

อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อโครงสร้าง
ของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรต

Influence of Temperature and Time-duration Synthesis on the Structure of
Lithium Lanthanum Borate Compound

เอกพล แก้วนวม

สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

E-mail: Eakgapon_9@hotmail.com

บทคัดย่อ

การวิจัยในครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาพัฒนาผงของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรต สำหรับใช้เป็นวัสดุโฮสต์ของฟอสฟอรัสในการสร้างภาพถ่ายด้วยนิวตรอนและในหัววัดนิวตรอน กลุ่มตัวอย่าง คือ ผงของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรตที่มีร้อยละสัดส่วนของสารเคมีตั้งต้น $27.27\text{Li}_2\text{CO}_3 : 18.18\text{La}_2\text{O}_3 : 54.55\text{H}_3\text{BO}_3$ ซึ่งถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยใช้อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน ผงตัวอย่างถูกนำไปวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลา การเตรียมที่มีผลต่อลักษณะทางโครงสร้างผลึก โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer; XRD) ผลจากการศึกษา พบว่า เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งเพื่อให้ได้ผงวัสดุที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกของสาร $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ เป็นองค์ประกอบหลัก คือ ใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

คำสำคัญ: ลิเทียมแลนทานัมบอเรต / ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง / โครงสร้างผลึก

Abstract

The purpose of the study is to study and develop Lithium Lanthanum Borate powder as a Phosphor's host in the neutron imaging and neutron detector application. The samples are powders of lithium lanthanum borate compound with $27.27\text{Li}_2\text{CO}_3 : 18.18\text{La}_2\text{O}_3 : 54.55\text{H}_3\text{BO}_3$ stoichiometry percentage, which were prepared by the solid state reaction using different temperature and duration. Sample powders were analyzed in terms of the influence of temperature and preparation duration towards the crystal structure by using X-Ray Diffractometer

(XRD). The results show that the optimum condition of the solid state reaction synthesis for obtaining the powder with main structure of monoclinic $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ content is the 600 °C for 6 hr duration.

Keywords: Lithium lanthanum borate/ Solid state reaction/ Crystal structure

บทนำ

ปัจจุบันผงฟอสฟอรัส (Phosphor) เป็นวัสดุที่น่าสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากได้ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ทางแสงและอุปกรณ์ทางรังสีวิทยาที่หลากหลาย เช่น การถ่ายภาพทางการแพทย์ อุปกรณ์จอภาพ อุปกรณ์ให้กำเนิดแสง และหัววัดนิวตรอน (Zhang, Lang, Seo. 2011; Mikhailin, Spassky, Kolobanov, etc. 2010; Sidorenko, Bos, Dorenbos, etc. 2004) โดยเฉพาะผงฟอสฟอรัสที่มีสารประกอบลิเทียมแรร์เอิร์ทบอเรต (Lithium rare-earth borate) เป็นวัสดุโฮสต์ ได้ถูกนำไปศึกษาค้นคว้าและพัฒนาอย่างกว้างขวาง เพราะเป็นวัสดุที่ใช้คุณสมบัติในการสังเคราะห์ต่ำ มีเสถียรภาพทางเคมีและทางกายภาพที่ดี และมีโครงสร้างผลึกที่มีความเป็น anisotropic สูง (Ardicoglu, Özbayoglu, Özdemir, etc. 2006; Fawad, Oha, Park, etc. 2014) วัสดุโฮสต์ดังกล่าว จึงถูกนำมาเจือด้วยไอออนของธาตุกลุ่มแลนทานาไนด์ (Lanthanide; Ln) เพื่อใช้เป็นวัสดุฟอสฟอรัสที่มีสมบัติการเปล่งแสง (Luminescence) ที่มีประสิทธิภาพสูง (Fawad, Oha, Park, etc. 2013, 2014; Ju, Hu, Wu, etc. 2011; Zhang, Wang, Tao. 2012) สำหรับการประยุกต์ใช้งานที่น่าสนใจของฟอสฟอรัสกลุ่มดังกล่าวคือ การถ่ายภาพด้วยนิวตรอน (Neutron imaging) และหัวตรวจวัดนิวตรอนแบบซิลทิลเลชัน (Scintillation) เนื่องจากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่า Li, B และ Gd มีภาคตัดขวางในการจับ (Capture cross-section) เทอมอลนิวตรอนสูง (Van, Eijk, 2004) ทำให้ในการศึกษาช่วงแรก ๆ สารประกอบที่มีลิเทียมแกโดลิเนียมบอเรต (Lithium gadolinium borate) เป็นวัสดุโฮสต์ได้ถูกเตรียมขึ้นเพื่อหวังว่าจะนำมาใช้ในการตรวจจับอนุภาคนิวตรอน แต่ขณะเดียวกันพบว่า ธาตุแกโดลิเนียม เกิดการแผ่รังสีแกมมาออกมาเมื่อเกิดการจับกับนิวตรอน และวัสดุดังกล่าวมีความอ่อนไหวต่อการตรวจจับรังสีแกมมาพื้นหลัง (Gamma-ray background) (Van, Eijk. 2004) ซึ่งต่อมาทำให้มีการปรับปรุงเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของวัสดุโฮสต์เป็นลิเทียมอิตเทรียมบอเรต (Lithium yttrium borate) (Ju, Hu, Wu, etc. 2011) และลิเทียมลูเทียมบอเรต (Lithium lutetium borate) (Fawad, Oha, Park, etc. 2014) ตามลำดับ แต่ผงฟอสฟอรัสที่ใช้สารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรต (Lithium lanthanum borate) เป็นวัสดุโฮสต์ยังไม่ได้ถูกนำมาศึกษาวิจัยมากเท่าที่ควร ทั้งๆ ที่แลนทานัมก็เป็นธาตุหนึ่งในกลุ่มธาตุหายาก (Rare-earth) ที่มีแถบพลังงานระหว่างสถานะพื้นและสถานะ

ถูกกระตุ้นที่กว้างเช่นเดียวกับแกโดลิเนียม และลูเทเทียม (Martin, Zalubas, L. Hagan. 1978) นอกจากนี้การที่แลนทานัมมีเลขอะตอมน้อยกว่าแกโดลิเนียมและลูเทเทียมจะช่วยลดความอ่อนไหวต่อการตรวจจับรังสีแกมมาพื้นหลัง ทำให้สัญญาณรบกวนจากรังสีแกมมาที่เกิดขึ้นขณะตรวจจับนิวตรอนลดลง (Van, Eijk. 2004) ดังนั้น การเตรียมผงของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรตเพื่อใช้เป็นวัสดุไฮสตรัทสำหรับผงฟอสฟอรัสที่ใช้ในการตรวจจับนิวตรอนจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจอย่างมาก

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาพัฒนาการสังเคราะห์ผงวัสดุของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรตโดยวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิและช่วงเวลาในการเตรียมที่มีผลต่อการเกิดโครงสร้างผลึกของสารประกอบเพื่อให้ได้ข้อมูลที่เป็นแนวทางในการนำผงวัสดุดังกล่าวไปใช้เป็นวัสดุไฮสตรัทสำหรับฟอสฟอรัสที่ใช้ในการถ่ายภาพด้วยนิวตรอน และในหัวตรวจวัดนิวตรอนได้ต่อไป

วัตถุประสงค์การวิจัย

เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อลักษณะทางโครงสร้างของผงของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรตสำหรับใช้เป็นวัสดุไฮสตรัทของฟอสฟอรัสในการสร้างภาพถ่ายด้วยนิวตรอน และหัวตรวจวัดนิวตรอน

ขอบเขตการวิจัย

งานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมผงของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรตโดยใช้วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งเพื่อนำมาศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อลักษณะทางโครงสร้างของผงวัสดุ

1. กลุ่มตัวอย่าง

ผงวัสดุตัวอย่างทั้งหมดมีร้อยละสัดส่วนของสารเคมีตั้งต้นเดียวกัน คือ $27.27\text{Li}_2\text{CO}_3$: $18.18\text{La}_2\text{O}_3$: $54.55\text{H}_3\text{BO}_3$ แต่ใช้เงื่อนไขอุณหภูมิ (องศาเซลเซียส; °C) และเวลา (ชั่วโมง; hr) ในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน โดยแบ่งเป็น 2 กลุ่มตัวอย่าง ได้แก่

1) กลุ่มตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน แต่ใช้เวลาในการสังเคราะห์เท่ากัน มีทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ประกอบด้วย $400^\circ\text{C}-6\text{hr}$ $500^\circ\text{C}-6\text{hr}$ $600^\circ\text{C}-6\text{hr}$ $700^\circ\text{C}-6\text{hr}$ และ $800^\circ\text{C}-6\text{hr}$

2) กลุ่มตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกัน แต่ใช้เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน มีทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ประกอบด้วย $600^\circ\text{C}-2\text{hr}$ $600^\circ\text{C}-4\text{hr}$ $600^\circ\text{C}-6\text{hr}$ $600^\circ\text{C}-8\text{hr}$ และ $600^\circ\text{C}-10\text{hr}$

2. ตัวแปรที่ศึกษา

- 1) ตัวแปรต้น : อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงตัวอย่าง
- 2) ตัวแปรตาม : ลักษณะทางโครงสร้างของผงตัวอย่าง
- 3) ตัวแปรควบคุม : ร้อยละสัดส่วนของสารเคมีตั้งต้น

3. วัสดุ เครื่องมือ อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

สารเคมีความบริสุทธิ์สูงที่ใช้ในงานวิจัย

- 1) ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3)
- 2) แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3)
- 3) กรดบอริก (H_3BO_3)

เครื่องมือและอุปกรณ์ในงานวิจัย

1. เครื่องชั่งดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง บริษัท Sartorius รุ่น BSA2245-CW
2. ซ้อนตักสาร
3. กระดาษชั่งสาร
4. ครกและแท่งบดสาร
5. เباءพอร์ซเลน (Porcelain)
6. กระดาษฟอยล์
7. โถดูดความชื้น (Desiccator)
8. เตาอบไฟฟ้าที่ใช้ระบบลวดให้ความร้อน
9. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-rays diffractometer; XRD)

บริษัท Shimadzu รุ่น XRD-6100

การเก็บรวบรวมข้อมูล

1. สารเคมีตั้งต้นความบริสุทธิ์สูง ประกอบด้วย ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3) (H_3BO_3) กรดบอริกถูกนำไปใช้ในการเตรียมผงวัสดุของสารประกอบลิเทียมแลนทานัมบอเรต โดยใช้ร้อยละสัดส่วนโดยโมลของสารเคมีตั้งต้นเป็น $27.27\text{Li}_2\text{CO}_3 : 18.18\text{La}_2\text{O}_3 : 54.55\text{H}_3\text{BO}_3$ ซึ่งอ้างอิงจากการเตรียมสารประกอบที่มีองค์ประกอบทางเคมีใกล้เคียงกันในงานวิจัยก่อนหน้า (Li, Zeng, Zhang, 2005)

2. ชั่งสารเคมีที่ได้จากการคำนวณตามสัดส่วนร้อยละโดยโมลตามข้อ 1 โดยใช้เครื่องชั่งดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง เพื่อให้ได้ผงตัวอย่างมวลรวม 10 g

3. ผสมและบดสารแต่ละตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้ครกและแท่งบดสาร จากนั้นนำไปใส่เข้าพอร์ชเลน และปิดปากเข้าด้วยฟลอยด์ลุมิเนียมก่อนนำไปเก็บในโถดูดความชื้น

4. นำเข้าพอร์ชเลนที่มีสารตั้งต้นที่ผสมกันบรรจุอยู่ ไปใส่ในเตาไฟฟ้าที่ใช้ระบบควบคุมให้ความร้อน เพื่อสังเคราะห์ผงตัวอย่างด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยใช้เงื่อนไขอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ซึ่งแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มตัวอย่าง ได้แก่

- กลุ่มตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิแตกต่างกัน แต่ใช้เวลาในการสังเคราะห์เท่ากัน มีทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ประกอบด้วย 400°C-6hr 500°C-6hr 600°C-6hr 700°C-6hr และ 800°C-6hr

- กลุ่มตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิเดียวกัน แต่ใช้เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน มีทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ประกอบด้วย 600°C-2hr 600°C-4hr 600°C-6hr 600°C-8hr และ 600°C-10hr

5. ผงตัวอย่างทั้งหมดถูกนำไปศึกษาลักษณะทางโครงสร้างโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อลักษณะทางโครงสร้าง

การวิเคราะห์ข้อมูล

ข้อมูลที่ได้จากการทดลองถูกนำไปวิเคราะห์โดยใช้วิธีดังต่อไปนี้

1. ภาพของผงตัวอย่างที่เตรียมได้โดยใช้อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะของเนื้อสาร และการจับตัวกันเป็นก้อนซึ่งชี้ให้เห็นถึงการก่อตัวของโครงสร้างของผงตัวอย่างได้พอสมควร

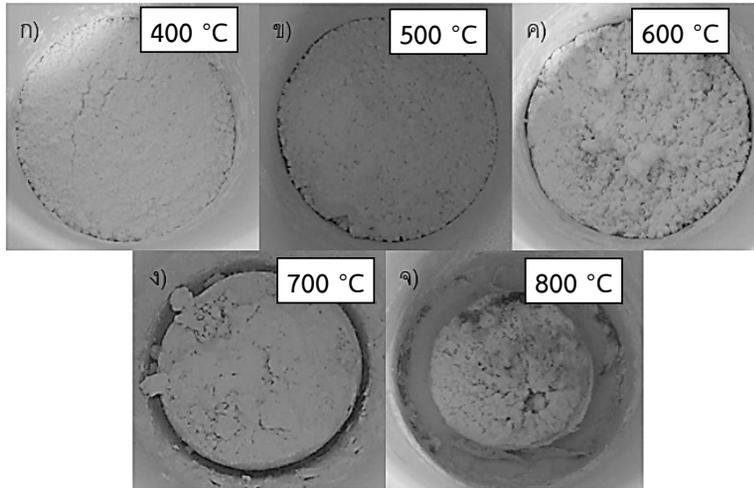
2. ข้อมูลของผงตัวอย่างที่ได้จากเครื่อง XRD ถูกนำไปวิเคราะห์กับฐานข้อมูลของ Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDs) เพื่อระบุลักษณะทางโครงสร้างผลึกและระนาบอะตอมของสารประกอบที่เกิดขึ้นในผงตัวอย่าง

ผลการวิจัย

1. กลุ่มผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิแตกต่างกัน และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง

ผงตัวอย่างทั้งหมด ถูกเตรียมขึ้นโดยใช้ร้อยละสัดส่วนของสารเคมีตั้งต้นเป็น $27.27\text{Li}_2\text{CO}_3$: $18.18\text{La}_2\text{O}_3$: $54.55\text{H}_3\text{BO}_3$ ซึ่งในขั้นตอนแรกนี้จะทำการศึกษาเพื่อหาเงื่อนไขอุณหภูมิที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จึงทำการเตรียมผงตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

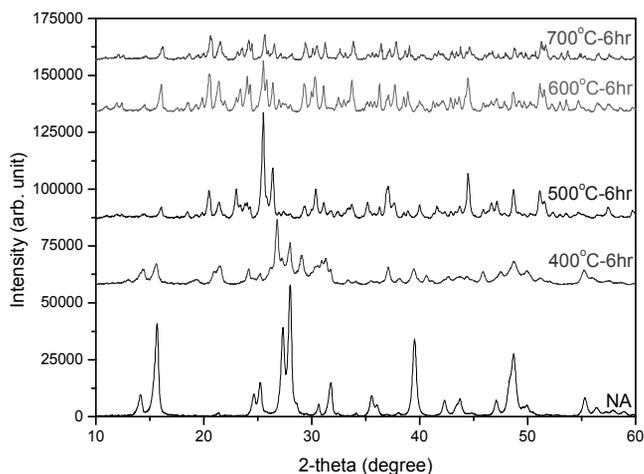
1.1 ลักษณะของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิแตกต่างกันและใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง



ภาพที่ 1 ภาพของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ภาพของผงตัวอย่างที่ถูกสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ถูกแสดงไว้ในภาพที่ 1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า การสังเคราะห์ผงตัวอย่างที่อุณหภูมิ 500–600 องศาเซลเซียส ทำให้อนุภาคเม็ดผงตัวอย่างมีการจับตัวกันเป็นเม็ดที่ใหญ่ขึ้น และเมื่อสังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ผงบางส่วนได้หายไปและส่วนที่เหลือได้จับตัวกันแน่นเป็นก้อน สำหรับการสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส พบว่า ผงตัวอย่างได้ถูกทำให้ระเหยไปเป็นจำนวนมาก ขณะที่ผงส่วนที่เหลือได้หลอมละลายรวมกันกลายเป็นก้อนแข็งติดอยู่ที่ก้นของเข้าพอร์ซเลน ซึ่งไม่สามารถนำออกมาวิเคราะห์ต่อได้

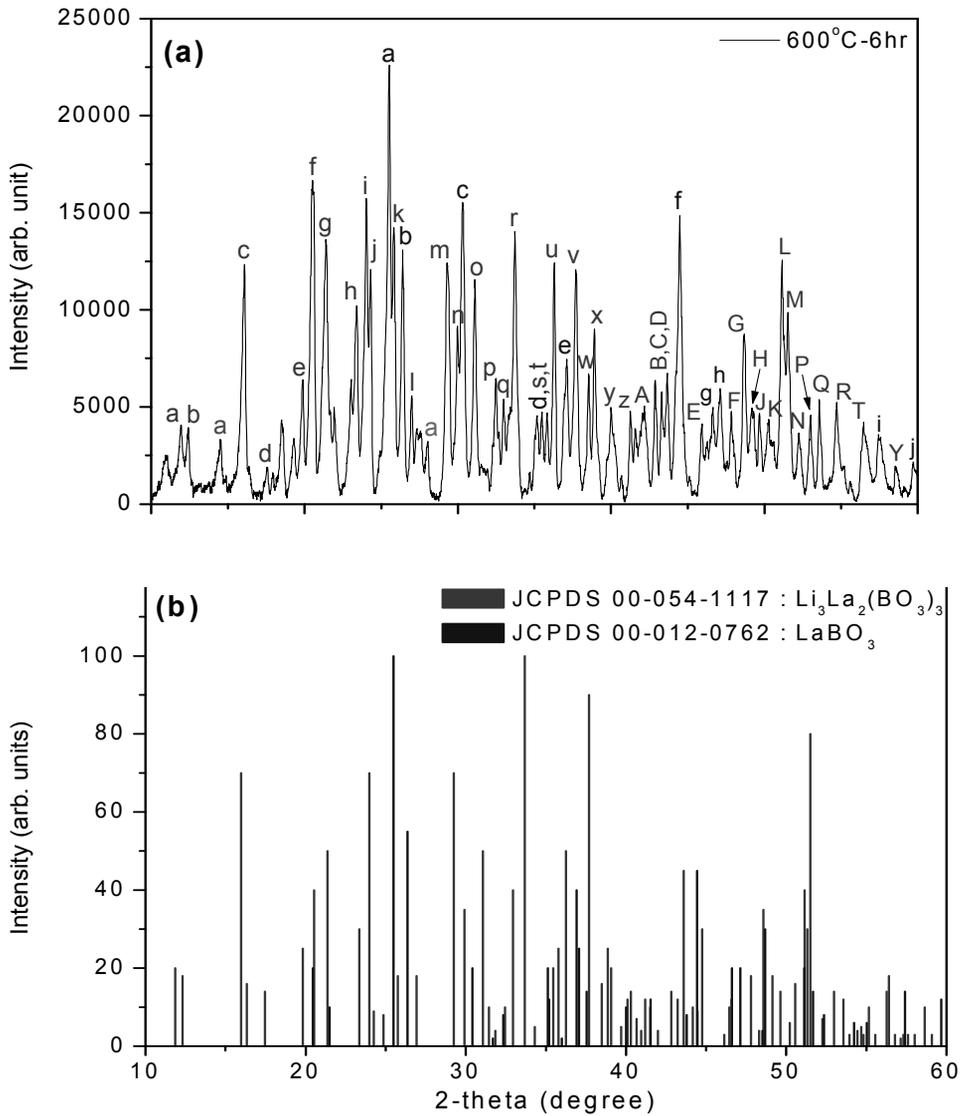
1.2 ลักษณะทางโครงสร้างของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิต่างกัน และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง



ภาพที่ 2 ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่าง 400°C -6hr ในภาพที่ 2 แสดงให้เห็นว่า การสังเคราะห์ผงตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ทำให้โครงสร้างของสารเคมีตั้งต้นเริ่มเปลี่ยนไป และมีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างอย่างเห็นได้ชัดเมื่อสังเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิในช่วง 500–700 องศาเซลเซียส โดยการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียส ทำให้โครงสร้างของผงตัวอย่างเปลี่ยนแปลงไปจากโครงสร้างของสารตั้งต้น (NA) และเกิดโครงสร้างของสารประกอบใหม่ได้มากที่สุด

เมื่อนำผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างที่ถูกเตรียมด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ไปจับคู่กับฐานข้อมูลทางโครงสร้างผลึกของ JCPDS ดังแสดงในภาพที่ 3 (ตัวอักษรภาษาอังกฤษของแต่ละพีคแสดงระนาบอะตอมในโครงสร้างของสารประกอบต่าง ๆ โดย สีแดง สีน้ำเงิน สีเขียว และสีชมพู แสดงระนาบอะตอมในโครงสร้างของสารประกอบ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$, LaBO_3 , LiLaO_2 และ LiB_5O_8 ตามลำดับ ซึ่งรายละเอียดอยู่ในตารางที่ 1) พบว่า มีความสอดคล้องกับโครงสร้างของสารประกอบ 4 โครงสร้าง ได้แก่ โครงสร้างแบบโมนอคลินิกของสารประกอบ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-054-1117 (Xu, Zhang, Chen, 2003) โครงสร้างออร์โธโรมบิกของสาร LaBO_3 ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-012-0762 (National Bureau of Standards, 1962) โครงสร้างออร์โธโรมบิก ของสาร LiLaO_2 ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-019-0722 (Sevostyanova, Muraveva, Kovba, etc., 1965) และโครงสร้างที่ยังไม่สามารถระบุลักษณะรูปแบบของผลึกได้ของสาร LiB_5O_8 ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-052-0135 (Betourne, Touboul, 1997) โดยโครงสร้างของ LiLaO_2 และ LiB_5O_8 มีการปะปนอยู่ในผงตัวอย่างน้อยมาก โครงสร้างส่วนใหญ่ในผงตัวอย่างจึงเป็นของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ และ LaBO_3 พีคในผล XRD เกือบทุกพีคถูกกำกับด้วยตัวอักษรภาษาอังกฤษ เพื่อระบุระนาบอะตอมของโครงสร้างต่าง ๆ (โครงสร้างของสารประกอบต่างๆ ถูกแบ่งแยกด้วยสี) ลงในตารางที่ 1



ภาพที่ 3 การเปรียบเทียบระหว่าง (a) ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง กับ (b) ฐานข้อมูลทางโครงสร้าง JCPDS 00-054-117 และ JCPDS 00-012-0762

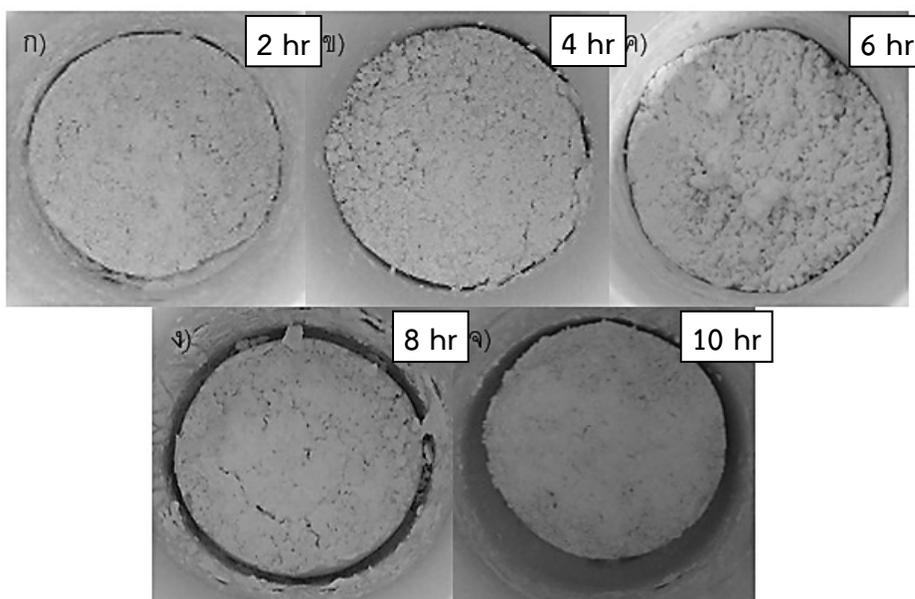
ตารางที่ 1 ระนาบอะตอมของฟิสิกในผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

สารประกอบ	ฟิสิก	ระนาบ (h k l)	สารประกอบ	ฟิสิก	ระนาบ (h k l)
	r	0 2 2			
	s	-1 5 1			
	t	1 1 2			
	u	3 3 0			
	v	0 6 0			
	w	3 1 1			
	x	-2 5 1			
	y	1 3 2			
	z	-4 1 1			
	A	4 1 0			
	B	2 5 1			
	C	2 6 0			
	D	2 2 2			
	E	-1 0 3			
	F	-4 2 2			
	G	4 1 1			
	H	2 4 2			
	J	-3 6 1			
	K	-3 0 3			
	L	-2 3 3			
	M	-5 1 1			
	N	-3 2 3			
	P	-4 4 2			
	Q	3 3 2			
	R	-1 7 2			
	T	-5 2 2			
	Y	2 2 3			

2. กลุ่มผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 600 °C และใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน

ผลจากการเตรียมผงตัวอย่างที่ผ่านมา พบว่า การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดโครงสร้างของผลึกสารประกอบใหม่ได้ดีกว่าการสังเคราะห์ด้วยอุณหภูมิต่ำกว่า สิ่งที่น่าสนใจในการศึกษาขั้นต่อไป คือ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุด ดังนั้นผงตัวอย่างที่มีร้อยละสัดส่วนของสารเคมีตั้งต้นเช่นเดิม จึงถูกนำไปการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 2, 4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมง

2.1 ลักษณะของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน



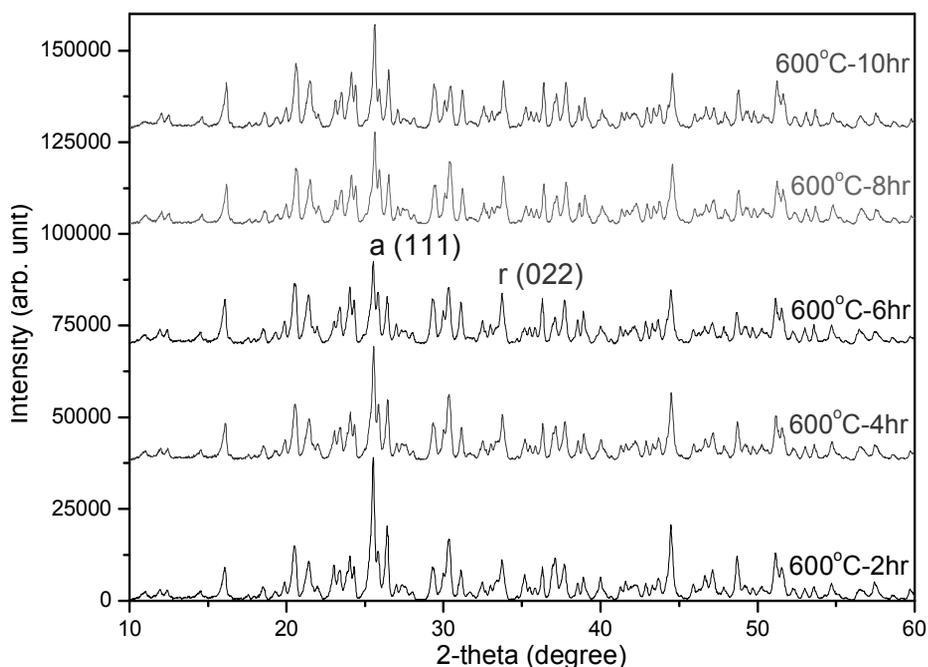
ภาพที่ 4 ภาพของผงตัวอย่างที่เตรียมได้โดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่าง ๆ

ลักษณะภายนอกของผงตัวอย่างที่ถูกสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยใช้ช่วงเวลาต่าง ๆ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า เมื่อเวลาในการสังเคราะห์ผ่านไป 4 ชั่วโมง จะทำให้ผงของสารเคมีตั้งต้นเริ่มจับตัวเป็นเม็ด และกลายเป็นเม็ดที่มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาในการสังเคราะห์ผ่านไป 6 ชั่วโมง เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้เวลานานขึ้นถึง 8 และ 10 ชั่วโมง พบว่า ผงตัวอย่างส่วนใหญ่ได้ถูกหลอมจนเกือบเป็นก้อนเนื้อเดียวกันมากขึ้น ขณะที่มีส่วนหนึ่งได้ระเหยหายไป

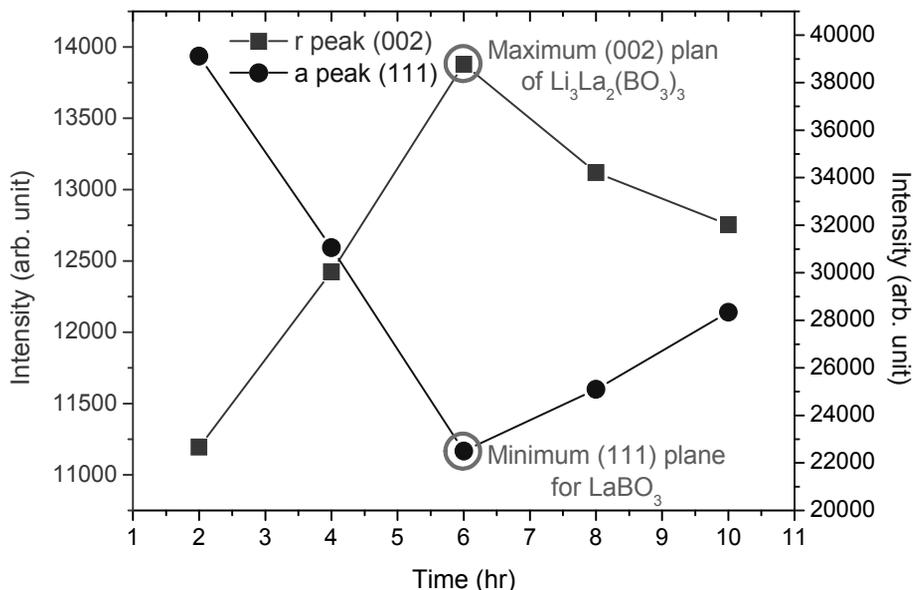
2.2 ผลการศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างของผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน

ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกันในภาพที่ 5 แสดงให้เห็นว่า ผงตัวอย่างทั้งหมดประกอบไปด้วยโครงสร้างแบบโมโนคลินิกของสารประกอบ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-054-1117 และโครงสร้างออร์โธโรมบิกของสาร LaBO_3

ตามฐานข้อมูล JCPDS 00-012-0762 เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อก่อนหน้านี้ การก่อตัวของโครงสร้างทั้งสองมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งพิจารณาได้จากการเปลี่ยนแปลงความสูงของพีค r ของระนาบอะตอมหลัก (0 2 2) ของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ และพีค f น้ำเงินของระนาบอะตอมหลัก (1 1 1) ของ LaBO_3 ตามอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยการเปลี่ยนแปลงความสูงของพีคทั้งสองถูกแสดงไว้ในภาพที่ 6 ซึ่งพีคระนาบอะตอมของโครงสร้างทั้งสองมีการเปลี่ยนแปลงความสูงที่ตรงข้ามกัน



ภาพที่ 5 ผลการวิเคราะห์ XRD ของผงตัวอย่างที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่าง ๆ



ภาพที่ 6 ผลการเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของ XRD พีก r (0 2 2) ในโครงสร้างของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ และความเข้มของพีก a (1 1 1) ในโครงสร้างของ LaBO_3 ตามเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์

สรุปผลการวิจัย

1. กลุ่มผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิแตกต่างกัน และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง

การใช้พลังงานความร้อนที่สูงขึ้นในการสังเคราะห์ผงตัวอย่าง ทำให้อุณหภูมิของสารเคมีตั้งต้นรวมตัวกันเมื่อสังเคราะห์ผงตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 500 องศาเซลเซียส ขึ้นไป โดยความร้อนดังกล่าวทำให้ผงบางส่วนระเหยหายไป และส่วนที่เหลือจับตัวรวมกันเป็นก้อนที่อุณหภูมิ 700–800 องศาเซลเซียส ดังภาพที่ 1 เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ XRD ในภาพที่ 2 พบว่าพลังงานความร้อนที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ทำให้โครงสร้างเดิมของสารเคมีตั้งต้นเริ่มเสื่อมสภาพ และเกิดการก่อโครงสร้างทำให้เกิดสารประกอบใหม่ได้มากขึ้นเมื่อสังเคราะห์ผงตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิในช่วง 500 - 600 องศาเซลเซียส ขณะที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ได้ทำให้โครงสร้างที่ก่อตัวขึ้นใหม่ดังกล่าวเสื่อมสภาพลง เมื่อวิเคราะห์เชิงลึกเกี่ยวกับโครงสร้างของผงตัวอย่างที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในภาพที่ 3 พบว่า พีก a น้ำเงินของระนาบอะตอมหลัก (1 1 1) ของ LaBO_3 สูงกว่าพีก r แดงของระนาบอะตอมหลัก (0 2 2) ของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ แต่การสูงกว่าของพีก a น้ำเงินนั้น เกิดจากการซ้อนทับกับพีก k แดงของระนาบ (-2 2 1) ของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ที่อยู่ใกล้เคียง ลักษณะการซ้อนทับกับพีกใกล้เคียงดังกล่าว เกิดขึ้นกับพีก c น้ำเงิน และ f น้ำเงินของระนาบอะตอมของ LaBO_3 เช่นเดียวกัน ทำให้

พิกเหล่านี้ของ LaBO_3 มีความสูงกว่าที่ควร และไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบกับพิกหลักของ ระบายอะตอมของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ได้อย่างชัดเจน อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความสูงของพิก XRD ของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ระหว่างผงตัวอย่างที่ถูกสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในภาพที่ 2 พบว่า การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการก่อตัวทางโครงสร้างของสาร $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ได้ดีที่สุด

2. กลุ่มผงตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน

การใช้พลังงานความร้อนสังเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เวลานานขึ้น ทำให้อุณหภูมิของสารตั้งต้นได้รับพลังงานความร้อนสะสมมากพอ จนเกิดการรวมตัวกันการเป็นเม็ดและเป็นก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้นตามลำดับ ดังที่ปรากฏในภาพที่ 4 จากการวิเคราะห์ผล XRD ในภาพที่ 5 และ 6 พบว่า การสังเคราะห์ที่ใช้เวลาในช่วง 2 - 6 ชั่วโมงแรก เมื่อใช้เวลานานขึ้น ระบายอะตอมในโครงสร้างโมโนคลินิกของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ มีการก่อตัวได้ดีขึ้น ขณะที่ระบายอะตอมในโครงสร้างออร์โธโรมบิกของสาร LaBO_3 ก่อตัวได้แย่ง หลังจากนั้น เมื่อสังเคราะห์ผงตัวอย่างโดยใช้เวลาในช่วง 6-10 ชั่วโมง พบว่า หากใช้เวลานานขึ้น ระบายอะตอมใน $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ มีก่อตัวได้แย่ง ขณะที่ระบายอะตอมของ LaBO_3 ก่อตัวได้ดีขึ้น การเปลี่ยนแปลงความสูงพิกของระบายอะตอมจากโครงสร้างทั้งสองตรงกันข้ามกัน ดังนั้น จึงเป็นการยืนยันได้ว่า การมี LaBO_3 ประกอบอยู่ในผงตัวอย่างจะทำให้โครงสร้างของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ เสื่อมสภาพลง ซึ่งการสังเคราะห์โดยใช้เวลา 6 ชั่วโมง นั้น สาร LaBO_3 มีการก่อโครงสร้างได้น้อยที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับที่สังเคราะห์โดยใช้เวลาอื่น จึงทำให้ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ก่อโครงสร้างแบบโมโนคลินิกได้ดีที่สุด

อภิปรายผลการวิจัย

ผงวัสดุที่มี Li_2CO_3 , La_2O_3 และ H_3BO_3 เป็นสารตั้งต้น ถูกนำไปสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดยใช้อุณหภูมิในช่วง 300 - 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างไปจากโครงสร้างของสารตั้งต้นมากที่สุด โดยเกิดการก่อตัวของสารประกอบ 4 ชนิด ได้แก่ สาร $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก สาร LaBO_3 ที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก สาร LiLaO_2 ที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก และสาร LiB_5O_8 ที่ยังไม่สามารถระบุชนิดของโครงสร้างได้ โครงสร้างส่วนใหญ่ในผงตัวอย่างเป็นของสาร $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ และ LaBO_3 โดยเมื่อเปรียบเทียบกับค่าอุณหภูมิอื่น พบว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการก่อตัวทางโครงสร้างของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ได้ดีที่สุด การนำผงตัวอย่างไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาที่แตกต่างกันในช่วง 2-10 ชั่วโมง ทำให้โครงสร้างแบบโมโนคลินิกของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ และโครงสร้างแบบ

ออร์โรรมบิกของสาร LaBO_3 มีการเปลี่ยนแปลงตรงข้ามกันตามการเปลี่ยนแปลงของเวลาที่ใช้เตรียม โดยผลการวิเคราะห์ชี้ให้เห็นว่า การมี LaBO_3 ประกอบอยู่ในผงตัวอย่างเพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ เสื่อมสภาพลง สำหรับการสังเคราะห์โดยใช้เวลา 6 ชั่วโมง นั้น สาร LaBO_3 มีการก่อโครงสร้างได้น้อยกว่าการสังเคราะห์ที่ใช้ช่วงเวลาอื่น จึงทำให้ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ ก่อโครงสร้างแบบโมนอคลินิกได้ดีที่สุด ดังนั้น เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เพื่อให้ได้ผงวัสดุที่มีโครงสร้างของสาร $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ เป็นองค์ประกอบหลัก คือ ใช้อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ข้อเสนอแนะเพื่อการนำผลการวิจัยไปใช้

1. ผงตัวอย่างที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้ควรได้รับการพัฒนาต่อ เพื่อกำจัดโครงสร้างของสาร LaBO_3 ที่ปนอยู่ในผงตัวอย่างให้หมดไป เพื่อทำให้เกิดผงวัสดุที่มีโครงสร้าง $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ บริสุทธิ์สูง
2. ผงวัสดุที่มี $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ เป็นองค์ประกอบหลักในงานวิจัยนี้ ควรได้รับการศึกษาสมบัติการดูดกลืนหรือดักจับนิวตรอน เพื่อวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการตรวจจับอนุภาคนิวตรอน
3. เมื่อได้ผงวัสดุที่มีความบริสุทธิ์ของ $\text{Li}_3\text{La}_2(\text{BO}_3)_3$ สูง และมีสัมประสิทธิ์การตรวจจับอนุภาคนิวตรอนที่ดี ผงตัวอย่างนี้สามารถถูกนำไปเจือด้วยวัสดุที่มีสมบัติการเปล่งแสงที่เข้มและชัดเจน เช่น Ln^{3+} เพื่อนำผงไปเคลือบหรือฉาบลงบนแผ่นสกรีนรับภาพในชุดอุปกรณ์ถ่ายภาพด้วยนิวตรอน และนำไปบรรจุในหัวตรวจวัดนิวตรอนได้

เอกสารอ้างอิง

- Ardıçođlu, B., Özbayoglu, G., Özdemir, Z., and Yilmaz, A. (2006). Production and identification of rare-earth doped lithium triborate. **Journal of Alloys and Compounds**, 418(1-2): 77-79.
- Betourne, E., and Touboul, M. (1997). Synthesis of lithium borates ($B/Li \geq 3$) as LiB_3O_5 by dehydration of hydrated precursors. **Journal of Alloys and Compounds**, 255: 91-97.
- Fawad, U., Oha, M., Park, H., and Kim, H. J. (2013). Synthesis and characterization of Ce^{3+} -, Pr^{3+} -, Tm^{3+} -doped $Li_6Lu(BO_3)_3$ phosphors for neutron imaging. **Journal of the Korean Physical Society**, 62(8): 1102-1107.
- Fawad, U., Oha, M., Park, H., Kim, S., and Kim, H. J. (2014). Luminescent investigations of $Li_6Lu(BO_3)_3:Tb^{3+}$, Dy^{3+} phosphors. **Journal of Alloys and Compounds**, 610: 281–287.
- Ju, G., Hu, Y., Wu, H., Yang, Z., Fu, Ch., Mu, Z., and Kang, F. (2011). A red-emitting heavy doped phosphor $Li_6Y(BO_3)_3:Eu^{3+}$ for white light-emitting diodes. **Optical Materials**, 33: 1297–1301.
- Li, Zh., Zeng, J., Zhang, G., and Lia, Y. (2005). A new promising phosphor, $Na_3La_2(BO_3)_3:Ln$ ($Ln = Eu, Tb$). **Journal of Solid State Chemistry**, 178: 3624–3630.
- Martin, W. C., Zalubas, R., and L. Hagan. (1978). **Atomic Energy Levels-the Rare-Earth Element**, Washington: U.S. Government Printing Office.
- Mikhailin, V. V., Spassky, D. A., Kolobanov, V. N., Meotishvili, A. A., Permenov, D. G., and Zadneprovski, B. I. (2010). Luminescence study of the $LuBO_3$ and $LuPO_4$ doped with RE^{3+} . **Radiation Measurements**, 45(3-6): 307–310.
- National Bureau of Standards (U.S.). (1962). **Standard X-ray Diffraction Powder Patterns**. Monograph 25 section 1, 20.
- Sevostyanova, Muraveva, Kovba, and Martinenko. (1965). **Doklady Chemistry**, 161: 396.
- Sidorenko, A. V., Bos, A. J. J., Dorenbos, P., van Eijk, C. W. E., Rodnyi, P.A., Berezovskaya, I. V., Dotsenko, V. P., and Popov, A. I. (2004). Storage properties of Ce^{3+} doped haloborate phosphors enriched with ^{10}B isotope. **Journal of Applied Physics**, 95(12): 7898–7902.

- Van Eijk, C. W. E. (2004). Inorganic scintillators for thermal neutron detection. **Radiation Measurements**, 38: 337–342.
- Xu, Y., Zhang, Y., Chen, X. (2003). **ICDD Grant-in-Aid**. Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing, P.R. China.
- Zhang, X., Lang, H., and Seo, H. J. (2011). On the Luminescence of Ce^{3+} , Eu^{3+} and Tb^{3+} in novel borate $LiSr_4(BO_3)_3$. **Journal of Fluorescence**, 21(3): 1111–1115.
- Zhang, F., Wang, Y., and Tao, Y. (2012). Photoluminescence properties of $Li_6Gd(BO_3)_3:Tb^{3+}$ under VUV/UV excitation. **Physics Procedia**, 29: 55–61.