

วัสดุอุปกรณ์ในการทดลองและการทดลอง

การทดลองในการวิจัยจะใช้วิธีการเลี้ยวเบนรังสี (diffraction) โดยวิธีการ 2 วิธีคือ

1. Debye scherrer method

2. Diffractometer method

ส่วนวิธีการหนึ่งที่กำลังอยู่ในระหว่างดำเนินการคือ การเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence) แสดงไว้ในภาคผนวก

การทดลองใช้อุปกรณ์ในการทดลองดังต่อไปนี้

3.1 อุปกรณ์การทดลอง Debye scherrer method

1. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ JEOL โมเดล JDE-7E ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

2. กล้อง Debye scherrer รัศมี 5.73 เซนติเมตร โมเดล ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

3. ฟิล์มโกดัก เครื่องตัดฟิล์ม น้ำยาล้างฟิล์ม

3.2 อุปกรณ์ในการทดลอง Diffractometer method

1. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ JEOL โมเดล JDE-7E ของบริษัท JEOL

2. เครื่อง D5000 Wooster diffractometer ของ Crystal structure Limited Bottisham Cambridge England

3. เครื่อง Recorder JJ instrument โมเดล CR650 Recorder ของบริษัท JJ Lloyd instrument Ltd.

4. ท้าววัด Geiger counter
5. เครื่อง photomultiplier power supply โมเดล 2475 R ของบริษัท Bradenburg
6. เครื่อง Data collecting unit รุ่น CB5 9EA ของ crystal structure Limit England
7. เครื่องผสมสารของภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
8. เครื่องตั้งไฟฟ้าของบริษัท August sauter KG. Edinburg (Germany) Model 414
9. กล้องส่องดูแนวการตั้งสารตัวอย่างขนาด 60 MM N.A. 0.07 ของบริษัท Beck London

3.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1. เตาลิกไนต์ได้จากการไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย โดยได้มาจากแหล่งอำเภอแม่เมาะ จังหวัดลำปาง กับแหล่งจังหวัดกระบี่ 91 สารตัวอย่าง
2. แผ่นบรรจุสารตัวอย่างทำด้วยแผ่นเปอร์สเปคใช้วิธีการกลึงให้เป็นรูปร่างกลมเป็นร่องตรงกลางเพื่อให้บรรจุสารได้ โดยมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 ซม.
3. แผ่นกระจกขนาด 2 x 5 เซนติเมตร ใช้อัดสารที่บรรจุลงที่แผ่นบรรจุสารให้แน่น
4. ทรายบดสาร
5. หลอดควาปิลารีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.3 มิลลิเมตร



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.1 เครื่อง D5000 Wooster Diffractometer



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.2 เครื่อง Recorder JJ instrument



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.3 เครื่อง Photomultiplier power supply



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.4 เครื่อง Data collecting unit

3.4 การทดลอง

ในการทดลองจะแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ตอนคือ

ตอนที่ 1 การทดลอง Debye scherrer method มีวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

1. นำเอาผงแต่ละชนิดมาบดให้ละเอียดแล้วใส่ลงในหลอดคาปิลารี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.3 มิลลิเมตร ปลายด้านหนึ่งทำเป็นกระเปาะเพื่อสำหรับใส่เอาผงโดยคอบเอาผงเอาผงใส่ที่บดละเอียดแล้วใส่ลงในหลอดทางด้านกระเปาะเปิดคอบ ๆ เคาะให้ผงสารตกลงไปอยู่ที่ก้นหลอดคาปิลารีจนกระทั่งผงสารเข้าไปอยู่จนแน่นพอเพียงแล้วตัดหลอดคาปิลารีที่มีเอาผงในท่ออยู่จนแน่นยาวประมาณ 1 เซนติเมตร แล้วใช้กาวปิดปากหลอด

2. นำเอาหลอดคาปิลารีที่บรรจุผงเอาผงใส่ที่ได้อีกในข้อ 1 ซึ่งเรียกว่า specimen ไปปักลงในกล่องฉายรังสีเอกซ์แบบ Debye method แล้วปรับให้หลอดคาปิลารีอยู่นิ่งและอยู่ตรงกลางของกล่องโดยขณะที่ยึดโดยมองจากกล่องขยายไปยังหลอดคาปิลารี

3. เมื่อปรับหลอดคาปิลารีให้นิ่งแล้วนำกล่องไปใส่ฟิล์มในห้องมืดแล้วจัดการปิดกล่องให้เรียบร้อยแล้วนำไปตั้งโดยให้ Collimator ของกล่องตรงกับหน้าตรงกับหน้าตาของเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์

4. เปิดเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที จึงเพิ่มเป็น 30 กิโลโวลต์ และกระแส 30 มิลลิแอมป์ แล้วจึงเปิดหน้าตาของเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์โดยใช้ Ni-Filter เพื่อให้รังสีเอกซ์มีความยาวคลื่นเดียวคือ 1.5404 \AA สังเกตดูว่ารังสีเอกซ์ตรงกับหลอดคาปิลารีหรือไม่ จากสกรีนของ

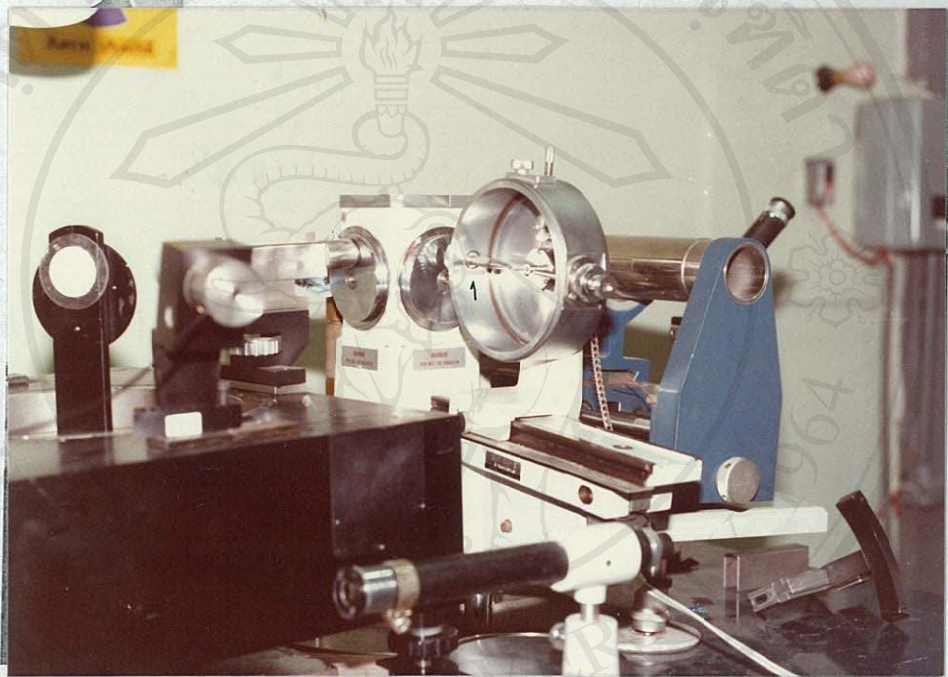
All rights reserved

Beamtrap ถ้าตรงก็จะเห็นว่ามึลักษณะเป็นจุดสว่าง หลังจากนั้น เปิดเครื่องทิ้งไว้ ประมาณ 3 ชั่วโมง

5. เมื่อได้เวลา 3 ชั่วโมง แล้วเปิดหน้าต่างของเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์แล้วจึงคอย ๆ ลด high voltage และกระแสดังทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที แล้วจึงปิดเครื่องและนำฟิล์มที่ได้ไปล้าง แล้วนำฟิล์มที่ล้างเสร็จแล้วแขวนให้แห้ง

6. นำฟิล์มไปวัดหา d-spacing โดยนำฟิล์มที่ได้ไปวัดระยะระหว่างลายเส้นต่าง ๆ แล้วคำนวณหาความมสะท้อนรังสีเอกซ์และคำนวณหา d-spacing

7. นำค่า d-spacing ที่ได้เปรียบเทียบกับ ASTM card เบอร์ 20-1345 เพื่อหาสารประกอบ U_3O_8 จากถ่านลิกไนต์



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.5 แสดงเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง Debye scherrer method

1 = กออง Debye scherrer

ตอนที่ 2 การหาสารประกอบจากเอกลักษณ์โดยวิธีดิฟแฟรคโทมิเตอร์มีวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

1. เปิดเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์แล้วปรับให้ความต่างศักย์และกระแสค้อยเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนมีความต่างศักย์สูงสุด 30 กิโลโวลต์ และกระแสสูงสุด 30 มิลลิแอมป์

2. อัดสารตัวอย่างเอกลักษณ์ที่บดละเอียดลงในแผ่นบรรจุสารที่ทำมาจากแผ่นเปอร์สเปคทีกลึงให้เป็นร่องโดยมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร แล้วนำแผ่นบรรจุสารไปติดเข้ากับที่ยึดซึ่งเป็นแกนกลางของเครื่องดิฟแฟรคโทมิเตอร์ การติดแผ่นบรรจุสารจะส่งลงเพื่อคูแวนการติดของแผ่นบรรจุสารตัวอย่างให้อยู่ในแนวตั้งตรงกับแนวของช่องสลิต เมื่อนำรังสีเอกซ์ลงไปบนสารตัวอย่างรังสีเอกซ์สามารถฉายไปบนสารตัวอย่างใดทดลองการทดลอง

สารตัวอย่างที่นำมาถายรังสีเอกซ์โดยวิธีดิฟแฟรคโทมิเตอร์มีดังต่อไปนี้

2.1 สารมาตรฐาน U_3O_8 ซึ่งตรวจสอบได้มาจากวิธีการ Debye scherrer

2.2 สารตัวอย่างเอกลักษณ์ที่เป็นตัวเปรียบเทียบหาปริมาณสารมาตรฐาน U_3O_8 ในสารตัวอย่างอื่น ๆ ใช้สารตัวอย่าง C1 เหตุผลในการนำ C1 มาเป็นสารตัวอย่างเพื่อเปรียบเทียบ เนื่องจากการตรวจสอบโดยวิธี neutron activation พบว่า C1 มี $U-238$ มีปริมาณมากพอสมควร

2.3 สารมาตรฐาน U_3O_8 นำไปผสม C1 ในอัตราส่วน 1/1000, 2/1000 กลุ่มผสมควยเครื่องผสมสารใช้เวลาผสม 24 ชั่วโมง

2.4 สารตัวอย่างเอกลักษณ์

3. เปิดเพาเวอร์ซัพพลาย (power supply) 1.6 กิโลโวลต์ (kv)
4. เปิดเครื่อง Data collecting โดยให้

threshold upper	=	0.04
Lower	=	0.67
time constant	=	1
gain	=	10^2
meter range	=	10^3
5. เปิดเครื่องบันทึก (recorder) โดยให้

speed chart	=	1
sensitivity	=	1^v
6. ตั้งมุมเริ่มต้นของหัววัดรังสีและแถบกระดาษ (chart paper) บนเครื่องบันทึก (recorder)
7. เปิดหน้าต่างของหลอดรังสีเอกซ์โดยมี Ni-Filter เป็นตัวกรองรังสี
8. ปรับมุมของเครื่องคิฟแฟรคโทมิเตอร์ ให้การเคลื่อนที่ของหัววัดรังสีและสารตัวอย่างมีอัตราส่วนเป็น 2:1 (20:0)

การทดลองใหม่ เริ่มต้นของหัววัดรังสีอยู่ที่ตำแหน่ง 22 องศา เคลื่อนไปจนถึงมุม 29 องศา โดยมีการเคลื่อนที่ step ละ 0.1 องศา ใช้ความเร็วของการเลื่อนหัววัดรังสีเป็น 0.1 องศา/3 วินาที

9. ปรับมุมไปเรื่อย ๆ เครื่องในข้อ 3-6 จะทำการทดลองเวลาที่ทดลองส่วนหัววัดรังสีและสารตัวอย่างจะหมุนไปพร้อม ๆ กัน เมื่อเปลี่ยนมุมตามข้อ 8 หนึ่ง

เดียวกันปากกาจากเครื่องบันทึกจะปิดลงบนแถบกระดาษ แถบกระดาษที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ตามความเข้มของรังสีที่เข้ามายังหัววัดตามความต่าง

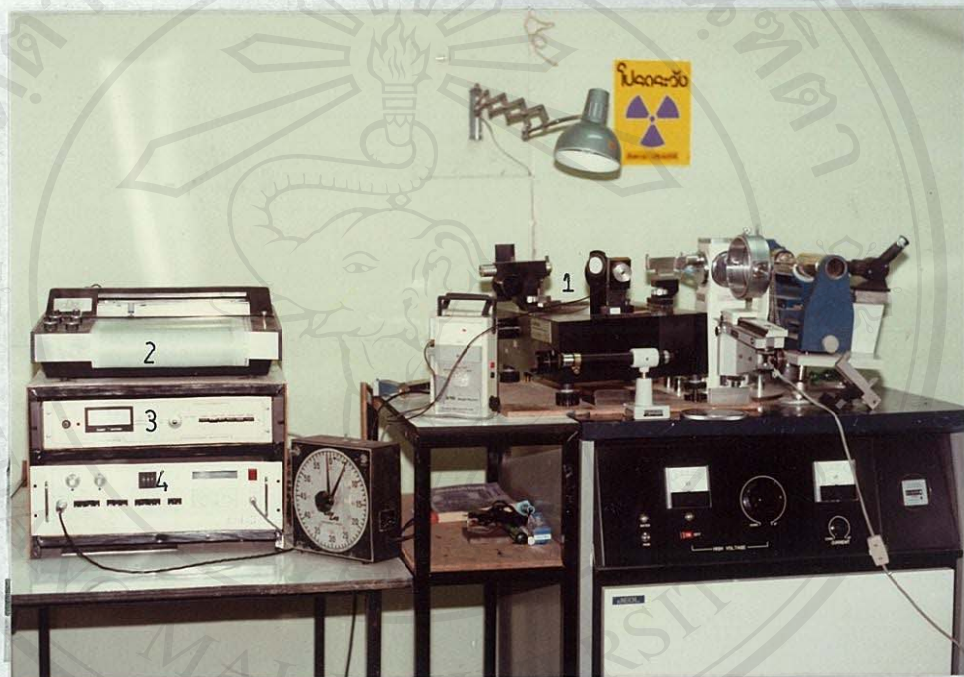
10. นำกระดาษจากเครื่องบันทึกไปหาจำนวน count เพื่อนำไปสอบเทียบหาปริมาณของ ^{238}U ในสารตัวอย่างเถาเล็กไนต์ แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณ U-238

11. นำเอาแผ่นรองรับสารที่มีสารตัวอย่างติดอยู่บนแกนกลางของเครื่องดิฟแฟรคโทมิเตอร์ ไปซึ่งน้ำหนักหาน้ำหนักที่แท้จริงของสารตัวอย่างเถาเล็กไนต์เพื่อที่จะเอาจำนวนมวลไปหารความสูงของพีคที่ปรากฏในพีคแรกจะทำให้ได้ค่า cpm (count per minute) ของสารตัวอย่างเถาเล็กไนต์

12. ทดลองกับสารตัวอย่างทั้งหมด 91 สารตัวอย่าง

13. เมื่อทดลองเสร็จจึงปิดหน้าต่างเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ แล้วคอย ๆ ลดกระแสลงทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที จึงปิดเครื่อง

14. ปิดเครื่อง Recorder, photomultiplier power supply, Data collecting



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University

รูปที่ 3.6 แสดงเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง Diffractometer method

1 = D5000 wooster Diffractometer

2 = recorder

3 = photomultiplier power supply

4 = Data collecting