หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาโครงสร้างผลึกของกรดไซเพอรินิก ($C_{15}H_{22}O_2$) โดยวิธีเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์
โดย	นางสาวบุญนาค หงษ์พันธ์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. พัฒนะ ภวะนันท์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. โสภณ เรืองสำราญ
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	2528

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อ

ผลึกกรดไซเพอรินิก ($C_{15}H_{22}O_2$) มีลักษณะเป็นแท่งรูปทรงเรขาคณิต โปร่งใส ไม่มีสี อยู่ในระบบออร์โทรอมบิค มีหมู่สมมาตรสามมิติเป็น $P2_12_12_1$ ค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียดได้จากวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แบบผลึกผงด้วยกล้องกีเนียร์-เอกก์ และปรับค่าที่ได้ด้วยวิธีกำลังสองน้อยที่สุด ได้ค่าคงที่โครงผลึกเป็น a = 8.1244±0.0019 Å , b = 12.3664±0.0025 Å , c = 27.6717±0.0077 Å ปริมาตรของหน่วยเซลล์ (V) เป็น 2779.9 $(Å)^3$ ความหนาแน่นที่ได้จากวิธีการลอยตัว (D_m) มีค่า 1.120 กรัม $(ซม.)^{-3}$ จำนวนหน่วยสูตรในหนึ่งหน่วยเซลล์ (Z) เท่ากับ 8 ค่าความหนาแน่นจากการคำนวณ (D_x) เท่ากับ 1.119 กรัม $(ซม.)^{-3}$ และสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์เชิงเส้น μ_{CuK_α} เท่ากับ 5.69 $(ซม.)^{-1}$

บันทึกความเข้มรังสีเอ็กซ์ของทองแดงชนิด K_α ความยาวคลื่น (λ) = 1.5418 Å ที่เลี้ยวเบนจากระนาบอิสระ 1414 ระนาบของผลึกลงบนแผ่นฟิล์มซ้อนโดยวิธีการไวซ์เซ็นเบอร์กและวิธีการพรีเซสชัน วัดความเข้มสัมพัทธ์เทียบกับความเข้มมาตรฐานที่เตรียมขึ้น แก้ค่าความเข้มที่ได้ให้ถูกต้องขึ้น เนื่องจากอิทธิพลของแฟคเตอร์การดูดกลืนและแฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์

การคำนวณโครงสร้างที่น่าจะเป็นของกรดไซเพอรินิก ใช้วิธีการผลึกวิทยาแบบตรง โดยคำนวณจากโปรแกรม MULTAN 80 อันประกอบด้วยโปรแกรม NORMAL MULTAN EXFFT SEARCH ซึ่งขณะนี้ได้โครงสร้างออกมาบางส่วนที่อาจเป็นไปได้ซึ่งคาดว่าแกนของโมเลกุลน่าจะวางตัวขนานกับแกน a โดยยังจะต้องมีการคำนวณต่อไปอีกมากหากจะให้ได้โครงสร้างของสารประกอบนี้ทั้งหมด

Thesis Title	X-ray Diffraction Study of the Crystal Structure of Cyperenic Acid ($C_{15}H_{22}O_2$)
Name	Miss Boonnak Hongpanus
Thesis Adviser	Associate Professor Phathana Phavanantha, Ph.D.
Thesis Co-adviser	Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.
Department	Chemistry
Academic Year	1985

ABSTRACT

Cyperenic Acid ($C_{15}H_{22}O_2$) crystallizes as colourless and transparent geometrical form in the orthorhombic system, space group $P_{2_12_12_1}$. The unit cell dimensions were obtained from powder X-ray diffraction by Guinier-Hägg camera and refined by least-squares method. The cell dimensions are a = 8.1244±0.0019 Å , b = 12.3664±0.0025 Å , c = 27.6717± 0.0077 Å , V = 2779.9 $(Å)^3$, D_m = 1.120 $gm.cm.^{-3}$, z = 8 formula units/ unit cell, D_x = 1.119 $gm.cm.^{-3}$ and the linear absorption coefficient μCuK_α = 5.69 cm^{-1}.

Copper K_α (λ = 1.5418 Å) radiation with Weissenberg multiple films technique and the precession method were used to record 1414 independent reflections from the crystal. The intensities were measured visually, and corrected for absorption and Lorentz-polarization factor.

The Direct Methods were employed to compute the probable structure of cyperenic acid. MULTAN 80, comprising NORMAL, MULTAN, EXFFT and SEARCH programs, at this stage led to a probable fragment of the structure with some indication that the orientation of the molecular axes is probably parallel to the a-axis. Further computation to elucidate the whole structure of the compound remains to be done.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยความกรุณาของ รองศาสตราจารย์ ดร. พัฒนะ ภวะนันท์ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษา ได้กรุณาให้คำแนะนำช่วยเหลือ และควบคุมการวิจัยอย่างใกล้ชิดด้วยดีตลอดมา จึงขอกราบขอบพระคุณไว้ ณ ที่นี้

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. โสภณ เรืองสาราญ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ได้กรุณามอบผลึกที่ใช้ในการวิจัยนี้ และกรุณาให้คำแนะนำช่วยเหลือมาโดยตลอด

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์สุพนิจ พราหมทัศ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำช่วยเหลือเกี่ยวกับการวิจัยครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ สมชาย ทยานยง ผู้อำนวยการสถาบันบริการคอมพิวเตอร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย รวมทั้งเจ้าหน้าที่ของสถาบัน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ครูพรชัย คุ้มวิวรรธน์ ที่กรุณาให้ความสะดวกในการใช้เครื่องคอมพิวเตอร์ IBM การรับส่งโปรแกรมการคำนวณ และให้คำปรึกษาแนะนำเมื่อเกิดปัญหาขึ้นในการใช้โปรแกรม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... จ

กิตติกรรมประกาศ..... ฉ

รายการตารางประกอบ..... ญ

รายการรูปประกอบ..... ฐ

บทที่

1 บทนำ..... 1

2 ทฤษฎีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์..... 3

2.1 กำเนิดรังสีเอ็กซ์..... 3

2.2 ระบบผลึก..... 7

2.3 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์..... 11

2.3.1 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ตามเงื่อนไขของลาวเอ..... 11

2.3.2 กฎของแบรกก์..... 13

2.3.3 รีซิเพรอเคิลแลททิส..... 14

2.3.4 ความสัมพันธ์ระหว่างเงื่อนไขของลาวเอ กฎของแบรกก์ กับรีซิเพรอเคิลแลททิส..... 19

2.4 การถ่ายภาพผลึกเดี่ยว..... 22

2.4.1 การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน..... 22

2.4.2 การถ่ายภาพแบบไวซ์เซ็นเบอร์ก..... 25

2.4.3 การถ่ายภาพแบบพรีเซสชัน..... 33

3 การถ่ายภาพผลึกด้วยวิธีพรีเซสชัน..... 34

3.1 การพัฒนาวิธีการถ่ายภาพแบบพรีเซสชัน..... 34

3.2 กล้องพรีเซสชัน..... 37

3.3 หลักการทำงานของกล้องพรีเซสชัน..... 40

3.4 หลักการถ่ายภาพพรีเซสชัน..... 41

หน้า

3.5 การเคลื่อนที่ของผลึกวิธีพรีเซสชัน 44
3.5.1 การเคลื่อนที่ของระนาบเลย์เออร์ที่ 0 45
3.5.2 การเคลื่อนที่ของระนาบเลย์เออร์ที่ n 46
3.6 การปรับแกนผลึก 47
3.7 การแยกถ่ายภาพพรีเซสชันทีละระนาบ 52
3.8 ขีดจำกัดของการถ่ายภาพพรีเซสชัน 53
3.9 การพิจารณาหมู่สมมาตรสามมิติ และคำนวณค่าคงที่โครงผลึก 55
3.9.1 การพิจารณาหมู่สมมาตรสามมิติของผลึก 55
3.9.2 การคำนวณค่าคงที่โครงผลึก 64
4 แฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์สำหรับวิธีพรีเซสชัน 66
4.1 แฟคเตอร์โพลาไรซ์ 66
4.2 แฟคเตอร์ลอเรนซ์ 69
4.2.1 แฟคเตอร์ลอเรนซ์ของการพรีเซสชันแบบสมบูรณ์ 70
4.2.2 แฟคเตอร์ลอเรนซ์ของการพรีเซสชันแบบมาร์คทู 77
4.3 แฟคเตอร์ลอเรนซ์-โพลาไรซ์ 87
5 การทดลองและการศึกษาโครงผลึก 95
5.1 ลักษณะทั่วไปและการเลือกผลึกเดี่ยว 95
5.2 การหาความหนาแน่นของผลึกกรดไขเพอรินิก 96
5.3 การปรับแกนผลึก 97
5.4 การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน 100
5.5 การถ่ายภาพแบบไวซ์เซ็นเบอร์ก 102
5.6 การถ่ายภาพแบบพรีเซสชัน 110
5.7 ค่าคงที่โครงผลึกอย่างละเอียด 116
5.8 หมู่สมมาตรสามมิติ 119
5.9 การรวบรวมข้อมูลความเข้ม 128
5.10 การศึกษาโครงสร้างผลึก 130
5.10.1 การคำนวณขนาดของแฟคเตอร์โครงสร้าง 130
5.10.1 การคำนวณหาตำแหน่งอะตอมด้วยวิธีการผลึกวิทยา

