

การทดลอง

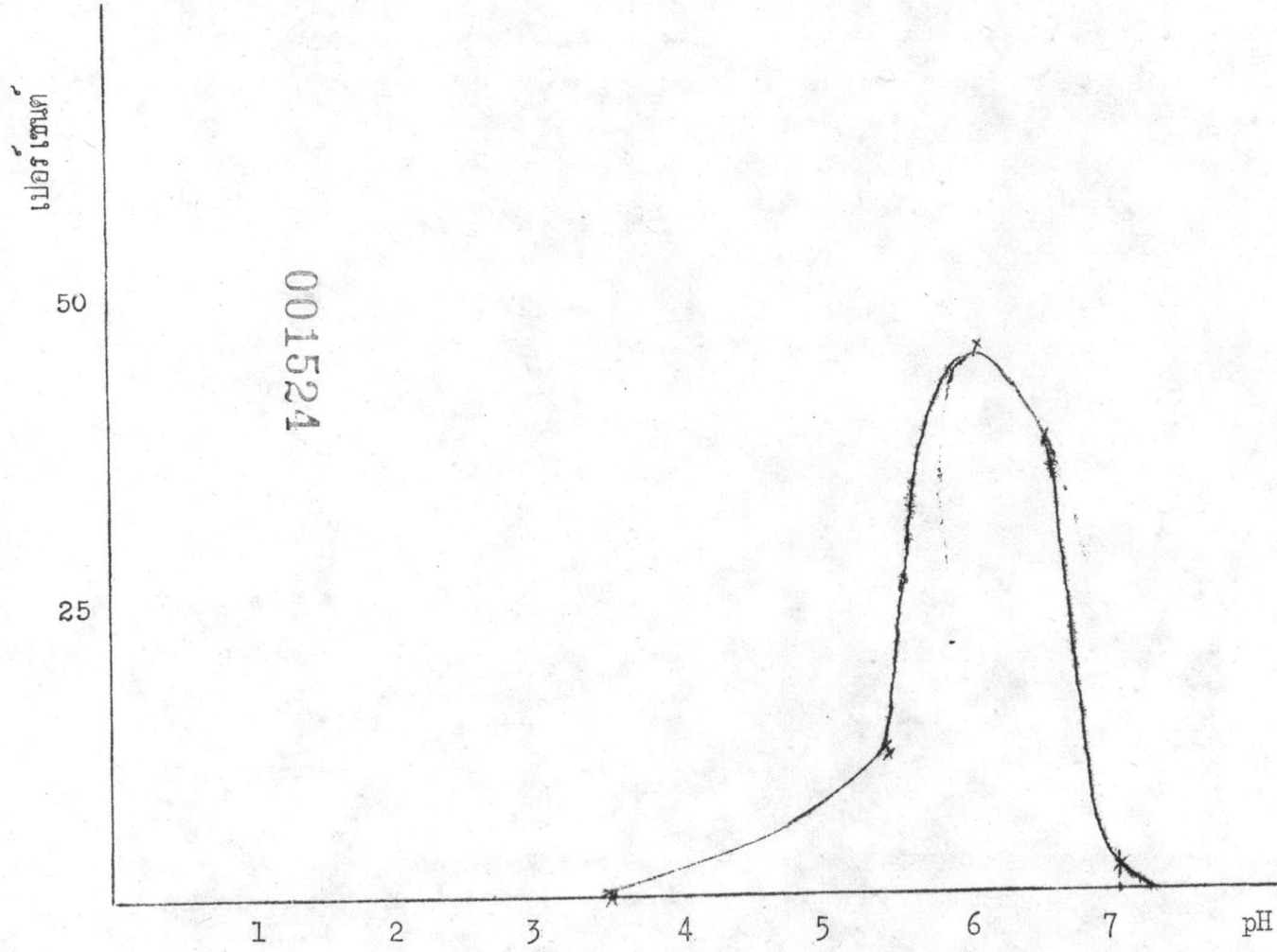
4.1 การหาช่วง pH ที่ยีสเตรียมตกตะกอน

นำสารมาตรฐานยีสเตรียมออกไซค์ 5 กรัม มาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุ่นเล็กน้อย เติมน้ำประมาณ 3 เท่าของปริมาณกรด เติมสารละลาย 4 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วแยกตะกอนยีสเตรียมไฮดรอกไซด์ที่ pH ต่าง ๆ กัน ตะกอนที่ได้นำไปทำให้แห้งจนน้ำหนักคงที่อุณหภูมิ 120° ซ แล้วการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับน้ำหนักของยีสเตรียมออกไซค์

pH	น้ำหนักยีสเตรียมออกไซค์ (กรัม)	% ของยีสเตรียมออกไซค์
0 - 3.5	.023	.46
3.5 - 5.5	.624	12.48
5.5 - 6	2.307	46.14
6 - 6.5	1.950	39.00
6.5 - 7	.095	1.9
> 7	-	-
	รวม 4.999 กรัม	

จากตาราง 4.1 จะเห็นว่ายีสเตรียมตกตะกอนเป็นยีสเตรียมออกไซค์ระหว่าง 3.5 - 7.0 จากค่าที่ได้ให้นำมาเขียนกราฟได้ดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับเปอร์เซ็นต์ของยิปซัมออกไซด์



4.2 การเตรียมสารมาตรฐาน

การเตรียมสารมาตรฐานอ้างอิงของแร่ซีโนไทม์ ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบของแร่ซีโนไทม์⁽⁴⁾ จากนั้นจึงได้ทำการผสมออกไซด์น้ำหนักต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่

