บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมผลึก TLD ชนิด $CaSO_4$(Dy)

3.1.1 เตาบุฉนวน (heating mantle) ทำหน้าที่ให้ความร้อนแก่สารละลาย โดยสามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0 - 600 องศาเซลเซียส

3.1.2 Automatic temperature control ; type SCD 41 ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิของ heating mentle ให้มีอุณหภูมิคงที่ตามต้องการ

3.1.3 Variac transformer;type 2 PE 2520, DYTON, OHIO ; USA ทำหน้าที่แปลงแรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ ให้เป็น 110 โวลต์ ป้อนให้แก่ automatic temperature control

3.1.4 Variac transformer; type TSB-5M 1 kVA , YOKOYAMA ELECTRIC WORKS , LTD เนื่องจากแหล่งกำเนิดความร้อน (heat source) ที่ป้อนให้กับ heating mantle มีค่ามากกว่า heat load มีผลทำให้ช่วงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเป็นไปอย่างรวดเร็วการเดือดของสารละลายไม่สม่ำเสมอ จึงนำมาต่อเพื่อลดโวลต์เตจที่ให้แก่ heating mantle

3.1.5 เครื่องดูดอากาศ

3.1.6 Glasswool นำมาหุ้มที่คอ round bottom flask ขนาด 1000 ml

3.1.7 Round bottom flask

3.1.8 Erlenmeyer flask

3.1.9 Annealing furnance (0 - 1000 องศาเซลเซียส)

3.1.10 $CaSO_4.2H_2O$ A.R. บริษัท Merck

3.1.11 Conc. H_2SO_4 A.R. บริษัท Riedel- de Haen

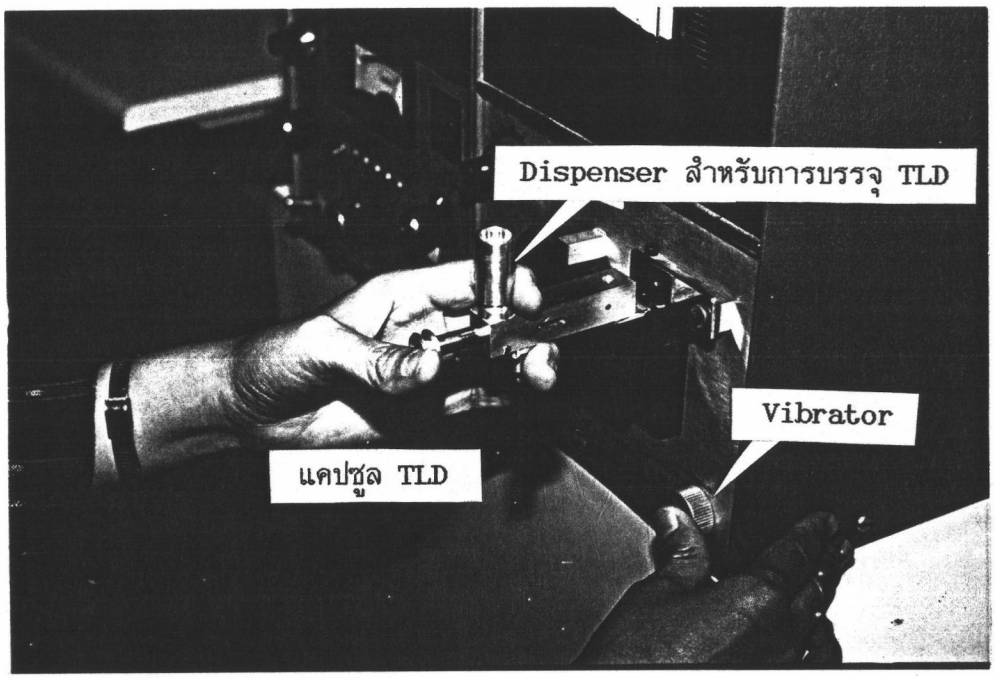
3.1.12 Dy_2O_3 A.R. บริษัท Fluka

3.1.13 LiF (TLD 700) บริษัท Harshaw chemical company

3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบคุณสมบัติทางรังสีของ $CaSO_4(Dy)$

3.2.1 แคปซูลพลาสติก สีดำ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 3 มิลลิเมตร ยาว 180 มิลลิเมตร สำหรับบรรจุ $CaSO_4(Dy)$ ที่เตรียมได้

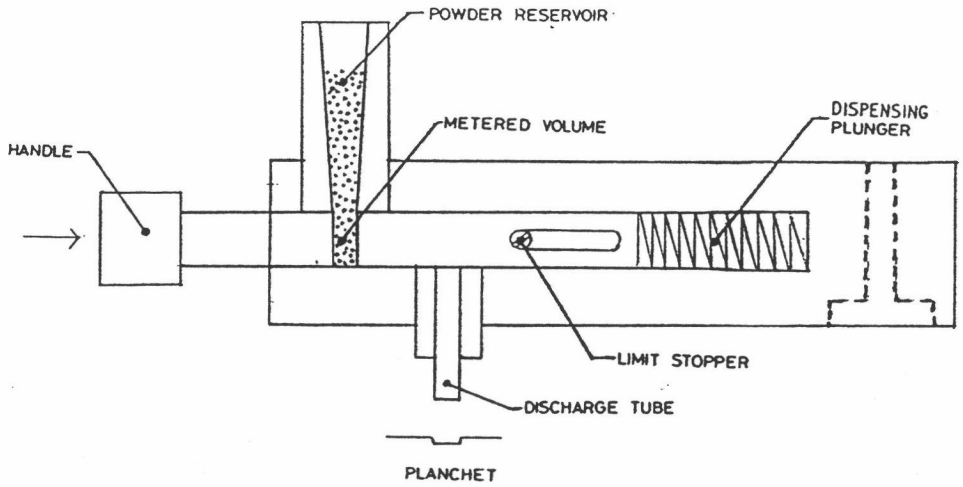
3.2.2 dispenser ที่บรรจุ TLD และ dispenser ที่อ่าน TLD



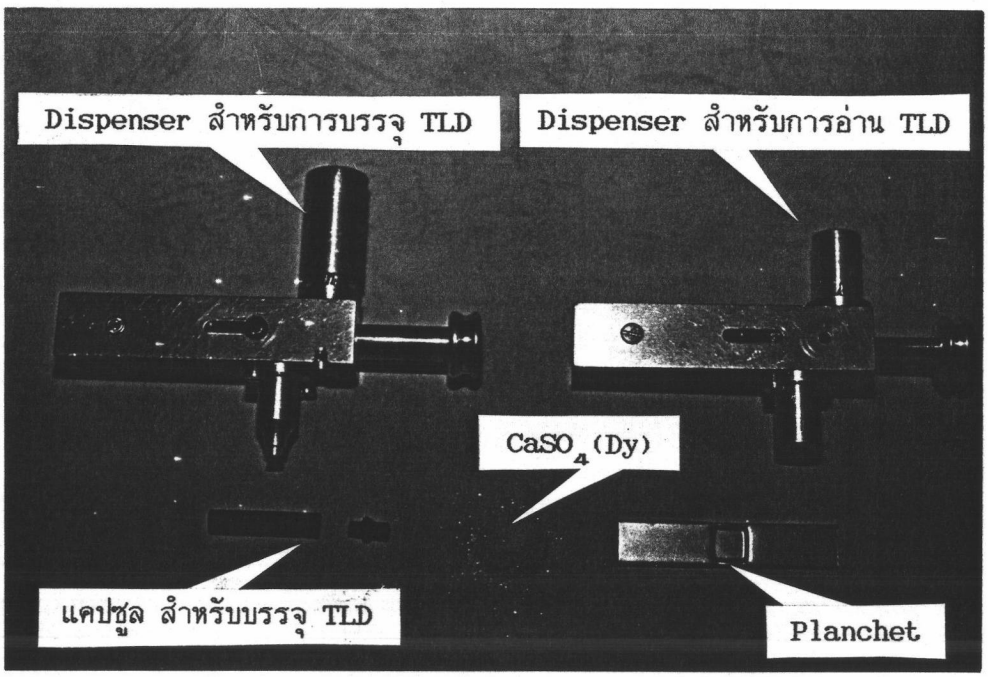
รูปที่ 3.1 แสดงการบรรจุ $CaSO_4(Dy)$ ลงในแคปซูลด้วย dispenser สำหรับการบรรจุ

ระหว่างการบรรจุจะต้องกดปุ่ม vibrate เพื่อให้ $CaSO_4(Dy)$ที่ตกลงในแคปซูลมีความหนาแน่นสม่ำเสมอ เนื่องจากปริมาณของ TLD มีผลต่อปริมาณแสงที่ออกมาจาก TLD ดังนั้นจึงต้องใช้ dispenser สำหรับการอ่าน เป็นตัวกำหนดปริมาณ โดยถือว่า การกด dispenser แต่ละครั้ง จะทำให้มี TLD ตกลงบน planchet ปริมาตรเท่ากัน โดยจะต้องกดปุ่ม vibrate เป็นเวลาเท่ากันด้วย จากการทดลองชั่งมวลของ LiF (TLD 700) ของการกด dispenser สำหรับการอ่าน แต่ละครั้งจะมีน้ำหนักประมาณ 30 มิลลิกรัม

3.2.3 Sieves สำหรับร่อนเลือกขนาด (grain size) ของผลึก $CaSO_4(Dy)$

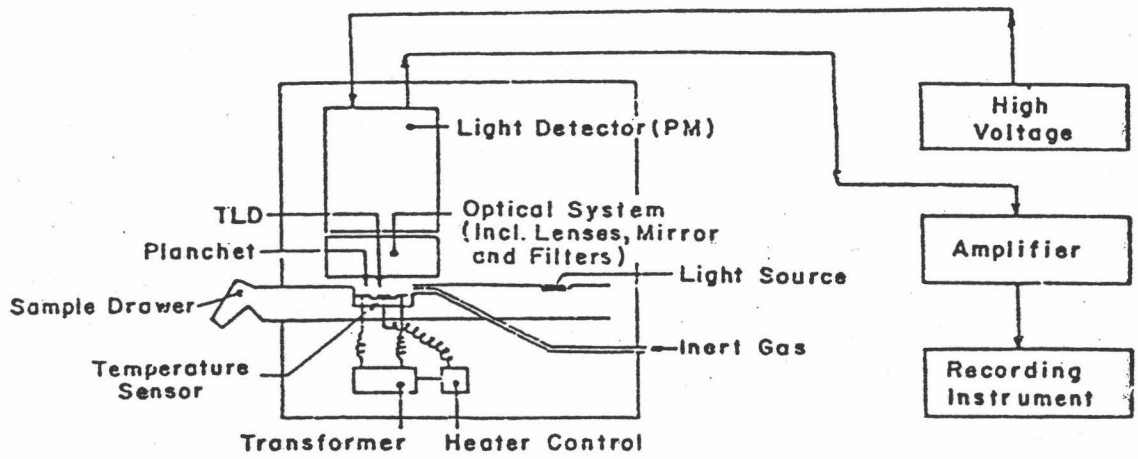


รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงส่วนประกอบภายในของ dispenser ที่ใช้ในการอ่าน TLD



รูปที่ 3.3 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการบรรจุ TLD

3.2.4 เครื่องอ่านค่า TL



รูปที่ 3.4 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องอ่านค่า TL (Wang Changai,Liang Chunzhang , 1989)

เครื่องอ่านค่า TL โดยทั่วไปจะประกอบไปด้วยส่วนสำคัญแยกออกได้เป็น 2 ระบบ ดังนี้ (Oberhofer and Scharmann , 1980)

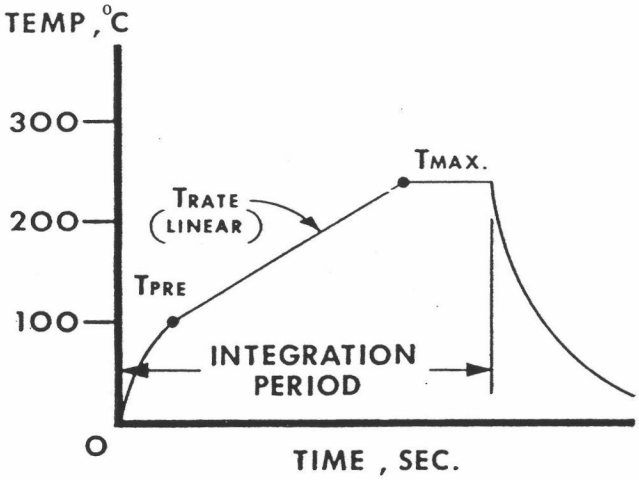
ก. ระบบให้ความร้อน (heating device) เป็นระบบควบคุมการให้ความร้อนแก่ TLD จากอุณหภูมิปกติให้มีความร้อนเพิ่มถึง 200 - 300 องศาเซลเซียส ภายในช่วงเวลาสั้น ๆ (2-3 นาที) สิ่งที่ต้องคำนึงถึงในระบบนี้ คือ การสัมผัสกันอย่างสนิท ระหว่าง TLD และแผ่นตัวกลางความร้อน (planchet) เพื่อให้การนำความร้อนของ TLD เป็นไปอย่างสม่ำเสมอ และนำความร้อนได้ดีที่สุด จึงได้มีการออกแบบ planchet ซึ่งเป็นแผ่นตัวนำความร้อนเป็นหลายลักษณะเพื่อให้มีความเหมาะสมกับ ลักษณะรูปร่างของ TLD

ระบบให้ความร้อนประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

- Heater control เป็นส่วนที่ควบคุมอุณหภูมิให้กับ planchet เพื่อให้ มีอุณหภูมิตามต้องการ ดังแสดงในรูปที่ 3.5

จากรูป อุณหภูมิของ planchet ช่วงแรกจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จนถึง preheat temperature (T_{pre}) ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิต่ำ ๆ ยังไม่สามารถกระตุ้นให้ อิเล็กตรอนที่

ค้างอยู่ในกับดักได้ จึงไม่จำเป็นต้องใช้เวลานาน เพื่อประหยัดเวลาในการอ่านด้วย ช่วง T_{pre} ถึง T_{max} เป็นช่วงที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นอย่างคงที่



รูปที่ 3.5 แสดงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ ที่ให้กับ planchet ของเครื่องอ่าน TLD model 2000 A ของบริษัท Harshaw (models 2000 - A - C - P thermoluminescence detectors)

สำหรับการอ่าน $CaSO_4$ (Dy) ชนิดผงผลึกที่เตรียมได้นี้ ได้ตั้ง temperature rate ในช่วง T_{pre} ถึง T_{max} มีค่า 10 องศาเซลเซียส ต่อวินาที integration period 30 วินาที T_{pre} = 100 องศาเซลเซียส T_{max} = 240 องศาเซลเซียส เพื่อให้ครอบคลุม glow curve ที่เกิดขึ้นได้ทั้งหมด

- Transformer เป็นส่วนที่ทำหน้าที่แปลงศักดาไฟฟ้าให้พอเหมาะกับความร้อน ที่ให้กับ planchet

