

การวิเคราะห์ยูเรเนียมและทอเรียมในน้ำทิ้ง ของศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายากโดยเทคนิคไอซีพี

พิพัฒน์ พิเชษฐพงษ์* และ อุทัยวรรณ อินทร์เจริญ

กลุ่มวิจัยและพัฒนานิวเคลียร์ สถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติ

โทรศัพท์ 0 2562 0120 โทรสาร 0 2579 5230 ต่อ 4413 E-Mail: pipat@oaep.go.th

บทคัดย่อ

ได้ทำการศึกษาและวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมและทอเรียม ในตัวอย่างน้ำทิ้งของศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก ซึ่งเป็นหน่วยงานที่ดำเนินการแปรสภาพแร่โมนาไซด์ เพื่อแยกยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายากให้มีความบริสุทธิ์ ตัวอย่างน้ำมาจากบ่อกักเก็บน้ำทิ้งของศูนย์วิจัยฯ รวมถึงตัวอย่างน้ำจากคลองในบริเวณรอบศูนย์วิจัยฯ ในการวิเคราะห์โดยใช้ไอซีพี ได้ใช้เทคนิคการเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นลงในตัวอย่างควบคุมไปกับการวิเคราะห์ พบว่าความเข้มข้นของยูเรเนียมและทอเรียมในตัวอย่างน้ำทิ้งมีค่าสูงถึง 3028 ± 11 และ 439 ± 7 พีพีบี ตามลำดับ โดยตัวอย่างน้ำทิ้งมีความเข้มข้นของยูเรเนียมและทอเรียมสูงกว่าตัวอย่างน้ำในคลอง

คำสำคัญ: ยูเรเนียม ทอเรียม ไอซีพี ศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก

Analysis of Uranium and Thorium in Waste Water from Rare Earth Research and Development by ICP Spectrometry

Pipat Pichestapong* and Uthaiwan Injareon

Research and Development Division, Thailand Institute of Nuclear Technology

Phone: 66 2562 0120, Fax: 66 2579 5230 Ext 4413, E-Mail: pipat@oaep.go.th

Abstract

Waste water from Rare Earth Research and Development Center (RRDC) was analyzed to determine uranium and thorium concentration using ICP spectrometry. RRDC processes monazite ore to separate uranium, thorium and rare earth elements from the ore. Water samples from the ditch surrounding the center and from the canal nearby were also analyzed. Matrix spike technique was applied in this analysis. It was found that the highest concentration of uranium and thorium in the waste water samples were 3028 ± 11 and 439 ± 7 ppb, respectively. The concentration of uranium and thorium in the waste water samples were higher than those in water samples from the ditch and canal.

Keywords: Uranium, Thorium, ICP, Rare Earth Research and Development Center

คำนำ

ศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก เดิมเป็นหน่วยงานในสังกัดสำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ มีลักษณะเป็นโรงทดลองในการดำเนินการแปรสภาพแร่โมนาไซต์ด้วยด่าง เพื่อแยกยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายากจากแร่ออกมา ในการดำเนินการของศูนย์วิจัยฯ จึงมีความเป็นไปได้ที่น้ำทิ้งจากกระบวนการผลิตจะปนเปื้อนด้วยยูเรเนียมและทอเรียม ทั้งนี้ศูนย์วิจัยฯ มีระบบการบำบัดน้ำทิ้งที่เป็นระบบปิด โดยมีการปรับสภาพน้ำทิ้งให้เป็นกลาง เพื่อให้ยูเรเนียมและทอเรียมที่อาจละลายอยู่ในน้ำตกเป็นตะกอนแยกออกมา จากนั้นปล่อยส่วนที่เป็นน้ำลงในบ่อกักเก็บน้ำทิ้ง ซึ่งมีอยู่จำนวน 6 บ่อ เพื่อให้ น้ำมีการระเหยแห้งไปเอง โดยไม่มีการปล่อยน้ำออกไปสู่สิ่งแวดล้อมภายนอก¹ ทั้งนี้ยังมีบ่อฉุกเฉินอีก 1 บ่อ สำหรับรองรับน้ำทิ้งที่อาจล้นออกมาจากบ่อต่างๆ การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมและทอเรียมที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำทิ้ง จะช่วยให้ได้ข้อมูลสำหรับนำมาใช้ในการควบคุมดูแลการบำบัดน้ำทิ้ง รวมทั้งการควบคุมดูแลกระบวนการผลิตของศูนย์วิจัยฯ เพื่อลดการปนเปื้อน และการสูญเสียของยูเรเนียมและทอเรียม

งานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาวิธีวิเคราะห์ยูเรเนียมและทอเรียม ที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำทิ้งของศูนย์วิจัยฯ โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ไอซีพีสเปกโทรเมตรีที่ศูนย์วิจัยฯ มีอยู่ เพื่อให้ได้ผลวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำ และเชื่อถือได้ รวมทั้งการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำในคลองรอบศูนย์วิจัยฯ เพื่อตรวจสอบการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมด้วย

วิธีการ

เก็บตัวอย่างน้ำทิ้งของศูนย์วิจัยฯ โดยเก็บจากบ่อกักเก็บน้ำทิ้งจำนวน 5 บ่อ (EP1, EP2, EP3, EP4 และ EP6) และบ่อฉุกเฉิน 1 บ่อ (EMP) รวมตัวอย่างน้ำทิ้งทั้งหมด 6 ตัวอย่าง เก็บตัวอย่างน้ำในคูน้ำรอบศูนย์วิจัยฯ ด้านข้าง (DTE) และด้านหลัง (DTB) ที่อยู่ใกล้บ่อบำบัดน้ำทิ้ง จำนวน 2 ตัวอย่าง และเก็บตัวอย่างน้ำในคลองห้าซึ่งอยู่ห่างจากศูนย์วิจัยฯ ออกไปประมาณ 1 กิโลเมตร จำนวน 1 ตัวอย่าง (CN5) รวมตัวอย่างน้ำทิ้งและน้ำในคูคลองรอบศูนย์วิจัยฯ ทั้งหมด 9 ตัวอย่าง

ได้ดำเนินการเก็บตัวอย่างน้ำ 2 ชุด ในเดือนเมษายน และ เดือนพฤษภาคม 2550 ในการเก็บตัวอย่างและการเตรียมตัวอย่างแต่ละครั้ง ได้ดำเนินการตามวิธีการมาตรฐาน 200.2 ของสำนักงานสิ่งแวดล้อมสหรัฐอเมริกา (USEPA)^{2,3} ซึ่งเป็นการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ธาตุโดยวิธีสเปกโทรเคมี ตัวอย่างน้ำที่เก็บมาแล้ว ต้องนำมารักษาสภาพโดยการเติมด้วยกรดไนตริกและกรดเกลือ ให้ค่า pH ต่ำกว่า 2 ตัวอย่างน้ำที่มีตะกอนปนอยู่บ้าง ต้องนำมาเติมกรดและต้มที่อุณหภูมิประมาณ 85°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อลดปริมาณตะกอนลง และนำไปกรองก่อนนำไปเข้าเครื่องวิเคราะห์

เครื่องวิเคราะห์ไอซีพีสเปกโทรเมตรีที่ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ เป็นเครื่อง Optima รุ่น 5300 DV ของ Perkin Elmer⁴ สารละลายมาตรฐานของยูเรเนียม และทอเรียม สำหรับการปรับเทียบมาตรฐาน ใช้สารละลายความเข้มข้น 1000 ppm ของ Accustandard

ในการวิเคราะห์ ได้หาขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection Limit) ยูเรเนียม และทอเรียม โดยการวัดตัวอย่างเปล่า (Blank) ซึ่งเป็นสารละลาย 1% HNO_3 ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง ทำการวัดจำนวน 10 ครั้ง และใช้ค่า 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่วัดได้ เป็นค่าขีดจำกัดการตรวจวัด

ได้ดำเนินการตรวจวัดในเบื้องต้น พบว่าในบางตัวอย่างมีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียมสูงถึง 3000 ppb ในขณะที่บางตัวอย่างมีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียมต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัด ในการวิเคราะห์นี้ จึงได้ตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์ โดยการเติมสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นลงในตัวอย่าง (Matrix Spike) ควบคู่ไปกับการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมต่ำ ด้วยการเติมสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม และทอเรียมความเข้มข้น 500 ppb จำนวน 1 cc ในตัวอย่าง 9 cc เพื่อให้ตัวอย่างมีความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมเพิ่มขึ้นประมาณ 50 ppb ส่วนตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมสูง จะมีการตรวจสอบโดยการเจือจางตัวอย่างด้วยกรด 1% HNO_3 ในอัตราส่วน 4:1 3:2 และ 2:5 ตามลำดับ แล้วนำมาวัดเปรียบเทียบกัน ได้ดำเนินการวิเคราะห์ซ้ำ 3 ครั้งสำหรับทุกตัวอย่าง กราฟการเทียบมาตรฐาน (Calibration Curve) สำหรับการวิเคราะห์ สร้างขึ้นจากสารละลายมาตรฐานผสมกันของยูเรเนียม และทอเรียม ในช่วงความเข้มข้นที่ทำการวิเคราะห์

ผลการทดลอง

ในการวิเคราะห์ยูเรเนียม และทอเรียมโดยเทคนิคไอซีพี ได้เลือกความยาวคลื่น 385.958 และ 283.730 nm สำหรับการวิเคราะห์ยูเรเนียม และทอเรียมตามลำดับ พบว่าขีดจำกัดการตรวจวัดยูเรเนียมมีค่า 50 ppb ส่วนขีดจำกัดการตรวจวัดทอเรียมมีค่า 10 ppb ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำทั้งสองชุด แสดงในตารางที่ 1 ตัวอย่างน้ำทั้งในบ่อที่ 1 (EP1) มีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียม สูงที่สุด คือ 3028 ± 11 และ 439 ± 7 ppb ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำทั้งทั้งสองชุด มีความสอดคล้องกัน โดยน้ำทั้งในตัวอย่างชุดที่ 2 มีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมต่ำกว่าน้ำทั้งในตัวอย่างชุดที่ 1 เนื่องจากมีฝนตกลงมา ทำให้น้ำทั้งในบ่อเจือจางลง ตัวอย่างน้ำทั้งชุดที่ 2 จึงมีความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมลดลงมา ในบ่อที่ 4 บ่อที่ 6 และบ่อนุกลิน (EP4, EP6 และ EMP) มีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมค่อนข้างต่ำ โดยบางตัวอย่างมีค่าความเข้มข้นของยูเรเนียม < 50 ppb ซึ่งต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัด และมีความเข้มข้นของทอเรียม 39 - 80 ppb ส่วนตัวอย่างน้ำในकुคลองมีความเข้มข้นของยูเรเนียมต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัดทั้งหมด และมีความเข้มข้นของทอเรียมในช่วง 45 - 89 ppb

Table 1 Concentration of uranium and thorium in waste water and water samples from Rare Earth Research and Development Center by ICP spectrometry.

Sample code	Sample set 1		Sample set 2	
	U (ppb)	Th (ppb)	U (ppb)	Th (ppb)
EP1	3028 ± 11	439 ± 7	2363 ± 22	385 ± 3
EP2	909 ± 12	106 ± 3	337 ± 2	73 ± 1
EP3	219 ± 3	64 ± 5	69 ± 4	30 ± 1
EP4	< 50	38 ± 2	< 50	39 ± 2
EP6	106 ± 3	37 ± 1	< 50	80 ± 6
EMP	83 ± 5	48 ± 2	< 50	45 ± 2
DTE	< 50	87 ± 3	< 50	71 ± 1
DTB	< 50	73 ± 5	< 50	89 ± 2
CN5	< 50	53 ± 3	< 50	45 ± 2

ผลการวิเคราะห์โดยการเติมสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้น ลงในตัวอย่างน้ำทิ้งจำนวน 5 ตัวอย่าง (EP1, EP2, EP3, EP4 และ EP6) ได้แสดงในตารางที่ 2 เมื่อคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างสัมพัทธ์ (relative percent difference) แล้ว พบว่า ผลการวิเคราะห์ยูเรเนียม อยู่ในช่วง

Table 2 Concentration of uranium and thorium in waste water samples before and after matrix spike.

Sample code	U				Th			
	C _O (ppb)	C _A (ppb)	RPD (%)	% spike recovery	C _O (ppb)	C _A (ppb)	% RPD	% spike recovery
EP1*	112	137	-9.15	72.4	20	76	11.76	116.0
EP2 *	67	120	8.79	119.4	15	68	7.09	109.0
EP3	69	114	1.69	103.8	30	92	19.48	130.0
EP4	34	81	0.50	100.8	39	104	22.21	137.8
EP6	33	88	10.41	116.6	37	52	-37.58	37.4

EP1* = sample EP1 diluted 20 times ; EP2* = sample EP2 diluted 5 times

C_O = concentration of sample before spike ; C_A = concentration of sample after spike

RPD = relative percent difference

ที่ยอมรับได้ คือ $\pm 20\%$ ส่วนผลการวิเคราะห์ทอเรียมบางตัวอย่างอยู่นอกช่วง $\pm 20\%$ เช่นเดียวกับค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับของสารที่เติม (Spike Recovery) พบว่าของยูเรเนียมเกือบทุกตัวอย่างอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ คือ $100 \pm 25\%$ ส่วนของทอเรียมหลายตัวอย่างยังอยู่นอกช่วงนี้

สำหรับผลการวิเคราะห์ โดยการเจือจางตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียมสูง จำนวน 2 ตัวอย่าง คือ EP1 และ EP2 พบว่าผลการวิเคราะห์มีความใกล้เคียงสอดคล้องกันมาก ดังแสดงในตารางที่ 3 ซึ่งค่าความเข้มข้นของยูเรเนียม และทอเรียม ที่วัดได้สำหรับการเจือจางในแต่ละอัตราส่วน มีความแตกต่างกันอยู่ในช่วง $\pm 10\%$ เท่านั้น

Table 3 Concentration of uranium and thorium in waste water samples with dilution test.

Sample code	Dilution ratio	U		Th	
		Conc. (ppb)	% diff.	Conc. (ppb)	% diff.
EP1	-	3028		439	
	4 : 1	2880	-4.89	454	3.42
	3 : 2	2901	-4.19	464	5.69
	2 : 3	3005	-0.76	480	9.34
EP2	-	909		106	
	4 : 1	849	-6.60	99	-6.60
	3 : 2	856	-5.83	103	-2.83
	2 : 3	918	0.99	114	7.55

บทวิจารณ์และสรุปผล

ในการวิเคราะห์ยูเรเนียมและทอเรียม ในน้ำทิ้งของศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายากนี้ พบว่าน้ำทิ้งในบ่อที่ 1 และ 2 มีปริมาณยูเรเนียมและทอเรียม สูงกว่าบ่ออื่นๆ เนื่องจากมีการใช้บ่อทั้งสองนี้รองรับน้ำทิ้งจากหน่วยที่มีการปฏิบัติงานเกี่ยวกับการแยกยูเรเนียมและทอเรียม จึงมีการสะสมของยูเรเนียมและทอเรียมในบ่อดังกล่าว ในขณะที่บ่ออื่นๆ ซึ่งใช้รองรับน้ำทิ้งจากหน่วยที่มีการปฏิบัติงานเกี่ยวกับการแยกธาตุหายาก จะมีปริมาณยูเรเนียมและทอเรียมปะปนอยู่น้อยมาก โดยเกือบทั้งหมดมีค่าไม่เกิน 100 ppb และปริมาณยูเรเนียมในน้ำทิ้งบางบ่อรวมทั้งในน้ำจากกัลดองรอบศูนย์วิจัยฯ มีค่าต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่องวิเคราะห์นี้

จากการตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์ โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นลงในตัวอย่าง และวิธีการเจือจางตัวอย่าง พบว่าผลการวิเคราะห์ยูเรเนียมมีความคลาดเคลื่อนอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ส่วนผลการวิเคราะห์ทอเรียมในบางตัวอย่าง ยังมีความคลาดเคลื่อนสูงกว่าเกณฑ์ที่ยอมรับได้ เนื่องจากน้ำทิ้งในบางตัวอย่างมาจากบ่อที่มีการสะสมของธาตุหายากและธาตุอื่นที่เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย ซึ่งหากมีการสะสมอยู่ในปริมาณมากพอ ก็จะสามารถมีผลต่อการวิเคราะห์ยูเรเนียมและทอเรียมได้ จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมถึงผลกระทบต่อการวิเคราะห์นี้ต่อไป

ในการวิเคราะห์ยูเรเนียมและทอเรียมโดยเทคนิคไอซีพีนี้ จิตจำกัดของการวิเคราะห์ยูเรเนียมมีค่าสูงกว่าของทอเรียม แต่การวิเคราะห์ทอเรียมที่ปริมาณต่ำ มีความคลาดเคลื่อนสูงกว่าของยูเรเนียม ซึ่งอาจมาจากผลกระทบของธาตุอื่นๆ ที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในน้ำทิ้ง

เอกสารอ้างอิง

1. สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ 2539 “ศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก”
2. EPA/600/R-94/111, 1994. Method 200.2 Sample Preparation Procedure for Spectrochemical Determination of Total Recoverable Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma / Atomic Emission Spectrometry.
3. Tatro M. E., 2000. Optical Emission Inductively Coupled Plasma in Environmental Analysis, Encyclopedia of Analytical Chemistry, John Wiley & Sons Ltd.
4. Perkin Elmer, Inc. 2006. “Optima 5300 DV ICP-OES System”