บทที่ 3

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

3.1 เทคนิคอิเลคโตรดีโพซิชั่น (Electrodeposition)

ในการชุบเคลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า โลหะที่ต้องการชุบจะเป็น แคโทด (cathode) ของเซลไฟฟ้า โลหะที่จะใช้ชุบเป็น แอโนด (anode) ซึ่งจะแตกตัวเป็นไอออน แล้วไปรับอิเลคตรอนเป็นโลหะที่แคโทด บางกรณีไม่สามารถใช้ soluble anode ได้ ต้องใช้ insoluble หรือ inert anode แทน และให้โลหะที่จะใช้ชุบเป็นไอออนอยู่ในสารละลาย

ในการวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคนี้ เตรียมตัวอย่างเพื่อวัดหาปริมาณยูเรเนียมด้วยเครื่องอัลฟา สเปคโตรมิตรี (Alpha Spectrometry) โดยยูเรเนียมจะอยู่ในสารละลายมีลวดแพลทินัม (Pt) เป็นแอโนด แผ่นเหล็กไร้สนิม (stainless steel) หรือแผ่นทองแดงชุบนิกเกิล เป็นแคโทด เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้า หาปริมาณกระแสไฟฟ้าและเวลาที่เหมาะสมในการชุบยูเรเนียมให้ได้ดีที่สุด เพื่อให้ได้โลหะยูเรเนียมไปเกาะ (deposit) บนแผ่นเหล็กไร้สนิมหรือแผ่นทองแดงชุบนิกเกิล และวัดหาปริมาณยูเรเนียมโดยการนับค่าความแรงรังสีอัลฟาที่ได้จากการสลายตัวของยูเรเนียม

3.1.1 ข้อดีของเทคนิคอิเลคโตรดีโพซิชั่น

สามารถเตรียมตัวอย่างสำหรับวัดความแรงรังสีอัลฟาได้เรียบ บางและสม่ำเสมอ ป้องกันการบดบังกันเองของอะตอมของยูเรเนียม (self-shielding) ทำให้สามารถหาปริมาณยูเรเนียมได้ถูกต้อง และยังสามารถวิเคราะห์ยูเรเนียมในปริมาณน้อยมากได้ ถ้าเตรียมตัวอย่างโดยวิธีอื่น ๆ เช่น การหยดตัวอย่างบน planchet หรือตกตะกอนตัวอย่างและกรองผ่านกระดาษกรอง อาจได้ตัวอย่างที่หนาเกินไป และต้องใช้ตัวอย่างมาก ทำให้เกิดการบดบังกันเอง ความถูกต้องในการหาปริมาณจะน้อยลง

010147

1 1933565

3.1.2 ข้อเสียของเทคนิคอิเลคโตรดีโพซิชัน

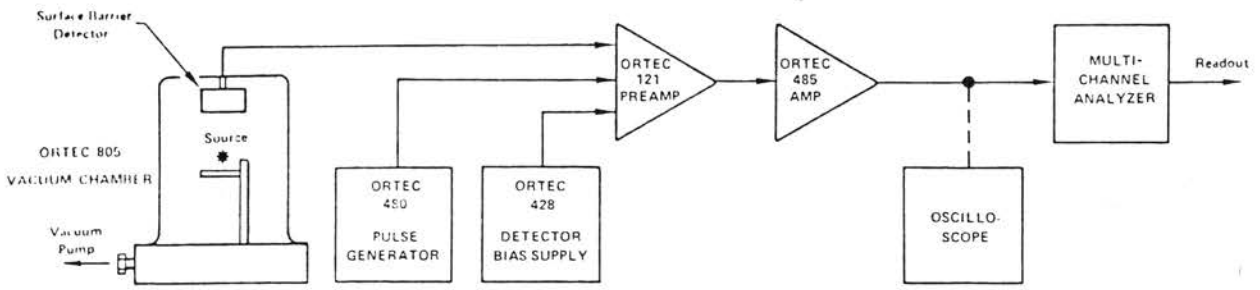
ถ้าใช้กระแสไฟฟ้าต่ำในการชุบจะได้ผลดีคือ ยูเรเนียมจะติดแน่น เรียบ บางและสม่ำเสมอ แต่จะทำให้เวลาในการชุบมากทำให้เสียเวลา ถ้าใช้กระแสไฟฟ้าในการชุบสูงขึ้น ทำให้ผลในการชุบอาจติดไม่แน่น หลุดออกได้ง่าย

