บทที่ 4

การทดลอง

ในการวิเคราะห์ธาตุโดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ จำเป็นต้องศึกษาการรบกวน การดูดกลืน และการเสริมของธาตุต่างๆ ที่เป็นส่วนประกอบในสารตัวอย่างต่อรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่สนใจได้แบ่งการทดลองเป็นลำดับขั้นดังต่อไปนี้

ก) การเตรียมสารตัวอย่าง

ข) การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ค) ศึกษาการรบกวนของธาตุต่างๆ ต่อพีคของยูเรเนียม

ง) ศึกษาการวิเคราะห์ยูเรเนียมโดยการคำนวณจากอัตราส่วนของพีค

จ) วิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมในแร่ตัวอย่างมาตรฐาน NBL และในแร่หินทรายจากอัตราส่วนของพีค

4.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

นำแร่หินทรายซึ่งมีลักษณะเป็นเม็ดทรายเล็กๆ มาบดให้ละเอียดขนาดประมาณ -80 mesh เพื่อให้ธาตุที่เป็นส่วนประกอบต่างๆ กระจุกเคล้าเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) แต่ละตัวอย่างมีปริมาณประมาณ 20 กรัม

4.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

นำสารตัวอย่างในข้อ 4.1 มาทำการวัดรังสีเอกซ์เรืองจากการกระตุ้นของต้นกำเนิดแคดเมียม- 109 ใช้เวลาสารตัวอย่างละ 800 วินาทีบันทึกข้อมูลและสเปคตรัม (Spectrum) ไว้ หาตำแหน่งยอดพีคต่างๆ ในสเปคตรัมของแต่ละตัวอย่าง

เพื่อนำไปอ่านค่าพลังงานจากกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ของเครื่องวัดรังสีซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างหมายเลขช่อง (Channel number) กับพลังงานของรังสีที่เข้าสู่หัววัด

จากค่าพลังงานของยอดพีคที่หาได้สามารถนำมาวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยพิจารณาเปรียบเทียบกับพลังงานของธาตุต่างๆในตารางที่ 2.2

4.3 ศึกษาการรบกวนของธาตุต่างๆ ต่อพีคของยูเรเนียม

4.3.1 ศึกษาลักษณะสเปคตรัมของธาตุอื่นในสารตัวอย่างโดยนำสารประกอบในรูปออกไซด์หรือคาร์บอเนตของธาตุที่พบจากการวิเคราะห์ในข้อ4.2 มาทำการวัดรังสีเอกซ์เรืองที่ได้จากการกระตุ้นของต้นกำเนิดแคดเมียม- 109 เมื่อนำสเปคตรัมของธาตุต่างๆ มาซ้อนกันจะเห็นถึงการรบกวนซึ่งกันและกันของพีคของธาตุเหล่านั้นต่อพีคของยูเรเนียม เนื่องจากพีคเหล่านั้นมีพลังงานใกล้เคียงกันจนหัววัดไม่สามารถแยกออกจากกันได้

4.3.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณขั้นต้น (Semi quantitative analysis) วิเคราะห์ปริมาณธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่างโดยการเปรียบเทียบพีคที่สมนัยของธาตุในสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน STD-1 ที่เตรียมขึ้นมา โดยมีส่วนประกอบดังในตารางที่ 4.1 พลังงานของพีคของธาตุต่างๆ ที่ใช้ได้แสดงในตารางที่ 4.2

4.3.3 ศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของยูเรเนียมโดยตะกั่ว

ทำการศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของยูเรเนียมโดยตะกั่วด้วยการวัดรังสีเอกซ์เรืองของสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมาซึ่งในแต่ละตัวอย่างมีปริมาณยูเรเนียมคงที่ (0.1%) แต่มีปริมาณตะกั่วแตกต่างกันตั้งแต่ 0.0% ถึง2.0% เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มของพีครังสีเอกซ์เฉพาะตัวของยูเรเนียม ($UL_{\beta 1}$)

ตารางที่ 4.1 แสดงส่วนผสมของธาตุต่างๆ ในสารมาตรฐาน STD-1

สาร	FeO	CuO	PbO	Rb_2O	U_3O_8	SrO	YO	ZrO_2
ร้อยละ	0.07	0.08	0.28	0.007	0.03	0.012	0.008	0.008

ตารางที่ 4.2 แสดงพีคของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

ธาตุ	รังสีเอกซ์	พลังงาน
Fe	$FeK_{\alpha 1}$	6.403
Cu	$CuK_{\alpha 1}$	8.047
Pb	$PbL_{\alpha 1}$	10.549
Sr	$SrK_{\alpha 1}$	14.104
Y	$YK_{\alpha 1}$	14.957
Zr	$ZrK_{\alpha 1}$	15.774
U	$UL_{\beta 1}$	17.218

4.4 ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมโดยการคำนวณจากอัตราส่วนของพีค

4.4.1 ศึกษาความเข้มของ $UL_{\beta 1}$ และความเข้มของรังสีเอกซ์ กระเจิง ในสารตัวอย่างที่มีปริมาณยูเรเนียมต่างกันแต่มีส่วนประกอบอื่นเหมือนกันโดยการนำแร่มาตรฐาน NBL (New Brunswick Laboratory) ที่มีปริมาณยูเรเนียมต่างๆ กัน มาทำการวัดรังสีเอกซ์เรือง คำนวณความเข้มของ $UL_{\beta 1}$ พีครังสีเอกซ์ กระเจิง และอัตราส่วนของพีคทั้งสอง ($R_u = \frac{UL_{\beta 1}}{scatter}$)

4.4.2 ศึกษาความเข้มของพีค $UL_{\beta 1}$ และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ กระเจิง ในสารตัวอย่างที่มีปริมาณยูเรเนียมและธาตุอื่นแตกต่างกันโดยทำการวัดรังสีเอกซ์เรืองของของสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมา ซึ่งแต่ละตัวอย่างมีปริมาณยูเรเนียมและปริมาณตะกั่วแตกต่างกัน คำนวณความเข้มของ $UL_{\beta 1}$ พีครังสีเอกซ์ กระเจิง และอัตราส่วนของพีคทั้งสอง

4.5 การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมในแร่หินทรายโดยการคำนวณจากอัตราส่วนของพีค

4.5.1 สารมาตรฐาน (Standard) เตรียมสารมาตรฐานโดยการเติมออกไซด์ของยูเรเนียม (U_3O_8) ลงในแร่หินทรายที่ทราบแน่ชัดว่าไม่มียูเรเนียมจากการตรวจโดยการวัดรังสีโดยตรง (Radiometric) และจากการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชัน (Neutron activation) การใช้หินทรายเตรียมสารมาตรฐานมีเหตุผล คือ องค์ประกอบส่วนใหญ่ของสารมาตรฐานจะคล้ายคลึงกับของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ สารมาตรฐานที่เตรียมมีปริมาณยูเรเนียมดังแสดงในตารางที่ 4.3 เรียกสารมาตรฐานชุดนี้ว่า สารมาตรฐานชุด A

ทำการวัดรังสีเอกซ์เรืองของสารมาตรฐานชุด A ด้วยการกระตุ้นจากแคดเมียม- 109 วัดความเข้มของพีค $UL_{\beta 1}$ พีครังสีเอกซ์ กระเจิง และคำนวณ

อัตราส่วนของพีคทั้งสอง (R_u) เพื่อนำไปทำกราฟมาตรฐาน ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณยูเรเนียม ($\%U_3O_8$) กับอัตราส่วนของพีค(R_u) เพื่อใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณต่อไป

