



บทที่ 4

การทดลอง

ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุให้ได้ผลดีนั้น ต้องพยายามลดความผิดพลาดอันอาจเกิดเนื่องจากการรบกวน, การดูดกลืนและการเสริมของธาตุอื่นที่ปนอยู่ในสารตัวอย่าง รวมทั้งความผิดพลาดจากการเตรียมสารตัวอย่าง ดังนั้นก่อนที่จะทำการศึกษาวិเคราะห์จึงได้นำสารตัวอย่างทุกตัวที่จะทำการวิเคราะห์ มาทำการบดให้มีขนาดเล็กประมาณ 80 เมช (mesh) เพื่อให้ส่วนประกอบต่าง ๆ คลุกเคล้าเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงนำไปใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่เหมาะสมต่อไป

4.1 เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

4.1.1 ศึกษาวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

นำสารตัวอย่างทุกตัวมาทำการวัดรังสีเอกซ์ เรืองจากการกระตุ้นของต้นกำเนิดรังสี $Pm-147$ และต้นกำเนิดรังสี $Co-57$ โดยใช้เวลาวัดสารตัวอย่างละ 2000 วินาที นำข้อมูลและสเปกตรัมที่ได้ไปหายอดพีคที่เกิดขึ้นว่ามีพลังงานเท่าใด โดยอ่านค่าพลังงานจากกราฟมาตรฐาน (Calibration Curve) ของเครื่องวัดรังสีซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างหมายเลขช่อง (channel number) กับพลังงานรังสีที่เข้าสู่หัววัด

จากค่าพลังงานของยอดพีคที่หาได้สามารถนำมาวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยพิจารณาเปรียบเทียบกับพลังงานของธาตุต่าง ๆ ในตารางที่ (2.1) ผลการวิเคราะห์แสดงไว้ในตารางที่ (5.1) และรูปที่ (5.1)

4.1.2 ศึกษาการรบกวนของธาตุต่าง ๆ ต่อพีคของนีโอเบียมและแทนทาลัม รวมทั้งเลือกธาตุสำหรับเป็นอินเทอร์เนลแสดนดาร์ด (Internal Standard) ที่เหมาะสม

4.1.2.1 นีโอเบียม

เนื่องจาก L X-rays ของนีโอเบียมมีพลังงานต่ำ ไม่สามารถวัดด้วยหัววัด $Si(Li)$ ที่มีอยู่ได้ จึงพิจารณาการวิเคราะห์ด้วย K X-rays โดยวัดรังสีเอกซ์ เรืองจากสารประกอบของอิทเตียม (Y), เซอร์โคเนียม (Zr), นีโอเบียม (Nb) และโมลิบดีนัม (Mo) ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นของต้นกำเนิด $Am-241$ สเปกตรัมที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ (5.2) และพบว่า NbK_{α} ถูกรบกวนจาก YK_{β} และ MoK_{α} ถูกรบกวนจาก ZrK_{β} ดังนั้นจึงเลือก NbK_{β} และ MoK_{β} เป็นพีคที่ทำการวิเคราะห์หาปริมาณด้วยวิธีการคำนวณจากอัตราส่วนของพีค โดยเลือกใช้ต้นกำเนิด $Am-241$ เพื่อลดการรบกวนจากการกระเจิงของรังสีจากต้นกำเนิด $Cd-109$



4.1.2.2 แทนทาลัม

ศึกษาการวิเคราะห์ด้วย L X-rays โดยวัดรังสีเอกซ์เรืองจากสารประกอบของแทนทาลัมและธาตุที่คาดว่าจะมีปนในสารตัวอย่าง ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นของต้นกำเนิด $Co-57$ พบว่าทุกพีคของแทนทาลัมถูกรบกวน ดังแสดงคู่ของพีคที่มีการรบกวนกันไว้ในรูปที่ (5.3)