3.1.3 การเตรียมผิวโลหะก่อนชุบ

ก่อนทำการชุบ (deposit) ยูเรเนียมบนแผ่นเหล็กไร้สนิม พื้นผิวเหล็ก-ไร้สนิมต้องอยู่ในสภาพ สะอาด ปราศจากสนิม สิ่งสกปรกหรือคราบน้ำมัน ทำความสะอาดโดยขัดผิวให้เรียบ และเงาด้วย white polishing composition และกำจัดสิ่งสกปรกหรือคราบน้ำมัน ไขมันด้วยคาร์บอน เตตระคลอไรด์ (Carbon tetrachloride) แล้วจึงนำไปใช้ในการชุบต่อไป

3.2 อัลฟาสเปคโตรมิเตอร์ (Alpha Spectrometry) [10]

ระบบของการวัดความแรงรังสีอัลฟา ประกอบด้วยหัววัดซิลิคอนเซอร์เฟส แบริเออร์ (silicon surface barrier) ต่อเข้ากับเครื่องขยายสัญญาณ (amplifier) และเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง (multichannel analyzer) แสดงด้วย block diagram ได้ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ระบบการวัดความแรงรังสี

3.2.1 หัววัดกึ่งตัวนำเซอร์เฟสแบริเออร์ (11)

หัววัดอนุภาคแบบกึ่งตัวนำ เริ่มมีใช้อย่างกว้างขวางเมื่อประมาณ 8 ปีมาแล้ว ความสามารถในการแยกพีค (peak) ดีมาก โดยใช้เครื่องวิเคราะห์สเปคตรัมระบบแม่เหล็ก (magnetic spectrometers) สัญญาณที่ออกมาเร็ว ประสิทธิภาพของหัววัดสำหรับ active volume ประมาณ 100% มีความเสถียร (stability) ของ pulse height ดี เมื่อเทียบกับ scintillation counter, gas proportional counter หรือ ionization chambers หัววัดนี้มีขนาดเล็กกระทัดรัด ง่ายที่จะติดตั้งเข้ากับเครื่องนับ

3.2.2 หลักการทำงานของหัววัดซิลิคอนเซอร์เฟส แบริเออร์ (10,11,12,)

เมื่ออนุภาครังสีที่ผ่านเข้ามาในหัววัด ดังรูปที่ 3.2.2(ก) จะถ่ายเทพลังงานให้หัววัดเกิด electron hole pair ของผลึกซิลิคอน ใน W ซึ่งเป็นส่วนของโซนว่าง L เป็นความกว้างทั้งหมดของแผ่นซิลิคอน เมื่อเราจ่ายกำลังไฟฟ้าให้แก่หัววัด จะทำให้เกิดสนามไฟฟ้าในส่วน W ซึ่งจะกวาดและเก็บ electron-hole pair ในส่วนของ W นี้ และทำให้เกิดสัญญาณไฟฟ้าที่ทางเข้าของวงจรขยายส่วนหน้า รูป 3.2.2 (ข) เป็นภาคตัดขวางของหัววัดชนิด ซิลิคอนเซอร์เฟสแบริเออร์ โดยมี H เป็นแผ่นทองบาง ๆ ซึ่งจะระเหยให้ไปจับบนผิวหน้าของแผ่นซิลิคอน S เป็นฉนวนวงแหวน I เป็นตัวยึดตำแหน่งของแผ่นซิลอคอน ผิวหน้าของหัววัด (ชั้นของทอง) ต่อให้เป็นกราวด์ด้วยกระบอกโลหะ C ให้ไบแอสกับหัววัดผ่าน microdot, M

3.2.3 เครื่องมือวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง (Multichannel Analyzer MCA

