

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการวิจัย

##### 3.1 สถานที่ทำการวิจัย

- 1 หมู่บ้านเชิงคอย พิกัด 945790 (พิกัดในระบบ UTM) หลังคณะสังคมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ติดกับรั้วสวนสัตว์เชียงใหม่
- 2 ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

##### 3.2 วัสดุ และอุปกรณ์ในการทดลอง

- 1 ตัวอย่างดินจำนวน 36 ตัวอย่าง
- 2 ชงสำหรับปักตำแหน่งดินที่ทำการเก็บ
- 3 ตลับเมตร
- 4 เสียม, ช้อน
- 5 เครื่องกำหนดตำแหน่งบนโลก (Global Positioning System: GPS)
- 6 เครื่องชั่ง
- 7 ถุงพลาสติกสำหรับเก็บตัวอย่างขนาด 9 x 11 นิ้ว
- 8 ถ้วยแก้วสำหรับอบตัวอย่างดิน
- 9 ตู้อบตัวอย่างดิน
- 10 เครื่องบดดิน
- 11 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD ของบริษัท

BRUKER รุ่น D8 Advance)

##### 3.3 สารเคมีในการทดลอง

1. แอลกอฮอล์ (alcohol) สำหรับเช็ดทำความสะอาด
2. น้ำสะอาด

### 3.4 วิธีการทดลอง

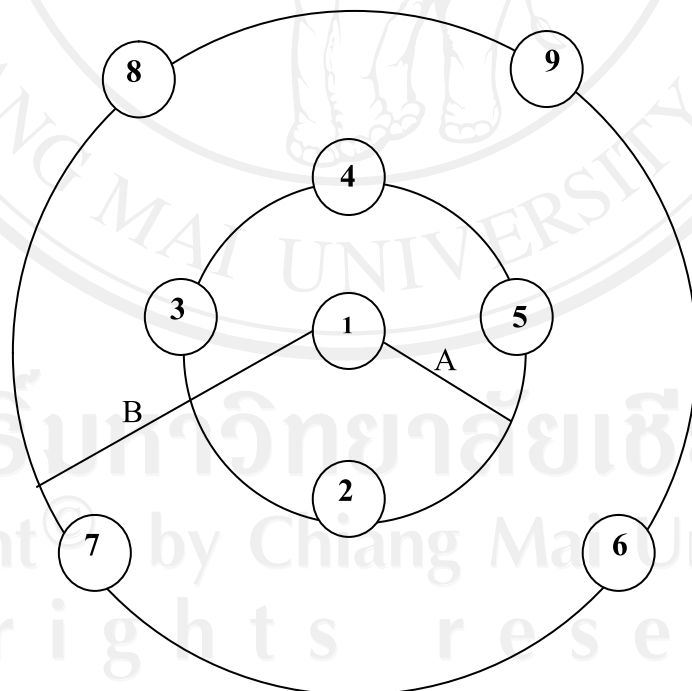
#### 3.4.1 วิธีการเก็บตัวอย่าง

1 การเก็บตัวอย่าง โดยแบ่งเป็นดินที่เก็บในระดับความลึกไม่เกิน 10 เซนติเมตร และเก็บตัวอย่างอีกชุดหนึ่งที่ระดับความลึกตั้งแต่ 10 เซนติเมตร จำนวนอย่างน้อย 100 กรัม ในแต่ละตำแหน่งที่กำหนดว่าเป็นบริเวณที่ทำการเก็บตัวอย่างเพื่อทดสอบ

2 เปลี่ยนช้อนที่ใช้ตักดิน หรือทรายในแต่ละตำแหน่งทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อนระหว่างดิน และทรายบริเวณต่างๆ

3 เก็บตัวอย่างดินอย่างเป็นระบบบริเวณพื้นผิวดิน และที่ความลึก 10 เซนติเมตรจากตำแหน่งเริ่มต้นไปตามแนวทางจากจุดศูนย์กลาง (ตำแหน่งที่กำหนดเบื้องต้นเป็นจุดสำคัญ) ออกไปเป็นรัศมีวงกลม 2 วง กับแต่ละรอยที่กำหนด โดยวงกลมชั้นในสุดห่างจากจุดศูนย์กลาง 50 เซนติเมตร และวงชั้นนอกห่างจากจุดศูนย์กลาง 100 เซนติเมตร (ภาพ 3.1)

4 ใส่หมายเลขกำกับตัวอย่างที่ทำการเก็บเพื่อป้องกันการสับเปลี่ยนของตัวอย่าง



A = 50 เซนติเมตร B = 100 เซนติเมตร

ภาพ 3.1 แสดงตำแหน่งของการเก็บดินในพิกัด 945790 (พิกัดในระบบ UTM)

### 3.4.2 การเตรียมตัวอย่าง

- 1 ผึ่งดินที่เก็บให้แห้งในอุณหภูมิห้อง
- 2 นำดินที่ผึ่งแล้วใส่ลงในถ้วยแก้วเพื่อนำเข้าสู่อบไล่ความชื้น (ภาพ3.2) โดยตั้งอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน
- 3 นำดินที่แห้งแล้วจากการอบเพื่อไล่ความชื้นประมาณ 50 กรัม มาทำการบดด้วยเครื่องบดตัวอย่าง (ภาพ 3.3) การบดตัวอย่างหนึ่งตัวอย่างใช้เวลาประมาณ 8 นาที
- 4 นำดินที่บดแล้วประมาณ 25 กรัมมาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน



ภาพ 3.2 แสดงตู้อบไล่ความชื้น



ภาพ 3.3 แสดงเครื่องบดดิน

### 3.4.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

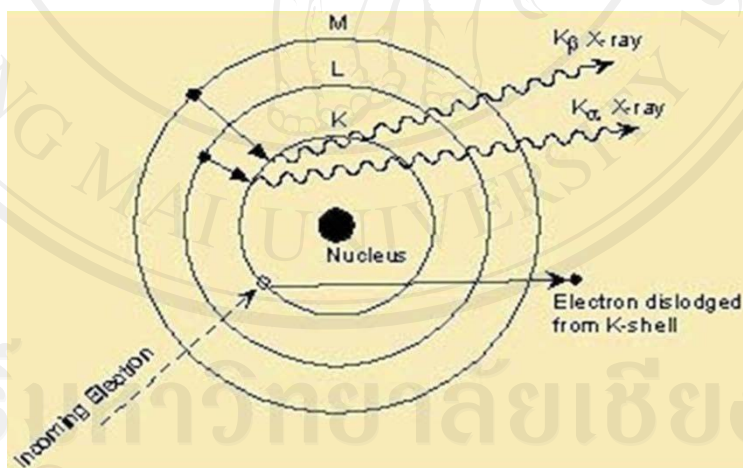
#### 3.4.3.1 หลักการ

การวิเคราะห์ด้วย เทคนิค เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงาน ด้าน ธรณีวิทยา เคมี และเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของผลึกและ โมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะ เป็นสารประกอบอินทรีย์ ดีเอ็นเอ (DNA) โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติรวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ ขึ้น ผู้ผลิตได้พัฒนาเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในเทคนิคนี้ให้มีความสามารถมากยิ่งขึ้น และใช้งาน ได้ง่ายขึ้นทำให้เอื้อประโยชน์สำหรับนักวิทยาศาสตร์ที่จะนำไปใช้ปรับปรุงพัฒนา หรือยกระดับ การวิเคราะห์ วิจัย หรือตรวจสอบในระดับสูงขึ้นไป

รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วง 10 ถึง 0.01 นาโนเมตร ตรง กับความถี่ในช่วง 30 ถึง 30,000 พีต้าเฮิรตซ์ ( $10^{15}$  เฮิรตซ์) ในเบื้องต้นมีการใช้รังสีเอกซ์สำหรับ ถ่ายภาพเพื่อการวินิจฉัยโรคและงานผลึกศาสตร์ (Crystallography) รังสีเอกซ์เป็นการแผ่รังสี แบบแตกตัวเป็นไอออน มีอำนาจทะลุทะลวงผ่านสิ่งต่างๆ ได้ เช่น ร่างกายมนุษย์ ผลึกแร่ และโลหะ

ที่ไม่หนานักเนื่องจากโลหะบางชนิดดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ดี จึงนำมาใช้กำบังรังสีเอกซ์ได้เพื่อป้องกันการได้รับรังสีเอกซ์มากเกินไปซึ่ง รังสีเอกซ์ถูกค้นพบโดยวิลเฮล์ม คอนราด เรินต์เกน (Wilhelm Konrad Roentgen) เมื่อ ค.ศ. 1895

ทฤษฎีอิเล็กตรอน (electron) สมัยปัจจุบัน อธิบายถึงการเกิดรังสีเอกซ์ ว่าธาตุประกอบด้วยอะตอม (atom) จำนวนมาก ในอะตอมแต่ละตัวมีนิวเคลียส (nucleus) เป็นใจกลาง และมีอิเล็กตรอนวิ่งวนเป็นชั้นๆ ธาตุเบาจะมีอิเล็กตรอนวิ่งวนอยู่น้อยชั้น และธาตุหนักจะมีอิเล็กตรอนวิ่งวนอยู่หลายชั้น เมื่ออะตอมธาตุหนักถูกยิงด้วยกระแสอิเล็กตรอน จะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นในถูกชนกระเด็นออกมาวิ่งวนอยู่รอบนอกซึ่งมีภาวะไม่เสถียรและจะหลุดตกไปวิ่งวนอยู่ชั้นในอีกพร้อมกับปล่อยพลังงานออกในรูปรังสี (ภาพ 3.4) ถ้าอิเล็กตรอนที่ยิงเข้าไปมีพลังงานมากก็จะเข้าไปชนอิเล็กตรอนในชั้นลึก ๆ ทำให้ได้รังสีที่มีพลังงานมากเรียกว่า ฮาร์ดเอกซเรย์ (Hard X-Ray) ถ้าอิเล็กตรอนที่ใช้ยังมีพลังงานน้อยเข้าไปได้ไม่ลึกนักจะให้รังสีที่เรียกว่า ซอฟต์เอกซเรย์ (Soft X-Ray)



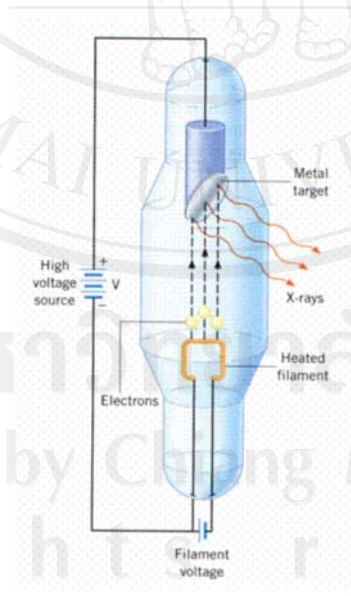
ภาพ 3.4 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์

([http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf\\_XRD1.htm](http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm), 2553)

### 3.4.3.2 กระบวนการเกิด หรือการผลิตรังสีเอกซ์ (ภาพ 3.5)

1 วิธีผลิตรังสีเอกซ์โดยการยิงลำอนุภาคอิเล็กตรอนใส่แผ่นโลหะ เช่น ทังสแตน (tungsten) อิเล็กตรอนที่เป็นกระสุนจะวิ่งไปชนอิเล็กตรอนของอะตอม โลหะที่เป็นเป้าทำให้อิเล็กตรอนที่ถูกชนเปลี่ยนตำแหน่งการโคจรรอบนิวเคลียส เกิดตำแหน่งที่ว่างของอิเล็กตรอนในวงโคจรรอบนิวเคลียสเดิม อิเล็กตรอนตัวอื่นที่อยู่ในตำแหน่งวงโคจรมีพลังงานสูงกว่าจะกระโดดเข้าไปแทนที่อิเล็กตรอนเดิมแล้วปล่อยพลังงานออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าคือ รังสีเอกซ์ เครื่องฉายรังสีเอกซ์ ที่ใช้งานกันทั่วไปในโรงพยาบาล และในโรงงานอุตสาหกรรม ล้วนเป็นเครื่องผลิตรังสีเอกซ์ จากวิธีการนี้

2 วิธีผลิตรังสีเอกซ์จากการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่มีประจุไฟฟ้า เช่น อิเล็กตรอน โปรตอน (proton) หรืออะตอม อย่างมีความเร่งคือ อนุภาคที่มีประจุไฟฟ้าเหล่านี้เคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงขึ้นแล้วก็เป็นธรรมชาติของอนุภาคที่มีประจุไฟฟ้าเหล่านี้เองที่ต้องปล่อยพลังงานออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าอย่างที่ไม่มียอะไรไปห้ามได้ ซึ่งถ้าคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ถูกปล่อยออกมามีความถี่สูงพอก็จะเป็นรังสีเอกซ์ ซึ่งกำเนิดรังสีเอกซ์นี้เป็นวิธีที่นักวิทยาศาสตร์ที่นิยมใช้ในการผลิตรังสีเอกซ์ในห้องทดลองทางวิทยาศาสตร์ ([http://www.wikipedia.org/รังสีเอกซ์, 2553](http://www.wikipedia.org/รังสีเอกซ์,2553))

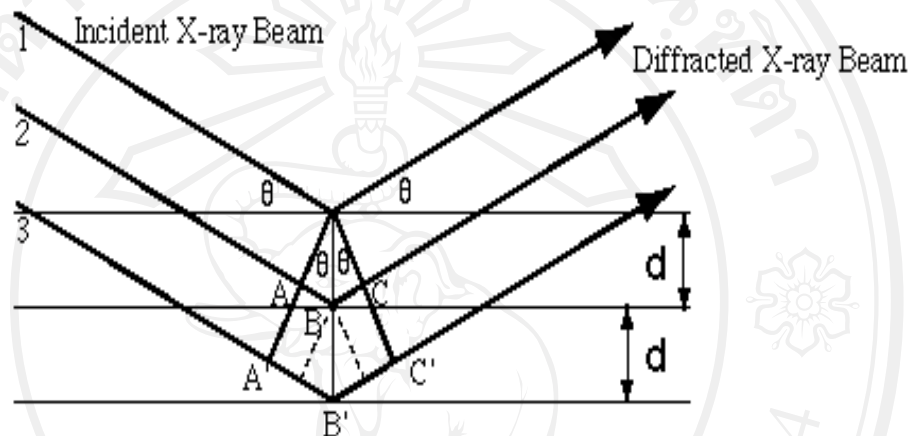


ภาพ 3.5 แสดงการผลิตรังสีเอกซ์

([http://www.rmutphysics.com/physics/oldfront/quantum/quantum2/quantum\\_19.htm](http://www.rmutphysics.com/physics/oldfront/quantum/quantum2/quantum_19.htm), 2553)

### 3.4.3.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึก โดยทำมุม  $\theta$  (Theta) บางส่วนของของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้าอีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์ จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอมซึ่งบางส่วนก็จะเกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม (ภาพ 3.6)



ภาพ 3.6 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยผลึก

(<http://www.geology.wisc.edu/courses/g360/xray992.html>, 2010)

ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอม จะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นแบบเดียวกัน ถ้าอะตอมในผลึกอยู่กันอย่างเป็นระเบียบ และห่างเท่าๆ กันการเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติง (grating) แบบสะท้อน สิ่งสำคัญในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ขึ้นอยู่กับสถานะ 2 ประการดังนี้ (แมน และคณะ, 2552)

1 รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน

2 ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

จากภาพ 3.6 ทำให้ได้สมการดังต่อไปนี้

$$AB = d \sin \theta = BC \quad \text{ดังนั้น} \quad ABC = 2d \sin \theta$$

$\lambda$  = ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์

$\theta$  = มุมที่รังสีเอกซ์ผ่านมายังผลึก

$d$  = ระยะห่างของแต่ละระนาบ

$n$  = อันดับของการเลี้ยวเบน

จากความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรต่างๆ ในการเลี้ยวเบนของคลื่น โดยผลึก ทำให้ได้สมการ  $2d \sin \theta = n\lambda$  หรือเรียกว่า Bragg's equation

### 3.4.3.3 วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน

เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (ภาพ 3.7) เป็นเทคนิคที่ใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว และใช้กับตัวอย่างที่เป็นผลึก โดยบันทึกผลของความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่สะท้อนจากผลึกแสดงผลเป็นสเปกตรัมการเลี้ยวเบน โดยใช้เทคนิคทางโปรแกรมคอมพิวเตอร์เข้าช่วย

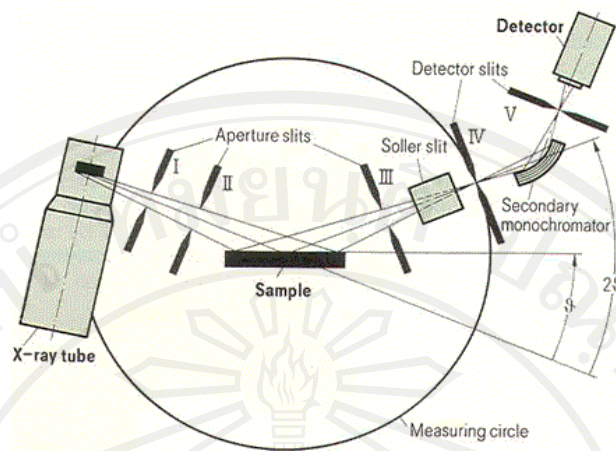


ภาพ 3.7 แสดงเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer)



ตัวอย่างที่ใช้ตรวจสอบโดยวิธีนี้ ต้องนำมาทำให้เป็นผงอย่างสม่ำเสมอ เนื่องจากผลึกที่มีรูปร่าง หรือแบนมีแนวโน้มที่จะเรียงตัวตามแกนยาวหรือหน้าแบน ทำให้ความเข้มที่วัดผิดไปจากจริง ดังนั้นจึงต้องบดตัวอย่างให้เป็นผงละเอียด เพื่อให้แน่ใจว่าอนุภาคของตัวอย่างจะมีรูปร่างใกล้เคียงกับทรงกลมมากที่สุด ทั้งนี้เพื่อให้การจัดเรียงตัวของผลึกเป็นไปอย่างสุ่มมากที่สุด และขนาดของอนุภาคควรเล็กกว่า 5 ไมครอน (micron) และนอกจากขนาดของผลึกตัวอย่างแล้ว ควรคำนึงถึงความชื้นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง โดยอาจคลุกเคล้าตัวอย่างบนแผ่นสไลด์ที่ทำกาวยเชื่อมผงผลึกไว้ นำไปยึดติดกับแท่นแล้วจะทำให้หมุน โดยรอบแนวยิงของรังสีเอกซ์ ขณะเดียวกันจะมีหน่วยวัดปริมาณของรังสีเอกซ์ ที่สะท้อนจากผงผลึก

สมมติเริ่มต้นที่ 0 องศา ถ้ารังสีเอกซ์จะอยู่ขนานกับแผ่นสไลด์และพุ่งตรงไปยังหลอดนับ เมื่อแท่นเริ่มหมุน ทำมุม  $\theta$  กับแนวยิงของรังสีเอกซ์หลอดนับจะหมุนทำมุม  $2\theta$  ทั้งนี้เพื่อป้องกันการสะท้อนอื่นๆ ที่จะตกกระทบบนขอบสไลด์ ตัวอย่างถ้าเตรียมมาอย่างเหมาะสม จะมีผลึกขนาดเล็กๆ จำนวนมากเรียงตัวกระจายอยู่ตามแนวต่างๆ ทำให้รังสีเอกซ์ ที่มีการสะท้อนได้ทุกระนาบอะตอมของผลึกในแนวเดียวกัน โดยการสะท้อนในแต่ละครั้งจะแยกออกจากกัน ในขณะที่ปฏิบัติการผงตัวอย่าง ตัวจับสัญญาณการสะท้อนของรังสีเอกซ์ จะหมุนไปพร้อมๆ กัน ถ้าอะตอมมีระยะ  $d$  มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์ กับระนาบที่  $\theta$  จะไม่มีการบั่นทอนใดๆ เกิดขึ้น จนกว่าตัวอย่างจะหมุนไปที่มุม  $2\theta$  ที่จุดนี้รังสีที่สะท้อนผ่านเข้ามาในตัวจับสัญญาณการสะท้อนของรังสีเอกซ์ ดังนั้นในขณะที่ตัวจับสัญญาณการสะท้อนของรังสีเอกซ์ ที่สะท้อนจากอะตอมของผลึกจะบันทึกบนกราฟตามไปด้วยค่ามุม  $2\theta$  (ค่ามุมสะท้อน) (ภาพ 3.8) ที่เกิดขึ้นทำให้สามารถอ่านค่าได้จากจุดสูงสุดนี้ซึ่งเป็นส่วนสำคัญโดยตรงกับความเข้มที่ก่อให้เกิดการสะท้อน ผลที่ได้จะแสดงออกมาในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ถ้ากราฟมีความสูงมาก แสดงว่ามีปริมาณของแร่มาก



ภาพ 3.8 แสดงหลักการทำงานของเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

(<http://www.ksanalytical.com/theory>, 2010)

กราฟจากการวิเคราะห์โดย เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จะแสดงออกมาในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากนั้นจึงนำกราฟที่ได้มาแปลความหมายโดยพิจารณาจากค่า  $d$ -spacing ของแร่แต่ละชนิดต่อไป

### 3.4.3.5 การแปลความหมายของกราฟแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้

1 การหาค่า  $d$ -spacing กราฟ diffraction pattern ของแต่ละตัวอย่างจะแสดงมุมของการสะท้อน ( $2\theta$ ) และค่าความเข้มของรังสีสะท้อน (Intensity:  $I$ ) ซึ่งหาได้จากสมการ  $2d\sin\theta = n\lambda$  ค่า  $d$ -spacing ของแร่แต่ละชนิด จะเป็นสมบัติเฉพาะตัว

2 การหาชนิดของแร่ โดยแร่แต่ละชนิดจะมีกลุ่มของจุดสูงสุดที่สะท้อนรังสีเอกซ์บนค่า  $2\theta$  ต่างๆ กันซึ่งเมื่อกำหนดมาเป็น  $d$ -spacing แล้วจะได้ชุดของ  $d$ -spacing ซึ่งแต่ละค่าจะมีปริมาณรังสีที่พบได้แตกต่างกัน ค่า  $d$ -spacing ณ ตำแหน่งที่มีรังสีสูงจะถูกกำหนดให้มีค่าเป็น 100% (prominent peak) หรือ  $I$  ในขณะที่จุดสูงสุดอื่นๆ จะมีปริมาณรังสีที่นับได้ลดหลั่นลงไป ทำการปริมาณรังสี ( $I$ ) ณ ตำแหน่ง  $d$ -spacing อื่นๆ เทียบกับ  $I$

3 การหาสัดส่วนปริมาณแร่โดยใช้ลดส่วนพื้นที่ใต้กราฟสร้าง baseline ขึ้นมา คือเป็นเส้นที่ลากจากฐานสามเหลี่ยมของแต่ละยอดกราฟให้เชื่อมต่อกัน โดยทั่วไปแล้ว baseline จะถูกลากเป็นเส้นที่ราบเรียบระหว่างยอดแต่ละยอดหาพื้นที่ใต้กราฟ โดยนำยอดที่มีความเข้มเท่ากับ 100

ของแต่ละชนิด มาพิจารณาวัดความสูงจากจุดกึ่งกลางของยอดกราฟ เพื่อป้องกันความผิดพลาด ในกรณีพื้นที่ใต้กราฟเกิดจาก ค่าดิฟเฟอเรนซ์ที่ได้จากแค่ 2 ชนิดที่มีค่า d-spacing ใกล้เคียงกันคำนวณพื้นที่ใต้กราฟโดยใช้ความกว้างของจุดสูงสุด

### 3.5 การวิเคราะห์ข้อมูล

สถิติที่ใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูลในครั้งนี้เป็นสถิติเชิงพรรณนาในการอธิบายข้อมูลที่ทำให้การเก็บรวบรวมตัวอย่างในการทำการทดลอง ประกอบด้วย ค่าต่ำสุด ค่าสูงสุด ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน