ห้องสมุดคณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

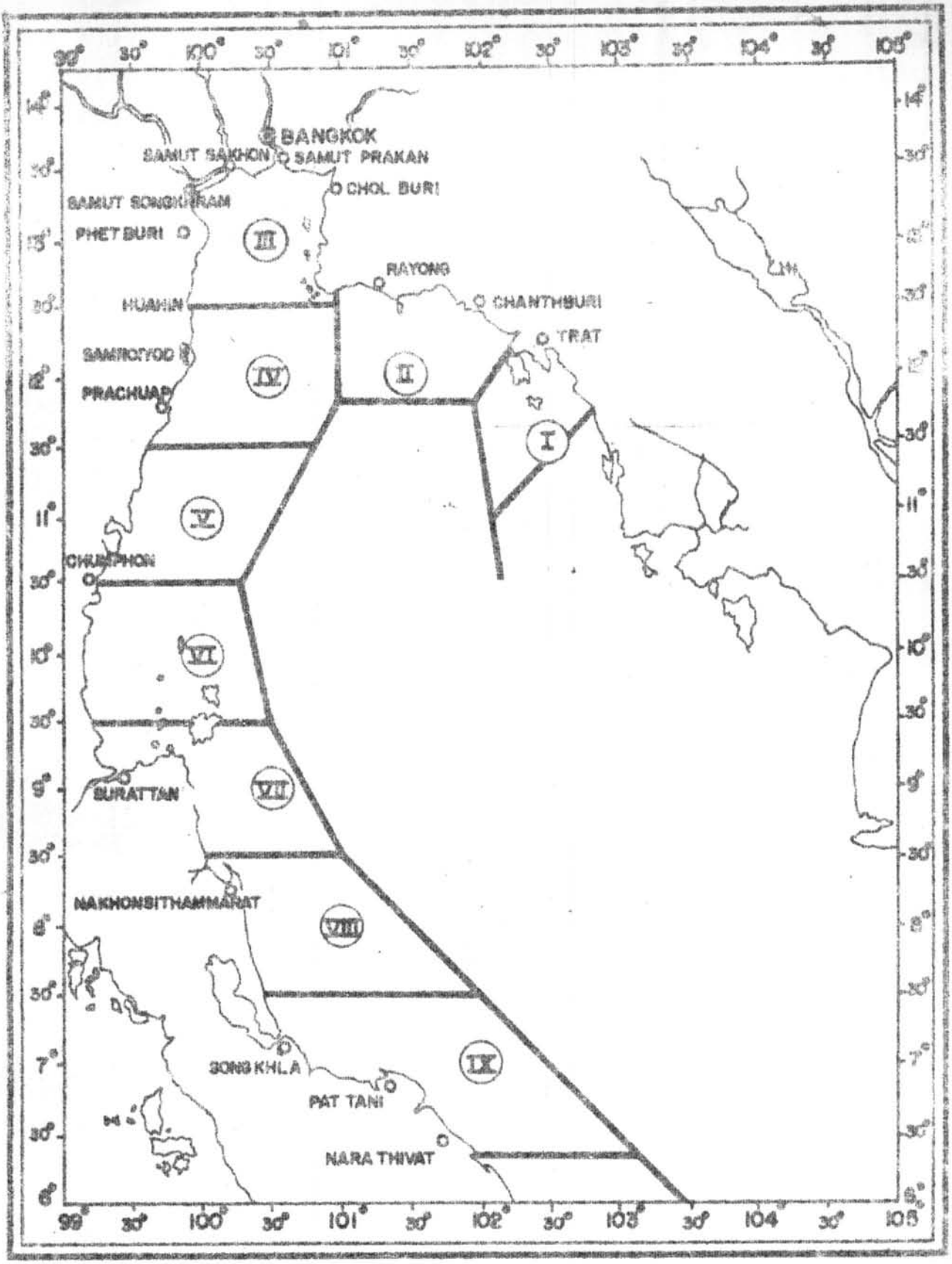
อุปกรณ์และวิธีการ

3.1 สารตัวอย่าง การเตรียมสารตัวอย่าง และการอาบรังสีนิวตรอน

3.1.1 สารตัวอย่าง ตัวอย่างปลาทะเลสามัญที่ใช้ในการวิเคราะห์ ได้รับความอนุเคราะห์จากสถานวิจัยประมงทะเล กรมประมง กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ โดยเก็บตัวอย่างจากเขตต่าง ๆ ของอ่าวไทย ตามแผนที่ในรูปที่ 1 เขตที่ทำการเก็บตัวอย่างคือ เขต I, II, III, IV, V และ IX ตามลำดับ ในช่วงระดับน้ำลึกประมาณ 30 - 50 เมตร และช่วงเวลาการเก็บตัวอย่างตั้งแต่เดือน กันยายน 2517 ถึงเดือน เมษายน 2518 ปลาทะเลที่ทำการวิเคราะห์มีรายชื่อชนิด ดังตารางที่ 2

คัดเลือกปลาที่มีขนาดและอายุใกล้เคียงกันมากที่สุด เก็บไว้ในตู้แช่ เมื่อเรือถึงห้องปฏิบัติการบนฝั่งแล้ว จึงนำปลานั้นออกมาชำแหละเฉพาะเนื้อเยื่อของกล้ามเนื้อบริเวณหลังของปลา (รูปที่ 2) ซึ่งเป็นส่วนที่สะสมปรอทไว้มากที่สุดในตัวปลา (Holden, 1972) เก็บชิ้นส่วนนั้นไว้ในขวดแก้วที่ล้างสะอาด และนำเข้าตู้แช่อีกครั้งหนึ่ง

เนื่องจากปลามีปรอทอยู่ในปริมาณน้อย ดังนั้น เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ในปริมาณนั้นได้ โดยมีความแน่นอน และความแม่นยำสูง ประกอบกับเพื่อลดค่าโสหุ้ยของแก้วควอร์ซ (Quartz) ซึ่งเป็นภาชนะที่นำสารเข้าอาบรังสี ซึ่งมีราคาค่อนข้างสูง จึงจำเป็นต้องเพิ่มความเข้มข้น (enrichment) ของปริมาณปรอทเสียก่อน แต่เนื่องจากสารประกอบของปรอทบางชนิดกลายเป็นไอได้ในอุณหภูมิ ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิน้ำเดือด ดังนั้น จึงไม่สามารถเพิ่มความเข้มข้นของปรอทโดยการอบแห้ง (dry ashing) ได้ เพื่อหลีกเลี่ยงการสูญเสียปรอทโดยการระเหยดังกล่าวแล้ว ในการศึกษาครั้งนี้ จึงใช้วิธีทำให้แห้งโดยการเยือกแข็ง (freeze drying) แทน กรรมวิธีนี้ La Fleur (1973) รายงานว่า มีการคงอยู่-

