



บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์

3.1.1 อุปกรณ์ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

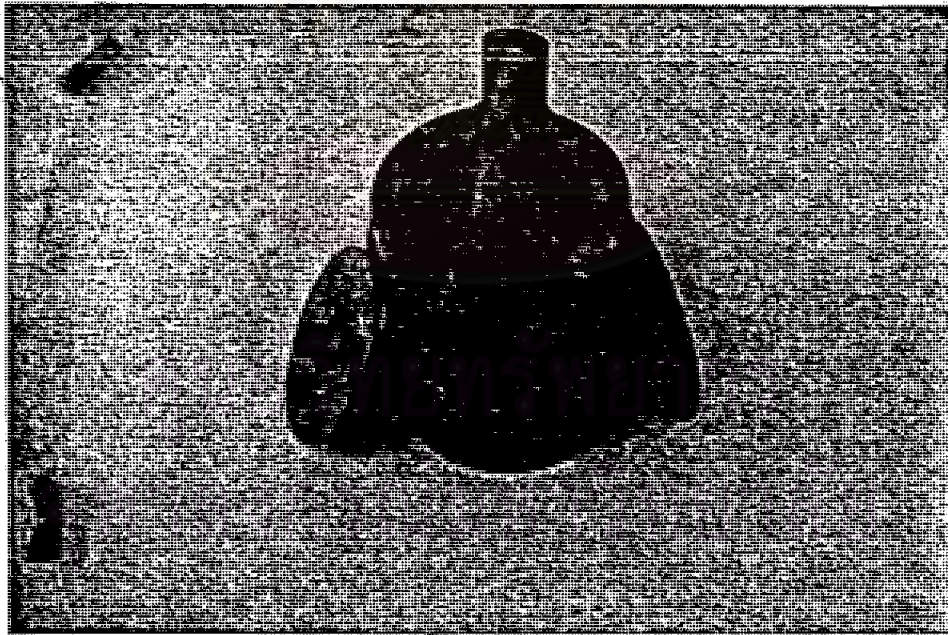
3.1.1.1 เครื่องบดตัวอย่าง

ก. เครื่องบดชนิดแท่งทรงกระบอก (rod mill) เป็นอุปกรณ์ที่ประกอบด้วย

- ตัวหม้อบด เป็นภาชนะรูปทรงกระบอกกลวง ปลายข้างหนึ่งปิดเปิดได้

เพื่อนำสารตัวอย่างบรรจุภายใน อุปกรณ์ชิ้นนี้เป็นเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว

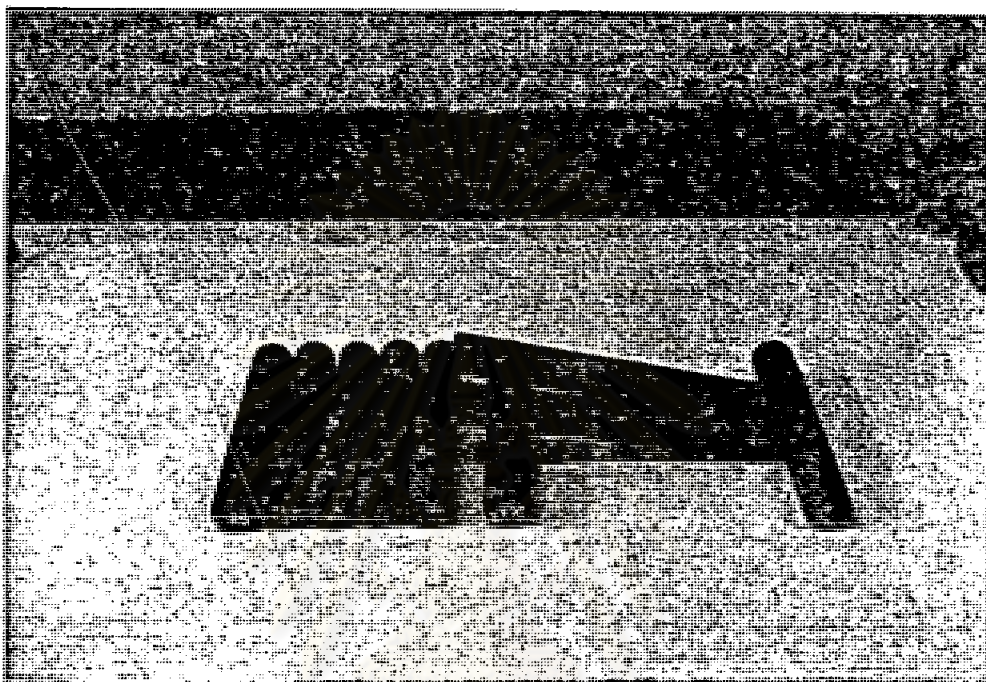
ยาว 9 นิ้ว ดังรูป 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะของตัวหม้อบดชนิดแท่งทรงกระบอก

- แท่งบด เป็นแท่งเหล็กกล้าไร้สนิมทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง

1 นิ้ว จำนวน 9 แท่ง ดังรูปที่ 3.2

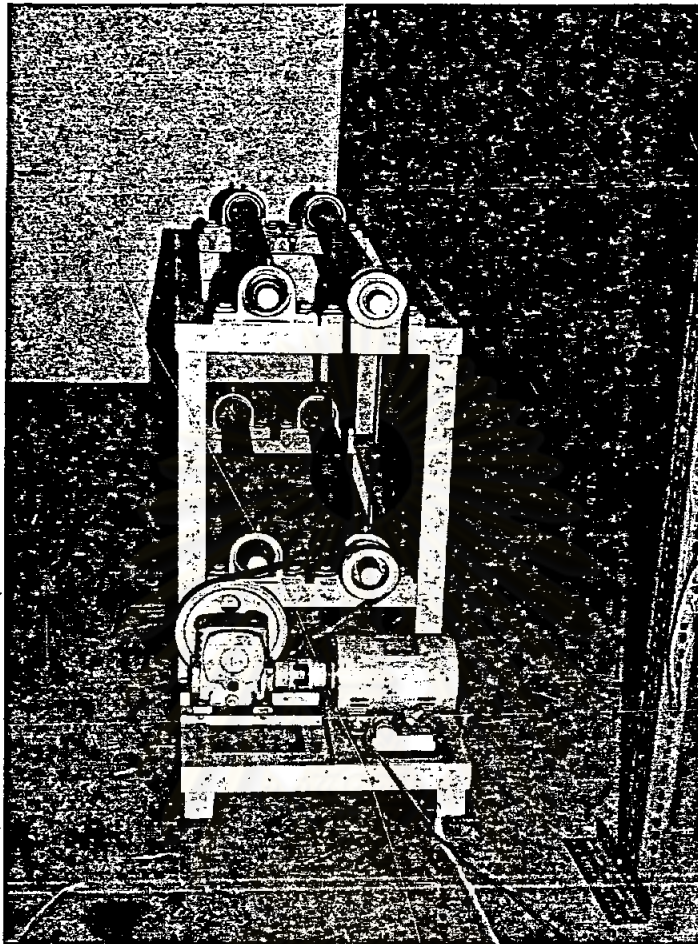


รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะแท่งบดชนิดทรงกระบอก

- หัวขับเคลื่อน เป็นแท่งโลหะหุ้มด้วยยาง 2 แท่งวางขนานกัน หมุนได้ รอบตัวคานแนวนอน ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ขนาด 1/2 แรงม้า ดังรูปที่ 3.3

ข. เครื่องบดชนิดลูกกลม (ball mill)

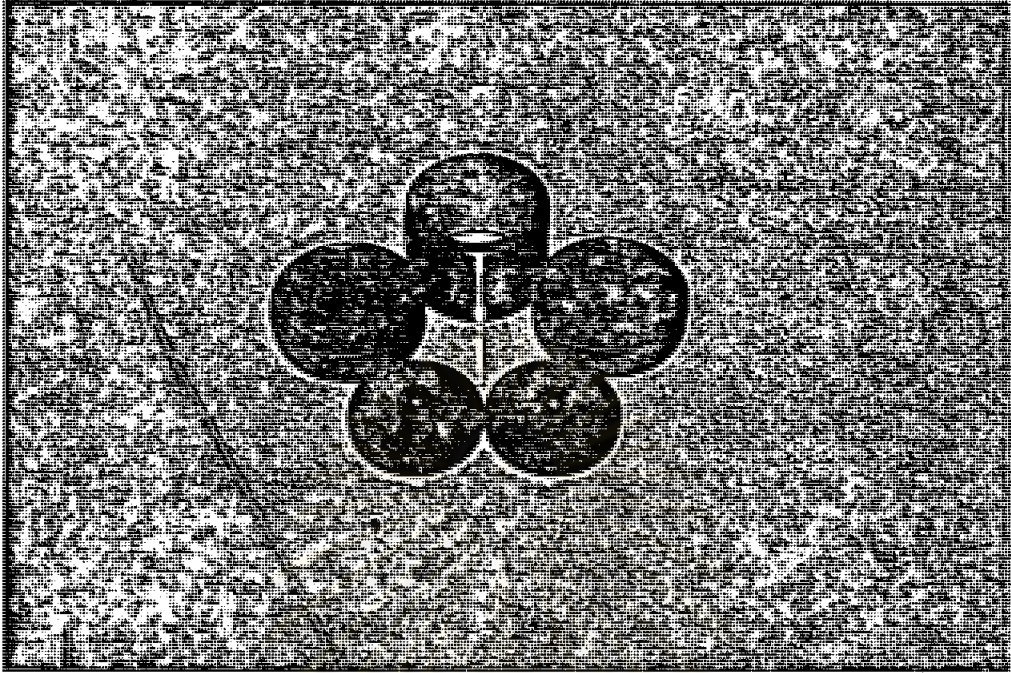
- หัวหม้อบดเป็นโลหะทั้งสแตนเลสคาร์ไบด์รูปทรงกระบอก ภายนอกหุ้มด้วย เหล็กกล้าไร้สนิม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง $2\frac{1}{2}$ นิ้ว ยาว 3 นิ้ว ผนังหนา $\frac{1}{4}$ นิ้ว



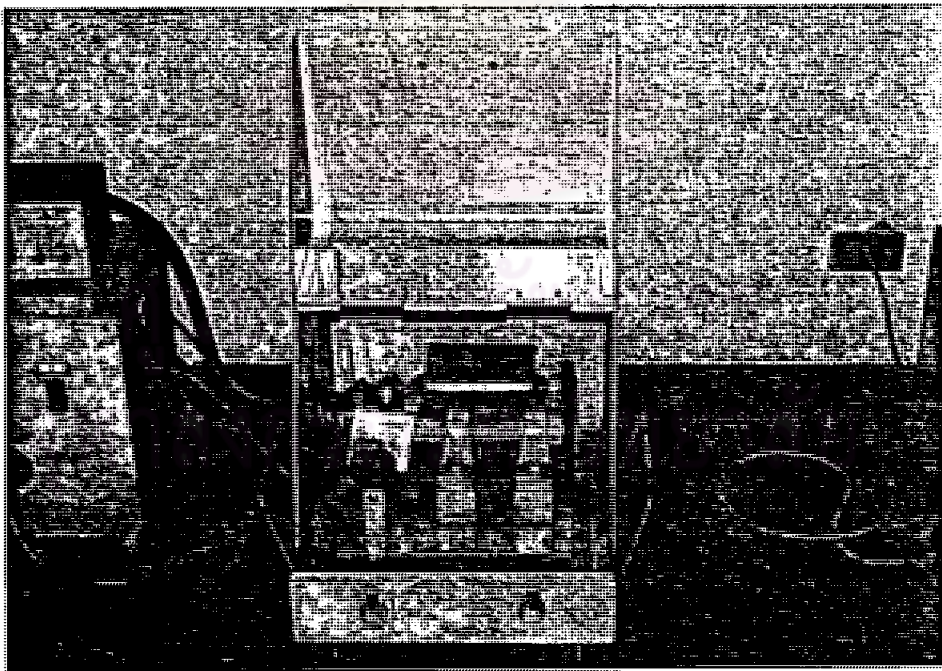
รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะทั่วไปของตัวขับเคลื่อน

