จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างอากาศในโรงงานผลิตแบตเตอรี

3.1.1 ชุดกระดาษกรอง ประกอบด้วย

ก. กระดาษกรองเมมเบรน (membrane filter) ของ Millipore ชนิด AA ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร มี pore size 0.8 ไมครอน

ข. กระดาษกรองเซลลูโลส(Whatman เบอร์42)ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร ขนาด pore size 2.5 ไมครอน

ค. แผ่นรองกระดาษกรอง (prefilter) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร

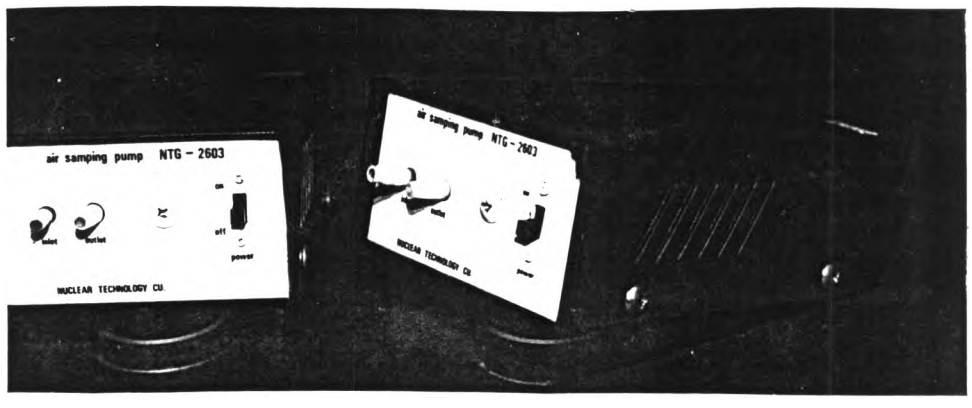
ง. ตลับใส่กระดาษกรองชนิด 3 ชิ้น (3-piece cassette filter holder) ขนาด 37 มิลลิเมตร ซึ่งบนฝาทั้งสองด้านของตลับมีช่องสำหรับให้อากาศผ่านเข้าออก ด้านที่อากาศเข้ามักจะปิดด้วยจุกสีน้ำเงิน ด้านที่อากาศออกจะปิดด้วยจุกสีแดง ดังแสดงในรูปที่ 3.1

รูปที่ 3.1 ตลับใส่กระดาษกรองชนิด 3 ชิ้น

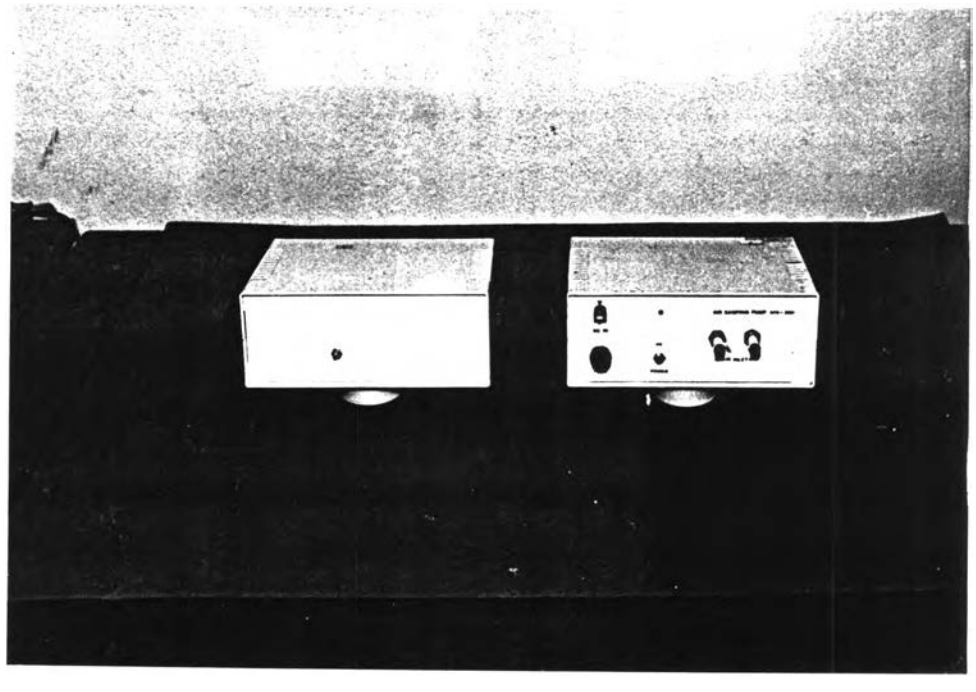
15473

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.2 เครื่องดูดอากาศสำหรับเก็บตัวอย่างอากาศมี 2 ชนิด คือ แบบติดตัว-บุคคลใช้กับถ่านไฟฉาย และเครื่องดูดอากาศแบบวางกับพื้นซึ่งมีทั้งชนิดใช้ถ่านไฟฉายและใช้กับแบตเตอรี่ เครื่องดูดอากาศทั้ง 2 ชนิดนี้ เป็นเครื่องดูดอากาศราคาถูกที่ได้พัฒนาขึ้นใช้เองที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สามารถปรับอัตราการไหลของอากาศได้ อุปกรณ์นี้ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.2



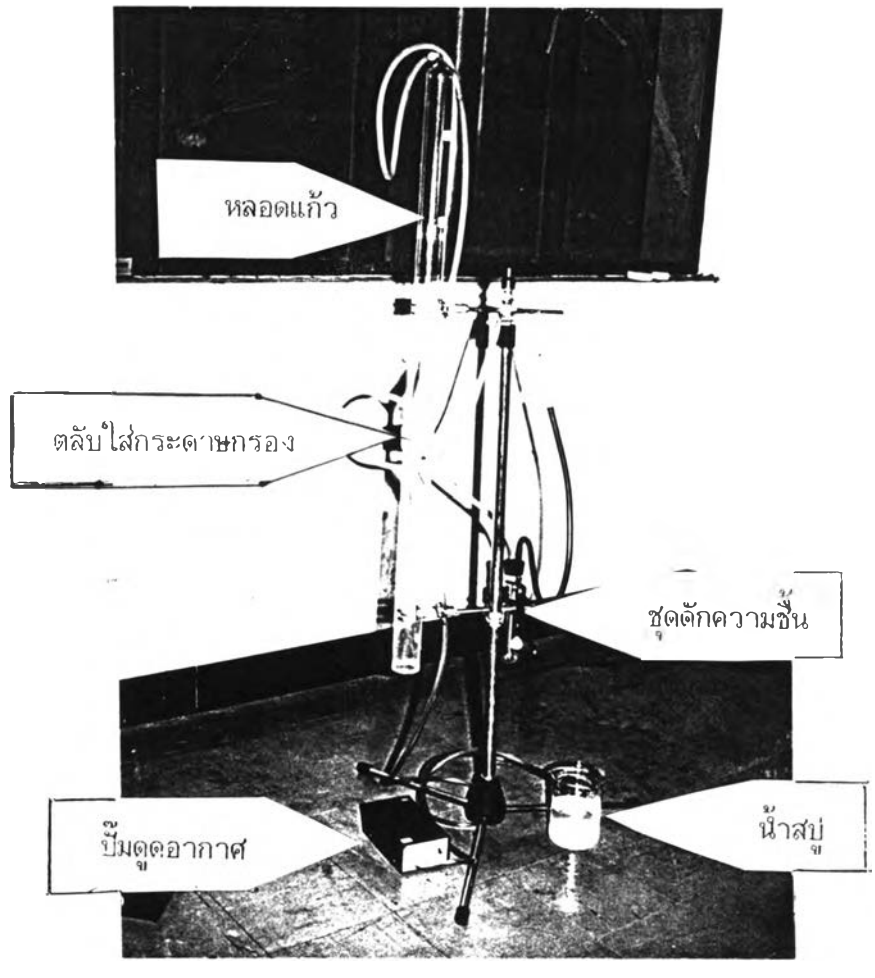
ปั๊มเก็บตัวอย่างอากาศแบบติดตัวบุคคล



ปั๊มเก็บตัวอย่างอากาศแบบวางกับพื้น

รูปที่ 3.2 เครื่องดูดอากาศแบบติดตัวบุคคลและแบบวางกับพื้น

3.1.3 ชุดอุปกรณ์การปรับเทียบอัตราการไหลของอากาศ (air flow rate calibration) การปรับเทียบอัตราการไหลของอากาศใช้วิธีให้ฟองสบู่ (bubble method) แทนที่อากาศ อุปกรณ์ชุดนี้ ประกอบด้วย บีกเกอร์สำหรับใส่น้ำสบู่ หลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร ยาว 100 เซนติเมตร มีสเกลบอกปริมาตรถึง 1500 มิลลิเมตร ชุดดักความชื้นเพื่อป้องกันไอน้ำจากฟองสบู่และสายยางสำหรับติดชุดอุปกรณ์เข้าด้วยกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ชุดอุปกรณ์การปรับเทียบอัตราการไหลของอากาศ

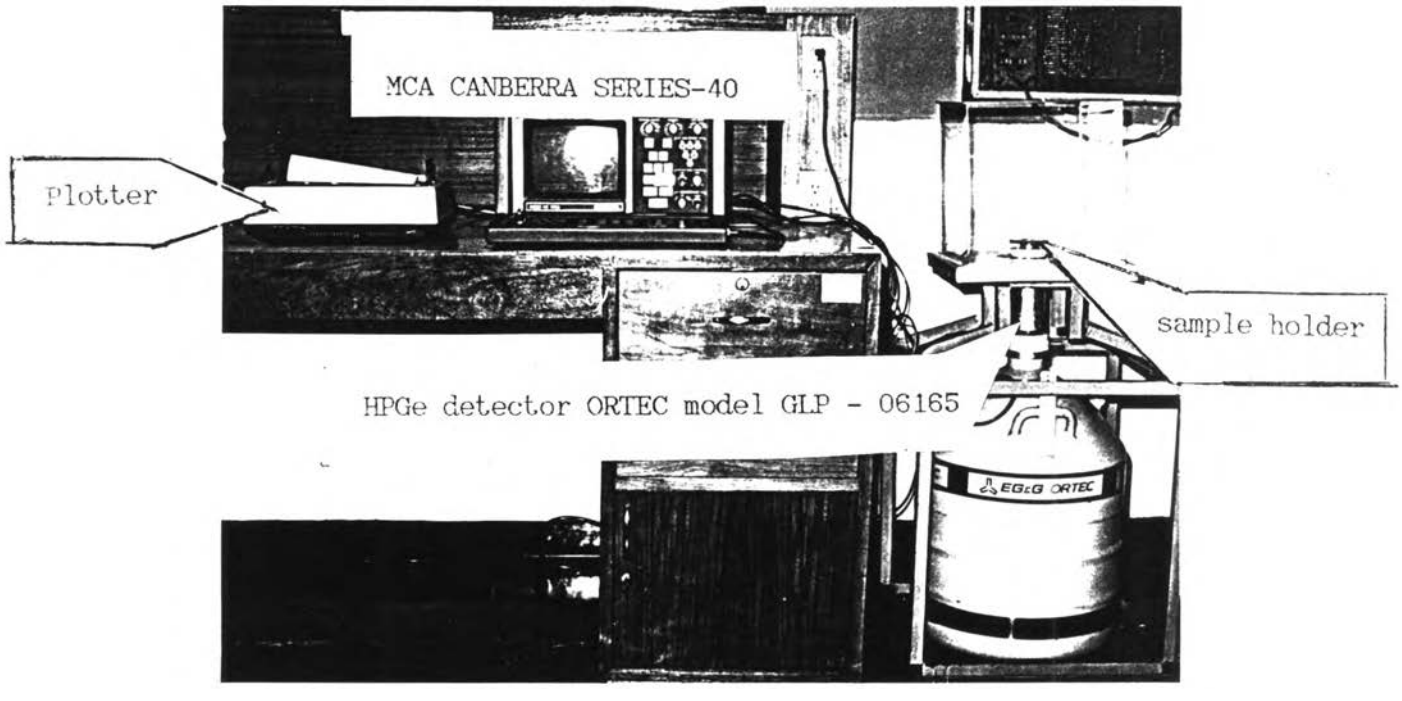
3.2 อุปกรณ์วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

3.2.1 ระบบ EDX ประกอบด้วยอุปกรณ์ดังต่อไปนี้

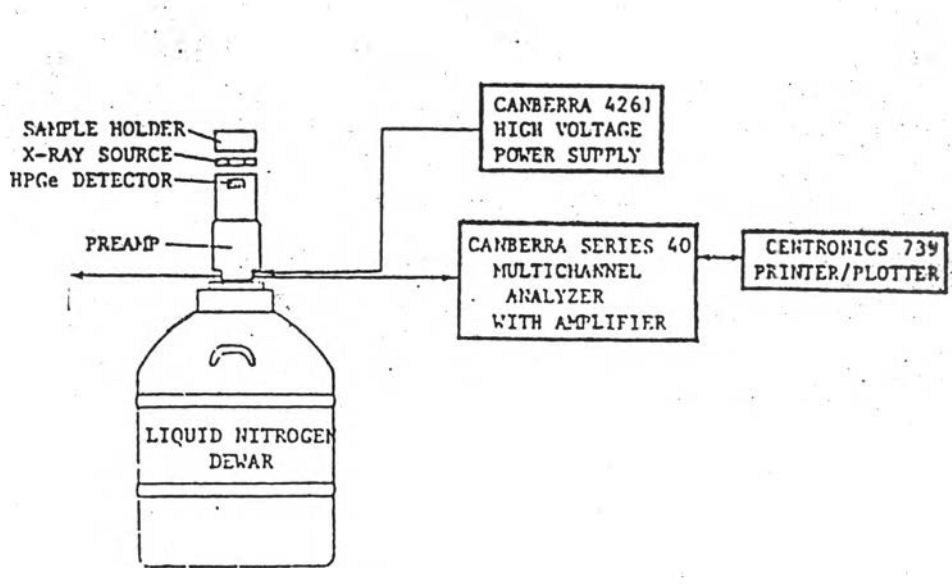
ก. ตะกั่วไนเตรต $Pb(NO_3)_2$ สำหรับเตรียมสารมาตรฐานตะกั่ว

ข. หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง (high purity germanium detector HPGe) ที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.4

ค. เครื่องวิเคราะห์แบบหลายช่อง MCA CANBERRA SERIES 40



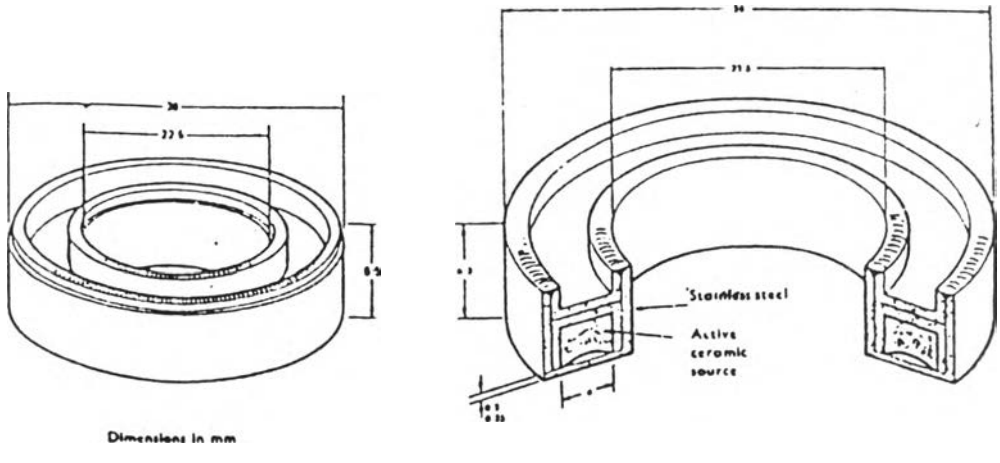
รูปที่ 3.4 (ก) เครื่องวิเคราะห์แบบ EDX หัววัด HPGe



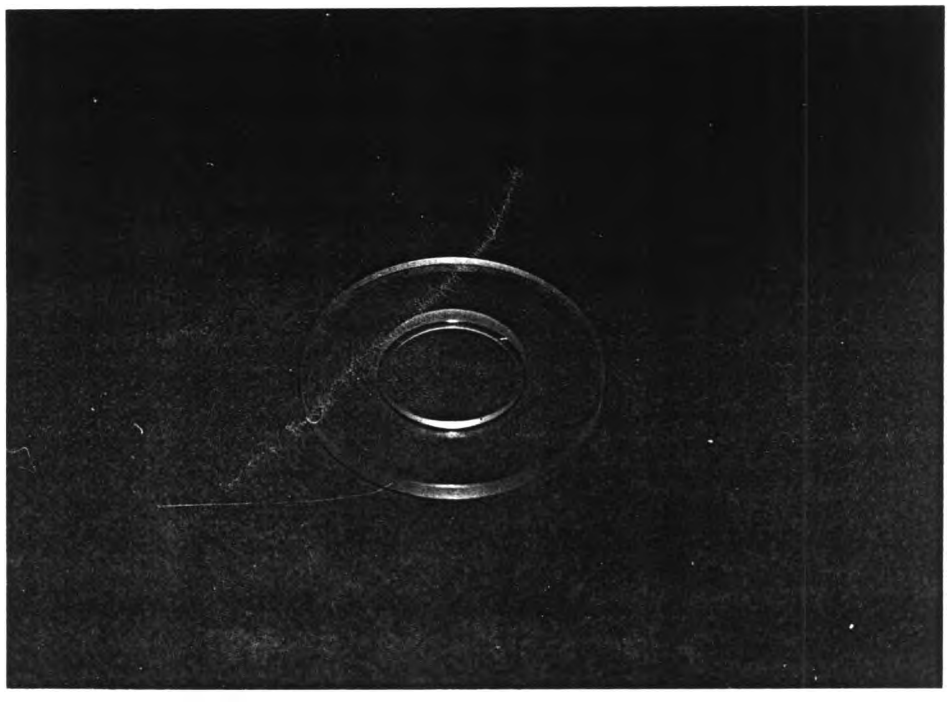
รูปที่ 3.4 (ข) แผนภาพการวิเคราะห์แบบ EDX หัววัด HPGe

ง. ต้นกำเนิดรังสี เป็นต้นกำเนิดรังสีไอโซโทปรังสี Pu-238 ความแรงรังสี 1.11 GBq Am-241 ความแรงรังสี 1.11 GBq และ Cd-109 ความแรงรังสี 0.74 GBq เป็นชนิดวงแหวนดังแสดงในรูป 3.5

