

บทที่ 4

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

ได้ศึกษาผลของเมทริกซ์ที่มีต่อการวิเคราะห์ธาตุ เหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ซึ่งเป็นธาตุปริมาณน้อยในตัวอย่างดินจากจังหวัดเชียงใหม่ ด้วยวิธีไอโซโทปเอ็กซ์เรย์-ฟลูออเรสเซนซ์ โดยใช้พลูโตเนียม-238 (Pu-238) ความแรง 10 mCi เป็นต้นกำเนิดรังสีแบบวงแหวน (annular source) และใช้ Si (Li) เป็นหัววัด Pu-238 เป็นไอโซโทปรังสีที่สลายตัวให้อนุภาคแอลฟา และรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของยูเรเนียม ที่มีพลังงานเฉลี่ย 15.2 keV ที่สามารถกระตุ้น K-เอ็กซ์เรย์ของธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ซึ่งเป็นธาตุที่มีเลขอะตอมอยู่ระหว่าง 16 - 40 ได้ โดยมีการจัดวางตำแหน่งของอุปกรณ์ ได้แก่ ตำแหน่งของต้นกำเนิด สารตัวอย่างและหัววัด ตามแบบของห้องปฏิบัติการเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ กองฟิสิกส์ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ซึ่งเป็นการจัดวางอย่างเหมาะสม เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยในตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองแบ่งเป็นตัวอย่างสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นจากโลหะออกไซด์ของธาตุต่าง ๆ ที่จะทำการวิเคราะห์ ผสมกับแป้งมันในอัตราส่วนที่แน่นอน ให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปอัดเป็นเม็ดโดยเครื่องอัดเม็ดแบบไฮดรอลิกส์ ให้มีความหนาเชิงมวล ($\rho_m D$) ประมาณ 0.161 g cm^{-2} สำหรับตัวอย่างดินที่จะทำการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเป็นตัวอย่างดินที่ได้จากแหล่งเพาะปลูกพืชในเขตอำเภอสันทราย และอำเภอหางดง จังหวัดเชียงใหม่ ถูกเตรียมขึ้นในลักษณะเดียวกันกับตัวอย่างสารมาตรฐาน คือ ผสมด้วยแป้งมัน ตัวอย่างที่ได้จะบางและไม่แตกหักง่าย เพราะแป้งมันมีคุณสมบัติยึดเหนี่ยวดี มีส่วนประกอบหลักเป็นธาตุเบา

จากผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของตัวอย่างดิน ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.1 โดยการเตรียมตัวอย่างจากการผสมดินกับแป้งมัน ในสัดส่วนประมาณ 30 : 70 แล้วนำไปอัดเป็นเม็ด เมื่อใช้เวลาในการวัด 1800 วินาที จะได้สเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ของธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ที่ตำแหน่งพลังงาน 5.895, 6.399, 8.041 และ 8.631 keV ตามลำดับ

จากผลการศึกษาการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของธาตุในสารตัวอย่างมาตรฐาน ดังแสดงในตารางที่ 3.2-3.5 และรูปที่ 3.2-3.5 ซึ่งเมื่อทำการวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ในสารตัวอย่างมาตรฐานในปริมาณต่าง ๆ พบว่าความเข้มของ รังสีเอ็กซ์ของธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ที่วัดได้จากสารตัวอย่างมาตรฐานไม่แปรผันโดยตรงกับปริมาณของธาตุนั้น ๆ ที่ % ของธาตุสูง ๆ ทำให้ไม่สามารถนำไปวิเคราะห์หาปริมาณได้อย่างถูกต้อง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์โดยธาตุอื่นที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง แม้ว่าสารตัวอย่างจะประกอบด้วยออกไซด์ของโลหะเพียงชนิดเดียว ผลของเมทริกซ์ก็สามารถสังเกตได้อย่างชัดเจนจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์ของธาตุกับปริมาณของธาตุนั้น

เช่นเดียวกับผลการทดลองที่ 3.4 ซึ่งสารตัวอย่างมาตรฐาน ประกอบด้วย ออกไซด์ของโลหะ 4 ชนิด ส่งผลให้มีการรบกวนกันอย่างมากในสารตัวอย่าง ทำให้ค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่วัดได้ไม่ถูกต้องเท่าที่ควร

ได้ทำการแก้การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของธาตุในสารตัวอย่างมาตรฐาน ดังแสดงในตารางที่ 3.6 ก. , 3.8 ข. , 3.10 ก. , 3.1.2 ก. และ รูปที่ 3.6-3.9 เพื่อให้ความเข้มรังสีเอ็กซ์ของธาตุที่ทำการวิเคราะห์มีค่าถูกต้องยิ่งขึ้น และสามารถวิเคราะห์ปริมาณได้อย่างถูกต้อง โดยหาค่าแก้การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (F) ซึ่งในทางทฤษฎีจะมีความสัมพันธ์กับค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลรวม (χ) ถ้าทราบส่วนประกอบที่แน่นอนของสารตัวอย่าง จะคำนวณค่า χ ซึ่งเป็นผลรวมของค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนของตัวอย่างที่มีต่อรังสีเอ็กซ์ของธาตุที่เข้ามากระตุ้นตัวอย่างจากต้นกำเนิด (E_0) และค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนของตัวอย่างที่มีต่อรังสีเอ็กซ์ของธาตุที่ออกจากตัวอย่างเข้าสู่หัววัดรังสี (E_1) ได้ตามสมการที่ 5 กรณีที่ไม่ทราบส่วนประกอบที่แน่นอนของสารตัวอย่างเช่นในการทดลองนี้ จะหาค่า χ จากการทดลองด้วย E-T method ซึ่งค่า χ จะเปลี่ยนไปในแต่ละตัวอย่างเนื่องจากมีส่วนประกอบที่แตกต่างกัน โดยวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์ของธาตุที่สนใจในสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นมาเพื่อเป็นเป้า เปรียบเทียบกับความเข้มรังสีเอ็กซ์ของธาตุที่สนใจจากเป้า เมื่อถูกบังด้วยตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์ตามสมการที่ 12 จากผลการทดลองนี้จะพบว่า บางตัวอย่างไม่สามารถจะหาค่า χ จาก E-T method ได้เนื่องจากตัวอย่งนั้น มีความหนามากกว่าความหนาวิกฤติ คือค่า $\chi_c \rho_{\text{LD}}$ มากกว่า 5.298 จะเห็นว่าถ้าต้องการจะลดค่าความหนาวิกฤติสามารถทำได้โดยเตรียมตัวอย่างให้บางที่สุดเพื่อเป็นการลดค่าความหนาเชิงมวล ρ_{LD} (g cm^{-2}) โดยใช้สารที่มีความยึดเหนี่ยวที่ค้ำสมลงไป และทำให้ค่า χ_i มีค่าลดลงโดยเจือจางตัวอย่างด้วยสารที่ประกอบด้วยธาตุเบาซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนน้อยให้มากที่สุดทั้งนี้ต้องสามารถวัดรังสีเอ็กซ์ของธาตุได้ สารมาตรฐานที่ใช้เป็นเป้า เตรียมขึ้นมาโดยมีรูปร่างเหมือนกับตัวอย่าง และมีปริมาณของธาตุที่ทำการวิเคราะห์สูงพอที่จะเห็นความแตกต่างระหว่างความเข้มรังสีเอ็กซ์ของธาตุตัวอย่างซ้อนกับเป้า กับความเข้มรังสีเอ็กซ์ของธาตุจากตัวอย่าง ($I_i^{\text{tot}} - I_i$) จากสมการ $I_i^{\text{tot}} - I_i = I_i^i \exp(-\chi_i \rho_{\text{LD}})$ ในการที่จะได้ค่า $I_i^{\text{tot}} - I_i$ ต้องพยายามลดค่า $\chi_i \rho_{\text{LD}}$ ให้น้อยที่สุด ดังกล่าวมาแล้ว

จากการหาค่าความไวของการวิเคราะห์ธาตุ (S_i) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.14-3.17 สำหรับ เค - เอ็กซ์เรย์ โดยวิธีไอโซโทปเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ เมื่อใช้ Si (Li) เป็นหัววัด และ Pu-238 เป็นต้นกำเนิดรังสีซึ่งมีพลังงานเฉลี่ย 15.2 keV มากกระตุ้นตัวอย่างที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.76 cm ความหนาเชิงมวลประมาณ 0.161 g/cm^2 ตัวอย่างที่ใช้ในการวัดเพื่อหาค่า S_i ใช้โลหะออกไซด์ของธาตุชนิดที่สนใจผสมกับแป้งมันอัดให้เป็นเม็ดที่ความดัน 20,000 ปอนด์/ตารางนิ้ว และจัดวางในตำแหน่งที่เหมาะสม พบว่าค่า S_i ของการวิเคราะห์ของธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส มีค่าเฉลี่ย 14.835×10^3 , 23.859×10^3 , 34.634×10^3 และ $10.310 \times 10^3 \text{ cps cm}^2 \text{ g}^{-1}$ ตาม

ลำดับ ซึ่งค่า S_i ของการวิเคราะห์สามารถนำไปคำนวณหาปริมาณของธาตุในตัวอย่างตามสมการที่ 8
ค่า S_i ของการวิเคราะห์ธาตุที่หาได้นี้ความถูกต้องจะขึ้นอยู่กับค่า X_i ซึ่งหาได้จาก E-T method

เพื่อตรวจสอบความแม่นยำของการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ โดยการแก้การดูดกลืนรังสีเอกซ์ของธาตุในสารตัวอย่างมาตรฐานผสม ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.18-3.25 และรูปที่ 3.14-3.17 พบว่าเมื่อทำการแก้การดูดกลืนรังสีเอกซ์ของธาตุแล้ว จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์กับปริมาณของธาตุในลักษณะที่เป็นเชิงเส้น สามารถคำนวณหาปริมาณของโลหะออกไซด์ในสารมาตรฐานผสมได้ใกล้เคียงกับความเป็นจริง ในกรณีของการหาปริมาณ Fe_2O_3 เมื่อทำการแก้การดูดกลืนแล้ว ปริมาณ Fe_2O_3 ที่ 2.966 และ 6.220 % (ตารางที่ 3.19) มีความคลาดเคลื่อนสูง ทั้งนี้อาจจะมีสาเหตุมาจากการผสม Fe_2O_3 กับแป้งมันไม่เป็นเนื้อเดียวกันดีพอ ทำให้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าสูงกว่าความเป็นจริงมาก เมื่อทำการทดลองต่อในธาตุชนิดอื่น โดยเน้นความสำคัญในเรื่องความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตัวอย่างแล้ว พบว่าผลการทดลองออกมาเป็นที่น่าพอใจ สามารถจัดปัญหาการรบกวนกันของธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่าง (matrix effect) ได้

จากการใช้ E-T method เพื่อแก้การดูดกลืนรังสีเอกซ์สำหรับวิเคราะห์ปริมาณธาตุเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีสในดินตัวอย่าง จำนวน 12 ตัวอย่าง จากแหล่งเพาะปลูกพืชในเขตอำเภอสันทราย และอำเภอหางดง จังหวัดเชียงใหม่ ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.27-3.30 ซึ่งใช้สารตัวอย่างผสมระหว่างดินกับแป้งมัน อัตราส่วนประมาณ 30 กับ 70% ได้สารตัวอย่างที่มีความหนาเชิงมวลประมาณ $0.142-0.155 \text{ g cm}^{-2}$ เมื่อทำการแก้การดูดกลืนรังสีเอกซ์ของธาตุของสารตัวอย่างโดย E-T method แล้ว พบว่า ปริมาณของเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ทั้งหมดที่มีอยู่ในดินตัวอย่างมีค่าอยู่ในช่วง 0.357×10^4 ถึง $3.479 \times 10^4 \text{ } \mu\text{g/g}$, 0.190×10^2 ถึง $1.741 \times 10^2 \text{ } \mu\text{g/g}$, 1.458×10^2 ถึง $2.915 \times 10^2 \text{ } \mu\text{g/g}$ และ 1.893×10^2 ถึง $11.250 \times 10^2 \text{ } \mu\text{g/g}$ ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่มีอยู่ในดินตัวแทน ซึ่งเป็นดินผิวน้ำที่ชุ่มชื้นว่ามีปริมาณเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส อยู่ในช่วง 10,000 ถึง 100,000 $\mu\text{g/g}$, 2 ถึง 100 $\mu\text{g/g}$, 10 ถึง 300 $\mu\text{g/g}$ และ 20 ถึง 4,000 $\mu\text{g/g}$ ตามลำดับ¹³ จะเห็นได้ว่าปริมาณเหล็ก ทองแดง สังกะสี และแมงกานีส ซึ่งวิเคราะห์โดยวิธีไอโซโทปเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ มีค่าอยู่ในช่วงที่เป็นไปไปได้

การวิเคราะห์ด้วยวิธีไอโซโทปเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ มีข้อที่ควรระวังอย่างยิ่ง คือ การเตรียมตัวอย่างดินจะต้องทำการผสมดินกับแป้งมันให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยตลอด ในขณะที่เตรียมต้องระวังเรื่องความสะอาดเพื่อป้องกันการปนเปื้อนจากอุปกรณ์ที่ใช้และฝุ่นละอองจากอากาศ ทั้งนี้เพื่อจะได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องมากที่สุด