



การทดลอง

การทดลองวิเคราะห์แรมอนาไซท์โดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์แบ่งออกเป็น
ตามชั้น คือ

- 4.1 การจัดตั้งเครื่องมือทดลอง
- 4.2 การเตรียมสารมาตรฐาน
- 4.3 การวิเคราะห์แรมอนาไซท์
 - 4.3.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ
 - 4.3.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

4.1 การจัดตั้งเครื่องมือทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ใช้ในการทดลองมีส่วนประกอบสำคัญสามส่วน คือ
ต้นกำเนิดรังสี, สารตัวอย่างและเครื่องวัดรังสี ดังไคกล่าวในบทที่ 3 การออกแบบและ
จัดวางตำแหน่งของอุปกรณ์ทดลอง คำนึงถึง

1. อัตรานับจริง (True count rates) ของรังสีเอกซ์เรืองต้องมีจำนวน
สูง โดยมีผลเนื่องจากการเสริมของแบคกราวนด์น้อยที่สุด
2. ความสะดวกเพื่อทำให้การปฏิบัติงานดำเนินไปโดยรวดเร็ว
3. ความปลอดภัยของผู้ปฏิบัติการจากรังสีและอุปกรณ์ทดลอง

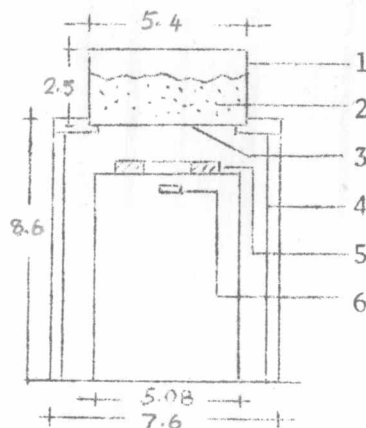
รังสีจากสิ่งแวดล้อม (Background)

รังสีจากสิ่งแวดล้อมที่เพิ่มขึ้นในการทดลองแต่ละครั้ง เพื่อมาจาก

- ก. รังสีที่มีอยู่ในธรรมชาติวิ่งเข้าสู่หัววัดโดยตรง
- ข. รังสีจากต้นกำเนิดที่ใช้วิ่งผ่านเครื่องกำบังเข้าสู่หัววัด

- ค. รังสีที่เกิดจากการสะท้อนกลับของรังสีต้นกำเนิด เมื่อกระทบกับวัตถุที่อยู่โดยรอบ เช่น ที่ใส่สารตัวอย่างและที่วางสารตัวอย่าง เป็นต้น
- ง. Noise pulses อันเนื่องมาจากหัววัดและภาคขยาย

จากการทดลองโดยการแปรค่าระยะห่างของต้นกำเนิดรังสีกับสารตัวอย่าง โดยคำนึงถึงหลักสามประการดังกล่าว ได้ผลการจัดตั้งอุปกรณ์ทดลองที่ได้ผลดีดังแสดงในรูปที่ 4.1 ซึ่งประกอบด้วยสำหรับบรรจุสำหรับสารตัวอย่างพลาสติก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5.4 ซม. สูง 2.5 ซม. คานกลางสำหรับรับรังสีเป็นแผ่นไมลาร์ หรือ กระดาษแก้ว หรือ แผ่น Polypropylene film ซึ่งสามารถเปลี่ยนได้ทุกครั้งที่มีการเปลี่ยนสารตัวอย่าง แผ่นไมลาร์ หรือ แผ่นกระดาษแก้วมีคุณสมบัติเป็นสารอินทรีย์ชนิดบางมาก มีผลต่อการดูดกลืนรังสีเอกซ์น้อยที่สุด มีความเหนียวพอประมาณซึ่งสามารถรองรับน้ำหนักสารตัวอย่างได้ไม่น้อยกว่า 50 กรัม ที่ตั้งสารตัวอย่างเป็นทรงกระบอกเหล็ก ผสมมีความหนา 0.4 ซม. สูง 8.6 ซม. เส้นผ่าศูนย์กลางรอบนอก 7.6 ซม. คานบนส่วนที่รองรับด้วยใส่สารตัวอย่างเป็นอลูมิเนียมบริสุทธิ์ ต้นกำเนิดรังสีลักษณะเป็นรูปวงแหวน มีเส้นผ่าศูนย์กลางรอบนอก 3.8 ซม. เส้นผ่าศูนย์กลางวงใน 2.2 ซม. ความหนา 0.65 ซม. วางบนหัววัดรังสีซึ่งมีหน้าตาทางเบอร์ลิเดียม .025 มม. เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.8 ซม. และระยะจากหน้าตาทางถึงผลึกซิลิกอน 7 มม.