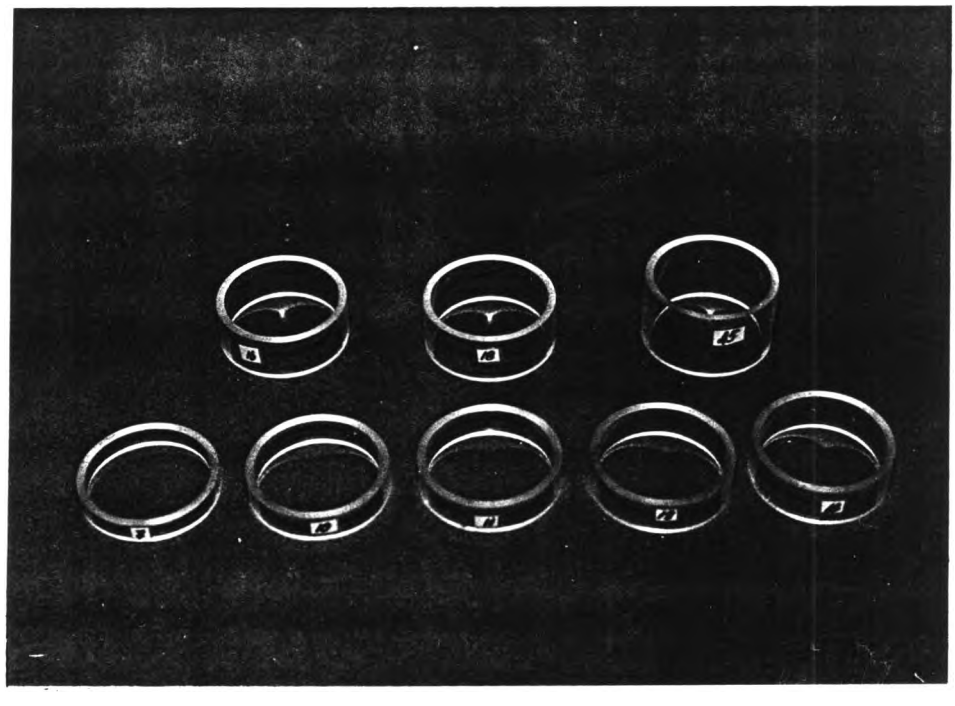
จ. sample holder และวงแหวนพลาสติกใส มีขนาดและรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 3.6 และ 3.7



รูปที่ 3.5 ลักษณะต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทปรังสี

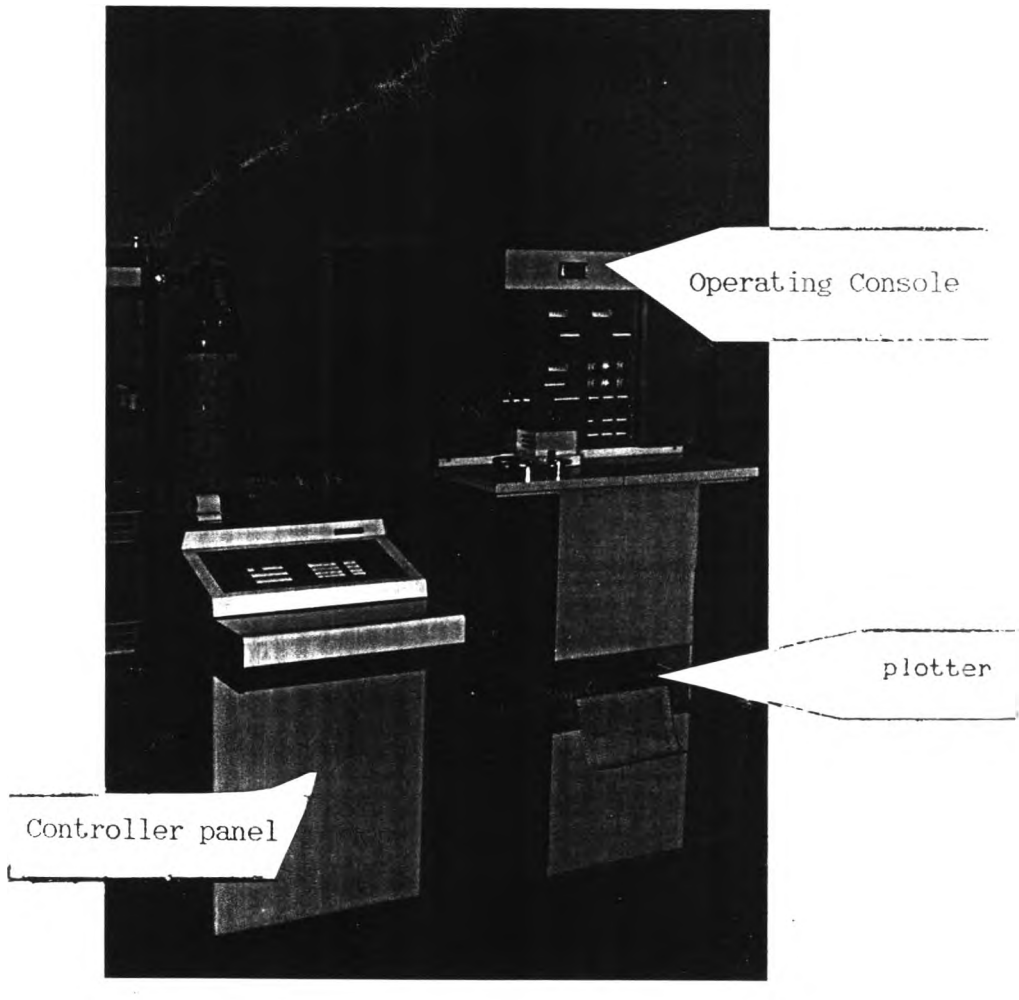


รูปที่ 3.6 ชั้นวางตัวอย่าง (sample holder)

