

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและอุปกรณ์

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์สำหรับการเก็บตัวอย่าง

- ตัวอย่างใบ ลำต้น และรากของต้นถูปถ้ำซี จำนวน 120 ตัวอย่าง
- ตัวอย่างดิน จำนวน 120 ตัวอย่าง
- เข็มพลาสติก
- ขวดพลาสติก
- ถุงพลาสติก
- จบ

3.1.2 วัสดุและอุปกรณ์สำหรับการเตรียมตัวอย่าง

3.1.2.1 วัสดุและอุปกรณ์สำหรับอบตัวอย่าง

- ตู้อบ
- ภาชนะสำหรับอบตัวอย่าง
- มีดและกรรไกรตัดตัวอย่าง
- เครื่องปั่น
- ครกหินบด
- ตะแกรงสำหรับร่อนตัวอย่าง
- กระปุกใส่ตัวอย่าง
- เครื่องซึ้งน้ำหนัก ความละเอียด 0.01 กรัม
- หลากหลายติดกระปุกตัวอย่าง
- เครื่องบด
- ช้อนตักตัวอย่าง
- ถุงซิบ

3.1.2.2 วัสดุและอุปกรณ์สำหรับดัดตัวอย่าง

- เครื่องอัดไฮดรอลิกพร้อมเบ้าอัด
- กรดบอริก (H_2BO_3)
- แป้งข้าวเจ้า
- ถุงรอง
- นาฬิกาจับเวลา

3.1.3 วัสดุและอุปกรณ์สำหรับการเตรียมสารมาตรฐาน

- ชิงค์ออกไซด์ (ZnO)
- แป้งข้าวเจ้า

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

1) การเก็บตัวอย่างรูปถ่ายและดิน

การเก็บตัวอย่างธุปถัชต์และตัวอย่างดินในบริเวณโรงงานจังหวัดปัตตานีและโรงงานจังหวัดสงขลา โดยทำการเก็บตัวอย่างธุปถัชต์ จำนวนแห่งละ 20 ตำแหน่งแต่ละตำแหน่ง ประมาณ 10 ตัน และตัวอย่างดินในตำแหน่งเก็บตัวอย่างต้นธุปถัชต์ จำนวนแห่งละ 20 ตำแหน่งเช่นกัน แผนที่ตำแหน่งเก็บตัวอย่างแสดงในภาคผนวก ก. โดยเก็บตัวอย่างในพื้นที่จังหวัดปัตตานี ระหว่างวันที่ 12 กันยายน – 20 กันยายน 2552 และเก็บตัวอย่างในพื้นที่จังหวัดสงขลาระหว่างวันที่ 12 มีนาคม – 14 มีนาคม 2553

2) การตรวจวัดนิวเคลียล์กัมมันตรังสีจากธรรมชาติในรูปป่าชีและดิน

2.1 การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างธุปถักรีที่เก็บได้ทุกตำแหน่ง นำมาแยกเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนใบ ลำต้น และรากรวมทั้งหมด 120 ตัวอย่าง นำไปปอกแห้งเพื่อไล่ความชื้นด้วยตู้อบไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตัวอย่างแต่ละส่วนไปบดด้วยเครื่องปั่น และบรรจุใส่กระปุกปิดผนึก ซึ่งน้ำหนัก และทึ้งตัวอย่างที่เตรียมได้ไว้ประมาณ 1 เดือน เพื่อรอให้เข้าสู่ภาวะสมดุลรังสีแบบควรของ การสลายตัว ส่วนตัวอย่างดินเก็บตัวอย่างดินจากผู้ลึกลงไป 15 เซนติเมตร นำตัวอย่างไปปอกแห้งที่ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง บด และร่อนด้วยตะแกรง บรรจุใส่กระปุกและซึ่งน้ำหนักภาวะทึ้งตัวอย่างไว้ 1 เดือนเช่นกัน