1. ถ้วยใส่สารตัวอย่าง
2. สารตัวอย่าง
3. แผ่นกระดาษแก้ว
4. ที่ตั้งสารตัวอย่าง
5. ต้นกำเนิดรังสี
6. ผลึกซิลิกอน

รูปที่ 4.1 แสดงภาคตัดขวางการติดตั้งเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์แร่โมนาไซต์

4.2 การเตรียมสารมาตรฐาน

การเตรียมสารสำหรับเป็นมาตรฐานอ้างอิงของแร่โมนาไซต์ โดยการศึกษาข้อมูลจากหนังสืออ้างอิง ซึ่งได้แสดงส่วนประกอบของสารในแร่โมนาไซต์ในบริเวณประเทศมาเลเซียซึ่งมีอาณาเขตติดต่อกับภาคใต้ของประเทศไทย ดังนี้

ส่วนประกอบ	ประมาณร้อยละ
ThO ₂	03.4 - 08.4
Ce ₂ O ₃	24.5 - 33.7
P ₂ O ₅	23.7 - 27.9
SiO ₂	00.9 - 02.2
Al ₂ O ₃	00.05 - 00.8
(La, Di) ₂ O ₃	30.3 - 35.5
Fe ₂ O ₃	00.4 - 02.8
CaO	00.2 - 00.9
H ₂ O	00.5 - 01.5

ตารางที่ 4.1¹ แสดงปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของสารที่ประกอบอยู่ในแร่โมนาไซต์บริเวณประเทศมาเลเซีย

¹F. L. Cuthbert, Thorium Production Technology, (Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1958), p. 3.

ข้อมูลจากตารางที่ 4.1 ได้นำมากำหนดสารมาตรฐาน โดยการผสมสารเคมี ออกไซด์ ซึ่งมีลักษณะเป็นผงละเอียด โดยกำหนดน้ำหนักรวม 20 กรัม ดังนี้

ตารางที่ 4.2 แสดงส่วนประกอบของสารมาตรฐานสำหรับแร่โมนาไซต์

ส่วนประกอบ	ปริมาณร้อยละ	น้ำหนัก (กรัม)
ZrO ₂	0.25	0.05
Eu ₂ O ₃	0.35	0.07
SnO ₂	0.35	0.07
Er ₂ O ₃	0.35	0.07
Sm ₂ O ₃	0.35	0.07
Dy ₂ O ₃	0.55	0.07
Al ₂ O ₃	0.50	0.10
CaCO ₃	0.50	0.10
Pr ₂ O ₃	1.00	0.20
Fe ₂ O ₃	1.50	0.30
Gd ₂ O ₃	1.50	0.30
TaO ₂	1.50	0.30
Nb ₂ O ₅	1.50	0.30
Y ₂ O ₅	1.50	0.30
SiO ₂	2.00	0.40
MnO ₂	3.00	0.60
TiO ₂	3.00	0.60
Nd ₂ O ₃	3.50	0.70
ThO ₂	5.00	1.00
La ₂ O ₃	15.00	3.00
S	27.00	5.40
Ce ₂ O ₃	30.00	6.00
รวม	100.00	20.00

4.3.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

การวิเคราะห์เพื่อหาชนิดของธาตุที่เป็นส่วนประกอบอยู่ในตัวอย่างแร่โมนาไซต์ มีขั้นตอนสำหรับการปฏิบัติ ดังนี้คือ

1. จัดปรับเครื่องมือเพื่อให้สามารถวัดรังสีเอกซ์ในช่วงพลังงาน 1-100 keV
2. กระจกนสารเคมีบริสุทธิ์ที่มีค่าพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัว
3. ทำกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบพลังงานกับหมายเลขของของเครื่องแยกวัดพลังงาน
4. กระจกนตัวอย่างแร่โมนาไซต์ พร้อมทั้งบันทึกสเปกตรัมรังสีเอกซ์เรือง
5. วิเคราะห์ชนิดของธาตุโดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานในข้อ 4.2

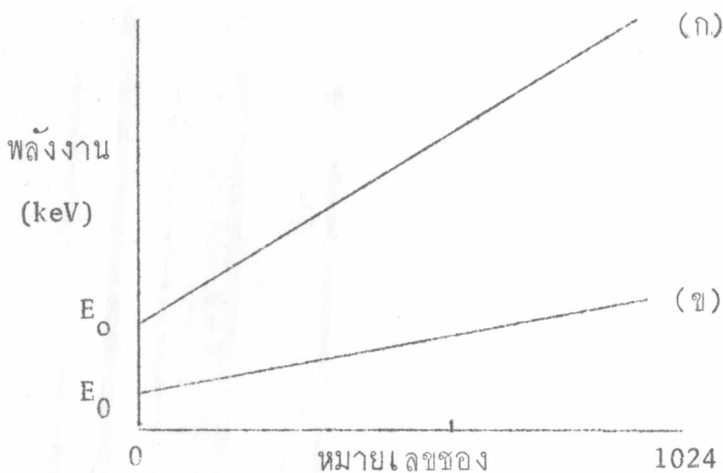
การทำกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบพลังงานกับหมายเลขของ

(ก) การจัดปรับเครื่องมือเพื่อให้สามารถวัดรังสีเอกซ์ในช่วงพลังงานตั้งแต่ 1 ถึง 100 keV กำหนดดังนี้ คือ

High voltage supply	-1500 Volts
Fine gain	1.5 หรือ 0.85
Coarse gain	50 หรือ 20
Conversion gain	1024
Upper level discriminator	4.00
Lower level discriminator	1.00
Fine Zero adjustment	10.00

(ข) การกระจกนสารเคมีบริสุทธิ์ที่มีค่าพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวดังแสดงในตารางที่ 2.1 จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่ถูกกระจกนกับหมายเลขของตำแหน่งยอดคี่คของสเปกตรัมที่ปรากฏอยู่ในเครื่องแยกวัดพลังงานดังแสดงในรูปที่ 4.2

รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของพลังงานรังสีเอกซ์กับหมายเลขของ
 ของเครื่องแยกวัดพลังงานชนิด 1024 ช่อง
 ก) เมื่อใช้ Coarse Gain 20
 ข) เมื่อใช้ Coarse Gain 50



(ค) จากรูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างหมายเลขของเครื่องวัด
 กับพลังงานรังสีเอกซ์ในหน่วย keV แสดงในรูปของสมการเส้นตรงได้ดังนี้ คือ

$$E_c = E_o + E \cdot C \quad (4.1)$$

โดยกำหนดให้

$$E_c = \text{พลังงานรังสีเอกซ์หน่วย keV ในช่องหมายเลข } C$$

$$E_o = \text{" " " " 0}$$

ซึ่งจะเป็นขีดต่ำสุดของพลังงานที่เครื่องวัดสามารถวัดได้

$$C = \text{หมายเลขของของเครื่องวัดรังสีซึ่งมีตั้งแต่ 1 ถึง 1024 ช่อง}$$

$$E = \text{ค่าคงตัวจากความชันของเส้นตรงหรือความสามารถแยกวัดพลังงานรังสีเอกซ์ในแต่ละช่อง หน่วย keV/ Channel}$$

การวัด

นำสารตัวอย่างแรมโมนาไซต์ที่เตรียมไว้มาทำการวัด ณ ตำแหน่งที่กำหนดซึ่งได้ทำการทดลองไว้แล้วดังปรากฏในรูปที่ 4.1 พร้อมทั้งจัดปรับเครื่องมือและอุปกรณ์ทดลองดังนี้

ก) ปรับเครื่องวัด ณ ตำแหน่ง Fine gain 1.5, Coarse gain 20 ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์พลังงานในช่วง 4-60 keV โดยใช้กับต้นกำเนิดรังสีอмериเซียม-241, โพรมีเซียม-147/อคูมิเนียม และ ซีเลียม-170 ซึ่งเป็นต้นกำเนิดรังสีพลังงานสูง

ข) ปรับเครื่องวัด ณ ตำแหน่ง Fine gain 1.5, Coarse gain 50 ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์พลังงานในช่วง 1.5 - 22keV โดยใช้ต้นกำเนิดรังสีอмериเซียม-241, โพรมีเซียม-147/อคูมิเนียม และ พลูโตเนียม-238

ทำการวัดสารตัวอย่างโดยใช้เวลาวัดตัวอย่างละ 400 วินาที บันทึกอัตรานับด้วยเครื่องพิมพ์ (และบันทึกสเปกตรัมรังสีเรื่อของสารตัวอย่างด้วย Plotter) เก็บไว้เป็นข้อมูลเพื่อทำการวิเคราะห์ในลำดับต่อไป

การแปลผล

นำข้อมูลที่ไ้จากการทดลองมาทำการวิเคราะห์ทางคุณภาพโดยวิธีการดังต่อไปนี้

ก) หาตำแหน่งยอดพีคในสเปกตรัมจากข้อมูลที่ไ้ซึ่งจะเป็นหมายเลขของที่มีจำนวนตัวเลขอัตรานับ (count rates) สูงสุดในแต่ละพีค

ข) นำหมายเลขของยอดพีคที่ไ้ไปอ่านค่าพลังงานจากกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบหรือโดยการคำนวณจากสมการ (4.1) ดังกล่าว

ค) เมื่อทราบค่าพลังงานรังสีเอกซ์เรื่อของสารตัวอย่างดังกล่าวแล้ว จึงนำมาเทียบกับพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวดังแสดงในตารางที่ 2.2 โดยการพิจารณาจากพลังงาน-

รังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุชนิด $K\alpha_1$, $K\beta_1$ หรือ $L\alpha_1$, $L\beta_1$
เป็นอันดับแรก

เพราะจะมีปริมาณการส่งออกของรังสีเรือง (Fluorescent yield) ต่ำยิ่งกว่า
แล้วจึงพิจารณารังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิดอื่นรองลงมาเช่น $K\alpha_2$, $K\beta_2$, $L\gamma_1$ และอื่นๆ
ตัวอย่างผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพดังปรากฏในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพแฟรโมนาไซต์ ตัวอย่างที่

ก) เมื่อใช้ต้นกำเนิดรังสีโปรมีเทียม-147/อลูมิเนียม กำหนด Gain 20.

ข) " " " Gain 50

Peak channel	(keV) Energy	X-Ray	Peak channel	(keV) Energy	X-Ray
13	8.145	Ta. $L\alpha_1$	252	6.403	Fe. $K\alpha_1$
28	9.341	Ta. $L\beta_1$	278	6.930	Fe. $K\beta_2$
51	10.892	Ta. $L\gamma_1$	340	8.145	Ta. $L\alpha_1$
74	12.966	Th. $L\alpha_1$	402	9.341	Ta. $L\beta_1$
100	14.957	Y. $K\alpha_1$	479	10.893	Ta. $L\gamma_1$
118	16.200	Th. $L\beta_1$, Y. $K\beta_1$	584	12.966	Th. $L\alpha_1$
150	18.977	Th. $L\gamma_1$	722	15.620	Th. $L\beta_2$
232	25.270	Sn. $K\alpha_1$	748	16.200	Th. $L\beta_1$
273	28.483	Sn. $K\beta_1$	894	18.977	Th. $L\gamma_1$
335	33.440	La. $K\alpha_1$	670	14.57	Y. $K\alpha_1$
352	34.717	Ce. $K\alpha_1$	774	16.614	Mb. $K\alpha_1$
369	36.023	Pr. $K\alpha_1$	882	18.621	Nb. $K\beta_1$
391	37.359	Nd. $K\alpha_1$, La. $K\beta_1$			
409	39.255	Ce. $K\beta_1$			
448	42.269	Nd. $K\alpha_1$			
458	42.983	Gd. $K\alpha_1$			
487	45.985	Dy. $K\beta_1$			
520	48.718	Gd. $K\beta_1$			
592	52.178	Dy. $K\alpha_1$			
644	57.524	Ta. $K\alpha_1$			
764	65.210	Ta. $K\beta_1$			

4.3.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

การวิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบจำพวกออกไซด์ที่ประกอบอยู่ในตัวอย่างแร่โมนาไซต์โดยวิธีการเปรียบเทียบสัดส่วนโดยตรงของโพโตพีคที่สมนัยกันระหว่างสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ได้จัดเตรียมขึ้นมาโดยให้มีลักษณะใกล้เคียงกับสารตัวอย่างมากที่สุด เช่น ขนาดเม็ดสาร (Grain size) ปริมาณสารที่เป็นส่วนประกอบและน้ำหนัก เป็นต้น นอกจากนี้ยังต้องคำนึงถึงการกำหนดตำแหน่ง (Geometry) ของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานที่นำมาวัด ซึ่งจะต้องจัดวางให้อยู่ในตำแหน่งเดียวกัน รวมทั้งตำแหน่งของตลับกำเนิดรังสีและหัววัดรังสีจะต้องคงที่อีกด้วย

การวัด

กำหนดให้การจัดปรับเครื่องวัดในเงื่อนไขเช่นเดียวกับที่กำหนดไว้ในบททดลองวิเคราะห์เชิงคุณภาพทุกประการ เวลาที่ใช้ในการวัดสารตัวอย่างและสารมาตรฐานกำหนดครั้งละ 1000 วินาทีเท่ากัน ทำการบันทึกอัตรานับและสเปกตรัมที่ปรากฏเป็นข้อมูลในการวิเคราะห์หาปริมาณดังแสดงในรูปที่ 4.4 และรูปที่ 4.5

การวิเคราะห์

การวิเคราะห์เชิงปริมาณเป็นการกระทำต่อเนื่องจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เมื่อทราบว่าพีคที่ปรากฏในสเปกตรัมนั้นแสดงชนิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุใดๆ แล้วลำดับต่อไปคือการเลือกพีคที่เหมาะสมที่สุดที่จะนำมาใช้ในการคำนวณโดยมีหลักการพิจารณาดังต่อไปนี้ คือ

ก) เลือกพีคของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิดที่มีอัตราการส่งออก (Yield) สูงสุดเมื่อเทียบกับพีคอื่นของธาตุเดียวกัน ตามปกติรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุชนิด $K_{\alpha 1}$ จะถูกส่งออกมาในอัตราสูงสุด รองลงมาได้แก่ $K_{\beta 1}$, $K_{\beta 2}$, $K_{\alpha 2}$ ตามลำดับหรือถ้าเป็นธาตุหนักที่สามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิด L ก็จะมีอัตราการส่งออกของรังสีชนิด $L_{\alpha 1}$ สูงสุด ส่วน $L_{\beta 1}$, $L_{\gamma 1}$ และอื่นๆ ในอัตรารองลงมาตามลำดับ

ข) ในกรณีที่มีผลสูงสุดที่เลือกไว้ไม่มีการรบกวนเนื่องจากการทับซ้อน (Interference) ของพีครังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุอื่นที่มีขนาดพลังงานเท่ากันหรือใกล้เคียงกันซึ่งเครื่องวัดไม่สามารถแยกวัดได้ ต้องทำการพิจารณาพีคอื่นที่ไม่ถูกรบกวนและมีปริมาณการส่งออกของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวรองลงมาคือชนิด $K\beta_1$, $K\beta_2$ และ $K\alpha_2$ หรือ $L\beta_1$, $L\gamma_1$ ตามลำดับ

ตารางที่ 4.4 แสดงพีคของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ใช้ในการคำนวณ

ธาตุ	ชนิดรังสีเอกซ์	พลังงาน (keV)
Yttrium	$K\alpha_1$	14.957
Niobium	$K\alpha_1$	16.614
Tin	$K\alpha_1$	25.270
Lanthanum	$K\alpha_1$	33.440
Cerium	$K\alpha$	34.717
Prasyodymium	$K\alpha_1$	36.023
Neodymium	$K\beta_1$	42.209
Samarium	$K\alpha_1$	40.124
Gadolinium	$K\alpha_1$	42.983
Dysprosium	$K\beta_1$	52.178
Tantalum	$L\beta_1$	9.341
Thorium	$L\alpha_1$	12.966

การคำนวณหาพื้นที่ใต้พีค โดยใช้สูตรของโคเวล (Covell formular of total peak area) ดังนี้ คือ

$$A = \sum_{i=h}^{i=r} a_i - (a_h + a_r)(r - h + 1)/2 \quad (4.2)$$

โดยกำหนดให้

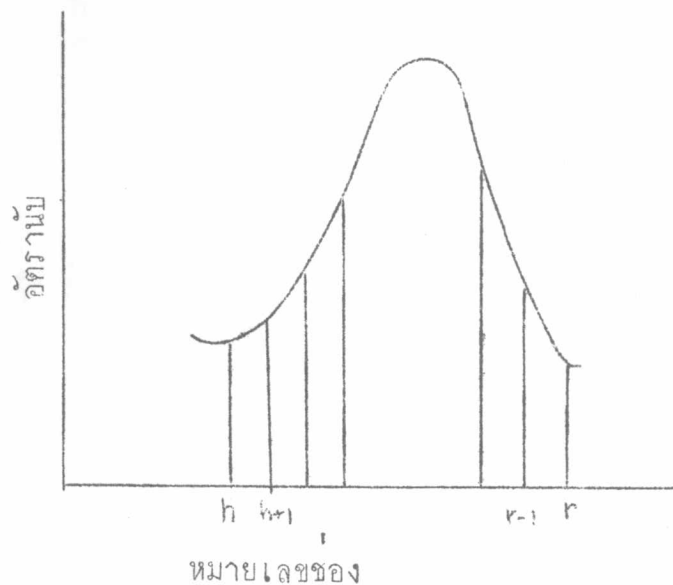
$A =$ พื้นที่ใต้พีคที่ต้องการซึ่งแสดงผลรวมของอัตรานับจริง

$a_i =$ อัตรานับของหมายเลข i

$a_h =$ " " h

$a_r =$ " " r

$i, h, r =$ หมายเลขของที่ i, h และ r ตามลำดับ



รูปที่ 4.3 แสดง Pulse Height Analysis ของสเปกตรัมรังสีเอกซ์

การคำนวณหาปริมาณธาตุ

ปริมาณของธาตุที่ประกอบอยู่ในแร่โมนาไซต์สามารถวิเคราะห์ได้โดยการคำนวณเปรียบเทียบที่ทราบอัตราส่วนหรือปริมาณน้ำหนัก โดยใช้พื้นที่ภายใต้พีคที่สมนัยระหว่างสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ได้เลือกไว้แล้วดังสมการต่อไปนี้

$$W = W_S \cdot \frac{A}{A_S} \quad (4.3)$$

โดยกำหนด

$$\begin{aligned} W &= \text{อัตราส่วนน้ำหนักหรือปริมาณร้อยละของธาตุในสารตัวอย่างที่จะหา} \\ W_S &= \text{มาตรฐาน} \\ A &= \text{พื้นที่ใต้พีคในสารตัวอย่าง} \\ A_S &= \text{มาตรฐาน} \end{aligned}$$

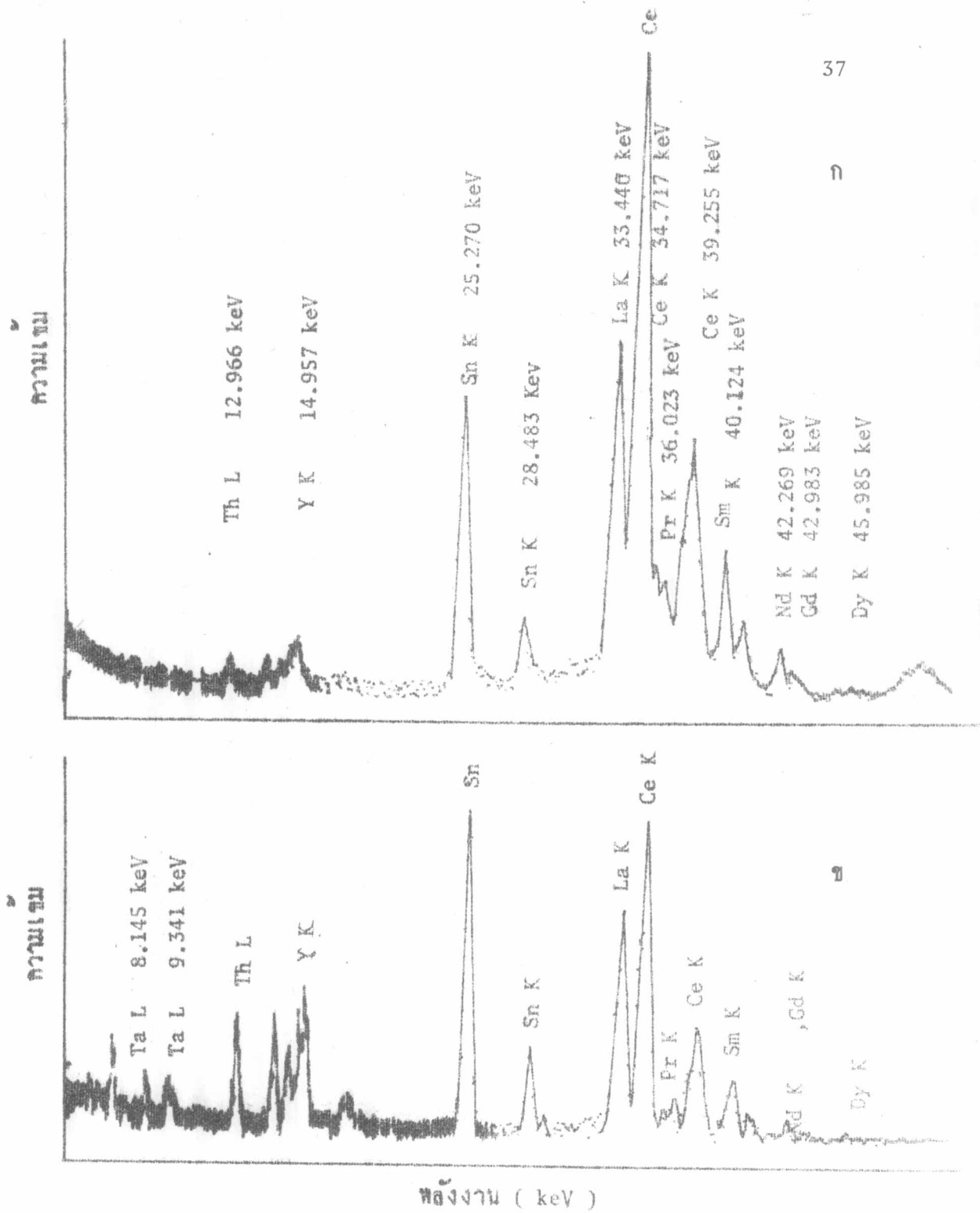
สถิติที่ใช้ในการทดลอง

จากการทดลองวัดสารตัวอย่าง ตัวอย่างละ 4 ครั้ง นำผลการวิเคราะห์ของแต่ละครั้งมาหาความผิดพลาดโดยเฉพาะในคอนวิเคราะห์เชิงปริมาณนั้นหาความเบี่ยงเบนมาตรฐานดังนี้

$$\begin{aligned} \text{กำหนดให้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์} & X = f(x_1, x_2, x_3, x_4) \\ \text{ค่าที่เบี่ยงเบน} & \sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}} \end{aligned}$$

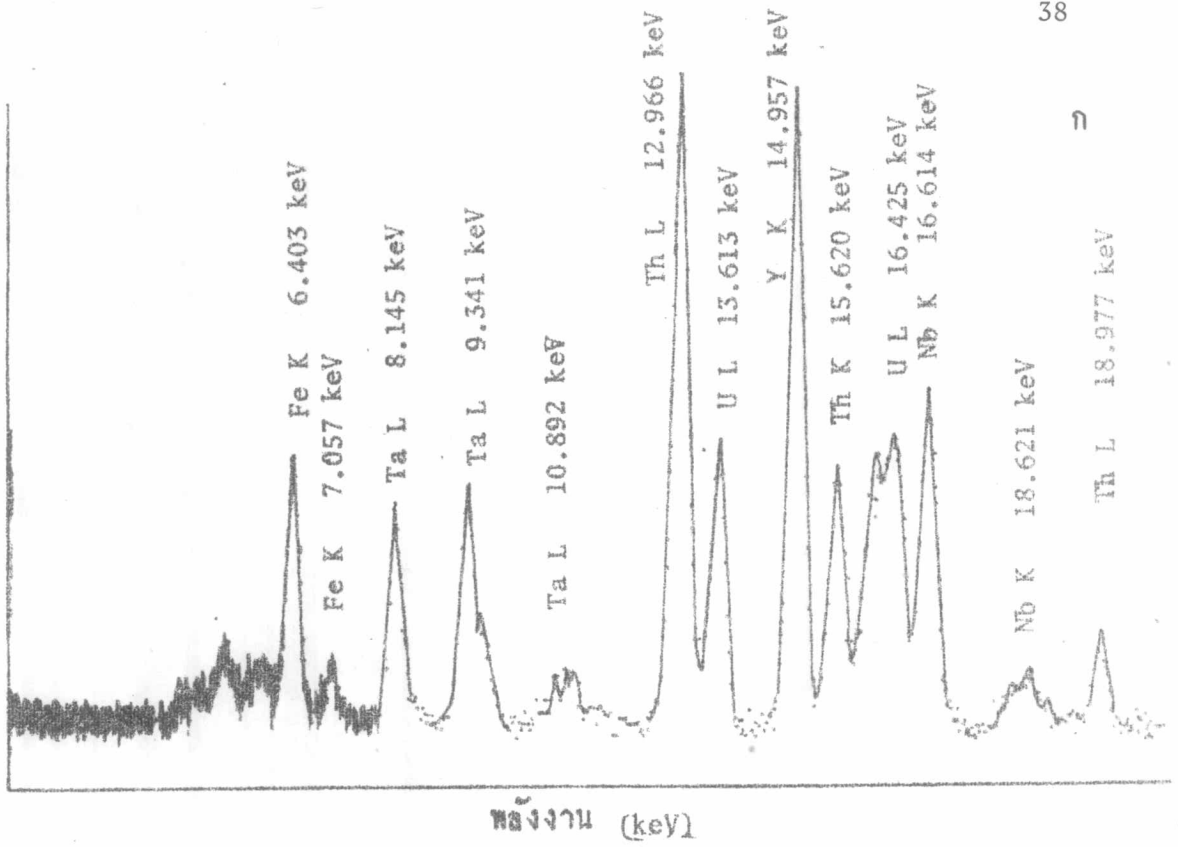
$$\begin{aligned} \text{โดย } x_i &= \text{ค่าที่ได้จากผลการวิเคราะห์ครั้งที่ } i \\ \bar{x} &= \text{ค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์ทั้งหมด} \\ N &= \text{จำนวนครั้งที่ทำการวิเคราะห์} \end{aligned}$$

ดังนั้นช่วงค่าคะแนนหรือผลที่ได้จากการวิเคราะห์ คือ $\bar{x} \pm \sigma$



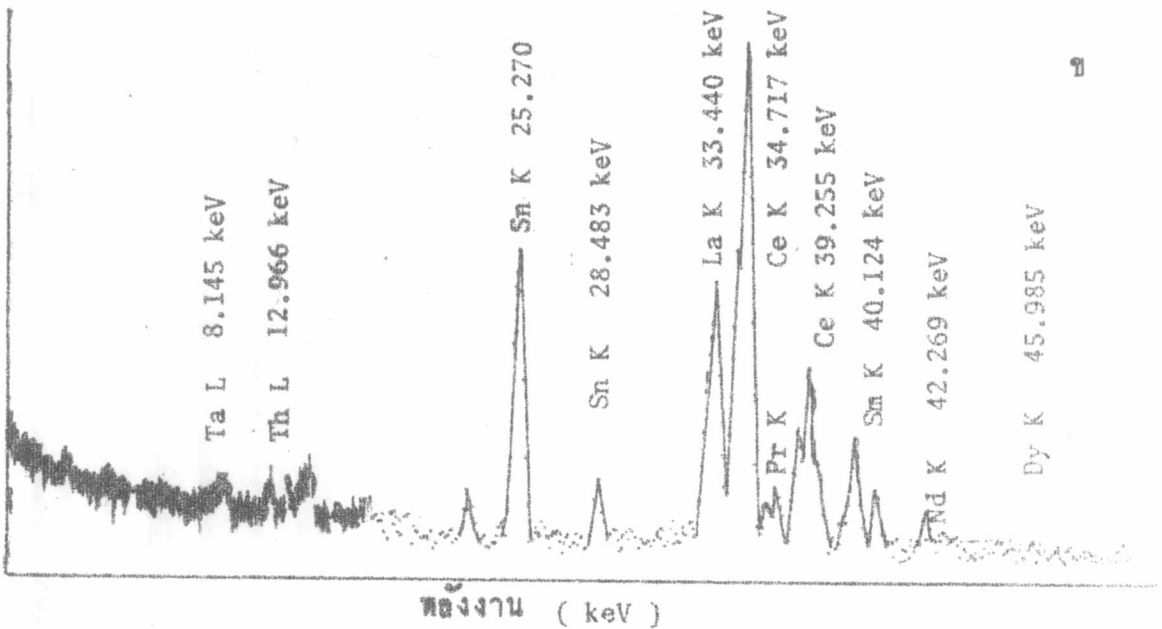
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของโมนาไซต์ตัวอย่างที่ C-5 เมื่อใช้ต้นกำเนิด ก) อเมริเชียม-241 ข) โปรมิเทียม-147/อลูมิเนียม

ความเข้ม



38

ความเข้ม



รูปที่ 4.5 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของโมนาไซต์ตัวอย่างที่ C-5 เมื่อใช้ต้นกำเนิด
 ก) พลูโตเนียม-238 ข) ยูเรเนียม-170