4.2 โดยกำหนดน้ำหนักรวม 19.65 กรัม

ตารางที่ 4.2 แสดงส่วนประกอบของสารมาตรฐานสำหรับแร่ซีโนไทม์

ส่วนประกอบ	ปริมาณร้อยละ	น้ำหนัก (กรัม)
Y_2O_3	38.17	7.5
La_2O_3	4.58	.9
CeO_2	9.16	.945
Na_2O_3	2.29	.45
Sm_2O_3	.76	.15
Gd_2O_3	2.29	.45
Dy_2O_3	3.82	.75
Er_2O_3	4.58	.9
Yb_2O_3	3.82	.75
UO_2	.76	.15
ThO_2	.76	.15
Al_2O_3	3.82	.75
Fe_2O_3	.76	.15
ZrO_2	1.53	.3
SiO_2	3.82	.75
S	19.08	3.75

หลังจากที่ได้ทำการทดลองตกตะกอนยิเทรียมของสารตัวอย่างปรากฏว่าช่วง pH 7.0 - 12.0 มีเปอร์เซ็นต์ของแลนตามัมออกไซด์ และซีเรียมออกไซด์สูง ส่วนยิเทรียมเกือบไม่มีเลย และพบว่าเมื่อนำสารตัวอย่างมาตกตะกอนที่ pH ต่าง ๆ นั้น พบว่ามีพราซีโอดิเนียมด้วย จึงได้เตรียมสารมาตรฐานขึ้นอีกชุดหนึ่งเพื่อใช้วิเคราะห์แร้วเอิร์ทผสมที่ได้จากการตกตะกอนช่วง pH 7.0 - 12.0 โดยมีน้ำหนักของออกไซด์ของธาตุต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และมีน้ำหนักรวม ประมาณ 16.75 กรัม

ตารางที่ 4.3 แสดงส่วนประกอบของสารมาตรฐานสำหรับแร้วเอิร์ทออกไซด์ที่ตกในช่วง pH 7 - 12

ส่วนประกอบ	ปริมาณร้อยละ	น้ำหนัก (กรัม)
Fe_2O_3	5.38	0.9017
Ce_2O_3	40.30	6.7492
La_2O_3	22.47	3.7626
Nd_2O_3	8.60	1.4409
Gd_2O_3	4.48	.7495
Sm_2O_3	1.79	.3008
Dy_2O_3	2.68	.4486
Yb_2O_3	2.68	.4499
Er_2O_3	1.79	.2994
Pr_2O_3	1.79	.3008
Y_2O_3	3.57	.5982
BaCO_3	2.65	.4438
SrCO_3	1.79	.3013

4.3 ทำการวิเคราะห์แร่ซีโนไทม์

นำแร่ 11 ตัวอย่างจากที่ต่าง ๆ กันมาวิเคราะห์คุณภาพและปริมาณโดยการเรืองรังสีเอกซ์ การทดลองนี้เพื่อต้องการทราบอย่างประมาณว่าแร่จากที่ต่าง ๆ กันจะมีปริมาณของยิเทรียมและแรร์เอิร์ทต่างกันมากน้อยเพียงใด

4.4 การหาวิธีที่เหมาะสมในการสกัดยิเทรียมออกจากแร่ซีโนไทม์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

4.4.1 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสม

ในการทดลองครั้งนี้ใช้เวลาในการสกัด 3 ชั่วโมง ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อแร่ซีโนไทม์เท่ากับ 2 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก กระทำโดยการเปลี่ยนอุณหภูมิของการสกัดต่าง ๆ กันดังนี้คือ 120°C , 140°C , 160°C และ 180°C ขั้นตอนในการดำเนินการคือ

นำแร่ซีโนไทม์ขนาด - 200 mesh นหนัก 50 กรัมใส่ลงในเครื่องย่อย (Digester) ทำด้วยเหล็กสแตนเลส แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้น 40 % ที่ 120°C จำนวน 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวนด้วยใบพัดเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมาเสมอที่ 120°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เติมน้ำลงไปให้มีปริมาตรเป็น 3 เท่าของปริมาตรเดิม เพื่อให้โครโซเดียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นละลายหมด อุณหภูมิประมาณ 110°C กรองในขณะร้อน ๆ ตะกอนประกอบไปด้วยไฮดรอกไซด์ของยิเทรียมและแรร์เอิร์ทรวมทั้งแร่ที่ไม่ถูกย่อย (Undigested sand) สารละลายที่กรองได้คือโครโซเดียมฟอสเฟต และโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากปฏิกิริยา นำสารละลายไปเคี่ยวให้วุ้นจนเหลือปริมาณประมาณ 1 ใน 3 ของปริมาตรเดิมทิ้งไว้ให้เย็นโครโซเดียมฟอสเฟตตกผลึกออกมา

นำตะกอนมาละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิประมาณ 80°C กวนตลอดเวลาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง⁽⁵⁾ กรองตะกอนจะเป็นแร่ที่ไม่ถูกย่อย ส่วนสารละลายคือยิเทรียมและแรร์เอิร์ทคลอไรด์

นำสารละลายยิเทรียมและแรร์เอิร์ทคลอไรด์มาเติมสารละลาย 4 โมลาร์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับ pH ต่าง ๆ กัน กรองตะกอนที่ได้ในแต่ละช่วงเอาไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C อบจนกระทั่งได้น้ำหนักของตะกอนคงที่ จกน้ำหนักของตะกอนไว้เพื่อ

นำไปหาเปอร์เซ็นต์ในการสกัด ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 140° , 160° และ 180° ซ ตามลำดับ

