

การดำเนินการทดลอง

3.1 การเปลี่ยนตัวอย่างโบราณวัตถุ และสารมาตรฐานให้เป็นเบนซีน

3.1.1 การเตรียมสารตัวอย่างที่ได้จากบ้านเชียง

สารตัวอย่างจากบ้านเชียง ที่ทำการหาอายุ เป็นกระดูกคนที่ขุดค้นมาจากตำบลบ้านเชียง อำเภอหนองหาน จังหวัดอุดรธานี เมื่อปี พ.ศ. 2515 แต่ยังคงอยู่ในดิน และเพิ่งเปิดออกสู่อากาศเมื่อเดือน มกราคม พ.ศ. 2519 โครงกระดูกอยู่ในระดับลึกจากผิวดินประมาณ 2 เมตรเศษ ซึ่งอยู่ระดับเดียวกับเครื่องปั้นดินเผาหลายชิ้นดี

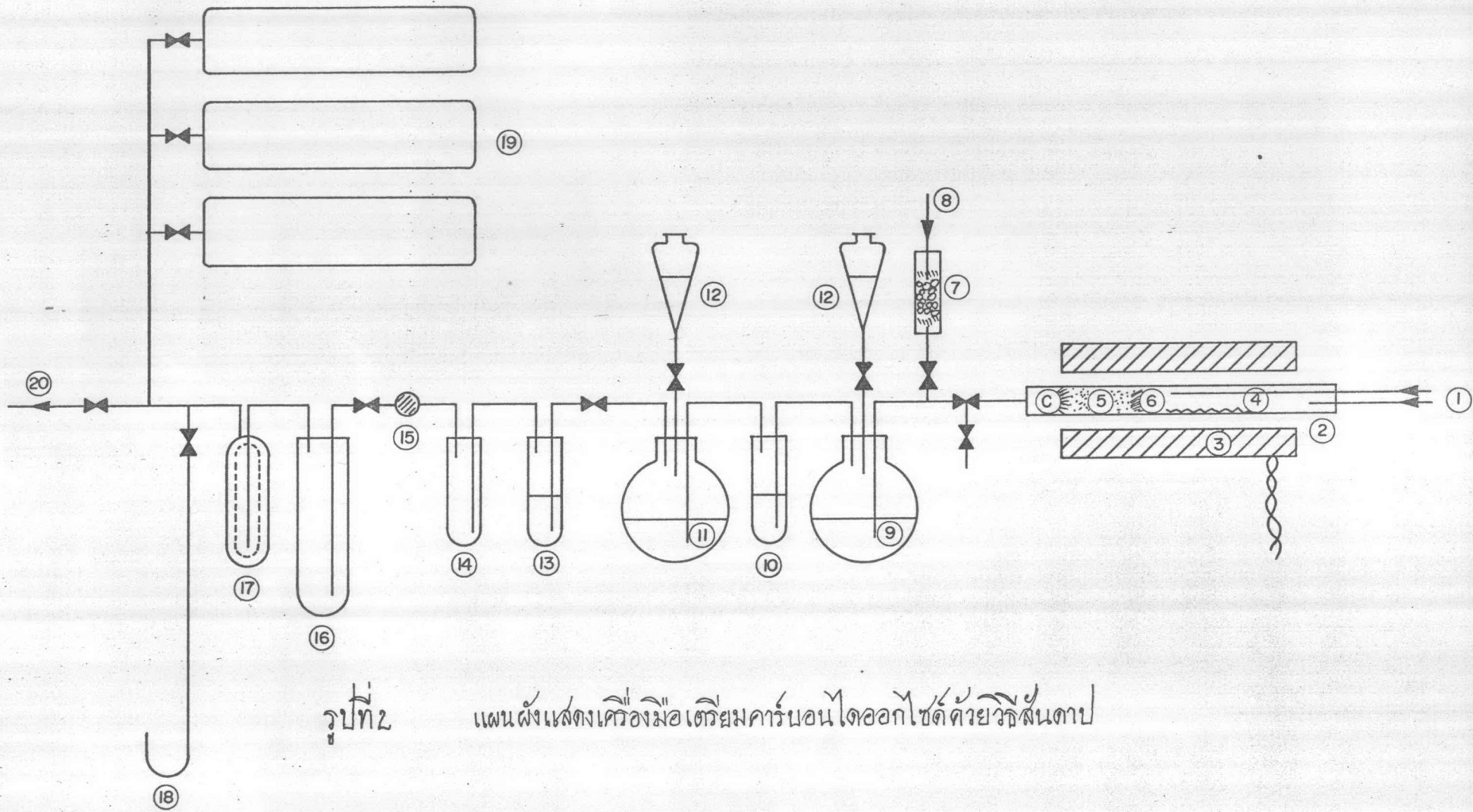
ชิ้นกระดูกที่ได้สันนิษฐานว่าเป็นกระดูก แขน 2 ชิ้น หนักประมาณ 120 กรัม ซึ่งตัวอย่างกระดูกปริมาณนี้ ตามหัวข้อ 2.3.4.1 และหัวข้อ 2.6 จะใช้โคลลาเจนในกระดูกมาหาอายุไม่ได้ เนื่องจากปริมาณต่ำไป ดังนั้นจึงใช้คาร์บอนทั้งหมดในสารตัวอย่างนั้น คือ คาร์บอนจากคาร์โบเนต และคาร์บอนจากโคลลาเจนมาหาอายุ

ชิ้นกระดูกตัวอย่างนำมาล้างเศษดินออกโดยน้ำด่าง 2 ครั้ง พุให้แตกเป็นชิ้นเล็ก ๆ ในแผ่นอลูมิเนียม และใส่ในภาชนะควอทซ์ เพื่อเตรียมคาร์บอนไดออกไซด์ต่อไป

3.1.2 เครื่องมือที่ใช้เตรียมคาร์บอนไดออกไซด์ จากตัวอย่างโบราณวัตถุได้ดัดแปลงมาจากวิธีของ Rafter T.A. et al (1955a), Polach H.A. et al(1966)อย่างไรก็ตามเนื่องจากการทดลองมีข้อยุ่งยากในการหาออกซิเจนเหลวมาใช้จับคาร์บอนไดออกไซด์ที่ได้จากขบวนการเตรียม จึงได้ดัดแปลงวิธีของ Richard Burleigh(1972) ซึ่งจับคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยไนโตรเจนเหลวภายใต้ความดันค่าที่ 7.5 ม.ม.ของปรอท

รูปที่ 2 แสดงแผนผังเครื่องมือที่ใช้เตรียมคาร์บอนไดออกไซด์ จากตัวอย่าง  
โบราณวัตถุโดยวิธีสันดาป รายละเอียดคือ

- (1) แกชออกซิเจนจากถัง
- (2) หลอดแก้วควอทซ์
- (3) เต้าเผาไฟฟ้าชนิดใช้กับหลอด
- (4) รางควอทซ์ใส่ตัวอย่างโบราณวัตถุ
- (5) คิวปริกออกไซด์
- (6) ไยควอทซ์
- (7) หลอดแก้วบรรจุเม็ทโซคาไฟ
- (8) แกชไนโตรเจนจากถัง
- (9) ขวดแก้วบรรจุสารละลายเงินไนเตรท 0.2 นอร์มอล
- (10) หลอดแก้วบรรจุสารละลายไอโอดีน 0.25 % และโปแตสเซียมไอโอไดด์ 20 %
- (11) ขวดแก้วบรรจุกรดโครมิก
- (12) ขวดแก้วบรรจุสารละลายค่างทับทิมอิ่มตัว (ใช้ในการเตรียมแกชคาร์บอนไดออกไซด์ จากกรดออกซาลิกมาตรฐาน)
- (13) หลอดแก้วบรรจุกรดโครมิก
- (14) หลอดคักไอน้ำโดยใช้น้ำแข็งแห้งและแอลกอฮอล์
- (15) กะเปาะใส่ใยแก้ว
- (16) และ (17) เครื่องคักแกชคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยไนโตรเจนเหลว
- (18) แมโนมิเตอร์ปรอท
- (19) ถังเหล็กไร้สนิม 15 ลิตร เก็บแกชคาร์บอนไดออกไซด์
- (20) ตอกกับเครื่องสูดอากาศ



รูปที่ ๒

แผนผังแสดงเครื่องมือเตรียมคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยวิธีสันดาป

### รายละเอียดการเตรียมคาร์บอนไดออกไซด์คังนค

ตัวอย่างโบราณวัตถุถูกเผาในบรรยากาศของออกซิเจนที่เหลือเพื่อ ซึ่งมีอัตราไหล 400 ล.บ.ช.ม.ต่อนาที ในหลอดควอทซ์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.5 ซม. ยาว 90 ซม. ที่ตอนปลายข้างหนึ่งบรรจุคิวปริกออกไซด์ไว้ประมาณ 100 กรัม เพื่อให้คาร์บอนมอนอกไซด์ที่เกิดขึ้นมา จากการสันดาปไม่สมบูรณ์เปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ให้หมด

คาร์บอนไดออกไซด์ที่ได้ทำให้บริสุทธิ์ โดยผ่านลงสารละลายเงินในเตรท 0.2 นอร์มอล เพื่อคัดแก๊สฮาโลเจนผ่านคอลงในสารละลายไฮโอคีน 0.25 % และโปแตสเซียมไฮโอไดค 20 % เพื่อคัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และคิวอินน้ำครึ่งหนึ่งด้วยกรกโคโรนิกอีกครึ่งหนึ่งด้วยเครื่องคักที่แช่อยู่ในน้ำแข็งแห้งกับแอลกอฮอล์ เก็บคาร์บอนไดออกไซด์ที่ได้ในรูปของแข็ง โดยใช้ไนโตรเจนเหลว และภายใต้ความดันต่ำที่ 7.5 มม. ของปรอท เมื่อการสันดาปของสารตัวอย่างสมบูรณ์แล้ว สังเกตได้จากสารตัวอย่างไม่ลุกแดงอีกต่อไป จึงระเหิดคาร์บอนไดออกไซด์จากเครื่องคักเข้าสู่ถังเก็บขนาด 15 ลิตร อานความดันจากเมโนมิเตอร์ปรอท และอ่านอุณหภูมิไว้ เพื่อหาปริมาตรที่แน่นอน ถ้าได้คาร์บอนไดออกไซด์มากกว่า 15 ลิตร ที่ความดัน บรรยากาศ และอุณหภูมิห้องจึงระเหิดคาร์บอนไดออกไซด์ที่เหลือเข้าไว้ในถังอื่นต่อไป

### 3.1.3 การเตรียมคาร์บอนไดออกไซด์จากสารมาตรฐานโดยใช้ค่างทับทิม

สารมาตรฐานที่ใช้คือ กรดออกซาลิกของ U.S. National Bureau of Standard และสามารถเตรียมคาร์บอนไดออกไซด์ได้โดยใช้เครื่องมือตามรูปที่ 2 เช่นกัน โดยใช้กรดออกซาลิกมาตรฐาน 40 กรัม แบ่งลงในขวดแก้วขนาด 1 ลิตร 2 ใบ คือขวดแก้ว (9) และ (11) กรดนี้ปริมาณนี้สามารถเปลี่ยนให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ได้ประมาณ 16 ลิตร ที่ 1 บรรยากาศ และที่อุณหภูมิห้อง เติมน้ำกลั่น 250 ล.บ.ช.ม. และกรดกำมะถัน 75 ล.บ.ช.ม.ลงในแต่ละขวด ผ่านไนโตรเจนลงเพื่อให้เป็นสารละลายเนื้อเดียวกันและเพื่อไล่อากาศออก แล้วหยดสารละลายค่างทับทิมเข้มข้นลงจะได้คาร์บอนไดออกไซด์คือ



จับคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องกักและระเหิดเข้าสู่ถังเก็บเช่นเดียวกันกับวิธีที่ไดกล่าวมาแล้ว

### 3.1.4 การเตรียมเซทที่ล้นจากคาร์บอนไดออกไซด์

เครื่องมือเตรียมเซทที่ล้นจากคาร์บอนไดออกไซด์ได้ดัดแปลงมาจากวิธีของ

Polach H.A. et al (1972) และ Melhuish W.H. et al (1972)

