

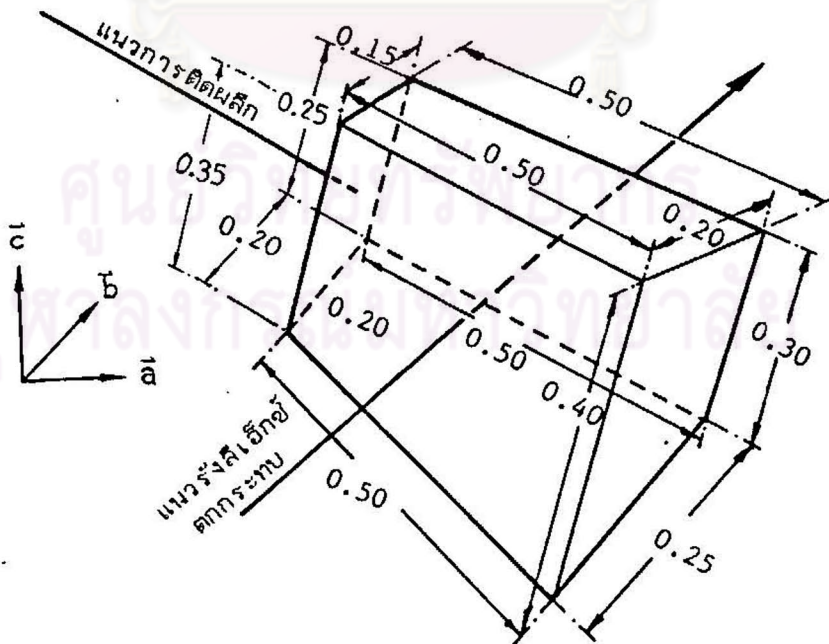


บทที่ 5

การทดลอง และการศึกษาโครงสร้างผลึก

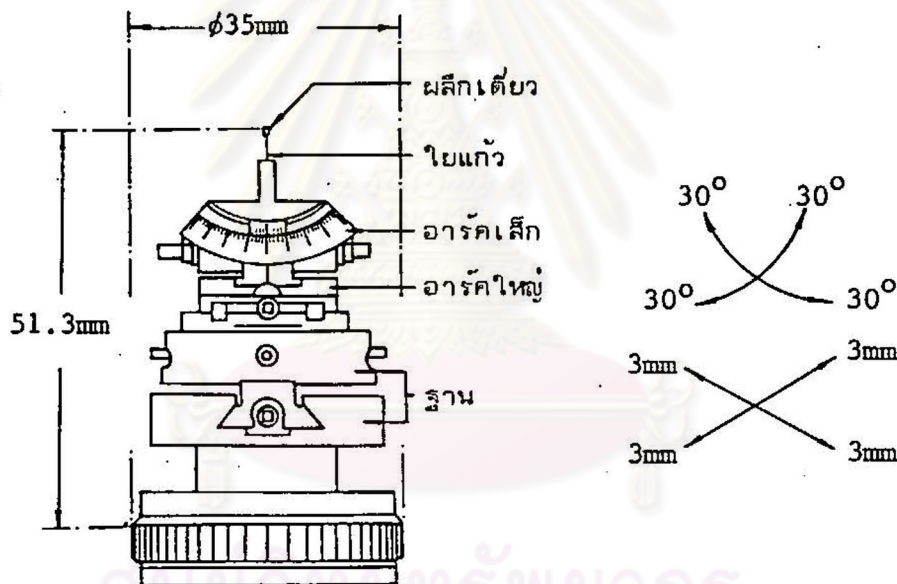
5.1 ลักษณะทั่วไป และการเลือกผลึกเดี่ยว

ผลึกของกรดไฮเพอร์นิคที่ไปในการวิจัยครั้งนี้มีลักษณะทั่วไป เป็นรูปทรงเรขาคณิตขนาดใหญ่ โปร่งใส ดังนั้นในการเลือกผลึกเดี่ยวเบื้องต้นจึงใช้กล้องจุลทรรศน์กับแสงโพลาไรส์ตรวจลึบความสามารถของผลึกว่าผลึกไม่มีรอยร้าว และไม่เป็นผลึกแฝด โดยนำผลึกมาวางไว้ระหว่างแผ่นโพลาไรเซอร์ กับแผ่นอนาไลเซอร์ ที่วางตั้งฉากกัน ถ้าผลึกมีรอยร้าว จะเห็นเป็นเส้นสว่างได้ชัดเจน ผลึกที่นำมาใช้ในการวิจัยครั้งนี้ได้จากการตัดผลึกให้มีขนาดเล็กลง พอเหมาะสำหรับใช้ในการถ่ายภาพ เพื่อเก็บข้อมูลความเข้ม ลักษณะของผลึกเดี่ยวที่ไปเป็นดังแสดงในรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 แบบจำลองของผลึกที่มีรูปร่างและขนาด (มิลลิเมตร) ใกล้เคียงผลึกจริง

หลังจากได้ผลึกที่ต้องการแล้ว ติดผลึกที่ปลายของใยแก้วด้วยกาวคานาดาบัลซัม (canada balsam) โดยติดให้ด้านยาวของผลึกขนานกับแนวแกนของใยแก้ว ใยแก้วที่ใช้ยาวประมาณ 1.5 เซนติเมตร นำปลายของใยแก้วอีกด้านหนึ่งเสียบบนยอดของหัวโกนิโอมิเตอร์ (goniometer head) โดยหัวโกนิโอมิเตอร์ประกอบด้วยอาร์ค 2 อาร์ค คือ อาร์คใหญ่ และอาร์คเล็ก ซึ่งอยู่ในแนวขวางตั้งฉากซึ่งกันและกัน บนอาร์คทั้งสองมีสเกลสำหรับปรับแกนของผลึก ซึ่งสามารถปรับได้เป็นมุม ± 30 องศา เพื่อใช้จัดแกนผลึกให้ตรงตามความต้องการ และใช้อาร์คมีฐานที่เลื่อนได้อีก 2 ชั้น ซึ่งสามารถปรับฐานให้เลื่อนได้เป็นระยะ ± 3 มิลลิเมตร เพื่อใช้ปรับให้ผลึกนิ่งในขณะที่ย้อม ดังแสดงในรูปที่ 5.2



รูปที่ 5.2 หัวโกนิโอมิเตอร์ขณะมีผลึกเดี่ยวติดอยู่

ในการตรวจสอบผลึกว่าเป็นผลึกเดี่ยวหรือไม่นั้น ใช้การถ่ายภาพออสซิลเลชัน โดยให้ผลึกหมุนด้วยมุม ± 15 องศา และใช้เวลาในการถ่ายภาพประมาณ 30 นาที ถ้าผลึกที่เลือกเป็นผลึกเดี่ยว จะได้ลักษณะของจุดสะท้อนซึ่งปรากฏบนฟิล์มเป็นจุดเดี่ยว ๆ

5.2 การหาความหนาแน่นของผลึกกรดไฮเพอริติก

เนื่องจากผลึกกรดไฮเพอริติกที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้เป็นผลึกที่มีน้ำหนักเบามาก ไม่สามารถหาความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่น้ำได้ จึงต้องใช้วิธีการลอยตัว ในของเหลวที่มีความหนาแน่นใกล้เคียง

เคียงกับผลึก จากผลการทดลอง พบว่าผลึกจมในน้ำซึ่งมีความหนาแน่น 1.000 กรัม/ซม.³ และผลึกลอยในเตตระเอธิลีนไกลคอล (tetraethylene glycol) ซึ่งมีความหนาแน่น 1.124 กรัม/ซม.³ ดังนั้น เมื่อเอาของเหลวทั้งสองชนิดข้างต้นผสมกันในอัตราส่วน 0.10:2.90 คำนวณหาความหนาแน่นได้ 1.120 กรัม/ซม.³ (Int. table. Vol. III) พบว่าผลึกแขวนลอยอยู่ได้ นั่นคือความหนาแน่นของผลึกที่ได้จากการทดลอง (D_m) เป็น 1.120 กรัม/ซม.³

$$\text{จาก } D = \frac{MZ}{V} \times 1.66 \times 10^{-24} \text{ กรัม/ซม.}^3 \quad (5.1)$$

เมื่อ Z คือจำนวนโมเลกุลในหนึ่งหน่วยเซลล์

M คือน้ำหนักโมเลกุลของผลึก มีค่าเท่ากับ 234.34

V คือปริมาตรของหนึ่งหน่วยเซลล์ มีค่าเท่ากับ $2,779.9 \times 10^{-24}$ ซม.³

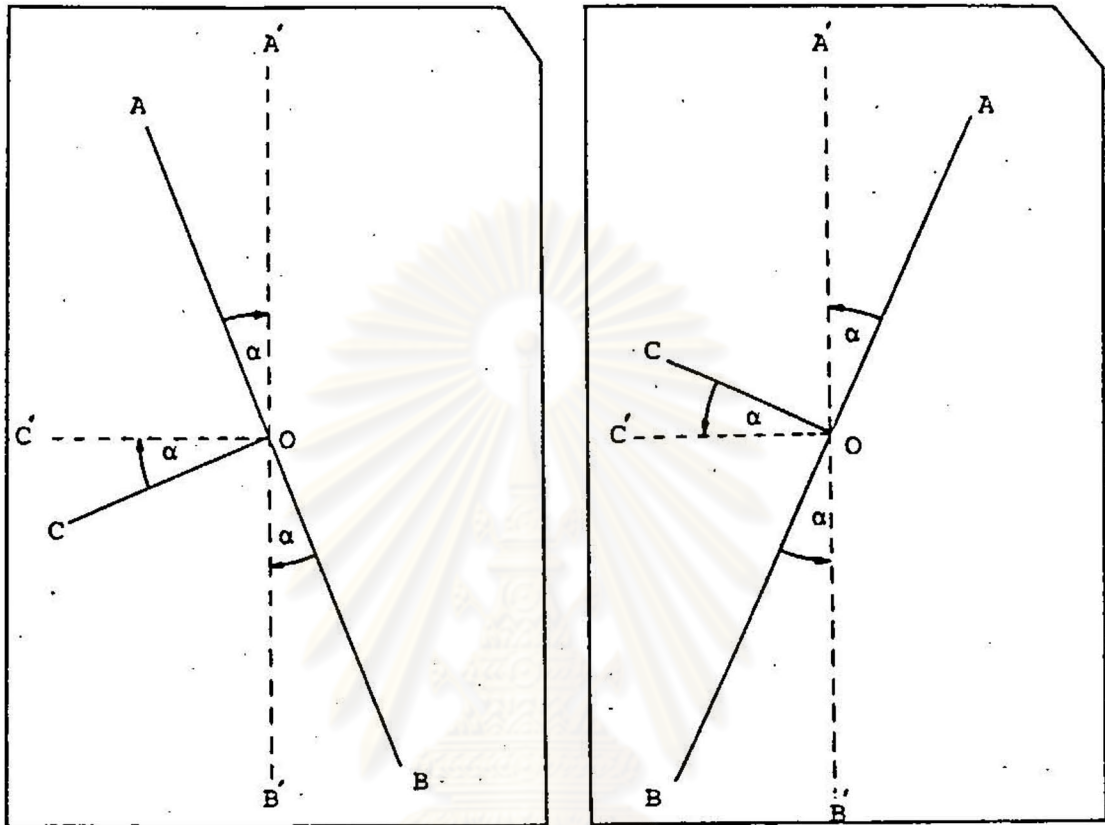
จากการแทนค่า D_m ซึ่งเป็นค่าความหนาแน่นจากการทดลองลงในสมการ (5.1) จะคำนวณได้ค่า Z เป็น 8.004 แต่เนื่องจากค่า Z ต้องเป็นเลขจำนวนเต็ม ดังนั้น Z จึงมีค่าเท่ากับ 8 เมื่อแทนค่านี้กลับลงในสมการ (5.1) เพื่อคำนวณค่าความหนาแน่นของผลึกจากการคำนวณ (D_c) ปรากฏว่าได้ค่า D_c เป็น 1.119 กรัม/ซม.³

5.3 การปรับแกนผลึก

ก่อนที่จะนำผลึกเดี่ยวซึ่งติดบนหัวโกนิโอมิเตอร์ไปถ่ายภาพแบบต่าง ๆ ด้วยรังสีเอ็กซ์ เช่น การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน แบบไวซ์เซ็นเบอร์ก์ หรือแบบพรเซล์สัน สิ่งสำคัญที่ต้องกระทำก่อนอื่นคือ การปรับแกนของผลึก โดยปรับให้แกนหมุนของผลึกตั้งได้ฉากกับแนวของรังสีเอ็กซ์

ขั้นแรกต้องปรับแกนผลึกแบบหยาบ ๆ ก่อน โดยการถ่ายภาพออสซิลเลชันมุมแคบ โดยให้ผลึกหมุนด้วยมุม ± 15 องศา การถ่ายภาพแต่ละครั้งต้องจัดให้อาร์คอันหนึ่งตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ และหันสเกลออกเพื่ออ่านค่ามุมได้สะดวก ใช้เวลาในการถ่ายภาพประมาณ 30 นาที จากรูปที่ 5.3 สัมมติเป็นภาพถ่ายเมื่ออาร์คใหญ่ตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ จุดสะท้อนของเส้นระนาบที่ 0 ปรากฏตามแนว AB โดยแนว OC เป็นแกนหมุนของผลึก ซึ่งยังไม่ตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ วัดมุมที่ต้องปรับได้ α องศา ดังนั้นต้องปรับอาร์คใหญ่ α องศา ทำให้แกนหมุนของผลึกปิดไปอยู่ที่แนว OC' ซึ่งตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ และแนวระนาบที่ 0 ปิดไปด้วยมุม α เช่นเดียวกันไปอยู่ที่แนว A'B' ในกรณีรูปที่ 5.3 (ก) ต้องปรับมุมไปทางบวก และรูปที่ 5.3 (ข) ต้องปรับมุมไปทางลบ เมื่อปรับอาร์คใหญ่แล้ว ต้องปรับอาร์คเล็กในทำนองเดียวกัน ทำสลับกันจนแกนผลึก

ผิดที่ไปน้อยกว่า 1-2 องศา จึงปรับละเอียดต่อไป



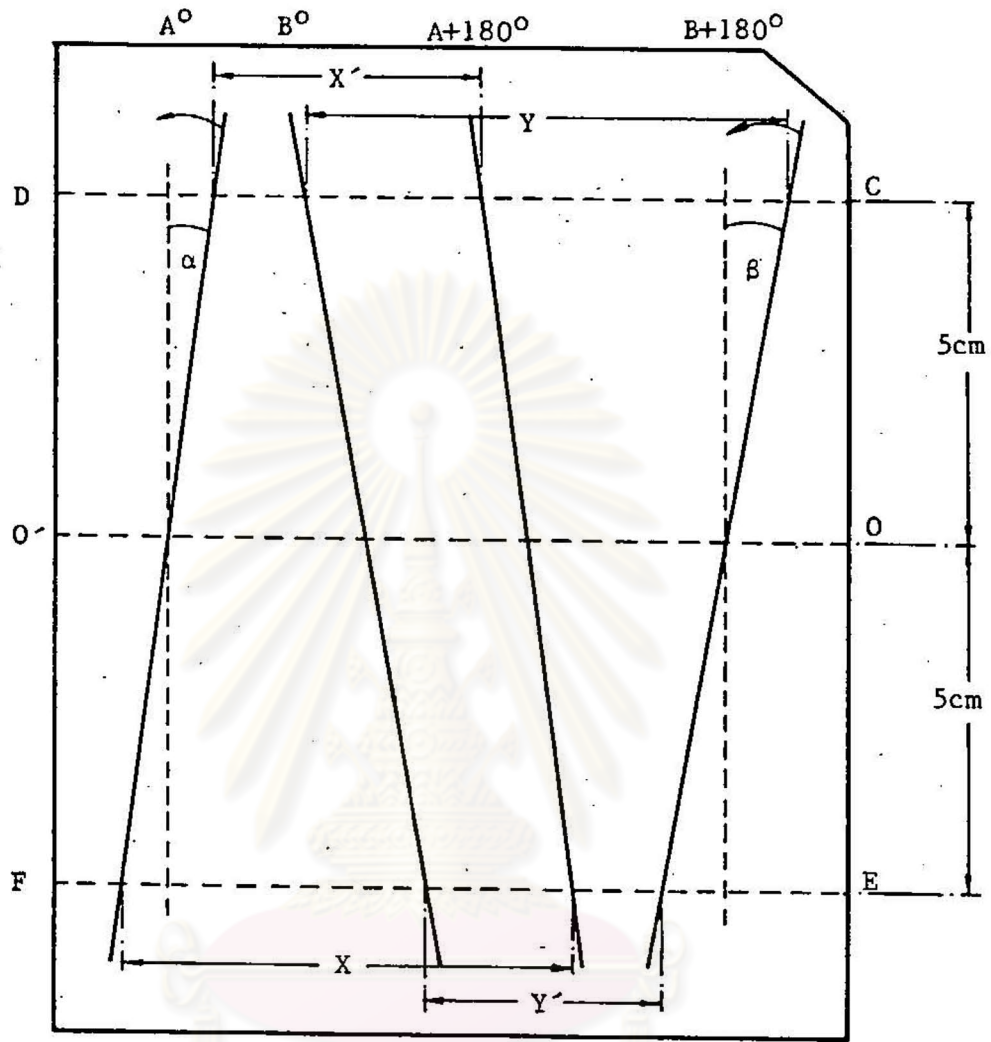
(ก)

(ข)

รูปที่ 5.3 มุมและทิศทางที่ต้องปรับอาร์คในการปรับแกนผลึก

ขั้นต่อมาเป็นการปรับแกนผลึกอย่างละเอียด โดยการถ่ายภาพออสซิลเลชันมุมแคบเช่นเดียวกับวิธีการปรับหยาบ โดยถ่ายภาพของอาร์คทั้งสองบนฟิล์มเดียวกัน ผลิตให้แต่ละอาร์คตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ 2 ครั้ง สลับกันไป เวลาในการถ่ายแต่ละครั้งประมาณ 30-40 นาที และเลื่อนกลไกฟิล์มเพื่อบันทึกภาพการเลี้ยวเบนบนฟิล์มเดียวกัน จากรูปที่ 5.4 สัมผัสลำดับการถ่ายภาพมีดังนี้

1. อาร์คใหญ่ตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ หันล่เกลเข้าเมื่อหัวโกนโอมิเตอร์อยู่ที่ A องศา
2. อาร์คเล็กตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ หันล่เกลเข้าเมื่อหัวโกนโอมิเตอร์อยู่ที่ B องศา
3. อาร์คใหญ่ตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ หันล่เกลออกเมื่อหัวโกนโอมิเตอร์อยู่ที่ A + 180 องศา
4. อาร์คเล็กตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์ หันล่เกลออกเมื่อหัวโกนโอมิเตอร์อยู่ที่ B + 180 องศา



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 5.4 การหาค่ามุมในการปรับแกนหมุนอย่างละเอียด

ค่าของมุมที่ต้องปรับหาได้โดยลากเส้นตรง OO' ผ่านจุดกึ่งกลางเงาของตัวสกัดรังสี-
เอ็กซ์ (beam stop) ของแต่ละครั้ง ลากเส้นตรง CD, EF ขนานกับเส้นตรง OO' โดยมี
ระยะห่างจากเส้นตรง OO' เป็น 5 เซนติเมตร ค่ามุมที่ต้องแก้บนอาร์คใหญ่ และอาร์คเล็กเป็น
 α และ β องศา ตามลำดับ ซึ่งคำนวณได้จากสูตร

$$2 \tan \alpha = \frac{|X-X'|}{10}$$

$$2 \tan \beta = \frac{|Y-Y'|}{10}$$

$$\begin{aligned} \alpha &= \tan^{-1} \frac{|X-X'|}{20} \\ \beta &= \tan^{-1} \frac{|Y-Y'|}{20} \end{aligned} \quad (5.2)$$

โดยที่ค่า X , X' , Y และ Y' เป็นระยะ (เช่นติเมตร) ที่วัดได้โดยตรงจากแผ่นฟิล์ม เมื่อปรับอาร์คทั้งสองไปเป็นมุม α และ β แล้ว ถ่ายภาพปรับละเอียดในตำแหน่งเดียวกันนี้ซ้ำอีกจนกระทั่งได้ระยะ $X = X'$ และ $Y = Y'$ จึงแสดงว่าแกนหมุนของผลึกตั้งฉากกับรังสีเอ็กซ์อย่างถูกต้อง

5.4 การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน

หลังจากปรับแกนหมุนของผลึกให้ตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์เรียบร้อยแล้ว จึงนำผลึกมาถ่ายภาพด้วยวิธีผลึกหมุน เพื่อคำนวณค่าคงที่โครงสร้างผลึกตามแนวแกนหมุน ในที่นี้เลือกแกน a เป็นแกนหมุน การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน ใช้กล้องไวซ์เซ็นเบอร์กรังแบบเอ็นราฟ-โนเนเยล์ รังสีเอ็กซ์จากเป้าทองแดงชนิด K_{α} มีความยาวคลื่น 1.5418 \AA ใช้โลหะนิกเกิลเป็นตัวกรอง (filter) รังสีเอ็กซ์



