



บทที่ 3

การทดลอง

3.1 การวิเคราะห์โดยเทคนิคแอดดีเวชัน

3.1.1 สารตัวอย่าง การเตรียมสารตัวอย่าง สารมาตรฐานและการ อาบรังสี

3.1.1.1 สารตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ เป็นคาบไทยโบราณ จำนวน 4 ตัวอย่าง ได้มาจาก พิพิธภัณฑ์สถานแห่งชาติ กรมศิลปากร เป็นคาบไทยโบราณที่อยู่ในสมัยต้นรัตนโกสินทร์ และตัวอย่างแร่เหล็กจากเขาทับควาย จ.ลพบุรี ซึ่งให้ชื่อตามหมายเลข ดังนี้

ตัวอย่างหมายเลข	ลักษณะตัวอย่าง
1	คาบไทย
2	คาบไทย
3	คาบไทย
4	คาบไทย
5	แร่เหล็ก

ตารางที่ 3.1

ตัวอย่างที่ศึกษา

3.1.1.2 การเตรียมสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน

เจาะเอาเนื้อโลหะจากคาบไทยโบราณ ตรงกัน ด้วยเครื่องมือเจาะสว่านไฟฟ้า ได้โลหะออกมาเป็นผง เก็บไว้สำหรับการวิเคราะห์ ส่วนแร่เหล็กนั้นบดให้ละเอียด แล้วนำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน ตัวอย่างละ 3 คำ เตรียมไว้สำหรับการวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.1 คาบไทยโบราณ (สมัยต้นรัตนโกสินทร์)

เตรียมสารมาตรฐานที่มีความบริสุทธิ์สูง (Spectrographic grade) ที่ผลิตโดยบริษัท Matheson มีองค์ประกอบธาตุต่าง ๆ (Al, V, Cu, Sb, As, W, Cr, Co, Sn) และเกลือคาร์บอเนตของแมงกานีส ($MnCO_3$) โดยชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน ใส่ในโพสเทอริสที่ล้างให้สะอาดด้วยกรดดินประสิวกับน้ำกลั่น ปิดให้สนิทโดยใช้ความร้อนเตรียมสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ 3 คำ สำหรับสารตัวอย่างหนึ่ง ๆ กับสารมาตรฐานธาตุละ 1 ตัวอย่าง

3.1.1.3 การอบรังสีนิวตรอน

เมื่อชั่งสารตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว (อยู่ระหว่าง 100 - 200 มิลลิกรัม) ในขวดโพสเทอริสดังกล่าวมาแล้วข้างบน โดยใช้ตัวอย่างหนึ่ง ๆ ที่จะวิเคราะห์ ทำควบคู่กัน ๒ ขวดพร้อมกันกับสารมาตรฐานหนึ่งตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุหนึ่ง ๆ แล้วนำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานไปอบรังสีในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย - 1 ที่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ในตำแหน่งที่มีความเข้มข้นของนิวตรอนต่าง ๆ กัน ซึ่งมีค่าประมาณ 10^{10} นิวตรอน ต่อตารางเซนติเมตร ต่อวินาที เป็นเวลา 1 นาที ที่ท่อลม (pneumatic tube) เพื่อหาธาตุที่มีค่าชีวิตสั้น แล้วนำไปวัดรังสีทันที และที่มีความเข้มข้น 10^1 นิวตรอน ต่อตารางเซนติเมตร ต่อวินาที เป็นเวลา 1 - 5 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เรดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้นสลายตัวไปก่อน ก่อนจะนำไปวิเคราะห์

3.1.2 คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่วิเคราะห์

ตารางที่ 3.2 ธาตุที่ศึกษา กับพลังงานของรังสีแกมมา

ไอโซโทปชนิด เสถียรภาพ	ปริมาณที่มีอยู่ตาม ธรรมชาติ %	ความสามารถใน การจับนิวตรอน (บาร์น)	เรดิโอไอโซ- โทป ที่เกิด	ครึ่งชีวิต	พลังงานรังสีแกมมา ที่ปลดปล่อย (MeV)
Al-27	100	0.23	Al-28	2.31m	1.78 [@] (100)
V-51	99.8	4.38	V-52	2.76m	1.434 [@] (100)
Cr-50	4.35	15.9	Cr-51	27.8d	0.32 [@] (100)
Mn-55	100	13.3	Mn-56	2.58h	0.847 [@] (100); 1.81 (25); 2.112 (15)
As-75	100	4.5	As-76	26.3h	0.559 (100); 0.657 (14) 0.767 (0.2); 0.867 (0.2) 1.228 (2.5); 1.215 (10) [@]
Sb-121	57.3	6	Sb-122	2.75d	0.564 (100) [@] ; 0.692 (5) 1.14 (1); 1.256 (1)
Co-59	100	20+17	Co-60	5.24y	1.17 (100) [@] ; 1.33 (100)
Cu-63	69.1	4.5	Cu-64	12.8h	B ⁺ ; 1.345 [@] (100); 0.51
Cu-65	30.9	2.17	Cu-66	5.1m	1.039 [@] (100); 0.141 (2); 0.245 (6)
Sm-152	26.7	206	Sm-153	47.1h	0.1032 [@] (100)
Fe-54	5.82	2.8	Mn 54	291 d	0.84 [@] (100)

หมายเหตุ m = นาที d = วัน y = ปี h = ชั่วโมง

@ = พิกัดที่ใช้ในการคำนวณ

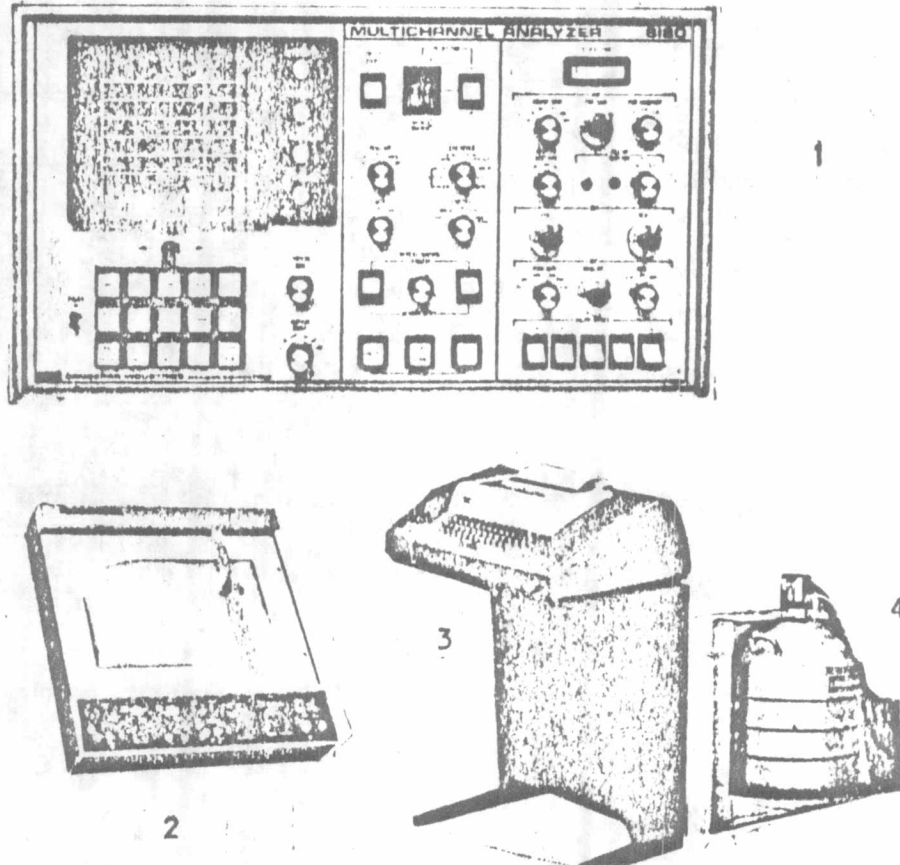
ไอโซโทปชนิด เสถียรภาพ	ปริมาณที่มีอยู่ตาม ธรรมชาติ %	ความสามารถใน การจับนิวตรอน (บาร์น)	เรดิโอไอโซ- โทป ที่เกิด	ครึ่งชีวิต	พลังงานรังสีแกมมา ที่ปลดปล่อย (MeV)
W-186	28.6	37.8	W-187	24h	0.072 (43) ; 0.134 (35) 0.479 (85) ; 0.551 (18) 0.618 (23) ; 0.685 (100) 0.773 (14)
Sb-123		3.3	Sb-124	60.9 d	0.603 (100) , 0.646 (8) 0.723 (10) 1.323 (2) , 1.437 (2) 1.69 (1) 2.09 (7)
Fe-58	0.31	1.15	Fe-59	45.1d	0.192 (4) ; 1.098 (100) ; 1.291 (80)

จากตารางข้างบน เวลาการอบรังสีจึงต่างกัน จากนาทีเป็นชั่วโมง
หรือวัน ขึ้นอยู่กับครึ่งชีวิต และความสามารถในการจับนิวตรอนของธาตุที่ต้องการศึกษาและวิเคราะห์

3.1.3 เครื่องมือ รัศรังสี

รัศรังสีแกมมาด้วยเครื่องรัศรังสีแกมมาแบบ Ge (Li) ซึ่งต่อเข้ากับ
มัลติแชนแนลแอนนาไลเซอร์ ขนาด ๑๐๒๔ ช่อง ที่พลังงานปรมาณูเพื่อสันติ คือ Multichannel
Analyzer ยี่ห้อ Canberra Model 8180 กับแบบ Multichannels Analyzer ของ
Ortec Model 6240 B คอกับ Ge (Li) detector

รูปที่ 3.2 เครื่องมือวัดรังสีแกมมา



1. Multichannel Pulse Height Analyzer
2. X - Y Plotter
3. Teletype
4. Hyper Pure Germanium Detector

3.1.4 เทคนิคการวัด

วัดปริมาณรังสีของเรดิโอไอโซโทปด้วยเครื่อง Ge(Li) ในเวลา 200 วินาที สำหรับสารตัวอย่าง และสารมาตรฐานหนึ่ง ๆ ในตำแหน่งการวัดที่เดียวกัน เพื่อใช้คำนวณหาปริมาณของธาตุต่าง ๆ

สำหรับธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้นมาก ๆ เป็นนาที หลังจากอาบรังสีนิวตรอนแล้วรีบวัดรังสีทันที

สำหรับธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้นปานกลาง ต้องปล่อยให้ธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้นมาก ๆ สลายตัวให้หมด ก่อนประมาณ 1 - 2 วัน แล้วค่อยวัดรังสี

สำหรับธาตุที่มีครึ่งชีวิตหลายวันก็ปล่อยให้ธาตุที่มีอายุสั้น ๆ สลายตัวไปก่อนแล้วค่อยวัดรังสี อย่างน้อยต้องปล่อยให้เวลานานไปประมาณกว่า 10 เท่าของค่าครึ่งชีวิตของธาตุนั้น จึงจะสลายตัวไปหมด

3.1.5 การคำนวณ

คำนวณหาปริมาณของธาตุแต่ละตัวจากสูตร

$$\frac{Wx}{Ws} = \frac{Ax \pm \sigma_x}{As \pm \sigma_s}$$

เมื่อ Wx = น้ำหนักของธาตุ X ในตัวอย่าง

Ws = น้ำหนักของธาตุ X ในสารมาตรฐาน

Ax = พื้นที่ ภายใต้โฟโตพีค ของธาตุ X ในตัวอย่าง

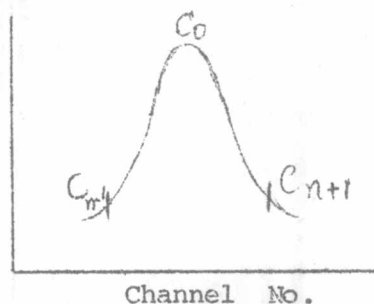
As = พื้นที่ " " " X ในสารมาตรฐาน

σ_x = ค่าเบี่ยงเบนจาก Ax

σ_s = ค่าเบี่ยงเบนจาก As

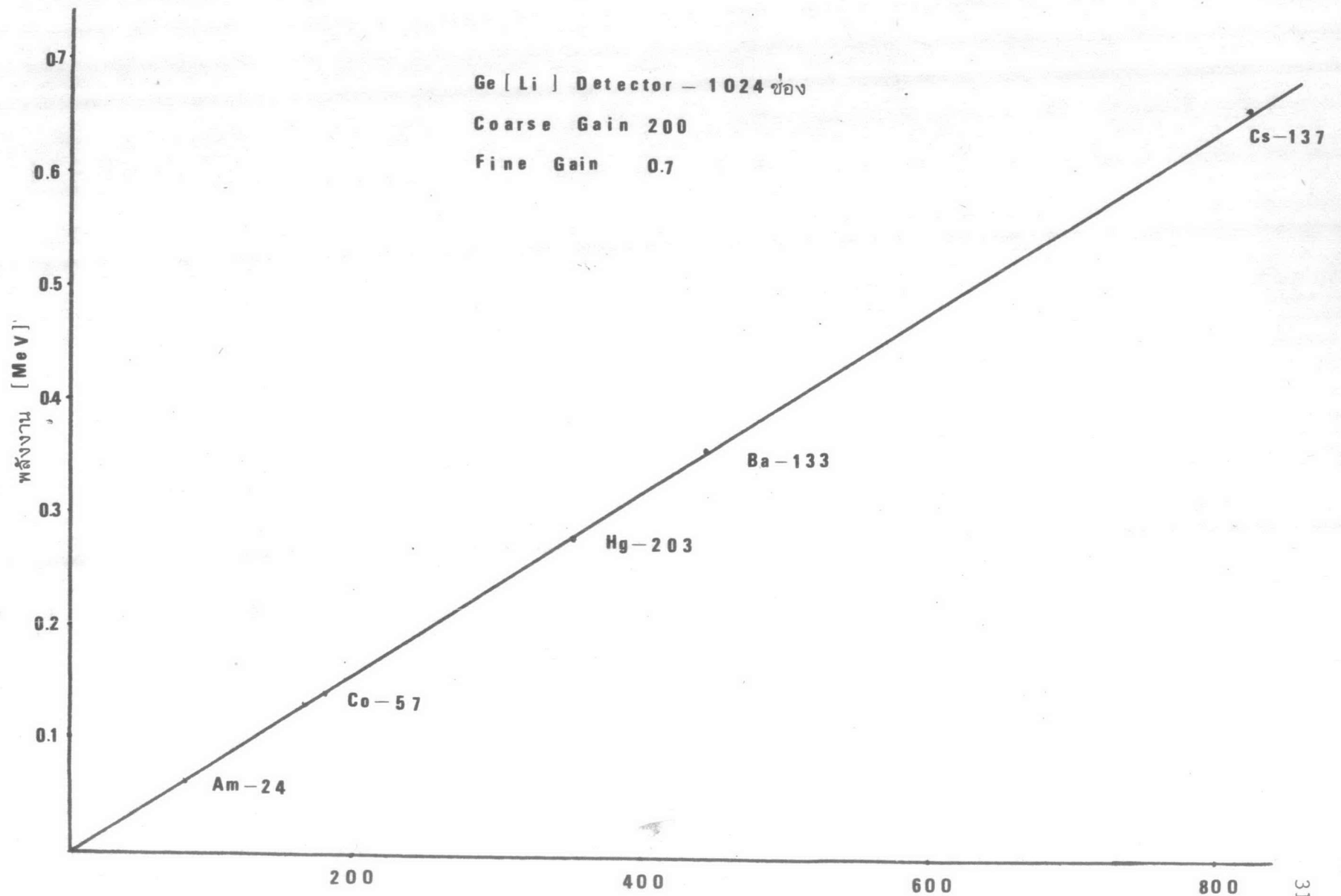
พื้นที่ ภายใต้โฟโตพีค คำนวณด้วย Covell's method ตัวอย่างในรูป