2.2 การตรวจวัดรังสีแกมมา

ตัวอย่างที่เก็บไว้ครับ 1 เดือนถูกนำมาวัดรังสีภูมิหลัง (Background radiation) และวัดรังสีจากสารมาตรฐานโดยใช้ U-238 ที่มีนิวเคลียลดักจับมันตรังสีจาก Pa-234 (1764.0 keV) ส่วน Th-232 ให้นิวเคลียลดักจับมันตรังสี Th-208 (2614 keV) และ K-40 ใช้ยอดพลังงาน 1460 keV ด้วยชุดหัววัดรังสีแกมมาชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (HPGe) เป็นเวลา 5 ชั่วโมง บันทึกค่าอัตราณับและยอดพลังงานรังสีแกมมากของแต่ละนิวเคลียด จากนั้นนำกระปุกสารตัวอย่างที่เตรียมไว้มาตรวจวัดก้มั่นภาพรังสีด้วยชุดหัววัดรังสีแกมมา เป็นเวลา 5 ชั่วโมงเช่นเดียวกับการวัดรังสีภูมิหลังและสารมาตรฐาน เมื่อทำการตรวจวัดเรียบร้อยแล้ว ระบบก็จะแสดงผลออกมายในรูปของสเปกตรัมรังสีแกมมา แล้วบันทึกค่าอัตราณับและยอดพลังงานรังสีแกมมากของแต่ละนิวเคลียด ที่เป็นส่วนประกอบของสารตัวอย่าง

2.3 การวิเคราะห์ผลปริมาณของนิวเคลียล์กัมมันตรังสีในรูปถ่ายและในดินบริเวณเก็บตัวอย่าง

งานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์ชนิดของนิวไคลเดอร์กัมมันต์รังสีจากยอดพลังงานรังสีแกรมมาและค่าอัตรา
นับที่บันทึกได้ โดยการนำค่าอัตรา_nับของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานที่ได้ มาลบด้วยอัตรา_nับของ
รังสีภูมิหลัง จะทำให้ทราบอัตรา_nับจริงของสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน ซึ่งอัตรา_nับจะเป็นตัวบ่ง
บอกความเข้มข้นของนิวไคลเดอร์กัมมันต์รังสี นำค่าอัตรา_nับของสารตัวอย่างที่ลบด้วยอัตรา_nับของรังสี
ภูมิหลังแล้วมาหาอัตราส่วนของปริมาณกัมมันตภาพรังสีในдинต่อธปถาย ดังนี้

กัมมันตภาพรังสีในใบ / กัมมันตภาพรังสีในดิน กัมมันตภาพรังสีในลำต้น / กัมมันตภาพรังสีในดิน กัมมันตภาพรังสีในราก / กัมมันตภาพรังสีในดิน โดยผลการวัดที่ได้จากไอโซโทปรังสี 3 ตัวคือ U-238, Th-232 และ K-40 นำไปคำนวณหาความเข้มรังสีตามสมการที่ 2.8 ของบทที่ 2

3) การตรวจวัดปริมาณโลหะหนักในธุปถາเบและดินด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF)

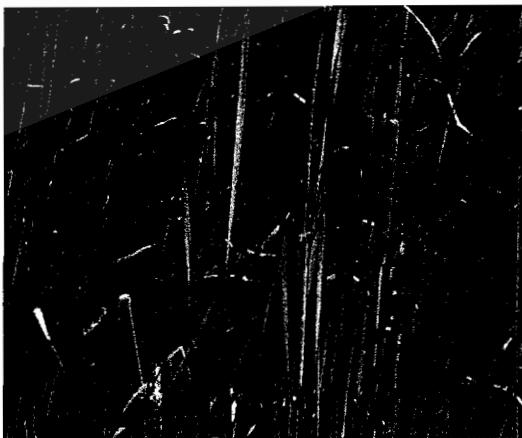
ตัวอย่างดินและธุปถาเบที่บรรจุใส่กระปุกแล้วถูกนำมาแบ่ง และเข้าเครื่องบดโดยใช้เวลา 10 นาทีต่อ 1 ตัวอย่าง นำตัวอย่างที่ได้บรรจุใส่ในถุงซิบพร้อมระบุตำแหน่ง จากนั้นนำตัวอย่างดินที่ได้ปริมาณ 3 กรัม ผสมกับกรด硼ิก (H_2BO_3) 2 กรัม และ ธุปถาเบปริมาณ 2 กรัม ผสมกับแป้งข้าวจ้าวปริมาณ 3 กรัม นำส่วนผสมที่ได้ไปเข้าเครื่องบดเพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เวลา 1 นาทีต่อ 1 ตัวอย่าง แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 5000 psi เป็นเวลา 1 นาทีและนำแผ่น Polycarbonate หุ้มสารตัวอย่างที่ได้ เพื่อให้พร้อมที่จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อไป

3.1 การเตรียมสารมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์ปริมาณ Zn ด้วยเทคนิค XRF

เตรียมสารมาตรฐานโดยนำ ZnO ผสมกับแป้งข้าวจ้าวให้ได้ในปริมาณ 100, 200, 300, 400 และ 500 ppm และนำส่วนผสมที่ได้ไปเข้าเครื่องบด บดให้เป็นเนื้อเดียวกัน ประมาณ 1 นาที จากนั้นนำไปเข้าเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 5000 psi เป็นเวลา 1 นาทีและนำแผ่น Polycarbonate หุ้มสารมาตรฐานที่ได้ เก็บสารมาตรฐานไว้ตรวจวัด XRF ต่อไป ขั้นตอนการเตรียมสารมาตรฐาน Zn แสดงในภาคผนวก ๖

3.2 การวิเคราะห์ธาตุด้วยเครื่อง XRF Oxford 2000

สารมาตรฐานที่ใช้หุ้มด้วย Polycarbonate (เพื่อไม่ให้ปะปนกับสิ่งแผลงปลอม) แล้วนำไปเข้าเครื่อง XRF Oxford 2000 เพื่อปรับเทียบด้วยเงื่อนไขต่างๆ หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้เตรียมไว้มาวัด ช่วงค่าที่ได้จะคำนวณเป็นความเข้มข้น (ppm) ของ Zn นำค่าความเข้มข้นที่ได้ไปสร้างกราฟในโปรแกรม excel หาอัตราส่วนเฉลี่ยของธุปถาเบต่อดินเพื่อวิเคราะห์ต่อไป



ก. เก็บตัวอย่างธุปถาเบ



ข. เก็บตัวอย่างดิน



ค. การอบแห้งตัวอย่างเพื่อลดความชื้น



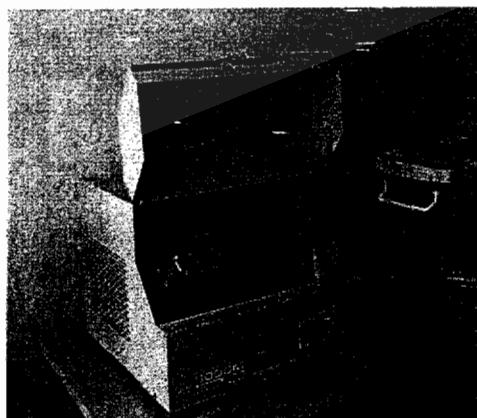
ง. การบดด้วยเครื่องปั่น



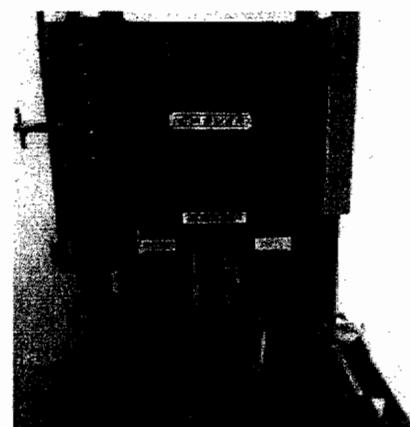
จ. นำตัวอย่างบรรจุใส่กระปุกและปิดผนึก



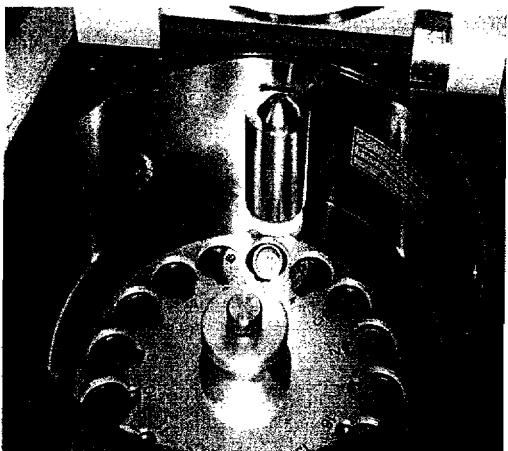
ฉ. ซึ่งตัวอย่างเพื่อเข้าเครื่องบด



ช. นำตัวอย่างเข้าเครื่องบด SPEX Certiprep
CARVER



ฉ. นำตัวอย่างเข้าเครื่องอัดไฮดรอลิก



ณ. นำตัวอย่างเข้าเครื่อง XRF



ญ. วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF ED 2000

รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

4) การตรวจวิเคราะห์โลหะหนักในธุปถุษและดินด้วยการอบนิวตรอน

ตัวอย่างธุปถุษและดินที่แบ่งเก็บไว้หลังจากจดบันทึกตำแหน่งการเก็บและอบจนแห้งดีแล้ว เมื่อต้องการนำมาตรวจวิเคราะห์โลหะหนักด้วยการอบนิวตรอนสามารถเตรียมตัวอย่างได้ดังนี้

1. ตัวอย่างต้นธุปถุษทั้งต้นใบและรากจากแหล่งปัตตานีและสงขลา ที่ผ่านการอบแห้ง แล้วนำแต่ละส่วนมาบดและผนกใส่ถุงซึ่งน้ำหนักถุงละ 0.05 กรัม นำไปกระตุนด้วยนิวตรอนเทอร์มัลที่ มีฟลักซ์ประมาณ 5×10^{10} n/cm²·s ใช้เวลาอบ 10 ชั่วโมงและปล่อยสลายตัวประมาณ 2 สัปดาห์
2. ทำการเก็บตัวอย่างดินจากตำแหน่งเดียวกับที่เก็บตัวอย่างธุปถุษ นำไปกระตุนด้วยนิวตรอนในลักษณะเดียวกับข้อ 1

3. ตรวจวัดตัวอย่างที่ผ่านการอบนิวตรอนแล้วด้วยหัววัดแบบ HPGe บันทึกสเปคตรัมที่ได้เพื่อทำการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณต่อไป โดยการวิเคราะห์เชิงปริมาณ จะต้องเตรียมสารมาตรฐานที่ทราบค่าปริมาณโลหะหนักที่ต้องการวิเคราะห์ ดังนั้นตัวอย่างในแต่ละแหล่งจะยังไม่ทราบว่ามีโลหะหนักใดบ้างที่ปนเปื้อนอยู่แต่จะทราบหลังจากวิเคราะห์สเปคตรัมที่เป็นค่าเฉพาะธาตุแล้วถึงจะบอกได้ว่าตัวอย่างมีธาตุใดอยู่บ้าง แต่งานวิจัยนี้จะตรวจวัดตะกั่วไม่ได้เนื่องจากค่าครึ่งชีวิตของตะกั่วที่เกิดจากการอบนิวตรอนนั้นสั้นเพียง 0.8 วินาทีเท่านั้น ผลของการอบนิวตรอนจะทำให้เกิดไอโซโทปรสีที่มีการสลายตัวเป็นไปตามสมการที่ (3.1)

$$\frac{dN}{dt} = \phi \delta n - \lambda N \quad (3.1)$$

- เมื่อ ϕ = ฟลักซ์ หน่วยเป็น neutron/cm²s
 δ = ค่า cross section , cm²
 λ = ค่าคงที่ของไอโซโทป
 N = จำนวนอะตอมของไอโซโทป
 t = จำนวนอะตอมของธาตุเป้า

และเมื่อเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณผลการวัดที่ได้จากโพโต้พีคที่พลังงานรังสีแกรมมาของธาตุแต่ละชนิดนำมานแทนค่าความล้มเหลวของโพโต้พีคจากตัวอย่างกับสารมาตรฐานกับปริมาณของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์และปริมาณธาตุในสารมาตรฐานดังสมการที่ 3.2

$$N_{sample} = \frac{N_{std} \times Peak_{sample}}{Peak_{std}} \quad (3.2)$$

ผลการคำนวณที่ได้แสดงในหน่วย ppm (part per million)

4. เปรียบเทียบผลการวัดที่ได้เพื่อหาสัดส่วนของโลหะหนักในส่วนต่างๆของตันธูปค่าซึ่งกับตัวอย่างดินที่จุดนั้นในแหล่งเก็บตัวอย่างจังหวัดปัตตานีและสงขลา จังหวัดละอย่างน้อย 20 จุด สรุปผลที่ได้