

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาการติดตั้งการวัดและการวิเคราะห์ของระบบการวัดอุณหภูมิสูง  
ในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์

นางสาว กมลวรรณ      วันหวัง  
นางสาว ชลิตา          สารใจ  
นางสาว ทศวัลย์      เลิศประภัสสร

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน.....**62317**  
วัน,เดือน,ปี - 8 ส.ค. 2549

b. 11620225  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา พ.ศ. 2548

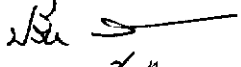
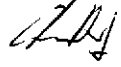

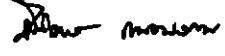
**A study of installation and calibration of high temperature  
system in X - Ray Diffractometer**

Miss Kamonwan    Wanwang  
Miss Chalida     Sanjai  
Miss Thassawan   Lertprapassorn

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of Bachelor of  
Science  
Department of Applied Physics  
Faculty of Science  
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang  
Academic Year 2005

โครงการพิเศษเรื่อง	การศึกษาการติดตั้งการวัดและวิเคราะห์ของระบบการวัดอุณหภูมิสูงในเครื่อง เอ็กซ์เรย์คิฟแฟร็กโตมิเตอร์
นักศึกษา	นางสาว กมลวรรณ วันหวัง นางสาว ชลิตา สารใจ นางสาว ทศวัลย์ เลิศประภัสสร
ภาควิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์ - เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ. สาหรัย เล็กชะอุ่ม

ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้โครงการพิเศษเรื่องนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ผศ.ดร.ปรีชา เทียนสมประสงค์	
กรรมการที่ปรึกษา ผศ. สาหรัย เล็กชะอุ่ม	
กรรมการ ผศ. วิษณุ เพชรภา	
กรรมการ ดร. ปิติพร ถนอมงาม	



(รองศาสตราจารย์วิชาญ เตชะธีระ)

หัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

โครงการพิเศษเรื่อง	การศึกษาการติดตั้งการวัดและการวิเคราะห์ของระบบการวัดอุณหภูมิสูงในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์	
นักศึกษา	นางสาว กมลวรรณ	วันหวั่ง
	นางสาว ชลิตา	สารใจ
	นางสาว ทศวัลย์	เลิศประภัสสร
ภาควิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์	
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์ – เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2548	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.สาหร่าย เล็กชะอุ่ม	

### บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการติดตั้งระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ รุ่น Bruker AXS Model D8 Discover และศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกและระยะห่างระหว่างระนาบผลึก โดยทำการทดลองสารมาตรฐาน 4 ตัวอย่าง ได้แก่ ควอตซ์ แคลเซียมคาร์บอเนต อลูมิเนียมออกไซด์ และอินเดียมทินออกไซด์

จากการทดลองที่อุณหภูมิสูง พบว่า ควอตซ์มีระยะห่างระหว่างระนาบเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แคลเซียมคาร์บอเนต จะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรอลเป็นแบบเฟสเซ็นเตอร์ ที่อุณหภูมิระหว่าง  $300^{\circ}\text{C} - 900^{\circ}\text{C}$  อลูมิเนียมออกไซด์ เมื่อทดลองที่อุณหภูมิสูง พบว่าค่าความเข้มสัญญาณต่ำกว่าความเข้มสัญญาณของแทนทาลัมซึ่งเป็นแผ่นความร้อนของระบบ จึงไม่สามารถวิเคราะห์สัญญาณการเลี้ยวเบนได้ อินเดียมทินออกไซด์ เมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง มีองค์ประกอบของอินเดียมออกไซด์ ( $d = 3.33644 \text{ \AA}$  and  $2\theta = 26.697^{\circ}$ ) และทินออกไซด์ ( $d = 2.91508 \text{ \AA}$  and  $2\theta = 30.644^{\circ}$ ) และเมื่อวัดที่อุณหภูมิสูง พบว่าค่าระยะห่างระหว่างระนาบขององค์ประกอบทั้งสองมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย และสารอินเดียมทินออกไซด์มีการฟุ้งกระจายซึ่งมีผลต่อชุดระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง

<b>Special Project Title</b>	A study of installation and calibration of high temperature system in X – Ray Diffractometer	
<b>Name</b>	Miss Kamonwan	Wanwang
	Miss Chalida	Sanjai
	Miss Thassawan	Lertprapassorn
<b>Department</b>	Applied Physics	
<b>Program</b>	Applied Physics – Instrument of Science and Industry	
<b>Academic Year</b>	2005	
<b>Special Project Advisor</b>	Assist.Prof. Sahlay Lekchaum	

### ABSTRACT

This senior project studied the installation and calibration of high temperature system of XRD Bruker AXS Model D8 Discover and investigated the effects of temperature on crystal structure and d – spacing of the samples.