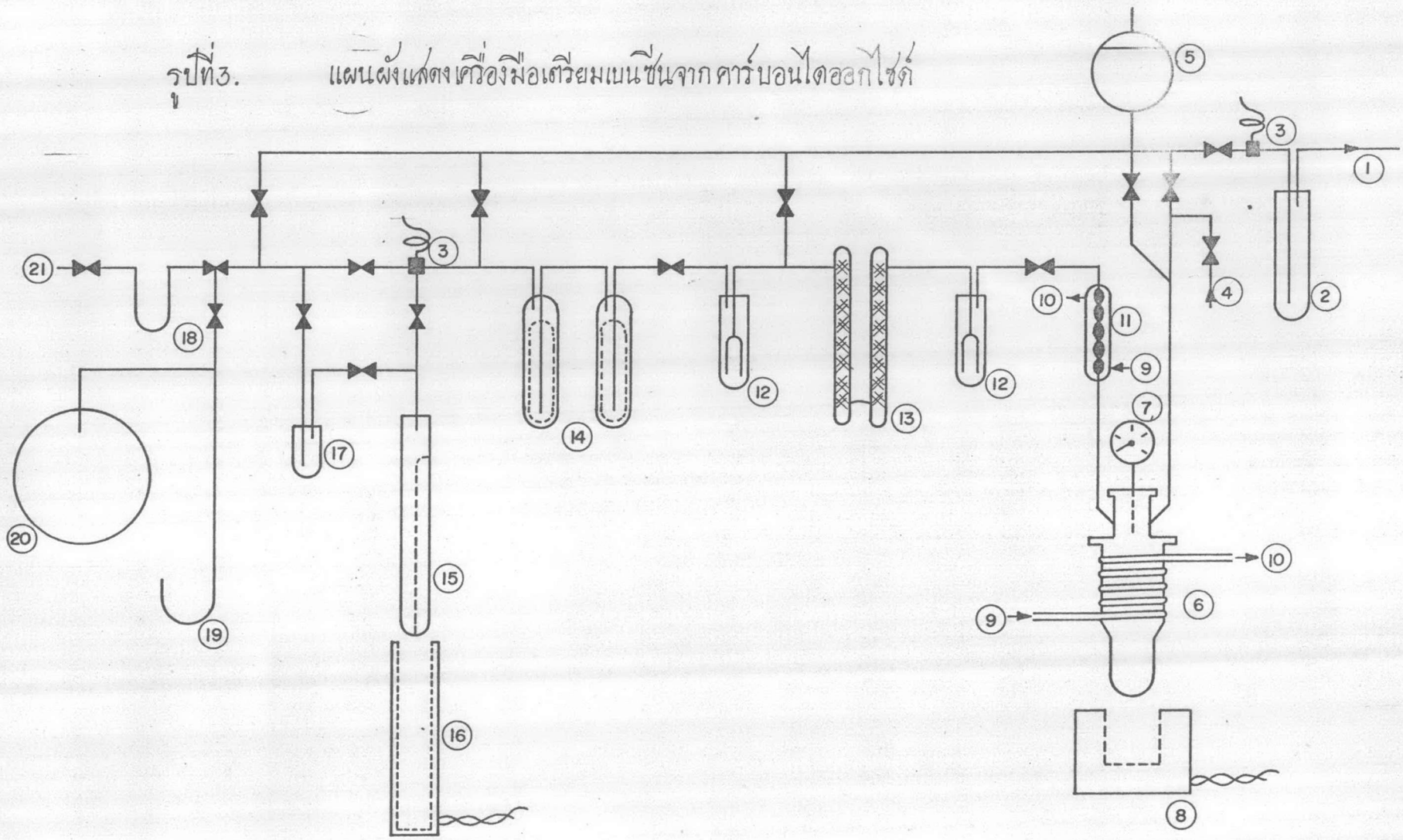
รูปที่ 3 แสดงแผนผังเครื่องมือดังกล่าวซึ่งมีรายละเอียดคือ

- (1) ถอดกบเครื่องดูดอากาศ
- (2) เครื่องกักไอน้ำด้วยไนโตรเจนเหลว
- (3) หัววัดความเป็นสุญญากาศปิรานี
- (4) ถอดจากถังเก็บคาร์บอนไดออกไซด์
- (5) ขวดแก้วบรรจุน้ำกลั่น
- (6) ภาชนะเหล็กโรสนิมมีท่อทองแดงพันตอนบน
- (7) เครื่องวัดความเป็นสุญญากาศ
- (8) เต้าเผาไฟฟ้า
- (9) น้ำเซา
- (10) น้ำออก
- (11) เครื่องควบแน่น
- (12) เครื่องกักไอน้ำด้วยน้ำแข็งแห้งกับแอลกอฮอล์
- (13) หลอดแก้วบรรจุเม็ดแก้วเคลือบด้วยกรดฟอสฟอริกเข้มข้น
- (14) เครื่องกักเซทที่ล้นด้วยไนโตรเจนเหลว
- (15) หลอดแก้วบรรจุแวนนาเคียแคตาลีส
- (16) เต้าอบไฟฟ้า



รูปที่ 3.

แผนผังแสดงเครื่องมือเตรียมเบนซีนจากคาร์บอนไดออกไซด์



- (17) เครื่องักเบนขึ้นควายไนโตรเจนเหลว
- (18) หลอดแก้วบรรจุซิลิกาเจล
- (19) แม็มนี่เตอร์ปรอท
- (20) ขวดแก้วเก็บอเซททีลีนขนาด 5 ลิตร
- (21) ทางปลอยให้อากาศเข้า

การเตรียมอเซททีลีนจากการบอนไดออกไซด์ ทำได้ดังนี้คือ

บรรจุโลหะลิเทียมชนิดเป็นเม็ดร้อยละ 10 มากเกินพอที่จะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์ที่ได้จากสารตัวอย่างลงในภาชนะหมายเลข (6) ในรูปที่ 3 ครอบอากาศออกให้หมด แล้วเผาที่อุณหภูมิ 600° ซ. คอย ๆ ปลอยคาร์บอนไดออกไซด์จากถังเก็บลงในภาชนะนั้นโดยไม่ให้ความดันเกิน 25 นิ้วของปรอทจนหมด ขณะเกิดปฏิกิริยา ต้องพยายามปรับอุณหภูมิไว้ที่ 600° ซ. โดยตลอดเนื่องจากปฏิกิริยาเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ฉะนั้นอุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นกว่า 600° ซ. ซึ่งตามรายงานของ Polach H.A. et al (1972) ถ้าอุณหภูมิเกินค่านี้แล้ว จะไฮโดรไลซ์ ลิเทียมคาร์ไบด์ไคยาก ต่อจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของเตาเผาขึ้นเป็น 900° ซ. เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง จึงลดเตาเผาแล้วทำให้อากาศนั้นเย็นลงโดยใช้พัดลมไฟฟ้า

ปฏิกิริยาเป็นดังนี้คือ



เมื่อเย็นลงถึงอุณหภูมิห้องแล้ว คอย ๆ เติมน้ำกลั่นลงเพื่อไฮโดรไลซ์ ลิเทียมคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้น ให้เป็นอเซททีลีนคือ

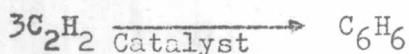


อเซททีลีนที่ได้ทำให้ปราศจากไอน้ำโดยผ่านเข้าในหลอดแก้วที่บรรจุเม็ดแก้วที่เคลือบด้วยกรดฟอสฟอริกเข้มข้น, ทำให้แห้ง โดยผ่านเข้าเครื่องักไอน้ำที่อุณหภูมิของน้ำแข็งแห้งกับแอลกอฮอล์ 2 ครั้ง แล้วจึงจับอเซททีลีนที่บริสุทธิ์ไว้ด้วยเครื่องักที่แช่อยู่ในไนโตรเจนเหลว

ขบวนการดังกล่าวมาทำในระบบสูญญากาศที่มีความดันต่ำประมาณ 150 ไมครอน (0.15 ม.ม.ของปรอท)

### 3.1.5 การเตรียมเบนซีนจากเซททีลีน

ใช้แคทาลิส แวนนาเดียม จากบริษัท Harshaw Chemical Co. Cleveland Ohio ที่เผาที่อุณหภูมิที่พอเหมาะแล้ว เป็นตัวทำให้อเซททีลีน 3 โมเลกุลรวมตัวเข้าเป็นเบนซีน 1 โมเลกุลคือ



เนื่องจากตามวิธีของ Polach H.A. et al (1972) และ Coleman D.D. et al (1972) ยังขัดแย้งกันอยู่เรื่องวิธีการเตรียมแคทาลิสชนิดนี้เพื่อให้ได้ผลเบนซีนสูงที่สุด จึงได้ทำการทดลองเรื่องนี้โดยเฉพาะอีกเรื่องหนึ่ง

