

## บทที่ 6

### พารามิเตอร์สำคัญในการทดลอง

#### 6.1 บทนำ

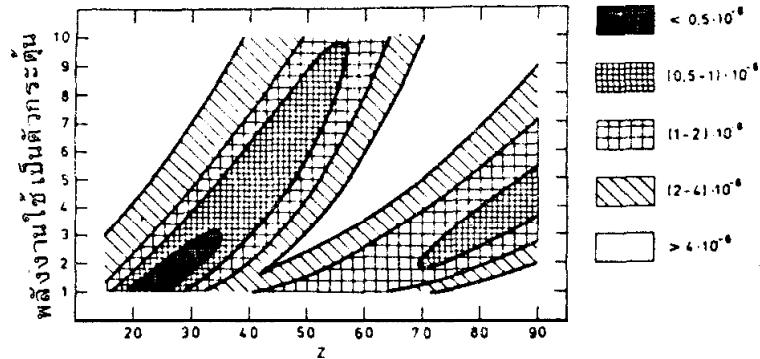
เมื่อได้รู้จักอุปกรณ์ต่างๆที่เกี่ยวข้องกับ PIXE ในบทที่ 5 แล้ว ในการตัดสินใจทดลองวิธีการของ PIXE ยังต้องคำนึงถึงพารามิเตอร์อื่นๆ ได้แก่ ความไวของเทคนิค การควบคุมการเปโรอะ เบ็อน การระเหยของส่วนประกอบในสารตัวอย่าง และความถูกต้องและแม่นยำของผลการวิเคราะห์ ในบทนี้ได้เสนอรายละเอียดในการพิจารณาและผลที่ได้จากห้องปฏิบัติการหลายแห่ง ซึ่งผู้สนใจอาจนำหลักการไปใช้เพื่อพิจารณาการวิเคราะห์แบบอื่นซึ่งนอกเหนือจาก PIXE ก็ได้

#### 6.2 ความไว

ปัญหาสำคัญของเทคนิคการวิเคราะห์คือ จะทำการจัดอุปกรณ์การทดลองอย่างไรเพื่อให้ได้ความไวสูงสุด พารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องได้แก่ พลังงานของอนุภาคที่ใช้เป็นตัวกระตุ้น ชนิดของอนุภาค กระแสที่เกิดในลำอนุภาค ช่วงเวลาที่ทำการนับวัด ฯลฯ ซึ่งต้องเลือกอย่างรอบคอบ ชัดจำกัดที่อาจมี เช่น เวลาที่ทำการนับวัดนั้นไม่ควรนานเกินไป เนื่องจากเสียเวลาปฏิบัติการและกระแสจากลำอนุภาคอาจทำลายเข้าได้ ความไวสูงสุดในการวิเคราะห์แต่ละธาตุย่อมต่างกัน ต้องเลือกใช้พลังงานอนุภาคที่พอเหมาะที่สุด (อ่านค่าพลังงานเอ็กซ์เรย์ของแต่ละธาตุจากตาราง) ธาตุที่มีกัมมันตอยู่ในสารตัวอย่างชีวภาพหรือในสภาพแวดล้อมทั่วไปคือ Ti Cr Mn Fe Ni Cu Zn As Br Sr Rb Zr Mo Cd Hg Pb และ U ดังนั้น ช่วงที่สนใจวิเคราะห์คือ  $20 < Z < 40$  และ  $75 < Z < 92$

รูป 6.1 แสดงการแปรค่าของความไวตามพลังงานของอนุภาคและหมายเลขอะตอม พลังงานของโปรตอน ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ถูกพล็อต เป็นพื้นที่ผิวปิด จากรูป

จะเห็นได้ชัดว่าพลังงานเหมาะสมที่สุดของโปรตอนคือ 2 MeV เนื่องจากค่าพลังงานดังกล่าว นั้นได้ค่าความไวที่ไม่แปรจากค่ากลาง (mean) มากนัก (ไม่เกิน  $\pm 2$  เท่า)



รูป 6.1 แสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ กับลำดับละตอมตามพลังงานที่ใช้เป็นตัวกระตุ้น

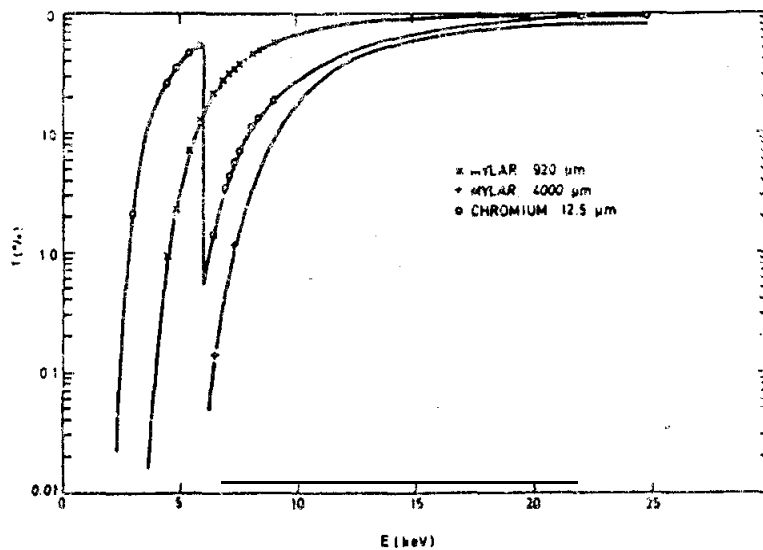
จากสมการ (4-7) สเกลของความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถทำการตรวจวัดได้คือ  $\Delta E^{1/2} (\Omega_0 t)^{-1/2}$  หรือกล่าวได้ว่าค่าดังกล่าวนี้เป็นแนวทางที่จะทำการจัดเงื่อนไขการทดลองให้เหมาะสมก็ได้ เลือทธิจรรยาแต่ละค่าพารามิเตอร์ ดังนี้

- (1) เรโซลูชันของหัววัด  $\Delta E$  เป็นค่าที่ไม่สามารถปรับได้มากนัก จึงไม่เป็นที่สนใจ
- (2) ความหนาของเป้า  $t$  ควรมากที่สุดเท่าที่จะทำได้ ขีดจำกัดคือถ้าเป้ามี่ความหนาย่อมเกิดความร้อนมากเกินไป สารตัวอย่างอาจจะเสียหาย นอกจากนี้ เป็นที่ตกลงว่า เป้าควรเป็นชนิดบาง เพื่อไม่เกิดการลดความเร็วของโปรตอนและการดูดกลืนของอิเล็กตรอน ดังนั้น ขนาดของเป้าจึงไม่จัดเป็นพารามิเตอร์อิสระที่จะจัดได้
- (3) มุมไซลิต  $\Omega$  ของหัววัด ควรมีขนาดมากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ ขีดจำกัดคือ จีไอเมทรีของปริมาณอานรังสีและหัววัด

(4) ประจุ  $q$  ที่ถูกบันทึกค่า ต้องมากที่สุด เพื่อจะได้ความไวพอเหมาะ อาจเลือกปฏิบัติได้ 2 ทางคือ เพิ่มเวลาในการวัดค่า (โดยทั่วไปคือ 5-10 นาที) แต่ตั้งได้เคยกล่าวแล้วว่าไม่สามารถจะใช้เวลาวัดค่านานๆ ดังนั้น วิธีนี้จะไม่อาจเพิ่มค่าได้มากนัก อีกวิธีหนึ่งคือ เพิ่มกระแสในลำอนุภาค ซึ่งขีดจำกัดของวิธีนี้คือกระแสสูงๆจะก่อให้เกิดความร้อนมากเกินไป และเป็นการทำลายเป้าหมายที่สุด อย่างไรก็ตาม ได้เสนอในบทที่ 5 ถึงรายละเอียดในการเตรียมให้เป้าหมายมีความทนทานดี ดังนั้น จึงมีโอกาสเลือกวิธีเตรียมเป้าหมายที่เหมาะสม

นอกจากนี้ ในทางปฏิบัติยังต้องคำนึงถึงอัตรานับวัดกับมันตรกภาพครึ่งชีวิต ค่าคงที่เวลา (time constant) ในการสร้างหนึ่งสัญญาณจากหัววัดซิลิคอนจืด เป็นขีดจำกัดที่จะทำการนับวัดนานมากๆ อัตรานับวัดปกติคือ  $10^4$  cps (count per second)

ปัญหาสำคัญคือ จะสามารถนำข้อมูลที่ได้จากสเปกตรัมไปใช้ประโยชน์สูงสุดได้อย่างไร ซึ่งขั้นตอนก่อนจะนำไปใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์จะต้อง เป็นสเปกตรัมที่แสดงค่านับวัดอย่างถูกต้อง ตัวอย่างเช่น สารตัวอย่างประกอบด้วยธาตุหนักปานกลาง เป็นส่วนใหญ่ เช่น เหล็กกล้า และแร่ธาตุต่างๆหรือสารกึ่งตัวนำ คือ Si และ Ge เป็นต้น หากพีคเอ็กซ์เรย์จากธาตุเบา (ที่มีปะปนอยู่ด้วย) จะกลายเป็นส่วนเพิ่มแบคกราวนด์ในพีคที่สนใจ แก้ปัญหาโดยใช้ตัวดูดกลืนพลังงานกับเอาส่วนนับวัดดังกล่าวออกไป ในรูป 6.2 แสดงตัวอย่างการใช้ตัวดูดกลืนต่างชนิดกัน 3 แบบ มิวลาร์ (mylar) แผ่นบางสามารถตัดธาตุเบาๆจนถึงแคลเซียม



รูป 6.2 ค่าสัมประสิทธิ์การทะลุผ่าน (T) ของเอ็กซ์เรย์เมื่อใช้วัสดุดูดกลืน 3 ชนิดต่างกัน

และ เบรมสตราห์หลังก็บางส่วน เหมาะสำหรับสารตัวอย่างชีวภาพ และตัวอย่างในสภาพแวดล้อม มิลาร์แผ่นหนาอุตสาหกรรม เบรมสตราห์หลังก็ได้ทั้งหมด (ซึ่งเป็นแบคคราเวนด์) และ เอ็กซ์ เรย์ จนถึงกลุ่มธาตุเหล็ก ส่วนโครเมียม (chromium) จะมีปริมาณทะลุผ่าน (ค่า T) ของ K-เอ็กซ์ เรย์จากเหล็กต่ำ แต่พวกธาตุเบากว่าและหนักกว่าจะทะลุผ่านได้ดี มักใช้เป็นตัวดูดกลืนในการวิเคราะห์ตัวอย่างเหล็กกล้า

### 6.3 การควบคุมการเปราะเปื้อน

ถ้าทำการวิเคราะห์ตัวอย่างปริมาณน้อยๆ อาจถึงนาโนกรัม (nanograms) หรือต่ำกว่า ต้องคำนึงถึงการเปราะเปื้อน (contamination) ของสารตัวอย่าง เป็นสำคัญ การเปราะเปื้อนดังกล่าวอาจเกิดจากมือหรืออุปกรณ์อื่นของผู้วิเคราะห์ เนื่องจากฟีดของพลังงานธาตุในสารตัวอย่างปริมาณน้อยๆ อาจถูกบดบังด้วยสารอื่นที่เปราะเปื้อนด้วยปริมาณเท่าๆกัน จึงมีผลให้สเปกตรัมคลาดเคลื่อนได้ ในเบื้องต้นอาจมีดังนี้

- (1) จับถือสารตัวอย่างให้น้อยที่สุด เท่าที่จะทำได้
- (2) สารตัวอย่างควรถูกยึดบนวัสดุจับยึดตลอดการอบรังสี
- (3) ในขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง ควรใช้สารเคมีที่มีความบริสุทธิ์
- (4) วัสดุใช้ทำแบคกิ้งก็ต้องบริสุทธิ์

ตัวอย่าง เช่น พยายามหลีกเลี่ยงการใช้อุปกรณ์ที่ทำด้วยโลหะ แต่ถ้าจำเป็นอาจใช้อลูมิเนียม น้ำที่ใช้ อาจเป็นน้ำกลั่นซึ่งปราศจากไอออน บริเวณที่ใช้เตรียมสารตัวอย่างควรมีการหมุนเวียนของอากาศบริสุทธิ์ ควรกำจัดฝุ่นผงในอากาศ ซึ่งหนึ่งอนุภาคถือว่ามิลลิกรัม 1 ไมโครเมตร ขวล 4 นาโนกรัม และประมาณความหนาแน่นเป็น 1 ในการนี้อาจจัดการโดยใช้ห้องที่สะอาด มีการกรองอากาศ ตลอดจนโต๊ะที่ใช้เตรียมสารตัวอย่างต้องสะอาด

อีกแหล่งหนึ่งที่จะเกิดการเปราะเปื้อนได้ง่ายคือ การลำเลียงสารตัวอย่างไปยังเครื่องเร่งอนุภาค ป้องกันโดยใช้ปริมาตรปิด (อาจเป็นกล่อง) ซึ่งเหมาะสมต่อปริมาตรที่จะทำการอบรังสี

#### 6.4 การระเหยของส่วนประกอบในสารตัวอย่าง

เมื่อนุภาคทะลุผ่าน เป้า บางส่วนของพลังงานจะก่อให้เกิดความร้อนบน เป้า ซึ่งอาจทำให้เกิดการระเหยของธาตุบางองค์ประกอบ ตัวอย่าง เช่น ซีรัม เลือด มี K และ Br อาจระเหยได้ หรือในน้ำทะเลจะมี Br ระเหยได้ แคมป์เบล (Campbell et al) และคณะรายงานว่า ถ้าทำการสังเกตในช่วงเวลา 5 นาทีระหว่างมีการอาบรังสี 1 ไมโครแอมแปร์ จะไม่เกิดการสูญเสียธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เลย

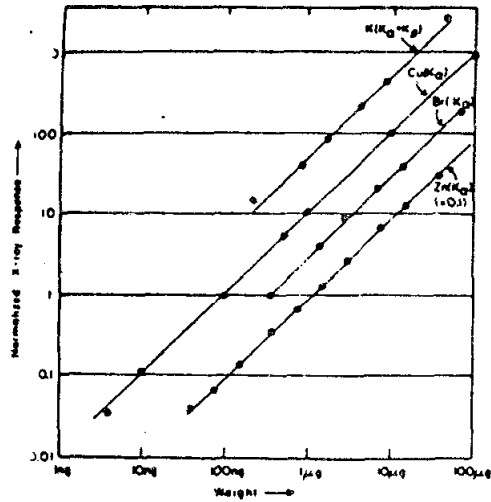
นอกจากนี้ ยังมีหลายรายงานจากห้องทดลองต่างๆ ซึ่งสรุปได้ว่า การระเหยของบางธาตุในองค์ประกอบของสารตัวอย่างไม่เป็นปัญหาสำคัญในเทคนิค PIXE แม้จะเป็นพวกแอร์โรซอลก็ตาม

#### 6.5 ความถูกต้องและแม่นยำ

ได้มีการวิเคราะห์ความถูกต้องและแม่นยำของเทคนิค PIXE หลายสภาวะการทดลองจากหลายห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นผลดีในการพิจารณาเลือกใช้เทคนิคดังกล่าว สืบเนื่องจากสมการ (4-8) เป็นการคาดหวังความสัมพันธ์ลักษณะ เส้นตรงระหว่างพื้นที่ได้ฟลักซ์และปริมาณของธาตุหนึ่งๆ โดยใช้เป้าหมาย ซึ่งประมาณได้ว่าการดูดกลืนของโปรตอนและอิเล็กตรอนภายในสารตัวอย่างมีน้อยมากจนละทิ้งได้

จากการทดลอง ใช้เป้าหมายจำนวนมากซึ่งเตรียมโดยปิเปต (pipette) สารตัวอย่างลงบนแมคกิงก์บาง เมื่อปล่อยให้แห้งจึงทำการอาบรังสี แสดงผลในรูป 6.3 ซึ่งเป็นไปตามลักษณะที่คาดกรรมไว้ข้างต้น และจากหลายรายงาน สรุปได้ว่าเทคนิค PIXE มีลำดับความถูกต้องประมาณ 10%

จากข้อได้เปรียบของเทคนิค PIXE คือวิเคราะห์สารตัวอย่างขนาดเล็กๆ ได้ แต่ปัญหาคือธาตุที่ต้องการศึกษากระจายอยู่อย่างไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นมีหลายห้องปฏิบัติการได้ทำการศึกษาและรายงานผลซึ่งสรุปได้ตามตาราง 6-1



รูป 6.3 การทดสอบความเป็นสัมพันธ์แบบเส้นตรง

ตาราง 6-1 ผลของความถูกต้องของเทคนิค PIXE

นามผู้วิจัย	ธาตุในสารตัวอย่าง	%ความถูกต้อง
Bearsse และคณะ (1974)	Zn ในเลือด	10
	Fe, Zn	5-10
	Cu, Se, Rb ในเลือดมนุษย์และหนู	15-50
Campbell และคณะ (1974)	Fe, Cu, Zn, Pb	
	ในตับสัตว์	10
Johansson และคณะ (1975)	Mo ในสารละลาย	10
Valkovic และคณะ (1975)	Fe, Cu, Zn ในเลือด	5-10

ข้อผิดพลาด (error) ที่เกิดในการทดลองอาจเนื่องจาก

- (1) เบ้า มีชั้นคอนและวิธีการ เตรียมซึ่งอาจได้ เบ้าที่มีลักษณะไม่สม่ำเสมอ
- (2) ล่าอนุภาค ไม่มีความ เป็น เนื้อ เดียว
- (3) เบ้าอาจถูกทำลายขณะถูกอำบริ่งสี

#### 6.6 บทสรุป

ความถูกต้องและแม่นยำของเทคนิค PIXE อยู่ในช่วง 5-10% เป็นส่วนใหญ่ (แสดงในตาราง 6-1) ซึ่งพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องได้แก่การจัดการจัดอุปกรณ์การทดลอง พลังงานของอนุภาคที่ใช้ เป็นตัวกระตุ้น ช่วง เวลาที่จะทำการตรวจวัดรังสี เอ็กซ์ และลักษณะของ เบ้า ซึ่งถูกควบคุมการ เปราะอะ เปื้อนจากสิ่งต่างๆด้วย

หลักสำคัญที่จะตกลงใจเลือก เทคนิคการวิเคราะห์ ต้องคำนึงถึงความสะดวกในการปฏิบัติด้วย ในประเทศที่ไม่มี เครื่อง เร่งอนุภาคมักใช้แหล่งกำเนิด เอ็กซ์ เรย์จากธาตุกัมมันตภาพรังสี หรือจากหลอด เอ็กซ์ เรย์ เป็นต้น ไม่ทุกธาตุที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค PIXE (รายละเอียดในบทที่ 7)

## แบบฝึกหัดที่ 6

1. "ค่าคงที่เวลา" (time constant) และ "ช่วงเวลาที่หัววัดตาย" (dead time) ของหัววัดกัมมันตภาพรังสีมีความสัมพันธ์กันอย่างไร
2. หลักการ เบื้องต้น เพื่อควบคุมการ เบี่ยงปนทรี เบอระ เบื่อนในสารตัวอย่างคืออะไรบ้าง?
3. อธิบายสรุปผลของรูป 6.3 กับสมการ (4-8) ว่ามีความสอดคล้องหรือไม่ และอย่างไร
4. ข้อผิดพลาดในการทดลอง เนื่องจากสาเหตุอะไรบ้าง
5. ถ้าท่านต้องการวิเคราะห์ธาตุ เรสโดยวิธีการใดๆ ท่านมีหลักเกณฑ์ในการ เลือกอย่างไร?