MCA เป็นอุปกรณ์วัดความแรงรังสีแบบหลายช่อง มีชื่อความสามารถในการวิเคราะห์สูงด้วยวิธีเก็บข้อมูลจำนวนนับอนุภาคที่ระดับพลังงานต่าง ๆ ที่แรนดอม เข้ามาโดยอัตโนมัติ ในช่วงเวลาอันสั้นระดับความสูงของพัลซ์ที่เทียบเท่า พลังงานแต่ละระดับที่ถูกวิเคราะห์จะถูกเปลี่ยนเป็นข้อมูลของตัวเลขไปบันทึก ในหน่วยความจำที่แซนเนลแอดเดรส

(channel address) ซึ่งสัมพันธ์กับความสูงของพัล ส์ สะสมเป็นการกระจายข้อมูลของพลังงาน ในรูปของสเปคตรัม แสดงผลบนจอภาพได้ทันที

3.2.4 เครื่องวัดรังสีอัลฟาแบบเรืองแสง [12]

ใช้เครื่องวัด Scintillation ของบริษัท EBERLINE model RD-14 มีประสิทธิภาพของการวัดรังสีอัลฟารวมประมาณ 36 เปอร์เซนต์ ซึ่งประกอบด้วยแผ่น ZnS(Ag) เป็นตัววัดรังสีอัลฟารวม ประกบกับหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ต่อเข้ากับเครื่อง scaler เมื่ออนุภาคอัลฟาวิ่งผ่าน ZnS(Ag) จะถ่ายเทพลังงานทำให้เกิดการเรืองแสง แสงที่เกิดขึ้นนี้เมื่อตกกระทบบน photocathode ในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ซึ่งจะปลดปล่อยอิเลคตรอนออกมา และอิเลคตรอนนี้จะถูกขยายเพื่อเพิ่มปริมาณ โดยไดโนด (dynode) ต่อสัญญาณไฟฟ้าเข้าเครื่องนับ เพื่อเปลี่ยนสัญญาณไฟฟ้า เป็นค่าการนับต่อไป

3.3 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

- ยูเรเนียมมาตรฐาน U_3O_8 จากบริษัท B.D.H.
- แอมโมเนียม ออกซาเลต $C_2H_8N_2O_4 \cdot H_2O$
- กรดไนตริก เข้มข้น และ 7.5% NHO_3
- กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น, 1N, 6N, 9N HCl
- นิกเกิลซัลเฟต $NiSO_4 \cdot 6H_2O$
- แอมโมเนียม คลอไรด์ NH_4Cl
- กรดบอริก H_3BO_3
- แอมเบอร์ไรต์ไอออาร์เอ -400 เรซิน
- ไทมอล บลู อินดิเคเตอร์ (Thymol blue indicator)
- แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ HN_4OH
- กรดซัลฟูริก
- เอธิล อัลกอฮอล์ 95%

วิธีเตรียมสารเคมี

1) สารละลายยูเรเนียมมาตราฐาน

(1) U 1 mg/1 cm^3 เตรียมโดยละลาย U_3O_8 (spec. pure) 0.1179 กรัม ละลายในกรดไนตริก 7.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนช่วยในการละลาย และทำสารละลายทั้งหมดให้เป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น

(2) U 0.1 mg/1 cm^3 ดูดสารละลายยูเรเนียมจากข้อ(1) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น

(3) U 0.01 mg/1 cm^3 ดูดสารละลายยูเรเนียมจากข้อ(2) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น

2) สารละลายแอมโมเนียม ออกซาเลต (0.016 M) ซึ่งแอมโมเนียม ออกซาเลต 1.635 กรัม ละลายในน้ำ และทำให้เป็น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3) ไทมอล บลู อินดิเคเตอร์ ละลายอินดิเคเตอร์ 400 มิลลิกรัมด้วยเอทธิลแอลกอฮอลล์ ทำให้เป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น

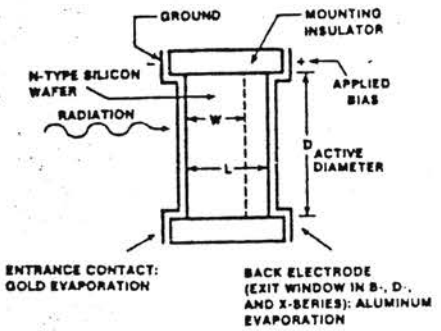
วิธีเตรียมคอลัมน์สำหรับการแลกเปลี่ยนไอออน