#### 3.1.5.1 เรื่องทั่วไปเกี่ยวกับแวนนาเดียมแคทาลิส

แวนนาเดียมแคทาลิสดังกล่าว เป็นเม็ดรูปทรงกระบอกเล็ก ๆ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ยาว 1/8 นิ้ว ประกอบด้วยแวนนาเดียมเพนทอกไซด์ ( $V_2O_5$ ) ร้อยละ 10 บนผงอลูมินาและซิลิกาเตรียมได้โดยใช้สารละลายของโซเดียมแวนนาเตท ( $Na_3VO_4 \cdot 10H_2O$ ) เคลือบบนผงอลูมินาที่อัดเป็นเม็ดแล้ว ไล่น้ำออกโดยอบในตู้อบสูญญากาศ

แคทาลิสชนิดนี้มีสีเขียวปนเหลืองเล็กน้อย ทำให้ทราบว่า แคทาลิสไม่ได้ประกอบด้วยแวนนาเดียมเพนทอกไซด์ล้วน ๆ บนซิลิกาอลูมินา แต่มีออกไซด์ของแวนนาเดียมตัวอื่น ๆ อยู่ด้วย โดยเฉพาะแวนนาเดียมเทททอโรไซด์ ( $V_2O_4$ ) ซึ่งมีสีน้ำเงินเมื่อรวมกับแวนนาเดียมเพนทอกไซด์ ซึ่งมีสีเหลืองปนแดง จึงทำให้มีสีเขียว Noakes J.E. et al (1965) ได้รายงานว่า แคทาลิสที่มีวาเลนซ์ยิ่งสูง จะทำให้ได้ผลเบนซีนมากขึ้น

1. John Noakes, Stephen Kim and Lawrence Abers. Recent improvements in benzene chemistry for radiocarbon dating, Geochimica et Cosmochimica, Vol 31, 1967. 1094-1096



Polach H.A. et al (1972) เผาแคทาลิสต์ในสูญญากาศที่  $350^{\circ}\text{C}$ . โดยผ่านอากาศเข้าทุก ๆ ชั่วโมงเป็นเวลา 12 ชั่วโมง และใช้แคทาลิสต์ 260 กรัม เปลี่ยนนอเซททีลีน 5 ลิตร ให้เป็นเบนซีนได้ร้อยละ  $95 \pm 5$  Coleman D.D. et al(1972) เผาแคทาลิสต์ในเตาเผาที่  $550^{\circ}\text{C}$ . เป็นเวลาอย่างน้อย 48 ชั่วโมง และเก็บไว้ในขวดแก้ว ความชื้น เมื่อนำไปใช้ ต้องเผาอีกครั้งหนึ่งที่  $120^{\circ}\text{C}$ . ในสูญญากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และรายงานว่ 20 กรัมของแคทาลิสต์สามารถเปลี่ยนนอเซททีลีนให้เป็นเบนซีนได้ 1-8 ล.บ.ช.ม. และได้ผลเบนซีนประมาณร้อยละ 92-95

กลไกของการจับตัวของแก๊สนอเซททีลีน เป็นเบนซีนโดย แคทาลิสต์ยังไม่มีผู้ทราบแน่ชัด Noakes J.E. et al(1967) ได้คาดว่านอเซททีลีนในสถานะที่เป็นแก๊ส เมื่อถูกกับอิออน ซิลิคอน ซึ่งเป็นกรดลิวอย่างแรง (Strong Lewis acid) จะถูกจับไว้ และโพลารไรซ์เมื่อมีนอเซททีลีนที่ถูกโพลารไรซ์เช่นกันอีก 2 โมเลกุล ก็จะจับกันไว้เป็นเบนซีนโมเลกุล

แคทาลิสต์เมื่อใช้แล้วจะมีสีดำปนเทา ซึ่งแสดงว่า วาเลนซ์ของแวนนาเดียมลดต่ำลง คือน่าจะเป็น  $\text{V}_2\text{O}_2$  และ  $\text{V}_2\text{O}_3$  ซึ่งมีสีดำ และสีเทาตามลำดับ Polach H.A. et al (1972) นำแคทาลิสต์ไปเผาที่  $350^{\circ}\text{C}$ . และกลับไปใช้ได้อีกวนเวียนกันเช่นนี้ได้ถึง 50 ครั้ง แต่ Noakes J.E. et al(1967) ได้รายงานว่า การนำเอาแคทาลิสต์กลับไปใช้อีกเป็นไปไม่ได้ แต่ไม่ควรทำ เนื่องจากจะเกิดการปะปนโดยคาร์บอนที่หลุดตกค้างอยู่ในแคทาลิสต์ ซึ่ง Coleman D.D. et al(1972) ได้รายงานถึงสารประกอบคาร์บอนที่หลุดค้างอยู่ในแคทาลิสต์ ว่ามีสูตรเคมีเป็น  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{O}$  และจะไม่ออกไปจากแคทาลิสต์ แม้เผาที่อุณหภูมิ  $300^{\circ}\text{C}$ .

3.1.5.2 การหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาเพื่อ แอคทิเวท แวนนาเดียมแคทาลิสต์ ได้เลือกใช้วิธีของ Coleman D.D. et al(1972) เนื่องจากทำได้ง่ายและสะดวกกว่าวิธีของ Polach H.A. et al(1972) ซึ่งต้องใช้แคทาลิสต์ปริมาณมาก ต้องใช้ระบบสูญญากาศเป็นเวลานาน และต้องดัดแปลงเครื่องมือเพิ่มเติม ถ้าจะเตรียมแคทาลิสต์คราวละมาก ๆ

ในการทดลองใช้แคตตาลิสต์ 2 ขนาด คือประมาณ 65 กรัม และ 130 กรัม เผาในเตาอบที่  $550^{\circ}\text{C}$ . โดยแต่ละขนาดที่กล่าว ขยี้ไว้เป็นเวลา 48, 72, 96 และ 120 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นลงถึง  $250^{\circ}\text{C}$ . จึงเก็บแคตตาลิสต์ที่เตรียมไว้ในภาชนะดูความชื้นจนถึงวันใช้

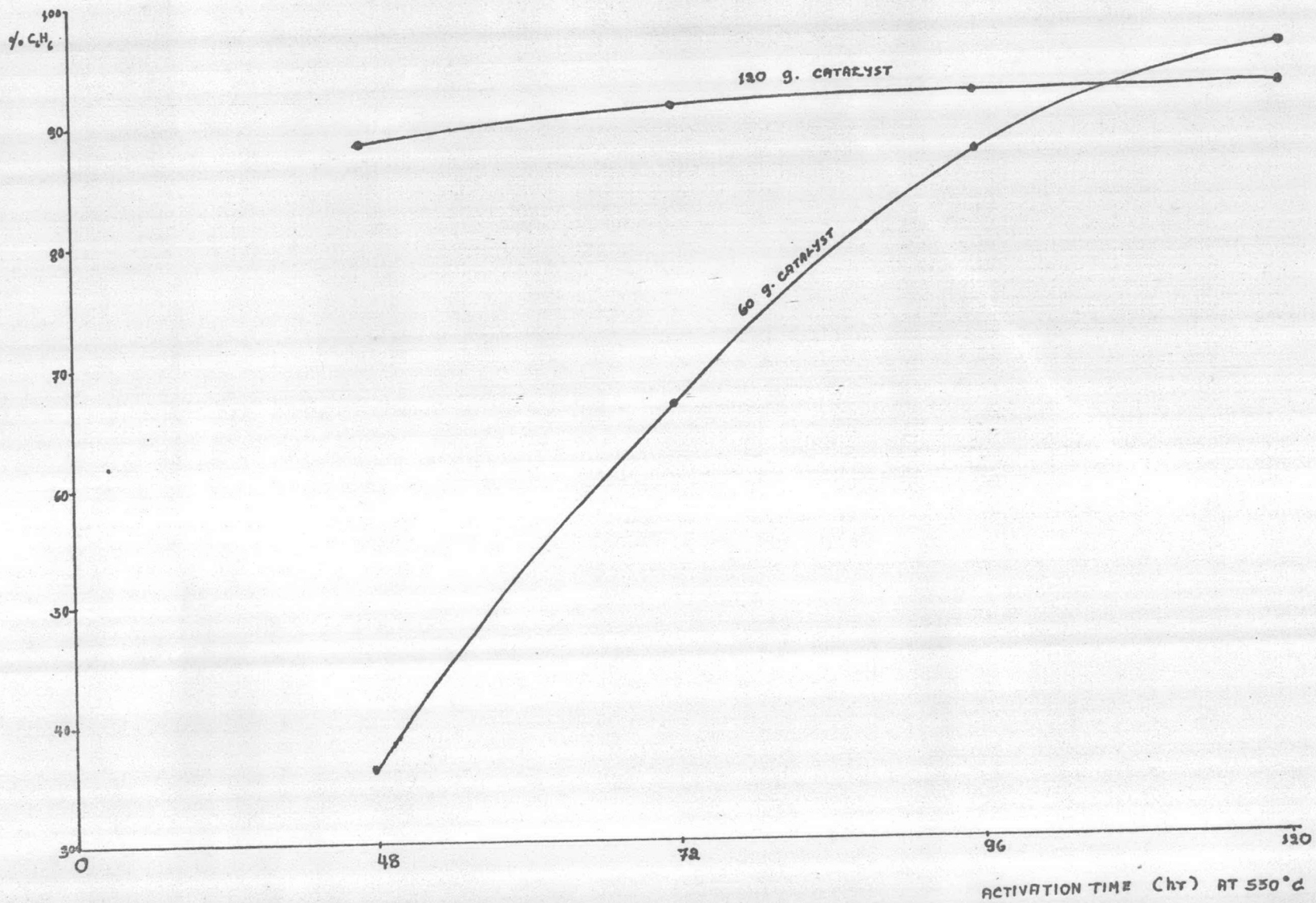
ซึ่งแคตตาลิสต์ที่เตรียมแล้วให้ได้ 60.0 กรัม และ 120.0 กรัม จากที่เตรียมไว้แต่ละขนาดใส่ในหลอดแก้วที่เผาไว้แล้วที่  $150^{\circ}\text{C}$ . แล้วต่อกับระบบสูญญากาศรูปที่ 3 कुछอากาศออกจนความดันลดลงเหลือประมาณ 200 ไมครอนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จึงปิดจากระบบสูญญากาศทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงทำให้เย็นที่อุณหภูมิของน้ำป่นน้ำแข็ง คอย ๆ ผ่านอเซททีลีน 5.625 ลิตรที่อุณหภูมิห้องลงในแคตตาลิสต์ โดยบังคับไม่ให้ความดันสูงเกิน 10 ม.ม.ของปรอทจนหมด และทิ้งไว้ค้างคืน จึงกลั่นเบนซีนออกจากแคตตาลิสต์ โดยเผาแคตตาลิสต์ที่  $150^{\circ}\text{C}$ . เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเก็บเบนซีนโดยใช้เครื่องคักที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว

ตารางที่ 1 แสดงผลเบนซีนที่ได้จากการทดลองแต่ละครั้ง และรูปที่ 4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่เผาเพื่อแอกติเวทแคตตาลิสต์ที่อุณหภูมิ  $550^{\circ}\text{C}$ . กับผลของเบนซีนที่ได้ เมื่อใช้แคตตาลิสต์ 60.0 กรัม และ 120.0 กรัม

เวลาที่แอกติเวทแคตตาลิสต์ $550^{\circ}\text{C}$ . (ช.ม.)	ผลเบนซีน (ร้อยละ)	
	แคตตาลิสต์ 60 กรัม	แคตตาลิสต์ 120 กรัม
48	35.4	88.8
72	65.6	91.2
96	87.4	91.9
120	96.0	92.0

ตารางที่ 1 เวลาที่แอกติเวทแคตตาลิสต์  $550^{\circ}\text{C}$ . กับผลเบนซีน

รูปที่ 4. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่เผาเพื่อแอกติเวตแคตตาลิซที่อุณหภูมิ 550°ซ. กับผลของเบนซินที่ได้



ในการทดลองแต่ละครั้ง เพื่อหาค่าน้ำหนักที่ลดลงของแคตตาลิสหลังจากเผาที่ อุณหภูมิ  $550^{\circ}\text{C}$ . และเวลาต่าง ๆ ดังกล่าวแล้วจะได้ผลดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 และในรูปที่ 5

เวลาที่เผา (ช.ม.)	น้ำหนักที่ลดลงคิดเป็นร้อยละ หลังจากเผาที่ $550^{\circ}\text{C}$ .	
	แคตตาลิส 60 กรัม	แคตตาลิส 120 กรัม
48	3.47	3.55
72	3.81	4.05
96	4.10	4.35
120	3.87	3.61

ตารางที่ 2 น้ำหนักที่ลดลงคิดเป็นร้อยละของแคตตาลิส หลังจากเผาที่เวลาต่าง ๆ กันที่  $550^{\circ}\text{C}$ .