รูปที่ 5.5 (ก) ภาพถ่ายแบบผลึกหมุนรอบแกน a ของผลึกกรดไซเพอริกในช่องมุม ± 50 องศา ใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ ใช้เวลาถ่ายภาพ 9 ชั่วโมง

ตารางที่ 5.1 แสดงการหาค่าคงที่โครงผลึกตามแกน a จากภาพถ่ายแบบผลึกหมุนเมื่อใช้ CuK_α
 $(\lambda = 1.5418 \text{ \AA}) \quad r = 28.65 \text{ มม.}$

| h | $2Y_h$ (มม.) | $\tan v = \frac{Y_h}{r}$ | $\sin v$ | $\frac{a}{\lambda} = \frac{h}{\sin v}$ | a (\AA) |
|---|--------------|--------------------------|----------|--|----------------------------|
| 1 | 11.10 | 0.194 | 0.190 | 5.26 | 8.11 |
| 2 | 23.50 | 0.410 | 0.379 | 5.27 | 8.13 |
| 3 | 39.50 | 0.689 | 0.568 | 5.29 | 8.15 |
| 4 | 66.50 | 1.160 | 0.757 | 5.28 | 8.14 |
| | | | | | $\langle a \rangle = 8.13$ |



รูปที่ 5.5 (ข) ภาพถ่ายแบบผลึกหมุนรอบแกน c ของผลึกกรดไซเพอริคในช่วงมุม ± 50 องศา ใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_α ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ นิ Ni เป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ ใช้เวลาถ่ายภาพ 9 ชั่วโมง

ตารางที่ 5.2 แสดงการหาค่าคงที่โครงสร้างผลึกตามแกน c จากภาพถ่ายแบบผลึกหมุน เมื่อใช้ CuK_α
 ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) $r = 28.65 \text{ มม.}$

| 1 | $2Y_1$ (มม.) | $\tan v = \frac{Y_1}{r}$ | $\sin v$ | $\frac{c}{\lambda} = \frac{1}{\sin v}$ | c (\AA) |
|---|--------------|--------------------------|----------|--|-----------------------------|
| 1 | 3.20 | 0.056 | 0.056 | 17.93 | 27.65 |
| 2 | 6.40 | 0.112 | 0.111 | 18.02 | 27.78 |
| 3 | 9.70 | 0.169 | 0.167 | 17.97 | 27.71 |
| 4 | 13.10 | 0.229 | 0.223 | 17.95 | 27.67 |
| 5 | 16.60 | 0.290 | 0.278 | 17.97 | 27.70 |
| 6 | 20.30 | 0.354 | 0.334 | 17.97 | 27.70 |
| 7 | 24.30 | 0.424 | 0.390 | 17.93 | 27.64 |
| | | | | | $\langle c \rangle = 27.69$ |

ตารางที่ 5.1 และ 5.2 แสดงการคำนวณค่าคงที่โครงสร้างผลึกตามแนวแกน a และ c โดยอาศัยความสัมพันธ์ของสมการ (2.30) ผลที่ได้คือ ค่าของ a และ c มีค่าเท่ากับ 8.13 และ 27.69 อังสตรอม (\AA) ตามลำดับ ค่าของ a และ c ที่คำนวณได้นี้เป็นค่าที่ใช้ในการคำนวณทั่วไปเบื้องต้นเท่านั้น ซึ่งค่าคงที่โครงสร้างผลึกอย่างละเอียดจะหาได้จากวิธีการถ่ายภาพแบบผลึกผง (powder method) โดยจะได้กล่าวต่อไปในภายหลัง

5.5 การถ่ายภาพแบบไวซ์เชินเบอร์ก์

หลังจากนำผลึกไปถ่ายภาพแบบผลึกหมุน เรียบร้อยแล้ว ขึ้นต่อไปถึงนำผลึกที่ปรับแกนแล้วนั้นมาถ่ายภาพแบบไวซ์เชินเบอร์ก์ เพื่อหาข้อมูลที่เหลือของผลึก คือ ค่าคงที่โครงสร้างผลึก b, c และมุม α ซึ่งทราบได้เมื่อใช้แกน a เป็นแกนหมุน หรือค่า a, b และมุม γ ในกรณีใช้ c เป็นแกนหมุน นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้เพิ่มขึ้นจากการถ่ายภาพแบบไวซ์เชินเบอร์ก์ คือ การตรวจสอบหาหมู่สมมาตรสามมิติของผลึก และการเก็บข้อมูลความเข้มของจุดสะท้อน (hkl) ต่าง ๆ

การถ่ายภาพผลึกแบบไวซ์เชินเบอร์ก์ ใช้กล้องไวซ์เชินเบอร์ก์แบบเอ็นราฟ-โนเนียล (Enraf-Nonius Weissenberg Y801) รังสีเอ็กซ์จากเป้าทองแดงชนิด K_α ความยาวคลื่น

1.5418 Å Ni เป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ จะถ่ายภาพให้
 ผลึกหมึกสับไปมาในช่วง ± 110 องศา โดยฟิล์มจะเคลื่อนที่อยู่นิ่ง ± 55 มิลลิเมตร ตารางที่
 5.3 แสดงค่ามุมเอียง μ_h และระยะเลื่อน S_h ของระนาบจุดสะท้อน hkl ที่ $h = 1$ ถึง 4
 ตามแนวแกน a และตารางที่ 5.4 แสดงค่ามุมเอียง μ_1 และระยะเลื่อน S_1 ของระนาบ
 จุดสะท้อน hkl ชั้นที่ $l = 1$ ถึง 7 ตามแนวแกน c โดยคำนวณได้จากสมการ (2.34)
 และ (2.35)

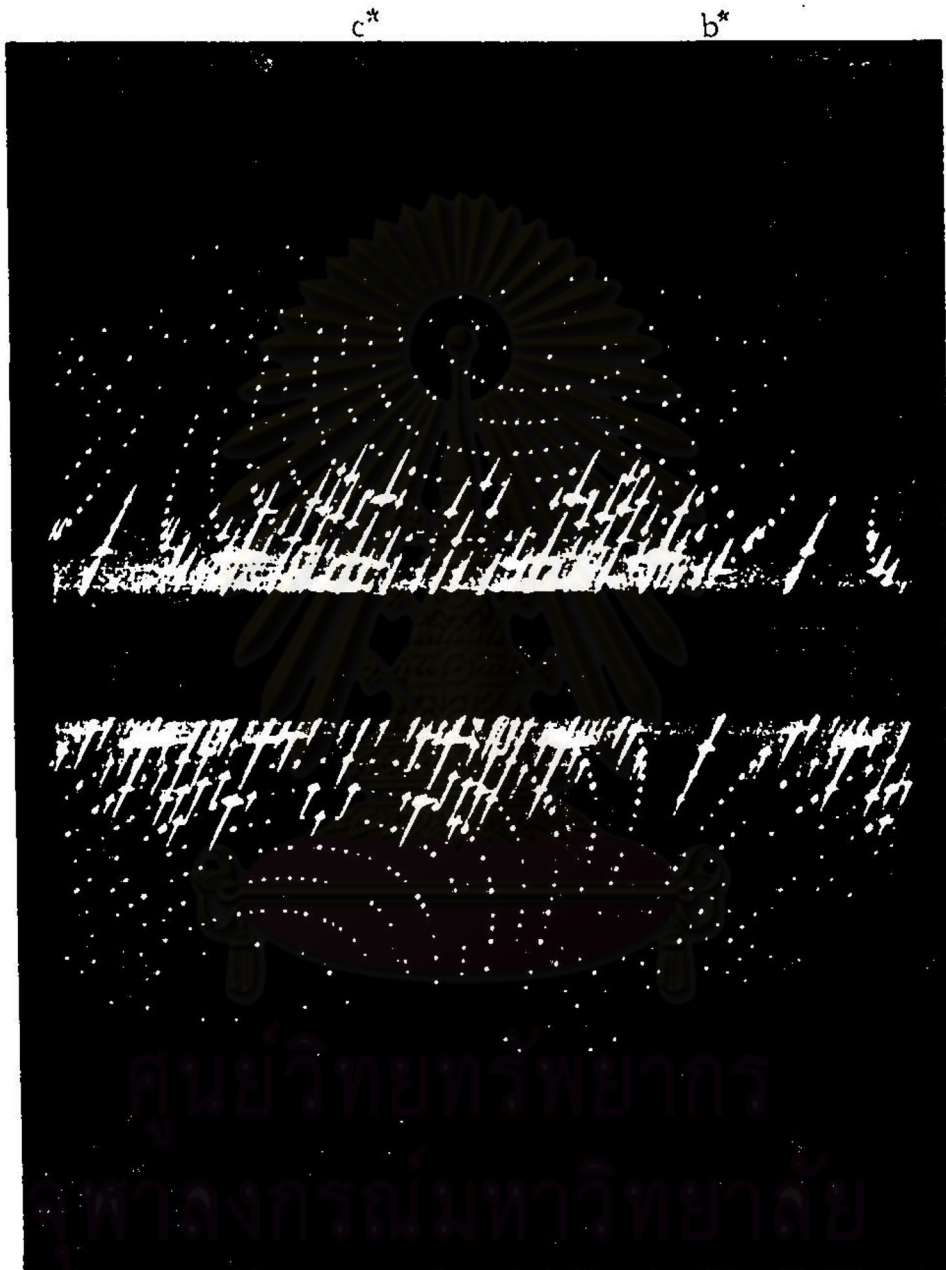
ตารางที่ 5.3 แสดงค่ามุมเอียง μ_h และระยะเลื่อน S_h เมื่อ a เป็นแกนหมุน

| ระนาบที่ | Y_h (มม.) | μ_h (องศา) | S_h (มม.) |
|----------|-------------|----------------|-------------|
| 1k1 | 5.6 | 5.5 | 2.5 |
| 2k1 | 11.8 | 11.0 | 4.9 |
| 3k1 | 19.8 | 16.5 | 7.6 |
| 4k1 | 33.3 | 22.3 | 10.4 |

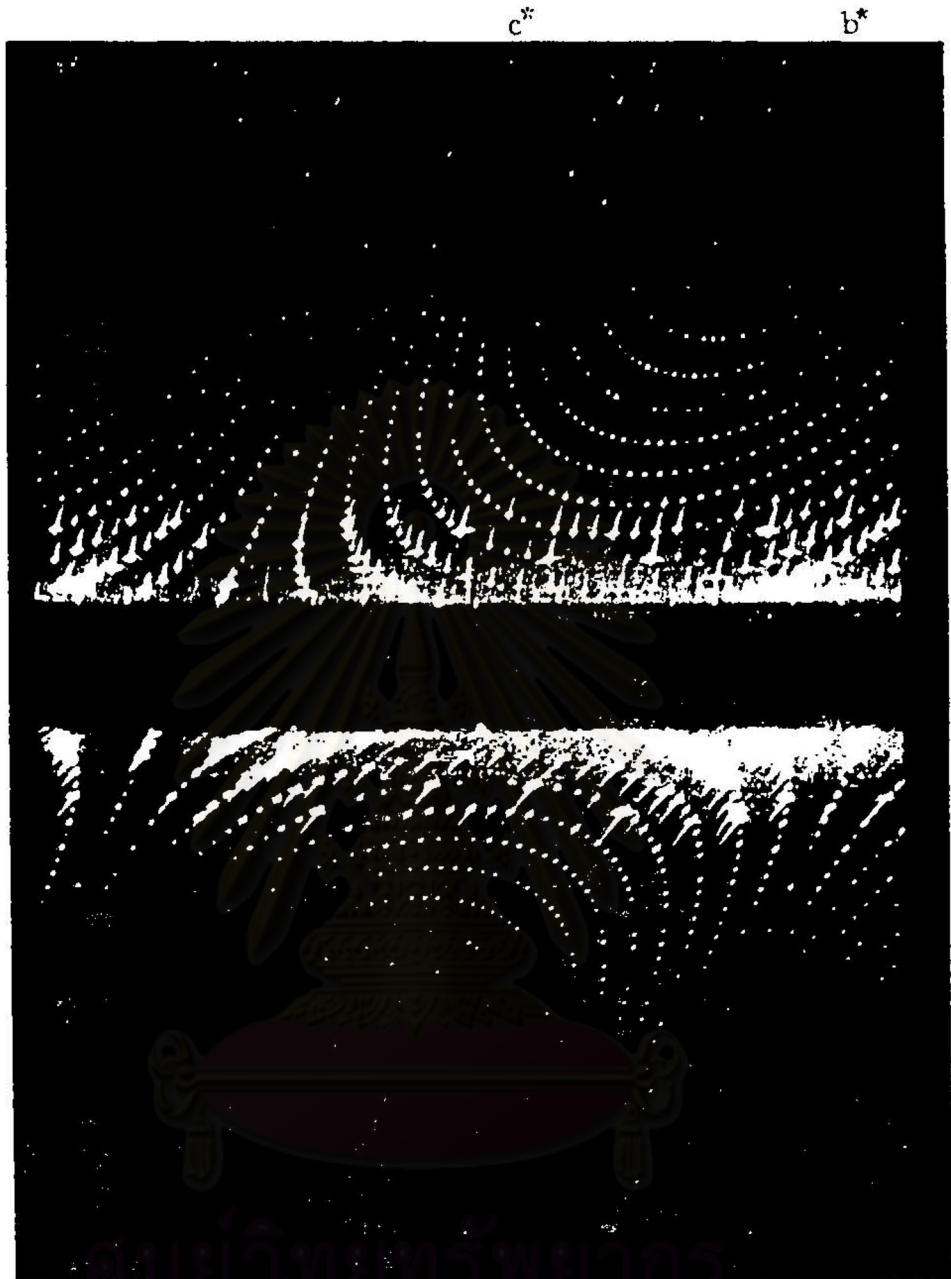
ตารางที่ 5.4 แสดงค่ามุมเอียง μ_1 และระยะเลื่อน S_1 เมื่อ c เป็นแกนหมุน

| ระนาบที่ | Y_1 (มม.) | μ_1 (องศา) | S_1 (มม.) |
|----------|-------------|----------------|-------------|
| hk1 | 1.6 | 1.6 | 0.7 |
| hk2 | 3.2 | 3.2 | 1.4 |
| hk3 | 4.9 | 4.8 | 2.2 |
| hk4 | 6.6 | 6.4 | 2.9 |
| hk5 | 8.3 | 8.0 | 3.6 |
| hk6 | 10.2 | 9.6 | 4.3 |
| hk7 | 12.2 | 11.3 | 5.1 |

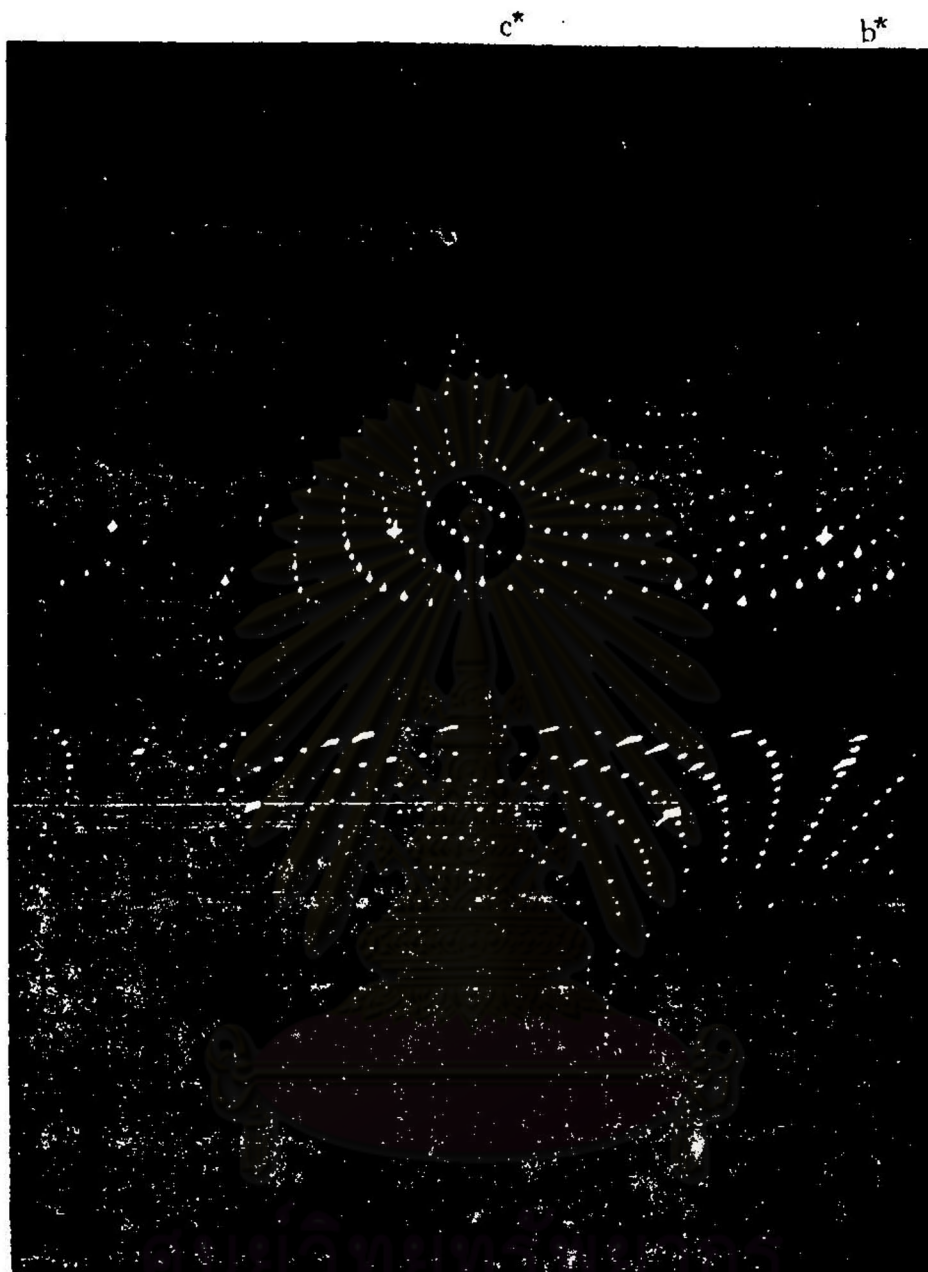
ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ริกตามแนวแกน a และ c แสดงถึงรูปที่ 5.6 (ก), (ข), (ค), (ง) และ (จ) ตามลำดับ



รูปที่ 5.6 (ก) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ริกขนาดที่ 0 ขึ้น ok1 ของผลึกกรดไขมันเฟอร์ริก เมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_α ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง



รูปที่ 5.6 (ข) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ที่ 1 ชั้น 1×1 ของผลึกกรดไฮเพอร์นิก เมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_α ณ ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง



รูปที่ 5.6 (ค) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ที่ 2 ชั้น 2k1 ของผลึกกรดไซเพอริก เมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_α ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ ผ Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง

a*

b*



รูปที่ 5.6 (ง) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ที่ระนาบที่ 0 ชั้น hko ของผลึกกรดไฮเพอร์นิค เมื่อ c เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีแคโทด CuK_α ๓ ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 70 ชั่วโมง



รูปที่ 5.6 (จ) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ระยะนาบที่ 1 ชั้น hkl ของผลึกกรดไฮเพอริติก เมื่อ C เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลต์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 70 ชั่วโมง

กรณีใช้แกน a เป็นแกนหมุน บนภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก็จะปรากฏแกน b^* และ c^* การคำนวณ เพื่อหาค่าคงที่โครงสร้างที่เหลือจะโยกจากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ระนาบที่ 0 โดยจะต้องลองกำหนดค่าดัชนีผลเลอริ่งของจุดสะท้อนบนเส้นเซ็นทรัลแลททิส์หลาย ๆ จุด วัดระยะ Z ของคู่จุดสะท้อนที่สมมูลกันเหล่านั้นแทนลงในสมการ (2.39) หรือ (2.40) เพื่อคำนวณค่าคงที่โครงสร้าง ถ้าได้ค่าใกล้เคียงกันก็แสดงว่าค่าดัชนีผลเลอริ่งที่กำหนดถูกต้อง และได้ค่าคงที่โครงสร้างที่ถูกต้องด้วย ตารางที่ 5.5 และ 5.6 แสดงผลการคำนวณค่าคงที่โครงสร้างตามแนวแกน b และแกน c พบว่ามีค่าเท่ากับ 12.45 และ 27.66 อังสตรอม (\AA) ตามลำดับ ระยะระหว่างแกน b^* และ c^* บนภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์มีค่าเท่ากับ 45 มิลลิเมตร นั่นคือ มุม α^* มีค่าเท่ากับ 90 องศา แสดงว่ามุม α มีค่าเป็น 90 องศา และจากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ระนาบที่ 0 เมื่อใช้แกน c เป็นแกนหมุน วัดระยะระหว่างแกน a^* และ b^* ได้ 45 มิลลิเมตร จึงแสดงว่ามุม γ มีค่าเท่ากับ 90 องศา

จากการทราบค่าของ a , b , c , α และ γ พบว่า $a \neq b \neq c$ มุม $\alpha = \gamma = 90$ องศา และทราบสมมาตรรอบแกนทั้งสาม จึงสรุปได้ว่า ผลึกกรตไอโซเพอริมิคจัดอยู่ในระบบออร์โธรอมบิก (orthorhombic) ซึ่งมีคุณสมบัติว่า $a \neq b \neq c$ และ $\alpha = \beta = \gamma = 90$ องศา

ตารางที่ 5.5 แสดงผลการคำนวณค่าคงที่โครงสร้างตามแนวแกน b จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ระนาบที่ 0 ชั้น $0k1$

| h | k | l | Z (มม.) | $\sin (Z/\sqrt{5})$ | $\frac{b}{k} = \frac{\lambda}{2 \sin \frac{Z}{\sqrt{5}}}$ | b (\AA) |
|-----|-----|-----|-----------|---------------------|---|-----------------------------|
| 0 | 4 | 0 | 32.00 | 0.247 | 3.12 | 12.47 |
| 0 | 6 | 0 | 48.75 | 0.371 | 2.07 | 12.45 |
| 0 | 8 | 0 | 66.40 | 0.495 | 1.56 | 12.45 |
| 0 | 10 | 0 | 85.50 | 0.619 | 1.24 | 12.45 |
| | | | | | | $\langle b \rangle = 12.45$ |



ตารางที่ 5.6 แสดงผลการคำนวณค่าคงที่โครงผลึกตามแนวแกน c จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ที่
ระนาบที่ 0 ขึ้น okl

| h | k | l | Z (มม.) | $\sin (Z / \sqrt{5})$ | $\frac{c}{l} = \frac{\lambda}{2 \sin \left(\frac{Z}{\sqrt{5}} \right)}$ | c (Å) |
|---|---|----|---------|-----------------------|--|-------------|
| 0 | 0 | 4 | 14.30 | 0.111 | 6.92 | 27.68 |
| 0 | 0 | 8 | 28.80 | 0.223 | 3.46 | 27.67 |
| 0 | 0 | 10 | 36.20 | 0.279 | 2.76 | 27.65 |
| 0 | 0 | 12 | 43.70 | 0.334 | 2.30 | 27.65 |
| | | | | | | <c> = 27.66 |

5.6 การถ่ายภาพแบบพร็เซสชัน

การถ่ายภาพด้วยวิธีนี้เป็นที่นิยมใช้ในการตรวจหาหมู่สัมมาตรสามมิติของผลึก ทั้งนี้ เพราะภาพถ่ายที่ได้เกิดจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากผลึกที่มีแกนสำคัญขนควงรอบลำรังสีเอ็กซ์ ทำให้ภาพถ่ายของแต่ละระนาบปรากฏบนฟิล์มตั้งที่เป็นอยู่จริง ในการถ่ายภาพแบบพร็เซสชันนี้ ใช้กล้องฮินกิเกรตติงพร็เซสชันแบบเอ็นราฟ-โนเนียส (Enraf-Nonius Precession FR 504-A) รังสีเอ็กซ์จากเป้าโมลิบดีนัม (Mo) ชนิด K_{α} ความยาวคลื่น 0.7107 Å ที่ 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์ มีโลหะเซอร์โคเนียม (Zr) เป็นตัวกรอง ภาพถ่ายพร็เซสชันที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 5.7 (ก), (ข), (ค), (ง), (จ), และ (ฉ) และใช้ค่าของ \bar{m} , r_s , Δ , d^* , Fd^* และ S ดังแสดงในตารางที่ 5.7 และ 5.8

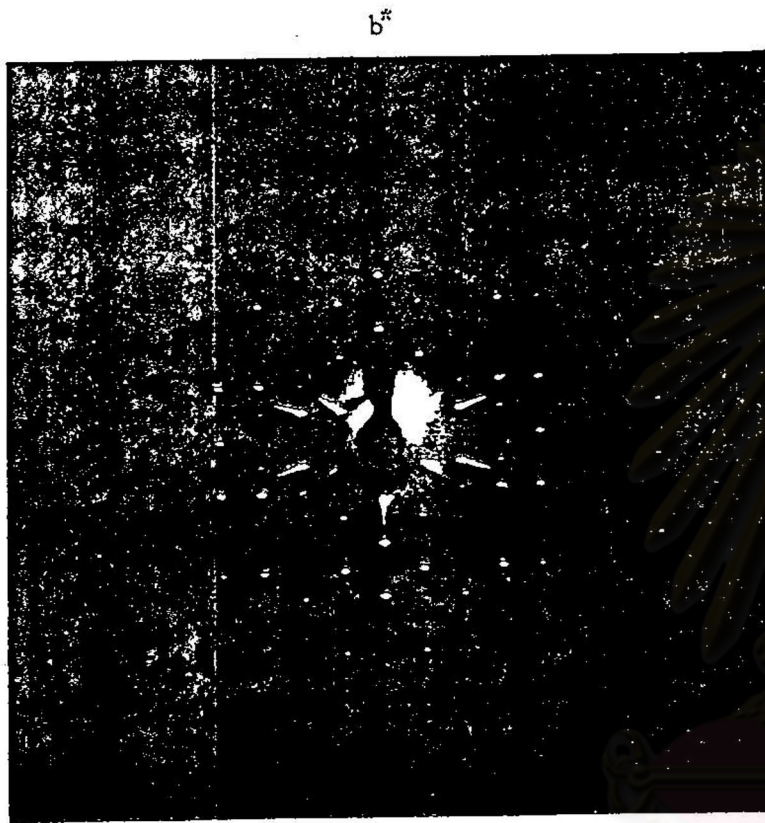
ตารางที่ 5.7 แสดงค่า \bar{u} , r_s , Δ , Fd^* และ S ที่ใช้สำหรับการถ่ายภาพพรเซล์ชั้นในแต่ละระนาบ โดยมีแกน c (27.672 \AA) เป็นแกนพรเซล์ ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)

| ระนาบที่ | ชั้น | \bar{u} (องศา) | r_s (มม.) | Δ (มม.) | $d^* \left(= \frac{n\lambda}{d} \right)$ | Fd^* | S (มม.) |
|----------|------|------------------|-------------|----------------|---|--------|-----------|
| 0 | hko | 20 | 15 | 1 | 0.00 | 0.00 | 41.2 |
| 1 | hk1 | 20 | 15 | 1 | 0.02 | 1.54 | 33.8 |
| 2 | hk2 | 20 | 15 | 1 | 0.05 | 3.08 | 29.0 |
| 3 | hk3 | 20 | 15 | 1 | 0.08 | 4.62 | 25.6 |

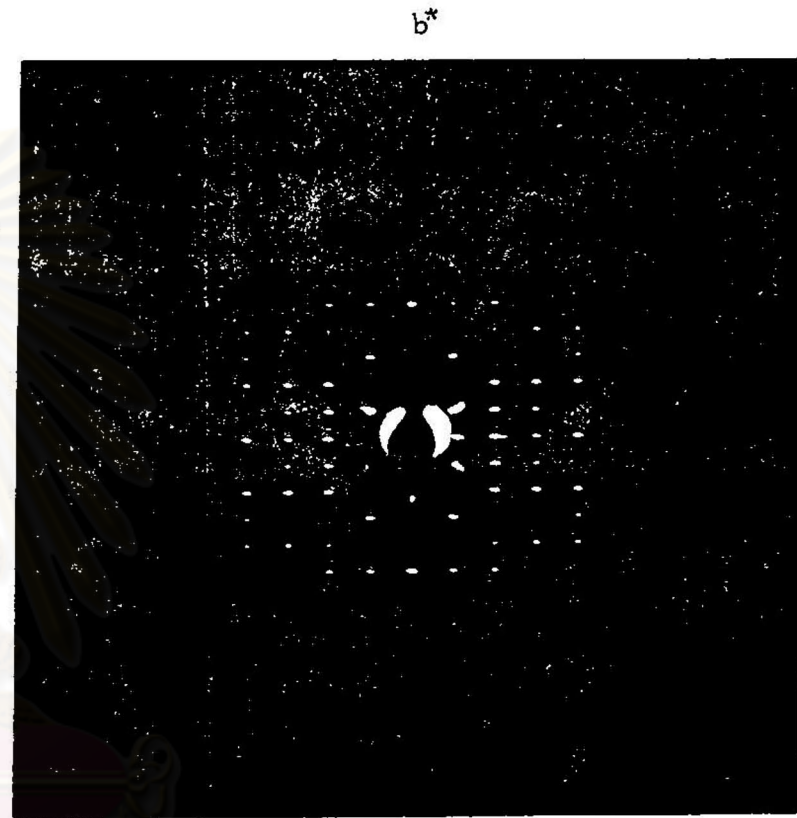
ตารางที่ 5.8 แสดงค่า \bar{u} , r_s , Δ , Fd^* และ S ที่ใช้สำหรับการถ่ายภาพพรเซล์ชั้นในแต่ละระนาบ โดยมีแกน b (12.366 \AA) เป็นแกนพรเซล์ ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)

| ระนาบที่ | ชั้น | \bar{u} (องศา) | r_s (มม.) | Δ (มม.) | $d^* \left(= \frac{n\lambda}{d} \right)$ | Fd^* | S (มม.) |
|----------|------|------------------|-------------|----------------|---|--------|-----------|
| 0 | h0l | 20 | 15 | 1 | 0.00 | 0.00 | 41.2 |
| 1 | h1l | 20 | 15 | 1 | 0.06 | 3.45 | 28.1 |
| 2 | h2l | 20 | 15 | 1 | 0.11 | 6.90 | 21.9 |
| 3 | h3l | 20 | 20 | 1 | 0.17 | 10.34 | 23.9 |

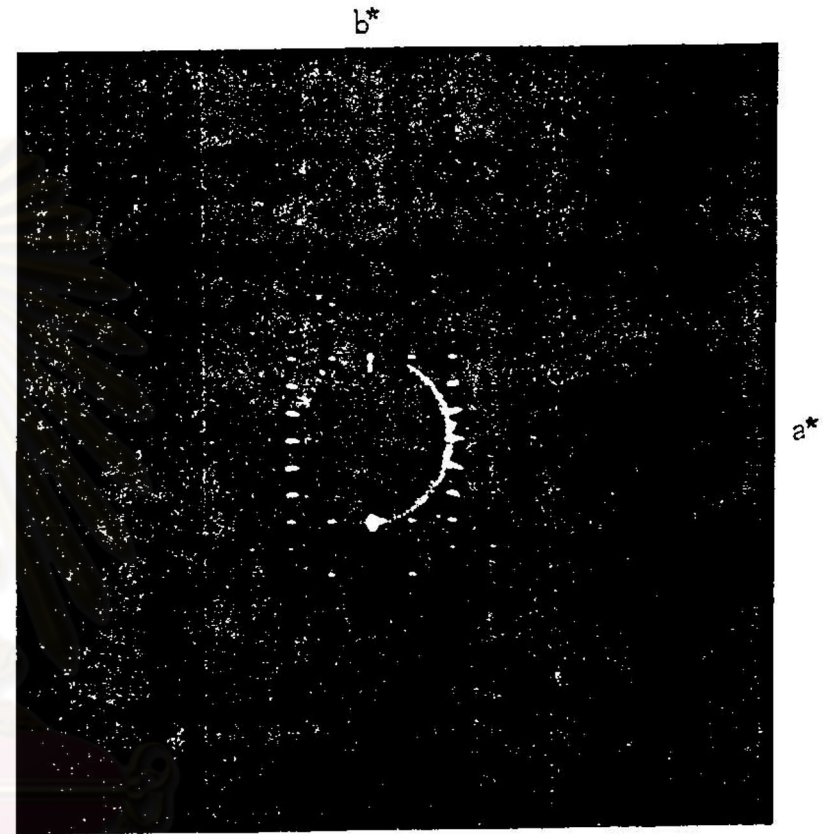
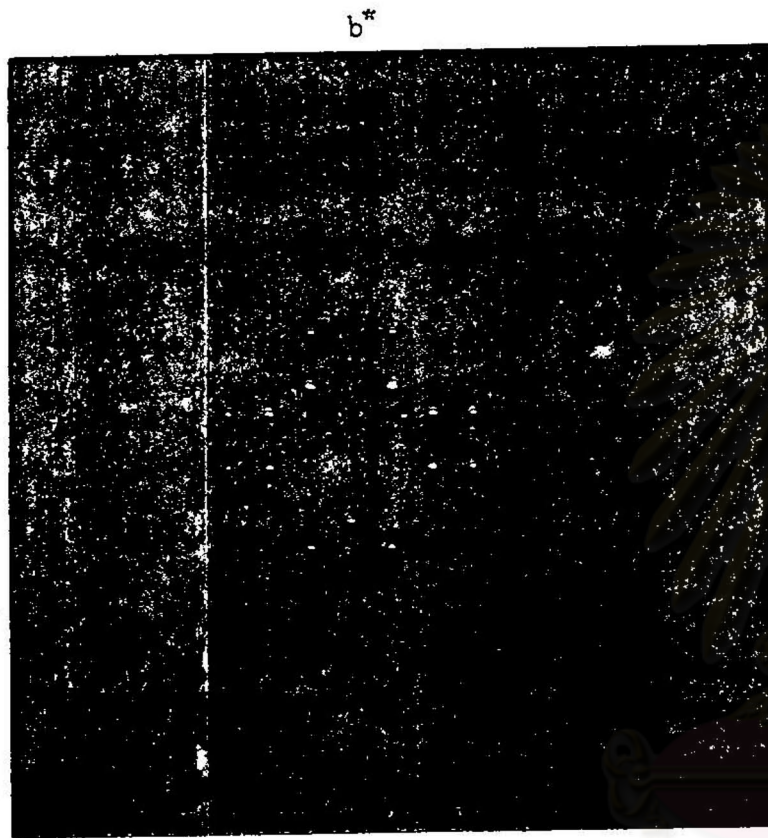
จากภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 0 เมื่อแกน c เป็นแกนพรเซล์ สามารถคำนวณหาค่าคงที่โครงผลึก a และ b ได้ ประกอบกับจากภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 0 เมื่อแกน b เป็นแกนพรเซล์ สามารถคำนวณหาค่าคงที่โครงผลึก a และ c ได้ โดยใช้ความสัมพันธ์จากสมการ (3.27) ซึ่งผลการคำนวณค่าคงที่โครงผลึกแสดงในตารางที่ 5.9, 5.10 และ 5.11



รูปที่ 5.7 (ก) ภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 0 ชั้น hko เมื่อแกน c เป็นแกนพรเซล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK $_{\alpha}$ 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ไข่เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)



รูปที่ 5.7 (ข) ภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 1 ชั้น hkl เมื่อแกน c เป็นแกนพรเซล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK $_{\alpha}$ 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ไข่เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)

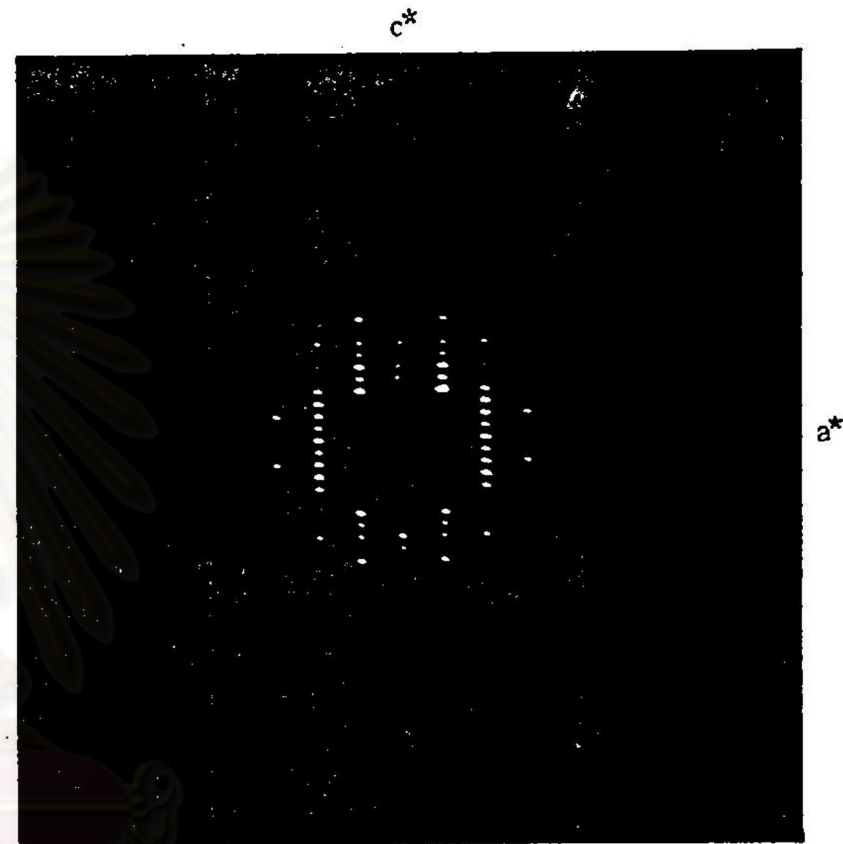


รูปที่ 5.7 (ค) ภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 2 ชั้น hk2 เมื่อแกน c เป็นแกนพรเซล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK_{α} 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)

รูปที่ 5.7 (ง) ภาพถ่ายพรเซล์ชั้นระนาบที่ 3 ชั้น hk3 เมื่อแกน c เป็นแกนพรเซล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK_{α} 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)



รูปที่ 5.7 (ค) ภาพถ่ายพร็เซลล์ชั้นระนาบที่ 0 ชั้น $h0l$ เมื่อแกน b เป็นแกนพร็เซลล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK_{α} 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)



รูปที่ 5.7 (จ) ภาพถ่ายพร็เซลล์ชั้นระนาบที่ 1 ชั้น $h1l$ เมื่อแกน b เป็นแกนพร็เซลล์ $\bar{\mu} = 30$ องศา (MoK_{α} 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)

ตารางที่ 5.9 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน a จากภาพถ่ายพรังเซลล์ย้อนเมื่อ c เป็นแกนพรังเซลล์ ใช้ MoK_α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)

| h k l | d_a (มม.) | $\frac{a}{h} = \frac{\lambda \times 60}{d_a}$ | a (\AA) |
|-------|-------------|---|----------------------------|
| 2 6 0 | 10.50 | 4.06 | 8.12 |
| 4 0 0 | 21.00 | 2.03 | 8.12 |
| 6 4 0 | 31.50 | 1.35 | 8.12 |
| 7 4 0 | 36.80 | 1.16 | 8.11 |
| | | | $\langle a \rangle = 8.12$ |

ตารางที่ 5.10 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน b จากภาพถ่ายพรังเซลล์ย้อนเมื่อ c เป็นแกนพรังเซลล์ ใช้ MoK_α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)

| h k l | d_b (มม.) | $\frac{b}{k} = \frac{\lambda \times 60}{d_b}$ | b (\AA) |
|-------|-------------|---|-----------------------------|
| 0 4 0 | 13.75 | 3.10 | 12.40 |
| 3 5 0 | 17.25 | 2.47 | 12.36 |
| 2 6 0 | 20.70 | 2.06 | 12.36 |
| 5 7 0 | 24.10 | 1.77 | 12.38 |
| 1 8 0 | 27.50 | 1.55 | 12.40 |
| | | | $\langle b \rangle = 12.38$ |

ตารางที่ 5.11 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน c จากภาพถ่ายรังสีเอ็กซ์เมื่อ b เป็นแกนรังสีเอ็กซ์ MoK α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)

| h k l | d_c (มม.) | $\frac{c}{l} = \frac{\lambda \times 60}{d_c}$ | c (\AA) |
|--------|-------------|---|-----------------------------|
| 2 0 5 | 7.70 | 5.54 | 27.69 |
| 2 0 7 | 10.80 | 3.95 | 27.64 |
| 2 0 8 | 12.30 | 3.47 | 27.73 |
| 2 0 9 | 13.90 | 3.07 | 27.61 |
| 4 0 12 | 18.50 | 2.30 | 27.66 |
| | | | $\langle c \rangle = 27.67$ |

5.7 ค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียด

ค่าคงที่โครงผลึกที่คำนวณได้จากภาพถ่ายแบบผลึกหมุน แบบไวซ์เซ็นเบอร์ก์ และแบบพรเซล์ซันนั้นเป็นค่าเบื้องต้น สำหรับค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียด คำนวณได้จากภาพถ่ายแบบผลึกผง โดยการถ่ายภาพด้วยกล้องกีเคียร์เอกซ์แบบ XDC 700 (XDC 700 Guinier-Hagg focusing camera) วิธีถ่ายภาพผลึกผงทำโดยนำผลึกมาบดให้มีขนาดพอเหมาะ คือมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 10^{-2} - 10^{-4} เซนติเมตร จากนั้นผสมสารซิลิกอนบริสุทธิ์ 99.99% ($a = 5.43054 \text{ \AA}$) ลงไปประมาณหนึ่งในสามของสารที่ต้องการนำมาถ่ายภาพ เพื่อใช้ซิลิกอนเป็นสารมาตรฐานสำหรับแก้ความคลาดเคลื่อนอย่างเป็นระบบของมุมแบรกก์ แล้วใช้โทปที่ไม่มีผลต่อการเดินทางของรังสีเอ็กซ์ปิดตรงบริเวณช่องว่างของภาชนะที่ใส่เตรียมสาร เทสารที่ผสมกับซิลิกอนแล้วลงตรงช่องว่างนั้น เคาะภาชนะเพื่อให้สารกระจายไปทั่วภาชนะอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำสารไปอบรังสีเอ็กซ์ ลักษณะของภาพถ่ายผลึกผงของกรดโซเฟอริกนิกแสดงดังรูปที่ 5.8

รูปที่ 5.8 ภาพถ่ายผลึกผงของผลึกกรดไฮเพอรินิกด้วยกล้องกีเมียร์ - เอกซ์ แบบ XDC 700
ใช้รังสีเอ็กซ์ $\text{Cu K}\alpha_1$ ($\lambda = 1.54051 \text{ \AA}$)

ข้อมูลที่ได้จากภาพถ่ายผลึกผงเพื่อนำมาคำนวณค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียด คือ ตำแหน่งของเส้นการเลี้ยวเบนที่ปรากฏบนฟิล์ม โดยวัดเทียบกับเส้นแรก หรือเส้นปฐมภูมิ (primary beam) ซึ่งเกิดจากรังสีเอ็กซ์ที่ไม่เกิดการเลี้ยวเบน โดยให้ตำแหน่งเส้นปฐมภูมิเป็น S_0 ส่วนตำแหน่งของเส้นอื่นที่วัดได้ให้เป็น S_n ดังนั้นระยะของตำแหน่งเส้นที่วัดได้ เมื่อเทียบกับเส้นปฐมภูมิเป็น $S_n - S_0$ มิลลิเมตร ขั้นตอนในการคำนวณหลังจากได้ตำแหน่ง S_0 และ $S_n - S_0$ เป็นดังนี้

1. ใช้โปรแกรม GUINEF คำนวณแก้ความผิดพลาดอันเนื่องมาจากความคลาดเคลื่อนอย่างเป็นระบบของมุมแบรกก์ โดยใช้ S_0 และ $S_n - S_0$ แทนลงในโปรแกรม ผลลัพธ์จะแสดงค่า d , θ และ $(\sin^2 \theta)_{\text{corr}}$.
2. ใช้โปรแกรม CELNEF คำนวณค่า $(\sin^2 \theta)_{\text{cal}}$ สำหรับ hkl ต่าง ๆ โดยอาศัยระบบผลึก และค่าคงที่โครงผลึกอย่างคร่าว ๆ
3. เปรียบเทียบค่า $(\sin^2 \theta)_{\text{corr}}$ ของแต่ละเส้นการเลี้ยวเบนในขั้นตอนที่ 1 กับ $(\sin^2 \theta)_{\text{cal}}$ ของแต่ละดัชนีผลเลอ์ (hkl) ต่าง ๆ ในขั้นตอนที่ 2 ถ้าค่าของ $(\sin^2 \theta)_{\text{corr}}$ มีค่าใกล้เคียงกับค่าของ $(\sin^2 \theta)_{\text{cal}}$ ของดัชนีผลเลอ์ hkl ใด ก็พอจะอนุมานได้ว่าเส้นการเลี้ยวเบนนั้นจะมีดัชนีผลเลอ์เป็น hkl นั้น ซึ่งก็คือการกำหนดดัชนีผลเลอ์ hkl ของเส้นการเลี้ยวเบนแต่ละเส้นนั่นเอง
4. ใช้โปรแกรม CELNEF คำนวณปรับค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียดด้วยวิธีกำลังสองน้อยที่สุด โดยใช้ข้อมูลค่า $(\sin^2 \theta)_{\text{corr}}$ ที่กำหนดดัชนีผลเลอ์แล้วเป็นข้อมูลเส้นการเลี้ยวเบนบนฟิล์มวัดได้ 27 เส้น เมื่อผ่านการคำนวณจากขั้นตอนที่ 1 ถึงขั้นตอนที่ 4 แล้ว ผลการทดลองแสดงได้ดังตารางที่ 5.12

ตารางที่ 5.12 แสดงข้อมูลจากภาพถ่ายผลึกของกรดไฮเพอริคโดยใช้กล้องกัมมา-เอกซเรย์

แบบ XDC 700

| h k l | $S_n - S_o$ | $d_{corr.}$ | $d_{cal.}$ | $(\sin^2 \theta)_{corr.}$ | $(\sin^2 \theta)_{cal.}$ |
|--------|-------------|-------------|------------|---------------------------|--------------------------|
| 0 1 2 | 16.80 | 9.21460 | 9.22029 | 0.00699 | 0.006980 |
| 1 0 1 | 19.85 | 7.80260 | 7.79537 | 0.00975 | 0.009764 |
| 0 1 3 | 21.00 | 7.37690 | 7.39371 | 0.01090 | 0.010854 |
| 1 0 2 | 22.15 | 6.99540 | 7.00587 | 0.01213 | 0.012085 |
| 1 1 1 | 23.50 | 6.59530 | 6.59451 | 0.01364 | 0.013644 |
| 1 1 2 | 25.45 | 6.09240 | 6.09564 | 0.01599 | 0.015969 |
| 0 1 4 | 25.65 | 6.04520 | 6.03745 | 0.01624 | 0.016278 |
| 0 2 2 | 27.48 | 5.64490 | 5.64514 | 0.01862 | 0.018620 |
| 1 1 3 | 28.40 | 5.46330 | 5.46826 | 0.01988 | 0.019844 |
| 0 2 3 | 30.22 | 5.13660 | 5.13601 | 0.02249 | 0.022494 |
| 1 2 2 | 33.50 | 4.63770 | 4.63590 | 0.02759 | 0.027609 |
| 1 2 3 | 35.81 | 4.34150 | 4.34128 | 0.03148 | 0.031484 |
| 1 2 4 | 38.85 | 4.00560 | 4.00959 | 0.03698 | 0.036908 |
| 2 1 0 | 40.30 | 3.86330 | 3.85932 | 0.03976 | 0.039838 |
| 2 0 3 | 41.90 | 3.71790 | 3.71765 | 0.04293 | 0.042932 |
| 2 1 3 | 43.80 | 3.55900 | 3.56025 | 0.04684 | 0.046812 |
| 0 3 4 | 44.05 | 3.53920 | 3.54116 | 0.04737 | 0.047318 |
| 1 2 6 | 46.35 | 3.36650 | 3.36488 | 0.05236 | 0.052406 |
| 2 2 3 | 49.05 | 3.18460 | 3.18610 | 0.05851 | 0.058452 |
| 2 2 4 | 51.30 | 3.04780 | 3.04782 | 0.06388 | 0.063876 |
| 2 3 2 | 55.33 | 2.83090 | 2.83211 | 0.07404 | 0.073978 |
| 1 2 8 | 55.34 | 2.83040 | 2.82971 | 0.07407 | 0.074103 |
| 0 4 4 | 55.50 | 2.82250 | 2.82257 | 0.07448 | 0.074478 |
| 0 2 11 | 67.65 | 2.33010 | 2.33014 | 0.10929 | 0.109283 |
| 0 5 4 | 67.68 | 2.32910 | 2.32892 | 0.10938 | 0.109398 |
| 0 5 5 | 69.88 | 2.25870 | 2.25806 | 0.11631 | 0.116372 |
| 3 1 8 | 75.35 | 2.10170 | 2.10133 | 0.13433 | 0.134380 |

ผลการคำนวณเพื่อปรับค่าคงที่โครงสร้างผลึกอย่างละเอียดของกรดไฮเพอร์นิคจากข้อมูลของเส้นการเลี้ยวเบน 27 เส้น ปรากฏผลลัพธ์เป็น

$$a = 8.1244 \pm 0.0019 \text{ \AA}$$

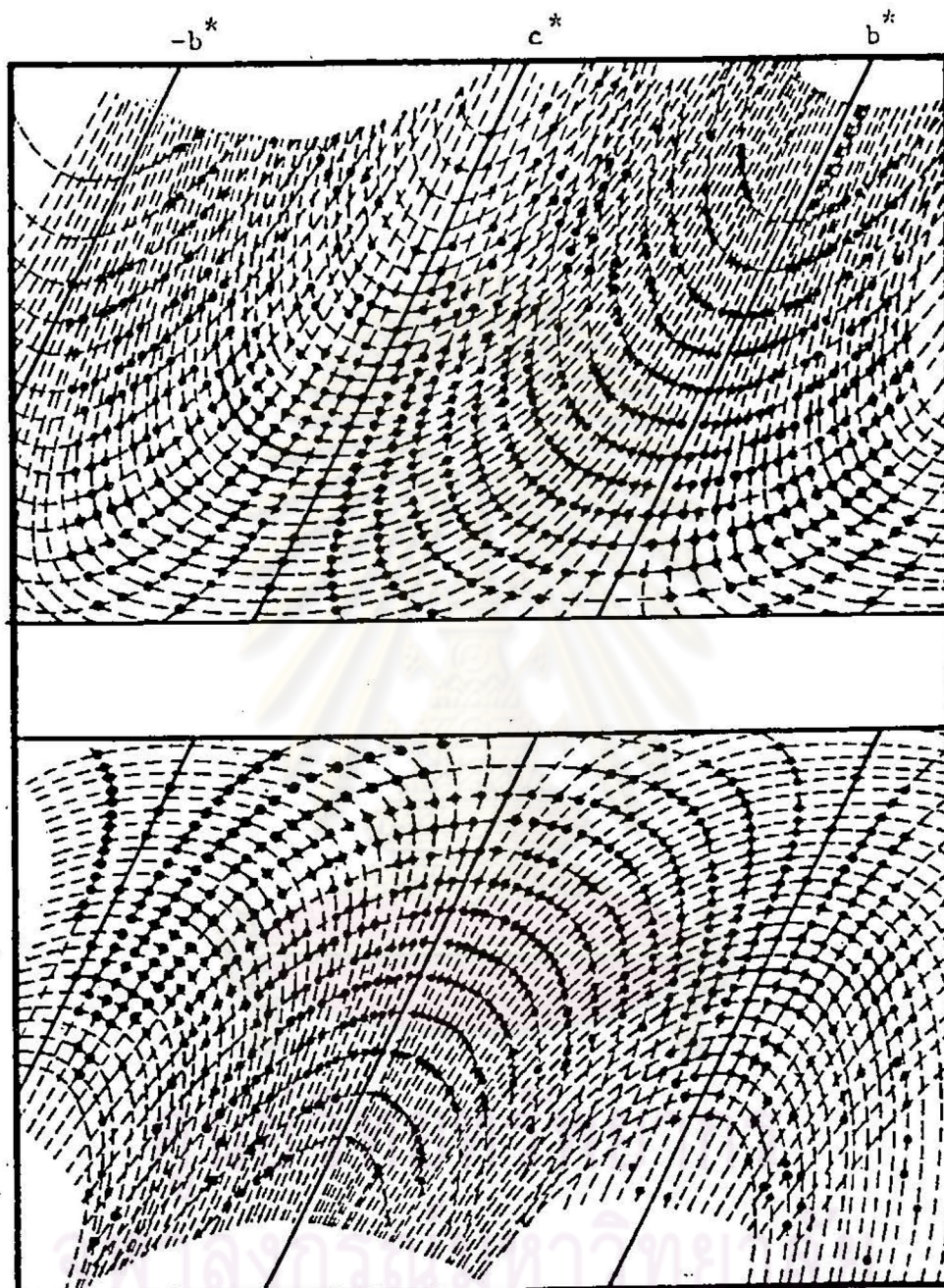
$$b = 12.3664 \pm 0.0025 \text{ \AA}$$

$$c = 27.6717 \pm 0.0077 \text{ \AA}$$

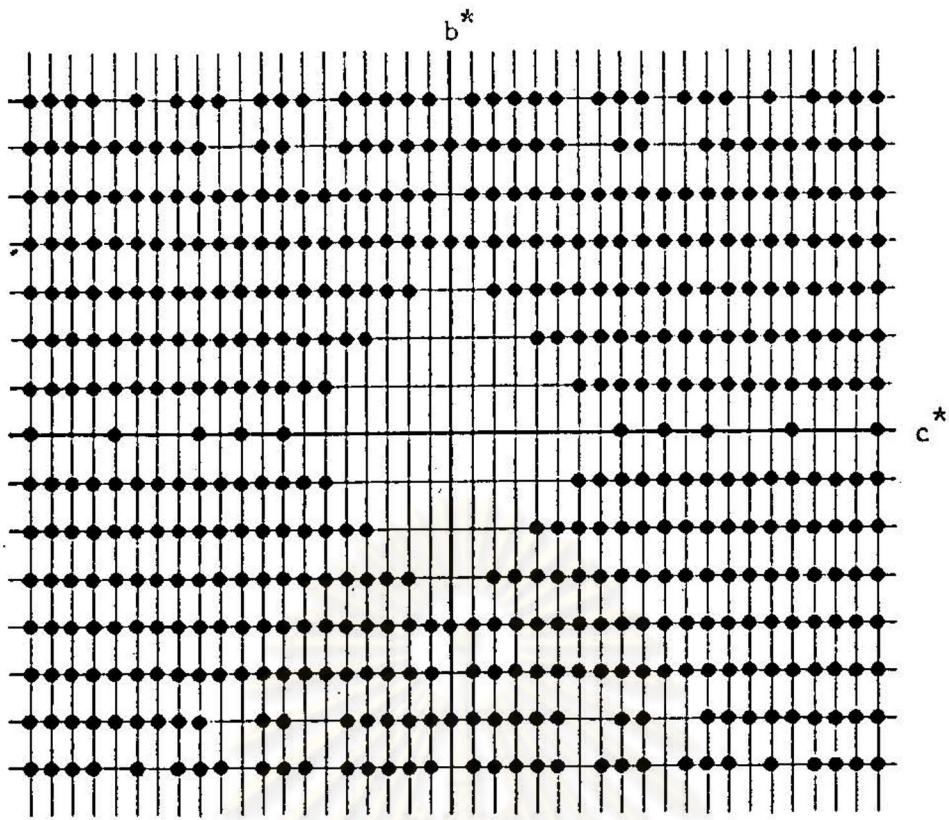
5.8 หุ้มสมมาตรสามมิติ

การตรวจสอบหุ้มสมมาตรสามมิติ พิจารณาได้ 2 ทาง คือ พิจารณาจากเงื่อนไขการเกิดจุดสะท้อนจากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก์ และพิจารณาจากภาพถ่ายฟริเซล์สัน

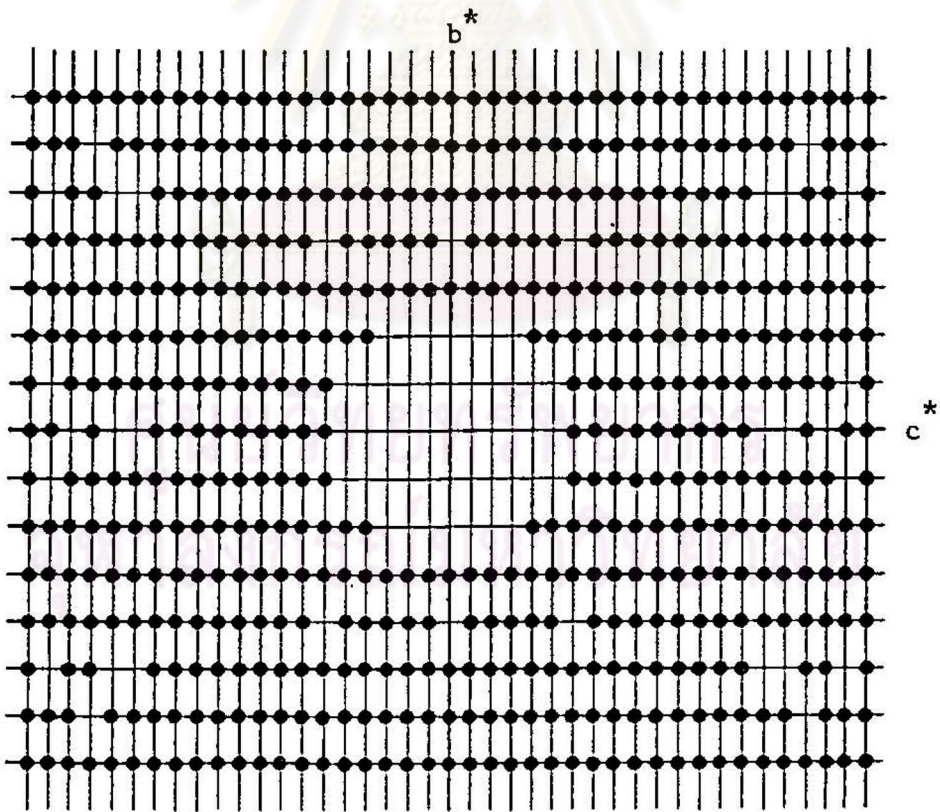
การพิจารณาเงื่อนไขการเกิดจุดสะท้อนจากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก์ ก่อนอื่นต้องกำหนดค่าดัชนีมิลเลอร์ของรีซีเพรอกเซลแลททิส หรือจุดสะท้อนบนภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก์เสียก่อน วิธีการกำหนดดัชนีมิลเลอร์ของจุดสะท้อนนั้นทำได้โดยใช้แผ่นแสดงแนวไวซ์เซ็นเบอร์ก์ (Weissenberg chart) สร้างพิกัด (coordinate) ของจุดสะท้อน ซึ่งส่วนที่เป็นแกนของผลึกจุดสะท้อนจะเรียงกันเป็นเส้นตรง มีความชัน (slope) เป็น 2 และส่วนที่ไม่ใช่แกนของผลึก จุดสะท้อนจะเรียงกันเป็นเส้นโค้ง ดังรูปที่ 5.9 จากนั้นจึงกำหนดดัชนีมิลเลอร์ของจุดสะท้อนที่เรียงกันเป็นแนวเส้นตรง ซึ่งแสดงถึงลักษณะที่เกิดจากแกนของผลึก การกำหนดดัชนีมิลเลอร์ให้ใช้การคำนวณค่าคงที่โครงสร้างผลึกตามแนวแกนของผลึกนั้น ที่จะทำให้สอดคล้องกับค่าคงที่โครงสร้างผลึกที่คำนวณได้จากข้อมูลเบื้องต้น เมื่อกำหนดดัชนีมิลเลอร์ของจุดสะท้อนตามแนวแกนผลึกได้แล้ว ดัชนีมิลเลอร์ของจุดสะท้อนอื่น ๆ จะทราบได้โดยปริยาย เมื่อทราบดัชนีมิลเลอร์ของทุกจุดสะท้อนแล้วจึงนำมาเขียนเป็นรีซีเพรอกเซลแลททิส โดยมุมระหว่างแกนของรีซีเพรอกเซลแลททิสเท่ากับมุมที่วัดได้จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก์ ดังแสดงในรูปที่ 5.10 และ 5.11



รูปที่ 5.9 พิกัดของจุดสะท้อนบนภาพถ่ายภาพด้วยวิธีเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกกรต
ไซเฟอร์นิค



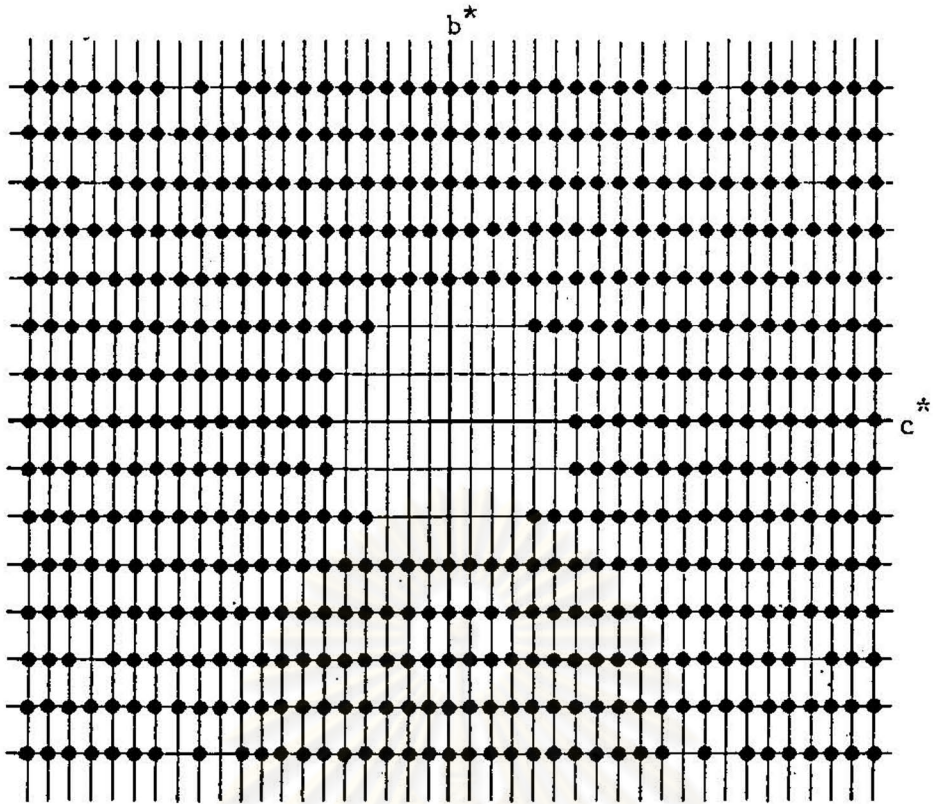
(ก) (0k1)



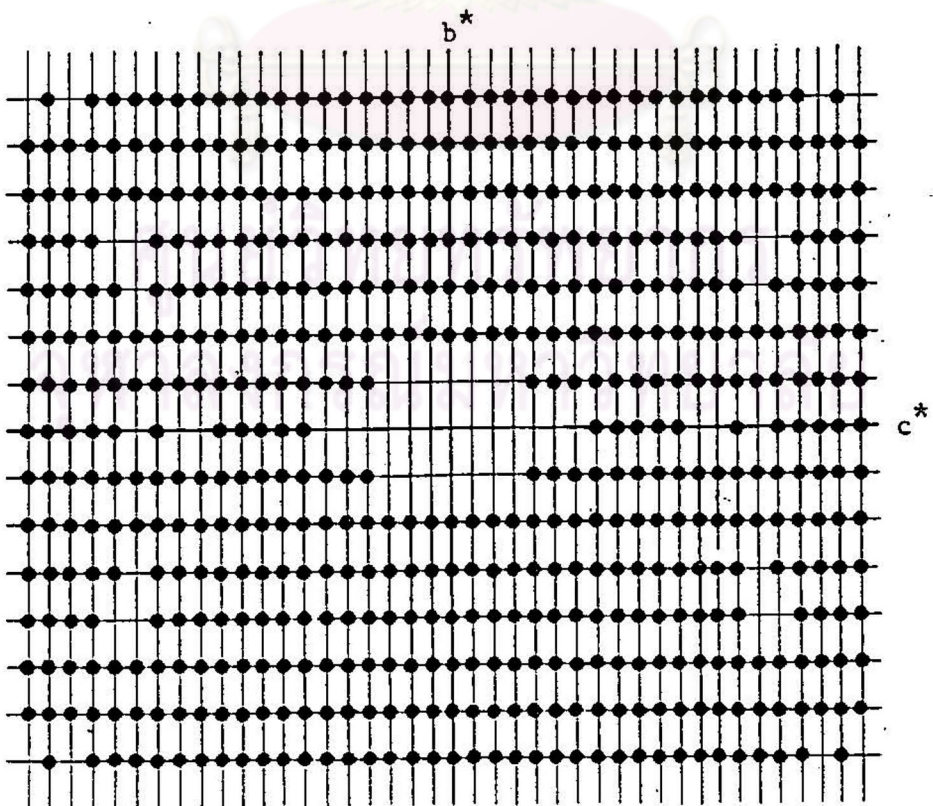
(ข) (1k1)

รูปที่ 5.10 รังสีเอกซ์เคิลแลททิซของผลึกกรดโซลิวเพอริติก เมื่อ a เป็นแกนหมุน

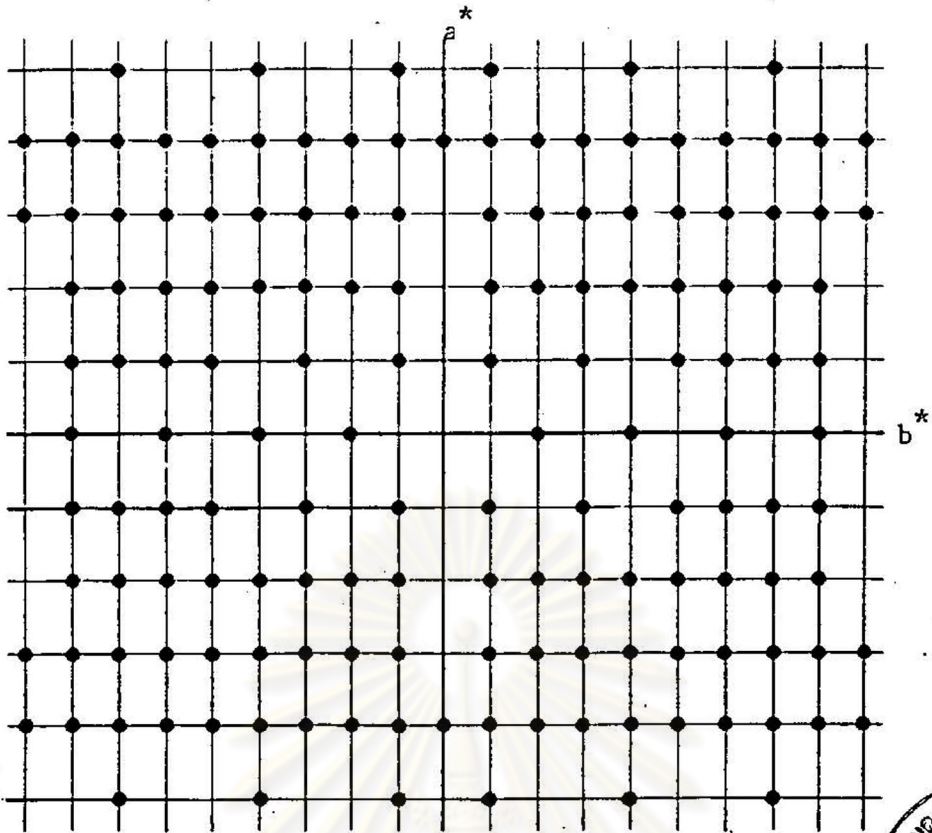
- (ก) (0k1)
- (ข) (1k1)
- (ค) (2k1)
- (ง) (3k1)



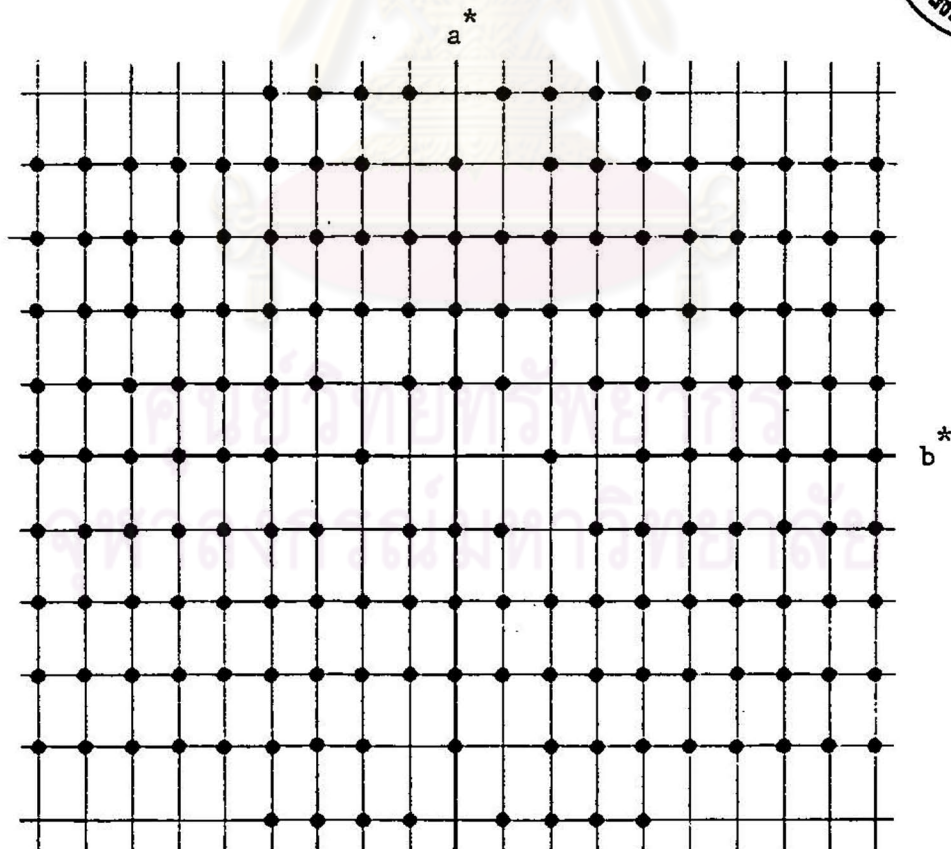
(n) (2k1)



(s) (3k1)



(ก) $(hk0)$



(ข) (hkl)

รูปที่ 5.11 รัศมีเพรอนเคลแลททิลของผลึกกรตไซเพอริติก เมื่อ c เป็นแกนหมุน

(ก) $(hk0)$

(ข) (hkl)

จากการพิจารณาจุดสะท้อน hk1 ต่าง ๆ ที่นำมาเขียนเป็นรีซีเพรอสเคิลแลททิซ สามารถ
 หารูปเงื่อนไขการพบจุดสะท้อนได้ดังตารางที่ 5.13 เมื่อเทียบเงื่อนไขการเกิดจุดสะท้อนกับหมู่
 ล้มมาตรสามมิติใน International Table for Crystallography Volume I พบว่า
 ตรงกับหมู่ล้มมาตรสามมิติ $P_{2_1 2_1 2_1}$

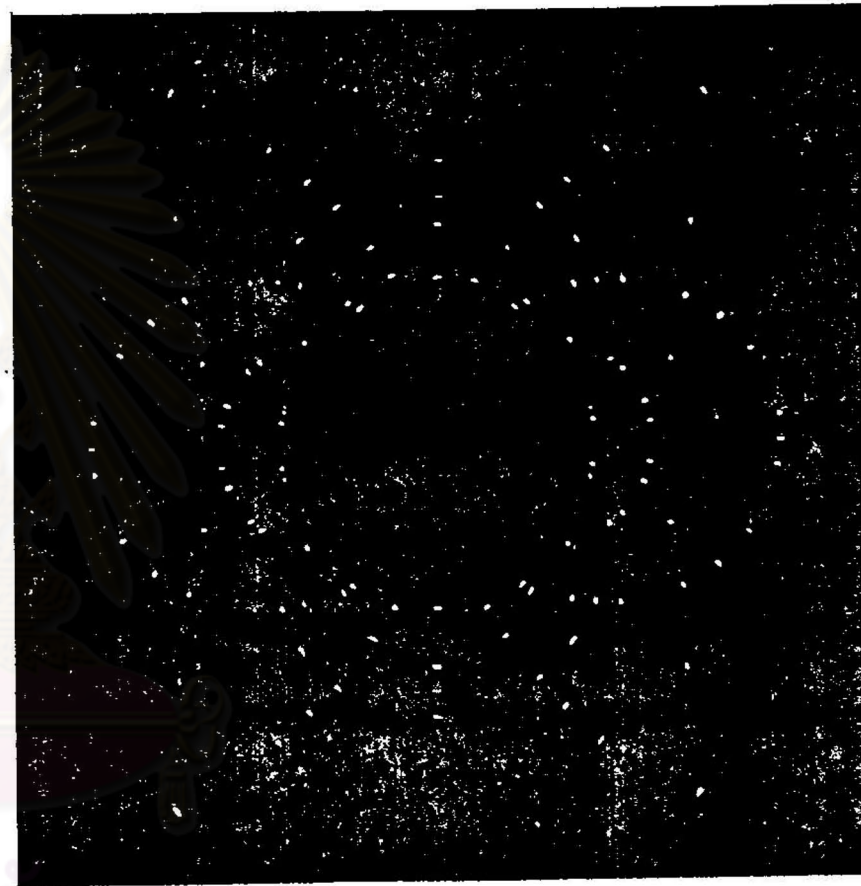
ตารางที่ 5.13 แสดงเงื่อนไขการพบจุดสะท้อนที่ปรากฏในระนาบรีซีเพรอสเคิลแลททิซต่าง ๆ
 ของผลึกกรตไซเพอริติก

| ดัชนีแลอว์ ของจุดสะท้อน | เงื่อนไขในการพบจุดสะท้อน $n = \text{เลขจำนวนเต็ม}$ | ผลลัพธ์ของเงื่อนไขการพบจุดสะท้อน | สัญลักษณ์ |
|----------------------------|---|----------------------------------|-----------|
| hk1 | ไม่มีเงื่อนไข | พบทุกฟ | P |
| ok1 | ไม่มีเงื่อนไข | ไม่มีระนาบเลื่อนตั้งฉากกับแกน a | - |
| hol | ไม่มีเงื่อนไข | ไม่มีระนาบเลื่อนตั้งฉากกับแกน b | - |
| hko | ไม่มีเงื่อนไข | ไม่มีระนาบเลื่อนตั้งฉากกับแกน c | - |
| hoo | $h = 2n$ | มีแกนลึกรในแนว [100] | 2_1 |
| oko | $k = 2n$ | มีแกนลึกรในแนว [010] | 2_1 |
| ool | $l = 2n$ | มีแกนลึกรในแนว [001] | 2_1 |

การพิจารณาหมู่ล้มมาตรสามมิติของผลึกกรตไซเพอริติกจากภาพถ่ายรีซีเพรอสเคิล ต้องพิจารณา
 จากองค์ประกอบ 3 อย่าง คือ ล้มมาตรฟริคเคิล สัญลักษณ์แลททิซ ระนาบเลื่อน และแกนลึกร ซึ่ง
 ต้องพิจารณาเป็นขั้น ๆ ไป ขั้นแรกพิจารณาล้มมาตรฟริคเคิล โดยพิจารณาจากภาพถ่ายลาวเอของ
 แกน a, b และ c ดังแสดงในรูปที่ 5.12 (ก), (ข) และ (ค) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่า
 ล้มมาตรของผลึกตามแกนนั่งสามเป็น $2mm$ เมื่อเทียบล้มมาตรของผลึกกับตารางที่ 3.1 ได้ว่า
 ผลึกกรตไซเพอริติกมีล้มมาตรฟริคเคิลเป็น mmm ขั้นต่อมาพิจารณาสัญลักษณ์แลททิซ โดยนำภาพถ่าย
 รีซีเพรอสเคิลจากการใช้แกน b รีซีเพรอสเคิลของเลย์เออร์ที่ 1 กับเลย์เออร์ที่ 2 มาซ้อนกัน โดยให้ตำแหน่ง
 จุดศูนย์กลางของภาพถ่ายซ้อนทับกันสนิท ดังแสดงในรูปที่ 5.13 พบว่าระนาบแลททิซของภาพถ่าย
 ทั้งสองซ้อนทับกันทุกระนาบโดยไม่ต้องเลื่อนภาพถ่าย และระนาบแลททิซที่ปรากฏบนภาพถ่ายเป็น
 ฟริคเคิล ดังนั้นสัญลักษณ์แลททิซของผลึกจึงเป็น P ขั้นสุดท้ายเป็นการพิจารณาระนาบเลื่อนและแกน
 ลึกร โดยนำภาพถ่ายรีซีเพรอสเคิลที่มีแกน a เป็นแกนไดออล และแกน b เป็นแกนรีซีเพรอสเคิลของเลย์เออร์



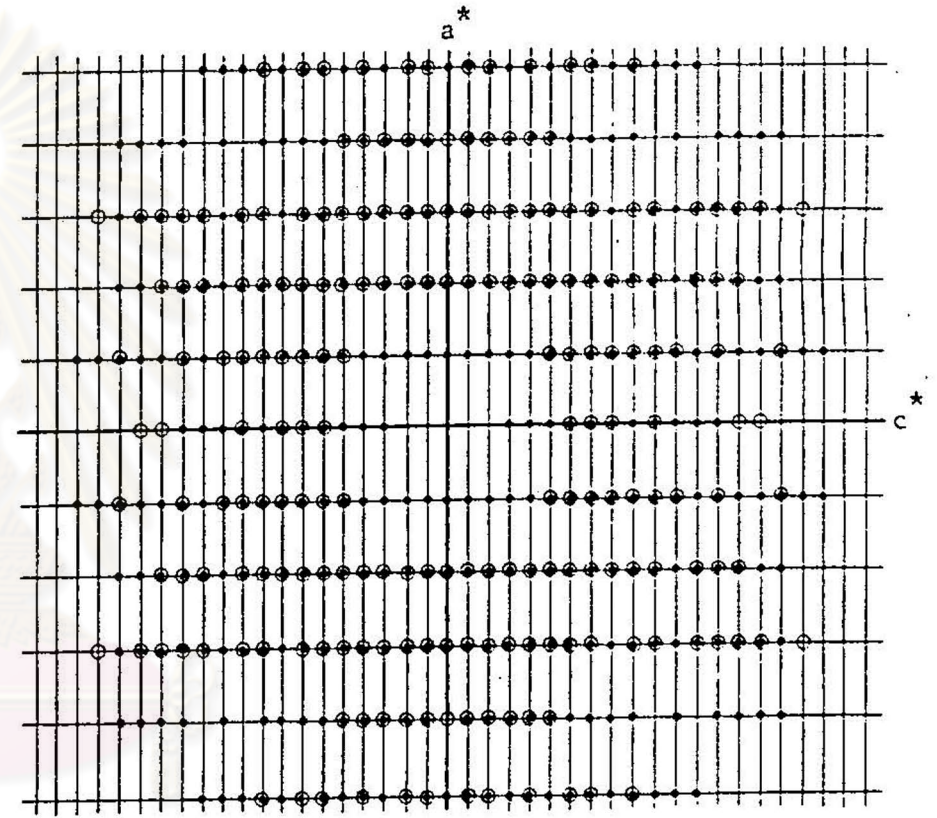
รูปที่ 5.12 (ก) ภาพถ่ายลิวเอ "ของแกน a" แกน a ตั้งฉากกับกระดาษ
(MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์)
ใช้เวลารับภาพ 12 ชั่วโมง



รูปที่ 5.12 (ข) ภาพถ่ายลิวเอ "ของแกน b" แกน b ตั้งฉากกับกระดาษ
(MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์)
ใช้เวลารับภาพ 12 ชั่วโมง.

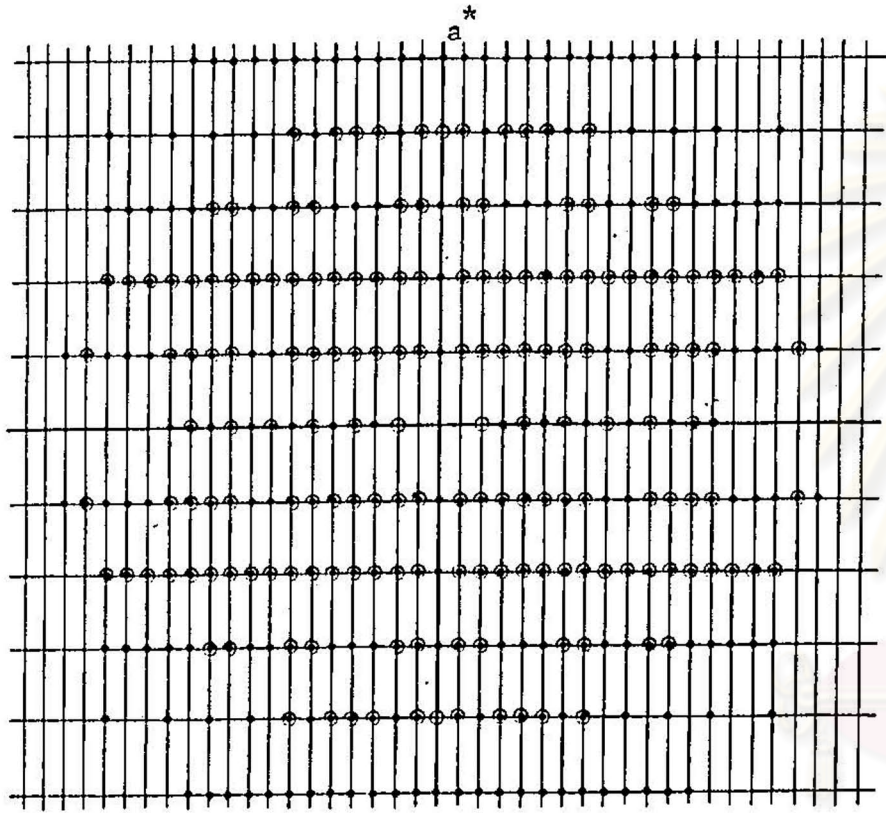


รูปที่ 12 (ค) ภาพถ่ายลาวเอ "ของแกน c" แกน c ตั้งฉากกับกระดาษ
 (MoK_α 50 กิโลโวลต์ 14 มิลลิแอมป์)
 ใช้เวลาถ่ายภาพ 12 ชั่วโมง



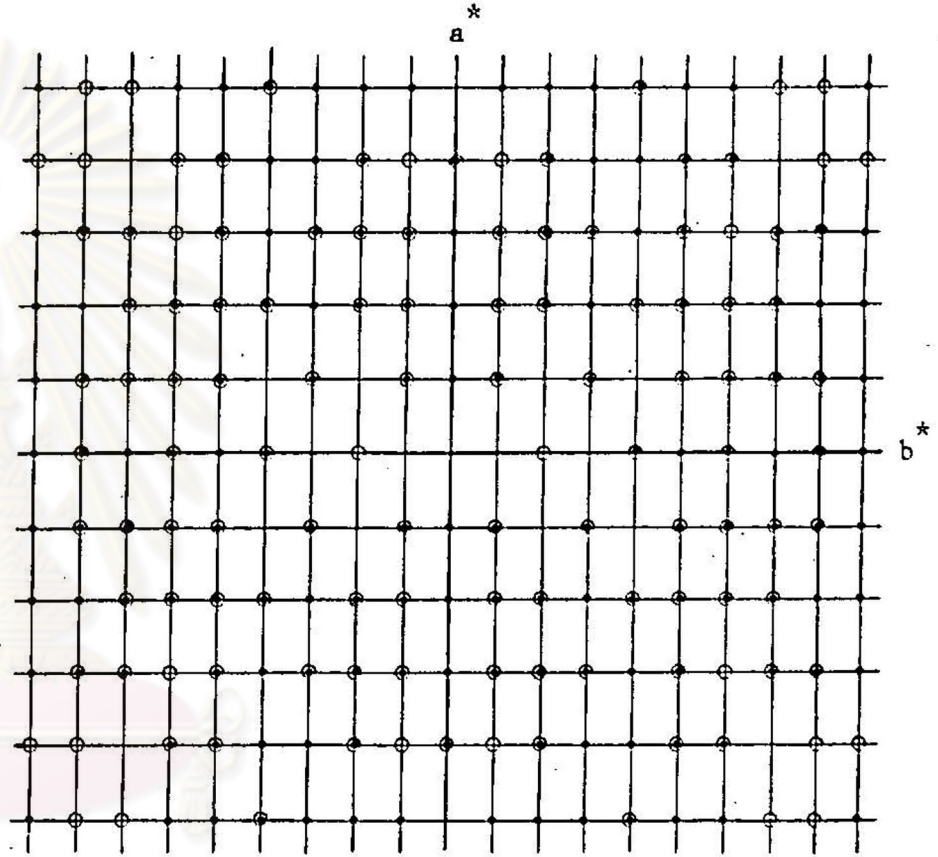
- เลขเออร์ที่ 1
- เลขเออร์ที่ 2

รูปที่ 13 สักขณภาพถ่ายฟรีเซลล์ย่นหลังจากนำมาซ้อนทับกันของเลขเออร์ที่ 1 กับ
 เลขเออร์ที่ 2 เมื่อ b เป็นแกนฟรีเซลล์ และ a เป็นแกนไดอัล



- เลขเออร์ที่ 0
- เลขเออร์ที่ 1

รูปที่ 5.14 ลักษณะภาพถ่ายปริเซสชันหลังจากนำมาซ้อนทับกันของ เลขเออร์ที่ 0 กับเลขเออร์ที่ 1 เมื่อ b เป็นแกนปริเซส และ a เป็นแกนไดอัล



- เลขเออร์ที่ 0
- เลขเออร์ที่ 1

รูปที่ 5.15 ลักษณะภาพถ่ายปริเซสชันหลังจากนำมาซ้อนทับกันของ เลขเออร์ที่ 0 กับเลขเออร์ที่ 1 เมื่อ c เป็นแกนปริเซส และ a เป็นแกนไดอัล

ที่ 0 กับเลขเออร์ที่ 1 มาซ้อนทับกัน โดยให้ตำแหน่งจุดศูนย์กลางของภาพถ่ายซ้อนทับกันสนิท ดังแสดงในรูปที่ 5.14 ปรากฏว่าจุด ริชชีเพื่อเกิดแลทธิล้นบนแกน a^* และ c^* หายไปเหมือนแสดงในแนวนอนแถวที่สองของรูปที่ 3.21 แสดงว่ามีแกนลัทธิ 2_1 ขนานกับแกน a และ c และจากภาพถ่ายพริเชลล์ซึ่งมีแกน a เป็นแกนโตวัด และแกน c เป็นแกนพริเชลล์ของเลขเออร์ที่ 0 กับเลขเออร์ที่ 1 มาซ้อนทับกัน ดังแสดงในรูปที่ 5.15 ปรากฏว่าจุดริชชีเพื่อเกิดแลทธิล้นบนแกน b^* หายไป เหมือนแสดงในแนวนอนแถวที่สองของรูปที่ 3.21 เหมือนกัน แสดงว่ามีแกนลัทธิ 2_1 ขนานกับแกน b ด้วย

จากลัทธิมาตรฟิเรลล์ สัญลักษณ์แลทธิล้น ระนาบเลื่อน และแกนลัทธิ เมื่อนำมารวมกัน จะได้สัญลักษณ์ฟิเรลล์ซึ่งสัญลักษณ์ฟิเรลล์ของผลึกกรดไฮเพอร์นิคได้เป็น $mmmP_{2_12_12_1}$ เมื่อเทียบความสัมพันธ์ของสัญลักษณ์ฟิเรลล์กับลัทธิมาตรสามมิติตามตารางที่ 3.6 ได้ว่า ลัทธิมาตรสามมิติของผลึกกรดไฮเพอร์นิคเป็น $P_{2_12_12_1}$ ซึ่งตรงกับที่หาได้จากการพิจารณาจากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก

5.9 การรวบรวมข้อมูลความเข้ม

ข้อมูลความเข้มของผลึกเดี่ยวกรดไฮเพอร์นิค รวบรวมได้จากวิธีการไวซ์เซ็นเบอร์ก และวิธีการพริเชลล์

สำหรับวิธีการไวซ์เซ็นเบอร์ก การรวบรวมข้อมูลความเข้มใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} โดยมีนิเกิลเป็นตัวกรอง (Ni-filter) รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{β} และใช้วิธีฟิล์มซ้อน (multiple film method) โดยการถ่ายภาพแบบไวซ์เซ็นเบอร์กตั้งแต่เลขเออร์ 0 ถึง เลขเออร์ 4 รวม 5 เลขเออร์ ซึ่งแต่ละเลขเออร์แยกถ่ายภาพออกเป็น 2 ชุด คือ

ชุดที่หนึ่ง ใช้เวลาถ่ายภาพนาน 99 ชั่วโมง ใช้ฟิล์มซ้อนกัน 5 แผ่น

ชุดที่สอง ใช้เวลาถ่ายภาพนาน 30 นาที ใช้ฟิล์มซ้อนกัน 3 แผ่น

การวัดความเข้มของจุดสะท้อนที่ปรากฏบนฟิล์มซึ่งมีทั้งหมด 1414 จุด ใช้วิธีวัดด้วยตา โดยเทียบกับสเกลความเข้มมาตรฐาน (standard intensity scale) ที่ทำขึ้นไว้ในการศึกษาณี โดยเลือกจุดสะท้อนจุดใดจุดหนึ่งบนภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กเลขเออร์ที่ 0 ซึ่งจุดสะท้อนที่เลือกควรมีสัญหะคล้ายกับจุดสะท้อนส่วนใหญ่ที่ปรากฏบนฟิล์มมีความเข้มพอสมควร และไม่อยู่บนเส้นเขียนทริลแลทธิล้น จุดที่เลือกมาทำสเกลมาตรฐานคือ 0 6 12 วิธีทำสเกลทำโดยถ่ายภาพไวซ์เซ็นเบอร์กเฉพาะจุดสะท้อน 0 6 12 ให้มีสัญญาณในช่วง ± 2 องศา นับจำนวนรอบที่ผลึกหมุนได้ เมื่อผลึก

หมุนได้จำนวนรอบตามที่ต้องการจึงเลื่อนฟิล์มไปประมาณ 2 มิลลิเมตร แล้วถ่ายภาพไวซ์เป็นเบอร์กแบบเต็มซีก แต่ให้ผลึกหมุนไปด้วยจำนวนต่าง ๆ กัน โดยการลดจำนวนรอบลงทีละ 16 เปอร์เซนต์ จากจำนวนรอบมากที่สุด จนถึงน้อยที่สุด โดยวิธีการนี้จะวัดความเข้มของจุดสะท้อนเป็นเลข ซึ่งแสดงจำนวนรอบในการถ่ายภาพเป็นสเกลความเข้มมาตรฐาน ดังนี้ 442, 371, 312, 262, 220, 185, 156, 131, 110, 92, 77, 65, 55, 46, 39, 32, 27, 23, 19, 16, 13, 11, 9, 8, 7, 6, 5 และ 4

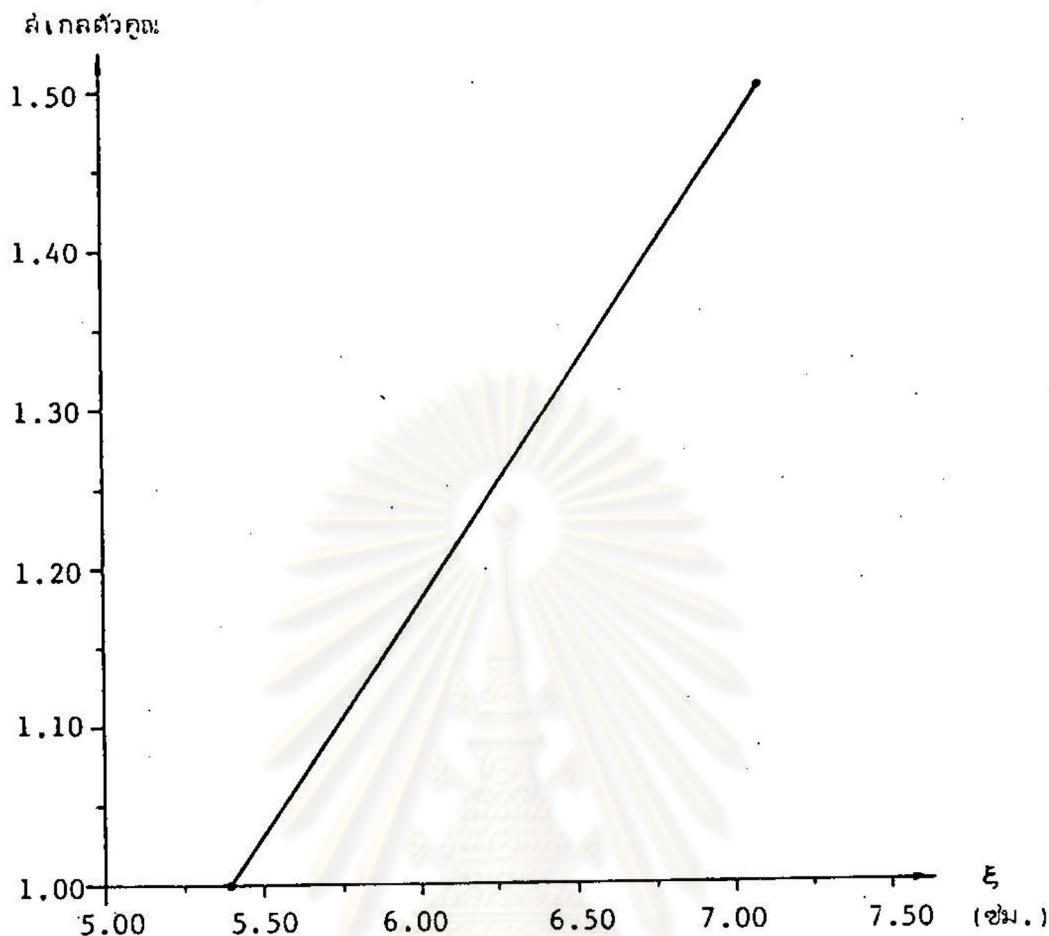
นำสเกลความเข้มมาตรฐานที่ทำขึ้นไปเปรียบเทียบกับความเข้มของจุดสะท้อนที่ได้จากการถ่ายภาพไวซ์ทั้งสองชุด ถ้าจุดสะท้อนที่มีความเข้มใกล้เคียงกับความเข้มบนสเกลมาตรฐาน ถือว่าจุดสะท้อนนั้นมีความเข้มเท่ากับความเข้มของจุดบนสเกล เมื่อวัดความเข้มของจุดสะท้อนบนฟิล์มแต่ละแผ่นแล้ว ต้องปรับความเข้มของจุดสะท้อนต่าง ๆ ไปสู่ความเข้มของฟิล์มแผ่นแรก แล้วจึงหาค่าความเข้มเฉลี่ยของจุดสะท้อนทุกจุด จุดสะท้อนที่ปรากฏบนฟิล์มในช่วงค่า ξ สูง ๆ จุดจะเริ่มแยกออกจากกัน เนื่องจากรังสีเอ็กซ์ CuK_{α} ที่ใช้มีความยาวคลื่น 2 ค่าใกล้เคียงกัน คือ CuK_{α_1} และ CuK_{α_2} ค่าความเข้มที่ต้องการวัดเป็นความเข้มเนื่องจากรังสีเอ็กซ์ K_{α} เฉลี่ย ดังนั้นการแก้ความผิดพลาดของความเข้มเนื่องจากการแยกของ K_{α_1} และ K_{α_2} จึงทำได้โดยการวัดค่า ξ ของจุดสะท้อนที่เริ่มแยกออกจากกัน และวัดค่า ξ ของจุดสะท้อนที่แยกออกจากกันเป็น 2 จุด พอดี นำค่า ξ ทั้งสองค่าไปเขียนกราฟ โดยให้จุดสะท้อนที่เริ่มแยกออกจากกันมีค่าสเกลเป็น 1 และตำแหน่งที่จุดสะท้อนแยกเป็น 2 จุดพอดีมีค่าสเกลเป็น 1.5 เขียนกราฟระหว่างค่า ξ กับสเกลตัวคูณ ซึ่งจากจุดทั้งสองนี้จะได้กราฟเป็นเส้นตรงดังรูปที่ 5.16 แล้วจึงวัดค่า ξ อื่น ๆ ของจุดสะท้อนบนฟิล์ม จากนั้นอ่านสเกลจากกราฟ นำสเกลที่อ่านได้ไปคูณกับความเข้มที่วัดได้ในตอนแรก ทำให้ได้ความเข้มถูกต้องยิ่งขึ้น และจุดสะท้อนทั้งหมดที่แยกออกจากกันเป็น 2 จุด ให้วัดความเข้มของจุดสะท้อนที่เกิดจาก K_{α_1} แล้วใช้สเกล 1.5 คูณกับความเข้มที่วัดได้ ทำให้ความเข้มถูกต้องขึ้น

สำหรับวิธีการฟรีเซลล์ในการรวบรวมข้อมูลความเข้มใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} โดยมีนิเกิลเป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{β} เหมือนกับการรวบรวมข้อมูลความเข้มด้วยวิธีการไวซ์-เบิร์ก การรวบรวมข้อมูลความเข้มทำโดยถ่ายภาพฟรีเซลล์ขึ้นตั้งแต่เลย์เออร์ 0 ถึง เลย์เออร์ 2 รวม 3 เลย์เออร์ โดยมีแกน a เป็นแกนไดฮัล และแกน b เป็นแกนฟรีเซลล์ ซึ่งแต่ละเลย์เออร์แยกถ่ายภาพเป็น 3 ภาพ คือ

ภาพที่หนึ่ง ให้หมึกฟรีเซลล์นาน 500 รอบ หรือ 8.3 ชั่วโมง

ภาพที่สอง ให้หมึกฟรีเซลล์นาน 300 รอบ หรือ 5.0 ชั่วโมง

ภาพที่สาม ให้หมึกฟรีเซลล์นาน 100 รอบ หรือ 1.6 ชั่วโมง



รูปที่ 5.16 กราฟของจำนวนรอบ กับ ξ ใช้ในการแก้ความผิดพลาดของความเข้มเนื่องจากจุดสะท้อนแยกเป็น 2 จุด

การวัดความเข้มของจุดสะท้อนที่ปรากฏบนฟิล์มซึ่งมีทั้งหมด 187 จุด ใช้วิธีวัดด้วยตา โดยเทียบกับสเกลมาตรฐานที่ทำขึ้นไว้ในวิธีการไวซีเซ็นเบอร์ก วัดความเข้มของจุดสะท้อนบนฟิล์มแต่ละแผ่น ปรับความเข้มของจุดสะท้อนต่าง ๆ ไปสู่ความเข้มของฟิล์มแผ่นแรก แล้วจึงหาค่าความเข้มเฉลี่ยของจุดสะท้อนทุกจุด

5.10 การศึกษาโครงสร้างผลึก

5.10.1 การคำนวณขนาดของแพคเตอร์โครงสร้าง

เมื่อรวบรวมข้อมูลความเข้มได้เรียบร้อยแล้ว นำค่าความเข้มที่ได้มาคำนวณขนาดของแพคเตอร์โครงสร้าง ซึ่งมีความสัมพันธ์กันดังนี้คือ

$$|F_o|_{hkl} = \sqrt{\frac{I_{hkl}}{LpA}} \quad (5.3)$$

เมื่อ $|F_o|_{hkl}$ คือ ขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้างสัง เกตของระนาบ
hkl ใด ๆ

I_{hkl} คือ ความเข้มของจุดสะท้อน hkl ใด ๆ

L คือ แฟคเตอร์ลอเรนซ์

P คือ แฟคเตอร์การโพลาไรซ์

A คือ แฟคเตอร์การดูดกลืน

สำหรับข้อมูลความเข้มที่รวบรวมได้จากวิธีการไวซ์เชินเบอร์ก การคำนวณขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้าง $|F_o|_{hkl}$ อาศัยโปรแกรม ABSW ซึ่งตามโปรแกรม ABSW การคำนวณค่าแก้การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของผลึกแบ่งออกได้เป็น 3 แบบ คือ การคำนวณที่สมมติให้ผลึกมีรูปทรงแบบทรงกลม ทรงกระบอก และรูปทรงแบบทั่วไป เนื่องจากผลึกเดี่ยวกรดไอโซเพอริกที่ใช้ในการศึกษามีรูปทรงแบบทั่วไป ดังนั้นในการแก้การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของผลึกเดี่ยวจึงต้องใช้วิธีจำลองรูปร่างผลึกเดี่ยวที่ใช้ในการศึกษานี้ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์วัดระยะต่าง ๆ ของด้านที่ล้อมรอบผลึก และจำลองแบบผลึกที่ใกล้เคียงกับผลึกจริง

ดังนั้น ในการคำนวณค่า $|F_o|_{hkl}$ โดยใช้โปรแกรม ABSW จึงมีค่าคงที่โครงสร้างผลึกอย่างละเอียด ค่าความเข้มของจุดสะท้อนต่าง ๆ ที่ได้จากการทดลอง (I) ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงเส้น (μ) ตั้ปมีผลเลอร์ของระนาบที่ปิดล้อมผลึกที่ใช้ และระยะจากระนาบที่ปิดล้อมผลึกถึงจุดกำเนิดเป็นข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณ ซึ่งค่าคงที่โครงสร้างผลึกอย่างละเอียด และค่าความเข้มของจุดสะท้อน ได้แสดงการหาไว้แล้วในหัวข้อ 5.7 และ 5.9 ตามลำดับ ส่วนค่า L และ P สำหรับวิธีการแบบไวซ์เชินเบอร์ก โปรแกรมสามารถคำนวณได้เอง

การหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงเส้น หาได้จากความสัมพันธ์ดังนี้คือ

$$\mu = D \sum_i P_i (\mu_m)_i \quad (5.4)$$

โดยที่ μ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงเส้น

D คือ ความหนาแน่นของผลึก

P_i คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักของอะตอมชนิดที่ i ต่อน้ำหนักรวม

$(\mu_m)_i$ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของอะตอมตัวที่ i เปิดหาได้จาก

ค่าความหนาแน่นของผลึกจากการคำนวณ (D_c) มีค่าเท่ากับ 1.119 กรัม/ซม.³ ซึ่งได้คำนวณไว้แล้วในหัวข้อ 5.2 ส่วนค่า μ_m ซึ่งเปิดหาได้จาก Int. Table Vol. III และการหาค่า P_i แสดงไว้ในตารางที่ 5.14

ตารางที่ 5.14 แสดงค่า μ_m และการหาค่า P_i

| อะตอม | น้ำหนักอะตอม (กรัม) | น้ำหนักของอะตอมแต่ละชนิดใน 1 โมเลกุล (กรัม) | P_i | μ_m (ซม. ² /กรัม) |
|--------------------------|---------------------|---|-------|----------------------------------|
| H | 1.008 | 1.008 x 22 = 22.176 | 0.09 | 0.435 |
| C | 12.011 | 12.011 x 15 = 180.165 | 0.77 | 4.600 |
| O | 16.000 | 16.000 x 2 = 32.000 | 0.14 | 11.500 |
| น้ำหนักโมเลกุล = 234.341 | | | | |

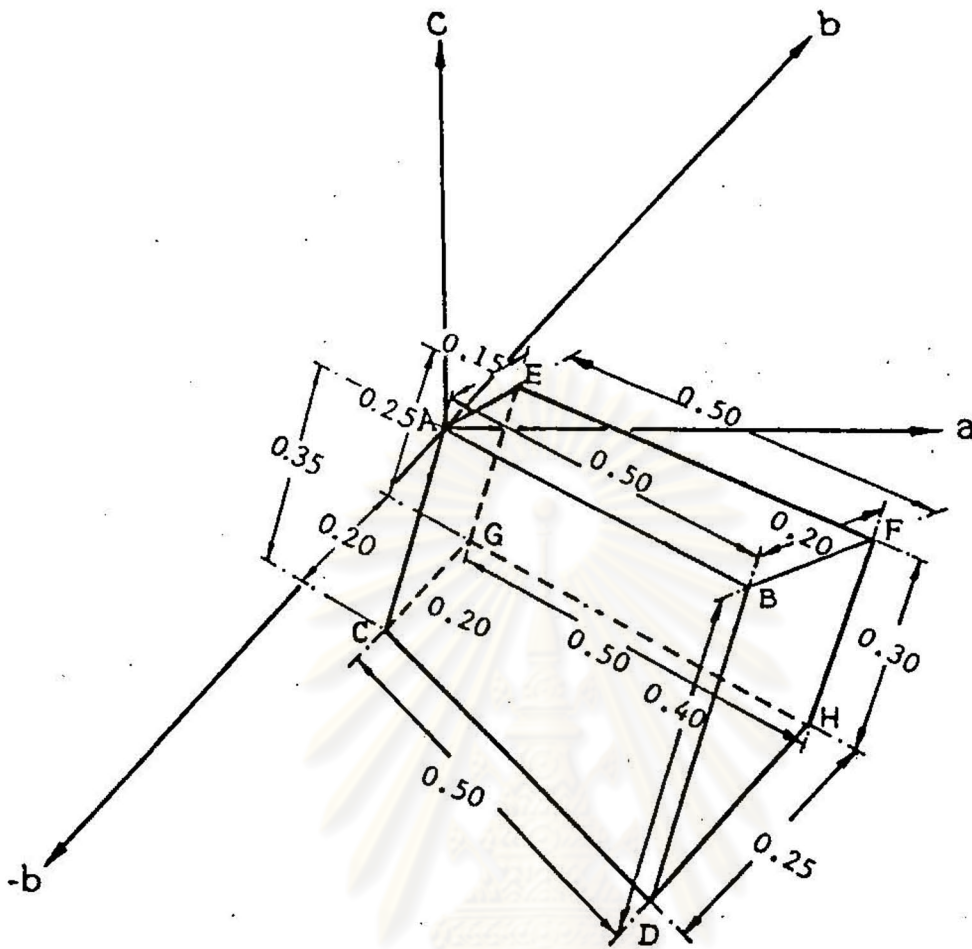
เมื่อแทนค่า D , P_i และ μ_m ลงในสมการ (5.4) จะได้ค่า

$$\mu = 5.69 \text{ ซม.}^{-1}$$

การคำนวณค่าดัชนีของระนาบที่ปิดล้อมผลึก แบบจำลองผลึกที่ใกล้เคียงผลึกจริง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 5.17 ในการหาดัชนีของระนาบที่ปิดล้อมผลึกนั้น จะคำนวณค่าดัชนีของระนาบที่ปิดล้อมผลึกจำลองที่สร้างขึ้น และถือว่าค่าดัชนีที่คำนวณได้นี้คือค่าดัชนีของระนาบที่ปิดล้อมผลึกจริง ตำแหน่งของจุดต่าง ๆ บนตัวผลึกจำลอง มีดังนี้

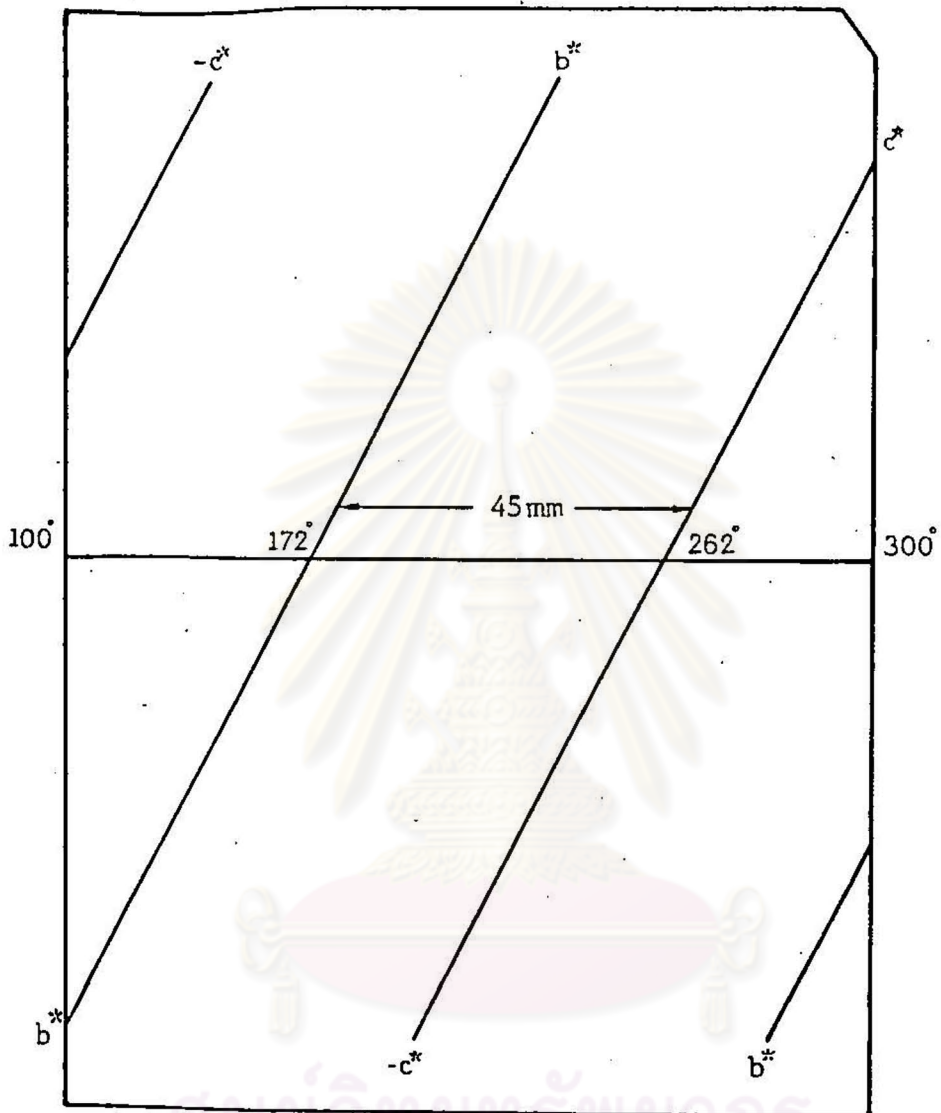
$$\begin{aligned} A &= \text{จุดกำเนิด (origin)} & E &= -\vec{i} + 2\vec{j} - 4\vec{k} \\ B &= 8\vec{i} + 4\vec{j} + \vec{k} & F &= 7\vec{i} + 7.3\vec{j} - 5\vec{k} \\ C &= -2\vec{i} + 5.3\vec{j} & G &= -2.5\vec{i} + 5.9\vec{j} - 4\vec{k} \\ D &= 5\vec{i} + 12\vec{j} + \vec{k} & H &= 5\vec{i} + 12\vec{j} - 5\vec{k} \end{aligned}$$

เมื่อ \vec{i} , \vec{j} , \vec{k} เป็นเวกเตอร์ที่มีขนาด 1 หน่วยตามแกน a, b และ c ตามลำดับ



รูปที่ 5.17 การกำหนดแกนต่าง ๆ และระนาบที่ปิดล้อมผลึกลงในผลึกจำลอง

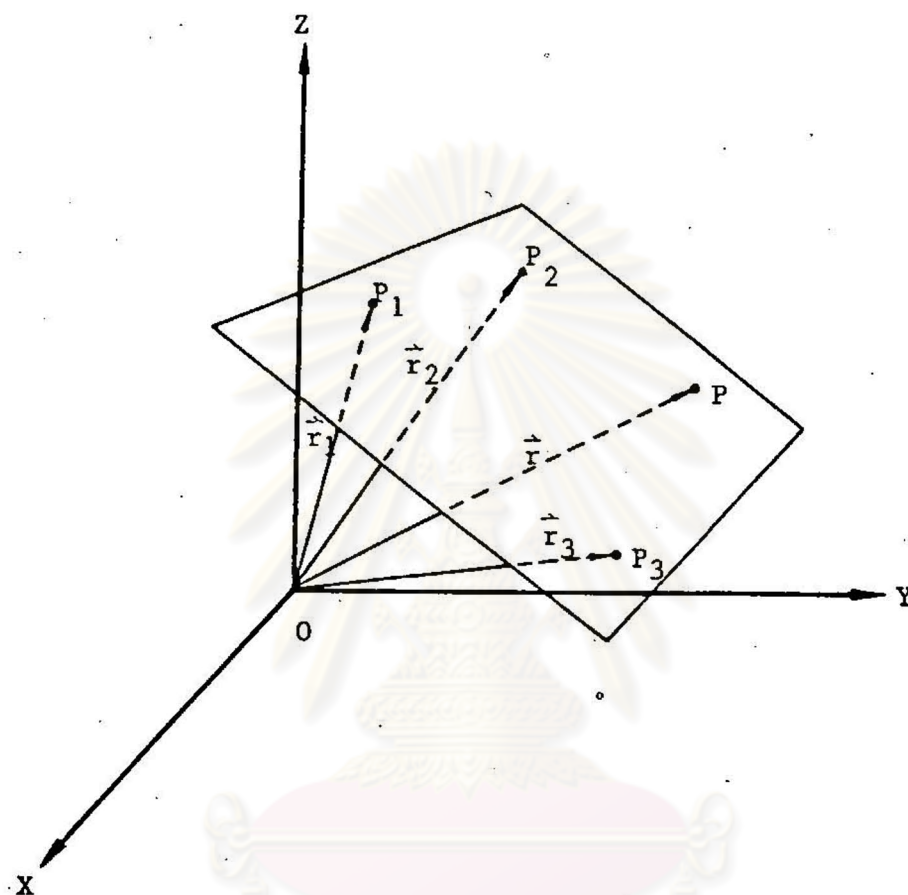
ในการหาดัชนีของระนาบ เริ่มแรกต้องกำหนดแกนของหน่วยเซลล์ คือ แกน a , b และ c ลงในผลึกจำลอง โดยกำหนดแกนหมุน a เป็นแกนแรกจากการดูผลึกจริงขณะหมุนรอบผ่านกล้องจุลทรรศน์ ได้ว่าแกนหมุน a อยู่ในสัณฐานดังรูปที่ 5.17 การกำหนดแกน b และแกน c ได้จากภาพถ่ายแบบไวซ์เซ็นเบอร์กเลย์เออร์ที่ 0 โดยพิจารณาจากมุมที่แต่ละแกนของรีซีเพอเคิลแลททิส์หมุนเข้าไปตัดทรงกลมการสะท้อน เนื่องจากผลึกกรตไซเพอริทิกอยู่ในระบบออร์โทโรมบิก ดังนั้นแกน b^* และ c^* ในรีซีเพอเคิลแลททิส์จึงขนานกับแกน b และ c ในผลึกจริงตามลำดับ จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กเลย์เออร์ที่ 0 ที่กำหนดแกน a^* และแกน b^* ไว้แล้ว ดังแสดงในรูปที่ 5.18 ได้ว่า ที่มุม 172 องศา แกน b^* ตั้งฉากกับสัณฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัสกระทบและกำลังเริ่มจะตัดทรงกลมการสะท้อน และเช่นเดียวกัน ที่มุมเท่ากับ 262 องศา แกน c^* จะตั้งฉากกับสัณฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส และกำลังเริ่มจะตัดทรงกลมการสะท้อน จากการสังเกตได้ว่า ที่มุม 262 องศา ผลึกจะตั้งอยู่ตามสัณฐานดังรูปที่ 5.17 ดังนั้นจึงกำหนดแกน c^* หรือแกน c ลงบนผลึกจำลองได้ สำหรับแกน b จะมีทิศทางตาม $\vec{c} \times \vec{a}$



รูปที่ 5.18 ตำแหน่งของแกน b^* และแกน c^* บนภาพฉายไวซีเซ็นเบอร์กเลย์เออร์ที่ 0
มีแกน a เป็นแกนหมุน โดยให้สีกหมุนจากมุม 100 ถึง 300 องศา

หลังจากกำหนดแกนผลึก a , b และ c ได้แล้ว ต่อไปพิจารณาระนาบต่าง ๆ
ที่ปิดล้อมผลึก ซึ่งมีทั้งหมด 6 ระนาบ โดยคำนวณหาระยะตั้งฉากจากจุดกำเนิดถึงระนาบ และหา
ดัชนีผลเลอว์ของระนาบทั้ง 6

การคำนวณหาระยะตั้งฉากจากจุดกำเนิดถึงระนาบที่ปิดล้อมผลึก อาศัยความรู้ทางเรขาคณิต กล่าวคือ ถ้าให้จุด P_1 , P_2 และ P_3 เป็นจุดใด ๆ ที่ไม่อยู่บนเส้นตรงเดียวกัน จุดทั้งสามสามารถประกอบกันขึ้นเป็นระนาบได้ ดังแสดงในรูปที่ 5.19



รูปที่ 5.19 จุด P_1 , P_2 , P_3 และ P อยู่บนระนาบเดียวกัน มีเวกเตอร์ตำแหน่งเป็น \vec{r}_1 , \vec{r}_2 , \vec{r}_3 และ \vec{r} ตามลำดับ

ให้ $\vec{r} = x\vec{i} + y\vec{j} + z\vec{k}$ แทนเวกเตอร์ตำแหน่งใด ๆ หนึ่งของจุด $P(x, y, z)$ ซึ่งอยู่บนระนาบของจุด P_1, P_2 และ P_3

$$\text{ได้ว่า } \overrightarrow{P_1P_2} = \vec{r}_2 - \vec{r}_1$$

$$\overrightarrow{P_1P_3} = \vec{r}_3 - \vec{r}_1 \quad (5.5)$$

$$\overrightarrow{P_1P} = \vec{r} - \vec{r}_1$$

โดยที่เวกเตอร์ $\overrightarrow{P_1P_2}$, $\overrightarrow{P_1P_3}$ และ $\overrightarrow{P_1P}$ อยู่บนระนาบเดียวกัน จึงได้ว่า

$$\overrightarrow{P_1P} \cdot \overrightarrow{P_1P_2} \times \overrightarrow{P_1P_3} = 0 \quad (5.6)$$

จากสมการ (5.5) และ (5.6) ได้เป็น

$$\begin{aligned} (\vec{r}-\vec{r}_1) \cdot (\vec{r}_2-\vec{r}_1) \times (\vec{r}_3-\vec{r}_1) &= 0 \\ [(x-x_1)\vec{i}+(y-y_1)\vec{j}+(z-z_1)\vec{k}] \cdot [(x_2-x_1)\vec{i}+(y_2-y_1)\vec{j}+(z_2-z_1)\vec{k}] \\ &\times [(x_3-x_1)\vec{i}+(y_3-y_1)\vec{j}+(z_3-z_1)\vec{k}] = 0 \end{aligned} \quad (5.7)$$

สมการ (5.7) แก้โดยเมทริกซ์ (matrix) ได้เป็น

$$\begin{vmatrix} x-x_1 & y-y_1 & z-z_1 \\ x_2-x_1 & y_2-y_1 & z_2-z_1 \\ x_3-x_1 & y_3-y_1 & z_3-z_1 \end{vmatrix} = 0$$

จากการแก้สมการโดยเมทริกซ์ จะได้สมการของระนาบออกมา ซึ่งอยู่ในรูปของ

$$S_1 x + S_2 y + S_3 z = 1 \quad (5.8)$$

$1/S_1$, $1/S_2$ และ $1/S_3$ เป็นระยะตัดแกน a , b และ c ตามลำดับ ซึ่งจะนำไปใช้ในการหาตั้งของระนาบที่ปิดล้อมผลึกต่อไป

จากที่เวกเตอร์ $\overrightarrow{P_1P_2}$ และ $\overrightarrow{P_1P_3}$ อยู่บนระนาบเดียวกัน ผลคูณแบบเวกเตอร์ของเวกเตอร์ทั้งสองจึงได้เวกเตอร์ปกติ \vec{n} (normal vector) ซึ่งเวกเตอร์ปกติจะตั้งฉากกับระนาบที่เวกเตอร์ $\overrightarrow{P_1P_2}$ และ $\overrightarrow{P_1P_3}$ อยู่ และสามารถคำนวณหาเวกเตอร์ปกติหนึ่งหน่วย \vec{U} (unit normal vector) ได้โดยที่

$$\vec{U} = \frac{\vec{n}}{|\vec{n}|} \quad (5.9)$$

เมื่อทราบเวกเตอร์ปกติหนึ่งหน่วยแล้ว จึงคำนวณหาระยะตั้งจากจุดกำเนิดถึงระนาบที่ปิดล้อมผลึกได้เป็น

$$d = \vec{U} \cdot \vec{r}_1 \quad (5.10)$$

โดยที่เวกเตอร์ \vec{r}_1 อาจแทนด้วยเวกเตอร์ \vec{r}_2 หรือ \vec{r}_3 ก็ได้

การหาดัชนีของระนาบที่ปิดล้อมผลึก ก่อนอื่นต้องเข้าใจความหมายของดัชนี

ผลเลอรัของระนาบผลึกก่อน สันนิษฐานว่าระนาบ ๆ หนึ่งมีดัชนีผลเลอรัเป็น (2 3 4) มีความหมายว่า เมื่อคิดในหนึ่งหน่วยเซลล์ ระนาบนั้นจะตัดแกน a, b และ c ที่ทุก ๆ ระยะ $\frac{1}{2}a$, $\frac{1}{3}b$ และ $\frac{1}{4}c$ ตามลำดับ หรือระนาบนั้นตัดแกน a, b และ c แล้วแบ่งแกน a, b และ c ออกเป็น 2, 3 และ 4 ส่วนเท่า ๆ กันตามลำดับ ดังนั้นถ้าต้องการทราบดัชนีผลเลอรัของระนาบ x y z ใด ๆ จึงต้องทราบเสียก่อนว่าการที่ระนาบ x y z ตัดแกน a, b และ c ที่ x, y, z นั้น แบ่งแกน a, b และ c ออกได้เป็นกี่เท่าตามลำดับ นั่นคือต้องทราบความสัมพันธ์ของ

$$X = n (a/h)$$

$$Y = n (b/k) \tag{5.11}$$

$$Z = n (c/l)$$

เมื่อ h, k, l และ n คือเลขจำนวนเต็ม และจากสมการ (5.11) ได้ว่า

$$\left(\frac{a}{c}\right)\left(\frac{z}{x}\right) = \frac{h}{l}$$

$$\left(\frac{b}{a}\right)\left(\frac{x}{y}\right) = \frac{k}{h} \tag{5.12}$$

$$\left(\frac{b}{c}\right)\left(\frac{z}{y}\right) = \frac{k}{l}$$

ดังนั้นเมื่อทราบระยะตัดแกน x, y และ z จากสมการ (5.8) และทราบค่าคงที่โครงสร้างผลึกจากการคำนวณที่ทำไว้แล้วนำมาแทนลงในสมการ (5.12) จะสามารถหาดัชนีผลเลอรัของระนาบที่ปิดล้อมผลึกได้

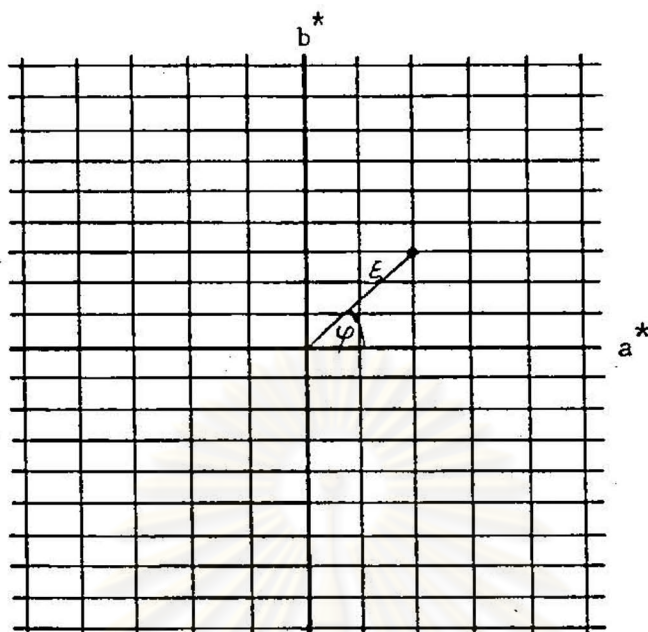
ค่าดัชนีผลเลอรัของระนาบที่ปิดล้อมผลึกและระยะห่างจากจุดกำเนิดถึงระนาบของผลึกจำลองของกรตไซเพอริติก ที่ใช้ในการวิจัยนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 5.15 เมื่อได้ข้อมูลต่าง ๆ สำหรับใช้คำนวณแฟคเตอร์การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์แล้ว จึงนำไปคำนวณแก้ไขข้อมูลความเข้มซึ่งผลการคำนวณจะได้ขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้างสังเกตุ ซึ่งจะใช้เป็นข้อมูลหลักสำหรับการหาโครงสร้างผลึกต่อไป

ตารางที่ 5.15 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ของระนาบที่ปิดล้อมผลึก และระยะห่างจากจุดกำเนิดถึงระนาบ

| ชื่อระนาบ | h | k | l | ระยะจากจุดกำเนิดถึงระนาบ (มิลลิเมตร) | หมายเหตุ |
|-----------|----|----|-----|---|---------------|
| ABEF | 0 | 0 | 1 | 0.000 | ผ่านจุดกำเนิด |
| CDHG | 0 | 0 | -1 | 0.026 | |
| ACGE | -1 | 0 | 70 | 0.000 | ผ่านจุดกำเนิด |
| BDHF | 1 | 0 | -75 | 0.044 | |
| ABCD | 0 | -1 | 0 | 0.000 | ผ่านจุดกำเนิด |
| EFGH | 1 | 1 | 0 | 0.020 | |

สำหรับข้อมูลความเข้มที่รวบรวมได้จากวิธีการแบบพีเอชอี การคำนวณขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้างสังเกต $|F_o|_{hkl}$ อาศัยผลลัพธ์จากโปรแกรม ABSW ซึ่งแก้ข้อมูลความเข้มให้ถูกต้องขึ้นจากการรวบรวมด้วยวิธีการแบบไวซ์เซ็นเบอร์ก็ ผลลัพธ์จากโปรแกรม ABSW จะให้ค่าแฟคเตอร์การดูดกลืนของระนาบผลึกต่าง ๆ ซึ่งแฟคเตอร์การดูดกลืนของระนาบผลึกต่าง ๆ ของผลึกตัวเดียวกันจะมีค่าเท่ากัน ซึ่งไม่ขึ้นกับวิธีการถ่ายภาพ ดังนั้นค่าแฟคเตอร์การดูดกลืนของระนาบผลึกต่าง ๆ ที่ปรากฏบนภาพถ่ายแบบพีเอชอี หรือภาพถ่ายแบบไวซ์เซ็นเบอร์ก็จึงเป็นค่าเดียวกัน

ส่วนค่าแฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์ คำนวณได้จากสมการ (4.63) และ (4.64) โดยการวัดค่า ξ และมุม φ ของจุดสะท้อนแต่ละจุด ดังแสดงในรูปที่ 5.20 หรือจะคำนวณโดยใช้ทฤษฎีฟิสิกส์ และฟังก์ชันตรีโกณมิติ เข้าช่วยก็ได้ ค่ามุมค่า ξ ของจุดสะท้อนต่าง ๆ แล้วแทนค่า ξ , ζ , $\bar{\mu}$, φ ที่หาได้ลงในสมการ (4.63) และ (4.64) จะได้ค่าแฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์ หลังจากนั้นแทนค่าความเข้มที่ได้จากการทดลอง แฟคเตอร์การดูดกลืน และแฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์ของจุดสะท้อนแต่ละจุดลงในสมการ (5.3) จะได้ขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้างสังเกต ซึ่งจะใช้เป็นข้อมูลหลักสำหรับการหาโครงสร้างผลึกต่อไป



รูปที่ 5.20 การวัดค่า h และมุม φ ของจุดสะท้อนบนฟิล์ม

5.10.2 การคำนวณหาตำแหน่งอะตอมด้วยวิธีการผลึกวิทยาแบบตรง (direct methods in crystallography)

เนื่องจากผลึกกรตไฮเพอริติกเป็นสารประกอบที่มีเฉพาะอะตอมเบา คือ ออกซิเจน คาร์บอน และไฮโดรเจนเท่านั้น การคำนวณหาตำแหน่งอะตอมจึงไม่เหมาะที่จะคำนวณจากฟังก์ชันแพทเทอร์สัน ซึ่งการคำนวณฟังก์ชันแพทเทอร์สันเป็นวิธีการสำคัญในการหาตำแหน่งของอะตอมหนัก การคำนวณหาตำแหน่งอะตอมสำหรับสารประกอบที่ประกอบด้วยอะตอมเบา นิยมใช้วิธีการผลึกวิทยาแบบตรง ซึ่งมีวิธีการคำนวณหาตำแหน่งอะตอมหลายวิธี สำหรับการคำนวณหาตำแหน่งของกรตไฮเพอริติกในการวิจัยครั้งนี้ ใช้การคำนวณโดยอาศัยโปรแกรม MULTAN 80 โดยใช้อัตราความเข้มที่แก้ค่าแฟคเตอร์ต่าง ๆ ถูกต้องแล้วจากวิธีการไวซ์เชิน-เบอร์เกอร์เป็นข้อมูลในการคำนวณ

โปรแกรม MULTAN 80 แบ่งออกเป็น 4 โปรแกรมย่อย คือ NORMAL, MULTAN EXFFT และ SEARCH การคำนวณหาตำแหน่งอะตอมโดยโปรแกรม MULTAN 80 นี้ สามารถคำนวณทั้ง 4 โปรแกรมย่อยต่อเนื่องกันไปในการสั่งงานเพียงครั้งเดียว หรือจะสั่งงานทีละโปรแกรมก็ได้ แต่ทั้งสองกรณีจะต้องทำงานเรียงตามลำดับโดยเริ่มจากโปรแกรม NORMAL, MULTAN EXFFT และสุดท้ายเป็น SEARCH รายละเอียดของแต่ละโปรแกรมมีดังนี้

โปรแกรม NORMAL เป็นโปรแกรมที่กำหนดค่า E หรือขนาดโครงสร้าง
 เจลียปกติ (normalised structure amplitude) จากค่าแฟกเตอร์โครงสร้างสังเกต
 F_{obs} และเตรียมแฟ้มข้อมูลเข้า (input file) สำหรับโปรแกรม MULTAN ข้อมูลป้อนเข้า
 (input data) ของโปรแกรมนี้เป็นค่าแฟกเตอร์โครงสร้างสังเกตที่ได้จากข้อมูลออก (output
 data) จากโปรแกรม CSPHABSW โดยการพิมพ์ค่าดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices)
 ค่าแฟกเตอร์โครงสร้างสังเกตและค่าคงที่ซึ่งถ้าเป็น 0 หมายถึงจุดสะท้อนนั้นสังเกตได้ และถ้าเป็น
 1 หมายถึงจุดสะท้อนนั้นสังเกตไม่ได้ โดยใช้รูปคำสั่ง (FORMAT) เป็น (1(3I5, F10.0,
 I3)) บรรทัดสุดท้ายของข้อมูลให้พิมพ์ค่าแฟกเตอร์โครงสร้างสังเกตมีเครื่องหมายเป็นลบ
 ข้อมูลออกของโปรแกรมจะพิมพ์ลงบนกระดาษ และเทปแม่เหล็กซึ่งอยู่ที่ FT02F001 สำหรับเทป
 แม่เหล็กที่บันทึกผลการคำนวณนี้ จะใช้เป็นข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรม MULTAN ต่อไป ลักษณะ
 ของโปรแกรมเป็นดังนี้

```
//ZIAD0001 JOB CLASS=T,MSGLEVEL=(1,1),MSGCLASS=A,TYPRUN=HOLD
//ST1 EXEC FORTVLG,PARM='LET,LIST'
//LKED.SYSPRINT DD SYSOUT=A
//LKED.SYSLIN DD DSN=CUPH.XTALOBJ(NORMAL),DISP=SHR,UNIT=SYSDA,
//      VOL=SER=VS1WK3
//GØ.FT06F001 DD SYSOUT=A
//FT02F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=2556,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
//      DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//FT03F001 DD DSN=ØØS2,UNIT=SYSDA,VOL=SER=VS1WK3,DISP=(,PASS),
//      SPACE=(TRK,(200,10))
//FT04F001 DD DSN=ØØS4,UNIT=SYSDA,VOL=SER=VS1WK3,DISP=(,PASS),
//      SPACE=(TRK,(40,1))
//FT08F001 DD DSN=ØØS8,UNIT=SYSDA,VOL=SER=VS1WK3,DISP=(,PASS),
//      SPACE=(TRK,(40,1))
//GØ.SYSIN DD *
```

DATA

```
/*
//
```

โปรแกรม MULTAN ประกอบด้วย 2 ส่วน ส่วนแรกเป็นส่วนที่คำนวณหาเซตของจุดสะท้อนที่มีความเข้มมาก 3 จุด โดยวิธีขั้นนิโคเลอรัสมันกันเป็น H , H' และ $H-H'$ แล้วใช้การลู่เข้า (convergence) หาจุดสะท้อนเริ่มต้นเพื่อใช้ในสูตรแทนเจน (tangent formula) ส่วนที่สองเป็นส่วนที่พิจารณาเฟสของจุดสะท้อนทั้งหมดจากเซตของจุดสะท้อนเริ่มต้นแต่ละเซต พร้อมทั้งคำนวณตัวเลขความถูกต้อง (figures of merit) ของแต่ละเซตของจุดสะท้อนเริ่มต้นด้วยข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรมเป็นเทปแม่เหล็กซึ่งเป็นข้อมูลออกจากโปรแกรม NORMAL โดยที่เทปข้อมูลออกของโปรแกรม NORMAL ที่ FT02F001 จะมาเป็นเทปข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรม MULTAN ที่ FT02F001 ส่วนข้อมูลออกของโปรแกรมจะพิมพ์ลงบนกระดาษและเทปแม่เหล็ก โดยจะพิมพ์ลงบนเทปแม่เหล็ก 2 ม้วน ซึ่งจะใช้เป็นข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรม EXFFT ต่อไป เทปข้อมูลออกของโปรแกรมจะอยู่ที่ FT03F001 และ FT04F001 ลักษณะของโปรแกรมเป็นดังนี้

```
//ZIAD1134 JOB CLASS=T,MSGLEVEL=(1,1),MSGCLASS=A,TYPRUN=HOLD
//ST1 EXEC FORTVLG,PARM='LET,LIST'
//LKED.SYSRINT DD SYSOUT=A
//LKED.SYSLMDD DD DSN=&&G0SET(&G0PGM),DISP=(,PASS),UNIT=SYSDA,
// SPACE=(TRK,(50,20,1),RLSE)
//LKED.SYSLIN DD DSN=CUPH.XTAL0BJ(MULTAN),DISP=SHR,UNIT=SYSDA,
// VOL=SER=VS1WK3
//G0.FT06F001 DD SYSOUT=A
//FT02F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=2556,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//FT03F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=0327,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1769)
//FT04F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=3830,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1769)
//SYSIN DD *
```

DATA

/*
//

โปรแกรม EXFFT เป็นโปรแกรมที่กำหนดแผนภาพ E (E-map) จากเซตของแฟกเตอร์โครงสร้างเลขสี่ปกติ ข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรมเป็นเทปแม่เหล็กซึ่งเป็นข้อมูลออกจากโปรแกรม MULTAN โดยเทปข้อมูลออกของโปรแกรม MULTAN ที่ FT04F001 และ FT03F001 จะต้องมาเป็นเทปข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรม EXFFT ที่ FT04F001 และ FT08F001 ตามลำดับ ส่วนข้อมูลออกของโปรแกรมจะพิมพ์ลงบนกระดาษและเทปแม่เหล็ก ซึ่งเทปข้อมูลออกของโปรแกรมจะอยู่ที่ FT03F001 ลักษณะของโปรแกรมเป็นดังนี้

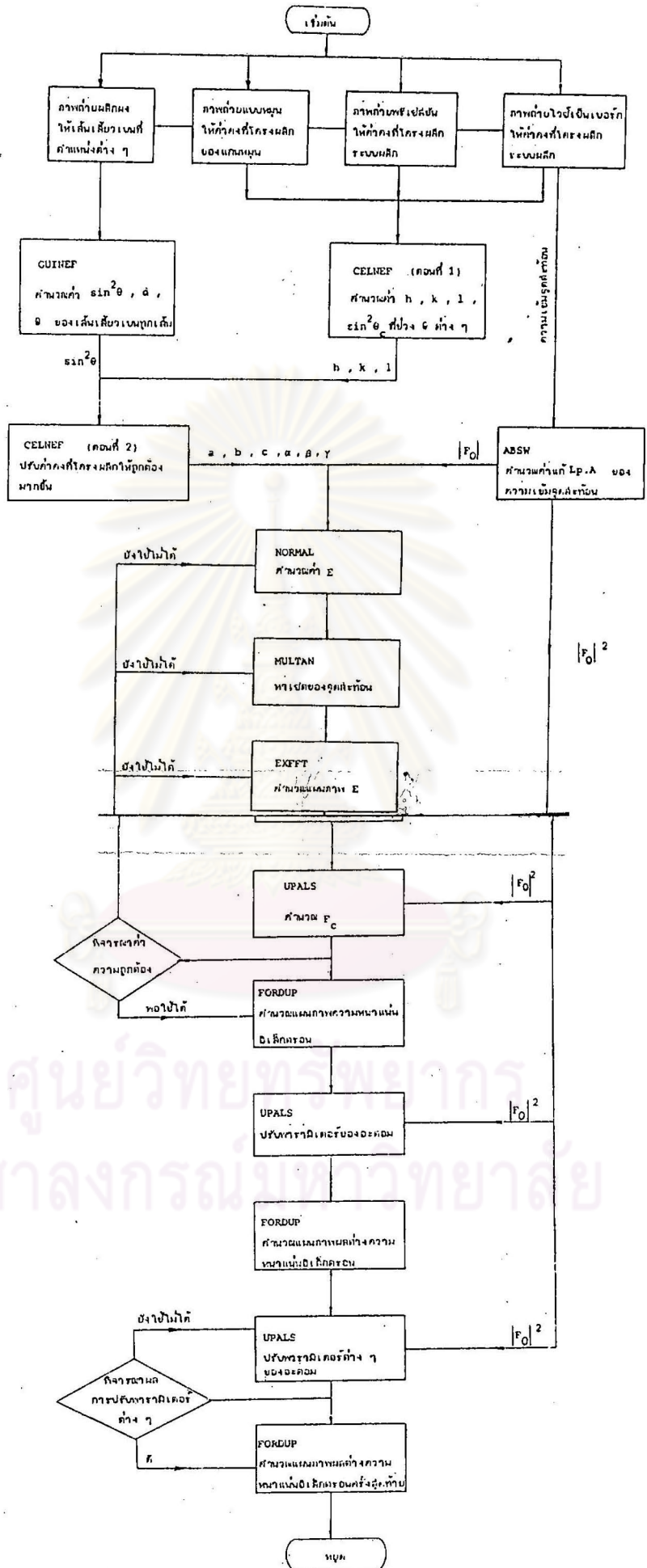
```
//ZIAD1034 JOB CLASS=T,MSGLEVEL=(1,1),MSGCLASS=A,TYPRUN=HOLD
//ST1 EXEC FORTVLG,PARM='LET,LIST'
//LKED.SYSPRINT DD SYSOUT=A
//LKED.SYSLMDD DD DSN=&&G0SET(&G0PGM),DISP=(,PASS),UNIT=SYSDA,
// SPACE=(TRK,(50,20,1),RLSE)
//LKED.SYSLIN DD DSN=CUPH.XTAL0BJ(EXFFT),DISP=SHR,UNIT=SYSDA,
// VOL=SER=VS1WK3
//G0.FT06F001 DD SYSOUT=A
//FT03F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=2556,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//FT04F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=3830,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//FT08F001 DD UNIT=TAPE,VOL=SER=0327,DISP=(OLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//SYSIN DD *
.
.
.
DATA
.
.
.
/*
//
```

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โปรแกรม SEARCH เป็นโปรแกรมที่หาโคออร์ดิเนตของพิกสูงสุด'ในแผนภาพ E และหากกลุ่มของพิกที่สามารถตัดตัวกันเป็นโมเลกุล หรือส่วนของโมเลกุล กำหนดความยาวพันธะและมุมระหว่างพันธะในแต่ละส่วนของโมเลกุล พร้อมทั้งฉายภาพลงบนระนาบต่าง ๆ ตามที่ต้องการ ข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรมเป็นเทปแม่เหล็กซึ่งเป็นข้อมูลออกของโปรแกรม EXFFT โดยที่เทปข้อมูลออกของโปรแกรม EXFFT ที่ FT03F001 จะเป็นเทปข้อมูลป้อนเข้าของโปรแกรม SEARCH ที่ FT03F001 ส่วนข้อมูลออกของโปรแกรมจะพิมพ์ลงบนกระดาษและเทปแม่เหล็ก ซึ่งเทปข้อมูลออกของโปรแกรมจะอยู่ที่ FT08F001 ลักษณะของโปรแกรมจะเป็นดังนี้

```
//ZIAD7733 JOB CLASS=T,MSGLEVEL=(1,1),MSGCLASS=A,TYPRUN=HOLD
//ST1 EXEC FORTVLG,PARM='LET,LIST'
//LKED.SYSRINT DD SYSOUT=A
//LKED.SYSLMØD DD DSN=&&GØSET(&GØPGM),DISP=(,PASS),UNIT=SYSDA,
// SPACE=(TRK,(50,20,1),RLSE)
//LKED.SYSLIN DD DSN=CUPH.XTALØBJ (SEARCH),DISP=SHR,UNIT=SYSDA,
// VOL=SER=VS1WK3
//GØ.FT06F001 DD SYSOUT=A
//FT03F001 DD UNIT=TAPE,VØL=SER=2566,DISP=(ØLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//FT08F001 DD UNIT=TAPE,VØL=SER=0327,DISP=(ØLD,KEEP),LABEL=(,NL),
// DCB=(RECFM=V,LRECL=1796)
//SYSIN DD *
.
.
.
DATA
.
.
.
/*
//
```

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5.21 แผนผังแสดงขั้นตอนการคำนวณด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์

หลังจากคำนวณโดยใช้โปรแกรม MULTAN 80 แล้ว จะได้ตำแหน่งอะตอมออกมาเป็นเซต ๆ พร้อมกับตัวเลขความถูกต้อง ตำแหน่งอะตอมที่ได้มานั้นเป็นตำแหน่งอะตอมเพียงบางส่วนในหนึ่งหน่วยเซลล์เท่านั้น ซึ่งตำแหน่งอะตอมที่เหลือหาได้โดยการคำนวณแฟคเตอร์โครงสร้างซึ่งอาศัยเฟส หรือตำแหน่งของอะตอมที่ทราบแล้วจากโปรแกรม MULTAN 80 โดยใช้โปรแกรม UPALS จากนั้นเอาผลลัพธ์ที่ได้มาเป็นข้อมูลของโปรแกรม FORDUP เพื่อคำนวณแผนภาพความหนาแน่นอิเล็กตรอน หรือแผนภาพผลต่างความหนาแน่นอิเล็กตรอนเพื่อหาตำแหน่งอะตอมเพิ่ม เมื่อได้ตำแหน่งอะตอมแล้วจึงใช้โปรแกรม UPALS ปรับ (refine) โครงสร้างของผลึกให้ถูกต้องขึ้น

สำหรับการคำนวณหาตำแหน่งอะตอมของกรดไฮเพอร์ริกโดยใช้โปรแกรม MULTAN 80 ปรากฏว่าได้เซตของเฟสออกมาทั้งหมด 54 เซต โดยเซตที่ 17 มีเลขความถูกต้องสูงที่สุด ดังนั้นจึงนำเซตที่ 17 มาหาตำแหน่งอะตอม หลังจากผ่านโปรแกรม EXFFT และ SEARCH ตามลำดับ พบว่าได้กลุ่มตำแหน่งที่น่าจะเป็นอะตอมที่สับกันเป็นส่วนของโมเลกุลออกมาเป็น 6 กลุ่ม จึงเลือกนำกลุ่มที่มีจำนวนตำแหน่งที่น่าจะเป็นอะตอมมากที่สุดคือ 10 อะตอมมาคำนวณแฟคเตอร์โครงสร้างโดยใช้โปรแกรม UPALS พบว่าค่า R เป็น 53.33% นำเฟสของตำแหน่งอะตอมที่ได้มาทำแผนภาพความหนาแน่นอิเล็กตรอน เพื่อหาตำแหน่งอะตอมอื่นเพิ่มโดยใช้โปรแกรม FORDUP และได้ลองทำตามลำดับขั้นตอนเช่นนี้กับตำแหน่งที่น่าจะเป็นอะตอมกลุ่มอื่นด้วย แต่ให้ผลลัพธ์ที่สอดคล้องน้อยกว่าตำแหน่งกลุ่มแรก จึงได้มุ่งไปพิจารณาจากตำแหน่งที่น่าจะเป็นอะตอมกลุ่มแรก 10 ตำแหน่งนั้น ซึ่งคิดว่าตำแหน่งที่น่าจะเป็นอะตอมที่ถูกต้องคงต้องอยู่ในเซตนี้ โดยจะคำนวณต่อไปภายในเวลาที่อันวนนี้ ซึ่งยังไม่สามารถสรุปโครงสร้างของผลึกกรดไฮเพอร์ริกได้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย