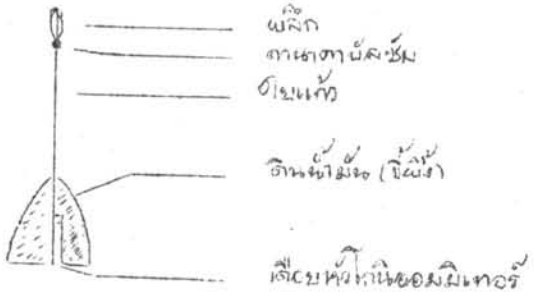
บทที่ 4

การทดลอง

4.1 การเลือกผลึก การติดตั้งผลึกและการปรับแกนผลึกเดี่ยว

(Choosing,Mounting Single Crystal and Its Axial Adjusting)

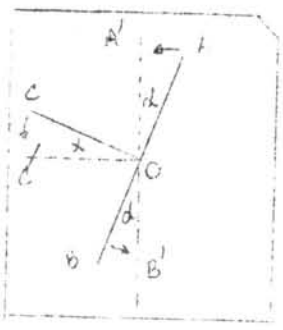
การทดลองเพื่อหาโครงสร้างผลึก NbNiP โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกเดี่ยว (single crystal) เริ่มจากการเลือกเพื่อให้ได้ผลึกเดี่ยว ซึ่งจะมีโครงสร้างภายในสม่ำเสมอ (uniform internal structure) รูปทรงภายนอกเป็นทรงกระบอกเล็ก ๆ คล้ายเข็ม (needle like) ผิวหน้าผลึกทุกหน้าสะท้อนแสงได้สม่ำเสมอ การเลือกผลึกใช้ส่องดูลักษณะภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดากำลังขยาย 20 เท่า นำผลึกที่เลือกไว้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 14.82×10^{-4} ซม. วางบนสไลด์ (slide) หยดไซลีน (zylene) เพื่อล้างผลึกให้สะอาดแล้วจึงติดตั้งผลึกบนหัวโกนิออมมิเทอร์ ติดผลึกด้วยกาวคานาดาบัลซัม (canada balsum) เข้ากับใยแก้ว (glass fiber) ยาวประมาณ 1 - 1.5 ซ ม. ซึ่งเสียบอยู่ในดินน้ำมันหรือขี้ผึ้ง นำดินน้ำมันหรือขี้ผึ้งนี้เสียบเข้ากับเดือยของหัวโกนิออมมิเทอร์ และปรับดินน้ำมันหรือขี้ผึ้งให้ใยแก้วตั้งตรงอยู่ในตำแหน่งศูนย์กลางของหัวโกนิออมมิเทอร์ ซึ่งก็พร้อมที่จะถ่ายภาพต่อไป ลักษณะผลึกที่ติดตั้งบนหัวโกนิออมมิเทอร์แสดงดังรูป 4.1



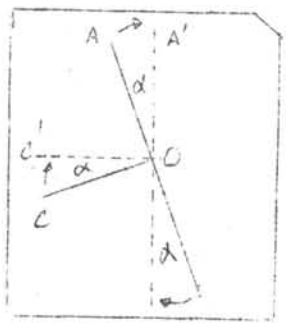
รูป 4.1 แสดงลักษณะการติดตั้งผลึก

ถ่ายภาพออสซิลเลเซินให้ผลึกหมุนกลับไปกลับมาด้วยมุม ±15 องศา ถ้าผลึกที่เลือกเป็นผลึกเดี่ยว จุดสะท้อนบนฟิล์มจะเป็นจุดเดี่ยว ๆ และอาจแสดงสมมาตรภายในโครงสร้างของผลึก

การปรับแกนของผลึกให้ตั้งฉากกับรังสีตกกระทบ (incident beam) ทำได้ 2 แบบคือ ปรับมุมอย่างหยาบและอย่างละเอียด โดยการถ่ายภาพออสซิลเลเซ่นโดยให้ผลึกหมุนด้วยมุม ± 15 องศา ถ่ายภาพแต่ละครั้งให้อาร์คแต่ละอาร์คตั้งฉากกับรังสี ใช้เวลาถ่ายภาพ 30-40 นาที ขั้นแรกต้องปรับอย่างหยาบก่อน ดังแสดงในรูป 4.2 สมมุติเป็นภาพถ่ายเมื่อให้อาร์คใหญ่ตั้งฉากกับรังสี จุดสะท้อนของเลย์เออร์ไลน์ที่ศูนย์ ปรากฏตามแนว AB แนว OC เป็นแกนหมุนของผลึกซึ่งยังไม่ตั้งฉากกับรังสี วัดมุมที่ต้องปรับได้ α องศา ฉะนั้นต้องปรับมุมที่อาร์คใหญ่ α องศา ทำให้แกนหมุนของผลึกบิดไปเป็น OC' ซึ่งตั้งฉากกับรังสี และแนวเลย์เออร์ไลน์ที่ศูนย์บิดไปด้วยมุม α เช่นเดียวกัน เป็น $A'B'$ ในกรณีรูป 4.2(a) ปรับมุมไปทางบวก และรูป 4.2(b) ปรับมุมไปทางลบ



(a)



(b)

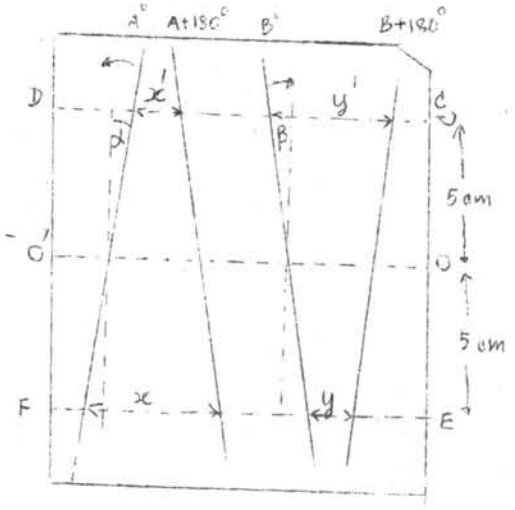
หอสมุดกลาง จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย

รูป 4.2 แสดงมุมและทิศทางที่ต้องปรับที่อาร์ค

เมื่อปรับอาร์คใหญ่แล้วต้องปรับอาร์คเล็กสลับกันจนไม่สามารถวัดค่ามุมด้วยไม้วัดมุมได้ จึงหันมาปรับอย่างละเอียด ซึ่งปรับได้ละเอียดถึง ± 20 ลิบดา การปรับใช้วิธีถ่ายภาพออสซิลเลเซิน ที่มีอาร์คทั้งสองตั้งฉากกับรังสีโดยถ่ายภาพเมื่อแต่ละอาร์คตั้งฉากกับรังสี 2 ครั้งสลับกันบนฟิล์มเดียวกัน ดังแสดงในรูป 4.3 ลำดับการถ่ายภาพมีดังนี้

1. อาร์คใหญ่ตั้งฉากหันสเกลออก เมื่อหัวโกนิออมมิเทอร์อยู่ที่ A องศา เทียบกับเครื่อง
2. อาร์คใหญ่ตั้งฉากหันสเกลเข้า เมื่อหัวโกนิออมมิเทอร์อยู่ที่ A+180 องศา เทียบกับเครื่อง
3. อาร์คเล็กตั้งฉากหันสเกลออก เมื่อหัวโกนิออมมิเทอร์อยู่ที่ B องศา เทียบกับเครื่อง
4. อาร์คเล็กตั้งฉากหันสเกลเข้า เมื่อหัวโกนิออมมิเทอร์อยู่ที่ B+180 องศา เทียบกับเครื่อง

ค่าของมุมที่ต้องปรับหาได้โดยลากเส้น OO' แบ่งครึ่งเงาของที่กั้นรังสีตรง ลากเส้น CD EF ขนานกับ OO' แต่ละเส้นห่างจาก OO' 5 ซ.ม. ค่ามุมที่ต้องแก้บนอาร์คใหญ่และอาร์คเล็กเป็น α และ β หาได้จากสูตร



รูป 4.3 แสดงการหาค่ามุมสำหรับการปรับแกนหมุนของผลึกอย่างละเอียด

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

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

ฉะนั้น

$$\alpha = \frac{1}{2}\tan^{-1}\frac{|x - x'|}{10}$$

$$\beta = \frac{1}{2}\tan^{-1}\frac{|y - y'|}{10}$$

ค่า x x' y และ y' วัดโดยตรงจากฟิล์ม

4.2 การถ่ายภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

การถ่ายภาพใช้รังสีเอกซ์ Mo $K\alpha$ โดยมี Zr เป็นฟิลเตอร์ (filter) กันรังสี $K\beta$ ไว้ ใช้ความต่างศักดา 50 kV และกระแสร์ 14 mA

4.2.1 ถ่ายภาพออสซิเลเซิน

ถ่ายภาพออสซิเลเซินเพื่อตรวจสอบการสะท้อนรังสีในทุก ๆ หน้า ผลึกโดยเลือกให้แกน b เป็นแกนหมุน ผลึกหมุนด้วยมุม $\pm$ 90 องศา ภาพถ่ายมี 2 ภาพ คือเมื่อให้อาร์คเล็กและอาร์คใหญ่ตั้งฉากกับรังสี ใช้เวลาถ่ายภาพภาพละ 12 ชั่วโมง

4.2.2 ถ่ายภาพไวซเซนเบอร์ก

ถ่ายภาพไวซเซนเบอร์กให้ผลึกหมุนด้วยมุม 20 - 240 องศา เพื่อตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติ และรวบรวมข้อมูลความเข้ม ภาพสำหรับตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติใช้เวลาถ่ายภาพ 40 ชั่วโมง สำหรับเลย์เออร์หนึ่ง ๆ ซึ่งมีภาพถ่าย 2 ชุด คือ ชุดที่มีแกน b เป็นแกนหมุน ถ่ายภาพ 4 เลย์เออร์คือ h0ℓ h1ℓ h2ℓ และ h3ℓ กับชุดที่มีแกน เป็นแกนหมุนถ่ายภาพ 3 เลย์เออร์ คือ hk0 hk1 และ hk2 รวมถ่ายภาพเพื่อตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติ 7 ภาพ สำหรับเพื่อรวบรวมข้อมูลความเข้ม ถ่ายภาพเมื่อแกน b เป็นแกนหมุน ทั้งหมด 2 เลย์เออร์คือ h0ℓ กับ h1ℓ ภาพถ่ายแต่ละเลย์เออร์แยกออกเป็นชุด ๆ ตามเวลาที่ใช้ ในชุดหนึ่ง ๆ ใช้ฟิล์ม 3 แผ่นซ้อนกัน ชั้นกลางด้วยฟิล์มที่ถูกแสงจนดำสนิทสม่ำเสมอ เพื่อลดความเข้มของรังสีสะท้อนที่เข้มมากจนเกินไป เพื่อทำให้สามารถวัดความเข้มได้ เวลาที่ใช้ถ่ายภาพแต่ละชุดมี

ชุดที่ 1	200	ชั่วโมง
ชุดที่ 2	59	ชั่วโมง
ชุดที่ 3	21	ชั่วโมง
ชุดที่ 4	8	ชั่วโมง

การจัดเครื่องมือใช้ข้อมูลจากภาพถ่ายออสซิลเลเซิน เพื่อจัดให้กล้องเอียงเป็นมุมและจัดที่กั้นเลย์เออร์ไลน์ สำหรับการถ่ายภาพไวซเซนเบอร์ก แต่ละเลย์เออร์ดังแสดงในตาราง 4.1

แกน b เป็นแกนหมุน $\mathcal{S}$ = 0.1986

เลย์เออร์ที่ n	$\sin\mu_n = \frac{n}{2}\mathcal{S}$	μ_n	$\tan\mu_n$	$s=r_s\tan\mu_n$ (mm)
1	0.0993	5° 42′	0.0998	2.54
2	0.1986	11° 27′	0.2026	5.16
3	0.2979	17° 20′	0.3121	7.95

แกน c เป็นแกนหมุน $\mathcal{S}$ = 0.1002

เลย์เออร์ที่ n	$\sin\mu_n = \frac{n}{2}\mathcal{S}$	μ_n	$\tan\mu_n$	$s=r_s\tan\mu_n$ (mm)
1	0.0501	2° 54′	0.0507	1.48
2	0.1002	5° 45′	0.1175	2.56

โดยที่ r_s = รัศมีที่กั้นเลย์เออร์ไลน์ $\frac{51}{2}$ ม.ม.

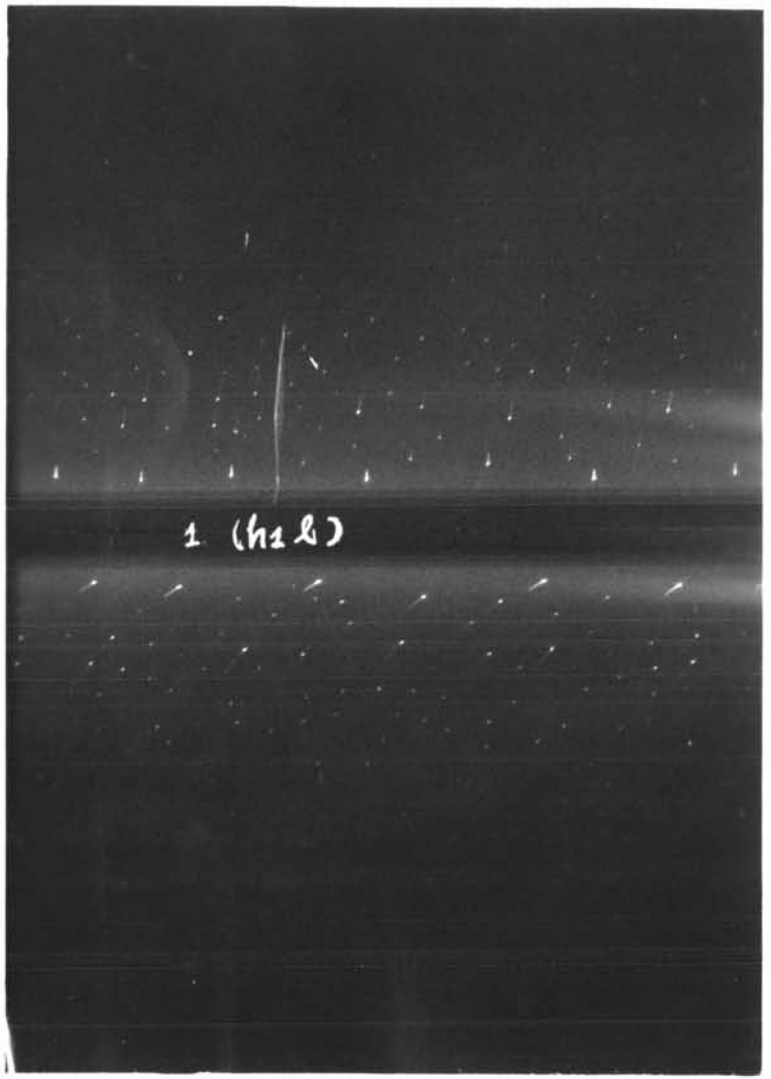
ตาราง 4.1 ค่าที่ใช้ในการจัดเครื่องมือถ่ายภาพไวซ เซนเบอร์ก

