

บทที่ 4 การเตรียมและการวิเคราะห์ตัวอย่าง

การวิเคราะห์ตัวอย่างและการเตรียมตัวอย่าง

ในงานวิจัยนี้ วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างในห้องปฏิบัติการจะประกอบด้วย 3 เทคนิค คือ

- เทคนิค Gamma Spectrometry Analysis
- เทคนิค Alpha Spectrometry Analysis วิเคราะห์ที่ สถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติ
- เทคนิค Inductively-coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) วิเคราะห์ที่ National Institute of Radiological Sciences ประเทศ ญี่ปุ่น

4.1 การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ต้องการศึกษาจะแบ่งเป็นตัวอย่างดิน และตัวอย่างพืช ซึ่งในกระบวนการเตรียมตัวอย่างทั้งสองชนิดมีขั้นตอนดังนี้

4.1.1 ตัวอย่างดิน

1. ชั่งน้ำหนักเปียกของตัวอย่างดินเพื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักแห้งหลังอบตัวอย่าง
2. อบตัวอย่างดินในอุณหภูมิระหว่าง 100-150 °C จนตัวอย่างดินแห้งสนิท หลังจากนั้นทำการชั่งน้ำหนักแห้งของตัวอย่าง
3. บดตัวอย่างดินที่ได้ด้วยเครื่องบดตัวอย่างดังรูปที่ 4.1 และเตรียมตัวอย่างใส่ภาชนะปิดให้เหมาะสมกับเทคนิคที่จะใช้วิเคราะห์ หากต้องการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแกมมาสเปกโตรเมตรีให้ปิดภาชนะให้สนิทโดยใช้ซิลิโคนและเทปกาวฉีก ดังรูปที่ 4.2 ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 เดือน เพื่อให้เกิดภาวะสมดุลทางรังสีแล้วนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง Gamma Spectrometer



รูปที่ 4.1 เครื่องบดตัวอย่าง



ตัวอย่างพืช ผัก ผลไม้



ตัวอย่างดิน

รูปที่ 4.2 ตัวอย่างพืชผัก, ผลไม้ และตัวอย่างดินหลังจากปิดด้วยซิลิโคน

4.1.2. ตัวอย่างพืช

1. การเตรียมตัวอย่างพืชก่อนอบเพื่อนำไปชั่งน้ำหนักเปียก ซึ่งจะใช้เฉพาะส่วนที่นำไปบริโภคเท่านั้น ในที่นี้จะแบ่งออกเป็นพืชผล ผลไม้ และพืชผัก
 - พืชผล ได้แก่ พริก บวบ และถั่วฝักยาว ซึ่งจะต้องทำการล้างพืชผลให้สะอาด หั่นเป็นชิ้นก่อนอบ ในกรณีที่ตัวอย่างพืชผล มีส่วนของลำต้นติดมาด้วย จะแยกผลและลำต้นออกจากกันเอาเฉพาะส่วนที่ใช้ในการรับประทานมาเตรียมตัวอย่าง
 - ผลไม้ ได้แก่ สับปะรด และมะม่วง จะต้องล้างผลไม้ และหั่นเป็นชิ้นก่อนอบ เพื่อให้ตัวอย่างแห้งสนิท
 - พืชผัก ได้แก่ ผักเหติง ผักกูด กระเพรา ข่า ตะไคร้ ชิง ชะอม และข้าว ในกรณีของพืชผักจะแบ่งเป็นพืชผักที่มีเหง้า ไม่มีเหง้า และข้าว
 - พืชผักที่มีเหง้า ได้แก่ ชิง ข่า จะต้องล้างดินออกจากตัวอย่างให้สะอาด ตัดเอาเฉพาะส่วนที่เป็นเหง้ามาหั่นเป็นชิ้นๆ ก่อนนำไปอบ
 - พืชผักที่ไม่มีเหง้า ได้แก่ ผักเหติง ชะอม กระเพรา ตะไคร้ ผักกูด นำตัวอย่างไปล้างให้สะอาด เอาเฉพาะส่วนที่กินได้ แยกส่วนเป็นใบ และก้าน ก่อนนำไปอบ
 - ข้าวจะเอาเฉพาะส่วนที่เป็นเมล็ดข้าวทำการล้างให้สะอาดก่อนนำไปอบ
2. ชั่งน้ำหนักเปียกของตัวอย่างเพื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักแห้งหลังอบตัวอย่าง โดยนำตัวอย่างผึ่งลมให้แห้งก่อนชั่งตัวอย่างเปียก
3. อบตัวอย่างพืชในอุณหภูมิที่ประมาณ 50 °C จนตัวอย่างแห้ง หลังจากนั้นทำการชั่งน้ำหนักแห้งของตัวอย่าง