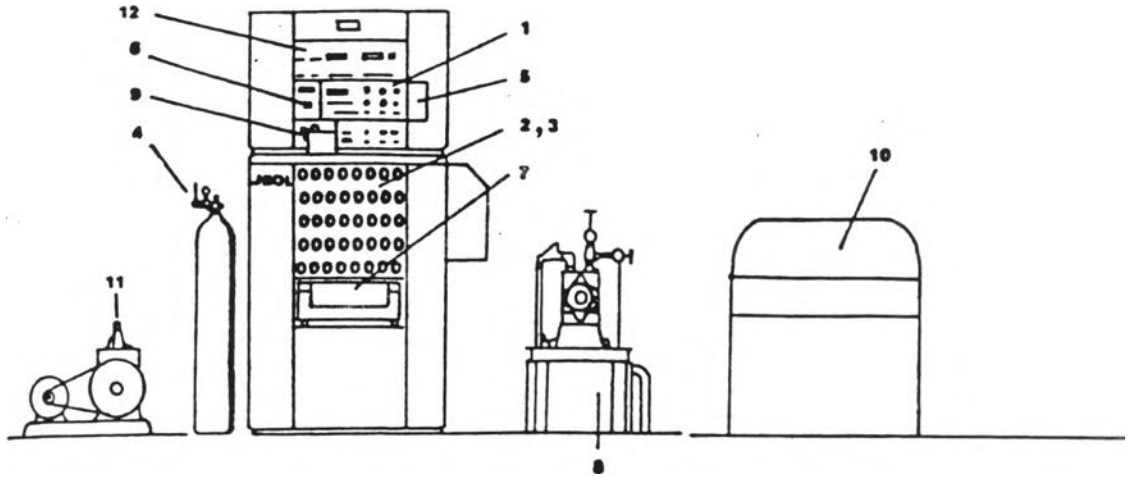


รูปที่ 3.7 วงแหวนพลาสติกใสขนาดต่าง ๆ ที่ใช้สำหรับรองตัวอย่าง

3.2.2 ระบบ WDX ในการวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ของ JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.8, 3.9, 3.10 และ3.11 โดยใช้ผลึก LiF (lithium fluoride)

