THE LIBRARY
COLLEGE OF EDUCATION
BANGKOK, THAILAND

# การวิเคราะห์ธาตุบางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยวิธี

# NON - DESTRUCTIVE NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

ปริญญานิพนธ์

ของ

กฤษดา กรุดทอง

20 ส.ค. 2517

เสนอต่อวิทยาลัยวิชาการศึกษา
เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต
15 มีนาคม 2517

คณะกรรมการที่ปรึกษาประจำตัวนิสิตได้พิจารณาปริญญานิพนธ์ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต ของวิทยาลัยวิชาการศึกษาได้.

.....ประธาน

.....กรรมการ

15 มีนาคม 2517

# ประกาศคุณูปการ

ขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ ม.ล.ฉนงค์ นิลอุบล หัวหน้ากองเคมี สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ และ อาจารย์ ร.ท. สมเกียรติ กรีทอง วิทยาลัยวิชาการศึกษาประสานมิตร ที่กรุณาให้คำแนะนำและความช่วยเหลืออย่างดียิ่ง ในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่กองเคมี สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ กระทรวงอุตสาหกรรม ทุกท่านที่ให้ความร่วมมือและอำนวยความสะดวกในการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างดี

ในที่สุดนี้ ขอขอบคุณ คุณ ฤดี อิ่มสุทธิ์ และเพื่อน ๆ ทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้

กฤษดา กรุดทอง

# สารบัญ


| บทที่ | | หน้า |
|---|---|---|
| 1 | บทนำ | 1 |
| | คำนำ | 1 |
| | ความมุ่งหมายของการศึกษาค้นคว้า | 3 |
| | ความสำคัญของการศึกษาค้นคว้า | 3 |
| | ขอบเขตของการศึกษาค้นคว้า | 4 |
| | ข้อตกลงเบื้องต้น | 4 |
| | คำจำกัดความและนิยามศัพท์เฉพาะ | 4 |
| | เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาค้นคว้า | 5 |
| 2 | ทฤษฎี | 10 |
| | การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น | 10 |
| | การคำนวณ Total Count Rate | 19 |
| 3 | เครื่องมือและวิธีดำเนินการ | 22 |
| | เครื่องมือ | 22 |
| | – เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 | 22 |
| | – Ge-Li detector | 23 |
| | วิธีดำเนินการทดลอง | 25 |
| | – การเก็บสารตัวอย่าง | 26 |
| | – การวิเคราะห์ blank sample เพื่อเลือกใช้ เครื่องวัดรังสีที่เหมาะสม | 27 |
| | – การทำ calibration curve | 27 |

# สารบัญ


| บทที่ | | หน้า |
|---|---|---|
| 1 | บทนำ | 1 |
| | คำนำ | 1 |
| | ความมุ่งหมายของการศึกษาค้นคว้า | 3 |
| | ความสำคัญของการศึกษาค้นคว้า | 3 |
| | ขอบเขตของการศึกษาค้นคว้า | 4 |
| | ข้อตกลงเบื้องต้น | 4 |
| | คำจำกัดความและนิยามศัพท์เฉพาะ | 4 |
| | เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาค้นคว้า | 5 |
| 2 | ทฤษฎี | 10 |
| | การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น | 10 |
| | การคำนวณ Total Count Rate | 19 |
| 3 | เครื่องมือและวิธีดำเนินการ | 22 |
| | เครื่องมือ | 22 |
| | – เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 | 22 |
| | – Ge-Li detector | 23 |
| | วิธีดำเนินการทดลอง | 25 |
| | – การเก็บสารตัวอย่าง | 26 |
| | – การวิเคราะห์ blank sample เพื่อเลือกใช้ เครื่องวัดรังสีที่เหมาะสม | 27 |
| | – การทำ calibration curve | 27 |

| บทที่ | | หน้า |
|---|---|---|
| | – การเตรียมสารตัวอย่างเพื่ออาบรังสี ..... | 29 |
| | – การนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสี ..... | 29 |
| | – การวิเคราะห์ blank sample เพื่อหาระยะเวลา ในการอาบรังสีที่เหมาะสม ..... | 31 |
| | – การวัดรังสี ..... | 31 |
| | – การทำคุณภาพวิเคราะห์ ..... | 31 |
| | – การศึกษาธาตุเฉพาะตัว ..... | 32 |
| | – การเปรียบเทียบ photopeak energy และติดตาม half-life ของธาตุที่วิเคราะห์กับธาตุมาตรฐาน ..... | 32 |
| 4 | การศึกษาธาตุเฉพาะตัว ..... | 34 |
| | คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่ศึกษา ..... | 34 |
| | Decay scheme ของธาตุที่ศึกษา ..... | 34 |
| | การศึกษา photopeak energy ของธาตุที่ศึกษา ..... | 34 |
| | การติดตาม half-life ของธาตุที่ศึกษา ..... | 34 |
| 5 | ผลการทดลอง ..... | 52 |
| 6 | สรุปผลการทดลองและอภิปรายผล ..... | 59 |
| | สรุปผลการทดลอง ..... | 59 |
| | อภิปรายผล ..... | 60 |
| 7 | ข้อเสนอแนะ ..... | 63 |
| | บรรณานุกรม ..... | 66 |
| | ภาคผนวก | |
| | ภาคผนวก ก | |
| | ภาคผนวก ข | |

# บัญชีตาราง

ตาราง | หน้า


1 Photopeak energy และ channel number ของสินแร่ยูเรเนียม ..... 29

2 คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่ศึกษา ..... 35

3 Photopeak energy ที่พบในการศึกษาธาตุมาตรฐาน และการติดตาม half - life ..... 51

4 ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ..... 52

5 ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ ..... 59

6 สารมาตรฐานที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ ..... 64

7 ปริมาณเป็น ppm ของธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ..... 64

# บัญชีภาพประกอบ


| ภาพประกอบ | | หน้า |
|---|---|---|
| 1 | $\gamma$ - ray spectrum ..... | 20 |
| 2 | สวนประกอบของ Ge-Li detector ..... | 24 |
| 3 | เปรียบเทียบสเปกตรัมของน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยใช้ NaI (Tl) detector และ Ge-Li detector ..... | 28 |
| 4 | Calibration curve of uranium ore (0-4 Mev.) ..... | 30 |
| 5 | แผนผังแสดงการตรวจหาธาตุ ..... | 33 |
| 6 | Decay scheme ของธาตุที่ศึกษา ..... | 41 |
| 7 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นก่อนใช้อาบรังสี 30 วินาที (1-4 Mev)..... | 53 |
| 8 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นหลังใช้อาบรังสี 30 วินาที (1-4 Mev)..... | 54 |
| 9 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นก่อนใช้อาบรังสี 30 นาที (0-3 Mev)..... | 55 |
| 10 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นหลังใช้อาบรังสี 30 นาที (0-3 Mev)..... | 56 |
| 11 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นก่อนใช้อาบรังสี 3 สัปดาห์ (0-3 Mev)..... | 57 |
| 12 | สเปคตรัมของน้ำมันหล่อลื่นหลังใช้อาบรังสี 3 สัปดาห์ (0-3 Mev)..... | 58 |

# บทที่ 1

# บทนำ

## คำนำ

การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น (activation analysis) เป็นวิธีการวิเคราะห์อย่างหนึ่งที่นักวิทยาศาสตร์ใช้วิเคราะห์หาธาตุส่วนประกอบของสารตัวอย่างในระดับปริมาณน้อย ๆ (trace level) โดยอาศัยการศึกษาคุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่วิเคราะห์ ( test element) เป็นสำคัญ (1) นักวิทยาศาสตร์ได้นำเอาการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นไปใช้อย่างแพร่หลายในปัจจุบันนี้

การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นนำมาใช้กันเมื่อประมาณ 35 ปีมานี้เอง กล่าวคือ ในปี ค.ศ. 1936 Hevesy (2) ได้เป็นผู้ริเริ่มนำเอาการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นมาใช้ในการวิเคราะห์ rare earth element โดยได้ความคิดมาจากการผลิตไอโซโทปกัมมันตรังสี (artificial radioactive isotope ) กับ radioactive tracer technique เขาพบว่า การวิเคราะห์แบบใหม่นี้ใช้วิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยได้ดี ต่อมาพบว่า การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นสามารถใช้วิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อย ขนาด $10^{-7}$ ไมโครกรัม (3) หรือประมาณ $10^{9}$ อะตอมได้ (4) ในปีเดียวกันนี้ Hevesy ได้ร่วมกับ Levi (2) ใช้วิธีการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น หาปริมาณธาตุดีสโปรเซี่ยมในสารตัวอย่าง การทดลองนี้ถือว่าเป็นจุดเริ่มต้นของการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น เขาทั้งสองใช้ thermal neutron จาก radium-beryllium source ไป activate นิวเคลียสของธาตุดีสโปรเซี่ยมให้เป็น ดีสโปรเซี่ยมกัมมันตรังสี วัดปริมาณรังสีที่ปลดปล่อยออกมาเปรียบกับสารมาตรฐานที่ศึกษาในสภาวะเดียวกัน แล้วคำนวณหาปริมาณของธาตุดีสโปรเซี่ยม

การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นที่ใช้อนุภาคนิวตรอนเป็นตัว bombardment นี้เรียกว่า การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น (neutron activation analysis )

ปัจจุบันการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นกำลังเป็นที่สนใจของนักวิทยาศาสตร์ทั่วไป เพราะ

การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ทำได้ง่าย สะดวกรวดเร็ว และมี sensitivity สูง ความรู้ทางนิวเคลียร์สมัยใหม่ช่วยให้นักวิทยาศาสตร์เข้าใจปฏิกริยานิวเคลียร์ต่าง ๆ เพิ่มขึ้น ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงสามารถนำเอาการวิเคราะห์แบบใหม่นี้ ไปใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวางในงานวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแขนงต่าง ๆ แทนการวิเคราะห์โดยกรรมวิธีทางเคมีแบบเก่า ๆ ได้หลายอย่าง

นักวิเคราะห์แอคติเวชั่น (activation analyst) ได้นำเอาการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นไปใช้ในการวิเคราะห์น้ำมัน (5) และพบว่าน้ำมันเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ประกอบด้วยธาตุไฮโดรเยน และคาร์บอน ซึ่งธาตุเหล่านี้ถูก activate ให้เป็นไอโซโทปกัมมันตรังสีได้ยาก ดังนั้นการวิเคราะห์ธาตุที่เจือปนอยู่ในน้ำมันโดยวิธีแอคติเวชั่นจึงทำได้สะดวก ปราศจากการรบกวนจากไอโซโทปกัมมันตรังสีชนิดอื่น ๆ ที่เกิดจาก hydrocarbon matrix ด้วยเหตุนี้จึงมีผู้นำเอาการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นไปใช้ในงานวิเคราะห์น้ำมันและงานวิเคราะห์อื่น ๆ ที่เกี่ยวข้องกับน้ำมันอย่างกว้างขวาง Filby (6) ใช้วิธีการวิเคราะห์แบบนิวตรอน แอคติเวชั่น วิเคราะห์หาธาตุที่เจือปนอยู่ในน้ำมันดิบ Wood (7) ใช้วิธีการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่นวิเคราะห์หาธาตุที่มีปริมาณน้อยที่เจือปนอยู่ในน้ำมันเพื่อศึกษาการสึกหรอของเครื่องยนต์ Comanescu (8) ศึกษาการไหลของน้ำมันในท่อขนส่งน้ำมัน Wainedi และ File (9) ได้นำเอาการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นไปใช้ในอุตสาหกรรมสำรวจน้ำมันปิโตรเลียม Angvenot (8) ศึกษาการเผาไหม้ของน้ำมันเชื้อเพลิงในห้องเผาไหม้ของเครื่องยนต์โดยใช้วิธีการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น และ Guinn และ Bellance (10) ได้ใช้การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น ศึกษาน้ำสกปรกที่เกิดจากน้ำมัน จากการศึกษาของนักวิทยาศาสตร์เหล่านี้จะเห็นว่าการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นสามารถนำไปใช้เกี่ยวกับอุตสาหกรรมน้ำมันได้เป็นอย่างดี

ในระยะสิบปีที่ผ่านมานี้ ในต่างประเทศได้มีการศึกษาเกี่ยวกับสิ่งเจือปนในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์เพื่อปรับปรุงคุณภาพของน้ำมัน จึงได้มีผู้นำเอาการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่นมาใช้ในการศึกษาธาตุที่มีปริมาณน้อย (trace element) ในน้ำมันดังกล่าว แต่ในประเทศไทยยังไม่ปรากฏว่ามีผู้ใดศึกษาเรื่องนี้มาก่อน ผู้วิจัยเห็นว่าเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 ของ

สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติแห่งประเทศไทย สามารถนำมาใช้ในการศึกษาค้นคว้าและทดลองเกี่ยวกับการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นได้ ควรจะได้นำเอาการวิเคราะห์แบบนี้มาใช้ในการวิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ของรถยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ (unused and used lubricating oil) เพื่อวิเคราะห์หาธาตุที่เจือปนอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นของเครื่องยนต์ อันเป็นแนวทางในการพิสูจน์ความสึกหรอของเครื่องยนต์ รวมทั้งการศึกษาค้นคว้าหาวิธีการและเทคนิคที่เหมาะสม เพื่อจะเป็นประโยชน์และแนวทางในการศึกษาวิจัยวิธีการวิเคราะห์แบบนี้ต่อไป

ผู้วิจัยหวังว่า การศึกษาครั้งนี้จะเป็นประโยชน์ต่อการศึกษาวิชาวิทยาศาสตร์ ผู้สนใจในวิชาวิทยาศาสตร์เกี่ยวกับธาตุปริมาณน้อย และกับประชาชนทั่วไป

<u>ความมุ่งหมายของการศึกษาค้นคว้า</u>

1. เพื่อค้นคว้าหาเทคนิคและวิธีการที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยบางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ก่อนใช้และหลังใช้ โดยวิธี non - destructive neutron activation analysis

2. เพื่อเสนอแนะวิธีการทำปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) ธาตุที่มีปริมาณน้อย บางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้

<u>ความสำคัญของการศึกษาค้นคว้า</u>

1. ทำให้ทราบเทคนิคและวิธีการวิเคราะห์ที่เหมาะสมที่จะนำมาใช้วิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อย ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ โดยวิธี non-destructive neutron activation analysis

2. ทำให้ทราบชนิดของธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ เพื่อเป็นแนวทางในการปรับปรุงคุณภาพน้ำมันและพิสูจน์ความสึกหรอของเครื่องยนต์และชิ้นส่วนต่างๆ

## ขอบเขตของการศึกษาค้นคว้า

การศึกษาครั้งนี้จะกระทำกับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ เครื่องหมายการค้า SHELL ชนิด SUPER MOTOR OIL 20W/50 ที่ใช้กับรถยนต์ดัสสัน โตโยต้า และโฟคสวาเกน จำนวน 12 ตัวอย่าง การวิจัยนี้ไม่ครอบคลุมถึงน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ชนิดอื่น ๆ

## ข้อตกลงเบื้องต้น

1. ศึกษาน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ที่มีเครื่องหมายการค้า SHELL ชนิด SUPER MOTOR OIL 20W/50 เท่านั้น

2. ศึกษาน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้จำนวน 3 ตัวอย่าง และน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ จากรถยนต์ ดัสสัน โตโยต้า และ โฟคสวาเกน อย่างละ 3 ตัวอย่าง รวมทั้งสิ้น 9 ตัวอย่าง

3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ได้แก่ เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 และ Ge-Li detector รวมกับ 1024 multichannel $\gamma$ - spectrometer

4. การศึกษาครั้งนี้ใช้เทคนิคการวิเคราะห์แบบ non-destructive neutron activation analysis

5. การศึกษาครั้งนี้ ทำการศึกษาแบบคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis ) อย่างเดียว

## คำจำกัดความและนิยามศัพท์เฉพาะ

1. น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ หมายถึง น้ำมันที่ใช้ในการหล่อลื่นการทำงานของเครื่องยนต์

2. Ge-Li detector หมายถึง เครื่องมือสำหรับวัดกัมมันตภาพรังสี ที่ใช้ Ge-Li เป็นหัววัดรังสี

3. Non-destructive neutron activation analysis หมายถึง วิธีการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีพร้อมกับสารมาตรฐาน แล้ววัดรังสีเปรียบเทียบกันโดยไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีเลย

4. ไอโซโทปกัมมันตรังสี หมายถึง ไอโซโทปที่ไม่อยู่ตัวของธาตุจะสลายตัวแผ่รังสีแอลฟ่า เบต้า หรือ แกมม่า ออกจากนิวเคลียส

<u>เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาค้นคว้า</u>

รายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์น้ำมัน โดยวิธีการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น มีดังนี้

D. Gibbons และคณะ (1965) วิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เติมลงในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ (motor oil additive ) โดย rapid non-destructive analysis technique (12) เขานำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสี นิวตรอนจาก 14 – Mev neutron generator มีนิวตรอนฟลักซ์ $10^9$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที แล้ววัดรังสีด้วย ɣ-ray spectrometer วิเคราะห์หาปริมาณของฟอสฟอรัสและแบเรี่ยม ที่เติมลงในน้ำมัน เขาพบว่าวิธีนี้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของฟอสฟอรัสที่อยู่ในช่วง 0.01 – 1 % และแบเรี่ยมที่อยู่ในช่วง 0.05 – 2 % ได้ผลดี นอกจากนี้เขาได้นำวิธีเดียวกันนี้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก, กำมะถัน, ทองแดง และสังกะสี ที่เติมลงในน้ำมันด้วย

I.S. Panidi และคณะ (1970) ได้ศึกษาหาปริมาณธาตุแบเรี่ยมที่เติมลงในน้ำมันหล่อลื่น โดยวิธี non-destructive neutron activation analysis (13) เขานำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีนิวตรอนจากแหล่งกำเนิดรังสีนิวตรอน แล้ววัดความเข้มของรังสีแกมม่าของสารตัวอย่าง เปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน นำมาคำนวณหาปริมาณของธาตุแบเรี่ยม

A.B. Greene, G. Oldman และ G.D. Parker (1971) ได้ศึกษา distribution และ effect ของ $MoS_2$ ในกระบอกสูบของ internal combustion engine โดยวิธี radiometric method (14) เขาได้วิเคราะห์หาปริมาณ $MoS_2$

ที่เข้าไปเจือปนอยู่ใน crankcase oil เพื่อศึกษาการสึกหรอของกระบอกสูบ โดยการนำ $MoS_2$ ไปอาบรังสีประมาณ 3 – 5 วัน เมื่อทิ้งไว้ประมาณ 14 วัน โมลิบเดนัมมีไอโซโทปรังสีที่เกิดขึ้นจะสลายตัวหมดสมบูรณ์ แล้วจึงนำ $MoS_2$ ซึ่งยังคงมีปริมาณรังสีของ S – 35 เหลืออีกประมาณ 3 มิลลิคูรี่ไปฉาบบนผนังกระบอกสูบ ของเครื่องยนต์ขนาด 50 ซี.ซี. เมื่อนำไปทดลองวิ่งระยะหนึ่งแล้ว ใช้เครื่องวัดรังสีวัดปริมาณรังสีของ S – 35 บนกระบอกสูบที่ตำแหน่งต่าง ๆ กัน เปรียบเทียบกับปริมาณรังสีของ S – 35 ที่วัดได้จากกระบอกสูบที่ฉาบไว้ด้วย $MoS_2$ ที่ทราบปริมาณแล้ว พบว่ามี $MoS_2$ สะสมอยู่บนหัวลูกสูบมากกว่าบนผนังกระบอกสูบ

W.A. Jester และ E.E. Klaus (1967) ศึกษาหาปริมาณธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำมันหล่อลื่นชนิด high-purity โดยวิธี instrumental neutron activation analysis (15) เขาพบว่าวิธีแอคติเวชั่นเป็นวิธีที่ดีที่สุดในการที่จะนำมาใช้ศึกษาธาตุที่มีปริมาณน้อยในผลิตภัณฑ์จากน้ำมันปิโตรเลียม และสามารถขจัดปัญหาเกี่ยวกับการรบกวนของธาตุโซเดียมซึ่งมีอยู่ในสารชีวภาพ (biological material) ทั่วไปได้ เขานำสารตัวอย่างประมาณ 4 ซี.ซี. เข้าอาบรังสีนิวตรอนที่กำลัง 200 กิโลวัตต์ นิวตรอนฟลักซ์ $2 \times 10^{12}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตร ต่อวินาที โดยใช้เวลาอาบรังสี 1 และ 5 ชั่วโมงตามลำดับ ปริมาณธาตุ (กรัมต่อ ซี.ซี.) ที่พบคือ

As ($5 \times 10^{-9} - 9 \times 10^{-7}$)

Co ($1.7 \times 10^{-6}$)

Cu ($5 \times 10^{-10} - 3 \times 10^{-7}$)

Mn ($3 \times 10^{-10} - 1.2 \times 10^{-7}$)

Cl ($8 \times 10^{-8} - 6 \times 10^{-7}$)

Br ($4 \times 10^{-9} - 1.6 \times 10^{-3}$)

Hg ($1 \times 10^{-6} - 1.5 \times 10^{-6}$)

Na ($2 \times 10^{-8} - 4 \times 10^{-6}$)

S ($3 \times 10^{-6} - 4 \times 10^{-3}$ gram per gram)

การศึกษาครั้งนี้ใช้ ɣ - ray spectrometer วัดความเข้มรังสีแกมม่าที่ธาตุปล่อยออกมา แล้วนำไปเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน

Burianová และ Heijmanek แห่ง Motorcar Research Institute ประเทศรัสเซีย ได้ใช้วิธีการวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น (8) ศึกษาการทำงานของ crank - case-engine และ piston mechanism แล้ววิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ พบว่ามีเหล็ก, แมงกานีสและแอนติโมนี่ปนอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

Gervé แห่งสถาบัน Technische Hochschule ประเทศเยอรมัน (8) ใช้วิธี neutron activation analysis วิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ที่เก็บตัวอย่างจากบริเวณที่มีการสึกหรอมากในเครื่องยนต์ 3 แห่ง โดยใช้ NaI (Tl) detector เป็นเครื่องวัดรังสี นอกจากนี้เขายังใช้วิธีเดียวกันนี้วิเคราะห์หาปริมาณของโครเมี่ยมและเหล็กบนลูกสูบและโคบอลต์บนแหวนสูบด้วย

N.D. Ickhoff, T.R. Hill และ W.R. Kimel (1968) ได้ศึกษาหาธาตุที่มีปริมาณน้อยโดยวิธี neutron activation analysis (16) พบว่าวิธีนี้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่มีปริมาณน้อยในช่วง ppm - ppb และสามารถนำไปใช้กับธาตุประมาณ 75 ชนิดในสารผสมต่าง ๆ กัน เขาได้ศึกษาสารตัวอย่างที่มีธาตุ 2 ชนิดขึ้นไป เช่น โคบอลต์กับโซเดี่ยม, โซเดี่ยมคาร์บอเนต อลูมิเนี่ยมออกไซด์และแมกนีเซี่ยม เป็นต้น นอกจากนี้เขายังได้วิเคราะห์หาธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำมันหล่อลื่นเกียร์รถยนต์ด้วย โดยหาปริมาณของเหล็กและแมงกานีสเพื่อศึกษาการสึกหรอของเกียร์รถยนต์

H.P. Yule (1967) ใช้วิธี instrumental neutron activation analysis ศึกษาวิธีการวิเคราะห์ธาตุ 72 ชนิดใน refined hydrocarbon (17) โดยนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีนิวตรอน นิวตรอนฟลักซ์ $4.3 \times 10^{12}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที และวัดรังสีด้วย NaI (Tl) detector จากการศึกษาพบว่า วิธีนี้สามารถหาธาตุในปริมาณเป็น ppb ดังนี้

| | | | |
|---|---|---|---|
| 1 | ธาตุ | < | 1 ppb |
| 6 | ธาตุ | < | IO ppb |

20 ธาตุ < 100 ppb

40 ธาตุ < 1000 ppb

K.R. Shah, R.H. Filby และ W.A. Haller (1970) ได้ศึกษาธาตุที่มีปริมาณน้อยที่เจือปนอยู่ในน้ำมันดิบ โดยวิธี instrumental neutron activation analysis (18,19) เขาทำสารตัวอย่างอาบรังสีนิวตรอน ค่านิวตรอนฟลักซ์ $10^{12}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที โดยไม่เปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่าง แล้ววัดรังสีด้วย $\gamma$ - spectrometer ผลปรากฏว่า พบธาตุ (ปริมาณเป็น ppm) ต่าง ๆ ดังนี้ คือ Na (5.932), S (16284), Cl (2.384), K (3.349), Ca (21.08), V (46.80), Mn (1.446), Ga (0.346), Br (0.652), Sb (1), Sc (0.1), Cr (0.16), Fe (400), Co (0.6), Ni (1.1), Zn (200), As (6.0), Sc (23), Eu (0.58), Au (0.11), Hg (4.3) และ U (15) การวิเคราะห์ครั้งนี้ไม่คำนึงถึงอาร์เซนิค, เซเลเนี่ยม, ปรอทและโบรมีนที่ระเหยออกไประหว่างการอาบรังสี และพบว่าในการวิเคราะห์หาปริมาณของโคบอลต์และเหล็กจะถูกรบกวนจากปฏิกริยา fast neutron (n,p) และ (n,$\alpha$) ของนิเกิลแต่สามารถแก้ค่าได้โดยการทดลอง

R.H. Filby (1971) ได้ศึกษาหาธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำมันดิบ โดยใช้วิธี non-destructive neutron activation analysis (6) โดยใช้ drying - proceduce และ $H_2SO_4$ - ashing proceduce เขาใช้สารตัวอย่างครั้งละ 50 มิลลิกรัม จากการวิเคราะห์สารตัวอย่าง 10 ชนิด พบธาตุต่าง ๆ (ปริมาณเป็น ppm) ดังนี้ Ni (1.3 - 117), V (4.0 - 168), Co (0.001 - 14.5), Hg (0.014 - 21.2), Fe (3.74 - 89.5), Zn (0.091 - 19.6), Cr (0.042 - 0.729) Mn (0.21 - 3.1), As (0.046 - 1.63), Au ($<10^{-7}$ - $6.4\times10^{-5}$), Sb ($<10^{-3}$ - 0.273), Se (0.009 - 0.678), Sc ($<10^{-5}$ - 0.009), Cu (0.13 - 6.33), Na (<1 - 65.2) และ Ca (<20 - 192) จากการศึกษาครั้งนี้พบว่า การวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยจะถูกรบกวนจากปฏิกริยา fast neutron ที่สำคัญคือ ปฏิกริยา $Ni^{60}$ (n,p) $Co^{60}$ การใช้ drying-proceduce จะทำให้ธาตุนิเกิล, ปรอท, ทองแดง, แกลเลียม,

อาร์เซนิคและเซเลเนี่ยม ระเหยสูญหายไปและการใช้ $H_2SO_4$- ashing proceduce จะทำให้ธาตุปรอท, แอนติโมนี่, อาร์เซนิค, เซเลเนี่ยม และทองแดงระเหยสูญหายไปเช่นเดียวกัน

อย่างไรก็ตาม การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่นยังนำไปใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์น้อยมาก เมื่อเทียบกับการวิเคราะห์ชนิดอื่น ๆ (12) สำหรับการวิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้โดยการวิเคราะห์ชนิดอื่นๆ ผู้สนใจจะศึกษาได้จากการวิเคราะห์ของ British Standard Institute (B.S.), Institute of Petroleum (I.P.) และ The American Society for Testing and Material (ASTM) ซึ่งมีแพร่หลายทั่วไป.

# บทที่ 2

# ทฤษฎี

## การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น (Neutron Activation Analysis)

การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น เป็นวิธีการวิเคราะห์หาส่วนประกอบทางเคมี (chemical composition) ที่มีปริมาณน้อยในสารตัวอย่าง โดยอาศัย Nuclear transmutation ( 20 ) และ Radioactive tracer technique (21) เป็นสำคัญ

การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น มีหลักการเบื้องต้นดังนี้ คือ เมื่อไอโซโทปเสถียร (stable isotope) ถูก activate ด้วยอนุภาคนิวตรอน (22) จากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู หรือแหล่งกำเนิดอนุภาคอื่น ๆ ที่เหมาะสม จะมีการเปลี่ยนแปลงทางนิวเคลียร์เกิดขึ้นในนิวเคลียส ไอโซโทปเสถียรจะแปรสภาพเป็นไอโซโทปกัมมันตรังสี (radioactive isotope) ของธาตุเดิมหรือไอโซโทปกัมมันตรังสีของธาตุใหม่ก็ได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของอนุภาคนิวตรอนที่ใช้เป็นตัว bombardment ไอโซโทปกัมมันตรังสีที่เกิดขึ้นจะอยู่ในสภาวะที่ไม่อยู่ตัว (unstable) นิวเคลียสของมันจะเปลี่ยนแปลงอยู่เรื่อย ๆ จนกว่าจะถึงสภาวะที่อยู่ตัว (stable) ในขบวนการเปลี่ยนแปลงทางนิวเคลียร์ของไอโซโทปกัมมันตรังสีนี้ ไอโซโทปกัมมันตรังสีแต่ละชนิดจะแผ่รังสี (radiate ) ให้กัมมันตภาพรังสี ( radioactivity) ซึ่งมีคุณสมบัติเฉพาะตัวออกมา (23) จากการศึกษากัมมันตภาพรังสีที่ปลดปล่อยออกมา จะวิเคราะห์หาอะตอมของธาตุเดิม (parent isotope) ที่มีอยู่ในสารตัวอย่างเริ่มต้น ทั้งด้านคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ได้

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูผลิตนิวตรอนได้ 3 ประเภท (24) คือ

1. Fast neutron เป็นนิวตรอนที่มีความเร็วประมาณ 18,000,000 เมตรต่อวินาที และมีระดับพลังงานสูงกว่า 0.1 เมกกะอิเลคตรอนโวลต์

2. Epithermal neutron เป็นนิวตรอนที่มีความเร็วปานกลาง และมีระดับพลังงานระหว่าง 0.1 เมกกะอิเลคตรอนโวลต์ – 1 อิเลคตรอนโวลต์

3. Thermal neutron เป็นนิวตรอนที่มีความเร็วประมาณ 2,200 เมตร ต่อวินาทีและมีระดับพลังงานต่ำกว่า 1 อิเลคตรอนโวลต์

อนุภาคนิวตรอนเป็นอนุภาคที่ไม่มีประจุไฟฟ้า จึงมีโอกาสวิ่งชนและเกิดปฏิกริยากับนิวเคลียสของธาตุที่เป็นเป้าได้มากกว่าอนุภาคชนิดอื่น ๆ ที่มีประจุไฟฟ้า และไม่จำเป็นต้องเร่งให้มีความเร็วสูง เพราะ ไม่มี coulomb barrier เกิดขึ้น

เมื่อยิงอนุภาคนิวตรอนเข้าไปในนิวเคลียสของธาตุ จะเกิด neutron-induced reaction ได้ 5 แบบ คือ

1. (n - $\gamma$ ) reaction เป็นปฏิกริยาของ thermal neutron กล่าวคือ เมื่อนิวเคลียสของธาตุจับนิวตรอนไว้แล้ว นิวเคลียสจะปล่อยรังสีแกมม่าออกมา เช่น

$$_{33}Br^{79} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{33}Br^{80} + {}_{0}\gamma^{0}$$

2. (n - p) reaction เป็นปฏิกริยาของ fast neutron กล่าวคือ เมื่อนิวเคลียสของธาตุจับนิวตรอนไว้แล้ว นิวเคลียสจะปล่อยอนุภาคโปรตอนออกมา เช่น

$$_{16}S^{32} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{15}P^{32} + {}_{1}H^{1}$$

3. (n - $\alpha$ ) reaction เป็นปฏิกริยาของ fast neutron กล่าวคือ เมื่อนิวเคลียสของธาตุจับนิวตรอนไว้แล้ว นิวเคลียสจะปล่อยอนุภาคแอลฟ่าออกมา เช่น

$$_{13}Al^{27} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{11}Na^{24} + {}_{2}He^{4}$$

4. (n - 2n) reaction เป็นปฏิกริยาของ fast neutron กล่าวคือ เมื่อนิวเคลียสของธาตุจับอนุภาคนิวตรอนไว้แล้ว นิวเคลียสจะปลดปล่อยอนุภาคนิวตรอนออกมา 2 ตัว เช่น

$$_{7}N^{14} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{7}N^{13} + 2\ {}_{0}n^{1}$$

5. (n - fission) reaction เป็นปฏิกริยาที่เกิดขึ้นได้กับ fast neutron และ thermal neutron เช่น

$$_{92}U^{235} + {}_{0}n^{1}\ (\text{thermal neutron}) \longrightarrow {}_{56}Ba^{141} + {}_{36}Kr^{92} + 3{}_{0}n^{1}$$

$$_{92}U^{238} + {}_{0}n^{1}\ (\text{fast neutron}) \longrightarrow {}_{92}U^{239} + {}_{0}\gamma^{0}$$

ในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู นิวตรอนที่เกิดขึ้นเป็น thermal neutron เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งมีระดับพลังงานเฉลี่ย 0.025 อิเลคตรอนโวลต์ (20) และธาตุส่วนใหญ่มีโอกาสจับ thermal neutron ได้สูง (24) ดังนั้น thermal neutron จึงมีโอกาสที่จะเกิดปฏิกริยานิวตรอนแกมม่า กับนิวเคลียสของธาตุได้มากด้วย

ปฏิกริยานิวตรอนแกมม่า เป็นปฏิกริยานิวเคลียร์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดในการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น (25)

จากปฏิกริยาฟิสชั่นของยูเรเนียม - 235 จะเกิดอนุภาคนิวตรอนขึ้น 2 - 3 ตัว ซึ่งมีความเร็วประมาณ 18,000,000 เมตรต่อวินาที นิวตรอนนี้จะถูกทำให้ช้าลงและมีความเร็วเหลือเพียง 2,200 เมตรต่อวินาที (25) วิ่งเข้าชนนิวเคลียสของธาตุที่เป็นเป้า นิวเคลียสจะจับอนุภาคนิวตรอนไว้ กลายเป็นนิวเคลียสกัมมันตรังสี (radionuclide ) ซึ่งมีพลังงานขณะถูกชนประมาณ 8 เมกกะอิเลคตรอนโวลต์ (27) และขึ้นไปอยู่ใน excited state ในช่วงระยะเวลาประมาณ $10^{-20}$ - $10^{-12}$ วินาที (28) แล้วจึง de - excitation ปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีแกมม่า

เมื่อนำธาตุโซเดี่ยมไปอาบรังสีนิวตรอนในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูจะเกิดปฏิกริยานิวตรอน แกมม่า ดังนี้

$$_{11}Na^{23} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow \left[{}_{11}Na^{24}\right]^{*} \longrightarrow {}_{11}Na^{24}(t_{\frac{1}{2}} = 15h) + {}_{0}\gamma^{0}(1.36, 2.75\ \text{Mev.})$$

จากปฏิกริยาจะเห็นว่า เมื่อยิงอนุภาคนิวตรอนเข้าไปในนิวเคลียสของธาตุโซเดี่ยม นิวเคลียสของธาตุโซเดี่ยมจะแปรสภาพเป็นโซเดี่ยมกัมมันตรังสี แล้วปลดปล่อยรังสีแกมม่าซึ่งมีระดับพลังงาน 1.36 และ 2.75 เมกกะอิเลคตรอนโวลต์ ออกมา

ปฏิกริยาข้างบนจะเขียนได้ดังนี้

$$Na^{23} ( n, \gamma ) Na^{24}$$

การวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น มี 2 แบบ (25) คือ

1. Non-destructive Neutron Activation Analysis คือ วิธีการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง โดยการนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีพร้อมกับสารมาตรฐาน แล้ววัดรังสีเปรียบเทียบกันโดยไม่ผ่านขบวนการทางเคมีเลย

2. Destructive Neutron Activation Analysis คือวิธีการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง โดยการนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีพร้อมกับสารมาตรฐาน แล้วแยกไอโซโทปกัมมันตรังสี ให้บริสุทธิ์โดยขบวนการทางเคมี เช่น การสะกัดด้วยตัวทำละลาย การกลั่น การตกตะกอน ฯลฯ แล้วนำไปวัดรังสีเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน

<u>อัตราการสะสมของไอโซโทปกัมมันตรังสี</u> (Rate of Radioisotope Accumulation)

เมื่อนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสี จะมีไอโซโทปกัมมันตรังสีเกิดขึ้นเรื่อย ๆ และไอโซโทปกัมมันตรังสีที่เกิดขึ้นจะเริ่มสลายตัวทันที (21) แสดงได้ดังนี้

$$A \xrightarrow{\sigma^{n^1}} B^* \xrightarrow{\lambda_B} C$$

เมื่อไอโซโทปเสถียร (A) ถูกกระตุ้นด้วยอนุภาคนิวตรอน ( $\sigma^{n^1}$) จะเปลี่ยนเป็นไอโซโทปกัมมันตรังสี ($B^*$) แล้วสลายตัวต่อไปเป็นไอโซโทปเสถียร ( C ) ด้วยอัตราการสลายตัวอันหนึ่ง ( $\lambda_B$)

อัตราการสะสมของไอโซโทปกัมมันตรังสีคำนวนได้จาก ผลต่างระหว่างอัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสี และอัตราการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี (22) นั่นคือ

$$\frac{dN_B}{dt} = N_A \sigma_A \phi - \lambda_B N_B \text{ ---------- 1}$$

เมื่อ $\frac{dN_B}{dt}$ = อัตราการสะสมของไอโซโทปกัมมันตรังสี

$N_A \sigma_A \phi$ = อัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสี

$\lambda_B N_B$ = อัตราการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี

โดยวิธีทางคณิตศาสตร์ จะคำนวณหาจำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสีที่มีอยู่ เมื่ออาบรังสีสารตัวอย่าง เป็นเวลา $t_i$ ได้ดังนี้

$$N_B t_1 = \frac{N_A \sigma_A \phi}{\lambda_B} (1 - e^{-\lambda_B t_i}) + (N_{B^o} e^{-\lambda_B t_i}) \text{----2}$$

เมื่อเวลาเริ่มต้น $t_i = 0$ แล้ว $N_{B^o} = 0$ ($N_{B^o}$ = จำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสีเมื่อเวลาเริ่มต้น) จะได้

$$N_B t_i = \frac{N_A \sigma_A \phi}{\lambda_B} ( 1 - e^{-\lambda_B t_i} ) \text{ ----------3}$$

จำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสี ที่มีอยู่หลังจากการอาบรังสีเป็นเวลา $t_i$ ($N_B t_i$) แสดงได้ในรูปของปริมาณรังสีต่อหน่วยเวลา (activity) นั่นคือปริมาณรังสีจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับจำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสีที่มีอยู่ในขณะหนึ่ง (29) แสดงได้ดังนี้

$$A_B t_i = \lambda_B N_B t_i \text{ ----------4}$$

จากสมการที่ 3 จะได้

$$A_B t_i = N_A \sigma_A \phi ( 1 - e^{-\lambda_B t_i} ) \text{ ---------- 5}$$

$^{A}_{B}t_{i}$ เป็นปริมาณรังสีที่วัดได้หลังจากการอาบรังสี เป็นเวลา $t_i$ ค่า $^{A}_{B}t_{i}$ นี้จะขึ้นอยู่กับ half-life ของไอโซโทปกัมมันตรังสีที่เกิดขึ้น กับ elape time ถ้า half-life เป็น $t_{\frac{1}{2}}$ และ elape time เป็น $t_e$ จะได้

$$^{A}_{B}t_{e} = {}^{A}_{B}t_{i}\, e^{-\lambda_B t_e} = {}^{A}_{B}t_{i}\, e^{\left(-\frac{0.693}{t_{\frac{1}{2}}} \cdot t_e\right)}$$

หรือ

$$^{A}_{B}t_{e} = N_A \sigma_A \phi \left(1 - e^{-\lambda_B t_i}\right)\left(e^{-\lambda_B t_e}\right) \text{----- 6}$$

$N_A$ เป็นจำนวนอะตอมที่นำไปอาบรังสีจะคำนวณได้จากสูตร

$$N_A = \frac{N_{Avo.} \cdot W \cdot \theta}{At.Wt} \text{ ---------- 7}$$

เมื่อ $N_{Avo.}$ = Avogadro's number

$W$ = น้ำหนักของธาตุที่เป็นเป้า

$\theta$ = Isotopic abundance

$At.Wt$ = น้ำหนักอะตอมของธาตุที่เป็นเป้า

แทนค่าในสมการที่ 6 จะได้

$$W = \frac{^{A}_{B}t_{e} \cdot At.Wt}{N_{Avo} \sigma_A \theta \phi \left(1 - e^{-\lambda_B t_i}\right)\left(e^{-\lambda_B t_e}\right)} \text{ -------- 8}$$

เมื่อ $\sigma_A$ = cross - section

$\phi$ = neutron flux

จากสมการที่ 5 จะเห็นว่าสำหรับธาตุแต่ละชนิด ค่าของ $\sigma$, $\phi$ และ $N_A$ จะคงที่ ดังนั้น ค่า $^{A}_{B}t_{i}$ จะแปรผันตาม $t_i$ นั่นคือ เราสามารถเปลี่ยนระยะเวลาการอาบรังสี เพื่อให้ได้ปริมาณรังสี ตามที่ต้องการ

ถ้า $t_i$ มีค่ามากกว่า $t_{\frac{1}{2}}$ มาก ๆ แล้ว ค่าของ $\left(1 - e^{-\lambda_B t_i}\right)$ หรือ saturation factor จะมีค่าเข้าใกล้ 1 ดังนั้นที่ saturation time (ระยะเวลาใน

การอาบรังสีที่ทำให้อัตราการเกิดไอโซโทปกัมมันตรังสีเท่ากับอัตราการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี) ปริมาณรังสีของไอโซโทปกัมมันตรังสีจะมีค่าสูงสุด ตามสมการที่ 5 ดังนี้

$$A_B t_i \text{ (s)} = \lambda_B N_B t_i = N_A \sigma_A \phi$$

ปริมาณรังสีจะมีค่าสูงสุดตามสมการที่ 6 ดังนี้

$$A_B t_o \text{ (s)} = N_A \sigma_A \phi \, e^{-\lambda_B t_e} \text{ ---------- 9}$$

ถ้าค่า $t_{\frac{1}{2}}$ มีค่ามาก ๆ และ $t_i$ มีค่าน้อยมาก ๆ แล้ว $(1 - e^{-\lambda_B t_i}) \simeq \lambda_B . t_i$ จากสมการที่ 5 จะได้

$$A_B t_i = N_A \sigma_A \phi \lambda_B t_i \text{ ---------- 10}$$

จากสมการที่ 10 สามารถคำนวณหา sensitivity (น้ำหนักของชาตุที่น้อยที่สุดที่เป็นเป้าที่จะนำไปอาบรังสีเพื่อให้ได้ปริมาณรังสี ตามต้องการ) ของชาตุได้ ดังนี้

$$\text{sensitivity} = \frac{A_B t_i \quad \text{At.Wt}}{N_{Avo} \sigma_A \phi \theta . \% \text{ emission} . \varepsilon \lambda_B t_i} \text{ ---- 11}$$

เมื่อ $\varepsilon$ = ประสิทธิภาพของเครื่องวัดรังสี

% emission = คุณสมบัติในการสลายของไอโซโทปกัมมันตรังสี

<u>อัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสี</u> (Rate of Radioisotope Production)

ในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู มี thermal neutron เคลื่อนที่กระจัดกระจายอยู่ทั่วไป ทิศทางการเคลื่อนที่ของอนุภาคนิวตรอน เป็น random motion (30) โอกาสที่อนุภาคนิวตรอนหนึ่งตัวจะชนและเกิดปฏิกริยานิวเคลียร์กับนิวเคลียสในสารตัวอย่างหาได้จากอัตราส่วนของพื้นที่หน้าตัดของนิวเคลียสในเป้า (cross - section ) กับพื้นที่ทั้งหมดของเป้า (target area) ได้ดังนี้

$$P = \frac{\sigma N_A}{a} \qquad \text{---------- 12}$$

เมื่อ $P$ = โอกาสที่อนุภาคนิวตรอนหนึ่งตัวจะชนกับนิวเคลียส

$\sigma$ = พื้นที่หน้าตัดของนิวเคลียสในเป้า

$N_A$ = จำนวนนิวเคลียสทั้งหมดในเป้า

$a$ = พื้นที่ทั้งหมดของเป้า

ถ้า $\phi$ = จำนวนนิวตรอนที่ชนเป้าในแนวตั้งฉากต่อหน่วยพื้นที่ต่อหน่วยเวลา จะได้

$$\text{จำนวนปฏิกริยาที่เกิดขึ้นต่อหน่วยเวลา} = \frac{N_A \sigma_A \cdot \phi \ a}{a}$$

นั่นคือ

$$\text{อัตราการเกิดไอโซโทปกัมมันตรังสี} = N_A \sigma_A \phi$$

การเกิดไอโซโทปกัมมันตรังสีชนิดหนึ่ง ทั้งหมด (27) จะได้จาก

1. ปฏิกริยานิวเคลียร์ของธาตุนั้นโดยตรง
2. ปฏิกริยานิวเคลียร์ที่เกิดจากการรบกวนของธาตุอื่น ๆ
3. ปฏิกริยาการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสีชนิดอื่น ๆ

ในกรณีที่ค่านิวตรอนฟลักซ์ไม่คงที่ อัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสีจะเปลี่ยนไปตามนิวตรอนฟลักซ์ การเกิดปฏิกริยาจะแบ่งออกเป็นช่วงเล็ก ๆ อัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสีทั้งหมด คำนวณได้จากผลรวมของอัตราการเกิดของไอโซโทปกัมมันตรังสีในช่วงหนึ่ง ๆ นั้น

<u>อัตราการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี</u> (Rate of Radioisotope Decay)

Rutherford และ Soddy (31) ได้ศึกษาปรากฏการณ์สลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี พบว่า จำนวนการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสีต่อหน่วยเวลา เป็นสัดส่วนโดยตรงกับจำนวนอะตอมที่มีอยู่ในขณะนั้น

เมื่อ $N_B t_i$ เป็นจำนวนนิวเคลียสของไอโซโทปกัมมันตรังสี $dN_B t_i$ เป็นจำนวนนิวเคลียสของไอโซโทปกัมมันตรังสีที่สลายตัวในเวลา $dt_e$ จะได้

$$\frac{-dN_B t_i}{dt_e} \propto N_B t_i$$

$$\frac{dN_B t_i}{N_B t_i} = -\lambda dt_e$$

โดยวิธีทางคณิตศาสตร์ เมื่อ $t_e = 0$ แล้ว $N_B t_i = No$ จะได้

$$N_B t_i = No\ e^{-\lambda t_e} \quad \text{---------- 13}$$

อัตราการสลายตัวของไอโซโทปกัมมันตรังสี (29) นิยมกล่าวถึงในเทอมของ half-life (ระยะเวลาที่ไอโซโทปกัมมันตรังสีสลายตัวเหลือเพียงครึ่งหนึ่งของจำนวนเดิม) นั่นคือ เมื่อ $N_B t_i = No/2$ และ $t_e = t_{\frac{1}{2}}$ จะได้

$$No/2 = No\ e^{-\lambda t_{\frac{1}{2}}}$$

$$\ln\tfrac{1}{2} = -\lambda t_{\frac{1}{2}}$$

$$t_{\frac{1}{2}} = \frac{0.69315}{\lambda} \quad \text{---------- 14}$$

เนื่องจากจำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสี ใช้เครื่องมือวัดโดยตรงไม่ได้ ดังนั้น ในทางปฏิบัติจึงนิยมใช้การวัดปริมาณรังสีต่อหน่วยเวลา แทนการคำนวณหาจำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสีโดยตรง

ความสัมพันธ์ของปริมาณรังสีต่อหน่วยเวลากับจำนวนอะตอมของไอโซโทปกัมมันตรังสี แสดงได้ดังสมการที่ 4 จากสมการที่ 13 จะได้

$$A_B t_i = Ao\ e^{-\lambda t_e} \quad \text{---------- 15}$$

เมื่อ $Ao$ = ปริมาณรังสีที่เวลาเริ่มต้น

$A_B t_i$ = ปริมาณรังสีที่เวลา $t_e$

ในการคำนวณหาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างโดยใช้ activation equation

(สมการที่ 7 และสมการที่ 9) ค่าที่ต้องทราบคือ $\sigma, \phi, t_i, t_{\frac{1}{2}}, \theta$, At.Wt., $N_{Avo}$ และ $A_B t_i$ แต่การคำนวณโดยวิธีนี้มีข้อยุ่งยากหลายประการ (33) คือ

1. ค่า cross-section ของธาตุต่าง ๆ ส่วนมากมีค่าคลาดเคลื่อนระหว่าง 5 – 15 %
2. ค่านิวตรอนฟลักซ์ เปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ ขณะที่กำลังอาบรังสี
3. ปริมาณรังสี ที่วัดได้มีค่าไม่แน่นอน

การใช้วิธีการวิเคราะห์แบบนี้ ผลที่ได้จะคลาดเคลื่อนประมาณ 20 %

ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงนิยมใช้ comparator technique แทน โดยนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสีพร้อมกับสารมาตรฐาน แล้วนำปริมาณรังสีที่ได้ไปเปรียบเทียบกัน โดยใช้สมการที่ 7 และสมการที่ 9 จะได้

$$\frac{W_x}{W_s} = \frac{A_x}{A_s} \qquad \text{---------- 16}$$

แต่ $A = \varepsilon R$

แทนค่าในสมการที่ 16 จะได้

$$\frac{W_x}{W_s} = \frac{R_x}{R_s} \qquad \text{---------- 17}$$

เมื่อ $R_s$ , $R_x$ = จำนวนนับรังสีของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างตามลำดับ

$A_s$ , $A_x$ = ปริมาณรังสีของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างตามลำดับ

$\varepsilon$ = ประสิทธิภาพของเครื่องวัดรังสี

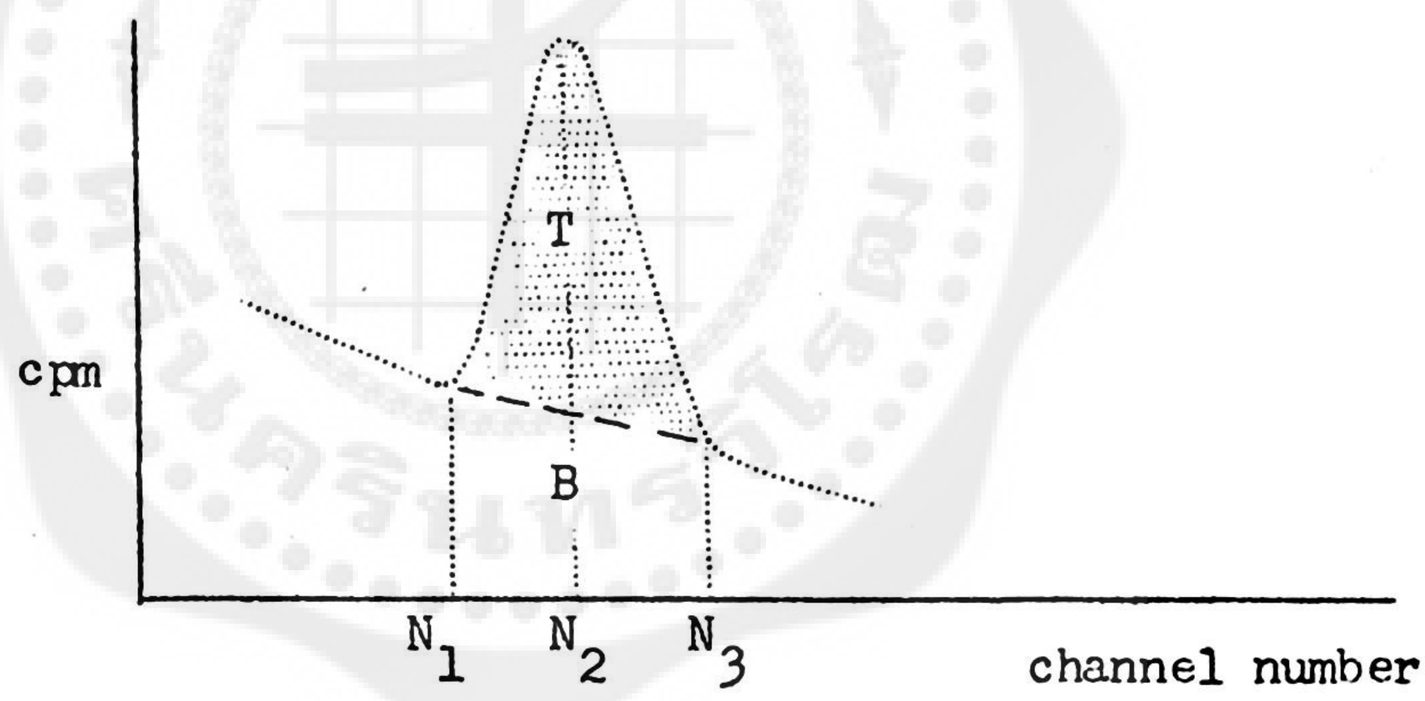
$W_s$ , $W_x$ = น้ำหนักของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างตามลำดับ

การใช้วิธีการเปรียบเทียบนี้จะทำให้ค่าผิดพลาดต่าง ๆ ลดน้อยลง

<u>การคำนวณ Total Count Rate</u>

เมื่อนำสารตัวอย่างไปวัดรังสีด้วย multichannel analyser รังสีแกมม่าที่ปลดปล่อยออกมาจากไอโซโทปกัมมันตรังสีของธาตุในสารตัวอย่าง จะถูกเปลี่ยนเป็น

electrical pulse และ จำนวนนับตามลำดับ จำนวนนับนี้จะถูกเก็บไว้ในสมองอิเลคโทรนิค ของ multichannel analyser ซึ่งมีจำนวนมากมาย สมองอิเลคโทรนิคแต่ละหน่วย เรียกว่า channel number (33) ซึ่งแต่ละ channel number จะเก็บสัญญาณที่เป็นจำนวนนับของรังสีแกมม่าที่มีระดับพลังงานค่าหนึ่ง ๆ ไว้ จำนวนนับต่อหน่วยเวลา (count rate) ในแต่ละ channel number เรียกว่า channel content หรือ pulse height เมื่อนำแต่ละ channel number ทั้งหมดไปเขียนกราฟ โดยให้แต่ละ channel number เรียงเป็นลำดับ (series) ตามระดับของพลังงานจาก channel number ที่มีระดับพลังงานต่ำไปสู่ channel number ที่มีระดับพลังงานสูง จะได้สเปคตรัม ซึ่งแสดง channel content หรือ pulse height ใน channel number ทั้งหมดติดต่อกันไป ปรากฏเป็น photopeak ขึ้นดังรูปที่ 1




รูป 1 $\gamma$ - ray spectrum, $N_1$ เป็น channel number ต่ำสุดของฐาน photopeak, $N_2$ เป็น channel number ที่จุดยอดของ photopeak, $N_3$ เป็น channel number สูงสุดของฐาน photopeak

Total count rate หาได้จากพื้นที่ใต้เส้นโค้งของ photopeak ซึ่งคำนวณได้ดังนี้

THE LIBRARY
COLLEGE OF EDUCATION
BANGKOK, THAILAND



$$T = C - B \qquad \text{---------- 18}$$

เมื่อ $T$ = total count rate

$C$ = ผลรวมของ channel content ภายใต้ photopeak

$B$ = background

ผลรวมของ channel content , C (N) คำนวณได้ดังนี้

$$C = \sum_{N_i=N_1}^{N_3} C(N) \qquad \text{---------- 19}$$

ค่า background หาได้จากค่าเฉลี่ยของ channel content ทั้งสองข้างของ photopeak

ถ้า R และ L เป็นจำนวน channel content ทางขวาและทางซ้ายของ photopeak ที่กำหนดขึ้นตามลำดับ

ค่า background ทางขวามือจะได้

$$B_R = \frac{1}{R} \sum_{N_i=N_3}^{N_3+R-1} C(N) \qquad \text{---------- 20}$$

ค่า background ทางซ้ายมือจะได้

$$B_L = \sum_{N_i=N_1-L+1}^{N_3} \qquad \text{---------- 21}$$

ค่า background ทั้งหมด (B) จะได้

$$B = \tfrac{1}{2} (N_3 - N_1 + 1). (B_R + B_L) \qquad \text{---------- 22}$$

ค่า total count rate ที่ได้จะนำไปใช้ในการเปรียบเทียบ และการคำนวณอื่น ๆ ต่อไป

49541

# บทที่ 3

# เครื่องมือและวิธีดำเนินการ

## เครื่องมือ

การวิเคราะห์ธาตุบางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยวิธี non-destructive neutron activation analysis ประกอบด้วยเครื่องมือ ดังนี้

1. เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 (ปปว – 1)
2. Ge-Li detector รวมกับ 1024 multichannel $\gamma$ -spectrometer

## เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 (Thai Research Reactor 1)

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 เป็นแหล่งกำเนิดรังสีนิวตรอน แบบสระน้ำ (swimming pool) กำลังสูงสุด 1000 กิโลวัตต์ ค่านิวตรอนฟลักซ์โดยเฉลี่ยประมาณ $6 \times 10^{12}$ นิวตรอน ต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 ประกอบด้วย

1. เชื้อเพลิงปรมาณู (nuclear fuel) ได้แก่ ยูเรเนี่ยม – 235 ขนาดของมวลวิกฤต 2.7 กิโลกรัม ประกอบเป็นชุด แบบ MTR ขนาด 30 x 38 เซนติเมตร สูง 60 เซนติเมตร
2. แท่งควบคุมปฏิกริยา (control rod) มี 4 แท่ง ประกอบด้วยแท่งปลอดภัย (safety rod) 3 แท่ง และแท่งปรับระดับกำลัง (regulating rod) 1 แท่ง
3. ตัวลดความเร็วนิวตรอน (moderator) ใช้น้ำบริสุทธิ์ (de-mineralized water) เป็นตัวลดความเร็วนิวตรอน
4. ตัวระบายความร้อน (coolant) ใช้น้ำบริสุทธิ์ (de-mineralized water) เป็นตัวระบายความร้อน

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย – 1 มีการทำงานดังนี้

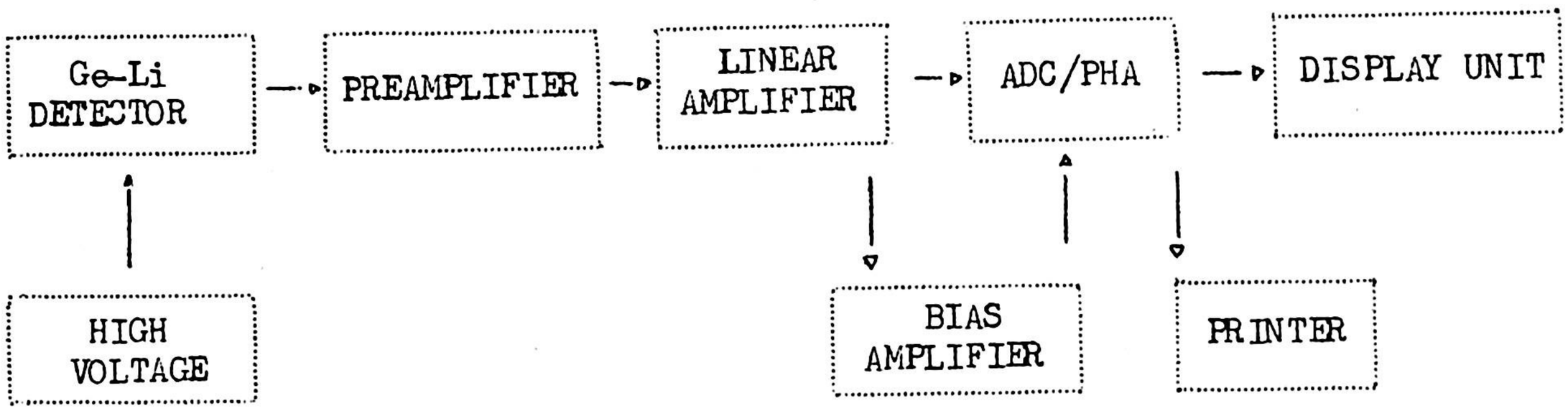
อนุภาคนิวตรอนจาก plutonium–beryllium source จะไปกระตุ้นอะตอมของยูเรเนียม – 235 ทำให้เกิดปฏิกริยาการแตกตัว (fission) ขึ้น อะตอมของยูเรเนียม – 235 จะแตกออกเป็น 2 ส่วน ในขบวนการนี้จะให้อนุภาคนิวตรอนออกมา 2 – 3 ตัว หลุดออกมาด้วยความเร็ว 18,000,000 เมตรต่อวินาที น้ำจะเป็นตัวลดความเร็วนิวตรอนให้ความเร็วลดลงเหลือประมาณ 2,200 เมตรต่อวินาที นิวตรอนที่เกิดขึ้นใหม่นี้จะเกิดปฏิกริยากับยูเรเนียม – 235 อะตอมอื่น ๆ ต่อไป เกิดเป็นปฏิกริยาลูกโซ่นิวเคลียร์ขึ้นติดต่อกันไปเรื่อย ๆ และสามารถควบคุมได้ โดยใช้แท่งควบคุมปฏิกริยา

ปฏิกริยาการแตกตัวของอะตอมของยูเรเนียม – 235 จะมีอนุภาคนิวตรอนเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่นได้เป็นอย่างดี

Ge–Li Detector

Ge–Li detector เป็นเครื่องมือสำหรับใช้วัดรังสีแกมม่า เครื่องมือประกอบด้วย

1. Detector แบบ solid state scintillation detector ของ ORTEC ประกอบด้วย Ge–Li crystal ขนาด 26.3 ซี.ซี. กับ photomultiplier tube
2. Power Supply , Model 495 ของ ORTEC
3. Preamplifier ของ ORTEC
4. Linear Amplifier , Model 761A ของ ORTEC
5. Bias Amplifier ของ Nuclear Data Inc.
6. 1024 - multichannel Pulse Height Analyser (PHA) และ Analog-to-Digital Convertor (ADC) ของ Nuclear Data Inc.
7. Display Unit ประกอบด้วย type 503 oscilloscope ของ Nuclear Data Inc.
8. Printer ประกอบด้วยเครื่องพิมพ์ดีด IBM, ND –316 autofinger ของ Nuclear Data Inc.




รูป 2 ส่วนประกอบของ Ge - Li DETECTOR

การทำงานของ Ge-Li detector มีดังนี้

1. เมื่อรังสีแกมม่าตกกระทบบนหัววัดรังสี ที่ทำด้วย Li-activated Ge จะทำให้เกิดปฏิกริยา ionization (เกิด electron hole pair ซึ่งมีประจุบวกและลบขึ้นในผลึก) และ excitation (อิเลคตรอนในผลึกถูก excite ขึ้นไปอยู่ใน orbital ที่มีระดับพลังงานสูงกว่าเดิม) การเกิด ionization ทำให้ผลึกนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น เมื่ออิเลคตรอนกลับสู่ระดับพลังงานเดิม จะปลดปล่อยพลังงานแสง (light flash) ออกมา แสงทั้งหมดที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับจำนวนโฟตอนของรังสีแกมม่าที่ผ่านเข้าไปในผลึก

2. แสงที่เกิดขึ้นใน scintillator นี้จะถูกสะท้อนบน light reflector ไปตกลงบน photocathode ใน photomultiplier tube ทำให้เกิด photo-electric effect ขึ้นให้ photoelectron ออกมา photoelectron นี้จะผ่านเข้าไปใน dynode เกิดขบวนการ multiplication ขึ้นใน photomultiplier tube photoelectron จะทวีจำนวนมากขึ้น จนเกิดเป็น voltage pulse votage pulse นี้จะถูกขยายใน preamplifier และ linear amplifier ต่อไป ส่วน bias-

amplifier จะปรับรูปร่างของสัญญาณให้พอเหมาะ พอที่วงจรอื่นจะบังคับสัญญาณต่อไปได้ แล้วสัญญาณจะถูกส่งเข้าสู่ภาค ADC ต่อไป

3. วงจร ADC จะเปลี่ยน electrical pulse ให้เป็นจำนวนนับ (count) และสัญญาณจะถูกส่งไปบันทึกไว้ใน PHA ซึ่งประกอบด้วยสมองอิเลคโทรนิคมากมาย สมองอิเลคโทรนิคแต่ละหน่วยเรียกว่า channel number แต่ละ channel number จะเก็บสัญญาณที่มีระดับพลังงานช่วงหนึ่ง ๆ ไว้ เช่น สัญญาณถูกขยายให้มีขนาด 0 – 100 โวลต์ แล้วส่งไปยัง PHA ที่มี 100 channel number สัญญาณที่มีขนาด 0 – 1 โวลต์ จะถูกส่งไปเก็บใน channel number 1 สัญญาณที่มีขนาด 1 – 2 โวลต์ จะถูกส่งไปเก็บใน channel number 2 ไปเรื่อย ๆ จนถึงสัญญาณที่มีขนาด 99 – 100 โวลต์ ก็จะถูกส่งไปยัง channel number 100 เป็นต้น ทั้งหมดนี้จะทำงานพร้อมกัน

4. การนำจำนวนนับออกจาก PHA อาจจะแสดงเป็นสเปคตรัมบนออสซิลโลสโคป หรือ พิมพ์ข้อมูลออกมาโดยอัตโนมัติก็ได้

## วิธีดำเนินการ

การวิเคราะห์ธาตุบางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยวิธี non - destructive neutron activation analysis แบ่งการศึกษาเป็น 10 ขั้นคือ

1. การเก็บสารตัวอย่าง
2. การวิเคราะห์ blank sample เพื่อเลือกใช้เครื่องวัดรังสีที่เหมาะสม
3. การทำ calibration curve
4. การเตรียมสารตัวอย่างเพื่ออาบรังสี
5. การนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสี
6. การวิเคราะห์ blank sample เพื่อหาระยะเวลาในการอาบรังสีที่เหมาะสม
7. การวัดรังสี
8. การทำคุณภาพวิเคราะห์
9. การศึกษาธาตุเฉพาะตัว
10. การเปรียบเทียบ photopeak energy และติดตาม half - life ของธาตุที่วิเคราะห์กับธาตุมาตรฐาน

1. การเก็บสารตัวอย่าง

การศึกษาครั้งนี้กระทำกับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ เครื่องหมายการค้า SHELL ชนิด SUPER MOTOR OIL, 20W/50 จำนวน 12 ตัวอย่าง ประกอบด้วย

1.1 น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ จำนวน 3 ตัวอย่าง ซึ่งเก็บตัวอย่างจากแหล่งใช้ 3 แห่ง มีดังนี้

1.1.1 น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 1 สัญญลักษณ์ UU -1

1.1.2 น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 2 สัญญลักษณ์ UU -2

1.1.3 น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 3 สัญญลักษณ์ UU -3

1.2 น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ จำนวน 9 ตัวอย่าง ซึ่งเก็บตัวอย่างจากการนำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ 3 ตัวอย่าง ในข้อ 1.1 ไปใช้กับรถยนต์ ดัสสัน, โตโยต้า, และโฟคสวาเกน ชนิดละ 3 คัน (ระยะการใช้งานของน้ำมันทุกชนิดใกล้เคียงกัน) ดังนี้

1.2.1 รถยนต์โฟคสวาเกน คันที่ 1 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 1 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 1 สัญญลักษณ์ V-1

1.2.2 รถยนต์โฟคสวาเกน คันที่ 2 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 2 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 2 สัญญลักษณ์ V-2

1.2.3 รถยนต์โฟคสวาเกน คันที่ 3 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 3 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 3 สัญญลักษณ์ V-3

1.2.4 รถยนต์ดัสสัน คันที่ 1 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 1 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 4 สัญญลักษณ์ D-1

1.2.5 รถยนต์ดัสสัน คันที่ 2 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 2 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ตัวอย่างที่ 5 สัญญลักษณ์ D-2

1.2.6 รถยนต์ดัสสัน คันที่ 3 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 3 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 6 สัญญลักษณ์ D-3

1.2.7 รถยนต์โตโยต้า คันที่ 1 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 1 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 7 สัญญลักษณ์ T-1

1.2.8 รถยนต์โตโยต้า คันที่ 2 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 2 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 8 สัญญลักษณ์ T-2

1.2.9 รถยนต์โตโยต้า คันที่ 3 กับน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 3 เป็นน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ตัวอย่างที่ 9 สัญญลักษณ์ T-3

2. การวิเคราะห์ blank sample เพื่อการเลือกใช้เครื่องวัดรังสีที่เหมาะสม นำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ประมาณ 2 ซี.ซี. เข้าอาบรังสีนิวตรอนใน pneumatic system ของ ปปว - 1 ที่กำลัง 1000 กิโลวัตต์ นิวตรอนฟลักซ์ $7.6 \times 10^{10}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที เป็นเวลา 3 นาที แล้วนำไปวัดรังสีด้วยเครื่อง Ge-Li detector ขนาด 26.3 ซี.ซี. และ NaI (Tl) detector ขนาด 3" x 3" พิมพ์ข้อมูลออกมาด้วยเครื่องพิมพ์ดีดไอ บี เอ็ม นำข้อมูลไปวิเคราะห์ จะได้สเปคตรัมดังแสดงในรูปที่ 3

การศึกษาครั้งนี้ ใช้เครื่องวัดรังสี Ge-Li detector

3. การทำ calibration curve

นำสินแร่ยูเรเนียม ประมาณ 0.25 กรัม ไปวัดรังสีด้วยเครื่องวัดรังสี Ge-Li detector ที่ bias supply +2000 โวลต์ ADC conversion gain 1024 count time 1000 วินาที โดยใช้

3.1 coarse gain 20 fine gain 800 (gain 20:800)

3.2 coarse gain 50 fine gain 600 (gain 50:600)

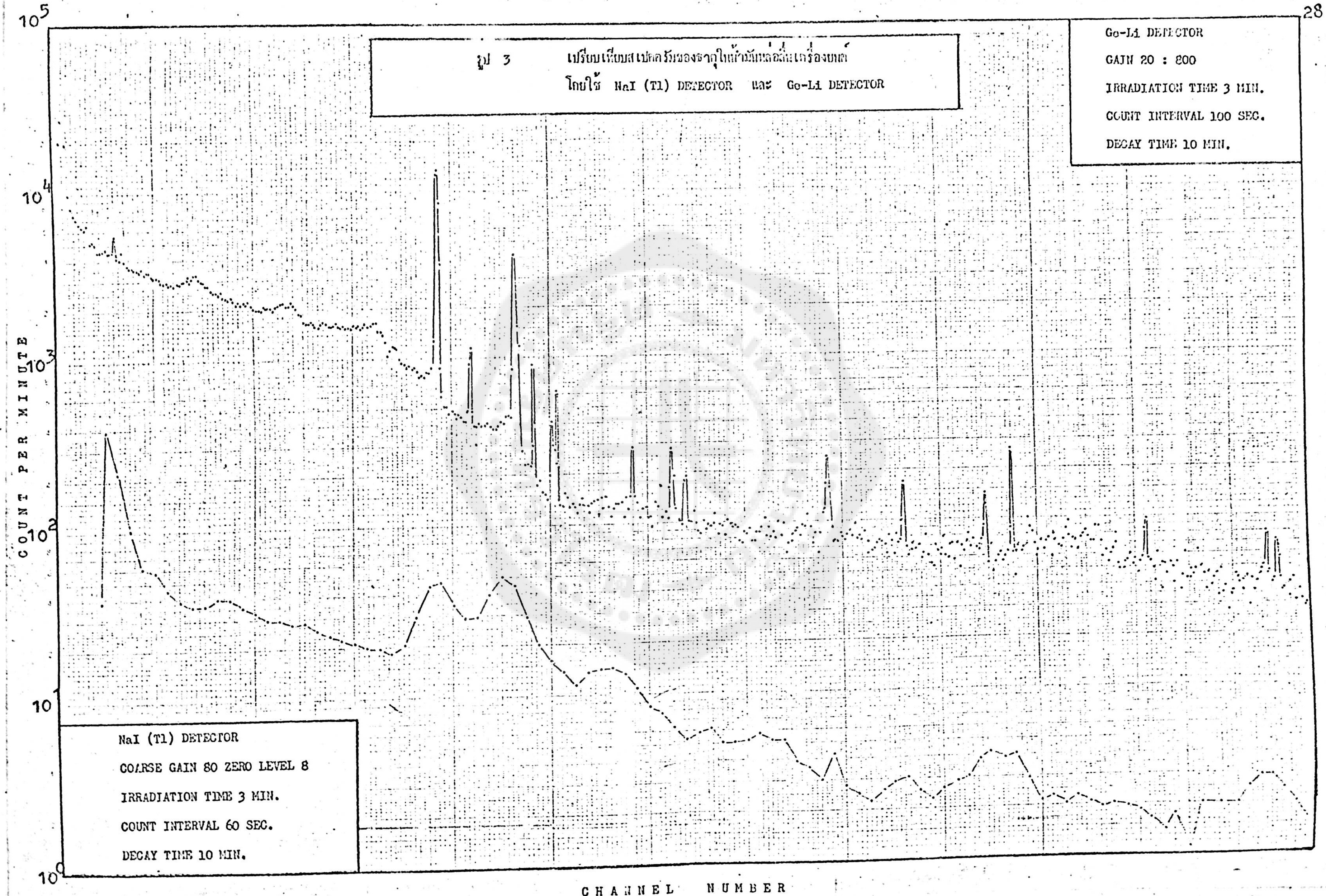
พิมพ์ข้อมูลออกมาด้วยเครื่องพิมพ์ดีด ไอ บี เอ็ม นำข้อมูลไปวิเคราะห์หา photopeak ของสินแร่ยูเรเนียม

อ่านค่า photopeak energy ของสินแร่ยูเรเนียม จะได้ดังตารางที่ 1

รูป 3 เปรียบเทียบสเปคตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์
โดยใช้ NaI (Tl) DETECTOR และ Ge-Li DETECTOR

Ge-Li DETECTOR
GAIN 20 : 800
IRRADIATION TIME 3 MIN.
COUNT INTERVAL 100 SEC.
DECAY TIME 10 MIN.

NaI (Tl) DETECTOR
COARSE GAIN 80 ZERO LEVEL 8
IRRADIATION TIME 3 MIN.
COUNT INTERVAL 60 SEC.
DECAY TIME 10 MIN.



ตาราง 1 PHOTOPEAK ENERGY และ CHANNEL NUMBER ของสินแร่ยูเรเนียม

| POINT No. | SELECTED ENERGY (Mev) | CHANNEL No. | | POINT No. | SELECTED ENERGY (Mev) | CNANNEL No. | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | GAIN 20:800 | GAIN 50:600 | | | GAIN 20:800 | GAIN 50:600 |
| 1 | .205 | 8 | 107 | 7 | 1.238 | 372 | 790 |
| 2 | .352 | 30 | 148 | 8 | 1.377 | 426 | 892 |
| 3 | .609 | 129 | 335 | 9 | 1.764 | 575 | 1160 |
| 4 | .768 | 190 | 450 | 10 | 2.204 | 745 | 1494 |
| 5 | .934 | 254 | 570 | 11 | 2.448 | 840 | 1678 |
| 6 | 1.120 | 326 | 705 | 12 | 2.695 | 939 | 1854 |

เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ของ channel number กับ photopeak energy บนแกน X และแกน Y ตามลำดับจะได้ calibration curve ดังรูปที่ 4

4. การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อการอาบรังสี

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อการอาบรังสี โดยใช้สภาพต่าง ๆ กันดังนี้

4.1 การอาบรังสีระยะสั้น ใช้น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ครั้งละ 2 ซี.ซี. โดยไม่เปลี่ยนคุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

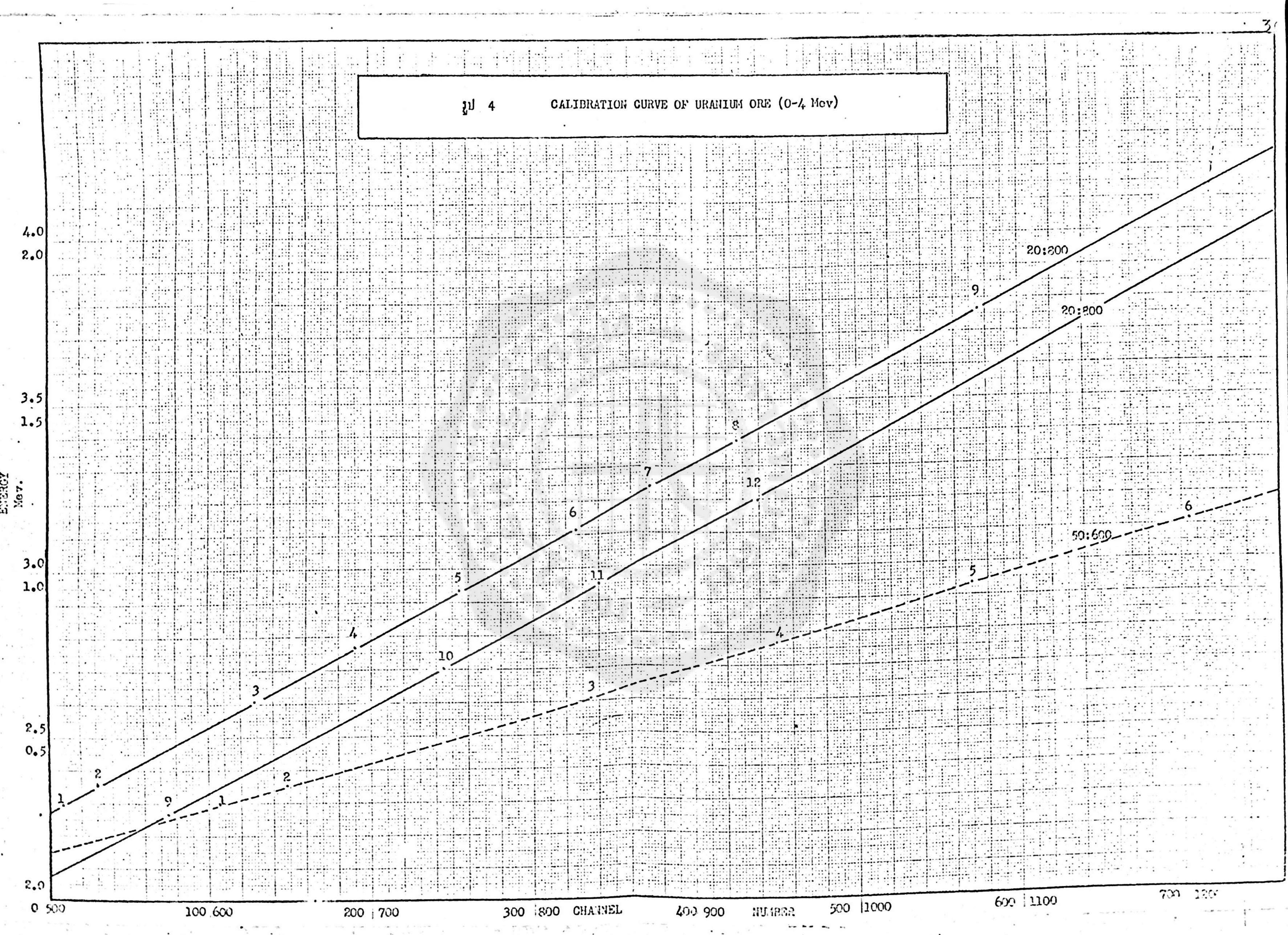
4.2 การอาบรังสีระยะยาว ใช้น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ที่อบแห้งจนเป็นเถ้า (ash) ครั้งละ 0.1 กรัม ซึ่งเตรียมได้ดังนี้

บรรจุน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ใส่ในควอทซ์ แล้วนำไปอบในเตาอบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 300 – 400 องศาเซนติเกรด เป็นเวลาประมาณ 5 ชั่วโมง และอบต่อไปที่อุณหภูมิ 600 – 700 องศาเซนติเกรด เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง

5. การนำสารตัวอย่างเข้าอาบรังสี

5.1 การอาบรังสีระยะสั้น นำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ 2 ซี.ซี. บรรจุใน

Fig 4 CALIBRATION CURVE OF URANIUM ORE (0-4 Mev)



ขวดโพลีเอธิลลีน ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 12/16 นิ้ว สูง 28/16 นิ้ว ที่ล้างด้วยกรดในตริก 50 % และน้ำกลั่น จนสะอาด แล้วปิดฝาให้สนิทโดยใช้ความร้อน (heat sealing ) บรรจุลงใน rabbit ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15/16 นิ้ว สูง 47/16 นิ้ว แล้วนำไปอาบรังสีใน pneumatic system ของ ปปว – 1 ที่กำลัง 1000 กิโลวัตต์นิวตรอนฟลักซ์ $7.6 \times 10^{10}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที ใช้เวลาในการอาบรังสีไม่เกิน 40 นาที หลังจากอาบรังสีแล้ว ถ่ายน้ำมันลงในขวดโพลีเอธิลลีนอันใหม่ นำไปวัดรังสีต่อไป

5.2 การอาบรังสีระยะยาว นำเถ้า (ash) 0.1 กรัม บรรจุในควอทซ์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.2 เซนติเมตร ยาว 4 เซนติเมตร หลอมปิดให้สนิทด้วยเปลวไฟ ออกซี่–อะเซ็ทธิลลีน แล้วบรรจุลงในภาชนะอลูมิเนี่ยมขนาดใหญ่ นำไปอาบรังสีในระบบ Wet I.P. ของ ปปว – 1 ที่กำลัง 1000 กิโลวัตต์ นิวตรอนฟลักซ์ $1 \times 10^{13}$ นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที ระยะเวลาในการอาบรังสีมากกว่า 1 ชั่วโมงหลังจากการอาบรังสีแล้ว ถ่ายเถ้าจากควอทซ์ลงในขวดโพลีเอธิลลีน นำไปวัดรังสีต่อไป

6. การวิเคราะห์ blank sample เพื่อหาระยะเวลาในการอาบรังสีที่เหมาะสม

นำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ไปอาบรังสีจาก ปปว – 1 ทั้งในระบบ pnematic และระบบ Wet. I.P. โดยใช้เวลาในการอาบรังสีแตกต่างกัน ตั้งแต่ 10 วินาที – 3 สัปดาห์

วัดรังสีด้วยเครื่อง Ge–Li detector นำข้อมูลไปวิเคราะห์หาระยะเวลาในการอาบรังสีที่เหมาะสมเพื่อการวิเคราะห์ธาตุแต่ละชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

การศึกษาครั้งนี้ใช้ระยะเวลาในการอาบรังสี 30 วินาที และ 30 นาทีในระบบ pneumatic กับ 3 สัปดาห์ในระบบ Wet I.P.

7. การวัดรังสี นำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์มาวัดรังสีแกมม่าด้วยเครื่องGo-Li detector ที่ bias supply + 2000 โวลต์ ADC conversion gain 1024 โดยใช้ gain 20:800 หรือ 50 : 600 ตามความเหมาะสม

จำนวนนับต่อนาทีจะถูกพิมพ์ออกมาด้วยเครื่องพิมพ์ดีด ไอ บี เอ็ม

8. การทำคุณภาพวิเคราะห์

การวิเคราะห์ธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ จะหาได้จาก

8.1 การวิเคราะห์ photopeak energy นำข้อมูลที่ได้จากการวัดรังสีไปเขียนกราฟระหว่าง channel number กับ จำนวนนับต่อนาที บนแกน X และแกน Y ตามลำดับ จะได้สเปคตรัมซึ่งแสดง photopeak ของ nuclide ต่าง ๆ

อ่านค่า photopeak energy จาก calibration curve

8.2 การติดตาม half-life นำข้อมูลจากการวัดรังสีแกมม่าไปเขียนกราฟระหว่าง total count rate กับ ระยะเวลาที่ผ่านไปหลังจากการอาบรังสี วิเคราะห์หาระยะเวลาที่ปริมาณรังสีลดลงเหลือเพียงครึ่งหนึ่งของจำนวนเดิม จะได้ half-life ของ nuclide ต่าง ๆ

ธาตุที่มีอัตราการสลายตัวยาวมาก การติดตาม half-life จะได้การคำนวณจากสมการที่ 15

8.3 การวิเคราะห์ไอโซโทปของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ จากการวิเคราะห์ photopeak energy และการติดตาม half - life นำมาวิเคราะห์หาไอโซโทปของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยใช้ตาราง Nuclide formed by neutron capture listed in order of their atomic number (34) ตาราง Nuclide formed by neutron capture in order of the photon energies (34) และแผนผังในรูปที่ 5

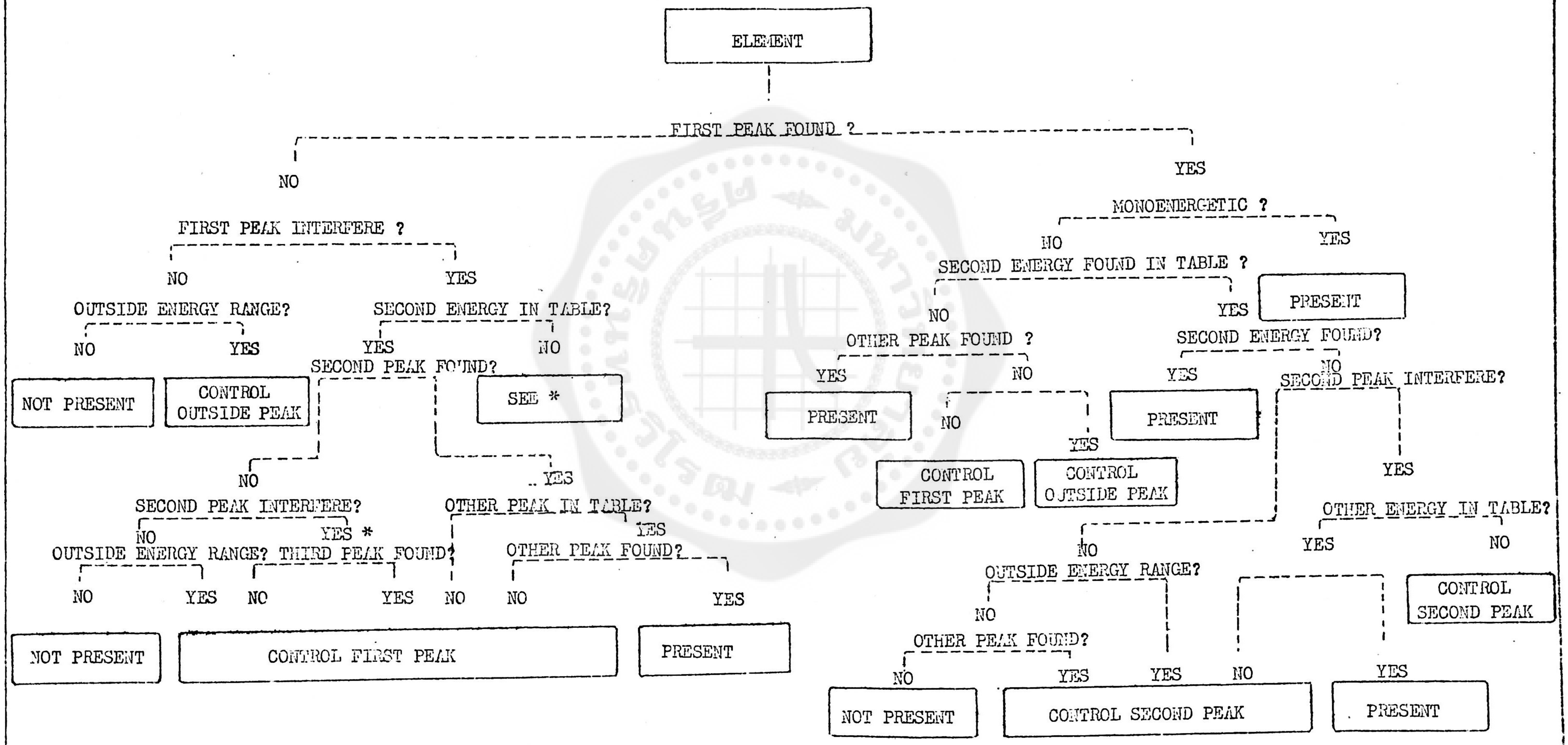
9. การศึกษาธาตุเฉพาะตัว

นำธาตุมาตรฐานไปอาบรังสีและวัดรังสีแกมม่า ในสภาวะเดียวกันกับธาตุที่วิเคราะห์ศึกษา photopeak energy และติดตาม half - life ของธาตุมาตรฐาน

10. การเปรียบเทียบ photopeak energy และติดตาม half - life ของธาตุที่วิเคราะห์กับธาตุมาตรฐาน

นำ photopeak energy และค่า half - life ของธาตุที่วิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับ photopeak energy และค่า half - life ของสารมาตรฐาน

รูป 5 แผนผังแสดงการตรวจหาธาตุโดยการเปรียบเทียบ ENERGY และ HALF - LIFE



# บทที่ 4

# การศึกษาธาตุเฉพาะตัว

การศึกษาธาตุเฉพาะตัว จะศึกษาธาตุต่าง ๆ 18 ชนิดคือ โซเดี่ยม โบรมีน ยูโรเปี่ยม ทำมะถัน เหล็ก อินเดี่ยม สแกนเดี่ยม สังกะสี แอนติโมนี่ แคลเซี่ยม ฮาฟเนี่ยม คลอรีน แมงกานีส แทนทาลั่ม โคบอลต์ โครเมี่ยม แบเรี่ยม และอะลูมิเนี่ยม

การศึกษาธาตุเฉพาะตัว จะศึกษา:-

1. คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่ศึกษา

   คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 2

2. Decay scheme ของธาตุที่ศึกษา

   Decay scheme ของธาตุต่าง ๆ แสดงไว้ในภาพที่ 6

3. Photopeak energy ของธาตุที่ศึกษา

   Photopeak energy ของธาตุต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 3

4. การติดตาม half-life ของธาตุที่ศึกษา

   การติดตาม half-life ของธาตุต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 3

ตาราง 2 คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของธาตุที่ศึกษา

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PRODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| SODIUM | Na-23 | 100 | 0.53 | $Na^{23}(n,\gamma)Na^{24}$ | Na-24 | 14.9D | 1.368<br>2.754 | 100<br>100 | Mg-24 |
| SULFUR | S-36 | 0.014 | 0.14 | $S^{36}(n,\gamma)S^{37}$ | S-37 | 5.1M | 3.100 | 90 | Cl-37 |
| CHLORINE | Cl-37 | 24.47 | 0.43 | $Cl^{37}(n,\gamma)Cl^{38}$ | Cl-38 | 37.3M | 1.642<br>2.168 | 85<br>100 | Ar-38 |
| SCANDIUM | Sc-45 | 100 | 0.10 | $Sc^{45}(n,\gamma)Sc^{46}$ | Sc-46 | 83.9D | 0.889<br>1.120 | 100<br>100 | Ti-46 |
| CROMIUM | Cr-50 | 4.31 | 0.17 | $Cr^{50}(n,\gamma)Cr^{51}$ | Cr-51 | 27.8D | 0.325 | 9 | V-51 |
| MANGANESE | Mn-55 | 100 | 13.3 | $Mn^{55}(n,\gamma)Mn^{56}$ | Mn-56 | 2.5H | 0.846<br>1.811<br>2.113<br>2.522 | 99<br>29<br>15<br>12 | Fe-56 |
| ZINC | Zn-64 | 48.9 | 0.46 | $Zn^{64}(n,\gamma)Zn^{65}$ | Zn-65 | 2.45D | 0.511<br>1.112 | 100<br>100 | Cu-65 |
| | Zn-68 | 18.6 | 0.09 | $Zn^{68}(n,\gamma)Zn^{69}$ | Zn-69m | 13.8H | 0.438 | 100 | Ga-69 |

ตาราง 2 (ต่อ)

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PRODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ALUMINIUM | Al-27 | 100 | 0.24 | $Al^{27}(n,\gamma)\ Al^{28}$ | Al-28 | 2.3M | 1.778 | 100 | Si-28 |
| CALCIUM | Ca-46 | 0.0033 | 0.30 | $Ca^{46}\ (n,\gamma)\ Ca^{47}$ | Ca-47 | 45D | 0.490<br>0.815<br>1.290 | 5<br>5<br>74 | Sc-47 |
| | Ca-48 | 0.18 | 1.10 | $Ca^{48}\ (n,\gamma)\ Ca^{49}$ | Ca-49 | 8.8M | 3.050<br>3.090<br>4.051 | -<br>89<br>10 | Sc-49 |
| IRON | Fe-58 | 0.31 | 1.10 | $Fe^{58}\ (n,\gamma)\ Fe^{59}$ | Fe-59 | 45D | 0.192<br>1.091<br>1.290 | 2.8<br>56<br>43 | Co-59 |
| INDIUM | In-115 | 95.77 | 155 | $In^{115}\ (n,\gamma)$ $In^{116ml}$ | In-116ml | 54M | 0.138<br>0.147<br>0.818<br>0.097<br>1.293<br>1.508<br>2.112 | 3<br>36<br>17<br>53<br>80<br>11<br>20 | Sn-116 |

ตาราง 2 (ต่อ)

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PHODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| COBALT | Co-59 | 100 | 18 | $Co^{59}(n,\gamma)Co^{60m}$ | Co-60m | 10M | 1.332 | 0.25 | Ni-60 |
| | | | 19 | $Co^{59}(n,\gamma)Co^{60}$ | Co-60 | 5.2Y | 1.173<br>1.332 | 99<br>100 | |
| BARIUM | Ba-130 | 0.10 | 6.00 | $Ba^{130}(n,\gamma)Ba^{131}$ | Ba-131 | 11D | 0.124<br>0.133<br>0.216<br>0.376<br>0.496<br>0.585<br>0.620 | 100<br>43<br>100<br>16<br>28<br>2<br>.2 | La-131 |
| | Ba-137 | 11.32 | - | $Ba^{137}(n,p)Cs^{137}$ | Cs-137 | 30Y | 0.662 | 85 | Ba-137 |
| | Ba-138 | 71.66 | 0.35 | $Ba^{138}(n,\gamma)Ba^{139}$ | Ba-139 | 1.3H | 0.165<br>1.421 | 23<br>0.4 | La-139 |
| ANTIMONY | Sb-121 | 57.25 | 0.06 | $Sb^{121}(n,\gamma)\ Sb^{122}$ | Sb-122 | 2.8D | 0.564<br>0.686<br>1.140<br>1.258 | 73<br>3<br>0.8<br>0.8 | Te-122 |
| | Sb-123 | 42.75 | 3.30 | $Sb^{123}(n,\gamma)\ Sb^{124}$ | Sb-124 | 60D | 0.603<br>0.644<br>0.722<br>1.326<br>1.375 | 97<br>7<br>14<br>3<br>5 | Te-124 |

ตาราง 2 (ต่อ)

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PHODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| BROMINE | Br-79 | 50.52 | 8.50 | $Br^{79}(n,\gamma)\ Br^{80}$ | Br-80 | 17M | 0.511<br>0.617<br>0.640<br>0.666 | 5<br>7<br>0.2<br>1.1 | Kr-80 |
| | Br-81 | 49.49 | - | $Br^{81}(n,\gamma)\ Br^{82}$ | Br-82 | 35H | 0.092<br>0.221<br>0.273<br>0.552<br>0.619<br>0.698<br>0.776<br>0.827<br>1.044<br>1.317<br>1.474 | 4<br>2<br>1<br>73<br>43<br>27<br>83<br>25<br>29<br>27<br>17 | Kr-82 |
| TANTALUM | Ta-182 | 99.98 | 0.21 | $Ta^{181}\ (n,\gamma)\ Ta^{182}$ | Ta-182 | 115D | 0.065<br>0.067<br>0.084<br>0.100<br>0.113<br>0.152<br>0.156<br>0.179<br>0.222<br>0.229 | 42<br>8<br>3<br>41<br>18<br>58<br>72<br>33<br>98<br>3 | W-182 |

ตาราง 2 (ต่อ)

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PHODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | 0.264<br>1.003<br>1.122<br>1.190<br>1.222<br>1.230 | 24<br>2<br>27<br>16<br>27<br>13 | |
| HALFNIUM | Hf-174 | 0.18 | 1000 | $Hf^{174}(n,\gamma)\ Hf^{175}$ | Hf-175 | 70D | 0.089<br>0.229<br>0.343<br>0.432 | 4<br>1<br>100<br>2 | - |
| | Hf-180 | 35.2 | 10 | $Hf^{180}(n,\gamma)Hf^{181}$ | Hf-181 | 44D | 0.113<br>0.345<br>0.482 | 50<br>16<br>100 | Ta-181 |
| EUROPIUM | Eu-151 | 47.8 | 8600 | $Eu^{151}(n,\gamma)Eu^{152}$ | Eu-152 | 12Y | 0.121<br>0.244<br>0.344<br>0.411<br>0.443<br>0.778<br>0.964<br>1.084<br>1.407 | 60<br>28<br>100<br>7<br>18<br>45<br>55<br>45<br>90 | Ge-152 |

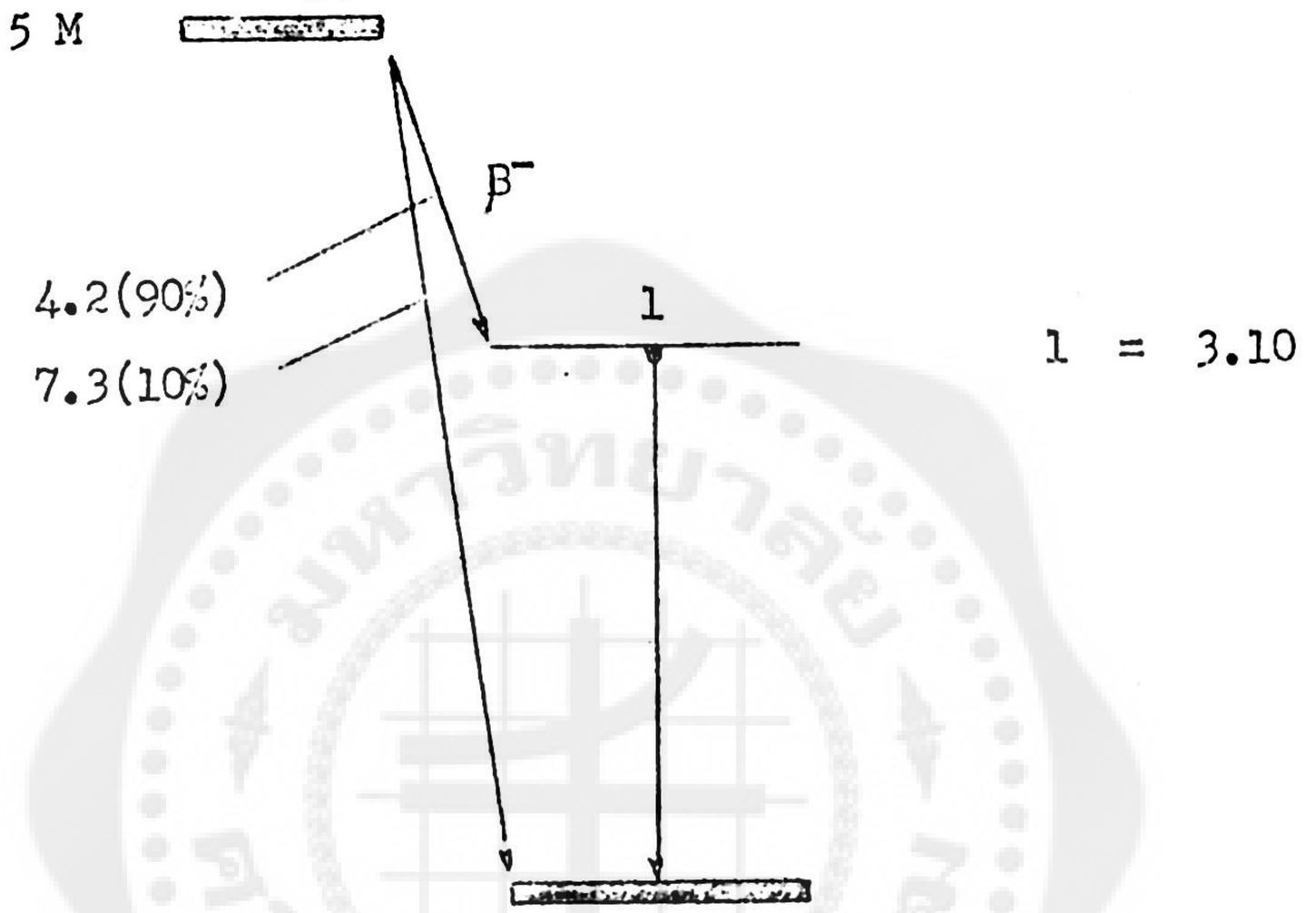
ตาราง 2 (ต่อ)

| ELEMENT | STABLE TARGET ISOTOPE | ISOTOPIC ABUNDANCE (%) | THERMAL NEUTRON CROSS-SECTION (barn) | NUCLEAR REACTION | PRODUCT NUCLIDE | HALF-LIFE | PHOTON ENERGY (Mev) | PHOTON INTENSITY (%) | DAUGHTER PHODUCT |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Eu-153 | 52.2 | 400 | $Eu^{153}(n,\gamma)Eu^{154}$ | Eu-154 | 16Y | 0.123<br>0.591<br>0.723<br>1.005<br>1.274<br>1.595 | 100<br>12<br>65<br>50<br>100<br>10 | Ge-154 |

รูป 6. DECAY SCHEME ของธาตุที่ศึกษา

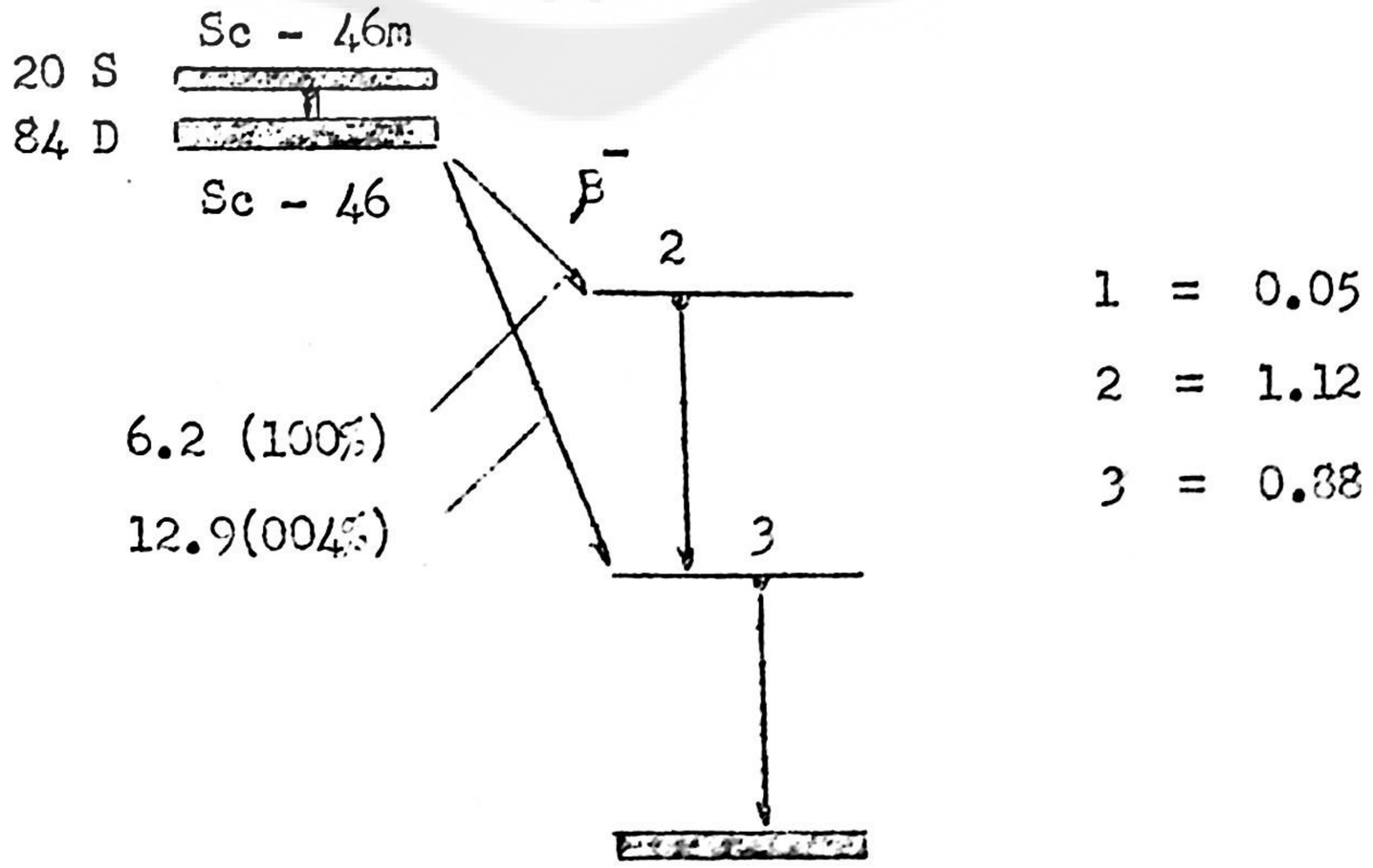
SULFUR - 37

S - 37



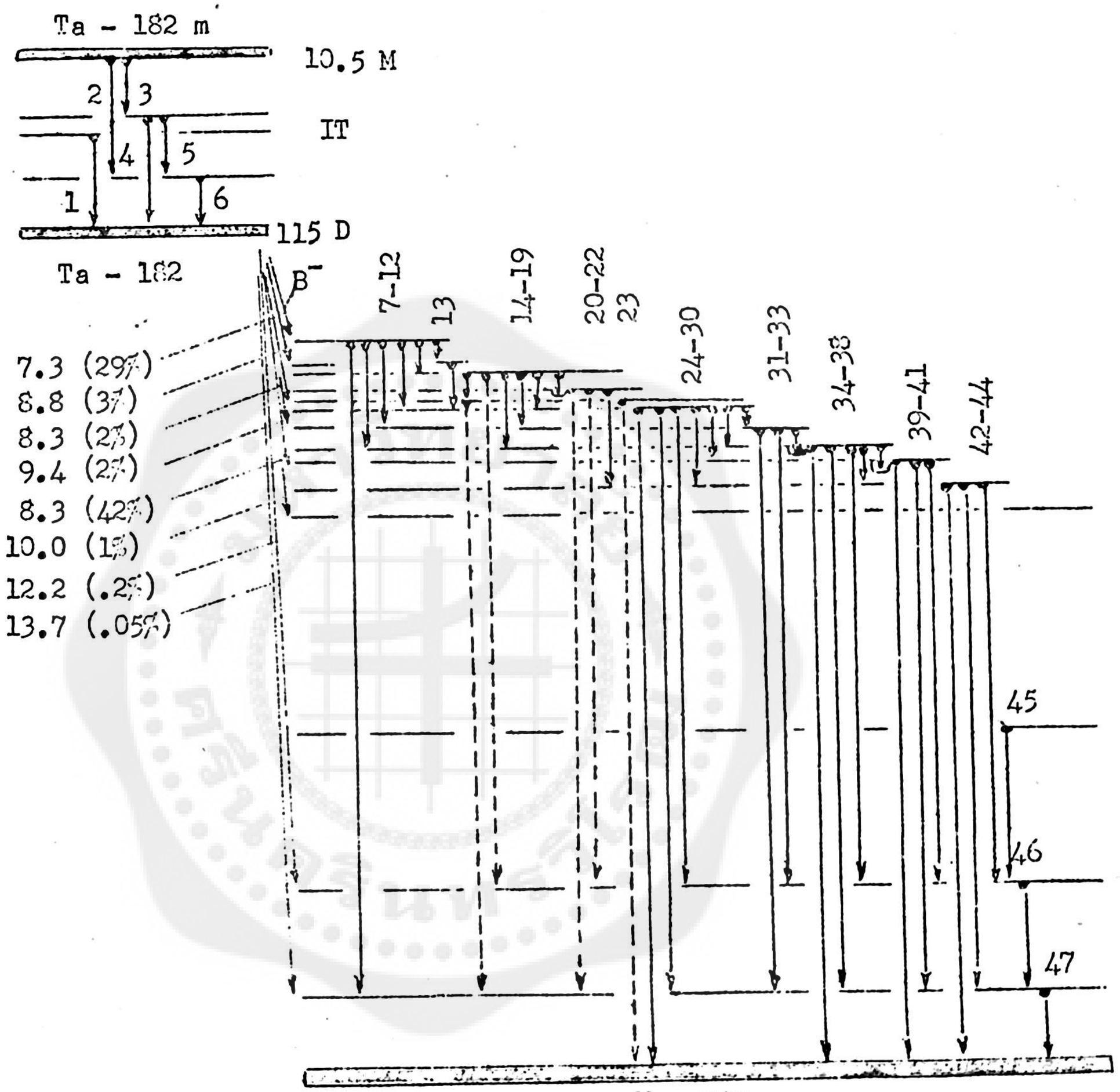

Cl - 37

SCANDIUM - 46



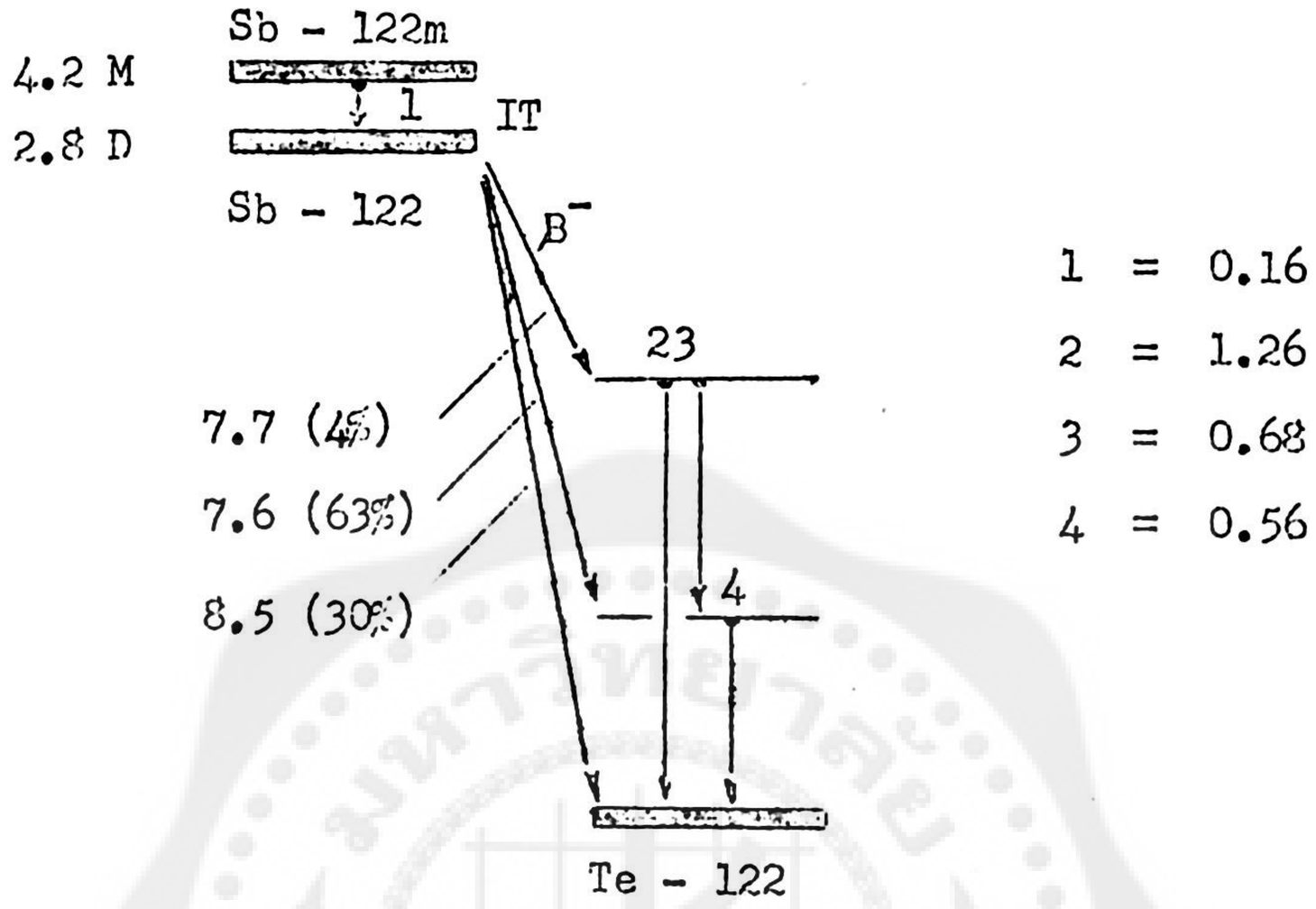

Ti - 46

# TANTALUM - 182



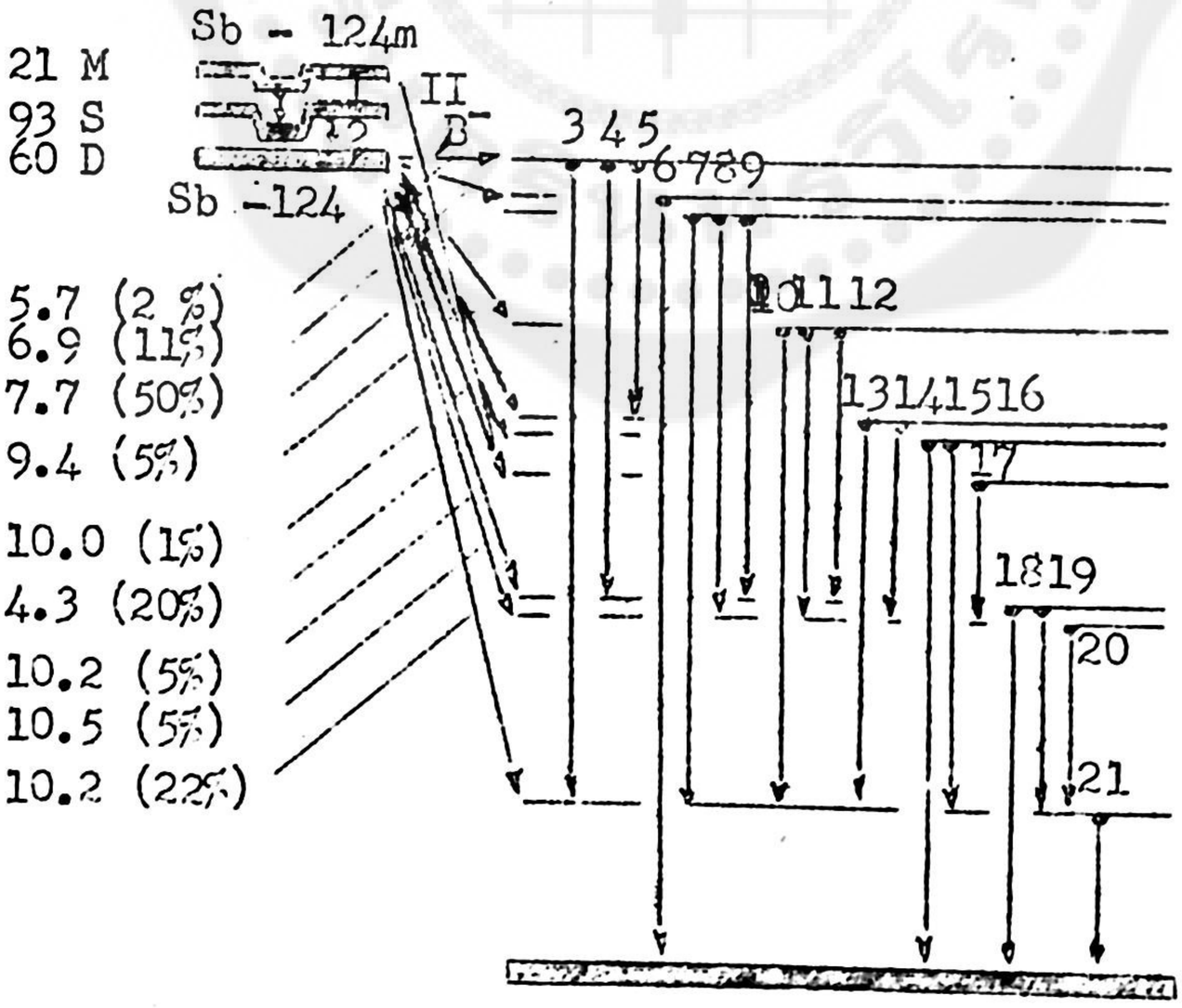

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 1 = 0.27 | 11 = 0.065 | 21 = 1.114 | 31 = 1.231 | 41 = 0.028 |
| 2 = 0.36 | 12 = 0.052 | 22 = 0.221 | 32 = 1.002 | 42 = 1.222 |
| 3 = 0.32 | 13 = 0.126 | 23 = 1.438 | 33 = 0.042 | 43 = 1.122 |
| 4 = 0.18 | 14 = 1.387 | 24 = 1.374 | 34 = 1.289 | 44 = 0.893 |
| 5 = 0.31 | 15 = 1.158 | 25 = 1.274 | 35 = 1.189 | 45 = 0.396 |
| 6 = 0.15 | 16 = 0.198 | 26 = 1.045 | 36 = 0.960 | 46 = 0.299 |
| 7 = 1.456 | 17 = 0.156 | 27 = 0.152 | 37 = 0.067 | 47 = 0.100 |
| 8 = 0.264 | 18 = 0.113 | 28 = 0.116 | 38 = 0.031 | |
| 9 = 0.222 | 19 = 0.044 | 29 = 0.084 | 39 = 1.258 | |
| 10 = 0.129 | 20 = 1.343 | 30 = 0.427 | 40 = 1.158 | |

## ANTIMONY - 122



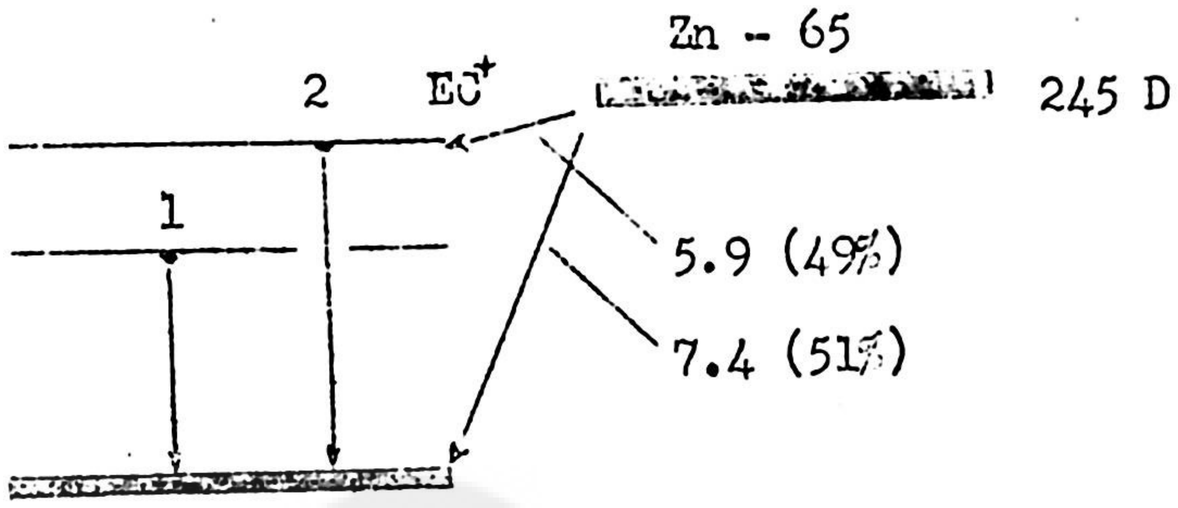

1 = 0.16
2 = 1.26
3 = 0.68
4 = 0.56

## ANTIMONY - 124




1 = 0.02
2 = 0.01
3 = 2.26
4 = 1.54
5 = 0.89
6 = 2.74
7 = 2.08
8 = 1.45
9 = 1.37
10 = 1.69
11 = 1.04
12 = 0.96
13 = 1.36
14 = 0.74
15 = 1.90
16 = 1.29
17 = 0.51
18 = 1.32
19 = 0.72
20 = 0.64
21 = 0.60

ZINC - 65

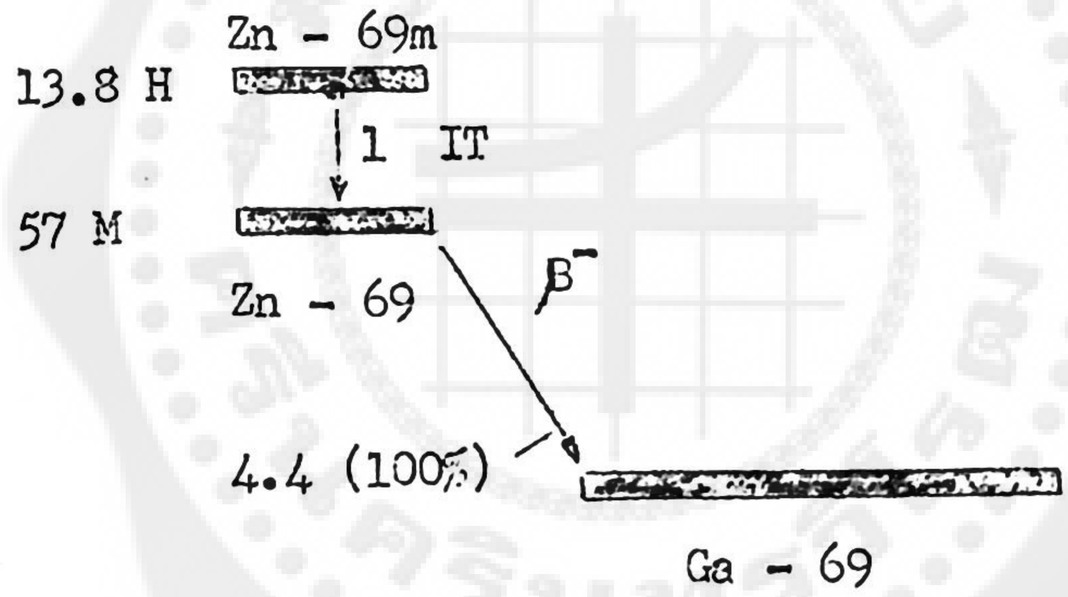



1 = 0.77

2 = 1.11

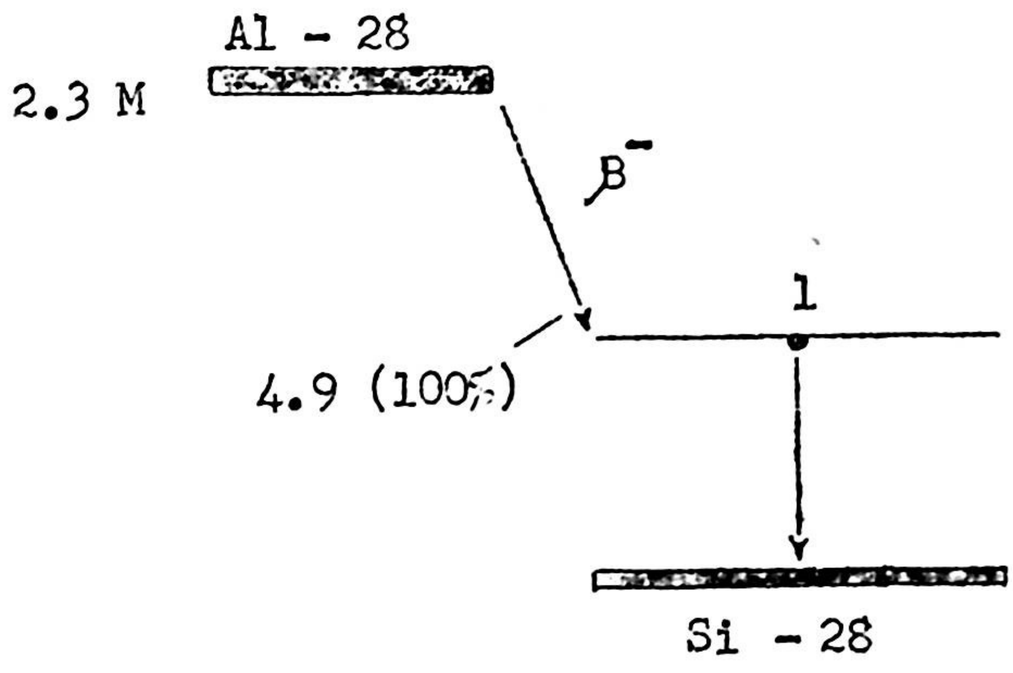
Cu - 65

ZINC - 69m



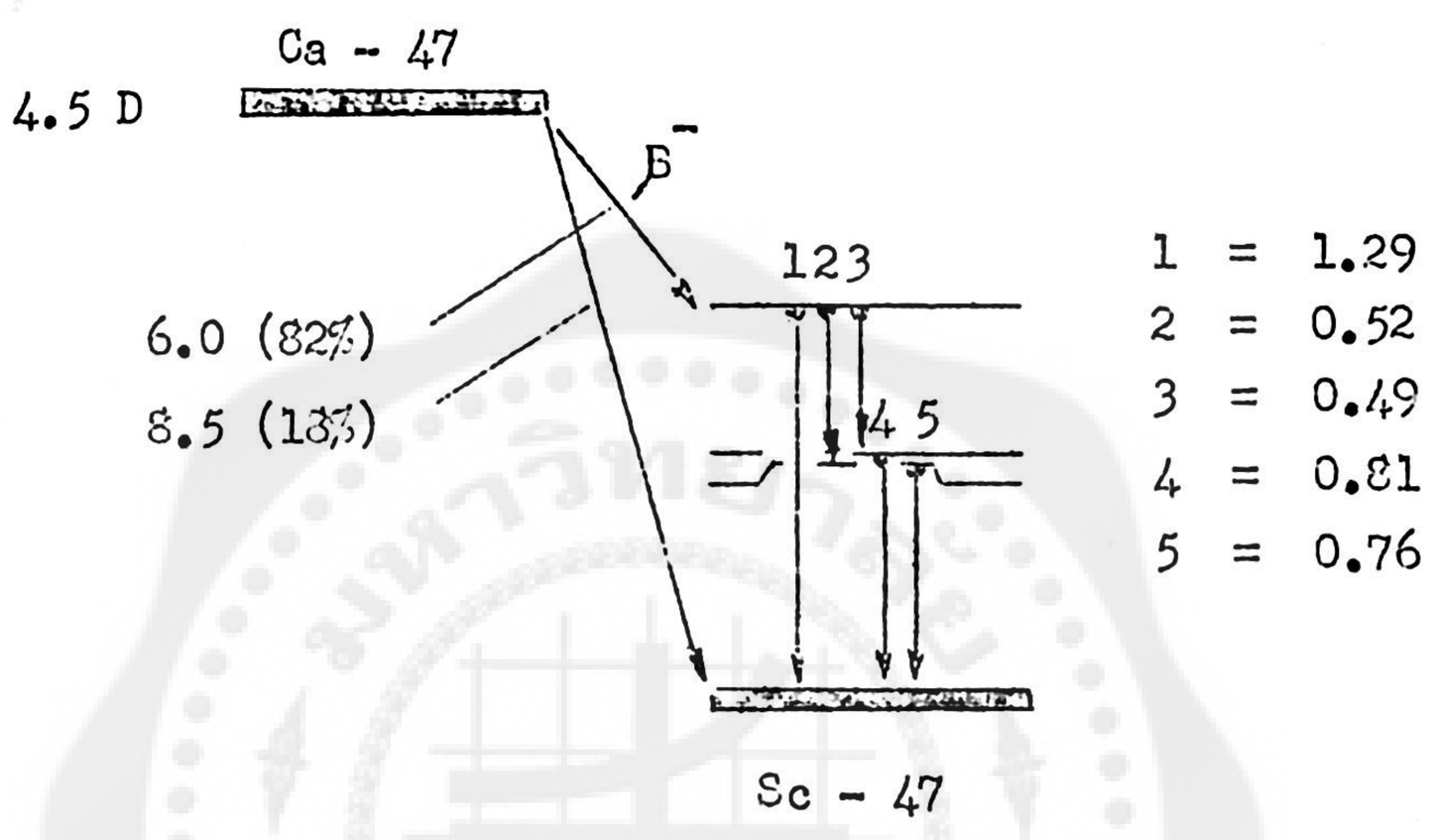

1 = 0.43

ALUMINIUM - 28

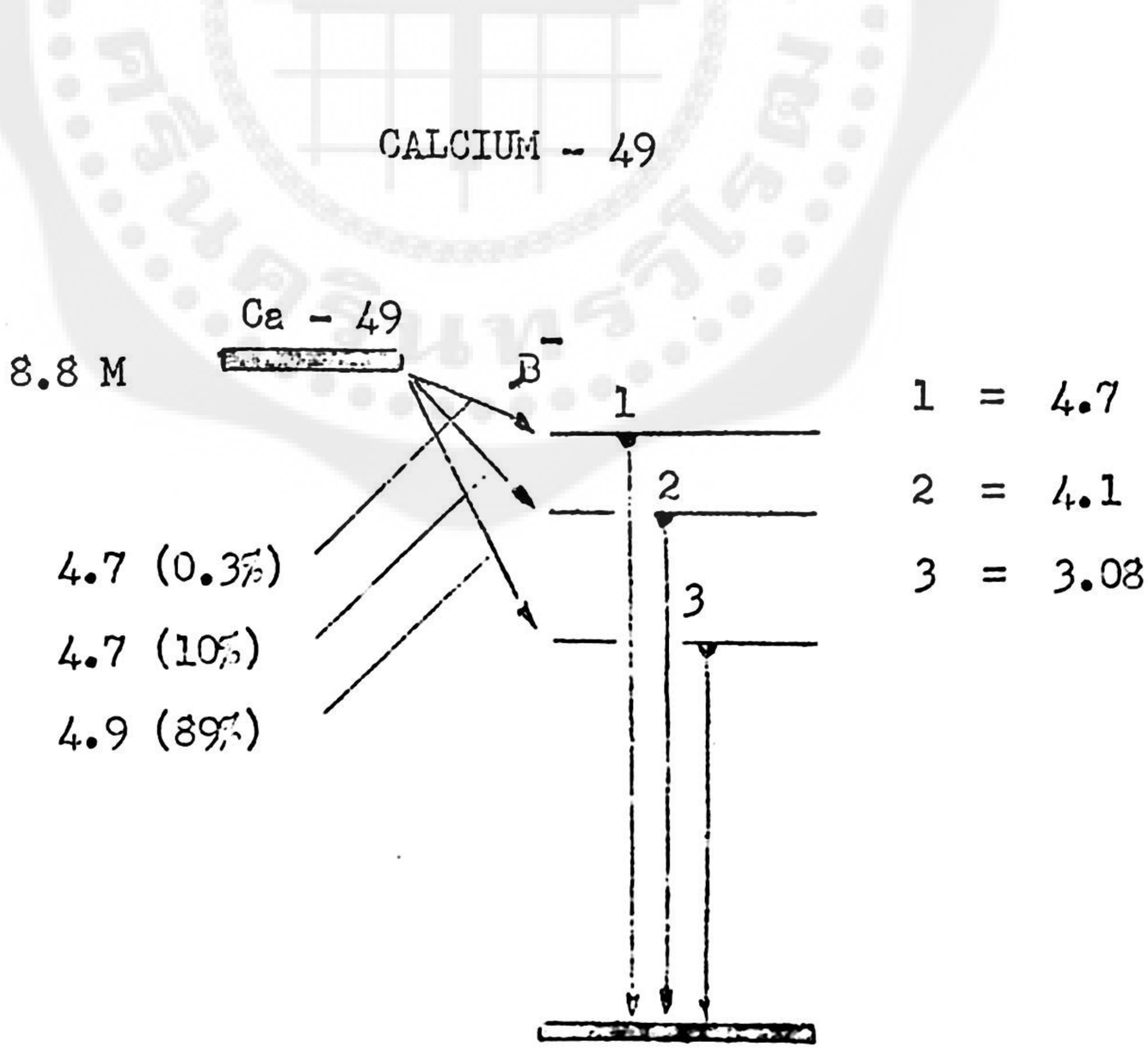



1 = 1.78

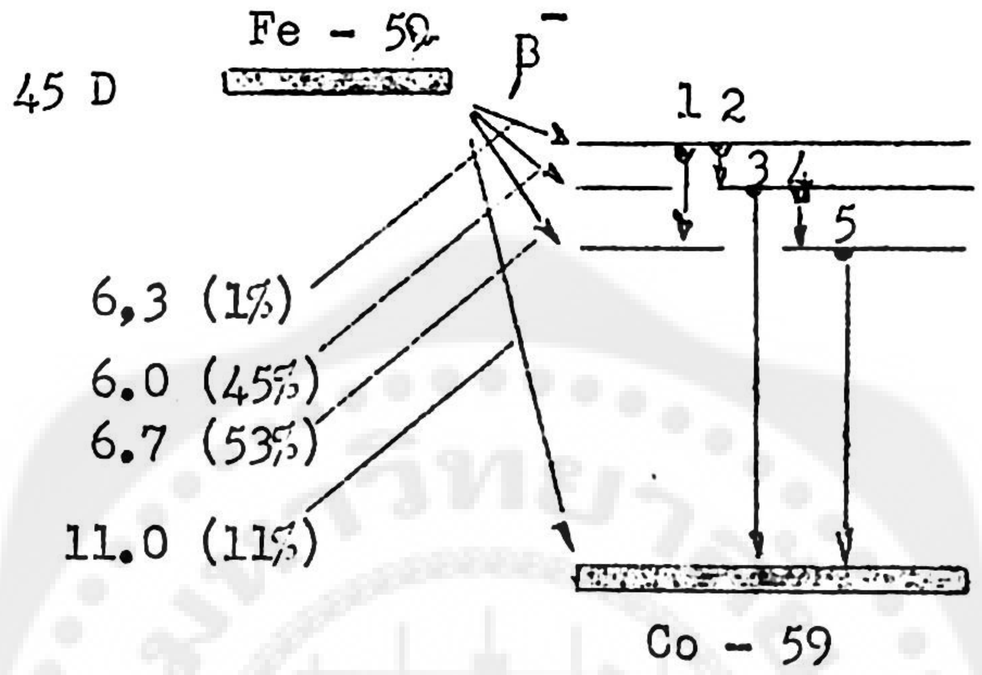
## CALCIUM - 47




## CALCIUM - 49

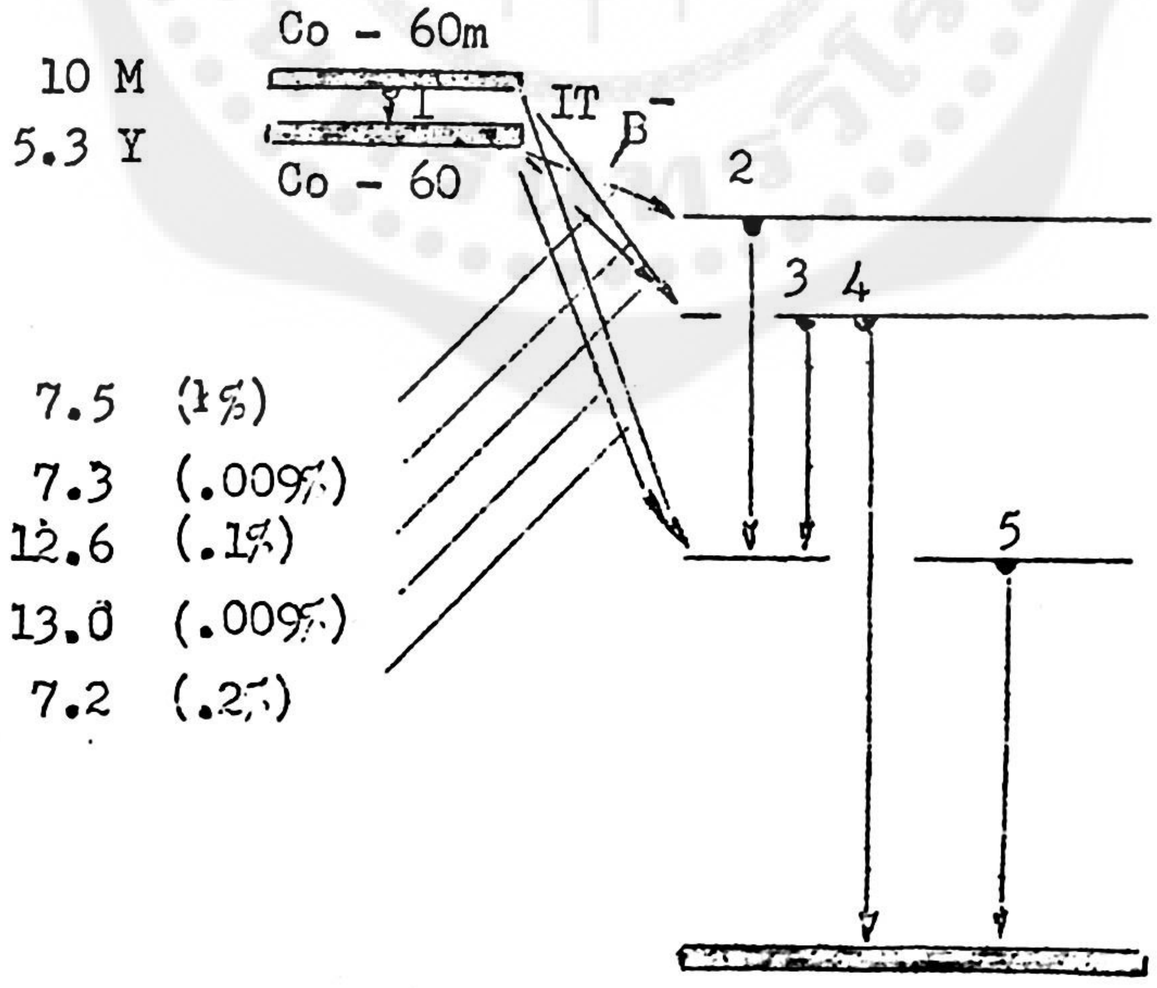


## IRON - 59



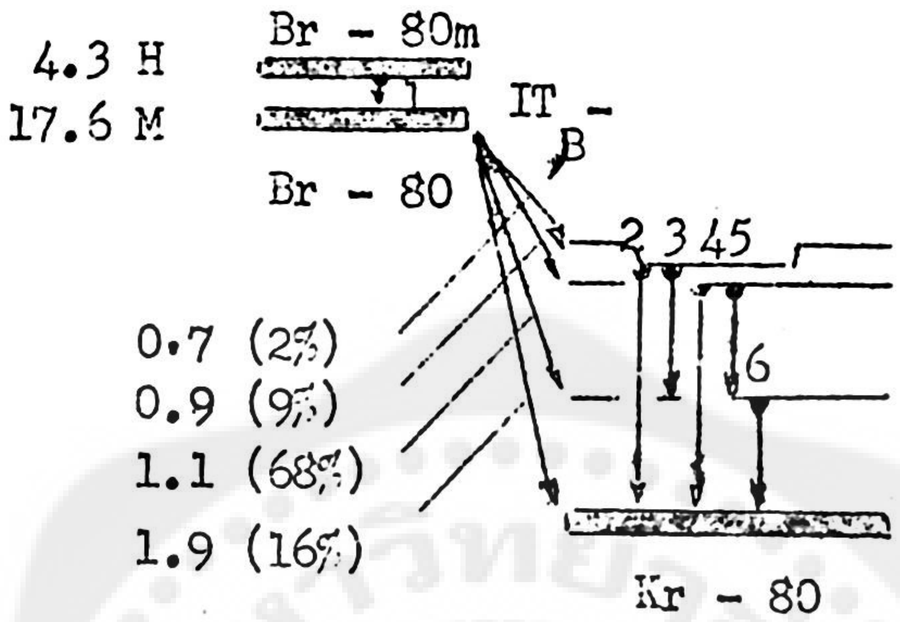

1 = 0.34
2 = 0.14
3 = 1.29
4 = 0.19
5 = 1.09

## COBALT - 60



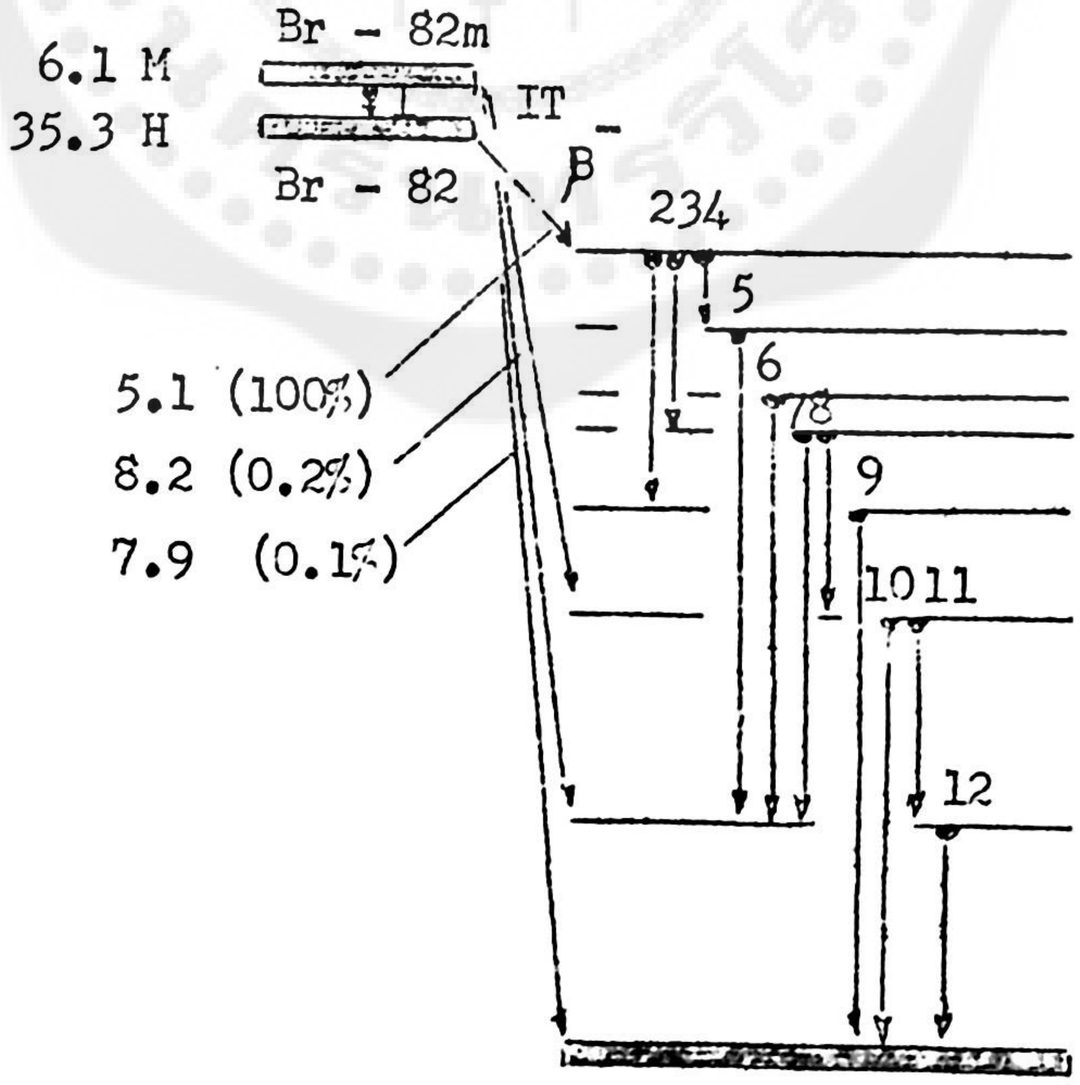

1 = 0.05
2 = 1.17
3 = 0.83
4 = 2.15
5 = 1.33

BROMINE - 80



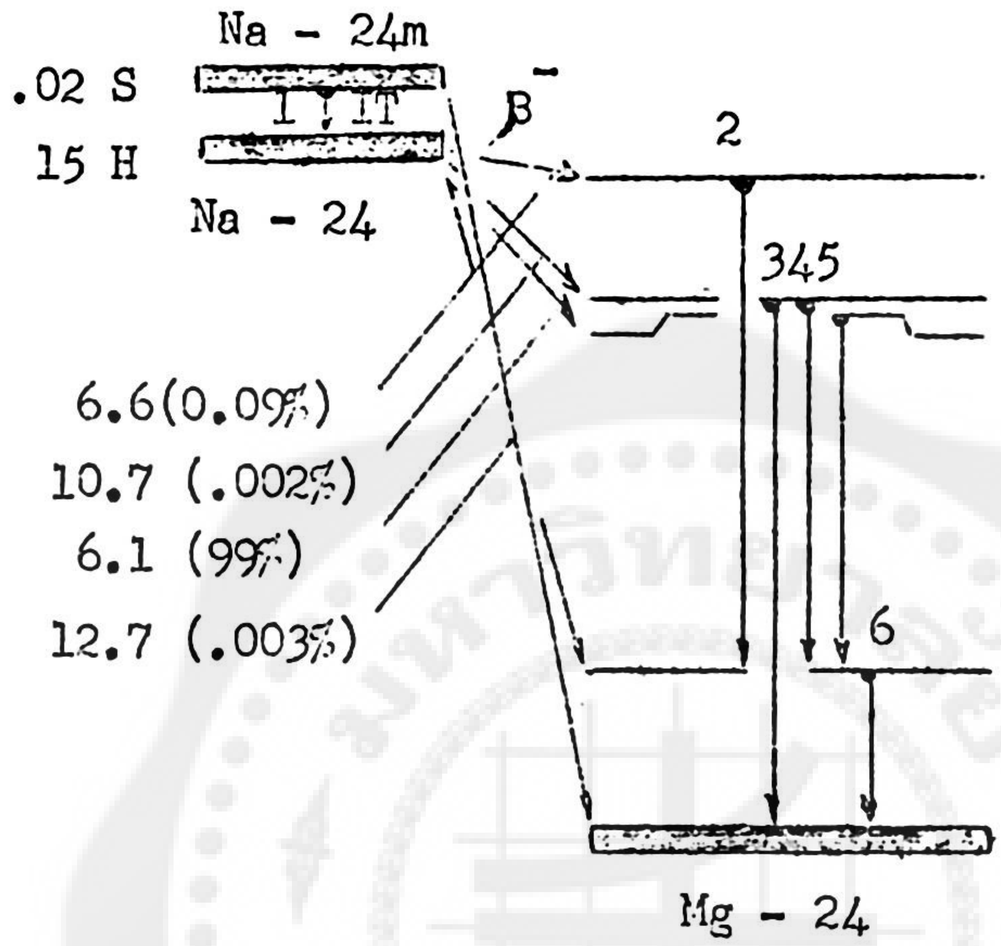

1 = 0.08
2 = 0.71
3 = 1.33
4 = 1.25
5 = 0.64
6 = 0.61

BROMINE - 82



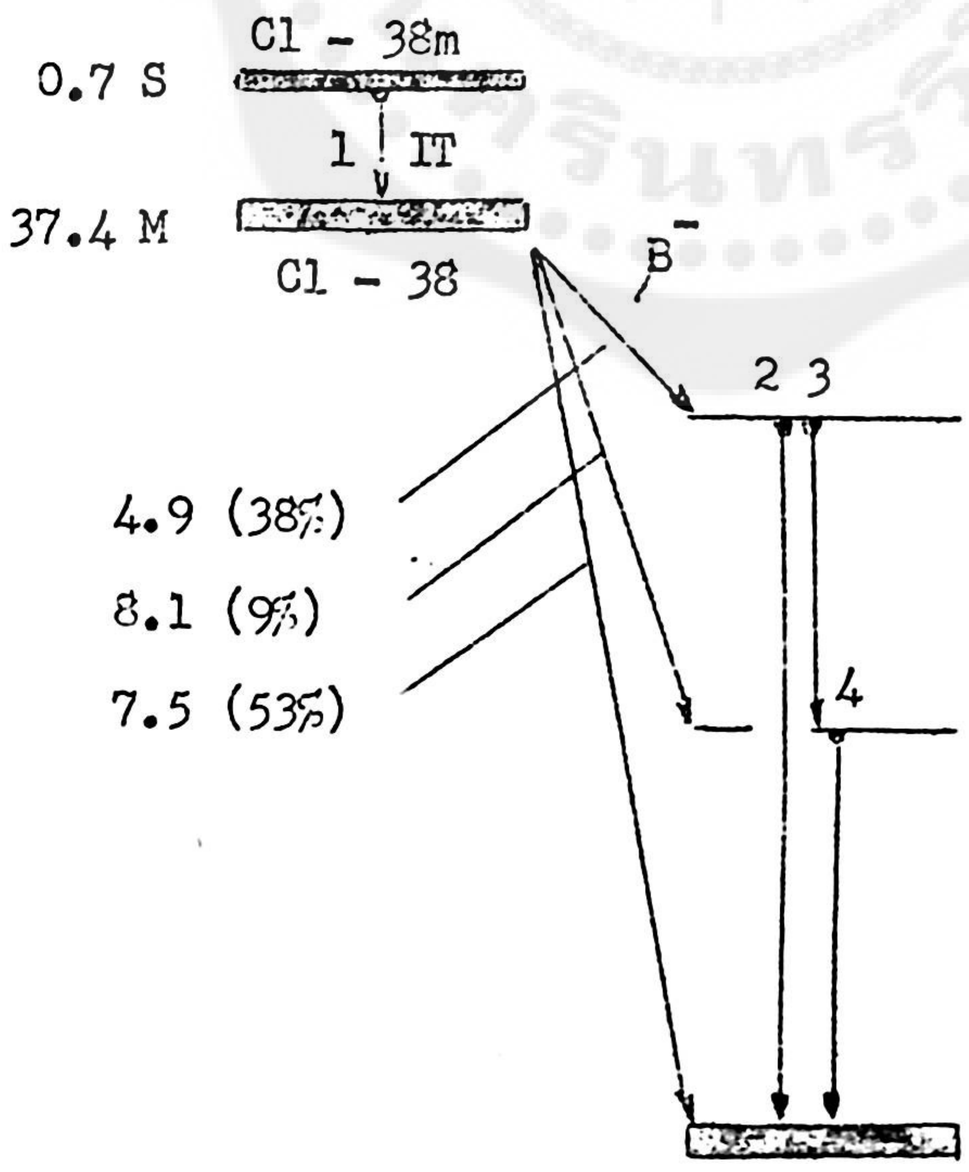

1 = 0.04
2 = 0.82
3 = 0.55
4 = 0.12
5 = 1.65
6 = 1.41
7 = 1.31
8 = 0.61
9 = 1.04
10 = 1.47
11 = 0.69
12 = 0.77

## SODIUM - 24



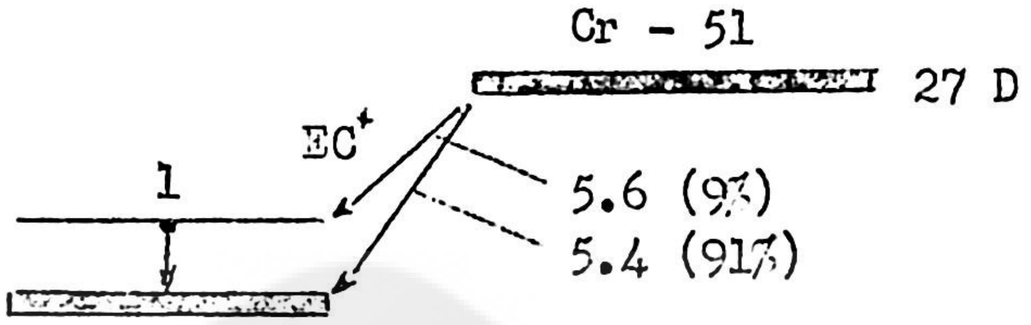

1 = 0.47
2 = 3.85
3 = 4.20
4 = 2.85
5 = 2.75
6 = 1.36

## CHLORINE - 38




1 = 0.67
2 = 3.76
3 = 1.60
4 = 2.17

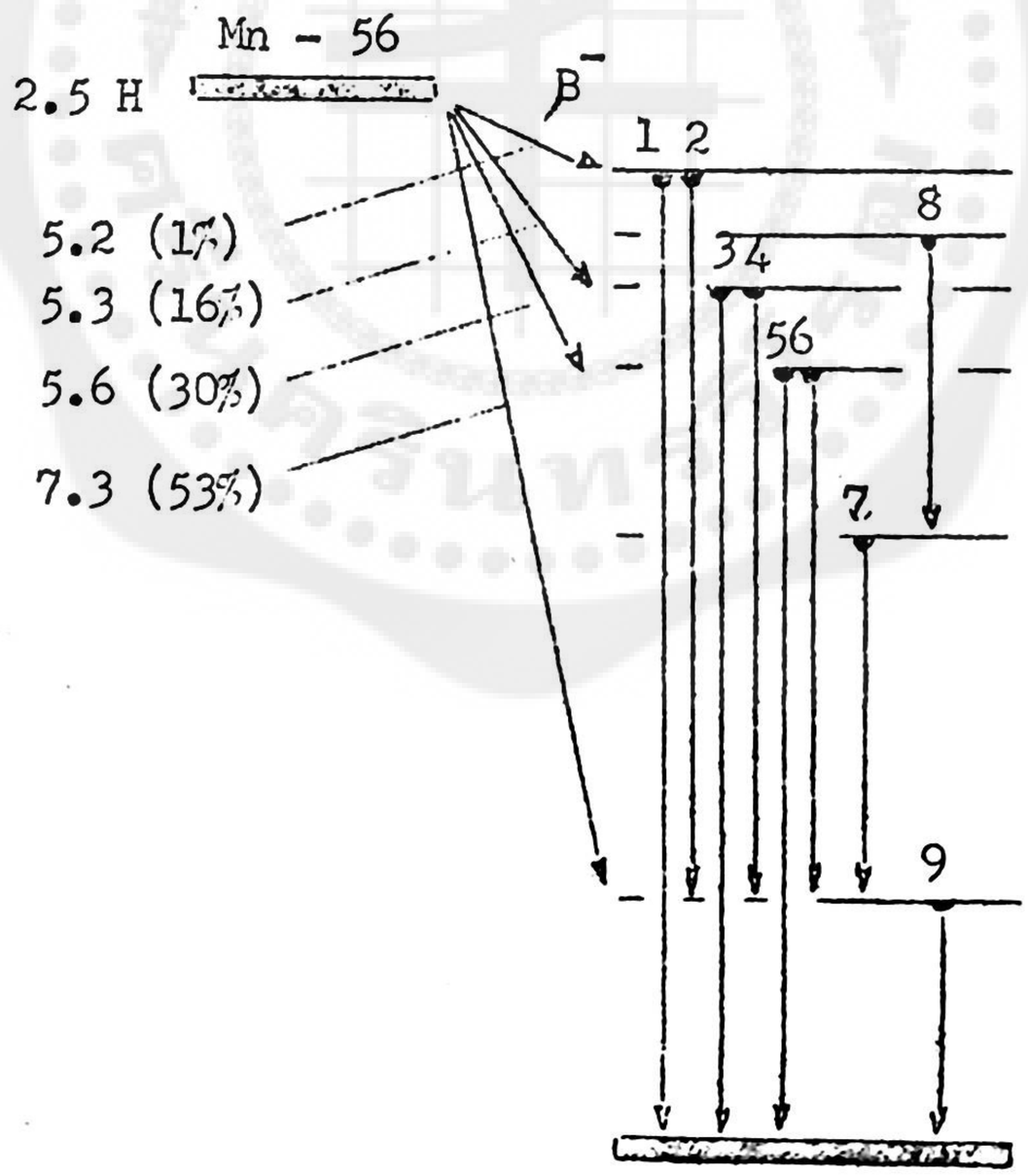
## CHROMIUM - 51




1 = 0.32

V - 51

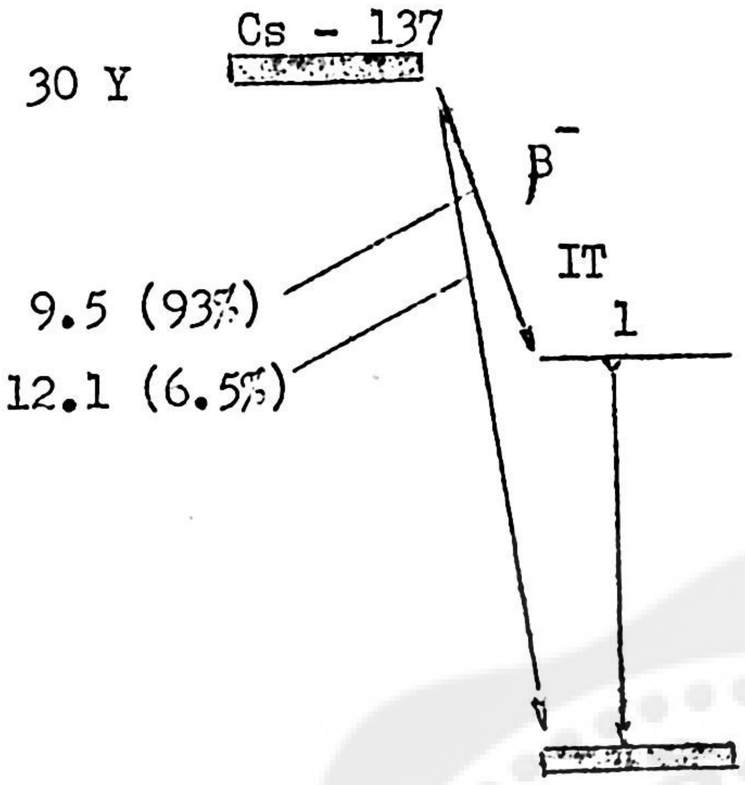
## MANGANESE - 56




1 = 3.40
2 = 2.52
3 = 2.90
4 = 2.11
5 = 2.66
6 = 1.81
7 = 1.24
8 = 1.03
9 = 0.84

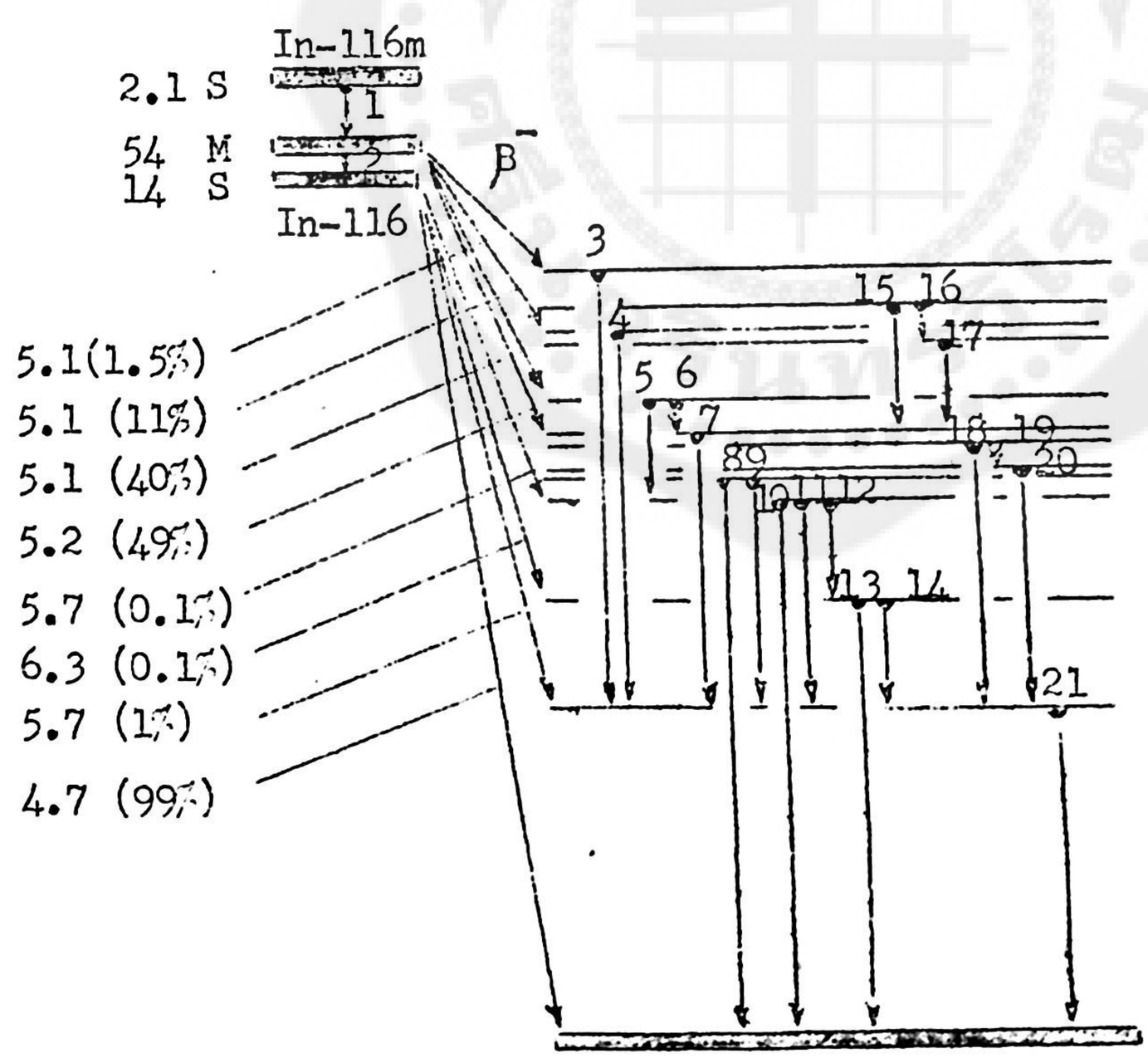
Fe - 56

CESIUM - 137




1 = 0.66

INDIUM - 116




1 = 0.16 11 = 0.81
2 = 0.06 12 = 0.38
3 = 1.75 13 = 0.51
4 = 1.50 14 = 0.43
5 = 0.35 15 = 0.54
6 = 0.14 16 = 0.14
7 = 1.09 17 = 0.41
8 = 2.33 18 = 1.06
9 = 0.93 19 = 0.09
10 = 2.11 20 = 0.90
21 = 1.29

Sn - 116

ตาราง 3 PHOTOPEAK ENERGY ที่พบในการศึกษาธาตุมาตรฐานและการศึกตาม HALF-LIFE

| ELEMENT | ISOTOPE | HALF-LIFE | PHOTOPEAK ENERGY (Mev.) |
|---|---|---|---|
| SODIUM | Na-24 | 15.3D | 0.51,1.36,1.73,2.24,2.75 |
| SULFUR | S-37 | 5.1M | 3.10 |
| CHLORINE | Cl-38 | 35.5M | 0.51,0.61,0.65,1.14,1.63,2.16 |
| SCANDIUM | Sc-46 | 83.0D | 0.88,1.11 |
| CROMIUM | Cr-51 | 31.5D | 0.32 |
| MANGANESE | Mn-56 | 2.5H | 0.84,1.81,2.11 |
| ZINC | Zn-65 | 257D | 0.51,1.12 |
| | Zn-69m | 13.7H | 0.44 |
| ALUMINIUM | Al-28 | 2.5M | 0.51,0.75,1.26,1.78 |
| CALCIUM | Ca-47 | 45D | 1.29 |
| | Ca-49 | 10M | 2.07,2.58,3.08,3.75,4.09 |
| IRON | Fe-59 | 46D | 0.16,0.19,0.48,0.83,109,1.29 |
| INDIUM | In-116m1 | 55M | 0.41,0.51,0.81,1.09,1.29,1.48,2.08,2.75 |
| COBALT | Co-60 | - | 1.17,1.33 |
| BARIUM | Ba-131 | 14D | 0.37,0.48 |
| | Ba-139 | 82M | 0.16 |
| ANTIMONY | Sb-122 | 2.8D | 0.56,0.69,1.14,1.25 |
| | Sb-124 | 66D | 0.48,0.56,0.60,0.61,0.64,1.68 |
| BROMINE | Br-80 | 13M | 0.51,0.60,0.66,0.70,1.25 |
| | Br-82 | 32H | 0.55,0.61,0.69,0.77,0.82,1.04,1.31,1.47, |
| TANTALUM | Ta-182 | 120D | 1.12,1.22 |

# บทที่ 5

## ผลการทดลอง

ผลการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ โดยวิธี non - destructive neutron activation analysis ปรากฏผลดังแสดงในตารางที่ 4 และรูปที่ 7 – 12

ตาราง 4 ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

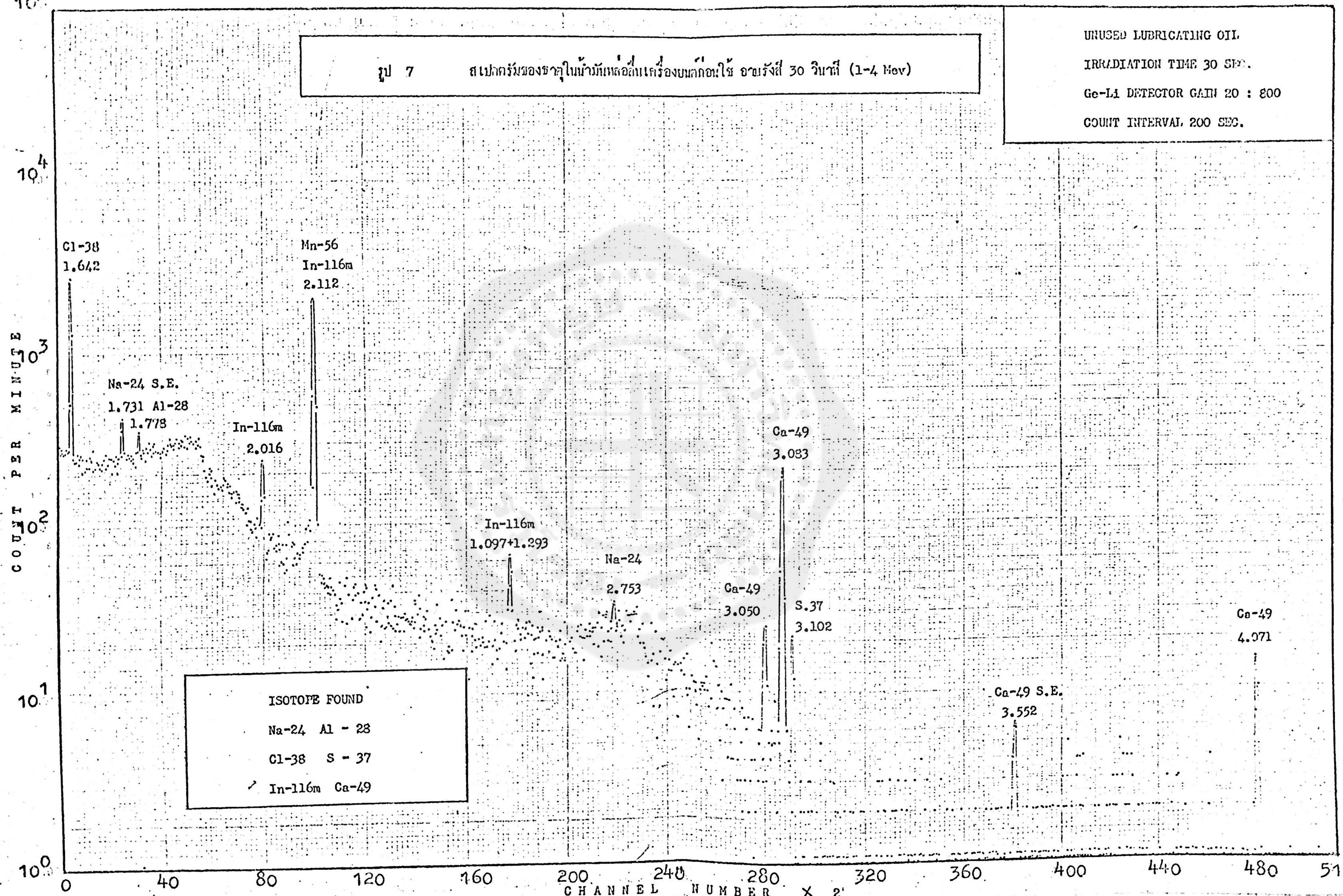
| ตัวอย่าง / ธาตุ | UU-1 | UU-2 | UU-3 | V-1 | V-2 | V-3 | D-1 | D-2 | D-3 | T-1 | T-2 | T-3 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sc | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Ca | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Eu | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Na | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Ba | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Mn | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Zn | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Co | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Br | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Cr | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| In | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Cl | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| S | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Al | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Ta | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Fe | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Hf | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Sb | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |

\+ พบว่ามีธาตุชนิดนั้น

\- ไม่พบว่ามีธาตุชนิดนั้น

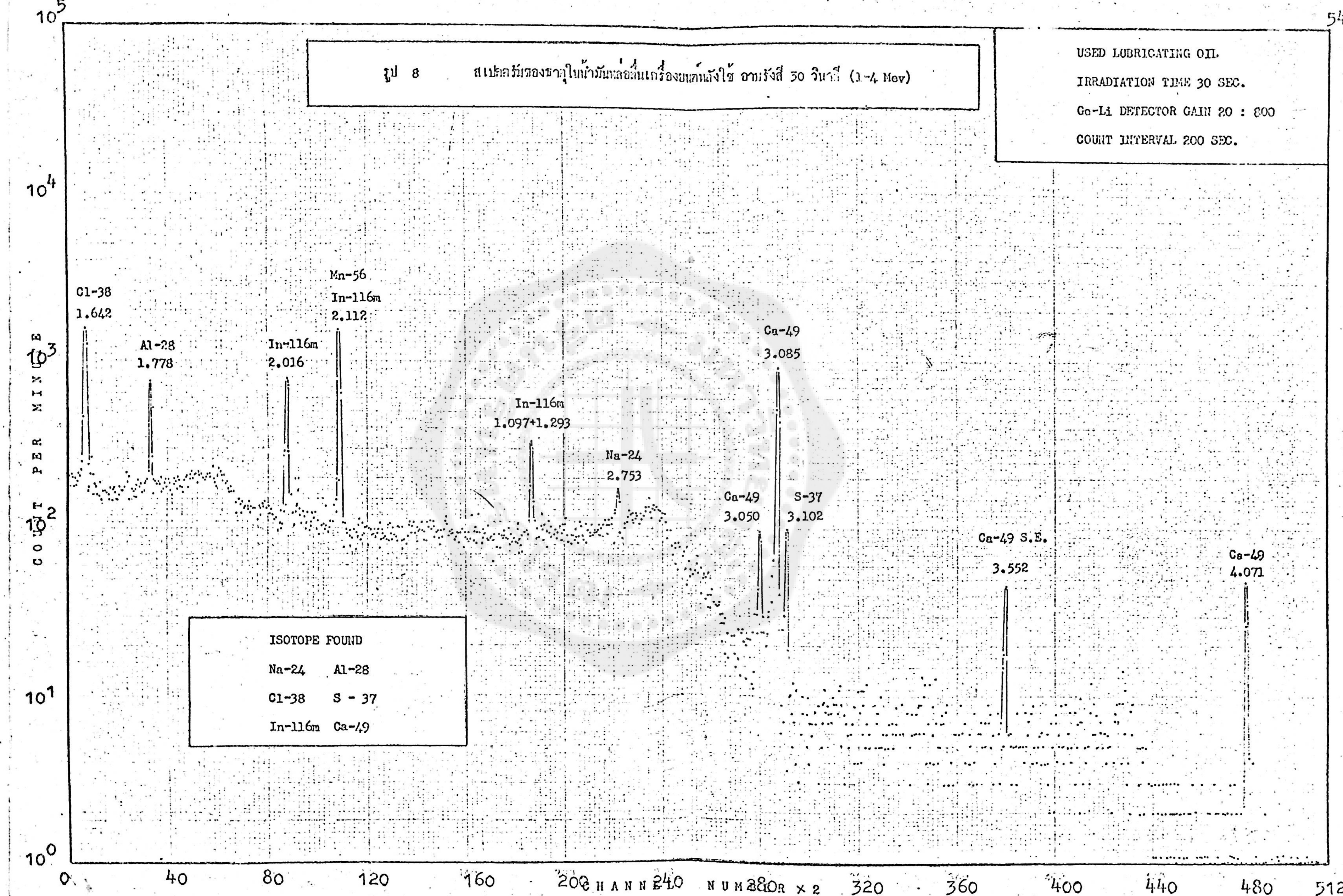
รูป 7 สเปกตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ อายรังสี 30 วินาที (1-4 Mev)

UNUSED LUBRICATING OIL
IRRADIATION TIME 30 SEC.
Ge-Li DETECTOR GAIN 20 : 800
COUNT INTERVAL 200 SEC.



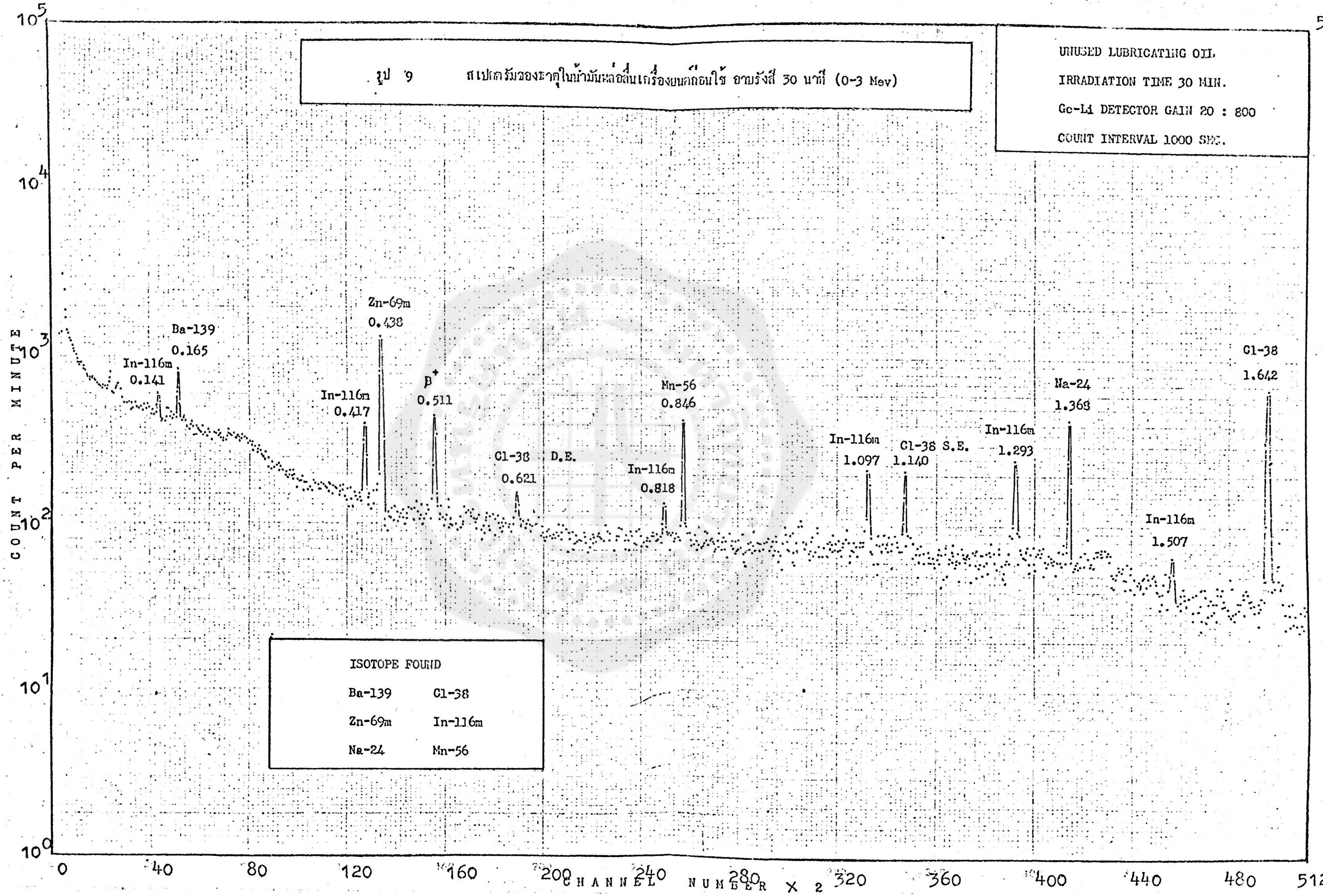
รูป 8 สเปคตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ อาบรังสี 30 วินาที (1-4 Mev)

USED LUBRICATING OIL
IRRADIATION TIME 30 SEC.
Ge-Li DETECTOR GAIN 20 : 800
COUNT INTERVAL 200 SEC.



รูป 9 สเปกตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ฉายรังสี 30 นาที (0-3 Mev)

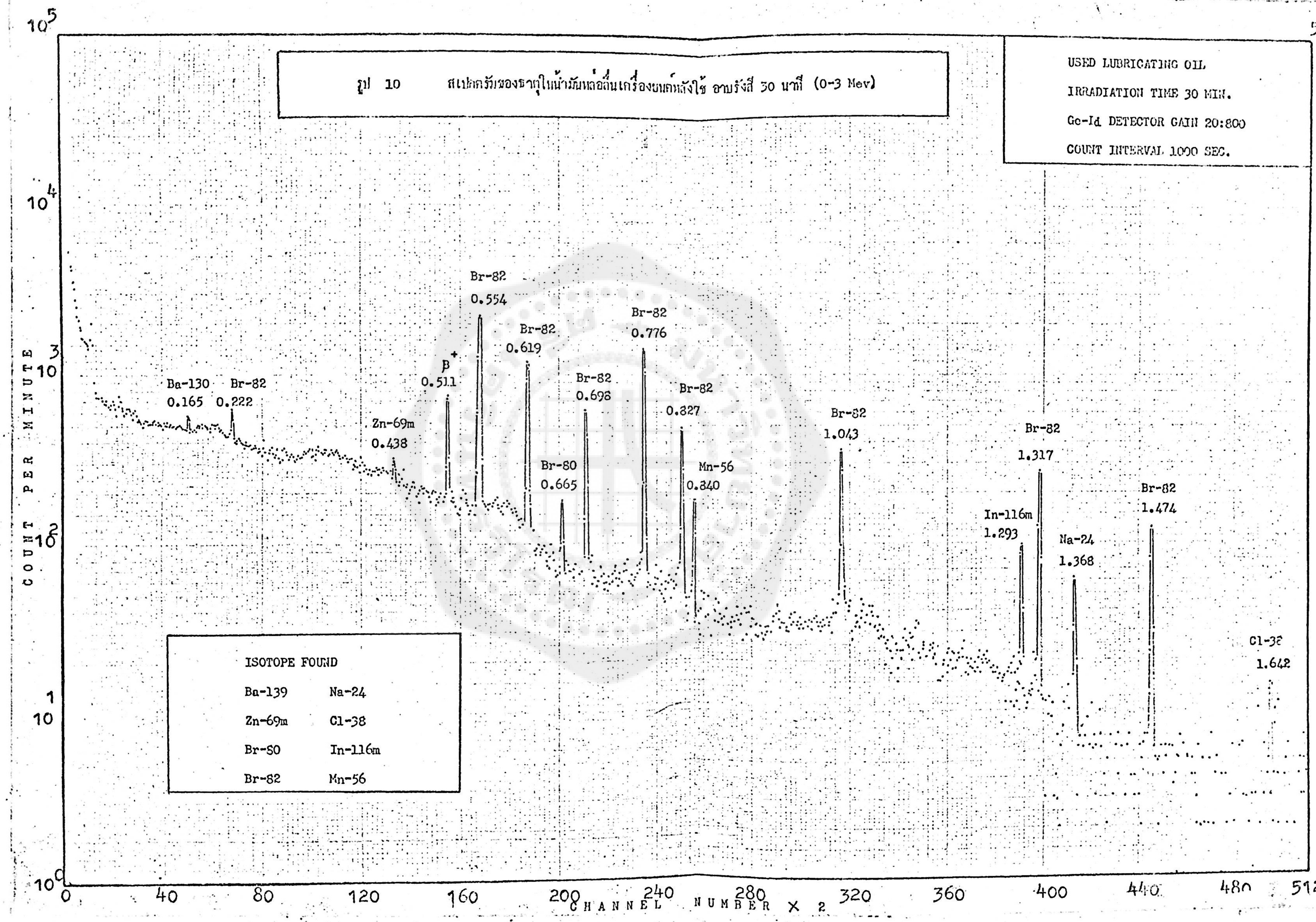
UNUSED LUBRICATING OIL
IRRADIATION TIME 30 MIN.
Ge-Li DETECTOR GAIN 20 : 800
COUNT INTERVAL 1000 SEC.




| ISOTOPE FOUND | |
|---|---|
| Ba-139 | Cl-38 |
| Zn-69m | In-116m |
| Na-24 | Mn-56 |

รูป 10 สเปกตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ อาบรังสี 30 นาที (0-3 Mev)

USED LUBRICATING OIL
IRRADIATION TIME 30 MIN.
Ge-Id DETECTOR GAIN 20:800
COUNT INTERVAL 1000 SEC.

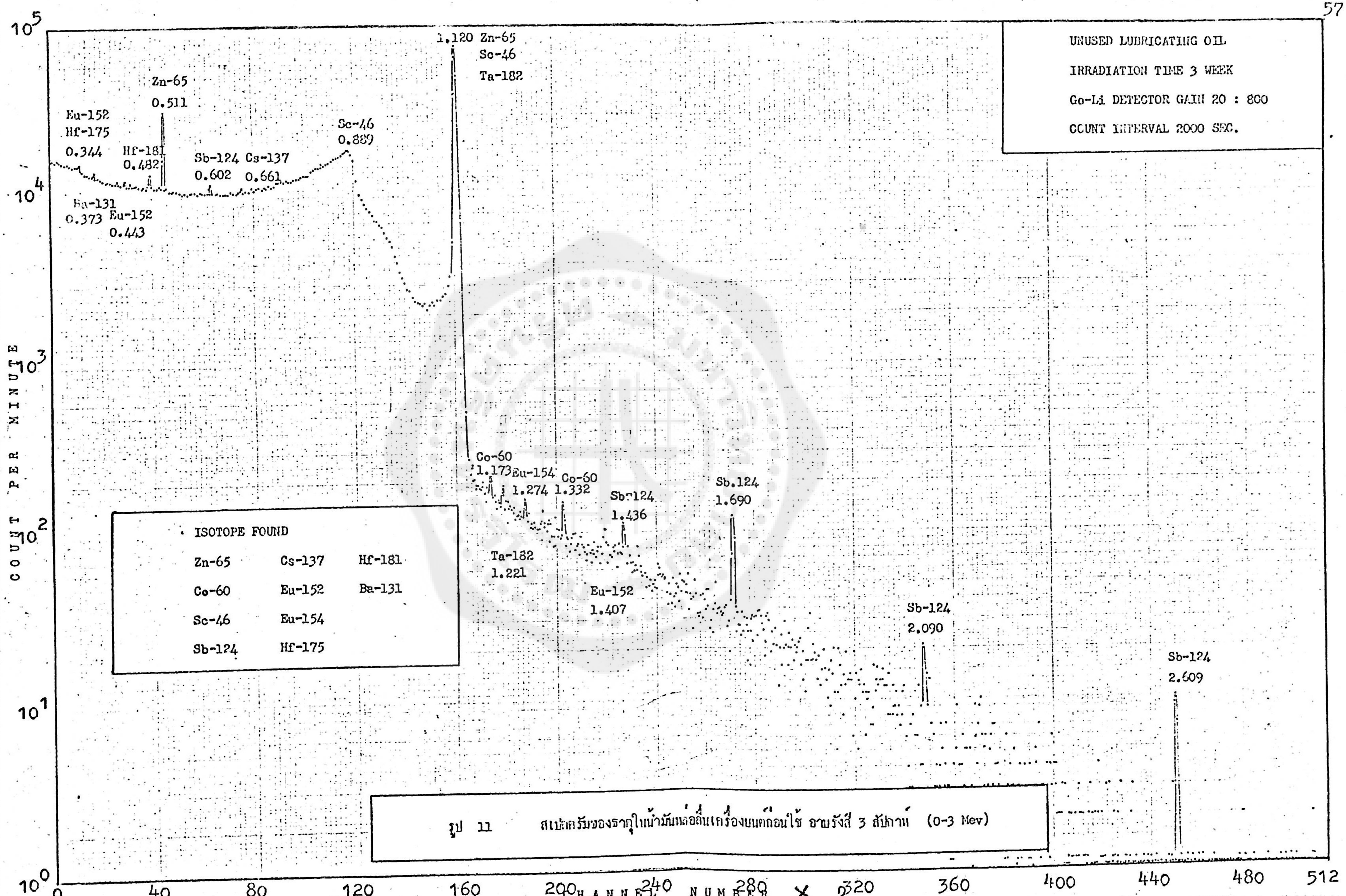


UNUSED LUBRICATING OIL

IRRADIATION TIME 3 WEEK

Ge-Li DETECTOR GAIN 20 : 800

COUNT INTERVAL 2000 SEC.



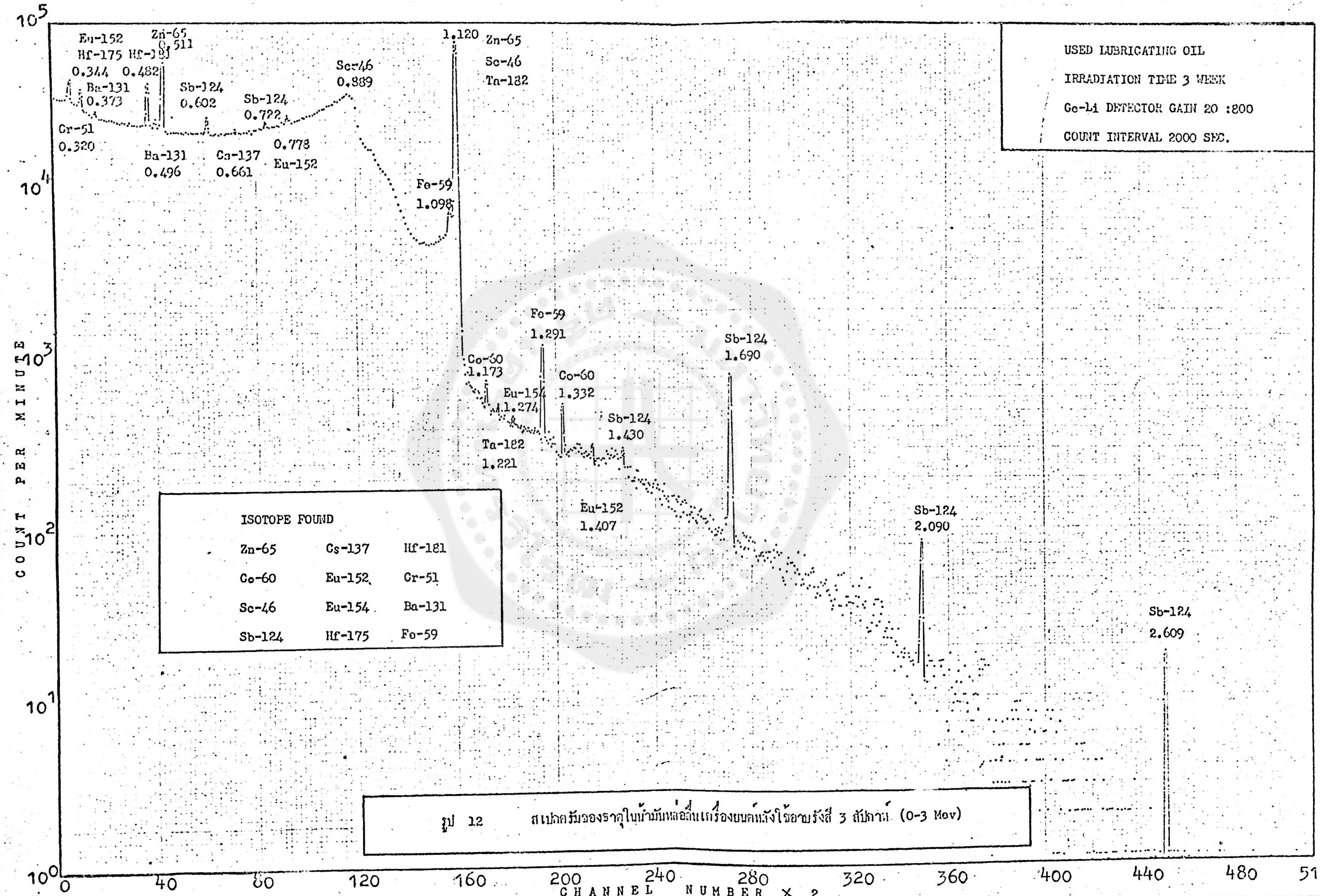

รูป 11 สเปคตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ อาบรังสี 3 สัปดาห์ (0-3 Mev)

USED LUBRICATING OIL

IRRADIATION TIME 3 WEEK

Ge-Li DETECTOR GAIN 20 :800

COUNT INTERVAL 2000 SEC.




| ISOTOPE FOUND | | |
|---|---|---|
| Zn-65 | Cs-137 | Hf-181 |
| Co-60 | Eu-152 | Cr-51 |
| Sc-46 | Eu-154 | Ba-131 |
| Sb-124 | Hf-175 | Fe-59 |

รูป 12 สเปกตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้อาบรังสี 3 สัปดาห์ (0-3 Mev)

# บทที่ 6

## สรุปผลการทดลองและอภิปรายผล

### สรุปผลการทดลอง

การวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ โดยวิธี non - destructive neutron activation analysis พบธาตุต่าง ๆ ดังตารางที่ 5

ตาราง 5 ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้

| ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ | ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ |
|---|---|
| โซเดียม | โซเดียม |
| แคลเซียม | แคลเซียม |
| กำมะถัน | กำมะถัน |
| สังกะสี | สังกะสี |
| แอนติโมนี | แอนติโมนี |
| อะลูมิเนียม | อะลูมิเนียม |
| แมงกานีส | แมงกานีส |
| สแกนเดียม | สแกนเดียม |
| ฮาฟเนียม | ฮาฟเนียม |
| แทนทาลัม | แทนทาลัม |
| อินเดียม | อินเดียม |
| โคบอลต์ | โคบอลต์ |
| คลอรีน | คลอรีน |
| แบเรียม | แบเรียม |

ตาราง 5 (ต่อ)

| ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ | ธาตุที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ |
|---|---|
| ยูโรเปี่ยม | ยูโรเปี่ยม |
| – | เหล็ก |
| – | โบรมีน |
| – | โครเมี่ยม |

อภิปรายผลการทดลอง

จากตารางที่ 4 และ 5 จะเห็นว่า น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ ตัวอย่างที่ 1 2, และ 3 ซึ่งเก็บตัวอย่างจากแหล่งใช้ 3 แห่ง ประกอบด้วยธาตุที่มีปริมาณน้อยเหมือนกัน ธาตุที่พบคือ โซเดี่ยม, คลอรีน, อินเดี่ยม, แบเรี่ยม, แมงกานีส, สังกะสี, ฮาฟเนี่ยม ยูโรเปี่ยม, แคลเซี่ยม, สแกนเดี่ยม, แทนทาลั่ม, กำมะถัน, แอนติโมนี่, อะลูมิเนี่ยม และโคบอลต์

ธาตุที่มีปริมาณน้อย ที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้นี้ (25, 36, 37, 38) อาจจะมาจาก

1. สารที่เติมลงไปในน้ำมัน (oil additive)
2. สารเคมีที่ใช้ในขบวนการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม
3. ธาตุที่ปะปนมากับน้ำมันดิบ
4. ธาตุที่ได้รับการรบกวน (interfere) จากฝุ่นละออง

จากตารางที่ 4 และ 5 จะเห็นว่า น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ ซึ่งเก็บตัวอย่างจากรถยนต์โฟคสวาเกน 3 ตัวอย่าง รถยนต์ดัสสัน 3 ตัวอย่าง และรถยนต์โตโยต้า 3 ตัวอย่าง ประกอบด้วยธาตุที่มีปริมาณน้อยเหมือนกันธาตุที่พบคือ โซเดี่ยม, คลอรีน, อินเดี่ยม,

แบเรี่ยม, แมงกานีส, สังกะสี, กำมะถัน, แคลเซี่ยม, ยูโรเปี่ยม ฮาฟเนี่ยม สแกนเดี่ยม, โคบอลต์, แอนติโมนี่, อะลูมิเนี่ยม, แทนทาลัม, เหล็ก, โครเมี่ยม และโบรมีน

ธาตุที่มีปริมาณน้อยที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้ แต่ไม่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้ คือ เหล็ก, โบรมีน และโครเมี่ยม ทั้งนี้ธาตุที่มีปริมาณน้อยที่เพิ่มขึ้นนี้ (35, 36, 37, 38) เกิดขึ้นจาก

1. เกิดจากการสึกหรอ (wear) ของส่วนประกอบในเครื่องยนต์

2. เกิดจากการรบกวน (interfere) ของฝุ่นละอองในอากาศ ไอระเหยจากน้ำมันกาซโซลีน หรือ สารที่ใช้หล่อลื่นอื่น ๆ

3. มีอยู่ในระดับปริมาณที่น้อยมากจนไม่สามารถจะวัดได้โดยวิธีนี้

ปฏิกริยานิวเคลียร์ที่เกิดขึ้นแสดงไว้ในตารางที่ 2

จากรูปที่ 7 – 12 จะเห็นว่าไอโซโทปที่พบ คือ Na – 24, Cl – 38, Eu – 152 Eu – 154, Ca – 49, Sc – 46, Fe – 59, Zn – 69m, Zn – 65, Ba – 131, Ba – 139, Cs – 137, Co – 60m, Co – 60, Ta – 182, S – 37, Mn – 56, In – 116m, Hf – 175, Hf – 181, Br – 80, Br – 82, Al – 28, Cr – 51, Sb – 124

ไอโซโทปที่เป็น major activity ได้แก่ Na – 24 (1.36, 2.75 Mev), Cl – 38 (1.64, 2.17 Mev.), Br – 82 (0.55, 0.61, 0.69, 0.77, 0.82, 1.04, 1.31, 1.47, 1.65 Mev.) และ Zn – 65 (0.51, 1.12 Mev)

ในการศึกษาครั้งนี้อาจจะเกิด second order interference (39) จากปฏิกริยานิวเคลียร์ของ $S-36(n,\gamma)S-37(\beta^-)Cl-37(n,\gamma)Cl-38$, $Cr-54(n,\gamma)Cr-55(\beta^-)Mn-55(n,\gamma)Mn-56$, $Fe-58(n,\gamma)Fe-59(\beta^-)Co-59(n,\gamma)Co-60$ และ $Hf-180(n,\gamma)Hf-181(\beta^-)Ta-181(n,\gamma)Ta-182$

การอบน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ให้เป็นเถ้า (ash) ที่อุณหภูมิสูงมาก ๆ จะทำให้

ธาตุบางตัวเช่น นิเกิล, ปรอท, แอนติโมนี่, อาร์เซนิค และทองแดงระเหย (volatile) ออกไป (6) ทำให้ธาตุชนิดนั้น ๆ เหลือน้อยลง หรือระเหยออกไปจนหมดได้ การทำคุณภาพวิเคราะห์จึงไม่พบธาตุชนิดนั้น ๆ

ในการเกิดไอโซโทปของ Co -60 อาจจะเกิดปฏิกริยา (n - p) ของ Ni - 60 (n, p) Co - 60 ได้ (5) แต่จากการอาบรังสีระยะสั้นใน pneumatic system เราจะพบว่าเกิดปฏิกริยา Co - 59 (n,ɣ) Co - 60m. ขึ้นเช่นกัน แสดงว่าในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์จะต้องมีธาตุโคบอลต์ แต่การอาบรังสีระยะยาวในระบบ Wet I.P. Co - 60 ส่วนหนึ่งอาจจะเกิดจากปฏิกริยา (n - p) ดังกล่าวมาแล้วก็ได้

จากการศึกษาครั้งนี้ไม่พบว่า มีธาตุซีเซียมอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ Cs - 137 ที่พบเป็นไอโซโทปที่เกิดจากปฏิกริยา (n - p) ของ Ba - 137 เพราะถ้ามีธาตุซีเซียมอยู่ด้วย จะต้องเกิดปฏิกริยา (n -ɣ) ได้ Cs - 134 แต่จากการศึกษาครั้งนี้ไม่พบ Cs - 134 อีกประการหนึ่ง การศึกษาครั้งนี้ พบว่ามีธาตุแบเรียม ปฏิกริยา n - p ของ Ba - 137 ดังกล่าวมาแล้ว จึงเกิดขึ้นได้

การทำคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis) ธาตุบางตัว นอกจากวิเคราะห์โดยอาศัย photopeak energy และการติดตาม half - life แล้ว ยังไม่ทราบว่าเป็นธาตุชนิดใด ในกรณีเช่นนี้ เราจำเป็นจะต้องอาศัยการเปรียบเทียบ photopeak ratio, การศึกษา sum peak, single escape peak, double escape peak, annihilation และ pair production ของธาตุนั้น ๆ ด้วย

จากการศึกษาครั้งนี้ พบว่าอาจจะมี (probably or possible present) ธาตุปรอท, เงิน, แมงกานีส, รูบิเดียม และเซเลเนี่ยมอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ด้วย แต่เนื่องจากการศึกษาครั้งนี้มีข้อมูลไม่เพียงพอและไม่แน่ใจ จึงไม่สามารถจะบอกได้ว่ามีธาตุเหล่านี้อยู่แน่นอน.

# บทที่ 7

# ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษา การวิเคราะห์ธาตุบางชนิดในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ ผู้ศึกษามีข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการทำปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) เพื่อหาปริมาณธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ โดยวิธี non-destructive neutron activation analysis ดังนี้

การทำปริมาณวิเคราะห์ทำได้โดยใช้ comparator technique กล่าวคือ นำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานเข้าอาบรังสีและวัดรังสีแกมม่าในสภาวะเดียวกันแล้วนำค่าปริมาณรังสีมาเปรียบเทียบกัน

การทำปริมาณวิเคราะห์มีสิ่งที่จะต้องคำนึงดังนี้

1. การเลือกสารมาตรฐาน

การเลือกสารมาตรฐานจะต้องไม่มีส่วนผสมอื่น ๆ มารบกวนธาตุที่กำลังศึกษา ส่วนมากนิยมใช้ special pure grade

2. การเตรียมสารมาตรฐาน

สารมาตรฐานที่ใช้ในการเปรียบเทียบจะต้องมีสถานะ (physical state) เหมือนกับสารตัวอย่าง

ในกรณีที่จำเป็นจะต้องเตรียมสารละลายมาตรฐาน reagent ต่าง ๆ ที่ใช้จะต้องไม่มีส่วนผสมมารบกวนธาตุที่กำลังศึกษา

สารมาตรฐานจะต้องมีความเข้มข้นใกล้เคียงกับความเข้มข้นของธาตุที่วิเคราะห์ในสารตัวอย่างให้มากที่สุด เพื่อให้ค่าปริมาณรังสีที่วัดได้มีค่าแตกต่างกันไม่มากนัก เป็นการป้องกันความผิดพลาดทางสถิติที่จะเกิดขึ้น

3. การอาบรังสีและการวัดรังสี

นำสารมาตรฐานเข้าอาบรังสีพร้อมกับสารตัวอย่างที่ต้องการศึกษา โดยวางตำแหน่งของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างในภาชนะที่จะนำเข้าอาบรังสีให้อยู่ในระดับเดียวกัน

จะทำให้ได้รับนิวตรอนฟลักซ์คงที่

การวัดรังสีสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน จะต้องมี geometry และ instrumental condition เหมือนกันทุกประการ

4. การเลือก photopeak เพื่อการทำปริมาณวิเคราะห์

การเลือก photopeak เพื่อการทำปริมาณวิเคราะห์ จะต้องเป็น photopeak ที่ไม่ถูกรบกวนจาก photopeak ของ nuclide อื่น ๆ

5. การคำนวณ total count rate

การคำนวณ total count rate ของสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน จะต้องคำนวณบน channel number เดียวกันทุกประการ แล้วแก้ค่า total count rate โดยใช้สมการที่ 15

6. การคำนวณปริมาณธาตุ

คำนวณหาปริมาณธาตุในสารตัวอย่างโดยใช้สมการที่ 17

จากการทำปริมาณวิเคราะห์เพื่อคำนวณหาปริมาณธาตุโซเดียม, คลอรีน, อินเดียม สังกะสี, แบเรียมและแมงกานีสในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ เครื่องหมายการค้า SHELL ชนิด SUPER MOTOR OIL 20W/50 จำนวน 1 ตัวอย่าง โดยใช้สารมาตรฐาน ดังแสดงไว้ในตารางที่ 6 ปรากฏผลดังแสดงไว้ในตารางที่ 7

ตาราง 6 สารมาตรฐานที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

| ELEMENT | STANDARD SALT | CONCENTRATION (PPM) |
|---|---|---|
| Sodium | anh. $Na_2CO_3$ | 5.0 |
| Chlorine | anh. $NH_4Cl$ | 50.0 |
| Manganese | $MnCl_2.4H_2O$ | 0.1 |
| Zinc | $(CH_3COO)_2Zn.2H_2O$ | 700.0 |
| Bromine | anh. $NH_4Br$ | 250.0 |
| Barium | anh. $(CH_3COO)_2Ba$ | 10.0 |

ตาราง 7 ปริมาณเป็น PPM ของธาตุ ที่พบในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

| LAB.NO | Na | | Cl* | | Br* | | Mn | | Zn | | Ba | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | U.U | U | U.U | U | U.U | U | U.U | U | U.U | U | U.U | U |
| 1 | 3.06 | 4.14 | 76.5. | 520 | - | 1006 | 0.102 | 0.646 | 1330 | *** | 5.21 | ** |
| 2 | 2.44 | 4.12 | 82.0 | 514 | - | 1017 | 0.092 | 0.784 | 1151 | *** | 5.21 | ** |
| 3 | 2.77 | 3.64 | 66.5 | 586 | - | 994 | 0.106 | 0.600 | 921 | *** | 5.14 | ** |
| 4 | 3.08 | 7.00 | 86.5 | 606 | - | 1011 | 0.103 | 0.734 | *** | *** | 6.15 | ** |
| 5 | 2.52 | 3.90 | 79.0 | 517 | - | 911 | 0.103 | 0.610 | 1194 | 1268 | 6.18 | ** |
| 6 | 3.26 | 4.48 | 88.0 | 577 | - | 900 | 0.111 | 0.816 | 1179 | 1264 | *** | ** |
| 7 | 2.40 | 3.09 | *** | *** | - | 944 | *** | *** | 1400 | 1592 | *** | ** |
| MEAN | 3.155 | 3.971 | 85.08 | 596.33 | - | 999.6 | 0.102 | 0.698 | 1195.8 | 1375.7 | 5.72 | ** |

* ค่าที่ได้จากการเฉลี่ย 2 ครั้ง

** ปริมาณน้อยเกินไปจนทำการวิเคราะห์ไม่ได้

*** ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

\- ไม่พบธาตุชนิดนั้น

# บรรณานุกรม

# บรรณานุกรม


1. McGraw-Hill Encyclopedia of Science and Technology, McGraw-Hill Book Company 1 : 69, 1971.

2. Szabadvary, F., "George Hevesy" Journal of Radioanalytical Chemistry, Elsevier Publishing Co. 1 : 97 - 102, 1968.

3. Lyon, W.S., and Miller, F.J., "Forensic Application of Neutron Activation Analysis," Isotope and Radiation Technology, The United State Atomic Energy Commission 4 : 325, 1967.

4. ศลักษณ์ ทรรพนันท์, "ประโยชน์ของกัมมันตรังสีในด้านการวิเคราะห์," วิทยาศาสตร์ 5 : 358 – 363., 2507.

5. DeReo, James R., editor, Modern Trend in Activation Analysis, National Bureau Standard I : 3, 1969.

6. Filby, R.H., "An Investigation of Trace Elements in Petroleum using Neutron Activation Analysis," Dissertation Abstracts International, A Zerox Company 32 : 2589B, 1971.

7. "AEC - DID Eight Annual Contractors Meeting : Isotope System Development," Isotope and Radiation Technology 4 : 384, 1967.

8. Miller, F.J., "Summary of Symposium on Radioisotope Tracer in Industry and Geophysic in Prage, CSSR, Nov. 21 - 25, 1966" Isotope and Radiation Technology 4 : 369, 1967.

9. Wainerdi, R.E., and File. L.E., "Activation Analysis as Applied to the Petroleum Exploration Industry" TID - 2046, 16 pp.

10. Guinn, V.P., and Bellance, S.C., "Neutron Activation Analysis Identification the Source of Oil Pollution of Waterways," Modern Trend in Activation Analysis, The National Bureau Standard. I : 93, 1969.

11. Hull, D.E., and Gilmore, J.J., "Computer Routine for NAA of Lubricating Oil," Analytical Chemistry 36 : 2072, 1964.

12. Gibbons, D., Mc Cabe, W.J., and Olive, G., "The Application of 14-Mev Neutron Activation Analysis to Measure of Additive in Lubricating Oil," Radiochemical Method of Analysis, IAEA, I : 297 - 322, 1965.

13. Panidi, I.S., and Others, "Use of a $\gamma$ - absorption Method to Determine Barium Additive in Lubricating Oil Containing Additive," Chemical Abstract 73 : 116, 1970.

14. Greene, A.B., Oldman, G., and Parker, G.D., "Determination of the Distributions and Effects of Oil-borne $MoS_2$ in the Cylinder of an Internal Combustion Engine," Chemical Abstract 75 : 150, 1971.

15. Jester, W.A., and Klaus, E.E.," Studing the Effect of Trace Elements of High - purity Lubricants using Activation Analysis," Nnclear Application 3 : 375 - 382, 1967.

16. Ickhoff, N.D., Hill, T.R., and Kimel, W.R., "Trace Elements Determination by Neutron Activation Analysis : Theory and Development," Chemical Abstract 71 : 437, 1969.

17. Yule, H.P., "Instrumental Reactor Neutron Activation Analysis Studies on 72 Elements in a Refined Hydrocarbon," Nuclear Application 3 : 637 - 640, 1967.

18. Shah, K.R., Filby, R.H., and Haller, W.A., "Determination of Trace Elements in Petroleum by Neutron Activation Analysis I. Determination of Na, S, Cl, K, Ca, V, Mn, Cu, Ga and Br," Journal of Radioanalytical Chemistry 6 : 185 - 192, 1970.

19. Shah, K.R., Filby, R.H., and Haller, W.A., "Determination of Trace Elements in Petroleum by Neutron Activation Analysis" II. Determination of Sc, Cr, Fe, Co, Ni, Zn, Se, As, Sb, Eu, Au, Hg and U," Journal of Radioanalytical Chemistry. 6 : 413 - 422, 1970.

20. เอกสารสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ โรเนียว, 10 หน้า.

21. Lapp, R.E., Andrews, H.L., and Harward, L., Nuclear Radiation Physic, Practice-Hall Inc., 1954, 532 pp.

22. ชุมพล พัฒนสุวรรณ, การวิเคราะห์ธาตุแมงกานีสและสังกะสี ในอาหารไทยโดยวิธีทางนิวเคลียร์, ปริญญานิพนธ์ กศ.บ. วิทยาลัยวิชาการศึกษา ประสานมิตร 2514,73 หน้า.

23. Willard, H.H., Instrumental Method of Analysis, Van Nostrand, 1965, 784pp.

24. Cronthamel, C.E., Applied Gamma-ray Spectrometry, Pergamon Press Inc. 1960, 443 pp.

25. ม.ล.อนงค์ นิลอุบล การวิเคราะห์แบบแอคติเวชั่น, โรเนียว, 8 หน้า.

26. เอกสารสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ, 8 หน้า.

27. Chase, G.D., and Robinowitz, J.L., Principle of Radioisotope Methedology," Burges Publishing Co. 1962, 332 pp.

28. Price, W.J., Nuclear Radiation Detection, McGraw-Hill Book Co.Inc., 1958, 382 pp.

29. Friedlander, G., Kennedy, J.W., and Miller, J.M., Nuclear and Radiochemistry, Toppan Printing Company, Ltd., 1964, 580 pp.

30. Bowen, H.J.M., and Gibbons D., Radioactivation Analysis, The Cherendon Press, 1963, 295 pp.

31. เอกสารสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ, โรเนียว, 78 หน้า.

32. Lyon, Jr., W.S., Guide to Activation Analysis D. Vannostran Co., Inc. 1964, 186 pp.

33. Kemper, A., and Kempen, G.A., "A Simple Computer Program for High Resolution Gamma Spectra" Journal of Radioanalytical Chemistry 6 : 461 - 475, 1970.

34. Adums, F. and Dams, R., "Compilation of Gamma-transition Energy" Journal of Radioanalytical Chemistry 3 : 104 - 122, 1969.

35. McKetta, Jr, J.J., Advances in Petroleum Chemistry and Refining Interscience Publisher V : 20 - 116, 1965.

36. Bland, W.F., and Devidson, R.L., Petroleum Processing Handbook, McGraw-Hill Book Company 1967, pp. 14-16.

37. Tarbe, L.E., "Analysis of Used Refrigeration Compressor Lubricants," Lubrication Caltex Petroleum Coporation 1971 27 : 134, 1972.

38. Nash, A.W., and Bowen, A.R., The Principle and Practice of Lubrication, Chapmann & Hall, Ltd., 1937, pp 345.

39. Buck, J.P. Op De, "Second Order Interferende" Journal of Radioanalytical Chemistry 3 : 431 - 446, 1769.

# ภาคผนวก ก.

## ตัวอย่างการทำกุณภาพวิเคราะห์

ภาคผนวก ก.

ตัวอย่างการทำคุณภาพวิเคราะห์

<u>การทำคุณภาพวิเคราะห์</u> (qualitative analysis)

การทำคุณภาพวิเคราะห์เพื่อวิเคราะห์ธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ก่อนใช้และหลังใช้ โดยวิธี non-destructive neutron activation analysis มีดังนี้

1. การวัดรังสี

เมื่ออาบรังสีสารตัวอย่างแล้ว นำไปวัดรังสีแกมม่าด้วยเครื่อง Ge-Li detector แล้วพิมพ์ข้อมูลออกมาด้วยเครื่องพิมพ์ดีดไอ บี เอ็ม จะได้ข้อมูลออกมาเป็นชุด ๆ ดังแสดงในตารางที่ 1 – ก

2. การวิเคราะห์ photopeak energy

2.1 นำข้อมูลไปเขียนกราฟระหว่าง channel number กับจำนวนนับต่อนาที บนแกน X และแกน Y ตามลำดับ จะได้สเปคตรัมที่แสดง photopeak ของธาตุต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 2 – ก

2.2 อ่านค่า photopeak energy จาก calibration curve (ดังแสดงไว้ในรูปที่ 5)

3. การติดตาม half-life

3.1 นำข้อมูลที่ได้จากการวัดรังสีแกมม่าของสารตัวอย่างที่วัดหลังจากการอาบรังสีเป็นระยะ ๆ ไปคำนวณหา total count rate ภายใต้ photopeak

ตัวอย่างการคำนวณ total count rate แสดงไว้ในภาคผนวก ข.

การคำนวณหา total count rate ของ photopeak ที่ 2 (photopeak energy 0.438 Mev.) แสดงไว้ในตารางที่ 2 – ก

3.2 นำ total count rate กับระยะเวลาที่ผ่านไปหลังจากการอาบรังสี (decay time) ไปเขียนกราฟบนแกน Y และ X ตามลำดับ

ค่า half - life ของธาตุจะได้จากระยะเวลาที่ปริมาณรังสีลดลงเหลือเพียงครึ่งหนึ่งของจำนวนเดิม

การหา half - life ของ photopeak ที่ 2 (photopeak energy 0.438 Mev) แสดงไว้ในภาคที่ 1 - ก

4. การวิเคราะห์ไอโซโทปของธาตุ

นำค่า photopeak energy และค่า half - life ที่ได้ไปวิเคราะห์หาชนิดของไอโซโทปของธาตุในสารตัวอย่าง โดยใช้ตาราง Nuclide formed by neutron capture listed in order of their atomic number (34) ตาราง Nuclide formed by neutron capture in order of the photon energies (34) และรูปที่ 5

จากการวิเคราะห์พบว่า ไอโซโทปที่มี photopeak energy 0.438 Mev ค่า half - life ~ 11.5 ชั่วโมง คือ Zinc - 69m ซึ่งเป็น monoenergetic element.

ในทำนองเดียวกันนี้ เราจะสามารถวิเคราะห์ธาตุชนิดอื่น ๆ ที่ปรากฏอยู่ในสารตัวอย่างได้ ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2 - ก.

ตาราง 1 - ก. ข้อมูลจากการวัดรังสีแกมม่าน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์หลังใช้

USED LUBRICATING OIL

SAMPLE SIZE 2 ML. : IRRADIATION TIME 20 MIN.

Ge-Li DETECTOR : ADC CONV. GAIN 1024 : GAIN 50 : 600

DECAY TIME 60 MIN. : COUNT INTERVAL 200 SEC.

DATE OCT. 9, 73 AT 13 : 40

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 200 | 800 | 765 | 787 | 768 | 786 | 733 | 832 | 845 | 896 |
| 10 | 1300 | 3755 | 7698 | 6874 | 2673 | 798 | 542 | 535 | 541 | 548 |
| 20 | 539 | 514 | 537 | 529 | 535 | 513 | 529 | 557 | 519 | 482 |
| 30 | 504 | 483 | 512 | 504 | 504 | 481 | 524 | 509 | 510 | 479 |
| 40 | 458 | 520 | 468 | 436 | 487 | 447 | 491 | 453 | 458 | 414 |
| 50 | 451 | 453 | 497 | 472 | 461 | 395 | 427 | 419 | 403 | 410 |
| 60 | 426 | 414 | 426 | 392 | 393 | 424 | 413 | 428 | 403 | 425 |

ตาราง 1 – ก. (ต่อ)

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 70 | 364 | 365 | 397 | 393 | 364 | 402 | 393 | 385 | 380 | 359 |
| 80 | 372 | 361 | 374 | 340 | 359 | 383 | 361 | 347 | 327 | 350 |
| 90 | 368 | 354 | 360 | 366 | 342 | 331 | 358 | 344 | 338 | 361 |
| 100 | 331 | 356 | 326 | 344 | 347 | 320 | 340 | 360 | 318 | 333 |
| 110 | 326 | 325 | 347 | 332 | 316 | 319 | 322 | 327 | 355 | 348 |
| 120 | 303 | 317 | 302 | 306 | 332 | 340 | 319 | 327 | 340 | 344 |
| 130 | 284 | 292 | 323 | 312 | 326 | 287 | 300 | 306 | 331 | 310 |
| 140 | 275 | 286 | 263 | 287 | 270 | 243 | 279 | 260 | 250 | 243 |
| 150 | 253 | 261 | 267 | 252 | 262 | 247 | 240 | 244 | 278 | 237 |
| 160 | 236 | 237 | 232 | 264 | 257 | 232 | 260 | 255 | 241 | 223 |
| 170 | 243 | 228 | 248 | 274 | 264 | 248 | 223 | 232 | 195 | 240 |
| 180 | 219 | 225 | 204 | 223 | 252 | 232 | 221 | 215 | 217 | 239 |
| 190 | 211 | 228 | 224 | 247 | 255 | 231 | 209 | 194 | 235 | 208 |
| 200 | 207 | 230 | 209 | 221 | 200 | 213 | 242 | 235 | 276 | 419 |
| 210 | 560 | 438 | 245 | 189 | 172 | 184 | 176 | 183 | 169 | 164 |
| 220 | 178 | 173 | 186 | 165 | 185 | 175 | 178 | 159 | 176 | 151 |
| 230 | 181 | 177 | 175 | 187 | 179 | 197 | 162 | 171 | 200 | 214 |
| 240 | 231 | 184 | 192 | 170 | 158 | 171 | 190 | 171 | 169 | 180 |
| 250 | 161 | 174 | 190 | 173 | 175 | 164 | 169 | 195 | 177 | 203 |
| 260 | 390 | 846 | 1459 | 1465 | 865 | 362 | 218 | 149 | 153 | 149 |
| 270 | 151 | 149 | 143 | 117 | 151 | 142 | 138 | 124 | 147 | 148 |
| 280 | 125 | 128 | 137 | 141 | 135 | 144 | 144 | 154 | 157 | 115 |
| 290 | 151 | 168 | 239 | 363 | 455 | 329 | 170 | 146 | 138 | 151 |
| 300 | 135 | 148 | 121 | 148 | 137 | 155 | 152 | 138 | 152 | 125 |
| 310 | 140 | 151 | 119 | 133 | 136 | 127 | 142 | 142 | 141 | 139 |
| 320 | 151 | 146 | 153 | 150 | 137 | 131 | 132 | 147 | 157 | 121 |
| 330 | 143 | 139 | 129 | 142 | 131 | 131 | 163 | 218 | 445 | 634 |
| 340 | 669 | 459 | 262 | 155 | 145 | 112 | 137 | 143 | 130 | 133 |
| 350 | 137 | 129 | 121 | 124 | 137 | 121 | 142 | 141 | 137 | 124 |
| 360 | 130 | 147 | 123 | 116 | 103 | 120 | 119 | 93 | 116 | 93 |
| 370 | 95 | 85 | 92 | 115 | 147 | 174 | 132 | 96 | 80 | 87 |
| 380 | 81 | 95 | 93 | 78 | 85 | 65 | 84 | 87 | 116 | 135 |
| 390 | 121 | 79 | 81 | 70 | 74 | 72 | 87 | 131 | 160 | 164 |
| 400 | 88 | 76 | 77 | 80 | 79 | 55 | 57 | 71 | 52 | 66 |
| 410 | 59 | 78 | 51 | 70 | 50 | 75 | 67 | 59 | 44 | 71 |
| 420 | 41 | 62 | 69 | 71 | 70 | 56 | 61 | 54 | 48 | 51 |
| 430 | 53 | 45 | 45 | 55 | 67 | 48 | 60 | 51 | 54 | 59 |
| 440 | 58 | 49 | 58 | 58 | 49 | 60 | 52 | 61 | 52 | 61 |
| 450 | 46 | 93 | 85 | 132 | 245 | 311 | 217 | 86 | 59 | 57 |
| 460 | 45 | 46 | 60 | 66 | 75 | 49 | 56 | 53 | 48 | 46 |
| 470 | 49 | 38 | 46 | 45 | 54 | 62 | 51 | 48 | 54 | 48 |
| 480 | 54 | 50 | 49 | 55 | 53 | 55 | 52 | 53 | 47 | 48 |
| 490 | 49 | 97 | 114 | 78 | 57 | 57 | 67 | 52 | 60 | 54 |
| 500 | 56 | 71 | 66 | 159 | 480 | 1055 | 1114 | 578 | 151 | 53 |
| 510 | 41 | 45 | 35 | | | | | | | |

DATE OCT. 10, 73 AT 9.27

(CHANNEL NUMER 190 - 229)

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 190 | 147 | 150 | 188 | 165 | 165 | 159 | 149 | 171 | 164 | 194 |
| 200 | 168 | 154 | 159 | 151 | 153 | 169 | 195 | 299 | 502 | 539 |
| 210 | 286 | 186 | 142 | 158 | 149 | 138 | 156 | 124 | 143 | 142 |
| 220 | 135 | 131 | 142 | 130 | 156 | 160 | 140 | 143 | 134 | 133 |

DATE OCT. 11, 73 AT 12.50

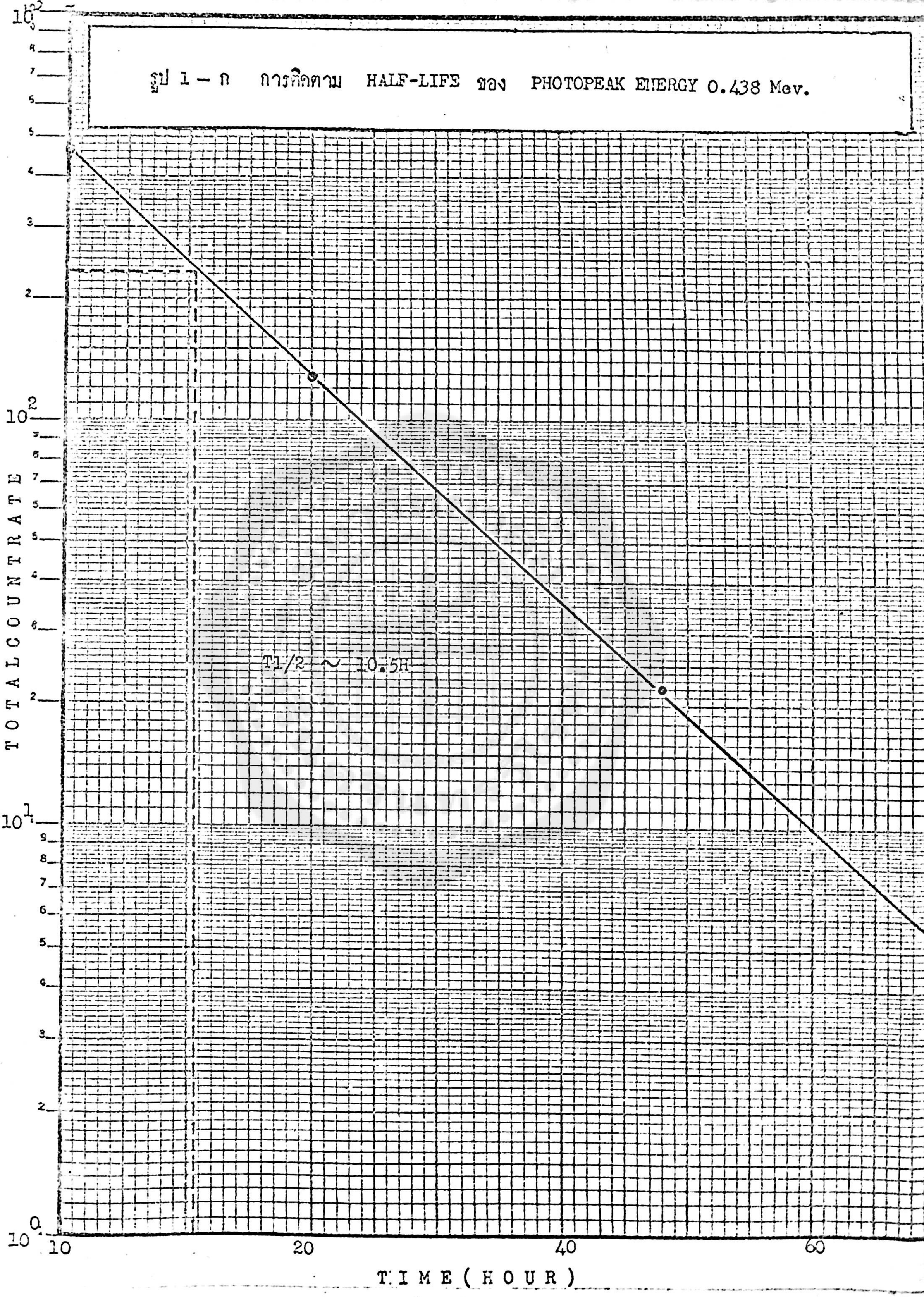
(CHANNEL NUMBER 190 - 229)

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 190 | 76 | 95 | 87 | 89 | 96 | 87 | 84 | 73 | 94 | 68 |
| 200 | 90 | 113 | 96 | 99 | 95 | 85 | 83 | 111 | 140 | 186 |
| 210 | 152 | 94 | 74 | 68 | 76 | 71 | 74 | 89 | 74 | 80 |
| 220 | 90 | 83 | 68 | 81 | 87 | 86 | 79 | 79 | 81 | 75 |

ตาราง 2 – ก. TOTAL COUNT RATE ของ PHOTOPEAK ENERGY 0.438 MEV.

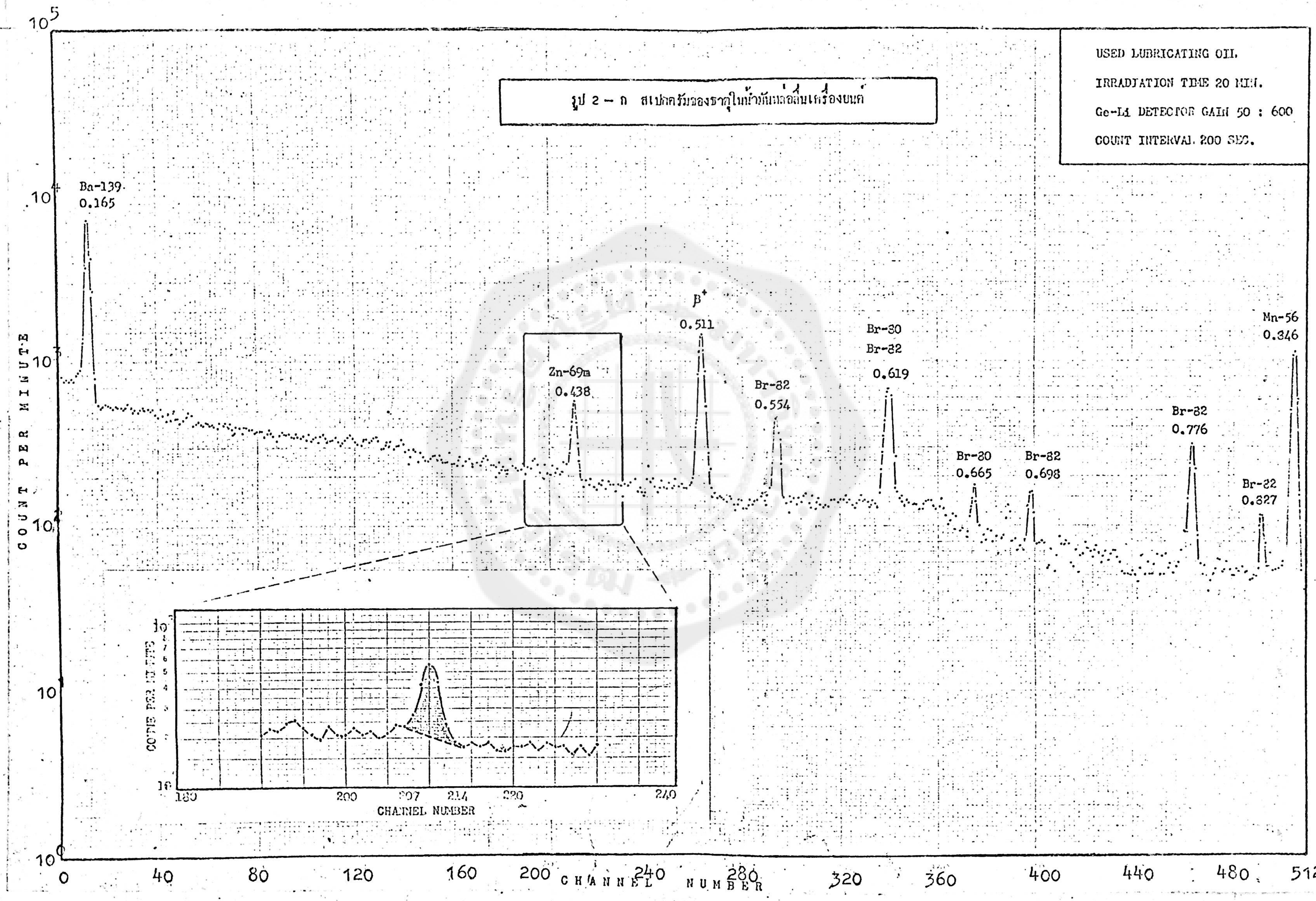
| DECAY TIME (hour) | TOTAL COUNT RATE |
|---|---|
| 0 | 468 |
| 20 | 128 |
| 48 | 22 |

รูป 1 – ก การคิดตาม HALF-LIFE ของ PHOTOPEAK ENERGY 0.438 Mev.



รูป 2 – ก สเปกตรัมของธาตุในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

USED LUBRICATING OIL
IRRADIATION TIME 20 MIN.
Ge-Li DETECTOR GAIN 50 : 600
COUNT INTERVAL 200 SEC.



# ภาคผนวก ข.

## ตัวอย่างการคำนวณ TOTAL COUNT RATE

ภาคผนวก ข.

# ตัวอย่างการคำนวณ Total Count Rate

## การคำนวณ Total Count Rate

การคำนวณ total count rate ของ photopeak ทำได้โดยใช้สมการที่ 18 – 22

ตัวอย่างการคำนวณ total count rate ของ photopeak ที่ 2 (photopeak energy 0.438 Mev.) ตามข้อมูลในตารางที่ 1 – ก. ซึ่งมีวิธีการดังนี้

1. การคำนวณหา channel number ภายใต้ photopeak

นำข้อมูลไปเขียนกราฟระหว่าง channel number กับจำนวนนับต่อวินาที ไปเขียนกราฟบนแกน X และแกน Y ตามลำดับจะได้ photopeak ดังรูปที่ 2 – ก. channel number ที่อยู่ภายใต้ photopeak คือ channel number 207 – 214

2. การคำนวณหาผลรวมของ channel contentภายใต้ photopeak

การคำนวณหาผลรวมของ channel content ภายใต้ photopeak หาได้จากสมการที่ 19

$$C = \sum_{N_i = N_{207}}^{N_{214}} C(N)$$

$$= 2534$$

3. การคำนวณ background

การคำนวณ background หาได้จากสมการที่ 20, 21 และ 22 กำหนดให้ค่า R และ L มีค่าเท่ากับ 5 จะได้

$$B_R = \frac{1}{5} \sum_{N_i = N_{214}}^{N_{218}} C(N)$$

$$= \quad 176.8$$

$$R_L = \frac{1}{5} \sum_{N_i = N_{203}}^{N_{207}} C(N)$$

$$= \quad 222.5$$

$$B = \frac{1}{2}(N_{214} - N_{207} + 1) \cdot (176.8 + 222.5)$$

$$= \quad 1597.2$$

4. การคำนวณหา total count rate

การคำนวณ total count rate หาได้จากสมการที่ 18

$$T = 2534 - 1597.2$$

$$= \quad 936.8$$