การทดลองโดยเพิ่มอุณหภูมิในการแอคทิเวตแคตตาลิส และลดเวลาดงเหลือ 10 ช.ม. กลับทำให้ผลเบนซินที่ได้น้อยลง ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3 และรูปที่ 6

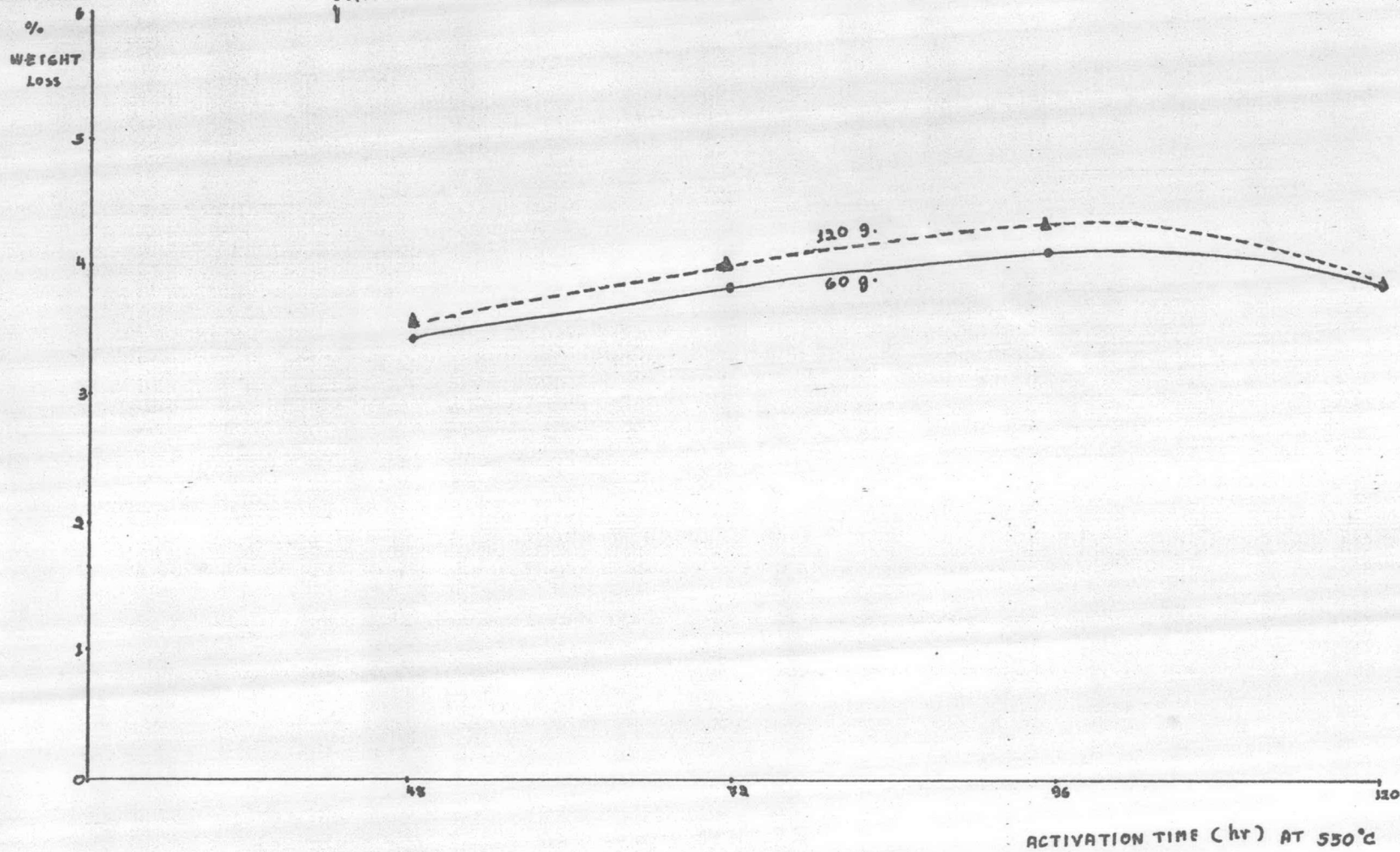
อุณหภูมิ ( $^{\circ}\text{C}$ ) ในการแอคทิเวตแคตตาลิสเป็นเวลา 10 ช.ม.	ผลเบนซิน (ร้อยละ)
700	81.76
800	52.30
900	48.55
1000	41.80
1200	1.70

ตารางที่ 3 ผลเบนซินกับอุณหภูมิที่แอคทิเวตแคตตาลิสที่อุณหภูมิมากกว่า  $700^{\circ}\text{C}$ . เป็นเวลา 10 ช.ม.



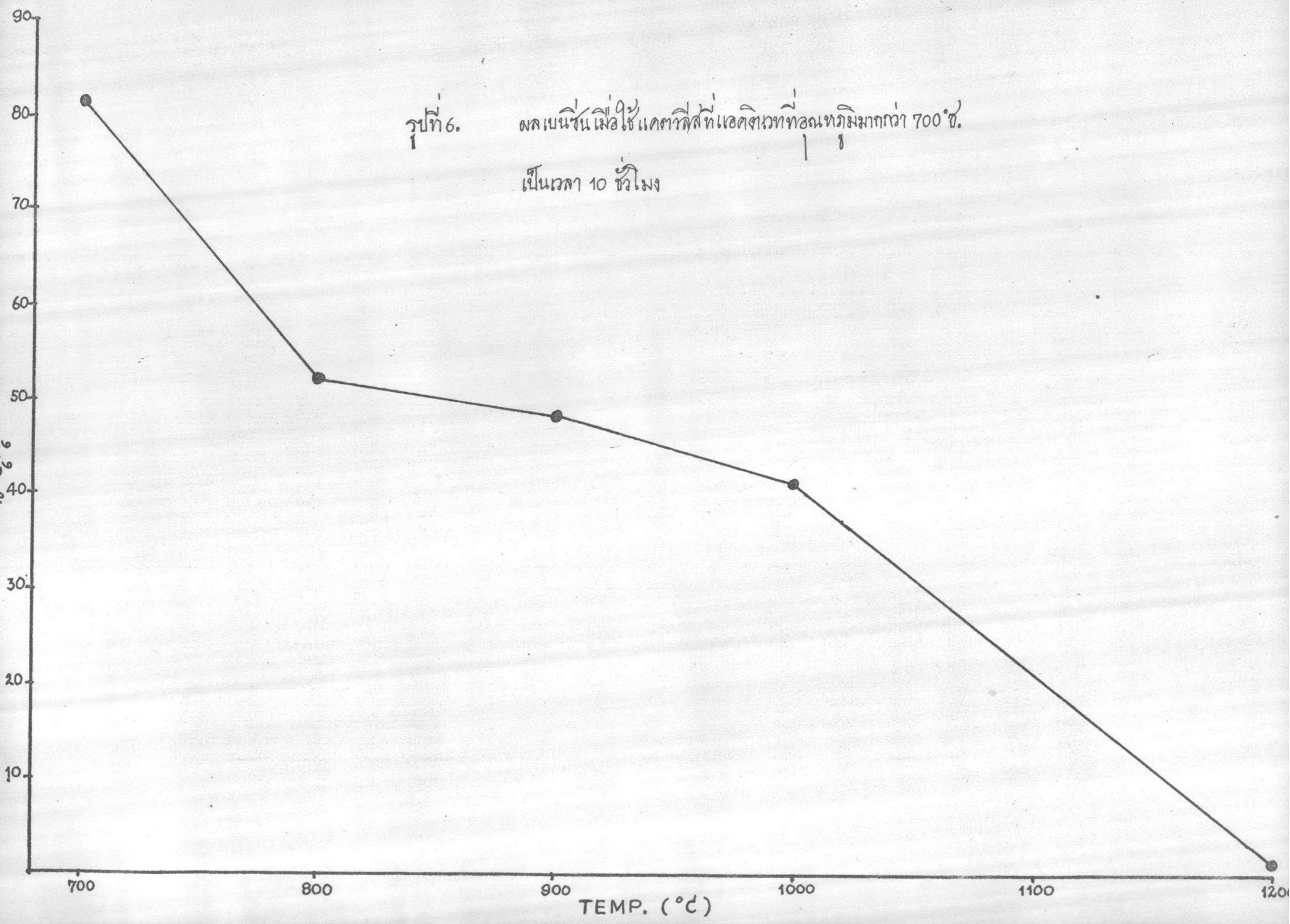
รูปที่ 5.