- ลูกบอล เป็นโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ทรงกลม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร 2 ลูก
- ตัวประกบหัวท้ายและฝาปิด ตัวประกบหัวท้ายของหม้อบดทำด้วยโลหะทังสเตนคาร์ไบด์ สำหรับฝาปิดหัวท้ายเป็นฝาเกลียวทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม
- เครื่องเขย่า ลักษณะเป็นเพลงอปลาย (เพื่อให้เกิดการเคลื่อนที่สองแนว) ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ขนาด 1/2 แรงม้า โดยตั้งชุดตั้งอยู่บนแท่นสปริงเพื่อให้เกิดการสั่นอย่างสมบูรณ์

ลักษณะของเครื่องบดชนิดลูกกลม แสดงดังรูป 3.4 และ 3.5



รูปที่ 3.4 แสดงลักษณะของเครื่องบดชนิดลูกกลม

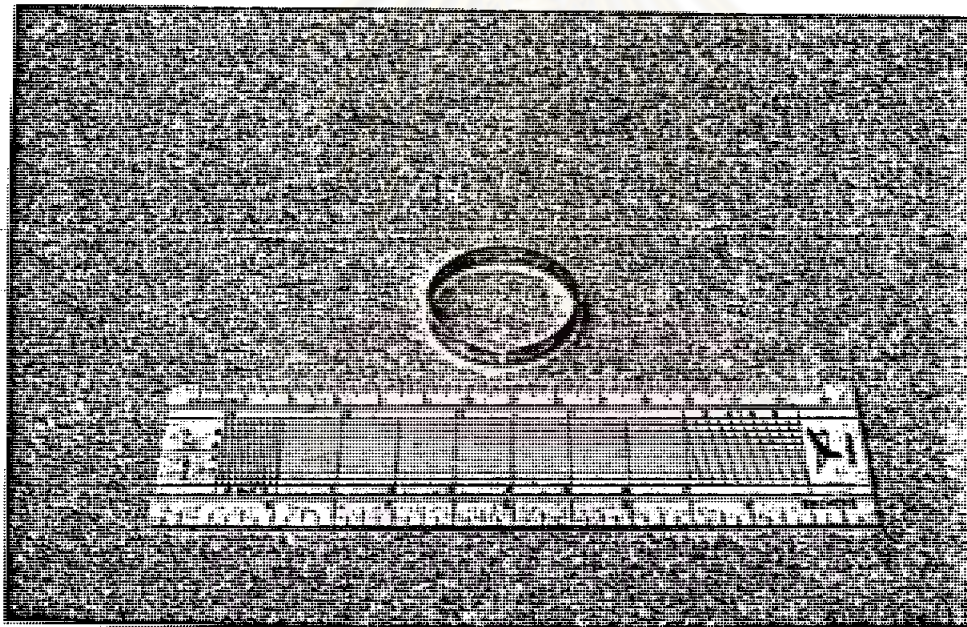


รูปที่ 3.5 แสดงลักษณะของเครื่องเขย่าของเครื่องบดชนิดลูกกลม

3.1.1.2 เครื่องบดและผสมตัวอย่าง เป็นอุปกรณ์ใช้บดและผสมตัวอย่างกับ
ประสานให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้ตัวเดียวกับอุปกรณ์ในข้อ 3.1.1.1 ข.
ดังแสดงในรูปที่ 3.5

3.1.1.3 เครื่องอัดขึ้นรูปตัวอย่าง เป็นอุปกรณ์ซึ่งใช้อัดสารตัวอย่างที่อยู่ใน
รูปผง ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์ 3 ส่วน คือ

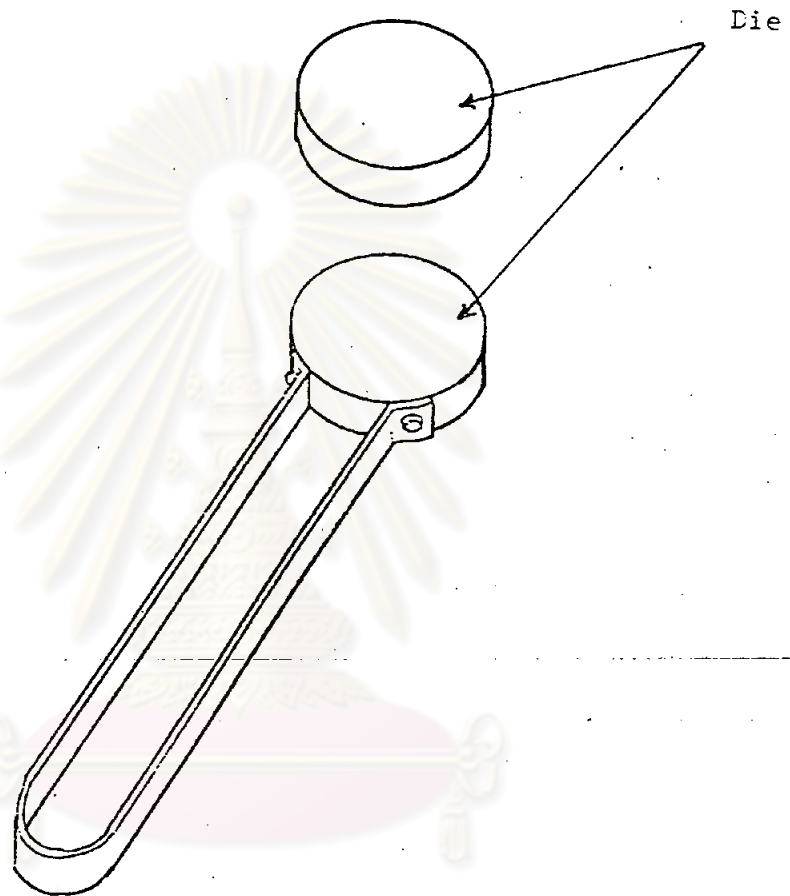
ก. วงแหวนอะลูมิเนียม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง $1\frac{1}{2}$ นิ้ว ทน $1/32$ นิ้ว
สูง $1/4$ นิ้ว



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

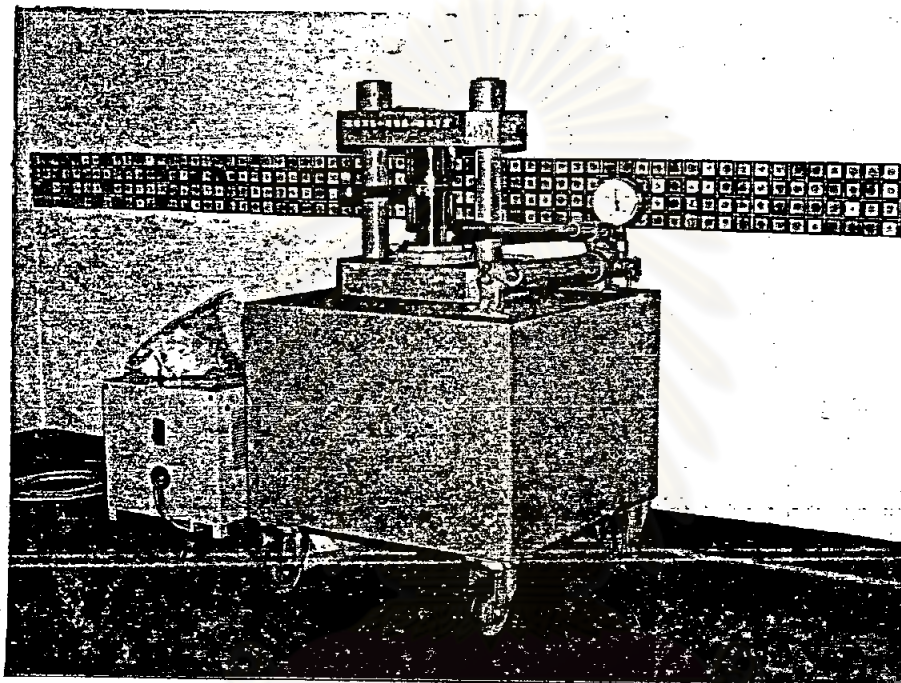
รูปที่ 3.6 แสดงลักษณะของวงแหวนอะลูมิเนียม

ข. คาย (die) เป็นเหล็กกล้าไร้สนิมกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว
หนา 3/4 นิ้ว ผิวหน้าขัดมันทั้ง 2 ด้าน ลักษณะดังรูปที่ 3.7



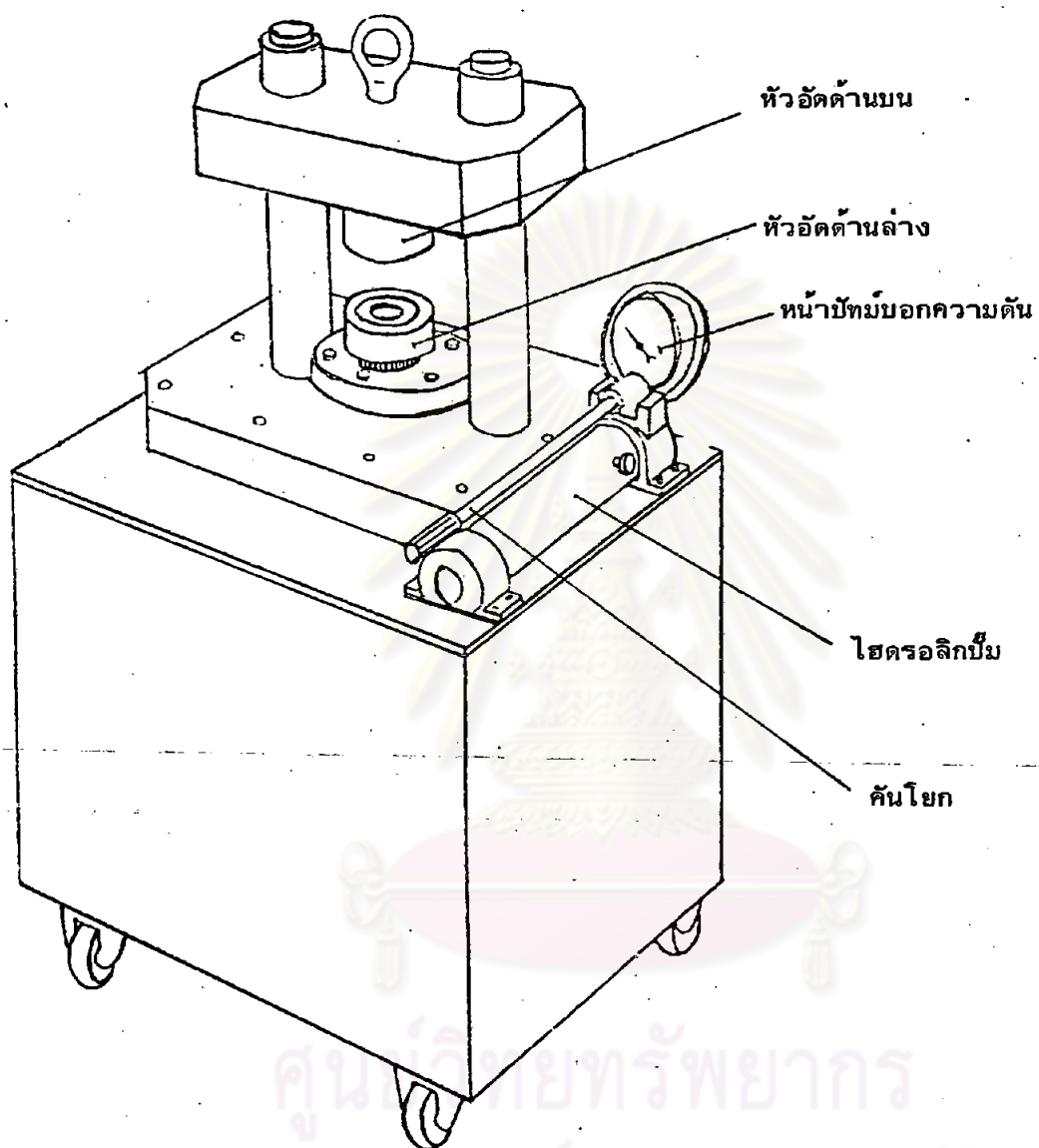
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
รูปที่ 3.7 แสดงลักษณะคายเป็นใช้อัดตัวอย่าง

ค. เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic pressure) เป็นเครื่องอัดสาร
ตัวอย่างชนิดใช้มือโยก ขนาดแรงอัดสูงสุด 30 ตัน ขนาดหัวอัด เส้นผ่าศูนย์กลาง 10
เซนติเมตร ลักษณะโดยทั่วไปแสดงดังรูปที่ 3.8 และ 3.9



รูปที่ 3.8 แสดงลักษณะทั่วไปของเครื่องอัดไฮดรอลิก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 แสดงส่วนประกอบต่าง ๆ ของเครื่องอัดไฮดรอลิก

3.1.2 อุปกรณ์ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โดยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน จะใช้เครื่องบดตัวอย่างชนิดลูกกลม ดังหัวข้อ 3.1.1.1 ข. และ vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1.3 อุปกรณ์ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โดยวิธีอินดักทีฟเฟลด์พลาสมา

ก. hot plate พร้อมด้วย magnetic stirrer

ข. ขวดควงและกระบอควงพลาสติก

ค. vial ขนาด 10 มิลลิลิตร

3.1.4 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

การวิจัยนี้จะใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ ทั้งระบบ WDX และ EDX ซึ่งแต่ละระบบวัดมีอุปกรณ์สำคัญดังนี้

3.1.4.1 ระบบ EDX

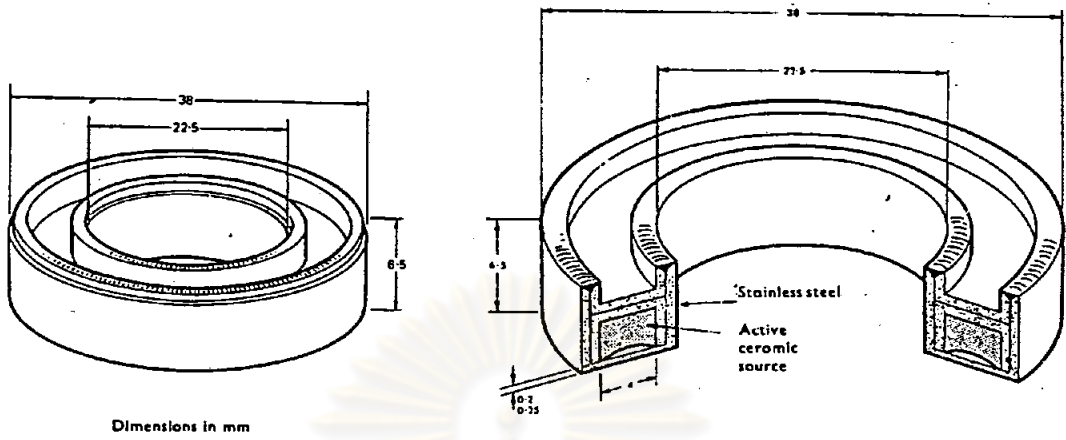
เฉพาะในงานวิจัยนี้การวิเคราะห์ธาตุโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX มีอุปกรณ์สำคัญ 3 ส่วนใหญ่ ๆ คือ

ก. ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ

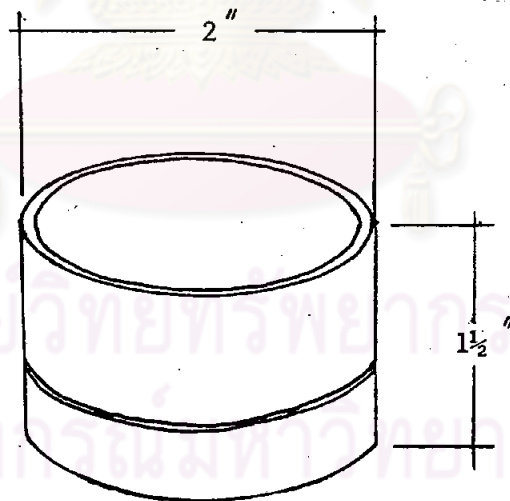
ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์วิธีนี้ เป็นต้นกำเนิดชนิดไอโซโทปรังสีจาก Cd^{109} (รายละเอียดเฉพาะได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.7 ในภาคผนวก ก.) ชนิดวงแหวนกลมดังรูปที่ 3.10

ข. sample holder and sample mask

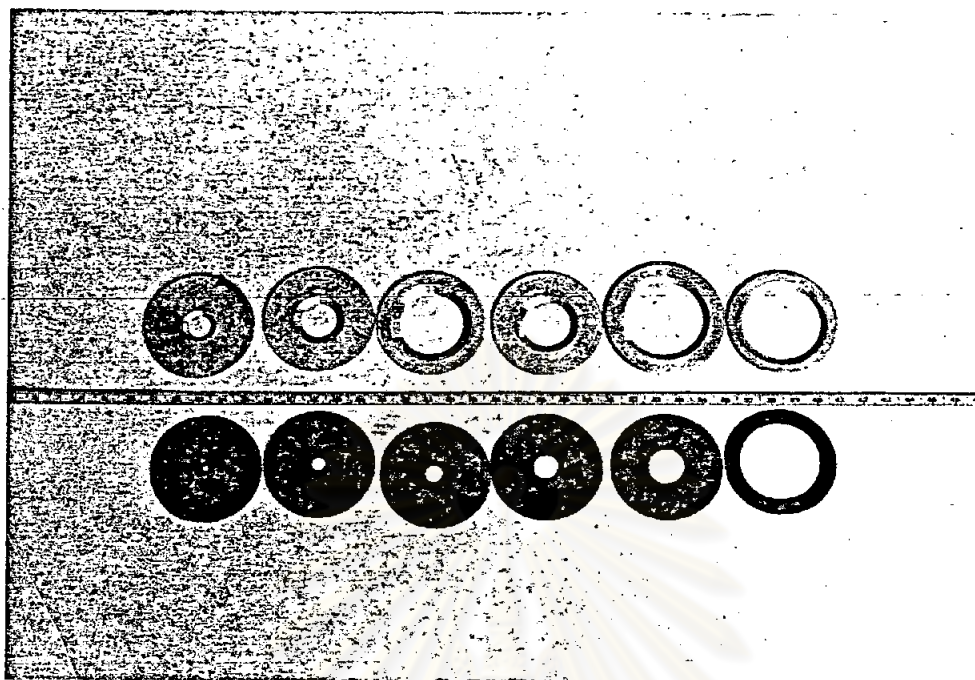
holder ที่ใช้เป็นโพลีโพรพิลีน (polypropylene) ทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2" สูง 1½" ลักษณะดังรูปที่ 3.11 สำหรับ masks จะเป็นแผ่นโลหะอะลูมิเนียมและทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 2" บริเวณส่วนกลางจะมีรูกลมขนาดต่าง ๆ ดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.10 ลักษณะต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทปรังสี



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะของ sample holder



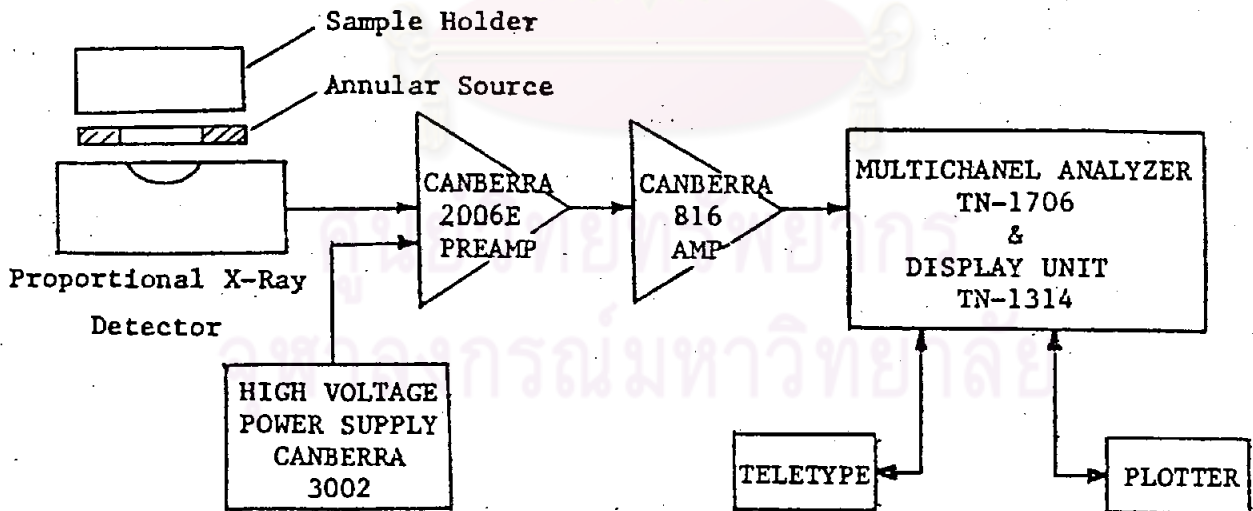
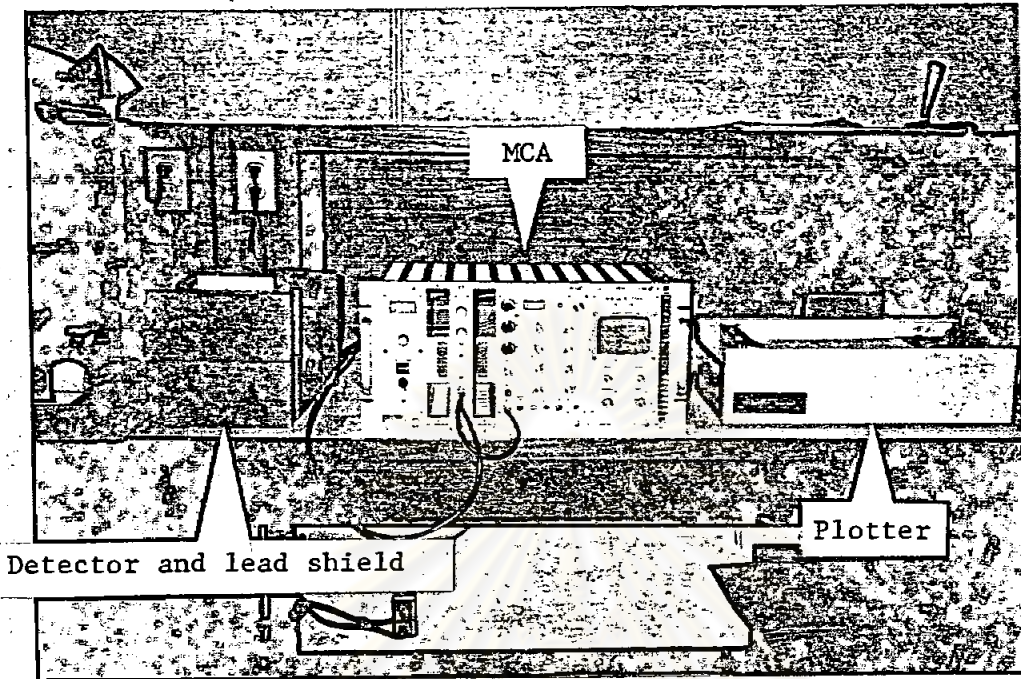
รูปที่ 3.12 แสดงลักษณะทั่วไปของ sample masks

ค. ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์รังสีเอกซ์

ส่วนของอุปกรณ์วิเคราะห์รังสีเอกซ์จะประกอบด้วยหัววัดรังสีเอกซ์ (x-ray detector) ภาคขยายส่วนหน้า (preamplifier) ภาคขยายหลัก (main amplifier) และ เครื่องวิเคราะห์สัญญาณ (analyzer) ซึ่งในงานวิจัยใช้อุปกรณ์ในการวิเคราะห์ 2 ชุด ดังนี้คือ

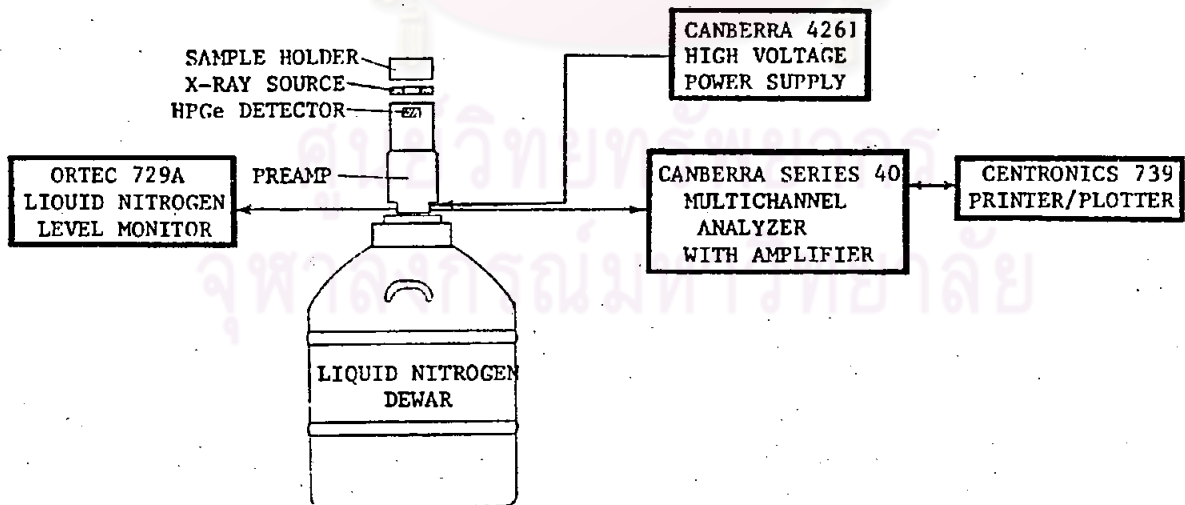
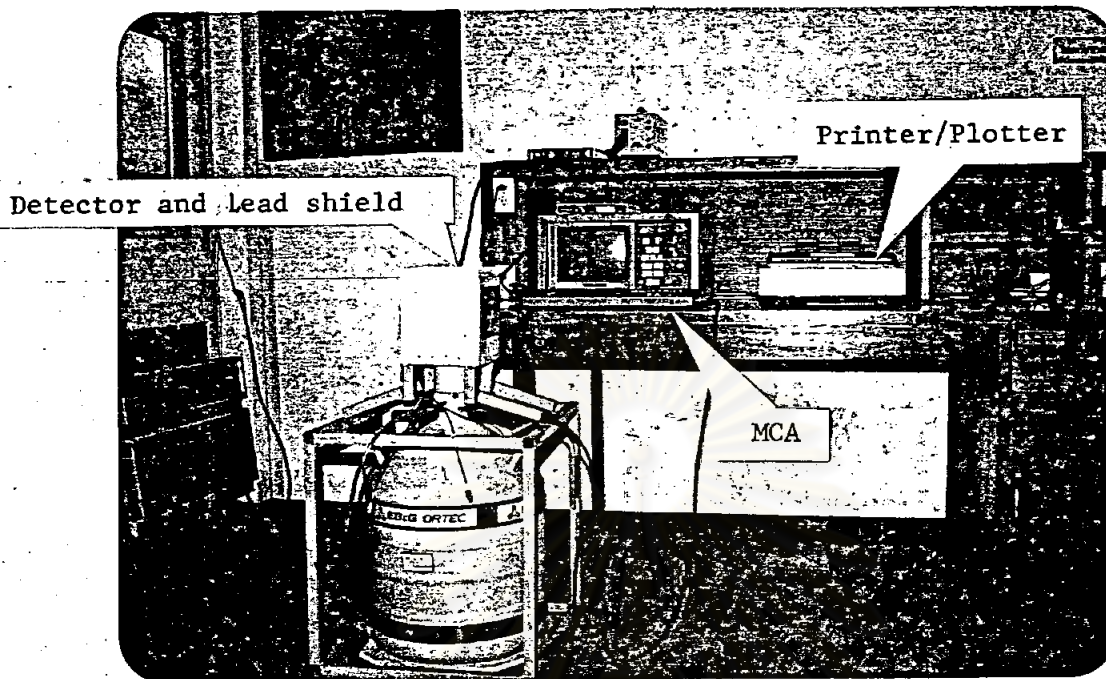
- เครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัดรังสีพรอพอชันนัล (proportional counter) ที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.13

- เครื่องวิเคราะห์ EDX แบบใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง (high purity germanium detector, HPGe) ที่ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.13 แผนภาพเครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัด

พรอพอชั่นนัล



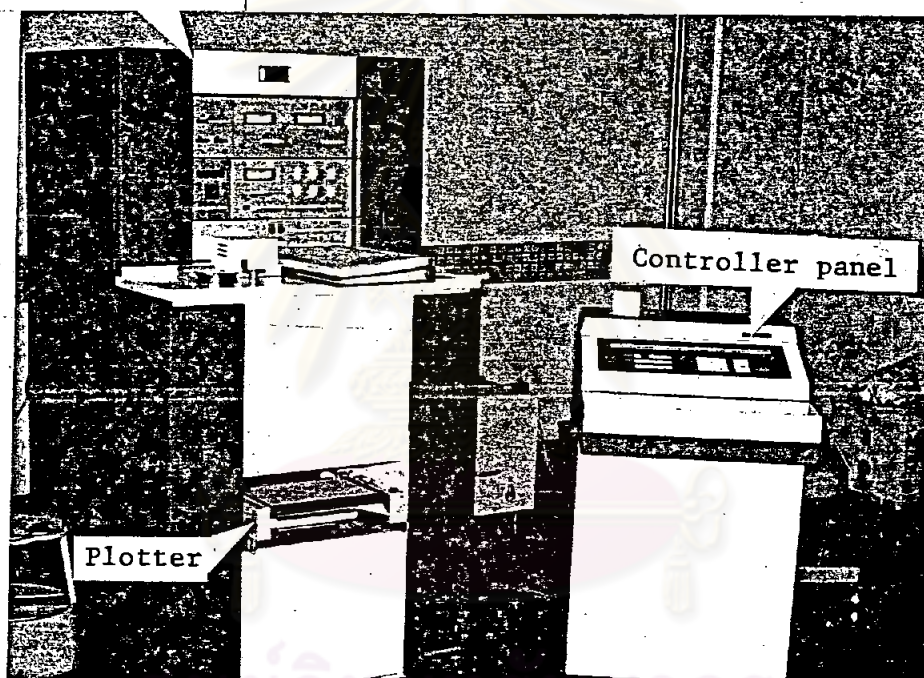
รูปที่ 3.14 แผนภาพ เครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัด HPGe



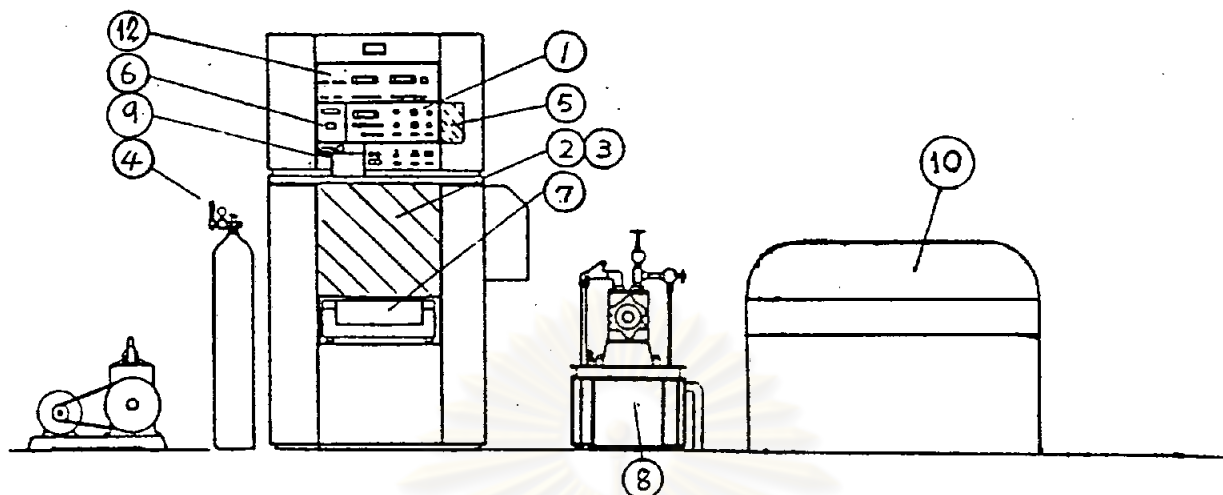
3.1.4.2 ระบบ WDX

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ของ JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วยค้ำยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.15, 3.16, 3.17 และ 3.18 โดยใช้ผลึก LiF (lithium fluoride)

Operating console

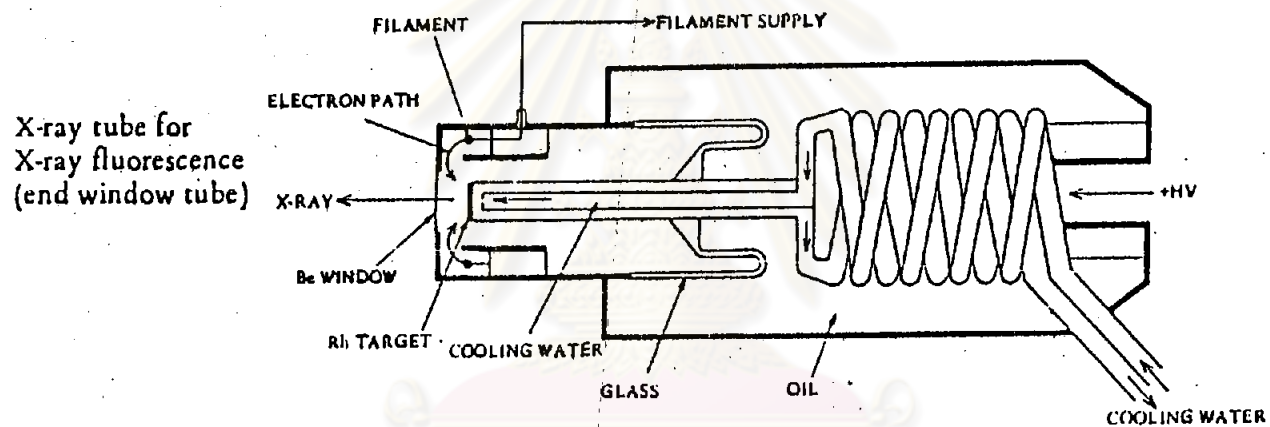


รูปที่ 3.15 เครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



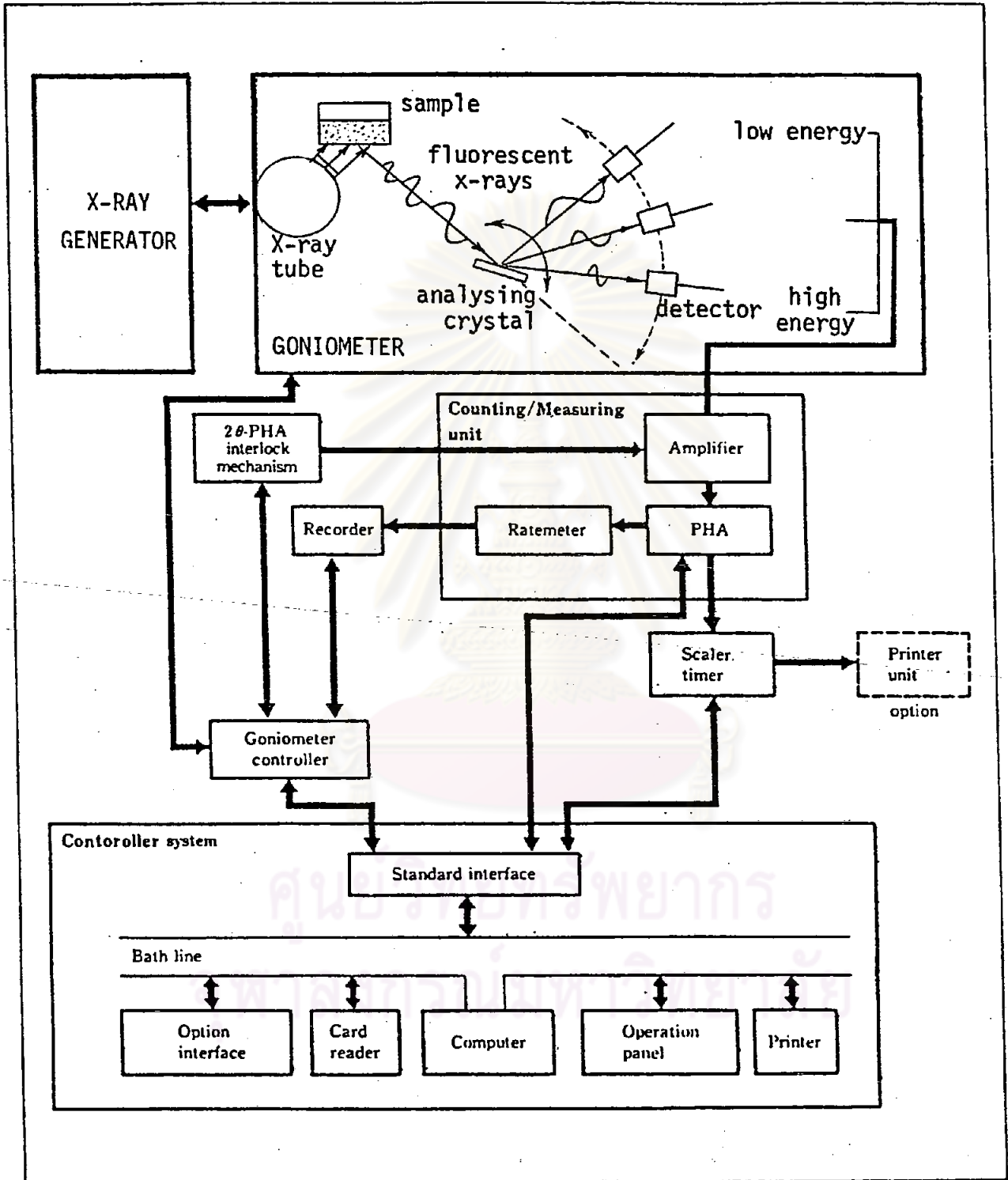
No.	Name	No.	Name
1.	Counting/Measuring Unit	7.	Recorder
2.	Scintillation counter	8.	Water supply Unit
3.	Proportional counter	9.	Angle indicator
4.	Gas kit	10.	Computer
5.	2θ-PHA interlock	11.	Vacuum pump
6.	Scaler/timer	12.	X-ray operation panel

รูปที่ 3.16 แสดงส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX - 60 PA



รูปที่ 3.17 หลอดคั่นกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างปลายซึ่งใช้เป็นตัวกำเนิดรังสีปฐมภูมิ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.18 แผนผังของเครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA

3.1.5 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน

ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน ทำการวิเคราะห์ที่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ใช้อุปกรณ์สำคัญดังนี้

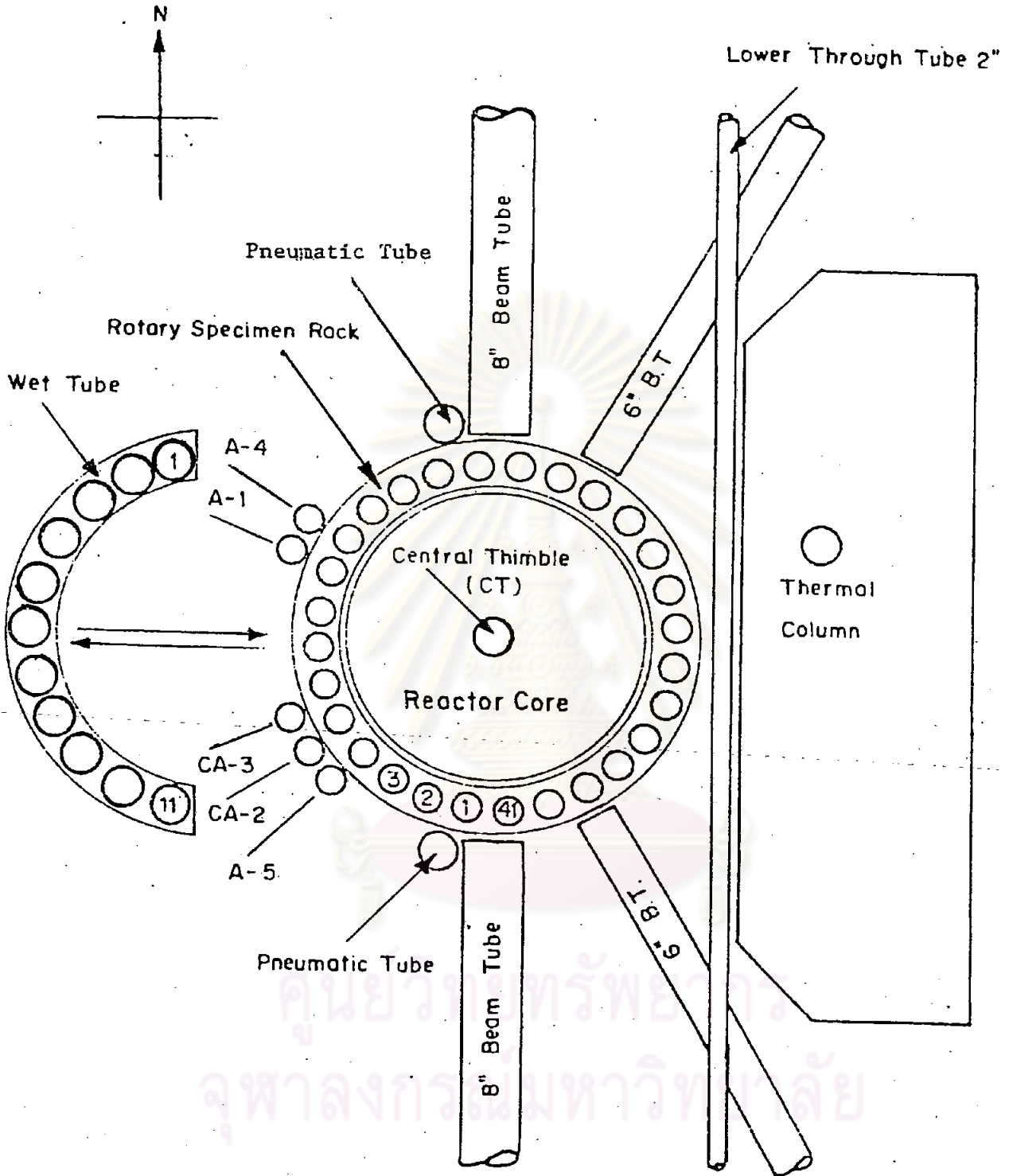
3.1.5.1 เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย รายละเอียดแสดงดังรูปที่ 3.19 และ 3.20

3.1.5.2 เครื่องวัดรังสีแกมมา ซึ่งประกอบด้วย หัววัดรังสีแกมมาแบบกึ่งตัวนำ (semiconductor detector) ชนิด germanium lithium detector [Ge(Li)], high voltage power supply ของ ORTEC model 459, amplifier ของ ORTEC model 472 MCA ของ CANBERRA model 8100/C, printer และ plotter ซึ่งจัดต่ออุปกรณ์ ดังรูปที่ 3.21

3.1.6 อุปกรณ์วิเคราะห์โดยวิธีอินดักทีฟพลาสมา (inductive coupled plasma emission spectrometry)

ในงานวิจัยใช้เครื่อง ICPS-50 Shimadzu ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังรูปที่ 3.22 3.23 และ 3.24

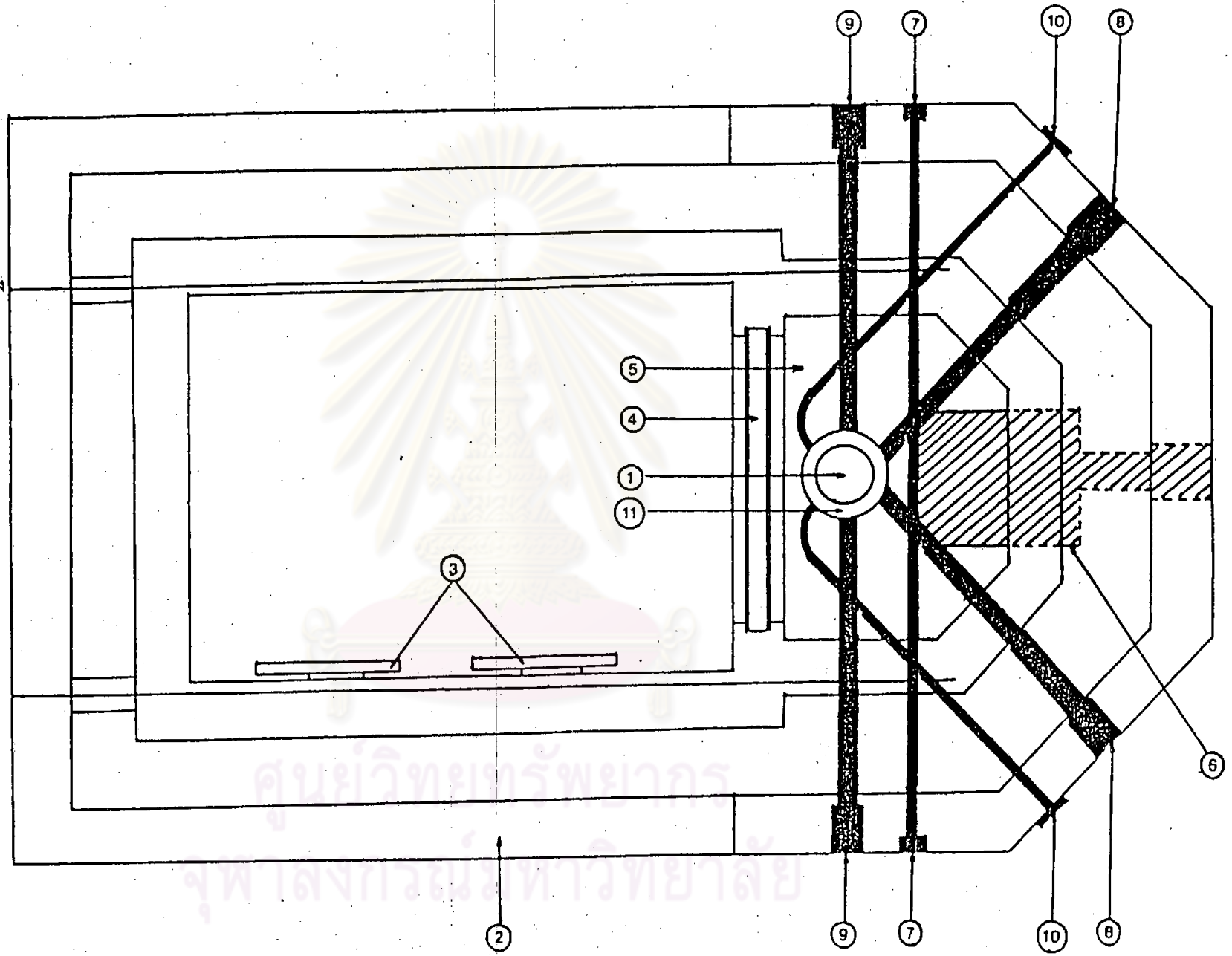
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.19 ภาพหนังสือของตำแหน่งท่ออานิวตรอนต่าง ๆ ของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู
 วิจัย 1/1 เมื่อนกนเครื่องปฏิกรณ์อยู่ที่ตำแหน่งเทอร์มัลคอดัมน์