อัตราการนับ
ครั้ง / วินาที

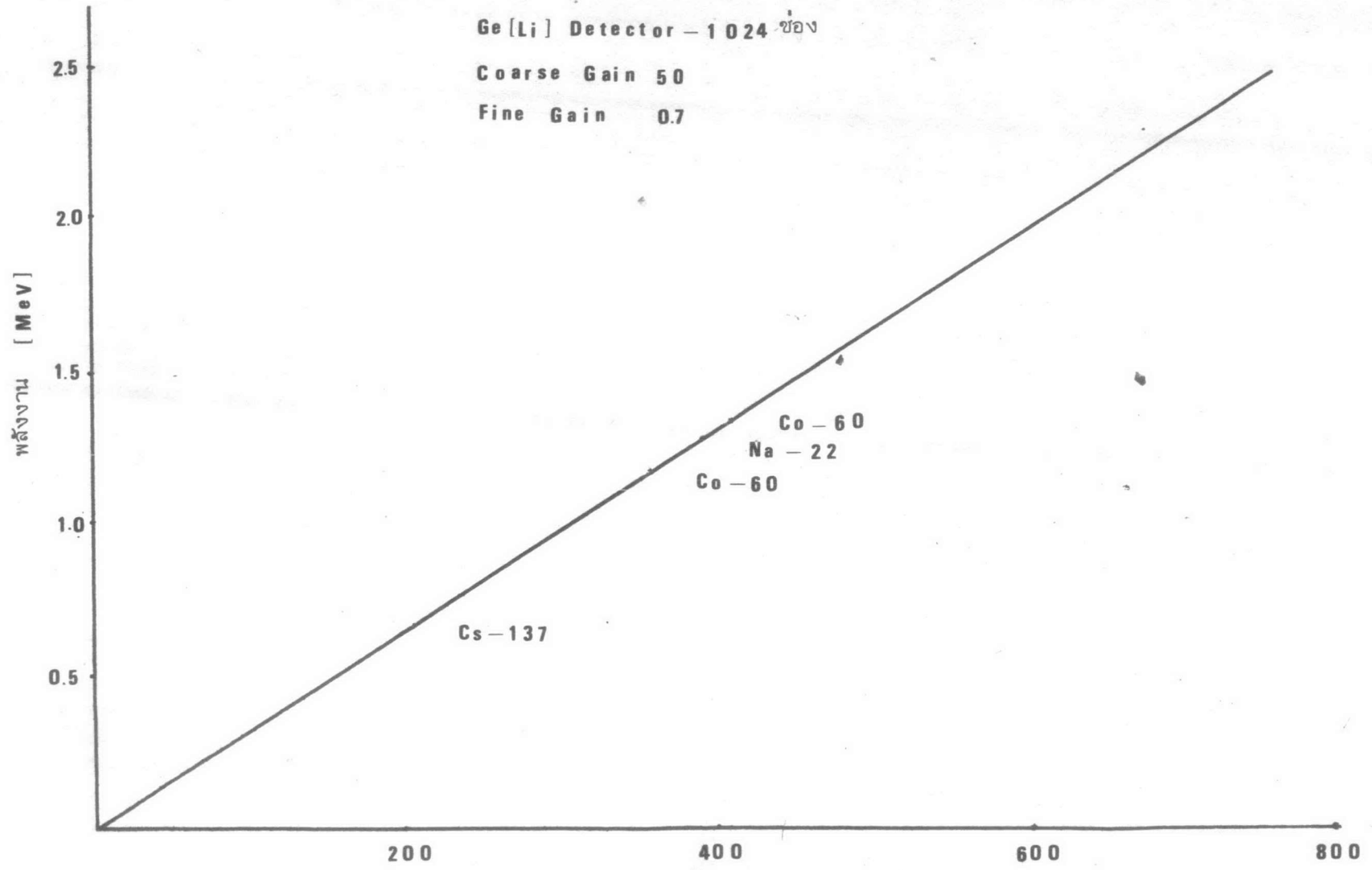


รูปที่ 3.3

แสดง พื้นที่ ภายใต้โฟโตพีค

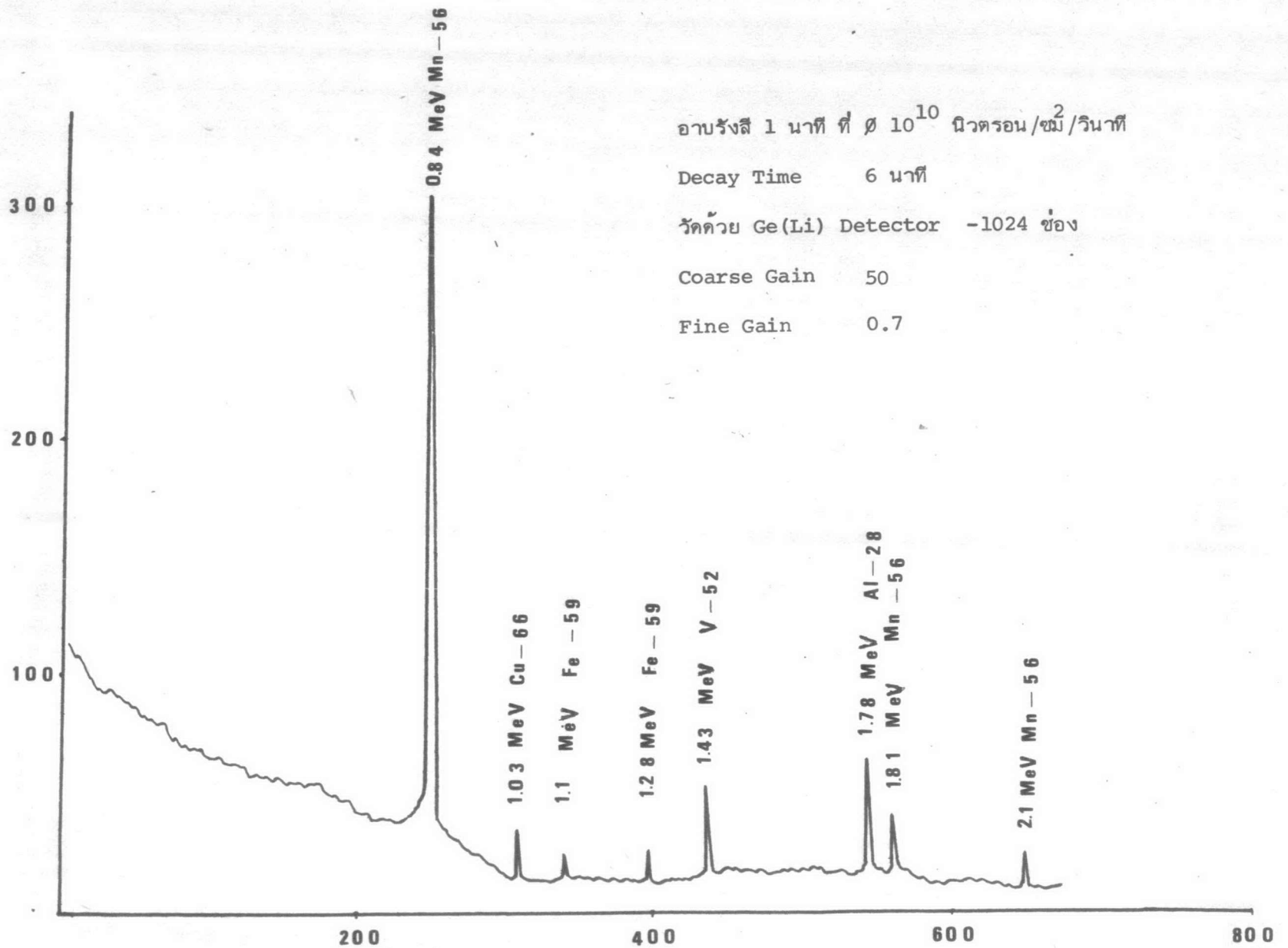


รูปที่ 3.4 กราฟพลังงานมาตรฐาน



รูปที่ 3.5 กราฟพลังงานมาตรฐาน

อัตราการนับครั้งที่ 200 วินาที



อาบรังสี 1 นาที ที่ 10^{10} นิวตรอน/ซม²/วินาที

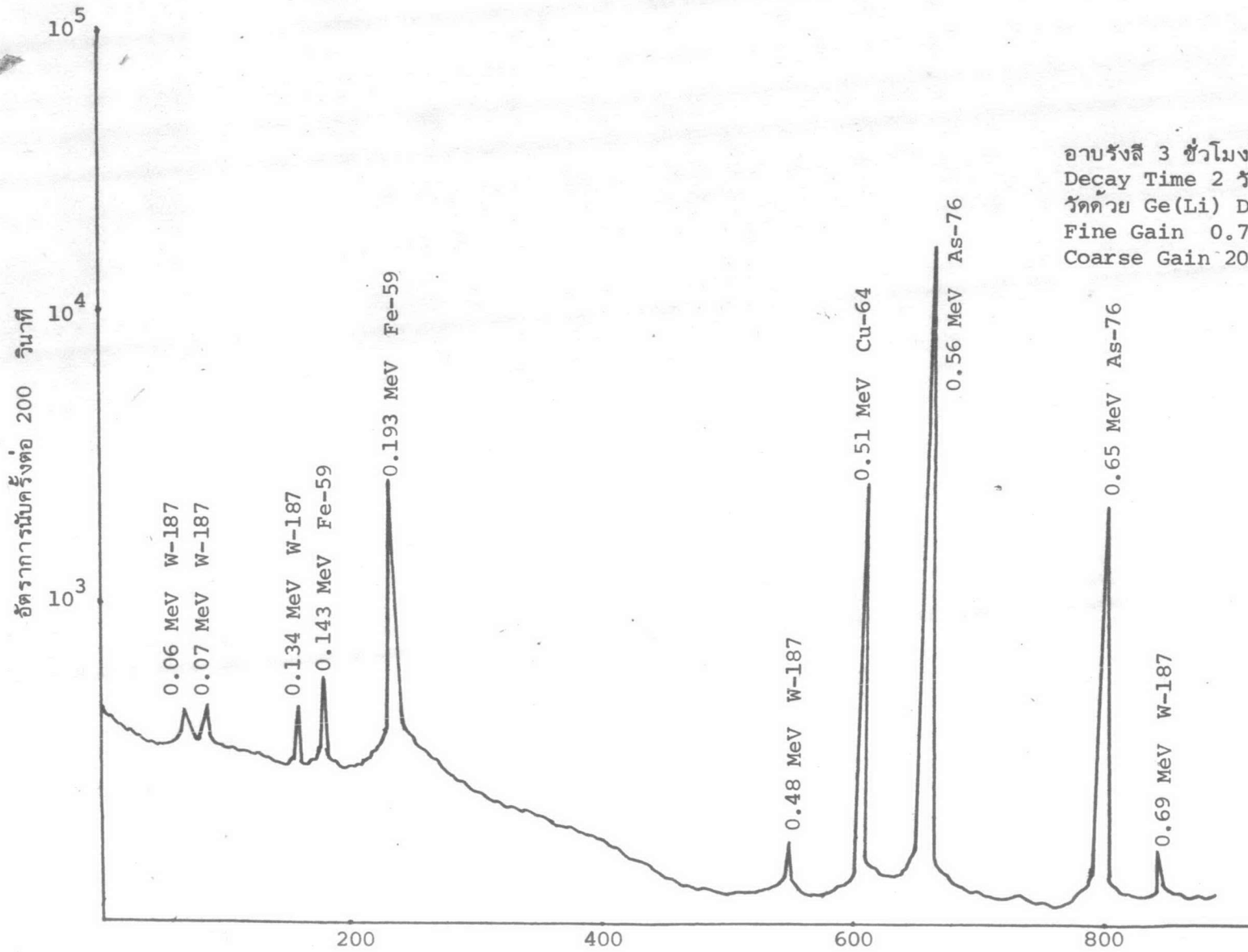
Decay Time 6 นาที

วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

Coarse Gain 50

Fine Gain 0.7

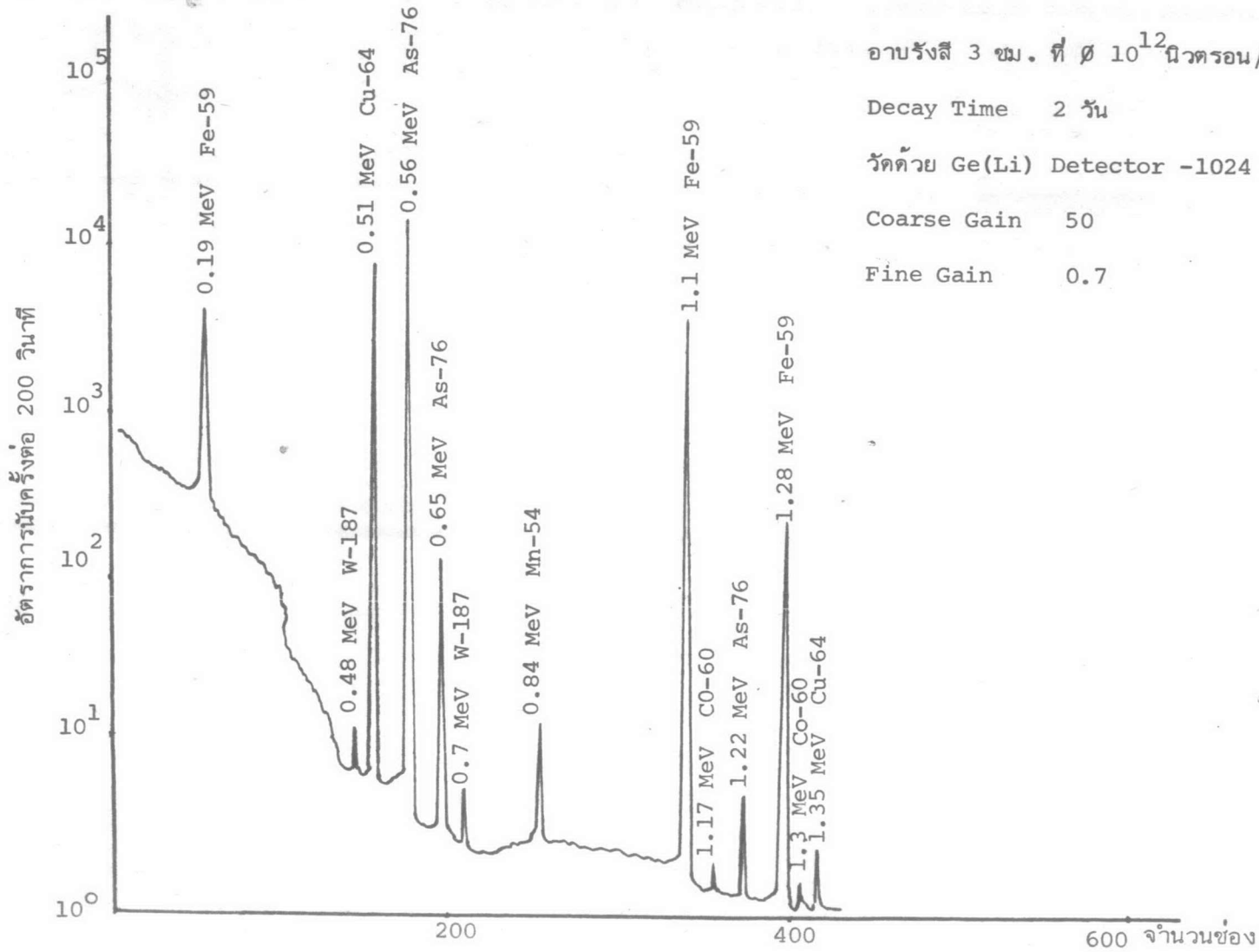
รูปที่ 3.6 แกมมาสเปกตรัมของตัวอย่างคาบหมายเลข 1



อารังสี 3 ชั่วโมงที่ 10^{12} n/cm²/sec.
 Decay Time 2 วัน
 วัสดุ Ge(Li) Detector -1024 ช่อง
 Fine Gain 0.7
 Coarse Gain 200

รูปที่ 3.6.1 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในคาบตัวอย่างหมายเลข 1

(พลังงานต่ำ)



อาบรังสี 3 ชม. ที่ $\phi 10^{12}$ นิวตรอน/ซม²/วินาที

Decay Time 2 วัน

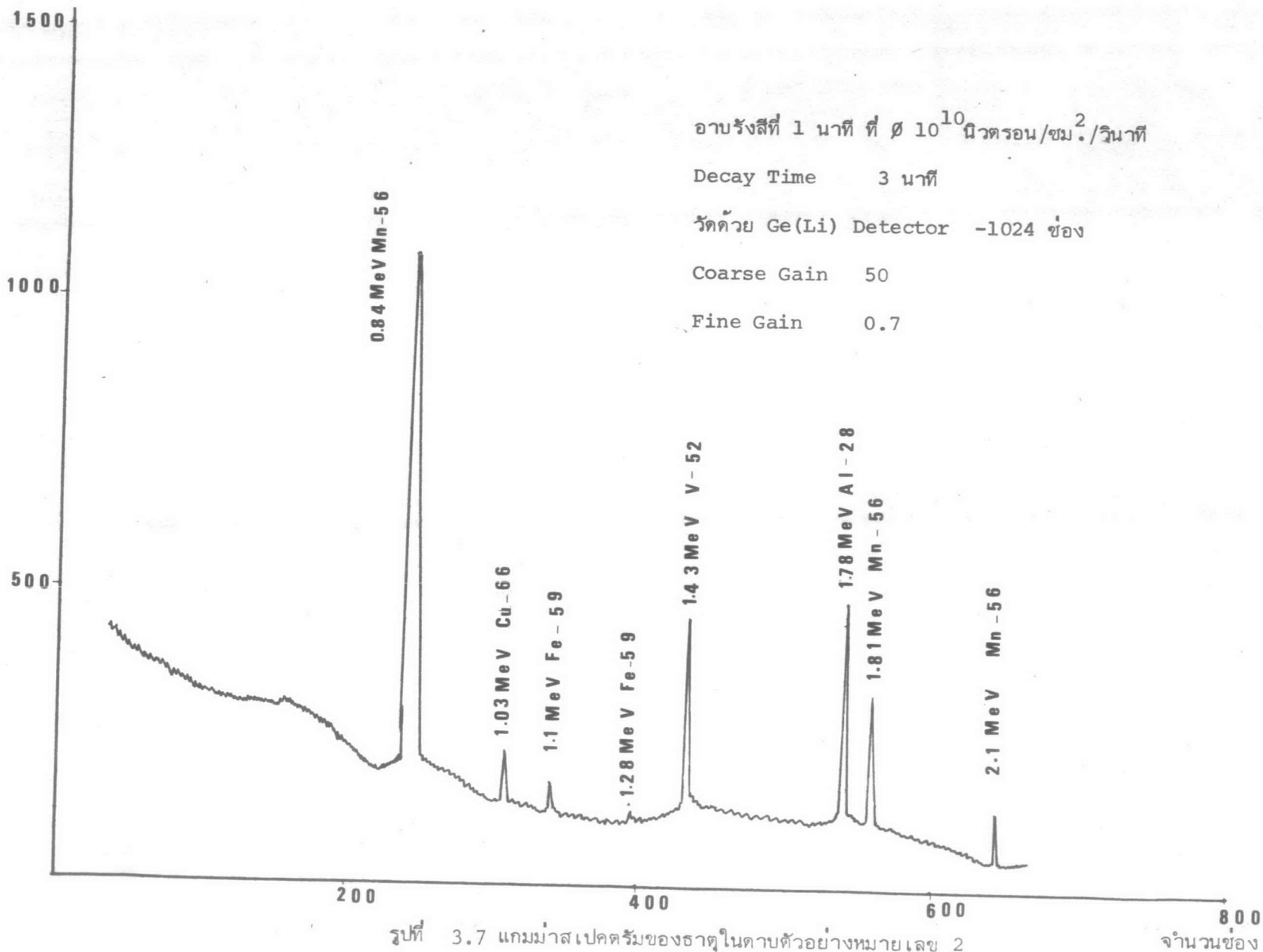
วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

Coarse Gain 50

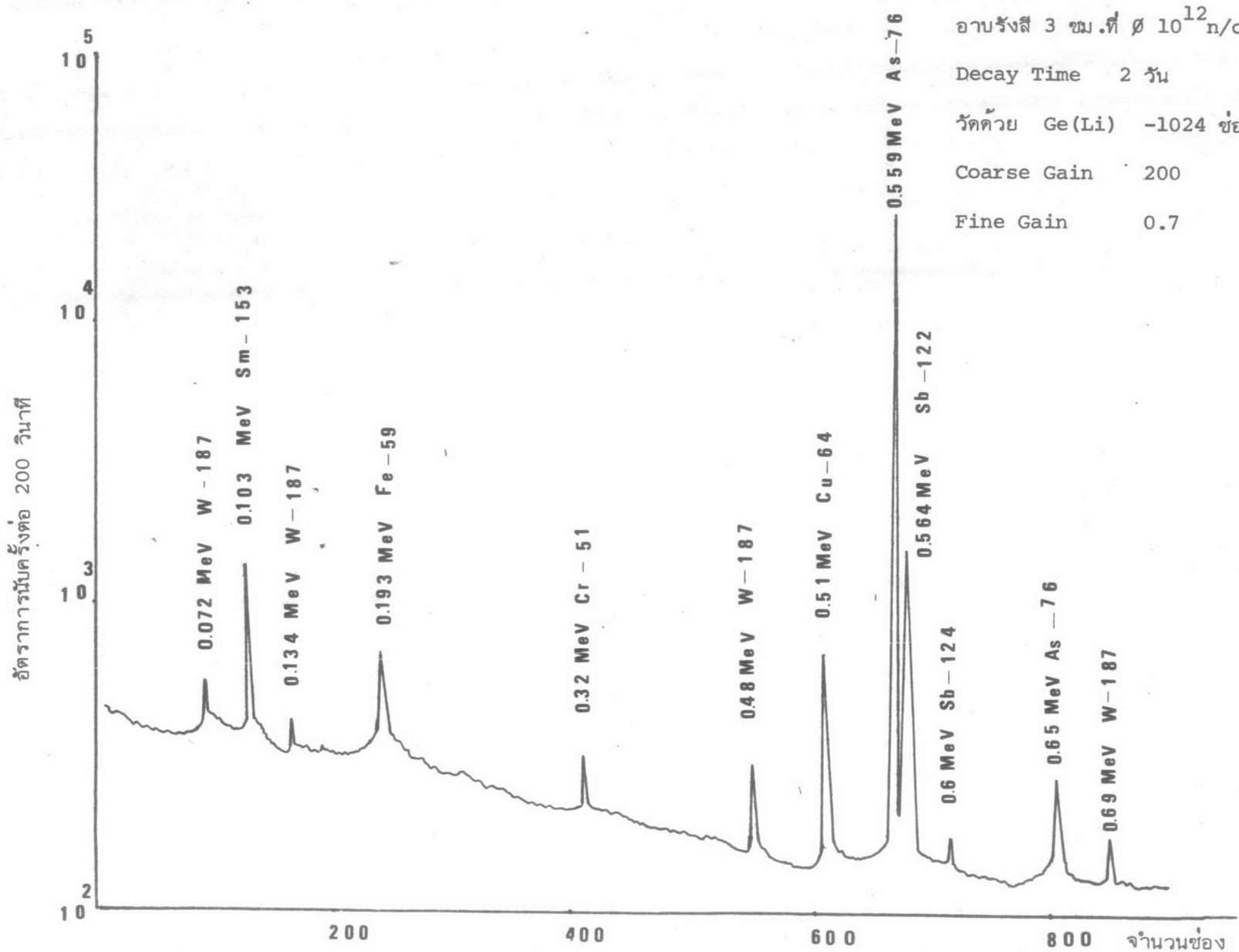
Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.6.2 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างดาบหมายเลข 1

อัตราการนับครั้งต่อ 200 วินาที

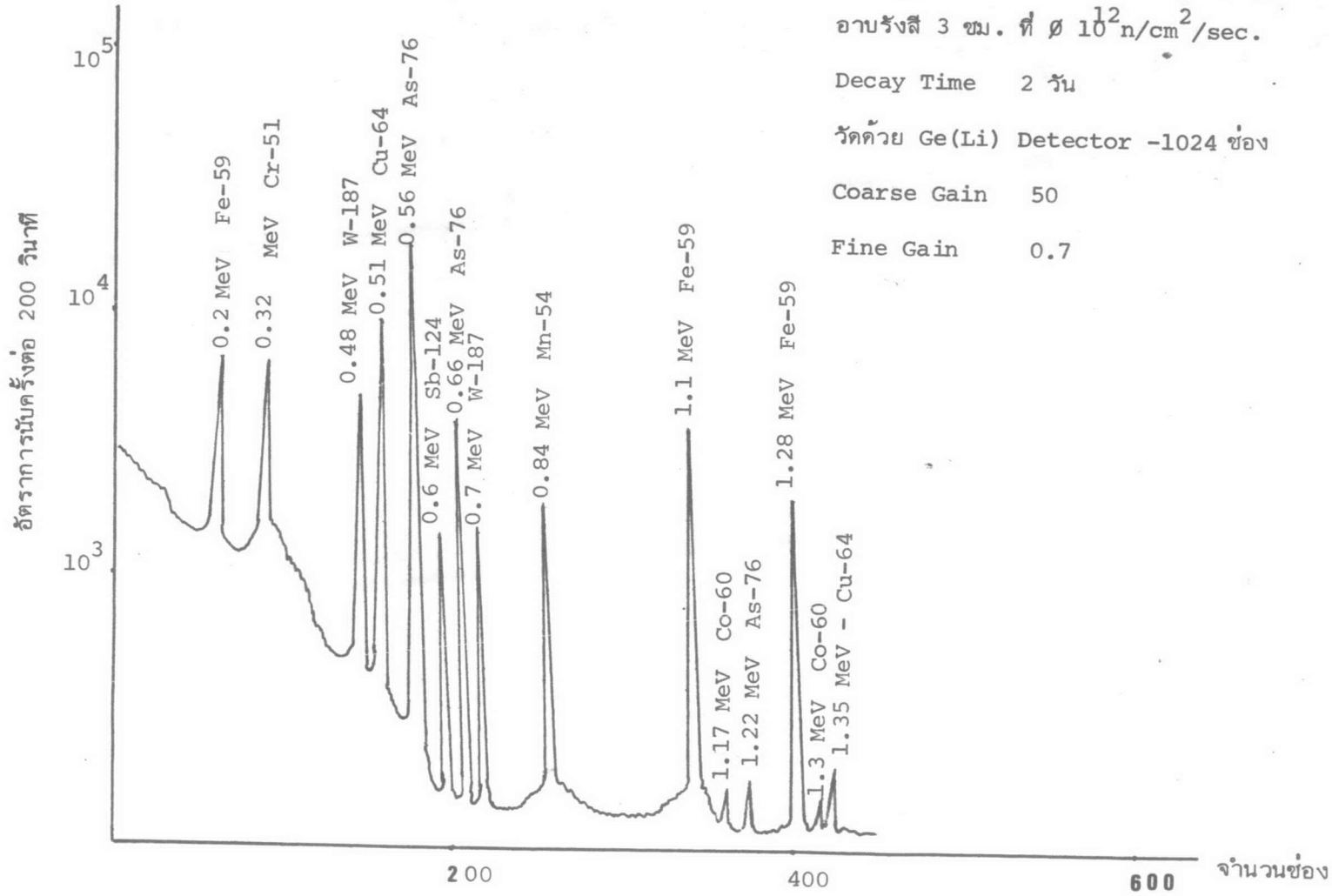


(เรดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้น)



อารังสี 3 มม. ที่ $\phi 10^{12} \text{ n/cm}^2/\text{sec.}$
 Decay Time 2 วัน
 วัสดุ Ge(Li) -1024 ช่อง
 Coarse Gain 200
 Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.7.1 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในคาบตัวอย่างหมายเลข 2 (พลังงานต่ำ)



รูปที่ 3.7.2 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในคาบตัวอย่างหมายเลข 2

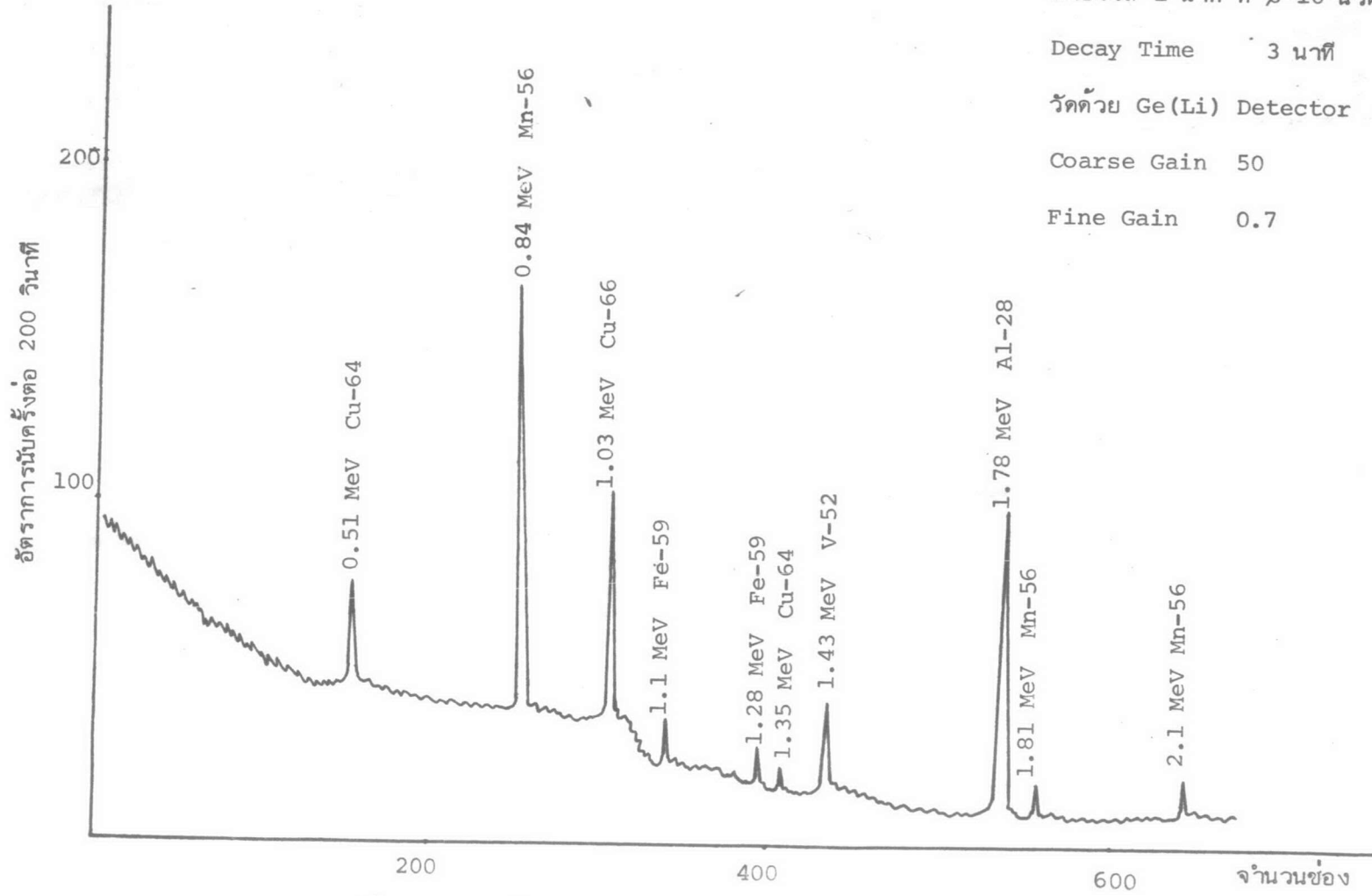
อาบรังสี 1 นาที ที่ $0-10^{10}$ นิวตรอน/ซม²/วินาที

Decay Time 3 นาที

วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

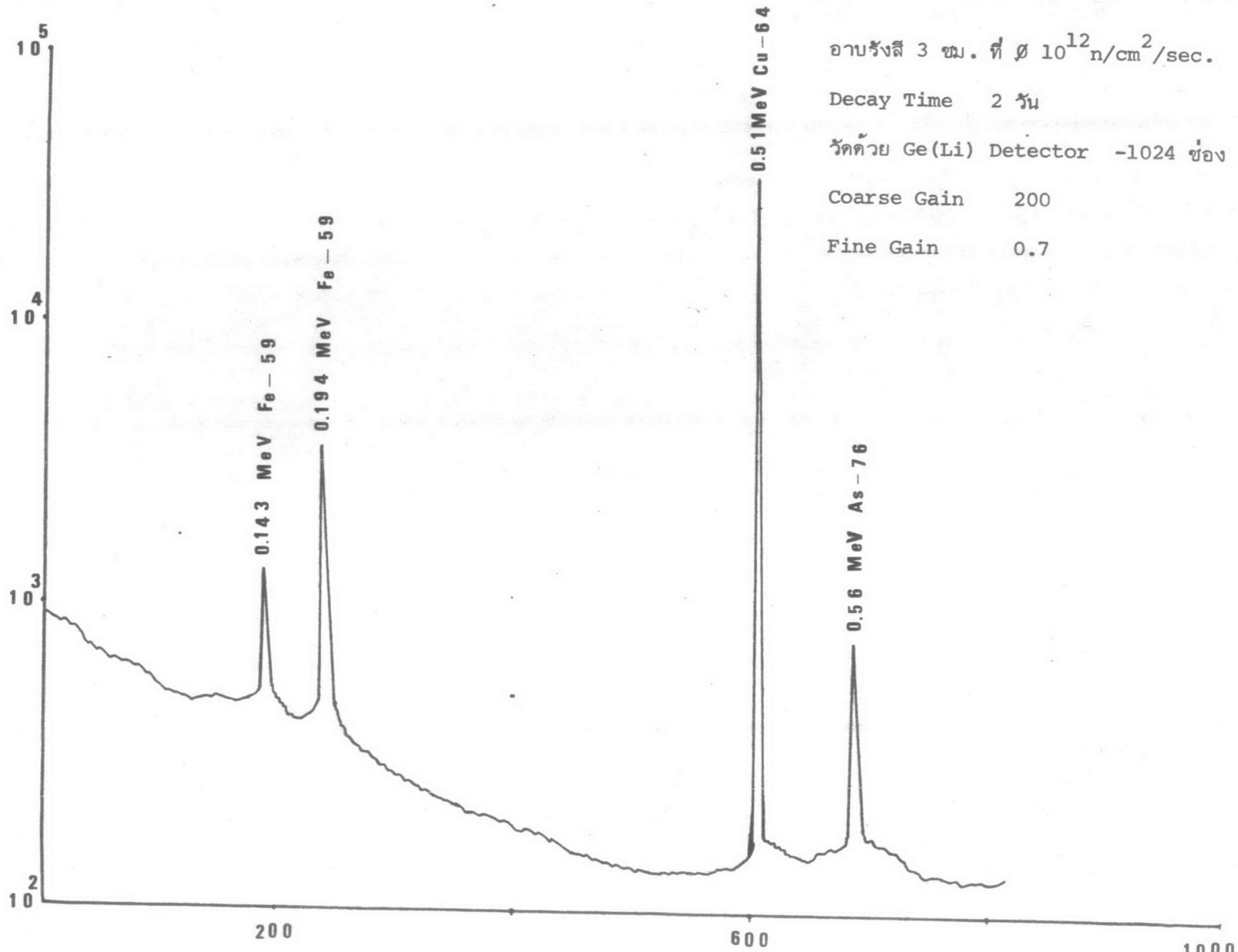
Coarse Gain 50

Fine Gain 0.7



รูปที่ 3.8 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในดาบตัวอย่างหมายเลข 3 (เรดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้น)

อัตราการนับครั้งต่อ 200 วินาที



อาบรังสี 3 ชม. ที่ 10^{12} n/cm²/sec.

Decay Time 2 วัน

วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

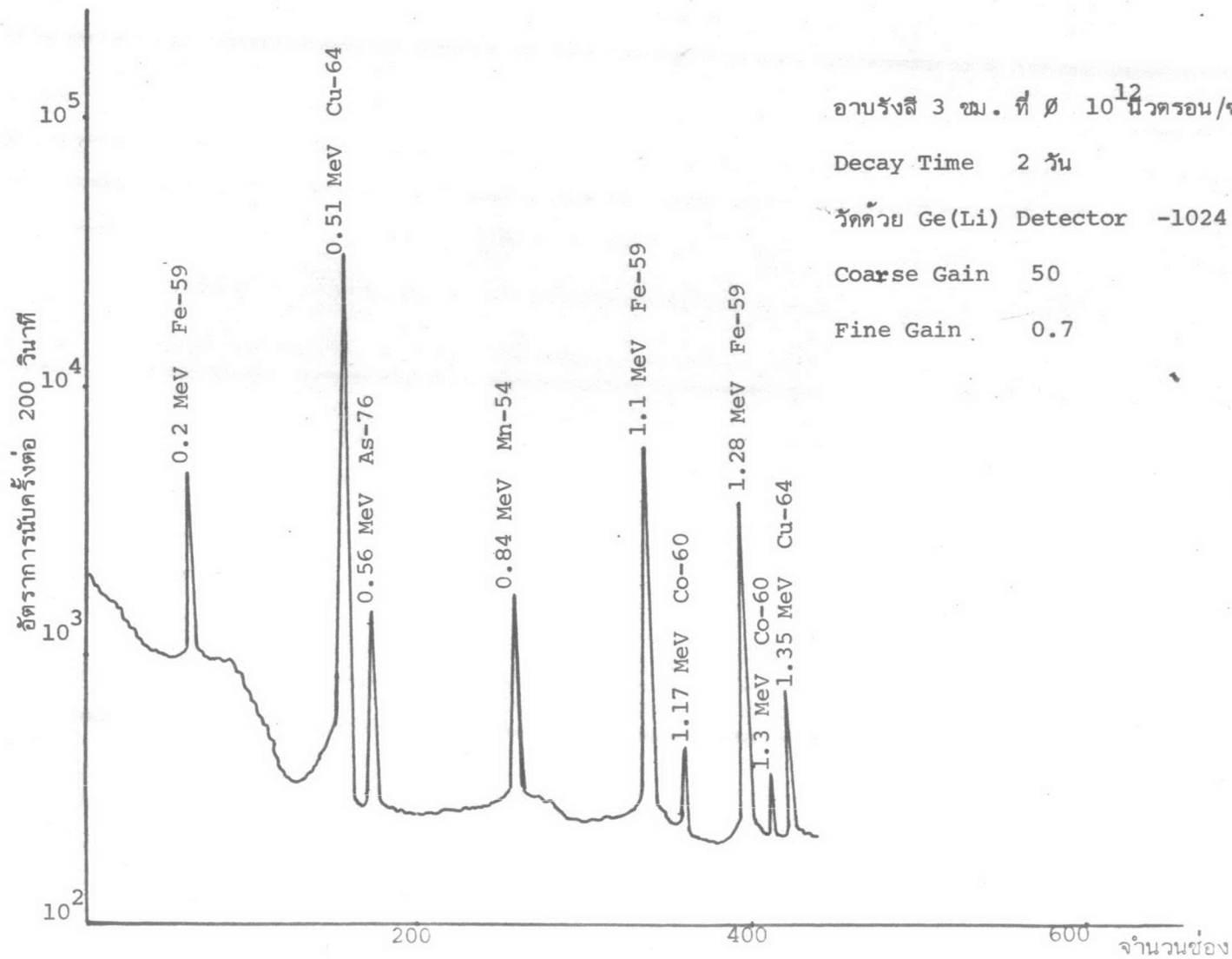
Coarse Gain 200

Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.8.1 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในคาบตัวอย่างหมายเลข 3

(พลังงานต่ำ)

จำนวนช่อง



อาบรังสี 3 ชม. ที่ 10^{12} นิวตรอน/ซม²/วินาที

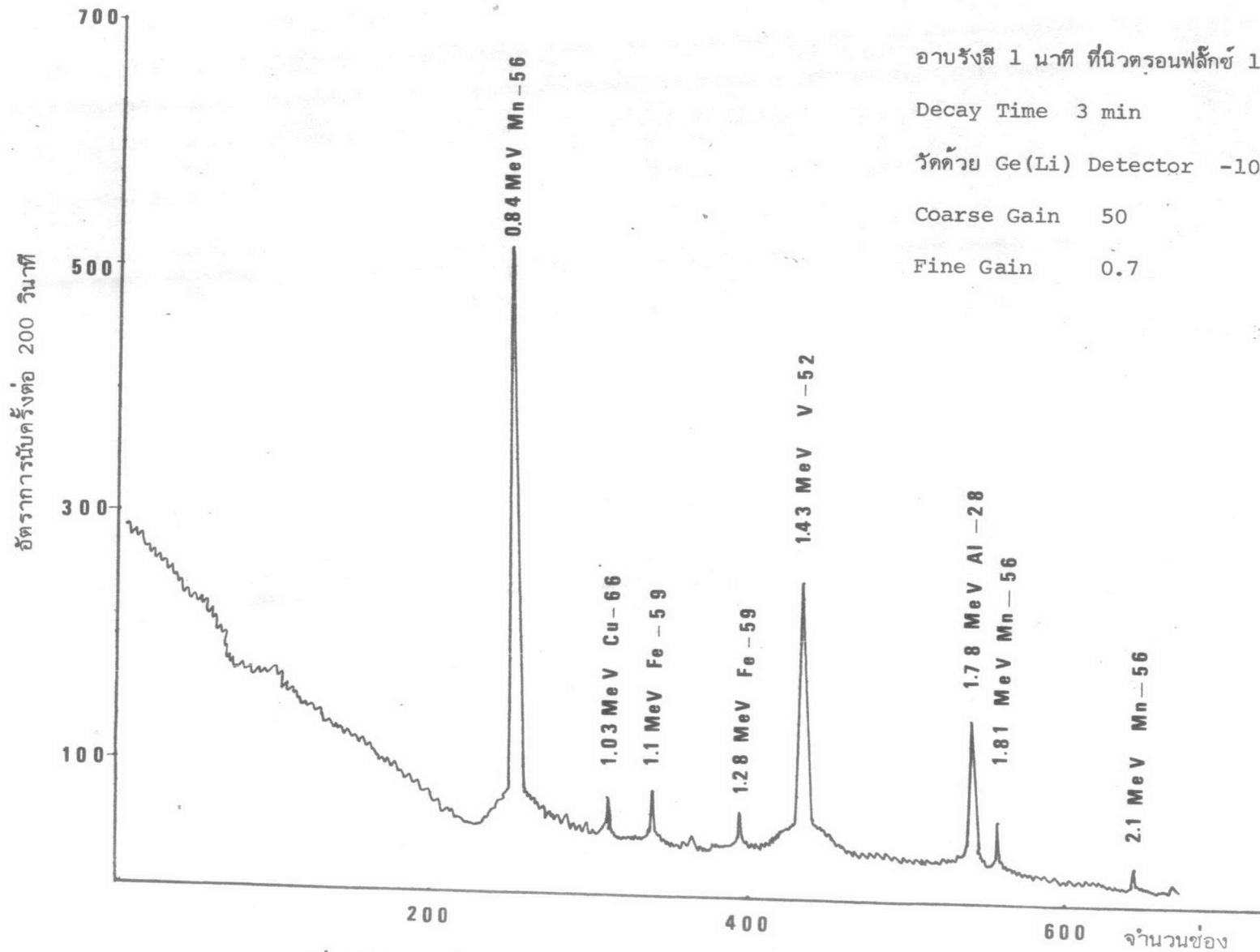
Decay Time 2 วัน

วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

Coarse Gain 50

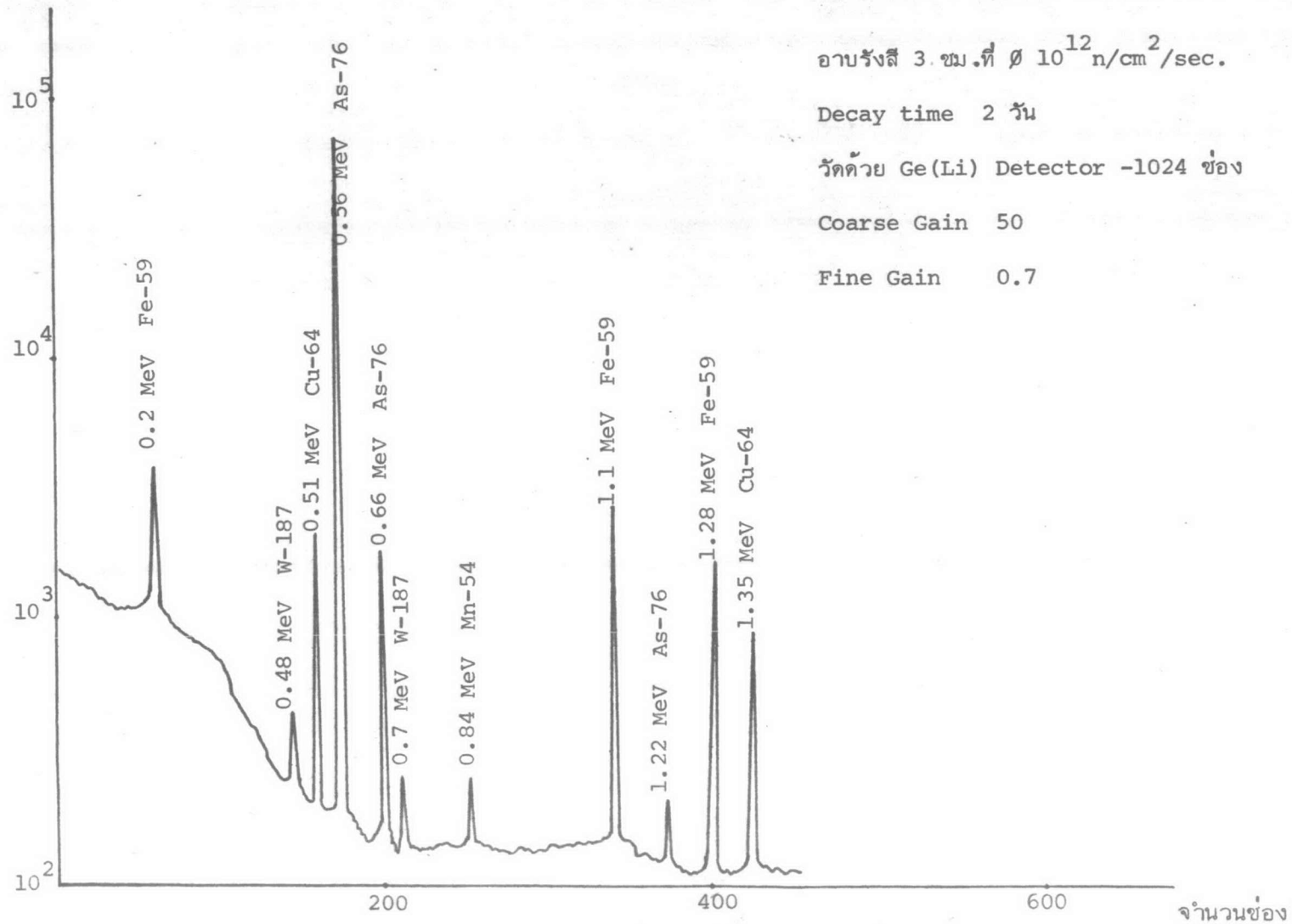
Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.8.2 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างหมายเลข 3



รูปที่ 3.9 แกมมาสเปกตรัมของดาบตัวอย่างหมายเลข 4
(เรดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้น)

อัตราการนับครั้งต่อ 200 วินาที



อาบรังสี 3 ชม. ที่ $\phi 10^{12} \text{ n/cm}^2/\text{sec}$.

