

การใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดินด้วย
เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ปริญญานิพนธ์
ของ
พัทธนันท์ เลี้ยงผาสุข

เสนอบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
ตุลาคม 2546
ลิขสิทธิ์เป็นของ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

535/24

พ.ศ. 2546

๒๒

การใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดินด้วย
เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

บทคัดย่อ

ของ

พัทธนันท์ เลียงผาสุข

เสนอบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

ตุลาคม 2546

พัทธนันท์ เลี้ยงผาสุข. (2546). การใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดินด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น. ปรินซ์นิพนธ์ กศ.ม. (ฟิสิกส์). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัยมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. คณะกรรมการควบคุม : รองศาสตราจารย์อรุณีย์ อินทศร , อาจารย์มาโนชญ์ เสงี่ยมวัฒนะ.

ได้ศึกษาเทคนิคการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสารใกล้เคียงกับสารตัวอย่างดินที่วิเคราะห์ MD-1 และนำสารมาตรฐานสังเคราะห์เหล่านี้ไปสร้างฐานข้อมูลของกราฟเปรียบเทียบสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุปริมาณน้อยๆ จำนวน 4 ชนิดคือ Zn Ni Sr และ Ba ในสารตัวอย่างดินด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น โดยมีการแก้ไขผลกระทบของเนื้อสารด้วยการปรับค่าพารามิเตอร์เนื่องจากการซ้อนทับของเส้นรังสีเอกซ์ในสเปกตรัมและการแก้ไขค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำสูง และได้ทำการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นด้วยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง MD-1 ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นนี้กับค่าที่ได้รับการวิเคราะห์ MD-1 จากภาควิชาธรณีวิทยา มหาวิทยาลัยนิวเซาท์เวลส์ ประเทศออสเตรเลีย โดยพบว่าผลการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลนี้ได้ผลการวิเคราะห์ที่แม่นยำดีกว่าการวิเคราะห์เชิงปริมาณและผลการวิเคราะห์จากฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติประเภทดินในโปรแกรม FQuant

UTILIZATION OF SYNTHETIC STANDARD MATERIALS FOR QUANTITATIVE
ANALYSIS OF SOIL BY WDXRF SPECTROMETER

AN ABSTRACT
BY
PATTHANUN LEANGPASUK

Presented in partial fulfillment of requirements
for the Master of Education degree in Physics
at Srinakharinwirot University
October 2003

Patthanun Leangpasuk. (2003). *Utilization of Synthetic standard materials for Quantitative analysis of Soil by WDXRF Spectrometer*. Master thesis, M.Ed. (Physics). Bangkok : Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Assoc. Prof. Arunee Intasorn, Manoch Hengwattana.

The preparation technique of synthetic standard materials for soil sample MD-1 was studied. These synthetic standards were utilized to establish the database of four calibration curves for quantitative analysis of four trace elements: Zn, Ni, Sr and Ba in soil, using wavelength dispersive x-ray fluorescence spectrometer. In order to obtain high accuracy of analysis, the matrix effect correction, comprising of the line overlap correction and the alpha coefficient correction, were done. Consequently, the concentrations of trace elements in MD-1 were analysed with the database while the result was compared with the certified values obtained by the department of geology, University of New South Wales , Australia. Moreover, it reveals that this work is capable to provide more reliable result than the one from semiquantitative analysis and also the analysis with another database in FQuant program where the international standard reference geological materials were used as the calibration standards.

ปริญญานิพนธ์

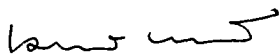
เรื่อง

การใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดินด้วย
เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ของ

นางสาวพัชรนันท์ เลี้ยงผาสุข

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

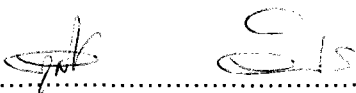


..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร. นภาพร หะวานนท์)

วันที่ ๖ เดือน ตุลาคม พ.ศ. ๒๕๕๖

คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์



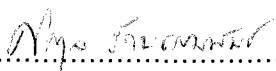
..... ประธาน

(รองศาสตราจารย์ อรุณย์ อินทศร)



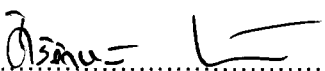
..... กรรมการ

(อาจารย์ มาโนชญ์ เสงวัฒนะ)



..... กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ศิริกุล รัตนธรรมพันธ์)



..... กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม

(อาจารย์ ศิริลักษณ์ เรืองรุ่งโรจน์)

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความกรุณา ความช่วยเหลือจาก รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทศร ประธานควบคุมปริญญานิพนธ์ และอาจารย์มานิชญ์ เสงวัฒนะ กรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษา และแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ตลอดระยะเวลาในการทำวิจัย ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอกราบขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ศิริกุล รัตนธรรมพันธ์ และอาจารย์ศิริลักษณ์ เรืองรุ่งโรจน์ ที่ได้ร่วมเป็นกรรมการสอบเปล่าปริญญานิพนธ์ ตลอดจนให้คำแนะนำและแก้ไขปริญญานิพนธ์ ทำให้ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตลอดระยะเวลาการศึกษา จนผู้วิจัยสามารถนำความรู้มาใช้ในการดำเนินงานการทำปริญญานิพนธ์จนสำเร็จ

ขอขอบพระคุณอาจารย์รัชนีย์ สราวิช อาจารย์โรงเรียนวัดราชบพิธ ที่ให้คำปรึกษาในเรื่องการเตรียมสารเคมี

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ นิสิตปริญญาโท วิชาเอกฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ทุกท่านที่คอยช่วยเหลือและเป็นกำลังใจในการทำงานวิจัยตลอดมา

สุดท้ายนี้ ขอโน้มรำลึกถึงพระคุณของบิดา มารดา และทุกๆ คนในครอบครัว ที่ให้กำลังใจและสนับสนุนแก่ผู้วิจัย จนสามารถทำปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

พัทธนันท์ เลี้ยงผาสุข

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
จุดมุ่งหมายของงานวิจัย.....	4
ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
ความสำคัญของงานวิจัย.....	5
2 ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
ทฤษฎี.....	6
เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	25
3 วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	26
วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	26
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	27
4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล.....	38
5 สรุปอภิปรายและข้อเสนอแนะ.....	55
สรุปผลการทดลอง.....	55
อภิปรายผลการทดลอง.....	56
ข้อเสนอแนะ.....	58
บรรณานุกรม.....	60
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	63

บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับ กรณี $n = N = 3$	21
2 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับกรณี $n = N = 3$ โดย X_{n+1} คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่ไม่ทำการวิเคราะห์.....	21
3 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับ กรณี $n > N$ โดย $n = 8$ และ $N = 5$	22
4 รูปแบบสำเร็จของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับกรณี $n > N$ โดย $n = 8$ และ $N = 5$	24
5 ส่วนประกอบที่เป็นธาตุหลักในสารตัวอย่างดิน MD-1.....	27
6 ส่วนประกอบที่เป็นธาตุน้อยๆ ในสารตัวอย่างดิน MD-1.....	28
7 ปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุหลักของสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 20 กรัม.....	31
8 ปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุหลักของสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 1,000 กรัม.....	32
9 ผลการคำนวณความเข้มข้นของธาตุปริมาณน้อย ๆ ในสารมาตรฐานสังเคราะห์ 10 ขึ้นตัวอย่าง โดยใช้หลักการ Ochandio-Carlo, Sagrado & Ramis-Ramos...	33
10 ปริมาณและชนิดของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ ของสารมาตรฐาน สังเคราะห์ 10 ขึ้นตัวอย่าง.....	34
11 ผลการวัดและวิเคราะห์สารสังเคราะห์จำนวน 2 ขึ้นตัวอย่างด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการชั่งและวิธีการผสมสาร สังเคราะห์.....	40
12 ผลการวัดและวิเคราะห์ของธาตุหลักในสารมาตรฐานสังเคราะห์ 50 ขึ้นตัวอย่าง ด้วยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบความเป็นเนื้อเดียวของ การผสม.....	44
13 แสดงความน่าเชื่อถือจากการเตรียมและการวัดธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารมาตรฐาน สังเคราะห์ S1-S10 เพื่อเป็นข้อมูลจากการทดลองที่ใช้ในการคัดเลือกขึ้น ตัวอย่างของสารมาตรฐานสังเคราะห์ในการสร้างฐานข้อมูล.....	47

บัญชีตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
14 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุน้อยๆ ของสารตัวอย่าง MD-1 โดยเปรียบเทียบ ผลวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ในโปรแกรม FQuant กับค่าที่ได้รับการรับรองจาก Department of Geology, University of New South Wales พร้อมกับเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูล ที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติจากปริญญานิพนธ์ของวัชรพงษ์ สังข์หิรัญ (2545) และโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ.....	53

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 แบบจำลองอะตอม.....	7
2 ความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับความยาวคลื่นของโฟตอนที่เข้าชน.....	9
3 ชุดอุปกรณ์เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น....	10
4 หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลาย.....	11
5 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมาจากเป้าโรเตียม.....	12
6 ลักษณะและส่วนประกอบของหัววัดประกายแสง	14
7 ลักษณะและส่วนประกอบของหัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน.....	15
8 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารตัวอย่างดิน MD-1 ที่วัดโดยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ.....	39
9 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ ที่ประกอบด้วยธาตุหลัก ชั้นที่ 1	41
10 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ ที่ประกอบด้วยธาตุหลัก ชั้นที่ 2.....	42
11 กราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุนิเกิล (Nickel) Ni จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Ni $K_{\alpha 1}$ พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ เส้นรังสีเอกซ์จากธาตุที่ซ้อนทับ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา.....	50
12 กราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุสังกะสี (Zinc) Zn จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Zn $K_{\alpha 1}$ พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ เส้นรังสีเอกซ์จากธาตุที่ซ้อนทับ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา.....	51
13 กราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุสตรอนเทียม (Strontium) Sr จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Sr $K_{\alpha 1}$ พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา	51
14 กราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุแบเรียม (Barium) Ba จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Ba $L_{\alpha 1}$ พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา.....	52

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

15 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสี ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารตัวอย่างดิน MD-1 ที่วัดโดยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ในโปรแกรม FQuant	54
---	----

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

การนำข้อมูลที่ได้จากการศึกษาวิจัย และการสำรวจทางธรณีวิทยาไปใช้ประโยชน์ตามวัตถุประสงค์ในด้านต่างๆ อาทิเช่น การศึกษาสมบัติของหิน ดิน แร่ชนิดต่างๆ สามารถทำให้ทราบคุณค่าของสิ่งเหล่านี้ การแยกชนิดของหิน หิน แร่ เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ หรือศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของหินแต่ละชนิด ทำให้ได้ข้อมูลซึ่งนำไปสู่การอธิบายการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและปรากฏการณ์ต่างๆ ที่เกิดขึ้นของโลก นอกจากนี้ยังมีการศึกษาชนิด ลักษณะการเกิด แหล่งกำเนิด ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นส่วนประกอบในการศึกษาหาแหล่งแร่ การศึกษาดังกล่าวล้วนแล้วแต่มีความจำเป็นที่ต้องอาศัยการวิเคราะห์หาส่วนประกอบทางเคมีของธาตุทั้งที่เป็นองค์ประกอบหลัก (Major Element) ธาตุที่เป็นองค์ประกอบรอง (Minor Element) และธาตุปริมาณน้อยๆ (Trace Element) ในตัวอย่างหิน ดิน แร่ชนิดต่างๆ ที่อยู่บนโลก¹ ซึ่งในปัจจุบันวิธีการวิเคราะห์ธาตุมีหลายวิธี โดยส่วนใหญ่เป็นการนำวิธีการและเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่ทันสมัยต่างๆ มากมายมาใช้ในการวิเคราะห์ เช่น เทคนิคการดูดกลืนเชิงอะตอม (Atomic Absorption Spectroscopy) (AAS) เทคนิคการอาบนิวตรอนของธาตุในสารตัวอย่าง (Neutron Activation Technique) วิธีอิมิสชันสเปกโทรสโกปี (Emission Spectroscopy) และวิธีการวาวรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence) (XRF) การที่จะเลือกวิธีใดมาใช้นั้นขึ้นอยู่กับความต้องการที่จะนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์อย่างไร และต้องการผลที่แม่นยำระดับใด ซึ่งแต่ละวิธีมีขีดจำกัด ข้อดีข้อเสียแตกต่างกัน ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องเลือกวิธีการที่เหมาะสมสำหรับการนำมาใช้ในการวิเคราะห์

สำหรับการวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีการวาวรังสีเอกซ์ที่ใช้เครื่องวัดสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer) (WDXRFS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุที่ใช้กันอย่างแพร่หลายซึ่งมีข้อดีของการ

¹ สมศักดิ์ แสงศิลา. (2539). การวิเคราะห์ธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยในหินซิลิเกต โดยวิธีเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์. หน้า 1.

วิเคราะห์^{1,2} คือ

1. วิเคราะห์ตัวอย่างได้ทุกชนิดทั้งที่เป็นของแข็ง ของเหลว
2. สะดวก รวดเร็ว ผลวิเคราะห์มีความถูกต้องแม่นยำและเที่ยงตรง (Accuracy and Precision) สูง
3. วิเคราะห์ธาตุได้เกือบทุกธาตุ ตั้งแต่ธาตุที่มีเลขอะตอม (Atomic number) ตั้งแต่ 9 (Fluorine) จนถึง 92 (Uranium)
4. วิเคราะห์ได้หลายๆธาตุ (Multi-element) พร้อมกัน
5. พิสัยสำหรับการวิเคราะห์ธาตุปริมาณต่างๆ กว้าง (Wide Range) ได้ทั้งในระดับเปอร์เซ็นต์ซึ่งจัดเป็นธาตุหลัก ธาตุรอง และธาตุปริมาณน้อยๆ ในระดับต่อล้านส่วน (ppm)
6. สามารถเลือกการวิเคราะห์ที่ต้องการในแบบต่าง ๆ ตามความต้องการคุณภาพของการวิเคราะห์ มีสามวิธี³ คือ การวัดเชิงคุณภาพ (Qualitative Measurement) การวัดเชิงกึ่งปริมาณ (Semi-Quantitative Measurement) และการวัดเชิงปริมาณ (Quantitative Measurement) โดยการวิเคราะห์สองวิธีแรกเป็นวิธีที่สามารถวิเคราะห์ผลออกมาได้อย่างรวดเร็วเนื่องจากการวิเคราะห์ไม่จำเป็นต้องใช้สารมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอนของธาตุต่างๆ ส่วนในการวัดเชิงปริมาณเป็นวิธีที่ต้องการความแม่นยำสูง จะต้องสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์ให้ได้มาตรฐานโดยใช้หลักวิธีการปรับเทียบ (Calibration Method) ซึ่งจะต้องใช้สารอ้างอิงมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอนของธาตุต่างๆ ในการนำมาสร้างกราฟปรับเทียบเพื่อนำข้อมูลปรับเทียบที่สร้างขึ้นมาวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารตัวอย่างที่ไม่ทราบค่า (Unknown Sample)

¹Willis,J.P., Prof. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry* . unpagued.

²Spangenberg,J. & Fontbote,L. (1994). "X-Ray Fluorescence Analysis of Base Metal Sulphide and Iron-Manganese Oxide Ore Samples in Fused Glass Disc," *X-Ray Spectrometer*. (23) : 84-90.

³วัชรพงษ์ สังข์ศิริ. (2545). การวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่างทางด้านธรณีวิทยาโดยวิธีการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่น. หน้า 2.

ส่วนข้อเสียของการวิเคราะห์ด้วยวิธี XRF คือสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติที่นำมาใช้ในการสร้างฐานข้อมูลในการวิเคราะห์ต้องสั่งซื้อจากต่างประเทศและมีราคาแพงและสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์บางประเภทไม่สามารถหาสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติได้ และเพื่อแก้ปัญหาลักษณะของเนื้อสาร (Matrix Effect)¹ ผู้วิจัยเล็งเห็นถึงความสำคัญของปัญหาในข้อนี้ จึงศึกษาวิธีแก้ไขโดยการเตรียมสารมาตรฐานขึ้นเอง เรียกว่าสารมาตรฐานสังเคราะห์ (Synthetic Standard Materials) ให้มีเนื้อสารใกล้เคียงกับสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ โดยวิธีการนำสารเคมีที่มีลักษณะเป็นผงมาผสมกัน (Mixing) ซึ่งจะต้องคำนึงถึง วิธีการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ ขนาดของเม็ดสารของสารตัวอย่าง (Particle Size) การดูดกลืนรังสีเอกซ์ในธาตุ (Absorption of X-Rays) และความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) ของสารตัวอย่าง

สำหรับงานวิจัยชิ้นนี้ผู้วิจัยมีความประสงค์จะศึกษาเทคนิควิธีการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสารใกล้เคียงกับสารทางธรณีวิทยา MD-1 ที่ได้จากประเทศออสเตรเลีย ที่ทราบค่าความเข้มข้นของธาตุจากการวิเคราะห์ที่ออสเตรเลียและงานปริญญานิพนธ์ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) โดยจะวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ ในสาร MD-1 ด้วยการสร้างฐานข้อมูลสำหรับการวิเคราะห์ด้วยสารมาตรฐานสังเคราะห์ด้วยวิธีการวาวรังสีเอกซ์ที่ใช้ระบบการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (WDXRFs) เปรียบเทียบผลกับผลการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ ของสาร MD-1 ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริ ได้ทำไว้ตามปริญญานิพนธ์ “การวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่างทางด้านธรณีวิทยา โดยวิธีการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่น”

¹ผลกระทบของเนื้อสาร เป็นผลกระทบจากองค์ประกอบในเนื้อสารทั้งทางเคมีและทางกายภาพของสารตัวอย่างที่มีต่อการวิเคราะห์ เพราะรังสีเอกซ์ที่คายออกมาโดยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์มาจากทั้งอะตอมของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ในสารตัวอย่าง และจากอะตอมของธาตุอื่น ๆ ที่อยู่ในเนื้อสาร รังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากอะตอมของธาตุที่ทำการวิเคราะห์ชนิดหนึ่งอาจถูกดูดกลืนหรือเกิดการกระเจิงด้วยอะตอมของธาตุอีกชนิดหนึ่ง แล้วเกิดการวาวรังสีเอกซ์จากอะตอมของธาตุนั้นออกมาแทน หรืออาจเกิดการเสริมให้รังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากธาตุที่วิเคราะห์ในสารตัวอย่างอาจไม่ได้เกิดจากการกระตุ้นโดยรังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดเพียงอย่างเดียว แต่อาจกระตุ้นโดยรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากธาตุอื่นที่อยู่ภายในตัวอย่างเอง จึงทำให้ผลการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ของธาตุที่สนใจคลาดเคลื่อนไป

จุดมุ่งหมายของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาเทคนิควิธีการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสารใกล้เคียงกับสารที่จะวิเคราะห์ โดยการนำสารเคมีที่มีลักษณะเป็นผงมาผสมกัน
2. เพื่อศึกษาวิธีการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณในสารตัวอย่างในระดับของธาตุปริมาณน้อยๆ โดยใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ เพื่อให้ได้ผลแม่นยำที่สุด
3. เพื่อสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์และทดสอบประสิทธิภาพของการใช้ฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์
4. เพื่อคำนวณหาค่าขีดจำกัดของการวัด (Detection Limit) ของธาตุแต่ละชนิดที่ทำการวิเคราะห์ของระบบการวัดนี้

ขอบเขตของงานวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยนี้เพื่อเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสารใกล้เคียงกับสารตัวอย่างดิน MD-1 ซึ่งรับรองโดย Department of Geology, University of New South Wales ประเทศออสเตรเลีย และเพื่อสร้างฐานข้อมูลสำหรับวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณในสารตัวอย่างทางธรณีวิทยาด้วยสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้ได้ผลแม่นยำสูง ตรวจสอบความน่าเชื่อถือของฐานข้อมูลนี้จากการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสาร MD-1 จากฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นกับค่าที่ได้รับการรับรอง (Recommend values) ของสาร MD-1 จาก Department of Geology, University of New South Wales ประเทศออสเตรเลีย และผลการวิเคราะห์จากฐานข้อมูลที่ใช้สารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติจากงานปริญาณิพนธ์ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) พร้อมทั้งหาค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดของธาตุที่ทำการวิเคราะห์

ความสำคัญของงานวิจัย

1. ทำให้เข้าใจถึงเทคนิควิธีการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ ปัญหาและข้อควรระวัง เพื่อเป็นแนวทางแก้ไขสำหรับการเตรียมสารต่อไป
2. ทำให้เข้าใจถึงการนำเทคนิคการวัดการวาวรังสีเอกซ์มาใช้ในการวิเคราะห์หาชนิด และ ปริมาณธาตุ ชี้ความสามารถในการวิเคราะห์ ปัญหาที่เกิดขึ้นและข้อควรระวังในการวิเคราะห์ธาตุ
3. ทำให้ได้ฐานข้อมูลการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณจากการสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์ธาตุ เพื่อเป็นประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่างทางธรณีวิทยาได้ง่าย สะดวก รวดเร็ว แม่นยำในเวลาอันสั้น
4. สามารถใช้เป็นแนวทางในการพัฒนางานส่วนของการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ ชนิดอื่น ๆ เพื่อนำมาใช้วิเคราะห์ธาตุในการวัดเชิงปริมาณโดยวิธีการวาวรังสีเอกซ์ในอนาคต

บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ทฤษฎี

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ประกอบด้วยหัวข้อดังต่อไปนี้

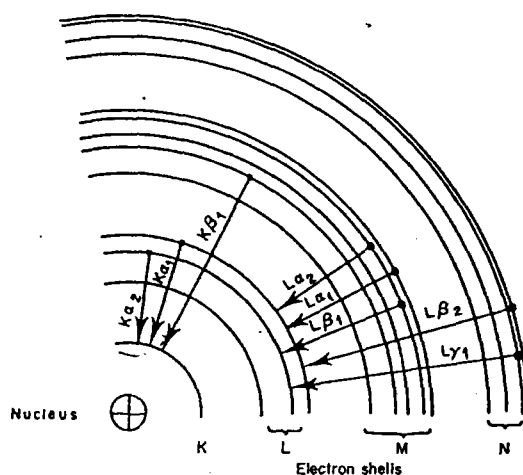
1. การวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการร่วรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น
2. ผลกระทบของเนื้อสารในการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง
3. ข้อจำกัดขั้นต่ำของการวัด
4. การเตรียมชุดของสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อการสร้างกราฟเปรียบเทียบสำหรับวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการร่วรังสีเอกซ์

1. การวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการร่วรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer) หรือ WDXRFS

1.1 การร่วรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence)

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างในงานวิจัยชิ้นนี้ เป็นการวิเคราะห์ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการร่วรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ซึ่งเป็นเครื่องวัดที่อาศัยหลักการร่วรังสีเอกซ์ คือ การยิงรังสีปฐมภูมิ (Primary Radiation) เข้ามาชนอิเล็กตรอนในอะตอม เมื่อพลังงานของรังสีเอกซ์ปฐมภูมามีค่าเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรก็จะทำให้อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นใน (Inner Shell) (ชั้น K หรือชั้น L) หลุดออกไปจึงเกิดที่ว่างในชั้นนั้น อิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรชั้นนอก (Outer Shell Electron) ซึ่งมีระดับพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ว่างพร้อมกับคายพลังงานส่วนที่เกินออกมา เรียกว่า รังสีทุติยภูมิ (Secondary Radiation) เรียกกระบวนการนี้ว่า "การร่วรังสีเอกซ์" โดยพลังงานรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจะเท่ากับผลต่างระหว่างระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงโคจรชั้นนอกกับระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงโคจรชั้นใน และค่าพลังงานและความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ว้าวออกมานั้นจะมีค่าเฉพาะสำหรับธาตุแต่ละชนิด จึงเรียกว่า "รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ" (Characteristic X-rays)

ในการแทนที่ของอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากวงโคจร จากระดับชั้นพลังงานหนึ่งไปยังอีก ระดับชั้นพลังงานหนึ่ง สามารถอธิบายได้จากทฤษฎีอะตอม ดังภาพประกอบ 1



ภาพประกอบ 1 แสดงแบบจำลองอะตอม

ที่มา : Whiston, C. (1991). *X-Ray Methods*. p. 11. London.

อะตอมประกอบด้วยนิวเคลียสซึ่งอยู่ที่แกนกลางอะตอม มีอิเล็กตรอนเคลื่อนที่วนอยู่รอบๆ และอิเล็กตรอนจะจัดเรียงตัวอยู่ในชั้นวงโคจรต่างๆ กัน เช่น วงโคจร K , L , M ,N ,... เป็นต้น ในแต่ละวงโคจรมีแบ่งออกเป็นวงโคจรรย่อย (Subshell) มีจำนวนเท่ากับ $(2n-1)$ ดังนั้นวงโคจร K, L, M, N จะมีจำนวนวงโคจรรย่อยเท่ากับ 1 , 3 , 5 และ 7 ตามลำดับ โดยการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานหนึ่งไปยังอีกระดับชั้นพลังงานหนึ่งนั้นต้องเป็นไปตามกฎการคัดเลือก (Selection Rule) แสดงได้ตามภาพประกอบ 2 ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยเลขควอนตัม n, ℓ, j โดยมีเงื่อนไข คือ $\Delta n \geq 1, \Delta \ell = \pm 1, \Delta j = 0, \pm 1$ โดยที่

n คือ เลขควอนตัมหลัก (Principle Quantum Number) มีค่าเป็น 1, 2, 3,... ซึ่งสอดคล้องกับวงโคจร (shell) ชั้น K, L, M, ... ตามลำดับ

ℓ คือ เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมเชิงออร์บิทัล (Orbital Angular Momentum Quantum Number) มีค่าเป็น 0, 1, 2, ... , $(n-1)$

j คือ เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมรวม (Total Angular Momentum Quantum Number) มีค่า $j = \ell + s, \ell + s - 1, \ell + s - 2, \dots, |\ell - s|$ โดยที่ s คือ เลขควอนตัมสปินของอิเล็กตรอนมีค่าเท่ากับ $\pm \frac{1}{2}$

การแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากวงโคจร จะทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้หลายพลังงาน เช่น เมื่ออิเล็กตรอนในวงโคจร K ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไป แล้วอิเล็กตรอนในชั้น L หรือ M จะเข้ามาแทนที่วงโคจรชั้น K ทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ได้ดังต่อไปนี้

$K_{\alpha 1}$ เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับย่อย L_{III} ลงมาแทนที่ว่างในวงโคจรชั้น K

$K_{\alpha 2}$ เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับย่อย L_{II} ลงมาแทนที่ว่างในวงโคจรชั้น K

$K_{\beta 1}$ เกิดจากอิเล็กตรอนจากระดับย่อย M_{III} ลงมาแทนที่ว่างในวงโคจรชั้น K

1.2 การดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Absorption of X-Ray)

เมื่อให้ลำรังสีเอกซ์ซึ่งมีสมบัติเป็นลำรังสีเอกกรค์ (Monochromatic) ผ่านเข้าไปในวัสดุชั้นบางๆ จะทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ผ่านออกมาลดลงเนื่องจากถูกดูดกลืนด้วยวัสดุ โดยให้รังสีเอกซ์ที่มีความเข้มรังสีเป็น I_0 ผ่านวัสดุที่มีความหนา x แล้วได้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ผ่านออกมาเป็น I ซึ่ง I จะต้องน้อยกว่า I_0 เสมอ ดังนั้นสำหรับการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของวัสดุนี้จะเป็นไปตามกฎของเบียร์ (beer's Law) ดังสมการ

$$I = I_0 e^{-\mu_m \cdot x \cdot \rho} \quad \dots\dots\dots (1)$$

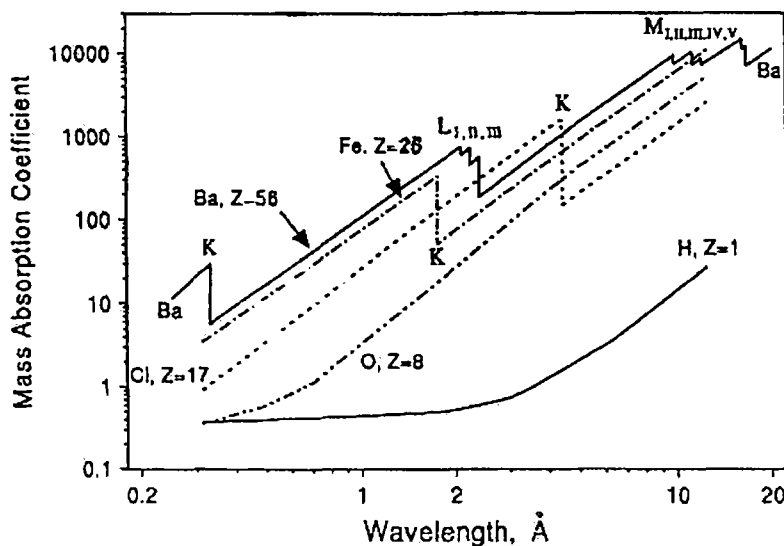
เมื่อ x คือ ความหนาของวัสดุ หน่วยเซนติเมตร

μ_m คือ ค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนเชิงมวล (Mass Absorption Coefficient) หน่วยตารางเซนติเมตรต่อกรัม

ρ คือ ความหนาแน่นของวัสดุ หน่วยกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

พิจารณาภาพประกอบ 2 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับความยาวคลื่นหรือพลังงานของโฟตอน จะพบบางบริเวณมีลักษณะของความยาวคลื่นที่ไม่ต่อเนื่องเรียกบริเวณนี้ว่า สันของการดูดกลืน (Absorption Edge) สันของการดูดกลืนเป็นบริเวณที่ความยาวคลื่นหรือพลังงานของโฟตอนมีการเปลี่ยนแปลงการดูดกลืนมากที่สุด โดยเกิดจากพลังงานของโฟตอนที่เข้าชนวัสดุมีค่าเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในแต่ละวงโคจรพอดี มี

ผลให้อิเล็กตรอนในวงโคจรอื่นๆ หลุดจากอะตอม จึงทำให้สเปกตรัมของรังสีเอกซ์มีหลายเส้นการดูดกลืน โดยแต่ละธาตุจะมีลักษณะเส้นของการดูดกลืนที่แตกต่างกัน

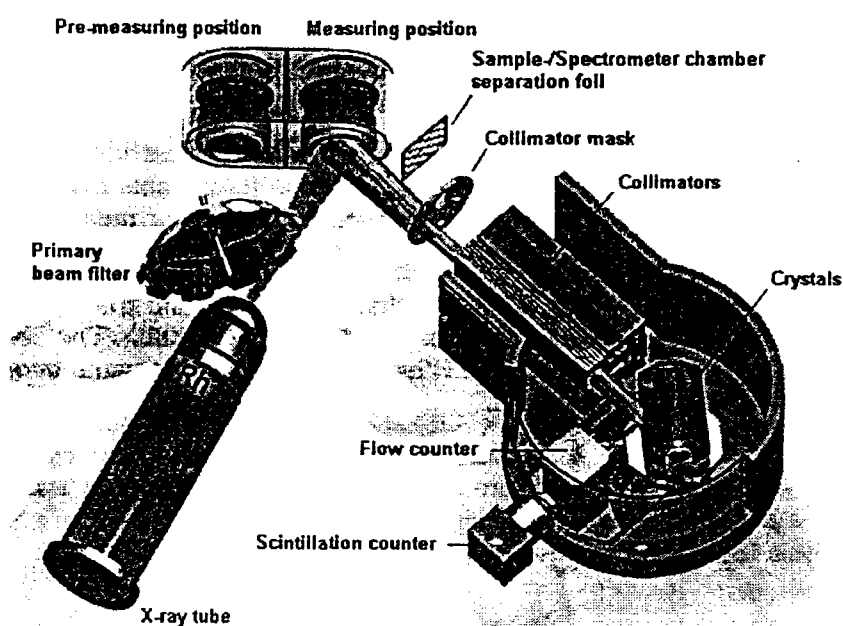


ภาพประกอบ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลกับความยาวคลื่นของโฟตอนที่เข้าชน

ที่มา : Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry* . p. 3-9.
London, Ontario : University of Western Ontario Departments of Earth Sciences Publishing.

1.3 เครื่องวัดสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X - Ray Fluorescence Spectrometer) (WDXRFS)

เครื่องวัดสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นเป็นเครื่องวัดที่อาศัยหลักการวาวรังสีเอกซ์ โดยใช้หลักที่ว่ารังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจึงแสดงสมบัติการเลี้ยวเบนและการแทรกสอดได้ มีส่วนประกอบที่สำคัญ แสดงดังภาพประกอบ 3 คือ

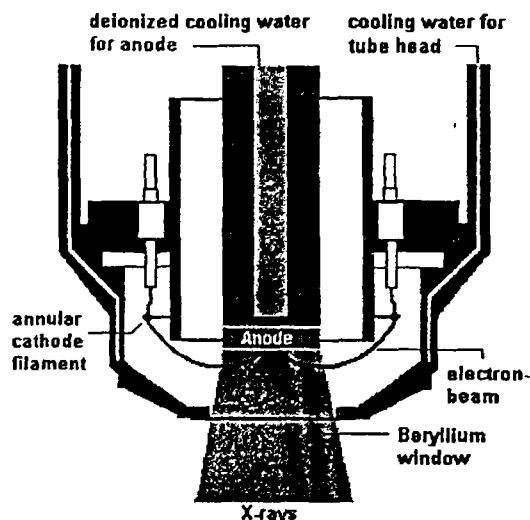


ภาพประกอบ 3 แสดงชุดอุปกรณ์เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ที่มา : Schlotz, R. & Uhlig, S. (2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis*. p. 4 (XRF). Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray Systems.

1.ต้นกำเนิดรังสีปฐมภูมิ (Primary Radiation Source)

มีลักษณะอุปกรณ์ดังภาพประกอบ 4 จะใช้หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลาย (End Window) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ประกอบด้วยขั้วแคโทดเป็นไส้หลอดโดยการจัดวางให้เป็นลักษณะรูปวงแหวนรอบๆเป้าแอโนด ทำหน้าที่ปล่อยอิเล็กตรอน ส่วนเป้าแอโนดหรือขั้วแอโนดทำจากธาตุโรเดียม (Rh) เพราะสามารถให้รังสีเอกซ์ในช่วงพลังงานที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ได้ทั้งธาตุหนักและธาตุ



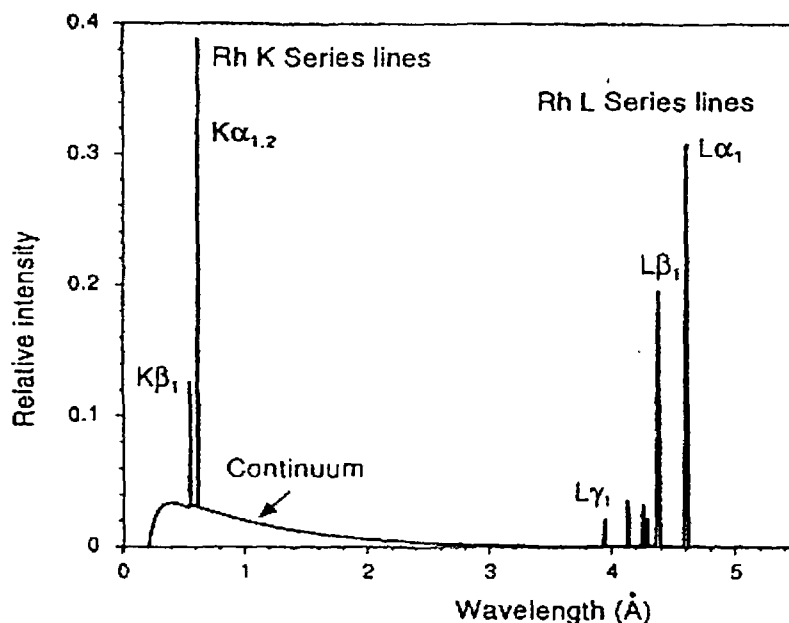
ภาพประกอบ 4 แสดงหลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลาย

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

p. 8. Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray Systems.

รังสีเอกซ์เกิดขึ้นได้จากไส้หลอดแคโทดที่ถูกทำให้ร้อน จนกระทั่งอิเล็กตรอนหลุดออกมา เมื่อทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสองอิเล็กตรอนจะถูกเร่งเข้าชนเป้าแอโนด ก็จะปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ทำให้ได้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะตามที่ได้กล่าวมาแล้ว นอกจากนี้ยังให้รังสีเอกซ์อีกชนิดหนึ่งคือ รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuous X-Ray) เกิดจากการชนกันของอิเล็กตรอนจากลำอิเล็กตรอนกับวัสดุที่ใช้ทำเป้า อิเล็กตรอนมีความเร็วลดลงให้โฟตอนออกมาในรูปรังสีเอกซ์ พลังงานของรังสีเอกซ์ที่คายออกมามีค่าเท่ากับผลต่างของพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนก่อนชนและหลังชน พลังงานที่ลดลงแต่ละครั้งมีค่าต่างกันเล็กน้อย ดังนั้นสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจึงมีพลังงานต่อเนื่องตั้งแต่พลังงานน้อยๆ จนกระทั่งพลังงานสูงสุด ซึ่งสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องและรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แสดงได้ตามภาพประกอบ 5

สำหรับหลอดรังสีเอกซ์ชนิดนี้ความต่างศักย์ที่ใช้เร่งอิเล็กตรอนไม่สูงมากนัก (ไม่เกิน 60 kV) แต่ก็ยังมีความร้อนเกิดที่หน้าต่างหลอด จึงจำเป็นต้องมีระบบหล่อเย็นซึ่งใช้น้ำเป็นตัวระบายความร้อนที่เกิดกับเป้า เพื่อป้องกันไม่ให้หลอดเสื่อมคุณภาพ



ภาพประกอบ 5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ถูกปล่อยออกมาจากเป้าโรเดียม

ที่มา : Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry* . p. 1-5.
London , Ontario : University of Western Ontario Departments of Earth
Sciences Publishing.

2. แผ่นกรองลำปฐมภูมิ (Primary Beam Filter)

จัดวางไว้ระหว่างหลอดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่าง ทำหน้าที่ในการกรองรังสีเอกซ์ให้มีความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับกระตุ้นสารตัวอย่าง คือกรองความยาวคลื่นในช่วงที่ไม่ต้องการออก ก่อนที่จะกระทบสารตัวอย่าง ซึ่งมีหลักการคือ ถ้าต้องการกำจัดรังสีแบบลักษณะเฉพาะที่ไม่ต้องการออกให้ใช้ตัวกรองที่มีพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนวงในเท่ากับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ไม่ต้องการนั้น เพื่อจะดูดกลืนรังสีในช่วงพลังงานนั้นไว้

3. ระบบบรรยากาศในสเปกโตรมิเตอร์

การจัดระบบบรรยากาศภายในสเปกโตรมิเตอร์เป็นสิ่งสำคัญมากเพราะจะส่งผลโดยตรงต่อการวิเคราะห์ เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุที่วิเคราะห์อาจถูกดูดกลืนหมดไปหรือทำให้ความเข้มของรังสีลดลง ทำให้การวิเคราะห์มีความผิดพลาด ดังนั้นในการวิเคราะห์

ธาตุแต่ละชนิดจะต้องมีระบบบรรยากาศที่เหมาะสม เช่น ถ้าสารตัวอย่างเป็นของแข็งให้ใช้ระบบสุญญากาศ เป็นต้น

4. หน้ากากที่เป็นตัวทำขนาน (Collimator Masks)

วางไว้ระหว่างสารตัวอย่างกับตัวทำขนาน ทำหน้าที่ในการคัดลำรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากสารตัวอย่างให้มีขนาดเล็กลงก่อนผ่านเข้าสู่ตัวทำขนาน มีลักษณะเป็นช่องกลมขนาดเล็ก

5. ตัวทำขนาน (Collimators)

วางไว้ระหว่างหน้ากากที่เป็นตัวทำขนานกับผลึกวิเคราะห์ มีลักษณะภายในเป็นแผ่นโลหะยาววางขนานกันเป็นจำนวนมากและห่างกันเล็กน้อย ทำหน้าที่ในการบังคับให้ลำรังสีเอกซ์ที่เข้ามาเป็นลำขนาน เพื่อเข้าสู่ผลึกวิเคราะห์

6. ผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal)

วางอยู่ถัดจากตัวทำขนาน ทำหน้าที่กระจายรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกันออกจากกันไปทิศทางต่างๆ ซึ่งอาศัยหลักการเลี้ยวเบนตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ที่เขียนได้ว่า $n\lambda = 2d\sin\theta$ โดยความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่กระจายออกมาทำให้เกิดการแทรกสอดของคลื่นแบบเสริม (Constructive) จะมีความสัมพันธ์กับมุมที่รังสีตกกระทบผลึก จึงทำให้ทราบได้ว่ามีธาตุอะไรบ้างอยู่ในสารตัวอย่าง เพราะรังสีเอกซ์ที่วาวจากธาตุแต่ละธาตุจะให้ความยาวคลื่นที่ไม่เท่ากันและให้มุมเลี้ยวเบนที่ไม่ตรงกัน โดยค่ามุมที่เลี้ยวเบนผ่านผลึกที่สามารถวัดได้อยู่ระหว่าง 0 ถึง 90 องศา นอกจากนี้ค่าความยาวคลื่นยังขึ้นอยู่กับค่าของระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก (คือค่าของ d) ที่ต้องเหมาะสมกับความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่เข้าไป โดยค่า d จะต้องใกล้เคียงกับค่าของ λ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างมากที่จะเลือกชนิดของผลึกวิเคราะห์ให้เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุต่างๆ

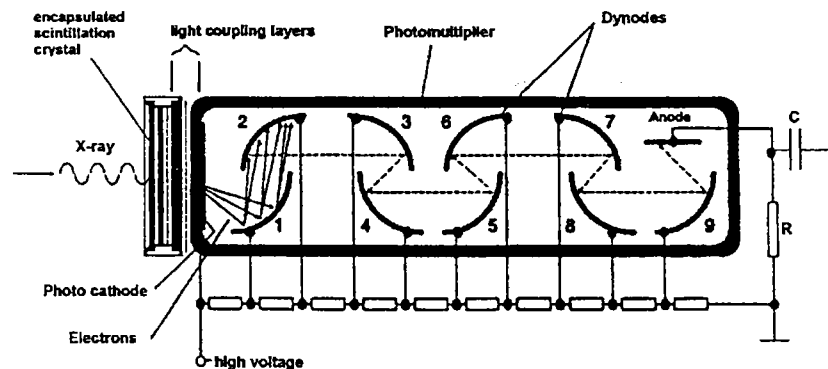
7. หัววัดรังสี (X-Ray Detector)

ทำหน้าที่รับรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมา โดยผลึกจะหมุนเพื่อเปลี่ยนมุมตกกระทบของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุต่างๆ โดยมีหัววัดหมุนตามไปรับรังสีด้วยมุมที่สอดคล้องกัน หัววัดรังสีที่มีอยู่ในเครื่องมือมี 2 แบบ คือ

7.1 หัววัดแบบประกายแสง (Scintillation Detector)

หัววัดแบบประกายแสงประกอบด้วยผลึกโซเดียมไอโอไดด์ (Sodiumiodide) ที่มีทาลเลียม (Thallium) เจือปนอยู่ (NaI(Tl)) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอกซ์กับผลึก ทำให้อะตอมของผลึกอยู่ในสถานะถูกกระตุ้นแล้วเปล่งแสงออกมาในช่วงของแสงที่มองเห็นด้วยตาเปล่า แสงที่คายออกมานี้จะไปตกกระทบโฟโตแคโทด (Photocathode) ของหลอดมัลติพลายเออร์ทำให้เกิดโฟโตอิเล็กตรอนหลุดออกมาอิเล็กตรอนที่หลุดออกมานี้จะถูกเร่งเข้าไปตกกระทบไดโนด (Dynode) อันแรก ซึ่งมีการจัดเรียงอยู่ภายใน

หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ดังภาพประกอบ 6 ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) หลุดออกมา 2-5 ตัวต่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary Electron) 1 ตัว และอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกเร่งไปตกกระทบไดโนดอันที่สองทำให้เกิดอิเล็กตรอนเป็นจำนวนทวีคูณจนกระทั่งถึงไดโนดอันสุดท้ายแล้วเข้าสู่ขั้วแอโนด (Anode) ทำให้เกิดโวลต์เดจพัลส์ (Voltage Pulse) โดยความสูงของพัลส์เป็นสัดส่วนกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบผลึก

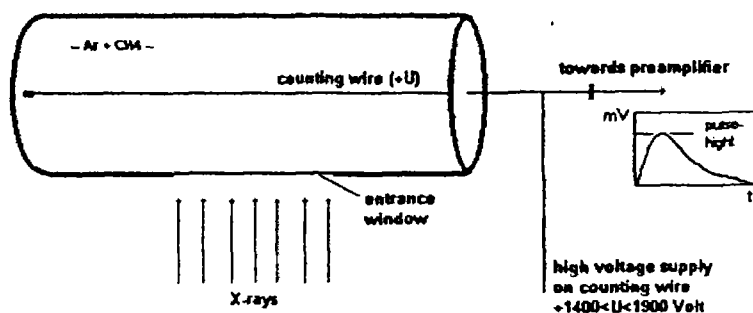


ภาพประกอบ 6 แสดงลักษณะและส่วนประกอบของหัววัดประกายแสง

ที่มา : Schlotz,R. & Uhlig,S.(2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis(XRF)*.
p. 17. Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray Systems.

7.2 หัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน (Gas Proportional Counter)

มีลักษณะภายในดังภาพประกอบ 7 จะใช้หลักการทำให้เกิดการแตกตัวของแก๊สที่บรรจุเข้าไปในทรงกระบอกโดยอาศัยรังสีเอกซ์ แก๊สที่ใช้ทั่วไปจะเป็นแก๊สอาร์กอน 90 % ผสมกับแก๊สมีเทน 10 % โดยหัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วนประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว คือผนังทรงกระบอกที่ทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าลบ (Cathode) และเส้นลวดที่เป็นแกนกลางของทรงกระบอกทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าบวก (Anode) เมื่อรังสีเอกซ์เข้าไปชนกับอะตอมของอาร์กอนในหัววัด จะทำให้แก๊สอาร์กอนเกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวก คือ ไอออนบวก (Ar^+) และไอออนลบ (อิเล็กตรอน) ไอออนทั้งสองชนิดนี้จะเคลื่อนที่ไปยังทรงกระบอกและเส้นลวดตรงกลางตามลำดับ ซึ่งเป็นบริเวณที่สนามไฟฟ้าสูงทำให้เกิดไอออนชนใหม่ระหว่างการชนกับโมเลกุลอื่นของแก๊สอีก และอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นครั้งหลังนี้สามารถทำให้เกิดเหตุการณ์แบบเดียวกันนี้ต่อเนื่องไปอีก ทำให้มีปริมาณอิเล็กตรอนเพิ่มขึ้น จึงเกิดการเก็บรวบรวมประจุทั้งหมดที่ต่อไปยังวงจรอิเล็กทรอนิกส์ทำให้เกิดสัญญาณเป็นพัลส์ (Pulse) ขนาดของพัลส์จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบผลึก



ภาพประกอบ 7 แสดงลักษณะและส่วนประกอบของหัววัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน

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

p. 15. Karlsruhe : Bruker Analytical X-Ray Systems.

1.4 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ เชิงกึ่งเชิงปริมาณและเชิงปริมาณ

1.4.1 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis) เป็นการวิเคราะห์ชนิดของธาตุในสารตัวอย่างโดยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ซึ่งอาศัยหลักการ คือให้ลำรังสีเอกซ์ปฐมภูมิตกกระทบสารตัวอย่าง เมื่อลำรังสีเอกซ์ปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่าง จะเกิดการวาวรังสีเอกซ์ขึ้น เรียกว่า รังสีเอกซ์ทุติยภูมิ ให้รังสีเอกซ์ทุติยภูมิผ่านตัวทำขนาน เพื่อให้ลำรังสีเอกซ์เป็นลำขนานและไปในทิศที่ต้องการ คือให้ไปตกกระทบผลึกวิเคราะห์ในเครื่องวัดสเปกตรัม โดยผลึกวิเคราะห์จะทำหน้าที่กระจายและแยกรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นต่างๆ แล้วสะท้อนเข้าสู่หัววัดเป็นมุม 2θ ซึ่งหัววัดจะทำการตรวจวัดตั้งแต่มุมน้อยที่สุดจนถึงมุมมากที่สุดตามประสิทธิภาพของหัววัด เพื่อทำการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากแต่ละธาตุในสารตัวอย่าง โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้จะแสดงออกมาในรูปสเปกตรัมระหว่างค่าความเข้มของรังสีที่วัดได้กับค่ามุม 2θ เมื่อทราบระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกวิเคราะห์ที่ใช้ในเครื่องมือและค่ามุม 2θ ก็จะสามารถทราบความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์ของธาตุแต่ละธาตุได้ตามสมการของแบรกก์ จึงทำให้ทราบได้ว่ามีธาตุอะไรบ้างอยู่ในสารตัวอย่าง

1.4.2 การวิเคราะห์ธาตุเชิงกึ่งปริมาณ (Semi - Quantitative Analysis) เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่ไม่ต้องการความแม่นยำมากนัก โดยจะแสดงชนิดของธาตุและปริมาณความเข้มข้นของแต่ละธาตุในสารตัวอย่าง การวิเคราะห์วิธีนี้จึงเป็นวิธีการที่สะดวก และรวดเร็วเนื่องจากไม่ต้องใช้สารอ้างอิงมาตรฐานเลย

1.4.3 การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis) เป็นการวิเคราะห์ที่ทำให้ทราบถึงปริมาณที่แน่นอนของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง ซึ่งสารตัวอย่างนั้นมีความซับซ้อน การวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ ทำได้โดยการหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่สนใจกับความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากธาตุใดธาตุหนึ่งนั้น จะเกี่ยวข้องกับการดูดกลืน การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ของธาตุนั้น และธาตุชนิดต่างๆ ที่เป็นส่วนประกอบในสารตัวอย่าง ที่เรียกว่า ผลกระทบของเนื้อสาร ซึ่งจะเป็ปัจจัยที่ทำให้ผลการวิเคราะห์ธาตุที่สนใจไม่เป็นไปตามค่าที่มีอยู่จริง

วิธีการที่สามารถนำมาใช้ในการแก้ผลกระทบของเนื้อสารมีอยู่หลายวิธี สำหรับงานวิจัยชิ้นนี้เลือกใช้วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบ ควบคู่กับวิธีการคำนวณทางคณิตศาสตร์ (Mathematics Method) ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้กันมากในการทำการวิเคราะห์ปริมาณ

1. วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบ เป็นเทคนิคการสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่สนใจ กราฟนี้สร้างขึ้นจากการใช้สารอ้างอิงมาตรฐานที่ทราบปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของธาตุต่างๆ โดยเส้นกราฟเปรียบเทียบจะต้องมีการแจกแจงอยู่ในพิสัย (Range) ที่สามารถครอบคลุมปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง เมื่อต้องการหาปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่สนใจในสารตัวอย่าง ก็นำสารตัวอย่างมาทำการวัดและวิเคราะห์โดยอาศัยกราฟเปรียบเทียบนี้โดยทำการวัดภายใต้เงื่อนไขแบบเดียวกัน

ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยวิธีนี้ มีข้อจำกัดคือ สารอ้างอิงมาตรฐานและสารตัวอย่างจะต้องมีองค์ประกอบในเนื้อสารทั้งทางเคมีและทางกายภาพเหมือนกันหรือใกล้เคียงกันมากที่สุด เพื่อลดผลกระทบของเนื้อสาร ดังนั้นขั้นตอนของการเตรียมสารตัวอย่างจึงเป็นขั้นตอนที่ต้องอาศัยความระมัดระวังอย่างมากในเรื่องขนาดของอนุภาค ความไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ความเรียบของผิวหน้าของสารตัวอย่าง และการปนเปื้อน ซึ่งสิ่งเหล่านี้จะทำให้ผลกระทบของเนื้อสารในสารตัวอย่างเกิดความแตกต่างกันอันจะส่งผลต่อการวิเคราะห์

2. วิธีการคำนวณทางคณิตศาสตร์ โดยการหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณธาตุที่ต้องการวิเคราะห์กับปริมาณธาตุอื่นในสารตัวอย่าง ความสัมพันธ์ของธาตุต่างๆ ที่มีผลต่อธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ จะเป็นไปตามสมการเชอร์มาน (Sherman Equation) ดังนี้

$$c_i = c_{oi} + m_i I_i (1 + \alpha_{ij} c_j) \quad \dots\dots\dots (2)$$

โดยที่ c_i คือ ปริมาณสารตัวอย่างที่วิเคราะห์

c_{oi} คือ จุดตัดแกนของกราฟเปรียบเทียบของธาตุที่วิเคราะห์

m คือ ส่วนกลับของความชัน (Slope) ของกราฟเปรียบเทียบของธาตุที่วิเคราะห์

I_i คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ของธาตุที่วิเคราะห์

α_{ij} คือ การแก้ไขเชิงสัมประสิทธิ์ของแอลฟา (Alpha Coefficient Correction)

c_j คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่มีผลกระทบต่อธาตุที่วิเคราะห์

นอกจากผลกระทบของเนื้อสารแล้ว ยังมีปัจจัยอื่นที่ต้องคำนึงถึงอีก คือ ผลจากการแทรกสอดของสเปกตรัม (Spectra Interference) ซึ่งเกิดจากสารตัวอย่างประกอบด้วยธาตุหลายชนิดมีเนื้อสารที่ซับซ้อน มีผลทำให้เส้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ถูกแทรกสอดด้วยเส้นรังสีเอกซ์เส้นอื่นซึ่งมีความยาวคลื่นใกล้เคียงกัน อาจแก้ปัญหานี้ได้โดยการเลือกเส้นรังสีเอกซ์ที่ไม่มีการแทรกสอดจากเส้นรังสีเอกซ์อื่นมาวิเคราะห์แทน หรืออาจหลีกเลี่ยงผลจากการแทรกสอดโดยการเปลี่ยนเงื่อนไขการวัดต่างๆ เช่น การปรับโวลต์เตจ การเลือกตัวทำขนาน ฟิลเตอร์หรือการเปลี่ยนผลึกที่เหมาะสม

2. ผลกระทบของเนื้อสาร (Matrix Effect) ในการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่าง

ผลกระทบของเนื้อสารในการวิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่างหรือเรียกว่า ผลกระทบของเนื้อสาร เกิดจากในสารตัวอย่างมีหลายๆ ธาตุประกอบกัน ซึ่งตามหลักการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นในกระบวนการไม่ได้เกิดจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เพียงอย่างเดียวแต่อาจเกิดจากธาตุอื่นๆ ที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง อันทำให้ผลของการวิเคราะห์ธาตุที่สนใจไม่เป็นไปตามค่าที่มีอยู่จริง ซึ่งผลกระทบของเนื้อสาร แบ่งได้ 2 ประเภท คือ

2.1 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างธาตุ (Element Interaction) แบ่งออกได้ 2 ลักษณะ คือ

2.1.1 ผลกระทบของการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Absorption of X-Rays) เกิดจากรังสีเอกซ์ปฐมภูมิและรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่ทะลุผ่านความหนาของสารตัวอย่างเข้าไป และที่วาวผ่านออกมาจากสารตัวอย่างตามลำดับ มีปริมาณความเข้มเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมด้วยการถูกดูดกลืนหรือการกระเจิง ทั้งนี้การดูดกลืนรังสีจะมีผลมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์การดูด

กลืนเชิงมวลของธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง ความหนาของสารตัวอย่าง ซึ่งผลกระทบของการดูดกลืนรังสีเอกซ์นี้แบ่งออกได้ 2 อย่าง คือ

ก. ผลกระทบของการดูดกลืนปฐมภูมิ (Primary Absorption) ที่เกิดจากการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่เข้าไปในตัวอย่าง แล้วให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่คายออกมาลดลงหรือไม่เกิดการร้าวของรังสีเอกซ์ออกมา

ข. ผลกระทบของการดูดกลืนทุติยภูมิ (Secondary Absorption) เกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ ทำให้ไม่เกิดการร้าวของรังสีเอกซ์ออกมา

2.1.2 การเสริมให้รังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น (Enhancement) เป็นการเกิดการร้าวรังสีเอกซ์ที่มากกว่าความเป็นจริง คือรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากธาตุที่วิเคราะห์อาจไม่ได้เกิดจากกระตุ้นโดยรังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดเพียงอย่างเดียว แต่อาจถูกกระตุ้นโดยรังสีเอกซ์ที่คายออกมาจากธาตุอื่นที่อยู่ภายในสารตัวอย่าง ซึ่งรังสีเอกซ์นี้มีความยาวคลื่นสั้นกว่าหรือพอดีกับสันของการดูดกลืนของธาตุที่วิเคราะห์นั้น ทำให้มีการคายรังสีเอกซ์มาเสริมกับการคายของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากแหล่งกำเนิด จึงทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่ามากกว่าปกติ

2.2 ผลกระทบทางกายภาพของสารตัวอย่าง (Physical Effects)

รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดมาจากธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่าง จะเกิดมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับปริมาณรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในสารตัวอย่าง และรังสีเอกซ์ที่ร้าวออกมาจากสารตัวอย่าง ดังนั้นถ้าการเตรียมสารตัวอย่างไม่ดีพอ เช่น มีขนาดอนุภาคที่ไม่เท่ากัน ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneity) ผิวหน้าไม่เรียบ จะทำให้เกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกัน ซึ่งสิ่งเหล่านี้จะส่งผลกระทบอย่างมากต่อความถูกต้องของการวิเคราะห์ ดังนั้นขั้นตอนของการเตรียมสารตัวอย่างจึงเป็นขั้นตอนที่สำคัญมาก โดยจะต้องเตรียมสารตัวอย่างด้วยความระมัดระวังอย่างมาก ซึ่งโดยหลักการของการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณโดยใช้วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบจะต้องใช้สารอ้างอิงมาตรฐานและสารตัวอย่างที่มีองค์ประกอบของเนื้อสารทั้งทางกายภาพและทางเคมีเหมือนกันหรือใกล้เคียงกันให้มากที่สุด ทั้งนี้องค์ประกอบทั้งทางกายภาพมีความสัมพันธ์กับสมบัติทางกายภาพที่เกี่ยวข้องกับขนาดของอนุภาค ผิวหน้าของสารตัวอย่าง และความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตัวอย่าง

สำหรับการเตรียมสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผง (Powder Sample) โดยใช้วิธีอัดให้เป็นแผ่นหรือเป็นเม็ด (Pelletizing) จะต้องบดสารตัวอย่างให้ละเอียด เพื่อเปลี่ยนตัวอย่างขนาดใหญ่ที่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันให้กลายเป็นผงผสมเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งแต่ละอนุภาคจะประกอบด้วยธาตุทั้งหมดที่มีอยู่ในตัวอย่าง จนได้สารตัวอย่างมีขนาดเล็กกว่า 200 Mesh แล้วนำไปอัดเป็นเม็ดหรือแผ่นโดยทำการอัดภายใต้ความดันสูง การอัดทำให้สารตัวอย่างสามารถคงตัวอยู่ได้ และมีผิวหน้าเรียบ ซึ่งจะมีผลโดยตรงต่อความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ร้าว

ออกมา และจะช่วยทำให้การวิเคราะห์ธาตุที่มีพลังงานของรังสีเอกซ์ต่ำปรากฏผลออกมาอย่างชัดเจน

3. ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด (Lower Limit of Detection)

ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดนี้ เป็นการแสดงผลของปริมาณความเข้มข้นต่ำสุดของธาตุที่วัดได้ โดยคำนวณได้จากสมการ

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

ในที่นี้ LLD คือ ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัด

m คือ ค่าความไวของการวัด (Sensitivity)

R_b คือ ค่าอัตรานับของพื้นหลัง (Background Count Rate)

T_b คือ ระยะเวลาที่วัดพื้นหลัง (Total Analysis Time on Background)

4. การเตรียมชุดของสารมาตรฐานเพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ สำหรับการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ (Preparation of Sets of Calibration Standards of X-Ray Fluorescence)

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์โดยใช้วิธีการสร้างกราฟเปรียบเทียบ เป็นการวิเคราะห์เพื่อทำการเปรียบเทียบความเข้มของรังสีที่วัดได้จากสารตัวอย่างกับความเข้มของรังสีที่ได้จากสารมาตรฐาน ดังนั้นความถูกต้องในการวิเคราะห์โดยวิธีนี้ส่วนหนึ่งจึงขึ้นอยู่กับทางเลือกใช้สารมาตรฐานที่มีคุณภาพ และมีจำนวนมากพอสมควร โดยสารอ้างอิงมาตรฐานกับสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะต้องมีองค์ประกอบในเนื้อสารทั้งทางเคมีและทางกายภาพเหมือนกันหรือใกล้เคียงกันให้มากที่สุด ซึ่งมีหลักการของการเตรียมชุดของสารอ้างอิงมาตรฐานเพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ 2 ข้อ ดังนี้

ก. ข้อกำหนดเกี่ยวกับการเตรียมชุดของสารมาตรฐานเพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ

ข. การสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกออกแบบ (Construction of Design Matrix) ในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร

4.1. ข้อกำหนดเกี่ยวกับการเตรียมชุดของสารมาตรฐานเพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบซึ่งประกอบด้วยสารตัวอย่างจำนวน n ตัว คือ $S_1, S_2, S_3, \dots, S_n$ มีดังนี้

4.1.1 ชุดของสารมาตรฐานชุดหนึ่ง ซึ่งประกอบด้วยสารตัวอย่างจำนวน n ตัวอย่าง ธาตุแต่ละชนิดที่ต้องการวิเคราะห์ควรจะมีการเปลี่ยนแปลงค่าปริมาณความเข้มข้นในทางที่เพิ่มขึ้นหรือในทางที่ลดลง

4.1.2 ในชุดของสารมาตรฐานชุดหนึ่ง ปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิดต้องมีการแจกแจงอยู่ในพิสัยที่สามารถนำไปสร้างฐานข้อมูลเปรียบเทียบได้ คือ สำหรับธาตุแต่ละชนิดที่เป็นส่วนประกอบของสารมาตรฐานต้องประกอบด้วยปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่มีค่าเปลี่ยนแปลงระหว่างค่าสูงสุดและค่าต่ำสุด โดยครอบคลุมค่าปริมาณความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

4.1.3 สารมาตรฐานสังเคราะห์ควรทำการเตรียมแบบผสมกันเพื่อเป็นการเลียนแบบเนื้อสาร

4.2. การสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกต้องแบบในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร

การสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกต้องแบบในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสารของสารมาตรฐานที่ประกอบด้วยสารตัวอย่างจำนวน n ตัวอย่าง มีธาตุ N ชนิด ทำได้สองรูปแบบ คือ

ก. รูปแบบของมิติของเมทริกซ์ที่มี $n = N$ คือ จำนวนสารตัวอย่างเท่ากับจำนวนชนิดของธาตุ

ข. รูปแบบของมิติของเมทริกซ์ที่มี $n > N$ คือ จำนวนสารตัวอย่างมากกว่าจำนวนชนิดของธาตุ

4.2.1 รูปแบบของมิติของเมทริกซ์ที่มี $n = N$ คือ จำนวนสารตัวอย่างเท่ากับจำนวนชนิดของธาตุ เช่น จำนวนสารตัวอย่าง 3 ตัวอย่าง จำนวนชนิดของธาตุ 3 ชนิด แสดงได้ดังตาราง 1 และตาราง 2

ถ้า X_{ij} คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิดที่อยู่ในตำแหน่งต่างๆ ของเมทริกซ์ แถวที่ i คอลัมน์ที่ j ซึ่ง i คือ ลำดับที่ของสารตัวอย่าง และ j คือ ลำดับที่ของชนิดของธาตุสามารถเขียนได้ว่า

$$X_{ij} = U_{ij} (X_{\max, j} - X_{\min, j}) + X_{\min, j} \quad \dots\dots (4)$$

โดยที่ U_{ij} คือ สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิดที่อยู่ในตำแหน่งต่างๆ ของเมทริกซ์ แถวที่ i คอลัมน์ที่ j

$X_{\max, j}$ คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่เป็นค่าสูงสุดที่ตำแหน่งคอลัมน์ที่ j

$X_{\min,j}$ คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่เป็นค่าต่ำสุดที่ตำแหน่งคอลัมน์ที่ j

ตาราง 1 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับกรณี $n = N = 3$

สารตัวอย่าง	U_1	U_2	U_3
S1	0	1	0.5
S2	0.5	0	1
S3	1	0.5	0

ตาราง 2 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับกรณี $n = N = 3$ โดย X_{n+1} คือ ปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่ไม่ทำการวิเคราะห์

สารตัวอย่าง	X_1	X_2	X_3	X_{n+1}
S1	0	12	15	73
S2	2.5	4	25	68.5
S3	5	8	5	82

วิธีการสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกออกแบบในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร สำหรับกรณี $n = N = 3$ มีหลักการดังนี้

- กำหนดให้สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่อยู่ในคอลัมน์ ๆ หนึ่ง มีการกระจายค่าอยู่ในช่วง 0 ถึง 1 (คือ สัดส่วนของความเข้มข้นที่เป็นค่าขีดจำกัดต่ำสุดเท่ากับ 0 และสัดส่วนของความเข้มข้นที่เป็นค่าขีดจำกัดสูงสุดเท่ากับ 1)
- ให้สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในตำแหน่งของแนวเส้นทแยงมุมในเมทริกซ์มีค่าเท่ากับ 0 แล้วทำการแทนที่สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุในแต่ละแถว โดยมีการจัดเรียงลำดับในลักษณะที่เป็นอนุกรม(Series) และค่าความแตกต่างของสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่อยู่ในแต่ละคอลัมน์และแถวจะต้องเท่ากัน ดังตาราง 1

3. ผลรวมของสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุทุกชนิด (ธาตุที่ 1 ถึงธาตุที่ N) ของแต่ละแถว (แต่ละสารตัวอย่าง) จะต้องมีค่าเท่ากันหรือใกล้เคียงกัน

ตัวอย่าง เนื้อสารของสารมาตรฐานที่ประกอบด้วยสารตัวอย่างจำนวน 3 ตัวอย่าง มีธาตุ 3 ชนิด โดยธาตุชนิดที่ 1, ธาตุชนิดที่ 2 และธาตุชนิดที่ 3 มีค่าความเข้มข้นสูงสุดเป็น 5, 12 และ 25 ตามลำดับ และมีค่าความเข้มข้นต่ำสุดเป็น 0, 4 และ 5 ตามลำดับ สามารถคำนวณหาปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่ตำแหน่งต่างๆ ในเมทริกซ์ได้จากสมการที่ (4) และหลักการของวิธีการสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกออกแบบในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร ซึ่งจะได้รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด ดังตาราง 2 โดยคอลัมน์สุดท้ายแสดงปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่ไม่ทำการวิเคราะห์ซึ่งเมื่อรวมกับปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่ทำการวิเคราะห์จะเท่ากับ 100%

4.2.2 รูปแบบของมิติของเมทริกซ์ที่มี $n > N$ คือ จำนวนสารตัวอย่างมากกว่าจำนวนชนิดของธาตุ เช่น จำนวนสารตัวอย่าง 8 ตัวอย่าง จำนวนชนิดของธาตุ 5 ชนิด แสดงได้ดังตาราง 3 และตาราง 4

ตาราง 3 รูปแบบของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด สำหรับกรณี $n > N$ โดย $n = 8$ และ $N = 5$

สารตัวอย่าง	U_1	แทรก	U_2	U_3	แทรก	U_4	แทรก	U_5
S1	0	1	0.857	0.714	0.571	0.429	0.286	0.143
S2	0.143	0	1	0.857	0.714	0.571	0.429	0.286
S3	0.286	0.143	0	1	0.857	0.714	0.571	0.429
S4	0.429	0.286	0.143	0	1	0.857	0.714	0.571
S5	0.571	0.429	0.286	0.143	0	1	0.857	0.714
S6	0.714	0.571	0.429	0.286	0.143	0	1	0.857
S7	0.857	0.714	0.571	0.429	0.286	0.143	0	1
S8	1	0.857	0.714	0.571	0.429	0.286	0.143	0

การสร้างของเมทริกซ์ที่ถูกออกแบบในการจัดองค์ประกอบในเนื้อสาร สำหรับกรณี $n > N$ คือ จำนวนสารตัวอย่างมากกว่าจำนวนชนิดของธาตุ ใช้หลักการเช่นเดียวกับการสร้างของเมทริกซ์ในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร สำหรับกรณี $n = N$ โดยที่ต้องทำให้เป็นเมทริกซ์จัตุรัส มีวิธีการดังนี้

1. สร้างเมทริกซ์ให้เป็นเมทริกซ์จัตุรัส โดยทำการแทรกคอลัมน์ (ชนิดของธาตุ) เป็นจำนวน $n - N$ คอลัมน์ เช่น จำนวนสารตัวอย่าง 8 ตัวอย่าง จำนวนชนิดของธาตุ 5 ชนิด จำนวนคอลัมน์ที่ต้องแทรกเท่ากับ $8 - 5 = 3$ คอลัมน์ ซึ่งสามารถแทรกได้ในตำแหน่งด้านซ้าย ด้านขวา หรือตรงกลางของเมทริกซ์ ดังตาราง 3
2. ค่าสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในตำแหน่งของแนวเส้นทแยงมุมในเมทริกซ์ให้มีค่าเท่ากับ 0
3. สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่อยู่ในคอลัมน์ๆ หนึ่ง มีการกระจายค่าอยู่ในช่วง 0 ถึง 1 (คือ สัดส่วนของความเข้มข้นที่เป็นค่าขีดจำกัดต่ำสุดเท่ากับ 0 และ สัดส่วนของความเข้มข้นที่เป็นค่าขีดจำกัดสูงสุดเท่ากับ 1) และค่าความแตกต่างของสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่อยู่ในแต่ละคอลัมน์และแถวจะต้องเท่ากัน แล้วทำการแทนที่สัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุโดยมีลักษณะการจัดเรียงลำดับที่เป็นอนุกรม ดังตาราง 3
4. ผลรวมของสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุทุกชนิด (ธาตุที่ 1 ถึงธาตุที่ N) ของแต่ละแถว (แต่ละสารตัวอย่าง) จะต้องเท่ากันหรือใกล้เคียงกัน
5. เมื่อได้ผลรวมของสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุทุกชนิด (ธาตุที่ 1 ถึงธาตุที่ N) ของแต่ละแถว (แต่ละสารตัวอย่าง) ต้องเท่ากันหรือใกล้เคียงกัน จากนั้นให้นำสมาชิกที่อยู่ในคอลัมน์ที่ทำการแทรกออก ก็จะได้รูปแบบสำเร็จของเมทริกซ์ในการจัดองค์ประกอบของเนื้อสาร สำหรับกรณี $n > N$ ดังตาราง 4
6. คำนวณปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่ตำแหน่งต่างๆในเมทริกซ์ โดยแทนที่ค่าปริมาณความเข้มข้นต่ำสุดและความเข้มข้นสูงสุดของธาตุแต่ละธาตุในสัดส่วนที่มีค่าเท่ากับ 0 เท่ากับ 1 ตามลำดับ และหาปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละธาตุที่ตำแหน่งต่างๆ ที่เหลือในเมทริกซ์ จากการใช้สมการที่ (4)
7. คำนวณหาปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมสารมาตรฐานในการทดลอง โดยการคำนวณจากค่าน้ำหนักของสารที่ใช้ในการเตรียม

ตาราง 4 รูปแบบสำเร็จของเมทริกซ์ที่แสดงสัดส่วนของความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิด
สำหรับกรณี $n > N$ โดย $n = 8$ และ $N = 5$

สารตัวอย่าง	U_1	U_2	U_3	U_4	U_5
S1	0	0.857	0.714	0.429	0.143
S2	0.143	1	0.857	0.571	0.286
S3	0.286	0	1	0.714	0.429
S4	0.429	0.143	0	0.857	0.571
S5	0.571	0.286	0.143	1	0.714
S6	0.714	0.429	0.286	0	0.857
S7	0.857	0.571	0.429	0.143	1
S8	1	0.714	0.571	0.286	0

เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี 1992 บรอลล์, คาussin และเพ็ตเตอร์ (Broll, N., Caussin, P. & Petter, M.) ได้กล่าวถึงวิธีการหาสัมประสิทธิ์ยังผล (Effective Coefficient Method) สำหรับการวิเคราะห์การวาวรังสีเอกซ์ในแบบที่มีสารมาตรฐานตัวเดียวสำหรับใช้ในการเปรียบเทียบเพื่อหาปริมาณธาตุในสารตัวอย่างซึ่งเป็นสารที่ไม่ทราบค่า (Unknown) การใช้โปรแกรม SFP (Siemens Fundamental Parameter) ในกรณีที่มีสารมาตรฐานหลายๆ ตัว และวิธีการตัดธาตุที่ไม่ต้องการวิเคราะห์ออกจากการวิเคราะห์โดยไม่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ธาตุตัวอื่นในสารตัวอย่าง การสร้างแบบวิธีการวิเคราะห์ซึ่งเรียกว่ารูปแบบการตามร่องรอย (Trace Model) สำหรับนำไปใช้ในการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ และการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โดยวิธีดังกล่าวกับวิธีรูปแบบความเข้มของรังสี (Intensity Model)

ในปี 1997 แกซเกส และคณะ (Gasques, J.A. and others.) ใช้วิธีเอ็มไพริคัล ในการแก้ไขสเปกตรัมที่มีการแทรกสอดระหว่างเส้นรังสีเฉพาะ การวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์เป็นวิธีการที่ขึ้นกับสัมประสิทธิ์ที่ประกอบด้วยพารามิเตอร์ของเครื่องมือวัด และคุณสมบัติของอะตอมในสารตัวอย่างมาตรฐานเพื่อใช้ในการปรับเทียบ ได้นำวิธีการนี้ไปอธิบายการแทรกสอดของ $Rb K\beta_1$ บน $Y K\alpha_1$ ในตัวอย่างหินซิลิเกต และทำการพิสูจน์ความถูกต้องของผลการทดลองนี้โดยใช้วัสดุอ้างอิงที่ได้รับการรับรอง และสารตัวอย่างที่วิเคราะห์โดยการทดลองจากที่อื่นแล้ว

ในปี 1998 โอซานดิโอ-คาโด , ซากราโด และรามิส-รามอส (Ochandio-Cardo , E., Sagrado, S. & Ramis-Ramos, G.) ได้กล่าวถึง ขั้นตอนที่เป็นระบบเพื่อการเตรียมชุดของสารมาตรฐานประเภทของแข็งเพื่อใช้ในการสร้างกราฟปรับเทียบสำหรับการวิเคราะห์ธาตุในวัสดุเซรามิกส์โดยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ เป็นการเตรียมชุดของสารมาตรฐานปรับเทียบในเนื้อสารที่ประกอบด้วยธาตุ N ชนิด ตัวอย่างจำนวน n ตัวอย่าง โดยจำนวนตัวอย่างมากกว่าหรือเท่ากับจำนวนธาตุ ($n \geq N$) ด้วยวิธีการสร้างรูปแบบของเมทริกซ์ในการจัดองค์ประกอบเนื้อสารในรูปของเมทริกซ์จัตุรัส โดยมีหลักการว่าสารมาตรฐานควรประกอบด้วยธาตุต่างๆ ที่มีปริมาณความเข้มข้นที่ครอบคลุมกับช่วงปริมาณความเข้มข้นของธาตุแต่ละชนิดที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีในสารตัวอย่าง ได้มีการพัฒนาโปรแกรมเพื่อนำมาใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ ด้วยการออกแบบและเตรียมชุดของสารมาตรฐานด้วยวิธีการที่กล่าวมา โดยการแทนที่ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ในรูปสารประกอบออกไซด์ของโลหะและเกลือที่เป็นส่วนประกอบของสารอ้างอิงมาตรฐานลงในตำแหน่งต่างๆ ของรูปแบบเมทริกซ์ เพื่อให้สารมาตรฐานมีเนื้อสารแบบเดียวกับเนื้อสารของสารตัวอย่าง และคำนวณส่วนประกอบของชุดของสารมาตรฐานจากค่าน้ำหนักของสารที่นำมาใช้ในการเตรียม

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง

1. ตู้อบสาร
2. เครื่องชั่งสาร
3. เครื่องบดสาร (Ring Mill)
4. ภาชนะบด (Grinding Vessel)
5. เครื่องผสมสาร (Mixer Mill)
6. ถ้วยอลูมิเนียม (Aluminium Cup)
7. เครื่องอัด (Pressing Tool)

1.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์โดยทางเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์

เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (WDXRFS) ยี่ห้อ BRUKER รุ่น SRS 3400 โดยหลอดรังสีเอกซ์เป็นชนิดหน้าต่างด้านปลายที่มีโรเตียมเป็นเป้า แผ่นกรองลำปฐมภูมิมีให้เลือก 7 แบบ คือ None (ไม่มีแผ่นกรอง) 200 μmCu 800 μmAl 500 μmAl 200 μmAl 100 μmAl และ 12.5 μmAl มีการจัดระบบภายในเป็นสูญญากาศ หน้ากากที่เป็นตัวทำขนานมีขนาดของช่องเป็น 34 มิลลิเมตร และแบบเปิด ส่วนตัวทำขนานเป็นแบบ fine 0.15° แบบ medium 0.46° ผลึกกระจายความยาวคลื่นมี 4 ชนิด คือ LiF 200 LiF 220 PET และ OVO-55 เครื่องนับรังสีใช้แบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน และแบบประกายแสง และเครื่องคอมพิวเตอร์ที่ประกอบด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์สำเร็จรูป FQuant เพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ

1.3 สารเคมีที่ใช้

สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นชนิดเกรด AR (AR grade) ได้แก่

1. สารประกอบบอริกแอซิก (H_3BO_3)
2. สารประกอบซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2)
3. สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) 98.5%
4. สารประกอบอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)
5. สารประกอบเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) 97%
6. สารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) 92%
7. สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) 98%

8. สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) 99%
9. สารประกอบโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) 99.5%
10. สารประกอบโปตัสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) 99%
11. สารประกอบนิกเกิลไดไฮดรอกไซด์ เฮกซะไฮเดรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 99%
12. สารประกอบซิงค์ออกไซด์ (ZnO) 99%
13. สารประกอบสตรอนเทียมคาร์บอเนต (SrCO_3) 96%
14. สารประกอบแบเรียมอะซิเตต ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$) 99%

2. ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการแบ่งขั้นตอนการดำเนินการวิจัยดังนี้

2.1 การศึกษาตัวอย่าง ประกอบด้วยสองขั้นตอน คือ

2.1.1 ศึกษาส่วนประกอบของสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ต้องการเตรียม โดยสารมาตรฐานสังเคราะห์นี้ต้องมีเนื้อสาร คือปริมาณธาตุหลักใกล้เคียงกับสารตัวอย่างดิน MD-1 (รับรองโดย Department of Geology, University of New South Wales ประเทศออสเตรเลีย) แสดงดังตาราง 5

ตาราง 5 แสดงส่วนประกอบที่เป็นธาตุหลักในสารตัวอย่างดิน MD-1

ชนิด	ปริมาณความเข้มข้น (%)
SiO_2	56.06
Al_2O_3	13.26
Fe_2O_3	7.22
Na_2O	5.46
CaO	5.46
K_2O	5.75
MgO	4.97
TiO_2	1.28
MnO	0.15
SO_3	0.39

สำหรับธาตุหลัก 10 ธาตุนั้นจะเตรียมเพียง 9 ธาตุหลักจะไม่นำ SO_3 ซึ่งมีจำนวนน้อยและมีการสูญเสียไปเนื่องจากการระเหยมาคิด ดังนั้นสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ต้องการเตรียมจะประกอบด้วยธาตุหลัก 9 ชนิด คือ Si Al Fe Na Ca K Mg Ti และ Mn

สำหรับธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่าง MD-1 แสดงดังตาราง 6

ตาราง 6 แสดงส่วนประกอบที่เป็นธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่างดิน MD-1

ชนิด	ปริมาณความเข้มข้น (ppm)
As	10.8
Ba	691.6
Co	31.6
Cr	240.1
Cu	43.6
Ni	77.8
Sb	0.8
V	172.0
Zn	77.9
Ga	19.4
Rb	278.9
Sr	524.1
Y	19.3
Nb	19.8
Zr	330.7
Mo	2.8
Ce	108.4
Pb	21.3
Th	19.0
U	7.4

2.1.2 เลือกชนิดของธาตุปริมาณน้อยๆที่สามารถนำมาทำการวิเคราะห์ โดยพิจารณาว่าในสารตัวอย่างดิน MD-1 มีธาตุปริมาณน้อยๆ ชนิดใดบ้างที่มีค่าปริมาณความเข้มข้นสูงพอที่สามารถเตรียมขึ้นในระดับ ppm ได้อย่างถูกต้องน่าเชื่อถือและต้องมีค่าสูงกว่าค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดของธาตุเหล่านั้นที่วัดได้จากฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นจากปริญญานิพนธ์ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) ปรากฏว่าในการศึกษาในครั้งนี้ธาตุปริมาณน้อยๆ ที่สามารถทำการวิเคราะห์โดยวิธีสร้างสารมาตรฐานสังเคราะห์ขึ้นนี้มีได้ 4 ชนิด คือ Ni Zn Sr และ Ba ธาตุแต่ละชนิดมีปริมาณเป็น 77.8 ppm 77.9 ppm 524.1 ppm และ 691.6 ppm ตามลำดับ

2.2 เตรียมสารเคมีเพื่อจะนำมาเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์

สารเคมีที่จะนำมาเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ ต้องเป็นสารประกอบที่ประกอบด้วยชนิดของธาตุหลักและชนิดของธาตุปริมาณน้อยๆ ที่มีอยู่ในสารตัวอย่างดิน MD-1 ซึ่งแบ่งออกเป็นสองส่วน คือ

2.2.1 สารประกอบที่นำมาเตรียมเพื่อให้ได้ธาตุหลัก 9 ชนิด คือ Si Al Fe Na Ca K Mg Ti และ Mn โดยเตรียมจากสารเคมีในรายการที่ 2-10 ตามที่แสดงในข้อ 1.3

2.2.2 สารประกอบที่นำมาเตรียมเพื่อให้ได้ธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ชนิด คือ Ni Zn Sr และ Ba โดยเตรียมจากสารเคมีในรายการที่ 11-14 ตามที่แสดงในข้อ 1.3

2.3 ทดสอบหาความเป็นไปได้ในการเตรียม

ทดสอบหาความเป็นไปได้ในการเตรียมสารตัวอย่างมาตรฐานสังเคราะห์ โดยพิจารณาจากค่ามวลสารเคมีที่นำมาใช้ในการเตรียมปริมาณของธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยๆ แต่ละค่าที่มีในชุดของสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อการปรับเทียบ โดยยึดหลักว่าต้องสามารถทำการชั่งได้อย่างน่าเชื่อถือโดยใช้เครื่องชั่งละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่งของหน่วยกรัม

2.4 ขั้นตอนการคำนวณ

คำนวณหาปริมาณของสารเคมีที่ต้องใช้ในการเตรียมธาตุหลัก 9 ชนิด และธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ชนิดจากค่ามวลของสารประกอบ เพื่อใช้ในการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ซึ่งแบ่งออกเป็นสองส่วน คือ

2.4.1 การคำนวณปริมาณของสารเคมีที่ต้องใช้ในการเตรียมธาตุหลัก 9 ชนิด เพื่อเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสาร คือปริมาณธาตุหลักใกล้เคียงกับสารตัวอย่างดิน MD-1 ประกอบด้วยสองขั้นตอนดังนี้

2.4.1.1 คำนวณปริมาณของสารเคมีที่ใช้เตรียมธาตุหลักสำหรับสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 20 กรัม เพื่อนำสารผสมนี้ไปอัดเม็ดให้ได้ 2 ชิ้นตัวอย่างนำไปวัดในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการเตรียมสารในขั้นต้นเกี่ยวกับการผสม

วิธีคำนวณ

สำหรับ SiO_2 56.06 % เตรียมจากสารเคมี SiO_2 บริสุทธิ์

$$\begin{aligned} \text{สารมาตรฐานสังเคราะห์ขนาด 20 กรัม ต้องชั่ง } \text{SiO}_2 &= \frac{56.06 \times 20}{100} \text{ กรัม} \\ &= 11.21 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

สำหรับ TiO_2 1.28% เตรียมจากสารเคมี TiO_2 minimum 98.5%

$$\begin{aligned} \text{สารมาตรฐานสังเคราะห์ขนาด 20 กรัม ต้องชั่ง } \text{TiO}_2 &= \frac{1.28 \times 20}{98.5} \\ &= 0.26 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

สำหรับ MnO 0.15% เตรียมจากสารเคมี MnO_2 minimum 92%

$$\begin{aligned} \text{MnO} \quad 70.94 \quad \text{กรัม} \quad \text{จาก } \text{MnO}_2 &= 86.94 \text{ กรัม} \\ \text{MnO} \quad 0.15 \quad \text{กรัม} \quad \text{จาก } \text{MnO}_2 &= \frac{86.94 \times 0.15}{70.94} \text{ กรัม} \\ &= 0.18 \text{ กรัม} \\ \text{สารมาตรฐานสังเคราะห์ขนาด 20 กรัม ต้องชั่ง } \text{MnO}_2 &= \frac{0.18 \times 20}{92} \text{ กรัม} \\ &= 0.04 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

คำนวณในทำนองเดียวกันสำหรับ Al_2O_3 Fe_2O_3 Na_2CO_3 CaCO_3 K_2CO_3 และ MgO ได้ผลดังนี้ คือต้องเตรียม SiO_2 11.21 กรัม Al_2O_3 2.65 กรัม Fe_2O_3 1.49 กรัม Na_2CO_3 1.88 กรัม CaCO_3 1.96 กรัม K_2CO_3 1.71 กรัม MgO 1.01 กรัม TiO_2 0.26 กรัม และ MnO_2 0.04 กรัม สุดท้ายได้ผลรวมของสารเคมีทั้งหมดเป็น 22.21 กรัม เพื่อความสะดวกต่อการดำเนินการจึงปรับให้เตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์เป็น 20 กรัม ตามตาราง 7

ตาราง 7 แสดงปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุหลักของสารมาตรฐานสังเคราะห์ ปริมาณ 20 กรัม

สารประกอบ	มวลของสารเคมีที่ใช้ (กรัม)	ชนิดของธาตุหลัก	ปริมาณความเข้มข้น (%)
SiO ₂	10.09	SiO ₂	50.45
Al ₂ O ₃	2.39	Al ₂ O ₃	11.95
Fe ₂ O ₃	1.34	Fe ₂ O ₃	6.50
Na ₂ CO ₃	1.69	Na ₂ O	4.90
CaCO ₃	1.77	CaO	4.93
K ₂ CO ₃	1.54	K ₂ O	5.18
MgO	0.91	MgO	4.47
TiO ₂	0.23	TiO ₂	1.13
MnO ₂	0.04	MnO	0.15
รวม	20.00	-	-

2.4.1.2 ภายหลังจากการตรวจสอบประสิทธิภาพของการเตรียมสารในขั้นตอนเกี่ยวกับการผสมตามข้อ 2.4.1.1 แล้ว ดำเนินการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 1,000 กรัม ด้วยวิธีเดียวกันนี้ดังแสดงด้วยตาราง 8 ซึ่งจะแบ่งสารนี้ออกเป็น 10 ชุดๆ ละ 100 กรัม แต่ละชุดนำไปผสมสารเคมีที่เป็นธาตุปริมาณน้อยๆ ในปริมาณที่ต่างกันตามที่คำนวณไว้ในหัวข้อ 2.4.2 ถัดไป และภายหลังจากนั้นนำแต่ละชุดของสารผสมไปเตรียมแบบอัดเม็ดจำนวน 5 ชิ้นตัวอย่างต่อสารผสมหนึ่งชุด จากนั้นนำไปวัดในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพในการเตรียมธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยๆ ไปพร้อมกัน

ตาราง 8 ปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุหลักของสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 1,000 กรัม

สารประกอบ	มวลของสารเคมีที่ใช้ (กรัม)	ชนิดของธาตุหลัก	ปริมาณความเข้มข้น (%)
SiO ₂	504.00	SiO ₂	50.40
Al ₂ O ₃	119.00	Al ₂ O ₃	11.90
Fe ₂ O ₃	67.00	Fe ₂ O ₃	6.50
Na ₂ CO ₃	84.00	Na ₂ O	4.87
CaCO ₃	89.00	CaO	4.96
K ₂ CO ₃	77.00	K ₂ O	5.18
MgO	46.00	MgO	4.52
TiO ₂	12.00	TiO ₂	1.18
MnO ₂	2.00	MnO	0.15
รวม	1000.00	-	-

2.4.2 การคำนวณปริมาณของสารเคมีที่ต้องใช้ในการเตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ชนิด สำหรับชุดของสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบของธาตุปริมาณน้อยๆ ซึ่งประกอบด้วยสองขั้นตอนดังนี้

2.4.2.1 การคำนวณเพื่อเตรียมชุดของสารมาตรฐานสังเคราะห์ในการเปรียบเทียบธาตุปริมาณน้อยๆ จำนวน 10 ตัวอย่าง แต่ละตัวอย่างประกอบด้วยธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ชนิด คือ Ni Zn Sr และ Ba ในปริมาณที่ต่างกัน โดยใช้หลักการคำนวณเดียวกับหลักการของการเตรียมชุดสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบด้วยวิธีการสร้างรูปแบบของมิติของเมทริกซ์ที่มี $n > N$ ตามที่กล่าวในบทที่ 2 ซึ่งจะได้ปริมาณความเข้มข้นที่แตกต่างกันของธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ ดังตาราง 9

ตาราง 9 ผลการคำนวณความเข้มข้นของธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารมาตรฐานสังเคราะห์ 10
ชนิดตัวอย่าง โดยใช้หลักการของ Ochandio-Carlo , Sagrado & Ramis-Ramos

สารตัวอย่างชนิดที่	ปริมาณความเข้มข้น (ppm)			
	Ni	Zn	Sr	Ba
S1	19	97	314	922
S2	195	78	210	807
S3	175	58	105	692
S4	156	39	1048	576
S5	136	19	943	461
S6	117	195	839	346
S7	97	175	734	231
S8	78	156	629	115
S9	58	136	524	1153
S10	39	117	419	1037

2.4.2.2 การคำนวณหามวลของสารเคมี ที่ต้องใช้ในการเตรียมธาตุ
ปริมาณน้อยๆ 4 ชนิด ให้ได้ปริมาณความเข้มข้นตามตาราง 9

วิธีคำนวณ สารมาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 1 (S1)

การหามวลสารประกอบที่นำมาเตรียมให้ได้ Ba 922 ppm Sr 314 ppm Ni 19 ppm
และ Zn 79 ppm

มวลโมเลกุลของ $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$ 255.38 กรัม มี Ba 137.34 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น Ba 0.0922 กรัม ต้องชั่ง } (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba} &= \frac{255.38 \times 0.0922}{137.34} \text{ กรัม} \\ &= 0.1714 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{โดยสารเคมีที่ใช้ } (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba minimum 99\% แสดงว่าต้องชั่ง } (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba} \\ &= 0.1731 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

คำนวณในทำนองเดียวกันสำหรับการหามวลของสารประกอบ $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$
 SrCO_3 ZnO และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่นำมาใช้ในการเตรียม Ba Sr Zn และ Ni สำหรับสาร
มาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 2-10 ได้ผลดังในตาราง 10

ตาราง 10 แสดงปริมาณและชนิดของสารประกอบที่ใช้เตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ ของสารมาตรฐานสังเคราะห์ 10 ชนิดตัวอย่าง

สารตัวอย่างชั้นที่	มวลสารประกอบ (กรัม)			
	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	ZnO	SrCO_3	$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$
S1	0.0095	0.0122	0.0551	0.1731
S2	0.0976	0.0098	0.0369	0.1516
S3	0.0876	0.0073	0.0184	0.1300
S4	0.0781	0.0049	0.1840	0.1082
S5	0.0680	0.0024	0.1655	0.0866
S6	0.0585	0.0245	0.1473	0.0649
S7	0.0485	0.0220	0.1288	0.0434
S8	0.0390	0.0196	0.1104	0.0216
S9	0.0290	0.0171	0.0920	0.2166
S10	0.0195	0.0147	0.0735	0.1947

2.5 การเตรียมสารตัวอย่าง

การเตรียมสารตัวอย่างมาตรฐานสังเคราะห์แบบอัดเม็ดเพื่อนำไปวัดด้วยเครื่อง WDXRF ประกอบด้วยขั้นตอนต่อไปนี้ คือ

2.5.1 นำสารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมธาตุหลักคือ SiO_2 Al_2O_3 Fe_2O_3 Na_2CO_3 CaCO_3 K_2CO_3 MgO MnO_2 และ TiO_2 สารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมธาตุปริมาณน้อย ๆ คือ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ZnO SrCO_3 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$ และสารยึดเหนี่ยว (Binder) H_3BO_3 ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.5.2 ทำการเตรียมธาตุหลักในสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 20 กรัม เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการชั่งและการผสมในขั้นต้น โดยชั่งสารเคมีที่ผ่านการอบแล้วตามตาราง 7 นำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร แล้วคลุกเคล้าให้เข้ากัน

2.5.3 ชั่งสารสังเคราะห์ผสมที่ได้จากข้อ 2.5.2 ที่ผ่านการอบจำนวน 5 กรัม ใส่หลอดพลาสติกขนาดเล็กแล้วใส่ในเครื่องผสมสาร เขย่าให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันเป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำจนครบ 20 กรัม

2.5.4 นำสารผสมในข้อ 2.5.3 มาทำการอัดเม็ดจำนวน 2 ชิ้นตัวอย่างโดยแต่ละชิ้นตัวอย่างประกอบด้วยสารผสมจำนวน 10 กรัม กับ H_3BO_3 จำนวน 0.50 กรัม แล้วผสมคลุกเคล้าให้ได้สารที่เป็นเนื้อเดียวกัน

2.5.5 นำสารที่ผสมแล้วใส่ลงในภาชนะบด แล้วนำไปบดด้วยเครื่องบดเป็นเวลา 2 นาที

2.5.6 นำสารตัวอย่างที่บดแล้วเทลงในถ้วยอะลูมิเนียม นำไปอัดโดยเครื่องอัดที่แรงดัน 200 กิโลนิวตัน ทำเช่นเดียวกันจนครบ 2 ชิ้นตัวอย่าง ก็จะได้สารตัวอย่างที่พร้อมจะนำไปวัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง WDXRFs

2.5.7 ทำการเตรียมธาตุหลักในสารมาตรฐานสังเคราะห์ปริมาณ 1,000 กรัม เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการเตรียมสารทั้งธาตุหลักและธาตุรองไปพร้อมๆ กัน โดยชั่งสารเคมีที่ผ่านการอบแล้วตามตาราง 8 รวมปริมาณ 1,000 กรัม นำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร แล้วคลุกเคล้าให้เข้ากัน

2.5.8 ชั่งสารสังเคราะห์ผสมที่ได้จากข้อ 2.5.7 ที่ผ่านการอบจำนวน 5 กรัม ใส่หลอดพลาสติกขนาดเล็กแล้วใส่ในเครื่องผสมสารเขย่าให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันเป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำจนครบ 1,000 กรัม แล้วนำมาแบ่งใส่บีกเกอร์ 10 บีกเกอร์ๆ ละ 100 กรัม

2.5.9 ทำการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุปริมาณน้อยๆ 3 ชนิด โดยการชั่ง ZnO 0.0121 กรัม SrCO_3 0.0551 กรัม และ $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$ 0.1731 กรัม แล้วนำไปผสมกับสารผสมในข้อ 2.5.8 ในบีกเกอร์ใบที่ 1 แล้วคลุกเคล้าให้เข้ากัน

2.5.10 ทำการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุปริมาณน้อยๆ 3 ชนิด เช่นเดียวกับข้อ 2.5.9 โดยชั่งสารเคมีทั้ง 3 ชนิด ในปริมาณที่ต่างกันดังตาราง 10 ก็จะได้สารมาตรฐานสังเคราะห์บีกเกอร์ใบที่ 2-10

2.5.11 ทำการเตรียมสารผสมที่ได้จากข้อ 2.5.9-ข้อ 2.5.10 ให้ได้สารที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยในแต่ละบีกเกอร์ชั่งสารผสมจำนวน 5 กรัม ใส่หลอดพลาสติกขนาดเล็กใส่ในเครื่องผสมสารเขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกันเป็นเวลา 10 นาที จนหมดสารตัวอย่างจะได้สารมาตรฐานสังเคราะห์ที่คลุกเคล้าเนื้อเดียวกันอยู่ในบีกเกอร์ 10 ใบ

2.5.12 ทำการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุปริมาณน้อยๆ อีก 1 ชนิด คือ ธาตุ Ni จากสารประกอบ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการละลายน้ำเนื่องจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะที่เป็นก้อนขึ้นเมื่อทิ้งไว้สักครู่จะละลายเป็นของเหลว เตรียมโดยการชั่ง $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.0095 กรัม นำไปละลายในน้ำกลั่น 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นใช้หลอดหยดดูดสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ นำไปหยดในสารผสมบีกเกอร์ที่ 1 ในข้อ 2.5.9 สารละลายจะค่อยๆ ซึมเข้าไปจนทั่วเนื้อสารและท่วมผิวหน้าสารเพียงเล็กน้อย

2.5.13 นำสารผสมที่ได้ในข้อ 2.5.12 ที่ประกอบด้วยธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ชนิดและธาตุหลัก 9 ชนิด ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมงจนแห้งสนิทก็จะได้สารตัวอย่างที่จะนำไปใช้เป็นสารมาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 1

2.5.14 ทำการเตรียมสารตัวอย่างเช่นเดียวกับข้อ 2.5.12-ข้อ 2.5.13 โดยชั่งสารประกอบ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในปริมาณที่ต่างกันดังตาราง 10 ก็จะได้สารตัวอย่างที่จะนำไปใช้เป็นสารมาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 2-10

2.5.15 ทำการเตรียมสารตัวอย่างมาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 1-10 แบบอัดเม็ดในแต่ละชุดเตรียมจำนวน 5 ชิ้นตัวอย่าง โดยใช้วิธีการเตรียมแบบอัดเม็ดตามที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.5.2-2.5.6

2.6 ขั้นตอนการสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

2.6.1 นำสารสังเคราะห์ที่มีธาตุหลักในข้อ 2.5.6 จำนวน 2 ชิ้นตัวอย่าง นำไปวัดในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณของเครื่อง WDXRFs โดยใช้เวลาในการวัดประมาณ 20 นาทีต่อ 1 ชิ้นตัวอย่าง เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการชั่งและการผสม พิจารณาผลการวัดและวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของธาตุหลักในสารตัวอย่างทั้ง 2 ชิ้นตัวอย่างว่ามีค่าใกล้เคียงกันกับที่เตรียมหรือไม่ และดูความเที่ยงตรงของผลการวัดและการวิเคราะห์สารตัวอย่างทั้ง 2 ชิ้น

2.6.2 นำสารมาตรฐานสังเคราะห์ชุดที่ 1- 10 ที่เตรียมไว้ในข้อ 2.5.15 โดยแต่ละชุดมีจำนวน 5 ชิ้นตัวอย่าง รวมทั้งหมดจำนวน 50 ชิ้นตัวอย่าง นำไปวัดในโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ เพื่อตรวจสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของสารโดยตรวจสอบประสิทธิภาพของการเตรียมสารของธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยๆ ไปพร้อมกัน พิจารณาผลการวัดและวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่างทั้ง 5 ชิ้นตัวอย่างของชุดเดียวกันว่ามีค่าใกล้เคียงกันกับที่เตรียมหรือไม่อย่างไร

2.6.3 ทำการเลือกสารตัวอย่างมา 1 ชิ้น จากทั้งหมด 5 ชิ้นตัวอย่างในชุดเดียวกัน เพื่อนำมาเป็นสารตัวอย่างมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับสร้างฐานข้อมูลต่อไป โดยในการเลือกสารตัวอย่างจะพิจารณาจากค่าความเข้มข้นของธาตุปริมาณน้อยๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ว่ามีความเที่ยงตรงและใกล้เคียงกับค่าความเข้มข้นของธาตุที่เตรียมขึ้น

2.6.4 นำสารตัวอย่างมาตรฐานสังเคราะห์ 10 ชิ้นตัวอย่างในข้อ 2.6.3 คือ S1 S2 S3 S4 S5 S6 S7 S8 S9 และ S10 มาวัดในโปรแกรม FQuant ด้วยเครื่อง WDXRFs โดยในการวัดชิ้นตัวอย่างแต่ละชิ้นต้องทำการเลือกธาตุที่ต้องการทำการวิเคราะห์ซึ่งเป็นธาตุที่รู้ปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของธาตุเหล่านั้นเป็นข้อมูลป้อนเข้าไป เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการเปรียบเทียบต่อไป ทำการเลือกเส้นรังสีเอกซ์ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ของธาตุแต่ละธาตุและกำหนดช่วงเวลาในการวัด 100 วินาทีต่อ 1 เส้นรังสีเอกซ์

2.6.5 เมื่อวัดครบทั้งหมด 10 ชั้นตัวอย่าง แล้วจะสามารถสร้างกราฟเปรียบเทียบของแต่ละธาตุซึ่งมีข้อมูลจากการทดลอง 10 จุดที่ยังไม่ได้แก้ไข ทำการปรับแก้กราฟเปรียบเทียบของแต่ละธาตุโดยใช้โปรแกรม Compute Coefficients ซึ่งเป็นโปรแกรมย่อยในโปรแกรม FQuant โดยมีการปรับแก้สัมประสิทธิ์แอลฟา (Alpha Coefficient Correction) ของวิธีการปรับเทียบสำหรับการแก๊สเมทริกซ์ และการปรับแก้โดยวิธีการแก้ไขการซ้อนทับของเส้นสเปกตรัม (Overlap Correction) โดยอาศัยวิธีการวิเคราะห์แบบถดถอย (Regression Analysis) ในการปรับเส้นกราฟปรับเทียบตามสมการเซอร์มานโนบทที่ 2 ปรับแก้จนได้กราฟปรับเทียบในแต่ละธาตุที่มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานน้อยที่สุดตามที่ยอมรับได้ ก็จะได้ฐานข้อมูลชุดหนึ่งสำหรับวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย ๆ 4 ชนิด ในเชิงปริมาณสำหรับสารตัวอย่างประเภทธรณีวิทยา

2.6.6 ทดสอบความแม่นยำและความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ ทั้ง 4 ชนิดด้วยฐานข้อมูล โดยการนำสารตัวอย่างดิน MD-1 จำนวน 5 ชั้นตัวอย่างมาวัดในโปรแกรม FQuant และวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้น เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับค่าที่ได้รับการรับรองของสาร MD-1 จากประเทศออสเตรเลียพร้อมกับเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณและผลการวิเคราะห์จากฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติของงานปริญญานิพนธ์ ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริณ

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการศึกษาการใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดินด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น แบ่งออกเป็น 3 หัวข้อดังนี้

1. ผลการทดลองเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์
2. ผลการสร้างฐานข้อมูลในการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย ๆ ด้วยสารมาตรฐานสังเคราะห์
3. ผลการตรวจสอบความถูกต้องและความน่าเชื่อถือในการวิเคราะห์โดยใช้ฐานข้อมูลที่สร้างขึ้น

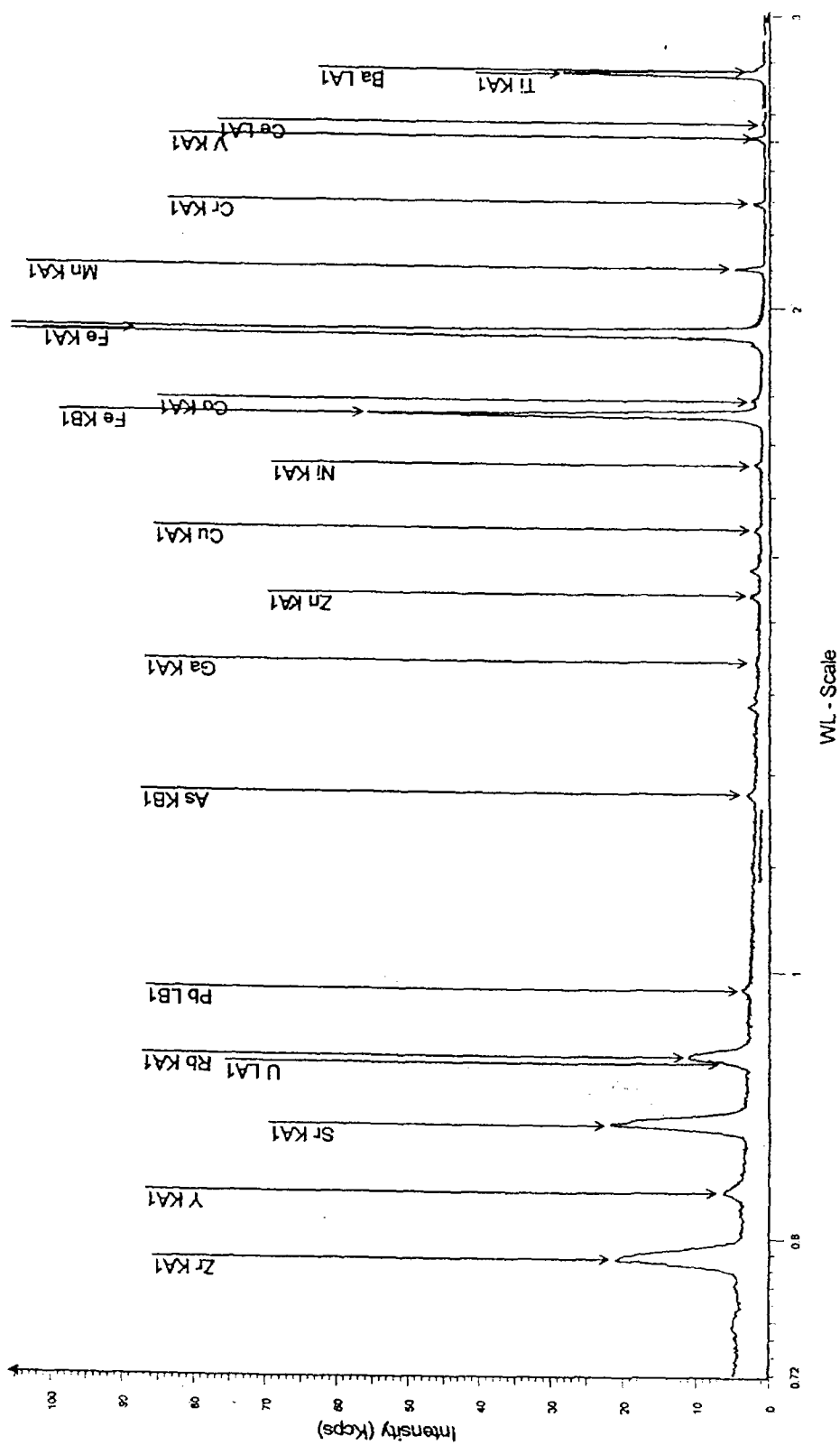
1. ผลการทดลองเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์

จากขั้นตอนของการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ จะแสดงผลการทดลองที่ประกอบด้วยหัวข้อดังต่อไปนี้

1.1 ผลการทดสอบความน่าเชื่อถือในการผสมสารมาตรฐานสังเคราะห์ให้มีเนื้อสารคือปริมาณธาตุหลักใกล้เคียงกับสารตัวอย่าง MD-1

เมื่อนำสารตัวอย่างดิน MD-1 มาวัดด้วยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณในเครื่อง WDXRFS จะได้สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างดิน MD-1 แสดงดังภาพประกอบ 8

การตรวจสอบประสิทธิภาพในการชั่งและการผสมสารในขั้นตอนปริมาณ 20 กรัม ที่มีปริมาณความเข้มข้นของธาตุหลักแต่ละธาตุทั้ง 9 ธาตุใกล้เคียงกับผลการคำนวณตามตารางที่ 7 ตามที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 2.4.1.1 ในบทที่ 3 ได้ผลตามที่แสดงในตาราง 11 และสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวัดสารมาตรฐานสังเคราะห์ปรากฏดังภาพประกอบ 9-10 ซึ่งจะเห็นว่าผลการทดลองสารตัวอย่างทั้ง 2 ชิ้นตัวอย่างมีค่าใกล้เคียงกับที่เตรียมขึ้นนับว่าเป็นการแสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือในการผสมสาร

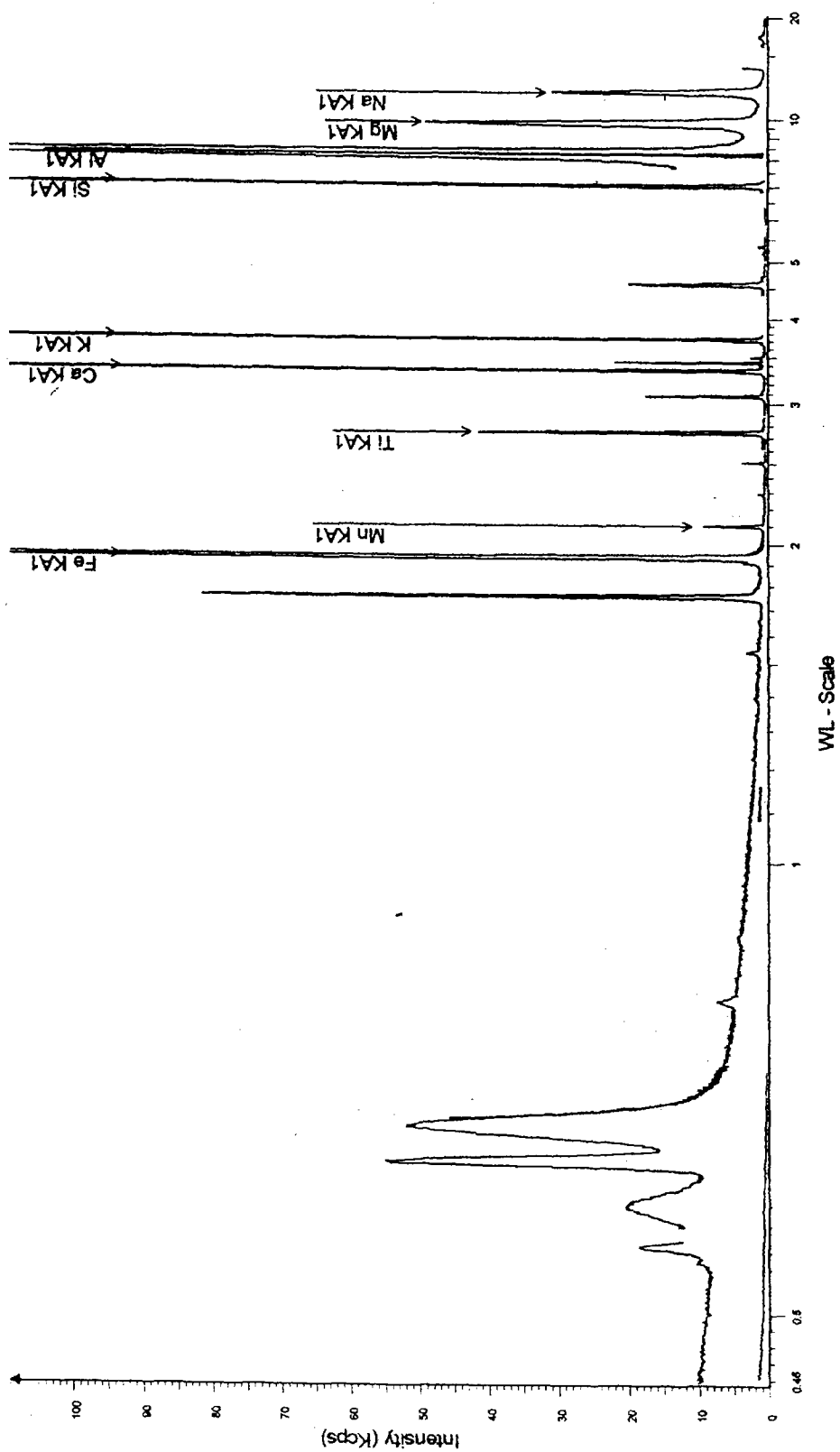


ภาพประกอบ 8 สเปกตรัมของการวัดรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่วัดจากสารตัวอย่าง MD-1 ชั้นที่ 1 ที่วัดโดยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ

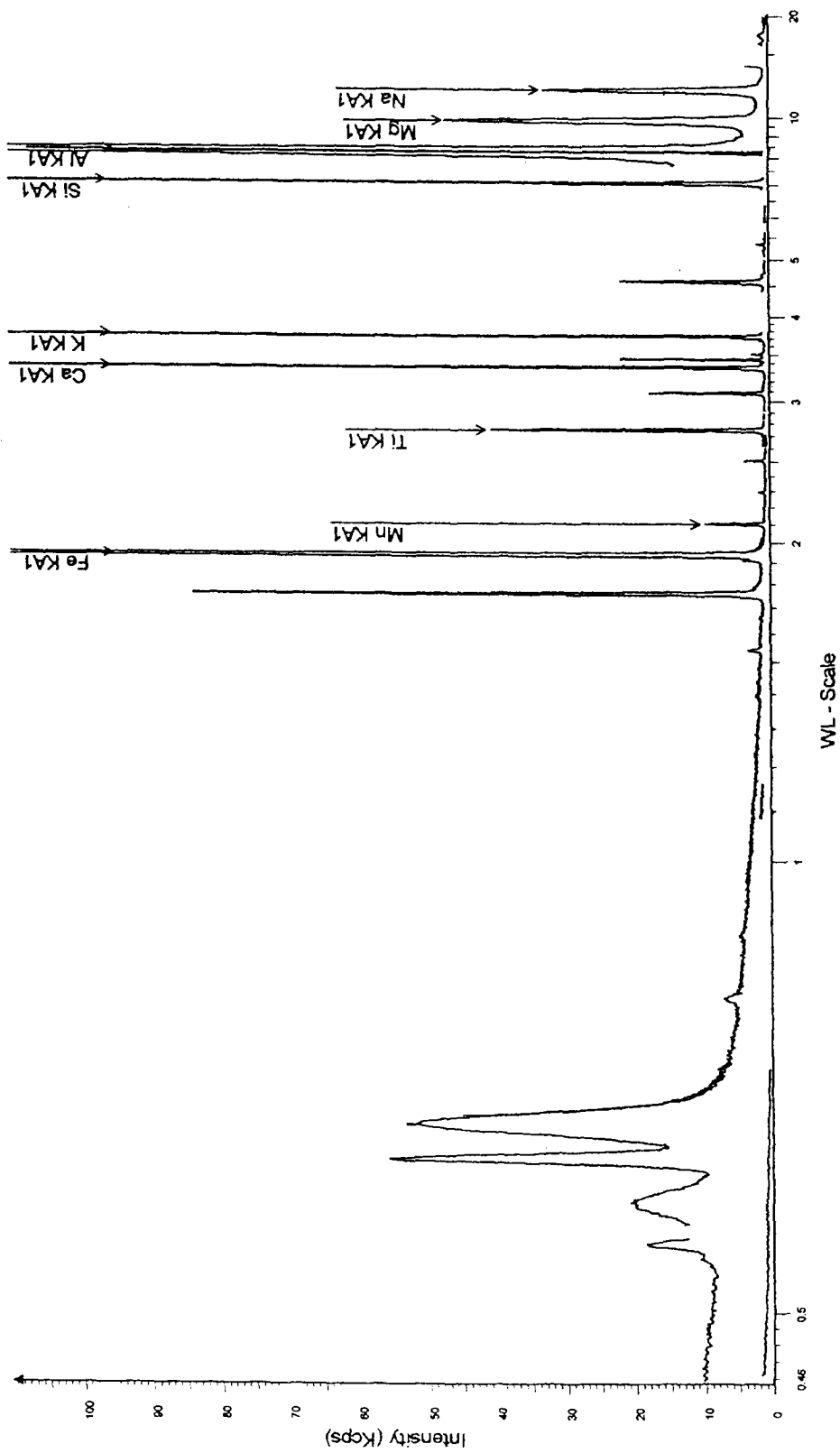
ตาราง 11 ผลการวัดและการวิเคราะห์สารมาตรฐานสังเคราะห์จำนวน 2 ชั้นตัวอย่าง
ด้วยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของการชั่งและ
วิธีการผสมสารสังเคราะห์

ชนิด	ปริมาณความเข้มข้น ของสารในชั้นตัว อย่างเตรียม (%)	ปริมาณความเข้มข้นที่ วัดได้ (%)		ค่าเฉลี่ย $\pm$ S.D. (%)	RE (%)
		1	2		
SiO ₂	50.45	52.90	52.20	52.55 $\pm$ 0.35	4.16
Al ₂ O ₃	11.95	10.70	11.20	10.95 $\pm$ 0.25	8.37
Fe ₂ O ₃	6.50	4.31	4.34	4.32 $\pm$ 0.02	33.54
Na ₂ O	4.90	6.92	7.20	7.06 $\pm$ 0.14	44.08
CaO	4.90	5.16	5.12	5.14 $\pm$ 0.02	4.90
K ₂ O	5.20	5.58	5.40	5.49 $\pm$ 0.09	5.58
MgO	4.45	4.27	4.15	4.21 $\pm$ 0.06	5.39
TiO ₂	1.15	1.33	1.29	1.31 $\pm$ 0.02	13.91
MnO	0.15	0.17	0.17	0.17 $\pm$ 0.00	13.33

หมายเหตุ : S.D. คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ที่คิดจากผลต่างมากที่สุดระหว่างค่าเฉลี่ยกับ
ค่าที่วัดได้ทั้ง 2 ค่า กรณีนี้ไม่คิดจากสูตรทั่วไปเนื่องจากการวัดสารตัว
อย่างเพียง 2 ชั้นตัวอย่างนับว่าเป็นจำนวนที่น้อยเกินไป
RE คือ ค่าความคลาดเคลื่อนเทียบกับค่าปริมาณความเข้มข้นที่เตรียม
(Relative Error)



ภาพประกอบ 9 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
ที่วัดจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุหลัก ชั้นที่ 1



ภาพประกอบ 10 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
ที่วาวจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุหลัก ชั้นที่ 2

1.2 ผลการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ประกอบด้วยธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อย ๆ

ผลที่ได้จากการทดลองในข้อ 1.1 ทำให้ทราบถึงความน่าเชื่อถือในการชั่งและวิธีการผสมสารเคมี ดังนั้นจึงทำการผสมสารมาตรฐานสังเคราะห์ใหม่ด้วยวิธีเดียวกันให้ได้ปริมาณ 1,000 กรัมตามตาราง 8 และดำเนินการผสมสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อเลือกชั้นตัวอย่างที่จะนำมาเป็นสารมาตรฐานสังเคราะห์ S1- S10 ตามที่กล่าวไว้ในบทที่ 3 โดยตาราง 12 และตาราง 13 แสดงผลการวัดและวิเคราะห์ธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยๆในสารมาตรฐานสังเคราะห์ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าโดยรวมผลการทดลองสารตัวอย่างทั้งหมดมีค่าใกล้เคียงกับที่เตรียมและคล้ายกับผลการทดลองที่ได้จากตารางที่ 11 แสดงให้เห็นถึงความเป็นเนื้อเดียวของการผสม โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้จะเป็นข้อมูลเบื้องต้นสำหรับนำไปเทียบกับความเข้มข้นที่เตรียมขึ้น เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพในการเตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ ว่าเป็นอย่างไร

สำหรับการเลือกสารมาตรฐานสังเคราะห์ในแต่ละชุดมา 1 ชั้นตัวอย่างเพื่อเป็นชั้นตัวอย่าง S1-S10 นั้นได้ยึดหลักการเลือกชั้นตัวอย่างที่มีผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุหลักใกล้เคียงกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 5 ชั้นตัวอย่างก่อน หลังจากนั้นจึงพิจารณาผลการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆในชั้นตัวอย่างนั้นซึ่งจะต้องมีค่าใกล้เคียงกับค่าที่เตรียมขึ้น จึงจะนำมาใช้เป็นสารมาตรฐานในการสร้างกราฟเปรียบเทียบต่อไป

ตาราง 12 แสดงผลการวัดและวิเคราะห์ของธาตุหลักในสารมาตรฐานสังเคราะห์ 50 ชิ้นตัวอย่าง ด้วยโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เพื่อตรวจสอบความเป็นเนื้อเดียวของการผสม โดย ตัวเลขในวงเล็บเป็นค่าปริมาณความเข้มข้นของสารประกอบจากการเตรียม

ชิ้น ตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้น (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	MgO	TiO ₂	MnO
ชุดที่ 1	(50.40)	(11.90)	(6.47)	(4.89)	(4.94)	(5.19)	(4.51)	(1.18)	(0.15)
1	44.80	10.60	3.78	5.31	5.21	6.69	3.53	1.15	0.13
2	44.00	10.00	3.69	5.17	5.04	6.30	3.41	1.14	0.13
3	44.10	10.40	3.72	5.24	5.07	6.48	3.42	1.14	0.13
4	43.10	10.00	3.71	5.14	5.16	6.28	3.31	1.14	0.13
5	43.80	10.10	3.73	5.22	5.19	6.55	3.40	1.14	0.13
ค่าเฉลี่ย	43.96	10.22	3.73	5.22	5.13	6.46	3.41	1.14	0.13
ชุดที่ 2									
1	41.07	12.11	3.74	4.98	5.27	6.13	3.10	1.13	0.13
2	41.07	12.30	3.72	4.99	5.22	6.16	3.18	1.01	0.13
3	39.36	11.70	3.57	4.76	5.02	5.77	3.15	1.05	0.13
4	40.85	12.47	3.73	4.98	5.12	6.16	3.23	1.11	0.13
5	40.43	11.98	3.74	4.93	4.98	6.04	3.22	1.12	0.13
ค่าเฉลี่ย	40.56	12.11	3.70	4.93	5.12	6.05	3.18	1.08	0.13
ชุดที่ 3									
1	40.80	11.80	3.80	5.15	5.07	6.20	3.12	1.12	0.12
2	40.90	11.80	3.78	5.14	5.06	6.18	3.11	1.11	0.13
3	40.10	11.80	3.75	5.07	5.07	6.14	3.14	1.11	0.12
4	40.20	11.90	3.77	5.08	5.12	6.25	3.16	1.11	0.13
5	40.30	11.80	3.75	5.12	4.98	6.19	3.21	1.11	0.13
ค่าเฉลี่ย	40.46	11.82	3.77	5.11	5.06	6.19	3.15	1.11	0.13

ตาราง 12 (ต่อ)

ชั้น ตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้น (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	MgO	TiO ₂	MnO
<u>ชุดที่ 4</u>	(50.40)	(11.90)	(6.47)	(4.89)	(4.94)	(5.19)	(4.51)	(1.18)	(0.15)
1	40.90	12.30	3.77	4.65	5.14	6.00	3.16	1.09	0.13
2	41.10	12.00	3.74	4.67	5.05	6.14	3.18	1.07	0.12
3	40.60	12.40	3.73	4.66	5.07	6.21	3.23	1.08	0.12
4	40.50	12.60	3.80	4.64	5.23	5.69	3.12	1.12	0.13
5	41.20	12.10	3.79	4.67	5.16	6.00	3.19	1.10	0.13
ค่าเฉลี่ย	40.86	12.28	3.77	4.66	5.13	6.01	3.18	1.09	0.13
<u>ชุดที่ 5</u>									
1	41.80	12.20	3.55	4.11	5.25	5.77	3.24	0.98	0.13
2	41.10	12.20	3.49	4.11	5.22	5.77	3.19	0.95	0.13
3	40.00	12.60	3.47	4.02	5.27	5.72	3.16	0.96	0.13
4	37.60	13.50	3.58	3.84	5.69	5.59	2.98	1.00	0.13
5	35.20	14.10	3.66	3.66	6.08	5.36	2.93	1.05	0.14
ค่าเฉลี่ย	39.14	12.92	3.55	3.95	5.50	5.64	3.10	0.99	0.13
<u>ชุดที่ 6</u>									
1	43.60	11.60	3.23	3.56	5.29	5.78	3.29	0.86	0.12
2	43.30	12.20	3.24	3.52	5.35	5.58	3.32	0.86	0.12
3	42.70	12.10	3.25	3.47	5.40	5.52	3.27	0.86	0.13
4	40.80	12.60	3.21	3.39	5.52	5.26	3.26	0.89	0.12
5	39.90	12.80	3.22	3.35	5.55	5.47	3.17	0.88	0.12
ค่าเฉลี่ย	42.06	12.26	3.23	3.46	5.42	5.52	3.26	0.87	0.12
<u>ชุดที่ 7</u>									
1	41.80	12.00	3.64	4.52	5.03	6.04	3.37	1.14	0.13
2	41.10	12.00	3.69	4.51	5.14	5.85	3.29	1.17	0.13
3	40.70	12.10	3.67	4.48	5.19	5.98	3.31	1.16	0.13
4	37.70	12.60	3.58	4.26	5.26	5.68	3.12	1.16	0.13
5	35.60	13.30	3.60	4.07	5.55	5.50	2.96	1.19	0.13
ค่าเฉลี่ย	39.38	12.40	3.64	4.37	5.23	5.81	3.21	1.16	0.13

ตาราง 12 (ต่อ)

ชั้น ตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้น (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	MgO	TiO ₂	MnO
<u>ชุดที่ 8</u>	(50.40)	(11.90)	(6.47)	(4.89)	(4.94)	(5.19)	(4.51)	(1.18)	(0.15)
1	41.30	9.14	3.96	4.72	5.55	6.82	3.35	1.26	0.14
2	41.40	9.23	3.94	4.74	5.44	6.54	3.37	1.24	0.13
3	41.40	8.95	3.92	4.71	5.49	6.38	3.46	1.25	0.14
4	42.40	8.73	4.00	4.87	5.54	6.73	3.43	1.24	0.14
5	41.90	9.38	4.02	4.74	5.65	6.64	3.45	1.28	0.14
ค่าเฉลี่ย	41.68	9.09	3.97	4.76	5.53	6.62	3.41	1.25	0.14
<u>ชุดที่ 9</u>									
1	41.90	11.40	3.81	4.81	5.20	6.06	3.38	1.13	0.13
2	42.10	11.50	3.82	4.88	5.24	5.99	3.35	1.12	0.13
3	39.10	11.60	3.77	4.65	5.43	5.98	3.25	1.16	0.13
4	38.80	12.00	3.81	4.64	5.57	6.11	3.20	1.15	0.13
5	37.90	11.90	3.76	4.51	5.59	5.87	3.18	1.16	0.13
ค่าเฉลี่ย	39.96	11.68	3.79	4.70	5.41	6.00	3.27	1.14	0.13
<u>ชุดที่ 10</u>									
1	39.90	9.50	3.77	4.61	5.46	6.35	3.48	1.13	0.13
2	41.10	9.29	3.75	4.70	5.36	6.56	3.47	1.10	0.14
3	40.90	9.22	3.70	4.67	5.33	6.81	3.57	1.12	0.13
4	40.50	9.07	3.72	4.66	5.34	6.55	3.47	1.11	0.13
5	39.60	9.36	3.70	4.59	5.46	6.21	3.53	1.12	0.13
ค่าเฉลี่ย	40.40	9.29	3.73	4.65	5.39	6.50	3.50	1.12	0.13

ตาราง 13 แสดงความน่าเชื่อถือของการเตรียมและการวัดธาตุปริมาณน้อยๆในสารมาตรฐาน
สังเคราะห์ S1-S10 เพื่อเป็นข้อมูลจากการทดลองที่ใช้ในการคัดเลือกชิ้นตัวอย่างของสาร
มาตรฐานสังเคราะห์ในการสร้างฐานข้อมูล โดยตัวเลขในวงเล็บเป็นค่าความเข้มข้นจาก
การเตรียม

ชิ้นตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้นที่วิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ (ppm)			
	Ni	Zn	Sr	Ba
ชุดที่ 1	(19)	(97)	(314)	(922)
1	40	93	172	930
2	47	89	168	886
3	40	88	167	828
4	43	87	168	946
5	42	92	172	919
ค่าเฉลี่ย	42	90	169	902
ชุดที่ 2	(195)	(78)	(210)	(807)
1	200	71	94	847
2	195	75	96	731
3	189	63	89	776
4	206	65	94	782
5	202	58	94	865
ค่าเฉลี่ย	198	66	93	800
ชุดที่ 3	(175)	(58)	(105)	(692)
1	167	51	25	701
2	169	47	23	696
3	173	48	25	593
4	165	50	24	670
5	168	40	30	665
ค่าเฉลี่ย	168	47	25	665

ตาราง 13 (ต่อ)

ชั้นตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้นที่วิเคราะห์เชิงปริมาณ (ppm)			
	Ni	Zn	Sr	Ba
ชุดที่ 4	(156)	(39)	(1048)	(576)
1	145	31	650	587
2	142	31	643	533
3	149	31	633	561
4	146	34	640	573
5	149	33	639	519
ค่าเฉลี่ย	146	32	641	555
ชุดที่ 5	(136)	(19)	(943)	(461)
1	134	16	588	457
2	132	11	585	396
3	131	14	578	495
4	133	16	578	497
5	140	19	592	514
ค่าเฉลี่ย	134	15	584	472
ชุดที่ 6	(117)	(195)	(839)	(346)
1	112	169	512	256
2	121	171	521	261
3	121	166	521	325
4	120	165	516	205
5	117	163	507	296
ค่าเฉลี่ย	118	167	515	269
ชุดที่ 7	(97)	(175)	(734)	(231)
1	104	153	443	101
2	98	151	447	202
3	103	154	449	92
4	98	152	432	215
5	97	151	427	119
ค่าเฉลี่ย	100	152	440	146

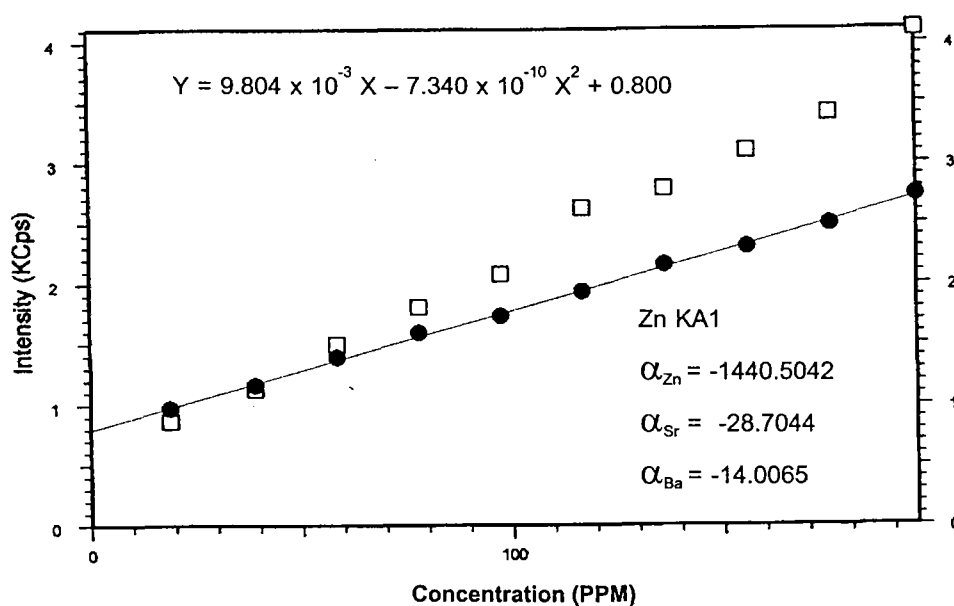
ตาราง 13 (ต่อ)

ชั้นตัวอย่าง	ปริมาณความเข้มข้นที่วิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ (ppm)			
	Ni	Zn	Sr	Ba
ชุดที่ 8	(78)	(156)	(629)	(115)*
1	81	133	385	-
2	85	136	383	-
3	85	142	379	-
4	89	136	387	-
5	85	138	388	-
ค่าเฉลี่ย	85	137	384	-
ชุดที่ 9	(58)	(136)	(524)	(1153)
1	74	120	314	1220
2	79	119	319	1140
3	67	120	310	1140
4	74	118	313	1210
5	71	117	315	1230
ค่าเฉลี่ย	73	119	314	1188
ชุดที่ 10	(39)	(117)	(419)	(1037)
1	55	100	240	1110
2	59	94	247	1060
3	59	103	239	983
4	63	99	239	965
5	57	99	236	1070
ค่าเฉลี่ย	59	99	240	1038

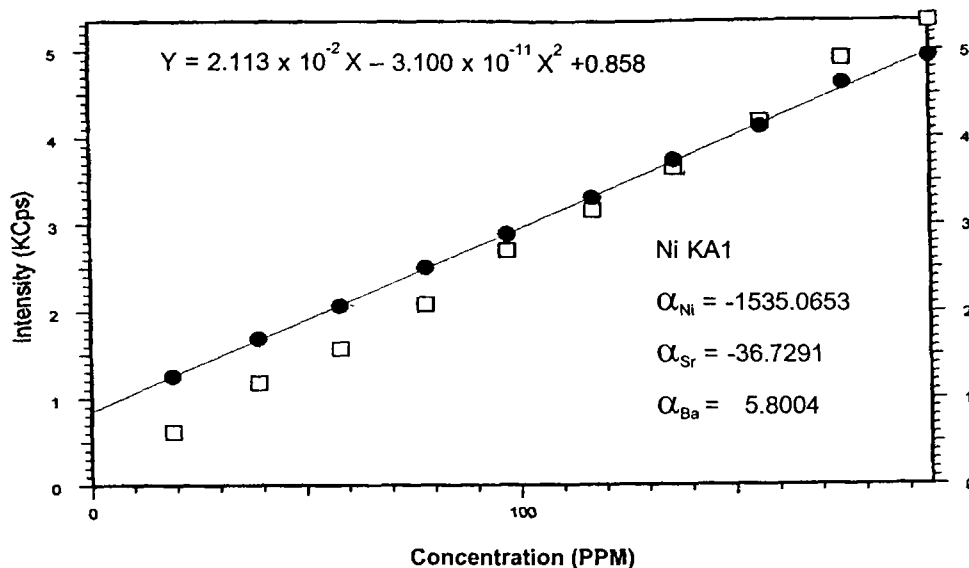
* โปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณไม่สามารถวิเคราะห์ได้ เนื่องจากปริมาณของ Ba น้อยมาก และตำแหน่งของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจาก Ba เกิดการล้ำกัน (line overlap) ของเส้นรังสีเอกซ์

2. ผลการสร้างฐานข้อมูลเพื่อการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย ๆ ด้วยสารมาตรฐานสังเคราะห์

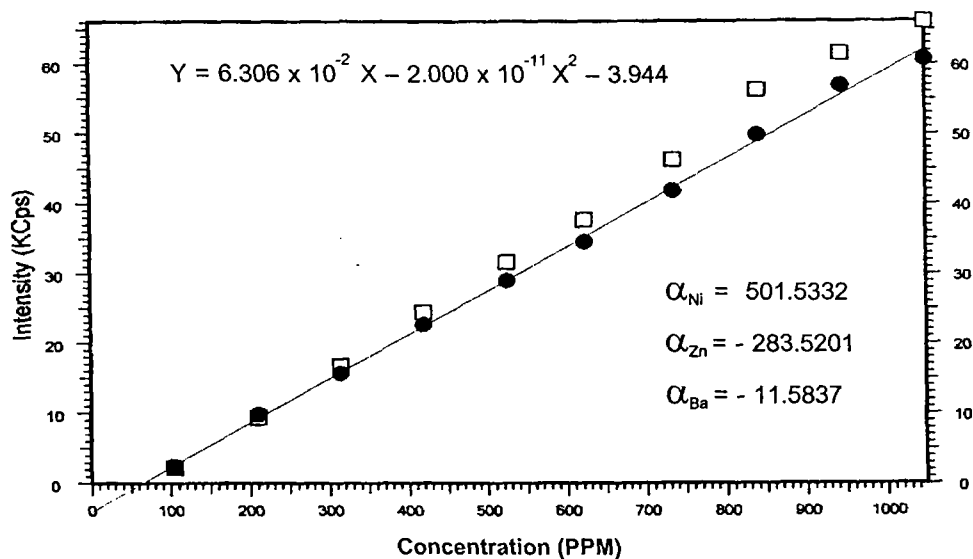
ผลจากการนำสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่เลือก S1-S10 ในข้อ 1.2 มาสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์เชิงปริมาณสำหรับธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ธาตุ คือ Ni Zn Sr และ Ba โดยนำมาวัดในโปรแกรม FQuant ด้วยเครื่อง WDXRFS ซึ่งต้องทำการเลือกเส้นสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ในแต่ละธาตุที่เหมาะสมสำหรับการสร้างกราฟเปรียบเทียบ แล้วทำการปรับค่าสัมประสิทธิ์ทั้งหลายที่เกี่ยวข้องดังที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 2.6.5 บทที่ 3 จะได้เส้นกราฟเปรียบเทียบดังภาพประกอบ 11-14



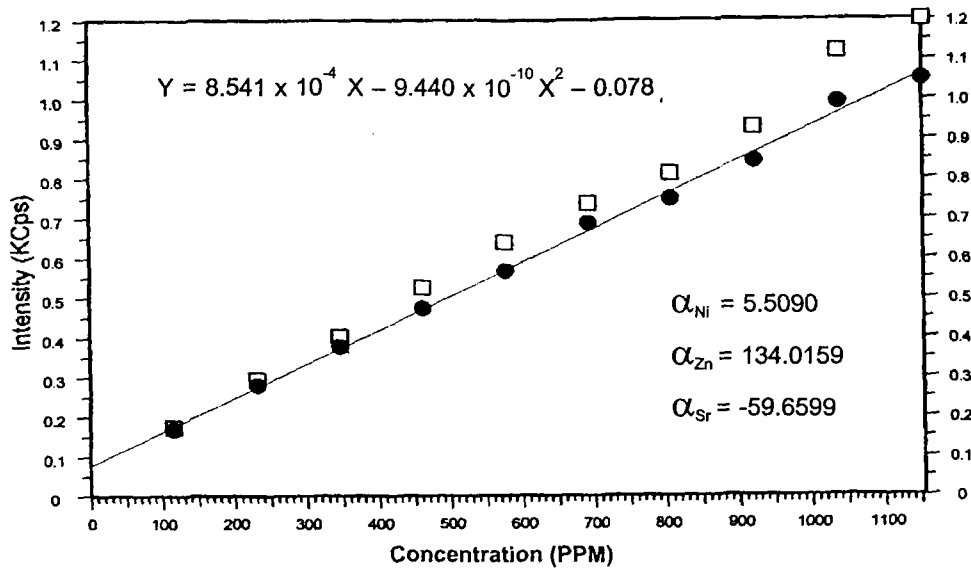
ภาพประกอบ 11 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุนิกเกิล (Nickel) Ni จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Ni $K_{\alpha 1}$ พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ เส้นรังสีเอกซ์จากธาตุที่ซ้อนทับและค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา โดย □ คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์สุทธิที่วัดได้ ● คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่แก้ไข



ภาพประกอบ 12 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุสังกะสี (Zinc) Zn จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Zn K α 1 พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ เส้นรังสีเอกซ์จากธาตุที่ซ้อนทับและค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา โดย □ คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์สุทธิที่วัดได้ ● คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่แก้ไข



ภาพประกอบ 13 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบสำหรับธาตุสตรอนเทียม (Strontium) Sr จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Sr K α 1 พร้อมกับแสดงสมการของกราฟเปรียบเทียบ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา โดย □ คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์สุทธิที่วัดได้ ● คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่แก้ไข



ภาพประกอบ 14 แสดงเส้นกราฟปรับเทียบสำหรับธาตุแบเรียม (Barium) Ba จากเส้นรังสีเอกซ์ของ Ba L_{α_1} พร้อมกับแสดงสมการของกราฟปรับเทียบ และค่าสัมประสิทธิ์แอลฟา โดย □ คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์สุทธิที่วัดได้ ● คือ ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่แก้ไข

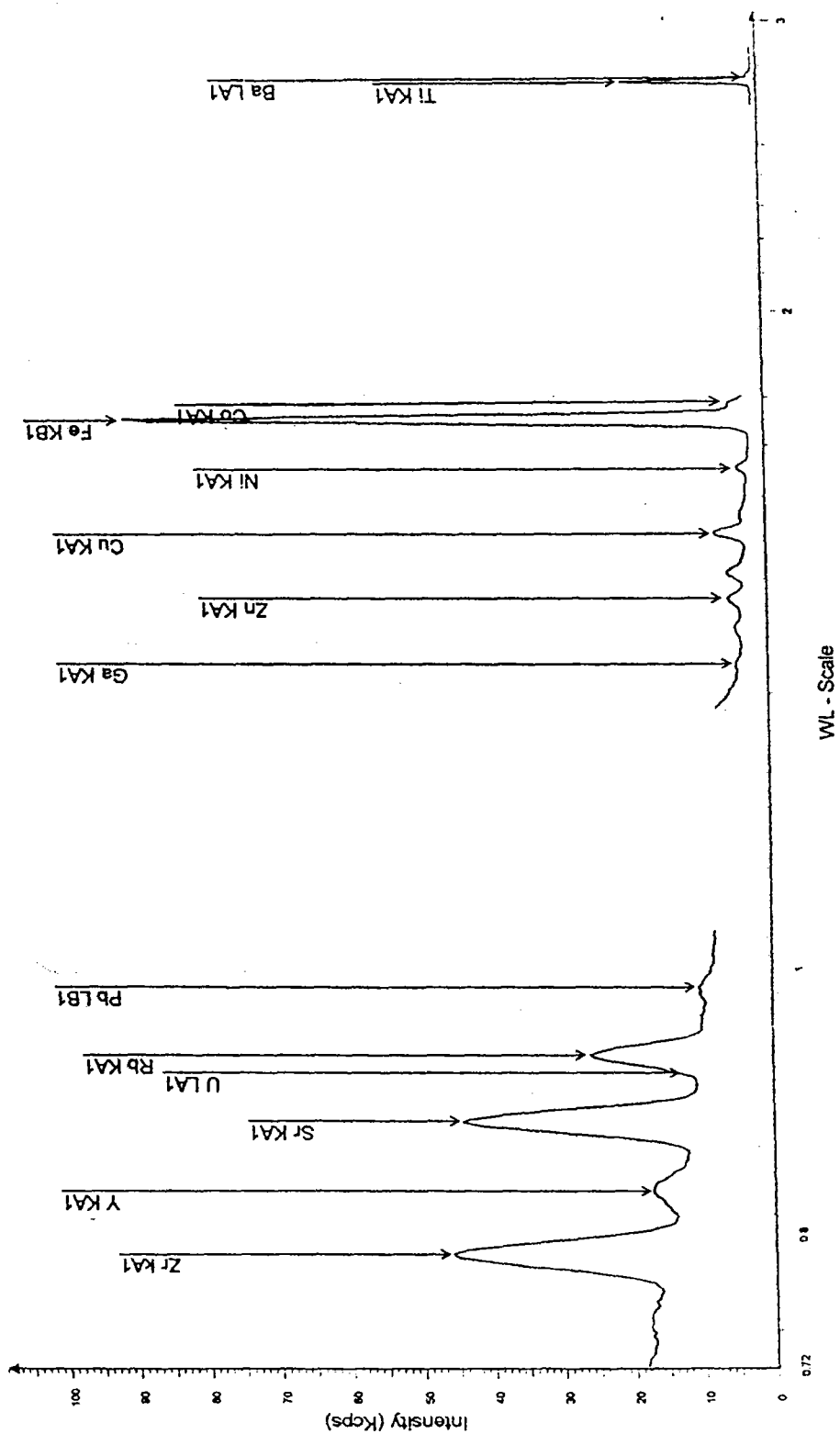
3. ผลการตรวจสอบความถูกต้องและความน่าเชื่อถือในการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้น

ผลการตรวจสอบความถูกต้องและความน่าเชื่อถือในการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ แสดงดังตาราง 14 ที่เป็นผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุน้อยๆ ของสารตัวอย่างดิน MD-1 จำนวน 1 ชั่งตัวอย่างด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ โดยเปรียบเทียบผลกับค่าที่ได้รับรองของสารตัวอย่าง MD-1 จากประเทศออสเตรเลียพร้อมกับเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานอ้างอิงนานาชาติจากงานปริญญานิพนธ์ของ วัชรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) และโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ ภาพประกอบ 15 แสดงสเปกตรัมของการวัดรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวัดสารตัวอย่าง MD-1 ในฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์นี้

ตาราง 14 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุน้อยๆ ของสารตัวอย่าง MD-1 โดยเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ในโปรแกรม FQuant กับค่าที่ได้รับการรับรองจาก Department of Geology , University of New South Wales พร้อมกับเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติจากปริญญานิพนธ์ของวัชรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) และโปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ

ธาตุ	AUS (ppm)	ฐานข้อมูลจาก สารมาตรฐานสังเคราะห์			ฐานข้อมูลจาก สารอ้างอิงมาตรฐาน นานาชาติ			โปรแกรม วิเคราะห์ เชิงกึ่งปริมาณ	
		ปริมาณ ความ เข้มข้น (ppm)	RE (%)	LLD (ppm)	ปริมาณ ความ เข้มข้น (ppm)	RE (%)	LLD (ppm)	ปริมาณ ความ เข้มข้น (ppm)	RE (%)
Ni	77.8	65.0	16.5	27.4	75.7	2.7	1.8	76.8	1.3
Zn	77.9	77.0	1.2	13.2	-	-	26.1	94.2	20.9
Sr	524.1	550.0	4.9	62.6	256.6	51.0	5.8	480.0	8.4
Ba	691.6	663.0	4.1	98.4	633.2	8.4	81.5	588.0	15.0

หมายเหตุ : AUS คือ ค่าที่ได้รับการรับรองจาก Department of Geology, University of New South Wales ประเทศออสเตรเลีย
 RE คือ ค่าความคลาดเคลื่อนเทียบกับค่าที่ได้รับการรับรอง
 LLD คือ ค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดของแต่ละธาตุโดยเครื่อง Bruker SRS 3400 WDXRFS สำหรับการวัดในเวลา 100 วินาที
 * ฐานข้อมูลจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติไม่สามารถวิเคราะห์ได้
 ** ค่า LLD ได้จากจุดตัดบนแกน x ที่เป็นแกนความเข้มข้นของปริมาณธาตุ



ภาพประกอบ 15 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ที่วาวจากสารตัวอย่าง MD-1 ชั้นที่ 1 ที่วัดโดยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ไนโปแกรม FQuant

บทที่ 5

สรุป อภิปราย และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดิน ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ได้ข้อสรุปดังนี้ คือ

1. หลักการในการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ช่วยให้การเตรียมชุดสารมาตรฐานสังเคราะห์ เพื่อใช้ในการสร้างฐานข้อมูลสำหรับวิเคราะห์ธาตุ Zn Sr และ Ba ที่มีอยู่ในสารตัวอย่างดิน MD-1 ในโปรแกรม FQuant มีความน่าเชื่อถือซึ่งดูจากผลการวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ ของ Zn Sr และ Ba ในสารตัวอย่างดิน MD-1 ด้วยฐานข้อมูลนี้ เปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติ การใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ และค่าที่ได้รับการรับรองจากประเทศออสเตรเลีย อยู่ในระดับที่น่าพอใจ และหลักการในการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ในงานนี้สามารถนำไปใช้ในการเตรียมชุดสารมาตรฐานสังเคราะห์เพื่อใช้ในการสร้างฐานข้อมูลสำหรับการวิเคราะห์สารชนิดอื่นๆ ในโปรแกรม FQuant ได้

2. การวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารตัวอย่างดิน MD-1 ด้วยฐานข้อมูลในโปรแกรม FQuant ที่ได้จากการนำสารมาตรฐานสังเคราะห์ 10 ชนิดตัวอย่างมาสร้างฐานข้อมูลที่มีเส้นกราฟเปรียบเทียบของธาตุปริมาณน้อยๆ 4 ธาตุนั้น ปรากฏว่าผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของธาตุ Zn มีความแม่นยำที่ดี โดยมีความคลาดเคลื่อนจากค่าที่ได้รับการรับรองต่ำกว่าร้อยละ 2 ส่วนธาตุ Sr และ Ba พบว่ามีความแม่นยำที่ดีพอสมควร โดยมีความคลาดเคลื่อนจากค่าที่ได้รับการรับรองอยู่ระหว่างร้อยละ 2-10

3. การวิเคราะห์ปริมาณธาตุ Ni ในสารตัวอย่าง MD-1 ปรากฏว่าผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นมีความแม่นยำที่ไม่ดีนัก โดยมีความคลาดเคลื่อนของปริมาณความเข้มข้นสูงกว่าร้อยละ 10 ขณะที่ผลการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติและการใช้โปรแกรมการวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณของธาตุนี้ได้ผลแม่นยำดีกว่าโดยมีความคลาดเคลื่อนต่ำกว่าร้อยละ 2 แต่ผลการวิเคราะห์ของอีก 3 ธาตุมีความแม่นยำที่ไม่ดีเท่าไรนัก

4. ขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดของธาตุทั้ง 3 ชนิดจาก 4 ชนิดในงานวิจัยนี้ มีค่าสูงกว่าค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดที่วิเคราะห์โดยใช้ฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติ

อภิปรายผลการทดลอง

ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุน้อยๆ 4 ชนิด คือ Ni Zn Sr และ Ba ที่ได้จากฐานข้อมูล ซึ่งสร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้พบว่าได้ผลเป็นที่น่าพอใจในระดับหนึ่ง โดยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นนำมาใช้วิเคราะห์ปริมาณธาตุน้อยๆให้มีความน่าเชื่อถือได้ดีเมื่อเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากฐานข้อมูลซึ่งสร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติและการใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ เนื่องจากสารมาตรฐานที่นำมาใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบเป็นสารสังเคราะห์ที่ได้จากการเตรียมโดยมีปริมาณธาตุต่างๆ ของสารมาตรฐานสังเคราะห์แต่ละชนิดตัวอย่างมีเนื้อสารที่ใกล้เคียงกับเนื้อสารของสารตัวอย่างดิน MD-1 นอกจากนี้เส้นกราฟเปรียบเทียบของธาตุทั้ง 4 ยังมีการกระจายของข้อมูลจากการทดลองที่มีค่าใกล้เคียงกันในพิสัยแคบๆ และครอบคลุมปริมาณความเข้มข้นของธาตุนั้นในสารตัวอย่างดิน MD-1 จึงทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้มีความแม่นยำค่อนข้างดีกว่าการใช้ฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติและการใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ

ในกรณีของการวิเคราะห์ปริมาณธาตุ Ni ที่ได้ผลการวิเคราะห์ไม่ดีเท่าที่ควร โดยผลการวิเคราะห์มีค่าความคลาดเคลื่อนสูงและค่าขีดจำกัดขั้นต่ำของการวัดสูงกว่าการวิเคราะห์ที่ได้จากฐานข้อมูลซึ่งสร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติและการใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณ แสดงให้เห็นว่าเส้นกราฟเปรียบเทียบของธาตุนี้นี้มีความน่าเชื่อถือไม่ดีเท่าไรนัก สาเหตุอาจมาจากสารประกอบนิเกิลไดไฮดรอกไซด์ในเตรด เฮกซะไฮดรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ที่นำมาเตรียมธาตุ Ni นี้พบว่าไม่เหมาะสมและสารประกอบนี้มีลักษณะเป็นก้อนที่ขึ้นทำให้ยากต่อการชั่งมวล จึงทำให้การชั่งมวลสารนี้ไม่ถูกต้องเพียงพอตามที่ได้

เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ธาตุ Ni Zn Sr และ Ba ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่สร้างขึ้นเอง พบว่าการวิเคราะห์ธาตุ Ni มีความแม่นยำน้อยที่สุดเนื่องจากสาเหตุดังที่กล่าวมาแล้ว สำหรับผลการวิเคราะห์ธาตุ Sr และ Ba มีค่าความแม่นยำน้อยกว่าธาตุ Zn อาจเกิดจากความผิดพลาดในการชั่งมวลของสารเคมีที่นำมาเตรียมปริมาณธาตุ Sr และปริมาณธาตุ Ba ในสารมาตรฐานสังเคราะห์ โดยสาเหตุมาจากสารประกอบสตรอนเทียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ที่นำมาเตรียมธาตุ Sr มีลักษณะการจับตัวเป็นก้อนเล็กทำให้ยากต่อการชั่ง ส่วนสารประกอบแบเรียมอะซิเตรด ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$) ที่นำมาเตรียมธาตุ Ba มีลักษณะเป็นผงละเอียดมากและเบาทำให้เกิดการฟุ้งกระจายได้ง่ายซึ่งมีผลต่อการสูญหายของมวล ในขณะที่สารประกอบซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่นำมาเตรียมธาตุ Zn มีลักษณะเป็นผงและไม่ฟุ้งกระจายจึงเกิดการสูญหายของมวลน้อยกว่าทำให้ผลวิเคราะห์ที่ได้มีความแม่นยำมากกว่า

สำหรับการตรวจสอบความถูกต้องและความน่าเชื่อถือในการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ได้ทำการวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่างดิน MD-1 เพียง 1 ชนิดตัวอย่าง

เท่านั้น เนื่องจากระหว่างการทดลองเกิดการชำรุดของหลอดรังสีเอกซ์ของเครื่อง WDXRFS ภายหลังการเปลี่ยนหลอดรังสีเอกซ์ได้มีการปรับค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้แก่หลอดรังสีเอกซ์ต่ำกว่าเดิมเพื่อรักษาสภาพของหลอดรังสีเอกซ์ให้มีอายุการใช้ที่ยาวขึ้นทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิเปลี่ยนแปลงไปจึงไม่มีการดำเนินการวัดสารตัวอย่างดิน MD-1 เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงต้องใช้ข้อมูลเฉพาะที่ทำก่อนเปลี่ยนหลอดรังสีเอกซ์ซึ่งมีเพียง 1 ชั้นตัวอย่างเท่านั้นที่วัดในฐานะข้อมูลที่สร้างจากสารมาตรฐานสังเคราะห์ในโปรแกรม FQuant และไม่สามารถตรวจสอบความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์ด้วยฐานข้อมูลเนื่องจากได้ทำการวัดสารตัวอย่าง MD - 1 เพียง 1 ชั้นตัวอย่างเท่านั้น แต่อย่างไรก็ตามจากการศึกษาผลการทดลองด้วยฐานข้อมูลที่สร้างจากสารอ้างอิงมาตรฐานนานาชาติของวชิรพงษ์ สังข์ศิริ (2545) ซึ่งทำการทดลองในโปรแกรม FQuant เช่นเดียวกันก็มีการวิเคราะห์ที่ให้ค่าค่อนข้างเที่ยงตรงดี จึงคาดหวังว่าการทดลองนี้ควรได้ผลที่คล้ายกัน ซึ่งถ้าจะทำการตรวจสอบจริงๆก็ย่อมทำได้ แต่นับว่าไม่คุ้มค่าใช้จ่ายเนื่องจากอาจทำให้หลอดรังสีเอกซ์ที่เปลี่ยนใหม่ซึ่งมีราคาแพงมากหมดอายุเร็วขึ้นหรือเสียหายได้ เพราะจะต้องทำการปรับค่ากระแสไฟฟ้าให้กับหลอดสูงขึ้นเท่ากับหลอดที่เสียไปก็จะได้ความเข้มของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิต่ำกว่าเดิมก่อน จึงจะนำไปใช้ในการวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่าง MD-1 อีก 4 ชั้นตัวอย่างด้วยฐานข้อมูลที่สร้างขึ้นได้ แต่อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าไม่ได้ดำเนินการในส่วนนี้และฐานข้อมูลที่มีอยู่ทั้งหมดในตอนต้นก่อนเปลี่ยนหลอดรังสีเอกซ์ไม่สามารถนำไปวัดและวิเคราะห์กับหลอดรังสีเอกซ์หลอดใหม่ในเครื่อง WDXRFS ขณะนี้ก็นับว่าการวิจัยในครั้งนี้มีประโยชน์ต่อการได้ศึกษาเทคนิคความเป็นไปได้และความน่าเชื่อถือของการเตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ ในสารมาตรฐานสังเคราะห์ โดยเป็นข้อมูลเบื้องต้นในการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ชนิดอื่นๆ เพื่อให้ได้สารมาตรฐานที่มีราคาถูกกว่าหรือสำหรับสารตัวอย่างบางประเภทที่ไม่สามารถหาสารอ้างอิงมาตรฐานที่มีเนื้อสารแบบเดียวกันได้ โดยนำเทคนิคนี้ไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ต่อไป แต่มีข้อจำกัดที่ว่าการเตรียมธาตุปริมาณน้อยๆ ที่มีปริมาณความเข้มข้นน้อยมากๆในระดับ ppm ด้วยสารเคมีโดยให้มีค่าแตกต่างกันหลายๆค่าทำได้ยากมาก และค่าเหล่านี้ต้องครอบคลุมค่าปริมาณความเข้มข้นโดยประมาณของธาตุนั้นในสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์เพื่อให้ได้กราฟเปรียบเทียบที่ดีและเหมาะสม นอกจากนี้ยังมีปัญหาเกี่ยวกับสารเคมีที่นำมาใช้เตรียมธาตุปริมาณน้อยๆบางชนิดมีลักษณะที่ไม่เหมาะสมที่จะนำมาเตรียมธาตุเหล่านั้น กล่าวคือสารเคมีบางชนิดมีลักษณะเป็นก้อนที่ขึ้นทำให้ยากต่อการชั่ง สารเคมีบางชนิดไม่สามารถเก็บไว้ในห้องที่อุณหภูมิปกติได้คือบางชนิดต้องเก็บไว้ในไนโตรเจนเหลว เป็นต้น

ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการใช้สารมาตรฐานสังเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของดิน ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น มีข้อเสนอแนะดังนี้

1. การเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์และสารตัวอย่าง เป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญอย่างยิ่งและจะต้องอาศัยความระมัดระวังมากในเรื่องการชั่งมวลสาร วิธีการผสมสารตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกัน การปั่นเปื้อน การบดสารตัวอย่าง การอัดสารตัวอย่างและความเรียบของผิวหน้าของสารตัวอย่าง ซึ่งสิ่งเหล่านี้จะทำให้ผลกระทบของเนื้อสารในสารตัวอย่างมีความแตกต่างกันและส่งผลต่อการสร้างฐานข้อมูลเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเป็นอย่างมาก

2. ในการนำผลการทดลองนี้ไปประยุกต์ใช้งานการเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ชนิดอื่นๆ เพื่อการวัดและวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณโดยวิธีการวาวรังสีเอกซ์ในงานวิจัยต่อไป ถ้าสามารถเลือกและหาสารเคมีที่จะนำมาเตรียมสารมาตรฐานสังเคราะห์ได้ควรเลือกใช้สารประกอบที่ไม่มีน้ำรวมตัวอยู่ด้วย ไม่มีลักษณะเป็นก้อนและไม่เบาเกินไป เพื่อลดปัญหาเรื่องความคลาดเคลื่อนจากการชั่งมวลและการสูญหายของมวลสาร โดยสิ่งเหล่านี้จะมีผลต่อค่าความเข้มข้นของปริมาณธาตุในสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ใช้ในการสร้างเส้นกราฟเปรียบเทียบซึ่งอาจทำให้เส้นกราฟเปรียบเทียบที่ได้ไม่ถูกต้องและจะส่งผลต่อการนำฐานข้อมูลไปใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเหล่านั้น

3. ในการเลือกเส้นรังสีเอกซ์ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ธาตุแต่ละธาตุในขั้นตอนการสร้างฐานข้อมูลการวิเคราะห์นั้น ควรศึกษาก่อนว่าเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุที่ทำการวิเคราะห์จะไม่เกิดการซ้อนทับด้วยเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุอื่นหรือมีความยาวคลื่นใกล้เคียงกันกับเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุอื่นๆ ที่มีอยู่ในสารมาตรฐานสังเคราะห์ เนื่องจากถ้าเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวออกมาจากธาตุที่ทำการวิเคราะห์และที่วาวออกมาจากธาตุอื่นๆ ที่ไม่ได้ทำการวิเคราะห์เกิดการซ้อนทับกัน จะทำให้ยากต่อการวิเคราะห์และความเข้มข้นรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นอาจจะมีค่าลดลงหรือมากกว่าความเป็นจริง

4. ในการเตรียมสารสังเคราะห์มาตรฐานสำหรับสารตัวอย่างชนิดอื่นๆ ในครั้งต่อไป ถ้าสามารถเตรียมได้ตามวิธีที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้ อาจลดจำนวนการเตรียมขึ้นตัวอย่างในทดสอบประสิทธิภาพของการชั่งและการผสมสารเคมีได้ และลดจำนวนการเตรียมขึ้นตัวอย่างสารมาตรฐานสังเคราะห์ที่ใช้ในการเลือกเป็นสารมาตรฐานสังเคราะห์ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบเพื่อลดเวลาในการทดลองและการใช้เครื่อง WDXRFs พร้อมกับลดความเสี่ยงในการใช้สารเคมีด้วย

5. จากผลการทดลองในครั้งนี้ อาจสรุปได้ว่าถ้าการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างที่สนใจไม่ต้องการความแม่นยำที่ต่ำกว่า 20% relative ก็ไม่จำเป็นต้องทำการวิเคราะห์เชิง

ปริมาณที่ต้องสร้างฐานข้อมูลจากสารมาตรฐานแบบนี้ การวิเคราะห์เชิงกึ่งปริมาณเป็นวิธีที่ควรนำมาใช้มากกว่าเพราะสามารถทำได้รวดเร็ว ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่ายต่าง ๆ อย่างไรก็ตามวิธีการทดลองในงานวิจัยนี้เหมาะสำหรับงานที่จำเป็นต้องการทราบค่าปริมาณความเข้มข้นของธาตุปริมาณน้อยๆ ที่มีความแม่นยำที่ดีเท่านั้น ถ้าต้องการทราบค่าปริมาณความเข้มข้นของธาตุหลักหรือธาตุรองในสารตัวอย่าง น่าจะใช้การเตรียมชิ้นตัวอย่างในลักษณะอื่นๆ เช่น การหลอมเป็นแก้วแทนการอัดเม็ด เนื่องจากสารตัวอย่างแบบอัดเม็ดจะได้รับผลกระทบของเนื้อสารต่อการวิเคราะห์ปริมาณธาตุหลักมากกว่าธาตุปริมาณน้อยๆ

บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. (2534). *พริ้นซิเพิล แอนด์ เทคนิก ออฟ อินสตรูเมนทอลส์ อนาไลซิส (Principle and Techniques of Instrumental Analysis)*. กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- วัชรพงษ์ สังข์ศิริ. (2545). *การวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุปริมาณน้อย ๆ ในสารตัวอย่าง ทางด้านธรณีวิทยาโดยวิธีการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจาย ความยาวคลื่น*. ปรินซิเพิล กศ.ม. กรุงเทพฯ : บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัย ศรีนครินทรวิโรฒ. ถ่ายเอกสาร.
- สมศักดิ์ แสงศิลา. (2539). *การวิเคราะห์ธาตุหลักและธาตุปริมาณน้อยในหินซิลิเกตโดยวิธี เอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์*. กรุงเทพฯ : กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม.
- สาหร่าย เล็กชะอุ่ม. (2536). *เอกซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (X-Ray Fluorescence Spectrometer)*. กรุงเทพฯ : ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สุนทรี ปัทมสุต. (2535). *เทคนิคการวิเคราะห์หาธาตุปริมาณน้อยในแร่ตระกูลไนโอเบียม-แทนทาลัม*. กรุงเทพฯ : กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม.
- Bertin, E.P. (1970). *Principles and Practice of X-Ray Spectrometer Analysis*. New Jersey : RCA Laboratories David Sarnoff Research Center Princeton.
- Broll, N., Caussin, P. & Peter, M. (1992). " Matrix Correction in X-Ray Fluorescence Analysis by the Effective Coefficient Method," *X-Ray Spectrometry*. (21) : 43-49.
- Bruker, AXS. (1999). *Introduction Tutorial Sample Preparation Catalog Reference*. Karlsruhe : Bruker Analysis X-Ray Systems.
- Buhrke, V.E., Jenkins, R. & Smith, D.K. (1998). *A Practical Guide for the Preparation of Specimens for X-Ray Fluorescence and X-Ray Diffraction Analysis*. USA : John Wiley & Sons.
- Gasques, J.A. and others. (1997). "Correction of Line interference in X-Ray Fluorescence Trace Analysis Application to Yttrium Determination in Silicate Rock," *X-Ray Spectrometry*. (26) : 272-274.
- Ochandio-Cardo, E., Sagrado, S. & Ramis-Ramos, G. (1998) "Systematic Procedure for the Preparation of Sets of Calibration standards for X-Ray Fluorescence Analysis of Ceramic Materials," *X-Ray Spectrometry*. (27) : 401-406.

- Schlottz, R. & Uhlig, S. (2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF)*.
Karlsruhe : Bruker Analysis X-Ray Systems.
- Scott, R.M. (1978). *Modern Methods for Trace Element Analysis*. ANN ARBOR
SCIENCE.
- Spangenberg, J. & Fontbote, L. (1994). "X-Ray Fluorescence Analysis of Base Metal
Sulphide and Iron-Manganese Oxide Ore Samples in Fused Glass Disc,"
X-Ray Spectrometer. (23) : 84-90.
- Whiston, C. (1991). *X-Ray Method*. London : ACOL.
- Williams, K.L. (1987). *An Introduction to X-Ray Spectrometry X-Ray Fluorescence and
Microprobe Analysis*. London : ALLEN & UNWIN.
- Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF spectrometry*. London ,
Ontario : University of Western Ontario Department of Earth Sciences
Publishing.

ประวัติย่อผู้วิจัย

ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ นางสาวพัชรนันท์ ชื่อสกุล เลี้ยงผาสุข
 เกิดวันที่ 2 เดือน มีนาคม พุทธศักราช 2507
 สถานที่เกิด อำเภอพระนครศรี จังหวัดกรุงเทพมหานคร
 สถานที่อยู่ปัจจุบัน 100/11 ถ.บ้านหม้อ ต.วังบูรพาภิรมย์ อ.พระนครศรี
 จ. กรุงเทพมหานคร 10200

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2525 มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนสตรีวัดอัมพวัน
 พ.ศ. 2529 กศ.บ. วิทยาศาสตร์ ฟิสิกส์ จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ปทุมวัน
 พ.ศ. 2546 กศ.ม. (วิชาเอกฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