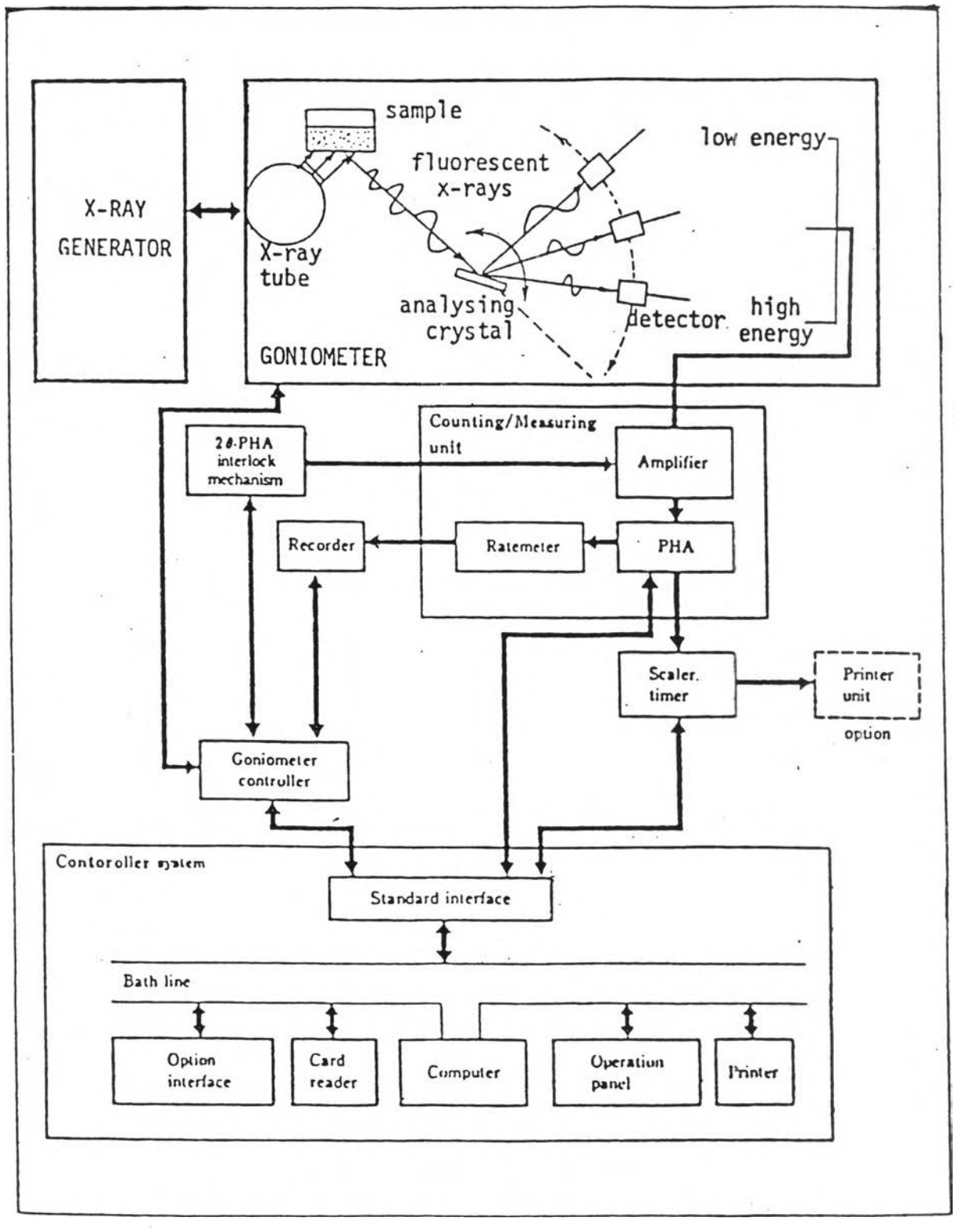


รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA

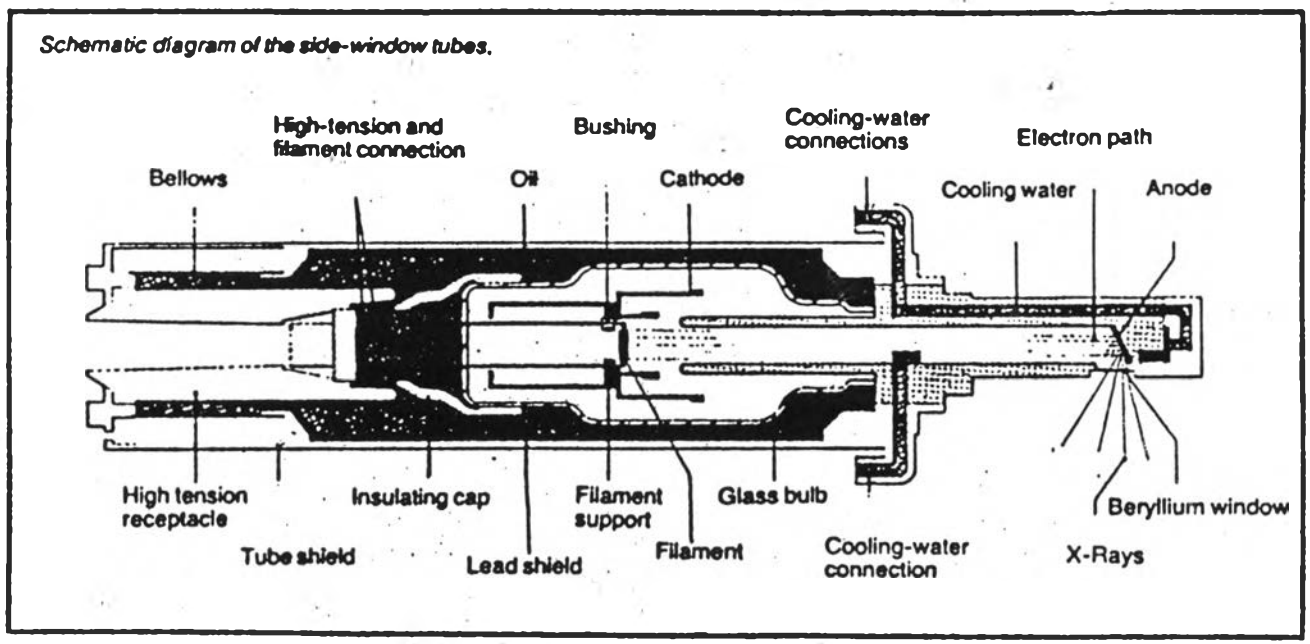


No.	Name	No.	Name
1.	Counting/Measuring Unit	7.	Recorder
2.	Scintillation counter	8.	Water supply Unit
3.	Proportional counter	9.	Angle indicator
4.	Gas kit	10.	Computer
5.	2O-PHA interlock	11.	Vacuum pump
6.	Scaler/timer	12.	X-ray operation panel

รูปที่ 3.9 ส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของJEOL model JSX-60 PA



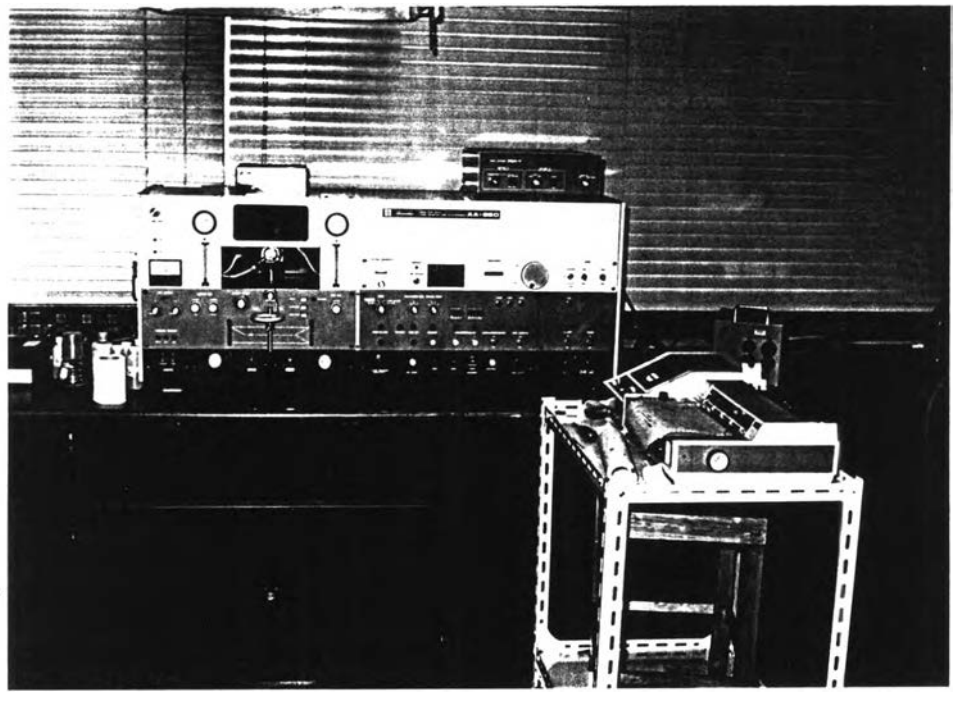
รูปที่ 3.10 แผนผังของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



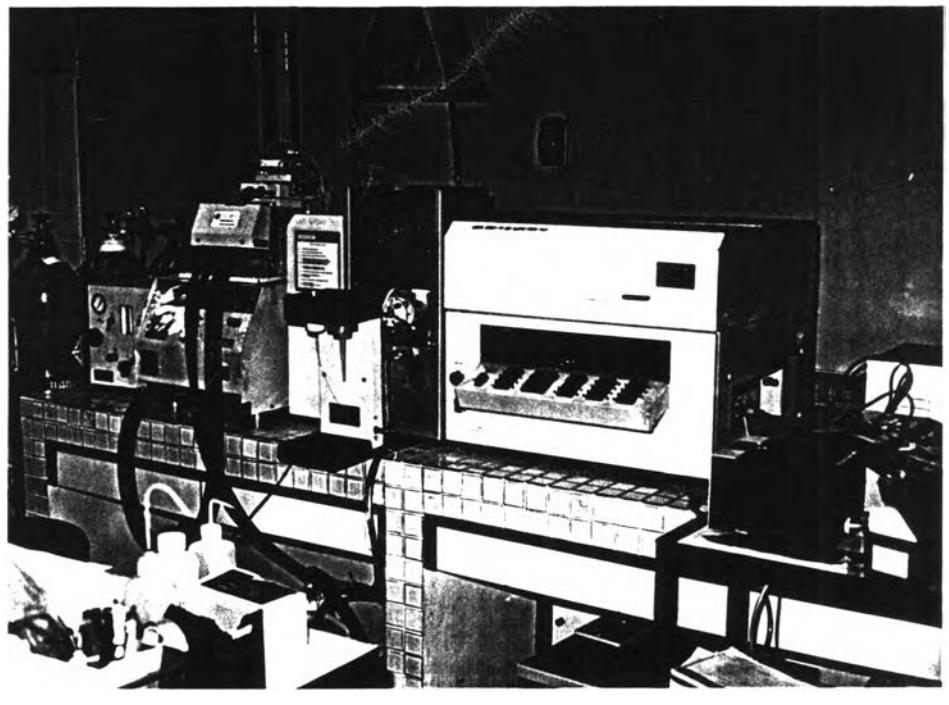
รูปที่ 3.11 หลอดต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านข้างซึ่งใช้เป็นต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ

3.3 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี

3.3.1 ในการวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์อะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี ของ Shimadzu AA 650 ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และเครื่องอะตอมมิคแอบสอร์บชันสเปคโตรโฟโตเมตรีของ Perkin Elmer 4000 ที่สถาบันวิจัยสภาวะแวดล้อม จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.12 และรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.12 เครื่องวิเคราะห์วิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรีของ Shimadzu AA 650



รูปที่ 3.13 เครื่องวิเคราะห์วิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี
ของ Perkin Elmer 4000

3.3.2 อุปกรณ์ในการย่อยตัวอย่าง ประกอบด้วย

3.3.2.1 เครื่องแก้ว

ก. บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

ข. ไปเปตขนาด 10 มิลลิลิตร

ค. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flasks) ขนาด 25 มิลลิลิตร

ง. เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ที่สามารถปรับระดับความร้อนได้

3.2.2.2 สารเคมี สารเคมีที่ใช้เป็นสารเคมีเกรดงานวิเคราะห์ ได้แก่

ก. น้ำกลั่น

ข. กรดไนตริกเข้มข้น (concentric nitric acid)

ค. กรดเปอร์คลอริก (perchloric acid)

ง. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid)

3.4 <u>วิธีดำเนินการวิจัย</u>

การวิจัยนี้ประกอบด้วยขั้นตอน 2 ขั้นตอน ดังนี้

3.4.1 การทดลองในห้องปฏิบัติการ ประกอบด้วย

3.4.1.1 ระบบ EDX

ก. เลือกชนิดของกระดาษกรอง

ข. เตรียมสารมาตรฐานของตะกั่ว ใช้ $Pb(NO_3)_2$ ละลายน้ำกลั่นโดยให้มีความเข้มข้น 20, 40, 60, 80, 100, 200, 300, 400, 500, 600, ..., 1000 ไมโครกรัม หยดสารละลายลงบนกระดาษกรอง เมื่อกระดาษกรองแห้ง จึงนำมาวัด

ค. ศึกษาต้นกำเนิดรังสีที่เหมาะสม สำหรับวัดพลังงานของตะกั่ว

ง. หาระยะที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างกับต้นกำเนิดรังสี

จ. สร้างกราฟปรับเทียบ (calibration curve)

ฉ. วัดตัวอย่างสารตะกั่วที่เตรียมในห้องปฏิบัติการซึ่งยังไม่ทราบค่าความเข้มข้นจำนวน 60 ตัวอย่าง เพื่อเปรียบเทียบกับวิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชั่นสเปคโตร-โฟโตเมตรี

ในการวิเคราะห์ในระบบ EDX นี้ได้จัดระบบวิเคราะห์แบบโคแอคเซียล

3.4.1.2 ระบบ WDX

นำสารมาตรฐานและตัวอย่างซึ่งผ่านการวิเคราะห์ด้วยระบบ EDX เรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย คำนวณหาค่าปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วได้จากกราฟปรับเทียบ

3.4.1.3 วิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรีดำเนินการดังนี้

ก. การย่อย (digest) ตัวอย่าง นำกระดาษกรองใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 10 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายผสมของกรดไนตริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตร และกรดเปอร์คลอริก 5 มิลลิลิตร ต้มจนสารละลายเหลืออยู่ประมาณ 5-10 มิลลิลิตร จะเห็นควันสีขาวของกรดเปอร์คลอริกและสารละลายจะใส ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเทลงขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 25 มิลลิลิตร ล้างบีกเกอร์ด้วยกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 1:10 จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 ลงไป 1.2 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรของสารละลายให้ได้ 25 มิลลิลิตรด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:10 ลงไป

ข. ทำสารละลายแบลงค์ (blank solution) โดยใช้กระดาษกรองที่ยังไม่ได้ใช้เก็บตัวอย่างมาย่อยสลายเช่นเดียวกับการย่อยสลายตัวอย่าง

ค. นำสารละลายตัวอย่างและสารละลายแบลงค์มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี ผลต่างของค่าแอบสอร์ปแบนซ์(absorbance) จากสารละลายตัวอย่างและสารละลายแบลงค์ จะเป็นค่าแอบสอร์ปแบนซ์ที่แท้จริง นำไปเทียบค่ากับกราฟปรับเทียบเพื่อหาค่าความเข้มข้นของตะกั่ว

ง. การทำกราฟปรับเทียบ โดยนำสารมาตรฐานมาย่อยจะได้สารละลายมาตรฐานของตะกั่วความเข้มข้นต่าง ๆ แล้วหาค่าแอบสอร์ปแบนซ์ หลังจากนั้นจึงเขียนกราฟปรับเทียบระหว่างค่าแอบสอร์ปแบนซ์กับค่าความเข้มข้นต่าง ๆ

3.4.1.5 การคำนวณความเข้มข้นของตะกั่วในอากาศ

ก. อ่านค่าความเข้มข้นของตัวอย่างจากกราฟปรับเทียบ ซึ่งมีหน่วยเป็น ppm เปลี่ยนหน่วย ppm ให้เป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ข. คำนวณค่าความเข้มข้นของตะกั่วในอากาศ โดยใช้สูตร

$$\text{ความเข้มข้นของตะกั่ว (ไมโครกรัม/ลิตร)} = \frac{\text{ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร} \times \text{ปริมาตรของสารละลาย (มิลลิลิตร)}}{\text{ปริมาตรของอากาศที่เก็บตัวอย่าง (ลิตร)}}$$

3.4.2 การเก็บตัวอย่างในภาคสนาม ในการออกเก็บตัวอย่างในภาคสนามได้ดำเนินงานเป็นขั้นตอนดังนี้

3.4.2.1 ปรับเทียบอัตราไหลของอากาศ นำปั๊มที่จะใช้เก็บตัวอย่างอากาศมาต่อกับอุปกรณ์การปรับเทียบอัตราการไหลของอากาศดังรูปที่ 3.3 เปิดปั๊มที่จะปรับยกบีกเกอร์ที่มีน้ำสบู่ซึ่งทำให้เกิดฟองที่ปลายหลอดแก้ว ฟองสบู่จะถูกดูดขึ้นไปแทนที่อากาศ จับเวลาที่ฟองสบู่ถูกดูดขึ้น ซึ่งจะสัมพันธ์กับปริมาตรของอากาศที่ถูกแทนที่ คำนวณหาอัตราการไหลของอากาศโดยนำปริมาตรอากาศที่ถูกแทนที่หารด้วยเวลาที่ถูกแทนที่ ได้อัตราการไหลของอากาศประมาณ 1.2-2.5 ลิตรต่อนาที