At high temperature the XRD signals of quartz show that its d – spacing increases with increasing temperature. The XRD signal of calciumcarbonate indicates crystal structure change from rhombohedral at 300<sup>o</sup>C to face center (FCC) at 900<sup>o</sup>C. The XRD signal of aluminiumoxide was not detected due to its amorphous structure. For indium tin oxide, at room temperature, its XRD signal show two distinct peaks of SnO<sub>2</sub> (d = 3.33644 Å and 2θ = 26.697<sup>o</sup>) and In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (d = 2.91508 Å and 2θ = 30.644<sup>o</sup>) with increasing temperature, its signal revealed insignificant increase in d – spacing.

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจากได้รับความสนับสนุน และช่วยเหลือของผู้ช่วยศาสตราจารย์สาทร่าย เล็กชะอุม ผู้ซึ่งให้คำแนะนำปรึกษาทางวิชาการที่ติดต่อมา รวมไปถึงการปลูกฝังสิ่งที่ตั้งใจให้กับลูกศิษย์ทุกคน

ขอขอบคุณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่กรุณาให้ความอนุเคราะห์ และคำแนะนำในการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X - Ray Diffractometer) ของ Bruker AXS Model D8 Discover และให้ความรู้ในการติดตั้งและการทำงานของระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง (High temperature system) ของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ รวมทั้งสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ขอขอบคุณ คุณศรีไฉล ขุนทน ผู้ซึ่งให้คำปรึกษาและคำแนะนำในการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ และให้ความรู้ในการติดตั้งและการทำงานของระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง (High temperature system) ของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ รวมทั้งสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ขอขอบคุณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ และคำแนะนำในการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X - Ray Diffractometer) ของ Bruker AXS รุ่น D8 Advance

ขอขอบคุณ เพื่อนๆ พี่ติ๊กส์ทุกคน ที่คอยเป็นกำลังใจและเป็นเพื่อนที่แสนดีตลอดมา

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ทุกท่านที่เมตตาประสาทวิชา ตั้งแต่การศึกษภาคบังคับจนถึงปัจจุบัน ตลอดจน กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่ให้ความอุปการะทุนในการศึกษาเล่าเรียนและเป็นกำลังใจด้วยดีตลอดมา

นางสาวกมลวรรณ	วันหวั่ง
นางสาวชลิดา	สารใจ
นางสาวทศวัลย์	เลิศประภัสสร

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	1
1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	3
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	4
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ</b>	5
2.1 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray spectroscopy)	5
2.2 ระบบและโครงสร้างผลึก	6
2.3 การเกิดรังสีเอ็กซ์	16
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินการ</b>	25
3.1 หลักการของระบบเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ Model D8 Discover	25
3.2 ศึกษารายละเอียดชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (HTK) รุ่น TC – Basic (Temperature Control Basic) พร้อมทำการติดตั้ง ชุดอุปกรณ์ HTK เข้ากับเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	30
3.3 ศึกษาคุณสมบัติของวัสดุที่จะนำมาใช้เป็นสารตัวอย่างและการเตรียม สารตัวอย่าง	35
3.4 ศึกษาการปรับแต่ง (Alignment) และการปรับเทียบ (Calibration) ของเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์และชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง เมื่อเชื่อมต่อเข้ากับระบบเครื่อง	36
3.5 ศึกษาผลการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง	38

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล</b>	41
4.1 การทดสอบการปรับเทียบมาตรฐานการวิเคราะห์ของระบบ XRD	41
4.2 การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับระบบ XRD	46
4.3 การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับชุดอุปกรณ์ระบบการวัดอุณหภูมิสูง	52
<b>บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ</b>	
5.1 สรุปผลการทดลอง	80
5.2 วิจัยณ์ผลการทดลอง	81
5.3 ข้อเสนอแนะ	82
5.4 ข้อยกเว้น	82
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	83

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงระบบผลึกและค่าคงตัวแลตทิซ	7
ตารางที่ 2.2 แสดงหลักการหาระนาบแบรกก์ในผลึกลูกบาศก์	10
ตารางที่ 4.1 แสดงการเปรียบเทียบผลการวัดและวิเคราะห์จากการเปรียบเทียบ สารมาตรฐาน Silicon Oxide : $\text{SiO}_2$	45
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างระหว่าง ผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง	51
ตารางที่ 4.3 แสดงการคำนวณค่า $d$ และ $2\theta$ ตามระนาบเลขคี่นึ่มิลเลอร์ของ สารตัวอย่าง $\text{SiO}_2$ ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ , $300^\circ\text{C}$ และ $514^\circ\text{C}$	55
ตารางที่ 4.4 แสดงการคำนวณค่า $d$ และ $2\theta$ ตามระนาบเลขคี่นึ่มิลเลอร์ของ สารตัวอย่าง $\text{CaCO}_3$ ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ , $300^\circ\text{C}$ และ $900^\circ\text{C}$	59
ตารางที่ 4.5 แสดงการคำนวณค่า $d$ และ $2\theta$ ตามระนาบเลขคี่นึ่มิลเลอร์ของ Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ และ $700^\circ\text{C}$	62
ตารางที่ 4.6 แสดงการคำนวณค่า $d$ และ $2\theta$ ตามระนาบเลขคี่นึ่มิลเลอร์ของ Cassiterite ( $\text{SnO}_2$ ) ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ และ $700^\circ\text{C}$	62
ตารางที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง $\text{SiO}_2$ ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ , $300^\circ\text{C}$ และ $514^\circ\text{C}$	74
ตารางที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง $\text{CaCO}_3$ ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ , $300^\circ\text{C}$ และ $900^\circ\text{C}$	75
ตารางที่ 4.9 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของ Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ และ $700^\circ\text{C}$	77
ตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของ Cassiterite ( $\text{SnO}_2$ ) ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$ และ $700^\circ\text{C}$	78

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงหน่วยแบบต่างๆ	6
รูปที่ 2.2 แสดงค่าคงตัวแลตทิซของเซลล์หน่วย	6
รูปที่ 2.3 แสดงเซลล์หน่วย 14 แบบในแลตทิซบราวน์	8
รูปที่ 2.4 แสดงตำแหน่งอะตอมเซลล์หน่วยเฮกซะโกนัล	9
รูปที่ 2.5 แสดงตำแหน่งที่ความเข้มข้นมีค่ามากเกิดจากการเลี้ยวเบนที่ระนาบต่างๆ	11
รูปที่ 2.6 ตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วย bcc	11
รูปที่ 2.7 ตัวอย่างเวกเตอร์ทิศทางในเซลล์หน่วยลูกบาศก์	12
รูปที่ 2.8 ระนาบที่ขนานกันในเซลล์หน่วยลูกบาศก์	13
รูปที่ 2.9 แกน $a_1, a_2, a_3$ และ $c$ ของเซลล์หน่วย hcp	14
รูปที่ 2.10 แสดงเซลล์หน่วย hcp	15
รูปที่ 2.11 เวกเตอร์ทิศทางที่สำคัญในเซลล์หน่วย hcp	15
รูปที่ 2.12 หลอดรังสีเอ็กซ์	16
รูปที่ 2.13 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องที่ออกมาจากหลอดรังสีเอ็กซ์	17
รูปที่ 2.14 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของทองแดง	18
รูปที่ 2.15 แสดงการกระเจิงรังสีเอ็กซ์แบบเรย์ลีและแบบคอมป์ตัน	19
รูปที่ 2.16 แสดงการเลี้ยวเบนผ่านระนาบของอะตอมตามกฎของแบรกก์	20
รูปที่ 2.17 แสดงการเลี้ยวเบนผ่านผลึก (crystals - Bragg) ของรังสี	21
รูปที่ 2.18 แสดงเครื่องมือการทดลองของลาวี	22
รูปที่ 2.19 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีโดยเทคนิคของลาวี	22
รูปที่ 2.20 แสดงส่วนประกอบของระบบเครื่องมือวัดของ XRD	23

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบของระบบ XRD Bruker AXS Model D8 Discover	26
รูปที่ 3.2 แสดงหลอดรังสีเอ็กซ์ Model KF...4KE X-ray diffraction tube (ceramic tube type)	27
รูปที่ 3.3 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จากหลอดรังสีเอ็กซ์	27
รูปที่ 3.4 แสดงการทำงานของส่วนคิฟเฟรกชันของระบบ XRD D8 Discover	28
รูปที่ 3.5 แสดงส่วนการตรวจวัด (detector)	29
รูปที่ 3.6 แสดง Quantum yield of the scintillation counter	29
รูปที่ 3.7 แสดง TC – Basic (Temperature Control Basic)	30
รูปที่ 3.8 แสดงส่วนประกอบของ TC – Basic (Temperature Control Basic)	31
รูปที่ 3.9 แสดงส่วนประกอบของ TC – Basic (Temperature Control Basic)	31
รูปที่ 3.10 กราฟคุณสมบัติของเทอร์โมคัปเปิลแบบ S	32
รูปที่ 3.11 แสดงเทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม (Turbomolecular Pump)	33
รูปที่ 3.12 แสดงโรตารีปั๊ม (Rotary Pump)	34
รูปที่ 3.13 แสดง TCPUI-Temperature Control and Power Unit	35
รูปที่ 3.14 แสดงการจัดวางตำแหน่งแท่งปลายแหลม และกล่องในการปรับ (Alignment) ลำรังสี	37
รูปที่ 3.15 แสดงการใช้กราฟสติกในการปรับ (Alignment) ลำรังสี	38
รูปที่ 3.16 คิฟเฟรกโตแกรมของเอ็กซ์เรย์ คิฟเฟรกชัน	39
รูปที่ 4.1 แสดงผลการเปรียบเทียบสารมาตรฐาน Silicon Oxide : SiO <sub>2</sub> (Quartz - alpha)	44
รูปที่ 4.2 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	47
รูปที่ 4.3 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง SiO <sub>2</sub>	48
รูปที่ 4.4 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง CaCO <sub>3</sub>	49
รูปที่ 4.5 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง ITO	50
รูปที่ 4.6 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง SiO <sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 30°C	66
รูปที่ 4.7 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง SiO <sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 300°C	67
รูปที่ 4.8 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง SiO <sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 514°C	68

