บทที่ 4

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1 อุปกรณ์และเคมีภัณฑ์ที่ใช้ในการวิจัย

4.1.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

เตาอบ (Oven) รูป 4.1 อุณหภูมิสูงสุด 220°C, Memmert, Model U15

เตาเผา(Muffle furnace) รูป 4.2 อุณหภูมิสูงสุด 1200°C, Thermolyne (F-6021)

เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical balance) 5 ตำแหน่ง, Mettler, H 54 A.R.

4.1.2 การวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม

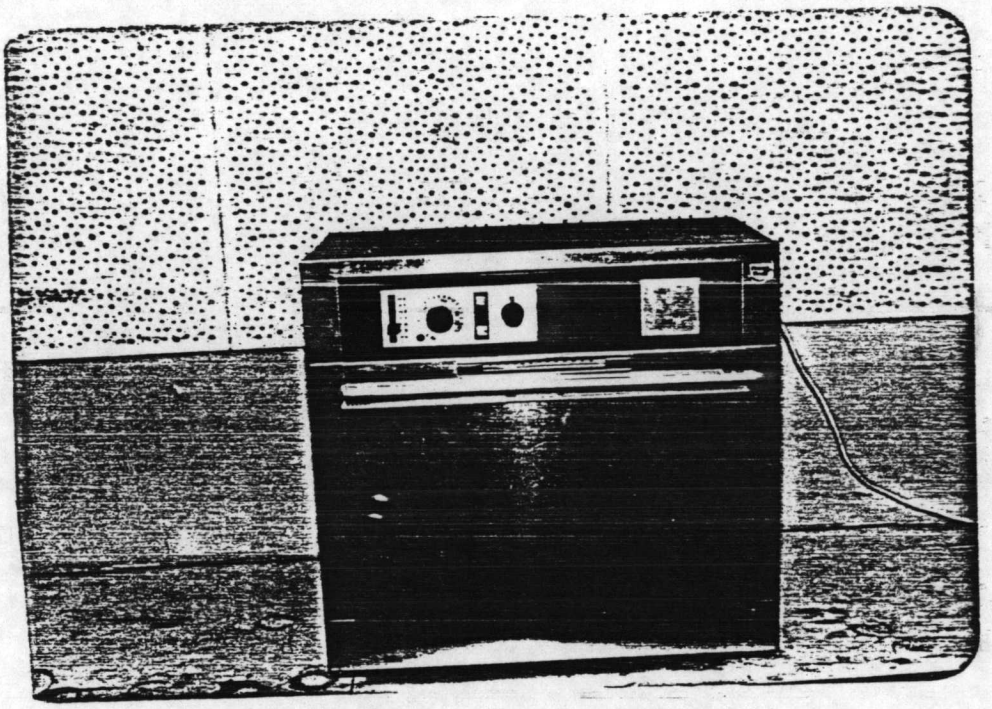
4.1.2 ก. เครื่องมือในการทดลอง

Double beam atomic absorption spectrophotometer with recorder (Varian Techtron Type AA-5) รูป 4.3

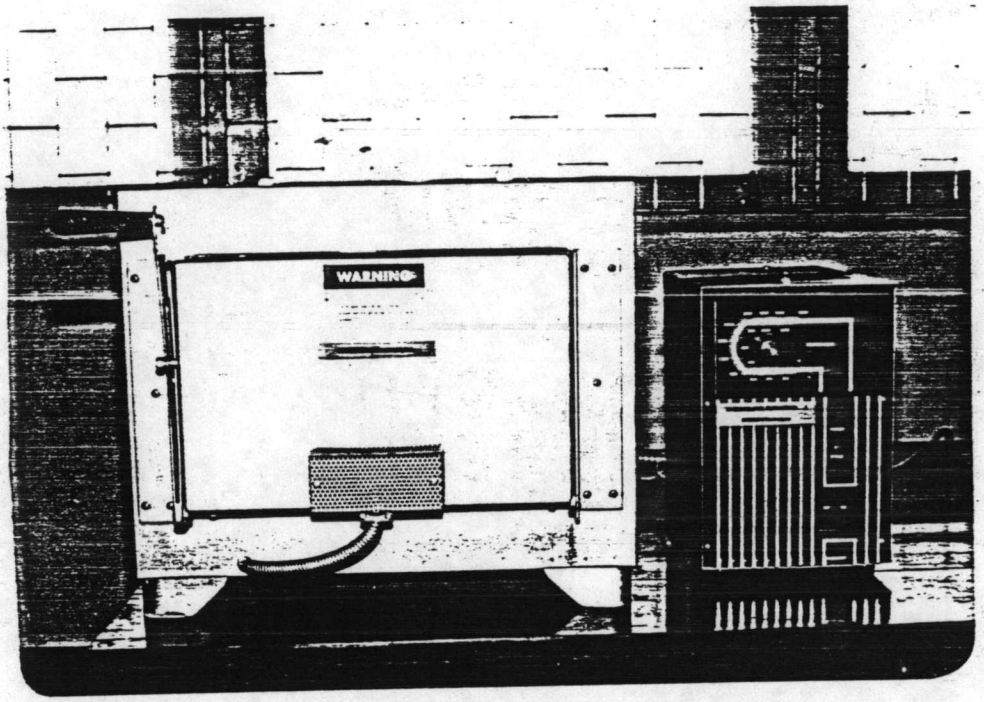
Acetylene and filtered compressed air(ผลิตจากกรมวิทยาศาสตร์ทหารบก)

เตาไฟฟ้า (hot plate)

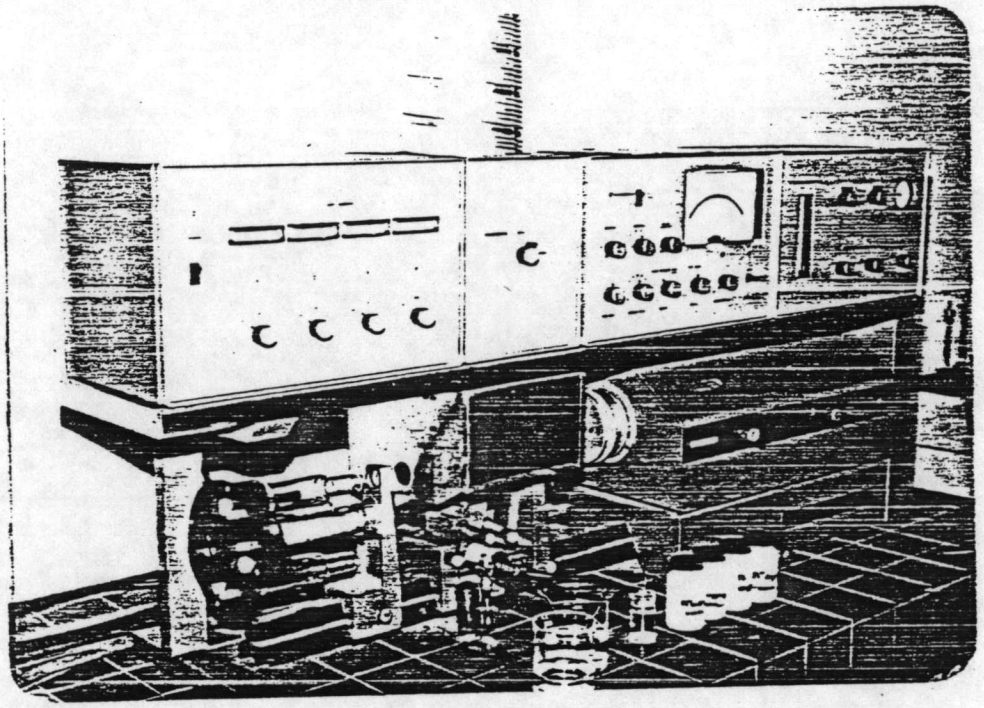
กระดาษกรองหมายเลข 42 (Whatmann)



รูป 4.1 เตาอบ (Oven) (อุณหภูมิสูงสุด 220°C)



รูป 4.2 เตาเผา (muffle furnace) อุณหภูมิ 1200°C (Thermolyne (F-6020)



รูป 4.3 Double Beam Atomic Absorption Spectrophotometer

(Varian Techtron Type AA-5)

4.1.2 ข. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายแคลเซียมมาตรฐาน เตรียมจากสารละลายแคลเซียม ชนิด Atomic absorption grade (ของ BDH)

สารละลายแลนทานัมออกไซด์ เตรียมจาก แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3) (ของบริษัท E.Merck)

Triple distilled water (ผลิตจากองค์การเภสัชกรรม)

กรดไฮโดรคลอริค (บริษัท Riedel-De Main Ag Seelze-Hannover)

4.1.3 ก. เครื่องมือในการทดลอง

Liquid Scintillation Counter LSC-2 (EMI Nuclear Enterprises LTD) รูป 4.4

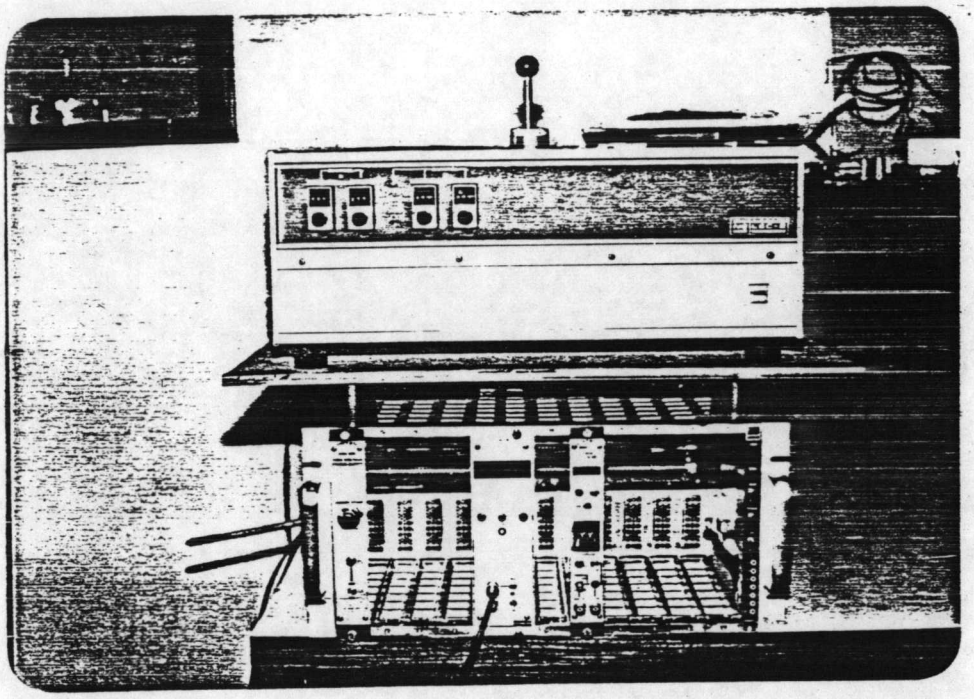
เตาไฟฟ้า (Hot plate)

เบ้านิกเกิ้ลพร้อมฝา (Nickel crucible with lid) ขนาด 75 ลบ.ซม.

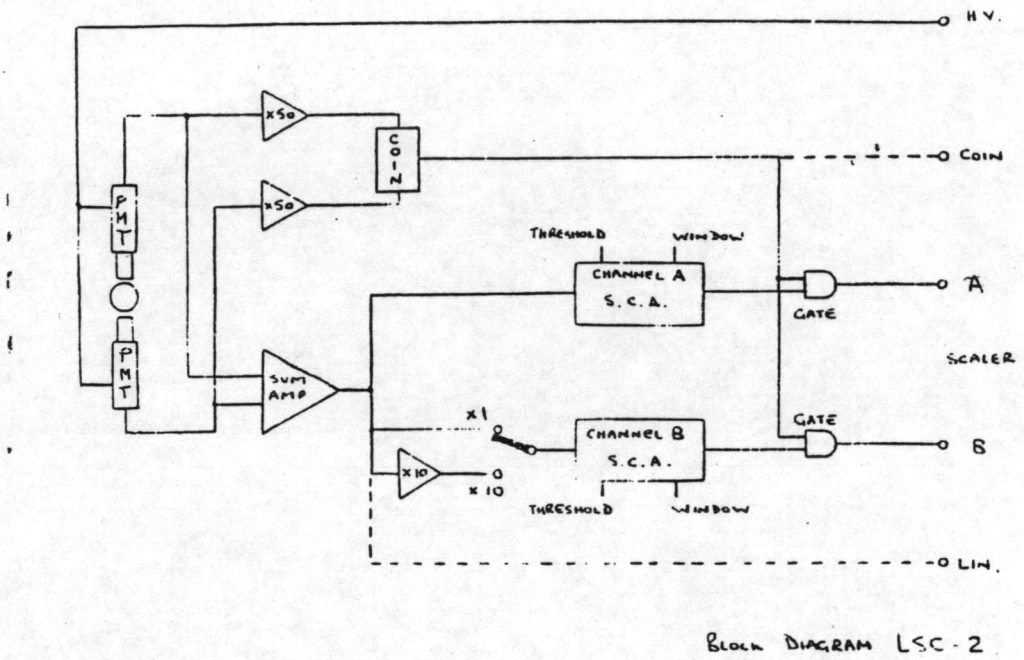
เตาเผา (Muffle furnace) รูป 4.2 อุณหภูมิห้อง-1200°C, Thermolyne (F-6021)

กระดาษกรองหมายเลข 42 (Whatmann)

เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge)

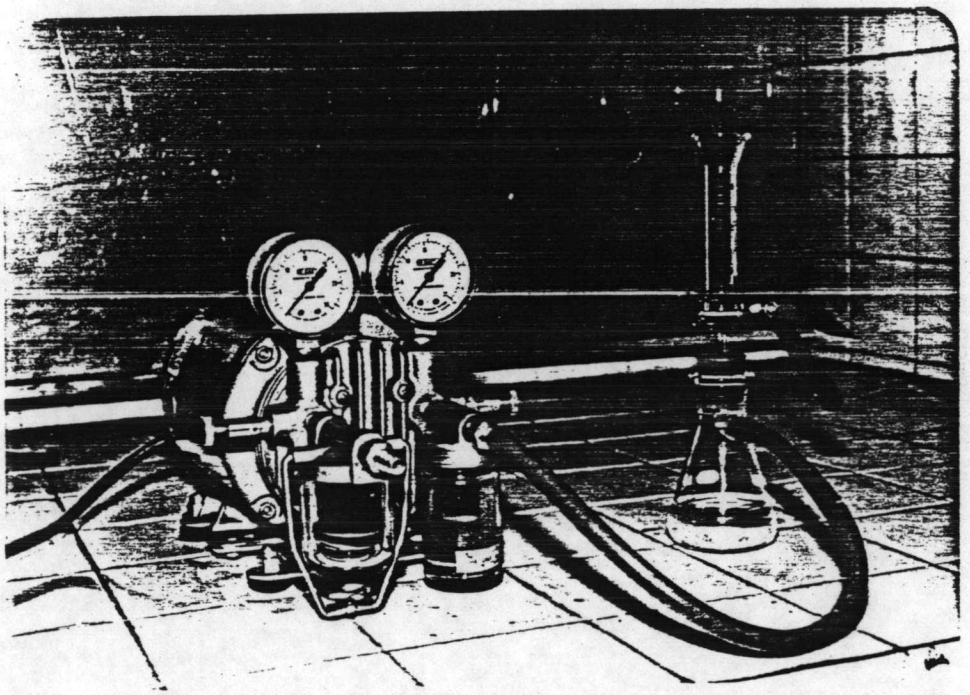


รูป 4.4 Liquid Scintillation Counter LSC-2 (EMI Nuclear Enterprises LTD)



Block Diagram LSC-2

รูป 4.5 Block Diagram ของเครื่องนับรังสี LSC-2 แสดงให้เห็นถึง coincidence circuit และ summation circuit



รูป 4.6 Millipore filter พร้อม Vacuum pump บริษัท Millipore Corporation และบริษัท General Electric ตามลำดับ

เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical Balance) 5 ตำแหน่ง, Mettler, H54 A.R.

เตาอบ (Oven) รูป 4.1 อุณหภูมิสูงสุด 22°C, Memmert, Model U15

Millipore filter พร้อม Vacuum pump รูป 4.5 บริษัท Millipore Corporation และบริษัท General Electric ตามลำดับ

หลอดไฟอินฟราเรด (Infrared lamp)

4.1.3 ข. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองทั้งหมดเป็นชนิด AR Grade ยกเว้นที่ระบุไว้

สตรอนเตียมแคริเออร์ (Sr-carrier) ซึ่งมีความเข้มข้นของสตรอนเตียม 30 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซ็นติเมตร เตรียมโดยละลายสตรอนเตียมไนเตรต $Sr(NO_3)_2$ 7.24505 กรัมด้วยน้ำจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม.

อิตเตรียมแคริเออร์ (Y-carrier) ซึ่งมีความเข้มข้นของอิตเตรียม 5 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซ็นติเมตร เตรียมโดยละลายอิตเตรียมไนเตรทเฮกซาไฮเดรท $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 2.15 กรัมด้วยน้ำจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม.

แบเรียมแคริเออร์ (Ba-carrier) ซึ่งมีความเข้มข้นของแบเรียม 10 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซ็นติเมตร เตรียมโดยละลายแบเรียมไนเตรท $Ba(NO_3)_2$ บริษัท May & Baker 1.90 กรัมด้วยน้ำจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม.