ใช้เรซินแอมเบอร์ไรต์ ไอ อาร์ เอ-400 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวนในน้ำบรรจุใส่คอลัมน์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ล้างเรซินด้วย 6 N HCl 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยอัตราเร็ว 2 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

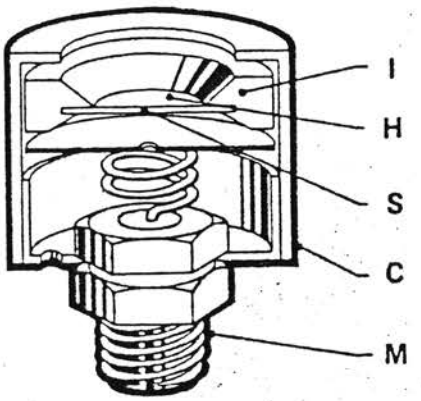
3.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- ระบบการแลกเปลี่ยนไอออน
- อิเลคโตรเพลทติงเซล (Electroplating cell)
- ขั้วไฟฟ้าบวกแพลทินัมพร้อมมอเตอร์หมุน (Pt-anode)
- แผ่นเหล็กไร้สนิม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 17.6 มิลลิเมตร หนา 0.2 มิลลิเมตร

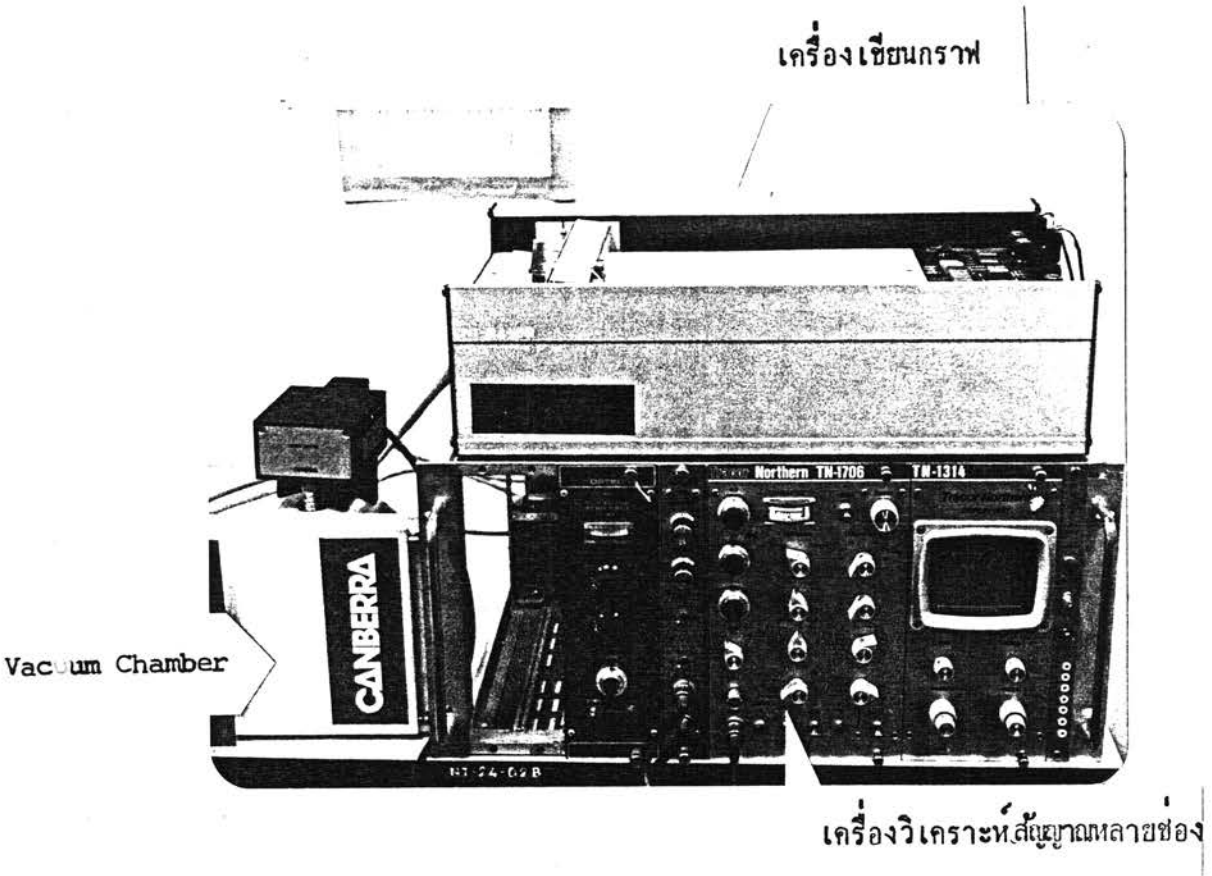
- แผ่นทองแดงบาง ๆ ชุบนิกเกิล
- เหล่งจ่ายศักดาไฟฟ้ากระแสตรงพร้อมเครื่องมือวัดกระแสไฟฟ้า (DC-Power Supply with Current Density Controller)
- หัววัดกึ่งตัวนำชนิดเซอร์เฟส แบริเออร์ ซึ่งมี surface area = 100 mm^2.
- หัววัดรังสีแบบเรืองแสง ZnS (Ag)
- เครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง 1024 ช่องพร้อมเครื่องเขียนกราฟ (Plotter) และเครื่องพิมพ์ (Teletype Printer)
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบใช้น้ำ (Water bath)
- ปั๊มสูญญากาศ