น้ำหนักแคลเซียมที่ลดลงคิดเป็นร้อยละ หลังจากเผาที่ 550°C.



รูปที่ 6.

ผลเบนซ์ในเมื่อใช้แคตาลีซิสที่อุณหภูมิที่อุณหภูมิมากกว่า 700°ซ.  
เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



### 3.1.6 การหาความบริสุทธิ์ของเบนซีนที่เตรียมได้ โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

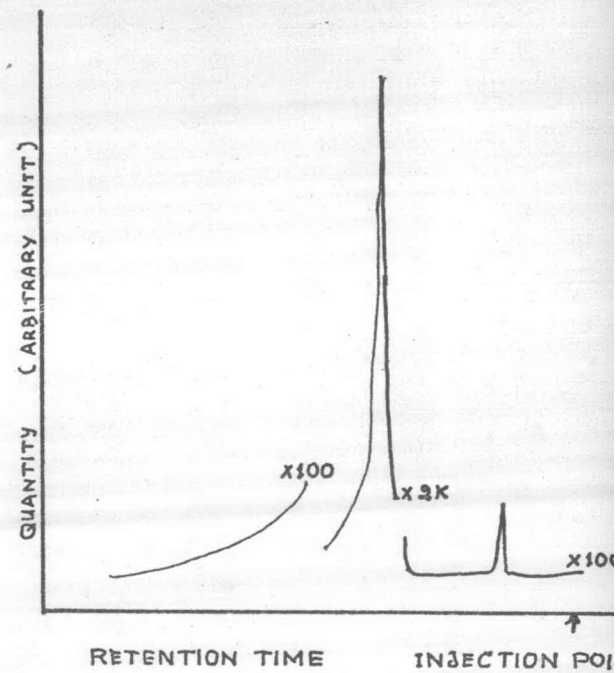
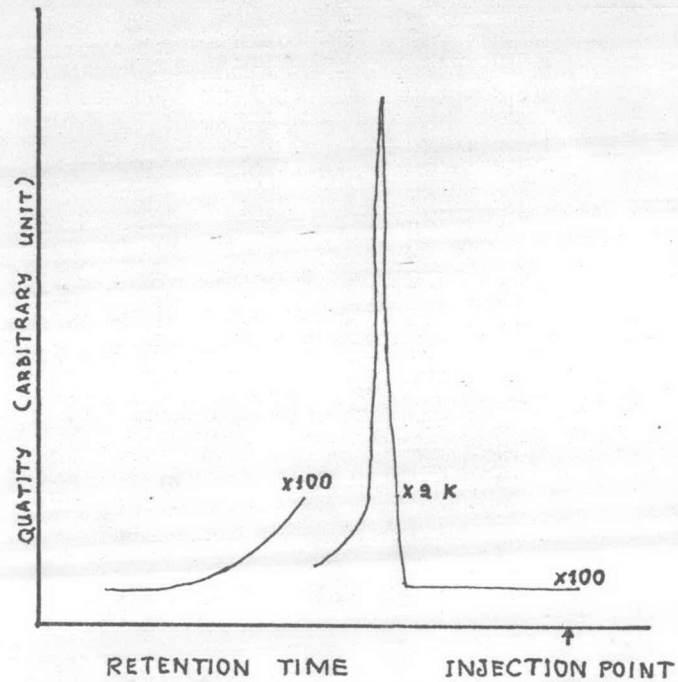
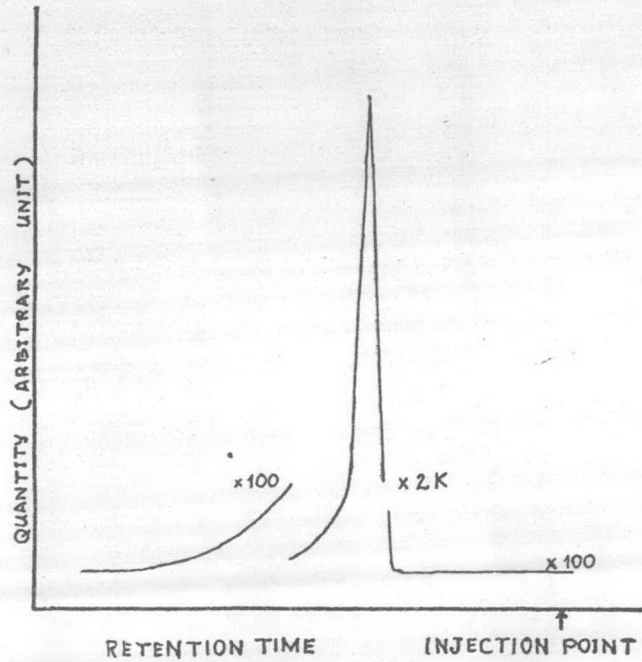
ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของ Perkin Elmer model 881 ซึ่งเป็นชนิด Flame ionization detector และใช้คอลัมน์ 2 ชนิด ในการทดลองหาความบริสุทธิ์คือ Squalene ยาว 12 ฟุต และ Ucon ยาว 12 ฟุต ที่อุณหภูมิ  $130^{\circ}$  C. โดยใช้แก๊สไนโตรเจนเป็น carrier gas ผลของการหาความบริสุทธิ์ของเบนซีนที่เตรียมได้ แสดงไว้เปรียบเทียบกับเบนซีนชนิดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการของบริษัท E. Merck ในรูปที่ 7

### 3.2 การอามรังสีโดยเครื่องนับรังสีชนิดซินทิลเลชันในของเหลว

#### 3.2.1 เครื่องนับรังสีชนิดซินทิลเลชันในของเหลวที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องนับรังสีชนิดซินทิลเลชันในของเหลวที่ใช้ในการทดลองเป็นแบบวงจรกิจอินซิเจนซ์ ซึ่งมีแผนผังวงจรถามรูปที่ 8 เป็นของ Packard Model 3002 ซึ่งใช้สำหรับตรวจนับรังสีขนาดจุ 20 ล.บ.ช.ม.

จากหัวข้อ 2.3.4.3.2 ซินทิลเลชันที่เกิดขึ้นเนื่องจากรังสีเบต้ากับสารที่ทำให้เกิดซินทิลเลชันที่เรียกว่าสารฟลูออเรสเซนต์ ซึ่งละลายอยู่ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่เหมาะสม เช่น โคลลูอิน หรือเบนซีน จะถูกนับโดย phototube 2 หลอด ผ่านเครื่องขยาย preamplifier และ amplifier แล้วจึงผ่านเข้าวงจรกิจอินซิเจนซ์ วงจรกิจอินซิเจนซ์ จะทำหน้าที่คัดสัญญาณที่มาจาก phototube หลอดใดหลอดหนึ่งเพียงหลอดเดียวซึ่งมาจากการรบกวนเนื่องจากความร้อน การช่วยให้การรบกวนเนื่องจากความร้อนลดลงอีกวิธีหนึ่งคือ แคร่สารที่จะนับรังสี phototube และ preamplifier ไว้ในตู้เย็น ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำสุดที่ตัวทำละลายที่ใช้นั้นไม่แข็งตัว ทั้งสองวิธีที่ใช้คัดการรบกวนเนื่องจากความร้อน จะทำให้ค่าจำนวนนับรังสีจากสภาพแวดล้อมต่ำลง



2  $\mu$ l SYNTHESIZED  $C_6H_6$

2  $\mu$ l  $C_6H_6$  A. R. E. MERCK

100 PPM ACETONE

IN

2  $\mu$ l  $C_6H_6$  A. R. E. MERCK

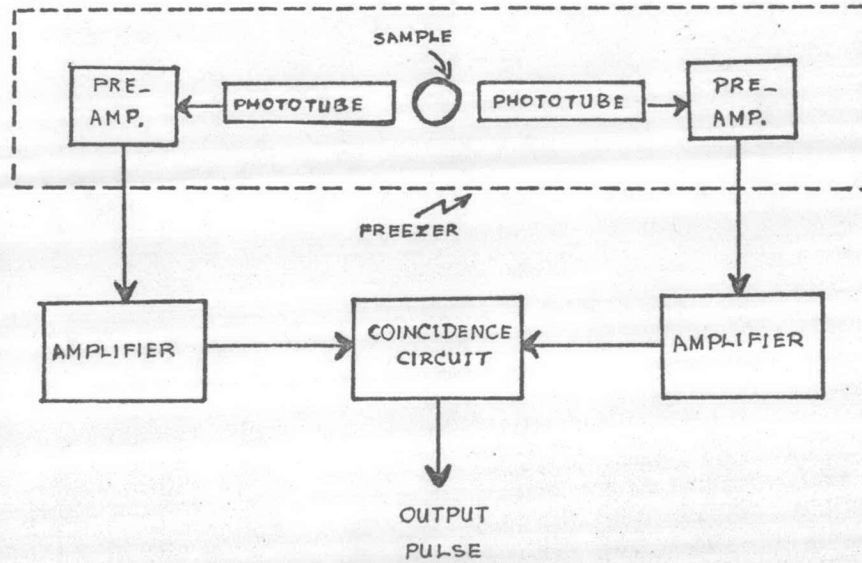
รูปที่ 7

ผลการตรวจหาปริมาณที่เข้มข้นของเบนซีนที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับเบนซีนของ E. MERCK



รูปที่ 8

แพลงก์ตอนเครื่องนับรังสีแบบซินคลิคโดยเชื่อมโยงเครื่องแยกแยะไดอิจัล



อนึ่ง เนื่องจากเบนซินที่ได้โดยการเปลี่ยนมาจากโบราณวัตถุ มักมีปริมาณ น้อย จากหัวข้อ 2.6 ปริมาณเบนซินที่ได้จะไม่เกิน 5 ล.บ.ช.ม. ถ้าจะเติมตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่มีรังสีลงเพื่อให้ครบ 20 ล.บ.ช.ม. หรือเติมลงเท่าที่เตรียมได้ จะมีผลทำให้จำนวนนับรังสีจากสภาพแวดล้อมสูงขึ้น โดยที่สามารถหลีกเลี่ยงได้ กล่าวคือ รังสี Cerenkov ที่เกิดขึ้นใน phototube เนื่องจากไอโซโทปรังสีที่มีอยู่บางในท่อเคลือบ และในวัสดุที่สร้างเป็น phototube นั้นเอง และดังนั้นแม้จะเกิดที่ phototube หลอดใดหลอดหนึ่งอีกหลอดหนึ่งก็รับสัญญาณไคควาย (optical crosstalk) วงจรโคอินซิเดนซ์จึงรับสัญญาณนี้เข้าไว้ควาย ปริมาณรอยละ 33 ของค่าจำนวนนับรังสีจากสภาพแวดล้อมทั้งหมดจะมาจากการเกิด optical crosstalk<sup>1</sup>

ในกรณีดังกล่าวการพยายามลดค่าจำนวนนับรังสีจากสภาพแวดล้อมทำได้โดย ปิดส่วนบนและส่วนล่างของขบวนการนับรังสีที่ไซขนาด 5.0 ล.บ.ช.ม. ด้วยวัสดุทึบแสง

### 3.2.1.1 สารฟลูออเรสเซนต์ และตัวทำละลายที่ใช้ในการนับรังสี

ใช้ส่วนผสมของ PPO และ POPOP กับโทลูอีนตามวิธีของ Melhuish W.H. (1972) คือ

PPO	20.0	กรัม
POPOP	0.5	กรัม
โทลูอีน	1.0	ลิตร

- 
1. Laney B.H. Electronic Rejection of Optical Crosstalk in a Twin Phototube Scintillation Counter. Proceedings of the International Conference on Organic Scintillation and Liquid Scintillation Counting, University of California, San Francisco, July 7-10, 1970 : . 991-1003

ใช้ส่วนผสมนี้ 1.0 ล.บ.ช.ม. ต่อเบนซีนจากสารตัวอย่าง 4.0 ล.บ.ช.ม. เขย่าให้เข้ากันดีและนำไปนึ่งรังสี ถ้าเบนซีนที่ได้จากสารตัวอย่างไม่พอคือ น้อยกว่า 4.0 ล.บ.ช.ม. ใช้เบนซีนชนิดใช้ในห้องปฏิบัติการของ E.Merek เติมลงให้ครบ 4.0 ล.บ.ช.ม.

### 3.2.1.2 ประสิทธิภาพของเครื่องนับรังสีชนิดซินทิลเลชันในของเหลวที่ใช้ในการทดลอง

เมื่อใช้วิธีวัดแปลงชวคนับรังสี ดังหัวข้อ 3.2.1 และส่วนผสมของฟลูออเรสเซนท์กับตัวทำละลายตามหัวข้อ 3.2.1.1 แล้วใช้นับความแรงรังสีของเบนซีนที่ได้จากการเปลี่ยนจากกรรคออกซาลิคมาตราบฐาน เปรียบเทียบกับค่าที่รายงานไว้ว่าค่าความแรงรังสีคาร์บอน-14 ต่อกรัมคาร์บอนต่อนาที ในปัจจุบันเท่ากับ  $16^1$  จะหาประสิทธิภาพของเครื่องนับรังสีที่ใช้ในการทดลองได้เท่ากับร้อยละ 47.4

- 
1. Gerhart Friedlander, Joseph W. Kennedy, Jullian Malcolm Miller. Nuclear and Radiochemistry 2<sup>nd</sup> Edition John Wiley and Sons, Inc. New York 1964 : 505.