

บทที่ 3

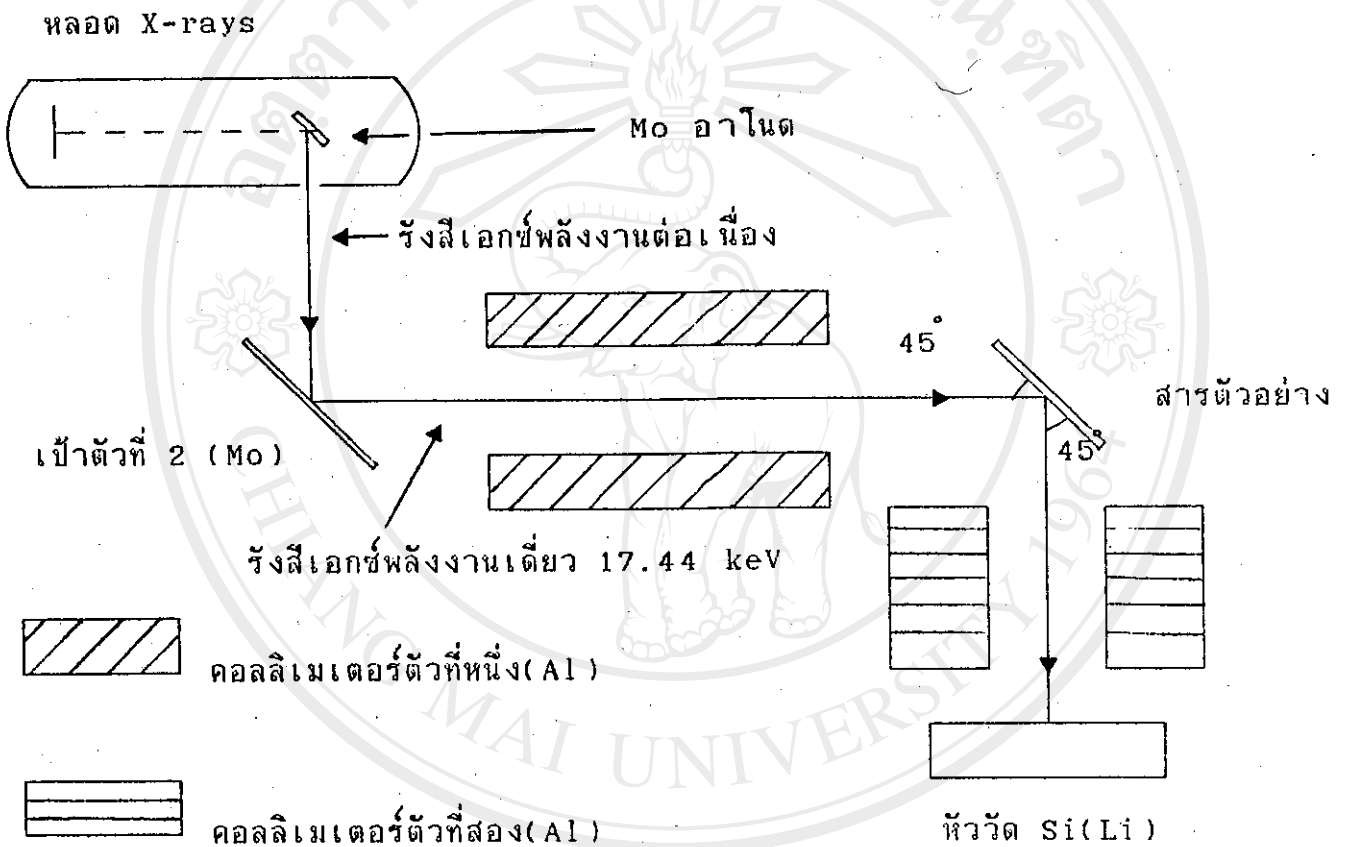
การทดลอง

การทดลองประกอบด้วย การเก็บข้อมูลจากสารมาตรฐานเพื่อการทำ system calibration และ การเก็บข้อมูลจากสารตัวอย่างต่างๆที่จะทำการวิเคราะห์

3.1 ชุดทดลอง

ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองเป็นระบบ Energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) แสดงดังรูปที่ 3.1 ประกอบด้วยเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์แบบ Iso-Debyflex 2002 (3 kW, maximum voltage 60 kV) มี Mo เป็น อาโนดผลิตรังสีเอกซ์พลังงานต่อเนื่อง แต่เพื่อความสะดวกในการวิเคราะห์ข้อมูลจึงใช้แผ่นโลหะ Mo เป็น secondary target สำหรับให้กำเนิดรังสีกระตุ้นพลังงานเดี่ยว (monoenergetic beam) มุมรังสีตกกระทบและมุมเปล่งรังสี เรืองแสงเทียบกับผิวหน้าสารตัวอย่างเท่ากับ 45° มีคอลลิมิเตอร์ช่วยป้องกันการถูกรบกวนของรังสี หัววัดรังสีที่ใช้เป็นแบบสารกึ่งตัวนำ Si(Li) ซึ่งต่อเข้ากับวงจรรีเลททรอนิกส์ ดังรูปที่ 3.2 โดยหัววัดจะทำหน้าที่แปลงพลังงานรังสีเป็นสัญญาณไฟฟ้าและวางอยู่ในตำแหน่ง มุมกระเจิง 90° เทียบกับแนวรังสีตกกระทบ Preamplifier ช่วยดัดแปลงรูปร่างและขยายสัญญาณ Amplifier ทำหน้าที่หลักในการขยายสัญญาณและดัดแปลงรูปร่าง linear pulse ให้เหมาะสมเพื่อป้อนเข้าสู่ MCA (Multichannel Analyzer) มีพีซีคอมพิวเตอร์สำหรับการเก็บ ส่งผ่าน และวิเคราะห์ข้อมูล

สำหรับรายละเอียดของอุปกรณ์การทดลองที่กล่าวแสดงดังตารางที่ 3.1

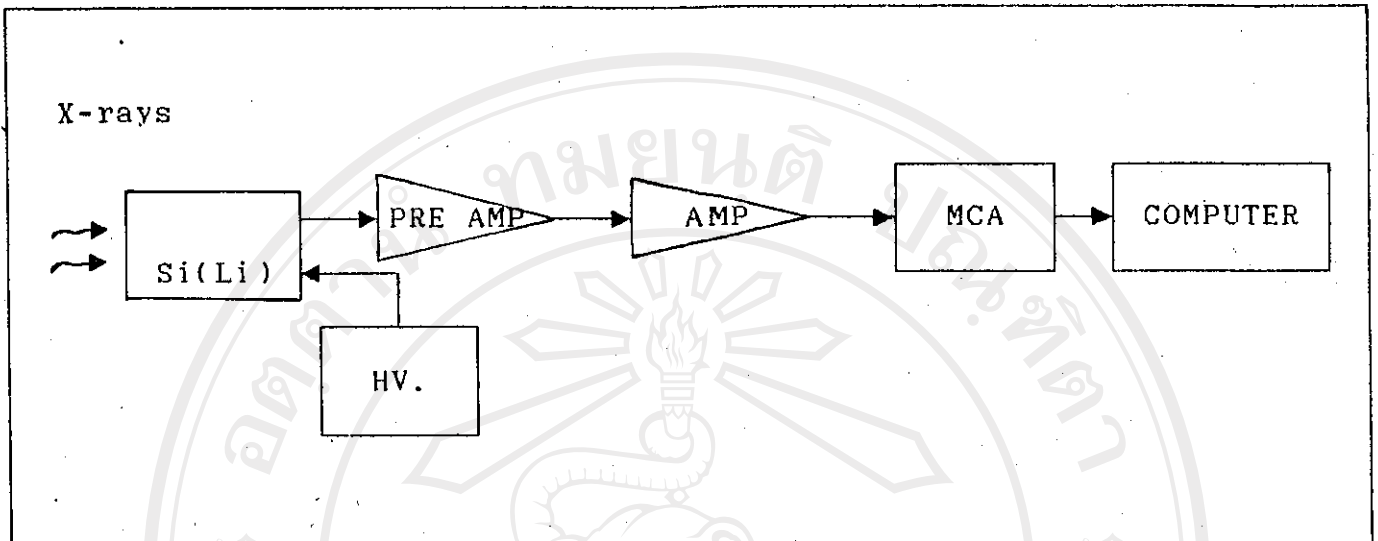


ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright © by Chiang Mai University

All rights reserved

รูปที่ 3.1 แสดงชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.2 แสดงวงจรอิเล็กทรอนิกส์

ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงรายละเอียดของอุปกรณ์การทดลอง

อุปกรณ์	รายละเอียด
Si(Li)	CANBERRA MODEL 7385
HV.	High voltage power supply ORTEC MODEL 310613
PRE AMP	ORTEC MODEL 2021
AMP	Spectroscopy Amplifier ORTEC MODEL 2021
MCA	CANBERRA SERIES 35 plus
COMPUTER	AT 386

3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

สารมาตรฐาน(ตารางที่ 3.2) และสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผงจะถูกนำมาอัดให้เป็นเม็ดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยใช้แรงอัดประมาณ 6-8 ตัน สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นของผสม ก่อนการอัดเม็ดจะใช้ครกบดคลุกเคล้าประมาณ 15 นาที เพื่อให้มีลักษณะเป็นสารเนื้อเดียว(homogeneous)

ในการทดลองนี้ได้ใช้เม็ดผสมระหว่างออกไซด์ของ Fe_2O_3 , CuO และ กับ $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ และ $MnSO_4 \cdot H_2O$ ตามลำดับ เป็นตัว unknown เพื่อการวิเคราะห์ความเข้มข้นของธาตุ และ dark matrix ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงสารมาตรฐานและพลังงานรังสีเอกซ์ที่ใช้ทำ system calibration

สารมาตรฐาน	ธาตุ	เลขอะตอม	พลังงานรังสีเอกซ์ K_{α} (keV)
K_2SO_4	K	19	3.31
$Ca_3(PO_4)_2$	Ca	20	3.70
$CaCO_3$	Ca	20	3.70
Ti-plate	Ti	22	4.51
$KCr(SO_4)_2$	Cr	24	5.41
$MnSO_4 \cdot H_2O$	Mn	25	5.89
Fe_2O_3	Fe	26	6.40
$FeSO_4(NH_4)SO_4 \cdot 6H_2O$	Fe	26	6.40
$Fe_2(SO_4)_3(NH_4)_2$	Fe	26	6.40
$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	Co	27	6.92

ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

สารมาตรฐาน	ธาตุ	เลขอะตอม	พลังงานรังสีเอกซ์ K_{α} (keV)
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Ni	28	7.47
CuCl	Cu	29	8.04
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Cu	29	8.04
ZnO	Zn	30	8.63

ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงอัตราส่วนเม็ดผสมของสารตัวอย่าง

สารตัวอย่าง	เม็ดที่	สัดส่วนน้ำหนัก	น้ำหนักรวม (g)
$\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1	1.0:3.0	4.00
	2	0.9440:3.029	4.0230
	3	1.2403:3.0105	4.2508
$\text{CuO} + \text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	4	1.0:3.0	4.00
	5	1.0299:2.8848	3.9417
	6	1.0985:2.9759	4.0744

3.3 การเก็บข้อมูล

การเก็บข้อมูลประกอบด้วย

- 3.3.1 การตรวจวัดสเปกตรัมรังสีเอกซ์เรืองแสงของเม็ดผสมธาตุ Ti, Fe, Zn และ Zr เพื่อการสอบเทียบพลังงาน เวลาที่ใช้คือ 100 วินาที
- 3.3.2 การตรวจวัดสเปกตรัมรังสีเอกซ์เรืองแสงของแผ่นโลหะ Ni เพื่อใช้ normalize ชุดข้อมูล เวลาที่ใช้คือ 100 วินาที
- 3.3.3 การตรวจวัดสเปกตรัมรังสีเอกซ์เรืองแสง รังสีกระเจิงแบบโคฮีเรนต์และแบบอินโคฮีเรนต์ของสารตัวอย่างมาตรฐานเพื่อการทำ system calibration ใช้เวลาตัวอย่างละ 200 วินาที
- 3.3.4 การตรวจวัดสเปกตรัมรังสีเอกซ์เรืองแสง รังสีกระเจิงแบบโคฮีเรนต์และแบบอินโคฮีเรนต์ของสารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ ใช้เวลาตัวอย่างละ 200 วินาที

ทั้งหมดจะถูกกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์เรืองแสงพลังงานเดี่ยว 17.44 keV ของแผ่น Mo(K_{α}) ซึ่งใช้เป็น secondary target ความต่างศักย์หลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 30 kV กระแสหลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 20 mA