4. ตัดตัวอย่างให้มีขนาดเล็กง่ายต่อการบรรจุ (เนื่องจากตัวอย่างพืชมีลักษณะโครงสร้างค่อนข้างเหนียวไม่สามารถบดเป็นผงละเอียดได้)
5. เตรียมตัวอย่างใส่ภาชนะที่เหมาะสม, ซึ่งน้ำหนักของตัวอย่าง, หากต้องการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแกมมาสเปกโตรเมตรีให้ปิดภาชนะให้สนิทโดยใช้ซิลิโคนและเทปกาวฉนวน ดังรูปที่ 4.2 ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 เดือน เพื่อให้เกิดภาวะสมดุลทางรังสีแล้วนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง Gamma Spectrometer

4.2 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

4.2.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแกมมาสเปกโตรเมตรี (Gamma Spectrometry)

เทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์ความเข้มข้นจำเพาะและความแรงรังสีจำเพาะของ ^{226}Ra , ^{228}Ra และ ^{40}K ในตัวอย่างดิน และตัวอย่างพืชผักและผลไม้ สำหรับเทคนิคแกมมาสเปกโตรเมตรีในขั้นตอนการวิเคราะห์ธาตุต้องใช้ระยะเวลาค่อนข้างนานในขั้นตอนการรอให้เกิดสภาวะสมดุลทางกัมมันตรังสี และขั้นตอนในการนับวัดรังสี โดยระยะเวลาในขั้นตอนต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 4.1

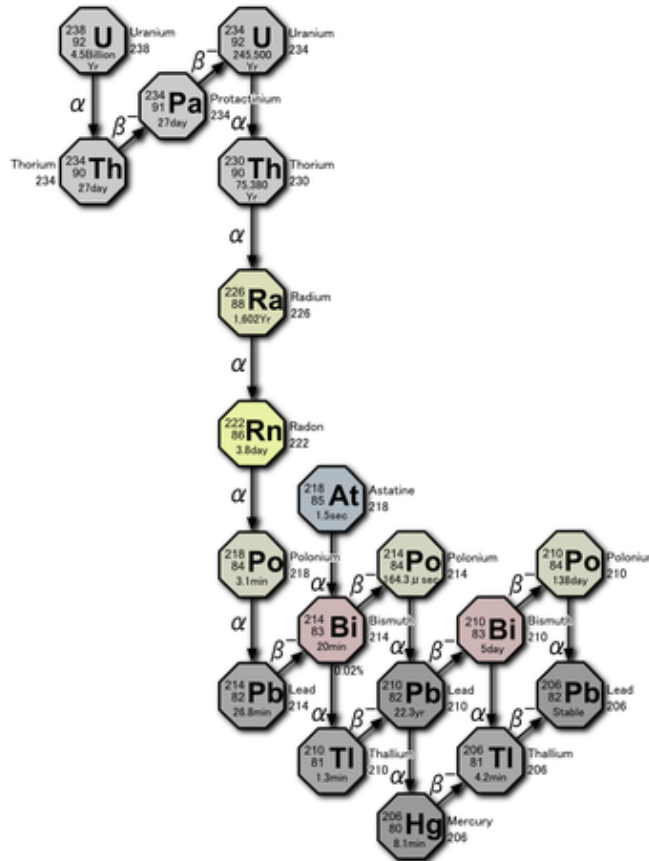
ตารางที่ 4.1 ระยะเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ต่อ 1 ตัวอย่าง โดยใช้เทคนิค Gamma Spectrometry

ชนิดของตัวอย่าง	ระยะเวลาที่ใช้ในแต่ละขั้นตอน		
	การเตรียมตัวอย่าง	รอให้เกิดสภาวะสมดุลทางกัมมันตรังสี	การนับวัดรังสี
ดิน	2 วัน	30 วัน	6-12 ชั่วโมง
พืช	7-9 วัน	30 วัน	24-48 ชั่วโมง

