บทที่ 4

วัสดุอุปกรณ์และการดำเนินการวิจัย

4.1 วัสดุอุปกรณ์

4.1.1 อุปกรณ์ในการเก็บตัวอย่างอากาศ

4.1.1.1 อุปกรณ์การเก็บตัวอย่างอากาศ เป็นชุดอุปกรณ์ที่อาศัยหลักการใช้ปั๊มดูดอากาศผ่านกระดาษกรอง ฝุ่นของแมงกานีสจะติดอยู่บนกระดาษกรองนี้ แล้วสามารถนำไปวิเคราะห์ได้ ชุดของอุปกรณ์การเก็บตัวอย่างอากาศนี้ประกอบด้วยส่วนสำคัญ ดังนี้คือ

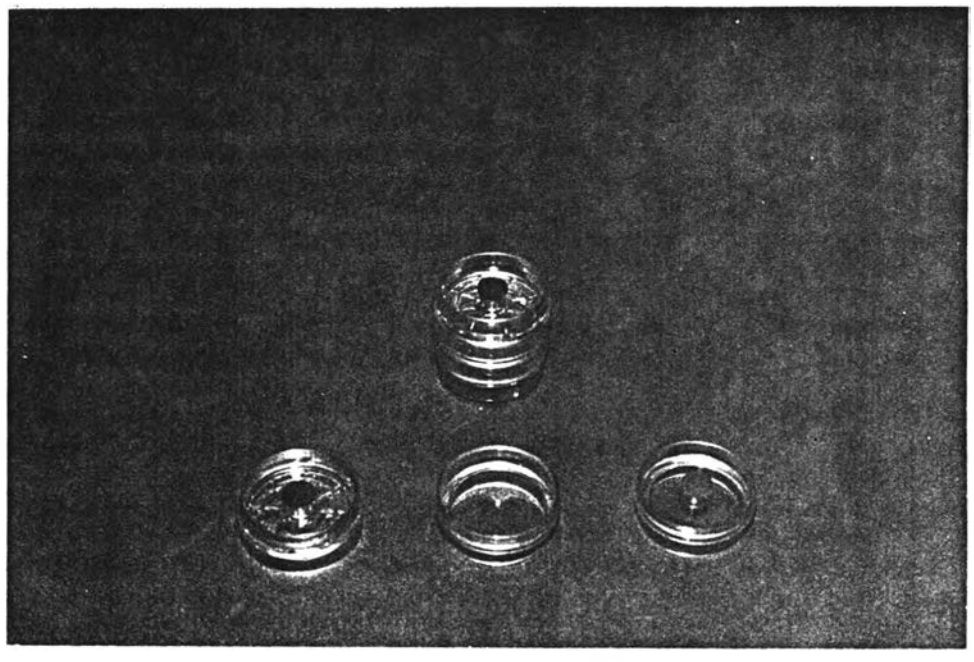
4.1.1.1.1 ส่วนของชุดกระดาษกรอง ประกอบด้วย

ก. กระดาษกรองแบบมิกซ์เซลลูโลสเอสเตอร์ เมมเบรน (mixed cellulose ester membrane) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร หนา 0.152 มิลลิเมตร และขนาดรูกรอง 0.8 ไมครอน

ข. กระดาษกรองแบบ เซลลูโลส ของ whatman เบอร์ 42 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร หนา 0.188 มิลลิเมตร และขนาดรูกรอง 2.5 ไมครอน

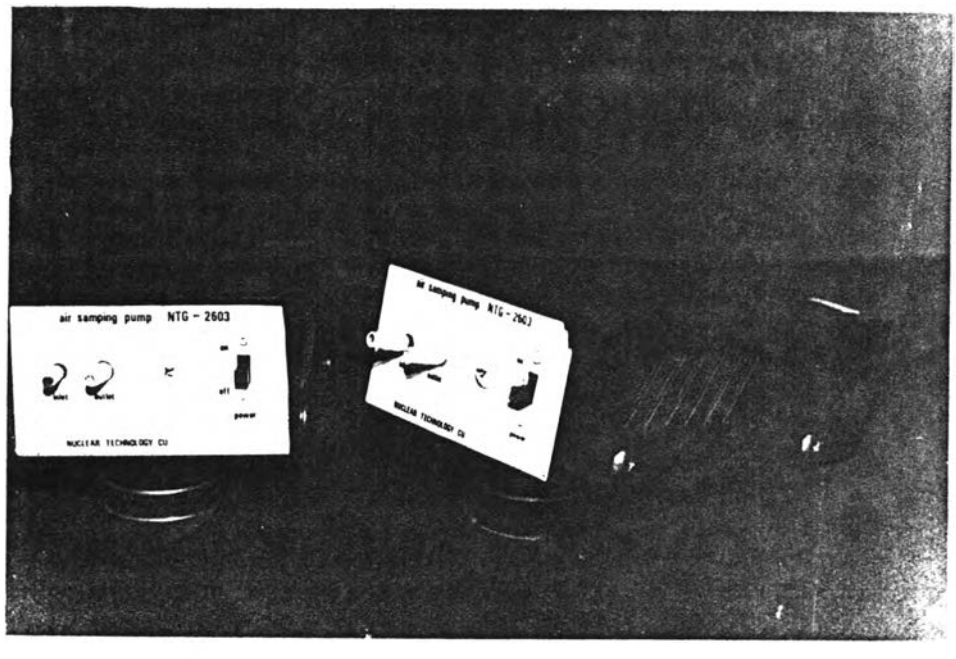
ค. แผ่นรองกระดาษกรอง (prefilter) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร

ง. ตลับใส่กระดาษกรองชนิด 3 ชิ้น (3-piece cassette filter holder) ขนาด 37 มิลลิเมตร ซึ่งบนฝาทั้งสองด้านของตลับนี้จะมีช่องสำหรับให้อากาศผ่านเข้าและออก ปกติแล้วด้านที่มีช่องอากาศผ่านเข้าจะปิดไว้ด้วยจุกสีน้ำเงิน ส่วนด้านที่อากาศผ่านออกจะปิดไว้ด้วยจุกสีแดง ดังแสดงในรูปที่ 4.1



