

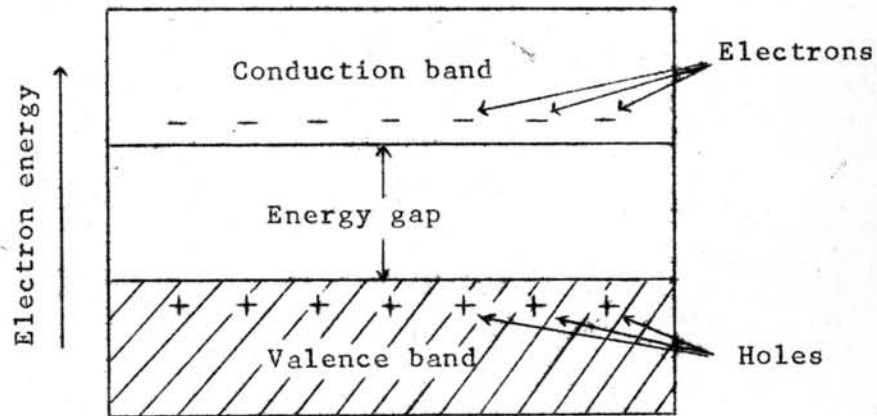
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง



3.1 เครื่องแกมมาสเปกโตรมิเตอร์แบบวัสดุกึ่งตัวนำ

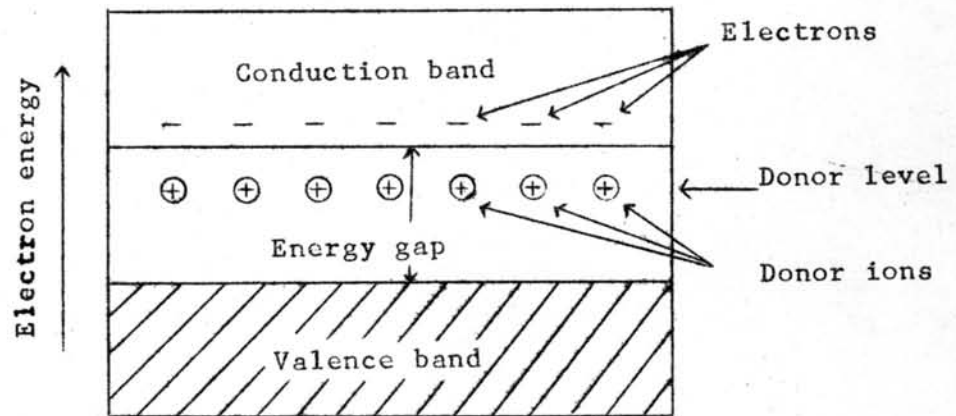
3.1.1 วัสดุกึ่งตัวนำ (Semiconductor)

ธาตุที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่สำคัญได้แก่ซิลิคอน (Si) และเจอร์เมเนียม (Ge) ธาตุทั้งสองอยู่ในหมู่ที่ 4 ของตารางธาตุ ซึ่งธาตุที่อยู่ในหมู่นี้จะมีวาเลนซ์ 4 การจับตัวของอะตอมของซิลิคอนหรือเจอร์เมเนียมจะเป็นแบบโควาเลนต์ (covalent bond) ในสภาวะเช่นนี้พลังงานของอิเล็กตรอนที่อยู่ใน covalent bond เสมือนกับอยู่ใน Valence band (V.B.) เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอิเล็กตรอนที่อยู่ใน covalent bond จะได้รับพลังงานเพิ่มและหลุดออกไปจาก bond เคลื่อนที่ได้เป็นอิสระไปมาในของแข็งได้ สภาวะนี้ก็เป็นสภาวะที่อิเล็กตรอนได้รับพลังงานเพิ่มและกระโดดจาก V.B. ไปยัง Conduction band (C.B.) ซึ่งแถบพลังงานทั้งสองห่างจากกันด้วยขนาดของ Energy gap (E_g) energy state ใน V.B. ซึ่งอิเล็กตรอนตัวที่ขึ้นไปอยู่ใน C.B. ทั้งเอาไว้จะมีอิเล็กตรอนตัวอื่นใน V.B. เคลื่อนที่เข้าไปแทนได้ การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนใน V.B. เข้าไปยัง empty energy state มองคล้ายกับว่า empty energy state เคลื่อนที่ได้ที่เราเรียก empty energy state ใน V.B. นี้ว่าโฮล (hole) การที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้ามาแทนที่โฮลในทิศทางใดก็เหมือนกับโฮลเคลื่อนที่ออกไปในทิศทางตรงข้ามมองคล้ายกับว่าโฮลเป็นประจุไฟฟ้าบวก เราสามารถเขียนเป็นลักษณะของแถบพลังงานดังรูปที่ 3.1 สำหรับซิลิคอนและเจอร์เมเนียมมีค่า E_g เท่ากับ 1.1 eV และ 0.6 eV ตามลำดับ (8)



รูปที่ 3.1 แสดงแถบพลังงานของวัสดุกึ่งตัวนำ

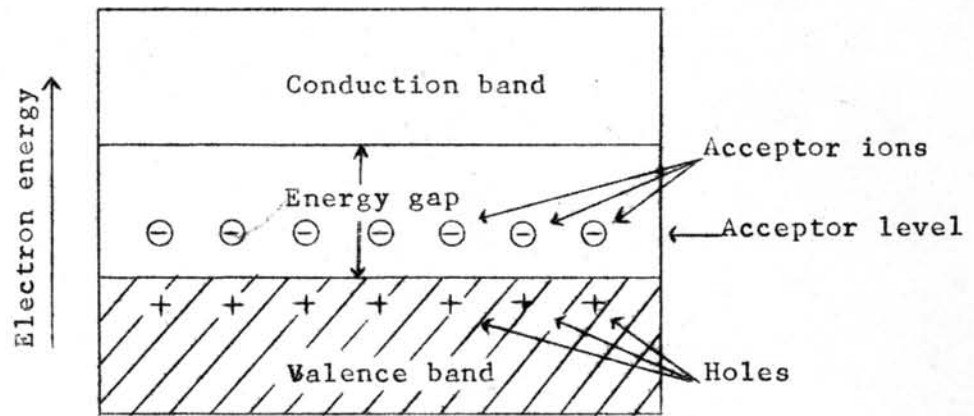
ถ้าเติมอะตอมของธาตุอื่นให้แก่ semiconductor โดยการใส่อะตอมของธาตุที่อยู่ในหมู่ที่ 5 ของตารางธาตุ เช่น ฟอสฟอรัส สารหนู พลวง และบิสมัท ซึ่งมีวาเลนซ์ 5 ลงไปในอัตราส่วนประมาณหนึ่งต่อล้าน อะตอมของธาตุที่ใส่เข้าไปเรียกว่า impurity atom จะมีอิเล็กตรอนเหลือหนึ่งตัวจากการจับ bond ซึ่งถูกคุกคามโดย impurity atom อย่างเพียงเล็กน้อย อิเล็กตรอนตัวที่เกินนี้พร้อมที่จะหลุดออกจากแรงดึงดูดของ impurity atom เมื่อได้รับความร้อน เมื่อหลุดออกไปแล้ว ก็จะเคลื่อนที่ได้เป็นอิสระตัวหนึ่งซึ่งเป็น conduction electron impurity อะตอมซึ่งเสียอิเล็กตรอนไปก็จะเป็น positive ion แต่ไม่สามารถจะเคลื่อนที่ได้ จึงนำไฟฟ้าไม่ได้เพราะถูกจับไว้ด้วย covalent bond 4 bond กับ semiconductor อะตอมอีก 4 ตัว เราเรียก impurity atom ซึ่งให้ประจุไฟฟ้าลบที่เคลื่อนที่ได้แก่ semiconductor atom ว่า donor และเรียก semiconductor ชนิดนี้ว่า n-type semiconductor สามารถเขียนเป็นแถบพลังงานได้ดังรูปที่ 3.2 ค่าของ E_g สำหรับซิลิคอนและเจอร์เมเนียมจะลดลงเหลือ 0.05 eV และ 0.1 eV ตามลำดับ⁽⁹⁾



รูปที่ 3.2 แสดงแถบพลังงานของ n-type semiconductor

ในกรณีที่เราใส่ธาตุจากหมู่ที่ 3 ของตารางธาตุ เช่น โบรอน อะลูมิเนียม แกลเลียม และอินเดียม ซึ่งมีวาเลนซ์ 3 ก็จะทำให้ impurity atom ชาติอิเล็กตรอนไป 1 ตัว ในการจับ bond กับ semiconductor atom อิเล็กตรอนที่อยู่ covalent bond อื่น ๆ ของ semiconductor atom ตัวอื่น ๆ จะสามารถกระโดดเข้ามาแทนที่ใน bond ที่ว่างระหว่าง impurity กับ semiconductor ซึ่งชาติอิเล็กตรอนนี้ได้ และทิ้ง empty energy state หรือ hole ไว้ อิเล็กตรอนจาก covalent bond อื่นก็เคลื่อนที่เข้ามาแทนที่โฮลคล้ายกับว่าโฮลเคลื่อนที่ไปมาได้ impurity atom เมื่อได้รับอิเล็กตรอนมากก็จะเป็น negative ion แต่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ จึงนำไฟฟ้าไม่ได้ เพราะถูกจับไวด้วย covalent bond 4 bond กับ semiconductor อะตอมอีก 4 ตัว เราเรียก impurity atom ซึ่งรับประจุไฟฟ้าลบมาจาก semiconductor atom และสร้างโฮลขึ้นมาซึ่งนำไฟฟ้าได้ว่า acceptor และเรียก semiconductor ชนิดนี้ว่า p-type semiconductor สามารถเขียนเป็นแถบพลังงานได้ดังรูปที่ 3.3

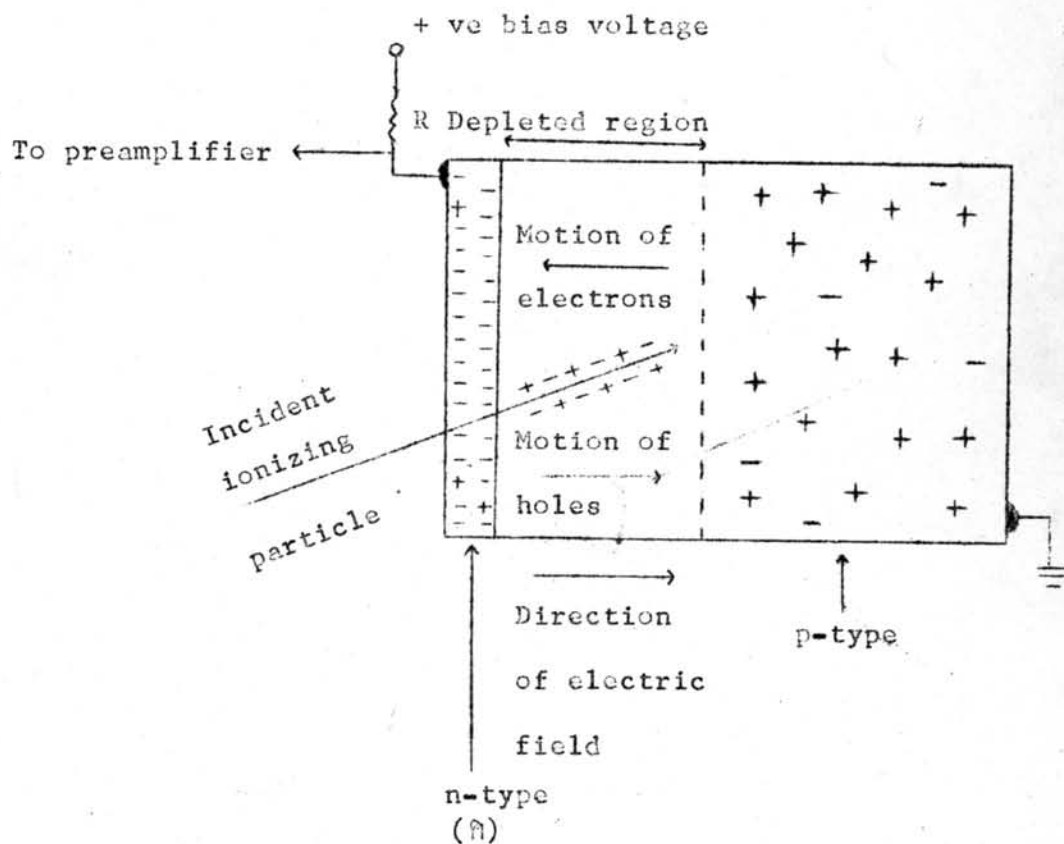
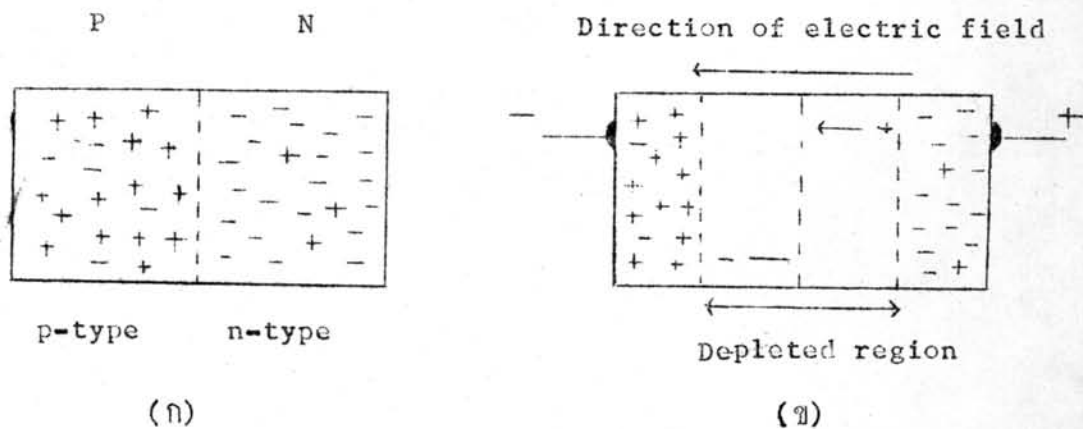
ธาตุซิลิคอนและเจอร์เมเนียมจะมีค่า E_g เท่ากับ 0.046 eV และ 0.01 eV ตามลำดับ⁽⁹⁾



รูปที่ 3.3 แสดงแถบพลังงานของ p-type semiconductor

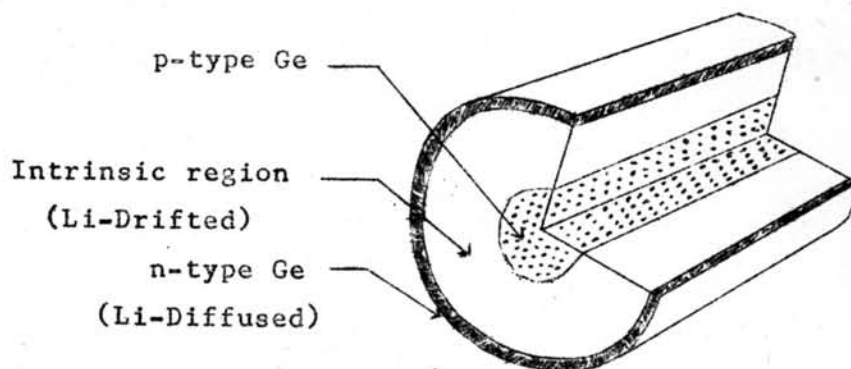
3.2 หลักการวัดรังสีของหัววัดรังสีแบบวัสดุกึ่งตัวนำและหัววัดรังสีแบบวัสดุกึ่งตัวนำ

เมื่อนำเอาผลึกชนิด n-type และ p-type มาต่อกันจะมีการกระจายของ อิเล็กตรอนและโฮลบางส่วนผ่านรอยต่อ (junction) รูปที่ 3.4 (ก) ถ้าต่อศักดาไฟฟ้า บวกเข้าที่ปลาย n-type และศักดาไฟฟ้าลบเข้าที่ปลาย p-type อิเล็กตรอนและโฮล จะไปออกันอยู่ที่ปลาย n-type และ p-type ตามลำดับ ทำให้มีช่องว่างตรงรอยต่อ เรียกว่า depleted region ทำหน้าที่คล้ายฉนวน รูปที่ 3.4 (ข) เมื่อรังสีวิ่งผ่านเข้า มาที่ depleted region จะทำให้เกิดอิเล็กตรอน-โฮลขึ้น โดยที่จำนวนของอิเล็กตรอน-โฮล ที่เกิดขึ้นจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณพลังงานของรังสีที่วิ่งเข้าไป ซึ่งการเกิด คู่อิเล็กตรอนโฮล ที่อุณหภูมิ 77°K ของซิลิคอนและเจอร์เมเนียมมีค่า 3.76 eV และ 2.96 eV ตามลำดับ⁽¹⁰⁾ โฮลจะวิ่งไปยังขั้วที่มีศักดาไฟฟ้าเป็นลบ อิเล็กตรอนจะวิ่งไป ยังขั้วที่มีศักดาไฟฟ้าบวก และถูกเปลี่ยนให้กลายเป็นสัญญาณไฟฟ้าโดย preamplifier รูปที่ 3.4 (ค)



รูปที่ 3.4 หัววัดรังสีแบบโวลเทจกึ่งตัวนำ

หัววัดรังสีแบบ Ge (Li) ทำมาจากแท่ง p-type Ge และแพระอะตอมของ Li เข้าไปจากผิวด้านนอกสู่แกนกลางโดยการใช้อิชนามไฟฟ้าสูง ๆ ซึ่งจะทำให้เกิด p-i-n junction ขึ้นดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงภาคตัดขวางภายในของหัววัดรังสี Ge (Li)

โครงสร้างอะตอมของ intrinsic germanium ต้องการอุณหภูมิต่ำ ๆ เพื่อที่จะรักษาให้อะตอมของลิเทียมอยู่ที่จึงบรรจุอยู่ใน cryostat และรักษาไว้ที่ระดับอุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวคือ 77°K

3.3 Energy Resolution ของ Ge (Li) Detector⁽¹¹⁾

ค่าความสามารถในการแยกพลังงานของหัววัด Ge (Li) จะมีขีดจำกัดอันหนึ่ง ขึ้นอยู่กับจำนวนคู่อิเล็กตรอน-โฮล ที่เกิดขึ้นจากพลังงาน E กับสภาวะความแปรปรวนของขนาดสัญญาณที่เกิดจากเครื่องมือที่ใช้และค่าของ Fano Factor ด้วย จากการพิจารณารังสีแกมมามีพลังงาน E ซึ่งถูกดูดไว้ภายใน intrinsic region ของหัววัด Ge (Li) หมด ส่วนหนึ่งของพลังงานจะทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮลขึ้น และพลังงานอีกส่วนหนึ่งจะทำให้โครงสร้างของผลึกมีอุณหภูมิสูงขึ้น ค่า Fano Factor



เป็นสัดส่วนของ variance (σ^2) ของ yield ซึ่ง yield (Y) นี้เป็นจำนวนคู่อิเล็กตรอน-โฮล ที่เกิดขึ้นจากการรับพลังงานของรังสีแกมมา E และ ϵ เป็นจำนวนพลังงานที่ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล 1 คู่ ในเจอร์เมเนียม ดังนั้น

$$Y = \frac{E}{\epsilon} \quad (3.1)$$

$$\text{และ Fano Factor } F = \frac{\sigma^2}{E/\epsilon} \quad (3.2)$$

ถ้าพลังงานทั้งหมดของรังสีแกมมาทำให้เกิดเฉพาะคู่อิเล็กตรอน-โฮล เท่านั้น $F = 0$ แต่เมื่อโอกาสการเกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล น้อยมาก ทำให้ค่า variance เทียบกับ yield ดังนั้น $F = 1$

$$\begin{aligned} \epsilon\sigma &= \epsilon \sqrt{\frac{FE}{\epsilon}} \\ &= \epsilon EF \end{aligned} \quad (3.3)$$

$$\epsilon = 2.9 \times 10^{-3} \text{ KeV/ion pair}^{(11)}$$

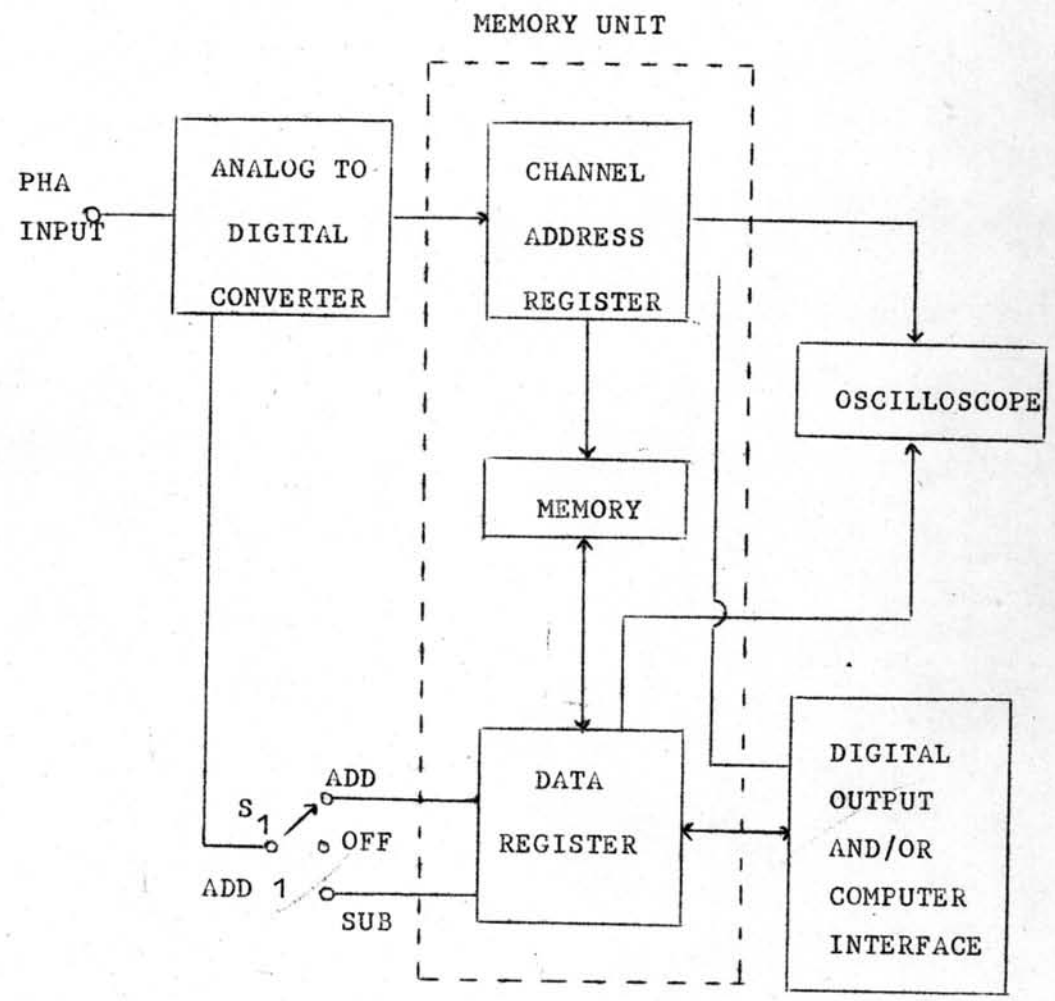
ค่าความสามารถในการแยกพลังงานของหัววัด Ge (Li) สำหรับพลังงาน E (KeV) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\begin{aligned} \text{Full width at half maximum (FWHM)} &= 2.35 \epsilon\sigma \text{ KeV} \\ &= 2.35 \sqrt{\epsilon EF} \\ &= 2.35 \sqrt{0.0029 EF} \\ &= 0.1286 \sqrt{EF} \end{aligned} \quad (3.4)$$

สำหรับเจอร์เมเนียมที่อุณหภูมิ 77° K ค่า Fano Factor, $F = 0.13$

3.4 เครื่องวิเคราะห์พลังงานแบบหลายช่อง (Multichannel Pulse Height Analyzer) รูปที่ 3.6 แสดงแผนภูมิการทำงานของเครื่องวิเคราะห์พลังงานแบบหลายช่อง ส่วนที่สำคัญที่สุดคือ Analog to Digital Converter (ADC) ซึ่งจะทำหน้าที่

เปลี่ยนขนาดความสูงของสัญญาณที่เข้าไปให้อาายเป็นสัญญาณโลจิก เพื่อระบุตำแหน่งในระบบความจำ หรือก็คือหมายเลขของ จำนวนครั้งของเหตุการณ์ที่เกิดขึ้นจะถูกบันทึกไว้ในระบบความจำ พร้อมกับแสดงข้อมูลออกมาทางออสซิลโลสโคป (oscilloscope) หรือเครื่องพิมพ์ (teletype printer) หรือเครื่องวาดกราฟ (plotter)



รูปที่ 3.6 แสดงแผนภูมิในการทำงานของ เครื่องวิเคราะห์พลังงานแบบหลายช่อง

3.5 สารตัวอย่าง การเตรียมสารตัวอย่างและการอบรังสีนิวตรอน

3.5.1 สารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่าง

ตัวอย่างเหล็กหลอนนอคูลาร์ได้รับความอนุเคราะห์จากภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งทดลองหลอมขึ้นมาเพื่อศึกษาทางด้านโลหกรรมวิทยา โดยสุ่มตัวอย่างมาจากการเจาะเอาเนื้อเหล็ก ณ ตำแหน่งต่าง ๆ หลาย ๆ จุด

3.5.2 การอบรังสีนิวตรอน

นำตัวอย่างเหล็กหลอมมาซึ่งให้ทราบน้ำหนักโดยหนักประมาณ 500 มิลลิกรัม และบรรจุลงในหลอดแก้วควอซ (quartz ampoules) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 9 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 4 เซนติเมตร ซึ่งปลายข้างหนึ่งปิดและล่างให้สะอาดแล้ว หลังจากบรรจุสารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วห่อด้วยแผ่นอะลูมิเนียม (Aluminium foil) สำหรับสารมาตรฐานนั้นใช้สารละลายที่เตรียมที่มีความเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/กรัม ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายแลนทานัมที่มีความเข้มข้น 200 ไมโครกรัม/กรัม ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร บรรจุสารละลายมาตรฐานดังกล่าวลงในหลอดแก้วควอซ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 9 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 9 เซนติเมตร คนละลาย และนำไปเชื่อมปลายหลอดแก้วควอซด้านที่เปิดให้สนิท หอหลอดที่บรรจุสารมาตรฐานทั้งสองด้วยแผ่นอะลูมิเนียม

นำหลอดแก้วควอซที่บรรจุสารตัวอย่างจำนวน 1 หลอด พร้อมทั้งสารมาตรฐานที่เตรียมและแลนทานัมใส่ลงในกระบอกระเบิดอะลูมิเนียมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร ยาว 13.5 เซนติเมตร ที่ใช้ในการนำสารตัวอย่างเข้าอบรังสีนิวตรอน นำกระบอกระเบิดอะลูมิเนียมดังกล่าวเข้าอบรังสีนิวตรอนในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย-1/ปรับปรุง-1 (ปปว-1/1) ที่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ในตำแหน่งที่มีความเข้มข้นของนิวตรอน 1.8×10^{11} นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที เป็นเวลาประมาณ 10 ชั่วโมง และทิ้งไว้ประมาณ 2 วัน เพื่อให้เรดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้น ๆ สลายตัวไปบ้าง ก่อนนำไปทำการวิเคราะห์

3.6 คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของซีเรียมและแลนทานัม

เมื่อนำซีเรียมและแลนทานัมไปอาบรังสีนิวตรอนเกิดเรดิโอไอโซโทปของธาตุดังกล่าว ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 (12, 13) คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของซีเรียมและแลนทานัม

ไอโซโทป ชนิด เสถียร	ปริมาณที่ มีในธรรมชาติ (%)	ความสามารถ ในการจับเทอร์- มัลนิวตรอน (barns)	ไอโซโทป ที่เกิด	ครึ่งชีวิต	พลังงานรังสีแกมมา ที่ปลดปล่อย (MeV)
La-139	99.911	9.0 ± 0.3	La-140	40.2 ชม.	0.328 (21.3%) 0.432 (3.1%) 0.487 (45.7%) 0.751 (4.5%) 0.815 (23.6%) 0.867 (5.6%) 0.925 (6.8%) 1.596 (96%) 2.521 (3.25%)
Ce-136	0.193	0.95 ± 0.25	Ce-137m	34.4 ชม.	0.0342 (21%) 0.0347 (40%) 0.039 (12%) 0.04 (2.5%) 0.168 (0.4%) 0.255 (11%) 0.825 (0.5%)

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ไอโซโทปชนิดเสถียร	ปริมาณที่มีในธรรมชาติ (%)	ความสามารถในการจับเทอร์มนิวตรอน (barns)	ไอโซโทปที่เกิด	ครึ่งชีวิต	พลังงานรังสีแกมมาที่ปลดปล่อย (MeV)
Ce-136	0.193	6.3 ± 1.5	Ce-137	9 ชม.	0.0330 (21%) 0.0334 (41%) 0.037 (11.5%) 0.038 (2.5%) 0.446 (2.3%)
Ce-138	0.25	$(15 \pm 5) \times 10^{-3}$	Ce-139m	55 วินาที	0.0342 (1.8%) 0.0347 (3.4%) 0.039 (1%) 0.040 (0.2%) 0.754 (93%)
Ce-138	0.25	1.1 ± 0.3	Ce-139	140 วัน	0.0330 (4.8%) 0.0334 (9.2%) 0.037 (2.6%) 0.038 (0.55%) 0.165 (81%)
Ce-140	88.48	0.58 ± 0.06	Ce-141	33 วัน	0.035 (4.62%) 0.036 (8.88%) 0.040 (2.57%) 0.041 (0.53%) 0.145 (49.3%)

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ไอโซโทปชนิดเสถียร	ปริมาณที่มีในธรรมชาติ (%)	ความสามารถในการจับเทอร์มนิวตรอน (barns)	ไอโซโทปที่เกิด	ครึ่งชีวิต	พลังงานรังสีแกมมาที่ปลดปล่อย (MeV)
Ce-142	11.07	1.1 ± 0.3	Ce-143	33.7 ชม.	0.035 (19.5%) 0.036 (37.5%) 0.040 (10.9) 0.057 (11.1%) 0.293 (46.5%) 0.664 (5%) 0.722 (4.5%)

เมื่อพิจารณาจากตารางที่ 3.1 จะเห็นว่าแลนทานัมเกิดเรดิโอไอโซโทปเพียงชนิดเดียวคือแลนทานัม-140 และพลังงานที่เหมาะสมในการใช้เพื่อวัดรังสีแกมมามีค่าเท่ากับ 1.596 MeV ซึ่งเกิดร้อยละ 96 ส่วนที่เหลือเมื่อพิจารณาจะพบว่าเรดิโอไอโซโทปของซีเรียม-137 และซีเรียม-139m มีค่าครึ่งชีวิตสั้นมากไม่เหมาะสมที่จะเลือกใช้ในการวิเคราะห์ เรดิโอไอโซโทปของซีเรียม-137m และซีเรียม-143 มีค่าครึ่งชีวิตไม่มากนัก และค่าความสามารถในการจับนิวตรอนต่ำ จึงไม่พิจารณานำมาใช้ในการวิเคราะห์เรดิโอไอโซโทปของซีเรียม-139 จากปริมาณของไอโซโทปเสถียรที่มีอยู่ในธรรมชาติและค่าความสามารถในการจับนิวตรอนก็ไม่เหมาะสมในการใช้วิเคราะห์สำหรับเรดิโอไอโซโทปของซีเรียม-141 มีค่าครึ่งชีวิตยาว ปริมาณของไอโซโทปเสถียรที่มีอยู่ในธรรมชาติมีค่ามาก ซึ่งเหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการวิเคราะห์ และพลังงานของรังสีแกมมาที่ใช้ในการวิเคราะห์เท่ากับ 0.145 MeV ซึ่งเกิดได้มากที่สุดคือร้อยละ 49.3

3.7 วิธีดำเนินการวิเคราะห์

3.7.1 การแยกซีเรียมและแลนทานัมโดยกรรมวิธีทางเคมี

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการออวรังสี และทิ้งไว้ให้สลายตัวแล้วประมาณ 2 วัน มาแยกซีเรียมและแลนทานัมออกมาโดยใช้ไอออนเอกเชนจ์เรซิน (Ion-exchange resin) (14)

3.7.1.1 เครื่องมือในการทดลอง

เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge) รูปที่ 3.7

Vacuum pump รูปที่ 3.8

Millipore filter รูปที่ 3.8

Ion-exchange column รูปที่ 3.9

จานอะลูมิเนียมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร

กระดาษกรองมิลลิพอร์ (Millipore filter paper)

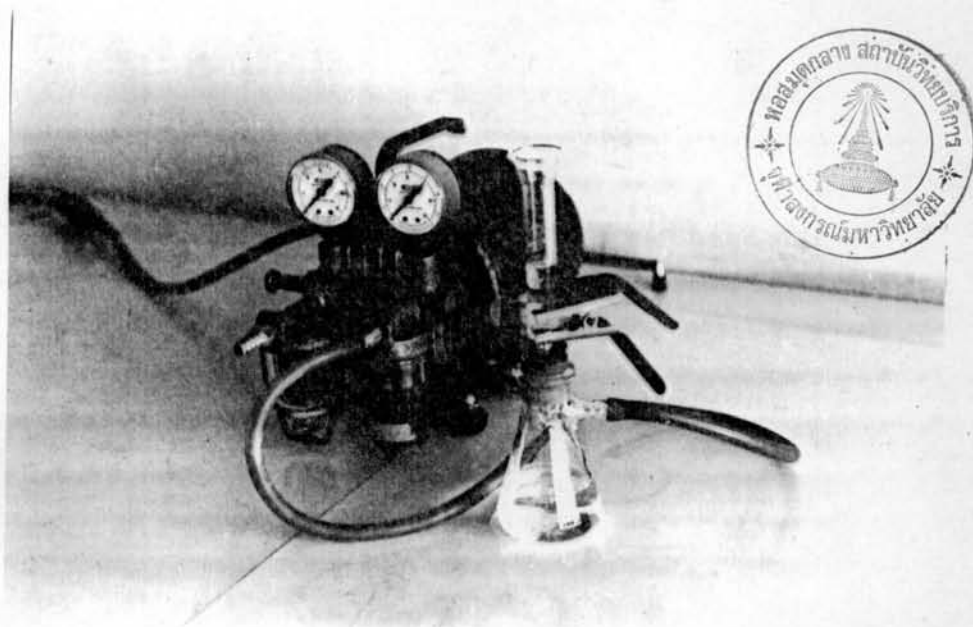
3.7.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายซีเรียมมาตรฐาน ซึ่งมีความเข้มข้นของซีเรียม 100 ไมโครกรัม ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมโดยละลายซีเรียมออกไซด์ (CeO_2 99.999 %)หนัก 12.28 มิลลิกรัม ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น (concentrated HNO_3) 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้น 48 % (48 % HF) จำนวน 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วตั้งบนเตาไฟฟ้า (hot plate) จนซีเรียมออกไซด์ละลายหมด เติมน้ำกลั่นชนิด 3 ครั้ง (tri-distilled water) จนสารละลายทั้งหมดมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลายแลนทานัมมาตรฐาน ซึ่งมีความเข้มข้นของแลนทานัม 200 ไมโครกรัม ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมโดยละลายแลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3 99.9 %)หนัก 23.45 มิลลิกรัม ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นชนิด 3 ครั้ง จนสารละลายทั้งหมดมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่องหุงข้าว



รูปที่ 3.8 Millipore filter พร้อม Vacuum pump

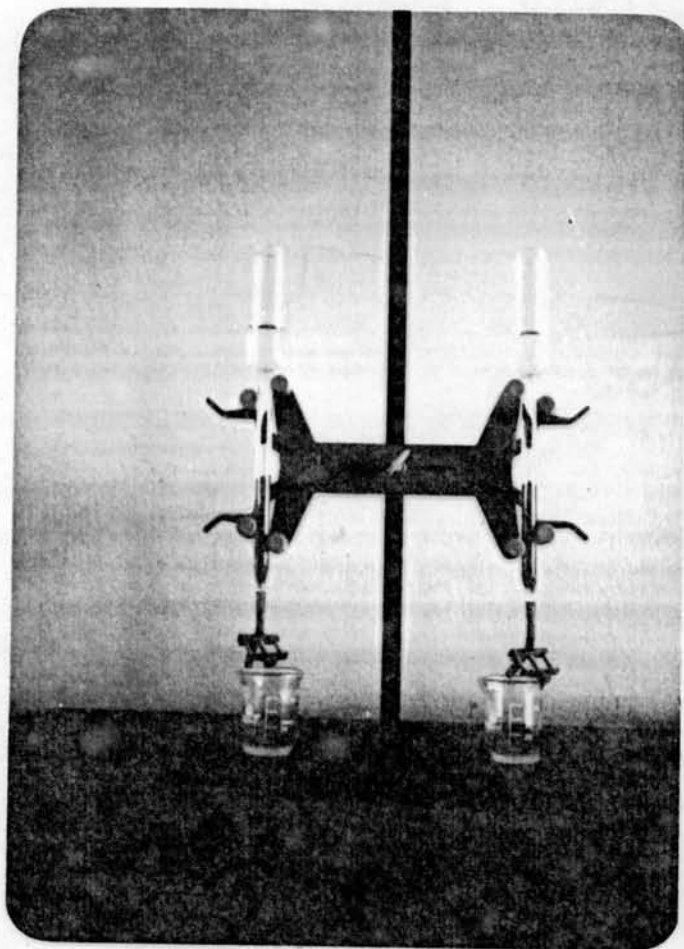


Fig. 3.9 Ion-exchange column

สารละลายแลนทานัมแคริเออร์ (La-carrier) ซึ่งมีความ
เข้มข้นของแลนทานัม 20 มิลลิกรัม ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมโดยละลายแลนทานัม-
ออกไซด์ (La_2O_3 99.9 %) 2.34552 กรัม ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 50 ลูกบาศก์เซน-
ติเมตร นำไปตั้งบนเตาไฟฟ้าจนแลนทานัมออกไซด์ละลายหมด เติมน้ำกลั่นชนิด 3 ครั้ง
จนสารละลายทั้งหมดมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

กรดไฮโดรคลอริกมีความเข้มข้น 9 โมลาร์ (9M HCl)

กรดไฮโดรฟลูออริกมีความเข้มข้นร้อยละ 48 (48 % HF)

ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 35

น้ำกลั่น (distilled water)

น้ำกลั่น 3 ครั้ง (tri-distilled water)

Dowex 1-X8 column : การเตรียมคอลัมน์ใช้ anion
exchange resin Dowex 1-X8 ขนาด 100-200 mesh ในรูปของคลอไรด์
(Cl⁻ form) นำเรซินมาล้างสิ่งเจือปนต่าง ๆ เช่น ฝุ่น คอลลอยด์ (colloid)
ด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง แล้วนำเรซินประมาณ 6-7 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในคอลัมน์
($\phi = 1$ ซม.) ซึ่งปลายข้างหนึ่งที่คืบกว่าจุกควยใยแก้ว (glass wool) และปิดคาน
บนของคอลัมน์ด้วยใยแก้ว รูปที่ 3.9

3.7.1.3 วิธีปฏิบัติ

นำสารตัวอย่างที่อาจรังสีนิวตรอนและทิ้งไว้ประมาณ 2 วัน มาซึ่งแบ่งตัว-
อย่างละประมาณ 100 มิลลิกรัม ละลายสารตัวอย่างด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น
9 โมลาร์ จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และใส่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น
ร้อยละ 35 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปตั้งบนเตาไฟฟ้าจนสารตัวอย่างละลาย
หมด ทิ้งให้เย็นแล้วเติมแลนทานัมแคริเออร์ 10 มิลลิกรัม นำสารละลายทั้งหมดมาผ่าน
คอลัมน์ควยอัตราการไหล (flow rate) ประมาณ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อนาที
และล้างคอลัมน์ด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 9 โมลาร์ จำนวน 5 ลูกบาศก์เซน-

ติเมตร กระทำ 3 ครั้ง นำสารละลายที่ผ่านจากคอลัมน์ทั้งหมดมาเติมกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 48 จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้ตะกอนของแลนทานัมฟลูออไรด์ (LaF_3) ซึ่งจะมี La และ Ce ในสารตัวอย่างที่เป็นไอโซโทปรังสีตกลงมาพร้อมกันด้วย นำไปเทียงล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นกระทำ 3 ครั้ง กรองตะกอนโดยใช้กระดาษมิลลิพอร์ด้วยชุดเครื่องมือกรองของมิลลิพอร์ เก็บตะกอนของซีเรียมและแลนทานัมบนกระดาษกรองในจานอะลูมิเนียมเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร ใส่ในจาน (planchet) อะลูมิเนียม ทำให้แห้งสนิทภายใต้แสงอินฟราเรด (infrared lamp) ทิ้งให้เย็นและเก็บในภาชนะดูดความชื้น (desiccator) ก่อนนำไปชั่งแล้วนำไปวัดปริมาณรังสีแกมมา

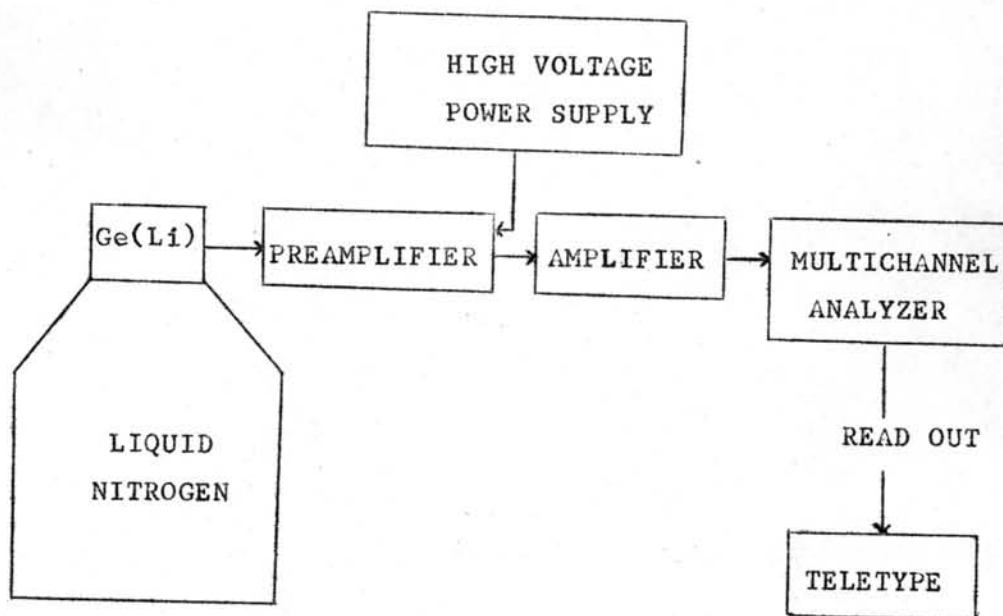
สำหรับสารละลายมาตรฐานของซีเรียมและแลนทานัมหลังจากอาบรังสีนิวตรอนแล้ว นำมาตัดหลอดแก้วควอร์ซอก เทสารละลายใส่ในกระบอกพลาสติกหมายเลข 4 เส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว สูง 2 นิ้ว คุกสารละลายมาตรฐานซีเรียมและแลนทานัมมา 0.2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ 0.05 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ และตกตะกอนด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 48 จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปเทียงและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น กระทำ 3 ครั้ง กรองตะกอนโดยใช้กระดาษกรองมิลลิพอร์ ด้วยชุดเครื่องมือกรองของมิลลิพอร์ เก็บตะกอนของซีเรียมและแลนทานัมบนกระดาษกรองลงในจานอะลูมิเนียม ใส่ในจานทำให้แห้งสนิทภายใต้แสงอินฟราเรด ทิ้งให้เย็นและเก็บในภาชนะดูดความชื้นก่อนนำไปชั่ง แล้วนำไปวัดปริมาณรังสีแกมมาเปรียบเทียบกับสารตัวอย่างตะกอนของซีเรียมและแลนทานัมมาตรฐาน ที่นำไปเปรียบเทียบนี้มีปริมาณของซีเรียมและแลนทานัม 20 ไมโครกรัม และ 10 ไมโครกรัม ตามลำดับ ที่ 100 % ของเคมีคัลยิลด์ (chemical yield)

3.7.2 อุปกรณ์การวัดปริมาณรังสี ประกอบด้วยเครื่องมือต่าง ๆ ดังต่อไปนี้คือ

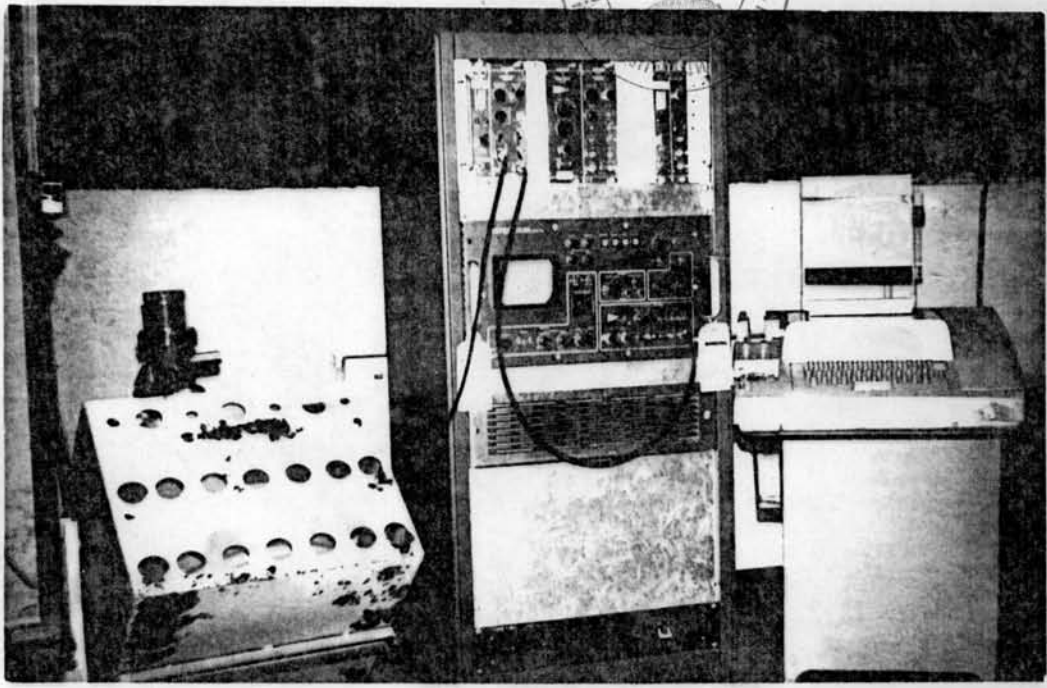
1. หัววัด Ge (Li) ของบริษัท Canberra Model 7229 ขนาดพื้นที่หน้าตัด 15.2 ตารางเซนติเมตร ยาว 3.95 เซนติเมตร แบบ Right circular cylinder drifted coaxially with one open end มีค่า FWHM เท่ากับ

1.77 KeV ที่ 1.332 MeV ของ Co-60 และค่า FWHM เท่ากับ 0.9 KeV ที่ 0.122 MeV ของ Co-57

2. CANBERRA 970C Preamplifier
3. CANBERRA 7550 Cryostat
4. ORTEC 459 Bias supply 0-5 KV
5. ORTEC 472 Spectroscopy amplifier
6. ORTEC 6240B Multichannel analyzer
7. TELYTYPE Model 3320



รูปที่ 3.10 แสดงแผนภาพระบบการวัดรังสี

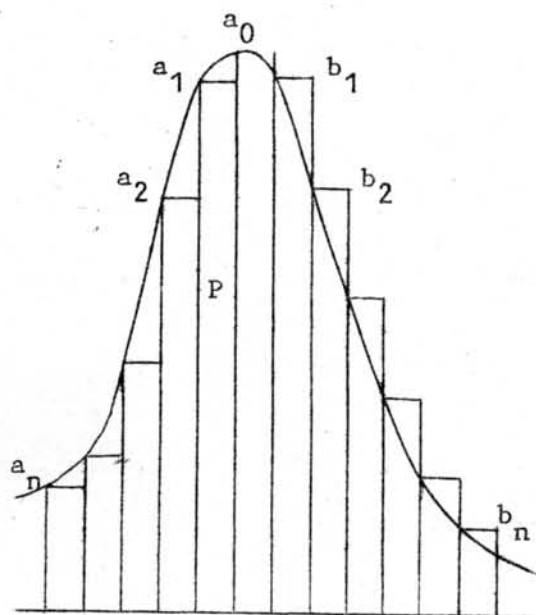


รูปที่ 3.11 แสดงภาพระบบการวัดรังสีเมื่อใช้หัววัดรังสี Ge (Li)

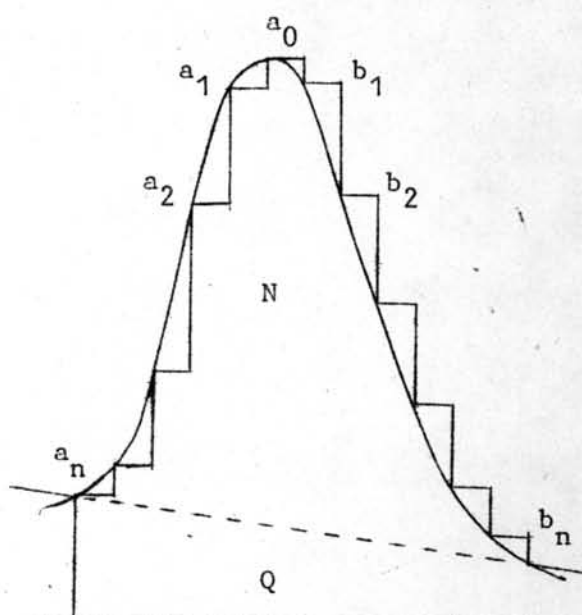
116710940

3.7.3 การคำนวณค่าความแรงรังสี

การคำนวณค่าความแรงรังสีใช้การคำนวณพื้นที่ภายใต้พีค (peak) จากสเปกตรัม (spectrum) ของรังสีที่ปรากฏโดยคำนวณหาพื้นที่ฐาน (base area) แล้วหักออกจากพื้นที่ทั้งหมดของพีคด้วยวิธีการของโคเวลล์ (Covell's method)⁽¹⁵⁾ รูปที่ 3.12 และรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.12 ความแรงรังสีแสดงด้วยแผนภูมิตั้ง



รูปที่ 3.13 พื้นที่ภายใต้ Peak, N

- เมื่อ a_0 = ความแรงรังสีสูงสุดของพีค
 a_1, a_2, \dots, a_n = ความแรงรังสีในพีคทางด้านซ้ายของ a_0
 b_1, b_2, \dots, b_n = ความแรงรังสีในพีคทางด้านขวาของ a_0
 P = ความแรงรังสีทั้งหมด
 Q = ความแรงรังสีของพื้นที่ฐาน

$$\begin{aligned}
 N &= \text{ความแรงรังสีสุทธิภายใต้พีค} \\
 \text{ดังนั้น} \quad N &= P - Q \quad (3.1) \\
 \text{แต่} \quad P &= a_0 + \sum_{i=1}^n a_i + \sum_{i=1}^n b_i \\
 \text{และ} \quad Q &= \frac{(2n-1)(a_n + b_n)}{2} + (a_n + b_n) \\
 &= (n + \frac{1}{2})(a_n + b_n)
 \end{aligned}$$

แทนค่า P และ Q ในสมการ (3.1) จะได้ว่า

$$N = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i + \sum_{i=1}^n b_i - (n + \frac{1}{2})(a_n + b_n) \quad (3.2)$$

3.7.4 การวัดปริมาณรังสีแกมมาของซีเรียมและแลนทานัม การคำนวณหาปริมาณของซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่าง

นำตะกอนของซีเรียมและแลนทานัมจากสารตัวอย่างในจานอะลูมิเนียมไปวัดปริมาณรังสีเป็นเวลา 800 วินาที และ 400 วินาที ตามลำดับ สำหรับตะกอนของซีเรียมและแลนทานัมจากสารมาตรฐานนั้น ดำเนินการวัดปริมาณรังสีเช่นเดียวกับสารตัวอย่างทุกประการ

คำนวณปริมาณรังสีภายใต้พีคจากสเปกตรัมของรังสีแกมมาของซีเรียมและแลนทานัมของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานจากสมการ (3.2) แล้วนำค่าปริมาณรังสีที่นับได้ของสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน มาคำนวณหาปริมาณของซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่างได้จาก

$$\frac{\text{ปริมาณของซีเรียมหรือแลนทานัมในสารตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณของซีเรียมหรือแลนทานัมในสารมาตรฐาน}} = \frac{\text{ความแรงรังสีของซีเรียมหรือแลนทานัมในสารตัวอย่าง}}{\text{ความแรงรังสีของซีเรียมหรือแลนทานัมในสารมาตรฐาน}} \quad (3.3)$$

ปริมาณของซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่างหาจากสมการ (3.3) แล้วปรับค่าที่คำนวณได้ให้มีค่าปริมาณที่ถูกต้องโดยมีการร้อยละ 100 ของ เคมีคัลยี่ลด์โดยเปรียบเทียบกับน้ำหนักของแลนทานัมแคริเออร์ กล่าวคือแลนทานัม 10 มิลลิกรัม ตกตะกอนเป็นแลนทานัมฟลูออไรด์สมบูรณ์ ร้อยละ 100 จะได้น้ำหนักของแลนทานัมฟลูออไรด์เท่ากับ 14.1 มิลลิกรัม