4.4.2 การหาเวลาที่เหมาะสมในการแปรสภาพซีโนไมม์

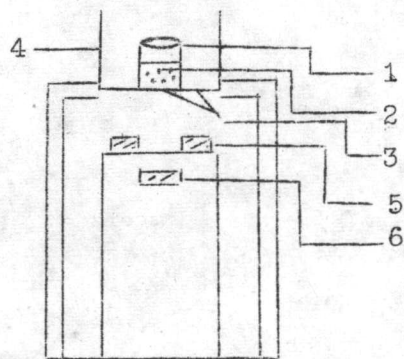
ในการทดลองนี้ใช้ปริมาณไซเคียมไฮดรอกไซด์ต่อแร่ซีโนไมม์เท่ากับ 2 ต่อ 1 อุณหภูมิที่ใช้ 180° ซ เวลาในการสกัดแปรผันระหว่าง 1 ถึง 4 ชั่วโมง การปฏิบัติเช่นเดียวกับการทดลองที่ 4.4.1

4.4.3 การหาอัตราส่วนแร่ต่อไซเคียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสม

ในการปฏิบัติครั้งนี้อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด 180° ซ เวลา 3 ชั่วโมง เปลี่ยนปริมาณของไซเคียมไฮดรอกไซด์ต่อแร่ดังนี้ คือ 1 ต่อ 1, 2 ต่อ 1, 3 ต่อ 1, และ 4 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก การปฏิบัติเช่นเดียวกับ 4.4.1

4.5 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณโดยการเรืองรังสีเอกซ์

จัดตั้งอุปกรณ์ทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.2



1. ถ้วยใส่สารตัวอย่าง
2. สารตัวอย่าง
3. กระจาขแก้ว
4. ที่ตั้งสารตัวอย่าง
5. ต้นกำเนิดรังสี
6. หัววัดซีลีคอน

รูปที่ 4.2 แผนภาพการจัดตั้งเครื่องมือวิเคราะห์แบบเรืองรังสีเอกซ์

บรรจุสารตัวอย่างลงในถ้วยพลาสติก ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร สูง 2 เซนติเมตร ให้ได้ความสูงของสารตัวอย่างสูงประมาณ 1 เซนติเมตร ก้นถ้วยเป็นแผ่นกระจาขแก้วแบบบางเป็นสารประเภทอินทรีย์ ซึ่งมีผลต่อการดูดกลืนรังสีเอกซ์น้อยที่สุด ต้นกำเนิดรังสีมีลักษณะเป็นรูปวงแหวน มีเส้นผ่าศูนย์กลางรอบนอก 3.8 เซนติเมตร วงใน 2.2 เซนติเมตร ความหนา 0.65 เซนติเมตร

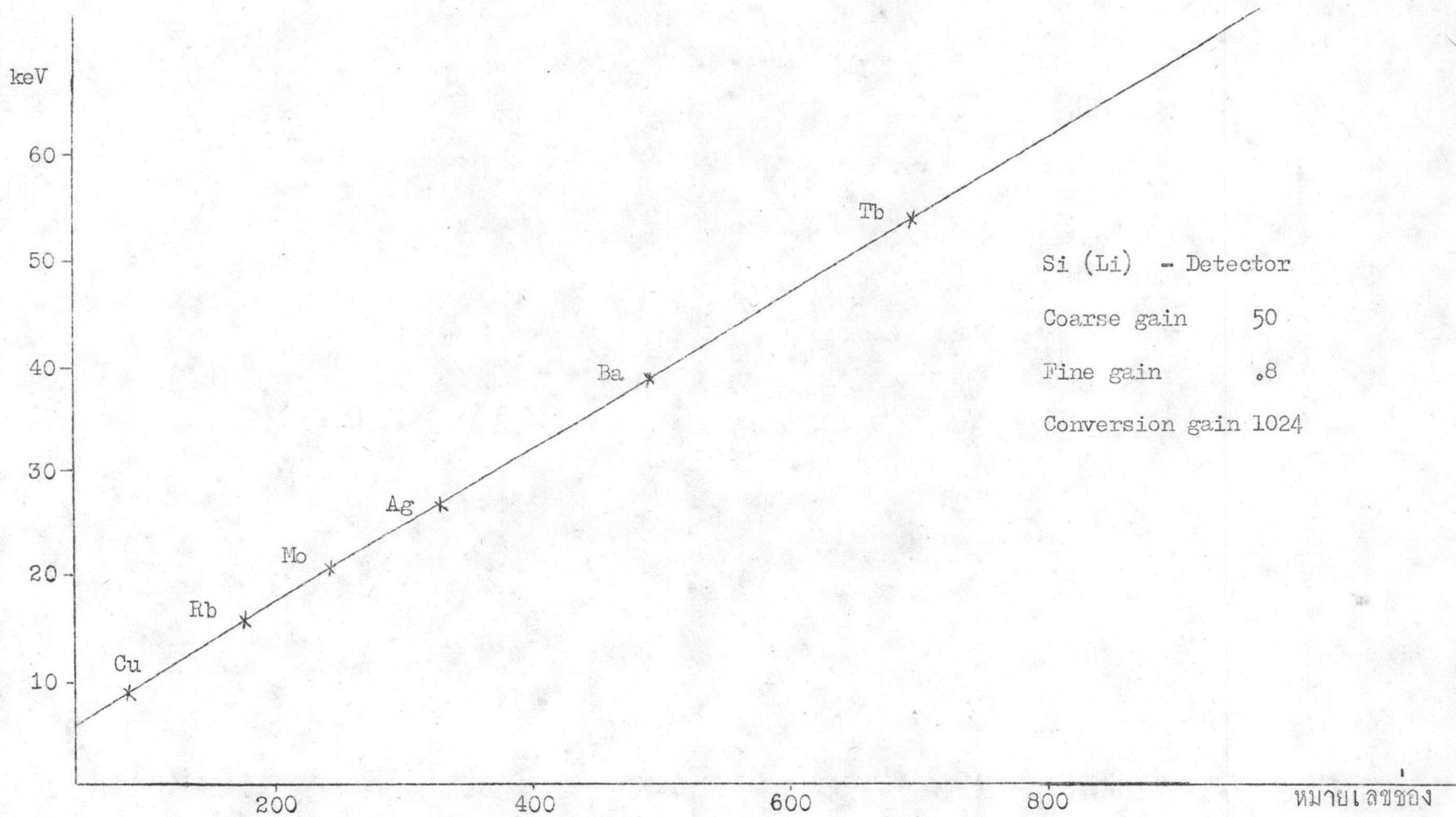
4.5.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ตะกอนของยูเรเนียมและแรมด์เจอร์ทสามารถวิเคราะห์ว่าเป็นตัวโคโดยใช้ต้นกำเนิดรังสีให้พลังงานเดียวกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X - ray) แล้ววัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวพร้อมทั้งบันทึกสเปกตรัมหาพลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวจากกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขของช่องเครื่องแยกวัดพลังงาน (Calibration curve) การได้มาซึ่งกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขของมีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

ก. จัดปรับเครื่องมือเพื่อให้สามารถวัดรังสีในช่วงพลังงาน 1 ถึง 100 keV ตามรายละเอียดดังนี้

High Voltage Supply	-- 1500 volts
fine gain	.8
Coarse gain	50
Conversion gain	1024

ข. จากการวัดค่าพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ปล่อยออกมาจากเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์มาตรฐานของธาตุ เงิน แบเรียม ทองแดง โมลิบดีนัม รูบิเดียม และ เทอร์เบียม จะได้กราฟมาตรฐานความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขของตำแหน่งยอดพีคของสเปกตรัมที่ปรากฏในเครื่องแยกวัดพลังงานดังแสดงในรูป 4.3



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของพลังงานรังสีเอกซ์กับหมายเลขของของเครื่องแยกวัดพลังงาน

เมื่อได้กราฟมาตรฐานความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานและหมายเลขช่องของเครื่องแยกวัดพลังงานแล้ว ก็ทำการวัดโดยบรรจุสารตัวอย่างในถ้วยพลาสติกสูง 1 เซนติเมตร แล้วนำมาวางไว้ ณ ตำแหน่งที่กำหนดดังแสดงในรูป 4.2 พร้อมทั้งจัดปรับเครื่องมือดังนี้

ปรับเครื่องวัด ณ ตำแหน่ง Fine gain .8, Coarse gain 50 ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์ในช่วงพลังงาน 4 - 100 keV โดยใช้ต้นกำเนิดรังสีคือเมริเซียม - 241 ทำการวัดตะกอนยูเรเนียมโดยใช้เวลา 1,000 วินาทีต่อตัวอย่างบันทึกอัตรานับด้วยเครื่องพิมพ์เฉพาะตรงพีคไว้เป็นข้อมูลเพื่อทำการคำนวณต่อไป

ข้อมูลที่ได้นำมาวิเคราะห์เชิงคุณภาพดังนี้

- ก. หาค่าแห่งยอดพีคในสเปกตรัม ซึ่งเป็นหมายเลขของที่มีอัตรานับสูงสุด
- ข. นำหมายเลขของยอดพีคที่ได้ไปอ่านค่าพลังงานจากตารางความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขช่อง
- ค. เมื่อทราบค่าพลังงานรังสีเอกซ์เรื่อของยูเรเนียมและแรม์เอิร์ทแล้ว จึงนำมาเปรียบเทียบกับพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของแรม์เอิร์ททั้งที่รวบรวมไว้ในตารางที่ 4.4⁽⁶⁾ โดยปกติจะพิจารณา K_{α_1} , K_{β_1} หรือ L_{α_1} , L_{β_1} เป็นอันดับแรก เนื่องจากมีปริมาณการเรื่อรังสี (intensity) สูง เมื่อรังสีเฉพาะตัวเหล่านี้ถูกรบกวน จึงจะพิจารณารังสีเอกซ์เฉพาะตัวอื่น ๆ ที่มีความแรงของการเรื่อรังสีรองลงมา เช่น K_{β_2} , K_{α_2} , L_{α_2} และอื่น ๆ

ตัวอย่างผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพดังปรากฏในตาราง 4.5

Atomic Number	Element	K series					L series							
		K _α	Kβ ₁	Kβ ₂	Kα ₁	Kα ₂	L _α	L _{β₁}	L _{β₂}	Lγ ₁	Lβ ₁	Lβ ₂	Lα ₁	Lα ₂
81	Antimony	30.493	30.387	29.723	26.357	26.109	4.697	4.381	4.132	4.347	4.100	3.843	3.605	3.525
82	Tellurium	31.809	31.698	30.993	27.471	27.200	4.938	4.613	4.341	4.570	4.301	4.029	3.769	3.758
83	Iodine	33.164	33.016	32.292	28.610	28.315	5.190	4.856	4.559	4.800	4.507	4.220	3.937	3.926
84	Xenon	34.579	34.446	33.644	29.802	29.485	5.452	5.104	4.782	5.036	4.720	4.422	4.111	4.098
85	Cesium	35.959	35.819	34.984	30.970	30.623	5.720	5.358	5.011	5.280	4.936	4.620	4.288	4.272
86	Barium	37.410	37.255	36.376	32.191	31.815	5.995	5.623	5.247	5.531	5.156	4.828	4.467	4.451
87	Lanthanum	38.931	38.778	37.799	33.440	33.033	6.283	5.894	5.489	5.789	5.384	5.043	4.651	4.635
88	Cerium	40.449	40.231	39.255	34.717	34.276	6.581	6.165	5.729	6.052	5.613	5.262	4.840	4.823
89	Praseodymium	41.998	41.772	40.746	36.023	35.548	6.848	6.443	5.968	6.322	5.850	5.489	5.034	5.014
90	Neodymium	43.571	43.293	42.269	37.359	36.845	7.144	6.727	6.215	6.602	6.090	5.722	5.230	5.208
91	Promethium	45.207	44.955	43.945	38.649	38.160	7.448	7.018	6.466	6.891	6.336	5.958	5.431	5.408
92	Samarium	46.846	46.553	45.400	40.124	39.523	7.754	7.291	6.721	7.180	6.587	6.208	5.636	5.609
93	Europium	48.515	48.241	47.027	41.529	40.877	8.069	7.624	6.983	7.478	6.842	6.456	5.846	5.816
94	Gadolinium	50.229	49.961	48.718	42.983	42.280	8.393	7.940	7.252	7.788	7.102	6.714	6.059	6.027
95	Terbium	51.998	51.737	50.391	44.470	43.737	8.724	8.258	7.519	8.104	7.368	6.979	6.275	6.241
96	Dysprosium	53.789	53.491	52.178	45.985	45.193	9.083	8.621	7.850	8.418	7.638	7.249	6.495	6.457
97	Holmium	55.615	55.292	53.934	47.528	46.686	9.411	8.920	8.074	8.748	7.912	7.528	6.720	6.680
98	Erbium	57.483	57.088	55.690	49.099	48.205	9.776	9.263	8.364	9.089	8.188	7.810	6.948	6.904
99	Thulium	59.335	58.969	57.576	50.730	49.762	10.144	9.628	8.652	9.424	8.472	8.103	7.181	7.135
100	Ytterbium	61.203	60.959	59.352	52.360	51.326	10.486	9.977	8.943	9.770	8.758	8.401	7.414	7.367
71	Lutecium	63.304	62.976	61.282	54.033	52.959	10.867	10.345	9.241	10.142	9.048	8.708	7.654	7.604
72	Hafnium	65.313	64.936	63.209	55.757	54.579	11.264	10.734	9.556	10.514	9.346	9.021	7.898	7.843
73	Tantalum	67.400	66.999	65.210	57.524	56.270	11.676	11.130	9.876	10.922	9.649	9.341	8.145	8.087
74	Tungsten	69.508	69.090	67.233	59.310	57.973	12.090	11.535	10.198	11.283	9.959	9.670	8.395	8.333
75	Rhenium	71.662	71.220	69.298	61.131	59.707	12.522	11.955	10.531	11.684	10.273	10.008	8.651	8.584
76	Osmium	73.860	73.393	71.404	62.991	61.477	12.965	12.383	10.869	12.094	10.596	10.354	8.910	8.840
77	Iridium	76.097	75.605	73.549	64.886	63.278	13.413	12.819	11.211	12.509	10.918	10.706	9.173	9.098
78	Platinum	78.379	77.866	75.736	66.820	65.111	13.873	13.268	11.559	12.939	11.249	11.069	9.441	9.360
79	Gold	80.713	80.185	77.963	68.794	66.980	14.353	13.733	11.919	13.379	11.582	11.439	9.711	9.625
80	Mercury	83.108	82.526	80.258	70.821	68.894	14.841	14.212	12.283	13.828	11.923	11.823	9.987	9.896
81	Thallium	85.517	84.904	82.558	72.860	70.820	15.346	14.697	12.657	14.258	12.268	12.210	10.266	10.170
82	Lead	88.001	87.343	84.922	74.957	72.794	15.870	15.207	13.044	14.762	12.620	12.611	10.549	10.448
83	Bismuth	90.621	89.833	87.335	77.097	74.805	16.393	15.716	13.424	15.244	12.977	13.021	10.836	10.729
84	Polonium	93.112	92.336	89.809	79.296	76.868	16.935	16.244	13.817	15.740	13.338	13.441	11.128	11.014
85	Astatine	95.740	94.976	92.319	81.525	78.956	17.490	16.784	14.215	16.248	13.705	13.873	11.424	11.304
86	Radon	98.418	97.616	94.877	83.800	81.680	18.059	17.337	14.618	16.768	14.077	14.316	11.724	11.597
87	Francium	101.147	100.305	97.483	86.119	83.243	18.638	17.904	15.028	17.301	14.459	14.770	12.029	11.894
88	Radium	103.927	103.048	100.136	88.485	85.446	19.233	18.481	15.442	17.845	14.839	15.233	12.338	12.194
89	Actinium	106.759	105.838	102.846	90.894	87.631	19.842	19.078	15.865	18.405	15.227	15.712	12.650	12.499
90	Thorium	109.630	109.671	105.592	93.334	89.942	20.460	19.688	16.296	18.977	15.620	16.200	12.968	12.803
91	Protactinium	112.581	111.575	108.408	95.651	92.271	21.102	20.311	16.731	19.559	16.022	16.700	13.291	13.120
92	Uranium	115.591	114.549	111.289	98.428	94.648	21.753	20.943	17.163	20.163	16.425	17.218	13.613	13.438
93	Neptunium	118.619	117.533	114.181	101.005	97.023	22.417	21.596	17.614	20.774	16.837	17.740	13.945	13.763
94	Plutonium	121.720	120.592	117.146	103.653	99.457	23.097	22.262	18.066	21.401	17.254	18.278	14.279	14.082
95	Americium	124.876	123.705	120.163	106.351	101.932	23.793	22.944	18.525	22.042	17.677	18.829	14.618	14.411
96	Curium	128.088	126.875	123.235	109.098	104.440	24.503	23.640	18.990	22.699	18.106	19.393	14.961	14.743
97	Berkelium	131.357	130.101	126.362	111.596	107.023	25.230	24.352	19.461	23.370	18.540	19.971	15.309	15.079
98	Californium	134.653	133.383	129.544	114.745	109.603	25.971	25.050	19.938	24.058	18.980	20.562	15.661	15.420
99		138.067	136.724	132.781	117.646	112.244	26.729	25.824	20.422	24.758	19.426	21.163	16.013	15.764
100		141.510	140.122	136.075	120.598	114.926	27.523	26.584	20.912	25.475	19.879	21.705	16.379	16.113

4. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100.

ตารางที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแร่ซีโนไทต์ตัวอย่างที่ X₁
เมื่อใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray

| Peak Channel | Energy keV | X - ray |
|--------------|------------|----------------------------------|
| 162 | 14.96 | Y K α_1 |
| 193 | 16.74 | Y K β_1 |
| 482 | 33.44 | La K α_1 |
| 504 | 34.72 | Ce K α_1 |
| 527 | 36.02 | Pr K α_1 |
| 550 | 37.36 | Nd K α_1 , La K β_1 |
| 584 | 39.26 | Ce K β_1 |
| 599 | 40.12 | Sm K α_1 , Ce K β_2 |
| 628 | 42.27 | Nd K β_1 |
| 635 | 42.98 | Gd K α_1 |
| 688 | 45.40 | Sm K β_1 |
| 699 | 45.96 | Dy K α_1 |
| 741 | 48.72 | Gd K β_1 |
| 755 | 49.10 | Er K α_1 |

4.5.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

การวิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบจำพวกออกไซด์ที่ประกอบอยู่ในตัวอย่างแร่ซีโนไทม์ โดยวิธีการเปรียบเทียบสัดส่วนโดยตรงของโพโตพิคที่สมนัยกันระหว่างสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ได้จัดเตรียมขึ้นมา โดยให้มีลักษณะใกล้เคียงกับสารตัวอย่างมากที่สุด เช่น ขนาดเม็ดสาร (Grain size) ปริมาณสารที่เป็นส่วนประกอบและน้ำหนัก เป็นต้น นอกจากนี้ยังต้องคำนึงถึงการกำหนดตำแหน่ง (Geometry) ของสารตัวอย่าง และสารมาตรฐานที่นำมาวัด ซึ่งจะต้องจัดวางให้อยู่ในตำแหน่งเดียวกัน รวมทั้งตำแหน่งของต้นกำเนิดรังสีและหัววัดรังสีจะต้องคงที่อีกด้วย

การวิเคราะห์เชิงปริมาณเป็นการกระทำต่อเนื่องจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เมื่อทราบว่าพิคที่ปรากฏในสเปกตรัมนั้นแสดงชนิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุใด ๆ แล้วลำดับต่อไปคือการเลือกพิคที่เหมาะสมที่สุดที่จะนำมาใช้ในการคำนวณ โดยมีหลักการพิจารณา ดังนี้

ก. เลือกพิคของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิดที่มีอัตราการส่งออก (Yield) สูงสุดเมื่อเทียบกับพิคอื่น ๆ ของธาตุเดียวกัน ปกติรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุชนิด K_{α_1} จะถูกส่งออกมาในอัตราสูงสุด รองลงมาได้แก่ K_{β_1} , K_{β_2} , K_{α_2} ตามลำดับ ถ้าเป็นธาตุหนักที่สามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิด L ก็จะมีอัตราการส่งออกของรังสีชนิด L_{α_1} สูงสุด ส่วน L_{β_1} , L_{β_2} และอื่น ๆ ในอัตรารองลงมาตามลำดับ

ข. ในกรณีพิคสูงสุดที่เลือกไว้ (K_{α_1}) มีการรบกวนเนื่องจากการทับซ้อน (interference) ของพิครังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุอื่น ๆ (มักจะเป็น K_{β_1} หรือ K_{β_2}) ที่มีขนาดพลังงานเท่ากันหรือใกล้เคียงกัน ซึ่งเครื่องวัดไม่สามารถแยกได้ ให้เอาจำนวนนับของ K_{β_1} หรือ K_{β_2} ของพิคของธาตุที่กวไปลบออกจากจำนวนนับของ K_{α_1} ของธาตุที่จะวิเคราะห์ สำหรับอัตราการนับของ K_{β} ของธาตุที่กวานั้น หาได้เมื่อทราบค่าการนับของ K_{α_1} ของธาตุที่กวในสารตัวอย่าง และอัตราส่วนตามทฤษฎีระหว่าง K_{α_1} ต่อ K_{β} ของธาตุนั้น

ตารางที่ 4.6 แสดงพีครังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ใช้ในการคำนวณ



| ธาตุ | ชนิดรังสีเอกซ์ | พลังงาน keV |
|--------------|---|---------------------|
| Yttrium | K α_1 | 14.96 |
| Lanthanum | K α_1 | 33.44 |
| Cerium | K α_1 | 34.72 |
| Praseodymium | K α_1 | 36.02 |
| Neodymium | K α_1 - K β_1 La | 37.36, 37.80 |
| Samarium | K α_1 - K $\beta_1 + \beta_2$ Ce | 40.12, 39.28, 49.23 |
| Gadolinium | K α_1 - K $\beta_1 + \beta_2$ Nd | 42.98, 42.27, 43.30 |
| Dysprosium | K α_1 - K $\beta_1 + \beta_2$ Sm | 45.99, 45.40, 46.55 |
| Erbium | K α_1 - K $\beta_1 + \beta_2$ Gd | 49.10, 48.72, 49.96 |

การคำนวณหาพื้นที่ใต้พีค โดยใช้สูตรของโคเวลล์⁽⁷⁾ (Covell's Formular of total peak area) เพื่อคำนวณอัตรานับของพีคดังนี้

$$A = \sum_{i=n}^r a_i - (a_n + a_r) (r - n + 1) / 2$$

โดยกำหนดให้

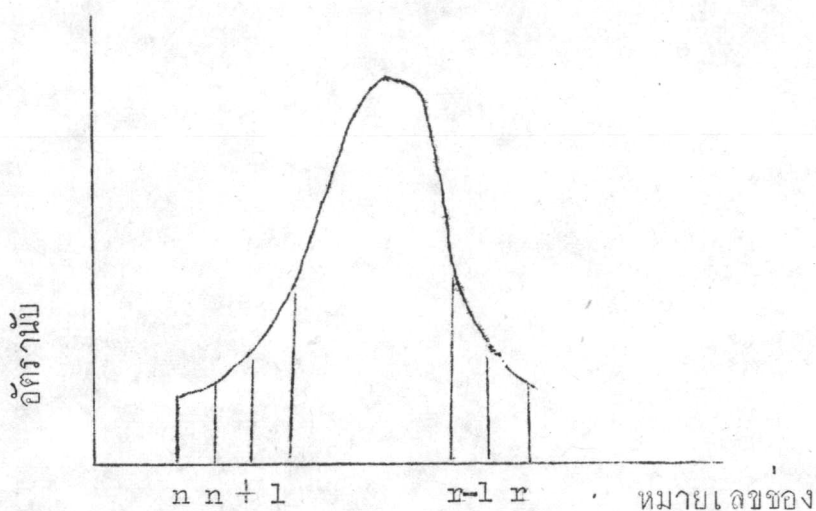
A = พื้นที่ใต้พีคที่ต้องการซึ่งแสดงผลรวมของอัตรานับจริง

a_i = อัตรานับที่ของหมายเลข i

a_n = อัตรานับที่ของหมายเลข n

a_r = อัตรานับที่ของหมายเลข r

i, n, r = หมายเลขของที่ i, n, r ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 แสดง Pulse Height Analysis ของสเปกตรัมรังสีเอกซ์

จากอัตรานับที่แท้จริงของสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง สามารถคำนวณหาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างได้จากสูตร

$$W = W_s \cdot \frac{A}{A_s}$$

โดยกำหนด

W = น้ำหนักหรือปริมาณร้อยละของธาตุในสารตัวอย่าง

W_s = น้ำหนักหรือปริมาณร้อยละของธาตุมาตรฐาน

A = อัตรานับที่พีคของสารตัวอย่าง

A_s = อัตรานับที่พีคของสารมาตรฐาน

อย่างไรก็ตาม การวิเคราะห์เชิงปริมาณจากการวัดการเรืองรังสีเอกซ์ ยังอาจมีความผิดพลาดจากความจริงอยู่มากเพราะไม่อาจเตรียมสารมาตรฐานให้เหมือนกับสารตัวอย่างได้

4.6 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณโดยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน

เนื่องจากในการวิเคราะห์แบบการเรืองรังสีเอกซ์นั้น หากจะให้ค่าที่ถูกต้องก็

ต้องศึกษา Matrix Effects ให้ดีก่อน ซึ่งแต่ละตัวอย่างก็แตกต่างกันไป สำหรับ ยูเรเนียมและธอเรียม นั้น เนื่องจากไอโซโทปจากปฏิกิริยา (n, α) เป็นไอโซโทป ที่มีครึ่งชีวิตสะดวกต่อการวิเคราะห์และยังให้แกมมาพีคซึ่งไม่ถูกรบกวนโดยไอโซโทปรังสีอื่น ๆ จึงได้เลือกวิเคราะห์ธาตุทั้งคู่ด้วยวิธีแอกติเวชัน

4.6.1 การอาบนิวตรอน (Neutron Activation)

นำถุงพลาสติกซึ่งบรรจุสารตัวอย่างหนักประมาณ 50 มิลลิกรัมและสารมาตรฐานธอเรียมออกไซด์ประมาณ 5 มิลลิกรัม และสารมาตรฐานยูเรเนียมออกไซด์ประมาณ 3 มิลลิกรัม บรรจุในขวดพลาสติกชนิดแข็งที่เรียกว่าแรบบิท (Rabbit) ซึ่งเป็นขวดพลาสติกที่ใช้ในการอาบนิวตรอนแบบระบบท่อลม (pneumatic) โดยเฉพาะ แล้วตั้งเวลาอาบ 2 นาที โดยระบบอัตโนมัติ บันทึกเวลาที่แรบบิทออกจากเครื่องปฏิกรณ์เพื่อนำไปคำนวณหาปริมาณรังสีต่อไป

4.6.2 การจัดเครื่องวัดรังสีแกมมาแบบ HpGe

ตั้งเครื่องมือ ดังรูป 4.2 เปลี่ยนหัววัดเป็นแบบ HpGe

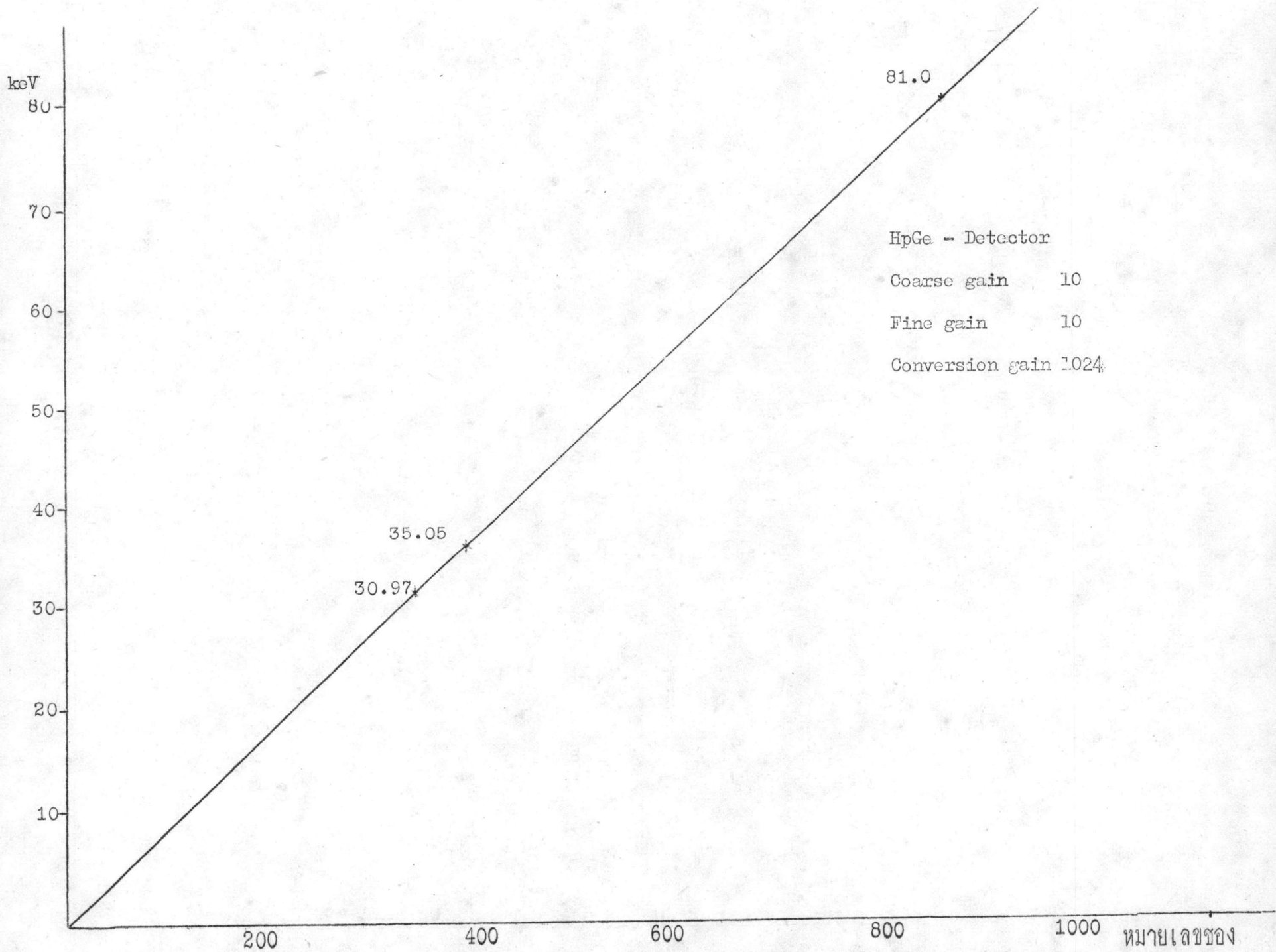
4.6.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ จัดปรับเครื่องวัดรังสีแบบ HpGe เพื่อให้สามารถวัดพลังงานช่วง 15 keV ถึง 100 keV ตามรายละเอียดดังนี้

| | |
|---------------------------|-------------|
| High Voltage Power Supply | - 950 volts |
| Coarse gain | 10 |
| Fine gain | 10 |
| Conversion gain | 1024 |

นำถุงพลาสติกที่บรรจุสารตัวอย่างที่ต้องการวัดรังสีวางดังรูปที่ 4.2 ทำการวัดสารแต่ละตัวโดยใช้เวลา 100 วินาที บันทึกอัตราการนับ (Count rate) ด้วยเครื่องพีคเฉพาะช่วงที่เป็นพีค (Peak) ของยูเรเนียมและธอเรียม หาพลังงานของพีคโดยดูจากกราฟมาตรฐาน ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขของ ตำแหน่งยอดพีค ดังรูปที่ 4.5 เมื่อทราบพลังงานของพีคแล้วอาจจะหาได้ว่าพีคนั้น เป็นของธาตุอะไร โดยเทียบกับสเปกตรัมพลังงานของสารมาตรฐาน

ตารางที่ 4.7 แสดงไอโซโทปรังสีของยูเรเนียมและทอเรียมพลังงานแกมมา
และครึ่งชีวิต

| Element | Radionuclide | Half - life | Principal gamma rays peak (keV) |
|---------|--------------|-------------|---------------------------------|
| Thorium | Th - 233 | 22.3 m | 29 |
| Uranium | U - 239 | 23.5 m | 75 |



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของพลังงานแกมมากับหมายเลขของของเครื่องแยกวัดพลังงาน

4.6.4 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

เมื่อทราบจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพแล้ว นำมาวิเคราะห์หาปริมาณ โดยเปรียบเทียบจำนวนนับที่ยอดฟิคของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทราบน้ำหนักแน่นอน คำนวณหาจำนวนนับของฟิคตามตอนที่ 4.5.2 จากอัตรานับของฟิคของสารตัวอย่างและ สารมาตรฐาน นำมาคำนวณหาอัตรานับที่แท้จริงขณะที่ออกมาจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูได้จากสูตร (8)

$$A = A_0 e^{-\lambda t}$$

A = ความแรงของรังสีที่เวลา t
 A_0 = ความแรงของรังสีที่ออกมาจากเครื่องปฏิกรณ์
 t = เวลาสลายตัวก่อนการนับ (decay time)
 = ค่าคงที่ของการสลายตัว
 = $\frac{.693}{\text{ครึ่งชีวิต}}$

เมื่อได้อัตรานับที่แท้จริงแล้วนำไปคำนวณหาปริมาณตามตอนที่ 4.5.2