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง $\text{CaCO}_3$ ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$	69
รูปที่ 4.10 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง $\text{CaCO}_3$ ที่อุณหภูมิ $300^\circ\text{C}$	70
รูปที่ 4.11 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง $\text{CaCO}_3$ ที่อุณหภูมิ $900^\circ\text{C}$	71
รูปที่ 4.12 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง ITO ที่อุณหภูมิ $30^\circ\text{C}$	72
รูปที่ 4.13 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง ITO ที่อุณหภูมิ $700^\circ\text{C}$	73
รูปที่ 4.14 แสดงปริมาณของ $\text{SiO}_2$ ที่เปลี่ยนแปลงไปกับอุณหภูมิ	79
รูปที่ 4.15 แสดงปริมาณของ $\text{CaCO}_3$ ที่เปลี่ยนแปลงไปกับอุณหภูมิ	79

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในการศึกษาค้นคว้าที่พัฒนาวัสดุต่างๆ ที่นำไปใช้เป็นอุปกรณ์ สิ่งของเครื่องใช้ต่างๆ มากมาย หลายชนิดที่เกี่ยวข้องในชีวิตประจำวันรวมทั้งการศึกษาและโรงงานอุตสาหกรรมทุกประเภท ในทำนองเดียวกันการทำงานส่วนของการควบคุมคุณภาพของทั้งในหน่วยราชการและหน่วยงานเอกชนเกือบทุกประเภทจะมีการตรวจสอบวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่สั่งซื้อทั้งในประเทศและต่างประเทศรวมถึงการผลิตใช้เองด้วยนี้เป็นไปตามรายละเอียด (specification) ของผลิตภัณฑ์ที่กำหนดหรือไม่ ตัวอย่างเช่นกรมตำรวจที่ต้องการพิสูจน์หลักฐานในคดีเพชรฆาตได้มีการนำเพชรมาตรวจสอบ เพื่อดูว่าเพชรนั้นเป็นของจริงหรือของปลอม บริษัทนำเข้าสินค้าสารเคมีซึ่งเป็นวัสดุสารตั้งต้นนำไปทำผลิตภัณฑ์ประเภทยางลบ เป็นต้น เมื่อนำเข้ามาผ่านกรมศุลกากรพบว่า กรมศุลกากรทำการตรวจสอบอ้างว่าเป็นสารสเตียรอยด์ ซึ่งเป็นสารห้ามนำเข้าในประเทศไทยทำให้บริษัทจะต้องทำการพิสูจน์ให้กรมศุลกากรเห็นว่าสารเคมีที่นำเข้ามาไม่ใช่สารต้องห้ามสเตียรอยด์เพื่อทางบริษัทจะนำเข้าสารเคมีมาใช้ได้ เป็นต้น ดังนั้นวิธีการตรวจสอบวิเคราะห์วัสดุหรือผลิตภัณฑ์ที่กล่าวมาจะใช้การวิเคราะห์เกี่ยวกับโครงสร้างผลึก (Crystal structure) ของสารประกอบในเชิงคุณภาพ (qualitative analysis) ซึ่งวิธีการวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุที่นิยมกันจะอาศัยหลักการของแสงที่แสดงพฤติกรรมเป็นคลื่น (wave) เลี้ยวเบนผ่านโครงสร้างผลึก จะเรียกวิธีการวิเคราะห์นี้ว่า การเลี้ยวเบนของแสง และเรียกเครื่องมือนี้ว่า “เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X – Ray Diffractometer : XRD)” ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้เทคนิคการวิเคราะห์ของโครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non – destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุโครงสร้างผลึกของสารประกอบในสารตัวอย่างโดยการวัดและวิเคราะห์จะทำที่อุณหภูมิปกติ ระบบเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ยังสามารถนำไปประยุกต์สำหรับการศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงเฟส (phase) ของโครงสร้างสารประกอบโดยระบบจะถูกติดตั้งชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (High Temperature System : HTK ) เชื่อมต่อเข้ากับระบบ อย่างไรก็ตามในหลายหน่วยงานถ้ามีการจัดซื้อระบบ XRD ที่จะนำเข้ามาใช้งาน ชุด HTK จะเป็นอุปกรณ์ที่เป็นข้อต่อรองหรือซื้อในราคาถูกพ่วงติดมาด้วย แต่ในความเป็นจริงเมื่อนำมาเชื่อมต่อเพื่อใช้งานจริงแล้วนั้นพบว่า อุปกรณ์ HTK จะไม่ถูกนำมาใช้งาน ด้วยเหตุผลที่ว่ากลัวเครื่องจะเสียไม่สามารถทำงานกับระบบ XRD ปกติได้ ปัญหาเกี่ยวกับการติดตั้งอุปกรณ์ที่มีจำนวนมากและประการ สุดท้ายที่สำคัญคือขาดผู้มี

