

การพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วย
หลอดรังสีเอกซ์



นางสาวคณินิจ สกุลศรีผ่อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

DEVELOPMENT OF A TUBE-EXCITED ENERGY DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE
SYSTEM FOR ANALYSIS OF LIGHT ELEMENTS



Miss Kanungnit Sakulsripong

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Nuclear Technology

Department of Nuclear Technology

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2010

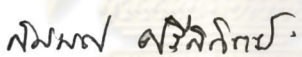
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์
	แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์
โดย	นางสาวคณิงนิจ สกุลศรีผ่อง
สาขาวิชา	นิเวศวิทยาระบบนิเวศ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	อาจารย์ เดโช ทองอร่าม
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	รองศาสตราจารย์ นเรศร์ จันทน์ขาว


คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบริหารธุรกิจ


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศธีรฤกษ์)


คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ สมยศ ศรีสถิตย์)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(อาจารย์ เดโช ทองอร่าม)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(รองศาสตราจารย์ นเรศร์ จันทน์ขาว)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ อรรถพร ภัทรสุมันต์)


..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. ศิริชัย หวังเจริญตระกูล)

คณิงนิจ สกฤตศรีผ่อง : การพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบ
 แจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์. (DEVELOPMENT OF A TUBE-
 EXCITED ENERGY DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE SYSTEM FOR
 ANALYSIS OF LIGHT ELEMENTS) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: อาจารย์ เดโช
 ทองอร่าม, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: รองศาสตราจารย์ นเรศร์ จันทน์ขาว,
 96 หน้า.

การวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสี
 เอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง
 แบบที่ใช้วัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำมาก โดยได้ทำการทดลองหาเงื่อนไขในการจัดระบบที่
 เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ธาตุเบาบางชนิด ได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม ซึ่งพบว่ามุมที่
 เหมาะสมของลำรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบชิ้นงานเท่ากับ 45° ระยะห่างจากสารตัวอย่างถึงหัววัด
 รังสี 2 ซม. และระยะห่างจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 3.85 ซม. ความเข้มข้นของ
 ธาตุกำมะถันและแคลเซียมน้อยสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ที่ 8 kV 0.1 mA และเวลา 100
 วินาที คือ 2.61% และ 0.34 % โดยน้ำหนัก ตามลำดับ สำหรับความเข้มข้นของธาตุทองแดง
 น้อยสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ที่ 12 kV 0.1 mA และเวลา 100 วินาที พบว่าอยู่ที่ประมาณ 50
 ส่วนในล้านส่วน

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....นิวเคลียร์เทคโนโลยี.....ลายมือชื่อนิสิต.....*ณัฐวิมล สุวณิชรัตน์*.....
 สาขาวิชา.....นิวเคลียร์เทคโนโลยี.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....*เดโช ทองอร่าม*.....
 ปีการศึกษา.....2553.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....*นเรศร์ จันทน์ขาว*.....

5170237421 : MAJOR NUCLER TEACHNOLOGY

KEYWORDS : X-RAY FLUORESCENCE / X-RAY TUBE / LIGHT ELEMENTS / HPGE-DETECTOR

KANUNGNIT SAKULSRIPONG : DEVELOPMENT OF A TUBE-EXCITED ENERGY DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE SYSTEM FOR ANALYSIS OF LIGHT ELEMENTS. ADVISOR : DECHO THONG-ARAM, CO-ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR NARES CHANKOW, 96 pp.

This research was aimed to develop a tube-excited energy dispersive x-ray fluorescence system for analysis of light elements using an ultra low energy high-purity germanium (HPGe) detector. The optimum geometric arrangement of the developed system was experimentally investigated for analysis of some light elements. It was found that the optimum incident angle of x-ray beam on the specimen, the detector to specimen distance and the x-ray tube to detector distance were 45° , 2 cm and 3.85 cm respectively. The lower limits of detection (LLD) of sulfur and calcium at 8 kV, 0.1 mA and 100 seconds counting time were found to be 2.61% and 0.34% by weight respectively. The LLD of copper at 12 kV, 0.1 mA and 100 seconds counting time was found to be approximately 50 ppm.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department : Nuclear Technology

Field of Study : Nuclear Technology

Academic Year : 2010

Student's Signature

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

Leenit Sillugy
Decho Thong-aram
Nares Chankow

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ เดโช ทองอร่าม อาจารย์ที่ปรึกษา และรองศาสตราจารย์ นเรศร์ จันทน์ขาว อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ให้ความรู้ คำปรึกษา และคำแนะนำในการออกแบบเครื่องมือ รวมถึงเทคนิคการวิเคราะห์ รวมทั้งได้ตรวจทานแก้ไขต้นฉบับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านในภาควิชาวิศวกรรมเทคโนโลยีที่อบรมให้ความรู้ ขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวิศวกรรมเทคโนโลยีทุกคนโดยเฉพาะอย่างยิ่งพี่ๆ และเพื่อนๆ ศุภย์เชี่ยวชาญวิศวกรรมเทคโนโลยีสำหรับวิเคราะห์และทดสอบวัสดุ (NucMat) และห้องปฏิบัติการวัสดุ (Lab 306) ที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณอาจารย์ไพโรจน์ อนันตเศรษฐกุล ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และคุณรัฐภูมิ โคกศิริ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาฯ สำหรับความกรุณาในการหลอกลึงโลหะและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนให้ทุนอุดหนุนงานวิจัยในการทำวิจัย มา ณ ที่นี้

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่ช่วยเหลือสนับสนุนด้านการเขียนและคอยเป็นกำลังใจให้ด้วยดีเสมอมา

ศุภย์ วัชรพัชร์
ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎี.....	5
2.1 การเกิดรังสีเอกซ์.....	5
2.2 อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับตัวกลาง.....	6
2.2.1 การดูดกลืนแบบโฟโตอิเล็กทริก.....	6
2.2.2 การกระเจิงรังสี.....	8
2.3 การลดทอนรังสีเอกซ์.....	9
2.4 แอปซอร์พชันเอกซ์.....	11
2.5 ฟลูออเรสเซนซ์อีลด์.....	12
2.6 กระบวนการกระตุ้นให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์.....	13
2.6.1 การกระตุ้นแบบปฐมภูมิ.....	13
2.6.2 การกระตุ้นแบบทุติยภูมิ.....	13

	หน้า
2.7 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์.....	13
2.7.1 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบแจกแจง ความยาวคลื่น.....	14
2.7.2 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบแจกแจง ค่าพลังงาน.....	15
2.8 ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์.....	15
2.8.1 ไอโซโทปรังสี.....	16
2.8.2 หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์.....	18
2.9 หัววัดรังสีเอกซ์.....	20
2.9.1 หัววัดรังสีบรรจุก๊าซชนิดพรอพอร์ชันแนล.....	20
2.9.2 หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดด์ [NaI(Tl)].....	21
2.9.3 หัววัดรังสีเอกซ์ชนิดกึ่งตัวนำ.....	22
2.9.3.1 หัววัดรังสีเอกซ์แบบ Si(Li).....	22
2.9.3.2 หัววัดรังสีแบบ HPGe.....	22
2.9.3.3 หัววัดรังสีเอกซ์ชนิด CdTe.....	24
2.10 ส่วนประกอบของระบบวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงค่า พลังงาน.....	25
2.10.1 ต้นกำเนิดรังสี.....	25
2.10.2 หัววัดรังสีเอกซ์.....	25
2.10.3 แหล่งจ่ายไฟฟ้าคักดาสูง.....	25
2.10.4 ระบบหล่อเย็น.....	25
2.10.5 ภาควิทยายส่วนหน้า (Preamplifier).....	25
2.10.6 ภาควิทยายหลัก (Amplifier).....	25
2.10.7 อุปกรณ์วิเคราะห์สัญญาณแบบหลายช่อง.....	25
2.10.8 ระบบจัดการข้อมูล.....	25
2.10.9 คอลลิเมเตอร์.....	25
2.11 เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์.....	27
2.11.1 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ.....	27

	หน้า
2.11.2 การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ.....	27
2.11.3 ผลทางกายภาพของสารตัวอย่าง.....	30
2.11.4 การคำนวณความเข้มข้นสีสุทธิจากพื้นที่ใต้พีคของสเปกตรัม.....	30
2.12 แผ่นบันทึกภาพ.....	31
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	34
3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	34
3.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	35
3.3 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย.....	35
บทที่ 4 ผลการวิจัย.....	52
4.1 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์บนตัวอย่าง.....	52
4.2 ผลการศึกษารูปแบบฐานรองรับตัวอย่างและระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และระยะจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์.....	55
4.3 ขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์ธาตุเบา.....	59
4.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิด ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพกับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ.....	62
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	68
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	68
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	71
รายการอ้างอิง.....	73
ภาคผนวก.....	75
ภาคผนวก ก.....	76
ภาคผนวก ข.....	79
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	96

สารบัญญัตราสาร

ตารางที่		หน้า
2.1	ต้นกำเนิดโฟตอนชนิดไอโซโทปรังสีบางชนิดที่ใช้กันโดยทั่วไป.....	17
2.2	แสดงค่า K_{edge} , $K\alpha$ และ $L\alpha$ ของธาตุทองแดง ตะกั่ว และดีบุก.....	28
4.1	ขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีและค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ที่ ระยะและมุมต่างๆ	53
4.2	จำนวนนับรังสีสุทธิและอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบกก้าวรวดของตัวอย่าง (Cu) ที่ระยะห่างต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกัน ระหว่างฐานรองรับตัวอย่างแบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยวและแบบช่องวงกลมเล็ก สองช่อง.....	55
4.3	จำนวนนับรังสีสุทธิและอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบกก้าวรวดของตัวอย่าง ธาตุ Al, S, Ca และ Zr ที่ระยะห่างต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ (ฐานรองรับตัวอย่างเป็นแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง).....	57
4.4	แสดงจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มชั้นต่างๆ ของธาตุกำมะถัน.....	59
4.5	แสดงจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มชั้นต่างๆ ของธาตุแคลเซียม.....	60
4.6	แสดงจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มชั้นต่างๆ ของธาตุทองแดง.....	61
4.7	จำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มชั้นต่างๆ ของสารกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน...	63
4.8	จำนวนนับรังสีสุทธิของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถันในตัวอย่างถ่านหิน เบอร์ต่างๆ และปริมาณกำมะถันในถ่านหินตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้.....	64
4.9	เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินเดียวกันกับวิธี อื่นหรือค่าที่ทราบแล้ว.....	65
4.10	จำนวนนับสุทธิของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแคลเซียม ก่อนและหลังเติมสาร มาตรฐาน.....	66
4.11	เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์กับ วิธีอื่น.....	67

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	การเกิดรังสีเอกซ์เรือนที่ปล่อยออกมาจากการเปลี่ยนชั้นอิเล็กตรอน.....	5
2.2	การเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก.....	7
2.3	การเกิดการกระเจิงแบบคอมป์ตัน.....	8
2.4	ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของธาตุคาร์บอน.....	10
2.5	ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของธาตุเหล็ก.....	11
2.6	แอมพลิจูดของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร K ของธาตุ แคลเซียม ไททาเนียม เหล็ก เซอร์โคเนียม และซีเรียม.....	12
2.7	การเกิดโอเจิลอิเล็กตรอนและกราฟแสดงฟลูออเรสเซนซ์อีลด์.....	13
2.8	แผนภาพแสดงหลักการทำงานของระบบแจกแจงความยาวคลื่น (WDX).....	14
2.9	แผนภาพแสดงหลักการทำงานของระบบแจกแจงค่าพลังงาน (EDX).....	15
2.10	ลักษณะต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปชนิด Point Source.....	16
2.11	ลักษณะต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปชนิดวงแหวน.....	16
2.12	แผนภาพโครงสร้างของหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์.....	18
2.13	สเปกตรัมรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องและแบบเฉพาะตัวจากเป้าโรเดียม.....	19
2.14	แสดงผลของกระแส, เลขอะตอมของเป้าและศักย์ไฟฟ้าต่อสเปกตรัมของรังสี เอกซ์จากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์.....	19
2.15	หัววัดรังสีเอกซ์แบบพรอพอร์ชันแนล.....	21
2.16	หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดด์ [NaI(Tl)].....	21
2.17	หัววัดรังสีเอกซ์แบบ HPGe และ Si(Li).....	22
2.18	โครงสร้างและช่วงวัดพลังงานของหัววัด HPGe แบบต่างๆ.....	23
2.19	หัววัดรังสีแบบ HPGe ชนิด Ultra-LEGe.....	23
2.20	เปรียบเทียบการทะลุผ่านของพลังงานรังสีระหว่างโพลีเมอร์และเบริเลียมวินโดว์ และประสิทธิภาพระหว่างหัววัดชนิดเจอร์มาเนียม (Ge) และซิลิกอน (Si).....	24
2.21	หัววัดรังสีกึ่งตัวนำชนิด CdTe.....	24
2.22	หลักการทำงานของเครื่อง EDXRF.....	26

ภาพที่	หน้า	
2.23	แผนผังอุปกรณ์และองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF โดยทั่วไปที่ใช้หลอดรังสีเอกซ์กระตุ้น.....	26
2.24	แสดงการเกิด Enhancement effect and third element.....	29
2.25	การพิจารณาหาพื้นที่ใต้พีคของสเปกตรัม.....	31
2.26	โครงสร้างและส่วนประกอบของ Imaging plate.....	32
2.27	การสแกนเพื่ออ่านภาพตามปริมาณรังสีจาก Imaging plate.....	32
2.28	ขั้นตอนการใช้งานแผ่นบันทึกภาพ.....	33
3.1	อุปกรณ์และส่วนประกอบต่างๆ ของระบบ EDXRF โดยทั่วไปที่ใช้หลอดรังสีเอกซ์กระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองของธาตุต่างๆ ในตัวอย่างและใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับตรวจวัดพลังงานรังสีเอกซ์.....	37
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ในส่วนต่างๆ ที่จะนำมาพัฒนาเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์.....	38
3.3	แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านหน้า).....	39
3.4	แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านข้าง).....	39
3.5	แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ภาพรวม).....	39
3.6	คอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์หลังกลิ้งขึ้นรูปแล้ว.....	40
3.7	คอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านหน้าและด้านหลัง) หลังกลิ้งขึ้นรูปแล้ว...	40
3.8	การประกอบติดตั้งคอลลิเมเตอร์เข้ากับหลอดรังสีเอกซ์.....	40
3.9	แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหัววัดรังสีเอกซ์.....	41
3.10	คอลลิเมเตอร์หัววัดรังสีเอกซ์หลังกลิ้งขึ้นรูปแล้ว.....	41
3.11	แบบร่างของโครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ โครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ และห้องใส่ตัวอย่าง (1).....	42
3.12	แบบร่างของโครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ โครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ และห้องใส่ตัวอย่าง (2).....	43
3.13	โครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ หลอดรังสีเอกซ์ และโครงห้องใส่ตัวอย่างหลังประกอบรวมกัน.....	43
3.14	ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber แบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว	45
3.15	ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber แบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง.....	45

ภาพที่	หน้า	
3.16	แบบโครงสร้างฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์.....	47
3.17	ฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์แบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว.....	47
3.18	ฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์แบบช่องเล็กสองช่อง.....	47
3.19	ระบบเครื่องมือที่ถูกพัฒนาขึ้นในงานวิจัย.....	48
3.20	ตัวอย่างถ่านหิน SRM 2692 อัดแผ่นกลม.....	50
3.21	ตัวอย่างปูนซีเมนต์อัดแผ่นกลม.....	51
4.1	ภาพถ่ายพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุมกระตุนของหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์เป็น 40° และ 45° ที่ระยะห่างจากหัววัดรังสี 1.5 เซนติเมตร.....	52
4.2	ภาพถ่ายพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุมกระตุนของหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์เป็น 40° 45° และ 50° ที่ระยะห่างจากหัววัดรังสี 2 เซนติเมตร.....	52
4.3	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบกกาวด์ของตัวอย่าง (Cu) ที่ระยะต่างๆ ของหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับระหว่างฐานช่องใส่ตัวอย่างแบบวงกลมใหญ่ช่องเดี่ยวและแบบสองช่องเล็กคู่ (สารตัวอย่างห่างจากหัววัดรังสีเป็นระยะ 1.5 และ 2 cm).....	57
4.4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบกกาวด์ของตัวอย่างธาตุ Al, S, Ca และ Zr ที่ระยะต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ (ระยะจากผิวหน้าสารตัวอย่างถึงหัววัดรังสี 2 cm).....	58
4.5	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุกำมะถัน.....	60
4.6	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุแคลเซียม.....	61
4.7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุคอปเปอร์.....	61
4.8	สเปกตรัมของธาตุในเส้นผมที่วิเคราะห์ได้.....	62
4.9	สเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างถ่านหินที่วิเคราะห์ได้.....	62
4.10	ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถันกับความเข้มข้นของสารกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน.....	63
4.11	สเปกตรัมของถ่านหินมาตรฐาน SRM 2685.....	64

ภาพที่		หน้า
4.12	ความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับสุทธิจากพื้นที่ใต้ฟีกของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแคลเซียมกับเข้มข้นของสารมาตรฐาน CaO ที่เพิ่มขึ้น.....	66
4.13	สเปกตรัมของตัวอย่างปูนซีเมนต์หลังเติมสารมาตรฐาน.....	65



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence) เป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive testing) เครื่องมือที่ใช้มีส่วนประกอบไม่ยุ่งยาก ให้ผลวิเคราะห์รวดเร็วแม่นยำ สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในวัสดุตัวอย่างได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ การวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์อาศัยหลักการกระตุ้นสารตัวอย่างด้วยรังสีแกมมาหรือรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ (primary x-ray) ซึ่งได้มาจากการสลายตัวของสารกัมมันตรังสี หรือรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ (x-ray tube generator) โดยสารตัวอย่างจะถูกกระตุ้นด้วยวิธีใดวิธีหนึ่งดังที่กล่าวมา เพื่อให้เกิดการปล่อยรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (characteristic x-ray) ของธาตุต่างๆ ที่อยู่ในสารตัวอย่างนั้น ซึ่งสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่องวิเคราะห์สเปกตรัมรังสีเอกซ์ (x-ray spectrometer)

สำหรับการกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์จากสารกัมมันตรังสี เครื่องมือสามารถทำให้มีขนาดเล็ก ดัดแปลงและติดตั้งได้ง่าย แต่มีข้อจำกัดเรื่องอายุการใช้งาน เนื่องจากสารกัมมันตรังสีมีการสลายตัวตลอดเวลาทำให้ความเข้มข้นรังสีที่ได้มีค่าลดลง ส่งผลให้รังสีเอกซ์เฉพาะตัวธาตุที่เกิดขึ้นหลังการกระตุ้นมีความเข้มข้นต่ำ นอกจากนี้รังสีที่ใช้ในการกระตุ้นจะต้องมีพลังงานสูงกว่าแอมซอร์ปชันเอจ (absorption edge) ของธาตุที่จะวิเคราะห์ แต่เนื่องจากรังสีแกมมาหรือรังสีเอกซ์จากสารกัมมันตรังสีแต่ละชนิดมีค่าพลังงานเฉพาะไม่สามารถปรับเปลี่ยนได้ ดังนั้นในการใช้งานจึงมักต้องมีสารกัมมันตรังสีหลายๆ ชนิดเพื่อให้สามารถเลือกใช้ได้ตามความเหมาะสม ในส่วนของการกระตุ้นสารตัวอย่างด้วยต้นกำเนิดรังสีจากหลอดรังสีเอกซ์มีข้อดีคือสามารถปรับความเข้มข้นและพลังงานของรังสีได้ตามความเหมาะสม โดยอาศัยการปรับค่ากระแสและไฟฟ้าศักดาสูง ทำให้มีขอบเขตการใช้งานที่กว้างและให้ประสิทธิภาพการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุต่างๆ ได้สูง อย่างไรก็ตามหลอดรังสีเอกซ์ที่ใช้งานในลักษณะนี้จะมีพลังงานรังสีเอกซ์สูงสุดแค่ประมาณ 60 keV เท่านั้น

ปัจจุบันการวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างทางด้านโลหกรรม เคมีธรณี สิ่งแวดล้อม และการตรวจวิเคราะห์กัมมันตภาพรังสี

และธาตุอื่นๆ ในผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Fluorescence: EDXRF หรือ EDX) ที่ใช้การกระตุ้นตัวอย่างด้วยรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์มาใช้วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุในหางแร่ (ore tailings) ซึ่งรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุต่างๆ ที่ปลดปล่อยออกมาจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจวัดด้วยหัววัดชนิดซิลิกอนลิเทียม [Si(Li)] สำหรับงานด้านสิ่งแวดล้อมพบว่าการนำเทคนิค EDX มาใช้วิเคราะห์หาปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในอากาศ โดยใช้กระดาษกรองชุบสารละลายเคมีเป็นตัวดักจับก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และนำกระดาษกรองนั้นมาตรวจวิเคราะห์โดยใช้หัววัดพรอพอร์ชันแนลหรือใช้หัววัดซิลิกอนลิเทียมวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถันที่ปลดปล่อยออกมาจากสารตัวอย่าง ซึ่งระบบดังที่กล่าวมาข้างต้นยังมีประสิทธิภาพและความไวไม่สูงพออันเนื่องมาจากข้อจำกัดบางประการ ได้แก่ ความสามารถในการแยกแยะพลังงานของหัววัดรังสี ซีดีจำกัดของหัววัดในเรื่องการวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ เป็นต้น [1], [2]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้มุ่งเน้นที่จะทำการศึกษาและพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

- 1.3.1 ออกแบบและพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ
- 1.3.2 หาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการพัฒนาระบบเพื่อการวิเคราะห์ธาตุเบาบางชนิด ได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม เป็นต้น
- 1.3.3 หาซีดีจำกัดในการวิเคราะห์ (Detection limit) ธาตุเบาของระบบ

1.4 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

- 1.4.1 ศึกษาและค้นคว้าเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 1.4.2 ศึกษาาระบบเครื่องมือในส่วนต่างๆ ที่ประกอบรวมกันขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์
- 1.4.3 ออกแบบและประกอบระบบวิเคราะห์ที่ตั้งที่ได้กล่าวไว้ในข้อ 2
- 1.4.4 ทำการทดลองเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบและวิธีการเพื่อทำการวิเคราะห์ธาตุเบา ได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม
- 1.4.5 หาขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์
- 1.4.6 ทดลองวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิดทั้งทางเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพโดยเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์จากวิธีอื่นหรือค่าที่ทราบแล้ว
- 1.4.7 สรุปผลการทดลองและเขียนวิทยานิพนธ์

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมทั้งทางด้านการจัดระบบและวิธีการวิเคราะห์ธาตุเบาบางชนิด ได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.6.1 T. Sumitra และคณะ (1990) [1] ได้ทำการวิจัยเรื่องการหาปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในบริเวณโรงบ่มไบยาสูบ โดยใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX หัววัดพรอพอ์ชันแนลบรรจุก๊าซซีนอน ต้นกำเนิดรังสีเหล็ก-55 ความแรง 20 มิลลิคูรี เก็บตัวอย่างอากาศด้วยกระดาษกรองซุบสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 5% และกลีเซอรอล 5 % ปริมาณธาตุกำมะถันต่ำสุดที่วัดได้บนกระดาษกรองมีค่าเท่ากับ 30 ไมโครกรัม

1.6.2 จเด็จ เย็นใจ (2544) [2] ได้ทำการพัฒนาระบบวิเคราะห์ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในอากาศด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ โดยได้แบ่งการพัฒนาออกเป็น 2 ระบบย่อย คือ ระบบวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันบนกระดาษกรองด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ระบบ EDX กับหัววัดพรอพอ์ชันแนล โดยใช้เหล็ก-55 เป็นต้นกำเนิดรังสี และระบบดักจับก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดย

ใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวดักจับ ซึ่งระบบวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันบนกระดาษกรองที่ได้พัฒนาขึ้น สามารถลดการรบกวนจากรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของอาร์กอนจากอาร์กอนในอากาศได้ โดยใช้ระยะทางระหว่างหัววัดรังสีกับแผ่นกระดาษกรองที่เหมาะสม และการหาช่วงพีคพลังงานที่เหมาะสม ซึ่งขีดจำกัดในการวิเคราะห์ของระบบเท่ากับ 9.33 ไมโครกรัมสำหรับเวลาวัดรังสี 3600 วินาที

1.6.3 Yoshiaki Okada (1992) [3] ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุกำมะถันในน้ำมัน โดยอาศัยการกระตุ้นตัวอย่างด้วยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถัน (sulfur) ที่ปลดปล่อยออกมาจากตัวอย่างจะถูกตรวจวัดด้วยหัววัดพรอพอร์ชันแนล ในงานวิจัยนี้ได้มีการใช้ไนโอเบียมเมมเบรน (Niobium membrane) เป็นตัวกรองรังสี (filter) เพื่อตัดการรบกวนของรังสีเอกซ์เรืองของธาตุอาร์กอนในอากาศที่เข้าสู่หัววัด

1.6.4 O. Dogana, E. Tirasoglu (2005) [4] ทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโพแทสเซียม แคลเซียม และคลอรีนที่อยู่ในผักบางชนิดด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทปเหล็ก-55 และใช้วิธีเดิมสารมาตรฐานในการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุทั้งสาม

1.6.5 O. Gonzalez-Fernandez, I. Queralta, M.L. Carvalho, G. Garcia (2007) [5] ทำการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุในยางแรม เช่น โพแทสเซียม แคลเซียม ไททานเนียม เหล็ก แมงกานีส ฯลฯ ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ มีการใช้ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ทุติยภูมิ (secondary target) และจัดจี้ไอเมทรีแบบไตรแอกเซียล (tri-axial) โดยรังสีเอกซ์เรืองที่ปลดปล่อยออกมาจากตัวอย่างถูกตรวจวัดด้วยหัววัดชนิด Si(Li)

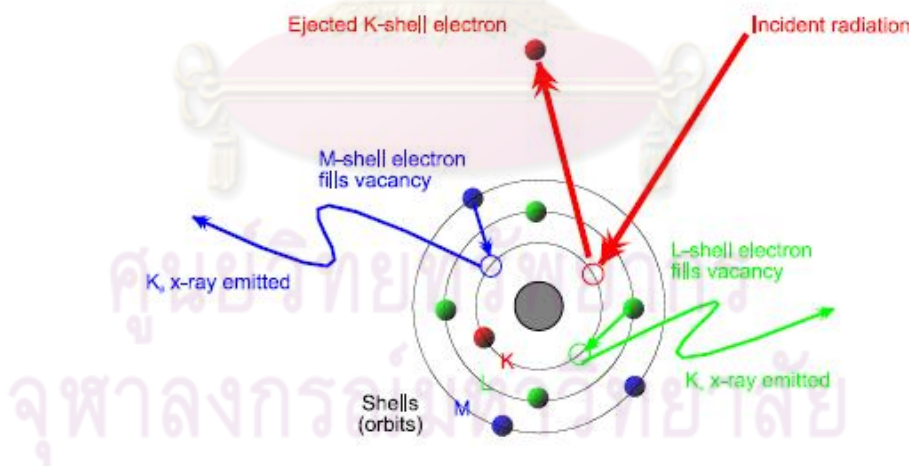
1.6.6 Konstantinos Chassapis, Maria Roulia (2008) [6] ทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุเหล็กและแคลเซียมในถ่านหินที่ใช้ในการใช้ผลิตภัณฑ์อินทรีย์ ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ที่มีเป้าเป็นโลหะโรเดียม (Target: Rh) โดยการวัดวิเคราะห์ธาตุเหล็กนั้นได้ปรับค่ากระแสและไฟฟ้าศักดาสูงให้กับหลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 1.2 mA และ 14 kV ตามลำดับ ส่วนการวิเคราะห์ธาตุแคลเซียมนั้นได้ปรับค่ากระแสและไฟฟ้าศักดาสูงให้กับหลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 1.0 mA และ 10 kV โดยมีการใช้แผ่นอะลูมิเนียมเป็นตัวกรองรังสี

บทที่ 2

ทฤษฎี

2.1 การเกิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนสถานะของระดับพลังงานของอะตอมจากระดับพลังงานสูงไปสู่ระดับพลังงานต่ำ ซึ่งอาจเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของสารกัมมันตรังสี (Radioisotope) และที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (excite) จะทำให้บริเวณวงโคจรอิเล็กทรอนิกส์ของอะตอมนอกนิวเคลียสได้รับผลกระตุ้น ทำให้เกิดการเปลี่ยนจากสภาวะปกติ (ground state) ไปสู่สภาวะกระตุ้น (excited state) และจะลดระดับพลังงานกลับมาสู่สภาวะปกติ ในกระบวนการกลับเข้าสู่สภาวะปกตินั้นจะเกิดการแทนที่ในที่ว่างจากชั้นอิเล็กตรอนวงนอกซึ่งมีพลังงานสูงเข้าแทนที่อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไปจากวงโคจรดังแสดงในรูปที่ 2.1 การแทนที่นี้ก่อให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอน คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์เรือง (fluorescent x-ray)”



รูปที่ 2.1 การเกิดรังสีเอกซ์เรืองที่ปลดปล่อยออกมาจากการเปลี่ยนชั้นอิเล็กตรอน [2]

การกระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนเพื่อให้ได้รังสีเอกซ์แบ่งได้เป็นสองกลุ่ม กลุ่มแรกเป็นการกระตุ้นด้วยอนุภาคที่มีประจุพลังงานสูงฟลักซ์โคจรอิเล็กตรอนและสูญเสียพลังงานบริเวณใกล้เคียงจะปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา กลุ่มที่สองเป็นการกระตุ้น

ด้วยโฟตอนหรืออนุภาคที่มีประจุทำให้อิเล็กตรอนในชั้นโคจรหลุดออกเกิดหลุมว่าง (Hole) อิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรถัดไปจะลดระดับพลังงานปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ก่อนลงมาแทนที่ อิเล็กตรอนที่หลุดออกไป ซึ่งกระบวนการเกิดรังสีเอกซ์ทั้งสองแบบนี้ จะให้ลักษณะสเปกตรัม พลังงานของรังสีที่แตกต่างกัน โดยรังสีเอกซ์กลุ่มแรกที่เกิดจากการสูญเสียพลังงานของอิเล็กตรอน เนื่องมาจากการชะลอความเร็วลงจะมีลักษณะเป็นสเปกตรัมต่อเนื่อง (Continuous spectrum) เรียกว่า เบรมส์ตราห์ลุง (bremsstrahlung) ส่วนรังสีเอกซ์กลุ่มที่สองเกิดจากการเปลี่ยนระดับ พลังงานเฉพาะชั้นวงโคจรของอิเล็กตรอนเรียกว่า รังสีเอกซ์เรือง ซึ่งอาจเรียกว่ารังสีเอกซ์เฉพาะตัว เพราะมีลักษณะสเปกตรัมเป็นแบบพลังงานค่าเดียวเอกลักษณ์ของเฉพาะธาตุ

2.2 อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับตัวกลาง [2]

อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับตัวกลาง จะมีลักษณะเช่นเดียวกับอันตรกิริยาของรังสีแกมมา ซึ่งรังสีทั้งสองนั้นมีความสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเหมือนกันเพียงแต่แตกต่างกันที่แหล่งกำเนิด โดยรังสีแกมมานั้นเกิดจากการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายในนิวเคลียส ส่วนรังสีเอกซ์นั้นจะ เกิดที่ชั้นวงโคจรของอิเล็กตรอนรอบนิวเคลียส แต่เนื่องจากทั้งรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์ก็เป็นรังสีที่ ประพฤติตัวเป็นได้ทั้งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าและอนุภาค (Wave particle duality) เรียกว่าโฟตอน (Photon) ดังนั้นโฟตอนจึงสามารถใช้เรียกแทนทั้งรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์ อันตรกิริยาของโฟ ตอนกับตัวกลางนั้นสามารถแยกได้ตามลักษณะของอนุภาคที่ถูกเข้าทำอันตรกิริยาด้วย เช่น อิเล็กตรอนหรือนิวเคลียส หรือแยกได้ตามลักษณะของเหตุการณ์ที่เกิดขึ้น เช่น การดูดกลืนหรือ การกระเจิง ซึ่ง ณ ที่นี้จะกล่าวตามลักษณะของเหตุการณ์ที่เกิดขึ้น ได้แก่ การดูดกลืนแบบโฟโตอิ เล็กทริก (Photoelectric absorption) การกระเจิงแบบคอมป์ตัน (Compton scattering) และ การกระเจิงแบบเรย์เลห์ (Rayleigh scattering)

2.2.1 การดูดกลืนแบบโฟโตอิเล็กทริก [2]

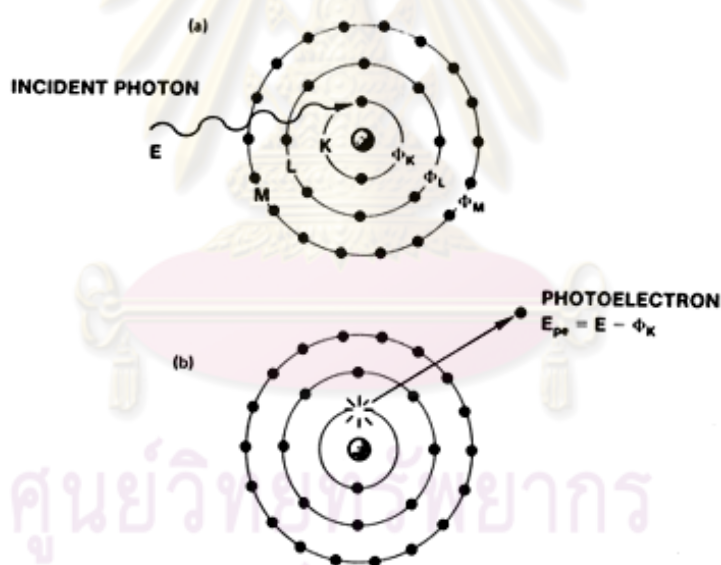
การดูดกลืนลักษณะนี้ เกิดจากปรากฏการณ์ที่เรียกว่าปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก (Photoelectric effect) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรของอะตอมดูดกลืนพลังงาน จากโฟตอนไว้ทั้งหมดและทำให้อิเล็กตรอนนั้นหลุดออกไปจากอะตอม อะตอมจึงสูญเสีย อิเล็กตรอนกลายเป็นไอออน ส่วนอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปจากอะตอมเรียกว่าโฟโตอิเล็กตรอน (Photoelectron) เนื่องจากอิเล็กตรอนที่โคจรรอบนิวเคลียสมีอยู่ในชั้นพลังงานยึดเหนี่ยวต่าง ๆ กัน