- Temperature senser ประกอบด้วย thermocouple ทำงานร่วมกับ heater control

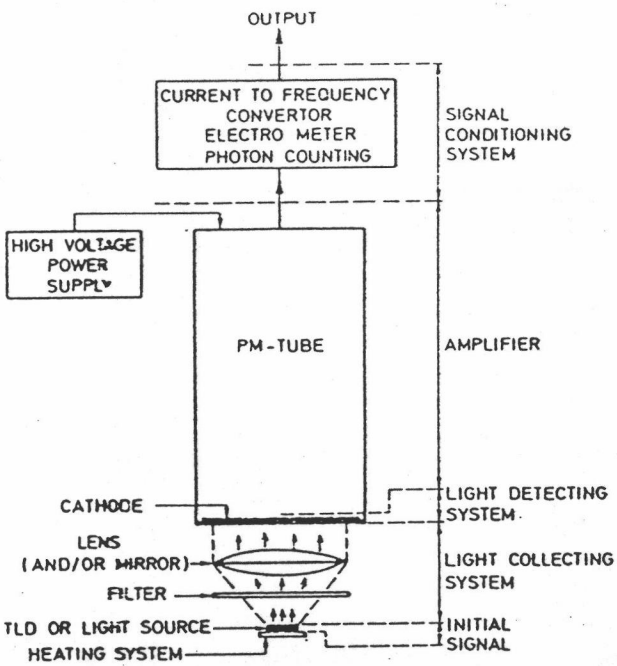
ข. ระบบวัดแสง (The light detection system)

หลักการทั่วไปของระบบนี้คือ ทำหน้าที่เปลี่ยนแสงที่ปล่อยออกมาจาก TLD ไปเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า (ประจุ , กระแส , ความต่างศักดา)

ระบบวัดแสงประกอบด้วยส่วนสำคัญ 3 ส่วน คือ

- ส่วนรวบรวมแสง (The light collecting system)

เพื่อให้การวัดมีประสิทธิภาพสูงสุด จะต้องทำให้แสง ที่ตกไปบน sensitive layer ของ light detector มีความเข้มมากที่สุด ซึ่งทำได้โดยการนำ TLD ไปสัมผัสโดยตรงกับ photocathode แต่เนื่องจาก photocathode มีความไวต่ออุณหภูมิ จึงทำไม่ได้เพราะ TLD มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิสูง ได้มีการนำอุปกรณ์ต่าง ๆ เข้ามาช่วย ให้มีประสิทธิภาพในการวัดสูงขึ้นโดยใช้ lens system , heat filter , water layers , vacuum layers , light pipes และอื่น ๆ



รูปที่ 3.6 แผนภาพแสดงระบบวัดแสง (The light detection system) ของเครื่องอ่าน TLD (Oberhofer and Scharmann , 1980)

filter ที่ใส่เข้าไป เพื่อป้องกันรังสีอินฟราเรด ที่ปล่อยออกมาจาก heater element หรือจาก TLD เอง มิให้มาถึง light detector ได้

lens มีหน้าที่ขยายแสง(TL) ที่เกิดจาก TLD เพื่อให้มีความเข้มแสงมากขึ้น ความผิดพลาดในระบบรวบรวมแสงนี้ อาจเกิดขึ้นจากฝุ่นละอองที่อยู่ตามทางเดินของ

แสง หรือการเปลี่ยนแปลงการสะท้อนของ heater planchet

- ส่วนวัดแสง และขยายสัญญาณ (light detector and signal amplifier) แสงที่ปล่อยออกมาจาก TLD นั้น มีความเข้มแสง 10^{-13} lm ซึ่งความไวของ solid-state photodetectors ไม่เพียงพอที่จะสามารถวัดแสงที่มีความเข้มต่ำ ๆ เช่นนี้ได้ มีเพียง photomultiplier tube เท่านั้นที่เหมาะสม เพราะมีความไวต่อแสงสูง และมี large dynamic range (10^{-13} - 10^{-6} lm)

ตัวแปรที่มีผลต่อ sensitivity และ signal-to-noise ratio มีดังต่อไปนี้คือ

1) Dark current คือสัญญาณที่เกิดจาก photomultiplier tube ขณะที่ไม่มีแสงจาก TLD และแสงจากภายนอก สัญญาณ dark current นี้เกิดขึ้นมาจากอิเล็กตรอนที่อยู่บน cathode layer แม้จะใช้ photomultiplier tube แบบเดียวกัน แต่ค่า dark current อาจแตกต่างกันได้ ทั้งนี้เนื่องมาจากสภาวะแวดล้อมของอุณหภูมิภายในห้อง สภาพที่ดีที่สุด คือต้องมี low noise คือ dark current ต่ำ ๆ นั่นเอง

2) Temperature effect อุณหภูมิที่ไม่คงที่ จะมีผลทำให้ sensitivity ของ photomultiplier tube ไม่คงที่ด้วย ดังนั้นขณะอ่าน TLD อุณหภูมิภายในห้องควรจะคงที่

3) Fatigue effect ถ้า photomultiplier tube ถูก expose ด้วยแสงที่มีความเข้มสูง จะมีผลทำให้ sensitivity ของ photomultiplier tube ลดลง ขณะเดียวกัน dark current จะเพิ่มขึ้นด้วย

- ส่วนการตั้งเงื่อนไขของสัญญาณ (signal condition system)

ส่วนนี้ทำหน้าที่เปลี่ยนสัญญาณที่ได้จาก photomultiplier tube (ระดับพิคโคแอมป์) ไปเป็น pulse ส่งไปยังเครื่องนับสัญญาณ (counter) จำนวน pulse ที่อ่านได้ จะเป็นแบบนับรวมพื้นที่ใต้ glow curve ทั้งหมด และจะมี ratemeter ต่อกับ converter output เพื่อใช้สำหรับเขียนเส้น glow curve

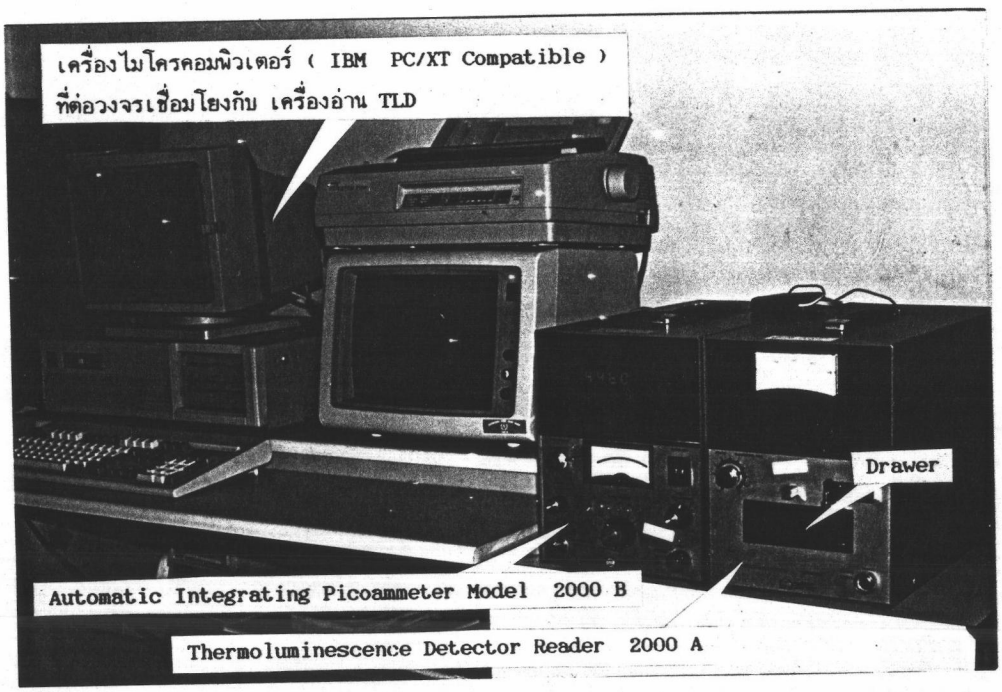
ส่วนประกอบอื่น ๆ ของเครื่องอ่าน TLD

- ก๊าซเฉื่อย ส่วนมากจะใช้ ก๊าซไนโตรเจน ผ่านเข้าไปในบริเวณแผ่นตัวกลางความร้อน (planchet) ก๊าซเฉื่อยที่ใส่เข้าไปนี้ เพื่อลดแสงอันเกิดจาก ก๊าซออกซิเจน ที่

ร้อนจะทำให้ฝุ่นละอองเกิดแสงวาบขึ้น ซึ่งแสงวาบนี้จะเป็นตัวรบกวน ไปรบกวนแสงที่เกิดจาก TLD , ก๊าซเฉื่อย ที่ใส่เข้าไปนี้ ส่วนมากจะจำเป็นต้องใช้ในการอ่าน TLD ที่ได้รับปริมาณรังสีต่ำ ๆ เพื่อให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณที่ได้จากการอ่านน้อยลง

- แหล่งกำเนิดแสงอ้างอิง (light source) ประกอบด้วย คาร์บอน-14 เป็นตัว กระตุ้น (activator) NaI (Tl) ตำแหน่งของ แหล่งกำเนิดแสงอ้างอิงจะวางอยู่ใต้ drawer เมื่อดึง drawer ออก จะทำให้ตำแหน่งแหล่งกำเนิดแสงอ้างอิงตรงกับหลอดทวีคูณแสงพอดี

แหล่งกำเนิดแสงอ้างอิง มีไว้เพื่อตรวจสอบความคงที่ ของระบบอิเลคทรอนิกส์ และหลอดทวีคูณแสง โดยก่อนใช้งาน จะต้องอ่านค่าสัญญานแสง ที่เกิดจากแหล่งกำเนิดแสงอ้างอิงก่อน ถือเป็นการปรับเทียบเครื่องก่อนการใช้งาน ค่าสัญญาณแสงที่อ่านได้ จะต้องมีค่าคงที่เครื่องจึงจะอยู่ในสภาพที่ใช้งานได้ดี



รูปที่ 3.7 แสดงส่วนประกอบต่าง ๆ ของระบบที่ใช้วิเคราะห์คุณสมบัติ TLD

เครื่องอ่าน TLD ที่ใช้เป็นของบริษัท Harshaw ผลิตจากประเทศอังกฤษ ซึ่งประกอบด้วย ส่วนสำคัญ 2 ส่วน คือ

(ก) Thermoluminescence detector reader 2000 A ประกอบด้วยภาคให้ความร้อน(heating device) และระบบวัดแสง (light detection system) รวมอยู่ในเครื่องเดียวกัน

(ข) Automatic integrating picoammeter model 2000 B เป็นภาคขยายสัญญาณที่ได้จาก Thermoluminescence detector reader model 2000 A

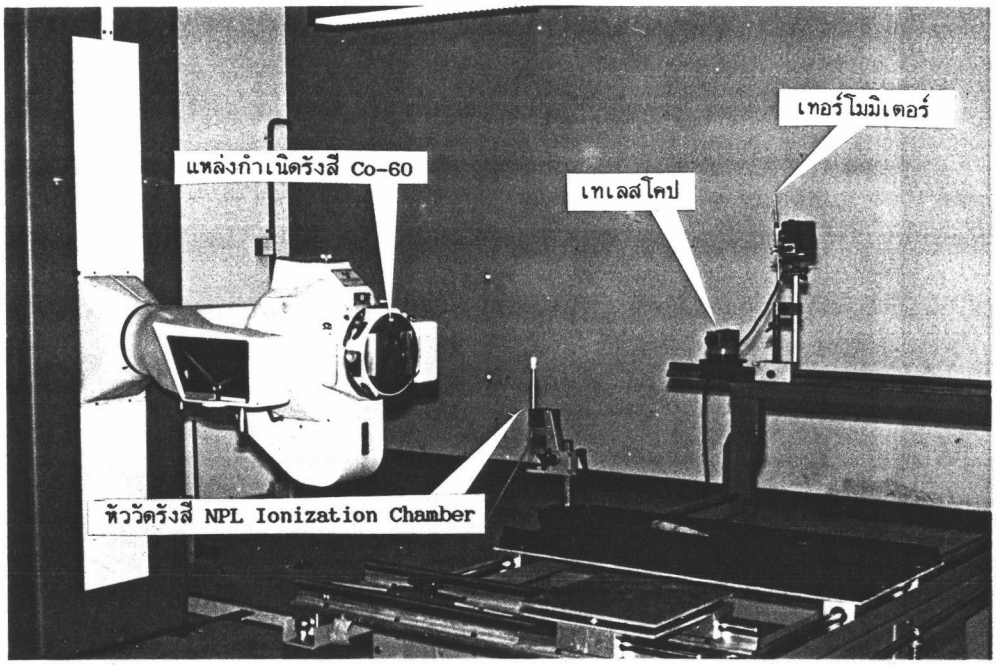
3.2.5 แหล่งกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ; ELDORADO "G" , teletherapy units , ของบริษัท Atomic energy of canada limited มีความแรงรังสี 933.78 Ci (เมื่อวันที่ 15 พฤษภาคม 2535)

3.2.6 เครื่องกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ; "GUT" มีความแรงรังสี 7.37 Ci (เมื่อวันที่ 15 พฤษภาคม 2535)

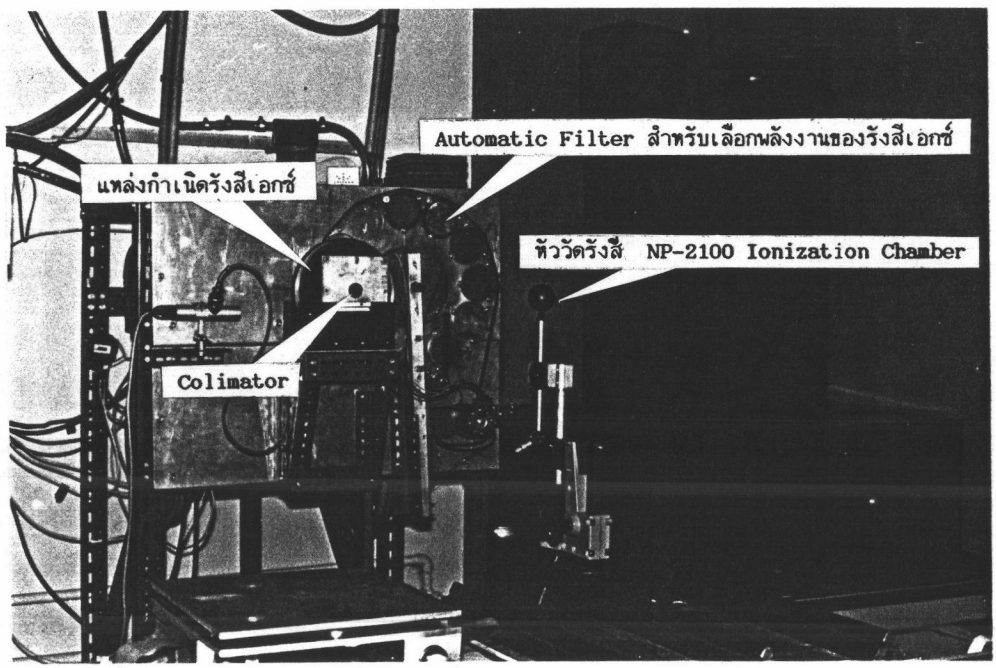
3.2.7 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ ;"X-ray STABILIPAN" ของบริษัท Siemen มีพลังงาน ตั้งแต่ 60 - 300 kV_p

3.2.8 NPL ionization chamber ขนาดปริมาตร 0.6 cc และ Ionex Dosemaster เพื่อใช้ทำ calibration dose สำหรับแหล่งกำเนิดรังสีโคบอลท์-60

3.2.9 NP-2100 ionization chamber ขนาดปริมาตร 30 cc และ NP-2100 electrometer เพื่อใช้ทำ calibration dose สำหรับแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

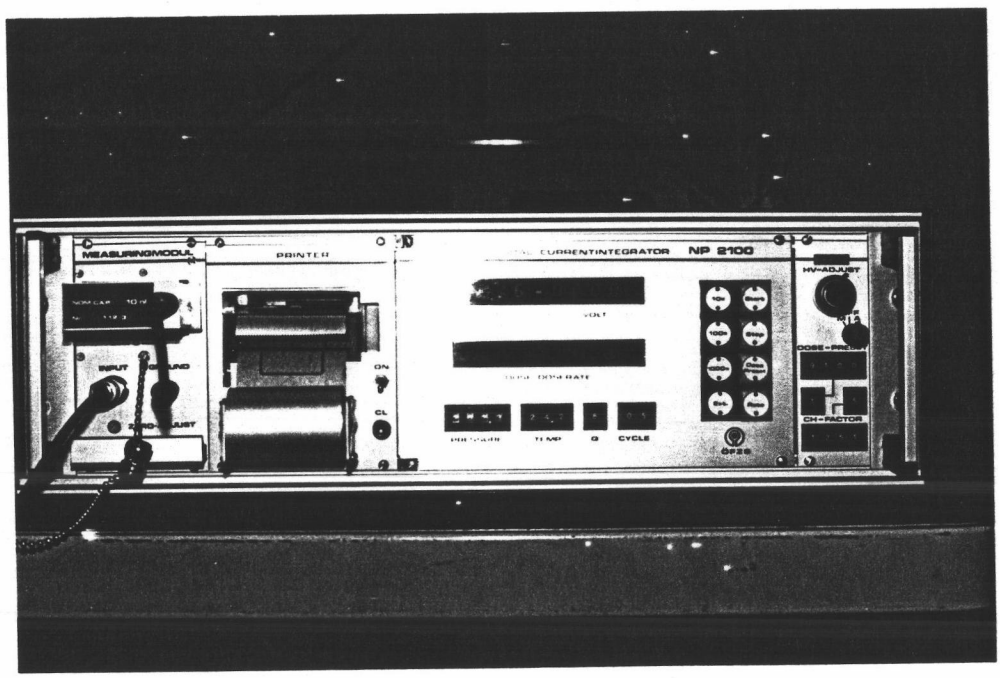


รูปที่ 3.8 แสดงหัววัดรังสี NPL ionization และแหล่งกำเนิดรังสี โคบอลต์-60



รูปที่ 3.9 แสดงหัววัดรังสี NP-2100 ionization และแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

รูปที่ 3.10 แสดง Ionex Dosemaster ที่ใช้ในการวัดปริมาณรังสีแกมมา จากโคบอลต์-60 เพื่อกำหนดปริมาณรังสีที่ให้กับ TLD



รูปที่ 3.11 แสดง NP-2100 electrometer ที่ใช้ในการวัดปริมาณรังสีเอกซ์ เพื่อกำหนดปริมาณรังสี ที่ให้กับ TLD

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมงานขั้นต้น

- ศึกษาและค้นคว้าทางเอกสาร ที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมผลึก TLD ชนิด $CaSO_4(Dy)$
- ศึกษาทางเอกสารเกี่ยวกับการทดสอบคุณสมบัติทางรังสีของ TLD ชนิด $CaSO_4(Dy)$
- จัดหาวัสดุ อุปกรณ์ สารเคมี และอื่น ๆ ที่จำเป็นต้องใช้สำหรับการวิจัย

3.3.2 ขั้นตอนการวิจัย

3.3.2.1 ศึกษาหาความเหมาะสม ในการจัดระบบ เพื่อเตรียมผลึก TLD ชนิด $CaSO_4(Dy)$

นำแคลเซียมซัลเฟต($CaSO_4.2H_2O$ analytical grade) ละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) จากนั้นเติม ดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) ซึ่งเป็นสารเจือปน ลงในสารละลาย นำสารละลายที่ได้ไปให้ความร้อนในเตาบุฉนวน จนสารละลายระเหยแห้ง จะได้ผลึกสารสีขาวของ $CaSO_4(Dy)$

$CaSO_4 . 2H_2O$

↓ dissolve in conc. H_2SO_4 with Dy_2O_3

$CaSO_4(Dy)$

ตัวแปรที่ต้องพิจารณาในการเตรียมผลึก TLD มีดังต่อไปนี้

ก. สภาพความอิ่มตัวของสารละลาย

ข. ปริมาณสารเจือปน

ค. ระยะเวลาในการเตรียมผลึก

ง. อุณหภูมิที่เหมาะสม

จ. ความดันที่เหมาะสม

เมื่อพิจารณาสิ่งที่เป็นตัวแปร ในการเตรียมผลึก TLD ทั้ง 5 ข้อข้างต้นนั้น ทำให้ออกแบบการทดลอง และจัดระบบได้ โดยคำนึงถึงสิ่งต่อไปนี้

ก. สภาพความอิ่มตัวของสารละลาย เป็นที่ทราบกันดีว่า สารละลายที่ตกผลึกได้จะต้องเป็นสารละลายที่อยู่ในสภาวะอิ่มตัว ผู้ทดลองจึงใช้สภาวะนี้ เป็นตัวกำหนดปริมาณของตัวทำละลาย คือ กรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) และ ตัวถูกละลาย คือแคลเซียมซัลเฟต ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) โดยค่อย ๆเติม $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ลงไปในกรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4)ทีละน้อย และกวน จนกระทั่งตัวทำละลายไม่สามารถละลายตัวถูกละลายได้อีก ถือว่าสภาวะนั้นเป็นสภาวะที่มีปริมาณสารพอเหมาะที่ทำให้เกิดสภาวะอิ่มตัวของสารละลาย

ข. ปริมาณสารเจือปน ซึ่งเป็น ตัวกระตุ้น (activator) ทำให้เกิดผลึกที่เป็น TLD ได้ สำหรับปริมาณตัวกระตุ้น นี้ ไม่สามารถกำหนดได้ จึงต้องทำการทดลอง โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณของ ดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3)

ค. ระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมผลึก โดยปกตินั้นการเลี้ยงผลึก จะต้องใช้เวลานานจึงจะทำให้สารละลายตกผลึกได้ แต่เนื่องจากการเตรียมผลึกโดยวิธีนี้ จะต้องให้ความร้อนแก่กรดซัลฟูริกเข้มข้นอุณหภูมิสูง จึงจะสามารถทำให้กรดระเหยจนแห้งได้ ทั้งนี้เนื่องจากกรดซัลฟูริกมีจุดเดือดที่อุณหภูมิ 320 องศาเซลเซียส ดังนั้นระหว่างการเตรียมผลึกจึงต้องเฝ้าดูอยู่ตลอดเวลา เพราะอาจมีอันตรายเกิดขึ้นได้

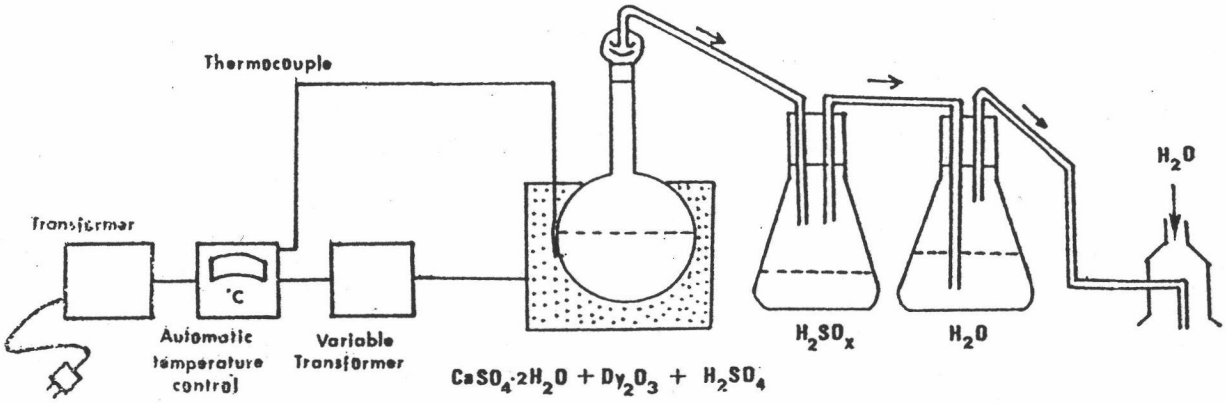
ง. อุณหภูมิที่เหมาะสม ทำโดยใช้ปริมาณการระเหย กลายเป็นไอ ของสารละลายเป็นตัวกำหนดอุณหภูมิ โดยสังเกตดูจากปริมาณของไอกรดที่ควบแน่น ตกลงไปเป็นหยดของเหลวในภาชนะขวดรูปชมพู่ใบที่ 1 ดังแสดงใน รูปที่ 3.12 ก

จ. ความดันที่เหมาะสม ความดันของระบบจะมีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเตรียมผลึกด้วย ระบบที่มีความดันต่ำ สารละลายจะเดือดที่อุณภูมิต่ำ และการเดือดจะเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ ใช้เวลาในการเตรียม น้อยกว่าระบบที่มีความดันสูง

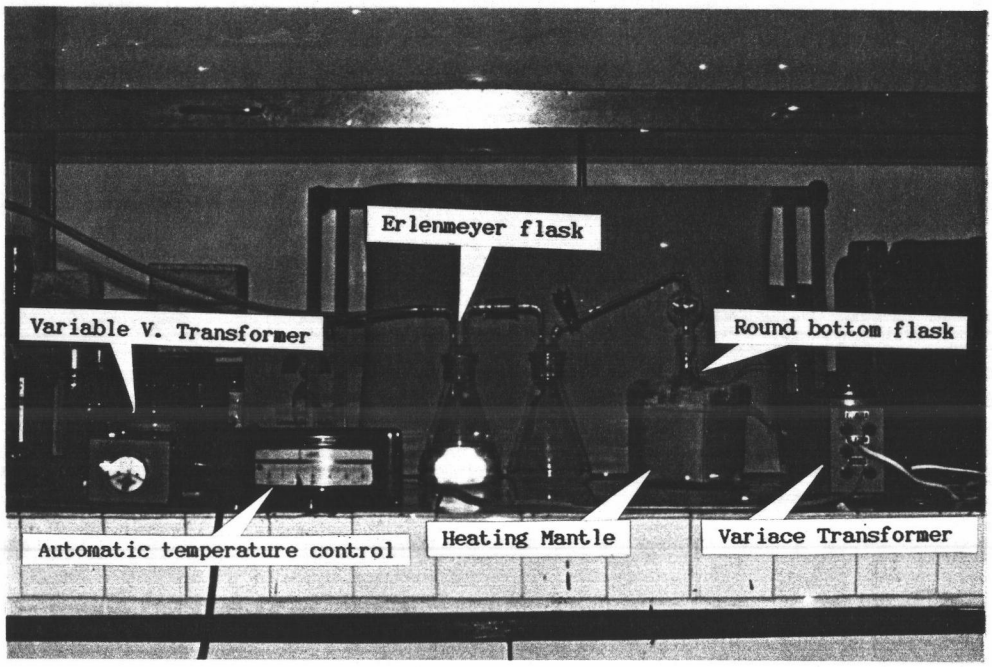
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากการวิเคราะห์สมมติฐานเบื้องต้น ได้ออกแบบการทดลองดังต่อไปนี้

<u>การจัดระบบการเตรียมผลึกแบบไม่ใช้เครื่องดูดอากาศ</u>



รูปที่ 3.12 ก แผนภาพแสดงการจัดระบบการเตรียมผลึกแบบไม่ใช้เครื่องดูดอากาศ



รูปที่ 3.12 ข แสดงการจัดระบบการเตรียมผลึกแบบไม่ใช้เครื่องดูดอากาศ

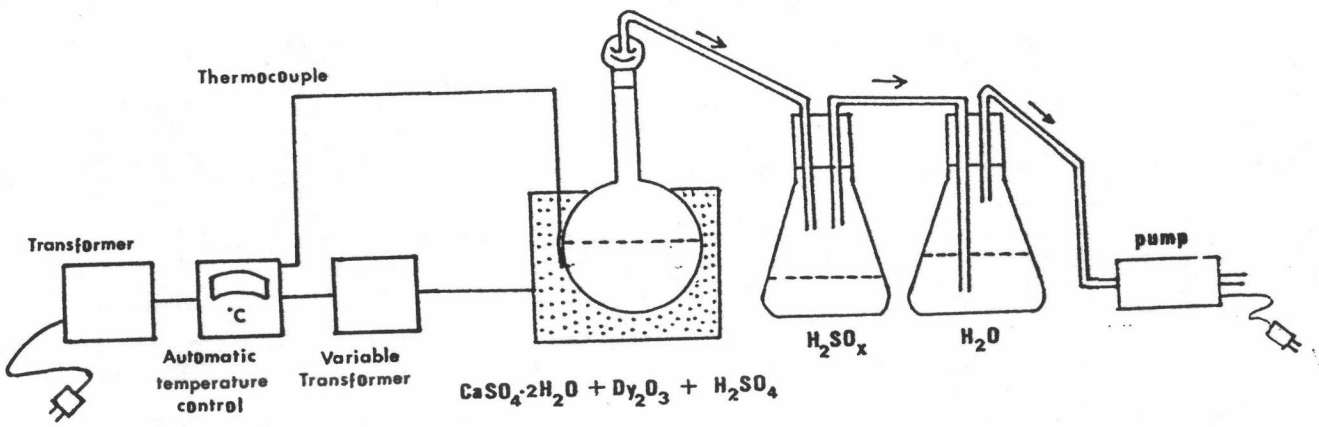
ปริมาณสารเคมีที่ใช้มีดังต่อไปนี้

- กรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) 35 มิลลิลิตร
- แคลเซียมซัลเฟต ($CaSO_4.2H_2O$) 30 กรัม
- ดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) 0.22 , 0.44 , 0.65, 0.87 wt%Dy (เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักของ Dy ใน $CaSO_4$)

เงื่อนไขของระบบ

- ให้ความร้อนแก่สารละลายเป็น 4 ขั้นตอน คือ 220 , 290 , 350 และ 450 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาขั้นตอนละ 6 ชั่วโมง การเพิ่มอุณหภูมิในแต่ละขั้นตอนไม่ต่อเนื่อง ทำวันละ 6 ชั่วโมง เป็นเวลา 4 วัน
- ภายในขวดรูปชมพู่ใบที่ 2 ใส่น้ำไว้ เพื่อดูดไอกรดซัลฟูริก ที่เหลือจากการควบแน่นในขวดรูปชมพู่ใบที่ 1 เพื่อมิให้มีไอกรดออกมาสู่สิ่งแวดล้อม และทำอันตรายแก่ผู้เตรียมจึงทำการทดลองในตู้ดูดควัน และนำสายยางมาต่อที่ ทางออกของขวดรูปชมพู่ใบที่ 2

<u>การจัดระบบการเตรียมผลึกแบบใช้เครื่องดูดอากาศ</u>



รูปที่ 13 แผนภาพแสดงการจัดระบบแบบใช้เครื่องดูดอากาศ

ปริมาณสารเคมีที่ใช้

- กรดซัลฟูริกเข้มข้น(conc. H_2SO_4) 35 มิลลิลิตร
- แคลเซียมซัลเฟต ($CaSO_4.2H_2O$) 30 กรัม
- ดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) 0.01, 0.10 , 0.22 , 0.33 ,0.44, 0.65 , 0.87 , 1.00 และ 10.00 wt%Dy

เงื่อนไขของระบบ

- ใช้เครื่องดูดอากาศ เพื่อลดความดันของระบบ เหลือ 280 มิลลิเมตรปรอท
- ให้ความร้อนแก่ระบบขั้นตอนเดียว คือให้อุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียส (อยู่ในช่วง 290 - 310 องศาเซลเซียส) ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิที่การระเหยของสารละลายเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ และเร็วกว่าการจัดระบบแบบไม่ใช้เครื่องดูดอากาศ โดยสังเกตได้ว่าการควบแน่นของของเหลวที่ตกลงไปในภาชนะขวดรูปชมพู่ใบที่ 1 เป็นไปอย่างสม่ำเสมอ จับเวลาได้ประมาณ 3 หยด / วินาที ใช้เวลาในการเตรียม 4 ชั่วโมง 30 นาที
- ภายในขวดรูปชมพู่ใบที่ 2 ใส่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มีความเข้มข้น 30 เปอร์เซนต์

3.3.2.2 ขั้นตอนการเผาไล่กรดออกจากผลึก $CaSO_4$(Dy)

หลังจากการเตรียมผลึกตามวิธีการจัดระบบแบบใช้เครื่องดูดอากาศหรือไม่ใช้เครื่องดูดอากาศก็ตาม จะได้ผลึกผงเล็ก ๆ มีสีขาว และยังมีความชื้น เนื่องจากยังมีกรด หลงเหลืออยู่ในผลึก ต้องนำผลึกที่ได้เผาต่อที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.3.2.3 ขั้นตอนการ anneal

นำ TLD ชนิด $CaSO_4$(Dy) ที่ได้ไป anneal ที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.2.4 ขั้นตอนการเตรียม TLD ไปใช้งาน

นำผลึก $CaSO_4$(Dy) ไปร่อนเพื่อเลือกขนาด จากนั้นนำไปบรรจุลงในแคปซูลบรรจุโดยใช้ที่บรรจุ TLD powder ที่เรียกว่า dispenser ดังแสดง ในรูปที่ 3.3 โดยกด dispenserเพื่อบรรจุแคปซูลละ 3 ครั้ง ก็จะได้แคปซูล TLD ที่พร้อมที่จะใช้งานได้

3.3.2.5 ขั้นตอนการทำ calibration dose

การทดสอบคุณสมบัติทางด้านรังสีของ $CaSO_4$(Dy) จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องทราบปริมาณรังสีที่ถูกต้องที่กำหนดฉาย (expose) ให้กับ $CaSO_4$(Dy) ทั้งนี้ เพื่อป้องกันความผิดพลาดของข้อมูลที่ได้จากการทดสอบนั้น การทดลองนี้ จึงใช้เครื่องวัดรังสี ที่ได้รับการสอบเทียบ (intercomparison) กับ Primary standard dosemetry labolatory จากประเทศอังกฤษ และ ประเทศออสเตรีย ซึ่งมาตรฐานปฐมภูมิของแต่ละประเทศ อาจมีความคลาดเคลื่อนในการวัด $\pm$ 0.5 % ดังนั้น เครื่องมือที่ใช้ในการกำหนดปริมาณรังสี (calibration dose) นี้เป็น secondary standard ionization chamber

- การกำหนดปริมาณรังสีจากแหล่งกำเนิดรังสี โคบอลต์-60

ใช้หัววัดรังสี NPL ionization chamber ต่อเข้ากับ Ionex Dosemaster ซึ่งตั้งอยู่ภายนอกห้องแหล่งกำเนิดรังสีโดยจัดระยะระหว่างแหล่งกำเนิดรังสีกับ NPL chamber ที่ตำหน่งจุด sensitive point เป็นระยะทาง 100 เซนติเมตร วัดปริมาณรังสีในอากาศโดยตั้งเวลาที่เครื่องควบคุมแหล่งกำเนิดรังสี วัดอุณหภูมิและความดัน ภายในห้องที่ตำแหน่งภายในห้องบริเวณใกล้กับ NPL chamber นำค่าเอ็กซ์โพเชอร์ (exposure) ที่อ่านได้จาก NPL chamber ซึ่งมีหน่วยเป็น เรินท์เกน(R) มาแก้ค่าอุณหภูมิ และความดัน ไปที่ อุณหภูมิและความดันมาตรฐาน (STP) คือที่ อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ความดัน 760 มิลลิเมตรปรอท

กิจจา จงกิติวิทย์ (2520) ได้กล่าวถึงการแก้ค่าอุณหภูมิและความดัน(temperature and pressure correction) ไว้ดังต่อไปนี้

ในการวัดปริมาณรังสีในอากาศเป็นเรินท์เกนนั้น ปกติจำเป็นต้องทราบค่ามวลของอากาศในปริมาตรที่ต้องการวัดปริมาณรังสีในอากาศนั้นก่อนเนื่องจาก ionization chamber ส่วนมากเป็นแบบเปิด (unsealed) ดังนั้นมวลของอากาศภายใน chamber จึงขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและความดันของบรรยากาศ ซึ่งมวล m ของอากาศในปริมาตรที่กำหนดให้มีอุณหภูมิ t และความดัน P จะมีความสัมพันธ์กับมวล m ที่ 20 องศาเซลเซียส 760 มิลลิเมตรปรอท ดังนี้

$$m(t,P) = m \cdot \frac{293.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{760}$$

เทอมแรกในวงเล็บเป็นการแก้ค่าการขยายตัวของอากาศตามอุณหภูมิและเทอมที่สองเป็นการแก้การเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของความดัน แต่เนื่องจากเวลาจะหาปริมาณรังสีในอากาศ ต้องเอาค่ามวลไปหาร ดังนั้นค่าแก้สำหรับปริมาณรังสีในอากาศ ที่อ่านที่อุณหภูมิ t และความดัน P ต้องคูณด้วยตัวประกอบดังนี้

$$\frac{273.15 + t}{293.15} \times \frac{760}{P}$$

จะให้ค่าปริมาณรังสีในอากาศเป็นเรินท์เกน ที่ถูกต้อง

เมื่อได้ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาบนเครื่องควบคุมแหล่งกำเนิดรังสีกับปริมาณรังสีที่แก้ค่าอุณหภูมิและความดันแล้ว ต่อไปถ้าจะนำ TLD มาฉายรังสี จะต้องจัดตำแหน่งให้ตรงกับตำแหน่งหัววัดรังสีโดยใช้ เทเลสโคป เป็นตัวกำหนดตำแหน่งจุดกึ่งกลางของ TLD ให้ตรงกับหัววัด ส่วนจุดกึ่งกลาง ระหว่างตำแหน่งต้นกำเนิดรังสี (source) กับระดับหัววัดหรือระดับแคปซูลนั้น กำหนดตำแหน่งโดยใช้ลำแสงเลเซอร์ (laser beam) เป็นตัวกำหนด

- การกำหนดปริมาณรังสีจากแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

ใช้หัววัดรังสี ไอออนไนเซชัน แชมเบอร์ (ionization chamber) NP-2100 ขนาด 30 cc และใช้เครื่องวัดรังสี (electrometer) NP-2100 ซึ่งเป็น secondary standard จากประเทศออสเตรีย การกำหนดปริมาณรังสีใช้หลักการเดียวกันกับการกำหนดปริมาณรังสี จากเครื่องกำเนิดรังสี โคบอลต์-60

3.3.2.6 ขั้นตอนการทดสอบคุณสมบัติทางรังสีของ $CaSO_4$(Dy)

1) การศึกษาคุณสมบัติของ glow curve

นำแคปซูล TLD ที่ฉายรังสีแล้ว มาอ่านด้วยเครื่องอ่าน TLD ของบริษัท Harshaw ซึ่งประกอบด้วย detector reader model 2000 A และ automatic integrating picoammeter 2000 B ต่อวงจรเชื่อมโยงกับคอมพิวเตอร์ (อรรถพร ภัทรสุมันต์ ,2534) เพื่อดูลักษณะของ glow curve ในการกดอ่าน TLD แต่ละค่าจะใช้ dispenser สำหรับการ

อ่าน เป็นตัวกำหนดปริมาณ TLD ที่ตกลงบน planchet

2) การศึกษา ผลของการเปลี่ยนแปลง ปริมาณ ดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) ที่มีความไว (sensitivity) ในการตอบสนองต่อรังสี

นำแคปซูล TLD ชนิด $CaSO_4$(Dy) ที่เตรียมได้จากการเปลี่ยนแปลงค่าเปอร์เซนต์โดยน้ำหนักของ Dy_2O_3 ใน $CaSO_4.2H_2O$ ต่าง ๆ กัน โดยใช้ขนาดของผลึก ขนาด -80+200 mesh ไปฉายรังสีแกมมา จากเครื่องกำเนิดรังสี โคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสี 10 R โดยก่อนฉายรังสี ต้องทำการ calibrate dose ด้วย NPL chamber ก่อน หลังจากฉายรังสีให้แก่ $CaSO_4$(Dy) แล้ว ให้เก็บ TLD ไว้ในที่ ที่ไม่มี background เป็นเวลา 1 วัน จึงนำมาอ่านค่าปริมาณแสงที่ออกมาจาก $CaSO_4$(Dy)

การทดลองนี้ต้องการจะเปรียบเทียบความไวในการตอบสนองต่อรังสีของ$CaSO_4$(Dy) ที่มีปริมาณ wt%Dy ต่างกัน ดังนั้นจึงต้องควบคุมการทดลองทุกขั้นตอนโดย ทำการทดลองพร้อมกัน เก็บ TLD ไว้ในที่เดียวกัน และนำมาอ่านค่าปริมาณแสงในวันเดียวกันด้วย เพื่อแก้ค่า sensitivity ของเครื่อง

3) การเปลี่ยนแปลงขนาดของผลึก ที่มีผลต่อ ความไวในการตอบสนองต่อรังสี

จากการศึกษา ในหัวข้อ 2) นำผลึก $CaSO_4$(Dy) ที่มีความไวในการตอบสนองต่อรังสีสูง มาศึกษาในหัวข้อนี้ โดยนำ $CaSO_4$(Dy)ไปร่อน แยกขนาด (grain size) และชั่งน้ำหนักของผลึกที่มีขนาดของผลึกต่าง ๆ กันนั้น นำไป anneal ที่ 400 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง 100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง เก็บไว้ในที่ที่ไม่มีความชื้น นำไปบรรจุลงในแคปซูล และฉายรังสีจากแหล่งกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสี 10 R ทิ้งไว้ 1 วัน จึงนำมาอ่านค่าสัญญาณแสง การทดลองนี้ต้องควบคุมการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2)

4) การศึกษา linearity

นำ $CaSO_4$(Dy) ที่มีความไวในการตอบสนองต่อรังสีสูงซึ่งได้ผลจากการศึกษาในหัวข้อ 2)ไปฉายรังสีจากแหล่งกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสีต่างๆ กัน ทิ้งไว้ 1 วัน นำมาอ่านค่าสัญญาณแสง และเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณรังสีที่ $CaSO_4$(Dy) ได้รับกับสัญญาณแสงที่ออกมาจาก $CaSO_4$(Dy)

5) การหาปริมาณรังสีต่ำสุด ที่ $CaSO_4$ (Dy) สามารถวัดได้ (minimum detectable dose)

นำ $CaSO_4$(Dy) ที่มีความไวในการตอบสนองต่อรังสีสูงซึ่งได้ผลจากการศึกษาในหัวข้อ 2) ไปฉายรังสี จากแหล่งกำเนิดรังสีแกมมา โคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสีต่ำ ๆ ต่าง ๆ กัน จากนั้นนำไปอ่านค่าสัญญาณแสง โดยต้องอ่านสัญญาณแสงของ $CaSO_4$(Dy) ที่ไม่ได้ฉายรังสี (background) ด้วย จากนั้นทำ calibration curve โดยให้แกนนอนเป็นสัญญาณแสงที่อ่านได้ลบด้วยสัญญาณแสงของ $CaSO_4$(Dy) ที่ไม่ได้ฉายรังสี แกนตั้ง เป็นปริมาณรังสีที่ฉาย จากนั้นนำค่า 3 เท่าของความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation : SD) ของสัญญาณ $CaSO_4$(Dy) ที่ไม่ได้ฉายรังสี ไปอ่านค่าปริมาณรังสี ใน calibration curve ที่ทำไว้ ค่าที่อ่านได้นี้ ถือเป็นค่าปริมาณรังสีต่ำสุดที่ $CaSO_4$(Dy) นี้สามารถวัดได้ โดยการใช้ 3 SD นี้ จะให้ค่าความเชื่อมั่น 99.87 เปอร์เซนต์

6) การศึกษา relative response ของ $CaSO_4$(Dy)ที่เตรียมได้

นำแคปซูล $CaSO_4$(Dy) ที่มีความไวในการตอบสนองต่อรังสีสูง มาฉายรังสีจากแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ที่พลังงานต่าง ๆ กัน และฉายรังสีแกมมาจาก เครื่องกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสี 200 mR เท่ากัน เก็บไว้ 1 วัน นำมาอ่านค่าสัญญาณแสงด้วยเครื่องอ่าน TLD นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟ เพื่อดูความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานของโฟตอนกับความไวในการตอบสนองต่อรังสีเทียบ กับพลังงานของ รังสีแกมมาจากโคบอลต์-60

7) การศึกษาความไว (sensitivity)ในการตอบสนองต่อรังสีระหว่าง TLD ชนิด $CaSO_4$(Dy) ที่เตรียมได้ กับ TLD ชนิด LiF ที่ผลิตโดย บริษัท Harshaw

นำ $CaSO_4$(Dy) ที่เตรียมได้ และ LiF (TLD 700) (ผ่านการใช้งานมาแล้ว 1 ครั้ง)ของบริษัท Harshaw ที่มีขนาด grain size -80+200 mesh เท่ากัน มาฉายรังสีแกมมา จากแหล่งกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสี 10 R เก็บไว้ 1 วัน นำมาอ่านค่าปริมาณแสง และเปรียบเทียบความไวในการตอบสนองต่อรังสี ของ TLD ทั้ง 2 ชนิด

8) การศึกษาผลการ anneal $CaSO_4$(Dy) หลังฉายรังสี ก่อนนำไปอ่านค่าสัญญาณแสง

นำ $CaSO_4$(Dy) ที่เตรียมได้ ไปฉายรังสีแกมมาจากเครื่องกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสี 300 mR หลังจากนั้นนำ $CaSO_4$(Dy) เทลงในอลูมิเนียมฟอยล์ นำไป anneal ที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที และอีกส่วนหนึ่ง ไม่ anneal นำทั้งสองส่วนนั้นไปอ่านค่าสัญญาณแสง เปรียบเทียบดู glow curve และสัญญาณที่ได้

9) การศึกษา fading

นำ $CaSO_4$(Dy)ที่เตรียมได้ 4 แคปซูล ไปฉายรังสีแกมมาจากแหล่งกำเนิดรังสีโคบอลต์-60 ด้วยปริมาณรังสีปริมาณหนึ่ง แบ่งแคปซูล $CaSO_4$(Dy)ออกมา 2 แคปซูล มาอ่านค่าสัญญาณแสง ด้วยเครื่องอ่าน TLD ภายในวันเดียวกันกับวันที่ฉายรังสี และอีก 2 แคปซูล เก็บทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง (~ 30 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1 เดือน จึงนำมาอ่านค่าสัญญาณแสง นำค่าสัญญาณแสงที่อ่านได้มา เปรียบเทียบหาค่าปริมาณแสงที่ลดลง (fading)