรับค่ากระแสที่จ่ายให้ระบบตามขั้นตอน

ขั้นตอนที่	กระแส (A.)	เวลา (วัน)	ปริมาณตัวอย่างเริ่มต้น (g.)	ปริมาณตัวอย่างที่ถูกอิเล็กโตรไลต์ (g.)	ปริมาณตัวอย่างที่เหลือ (g.)	Current Indicater Reading
1	10.0	4.0	600.0	320.0	280.0	5840 - 2640
2	8.0	2.0	280.0	128.0	152.0	2640 - 1360
3	6.0	2.0	152.0	96.0	56.0	1360 - 400
4	3.0	1.0	56.0	24.0	32.0	400 - 160
5	2.0	1.0	32.0	16.0	16.0	160 - 0

3.6 ชั่ง Electrode & Electrolytic Cell ปริมาณน้ำตริเตียมที่เหลือ (Wf)

3.7 นำไปปรับสภาพ pH ด้วย CO_2

3.8 กลั่นให้บริสุทธิ์ เก็บ Distillate ไปนับรังสี

3.9 ชั่ง Distillate น้ำหนัก 10.00 g. ผสมกับ Liquid Scintillator จำนวน 10 ml. เขย่าให้ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน นำไปนับรังสีด้วยเครื่องวัดรังสีแบบซิลทิลเลชันของเหลว

3.10 นำค่าการนับรังสีมาคำนวณหา Enrichment Factor (R) ตามสมการ 16

4. การตรวจสอบ Contamination จากผลของ Memory Effect

การเพิ่มความเข้มข้นตริเตียมของตัวอย่างที่มี Tritium Content สูง โดยเฉพาะ Spike ชุดของ Electrode & Electrolytic Cell ที่ผ่านการใช้กับ Spike อาจกักเก็บ Tritium ไว้ในรูปแบบต่างๆที่แฝงอยู่กับชุด Electrode & Electrolytic Cell ทำให้ตัวอย่างต่อมาได้รับผลตกค้างของตริเตียม เป็นเหตุให้ผลการวัดปริมาณผิดพลาด วิธีการตรวจสอบ Memory effect กระทำโดยการใช้น้ำปราศจากตริเตียม (tritium free water) นำไปเพิ่มความเข้มข้นโดยใช้ Electrode & Electrolytic Cell ที่ผ่านการเพิ่มความเข้มข้น Spike ใน Batch ก่อน

วิธีการตรวจสอบ Memory Effect

4.1 ชั่งน้ำปราศจากตริเตียม (tritium free water) ปริมาณ 600.00 g. ลงในชุด Electrode & Electrolytic Cell ที่ผ่านการใช้กับ Spike ใน Batch ก่อน

4.2 ทำการเพิ่มความเข้มข้นในลักษณะเดียวกับการหา Enrichment Factor ตามข้อ 3.3 ถึง 3.9

4.3 นำไปนับรังสีและคำณวน tritium content ตามสมการที่ 17

5. การวัดปริมาณตริเตียมในตัวอย่างน้ำบาดาล

ทำการเก็บตัวอย่างน้ำบาดาลจากบ่อบาดาลแบบ Submerge และแบบ Hand Pump โดยได้รับการอำนวยความสะดวกจากกองน้ำบาดาล กรมทรัพยากรธรณี จากจังหวัดขอนแก่น และมหาสารคาม จำนวน ตัวอย่าง 12 ตัวอย่างน้ำจากบ่อบาดาลที่จังหวัดนครศรีธรรมราช โดยกรมส่งเสริมคุณภาพสิ่งแวดล้อม จำนวน 5 ตัวอย่าง

วิธีการวัดปริมาณตริเตียมในตัวอย่างน้ำบาดาล

5.1 เก็บตัวอย่างให้มีการสัมผัสกับบรรยากาศและสิ่งแวดล้อมน้อยที่สุด

5.2 กลั่นตัวอย่างให้ปราศจากไอออน โดย Conductivity ไม่เกิน 200 μS/cm

5.3 นำตัวอย่างน้ำไปผ่านกระบวนการอิเล็กโตรลิซีสตามวิธีเดียวกับข้อ 3

5.4 วัดรังสีและคำณวนปริมาณตริเตียมในตัวอย่าง ย้อนหลังถึงวันที่เก็บตัวอย่างตามสมการที่ 17

6. การวัดปริมาณตริเตียมในตัวอย่างน้ำฝน

6.1 เก็บตัวอย่างน้ำฝนกลางแจ้ง หรือเก็บตัวอย่างจากภาชนะกักเก็บที่ทราบช่วงเวลาที่เก็บตัวอย่างแน่นอน

6.2 กลั่นตัวอย่างให้บริสุทธิ์เฉพาะกรณี Conductivity สูงกว่า 200 μS/cm

6.3 นำตัวอย่างน้ำไปผ่านกระบวนการอิเล็กโตรลิซีสตามวิธีเดียวกับข้อ 3

6.4 วัดรังสีและคำณวนปริมาณตริเตียมในตัวอย่าง ย้อนหลังถึงวันที่เก็บตัวอย่างตามสมการที่ 17