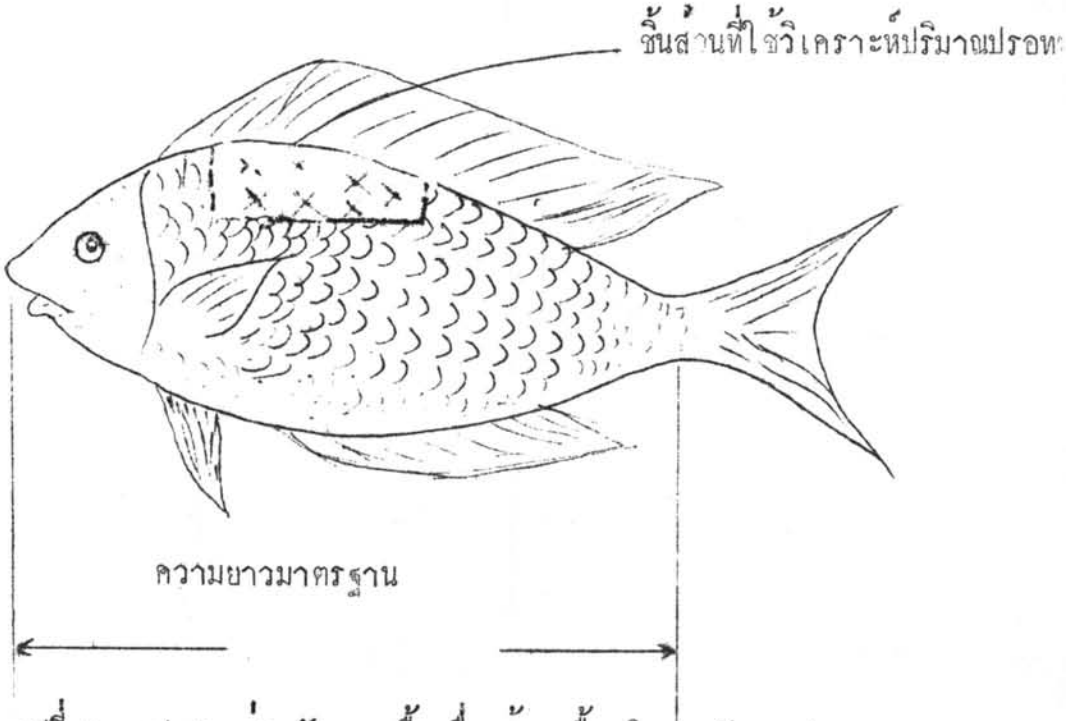


รูปที่ 1 แผนที่แสดงเขตสำรวจปลาทะเลในอ่าวไทย

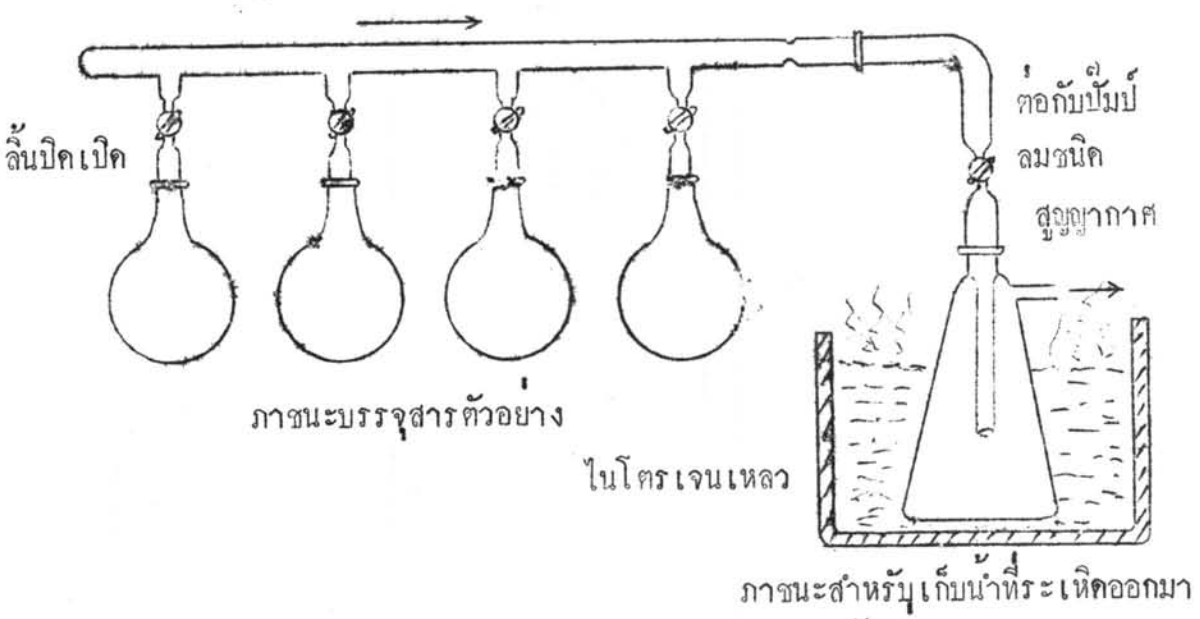
ตารางที่ 2 รายชื่อชนิดปลาทะเลสามัญที่ใช้ทำการวิเคราะห์ปริมาณของปรอท

ชื่อสามัญ		ชื่อทางวิทยาศาสตร์	เขตที่ทำการเก็บตัวอย่าง
ภาษาไทย	ภาษาอังกฤษ		
ปลาหมึกกล้วย*	Squid	Loligo formosana	I, II, III, IV, V, IX
ปลาสีกุน (ปลาข้างเหลือง)	Scad	Caranx crumenophthalamus	I
		Caranx leptolepis	II, IV, V, IX
		Caranx mate	III
ปลาลัง-ปลาทู	Chub - mackerel	Rastrelliger kanagurta	II, IV, V, IX
		Rastrelliger neglectes	IV, IX
ปลาทรายแดง	Thread fin bream	Nemipterus hexadon	I, II
		Nemipterus japonicus	IV,V
		Nemipterus mesoprion	I, II, III, IV, V
		Nemipterus peronii	II, IV
		Nemipterus talu	III, IX
ปลาทรายขาว	Lattice monacle bream	Scolopsis taeniopterus	I, II, III, IV, IX

* ขอจัดปลาหมึกกล้วยเป็น ปลาประเภทหนึ่ง



รูปที่ 2 รูปแสดงส่วนตัดของเนื้อเยื่อกล้ามเนื้อบริเวณหลังของปลา



รูปที่ 3 เครื่องมือของวิธีทำสารตัวอย่างให้แห้งโดยการเยือกแข็ง

ของปรอทในตัวอย่างทางชีววิทยาชนิดต่าง ๆ มากกว่าร้อยละ 90

วิธีทำให้แห้งโดยการเยือกแข็ง เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้กำจัดน้ำออกจากตัวอย่างที่มีสารประกอบที่ต้องการวิเคราะห์ ระเหยหรือถูกเติมออกซิเจน (oxidation) ได้ง่าย กรรมวิธีกระทำโดยการลดอุณหภูมิของตัวอย่างจนต่ำกว่าจุดเยือกแข็งในขณะที่ลดความดันไปพร้อมกัน ดังนั้น น้ำในตัวอย่างจะระเหิดกลายเป็นไอ

ในรายงานฉบับนี้ วิธีทำให้แห้งโดยการเยือกแข็งกระทำโดยใช้เครื่องมือที่ประกอบขึ้นเองอย่างง่าย ๆ ดังรูปที่ 3 กล่าวคือ มีหลอดแก้วยาวซึ่งมีปลายด้านหนึ่งเปิด และมีทางออกอยู่ 4 ทาง ในแต่ละทางมีลิ้น (valve) บังคับการเปิด-ปิดการไหลของอากาศ ปลายข้างที่เปิดสวมใส่ไว้ด้วยหลอดแก้วที่งอเป็นมุมฉาก โดยที่ปลายด้านหนึ่งมีลิ้นปิด-เปิดเช่นกัน และสวมใส่อยู่กับขวดดูด (suction flask) ที่มีช่องสำหรับดูดอากาศออกได้ วิธีปฏิบัติกระทำโดยนำขวดแก้วกลมซึ่งบรรจุสารตัวอย่าง และแช่แข็งไว้ก่อนแล้ว มาสวมใส่เข้ากับปลายของหลอดแก้วทางออก แช่ขวดดูดลงในภาชนะซึ่งบรรจุไนโตรเจนเหลว ดูดอากาศในหลอดแก้วออกโดยใช้ปั๊มพลมสูญญากาศ ในขณะที่เปิดลิ้นทั้ง 5 ตัว น้ำจากสารตัวอย่างจะระเหิดกลายเป็นไอ และมาสะสมอยู่ในขวดดูด สารตัวอย่างที่แห้งแล้ว จะมีลักษณะเป็นรูพรุน และพร้อมที่จะดูดน้ำจากอากาศกลับคืนได้ง่าย ดังนั้น จึงจำเป็นต้องเก็บสารตัวอย่างที่แห้งแล้วในภาชนะป้องกันความชื้น (desiccator)

3.1.2 การอาบรังสีนิวตรอน

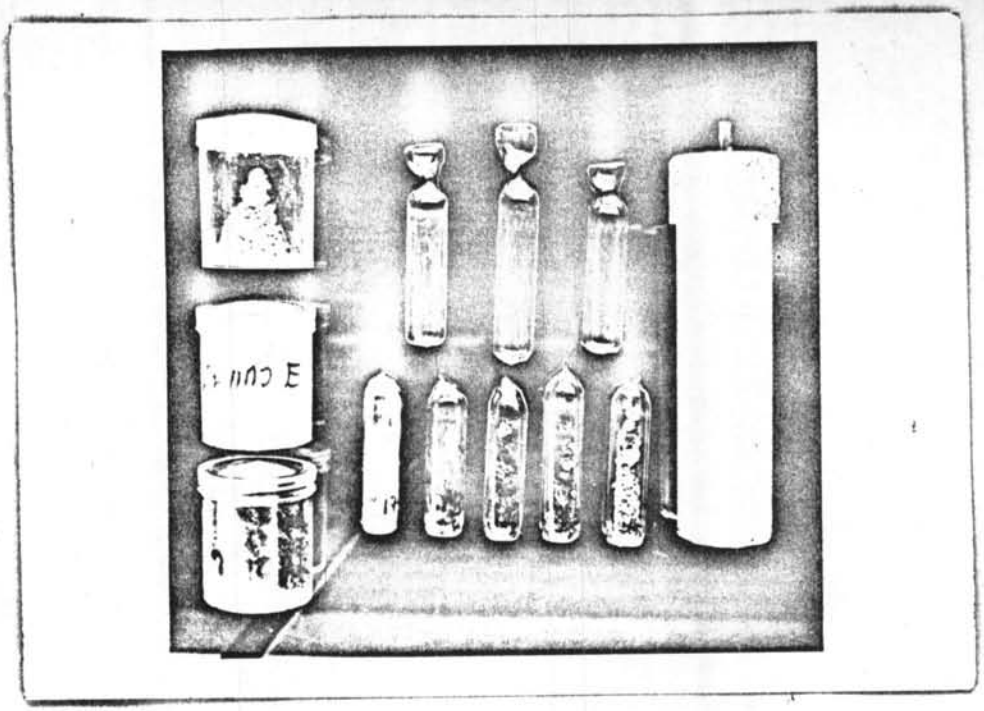
ชั่งสารตัวอย่างซึ่งทำให้แห้งแล้ว ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน โดยอยู่ในช่วงของน้ำหนัก 2-3 กรัม และบรรจุลงในหลอดแก้วควอร์ซ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 17 มิลลิเมตร ซึ่งปลายด้านหนึ่งปิด และล้างสะอาดแล้ว เชื่อมปลายหลอดแก้วควอร์ซด้านที่เปิดให้สนิท สำหรับสารมาตรฐานนั้น ใช้สารละลายของปรอทคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 13.898 ไมโครกรัมของปรอทต่อลบ.ซม. โดยบรรจุสารมาตรฐาน 1 ลบ.ซม. ลงในหลอดแก้วควอร์ซขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร และเชื่อมปลายเปิดให้สนิทเช่นกัน

บรรจุควอร์ซที่บรรจุสารตัวอย่างแล้วจำนวน 6 หลอด พร้อมทั้งสารมาตรฐาน 1 หลอด ลงในกระบอกอลูมิเนียมขนาดใหญ่ที่ใช้ในการนำตัวอย่างเข้าอาบรังสีนิวตรอน (รูปที่ 4) โดยเรียงควอร์ซที่บรรจุสารมาตรฐานให้อยู่ตรงกลางล้อมรอบด้วยควอร์ซที่บรรจุสารตัวอย่าง นำกระบอกอลูมิเนียมดังกล่าวเข้าอาบรังสีนิวตรอนในเครื่อง ปปว-1 ของสำนักงาน พปส. ในตำแหน่งที่มีความเข้มของนิวตรอนประมาณ 10^{12} นิวตรอนต่อ ตร.ซม. ต่อวินาที เป็นเวลาประมาณ 2 สัปดาห์ หลังจากเสร็จสิ้นการอาบรังสีนิวตรอนแล้ว ทิ้งไว้เพื่อลดปริมาณรังสีจากราดิโอไอโซโทปที่มีครึ่งชีวิตสั้น ๆ ประมาณ 15 วัน ก่อนนำไปทำการวิเคราะห์

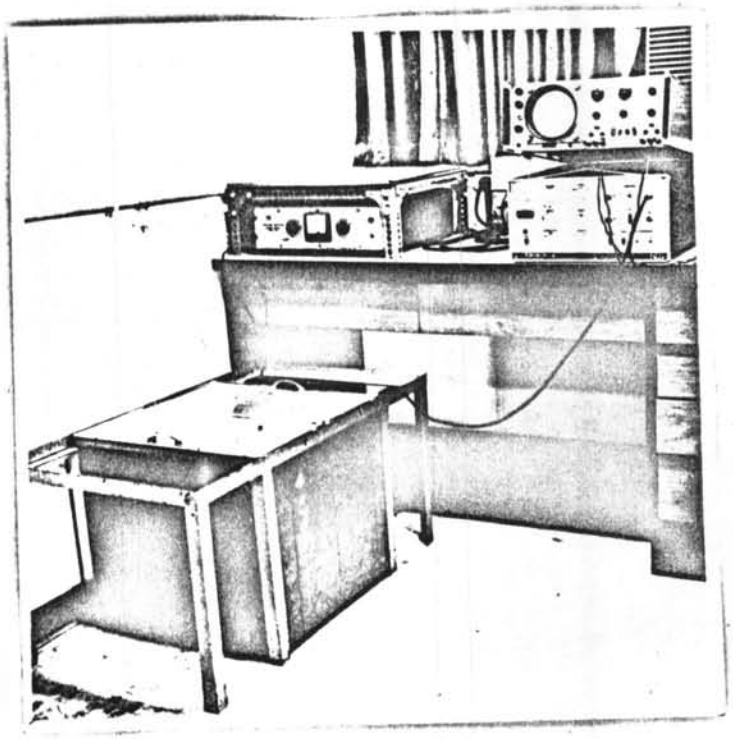
3.2 คุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของปรอท

3.2.1 ไอโซโทปเสถียรและราดิโอไอโซโทปของปรอท จากปฏิกริยานิวตรอน-แกมม่า

ธาตุปรอทในธรรมชาติประกอบด้วย ไอโซโทปเสถียร 7 ชนิด เมื่อเกิดปฏิกริยานิวตรอน-แกมม่า จะได้ราดิโอไอโซโทป 5 ชนิด ราดิโอไอโซโทปที่เกิดขึ้นจะปลดปล่อยรังสีแกมม่า และรังสีเอ็กซ์ที่มีขนาดพลังงานต่าง ๆ กัน ตารางที่ 3 แสดงถึงชนิดไอโซโทปเสถียร สัดส่วนปริมาณของไอโซโทปนั้น ในธรรมชาติ ครอส-เซคชั่น ราดิโอไอโซโทปจากปฏิกริยานิวตรอน-แกมม่า และครึ่งชีวิตของราดิโอไอโซโทปเหล่านั้น และตารางที่ 4 แสดงถึงการปลดปล่อยพลังงานของราดิโอไอโซโทปของปรอททั้ง 5 ชนิดนั้น



รูปที่ 4 สารตัวอย่างก่อนเข้าอาบรังสีนิวตรอน



รูปที่ 5 เครื่องมือนับรังสี multichannel ชนิด 128 ช่อง ต่อกับหัววัดรังสี NaI(Tl)

ตารางที่ 3 ไอโซโทปเสถียรของปรอทและราดิโอไอโซโทปจากปฏิกริยานิวตรอน-แกมมา

ไอโซโทปเสถียร	สัดส่วนในธรรมชาติ(%)	ครอส-เซคชั่น (บาร์น)	ราดิโอไอโซโทปที่เกิด	ครึ่งชีวิต
Hg-196	0.146	125	Hg-197m	23 ชั่วโมง
		2930	Hg-197	65 ชั่วโมง
Hg-198	10.02	0.018	Hg-199m	43 นาที
Hg-199	16.84	2500	Hg-200	เสถียร
Hg-200	23.13	< 60	Hg-201	เสถียร
Hg-201	13.22	< 60	Hg-202	เสถียร
Hg-202	29.80	4.5	Hg-203	46.9 วัน
Hg-204	6.85	0.43	Hg-205	5.5 นาที

3 2.2 การเลือกชนิดของราดิโอไอโซโทปของปรอทเพื่อใช้ในการวิเคราะห์

ถ้าพิจารณาจากตารางที่ 3 จะพบว่าราดิโอไอโซโทปของปรอท-199m และปรอท-205 ไม่เหมาะสมที่จะเลือกใช้ในการวิเคราะห์ ทั้งนี้ เพราะมีครึ่งชีวิตสั้นมาก และมีค่าของครอส-เซคชั่น ต่ำด้วย ราดิโอไอโซโทปของปรอท-197m อาจพิจารณานำมาใช้ได้ แต่เนื่องจากมีครึ่งชีวิตไม่สู้ยาวนักคือ 24 ชั่วโมง จึงไม่ค่อยจะเหมาะสม โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการวิเคราะห์โดยอาศัยวิธีทางเคมีประกอบอาจจะมีข้อยุ่งยากมาก

ในกรณีของปรอท-197 อาจเรียกได้ว่าเหมาะสม จะเลือกใช้ในการวิเคราะห์มากที่สุด และจากการสำรวจจากเอกสารวิจัยก็พบว่าเป็นเช่นนั้น ทั้งนี้เพราะมีค่าครอส-เซคชั่นของการเกิดปรอท-197 สูงมากคือ 2930 บาร์น ถึงแม้ว่าจะมีปริมาณของปรอท-196 ในธรรมชาติไม่มากนัก (0.146 %) แต่ปรอท-197 ก็มีครึ่งชีวิตที่พอเหมาะ คือไม่สั้นและยาวจนเกินไป (65 ชั่วโมง) ซึ่งทำให้สะดวก

พิมพ์เผยแพร่ ... บัณฑิตวิทยาลัย
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4 การปลดปล่อยพลังงานของราดิโอไอโซโทปของปรอท

ราดิโอ-ไอโซโทป	ครึ่งชีวิต	% การปลดปล่อยพลังงาน			พลังงานของรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์
		โดย I.T.(1)	โดย EC(2)	โดย β^-(3)	
Hg-197m	24 ชั่วโมง	94	6	0	Hg X-rays 0.134 (42%) 0.279 (7%)
Hg-197	65 ชั่วโมง	0	100	0	Au X-rays 0.0773 (18%) 0.191 (2%) 0.268 (0.15%)
Hg-199m	43 นาที	100	0	0	Hg X-rays 0.158 (53%) 0.375 (15%)
Hg-203	46.9 วัน	0	0	100	0.279 (77%)
Hg-205	5.5 นาที	0	0	100	0.205 (%)

(1) I.T. = Isomeric Transition นิวเคลียสของอะตอมให้พลังงานส่วนเกินแก่อิเล็กตรอนที่อยู่รอบๆ แล้วอิเล็กตรอนนั้นจะถูกปลดปล่อยออกมา

(2) EC = Electron Capture นิวเคลียสของอะตอม จะจับอิเล็กตรอนจาก K-shell หรือ shell อื่น ๆ

(3) β^- = Beta decay การเปลี่ยนแปลงของอะตอมให้รังสีเบต้าออกมา

ที่ไม่จำเป็นต้องใช้เวลาอาบรังสีนิวตรอนนานเพื่อทำให้อิ่มตัว (saturation) และนานพอที่จะใช้กรรมวิธีทางเคมีประกอบการวิเคราะห์ได้

ในการศึกษาวิจัยนี้พิจารณาที่จะนำราดิโอไอโซโทปของปรอท-197 มาใช้เช่นกัน แต่ประสบข้อยุ่งยากบางประการจากการรบกวนของราดิโอไอโซโทปของโซเดียม-24 (ครึ่งชีวิต 15 ชั่วโมง) ซึ่งมีปริมาณสูงในตัวอย่างปลาทะเล ทำให้ความแรงรังสีภายหลังการอาบรังสีนิวตรอนค่อนข้างสูง ทำให้ไม่สู้จะสะดวกในการปฏิบัติงาน จึงพิจารณาใช้ราดิโอไอโซโทปของปรอท-203 ซึ่งมีครึ่งชีวิต 47 วันแทน ถึงแม้ว่าความไวของการวิเคราะห์จะลดน้อยลงบ้าง เมื่อเทียบกับการใช้ปรอท-197 แต่สามารถทิ้งไว้ได้เป็นเวลานานเพื่อลดความแรงรังสีจากโซเดียม-24 ซึ่งทำให้ผู้ปฏิบัติงานปลอดภัยจากอันตรายของการแผ่รังสี และไม่ต้องรีบร้อนในการปฏิบัติการทางเคมี

3.3 วิธีดำเนินการวิเคราะห์

3.3.1 การแยกปรอทโดยกรรมวิธีเคมี

สารตัวอย่างที่ผ่านการอาบรังสี และทิ้งไว้ให้สลายตัวนานพอสมควรแล้ว นำมาแยกปรอทโดยกรรมวิธีเคมี ซึ่งประกอบด้วยขั้นตอนสำคัญ 2 ขั้นตอนคือ การเผาทำลาย (combustion) และการแยกให้เป็นสารประกอบบริสุทธิ์ การเผาทำลายสามารถกระทำได้โดยวิธีเปียก (wet combustion) และวิธีแห้ง (dry combustion) สำหรับการแยกให้เป็นสารประกอบบริสุทธิ์นั้น ได้มีผู้ศึกษาวิธีการไว้มากแบบด้วยกัน ดังได้สรุปไว้ในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 วิธีการแยกทางเคมีในการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น

ที่มา	วิธีการตรวจวัดรังสี	ราดิโอไอโซโทปที่เลือกใช	ชนิดของการเผาทำลาย	วิธีการแยกทางเคมี	ชนิดของสารตัวอย่าง
Hemaguchi (1960)	รังสีเบต้า	ปรอท-203	เปียก	ตกตะกอนเป็นปรอทซัลไฟด์	น้ำ
Sjöstrand (1964)	รังสีแกมมา	ปรอท-197	เปียก	กลั่นและแยกโดยใช้อีเล็กโตรไลซีส	ทุกชนิด
Kellershohn (1965)	"	ปรอท-203	เปียก	กลั่นและตกตะกอน	เลือด
Kim (1965)	"	ปรอท-197	เปียก	แลกเปลี่ยนที่กับโลหะปรอท	ทางชีววิทยา
Kosta (1969)	"	ปรอท-197	แห้ง	ทำเป็นไอแล้วดูดจับบนซีเลเนียม	ทางชีววิทยา
Johansen (1969)	"	ปรอท-197	เปียก	ตกตะกอนเป็นปรอทซัลไฟด์ที่ pH 8-9	ทั่วไป
Hasanen (1969)	"	ปรอท-197	เปียก	จับติดด้วยผงทองแดง	ทางชีววิทยา
Rook, et al (1972)	"	ปรอท-197	แห้ง	ทำเป็นไอแล้วเปลี่ยนสภาพเป็นของเหลวโดยใช้ไนโตรเจนเหลว	"

ในการศึกษาวิจัยนี้ใช้กรรมวิธีแยกทางเคมี ซึ่งปรับปรุงจากวิธีของ Sjöstrand (1964) ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้คือ

3.3.1.1 อุปกรณ์และเคมีภัณฑ์

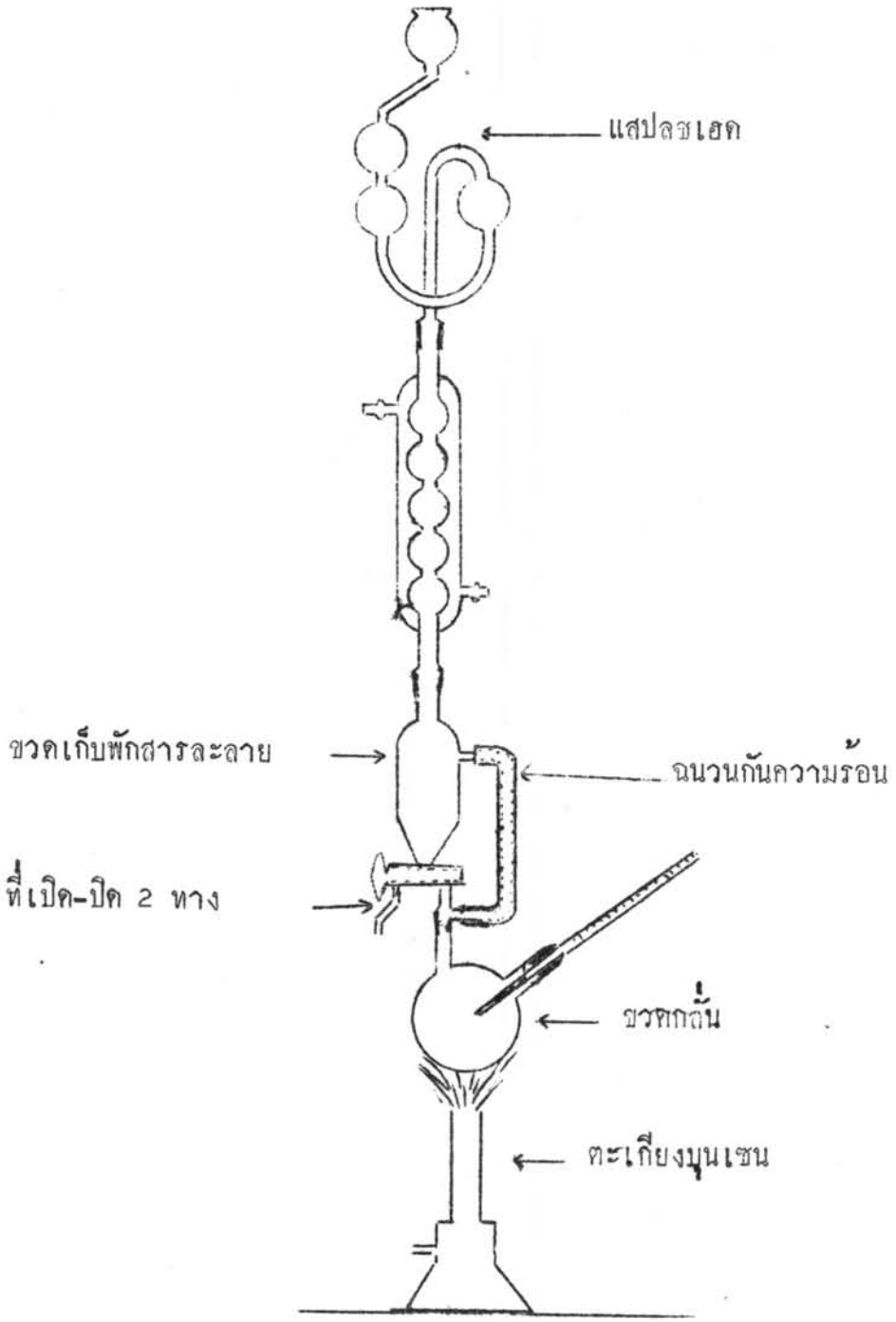
3.3.1.1.1 เครื่องมือกลั่นปรอท ดังแสดงในรูปที่ 6 ซึ่งประกอบด้วย

1) ขวดกลั่น (boiling flask) เป็นขวดแก้วก้นกลม 2 คอ มีความจุ 250 ลบ.ซม.
2) ขวดเก็บพักสารละลาย (reservoir) พร้อมด้วยที่ปิด-เปิด 2 ทาง และหลอดผ่าน (by pass tube)
3) เครื่องควบแน่นสำหรับการกลั่นซ้ำในระบบปิด (reflux condenser)
4) แสปลช เฮด (splash head)
5) เครื่องวัดอุณหภูมิ 0-360° ซ.

3.3.1.1.2 ชุดเครื่องมือกรองของบริษัท มิลลิพอร์ (millipore)

3.3.1.1.3 เคมีภัณฑ์

1) กรดดินประสิวเข้มข้น
2) กรดกำมะถันเข้มข้น
3) กรดเปอร์คลอริกเข้มข้นร้อยละ 70
4) ไกลซีน (glycine) เข้มข้นร้อยละ 5
5) ปรอทแคร์ริเออร์ ในรูปของสารประกอบคลอไรด์ โดยมีความเข้มข้นของปรอท $^{+2}$ 20 มิลลิกรัม ต่อ ลบ.ซม.
6) ไธโออเซตามีด (Thioacetamide)



รูปที่ 6 : เครื่องมือกลั่นปรอท

3.3.1.2 วิธีปฏิบัติ

นำหลอดแก้วควอร์ซซึ่งอาบรังสีนิวตรอนและทิ้งไว้สักระยะหนึ่งเพื่อให้ราดิโอไอโซโทปอื่น ๆ ที่มีครึ่งชีวิตสั้นสลายตัวไปบ้างแล้ว มาล้างผิวภายนอกให้สะอาดแช่ลงในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้สารตัวอย่างและไอของปรอท หรือสารประกอบอื่น ๆ ที่อาจเกิดขึ้นระหว่างการอาบรังสีอยู่ในสภาพของแข็ง เพื่อป้องกันการสูญเสียปรอทบางส่วนและการระเบิดกระจายของแก้วควอร์ซ เนื่องจากแรงดันภายในขณะทุบทำลายหลอดแก้วควอร์ซ เพื่อนำสารตัวอย่างมาแยกโดยวิธีเคมี

ทุบหลอดแก้วควอร์ซให้แตก แล้วถ่ายสารตัวอย่างลงในขวดกลั่นที่มีปรอทแคร์ริเออร์ 20 มิลลิกรัมอยู่ก่อนแล้ว ต้มละลายสารตัวอย่างด้วยสารละลายผสมของกรดกัดประสิวเข้มข้นและกรดกำมะถันเข้มข้น (oxidation mixture) ปริมาตร 15 ลบ.ซม. ในระบบปิด จนกระทั่งกรดกัดประสิวถูกกลั่นไปอยู่ในขวดเก็บพักสารละลายหมด อุณหภูมิในขณะนั้นจะสูงประมาณ 300° ซ. ทิ้งไว้ให้เย็น ไอสิ่งที่กลั่น (distillate) ได้ ลงขวดกลั่นใหม่ แล้วกลั่นซ้ำอีก จนกระทั่งสารละลายในขวดกลั่นใส และปราศจากสี เวลาที่ใช้ทั้งหมดประมาณ 2 ชั่วโมง ไอสิ่งที่กลั่นได้ลงขวดกลั่นอีกครั้งหนึ่ง เมื่อขวดกลั่นเย็นลงแล้ว เติมของผสมระหว่างกรดเปอร์คลอริก 5 ลบ.ซม. และสารละลายของไกลซีนเข้มข้นร้อยละ 5 จำนวน 5 ลบ.ซม. ลงไปในขวดกลั่น แล้วต้มสารละลายผสมนั้น จนถึงอุณหภูมิ 250° ซ. สิ่งที่กลั่นได้ครั้งนี้จะเป็นส่วนที่มีสารประกอบปรอทคลอไรด์รวมอยู่ด้วย

นำสิ่งที่กลั่นได้ออกจากขวดเก็บพัก และทำให้เป็นด่าง (pH 8-9) ด้วยสารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH) ตกตะกอนปรอทเป็น ปรอทซัลไฟด์ด้วยสารละลายอิ่มตัวของไธโอออเซตามีด กรองตะกอนโดยใช้กระดาษกรองชนิดใยแก้วของ Whatman ด้วยชุดเครื่องกรองของมิลลิพอร์ เก็บตะกอนของปรอทซัลไฟด์บนกระดาษกรองในจานนับรังสี (planchet) ทำให้แห้งสนิทภายใต้แสงไฟจากหลอดไฮอินฟราเรด (Infrared lamp) และทิ้งให้เย็นในภาชนะป้องกันความชื้นก่อนนำไปชั่ง

สำหรับสารละลายของปรอทมาตรฐานนั้นภายหลังจากที่ถ่ายเทออกจากหลอดแก้วควอร์ซแล้ว ทำให้เจือจางโดยให้ได้ปริมาตรทั้งหมดเป็น 50 ลบ.ซม. ดูดสารละลายนี้ 1 ลบ.ซม. ซึ่งจะมีความเข้มข้นของปรอท 0.27 ไมโครกรัม มากลั่นและผ่านกรรมวิธีที่ใช้กับสารตัวอย่างทุกประการ

3.3.2 การนับปริมาณรังสี

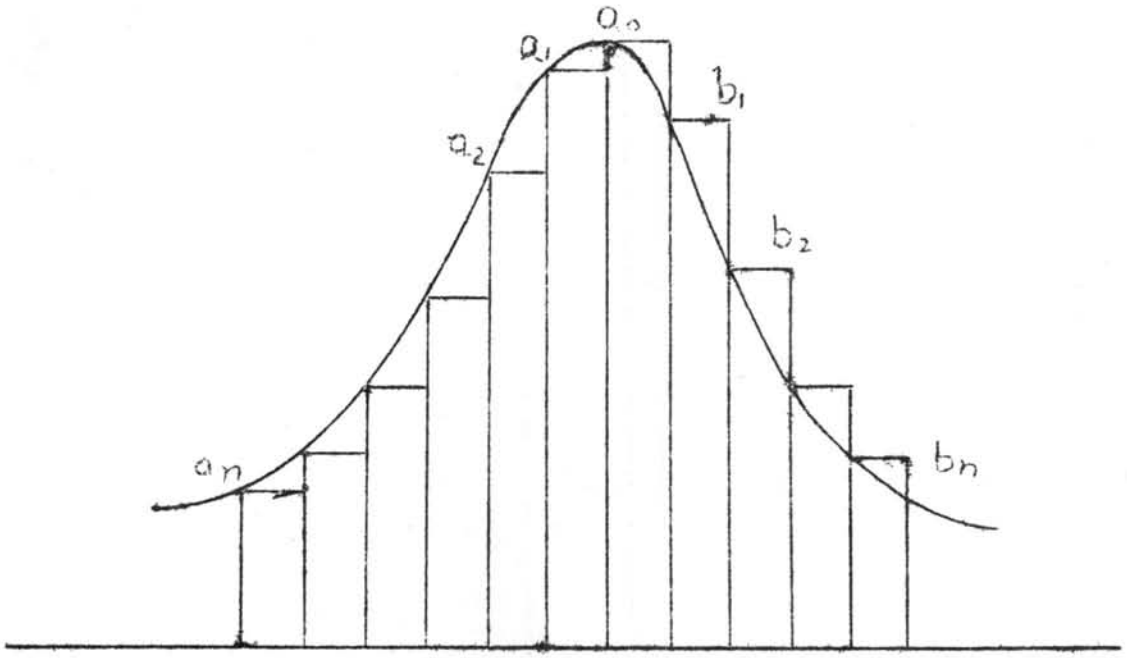
3.3.2.1 เครื่องมือตรวจนับปริมาณรังสี

เครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบขนาดพลังงาน และนับปริมาณรังสีแกมม่า และรังสีเอกซจากราดิโอไอโซโทป ประกอบด้วยหัววัดรังสีและเครื่องมือนับรังสี multichannel สำหรับหัววัดรังสีนั้นมีอยู่ 2 ประเภทคือ หัววัดชนิด scintillation คือ NaI(Tl) และหัววัดแบบ solid state คือ Ge(Li) หัววัดรังสีชนิด NaI(Tl) มีข้อแตกต่างจากชนิด Ge(Li) ตรงที่ว่ามีประสิทธิภาพในการวัดสูงกว่า แต่ขีดความสามารถในการแยกขนาดพลังงานของรังสีแกมม่า (resolution) ต่ำกว่า ดังนั้น ในการวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่นที่ใช้เฉพาะเครื่องมือนับรังสี จึงนิยมใช้หัววัด Ge(Li) เพราะสามารถแยกขนาดพลังงานของรังสีได้อย่างชัดเจนโดยไม่ต้องกังวลต่อการรบกวนจากพลังงานรังสีอื่น ๆ ที่มีค่าใกล้เคียงกัน

เนื่องจากการวิเคราะห์ปริมาณปรอทในปลาทะเลครั้งนี้ ใช้วิธีเคมีแยกปรอทให้ออกมาเป็นสารประกอบบริสุทธิ์ การวัดรังสีแกมม่าของปรอท จึงไม่จำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่มีความสามารถสูงในการแยกขนาดพลังงานของรังสี ดังนั้น การตรวจนับปริมาณรังสีของปรอท-203 ในการศึกษานี้ จึงใช้หัววัดรังสีแบบ NaI(Tl) ที่ต่อกับเครื่องมือนับรังสี multichannel ชนิด 128 ช่อง (รูปที่ 5)

3.3.2.2 การคำนวณค่าความแรงรังสี

การคำนวณความแรงของรังสีแกมม่า นิยมใช้การคำนวณพื้นที่ภายใต้ Peak จากสเปคตรัมของรังสีแกมม่าที่ปรากฏ โดยคิดคำนวณพื้นที่ฐาน (base area) แล้วหักออกจากพื้นที่ทั้งหมดของ Peak ตามวิธีของ Covell (1959)



รูปที่ 7 Height Analysis ของแกมม่าสเปคตรัม

a_o = จำนวนนับมากที่สุดของ Peak

$a_1, a_2 \cdots a_n$ = จำนวนนับจาก channel ใน Peak ทางซ้ายมือจาก channel a_o

$b_1, b_2 \cdots b_n$ = จำนวนนับจาก channelใน Peak ทางขวามือจาก channel a_o

P = จำนวนนับทั้งหมด a_n ถึง b_n

Q = จำนวนนับของพื้นที่ฐาน

N = จำนวนสุทธิ

ฉะนั้น $N = P - Q$

แต่ $P = a_o + \sum_{i=1}^{n} a_i + \sum_{i=1}^{n} b_i$

และ $Q = \frac{(2n - 1)(a_n + b_n)}{2} + (a_n + b_n)$

$= \frac{(2n + 1)(a_n + b_n)}{2}$

แทนค่า P และ Q

ฉะนั้น $N = a_o + \sum_{i=1}^{n} a_i + \sum_{i=1}^{n} b_i - (n+\frac{1}{2})(a_n + b_n) \ldots 3.1$

3.3.2.3 การวัดปริมาณรังสีแกมมาของปรอท-203 และการคำนวณปริมาณปรอท ในสารตัวอย่าง

นำตะกอนปรอทซัลไฟด์ในจานวัดรังสีไปนับปริมาณรังสีด้วยเครื่องนับรังสี Multichannel ชนิด 128 ช่องที่ต่อเชื่อมกับหัววัดรังสี NaI(Tl) ขนาด 3" x 3" เป็นเวลา 20 นาที และหักลบค่าแบคกราวด์ (background) ด้วยเครื่องมือเดียวกันในเวลาเท่ากัน บันทึกปริมาณรังสีสุทธิจากสัญญาณของเครื่องนับรังสีดังกล่าวด้วยเครื่องพิมพ์ สำหรับปรอทมาตรฐานนั้นดำเนินการนับปริมาณรังสีเช่นเดียวกับสารตัวอย่างทุกประการ

คำนวณปริมาณรังสีภายใต้พื้นที่ของแกมม่าสเปคตรัมจากปรอท-203 ของสารตัวอย่างและปรอทมาตรฐาน โดยใช้สูตร 3.1 แล้วปรับค่าที่คำนวณได้นั้น ให้มีค่าปริมาณรังสีที่ถูกต้อง โดยมีค่าร้อยละ 100 ของเคมิคัลยีลด์ โดยเปรียบเทียบกับน้ำหนักของปรอทแคริเออร์ (ถ้าปรอท 20 มิลลิกรัม ตกตะกอนเป็นปรอทซัลไฟด์-สมบูรณ์ร้อยละ 100 จะได้น้ำหนักของตะกอนปรอทซัลไฟด์เท่ากับ 23.2654 มิลลิ-กรัม

นำค่าปริมาณรังสีที่ปรับแก้เคมิคัลยีลด์แล้วของสารตัวอย่างและปรอทมาตร-ฐานมาคำนวณปริมาณของปรอทในสารตัวอย่างได้จากสมการ

$$\frac{\text{ปริมาณของปรอทในสารตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณของปรอทในสารมาตรฐาน}} = \frac{\text{ความแรงรังสีของปรอท-203 ในสารตัวอย่าง}}{\text{ความแรงรังสีของปรอท-203 ในสารมาตรฐาน}} \quad (3.2)$$

ปริมาณปรอทในสารตัวอย่างจากการคำนวณตามสมการข้างบน เป็น-ปริมาณของปรอทจากสารตัวอย่างแห้ง ซึ่งหนักประมาณ 2-3 กรัม ต้องนำมาคิดเทียบกับน้ำหนักสดของปลาทะเล จะได้ค่าปริมาณปรอทต่อกรัมของน้ำหนักสด บันทึกค่าที่ได้ในหน่วยของส่วนในล้านส่วน (ppm)

3.3.3 ความเชื่อถือได้ของการวิเคราะห์ปริมาณปรอทโดยวิธี-วิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น

ความเชื่อถือได้ของการวิเคราะห์ปริมาณ มีพื้นฐานจากความเที่ยงตรง (precision) และความแน่นอน (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์ ความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ สามารถหาได้จากการทดลองซ้ำ ๆ กันต่อสารตัวอย่างโดยกรรมวิธีเดียวกัน ตรวจผลที่ได้ว่ามีค่าใกล้เคียงกันเพียงใด อย่างไรก็ตาม วิธีวิเคราะห์ที่มีความเที่ยงตรงสูง อาจให้ผลลัพธ์ที่ไม่ตรงกับความเป็นจริงได้ ถ้ามีข้อผิดพลาดจากการเตรียมสารมาตรฐาน ปริมาณของแคริเออร์ที่ใช้ไม่แน่นอน การเปรอะเปื้อนของเคมีภัณฑ์ หรือการปฏิบัติผิดซ้ำ ๆ กัน ดังนั้น จึงจำต้องทราบค่าความแน่นอนของวิธีวิเคราะห์ ซึ่งหาได้จากการใช้วิธีวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน ใช้เครื่องมือเครื่องใช้ต่างกัน ต่อตัวอย่างชนิดเดียวกัน การหาความแน่นอนวิธีนี้ต้องใช้เวลามาก และ

ยังอาจมีข้อพกพร่องเช่น เตรียมสารมาตรฐานผิดพลาดเป็นต้น การหาความแน่นอนอีกแบบหนึ่ง คือการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของสารตัวอย่างที่เป็นสารตัวอย่างเปรียบเทียบมาตรฐาน (standard reference sample) หรือสารตัวอย่างมาตรฐาน (standard sample) ซึ่งมีค่าที่ถูกต้อง (certified value) ของธาตุที่วิเคราะห์แน่นอนแล้ว นำค่าที่วิเคราะห์ได้มาเปรียบเทียบกัน ก็จะทราบความแน่นอนของวิธีที่ใช้วิเคราะห์ จากความเที่ยงตรงและความแน่นอนของวิธีวิเคราะห์ ทำให้ทราบถึงความเชื่อถือได้ของวิธีการวิเคราะห์ที่ใช้

สำหรับวิธีวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอคติเวชั่น โดยอาศัยวิธีเคมี พบว่า มีความเที่ยงตรงมาก ความผิดพลาดสัมพัทธ์ มีค่าร้อยละ 0.7-1.0 ในขนาดความเข้มข้น 10^{-7} - 10^{-9} กรัม (Smith, 1963) และพบว่ามีความแน่นอนสูงเช่นกัน

ในการทดลองหาค่าความเชื่อถือได้ ของการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ได้ตรวจสอบความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ โดยวิเคราะห์ปริมาณปรอทของสารมาตรฐานความเข้มข้น 0.27978 ไมโครกรัม เป็นจำนวน 5 ครั้ง ผลการตรวจสอบ แสดงไว้ในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 การทดสอบความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ ปริมาณปรอท

การวิเคราะห์	ปริมาณปรอท (ไมโครกรัม)
ปริมาณแท้จริง	0.27978
ปริมาณที่ได้จากการวิเคราะห์ ครั้งที่ 1	0.2744
2	0.2593
3	0.2825
4	0.2971
5	0.2983
ค่าเฉลี่ย	0.2823 $\pm$ 0.0146

สำหรับการตรวจสอบความแน่นอนของการวิเคราะห์ ได้ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง "Kale" ซึ่งจัดเตรียมโดย Dr. H.J.M. Bowen แห่งมหาวิทยาลัย Reading ประเทศอังกฤษ ผลที่ได้รับเป็นที่น่าพอใจ คือ วิเคราะห์ปริมาณปรอทในสารตัวอย่างมาตรฐาน Kale ได้ 0.1850 $\pm$ 0.0103 ไมโครกรัม ต่อกรัม เมื่อเปรียบเทียบกับค่าที่รายงานไว้ คือ 0.1667 $\pm$ 0.0236 ไมโครกรัม ต่อกรัม