บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึง วัสดุอุปกรณ์และ เครื่องมือที่ใช้ ในการเตรียม ผลึก ทีแอลดี กระบวนการเตรียมผลึก ทีแอลดี และการทดสอบคุณสมบัติ ต่าง ๆ ของที่ผลึกแอลดีที่เตรียมขึ้น เช่น ศึกษาลักษณะทางกายภาพ ศึกษาระนาบของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ศึกษาคุณสมบัติความเป็นเทอร์โมลูมิเนสเซนต์และการคำนวณหาค่าพารามิเตอร์กับดักพลังงานจลน์ของผลึกทีแอลดี โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยน แปลงอัตราการให้ความร้อนที่ใช้ในการอ่านค่าปริมาณแสงตั้งแต่ 1 องศาเซลเซียส ถึง 20 องศาเซลเซียส เป็นต้น

3.1 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการปลูกผลึก

3.1.1 สารเคมีที่ใช้

3.1.1.1 ลิเธียมฟลูออไรด์ (LiF) (บริสุทธิ์ 99%, Riedel-de Haen)

3.1.1.2 แมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4.7H_2O$) (บริสุทธิ์ 99%, Fisher Scientific)

3.1.1.3 คอปเปอร์(II)ซัลเฟต ($CuSO_4.5H_2O$) (บริสุทธิ์ 98%, Fisher Scientific)

3.1.1.4 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) (บริสุทธิ์ 99.2 %, Riedel-de Haen)

3.1.1.5 ซิลิกอน(II)ออกไซด์ (SiO_2) (บริสุทธิ์ 99.9%, Fluka)

3.1.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

3.1.2.1 เครื่องชั่งสารชนิดละเอียด (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ตราสินค้า DENVER INSTRUMENT

3.1.2.2 ครกอาร์เกท

3.1.2.3 น้ำกลั่น

3.1.2.4 กรดไฮโดรครอริก

3.1.2.5 เครื่องผสมสารแบบ Magnetic Stirrer

3.1.2.6 เครื่องอัดไฮดรอลิก Minipress บริษัท Philips

3.1.2.7 แม่พิมพ์อัดเม็ดสาร

3.1.2.8 ถาดหลุมพลาสติกใส่ตัวอย่าง สำหรับฉายรังสีเอกซ์

3.1.2.9 ก๊าซอาร์กอน

3.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกผลึกโพลี

3.1.3.1 เตาหลอมอุณหภูมิสูง 1400 องซาเซลเซียส ที่สร้างโดยกลุ่มวิจัยแก้ว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี แสดงในภาพที่ 3.1

ภาพที่ 3.1 เตาหลอมอุณหภูมิสูง 1400 องซาเซลเซียส สร้างโดยกลุ่มวิจัยแก้ว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

3.1.3.2 เบ้าหลอมแพลตตินัม แสดงในภาพที่ 3.2

ภาพที่ 3.2 เบ้าหลอมแพลตตินัม

3.1.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวด้วยเทคนิคแบบบริดจ์แมน

3.1.4.1 เครื่องปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของวัสดุแบบบริดจ์แมน ที่ถูกพัฒนาขึ้นโดยกลุ่มนักวิจัยคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี แสดงในภาพที่ 3.3

ภาพที่ 3.3 เครื่องปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของวัสดุแบบบริดจ์แมน

3.1.4.2 เบ้าหลอมทรงกระบอกที่ ทำจากแกรไฟต์ ซึ่งมีลักษณะปลายแหลมทำมุม 60 องศา แสดงในภาพที่ 3.4

ภาพที่ 3.4 เบ้าหลอมทรงกระบอกที่ทำจากแกรไฟต์

3.1.5 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคุณสมบัติทางรังสี

3.1.5.1 เครื่อง วัดรังสีประจำตัวบุคคล (Electronic Pocket Dosimeter:EPD^{TM}) Model PDM-253 บริษัท ALOKA Co. LTD ที่ผ่านการปรับเทียบโดยสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ แสดงในภาพที่ 3.5

ภาพที่ 3.5 เครื่องวัดรังสีประจำตัวบุคคล (Electronic Pocket Dosimeter)

3.1.5.2 เครื่องฉายรังสีเอกซ์ เพื่อสำหรับทดสอบคุณสมบัติทางรังสี แสดงในภาพที่ 3.6

ภาพที่ 3.6 เครื่องฉายรังสีเอกซ์ ผลิตโดยบริษัทคงศักดิ์เอกซ์เรย์การแพทย์และอุตสาหกรรม จำกัด

3.1.5.3 เครื่องวิเคราะห์และประเมิณค่าปริมาณรังสี เครื่องอ่าน TLD รุ่น 3500 บริษัท Harshaw ─ Bicron แสดงในภาพที่ 3.7

ภาพที่ 3.7 เครื่องอ่าน TLD Harshaw รุ่น 3500 บริษัท Harshaw – Bicron

3.1.6 เครื่องมือทดสอบโครงสร้างผลึก

ศึกษาโครงสร้างของผลึกที่เกิดขึ้น ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) รุ่น X' Pert MPD ยี่ห้อ Philips โดยใช้ Cu K_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสี (λ = 1.5406 A°) ซึ่งใช้ร่วมกับโปรแกรมวิเคราะห์ X' Pert line1.3b เพื่อวิเคราะห์ระ นาบของผลึกที่เกิดขึ้นในตัวอย่างที่เตรียม ได้แสดงในภาพที่ 3.8

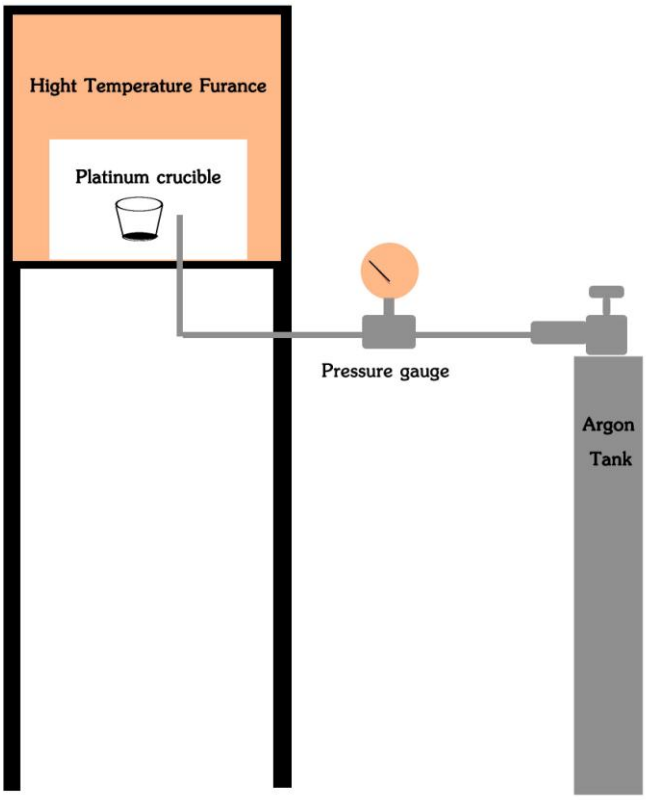
ภาพที่ 3.8 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X' Pert MPD ยี่ห้อ Philips

3.2 กระบวนการเตรียมผลึก

ได้ทำการเตรียมผลึกทีแอลดีชนิด ลิเธียมฟลูออไรด์ : แมกนีเซียม คอปเปอร์ ซิลิกอน ดังต่อไปนี้ คือ

3.2.1 กระบวนการเตรียมทีแอลดีชนิดผลึกโพลีด้วยเทคนิคการหลอมที่อุณหภูมิสูง

เริ่มจากการชั่งสารตั้งต้นที่มีลิเธียมฟลูออไรด์ (LiF) เป็นสารหลักมีความบริสุทธิ์ของสาร 99 เปอร์เซนต์ และเติมสารเจือ 4 ชนิด คือเมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4.7H_2O$) มีความบริสุทธิ์ของสาร 99 เปอร์เซนต์ และคอปเปอร์(II)ซัลเฟต($CuSO_4.5H_2O$) ที่มีความบริสุทธิ์ของสาร 98 เปอร์เซนต์ โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3)ที่มีความบริสุทธิ์ของสาร 99.9 เปอร์เซนต์ และซิลิกอน(II)ออกไซด์ (SiO_2) มีความบริสุทธิ์ของสาร 99.9 เปอร์เซนต์ ที่ปริมาณความเข้มข้นของสารเจือ 0.2, 0.05 และ0.9 โมลเปอร์เซนต์ ตามลำดับจากนั้นนำสารทั้งหมดที่ได้ไปผสมด้วยเทคนิคแบบเปียกในน้ำกลั่นโดยการใช้เครื่อง Magnetic Stirrer เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทำการระเหยน้ำกลั่นออกโดยใช้ hot plate ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำสารที่เตรียมได้ใส่ในเบ้าหลอมเบ้าหลอมแพลตตินัมและนำไปหลอมด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ1050 องซาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที [14] และ [15] ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอนด้วยอัตรา 2 ลิตรต่อนาที แสดงในภาพที่ 3.9

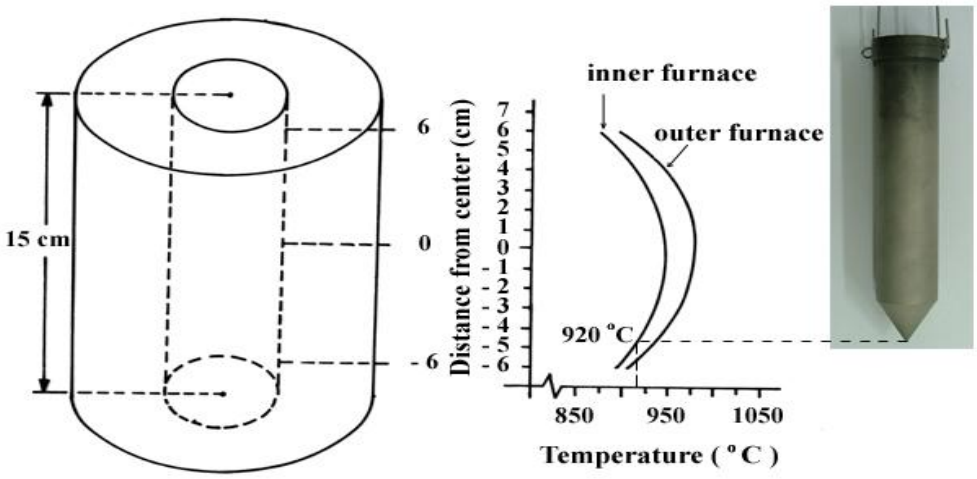


ภาพที่ 3.9 แผนภาพการปลูกผลึกโพลีด้วยเทคนิคการหลอมที่อุณหภูมิสูง (Melting method)

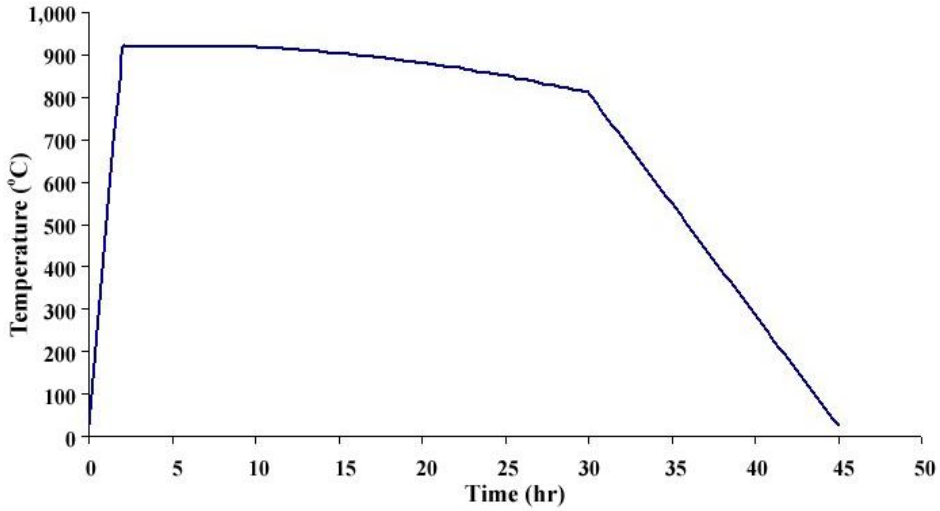
จากนั้นทำให้ผลึกเย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว และนำผลึกที่ได้มาบดด้วยครกอาร์เกทและทำการขจัดสิ่งเจือปนโดยการล้างด้ วยกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1 Normal เป็นเวลา 10 นาที นำผลึกที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นและระเหยน้ำกลั่นออก โดยใช้ hot plate ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปผ่านการคัดแยกขนาดให้มีขนาดมากกว่า 90 ไมครอน นำผงไปชั่งให้มีน้ำหนัก 25 มิลลิกรัม และนำมาขึ้นรูปด้วยวิธีอัดด้วยความดัน 1 ตัน ให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.5 มิลลิเมตร หนา 0.6 มิลลิเมตร [14] และ [15] และในขั้นตอนสุดท้ายนำ เม็ดทีแอลดีที่ได้ไปทำการเผาผนึก ที่อุณหภูมิ 825 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน ด้วยอัตรา 2 ลิตรต่อนาที เพื่อเพิ่มความแข็งให้กับเม็ดทีแอลดีและความสะดวกกับการนำไปใช้งานต่อไป

3.2.2 กระบวนการเตรียมทีแอลดีชนิดผลึกเชิงเดี่ยว

เริ่มจากการชั่งสารตั้ งต้นที่มีลิเธียมฟลูออไรด์ (LiF) เป็นสารหลัก มีความบริสุทธิ์ของสาร 99 เปอร์เซนต์ และเติมสารเจือ 4 ชนิด คือ แมกนีเซียมซั ลเฟต ($MgSO_4.7H_2O$) มีความบริสุทธิ์ของสาร 99 เปอร์เซนต์ และ คอปเปอร์(II)ซัลเฟต($CuSO_4.5H_2O$) มีความบริสุทธิ์ของสาร 98 เปอร์เซนต์ ที่ปริมาณ ความเข้มข้น 0.2 และ 0.05 โมลเปอร์เซนต์ ตามลำดับโดย ทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณ ความเข้มข้นของ สารเจือ โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3)ที่มีความบริสุทธิ์ของสาร 99.9 เปอร์เซนต์ ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0 -0.50 โมลเปอร์เซนต์ และสารเจือซิลิกอน(II)ออกไซด์ (SiO_2) มีความบริสุทธิ์ข องสาร 99.9 เปอร์เซนต์ ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.00 ถึง 1.50โมลเปอร์เซนต์ จากนั้นนำสารทั้งหมดที่ ได้ไปผสม กับสารเจือด้วยเทคนิคแบบเปียก (Wet Mixing) ในน้ำกลั่น โดยการใช้เครื่อง Magnetic Stirrer เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นทำการระเหยน้ำกลั่นออกโดยใช้ hot plate ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ขั้นตอนสุดท้ายนำสารที่เตรียมได้ใส่ในเบ้าหลอมชนิดแกรไฟต์ครูซิเบิลและนำไปแขวนในท่อปลูกผลึก แสดงในภาพที่ 3.10



ภาพที่ 3.10 ลักษณะเตาปลูกผลึกแบบบริดจ์แมน [22]



ภาพที่ 3.11 ลักษณะแกรเดียนท์ของอุณหภูมิของเตาหลอมแบบสองโซน ของเครื่องปลูกผลึกแบบบริดจ์แมน [22]

การปลูกผลึกมีขั้นตอนการปลูกดังนี้ คือ ขั้นแรกได้ทำการดูดอากาศออกจากท่อปลูกผลึกให้มีระดับความดัน สุญญากาศ 10^{-4} mbar โดยใช้เวลาในการหลอม 10 ชั่วโมง จากนั้นทำการยกเตาหลอมขึ้นด้วย อัตราความเร็ว 2 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง เป็นระยะ 40 มิลลิเมตร โดยใช้เวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวลงสู่อุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 62.5 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ใช้เวลา 12 ชั่วโมง

3.3 การทดสอบคุณสมบัติทางรังสี

เมื่อผ่านกระบวนการปลูกผลึก แล้วได้ทำการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของผลึกทีแอลดีที่เตรียมได้ โดยทำการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

3.3.1 ลักษณะทางกายภาพ

โดยการสังเกตุลักษณะทั่วไปของผลึกทีแอลดีที่ได้ เช่น สี ความขุ่น ความเป็นเนื้อเดียวกัน และการเกิดรอยร้าว เป็นต้น

3.3.2 ระนาบของผลึก

นำผลึกทีแอลดีที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาระนาบของผลึกที่เกิดขึ้น ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) รุ่น X' Pert MPD ยี่ห้อ Philips โดยใช้ Cu K_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสี (λ = 1.5406 Å) ซึ่งใช้ร่วมกับโปรแกรมวิเคราะห์ X' Pert line1.3b เพื่อวิเคราะห์ระนาบของผลึกที่เกิดขึ้น

3.3.3 คุณสมบัติความเป็นเทอร์โมลูมิเนสเซนต์

นำผลึกทีแอลดีที่ได้ ไปทำการทดสอบ คุณสมบัติความเป็นเทอร์โมลูมิเนสเซนต์ เช่น ลักษณะ โกลว์เคิร์ฟ ความไวต่อการตอบสนองทางรังสี ผลของพลังงานที่มีต่อความไวในการ

ตอบสนองต่อรังสี ความเป็นเชิงเส้น การจางหายไปของสัญญาณแสง สัญญาณรังสีตกค้าง และการนำกลับมาใช้งานซ้ำ โดยนำเม็ดทีแอลดี ไปฉายรังสีเอกซ์ที่พลังงาน 128 keV ที่ปริมาณรังสี 100 mRem จากนั้นนำเม็ดทีแอลดีไปทำการวิเคราะห์และประเมินค่าปริมาณ แสงที่ปล่อยออกมาจากทีแอลดีด้วยเครื่องอ่าน TLD รุ่น 3500 ของบริษัท Harshaw – Bicron โดยทำการบันทึกข้อมูล ความร้อนที่ใช้ในการกระตุ้นเม็ดทีแอลดีตั้งแต่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ถึง 300 องศาเซลเซียส

3.3.4 คำนวณหา ค่าพารามิเตอร์กับดักพลังงานจลน์ของผลึกลิเทียมฟลูออไรด์ : แมกนีเซียม, คอปเปอร์, ซิลิกอน

ได้ทำการคำนวณค่าพารามิเตอร์กับดักพลังงานจลน์ของผลึกลิเทียมฟลูออไรด์ : แมกนีเซียม, คอปเปอร์, ซิลิกอน ที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงอัตราการให้ความร้อนที่ใช้ในการกระตุ้นเม็ดทีแอลดีโดยอ่านค่าปริมาณแสงตั้งแต่ 1 องศาเซลเซียส ถึง 20 องศาเซลเซียส ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้คือ นำเม็ดทีแอลดีที่ได้ไปฉายรังสีเอกซ์ที่พลังงาน 128 keV ที่ปริมาณรังสี 3 mGy. จากนั้นนำเม็ดทีแอลดีไปทำกา รวิเคราะห์และประเมิ ณค่าปริมาณรังสีด้วยเครื่องอ่าน TLD รุ่น 3500 ของบริษัท Harshaw – Bicron ทำการบันทึกข้อมูลตั้งแต่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ถึง 300 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการอ่าน และบันทึกข้อมูล 60, 120 และ 180 วินาที ตามลำดับ จากนั้นทำการบันทึกลักษณะ โกลว์เคิร์ฟด้วยโปรแกรม CGCD และนำค่าต่าง ๆ ที่ได้มาคำนวณโดยใช้โมเดลของแรนดอลล์และวิลคินส์ (Randall & Wilkins model) [8][9] และ [10] ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ (3.1)

$$\ln\frac{T_m^2}{\beta}-\left(\frac{E}{k}\right)\frac{1}{T_m}=\ln\frac{E}{sk} \qquad (3.1)$$

เมื่อ T_m คือ ตำแหน่งอุณหภูมิพีคหลัก (K)

β คือ อัตราความร้อนที่ให้กับเม็ดทีแอลดีขณะอ่านปริมาณแสง (K/s)

k คือ ค่าคงที่ของโบลต์ซมันซ์ (Boltzmann's=1.381x10^{-23} J/K)

E คือ activation energy (eV)

s คือ frequency factor (1/s)

กระบวนการวิจัยทั้งหมดสามารถสรุปได้ดังแสดงในแผนภาพที่ 1