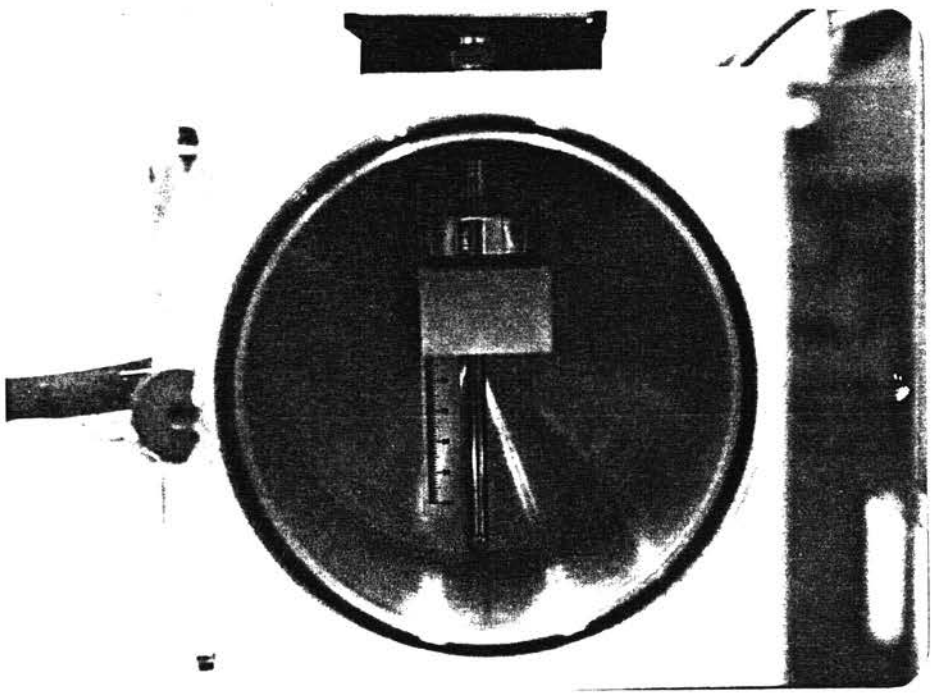
รูปที่ 3.2.2 (ก) หัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์ (13)