ศึกษาการวิเคราะห์ด้วย K X-rays โดยวัดรังสีเอกซ์เรืองจากสารประกอบของแทนทาลัมและทังสเตน ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นของ $Co-57$ เช่นกัน คู่ของพีคที่มีการรบกวนกันและพีคของแทนทาลัมที่ไม่ถูกรบกวนแสดงไว้ในรูปที่ (5.4)

พิจารณาความเป็นไปได้ที่จะเลือก Hf หรือ Yb เป็นอินเทอร์นัลแอสแตนดาร์ด โดยการวัดรังสีเอกซ์เรืองจากสารประกอบของ Ta , Hf , Yb และ W ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นของ $Co-57$ เปรียบเทียบที่ได้จากการวัดแสดงไว้ในรูปที่ (5.5) และ (5.6) ในที่สุดได้เลือก Yb เป็นอินเทอร์นัลแอสแตนดาร์ด โดยเลือกพีค $TaK_{\alpha 2}$ และ $YbK_{\alpha 1}$ เป็นคู่ของพีคสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณแบบคำนวณจากอัตราส่วนของพีค ทั้งนี้ไม่ได้กล่าวถึงการพิจารณาเลือก Lu เป็นอินเทอร์นัลแอสแตนดาร์ด เพราะเป็นธาตุหายาก ราคาแพงเกินไป จึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการวิจัยนี้

4.1.3 ศึกษาวิเคราะห์เชิงปริมาณ

4.1.3.1 นีโอเบียม

4.1.3.1.1 ศึกษาผลการดูดกลืนและเสริมรังสีเอกซ์ เรืองของนีโอเบียมที่มีจากสารประกอบอื่นที่มีปนในสารตัวอย่าง

นำสารมาตรฐานที่มีส่วนประกอบต่าง ๆ กัน 2 ชุด ที่สร้างขึ้นไปกระตุ้นด้วยต้นกำเนิด $Am-241$ วัดรังสีเอกซ์ เรืองของนีโอเบียมจากสารมาตรฐาน นำมาคำนวณหาความเข้มรังสีเอกซ์ เรืองที่เกิดขึ้นโดยการคิดหาพื้นที่ใต้พีค บันทึกผลที่ได้ในตารางที่ (5.2) และความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ เรืองกับปริมาณ Nb_2O_5 แสดงในรูปที่ (5.7)

4.1.3.1.2 ศึกษาวิธีการวิเคราะห์ด้วยการคำนวณจากอัตราส่วนของพีค

สร้างสารมาตรฐานขึ้น 3 ชุด ให้ชื่อว่า $I.S Nb1$, $I.S Nb2$ และ $I.S Nb3$ ซึ่งมีส่วนประกอบต่าง ๆ กัน นำไปกระตุ้นด้วยต้นกำเนิด $Am-241$ แล้ววัดรังสีเอกซ์ เรือง NbK_{β} และ MoK_{β} คำนวณหาพื้นที่ใต้พีคทั้งสองแล้วนำมาหาอัตราส่วนของ NbK_{β} ต่อ MoK_{β} เมื่อมี MoO_3 3.25 % (ดูภาคผนวก) ในทุกตัวอย่างมาตรฐาน บันทึกผลการวัด, การคำนวณ และส่วนประกอบต่าง ๆ ในตารางที่ (5.3) ความสัมพันธ์ของอัตราส่วนของพีค ($I_{NbK_{\beta}}/I_{MoK_{\beta}}$) ปรากฏผลในรูปที่ (5.8) และยังได้นำข้อมูลนี้ไปแสดงในรูปที่

(5.11) เพื่อยืนยันถึงปัญหาการดูดกลืนและเสริมรังสีเอกซ์ เรืองของนีโอเปียมที่มีจากสารประกอบอื่นที่ปนอยู่