4.2.3 ถ่ายภาพลาวอี

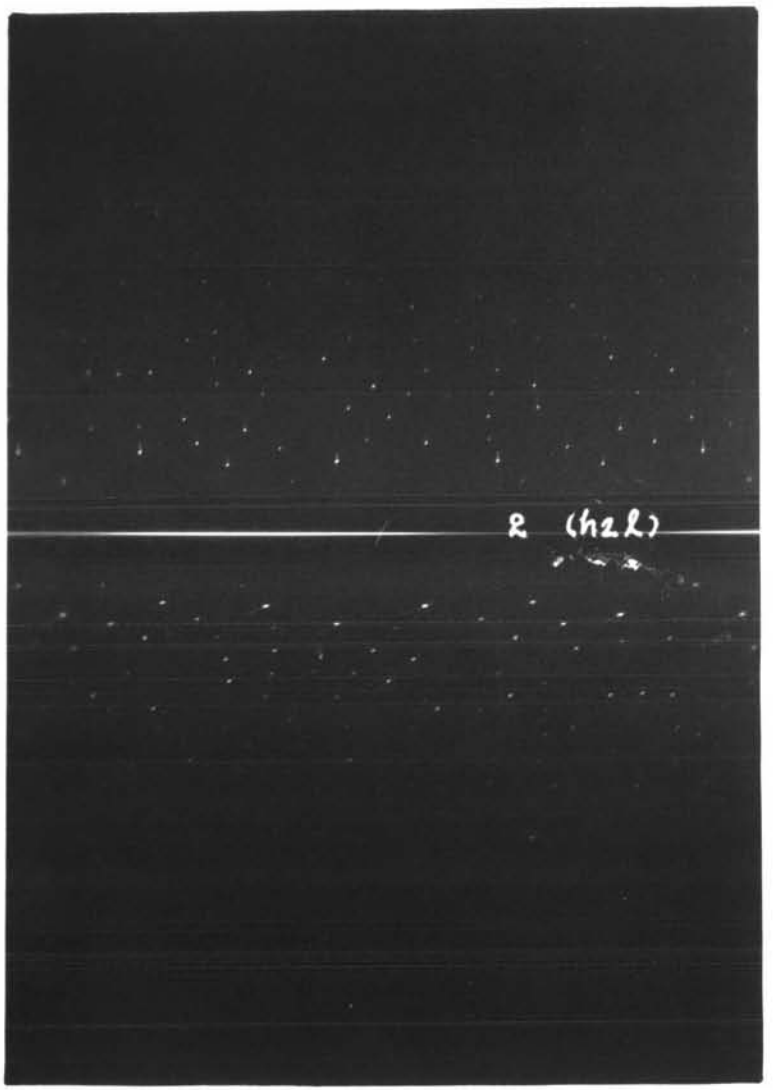
ได้ย้อนกลับมาถ่ายภาพลาวอี เพื่อแสดงให้เห็นสมมาตรภายในของผลึก โดยถ่ายภาพเมื่อผลึกมีแกน b เป็นแกนหมุน ถ่ายภาพตามแกน a และ c โดยใช้เวลาภาพละ 2.50 ชั่วโมง และสำหรับภาพลาวอีถ่ายโดยไม่ใช้ฟิลเตอร์ Zr กั้นรังสี K β ภาพถ่ายที่ถ่ายไว้ในการทดลองแสดงดังรูป 4.4

รูป 4-4 (a) ภาพถ่ายออสซิลเลเชิ่น b เป็นแกนหมุน

รูป 4-4 (b) ภาพถ่ายไวซาเซนเบอร์กตรวจหมุนสมมาตรสามมิติ เลย์เออร์ที่ 0 (h0l)



รูป 4-4 (c) ภาพไวซ์เซนเบอร์กตรวจหมู่สมมาตรสามมิติ
เลย์เออร์ที่ 1 (h1l)



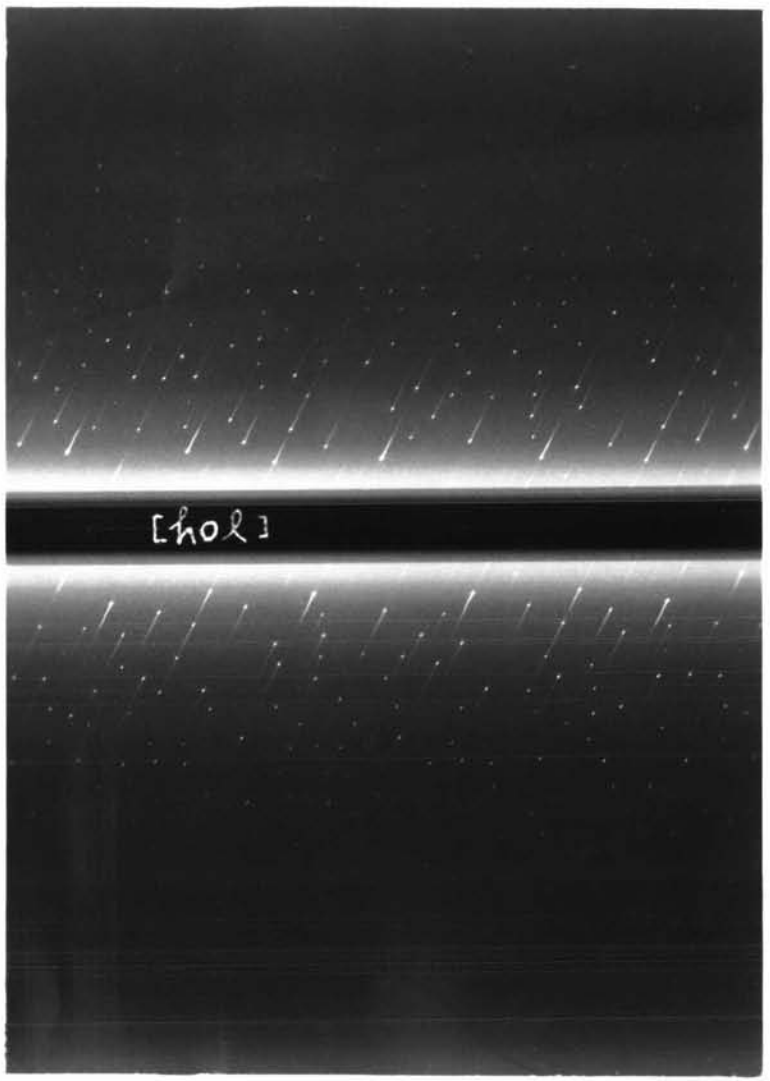
รูป 4-4 (d) ภาพไวซ์เซนเบอร์กตรวจหมู่สมมาตรสามมิติ
เลย์เออร์ที่ 2 (h2l)

รูป 4-4 (e) ภาพฟิวชเซนเบอร์กทรงจหมู่สมมาตรสามมิติ เลยัเออร์ที่ 3 (h3l)

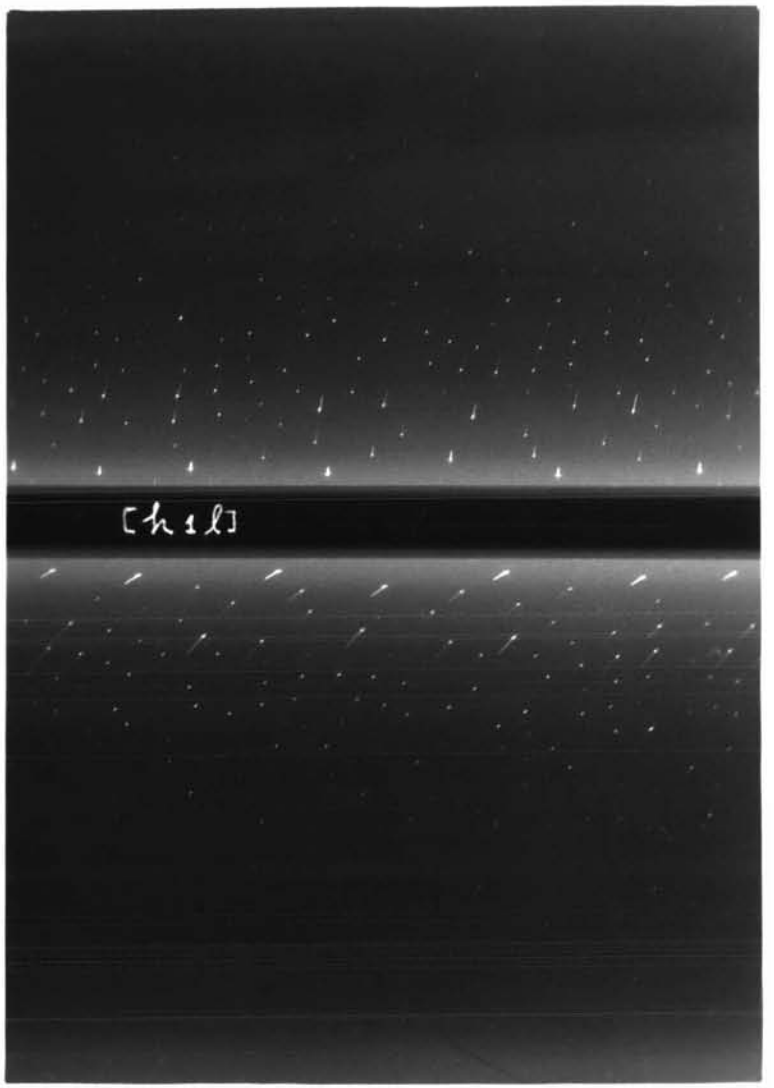
รูป [illegible] (f) ภาพลาวอื่อ ตามแกน a

รูป 4-4 (g) ภาพลาวเอ ตามแกน b

รูป 4-4 (h) ภาพลาวเอ ตามแกน c



รูป 4-4(i) ภาพไวซาเซนเบอร์กรวมรวมข้อมูลความเข้ม
เลย์เออร์ที่ 0 (hol)



รูป 4-4(j) ภาพไวซาเซนเบอร์กรวมรวมข้อมูลความเข้ม
เลย์เออร์ที่ 1 (h1l)

4.3 การตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติและการรวบรวมข้อมูลความเข้ม

4.3.1 การตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติ

ตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติของผลึกโดยพิจารณาเงื่อนไขดัชนีมิลเลอร์ h,k, ℓ ของจุดสะท้อนที่ปรากฏบนภาพไวซเซนเบอร์ก โดยวัดตำแหน่งจุดสะท้อนบนฟิล์มซึ่งมีโคออร์ดิเนท (coordinate) เป็น ξ กับ ϕ เขียนริซิพเรอเคิลแลททิสเพื่อระบุจุดสะท้อนของแต่ละเลย์เออร์ลงบนกระดาษ พิจารณาค่า h,k, ℓ ของจุดสะท้อนว่ามีค่าประเภทที่หายไปแบบมีระเบียบหลักเกณฑ์ (systematic absences) เปรียบเทียบกับ International Table for Crystallography vol.I ริซิพเรอเคิลแลททิสของแต่ละเลย์เออร์แสดงดังรูป 4.5

การพิจารณาเงื่อนไขดัชนีมิลเลอร์ h,k, ℓ ของจุดสะท้อน เริ่มพิจารณาพวก (hkℓ) ซึ่งไม่มีข้อจำกัดสำหรับค่า hk และ ℓ แลททิสของผลึกเป็นแบบพริมิทีฟ (primitive) แต่ถ้า h,k และ ℓ มีเงื่อนไขจำกัด เช่น h+k = 2n แลททิสจะเป็น C-centered เป็นต้น เรียกว่าแลททิสของผลึกเป็นแบบนอนพริมิทีฟ (nonprimitive) ต่อมาพิจารณาจุดสะท้อนที่มีค่า h,k หรือ ℓ ค่าใดค่าหนึ่งเป็น 0 คือจุดสะท้อนประเภท h0ℓ, hk0 และ 0kℓ ทำให้ทราบว่ามีไกลด์เพลน (glide plane) สุดท้ายพิจารณาจุดสะท้อนประเภท h00, 0k0 และ 00ℓ ทำให้ทราบสกรูแอกซิส (screw axis) ผลการพิจารณาเงื่อนไขการปรากฏจุดสะท้อนบนฟิล์มทำให้ทราบหมู่สมมาตรสามมิติของผลึก

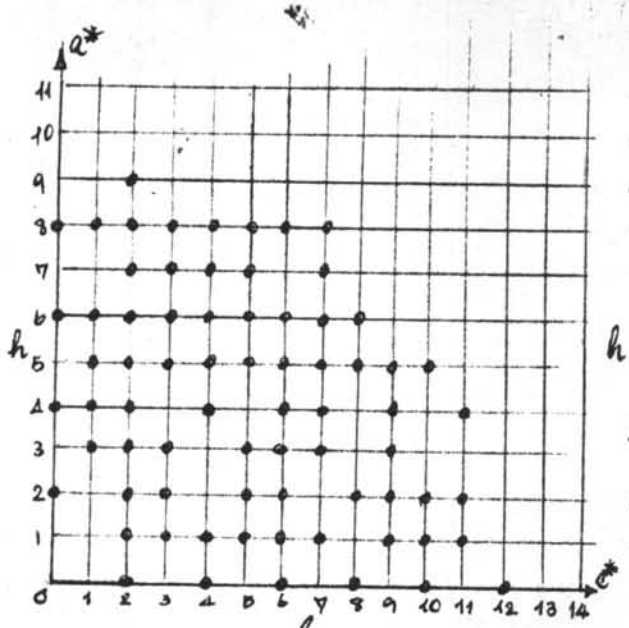


Fig 4.5 (a) hol

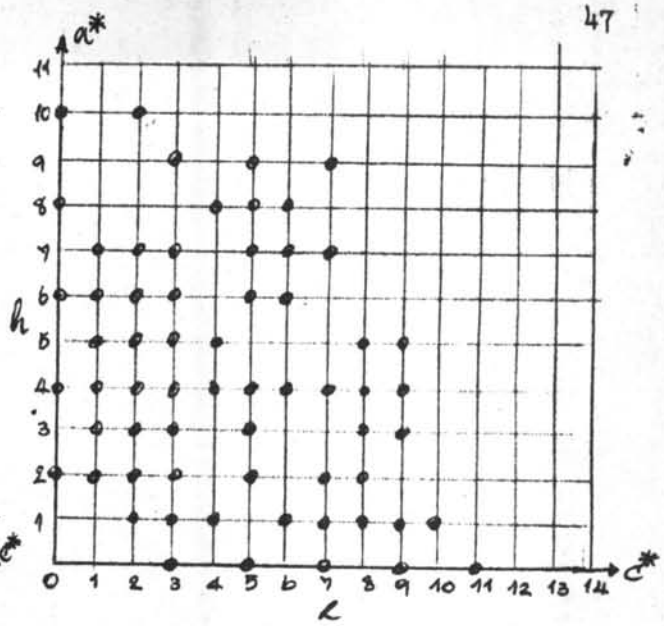


Fig 4.5 (b) h1l

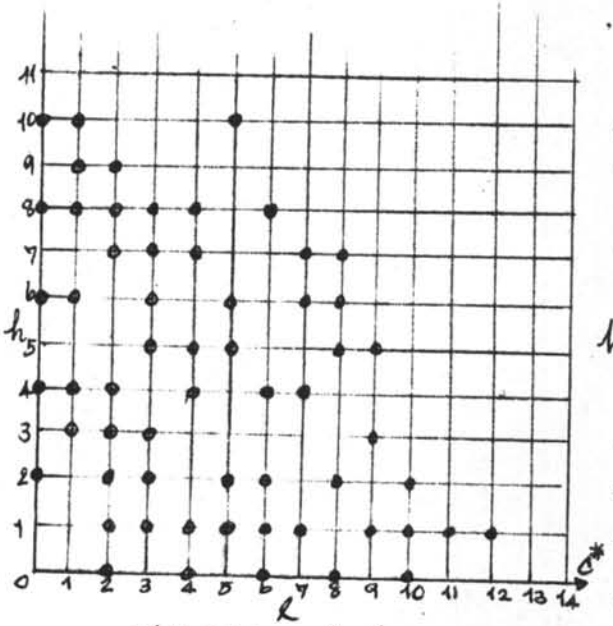


Fig 4.5 (c) h2l

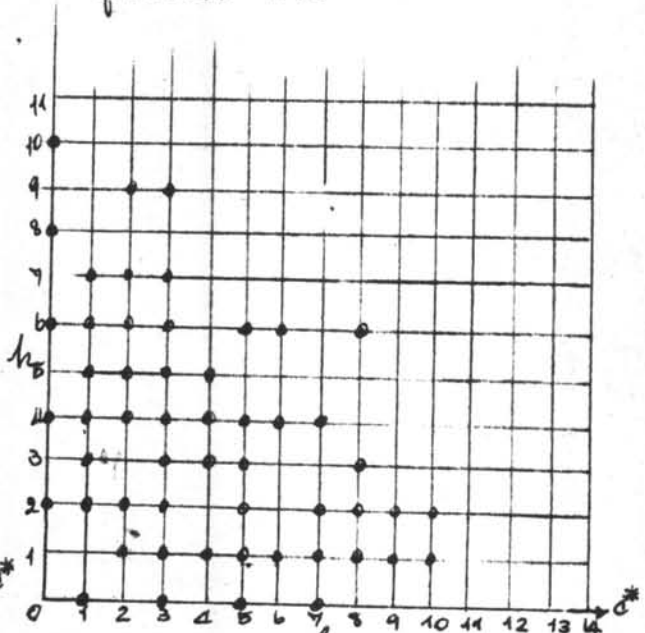


Fig 4.5 (d) h3l

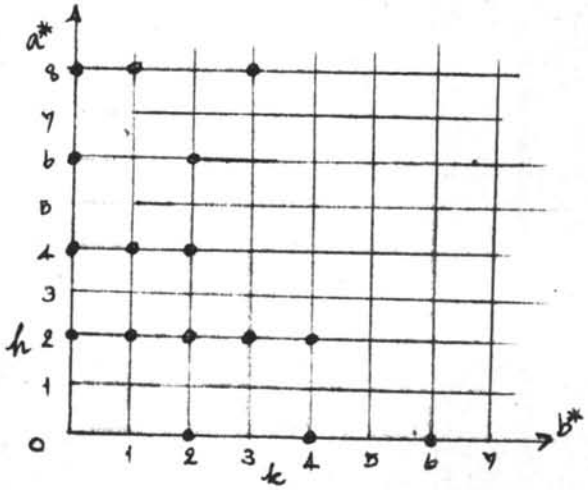


Fig 4.5 (e) hk0

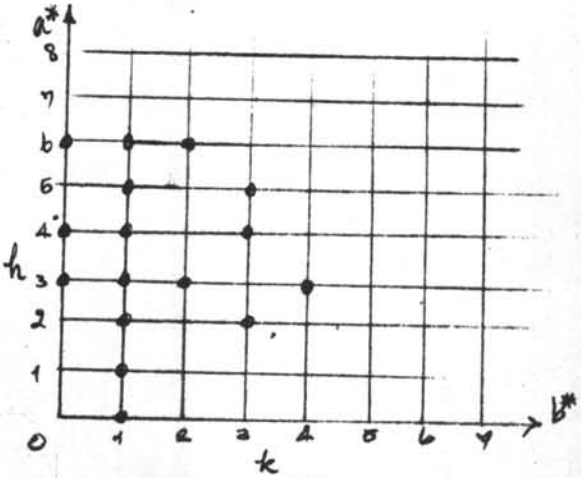
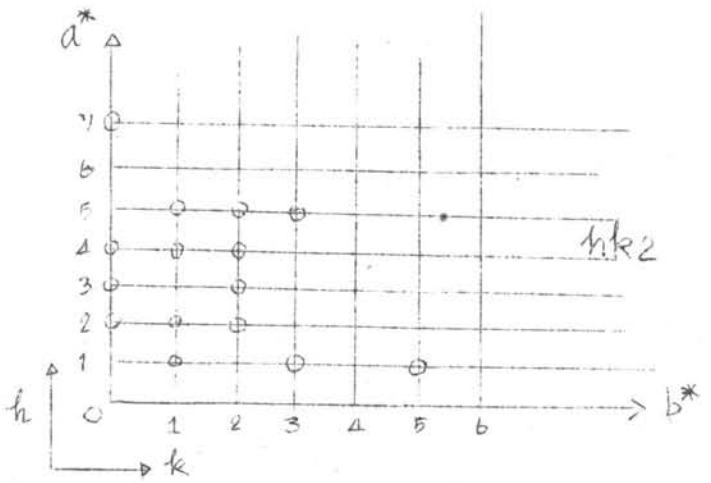


Fig 4.5 (f) hk1



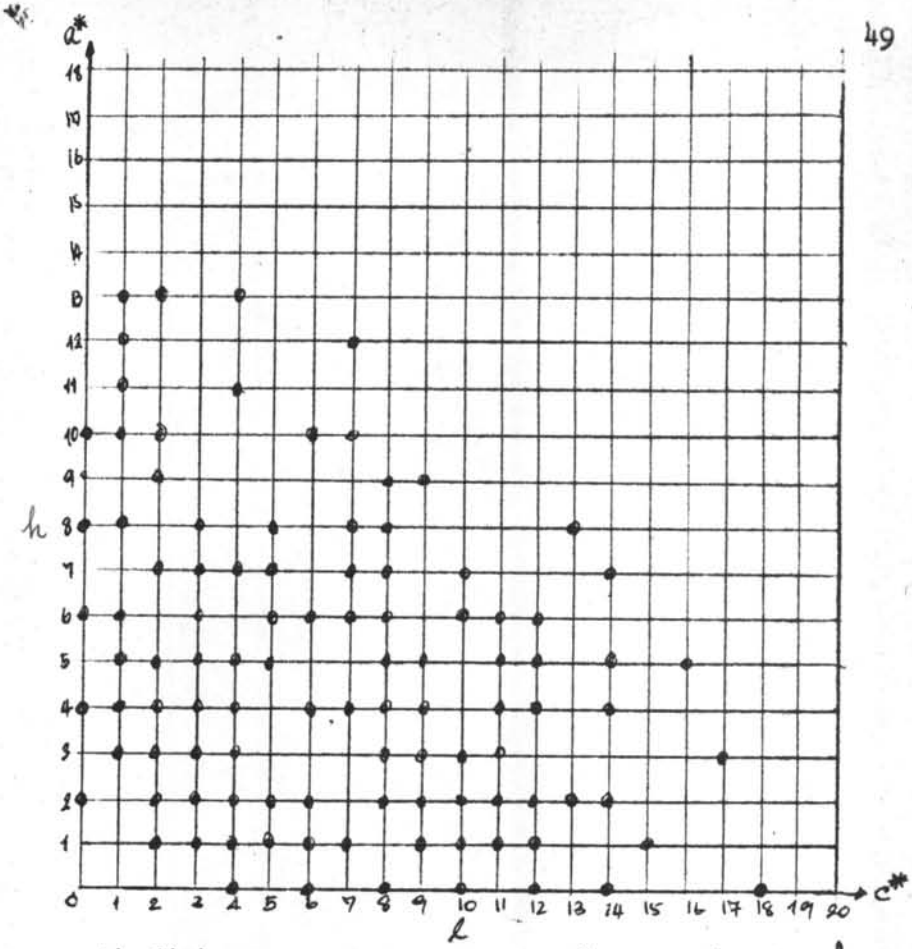
รูป 4.5 ริซิพเรอเคิลแลททิสเพื่อตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติ

(a) (b) (c) และ (d) แกน b เป็นแกนหมุน

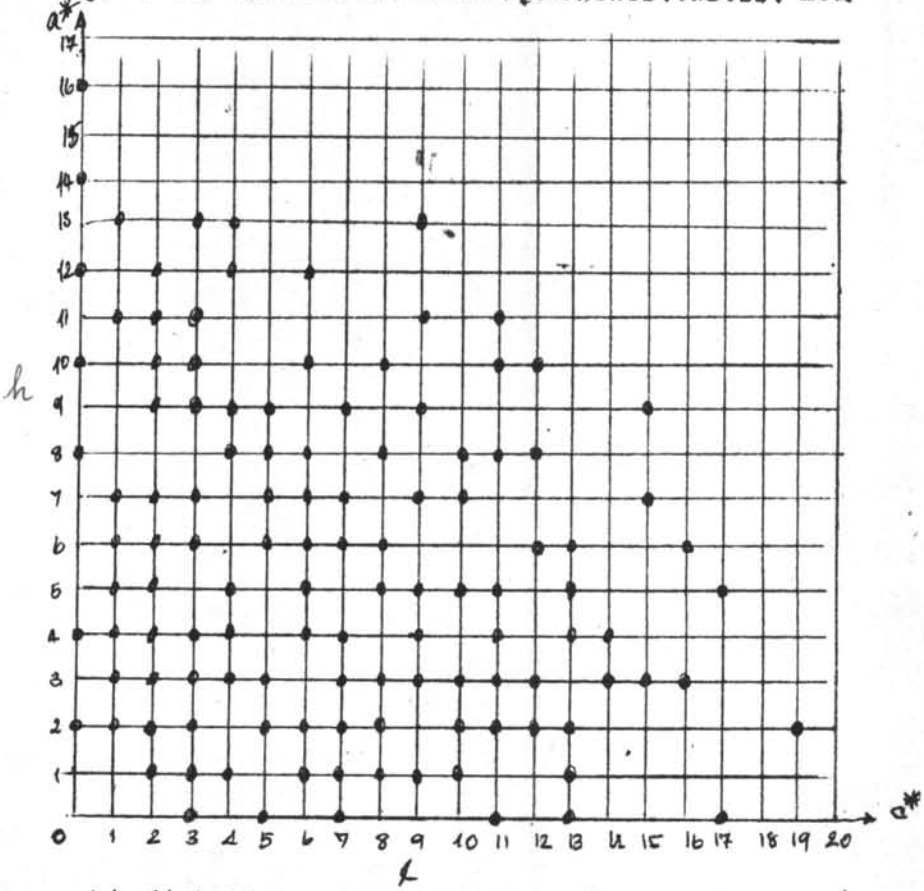
ส่วน (e) (f) และ (g) แกน c เป็นแกนหมุน

4.3.2 <u>การรวบรวมข้อมูลความเข้ม</u>

รวบรวมข้อมูลความเข้มโดยถ่ายภาพไวซเซนเบอร์กตามวิธีที่กล่าวในหัวข้อ 4.2.2 ผลจากการตรวจสอบหมู่สมมาตรสามมิติ ทำให้ทราบว่าจุดสะท้อนซึ่งปรากฏบนฟิล์มของเลย์เออร์ที่ 0 (h0ℓ) กับเลย์เออร์ที่ 2 (h2ℓ) และของเลย์เออร์ที่ 1 (h1ℓ) กับเลย์เออร์ที่ 3 (h3ℓ) ต่างให้เงื่อนไขการปรากฏจุดสะท้อนเหมือนกัน โดยเฉพาะความเข้มสัมพัทธ์ภายในเลย์เออร์ ฉะนั้นข้อมูลความเข้มของจุดสะท้อนที่ต้องการนำมาคำนวณโครงสร้างใช้เพียง 2 เลย์เออร์คือ เลย์เออร์ที่ 0 (h0ℓ) กับ เลย์เออร์ที่ 1 (h1ℓ) ซึ่งผลการถ่ายภาพสามารถวัดความเข้มแต่ละเลย์เออร์มีดังนี้ เลย์เออร์ที่ 0 มีจุดสะท้อน 106 จุด และเลย์เออร์ที่ 1 มีจุดสะท้อน 118 จุด รวมข้อมูลความเข้มที่นำไปคำนวณโครงสร้างมี 224 ค่า เขียนริซิพเรอเคิลแลททิสแสดงจุดสะท้อนที่ปรากฏแต่ละเลย์เออร์ดังรูป 4.6



รูป 4.6(a) วิธีพเรอเคิลแลททิสแสดงจุดสะท้อนของเลย์เออร์ h0l



รูป 4.6(b) วิธีพเรอเคิลแลททิสแสดงจุดสะท้อนของเลย์เออร์ h1l

ความเข้มวัดโดยการเปรียบเทียบกับสเกลมาตรฐาน (standard scale) ที่ทำขึ้นเอง สำหรับการหาผลึกหนึ่ง ๆ โดยเลือกจุดสะท้อนที่เหมาะสมด้วยการพิจารณาแบบเข้มว่าไม่มากหรือน้อยเกินไป และมีลักษณะรูปร่างคล้ายจุดอื่น ๆ มากที่สุด แล้วถ่ายภาพของจุดสะท้อนนี้ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน เรียงจากมากที่สุดจนถึงน้อยที่สุด ซึ่งใช้เครื่องนับกำหนดค่าความเข้ม ซึ่งมีค่าดังนี้ 360, 340, 320, 300, 280, 258, 242, 227, 214, 200, 186, 173, 162, 150, 141, 131, 122, 110, 98, 84, 72, 60, 48, 35, 28, 20, 18, 16, และ 14 ฟิล์มที่ต้องวัดความเข้มแต่ละเลย์เออร์มี 12 ฟิล์ม เมื่อวัดได้ครบแล้วคิดค่าความเข้มเป็นค่าเฉลี่ย ด้วยการสเกลความเข้มของจุดสะท้อนที่ปรากฏบนฟิล์มที่รองจากแผ่นแรกลงไป ขึ้นมาเป็นค่าความเข้มบนฟิล์มแผ่นแรก แล้วจึงเฉลี่ยค่าความเข้มแต่ละจุด ซึ่งเสร็จแล้วก็พร้อมที่จะคำนวณโครงสร้างต่อไป