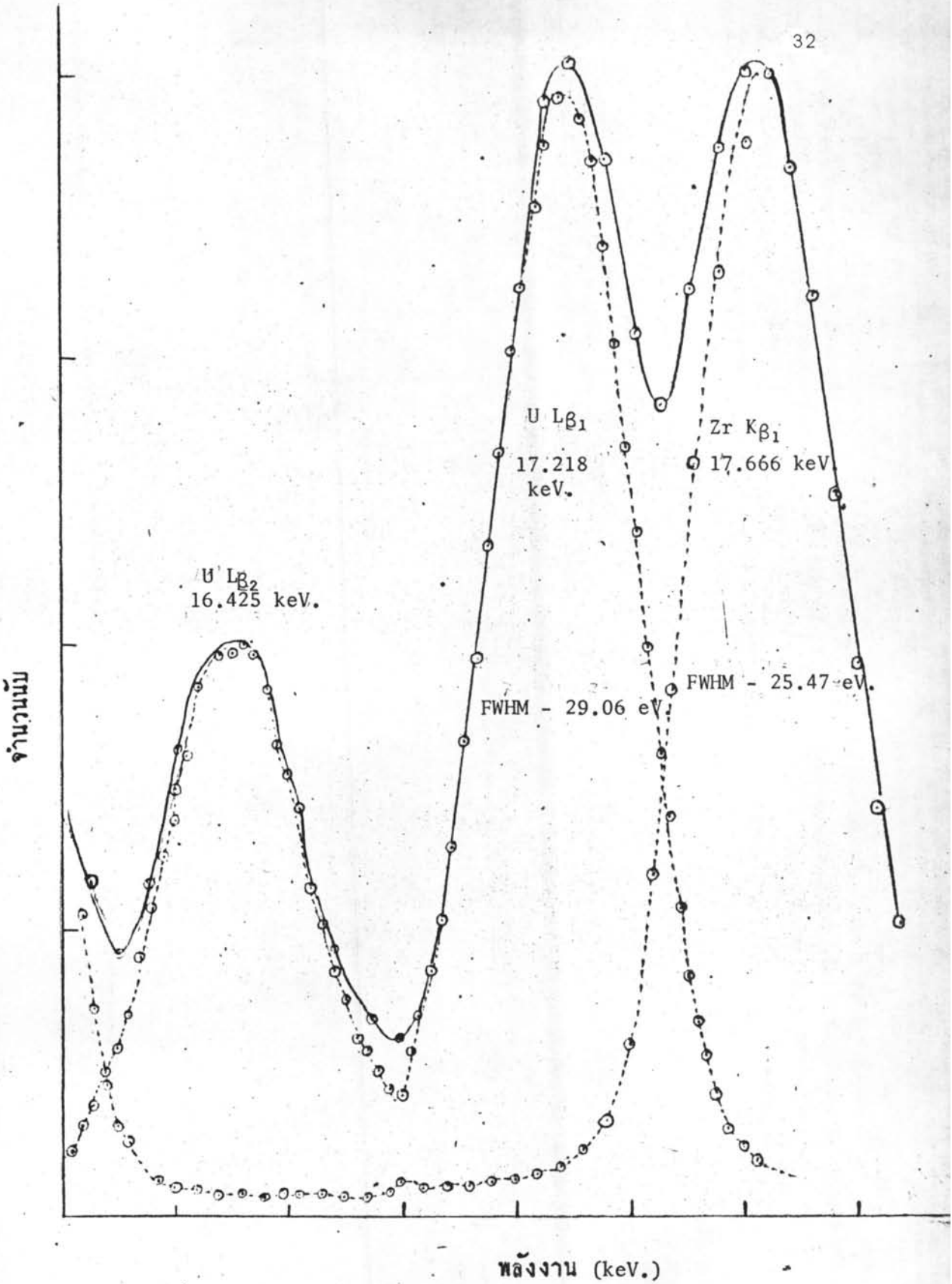
4.5.2 การหาความแม่นยำของการวิเคราะห์ตรวจสอบความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์และวิธีคำนวณโดยการดำเนินการวิเคราะห์แร่ยูเรเนียมมาตรฐานของ NBL ซึ่งทราบปริมาณยูเรเนียมแน่นอน สารมาตรฐานที่ใช้คือ สารมาตรฐานชุด A

4.5.3 การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมในแร่หินทรายโดยการคำนวณจากอัตราส่วนของพีคโดยใช้สารมาตรฐานชุด A ได้ดำเนินการวิเคราะห์ตัวอย่างหินทรายในลักษณะเป็นผงซึ่งไม่เกาะกันแน่นโดยใช้สารมาตรฐานชุด A ซึ่งอยู่ในลักษณะเดียวกันเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการอัดตัวอย่างหินทราย และสารมาตรฐานโดยใช้ความดัน 10000 ปอนด์/ตารางนิ้ว ขนาดของเม็ดมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.75 ซม. น้ำหนักตัวอย่างละ 15 กรัม

ในการวิเคราะห์พบว่า $ZrK_{\alpha 1}$ ซ้อนในช่วงท้ายของ $UL_{\beta 1}$ ดังดูได้จากรูป 4.1 ดังนั้นในการคำนวณจึงใช้เฉพาะพื้นที่ใต้พีคครั้งแรกของ $UL_{\beta 1}$

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณยูเรเนียมในสารมาตรฐานชุด A

สารมาตรฐาน	A_1	A_2	A_3	A_4	A_5
$\%U_3O_8$	0.038	0.067	0.125	0.264	0.472



รูปที่ 4.1 **แสดงการรบกวนของพีค** U $L\beta_1$ (17.218 keV.) **และพีค** Zr $K\beta_1$ (17.666 keV.)