หน้า

แบบตรง..... 139

6 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง..... 146

เอกสารอ้างอิง..... 184

ภาคผนวก..... 186

ประวัติผู้เขียน..... 188

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการตารางประกอบ

ตารางที่ หน้า

2.1 แสดงค่าความยาวคลื่นเฉลี่ยของรังสีเอ็กซ์ K_α จากเป้าโลหะชนิดต่าง ๆ 7

2.2 แสดงระบบผลึกและบราเวส์แลททิส 8

2.3 แสดงความสัมพันธ์ของค่าคงที่โครงผลึกของแลททิสปกติ กับรีซิเพรอเคิลแลททิส 18

3.1 แสดงสัมมาตรฟรีเดลของผลึก 57

3.2 แสดง 10 กลุ่มจุดในระนาบ 58

3.3 แสดงการพิจารณาสัญลักษณ์รีซิเพรอเคิลแลททิสจากภาพถ่ายพรีเซสชัน. 60

3.4 แสดงการแปลผลภาพถ่ายชนิดระนาบเลื่อน จากรูปที่ 3.20..... 61

3.5 แสดงการแปลผลภาพถ่ายชนิดสกรู จากรูปที่ 3.21..... 62

3.6 แสดงความสัมพันธ์ของสัญลักษณ์ดิฟแฟรคชันกับสัมมาตรสามมิติของผลึกระบบออร์โทรอมบิค 63

4.1 แสดงรายละเอียดของระบบฟิกัดทั้งสองระบบ..... 79

5.1 แสดงการหาค่าคงที่โครงผลึกตามแกน a จากภาพถ่ายแบบผลึกหมุน เมื่อใช้ CuK_α (λ = 1.5418 Å) r = 28.65 มม..... 101

5.2 แสดงการหาค่าคงที่โครงผลึกตามแกน c จากภาพถ่ายแบบผลึกหมุน เมื่อใช้ CuK_α (λ = 1.5418 Å) r = 28.65 มม..... 102

5.3 แสดงค่ามุมเอียง μ_h และระยะเลื่อน S_h เมื่อ a เป็นแกนหมุน.... 103

5.4 แสดงค่ามุมเอียง μ_l และระยะเลื่อน S_l เมื่อ c เป็นแกนหมุน.... 103

5.5 แสดงผลการคำนวณค่าคงที่โครงผลึกตามแนวแกน b จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 0 ชั้น okl..... 109

5.6 แสดงผลการคำนวณค่าคงที่โครงผลึกตามแนวแกน c จากภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 0 ชั้น okl..... 110

5.7 แสดงค่า $\bar{\mu}$, r_s, Δ, Fd^* และ S ที่ใช้สำหรับการถ่ายภาพพรีเซสชันในแต่ละระนาบ โดยมีแกน c (27.627 Å) เป็นแกนพรีเซส

ตารางที่ หน้า

ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α (λ = 0.7107 Å) 111

5.8 แสดงค่า $\bar{\mu}$, r_s, Δ, Fd^* และ S ที่ใช้สำหรับการถ่ายภาพพรีเซสชัน ในแต่ละระนาบ โดยมีแกน b (12.366 Å) เป็นแกนพรีเซส ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α (λ = 0.7107 Å) 111

5.9 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน a จากภาพถ่ายพรีเซสชัน เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซส ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α (λ = 0.7107 Å) 115

5.10 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน b จากภาพถ่ายพรีเซสชัน เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซส ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α (λ = 0.7107 Å) 115

5.11 แสดงค่าคงที่โครงผลึกตามแกน c จากภาพถ่ายพรีเซสชัน เมื่อแกน b เป็นแกนพรีเซส ใช้รังสีเอ็กซ์ MoK_α (λ = 0.7107 Å) 116

5.12 แสดงข้อมูลจากภาพถ่ายผลึกผงของกรดไซเพอรีนิกโดยใช้กล้องกีเนียร์-เอกก์แบบ XDC 700 118

5.13 แสดงเงื่อนไขการพบจุดสะท้อนที่ปรากฏในระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิส ต่าง ๆ ของผลึกกรดไซเพอรีนิก 124

5.14 แสดงค่า μ_m และการหาค่า P_i 132

5.15 แสดงค่าดัชนีมิลเลอร์ของระนาบที่ปิดล้อมผลึก และระยะห่างจากจุดกำเนิดถึงระนาบ 138

6.1 แสดงข้อมูลทั่วไปของผลึกกรดไซเพอรีนิก 146

6.2 (ก) แสดงการจัด JCL เพื่อคำนวณโดยโปรแกรม NORMAL ในระบบ OS/VS1 148

(ข) แสดงผลการคำนวณจากโปรแกรม NORMAL 161

6.3 (ก) แสดงการจัด JCL เพื่อคำนวณโดยโปรแกรม MULTAN ในระบบ OS/VS1 186

(ข) แสดงผลการคำนวณจากโปรแกรม MULTAN 167

6.4 (ก) แสดงการจัด JCL เพื่อคำนวณโดยโปรแกรม EXFFT ในระบบ OS/VS1 174

(ข) แสดงผลการคำนวณจากโปรแกรม EXFFT 175

รายการรูปประกอบ

รูปที่		หน้า
2.1	สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	3
2.2	ส่วนประกอบของหลอดรังสีเอ็กซ์	4
2.3	สเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องจากเป้าทังสเตน	5
2.4	การกระจายความเข้มของคลื่นรังสีเอ็กซ์ MoK_{α}, 50kV และ CuK_{α}, 35kV	6
2.5	จุดแลททิสในสามมิติ และหน่วยเซลล์	7
2.6	โครงผลึก 14 แบบของบราเวส์	9
2.7	ชุดระนาบของผลึกต่าง ๆ บนระนาบ (001)	10
2.8	การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยพิจารณาจุดแลททิสในแกน a	11
2.9	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตามเงื่อนไขของลาวเอในสามมิติ	13
2.10	การสะท้อนรังสีเอ็กซ์โดยชุดระนาบของผลึก	14
2.11	ความสัมพันธ์ระหว่างจุดรีซิเพรอเคล P_{hkl} กับระนาบ (hkl) ในแลททิสปกติ	15
2.12	ระนาบของผลึกในแลททิสปกติกับจุดรีซิเพรอเคลที่ใช้แทนระนาบ (hkl) เหล่านั้นในรีซิเพรอเคลแลททิส	15
2.13	หน่วยเซลล์แบบพรีมิทีฟในแลททิสปกติ	16
2.14	ความสัมพันธ์ระหว่างเงื่อนไขของลาวเอกับรีซิเพรอเคลแลททิส	19
2.15	กฎการเลี้ยวเบนของแบรกก์ในเชิงเรขาคณิต	20
2.16	ความสัมพันธ์ระหว่างกฎของแบรกก์กับรีซิเพรอเคลแลททิส	21
2.17	ลักษณะของกล้องไวซ์เซ็นเบอร์ก	23
2.18	ลักษณะเลย์เออร์ไลน์ที่ปรากฏบนฟิล์มของการถ่ายภาพแบบผลึกหมุน	23
2.19	การถ่ายภาพแบบผลึกหมุน โดยมีแกน $\vec{a}$ เป็นแกนหมุน	24
2.20	การใช้ตัวกั้นเลย์เออร์ไลน์แยกถ่ายภาพรีซิเพรอเคลแลททิสทีละเลย์-เออร์	25
2.21	ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก	26

รูปที่ หน้า

2.22 การเกิดจุดล่ะท้อนและตำแหน่งของจุดล่ะท้อนบนฟิล์ม..... 27

2.23 ลักษณะการเกิดเส้นเฮ็นทรัลแลททิล่ และเส้นผ่านเฮ็นทรัลแลททิล่..... 29

2.24 ย่านมอดของการถ่ายภาพไวซ์เฮ็นเบอร์กเลย์เออร์ที่ n..... 30

2.25 วิธีการถ่ายภาพไวซ์เฮ็นเบอร์กเลย์เออร์ที่ n โดยวิธีการ equi-inclination..... 30

2.26 ความสัมพันธ์ของระยะห่างระหว่างเลย์เออร์ในรีซิเพรอเคิลแลททิล่กับระยะที่ปรากฏบนแผ่นฟิล์ม..... 31

2.27 (ก) จุดล่ะท้อนซึ่งสมมูลย์กันจากภาพถ่ายไวซ์เฮ็นเบอร์ก

(ข) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะรีซิเพรอเคิลแลททิล่กับระยะที่ปรากฏบนฟิล์ม..... 32

3.1 (ก) การหมุนของผลึกแบบผลึกหมุนกลับไปกลับมา

(ข) สมมาตร 2mm บนฟิล์ม เนื่องจากการถ่ายภาพแบบผลึกหมุน... 35

3.2 (ก) การหมุนของผลึกทั้งทางแกนนอน (H) และแกนตั้ง (V)

(ข) สมมาตร 6mm บนฟิล์มเนื่องจากการถ่ายภาพแบบพรีเซล่ยัน.. 36

3.3 ส่วนประกอบของกล้องพรีเซล่ยัน..... 37

3.4 ลักษณะของฉากกั้นรังสีเอ็กซ์..... 39

3.5 ลักษณะการบรรจุฟิล์มลงในกล่องใส่ฟิล์มในการถ่ายภาพแบบพรีเซล่ยัน.. 39

3.6 ลักษณะภาพถ่ายพรีเซล่ยันด้านหลัง..... 40

3.7 หลักการทำงานของกล้องพรีเซล่ยัน..... 40

3.8 การถ่ายภาพพรีเซล่ยันของเลย์เออร์ที่ 0..... 42

3.9 การถ่ายภาพพรีเซล่ยันของเลย์เออร์ที่ n..... 43

3.10 ลักษณะการเคลื่อนที่แบบพรีเซล่ยันของผลึก..... 45

3.11 การเคลื่อนที่ของระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิล่เลย์เออร์ที่ 0..... 46

3.12 การเคลื่อนที่ของระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิล่เลย์เออร์ที่ 1..... 47

3.13 ระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิล่ที่ยังไม่ได้ปรับแกนตัดกับทรงกลมการล่ะท้อน

(ก) ระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิล่ตัดด้านบนของทรงกลมการล่ะท้อน

(ข) ระนาบรีซิเพรอเคิลแลททิล่ตัดด้านล่างของทรงกลมการล่ะท้อน. 49

3.14 ลักษณะภาพถ่ายที่ได้ในขณะปรับแกนพรีเซล่ยองผลึก..... 50

รูปที่ หน้า

3.15 ลักษณะการปรับแกนพรีเซ่ลยองผลึกยอง H_{arc}, V_{arc} และ V_{dial} 51

3.16 หลักการแยกถ่ายภาพพรีเซ่ลยันทีละเลย์เออร์..... 52

3.17 รูปโนโมแกรมสำหรับเลือกค่า $\bar{\mu}$, r_s, S เมื่อทราบค่า ξ..... 54

3.18 การพรีเซ่ลยองระนาบรีซิเพรอเดิลแลททิสเลย์เออร์สูงสุด..... 55

3.19 การพิจารณาสัญลักษณ์แลททิสของผลึกจากภาพถ่ายพรีเซ่ลยัน..... 59

3.20 ภาพการหายไปอย่างเป็นระบบของจุดรีซิเพรอเดิลแลททิสบนเลย์เออร์ที่ 0..... 60

3.21 ภาพการหายไปอย่างเป็นระบบของจุดรีซิเพรอเดิลแลททิสบนเลย์เออร์ที่ 0..... 62

3.22 ลักษณะภาพถ่ายพรีเซ่ลยันยองระนาบรีซิเพรอเดิลแลททิสเลย์เออร์ที่ 0..... 64

4.1 การเกิดรังสีโพลาไรซ์จากการกระเจิงโดยอิเล็กตรอนตัวเดียว..... 67

4.2 การพรีเซ่ลยันโดยกำหนดให้ระนาบรีซิเพรอเดิลแลททิสเคลื่อนที่ยณะลำรังสีเอ็กซ์อยู่นิ่ง..... 70

4.3 การพรีเซ่ลยันโดยกำหนดให้ลำรังสีเอ็กซ์เคลื่อนที่ยณะระนาบรีซิเพรอ-เดิลแลททิสอยู่นิ่ง..... 71

4.4 ภาพต่าง ๆ ของทรงกลมการสะท้อน และระนาบรีซิเพรอเดิลแลททิสชั้นที่ n ยณะเกิดการพรีเซ่ลยัน..... 72

4.5 ภาพรายละเอียดของรูปที่ 4.3..... 74

4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างระบบพิกัดของฟิล์ม $\hat{i}'\hat{j}'\hat{k}'$ กับระบบพิกัดที่อยู่นิ่ง $\hat{i}\ \hat{j}\ \hat{k}$..... 78

4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างระบบพิกัดคาร์ทีเซียน $(X'Y'Z')$ กับระบบพิกัดทรงกระบอก (ξ, ζ, φ)..... 82

4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างพิกัดของมุม φ_o ของทรงกลมการสะท้อนในรีซิเพรอเดิลสเปล่กับเวลา..... 85

4.9 การเปลี่ยนแปลงของความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วเชิงมุม ω/Ω กับมุม φ_o..... 85

รูปที่ หน้า

4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างมุม φ φ_o' และ φ_o'' กับมุม η 86

4.11 แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่ 0 และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 89

4.12 (ก) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.05$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 91

(ข) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.10$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 91

(ค) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.15$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 92

(ง) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.20$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 92

(จ) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.25$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 93

(ฉ) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.30$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 93

(ช) แผนภาพของค่าแกล้อเรนซ์-โพลาไรซ์ของระนาบที่มีค่า $\zeta = 0.35$ r.l.u. และมุมพรีเซล่ $\bar{\mu} = 30^o$ 94

5.1 แบบจำลองของผลึกที่มีรูปร่างและขนาด (มิลลิเมตร) ใกล้เคียงกับผลึกจริง 95

5.2 หัวโกนีโอมิเตอร์ยึดผลึกเดี่ยวติดอยู่ 96

5.3 มุมและทิศทางที่ต้องปรับอาร์คในการปรับแกนผลึก 98

5.4 การหาค่ามุมในการปรับแกนหมุนอย่างละเอียด 99

5.5 (ก) ภาพถ่ายแบบผลึกหมุนรอบแกน a ของผลึกกรดไซเพอรีนิก ในช่วงมุม ±50 องศา ใช้รังสีเอ็กซ์นิด CuK_α ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ ใช้เวลาถ่ายภาพ 9 ชั่วโมง 100

รูปที่ หน้า

5.5 (ย) ภาพถ่ายแบบผลึกหมุนรอบแกน c ของผลึกกรดไซเพอรีนิก ในช่วงมุม ±50 องศา ใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ ใช้เวลาถ่ายภาพ 9 ชั่วโมง..... 101

5.6 (ก) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 0 ชั้น okl ของผลึกกรดไซเพอรีนิกเมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง..... 104

(ข) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 1 ชั้น 1kl ของผลึกกรดไซเพอรีนิกเมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง..... 105

(ค) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 2 ชั้น 2kl ของผลึกกรดไซเพอรีนิกเมื่อ a เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 99 ชั่วโมง..... 106

(ง) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 0 ชั้น hko ของผลึกกรดไซเพอรีนิกเมื่อ c เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 70 ชั่วโมง..... 107

(จ) ภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 1 ชั้น hkl ของผลึกกรดไซเพอรีนิกเมื่อ c เป็นแกนหมุน โดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_{α} ณ ที่ 35 กิโลโวลท์ 20 มิลลิแอมป์ มี Ni เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 70 ชั่วโมง..... 108

5.7 (ก) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 0 ชั้น hk0 เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซสชัน $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_{α} 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง).. 112

รูปที่ หน้า

5.7 (ข) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 1 ชั้น hk1 เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซส $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)... 112

(ค) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 2 ชั้น hk2 เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซส $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)... 113

(ง) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 3 ชั้น hk3 เมื่อแกน c เป็นแกนพรีเซส $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)... 113

(จ) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 0 ชั้น h0l เมื่อแกน b เป็นแกนพรีเซส $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ Zr เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)... 114

(ฉ) ภาพถ่ายพรีเซสชันระนาบที่ 1 ชั้น h1l เมื่อแกน b เป็นแกนพรีเซส $\bar{\mu}$ = 30 องศา (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์ ZR เป็นตัวกรอง ใช้เวลาถ่ายภาพ 200 ชั่วโมง)... 114

5.8 ภาพถ่ายผลึกผงของผลึกกรดไซเพอรีนิกด้วยกล้องกีเนียร์-เฮกก์แบบ XDC700 ใช้รังสีเอ็กซ์CuK_{α_1} (λ = 1.54051 Å)..... 117

5.9 พิกัดของจุดสะท้อนบนภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กระนาบที่ 0 ชั้น 0kl ของผลึกกรดไซเพอรีนิก..... 120

5.10 รีซิเพรอเคิลแลททิสของผลึกกรดไซเพอรีนิก เมื่อ a เป็นแกนหมุน

(ก) (0kl)

(ข) (1kl)..... 121

(ค) (2kl)

(ง) (3kl)..... 122

5.11 รีซิเพรอเคิลแลททิสของผลึกกรดไซเพอรีนิก เมื่อ c เป็นแกนหมุน

(ก) (hk0)

(ข) (hkl)..... 123

รูปที่ หน้า

5.12 (ก) ภาพถ่ายลาวเอ "ยองแกน a" แกน a ตั้งฉากกับกระดาษ (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์) ใช้เวลาถ่ายภาพ 12 ชั่วโมง..... 125

(ข) ภาพถ่ายลาวเอ "ยองแกน b" แกน b ตั้งฉากกับกระดาษ (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์) ใช้เวลาถ่ายภาพ 12 ชั่วโมง..... 125

(ค) ภาพถ่ายลาวเอ "ยองแกน c" แกน c ตั้งฉากกับกระดาษ (MoK_α 50 กิโลโวลท์ 14 มิลลิแอมป์) ใช้เวลาถ่ายภาพ 12 ชั่วโมง..... 126

5.13 ลักษณะภาพถ่ายพรีเซสชันหลังจากนำมาซ้อนทับกันของเลย์เออร์ที่ 1 กับเลย์เออร์ที่ 2 เมื่อ b เป็นแกนพรีเซสชัน และ a เป็นแกนไดฮัล..... 126

5.14 ลักษณะภาพถ่ายพรีเซสชันหลังจากนำมาซ้อนทับกันของเลย์เออร์ที่ 0 กับเลย์เออร์ที่ 1 เมื่อ b เป็นแกนพรีเซสชัน และ a เป็นแกนไดฮัล 127

5.15 ลักษณะภาพถ่ายพรีเซสชันหลังจากนำมาซ้อนทับกันของเลย์เออร์ที่ 0 กับเลย์เออร์ที่ 1 เมื่อ c เป็นแกนพรีเซสชัน และ a เป็นแกนไดฮัล.. 127

5.16 กราฟยองสเกลตัวคูณ กับ ξ ที่ใช้ในการแก้ความผิดพลาดของความเข้มเนื่องจากจุดสะท้อนแยกเป็น 2 จุด..... 130

5.17 การกำหนดแกนต่าง ๆ และระนาบที่ปิดล้อมผลึกลงในผลึกจำลอง... 133

5.18 ตำแหน่งยองแกน b^* และแกน c^* บนภาพถ่ายไวซ์เซนเบอร์ก เลย์เออร์ที่ 0 มีแกน a เป็นแกนหมุน โดยให้ผลึกหมุนจากมุม 100 ถึง 300 องศา..... 134

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..... 135

5.20 การวัดค่า ξ และมุม φ ของจุดสะท้อนบนฟิล์ม..... 139