



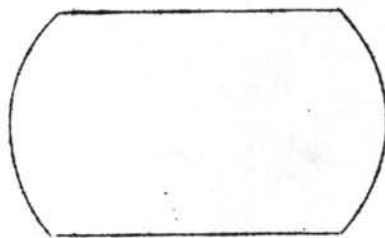
วิธีทำ และผลการทดลอง

5.1 การออกแบบเพื่อความคมหน้าต่างเปิดปิดลำรังสีเอกซ์ใหม่

เนื่องจากเคมีการจะเปิดให้ลำรังสีเอกซ์ออกมา ใช้งานได้นั้น จะต้องใช้มือกดปุ่มควบคุมไว้ตลอดเวลา (ถ้าไม่มีอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการเบี่ยงเบนรังสี กระทบไว้ด้วย แล้วจะยึดอยู่ไม่ได้) ซึ่งเป็นการไม่สะดวกในการทำงานเป็นอย่างยิ่ง จึงได้ศึกษากลไกที่ติดอยู่กับตัวควบคุมของเครื่องออกแล้ว ใช้สายที่ใช้ควบคุมขั้วเทอร์ของกล่องถ่ายรูมาควบคุมการเปิดปิดลำรังสีเอกซ์แทน โดยการติดแกนโลหะที่หักออกจากตัวควบคุมของเครื่อง เข้ากับเคี้ยวตรงกลางของสายควบคุมขั้วเทอร์ของกล่องแทน ปรากฏว่าสามารถควบคุมหน้าต่างเปิดปิดของลำรังสีได้ตามต้องการ โดยที่ไม่ต้องใช้มือกดปุ่มไว้ดังเช่นเดิมอีก ซึ่งได้แนบตามลูกศรที่ชี้ในรูปที่ 5.4

5.2 ศึกษาทิศทางของลำรังสีเอกซ์ที่พุ่งออกมาจากหน้าต่าง

ได้ใช้ฉากที่ฉาบไว้ด้วยฉาบเรืองแสงรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 1 นิ้ว x 1 นิ้ว และใช้ค้อนทุบ เพิ่มเติมให้ยาวออกมาประมาณ 20 ซม. รับรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ปรากฏว่าลำของรังสีเอกซ์ที่ออกมาบานออกตามระยะทางที่ห่างออกไป และมีรูปร่างเหมือนหน้าต่างดังแสดงในรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 แสดงเรืองที่ปรากฏบนฉากเรืองแสงเนื่องจากรังสีเอกซ์

และไตทคลองวัดที่ระยะ 6.5 ซม. ห่างจากหน้าตาทาง ปรากฏว่าจุดศูนย์กลางของลำรังสีที่ต่ำลงกว่าแนวระดับ 0.67 ซม. และเมื่อคำนวณออกมาแล้วจะเป็นมุมก่ด ประมาณ 5.9 องศา แสดงว่า ตามข้อมูลจำเพาะของเครื่องที่ใหม่กว่า ลำรังสีจะออกมาด้วยมุมก่ด 6 องศา กับแนวระดับนั้นถูกต้อง



รูปที่ 5.2 แสดงทิศทางของลำรังสีเอกซ์ที่ออกจากหน้าตาทาง

5.3 การจัดตั้งเครื่องมือ

5.3.1 ศึกษาและประกอบหัววัดรังสีเอกซ์กับเครื่องวิเคราะห์สัญญาณ

ในการทดลองนี้ใช้หัววัดรังสีแบบพรอพอร์ชันเนล (proportional) ที่บรรจุด้วยกาซอาร์กอน (Ar) โดยประกอบหัววัดนี้เข้ากับเครื่องวิเคราะห์สัญญาณแบบมัลติแชนแนล อะนาไลซ์เซอร์ (Multichannel Analyzer) ซึ่งจะเป็นการวิเคราะห์สัญญาณในระบบ energy dispersive ซึ่งได้แสดงภาพการวางเครื่องมือดังในรูป 4.5

จากนั้นทำการเทียบปรับหัววัดรังสี และเครื่องวิเคราะห์สัญญาณรังสี ด้วยเรคิโอไอโซโทปรังสี ซึ่งเป็นรังสีเอกซ์เรืองมาตรฐานของธาตุทองแดง (Cu), รูบิเดียม (Rb), โมลิบดีนัม (Mo), เงิน (Ag) และ แบเรียม (Ba) โดยคุณสมบัติของธาตุเหล่านี้ว่าจะสามารถปรากฏบนสโคปได้หรือไม่ จากการปรับค่าต่าง ๆ จนสามารถเห็นสเปกตรัมของธาตุเหล่านี้ปรากฏบนสโคปอย่างสมบูรณ์ ต้องใช้ค่าต่าง ๆ เหล่านี้

1. Zero = 2.66
2. Coarse Gain (C.G) = 4
3. Fine Gain (F.G) = 3.0

- 4. Mode = UNI (Amp)
 - 5. Input = POS (Amp)
 - 6. Scale = $\times 1$ (preamp)
 - 7. Mode = PHA
 - 8. H. V = 2,000 Volts
 - 9. LLD = 0.10
 - 10. ULD = 10.0
- } (MCA)

5.3.2 การวางด้วยสารตัวอย่าง (Sample)

ถ้วยใส่สารตัวอย่างทำด้วยพลาสติกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5.4 ซม. สูง 2.5 ซม. ด้านล่างสำหรับรับรังสีใช้กระดาษแก้ว การจะวางด้วยสารตัวอย่างได้คำนึงถึงพื้นที่หน้าตัดของสารตัวอย่างที่จะรับลำรังสีจากหลอดกำเนิดรังสี และรังสีเอกซ์วิ่งจากสารตัวอย่างที่จะให้เข้าหัววัดมากที่สุด ซึ่งความเอียงของมุมที่เหมาะสมจะวางด้วยสารตัวอย่างทำกับแนวระดับอยู่ในช่วง 30 - 60 องศา แต่ถ้าวางด้วยสารตัวอย่างที่ทำกับแนวระดับเท่ากับ 30 องศา จะทำให้พื้นที่หน้าตัดของถ้วยสารตัวอย่างจะได้อรับลำรังสีจากหลอดกำเนิดรังสีน้อย แต่ถ้าวางด้วยสารตัวอย่างด้วยมุม 60 องศา กับแนวระดับ แม้จะทำให้พื้นที่หน้าตัดของถ้วยสารตัวอย่างได้รับลำรังสีจากหลอดกำเนิดรังสีค่อนข้างเต็มที่ แต่ก็ทำให้สารตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่เป็นผงละเอียด จะเคลื่อนลงมากองยังส่วนล่างของถ้วยหมก ไม่กระจายเพิ่มพื้นที่หน้าตัดด้วยสารตัวอย่าง ซึ่งทำให้พื้นที่หน้าที่จะรับลำรังสีลดลง

จากการคำนึงถึงเหตุผลดังกล่าวข้างต้น จึงได้วางด้วยสารตัวอย่างด้วยความเอียงเฉลี่ยของ 30 และ 60 องศา จะมีค่าเท่ากับ 45 องศา กับแนวระดับ

5.3.3 ท่อบีบรังสีเอกซ์ (Collimator)

ก่อนที่จะสร้างท่อบีบรังสีโคทกลองให้ลำรังสีเอกซ์จากหลอดกำเนิดรังสี ไป กระตุ้นสารตัวอย่างในถ้วยสารตัวอย่างที่ใต้วงมูมเอียง 45 องศา กับแนวระดับ ปรากฏว่า โคเกิดสเปกตรัมของธาตุอื่นที่มีโคใส่อยู่ในสารตัวอย่างด้วย นอกจากนี้สเปกตรัมของธาตุที่อยู่ในสารตัวอย่างก็ถูกรบกวนโดยสัญญาณอื่น ๆ ด้วย ซึ่งคิดว่าสัญญาณเหล่านี้เกิดจากรังสีจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ที่กระเจิง (scatter) ไป และบางส่วนโคทะลุผ่านเข้าหัววัดโดยตรง เนื่องจากโลหะที่ใส่ทำเป็นหัววัดนั้นเป็นธาตุอะลูมิเนียมที่หนาไม่กัมิลลิเมตร ดังนั้นรังสีที่กระเจิงมาจึงสามารถทะลุผ่านโคได้อย่างง่ายดาย ดังนั้นจึงได้ใช้แผ่นตะกั่วหุ้มเป็นรูปทรงกระบอกโดยรอบหัววัดรังสีนั้น และได้ใช้โฟมทำเป็นฐานรองถ้วยสารตัวอย่างแทนการใช้คัมหมับโลหะจับ ซึ่งปรากฏว่าสามารถลดสัญญาณที่มารบกวนได้เป็นส่วนใหญ่

อีกทางหนึ่งที่จะลดรังสีกระเจิงจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ และยอมให้รังสีเอกซ์ เรืองจากสารตัวอย่างเข้าหัววัดรังสีได้เท่านั้น จึงได้ออกแบบท่อบีบรังสีระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ กับถ้วยสารตัวอย่าง และระหว่างถ้วยสารตัวอย่าง กับหลอดหัววัดรังสีด้วย ในที่นี้โคใช้ท่อตะกั่วรูปทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว แต่ตรงปลายท่อโคเจาะตรงจุดศูนย์กลางของวงกลมที่เป็นพื้นที่หน้าตัดของท่อให้มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดต่าง ๆ กันคือ 2 มม. 3 มม. 4 มม. 6 มม. และ 8 มม. โดยสามารถจะเปลี่ยนขนาดความยาวของท่อบีบรังสีโคด้วยเพราะใช้ท่อทรงกระบอกต่อกันเป็นท่อน ๆ

5.3.4 การหาระยะที่เหมาะสมระหว่างหลอดกำเนิดรังสี กับถ้วยสารตัวอย่าง และระหว่างถ้วยสารตัวอย่าง กับหัววัดรังสี

เริ่มการทดลอง โคใช้ท่อบีบรังสีระหว่างหลอดกำเนิดรังสี กับถ้วยสารตัวอย่าง และระหว่างถ้วยสารตัวอย่าง และหัววัดรังสี ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางที่ยอมให้รังสีผ่านมีค่าเท่ากับ 6 มม. และ ขนาด 8 มม. ตามลำดับ และได้แปรระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสี กับถ้วยสารตัวอย่าง และระหว่างถ้วยสารตัวอย่าง และหัววัดรังสี ด้วยค่าต่าง ๆ กัน โดยโคกำหนดให้ค่าอื่น ๆ คงที่ ทั้งนี้คือ $kV = 10$; $mA = 5$ และใช้ตัวกรองรังสีที่ทำด้วยโลหะนิกเกิล (Ni) กรองรังสีเอกซ์ต่อเนื่องจากหลอดกำเนิดรังสี และใช้ธาตุเหล็ก

(Fe) เป็นตัวอย่างในการศึกษาครั้งนี้ ซึ่งผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 5.1.1 และ 5.1.2

ตารางที่ 5.1.1 แสดงข้อมูลที่ได้จากการแปรระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสี และสารตัวอย่าง กับระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี

สารตัวอย่าง	ระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีกับสารตัวอย่าง (ซม)	ระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี (ซม)	ค่าของ $\epsilon/30 \text{ sec}$ ที่ยอดพีค	ตำแหน่งของ ยอดพีค (Channel No)	% dead time
แผ่นเหล็ก (Fe)	≤ 9	4 - 8	(หมายเหตุ ไม่เกิดเป็นสเปกตรัมของเหล็กเลย)		
Fe	10.5	4	57,559	32	60
Fe	10.5	5	25,741	44	60
Fe	10.5	6	21,181	47	60
Fe	10.5	8	15,949	49	60
Fe	13.0	4	49,621	34	60
Fe	13.0	5	48,288	35	60
Fe	13.0	6	34,428	42	60
Fe	13.0	8	13,189	50	60
Fe	16.5	4	45,008	36	60
Fe	16.5	5	20,397	47	60

ตารางข้อมูล 5.1.1 (ตบ)

Fe	16.5	6	17,549	48	60
Fe	16.5	8	8,432	52	48
Fe	19.5	4	38,112	40	60
Fe	19.5	5	14,160	50	60
Fe	19.5	6	6,872	54	50
Fe	19.5	8	3,516	54	40