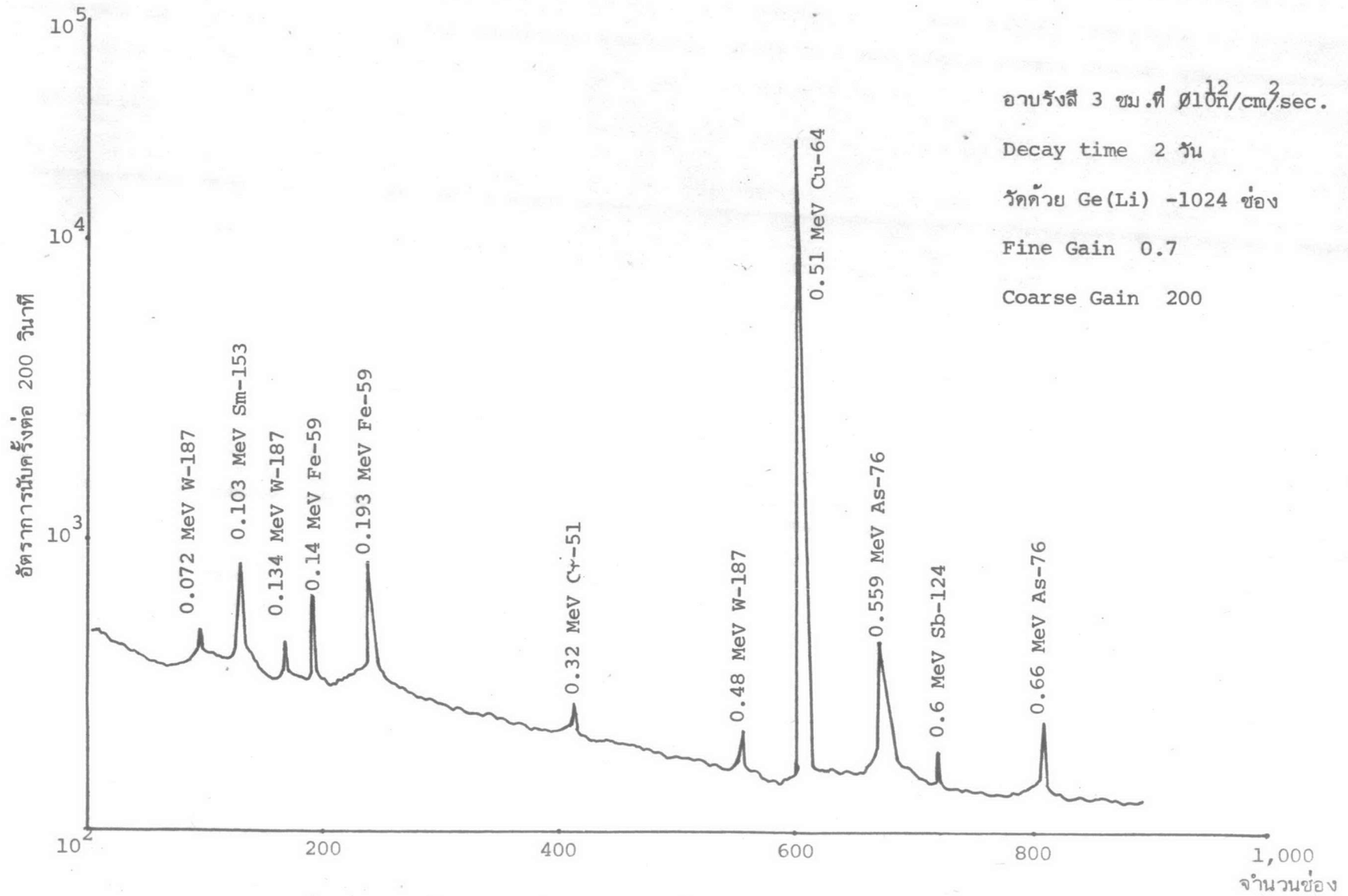
Decay time 2 วัน

วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง

Coarse Gain 50

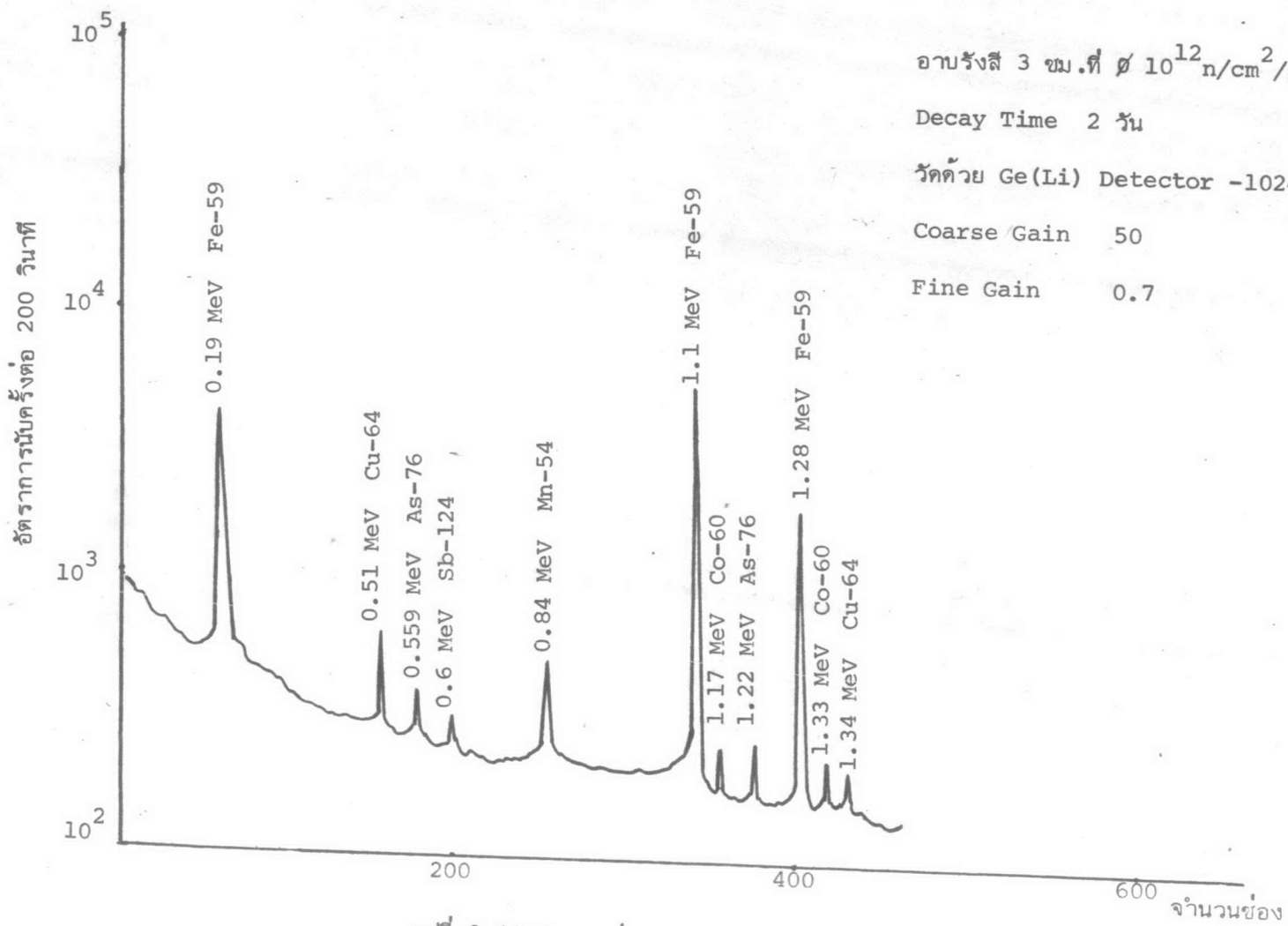
Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.9.1 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างหมายเลข 4



รูปที่ 3.10 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างหมายเลข 5 (แร่เหล็ก)

(พลังงานต่ำ)



อารังสี 3 ชม. ที่ 10^{12} n/cm²/sec.
 Decay Time 2 วัน
 วัดด้วย Ge(Li) Detector -1024 ช่อง
 Coarse Gain 50
 Fine Gain 0.7

รูปที่ 3.10.1 แกมมาสเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างหมายเลข 5 (แร่เหล็ก)

$$\text{พื้นที่ใต้พีค} = \sum_{m=-n}^{+n} A_m - (n + \frac{1}{2}) (A_{-n} + A_{+n})$$

$$= \sum_{m=-n}^{+n} A_m - \frac{n (A_{-n} + A_{+n})}{2}$$

เมื่อ A_m = อัตราการนับในช่องที่ m^{th}

A_{-n} = อัตราการนับในช่องที่ C_{-n}

A_{+n} = อัตราการนับในช่องที่ C_{+n}

ค่าคลาดเคลื่อนมาตรฐานจากค่า A_x, A_s สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\frac{A_x \pm \sigma_x}{A_x \pm \sigma_s} = \frac{A_x}{A_s} \pm \frac{1}{A_s} \left(A_x^2 \sigma_s^2 + A_s^2 \sigma_x^2 \right)^{\frac{1}{2}}$$

นำหนักของธาตุต่าง ๆ ในตัวอย่างจะหาได้จากสมการ

$$W_x = \left[\frac{A_x}{A_s} \pm \frac{1}{A_s} \left(A_x^2 \sigma_s^2 + A_s^2 \sigma_x^2 \right)^{\frac{1}{2}} \right] W_s$$

3.2 การหาปริมาณของฟอสฟอรัส และซิลิกอน โดยวิธี Spectrometry

3.2.1 การหาปริมาณของฟอสฟอรัส

หลักการ ฟอสฟอรัสจะทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมโมลิบเดต เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน คือ แอมโมเนียมฟอสโพลีโมลิบเดต ซึ่งจะเกิดเป็นสารประกอบที่มีสีได้เมื่อทำปฏิกิริยากับ hydrazine Sulfate เกิดเป็น molybdenum blue Complex Salt เมื่อนำไปวัดหาค่า Absorbance สูงสุดของสีที่เกิดขึ้นที่ความยาวคลื่น 815 นาโนเมตร ก็สามารถจะหาปริมาณของฟอสฟอรัสได้โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน

Reagents

1. Ammonium Molybdate Solution (20 กรัม/ลิตร)

(เติมกรดกำมะถัน 300 ซีซี ลงไปในน้ำ 500 ซีซี ทำให้

เย็นแล้วเติม ammonium heptamolybdate

$(\text{NH}_4)_2 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ ละลายแล้วเติมน้ำลงไปให้ครบ

1 ลิตร

2. Ammonium Molybdate - hydrazine Sulfate Solution เอา Ammonium molybdate solution มา 250 ซีซี เติมน้ำลงไปจนครบ 600 ซีซี และเติม Hydrazine sulfate 100 ซีซี เติมน้ำลงไปอีกจนครบ 1 ลิตร
3. Aqua Regia

ผสมกรดเกลือเข้มข้น กับกรดดินประสิวเข้มข้นด้วย อัตราส่วน 3:1
4. Hydrazine Sulfate (1.5 กรัม ต่อลิตร) ละลาย 1.5 กรัม ของ Hydrazine Sulfate ในน้ำ 1 ลิตร
5. Sodium Sulfite Solution (100 กรัม / ลิตร) ละลาย 100 กรัม ของ โซเดียมซัลไฟต์ในน้ำแล้วเติมน้ำลงไปจนครบ 1 ลิตร

วิธีทำ

1. ชั่งสารตัวอย่างมา 500 มิลลิกรัม ละลายใน Aqua Regia 10 ซีซี
2. นำไปเติม perchloric acid 15 ซีซี ตั้งบนเตาไฟฟ้าจนเป็นควันสีขาวหมด ยกลงตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติมน้ำลงไป 20 ซีซี เขย่า กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 40. ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อน เอาสารละลายที่กรองได้ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรมาตรฐานขนาด 100 ซีซี เติมน้ำลงไปจนครบ 100 ซีซี
3. แบ่งสารละลายจาก 2. มา 20 ซีซี แล้วเติม 10 ซีซี 10% สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ที่เตรียมไว้แล้ว เขย่าจะได้สารละลายสีส้ม ตั้งไฟให้ร้อนบนเตาไฟฟ้า สีส้มจะหายไป ยกลง ทำให้เย็น
4. เติมสารละลายของ Ammonium molybdate - hydrazine Sulfate ที่เตรียมไว้แล้วลงไป 25 ซีซี โดยมีส่วนผสมดังนี้

- น้ำกลั่น 65 ซีซี + Ammonium molybdate 25 ซีซี + hydrazine Sulfate Solution 10 ซีซี แล้วตั้งไฟให้เดือดจนมีสีน้ำเงินเกิดขึ้น ยกลงทำให้เย็นทันทีโดยแช่น้ำ ถ่ายสารละลายลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 ซีซี เติมน้ำให้ครบ 100 ซีซี เขย่า แบ่งไปวัดหา Absorbance ด้วยเครื่องวัด Spectrophotometer แบบ Spectronic 20 ของ Bausch & Lomb ที่ความยาวคลื่น 815 nanometer (nm) เอาค่าที่วัดได้ไปเทียบหาความเข้มข้นของสารจากกราฟมาตรฐาน จะได้ค่าปริมาณของฟอสฟอรัส ออกมาเป็น %

3.2.2 การหาปริมาณของซิลิกอน

Reagents ที่ใช้

1. 10 % สารละลาย HF
2. แอมโมเนียมโมลิบเดต 106 กรัม ในน้ำ 1 ลิตร
3. เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต & แอมโมเนียมเพอร์สัลเฟต 150 กรัม + น้ำ 400 ซีซี + กรดกำมะถัน (1:1) 100 ซีซี

วิธีทำ

1. ชั่งตัวอย่างมา 100 มิลลิกรัม ใส่ในขวด 100 ซีซี
2. ใส่กรดเกลือเข้มข้น 10 ซีซี แล้วใส่ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 5 ซีซี ตั้งบนเตาไฟฟ้า จนเหล็กละลายหมด เติมน้ำลงไปอีก 15 ซีซี ตั้งไฟต่อไปอีกสักครู่ ทำให้เย็นโดยเร็ว โดยแช่ในอ่างน้ำ
3. ถ่ายสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรมาตรฐานขนาด 100 ซีซี เขย่าให้เข้ากันดี

4. ๑๐ กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรมาตรฐาน
เติมน้ำ 3 ซีซี แล้วเติมสารละลาย Ammonium Molybdate
10 ซีซี ทำให้อุ่นโดยแช่ในน้ำอุ่นประมาณ 15 วินาที แล้วเอา
ออกมาแช่ในน้ำเย็นในอ่าง ใส่ HF 20 ซีซี เขย่าให้เข้ากันดี
5. ใส่สารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตลงไปทันที 5 ซีซี แล้ว
เติมน้ำจนครบ 100 ซีซี
6. นำไปวัดหา Absorbance ที่ความยาวคลื่น 815 nm. เทียบ
กับกราฟมาตรฐานก็จะหาปริมาณของซิลิกอนได้ โดยทำ Blank
ด้วย วิธีทำก็เหมือนกันเพียงแต่ไม่ใส่สารตัวอย่างเท่านั้น
การหาปริมาณของกำมะถันในแร่เหล็ก

ใช้วิธีตกตะกอนแบบธรรมดาที่ตนเอง ซึ่งมีวิธีทำดังนี้

1. ชั่งตัวอย่างแร่มา 1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ 250 ซีซี ใส่น้ำกลั่น
5 ซีซี ใส่ $KClO_3$ เล็กน้อย ใส่กรดกำมะถัน 15 ซีซี แล้ว
ระเหยจนเกือบแห้ง
2. เติมกรดเกลือ 10 ซีซี แล้วระเหยจนน้ำยาข้นเหนียว ทำให้
เย็น แล้วเติม กรดเกลือ 10 ซีซี เติมน้ำ 20 ซีซี เขย่าให้
เข้ากันดี ต้มให้เดือดแล้วกรองล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อน
เก็บน้ำที่กรองได้ แล้วตกตะกอนกำมะถันด้วย 10% แบนเรียม
คลอไรด์ 15 ซีซี ต้มจนเดือดที่ประมาณ 5 นาที ปล่อยให้เย็น ๆ
ประมาณ 3 ชั่วโมง กรองแล้วล้างด้วยกรดเกลือ 5% 2-3 ครั้ง
แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นให้หมดกรด
3. เตาตะกอนบนกระดาษกรองด้วยเบ้า แล้วทำให้เย็น ซึ่งตะกอนที่ได้
ทำ Blank ด้วยแล้วลบค่าออก จะได้น้ำหนักของแบเรียมซัลเฟต

คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ S ได้ดังนี้

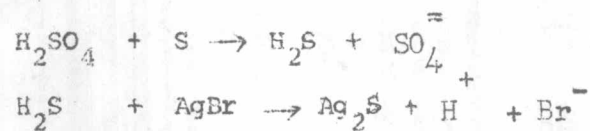
$$S = \frac{\text{น้ำหนัก } BaSO_4}{x} \times 0.1374$$

3.3 การหาปริมาณของธาตุคาร์บอนกับกำมะถันโดยใช้เครื่องมือ Infracarb-S E880

หลังจากที่หาซัลเฟอร์ในเหล็กตัวอย่างโดยวิธีทางเคมี โดยใช้วิธี S-printing
มีวิธีการทำดังนี้

1. เอากระดาษอัดรูปอบด้วยกรดกำมะถัน 3 % ชั้บกรดที่มากเกินไปพอด้วย
กระดาษกรอง
2. เอากระดาษอัดรูปที่ได้อบกรดกำมะถันไว้แล้วไปวางบนวัตถุที่ต้องการจะทดสอบ
ให้กระดาษแนบสนิทกับวัตถุประมาณ 3 นาที แล้วเอาออกมาล้างด้วยน้ำให้หมดกรด
3. เอาไป fix ในน้ำยา Hypo- แล้วล้างอย่างปกติเหมือนกับล้างอัดรูป
ผลที่ปรากฏ พบว่ามีสีดำเกิดขึ้น แสดงว่ามีกำมะถันในเหล็กตัวอย่างนั้น ปฏิกริยา
ที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้

กรดกำมะถัน จะทำให้เกิด H_2S ได้ถ้ามีกำมะถันในตัวอย่างเหล็ก ซึ่งจะไปทำ
ปฏิกริยากับ $AgBr$ บนกระดาษอัดรูปเกิดเป็น Ag_2S สีดำ เห็นได้ชัดเจน นับว่าเป็นวิธีการ
ที่ทำได้รวดเร็ว



เมื่อทราบว่า มีกำมะถันอยู่แล้วจึงนำไปหาปริมาณของคาร์บอนกับกำมะถันด้วยเครื่อง
Infracarb - S E880 ที่โรงงานเอสบี เหล็กกล้า

วิธีทำ ชั่งสารตัวอย่างมา 1 กรัม ใส่ในเบ้าที่ใช้เฉพาะสำหรับเครื่องนี้ แล้วนำไป
ใส่ในเครื่อง Infracarb - S E880 ที่ได้ตั้งไว้เรียบร้อยแล้ว แล้วเปิดให้ออกซิเจนผ่าน
เข้าไปด้วยแรงดัน 10 ปอนด์ / ตารางนิ้ว ซึ่งมีปุ่มบังคับบนเครื่องประมาณ 30 วินาที แล้ว
หมุนปุ่มที่ C - analyser ที่ flowmeter 1 - 2 ลิตร / นาที และกำมะถัน
Analyser flowmeter จะมากกว่าเล็กน้อย โดยก่อนที่จะทำการวิเคราะห์จะต้องเปิดเครื่อง
ให้ร้อนก่อนประมาณ 10 วินาที แล้วค่อยกดปุ่มอื่น ๆ

เบ้าที่ใช้เป็นแบบ Beecroft H.F. pot

หนักประมาณ 0.8 - 1.5 กรัม

วิธีทำ

ชั่งตัวอย่างมา 1 กรัม ใส่ในเบ้า แล้วเอาไปใส่ไว้ในเครื่อง เพื่อทำให้เกิดการเผาไหม้กับออกซิเจน ที่เปิดให้เข้าไปในเครื่องนี้ด้วยอัตราการไหลของออกซิเจนตามที่กำหนดหลังจากที่ได้ตั้งเครื่องมือไว้เรียบร้อยแล้ว ออกซิเจนที่ไปทำให้เกิดการเผาไหม้กับคาร์บอนและกำมะถันในตัวอย่างจะทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ กับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แก๊สที่เกิดขึ้นทั้งสองนี้จะผ่านไปยังเครื่อง Infra - red Gas Analyser 2 หน่วย หน่วยหนึ่งจะวัดคาร์บอนไดออกไซด์ อีกหน่วยหนึ่งจะวัดซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และเครื่องนี้เป็นแบบอัตโนมัติ จะบอกเปอร์เซ็นต์ของคาร์บอน กับซัลเฟอร์ออกมาได้เลย และจะปรากฏให้เห็นเป็นตัวเลขบนเครื่อง

3.4 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของโลหะโดยวิธี Metallography

- I 1) ได้เตรียมตัวอย่าง โดยนำตัวอย่างจากตรงปลายด้านตามมาขัดในพลาสติก โดยการขัดด้วยความร้อน
- 2) นำมาขัดด้วยกระดาษทราย จากเบอร์ 240, 300, 400, 600 จนผิวเรียบ ไม่มีรอยขีด แล้วไปขัดต่อด้วยเครื่องใช้ผงอลูมินาจนผิว สียบไม่มีรอยขีด
- 3) นำมากัดผิวด้วย Nital 4 %
- 4) นำไปตรวจดูด้วยกล้องจุลทัศน์ และถ่ายภาพ
- II 1) ได้เตรียมตัวอย่าง บน ไม้กาบ โดยไม่ตัดออกมา แต่เป็นการทำและเตรียมได้ยากมาก วิธีการก็ทำเช่นเดียวกัน โดยขัดผิวด้วยกระดาษทรายจนผิวเรียบ ไม่มีรอยขีด
- 2) นำไปขัดด้วยเครื่องขัดไฟฟ้า (electrolytic Polishing) จนผิวเรียบ
- 3) นำมากัดผิวด้วย Nital 4%
- 4) ตรวจดูด้วยกล้องจุลทัศน์ และถ่ายภาพ