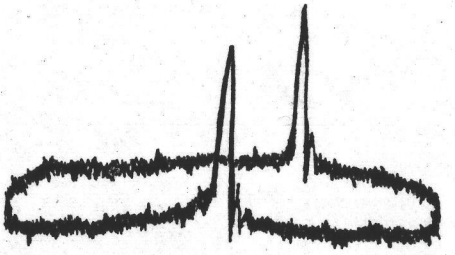
บทที่ 3

การทดลอง

3.1 คอนทินูอัส เวฟ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

ในการวัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ด้วยเทคนิคคอนทินูอัส เวฟ สารทดลองวางอยู่ระหว่างขั้วแม่เหล็กที่ให้สนามแม่เหล็กความเข้มสูงและสม่ำเสมอ $\vec{H}_o$ สารทดลองล้อมรอบด้วยขดลวดโดยที่แกนของขดลวดตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_o$ ขดลวดล้อมรอบสารทดลองนี้จะให้สนามอาร์เอฟค่าน้อย ๆ $\vec{H}_1$ อย่างต่อเนื่อง (Continously) สนามอาร์ เอฟ นี้ต้องมีค่าน้อยพอที่จะไม่ทำให้สารทดลองเกิดการอิ่มตัว ปกติอยู่ในระดับมิลลิเกาส์ เมื่อเงื่อนไขจำเป็นสำหรับ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ เกิดขึ้น นิวเคลียสทั้งหลายในสารทดลอง (ในที่นี้คือโปรตอน) จะดูดกลืนพลังงานจากสนามอาร์เอฟ ทำให้แรงดันอาร์ เอฟ คร่อมขดลวดลดลงเล็กน้อย แรงดันอาร์ เอฟ นี้จะได้รับการขยายและเรกติฟาย (Rectify) ต่อไป เพื่อที่จะแสดงสัญญาณ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์จากการดูดกลืนอย่างชัดเจน ในทางปฏิบัติโดยทั่วไปใช้การโมดูเลตสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_o$ ด้วยสนามเอ เอฟ (A.F.field) ความถี่ต่ำ ๆ (ประมาณ 25 Hz) แอมปลิจูดในระดับไม่กี่เกาส์ (15) โดยผ่านกระแสเอเอฟ เข้าไปในขดลวดคู่ที่อยู่รอบขั้วแม่เหล็ก หรือระหว่างขั้วแม่เหล็กเมื่อค่าเฉลี่ยของสนามสม่ำเสมอเข้าใกล้ค่า เรโซแนนซ์ ผลจากการโมดูเลตด้วยสนามเอ เอฟ สนามนี้จะกวาด (Sweep) ผ่านภาวะเรโซแนนซ์ 2 ครั้งในแต่ละรอบ เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จึงเกิดขึ้นอย่างเป็นคาบ(16) และเกิดออดิโอ-แอมปลิจูด โมดูเลชัน (Audio-amplitude modulation) ของพาหะอาร์เอฟ (R.F.carrier) ภายหลังการเรกติฟายแล้วสัญญาณออดิโอ (Audio signal)

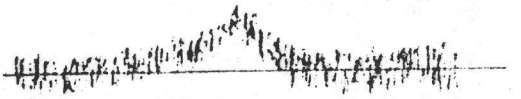
จะได้รับการขยายต่อไปแล้วแสดงบนจอออสซิโลสโคปที่มีไทม์เบส (Timebase) ตรงกับการโมดูเลต (15) เป็นสัญญาณการดูดกลืนลักษณะดังรูปที่ 3.1



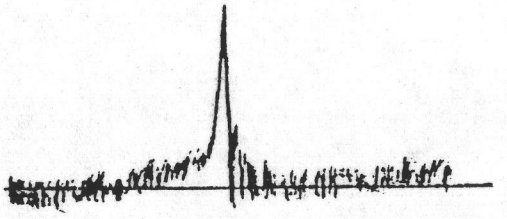
รูปที่ 3.1 แสดงสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จากการดูดกลืน

ในการแสดงสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ถ้าไม่ทำโดยโมดูเลตสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_0$ และคงค่าสนามอาร์เอฟ $\vec{H}_1$ ไว้ สามารถทำได้อีกแบบโดยการโมดูเลตความถี่ของสนามอาร์ เอฟ และคงค่าสนามแม่เหล็กไว้(17) แต่โดยทั่วไป (รวมทั้งในวิทยานิพนธ์นี้) ใช้การโมดูเลตสนามแม่เหล็ก เนื่องจากเป็นวิธีการที่สะดวกเพราะสามารถปรับเครื่องมือให้ได้ค่าที่ดีที่สุดได้อย่างรวดเร็ว แต่การโมดูเลตความถี่ จะต้องจูน (Tune) อาร์ เอฟ แอมปลิฟายเออร์ (R.F.amplifier) ให้สอดคล้องกัน ยิ่งกว่านั้น ถ้าวงจรที่ใช้มีส่วนที่ไวต่อความถี่อยู่จะต้องปรับตรงส่วนนั้นอีกด้วย

สัญญาณ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จากของแข็งและของเหลวแตกต่างกัน ของเหลวให้สัญญาณที่แคบและแรง ส่วนของแข็งให้สัญญาณที่กว้างและอ่อนกว่า (ดูรายละเอียดจากหัวข้อ 2.6) ซึ่งอาจสังเกตได้จากรูปที่ 3.2 (14)



(ก)



(ข)

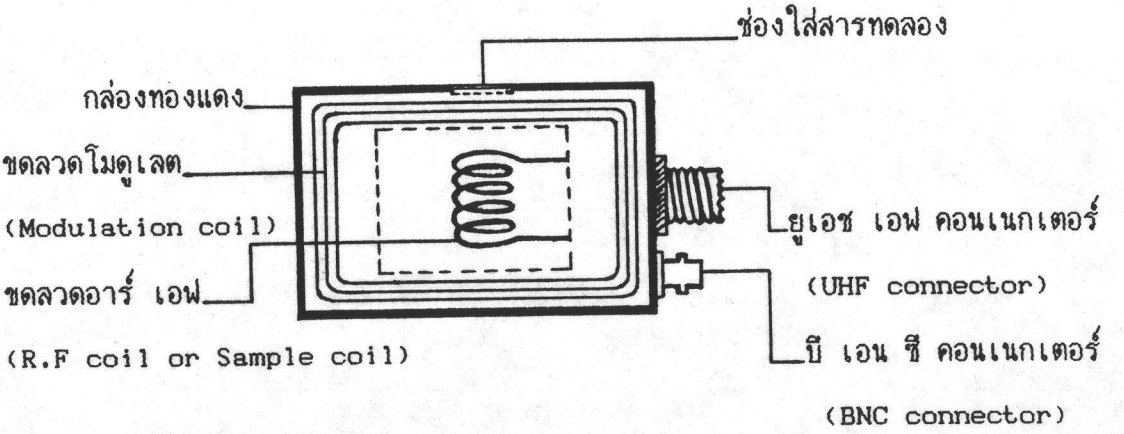
รูปที่ 3.2 สัญญาณ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จากโปรตอนในของแข็ง (ก) และของเหลว (ข)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย

แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnet) ใช้ Bruker B-E 25 C8 ซึ่งมูลนิธิ Alexander Von Humboldt บริจาคให้กับภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์-มหาวิทยาลัย ทำหน้าที่สร้างสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_o$

กล่องสารทดลอง (Sample cell) สร้างขึ้นเอง โดยมีส่วนประกอบดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ส่วนประกอบของกล่องสารทดลอง

กล่องสารทดลองนี้วางอยู่ระหว่างขั้วแม่เหล็ก เป็นกล่องทองแดง ภายในประกอบด้วยขดลวดอาร์ เอฟ ซึ่งทำหน้าที่สร้างสนาม $\vec{H}_1$ และวัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ของสารทดลองที่บรรจุในหลอดทดลอง ซึ่งอยู่ภายในขดลวดนี้ ด้านข้างกล่องทั้งสองด้านมีขดลวดโมดูเลตที่มีหน้าที่สร้างสนาม เอ เอฟ สนามเอ เอฟ จะกวาดสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_0$ ผ่านภาวะเรโซแนนซ์

โรบินสัน ดีเทกเตอร์ (Robinson detector) เป็นดีเทกเตอร์ที่สร้างขึ้นโดย ดร. วิจิตร เส็งหะพันธุ์ ตามแบบของโรบินสัน (18) ทำหน้าที่จ่ายกระแสอาร์เอฟ ผ่านขดลวด อาร์ เอฟ เพื่อสร้างสนาม $\vec{H}_1$ พร้อมทั้งตรวจวัดและขยายสัญญาณการดูดกลืนจากสารทดลอง และเรกติฟายสัญญาณก่อนเข้าสู่ออสซิลโลสโคปหรือซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ (Signal averager) เพื่อแสดงเป็นสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

เอ เอฟ เยนเนอเรเตอร์ (A.F generator) ทำหน้าที่สร้างสัญญาณ เอ เอฟ ป้อนไปยังขดลวดโมดูเลต และให้สัญญาณเอ เอฟ เป็นสัญญาณบังคับ (Trigger) ไปยังซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์

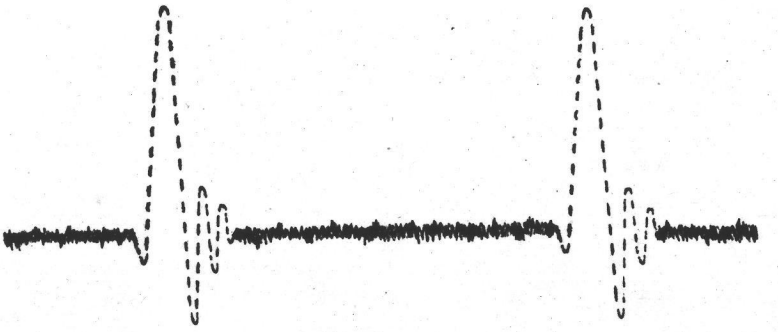
เอ เอฟ เพาเวอร์ แอมปลิฟายเออร์ (A.F. power amplifier) ทำหน้าที่ขยายสัญญาณเอ เอฟ จากเอ เอฟ เยนเนอเรเตอร์ ให้มีกำลังสูงขึ้นก่อนป้อนไปยังขดลวดโมดูเลต

ออสซิโลสโคป รับสัญญาณซึ่งได้รับการขยายแล้วจากโรบินสัน ดีเทกเตอร์มาแสดงบนจอ

ซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ (Signal averager : PAR, Model 4202) รับสัญญาณ แอนนัลลอก (Analog) จากโรบินสัน ดีเทกเตอร์ มาเปลี่ยนเป็น ดิจิตอล (Digital) และเก็บไว้ในหน่วยความจำ สามารถรับสัญญาณซ้ำในจังหวะเดิมมาเฉลี่ยและเก็บไว้ เมื่อให้สัญญาณบังคับที่เหมาะสมก็จะแสดงสัญญาณสัพธ์ที่ได้บนจอได้ เมื่อทำซ้ำหลายครั้งสัญญาณรบกวนซึ่งเป็นแรนดอม (Random) จะเฉลี่ยลดลง ส่วนสัญญาณจริงจะเสริมกันทำให้อัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (S/N) ดีขึ้น

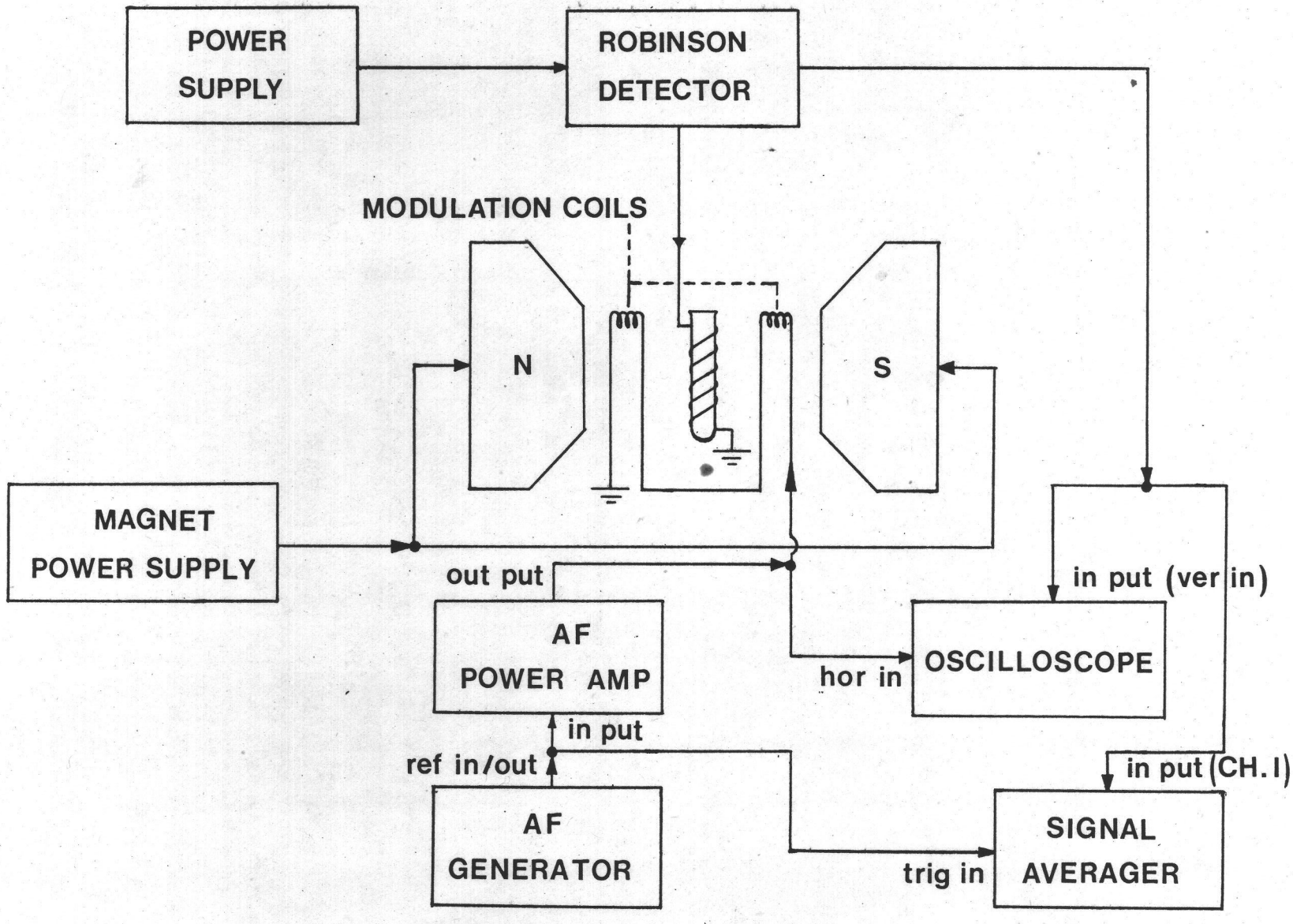
ในการทดลองนี้จำเป็นต้องใช้ซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ เนื่องจากสัญญาณจากสารทดลอง ซึ่งในที่นี้คือ เมล็ดข้าวโพดแต่ละเมล็ด มีค่าน้อยมากจนไม่สามารถสังเกตเห็นได้บนจอออสซิลโลสโคป เพราะสัญญาณรบกวนบังหมด แต่ออสซิลโลสโคปก็ยังคงมีความจำเป็นในการหาภาวะเรโซแนนซ์ของน้ำมัน (ดูรายละเอียดหัวข้อ 3.4)

สัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ที่ได้จาก ซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ มีลักษณะดังรูปที่ 3.4 และขนาดสัญญาณที่ได้นี้จะนำไปเปรียบเทียบหาปริมาณน้ำมันต่อไป



รูปที่ 3.4 สัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์จากโปรตอนในน้ำมันจากซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์

แผนภาพแสดงเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองอยู่ในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แผนภาพเครื่องมือที่ใช้วัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ โดยวิธี คอนทินูอัสเวฟ

3.3 การเตรียมเมล็ดข้าวโพดก่อนการทดลอง

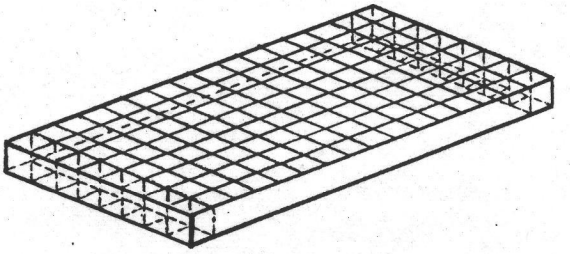
แม้จะตัดปัญหาเรื่องสัญญาณจากโปรตอนในคาร์โบไฮเดรตและโปรตีนไปได้ แต่จะนำเมล็ดข้าวโพดมาวัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ทันทีไม่ได้ เพราะยังมีปัญหาเกี่ยวกับความชื้นในเมล็ดข้าวโพดอยู่ และเนื่องจากปริมาณน้ำมันในเมล็ดข้าวโพดแต่ละพันธุ์ขึ้นอยู่กับมวลของเมล็ดข้าวโพด การเตรียมเมล็ดข้าวโพดก่อนการทดลองหลังจากคัดเลือกมาแล้ว คือ การทำให้แห้ง และการชั่งหามวล

การทำให้แห้ง ความชื้นในเมล็ดพืชมี 2 ลักษณะคือ เบานด์ มอยส์เจอร์ (Bound moisture)กับฟรีวอเตอร์ (Free Water) เบานด์ มอยส์เจอร์ มีค่าประมาณ 3-7 % ขึ้นอยู่กับชนิดของพืช ซึ่งมีค่าน้อยและไม่มีผลต่อสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ดังนั้น การทำเมล็ดข้าวโพดให้แห้งเพื่อป้องกันความชื้นไปรบกวนผลที่ได้จึงทำเพื่อเพียงกำจัด ฟรี วอเตอร์ ที่มีค่ามากกว่าเบานด์ มอยส์เจอร์ ออกไปเท่านั้น คือลดความชื้นในเมล็ดข้าวโพดจนถึงระดับเบานด์ มอยส์เจอร์ ก็เพียงพอแล้ว ไม่จำเป็นต้องทำให้แห้งจนไม่มีความชื้นเลย (19)

การตรวจสอบว่าเมล็ดแห้งพอหรือยัง ทำได้โดยวัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จากเมล็ดหลังจากนำออกจากเตาอบและปล่อยให้เย็นตัวสู่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2-3 นาที จากนั้นนำไปอบต่อแล้ววัดสัญญาณอีก ทำเช่นนี้จนกระทั่งขนาดสัญญาณคงที่ เมล็ดก็แห้งพอแล้วสำหรับการหาปริมาณน้ำมันโดยวิธีวัดสัญญาณ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

การเตรียมเมล็ดข้าวโพดสำหรับการทดลองครั้งนี้ ใช้การอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง เพื่อให้สามารถใช้เมล็ดปลูกต่อไปได้อีก โดยที่เมล็ดมีความชื้นขณะเก็บเกี่ยว 15-20 %

ในการอบนั้นอบทั้ง 119 พันธุ์ พันธุ์ละเมล็ดพร้อมกันในกะบะไม้ที่ทำเป็นช่องขนาดพอดีเมล็ด ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 กะบะไม้ใส่เมล็ดข้าวโพดเพื่ออบในเตาอบ

การชั่งหามวล

ความละเอียดในการชั่งหามวลขึ้นอยู่กับความละเอียดของผลที่ต้องการ ในการทดลองนี้ใช้เครื่องชั่งไฟฟ้าที่อ่านค่าได้ถึงทศนิยมตำแหน่งที่หนึ่งของมิลลิกรัม เนื่องจากมวลเมล็ดข้าวโพดแต่ละเมล็ดอยู่ในช่วง 100-400 มิลลิกรัม และเปอร์เซ็นต์น้ำมันในเมล็ดข้าวโพดช่วง 15-20 % ก็นับว่าสูงมากแล้ว

การชั่งหามวลควรกระทำทันทีหลังจากนำเมล็ดออกจากเตาอบ หลังการชั่งรีบนำไปวัดสัญญาณอย่าทิ้งไว้นานเพราะเมล็ดข้าวโพดจะดูดกลืนความชื้นเข้าไปอีก

3.4 วิธีทดลอง

เมื่อจัดเครื่องมือตามแผนผังในรูปที่ 3.5 แล้วดำเนินการทดลอง ดังนี้

(1) เอาหลอดทดลองซึ่งบรรจุน้ำมันข้าวโพดที่กลั่นแล้วหย่อนลงในช่องใส่สารทดลองโดยให้น้ำมันอยู่ในขดลวดอาร์เอฟ (ดูรูปที่ 3.3)

(2) ปรับค่าสนามแม่เหล็ก $\vec{H}_0$ จนได้ภาวะเรโซแนนซ์ แล้วคงค่าไว้ ณ ความเข้มค่านั้น ภาวะเรโซแนนซ์สังเกตได้จากการปรากฏสัญญาณลักษณะดังรูปที่ 3.1 บนจอออสซิลโลสโคปแล้วอ่านค่าความถี่เรโซแนนซ์จากเครื่องวัดความถี่ (Frequency counter) ความถี่ค่านี้จะต้องคงที่ตลอดการทดลอง

(3) เอาหลอดทดลองบรรจุเมล็ดข้าวโพดหย่อนลงไปแทนหลอดทดลองบรรจุน้ำมันข้าวโพด ตอนนี้ไม่สามารถสังเกตเห็นสัญญาณได้ ใช้ ซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ พลอตสัญญาณก็จะได้ดังรูป 3.4 แต่ขนาดสัญญาณต่างกันตามปริมาณน้ำมันในเมล็ดข้าวโพดแต่ละเมล็ด อ่านค่าขนาดสัญญาณ (สัญญาณใดสัญญาณหนึ่ง) จากสเกลบนจอซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์ควรทดลองวัดขนาดสัญญาณจากข้าวโพดแต่ละเมล็ด 3 ครั้ง เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนแล้วใช้ค่าที่ใกล้เคียงกันที่สุด 2 ค่า มาหาค่าเฉลี่ยของขนาดสัญญาณ เพื่อนำไปเปรียบเทียบเป็นปริมาณมวลน้ำมันต่อไป

ผลการทดลองอยู่ ในบทที่ 4 และภาคผนวก ก

3.5 การเปรียบเทียบขนาดสัญญาณเป็นปริมาณน้ำมัน

เครื่องมือที่ใช้ทดลองไม่ได้มีไว้เพื่อวัดปริมาณน้ำมันโดยเฉพาะ ประกอบกับมวลของเมล็ดข้าวโพดแต่ละเมล็ดไม่เท่ากัน จึงอ่านค่าปริมาณน้ำมันหรือเปอร์เซ็นต์น้ำมันจากขนาดสัญญาณโดยตรงไม่ได้ ในการทดลองนี้ใช้แคลิเบรชัน กราฟ (Calibration graph) ซึ่งพลอตระหว่างมวลน้ำมันข้าวโพดที่กลั่นแล้วกับขนาดสัญญาณที่วัดภายใต้เงื่อนไขเดียวกับเมล็ดข้าวโพด เปรียบเทียบขนาดสัญญาณจากเมล็ดข้าวโพดเป็นปริมาณมวลน้ำมัน

การทำแคลิเบรชัน กราฟ ดำเนินการดังนี้

(1) ชั่งหลอดทดลองหลาย ๆ หลอด

(2) หยดน้ำมันข้าวโพดลงในหลอดทดลองในปริมาณต่าง ๆ กัน จากการพิจารณามวลและเปอร์เซ็นต์น้ำมันที่เป็นไปได้ของเมล็ดข้าวโพด ปริมาณน้ำมันในข้าวโพดแต่ละเมล็ดไม่ควรเกิน 60 มิลลิกรัม การหยดน้ำมันข้าวโพดลงในหลอดทดลองจึงต้องใช้กระบอกฉีดยากับเข็มฉีดยาเบอร์เล็กที่สุด จากนั้นชั่งอีกครั้งเพื่อหามวลน้ำมัน

(3) เทคาร์บอนเตตตระคลอไรด์ ลงในหลอดทดลอง เพื่อเจือจางน้ำมัน โดยให้สารละลายในแต่ละหลอดมีระดับสูงพอกัน แล้วปิดปากหลอดด้วยกระดาษเคลือบพาราฟินกันความชื้นและการระเหยของคาร์บอนเตตตระคลอไรด์ ที่เลือกใช้คาร์บอนเตตตระคลอไรด์เจือจางน้ำมันเพราะไม่มีผลต่อขนาดสัญญาณเนื่องจากไม่มีไฮโดรเจนเป็นองค์ประกอบ