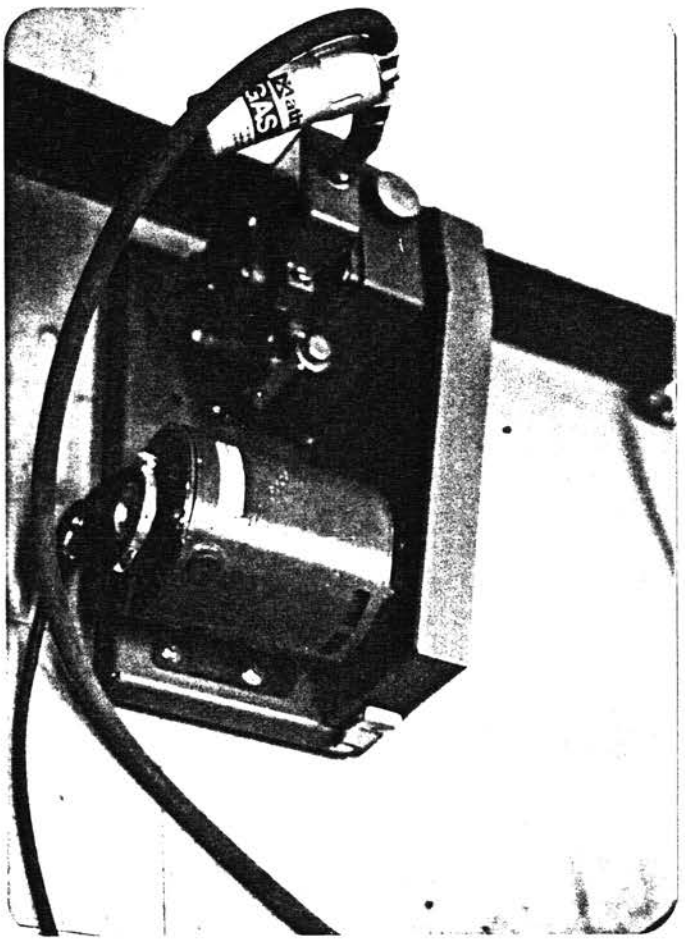
รูปที่ 3.2.2 (ข) ภาพตัดขวางของหัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์ ของบริษัท ORTEC (13)



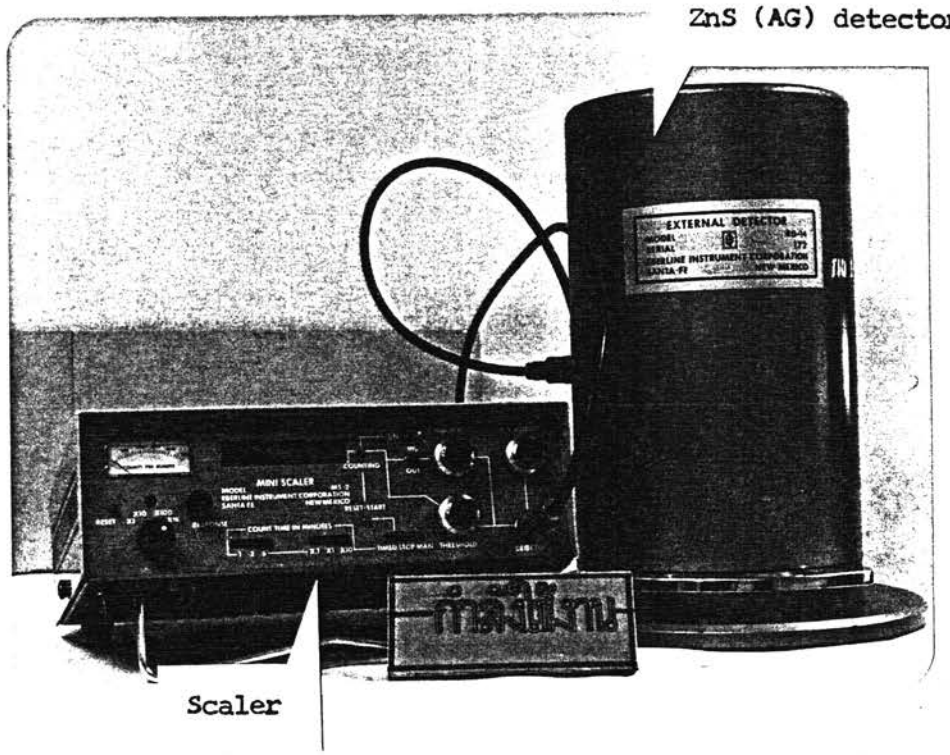
รูปที่ 3.2.3 (ก) หัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์ ต่อกับเครื่องวิเคราะห์ สัญญาณหลายช่อง



รูปที่ 3.2.3 (ข) Vacuum chamber สำหรับวัดตัวอย่างพร้อมหัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์



รูปที่ 3.2.3 (ค) ปั๊มสูญญากาศ



รูปที่ 3.2.4 เครื่องวัดรังสีอัลฟาแบบเรืองแสง