ตารางข้อมูล 5.1.2

สารตัวอย่าง	ระยะระหว่างหลอด กำเนิดรังสีเอกซ์กับ สารตัวอย่าง (ซม)	ระยะระหว่างสาร ตัวอย่างกับหัววัด รังสี (ซม)	C/30 sec ที่ยอดพีค	ค่าแรงของ ยอดพีค ของ Fe (Channel No.)	% dead time
แผ่นเฟอร์ไรท์ สะเทินหนา 5 มม.	≤ 9	4 - 8	(หมายเหตุ ของเหล็กเลย)	ไม่เกิดเป็นสเปกตรัม	
Fe - W	10.5	4	20,473	50	60
Fe - W	10.5	5	7,490	54	55
Fe - W	10.5	6	7,056	54	55
Fe - W	10.5	8	4,111	57	50
Fe - W	13.0	4	5,670	54	55
Fe - W	13.0	5	5,619	55	55
Fe - W	13.0	6	4,688	55	50

ตารางข้อมูลที่ 5.1.2 (ต่อ)

Fe - W	13.0	8	3,596	57	40
Fe - W	16.5	4	5,868	56	55
Fe - W	16.5	5	4,235	57	50
Fe - W	16.5	6	4,003	57	50
Fe - W	16.5	8	3,928	57	40
Fe - W	19.5	4	4,127	56	50
Fe - W	19.5	5	3,169	57	30
Fe - W	19.5	6	2,556	57	20
Fe - W	19.5	8	1,450	57	10

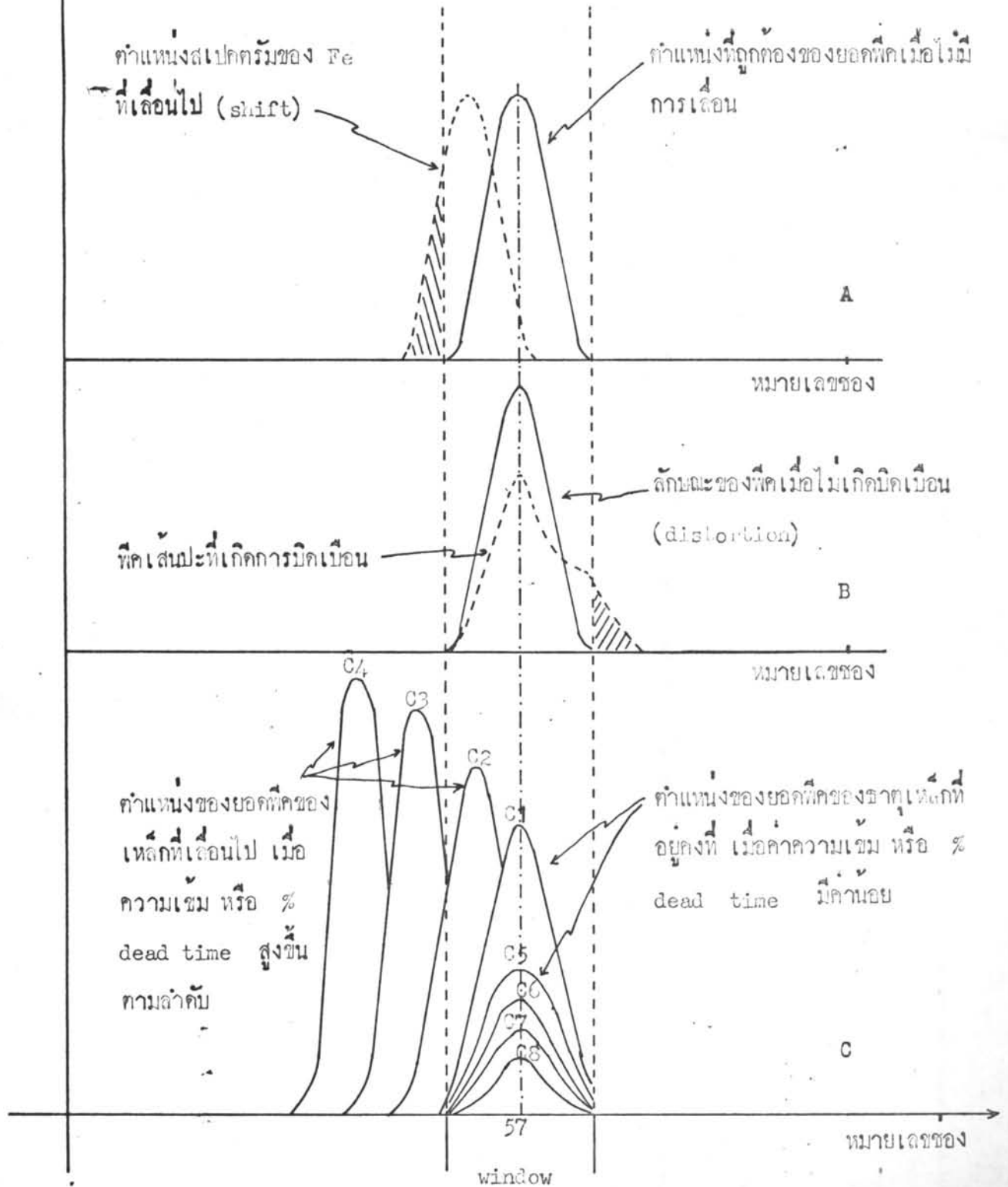
จากข้อมูลในตารางที่ 5.1.1 และ 5.1.2 ที่ได้จากการทดลอง ทำให้พอสรุปได้ว่า การแปรระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์กับตัวสารตัวอย่าง หรือ ระยะระหว่างตัวสารตัวอย่าง กับหัววัดรังสี จะมีผลต่อความเข้มของรังสีเอกซ์เนื่องจากสารตัวอย่างโดยตรง กล่าวคือ ถ้าระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสี กับตัวสารตัวอย่างมากขึ้น โดยที่ให้ระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดคงที่แล้ว ความเข้มของรังสีเอกซ์เนื่องจากสารตัวอย่างจะมีค่าลดลง เช่นเดียวกันกับการแปรให้ระยะระหว่างสารตัวอย่าง กับหัววัดรังสีเพิ่มมากขึ้น และให้ระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่างคงที่ ก็จะมีผลให้ความเข้มของรังสีเอกซ์เนื่องจากสารตัวอย่างลดลง

นอกจากนี้ความเข้มของรังสีเอกซ์เรื่อที่เข้าหัววัดรังสีก็จะมีผลต่อ % dead time และ การเลื่อนของยอดที่คว่ำ ซึ่งได้แสดงผลของข้อมูลออกมาในรูปของโคอะแกรม ในรูปที่ 5.3

จากกราฟในรูป 5.3 A. ได้แสดงสเปกตรัมของเหล็ก (Fe) ตามรอยเส้น

กราฟรูปที่ 5.3 แสดงผลของความเข้มที่ผิดการเลื่อน (shift) การบิดเบือน (distortion) ของสเปกตรัมของเหล็ก

ความเข้ม I ↑



ปะ ซึ่งยอดพีคก็เลื่อนไปทางซ้ายเมื่อจากตำแหน่งเดิมที่ถูกต้องของมัน เนื่องจากความเข้ม :
ของโฟตอนของเหล็กที่เรียงจากสารตัวอย่าง เข้าหัววัดรังสีมีค่ามากขึ้นไป ทำให้โฟตอนบาง
ส่วนที่เข้าหัววัดสูญหายไป เนื่องจากหัววัดรังสีวิเคราะห์ได้ไม่ทัน ซึ่งจะมีผลต่อ % dead
time ของหัววัดโดยตรง จะเห็นว่าข้อมูลในตารางที่ 5.1.1 นั้น % dead time
สูงถึง 60 % เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งแสดงว่าความเข้มของโฟตอน ที่เข้าหัววัดรังสีมีค่าสูงเกินไป

ในรูป 5.3 B. ได้แสดงลักษณะของสเปกตรัมที่เกิดผิดไปจากการกระจายแบบ
เกาส์เซียน (Gaussian) ซึ่งเราเรียกว่า สเปกตรัมเกิดบิดเบือน (distortion)
เนื่องจากพลังงานของโฟตอน จากสารตัวอย่างที่เรียงออกมาเข้าหัววัดรังสีสูงเกินกว่า ซีก
จำกัดการทำงานของหัววัด คือมากกว่า 10 KeV เนื่องจากหัววัดรังสีแบบพรอพอร์ชันเนต
มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์รังสีในช่วงพลังงาน 3 - 10KeV

ในรูป 5.3 C. ได้แสดงตำแหน่งเปรียบเทียบของยอดพีค ให้เห็นว่า ยิ่ง
ความเข้ม หรือ % dead time สูงขึ้นเท่าไร ตำแหน่งของยอดพีคก็จะเลื่อนไปทาง
หมายเลขของที่น้อยลงเท่านั้น ดังเช่น สเปกตรัม C_1, C_2, C_3 และ C_4 ซึ่ง $I_1 < I_2$
 $< I_3 < I_4$ ในขณะที่เมื่อความเข้มของโฟตอนจากสารตัวอย่างที่เรียงออกมาเข้าสู่หัววัด
มีค่าน้อยลง หรือ % dead time มีค่าต่ำลงกว่า 30 % ลงมาแล้ว (จากข้อมูลในตา
รางที่ 5.1.2 ช่วงท้าย ๆ) จะเห็นว่าตำแหน่งยอดพีคของเหล็ก (Fe) จะอยู่ที่ตำแหน่งคง
ที่ ไม่มีการเลื่อนไปมาเหมือนเมื่อ % dead time มีค่ามาก

จากข้อมูลข้างต้นเป็นแนวทางช่วยให้การตัดสินใจเลือกระยะระหว่างหลอดกำเนิด
รังสีเอกซ์ กับสารตัวอย่าง และระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสีได้มาก จึงได้ตั้งข้อ ก่า
หนดในการเลือกระยะที่ต้องการดังนี้

5.3.4.1 ระยะที่ได้ต้องไม่ทำให้ความเข้มของโฟตอนที่เรียงจากสารตัวอย่าง
เข้าหัววัดมากเกินไป หรือพูดในอีกกรณีหนึ่งคือไม่ทำให้ % dead time มากกว่า 30%

5.3.4.2 คำนึงถึงการวิเคราะห์ธาตุในปริมาณความเข้มข้นช่วงกว้าง คือ
ตั้งแต่ปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำจนถึงปริมาณความเข้มข้นสูง

จากข้อกำหนด 5.3.4.1 ความเข้มของโฟตอนที่เรียงจากสารตัวอย่าง นอก จากจะเกี่ยวข้องกับระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ และสารตัวอย่าง กับระยะระหว่าง สารตัวอย่างกับหัวตัวรังสีแล้ว ยังเกี่ยวกับตัวกรองรังสี (filter) การตั้ง kV และ mA ของเครื่องควบคุมหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์อีกด้วย ซึ่งจะได้อธิบายถึงในตอนต่อไป ในที่นี้ได้อธิบายใจเลือก

ระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ และสารตัวอย่าง = 17.5 ซม.
และ ระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัวตัวรังสี = 4.5 ซม.

โดยได้เปลี่ยนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของวงกลมตรงปลายท่อ collimator ระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่างจากขนาด 6 มม. ให้เหลือ 3 มม.

ส่วนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของวงกลมตรงปลายท่อ collimator ระหว่าง สารตัวอย่างกับหัวตัวรังสีมีให้เลือกใช้ 4 ขนาดคือ 2 มม. 4 มม. 6 มม. และ 8 มม. ตามลำดับ ทั้งนี้แล้วแต่ปริมาณความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์ว่ามี มากน้อยเพียงใด

5.3.5 การประกอบเครื่องมือเป็นชุดสำเร็จ

จากการศึกษาเป็นขั้นตอนตั้งแต่หัวข้อ 5.3.1 - 5.3.4 ซึ่งเกี่ยวกับการ ศึกษา และประกอบหัวตัวรังสีกับเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์ การวางถ้วยสารตัวอย่าง ท่อ บีบรังสี และการหาระยะที่เหมาะสมระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่าง และ ระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัวตัวรังสี ซึ่งในขั้นนี้ได้ประกอบส่วนต่าง ๆ ที่ได้ศึกษามา ทั้ง ข้างต้นเข้าด้วยกัน ซึ่งได้แสดงดังในรูป 5.4 และ 5.5 ตามลำดับ

5.3.5.1 การตรวจสอบเครื่องมือที่ประกอบขึ้นใหม่

ได้ใช้สารตัวอย่างที่เป็นเหล็กในองค์ประกอบต่าง ๆ กันมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ ที่ประกอบขึ้นใหม่ ซึ่งได้ใช้ค่าต่าง ๆ ดังนี้ kV = 10 : mA = 5 ตัวกรอง รังสี = Ni , และใช้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของวงกลมตรงปลายท่อบีบรังสี ระหว่าง

สารตัวอย่างและหัววัดรังสี = 4 มม. ซึ่งผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 5.3

ตารางข้อมูลที่ 5.3

สารตัวอย่าง	ระยะระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์และสารตัวอย่าง (ซม.)	ระยะระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี (ซม.)	C/30 sec ที่ ยอดพีค	ตำแหน่งของยอดพีคของหลอด (Channel No.)	% dead time
เหล็กแผ่น	17.5	4.5	1,536	56	10
แผ่นเหล็กโรสนิม	17.5	4.5	699	55	0
Fe ₂ O ₃	17.5	4.5	290	56	0
ลวดโลหะขนาด ϕ 1 มม.	17.5	4.5	50	56	0
แผ่น Fe+W+C	17.5	4.5	56	56	0
โลหะก้อน	17.5	4.5	363	56	0

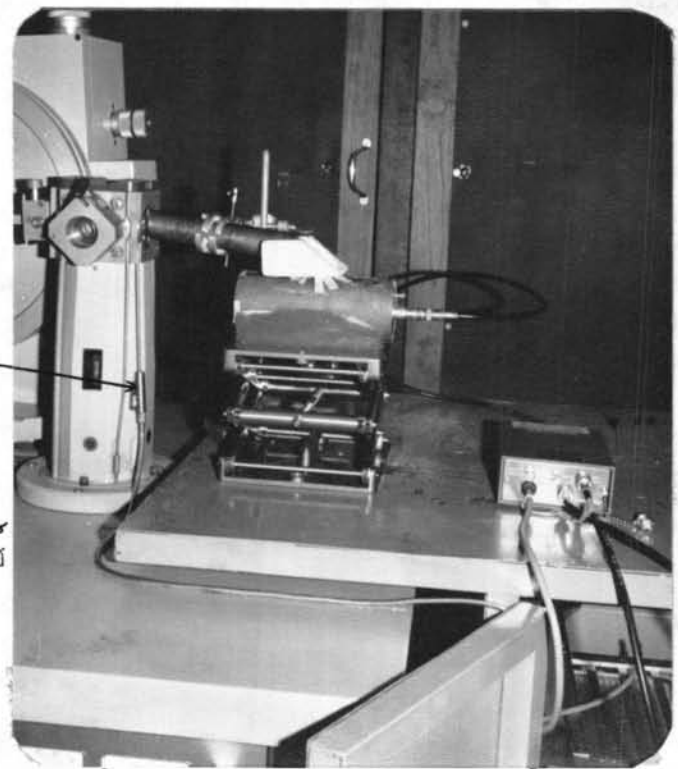
หมายเหตุ ใช้ท่อมีรังสีระหว่างหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่าง และระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มม. และ 6 มม. ตามลำดับ

จากตารางข้อมูลที่ 5.3 จะเห็นว่าเมื่อ % dead time < 10 % ตำแหน่งยอดพีคของหลอดแม้จะอยู่ในองค์ประกอบใดก็ตาม ก็จะขึ้นยังตำแหน่งเดิม

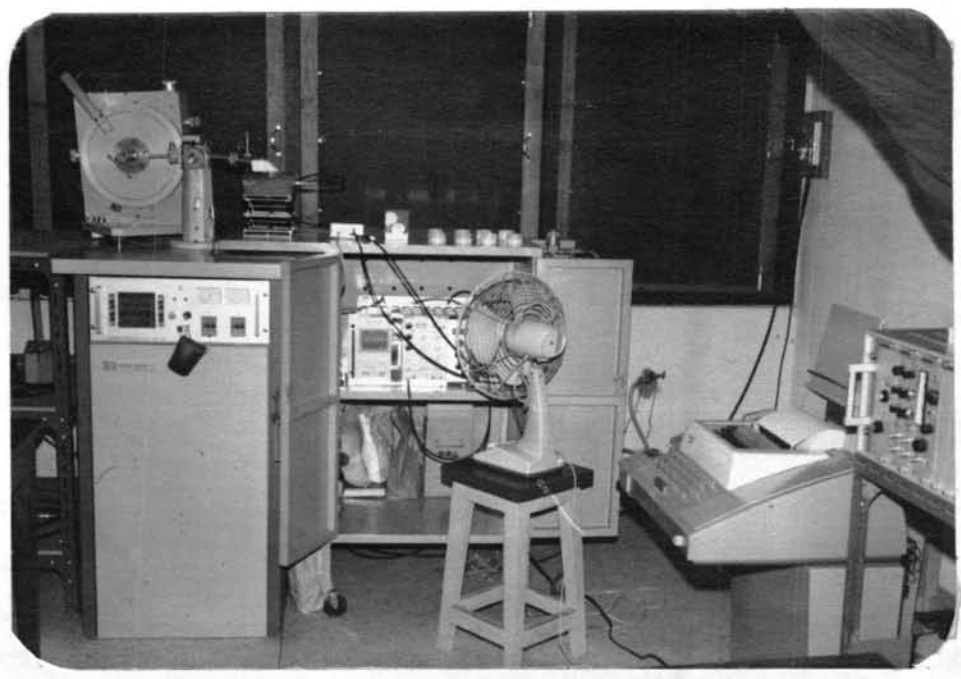
5.3.5.2 เครื่องป้องกันรังสี

ตามการจัดเครื่องมือที่ได้แสดงไว้ในรูป 5.4 นั้น มีได้รวมแผ่นตะกั่วรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าหนาประมาณ 5 มม. โค้งกั้นแผ่นตะกั่วเป็นรูปทรงกระบอกครอบหัววัดรังสีโดยรอบเพื่อป้องกันมิให้รังสีเอกซ์จากหลอดกำเนิดรังสีที่กระเจิงออกมาถูกบุคคลโดยรอบ หรือผู้ทำการทดลองได้ ซึ่งความหนาของแผ่นตะกั่วที่ใช้สามารถลดรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาได้อย่างหมดสิ้น เพราะความหนาของตะกั่วเพียง 1-2 มม. ก็สามารถป้องกันรังสีเอกซ์ที่มีพลัง -

ตำแหน่งปลายลูกศร
ที่ถูกต้องคือใหม่ และ
สามารถควบคุมประ
จุปิดเปิดลำรังสีเอกซ์
ได้



รูปที่ 5.4 แสดงการจัดวางห้องบีบรังสี, ถ้วยใส่สารตัวอย่างและหัววัดรังสี



รูปที่ 5.5 แสดงการจัดวางอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองทั้งหมด

งาน ขนาด 100 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ (keV) ใต้อย่างปลอดภัย แต่ในระหว่างทำการทดลองใช้ฟิล์มแบดจ์ (film badge) เพื่อคอยเตือนว่าแต่ละเดือนได้รับรังสีไปเท่าไร

5.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis)

5.4.1 การเลือก kV ของหลอด

การเลือกศักย์ของเครื่องควบคุมหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ (kV) ใต้อย่างปลอดภัย
ทว่า

5.4.1.1 ต้องกระตุ้นธาตุที่วิเคราะห์ ด้วยประสิทธิภาพสูงสุด

5.4.1.2 กระตุ้นธาตุที่ไม่ต้องการจะวิเคราะห์ ด้วยประสิทธิภาพต่ำสุด

ในการทำงาน รังสีเอกซ์ที่ออกมาเนื่องจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์นั้น มีช่วงกว้างมาก ดังนั้นการกระตุ้นธาตุที่ต้องการจะวิเคราะห์จะต้องคำนึงถึงธาตุที่อยู่ในช่วงหัว และท้าย ของลำรังสีเอกซ์ที่ออกมา ซึ่งจากการทดลองได้พบว่า ถ้าต้องการจะวิเคราะห์ธาตุที่มีค่าแอมซอร์ปชัน เอกซ์ (absorption edge) ในช่วง E_1 ถึง E_2 แล้ว เราจะต้องตั้งให้โวลทเทจของหลอด (kV) ให้อยู่ในช่วง $E_1 + E_2 < kV$ ของหลอด $< E_1 + 2 E_2$ ซึ่งในการทดลองนี้ส่วนใหญ่ได้ใช้ค่าเฉลี่ยจากข้อกำหนดดังนี้

$$kV \text{ ของหลอด} = 0.5 E_1 + 1.5 E_2 \quad (5.1)$$

ซึ่งค่า kV ที่คำนวณได้ อาจเปลี่ยนแปลงไปบ้างเล็กน้อย ตามความเหมาะสม

5.4.2 การเลือก mA ของหลอด

เนื่องจากความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ให้ออกมาที่ค่าสูง ส่วนใหญ่แล้วจะใช้ค่ากระแสราว ๆ 5 mA และในกรณีที่ค่า kV ที่ใช้มีค่าสูงมากกว่า 15 kV แล้ว จะลด mA ที่ใช้ให้ลดลงไปอีก อย่างเช่น ถ้าตั้ง kV ราว 20 แล้วจะใช้กระแสเพียง 2 - 3 mA เท่านั้น ทั้งนี้ก็เพื่อความปลอดภัยของสารที่ต้องการจะวิเคราะห์

5.4.3 การเลือกใช้ตัวกรองรังสี (Filter)

ตัวกรองรังสีที่ใช้มี Co, Ni, Zr และ Pa ซึ่งจะใช้กรองรังสีจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่าง ทั้งนี้จุดประสงค์ในการเลือกใช้ตัวกรองรังสี คือ จะกรองได้ช่วงรังสีที่มีพลังงานต่ำกว่า เค หรือแอล แอบซอร์พชัน เอกซ์ ของธาตุที่ต้องการจะวิเคราะห์หรือออกเท่านั้น นั่นคือเมื่อใช้ kV ที่มีค่าสูงก็จะเลือกตัวกรองรังสีที่มีเลขอะตอมสูงตามไปด้วย

5.4.4 การเตรียมสารตัวอย่าง

ในกรณีที่ตัวอย่างเป็น แผ่น หรือ โลหะผสม (alloy) ควรจะขัดผิวหน้าที่จะรับรังสีให้เรียบเป็นมันมากที่สุด ส่วนสารตัวอย่างที่เป็นผงก็ควรจะบดให้ละเอียด และกลุ่กล่าจนเป็นเนื้อเดียวกันมากที่สุด จากนั้นให้ออบสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลานาน 3 - 4 ชม. เพื่อไล่ความชื้นที่จะรบกวนรังสีเร่ืองออกไป

5.4.5 การทำเส้นเทียบปรับ (Calibration curve)

ก่อนที่จะ เริ่มทำการทดลองควรจะมีเครื่องวิเคราะห์สัญญาณ MCA ว่างอย่างน้อย 20 นาที หลังจากที่ได้ทดสอบค่าคงที่ตามหัวข้อ 5.3.1 และ การเลือก kV, mA และตัวกรองรังสีอย่างเหมาะสมตามหัวข้อ 5.4.1 - 5.4.3 แล้ว เริ่มเปิดหน้าต่างให้สว่าง สีสจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นธาตุที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ และรู้ว่า เป็นธาตุอะไรแน่นอนสัก 5 - 6 ธาตุ โดยใช้เวลาวัดเพียง 1 นาที ซึ่งจะเก็บเฉพาะข้อมูลว่า ยอดฟีกของธาตุอะไรอยู่ที่ตำแหน่งเลขของอะไรเท่านั้น กังข้อมูลในตารางที่ 5.4

จากข้อมูลในตารางที่ 5.4 ให้แสดงสเปกตรัมของธาตุต่าง ๆ เปรียบเทียบกัน กังแสดงในกราฟรูปที่ 5.6

และเมื่อนำข้อมูลระหว่างตำแหน่งยอดฟีกของธาตุต่าง ๆ กับค่า K_{α} หรือ L_{α} ของธาตุนั้นมาเขียนกราฟ จะให้ความสัมพันธ์ของเส้นกราฟเป็นเส้นตรง ซึ่งก็จะเป็นเส้นเทียบปรับ ตามต้องการทั้งแสดงในกราฟที่ 5.7

ตารางข้อมูลที่ 5.4 แสดงข้อมูลในการทำเส้นเทียบปริมาณมาตรฐาน
(Calibration curve)

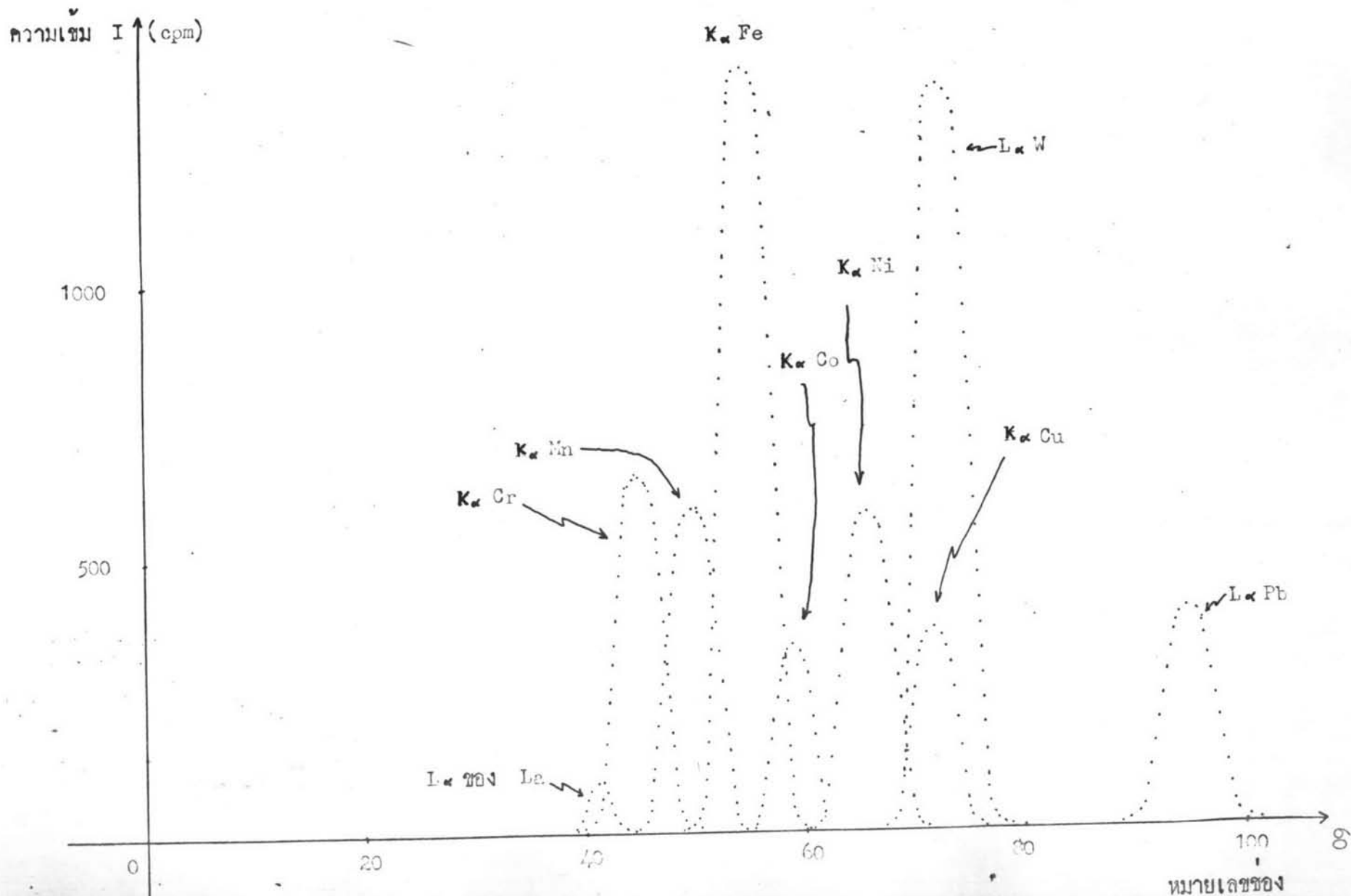
สารตัวอย่าง	K _{ab} (keV)	K _α (keV)	L _α (keV)	mA	kV	ตัวกรอง รังสี	หมายเลข ช่อง	%dead time
ผง La ₂ O ₃	6.283	-	4.651	7	9	Ni	41	0
โลหะผสม Cr	5.988	5.414	-	7	9	Ni	45	0
ผง MnO ₂	6.537	5.898	-	7	9	Ni	50	0
แผ่น Fe	7.111	6.403	-	7	9	Ni	55	0
ผง CoO	7.709	6.930	-	7	9	Ni	59	0
แผ่น Ni	8.331	7.477	-	7	11	Ni	66	0
แผ่น Cu	8.980	8.047	-	7	11	Ni	72	0
ผง WO ₃	12.09	-	8.396	7	14	Ni	73	0
แผ่น Pb	15.87	-	10.549	6	16	Ni	71,95	0

5.4.6 เทคนิคในการวิเคราะห์

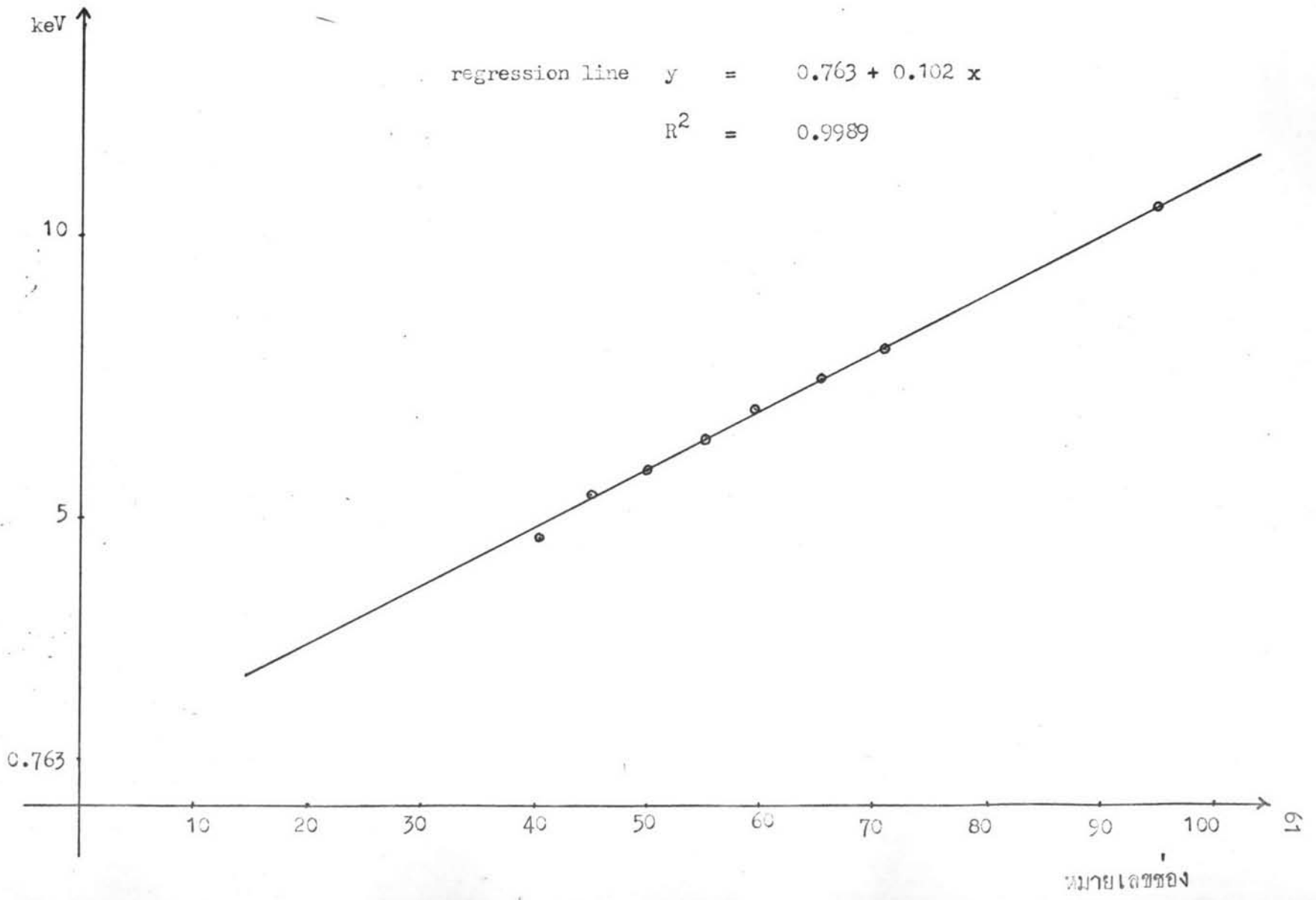
5.4.6.1 ให้จำข้อกำหนดต่าง ๆ เช่น mA, kV ตัวกรองรังสี
จน %dead time ที่ปรากฏจากการวิเคราะห์สารตัวอย่างน้อยกว่า 10 %

5.4.6.2 การอ่านหมายเลขช่อง (Channel No.) ของยอดพีค
สเปกตรัมของสารตัวอย่าง ให้ดูจากสเปกตรัมที่ปรากฏบนจอภาพประกอบด้วยข้อมูลที่
พิมพ์ออกมา โดยเลือกตำแหน่งตรงจุดกึ่งกลางพีคให้มากที่สุด แม้ข้อมูลในเลขช่อง
ก่อน หรือหลัง เลขช่อง ตรงจุดกึ่งกลางพีคที่จะเลือกจะมากกว่าเล็กน้อยก็ตาม ดัง
แสดงในรูปที่ 5.8

กราฟรูปที่ 5.6 แสดงตำแหน่งสเปกตรัมของธาตุบริสุทธิ์ต่าง ๆ ในการทำเส้นเทียบปรับ
 ไซเวลาวิคานาน 1 นาที



กราฟรูปที่ 5.7 เส้นกราฟเทียบปริมาณมาตรฐาน (Standard Calibration Curve)



5.4.6.3 เมื่ออ่านหมายเลขช่องของสเปกตรัมที่เห็นเด่นชัดแล้ว ก็ไปอ่านค่าพลังงานจากเส้นเทียบปรับในกราฟรูป 5.7 ต่อไป เมื่อได้ค่าพลังงานแล้ว ค่อยระบุว่าควรจะเป็นธาตุอะไร จากตารางที่อยู่ในภาคผนวก

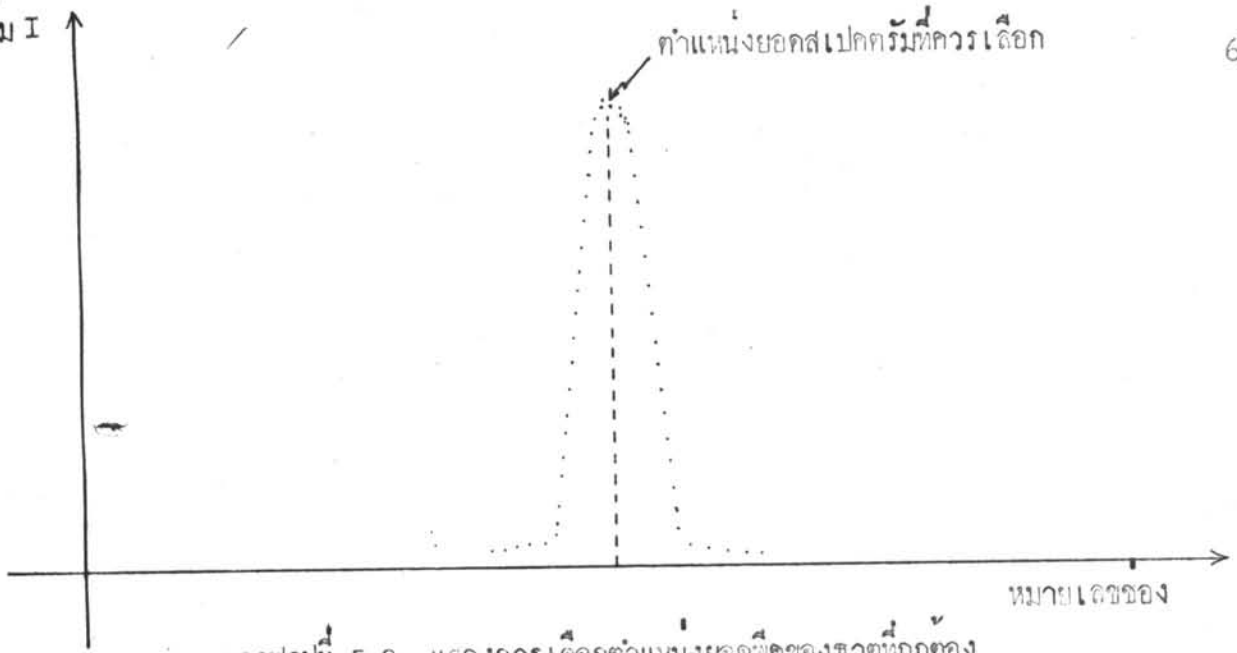
5.4.6.4 ในกรณีที่มีธาตุหลายตัว ที่ให้พลังงานใกล้เคียงกัน จน ความสามารถในการแยกของหัววัด ไม่สามารถแยกสเปกตรัมของแต่ละตัวออกจากกัน ให้เห็นอย่างเด่นชัดได้ ดังแสดงในรูปที่ 5.9 ให้นำธาตุบริสุทธิ์ที่รู้จากการวิเคราะห์ ในหัวข้อ 5.4.6.3 ไปลบสเปกตรัมที่เรารู้แน่นอนแล้วออก โดยต้องควบคุมให้ % dead time ของธาตุที่มาสอบออก $< 10\%$ เช่นเดียวกัน ไม่เช่นนั้นจะเกิดการเลื่อน ของสเปกตรัม และอาจจะไปลบเอาสเปกตรัมของธาตุตัวอื่นออกไป สเปกตรัมที่เหลือ จะเห็นเป็นพีคที่เด่นชัดขึ้น และถ้าพิจารณาว่ายังมีการซ้ำซ้อนอยู่อีก ก็ให้ทำเช่นกล่าวมา ทั้งข้างต้นอีกจนกว่าการวิเคราะห์จะสมบูรณ์

5.4.6.5 ปัญหาเกี่ยวกับการเลื่อนของสเปกตรัม นอกจากความ เข้มของไฟตอนที่เรืองจากสารตัวอย่างเข้าหัววัดรังสีมากเกินไปแล้ว ยังต้องคำนึงถึง สิ่งเหล่านี้คือ

5.4.6.5.1 Stability ของ high voltage ที่จ่ายให้ กับหัววัด เพราะถ้ามีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยในระหว่างการทดลอง อันเนื่องจาก การไข่มอเทอ.ที่ใช้ไฟจากสายคู่เดียวกัน ก็จะมีผลให้เกิดการเลื่อนของสเปกตรัมได้ เช่นเดียวกัน

5.4.6.5.2 คุณภูมิของห้องที่ใช้ทำการทดลองจะมีผลต่อความกั้น ของกาซที่บรรจุอยู่ในหัววัดรังสีด้วย คือถ้าคุณภูมิในห้องสูงขึ้น จะทำให้ความกั้นของ กาซสูงขึ้น อันจะมีผลทำให้ mean free path และ gas amplification ของอิเล็กตรอนลดลง และถ้าคุณภูมิของห้องลดลงมาก จะทำให้ความกั้นของกาซภายในหัววัดรังสีลดลง ก็จะมีผลในทางตรงกันข้าม ซึ่งทั้ง 2 กรณีนี้มีผลทำให้เกิด การเลื่อนของสเปกตรัมได้เช่นเดียวกัน ดังนั้นจึงต้องควบคุมคุณภูมิของห้องให้ค่อนข้าง คงที่

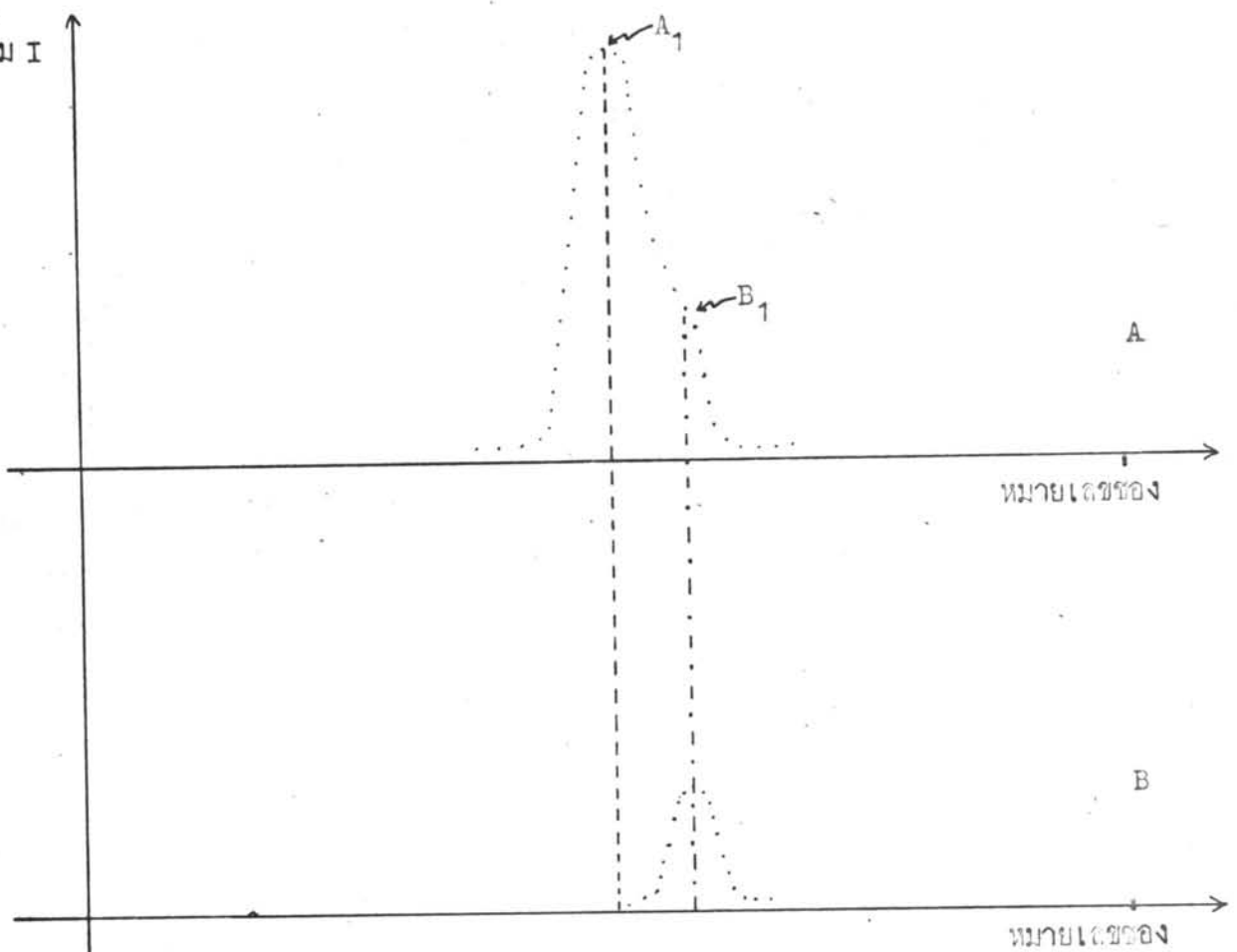
ความเข้ม I



63

กราฟรูปที่ 5.9 แสดงการเลือกตำแหน่งยอดสเปกตรัมของชาติที่ถูกกรอง

ความเข้ม I



กราฟรูปที่ 5.9 A แสดงสเปกตรัมของชาติที่มีการซ้อนกันอยู่ของ A_1 และ B_1
5.9 B ได้ลบสเปกตรัมของ A_1 ออก จะปรากฏสเปกตรัมของ B_1 อย่างชัดเจน

เนื่องจากมีปัญหาการเลื่อน จาก Stability ของ H.V. และคุณภาพของห้องทัวย์ ดังนั้นในการวิเคราะห์ทางก้านคุณภาพจึงต้องทำเส้นเทียบปรับใหม่ทุกครั้งที่มีทำการทดลองข้ามวัน และลำดับหวัพวกธาตุหนักที่ได้ K_{α} เกินกว่า 10 keV แล้วก็ให้วิเคราะห์ L_{α} ของธาตุนั้นแทน

5.5 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative Analysis)

5.5.1 การหาความหนาวิกฤต (Critical thickness)

ไทล์เหล็กที่อยู่ในรูปของ Fe_2O_3 เป็นตัวทำการทดลองหาความหนาวิกฤต โดยชั่งสาร Fe_2O_3 ทัวย์ขนาดหน้าหนักต่าง ๆ กัน โดยเครื่องชั่งไฟฟ้าแบบที่สามารถอ่านค่าได้ละเอียดหลังจุดทศนิยม 5 ตำแหน่ง จากนั้นก็เกลี่ยให้สารนี้กระจายอย่างสม่ำเสมอเต็มพื้นที่หน้าคัทของถ้วยใส่สารตัวอย่าง ซึ่งจะหาความหนาแน่นของสารนี้ด้วยความสัมพันธ์ที่ว่า ให้นำหนักของสารที่ชั่งได้หารทัวย์พื้นที่หน้าคัทของถ้วยใส่สารตัวอย่างนั้น แล้วนำตัวอย่างที่เตรียมไ้้นี้ไปวิเคราะห์ทัวย์เครื่องมือที่ระกอบขึ้นมาใหม่ต่อไป ซึ่งจะไ้ข้อมูลก้งแสดงในตารางข้อมูลที่ 5.5

เมื่อนำเอาข้อมูลระหว่างความหนาของสารตัวอย่าง (mg/cm^2) และความเข้มของธาตุนั้นมาเขียนในกระกาศกราฟเซมิล็อก (Semi - log) จะไ้ผลก้งแสดงในกราฟรูป 5.10 ซึ่งจะหาความหนาวิกฤตไ้เท่ากับ $30 mg/cm^2$

5.5.2 การเตรียมสารมาตรฐาน

ในการวิเคราะห์ทางก้านปริมาณนั้นเป็นขั้นตอนที่ตามมาหลังจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ จนทราบแน่นอนแล้วว่าในสารตัวอย่างนั้นมีธาตุอะไรบ้าง จากการตรวจสอบแบบกึ่งเชิงปริมาณ (Semi - quantitative) โดยดูปริมาณความเข้มอย่างคร่าว ๆ ว่า ธาตุแต่ละชนิดควรจะมีปริมาณล็กเท่าไ้ จากนั้นจึงเตรียมสารมาตรฐาน โดยพยายามให้มีองค์ระกอบ และปริมาณใกล้เคียงกับสารตัวอย่างให้มากที่สุด อย่างเช่น สารตัวอย่างที่เป็นเหล็กโลหะผสม และมีธาตุ V, Cr, W และ Ni ผลมอยู่ ก็ต้องเตรียมสารมาตรฐานให้อยู่ในรูปเหล็กโลหะผสม ที่มีองค์ระกอบ

ตารางข้อมูลที่ 5.5 แสดงการหาความหนาวิกฤต

ใช้ kV = 10 ; mA = 5 ; ตัวกรองรังสี = Ni ; T = 60 วินาที

ความหนาของสาร ตัวอย่าง (mg/cm ²)	ความเข้มของ Fe ⁵⁵ ซึ่ง วัดจากพื้นที่ภายใต้ไฟ โทพีค (cpm)	หมายเลขช่อง (Channel No.)	% dead time
3.15	1,125	55	0
5.43	2,294	56	0
8.36	13,130	55	0
10.42	14,736	56	0
16.02	27,957	55	0
19.58	30,576	55	0
22.37	40,762	55	0
27.71	43,290	55	0
39.68	42,081	55	5
42.42	44,980	55	5
54.01	42,965	55	5
67.79	46,790	55	10
72.49	48,360	55	10

ของ V, Cr, W และ Ni อยู่ แต่ถ้าไม่ม้องค์ประกอบเหมือนทั้งหมด ก็ขอให้
ใกล้เคียงที่สุด หรือถ้าสารตัวอย่างเป็นผงละเอียดก็จะต้องเตรียมสารมาตรฐานให้

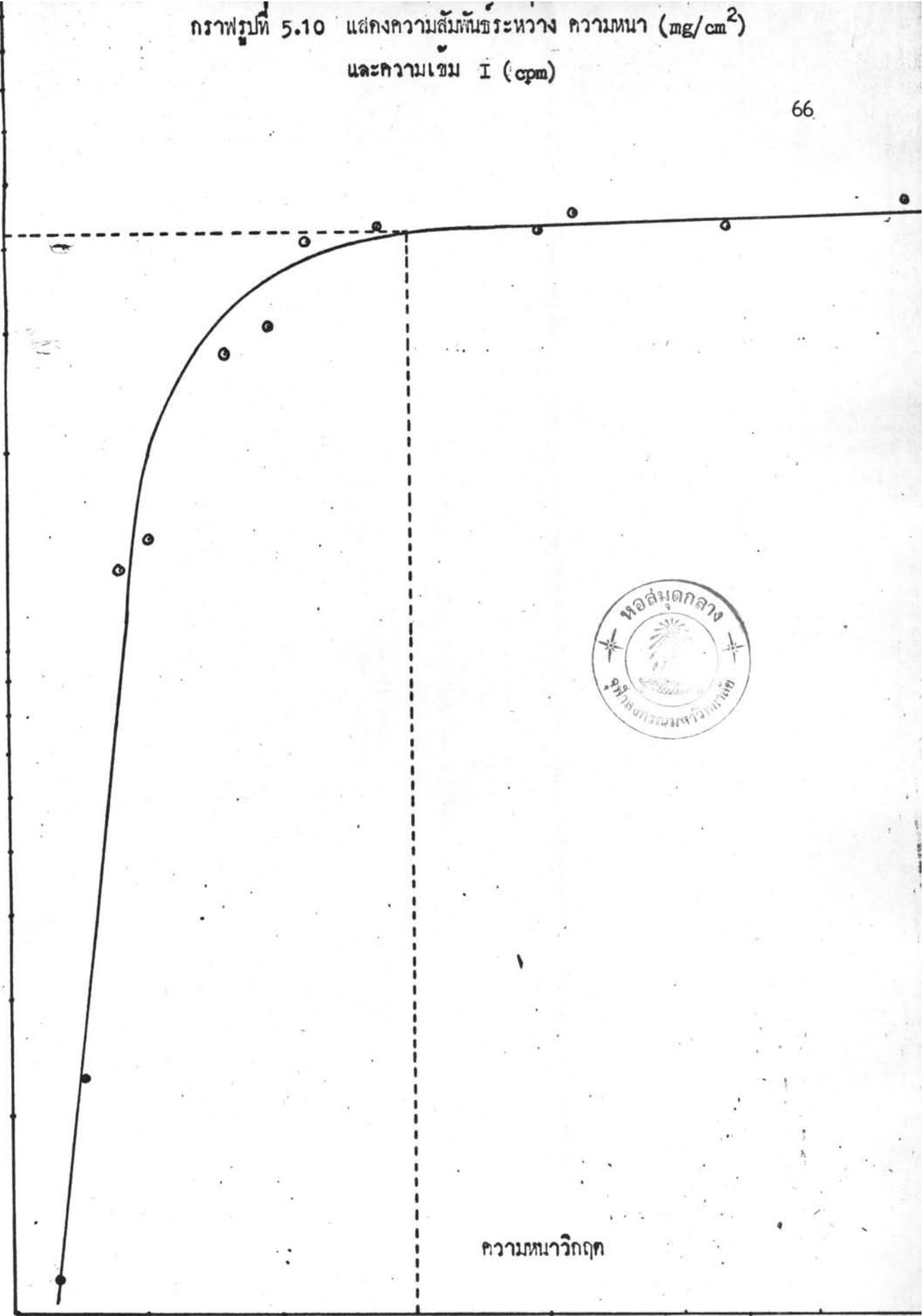
ความเข้ม I
(cpm)

กราฟรูปที่ 5.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความหนา (mg/cm^2)
และความเข้ม I (cpm)

66

$10^4 \times$

$10^3 \times$



ความหนาวิกฤต

ความหนา mg/cm^2

ขนาดเม็ดสาร (grain size) ใกล้เคียงกัน พร้อมทั้งแมทริก (matrix) ได้เหมือนกันผู้ที่ ในกรณีที่เตรียมสารมาตรฐานที่เป็นผง จะต้องคลุกเคล้าด้วยผสมต่างๆ โดยการบดในโถรจนกว่าจะทำให้ส่วนผสมต่าง ๆ เป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนปริมาณที่ใช้ ควรมึปริมาณใกล้เคียงกันกับสารตัวอย่าง ซึ่งจะเป็นค่าที่ทำให้เกิดความหนาวิฤต คือ 30 mg/cm^2

5.5.3 การหาความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้น และความเข้มรังสี (I)

ในการทดลองได้หาความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของทั้งสะเตน (W) กับความเข้ม (I) โดยใช้ทราย (SiO_2) ช่วยในการแปรความเข้มข้นจากน้อย ไป มาก เหตุที่ใช้ทรายช่วยในการแปรน้ำหนัก เพราะวา Si เป็นธาตุที่มีเลขอะตอมน้อย ไม่มีผลต่อการเรืองรังสีเอกซ์ในการทดลอง และจากเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ WO_3 ที่เตรียมได้ ก็จะค่อย ๆ เจือ Fe_2O_3 ลงไป ซึ่งจะถือว่าเป็นแมทริก (matrix) ของ W แล้วนำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์เปรียบเทียบกัน จะได้ข้อมูลดังแสดงในตารางที่ 5.6

ตารางข้อมูลที่ 5.6

% ความเข้มข้น WO_3	% แมทริก Fe_2O_3	ความเข้ม I คิค จากพื้นที่ใต้พีค (cpm)	ความเข้ม I (cps)
0.61	0	2,564	42.73
2.61	0	10,118	168.63
3.21	0	23,101	385.02
5.03	0	36,063	601.05
7.80	0	41,486	691.43

ตารางข้อมูลที 5.6 (ต่อ)

10.90	0	61,937	1032.28
15.78	0	88,503	1475.05
21.12	0	101,024	1683.67
26.52	0	124,348	2074.34
0.59	2.44	1,157	19.28
2.54	2.44	5,276	87.93
3.14	2.44	7,808	130.13
4.91	2.44	15,137	252.32
7.61	2.44	16,607	276.78
10.64	2.44	29,525	492.08
15.40	2.44	33,027	550.45
20.60	2.44	51,734	862.23
25.88	2.44	60,334	1005.00
0.58	4.76	-	-
2.48	4.76	3,417	56.95
3.06	4.76	4,436	79.93
4.79	4.76	9,362	156.03
7.43	4.76	10,839	180.65
10.38	4.76	15,288	254.80
15.03	4.76	30,981	516.35
20.11	4.76	32,759	545.98
25.26	4.76	37,176	619.60

กราฟรูปที่ 5.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (I) ของ L_{α} W กับ % WO_3 เมื่อมี SiO_2 และ Fe_2O_3 เป็น matrix

(cps)
ความเข้ม(I)

1500

1000

500

0

10

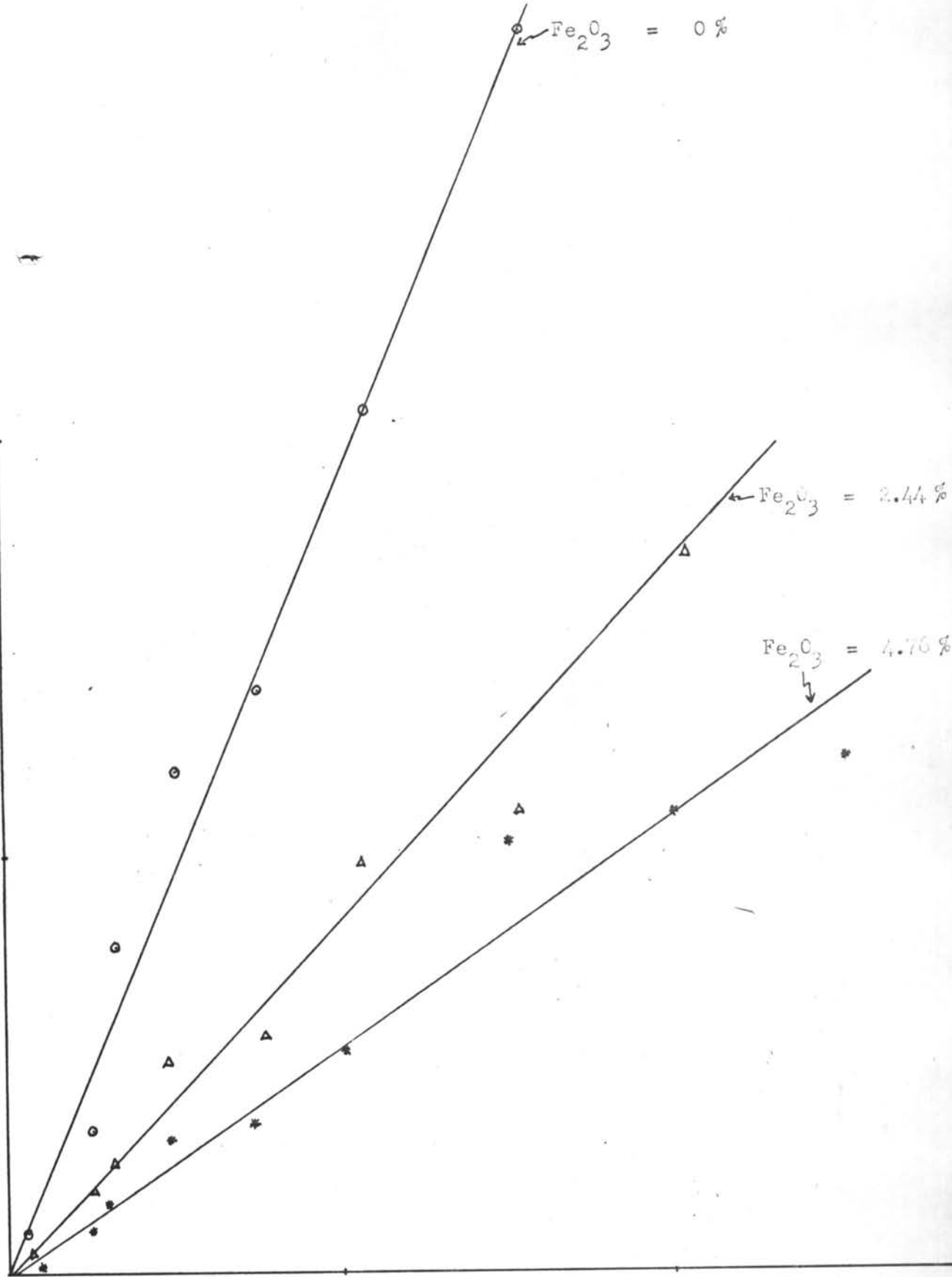
20

% WO_3 Content

$Fe_2O_3 = 0\%$

$Fe_2O_3 = 2.44\%$

$Fe_2O_3 = 4.76\%$



เมื่อนำเอาข้อมูลในตารางที่ 5.6 ระหว่าง % ความเข้มข้น WO_3 และความเข้ม I (cps) ไปพลอตกราฟจะได้อความสัมพันธ์ดังแสดงในกราฟรูปที่ 5.11.

5.5.4 ตัวอย่างการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

ตัวอย่างที่ใช้เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณนี้ได้นั้นหนักเกี่ยวกับการหาความเข้มข้นของทั้งสะเตน (W) ทั้งที่อยู่ในรูปของโลหะผสมของเหล็ก และเป็นผงละเอียด พร้อมกันนี้จะเปรียบเทียบผลที่วิเคราะห์ได้จากเครื่องมือที่ประกอบขึ้นมา กับเครื่องวิเคราะห์ธาตุโดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ โดยกระตุ่นถ่วงรังสีจากสารเรคีโอไอโซโทป จากสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ

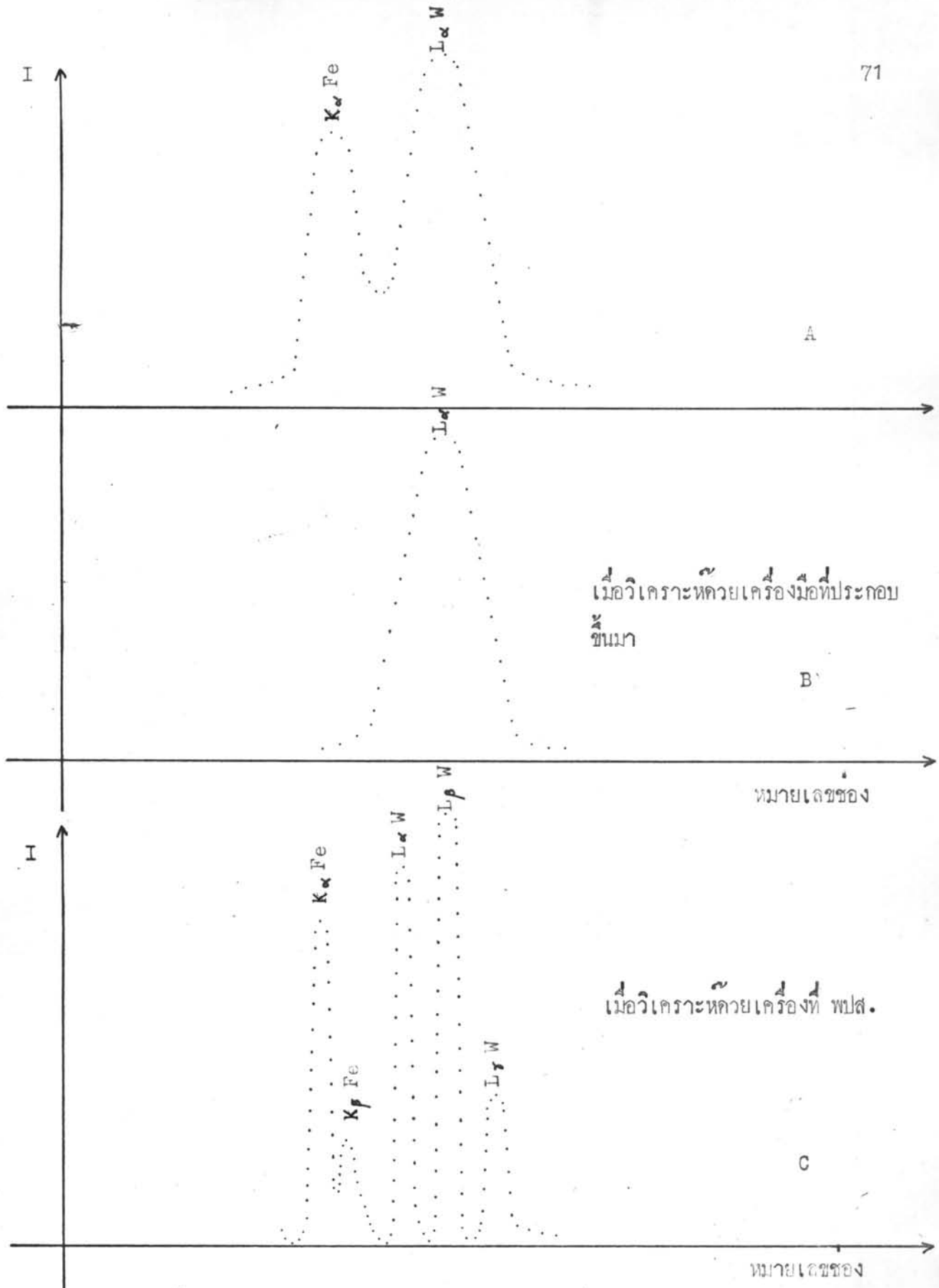
ตัวอย่างที่อยู่ในรูปของโลหะผสมมี 2 ตัวอย่าง ซึ่งในการเตรียมตัวอย่างก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์นั้น ได้คัดสรรตัวอย่างที่ได้มาให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเท่ากับสารมาตรฐานให้มากที่สุด จากนั้นก็ทำการชั่งน้ำหนักให้เรียบและเป็นมัน ส่วนสารมาตรฐานได้รับมาจาก แผนกวิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งก็ได้ชั่งน้ำหนักให้เรียบและเป็นมันเช่นเดียวกัน

ส่วนตัวอย่างที่เหลืออีก 4 ตัวอย่าง อยู่ในสภาพที่เป็นผง และได้ทำการบดจนละเอียด และคลุกเคล้าจนเข้ากันดี ส่วนสารมาตรฐานนั้นได้เตรียมขึ้นมาจากผง WO_3 ร่วมกับ Fe_2O_3 และใช้กรบบดจนเข้ากันดี ซึ่งรายละเอียดคงได้จากหัวข้อ 5.4.4 และ 5.5.2 แล้ว

5.5.4.1 การวัด

กำหนดให้การจัดปรับเครื่องวัดในเงื่อนไขเช่นเดียวกับที่โลกำหนดในการทดสอบวิเคราะห์เชิงคุณภาพทุกประการ เพียงแต่เวลาที่ใช้จะนานกว่าการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยเวลาที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่าง และสารมาตรฐานจะตองเท่ากัน ทำการบันทึกอัตรานับและสเปกตรัมที่ปรากฏเป็นข้อมูลในการวิเคราะห์หาปริมาณ ดังแสดงในรูปที่ 5.12 และ 5.13

5.5.4.2 การวิเคราะห์



เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือที่ประกอบ
ขึ้นมา

เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือที่ พลส.

รูปที่ 5-12 เป็นการแสดงสเปกตรัมของสารตัวอย่างเฉพาะ เหล็กและทังสเตน

ดังที่กล่าวแล้วว่า การวิเคราะห์เชิงปริมาณเป็นการกระทำต่อเนื่องจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เมื่อทราบว่าพืชที่ปรากฏในสเปกตรัมนั้นแสดงชนิดรังสีเฉพาะตัวของธาตุใดแล้ว จากนั้นจะเลือกพืชที่เหมาะสมที่สุด นำมาใช้ในการคำนวณ ซึ่งหลักการเลือกพืชมีดังนี้

5.5.4.2.1 เลือกพืชของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีอัตราการส่งออก (yield) สูงสุด เมื่อเปรียบเทียบกับพืชอื่นของธาตุเดียวกัน ตามปกติรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุชนิด K จะถูกส่งออกมากในอัตราสูงสุด รองลงมาได้แก่ K_{β} , K_{γ} ..ตามลำดับ หรือ ถ้าเป็นธาตุหนักที่สามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวชนิด L ก็จะมีอัตราการส่งออกของรังสี L_{α} สูงสุด ส่วน L_{β} และ L_{γ} จะส่งให้อัตรารองลงมาตามลำดับ

5.5.4.2.2 ในกรณีที่พืชที่มีอัตราการส่งออกสูงสุด ถูกรบกวนเนื่องจากการทับซ้อน (interference) ของพืชรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุอื่นที่มีขนาดพลังงานเท่ากัน หรือใกล้เคียงกัน จนเครื่องวัดไม่สามารถแยกวัดได้ ต้องทำการพิจารณาพืชอื่นที่ไม่ถูกรบกวน และมีปริมาณการส่งออกของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวรองลงมา

ในการทดลองครั้งนี้พืชของรังสีเอกซ์เฉพาะตัว ของทั้งสะแทน (W) จากเครื่องวัดที่ประกอบขึ้นมาใช้ พืช L_{α} ซึ่งก็รวมพืช L_{β} และ L_{γ} ไว้ด้วย เนื่องจากการแยกสเปกตรัมของหัววัดพรอพพอร์ชันเนล ไม่สามารถแยก L_{α} , L_{β} และ L_{γ} ออกจากกันได้พร้อมกันนั้นยังต้องลบพืชของเหล็กซึ่งอยู่ใกล้กับพืช ทั้งสะแทนมากที่สุดออกเสียด้วย จึงทำให้ปรากฏพืชของทั้งสะแทนที่เด่นชัด และคำนวณพื้นที่ที่วัดได้โดยสะดวก ส่วนเครื่องวัดที่ พลส. นั้น คำนวณพื้นที่ที่วัด L_{α} ของ W ได้เลย เนื่องจากการแยกสเปกตรัมของหัววัดแบบ Si (Li) สูงมาก และไม่จำเป็นต้องลบพืชของเหล็กออกก่อนเสียด้วย ผลการคำนวณดังแสดงในตารางข้อมูลที่ 5.7

5.5.5 โนโมแกรม (Nomogram)

จากการวิเคราะห์เชิงปริมาณที่ได้ยกตัวอย่างในหัวข้อ 5.5.4 จะเห็นว่าความถูกต้องนั้นขึ้นกับสสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นมา แต่ในกรณีที่หาวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีจำนวนมาก ๆ โดยที่สารตัวอย่างนั้นมีธาตุหลัก ๆ เหมือนกัน และต้องการความรวดเร็ว ใน

ตารางที่ 5.7 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยเปรียบเทียบการวิเคราะห์
ด้วยเครื่องที่ พปส. และที่ประกอบขึ้นมา

หมายเลขสารตัวอย่าง	วิเคราะห์ด้วยเครื่องที่ พปส. % W	วิเคราะห์ด้วยเครื่อง ที่ประกอบขึ้นมา %W
สารมาตรฐานโลหะผสม % W 17.25	จากบริษัท ASSAB ระบุ N-28 (Tool steel)	
(1) สารมาตรฐานโลหะผสม % W 6.5 (HSP-41)	6.61	7.60
(2) แบบโลหะผสม Fe-W ทน 4 มม.,	62.69	60.99
(3) แบบโลหะผสม Fe-W-C	18.64	16.45
สารมาตรฐานแบบผง $WO_3 + Fe_2O_3$ % W 23.74		
(1) สารมาตรฐานแบบผง % W 7.93	8.16	8.23
(2) แบบผง Fe - W	34.48	35.39
(3) แบบผง Fe-W-C	14.28	14.44

การทำงานด้วย อย่างเช่น การควบคุมปริมาณธาตุหลัก ๆ ในการทำปูนซีเมนต์
การทำเหล็กหล่อ และเหล็กกล้า หรือ การตกแต่งสีแร่ในโรงงานถลุงแร่ รวม
ทั้งทางแร่ที่จะทิ้งจากโรงงานถลุงแร่ด้วยว่าอยู่ใน % ที่กำหนดหรือไม่

การทำโนโมแกรมจะใช้ธาตุหลักที่ทองการวิเคราะห์ 1 ธาตุ และอีก 1 ธาตุ จะเป็นแมทริกซ์ (matrix) ที่มีปริมาณมากที่สุดในส่วนตัวอย่าง แล้วแปรปริมาณ % ของธาตุทั้งสองให้คลุมปริมาณที่คาดว่าจะมีอยู่ในส่วนตัวอย่างที่เราจะทำการวิเคราะห์ ทั้งตัวอย่างและผลการทดลองในตารางที่ 5.8

ตารางข้อมูลที่ 5.8 การแปรความเข้มข้นของเหล็ก และทองแดง ในการทำโนโมแกรม

ปริมาณ % Fe	ปริมาณ % Cu	ความเข้ม I_{Cu} C/100 sec	แบคกราวด์ Cu	ความเข้ม I_{Fe} C/100 sec	แบคกราวด์ Fe
0	0	-	924	-	192
0	1	11,760	-	-	1,395
0	5	66,436	-	-	7,349
0	10	129,181	-	-	18,343
0	20	209,923	-	-	49,805
5	0	-	7,351	37,899	-
5	1	12,065	-	49,507	-
5	5	54,424	-	69,413	-
5	10	92,566	-	68,237	-
5	20	148,308	-	85,694	-
10	0	-	16,451	69,709	-
10	1	11,935	-	99,217	-

ตารางข้อมูล¹ 5.8 (ต่อ)

10	5	45,491	-	114,921	-
10	10	78,515	-	111,190	-
10	20	136,609	-	121,086	-
20	0	-	15,603	150,669	-
20	1	7,809	-	155,370	-
20	5	29,899	-	152,062	-
20	10	52,915	-	152,745	-
20	20	103,401	-	149,290	-

เมื่อนำข้อมูลระหว่างความเข้ม I_{Cu} และความเข้ม I_{Fe} ไปเขียนกราฟ
จะได้โนโมแกรมในกราฟรูป 5.13

5.6 ซึ่กจำกัดในการวัด

ซึ่กจำกัดในการวัดหาได้จากการเตรียมสารตัวอย่างแบบบาง (Thin sample) โดย
ตัดกระดาษกรองให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 ซม. แล้วใช้แปรงแบบฟูกัน คอย ๆ ปัดผง
 Fe_2O_3 , CuO และ MnO_2 ลงบนกระดาษกรองให้กระจายอย่างสม่ำเสมอเต็มกระดาษกรอง
หนาต่าง ๆ กัน ทำการชั่งควยเครื่องชั่งไฟฟ้า แบบละเอียดเพื่อหาน้ำหนักของสารที่แท้จริง
แล้วหาความหนาแน่นโดยการเอาพื้นที่หน้าตัดของกระดาษกรอง หาร น้ำหนักของแต่ละแผ่นที่
หาได้ จากนั้นนำไปวิเคราะห์ จะได้ข้อมูลและผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 5.9

ความเข้ม I_{Cu} (C/100 sec)

กราฟรูปที่ 5.13 แสดงโนโมแกรมของ I_{Fe} , I_{Cu}

2000

1500

1000

500

0

← 0 % Fe

← 5 % Fe

← 10 % Fe

← 20 % Cu

← 20 % Fe

10 % Cu

5 % Cu

1 % Cu

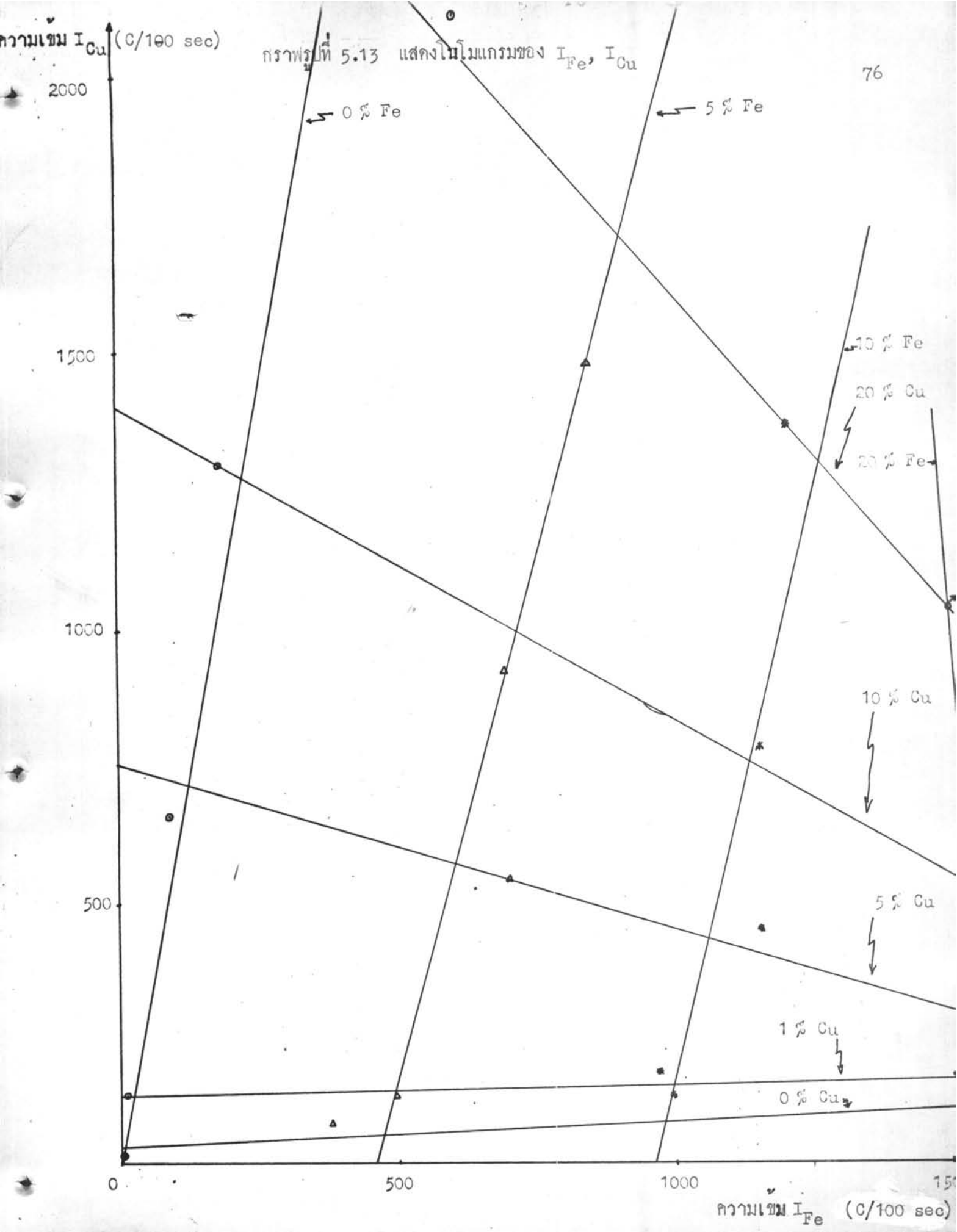
0 % Cu

500

1000

1500

ความเข้ม I_{Fe} (C/100 sec)



ตารางข้อมูล¹ 5.9 แสดงความสัมพันธ์ของความหนาแน่น (g/cm^3) และความ¹ซึม I ในการหาขีดจำกัดของการวัด

เหล็ก		ทองแดง	
ความหนาแน่น (g/cm^3)	ความซึม (I_{Fe}) C/100 sec	ความหนาแน่น (g/cm^3)	ความซึม (I_{Cu}) C/100 sec
1.40×10^{-6}	31	2.69×10^{-5}	196
3.54×10^{-5}	473	4.53×10^{-5}	283
9.62×10^{-5}	688	7.92×10^{-5}	339
2.56×10^{-4}	3,910	1.87×10^{-4}	4,127
6.93×10^{-4}	32,437	5.69×10^{-4}	65,092
1.31×10^{-3}	105,742	1.26×10^{-3}	111,782

แมงกานีส	
ความหนาแน่น (g/cm^3)	ความซึม (I_{Mn}) C/100 sec
5.37×10^{-5}	171
8.35×10^{-5}	297
1.39×10^{-4}	494
4.47×10^{-4}	13,130
8.25×10^{-4}	56,674
1.42×10^{-3}	163,306

เมื่อนำข้อมูลในตารางที่ 5.9 ระหว่างความหนาแน่น และความซึม ไปเขียน
ลงในกระดาษกราฟล็อก-ล็อก (log-log) จะได้ผลดังแสดงในกราฟรูปที่ 5.14

ความเข้ม I
(C/100 sec)

กราฟรูปที่ 5.14 แสดงการหาขีดจำกัดของการวัดธาตุ Fe, Cu และ Mn

$10^5 x$

Fe : $y = 9.42 + 1.57 x ; R^2 = 0.96$

Cu : $y = 10.92 + 1.96 x ; R^2 = 0.96$

Mn : $y = 11.60 + 2.24 x ; R^2 = 0.98$

$10^4 x$

$10^3 x$

$10^2 x$

10 x

ขีดจำกัดของการวัด

Fe = 7.5×10^{-6} E/cm²

Cu = 16×10^{-6} E/cm²

Mn = 17×10^{-6} E/cm²

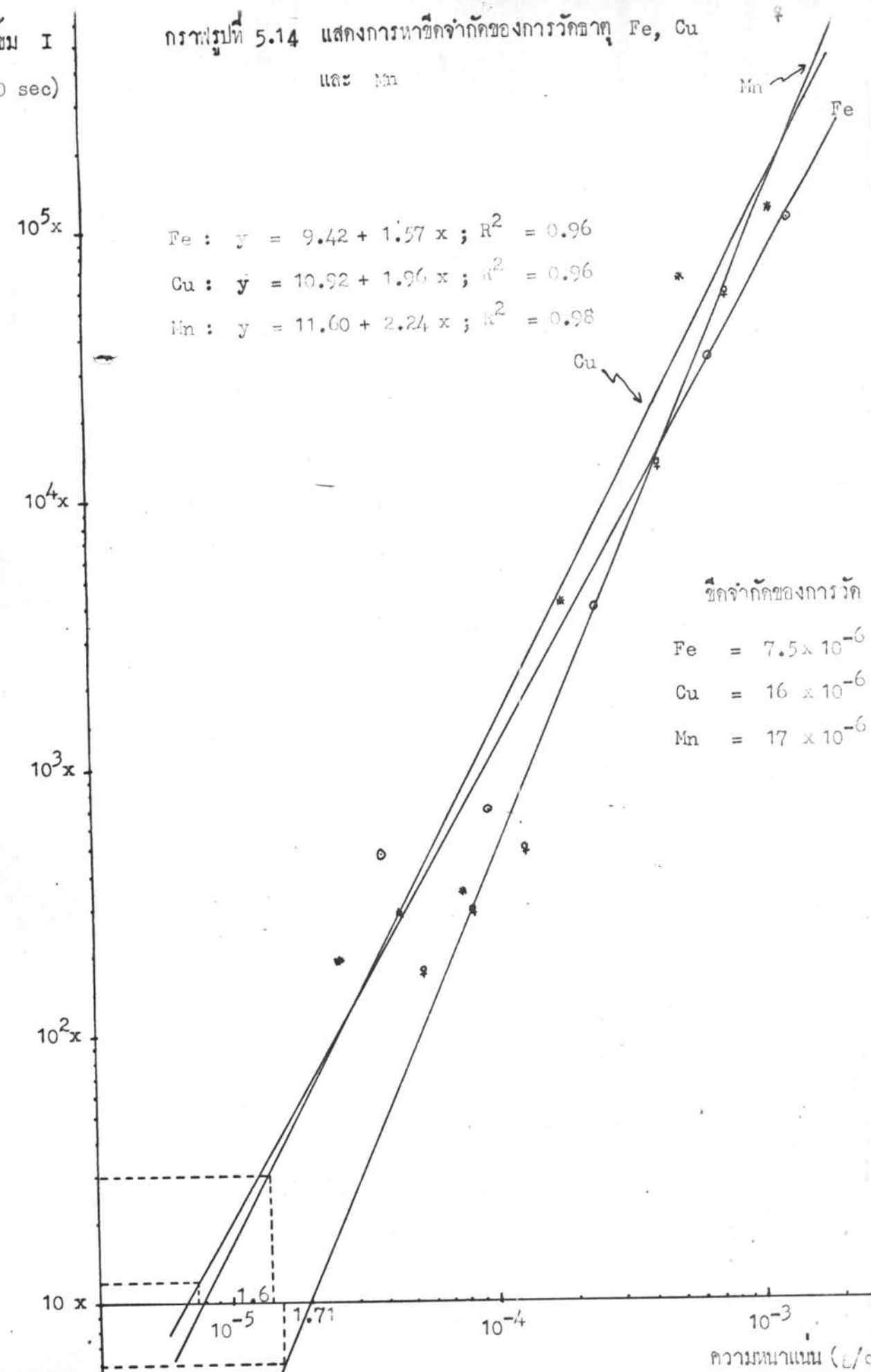
10^{-5}

1.71

10^{-4}

10^{-3}

ความหนาแน่น (E/cm²)



ผลที่ได้จากกราฟรูปที่ 5.14 จะได้กราฟเส้นตรง และต่อเส้นกราฟลงมาจนตัดแกนความหนาแน่น

การจะหาขีดจำกัดของเครื่องวัด จะดูตรงตำแหน่งของข้อมูลมากกว่า หรือเท่ากับ 3 เท่า ของความเบี่ยงเบนมาตรฐานของแมกกราฟี (3 σ) หลังจากหาข้อมูลได้แล้วอ่านจากเส้นกราฟว่าขีดจำกัดของการวัดแต่ละสารอย่างน้อยและธาตุควรมีความหนาแน่นเท่าไร จะได้ผลดังแสดงในตารางข้อมูลที่ 5.10

ตารางข้อมูลที่ 5.10

ธาตุ	ขีดจำกัดของการวัด (g/cm^2)
เหล็ก	7.50×10^{-6}
ทองแดง	16.00×10^{-6}
แมงกานีส	17.00×10^{-6}

สรุปได้ว่าขีดจำกัดของการวัด คือความสามารถในการวิเคราะห์ธาตุเหล็ก ทองแดง และแมงกานีส จากสารตัวอย่าง ที่มีความหนาแน่นน้อยที่สุดเท่ากับ 7.5×10^{-6} , 16.00×10^{-6} และ 17.00×10^{-6} กรัม ต่อตารางเซนติเมตรตามลำดับ

5.7 สารตัวอย่างแบบบาง (Thin Sample)

การเตรียมสารตัวอย่างแบบบางได้แสดงในหัวข้อ 5.5.1 ซึ่งเป็นช่วงแรกก่อนที่จะถึงช่วงความหนาวิกฤต และหัวข้อ 5.6 ที่เกี่ยวกับการหาขีดจำกัดของการวัด การวิเคราะห์สารตัวอย่างแบบบางช่วยให้ไม่มีการเบี่ยงรังสีเอกซ์ที่เรีงออกมาจากสารตัวอย่างซึ่งกันและกัน