

การพัฒนารีชีวมมาเนชันเพื่อวิเคราะห์เรเดียม-๒๒๖ ในสินแร่ด้วยเครื่องนับรังสี

ชนิดซินทิลเลชันในของเหลว



นางสาวศุภลักษณ์ สิงหน้อย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2525

ISBN 974-561-142-5

DEVELOPMENT OF AN EMANATION METHOD FOR THE DETERMINATION
OF RADIUM-226 IN ORES USING LIQUID SCINTILLATION

Miss Supalax Singnoi

A Thesis submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1982

Thesis Title Development of an Emanation Method for the Determination
 of Radium-226 in ores using Liquid Scintillation.
By Miss Supalax Singnoi
Department Chemistry
Thesis Advisor Kantika Sirisena, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in
partial fulfillment of the requirements for the Master's degree.

.....S. Bunnag.....Dean of Graduate School
(Associate Professor Supradit Bunnag, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Maen Amorasit.....Chairman
(Associate Professor Maen Amorasit)

.....Rucha Phongbetchara.....Member
(Rucha Phongbetchara, Ph.D.)

.....Siri Varothai.....Member
(Associate Professor Siri Varothai, Ph.D.)

.....K. Sirisena.....Member
(Kantika Sirisena, Ph.D.)

Copyright of the Graduate School, Chulalongkorn University.

| | |
|-------------------|---|
| หัวข้อวิทยานิพนธ์ | การพัฒนาวิธีเอมมาเนชันเพื่อวิเคราะห์เรเดียม-๒๒๖ ในสินแร่ด้วย เครื่องนับรังสีชนิดซินทิลเลชันในของเหลว |
| ชื่อผู้คิด | นางสาวศุภลักษณ์ สิงห์น้อย |
| อาจารย์ที่ปรึกษา | ดร.กรรติกา ศิริเสนา |
| แผนกวิชา | เคมี |
| ปีการศึกษา | ๒๕๒๔ |

บทคัดย่อ

การพัฒนาวิธีเอมมาเนชันเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม-๒๒๖ ทำโดยการไล่เรดอนออกจากสารละลายดีเอมมาเนชันของเรเดียม-๒๒๖ ด้วยก๊าซนำพา (carrier gas) เรดอนจะถูกไล่ออกมาอย่างสมบูรณ์เมื่อปริมาตรของก๊าซนำพาเป็น ๑๕ เท่าของปริมาตรสารละลายและถูกดูดซับด้วยซิลิกาเจล (silica gel) ที่อุณหภูมิผสมของไนโตรเจนเหลวและอัลกอฮอล์ จากนั้นเทซิลิกาเจลลงในขวดแก้วนับรังสีซึ่งบรรจุสารละลายเรืองแสงของโทลูอีนที่อุณหภูมิ ๐°ซ ประสิทธิภาพของการนับรังสีเป็น ๓.๕ ครั้งต่อนาทีต่อพิโคคูรี โดยมีค่าความแรงรังสีจากสภาพแวดล้อม (background) เป็น ๔ ครั้งต่อนาที ขีดจำกัดต่ำสุดของความแรงรังสีที่นับได้เป็น ๑ พิคคูรี ค่ารีคอฟเวอรี่ (recovery yield) ของวิธีการเอมมาเนชันตรวจสอบได้จากสารมาตรฐานแร่ยูเรเนียม (NBL 74 A) จาก New Brunswick Laboratory ได้ค่าเฉลี่ยรีคอฟเวอรี่เป็น ๔๔.๖๗ ± ๐.๕๔ เปอร์เซ็นต์จากการทดสอบ ๑๐ ครั้ง แร่โมนาไซค์จำนวน ๑๕ ตัวอย่างได้วิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม-๒๒๖ โดยวิธีนี้

ACKNOWLEDGEMENT

This work was supported by the Office of Atomic Energy for Peace.

The author wishes to express her sincere appreciation to Dr. Kantika Sirisena, who has offered her valuable advice, pointed out the experimental error and read carefully and critically many chapters of the manuscript. She is grateful to Associate Professor Siri Varothai for his valuable suggestion. Special thanks go to Mr. Manit Sonsuk and Mr. Sorawit Saejin, for their guidance and assistance on the liquid scintillation counting technique. She would also like to express her thanks for the experimental line setting to Mr. Chanit Attabutara. She further thanks to the theses committee for their comments. Finally, she is indebted to the University Development Commission for financial support.

| | PAGE |
|--|------|
| 3.5.2 Determination of time required for establishment of radioactive equilibrium between radon and its daughters | 30 |
| 3.6 Determination of optimum de-emanation conditions | 31 |
| 3.6.1 Effect of flow rate of nitrogen gas and de-emanation time on efficiency .. | 31 |
| 3.6.2 Effect of particle size of silica gel on efficiency | 32 |
| 3.6.3 Effect of weight of silica gel on efficiency | 32 |
| 3.6.4 Effect of warm up time on efficiency.. | 32 |
| 3.6.5 Effect of warm up temperature on efficiency | 33 |
| 3.6.6 Effect of volume of liquid scintillator on efficiency | 32 |
| 3.6.7 Effect of desorption temperature on efficiency | 33 |
| 3.7 Determination of detection limit | 34 |
| 3.8 Quantitative analysis of radium-226 in ore samples | 34 |
| 3.8.1 Quantitative analysis of radium-226 in standard uranium ore sample | 34 |
| 3.8.2 Quantitative analysis of radium-226 in monazite samples | 35 |

| | PAGE |
|---|------|
| IV RESULTS AND DISCUSSIONS | 36 |
| 4.1 Determination of counting condition | 36 |
| 4.1.1 Determination of optimum gain setting of liquid scintillation spectrometer for radon counting | 36 |
| 4.1.2 Determination of discrimination levels for radon counting | 39 |
| 4.2 Determination of time required for establishment of equilibrium between radon and its daughters | 43 |
| 4.3 Determination of de-emanation conditions . . . | 47 |
| 4.3.1 Effect of de-emanation time on efficiency | 47 |
| 4.3.2 Effect of nitrogen flow rate on efficiency | 52 |
| 4.3.3 Effect of particle size of silica gel on efficiency | 54 |
| 4.3.4 Effect of weight of silica gel on efficiency | 56 |
| 4.3.5 Effect of warm up time on efficiency .. | 58 |
| 4.3.6 Effect of warm up temperature on efficiency | 59 |
| 4.3.7 Effect of volume of liquid scintillator on efficiency | 61 |

| | PAGE |
|---|------|
| 4.3.8 Effect of desorption temperature on efficiency | 63 |
| 4.4 Determination of detection limit | 66 |
| 4.5 Determination of content of radium-226 in standard uranium ore | 68 |
| 4.6 Determination of radium-226 content. in monazite sample | 70 |
| V CONCLUSION | 74 |
| REFERENCE | |
| VITA | |

LIST OF TABLES

| TABLE | | PAGE |
|-------|---|------|
| 1.1 | Main decay chain of uranium-238 | 5 |
| 3.1 | The codes and sampling sources of the monazite samples | 18 |
| 3.2 | Factor for decay of radon-222, growth of radon-222 from radium-226 and correction of radon-222 activity for decay during counting | 26 |
| 4.1 | Variation of count rate as a function of gain | 36 |
| 4.2 | Variation of count rate as a function of discriminator levels | 39 |
| 4.3 | Figure of Merit at various discriminator levels | 42 |
| 4.4 | Variation of count rate as a function of decay time after de-emanation | 43 |
| 4.5 | Count rate as a function of decay time | 46 |
| 4.6 | Effect of de-emanation time on efficiency at nitrogen flow rate between 100 and 250 cm ³ min ⁻¹ | 49 |
| 4.7 | Effect of nitrogen flow rate on efficiency at a ratio of 15 between the volume of nitrogen to the volume of the de-emanation solution | 52 |

| TABLE | PAGE |
|---|------|
| 4.8 Effect of particle size of silica gel on efficiency | 55 |
| 4.9 Effect of weight of silica gel on efficiency | 56 |
| 4.10 Effect of warm up time on efficiency | 58 |
| 4.11 Effect of warm up temperature on efficiency | 59 |
| 4.12 Effect of volume of liquid scintillator on efficiency | 61 |
| 4.13 Effect of desorption temperature on efficiency | 63 |
| 4.14 Optimum conditions for de-emanation and counting of radon | 66 |
| 4.15 Detection limit | 67 |
| 4.16 Radium-226 content in a standard uranium ore | 68 |
| 4.17 Radium-226 content in monazite samples | 70 |

LIST OF FIGURES

| FIGURE | PAGE |
|---|------|
| 2.1 Block diagram of a two-photomultiplier tube liquid scintillation counter with a single analysis channel | 11 |
| 2.2 Principle of pulse height analysis | 12 |
| 3.1 Schematic diagram of the digestion apparatus | 19 |
| 3.2 Apparatus for de-emanation and trapping of radon | 20 |
| 3.3 Block diagram of liquid scintillation spectrometer | 22 |
| 3.4 Model 2425 Tri-carb liquid scintillation spectrometer | 23 |
| 4.1 Variation of count rate as a function of gain | 38 |
| 4.2 Variation of count rate as a function of discriminator levels | 41 |
| 4.3 Ingrowth of radon-222 | 45 |
| 4.4 Decay of radon after establishment of equilibrium between radon and its daughters | 48 |

| FIGURE | PAGE |
|---|------|
| 4.5 Effect of de-emanation time on efficiency at nitrogen flow rate between 100 and 250 cm ³ min ⁻¹ | 51 |
| 4.6 Effect of nitrogen flow rate on efficiency at a ratio of 15 between the volume of nitrogen to the volume of de-emanation solution | 53 |
| 4.7 Effect of weight of silica gel on efficiency | 57 |
| 4.8 Effect of warm up time on efficiency | 60 |
| 4.9 Effect of warm up temperature on efficiency | 62 |
| 4.10 Effect of volume of liquid scintillator on efficiency | 64 |
| 4.11 Effect of desorption temperature on efficiency | 65 |