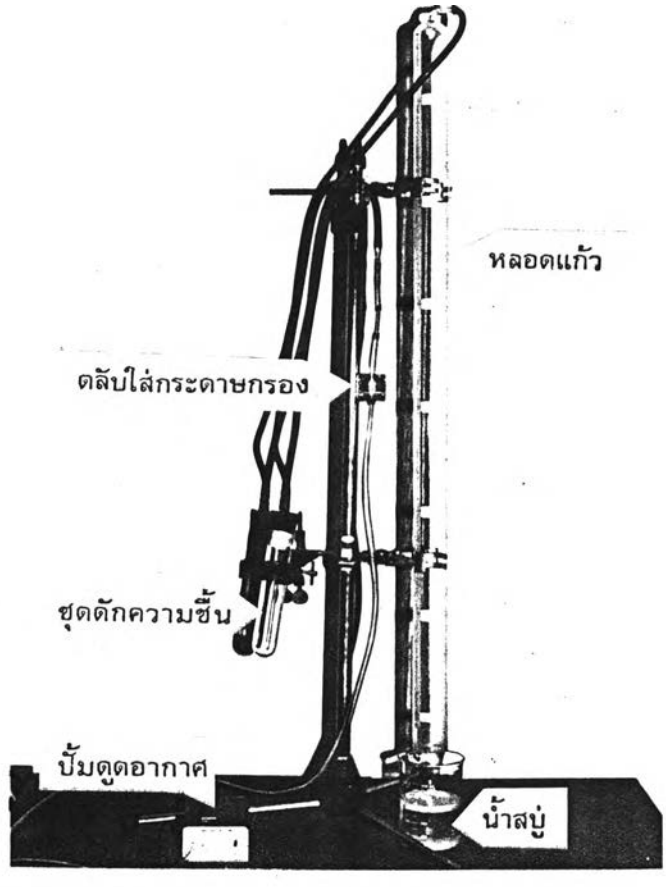
รูปที่ 4.1 คลิปใส่กระดาษกรองชนิด 3 ชิ้น

4.1.1.1.2 ปั๊มเก็บตัวอย่างอากาศ เป็นแบบชนิดติดกับตัวบุคคลดังแสดงในรูปที่ 4.2 เป็นปั๊มที่มีน้ำหนักเบา และมีแบตเตอรี่ในตัว อัตราการไหลของอากาศประมาณ 1.5 ลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.2 ปั๊มเก็บตัวอย่างอากาศแบบติดตัวบุคคล

4.1.1.1.3 ชุดอุปกรณ์การตรวจเทียบอัตราการไหลของอากาศ (air flow rate calibration) การตรวจเทียบ (calibrate) อัตราการไหลของอากาศอาศัยหลักการขั้นปฐมภูมิ (primary calibration) โดยวิธีใช้ฟองสบู่ (bubble method) ให้เกิดการแทนที่ของอากาศ ชุดอุปกรณ์นี้ประกอบด้วย บีกเกอร์ สำหรับใส่น้ำสบู่ หลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร ยาว 100 เซนติเมตร มีสเกลบอกปริมาตรถึง 1,500 มิลลิเมตร ชุดดักความชื้นเพื่อป้องกัน ไอน้ำที่เกิดจากฟองสบู่ และท่อสายยางสำหรับต่อชุดของอุปกรณ์เข้าด้วยกันดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ชุดอุปกรณ์การตรวจเทียบอัตราการไหลของอากาศ

4.1.2 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

การวิจัยนี้จะใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ ทั้งระบบ EDX และ WDX ซึ่งแต่ละระบบวัดมีอุปกรณ์สำคัญดังนี้

4.1.2.1 ระบบ EDX

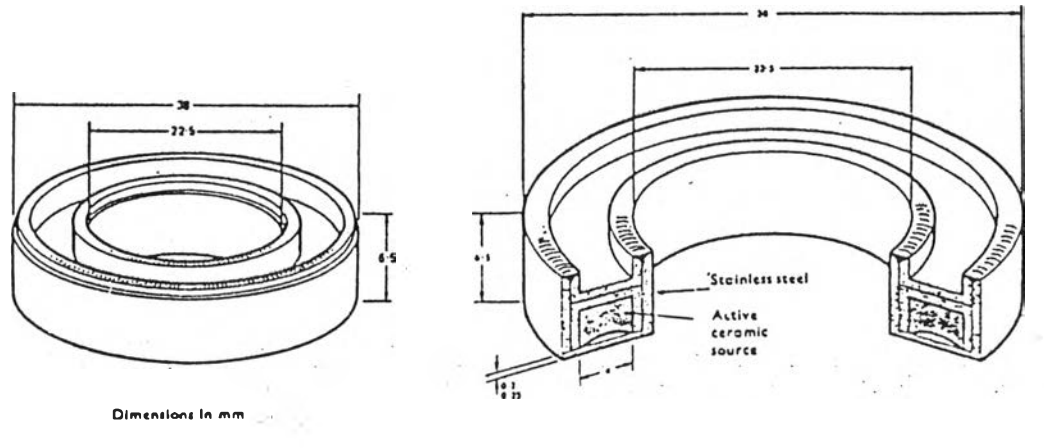
เฉพาะในงานวิจัยนี้การวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX มีอุปกรณ์สำคัญ 2 ส่วนใหญ่ๆ คือ

4.1.2.1.1 ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ

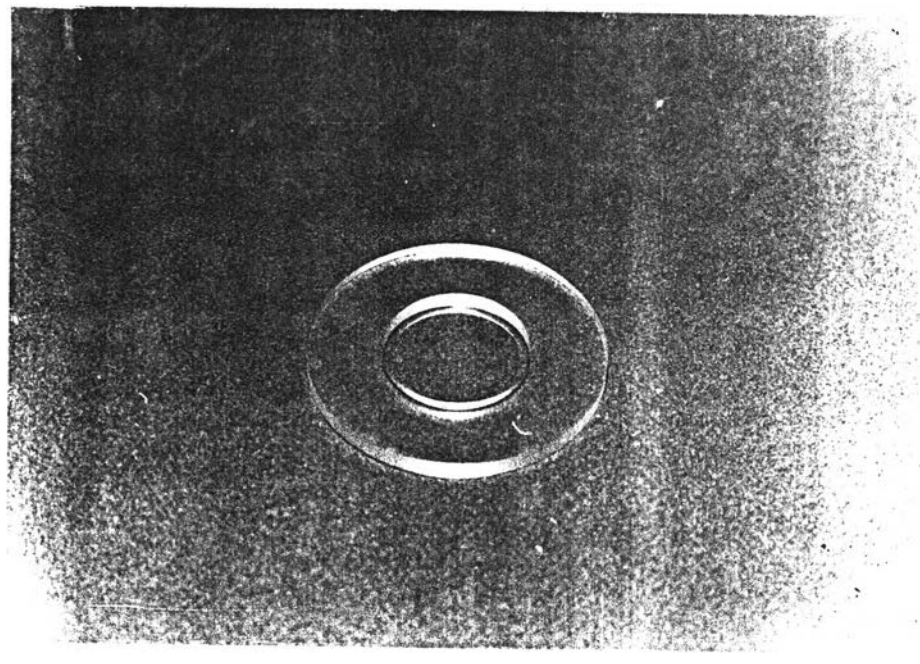
ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์วิธีนี้ เป็นต้นกำเนิดชนิดไอโซโทปรังสี Cd-109 ความแรงรังสี 20 มิลลิคูรี่ Pu-238 ความแรงรังสี 30 มิลลิคูรี่ และ Am-241 ความแรงรังสี 30 มิลลิคูรี่ เป็นชนิดวงแหวนกลม ดังแสดงในรูปที่ 4.4

4.1.2.1.2 sample holder และท่อพลาสติกใส

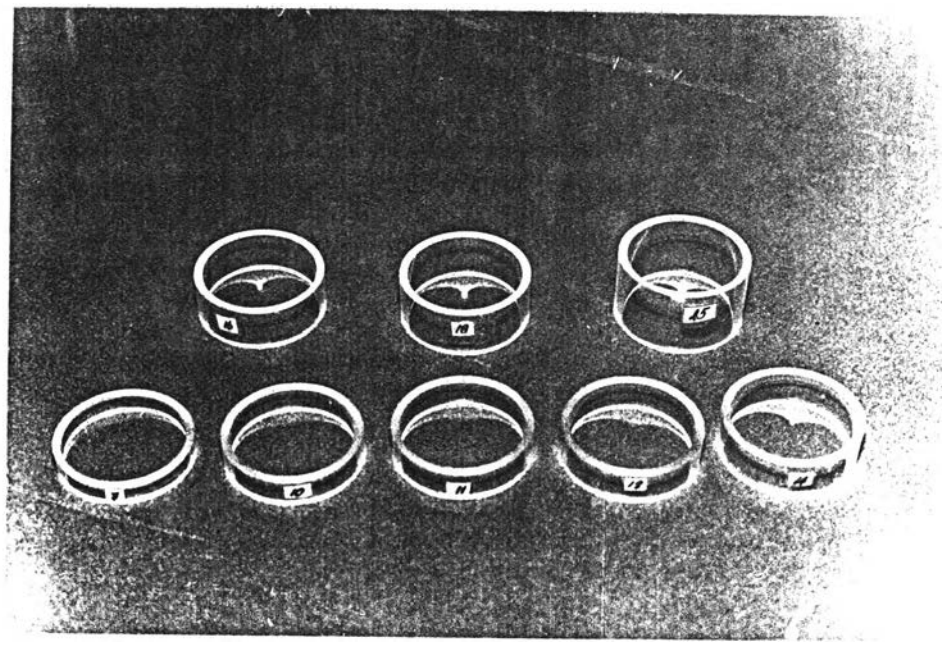
sample holder ที่ใช้เป็นแผ่นพลาสติกใส ขนาดดังแสดงในรูปที่ 4.5 สำหรับท่อพลาสติกใสนั้นจะมีความสูงขนาดต่างๆ ดังรูปที่ 4.6



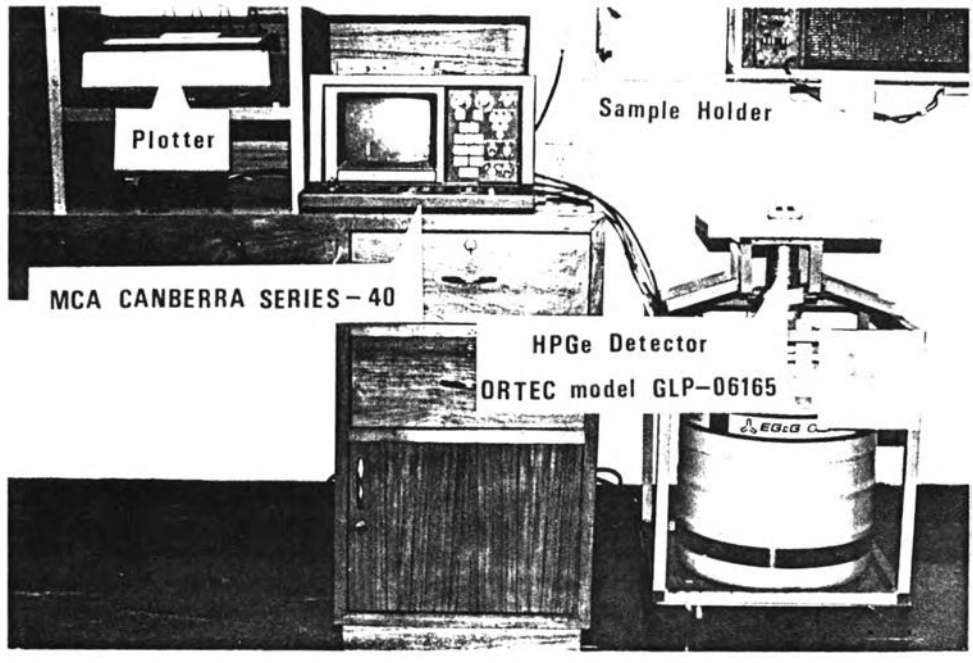
รูปที่ 4.4 ลักษณะต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทปรังสี

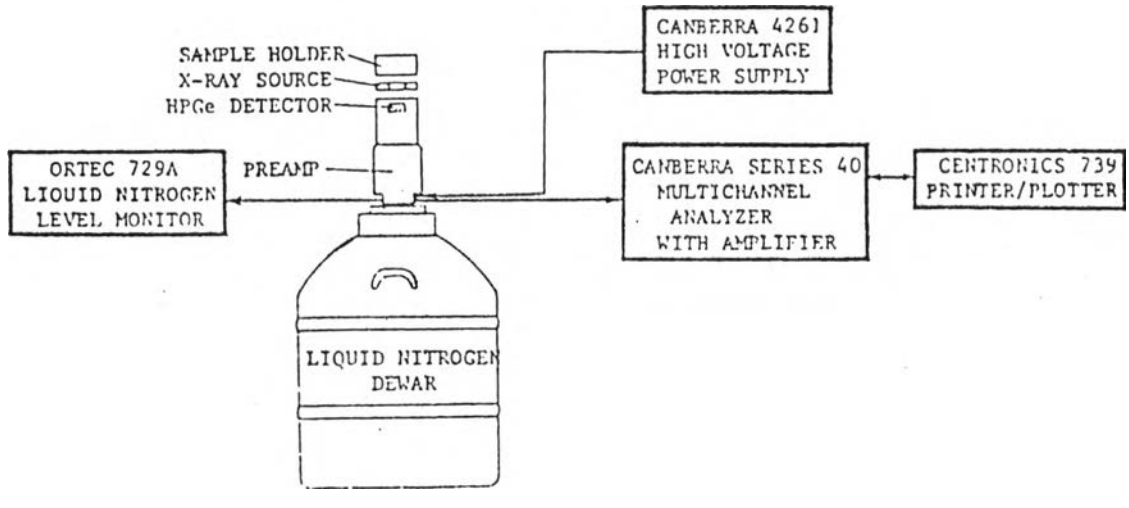


รูปที่ 4.5 ที่วางตัวอย่าง (sample holder)

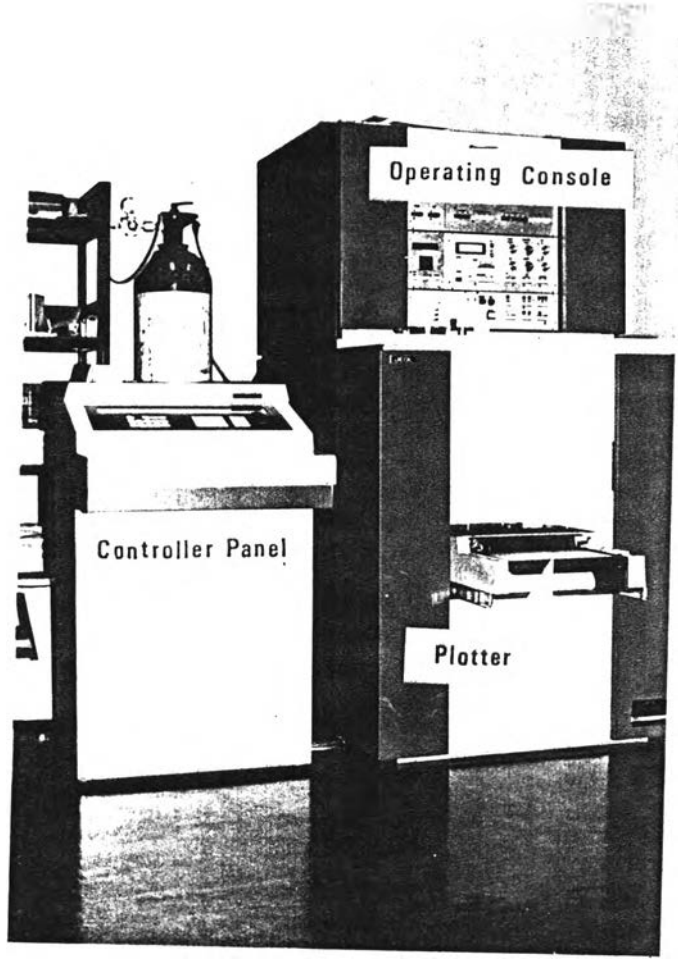


รูปที่ 4.6 ชุดท่อพลาสติกใส

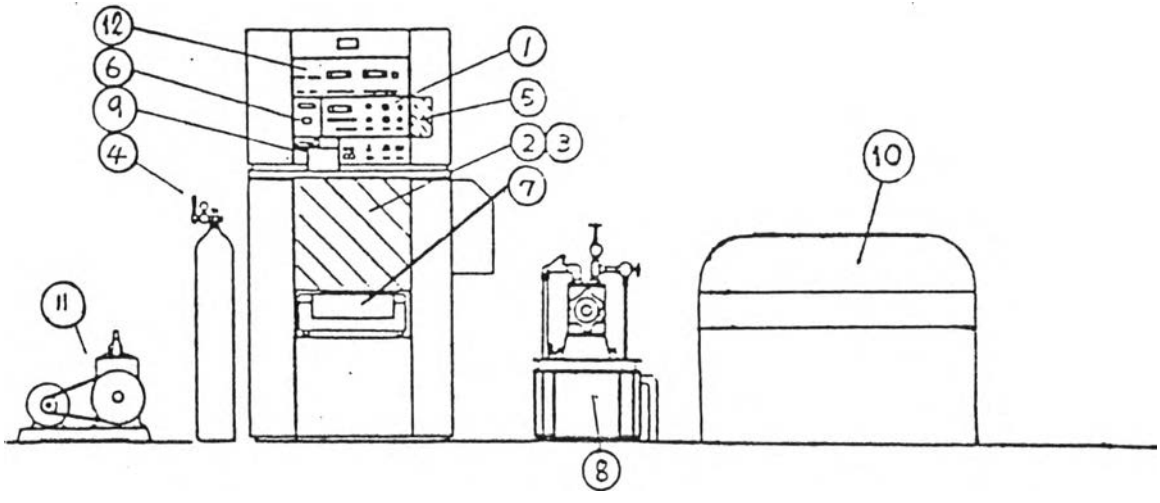




รูปที่ 4.7 เครื่องและแผนภาพการวิเคราะห์ด้วย EDX ด้วย HPGe

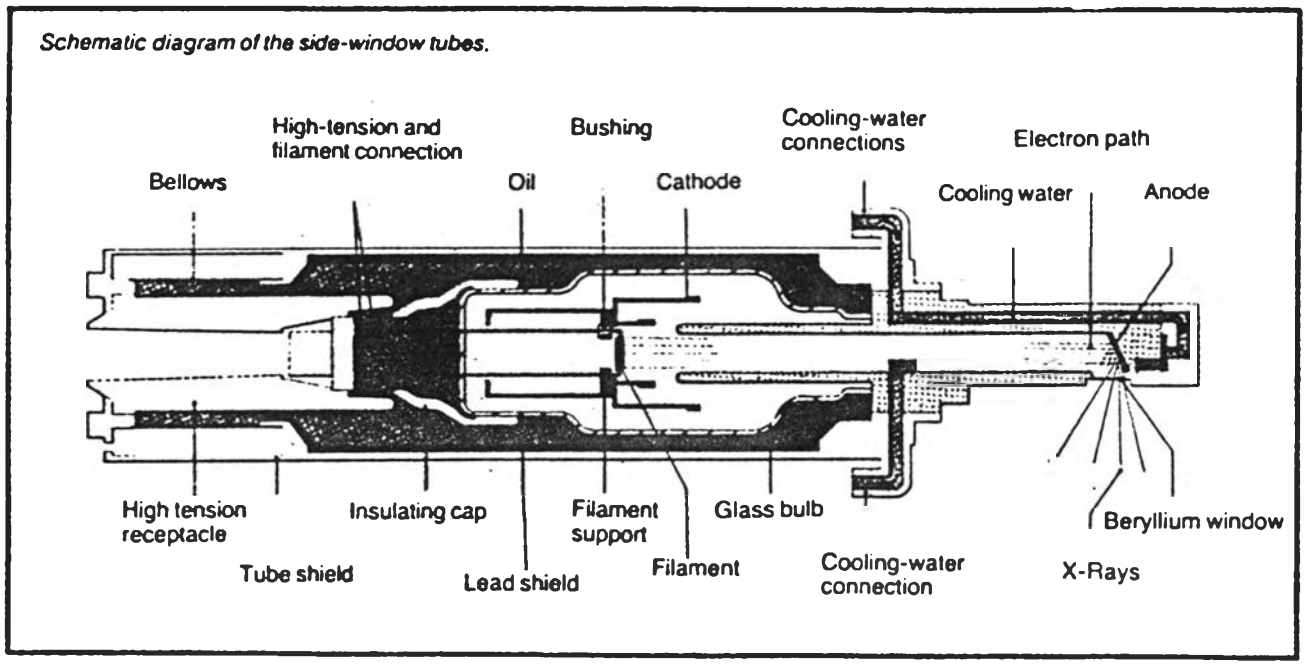


รูปที่ 4.8 เครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA

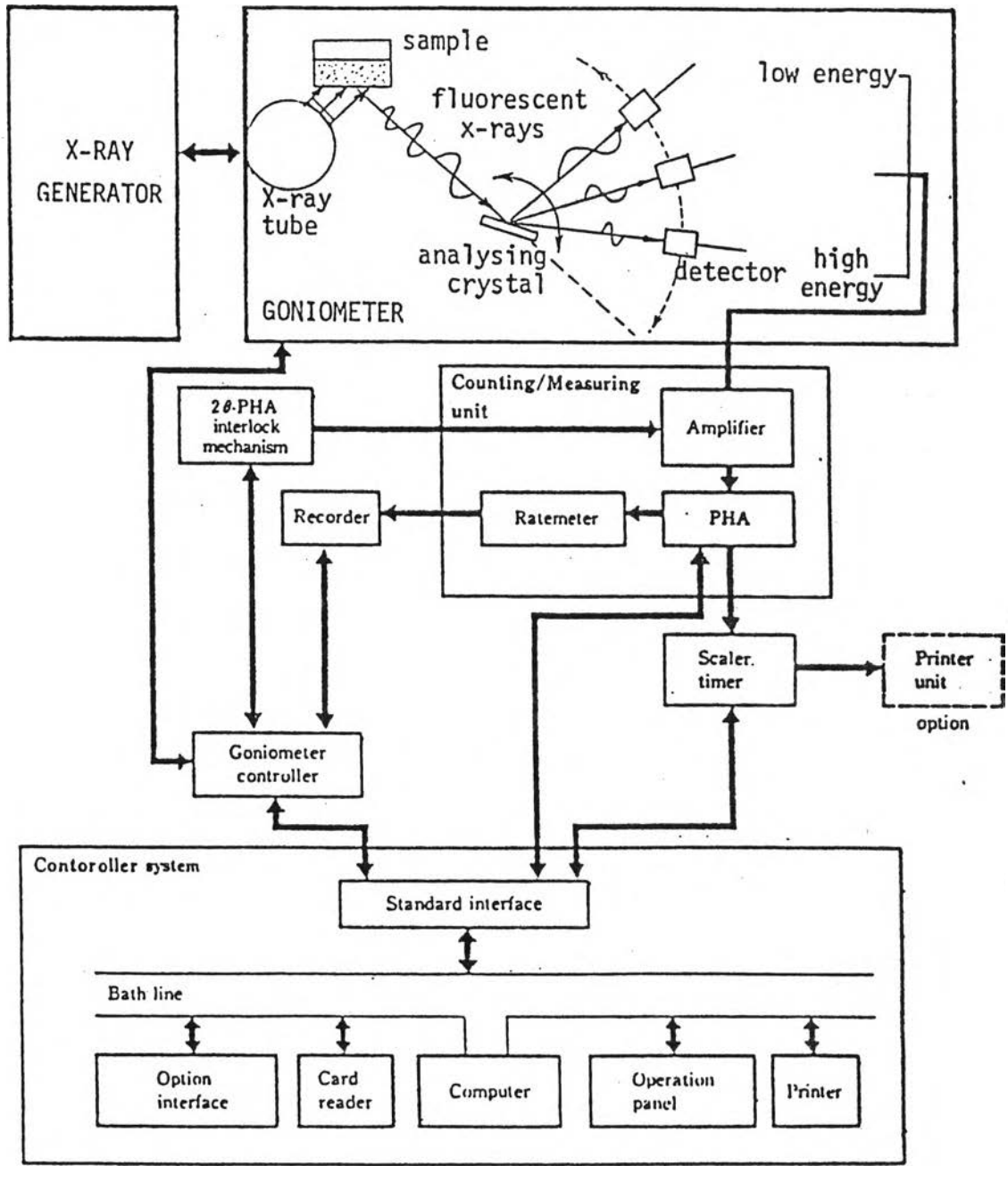


No.	Name	No.	Name
1.	Counting/Measuring Unit	7.	Recorder
2.	Scintillation counter	8.	Water supply Unit
3.	Proportional counter	9.	Angle indicator
4.	Gas kit	10.	Computer
5.	2θ-PHA interlock	11.	Vacuum pump
6.	Scaler/timer	12.	X-ray operation panel

รูปที่ 4.9 แสดงส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



รูปที่ 4.10 หลอดต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านข้างซึ่งใช้เป็นต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ



รูปที่ 4.11 แผนผังของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA

4.1.2.1.3 ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์รังสีเอกซ์

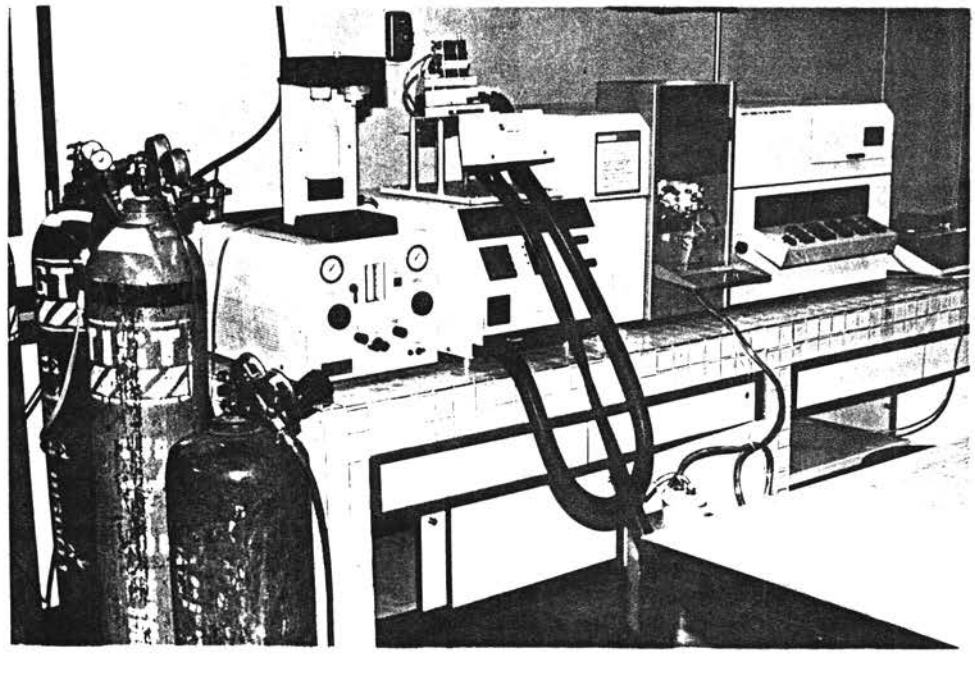
ส่วนของอุปกรณ์วิเคราะห์รังสีเอกซ์จะประกอบด้วยหัววัดรังสีเอกซ์ (x-ray detector) ภาคขยายส่วนหน้า (preamplifier) ภาคขยายหลัก (main amplifier) และเครื่องวิเคราะห์ลัญญาณ (analyzer) ซึ่งจะใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง (high purity germanium detector, HPGe) ที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.7

4.1.2.2 ระบบ WDX

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ของ JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.8,4.9,4.10 และ 4.11 โดยใช้ผลึกLiF (lithium fluoride)

4.1.3 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์อะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรีของ Perkin Elmer 4000 ที่สถาบันวิจัยสภาวะแวดล้อม จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 เครื่องวิเคราะห์วิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี ของ PERKIN ELMER 4000

4.1.4 อุปกรณ์ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

4.1.4.1 เครื่องแก้ว

4.1.4.1.1 บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร พร้อมกระจกครอบนาฬิกา

4.1.4.1.2 ไปเปต ขนาด 10 มิลลิลิตร

4.1.4.1.3 ขวดตวง (volumetric flasks) ขนาด 25 มิลลิลิตร

4.1.4.1.4 เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ที่สามารถปรับระดับความร้อนได้

4.1.4.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้จะต้องเป็นสารเคมีเกรดงานวิเคราะห์

4.1.4.2.1 น้ำกลั่นหรือน้ำปราศจากอิออน (ion)

4.1.4.2.2 กรดไนตริกเข้มข้น (concentrate nitric acid)

4.1.4.2.3 กรดเปอร์คลอริค (perchloric acid)

4.1.4.2.4 กรดไฮโดรคลอริค (hydrochloric acid)

4.1.4.2.5 สารละลายมาตรฐานของแมงกานีสความเข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ใช้สำหรับเตรียมกราฟความสัมพันธ์ของค่าแอบสอร์ปแบนซ์ (absorbance) กับความเข้มข้นของแมงกานีส

4.2 <u>การดำเนินการวิจัย</u>

ในงานวิจัยนี้การดำเนินการวิจัยจะประกอบด้วยขั้นตอน 2 ขั้นตอน ด้วยกัน ดังนี้

4.2.1 ขั้นตอนการหาปริมาณความเข้มข้นของแมงกานีสในอากาศ

4.2.1.1 การหาปริมาณความเข้มข้นของแมงกานีสในอากาศโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ทั้งแบบระบบ EDX และ WDX ซึ่งดำเนินการดังนี้

4.2.1.1.1 ระบบ EDX

ก. เตรียมสารมาตรฐานของแมงกานีส

ความเข้มข้นต่าง ๆ กันบนกระดาษกรองในห้องปฏิบัติการ

ข. หาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ โดย

- หาระยะระหว่างแหล่งกำเนิดรังสีกับตัวอย่าง

- หาเวลาที่จะใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

ค. สร้างกราฟปรับเทียบ (calibration curve)

ง. ออกเก็บตัวอย่างภาคสนาม

- เก็บตัวอย่างอากาศภายในบริเวณโรงงานถ่านไพฉายที่เลือกศึกษา โดยใช้กระดาษกรองชนิดเมมเบรนและกระดาษกรองชนิดเซลลูโลส (รายละเอียดในหัวข้อ 4.1.1.1.1)

- เก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้อัตราการไหลของอากาศประมาณ 1.5 ลิตร ต่อนาที

จ. วิเคราะห์ตัวอย่างอากาศที่เก็บมาโดยระบบ EDX

4.2.1.1.2 ระบบ WDX

นำเอาสารมาตรฐานและตัวอย่างซึ่งผ่านการวิเคราะห์ด้วยระบบ EDX เรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (รายละเอียดในหัวข้อ 4.1.2.2) โดยที่ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์จะต้องหุ้มด้วยพลาสติกใสชนิด crystal clear polyethylene มีความหนา 0.5 mil เพื่อป้องกันไม่ให้ฝุ่นของแมงกานีสบนกระดาษกรองร่วงลงไปในเครื่องมือขณะที่ทำการวิเคราะห์โดยตั้งค่าความต่างศักดิ์และกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 40 kV และ 25 mA นับความเข้มรังสีเอกซ์ที่ K-series ค่าของมุม 2θ เท่ากับ 62.97 องศา ผลึกที่ใช้คือ LiF 200 และคำนวณหาปริมาณความเข้มข้นของแมงกานีส จากกราฟปรับเทียบ

4.2.1.2 การหาปริมาณความเข้มข้นของแมงกานีสในอากาศโดยใช้วิธีอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี ซึ่งดำเนินการดังนี้

4.2.1.2.1 ขั้นตอนในการวิเคราะห์ตัวอย่างแมงกานีส

4.2.1.2.1.1 การย่อย (digest) ตัวอย่าง นำกระดาษกรองใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายผสมของกรดไนตริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตรและกรดเปอร์คลอริค 5 มิลลิลิตร ต้มจนสารละลายเหลืออยู่ประมาณ 10 มิลลิลิตร จึงเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไปอีก 20 มิลลิลิตร ต้มต่อไปเมื่อการย่อยสลายสมบูรณ์ จะเห็นควันสีขาวของกรดเปอร์คลอริค และสารละลายจะใสทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเทลงในขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 25 มิลลิลิตร ล้างบีกเกอร์ด้วยกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 1:10 ประมาณ 3 มิลลิลิตร เทลงในขวดวัดปริมาตร จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 1:1 ลงไปอีก 1.2 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรของสารละลายให้ได้ 25 มิลลิลิตรด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 1:10

4.2.1.2.1.2 ทำสารละลายแบลงค์ (blank solution) โดยใช้กระดาษกรองที่ยังไม่ได้ใช้เก็บตัวอย่างมาย่อยสลายเช่นเดียวกับการย่อยสลายตัวอย่าง

4.2.1.2.1.3 นำสารละลายตัวอย่างและสารละลายแบลงค์มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี ที่ความยาวคลื่น 279.5 นาโนเมตร ผลต่างของค่าแอบสอร์ปแบนซ์ (absorbance) จากสารละลายตัวอย่างและสารละลายแบลงค์ จะเป็นค่าแอบสอร์บแบนซ์แท้จริง ซึ่งจะนำไปเทียบค่ากับกราฟปรับเทียบ เพื่อหาความเข้มข้นของแมงกานีสต่อไป

4.2.1.2.1.4 การนำสารละลายมาตรฐานมาทำกราฟปรับเทียบ โดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานของแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน แล้วนำสารละลายนั้นมาวัดค่าแอบสอร์บแบนซ์ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบสอร์ปชันสเปคโตรโฟโตเมตรี เช่นเดียวกับสารละลายตัวอย่าง แล้วเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบสอร์ปแบนซ์ และค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานของแมงกานีส

4.2.1.2.2 การคำนวณความเข้มข้นของแมงกานีลในอากาศ

4.2.1.2.2.1 จากกราฟปรับเทียบอ่านค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างของแมงกานีสเป็นหน่วย ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

4.2.1.2.2.2 คำนวณค่าความเข้มข้นของแมงกานีลในอากาศในหน่วย มิลลิกรัมต่อลูกบาศ์กเมตร โดยใช้สูตร

ความเข้มข้นของแมงกานีล(มก./ลบ.ม.) =

ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรของสารละลาย x ปริมาตรของสารละลาย(มิลลิลิตร)
ปริมาตรของอากาศที่เก็บตัวอย่าง (ลิตร)

4.2.2 ขั้นตอนการเก็บตัวอย่างอากาศ

4.2.2.1 การตรวจเทียบอัตราการไหลของอากาศ อาศัยหลักการชั้นปฐมภูมิ โดยวิธีการแทนที่ฟองสบู่ของอากาศ วิธีการตรวจเทียบนี้ได้จัดอุปกรณ์ให้อยู่ในลักษณะดังรูปที่ 4.3 แล้วเบิดปั๊มที่จะทำการตรวจเทียบอัตราการไหลของอากาศ ยกบีกเกอร์ที่ใส่น้ำสบู่ไว้ทำให้เกิดฟองสบู่ที่บลายหลอดแก้ว ฟองสบู่จะถูกดูดขึ้นมาแทนที่อากาศ จับเวลาที่ฟองสบู่ถูกดูดลูงขึ้นซึ่งมีความสัมพันธ์กับบริมาตรของอากาศที่ถูกแทนที่ แล้วสามารถคำนวณหาอัตราการไหลของอากาศได้ โดยนำปริมาตรของอากาศที่ถูกแทนที่หารด้วยระยะเวลาของการถูกแทนที่ ซึ่งขณะทำการทดลองได้ค่าอัตราการไหลของอากาศ ประมาณ 1.5 ลิตรต่อนาที

4.2.2.2 การเก็บตัวอย่างในภาคสนาม

การเก็บตัวอย่างแมงกานีลในอากาศในโรงงานถ่านไฟฉาย ได้ทำการเก็บตัวอย่างแบบติดกับตัวบุคคล ซึ่งสามารถ แทนระดับของการหายใจได้ในที่นี้ให้ที่บริเวณปกคอเสื้อของคนงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.13 ตัวปั๊มดูดอากาศจะติดไว้กับตัวคนงานบริเวณระดับเอวด้านข้างหรือด้านหลังของลำตัวแล้วแต่จะสะดวก

ซึ่งต้องไม่ไปรบกวนสภาพการทำงานของคนงานโดยใช้เข็มขัดรัดเอาไว้ ส่วนตลับที่ใส่ชุดของกระดาษกรองนั้นจะใช้ท่อลายยาวใสต่อจากตัวปั๊มออกไป ติดไว้ที่บริเวณบกคอเสื้อ แล้วใช้ที่หนีบ (clip) หนีบเอาไว้ โดยส่วนของช่องนำอากาศเข้าที่ตัวตลับจะถูกบล่อยให้คว่ำลง เปิดตลับชั้นที่มีจุกสีน้ำเงินออกขึ้นหนึ่ง แล้วเปิดปั๊มให้ทำงาน

รูปที่ 4.13 ชุดเก็บตัวอย่างแบบติดกับตัวบุคคล

4.2.2.3 สภาพและบริเวณที่ทำการเก็บตัวอย่างอากาศ

บริเวณที่ทำการเก็บตัวอย่างอากาศภายในโรงงานถ่านไพฉายนั้น ได้เลือกเก็บตัวอย่างอากาศทั้งหมด 3 แผนกด้วยกัน ซึ่งตำแหน่งที่เก็บตัวอย่างอากาศได้แสดงในรูปที่ 4.14 และรายละเอียดในการเก็บตัวอย่างอากาศในแต่ละแผนก มีดังนี้

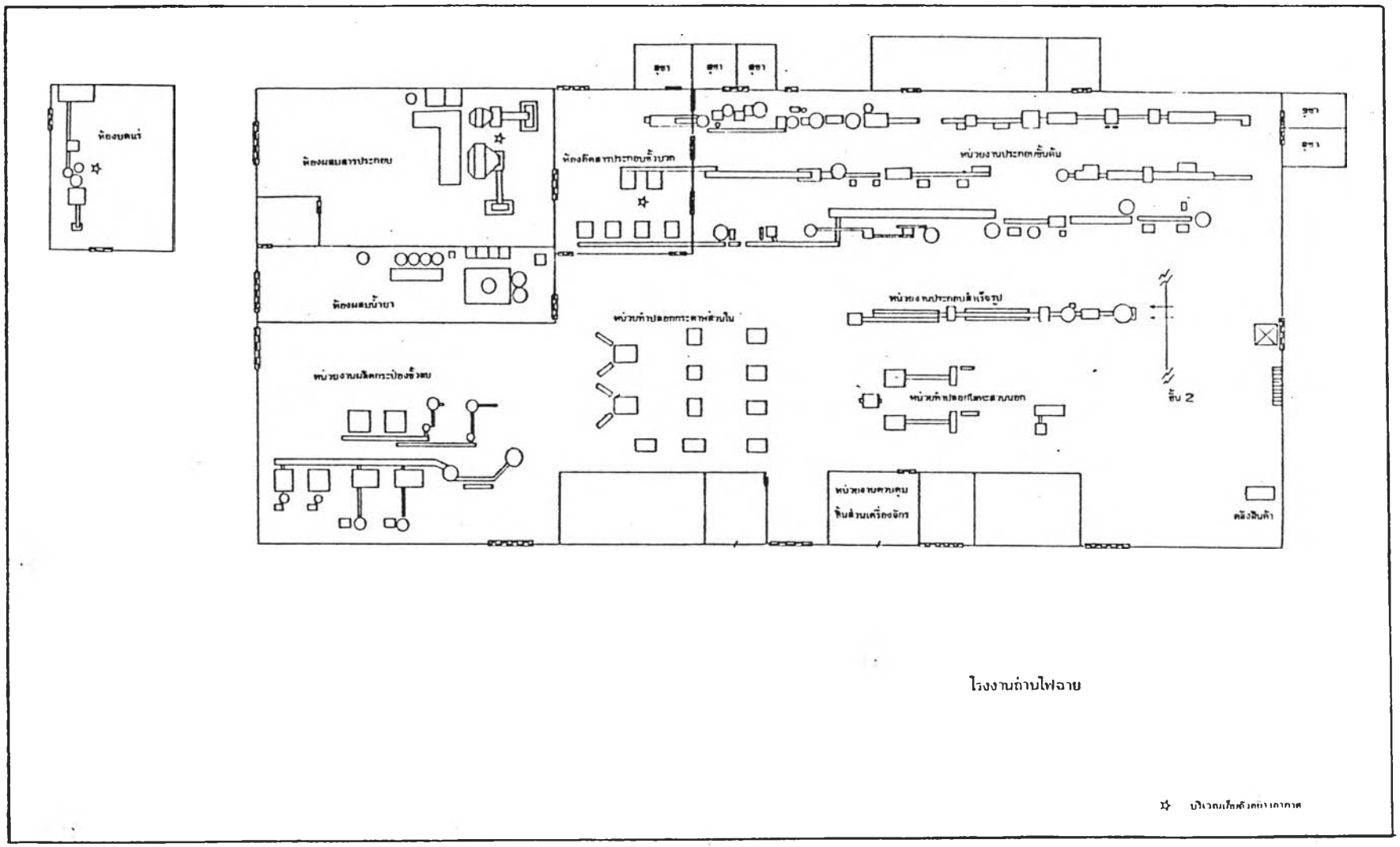
4.2.2.3.1 แผนกบดแร่ (grinding section)

สภาพโดยทั่วไปอาคารเพดานสูงมีผนังโดยรอบ ตัวอาคารแยกจากแผนกอื่น แร่แมงกานีสที่รอการบดจะถูกบรรจุใส่ถุงภายในอาคาร ส่วนเครื่องบดเป็นระบบปิดหมด

บริเวณชั่งมีตู้เปิดปิดได้ระบบระบายอากาศเฉพาะที่และทั่วไปไม่มี คนงานชายประมาณ 3-4 คน ได้ทำการเก็บตัวอากาศแบบติดกับตัวบุคคล ในบริเวณเครื่องชั่งซึ่งอยู่ติดกับเครื่องบด เก็บตัวอย่างอากาศคราวละ 2 คน ใช้เวลาในการเก็บตัวอย่างละประมาณ 10-25 นาที

4.2.2.3.2 แผนกผสมสารประกอบ (mixing section) สภาพโดยทั่วไปเป็นอาคารสูงมีประตูเปิดกว้างและช่องลม อยู่ติดกับแผนกอัดสารประกอบขั้วบวก มีประตูเปิดปิดเป็นเป็นทางผ่าน ส่วนระบบระบายอากาศเป็นแบบไซโคลน (cyclone) แต่ไม่มีระบบระบายทั่วไปมีโม่ผสมที่ใช้งาน 2 ชุด เครื่องร่อนแร่อยู่ติดกับโม่ผสม คนงานชายประมาณ 6 คน แต่ทำคราวละ 2 คน โดยคุมทั้ง 2 โม่ โดยที่คนอยู่ข้างบนจะเป็นคนเทถุง แร่แมงกานีสและส่วนผสมอื่นๆเข้าโม่ ส่วนคนที่อยู่ข้างล่างจะคอยกวาดแมงกานีสลงบนสายพาน ลำเลียงเข้าเครื่องร่อน ในแผนกนี้ได้ทำการเก็บตัวอย่างอากาศทั้ง 2 คน ตัวอย่างละประมาณ 10-30 นาที

4.2.2.3.3 แผนกอัดเป็นสารประกอบขั้วบวก (tamping section) สภาพโดยทั่วไปเป็นอาคารเพดานสูงหลังเดียวกับแผนกผสมสารประกอบ มีระบบระบายอากาศ แบบทั่วไปบนเพดาน 6 ชุด และด้านข้าง 1 ชุด จำนวนเครื่องอัดก้อนถ่าน 7 เครื่อง ใช้คนงานชายล้วน 7 คน ควบคุม 1 คนต่อ 1 เครื่อง เก็บตัวอย่างอากาศภายในแผนกนี้เพียง 1 ชุด ใช้เวลาในการเก็บตัวอย่างละประมาณ 10-60 นาที



รูปที่ 4.14 แสดงตำแหน่งบริเวณที่เก็บตัวอย่างอากาศภายในโรงงานถ่านไฟฉาย