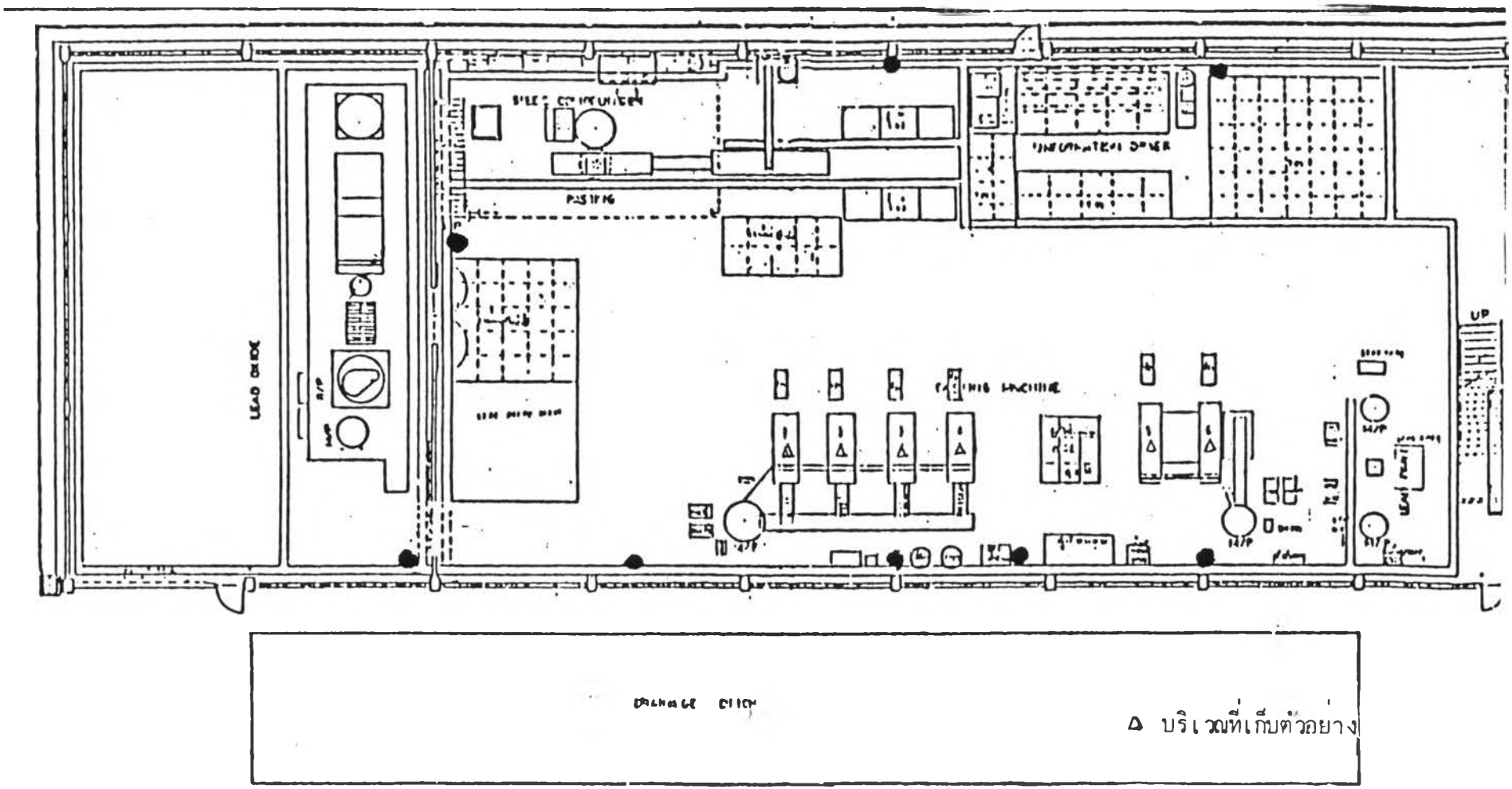
3.4.2.2 การเก็บตัวอย่าง ในการเก็บตัวอย่างครั้งนี้ได้ใช้ปั๊มทั้งที่เป็นแบบที่ติดกับตัวบุคคลและชนิดที่วางกับพื้น

ชนิดติดกับตัวบุคคล เพื่อให้การดูดอากาศอยู่ในระดับที่บุคคลหายใจ จึงติดตลับชุดกระดาษกรองไว้ที่บริเวณปกเสื้อของผู้ปฏิบัติงานโดยคว่ำด้านที่อากาศเข้าตลับลง จากตลับกระดาษกรองมีสายยางใสต่อไปยังปั๊มดูดอากาศ ใช้เข็มขัดรัดปั๊มไว้กับเอว เปิดตลับที่มีจุกสีน้ำเงินออก เปิดปั๊มให้ทำงานโดยใช้ถ่านไฟฉาย

ชนิดวางกับพื้น แบบนี้ตลับชุดกระดาษกรองจะวางไว้บนขาตั้งและมีสายยางต่อกับปั๊มซึ่งวางบนนั้น ส่วนปั๊มจะต่อกับแบตเตอรี่หรือใช้ถ่านไฟฉาย

3.4.2 บริเวณที่เก็บตัวอย่างอากาศ

ในการวิจัยครั้งนี้ ได้ออกไปเก็บตัวอย่างอากาศภาคสนามที่โรงงานผลิตแบตเตอรี่ของบริษัทเนชันแนล สภาพทั่วไปของโรงงานจะมีเพดานสูง มีผนังโดยรอบ ภายในโรงงานนี้จะมีสำนักงานของผู้จัดการฝ่ายโรงงานผลิตแบตเตอรีอยู่ด้วย ภายในโรงงานนอกจากบริเวณเตาหลอมตะกั่วแล้ว ยังมีบริเวณที่ประกอบแบตเตอรี เตาหลอมตะกั่วจะมีอยู่ประมาณ 6 เตา บริเวณเตาหลอมตะกั่วจะมีที่ดูดอากาศออกไป ในการเก็บตัวอย่างอากาศครั้งนี้ได้เก็บตัวอย่างที่เตาหลอมแต่ละเตาโดยใช้เวลา 4-8 ชั่วโมง นอกจากนี้ก็ได้เก็บโดยใช้ปั๊มติดตัวผู้ปฏิบัติงานด้วย บริเวณที่เก็บอากาศคือบริเวณในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 แผนผังโรงงานผลิตแบตเตอรี่