บทที่ 1

บทนำ

ผลึก $(C_6H_5)_2TlBrC_{12}H_8N_2$ เป็นสารประกอบอินทรีย์-โลหะ (organometallic compound) ในการศึกษาโครงสร้างของผลึก $(C_6H_5)_2 TlBrC_{12}H_8N_2$ นี้อาศัยผลงานการวิจัยในทำนองเดียวกันและแบบจำลองของ $(C_6F_5)_2 TlL_2Br$ (Lคือลิแกนด์) ซึ่งเป็นสารคล้ายคลึงกัน (analogous substance) แต่ทว่ายังไม่ได้มีการศึกษาโครงสร้างอย่างละเอียด เพียงแต่พบว่ามีสมมาตรแบบทริโกนัล ไบพิรามิด (trigonal bipyramid)

การเตรียมสารประกอบ $(C_6H_5)_2 TlBrC_{12}H_8N_2$ (Mukdeeprom, 1978) ใช้สารประกอบ $(C_6H_5)_2 TlBr$ หนัก 0.44 กรัม (0.001 โมล)กับ $C_{12}H_8N_2$ (1, 10-phenanthroline) หนัก 0.06 กรัม(0.003 โมล) ละลายใน ไดออกเซน (dioxane) ที่มีปริมาตร 75 ลูกบาศก์เซ็นติเมตร นำมาต้มนาน 5 นาที จากนั้นนำมากรองเอาเฉพาะสารละลายที่เหลือทิ้งไว้ให้แห้งในอุณหภูมิห้อง จนกระทั่งได้สารสีขาว นำสารที่ได้มาล้างด้วยเอ็ธธานอล (ethanol) และอีเธอร์ (ether) หลาย ๆ ครั้ง ท้ายสุดจะมีสารเหลืออยู่ 0.9 กรัม หรือ 30% สารนี้มีอุณหภูมิหลอมเหลวที่ 230°c

การวิจัยเพื่อศึกษาโครงสร้างของผลึก $(C_6H_5)_2 TlBrC_{12}H_8N_2$ โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ครั้งนี้อาจแบ่งขั้นตอนในการวิจัยออกได้เป็น 3 ขั้นคือ

1. การรวบรวมข้อมูลทั่วไปของผลึก เป็นการหาสมบัติและข้อมูลเบื้องต้นที่จะนำไปสู่การคำนวณหาโครงสร้าง ข้อมูลเหล่านี้คือ ความหนาแน่นของผลึก หาได้โดยใช้วิธีการลอยตัว (flotation method) ของผลึกในของเหลวที่มีความหนาแน่นใกล้เคียงกัน ขนาดของมิติเซลล์ ระบบและหมู่สมมาตรสามมิติ (space group) ของผลึก หาได้จากภาพถ่ายออส ซิลเลชัน (oscillation photograph) อาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์ก (Weissenberg photograph) และภาพถ่ายพรีเซสชัน (precession photograph) ส่วนขนาดของมิติเซลล์อย่างละเอียด หาได้จากภาพถ่ายผลึกผง (powder photograph)

2. การหาโครงสร้างของผลึก แบ่งขั้นตอนออกเป็น 2 ขั้นคือ

2.1 การรวบรวมข้อมูลความเข้ม ได้จากการวัดความเข้มของจุดสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ที่ปรากฏบนฟิล์มของภาพถ่ายไวซ์เซ็นเบอร์กเทียบกับความเข้มมาตรฐาน (standard intensity scale) ที่สร้างขึ้น

2.2 การหาตำแหน่งอะตอมต่าง ๆ ของผลึกโดยได้จากการใช้ข้อมูลความเข้มไปคำนวณแผนภาพแพทเทอร์สัน (Patterson map) เพื่อหาตำแหน่งอะตอมหนักคือ ทัลเลียม (Tl) จากนั้นใช้การสังเคราะห์ฟูเรียร์ (Fourier synthesis) คำนวนแผนภาพความหนาแน่นของอิเลคตรอน (electron density map) เพื่อหาตำแหน่งอะตอมที่เหลือคือ โบรมีน (Br) ไนโตรเจน (N) และคาร์บอน (C)

3. การปรับโครงสร้างของผลึก เมื่อทราบตำแหน่งอะตอมต่าง ๆ ของผลึกครบแล้ว ขั้นต่อไปคือ การปรับตำแหน่ง อะตอมเหล่านี้เนื่องจากค่าที่ได้ยังเป็นค่าที่มีความผิดพลาดอยู่ การปรับโครงสร้างของผลึกแบ่งออกเป็น 2 ขั้นคือ

3.1 การปรับโครงสร้างโดยวิธีของบูธ (Booth's method) เป็นการปรับตำแหน่งอะตอมอย่างหยาบ

3.2 การปรับโครงสร้างโดยวิธีกำลังสองน้อยที่สุด (least-squares method) เป็นการปรับโครงสร้างอย่างละเอียด ตำแหน่งอะตอมที่ปรับได้จากหลังการปรับโดยวิธีของบูธ นอกจากนี้ยังมีการปรับพารามิเตอร์อื่นอีกคือ ค่าแฟคเตอร์สเกล (scale factor) และค่าแฟคเตอร์อุณหภูมิ (temperature factor) ซึ่งมีผลต่อโครงสร้างผลึก

ในการคำนวณหามิติเซลล์และตำแหน่งอะตอมของผลึก $(C_6H_5)_2\ TlBrC_{12}H_8N_2$ จากข้อมูลความเข้มและการปรับโครงสร้างนั้นใช้คอมพิวเตอร์ IBM 370/138 ในการคำนวณโดยใช้โปรแกรมต่าง ๆ คือ

- โปรแกรม CSPHGUHA
- โปรแกรม CSPHCENE
- โปรแกรม CSPHABSW

- โปรแกรม CSPHFOUR
- โปรแกรม CSPHLSQ
- โปรแกรม CSPHDIST

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีบางส่วนของทฤษฎีและขั้นตอนในการวิจัยร่วมกับวิทยานิพนธ์อื่นบ้าง ตามสมควร ทั้งนี้จุดประสงค์ของผู้เขียนเพื่อต้องการให้ผู้ที่สนใจ สามารถติดตามขั้นตอนในการวิจัยได้สะดวก โดยวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้แบ่งเนื้อหาออกเป็น 5 บท คือ

บทที่ 1 เป็นบทนำ

บทที่ 2 กล่าวถึงทฤษฎีเบื้องต้นของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และทฤษฎีการหาโครงสร้างของผลึก

บทที่ 3 ได้กล่าวถึงการถ่ายภาพด้วยวิธีพรีเซสชัน

บทที่ 4 เป็นบทที่กล่าวถึงขั้นตอนการทดลองและการคำนวณโครงสร้างของผลึก

บทที่ 5 ซึ่งเป็นบทสุดท้ายเป็นการสรุปผลการวิจัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย