การปรับแต่งตัวตรวจจับพื้นที่อิเมจเพลตแบบธรรมดาเพื่อการศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แบบสองมิติจากผลึกผง

นายรัฐ มโนธัม

สถาบนวทยบรการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2551 ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONVENTIONAL IMAGE-PLATE AREA DETECTOR CALIBRATION FOR TWO DIMENSIONAL X-RAYS POWDER DIFFRACTION

Mr. Rut Manotum

สถาบนวทยบรการ

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Science Program in Physics Department of Physics Faculty of Science Chulalongkorn University Academic year 2008 Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การปรับแต่งตัวตรวจจับพื้นที่อิเมจเพลตแบบธรรมดาเพื่อการศึกษา
	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกข์แบบสองมิติจากผลิกผง
โดย	นาย รัฐ มโนธัม
สาขาวิชา	ฟิสิกส์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธิติ บวรรัตนารักษ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง

ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

Va- va ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปัจฉา ฉัตราภรณ์)

FL L อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธิติ บวรรัตนารักษ์)

ברחעדנים האחוזי

(อาจารย์ ดร. สันติพงศ์ บริบาล)

and Tinchadand Sq 2 normans

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นคร ไพศาลกิตติสกุล)

รัฐ มโนชัม :การปรับแต่งตัวตรวจจับพื้นที่อิมเมจเพลตแบบธรรมดาเพื่อการศึกษาการ เลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์แบบสองมิติจากผลึกผง.(CONVENTIONAL IMAGE-PLATE AREA DETECTOR CALIBRATION FOR TWO DIMENSIONAL X-RAYS POWDER DIFFRACTION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ.ดร.ธิติ บวรรัตนารักษ์, 89 หน้า.

การปรับแต่งเครื่องอ่านอิมเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด สำหรับใช้ใน การทดลองเพื่อหาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันบรรยากาศ เพื่อพัฒนาไปใช้ในการศึกษา โครงสร้างของผลึกผงในภาวะความดันสูง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม โดยทำการทดลองที่สถาบันวิจัยแสงซิงโครตรอนแห่งชาติ ใช้คลื่นรังสีเอกซ์ที่มีค่าความยาวคลื่น 1.377 Å และใช้ ZnO เป็นสารตัวอย่างเพื่อยืนยันประสิทธิภาพของวิธีการปรับแต่งเครื่องอ่าน อิมเมจเพลต โดยน้ำข้อมูลจากการทดลองของสารมาตรฐาน Al₂O₃ มาทำการแปลงหน่วยวัด เพื่อแปลงข้อมูลจากค่าความเช้มกับระยะทางให้เป็นค่าความเช้มกับมุม 20 สำหรับนำไปใช้ศึกษา โครงสร้างและหาค่าแลตทิช พารามิเตอร์ ของสารตัวอย่าง ZnO

ผลการทดลองด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกข์ เพื่อพิจารณาประสิทธิภาพของ วิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิมเมจเพลต พบว่า ZnO มีโครงสร้างแบบ Hexagonal โดยมีค่า แลตทิข พารามิเตอร์ เป็น a = b = 3.2581(8) Å และ c = 5.220(3) Å โดยค่าแลตทิข พารามิเตอร์มีค่าแตกต่างจากข้อมูลที่ได้จากการทดลองของ Kisi E. H. และ Elcombe ซึ่งได้จาก ฐานข้อมูลของผลึกมาตรฐานน้อยมาก จึงทำให้สรุปได้ว่าการปรับแต่งเครื่องอ่านอิมเมจเพลตโดย วิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด สามารถนำไปใช้ศึกษาโครงสร้างของผลึกผง และสามารถนำไป พัฒนาเพื่อนำไปใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันสูงได้ โดยค่ามุมของยอดที่ นำมาใช้ในการหาโครงสร้างซึ่งตรงตามกฎของแบรกก์ต้องมีค่าไม่เกินมุมสูงสุดที่สารมาตรฐานมี แถบการเลี้ยวเบน

ภาควิชา :	พิลิกส์	ลายมือชื่อนิสิต :
สาขาวิชา :	ฟิลิกส์	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรี
ปีการศึกษา	: 2551	

and and and and and	
ลายมือชื่อ อ ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : H	~

4872435023 : MAJOR PHYSICS KEYWORDS : X-RAY DIFFRACTION / IMAGE-PLATE / ZnO / DETECTER / Al₂O₃ RUT MANOTUM : CONVENTIONAL IMAGE-PLATE AREA DETECTOR CALIBRATIONFOR TWO DIMENSIONAL X-RAYS POWDER DIFFRACTION. ADVISOR: ASST. PROF. THITI BOVORNRATANARAKS, Ph.D., 89 pp.

Grid calibration method for conventional Image-Plate have been used for structure determination of powder sample. This techniques have been developed for sample under high-pressure condition. The angle dispersive X-rays powder diffraction techniques were performed at Siam Photon source with X-rays wavelength 1.377 \mathring{A} . ZnO is used to verify the quality of grid calibration method. The Al₂O₃ is standard sample used for data conversion from Intensity vs. Distance into Intensity vs. 2 θ in order to determine the crystal structure and lattice parameter of ZnO.

Results of X-rays diffraction show that structure of ZnO is Hexagonal with lattice parameters a = b = 3.2581(8) \mathring{A} and c = 5.220(3) \mathring{A} . The difference in lattice parameters compare with crystal database that was performed by Kisi E. H and Elcombe is very low. Therefore, the grid calibration method has been shown to be the powerful techniques to determine lattice parameters of unknown sample.

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department : Physics	Student's Signature : Gan an
Field of Study : Physics	Advisor's Signature : FL
Academic Year : 2008	

1

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้คงไม่สามารถเกิดขึ้นได้ ถ้าไม่มีการสนับสนุนและความช่วย เหลือจากทุกท่าน ทุกภาคส่วน ดังนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธิติ บวรรัตนารักษ์ อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ สำหรับแนวคิดของหัวข้อวิทยานิพนธ์ คำแนะนำที่เป็นประโยชน์อย่างที่หาค่าเปรียบ มิได้ ความเอาใจใส่เอื้ออาทร และทุกสิ่งทุกอย่างที่ท่านได้เปิดโลกทัศน์และโอกาสให้ผู้จัดทำ วิทยานิพนธ์ได้พบเห็น

ขอขอบพระคุณกรรมการคุมสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำที่เป็น ประ โยชน์ยิ่ง อาจารย์ประจำหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่ประสิทธิประสาทวิชาการ แนวคิด ที่ส่งผลกับการพัฒนาตนเอง และการทำวิทยานิพนธ์นี้เป็นอย่างยิ่ง

ที่ขาดมิได้ขอกราบขอบพระคุณพ่อ สมชาย และคุณแม่อารีย์ สำหรับโอกาสใน การศึกษาต่อ และกำลังใจอย่างล้นพ้น

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

		หน้า
บทคัด	ย่อภาษาไทย	٩
บทคัด	ย่อภาษาอังกฤษ	ବ
กิตติก:	รรมประกาศ	ହ
สารบัเ	ງ	ป
สารบัเ	บูตาราง	ผ
สารบัเ	บภาพ	ល្ង
บทที่		
1	บทนำ	1
2	ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	5
	2.1 โคร <mark>ง</mark> สร้างผลึก	5
	2.2 การระ <mark>บุดัช</mark> นีระนาบผลึก	8
	2.3 การศึกษ <mark>าค่าคงที่ของโครงผลึกโดย</mark> วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	12
	2.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	19
	2.5 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างระหว่างระนาบกับค่าคงที่ของโครง	
	ผลึก	21
	2.6 กา <mark>ร</mark> กระเจิงของรังสีเอกซ์โดยอิเล็กตรอน	22
	2.7 การกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยอะตอม	23
	2.8 การกระเจิงของรังสีเอกซ์เนื่องจากเซลล์หนึ่งหน่วย (Unit cell)	25
2		20
3	อเมารเพลดและการบรบแดงอเมารเพลด	32
	3.1 อเมจเพลด	32
	3.2 การบรบแตงอเมจเพลต	39
	3.3 การรวมขอมูลแบบสองมต	43
	3.4 การเทียบมาตรฐานข้อมูล (Data Calibration)	45

4 วิธีการทดลอง	46
4.1 วิธีการทดลองหาโครงสร้างของผลึก ZnO	46
4.2 ขั้นตอนการหาโครงสร้างผลึกของสาร	59
5 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	63
5.1 ผลการปรับแต่งเครื่ <mark>องเครื่องอ่</mark> านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐาน	
โดยใช้กริด	63
5.2 ผลการท <mark>ดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอก</mark> ซ์เพื่อนำไปใช้หาโครงสร้างของ	
ผลึกผ <mark>ง ZnO</mark>	68
5.3 การหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO	77
6 สรุปผลและอภิปรายผลการวิจัย	81
6.1 วิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดย	
ใช้กริด	81
6.2 สารตัว <mark>อย่าง</mark> ZnO	81
รายการอ้างอิง	84
ภาคผนวก	87
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	89

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	แสดงสมบัติของบราเวส์แลตทิซในระบบลูกบาศก์	8
4.1	แสดงค่าความหนาของสารตัวอย่างและค่าขอบของการดูดกลืนของสารนั้น	49
4.2	แสดงวิธีการคำนวณหาดัชนีระบุระนาบของผลึกของโปรแกรม Dicvol06	60
6.1	แสดงผลต่างระหว่างข้อมูลที่ได้จากการทดลองของ ZnO และจากการคำนวณ	
	ตามทฤษฎี	82



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1.1	แสดงรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบกับระนาบของผลึกแล้วเกิดการเลี้ยวเบนตามกฏของ	
	แบรกก์	1
1.2	แสดงส่วนประกอบเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์กำลังแยกสูงโดยวิธีการสะท้อนของ	
	บริษัทฟิลิปส์	3
1.3	การจัดเรียงอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิด	
	กระจายมุมโดยใช้วิธีส่งผ่าน ที่ The Daresbury Synchrotron Radiation	
	Source (SRS), UK	3
2.1	แสดงโครงสร้างผลึก ซึ่งประกอบด้วย ก) แลตทิซ ข) เบซิส โดยเบซิสจะเรียงตัว	
	ได้ 2 แบบ คือ ค) อยู่บนจุดแลตทิซ หรือ ง) อยู่ที่ตำแหน่งห่างจากจุดแลตทิซเป็น	
	ระยะทางคงที่	6
2.2	แสดงเวกเตอร์การเลื่อนตำแหน่ง และมุมระหว่างเวกเตอร์การเลื่อนตำแหน่งใน	
	เซลล์หนึ่งหน่วย	7
2.3	บราเวส์แลตทิซ	7
2.4	ระนาบ (h k l) ที่ตัดกับเซลล์หนึ่งหน่วย	9
2.5	\overline{OD} คือ เส้นตรงที่แสดงระยะห่างระหว่างระนาบถึงจุดกำเนิด	9
2.6	แสดงสามเหลี่ยม ODS และสามเหลี่ยม ODC เป็นสามเหลี่ยมคล้ายกัน	10
2.7	แสดงรูปสาม <mark>เห</mark> ลี่ยม ABO กับสามเหลี่ยม AOS เป็นสามเหลี่ยมคล้าย	11
2.8	แสดงค่าความยาวคลื่นในย่านต่างๆของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	13
2.9	แสดงส่วนประกอบภายในของหลอดรังสีเอกซ์	13
2.10	แสดงสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากเป้าทั้งสเตนโดยใช้ค่าพลังงานในการเร่ง	
	อิเล็กตรอนเป็น 80,100,120 และ140 keV	15
2.11	แสดงแผนภาพการทดลองเพื่อวัดการดูดกลื่นของรังสีเอกซ์โดยสารตัวอย่าง	16
2.12	ก) รังสีเอกซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร	
	ข) อิเล็กตรอนในชั้น M ที่มีพลังงานสูงกว่าลงมาแทนที่ โดยคายรังสีเอกซ์	
	ที่มีพลังงานจำเพาะออกมา	17

ภาพที่		หน้า
2.13	แสดงค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนและค่าขอบของการดูดกลืนของคาร์บอน	
	ในโตรเจนและออกซิเจน	18
2.14	แสดงแถบค่าความยาวคลื่นที่ได้จากเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ใช้คอปเปอร์เป็นเป้า	
	ก) ก่อนและ ข) หลังจากผ่านนิกเกิลที่ใช้เป็นตัวคัดแยก เส้นประคือค่าสัมประสิทธิ์	
	การดูดกลื่นเชิงมวลของนิกเกิล	19
2.15	แสดงแผนผังของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งด้วยความต่างศักย์ในย่าน GeV โดยตัวเร่ง	
	อิเล็กตรอนและถูกทำให้งอโ <mark>ด</mark> ยแม่เหล็กเบนดิ้ง และแม่เหล็กตัวแก่วงหรือแม่เหล็ก	
	ตัวกระเพื่อม ภายในวงแหวนการเก็บ	20
2.16	แสดงแถบค่าพลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ได้จากอุปกรณ์ภายในแหล่งกำเนิด	
	แสงซินโครตรอน ทั้ง 3 ประเภท	21
2.17	แสดงภาพรังสีเอกซ์กระเจิงจากระนาบของผลึก โดยเงื่อนไขในการเลี้ยวเบนขึ้นอยู่	
	กับผลต่างทางเดินของรังสีเอกซ์	22
2.18	แสดงการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากอิเล็กตรอนหนึ่งตัวซึ่งค่า I จะขึ้นอยู่กับมุม θ	25
2.19	แสดงภาพการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากอะตอม	26
2.20	แสดงการกระเจิงขอ <mark>งรังสีเอกซ์เนื่องจากระนา</mark> บของผลึกภายในเซลล์หนึ่งหน่วย	27
2.21	แสดงการพิจารณาการรวมกันของคลื่นรังสีเอกซ์ในรูปของฟังก์ชันเอกโพเนนเซียล	29
2.22	แสดงการรวมกันของคลื่นรังสีเอกซ์ในรูปของเวกเตอร์	31
3.1	แสดงส่วนประกอบของอิเมจเพลต	33
3.2	แสดงอิเมจเพ <mark>ล</mark> ตขณะที่กำลังถูกกวาดด้วยลำแสงเลเซ <mark>อร์</mark> และถูกเก็บข้อมูลเข้าสู่	
	เครื่องตรวจจับและขยายสัญญาณแสง (photomultiplier tube) เพื่อแปลงเป็น	
	สัญญาณไฟฟ้า	34
3.3	แสดงกระบวนการในการใช้งานอิเมจเพลตที่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีกครั้ง	
	หลังจากลบด้วยแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นได้ (visible light)	34
3.4	ภาพแสดงกระบวนการเปล่งแสงของอิเมจเพลต	36
3.5	แสดงเครื่องลบภาพบนอิเมจเพลต ก) อิเมจเพลตขณะทำการลบภาพด้วย	
	เครื่องลบภาพบนอิเมจเพลต ข) ลักษณะภายในเครื่องลบอิเมจเพลต	36

ภาพที่		หน้า
3.6	แสดงข้อมูลที่ตกค้างอยู่บนอิเมจเพลตเนื่องจากการลบภาพไม่หมด	37
3.7	แสดงผลของการรวมข้อมูลของอิเมจเพลตที่ทำการลบภาพออกไม่หมด	
	เครื่องหมาย 🛱 หมายถึงยอดที่เกิดจากการลบภาพออกไม่หมด	38
3.8	แสดงจุดของเลเซอร์ในแต่ล่ะตำแหน่งบนอิเมจเพลต	40
3.9	ก)แสดงภาพจำลองของ <mark>แผ่นนิกเกิล ข) แสดง</mark> ภาพการฉายรังสีผ่านแผ่นนิกเกิล	
	เพื่อทำให้เกิดภาพจุดส <mark>ม่ำเสมอ ค) แสดงภาพจุ</mark> ดบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการฉาย	
	รังสี่ผ่านแผ่นนิกเกิล	41
3.10	วิธีการแบ่งครึ่งเพื่อทำการปรับแต่งอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐาน	
	โดยใช้กริด	42
3.11	แสดงการแบ่งอิเมจเพลตของเป็นส่วนย่อยเพื่อรวมข้อมูลให้เหลือเพียง 1 มิติ	43
3.12	แสดงผลการรวมข้อมูล <mark>จากแต่ล่ะส่วน</mark> ย่อยบนอิเมจเพลตในลักษณะ 1 มิติ	
	ระหว่างค่าคว <mark>ามเข้มกับร</mark> ะยะทาง	44
3.13	ภาพแสดงอิเม [ุ] จเพลตซึ่งไม่ได้ตั้งฉากกับรังสีเอกซ์ที่มาตกกระทบ	44
4.1	แสดงการจัดวางอุป <mark>กรณ์สำหรับการทดลองเพื่อหาโครงสร้างของผลึกผง ZnO</mark>	
	โดยใช้วิธีการเลี้ยวเบนข <mark>องรังสีเอกซ์แบบส่อง</mark> ผ่าน ณ สถานีวิจัยที่ 2 สถาบันวิจัย	
	แสงซินโครตรอนแห่งชาติ	46
4.2	แสดงภาพจำลองแผ่นอะลูมิเนียมสำหรับใส่สารตัวอย่างสำหรับทำการทดลอง	47
4.3	แสดงตัวทำแสงเอกรงค์แบบผลึกคู่	48
4.4	แสดงการจัดเรียงอุปกรณ์สำหรับทำการปรับตัวทำแสงเอกรงค์โดยวิธีการเทียบ	
	มาตรฐานโดยใช้พลังงาน	49
4.5.	แสดงกราฟของค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลและอนุพันธ์อันดับที่ 1 สำหรับ	
	หาค่าขอบของการดูดกลื่น	50
4.6	แสดงภาพตัวทำขนานซึ่งนำมาใช้ในการทดลองด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ	
	รังสีเอกซ์	51
4.7	แสดงฐานวางสารตัวอย่างซึ่งใช้ในงานวิจัย โดยสามารถปรับระยะได้ทั้ง 3 แกน	
	ก)ส่วนประกอบของฐานวางสารตัวอย่างสำหรับปรับระยะในส่วนของความสูง	
	ข)ส่วนประกอบของฐานวางสารตัวอย่างสำหรับปรับระยะในแนวตั้งฉาก	
	กับลำรังสีเอกซ์ทั้ง2 แนว	52

ป

d	
กาพที	
9 1 1 1 1 1 1	

4.8	แสดงกราฟความเข้มพื้นหลังบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการกระเจิงของรังสีเอกซ์	
	เนื่องจากอากาศ	53
4.9	แสดงรอยไหม้ที่เกิดจากรังสีเอกซ์ทำปฏิกิริยาบนกระดาษที่ใช้สำหรับ	
	การปรับแนว	54
4.10	แสดงภาพการจัดวางอุป <mark>กรณ์ เพื่อการปรับแนวก่อนทำการทดลองด้วย</mark>	
	สารตัวอย่าง ZnO	55
4.11	แสดง ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนอิเมจเพลต ข) ผลการรวมข้อมูล	
	จากรูป ก) โดยเป็ <mark>นความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม</mark> กับระยะจากจุดที่รังสีเอกซ์ตก	
	กระทบด้วยโปรแกรม Edipus	57
4.12	แสดงแผนภาพวิธีการท <mark>ดลอ</mark> งในงานวิจัย	58
5.1	แสดงจุดกริดบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการฉายคลื่นรังสีอุลตร้าไวโอเลตผ่านแผ่น	
	นิคเกิลลงบนอิเม <mark>จเพล</mark> ต	63
5.2	แสดงภาพจากโปรแกรม grid ที่ทำการฟิตตำแหน่งในรูปของพิกเซลบนอิเมจ	
	เพลต	64
5.3	แสดงข้อมูลใน 1 มิติ ของยอดที่ตรงกับวงแหวน Debye Scherrer	65
5.4	แสดงภาพวงแหวนการแทรกสอดบนอิเมจเพลตที่มีลักษณะเอียง และข้อมูลที่ได้	
	จากการรวมข้อมูลจากเพลตดังกล่าว เครื่องหมาย + หมายถึง ยอดที่เกิดจากการ	
	รวมข้อมูลคลาดเคลื่อน	67
5.5	แสดงวงแหวน Debye Scherrer บนอิเมจเพลตที่ได้จากการทดลองการเลี้ยวเบน	
	ของรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง ZnO	69
5.6	แสดงวงแหวน Debye Scherrer บนอิเมจเพลตที่ได้จากการทดลองการเลี้ยวเบน	
	ของรังสีเอกซ์ของสารมาตรฐาน Al ₂ O ₃	70
5.7	แสดงกราฟการรวมข้อมูลของวงแหวนการเ ลี้ยวเบนของสารตัวอย่าง ZnO คู่กับ	
	รูปวงแหวนการเลี้ยวเบนของ ZnO บนอิเมจเพลต	71

หน้า

5.8	แสดงกราฟการรวมข้อมูลของวงแหวนการเลี้ยวเบนของสารมาตรฐาน Al ₂ O ₃ คู่กับ		
	รูปวงแหวนการเลี้ยวเบนของ Al ₂ O ₃ บนอิเมจเพลต	72	
5.9	กราฟแสดงผลการคำนวณค่าระยะห่างของระนาบผลึกสำหรับยอดของการ		
	เลี้ยวเบนและดัชนีระบุระนาบของผลึกที่สอดคล้องกัน	73	
5.10	กราฟแสดงข้อมูลของการเลี้ยวเบนของสารมาตรฐาน Al ₂ O ₃ และดัชนีระบุระนาบ		
	ผลึก	73	
5.11	แสดงหน้าต่างข้อมูลที่ใช้สำหรับโปรแกรม Calib เพื่อใช้ในการแปลงค่า		
	ระยะทางให้เปลี่ย <mark>นเป็นค่ามุม</mark>	74	
5.12	แสดงผลจากโปรแกรม Calib โดยเครื่องหมาย * หมายถึงยอดที่มีค่ามุมที่มี		
	ผลต่างเกินกว่า 0.01 <mark>องศ</mark> า	75	
5.13	แสดงกราฟระหว่างค่า มุม 2 $ heta$ และ ค่าระยะทาง สำหรับใช้ในการแปลงข้อมูล	75	
5.14	แสดงยอดของการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่าง ZnO ที่ได้จากการใช้สารมาตรฐาน		
	Al ₂ O ₃ เป็นตัวแปลงข้อมูล	76	
5.15	แสดงหน้าต่างข้อมู <mark>ลที่ใช้สำหรับการหาโครงส</mark> ร้างของผลึกด้วยโปรแกรม		
	DICVOL06	77	
5.16	แสดงผลจากการคำนวณหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO ด้วยโปรแกรม		
	DICVOL06	78	
5.17	แสดงข้อมูลที่ใช้สำหรับการหาค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ สำหรับโปรแกรม Unitcell	79	
5.18	แสดงผลจากการคำนวณค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ ของสารตัวอย่าง ZnO ด้วย		
	โปรแกรม Unitcell	79	

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หน้า

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

การพยายามศึกษาหาโครงสร้างของผลึก (Crystal) มีการพัฒนามาเป็นลำดับจนกระทั่ง ในปี ค.ศ. 1895 เมื่อ Roentgen นักฟิสิกส์ชาวเยอรมันได้ค้นพบรังสีเอกซ์ ที่มีค่าความยาวคลื่น ใกล้เคียงกับขนาดของอะตอมและได้เริ่มนำรังสีเอกซ์เข้ามาใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกในปี ค.ศ. 1912 โดยอาศัยสมบัติการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)[1] เพื่อพิจารณา โครงสร้างในระดับอะตอมของผลึก ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกเพื่อหาค่าแลตทิช พารามิเตอร์ (Lattice parameter) และเพื่อศึกษาสมบัติของผลึกไม่ว่าจะเป็นในกรณีที่อยู่สภาวะความดันสูง (High pressure) หรือที่สภาวะความดันบรรยากาศ (Ambient pressure) ล้วนแล้วแต่อาศัย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยอาศัยกฎของแบรกก์ (Bragg law) เป็นพื้นฐาน ดังรูปที่ 1.1 รังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบนและแทรกสอดกันได้ก็ต่อเมื่อค่าผลต่างทางเดินของรังสีเอกซ์มีค่า เท่ากับ จำนวนเท่าของค่าความยาวคลื่น เขียนเป็นสมการได้ว่า 2dsinθ = nλ



รูปที่ 1.1 แสดงรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบกับระนาบของผลึกแล้วเกิดการเลี้ยวเบนตามกฏ ของแบรกก์

โดยทั่วไปแล้วการทดลองโดยอาศัยวิธีการพิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่นิยมใช้กัน โดยทั่วไป มี 2 วิธี คือ

- 1) วิธีการสะท้อน (Reflection mode)
- 2) วิธีการการส่งผ่าน (Transmission mode)

วิธีการดังกล่าวข้างต้นจะมีความแตกต่างกันในการจัดเรียงของอุปกรณ์ กล่าวคือใน การศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้วิธีการสะท้อนตัวตรวจ จับ (detector) จะอยู่ในระนาบที่ไม่ ตรงกันกับระนาบของลำแสงตกกระทบ (Incident beam) ดังแสดงในรูปที่ 1.2 ในการศึกษา โครงสร้างของผลึกโดยวิธีการส่งผ่าน ตัวตรวจจับจะอยู่ในแนวเดียวกันกับระนาบของลำแสงตก กระทบ ดังแสดงในรูปที่ 1.3 วิธีการส่งผ่านข้างต้นนี้เหมาะสำหรับการทดลองเพื่อศึกษาโครงสร้าง ของผลึกผงที่อยู่ภายใต้ความดันสูง เพราะในการทดลองดังกล่าวจำเป็นที่จะต้องใช้อุปกรณ์พิเศษ เพื่อที่จะนำมาใช้เพิ่มความดันให้กับสารตัวอย่าง อุปกรณ์ดังกล่าวคือ ไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ (Diamond anvil cell) (DAC) และในการทดลองภายใต้สภาวะความดันสูงนี้ จำเป็นจะต้องใส่สาร ตัวอย่างภายในไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ ด้วยรูปแบบการจัดเรียงของอุปกรณ์ จึงเหมาะที่จะทำการ ทดลองโดยใช้วิธีการส่องผ่าน

ในการเก็บข้อมูลที่ได้จากการทดลอง เพื่อศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้วิธีการเลี้ยวเบน ของรังสีเอ็กซ์แบบส่องผ่านที่สภาวะความดันสูง จำเป็นจะต้องใช้ตัวตรวจหาที่มีประสิทธิภาพสูงใน การแยกแยะข้อมูล เนื่องจากข้อมูลที่ได้จากการทดลองในงานวิจัยครั้งนี้มีลักษณะเป็นวงแหวนการ แทรกสอด เพราะสารตัวอย่างเป็นผลึกผง (powder) ที่มีการจัดเรียงตัวแบบสุ่ม ดังนั้นตัวตรวจหาที่ นำมาใช้ควรจะเก็บข้อมูลได้ในสองมิติพร้อมๆกัน ตัวตรวจหาแบบอิเมจเพลต (Image Plate) จึง เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการเก็บข้อมูลในงานวิจัยครั้งนี้ โดยทั่วไปแล้วอิเมจเพลตที่ใช้ในการ ทดลองที่มีการแยกชัด (Resolution) สูงนั้น จะเป็นอิเมจเพลตที่สามารถแปลข้อมูลออกมาได้ใน ลักษณะที่เป็นสัญญาณดิจิทัล (Digital) เนื่องจากอิเมจเพลตที่สามารถแปลข้อมูลออกมาได้เป็น สัญญาณดิจิทัลดังกล่าวมีราคาสูง ดังนั้นในงานวิจัยชิ้นนี้จะใช้ตัวตรวจหาที่เป็นอิเมจเพลตแบบ ธรรมดา (Conventional Image Plate) เป็นตัวตรวจหาโดยพยายามที่จะปรับแต่งอิเมจเพลตแบบ ธรรมดา ให้มีการแยกชัดที่สูงเพียงพอที่จะวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันปกติ เพื่อที่จะสามารถพัฒนาต่อไปในการนำไปใช้สำหรับการทดลองในการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก ผงของสารตัวอย่างทั่วไปภายใต้ความดันสูงได้



รูปที่ 1.2 แสดงส่วนประกอบเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์กำลังแยกสูงโดยวิธีการสะท้อนของบริษัท ฟิลิปส์



รูปที่ 1.3 การจัดเรียงอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม โดยใช้วิธีส่งผ่าน ที่ The Daresbury Synchrotron Radiation Source (SRS), UK[2]

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

วิทยานิพนธ์นี้มีจุดประสงค์เพื่อปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐาน โดยใช้กริด สำหรับพัฒนาต่อไปในการนำไปใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันสูง โดยใช้อิเมจเพลตเป็นตัวตรวจหาแบบ 2 มิติ

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตในวิทยานิพนธ์นี้ มีขอบเขตการศึกษาดังนี้

1.3.1 ทำการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด (Grid calibration)

1.3.2 ศึกษาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO โดยใช้ข้อมูลจากการทดลอง ด้วยเทคนิค การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้อิเมจเพลตเป็นตัวตรวจจับ เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพของวิธีการ ปรับแต่งอิเมจเพลต

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เครื่องอ่านอิเมจเพลตที่สามารถอ่านข้อมูลจากอิเมจเพลตแล้วสามารถนำไปใช้ใน การศึกษาโครงสร้างของสารตัวอย่างใดๆ ที่ภาวะความดันบรรยากาศได้

1.4.2 ฐานข้อมูลโครงสร้างและแลตทิซ พารามิเตอร์ ของสารตัวอย่าง ZnO

1.5 โครงสร้างของวิทยานิพนธ์

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ประกอบไปด้วย 6 บทหลักดังนี้ บทที่ 1 กล่าวถึงที่มาและความสำคัญ วัตถุประสงค์ ขอบเขต และประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัยนี้ บทที่ 2 กล่าวถึงทฤษฏีที่ เกี่ยวข้อง บทที่ 3 กล่าวถึงอิเมจเพลตซึ่งเป็นตัวตรวจจับที่จะนำมาใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้ บทที่ 4 กล่าวถึงวิธีการทดลองโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการ ปรับแต่งอิเมจเพลต บทที่ 5 แสดงถึงผลการทดลอง และบทที่ 6 กล่าวถึงการสรุปและอภิปราย ผลการวิจัย

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างผลึก

ผลึกสามารถนิยามในความหมายว่า ผลึกคือ อะตอมเดี่ยวหรือกลุ่มอะตอมของของแข็งที่ มีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นคาบต่อเนื่องกันอย่างเป็นระเบียบในสามมิติ โดยที่ผลึกแตกต่างจาก ของเหลว เพราะการจัดเรียงตัวของของเหลวมีลักษณะที่ไม่เป็นคาบและไม่เป็นระเบียบ อย่างไรก็ ตามของแข็งบางประเภทอาจไม่ได้เป็นผลึก ตัวอย่างเช่น แก้ว ซึ่งมีลักษณะเป็นของแข็ง แต่การ จัดเรียงตัวของอะตอมไม่ได้มีลักษณะเป็นคาบต่อเนื่องกัน

โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) ประกอบด้วย 2 องค์ประกอบหลัก ได้แก่ แลตทิซ (Lattice) และเบซิส (Basis) [3]

- แลตทิช หมายถึง กลุ่มของจุดที่มีการจัดเรียงตัวกันในที่ว่าง (Space) ซ้ำๆ กันอย่าง เป็นระเบียบและสม่ำเสมอ โดยเป็นการกำหนดจุดเพื่อที่จะระบุตำแหน่งของเบซิสในที่ ว่างนั้น จุดแลตทิชจะมีลักษณะการเรียงตัวได้หลายรูปแบบ โดยถ้าพิจารณาลากเส้น เชื่อมโยงระหว่างจุดแลตทิช จะได้ลักษณะของเซลล์หนึ่งหน่วย (Unit cell)
- เบซิส หมายถึง อะตอมเดี่ยวหรือกลุ่มของอะตอมที่เรียงตัวอยู่บนจุดแลตทิช หรือห่าง จากจุดแลตทิชเป็นระยะทางคงที่ ดังแสดงในรูปที่ 2.1

รูปร่างของเซลล์หนึ่งหน่วย สามารถมีได้หลายรูปแบบ โดยขึ้นอยู่กับเวกเตอร์ของการเลื่อน

ตำแหน่ง *α* , *b*ี และ *c*ี และค่ามุม α, β,γ ซึ่งระบุตามรูปที่ 2.2 โดยมีสมบัติเบื้องต้น ของเซลล์หนึ่ง หน่วยในระบบลูกบาศก์ดังแสดงในตารางที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึก ซึ่งประกอบด้วย ก) แลตทิช ข) เบซิส โดยเบซิสจะเรียงตัวได้ 2 แบบ คือ ค) อยู่บนจุดแลตทิช หรือ ง) อยู่ที่ตำแหน่งห่างจากจุดแลตทิชเป็นระยะทางคงที่[3]

ความหมายของ P หรือ Primitive คือโครงสร้างแบบที่ไม่มีอะตอมอื่นอยู่เลยนอกจากมุม ของเซลล์หนึ่งหน่วย I หรือ Body-Centred คือโครงสร้างแบบที่มีอะตอมอยู่ที่มุมทุกมุมและตรง กลางของเซลล์หนึ่งหน่วย F หรือ Face-Centred คือโครงสร้างที่มีอะตอมอยู่ที่มุมทุกมุมและ กึ่งกลางของทุกด้านของเซลล์หนึ่งหน่วยและ C หรือ Side-Centred คือโครงสร้างที่มีอะตอมอยู่ที่ มุมทุกมุมและด้าน 2 ด้าน โดยสามารถแบ่งระบบของเซลล์หนึ่งหน่วยออกเป็น 7 ระบบและแบ่ง รูปแบบทั้งหมด 14 แบบด้วยกันเรียกว่า บราเวส์ แลตทิซ (Bravias lattice) โดยรูปร่างของเซลล์ หนึ่งหน่วยทั้ง 7 ระบบมีดังนี้[1]

- 1) Cubic
- 2) Tetragonal
- 3) Orthorhombic
- 4) Hexagonal
- 5) Monoclinic
- 6) Triclinic
- 7) Trigonal

ซึ่งรูปแบบต่างๆที่กล่าวถึง แสดงดังรูปที่ 2.3







รูปที่ 2.3 บราเวส์แลตทิซ[1]

	Р	Ι	F
volumn,conventional cell	a ³	a ³	a ³
lattice points per cell	1	2	4
volumn,permitive cell	°a	(1/2) a ³	(1/4) a ³
lattice points per unit volumn	1/ a ³	2/ a ³	4/ a ³
number of nearest neighbors	6	8	12
nearest-neighbor distance	A	3 ^{1/2} a/2	a/2 ^{1/2}
number of second neighbors	12	6	6
second neighbor distance	2 ^{1/2} a	A	A

ตารางที่ 2.1 แสด<mark>งสมบัติของบราเวล์</mark>แลตทิซในระบบลูกบาศก์[4]

2.2 การระบุดัชนีระนาบผลึก

เนื่องจากอะตอมที่จัดเรียงกันอยู่บนแต่ละระนาบภายในโครงสร้างของผลึกนั้นอาจมีความ แตกต่างกัน เพื่อป้องกันความผิดพลาดในการจำแนก จึงต้องมีการระบุดัชนีของระนาบผลึก ในการ ระบุจะใช้สัญลักษณ์ (hkl) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 โดยค่า hkl จะเป็นจำนวนเต็ม เรียกว่า ดัชนีมิล เลอร์ (Miller indices) ความสัมพันธ์ระหว่างระนาบและมุมที่เลี้ยวเบน

พิจารณาความสัมพันธ์ระหว่าง *d_{hkl}* กับระนาบต่างๆ (h k l) ในรูปที่ 2.4 ในเซลล์หนึ่ง หน่วยส่วนค่าของ *d_{hkl}* เป็นระยะห่างระหว่างระนาบ (Miller indices) ที่ตัดกับเซลหนึ่งหน่วย ยกตัวอย่าง orthorhombic cell ดังภาพรูปที่ 2.4 พิจารณาที่ด้านของเซล a, b, และ c พิจารณา ระนาบ (h k l) ตัดกับเซลที่ระยะทาง h ตามแกน a, k ตามแกน b และ l ตามแนวแกน c ตามลำดับ ซึ่งการตัดกันนี้จะเป็นส่วนของด้าน a, b และ c ดังกล่าว



รูปที่ 2.4 ระนาบ (h k l) ที่ตัดกับเซลล์หนึ่งหน่วย

พิจารณาที่รูปที่ 2.5 ที่จุด O ถึงจุด D คือ ระยะระหว่างจุดขอบ (จุดกำเนิด) ด้านหนึ่งของ orthorhombic cell ถึงระนาบ (hkl) ที่ตัดกับเซลนั้น





รูปที่ 2.6 แสดงสามเหลี่ยม *ODS* และสามเหลี่ยม *ODC* เป็นสามเหลี่ยมคล้ายกัน

พิจารณาที่รูปภาพ 2.6 สามเหลี่ยม OSC พบว่าสามเหลี่ยม OSC เป็นสามเหลี่ยมคล้ายกับ ODS สิ่งที่สามารถพิจารณาได้คือ

$$\frac{OS}{OD} = \frac{CS}{OC}$$

จากนั้นแทนค่าความยาวของด้านต่างๆ จะได้

$$\frac{s}{d} = \frac{\sqrt{\frac{c^2}{l^2} + s^2}}{c/l}$$

$$\frac{1}{d} = \frac{l}{cs}\sqrt{\frac{c^2}{l^2} + s^2}$$

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{1}{s^2} + \frac{l^2}{c^2}}$$
2.1

จากนั้นพิจารณาที่สามเหลี่ยม ABO ดังรูปที่ 2.7และสามเหลี่ยม AOS



รูปที่ 2.7 แสดงรูปสามเหลี่ยม ABO กับสามเหลี่ยม AOS เป็นสามเหลี่ยมคล้าย

ได้ความสัมพันธ์ว่า

$$\frac{OA}{OS} = \frac{AB}{OB}$$

จากนั้นแทนค่าความยาวของด้านต่างๆ ลงไป ได้ว่า

$$\frac{a'_{h}}{s} = \frac{\sqrt{\frac{b^{2}}{k^{2}} + \frac{a^{2}}{h^{2}}}}{b/k}$$

$$\frac{1}{s} = \frac{hk}{ab}\sqrt{\frac{b^{2}}{k^{2}} + \frac{a^{2}}{h^{2}}}$$

$$\frac{1}{s} = \sqrt{\frac{h^{2}}{a^{2}} + \frac{k^{2}}{b^{2}}}$$
2.2

จากนั้นน้ำสมการ (2) ไปแทนค่าสมการ (1) จะได้

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}$$
2.3

สมการ 2.3 คือสมการที่แสดงระยะห่างระหว่างระนาบที่ตัดกับเซลทั่วไป ซึ่งมีมุม lpha,eta และ γ

เท่ากับ 90°และสำหรับกรณีอื่นๆ ได้แสดงไว้ในภาคผนวก ก.

2.3 การศึกษาค่าคงที่ของโครงผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ (X-ray) ถูกค้นพบโดย Roentgen นักฟิสิกส์ชาวเยอรมันในปี ค.ศ.1895 ใน ตอนต้นสมบัติต่างๆของรังสีเอกซ์ยังคงเป็นปริศนา ทราบแต่เพียงว่ารังสีเอกซ์เดินทางเป็นเส้นตรง และทำปฏิกิริยากับฟิลม์ถ่ายภาพเท่านั้น[1]

ถึงแม้ว่านักวิทยาศาสตร์ในอดีตจะยังไม่เข้าใจสมบัติต่างๆของรังสีเอกซ์ แต่ก็มีการ พยายามนำรังสีเอกซ์ไปใช้ในการศึกษาโครงสร้างของวัตถุโดยวิธีที่เรียกว่าการถ่ายภาพเอกซ์เรย์ (Radiography) จนกระทั่งในปี ค.ศ. 1912 นักวิทยาศาสตร์พบว่าเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) เมื่อฉายรังสีลงบนสารผลึก (Crystal) ซึ่งเป็นการพิสูจน์ว่ารังสีเอกซ์มีสมบัติเป็น คลื่น และสามารถหาโครงสร้างของสารผลึกโดยวิธีการดังกล่าว

ปัจจุบันเป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่ารังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Wave) โดยรังสีเอกซ์มีค่าความถี่อยู่ในช่วง 10¹⁶ –10²¹ Hz ดังแสดงในรูป 2.8

รังสีเอกซ์เกิดจากประจุไฟฟ้า เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานจลน์อย่างรวดเร็ว โดยนิยมใช้ อิเล็กตรอน (electron) ในการผลิตรังสีเอกซ์ แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ดังกล่าวเรียกว่า หลอดรังสี เอกซ์ (X-ray tube) ซึ่งประกอบไปด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน และโลหะซึ่งทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้า (electrodes) ทั้งสองขั้ว รังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นบริเวณที่อิเล็กตรอนเกิดการชน (impact) และแผ่ ออกไปทุกทิศทาง

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.8 แสดงค่าความยาวคลื่นในย่านต่างๆของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า[5]



รูปที่ 2.9 แสดงส่วนประกอบภายในของหลอดรังสีเอกซ์[1]

วิธีการผลิตรังสีเอกซ์ภายในหลอดรังสีเอกซ์ เริ่มจากการให้ความร้อนกับลวดที่เป็นไส้ของ หลอดไฟ (filament) เพื่อให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา จากนั้นให้ความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้ง สองเพื่อให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าไปชนกับเป้าเพื่อให้เกิดรังสีเอกซ์ โดยมีโลหะรูปถ้วย (metal focusing cup) ควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนดังแสดงในรูปที่ 2.9

พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งจนไปกระทบเป้า (target) สามารถหาได้จากสมการ

[2.4]

$$eV = \frac{1}{2}mv^2 \qquad 2.4$$

e คือ ค่าประจุของอิเล็กตรอน = 1.6×10⁻¹⁹C

V คือ ค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเร่งอิเล็กตรอน

m คือ มวลของอิเล็กตรอน = 9.1×10⁻³¹ kg

v คือ อัตราเร็วของอิเล็กตรอนขณะกระทบเป้า

โดยพลังงานจลน์ส่วนใหญ่ของอิเล็กตรอน จะเปลี่ยนแปลงไปเป็นความร้อนมีเพียงส่วน น้อยเท่านั้นที่จะเปลี่ยนรูปไปเป็นรังสีเอกซ์ เมื่อนำรังสีเอกซ์ที่แผ่ออกมาจากเป้าวิเคราะห์จะพบว่า แถบค่าความยาวคลื่น (spectrum) มีค่าต่อเนื่อง (continuous spectrum) รังสีเอกซ์แถบค่าความ ยาวคลื่นต่อเนื่องนี้เกิดจากการที่อิเล็กตรอนชนกันกันเป้า แต่จะมีค่าความยาวคลื่นบางค่ามีค่า ความเข้ม (intensity) มากกว่ากว่าปกติ โดยเรียกแถบค่าความยาวคลื่นดังกล่าวว่าแถบค่าความ ยาวคลื่นลักษณะเฉพาะ (characteristic spectrum) ดังแสดงในภาพที่ 2.10 โดยค่าแถบความ ยาวคลื่นที่มีลักษณะเฉพาะนี้ เกิดจากการที่อิเล็กตรอนวิ่งไปชนกับอิเล็กตรอนภายในอะตอมขอ ง เป้าทำให้อะตอมของเป้าอยู่ในภาวะถูกกระตุ้น (excited state) ทำให้อะตอมคายพลังงานออกมา ในรูปของรังสีเอกซ์เพื่อที่กลับไปอยู่ในสถานะพื้น โดยแถบค่าความยาวคลื่นลักษณะเฉพาะ ดังกล่าวนี้ ขึ้นอยู่กับประเภทของโลหะที่นำมาใช้เป็นเป้าโดยโลหะต่างชนิดกันจะให้แถบค่าความ ยาวคลื่นลักษณะเฉพาะต่างกันด้วย



รูปที่ 2.10 แสดงสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากเป้าทั้งสเตนโดยใช้ค่าพลังงานในการเร่ง อิเล็กตรอนเป็น 80,100,120 และ140 keV[6]

ในการพิจารณาสมบัติของสารโดยใช้รังสีเอกซ์ วิธีการหนึ่งซึ่งเป็นวิธีการที่ใช้ในการศึกษา สมบัติของสารโดยทำการส่งผ่านสารนั้นด้วยรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาถึงค่าความเข้มที่ถูกดูดกลืนไป โดยอิเล็กตรอนภายในอะตอมของสารนั้น โดยการจัดเรียงของอุปกรณ์ของการทดลองแสดงไว้ดัง รูปที่ 2.11 ซึ่งจากการทดลองพบว่าค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ผ่านมาจากสารตัวอย่างจะมีค่า ขึ้นอยู่กับค่าความหนาของสารนั้น โดยสามารถเขียนให้อยู่ในรูปของสมการได้ว่า

$$I_x = I_0 e^{-\mu x}$$
 2.5

โดย

 I_r

คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ส่งผ่านสารตัวอย่าง

- I₀ คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบสารตัวอย่าง
- μ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลื่นเชิงเส้น (linear absorption coefficient)
- x คือ ค่าความหนาของสารตัวอย่าง



ฐปที่ 2.11 แสดงแผนภาพการทดลองเพื่อวัดการดูดกลืนของรังสีเอกซ์โดยสารตัวอย่าง

ปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ถูกดูดกลืน จะขึ้นอยู่กับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ใช้ใน กาทดลอง โดยรังสีเอกซ์ที่ถูกดูดกลืนนั้นเกิดจาก 2 ส่วน คือ ส่วนที่เกิดจากการกระเจิง (scattering) โดยสารตัวอย่าง และส่วนที่เกิดการดูดกลืนโดยสารตัวอย่างโดยแท้จริง (True absorption) โดยในหัวข้อนี้จะสนใจในส่วนที่ถูกดูดกลืนโดยแท้จริงเท่านั้น ส่วนของการกระเจิงจะ ได้มีการอธิบายในหัวข้อถัดไป

การดูดกลื่นรังสีเอกซ์เนื่องจากอะตอมของสารนั้น สามารถอธิบายได้โดยการพิจารณารังสี เอกซ์ที่มาตกกระทบกับสารตัวอย่าง เป็นอนุภาคที่มีค่าพลังงานตามสมการ E = hV ซึ่งเมื่อรังสี เอกซ์ตกกระทบกับอะตอมของสารตัวอย่าง ถ้าพลังงานของรังสีเอกซ์ดังกล่าวมีค่ามากกว่า พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนภายในสารนั้น จะทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นให้หลุดออกมา และทำให้อะตอมดังกล่าวอยู่ในภาวะไม่เสถียร อิเล็กตรอนภายในอะตอมจะคายพลังงานออกมา ในรูปของรังสีเอกซ์เพื่อให้อะตอมกลับสู่สถานะพื้น ซึ่งพลังงานที่อิเล็กตรอนคายออกมาดังกล่าวจะ มีค่าไม่ต่อเนื่อง คล้ายกันกับแถบค่าความยาวคลื่นลักษณะเฉพาะในกระบวนการเกิดของรังสีเอกซ์ โดยแสดงได้ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 ก) รังสีเอกซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร ข) อิเล็กตรอนในชั้น M ที่มีพลังงานสูงกว่าลงมาแทนที่ โดยคายรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะ ออกมา[6]

ในการพิจารณาการดูดกลื่นรังสีเอกซ์โดยอะตอมจะพิจารณา สมการที่ 2.6 ในอีกรูปแบบ หนึ่ง คือ

$$I_x = I_0 e^{-(\frac{\mu}{\rho})\rho x}$$
 2.7

ค่า ^µ/_ρ เรียกว่าค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลื่นเชิงมวล (mass absorption coefficient) ซึ่ง เป็นค่าคงที่ของสารนั้น ซึ่งไม่ขึ้นอยู่กับสถานะทางกายภาพ (physical state) ดังนั้นในการ พิจารณา ค่าความสามารถในการดูดกลื่นรังสีเอกซ์ของสารนั้น จะพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์การ ดูดกลื่นเชิงมวล ซึ่งขึ้นอยู่กับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบกับสารตัวอย่างและเลขอะตอม ของสารนี้เอง ดังที่ได้กล่าวไปแล้วว่าในการดูดกลื่นของรังสีเอกซ์โดยสารตัวอย่าง จะขึ้นอยู่กับค่า พลังงานของรังสีเอกซ์ กล่าวคือเมื่อค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ มีค่าใกล้เคียงกันกับพลังงานยึด เหนี่ยวของอิเล็กตรอนภายในอะตอมของสาร ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลื่นเชิงมวลจะมีค่าสูง ซึ่งจะ ทำให้กราฟระหว่าง ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลื่นเชิงมวลกับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็น ขอบ เรียกว่าขอบของการดูดกลื่น (absorption edge) ซึ่งเป็นค่าที่ตรงกันกับค่าพลังงานยึดเหนี่ยว ของอิเล็กตรอนนั่นเอง โดยตัวอย่างของค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลื่นเชิงมวลและค่าขอบของการ ดูดกลื่นในระดับพลังงาน K ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.13





ค่าขอบของการดูดกลืนมีประโยชน์อย่างยิ่งในการช่วยในการคัดแยก ค่าความยาว คลื่นหรือค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ เนื่องจากในกระบวนการการผลิตรังสีเอกซ์ ซึ่งจะให้ค่าความ ยาวคลื่นออกมาหลายค่า และในแถบค่าความยาวคลื่นเฉพาะในบางกรณีจะให้ค่าความยาวคลื่น ออกมาใกล้เคียงกันมากเช่นในกรณีของ K_α และ K_β ซึ่งถ้านำรังสีเอกซ์ที่ไม่ได้ทำการคัดแยกไปใช้ ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกอาจทำให้เกิดการผิดพลาดได้ วิธีการในการคัดแยกดังกล่าว สามารถทำได้โดยการใช้สารที่มีค่าขอบของการดูดกลืนที่เหมาะสม มาดูดกลืนรังสีเอกซ์ในส่วนที่มี ค่าความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการออกไปโดยสามารถแสดงได้ในรูปที่ 2.14 นอกจากนี้การพิจารณา การดูดกลืนของรังสีเอกซ์ ยังมีประโยชน์ในการตรวจสอบค่าพลังงานหรือค่าความยาวคลื่นของรังสี เอกซ์ที่มีแหล่งกำเนิดจากแสงซินโครตรอนซึ่งจะได้อธิบายอีกครั้งในบทที่ 4





นอกจากการใช้หลอดรังสีเอกซ์เพื่อเป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ดังที่แสดงไว้ข้างต้น ยังมี วิธีการให้กำเนิดรังสีเอกซ์อีกรูปแบบหนึ่ง ซึ่งนำมาใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้ นั่นคือการใช้รังสีเอกซ์ที่ได้ จากแหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอน (Synchrotron Radiation Source) โดยรังสีเอกซ์ที่ได้จาก แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนนั้น เกิดจากการแผ่รังสีเนื่องจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงภายในวง แหวนการเก็บ (storage ring) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.15 ถูกทำให้มีความเร่ง โดยรังสีเอกซ์พลังงานสูง ค่าพลังงานในลักษณะที่ต่อเนื่องตั้งแต่ในย่านของอินฟราเรด (infrared) จนถึงรังสีเอกซ์พลังงานสูง (hard X-rays) ในปัจจุบันรังสีเอกซ์ที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนได้นำไปใช้อย่าง หลากหลายเนื่องจากสมบัติของแสงซินโครตรอนต่างๆ ดังนี้ 1) มีขนาดของลำรังสีที่แผ่ออกมามีลักษณะ เป็นจังหวะสม่ำเสมอเมื่อเทียบกับเวลา



รูปที่ 2.15 แสดงแผนผังของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งด้วยความต่างศักย์ในย่าน GeV โดยตัวเร่ง อิเล็กตรอนและถูกทำให้งอโดยแม่เหล็กเบนดิ้ง และ แม่เหล็กตัวแกว่งหรือแม่เหล็กตัวกระเพื่อม ภายในวงแหวนการเก็บ[7]

แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนสามารถแบ่งอุปกรณ์ที่ทำให้เกิดการแผ่รังสีออกได้เป็น 3 ประเภทตามจำนวนและความแรงของแม่เหล็ก

- แม่เหล็กเบนดิ้ง (Bending magnet) เป็นอุปกรณ์ที่ประกอบไปด้วยแม่เหล็กขั้วเหนือและ ใต้หันหน้าเข้าหากัน รังสีที่แผ่ออกมาจากเบนดิ้ง แมกเนตจะมีลักษณะการกระจายตัว แบบเกาส์เซียน (Guassian distribution)
- แม่เหล็กตัวแกว่ง (Wiggler magnet) เป็นอุปกรณ์ที่ประกอบไปด้วยคู่ของแม่เหล็กแรงสูงที่
 เรียงต่อกันในแนวตรง รังสีที่แผ่ออกมาจากวิกเกลอส์จะมีลักษณะต่อเนื่องและมีค่าความ กว้างมากกว่ารังสีที่ออกมาจากเบนดิ้ง แมกเนต
- แม่เหล็กตัวกระเพื่อม (Undulater magnet) เป็นอุปกรณ์ที่คล้ายกับตัวแกว่งเพียงแต่ความ แรงแม่เหล็กจะอ่อนกว่าและมีจำนวนของคู่แม่เหล็กที่เยอะกว่า รังสีที่แผ่ออกมาจากตัว กระเพื่อมจะมีลักษณะไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากรังสีดังกล่าวจะเกิดการแทรกสอดกัน

แถบรังสีที่ได้จากอุปกรณ์ทั้ง 3 ประเภทแสดงดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 แสดงแถบค่าพลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ได้จากอุปกรณ์ภายในแหล่งกำเนิดแสง ซินโครตรอน ทั้ง 3 ประเภท[7]

2.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นการใช้สมบัติความเป็นคลื่นของรังสีเอกซ์ซึ่งสามารถแทรก สอดและเลี้ยวเบนได้ ซึ่งเป็นที่นิยมมากในการนำไปศึกษาโครงสร้างของผลึก โดยอาศัยสมบัติการ เป็นคลื่นของรังสีเอกซ์ ดังกล่าว เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกจะเกิดการเลี้ยวเบนเพราะอิเล็กตรอน ของอะตอมในผลึกสั่นเนื่องจากสนามแม่เหล็กไฟฟ้า และ คายพลังงานออกมา ในรูปของคลื่น แม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีความถี่ค่าเดียวกันกับรังสีเอกซ์ที่ตกระทบ หรือกล่าวได้ว่าอิเล็กตรอนในอะตอม จะทำหน้าที่ เสมือนเป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ความถี่เดียวกันกับรังสีเอกซ์ที่เข้ามาตกกระทบ ภายในอะตอม เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับอะตอมซึ่งจัดเรียงตัวกันอยู่บนระนาบของโค รงผลึก อิเล็กตรอน ภายในอะตอมเหล่านี้จะถูกรังสีเอกซ์กระตุ้นทำให้เกิดการสั่น ในความถี่เดียวกันกับรังสีเอกซ์ที่มา ตกกระทบและอิเล็กตรอนดังกล่าวจะคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ในทุกทิศทาง ทำให้ดู เหมือนว่ารังสีเอกซ์ตกกระทบลงบนระนาบแล้วเกิดการสะท้อน โดยถ้าระยะห่างระหว่างระนาบ เป็น d ให้รังสีเอกซ์ตกกระทบระนาบที่จุด A และ C เป็นมุม θ แล้วสะท้อนออกมาจากระนาบ เป็นมุม θ เท่าเดิม มุม θ ดังกล่าวเรียกว่ามุมของแบรกก์ (Bragg angle) ดังแสดงในรูปที่ 2.17 [1]



รูปที่ 2.17 แสดงภาพรังสีเอกซ์กระเจิงจากระนาบของผลึก โดยเงื่อนไขในการเลี้ยวเบนขึ้นอยู่กับ ผลต่างทางเดินของรังสีเอกซ์
$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \qquad 2.5$

เมื่อ n = 1,2,3.... ตามลำดับเงื่อนไขดังกล่าวนี้เรียกว่ากฏของแบรกก์ (Bragg law)

2.5 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างระหว่างระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึก

จากความรู้ทางผลึกวิทยา (Crystallography) ซึ่งพิจารณาว่าผลึกจะประกอบไปด้วย ระนาบชุดต่างๆมากมาย ซึ่งสามารถเขียนสัญลักษณ์แทนระนาบแต่ละชุดดังกล่าวได้ด้วยรูปแบบ ดังนี้ คือ h, k, l โดย h, k, l เป็นเลขจำนวนเต็มมีค่าตั้งแต่ 0, 1, 2, ... ซึ่งเรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ (miller indices) ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันนั้นจะขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ และค่าคงที่ ของโครงผลึก (a, b, c, α, β, γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของระบบ ผลึก (crystal system) แบบต่างๆสามารถหาได้จากหนังสือเกี่ยวกับ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสี เอกซ์โดยทั่วไป [1,3]

ตัวอย่างเช่นสำหรับผลึกที่อยู่ในระบบเททระโกนอล (tetragonal system , a = b ≠ c ,

 $lpha=eta=\gamma=90^\circ$) พบว่ามีความสัมพันธ์ดังนี้ [3]

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$
 2.6

และถ้าเรานำสมการของแบรกก์มารวมกันกับสมการดังกล่าวนี้จะได้ความสัมพันธ์

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$
 2.7

ซึ่งจากความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถหาค่าคงที่ของผลึก (a, c) เมื่อเราทราบค่าของมุม แบรกก์ (θ) ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (λ) และดัชนีมิลเลอร์ (h, k, l)

2.6 การกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยอิเล็กตรอน

รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ประกอบด้วยสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า ซึ่งมีความ แรง (strength) เป็นไปในสถานะรูปคลื่นของฟังก์ชันไซน์ (sinusoidal) เมื่อสนามไฟฟ้าวิ่งผ่าน มาถึงอิเล็กตรอน จะส่งผลทำเกิดแรงเนื่องจาสนามไฟฟ้ากระทำบนอิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอน เคลื่อนที่แบบสั่นรอบตำแหน่งสมดุล การสั่นดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนปลดปล่อยคลื่น แม่เหล็กไฟฟ้าออกไปในทุกทิศทาง โดยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ถูกปล่อยออกมา จะมีค่าความยาว คลื่นและความถี่ตรงกับรังสีเอกซ์ที่มาตกกระทบ เรียกกระบวนการทั้งหมดว่า "การกระเจิงของรังสี เอกซ์โดยอิเล็กตรอน" [1]

ถึงแม้ว่าอิเล็กตรอนกระเจิงรังสีเอกซ์ออกมาในทุกทิศทาง แต่ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ กระเจิงออกมาจะขึ้นอยู่กับมุมของการกระเจิง (angle of scattering) ซึ่ง เจ.เจ. ทอมป์สัน (J.J. Thomson) [1] ได้รายงานไว้ว่า ความเข้ม I ของลำรังสีที่กระเจิงเนื่องมาจากอิเล็กตรอนที่มีค่า ประจุ e คูลอมป์ และมีมวล m ที่ระยะทาง r เมตร จากอิเล็กตรอน สามารถคำนวณได้จาก

$$I = I_o \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right)^2 \left(\frac{e^4}{m^2 r^2}\right) \sin^2 \alpha$$
$$= I_0 \frac{K}{r^2} \sin^2 \alpha \qquad 2.8$$

เมื่อ I₀ คือ ค่าความเข้มของรังสีที่มาตกกระทบ

 μ_0 คือ ค่าคงที่ มีค่าเท่ากับ $4\pi imes 10^{-7}~{
m m\cdot kg\cdot C^{-2}}$

K คือ ค่าคงที่

lpha คือ มุมระหว่างทิศทางของการกระเจิงกับทิศทางของความเร่งของ

อิเล็กตรอน



รูปที่ 2.18 แสดงการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากอิเล็กตรอนหนึ่งตัวซึ่งค่า I จะขึ้นอยู่กับมุม θ

จากสมการจะเห็นได้ว่า ค่าความเข้ม I ขึ้นอยู่กับทิศทางของการกระเจิงของรังสีเอกซ์จาก อิเล็กตรอน ดังนั้นในการคำนวณหาค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ จึงจำเป็นต้องมี ส่วนที่เรียกว่า "ตัว ประกอบโพลาไรเซซัน" (polarization factor) ดังแสดงในรูป 2.18

2.7 การกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยอะตอม

เมื่อรังสีเอกซ์เดินทางเข้าไปใกล้กับอะตอม รังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงเนื่องจาก อิเล็กตรอนภายในอะตอม รังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจะแทรกสอดกันตามสมการของ Thomson นิวเคลียสของอะตอมจะไม่ทำให้เกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์ เพราะนิวเคลียสมีมวลมากเมื่อเทียบ กับมวลของอิเล็กตรอน ซึ่งสังเกตได้จากสมการของ Thomson ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจาก การกระเจิงจะแปรผกผันกับมวลยกกำลังสอง ทำให้สามารถสรุปได้คร่าวๆว่า การกระเจิงของรังสี เอกซ์เนื่องจากอะตอมจะพิจารณาเฉพาะส่วนของอิเล็กตรอนภายในอะตอมเท่านั้น

ในความเป็นจริงแล้วอิเล็กตรอนของอะตอมจะเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบรอบๆนิวเคลียส ซึ่งทำให้รังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงของอิเล็กตรอนเหล่านี้เกิดการต่างเฟสขึ้น ซึ่งมีผลต่อการ แทรกสอดของรังสีเอกซ์หลักจากกระเจิงการอิเล็กตรอน พิจารณาจากรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 แสดงภาพการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากอะตอม

้อิเล็กตรอนเรียงตัวอย่างกระจัดกระจายรอบนิวเคลียส รังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากอิเล็กตรอนที่ ตำแหน่ง A และ B จะมีเฟสตรงกันในหน้าคลื่น XX' เพราะรังสีเอกซ์เดินทางเป็นระยะทางที่เท่ากัน ซึ่งถ้าลองพิจารณารังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากอิเล็กตรอน A และ B ในทิศทางอื่น จะพบว่ามีผลต่าง ของทางเดินแสงเท่ากับ CB-AD ทำให้รังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงดังกล่าว มีเฟสไม่ตรงกันใน หน้าคลื่น *YY*′

จากเหตุผลข้างต้น จึงนิยามปริมาณหนึ่งขึ้นมาเพื่อที่จะอธิบายถึงประสิทธิภาพในการ กระเจิงรังสีเอกซ์ของอะตอมในทิศทางใดทิศทางหนึ่ง ปริมาณดังกล่าวคือ "แฟกเตอร์การกระเจิง ของอะตอม" (atomic scattering factor) นิยามโดย

แอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงเนื่องจากอะตอมแอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงเนื่องจากว

พิจารณาอะตอมของธาตุที่มีเลขอะตอม เท่ากับ Z ในกรณีที่เกิดการกระเจิงในทิศทางที่ $2\theta = 0$ จะได้ว่า f = Z นั่นเอง

2.8 การกระเจิงของรังสีเอกซ์เนื่องจากเซลล์หนึ่งหน่วย (Unit cell)

เพื่อที่จะพิจารณาค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบน จะต้องพิจารณารังสี เอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงที่เฟสตรงกันและไม่เพียงแค่สำหรับอะตอมตัวเดียวเท่านั้น จะต้อง พิจารณาทุกๆ อะตอมที่ประกอบเป็นผลึก ในความเป็นจริงแล้ว อะตอมจะจัดเรียงตัวกันเป็นคาบ ซึ่งบ่งว่า รังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมานั้น จะมีทิศทางที่ค่อนข้างจำกัด โดยทิศทางของรังสีเอกซ์จะถูก จำกัดโดยกฏของแบรกก์

คล้ายคลึงกับการพิจารณาการกระเจิงของรังสีเอกซ์โดยอะตอมดังที่ได้กล่าวมาแล้ว รังสี เอกซ์ที่กระเจิงจากแต่ละอะตอมภายในหน่วยเซลล์ จะมีเฟสไม่ตรงกัน ยกเว้นในกรณีที่ 20 = 0 ซึ่งในตอนนี้จะมาพิจารณาว่าเฟสดังกล่าวเกี่ยวข้องอย่างไรกับการจัดเรียงตัวในหน่วยเซลล์ ปัญหา การพิจารณาค่าความต่างเฟสดังกล่าว จะเริ่มพิจารณาดังนี้ (แสดงดังรูปที่ 2.20)

พิจารณาอะตอม A เป็นจุดกำเนิด และรังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบนจากระนาบ (h00) หมายความว่า การแทรกสอดและเลี้ยวเบนต้องตรงกับเงื่อนไขของแบรกก์ ถ้าลองพิจารณาผลต่าง ทางเดินแสงระหว่าง 2' และ 1' จะได้ว่า



รูปที่ 2.20 แสดงการกระเจิงของรังสีเอกซ์เนื่องจากระนาบของผลึกภายในเซลล์หนึ่งหน่วย

$$\delta_{2'1'} = MCN$$

$$= 2d_{h00}sin\theta$$

$$= \lambda \qquad 2.9$$

จากนิยามของมิลเลอร์

$$d_{h00} = AC$$
$$= \frac{a}{h}$$
2.10

ลองพิจารณารังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากอะตอม B ที่อยู่ห่างจากอะตอม A เป็นระยะ X จะ พิจารณาว่าระนาบ (h00) ตรงตามเงื่อนไขของแบรกก์ ดังนั้น

$$\delta_{3'1'} = RBS$$

$$= \frac{AB}{AC}\lambda$$

$$= \frac{X}{a/h}\lambda$$
2.11

ในกรณีที่ทางเดินแสงต่างกันความยาวคลื่น (λ) จะมีค่าต่างกัน 2π rad ถ้าในกรณีที่ ทางเดินแสงต่างกัน δ จะมีเฟสต่างกัน ϕ กล่าวคือ

$$\phi = \frac{\delta}{\lambda} 2\pi \qquad 2.12$$

ดังนั้นความต่างเฟสของวังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงของอะตอม B และ A หาได้จาก

$$\Phi_{3'1'} = \frac{\Phi_{3'1'}}{\lambda} 2\pi$$
$$= \frac{2\pi h X}{a}$$
2.13

ถ้าตำแหน่งของอะตอม B ระบุโดย fractional coordinate $u=rac{x}{a}$ ดังนั้น ผลต่างเฟสจะมี

ค่า

$$\phi_{3'1'} = 2\pi h u$$
 2.14

การพิจารณาดังกล่าวสามารถกล่าวขยายไปในกรณีสามมิติ ถ้าอะตอม *B* มีพิกัดเป็น x, y, z หรือใน fractional coordinate เป็น $\frac{x}{a}$, $\frac{y}{b}$, $\frac{z}{c}$, u v w จะได้ผลต่างเฟสจากอะตอม A เป็น $\phi = 2\pi(hu + kv + lw)$ 2.15

คลื่นรังสีเอกซ์ที่เกิดก ารเลี้ยวเบนอาจแตกต่างกันทั้งค่ามุมเฟสและค่าแอมพลิจูด ถ้า อะตอมที่ตำแหน่ง *B* กับอะตอมที่ตำแหน่ง *A* เป็นคนละชนิดกัน ในกรณีนี้ค่าแอมพลิจูดจะขึ้นอยู่ กับค่าแฟกเตอร์การกระเจิงของอะตอม

ในตอนนี้จะเห็นได้ว่า สามารถพิจารณาการกระเจิงของรังสีเอกซ์ เนื่องจากหน่วยเซลล์เป็น การกระเจิงจากทุกๆ อะตอมในหน่วยเซลล์ซึ่งจะมารวมกันโดยมีเฟสและค่าแอมพลิจูดที่ต่างกัน ดังนั้นจึงต้องพิจารณาคลื่นที่มารวมกันดังกล่าว วิธีการพิจารณาผลรวมของคลื่นรังสีเอกซ์ สามารถ ทำได้โดยเขียนคลื่นรังสีเอกซ์ให้อยู่ในรูปของพังก์ชันเอกซ์โพเนนเซียลดังแสดงในรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 แสดงการพิจารณาการรวมกันของคลื่นรังสีเอกซ์ในรูปของฟังก์ชันเอกโพเนนเชียล

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่แสดงในรูปที่ 2.21 แสดงค่าความเข้มสนามไฟฟ้าเปรียบเทียบกับ เวลาของคลื่นสองคลื่น ซึ่งมีหน้าคลื่นในทิศเดียวกันกับรังสีเอกซ์ โดยสามารถเขียนสมการคลื่นได้ ดังนี้

$$E_1 = A_1 sin(2\pi v t - \phi_1)$$
 2.16

$$E_2 = A_2 sin(2\pi vt - \phi_2)$$
 2.17

คลื่นทั้งสองมีความถี่ (*v*) เท่ากัน หรืออาจกล่าวได้ว่ามีค่าความยาวคลื่นเท่ากัน แต่ แตกต่างกันในส่วนของค่าแอมพลิจูด *(A)* และค่ามุมเฟส (*φ*) เส้นประใน รูปที่ 2.21 แสดงถึง ผลรวมของคลื่น E₃ ซึ่งยังมีลักษณะเป็นคลื่นรูปไซน์ แต่มีมุมเฟสและแอมพลิจูดเปลี่ยนไป คลื่นที่ แตกต่างกันในค่าแอมพลิจูดและค่ามุมเฟส สามารถเขียนให้อยู่ในรูปของเวกเตอร์ได้ดังรูป ที่ 2.22 แต่ละส่วนประกอบของคลื่นแสดงได้ด้วยเวกเตอร์ ส่วนแอมพลิจูดของคลื่นแสดงค่าได้โดยค่าความ ยาวของเวกเตอร์ มุมเฟสแสดงได้ด้วยมุมที่เวกเตอร์กระทำกับแกนเอกซ์ อย่างไรก็ตามสามารถ หลีกเลี่ยงวิธีการรวมคลื่นแบบใช้เรขาคณิต โดยการเขียนเวกเตอร์ให้อยู่ในรูปของจำนวนเชิงซ้อน *(a+bi)* จากความสัมพันธ์

$$e^{ix} = \cos x + i \sin x$$
 2.18

 $Ae^{i\phi} = A\cos\phi + Ai\sin\phi$ 2.19

้ดังนั้นเราสามารถเขียนคลื่นรังสีเอกซ์ให้อยู่ในรูปของเอกซ์โพเนนเชียลฟังก์ชันได้





เนื่องจากรังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่ง จึงสามารถนำมาเขียนให้อยู่ในรูปของ สมการคลื่นได้ กล่าวคือ

$$E = Ae^{i(2\pi\nu t - \phi)}$$
 2.20

เมื่อ *v* คือ ความถี่ของคลื่น

ดังนั้นรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงจากแต่ละอะตอมในหน่วยเซลล์ แล้วเกิดการ เลี้ยวเบนมาแทรกสอดกัน อาจเขียนได้ว่า

$$Ae^{i\phi} = fe^{2\pi i (hu+kv+lw)}$$
 2.21

โดยผลลัพธ์ของคลื่นที่กระเจิงออกมาจากทุกอะตอมภายในหน่วยเซลล์ จะเรียกว่า แฟก เตอร์โครงสร้าง (structure factor) แฟกเตอร์โครงสร้างดังกล่าวเป็นตัวอธิบายว่าอะตอมจัดเรียงตัว อย่างไรภายในหน่วยเซลล์ [1]

$$F_{hkl} = \sum_{1}^{N} f_n \, e^{2\pi i \, (hu_n + kv_n + lw_n)}$$
 2.22

ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนจากอะตอมในหน่วยเซลล์ที่คาดเดาจากกฏ ของแบรกก์ จะเป็นสัดส่วนกับค่า |F|² นี้เอง

บทที่ 3

อิเมจเพลตและการปรับแต่งอิเมจเพลต

3.1 อิเมจเพลต

อิเมจเพลต (Image Plate) เป็นอุปกรณ์ที่ไวต่อแสง ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวตรวจจับรังสี มี ลักษณะคล้ายแผ่นฟิล์มซึ่งมีสารเรืองแสง (Phosphours) เป็นองค์ประกอบ โดยสารเรืองแสง ดังกล่าวจะทำหน้าที่พักและเก็บพลังงานจากรังสีหรือคลื่น พลังงานจากรังสีหรือคลื่นดังกล่าวจะ อยู่ในสภาวะเสถียรจนกระทั่งนำไปสแกนด้วยแสงเลเซอร์ (laser beam) ซึ่งจะทำให้อิเมจเพลต ปลดปล่อยพลังงานออกมาโดยการเปล่งแสง (luminescence) ที่มีความยาวคลื่นเป็นค่าเฉพาะ เทคนิคนี้ถูกนำมาใช้ครั้งแรกในกา รวินิจฉัยโรคทางการแพทย์โดยใช้รังสีเอกซ์ หลังจากนั้นจึงเริ่ม นำมาใช้ในวงการวิทยาศาสตร์จนถึงปัจจุบัน

สารแบบพิเศษที่นำมาใช้ในการทำอิเมจเพลตนั้น จะต้องมีคุณสมบัติในการปลดปล่อย พลังงานออกมาในรูปของแสงเมื่อได้รับพลังงานจากการแผ่รังสี เช่น รังสีอัลตราไวโอเลต (UV rays) หรือการยิงด้วยอิเล็กตรอน ในบางกรณีอาจเกิดได้จากการให้ความร้อนหรือปฏิกิริยา เคมี เรียกสารที่มีคุณสมบัติเหล่านี้ว่า สารวาวแสง (fluorescent substances) กรณีที่สารสมบัติ ดังกล่าวและมีลักษณะเป็นผง จะเรียกว่า สารเรืองแสง (Phosphors)

การปลดปล่อย<mark>พ</mark>ลังงานออกมาในรูปของแสงเมื่อถูกกร<mark>ะ</mark>ตุ้น แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท คือ

1. พลังงานที่ถูกปล่อยออกมาหยุดทันทีหลังหยุดทำสารกระตุ้นเรียกว่า การวาวแสง (Fluorescence)

2. พลังงานแสงที่ถูกปล่อยออกมายังคงปลดปล่อยพลังงานออกมาได้ขณะหนึ่งหลังหยุด ทำการกระตุ้นเรียกว่า การเรืองแสง (Phosphorescence)

อย่างไรก็ตามสารบางชนิดอาจมีคุณสมบัติทั้ง 2 อย่าง กล่าวคือ สามารถปลดปล่อย พลังงานออกมาขณะถูกกระตุ้นด้วยแสง และสามารถปลดปล่อยพลังงานออกมาได้หลังหยุดการ กระตุ้นด้วยแสง เรียกสารลักษณะนี้ว่า สารลูมิเนสเซนส์ (Luminescence) จากคุณสมบัติเด่นของ สารจำพวกนี้ จึงได้นำมาปรับใช้ในกระบวนการ ผลิตตัวตรวจจับรังสี โดยลักษณะการนำไปใช้จะ ขึ้นอยู่กับประเภทและความต้องการของการนำไปใช้ สารเรืองแสงที่จะนำมาใช้ในอิเมจเพลต มีคุณสมบัติพิเศษเพิ่มขึ้นจากคุณสมบัติที่กล่าวไป แล้ว อิเมจเพลตจะมีคุณสมบัติที่เรียกกันว่า การเปล่งแสงโดยใช้แสงกระตุ้น (Photostimulate luminescence, PSL) ซึ่งคุณสมบัติดังกล่าวจะไม่เป็นทั้ง การวาวแสง และ การเรืองแสง

การเปล่งแสงโดยใช้แสงกระตุ้นถูกค้นพบที่ประเทศฝรั่งเศสราวศตวรรษที่ 19 สมบัติของ อิเมจเพลตจะมีลักษณะพิเศษที่สามารถปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของแสง เมื่อทำการ กระตุ้นด้วยพลังงานในรูปของแสงครั้งที่สอง ซึ่งจะใช้แสงที่มีค่าความยาวคลื่นมากกว่าการกระตุ้น ครั้งแรก

ในช่วงแรกของการค้นพบการเปล่งแสงโดยใช้แสงกระตุ้น คุณสมบัติของมันแทบจะไม่ได้ รับความสนใจ จากนักวิทยาศาสตร์ จนกระทั่งประเทศญี่ปุ่นได้ทดลองนำคุณสมบัตินี้ไปใช้ ใน การทหาร และทำการศึกษาเรื่อยมาจนกระทั่งจบสงครามโลกครั้งที่ 2 หลังจากนั้นการศึกษาอย่าง จริงจังก็ได้เริ่มขึ้นในปี ค.ศ. 1947 ในประเทศสหรัฐอเมริกา

อิเมจเพลต ประกอบด้วย ผงผลึกขนาดเล็กของธาตุแบเรียม ฟลูออโรโบรไมด์ (Barium fluorobromide) และอิออนของธาตุยูโรเบียม (Eu) จำนวนเล็กน้อย โดยมีสูตรทางเคมี คือ BaFBr:EU²⁺ [8]นำมาเคลือบบนสารโพลิเมอร์ที่ใช้ในการผลิตเรซิน ดังรูปที่ 3.1



ในการเก็บข้อมูลที่ได้จากอิเมจเพลต ทำได้โดยการนำ อิเมจ เพลตที่ได้รับการกระตุ้นไป ตรวจสอบโดยใช้ลำแสงเลเซอร์สีแดงที่มีพลังงานสูง แล้วจึงตรวจ จับพลังงานที่ส่งออกมาโดยใช้ เครื่องตรวจจับสัญญาณแสง ดังรูปที่ 3.2

ความละเอียดในการเก็บข้อมูลที่ได้จากสัญญาณแสงจากอิเมจเพลตนั้น สามารถเลือกได้ ตั้งแต่ 5 – 40 pixel/mm ขึ้นอยู่กับลักษณะของงานว่าต้องการความละเอียดมากหรือน้อย แสงสี เทาอมน้ำเงินที่มีความยาวคลื่นประมาณ 400 nm จะถูกปล่อยออกมาหลังจากถูกกระตุ้นด้วยแสง เลเซอร์ ในงานวิจัยฉบับนี้ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์และประเมินผลจะถูกแปลงออกมาในรูปของ ความเข้มข้นของพลังงานแสง (Intensity) ต่อตำแหน่งบนอิเมจเพลต ในรูปของพิกเซล ซึ่งก็คือจุด ของเลเซอร์บนอิเมจเพลต



รูปที่ 3.2 แสดงอิเมจเพลตขณะที่กำลังถูกกวาดด้วยลำแสงเลเซอร์และถูกเก็บข้อมูลเข้าสู่เครื่อง ตรวจจับและขยายส[ั]ญญาณแสง (photomultiplier tube) เพื่อแปลงเป็นสัญญาณไฟฟ้า[9]



รูปที่ 3.3 แสดงกระบวนการในการใช้งานอิเมจเพลตที่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีกครั้ง หลังจากลบด้วยแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นได้ (visible light)[9]

ข้อดีประการหนึ่งของการใช้อิเมจเพลตในการทดลองเกี่ยวกับการเลี้ยงเบนของแสง คือ สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ ในขณะที่ฟิมล์ถ่ายรูปไม่สามารถทำได้ กระบวนการในการใช้อิเมจ เพลตได้แก่ การบันทึกภาพการเก็บข้อมูลและการลบภาพ ดังแสดงใน รูปที่ 3.3 สารที่นำมาใช้ใน การผลิตอิเมจเพลต คือ BaFX:Eu²⁺ (X คือ Cl, Br หรือ I) ซึ่งมีลักษณะเป็นผลึกไอออนิก (ionic crystals) ที่มีโครงสร้างแบบเททระโกนอล (tetragonal structure) และเมื่อผลึกถูกอาบด้วยรังสีที่มี ค่าความยาวคลื่นอยู่ในย่านค่าความยาวคลื่นเดียวกันกับรังสีเอกซ์ จะเกิดภาวะที่เรียกว่าภาวะคัล เลอร์ เซนเตอร์ (color center) เมื่ออิเล็กตรอนถูกจับไว้ในแลตทิซ (lattice) ที่ว่างของ F หรือ X โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวจะเกิดขึ้นได้ ขึ้นอยู่กับปริมาณความไม่ตรงกัน (discrepancy) ของการ ประกอบกันเป็นส่วนต่างๆ ของ F และ X

กลไกการทำให้เกิดการเรืองแสงของ BaFX:Eu²⁺ มีดังนี้ เริ่มจากบางส่วนของอิออน Eu²⁺ กลายเป็น Eu³⁺ หลังจากที่ได้รับการกระตุ้นจากรังสีเอ็กซ์ [10] อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นจากแถบ เวเลนซ์ (valence band) ไปสู่แถบการนำ (conduction band) อิเล็กตรอนดังกล่าวจะถูกกักขังใน โครงสร้างที่บกพร่องของธาตุโบรมีน ซึ่งมีอยู่ทั่วไป บนอิเมจเพลตและ จะทำให้เกิด ภาวะ คัลเลอร์ เซนเตอร์ทำให้อะตอมอยู่ในสภาวะกึ่งเสถียร หลังจากนั้นเมื่อกระตุ้นด้วยแสงเลเซอร์ อิเล็กตรอน ดังกล่าวจะถูกกระตุ้นสู่แถบการนำอีกครั้งและปลดปล่อยพลังงานออกมา ในรูปของแสงเพื่อกลับ เข้าสู่สภาวะเสถียร[11] ดังรูปที่ 3.4 โดยค่าพลังงานในรูปของแสงดังกล่าวนี้เองที่สามารถอ่านได้ จากเครื่องอ่านอิเมจเพลต โดยค่าที่ได้จะถูกอ่านออกมาอยู่ในรูปของค่าความเข้ม ต่อ ตำแหน่งใน รูปแบบของพิกเซล หลังจากการนำเอาอิเมจเพลตมาอ่านด้วยเครื่องอ่านอิเมจเพลต จะต้องนำ อิเมจเพลตมาทำการลบด้วยเครื่องลบอิเมจเพลต (Image Eraser) เพื่อให้อิเล็กตรอนที่ตกค้างอยู่ ภายในภาวะคัลเลอร์เซนเตอร์ภายในอิเมจเพลต ถูกกระตุ้นให้ตกลงมายังแถบเวเลนซ์ ซึ่งถ้าไม่ทำ การลบอิเมจเพลต จะทำให้ เกิดภาพซึ่งทำให้เกิดการรบกวนของข้อมูลในการทดลองครั้งต่อไป เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ตกค้างอยู่ดังกล่าวนี้เอง

ในงานวิจัยชิ้นนี้ได้สร้างเครื่องลบอิเมจเพลต โดยใช้แสงขาว (white beam) ที่ได้จาก หลอดไฟทั่วไปมาทำการกระตุ้นอิเล็กตรอนให้หลุดออกจากภาวะคัลเลอร์เซนเตอร์ โดยรูปที่ 3.5 จะ แสดงโครงสร้างของเครื่องลบอิเมจเพลตซึ่งได้สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้



รูปที่ 3.4 ภาพแสดงกระบวนการเปล่งแสงของอิเมจเพลต[9]



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่องลบภาพบนอิเมจเพลต ก) อิเมจเพลตขณะทำการลบภาพด้วยเครื่องลบ ภาพบนอิเมจเพลต ข) ลักษณะภายในเครื่องลบอิเมจเพลต ดังที่ได้กล่าวถึงไปแล้วว่าในกรณีที่ทำการอ่านข้อมูลจากอิเมจเพลต แล้วไม่ได้ทำการลบ ออกทั้งหมดจะทำให้เกิดเป็นภาพตกค้างอยู่บนอิเมจเพลต เครื่องลบอิเมจเพลตที่มีคุณภาพที่ดีจึงมี ความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะนำมาใช้ เพื่อป้องกันการผิดเพี้ยนของข้อมูลจากการตกค้างของภาพซึ่ง ไม่ได้ทำการลบให้หมด ซึ่งตัวอย่างของภาพบนอิเมจเพลต และผลจากการรวมข้อมูลจากอิเมจ เพลตที่ทำการลบได้อย่างไม่หมดได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.6 และ 3.7 ตามลำดับ



รูปที่ 3.6 แสดงข้อมูลที่ตกค้างอยู่บนอิเมจเพลตเนื่องจากการลบภาพไม่หมด



รูปที่ 3.7 แสดงผลของการรวมข้อมูลของอิเมจเพลตที่ทำการลบภาพออกไม่หมด เครื่องหมาย ☆ หมายถึงยอดที่เกิดจากการลบภาพออกไม่หมด

จากรูปที่ 3.7 สังเกตว่ามียอดที่เกิดจากภาพที่ตกค้างอยู่บนอิเมจเพลต ซึ่งถ้านำผลการ รวมข้อมูลใน 1 มิติ ดังภาพนี้ไปใช้ในการหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง จะทำให้เกิดการผิดพลาด ขึ้นเนื่องจากในการหาโครงสร้างของสารจำเป็นที่จะต้องพิจารณา ค่ามุม 20 ที่เกิดจากการ เลี้ยวเบนจากสารตัวอย่างทุกๆยอด และถ้ามียอดที่เกิดจากสารอื่นหรือเกิดจากสารเดียวกันแต่มี ระยะระหว่างสารตัวอย่างไปยังอิเมจเพลตต่างกัน จะทำให้การระบุค่ามุม 20 มีความผิดพลาด และไม่สามารถหาโครงสร้างที่แท้จริงของสารนั้นๆได้ ขั้นตอนการลบภาพบนอิเมจเพลตจึงมี ความสำคัญไม่น้อยไปกว่า ส่วนของการทำการทดลองเพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนจากสารตัวอย่าง แล้วทำให้เกิดภาพบนอิเมจเพลต ในงานวิจัยชิ้นนี้ใช้เวลาในการลบภาพบนอิเมจเพลต 15 นาที ต่อ ครั้งเพื่อให้แน่ใจว่าสามารถลบภาพบนอิเมจเพลตได้ทั้งหมด

3.2 การปรับแต่งอิเมจเพลต

ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการอ่านภาพจากเครื่องอ่านอิเมจเพลต เป็นปัญหาสำคัญ ประการหนึ่งซึ่งทำให้ข้อมูลที่ได้จากการอ่านอิเมจเพลตมีลักษณะผิดเพี้ยนไป ส่งผลให้ข้อมูลที่ใช้ ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกมีความผิดเพี้ยนตามไปด้วย การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตจึง มีความสำคัญมาก โดยทั่วไปแล้วปัญหาความผิดเพี้ยนจากการอ่านข้อมูลบนอิเมจเพลตเกิดขึ้น เนื่องจาก 2 องค์ประสำคัญ

- ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ของเครื่องอ่านอิเมจเพลตมี ลักษณะไม่เป็นเส้นตรง
- ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากลำแสงเลเซอร์ที่ทำการยิงเพื่ออ่านอิเมจเพลตมีลักษณะ ผิดเพี้ยน [12]

ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ดังกล่าวสามารถแก้ปัญหาได้โดย ฉายคลื่นรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะสม่ำเสมอลงบนอิเมจเพลต จากนั้นนำอิเมจเพลตไปอ่านข้อมูลด้วย เครื่องอ่านอิเมจเพลต เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ฉายลงบนอิเมจเพลตมีลักษณะสม่ำเสมอ ดังนั้นทำให้ เราทราบได้ว่าตำแหน่งใดบนอิเมจเพลตที่มีลักษณะการอ่านค่าความเข้มเพี้ยนไปจากปกติซึ่ง ขั้นตอนนี้ทำโดยซ่างเทคนิค ในขั้นตอนการติดตั้งเท่านั้น เนื่องจากความเพี้ยนนี้เกิดจากสมบัติของ เส้นใยนำแสงภายใน ดังนั้นจึงไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนักตลอดอายุการใช้งานของเครื่องมือ

ในงานวิจัยครั้งนี้จะมุ่งเน้นไปที่การแก้ปัญหาความคลาดเคลื่อนของเครื่องอ่านอิเมจเพลต แบบที่สองกล่าวคือ ในตัวเครื่องอ่านอิเมจเพลตตรงส่วนที่ยิ่งเลเซอร์เพื่อทำการกระตุ้นอิเล็กตรอน ในสภาวะคัลเลอร์เซนเตอร์ เพื่อให้อิเล็กตรอนกลับสู่ภาวะปกติ และวัดปริมาณคลื่นรังสีเอกซ์ที่แผ่ ออกมานั้นจะอยู่นิ่ง ลำเลเซอร์จะเคลื่อนไปบนอิเมจเพลตโดยใช้กระจกที่มีมอเตอร์เป็นตัวควบคุม แล้วทำการสะท้อนแสงเลเซอร์ลงบนอิเมจเพลตดังรูปที่ 3.8 เนื่องจากอิเมจเพลตมีลักษณะแบน และแหล่งกำเนิดเลเซอร์อยู่นิ่ง เมื่อเลเซอร์ทำการกวาดภาพลงบนอิเมจเพลตนั้น แต่ละตำแหน่งจะ มีลักษณะของจุดไม่เหมือนกัน สาเหตุอีกประการหนึ่งเกิดขึ้นเนื่องจาก อัตราเร็วเชิงมุมของกระจก ที่ทำการสะท้อนแสงเลเซอร์ลงบนอิเมจเพลตมีค่าคงที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของอัตราเร็วใน การสแกนของเลเซอร์มีค่าแปรปรวน สาเหตุทั้งสองประการนี้ส่งผลให้ขนาดและการแบ่งแยกของ แต่ละพิกเซลมีค่าไม่แน่นอน

เนื่องจากข้อมูลเกี่ยวกับตำแหน่งไม่ได้ถูกเก็บค่าไว้ในไฟล์ภาพที่ได้จากเครื่องอ่าน โดย เครื่องอ่านจะบันทึกเฉพาะค่าความเข้มแสงของแต่ละพิกเซลเท่านั้น ไม่ได้ระบุตำแหน่งของแต่ละ จุดบนอิเมจเพลตในรูปของพิกเซลจริงๆ นอกจากนี้ระยะห่างระหว่างพิกเซลก็ไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นจึง มีความจำเป็นที่จะต้องทำให้ตำแหน่งของพิกเซลมีค่ามาตรฐาน เพื่อที่การอ่านข้อมูลจากอิเม จเพล ตจะได้ไม่ผิดเพี้ยน โดยวิธีการดังกล่าวสามารถทำได้โดยวิธีการที่เรียกว่า การเทียบมาตรฐานโดย ใช้กริด (Grid calibration)[12] ซึ่งทำได้โดยการวางแผ่นตะแกรงนิกเกิลบางลงบนแผ่นอิเมจเพลต แล้วฉายรังสีอุลตร้าไวโอเลตให้มีลักษณะขนานไปกับแนวรูของแผ่นนิกเกิล หรือตั้งฉากกับ อิเมจเพลตดังแสดงในรูปที่ 3.9 ก), ข) โดยพยายามให้รังสีตกกระทบอิเมจเพลตอย่างสม่ำเสมอ และทั่วถึง ขนาดของรูบนแผ่นนิกเกิลมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 200 μm และอยู่ห่างกัน 1.997 mm ถ้าพลังงานของรังสีไม่สูงจนเกินไป รังสีบางส่วนจะถูกดูดกลืนโดยนิกเกิล และส่วนที่เหลือจะ ผ่านรูบนตะแกรงทำให้เกิดภาพของจุดที่เป็นระเบียบบนอิเมจเพลตดังแสดงในรูปที่ 3.9 ค)





รูปที่ 3.9 ก)แสดงภาพจำลองของแผ่นนิกเกิล ข) แสดงภาพการฉายรังสีผ่านแผ่นนิกเกิลเพื่อทำให้ เกิดภาพจุดสม่ำเสมอ ค) แสดงภาพจุดบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการฉายรังสีผ่านแผ่นนิกเกิล

ในการทำการทดลองเพื่อปรับแก้เครื่องอ่านอิเมจเพลตนั้น ขั้นตอนของการฉายรังสี อุล-ตร้าไวโอเลตลงบนแผ่นนิกเกิล เพื่อใช้คาบของจุดที่มีลักษณะสม่ำเสมอบนอิเมจเพลตสำหรับใช้ใน การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลต พบว่ามีปัญหาที่เกิดจากการวางแผ่นนิกเกิลลงบนอิเมจเพลต ตัวแผ่นนิกเกิลไม่ราบไปกับอิเมจเพลตโดยสมบูรณ์ ทำให้รูปร่างของจุดที่เกิดขึ้นบนอิเมจเพลตมี ลักษณะไม่สม่ำเสมอ และทำให้เกิดปัญหาในการปรับแก้เครื่องอ่านอิเมจเพลต สาเหตุที่ทำให้แผ่น นิกเกิลไม่ราบเรียบไปกับอิเมจเพลตดังกล่าว เกิดจากความบางของแผ่นนิกเกิลซึ่งทำให้เกิดการงอ ของตัวแผ่นนิกเกิลเอง วิธีการแก้ไขปัญหาดังกล่าวสามารถทำได้โดยการใช้กระดาษสีดำวางทาบ ลงไปบนแผ่นนิกเกิล แล้วฉายรังสีลงไปทีละส่วนโดยให้ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดรังสีและเวลา ที่ฉายรังสีคงที่ ตรงบริเวณที่มีกระดาษสีดำทับอยู่สามารถนำวัตถุอื่นที่มีลักษณะ เรียบวางทับลงบน แผ่นนิกเกิลเพื่อทำให้แผ่นนิกเกิลราบไปกับอิเมจเพลตได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.10

หลังจากนั้นเมื่อทำการอ่านโดยเครื่องสแกนอิเมจเพลต จะพบว่าจุดบนอิเมจเพลตซึ่งเกิด จากรูของแผ่นนิกเกิลจะมีลักษณะไม่สม่ำเสมอ เครื่องจะทำการวัดตำแหน่งของจุดศูนย์กลางของ แต่ละจุดโดยการเฉลี่ยในทำนองเดียวกันกับการหาตำแหน่งศูนย์กลางมวล ในรูปของพิกเซล โดย ระยะห่างจริงๆของรูบนแผ่นนิกเกิลได้ทราบอยู่แล้ว จึงสามารถเขียนสมการเพื่อทำการหาตำแหน่ง จริงที่เหมาะสมในรูปของพิกเซลได้



รูปที่ 3.10 วิธีการแบ่งครึ่งเพื่อทำการปรับแต่งอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐาน โดยใช้กริด

3.3 การรวมข้อมูลแบบสองมิติ

ในส่วนนี้จะอธิบายขั้นตอนการรวมข้อมูลที่ได้จากอิเมจเพลตของซอฟต์แวร์ที่มีชื่อว่า "Edipus"[12] ซึ่งเขียนขึ้นมาเพื่อ รวมข้อมูลจาก อิเมจเพลตโดยเฉพาะ การทำงานของโปรแกรม ดังกล่าว คือ การแปลงข้อมูลที่ได้จากอิเมจเพลต ซึ่งมีลักษณะเป็นสองมิติให้กลายเป็นรูปแบบใน หนึ่งมิติ

ขั้นตอนแรกในการทำงานของโปรแกรมจะพิจารณามุมเอียงของอิเมจเพลต โดยทั่วไป แล้วอิเมจเพลตจะไม่ได้จัดวางในลักษณะที่ตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ที่เข้ามาตกกระทบจริงๆ ทำให้วง แหวน Debye Scherrer จะมีลักษณะเป็นวงรีบนอิเมจเพลตแทนที่จะเป็นวงกลม ถ้าไม่ทำการ พิจารณาค่าความเอียงของอิเมจเพลต รูปแบบ ของการเลี้ยวเบนในการรวมข้อมูลจะมีลักษณะ กว้างหรืออาจแยกออกจากกัน วิธีการปรับแต่งมุมเอียงของอิเมจเพลตมีดังนี้ ขั้นแรกโปรแกรมจะ ทำการแบ่งอิเมจเพลตออกเป็นส่วนย่อย 60 ส่วนดังแสดงในรูปที่ 3.11 รอบจุดศูนย์กลาง โดยส่วน ใหญ่จุดศูนย์กลางก็คือตำแหน่งจุดลำแสง (beam spot) ของลำรังสีเอ็กซ์ที่เข้ามาตกกระทบนั่นเอง เมื่อแบ่งส่วนย่อยดังกล่าวจะได้ข้อมูลในลักษณะ 60 แบบในหนึ่งมิติ ถ้าอิเมจเพลตไม่ได้ตั้งฉากกับ ลำรังสีเอ็กซ์ แถบการเลี้ยวเบนของข้อมูลทั้ง 60 แบบดังกล่าวจะมีลักษณะไม่อยู่ในตำแหน่ง เดียวกันดังแสดงในรูปที่ 3.12 การเฉลี่ยตำแหน่งของแถบการเลี้ยวเบนจากทั้ง 60 แบบทำได้โดย การพิจารณาว่าอิเมจเพลตเอียงไปในลักษณะอย่างไร โดยพิจารณาคู่ของข้อมูลที่มีค่าระยะห่าง จากจุดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบตรงกันเป็นหลักดังแสดงในรูปที่ 3.13 แล้วคำนวณหาค่ามุมเอียงของ แต่ล่ะส่วนย่อย เพื่อทำการปรับแก้ค่าตำแหน่งที่ถูกต้องจะสามารถแก้ปัญหามุมเอียงดังกล่าวได้ ซึ่ง เมื่อพิจารณาค่าความเอียงดังกล่าวเสร็จสิ้น จะทำให้สามารถรวมข้อมูลจาก 2 มิติให้เหลือเพียง 1 มิติในรูปของ ค่าความเข้มกับตำแหน่งในรูปของพิกเซลได้ [12]







รูปที่ 3.12 แสดงผลการรวมข้อมูลจากแต่ล่ะส่วนย่อยบนอิเมจเพลตในลักษณะ 1 มิติ ระหว่างค่าความเข้มกับระยะทาง



รูปที่ 3.13 ภาพแสดงอิเมจเพลตซึ่งไม่ได้ตั้งฉากกับรังสีเอกซ์ที่มาตกกระทบ

$$R_{\max} \cos \varphi = R^* \qquad 3.1$$

R_{max} คือ คู่ของค่าของข้อมูลที่มีค่ามากที่สุด

- R ้ คือ ค่าของข้อมูลที่ตำแหน่งนั้น
- φ คือ มุมเอียงของอิเมจเพลต

จากการพิจารณาสมการที่ 3.1 จะเห็นได้ว่าสามารถคำนวณค่ามุมเอียงของอิเมจเพลต ของแต่ล่ะส่วนย่อยได้ ซึ่งเมื่อสามารถคำนวณค่ามุมเอียงได้ก็จะสามารถทำการปรับแก้ข้อมูลของ แต่ล่ะส่วนย่อยทำให้ได้ข้อมูลของตำแหน่งที่ถูกต้อง ส่วนในกรณีของค่าความเข้มใข้วิธีการเฉลี่ย โดยปกติ

3.4 การเทียบมาตรฐานข้อมูล (Data Calibration)

ช้อมูลในรูปแบบหนึ่งมิติที่ได้จากโปรแกรม Edipus จะเป็นข้อมูลของค่าความเข้ม เปรียบเทียบกับระยะรัศมี (ในรูปของพิกเซล) จากตำแหน่งศูนย์กลางของจุด ที่รังสีเอกซ์ที่ไม่ได้ กระเจิงเนื่องจากสารตัวอย่างตกกระทบ ก่อนที่จะนำข้อมูลที่วิเคราะห์ได้ดังกล่าว ไปวิเคราะห์หา โครงสร้างผลึก จำเป็นจะต้องแปลงข้อมูลดังกล่าว ให้อยู่ในรูปแบบของค่าความเข้มเปรียบเทียบ กับมุม 2θ โดยใช้ข้อมูล จากสารตัวอย่างแบบผงที่เป็นมาตรฐาน ที่ทราบค่าคงที่ของผลึกและค่า ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่มาตกกระทบ ซึ่งสามารถคำนวณหาค่ามุม 2θ จากข้อของการ เลี้ยวเบนใน 1 มิติได้ ทำให้สามารถแปลงค่าความเข้มเปรียบเทียบกับ ระยะทางในรูปของพิกเซล ให้กลายเป็นค่าความเข้มเปรียบเทียบกับมุม 2**0**

โดยใช้การปรับเทียบจากฟังก์ชันพหุนาม จากความรู้ทางเรขาคณิตสามารถเดาได้ว่า ฟังก์ชันที่จะนำมาใช้ควรจะมีลักษณะเป็นเส้นตรงในกราฟ **p** = **Dtanθ** เมื่อ **p** คือระยะทาง ในหน่วยพิกเซล และ D คือ ระยะทางจากสารตัวอย่างไปยังอิเมจเพลต แต่ในความเป็นจริงแล้วผล จากค่าความคลาดเคลื่อนของระบบ และค่าความเอียงของอิเมจเพลตจะทำให้เกิดกา ร คลาดเคลื่อนเล็กน้อยจากสมการดังกล่าว [12]

บทที่ 4

วิธีการทดลอง

4.1 วิธีการทดลองหาโครงสร้างของผลึก ZnO

งานวิจัยฉบับนี้มีจุดประสงค์เพื่อทำการปรับเทียบ เครื่องอ่าน อิเมจเพลตให้มีค่าเป็น มาตรฐาน โดยจะทำการวิเคราะห์หาผลการปรับเทียบดังกล่าวโดยการศึกษาโครงสร้างของผลึกผง ของสารตัวอย่าง ZnO ในงานวิจัยชิ้นนี้ใช้สารมาตรฐาน Al₂O₃ ซึ่งสามารถทราบโครงสร้างได้อยู่ แล้วจากฐานข้อมูลที่มีผู้ทดลองมาแล้วมาทำการปรับเทียบค่าความเข้ม (Intensity) กับ ระยะทาง (pixel) ให้เปลี่ยนแปลงเป็น ค่าความเข้มกับ มุม 20 เพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปทำการศึกษาโครงสร้าง ผลึกของ ZnO ในการหาโครงสร้างของผลึกดังกล่าว จะใช้วิธีการศึกษา โดยเทคนิค การเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์และใช้อิเมจเพลต (Image Plate) เป็นตัวตรวจจับแบบสองมิติดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงการจัดวางอุปกรณ์สำหรับการทดลองเพื่อหาโครงสร้างของผลึกผง ZnO โดยใช้ วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบส่องผ่าน ณ สถานีวิจัยที่ 2 สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนแห่งชาติ



รูปที่ 4.2 แสดงภาพจ<mark>ำ</mark>ลองแผ่นอะลูมิเนียมสำหรับใส่สารตัวอย่างสำหรับทำการทดลอง

ในงานวิจัยชิ้นนี้ผู้วิจัยมีส่วนร่วมในการพัฒนาเครื่องมือและเทคนิคในการทดลองโดย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สถานีวิจัยที่ 2 เพื่อพัฒนารูปแบบการทดลองสำหรับการศึกษา โครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันสูง

การเตรียมสารตัวอย่างผลึกผงของธาตุ ZnO จะเตรียมลงบนแผ่นอะลูมิเนียมที่มีช่องว่าง อยู่ตรงกลาง โดยแผ่นอะลูมิเนียมมีขนาดความกว้างและยาว 1.8 และ 2.0 เซนติเมตรตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.2

ข้อมูลของสารตัวอย่าง ZnO ได้ทำการทดลอง จากสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนแห่งชาติ สถานีวิจัยที่ 2 ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี โดยรังสีเอกซ์ที่นำมาใช้มีค่าพลังงาน 9 keV หรือ มีค่าความยาวคลื่น 1.377 Å อุปกรณ์ต่างๆที่สถานีที่ 2 แสดงดังรูป 4.1 โดยอุปกรณ์ต่างๆทำ หน้าที่ดังนี้

A ตัวทำแสงเอกรงค์ (Monochromator) จะทำหน้าที่เป็นตัวปรับเพื่อเปลี่ยนแปลงค่าความ ยาวคลื่นสำหรับใช้ในการทดลอง เนื่องจากแสงที่ออกมาจากแหล่งกำเนิดมีค่าความยาวคลื่นหลาย ค่าหรือเรียกว่าเป็นแสงขาว (white beam) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีอุปกรณ์เพื่อทำหน้าที่เลือกค่า ความยาวคลื่นที่เหมาะสมมาใช้ในการทดลอง หลักการทำงานของตัวทำแสงเอกรงค์ คือการนำ ผลึก Si ที่มีองค์ประกอบในระนาบ (111) 2 ชิ้นมาวางต่อกัน และทำการปรับค่ามุม เพื่อให้รังสีเอกซ์ ที่มาตกกระทบสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เพื่อเลือกค่าความยาวคลื่นที่ออกมาจากตัวทำแสงเอก รงค์ให้มีค่าเพียงค่าเดียว ตัวทำแสงเอกรงค์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้ เป็น ตัวทำแสงเอกรงค์ชนิด ผลึกคู่ (double-crystals monochromater) ตัวทำแสกเอกรงค์ชนิดนี้จะทำให้รังสีเอกซ์ที่ได้จากตัว ทำแสงเอกรงค์มีการแยกชัดที่สูง (high resolution) และสามารถควบคุมลำรังสีให้อยู่ในทิศทาง เดิมได้ดังแสดงในรูปที่ 4.3 [13] รังสีเอกซ์ที่ได้จากตัวทำแสงเอกรงค์จะมีค่าความยาวคลื่นเพียงค่า



รูปที่ 4.3 แสดงตัวทำแสงเอกรงค์แบบผลึกคู่

เดียวค่อนข้างจะแม่นยำเนื่องจาก มีการเลี้ยวเบนผ่านผลึกตามกฎของแบรกก์ถึง 2 ครั้ง ซึ่งรังสี เอกซ์ที่มีค่าความยาวคลื่นเพียงค่าเดียวนี้เองจะทำให้ผลการทดลองมีการแยกซัดที่สูงขึ้นด้วย

วิธีการตรวจสอบค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากตัวทำแสงเอกรงค์ ว่ามีค่า ความยาวคลื่น ตรงกันกับในส่วนของการแสดงผลถูกต้องหรือไม่ สามารถตรวจสอบได้โดยวิธีการ เทียบมาตรฐานโดยใช้พลังงาน (Energy calibration) โดยมีวิธีการที่กล่าวถึงการใช้สมบัติของการ ดูดกลืนของสารมาเกี่ยวข้องซึ่งได้อธิบายไว้แล้วในบทที่ 2 ซึ่งมีหลักการดังนี้

สมบัติในการดูดกลืนของสารที่จะนำมาใช้ในการเทียบมาตรฐานโดยใช้พลังงาน ก็คือค่า ขอบของการดูดกลืน โดยวิธีการทดลองได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.4 และค่าขอบของการดูดกลืนของสาร ที่จะนำมาใช้เป็นตัวดูดกลืนได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 ในการเทียบมาตรฐานโดยใช้พลังงานก็คือ การปรับค่ามุมของตัวทำแสงเอกรงค์ เพื่อเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากตัวทำ แสงเอกรงค์ แล้วหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ค่าพลังงานนั้น ทำให้สามารถเขียนกราฟระหว่างค่าสัมประสิทธิ์เชิงมวลของสารที่นำมาใช้ในการทดลองกับค่า พลังงานของรังสีเอกซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งจากการพิจารณาอนุพันธ์อันดับที่ 1 (1[°] derivative) จะทำให้สามารถทราบได้ว่าค่าพลังงานที่อ่านจากส่วนหน้าจอแสดงผล ตรงกันกับค่าพลังงานที่ ขอบของการดูดกลืนหรือไม่ แล้วทำการปรับแก้ค่ามุมของตัวทำแสงเอกรงค์ให้ตรงกันกับค่าส่วน หน้าจอแสดงผลนี้เอง



รูปที่ 4.4 แสดงการจัดเรียงอุปกรณ์สำหรับทำการปรับตัวทำแสงเอกรงค์โดยวิธีการเทียบ มาตรฐานโดยใช้พลังงาน

Metal foil	Thickness (μ m)	K-edge energy (eV)
Ti	6	4966
V	5	5465
Cr	2	5989
Mn	44	6539
Fe	7.5	7112

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความหนาของสารตัวอย่างและค่าขอบของการดูดกลืนของสารนั้น





B แผ่นกั้นตะกั่ว (Pb screen) ถึงแม้ว่ารังสีเอกซ์ที่ได้จากตัวทำแสงเอกรงค์จะมีค่าความ ยาวคลื่นเพียงค่าเดียว แต่ในบริเวณที่ลำรังสีเอกซ์ผ่านมาจากตัวทำแสงเอกรงค์ยังมีรังสีเอกซ์ที่เป็น แสงขาวที่ไม่ได้ผ่านตัวทำแสงเอกรงค์บางส่วนออกมาด้วย การวางแผ่นกั้นตะกั่วนี้จะช่วยกั้นรังสี เอกซ์ที่ผ่านมาดังกล่าวเพื่อไม่ให้เกิดแถบพื้นหลัง (background) บนอิเมจเพลต โดยแถบพื้นหลัง จะเกิดขึ้นทั้งจากรังสีเอกซ์ที่ผ่านตัวทำแสงเอกรงค์และไม่ผ่านตัวทำแสงเอกรงค์

C ตัวทำขนาน (collimator) รังสีเอกซ์ที่มาจากตัวทำแสงเอกรงค์นั้น มีลักษณะเป็นแถบ รังสีซึ่งมีขนาดกว้าง 1 mm ยาว 0.9 cm จึงถือได้ว่าแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ในการทดลองนี้ไม่ได้มี ขนาดเป็นจุด เมื่อแหล่งกำเนิดไม่ได้มีลักษณะเป็นจุด ขณะที่ รังสีเอกซ์ดังกล่าวนี้วิ่งผ่านสาร ตัวอย่างไปตกบนอิเมจเพลต จะทำให้เกิดการผิดพลาดมากขึ้นในการอ่านข้อมูลจากอิเมจเพลต เพราะมุมที่รังสีเอกซ์เลี้ยวเบนมากจากสารตัวอย่างนั้นอาจมีหลายค่า เนื่องจากแถบของรังสีเอกซ์ ที่มาตกกระทบ เสมือนกับว่ามีจุดศูนย์กลางของวงแหวนของ Debye Scherrer หลายจุดทำให้ค่า ความกว้างที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด(Full Width Half Maximum)(FWHM) ของยอด (peak) การเลี้ยวเบนมีค่าสูงมากนั่นเอง ตัวทำขนานจะทำหน้าที่คัดเอารังสีเอกซ์ที่ขนานกับตัวมัน เองให้ผ่านไปได้ ถ้าตัวทำขนานมีขนาดยาวจะทำให้คัดแยกได้ดีขึ้น อย่างไรก็ตามขนาดของตัวทำ ขนานไม่ควรยาวเกินไปจนทำให้การวางอุปกรณ์อื่นๆเกิดปัญหา เนื่องจากการกระเจิงของรังสีเอกซ์ โดยอากา ศได้ ในการทดลองครั้งนี้ใ ช้ตัวทำขนานที่ ทำจากทั้งสเตน คาร์ไบด์ มีลักษณะเป็น ทรงกระบอกกลวงความยาว 10 cm มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1 mm มีลักษณะดังภาพ 4.6

D ฐานวางสารตัวอย่าง (Sample stage) เป็นอุปกรณ์ที่ให้ใส่สารตัวอย่างสำหรับให้รังสี เอกซ์ส่องผ่านและไปตกกระทบลงบนอิเมจเพลต โดยในการทดลองครั้งนี้ใช้ฐานวางสารตัวอย่าง ชนิดเดียวกันกับที่ใช้ในการทดลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ภายใต้ความดันสูง คือมีช่องสำหรับใส่ เซลล์ความดันสำหรับการปรับค่าความดัน หรือไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ และฐานวางสารตัวอย่าง สามารถปรับตำแหน่งได้ทั้งในแนวขนานไปกับลำแสงและแนวตั้งฉากทั้ง 2 แนวโดยฐานวางสาร ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้มีลักษณะดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 แสดงภาพตัวทำขนานซึ่งนำมาใช้ในการทดลองด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูปที่ 4.7 แสดงฐานวางสารตัวอย่างซึ่งใช้ในงานวิจัย โดยสามารถปรับระยะได้ทั้ง 3 แกน

- ก) ส่วนประกอบของฐานวางสารตัวอย่างสำหรับปรับระยะในส่วนของความสูง
- ข) ส่วนประกอบของฐานวางสารตัวอย่างสำหรับปรับระยะในแนวตั้งฉากกับลำรังสีเอกซ์ทั้ง
 2 แนว[14]

E ตัวหยุดลำแสง (Beam stop) เนื่องจากอิเมจเพลตเป็นอุปกรณ์ที่ตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ได้ ในช่วงความยาวคลื่นที่ค่อนข้างกว้าง ดังนั้นอิเมจเพลตไม่เพียงแต่จะตรวจจับรังสีเอกซ์ที่กระเจิง จากสารตัวอย่างเท่านั้น แต่ยังตรวจจับรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงจากส่วนอื่นๆรอบการทดลอง ด้วย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการป้องกันรังสีเอกซ์ดังกล่าวด้วยแผ่นกั้นตะกั่ว นอกจากนั้นยังมีตัวหยุด ลำแสง ซึ่งเป็น อุปกรณ์ที่ช่วยในการลดแถบความเข้มของพื้นหลังที่เกิดจากกรังสีเอกซ์ที่ผ่านสาร ตัวอย่างออกมาโดยไม่เกิดการเลี้ยวเบน และรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการกระเจิงของอากาศ เนื่องจาก รังสีเอกซ์ที่นำมาใช้ในการทดลองนี้เป็นรังสีเอกซ์ในย่านพลังงานต่ำ [12] โดยกราฟของค่าความ เข้มพื้นหลังเทียบกับระยะทางจากจุดกึ่งกลางของลำแสงตกกระทบได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 แสดงกราฟความเข้มพื้นหลังบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการกระเจิงของรังสีเอกซ์เนื่องจาก อากาศ

F ตัวยึดจับอิเมจเพลต (Image Plate holder) เป็นอุปกรณ์สำหรับยึดจับอิเมจเพลตและ เป็นตัวยึดตำแหน่งของอิเมจเพลตบนราง เพื่อทำให้ระยะห่างระหว่างอิเมจเพลตและสารตัวอย่างมี ค่าคงที่ในการทดลอง เพราะค่าดังกล่าวมีความสำคัญในการคำนวณและการแปลงผันข้อมูลใน การวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการทดลอง ความสำคัญอีกประการหนึ่งของตัวยึดจับอิเมจเพลตคือ การช่วยลดปัญหาเกี่ยวกับความเอียงของอิเมจเพลต ซึ่งได้กล่าวไว้ในบทที่ 3 ซึ่งตัวยึดจับอิเมจเพลตคือ ตจะสามารถช่วยลดปัญหาดังกล่าวได้ เนื่องจากอิเมจเพลตยังสามารถปรับความเอียงได้เล็กน้อย ขณะที่ถูกยึดจับ ทำให้สามารถติดกระจกไว้ด้านหลังของตัวยึดจับอิเมจเพลตและสามารถปรับ ความเอียงของอิเมจเพลตได้ ซึ่งจะมีส่วนช่วยลดปัญหาในการรวมข้อมูลจาก 2 มิติ มาเป็น 1 มิติ



รูปที่ 4.9 แสดงรอยไหม้ที่เกิดจากรังสีเอกซ์ทำปฏิกิริยาบนกระดาษที่ใช้สำหรับการปรับแนว

วิธีการปรับแนว (alignment)

ในการปรับแนวอุปกรณ์สำหรับในการทำการทดลองมีความยุ่งยากในระดับหนึ่ง เนื่องจาก เกิดปัญหาในการปรับแก้ความสูงของอุปกรณ์ โดยวิธีการปรับแนวของอุปกรณ์ในการทดลองมีดังนี้

วิธีการหลักที่ใช้ในการปรับแนวของอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้ เรียกว่าวิธีการพิจารณา รอยไหม้ของกระดาษ (burn paper) โดยทำการยิงรังสีเอกซ์ที่ผ่านมาจากตัวทำแสงเอกรงค์ลงบน กระดาษแบบ ไวแสง พิเศษ ที่จะทำปฏิกิริ ยากับรังสีเอกซ์ทำให้เกิดแถบสีดำ ดังแสดงในรูปที่ 4.9 และแถบสีดำดังกล่าวจะเป็นตัวแทนของตำแหน่งของรังสีเอกซ์ที่ระยะต่างๆกัน ในปรับแนว อุปกรณ์การทดลองในงานวิจัยชิ้นนี้มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ฉายรังสีเอกซ์ลงไปยังกระดาษไวแสงที่อยู่ในตำแหน่ง ที่ 3 ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.10
- 2) ฉายรังสีเอกซ์ลงไปยังกระดาษไวแสงที่อยู่ในตำแหน่ง ที่ 1



รูปที่ 4.10 แสดงภาพการจัดวางอุปกรณ์ เพื่อการปรับแนวก่อนทำการทดลองด้วยสารตัวอย่าง ZnO

- 3) เจาะรูลงบนกระดาษไวแสงที่ใช้รับรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่งที่ 3 และ 1 ตามลำดับ โดยเลือกเจาะรู บริเวณตรงกลางของแถบรังสีเอกซ์ที่ปรากฏบนกระดาษ ซึ่งรูบนกระดาษไวแสงจะเป็นตัวแทน ของตำแหน่งของรังสีเอกซ์ที่ระยะที่ทำการเผากระดาษ จากนั้นทำการยิงแสงเลเซอร์ผ่านรูบน กระดาษที่ตำแหน่งที่ 3 และ 1 ตามลำดับโดยพยายามปรับแนวของเลเซอร์ให้ผ่านรูทั้ง 2 บน กระดาษได้ โดยเลเซอร์จะเป็นตัวแทนของลำรังสีเอกซ์หลังจากทำการยิงผ่านรูทั้ง 2
- 4) นำตัวทำขนานมาวางไว้ที่ ตำแหน่งที่ 2 ซึ่งอยู่ระหว่างตำแหน่งที่ 3 และ 1
- ปรับแนวของตัวทำขนานจนกว่าเลเซอร์จะสามารถส่องผ่านไปยังรูบนกระดาษที่ตำแหน่งที่ 1
 ได้ ซึ่งหมายความว่ารังสีเอกซ์จะผ่านตัวทำขนานในลักษณะเดียวกันเนื่องจากเลเซอร์เป็น ตัวแทนของรังสีเอกซ์แล้ว
- 6) นำฐานวางสารตัวอย่างมาวางที่ตำแหน่ง 5 และพยายามยึดตำแหน่งและแนวของเลเซอร์ที่ใช้ สำหรับการปรับแนวให้แน่นที่สุด
- 7) น้ำเอากระดาษที่ตำแหน่ง 3 ออกและน้ำอิเมจเพลตพร้อมกับกรอบที่มีกระจกราบติดอยู่ ด้านหลังวางแทน จากนั้นปรับความเอียงของอิเมจเพลต โดยปรับให้แสงเลเซอร์ส่องที่มาตก กระทบกับอิเมจเพลต สะท้อนกลับไปยังแหล่งกำเนิดเลเซอร์
- 8) ติดตัวหยุดลำแสงลงไปยังกรอบของอิเมจเพลตด้านหน้า

หลังจากทำการปรับแนวของอุปกรณ์ขั้นต่อไปคือการนำสารตัวอย่าง ZnO ที่เตรียมลงบน ช่องว่างตรงกลางของแผ่นอะลูมิเนียมไปติดตั้งที่ฐานวางสารตัวอย่าง จากนั้นทำการทดลอง ด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อหาโครงสร้างของผลึกผงของสารตัวอย่าง โดยในงานวิจัยชิ้น นี้ทำการทดลองที่ความดันบรรยากาศ และอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ใช้รังสีเอกซ์ที่มีค่าพลังงาน 9 keV โดยทำการทดลองเป็นเวลา 4 ชั่วโมงต่อการทดลองหนึ่งครั้ง

หลังจากทำการทดลองแล้วจะนำอิเมจเพลทไปอ่านด้วยเครื่องอ่านอิเมจเพลต โดยเครื่อง อ่านอิเมจเพลตที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของบริษัท Molecular Dynamics ชื่อเครื่อง PhosphorImager หลังจากนำอิเมจเพลตมาอ่านด้วยเครื่องอ่านอิเมจเพลตแล้ว จำเป็นต้องทำการ ลบอิเมจเพลต เพื่อไม่ให้ภาพที่ตกค้างอยู่ในอิเมจเพลตไปรบกวนภาพที่อ่านจากการทดลองครั้ง ต่อไป หลังจากการทำการทดลองด้วยสารตัวอย่าง ZnO แล้ว จะทำการทดลองด้วยสารมาตรฐาน Al₂O₃ อีกครั้ง เพื่อนำข้อมูลที่ได้จากสารมาตรฐาน Al₂O₃ ไปแปลงข้อมูลจากสารตัวอย่าง ZnO ซึ่ง เป็นข้อมูลในรูปแบบของค่าความเข้ม (arbitrary unit)(a.u.) กับ ระยะทาง (pixel) ให้กลายเป็นค่า ความเข้ม (a.u.) กับมุม 2 Θ (degree) ให้มีค่ามาตรฐานและเหมาะสำหรับนำไปใช้ในการหา โครงสร้างของผลึกโดยได้กล่าวถึงไว้ในบทที่ 2 โดยข้อมูลที่ได้จากการรวมข้อมูลจาก 2 มิติ ให้เหลือ เป็น 1 มิติ แสดงไว้ดังรูปที่ 4.11 ในงานวิจัยชิ้นนี้สามารถสรุปวิธีการทดลองได้เป็นแผนภาพวิธีการ ทดลองทั้งหมดซึ่งแสดงไว้ในรูปที่ 4.12

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.11 แสดง ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนอิเมจเพลต ข) ผลการรวมข้อมูลจากรูป ก) โดยเป็น ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม กับระยะจากจุดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบ ด้วยโปรแกรม Edipus



รูปที่ 4.12 แสดงแผนภาพวิธีการทดลองในงานวิจัย
4.2 ขั้นตอนการหาโครงสร้างผลึกของสาร

จากหัวข้อที่ผ่านมา ข้อมูลที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ชนิดกระจายมุม และ การใช้อิเมจเพลตเป็นอุปกรณ์บันทึกแถบการเลี้ยวเบนพบว่าข้อมูลที่ได้จากเทคนิคดังกล่าว คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมของแบรกก์ จากข้อมูลดังกล่าวพบว่าสามารถระบุความเป็นไปได้ ของโครงสร้างว่าเป็นโครงสร้างแบบใด สำหรับมุมของแบรกก์เมื่อพิจารณาจากกฎของแบรกก์แล้ว สามารถหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่เกิดจากการเลี้ยวเบน ตามดัชนีมิลเลอร์ได้จากรูปทรงทาง เรขาคณิตของระบบแลตทิซของบราเวส์ (Bravais lattice) ดังที่ได้เคยพิจารณาไปแล้วในบทที่ 2 ยกตัวอย่างเช่น ในกรณีของ Cubic ได้ความสัมพันธ์ว่า

$$d_{hkl} = \frac{a}{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)^{1/2}}$$
 4.1

ทั้งนี้สำหรับโครงสร้างแบบอื่นก็จะมีความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างระหว่างระนาบกับค่าคงที่ แลตทิซเป็นไปตามรูปทรงทางเรขาคณิตของโครงสร้างนั้น ๆ ทั้งนี้ในทางปฏิบัติแล้ว การใช้ โปรแกรมเพื่อระบุโครงสร้างทำให้การระบุโครงสร้างมีความสะดวกและง่ายขึ้น ในงานวิจัยนี้เองได้ ใช้โปรแกรม DICVOL06 ในการระบุโครงสร้างในเบื้องต้น

Dicvol06

โปรแกรม Dicvol06 เป็นโปรแกรมที่ใช้สำหรับวิเคราะห์หาโครงสร้างของผลึกเบื้องต้น และ หาดัชนีระบุระนาบของผลึก [15] ซึ่งโปรแกรมดังกล่าวพัฒนาขึ้นโดย A.Bolutif และ D.Louer จาก University of Rennes ประเทศฝรั่งเศส โดยข้อมูลที่จำเป็นต้องใช้ในการหาโครงสร้างของผลึก คือ ค่ามุม 20 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนจากสารตัวอย่าง โดยวิธีการคำนวณของโปรแกรม Dicvol06 เป็นดังนี้

พิจารณาสมการตามกฏของแบรกก์ และสมการที่แสดงถึงระยะห่างระหว่างระนาบของ ผลึกในระบบต่างๆ ซึ่งในที่นี้จะใช้โครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal เป็นตัวอย่าง

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \qquad 4.2$$

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{1}{\frac{4}{3}\left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2}}}$$
4.3

โดยค่า a,b และ c เป็นค่าแลตทิซ พารามิเตอร์

รวม 2 สมการเข้าด้วยกันแล้วเขียนใหม่ได้ว่า

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda} = \frac{4}{3}(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}) + \frac{l^2}{c^2}$$
 4.4

หรือเขียนให้อยู่ในรูปของ

$$\sin^2 \theta = A^2 (h^2 + hk + k^2) + Cl^2$$

$$A = \frac{\lambda^2}{3a^2}$$

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$$
4.5

โดย

จากสมการที่ 4.5 ตัวแปรที่ไม่ทราบค่าก็คือ A,C,h,k และ I ซึ่งสามารถหาได้ดังนี้

เขียนตารางระหว่าง<mark>ค่า sin²0 และสุ่มค่าจำนวนเต็มที่เป็นไปได้ของ h และ k โดยกำหนดให้ I เป็น 0 ดังแสดงในตารางที่ 4.2 จากนั้นพิจารณาค่าตัวเลขที่ ซ้ำกันซึ่งแสดงไว้โดยเครื่องหมาย *</mark>

Line	$\sin^2 heta$	$\frac{\sin^2\theta}{3}$	$\frac{\sin^2\theta}{4}$	$\frac{\sin^2\theta}{7}$	h k l
1	1 0.097		0.024	0.014	
2	0.112*	0.037	0.028	0.016	
3	0.136	0.045	0.034	0.019	
4	0.209	0.070	0.052	0.030	110
5	0.332	0.111 *	0.083	0.047	

ตารางที่ 4.2 แสดงวิธีการคำนวณหาดัชนีระบุระนาบของผลึกของโปรแกรม Dicvol06

ในตารางที่ 4.2 เพื่อหาค่า A ออกมาซึ่งค่า A ดังกล่าวจะเป็นข้อมูลคร่าวๆ ของค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ a และ b เนื่องจากค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการทดลองได้ทราบอยู่แล้ว จากนั้นจะทำการเขียนตาราง sin²θ ในทำนองเดียวกันเพื่อหาค่าคงที่ C จะทำให้สมการที่ 4.5 เหลือตัวแปรเพียง 3 ตัวนั่นคือ h k I ซึ่งวิธีการหาค่า h k I ดังกล่าวสามารถทำได้โดยการสุ่มค่า h k I ซึ่งมีค่าเป็นจำนวนเต็ม ลงในสมการที่ 4.5 โดยเลือกค่าที่มีความแตกต่างน้อยที่สุด จะทำให้ สามารถทราบได้ว่าค่ายอดที่มุม 2θ ใดๆ เกิดจากการแทรกสอดจากระนาบใดในบราเวส์แลตทิซ แบบใด

Unitcell

Unitcell เป็นโปรแกรมที่ใช้สำหรับการคำนวณหาค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ ของผลึกซึ่ง พัฒนาโดย T J B Holland และ S. A. T.Redfern[16] หลักการทำงานของ Unitcell คือ ใส่ข้อมูล ของมุม 20 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนจากสารตัวอย่างและค่าดัชนีระบุระนาบที่สอดคล้องกัน ซึ่ง ข้อมูลที่จำเป็นจะต้องใช้ในการคำนวณดังกล่าว สามารถหาได้จากผลที่ออกมาจากโปรแกรม Dicvol06 วิธีการคำนวณหาค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ ของโปรแกรม Unitcell สามารถพิจารณาได้ จากสมการที่ 4.4

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda} = \frac{4}{3}(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}) + \frac{l^2}{c^2}$$

ตัวแปรที่ไม่ทราบค่าของสมการ 4.4 ก็คือค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ a และ c ซึ่งสามารถหา ได้จากการฟิตสมการด้วยข้อมูลที่ได้จากการทดลอง กับสมการที่ 4.4 จะทำให้ได้ค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ออกมา นี่คือส่วนของวิธีการคำนวณของโปรแกรมทั้งหมดที่ใช้ในการวิจัยชิ้นนี้ซึ่งโดย ส่วนใหญ่แล้ว จะใช้ข้อมูลที่เกี่ยวกับค่าตำแหน่งมาคำนวณเท่านั้น เนื่องจาก วิธีการเทียบมาตรฐาน โดยใช้กริดเป็นการปรับแก้ในส่วนของตำแหน่ง

สำหรับความเข้มของรังสีเอกซ์จากการทดลองนั้น เป็นข้อมูลที่สามารถบ่งบอกชนิดและ ตำแหน่งของอะตอม โดยพิจารณาจากความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (I_{hkl}) และแฟคเตอร์ โครงสร้าง (Structure factor, F_{hkl}) ซึ่งมีความสัมพันธ์กัน คือ $I_{hkl} \propto \left|F_{hkl}\right|^2$ โดยที่แฟคเตอร์ โครงสร้างแสดงดังสมการที่ 4.6

$$F_{hkl} = \sum_{j} f_{j} \exp 2\pi i (hx_{j} + ky_{j} + lz_{j})$$
4.6
เมื่อ f_{j} คือ แฟคเตอร์การกระเจิงของอะตอม j (atomic scattering factor) ซึ่งขึ้นอยู่กับเลขอะตอม

การที่จะรู้ว่าโครงสร้างที่สมบูรณ์ของสารนั้น จำเป็นที่จะต้องรู้ตำแหน่งที่แน่นอน ของอะตอม ซึ่งปริมาณที่บ่งบอกตำแหน่งของอะตอมได้ก็คือ ความหนาแน่นอิเล็กตรอนซึ่งเป็น ฟังก์ชันของตำแหน่ง (Electron density, $\rho(x, y, z)$) ทั้งนี้สามารถหาความหนาแน่นอิเล็กตรอนได้ จากสมการที่ 4.7

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \sum_{h_{\min}}^{h_{\max}} \sum_{k_{\min}}^{k_{\max}} \sum_{l_{\min}}^{l_{\max}} \left| F_{hkl} \right| \cos[2\pi (hx + ky + lz) - \alpha_{hkl}]$$
4.7

เมื่อ α_{hkl} คือ มุมเฟสของระนาบ (hkl)

จากสมการที่ 4.7 พบว่าปริมาณที่ไม่ทราบค่าก็คือ มุมเฟส แต่อย่างไรก็ตามเรา สามารถแก้ค่าหามุมเฟสได้ด้วย วิธีการพิจารณาค่าความเข้มสัมพัทธ์ (relative intensity) โดยจะ อ้างอิงกับผลการทดลองเป็นหลัก

บทที่ 5

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

การนำวิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตเพื่อปรับแต่งให้สามารถนำไปใช้ในการ วิเคราะห์โครงสร้างของผลึกผงที่ความดัน บรรยากาศ สำหรับพัฒนาและนำไปใช้ในการทดลอง ศึกษาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้สภาวะความดันสูงในงานวิจัยขึ้นนี้ แบ่งขั้นตอนออกเป็นส่วน หลักๆ 3 ส่วนด้วยกัน คือ การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโด ยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด การทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้เครื่องอ่านอิเมจเพลตที่ปรับแต่งแล้วมาใช้ในการ วิเคราะห์ข้อมูล และ การหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO โดยสามารถจะแบ่งข้อมูลที่ได้จาก ส่วนต่างๆ ออกเป็นส่วนย่อย ดังนี้

5.1 ผลการปรับแต่งเครื่องเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด

ในส่วนนี้จะแสดงถึงผลจากการทดลอง การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลต โดยการเทียบ มาตรฐานโดยใช้กริด โดยผลที่ได้จากการฉายรังสีเอกซ์ผ่านแผ่นนิกเกิลที่เจาะรูลงไปยังอิเมจเพลต แสดงได้ดังรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 แสดงจุดกริดบนอิเมจเพลตที่เกิดจากการฉายคลื่นรังสีอุลตร้าไวโอเลตผ่านแผ่น นิกเกิลลงบนอิเมจเพลต

ข้อมูลที่อ่านได้จากเครื่องอ่านอิเมจเพลตแล้วนำมาอ่านด้วยโปรแกรม Edipus จะเห็นได้ว่าจุดทุก จุดที่เกิดจากการ เทียบมาตรฐานโดยใช้กริด มีลักษณะค่อนข้างชัดเจนและมีความสม่ำเสมอกัน แทบทุกจุดบนอิเมจเพลต หลังจากได้ภาพข้างต้นจะทำการแปลงไฟล์ของภาพจุดบนอิเมจเพลต ดังกล่าวเพื่อหาตำแหน่งที่ถูกต้องที่สุดบนอิเมจเพลตในรูปของพิกเซล โดยพิกเซลในความหมาย ของงานวิจัยชิ้นนี้ก็คือจุดของเลเซอร์ ซึ่งมีขนาดประมาณ 88 × 87 μm ซึ่งนำไปใช้ร่วมกับ โปรแกรม Edipus สำหรับการรวมข้อมูลจาก 2 มิติ ให้เหลือ 1 มิติ โดยวิธีการนำไฟล์ภาพของจุด มาใช้คือ การกำหนดจุดกริดเริ่มต้นและจุดสุดท้ายที่จะทำการคำนวณซึ่งอ่านได้จากโปรแกรม Edipus หลังจากนั้นจะข้อมูลที่ได้เข้าไปใช้ในโปรแกรม grid ซึ่งตัวโปรแกรมจะทำการคำนวณ เพื่อ หาสมการที่จะนำไปใช้ในการแก้ไขตำแหน่งในรูปของพิกเซลให้ถูกต้อง เนื่องจากระยะห่างระหว่าง จุดสามารถทราบได้ เพราะมีค่าเท่ากันกับระยะห่างของรูบนแผ่นนิกเกิล คือ 1.977 mm โดยผล จากการใส่ข้อมูลลงในโปรแกรม grid เป็นดังรูปที่ 5.2

```
Fitting 11234 grid points
The plate offset has been added to the following X & Y
Pixel range in X : 970.02 3095.91
Pixel range in Y : 967.19 3712.63
Parameters for "position" will be written to "grid.par"
Fitting X values of grid points
                                Max. deviation = 178.92um
RMS deviation = 46.32um
Fitting Y values of grid points
                                Max. deviation = 60.41um
RMS deviation = 15.46um
  Statistics for least-squares fit to grid points
11234 grid points more than 🖉 0 um from fitted position
10453 grid points more than 10 um from fitted position
8537 grid points more than 20 um from fitted position
3527 grid points more than 50 um from fitted position
371 grid points more than 100 um from fitted position
   0 grid points more than 200 um from fitted position ก่างำนวนจูดที่กลาดเกลื่อนไปจากตำแหน่งที่ฟิต
  0 grid points more than 500 um from fitted position
   0 grid points more than 1000 um from fitted position annaunis
```

รูปที่ 5.2 แสดงภาพจากโปรแกรม grid ที่ทำการฟิตตำแหน่งในรูปของพิกเซลบนอิเมจเพลต

จากรูปที่ 5.2 จะเห็นว่าจำนวนจุดพิกเซลที่เพี้ยนไปมากที่สุดจะอยู่ใน ช่วง 100 μm หรือ อาจกล่าวได้ว่ามีตำแหน่งบนอิเมจเพลต 371 ตำแหน่งที่เพี้ยนไปมากกว่า 100 μm หรือเพี้ยนไป ประมาณ 1 พิกเซล ซึ่งคิดเป็น $\frac{371}{34122}$ ×100 = 1.08 % ของอิเมจเพลตทั้งแผ่น ซึ่งส่วนที่เหลือ สามารถระบุตำแหน่งได้ค่อนข้างดี ดังนั้นการ เทียบมาตรฐานโดยใช้กริด น่าจะนำไปใช้ในการ ทดลองเพื่อหาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดันบรรยากาศได้

หลังจากทำการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลต ด้วยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด จะทำการทดสอบผลของการ ปรับแต่ง ด้วยการทดสอบรวมข้อมูลของสารมาตรฐาน Al₂O₃ โดยใช้ ข้อมูลที่ได้ทำจากการปรับแต่งกับการรวมข้อมูลโดยไม่ใช้ข้อมูลดังกล่าวแล้วนำมาเปรียบเทียบกับ รูปแบบของวงแหวน Debye Scherrer ซึ่งแสดงในรูปที่ 5.3



รูปที่ 5.3 แสดงข้อมูลใน 1 มิติ ของยอดที่ตรงกับวงแหวน Debye Scherrer

หลังจากการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด เพื่อปรับแก้ตำแหน่งของพิกเซลบนอิเมจเพลต เมื่อทำการรวมข้อมูลแล้วตำแหน่งของ ยอดที่ได้จากการใช้ข้อมูลดังกล่าว จะตรงกับตำแหน่งจริง บนอิเมจเพลตและรูปร่างของยอดมีสมมาตรที่ดีกว่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการ เทียบมาตรฐานโดยใช้ก ริด มีความสำคัญและจำเป็นอย่างยิ่งในการทดลองที่ต้องการการแยก ชัดที่ดี เพื่อวิเคราะห์ โครงสร้างของผลึกผง

ปัญหาอีกประการหนึ่งที่เกิดจากการอ่านอิเมจเพลต โดยใช้เครื่องอ่านอิเมจเพลตที่ไม่ได้ ทำการปรับแต่ง มาใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกภายใต้ความดันบรรยากาศ คือ การไม่ สามารถปรับแก้ค่าความเอียงของเพลทในขั้นตอนของการรวมข้อมูลให้เป็น 1 มิติ ซึ่งมีสาเหตุมา จากในขณะทำการทดลอง อิเมจเพลตซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวตรวจจับในการทดลอง ไม่ได้ตั้งฉากกับ ลำแสงตกกระทบ (incident beam) จริงๆตามทฤษฎี สาเหตุดังกล่าวนี้เองทำให้วงแหวนการแทรก สอด Debye Scherrer บนอิเมจเพลตมีลักษณะเป็นวงรี แทนที่จะมีลักษณะเป็นวงกลมโดย สมบูรณ์ และจะทำให้เกิดข้อมูลของยอดที่ผิดเพี้ยนไปจากข้อมูลจริงบนอิเมจเพลต ในขณะทำการ รวมข้อมูล เพราะไม่สามารถรวมข้อมูลบนอิเมจเพลตได้ซึ่งเกิดจากการไม่ทราบตำแหน่งจริงบนอิ เมจเพลตนี้เอง ความเอียงของอิเมจเพลตเรียกว่ามุมเอียง (tilt) วงแหวน Debye Scherrer บนอิ เมจเพลตที่มีลักษณะไม่เป็นวงกลมแสดงดังรูปที่ 5.4 และการรวมข้อมูลโดยไม่ได้ทำการปรับแต่ง เครื่องอ่านอิเมจเพลตได้แสดงไว้คู่กัน โดยจะเห็นยอดที่เกิดจากการรวมข้อมูลโดยไม่ได้ทำการปรับแต่ง เครื่องอ่านอิเมจเพลตได้แสดงไว้คู่กัน โดยจะเห็นขอดที่เกิดจากการรวมข้อมูลโดยไม่ได้ทำการปรับแต่ง เครื่องอ่านอิเมจเพลตได้แสดงไว้คู่กัน โดยจะเห็นของต่อดที่เกิดจี้นมานี้ ถ้าพิจารณารูปร่างและ สมมาตรของยอดจะเห็นได้ว่ามีการผิดเพี้ยนของข้อมูลเกิดขึ้น ซึ่งปัญหาดังกล่าวอาจส่งผลกระทบ ต่อการหาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างในขั้นตอนถัดไปได้



รูปที่ 5.4 แสดงภาพวงแหวนการแทรกสอดบนอิเมจเพลตที่มีลักษณะเอียง และข้อมูลที่ได้จากการ รวมข้อมูลจากเพลตดังกล่าว เครื่องหมาย + หมายถึง ยอดที่เกิดจากการรวมข้อมูลคลาดเคลื่อน

5.2 ผลการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อนำไปใช้หาโครงสร้างของผลึกผง ZnO

สารตัวอย่างผลึกผง ZnO ที่ถูกนำมาทำการทดลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพื่อศึกษา โครงสร้าง โดยทำการทดลองด้วยรังสีเอกซ์ที่มีค่าความยาว คลื่น 1.377 Å ภายใต้ความดัน บรรยากาศ ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งนำสารมาตรฐาน AI_2O_3 มาใช้ประกอบเพื่อทำการแปลง ผันค่า ระยะทาง (pixel) ให้เป็นค่ามุม 2 Θ (degree) ดังที่ได้กล่าวไปแล้วในบทที่ 3 สารมาตรฐาน AI_2O_3 มีโครงสร้างเป็น trigonal โดยมีสมมาตรเป็น R $\overline{3}C$ และมีค่าคงที่แลตทิซ a = 4.763 Å b = 4.763 Å และ c = 13.000 Å [18] สาเหตุที่เลือก AI_2O_3 มาเป็นสารมาตรฐานสำหรับการแปลง ผัน ค่าเพราะสาร AI_2O_3 มีจำนวนแถบการเลี้ยวเบนที่เยอะสำหรับการวางอิเมจเพลตที่ระยะห่างจาก แท่นวางสารตัวอย่าง 7 cm ผลการจากทดลองเพื่อพิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของสาร ตัวอย่างในรูปผลึกผง ZnO และสารมาตรฐาน AI_2O_3 แสดงดังรูปที่ 5.5 และ 5.6



รูปที่ 5.5 แสดงวงแหวน Debye Scherrer บนอิเมจเพลตที่ได้จากการทดลองการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง ZnO



รูปที่ 5.6 แสดงวงแหวน Debye Scherrer บนอิเมจเพลตที่ได้จากการทดลองการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์ของสารมาตรฐาน Al₂O₃

ถัดจากทำการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะทำการรวมข้อมูลของวงแหวน Debye Scherrer ที่ได้จากเครื่องอ่านอิเมจเพลต จาก 2 มิติ ให้เหลือเพียง 1 มิติ โดยรูปที่ 5.7 แสดงข้อมูล ในรูปแบบ 1 มิติ และวงแหวนการเลี้ยวเบนบนอิเมจเพลตที่ตรงกันด้วยโปรแกรม Edipus โดยใช้ ข้อมูลที่ได้จากการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด มาปรับแก้ค่าตำแหน่งที่อ่านได้ซึ่งข้อมูลดังกล่าวจะมี ทั้งของสารตัวอย่าง ZnO และ สารมาตรฐาน Al₂O₃ ข้อมูลที่ได้จากสารตัวอย่างจะนำไปใช้เพื่อ ศึกษาโครงสร้าง ส่วนข้อมูลที่ได้จากสารมาตรฐานจะนำไปใช้เพื่อแปลงผันค่า ระยะทาง (pixel) ให้ เป็น 2**θ** (degree)



รูปที่ 5.7 แสดงกราฟการรวมข้อมูลของวงแหวนการเ ลี้ยวเบนของสารตัวอย่าง ZnO คู่กับรูปวง แหวนการเลี้ยวเบนของ ZnO บนอิเมจเพลต



รูปที่ 5.8 แสดงกราฟการรวมข้อมูลของวงแหวนการเ ลี้ยวเบนของสารมาตรฐาน Al₂O₃ คู่กับรูปวง แหวนการเลี้ยวเบนของ Al₂O₃ บนอิ<mark>เมจเพลต</mark>

สำหรับการแปลงค่าระยะทาง (pixel) ไปเป็นค่ามุม 2heta (degree) สามารถทำได้โดยการ พิจารณากราฟของข้อมูลการเลี้ยวเบนของสารมาตรฐาน Al₂O₃ โดยเทียบกับข้อมูลที่ได้จาก ฐานข้อมูลมาตรฐานที่ Cooper M.J. และ Huang, T [17,18] ได้ทำการทดลองไว้ โดยกราฟที่ได้ จากการคำนวณด้วยฐานข้อมูลดังกล่าวแสดงไว้ดังรูปที่ 5.9 โดยจากการเปรียบเทียบตำแหน่งของ ยอดที่ได้จากการคำนวณ กับ ยอดที่ได้จากการทดลองทำให้สามารถระบุดัชนีระนาบผลึก ในรูป ของ (h k l) ใดๆ ดังรูปที่ 5.10

46-1212 Quality: * CAS Number:	α-Al2 03 Aluminum Oxide Ref Huang Tietial Adv. X.Ray Anal. 23, 295 (1990)
Molecular Weight: 101.96 Volume[CD]: 254.81 <u>Dx: 3.987 Dm:</u>	A
Sys: Hexagonal Lattice: Rhomb-centered S.G.: R3c (167) Cell Parameters: a 4.758 b c 12.99 α β γ	Fixed Sitt Intensity 00000
SS/FOM: F25=358(.0028, 25)	5 <mark>.9 3.0 2.0 1.5 1.3</mark> d(Å)
nnon. Rad: CuKa1 Lambda: 1.540562 Filter: d-sp: diffractometer	d(A) Int-f h k I d(A) Int-f h k I d(A) Int-f h k I 3.4797 45 0 1 2 1.5150 2 1 2 2 1.1897 2 2 2 0 2.5508 100 1 0 4 1.5110 14 0 1 8 1.1600 1 3 0 6 2.3794 21 1 1 0 4 1.4045 23 2 1 4 11472 3 2 2 3
Mineral Name: Corundum, syn	2.1654 2 0 0 1.3737 27 3 0 1.1386 <1

รูปที่ 5.9 กราฟแสดงผลการคำนวณค่าระยะห่างของ ระนาบผลึกสำหรับยอดของการเลี้ยวเบน และดัชนีระบระนาบของผลึกที่สอดคล้องกัน [18]



รูปที่ 5.10 กราฟแสดงข้อมูลของการเลี้ยวเบนของสารมาตรฐาน Al₂O₃ และดัชนีระบุระนาบผลึก

เมื่อทราบดัชนีระบุระนาบของผลึก สามารถแปลงค่าระยะทางให้เป็นค่ามุมได้โดยการฟิต ตำแหน่งของแต่ล่ะ ยอดด้วยโปรแกรม XRDA [19,20] โดยใช้ฟังก์ชั่น Gaussian และ Lorentzian (Pseudo-Voigt) จะทำให้ได้ค่าระยะทางจากจุดศูนย์กลางของวงแหวน Debye Scherrer ของแต่ ล่ะยอด และจากสมการที่ 5.1,5.2 จะทำให้ทราบว่าค่ามุมของแต่ ละยอดที่ได้จากการทดลองมีค่า เท่าใด หลังจากนั้นจะทำการฟิตค่ามุมดังกล่าวด้วยฟังก์ชันพหุนามในดีกรี 3 หรือ 4

2dsin
$$\theta$$
 = n λ 5.1

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$
 5.2

ในงานวิจัยชิ้นนี้ใช้โปรมแกรมที่ชื่อว่า Calib เพื่อทำการแปลงค่าระยะทางให้เป็นค่ามุม โดยวิธีการข้างต้น วิธีการทำงานของโปรแกรมดังกล่าวจะทำโดยการป้อนข้อมูล ค่าความยาวคลื่น ค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ ดัชนีระบุระนาบผลึกและค่าระยะทางในหน่วยพิกเซลที่สอดคล้องกับ ระนาบนั้น ดังแสดงในรูปที่ 5.11 ซึ่งในการเลือกข้อมูลมาใส่ในโปรแกรม Calib จะเลือกเฉพาะยอด ที่ความสมมาตรค่อนข้างดี และมีค่าความเข้มสูงเพื่อลดความ คลาดเคลื่อนหลังจากทำการแปลง ค่าระยะทางไปเป็นมุมดังที่ได้กล่าวไปแล้ว โดยสามารถเขียนกราฟได้ดังรูปที่ 5.13 และผลของการ แปลงข้อมูลแสดงดังรูปที่ 5.12



รูปที่ 5.11 แสดงหน้าต่างข้อมูลที่ใช้สำหรับโปรแกรม Calib เพื่อใช้ในการแปลงค่าระยะทางให้ เปลี่ยนเป็นค่ามุม

[1 [2 [3 [4] =	Ø. -2 2. 9.	066 .11 388 667	803167510 569111273 49060155e 21147075e	3 e-005 -011 -013		
hi	-sq h	uar k	ed 1	= 0.00060 pixels	0059759 Two-theta(obs)	Two-theta(calc)	(obs-calc)
Ø	0	0	0	0.00	0.00000	-0.000435	0.000435
1	1	1	Ø	624.52	33.608585	33.620419	-0.011834 +
2	ø	ø	6	710.83	37.056141	37.050654	0.005487
3	2	Ø	2	819.62	41.002724	40.989469	0.013254 +
4	ø	2	4	998.11	46.578495	46.582674	-0.004179
	Ø	1	8	1314.09	54.179409	54.187431	-0.008022
5	2	1	4	1567.36	58.654430	58.655796	-0.001365
56		И	Ø	1663.03	60.098198	60.086417	0.011781 •
567	3			1000 10	Z4 004E3E	C1 0001EA	-0 005210

รูปที่ 5.12 แสดงผลจากโปรแกรม Calib โดยเครื่องหมาย * หมายถึงยอดที่มีค่ามุมที่มีผลต่างเกิน กว่า 0.01 องศา



 ${f s}$ ปที่ 5.13 แสดงกราฟระหว่างค่า มุม 2heta และ ค่าระยะทาง สำหรับใช้ในการแปลงข้อมูล

จากรูปที่ 5.13 ซึ่งแสดงผลของการฟิตค่าระยะทางกับค่ามุม เพื่อหาสมการของการแปลง นั้นค่าพบว่าค่ามุมที่เพี้ยนไปจากค่าที่คำนวณจากทฤษฏีมีค่ามากที่สุด = 0.013254 องศา ซึ่งถือ ว่ามีค่าน้อยโดยค่ามุมสำหรับการทดลองที่มีการแยก ชัดที่ดีจะอยู่ที่ ประมาณ 0.01 องศา ดังนั้น สมการที่ใช้ในการแปลงค่าระยะทางเป็นค่ามุมนั้นจะมีความแม่นยำค่อนข้างสูง โดยผลของการ แปลงค่าระยะทาง (pixel) เป็น ค่ามุม (degree) ของสารตัวอย่าง ZnO ได้แสดงดังรูปที่ 5.14 ซึ่ง ข้อมูลดังกล่าวนี้จะนำไปใช้ในการศึกษาเพื่อหาโครงสร้างของผลึกผง ZnO ต่อไป



รูปที่ 5.14 แสดงยอดของการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่าง ZnO ที่ได้จากการใช้สารมาตรฐาน Al₂O₃ เป็นตัวแปลงข้อมูล

จุฬาลงกรณ่มหาวิทยาลัย

5.3 การหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO

ขั้นตอนต่อไปในงานวิจัยชิ้นนี้จะนำข้อมูลของสารตัวอย่าง ZnO ที่ใช้ข้อมูลของสาร มาตรฐาน Al₂O₃ มาแปลง ผันข้อมูลให้ได้เป็นข้อมูลระหว่าง ค่าความเข้ม (a.u.) กับ มุม 2**0** (degree) จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO ซึ่งขั้นตอนแรกในการวิเคราะห์ โครงสร้างจะเริ่มโดยการฟิตกราฟระหว่างค่าความเข้ม กับ มุม 2**0** โดยใช้โปรแกรม XRDA จะทำ ให้ได้ค่ามุม 2**0** ที่แท้จริงของแต่ล่ะยอด และในงานวิจัยชิ้นนี้จะใช้โปรแกรม DICVOL06 เพื่อหาว่า สาร ZnO มีโครงสร้างของเตลล์หนึ่งหน่วยเป็นรูปแบบใดใน ระบบบราเวส์แลตทิชในเบื้องต้น โดย ข้อมูลที่จำเป็นจะต้องใส่เข้าไปในตัวโปรแกรม DICVOL06 ก็ค่ามุม 2**0** ของแต่ล่ะยอดของการ เลี้ยวเบน ซึ่งแสดงในรูปที่ 5.15 โดยผลจากการคำนวณเพื่อหาโครงสร้างในเบื้องต้นซึ่งแสดงในรูป ที่ 5.16 พบว่าสารตัวอย่าง ZnO มีโครงสร้างในระบบบราเวส์แลตทิชเป็น Hexagonal โดยมีค่า ความคลาดเคลื่อนที่กำหนดว่ายอมรับได้เท่ากับ 0.05 องศา



รูปที่ 5.15 แสดงหน้าต่างข้อมูลที่ใช้สำหรับการหาโครงสร้างของผลึกด้วยโปรแกรม DICVOL06

```
SOLUTION NUMBER 1/1
HEXAGONAL SYSTEM
DIRECT PARAMETERS: A= 3.25843 C= 5.23081 VOLUME= 48.10
STANDARD DEVIATIONS: 0.00109 0.00487
REFINED ZERO-POINT SHIFT: 0.0224 deg. 2-theta
HKL DOBS DCAL DOBS-DCAL 2TH.OBS 2TH.CAL DIF.2TH.
1 0 0 2.81610 2.81969 0.00359 28.303 28.266 0.037
0 2 2.61021 2.61354 0.00333 30.588 30.548 0.040
1 0 1 2.48499 2.48186 0.00314 32.170 32.212 0.042
1 0 2 1.91986 1.91724 0.00261 42.031 42.091 0.060
1 1 0 1.62870 1.62853 0.00017 50.014 50.020 0.006
2 0 0 1.41043 1.41045 0.00002 58.438 58.437 0.001
1 1 2 1.38185 1.38239 0.00054 59.768 59.742 0.026
2 0 1 1.36172 1.36180 0.00008 60.744 60.740 0.004
```

รูปที่ 5.16 แสดงผลจากการคำนวณหาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO ด้วยโปรแกรม DICVOL06

ผลจากการคำนวณเพื่อหาโครงสร้างเบื้องต้นด้วย DICVOL06 พบว่ามีค่าที่คำนวณได้ต่าง จากค่าที่คำนวณจาก การฟิตสมการ ที่มากที่สุด คือ 0.060 องศา และมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 0.00109 ซึ่งถือว่าวิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลต เพื่อนำไปใช้ในการทดลองสำหรับ การศึกษาโครงสร้างของสารที่เป็นผลึกผงด้วยวิธีการ เทียบมาตรฐานโดยใช้กริด สามารถแยกแยะ โครงสร้างของสารตัวอย่างใดๆ ในระบบบราเวล์แลตทิช ว่าเป็นระบบใดใด้

เมื่อทราบโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่าง ZnO ก็มาถึงขั้นตอนสุดท้าย คือการหาค่า แลตทิซ พารามิเตอร์ ของสารตัวอย่าง ZnO ซึ่งในงานวิจัยชิ้นนี้ใช้โปรแกรม Unitcell เพื่อหาค่าคงที่ แลตทิซของสารตัวอย่าง ZnO โดยวิธีการคำนวณของโปรแกรมดังกล่าว ได้กล่าวถึงไว้แล้วในบทที่ 4 ข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณด้วยโปรแกรม Unitcell เพื่อใช้ในการศึกษาหาค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ นั้น ประกอบไปด้วยค่าดัชนีระบุระนาบผลึกและค่ามุมที่สอดคล้องกับดัชนีระบุระนาบผลึก ดัง แสดงในรูปที่ 5.16 และผลการจากคำนวณด้วยโปรแกรม Unitcell ได้แสดงในรูปที่ 5.17

ZnO	powder	r diffraction
1 0	0 28	.287
0 0	2 30	.574
1 0	1 32.	.161
1 1	0 49	.999
1 0	3 55	.424
2 0	0 58	.418
1 1	2 59.	.756
2 0	1 60.	.739
0 0	0	
		19 200 0

รูปที่ 5.17 แสดงข้อมูลที่ใช้สำหรับการหาค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ สำหรับโปรแกรม Unitcell

```
parameter value sigma 95% conf
   a 3.2581 0.0008 0.0019
   c 5.2202 0.0026 0.0064
cell vol 47.9895 0.0277 0.0677
           d(obs) d(calc) res(d) 2T.obs 2T.calc res(2T)
    h k 1
no
           2.81766 2.82160 -0.00393
      0 0
1
    1
                                      28.287 28.247
                                                     0.040
   0 0 2
           2.61138 2.61010 0.00128 30.574 30.589 -0.015
2
            2.48567 2.48220 0.00347 32.161 32.207
      0 1
                                                    -0.046
3
    1
      1 0 1.62916 1.62905 0.00011 49.999 50.003
                                                    -0.004
4
   1
           1.48056 1.48107 -0.00052 55.424 55.403 0.021
   1 0 3
5
           1.41087 1.41080 0.00007 58.418 58.421
   2 0 0
                                                    -0.003
6
           1.38210 1.38197 0.00013 59.756 59.762 -0.006
   1 1 2
7
            1.36182 1.36194 -0.00012
   2 0 1
                                      60.739
                                             60.733
                                                     0.006
```

รูปที่ 5.18 แสดงผลจากการคำนวณค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ ของสารตัวอย่าง ZnO ด้วยโปรแกรม Unitcell จากผลการคำนวณเพื่อหาค่าแลตทิช พารามิเตอร์ สำหรับสารตัวอย่าง ZnO ในงานวิจัย ชิ้นนี้ พบว่าได้ค่าแลตทิช พารามิเตอร์ a = 3.2581(8) Å b =3.2581(8) Å และ c = 5.220(3) Å และมีค่าความคลาดเคลื่อนของมุม 2 Θ ที่มากที่สุดเท่ากับ 0.046 องศา ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ งานวิจัยของ Kisi E.H. และ Kihara K,Donnay G[21,22] พบว่ามีค่าความแตกต่างดังนี้ Δa = Δb = 0.0080(8) Å และ Δc = 0.014(3) Å ซึ่งถือว่ามีค่าใกล้เคียงกันมาก จึงสามารถทำให้สรุป ได้ว่า วิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลต โดยใช้วิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด สำหรับทำการ ทดลอง ด้วยเทคนิคการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เพื่อหาโครงสร้างของผลึกผงภายใต้ความดัน บรรยากาศ สามารถหารูปแบบของเซลล์หนึ่งหน่วยและค่าแลตทิช พารามิเตอร์ ของผลึกผงได้ โดย มีค่าความคลาดเคลื่อนของค่ามุม 2 Θ ที่มากที่สุดเท่ากับ 0.046 องศา และสามารถวิเคราะห์ยอด ของการเลี้ยวเบนที่มุมของแบรกก์ที่สูงสุด ประมาณ 61 องศา ซึ่งเป็นมุมที่ได้จากค่าสูงที่สุดที่ สามารถใช้ข้อมูลจากสารมาตรฐาน Al₂O₃ แปลงผันข้อมูลจากค่าระยะทาง มาเป็น ค่ามุม 2 Θ ได้ สำหรับการทดลองที่ต้องการใช้ค่ามุมที่สูงขึ้นในการวิเคราะห์โครงสร้างของสารตัวอย่าง จึงจำเป็น ที่จะต้องใช้สารตัวอย่างที่มีจำนวนยอดมากขึ้นและใช้อิเมจเพลตที่มีขนาดใหญ่ขึ้น

สรุปผลและอภิปรายผลการวิจัย

การปรับแต่งอิเมจเพลต เพื่อนำไปใช้เป็นตัวตรวจจับในการทดลองโดยเทคนิคการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระเจิงมุม สำหรับศึกษาโครงสร้างของสารตัวอย่าง ZnO ภายใต้ความ ดันบรรยากาศ และการนำสารมาตรฐาน Al₂O₃ มาใช้เพื่อทำการแปลงข้อมูลค่าความเข้ม กับ ระยะทาง ให้เป็นค่าความเข้ม กับ มุม 20 สำหรับนำไปใช้ในการหาโครงสร้างและค่าคงที่แลตทิซ ของ ZnO โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนที่ทีค่าความยาวคลื่น 1.377 Å สามารถแยกสรุปผลและวิจารณ์ผลการวิจัยได้ดังนี้

6.1 วิธีการปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด

การปรับแต่งเครื่องอ่านอิเมจเพลตโดยวิธีการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด สำหรับแก้ไขค่า ตำแหน่งที่อ่านได้จากเครื่องอ่านอิเมจเพลต ให้เป็นค่าที่เป็นจริงพบว่ามีตำแหน่งบนอิเมจเพลต 371 ตำแหน่งที่คลาดเคลื่อนไปจากค่าตำแหน่งจริง ซึ่งคิดเป็น 1.08 % ของตำแหน่งทั้งหมดบนอิ เมจเพลต ดังนั้นอิเมจเพลตที่นำมาใช้เพื่อเป็นตัวตรวจจับ จึงสามารถเก็บข้อมูลการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์จากสารตัวอย่างแล้วระบุตำแหน่งได้อย่างถูกต้องไม่เกิน 1 pixel ได้ถึง 99.08 % ของ พื้นที่อิเมจเพลททั้งหมด ซึ่งทำให้ข้อมูลที่ได้มีความถูกต้องและความแม่นยำค่อนข้างสูง

6.2 สารตัวอย่าง ZnO

ข้อมูลของ ZnO บนอิเมจเพลตที่ได้จากการทดลองเป็นค่าความเข้ม กับ ระยะทางจากจุด ที่รังสีเอกซ์ตกกระทบไปยังยอดของการเลี้ยวเบน ซึ่งจำเป็นต้องมีการแปลงข้อมูลโดยใช้ สาร Al₂O₃ ซึ่งทราบข้อมูลของระนาบที่เกิดการเลี้ยวเบนแล้วจากงานวิจัยของ Cooper M.J. และ Huang และ คณะ[17,18] ซึ่งได้ทำการทดลองไว้ เพื่อหาสมการสำหรับการแปลงข้อมูลจากระยะทาง ไปเป็นมุม 20 โดยค่าผลต่างที่มากที่สุดระหว่างผลจากการทดลองและค่าที่ทำการคำนวณจากสมการการ แปลงดังกล่าว อยู่ที่ 0.0132(6) องศา ซึ่งโดยปกติค่าผลต่างของการทดลองที่มีการแยกขัดที่ดีมีค่า 0.01 องศา ซึ่งหมายความว่าการแปลงข้อมูลจากค่าระยะทาง ไปเป็น ค่ามุม 2θ ในงานวิจัยชิ้นนี้ ทำได้ค่อนข้างใกล้เคียงกับการทดลองที่มีการแยกชัดที่ดี เมื่อทำการแปลงข้อมูลของสาร ZnO แล้ว นำไปศึกษาเพื่อหาโครงสร้างและค่าคงที่แลตทิซ พบว่า ZnO มีโครงสร้างเป็นแบบ Hexagonal และมีผลการคำนวณค่าผลต่างของการทดลองจากทฤษฏี ดังตารางที่ 6.1

ดัชนีระนาบ	d _{obs} (Å)	$d_{cal}(\overset{{}_\circ}{\mathrm{A}})$	Δd (Å)	$2\theta_{obs}(deg)$	$2\theta_{cal}(deg)$	$\Delta 2 \theta$ (deg)
(h k l)						
100	2.81766	2.82160	-0.00393	28.287	28.247	0.040
002	2.61138	2.61010	0.00128	30.574	30.589	-0.015
101	2.4567	2.48220	0.00347	32.161	32.207	-0.046
110	1.62916	1.62905	0.00011	49.999	50.003	-0.004
103	1.48056	1.48107	-0.00052	55.424	55.403	0.021
200	1.41087	1.41080	0.00007	58.418	58.421	-0.003
112	1.38210	1.38197	0.00013	59.756	59.762	-0.006
201	1.36182	1.36194	-0.00012	60.739	60.733	0.006

ตารางที่ 6.1 แสดงผลต่างระหว่างข้อมูลที่ได้จากการทดลองของ ZnO และจากการคำนวณตาม ทฤษฏี

จากตาราง 6.1 ค่าผลต่างของมุม 20 ระหว่างการทดลองกับการคำนวณ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.003-0.046 องศา ซึ่งพบว่ามีความคลาดเคลื่อนไปน้อยมาก และเมื่อนำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหา ค่าแลตทิช พารามิเตอร์ ได้ a = b = 3.2581(8) $\stackrel{\circ}{A}$ และ c = 5.220(3) $\stackrel{\circ}{A}$ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ ผลการทดลองของ Kisi E.H. และ Kihara K, Donnay G[21,22] พบว่ามีความแตกต่าง $\Delta a = \Delta b = 0.0081(8)$ $\overset{\circ}{A}$ และ $\Delta c = 0.014(3)$ $\overset{\circ}{A}$ ผลจากการเปรียบเทียบพบว่าค่าความ แตกต่างมีค่าน้อยมาก ทั้งนี้ยังมีปัจจัยบางประการที่ยังไม่ได้นำมาพิจารณาอาทิเช่น ค่าความกว้าง ที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด หรือค่าความกว้างของยอดซึ่งเกิดจากการที่รังสีเอกซ์ที่ตก กระทบสารตัวอย่างมีขนาดใหญ่ ทั้งนี้เป็นผลมาจากการที่แสงซินโครตรอนมีค่าความเข้มค่อนข้าง ้ต่ำ จึงเกิดปัญหาในการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับลดขนาดของลำรังสีที่ตกกระทบกับสารตัวอย่าง จึง ทำให้ค่าความกว้างที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุดมีค่าสูง ส่งผลให้มีความคลาดเคลื่อนจาก ผลการทดลองทั้งรูปร่างและตำแหน่งของยอด อย่างไรก็ตามผลจากการปรับแต่งอิเมจเพลต โดย ้วิธีการกริด แคลิเบรชั่นเพื่อเป็นตัวตรวจจับในการทดลองด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สามารถนำไปใช้ในการทดลองเพื่อหาโครงสร้างและค่าคงที่แลตทิซของสารตัวอย่าง ZnO ได้โดย สามารถวิเคราะห์ค่ามุม 2<mark>0 ที่</mark>มีค่าสูงสุดประมาณ 61 องศาในกรณีที่ต้องการค่ามุมสำหรับการ ้วิเคราะห์ที่สูงขึ้น จำเป็นต้องใช้อิเมจเพลตที่มีขนาดใหญ่กว่าในงานวิจัยนี้ และใช้สารมาตรฐานที่มี ้จำนวนยอดมากขึ้น การปรับแต่งอิเมจเพลตในงานวิจัยชิ้นนี้สามารถพัฒนานำไปใช้เป็นตัว ตรวจจับสำหรับหาโครงสร้างของสารตัวอย่างภายใต้ความดันสูงได้

รายการอ้างอิง

[1] B.D. Cullity and S.R. Stock. <u>Elements of X-Rays Diffraction</u>. 3rd ed. New Jersey :

Prentice, 2001.

- [2] V. Saengsuwan. <u>CRYSTAL STRUCTURE OF CulnSe2 UNDER HIGH PRESSURE</u>. M.Sc. Thesis, Department of Physics, Chulalongkorn University, (2004).
- [3] C. HAMMOND. <u>The Basics of Crystallography and Diffraction</u>. 2rd ed.Oxford :

Oxford, 2001.

[4] Charles Kittle, Introduction to Solid State Physics, 7th ed. United States

of America: John Wiley & Sons, 1996.

[5] Michael V. Martinez. A Basic Understanding of Scanning Electron Microscopy (SEM)

[online]. Available from: http://www.forensicevidence.net/iama/sem-edxtheory.html

[2008,June 21]

[6] X-ray Fluorescence Spectroscopy[online]. Available from :

http://www.tint.or.th/adv/phys_oap/xrf02.html[2008 Dec 20]

[7] Synchrotron Radiation Source[online]. Available from : <u>http://www.slri.or.th[2008</u> Dec 25]

- [8] M. Sonoda , M. Takano, J. Miyahara and H. Kato. Computed radiography utilizing scanning laser stimulated luminescence. <u>Radiology</u>, 833 (1983): 148.
- [9] Image Plate. Available from :

http://www.fujifilm.com/products/life_science/si_imgplate/whatis03.html[2008 Dec 20]

- [10] M. Hoben, R. Schmechel, R. W. Henn and H. Seggern ; SPIE, 280 (1999): 3768.
- [11] Shigeru Munekawa and Joseph D. Ferrara. Imaging Plates as Detectors for

X-ray Diffraction[online]. Available from: <u>http://www.rigakumsc.com[2008</u>, June 23]

[12] Scott A.Belmonte. 2-D Data Analysis in High-Pressure Powder Diffraction . Ph.D.

Thesis, Department of Physics and Astronomy, The University of Edinburgh, (1998).

- [13] Margaritondo G. Introduction to synchrotron radiation . New York :Oxford University Press, 1988.
- [14] UMR Series Precision Double-Row Ball Bearing Linear Stages[online]. Available from : http://www.newport.com[2008 Dec 25]
- [15] Desgreniers S. and K. Lagarec. XRDA: a program for energy-dispersive X-ray diffraction analysis on a PC. Journal of Applied Crystallography 31(1998): 109.
- [16] T. J. B. Holland and S. A. T. Redfern. Unit cell refinement from powder diffraction data: the use of regression diagnostics. <u>Mineralogical Magazine</u> 61(1997): 65-77.

- [17] Cooper M. J. The Analysis of Powder Diffraction Data. <u>Acta Crystallographica B.</u> 38 (1982): 264-269.
- [18] Huang, T et al. Synchrotron X-ray study of the electron density in alpha-Al2O3.

Advance X-Ray Analysis 33(1990): 295.

- [19] Desgreniers S. and K. Lagarec. XRDA: a program for energy-dispersive X-ray diffraction analysis on a PC. <u>Journal of Applied Crystallography</u> 27(1994): 432.
- [20]. Desgreniers S. and K. Lagarec. High Density Phases of ZnO: Structural and

Compressive Parameters. Journal of Applied Crystallography 21(1998): 454.

[21] Kisi E H, Elcombe . U Parameters for the Wurtzite structure of ZnS and ZnO using

powderneutron diffraction. <u>Acta Crystallographica</u> C (1989): 1867-1870.

[22] Kihara K, Donnay G. Anharmonic thermal vibrations in ZnO. The Canadian Mineralogist

23 (1985): 647-654.

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

ภาคผนวก

แสดงระยะทางระหว่างระนาบตาม Crystal class ทั้ง 7

Cubic

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$
Tetragonal

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{a^2}{h^2 + k^2} + \frac{c^2}{l^2}}$$
Orthorhombic

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{a^2}{h^2} + \frac{b^2}{k^2} + \frac{c^2}{l^2}}$$
Hexagonal

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{1}{\frac{4}{3}\left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2}}}$$
Monoclinic

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{1}{\frac{1}{\sin^2\beta}\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 Sin^2\beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hlCos\beta}{ac}\right)}}$$

Trigonal

$$d_{hkl} = \sqrt{\frac{a^2 (1 - 3Cos^2 \alpha + 2Cos^3 \alpha)}{(h^2 + k^2 + l^2)Sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(Cos^2 \alpha - Cos\alpha)}}$$

Triclinic

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{\frac{h^2}{a^2}Sin^2\alpha + \frac{k^2}{b^2}Sin^2\beta + \frac{l^2}{c^2}Sin^2\gamma + \frac{2hk}{ab}(Cos\alpha Cos\beta - Cos\gamma)}{1 - Cos^2\alpha - Cos^2\beta - Cos^2\gamma + 2Cos\alpha Cos\beta Cos\gamma} + \frac{\frac{2kl}{bc}(Cos\beta Cos\gamma - Cos\alpha) + \frac{2lh}{ca}(Cos\gamma Cos\alpha - Cos\beta)}{1 - Cos^2\alpha - Cos^2\beta - Cos^2\gamma + 2Cos\alpha Cos\beta Cos\gamma}$$

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายรัฐ มโนธัม เกิดเมื่อวันที่ 16 สิงหาคม พ.ศ. 2526 ภูมิลำเนาอยู่ที่จังหวัด สุราษฏร์ธานี สำเร็จการศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ศึกษาศาสตร์) (เกียรตินิยมอันดับ สอง) สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี เมื่อปี 2548 ได้เข้าศึกษาใน หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี การศึกษา 2548

