บทที่ 4

วิธีดำเนินการวิเคราะห์

อุปกรณ์และเครื่องใช้ในการดำเนินงาน

4.1 เครื่องใช้สำหรับเตรียมการอาบรังสี ประกอบด้วย

1. หลอดโปลีเอททิลีนขนาดบรรจุ 1 ลบ.ซม. สูง 3 ซม. ใช้สำหรับบรรจุสารมาตรฐานและสารตัวอย่างในการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้น ไม่เกิน 1 วัน

2. หลอดโปลีเอททิลีนขนาดบรรจุ 5 ลบ.ซม. สูง 5 ซม. ใช้สำหรับบรรจุสารมาตรฐานและสารตัวอย่างในการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตยาวมากกว่า 1 วัน

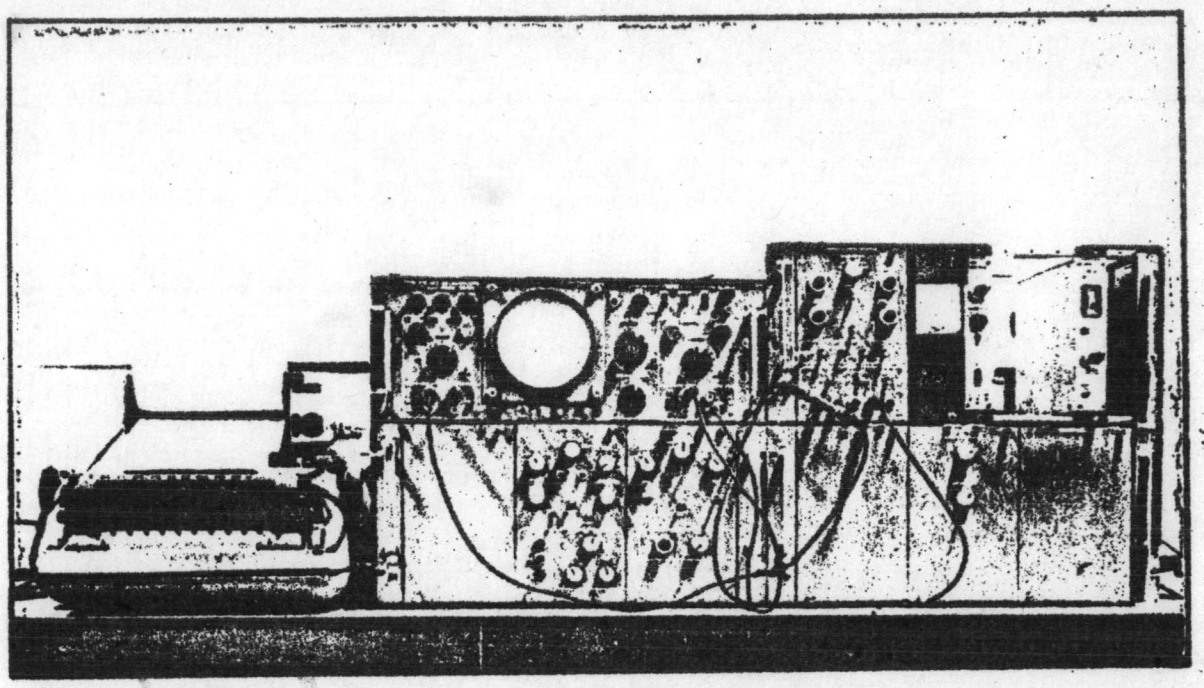
3. เครื่องมือเครื่องใช้ในการผนึก (Solder Gun) หลอดโปลีเอททิลีน ได้แก่หัวแร้งไฟฟ้า ชนิดหัวแบน กระดาษแก้ว แท่นสำหรับวางฐานหลอด และเครื่องผนึกถุงพลาสติก

4.1.2 เครื่องใช้เกี่ยวกับการอาบรังสี ประกอบไปด้วย

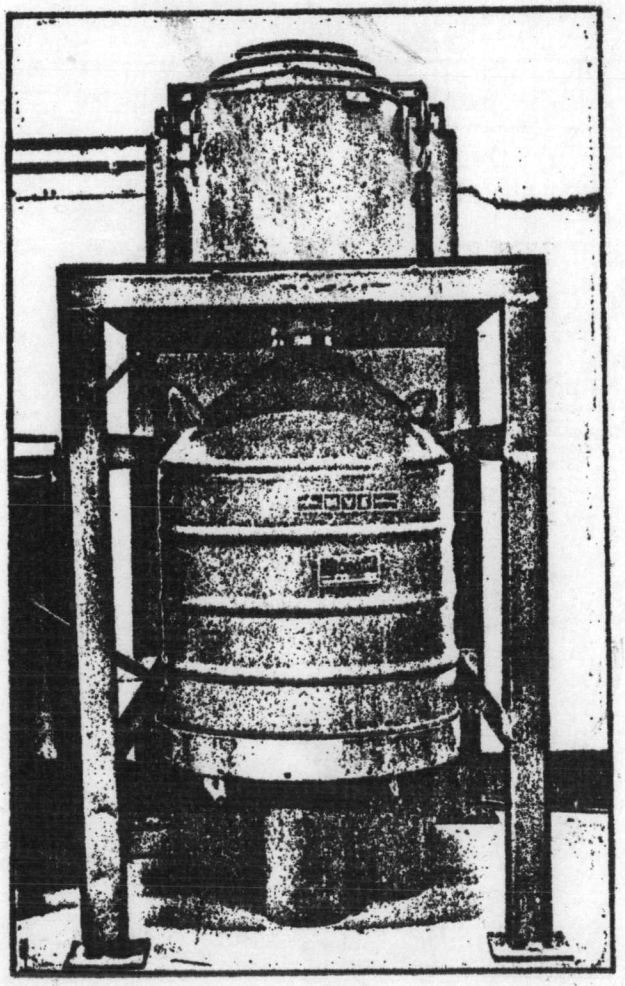
1. หลอดโปลีเอททิลีน สำหรับยิงสารอาบรังสี (Rabbit) ด้วยระบบท่อลม (Pneumatic tube) เพื่ออาบรังสีสารในการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิต ไม่เกิน 1 วัน

2. กระป๋องอลูมิเนียมสำหรับอาบรังสีในน้ำ (Wet Isotope Production) ขนาด 500 ลบ.ซม. สูง 20 ซม. ใช้สำหรับบรรจุหลอดโปลีเอททิลีนที่มีสารมาตรฐาน และสารตัวอย่างในการอาบรังสีวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตมากกว่า 1 วัน โดยผูกกระป๋องอลูมิเนียมนี้ด้วยลวดอลูมิเนียม ยาวประมาณ 50 ซม. และต่อด้วยเชือกไนลอน

3. แหล่งกำเนิดนิวตรอน ซึ่งได้แก่เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย 1 (TRR 1)



รูปที่ 4-1 แสดง เครื่องวัดรังสี Multichannel Analyzer พร้อมทั้ง Oscilloscope และเครื่องพิมพ์



รูปที่ 4-2 แสดงหัววัด Ge(Li) อยู่ในเครื่องกำบังรังสี

4.1.3 <u>เครื่องใช้เกี่ยวกับการวัดรังสี</u> ประกอบไปด้วย

1. หัววัด Ge(Li) ขนาด 26 ซม.^{3} แบบ Cylinder Coaxial ของ Ortec มีค่า FWHM = 2.2 KeV ที่ 1.33 MeV ของ Co-60 หัววัดนี้มีท่อนำความเย็นลงในถังบรรจุไนโตรเจน 30 ซม.^{3} หัววัดรังสีแกมมานี้ออกแบบและประกอบอยู่ในเครื่องกำบังรังสี เพื่อลดปริมาณรังสีจากภายนอกรอบ ๆ หัววัด โดยใช้เหล็กหนา 15 ซม. เป็นรูปทรงกระบอก ชั้นถัดไปเป็นตะกั่วหนา $\frac{1}{2}$ ซม. ชั้นที่ 3 เป็นแผ่นทองแดงและแคดเมี่ยมบุไว้ข้างในเพื่อกันรังสีเอ็กซ์อันเกิดจากรังสีแกมมาชนตะกั่ว หัววัดพร้อมทั้งเครื่องกำบังรังสีแสดงในรูปที่ 4-1 หัววัด Ge(Li) นี้ต่อเข้ากับเครื่อง Multichannel Analyzer