หากอิเล็กตรอนชั้นใน ๆ (ชั้น K หรือชั้น L) ดูดกลืนพลังงานจากโฟตอนและอิเล็กตรอนนั้นหลุดออกจากอะตอม ก็จะทำให้เกิดที่ว่างขึ้น อิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรชั้นนอก ๆ ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าก็จะเข้าไปแทนที่ว่างนั้น พร้อมปลดปล่อยพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งก็คือ รังสีเอกซ์เรืองที่กล่าวมาแล้วนั่นเอง และโฟโตอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีค่าพลังงานเท่ากับผลต่างระหว่างพลังงานของโฟตอนที่เข้าชนกับพลังงานยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรนั้น ดังสมการ (2.1)

$$E_{pe} = E - \Phi_K \quad (2.1)$$

เมื่อ

E_{pe}	คือ	พลังงานของโฟโตอิเล็กตรอน
E	คือ	พลังงานของโฟตอนที่เข้าชน
Φ_K	คือ	พลังงานยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ชั้นวงโคจรนั้น ๆ



รูปที่ 2.2 การเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก [2]

โอกาสในการเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริกนั้นจะมีค่าลดลงเมื่อตัวกลางเป็นธาตุเบาและพลังงานของโฟตอนที่เข้าชนมีค่าสูงขึ้น

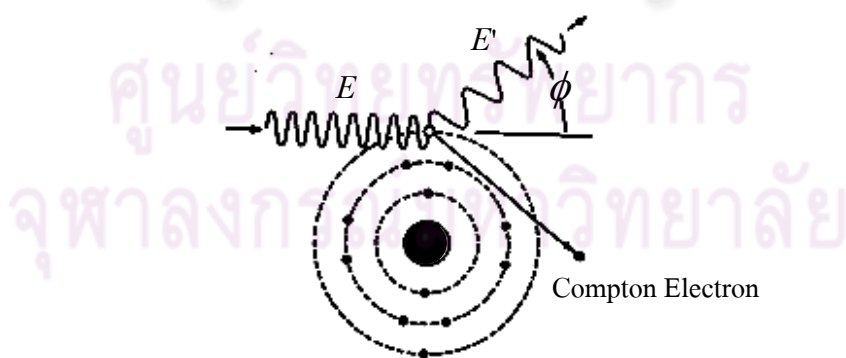
2.2.2 การกระเจิงรังสี [7]

เมื่อโฟตอนเข้าชนกับวัตถุซึ่งประกอบด้วยอะตอมต่างๆ รวมอยู่ด้วยกันเป็นจำนวนมาก จะเกิดอันตรกิริยาระหว่างโฟตอนกับอิเล็กตรอนชั้นโคจรวงนอกหรือบริเวณพันธะอะตอม เกิดการถ่ายโอนพลังงานบางส่วนและโฟตอนจะกระเจิงออกไป แบ่งได้เป็น 2 แบบคือ

1) การกระเจิงแบบคอมป์ตัน หรือ Incoherent scattering เป็นอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างโฟตอนกับอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอก ซึ่งมีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวน้อยมาก เมื่อโฟตอนเข้าชนกับอิเล็กตรอนดังกล่าว อิเล็กตรอนนั้นจะหลุดออกไปจากอะตอม พร้อมกับพลังงานบางส่วนของโฟตอนที่เข้าชน ซึ่งอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปมีชื่อเรียกว่าคอมป์ตันอิเล็กตรอน (Compton electron) ส่วนโฟตอนที่กระเจิงออกไปนั้น จะมีพลังงานลดลง โดยผลรวมของพลังงานระหว่างคอมป์ตันอิเล็กตรอนกับโฟตอนที่กระเจิงออกไป จะมีค่าเท่ากับพลังงานของโฟตอนเริ่มต้นที่เข้าชน ดังสมการ (2.2)

$$E' = \frac{E}{[1 + 0.001957 E(1 - \cos \phi)]} \quad (2.2)$$

เมื่อ	E'	คือ	พลังงานในหน่วย keV ของโฟตอนที่กระเจิงออกไป
	E	คือ	พลังงานในหน่วย keV ของโฟตอนที่เข้าชน
	ϕ	คือ	มุมที่โฟตอนกระเจิงออกไปจากแนวเดิม



รูปที่ 2.3 การเกิดการกระเจิงแบบคอมป์ตัน [2]

โอกาสในการเกิดการกระเจิงแบบคอมป์ตันนั้นจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อโฟตอนที่เข้าชนมีพลังงานสูงขึ้น ตัวกลางที่ถูกชนมีเลขอะตอมต่ำลง และมุมที่ตกกระทบมีค่ามากขึ้น นอกจากนี้ การเกิดการกระเจิงแบบคอมป์ตันนั้นจะเกิดขึ้นเป็นอันตรกิริยาหลักก็ต่อเมื่อพลังงานของโฟตอนที่เข้าชนมีค่าสูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนมากๆ

2) การกระเจิงแบบเรย์เลห์ หรือ Coherent scattering เป็นการกระเจิงของโฟตอนที่วิ่งเข้าชนกับอิเล็กตรอนแล้ว โฟตอนตัวดังกล่าวมีการเปลี่ยนแปลงทิศทางโดยที่ไม่มีการสูญเสียพลังงาน ซึ่งการชนในลักษณะนี้จะเกิดมากขึ้นเมื่อพลังงานยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนมีค่ามากกว่าโฟตอนมาก และจะมีโอกาสในการเกิดมากขึ้นเมื่อตัวกลางมีเลขอะตอมสูง การเกิดการกระเจิงแบบเรย์เลห์นี้บางครั้งเป็นอุปสรรคในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟลักซ์พลังงานที่เกิดจากการกระเจิงแบบเรย์เลห์อาจไปรบกวนฟลักซ์พลังงานที่ต้องการวิเคราะห์ได้

2.3 การลดทอนรังสีเอกซ์ [2]

เมื่อลำของรังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปยังตัวกลางบางโฟตอนจะทำอันตรกิริยากับอะตอมของตัวกลาง ซึ่งอันตรกิริยาที่เกิดขึ้น ได้แก่ ปฏิกิริยาการโฟโตอิเล็กทริก การกระเจิงแบบคอมป์ตัน และการกระเจิงแบบเรย์เลห์ เหตุการณ์เหล่านี้จะทำให้ปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์มีค่าลดลง ซึ่งสามารถนิยามได้จากความสัมพันธ์ที่เป็นไปตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law)

$$I(E) = I_0(E)e^{-\mu(E)\rho x} \quad (2.3)$$

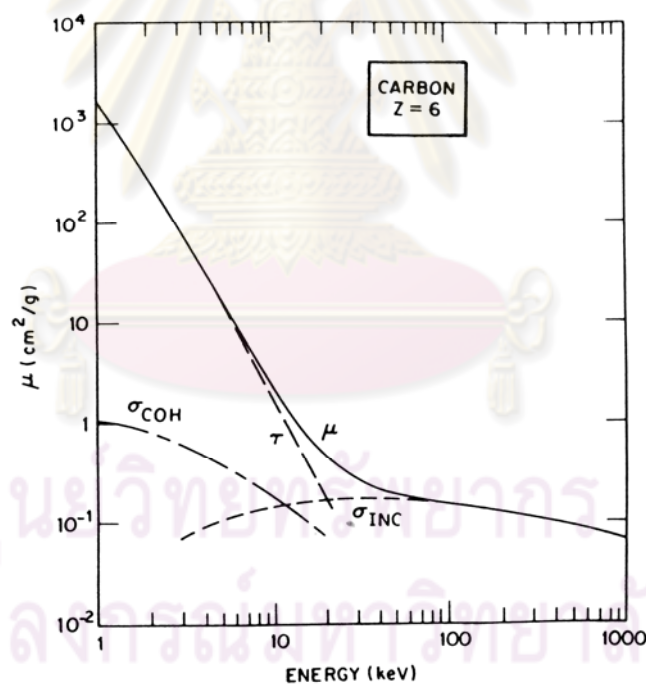
เมื่อ	$I(E)$	คือ	ความเข้มของโฟตอนที่ผ่านตัวกลางออกมาโดยไม่ทำอันตรกิริยาใด ๆ กับอะตอมของตัวกลาง
	$I_0(E)$	คือ	ความเข้มของโฟตอนที่เข้าชนกับตัวกลาง
	$\mu(E)$	คือ	ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวล (Mass attenuation coefficient)
	ρ	คือ	ความหนาแน่นของตัวกลางในหน่วย กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	x	คือ	ความหนาของตัวกลางในหน่วยเซนติเมตร

ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวล $\mu(E)$ เป็นค่าที่บอกถึงโอกาสในการเกิดอันตรกิริยาต่าง ๆ ของโฟตอนกับตัวกลาง ซึ่งจะประกอบไปด้วยองค์ประกอบหลัก 3 ส่วน ดังนี้

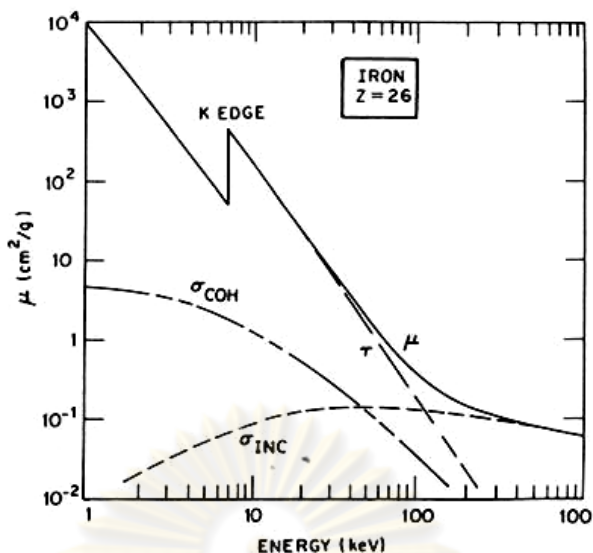
$$\mu(E) = \tau(E) + \sigma_{coh}(E) + \sigma_{inc}(E) \quad (2.4)$$

เมื่อ $\tau(E)$ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแบบโฟโตอิเล็กทริกเชิงมวล
 $\sigma_{coh}(E)$ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การกระเจิงแบบไม่สูญเสียพลังงานเชิงมวล
 $\sigma_{inc}(E)$ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การกระเจิงแบบสูญเสียพลังงานเชิงมวล

ค่าสัมประสิทธิ์แต่ละค่าที่กล่าวมานั้นจะมีค่าเฉพาะขึ้นอยู่กับพลังงานของโฟตอนและเลขอะตอมของตัวกลางนั้นๆ จากรูปที่ 2.4 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ต่างๆ ของธาตุคาร์บอน ค่าสัมประสิทธิ์ต่าง ๆ เหล่านี้อาจเขียนให้อยู่ในรูปอย่างง่ายได้ ดังนี้ คือ μ , τ , σ_{coh} และ σ_{inc}



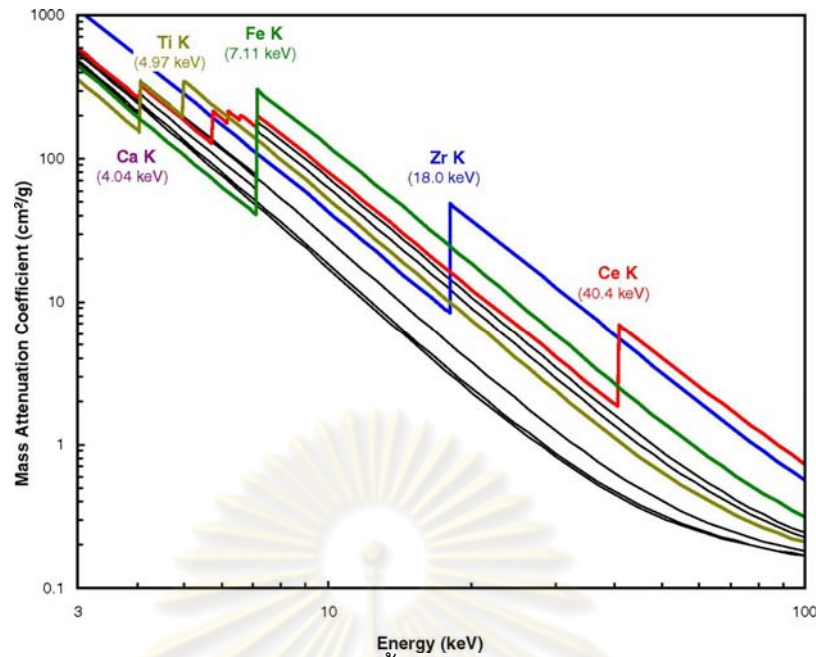
รูปที่ 2.4 ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของธาตุคาร์บอน [2]



รูปที่ 2.5 ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของธาตุเหล็ก [2]

2.4 แอ็บซอร์พชันเอดจ์

ความสามารถในการดูดกลืนโฟตอนรังสีเอกซ์ของธาตุใดๆ พิจารณาได้จากค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลซึ่งแปรเปลี่ยนตามระดับพลังงานที่ตกกระทบ โดยค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลจะลดลงเมื่อพลังงานของรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น แต่จะมีระดับพลังงานของโฟตอนปริมาณหนึ่งที่อะตอมธาตุสามารถดูดกลืนได้ดีเป็นพิเศษ เรียกช่วงดูดกลืนพลังงานนี้ว่า แอ็บซอร์พชันเอดจ์ของธาตุซึ่งเป็นช่วงที่ค่าพลังงานของรังสีเอกซ์มีค่าเท่ากับพลังงานที่ใช้ในการทำให้อิเล็กตรอนในวงโคจรนั้นๆ หลุดออกไปจากอะตอมพอดี แต่ละธาตุจะมีค่าแอ็บซอร์พชันเอดจ์หลายค่าตามโครงสร้างของชั้นโคจรรีเลกตรอนของธาตุนั้นๆ เช่น ชั้น K (K-shell) มีหนึ่งแอ็บซอร์พชันเอดจ์ (K_{ab}) และชั้น L (L-shell) มี 3 แอ็บซอร์พชันเอดจ์ (L_{lab} , L_{Ilab} และ L_{IIlab}) ที่เกิดจากชั้นโคจรร้อยย เป็นต้น ในรูปที่ 2.6 แสดงแอ็บซอร์พชันเอดจ์ของอิเล็กตรอนในโครงสร้างอะตอมของธาตุต่างๆ การที่จะกระตุ้นอิเล็กตรอนให้หลุดจากชั้นโคจรใดๆ ของอะตอม จะต้องใช้โฟตอนที่มีพลังงานมากกว่าแอ็บซอร์พชันเอดจ์ และเมื่อโฟตอนมีพลังงานมากกว่าแอ็บซอร์พชันเอดจ์ของชั้นโคจรนั้นๆ เพียงเล็กน้อย จะมีโอกาสเกิดผลการเรืองรังสีเอกซ์ (Fluorescence yield) มากกว่าโฟตอนที่มีพลังงานสูงๆ



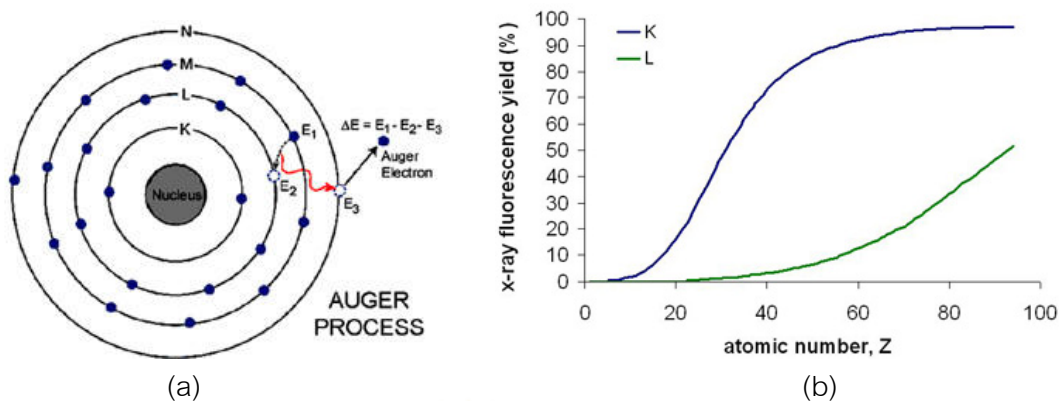
รูปที่ 2.6 แอ็บซอร์ปชันแอดจ์ของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร K ของธาตุ แคลเซียม ไททาเนียม เหล็ก เซอร์โคเนียมและซีเรียม [14]

2.5 ฟลูออเรสเซนซ์อีลด์ [7]

รังสีเอกซ์เฉพาะตัวหรือรังสีเอกซ์เรืองเกิดจากการปลดปล่อยพลังงานจากอิเล็กตรอนในชั้นโคจรที่พลังงานสูงกว่าเพื่อลดระดับลงมาแทนที่ว่างหลังอะตอมถูกกระตุ้นด้วยรังสีปฐมภูมิ แต่รังสีเอกซ์เรืองที่เกิดขึ้นนี้อาจไม่ผ่านออกมาจากอะตอม หากรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดขึ้นมีพลังงานสูงกว่าแอ็บซอร์ปชันแอดจ์ของอิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นถัดออกมา จะเกิดการกระตุ้นหรือถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอนในชั้นถัดออกมาหลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาเป็นการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron ejection) เรียกว่า ไอเจอิเล็กตรอน (Auger electron) ดังแสดงในรูป 2.7.a ดังนั้นในอะตอมหนึ่งซึ่งถูกกระตุ้นด้วยรังสีปฐมภูมิจะมีโอกาสเกิดเหตุการณ์อย่างใดอย่างหนึ่งระหว่างการเกิดรังสีเอกซ์เรืองหรือเกิดไอเจอิเล็กตรอน หรืออาจมองว่าเป็นการแข่งขันระหว่างสองเหตุการณ์ในอะตอม สำหรับโอกาสในการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวหรือที่เรียกว่าฟลูออเรสเซนซ์อีลด์นั้นหมายถึง อัตราส่วนของโฟตอนของรังสีเอกซ์เรืองที่เกิดขึ้นทั้งหมด (n) ในชั้นพลังงานหนึ่งต่อจำนวนที่ว่างที่เกิดขึ้นทั้งหมด (N) ในชั้นพลังงานเดียวกัน ถ้าใช้ ω แทนฟลูออเรสเซนซ์อีลด์สำหรับชั้น K ค่า ω_k แสดงได้ดังสมการ

$$\text{ฟลูออเรสเซนซ์อีลด์ } (\omega_k) = \frac{n_{k\alpha_1} + n_{k\alpha_2} + n_{k\beta_1} + n_{k\beta_2} + \dots}{N_k} \quad (2.5)$$

ดังนั้น ยีลต์ในการเกิดไอเจอิเล็กตรอนจะเท่ากับ $(1-\omega_k)$



รูป 2.7 (a) การเกิดโอเจอิเล็กตรอน [2] , (b) กราฟแสดงฟลูออเรสเซนซ์ยิลด์ [11]

2.6 กระบวนการกระตุ้นให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ แบ่งได้เป็น 2 ประเภทคือ

2.6.1 การกระตุ้นแบบปฐมภูมิ (Primary Excitation) คือ การทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอมโดยการยิง (bombard) ด้วยอนุภาคต่างๆ หรือโฟตอน ไปยังอะตอมของธาตุในสารตัวอย่าง จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวออกมา ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับชนิดของพลังงานและความแรงของต้นกำเนิดรังสีรวมทั้งองค์ประกอบของสารตัวอย่าง

2.6.2 การกระตุ้นแบบทุติยภูมิ (Secondary Excitation) คือ การกระตุ้นอะตอมธาตุในสารตัวอย่างให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ด้วยรังสีเอกซ์ทุติยภูมิ ซึ่งต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ทุติยภูมิได้จากการใช้ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ปฐมภูมิกระตุ้นเป้าให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองของเป้าเพื่อนำไปกระตุ้นสารตัวอย่างอีกทีหนึ่ง โดยสามารถเลือกพลังงานให้เหมาะสมกับแอมพลิจูดของอิเล็กตรอนในโครงสร้างอะตอมด้วยการเปลี่ยนชนิดเป้า

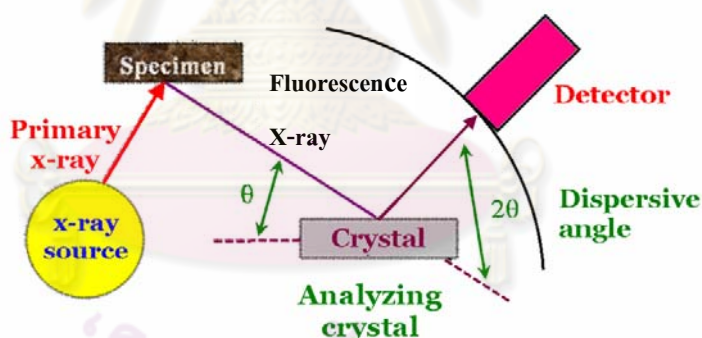
2.7 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบ่งเป็น 2 ระบบ คือ ระบบแจกแจงความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence System, WDXRF) และ ระบบแจกแจงค่าพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Fluorescence System, EDXRF) โดยทั้งสองระบบมีหลักการคล้ายกัน คือ ต้องมีการกระตุ้นสารตัวอย่างให้สารตัวอย่างปล่อยรังสีเอกซ์เฉพาะตัวออกมา รังสีเอกซ์เฉพาะตัวนี้จะถูกวัดและแจกแจงเพื่อใช้บอกชนิดของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง รวมทั้งหาปริมาณของแต่ละธาตุว่ามีอยู่มากน้อยเพียงใด ส่วนที่เป็นจุดสำคัญที่ทำให้เกิดความแตกต่างระหว่างระบบทั้ง 2 นี้ คือ ขั้นตอนที่รังสีเอกซ์เฉพาะตัวถูกวัดและแจกแจงเพื่อบอก

ชนิดและปริมาณของธาตุจะใช้วิธีการที่ต่างกัน กล่าวคือในระบบแบบ EDXRF นั้นจะแจกแจงตามค่าพลังงาน ส่วนในระบบแบบ WDXRF รังสีเอกซ์เฉพาะตัวจะถูกแจกแจงตามความยาวคลื่น อุปกรณ์สำคัญที่ใช้แจกแจงความยาวคลื่นได้แก่ ผลึก (crystal) และอาศัยหลักการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตามสมการของแบร็กก์

2.7.1 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบแจกแจงความยาวคลื่น

ระบบการทำงานของ WDXRF ดังแสดงรูปที่ 2.8 นิยมใช้หลอดรังสีเอกซ์เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์พลังงานสูงไปกระตุ้นสารตัวอย่าง หลังจากนั้นสารตัวอย่างจะปล่อยรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของแต่ละธาตุออกมา ลักรังสีเอกซ์เฉพาะตัวนี้จะถูกกำหนดให้เดินทางผ่านโซลเลอร์คอลลิเมเตอร์ (Soller collimator) ซึ่งเป็นอุปกรณ์บังคับรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ออกมาจากสารตัวอย่างให้ไปตกกระทบบนผลึกที่ใช้เป็นตัวกระจายรังสี ผลึกดังกล่าวนี้จะทำการหักเหและแจกแจงรังสีตามลำดับความยาวคลื่น ความสามารถในการแจกแจงรังสีนี้ทำให้สามารถตรวจสอบรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ปล่อยออกมาจากธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่างได้



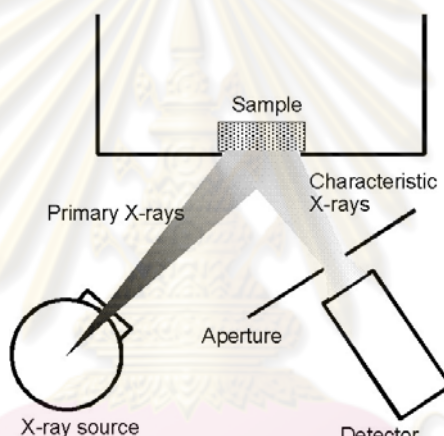
รูปที่ 2.8 แผนภาพแสดงหลักการทำงานของระบบแจกแจงความยาวคลื่น (WDX) [7]

รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ผ่านมารแจกแจงโดยผลึกแล้วจะถูกตรวจวัดโดยหัววัดแบบเรืองแสงหรือหัววัดแบบพรอพอร์ชันแนล ส่วนหลอดรังสีเอกซ์ที่ใช้เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์เพื่อไปกระตุ้นสารตัวอย่าง มักใช้ธาตุทังสเตน (W) โครเมียม (Cr) หรือโมลิบดีนัม (Mo) เป็นเป้า (Target) ที่แอโนด และอาจใช้ความต่างศักย์สูงถึง 60 kV ฉะนั้นความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ช่องหน้าต่างหลอดจะสูงมาก จึงจำเป็นต้องมีระบบป้องกันอันตรายจากรังสีขณะใช้งานด้วย ส่วนผลึกที่ใช้แยกหรือแจกแจงรังสีเอกซ์นั้นก็มีส่วนสำคัญเพราะถ้าเลือกใช้ผลึกที่เหมาะสมกับธาตุในตัวอย่างจะทำให้ได้ประสิทธิภาพในการแยกพีคพลังงานดียิ่งขึ้น (FWHM 20 - 200 eV) อย่างไรก็ตาม ในช่วงที่รังสีเอกซ์มาตกกระทบบที่ผิวหน้าของผลึกก็จะมี การสูญเสียเนื่องจากการสะท้อนกลับซึ่งการสูญเสียนี้

ทำให้ประสิทธิภาพในการตรวจวัดโฟตอนที่หัววัดมีค่าเพียงประมาณร้อยละ 10^{-4} เท่านั้น ซึ่งหมายความว่าถ้ามีโฟตอน 10^6 ตัว มาถึงผิวของผลึกก็จะมีเพียง 1 โฟตอนเท่านั้นที่จะผ่านไปได้จนถึงหัววัด ด้วยเหตุนี้จึงจำเป็นต้องพยายามออกแบบให้มีจำนวนของโฟตอนเข้ามายังผลึกในปริมาณที่สูง ซึ่งผลที่ตามมาคือต้องใช้หลอดรังสีเอกซ์ที่ต้องใช้กำลังไฟฟ้าสูงดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น

2.7.2 ระบบวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบແຈກແຈງพลังงาน

ระบบ EDXRF แสดงในรูปที่ 2.9 เป็นระบบวิเคราะห์ธาตุที่ใช้หัววัดรังสีวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุต่างๆ โดยตรง โดยอาศัยคุณสมบัติของหัววัดรังสีเอกซ์ที่สามารถวัดและแยกพลังงานของรังสีเอกซ์แต่ละโฟตอนได้



รูปที่ 2.9 แผนภาพแสดงหลักการทำงานของระบบແຈກແຈງค่าพลังงาน [8]

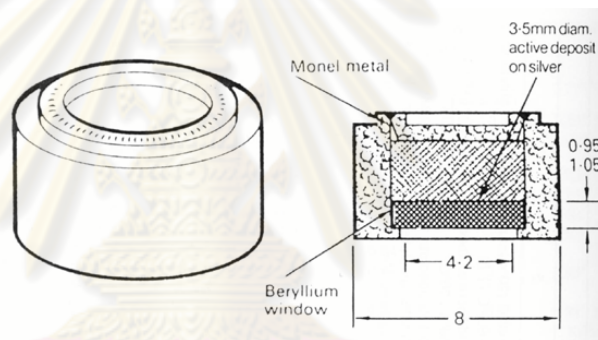
2.8 ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ [2]

การกระตุ้นสารตัวอย่างสามารถทำได้ด้วยอนุภาคที่มีประจุหรือโฟตอนจากต้นกำเนิดรังสีการกระตุ้นด้วยโฟตอน เช่น รังสีเอกซ์ รังสีแกมมา เป็นวิธีที่นิยมใช้ซึ่งการกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์นั้นสามารถจำแนกได้ออกเป็น 2 วิธี คือ จากหลอดรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นต้นกำเนิดรังสีที่ปลดปล่อยรังสีเอกซ์จากการเร่งอนุภาคอิเล็กตรอนเข้าชนเป้าเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับวัสดุที่ใช้ทำเป้าแล้วปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะสเปกตรัมต่อเนื่องออกมา อีกวิธีหนึ่งใช้ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิดไอโซโทปรังสี (Radioisotope source) ซึ่งปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะเป็นสเปกตรัมอนุกรมพลังงานเดี่ยวจากการสลายตัวของอะตอมสารกัมมันตรังสี

2.8.1 ไอโซโทปรังสี

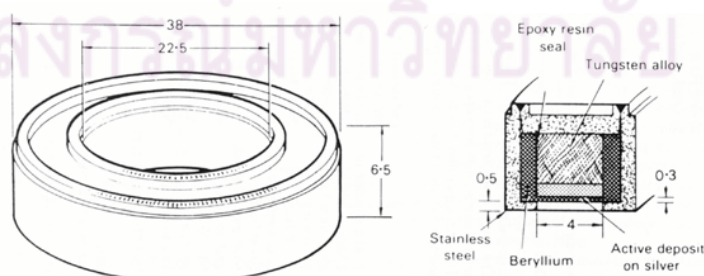
เป็นต้นกำเนิดรังสีที่ปลดปล่อยโฟตอนออกมาตามคุณสมบัติการสลายตัวของไอโซโทปรังสีนั้นๆ ได้แก่ การสลายตัวให้รังสีแอลฟา การสลายตัวให้รังสีบีตา และการสลายตัวแบบจับอิเล็กตรอน (Electron capture) ในการสลายตัวนี้อาจมีหลายขั้นตอนและมีบางขั้นตอนที่จะปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์หรือรังสีแกมมา ซึ่งสามารถนำไปใช้กระตุ้นสารตัวอย่างได้ ไอโซโทปรังสีของธาตุหนึ่งๆ จะสลายตัวให้รังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเฉพาะค่าหนึ่ง ในลักษณะที่เป็นสเปกตรัมของอนุกรมพลังงานเดี่ยว ซึ่งลักษณะของต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปรังสีที่นิยมใช้กันอยู่ในปัจจุบันมีการออกแบบรูปร่าง 2 ลักษณะ คือ

ก. ต้นกำเนิดรังสีแบบจุดหรือจาน (Point or Disc source) มีรูปทรงกระบอกขนาดเล็กหรือแบนคล้ายเหรียญ บรรจุเม็ดรังสีไว้ภายใน จัดให้รังสีผ่านออกได้ด้านเดียว ดังในรูปที่ 2.10



2.10 ลักษณะต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปชนิด Point Source [11]

ข. ต้นกำเนิดรังสีแบบแหวน (Annular or Ring source) มีรูปทรงวงแหวน มีแผ่นสารกัมมันตรังสีบรรจุอยู่ภายใน จัดให้รังสีออกด้านหนึ่งอย่างสม่ำเสมอรอบวงแหวน ดังในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ลักษณะต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปชนิดวงแหวน [11]

ตารางที่ 2.1 ต้นกำเนิดรังสีชนิดไอโซโทปรังสีที่ใช้กันโดยทั่วไป [11]

Radioisotope source	Principal radioactive decay process	Half-life	Useful radiation		Typical practical source activity (Ci)	X-rays excited efficiently
			Type	Energy (keV)		
$^{55}_{26}\text{Fe}$	$^{\text{a}}\text{EC}$	2.7 y	Mn K x-rays	5.9	0.020	$^{13}\text{Al} - ^{24}\text{Cr} \text{ K}$
$^{57}_{27}\text{Co}$	EC	270 d	Fe K x-rays γ γ γ	6.4 14 122 136	0.5	$\leq ^{98}\text{Cf} \text{ K}$
$^{109}_{48}\text{Cd}$	EC	1.3 y	Ag K x-rays γ	22 88	0.003	$^{20}\text{Ca} - ^{43}\text{Tc} \text{ K}$ $^{74}\text{W} - ^{92}\text{U} \text{ L}$
$^{125}_{53}\text{I}$	EC	60 d	Te K x-rays γ	27 35	-	$\leq ^{54}\text{Xe} \text{ K}$
$^{153}_{64}\text{Gd}$	EC	236 d	Eu K x-rays γ γ	42 97 103	0.010	$^{42}\text{Mo} - ^{58}\text{Ce} \text{ K}$ $^{69}\text{Tm} - ^{92}\text{U} \text{ L}$
$^{238}_{94}\text{Pu}$	α	89.6 y	U L x-rays	15-17	0.030	$^{20}\text{Ca} - ^{35}\text{Br} \text{ K}$ $^{74}\text{W} - ^{82}\text{Pb} \text{ L}$
$^{241}_{95}\text{Am}$	α	470 y	Np L x-rays γ γ	11-22 26 59.6	0.010	$^{50}\text{Sn} - ^{69}\text{Tm} \text{ K}$

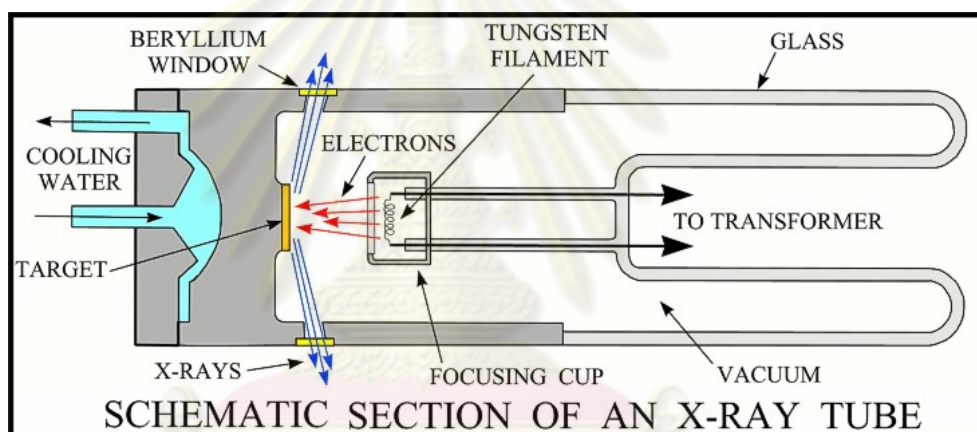
$^{\text{a}}\text{EC}$ = orbital-electron capture

จากตารางจะเห็นได้ว่าแต่ละไอโซโทปนั้นให้รังสีเอกซ์และรังสีแกมมาซึ่งมีค่าพลังงานต่างกัน ในการใช้งานต้องเลือกใช้ไอโซโทปรังสีที่ให้ค่าพลังงานที่เหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ ไอโซโทปรังสีที่ใช้กันมาก คือ Fe-55, Cd-109 และ Am-241 ปกติมักจะใช้งานร่วมกันทั้ง 3 ชนิด เพื่อให้สามารถตรวจวิเคราะห์ธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่างได้ครอบคลุมตั้งแต่ Na (Z=11) ถึง U (Z=92)

2.8.2 หลอดรังสีเอกซ์ [7]

หลักการโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอกซ์ คือ การเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานสูงภายในหลอดสุญญากาศด้วยความต่างศักย์ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนด อิเล็กตรอนที่ถูกเร่งจะเคลื่อนที่จากขั้วแคโทดไปชนเป้าซึ่งเป็นส่วนของขั้วแอโนด ทำให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนพลังงานสูงกับธาตุที่ใช้ทำเป้าแล้วปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาจากเป้านั้น

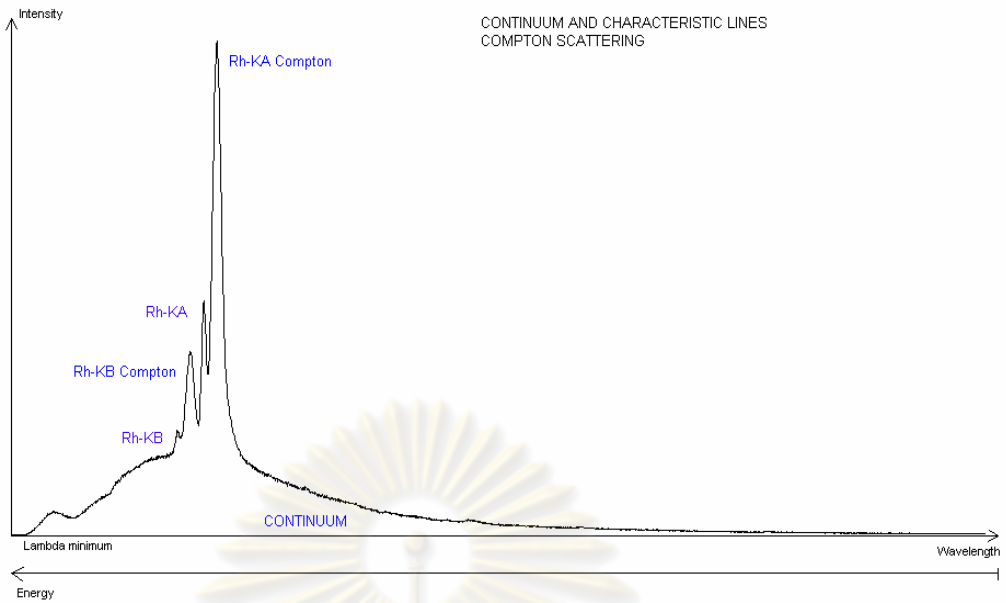
โดยส่วนใหญ่แล้วหลอดรังสีเอกซ์จะประกอบไปด้วยส่วนประกอบหลัก ๆ ที่สำคัญ ดังแสดงในรูปที่ 2.12 ได้แก่ หลอดที่เป็นสุญญากาศซึ่งอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งจะเคลื่อนที่อยู่ภายในหลอดนี้ โครงสร้างของขั้วแคโทด ซึ่งประกอบไปด้วยส่วนที่เป็นไส้หลอด (Filament) ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน โครงสร้างของขั้วแอโนด ประกอบไปด้วยส่วนที่เป็นเป้า ซึ่งทำมาจากโลหะที่มีประสิทธิภาพสูงในการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา



รูปที่ 2.12 แผนภาพโครงสร้างของหลอดรังสีเอกซ์ [12]

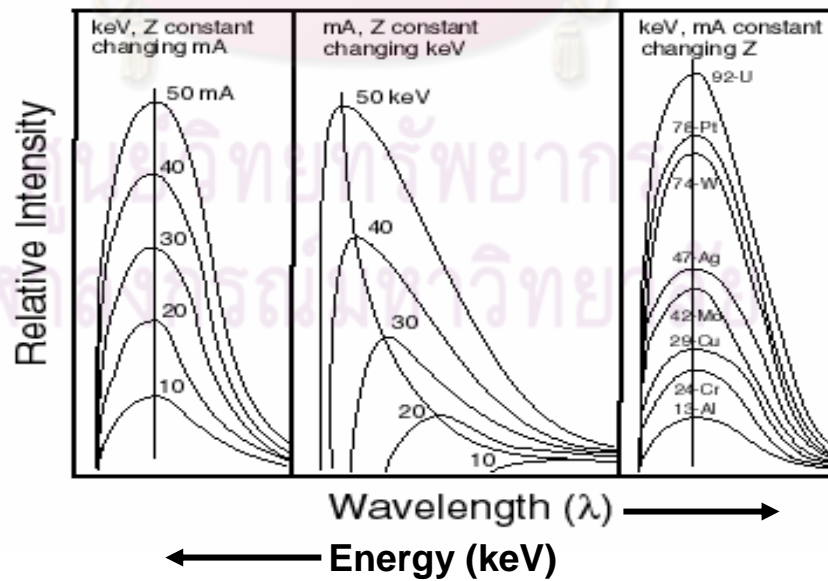
รังสีเอกซ์ที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์นั้น จะประกอบไปด้วยรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องและรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของวัสดุที่นำมาทำเป็นเป้า ดังแสดงในรูปที่ 2.13

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.13 สเปกตรัมรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องและแบบเฉพาะตัวจากเป้าโรเดียม [13]

การใช้หลอดรังสีเอกซ์เป็นต้นกำเนิดรังสีมีข้อดีคือสามารถปรับความเข้มและพลังงานของรังสีได้เหมาะสมกับธาตุในตัวอย่างจึงทำให้มีความสะดวกในการทำงานและให้ประสิทธิภาพการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองของธาตุต่างๆ ได้สูงโดยอาศัยการปรับค่ากระแสและไฟฟ้าศักดาสูง การปรับเพิ่มค่ากระแสเป็นการเพิ่มความเข้มของรังสีเอกซ์เพียงอย่างเดียว แต่การปรับศักดาไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจะเป็นการเพิ่มทั้งพลังงานและความเข้มของรังสีเอกซ์ ความสัมพันธ์ดังกล่าวแสดงไว้ในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 แสดงผลของกระแส, เลขอะตอมของเป้าและศักดาไฟฟ้าต่อสเปกตรัมของรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ [13]

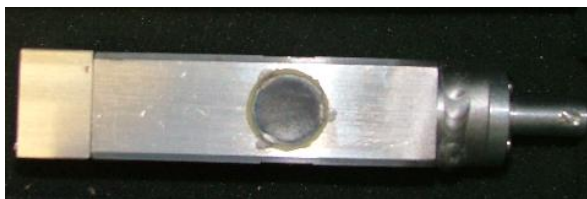
2.9 หัววัดรังสีเอกซ์ [2],[7]

โดยทั่วไปหัววัดรังสีที่ใช้ในการวัดรังสีเอกซ์แบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ หัววัดรังสีบรรจุก๊าซ ชนิดพรอพอร์ชันแนล หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดด์ และหัววัดรังสีแบบสารกึ่งตัวนำ ได้แก่ หัววัดรังสีชนิด Si(Li), Ge(Li), CdTe หัววัดรังสีทั้งสามชนิดแตกต่างกันที่คุณสมบัติของตัวกลางที่ทำอันตรกิริยากับรังสีเอกซ์ ซึ่งมีผลต่อความสามารถในการแยกแยะพลังงาน (energy resolution)

2.9.1 หัววัดรังสีบรรจุก๊าซชนิดพรอพอร์ชันแนล

หัววัดรังสีเอกซ์แบบพรอพอร์ชันแนล ดังแสดงในรูปที่ 2.15 หัววัดรังสีชนิดนี้ใช้ก๊าซเป็นตัวกลางในการทำอันตรกิริยากับรังสีโดยอาศัยหลักการแตกตัวเป็นประจุ (Ionization) ของก๊าซ เมื่อโฟตอนเข้าชนกับอะตอมของก๊าซ โฟตอนจะถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอนซึ่งอยู่ในชั้นวงโคจรทำให้อิเล็กตรอนนั้นหลุดออกจากวงโคจรพร้อมกับพลังงานจลน์ที่ได้รับจากโฟตอนและเคลื่อนที่ชนกับอะตอมของก๊าซที่บรรจุอยู่ในหัววัดทำให้เกิดการแตกตัวเป็นคู่ประจุบวกและลบ ซึ่งคู่ประจุทั้งหมดที่เกิดขึ้นนั้นจะมีจำนวนแปรผันตามพลังงานของรังสี จากนั้นคู่ประจุที่เกิดขึ้นจะเคลื่อนที่ไปยังขั้วแคโทดและแอโนดของหัววัดรังสีเกิดเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ซึ่งสามารถนำไปใช้วิเคราะห์หาพลังงานและความเข้มของรังสีได้

ประสิทธิภาพและความสามารถในการแยกพลังงานของหัววัดชนิดนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดและความดันของก๊าซภายในหัววัดรังสี การเลือกใช้หัววัดพรอพอร์ชันแนลในการวัดรังสีเอกซ์นั้นจะต้องคำนึงถึงชนิดของก๊าซที่บรรจุอยู่ภายในหัววัด เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดเอสเคปพีค (Escape peak) จากการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของก๊าซภายในหัววัดรังสี เมื่อดูดกลืนพลังงานจากรังสีเอกซ์จากภายนอก แล้วรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของก๊าซนี้ไม่ได้ถูกดูดกลืนไว้ภายในหัววัด ทำให้พลังงานที่ดูดกลืนจากรังสีเอกซ์จากภายนอกหัววัดนั้นมีค่าพลังงานน้อยกว่าค่าพลังงานเดิม ซึ่งค่าพลังงานที่น้อยลงนี้จะไปปรากฏอยู่ที่ตำแหน่งเอสเคปพีค ทำให้ประสิทธิภาพในการวัดรังสีเอกซ์ของหัววัดรังสีมีค่าลดลง โดยทั่วไปความสามารถในการแยกแยะพลังงานของหัววัดพรอพอร์ชันแนลจะมีค่าประมาณ 18 % ที่พลังงาน 8 keV โดยรวมแล้วหัววัดชนิดนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ที่ไม่ต้องการความสามารถในการแยกพลังงานดีนักและเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ



รูปที่ 2.15 หัววัดรังสีเอกซ์แบบพรอพอร์ชันแนล

2.9.2 หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดด์ [NaI(Tl)]

การเรืองแสงของสารเรืองรังสีซึ่งเป็นตัวกลางของหัววัดรังสีชนิดโซเดียมไอโอไดด์ เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาระหว่างโฟตอนกับอะตอมของตัวกลาง ซึ่งส่วนใหญ่เป็นการเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก โฟโตอิเล็กตรอนที่รับพลังงานจากโฟตอนทั้งหมดจะกระตุ้นกลุ่มอะตอมของสารเรืองแสง ปริมาณอะตอมที่ถูกกระตุ้นจะเป็นสัดส่วนกับพลังงาน ดังนั้นความเข้มของแสงเรืองที่ปลดปล่อยออกมาจากการลดระดับพลังงานสู่ระดับพื้นจะแปรผันตามพลังงานของรังสีเอกซ์ด้วย แสงจะถูกเปลี่ยนเป็นสัญญาณไฟฟ้าด้วยหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (Photomultiplier tube, PMT) ส่งให้ระบบวิเคราะห์พลังงานและความเข้มของรังสีได้ หัววัดเรืองรังสีชนิดโซเดียมไอโอไดด์นี้มีประสิทธิภาพสูงในการวัดรังสีเอกซ์ แต่มีข้อจำกัดในการวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำและความสามารถในการแจกแจงพลังงานนั้นต่ำกว่าหัววัดรังสีชนิดบรจูก้าแบบพรอพอร์ชันแนล โดยความสามารถในการแจกแจงพลังงานของหัววัดรังสีชนิดโซเดียมไอโอไดด์มีค่าประมาณ 78 % ที่พลังงาน 8 keV

หัววัดรังสีชนิดโซเดียมไอโอไดด์ ดังแสดงในรูปที่ 2.16 มีประสิทธิภาพสูงในการวัดรังสีเอกซ์แต่มีข้อจำกัดในการแยกพลังงานไม่ดี ส่วนใหญ่จึงใช้งานในการวัดรังสีเอกซ์รวมๆ หรือเมื่อมีการแยกพลังงานมาแล้วโดยวิธีใดวิธีหนึ่ง



รูปที่ 2.16 หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดด์

2.9.3 หัววัดรังสีเอกซ์ชนิดสารกึ่งตัวนำ (semiconductor detector)

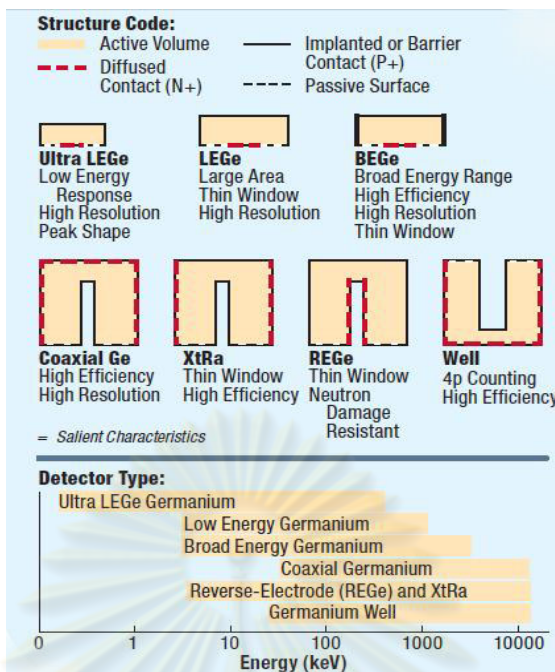
หัววัดรังสีเอกซ์ชนิดกึ่งตัวนำที่นิยมใช้กันโดยทั่วไปคือ หัววัดรังสีเอกซ์แบบ Si(Li) และ หัววัดรังสีแบบ HPGe ซึ่งมีรูปร่างและขนาดดังแสดงในรูปที่ 2.17 หัววัดรังสีแบบกึ่งตัวนำสร้างจากผลึกของธาตุเจอร์มาเนียม (Ge) หรือซิลิกอน (Si) อยู่ในรูปของไดโอด (Diode) ที่สามารถทนแรงดันย้อนกลับ (Reverse Bias) ได้สูง อิเล็กตรอนและโฮล (hole) ที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาของโฟตอนกับหัววัดรังสีจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าไปยังขั้วไฟฟ้าก่อให้เกิดกระแสไฟฟ้า (Current Pulse) และจะเก็บรวบรวมไว้ในภาคขยายส่วนหน้า (Preamplifier) เกิดเป็นสัญญาณไฟฟ้า (Voltage Pulse) ที่มีขนาดเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของโฟตอน หัววัดชนิดนี้โดยทั่วไปเวลาใช้งานจะต้องหล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลวเพื่อลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากอุณหภูมิแวดล้อมและเพื่อรักษาความเป็นสารกึ่งตัวนำเอาไว้



รูปที่ 2.17 หัววัดรังสีเอกซ์แบบ HPGe และ Si(Li) [15]

2.9.3.1 หัววัดรังสีเอกซ์แบบ Si(Li) หัววัดรังสีเอกซ์ชนิดนี้มีความสามารถในการแยกพลังงานสูงมากและมีประสิทธิภาพสูงที่พลังงานต่ำ แต่ประสิทธิภาพจะลดลงเมื่อรังสีเอกซ์มีพลังงานสูงขึ้น หัววัดชนิดนี้เหมาะสำหรับงานวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีธาตุประกอบอยู่หลายชนิด

2.9.3.2 หัววัดรังสีแบบ HPGe (Hyper Pure Germanium Detector) หัววัดรังสีชนิดนี้มีความสามารถในการแยกพลังงานสูงมาก ใช้ได้ในการวัดรังสีเอกซ์และรังสีแกมมา โดยประสิทธิภาพในการวัดรังสีและการแยกพลังงานจะเป็นไปตามโครงสร้างขนาดของผลึกเจอร์มาเนียมและช่วงพลังงานที่ทำการวัด โดยมีรูปและแบบต่างๆ ตามที่บริษัทผู้ผลิตได้กำหนดไว้ดังแสดงในรูปที่ 2.18

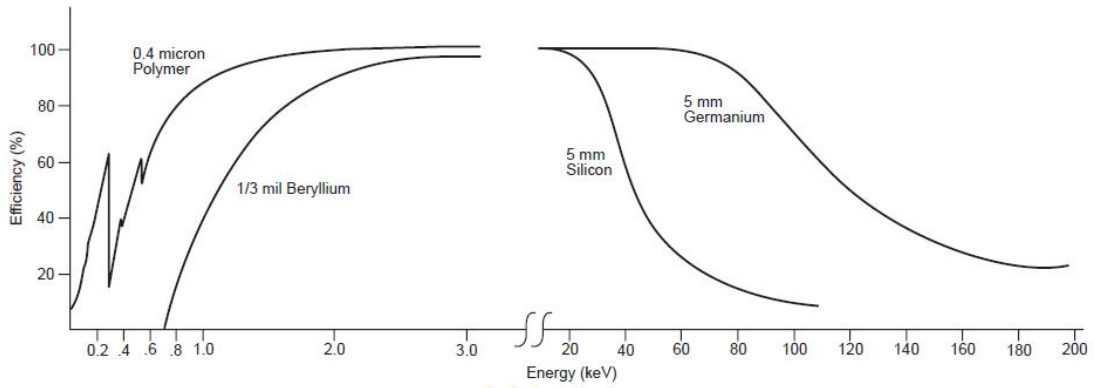


รูปที่ 2.18 โครงสร้างและช่วงวัดพลังงานของหัววัด HPGe แบบต่างๆ [15]

จากโครงสร้างผลึกเจอร์มาเนียมและข้อมูลใช้งานแบบต่างๆ จะเห็นได้ว่าหัววัดรังสี HPGe ชนิด Ultra-LEGe มีคุณลักษณะที่สามารถใช้วัดพลังงานในช่วงพลังงานต่ำได้ดีกว่าชนิดอื่น อีกทั้งที่พลังงานสูงก็ยังสามารถใช้งานได้ตามปกติและให้ประสิทธิภาพสูง (High efficiency) ให้รูปร่างพีคพลังงานที่ดี (Good energy peak shape) มีอัตราส่วนของพีคพลังงานต่อแบคกราวนด์สูง (High peak/background ratio) นอกจากนี้ยังสามารถเลือกใช้เป็นโพลีเมอร์หรือเบริเลียมวินโดว์ได้



รูปที่ 2.19 หัววัดรังสีแบบ HPGe ชนิด Ultra-LEGe (Ultra-Low Energy Ge Detectors)



รูปที่ 2.20 เปรียบเทียบการทะลุผ่านของพลังงานรังสีระหว่างโพลีเมอร์และเบริเลียมวินโดว์ และประสิทธิภาพระหว่างหัววัดชนิด Ge และ Si [15]

จากรูปที่ 2.20 เป็นการแสดงคุณสมบัติและช่วงวัดพลังงานของหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้วินโดว์แบบโพลีเมอร์กับเบริเลียม จะเห็นได้ว่าวินโดว์ที่ทำจากวัสดุโพลีเมอร์นั้นมีข้อดีคือสามารถวัดช่วงพลังงานได้ต่ำกว่าวินโดว์ที่ทำจากเบริเลียม แต่มีข้อเสียคือการดูแลรักษาเครื่องมือที่ยากเนื่องจากวินโดว์โพลีเมอร์นั้นมีความบางมาก อีกทั้งยังมีราคาแพง ส่วนวินโดว์ที่ทำจากวัสดุเบริเลียมที่มีความหนา 8 ไมครอน (1/3 mil) จะสามารถวัดพลังงานได้ตั้งแต่ 0.8 keV เป็นต้นไป นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าหัววัดรังสีเอกซ์แบบ Si(Li) มีประสิทธิภาพสูงที่พลังงานต่ำแต่ประสิทธิภาพจะลดลงเมื่อรังสีเอกซ์มีพลังงานสูงขึ้น

2.9.3.3 หัววัดรังสีเอกซ์ชนิด CdTe[11] หัววัดรังสีชนิดนี้มีหลักการทำงานเหมือนกับหัววัดชนิดกึ่งตัวนำชนิดอื่น แต่มีข้อดีกว่าที่ไม่ต้องใช้ระบบหล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลว แต่เป็นการใช้ระบบหล่อเย็นชนิดเทอร์โมอิเล็กทริก (Thermoelectric cooler) สามารถใช้งานได้ในสภาพอุณหภูมิห้อง มีความไวและการแจกแจงพลังงานดียกกว่าหัววัดกึ่งตัวนำชนิด Si (Li) มีความหนาแน่นวัสดุสูงจึงมีประสิทธิภาพดีกว่าวัสดุกึ่งตัวนำอื่น ด้วยโครงสร้างที่มีขนาดเล็ก น้ำหนักเบา ดังนั้นจึงเคลื่อนย้ายสะดวก เหมาะกับการนำไปใช้ได้ในพื้นที่ต่างๆได้

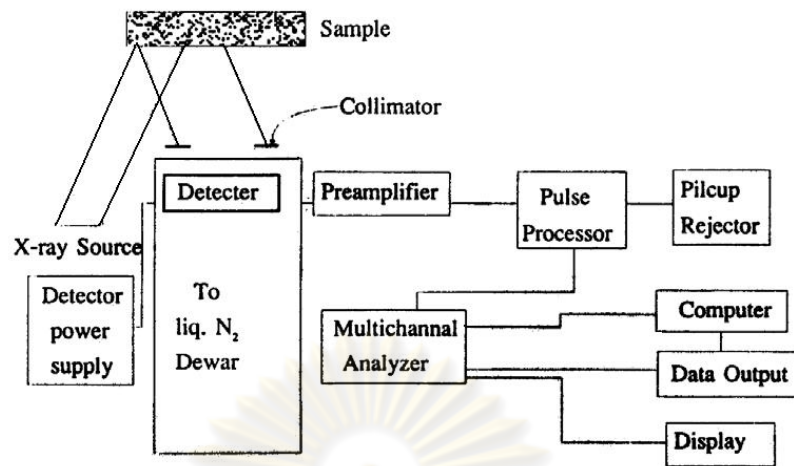


รูปที่ 2.21 หัววัดรังสีกึ่งตัวนำชนิด CdTe [11]

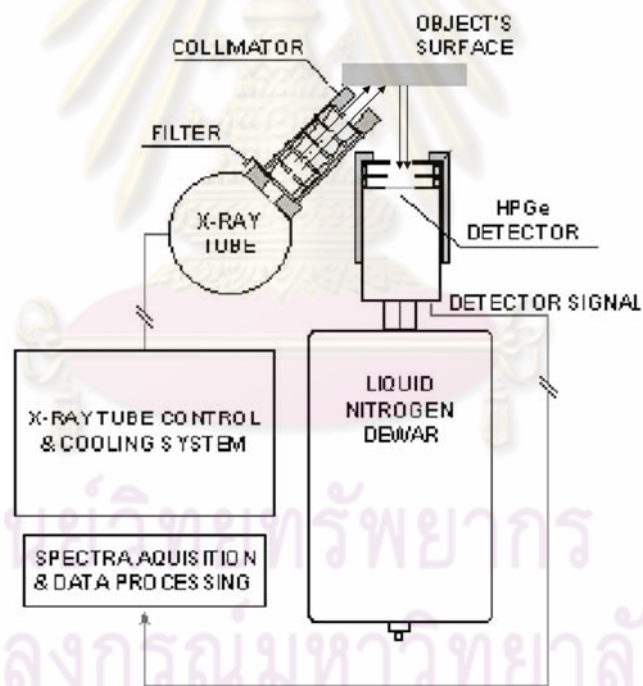
2.10 ส่วนประกอบของระบบวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈกແຈงพลังงาน

ประกอบด้วยส่วนสำคัญดังนี้

- 2.10.1 *ต้นกำเนิดรังสี* ได้แก่ ต้นกำเนิดรังสีแบบไอโซโทปรังสี และหลอดรังสีเอกซ์
- 2.10.2 *หัววัดรังสีเอกซ์* โดยทั่วไปหัววัดรังสีที่ใช้ในการวัดรังสีเอกซ์แบ่งเป็น 3 ประเภท คือ หัววัดรังสีบรรจุก๊าซชนิดพรอพอร์ชันแนล หัววัดรังสีแบบซินทิลเลชันชนิดโซเดียมไอโอไดต์ และหัววัดรังสีกึ่งตัวนำ ได้แก่ หัววัดรังสีกึ่งตัวนำชนิด Si(Li), Ge(Li), CdTe
- 2.10.3 *แหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูง (High Voltage power supply)* ใช้สำหรับการไบอัส (Bias) ให้กับหัววัดรังสี
- 2.10.4 *ระบบหล่อเย็น (Cooling System)* ซึ่งเป็นไนโตรเจนเหลวสำหรับหัววัดรังสีจำพวก Ge(Li) และ Si(Li) หัววัดรังสีทั้งสองชนิดนี้โดยทั่วไปเวลาใช้งานจะต้องหล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลวเพื่อลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากอุณหภูมิแวดล้อม และเพื่อรักษาความเป็นสารกึ่งตัวนำเอาไว้
- 2.10.5 *ภาคขยายส่วนหน้า (Preamplifier)* เป็นส่วนที่ทำหน้าที่เพิ่มขนาดและปรับแต่งสัญญาณที่ได้จากหัววัดให้มีรูปร่างและขนาดที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์สัญญาณต่อไป
- 2.10.6 *ภาคขยายหลัก (Amplifier)* เป็นส่วนที่ทำหน้าที่เพิ่มขนาดของสัญญาณและกรองสัญญาณรบกวนเพื่อให้ได้สัญญาณที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ต่อไป
- 2.10.7 *อุปกรณ์วิเคราะห์สัญญาณแบบหลายช่อง (Multichannel Analyzer; MCA)* เป็นส่วนรับข้อมูลที่ได้จากการปรับแต่งสัญญาณแล้วและทำหน้าที่วิเคราะห์ความสูงของสัญญาณ (pulse height) จากนั้นจะแยกเก็บสัญญาณขนาดต่างๆ ไว้ในหน่วยความจำซึ่งสามารถแสดงผลในรูปสเปกตรัมของพลังงานและความเข้มของรังสีได้
- 2.10.8 *ระบบจัดการข้อมูล (Data Handling system)* ประกอบด้วย คอมพิวเตอร์ และซอฟต์แวร์ เพื่อใช้ควบคุมการทำงานของเครื่องและเก็บข้อมูลผลการวิเคราะห์ นอกจากนี้ยังมีระบบวิเคราะห์ข้อมูล ซึ่งช่วยทำให้การวิเคราะห์ผลทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณวิเคราะห์สำเร็จได้อย่างรวดเร็วและถูกต้อง
- 2.10.9 *คอลลิเมเตอร์ (Collimator)* เป็นอุปกรณ์ที่ทำหน้าที่บังคับลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์ให้ไปตกกระทบบนสารตัวอย่าง เนื่องจากลำรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์นั้นมีลักษณะเป็นกรวยบาน (cone beam) จึงจำเป็นต้องใช้คอลลิเมเตอร์ในการบังคับลำรังสีให้ไปตกกระทบบนสารตัวอย่าง



รูปที่ 2.22 แผนผังหลักการทำงานของเครื่อง EDXRF



รูปที่ 2.23 แผนผังอุปกรณ์และองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF โดยทั่วไปที่ใช้หลอดรังสีเอกซ์กระตุ้น

2.11 เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์ [7]

2.11.1 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ

ในการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพเพื่อจำแนกชนิดธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์นั้น สามารถกระทำได้อย่างรวดเร็วและง่าย รูปแบบระบบวิเคราะห์แบ่งออกเป็น 2 แบบ ได้แก่

1) ระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive) เป็นระบบตรวจวัดพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เข้าสู่หัววัดรังสีโดยตรง จึงสามารถวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองได้พร้อมกันหลายระดับพลังงานด้วยเครื่องวิเคราะห์สัญญาณแบบหลายช่อง ทำให้สามารถจัดแบ่งช่องวิเคราะห์สัญญาณให้ครอบคลุมพลังงานช่วงกว้างได้ แต่มีข้อเสียคือ ปัญหาด้านการเกิดการซ้อนกันของพีคในสเปกตรัมที่มีพลังงานใกล้เคียงกัน เนื่องจากขีดจำกัดในด้านความสามารถในการแยกแยะพลังงานของหัววัดรังสี

2) ระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive) เป็นระบบที่มีความยุ่งยากกว่า เนื่องจากต้องมีผลึกวิเคราะห์ (Analyzing crystal) สำหรับกระจายความยาวคลื่นที่เหมาะสมกับกลุ่มธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ และอุปกรณ์ Goniometer ที่ใช้สแกนสเปกตรัมละเอียด แต่มีข้อดีคือ สามารถแยกแยะพลังงานรังสีเอกซ์ได้ดีกว่าระบบ EDXRF เพราะผลึกวิเคราะห์จะช่วยแยกแยะพลังงานรังสีเอกซ์ได้ดีกว่าระบบ EDXRF ในช่วงพลังงานรังสีเอกซ์ที่ต่ำกว่า 20 keV ลงไป

2.11.2 การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ

การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์แบบแยกแยะพลังงาน สามารถพิจารณาจากความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ปล่อยจากอะตอมธาตุในตัวอย่าง โดยความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดขึ้นจะแปรผันตามความเข้มข้นของธาตุที่วิเคราะห์ แต่โดยทั่วไปตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์จะมีองค์ประกอบธาตุอื่นๆหลายชนิด ดังนั้นจึงมีรังสีเอกซ์เฉพาะตัวจากอะตอมธาตุอื่นๆ ที่เป็นองค์ประกอบภายในตัวอย่งนั้นด้วย รังสีเอกซ์เฉพาะตัวจากธาตุดังกล่าวจะมีผลซึ่งกันและกันทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีความเข้มข้นเท่ากันแต่อาจแตกต่างกันมากเนื่องจากการที่มีองค์ประกอบต่างกัน เรียกว่า ผลจากเมทริกซ์ (Matrix effect) แบ่งได้ดังนี้

ก. การดูดกลืนจากผลเมทริกซ์ (Matrix absorption) เกิดเมื่อสารตัวอย่างมีองค์ประกอบของธาตุหลายชนิดปนกัน เมื่อส่วนประกอบของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงไปย่อมทำให้สัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์เปลี่ยนแปลงตามไปด้วย ซึ่งจะเป็นผลต่อทั้งการดูดกลืนรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ และการดูดกลืนรังสีเอกซ์รองที่ปล่อยออกมาจากตัวอย่าง

ข. ผลการเสริมกัน (Enhancement effect) เกิดจากการที่รังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง (Matrix element) มีพลังงานสูงกว่าค่าแอมบอร์พชันเอจด์ของธาตุที่สนใจ พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่เป็นส่วนประกอบสามารถกระตุ้นธาตุที่สนใจให้เกิดรังสีเอกซ์รองได้อีกทางหนึ่ง นอกเหนือจากที่ถูกกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิเพียงอย่างเดียว ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่สนใจนั้นสูงขึ้น ผลที่เกิดจากเมทริกซ์นี้ทำให้ได้ผลการวิเคราะห์มากกว่าที่เป็นจริงดังแผนภาพรูปที่ 2.24 ตัวอย่างที่แสดงผลของเมทริกซ์ในด้านผลการเสริมให้รังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เช่น ในสารตัวอย่างที่ประกอบด้วยธาตุ Cu, Pb, Sn แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ค่า K_{edge} , K_{α} และ L_{α} ของธาตุทองแดง ตะกั่ว และดีบุก

ธาตุ	K_{edge} (keV)	K_{α} (keV)	L_{α} (keV)
Cu	8.98	8.04	-
Pb	15.86 (L_{edge})	-	10.55, 12.61
Sn	29.18	25.27	-

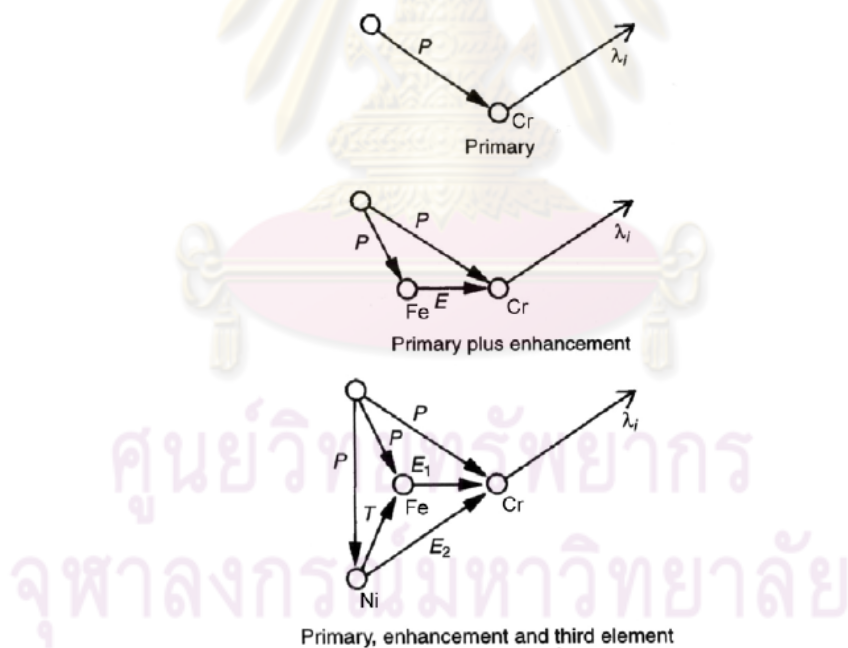
ถ้าต้องการหาปริมาณของธาตุทั้งสาม พลังงานของรังสีเอกซ์ที่จะกระตุ้นธาตุทั้งสามให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ จะต้องมีพลังงานมากกว่า K_{edge} คือ 29.18 KeV

เมื่อ Sn ให้รังสีเอกซ์เรือง K_{α} มีพลังงาน 25.27 keV ถ้าวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้เทียบกับความเข้มขั้นสารมาตรฐานก็จะหาปริมาณได้ แต่จะเห็นว่าพลังงานของ Sn K_{α} สูงกว่า K_{edge} ของ Pb (15.86 keV) และ Cu (8.98 keV) ดังนั้นรังสีเอกซ์ที่เกิดจากธาตุ Sn นี้ สามารถจะถูกดูดกลืนไว้ด้วยอะตอมธาตุ Pb และ Cu เมื่อเป็นเช่นนี้ ผลของเมทริกซ์ทำให้ปริมาณของรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากธาตุ Sn จะน้อยกว่าปกติ

สำหรับการหาปริมาณของ Pb นั้น ผลของเมทริกซ์จะเป็นได้ทั้งการดูดกลืนจากธาตุ Cu และเกิดการเสริมจากการกระตุ้นรังสีเอกซ์ของธาตุ Sn ผลการวิเคราะห์จะผิดพลาดมากขึ้นขึ้นอยู่กับปริมาณของ Cu และ Sn และค่า K_{edge} ของธาตุทั้งสองด้วย ถ้าหากการดูดกลืนมีมากกว่าการเสริมผลการวิเคราะห์จะได้น้อยกว่าที่เป็นจริง แต่ถ้าการเสริมมีมากกว่าการดูดกลืนผลการวิเคราะห์ที่ได้สูงกว่าความเป็นจริง

ส่วนการหาปริมาณของ Cu พลังงานของ K_{α} จากธาตุ Sn และ Pb จะสูงกว่า K_{edge} ของ Cu ดังนั้น K_{α} ของธาตุทั้งสองนี้จะช่วยเสริมให้เกิด Cu K_{α} มากขึ้น ฉะนั้นเกิดได้เฉพาะการเสริมรังสีเอกซ์เท่านั้นที่เป็นผลของเมทริกซ์

ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณสามารถทำได้โดยการคำนวณเทียบสัดส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์เรื่องที่ได้จากสารตัวอย่างกับความเข้มรังสีเอกซ์เรื่องที่ได้จากสารมาตรฐาน โดยความเข้มที่เกิดจากธาตุนั้นจะเกี่ยวข้องกับการดูดกลืนและการปลดปล่อยของรังสีเอกซ์ของธาตุนั้น รวมทั้งธาตุต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของสารต่างๆหรือเรียกว่า "Matrix Element" ดังนั้นในการวิเคราะห์จะต้องแก้ไขหรือลดผลจากผลของเมทริกซ์ด้วย



รูปที่ 2.24 แผนภาพการเกิด Enhancement effect and third element

การลดผลจากเมทริกซ์นั้นมีหลายวิธีการ เช่น Calibration standardization methods, Thin film methods, Matrix-dilution method, Standard addition method, Internal standardization methods, Standardization with scattered X-ray และ Mathematical correction เป็นต้น

วิธีที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง คือ วิธีเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน (Calibration standardization methods) ซึ่งเป็นการสร้างกราฟมาตรฐานด้วยการใช้สารมาตรฐานซึ่งมีองค์ประกอบใกล้เคียงกัน หรืออาจใช้วิธีคำนวณเทียบสัดส่วนกันโดยตรง ซึ่งในสารมาตรฐานเหล่านี้จะมีธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ที่อยู่ในปริมาณที่ทราบแน่นอน ดังสมการ 2.6

$$\frac{I_x}{I_s} = \frac{C_x}{C_s} \quad (2.6)$$

เมื่อ I_x และ I_s เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองของสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน
 C_x และ C_s เป็นความเข้มข้นของสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน

2.11.3 ผลทางกายภาพของสารตัวอย่าง (Physical effect)

สมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ รูปลักษณะของผิวหน้า (surface texture) ขนาดอนุภาค ความไม่เป็นเอกพันธ์ของเนื้อสาร (heterogeneity) และลักษณะฟิล์มบาง เป็นต้น สมบัติเหล่านี้มีผลต่อการวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์ ดังนั้นการเตรียมตัวอย่างจะต้องให้เนื้อสารสม่ำเสมอ เป็นผงละเอียดและมีผิวเรียบมากที่สุดเท่าที่จะทำได้ รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดจากอะตอมธาตุต่างๆในสารตัวอย่างจะเกิดขึ้นมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับปริมาณรังสีกระตุ้นที่สามารถทะลุผ่านเข้าไปในตัวอย่างและรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุที่ปล่อยผ่านออกมาจากสารตัวอย่าง ถ้าสารตัวอย่างมีสภาพไม่ดีพอ เช่น ผิวหน้าไม่เรียบ ขรุขระ เนื้อสารไม่สม่ำเสมอ จะมีผลต่อความเข้มของรังสีเอกซ์โดยเฉพาะรังสีเอกซ์ที่พลังงานต่ำ เพื่อให้ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณมีความแม่นยำสูง จึงต้องแก้ไขด้วยการหมุนตัวอย่าง (Spinning)

2.11.4 การคำนวณความเข้มรังสีสุทธิจากพื้นที่ได้พีคของสเปกตรัม

ความเข้มรังสีเอกซ์เรืองที่ปล่อยออกมาจากอะตอมธาตุในสารตัวอย่างเป็นข้อมูลที่สำคัญในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ความเข้มรังสีนี้จะแปรผันตามความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่าง จำนวนนับของความเข้มรังสีจะแสดงผลที่เครื่องวิเคราะห์ในรูปสเปกตรัมพลังงานของสารตัวอย่าง ในการอ่านปริมาณความเข้มรังสีของพีคพลังงานเฉพาะธาตุจากสเปกตรัม สามารถทำได้โดยกำหนดช่วงพื้นที่ได้พีคที่สนใจ (Region of Interest) ดังในรูปที่ 2.25 จะสามารถหาจำนวนนับรังสีสุทธิ (N_n) ได้จากผลต่างระหว่างจำนวนนับรังสีรวม (N_t) และจำนวนนับรังสีพื้นหลัง (N_b) ได้จากสมการ 2.7

$$N_n = N_t - N_b \quad (2.7)$$

เมื่อ

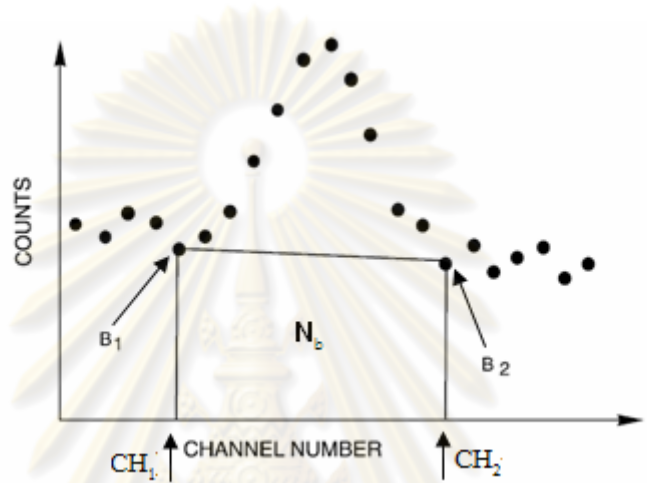
$$N_b = \frac{1}{2} (B_1 + B_2) (CH_2 - CH_1 + 1)$$

$$B_1 = \text{จำนวนนับรังสีสุทธิที่ตำแหน่ง } B_1$$

$$B_2 = \text{จำนวนนับรังสีสุทธิที่ตำแหน่ง } B_2$$

$$CH_1 = \text{no. of channel ที่ตำแหน่ง } CH_1$$

$$CH_2 = \text{no. of channel ที่ตำแหน่ง } CH_2$$



รูปที่ 2.25 การพิจารณาหาพื้นที่ใต้พีคของสเปกตรัม

การพิจารณาความไวในการวิเคราะห์ธาตุใดๆ ของระบบวิเคราะห์ธาตุสามารถเปรียบเทียบกันได้จากคุณลักษณะของสเปกตรัมพลังงานบริเวณช่วงพื้นที่ใต้พีคที่สนใจของธาตุนั้นๆ ด้วยอัตราส่วนระหว่างความเข้มรังสีของพีคต่อความเข้มรังสีพื้นหลัง (Peak to Background Ratio) ซึ่งอ่านค่าจากจำนวนนับรังสีสุทธิ (N_p) ต่อจำนวนนับรังสีพื้นหลัง (N_b) ถ้าอัตราส่วนดังกล่าวมีค่ามาก แสดงถึงความไวในการวิเคราะห์ที่ดีกว่า

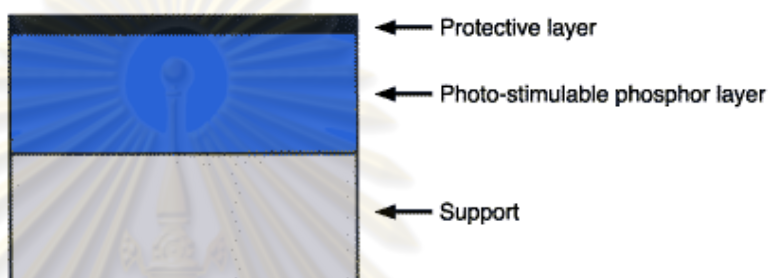
2.12 แผ่นบันทึกภาพ

การประเมินคุณภาพรังสีเอกซ์ด้วยแผ่นบันทึกภาพ

แผ่นบันทึกภาพเป็นเทคโนโลยีใหม่ของอุปกรณ์ถ่ายภาพรังสีที่ผลิตออกมาใช้แทนฟิล์มถ่ายภาพ สารไวรังสีของแผ่นบันทึกภาพทำจากวัสดุเรืองแสงที่สามารถกักเก็บอิเล็กตรอนที่ถูกระตุ้นจากพลังงานของรังสีหลังได้รับรังสี ปริมาณอิเล็กตรอนที่กักเก็บจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณรังสี เมื่อนำมาสแกนด้วยพลังงานจากแสงเลเซอร์ที่มีลำปลายเล็กระดับไมโครเมตร (50-

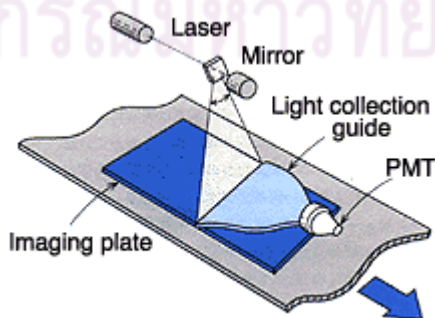
100 ไมโครเมตร) จะทำให้อิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกกักเก็บไว้ปลดปล่อยพลังงานในรูปแบบแสงเรืองออกมาจุดต่อจุด กระบวนการนี้เรียกว่าการกระตุ้นให้เกิดแสงเรืองด้วยแสง (Photostimulable Phosphor)

แผ่นบันทึกภาพประกอบด้วยผลึกสารเรืองแสงซึ่งมีลักษณะเป็นผงขนาดเล็กที่สามารถกักเก็บอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกกระตุ้นจากรังสี และสามารถเปล่งแสงออกมาได้จากการกระตุ้นด้วยแสง เป็นสารประกอบ barium fluorobromide ที่เจือด้วย bivalent europium เล็กน้อย ทำหน้าที่เป็น luminescence center มีสูตรโมเลกุลเป็น BaFBr: Eu²⁺ เคลือบอยู่บนแผ่นฟิล์มโพลีเอสเตอร์ (polyester) ทำให้มีองค์ประกอบดังรูปที่ 2.26



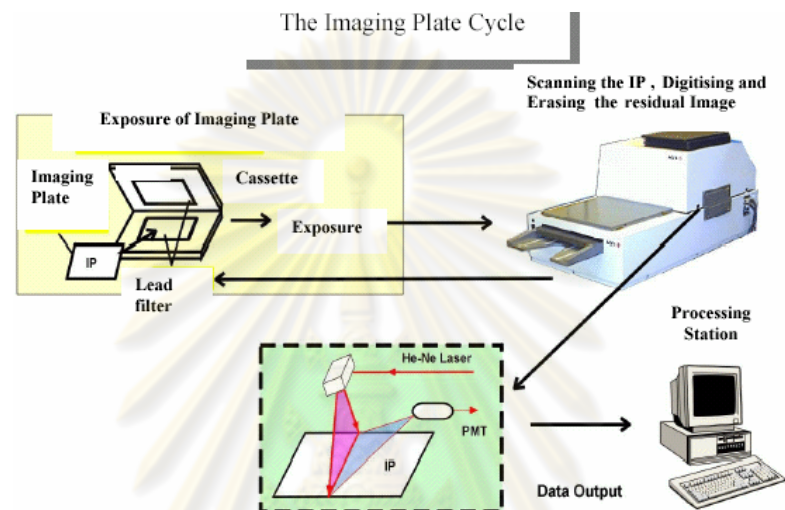
รูปที่ 2.26 โครงสร้างและส่วนประกอบของ Imaging plate

การถ่ายภาพรังสีบนแผ่นบันทึกภาพมีวิธีการคล้ายกับการถ่ายภาพโดยใช้ฟิล์ม หลังถ่ายภาพจะเกิดภาพแฝงด้วยการกักเก็บอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกกระตุ้นตามปริมาณความเข้มรังสี เมื่อนำแผ่นบันทึกภาพมาอ่านข้อมูลภาพด้วยการสแกนลำแสงเลเซอร์ซึ่งปลายลำแสงมีความละเอียดสูง จะเกิดการเปล่งแสงเรืองขึ้น แสงที่เปล่งออกมาอยู่ในช่วงแสงสีน้ำเงินม่วง (400 nm) จะถูกอ่านและส่งไปยัง photomultiplier tube สัญญาณความเข้มแสงที่อ่านได้จะมีลักษณะเป็นสัญญาณอนาล็อกก่อนจะถูกเปลี่ยนเป็นดิจิทัล ซึ่งปรับค่าได้ระหว่าง 8-16 bit ความเข้มแสงจะบอกเป็นหน่วย PSL (Photostimulated luminescence)



รูปที่ 2.27 การสแกนเพื่ออ่านภาพตามปริมาณรังสีจาก Imaging plate

ส่วนของ Image analysis และ data processing จะทำงานบนระบบคอมพิวเตอร์ เพื่อแสดงภาพบนจอแสดงผล (CRT) ภาพที่ปรับแต่งแล้วสามารถพิมพ์เป็นภาพสีเทียมหรือขาวดำได้ สามารถประยุกต์ใช้ในการวัดปริมาณรังสีโดยแสดงรายละเอียดของปริมาณรังสีแต่ละจุดบนภาพได้ แผ่นบันทึกภาพไม่วางต่อแสงในสภาพแวดล้อมปกติจึงไม่ต้องการห้องมืด และยังสามารถลบภาพเดิมด้วยแสงความเข้มสูงเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ได้หลายครั้ง ซึ่งการใช้งานแผ่นบันทึกภาพแสดงในรูปที่ 2.28



รูปที่ 2.28 ขั้นตอนการใช้งานแผ่นบันทึกภาพ

การใช้แผ่นบันทึกภาพประเมินคุณภาพรังสีเอกซ์จากต้นกำเนิดรังสีกระตุ้น

คุณภาพของรังสีเอกซ์จากต้นกำเนิดรังสีกระตุ้น ได้แก่ พื้นที่ครอบคลุมบริเวณกระตุ้นรังสีเอกซ์เรื่องบนผิวตัวอย่าง (Coverage Area) ความสม่ำเสมอของความเข้มรังสีและความเข้มรังสีบนพื้นที่หวังผลเป็นสิ่งสำคัญสำหรับการออกแบบระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์ ไม่ว่าจะเป็นระบบที่ใช้เทคนิคการกระตุ้นด้วยต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ปัสตรูมิหรือทุติยภูมิ ทั้งนี้เพื่อทราบวิธีการจัดมุมและระยะห่างระหว่างต้นกำเนิดรังสีกับสารตัวอย่าง การกำหนดขนาดพื้นที่ตัวอย่าง ขนาดช่องบังค้ำรังสี รวมถึงหน้ากบังค้ำพื้นที่ เป็นต้น

การถ่ายภาพด้วยรังสีเอกซ์จากต้นกำเนิดรังสีเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการประเมินคุณภาพของรังสีเอกซ์ วิธีเดิมใช้ฟิล์มในการถ่ายและบันทึกภาพ แต่ด้วยข้อจำกัดในด้านความไวต่อรังสี ความสะดวก เวลาที่ใช้และความสิ้นเปลือง ทำให้ปัจจุบันมีการพัฒนาเทคนิคการถ่ายภาพแบบคอมพิวเตอร์เรดิโอกราฟี (Computed Radiography, CR) หรือการถ่ายภาพด้วยแผ่นบันทึกภาพ (Imaging Plate, IP) ซึ่งมีความสะดวกรวดเร็วเพราะมีความไวสูงกว่า

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยเพื่อศึกษาและพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ ประกอบด้วย

- 3.1.1 ต้นกำเนิดรังสีชนิดหลอดรังสีเอกซ์ ผลิตโดยบริษัท Thermo Scientific (Kevex) Model 5039S; Target: Rh, กระแสและไฟฟ้าคักดาสูงที่จ่ายได้สูงสุดคือ 2 mA 50 kV, กำลังไฟฟ้าสูงสุด 50 watt
- 3.1.2 หัววัดรังสีเอกซ์แบบกึ่งตัวนำชนิด Hyper Pure Germanium Detector; HPGe Model GUL0055P ผลิตโดยบริษัท CANBERRA Industries ซึ่งเป็นหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้วัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำสุดได้ถึงประมาณ 1 keV
- 3.1.3 ระบบควบคุมจ่ายไฟฟ้าคักดาสูงและกระแสให้กับหลอดรังสีเอกซ์ (X-ray Tube Control Unit) Model: XLG50P100/FL/220 ผลิตโดยบริษัท Spellman High Voltage Electronics Corporation
- 3.1.4 เครื่องวิเคราะห์สเปกตรัมเชิงตัวเลข (Digital Spectrum Analyzer, DSA) model DSA 2000 ผลิตโดยบริษัท CANBERRA Industries
- 3.1.5 โปรแกรม Genie-2000 ผลิตโดย CANBERRA Industries สำหรับวิเคราะห์สเปกตรัมรังสี
- 3.1.6 แผ่นบันทึกภาพ FUJI FILM model BAS-SR ขนาด 20x40cm²
- 3.1.7 เครื่องอ่านแผ่นบันทึกภาพ FUJI FILM model FLA-5100
- 3.1.8 อะลูมิเนียมเฟรม แท่งและแผ่นอะลูมิเนียมสำหรับใช้ประกอบเป็นโครงสร้างของเครื่องมือ (Case)
- 3.1.9 ชิ้นส่วนและอุปกรณ์ สำหรับใช้ยึดโครงสร้างที่ได้พัฒนาขึ้น
- 3.1.10 แผ่นอะคริลิกใสสำหรับใช้ประกอบเป็นโครงสร้างของเครื่องมือ
- 3.1.11 แท่งอะลูมิเนียมและแท่งแกรไฟต์สำหรับกึ่งเพื่อทำอุปกรณ์บังคับลำรังสี (collimator)
- 3.1.12 แผ่นอะลูมิเนียมหนา 2 มิลลิเมตร เพื่อใช้เป็นวัสดุทำห้องใส่ตัวอย่าง

- 3.1.13 แท่งและแผ่นพลาสติกพอลิออกซีเมททีลีน (Polyoxymethylene; POM) สำหรับใช้เป็นวัสดุทำฐานรองรับตัวอย่างในการวิเคราะห์
- 3.1.14 ท่ออะลูมิเนียมสำหรับใช้ตัดทำวงแหวนสำหรับใส่ตัวอย่าง
- 3.1.15 แผ่นไมลาร์ (Mylar film)

3.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

- 3.2.1 สีคาร์บอน (carbon paint)
- 3.2.2 ไนโตรเจนเหลว (Liquid Nitrogen) ใช้หล่อเย็นหัววัดเพื่อลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากอุณหภูมิแวดล้อม และเพื่อรักษาความเป็นสารกึ่งตัวนำไว้
- 3.2.3 สารยึดเหนี่ยว (binding agent) ได้แก่ กรดบอริก (Boric acid; H_3BO_3) สำหรับใช้ผสมกับสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ก่อนนำมาอัดเป็นแผ่นกลม
- 3.2.4 สารเคมี ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3), โซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3), แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) สำหรับใช้เป็นสารมาตรฐานในการหาขีดจำกัดการวิเคราะห์ธาตุของระบบที่ได้พัฒนาขึ้น
- 3.2.5 ถ่านหินซึ่งเป็นสารมาตรฐานอ้างอิง (Standard Reference Material, SRM) ได้แก่ SRM 2682a, SRM 2683a, SRM 2684a, SRM 2685 และ SRM 2692 ซึ่งทราบเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของธาตุกำมะถันสำหรับใช้เป็นสารกำมะถันมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินที่ได้เตรียมไว้
- 3.2.6 ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1 ตราทีพีไอ สำหรับใช้เป็นตัวอย่างในการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณธาตุแคลเซียมในปูนซีเมนต์

3.3 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

การพัฒนากระบวนการวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ แบ่งขั้นตอนการออกแบบเพื่อการประกอบ พัฒนา และทดสอบดังนี้

- 3.3.1 ศึกษากระบวนการเครื่องมือในส่วนต่างๆ ที่ประกอบรวมกันขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์
- 3.3.2 ออกแบบและสร้างคอลลิเมเตอร์ (ท่อบังคับลำรังสี) ของหลอดรังสีเอกซ์
- 3.3.3 ออกแบบและสร้างคอลลิเมเตอร์ของหัววัดรังสี
- 3.3.4 ออกแบบและทำโครงสร้างเครื่องมือของระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

- 3.3.5 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์และขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์บนตัวอย่าง
- 3.3.6 ศึกษาระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และระยะจากหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบวัดเพื่อให้สามารถวิเคราะห์ธาตุเบาอันได้แก่ กำมะถัน แคลเซียมได้
- 3.3.7 ออกแบบและทำฐานรองรับตัวอย่างสำหรับงานวิเคราะห์ตัวอย่างประเภทของแข็งและของเหลว
- 3.3.8 ประกอบและจัดระบบเครื่องมือขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ
- 3.3.9 หาขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์ธาตุเบา
- 3.3.10 การทดลองวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิดทั้งทางเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพกับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ
- การดำเนินงานวิจัยในแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดในข้อ 3.3.1 ถึง 3.3.10 และผลการศึกษาวินิจฉัยแสดงไว้ในบทที่ 4

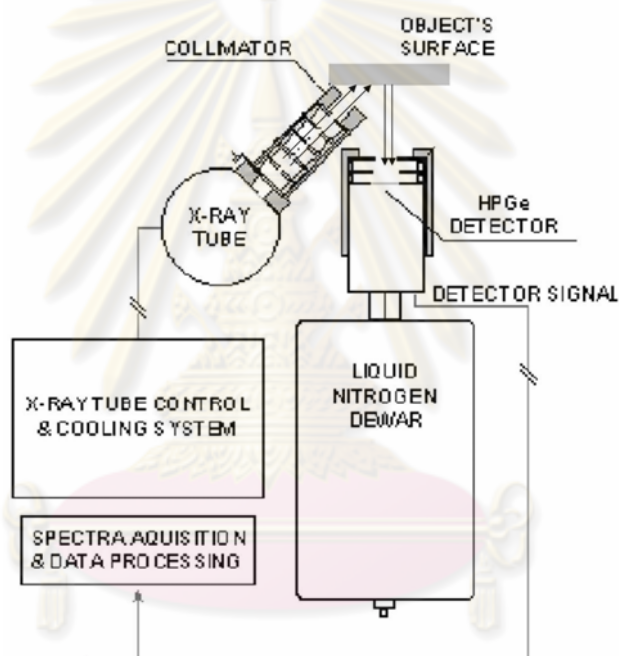
3.3.1 แนวคิดในการพัฒนาระบบวิเคราะห์และระบบเครื่องมือในส่วนต่าง ๆ ที่ประกอบรวมกันขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่จะพัฒนาขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ มีองค์ประกอบที่สำคัญคือ

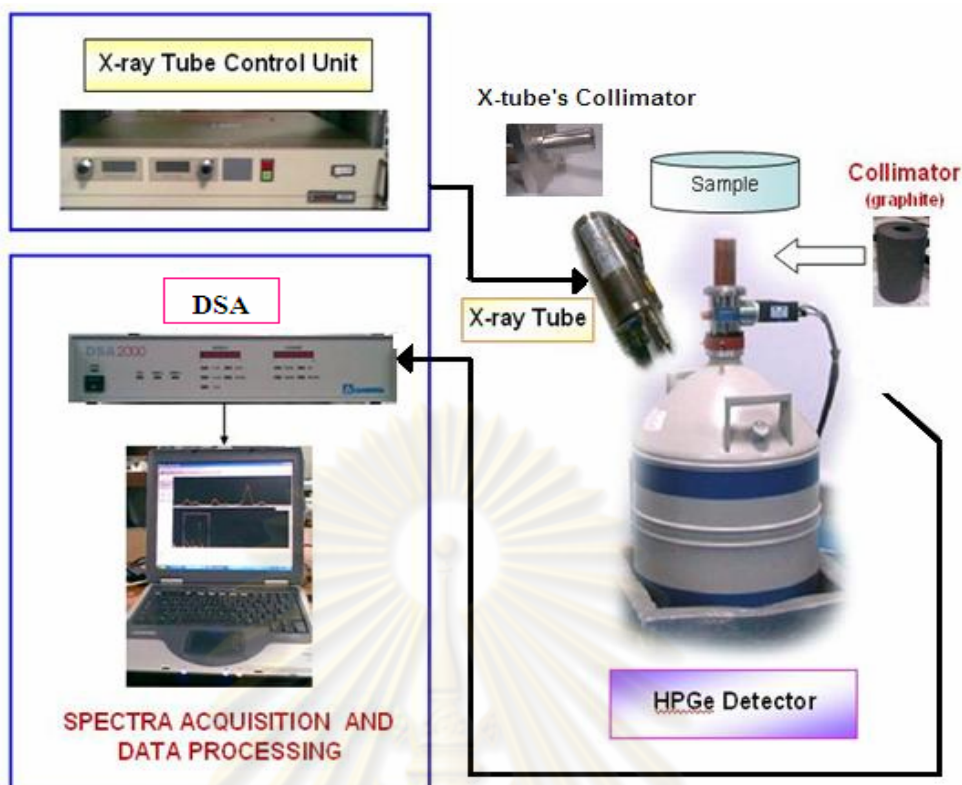
- ก. ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิดหลอดรังสีเอกซ์
- ข. หัววัดรังสีเอกซ์แบบกึ่งตัวนำ ชนิด HPGe
- ค. แหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงพร้อมระบบควบคุมสำหรับหลอดรังสีเอกซ์ (High Voltage Supply and Control Unit)
- ง. เครื่องวิเคราะห์สัญญาณแบบหลายช่อง
- จ. คอลลิเมเตอร์ หรืออุปกรณ์บังคับลำรังสี เป็นอุปกรณ์ที่ทำหน้าที่บังคับลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์ให้ไปตกกระทบบนสารตัวอย่าง เนื่องจากลำรังสีเอกซ์ที่ออกมาจาก

หลอดรังสีเอกซ์นั้นมักจะเป็นโคโนบีม ลำรังสีจะบานออกจึงจำเป็นต้องใช้คอลลิเมเตอร์ในการ บังคับลำรังสีให้ไปตกกระทบบนสารตัวอย่าง

อุปกรณ์ในส่วนต่างๆ ที่นำมาใช้ประกอบรวมกันเพื่อสร้างเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุ ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ แสดงในรูปที่ 3.1 และอุปกรณ์ในส่วน ต่างๆ ที่จะทำการพัฒนาเป็นระบบวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ แสดงในรูปที่ 3.2 โดยระบบที่พัฒนาใน งานวิจัยนี้ถูกออกแบบขึ้นภายใต้ข้อจำกัดบางประการ อันได้แก่ หัววัดรังสีเอกซ์ต้องจัดให้อยู่ใน แนวตั้งเท่านั้น เนื่องจากคุณสมบัติทางกายภาพของหัววัดรังสีเอกซ์ที่ไม่สามารถเอียงหรือวางให้อยู่ ในแนวนอนได้



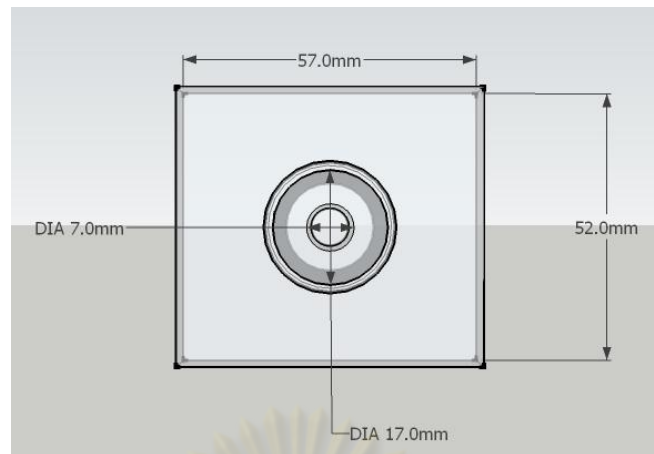
รูปที่ 3.1 อุปกรณ์และส่วนประกอบต่างๆ ของระบบ EDXRF โดยทั่วไปที่ใช้หลอดรังสีเอกซ์ กระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองของธาตุต่างๆ ในตัวอย่างและใช้หัววัดรังสีเอกซ์มานิยม บริสุทธิ์สูงสำหรับตรวจวัดพลังงานรังสีเอกซ์



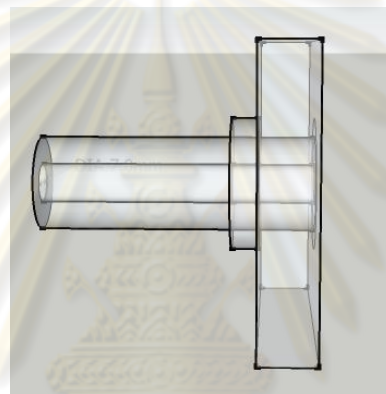
รูปที่ 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ในส่วนต่างๆ ที่นำมาพัฒนาเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบา ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

3.3.2 ออกแบบและสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์

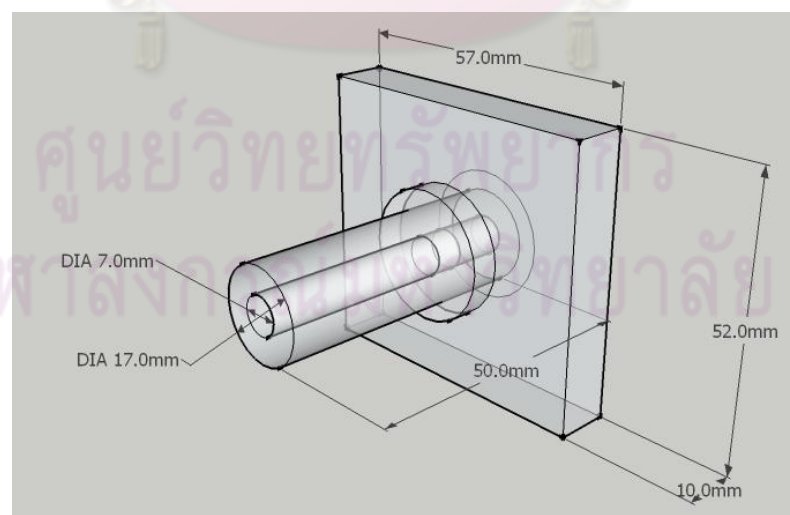
งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วัสดุคือแท่งและแผ่นอะลูมิเนียมบริสุทธิ์สูงมากถึงขั้นรูปเป็นท่อบังคับลำรังสี เส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 7 มิลลิเมตร ตามที่ได้ออกแบบไว้แสดงในรูปที่ 3.3, 3.4 และ 3.5 เหตุผลที่เลือกใช้วัสดุอะลูมิเนียมบริสุทธิ์สูงเนื่องจากหาง่าย ราคาไม่แพง สามารถนำมาทำเป็นรูปทรงได้ง่ายและมีความแข็งแรง หลังจากกลึงขั้นรูปเป็นท่อบังคับลำรังสีแล้วได้ทำการทาสีคาร์บอนภายในท่อบังคับลำรังสีเพื่อป้องกันเอกซเรย์ของธาตุอะลูมิเนียมที่อาจเกิดขึ้นจากการที่รังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นธาตุอะลูมิเนียมที่ใช้ทำคอลลิเมเตอร์ ซึ่งจะส่งผลให้มีฟิสิกของธาตุอะลูมิเนียมปรากฏในสเปกตรัมของตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้



รูปที่ 3.3 แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านหน้า)



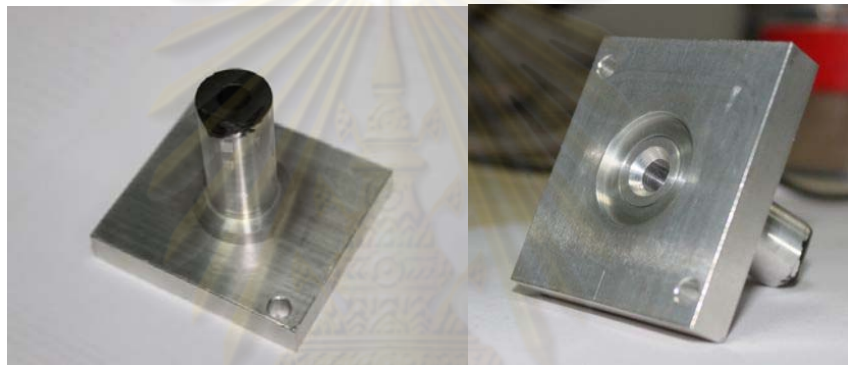
รูปที่ 3.4 แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านข้าง)



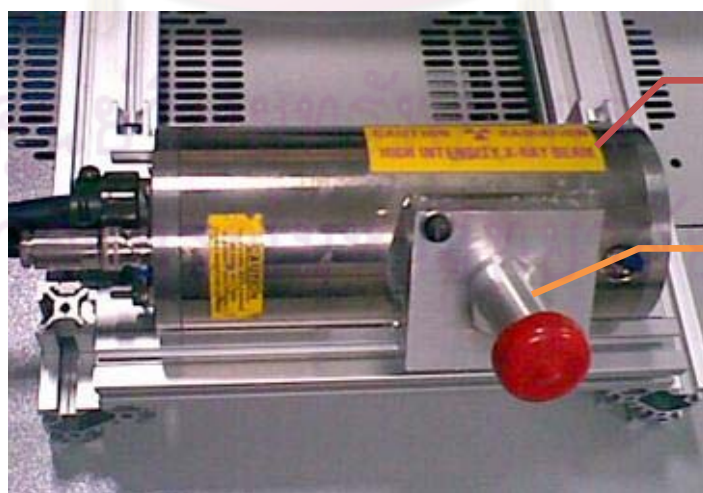
รูปที่ 3.5 แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ภาพรวม)



รูปที่ 3.6 คอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์หลังกลึงขึ้นรูปแล้ว



รูปที่ 3.7 คอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ (ด้านหน้าและด้านหลัง) หลังกลึงขึ้นรูปแล้ว



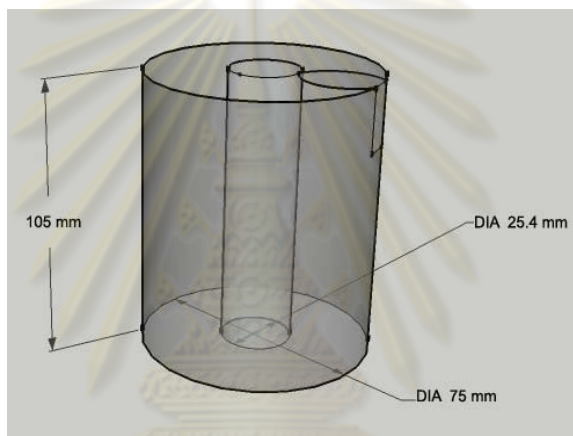
หลอดรังสีเอกซ์

คอลลิเมเตอร์ที่
พัฒนาขึ้น

รูปที่ 3.8 การประกอบติดตั้งคอลลิเมเตอร์เข้ากับหลอดรังสีเอกซ์

3.3.3 ออกแบบและสร้างคอลลิเมเตอร์ของหัววัดรังสี

งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้แท่งแกรไฟต์มากลิ่งขึ้นรูปตามที่ได้ออกแบบไว้ ดังแสดงในรูปที่ 3.9 และ 3.10 เนื่องจากแท่งแกรไฟต์เป็นวัสดุที่มีอยู่แล้วในห้องปฏิบัติการวิจัยของภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย แท่งแกรไฟต์มีคุณสมบัติที่ดีสามารถนำมากลิ่งขึ้นรูปทรงได้ง่าย ผู้วิจัยได้ออกแบบให้คอลลิเมเตอร์มีขนาดและความสูงพอดีกับหัววัดรังสี ซึ่งจะช่วยป้องกันการกระทบชนกันของหัววัดรังสีกับคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ และเป็นป่าสำหรับวางคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์ เพื่อจัดตำแหน่งมุมกระตุ้นสารตัวอย่าง คอลลิเมเตอร์ของหัววัดรังสียังนำมาใช้เป็นฐานในการซึ่งแผ่นไมวาเพื่อป้องกันอันตรายจากสิ่งแปลกปลอม เช่น ฝุ่นละอองหรือเศษผงตัวอย่างที่อาจตกลงสู่หน้าต่างหัววัดได้



รูปที่ 3.9 แบบโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหัววัดรังสีเอกซ์



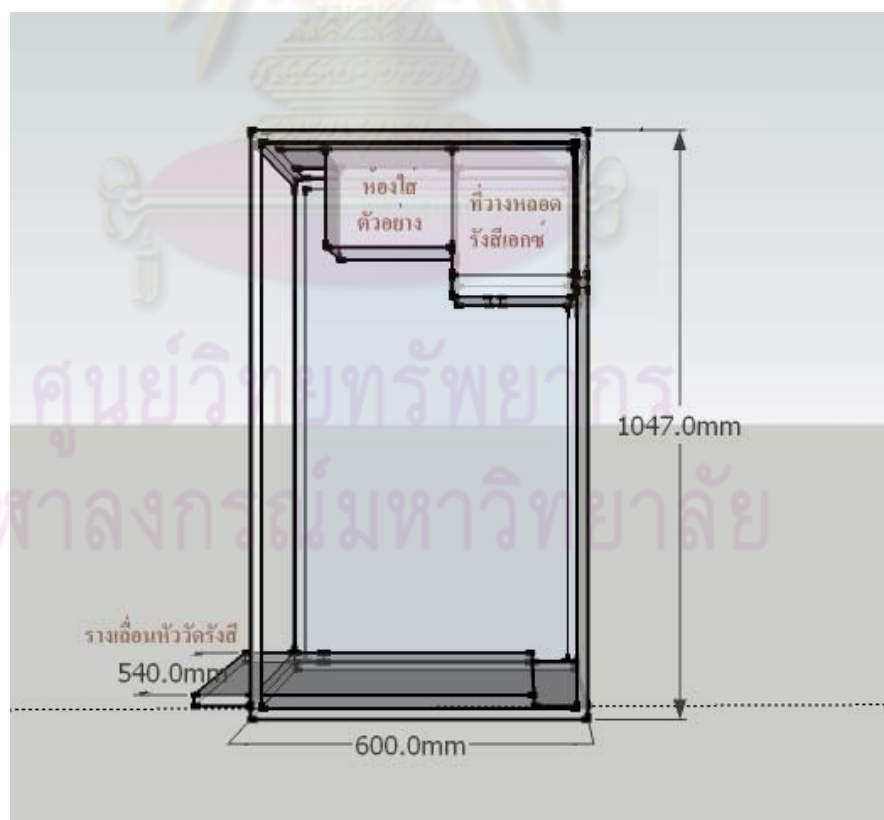
รูปที่ 3.10 คอลลิเมเตอร์หัววัดรังสีเอกซ์หลังกลิ่งขึ้นรูปแล้ว

3.3.4 ออกแบบและทำโครงสร้างเครื่องมือของระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

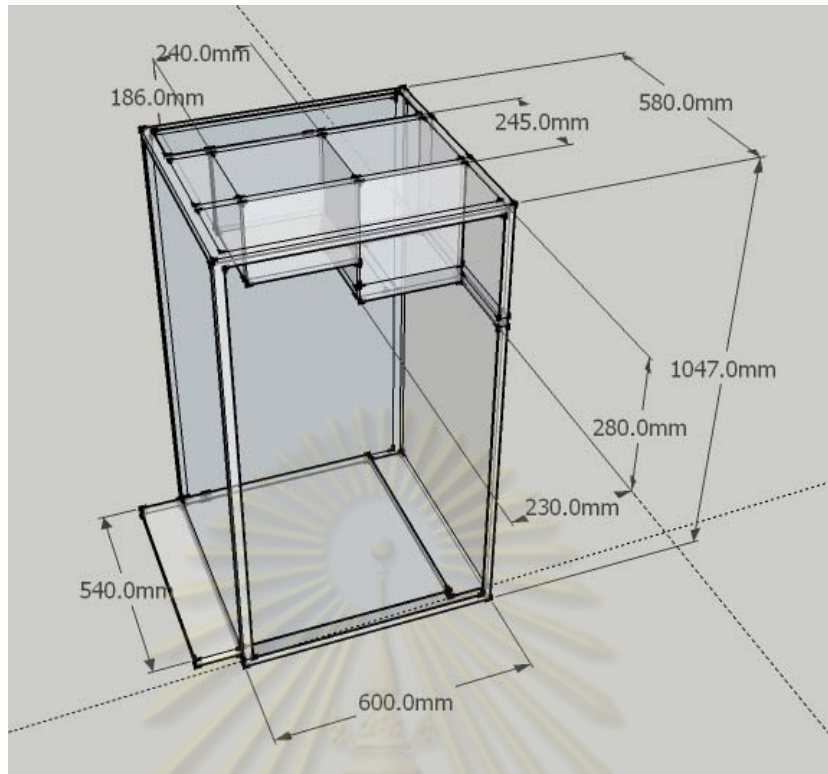
โครงสร้างของเครื่องมือประกอบด้วย

ก. โครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์และโครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ ทำด้วยแท่งอะลูมิเนียมเฟรม พื้นที่หน้าตัดของแท่งอะลูมิเนียมเฟรมที่ใช้มีขนาด $2 \times 2 \text{ cm}^2$ แยกชิ้นส่วนประกอบขึ้นเป็นโครงสร้างเครื่องมือตามแบบในรูปที่ 3.11 และ 3.12 แท่งอะลูมิเนียมเฟรมสามารถถอดประกอบได้ง่าย น้ำหนักเบา แข็งแรง และทนต่อการกัดกร่อนในบรรยากาศปกติ มีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับใช้ทำโครงสร้างของเครื่องมือ ทั้งนี้ผู้วิจัยได้ออกแบบฐานโครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ ให้มีลักษณะเป็นรางเลื่อนเพื่อความสะดวกในการเคลื่อนย้ายหัววัดรังสีออกมาเติมในโตรเจนเหลวเพื่อการใช้งาน

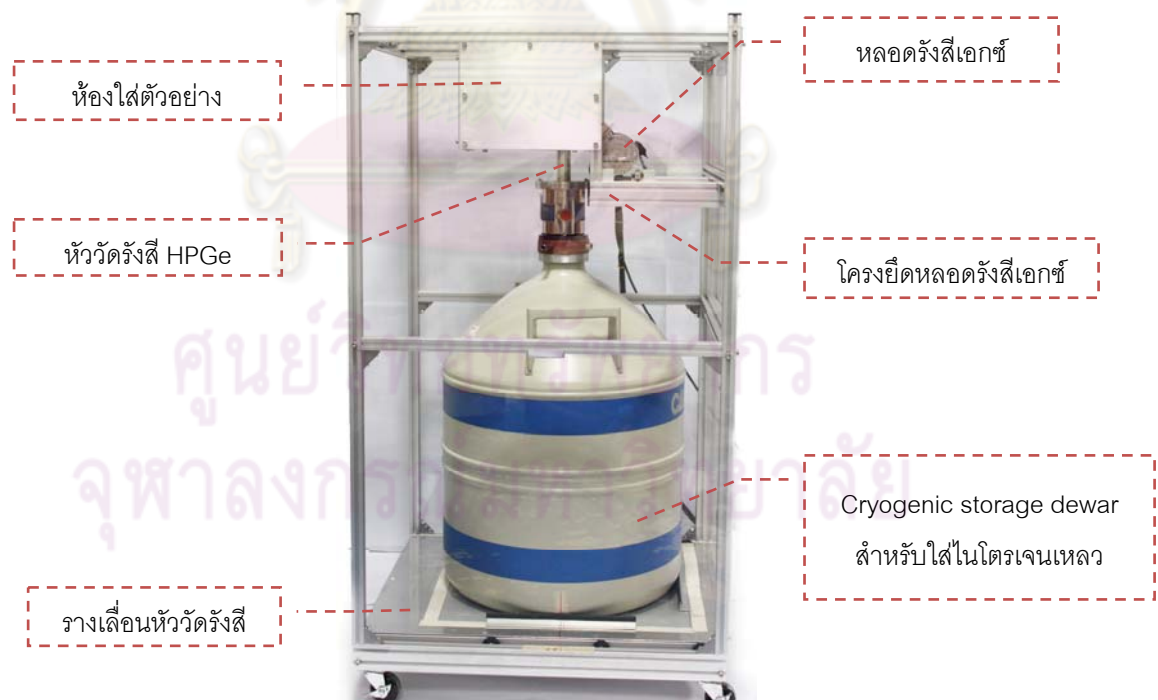
ข. ห้องใส่ตัวอย่าง (chamber) เบื้องต้นได้ออกแบบห้องใส่ตัวอย่างเป็นทรงกล่องสี่เหลี่ยม ขนาด $24 \times 24.5 \times 18.6 \text{ cm}^3$ (กว้างxยาวxสูง) โครงสร้างของห้องใส่ตัวอย่างทำด้วยอะลูมิเนียมเฟรม ผนังและฝาของห้องใส่ตัวอย่างทำจากแผ่นอะลูมิเนียมหนา 2 mm



รูปที่ 3.11 โครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ โครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ และห้องใส่ตัวอย่าง (1)



รูปที่ 3.12 โครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ โครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ และห้องใส่ตัวอย่าง (2)



รูปที่ 3.13 โครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ หลอดรังสีเอกซ์ และโครงห้องใส่ตัวอย่าง หลังประกอบรวมกัน

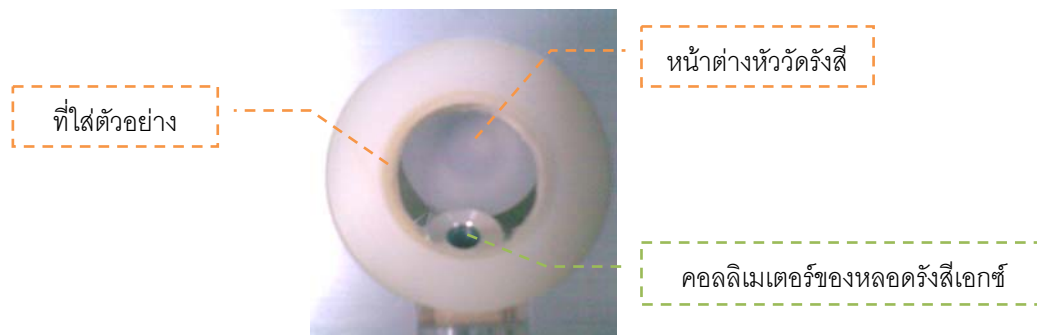
3.3.5 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ของลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์

การถ่ายภาพรังสีด้วยแผ่นบันทึกภาพเพื่อหาค่าที่เหมาะสมของขนาดและการกระจายตัวของความเข้มรังสีที่ตกกระทบบนผิวตัวอย่าง ในการศึกษาได้ทำการกำหนดระยะตำแหน่งแผ่นบันทึกภาพห่างจากหัววัดรังสีไว้ 2 ระยะ คือที่ระยะ 1.5 และ 2 เซนติเมตร (เปรียบได้กับระยะห่างระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี) แล้วทำการทดลอง โดยที่ระยะ 1.5 เซนติเมตร กำหนดมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ให้มีขนาดมุม 40 องศาจากแนวระดับ จากนั้นวางแผ่นบันทึกภาพบนฐานห้องใส่ตัวอย่างแล้วทำการถ่ายภาพ ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เท่ากับ 4 kV 0.06 mA ใช้เวลาถ่ายภาพนาน 20 วินาที ภาพที่ได้นำไปอ่านข้อมูลภาพด้วยเครื่องอ่านแผ่นบันทึกภาพของ FUJI FILM รุ่น FLA-5100 ทำซ้ำอีกครั้งโดยเปลี่ยนมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ให้มีขนาดมุม 45 องศา (ที่ระยะนี้ไม่สามารถเปลี่ยนมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ให้มีขนาดมุม 50 องศาได้ เนื่องจากข้อจำกัดจากโครงสร้างคอลลิเมเตอร์ของหลอดรังสีเอกซ์และหัววัดรังสี) สำหรับที่ระยะ 2 เซนติเมตร ทำการทดลองเหมือนกับที่ระยะ 1.5 เซนติเมตร โดยเปลี่ยนมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ให้มีขนาดมุม 40, 45 และ 50 องศาตามลำดับ

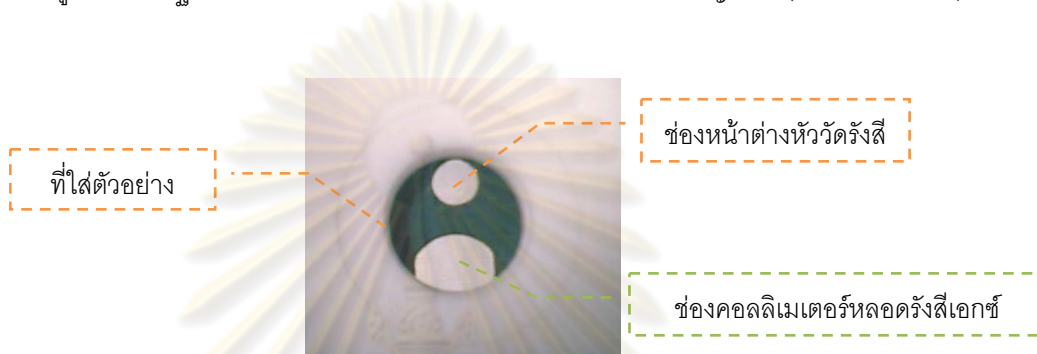
ผลการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ของลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์แสดงในรูปที่ 4.1 และตารางที่ 4.1

3.3.6 ศึกษารูปแบบฐานวางตัวอย่างและระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และระยะจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์

ในการศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบเพื่อทำการวิเคราะห์ธาตุเบา ได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม ได้ออกแบบฐานวางตัวอย่างในห้องใส่ตัวอย่างไว้ 2 ลักษณะคือ ช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว ดังแสดงในภาพที่ 3.14 และช่องเล็กสองช่อง ดังแสดงในภาพที่ 3.15 สำหรับฐานวางตัวอย่างแบบช่องเล็กสองช่อง ช่องหนึ่งเป็นทางเข้าของลำรังสีจากคอลลิเมเตอร์หลอดรังสีเอกซ์ เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.7 เซนติเมตร ลักษณะวงจะเอียงลาดลงเล็กน้อย และช่องที่สองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร สำหรับเป็นช่องให้รังสีเอกซ์เรืองจากตัวอย่างหลังถูกกระตุ้นตกลงสู่หน้าต่างของหัววัดรังสี ฐานรองรับตัวอย่างทำจากวัสดุอะลูมิเนียมเคลือบด้วยคาร์บอน



รูปที่ 3.14 ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber แบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว (มองจากด้านบน)



รูปที่ 3.15 ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber แบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง (มองจากด้านบน)

สำหรับระยะห่างระหว่างหัววัดรังสีเอกซ์และสารตัวอย่างนั้นกำหนดไว้ 2 ระยะ คือระยะ 1.5 และ 2 เซนติเมตร มุมกระตุนปฐมภูมิกำหนดไว้ที่ 45 องศา จากนั้นได้ทำการศึกษาหาระยะที่เหมาะสมระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ โดยใช้ตัวอย่าง 4 ชนิดคือ แผ่นอะลูมิเนียม (Al), CaSO_4 , แผ่นทองแดง (Cu) และผงเซอร์โคเนียม (Zr) เป็นตัวแทนของธาตุใน 3 กลุ่มพลังงาน ได้แก่ กลุ่มที่ให้รังสีเอกซ์พลังงานต่ำ (ธาตุเบา) ได้แก่ อะลูมิเนียม ($K\alpha$ 1.49 keV), กำมะถัน ($K\alpha$ 2.3 keV), แคลเซียม ($K\alpha$ 3.7 keV) กลุ่มที่ให้รังสีเอกซ์พลังงานระดับปานกลาง ได้แก่ ทองแดง ($K\alpha$ 8.04 keV) และกลุ่มที่ให้รังสีเอกซ์พลังงานสูง ได้แก่ เซอร์โคเนียม ($K\alpha$ 15.77 keV)

(1) การวิเคราะห์ธาตุอะลูมิเนียม ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์ 10 kV 0.12 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 60 วินาที ซึ่งในการวัดตัวอย่างแต่ละครั้ง หัววัดรังสีจะถูกเลื่อนห่างออกจากหลอดรังสีเอกซ์ครั้งละ 0.25 เซนติเมตร โดยเริ่มที่ระยะ 3.35 เซนติเมตร ไปจนถึงระยะ 4.85 เซนติเมตร จากนั้นนำข้อมูลสเปกตรัมที่บันทึกไว้มาหาอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่างที่ระยะต่างๆ

(2) การวิเคราะห์ธาตุกำมะถันและแคลเซียม ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์ 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างครั้งละ 30 วินาที และทำการเลื่อนหัววัดรังสีออกห่างจากหลอดรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับข้อ (1)

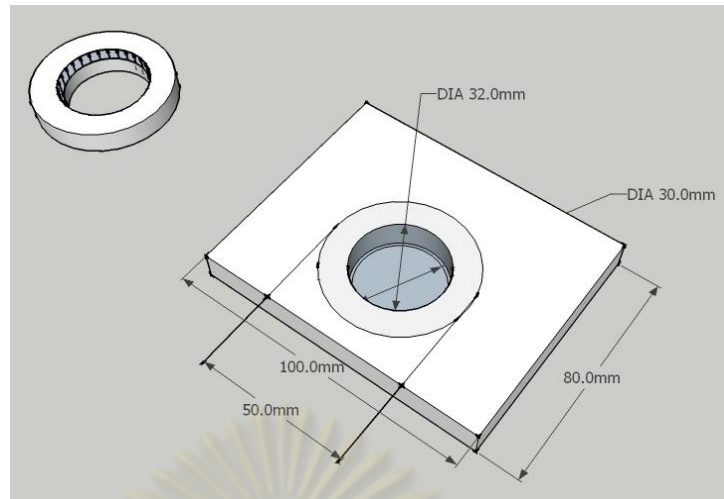
(3) การวิเคราะห์ธาตุทองแดง ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ทำให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างครั้งละ 30 วินาที และทำการเลื่อนหัววัดรังสีออกห่างจากหลอดรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับข้อ (1)

(4) การวิเคราะห์ธาตุเซอร์โคเนียม ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ทำให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 20 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างครั้งละ 30 วินาที และทำการเลื่อนหัววัดรังสีออกห่างจากหลอดรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับข้อ (1)

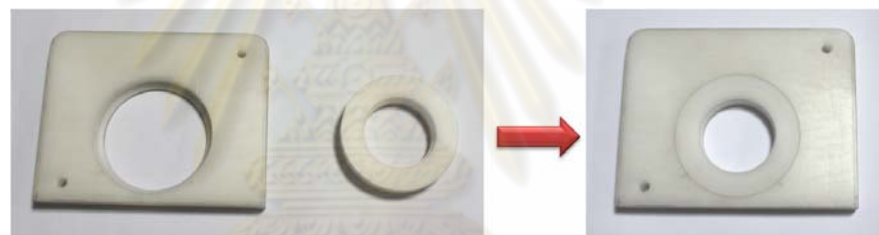
จากระยะห่างระหว่างสารตัวอย่างและหัววัดรังสีเอกซ์ที่กำหนดไว้ 2 ระยะ คือที่ 1.5 และ 2 เซนติเมตรนั้น เนื่องจากข้อจำกัดทางจีโอเมตรี (geometry) ของเครื่องมือ โดยข้อมูลอัตราส่วนพีคต่อแบคกราวด์ของตัวอย่างที่ระยะต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์แสดงผลในตารางที่ 4.2 และ 4.3 และในรูปกราฟที่ 4.3 และ 4.4

3.3.7 การออกแบบและทำฐานรองรับตัวอย่างสำหรับงานวิเคราะห์ตัวอย่างประเภทของแข็งและของเหลว

งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วัสดุคือแท่งและแผ่นโพลีออกซีเมทิลีน หรือ พลาสติก POM สำหรับกลึงขึ้นรูปเป็นฐานรองรับตัวอย่างสำหรับงานวิเคราะห์ ฐานรองรับตัวอย่างมีลักษณะเป็นทรงกระบอกกลม เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 32 มิลลิเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 30 มิลลิเมตร ตามที่ได้ออกแบบไว้แสดงในรูปที่ 3.16 และ 3.17 เหตุผลที่เลือกใช้ POM ทำฐานรองรับตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ เนื่องจากนำมากลึงขึ้นรูปทรงได้ง่ายและมีความแข็งแรง อีกทั้งโครงสร้างโมเลกุลของพลาสติกชนิดนี้เป็น $(CH_2O)_n$ จึงไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ตัวอย่างรังสีเอกซ์ปฐมภูมิจากหลอดรังสีเอกซ์ไปการกระตุ้นโดรนหรือกระเจิงไปโดรนฐานรองรับตัวอย่าง เนื่องจากหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ไม่สามารถวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำที่เกิดขึ้นจากธาตุที่มีเลขอะตอมต่ำกว่าธาตุอะลูมิเนียมได้ จึงไม่ส่งผลให้เกิดพีครบกวนในสเปกตรัมของตัวอย่างที่วิเคราะห์



รูปที่ 3.16 แบบโครงร่างฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์*
 (* ออกแบบให้วงกลมซึ่งเป็นฐานรองรับตัวอย่างสามารถถอดจากฐานสี่เหลี่ยมได้)



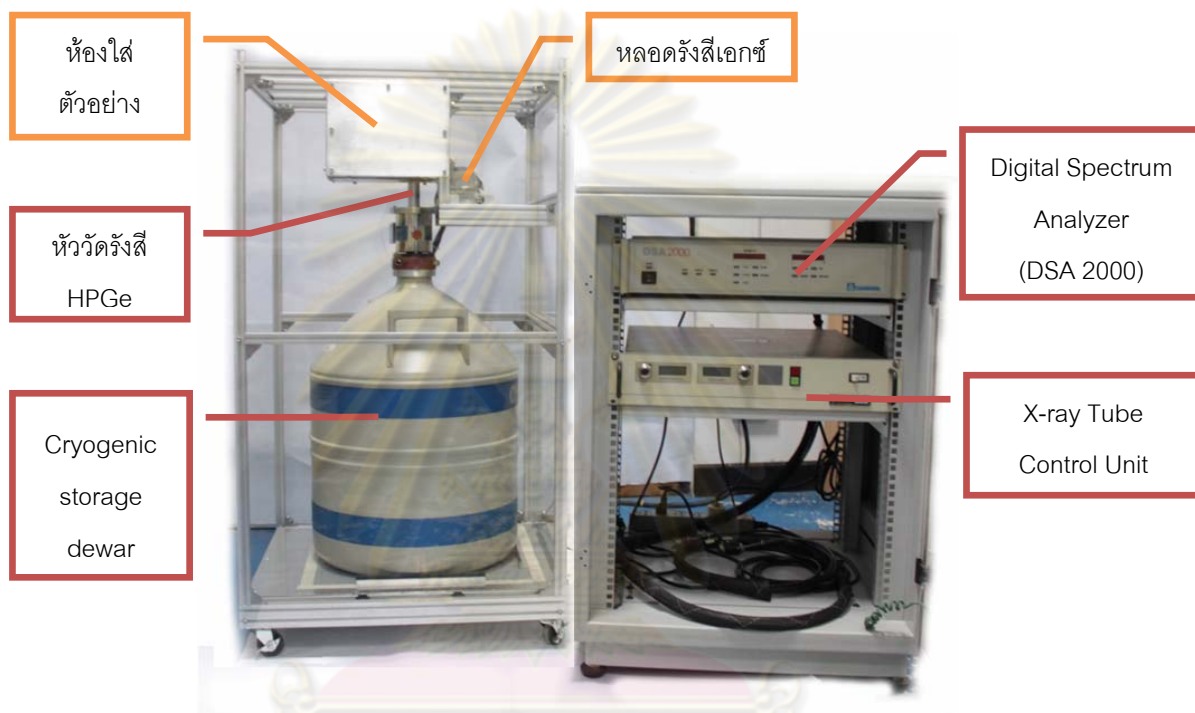
รูปที่ 3.17 ฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์แบบช่องวงกลมใหญ่เดียว



รูปที่ 3.18 ฐานรองรับตัวอย่างวิเคราะห์แบบช่องเล็กสองช่อง

3.3.8 ประกอบและจัดระบบเครื่องมือขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ

จากผลการศึกษาดังแต่ข้อ 3.3.1 ถึง 3.3.7 นำมาใช้เพื่อประกอบและจัดระบบเครื่องมือขึ้นเป็นระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ



รูปที่ 3.19 ระบบเครื่องมือที่ถูกพัฒนาขึ้นในงานวิจัย

3.3.9 การหาขีดจำกัดในการวิเคราะห์ธาตุเบาของระบบที่ได้พัฒนาขึ้น

หลังจากได้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำแล้ว ได้ทำการหาขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์ธาตุเบา โดยเตรียมตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่างๆ กันของธาตุกำมะถัน (S), แคลเซียม (Ca) และ ทองแดง (Cu) ใช้ผง Na_2SO_3 , CaO และ CuO ผสมกรดบอริก (H_3BO_3) อัดเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร สำหรับกำมะถันที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 1.93, 2.87, 6.49, 13.62 และ 20.16 % (w/w) แคลเซียมที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 0.18, 0.51, 0.93, 3.78, 7.89, 14.77 และ 35.70 % (w/w) ทองแดงที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 0.01, 0.05, 0.67 และ 4.35 % (w/w) และนำตัวอย่างที่เตรียมไปวัดหาอัตรานับรังสีสุทธิกับระบบวิเคราะห์ธาตุที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อหาขีดจำกัดในการ

วิเคราะห์ของระบบ คือเพื่อให้ทราบปริมาณหรือความเข้มข้นน้อยสุดของสารตัวอย่างที่ระบบสามารถวิเคราะห์ได้ ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุแคลเซียมและกำมะถัน ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณธาตุทองแดง ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที ผลการทดลองเป็นไปตามตารางที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 และกราฟในรูปที่ 4.5, 4.6 และ 4.7

3.3.10 การทดลองวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิดทั้งทางเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพกับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ

3.3.10.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

การทดลองวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพในตัวอย่างบางชนิดเพื่อทดสอบประสิทธิภาพของระบบที่ได้พัฒนาขึ้นนั้น ผู้วิจัยได้ทดลองวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพตัวอย่างเส้นผมโดยนำเส้นผมมาบดละเอียดใส่ในถ้วยใส่ตัวอย่างแล้วนำไปวัดวิเคราะห์ ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที พบว่ามีพีคพลังงานของธาตุแคลเซียม กำมะถัน และสังกะสีปรากฏอยู่ในสเปกตรัม ผลการทดลองเป็นไปตามรูปที่ 4.8

3.3.10.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

เทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์มีอยู่ด้วยกันหลายวิธี ในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วิธีวิเคราะห์ 2 วิธี ได้แก่ การเทียบสารมาตรฐาน และการเติมสารมาตรฐาน (standard addition) โดยวิธีเทียบสารมาตรฐานนั้นใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในถ่านหิน และวิธีเติมสารมาตรฐานใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์

ก. การวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในถ่านหินด้วยวิธีเทียบสารมาตรฐาน

ได้นำถ่านหินซึ่งเป็นสารมาตรฐานอ้างอิง SRM 2682a, SRM 2683a, SRM 2684a, SRM 2685 และ SRM 2692 ที่ทราบปริมาณของธาตุกำมะถันที่แน่นอนอัดเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 cm ดังรูปที่ 3.20 แล้วนำไปวัดวิเคราะห์ที่ระบบวิเคราะห์ธาตุเบาที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที หลังจากทำการตรวจวัดสเปกตรัมแล้ว อ่านค่าความ

เข้มพีคพลังงานของธาตุกำมะถันที่ได้นำมาสร้างกราฟซึ่งจะใช้เป็นกราฟสำหรับเทียบมาตรฐาน (calibration curve) ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถัน กับความเข้มชั้นของสารมาตรฐานกำมะถันที่ทราบค่าแน่นอนตามที่แสดงในรูปที่ 4.10 จากนั้นนำถ่านหินตัวอย่าง ได้แก่ ถ่านหินรหัส A, B, C, D, E และ F อัดเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร นำไปวิเคราะห์กับระบบวิเคราะห์ธาตุเบาที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าคิกดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เหมือนกับที่กำหนดให้กับการวิเคราะห์ถ่านหินมาตรฐาน ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที จากนั้นอ่านค่าความเข้มพีคพลังงานของธาตุกำมะถันที่ได้มาเทียบหาค่าปริมาณธาตุกำมะถันจากกราฟเทียบมาตรฐาน โดยปริมาณกำมะถันในถ่านหินที่วิเคราะห์ได้แสดงในตารางที่ 4.8

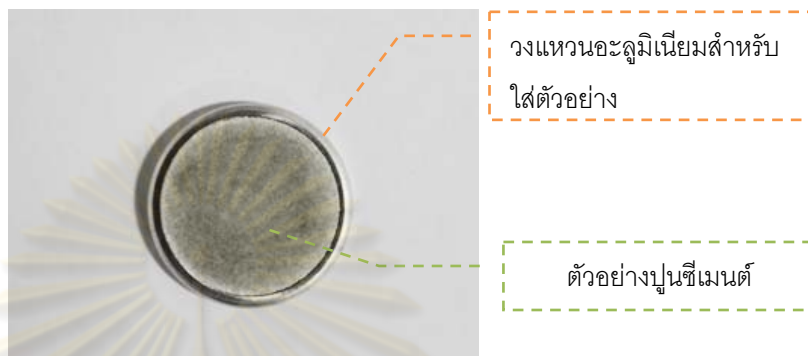


รูปที่ 3.20 ตัวอย่างถ่านหิน SRM 2692 อัดแผ่นกลม

ข. การวิเคราะห์หาปริมาณ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ด้วยวิธีเติมสารมาตรฐาน

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1 ตราทีพีไอ โดยนำปูนซีเมนต์ตัวอย่างมาเจือจางก่อน และได้เจือจางลงไป 18.38 เท่า (Dilution factor = 18.38) ใช้ผงกรดบอริก เป็นสารเจือจางและเป็นสารยึดเหนี่ยว ก่อนนำมาเติมสารมาตรฐาน CaO ลงไปที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 0% (ไม่เติม CaO), 1.86%, 7.03%, 14.90% ซึ่งเป็นการเติมธาตุชนิดเดียวกันกับที่ต้องการวิเคราะห์ลงไปในตัวอย่างไม่ทราบค่าแน่นอน เพื่อวัดค่าความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุ Ca ที่เพิ่มขึ้นเทียบกับความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวก่อนเติมสารมาตรฐาน โดยการผสมสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานต้องเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นนำตัวอย่างปูนทั้งที่ไม่เติมและเติมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ อัดเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.21 แล้วนำไปวัดวิเคราะห์กับระบบวิเคราะห์ธาตุเบาที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ โดยตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าคิกดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์คือ 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 60 วินาที จากนั้นจึงอ่านค่าอัตรานับสุทธิจากพื้นที่ใต้พีคพลังงานที่ตำแหน่งของธาตุ Ca แล้วนำมาสร้างกราฟ แสดงในรูปที่ 4.12 ซึ่งสามารถหาปริมาณ CaO ได้จากจุดตัด

แกน X ของกราฟ หรือด้วยการคำนวณปรับเทียบดังแสดงในภาคผนวก ก.2 นอกจากนี้ได้ส่ง ตัวอย่างปูนเดียวกันไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุ Ca ด้วยวิธี Neutron Activation Analysis (NAA) อ้างอิง Comparative Method ที่สถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติเพื่อเปรียบผลวิเคราะห์ที่ได้จากระบบที่ผู้วิจัยพัฒนาขึ้นกับวิธีการอื่นด้วย



รูปที่ 3.21 ตัวอย่างปูนซีเมนต์อัดแผ่นกลม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

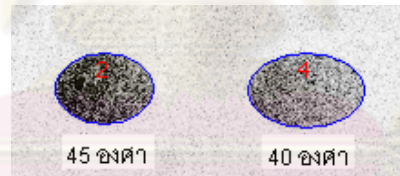
บทที่ 4

ผลการวิจัย

จากการศึกษาทดลองในงานวิจัยเพื่อพัฒนาระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ ได้ผลการทดลองและข้อมูลต่างๆ เป็นลำดับดังนี้

4.1 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์บนตัวอย่าง

ผลการสแกนอ่านภาพถ่ายจากแผ่นบันทึกภาพเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์เพื่อประเมินพื้นที่ครอบคลุมบริเวณกระตุ้นรังสีเอกซ์เรืองบนผิวตัวอย่าง แสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2



รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์เป็น 40° และ 45° ที่ระยะห่างจากหัววัดรังสี 1.5 เซนติเมตร



รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์เป็น 40° , 45° และ 50° ที่ระยะห่างจากหัววัดรังสี 2 เซนติเมตร

ขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสี และค่าความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ที่ระยะและมุมต่างๆ แสดงผลในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีและค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดลอง

ระยะห่างระหว่างแผ่นบันทึกภาพกับหัววัดรังสี (mm)	มุมกระตุ่น (θ)	เส้นผ่าศูนย์กลางพื้นที่ครอบคลุมลำรังสี (วงรี) แกนเอก x แกนโท (mm)	พื้นที่ครอบคลุมลำรังสี (mm^2)	ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ (PSL/mm^2)	เปอร์เซ็นต์ความเข้มของรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ (%)
15	40	12.8 x 8.4	82.85	15.40	22.79
	45	10.8 x 7.6	66.56	25.88	30.45
20	40	13.6 x 8.90	90.26	7.49	14.74
	45	11.3 x 8.15	69.25	16.49	24.89
	50	9.6 x 7.60	55.70	35.48	43.08

จากผลการศึกษาพบว่าพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นวงรีและมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อมุมกระตุ่นของหลอดรังสีเอกซ์มีขนาดลดลง (ยี่ดระนาบแกน X เป็นแนวระดับ) ขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสียังแปรผกผันกับความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ สังเกตได้จากขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มีขนาดใหญ่จะมีความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ลดลง (ความเข้มรังสีได้จากค่า PSL) ขนาดของพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีและความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ที่ได้นี้ ได้นำมาใช้ในการออกแบบขนาดฐานรองรับตัวอย่าง

โดยทั่วไปภาชนะหรือที่ใส่ตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ธาตุสำหรับเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ในทางการค้าจะมีหลายขนาดและเป็นมาตรฐานที่แน่นอน ขนาดที่ใส่ตัวอย่างที่เป็นที่นิยมในการวิเคราะห์จะเป็นทรงกระบอกสำหรับตัวอย่างของเหลว หรือเหรียญกลมสำหรับตัวอย่างของแข็ง (ผ่านกระบวนการอัดตัวอย่างก่อนนำมาวิเคราะห์) โดยนิยมให้ภาชนะหรือที่ใส่ตัวอย่างมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร โดยพื้นที่ครอบคลุมบริเวณกระตุ่นรังสีเอกซ์เรืองบนผิวตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จริงจะมีขนาดเล็กกว่าพื้นที่ภาชนะหรือที่ใส่ตัวอย่าง ทั้งนี้เพื่อป้องกันรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นธาตุที่องค์ประกอบของภาชนะบรรจุหรือที่ใส่ตัวอย่าง ซึ่งจะส่งผลให้มีพิศพลังงานของธาตุอื่นที่ไม่ใช่องค์ประกอบของตัวอย่างปรากฏขึ้นในสเปกตรัมได้

ในงานวิจัยนี้ได้ออกแบบฐานรองรับที่ใส่ตัวอย่างวิเคราะห์เป็นลักษณะทรงกระบอกกลม เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 32 มิลลิเมตร (สำหรับใช้เป็นบ่าวางตัวอย่าง) เส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 30 มิลลิเมตร โดยผลจากตารางที่ 4.1 พบว่าเส้นผ่าศูนย์กลางพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีจากหลอดรังสีเอกซ์ที่ใช้กระตุ้นรังสีเอกซ์เรืองบนผิวตัวอย่าง ต่างมีขนาดเล็กกว่าเส้นผ่าศูนย์กลางของฐานรองรับตัวอย่างที่กำหนดไว้ ซึ่งเป็นผลดีที่รังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์จะไปกระตุ้นบริเวณผิวหน้าของตัวอย่างเท่านั้น ไม่สามารถไปกระตุ้นธาตุองค์ประกอบของภาชนะบรรจุตัวอย่างหรือบริเวณ chamber ได้

ผลจากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นจากหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์และความเข้มรังสีต่อหน่วยพื้นที่ เพื่อประเมินขนาดพื้นที่ของฐานรองรับตัวอย่างและการจัดวางตำแหน่งมุมกระตุ้นที่เหมาะสมของหลอดรังสีเอกซ์จากตารางที่ 4.1 ระยะห่างจากแผ่นบันทึกภาพกับหัววัดรังสีซึ่งเปรียบได้กับระยะห่างระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสี ที่ระยะ 1.5 เซนติเมตร พบว่าแนวแกนเอกและแกนโทของวงรีพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุม 40 องศา มีค่า 12.8 มม. x 8.4 มม. และที่มุม 45 องศา มีค่า 10.8 มม. x 7.6 มม. ตามลำดับ โดยผู้วิจัยเห็นว่าถ้ากำหนดให้ระยะห่างระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดรังสีอยู่ที่ระยะ 1.5 เซนติเมตร ควรกำหนดมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ไว้ที่ 45 องศา ทั้งนี้พิจารณาจากค่าความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่ของมุมกระตุ้นทั้งสองนี้แตกต่างกันมาก การที่ความเข้มรังสีเอกซ์ปฏุมภูมิไปกระตุ้นตัวอย่างน้อย ทำให้รังสีเอกซ์เรืองของธาตุจากตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์น้อยลงด้วย และเหตุผลสำคัญได้แก่พื้นที่หน้าตัดหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร แม้ว่ารังสีเอกซ์เรืองจากตัวอย่างที่ตกลงมาสู่หัววัดจะมีขนาดพื้นที่เท่าไรก็ตาม หัววัดรังสีเอกซ์จะสามารถนับวัดรังสีได้ในขอบเขตพื้นที่หน้าตัดของหัววัดรังสีเท่านั้น (active area)

ในการทำงานเดียวกันกับที่ระยะ 2 เซนติเมตรจากหัววัดรังสีถึงแผ่นบันทึกภาพซึ่งเห็นสมควรให้กำหนดมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ไว้ที่ 45 องศา โดยแนวแกนเอกและแกนโทของวงรีพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่มุม 45 องศา มีค่า 11.3 มม. x 8.15 มม. ที่มุม 40 องศา มีค่า 13.6 มม. x 8.90 มม. และที่มุม 50 องศา มีค่า 9.6 มม. x 7.60 มม. แม้ว่าที่มุม 50 องศาจะมีค่าความเข้มรังสีเอกซ์ต่อหน่วยพื้นที่สูงกว่า แต่ก็ไม่สามารถกำหนดให้เป็นมุมกระตุ้นตัวอย่างของหลอดรังสีเอกซ์ได้ เนื่องจากข้อจำกัดทางการจัดระบบเครื่องมือซึ่งไม่สามารถเลื่อนหัววัดรังสีเข้าใกล้หลอดรังสีเอกซ์ได้มาก (ที่มุม 50 องศาหัววัดรังสีติดกับฐานที่วางหลอดรังสีเอกซ์) และสำหรับมุม 40 องศา ไม่ถูกเลือกเป็นมุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ ด้วยเหตุผลเดียวกับที่กล่าวไว้ข้างต้นในระยะที่ 1.5 เซนติเมตร

4.2 ผลการศึกษารูปแบบฐานรองรับตัวอย่างและระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และระยะจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์

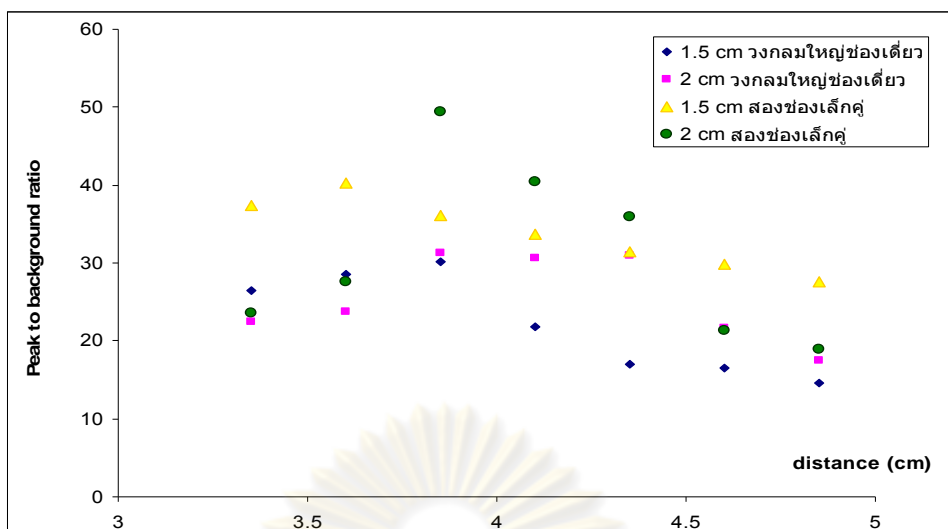
จากผลการศึกษาในข้อ 4.1 ทำให้สามารถกำหนดมุมกระตุ่นของหลอดรังสีเอกซ์ไว้ที่ 45 องศา หลังจากนั้นได้ทำการทดลองเพื่อหาระยะที่เหมาะสมระหว่างสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และหาระยะจากหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ (ยึดโครงวางหลอดรังสีเอกซ์เป็นหลักในการวัดระยะ) โดยได้ออกแบบฐานรองรับตัวอย่างของ chamber ไว้ 2 ลักษณะคือ แบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว และแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง ผลการทดลองพบว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบเครื่องมือที่ได้พัฒนาขึ้นนี้เพื่อการวิเคราะห์ธาตุเบาได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม ต้องกำหนดมุมกระตุ่นของหลอดรังสีเอกซ์ไว้ที่ 45 องศา ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber เป็นแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง ระยะห่างจากสารตัวอย่างถึงหัววัดรังสี 2 เซนติเมตร และระยะห่างจากหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ 3.85 เซนติเมตร

ตารางที่ 4.2 จำนวนนับรังสีสุทธิและอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่าง (Cu) ที่ระยะห่างต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบกับนระหว่างฐานรองรับตัวอย่างแบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยวและแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง

ระยะจากตัวอย่างถึงหัววัดรังสี (cm)	ลักษณะฐานรองรับตัวอย่าง	ระยะจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์ (cm)	จำนวนนับรังสีสุทธิ (Cu-K _α)	จำนวนนับรังสีพื้นหลัง	อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์
1.5	ช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว	3.35*	430338	16221	26.53
		3.60	354775	12403	28.60
		3.85	216797	7201	30.11
		4.10	155550	7131	21.81
		4.35	110772	6534	16.95
		4.60	78626	4752	16.55
		4.85	24087	1641	14.68

ระยะจาก ตัวอย่าง ถึงหัววัด รังสี (cm)	ลักษณะ ฐานรองรับ ตัวอย่าง	ระยะจากหัววัดรังสีถึง หลอดรังสีเอกซ์ (cm)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (Cu-K α)	จำนวนนับ รังสีพื้นหลัง	อัตราส่วนค่า นับรังสีสุทธิต่อ แบคกราวด์
1.5	ช่องวงกลม เล็กสองช่อง	3.35	87436	2336	37.43
		3.60	55613	1380	40.30
		3.85	29982	830	36.12
		4.10	19792	587	33.72
		4.35	14808	470	31.51
		4.60	7198	241	29.87
		4.85	3857	140	27.55
2	ช่องวงกลม ใหญ่เดียว	3.35	440027	19629	22.42
		3.60	401837	16938	23.72
		3.85	343566	10967	31.33
		4.10	306733	10014	30.63
		4.35	205476	6637	30.96
		4.60	128557	5945	21.62
		4.85	74854	4300	17.41
2	ช่องวงกลม เล็กสองช่อง	3.35	135162	5740	23.55
		3.60	143180	5188	27.60
		3.85	144317	2920	49.42
		4.10	129170	3200	40.37
		4.35	100711	2800	35.97
		4.60	75293	3520	21.39
		4.85	45913	2420	18.97

*3.35 cm คือระยะแรกที่สามารรถเลื่อนหัววัดรังสีออกจากหลอดรังสีเอกซ์ได้ ถ้าระยะน้อยกว่านี้ หัววัดรังสีจะติดกับฐานที่วางหลอดรังสีเอกซ์



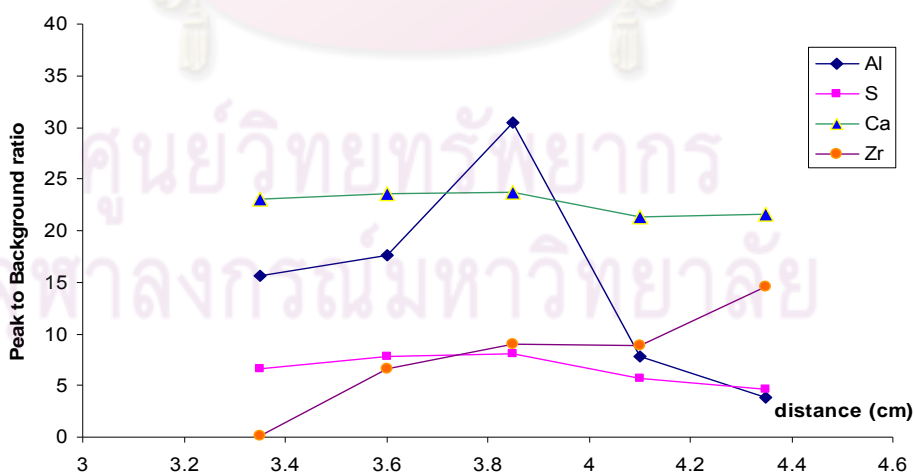
รูปที่ 4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่าง (Cu) ที่ระยะต่างๆ ของหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบกันระหว่างฐานรองรับตัวอย่างแบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยวและแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง (สารตัวอย่างห่างจากหัววัดรังสีเป็นระยะ 1.5 และ 2 cm)

จากตารางที่ 4.2 และรูปภาพที่ 4.3 สามารถสรุปได้ว่า ฐานรองรับตัวอย่างใน chamber แบบช่องวงกลมเล็กสองช่องให้อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ที่ดีกว่าแบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว ซึ่งอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ที่ดีกว่าทำให้มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดีกว่า

ตารางที่ 4.3 จำนวนนับรังสีสุทธิและอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่างธาตุ Al, S, Ca และ Zr ที่ระยะห่างต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ (ฐานรองรับตัวอย่างเป็นแบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง)

ระยะจากตัวอย่างถึงหัววัดรังสี (cm)	ธาตุ	ระยะจากหัววัดรังสีถึงหลอดรังสีเอกซ์ (cm)	จำนวนนับรังสีสุทธิ	จำนวนนับรังสีพื้นหลัง	อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์
2	Al	3.35	984	63	15.62
		3.60	1176	67	17.55
		3.85	1220	40	30.50
		4.10	827	106	7.80
		4.35	459	119	3.86

ระยะจาก ตัวอย่างถึงหัววัด รังสี (cm)	ธาตุ	ระยะจากหัววัดรังสีถึง หลอดรังสีเอกซ์ (cm)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ	จำนวน นับรังสี พื้นหลัง	อัตราส่วนค่านับ รังสีสุทธิต่อแบค กราวด์
2	S	3.35	2668	403	6.62
		3.60	3259	419	7.78
		3.85	3362	419	8.02
		4.10	2661	468	5.69
		4.35	2076	451	4.60
	Ca	3.35	21706	944	22.99
		3.60	27811	1181	23.55
		3.85	28274	1192	23.72
		4.10	24520	1153	21.27
		4.35	19950	922	21.64
	Zr	3.35	3024	20425	0.15
		3.60	37880	5723	6.62
		3.85	20119	2224	9.05
		4.10	12794	1438	8.90
		4.35	6349	434	14.63



รูปที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่างธาตุ Al, S, Ca และ Zr ที่ระยะต่างๆ ระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ (ระยะจากผิวหน้าสารตัวอย่างถึงหัววัดรังสี 2 cm)

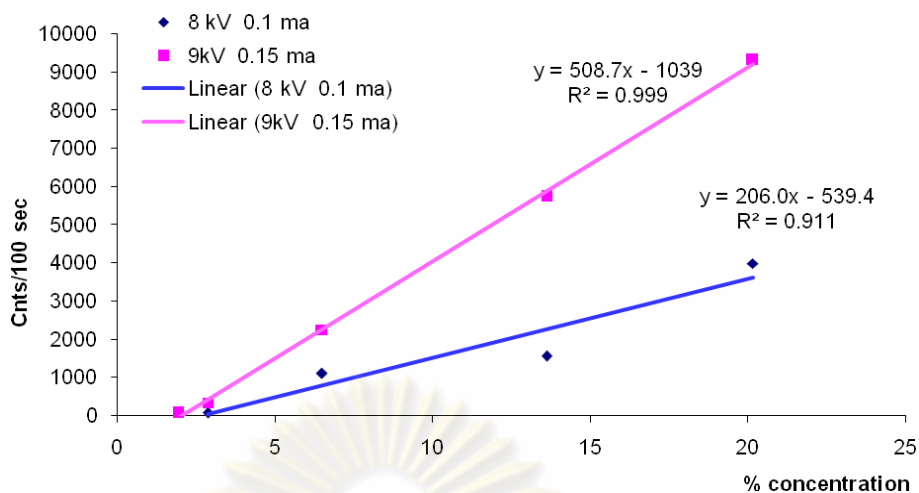
4.3 ขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์ธาตุเบา

จากการทดลองเพื่อหาขีดจำกัดของระบบในการวิเคราะห์ธาตุเบา พบว่าระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈกແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ที่ได้พัฒนาขึ้นนี้ สามารถวัดวิเคราะห์ธาตุในเชิงคุณภาพได้ ตั้งแต่ธาตุที่มีเลขอะตอม 13 ขึ้นไป (ธาตุอะลูมิเนียม) และวัดวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณได้ ตั้งแต่ธาตุที่มีเลขอะตอม 14 ขึ้นไป โดยความเข้มข้นของธาตุกัมมันต์และแคลเซียมน้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวัดวิเคราะห์ได้คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและค่ากระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 100 วินาที คือ 2.61% และ 0.34% ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มความต่างศักย์และค่ากระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 9 kV 0.15 mA พบว่าความเข้มข้นของธาตุกัมมันต์น้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวัดวิเคราะห์ได้คือ 2.04%

สำหรับความเข้มข้นของธาตุทองแดงน้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวัดวิเคราะห์ได้อยู่ที่ 51 ppm เมื่อตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 100 วินาที

ตารางที่ 4.4 จำนวนนับรังสีสุทิตที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุกัมมันต์ (S)

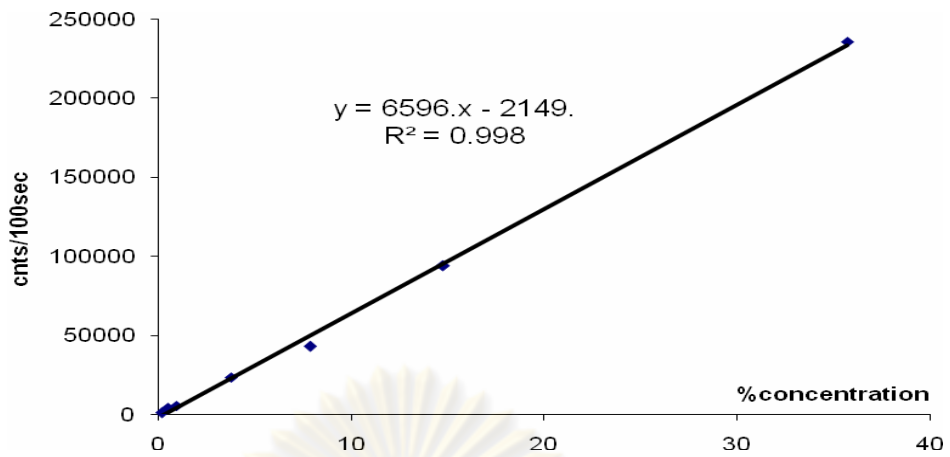
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%wt) ของธาตุกัมมันต์ (S) ในสารตัวอย่าง	จำนวนนับรังสีสุทิต (8 kV 0.1 mA) Counts/100 sec	จำนวนนับรังสีสุทิต (9 kV 0.15 mA) Counts/100 sec
20.16	3988	9316
13.62	1562	5745
6.49	1109	2260
2.87	75	338
1.93	28	75



รูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุกำมะถัน (S)

ตารางที่ 4.5 จำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุแคลเซียม (Ca)

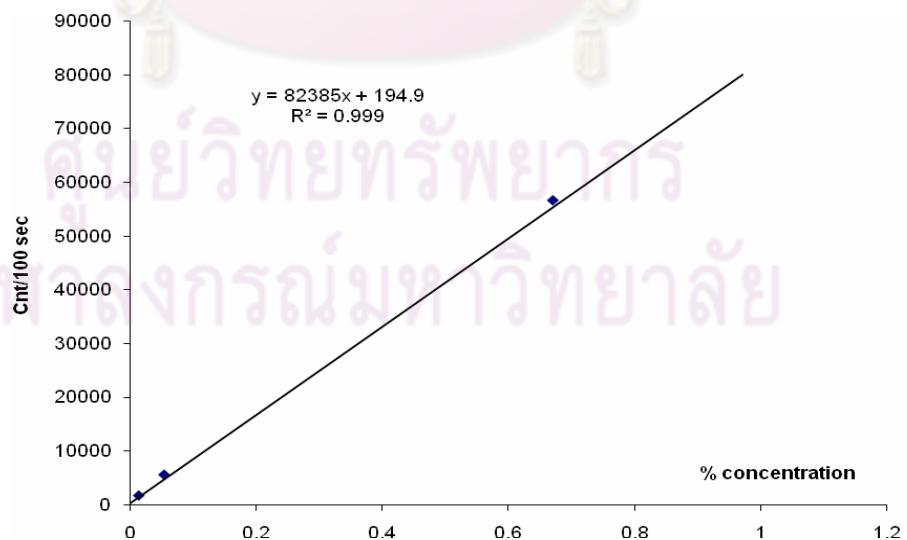
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%wt) ของธาตุแคลเซียม (Ca) ในสารตัวอย่าง	จำนวนนับรังสีสุทธิ (8 kV 0.1 mA) Counts/100 sec
35.70	235442
14.77	93655
7.89	42806
3.78	23338
0.93	5224
0.51	4124
0.18	416



รูปที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุแคลเซียม (Ca)

ตารางที่ 4.6 จำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุทองแดง (Cu)

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%wt) ของธาตุทองแดง (Cu) ในสารตัวอย่าง	จำนวนนับรังสีสุทธิ (12 kV 0.1 mA) Counts/100 sec
0.67	55364
0.05	5616
0.01	715

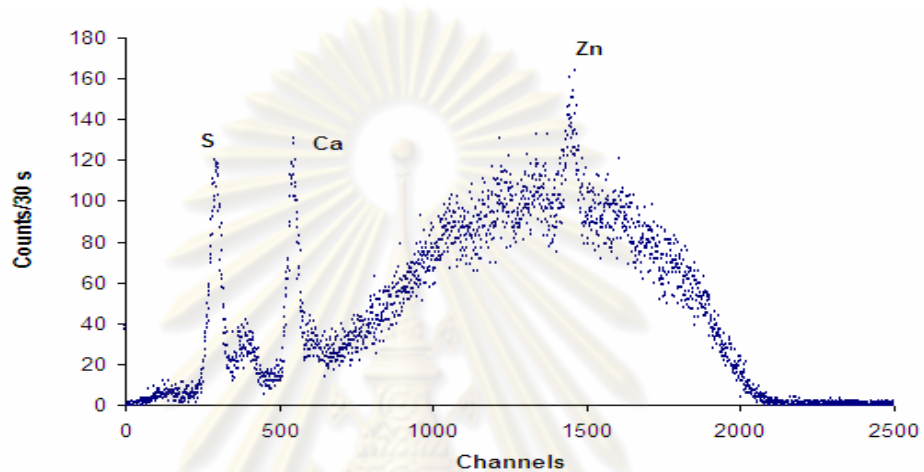


รูปที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของธาตุคอปเปอร์ (Cu)

4.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิด ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ กับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ

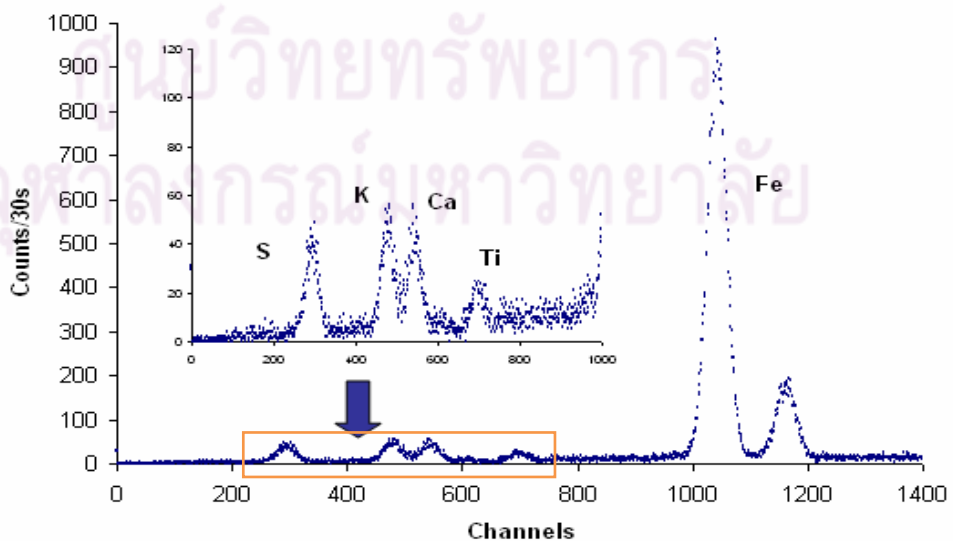
4.4.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพในตัวอย่างเส้นผม ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้า คักตาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 30 วินาที พบว่ามีพีคพลังงานของธาตุแคลเซียม กำมะถัน และสังกะสีปรากฏชัดเจนอยู่ในสเปกตรัม ตามรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 สเปกตรัมของธาตุในเส้นผมที่วิเคราะห์ได้

ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพในตัวอย่างถ่านหิน ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้า คักตาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 30 วินาที พบว่ามีพีคพลังงานของธาตุกำมะถัน โพแทสเซียม แคลเซียม ไททาเนียม และเหล็กปรากฏอยู่ในสเปกตรัม ตามรูปที่ 4.9

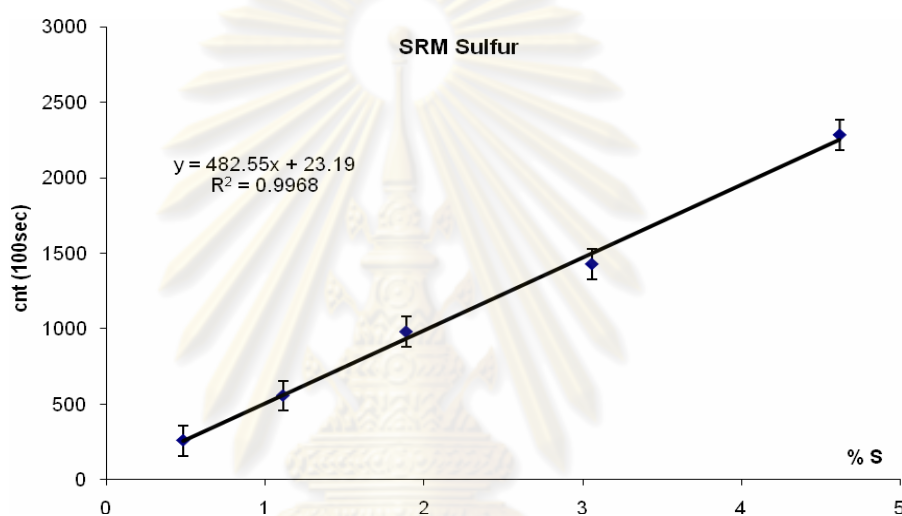


รูปที่ 4.9 สเปกตรัมของธาตุในตัวอย่างถ่านหินที่วิเคราะห์ได้

4.4.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

ก. การวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในถ่านหินด้วยวิธีเทียบสารมาตรฐาน

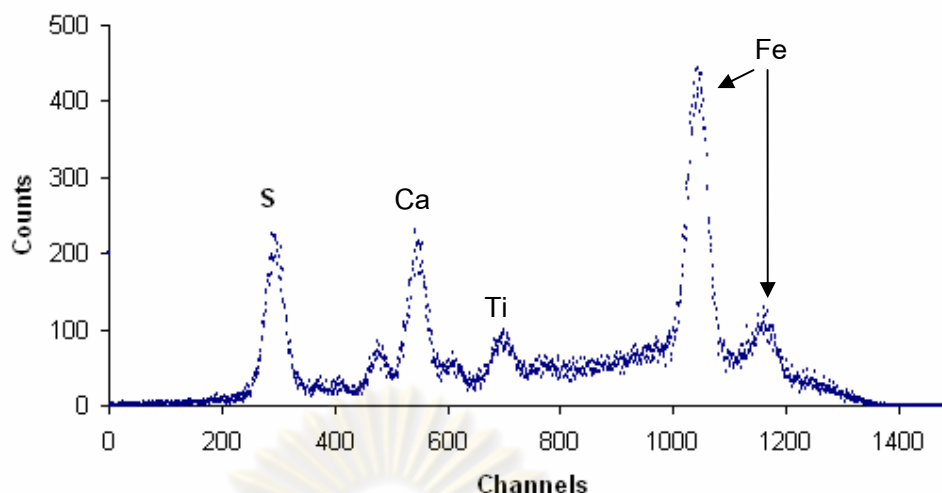
ผลการอ่านค่าความเข้มฟลูออเรสเซนซ์ของธาตุกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน SRM 2682a, SRM 2683a, SRM 2684a, SRM 2685 และ SRM 2692 ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าคักดาสสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาที เพื่อนำมาสร้างกราฟสำหรับเทียบมาตรฐานระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถันกับความเข้มข้นของสารกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน ซึ่งความสัมพันธ์ที่ได้ แสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกำมะถันกับความเข้มข้นของสารกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน

ตารางที่ 4.7 จำนวนนับรังสีสุทธิที่ความเข้มข้นต่างๆ ของสารกำมะถันในถ่านหินมาตรฐาน

รหัสตัวอย่าง	กำมะถัน (Wt. %)	จำนวนนับรังสีสุทธิ (1)	จำนวนนับรังสีสุทธิ (2)	จำนวนนับรังสีสุทธิ (3)	จำนวนนับรังสีสุทธิเฉลี่ย
2682a	0.486 ± 0.006	260	268	252	260.00
2683a	1.89 ± 0.03	976	972	990	979.33
2684a	3.06 ± 0.03	1422	1433	1427	1427.33
2685	4.62 ± 0.18	2420	2047	2383	2283.33
2692	1.115 ± 0.019	552	550	567	556.33



รูปที่ 4.11 สเปกตรัมของถ่านหินมาตรฐาน SRM 2685

เมื่อได้กราฟเทียบมาตรฐานพร้อมสมการความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกัมมันต์กับความเข้มข้นของสารกัมมันต์มาตรฐานที่ทราบค่าแล้ว จึงนำตัวอย่างถ่านหินที่ได้แก่ ถ่านหินรหัส A, B, C, D, E และ F ไปวัดวิเคราะห์ ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้า คัดตาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เหมือนกับที่กำหนดให้กับการวิเคราะห์ถ่านหินมาตรฐาน คือ 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 100 วินาที จากนั้นนำค่าจำนวนนับรังสีสุทธิของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกัมมันต์ที่อ่านได้ มาเทียบหาค่าปริมาณของธาตุกัมมันต์จากกราฟเทียบมาตรฐาน โดยปริมาณกัมมันต์ในถ่านหินตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้ แสดงในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 จำนวนนับรังสีสุทธิของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุกัมมันต์ในตัวอย่างถ่านหินเบอร์ต่างๆ และปริมาณกัมมันต์ในถ่านหินตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้

รหัส ตัวอย่าง	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (1)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (2)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (3)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ เฉลี่ย	กัมมันต์ (Wt. %)
A	1808	1848	1819	1825	3.73 ± 0.08
B	585	596	574	585	1.16 ± 0.05
C	978	930	933	947	1.91 ± 0.07
D	1180	1192	1218	1196.67	2.43 ± 0.08
E	1744	1727	1753	1741.33	3.56 ± 0.09
F	2312	2239	2321	2290.67	4.70 ± 0.11

ตารางที่ 4.9 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินเดียวกันกับวิธีอื่น หรือค่าที่ทราบแล้ว

รหัส ตัวอย่าง	การวิเคราะห์ทางเคมี %(w/w)	ระบบ EDXRF ที่ได้พัฒนาขึ้นใน งานวิจัยนี้ %(w/w)	ระบบ EDXRF อื่น %(w/w)
A	3.6	3.73 ± 0.08	4.39
B	1.3	1.16 ± 0.05	1.74
C	1.7	1.91 ± 0.07	2.48
D	2.3	2.43 ± 0.08	2.77
E	3.9	3.56 ± 0.09	3.25
F	5.1	4.70 ± 0.11	5.73

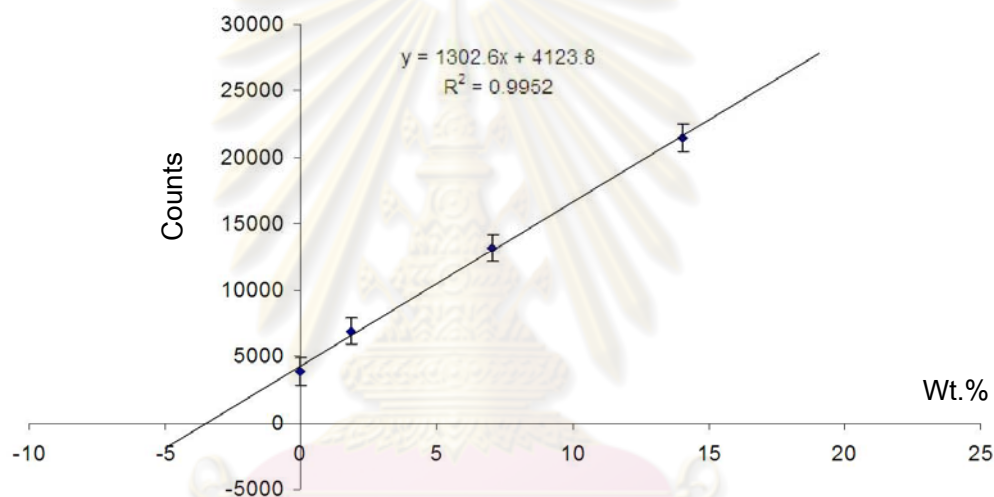
ข. การวิเคราะห์หาปริมาณ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ด้วยวิธีเดิม
สารมาตรฐาน

ผลการอ่านค่าความเข้มพีคพลังงานรังสีเอกซ์ของธาตุแคลเซียมที่เพิ่มขึ้น เทียบกับความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวก่อนเติมสารมาตรฐาน แสดงในตารางที่ 4.10 ในการทดลอง ได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์คือ 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัด ตัวอย่างนาน 60 วินาที จากนั้นจึงอ่านค่าจำนวนนับสุทธิจากพื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่งของธาตุ Ca แล้วนำมาสร้างกราฟ ดังรูปที่ 4.12 ซึ่งสามารถหาปริมาณ CaO ได้จากจุดตัดแกน X ของกราฟ โดยค่า ณ จุดตัดแกน X กราฟเท่ากับ 3.16 ซึ่งเมื่อคูณค่า Dilute factor กลับไปจะทำให้ทราบ ปริมาณความเข้มข้นของ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ได้ โดยความเข้มข้นของ CaO ที่วิเคราะห์ได้ จากกราฟมีค่าเท่ากับ 58.08 %Wt. เมื่อคำนวณกลับไปหาปริมาณ Ca ในตัวอย่างปูนซีเมนต์พบว่า มีปริมาณ Ca เท่ากับ 41.49 %Wt.

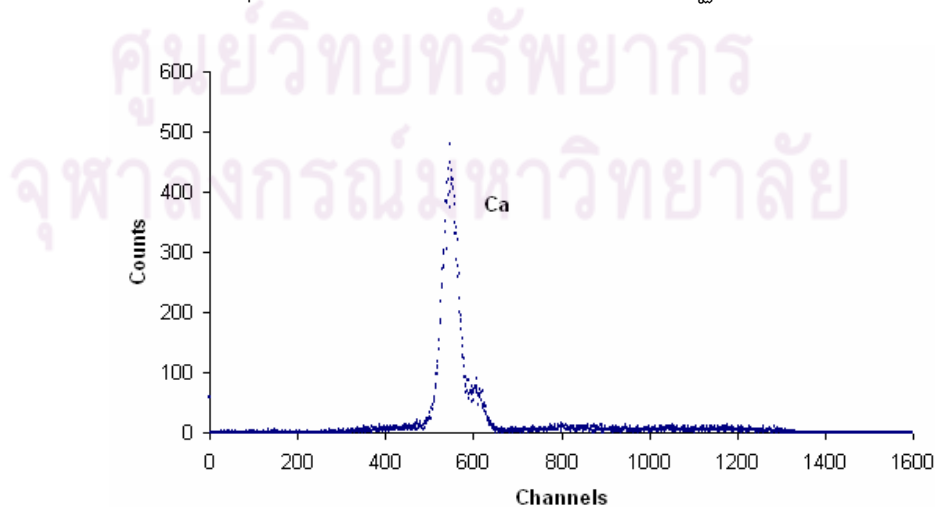
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.10 จำนวนนับสุทธิของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแคลเซียม ก่อนและหลังเติมสารมาตรฐาน

Wt.% ของ CaO ที่เติมในตัวอย่าง ปูนซีเมนต์	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (1)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (2)	จำนวนนับ รังสีสุทธิ (3)	จำนวนนับรังสีสุทธิ เฉลี่ย
0.00	3888	3870	3807	3855
1.86	6832	6841	7066	6913
7.03	13173	13223	13173	13189.67
14.90	21551	21514	21410	21491.67



รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนนับสุทธิจากพื้นที่ใต้พีคของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแคลเซียมกับความเข้มข้นของสารมาตรฐาน CaO ที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.13 สเปกตรัมของตัวอย่างปูนซีเมนต์หลังเติมสารมาตรฐาน

นอกจากนี้ได้ส่งตัวอย่างปูนเดียวกันไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุ Ca และ CaO ด้วยวิธี Neutron Activation Analysis (NAA) อ้างอิง Comparative Method ที่สถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติ เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 4.11 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์กับวิธีอื่น

วิธีวิเคราะห์	ความเข้มข้น % Wt.	
	CaO	Ca
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัด รังสีเอกซ์พลังงานต่ำ (ระบบที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้)	58.08	41.41
Neutron Activation Analysis (NAA)	55.54 ± 1.15	39.67 ± 0.82

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยเพื่อการพัฒนากระบวนการวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ ผลการวิจัยทั้งหมดสามารถสรุปได้ ดังนี้

5.1.1 จากการศึกษาข้อมูลเพื่อใช้ในการออกแบบคอลลิเมเตอร์หรือท่อบังคับลำรังสีของหลอดรังสีเอกซ์ งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วัสดุคือแท่งและแผ่นอะลูมิเนียมบริสุทธิ์มากลึงขึ้นรูปเป็นท่อบังคับลำรังสี เส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 7 มิลลิเมตร เหตุผลที่เลือกใช้วัสดุอะลูมิเนียมเนื่องจากหาง่าย ราคาไม่แพง สามารถนำมากลึงขึ้นรูปทรงได้ง่ายและมีความแข็งแรง หลังจากกลึงขึ้นรูปเป็นท่อบังคับลำรังสีแล้วได้ทำการทาสีคาร์บอนภายในท่อบังคับลำรังสีเพื่อป้องกันเอกซเรย์ของธาตุอะลูมิเนียมที่อาจเกิดขึ้นจากการที่รังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นธาตุอะลูมิเนียมที่ใช้ทำคอลลิเมเตอร์ ซึ่งส่งผลให้มีพีคพลังงานของธาตุอะลูมิเนียมปรากฏในสเปกตรัมของตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้

5.1.2 ในส่วนโครงสร้างหลักของเครื่องมือ ได้เลือกใช้แท่งอะลูมิเนียมเฟรม พื้นที่หน้าตัดขนาด $2 \times 2 \text{ cm}^2$ แยกชิ้นส่วนประกอบขึ้นเป็นโครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์และโครงยึดหลอดรังสีเอกซ์ เหตุผลที่เลือกใช้แท่งอะลูมิเนียมเฟรมเพราะสามารถถอดประกอบได้ง่าย น้ำหนักเบา แข็งแรง และทนต่อการกัดกร่อนในบรรยากาศปกติ ทั้งนี้ผู้วิจัยได้ออกแบบฐานโครงบรรจุหัววัดรังสีเอกซ์ ให้มีลักษณะเป็นรางเลื่อนเพื่อความสะดวกในการเคลื่อนย้ายหัววัดรังสีออกมาเติมไนโตรเจนเหลวเพื่อการใช้งาน และใช้แผ่นอะคริลิกใสหนา 2 mm ปิดโครงสร้างภายนอกของเครื่องมือ

5.1.3 ห้องใส่ตัวอย่าง (Sample Chamber) ได้ออกแบบห้องใส่ตัวอย่างเป็นทรงกล่องสี่เหลี่ยม ขนาด $24 \times 24.5 \times 18.6 \text{ cm}^3$ (กว้างxยาวxสูง) ห้องใส่ตัวอย่างทำจากอะลูมิเนียมเฟรมและแผ่นอะลูมิเนียมหนา 2 mm และได้ทำการเคลือบคาร์บอนตรงฐานด้านล่างบริเวณฐานรองรับตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ เพื่อป้องกันเอกซเรย์ของธาตุอะลูมิเนียมที่อาจเกิดขึ้นจากการที่รังสี

เอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ ไปกระตุ้นหรือกระเจิงไปโดนซึ่งจะส่งผลให้มีพีคพลังงานของธาตุอะลูมิเนียมปรากฏบนกราฟในสเปกตรัมของตัวอย่างได้

5.1.4 ฐานรองรับตัวอย่างสำหรับงานวิเคราะห์ตัวอย่างประเภทของแข็งและของเหลว งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วัสดุคือแท่งและแผ่นโพลีออกซีเมทิลีน (Polyoxymethylene) หรือ พลาสติก POM สำหรับกลึงขึ้นรูปเป็นฐานรองรับตัวอย่างสำหรับงานวิเคราะห์ ฐานรองรับตัวอย่างมีลักษณะเป็นทรงกระบอกกลม เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 32 มิลลิเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายในเท่ากับ 30 มิลลิเมตร เหตุผลที่เลือกวัสดุ POM เนื่องจากนำมากลึงขึ้นรูปทรงได้ง่ายและมีความแข็งแรง อีกทั้งโครงสร้างโมเลกุลของพลาสติกชนิดนี้เป็น $(\text{CH}_2\text{O})_n$ จึงไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ตัวอย่างหากรังสีเอกซ์ป้อนจากหลอดรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นโดนหรือกระเจิงไปโดนฐานรองรับตัวอย่าง เนื่องจากหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ไม่สามารถวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำที่เกิดขึ้นจากธาตุที่มีเลขอะตอมต่ำกว่าธาตุอะลูมิเนียมได้ จึงไม่ส่งผลให้เกิดพีคบนกราฟในสเปกตรัมของตัวอย่างที่วิเคราะห์

5.1.5 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างมุมกระตุ้นจากหลอดรังสีเอกซ์กับขนาดพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์ ผลการศึกษาระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับหัววัดรังสี และระยะห่างระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการจัดระบบและวิธีการเพื่อทำการวิเคราะห์ธาตุเบาได้แก่ กำมะถัน แคลเซียม พบว่า

ก. มุมกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์ที่เหมาะสมในการใช้กระตุ้นสารตัวอย่างมีค่า 45° จากแนวระดับ (ยี่ดระนาบแกน X เป็นแนวระดับ) ระยะห่างจากสารตัวอย่างถึงหัววัดรังสี 2 cm พื้นที่ครอบคลุมลำรังสีเอกซ์เท่ากับ 69.25 mm^2 แกนเอกและแกนโทวงรีพื้นที่ครอบคลุมลำรังสีเท่ากับ $11.3 \text{ mm} \times 8.15 \text{ mm}$

ข. ฐานรองรับตัวอย่างของ chamber แบบช่องวงกลมเล็กสองช่อง ซึ่งให้อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ดีกว่าแบบช่องวงกลมใหญ่เดี่ยว อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ที่ดีกว่าทำให้มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดีกว่า

ค. ระยะห่างที่เหมาะสมระหว่างหัววัดรังสีกับหลอดรังสีเอกซ์คือ 3.85 cm ที่ระยะนี้อัตราส่วนค่านับรังสีสุทธิต่อแบคกราวด์ของตัวอย่างธาตุ Al, S และ Ca มีค่าสูงกว่าที่ระยะอื่นๆ

5.1.6 ขีดจำกัดของระบบ พบว่าระบบวิเคราะห์ธาตุเบาด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบแจกแจงพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์ที่ได้พัฒนาขึ้นนี้ สามารถวัดวิเคราะห์ธาตุในเชิงคุณภาพ

ได้ ตั้งแต่ธาตุที่มีเลขอะตอม 13 ขึ้นไป (ธาตุอะลูมิเนียม) และวัดวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณได้ ตั้งแต่ธาตุที่มีเลขอะตอม 14 ขึ้นไป ความเข้มข้นของธาตุกำมะถันและแคลเซียมน้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวิเคราะห์ได้คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและค่ากระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 100 วินาที คือ 2.61% และ 0.34% ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มค่าความต่างศักย์และค่ากระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 9 kV 0.15 mA พบว่าความเข้มข้นของธาตุกำมะถันน้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวัดวิเคราะห์ได้คือ 2.04% สำหรับความเข้มข้นของธาตุทองแดงน้อยสุดในสารตัวอย่างที่สามารถวัดวิเคราะห์ได้อยู่ที่ 51 ppm เมื่อตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 100 วินาที

จากผลวิจัยข้างต้นจะเห็นว่า การเพิ่มความต่างศักย์และกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์ ทำให้ LLD ของระบบวัดวิเคราะห์ลดต่ำลงได้ (LLD = ปริมาณสารน้อยสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ในตัวอย่าง) แต่ทั้งนี้ต้องคำนึงถึงอายุการใช้งานของหลอดรังสีเอกซ์ การจ่ายค่ากระแสและความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงๆ ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็นระยะเวลานาน จะทำให้อายุการใช้งานของหลอดรังสีเอกซ์สั้นลง

5.1.7 ผลการวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิด ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพกับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ

5.1.7.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพในตัวอย่างเส้นผม ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 30 วินาที พบว่ามีพีคพลังงานของธาตุแคลเซียม กำมะถัน และสังกะสีปรากฏชัดเจนอยู่ในสเปกตรัม จากการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่า ในเส้นผมนั้นมีธาตุแคลเซียม สังกะสี และกำมะถันเป็นองค์ประกอบ

ปกติแล้วเส้นผมจะมีแร่ธาตุจำพวกแคลเซียม แมกนีเซียม สังกะสี โซเดียม และกำมะถันเป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งแร่ธาตุในเส้นผมสามารถเป็นตัวชี้วัดมลพิษทางสิ่งแวดล้อมได้ ถ้าสภาพแวดล้อมที่มนุษย์อยู่มีมลพิษจากสารหรือธาตุจำพวกโลหะหนัก เช่น แคดเมียม ตะกั่ว โครเมียม จะสามารถตรวจพบธาตุเหล่านี้ในเส้นผมได้นอกจากธาตุองค์ประกอบของเส้นผม [16]

5.1.7.2 ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพในตัวอย่างถ่านหิน ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 12 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 30 วินาที พบว่ามีพีคพลังงานของธาตุกำมะถัน โพแทสเซียม แคลเซียม ไททานเนียม และเหล็กปรากฏอยู่ใน

สเปกตรัม จากผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่า ในถ่านหินตัวอย่างนั้นมีธาตุแคลเซียม ไททาเนียม โฟสเฟสซีสม เหล็กและกำมะถันเป็นองค์ประกอบ

5.1.7.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินด้วยวิธีเทียบสารมาตรฐานจากกราฟเทียบมาตรฐาน เมื่อตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์เป็น 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่าง 100 วินาทีพบว่า ถ่านหินรหัส A, B, C, D, E และ F มีปริมาณความเข้มข้นของกำมะถันคิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของตัวอย่างเท่ากับ 3.73, 1.16, 1.91, 2.43, 3.56 และ 4.70 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินเดียวกันกับวิธีอื่นได้แก่ วิธีทางวิเคราะห์ทางเคมี และวิธีวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยไอโซโทปรังสีและใช้หัววัดพรอพอร์ชันแนลวัดรังสีเอกซ์ของกำมะถันพบว่า การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยหลอดรังสีเอกซ์และใช้หัววัดรังสีเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูงสำหรับวัดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำซึ่งเป็นระบบที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ ให้ผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกับผลการวิเคราะห์ทางเคมีมากกว่าผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์แบบແຈກແຈງพลังงานที่กระตุ้นด้วยไอโซโทปรังสีและใช้หัววัดพรอพอร์ชันแนลวัดรังสีเอกซ์ของกำมะถัน

5.1.7.4 การวิเคราะห์หาปริมาณ Ca และ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ด้วยวิธีเติมสารมาตรฐาน ในการทดลองได้ตั้งค่าแหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูงและกระแสที่ให้หลอดรังสีเอกซ์คือ 8 kV 0.1 mA ใช้เวลาวัดตัวอย่างนาน 60 วินาที ความสัมพันธ์ที่ได้จากจำนวนนับรังสีสุทธิจากรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแคลเซียมที่เพิ่มขึ้นเทียบกับปริมาณความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมเข้าไปสามารถนำมาสร้างกราฟเพื่อหาปริมาณ CaO โดยดูได้จากจุดตัดแกน X ของกราฟ ค่า ณ จุดตัดแกน X กราฟเท่ากับ 3.16 ซึ่งเมื่อคูณค่า Dilution factor กลับไปจะทำให้ทราบปริมาณความเข้มข้นของ CaO ในตัวอย่างปูนซีเมนต์ได้ ความเข้มข้นของ CaO ที่วิเคราะห์ได้จากกราฟมีค่าเท่ากับ 58.08 %Wt. เมื่อคำนวณกลับไปหาปริมาณธาตุ Ca ในตัวอย่างปูนซีเมนต์พบว่ามีปริมาณธาตุ Ca เท่ากับ 41.49% Wt.

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ระบบวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้นจากงานวิจัยนี้ เมื่อทำการวัดวิเคราะห์ตัวอย่างจะมีพีคพลังงานของอาร์กอนปรากฏในสเปกตรัมด้วยเสมอ เนื่องจากไม่ได้ทำการวัดในระบบสุญญากาศหรือใช้แก๊สบางชนิดไหลผ่านเช่น ฮีเลียม หรือไนโตรเจน ทั้งนี้เพราะต้องการให้ระบบวัด

ประหยัดและใช้งานได้สะดวกที่สุด การปรากฏพีคพลังงานของธาตุอาร์กอนจากแก๊สอาร์กอนที่มีอยู่ในอากาศประมาณ 0.8% จะส่งผลต่อการวิเคราะห์โดยเฉพาะอย่างยิ่งการวิเคราะห์ธาตุที่ให้รังสีเอกซ์พลังงานต่ำ อีกทั้งอากาศเองก็มีผลต่อการดูดกลืนรังสีเอกซ์จากตัวอย่างไปบางส่วนก่อนที่รังสีเอกซ์จากตัวอย่างจะลงมาสู่หัววัดรังสี การแก้ปัญหาการรบกวนสามารถทำได้โดยใช้แก๊สฮีเลียมหรือแก๊สไนโตรเจนไหลผ่านใน chamber ซึ่งแก๊สฮีเลียมจะให้ประสิทธิภาพที่ดีกว่า แต่ข้อเสียของแก๊สฮีเลียมคือ แก๊สฮีเลียมสามารถแพร่ผ่านหน้าต่างหัววัดรังสีได้ ซึ่งอาจก่อให้เกิดความเสียหายต่อระบบสุญญากาศหรือ Vacuum ของหัววัดรังสีได้ในภายหลัง และไม่แนะนำให้ทำระบบสุญญากาศใน chamber กับระบบวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ เนื่องจากหน้าต่างหัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในงานวิจัยมีความบางมาก (8 ไมครอน) การทำระบบสุญญากาศอาจสร้างความเสียหายต่อหัววัดรังสีได้

5.2.2 ระบบวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้นจากงานวิจัยนี้ ไม่เหมาะกับการวิเคราะห์ธาตุคลอรีนโดยตรง ต้องใช้แผ่นกรองรังสีถึงสามารถวัดวิเคราะห์ธาตุคลอรีนในตัวอย่างได้ เนื่องจากพีครังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุคลอรีน (K_{α} 2.62 keV) จะไปซ้อนทับกับพีครังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุโรเดียมซึ่งเป็นวัสดุใช้ทำเป้าของหลอดรังสีเอกซ์ (L_{α} 2.69 keV) โดย ค่าพลังงานรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของโรเดียมนั้นมีค่าใกล้เคียงกับคลอรีนมาก หัววัดรังสีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ไม่สามารถแยกแยะความแตกต่างของพลังงานที่ใกล้เคียงกันขนาดนี้ได้ ถ้าหากต้องการวิเคราะห์ธาตุคลอรีนด้วยระบบวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้นจากงานวิจัยนี้สามารถทำได้แต่ต้องใช้แผ่นกรองรังสีหรือฟิลเตอร์ กรองรังสีที่ออกมาจากหลอดรังสีเอกซ์ก่อน เพื่อตัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของโรเดียมทิ้งไป จึงจะสามารถวิเคราะห์ธาตุคลอรีนในตัวอย่างได้

5.2.3 การวิเคราะห์ธาตุเบาในตัวอย่างบางชนิด ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพกับระบบที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อทดสอบประสิทธิภาพ ซึ่งได้สรุปผลไว้ในข้อ 5.1.7 นั้นเป็นการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิห้องและที่ความดันบรรยากาศปกติ การวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์นั้นมีหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อการวัดวิเคราะห์ธาตุ เช่น อุณหภูมิ ความกดอากาศ องค์ประกอบในสารตัวอย่าง ผลจากเนื้อผิวหน้าต่างตัวอย่าง ขนาดอนุภาค และความหนาของสารตัวอย่าง ปกติแล้วต้องเตรียมตัวอย่างให้มีความหนากว่า 'ความหนาวิกฤต' (Critical thickness) ซึ่งสามารถคำนวณได้ตามสมการ ก.1 ในภาคผนวก ก หรือดูได้จากการนำธาตุที่รังสีเอกซ์เฉพาะตัวมีค่าพลังงานสูงกว่าวางซ้อนกับตัวอย่างธาตุที่เราต้องการวิเคราะห์ หากในสเปกตรัมไม่เห็นพีคพลังงานของธาตุที่มีพลังงานรังสีเอกซ์สูงกว่าซึ่งซ้อนอยู่ด้านบนตัวอย่าง แสดงว่าตัวอย่างนั้นหนาเกินความหนาวิกฤตแล้ว

รายการอ้างอิง

- [1] Sumitra, T., et al. Determination of SO₂ in ambient air and in stacks of a tobacco curing plant using the XRF technique. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 229 (December 1990): 578-579.
- [2] จเด็จ เย็นใจ. การพัฒนาระบบวิเคราะห์ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในอากาศโดยใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, สาขาวิชานิวเคลียร์เทคโนโลยีภาคศึกษานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2544.
- [3] Yoshiaki Okada. Model SLFA-1800 Fluorescent X-ray Analyzer for Sulfur in oil. Readout HORIBA Technical Reports No.6 (July 1992): 43-51.
- [4] Dogana, O. and Tirasoglu, E. Determination of potassium, calcium and chlorine in some vegetables by EDXRF. Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 101 (2006): 141-145.
- [5] Gonzalez-Fernandez, O., Queralt, I., Carvalhob, M.L. and Garcia, G. Elemental analysis of mining wastes by energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF). Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 262 (2007): 81–86.
- [6] Chassapis, K. and Roulia, M. Evaluation of low-rank coals as raw material for Fe and Ca organomineral fertilizer using a new EDXRF method. International Journal of Coal Geology 75 (2008): 185–188.
- [7] สัมพันธ์ วงศ์นาวา. เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรีแบบกระจายพลังงาน. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [8] บทความสมมตินิวเคลียร์แห่งประเทศไทย. การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ [ออนไลน์]. 2543. แหล่งที่มา: <http://www.nst.or.th/article/article494/article49418.htm>
[2552, ตุลาคม 11]
- [9] Eugene, P. B. Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis. New York: Plenum Press, 1979.
- [10] HORIBA, Ltd. X-Ray Fluorescence – Intensity [Online]. 1996. Available from: <http://www.horiba.com/fr/scientific/products/x-ray-fluorescence-analysis/tutorial/> [2010, January 20]
- [11] พันทิพย์ แสงเชื้อพ้อ. การพัฒนาต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่กระตุ้นด้วยอะเมริเซียม-241 สำหรับการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, สาขาวิชา

นิเวศลิษฐ์เทคโนโลยี ภาควิชานิเวศลิษฐ์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย, 2552.

- [12] U. S. Geological Survey Open-File Report 01. A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction [Online]. Available from: <http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/html/docs/xrpd.htm> [2010, March 15]
- [13] Wittke, J. Continuum X-Rays [Online]. Available from: <http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Xray-Continuum.html> [2011, March 20]
- [14] Geosphere. Quantitative 3D petrography using X-ray tomography 3 [Online]. Available from: <http://geosphere.gsapubs.org/content/6/6/782/F2.expansion.html> [2010, March 20]
- [15] CANBERRA Industries, Inc. Ultra-LEGe Detector (GUL) [Online]. Available from: <http://www.canberra.com/products/495.asp> [2011, March 24]
- [16] Baranowska, I., Barchasni, L. and Smolec, M. X-Ray Fluorescence Spectrometry in Multielemental Analysis of Hair and Teeth. Polish Journal of Environmental Studies Vol.13, No. 6 (2004): 639-646.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ก1. สมการคำนวณความหนาวิกฤตของตัวอย่าง

ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปกติแล้วความเข้มข้นสีเอกซ์เฉพาะของธาตุหนึ่งๆ จะแปรผันตามความหนาของตัวอย่างจนถึงความหนาค่าหนึ่ง ซึ่งเป็นความหนาที่ไม่ทำให้ความเข้มข้นสีเอกซ์เฉพาะจากตัวอย่างที่ต้องการวัดวิเคราะห์เพิ่มขึ้นอีกแล้ว เรียกความหนาที่ว่า 'ความหนาวิกฤต' (critical thickness) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ [9]

$$M_{\text{sat}} = \frac{3}{(\mu_e + \mu_f)}$$

โดย M_{sat} = ความหนาวิกฤต หน่วยเป็น (g/cm²)
 μ_e = ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของสารตัวอย่างต่อรังสีปฐมภูมิ
 μ_f = ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของสารตัวอย่างต่อรังสีเอกซ์เรือง

ก.2 การคำนวณปริมาณความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ในสารตัวอย่าง ด้วยวิธีวิเคราะห์แบบเติมธาตุมาตรฐาน (standard addition) [9]

การเติมธาตุมาตรฐานลงไปในตัวอย่างเป็นการเติมธาตุชนิดเดียวกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ลงไปเพื่อวัดความเข้มข้นสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เพิ่มขึ้นเทียบกับความเข้มข้นสีเอกซ์เฉพาะตัวก่อนเติมธาตุมาตรฐาน สมมติให้ธาตุที่สนใจมีความเข้มข้นเท่ากับ C_x วัดความเข้มข้นสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ I_x เมื่อเติมธาตุมาตรฐานลงไปจำนวนหนึ่งแล้วทำให้ธาตุที่สนใจมีความเข้มข้นเท่ากับ $C_{x+\Delta x}$ วัดความเข้มข้นสีเอกซ์ได้เพิ่มขึ้นเป็น $I_{x+\Delta x}$

$$\begin{aligned} I_x &= \alpha C_x \\ I_{x+\Delta x} &= \alpha (C_x + \Delta C_x) \\ I_{x+\Delta x} &= (DC_x + C_{\Delta x}) \end{aligned}$$

เมื่อ Δx มีค่าน้อย k มีค่าเข้าใกล้ k' จะได้ ($k \cong k'$)

$$\frac{I_x}{I_{x+\Delta x}} = \frac{C_x}{(DC_x + C_{\Delta x})}$$

เมื่อ D (dilution factor) = $\frac{\text{น้ำหนักของตัวอย่าง}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่าง} + \text{น้ำหนักของธาตุหรือสารมาตรฐานที่เติม}}$

$C_{\Delta x}$ คือ ความเข้มข้นของธาตุที่สนใจจากสารมาตรฐานที่เติมลงไป
(คิดเป็นความเข้มข้นในตัวอย่าง)

$$C_{\Delta x} = \frac{\text{น้ำหนักของธาตุที่เติมลงไป}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่าง} + \text{น้ำหนักของสารมาตรฐานที่เติม}}$$

ดังนั้น

$$C_x = \frac{C_{\Delta x}}{\frac{I_{x+\Delta x}}{I_x} - D}$$

ก3. ขีดจำกัดในการตรวจวัด

ขีดจำกัดในการตรวจวัด หรือ Lower Limit of Detection (LLD) ของแต่ละธาตุในสารตัวอย่างหมายถึง ปริมาณหรือความเข้มข้นต่ำสุดของธาตุใดๆ ที่สามารถตรวจวัดได้โดยเครื่องมือและวิธีการที่เลือกมาใช้ในการวิเคราะห์ ค่าขีดจำกัดในการตรวจวัดของแต่ละธาตุจะมีค่าไม่เท่ากันโดยทั่วไป LLD หาได้จากค่าปริมาณหรือความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถให้สัญญาณเท่ากับสามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณพื้นหลังในบริเวณเดียวกัน แสดงสมการได้ดังนี้ [7]

$$C_{DL} = \frac{3\sqrt{I_b}}{M\sqrt{t_b}}$$

C_{DL} = ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้

I_b = ความเข้มข้นของสัญญาณพื้นหลัง มีหน่วยเป็น cps

M = ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุต่อความเข้มข้นมีหน่วยเป็น cps/%

หรือ cps/ppm

t = เวลาที่ใช้ในการตรวจวัดสัญญาณพื้นหลัง มีหน่วยเป็นวินาที



ภาคผนวก ข

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

K5039S

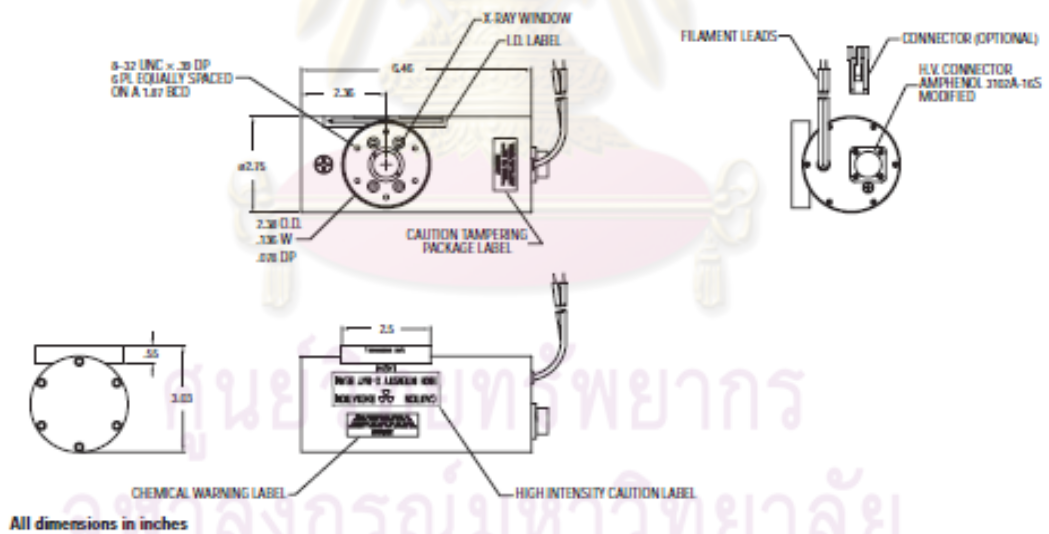
Thermo Electron Corporation—the one source for x-ray generation. Thermo's Kevex X-Ray line has been providing quality x-ray sources to x-ray markets since 1978. We are known and respected worldwide for our innovation in x-ray source integration and microfocus technology.

K5039S
High Stability X-Ray Tube
50 kV



The K5039S is a constant potential, continuous duty x-ray tube for use where moderate target voltage and stable x-ray flux are required. The beryllium window keeps the x-ray beam filtration to a minimum for applications that require a large range of x-ray energy levels. The small size and front mounting flange make the K5039S easy to install and manipulate.

A matching modular power supply is available to drive the tube, and an optional analog controller enables the user to adjust and monitor high voltage and beam current.



Product Specifications

K5039S

Target Voltage Range

4 kV to 50 kV

Power

50 watts

Maximum Electron Beam Current

2.0 mA, not to exceed 50 watts

Spot Size and Power Dissipation

0.2 mm x 0.4 mm and 50 watts

Standard Target Material

Tungsten, Rhodium, or Molybdenum

Target Angle

24 degrees from plane of target surface to window normal.

Target Type

Solid

Window Material and Thickness

Beryllium - 0.005 inches (0.13 mm)

Window Diameter

0.6 inches (15 mm)

X-Ray Cone of Illumination

25 degrees inclusive

Target to Outer Flange Spacing

1.5 inches (38 mm)

Cooling Requirement

Forced air typically at 80 cfm (not supplied with tube).

Maximum Tube Housing Temperature

55 °C

Radiation Shielding

The user must provide adequate shielding in the window area. Shielding of the housing is sufficient to ensure that x-ray leakage is less than 0.5 mR/hour, measured one inch away from any part of the housing.

Recommended Shielding

Lead, 0.125 inches thick (3.2 mm).

Tube Type

Sealed, Metal-Glass

High Voltage Polarity

Grounded Cathode

Electron Emission Source

Focused Filament

Filament Voltage

Typical 1.8 VAC; Maximum 2.4 VAC

Filament Current

Typical 1.6 amps; Maximum 1.7 amps

Duty Cycle

Continuous

High Voltage Insulation

Dials Oil

Typical X-Ray Flux at 50 kV

52 R/minute at 50 watts
Measured at a distance of one foot with Keithley 96035B ion chamber and 35060A readout.

X-Ray Flux Stability

0.2 % maximum relative standard deviation over any 4 hour period in 20 hours when operated with appropriate power supply operating above 20 kV.

Ambient Operating Environment

0 °C to 40 °C to an altitude of 5,000 feet.

Weight

7.5 lbs (3.4 kg).

Main Dimensions

See drawing.

Cables

Up to 33 foot (10 meter) High and Low Voltage cables ordered separately.

Mounting

The nickel plated brass housing can be held with a circular clamp, or by the flange mounting holes.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



D50481, 1/04/05
08/000-1000-00-00

©2004 Thermo Electron Corporation. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation and its subsidiaries. Specifications, dimensional pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

Worldwide Sales

320 El Pueblo Road, Scotts Valley, CA, USA 95066
Phone: 831-438-5940, Fax: 831-438-5892

www.thermo.com

Thermo
ELECTRON CORPORATION



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material 2682a

Sulfur in Coal

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the evaluation of methods and the calibration of instruments used in the determination of sulfur in coal. In addition to sulfur content it is also certified for ash content and calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$). SRM 2682a consists of a 50 g bottle of subbituminous coal that was ground to pass a 60 mesh sieve and homogenized.

Certified Values: The certified values for SRM 2682a are given in Table 1. Except for sulfur, the certified values are based on measurements using two or more independent, reliable techniques or methods. The sulfur content is based solely on measurements from isotope dilution thermal ionization mass spectrometry, one of NIST's most accurate analytical techniques.

The methods used for the certification analyses are given in Table 2. Noncertified values for major and minor elements are given in Table 3. These noncertified values are provided for information only. They are based on measurements made using a single technique or method.

Notice to Users: The certified calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) decreases with aging and normal oxidation of the coal. NIST redetermines the calorific value routinely and revises the Certificate of Analysis accordingly. The user must be careful to use the most recent certificate value. The reference date for the calorific data in this certificate is September, 1993.

Use: The bottle of coal should be thoroughly mixed by rotating the bottle before sampling. The certified sulfur value is based on a sample size of at least a 100 mg sample of the dried material (see drying instructions) and is reported on a "dry-weight" basis. The calorific value and ash content were determined using minimum sample weights of 1 g.

Expiration of Certification: The certification of SRM 2682a, except for the calorific value, will be valid up to 5 years from the date of shipment from NIST. Should any of the certified values or physical parameters become invalid prior to that date, purchasers will be notified.

The overall direction and coordination of technical measurements leading to the certification of this SRM were performed in the Inorganic Analytical Research Division under the chairmanship of W.F. Koch.

Gaithersburg, MD 20899
May 3, 1994
(Revision of certificate dated 6-3-91)

Thomas E. Gills, Chief
Standard Reference Materials Program

(over)

Statistical analysis was performed by R.C. Paule and S.B. Schiller, of the Statistical Engineering Division.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this SRM were coordinated through the Standard Reference Materials Program by T.E. Gills. Updating of the BTU certification was coordinated by J.S. Kane.

Table 1. Certified Values for SRM 2682a

SRM No.	Coal Type	Sulfur ¹ Wt. %	Furnace ¹ Ash Wt. %	HHV ₂ ^{*2} MJ·kg ⁻¹ (Btu·lb ⁻¹)
2682a	Subbituminous	0.486 ± 0.006	6.3 ± 0.1	25.48 ± 0.45 (10954 ± 193)

[Note: MJ·kg⁻¹ = 429.9226 Btu_{th}·lb⁻¹ was used for the calorific value conversion].

¹The uncertainty is expressed as two times the standard deviation of the certified value; it includes observed variability within measurement methods and observed material heterogeneity.

²The certified calorific value and its uncertainty form a 95% confidence interval for 24 months of anticipated sample degradation. The certified value is the midpoint of this interval, which began September, 1993.

*HHV₂: Higher Heating Value - Moisture Free

Table 2. Analytical Methods and Techniques Used for the Determination of Sulfur, Furnace Ash, and Calorific Content in SRM 2682a

Certified Constituent/ Physical Property	Technique(s) Used
Sulfur	A,B,C
Furnace Ash	D
Calorific Content, Higher Heating Value- Moisture Free (HHV ₂)	E,F

- A. Isotope Dilution Thermal Ionization Mass Spectrometry
- B. X-ray Fluorescence Spectrometry
- C. ASTM D 4239 Method C - High Temperature Combustion with Infrared Absorption
- D. ASTM D 3174 Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke
- E. ASTM D 2015 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Adiabatic Bomb Calorimeter
- F. ASTM D 3286 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Isoperibol Bomb Calorimeter

Preparation and Testing: Approximately 900 kg of coal was obtained from the Amax Coal Company's Belle Ayr Mine near Gillette, in Campbell County, WY. This mine, opened for production in 1973, is an open pit mine that produces subbituminous coal from the Wyodak-Anderson coal seam, which is a part of the Powder River Coal Basin. Additional information on sampling and preparation can be obtained from the NBS Special Publication 260-84, Sampling, Materials Handling, Processing, and Packaging of NBS Sulfur in Coal Standard Reference Materials.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

The coal was oven dried prior to processing in accordance with procedures outlined in ASTM D 2013. At least 500 kg of the coal was reduced in size to -60 mesh and screened prior to blending. The -60 mesh coal was blended in a stainless steel cone blender (approximate capacity 0.85 cubic meter). The 2682a lot was further homogenized by a spinning riffling technique and then bottled into 50 g units. Homogeneity testing was done on both the bulk materials and 50 g bottled units using X-ray fluorescence analysis. Replicate analyses indicated the material variability for sulfur to be within $\pm 0.2\%$ (relative).

Stability: This SRM is considered to be stable for 5 years for its intended use, if properly stored in its original tightly sealed bottle away from sunlight and intense sources of radiation. NIST will continue to monitor representative samples from the SRM "lot". Any substantive change in its certification or analysis will be reported to the purchaser.

Instructions for Drying: The certification of sulfur in this SRM is reported on a dry weight basis; thus the concentration determined on undried samples should be adjusted for the moisture content of the sample. The recommended procedure for drying is oven drying for 2 h at 105 °C. Typical moisture loss using the recommended method for drying is 16.7 ± 0.4 wt. %. However, for the calorific value, a moisture determination was made on a duplicate analysis sample of coal and that moisture value was then used for converting the calorific value to a dry weight basis.

ANALYSTS

Analyses for the certification of this SRM were performed in the following laboratories:

National Institute of Standards & Technology, R. Greenberg, K.E. Hehn, W.R. Kelly, W.F. Koch, R.M. Lindstrom, P.A. Pella, Inorganic Analytical Research Division; D.R. Kirklín and E.L. Diaz-Chemical Thermodynamics Division.

Consolidation Coal Company, Library, PA 15129, T. Altman, K. Buchman, S. Clore, J.F. Cryster, L. Hrovatic, L.W. Rosendale, and R. Strong.

Supplemental Information

The concentration values listed in Table 3 for the major and minor elements were determined using thermal neutron activation analysis and neutron capture prompt-gamma activation analysis. These values are not certified but provided as additional information on the matrix. While no reason exists to suspect systematic bias in these numbers, no attempt was made to determine if bias, attributable to the methods, exists.

Table 3. Noncertified Values for SRM 2682a

Mean Concentrations ($\mu\text{g/g}$ Unless Noted)

Element	Mean Concentration	Element	Mean Concentration
Al, wt. %	0.46	La	5.2
As	1.0	Mg, wt. %	0.2
B	39	Mn	26
Ba	382	N, wt. %	0.8
Br	3.7	Na, wt. %	0.10
C, wt. %	75	Rb	<2
Ca, wt. %	1.1	Sb	0.19
Ce	10	Sc	1.5
Co	1.7	Se	0.91
Cr	15	Sm	0.78
Cs	<0.1	Th	1.5
Eu	0.17	Ti, wt. %	0.05
Fe, wt. %	0.24	U	0.52
H, wt. %	4.7	V	15
Hf	0.60	W	1.8
Km, wt. %	0.01	Zn	8.6



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material 2683a

Sulfur in Coal

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the evaluation of methods and the calibration of instruments used in the determination of sulfur in coal. In addition to sulfur, it is also certified for ash content and calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$). SRM 2683a consists of a 50-g bottle of bituminous coal that was ground to pass a 250- μm (60-mesh) sieve and homogenized.

Certified Values: The certified values for SRM 2683a are given in Table 1. Except for sulfur, the certified values are based on measurements using two or more independent, reliable techniques or methods. The sulfur content is based solely on measurements from isotope dilution thermal ionization mass spectrometry, one of NIST's most accurate analytical techniques.

The methods used for the certification analyses are given in Table 2. Noncertified values for major and minor elements are given in Table 3. These noncertified values are provided for information only. They are based on measurements made by using a single technique or method.

Notice to Users: The certified calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) decreases with aging and normal oxidation of the coals. NIST redetermines the calorific value annually and revises the Certificate of Analysis accordingly. The reference date for the calorific data in this certificate is October, 1992.

Use: The bottle of coal should be thoroughly mixed by rotating the bottle before sampling. The certified sulfur value is based on a sample size of at least 100 mg of the dried material (see drying instructions) and is reported on a "dry-weight" basis. The calorific value and ash content were determined using minimum sample weights of 1 g.

Expiration of Certification: The certification of 2683a, except for the calorific value, will be valid up to 5 years from the purchase date. Should any of the certified values or physical parameters become invalid prior to that date, purchasers will be notified.

The overall direction and coordination of technical measurements leading to the certification of this SRM were performed in the NIST Inorganic Analytical Research Division under the chairmanship of W.F. Koch.

The statistical analysis of the certification data was performed by R.C. Paule and S.B. Schiller of the NIST Statistical Engineering Division.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Standard Reference Material were coordinated through the Standard Reference Materials Program by T.E. Gills.

Gaithersburg, MD 20899
November 13, 1992
(Revision of certificate dated 6-30-92)

William P. Reed, Chief
Standard Reference Materials Program

(over)

Table 1. Certified Values for SRM 2683a

SRM No.	Coal Type	Sulfur Wt. %	Furnace Ash Wt. %	Gross Calorific Value* MJ • kg ⁻¹ (Btu • lb ⁻¹)
2683a	Bituminous	1.89 ± 0.03	6.8 ± 0.1	31.90 ± 0.24 (13715 ± 103)

[Note: MJ • kg⁻¹ = 429.9226 Btu_{th} • lb⁻¹ was used for the calorific conversion].

*Higher Heating Value-Moisture Free

The uncertainty of a certified value, except for the calorific value, is expressed as two times the standard deviation of the certified value and includes observed variability within and between measurement methods and any observed material heterogeneity. For the certified calorific value the calorific value, the uncertainty is a 95% confidence interval with an additional allowance for sample degradation.

Table 2. Analytical Methods and Techniques Used for the Determination of Sulfur, Furnace Ash, and Gross Calorific Value in SRM 2683a.

Certified Constituents/ Physical Property	Methods or Techniques Used
Sulfur†	A, B, C, D, E
Furnace Ash	E, F
Calorific Content - Higher Heating Value - Moisture Free (HHV2)	E, G, H, I, J

†Note: The certified sulfur value is based solely on measurements from Method A. Methods B,C,D,E were used to confirm the sulfur value.

- A. Isotope Dilution Thermal Ionization Mass Spectrometry
- B. X-ray Fluorescence Spectrometry
- C. ASTM D3177 Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke
- D. ASTM D4239 Standard Test Method for Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High Temperature Tube Furnace Combustion Methods (Method C)
- E. Commercial Coal/ Sulfur Analyzer
- F. ASTM D3174 Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke
- G. ASTM D2015 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Adiabatic Bomb Calorimeter
- H. ASTM D3286 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Isoperibol Bomb Calorimeter
- I. ASTM D3180 Standard Test Method for Calculating Coal and Coke Analyses from As-Determined to Different Bases
- J. ASTM 3173 Standard Test Methods for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke

Preparation and Testing: Approximately 900 kg of coal was obtained from Humphrey No. 7 mine and coal preparation plant of the Consolidation Coal Company, Christopher Coal Division, Osage, West Virginia. This mine produces bituminous coal with a sulfur content of 1.8-1.9 percent (dry basis), after washing. This coal was obtained from an underground mine that recovers coal from the Pittsburgh seam.

The coal was oven dried prior to processing in accordance with procedures outlined in ASTM D2013. At least 500 kg of the coal was reduced in size to -250 μm (-60 mesh) and screened prior to blending. The coal was blended in a stainless steel cone blender (approximate capacity 0.85 cubic meter). SRM 2683a was further homogenized by a spinning riffling technique and then bottled into 50-g units. Homogeneity testing was done on bottled units using x-ray fluorescence spectrometry. Replicate analyses indicated the material variability for sulfur to be within ± 0.2% (relative).

Stability: This SRM is considered to be stable for its intended use if properly stored in its original tightly sealed bottle away from sunlight and intense sources of radiation. NIST will continue to monitor representative samples from the SRM "lot". Any substantive change in its certification or analysis will be reported to the purchaser.

Instructions for Drying: The certification of sulfur in this SRM is reported on a dry-weight basis, thus the concentration determined on undried samples should be adjusted for the moisture content of the sample. The recommended procedures for drying are vacuum drying at ambient temperature for 24 hours or oven drying for 2 hours at 105 °C. Typical moisture loss using the recommended methods for drying is approximately 3.8%. However, for the calorific value, a moisture determination is made on a duplicate analysis sample of coal and that moisture value is then used to convert the calorific value to a dry-weight basis.

SUPPLEMENTAL INFORMATION

The concentration values listed in Table 3 for the major and minor elements were determined using thermal neutron activation analysis and neutron capture prompt-gamma activation analysis. These values are **not** certified, but are provided as additional information on the matrix. While no reason exists to suspect systematic bias in these numbers, no attempt was made to determine if bias, attributable to the methods, exists.

Table 3. Noncertified Values for SRM 2683a

(Mean Concentrations (mg/kg) Unless Noted)

<u>Element</u>	<u>Mean Concentration</u>	<u>Element</u>	<u>Mean Concentration</u>
Al, wt.%	0.86	La	5.1
As	3.6	Mg, wt.%	0.05
B	67	Mn	13
Ba	71	N, wt.%	1.6
Br	17	Na, wt.%	0.05
C, wt.%	79	Rb	5.3
Ca, wt.%	0.20	Sb	0.28
Ce	9	Sc	1.9
Co	2.2	Se	1.2
Cr	11	Sm	0.86
Cs	0.4	Th	1.4
Eu	0.18	Ti, wt.%	0.04
Fe, wt.%	0.76	U	0.42
H, wt.%	5.0	V	14
Hf	0.42	W	0.48
K, wt.%	0.08	Zn	9.5

ANALYSTS

Analyses for the certification of this SRM were performed in the following laboratories:

National Institute of Standards & Technology

R. Greenberg, K.E. Hehn, W.R. Kelly, W.F. Koch, and R.M. Lindstrom-- Inorganic Analytical Research Division.

P.A. Pella and G.A. Sleater--Gas and Particulate Science Division.

J.C. Colbert, E. Diaz, and D.R. Kirklin--Chemical Thermodynamics Division.

Electric Fuels Corporation--Tampa, FL 33619--B.S. MacDonald.

Consolidation Coal Company--Library, PA 15129--L.W. Rosendale.

Dickerson Laboratories, Inc.--El Paso, TX 79913-0006--R. Peck.



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material 2684a

Sulfur in Coal

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the evaluation of methods and the calibration of instruments used in the determination of sulfur in coal. In addition to sulfur, it is also certified for ash content and calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$). SRM 2684a consists of a 50-g bottle of bituminous coal that was ground to pass a 250- μm (60 mesh) sieve and homogenized.

Certified Values: The certified values for SRM 2684a are given in Table 1. Except for sulfur, the certified values are based on measurements using two or more independent, reliable techniques or methods. The sulfur content is based solely on measurements from isotope dilution thermal ionization mass spectrometry, one of NIST's most accurate analytical techniques.

The methods used for the certification analyses are given in Table 2. Noncertified values for major and minor elements are given in Table 3. These noncertified values are provided for information only. They are based on measurements made by using a single technique or method.

Notice to Users: The certified calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) decreases with aging and normal oxidation of the coals. NIST redetermines the calorific value annually and revises the Certificate of Analysis accordingly. The reference date for the calorific data in this certificate is October, 1992.

Use: The bottle of coal should be thoroughly mixed by rotating the bottle before sampling. The certified sulfur value is based on a sample size of at least 100 mg of the dried material (see drying instructions) and is reported on a "dry-weight" basis. The calorific value and ash content were determined using minimum sample weights of 1 g.

Expiration of Certification: The certification of 2684a, except for the calorific value, will be valid up to 5 years from the purchase date. Should any of the certified values or physical parameters become invalid prior to that date, purchasers will be notified.

The overall direction and coordination of technical measurements leading to the certification of this SRM were performed in the NIST Inorganic Analytical Research Division under the chairmanship of W.F. Koch.

The statistical analysis of the certification data was performed by R.C. Paule and S.B. Schiller of the NIST Statistical Engineering Division.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Standard Reference Material were coordinated through the Standard Reference Materials Program by T. E. Gills.

Gaithersburg, MD 20899
November 13, 1992
(Revision of certificate dated 6-3-91)

William P. Reed, Chief
Standard Reference Materials Program

(over)

Special Publication 260-84, Sampling, Material Handling, Processing, and Packaging of NBS Sulfur in Coal Standard Reference Materials. The coal was oven dried prior to processing in accordance with procedures outlined in ASTM D2013. At least 500 kg of the coal was reduced in size to $-250\ \mu\text{m}$ (-60 mesh) and screened prior to blending. The coal was blended in a stainless steel cone blender (approximate capacity 0.85 cubic meter). SRM 2684a was further homogenized by a spinning riffling technique and then bottled into 50-g units. Homogeneity testing was done on bottled units using x-ray fluorescence spectrometry. Replicate analyses indicated the material variability for sulfur to be within $\pm 0.2\%$ (relative).

Stability: This SRM is considered to be stable for its intended use if properly stored in its original tightly sealed bottle away from sunlight and intense sources of radiation. NIST will continue to monitor representative samples from the SRM "lot". Any substantive change in its certification or analysis will be reported to the purchaser.

Instructions for Drying: The certification of sulfur in this SRM is reported on a dry-weight basis; thus the concentration determined on undried samples should be adjusted for the moisture content of the sample. The recommended procedures for drying are vacuum drying at ambient temperature for 24 hours or oven drying for 2 hours at $105\ ^\circ\text{C}$. Typical moisture loss using the recommended methods for drying is approximately 3.8%. However, for the calorific value, a moisture determination is made on a duplicate analysis sample of coal and that moisture value is then used to convert the calorific value to a dry-weight basis.

SUPPLEMENTAL INFORMATION

The concentration values listed in Table 3 for the major and minor elements were determined using thermal neutron activation analysis and neutron capture prompt-gamma activation analysis. These values are not certified, but are provided as additional information on the matrix. While no reason exists to suspect systematic bias in these numbers, no attempt was made to determine if bias, attributable to the methods, exists.

Table 3. Noncertified Values for SRM 2684a

(Mean Concentrations (mg/kg) Unless Noted)

<u>Element</u>	<u>Mean Concentration</u>	<u>Element</u>	<u>Mean Concentration</u>
Al, wt.%	1.1	La	6.7
As	3.9	Mg, wt.%	0.08
B	114	Mn	36
Ba	41	N, wt.%	1.6
Br	11	Na, wt.%	0.03
C, wt.%	68	Rb	15
Ca, wt.%	0.44	Sb	0.35
Ce	12	Sc	2.7
Co	3.9	Se	1.9
Cr	17	Sm	1.1
Cs	1.2	Th	2.0
Eu	0.23	Ti, wt.%	0.06
Fe, wt.%	1.5	U	0.90
H, wt.%	4.8	V	22
Hf	0.57	W	0.56
K, wt.%	0.20	Zn	110

Table 1. Certified Values for SRM 2684a

SRM No.	Coal Type	Sulfur Wt.%	Furnace Ash Wt.%	Gross Calorific Value* MJ·kg ⁻¹ (Btu·lb ⁻¹)
2684a	Bituminous	3.06±0.03	11.0±0.1	28.50±0.24 (12253±103)

[NOTE: MJ·kg⁻¹ = 429.9226 Btu_{th}·lb⁻¹ was used for the calorific conversion].

*Higher Heating Value-Moisture Free

The uncertainty of a certified value, except for the calorific value, is expressed as two times the standard deviation of the certified value and includes observed variability within and between measurement methods and any observed material heterogeneity. For the certified calorific value, the uncertainty is a 95% confidence interval with an additional allowance for sample degradation.

Table 2. Analytical Methods and Techniques Used for the Determination of Sulfur, Furnace Ash, and Gross Calorific Value in SRM 2684a.

Certified Constituents/ Physical Property	Methods or Techniques Used
Sulfur†	A, B, C, D, E
Furnace Ash	E, F
Calorific Content - Higher Heating Value - Moisture Free (HHVZ)	E, G, H, I, J

† Note: The certified sulfur value is based solely on measurements from Method A. Methods B,C,D,E were used to confirm the sulfur value.

- A. Isotope Dilution Thermal Ionization Mass Spectrometry
- B. X-ray Fluorescence Spectrometry
- C. ASTM D3177 Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke
- D. ASTM D4239 Standard Test Method for Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High Temperature Tube Furnace Combustion Methods (Method C)
- E. Commercial Coal/ Sulfur Analyzer
- F. ASTM D3174 Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke
- G. ASTM D2015 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Adiabatic Bomb Calorimeter
- H. ASTM D3286 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke by the Isooperibol Bomb Calorimeter
- I. ASTM D3180 Standard Test Method for Calculating Coal and Coke Analyses from As-Determined to Different Bases
- J. ASTM 3173 Standard Test Methods for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke

Preparation and Testing: Approximately 900 kg of coal was obtained from the Delta mine of the Amax Coal Company, Marion, Illinois. The mine is a surface mine that produces bituminous coal with a sulfur content, after working, of 2.8-2.9 percent (dry basis). The coal mined at the Delta mine was obtained from the Illinois No. 6 Herrin seam. Additional information on sampling and preparation can be obtained from the NIST



National Bureau of Standards

Certificate of Analysis

Standard Reference Materials

2682, 2683, 2684, and 2685

Sulfur in Coal

These Standard Reference Materials (SRM's) are intended primarily for use as analytical standards for the determination of sulfur in coal. In addition to sulfur they are certified for their ash content and calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) except for SRM 2682. The Higher Heating Value-Moisture Free (HHV2) for SRM 2682 was removed from certification because the HHV2 value of the bottled material is changing at an unpredictable rate.

SRM's 2682-2685 each consists of a 50-g bottle of a different coal composition. Each material was ground to pass a 60-mesh sieve and homogenized. The certification of the materials for sulfur is based on at least a 250-mg sample of the dried material, the minimum amount that should be used for analysis (see drying instructions). The calorific values were determined using procedures recommended in ASTM methods (see references in Table 1). The certified values for the four different coals are given in Table 1 along with methods used for certification. Noncertified values for major and minor elements are given in Table 2. These values are provided for information only.

Notice to Users: The certified calorific values ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) decreases upon the aging or normal oxidation of the coals. NBS redetermines these values each year and revises the Certificate of Analysis. The user must be careful to use the most current revised certificate. The reference date for the calorific data in this revised certificate is October 1987.

Certification analyses were performed by W.R. Kelly, W.F. Koch, P.J. Paulsen, and J.W. Stolz of the Inorganic Analytical Research Division and J.C. Colbert and D.R. Kirklia of the Chemical Thermodynamics Division.

Analyses for supplemental information were performed in the Inorganic Analytical Research Division by R. Fleming, R. Greenberg, and R.M. Lindstrom.

The statistical analysis of the certification data was performed by R.C. Paule of the National Measurement Laboratory.

The overall direction and coordination of the technical measurements leading to certification were performed under the chairmanship of E.L. Garner.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of these Standard Reference Materials were coordinated through the Office of Standard Reference Materials by T.E. Gills.

October 30, 1987
Gaithersburg, MD 20899
(Revision of Certificates
dated 12-14-82, 2-7-83,
2-25-85, and 6-30-86)

Stanley D. Rasberry, Chief
Office of Standard Reference Materials

Table 1
Certified Values for SRM's 2682, 2683, 2684, and 2685

SRM No.	Coal Type	Sulfur ^{1,2,3} Wt. %	Furnace ⁴ Ash Wt. %	HHV2 ^{5,6} MJ·kg ⁻¹ (Btu. lb ⁻¹)
2682	Subbituminous	0.47 ± 0.03	6.37 ± 0.18	
2683	Bituminous	1.85 ± 0.06	6.85 ± 0.02	32.40 ± .16 (13930 ± 70)
2684	Bituminous	3.00 ± 0.13	11.09 ± 0.18	29.03 ± .46 (12480 ± 200)
2685	Bituminous	4.62 ± 0.18	16.53 ± 0.15	27.38 ± .35 (11770 ± 150)

1 ASTM D3177 Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke.

2 Ion Chromatography with Bomb Combustion.

3 Thermal Ionization Mass Spectrometry, Sealed Glass Tube Digestion.

4 ASTM D3174 Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke.

5 ASTM D2015 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Solid Fuel by the Adiabatic Bomb Calorimeter.

6 ASTM D3180 Standard Test Method for Calculating Coal and Coke Analyses from As-Determined to Different Bases.

7 ASTM D3173 Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke.

The uncertainty of a certified value, except the calorific value, is expressed as two times the standard error and includes observed variability within and between measurement methods and any observed material heterogeneity. For the certified calorific values the uncertainty is expressed as two times the standard deviation for the certified HHV2 value. The uncertainty includes the observed variability within and between HHV2 measurements, as well as any observed sample heterogeneity. An allowance for sample degradation, equivalent to one year's degradation, has also been added to the uncertainty.

PREPARATION AND TESTING

Approximately 900 kg of coal was obtained from each of four different coal mine locations. All coals were oven dried prior to processing in accordance with procedures outlined in ASTM D2013. At least 500 kg of each of the four coals were reduced in size to -60 mesh and screened prior to blending. Each of the -60 mesh coals was blended in a stainless steel cone blender (approximate capacity 0.85 cubic meter). The coals were then bottled into individual 50-g units. Homogeneity testing was done on both the bulk materials and 50-g bottled units using x-ray fluorescence analysis. Replicate analyses indicated the material variability for sulfur to be within ± 2% (relative) for all four SRM's.

The homogeneity studies were performed by T.E. Gills and M. Watson of the Office of Standard Reference Materials and P.A. Pella of the Gas and Particulate Science Division.

ANALYSIS

Sulfur: The certified sulfur content is based upon the results of 3 independent methods of analysis: ion chromatography, gravimetry, and thermal ionization mass spectrometry. Agreement with the certified values was found using 2 additional independent techniques, prompt-gamma activation analysis, and a combustion IR technique.

Calorific value (MJ·kg⁻¹) and Ash Content: The certified values for the calorific values and ash contents were determined using measurements made in an adiabatic bomb calorimeter of the type used in commercial laboratories. This calorimeter is capable of reproducing determinations on benzoic acid to a precision of 0.07% (relative). This statement of precision was arrived at by averaging 5 measurements made on the calorimeter using a benzoic acid standard that is traceable to NBS-SRM 39i, Benzoic Acid.

Major and Minor Elements: Analyses for major and minor elements were performed using thermal neutron activation analysis and neutron capture gamma-ray activation analysis. These values, provided as Supplemental Information (Table 2) are not certified but are to be used for information only.

STABILITY

The long-term physical and chemical stability of these SRM's has not been rigorously established. However, NBS recommends that the material be stored in the tightly sealed bottle away from sunlight and intense sources of radiation. NBS will continue to monitor these materials and any substantive change in their certification or analysis will be reported to the purchaser.

INSTRUCTIONS FOR DRYING

The certification of sulfur in these SRM's is based upon a properly dried sample. The recommended procedures for drying are vacuum drying at ambient temperature for 24 hours or oven drying for 2 hours at 105 °C. Typical moisture losses using the recommended methods for drying are the following: SRM 2682, 18%; SRM 2683, 1.4%; SRM 2684, 3.6%; and SRM 2685, 1.8%. However, for the calorific values, the ASTM D3173 Method is to be used wherein a moisture determination is made on a duplicate analysis sample of coal and the moisture value is used for calculating the calorific value to a dry basis.

SUPPLEMENTAL INFORMATION

The values listed in Table 2 are based on measurements made using a single method or technique and are given for information only. While no reason exists to suspect systematic bias in these numbers, no attempt was made to determine if such bias attributable to the methods exists.

The analyses of SRM's 2682-2685 for major and minor elements were made using NBS SRM's 1632a and 1635, Trace Elements in Coal, as controls.

Noncertified Concentrations of
Inorganic Constituents in SRM's 2682, 2683, 2684, and 2685
Mean Concentrations ($\mu\text{g/g}$) Unless Noted

Element/SRM	2682	2683	2684	2685
Al %	0.46	0.86	1.1	1.7
As	1.0	3.6	3.9	12
B	39	67	114	109
Ba	382	71	41	105
Br	3.7	17	11	5.6
C %	75	79	68	66
Ca %	1.1	0.20	0.44	0.52
Ce	10	9	12	18
Co	1.7	2.2	3.9	4.6
Cr	15	11	17	22
Cs	<0.1	0.4	1.2	1.3
Eu	0.17	0.18	0.23	0.36
Fe %	0.24	0.76	1.5	2.9
H %	4.7	5.0	4.8	4.6
Hf	0.60	0.42	0.57	0.91
K %	0.01	0.08	0.20	0.26
La	5.2	5.1	6.7	10
Mg %	0.2	0.05	0.08	0.1
Mn	26	13	36	41
N %	0.8	1.6	1.6	1.1
Na %	0.10	0.05	0.03	0.08
Rb	<2	5.3	15	17
Sb	0.19	0.28	0.35	0.36
Se	1.5	1.9	2.7	3.7
Si	0.91	1.2	1.9	1.9
Sm	0.78	0.86	1.1	1.7
Th	1.5	1.4	2.0	2.7
Ti %	0.05	0.04	0.06	0.09
U	0.52	0.42	0.90	0.95
V	15	14	22	31
W	1.8	0.48	0.56	1.2
Zn	8.6	9.5	110	17



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material 2692

Sulfur in Coal

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the evaluation of methods and the calibration of instruments used in the determination of sulfur in coal. It is also certified for ash content and calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$). SRM 2692 consists of a 50-g bottle of a bituminous coal that was ground to pass a 60-mesh ($250\mu\text{m}$) sieve and homogenized.

The certified value for sulfur is based on at least a 250-mg sample of the dried material, the minimum amount that should be used for analysis (see drying instructions). The certified calorific value and ash content were determined using procedures recommended in ASTM methods (see references in Table 1). The certified values are given in Table 1, along with the methods used for certification. Noncertified values for major, minor, and trace elements are given in Table 2. These values are provided for information only and are not to be used for analytical purposes.

Table 1
Certified Values for SRM 2692

Sulfur ^{1,2,3} wt%	Furnace ⁴ Ash, wt%	HHV ₂ ^{5,6} $\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ (Btu·lb ⁻¹)
1.115 ± 0.019 ^a	7.9 ± 0.2	30.61 ± 0.19 (13160 ± 80)

Note: $\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1} = 429.9226 \text{ Btu}\cdot\text{lb}^{-1}$ was used for the calorific value conversion.

1. ASTM D3177 Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke.
2. Ion Chromatography with Bomb Combustion.
3. Thermal Ionization Mass Spectrometry, Sealed Glass Tube Digestion.
4. ASTM D3174 Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke.
5. ASTM D2015 Standard Test Method for Gross Calorific Value of Solid Fuel by the Adiabatic Bomb Calorimeter.
6. ASTM D3180 Standard Test Method for Calculating Coal and Coke Analyses from As-Determined to Different Bases.

^aThe uncertainty is expressed as two times the standard deviation of the certified value and includes observed variability within and between measurements and any observed material heterogeneity.

Use: The SRM must be thoroughly mixed in the original bottle before sampling. Natural materials such as coal tend to segregate with time.

Notice to Users: The certified calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) decreases upon the aging and/or normal oxidation of the sample. The National Institute of Standards and Technology (NIST) redetermines the calorific value each year and revises the Certificate of Analysis. The user must be careful to use the most current certificate. The reference date for the calorific data for this SRM is October 1988.

Certification analyses were performed by J.W. Gramlich, W.R. Kelly, W.F. Koch, and Chen Le-Tian (Guest Scientist), of the Inorganic Analytical Research Division and J.C. Colbert of the Chemical Thermodynamics Division.

The statistical analysis of the certification data was performed by R.C. Paule of the National Measurement Laboratory.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this SRM were coordinated through the Office of Standard Reference Materials by T.E. Gills.

November 15, 1988
Gaithersburg, MD 20899

Stanley D. Rasberry, Chief
Office of Standard Reference Materials

(over)

Material Preparation

Approximately one thousand 50-g bottles of a bituminous coal were obtained from a commercial supplier on contract to NIST. These coals were prepared according to NIST procurement specifications and protocols.

Homogeneity testing was performed on 10 randomly selected 50-g bottles of coal using x-ray fluorescence spectrometry. Replicate analysis indicated that there was no evidence of heterogeneity for the elements determined, i.e., Al, Ca, Cu, K, S, Si, and Zn.

The homogeneity studies were performed by P.A. Pella and G.A. Sleater of the Gas and Particulate Science Division.

Analysis

Sulfur: The certified sulfur content is based upon the results of 3 independent methods of analysis: ion chromatography, gravimetry, and thermal ionization isotope dilution mass spectrometry.

Calorific value ($\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) and Ash Content: The certified values for the calorific value and ash content were determined using measurements made in an adiabatic bomb calorimeter of the type used in commercial laboratories. This calorimeter is capable of reproducing determinations on benzoic acid to a precision of 0.05% (relative). This statement of precision was arrived at by following the standardization procedure outlined in Item 10 of ASTM D2015. Benzoic Acid, SRM 291, was used as the calibrant.

Major and Minor Elements: Analyses for major and minor elements were performed using instrumental neutron activation analysis (INAA) except for C, H, and N which were determined using an elemental analyzer (EA). These values, provided as Supplemental Information (Table 2), are not certified but are to be used for information only.

Stability

The long-term physical and chemical stability of this SRM, except for the calorific value, has not been rigorously established. It is recommended that the material be stored in the tightly sealed bottle away from sunlight and intense sources of radiation. NIST will continue to monitor this SRM and any substantive change in its certification or analysis will be reported to the user.

It is important that the attached registration form be completed and returned to NIST for obtaining proper notification of any change in the certified values.

Instructions for Drying

The certification of sulfur in this SRM is based upon a properly dried sample. The recommended procedure is vacuum drying at 20 °C to 25 °C and at a pressure not greater than 30 Pa (0.2mm Hg) for 24 hours or oven drying for 2 hours at 105 °C. Typical moisture loss for SRM 2692 is 1.6% relative. However, for the calorific value, the ASTM D3173 Method may be used wherein a moisture determination is made on a duplicate analysis sample of coal and the moisture value is then used for calculating the calorific value to a dry basis.

Supplemental Information

The noncertified values listed in Table 2 are based on measurements made using a single method or technique and are given for information only. While no reason exists to suspect systematic biases in these numbers, no attempt was made to determine if biases attributable to the methods exist.

The instrumental neutron activation (INAA) determinations were performed by D.A. Becker of the Inorganic Analytical Research Division and the C, H, and N results were obtained through a NIST cooperative analysis program with selected industrial laboratories.

Table 2
Noncertified Concentrations of Constituent Elements in SRM 2692

Element	Method	wt. %	Element	Method	$\mu\text{g/g}$
Al	INAA	1.2	Ce	INAA	22
C	EA	74	Co	INAA	6.3
Ca	INAA	0.09	Cr	INAA	17
Fe	INAA	.49	Cs	INAA	1.5
H	EA	5.1	Eu	INAA	0.5
K	INAA	0.19	Hf	INAA	.7
Mg	INAA	.06	Mn	INAA	14
N	EA	1.7	Rb	INAA	18
Na	INAA	0.03	Sb	INAA	1.9
			Sc	INAA	3.5
			Se	INAA	2.4
			Th	INAA	2.1
			V	INAA	25
			Zn	INAA	35

INAA = Instrumental Neutron Activation Analysis
EA = Elemental Analyzer (combustion)

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวคณิฉฉ สกฤตศรีผ่อง เกิดเมื่อวันที่ 24 มกราคม 2528 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชารังสีประยุกต์และไอโซโทปจากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ในปีการศึกษา 2549 และในปี 2550 ได้เข้าทำงานในตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ประจำห้องปฏิบัติการนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance; NMR) ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ต่อมาในปี 2551 ได้เข้ามาศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย