

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาง
รังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ปริญญาานิพนธ์

ของ

รุจนา เรณูแย้ม

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2547

ลิขสิทธิ์เป็นของ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

543 0505 1

ช 0505 1

๕.๓

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาง
รังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

บทคัดย่อ

ของ

รุจนา เรณูแย้ม

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2547

รุจนา เภณูแย้ม. (2547). การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น. ปริญญาโท กศ.ม.(ฟิสิกส์). กรุงเทพฯ : บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. คณะกรรมการควบคุม: รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทสร , อาจารย์มาโนชญ์ เสง้วฒนะ.

ได้ศึกษาเทคนิคการเตรียมชิ้นตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ณ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ซึ่งเป็นเครื่องวัดที่ไม่สามารถวัดสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวได้ ดังนั้นจึงใช้เทคนิคการเตรียมชิ้นตัวอย่างสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่สังเคราะห์ขึ้นโดยนำไปหยดบนกระดาษกรองด้วยปริมาตร 0.4 มิลลิลิตร แล้วนำไปวัดด้วยเครื่องวัดดังกล่าว จากนั้นนำข้อมูลความเข้มรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีสไปสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีสกับความเข้มข้นของสารละลายแมงกานีสที่มีพิสัย 0.1% - 0.5% ต่อมาได้เตรียมชิ้นตัวอย่างของสารละลายผสมมาตรฐานที่ประกอบด้วยแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม แล้วทำการวัดความเข้มรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุเหล่านี้ เพื่อนำไปสร้างกราฟเปรียบเทียบในทำนองเดียวกันของแต่ละธาตุ นอกจากนี้ได้ทำการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบทั้งหมด โดยทำการวิเคราะห์ชิ้นตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายแบบธาตุชนิดเดียว และแบบผสมที่ทราบค่าความเข้มข้นที่แน่นอนของแต่ละธาตุในสารละลายโดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบที่ได้ ปรากฏว่าค่าความคลาดเคลื่อนสูงสุดของผลการวิเคราะห์จากกราฟเปรียบเทียบกับค่าความเข้มข้นจากการเตรียมชิ้นตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้คือ 11.11%

QUANTITATIVE ANALYSIS OF MULTIELEMENT IN SYNTHETIC SOLUTION USING
WAVELENGTH DISPERSIVE X – RAY FLUORESCENCE SPECTROMETER

AN ABSTRACT
BY
RUTJANA RANUYAM

Presented in partial fulfillment of the requirements
For the Master of Education degree in Physics
At Srinakharinwirot University
May 2004

Rutjana Ranuyam. (2004). *Quantitative Analysis of Multielement in Synthetic Solution Using Wavelength Dispersive X - Ray Fluorescence Spectrometer*. Master thesis, M.Ed.(Physics).Bangkok : Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Assoc. Prof. Arunee Intasorn, Manoch Hengwattana.

Due to the limitation of measurement system for liquid samples of Wavelength Dispersive X – Ray Fluorescence Spectrometer (WDXRFS) at department of physics, Srinakharinwirot University, a sample preparation technique for quantitative analysis of multielement in synthetic solution was studied. In this work, calibration samples were made on filtered paper by dropping 0.4 milliliters of standard synthetic solution of Manganese (Mn) and measured by WDXRFS. And then a calibration graph between fluorescent X – Ray intensity of Mn and concentration of Mn in solutions was plotted over concentration range of 0.1% - 0.5%. Additionally, three more distinct calibration graphs were performed using the calibration samples prepared from mixed standard synthetic solutions of Manganese, Calcium and Magnesium. To assure the reliability of these calibration graphs, they were therefore used for the determination of elemental concentration in the samples prepared from the standard synthetic solutions. The results show that the highest relative error of analyte elemental concentration is 11.11 %.

ปริญญาานิพนธ์

เรื่อง

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาว
รังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ของ

นางสาวรุจนา เรณูแย้ม

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต วิชาเอกฟิสิกส์

ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

.....คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร.นภาพรณี หะวานนท์)

วันที่ 28 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2547

คณะกรรมการสอบปริญญาานิพนธ์

.....ประธาน

(รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทศร)

.....กรรมการ

(อาจารย์มาโนชญ์ เสง้วัดนะ)

.....กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม

(อาจารย์ศิริลักษณ์ เรืองรุ่งโรจน์)

.....กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม

(อาจารย์ธีรยุทธ ลีพรเจริญวงศ์)

ประกาศคุณูปการ

ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความกรุณา ความช่วยเหลือและด้วยความอนุเคราะห์อย่างดีจาก รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทร ประธานควบคุมปริญญาานิพนธ์ และอาจารย์ มาโนชญ์ เสงฆ์วัฒนะ กรรมการควบคุมปริญญาานิพนธ์ ที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ และแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาการทำวิจัย ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ศิริลักษณ์ เรืองรุ่งโรจน์ และ อาจารย์ธีรยุทธ ลีพรเจริญวงศ์ ที่ได้ร่วมเป็นกรรมการสอบปากเปล่าปริญญาานิพนธ์และกรุณาให้คำแนะนำต่าง ๆ ที่ทำให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ภาคฟิสิกส์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตลอดระยะเวลาการศึกษา จนผู้วิจัยสามารถนำความรู้มาใช้ในการดำเนินงานการทำปริญญาานิพนธ์จนสำเร็จ

ขอขอบคุณพี่ ๆ เพื่อน ๆ น้อง ๆ นิสิตปริญญาโท วิชาเอกฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒทุกท่าน ที่คอยช่วยเหลือและเป็นกำลังใจในการทำงานวิจัยตลอดมา

สุดท้ายนี้ ขอโน้มรำลึกถึงพระคุณของบิดา มารดา และทุก ๆ คนในครอบครัวที่ให้กำลังใจและสนับสนุนแก่ผู้วิจัย จนสามารถทำปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

รุจนา เรณูแย้ม

สารบัญ

บทที่	หน้า
1	
บทนำ	1
ภูมิหลัง	1
ความมุ่งหมายของงานวิจัย.....	3
ความสำคัญของงานวิจัย.....	3
ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย.....	4
นิยามศัพท์เฉพาะ.....	4
2	
ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
ทฤษฎี.....	5
เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	27
3	
วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	29
วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	29
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	30
4	
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล.....	39
5	
สรุปอภิปรายและข้อเสนอแนะ.....	67
สรุปผลการทดลอง.....	67
อภิปรายผลการทดลอง.....	68
ข้อเสนอแนะ.....	69
บรรณานุกรม.....	71
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	74

บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 ลักษณะของสารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่าง	6
2 ค่าเลขควอนตัมในชั้นต่าง ๆ ของอะตอม.....	12
3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	31
4 ข้อมูลการเตรียมสารละลายมาตรฐานแบบผสมและร้อยละความเข้มข้น ของแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมในสารละลาย.....	33
5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่างๆ ในกระดาศกรง.....	39
6 ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีสที่มีความเข้มข้น ของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ กัน.....	41
7 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นความน่าเชื่อถือของเส้นกราฟเปรียบเทียบของสารละลาย มาตรฐานแมงกานีส โดยแสดงการวิเคราะห์ปริมาณของแมงกานีสในสารละลาย ที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นชั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์.....	50
8 แสดงค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม จากชั้นตัวอย่างที่เตรียมมาจากสารละลายผสมมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ของแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมในสารละลาย.....	52
9 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของเส้นกราฟเปรียบเทียบของธาตุแมงกานีส ในสารละลายมาตรฐานผสม โดยการวิเคราะห์ปริมาณของ แมงกานีสในสารละลาย ผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นชั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์.....	61
10 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบของธาตุแคลเซียม ในสารละลายมาตรฐานผสม โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแคลเซียมในสารละลาย ผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นชั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์.....	62

บัญชีตาราง(ต่อ)

ตาราง

หน้า

- 11 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบของ
ธาตุแมกนีเซียมในสารละลายมาตรฐานผสม โดยการวิเคราะห์ปริมาณ
ของแมกนีเซียมในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นขั้นตัวอย่างที่
ต้องการวิเคราะห์..... 63
- 12 เปรียบเทียบผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความถูกต้องของเทคนิคการเตรียม
สารละลาย โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแมกนีส์ในสารละลายผสม
จากกราฟเปรียบเทียบของแมกนีส์ในสารละลายมาตรฐานแบบธาตุเดี่ยว
และแบบสารละลายมาตรฐานผสม..... 64
- 13 เปรียบเทียบผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความถูกต้องของเทคนิคการเตรียม
สารละลาย โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแมกนีส์ในสารละลายที่มีแมกนีส์
ธาตุเดี่ยว จากกราฟเปรียบเทียบของแมกนีส์ในสารละลายมาตรฐานแบบธาตุเดี่ยว
และแบบสารละลายมาตรฐานผสม..... 65

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 เซลล์ที่ใส่เฉพาะของเหลว.....	8
2 การแทนที่ของอิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ.....	11
3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับความยาวคลื่น ของธาตุทั้งสแตน.....	14
4 ระบบการวางรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน.....	15
5 ชุดอุปกรณ์เครื่องวัดสเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น.....	17
6 หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลาย.....	18
7 ลักษณะภายในของหัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน.....	20
8 ลักษณะภายในของหัววัดแบบประกายแสง.....	21
9 ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากฟิล์มบางที่ความหนาต่างกัน.....	24
10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของการวางรังสีเอกซ์กับความหนาฟิล์ม.....	25
11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ในรูปสมการเชิงเส้น.....	35
12 กราฟที่ได้จากการปรับแบบถดถอย.....	36
13 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส (KCps) และความเข้มชั้นของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 203.00x + 2.78$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน สูงสุดเท่ากับ 0.981 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2) มีค่าเท่ากับ 0.999 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.001%.....	42
14 สเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้ กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากกระดาษกรอง.....	43
15 สเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้ กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 1 ซึ่งมีความเข้มข้น ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.12.....	44
16 สเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้ กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 2 ซึ่งมีความเข้มข้น ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.17.....	45

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

- 17 สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้
กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 3 ซึ่งมีความเข้มชั้น
ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.23..... 46
- 18 สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้
กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 4 ซึ่งมีความเข้มชั้น
ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.29..... 47
- 19 สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้
กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 5 ซึ่งมีความเข้มชั้น
ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.35..... 48
- 20 สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้
กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง STD 6 ซึ่งมีความเข้มชั้น
ของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.41..... 49
- 21 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส
(KCps) และความเข้มชั้นของแมงกานีสในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ
โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 191.00x + 4.51$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
สูงสุดเท่ากับ 1.700 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) มีค่าเท่ากับ 0.994
โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.001%..... 53
- 22 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแคลเซียม
(KCps) และความเข้มชั้นของแคลเซียมในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ
โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 252.00x + 1.67$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
สูงสุดเท่ากับ 1.620 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.995
โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.0005%..... 54

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

- 23 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมกนีเซียม (KCps) และความเข้มข้นของแมกนีเซียมในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 67.10x - 1.68$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงสุดเท่ากับ 1.370 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.981 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.025%..... 55
- 24 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง S1 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.17, 0.36 และ 0.30 ตามลำดับ..... 56
- 25 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง S2 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.23, 0.28 และ 0.36 ตามลำดับ..... 57
- 26 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง S3 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.29, 0.24 และ 0.41 ตามลำดับ..... 58
- 27 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง S4 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.35, 0.32 และ 0.18 ตามลำดับ..... 59
- 28 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชิ้นตัวอย่าง S5 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.41, 0.20 และ 0.24 ตามลำดับ..... 60

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

ในปัจจุบันการวิเคราะห์ธาตุมีหลายวิธี และส่วนใหญ่เป็นวิธีที่อาศัยเครื่องมือเข้ามาช่วยในการวิเคราะห์ เช่น เทคนิคการดูดกลืนเชิงมวลอะตอม (Atomic Absorption Technique) อิมิสชัน-สเปกโทรโคปี (Emission Spectroscopy) เทคนิคการอาบนิวตรอนของธาตุในสารตัวอย่าง (Neutron Activation Technique) และวิธีการวาวรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence) ซึ่งวิธีสุดท้ายนี้สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้โดยตรงจึงทำให้มีความสะดวกรวดเร็ว สิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายน้อย และสามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีเลขอะตอม (Atomic Number) ตั้งแต่ 9 ขึ้นไป เนื่องจากธาตุที่มีเลขอะตอมน้อยกว่า 9 จะให้รังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X-Rays) ที่มีพลังงานต่ำจึงไม่เหมาะสมในการวัด

ปัจจุบันได้มีการใช้วิธีการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น¹ เพื่อประเมินตัวอย่างที่เก็บได้จากฝุ่นควันระหว่างการเชื่อมโลหะ เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมี เนื่องจากควันที่เกิดจากการเชื่อมโลหะนั้นประกอบด้วยสารพิษซึ่งมาจากวัสดุที่ถูกเชื่อมและวัสดุที่ใช้เชื่อม การที่เราทราบเกี่ยวกับธาตุที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในฝุ่นควัน จะมีประโยชน์ในการป้องกันอันตรายที่เกิดขึ้นในขณะที่เชื่อมโลหะหรือเมื่ออยู่ในบริเวณที่มีฝุ่นควันนี้ โดยใช้การสังเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานซึ่งกำหนดให้มีปริมาณธาตุในปริมาณต่าง ๆ เพื่อนำไปสร้างกราฟเปรียบเทียบและเตรียมตัวอย่างของควันที่ได้จากการเชื่อมโลหะด้วยการดูดควันผ่านกระดาษกรอง และนำไปวิเคราะห์ โดยวิธีนี้ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม รวดเร็ว ง่าย แม่นยำ และทันสมัย เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีอื่น ๆ ซึ่งต้องใช้เวลาเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อน ต้องใช้เวลาในกระบวนการแยกก่อนจะหาองค์ประกอบได้ และยังคงใช้ตัวอย่างจำนวนมาก นอกจากนี้ยังมีการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย ๆ ของเซรามิเคิล ด้วยวิธีการวาวรังสีเอกซ์โดยการเหนี่ยวนำด้วยโปรตอน (Proton-Induced X-Ray Fluorescence) เพื่อวัดความเข้มข้นของธาตุปริมาณน้อย ๆ ซึ่งจำเป็นต่อร่างกายในเซรามิเคิล เนื่องจากเซรามิเคิลนั้นมีลักษณะเป็นของเหลวจึงทำการเตรียม

¹ Swamy, K., Kaliaperumal, R. and Swaminathan, G.S. (1994). "Wavelength-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometric Technique for Determining Elements in Weld Fumes", *X-Ray Spectrometer*. (23) : 71-74.

ตัวอย่างของเซรัมเลือดโดยการหยดเซรัมเลือดลงบนกระดาษกรองแล้วทำให้แห้ง² สารตัวอย่างที่อยู่ในรูปของของเหลวมีข้อดีคือ สามารถเตรียมขึ้นตัวอย่างได้ง่าย ไม่มีปัญหาเรื่องของผิวหน้า ขนาดของอนุภาค และมีความเป็นเนื้อเดียวกัน สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว ได้แก่ น้ำมันปิโตรเลียม สารละลายและเลือด การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวโดยการนำมาหยดบนกระดาษกรองแล้วทำให้แห้ง สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในหลาย ๆ ด้าน เช่น ด้านสิ่งแวดล้อม ได้แก่ การหาปริมาณสารโลหะหนักที่อยู่ในน้ำเสียที่ระบายทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม หรือการหาปริมาณสารพิษในฝุ่นผงที่ฟุ้งกระจายอยู่ในสภาพแวดล้อมที่เป็นมลพิษทางอากาศ ทางด้านชีววิทยา เช่น การวิเคราะห์สารในเซลล์สัตว์และเซลล์พืช

สำหรับเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ไม่สามารถใช้ในการวัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้เครื่องมือนี้วัดและวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวโดยการประยุกต์วิธีการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ให้เหมาะสมกับเครื่องมือที่มีอยู่ จึงได้วางแผนการทดลองโดยหยดสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวและทำให้แห้งบนกระดาษกรองเพื่อให้นำไปวัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวได้โดยใช้เครื่องวัดและวิเคราะห์การวาวรังสีเอกซ์นี้ และเพื่อการตรวจสอบความน่าเชื่อถือและประสิทธิผลของการวัดและวิเคราะห์จึงใช้สารละลายมาตรฐานที่เตรียมขึ้น ที่ทราบค่าปริมาณธาตุต่าง ๆ ในสารละลายนั้น

²Dennis N. Breiter and Marvin L. Roush. (1975). "Trace Element Analysis of Blood Serum by Proton – Induce X-Ray Fluorescence", *American Journal of Physics*. (43) : 569-571.

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาความเป็นไปได้และเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
2. เพื่อศึกษาเทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างแบบเหลวที่หยุดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง

ความสำคัญของงานวิจัย

1. สามารถประยุกต์การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อให้เหมาะสมกับเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อการวัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายได้
2. ได้เทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายด้วยการหยุดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง โดยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าปริมาณของธาตุที่จะวิเคราะห์ซึ่งประกอบด้วยสารละลายที่มีธาตุชนิดเดียว และสารละลายผสม
2. ศึกษาเทคนิคการเตรียมขึ้นตัวอย่างโดยการนำสารละลายตัวอย่างหยุดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง
3. วัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ของภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ซึ่งเป็นแบบที่ไม่สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างเหลวโดยตรงได้
4. สร้างกราฟเปรียบเทียบสำหรับการหาปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์
5. ตรวจสอบความน่าเชื่อถือและประสิทธิภาพของเทคนิคและกราฟเปรียบเทียบที่ได้

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัยนี้

1. ได้เทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายด้วยการหยดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง สำหรับเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ ที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
2. ได้เทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างแบบเหลวที่หยดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง
3. ได้กราฟเปรียบเทียบเพื่อใช้หาปริมาณธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม ในสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นของเหลวที่ใช้เทคนิคการเตรียมขึ้นตัวอย่างแบบเดียวกัน และทำการวัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ ที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

นิยามศัพท์เฉพาะ

1. ความเข้มรังสีเอกซ์ คือปริมาณรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหนึ่งหน่วยพื้นที่ต่อหนึ่งหน่วยเวลา
2. รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วงประมาณ 0.01 อังสตรอม ถึง 100 อังสตรอม
3. รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-Ray) เป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานที่ไม่เป็นแบบต่อเนื่องโดยมีค่าเฉพาะสำหรับธาตุแต่ละชนิดเท่านั้น
4. สารตัวอย่าง คือ สารที่ต้องการนำมาวิเคราะห์
5. ขึ้นตัวอย่าง คือ สารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการเตรียมอย่างเหมาะสมก่อนการนำไปวิเคราะห์
6. สารละลายมาตรฐาน คือ สารละลายที่ทราบค่าความเข้มข้นแน่นอนของปริมาณธาตุที่นำมาใช้เป็นสารมาตรฐาน
7. ความเข้มข้นของสารละลาย เป็นค่าที่แสดงปริมาณของตัวถูกละลายที่ละลายอยู่ในตัวทำละลายหรือในสารละลายนั้น หน่วยความเข้มข้นของสารละลายในงานวิจัย คิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนักต่อปริมาตร

บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ทฤษฎี

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ประกอบด้วย

1. สารตัวอย่าง
2. การวาวรังสีเอกซ์และการดูดกลืนรังสีเอกซ์
3. ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์
4. การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ เชิงกึ่งปริมาณ และเชิงปริมาณ
5. การหาค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด

1. สารตัวอย่าง

เครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์โดยทั่วไป ใช้วิธีการวิเคราะห์แบบเปรียบเทียบ (Comparative Analysis) โดยสารมาตรฐานและสารที่นำมาวิเคราะห์จะต้องมีลักษณะเหมือนกัน การเตรียมชิ้นตัวอย่างไม่ว่าด้วยวิธีใด จะต้องได้ชิ้นตัวอย่างเหมือนกัน มีคุณสมบัติทางกายภาพเหมือนกันซึ่งรวมถึง ความหนาแน่น ขนาดของอนุภาค ความเป็นเนื้อเดียวกันของเนื้อสาร นอกจากนี้การเตรียมสารตัวอย่างจะต้องทำได้รวดเร็ว ถูกต้อง และเสียค่าใช้จ่ายน้อย

1.1 ชนิดของสารตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์

โดยทั่วไปชนิดของสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์แบ่งเป็น 3 แบบ

1.1.1 สารตัวอย่างที่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้โดยตรงด้วยวิธีง่าย ๆ เช่น การอัดเม็ด การขีดผิวหน้า สารตัวอย่างประเภทนี้ได้แก่สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดมีเนื้อเดียวกัน สารตัวอย่างที่เป็นก้อนโลหะ หรือสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว

1.1.2 สารตัวอย่างซึ่งต้องมีการเตรียมชิ้นตัวอย่างก่อนนำมาวิเคราะห์ เนื่องจากมีขนาดอนุภาคไม่เท่ากัน ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งจะทำให้เกิดผลกระทบของเนื้อสาร (Matrix Effect) เช่น แร่ ในแต่ละก้อนจะไม่เป็นเนื้อเดียวกัน มีขนาดอนุภาคไม่เท่ากัน จะต้องนำมาบดให้มีขนาดเล็กกลงแล้วผ่านตะแกรงร่อน แล้วคนให้ผสมกันก่อนนำไปอัดเม็ด

1.1.3 สารตัวอย่างซึ่งต้องมีการเตรียมแบบพิเศษก่อนการวิเคราะห์ เช่น สารตัวอย่างที่มีข้อจำกัดทางด้านขนาด สารตัวอย่างกัมมันตรังสี

1.2 รูปแบบของสารตัวอย่าง

มีรูปแบบของสารตัวอย่างจำนวนมากซึ่งเหมาะกับการวิเคราะห์การวางรังสีเอกซ์ และรูปแบบของตัวอย่างที่ต้องการนำมาวิเคราะห์มักจะเป็นตัวกำหนดวิธีการเตรียมสารตัวอย่าง สารตัวอย่างบางชนิดสามารถนำไปวัดและวิเคราะห์ได้โดยตรง แต่สารตัวอย่างบางชนิดจะต้องมีการใช้เทคนิคในการเตรียมขึ้นตัวอย่าง โดยทั่วไปนิยมการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยตรง เพราะว่าลดปัญหาที่เกิดขึ้นจากการปนเปื้อนซึ่งอาจเกิดขึ้นระหว่างการเตรียมขึ้นตัวอย่างได้ แต่อย่างไรก็ตาม ในทางปฏิบัติมีข้อจำกัดที่ไม่สามารถวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่างได้โดยตรง เช่น ขนาดของสารตัวอย่าง และองค์ประกอบที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันของสารตัวอย่าง จึงต้องมีการเตรียมสารตัวอย่างขึ้น ซึ่งรูปแบบของสารตัวอย่างและการเตรียมขึ้นตัวอย่างได้แสดงไว้ตามตาราง 1