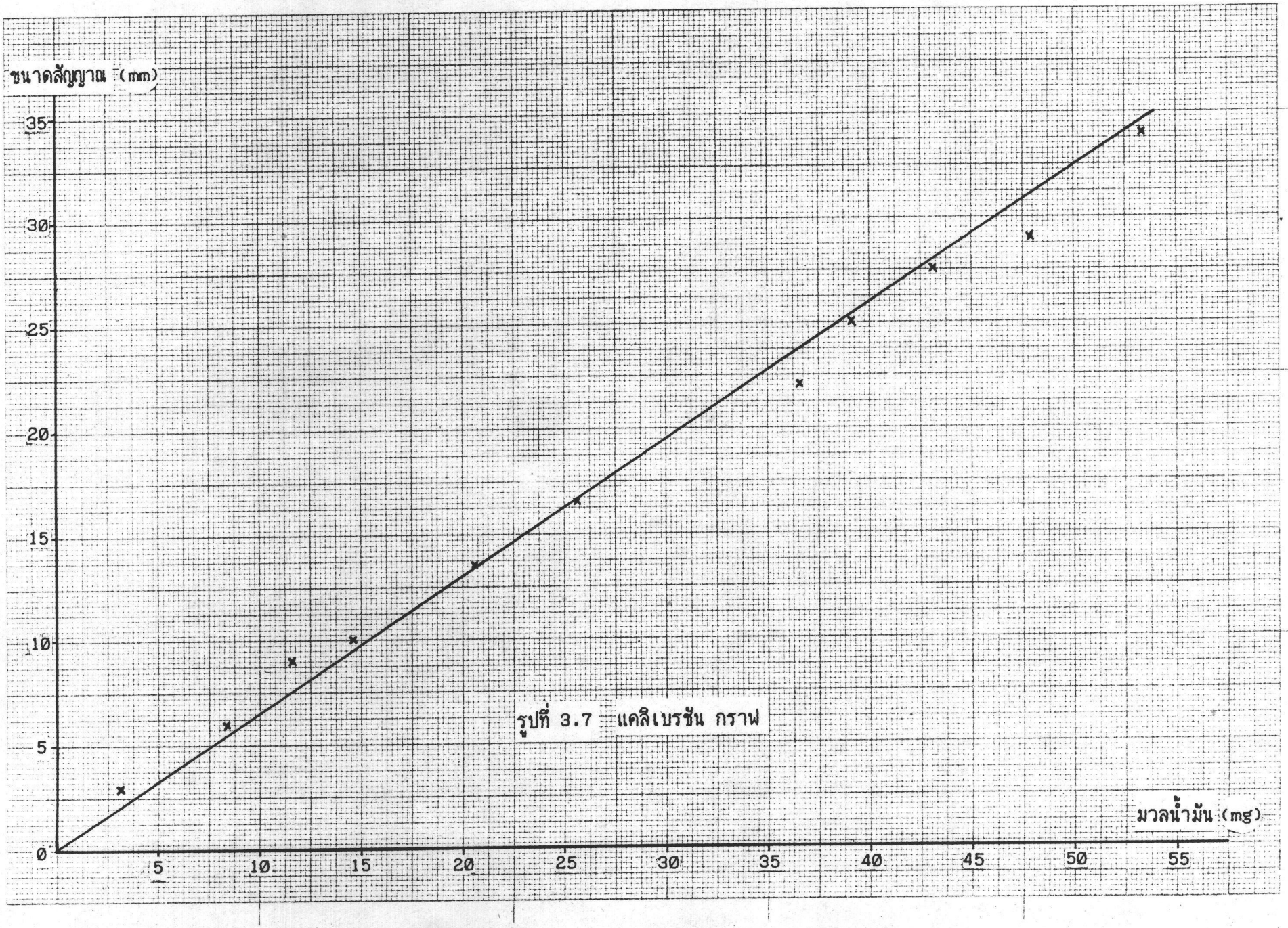
(4) นำไปวัดสัญญาณนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ อ่านขนาดสัญญาณของน้ำมันในแต่ละหลอดจากซิกแนล แอฟเวอร์เรจเจอร์

(5) พลอตกราฟระหว่างมวลน้ำมันกับขนาดสัญญาณ

ข้อมูลที่ได้จากการทดลองเพื่อทำแคลิเบรชัน กราฟ เป็นดังตารางที่ 3.1 (วัดที่ความถี่เรโซแนนซ์ 10.3 MHz)

มวล (mg)	3.2	8.3	11.6	14.7	20.6	25.6	36.6	40.3	44.3	49.2	54.6
ขนาดสัญญาณ (mm)	3.0	6.0	9.0	10.0	13.5	16.5	22.0	25.0	27.5	29.0	34.0

ตารางที่ 3.1 ข้อมูลที่ใช้ในการทำแคลิเบรชัน กราฟ
และแคลิเบรชัน กราฟ ที่ได้เป็นดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แคลิเบรชัน กราฟ