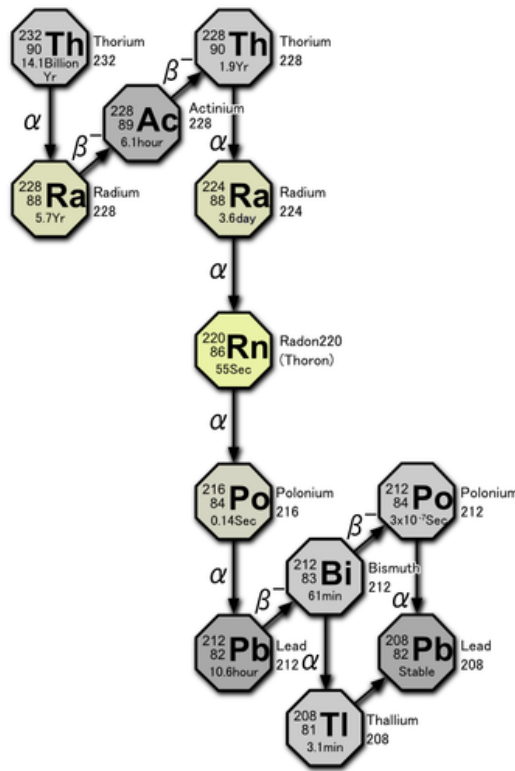


รูปที่ 4.3 เครื่อง Gamma Spectrometer

เครื่องแกมมาสเปกโตรมิเตอร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้เป็นเครื่องแกมมาสเปกโตรมิเตอร์ของบริษัท Canberra รุ่น GC 3021 หัววัดรังสีไฮเปอร์เพียวเจอร์มาเนียม (HPGe) โดยในการวิเคราะห์ ^{226}Ra , ^{228}Ra ของตัวอย่างจะวิเคราะห์ได้จากธาตุลูกของการสลายตัวของ ^{226}Ra คือ ^{214}Bi ที่พลังงาน 609 keV, ^{228}Ra คือ ^{228}Ac ที่พลังงาน 911 keV และ ^{40}K ที่พลังงาน 1,460 keV ดังแผนภาพการสลายตัวในรูปที่ 4.4-4.5



รูปที่ 4.4 การสลายตัวของ Uranium series



รูปที่ 4.5 การสลายตัวของ Thorium series

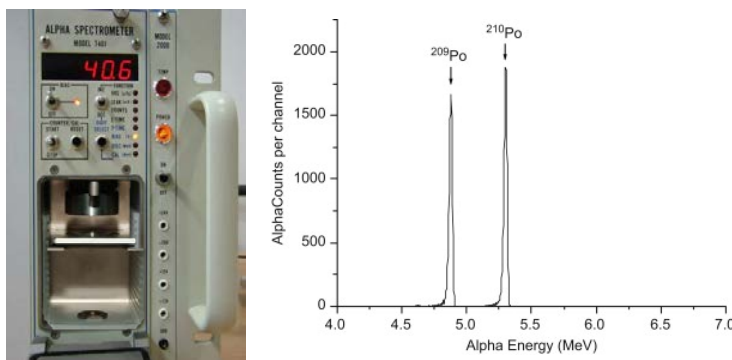
4.2.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอลฟาสเปกโตรเมตรี (Alpha Spectrometry)

ในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิคแอลฟาสเปกโตรเมตรีในการวิเคราะห์ความเข้มข้นรังสีของโพลonium-210 (Po-210) ในตัวอย่างดิน และพืช ผัก ผลไม้

ส่วนการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว-210 (Pb-210) ในตัวอย่างดินและตัวอย่างผักผลไม้ด้วยเทคนิคแอลฟาสเปกโตรเมตรีนั้น สามารถวัดเทียบได้จากการวิเคราะห์หาปริมาณโพลonium-210 (Po-210) ซึ่งเป็นนิวไคลด์หรือสารกัมมันตรังสีลูกของ Pb-210 เพราะเนื่องจากนิวไคลด์ทั้งสองนี้มีสมดุลกัมมันตรังสีแบบถาวร (Secular Equilibrium) โดยมีขั้นตอนในการวิเคราะห์ดังนี้

1. ชั่งตัวอย่างที่อบและบดจนได้ตัวอย่างที่เป็นเนื้อเดียวกันแล้ว 2-3 กรัม
2. เติมสารกัมมันตรังสีตัวติดตาม (Tracer) โพลonium-209 (Po-209) ลงในตัวอย่างที่ชั่งแล้ว
3. ย่อยสกัดตัวอย่างด้วยกรดเข้มข้น ได้แก่ กรดไนตริก (HNO₃) กรดเปอร์คลอริก (HClO₄) และกรดไฮดรอกลอริก (HCl)
4. ปั่นแยกชั้นตะกอนและชั้นสารละลายของตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้วด้วยเครื่องปั่นแยกสาร (Centrifuge) โดยเก็บชั้นสารละลายไว้เพื่อนำไปทำการวิเคราะห์ในขั้นต่อไป
5. นำชั้นสารละลายที่ได้ไประเหยจนแห้ง และละลายด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 1-2 โมลาร์ ปริมาตร 20-30 มิลลิลิตร

6. เติมกรดแอสคอร์บิคลงในสารละลายที่ได้ เพื่อป้องกันไม่ให้เหล็ก (Fe) ที่อาจมีอยู่ในสารละลายตัวอย่างไปเกาะเคลือบบนแผ่นเงิน
7. เตรียมแผ่นเงิน (Ag) ขนาด 1 x 1 เซนติเมตร หรือ 1.5 x 1.5 เซนติเมตร ชัดแผ่นเงินด้วยสารขัดผิวเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกจากผิวหน้าของแผ่นเงิน
8. ทำการเตรียมแผ่นตัวอย่าง (Alpha-emission source/disc) สำหรับนำไปวัดกัมมันตภาพรังสีจากโพลีเนียมที่มีอยู่ในตัวอย่าง โดยการวางหรือแขวนแผ่นเงินที่เตรียมจากในข้อที่ 7 ลงในสารละลายตัวอย่างที่ได้จากข้อที่ 6 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง
9. ล้างแผ่นตัวอย่างที่ได้ด้วยอะซิโตนและน้ำกลั่นตามลำดับ
10. นำแผ่นตัวอย่างที่ได้ไปวัดด้วยเครื่องแอลฟาสเปกโตรมิเตอร์ (PIPS Detector)



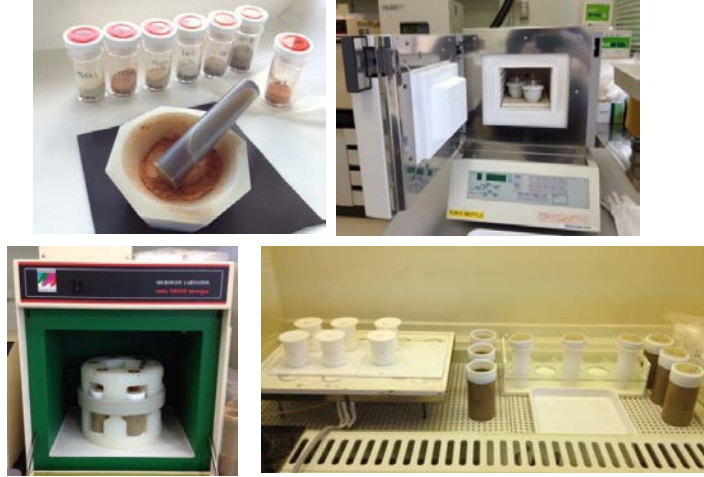
รูปที่ 4.6 ระบบวัดแอลฟาสเปกโตรมิเตอร์ และ พีคของโพลีเนียม-210

4.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณแร่ธาตุในตัวอย่างผักผลไม้ด้วยเทคนิค Inductively-coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS)

การเตรียมตัวอย่าง

- 1.1 นำตัวอย่างผักและผลไม้ที่เตรียมไว้มาไปอบอีกครั้งที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง จนได้น้ำหนักแห้งคงที่
- 1.2 บดตัวอย่างที่ผ่านการอบด้วยครกหยกสำหรับบดตัวอย่าง (Agate mortar) จนได้ตัวอย่างที่ละเอียดเป็นผงและเป็นเนื้อเดียวกัน
- 1.3 ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.25 กรัมใส่ลงในถ้วยเซรามิคสำหรับเผาตัวอย่าง (Crucible) จากนั้นนำตัวอย่างไปเผาในเตาเผา (Muffle furnace, Denken Co., Ltd., Japan) ที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง สารอินทรีย์ในตัวอย่างผักผลไม้จะถูกทำลายให้หมดไป เหลือแต่พวกโลหะหรือแร่ธาตุเท่านั้น
- 1.4 เติตัวอย่างที่ผ่านการเผาจนเป็นแก้วลงในภาชนะสำหรับย่อยตัวอย่าง (Digestion vessel) ที่ทำจากวัสดุประเภทพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) หรือ เทฟลอน จากนั้นเติมกรดไนตริกเข้มข้น 6 มิลลิลิตร กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตร และ กรดฟลูออริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร (HNO₃:HClO₄:HF = 3:0.5:1 โดยปริมาตร) โดยตัวอย่างจะถูกนำไปย่อยด้วยเครื่องย่อยตัวอย่างอัดโนมิติ (Closed-vessel microwave digestion, MLS-1200, Milestone, Italy) จนได้อยู่ในรูปสารละลายของเหลว

- 1.5 ทำการระเหยตัวอย่างที่ได้จากการย่อยจนแห้ง จากนั้นละลายตัวอย่างด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำบริสุทธิ์สูง (Ultrapure water) จนได้ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เก็บสารละลายตัวอย่างที่ได้ในขวดพอลิเอทิลีน เพื่อรอวิเคราะห์ด้วย Inductively-coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) ต่อไป

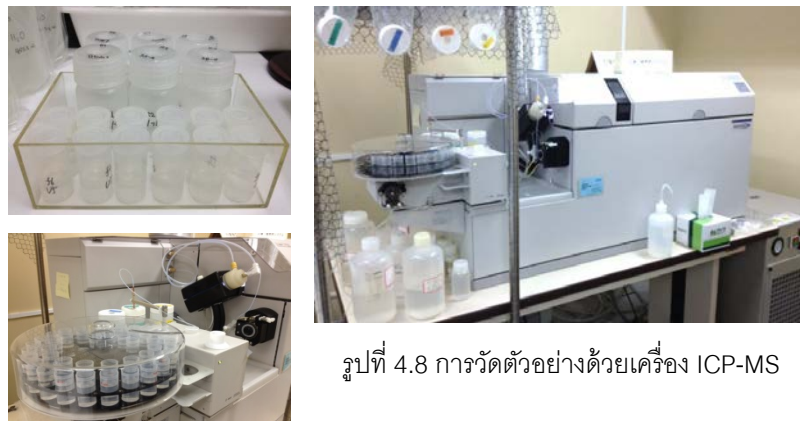


รูปที่ 4.7 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมตัวอย่างของเทคนิค ICP-MS

การตรวจวัด

- 1.6 เตรียมตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการย่อยโดยการเจือจางตัวอย่าง 100 เท่า ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 3% และใช้เติมสารละลายโรเดียมเพื่อใช้เป็นสารมาตรฐานภายใน (Internal standard)
- 1.7 เตรียมสารละลายมาตรฐาน XSTC-13 (SPEX Industries Inc., USA) ที่ความเข้มข้น 50, 100, 500, 1000 และ 2500 ppt เพื่อใช้ในการทำกราฟความเข้มข้นมาตรฐาน (Calibration curve) สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง ICP-MS
- 1.8 ทำการวัดความเข้มข้นของธาตุ โคโรเนียม แมงกานีส โคบอลต์ นิกเกิล สารหนู แคดเมียม ตะกั่ว ทอเรียม และยูเรเนียม ในสารละลายตัวอย่างด้วยเครื่อง ICP-MS (Agilent-7500a) ที่ขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection limit) 0.01-0.003 ไมโครกรัมต่อลิตร

ในการตรวจสอบความถูกต้องและความแม่นยำสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วย ICP-MS สามารถทำได้โดยการนำวัสดุอ้างอิง (Certified reference material) มาทำการเตรียมตัวอย่างและตรวจวัดด้วยวิธีการเดียวกันกับตัวอย่างผักผลไม้ และนำค่าที่ได้ไปใช้ประกอบการคำนวณหาความเข้มข้น



รูปที่ 4.8 การวัดตัวอย่างด้วยเครื่อง ICP-MS