4.1.3.2 แทนทาลัม

4.1.3.2.1 ศึกษาความเข้มรังสีเอกซ์ เรืองของแทนทาลัมปริมาณต่าง ๆ กัน

สร้างสารมาตรฐานที่มีปริมาณ Ta_2O_5 ต่าง ๆ กัน ผสมในทรายซึ่งคลุกเคล้าจนเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) นำสารมาตรฐานที่สร้างนี้ไปกระตุ้นด้วยต้นกำเนิด $Co-57$ แล้ววัดรังสีเอกซ์ เรือง $TaK_{\alpha 2}$ ที่เกิดขึ้น ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ เรือง $TaK_{\alpha 2}$ กับปริมาณ Ta_2O_5 แสดงในกราฟรูปที่ (5.10)

4.1.3.2.2 ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณด้วยการคำนวณจากอัตราส่วนของฟิค

สร้างสารมาตรฐานของ Ta_2O_5 ปริมาณต่าง ๆ กัน ซึ่งปนอยู่ในส่วนประกอบต่าง ๆ กัน ให้ชื่อว่าสารมาตรฐานชุด $Ta-Yb1$ และ $Ta-Yb2$ นำไปกระตุ้นด้วยต้นกำเนิด $Co-57$ แล้ววัดรังสีเอกซ์ เรือง $TaK_{\alpha 2}$ และ $YbK_{\alpha 1}$ คำนวณความเข้มรังสีเอกซ์ เรือง ด้วยการคำนวณหาพื้นที่ใต้ฟิคแบบโคเวลล์ (Covell's Method) และอัตราส่วนของฟิค ($I_{TaK_{\alpha 2}} / I_{YbK_{\alpha 1}}$) เมื่อมี Yb_2O_3 1.0 % (ดูภาคผนวก) บันทึกผลการวัด, การคำนวณ และส่วนประกอบต่าง ๆ ไว้ในตารางที่ (5.4) ความสัมพันธ์อัตราส่วนของฟิคกับปริมาณ Ta_2O_5 แสดงไว้ในกราฟรูปที่ (5.9)

4.1.4 วิเคราะห์เชิงปริมาณของสารตัวอย่าง

4.1.4.1 นีโอเปียม

นำสารตัวอย่างทั้ง 8 ตัว มาทำให้เจือจางด้วยทราย (SiO_2) จนมีปริมาณ Nb_2O_5 ประมาณ 3.25 % จากนั้นนำมาเติม MoO_3 ประมาณ 3.25 % คลุกเคล้าให้เป็นเนื้อเดียวกัน นำไปกระตุ้นด้วยต้นกำเนิด $Am-241$ วัดปริมาณรังสีเอกซ์ เรืองของฟิค NbK_{β} และ MoK_{β} นำมาหาอัตราส่วน ($I_{NbK_{\beta}} / I_{MoK_{\beta}}$) เมื่อมี MoO_3 3.25 % แล้วนำอัตราส่วนที่ได้ไปเทียบกับอัตราส่วนของฟิคในสารมาตรฐาน จะได้เปอร์เซ็นต์ของ Nb_2O_5 ที่มีในสารตัวอย่างปนกับทรายนั้น นำค่าเปอร์เซ็นต์ที่ได้ไปคูณกับค่าคงที่ของการเจือจางด้วยทรายก็จะได้ปริมาณ Nb_2O_5 ที่มีในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ในที่นี้ค่าคงที่ของการเจือจางด้วยทราย (K) มีค่าดังนี้

$$K = \frac{\text{ปริมาณสารตัวอย่าง} + \text{ปริมาณทราย} + \text{ปริมาณ } MoO_3}{\text{ปริมาณสารตัวอย่าง}} \quad (4.1)$$

ทำการทดลองสารตัวอย่างละ 3 ครั้ง นำผลปริมาณ Nb_2O_5 (เป็นเปอร์เซ็นต์)

ที่ได้มาหาค่าเฉลี่ยแล้วบันทึกผลในตารางที่ (5.5)

4.1.4.2 แทนทาลัม

ทำการทดลองเช่นเดียวกับ (4.1.4.1) โดยใช้ Yb_2O_3 1.0 % เป็นอินเทอร์-นัลแอสแตนคาร์ด และคำนวณปริมาณโดยอัตราส่วนของฟิค ($I_{TaK_{\alpha 2}} / I_{YbK_{\alpha 1}}$) ผลการวิเคราะห์ที่บันทึกในตารางที่ (5.5)