ฟิวส์ชันมิคซ์เจอร์ (fusion mixture) ประกอบด้วยโซเตียมไฮดรอกไซด์ (Na OH, BDH) 5 ส่วน โซเตียมไนเตรท ($NaNO_3$, BDH) 1 ส่วน และ

โซเดียมคาร์บอเนตแอนไฮดรัส ($Na_2 CO_3$ anhydrous, BDH) 1 ส่วน บดให้ละเอียดแล้วคลุกให้เข้ากัน

กรดไนตริกเข้มข้น (concentrated HNO_3) May & Baker)

สารละลายโซเดียมโครเมต 5 % (5 % sodium chromate solution) เตรียมโดยละลายโซเดียมโครเมต (บริษัท May & Baker) 5 กรัมด้วยน้ำจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม.

แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide) (บริษัท May & Baker)

สารละลายเจือจางกรดอะซิติค (diluted acetic acid solution)

สารละลายอิ่มตัวโซเดียมคาร์บอเนต (Saturated sodium carbonate solution)

สารละลายกรดไฮโดรคลอริคเจือจาง (diluted hydrochloric acid) ซึ่งมีปริมาณกรดเกลือ (HCl) :น้ำ = 1:1

สารละลายเหล็ก (III) คลอไรด์ ซึ่งมีความเข้มข้นของเหล็ก 5 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซ็นติเมตร เตรียมโดยละลายเหล็ก (III) คลอไรด์ ($FeCl_3$, ชนิดใช้ในห้องทดลอง, บริษัทอาศรม) หนัก 1.45 กรัมด้วยน้ำจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม.

กรดอะซิติคเกลเซียล (glacial acetic acid, บริษัท Carlo Erba)

2-ethylhexanoic acid

โทลูอีน (Toluene, บริษัท May & Baker)

สารละลายซินทิลเลชัน (scintillation solution) ซึ่งประกอบด้วย PPO (2, 5-diphenyloxazole 5 กรัม และ POPOP (1, 4-bis-2-4-methyl-5 phenyloxazole -benzene) 0.3 กรัม ละลายในโทลูอีนจนมีปริมาตร 1 ลิตร

Reference material (Code No. A-7/1974, IAEA) for the determination of radionuclides Sr-90 and Cs-137 and the stable elements Na, K, Ca and Sr in milk powder ซึ่งประกอบด้วย สตรอนเตียม - 90 130 พิโคคูรี/กก. ซีเซียม-137 168 พิโคคูรี/กก. โซเดียม 4.22 ก/กก. โปตัสเซียม 16.4 ก/กก. แคลเซียม 12.3 ก/กก. สตรอนเตียม 3.30 ก/กก. ปริมาณของสารต่าง ๆ ดังกล่าว ได้กำหนดค่าไว้เมื่อวันที่ 1 มกราคม 1974

สารละลายสตรอนเตียม - 90 (The Radiochemical Centre Amersham England) ซึ่งมีความแรงรังสีประมาณ 65 พิโคคูรี/ลบ.ซม.

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

นำผักชนิดต่าง ๆ หนักประมาณ 2-5 กิโลกรัม ล้างให้สะอาด, ผึ่งให้แห้งและนำเฉพาะส่วนที่รับประทานมาชั่งน้ำหนักสด หั่นเป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วนำไปอบให้แห้งที่ 110 องศาเซลเซียสในเตาอบ (รูปที่ 4.1 ชั่งน้ำหนักแห้งที่ได้ และนำไปเผาที่ 485 องศาเซลเซียสในเตาเผา (รูปที่ 4.2) จนได้เถ้า ชั่งน้ำหนักเถ้าที่ได้ เก็บเถ้าไว้ในขวดโพลีเอทธีลีน โดยที่

$$\text{เปอร์เซนต์น้ำ} = \frac{\text{น้ำหนักแห้ง}}{\text{น้ำหนักสด}} \times 100$$

$$\text{เปอร์เซนต์เถ้า} = \frac{\text{น้ำหนักเถ้า}}{\text{น้ำหนักสด}} \times 100$$

4.3 การหาปริมาณแคลเซียม

1. ชั่งเถ้าของตัวอย่างผักที่เตรียมไว้ตามข้อ 4.2 หนักประมาณ 0.5-1.0 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมกรดเกลือ (HCl_{conc} : H_2O = 1:1) จำนวน 5 มิลลิลิตร และระเหยจนแห้ง ทำซ้ำ

2. ละลายสิ่งที่เหลือจากการระเหย (residue) ด้วยกรดเกลือ (1:1) จำนวน 10 มิลลิลิตร กรองโดยใช้กระดาษกรองวัตแมน หมายเลข 42 เก็บส่วนที่เป็นน้ำ (filtrate) ไว้ในขวดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร ล้างส่วนที่ค้างบนกระดาษกรอง (residue) ด้วยน้ำร้อน จนมีปริมาตรทั้งหมดประมาณ 50-75 มิลลิลิตร

3. ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ทำปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำ

4. ทดลองหาความเข้มข้นของแคลเซียมในสารตัวอย่าง โดยการวัดแอบซอร์พชัน (absorption) ของตัวอย่างเทียบกับสารละลายแคลเซียมมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแล้ว

5. ถ้าจำเป็นให้เจือจาง (dilute) ความเข้มข้นของแคลเซียมของสารตัวอย่าง ลงให้อยู่ในช่วง 1-10 ส่วนในล้านส่วน (ppm) และให้สารละลายมี 1 % แลนทานัม ในกรดเกลือ 1:19[22]

4.4 การหาโวลท์เตจที่เหมาะสม (optimum voltage) ของเครื่องวัดรังสี ชนิดซินทิลเลชัน ในของเหลวในการหาปริมาณสตรอนเตียม - 90

1. ปิเปตสารละลายสตรอนเตียม - 90 มา 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม สตรอนเตียมแคริเออร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมอิตเตรียมแคริเออร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2. นำสารละลายมาเติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนเกิดตะกอนวุ้นสีขาว นำไปเหวี่ยง เก็บน้ำใสไว้ทิ้งตะกอน

3. นำสารละลายที่ได้มาเติมโซเดียมคาร์บอเนต ต้มให้ร้อน จะเกิดตะกอนสีขาว นำไปเหวี่ยงเก็บตะกอนไว้ทิ้งน้ำใส

4. ละลายตะกอนด้วยกรดเกลือ 1:1 เติมอิตเตรียมแคริเออร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์จนเกิดตะกอนวุ้นสีขาว นำไปเหวี่ยง เก็บน้ำใสไว้ทิ้งตะกอน

5. นำสารละลายมาเติมโซเดียมคาร์บอเนต ต้มให้ร้อน กรองตะกอนด้วย มิลลิพอร์ฟิลเตอร์ ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนครั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3-4 ครั้ง

6. นำตะกอนที่ได้มาอบให้แห้งด้วยหลอดไฟอินฟราเรด ถ่ายตะกอนลง vial ชั่ง น้ำหนักตะกอน

7. เติมกรดอาซิติคเกลเชียลลงใน vial ที่บรรจุตะกอน 2-3 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุ่นให้ร้อน, เขย่า จนตะกอนละลายหมด ระเหยสารละลายที่ได้จนเกือบแห้ง

8. เติม 2-ethylhexanoic acid จำนวน 1.75 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุ่นตะกอนบนวอเตอร์บาช ที่ 70 องศาเซลเซียส จนตะกอนละลายหมด

9. เติมสารละลายซินทิลเลชัน 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน(23)

10. วาง vial ใน chamber ของเครื่องซินทิลเลชันในของเหลวนาน 30 นาที ปรับให้ Threshold มีค่า 25 และ window 1000 แล้วเริ่มนับโดยแปรค่าโวลท์เตจจาก 100 ไปจนถึง 1300

4.5 วิธีการหาปริมาณสตรอนเตียม - 90

1. นำเถ้าที่เตรียมไว้ตามข้อ 4.2 หนัก 3-5 กรัม ใส่ในเบ้านิกเกิ้ล เติมซีเซียมแคริเออร์ แบเรียมแคริเออร์และสตรอนเตียมแคริเออร์ อย่างละ 1 ลบ.ซม. อบให้แห้งด้วยหลอดไฟอินฟราเรด

2. เติมฟิวซันมิคซ์เจอร์ 5 เท่าของน้ำหนักเถ้าแล้วนำไปเผาจนหลอมหมด เผาต่อไปอีก 30 นาที ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วจุ่มลงในน้ำร้อน ต้มจนสารในเบ้าละลายออกมาจนหมด นำเบ้านิกเกิ้ลออก

3. ต้มที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดนาน 1 ชั่วโมง คนเป็นระยะ ๆ

4. กรองด้วยกระดาษกรองวัตแมนหมายเลข 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนครั้งละ 50 ลบ.ซม. 3-4 ครั้ง เก็บตะกอนไว้

5. ละลายตะกอนด้วยกรดไนตริคเข้มข้น จำนวน 10 ลบ.ซม. แล้วนำไประเหยให้เกือบแห้ง แยกเอาสตรอนเตียมออกมาด้วยน้ำกลั่นครั้งละ 5 ลบ.ซม. จำนวน 3 ครั้ง นำไประเหยจนเกือบแห้ง

6. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 10 ลบ.ซม. นำไปแช่น้ำแข็ง, คน จะได้ตะกอนสีขาว นำไปเหวี่ยง เทส่วนที่เป็นน้ำทิ้งไป

7. ละลายตะกอนด้วยน้ำ ระเหยจนเกือบแห้ง แล้วตกตะกอนซ้ำด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 10 ลบ.ซม. นำไปเหวี่ยง เทส่วนที่เป็นน้ำทิ้งไป

8. ละลายตะกอนด้วยน้ำ ปรับ pH ของสารละลายให้มีค่าเท่ากับ 4 ด้วยอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์และกรดอะซิติกเจือจาง เติมสารละลายโซเดียมโครเมต นำไปเหวี่ยง เก็บส่วนที่เป็นน้ำไว้ ทิ้งตะกอน

9. เติมโซเดียมคาร์บอเนต ต้มให้ร้อน จะเกิดตะกอนสีขาว นำไปเหวี่ยง เก็บตะกอนไว้ ทิ้งน้ำใส

10. ละลายตะกอนด้วยกรดเกลือ 1:1 เติมสารละลายเหล็กคลอไรด์ 2-3 หยด เติมอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์จะเกิดตะกอนวุ้นสีน้ำตาลแดง นำไปเหวี่ยง เก็บน้ำใสไว้ ทิ้งตะกอน

11. นำสารละลายที่ได้มาเติมโซเดียมคาร์บอเนต ต้มให้ร้อน ได้ตะกอนสีขาว นำไปเหวี่ยงเก็บตะกอนไว้ ทิ้งน้ำใส

12. ทำตามวิธีที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 3.4 ข้อ 4 เป็นต้นไป

4.6 การหาประสิทธิภาพของเครื่องวัดในการวัดสตรอนเตียม - 90

นำนมผง A-7 (1974) มาทำเป็นเถ้าด้วยวิธีการตามข้อ 4.2 นำเถ้าที่ได้หนักประมาณ 1 กรัม มาหาปริมาณสตรอนเตียม - 90 ด้วยวิธีการตามข้อ 4.5

$$\text{ประสิทธิภาพของเครื่องวัด (E \%)} = \frac{\text{จำนวนนับต่อนาที}}{\text{อัตราการสลายตัวของสารต่อนาที}} \times 100$$

การคำนวณหาประสิทธิภาพของเครื่องวัด

จำนวนนับของนมผง A-7 18653 counts/225 นาที $= 82.9 \pm \frac{\sqrt{18653}}{225}$ cpm

จำนวนนับของแบคกราวน์ 23482 counts/295 นาที $= 79.6 \pm \frac{\sqrt{23482}}{295}$ cpm

จำนวนนับสุทธิของนมผง A-7 $= (82.9-79.6) \pm \sqrt{\frac{18653}{(225)^2} + \frac{23482}{(295)^2}} = 3.3 \pm 0.80$ cpm

รีคอฟเวอร์ยีลด์ของนมผง A-7 = 74.761 %

จำนวนนับสุทธิที่ 100 % ยีลด์ $= \frac{3.3 \times 100}{74.76}\left(1 \pm \sqrt{\frac{(0.80)^2}{(3.3)^2}}\right) = 4.41 \pm 1.07$ cpm

เมื่อ 1 ม.ค. 17 นมผง A-7 มีความแรงรังสี 130 ± 18 pCi/kg [19]

นมผง A-7 หนัก 20.69063 กรัม มีความแรงรังสี $= \frac{130 \times 20.69063}{10^3}\left(1 \pm \sqrt{\frac{(18)^2}{(130)^2}}\right)$

$= 2.69 \pm 0.37$ pCi

เมื่อ 15 เม.ย. 24 จะมีความแรงรังสี $= (2.69 \pm 0.37)e^{-\frac{0.693}{10548.5} \times 2654}$ pCi

$= 2.69e^{-\frac{0.693 \times 2654}{10548.5}} 1 \pm \frac{(0.37)^2}{(2.69)^2}$ pCi

$= 2.26 \pm 0.31$ pCi

$= 2.22\ (2.26 \pm 0.31)$ dpm

$$= 2.22 \times 2.26 \quad 1 \pm \sqrt{\frac{(0.31)^2}{(2.24)^2}} \quad \text{dpm}$$

$$= 5.02 \pm 0.69 \quad \text{dpm}$$

$$\text{ประสิทธิภาพของเครื่องวัด (E \%)} = \frac{4.41 \pm 1.07}{5.02 \pm 0.69} \times 100$$

$$= \frac{4.41 \times 100}{5.02} \left(1 \pm \sqrt{\frac{(1.07)^2}{(4.41)^2} + \frac{(0.69)^2}{(5.02)^2}} \right)$$

$$= 87.85 \pm 24.50$$

4.7 การคำนวณหาปริมาณรังสีสตรอนเตียม - 90 ในตัวอย่างเถ้า

ในกรณีนี้เป็นการนำตัวอย่างที่เตรียมเสร็จใหม่ ๆ เข้าเครื่องนับรังสีทันที ถือได้ว่าจำนวนนับของตัวอย่างที่ได้ เนื่องมาจากการสลายตัวของสตรอนเตียม - 90 เพียงอย่างเดียว สูตรสำเร็จในการคำนวณมีดังนี้คือ

$$\text{ความแรงรังสีสตรอนเตียม - 90} = \frac{A-B}{2.2\ E\ y\ w} \quad \text{พิโคคูรี/กรัมเถ้า}$$

เมื่อ A = จำนวนนับของตัวอย่าง cpm

B = จำนวนนับของแบคกราวน์ cpm

E = ประสิทธิภาพของเครื่องวัดในการวัดสตรอนเตียม - 90

y = รีคอฟเวอรี่ของสตรอนเตียม - 90

$$= \frac{\text{ปริมาณสตรอนเตียมที่ได้}}{\text{ปริมาณสตรอนเตียมที่เติมลงไป}}$$

w = น้ำหนักของเถ้าที่ใช้ในการวิเคราะห์ กรัม

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณรังสีสตรอนเตียม - 90 ในตัวอย่างผักกลำปลี

จากผลการทดลองได้ค่า

$$A = 22571 \text{ counts/280 นาที} = \frac{22571}{280} \pm \frac{\sqrt{22571}}{280} = 80.61 \pm 0.54 \text{ cpm}$$

$$B = 21417 \text{ counts/275 นาที} = \frac{21417}{275} \pm \frac{\sqrt{21417}}{275} = 77.88 \pm 0.53 \text{ cpm}$$

$$A-B = (80.61-77.88) \pm \sqrt{(0.54)^2 + (0.53)^2} = 2.73 \pm 0.76 \text{ cpm}$$

$$E = 0.8785 \pm 0.245$$

$$y = 0.76364$$

$$w = 3.46309 \text{ กรัม}$$

$$\text{ปริมาณสตรอนเตียม - 90 ในผักตัวอย่าง} = \frac{(2.73 \pm 0.76)}{2.22 \times 0.76364 \times 3.46309 (0.8785 \pm 0.245)}$$

$$= \frac{2.73}{2.22 \times 0.76364 \times 3.46309 \times 0.8785} \left(1 \pm 1 \sqrt{\frac{(0.76)^2}{(2.73)^2} + \frac{(0.245)^2}{(0.8785)^2}} \right)$$

$$= 0.5293 \pm 0.21 \quad \text{พิโคคูรี่/กรัมเถ้า}$$

ผักตัวอย่างมีปริมาณแคลเซียม 0.0862 กรัม/กรัมเถ้า

$$\text{pCi Sr-90/g Ca} = \frac{0.5293 \pm 0.21}{0.0862}$$

$$= \frac{0.5293}{0.0862}\left(1 \pm \sqrt{\frac{(0.21)^2}{(0.5293)^2}}\right)$$

$$= 6.14 \pm 2.44$$

ตัวอย่างผักเดียวกันหาปริมาณสตรอนเตียม - 90 ครั้งที่ 2 ได้ 6.30±2.78 pCi Sr-90/gm Ca

ค่าเฉลี่ย pCi Sr-90/gm Ca $= \frac{(6.14 \pm 2.44)+(6.30 \pm 2.78)}{2}$

$$= \frac{(6.14+6.30) \pm \sqrt{(2.44)^2+(2.78)^2}}{2}$$

$$= \frac{12.44 \pm 3.70}{2}$$

$$= \frac{12.44}{2}\left(1 \pm \sqrt{\frac{(3.70)^2}{(12.44)^2}}\right)$$

$$= 6.22 \pm 1.85$$