2. Multichannel Analyzer ของ Nuclear Data Model 2200 ขนาด 1024 ช่อง ซึ่งให้ผลการวัดรังสีแกมมาสเปคตรัมปรากฏให้เห็นบนจอ Oscilloscope ของเครื่องและต่อเข้ากับเครื่องพิมพ์ เพื่อพิมพ์ผลของการนับรังสีได้ ดังแสดงในรูปที่ 4-2

3. Plotter เป็นเครื่องร่างรูปตามผลการนับรังสีของหัววัด Ge(Li) ที่ต่อมายัง Multichannel Analyzer แล้ว โดยร่างรูปออกมาเหมือนกับที่ปรากฏบนจอ Oscilloscope

4. นาฬิกาจับเวลา ใช้นาฬิกา Technos 7 jewels มีความละเอียด 1/10 วินาที เพื่อใช้สำหรับหาค่าความแตกต่างของเวลาที่ใช้ในการวัดรังสี

4.2 <u>ตัวอย่างหินน้ำมันที่จะทำการวิเคราะห์</u>

ตัวอย่างหินน้ำมันที่ใช้ในการวิเคราะห์เป็นหินน้ำมันที่มาจากแหล่งแม่สอด จังหวัดตาก ในการวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ชุดคือ

1. ตัวอย่างหินน้ำมันที่ได้จากการทดลองของนิสิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทั้งที่ยังไม่ได้สกัดน้ำมันออกและที่สกัดเอาน้ำมันออกแล้ว ดังนี้

ตารางที่ 4-1 หินน้ำมันตัวอย่างที่ 1-3

ตัวอย่างที่	อุณหภูมิที่ใช้สกัดน้ำมัน	สี	ความหนาแน่นโดยประมาณ 28° ซ.
1	ยังไม่ได้สกัด	น้ำตาล	0.940
2	400°C	ดำ	1.129
3	800°C	เทา	0.835

2. ตัวอย่างที่ได้มาจากกรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม ประกอบไปด้วยหินน้ำมันที่มีปริมาณน้ำมันต่าง ๆ กัน 8 ตัวอย่าง โดยจะเรียกเป็นตัวอย่างที่ 4 ถึง 11 ดังรายละเอียดดังนี้

ตารางที่ 4-2 หินน้ำมันตัวอย่างที่ 4-11

ตัวอย่างที่	ชื่อตัวอย่าง	ปริมาณน้ำมัน	สี	ความหนาแน่นโดยประมาณ 28°ซ.
4	A - 3	0%	น้ำตาลอ่อน	1.163
5	A - 1	1.0%	เทาอ่อน	1.368
6	A - 2	14.0%	น้ำตาล	1.062
7	G - 4.2	4.0%	น้ำตาล	1.097
8	B - 6	8.0%	น้ำตาล	1.133
9	B - 7	11.0%	น้ำตาล	0.965
10	C - 4	18.0%	น้ำตาลแก่	0.925
11	D - 6.2	25.0%	น้ำตาล	0.882

4.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis)

เป็นการวิเคราะห์เพื่อหาชนิดของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง จะแบ่งการวิเคราะห์ออกเป็น 3 พวกดังนี้

4.3.1 การวิเคราะห์พวกที่มีครึ่งชีวิตไม่เกิน 10 ชั่วโมง

มีลำดับการวิเคราะห์ดังนี้

1. การเตรียมสาร บรรจุตัวอย่างหินน้ำมันในหลอดโปลีเอททิลีน ขนาด 1 ลบ.ซม. ประมาณครึ่งหลอด แล้วทำการผนึกให้เรียบร้อย

2. การอาบรังสี บรรจุหลอดที่ได้บรรจุสารตัวอย่างในข้อ 1. ลงในหลอดอาบรังสี (Rabbit) โดยระบบท่อลม (Pneumatic tube) ซึ่งมีนิวตรอนฟลักซ์ประมาณ 3×10^{11} นิวตรอน/ซม.^{2}/วินาที ทำการอาบรังสีเป็นเวลา 10 วินาที

3. การวัดรังสี นำหลอดบรรจุสารตัวอย่างไปทำการวัดรังสีด้วยหัววัด Ge(Li) หลังการอาบรังสี 3, 10, 30, 60 นาที และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยใช้ตำแหน่งการวัดที่เดียวกัน และที่

Conversion Gain = 1024

Coarse Gain = 10

Fine Gain = 1.5

เวลาที่ทำการวัด = 200 วินาที

พิมพ์ผลการวัดรังสีและร่างรูปด้วย plotter ของผลการวัดแต่ละครั้ง

4. การหาพลังงานรังสีแกมมา จาก peak ของแกมมาสเปคตรัม ที่ได้จากการร่างรูป บันทึกยอดของ peak จากผลการพิมพ์ตามหมายเลขช่อง (channel) แล้วนำไปหาพลังงานจาก Calibration Dateของ Gain 10

5. การวิเคราะห์ชนิดของธาตุ จากพลังงานที่ได้จาก peak ของแกมมาสเปคตรัมค่าต่าง ๆ ในข้อ 4 นำไปเทียบกับพลังงานรังสีแกมมาของธาตุต่าง ๆ จากหนังสือคู่มือ เมื่อพบว่ามีพลังงานรังสีแกมมาตรงตามธาตุนั้น ๆ แล้ว ทำการตรวจให้แน่ชัดอีกครั้งโดยการนำผลของการวัดมาเขียนกราฟหาค่าครึ่งชีวิตว่าตรงกับค่า

ครึ่งชีวิตของธาตุนั้น ๆ หรือไม่ ถ้าตรงกันหรือใกล้เคียงกันมากทั้งพลังงานรังสีและค่าครึ่งชีวิต ก็จะสรุปได้ว่ามีธาตุนั้น ๆ อยู่ในสารตัวอย่าง นอกจากนี้เมื่อทำการวิจัยถึงขั้นหาปริมาณแล้วจะพิมพ์แกมมาสเปคตรัมของสารมาตรฐานมาเปรียบเทียบสเปคตรัมต่าง ๆ ในสารตัวอย่างด้วย

4.3.2 <u>การวิเคราะห์พวกที่มีครึ่งชีวิตระหว่าง 10 ชั่วโมงถึง 1 วัน</u> มีลำดับดังนี้

1. <u>การเตรียมสาร</u> บรรจุตัวอย่างหินน้ำมันชนิดต่าง ๆ ในหลอดโปลีเอทธิลีน ขนาด 1 ลบ.ซม. ประมาณครึ่งหลอดของแต่ละอย่าง แล้วทำการผนึกให้เรียบร้อย

2. <u>การอาบรังสี</u> บรรจุสารตัวอย่างลงในหลอดอาบรังสีด้วยระบบท่อลม ซึ่งมีนิวตรอนฟลักประมาณ 3×10^{11} นิวตรอน/ซม.^{2}/วินาที ทำการอาบรังสี 10 นาที ทิ้งไว้ประมาณ 1 วัน

3. <u>การวัดรังสี</u> นำหลอดบรรจุสารตัวอย่างไปทำการวัดรังสีด้วยหัววัด Ge(Li) หลังการอาบรังสี 1, 3 และ 5 วันตามลำดับ โดยใช้ตำแหน่งการวัดเดียวกัน

Conversion Gain = 1024

Coarse Gain = 10 และ 20

Fine Gain = 1.5

เวลาที่ทำการวัด = 200 วินาที

พิมพ์ผลการวัดและร่างรูปแต่ละครั้งไว้ด้วย

การหาพลังงานรังสีแกมมาและการวิเคราะห์ชนิดของธาตุปฏิบัติเช่นเดียวกับพวกที่มีครึ่งชีวิตไม่เกิน 3 ชั่วโมง

4.3.3 <u>การวิเคราะห์พวกที่มีครึ่งชีวิตมากกว่า 1 วัน</u>
มีลำดับการวิเคราะห์ดังนี้

1. <u>การเตรียมสาร</u> บรรจุตัวอย่างหินน้ำมันในหลอดโปลีเอทธิลีน

ขนาด 5 ลบ.ซม. ประมาณ 1 ลบ.ซม. ชนิดละ 1 หลอด ทำการผนึกแต่ละหลอดให้เรียบร้อย

2. การอาบรังสี นำหลอดสารตัวอย่างบรรจุในถุงโปลีเอทธิลีนแล้วผนึกถุงให้สนิท นำก้อนตะกั่วใส่ลงในกระป๋องอลูมิเนียมสำหรับอาบรังสี ขนาด 500 ลบ.ซม. เพื่อถ่วงให้จมในน้ำได้ ใส่ถุงบรรจุสารตัวอย่างลงในหลอดอลูมิเนียม ปิดฝา ใส่สลักใช้ลวดอลูมิเนียมยาวประมาณ 50 ซม. ผูกฝาบนของหลอดอลูมิเนียมแล้วผูกต่อด้วยเชือกไนลอน นำกระป๋องอลูมิเนียมนี้ไปอาบรังสีโดยหย่อนลงไปข้าง ๆ แท่งเชื้อเพลิงปรมาณู (Wet Isotope Production) ซึ่งจะให้นิวตรอนฟลักซ์ขนาดประมาณ 10^{12} นิวตรอน/ซม.^{2}/วินาที ใช้เวลาอาบรังสี 6 ชั่วโมง แล้วนำมาแช่ไว้ข้าง ๆ บ่อ (Cooled) เป็นเวลา 7 วัน เพื่อให้ไอโซโทปกัมมันตรังสีที่มีครึ่งชีวิตสั้น ๆ สลายตัวหมดและ รังสีที่ได้ไม่แรงเกินไป เมื่อรอครบ 7 วันแล้วจึงนำหลอดอลูมิเนียมออกจากบ่อ ใช้เครื่องวัดรังสีแบบสารวจ (Survey Meter) ตรวจดูความแรงของรังสี ถ้าไม่แรงเกินไปจึงเปิดฝาและเอาหลอดสารรังสีออกจากถุง ใช้คีมคีบล้างน้ำให้สะอาดแล้วทำให้แห้ง บรรจุถุงพลาสติกใหม่ แล้วเขียนเครื่องหมายบอกไว้

3. การวัดรังสี นำสารตัวอย่างที่อาบรังสีแล้วไปทำการวัดด้วยหัววัด Ge(Li) หลังการอาบรังสี 7, 14, 21 วัน และต่อไปทุกสัปดาห์เป็นเวลาประมาณ 30 สัปดาห์ อาจจะเว้นระยะเป็น 2 สัปดาห์บ้างตามความเหมาะสมได้ โดยใช้ตำแหน่งการวัดเดิมหรือเปลี่ยนไปจากเดิมโดยบันทึกตำแหน่งที่แน่นอนไว้ด้วยทุกครั้ง เวลาในการวัดระยะแรกใช้ 200 วินาที แต่เมื่อสารรังสีอ่อนลงอาจจะเพิ่มเวลาให้มากขึ้นตามความเหมาะสมโดยบันทึกไว้ทุกครั้ง การตั้งเครื่องวัดใช้

Conversion Gain = 1024

Coarse Gain = 10 และ 20

Fine Gain = 1.5

การหาพลังงานรังสีแกมมาและการวิเคราะห์ชนิดของธาตุปฏิบัติ เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้น ๆ

4.4 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative Analysis)
มีลำดับการวิเคราะห์ดังนี้

1. การเตรียมสารตัวอย่าง ใช้เครื่องมือและวิธีการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ แต่สารตัวอย่างที่จะใช้เพื่อการหาปริมาณนี้ จะต้องชั่งด้วยเครื่องชั่งอย่างละเอียด ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ใช้สารตัวอย่างให้มีปริมาตรประมาณ 1 ลบ.ซม. หรือมีน้ำหนักประมาณ 0.7 ถึง 1.5 กรัม ขึ้นอยู่กับชนิดของหินน้ำมันที่ใช้วิเคราะห์

2. การเตรียมสารมาตรฐาน ลักษณะของสารมาตรฐานที่ใช้มีอยู่ 2 แบบคือ ธาตุที่มีปริมาณน้อย ๆ ไม่เกิน 1000 ppm. (1000 ไมโครกรัมต่อกรัม) ใช้สารมาตรฐานในรูปสารละลาย (Standard Solution) โดยใช้ปิเปต (Pipette) ดูดมาใช้ครั้งละ 1 ลบ.ซม. ในกรณีที่ธาตุที่ต้องการหาปริมาณมีมากกว่า 1000 ppm. ใช้สารตัวอย่างเป็นของแข็งโดยใช้ชั่งจาก spec pure grade reagent ปริมาณที่ใช้มากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับผลการทดลองหลาย ๆ ครั้งจนประมาณค่าที่มีอยู่โดยประมาณเสียก่อนแล้วใช้สารตัวอย่างให้ใกล้เคียงกับปริมาณที่มีอยู่จริง บรรจุหลอดโปลีเอททิลีนแต่ละชนิดเช่นเดียวกับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ในกรณีที่เป็นของแข็งใช้ $(NH_4)_2CO_3$ analar. ใส่ลงไปจนได้ปริมาตรเท่า ๆ กับสารตัวอย่างเขย่าจนกลุกเคล้าทั่วทั้งหลอด

3. การทำเครื่องหมายบนขวดที่นำไปอาบรังสี จะไม่ใช้สีหรือดินสอสี หรือหมึก แต่จะใช้เหล็กแหลม ๆ เขียนทำเครื่องหมายบนขวด

4. การอาบรังสี นำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานไปอาบรังสีพร้อม ๆ กัน โดยใช้เวลาอาบรังสี วิธีการอาบรังสี และเวลาที่รอ ของการหาปริมาณธาตุแต่ละพวก เช่นเดียวกับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

5. การวัดรังสี ทำการวัดทั้งสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ในเวลาใกล้เคียงกัน ที่ตำแหน่งเดียวกัน ในกรณีที่ธาตุที่ต้องการหาให้ไอโซโทปกัมมันตรังสีที่มีครึ่งชีวิตสั้น ๆ จะต้องจับเวลาเมื่อเริ่มทำการวัดสารมาตรฐาน สารตัวอย่างอย่าง

ละเอียด เพื่อคำนวณหาปริมาณที่ควรจะวัดได้ในเวลาเดียวกัน ตามสมการ

$$A = A_o e^{-\lambda t}$$

$$A_o = A e^{\lambda t}$$

ในกรณีที่สารที่ต้องการหามีครึ่งชีวิตยาว ๆ และเวลาที่ทำการวัดห่างกันไม่มากนัก ก็ไม่จำเป็นต้องใช้การคำนวณดังกล่าวข้างต้น การวัดรังสีเพื่อหาปริมาณของธาตุหนึ่ง ๆ จะใช้พลังงานรังสีแกมมาที่ทำให้เกิด Photopeak อันใดอันหนึ่งที่ไม่ซ้ำกับแกมมาสเปกตรัมของธาตุอื่นในเวลาเดียวกัน โดยวัดที่ peak อันเดียวกัน ของทั้งสารตัวอย่างและสารมาตรฐานโดยตั้งเครื่องวัดให้เหมือนกันทุกประการ

6. การคำนวณหาพื้นที่ของ Photopeak ใช้วิธีการนับจำนวนทั้งหมดของ peakแล้วหักออกด้วย base area ตามสมการ (3-4) โดยคิดที่ Channel ตรงกันและมีจำนวนเท่ากันทั้งของสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง

7. การคำนวณหาน้ำหนักของธาตุที่ต้องการหา หาได้จากสมการ (2-10)

$$\text{น้ำหนักของธาตุในสารตัวอย่าง} = \text{น้ำหนักของธาตุในสารมาตรฐาน} \times \frac{\text{พื้นที่สุทธิของสารตัวอย่าง}}{\text{พื้นที่สุทธิของสารมาตรฐาน}}$$

8. การสรุปปริมาณของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง จะได้จากผลการทดลองหลาย ๆ ครั้ง แล้วใช้หลักการทางสถิติเข้าช่วย โดยหาค่าเฉลี่ย, $\bar{x}$ จาก

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

เมื่อ x = ผลการทดลองใด ๆ ที่ได้

n = จำนวนครั้งของผลการทดลองนั้น ๆ

σ = ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation)

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

ปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างเป็น $\bar{x} \pm \sigma$