ตาราง 1 แสดงลักษณะของสารตัวอย่างและการเตรียมขึ้นตัวอย่าง

ลักษณะสารตัวอย่าง	วิธีเตรียมขึ้นตัวอย่าง
ก้อนแข็งเป็นเนื้อเดียวกัน	ขัดแล้วทำผิวหน้าให้เรียบ
ก้อนแข็งไม่เป็นเนื้อเดียวกัน	ทำให้ละลาย หรือ หลอม
ผงเป็นเนื้อเดียวกัน	บดให้ละเอียดและอัดเม็ด
ผงไม่เป็นเนื้อเดียวกัน	บดให้ละเอียดและหลอม
ของเหลวเป็นเนื้อเดียวกัน	วิเคราะห์โดยตรง
ของเหลว(เจือจาง)ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน	การเตรียมความเข้มข้น
ของเหลวไม่เป็นเนื้อเดียวกัน	กรองเพื่อให้อยู่ในรูปของแข็ง
ฝุ่นควัน	ดูดผ่านกระดาษกรอง

ตาราง 1 แสดงลักษณะของสารตัวอย่างและชี้ให้เห็นถึงการเตรียมขึ้นตัวอย่างที่จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์ รูปแบบของสารตัวอย่างที่แสดงไว้ มีลักษณะเป็นก้อนแข็งขนาดใหญ่ เป็นผง เป็นของเหลว และเป็นฝุ่นควัน สารตัวอย่างอาจเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่เป็นเนื้อเดียวกันก็ได้ ในกรณีที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะต้องทำให้เป็นเนื้อเดียวกันก่อนที่จะทำการวัดและวิเคราะห์ ของแข็งเป็นก้อนซึ่งไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นสารตัวอย่างที่ยากต่อการเตรียม อาจจำเป็นต้องทำการละลาย

หรือทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีกับสารตัวอย่าง เพื่อจะเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกัน สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผงที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะถูกบดให้เป็นอนุภาคขนาดเล็ก แล้วทำให้เป็นก้อน หรือหลอม โลหะที่ละลายในของเหลวหรือในฝุ่นควัน จะถูกกรองเพื่อนำไปวิเคราะห์ในรูปของแข็ง การวิเคราะห์ความเข้มข้นในสารละลาย ถ้าความเข้มข้นมากหรือน้อยไป จะใช้เทคนิคการทำให้เจือจางหรือทำให้เข้มข้นขึ้นเพื่อให้การวิเคราะห์มีปริมาณความเข้มข้นของธาตุอยู่ในพิสัยของความเข้มข้นที่ยอมรับได้

1.3 เทคนิคการเตรียมชิ้นตัวอย่าง

การเตรียมชิ้นตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ สามารถเตรียมได้หลายวิธี ดังนี้

1.3.1 การเตรียมชิ้นตัวอย่างที่เป็นของแข็ง

การเตรียมชิ้นตัวอย่างที่เป็นของแข็งเพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุ มีวิธีการเตรียม ดังนี้

1.3.1.1 วิธีการขัดมัน ใช้กับสารตัวอย่างที่เป็นก้อนหรือเป็นแผ่น เช่น โลหะ โดยการตัดให้ได้ขนาดตามต้องการ ขัดให้สะอาดด้วยเครื่องขัด หรือโดยการนำสารตัวอย่างมาหลอม แล้วนำไปหล่อให้เข้ารูปหรือตัดให้ได้ขนาดที่ต้องการและขัดมัน เพื่อนำไปวิเคราะห์

1.3.1.2 วิธีการอัดเม็ด เป็นการเตรียมชิ้นตัวอย่างที่มีสารตัวอย่างเป็นก้อนใหญ่ให้มีขนาดอนุภาคเล็กลงโดยการนำไปบดให้เป็นผงละเอียด แล้วนำไปอัดให้มีผิวหน้าเรียบ เพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป กรณีสารตัวอย่างมีลักษณะร่วนเกินไปไม่สามารถอัดเป็นเม็ดได้จะต้องใส่สารที่เป็นสารยึดเหนี่ยว (Binder) ลงไปตามอัตราส่วนที่เหมาะสม เพื่อช่วยให้สารตัวอย่างผสมเป็นก้อนได้ง่ายและสามารถเตรียมด้วยวิธีการอัดเม็ดได้ สารที่เป็นตัวยึดเหนี่ยว เช่น กรดบอริก เซลลูโลส แป้งยูเรีย และซีเมนต์

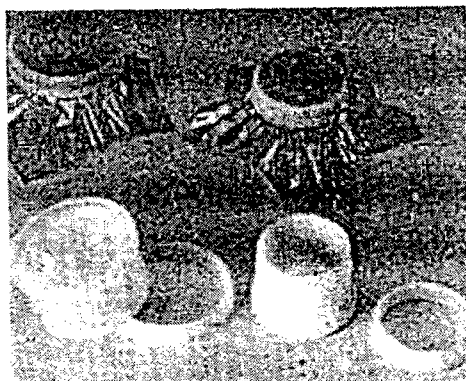
1.3.1.3 วิธีการหลอม (Fusion Method) เป็นการเตรียมโดยนำสารตัวอย่างไปบดแล้วนำมาผสมตัวช่วยหลอม (Flux) เช่น ลิเทียมเททราโบเรต และโซเดียมเททราโบเรต แล้วนำไปหลอมที่อุณหภูมิประมาณ 800-1100 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นตัวลง ก็จะได้สารตัวอย่างที่มีลักษณะคล้ายแก้ว เพื่อนำไปวิเคราะห์

1.3.1.4 วิธีการโรย เป็นการเตรียมสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผงละเอียด และมีปริมาณสารตัวอย่างน้อย ตะกรัน แร่ และหิน การโรยสารตัวอย่างควรมีความหนาพอเหมาะและมีผิวหน้าเรียบ

1.3.2 การเตรียมชิ้นตัวอย่างที่เป็นของเหลว

ในการเตรียมชิ้นตัวอย่างจากสารตัวอย่างเป็นของเหลวจะช่วยให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องมากขึ้นเนื่องจากสามารถลดผลกระทบของเนื้อสารได้ การเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวเพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุมีวิธีการเตรียมดังนี้

1.3.2.1 วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่างด้วยการนำสารตัวอย่างมาเตรียมโดยตรง โดยใส่ในเซลล์ที่ใช้เฉพาะของเหลว ดังภาพประกอบ 1 ซึ่งเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์จะต้องมีระบบที่รองรับการวิเคราะห์ลักษณะนี้โดยตรง



ภาพประกอบ 1 แสดงเซลล์ที่ใส่เฉพาะของเหลว

ที่มา : Schiotez,R.& Uhlig,S. (2000). Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF).

Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray System. P. 8

1.3.2.2 วิธีการกรอง การเตรียมชิ้นตัวอย่างโดยการหยดสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวลงบนกระดาษกรอง โดยพื้นที่ของการหยดจะต้องอยู่ในบริเวณที่จำกัดรอจนแห้งกลายเป็นของแข็ง เพื่อนำไปวิเคราะห์

1.3.2.3 วิธีการปาดบนแผ่นรองรับ เป็นการเตรียมโดยนำสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวปาดลงบนแผ่นรองรับ ควรปาดสารตัวอย่างให้มีความหนาพอเหมาะ และผิวหน้าเรียบ

การเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวโดยวิธีการกรอง และการปาด เป็นเทคนิคที่ทำให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างมีความถูกต้อง เนื่องจากเป็นสารตัวอย่างแบบบางทำให้เกิดผลกระทบของการดูดกลืนรังสีเอกซ์น้อย ทำให้ความเข้มข้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากสารตัวอย่างเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของธาตุที่วิเคราะห์

1.4 ผลกระทบของเนื้อสาร (Matrix Effect) ในการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง

ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยหลักการวาวรังสีเอกซ์โดยวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุนั้น พบว่ารังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นไม่ได้เกิดจากธาตุที่ทำการวิเคราะห์เพียงอย่างเดียวแต่อาจเกิดจากธาตุอื่น ๆ ในสารตัวอย่าง เนื่องจากสารตัวอย่างมีหลาย ๆ ธาตุประกอบกัน ซึ่งเรียกว่า ผลกระทบของเนื้อสาร (Matrix Effect) ทำให้ผลการวิเคราะห์ธาตุที่สนใจไม่เป็นไปตามที่มีอยู่จริง ซึ่งผลกระทบของเนื้อสาร แบ่งได้ 2 ประเภท คือ

1.4.1 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างธาตุ (Element Interaction) แบ่งออกได้ 2 ลักษณะ คือ

1.4.1.1 ผลกระทบของการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Absorption of X-Rays) เกิดจากรังสีเอกซ์ปฐมภูมิผ่านความหนาของสารตัวอย่างเข้าไป และเกิดการวาวรังสีเอกซ์ทุติยภูมิออกมาจากสารตัวอย่าง มีความเข้มของรังสีเอกซ์เปลี่ยนไปจากเดิม เนื่องจากการถูกดูดกลืนหรือการกระเจิง ทั้งนี้การดูดกลืนรังสีเอกซ์จะมีผลมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง ความหนาของสารตัวอย่าง ซึ่งผลกระทบของการดูดกลืนรังสีเอกซ์มีลักษณะดังนี้คือ ผลของการดูดกลืนปฐมภูมิ (Primary Absorption) เกิดจากอะตอมของธาตุอื่นในสารตัวอย่างดูดกลืนรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลดลง ซึ่งมีผลทำให้การวาวรังสีเอกซ์จากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มีความเข้มลดลง และผลของการดูดกลืนทุติยภูมิ (Secondary Absorption) เกิดจากการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ถูกดูดกลืนโดยอะตอมของธาตุอื่น ทำให้การวาวรังสีเอกซ์ไม่เกิดขึ้น

1.4.1.2 การเสริมให้ความเข้มรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น (Enhancement) เป็นการเกิดการวาวรังสีเอกซ์ที่มากกว่าความเป็นจริง เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาไปกระตุ้นอะตอมของธาตุอื่นในสารตัวอย่างให้เกิดการวาวรังสีเอกซ์ออกมาด้วย

1.4.2 ผลกระทบทางกายภาพของสารตัวอย่าง (Physical Effects)

สมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่าง เช่น ลักษณะของผิวหน้า ขนาดอนุภาค และความเป็นเนื้อเดียวกัน ถ้าสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์มีผิวหน้าไม่เรียบ ไม่เป็นเนื้อเดียวกันและขนาดของอนุภาคไม่เท่ากัน ซึ่งจะทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากอะตอมของธาตุที่ทำการวิเคราะห์อาจถูกดูดกลืนหรือเกิดการกระเจิงโดยอะตอมของอีกธาตุหนึ่งแล้วเกิดการวาวรังสีเอกซ์ออกมาแทนจึงทำให้ผลการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ของธาตุที่สนใจคลาดเคลื่อนได้

2. การวาวรังสีเอกซ์และการดูดกลืนรังสีเอกซ์

2.1 การวาวรังสีเอกซ์

เมื่ออิเล็กตรอนในอะตอมถูกชนหรือทำปฏิกิริยาให้หลุดออกจากวงโคจร (Shell) ชั้นใน (ชั้น K หรือ L) โดยการยิงรังสีปฐมภูมิ (Primary radiation) ซึ่งมีค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ เท่ากับหรือมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน (Binding energy) ในระดับพลังงานนั้น ทำให้เกิดที่ว่างขึ้น อิเล็กตรอนจากวงโคจรชั้นนอกซึ่งมีพลังงานสูงกว่าจะเข้าไปแทนที่ว่างนั้นพร้อมกับคายพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นรังสีทุติยภูมิ (Secondary radiation) เรียกกระบวนการการเกิดรังสีเอกซ์นี้ว่า "การวาวรังสีเอกซ์" และพลังงานรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นมีค่าเฉพาะสำหรับธาตุแต่ละชนิด จึงเรียกว่า "รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ" (Characteristic X-Ray)

การแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากระดับชั้นพลังงานชั้นใน จากระดับหนึ่งไปยังระดับพลังงานหนึ่งนั้นสามารถอธิบายได้จากทฤษฎีอะตอม คืออะตอมประกอบด้วยนิวเคลียสเป็นแกนกลาง มีอิเล็กตรอนโคจรอยู่รอบ ๆ โดยอิเล็กตรอนที่มีอยู่นั้นจะอยู่ในระดับพลังงานที่ต่างๆ กัน แบ่งเป็นชั้น K, L, M, N, ... ในแต่ละระดับชั้นพลังงานยังแบ่งเป็นระดับพลังงานย่อย (Subshell) ได้อีก ดังภาพประกอบ 2

j เป็นเลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมรวม (Total Angular Momentum Quantum Number) มีค่า $j = l + s, l + s - 1, l + s - 2, \dots, |l - s|$

s เป็นเลขควอนตัมสปินของอิเล็กตรอน (Spin Quantum Number) มีค่าเท่ากับ $\pm \frac{1}{2}$
จำนวนอิเล็กตรอนที่จะมีได้สูงสุดในแต่ละระดับพลังงาน เท่ากับ $2n^2$ ดังแสดงในตาราง 2

ตาราง 2 แสดงค่าเลขควอนตัมในชั้นต่าง ๆ ของเลขอะตอม

ระดับพลังงาน	n	l	j	จำนวนอิเล็กตรอนที่มีได้สูงสุด
K	1	0	1/2	2
L	2	1	3/2	8
		1	1/2	
		0	1/2	
M	3	2	5/2	18
		2	3/2	
		1	3/2	
		1	1/2	
		0	1/2	

จากภาพประกอบ 2 เส้นสเปกตรัมของ รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะซึ่งเกิดขึ้นได้จากการเปลี่ยนระดับพลังงานตามกฎการคัดเลือก เช่น

K_{α_1} เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับชั้นย่อย L_{III} ลงมาชั้น K

จะมีค่า $\Delta n = 2-1=1$ มีค่า $\Delta l = 1-0=1$ และมีค่า $\Delta j = \frac{3}{2} - \frac{1}{2} = 1$

K_{α_2} เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับชั้นย่อย L_{II} ลงมาชั้น K

จะมีค่า $\Delta n = 2-1=1$ มีค่า $\Delta l = 1-0=1$ และมีค่า $\Delta j = \frac{1}{2} - \frac{1}{2} = 0$

K_{β_1} เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับชั้นย่อย M_{III} ลงมาชั้น K

จะมีค่า $\Delta n = 3-1=2$ มีค่า $\Delta l = 1-0=1$ และมีค่า $\Delta j = \frac{3}{2} - \frac{1}{2} = 1$

L_{α_1} เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับชั้นย่อย M_V ลงมาระดับชั้นย่อย L_{III}

จะมีค่า $\Delta n = 3-2=1$ มีค่า $\Delta l = 2-1=1$ และมีค่า $\Delta j = \frac{5}{2} - \frac{3}{2} = 1$

2.2 การดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Absorption of X – Ray)

การดูดกลืนรังสีเอกซ์มีหลักการเหมือนกับการดูดกลืนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าอื่น ๆ คือ เมื่อลำรังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปในวัสดุชั้นบาง ๆ จะทำให้รังสีเอกซ์ที่ผ่านออกมามีความเข้มลดลง เนื่องจากถูกดูดกลืนด้วยวัสดุ ถ้าให้รังสีเอกซ์ที่มีความเข้มรังสีเป็น I_0 ผ่านเข้าไปในวัสดุ แล้วได้ความเข้มรังสีที่ผ่านออกมาเป็น I โดยที่ I จะต้องมีความน้อยกว่า I_0 เสมอ ความสัมพันธ์ของ I และ I_0 สามารถเขียนเป็นสมการได้ดังนี้

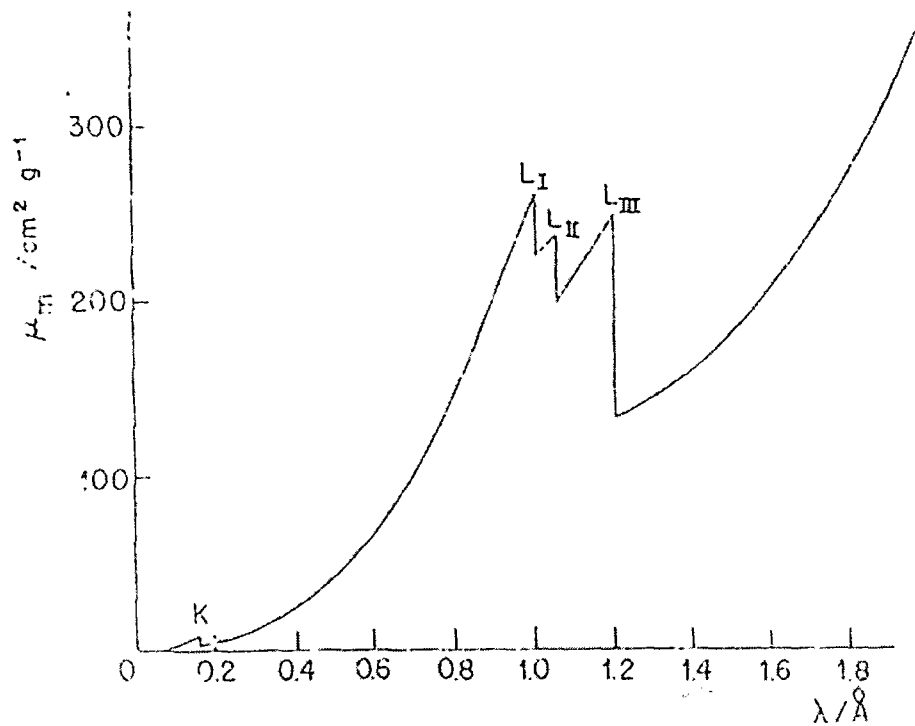
$$I = I_0 e^{-\mu x} \dots\dots\dots (1)$$

เมื่อ x คือ ความหนาของวัสดุ มีหน่วยเป็น cm

μ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงเส้น (Linear Absorption Coefficient) มีหน่วยเป็น cm^{-1} ซึ่งเป็นสมบัติเฉพาะของธาตุแต่ละธาตุ ขึ้นกับความหนาแน่นของวัสดุที่รังสีเอกซ์ผ่าน โดยที่ $\mu = \mu_m \rho$

ρ คือ ความหนาแน่นของวัสดุ มีหน่วยเป็น g/cm^3

μ_m คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวล (Mass Attenuation Coefficient) ซึ่งไม่ขึ้นอยู่กับสถานะหรือสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของธาตุ แต่จะขึ้นอยู่กับเลขอะตอม มีหน่วยเป็น cm^2/g



ภาพประกอบ 3 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับ
ความยาวคลื่นของธาตุทั้งสแตน

ที่มา : Vector E. Buhrke. (1998). A Practical Guide for the Preparation of Specimens for
X-Ray Fluorescence and X-Ray Diffraction Analysis. P.28

ภาพประกอบ 3 แสดงลักษณะกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับ
ความยาวคลื่นของธาตุทั้งสแตน พบว่าเมื่อโฟตอนมีความยาวคลื่นมากขึ้น การดูดกลืนก็มากขึ้น
ด้วย ซึ่งจากกราฟมีลักษณะเป็นเส้นที่ไม่ต่อเนื่องที่ค่าพลังงานค่าหนึ่ง ๆ ซึ่งเกิดขึ้นจากการ
เปลี่ยนแปลงสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลมากที่สุด เรียกจุดนี้ว่า สันของการดูดกลืน
(Absorption Edge) ซึ่งเป็นจุดที่พลังงานโฟตอนรังสีเอกซ์สามารถทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจาก
ชั้นอะตอมได้พอดี จะเห็นได้ว่าถ้าความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น จนรังสีเอกซ์มีพลังงานพอดีทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไป แต่เมื่อเลยจุดนี้ไปค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลจะลดลง
และเมื่อความยาวคลื่นของโฟตอนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกลับเพิ่ม
ขึ้นมาอีก จนมีความยาวคลื่นที่มีพลังงานพอดีทำให้อิเล็กตรอนในชั้น L หลุดได้ การดูดกลืนจะ

ขึ้นอยู่กับเลขอะตอมและค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบสารตัวอย่าง ซึ่งธาตุแต่ละชนิด มีเส้นการดูดกลืนเป็นค่า ๆ หลายค่าตามชั้นพลังงานอิเล็กตรอน เช่นชั้น K มีเส้นการดูดกลืน 1 ค่า ชั้น L มีเส้นการดูดกลืน 3 ค่า

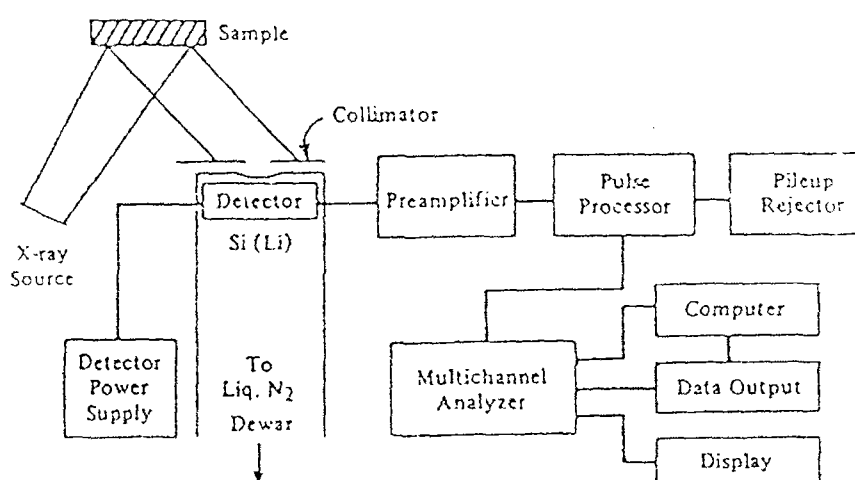
3. ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์

ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์โดยทั่วไปมี 2 ชนิด ได้แก่

3.1 ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน

(Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer : EDXRFS)

EDXRFS มีส่วนประกอบของเครื่องมือที่สำคัญดังภาพประกอบ 4 คือ



ภาพประกอบ 4 แสดงระบบการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม (2534) หลักและเทคนิคการวิเคราะห์เชิง

เครื่องมือ.(Principles and Techniques of Instrumental Analysis).

หน้า 450. กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์

มหาวิทยาลัย.

3.1.1 แหล่งกำเนิดรังสีปฐมภูมิ เครื่องมือชนิดนี้สามารถใช้แหล่งกำเนิดรังสีได้ทั้งจากหลอดรังสีเอกซ์หรือไอโซโทปของกัมมันตรังสี ถ้าเป็นหลอดรังสีเอกซ์ ดังภาพประกอบ 4 จะใช้หลอดทั้งสแตนเป็นแคโทด ส่วนเป้าแอนโนดเป็นโลหะพวกทองแดง โมลิบดีนัม นิกเกิล โรเดียม โดยกระบวนการเกิดรังสีเอกซ์ดังนี้ เมื่อทั้งสแตนได้รับความร้อนทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา แล้วอิเล็กตรอนนี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงไปชนเป้าแอนโนด และเกิดการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา

3.1.2 ตัวทำขนาน (Collimator) ทำหน้าที่บังคับลำรังสีเอกซ์ให้เป็นลำขนานเพื่อเข้าสู่หัววัดรังสี

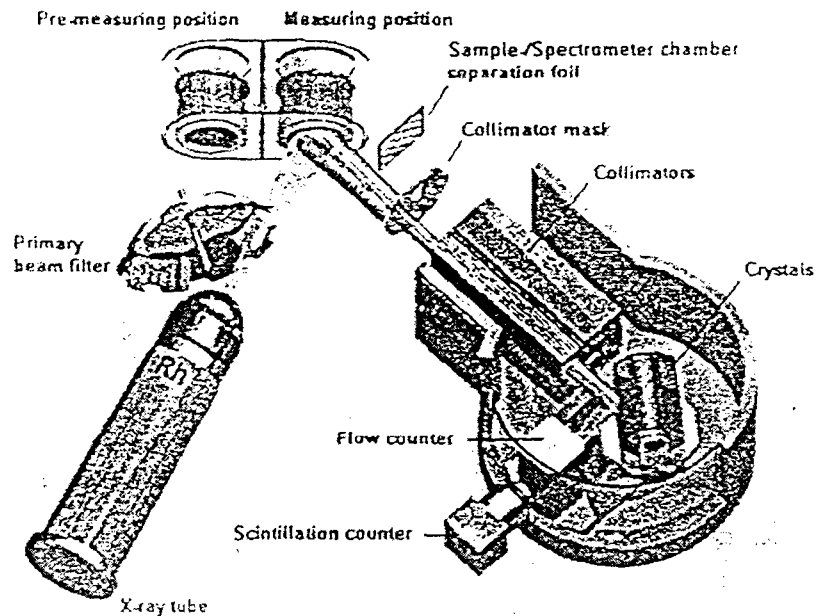
3.1.3 หัววัดรังสีเอกซ์ เป็นชนิดสารกึ่งตัวนำซิลิกอนที่มีลิเทียมเจือปนอยู่ (Si[Li])

ระบบการวัดสเปกตรัมแบบกระจายพลังงาน จะจัดให้แหล่งกำเนิดรังสีและหัววัดรังสีเอกซ์เป็นแบบตั้งอยู่กันที่ ไม่มีผลึกที่ไข่เลี้ยวเบนรังสี และตำแหน่งสารตัวอย่างจะวางอยู่ใกล้กับหัววัดรังสีเอกซ์ ทำให้ความแรงของรังสีที่เข้าสู่หัววัดรังสีแบบนี้มากกว่าแบบกระจายความยาวคลื่นถึง 100 เท่า นอกจากนี้ยังสามารถวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมาได้พร้อม ๆ กันหลายช่วง

ขั้นตอนการวิเคราะห์ของระบบการวัดสเปกตรัมแบบกระจายพลังงาน คือ เมื่อลำรังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดรังสีกระทบสารตัวอย่างทำให้เกิดอันตรกิริยากับธาตุต่าง ๆ ในสารตัวอย่าง จึงเกิดการวาร์รังสีเอกซ์ขึ้น รังสีเอกซ์ที่วาร์ออกมาผ่านตัวทำขนาน เพื่อทำให้ลำรังสีเอกซ์เป็นลำขนานเข้าสู่หัววัดรังสีเอกซ์ สัญญาณที่ได้จากหัววัดรังสีเอกซ์จะถูกส่งไปยังเครื่องขยายสัญญาณ เพื่อส่งไปยังเครื่องวิเคราะห์ โดยเครื่องวิเคราะห์จะทำหน้าที่แยกขนาดพลังงานในแต่ละช่วง จากสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่วาร์ออกมาจะทำให้ทราบถึงชนิดและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้

3.2 ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer) หรือ WDXRFS

WDXRFS มีส่วนประกอบของเครื่องมือที่สำคัญดังภาพประกอบ 5 คือ



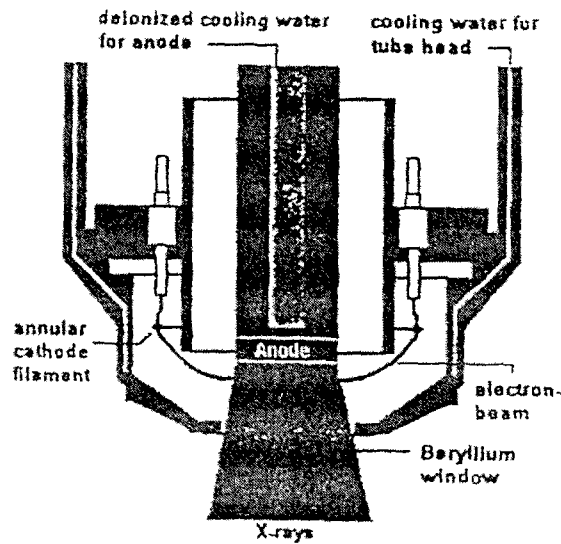
ภาพประกอบ 5 แสดงชุดอุปกรณ์เครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ที่มา : Schiotz,R.& Uhlig,S. (2000). Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF).

Karsruhe : Bruker Analytical X-Ray System. P. 40

3.2.1 ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ (Primary Radiation Source)

เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นหลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลาย (End Window) ประกอบด้วยขั้วแคโทดเป็นไส้หลอด ทำหน้าที่ปล่อยอิเล็กตรอน และขั้วแอโนดซึ่งทำจากธาตุโรเดียม (Rh) เพราะสามารถให้รังสีเอกซ์ในช่วงพลังงานที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ได้ทั้งธาตุเบาและธาตุหนักเป็นเป้า โดยการจัดวางให้ไส้หลอดเป็นลักษณะรูปร่างแหวน (Annular Cathode) รอบ ๆ เป้าแอโนด ลักษณะอุปกรณ์ดังภาพประกอบ 6



ภาพประกอบ 6 แสดงหลอดรังสีเอกซ์ ชนิดหน้าต่างด้านปลาย

ที่มา : Schiotz,R.& Uhlig,S. (2000). Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF).

Karsruhe : Bruker Analytical X-Ray System. P. 8

3.2.2 แผ่นกรองลำปฐมภูมิ (Primary Beam Filter)

แผ่นกรองนี้วางไว้ระหว่างหลอดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่าง ทำหน้าที่ในการกรองรังสีที่มีความยาวคลื่นในช่วงที่ไม่ต้องการออกก่อนที่จะเข้าสู่สารตัวอย่าง โดยการใช้ตัวกรองที่มีพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนวงในเท่ากับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ไม่ต้องการเพื่อดูดกลืนพลังงานนั้นเอาไว้ แผ่นกรองลำปฐมภูมิที่มีในอุปกรณ์ชุดนี้ประกอบด้วยแผ่นกรองอลูมิเนียมที่มีความหนาต่าง ๆ กัน คือ 12.5, 100, 200, 500 และ 800 ไมโครเมตร แผ่นกรองทองแดงที่มีความหนา 200 ไมโครเมตร และไม่มีแผ่นกรอง (None)

3.2.3 ระบบบรรยากาศภายในเครื่องวัดสเปกตรัม

การจัดระบบบรรยากาศในเครื่องวัดสเปกตรัมมีความสำคัญมาก โดยเฉพาะกรณีของรังสีเอกซ์ที่วางออกมาจากธาตุที่วิเคราะห์ถูกระบบบรรยากาศดูดกลืนไว้หรือระบบบรรยากาศทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ลดลง จะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นการจัดระบบบรรยากาศต้องพิจารณาถึงธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ และสถานะของสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ด้วย

3.2.4 หน้ากากตัวทำขนาน (Collimator Masks)

วางไว้ระหว่างสารตัวอย่างกับตัวทำขนาน ทำหน้าที่ในการตัดลำรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากสารตัวอย่างให้มีขนาดเล็กลงก่อนผ่านเข้าสู่ตัวทำขนาน มีลักษณะเป็นช่องกลมขนาดเล็ก

3.2.5 ตัวทำขนาน (Collimator)

วางไว้ระหว่างหน้ากากที่เป็นตัวทำขนานกับผลึกวิเคราะห์ มีลักษณะภายในเป็นแผ่นโลหะยาววางขนานกันเป็นจำนวนมากและห่างกันเล็กน้อย ทำหน้าที่บังคับให้ลำรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาให้อยู่ในแนวขนาน เพื่อเข้าสู่ผลึกวิเคราะห์ ตัวทำขนานที่ใช้มีอยู่ 2 แบบ คือ ตัวทำขนานแบบละเอียด (Fine Collimator) เหมาะที่จะใช้กับรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วง 0.2-4 อังสตรอมหรืออะตอมของธาตุหนัก และตัวทำขนานแบบหยาบ (Coarse Collimator) ใช้กับรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นมากกว่า 4 อังสตรอมหรืออะตอมของธาตุเบา

3.2.6 ผลึกกระจายความยาวคลื่น

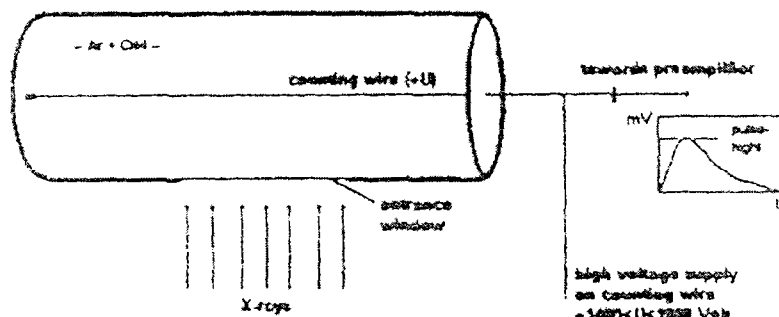
วางอยู่ระหว่างตัวทำขนานกับหัววัด ทำหน้าที่กระจายรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกันออกจากกันไปเป็นมุมต่าง ๆ ซึ่งอาศัยหลักการเลี้ยวเบนตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) คือ $2d \sin\theta = n\lambda$ โดยความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่กระจายออกแล้วทำให้เกิดการแทรกสอดแบบเสริม จะมีความสัมพันธ์กับมุมที่รังสีตกกระทบผลึก ทำให้ทราบได้ว่าธาตุที่มีในสารตัวอย่างมีธาตุอะไรบ้าง เพราะรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแต่ละธาตุมีความยาวคลื่นไม่เท่ากันและมุมของการเลี้ยวเบนไม่ตรงกัน ซึ่งค่ามุมที่เลี้ยวเบนผ่านผลึกที่สามารถวัดได้อยู่ระหว่าง 0 ถึง 90 องศา นอกจากมุมในการเลี้ยวเบนแล้วค่าความยาวคลื่นยังขึ้นอยู่กับค่าของระยะระหว่างชั้นของผลึก (ค่า d) ดังนั้นการเลือกชนิดของผลึกกระจายแสงให้เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ จึงมีความจำเป็นเช่นกัน

3.2.7 หัววัดรังสีเอกซ์ (X-Ray Detector)

ทำหน้าที่รับรังสีเอกซ์ที่แยกตามความยาวคลื่นโดยผลึกวิเคราะห์ ผลึกจะหมุนเพื่อเปลี่ยนมุมให้รังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุต่าง ๆ ตกกระทบ ในขณะที่หัววัดหมุนตามไปรับรังสีด้วยมุมที่สอดคล้องกัน ในเครื่องมือชุดนี้ ใช้หัววัดสองชนิด คือ

3.2.7.1 หัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน (Gas Proportional Counter)

ลักษณะภายในดังภาพประกอบ 7 ซึ่งประกอบด้วย ทรงกระบอกกลวงเป็น ขั้วไฟฟ้าลบ เส้นลวดที่แกนของทรงกระบอกกลวงเป็นขั้วไฟฟ้าบวก และหน้าต่างอยู่บริเวณ ด้านข้างของทรงกระบอก ทำหน้าที่ให้รังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปทำปฏิกิริยากับแก๊สภายในทรงกระบอก กลวงซึ่งบรรจุแก๊สอาร์กอน 90% และแก๊สมีเทน 10% เมื่อรังสีเอกซ์เข้าไปชนกับอะตอมอาร์กอนใน หัววัด จะทำให้เกิดแก๊สอาร์กอนแตกตัว เป็นไอออนบวกและไอออนลบ ไอออนทั้งสองชนิดนี้จะ เคลื่อนที่ไปยังขั้วไฟฟ้าลบและขั้วไฟฟ้าบวกตามลำดับ เนื่องจากหัววัดนี้มีโวลเตจสูง ทำให้ อิเล็กตรอนชนกับโมเลกุลของแก๊สอื่น ๆ และทำให้เกิดคู่อิออน ซึ่งจำนวนคู่อิออนจะเป็นสัดส่วน กับพลังงานของรังสีเอกซ์



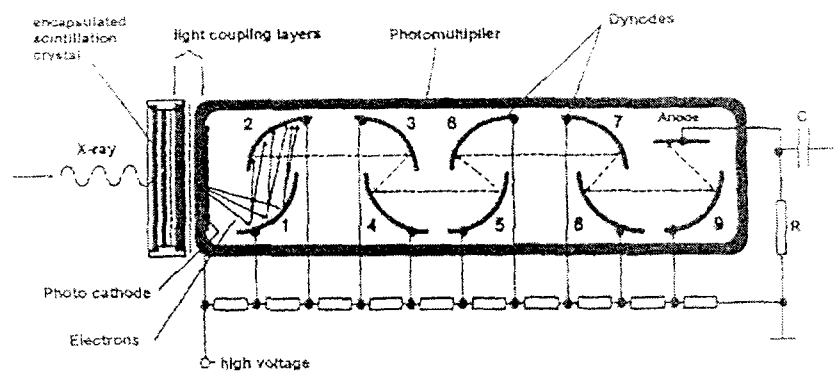
ภาพประกอบ 7 แสดงลักษณะภายในของหัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน

ที่มา : Schiotz,R.& Uhlig,S. (2000). Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF).

Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray System. P. 8

3.2.7.2 หัววัดแบบประกายแสง (Scintillation Counter)

ประกอบด้วยสารประกายแสงผลึกโซเดียมไอโอไดด์ (Sodium iodide) ที่มี ธอลเลียม (Thallium) เจือปนอยู่ (Na[Tl]) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกจะเกิดอันตรกิริยาระหว่าง รังสีเอกซ์กับผลึก ทำให้อะตอมของผลึกอยู่ในสถานะถูกกระตุ้นแล้วปล่อยโฟตอนออกมาในช่วง แสงที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า แสงที่คายออกมานี้จะไปกระทบโฟโตแคโทด(Photocathode) ของ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา แล้วอิเล็กตรอนนี้ไปตกกระทบไดโนด (Dynode) อันแรก ซึ่งจัดเรียงอยู่ในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ดังภาพประกอบ 8 จะได้ อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) หลุดออกมา 2-5 ตัวต่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary Electron) 1 ตัว และอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกเร่งไปตกกระทบไดโนดอันที่สอง ทำให้เกิด อิเล็กตรอนเป็นจำนวนทวีคูณจนกระทั่งอิเล็กตรอนถูกเร่งไปตกกระทบไดโนดอันสุดท้ายแล้วเข้าสู่ ขั้วแอโนด(Anode) ทำให้เกิดโวลเตจพัลส์ (Voltage Pulse) ความสูงของพัลส์เป็นสัดส่วนกับ พลังงานของอนุภาคที่ตกกระทบผลึก



ภาพประกอบ 8 แสดงลักษณะภายในของหัววัดแบบประกายแสง

ที่มา : Schiotz,R.& Uhlig,S. (2000). Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF).

Karsruhe : Bruker Analytical X-Ray System. P. 8

4. การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ เชิงกึ่งปริมาณ และเชิงปริมาณ

4.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

เป็นกระบวนการวิเคราะห์ที่ทำให้ทราบถึงชนิดหรือองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ที่อยู่ในเนื้อสารตัวอย่างได้ โดยอาศัยหลักการ คือ รังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากสารตัวอย่าง จะถูกส่งผ่านเข้าสู่ผลึกวิเคราะห์และสะท้อนเข้าสู่หัววัดเป็นมุม 2θ ซึ่งหัววัดจะทำการวัดตั้งแต่มุมน้อยที่สุดจนถึงมุมมากที่สุด เพื่อทำการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์จากแต่ละธาตุในสารตัวอย่าง การแสดงผลการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้ จะอยู่ในรูปสเปกตรัมระหว่างค่ามุม 2θ กับค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้ เมื่อทราบระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกวิเคราะห์และทราบค่ามุม 2θ ตรงตำแหน่งที่มีความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์สูง ก็จะทราบความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์ของธาตุแต่ละธาตุได้ตามสมการของแบรกก์ จึงทำให้ทราบได้ว่ามีธาตุอะไรอยู่บ้างในสารตัวอย่าง

4.2 การวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ

มีหลักการวัดและวิเคราะห์เหมือนกับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพมีความแตกต่างกันในขั้นตอนการแสดงผล คือการวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณสามารถแสดงผลได้ทั้งชนิดธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและปริมาณความเข้มของรังสีที่วัดได้สามารถนำมาคำนวณปริมาณความเข้มขั้นของแต่ละธาตุด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ได้โดยไม่ต้องอาศัยสารอ้างอิงมาตรฐาน การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้จึงเป็นวิธีการที่สะดวกและ รวดเร็ว

4.3 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

เป็นการวิเคราะห์ที่ทำให้ทราบปริมาณที่แน่นอนของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง ซึ่งสารตัวอย่างนั้นมีความซับซ้อน ที่อาจได้รับผลกระทบของเนื้อสาร ซึ่งจะเป็นปัจจัยที่ทำให้ผลการวิเคราะห์ธาตุที่สนใจไม่เป็นไปตามค่าที่มีอยู่จริง ดังนั้นจึงต้องมีการแก้ไข วิธีการที่สามารถนำมาใช้ในการแก้ผลกระทบของเนื้อสารมีอยู่หลายวิธี เช่น

1. วิธีการคำนวณทางคณิตศาสตร์

วิธีการคำนวณทางคณิตศาสตร์ โดยการเขียนเป็นโปรแกรมในการเก็บข้อมูลตัวแปร (parameter) ต่าง ๆ เช่น สัมประสิทธิ์การดูดกลืน สเปกตรัม ความเข้มของรังสีเอกซ์ ความเข้มขั้น เป็นต้น จากข้อมูลเหล่านี้ สามารถนำไปใช้ทำนายความเข้มของรังสีเอกซ์ที่จะเกิดขึ้นกับธาตุในสารตัวอย่างซึ่งมีองค์ประกอบต่าง ๆ กัน โดยการสร้างสูตรเพื่อหาความเข้มของรังสีเอกซ์ตามทฤษฎีขึ้น จากนั้นใช้สารมาตรฐานที่มีองค์ประกอบเหมือนกันนำไปปรับแก้ความเข้มที่หาได้ตามทฤษฎีให้มีสภาพเหมือน ด้วยเหตุนี้จึงทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ถูกต้องขึ้น

2. วิธีการใช้สารมาตรฐานภายใน (Internal Standard)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ใช้วิธีเติมธาตุมาตรฐานคนละธาตุกับธาตุที่สนใจ และทราบค่าความเข้มข้นแน่นอนลงไปในส่วนตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ ปกติจะเติมธาตุที่มีเลขอะตอมมากหรือน้อยกว่าธาตุที่สนใจลงไป

3. วิธีการเจือจางตัวอย่างและสารมาตรฐาน (Dilution of Sample and Standard)

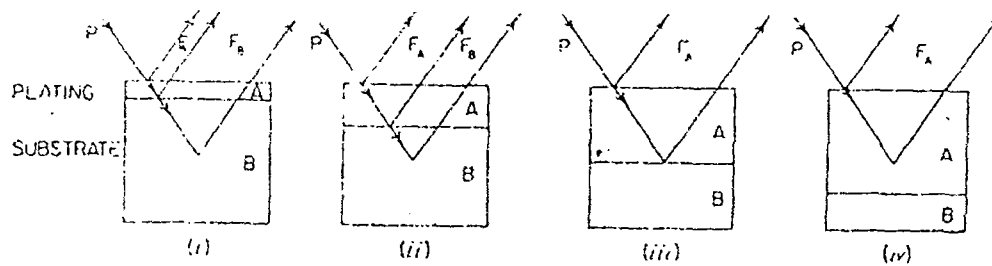
วิธีการเจือจางตัวอย่างและสารมาตรฐานเป็นวิธีทำให้สารมาตรฐานและสารตัวอย่างเจือจางลงด้วยการเติมตัวทำละลายลงไป เพื่อลดผลกระทบของเนื้อสารที่เกิดขึ้น สารที่ใช้เติมจะต้องมีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ต่ำ เช่น Li_2CO_3

4. วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบ (Calibration Curve)

วิธีการวิเคราะห์แบบเปรียบเทียบ (Comparative Analysis) เป็นการวิเคราะห์ซึ่งสารอ้างอิงมาตรฐานกับสารที่จะนำมาวิเคราะห์ต้องมีลักษณะเหมือนกันหรือใกล้เคียงกันมากที่สุด ทั้งในทางกายภาพ และทางเคมี วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบเป็นวิธีการวิเคราะห์แบบเปรียบเทียบที่นิยมใช้กันมากในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ซึ่งจะต้องใช้สารอ้างอิงมาตรฐานในการนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่สนใจ โดยวิธีนี้จะต้องมีสารอ้างอิงมาตรฐานที่ทราบปริมาณที่แน่นอนของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เพื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบสำหรับวิเคราะห์ปริมาณธาตุจากสารตัวอย่างที่ไม่ทราบค่าในกลุ่มเดียวกัน โดยมีหลักการคือนำสารอ้างอิงมาตรฐานมาทำการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ของแต่ละธาตุที่สนใจ โดยผลที่วัดได้จะถูกนำมาใช้เป็นข้อมูลในการเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์กับปริมาณความเข้มข้นของธาตุ เมื่อนำสารตัวอย่างที่ไม่ทราบค่ามาทำการวิเคราะห์ในภายหลังภายใต้เงื่อนไขการวัดแบบเดียวกันก็จะทราบถึงปริมาณความเข้มข้นของแต่ละธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

5. วิธีการใช้เทคนิคฟิล์มบาง (Thin Film Technique)

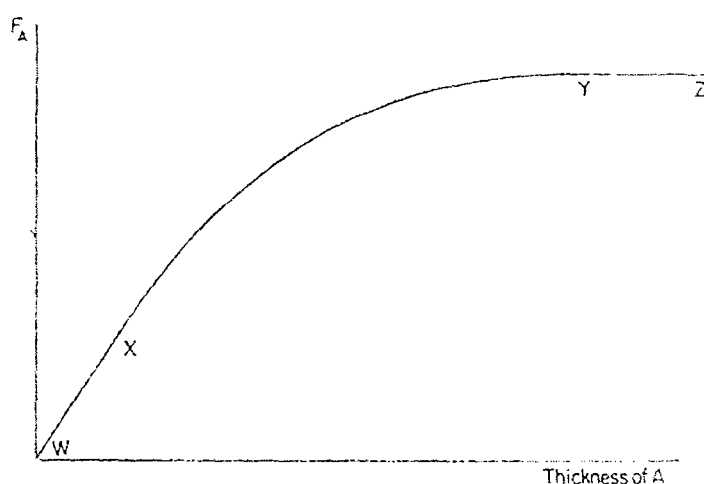
เทคนิคฟิล์มบาง (Thin Film Technique) ลักษณะของสารตัวอย่างเป็นฟิล์มบาง (Thin Film) เมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิไปกระตุ้นอะตอมของธาตุที่อยู่ในฟิล์มบางและวัสดุรองรับทำให้เกิดการวาวรังสีเอกซ์ออกมา โดยความเข้มรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวาวของธาตุในฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม แต่ความเข้มรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวาวของธาตุในวัสดุรองรับจะลดลงเมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น เนื่องจากฟิล์มหนาดูดกลืนรังสีเอกซ์ไว้ ดังนั้นความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้ขึ้นอยู่กับความหนาของฟิล์ม ดังภาพประกอบ 9



ภาพประกอบ 9 แสดงความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากฟิล์มบางที่มีความหนาต่างกัน
ที่มา : Whiston, C (1991) X-Ray Method.:ACOL. P.269

จากภาพประกอบ 9 พิจารณาการวาวรังสีเอกซ์ของฟิล์ม A ที่มีความหนาต่างกัน เคลือบอยู่บนวัสดุรองรับ B จะเห็นได้ว่าในรูป (i) และ (ii) รังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้จะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปยังวัสดุรองรับแล้วทำให้เกิดการวาวรังสีเอกซ์ทุติยภูมิทั้งจากฟิล์มบาง (F_B) ตามลำดับ ถ้าพิจารณาเฉพาะความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์จากฟิล์ม A เท่านั้น จะพบว่ารูป (ii) มีความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่ามากกว่าความเข้มรังสีเอกซ์ที่วาวจากฟิล์มใน รูป (i) เนื่องจากฟิล์มในรูปที่ (ii) หนากว่าฟิล์มในรูป (i) ดังนั้นความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์มที่วัดได้ก็จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วยจนถึงค่าหนึ่ง ตามรูป (iii) จะพบว่ารังสีเอกซ์ปฐมภูมิไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มลงไปได้อีก ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าคงที่เรียกว่า ความเข้มอิ่มตัว (Saturated Intensity) และเรียกความหนาที่ว่า ความหนาวิกฤต (Critical Thickness) ซึ่งถ้าฟิล์มที่วัดมีความหนามากกว่าความหนาวิกฤตตามรูป (iv) พบว่าความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้นั้นจะไม่เพิ่มสูงไปมากกว่าความเข้มที่วัดได้ขณะที่ฟิล์มมีความหนาแน่นเท่าความหนาวิกฤต เนื่องจากรังสีเอกซ์ปฐมภูมิไม่สามารถจะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางไปได้มากกว่านี้

ถ้านำค่าความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์จากธาตุในฟิล์มที่วัดได้ที่ความหนาต่าง ๆ มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์กับความหนาฟิล์มที่ทราบค่าจะได้กราฟดังภาพประกอบ 10 ซึ่งแบ่งเป็น 3 บริเวณ คือ (1) บริเวณเชิงเส้น (Linear Region) (2) บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (Exponential Region) และ (3) บริเวณคงที่ (Flat Region)



ภาพประกอบ 10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์กับ
ความหนาฟิล์ม

ที่มา : Whiston, C (1991) X-Ray Method. : ACOL. P.270

1. บริเวณเชิงเส้น (บริเวณ WX) ช่วงนี้จะเป็นช่วงสั้น ๆ และเนื่องจากความหนาของฟิล์มในช่วงนี้จะน้อยมากอาจกล่าวได้ว่าไม่มีผลกระทบของเนื้อสาร จึงทำให้ความสัมพันธ์ของความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความหนาฟิล์มในระดับนี้มีลักษณะเป็นเชิงเส้น
2. บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (บริเวณ XY) ช่วงนี้ผลการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอมของธาตุในฟิล์มเริ่มมีความสำคัญ ดังนั้นถึงแม้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจะยังคงมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม แต่จะเห็นได้ว่าเป็นไปในลักษณะที่อัตราการเพิ่มค่อย ๆ น้อยลง ความชันกราฟในช่วงนี้จึงเพิ่มอย่างช้า ๆ ทำให้กราฟมีลักษณะโค้ง
3. บริเวณคงที่ (บริเวณ YZ) ช่วงนี้จะเกิดขึ้นเมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับความหนาวิกฤตของฟิล์มนั้น ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากอะตอมของธาตุในฟิล์มที่วัดได้มีค่าคงที่แม้ว่าความหนาของฟิล์มจะเพิ่มมากขึ้นก็ตาม

5. ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด (Lower Limit of Detection)

$$LLD = \frac{3}{m} \sqrt{\frac{R_b}{T_b}} \dots\dots\dots(2)$$

ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดเป็นการแสดงผลของปริมาณความเข้มข้นขั้นต่ำของธาตุที่วัดได้ โดยคำนวณได้จากสมการ (2) ในที่นี้

LLD คือ ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด

m คือ ค่าความไวของพื้นหลัง (Background Sensitivity)

R_b คือ อัตรานับของพื้นหลัง (Background Count Rate)

T_b คือ ระยะเวลาสุทธิที่วัดพื้นหลัง (Total Analysis Time on Background)

เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี 2536 ปล้นส์ย์ ชูวิเชียร ทำการหาปริมาณสารตะกั่วในน้ำทิ้งจากโรงงานผลิตแบตเตอรี่ ด้วยวิธีการวิเคราะห์การวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายพลังงาน (EDXRF) โดยการใช้รังสีเอกซ์ปฐมภูมิ กระตุ้นอะตอมของสารที่จะทำการวิเคราะห์ เพื่อให้อะตอมของสารเกิดการวาวรังสีเอกซ์ โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเลดไนเตรต ($Pb_2(NO_3)_4$) ที่มีความเข้มข้น 1 mg/ml ลงบนแผ่นกระดาษกรอง 9 แผ่น โดยแต่ละแผ่นจะมีปริมาตรของสารละลายตะกั่วดังนี้ คือ 10, 30, 40, 60, 80, 100, และ 500 μ l ทำการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาในแต่ละแผ่น จากนั้นนำไปสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ (แกน Y) และความเข้มข้นเป็นร้อยละของสารละลายตะกั่ว (แกน X) จากนั้นเตรียมชิ้นตัวอย่างน้ำทิ้งจากโรงงานผลิตแบตเตอรี่หดยบนกระดาษกรอง แล้วนำไปวิเคราะห์ จากกราฟเปรียบเทียบจะเห็นว่าความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์เปลี่ยนแปลงตามค่าปริมาณของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างตามสมการ $I = mC + I_0$ โดย I คือความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากชิ้นตัวอย่าง m คือ ค่าเปรียบเทียบหรือความชันของเส้นกราฟ C คือค่าความเข้มข้นหรือปริมาณของธาตุ และ I_0 คือความเข้มของรังสีพื้นหลัง เมื่อต้องการหาปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่สนใจในสารตัวอย่าง ทำได้โดยวัดปริมาณความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์ เมื่อทราบค่าความเข้มของการวาวรังสีเอกซ์ ก็สามารถที่จะคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากสมการดังกล่าว และในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน และองค์ประกอบในเนื้อสารเหมือนกัน จึงทำให้ผลกระทบของเนื้อสารไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ และเมื่อหยดสารตัวอย่างลงบนกระดาษกรองซึ่งเป็นลักษณะชิ้นตัวอย่างบาง ซึ่งทำให้เกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์มีค่าน้อย จึงทำให้ผลของความเข้มรังสีเอกซ์มีความถูกต้องสูง

ในปี 1994 คิวซิฟิท (Quisefit) และคณะ ทำการวิเคราะห์ปริมาณของละอองในอากาศที่ถูกดูดไว้บนกระดาษกรอง โดยใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ด้วยวิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ พบว่าสารมาตรฐานสังเคราะห์ทำได้ค่อนข้างยาก และในงานวิจัยนี้ได้กล่าวถึงงานวิจัยอื่นที่เลือกใช้แผ่นกรองในการวิเคราะห์ฟิล์มบาง แต่คิวซิฟิทและคณะนำผลการวิเคราะห์ปริมาณของละอองอากาศที่ดูดไว้บนกระดาษกรองมาเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานที่เตรียมตัวอย่างแบบหลอมแก้ว ซึ่งมีข้อดี คือ ง่ายต่อการจับต้อง เพราะน้อยกว่าฟิล์มบางหรือตัวกรอง และสามารถใช้งานได้นานถ้ามีการเก็บรักษาอย่างถูกวิธี

ในปี 1994 สวามี , คาเลียเปรูมอล และสวามินาธาน (K.Swamy , R.Kaliaperumal and G.S.Swaminathan) ทำการวิเคราะห์ควันที่เกิดจากการเชื่อมโลหะโดยอุปกรณ์วิเคราะห์การวางรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (WDXRFS) โดยใช้การสังเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานซึ่งกำหนดให้มีธาตุ Si, Mn, Cr, Fe, Pb, Cu, Al และ Ni ในปริมาณต่าง ๆ เพื่อนำไปสร้างกราฟเปรียบเทียบและเตรียมขึ้นตัวอย่างของควันที่ได้จากการเชื่อมโลหะด้วยการดูดควันผ่านกระดาษกรอง แล้วนำไปวิเคราะห์พบว่าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเฉลี่ยมีค่าเป็น 7%

ในปี 1996 ซัลคอฟสกี และเฮอร์เนอร์ (M.Sulkowski and A.V.Hirner) ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างประเภทฝุ่น เศษแร่ และเศษดิน ที่มีในปริมาณที่จำกัด (< 50 mg) โดยใช้อุปกรณ์เครื่องวิเคราะห์การวางรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (WDXRFS) โดยการเตรียมสารตัวอย่างบนแผ่นกรองโพลีโพรพิลีน (Polypropylene Filter) และเลือกใช้วัสดุแผ่นรองด้านหลัง (Backing) ซึ่งทำจากโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) รองไว้ และทำการเตรียมสารอ้างอิงมาตรฐานที่มีลักษณะคล้ายคลึงกันและใช้วัสดุรองชนิดเดียวกัน แล้วทำการสร้างข้อมูลเปรียบเทียบเพื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างนั้น พบว่าสามารถทำการวิเคราะห์ได้ถึงในระดับธาตุปริมาณน้อย ๆ ของธาตุที่มีเลขอะตอมตั้งแต่ 22 ขึ้นไปได้

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นชนิดเกรด AR (AR grade) ได้แก่

1. แมงกานีสไดออกไซด์ MnO_2 92%
2. แมกนีเซียมออกไซด์ MgO 98 %
3. แคลเซียมคาร์บอเนต CaCO_3 99 %
4. กรดไฮโดรคลอริก HCl 36 %

1.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง

1. บีกเกอร์
2. แท่งแก้วคน
3. ปิเปตต์ (Pipette)
4. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร
5. ขวดเก็บสารตัวอย่าง
6. กระดาษกรอง (Whatman เบอร์ 1)
7. โคมไฟ 110 W 220 V
8. เครื่องชั่งสาร
9. กระจกเรียบ

1.3 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์โดยเทคนิคการวางรังสีเอกซ์

เครื่องวิเคราะห์การวางรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่นผลิตโดยบริษัท BRUKER

รุ่น SRS 3400 Spectrometer โดยหลอดรังสีเอกซ์เป็นชนิดหน้าต่างด้านปลายที่มีโรเดียมเป็นเป้า แผ่นกรองลำปฐมภูมิมี่ให้เลือก 7 แบบ คือ ด้วยแผ่นกรองอลูมิเนียมที่มีความหนาต่าง ๆ กัน คือ 12.5, 100, 200, 500 และ 800 ไมโครเมตร แผ่นกรองทองแดงที่มีความหนา 200 ไมโครเมตร และ ไม่มีแผ่นกรอง (None)มีการจัดระบบภายในเป็นสูญญากาศ หน้ากากที่เป็นตัวทำชนานมีขนาดของช่องเป็น 34 มิลลิเมตร และแบบปิด ส่วนตัวทำชนานเป็นแบบ fine 0.15° แบบ medium 0.46° ผลึกกระจายความยาวคลื่นมี 4 ชนิด คือ LiF 200, LiF220, PET และ OVO-55 เครื่องนับรังสีที่ใช้มี

2 ชนิด คือเครื่องนับรังสีแบบบรรจุแก๊สสัดส่วน และแบบประกายแสง และเครื่องคอมพิวเตอร์ที่ประกอบด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์สำเร็จรูปเพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ

2. ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

2.1 ตรวจสอบปริมาณธาตุในกระดาศกรอง

โดยการนำกระดาศกรองไปวัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวางรังสีเอกซ์ ในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ (Semiquant) เพื่อทราบปริมาณธาตุต่าง ๆ ในกระดาศกรอง

2.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส โดยใช้แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) 92 % ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 36 % โดยให้มีร้อยละความเข้มข้นเป็น 0.12, 0.17, 0.23, 0.29, 0.35 และ 0.41 ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

2.2.1 สารละลายมาตรฐานที่มีร้อยละความเข้มข้น 0.12 เตรียมโดยนำแมงกานีสไดออกไซด์ 0.2009 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตร เติมกรดไฮโดรคลอริกจนกระทั่งแมงกานีสไดออกไซด์ละลายหมด แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกลงไปจนได้ปริมาตรรวม 100 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่ได้ในขวดเก็บสาร ให้สารละลายที่เตรียมนี้เป็นสารละลายมาตรฐาน

ขั้นตอนการคำนวณปริมาณธาตุแมงกานีสในสารละลายโดยใช้สารเคมี MnO_2 92% ดังนี้

สารเคมี	100 กรัม	ประกอบด้วย MnO_2	92	กรัม
สารเคมี	0.2009 กรัม	ประกอบด้วย MnO_2	$\frac{0.2009 \times 92}{100}$	= 0.1848 กรัม
MnO_2	1	ประกอบด้วย Mn	1	โมลอะตอม
MnO_2	86.94	ประกอบด้วย Mn	54.94	กรัม
MnO_2	0.1848 กรัม	ประกอบด้วย Mn	$\frac{54.94}{86.94} \times 0.1848$	= 0.1168 กรัม

การคำนวณหาร้อยละความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลาย มี 3 วิธีคือ

1) ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt/wt)

$$= (\text{น้ำหนัก ของตัวถูกละลาย} \times 100) / \text{น้ำหนัก ของสารละลาย}$$

2) ร้อยละโดยปริมาตร (%v/v)

$$= (\text{ปริมาตรของตัวถูกละลาย} \times 100) / \text{ปริมาตรของสารละลาย}$$

3) ร้อยละ น้ำหนัก - ปริมาตร (%wt/v)

$$= (\text{น้ำหนัก ของตัวถูกละลาย} \times 100) / \text{ปริมาตรของสารละลาย}$$

ในงานวิจัยนี้จะใช้การคำนวณตามวิธีที่ 3 โดยใช้ปริมาตรของสารละลาย 100 มิลลิลิตร นั่นคือ

$$= (0.1168 \times 100) / 100$$

$$\cong 0.12 \% \text{ ต่อปริมาตรสารละลาย}$$

2.2.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส โดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ

2.1.1 เพื่อให้ได้สารละลายมาตรฐาน STD2, STD3, STD4, STD5 และ STD6 โดยมีข้อมูลการเตรียมตามตาราง 3

2.2.3 เตรียมขึ้นตัวอย่างจากสารละลายมาตรฐานแต่ละชนิด จำนวน 5 ตัวอย่าง

โดยใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานตัวอย่างละประมาณ 0.4 มิลลิลิตร หยดบนกระดาษกรองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.4 เซนติเมตร แล้วทำให้แห้งด้วยความร้อนจากโคมไฟ

ตาราง 3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่างๆ

สารละลายมาตรฐาน	MnO ₂ 92% (กรัม)	Mn (กรัม)	ความเข้มข้นในสารละลาย (ร้อยละโดยน้ำหนักต่อปริมาตร)
STD1	0.2009	0.1168	0.12
STD2	0.3000	0.1744	0.17
STD3	0.4001	0.2326	0.23
STD4	0.5003	0.2927	0.29
STD5	0.6008	0.3493	0.35
STD6	0.7010	0.4075	0.41

2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแบบผสมระหว่างแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

2.3.1 เลือกปริมาณแมงกานีสในช่วง 0.3 – 0.7 กรัม ปริมาณแคลเซียมในช่วง 0.5 – 0.9 กรัม และปริมาณแมกนีเซียมในช่วง 0.3 – 0.7 กรัม

2.3.2 นำแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) 92 % 0.3002 กรัม ผสมกับแคลเซียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) 99% 0.9000 กรัม และ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) 98% 0.5005 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 36 % จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากการเตรียมได้สารละลายซึ่งประกอบด้วยร้อยละความเข้มข้นของแมงกานีสเท่ากับ 0.17 ร้อยละความเข้มข้นของแคลเซียมเท่ากับ 0.36 และร้อยละความเข้มข้นของแมกนีเซียมเท่ากับ 0.30 ใช้สารที่เตรียมนี้เป็น สารละลายมาตรฐาน S1

2.3.3 เตรียมสารละลายมาตรฐาน ตามข้อ 2.3.2 เพื่อให้ได้สารละลายมาตรฐาน S2, S3, S4 และ S5 โดยมีร้อยละความเข้มข้นของแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมตามตาราง 4

2.3.4 เตรียมขึ้นตัวอย่างจากสารละลายมาตรฐานแบบผสมแต่ละชนิด จำนวน 5 ตัวอย่าง โดยใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานตัวอย่างละ 0.4 มิลลิลิตร หยดบนกระดาษกรอง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.4 เซนติเมตร แล้วทำให้แห้งด้วยความร้อนจากโคมไฟ

ตาราง 4 แสดงข้อมูลการเตรียมสารละลายมาตรฐานแบบผสมและร้อยละความเข้มข้นของ
แมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมในสารละลาย

สาร ละลาย มาตรฐาน แบบผสม	มวล MgO_2 (กรัม)	ความเข้มข้น แมงกานีสใน สารละลาย (ร้อยละโดย น้ำหนักต่อ ปริมาตร)	มวล $CaCO_3$ (กรัม)	ความเข้มข้น แคลเซียมใน สารละลาย (ร้อยละโดย น้ำหนักต่อ ปริมาตร)	มวล MgO (กรัม)	ความเข้มข้น แมกนีเซียมใน สารละลาย (ร้อยละโดย น้ำหนักต่อ ปริมาตร)
S1	0.3002	0.17	0.9000	0.36	0.5000	0.30
S2	0.4005	0.23	0.7001	0.28	0.6000	0.36
S3	0.5002	0.29	0.6007	0.24	0.7000	0.41
S4	0.6003	0.35	0.8006	0.32	0.3008	0.18
S5	0.7004	0.41	0.5001	0.20	0.4006	0.24

3. การสร้างกราฟเปรียบเทียบ

3.1 การสร้างกราฟเปรียบเทียบของสารละลายมาตรฐานแมงกานีส

3.1.1 นำชิ้นตัวอย่างที่เตรียมในขั้นตอน 2.2 ซึ่งทราบความเข้มข้นเป็นร้อยละ แนนอนไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น BRUKER รุ่น SRS 3400 Spectrometer ในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ (Semiquant) เพื่อให้ได้ข้อมูล ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีสโดยทำการวัดชิ้นตัวอย่างมาตรฐาน ซึ่งในแต่ละค่าของความเข้มข้นจะทำการวัดชิ้นตัวอย่างจำนวน 5 ชิ้นตัวอย่าง นำข้อมูลที่ได้หาค่าเฉลี่ยและ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

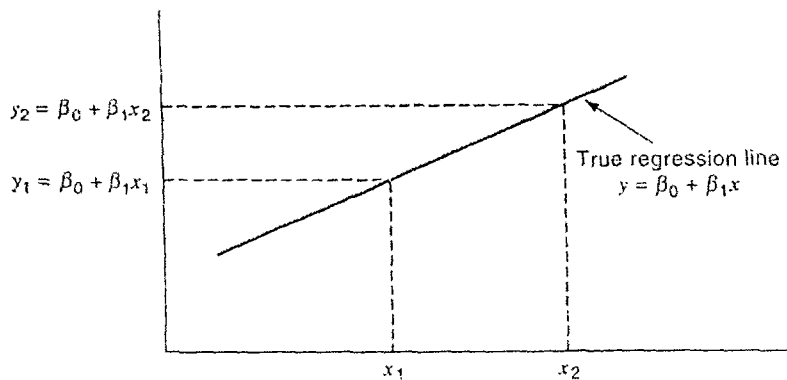
3.1.2 นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟเปรียบเทียบ ระหว่าง ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ยกับความเข้มข้นเป็นร้อยละของสารละลายมาตรฐาน โดยให้แกน Y เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ย และ แกน X เป็นความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ทำการเปรียบเทียบกราฟโดยการ วิเคราะห์ความถดถอย (Regression Analysis)

3.1.3 เพื่อตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบ โดยทำการวิเคราะห์ ชิ้นตัวอย่างที่ทราบความเข้มข้นเป็นร้อยละและอยู่ในพิสัยความเข้มข้นของเส้นกราฟเปรียบเทียบโดย การเตรียมชิ้นตัวอย่างให้มีลักษณะดังกล่าวและนำมาวัดและวิเคราะห์โดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบที่ ได้ในหัวข้อ 3.1.2

การวิเคราะห์แบบถดถอยอย่างง่าย (Simple Regression Analysis)

เป็นการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปร 2 ตัว หรือลักษณะที่สนใจศึกษา 2 ลักษณะ โดยต้องทราบค่าของตัวแปรตัวหนึ่งหรือต้องกำหนดค่าตัวแปรตัวหนึ่งไว้ล่วงหน้า สามารถแสดงความสัมพันธ์ในรูปสมการเชิงเส้นดังนี้

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_i + e_i \quad ; \quad i = 1, 2, \dots, N \quad \dots\dots\dots(3)$$



ภาพประกอบ 11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ในรูปสมการเชิงเส้น

ที่มา : Marilyn K. Pelosi and Theresa M. Sandifer (2003). Elementary Static from
Discovery to Decision. P. 507

โดยที่ Y = ตัวแปรตาม (Dependent Variable)

X = ตัวแปรอิสระ (Independent Variable)

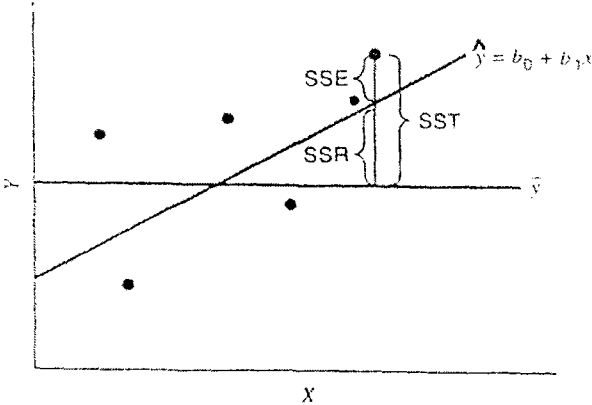
β_0 = ส่วนตัดแกน Y

e = ความคลาดเคลื่อนอย่างสุ่ม (Random Error)

β_1 = ความชันของเส้นตรง

สัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2)

สัมประสิทธิ์การตัดสินใจหมายถึง สัดส่วนของความแปรผันทั้งหมดที่แสดงถึงความสัมพันธ์ของกราฟปรับเทียบ โดยสัมประสิทธิ์การตัดสินใจสามารถคำนวณได้จากสมการ 4 และภาพประกอบ 12



ภาพประกอบ 12 แสดงกราฟที่ได้จากการปรับแบบถดถอย
ที่มา : Marilyn K. Pelosi and Theresa M. Sandifer (2003). Elementary Static from
Discovery to Decision. P. 528

จากรูปแสดงเส้นกราฟที่ได้จากการปรับแบบถดถอย ค่า \hat{y} ค่าหนึ่งจากการทดลอง และเส้นที่แสดงค่าเฉลี่ยของค่า y ทั้งหมด

$$R^2 = \frac{SSR}{SST} \dots\dots\dots (4)$$

เมื่อ \hat{y} คือสมการเชิงเส้นของกราฟที่ได้จากการปรับแบบถดถอย

\bar{y} คือ ค่าเฉลี่ยของค่า y ทั้งหมด

SST (Total sum of squares) คือผลรวมของผลต่างระหว่าง y_i กับ \bar{y} ยกกำลังสอง

$$SST = \sum (y_i - \bar{y})^2$$

SSR (Regression sum of squares) คือผลรวมของผลต่างระหว่าง \hat{y}_i กับ \bar{y} ยกกำลังสอง

$$SSR = \sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

SSE (Sum squares of error) คือผลรวมของผลต่างระหว่าง y_i กับ \hat{y}_i ยกกำลังสอง

$$SSE = \sum (y_i - \hat{y}_i)^2$$

แต่เนื่องจาก $SST = SSR + SSE$

เพราะฉะนั้น
$$R^2 = \frac{SSR}{SST} = 1 - \frac{SSE}{SST}$$

ดังนั้น $0 \leq R^2 \leq 1$ เนื่องจาก $SST > SSR$

R^2 มีค่าเข้าใกล้ 1 แสดงว่าจุดทุกจุดของข้อมูลอยู่ใกล้เส้นกราฟปรับเทียบ ค่าความแปรผันทั้งหมดสามารถอธิบายโดยเส้นกราฟปรับเทียบ หรือ X และ Y มีความสัมพันธ์กันมาก แต่ถ้า R^2 มีค่าเข้าใกล้ 0 แสดงว่าจุดทุกจุดของข้อมูลกระจายอยู่โดยรอบเส้นกราฟปรับเทียบ X และ Y มีความสัมพันธ์กันน้อย

ถ้าค่าจากการทดลองทุกค่าอยู่บนเส้นกราฟปรับเทียบ แสดงว่า $SSR = SST$ นั่นคือ $R^2 = 1$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าค่าที่ทดลองได้มีค่าใกล้เคียงกับเส้นกราฟปรับเทียบ

3.2 การสร้างกราฟเปรียบเทียบสารละลายผสมมาตรฐานแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม

3.2.1 นำชิ้นตัวอย่างที่เตรียมในขั้นตอน 2.3 ซึ่งทราบความเข้มข้นเป็นร้อยละ แนนอนไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณเพื่อให้ได้ข้อมูลความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม โดยทำการวัดชิ้นตัวอย่างมาตรฐาน ซึ่งในแต่ละค่าของความเข้มข้นจะทำการวัดชิ้นตัวอย่างจำนวน 5 ชิ้นตัวอย่าง นำข้อมูลที่ได้หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.2.2 สร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ยกับความเข้มข้นเป็นร้อยละของสารละลายแมงกานีส กราฟเปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ยกับความเข้มข้นเป็นร้อยละของสารละลายแคลเซียม และกราฟเปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ยกับความเข้มข้นเป็นร้อยละของสารละลายแมกนีเซียม โดยให้แกน Y เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ย และ แกน X เป็นความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

3.2.3 เพื่อตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบโดยทำการวิเคราะห์ ชิ้นตัวอย่างที่ทราบค่าความเข้มข้นเป็นร้อยละและอยู่ในพิสัยความเข้มข้นเป็นร้อยละของกราฟเปรียบเทียบ โดยการเตรียมสารตัวอย่างให้มีลักษณะดังกล่าวและนำมาวัดและวิเคราะห์โดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบที่ได้ในข้อ 3.2.2

3.2.4 เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของเทคนิคโดยนำผลการวิเคราะห์ชิ้นตัวอย่างที่เตรียมในข้อ 3.2.3 มาวัดและวิเคราะห์โดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบสารละลายมาตรฐานแมงกานีส เพียงธาตุเดียวในข้อ 3.1

3.3 หาขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียม จากสมการ

$$LLD = \frac{3}{m} \sqrt{\frac{R_b}{T_b}}$$

โดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบในข้อ 3.2.2 โดยให้แกน Y เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์เฉลี่ย และ แกน X เป็นความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

ในที่นี้ m คือ ค่าความไวของพื้นหลัง สามารถหาได้จากความชันของกราฟเปรียบเทียบ

R_b คือ อัตรานับของพื้นหลัง สามารถหาได้จากระยะตัดแกนความเข้มของรังสีเอกซ์ในกราฟเปรียบเทียบ

T_b คือระยะเวลาสุทธิที่วัดพื้นหลัง ซึ่งในการทดลองนี้ใช้เวลาในการวัดเท่ากับ 1080 วินาที

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณธาตุไนโตรเจนละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นได้ผลดังนี้

1. ผลการตรวจสอบปริมาณธาตุในกระดาศกรอง

จากการตรวจสอบปริมาณธาตุในกระดาศกรอง โดยการนำกระดาศกรองไปวัดและวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ พบว่าในกระดาศกรองประกอบด้วยธาตุเหล็ก โครเมียม แคลเซียม ซัลเฟอร์ และ คาร์บอน ซึ่งมีปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล่านี้ แสดงผลดังตาราง 5 และได้แสดงสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่มีความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากกระดาศกรอง ดังภาพประกอบ 14

ตาราง 5 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ในกระดาศกรอง

ธาตุที่พบใน กระดาศกรอง	ปริมาณธาตุ * (ร้อยละ)		
	ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3
Fe	0.495	0.497	0.496
Cr	0.212	0.209	0.209
Ca	0.013	0.012	0.013
S	0.007	0.006	0.007

* ส่วนที่เหลือในกระดาศกรองชั้นที่ 1 ประกอบด้วย C และ O รวมร้อยละ 99.273 ในกระดาศกรองชั้นที่ 2 ประกอบด้วย C และ O รวมร้อยละ 99.276 และในกระดาศกรองชั้นที่ 3 ประกอบด้วย C และ O รวมร้อยละ 99.275

2. ผลการศึกษาการเตรียมสารมาตรฐานแมงกานีส

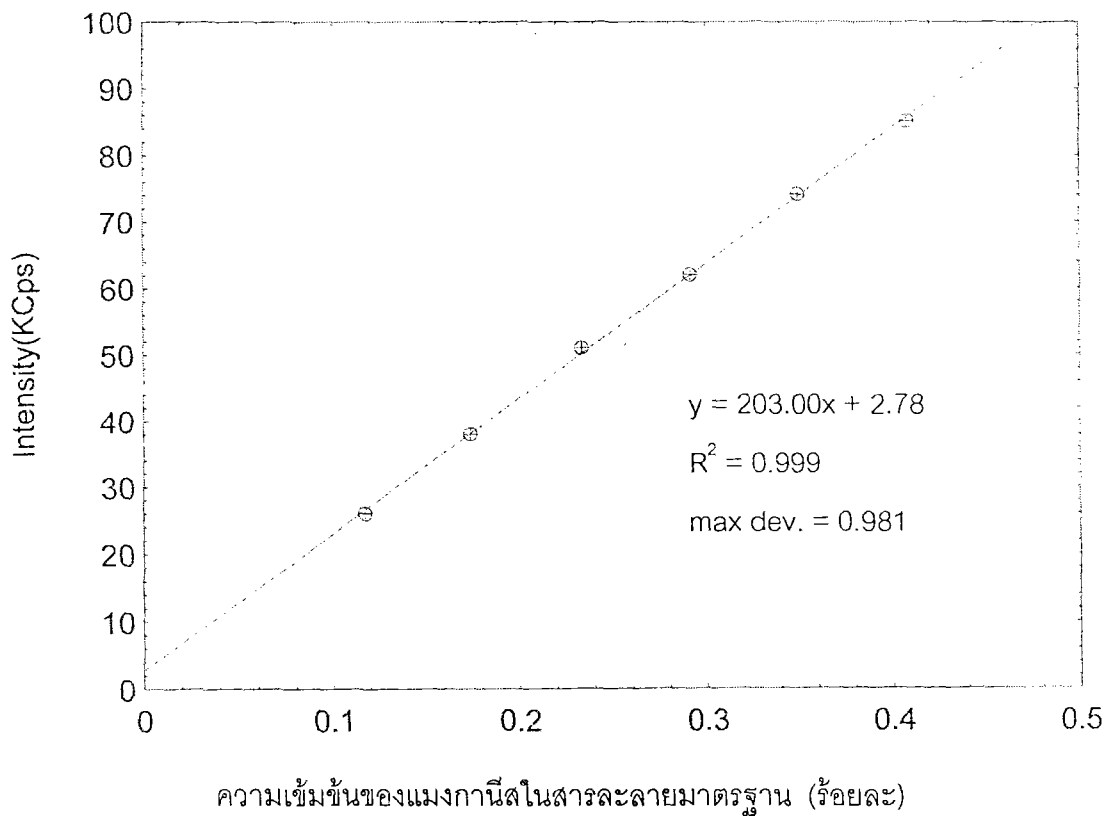
จากการเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส ให้มีความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลาย เป็นร้อยละ 0.12, 0.17, 0.23, 0.29, 0.35 และ 0.41 โดยใช้สารเคมีแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 36 นำสารละลายปริมาตร 0.4 มิลลิลิตร มาหยดลงบน กระดาษกรองและทำให้แห้ง ทำการเตรียมขึ้นตัวอย่างเช่นเดียวกันจำนวน 5 ขึ้นตัวอย่าง สำหรับ สารละลายที่มีความเข้มข้นของแมงกานีสเท่ากัน นำขึ้นตัวอย่างแต่ละขึ้นไปวัดและวิเคราะห์ด้วย เครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ เพื่อให้ ได้ข้อมูลความเข้มรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีสในขึ้นตัวอย่าง นำมาหาค่าเฉลี่ยความเข้มรังสีเอกซ์ ได้ผลแสดงในตาราง 6 ภายหลังจากนั้นนำค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส และปริมาณความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละมาสร้างกราฟเปรียบเทียบได้กราฟ เส้นตรงที่มีการเปรียบเทียบด้วยวิธีการวิเคราะห์ความถดถอย ดังภาพประกอบ 13 โดยมีค่าเบี่ยงเบน มาตรฐานเป็น 0.981 และมีสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2) เป็น 0.999 และค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด (Lower Limit of Detection : LLD) เป็น 0.001 % ได้แสดง ลสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่มีความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่น ของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากขึ้นตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของธาตุแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.12, 0.17, 0.23, 0.29, 0.35 และ 0.41 ดังภาพประกอบที่ 15- 20 ตามลำดับ ทำการตรวจสอบความ น่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบ โดยการเตรียมสารละลายแมงกานีสซึ่งมีความเข้มข้นเป็นร้อยละอยู่ใน พิสัยของกราฟเปรียบเทียบ จำนวน 2 ค่า คือ 0.34 และ 0.39 และนำไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการ วาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่นในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ ด้วยวิธีเดียวกัน นำค่าความเข้ม รังสีเอกซ์ที่วัดได้มาคำนวณค่าความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละจากสมการของ กราฟเปรียบเทียบมาตรฐานข้างต้น ผลการทดลองแสดงดังตาราง 7 ซึ่งพบว่ามีความคลื่อนจากค่า ความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมขึ้นเป็นร้อยละ 2.94 และ 2.56

ตาราง 6 แสดงค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดจากธาตุแมงกานีสที่มีความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานต่างๆ กัน

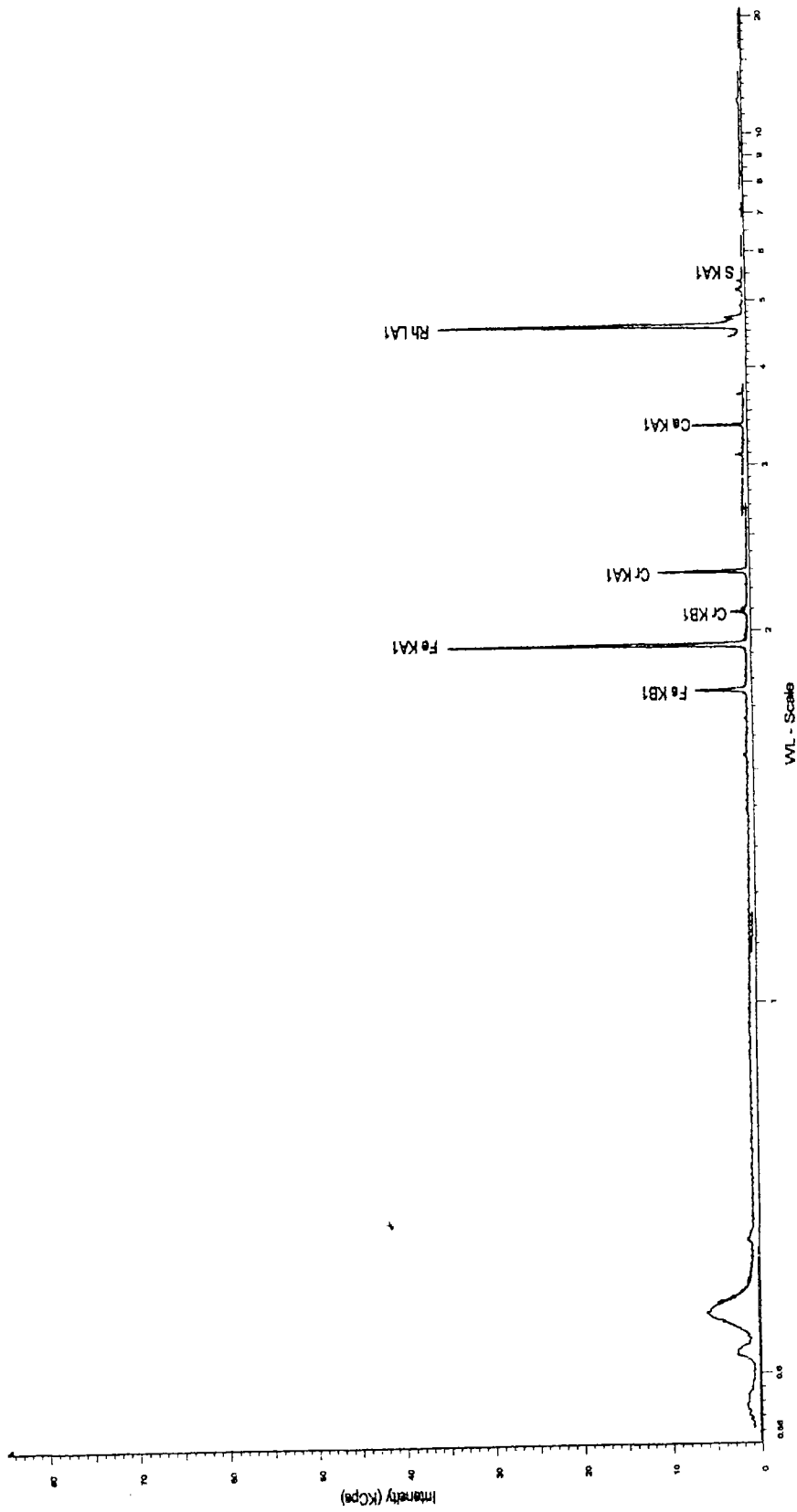
สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลาย (ร้อยละ)	ความเข้มของรังสีเอกซ์ (KCps)					ค่าเฉลี่ย±ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.)*	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์(RSD) (ร้อยละ)**
		ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3	ชั้นที่ 4	ชั้นที่ 5		
STD1	0.12	24.1	24.9	25.0	26.7	28.2	25.8 ± 2.4	9.3
STD2	0.17	37.7	38.8	39.0	39.9	36.9	38.5±1.6	4.1
STD3	0.23	49.6	49.6	52.3	54.3	48.4	50.8±3.5	6.9
STD4	0.29	64.1	59.6	69.3	58.8	59.0	59.6±1.5	2.5
STD5	0.35	71.6	72.8	72.9	76.7	77.2	74.2±3.0	4.0
STD6	0.41	85.5	86.5	86.4	87.1	82.2	85.0±3.3	3.9

*ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่แสดงเป็นผลต่างมากที่สุดจากค่าเฉลี่ย เนื่องจากค่าเฉลี่ยที่ได้มาจากการจัดชั้นตัวอย่างเพียง 6 ชั้น นับว่าน้อยเกินไปจึงไม่ใช้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่คำนวณจากสูตรทั่วไป เพราะจะได้ค่าน้อยกว่าที่เป็นจริง

$$**\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์} = \frac{\text{S.D.}}{\text{mean}} \times 100\%$$

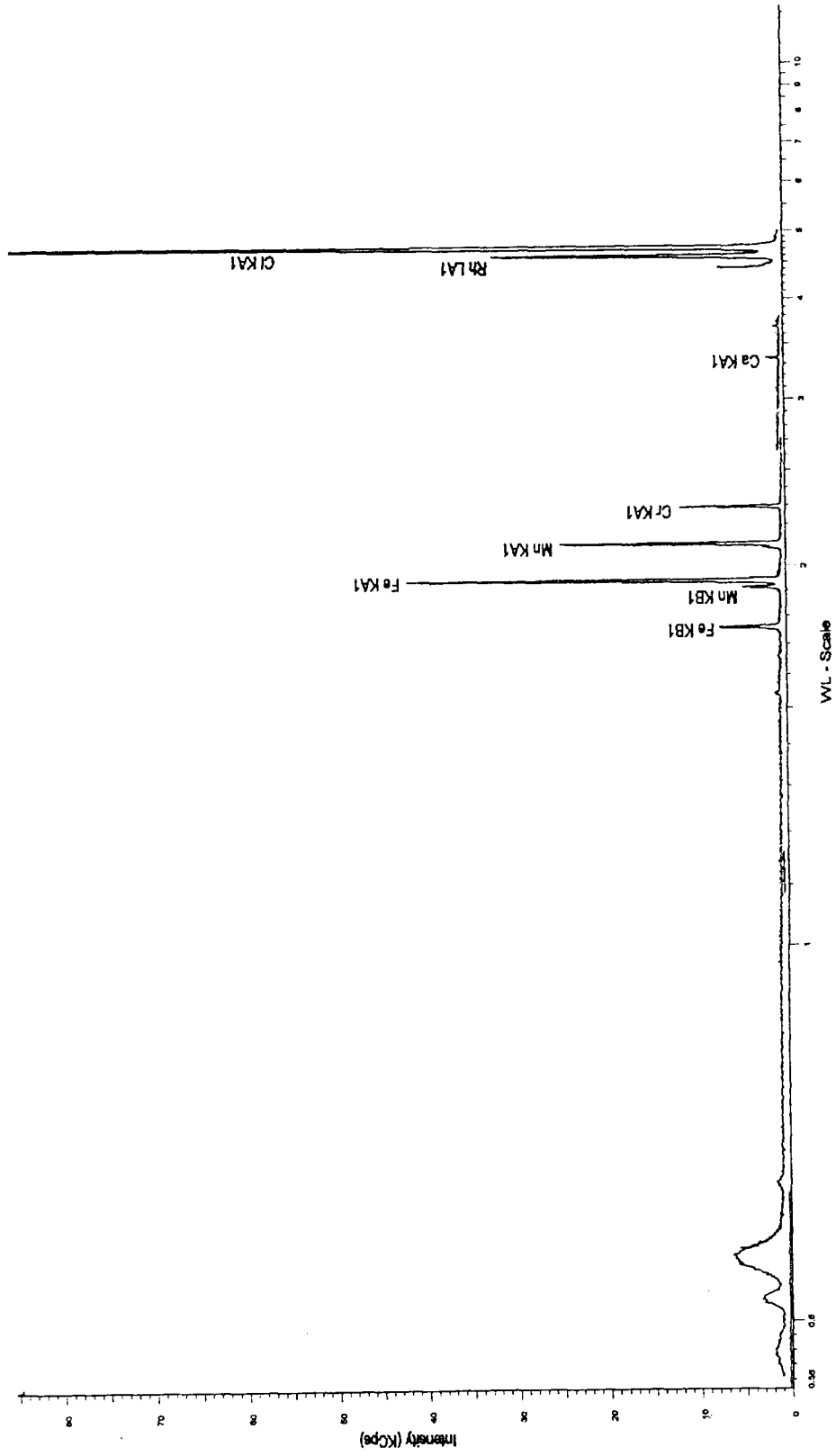


ภาพประกอบ 13 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส (KCps) และความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 203.00x + 2.78$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงสุดเท่ากับ 0.981 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2) มีค่าเท่ากับ 0.999 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.001 %

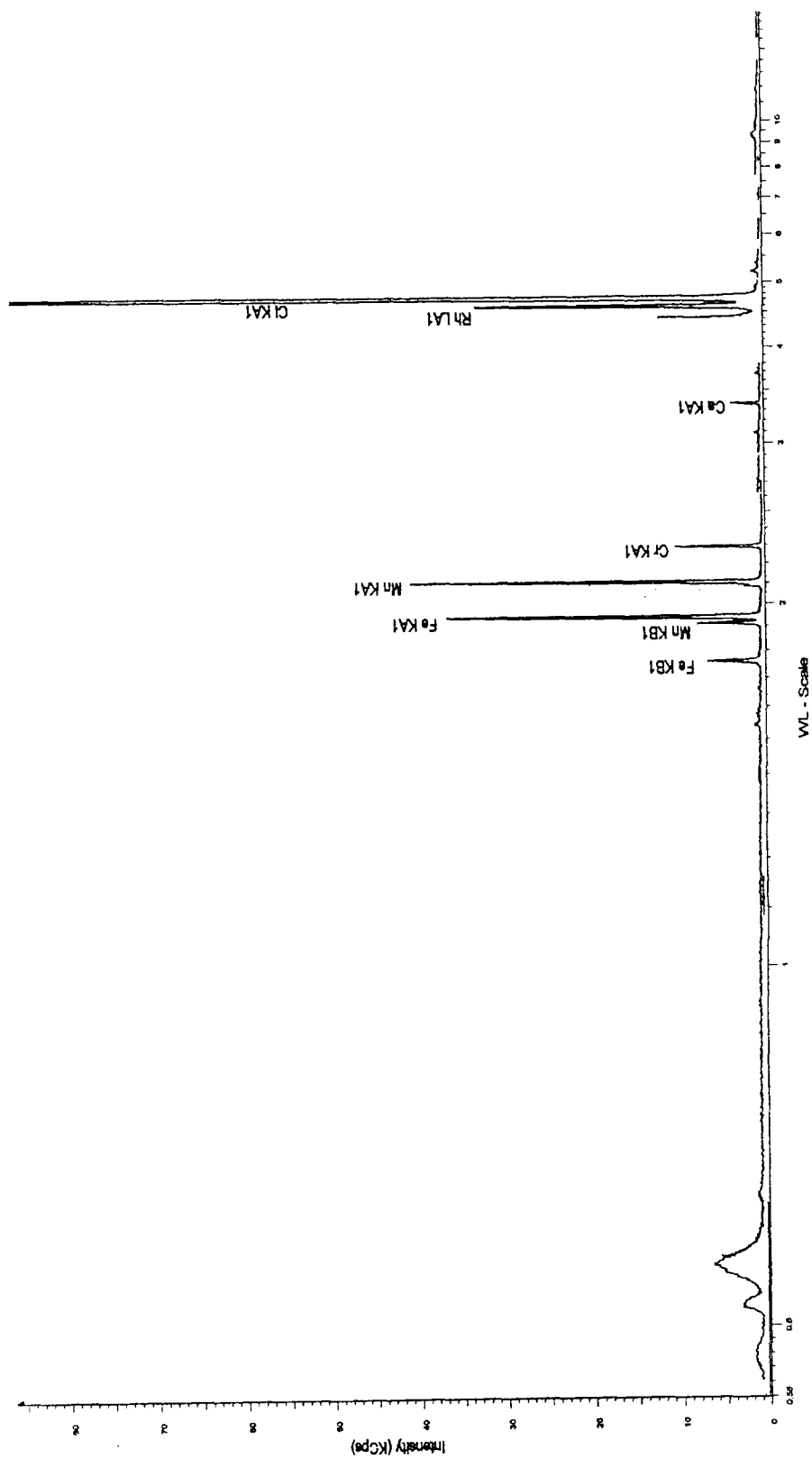


ภาพประกอบ 14 สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่วาว

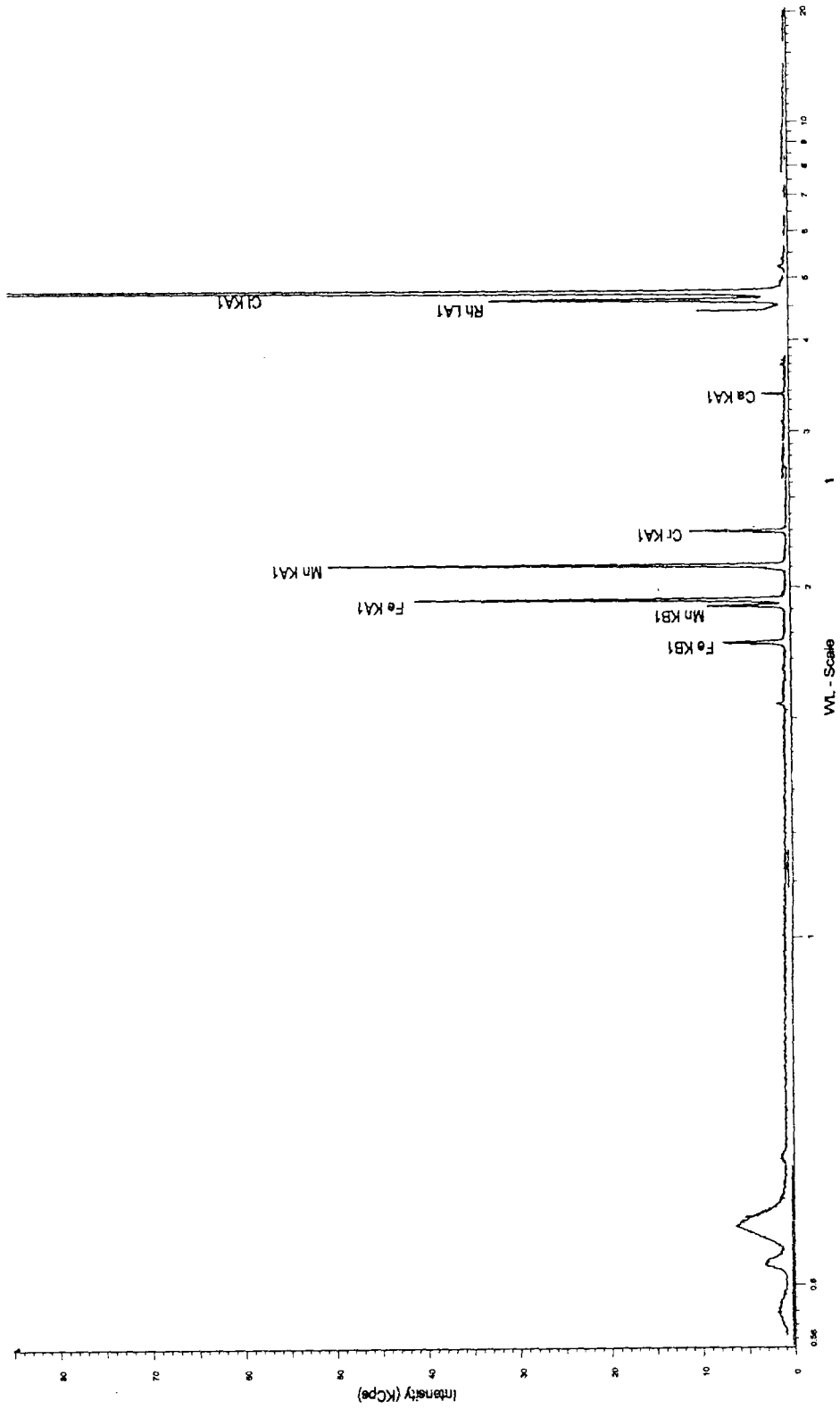
จากกระดาษกรอง



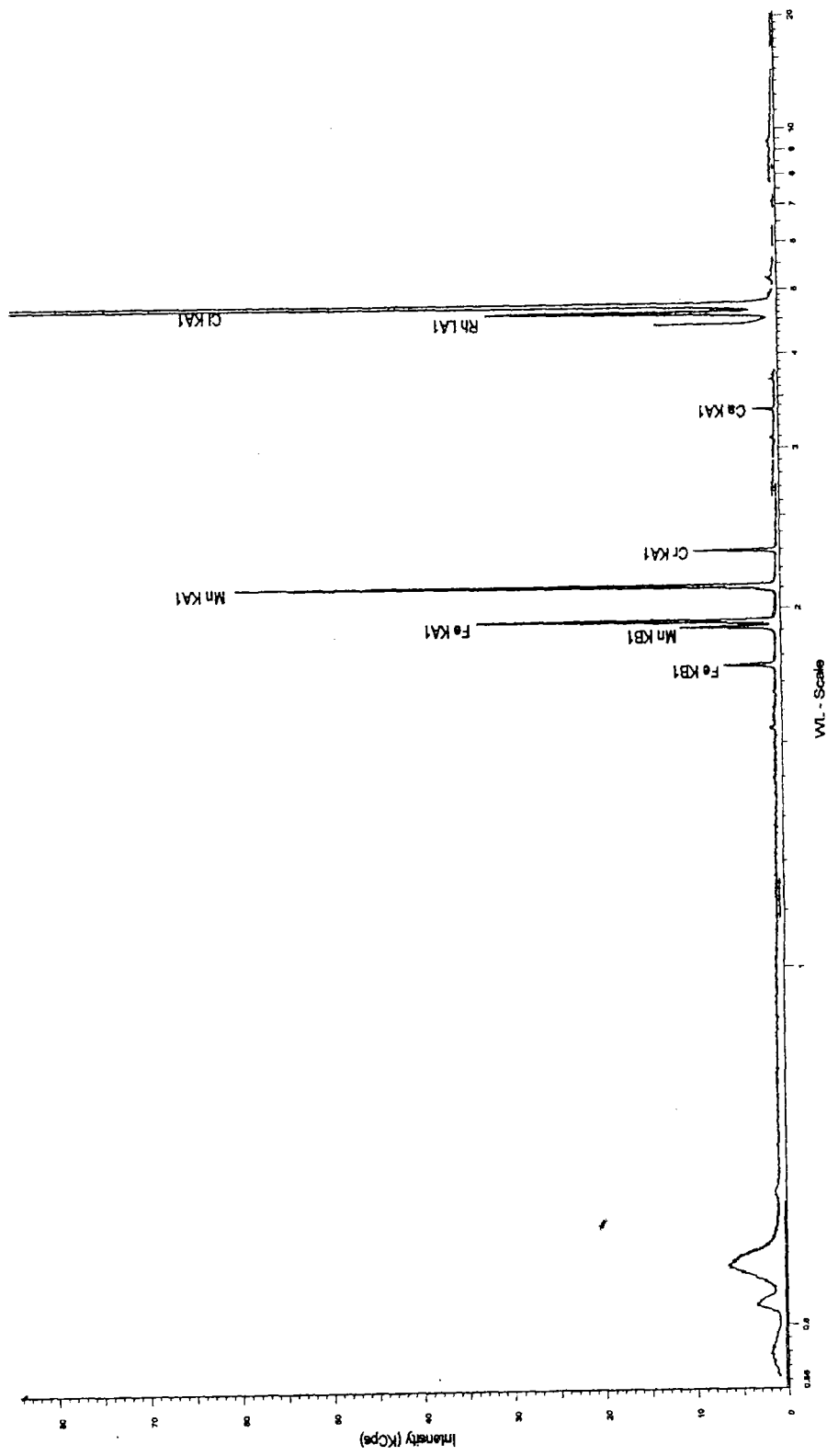
ภาพประกอบ 15 สเปกตรัมการตรวจรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่หาจากชิ้นตัวอย่าง STD 1 ซึ่งมีความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายภายในร้อยละ 0.12



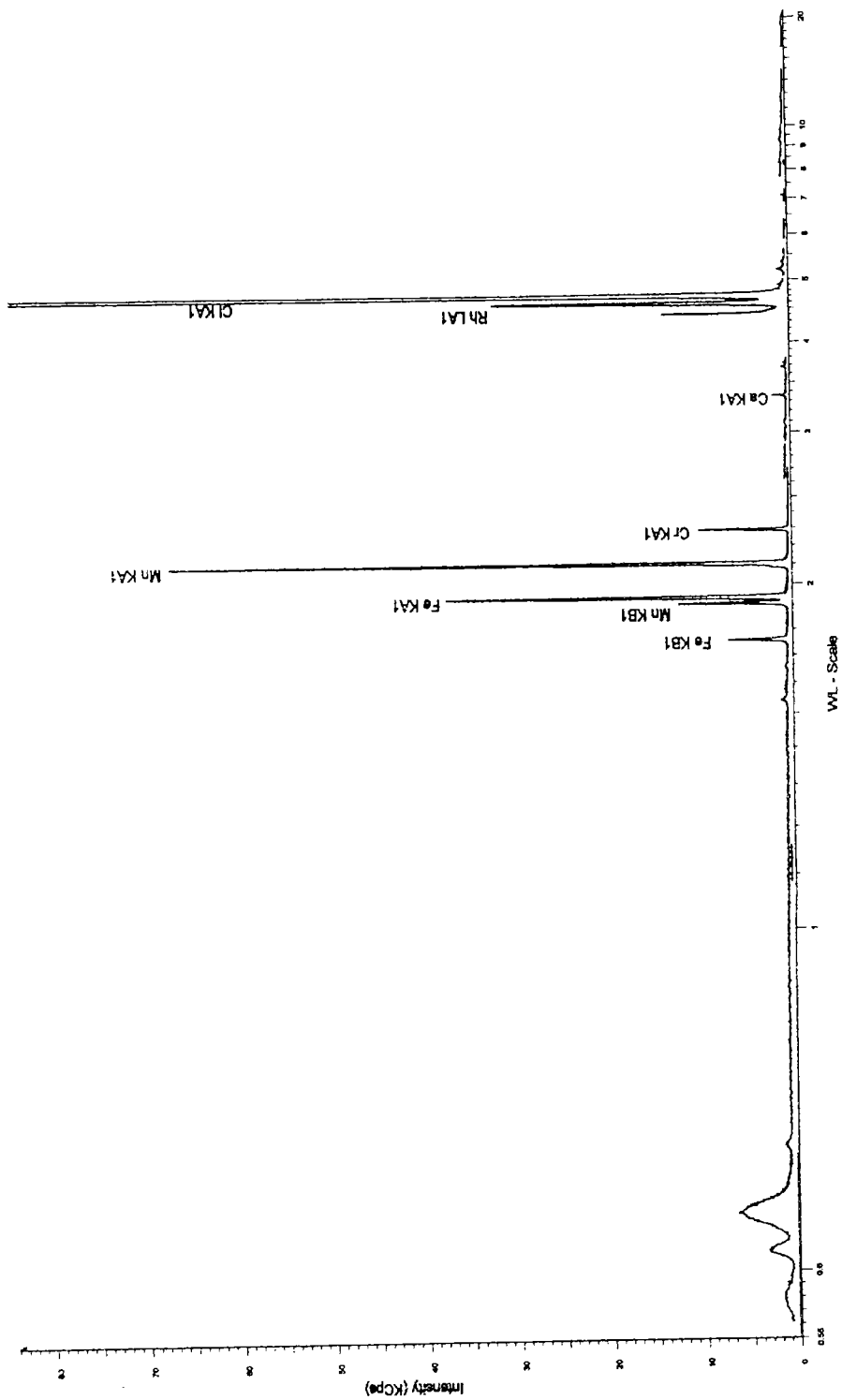
ภาพประกอบ 16 สเปกตรัมการวิเคราะห์องค์ประกอบที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วัด จากชิ้นตัวอย่าง STD 2 ซึ่งมีความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.17



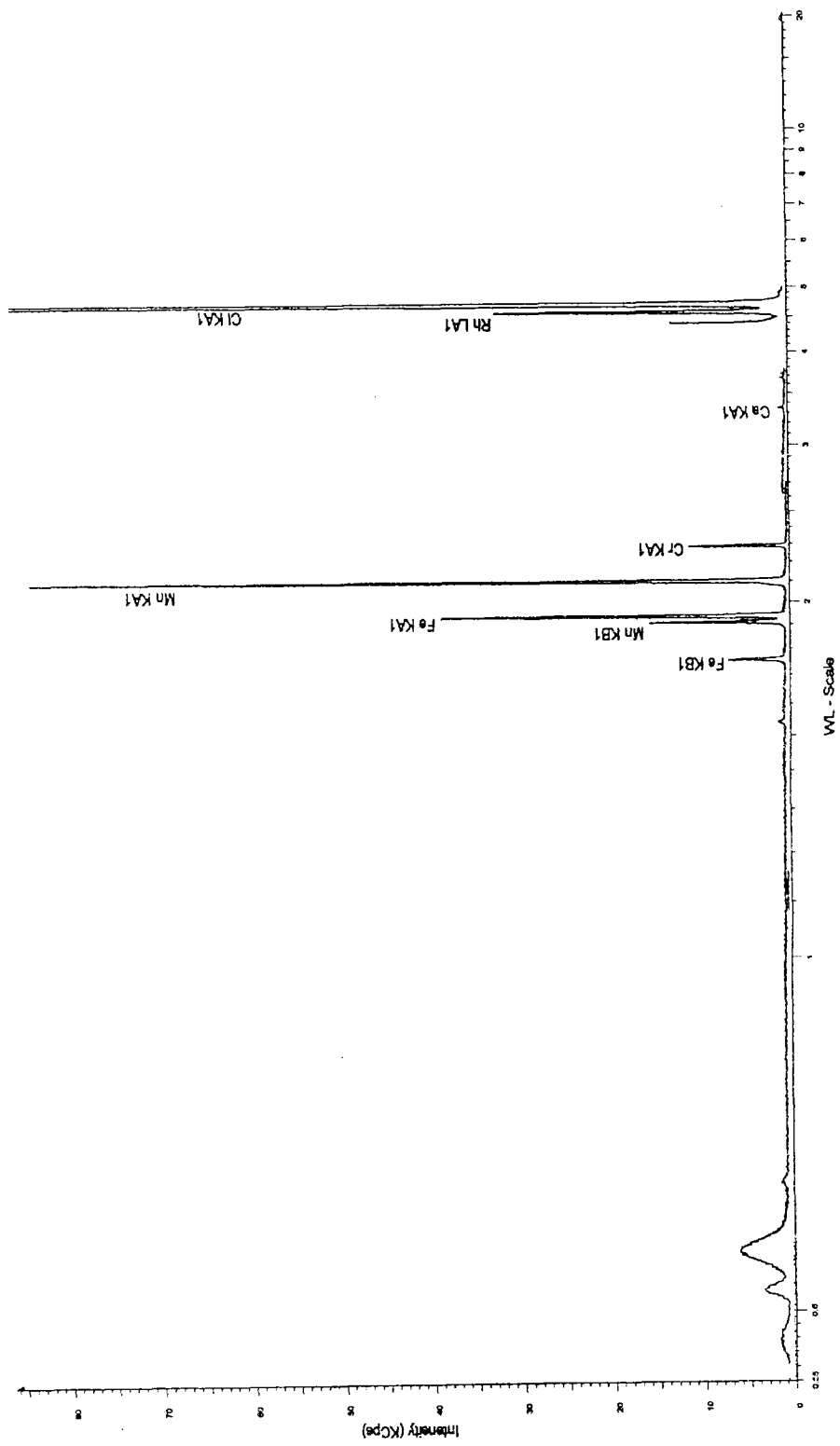
ภาพประกอบ 17 สเปกตรัมการวิเคราะห์เชิงธาตุที่แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่มาจากชนิดตัวอย่าง STD 3 ซึ่งมีความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.23



ภาพประกอบ 18 สเปกตรัมการวิเคราะห์องค์ประกอบที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วางจากชิ้นตัวอย่าง STD 4 ซึ่งมีความเข้มของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.29



ภาพประกอบ 19 สเปกตรัมการวิเคราะห์องค์ประกอบที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วัด
จากขั้นตอนอย่าง STD 5 ซึ่งมีความเข้มของแสงภายในสารถะลายเป็นร้อยละ 0.35



ภาพประกอบ 20 สเปกตรัมการวิเคราะห์เชิงสเปกตรัมที่แสดงความสัมพันธ์ของความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่ขาว จากขั้นตอนอย่าง STD 6 ซึ่งมีความเข้มของแมงกานีสในสารละลายเป็นร้อยละ 0.41

ตาราง 7 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นความน่าเชื่อถือของเส้นกราฟเปรียบเทียบของสารละลายมาตรฐาน
แมงกานีส (ดังแสดงในภาพประกอบ 13) โดยแสดงการวิเคราะห์ปริมาณของแมงกานีสใน
สารละลายที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นขั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

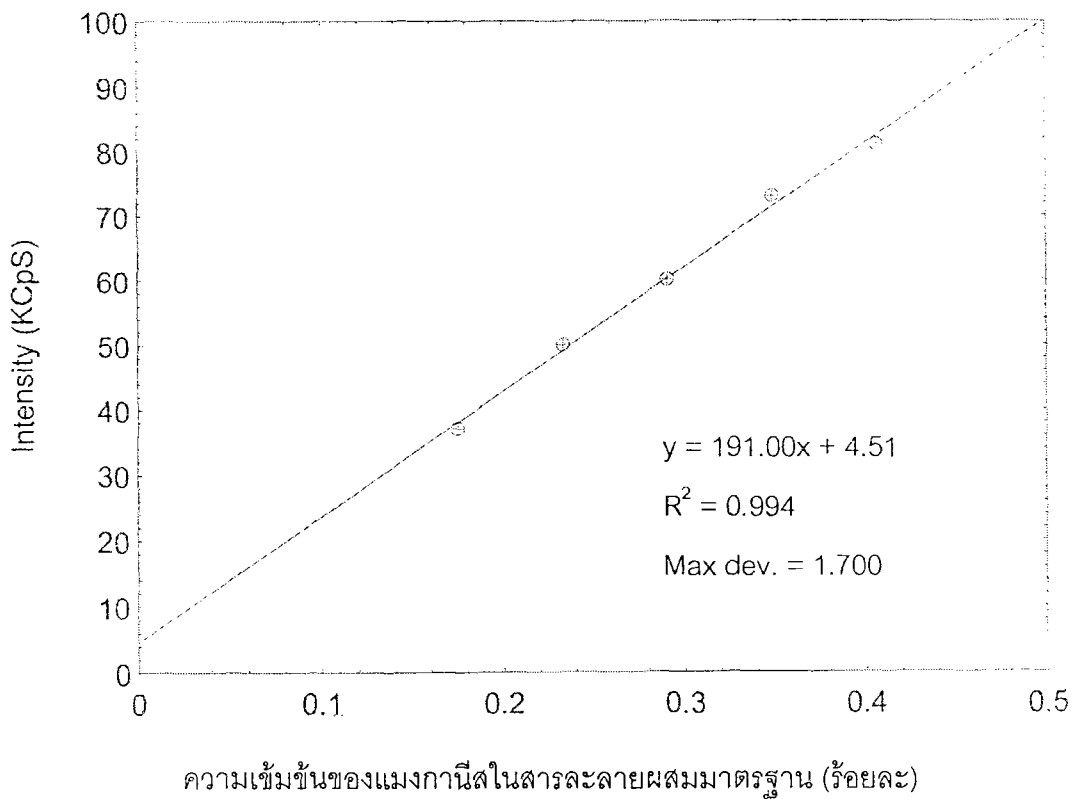
ความเข้มข้นของ แมงกานีสใน สารละลายที่ เตรียมขึ้น (ร้อยละ)	ความเข้มข้นของ รังสีเอกซ์ที่วาว ออกมาจากธาตุ แมงกานีส (KCps)	ความเข้มข้น แมงกานีสใน สารละลายที่ วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความเข้มข้นเฉลี่ย ของแมงกานีสใน สารละลายที่ วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.34	71.9	0.34	0.33±0.01	2.94
	67.7	0.32		
	69.5	0.33		
	71.9	0.34		
	67.7	0.32		
0.39	79.6	0.38	0.40±0.02	2.56
	83.8	0.40		
	83.8	0.40		
	84.0	0.40		
	84.4	0.40		

3. ผลการศึกษาการเตรียมสารละลายผสมมาตรฐานระหว่าง Mn, Ca และ Mg

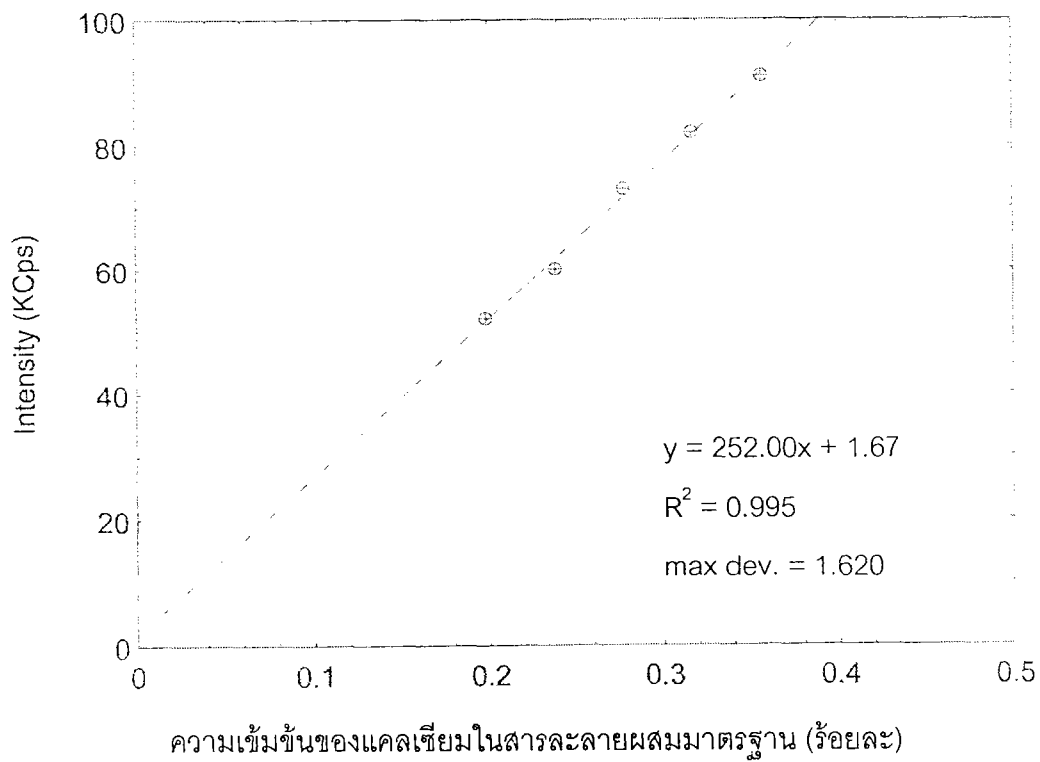
ขึ้นตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมสารละลายผสมมาตรฐานระหว่าง Mn, Ca และ Mg แสดงดังตาราง 8 นำค่าความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุเหล่านี้และปริมาณความเข้มข้นของธาตุในสารละลายผสมเป็นร้อยละ มาสร้างกราฟเปรียบเทียบของแต่ละชนิดของธาตุ ได้กราฟเส้นตรงดังภาพประกอบ 21 – 23 และได้แสดงสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่มีความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากขึ้นตัวอย่างของสารละลายผสมมาตรฐานที่มีความเข้มข้นเป็นร้อยละของธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมต่าง ๆ กัน ดังภาพประกอบที่ 24 – 29 ทำการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบเหล่านี้ โดยการเตรียมสารละลายผสมที่มีความเข้มข้นเป็นร้อยละอยู่ในพิสัยของกราฟเปรียบเทียบ และนำไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่นในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ ด้วยวิธีเดียวกัน นำค่าความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้คำนวณค่าความเข้มข้นของแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมในสารละลายเป็นร้อยละจากสมการของกราฟเปรียบเทียบมาตรฐานข้างต้น ผลการทดลองแสดงดังตาราง 9-11 นอกจากนี้ได้ทำการตรวจสอบความถูกต้องของเทคนิค โดยทำขึ้นตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายผสมที่มีความเข้มข้นของแมงกานีสเป็นร้อยละ 0.39 นำไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณด้วยวิธีเดียวกัน นำค่าความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้ คำนวณค่าความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายผสมเป็นร้อยละจากสมการของกราฟเปรียบเทียบมาตรฐานแมงกานีสแบบธาตุเดียวและแบบสารละลายผสม ผลการทดลองแสดงผลดังตาราง 12 ซึ่งพบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อนจากค่าความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมขึ้นเป็นร้อยละ 2.56 และ 5.13 ตามลำดับ และได้นำขึ้นตัวอย่างที่เตรียมจากสารละลายแมงกานีสแบบธาตุเดียวที่มีความเข้มข้นของแมงกานีสเป็นร้อยละ 0.34 และ 0.39 นำไปวัดด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นในโปรแกรมเชิงกึ่งปริมาณ ด้วยวิธีเดียวกัน นำค่าความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้ คำนวณค่าความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายแมงกานีสแบบธาตุเดียวเป็นร้อยละ จากสมการของกราฟเปรียบเทียบมาตรฐานแมงกานีสแบบธาตุเดียวและแบบสารละลายผสม ผลการทดลองแสดงผลดังตาราง 13 ซึ่งพบว่าสำหรับสารละลายแมงกานีสที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.34 มีค่าความคลาดเคลื่อนจากค่าความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมขึ้นเป็นร้อยละ 2.94 และ 0 ตามลำดับ และสำหรับสารละลายแมงกานีสที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.39 มีค่าความคลาดเคลื่อนจากค่าความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมขึ้นเป็นร้อยละ 2.56 และ 5.13 ตามลำดับ

ตาราง 8 แสดงค่าความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมจาก
 ชิ้นตัวอย่างที่เตรียมมาจากสารละลายผสมมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ของแมงกานีส
 แคลเซียม และแมกนีเซียมในสารละลาย

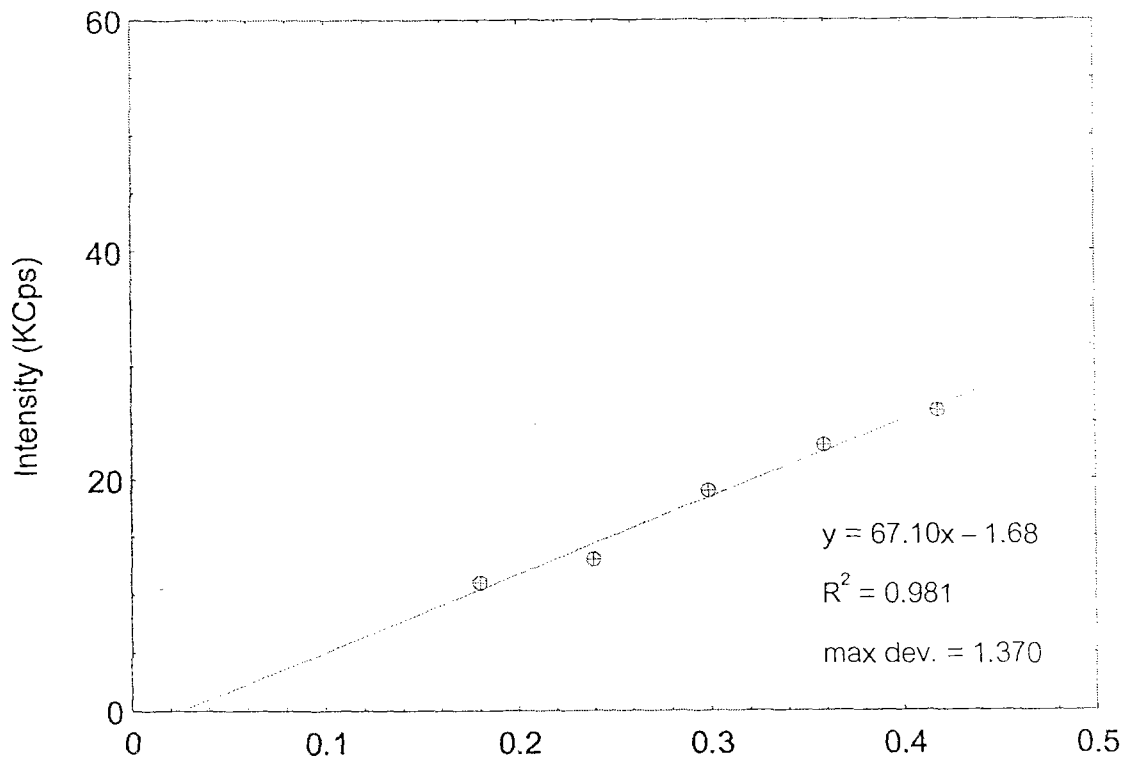
สารละลายผสม มาตรฐาน	Mn		Ca		Mg	
	ความ เข้มข้นของ รังสีเอกซ์ (KCPs)	ความ เข้มข้นของ สารละลาย (ร้อยละ)	ความ เข้มข้นของ รังสี เอกซ์ (KCPs)	ความ เข้มข้นของ สารละลาย (ร้อยละ)	ความ เข้มข้นของ รังสี เอกซ์ (KCPs)	ความ เข้มข้นของ สารละลาย (ร้อยละ)
S1	37.1	0.17	90.7	0.36	18.8	0.30
S2	50.5	0.23	73.3	0.28	23.2	0.36
S3	60.2	0.29	59.6	0.24	25.8	0.41
S4	72.9	0.35	82.4	0.32	11.0	0.18
S5	81.9	0.41	52.6	0.20	13.2	0.24



ภาพประกอบ 21 แสดงให้เห็นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส (KCps) และความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 191.00x + 4.51$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงสุดเท่ากับ 1.700 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) มีค่าเท่ากับ 0.994 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.001%

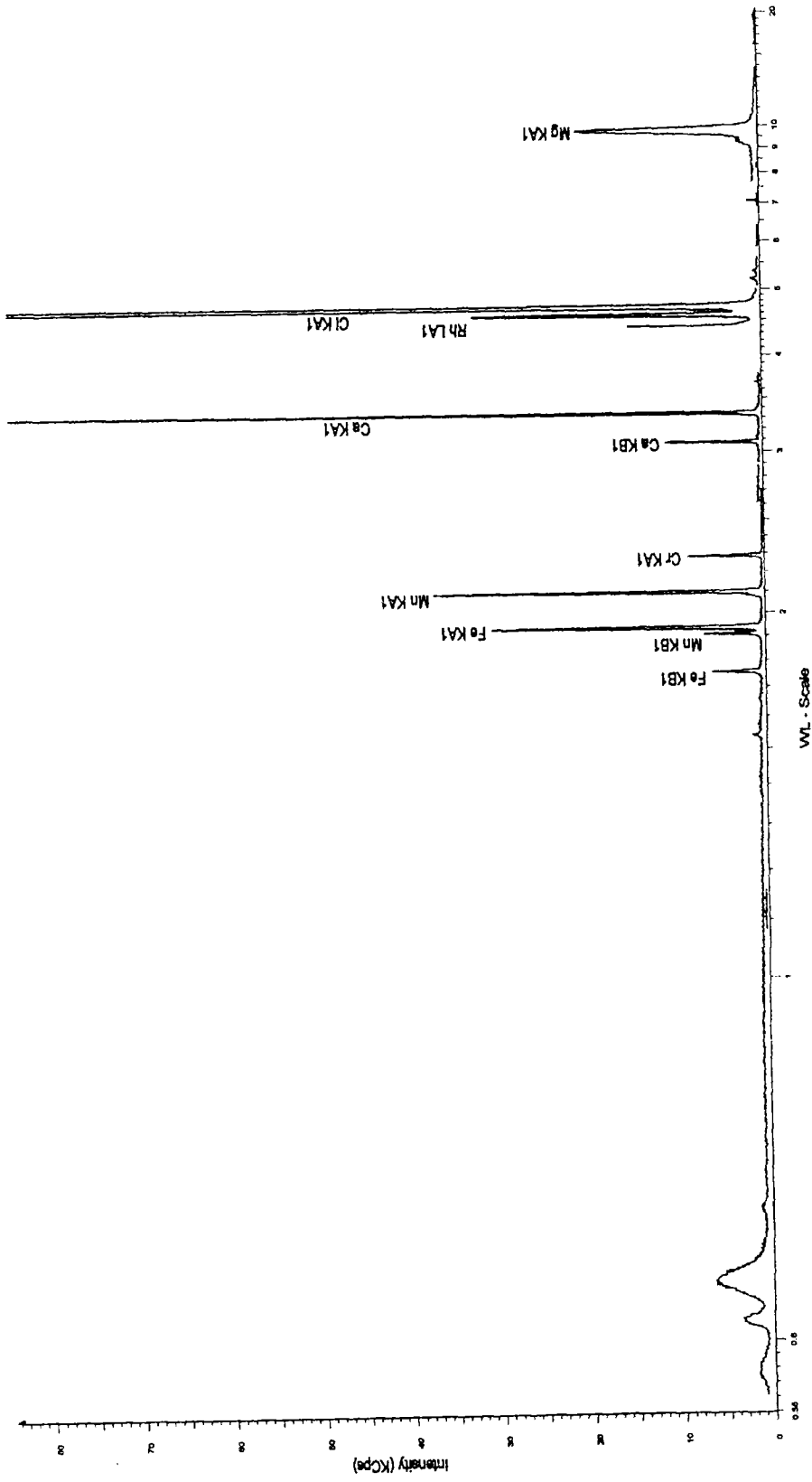


ภาพประกอบ 22 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแคลเซียม (KCps) และความเข้มข้นของแคลเซียมในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 252.00x + 1.67$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงสุดเท่ากับ 1.620 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.995 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.0005 %

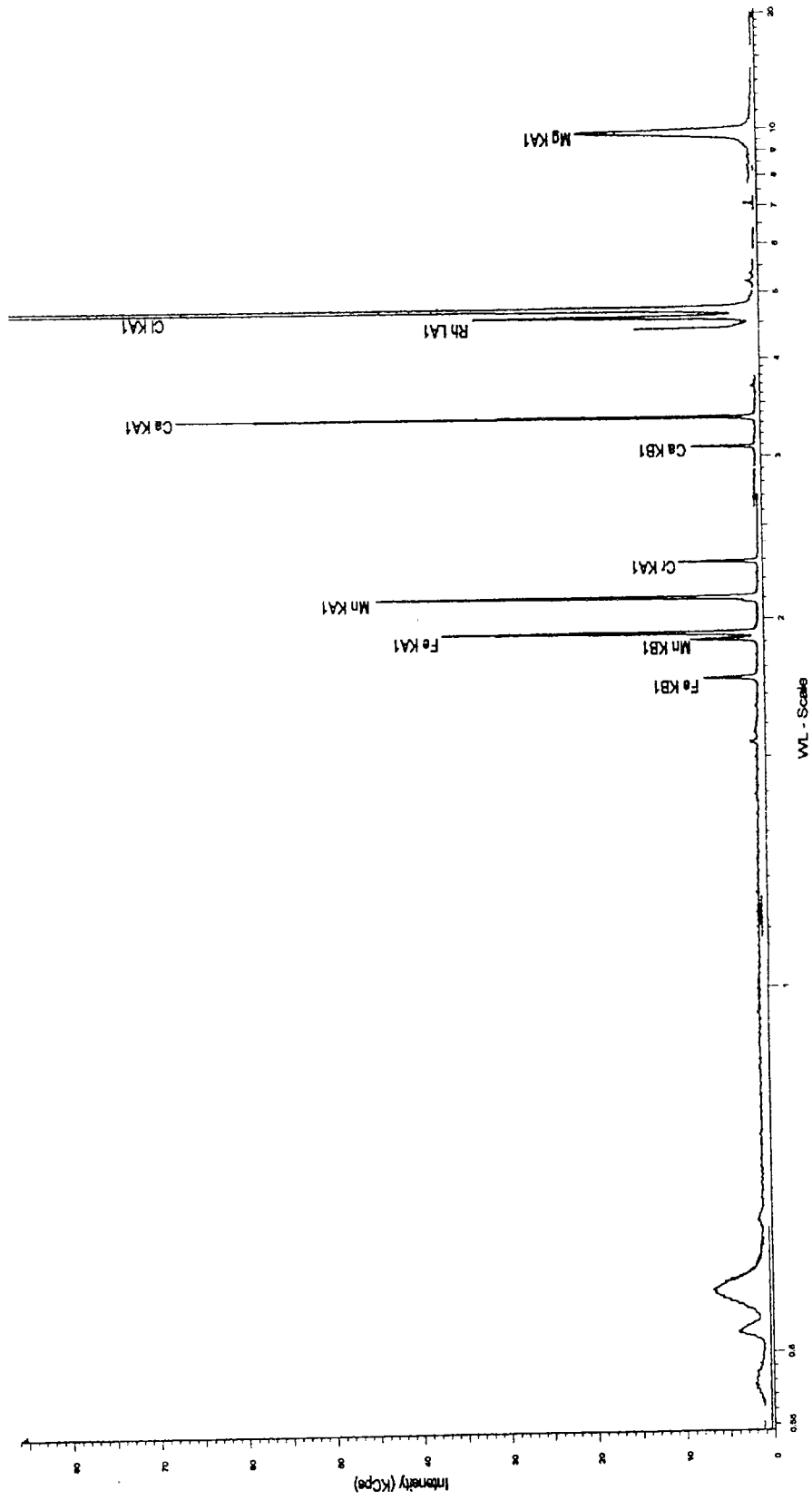


ความเข้มข้นของแมกนีเซียมในสารละลายผสมมาตรฐาน (ร้อยละ)

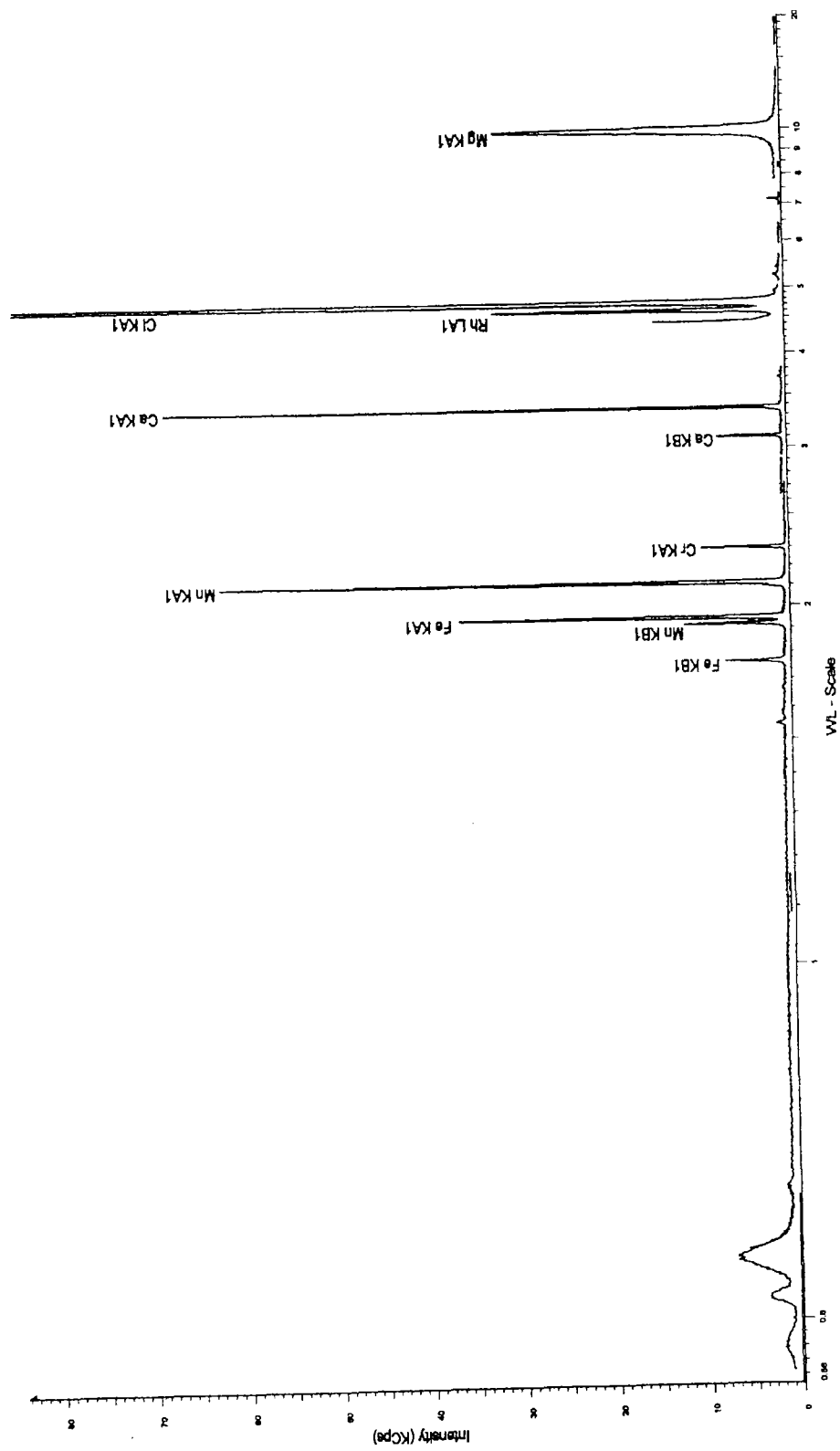
ภาพประกอบ 23 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมกนีเซียม (KCps) และความเข้มข้นของแมกนีเซียมในสารละลายผสมมาตรฐานเป็นร้อยละ โดยแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ $y = 67.10x - 1.68$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงสุดเท่ากับ 1.370 และสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.981 โดยมีค่า LLD ของธาตุนี้เท่ากับ 0.025 %



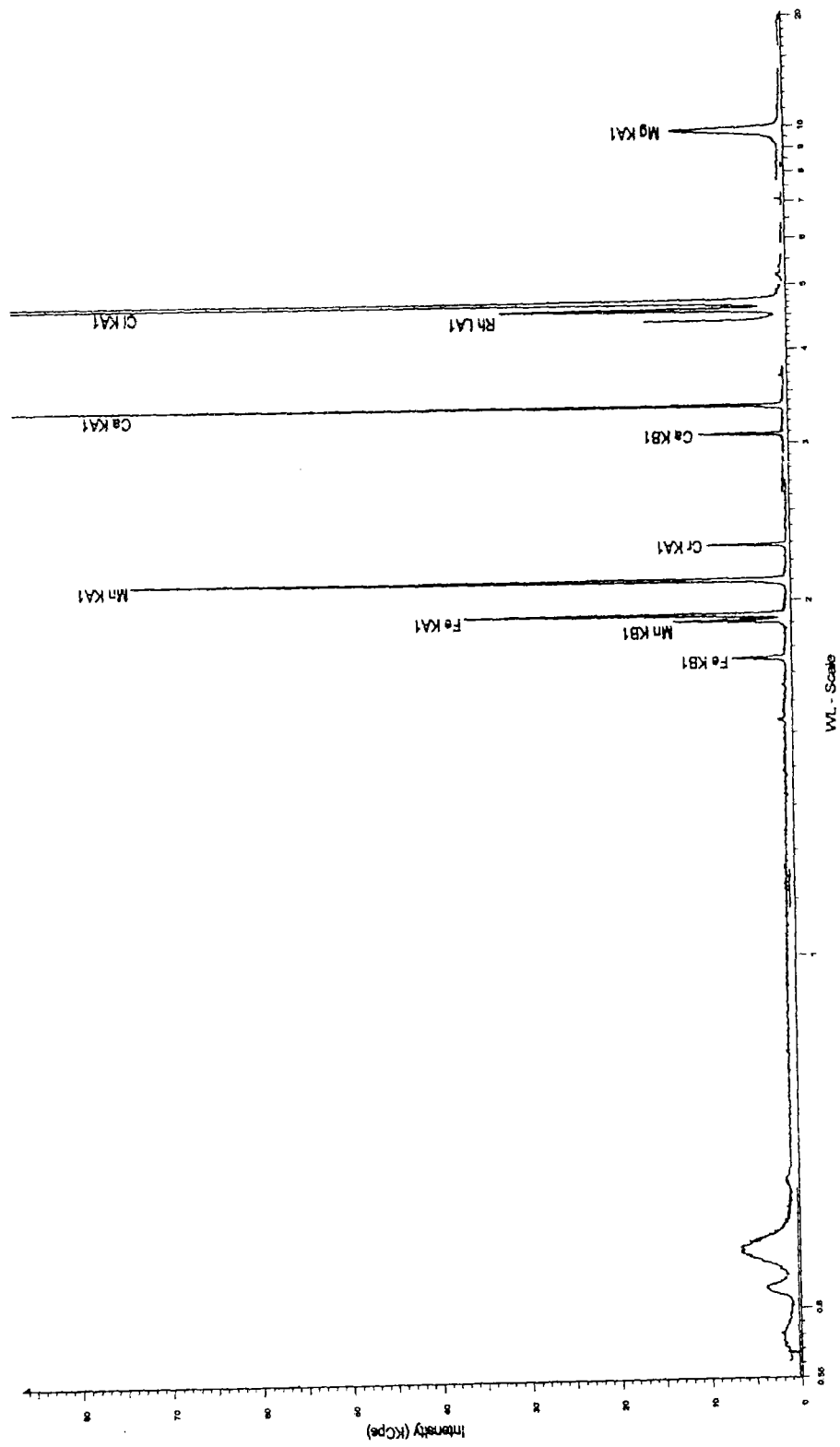
ภาพประกอบ 24 สเปกตรัมการจาวรังสีเอกซ์ที่แสดงค่าสัมพันธะระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วางจากชิ้นตัวอย่าง S 1 ซึ่งมีความเข้มของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.17 , 0.36 และ 0.30 ตามลำดับ



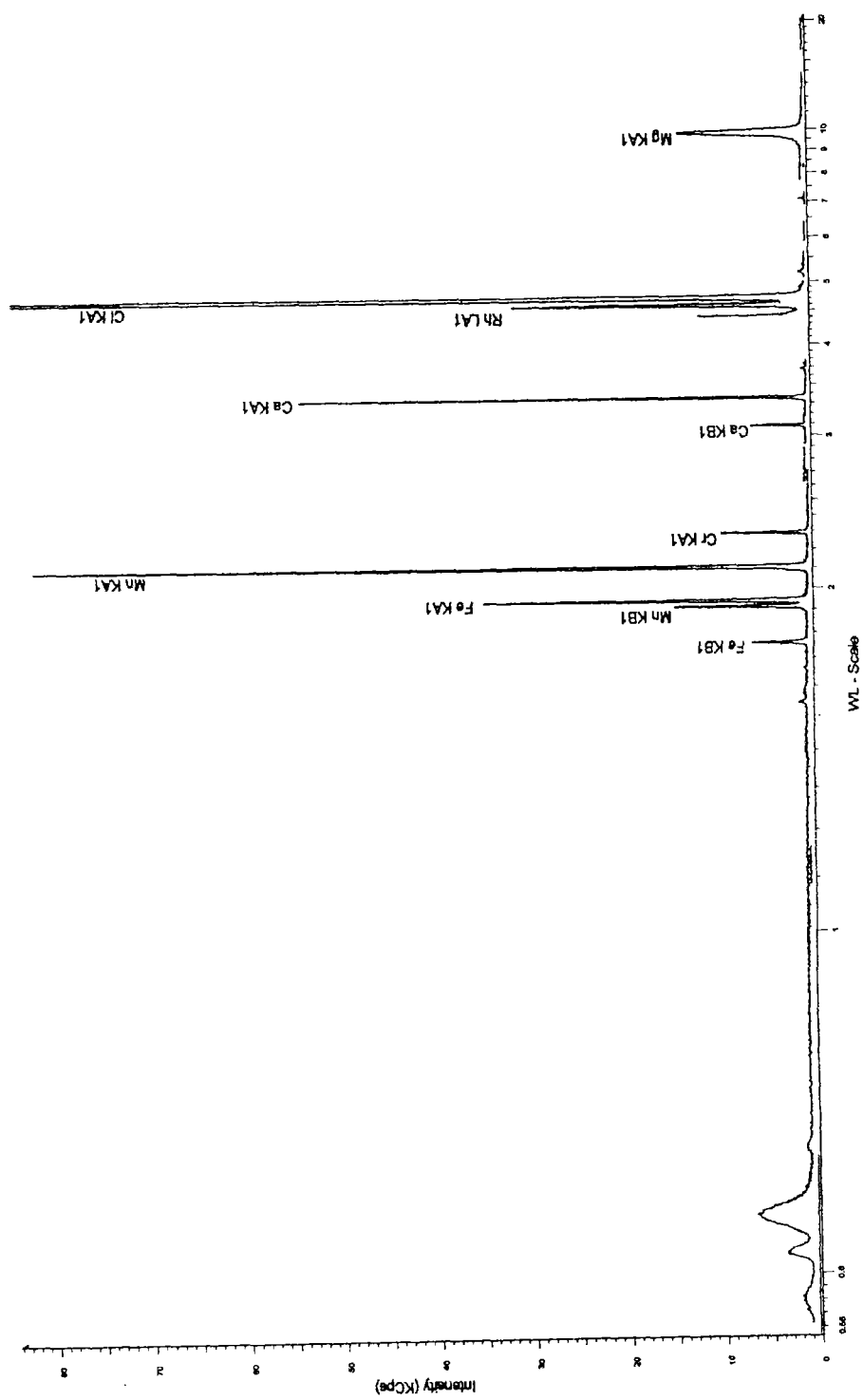
ภาพประกอบ 25 สเปกตรัมการวิเคราะห์เชิงแสงที่แสดงความสัมพันธ์ความเข้มระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วางจากต้นตัวอย่าง S 2 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.23 , 0.28 และ 0.36 ตามลำดับ



ภาพประกอบ 26 สเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์ที่แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วางจากหินตัวอย่าง S 3 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.29 , 0.24 และ 0.41 ตามลำดับ



ภาพประกอบ 27 สเปกตรัมการจาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วัด จากชิ้นตัวอย่าง S 4 ซึ่งมีความเข้มของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.35 , 0.32 และ 0.18 ตามลำดับ



ภาพประกอบ 28 สเปกตรัมการรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วางจากต้นตัวอย่าง S 5 ซึ่งมีความเข้มข้นของ Mn , Ca และ Mg ในสารละลายเป็นร้อยละ 0.41 , 0.20 และ 0.24 ตามลำดับ

ตาราง 9 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของเส้นกราฟเปรียบเทียบของธาตุแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานผสม (ดังแสดงในภาพประกอบ 21) โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแมงกานีสในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นขั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้น (ร้อยละ)	ขั้นตัวอย่าง	ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีส (KCps)	ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความเข้มข้นเฉลี่ยของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.39	ขั้นที่ 1	86.0	0.43	0.41±0.03	5.13
	ขั้นที่ 2	83.6	0.41		
	ขั้นที่ 3	76.9	0.38		
	ขั้นที่ 4	84.7	0.42		
	ขั้นที่ 5	85.8	0.43		

ตาราง 10 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบของธาตุแคลเซียมในสารละลายมาตรฐานผสม (ดังแสดงในภาพประกอบ 22) โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแคลเซียมในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นชั้นตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ความเข้มข้นของแคลเซียมในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้น (ร้อยละ)	ชั้นตัวอย่าง	ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดออกมาจากธาตุแคลเซียม (KCps)	ความเข้มข้นของแคลเซียมในสารละลายที่วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความเข้มข้นเฉลี่ยของแคลเซียมในสารละลายที่วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.22	ชั้นที่ 1	61.1	0.24	0.23±0.02	4.55
	ชั้นที่ 2	58.4	0.23		
	ชั้นที่ 3	53.6	0.21		
	ชั้นที่ 4	60.4	0.23		
	ชั้นที่ 5	61.9	0.24		

ตาราง 11 ผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบของธาตุแมกนีเซียม
ในสารละลายมาตรฐานผสม (ดังแสดงในภาพประกอบ 23) โดยการวิเคราะห์ปริมาณของ
แมกนีเซียมในสารละลายผสมที่เตรียมขึ้นเหมือนเป็นขั้นตอนตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ความเข้มข้นของ แมกนีเซียมใน สารละลายผสม ที่เตรียมขึ้น (ร้อยละ)	ชั้น ตัวอย่าง	ความเข้มของรังสี เอกซ์ที่วาวออกมา จากธาตุแมกนีเซียม (KCps)	ความเข้มข้น ของแมกนีเซียม ในสารละลายที่ วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความเข้มข้น เฉลี่ยของ แมกนีเซียมใน สารละลายที่ วิเคราะห์ได้ (ร้อยละ)	ความ คลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.27	ชั้นที่ 1	20.0	0.32	0.30±0.04	11.11
	ชั้นที่ 2	16.9	0.28		
	ชั้นที่ 3	15.5	0.26		
	ชั้นที่ 4	18.1	0.30		
	ชั้นที่ 5	19.7	0.32		

ตาราง 12 เปรียบเทียบผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความถูกต้องของเทคนิคการเตรียมสารละลาย โดยการวิเคราะห์ปริมาณของแมงกานีสในสารละลายผสมจากกราฟเปรียบเทียบของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐานแบบชุดเดียว (ดังแสดงในภาพประกอบ 13) และแบบสารละลายมาตรฐานผสม (ดังแสดงในภาพประกอบ 21)

ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายผสมจากการเตรียม	ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้	ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)	ความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้	ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายที่วิเคราะห์ได้	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.39	0.41	0.40±0.03	2.56	0.43	0.41±0.03	5.13
	0.40			0.41		
	0.37			0.38		
	0.40			0.42		
	0.41			0.43		

ตาราง 13 (ต่อ)

ความเข้มข้น ของแอมกานีส ในสารละลาย แอมกานีส ธาตุเดียว	ความเข้มข้น ของรังสี (KCps)	ความเข้มข้นของแอมกานีสใน สารละลายที่วิเคราะห์ได้ (จากกราฟเปรียบเทียบของ แอมกานีสในสารละลายแบบ ธาตุเดียว) (ร้อยละ)	ค่าเฉลี่ย ของความเข้มข้น แอมกานีสใน วิเคราะห์ได้	ความคลาดเคลื่อน (ร้อยละ)	ความเข้มข้นของแอมกานีสใน สารละลายที่วิเคราะห์ได้ (จากกราฟเปรียบเทียบของ แอมกานีสในสารละลาย แบบผสม) (ร้อยละ)	ค่าเฉลี่ย ความเข้มข้น ของแอมกานีส ในสารละลาย ที่วิเคราะห์ได้	ความ คลาดเคลื่อน (ร้อยละ)	ความ คลาดเคลื่อน (ร้อยละ)
0.39	79.6	0.38	0.40±0.02	2.56	0.39	0.41±0.02	5.13	
	83.8	0.40						
	83.8	0.40						
	84.4	0.40						
	84.4	0.40						

บทที่ 5

สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

จากผลการศึกษากาวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น สรุปได้ดังนี้

การเตรียมสารละลายมาตรฐานของแมงกานีสเมื่อนำไปสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากธาตุแมงกานีสกับความเข้มชั้นของแมงกานีสในสารละลายมาตรฐาน แมงกานีสได้เส้นกราฟซึ่งมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.981 และค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เป็น 0.999 ซึ่งเป็นค่าที่แสดงให้เห็นว่าการเตรียมสารละลายแมงกานีสมีความน่าเชื่อถือ และเมื่อทำการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบที่ได้ โดยทำการวิเคราะห์ขึ้นตัวอย่างที่ได้จากสารละลายซึ่งมีความเข้มชั้นเป็นร้อยละของแมงกานีสอยู่ในพิสัยของกราฟเปรียบเทียบ จำนวน 2 ค่า คือ 0.34 และ 0.39 พบว่าผลการวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 3 ในกรณีของสารละลายผลมมาตรฐาน พบว่าสำหรับกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีสกับความเข้มชั้นของสารละลาย มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 1.700 และมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 0.994 สำหรับกราฟเปรียบเทียบของธาตุแคลเซียมมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 1.620 และมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 0.995 สำหรับกราฟเปรียบเทียบของธาตุแมกนีเซียมมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 1.370 และมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 0.981 แสดงให้เห็นว่าเทคนิคการเตรียมสารละลายเช่นนี้จะยอมรับได้และเพื่อเป็นการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบดังกล่าวได้นำไปใช้ในการวิเคราะห์ขึ้นตัวอย่างที่ทราบค่าความเข้มชั้นที่แน่นอนดังนี้ ความเข้มชั้นเป็นร้อยละของสารละลายแมงกานีส เป็น 0.39 ความเข้มชั้นของสารละลายแคลเซียม เป็น 0.22 และความเข้มชั้นของสารละลายแมกนีเซียมเป็น 0.27 พบว่าผลการวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อนเป็นร้อยละ 5.13, 4.55 และ 11.11 ตามลำดับ

จากการตรวจสอบประสิทธิผลของการเตรียมสารละลาย ได้ทำการเปรียบเทียบร้อยละความเข้มชั้นของสารละลายแมงกานีสโดยการเตรียมแบบผสมที่มีความเข้มชั้นเป็นร้อยละของสารละลาย เป็น 0.39 โดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสแบบธาตุเดียว พบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อนเป็นร้อยละ 2.56 และเมื่อเปรียบเทียบโดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบผสมพบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อนร้อยละ 5.13 นอกจากนั้นยังได้ทำการเปรียบเทียบร้อยละความเข้มชั้นของสารละลายแมงกานีสโดยการเตรียมแบบแมงกานีสธาตุเดียว ซึ่งมีการเตรียมความเข้มชั้นเป็นร้อยละของสารละลายแมงกานีสแบบธาตุเดียวนี้อีก จำนวน 2 ค่า คือ

0.34 และ 0.39 โดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสแบบธาตุเดียว พบว่าสำหรับค่าความเข้มข้นเป็นร้อยละของแมงกานีสที่เตรียมแบบธาตุเดียวเท่ากับ 0.34 พบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อนร้อยละ 2.94 และเมื่อเปรียบเทียบโดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบผสมพบว่าไม่มีค่าความคลาดเคลื่อน และสำหรับค่าความเข้มข้นเป็นร้อยละของแมงกานีสที่เตรียมแบบธาตุเดียวเท่ากับ 0.39 เมื่อเปรียบเทียบโดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบธาตุเดียวพบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อนร้อยละ 2.56 และเมื่อเปรียบเทียบโดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบผสมพบว่ามีความคลาดเคลื่อนร้อยละ 5.13 จึงนับว่ากราฟเปรียบเทียบของสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่ได้ นั้นน่าจะนำไปใช้ในการวิเคราะห์สารละลายอื่น ๆ ที่มีแมงกานีสอยู่ในพิสัยของกราฟเปรียบเทียบได้ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพของเทคนิคนี้

อภิปรายผลการทดลอง

จากการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของกราฟเปรียบเทียบดังกล่าวได้นำไปใช้ในการวิเคราะห์หาค่าของตัวอย่างที่ทราบค่าความเข้มข้นที่แน่นอนของ Mn, Ca และ Mg พบว่าผลการวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อนเป็นร้อยละ 5.13, 4.55 และ 11.11 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าค่าที่ได้มีความคลาดเคลื่อนสูงกว่าการทดลองของสารละลายแบบธาตุเดียว ซึ่งอาจเกิดขึ้นจากการเตรียมสารละลายที่ไม่ดีพอ และถูกต้องน้อย เมื่อต้องผสมสารเคมีจำนวนมากขึ้น โดยสามารถอธิบายให้เห็นได้ว่าผลความคลาดเคลื่อนที่มากเมื่อเทียบกับการทดลองแบบธาตุเดียวไม่น่าจะมาจากผลกระทบของเนื้อสารจากการวัดรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุเหล่านั้น เนื่องจากลักษณะของชิ้นตัวอย่างแบบนี้จัดเป็นการเตรียมชิ้นตัวอย่างแบบฟิล์มบางและสามารถพิจารณาได้จากสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ และจากการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุแมงกานีสที่เตรียมจากสารละลายผสม พบว่าความเข้มของรังสีเอกซ์จากชิ้นตัวอย่างที่ 3 แตกต่างไปจากชิ้นตัวอย่างชิ้นอื่น แสดงให้เห็นถึงการหดยดสารละลายที่ไม่ดีพอ

จากการตรวจสอบประสิทธิภาพผลของการเตรียมสารละลาย ได้ทำการเปรียบเทียบร้อยละความเข้มข้นของสารละลายแมงกานีสโดยการเตรียมแบบผสมโดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสแบบธาตุเดียว และกราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบผสมพบว่ามีความคลาดเคลื่อนร้อยละ 2.56 และ 5.13 ตามลำดับ และได้ทำการเปรียบเทียบร้อยละความเข้มข้นของสารละลายแมงกานีสโดยการเตรียมแบบธาตุเดียวทั้งสองความเข้มข้น คือ 0.34 และ 0.39 โดยใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบธาตุ

เดี่ยวและกราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการเตรียมสารละลายแมงกานีสแบบผสมพบว่า สำหรับความเข้มข้น 0.34 มีความคลาดเคลื่อนร้อยละ 2.94 และได้ค่าความเข้มข้นเท่ากับที่เตรียมได้ตามลำดับ สำหรับความเข้มข้น 0.39 มีความคลาดเคลื่อนร้อยละ 2.56 และ 5.13 ตามลำดับ นับว่าความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นไม่น่าจะมาจากผลกระทบของเนื้อสารจึงน่าจะเป็นการยืนยันความคิดที่ว่าความถูกต้องแม่นยำของการวิเคราะห์ขึ้นตัวอย่างแบบฟิล์มบางนี้ ไม่น่าจะได้รับผลกระทบของเนื้อสาร แสดงให้เห็นว่าเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารละลายด้วยการหยดและทำให้แห้งบนกระดาษกรอง สำหรับเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ น่าจะให้ผลที่ยอมรับได้ และยังสามารถใช้กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากการทดลองไปวิเคราะห์ปริมาณธาตุแมงกานีส แคลเซียม และแมกนีเซียมกับสารละลายอื่น ๆ ซึ่งอยู่ในพิสัยของกราฟเปรียบเทียบได้โดยไม่ต้องกังวลถึงผลกระทบของเนื้อสารที่ต่างกันของขึ้นตัวอย่าง เมื่อเตรียมขึ้นตัวอย่างแบบฟิล์มบางด้วยปริมาตรของสารตัวอย่างเท่ากัน

ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายสังเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น มีข้อเสนอแนะดังนี้

1. การเตรียมสารละลายมาตรฐานสังเคราะห์และการเตรียมขึ้นตัวอย่าง เป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญอย่างยิ่งและจะต้องอาศัยความระมัดระวังมากในการชั่งมวลสาร วิธีการผสมสารละลาย การปั่นเป็นเนื้อเดียวกัน โดยเฉพาะการหยดสารตัวอย่างลงบนกระดาษกรองต้องมีความแม่นยำสูงเพราะปริมาตรของสารละลายที่ดูมาจากคลาดเคลื่อน และพื้นที่ที่สารละลายแพร่ในกระดาษกรองมีขนาดไม่แน่นอน สิ่งเหล่านี้ส่งผลต่อการวัดความเข้มรังสีเอกซ์
2. การวิเคราะห์ขึ้นตัวอย่างบนกระดาษกรองด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ทำให้กระดาษกรองชำรุด ใหม่ เนื่องจากความร้อนที่เกิดจากรังสี ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุโดยใช้เทคนิคนี้ จึงควรทดลองใช้กับกระดาษกรองใยแก้วจะดีกว่า
3. สามารถนำเทคนิคนี้ไปใช้ในการวิเคราะห์สารละลายอื่น ๆ ที่เครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่ใช้ไม่สามารถวัดปริมาณธาตุในสารละลายโดยตรง
4. เส้นกราฟเปรียบเทียบที่ได้สามารถนำไปใช้วิเคราะห์สารละลายที่มีปริมาณธาตุในพิสัยของกราฟเปรียบเทียบโดยไม่ต้องกังวลถึงผลกระทบของเนื้อสารเมื่อเตรียมขึ้นตัวอย่างแบบฟิล์มบางเช่นนี้ แต่สิ่งที่จำเป็นคือการเตรียมขึ้นตัวอย่างด้วยวิธีเดียวกันและทำการวัดภายใต้เงื่อนไขเดียวกันทั้งหมด

5. ในการดูดสารละลายที่มีปริมาตรน้อยควรใช้ไมโครปิเปตต์ (Micropipette) แทนการใช้ปิเปตต์แบบธรรมดา เนื่องจากมีความละเอียดมากกว่า ซึ่งจะช่วยลดความคลาดเคลื่อนจากการวัดปริมาตรของสารละลายได้

บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- กัลยา วานิชย์บัญชา. (2545). *หลักสถิติ*. กรุงเทพฯ: คณะพาณิชยศาสตร์และบัญชี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ชัยวัฒน์ เจนวานิชย์. (2533). *หลักเคมี 1*. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์โอเดียนสโตร์.
- ปณัสย์ ชูวิเชียร. (2536). *การหาปริมาณสารตะกั่วโดยวิธีการแบบเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์*.
กรุงเทพฯ : ภาควิชาฟิสิกส์ บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- แม่น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. (2534). *หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ*.
(*Principle and Techniques of Instrumental Analysis*). กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ยุทธ ไกยวรรณ. (2546). *สถิติเพื่อการวิจัย*. กรุงเทพฯ: ศูนย์สื่อเสริมกรุงเทพฯ.
- ลาหรัย เล็กชะอุ่ม. (2536). *เอกซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรมิเตอร์(X-Ray Fluorescence
Spectrometer)*. กรุงเทพฯ: ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สุนันทา ทิพย์มาลย์มาศ. *การหาปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วในอากาศโดยเทคนิคการเรือง
รังสีเอกซ์*. กรุงเทพฯ: ภาควิชาวิศวกรรมเทคโนโลยี บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- Bruker AXS. (1999). *Introduction Tutorial Sample Preparation Catalog Reference*.
Karlsruhe: Bruker Analysis X-Ray Systems.
- Buhrke, V.E., Jenkins, R. & Smith, D.K. (1992). *A Practical Guide for the Preparation of
Specimens for X-Ray Fluorescence and X-Ray Diffraction Analysis*. USA:
John Wiley & Sons.
- Marilyn K. Pelosi and Theresa M. Sandifer. (2003). *Elementary Statistics from Discovery
to Decision*. USA: John Wiley & Sons.
- Quisefit, J.P., et al. (1994). "Quantitative Analyses of Aerosol Filter by
Wavelength-Dispersive X-Ray Spectrometry from Bulk Reference Samples."
X-Ray Spectrometry. (23): 59-64
- Schiotz, R. & Uhlig, S. (2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis(XRF)*.
Karlsruhe: Bruker Analysis X-Ray Systems.

- Sulkowski, M. & Hirner, A.V. (1996). "Determination of Trace Elements in Small Amounts of Specimen on Filter Material by Wavelength-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry". *X-Ray Spectrometer* (25): 83-88
- Swamy, K., Kaliaperumal, R. & Swaminathan, G.S. (1994). "Wavelength-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometric Technique for Determining Elements in Weld Fumes". *X-Ray Spectrometer*. (23): 71-14.
- Whiston, C. (1991). *X-Ray Method*. London : ACOL.
- Willis, JP. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. London , Ontario: University of Western Ontario Departments of Earth Sciences Publishing.

ประวัติย่อผู้วิจัย

ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ	นางสาวรุจนา	ชื่อสกุล	เรณูแย้ม
เกิดวันที่	22 เดือน	กันยายน	พุทธศักราช 2516
สถานที่เกิด		อำเภอบางกอกน้อย	จังหวัดกรุงเทพมหานคร
สถานที่อยู่ปัจจุบัน		89/23 ซอยจรัญสนิทวงศ์ 23	ถนนจรัญสนิทวงศ์ ต. บางขุนศรี อ. บางกอกน้อย จ.กรุงเทพมหานคร 10700

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2535	มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนสตรีวัดระฆัง
พ.ศ. 2539	กศ.บ. วิทยาศาสตร์ฟิสิกส์ จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
พ.ศ. 2547	กศ.ม. (ฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