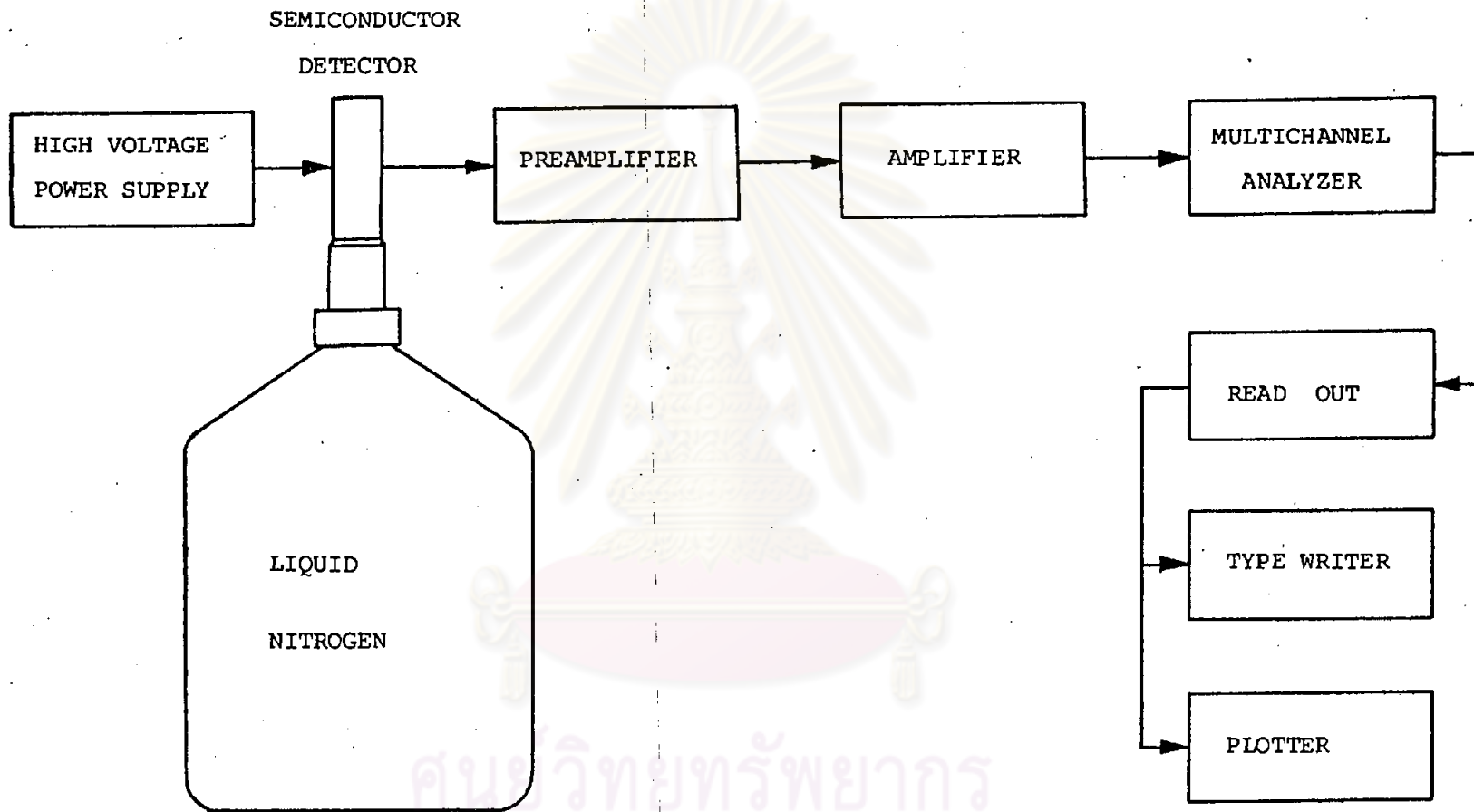
11684091

- 1. แกนเชื้อเพลิง
- 2. คอนกรีตหนัก
- 3. ชั้นสำหรับพักแท่งเชื้อเพลิง
- 4. ประตูไว้
- 5. บ่อเครื่องปฏิกรณ์
- 6. Thermal Column
- 7. Beam Tube 2"
- 8. Beam Tube 6"
- 9. Beam Tube 8"
- 10. Pneumatic Tube
- 11. Lazy Susan

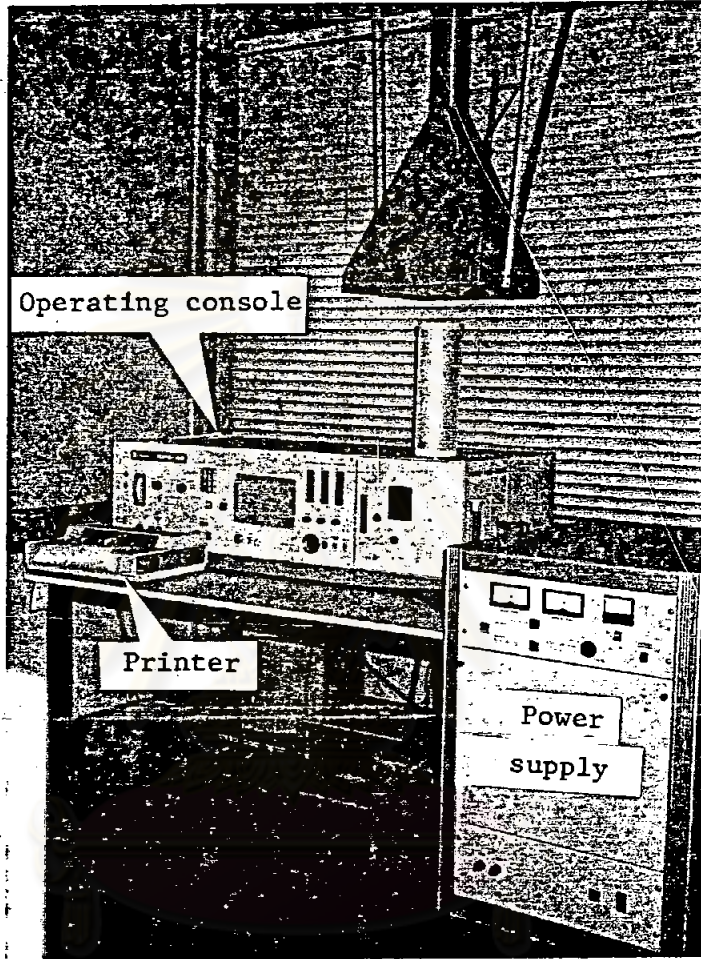


ศูนย์วิทยุทางการแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

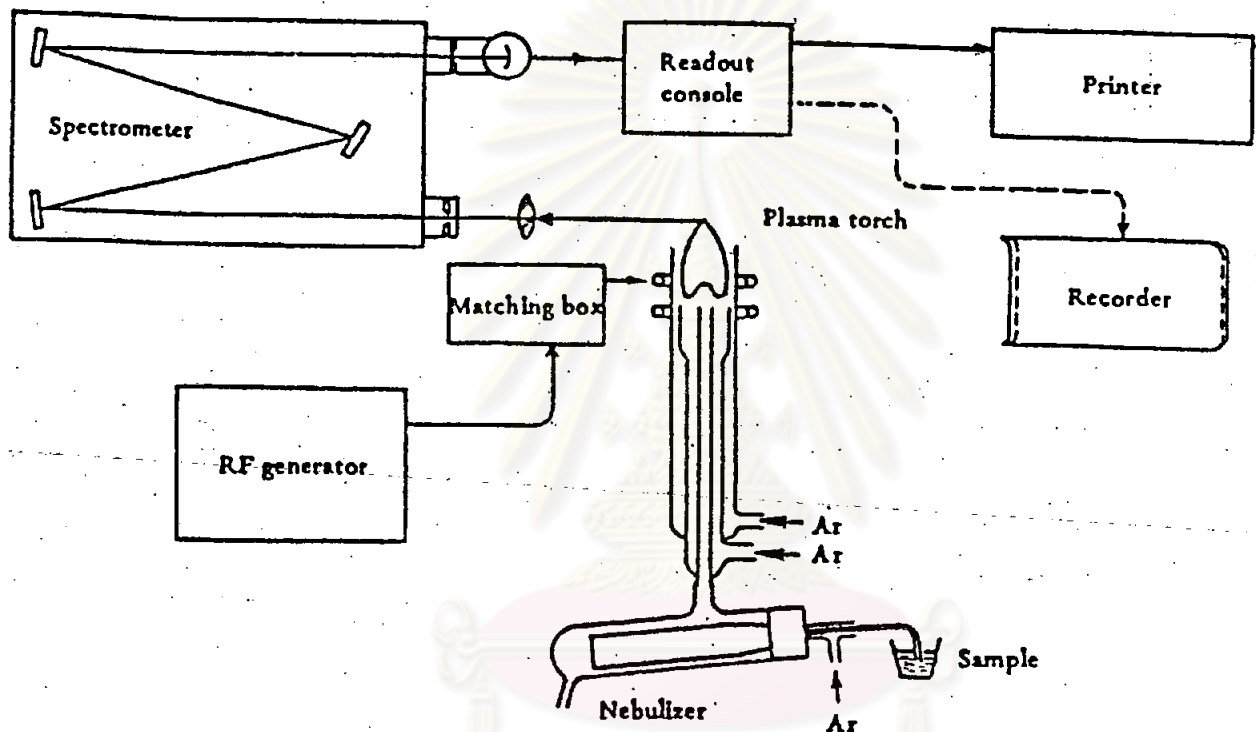
รูปที่ 3.20 แผนผังของ เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย-1/ปรับปรุงครั้งที่ 1



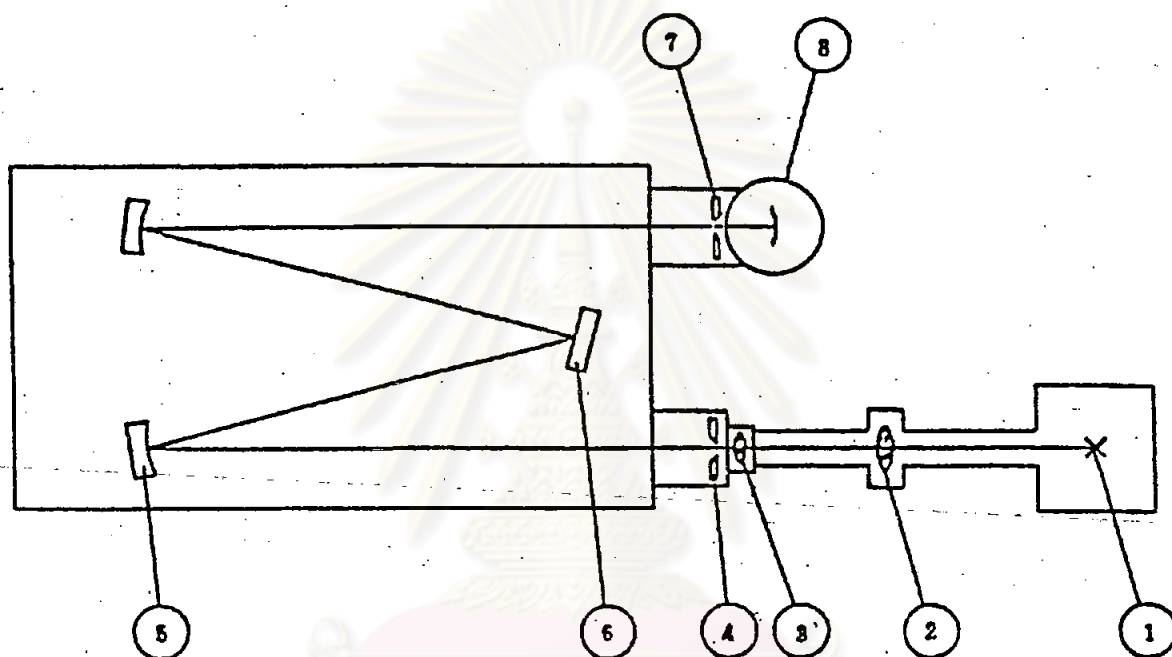
รูปที่ 3.21 แผนภาพระบบการวัดรังสีโดยใช้หัววัดรังสี Ge(Li)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
รูปที่ 3.22 เครื่อง ICPS-50
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
รูปที่ 3.23 diagram แสดง ICP discharge spectrometer



- | | | | |
|---|----------------|---|-----------------|
| ① | Light source | ② | Condenser lens |
| ③ | Coverage lens | ④ | Entrance slit |
| ⑤ | Concave mirror | ⑥ | Grating |
| ⑦ | Exit slit | ⑧ | Photomultimeter |

รูปที่ 3.24 แสดง optical system

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

ในการวิเคราะห์โมลิบดีนัมในโลหะผสมหลักนี้แบ่งวิเคราะห์เป็น 3 ขั้นตอนใหญ่ ๆ คือ

- วิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมในโลหะผสมหลัก เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน
- สร้างกราฟมาตรฐาน
- หาเวลาและความคลาดเคลื่อนที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัม

3.2.1 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมในโลหะผสมหลัก

ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัม 3 แบบ ดังนี้คือ

3.2.1.1 วิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

การวิเคราะห์โดยการเรืองรังสีเอกซ์นี้ได้ทำการวิเคราะห์ 2 แบบ

คือ แบบ EDX และ WDX ซึ่งดำเนินการดังนี้

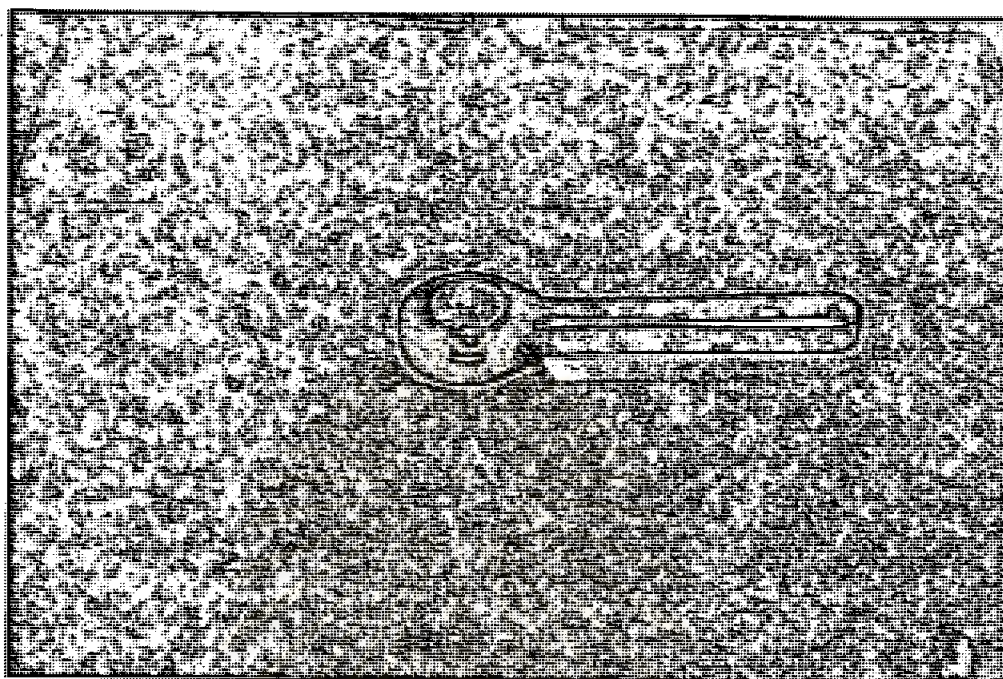
3.2.1.1.1 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ก. นำตัวอย่างโมลิบดีนัมซึ่งอยู่ในลักษณะเป็นก้อน 11 ตัวอย่าง ซึ่งมีทั้งเหล็กและอะลูมิเนียมเป็นส่วนประกอบ บดให้ได้น้ำหนัก -150 mesh โดยใช้เครื่องบดชนิดแท่งทรงกระบอก และเครื่องบดชนิดลูกกลม

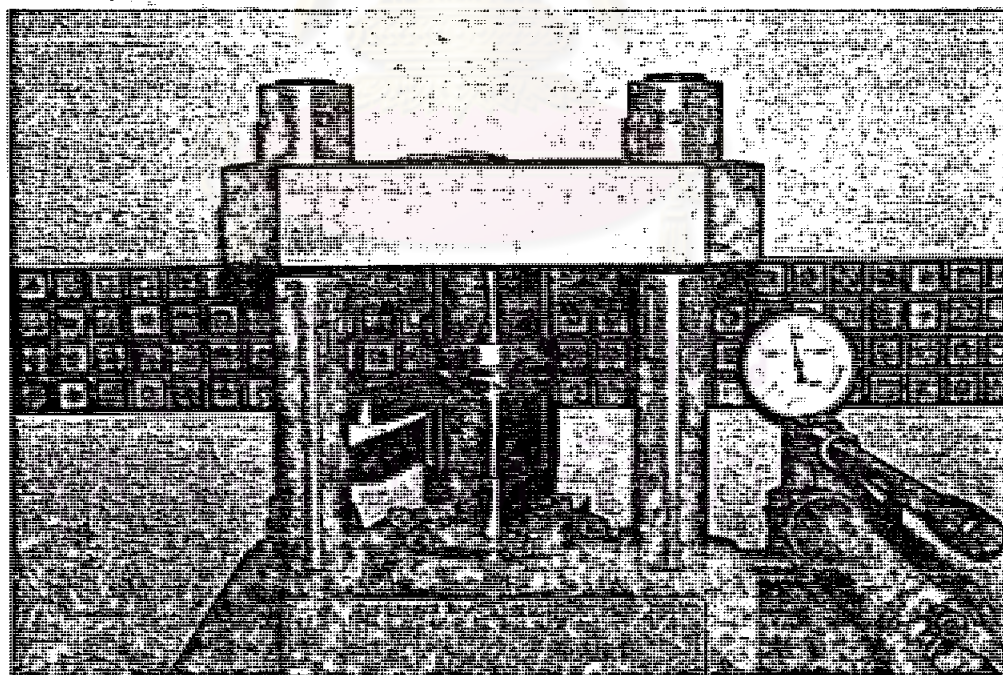
ข. ชั่งสารตัวอย่างหนัก 0.20000 กรัม เติมสารมาตรฐานโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ (MoO_3) ในช่วง 0.05-0.02 กรัม และเติมตัวประสาน (ในงานวิจัยนี้ใช้กรดบอริก H_3BO_3) จนน้ำหนักรวมเป็น 4 กรัม ทำเช่นเดียวกับตัวอย่างละ 5 ครั้ง ทั้งหมด 11 ตัวอย่าง

ค. ผสมตัวอย่างที่ชั่งเสร็จเรียบร้อยแล้วทั้งหมดในข้อ ข. ด้วยเครื่องผสมตัวอย่าง (อุปกรณ์หัวข้อ 3.1.1.2) เป็นเวลาตัวอย่างละ 10 นาที

ง. อัดสารตัวอย่างที่ได้จากการผสมให้เป็นแผ่นที่มีความหนาแน่นเท่ากัน ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกและคายน (อุปกรณ์หัวข้อ 3.1.1.3) โดยนำสารตัวอย่างใส่ลงในวงแหวนอะลูมิเนียม ซึ่งวางอยู่บนคายนดังรูป 3.25 จากนั้นปาดให้ผิวหน้าสารตัวอย่างเรียบเท่าวงแหวนอะลูมิเนียม นำคายนบนบิตทับให้สารตัวอย่างอยู่ระหว่างกลาง นำเข้าเครื่องอัดเพื่อให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกดังรูปที่ 3.26 อัดด้วยแรงขนาด 400 กิโลกรัม ตั้งไว้นาน 1 นาที อัดแผ่นละ 2 ครั้ง โดยสลับข้างล่างขึ้นข้างบน



รูปที่ 3.25 แสดงลักษณะการวางสารตัวอย่าง เพื่อเตรียม เข้าเครื่องอัด

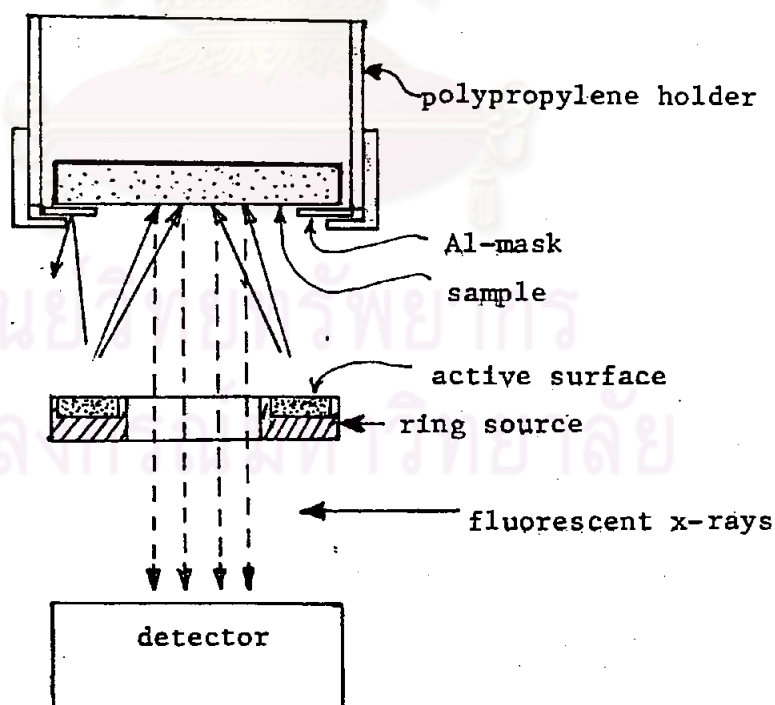


รูปที่ 3.26 แสดงลักษณะของการจัดอุปกรณ์อัดสารตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์
ด้วยเทคนิคการ เรืองรังสีเอกซ์

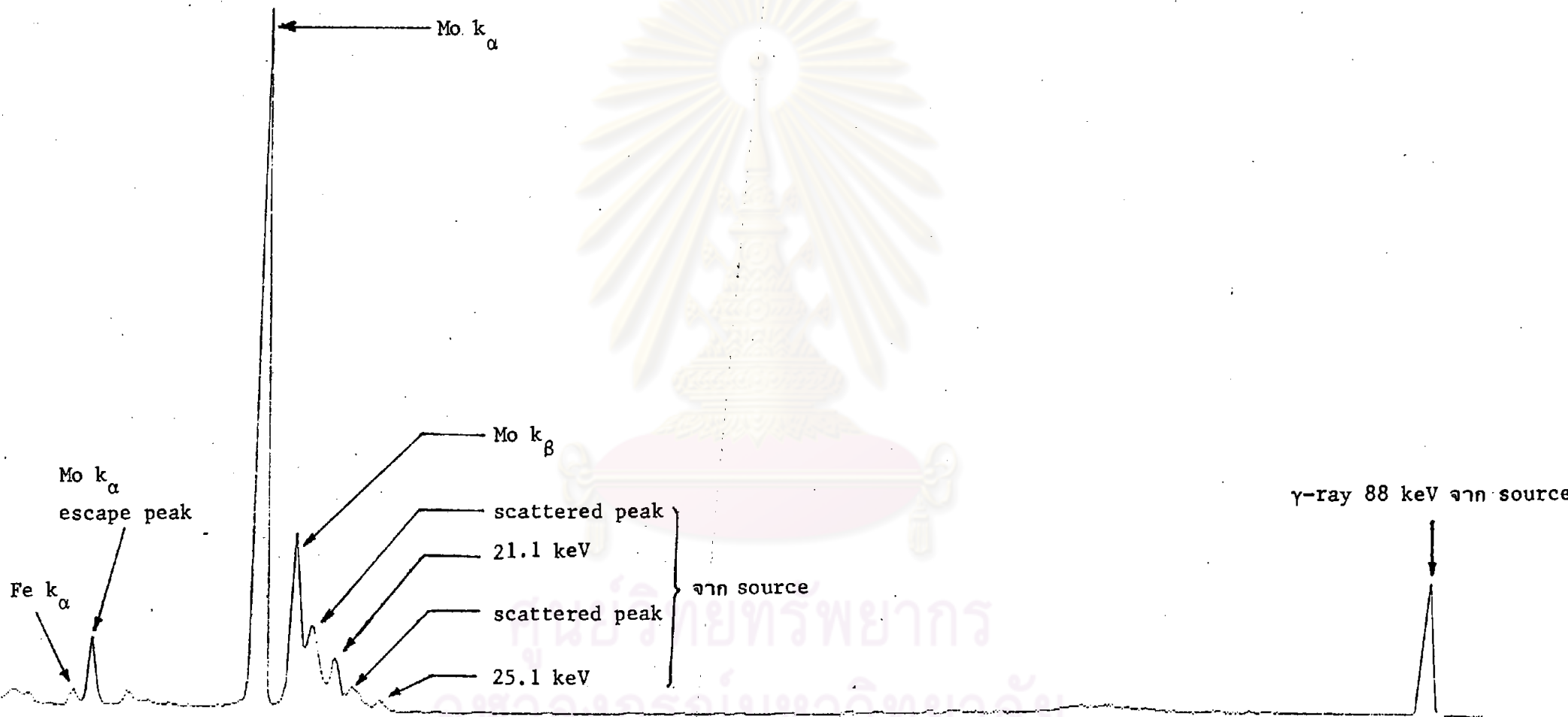
3.2.1.1.2. ขั้นตอนการวิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมในโลหะผสมเหล็กโดยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

ในขั้นตอนการวิเคราะห์ปริมาณนี้ได้แบ่งการวิเคราะห์เป็น 2 แบบ คือ

ก. วิธีวิเคราะห์โมลิบดีนัมด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX นำตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอนเตรียมมาเรียบร้อยแล้วทั้ง 11 ตัวอย่าง (ตัวอย่างละ 5 แผ่น รวม 55 แผ่น) วัดรังสีเอกซ์เรืองของธาตุโมลิบดีนัมโดยใช้หัววัดรังสีชนิดกึ่งตัวนำ HPGe เครื่องมือวิเคราะห์และการจัดอุปกรณ์แสดงไว้ในหัวข้อ 3.1.4.1 และรูปที่ 3.14 ต้นกำเนิดรังสี Cd-109 ชนิดวงแหวน Al-mask ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 35 มิลลิเมตร สารตัวอย่าง ต้นกำเนิดรังสี และหัววัดจัดอยู่ในแนวแกนเดียวกันดังรูปที่ 3.27



รูปที่ 3.27 การจัดระบบวิเคราะห์แบบโคแอกเซียล



รูปที่ 3.28 แสดงสเปกตรัม (spectrum) จากการวิเคราะห์โมลิบดีนัมในโลหะผสมเหล็กด้วย เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ เรืองระบบ EDX

วัดปริมาณความเข้มรังสีเอกซ์เรียงของโมลิบดีนัมที่ได้จากตัวอย่าง โดยวัดจาก K-series ตำแหน่ง K_{α_1} , K_{α_2} พลังงาน 17.478 และ 17.973 keV ตามลำดับ ใช้เวลานับรังสี 1000 วินาที หาพื้นที่ใต้พีคจากตำแหน่งพลังงาน 16.7 ถึง 18.3 keV ดังสเปกตรัมรูปที่ 3.28 นำค่าความเข้มชั้นรังสีเอกซ์ที่วัดได้คำนวณหาค่าปริมาณโมลิบดีนัมโดยวิธีอัตราส่วนความชัน

ข. วิธีวิเคราะห์โมลิบดีนัมด้วยเทคนิคการเรียงรังสีเอกซ์ระบบ WDX

นำตัวอย่างซึ่งผ่านขั้นเตรียมเรียบร้อยแล้ววิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมด้วยเครื่อง JEOL model JSX-60 PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (อุปกรณ์หัวข้อ 3.1.4.2) โดยตั้งค่าความต่างศักย์และกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 22 kV และ 7.5 mA นับความเข้มรังสีเอกซ์ที่ K-series ความยาวคลื่น 0.709 Å และคำนวณปริมาณโมลิบดีนัมโดยอัตราส่วนความชันเช่นเดียวกับข้อ ก.

3.2.1.2 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัมโดยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน

วิธีดำเนินการวิเคราะห์แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ดังนี้คือ

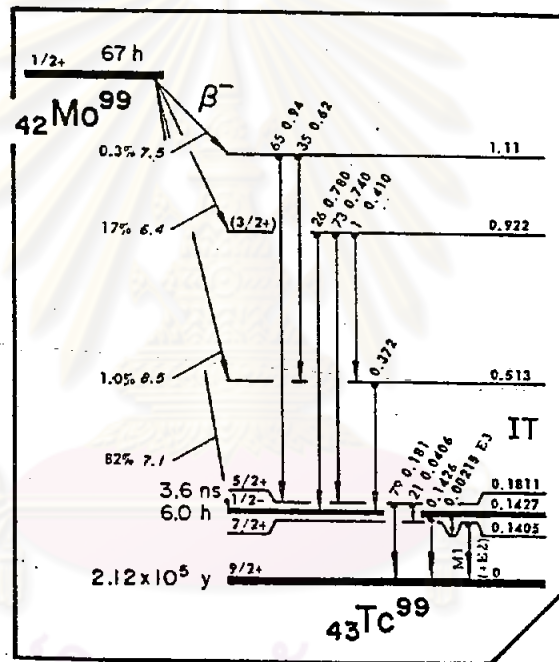
3.2.1.2.1 ขั้นเตรียมตัวอย่าง

ในขั้นการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โมลิบดีนัมด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน ดำเนินการดังนี้

- นำสารตัวอย่างโลหะผสมหลักโมลิบดีนัมให้ละเอียดขนาด -150 mesh
- ชั่งสารตัวอย่างหนัก 0.05 กรัม (น้ำหนักแน่นอน) บรรจุใน vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร seal ปิด
- ชั่งสารมาตรฐาน MoO_3 หนัก 0.05 กรัม (น้ำหนักแน่นอน) บรรจุใน vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ seal ปิด
- หุ้มสารตัวอย่างและสารมาตรฐานด้วยแผ่นแคดเมียม

3.2.1.2.2 วิธีวิเคราะห์โพลีคัมด้วยนิวตรอนแอคติเวชัน

นำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานเข้าอบรังสี epithermal neutron ในท่อลม ($\phi = 3.41 \times 10^{11}$ n/cm²-sec) ของเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์เป็นเวลา 30 นาที ที่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ จากนั้นนำตัวอย่างที่อบรังสีแล้ว วัดความแรงรังสีแกมมาของ Mo⁹⁹ ที่พลังงาน 0.740 MeV ด้วยหัววัด Ge(Li) ดังรูป 3.21 หัวข้อ 3.1.5.2



รูปที่ 3.29 แสดงรายละเอียดของการสลายตัวของ Mo⁹⁹

3.2.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณโพลีคัมด้วยเครื่องอินดักทีฟ คัพเพิลด์ พลาสมา (ICPS)

3.2.1.3.1 วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์เครื่อง ICPS

ก. ชั่งสารตัวอย่างซึ่งผ่านการบดแล้ว ตัวอย่างละ 1 กรัม ละลายในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 40% กับกรดไนตริกเข้มข้น ในอัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร จำนวน 20 มิลลิลิตร คนให้ละลาย

- ข. เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงในสารละลายในข้อ ก. คนให้เข้ากัน
- ค. นำสารละลายที่ได้ในข้อ ข. ค้มให้เดือดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- ง. เติมน้ำกลั่นลงในสารละลายในข้อ ค. จนได้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร บรรจุภาชนะเพื่อวิเคราะห์ต่อไป

3.2.1.3.2 วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICPS

นำสารละลายของตัวอย่างที่ได้จากขั้นเตรียมแล้ว (หัวข้อ

3.2.1.3.1) วิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICPS-50 โดยวิธีสร้างกราฟเปรียบเทียบ ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัย- วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (อุปกรณ์หัวข้อ 3.1.6) โดยตั้งปรับเครื่องดังนี้

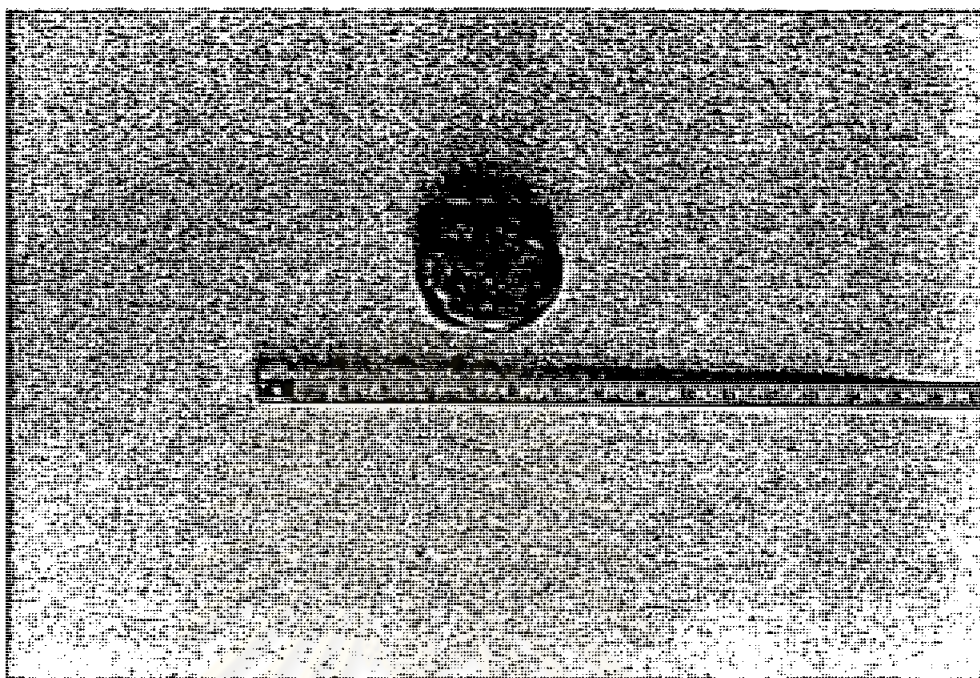
frequency	27.120	MHz
radio frequency power	1.2	kW
reflected power	25	W
coolant gas flow rate (Ar)	14	l/min
plasma gas flow rate (Ar)	1	l/min
aerosol carrier gas flow rate (Ar)	1	l/min
observation height coil	15	mm
integrate time	10	sec
λ	2020.3	A

3.2.2 วิธีสร้างกราฟมาตรฐาน

ในการสร้างกราฟมาตรฐานดำเนินการดังนี้ คือ

ก. นำชิ้นตัวอย่างโลหะผสมหลักโมลิบดีนัมซึ่งทราบปริมาณแล้วจากการวิเคราะห์หัวข้อ 3.2.1 มาทำการขัดผิวหน้าให้เรียบได้ระนาบและมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.18

ข. นำชิ้นตัวอย่างทั้งหมดซึ่งผ่านการขัดผิวหน้าแล้วจากข้อ ก. มาวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรอองระบบ EDX โดยใช้ Cd^{109} เป็นตัวกระตุ้น และใช้ตัววัด HPGe อุปกรณ์หัวข้อ 3.1.4 รูปที่ 3.14 โดยใช้ mask ชนิดอะลูมิเนียมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 16 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.30 แสดงลักษณะชิ้นตัวอย่างโลหะผสมหลักโมลิบดีนัมซึ่งใช้สร้างกราฟมาตรฐาน

วัดความเข้มรังสีเอกซ์เรียงจาก K-series ตำแหน่ง K_{α_1} , K_{α_2} ใช้เวลานับรังสี 1000 วินาที หาพื้นที่ใต้พีคจากตำแหน่งพลังงาน 16.7 ถึง 18.3 keV

ค. นำผลที่ได้จากข้อ ข. เขียนกราฟมาตรฐาน แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ซึ่งวัดโดยหัววัด HPGe กับปริมาณโมลิบดีนัมที่มีในชิ้นตัวอย่าง

ง. นำตัวอย่างทั้งหมดที่ผ่านการวิเคราะห์แล้วจากข้อ ข. นำมาวิเคราะห์เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานใหม่โดยหัววัดพรอพอชันนัล อุปกรณ์หัวข้อ 3.14 รูปที่ 3.13 โดยวัดความเข้มรังสีเอกซ์เรียงและดำเนินการเช่นเดียวกับข้อ ข. และ ค.

3.2.3 การหาเวลาและความคลาดเคลื่อนที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณโมลิบดีนัม

ก. นำตัวอย่างโลหะผสมหลักโมลิบดีนัม ซึ่งทราบปริมาณโมลิบดีนัมแล้ว มาทำการขีดผิว เช่นเดียวกับข้อ 3.2.2 ก.

ข. นำชิ้นตัวอย่างซึ่งผ่านการขัดผิวหน้าแล้วหาเวลาโดยเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรือง ระบบ EDX หัววัดทรอปอซันนัล อุปกรณ์หัวข้อ 3.14 รูปที่ 3.13 โดยใช้ Cd^{109} เป็นต้นกำเนิดรังสี วัดรังสีเอกซ์เรืองที่ได้จาก K-series ตำแหน่ง K_{α_1} , K_{α_2} หาพื้นที่ใต้พีคตามวิธีของโคเวลล์ (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ก. หัวข้อ 6.7) ในช่วงพลังงาน 16.7 ถึง 18.3 keV โดยใช้ช่วงเวลาในการวิเคราะห์ต่าง ๆ กันระหว่าง 5 ถึง 1000 วินาที ซึ่งในช่วงเวลาสั้น ๆ คือ 5 ถึง 90 วินาที จะจัดช่วงเวลาละ 20 ครั้ง ช่วง 120 ถึง 1000 วินาทีใช้ช่วงเวลาละ 10 ครั้ง

ค. นำผลที่วัดได้ในข้อ ข. เขียนกราฟระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองที่วัดได้ในรูปของปริมาณโมลิตันัมกับเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย