



เครื่องมือและการติดตั้งเครื่องมือ

เครื่องมือวิเคราะห์ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 4 ส่วน คือ

1. radioisotope source ซึ่งติดตั้งอยู่ในตำแหน่งที่ทำให้การแผ่รังสีตกกระทบสารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์
2. สารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์
3. เครื่องมือวัด (Detector) ติดตั้งอยู่ในตำแหน่งที่จะรับวัดปริมาณความเข้มรังสีที่เกิดจากสารตัวอย่างได้ดีที่สุด
4. Differential X-ray filters เป็นแผ่นโลหะบาง ๆ สำหรับปิดหน้าต่างของเครื่องวัดรังสี

การติดตั้งส่วนประกอบทั้ง 4 นี้ จำเป็นต้องพยายามทำให้ส่วนประกอบเหล่านี้ให้อยู่ใกล้กันมากที่สุดเท่าที่จะทำได้ ทั้งนี้เพื่อลดการสูญเสียปริมาณรังสีเนื่องจาก solid angle. ทั้งจาก source ไปยังสารตัวอย่าง และจากสารตัวอย่างไปยังหน้าต่างของเครื่องวัด ในขณะที่เดียวกันยังจำเป็นต้องหลีกเลี่ยงการแผ่รังสีจาก source ไปยังเครื่องวัดโดยตรงอีกด้วย

การวิเคราะห์ครั้งนี้ ใช้การติดตั้งแบบ Reflection Geometry โดย source สารตัวอย่าง และเครื่องมือวัดอยู่ในระนาบเดียวกัน โดย source และเครื่องมือวัดทำมุมกันประมาณ 90 องศา และตัวทำมุมประมาณ 45 องศา กับแนวศูนย์กลางของสารตัวอย่าง อย่างไรก็ตาม การที่เรียก Reflection Geometry นี้เป็นเพียงเพื่ออธิบายลักษณะ

ของการวางตำแหน่งของเครื่องมีอิทธิพลเท่านั้น ทั้งนี้ เพราะการแผ่ (emission) ของการเรืองรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่างนั้นเป็นไปทุกทิศทุกทาง

4.1 เครื่องมือวัดรังสี (Detector)

ใช้ Transistorized Scintillation Counter เป็นเครื่องวัดรังสี โดยใช้ NaI (Tl) crystal เป็น Scintillator ผลึกนี้ในรูปทรงกระบอก เส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว (2.54 ซม.) หนา $\frac{1}{16}$ นิ้ว (1.6 มม.) ผลึกนี้วางอยู่บน photomultiplier tube ซึ่งต่อกันไปยังเครื่องขยาย และ analyser ต่อไปถึง scaler. เมื่อรังสีเอกซ์ถูกจับคือสูญเสียพลังงานในผลึก โซเดียมไอโอไดด์ในรูปของแสง ซึ่งแสงเรืองนี้จะทำให้เกิดโฟลคือเล็คตรอนที่โฟโตคาโทด ได้เป็น voltage pulse ขึ้น ซึ่ง amplitude ของมันจะเป็นสัดส่วนกับพลังงานของรังสีเอกซ์ แล้ว voltage pulse นี้จะถูกขยายแล้วส่งเข้า pulse analyser แล้วเข้าเครื่อง scaler เพื่อนับความเข้มรังสีต่อไป.

Scintillation Counter ที่ใช้นี้ ผลิตโดย Nuclear Enterprise (GB), Ltd. ชนิด Type NE 5520 Serial No. 124 และ High Voltage Power Supply Type NE 5352-150, Pulse Amplifier Type NE 5254-103 และ Analyser Type 5152-139 เป็นประเภทที่ใช้วงจรทราบดีสเคอร์ และผลิตโดยบริษัท Nuclear Enterprise แห่งอังกฤษเช่นเดียวกัน ส่วน Scaler นั้น เป็นชนิด Decade scaler ผลิตโดยสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ

การใช้ผลึกโซเดียมไอโอไดด์บางประมาณ 1.6 มม. นี้ มีความเหมาะสมที่จะใช้วัดพลังงานตั้งแต่ 30 keV ลงมาถึง 5 keV เพราะพลังงานช่วงนี้ ผลึกหนา 1.6 มม. ก็เพียงพอที่จะดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ทั้งหมด และ

มีผลโดยตรงที่ทำให้ลดปริมาณ light losses ลงได้ต่ำสุด

4.2 Radioisotope Source

เราอาจ excite ทำให้เกิด K หรือ L-X-rays และถ้าจะ excite ให้โดยสปีคที่สปีคใช้ exciting radiation ที่มีพลังงานสูงกว่า absorption edge ของรังสีเอกซ์ที่จะถูก excited เพียงเล็กน้อย

ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ ใช้ Ra-D (${}_{128}\text{Pb}^{210}$) เป็น Gamma-ray source เรเดียม-ดี นี้ สลายตัวให้ β^- 0.015 และ 0.061 Mev และแกมมา $\gamma = 0.047$ Mev และมี half-life 22 ปี เรเดียม-ดี นี้ อยู่ในสภาพเป็นของเหลวบรรจุขวดเล็ก ๆ และเก็บไว้ในกระบอกตะกั่วซึ่งมีฝาปิด

4.3 แผ่นกรอง (X-ray filters)

การวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในสารตัวอย่างนี้ ใช้ differential Ross filter 1 คู่ ทำด้วยแผ่นโลหะดีบุกและอินเดียม โดยรีดแผ่นโลหะทั้งสองให้เป็นแผ่นบาง ๆ ด้วยเครื่องรีดธรรมดา แล้วตัดให้เป็นแผ่นกลม เส้นผ่าศูนย์กลาง 3.3 ซม. พอดีใช้ปิดหน้าต่างของ NaI-Scintillation counter ได้สนิทพอดี เพื่อนำมาวัดความหนาปรากฏว่าแผ่นดีบุกหนา 67.2 มก./ซม.² และแผ่นอินเดียมหนา 66.2 มก./ซม.² ซึ่งจะเห็นว่าความหนาของแผ่นกรองที่ทำขึ้นนี้ไม่ balanced เพราะตามความเป็นจริงสำหรับพลังงานที่จะวัดนั้น แผ่นดีบุกควรจะบางกว่าแผ่นอินเดียม จึงจะมีโอกาสทำให้เป็น balanced filters ได้ ดังนั้น ผลการวัดโดยใช้แผ่นกรองคู่นี้จะต้องมีลักษณะ imperfect balancing เกิดขึ้น

การที่เลือกโลหะทั้งสองเป็น X-ray filter ของพลังงานไอโอดีนก็เพราะ K-absorption edge ของโลหะทั้งสองมีช่วงความยาวคลื่นใกล้เคียงกัน

อยู่ระหว่าง characteristic X-ray fluorescence ของไอโอดีนพอดี นอกจากนี้ยังไม่มีธาตุใดๆที่ทำให้ pass band แคบกว่าโลหะคู่นี้ จากการวาง K_{α} X-ray และ K-absorption edge ในข้อ 2:3 ขอยกมาพิจารณา ดังนี้

K-abs. edge ของอินเดียม	= 27.920 keV (0.4439 \AA°)
K_{α} X-ray ของไอโอดีน	= 28.610 keV (0.433 \AA°)
K-abs. edge ของคอปเปอร์	= 29.182 keV (0.4247 \AA°)

ส่วนธาตุที่มี K-absorption edge ใกล้เคียงแก่การกรองคู่นี้ที่สุด คือ

แคดเมียม	= 26.704 keV	
เงิน	= 25.509 keV	
แอนติโมนี	= 30.477 keV	และ
เทลลูเรียม	= 31.800 keV	

ซึ่งจะเห็นว่า pass band กว้างกว่า Sn-In filter มาก ดังนี้

Sn-In	= 1.262 keV	
Cd-Sb	= 3.773 keV	และ
Cd-Sn	= 2.478 keV	

ดังนั้น Sn-In filter จึงให้ pass band แคบที่สุด

4.4 สารตัวอย่าง (Samples)

การเตรียมสารตัวอย่างกระทำตามลำดับดังต่อไปนี้

4.4.1 ขวดบรรจุสารตัวอย่างใช้ขวดพลาสติกใสรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 ซม. สูง 6 ซม. หน้าประมาณ 1 มม. น้ำหนักขวดเปล่าประมาณ 13.5 กรัม เป็นขวดพลาสติก เบอร์ 1. มีฝาปิดเกลียว.

4.4.2 ใช้ผงอลูมิเนียมหนัก 20 กรัม บรรจุขวด เป็นสารตัวอย่างประเภทแรก สำหรับทดลองหาสภาพที่ดีที่สุด ในการจัดตำแหน่งของเครื่องมือ คือ ตำแหน่งของ source, sample และ detector ตลอดจนศึกษา background และ ปรับปรุง geometry เพื่อลด background ของการวัด และหาวิธีเพิ่มประสิทธิภาพของการวัดความเข้มรังสีให้ได้ดีที่สุดเท่าที่สภาพในห้องทดลองและวัสดุอุปกรณ์เท่าที่หาได้จะเอื้ออำนวยต่อการวิเคราะห์

4.4.3 ใช้ผงทรายละเอียด ชนิด acid washed ขนาด medium fine ผลิตจำหน่ายโดย M & B แห่งเยอรมัน ใช้ทรายนี้สำหรับทดลอง saturation ของ reflection และหา optimum thickness ของสารตัวอย่าง โดยบรรจุทรายทั้งหมด 7 ขวด มีน้ำหนักต่าง ๆ กันดังนี้ 20, 30, 40, 50, 60, 90 และ 130 กรัมตามลำดับ เมื่อบรรจุเสร็จแล้วปรากฏว่า ขวดที่บรรจุน้อยที่สุด 20 กรัม หนาประมาณ 0.6 ซม. ขวด 40 กรัม หนา 1.2 ซม. ขวด 90 กรัม ทรายหนา 2.7 ซม. และขวดที่บรรจุมากที่สุด 130 กรัม หนา 4 ซม.

4.4.4 ธาตุไอโอดีน ที่ต้องการวิเคราะห์อยู่ในรูปของสารประกอบโปแตสเซียมไอโอเดต (KIO_3) การทำสารตัวอย่างมาตรฐานก็คือ การทำสารตัวอย่างชนิด unknown ก็คือ ตลอดจนการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับทดสอบการเกิดการเรืองรังสีเอกซ์เหล่านี้ได้ใช้สารประกอบนี้ทั้งสิ้น ใช้สารนี้ผสมลงในสารประกอบอื่น ทั้งหมดอยู่ในสภาพเป็นผง เป็นเม็ดเล็ก ๆ หรือเป็นเกล็ด ส่วนผสมทั้งหมดจะถูกคลุกเคล้าให้เข้ากัน

4.4.5 เตรียมสารตัวอย่างสำหรับทดสอบการเกิดการเรืองรังสีของธาตุไอโอดีน โดยการผสมสารประกอบของธาตุต่าง ๆ ทั้งที่มีอะตอมมิกนัมเบอร์น้อย และมากลงไปเพื่อให้มีองค์ประกอบที่คล้ายธรรมชาติ นอกจาก

จะใช้สาร ตัวอย่างเทียบชดเชยศึกษาการเกิด (production) ของการเรืองรังสีเอกซ์ของไอโอไดน์แล้ว ยังใช้ศึกษาประสิทธิภาพของการใช้ differential filters อีกด้วย ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ได้เตรียมสารตัวอย่างชดเชยดังนี้

ผสมโปแตสเซียมไอโอเดตลงไปในผงถ่าน ผงอลูมิเนียม ทรายละเอียด ผงสังกะสี แบเรียม (อยู่ในรูปของแบเรียมซัลเฟต, BaSO_4) และตะกั่ว (อยู่ในรูปของตะกั่วแดง, Pb_2O_3) แต่ละชนิดของสารเหล่านี้มีไอโอไดน์ผสมอยู่เป็นปริมาณดังนี้ คือ 0%, 1%, 3%, 6%, 9%, 12%, 15% และ 18% โดยน้ำหนักตามลำดับ น้ำหนักรวมของส่วนผสม 20 กรัม

การทดลองเหล่านี้เมื่อผสมให้เข้ากัน ทำโดยการกลิ้งขวดไปมาทั้งตามยาวและตามขวาง ซึ่งทำได้ง่ายเพราะส่วนผสมเป็นเม็ดและเป็นผง การที่ไม่ใช้แท่งแก้วคั้นก็เพราะส่วนผสมที่มีความหนาแน่นไม่เท่ากัน ถ้าใช้แท่งแก้วคั้นก็จะปรากฏว่าธาตุที่หนักกว่าจะจมลงไปอยู่ก้นขวด ส่วนธาตุที่เบากว่าจะอยู่ข้างบน การทดลองเหล่านี้ให้โปแตสเซียมไอโอเดตกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอทั่วเนื้อสารตัวอย่างนี้ มีความสำคัญมากในงานวิเคราะห์ เพราะเกี่ยวข้องกับ การเกิด self-absorption ในสารตัวอย่าง

4.4.5 เตรียมสารตัวอย่างมาตรฐาน เพื่อทำ nomograph สำหรับนำไปเป็นค่ามาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ไอโอไดน์ในสารที่ยังไม่ทราบค่าต่อไป การทำสารตัวอย่างมาตรฐานนี้ ทำโดยการผสมธาตุไอโอไดน์ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แล้ว ผสมลงไปในเนื้อทราย และผสม interfering elements อื่น ๆ ซึ่งเป็นธาตุปะปน ที่ทำเช่นนี้ เพราะต้องการให้สารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมีสภาพเหมือนส่วนผสมของแร่ตามธรรมชาติ สารที่ใช้เป็น interfering element คือ ผงสังกะสี (มีคลอไรด์ ไม่เกิน 0.01 % เหล็ก ไม่เกิน 0.03 % และ อารเซนิก ไม่เกิน 0.0001 % โดยปฏิบัติดังต่อไปนี้

ใช้ส่วนผสมทั้งหมด 30 กรัม แต่ละตัวอย่างมีส่วนผสมของไอโอดีน 0% 1% 2.13% 3% 4.5% 6% และ 8% (โดยน้ำหนัก) ความล้าคัม และแคละเปอร์เซ็นต์ของไอโอดีนในส่วนผสม บังผสมผงสังกะสีลงไปด้วย ปริมาณ 0% 2% 4% และ 6% (โดยน้ำหนัก) ตามลำดับ ดังนั้น ทั้งหมดมี 28 ตัวอย่าง

4.4.6 เตรียมสารตัวอย่างที่ไม่ทราบเปอร์เซ็นต์ไอโอดีน (unknown sample) ที่จะให้นำมาวิเคราะห์ โดยถือเอาสารตัวอย่างในข้อ 4.4.5 เป็นมาตรฐานในการวิเคราะห์ ส่วนผสมที่ไม่ทราบเปอร์เซ็นต์ไอโอดีนนี้ทำ โดยผสมไอโอดีนลงไปในส่วนที่ใช้เป็นเนื้อดินหลายชนิด คือ ผงถ่านและทราย และเติม interfering elements ชนิดที่แตกต่างไปจาก interfering element ของสารตัวอย่างมาตรฐานด้วย คือ แทนที่จะใช้ผงสังกะสีใช้เหล็ก และทองแดงแทน ดังนี้

ก. ผสมไอโอดีน 4.5 เปอร์เซ็นต์ลงไปผงถ่าน แล้วเติมผงสังกะสีลงไปเป็น interfering element อีก 8.7% 22% และ 46% ตามลำดับ รวมเป็น unknown sample 3 ชนิด น้ำหนักรวม 30 กรัม

ข. ผสมไอโอดีน 4.5% ลงไปในทราย แล้วเติมผงเหล็กเป็น interfering element 2% 4% และ 6% ตามลำดับ รวมได้ 3 ชนิด

ค. พวกที่ผสมอยู่ในเนื้อทราย แต่ใช้ทองแดงเม็ดเล็ก ๆ เป็น interfering element เติมทองแดง 2% 4% และ 6% ตามลำดับ รวมได้ 3 ชนิด

เพราะฉะนั้น มี unknown sample ทั้งหมด 9 ชนิด