4.2 เทคนิคนิวตรอนแอคทีเวชัน

4.2.1 ศึกษาคุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของนีโอเปียม, แทนทาลัม และฮาตุอื่นที่เกี่ยวข้อง

คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของนีโอเปียม, แทนทาลัม และฮาตุอื่นที่เกี่ยวข้องอันได้แก่ แมงกานีส, ทังสเตน ที่มีป็นในสารตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ (4.1) และจากคุณสมบัติดังกล่าว จึงเลือกใช้การวิเคราะห์นีโอเปียมและแทนทาลัม ดังนี้

(1) วิเคราะห์นีโอเปียมด้วยรังสีแกมมาพลังงานสูง 0.8711 MeV จาก Nb^{94m} เพื่อลดปัญหาการดูดกลืนรังสีจากฮาตุอื่นที่ป็นในสารตัวอย่าง และเลือกการอบด้วยอีพิเทอร์มัลนิวตรอน เพื่อลดการเกิดของ Mn^{56} ทั้งนี้เพราะ σ_{res}/σ_{th} ของ $Mn^{55} = 1.07$ ในขณะที่ σ_{res}/σ_{th} ของ $Nb^{93} = 7.61$

(2) วิเคราะห์แทนทาลัมด้วยรังสีแกมมาพลังงาน 1.12, 1.18 และ 1.22 MeV ของ Ta^{182} ซึ่งมีความเหมาะสมทั้งด้านพลังงานรังสีที่วัดและโอกาสการทำปฏิกิริยา (cross section) เป็นต้น

4.2.2 ศึกษาวิเคราะห์ความแรงรังสีที่เกิดจากฮาตุปริมาณต่าง ๆ กัน

4.2.2.1 นีโอเปียม

นำสารมาตรฐาน Nb_2O_5 ปริมาณต่าง ๆ กัน เข้าอบอีพิเทอร์มัลนิวตรอนในท่อลมของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย TRIGA III ของสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ โดยใช้เวลาอบ 10 วินาที พร้อมกัน นำมาวัดความแรงรังสีที่เกิดขึ้น ด้วยหัววัด $Ge(Li)$ เป็นเวลานาน 600 วินาที เท่ากันทุกตัวอย่าง จากนั้นนำค่าของพื้นที่ใต้ฟิคที่คำนวณได้มาแก้ค่าการสลายตัวของรังสีเพื่อหาความแรงรังสีที่เวลาเดียวกันของทุกตัวอย่างด้วยสมการ (4.2) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแรงรังสีกับปริมาณนีโอเปียมแสดงในรูปที่ (5.12)

$$N) = \frac{N}{(e^{-\lambda t_1} - e^{-\lambda t_2})} \quad (4.2)$$

ไอโซโทปชนิดเสถียร	ปริมาณที่มีในธรรมชาติ	ความสามารถในการจับเทอร์โมนิวตรอนบาริน(barns) oth	ความสามารถในการจับฮีฟิ-เทอร์โมนิวตรอนบาริน(barns) ores	ไอโซโทปที่เกิดใหม่จากปฏิกิริยานิวตรอน-แกมมา	ครึ่งชีวิตของไอโซโทปที่เกิดใหม่	พลังงานรังสีแกมมาที่ปล่อยออกมาจากไอโซโทปรังสีที่เกิด (MeV)
Nb-93	100	1.13	8.6	Nb 94m	6.26 นาที	0.8711 (0.2 %)
				Nb 94	2.0×10^4 ปี	0.8711 (100 %)
						0.7026 (100 %)
Ta-180	0.012	700 ± 200	600 ± 200	Ta 181		
Ta-181	99.988	0.0103 ± 0.0025	2.5	Ta 182m	16 นาที	0.05754 (44.00000 %)
						0.14670 (40.00000 %)
						0.17170 (42.00000 %)
		21.0 ± 0.7	710 ± 20	Ta 182	115.0 วัน	0.10011 (11.90000 %)
						1.1213 (37.00000 %)
						1.18895 (17.00000 %)
						1.22131 (28.00000 %)
Mn-55	100	13.3	14.2	Mn 56	2.580 ชม.	0.8468 (99.00000 %)
W-186	28.4	37.8 ± 1.5	500 ± 35	W 187	24.0 ชม.	0.47948 (26.6 %)
						0.68570 (32.0 %)

ตารางที่ (4.1) (21, 22)

แสดงคุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของ Nb, Ta และธาตุที่อาจเกี่ยวข้องกับมันได้แก่ W, Mn

00498840

$$\begin{aligned}
 N &= \text{ความแรงรังสีที่วัดได้ระหว่างเวลาวัด } t_1 \rightarrow t_2 \\
 N_0 &= \text{ความแรงรังสี ณ เวลาเริ่มต้น } t = 0 \\
 t_1 &= \text{เวลาที่เริ่มทำการวัด นับจากเวลา } t = 0 \\
 T_2 &= \text{เวลาที่สิ้นสุดการวัด นับจากเวลา } t = 0
 \end{aligned}$$

4.2.2.2 แทนทาลัม

นำสารมาตรฐาน Ta_2O_5 ปริมาณต่าง ๆ กัน เข้าอบเทอร์มัลนิวตรอนด้วยเวลาประมาณ 3 นาที ที่ท่อลมของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู นำมาวัดรังสีด้วยหัววัด $Ge (Li)$ ด้วยเวลา 1000 วินาที เท่ากันทุกตัวอย่าง ความสัมพันธ์ระหว่างความแรงรังสีกับปริมาณ Ta_2O_5 แสดงไว้ดังรูปที่ (5.13)

4.2.3 ศึกษาการรบกวนของ Mn ที่มีต่อ Nb

นำสารผสมระหว่างแมงกานีสและนีโอเปียมเข้าอบอีพิเทอร์มัลนิวตรอน แล้วนำมาวัดความแรงรังสีด้วยหัววัด $Ge (Li)$ เปรียบเทียบกับที่แสดงไว้ดังรูปที่ (5.14)

4.2.4 วิเคราะห์เชิงปริมาณ

4.2.4.1 นีโอเปียม

นำสารตัวอย่างประมาณ 50 มิลลิกรัม และสารมาตรฐาน Nb_2O_5 ปริมาณใกล้เคียงกับที่ควรมีในสารตัวอย่าง บรรจุในขวดโพลีเอทิลีน (Polyethylene vial) นำเข้าอบอีพิเทอร์มัลนิวตรอน พร้อมกันทั้งสารตัวอย่างและสารมาตรฐานเป็นเวลาประมาณ 10 วินาที นำมาวัดความแรงรังสี คำนวณหาปริมาณ Nb_2O_5 ที่มีในสารตัวอย่างด้วยสมการ (2.27) ทำการทดลองซ้ำ สารตัวอย่างละประมาณ 3 ครั้ง ค่าเฉลี่ยปริมาณ Nb_2O_5 ในสารตัวอย่างทั้งหมดแสดงไว้ในตารางที่ (5.5)

4.2.4.2 แทนทาลัม

นำสารตัวอย่างประมาณ 50 มิลลิกรัม และสารมาตรฐาน Ta_2O_5 ปริมาณใกล้เคียงกับที่มีในสารตัวอย่าง เข้าอบเทอร์มัลนิวตรอนพร้อมกันนานประมาณ 3 นาที วัดความแรงรังสีที่เกิดขึ้น คำนวณปริมาณ Ta_2O_5 ที่มีในสารตัวอย่างด้วยสมการ (2.27) ทำการทดลองซ้ำสารตัวอย่างละประมาณ 3 ครั้ง ค่าเฉลี่ยปริมาณ Ta_2O_5 ในสารตัวอย่างทั้งหมดแสดงไว้ในตารางที่ (5.5)