

## **การวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในตะกอนจากโรงงานอุตสาหกรรมชุบโลหะโดยวิธีการวาวรังสีเอกซ์ วัตถุประสงค์**

1. เพื่อศึกษานิยามที่แน่นอนขององค์ประกอบในตัวอย่างตะกอนจากโรงงานอุตสาหกรรมชุบโลหะ
2. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมตัวอย่างและเงื่อนไขการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลที่เหมาะสมสำหรับตัวอย่างตะกอนจากโรงงานอุตสาหกรรมชุบโลหะ

### **ทฤษฎี**

#### **การวิเคราะห์ธาตุโดยการวาวรังสีเอกซ์ (X-ray Fluorescence)**

เมื่ออิเล็กตรอนในอะตอม (Orbital electron) ถูกทำให้หลุดออกไปจากชั้นพลังงาน (shell) ด้วยวิธีใดก็ตาม จะเกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจากชั้นพลังงานอื่นเข้ามาแทนที่ พร้อมกับปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปโฟตอนหรือที่เราเรียกว่า “รังสีเอกซ์” จึงเรียกขบวนการนี้ว่าการวาวรังสีเอกซ์ (X-ray Fluorescence) รังสีเอกซ์ที่ได้ออกมาของแต่ละธาตุจะมีพลังงานเฉพาะตัว เนื่องจากการจัดชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนของแต่ละธาตุไม่เหมือนกัน จึงเรียกอีกอย่างว่า “รังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X-ray)” ซึ่งปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ได้จากแหล่งกระตุ้นเดียวกันจะเป็นปฏิภาคกับจำนวนอะตอมของธาตุนั้นๆ การที่จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนหลุดจากชั้นพลังงานได้ ต้นกำเนิดรังสีที่ใช้กระตุ้น (Source) จะต้องให้รังสีที่มีพลังงานมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในชั้นพลังงานนั้นๆ ซึ่งพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนนี้มีพลังงานใกล้เคียงกับค่าแอมชอร์พซ์ในแอดจ์ในแต่ละชั้นพลังงาน

### **อุปกรณ์การทดลอง**

1. สารตัวอย่างมีลักษณะเป็นดินโคลนเปียกชื้น นำมาอบด้วยเตาอบ แล้วบดให้เป็นผงละเอียดจำนวน 31 ตัวอย่าง (ซึ่งระบุรหัสตัวอย่าง N01-N31)
2. เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF)
3. ชุดอุปกรณ์ประกอบภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง (Sample Holder)
4. เบ้าสำหรับอัดสารตัวอย่าง
5. เบ้าสำหรับหลอมสารตัวอย่าง (Crucible)
6. เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัล
7. เครื่องอัดไฮดรอลิก
8. เครื่อง Fusion Machine (ยี่ห้อ Katanax)
9. ครกอะเกต
10. Boric Acid ( $H_3BO_3$ )
11. Di-Lithium Tetraborate ( $Li_2B_4O_7$ )
12. Lithium Metaborate ( $LiBO_2$ )
13. Potassium Iodide (KI)
14. สารละลาย Alcohol
15. สารละลาย Acetone
16. แผ่นไมลาร์ (mylar)
17. กระดาษกรอง
18. กระดาษแก้ว
19. กระดาษขาว
20. กระดาษทิชชู
21. กรรไกร
22. ซ้อนตักสาร

### **ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง**

- การเตรียมสารตัวอย่าง (ชนิดผง)

1. ทำการประกอบวงแหวนพลาสติก Sample Holder และแผ่นไมลาร์ (mylar) เข้าด้วยกันเพื่อใช้เป็นภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง

2. ใช้ช้อนตักสารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้วบรรจุลงในภาชนะดังกล่าว โดยให้ปริมาณของสารตัวอย่างมีความหนาประมาณ 0.5 c.m.

3. นำกระดาษทิชชูชุบสารละลาย Alcohol แล้วเช็ดทำความสะอาดบริเวณขอบภาชนะ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนภายในเครื่องวัด

4. นำกระดาษกาวปิดภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง เพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายของสารตัวอย่างในขณะที่ทำการวิเคราะห์ด้วยระบบสเปกโตรเมทรี

- การเตรียมสารตัวอย่าง (ชนิดอัดเม็ด)

1. ชั่งสาร Boric Acid ( $H_3BO_3$ ) และสารตัวอย่าง ด้วยอัตราส่วน 3 : 1

2. เทสารที่ชั่งได้ลงในครกอะเกต

3. เติมสารละลาย Acetone

4. บดสารให้เข้ากัน จนมีลักษณะเป็นผงละเอียด

5. เทผงที่ได้ลงในเบ้าสำหรับอัดสารตัวอย่าง แล้วนำเข้าเครื่องอัดไฮโดรลิก

(ความดัน ประมาณ 10 torr เวลา ประมาณ 2 min)

6. เมื่อได้เม็ดสารตัวอย่างแล้วทำความสะอาดเม็ดสารด้วยสารละลาย Alcohol

7. ชั่งปริมาณเม็ดสารที่ได้ด้วยเครื่องชั่งดิจิทัล

- การเตรียมสารตัวอย่าง (ชนิดหลอม)

1. ชั่งสาร Di - Lithium Tetraborate ( $Li_2B_4O_7$ ) , Lithium Metaborate ( $LiBO_2$ ) และสารตัวอย่าง ด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสม แต่น้ำหนักสารรวมไม่เกิน 8.20000 g ในเบ้าสำหรับหลอมสารตัวอย่าง (Crucible)

2. คนสารให้เข้ากัน

3. นำภาชนะที่บรรจุสารที่ได้ ใส่ในเครื่อง Fusion Machine (อุณหภูมิ ประมาณ 1015 °C เวลา ประมาณ 20 min)

4. เมื่อได้เม็ดสารตัวอย่าง แล้วนำมาชั่งปริมาณเม็ดสารด้วยเครื่องชั่งดิจิทัล

- การวิเคราะห์สารตัวอย่างแบบ Standard less

1. นำสารตัวอย่างที่เตรียมไว้ข้างต้น มาวางในเครื่องวัดพลังงานรังสีเอกซ์

2. เข้าโปรแกรม MESA 500 w แล้วตั้งค่าต่าง ๆ ดังนี้

X-ray tube Vol. เลือก Auto (15 keV และ 50 keV)

Preset time เลือก 200 sec

Select Formular เลือก Formular 1 (Oxide)

Quant. Corr เลือก standard less

3. กดปุ่ม VAC ที่ Analysis Unit เพื่อให้ระบบวัดเป็นระบบสุญญากาศ
4. เริ่มทำการวัดรังสีเอกซ์และบันทึกข้อมูลที่วัดได้

- การวิเคราะห์สารตัวอย่างแบบ **Calibration Curve**

นำค่าปริมาณของธาตุแต่ละชนิดที่วิเคราะห์ได้ของแบบ Standard less มาสร้างกราฟเพื่อแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Intensity และค่า Mass (%) จากวิธี NAA

**ผลการทดลอง**

เมื่อวิเคราะห์ผลเชิงปริมาณโดยวิธีการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีการแบบต่างๆดังตาราง

วิธีการวิเคราะห์ผล	จำนวนข้อมูลที่มี error < 10% (%)		
	Curve ที่ 1	Curve ที่ 2	Curve ที่ 3
<u>Powder</u>			
- Stdless	0	0	0
- MCC	45.16	25.80	51.61
- ECC	45.16	25.80	51.61
<u>Press</u>			
- Stdless	0	0	0
- MCC	58.06	29.03	54.83
- ECC	58.06	29.03	54.83
<u>Fuse</u>			
- Stdless	0	0	0
- MCC	72.00	72.00	60.00
- ECC	56.00	84.00	52.00

หมายเหตุ : Curve ที่ 1 เลือกจุดที่มี % error ต่ำ ของทั้งแบบผง เม็ด หลอม ที่วิเคราะห์ผลแบบ stdless  
Curve ที่ 2 เลือกตามแนวโน้มของค่า Intensity ที่ควรมีค่าเพิ่มเป็นแบบเชิงเส้น  
Curve ที่ 3 เลือกสุ่มข้อมูลจากตัวอย่างปริมาณ निकเกิดจากน้อยไปหามาก

**สรุปผลการทดลอง**

- เมื่อวิเคราะห์ผลเชิงคุณภาพพบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่จะประกอบด้วยธาตุ Al Si Ni Fe Cr Ca

- วิธีการเตรียมตัวอย่างที่ดีที่สุด คือแบบ Fuse และเลือกข้อมูลแบบ Curve ที่ 2 เนื่องจากลดผลทางเมทริกซ์

- การคำนวณผลแบบ stdless ของการเตรียมตัวอย่างทั้ง 3 วิธีจะไม่มีจำนวนข้อมูลที่มี error < 10% แสดงว่าให้เปอร์เซ็นต์ค่าความคลาดเคลื่อนที่สูง

- การคำนวณผลแบบ MCC และ ECC จะให้ผลการทดลองที่ใกล้เคียงกัน