ความรู้ความชำนาญในการปฏิบัติงานพร้อมกับขาดการบันทึกประวัติการติดตั้งของระบบที่วิศวกรจากบริษัททั้งในประเทศและต่างประเทศมาติดตั้งและทดสอบในช่วงเริ่มต้น

ในโครงการพิเศษนี้จะทำการศึกษาคิดตั้งการวัดและการวิเคราะห์ของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์โดยระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงเพื่อเก็บไว้เป็นประวัติการติดตั้งของระบบ ซึ่งเครื่องที่ใช้ในการศึกษาโครงการพิเศษนี้ คือ เครื่อง X – Ray Diffractometer Bruker AXS Model D8 Discover ประเทศเยอรมนี ซึ่งมีขนาดกำลังไฟฟ้าของหลอดรังสีเอ็กซ์เท่ากับ 2 กิโลวัตต์ สามารถปรับเปลี่ยนศักดาไฟฟ้าสูง (High Voltage : H.V.) ได้ตั้งแต่ 10 – 60 กิโลโวลต์ และสามารถปรับเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าได้ตั้งแต่ 10 – 60 มิลลิแอมแปร์ ชุดอุปกรณ์การวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงของเครื่องนี้คือ HTK แบบ TC-BASIC โดยมีแผ่นความร้อนทำด้วยแทนทาลัม (Ta) ซึ่งทำงานภายใต้ อุณหภูมิสูงสุดไม่เกิน 1,600°C

### 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาระบบพื้นฐานเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
2. เพื่อศึกษาคิดตั้งชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูงในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
3. เพื่อศึกษาการปรับแต่ง (Alignment) และการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration) ของระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
4. เพื่อศึกษาการวัดและวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสของโครงสร้างสารประกอบในสารตัวอย่าง

### 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาทฤษฎีและหลักการพื้นฐานของโครงสร้างผลึกและรังสีเอ็กซ์
2. ศึกษาทฤษฎีและหลักการพื้นฐานการออกแบบของระบบเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์
3. ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
4. ศึกษาหลักการติดตั้งระบบการวัดวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
5. ศึกษาการปรับแต่ง (Alignment) และการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration) ของระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover

6. ศึกษาเกี่ยวกับ โครงสร้างและคุณสมบัติต่างๆ ของสารประกอบในสารตัวอย่างที่นำมาใช้ในการทดลองกับระบบการติดตั้ง
7. ศึกษาผลการวัดวิเคราะห์หัตถิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสของ โครงสร้างสารประกอบในสารตัวอย่างที่ได้จากการทดลอง
8. สรุปและเปรียบเทียบผลการศึกษา

#### 1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ช่วงเวลา	ขั้นตอนการดำเนินงาน
เมษายน – มิถุนายน พ.ศ.2548	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยรังสีเอ็กซ์และระบบการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ของ Philips</li> <li>- ศึกษาการติดตั้งระบบการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ของ Philips (เครื่อง XRD ของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)</li> </ul>
กรกฎาคม - สิงหาคม พ.ศ.2548	ศึกษาคุณสมบัติและวิธีการเตรียมตัวอย่างของสารตัวอย่างที่จะนำมาทดสอบกับเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์
กันยายน – ตุลาคม พ.ศ.2548	ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยรังสีเอ็กซ์และระบบการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover ของเยอรมัน (เครื่อง XRD ของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
พฤศจิกายน – ธันวาคม พ.ศ.2548	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาการติดตั้งระบบการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover ของเยอรมัน</li> <li>- นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์โดยใช้ระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง</li> </ul>
มกราคม - กุมภาพันธ์ พ.ศ.2549	วิเคราะห์องค์ประกอบของโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างและคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d - spacing)

### 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. มีความรู้ความเข้าใจของหลักสูตรที่เรียนมาประยุกต์ใช้กับระบบการวัดด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์กับการปฏิบัติงานจริง
2. มีความรู้ความเข้าใจเป็นพื้นฐานในการปฏิบัติงานจากการติดตั้งและการใช้โปรแกรมการทำงานของระบบควบคุมการวัดและวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์
3. มีความรู้ความเข้าใจพื้นฐานต่อหลักการปฏิบัติการปรับแต่งลำรังสีเอ็กซ์และการปรับเทียบมาตรฐานของระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงในเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover และสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานกับเครื่องมือวัดและวิเคราะห์แบบอื่นๆ ได้
4. ทำให้มีความรู้เพิ่มเติมในการศึกษาค้นคว้าทฤษฎีเกี่ยวกับคุณสมบัติของวัสดุสารตัวอย่างที่นำมาทดสอบ

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

#### 2.1 เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X - ray spectroscopy)

เมื่อปี ค.ศ. 1895 W.C. Rontgen ได้ค้นพบรังสีเอ็กซ์ (X - Rays) ซึ่งเป็นสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าช่วงหนึ่ง มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1 - 100 อังสตรอม (Å) หรือ 0.01-10 nm แต่ที่ใช้ทางเคมีวิเคราะห์จะอยู่ในช่วง 0.07 - 0.2 nm รังสีเอ็กซ์จัดว่าเป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์หลาย ๆ อย่าง ศึกษาเกี่ยวกับสมบัติและการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอ็กซ์กับสสาร การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอ็กซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) หรือการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ปรากฏการณ์เหล่านี้เป็นลักษณะ (characteristic) ของแต่ละสารที่เราสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้คือ

1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในสาร (elemental analysis) ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative)
2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ (electronic structure) ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี (chemical bonding)
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X - ray diffraction)

**เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)** เป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non - destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาการระบบโครงสร้างผลึก (crystallography) เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับตรวจสอบสมบัติของวัตถุดิบ และผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตขั้นตอนต่างๆ

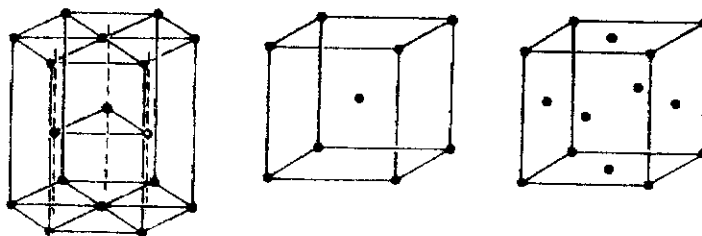
## 2.2 ระบบและโครงสร้างผลึก

### 2.2.1 แลตติส ผลึกและเซลล์หน่วย

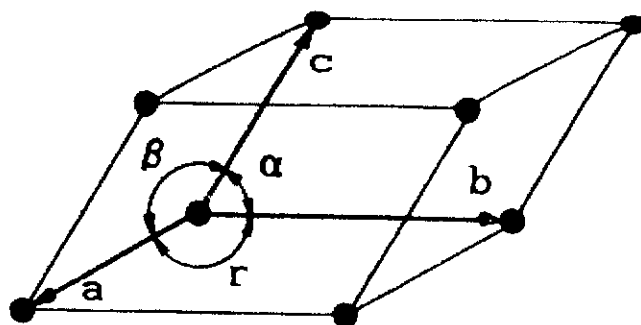
วัสดุต่างๆ มีโครงสร้างภายในแตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นกับรูปแบบการจัดอะตอมหรือไอออนมีรูปแบบการจัดอะตอมหรือไอออนในโครงสร้าง ถ้าอะตอมหรือไอออนมีรูปแบบเฉพาะของการจัดตัวและซ้ำรูปแบบนี้อย่างสม่ำเสมอทั้ง 3 มิติ จะได้โครงสร้างผลึก (crystal structure) วัสดุที่มีโครงสร้างผลึกได้แก่ เซรามิก โลหะและโลหะผสมชนิดต่างๆ ในสภาพของแข็ง เป็นต้น ความหมายของผลึกอธิบายโดยง่ายได้ดังนี้

แลตติส (lattice) + อะตอมมูลฐาน (basis atom) = ผลึก (crystal)

แลตติส คือ โครงข่าย 3 มิติ จุดตัดของโครงข่ายเรียกว่า จุดแลตติส (lattice point) สิ่งแวดล้อมรอบจุดแลตติสทุกจุดเหมือนกัน ตำแหน่งที่เป็นจุดแลตติส 1 จุด แทนอะตอม 1 อะตอม และเรียกอะตอมทั้งหมดที่อยู่ในโครงข่ายว่าอะตอมมูลฐาน ดังนั้น ผลึกก็คือแลตติสที่มีอะตอมเข้าไปอยู่อย่างสม่ำเสมอในรูปแบบใดรูปแบบหนึ่ง การซ้ำกันภายในแลตติสทำให้สามารถแบ่งแลตติสออกเป็นหน่วยย่อยได้ หน่วยย่อยที่เล็กที่สุดที่ยังคงมีรูปแบบและสมบัติเช่นเดียวกับผลึกเรียกว่า เซลล์หน่วย (unit cell)



รูปที่ 2.1 แสดงหน่วยแบบต่างๆ



รูปที่ 2.2 แสดงค่าคงตัวแลตติสของเซลล์หน่วย

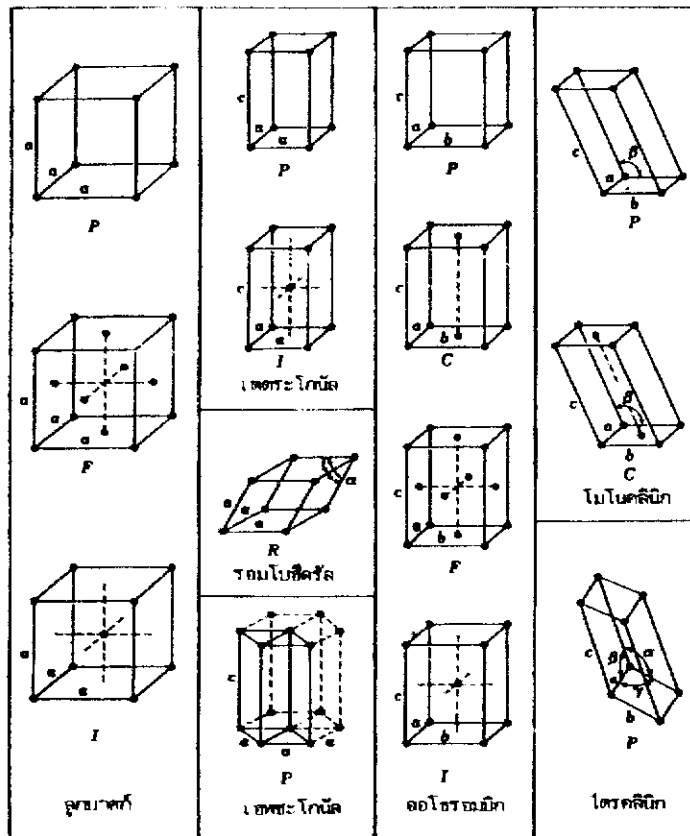
จากรูป 2.2 เวกเตอร์ที่ขอบของเซลล์หน่วยอันได้แก่  $a$ ,  $b$  และ  $c$  และมุมระหว่างเวกเตอร์อันได้แก่  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  เป็นค่าคงตัวแลตติส (lattice constant) ของเซลล์หน่วย ค่าเหล่านี้จะบ่งบอกขนาดและรูปร่างของเซลล์หน่วยนั้นๆ

### 2.2.2 ระบบผลึกและแลตติสบรรทัด

เซลล์หน่วยของผลึกต่างชนิดกันมีค่าคงตัวแลตติสคนละชุด จากค่าที่เป็นไปได้ทั้งหมดค่าคงตัวแลตติส ทำให้จัดระบบผลึกได้ 7 ระบบ

#### ตารางที่ 2.1 แสดงระบบผลึกและค่าคงตัวแลตติส

ระบบผลึก	ค่าคงตัวแลตติส	
	$a$	$\alpha$
ลูกบาศก์	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
เตตระโกนอล	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
ออโทโรมบิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
โมโนคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
ไตรคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
เฮกซะโกนอล	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
รอมโบอีดรอล	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$



รูปที่ 2.3 แสดงเซลล์หน่วย 14 แบบในแลตติสบราวเวล์

เซลล์หน่วยลักษณะการจัดตัวของอะตอมในแลตติสแบ่งเป็น 4 กลุ่ม คือ

1. เซลล์หน่วยเชิงเดี่ยว (simple unit cell แทนด้วย P) เป็นเซลล์หน่วยที่มีอะตอมเฉพาะที่มุมทุกมุมของเซลล์หน่วย
2. เซลล์หน่วยแบบบอดีเซ็นเตอร์ (body - centered unit cell แทนด้วย I) เซลล์หน่วยแบบนี้ นอกจากจะมีอะตอมที่มุมทุกมุมแล้วยังมีอีก 1 อะตอมที่ศูนย์กลางเซลล์หน่วย
3. เซลล์หน่วยเบสเซ็นเตอร์ (base - centered unit cell แทนด้วย C) เป็นเซลล์หน่วยที่มีอะตอมที่มุมทุกมุมและที่พื้นผิวด้านบนและด้านล่างของเซลล์หน่วย
4. เซลล์หน่วยเฟสเซ็นเตอร์ (face - centered unit cell แทนด้วย F) เป็นหน่วยที่มีอะตอมที่มุมทุกมุมและทุกพื้นผิวของเซลล์หน่วย

### 2.2.3 โครงสร้างผลึกที่สำคัญ

#### 1. โครงสร้างผลึกลูกบาศก์บอดีเซ็นเตอร์

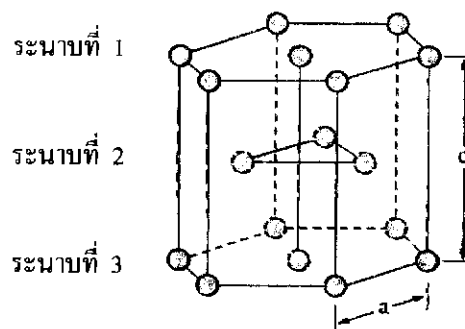
ลูกบาศก์บอดีเซ็นเตอร์ (body-centered cubic ย่อว่า bcc) เซลล์หน่วยเป็นรูปลูกบาศก์แบบบอดีเซ็นเตอร์ จำนวนอะตอมต่อเซลล์หน่วยจึงเท่ากับ 2 อะตอม แต่ละอะตอมในโครงสร้างล้อมรอบด้วยอะตอมอื่นได้ 8 อะตอม (เลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 8) มีแฟกเตอร์การบรรจุอะตอม เท่ากับ 0.68 นั่นคือ ปริมาตรเซลล์หน่วย 100 ส่วน เป็นปริมาตรของอะตอม 68 ส่วนที่เหลืออีก 32 ส่วนเป็นที่ว่างภายในเซลล์หน่วย แสดงว่าอะตอมจับกันอย่างหลวมๆ bcc จึงมีจัดเป็นโครงสร้างผลึกที่กระจัดแน่นนั้ก

#### 2. โครงสร้างผลึกลูกบาศก์เฟซเซ็นเตอร์

โครงสร้างผลึกลูกบาศก์เฟซเซ็นเตอร์ (face-centered cubic ย่อว่า fcc) มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์และมีอะตอมอยู่ที่ทุกมุมและทุกหน้าของลูกบาศก์ จำนวนอะตอมต่อเซลล์หน่วยเท่ากับ 4 อะตอม แต่ละอะตอมล้อมรอบด้วยอะตอมอื่นได้ 12 อะตอม จัดเป็นโครงสร้างผลึกกระชับกว่าโครงสร้างผลึก bcc

#### 3. โครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล

โครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล (hexagonal close-packed ย่อว่า hcp) มีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยม 6 หน้า มีแฟกเตอร์การบรรจุอะตอมเท่ากับ โครงสร้างผลึก fcc คือ 0.74 แต่ละอะตอมล้อมรอบด้วยอะตอมอื่น 12 อะตอม สำหรับจำนวนอะตอมต่อเซลล์หน่วยสามารถหาได้ โดยกำหนดให้ระนาบในเซลล์หน่วยเป็นระนาบที่ 1 ระนาบที่ 3 และระนาบที่ 3



รูปที่ 2.4 แสดงตำแหน่งอะตอมของเซลล์หน่วยเฮกซะโกนอล

จากระนาบที่ 2 อะตอม	=	3 อะตอม
จากมุมทั้ง 12 มุมมีอะตอม	=	$(1/6)(12) = 2$ อะตอม
จากระนาบที่ 1 และ 3 มีอะตอม	=	$(1/2)(2) = 1$ อะตอม
จำนวนอะตอมทั้งหมดในเซลล์หน่วย	=	$3+2+1 = 6$ อะตอม

โครงสร้างผลึก hcp อุณหภูมิอัตราส่วนระหว่างแกนตั้ง (c) และแกนนอน (a) เท่ากับ 1.633 แต่ในความเป็นจริง โลหะที่มีโครงสร้างผลึก hcp มักมีอัตราส่วนนี้น้อยกว่าหรือมากกว่า 1.633 เสมอ

#### 2.2.4 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก สามารถนำข้อมูลที่ได้จากกลศาสตร์การเลี้ยวเบนมาวิเคราะห์ได้โดยตรง เมื่อพิจารณาโครงสร้างผลึกลูกบาศก์ จะพบว่าระยะระหว่างระนาบที่ขนานกันมีความสัมพันธ์กับค่าคงตัวแลตติซของเซลล์หน่วยลูกบาศก์นั้น ดังสมการ

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (1)$$

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2)$$

$$\lambda = \frac{2a \sin \theta}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3)$$

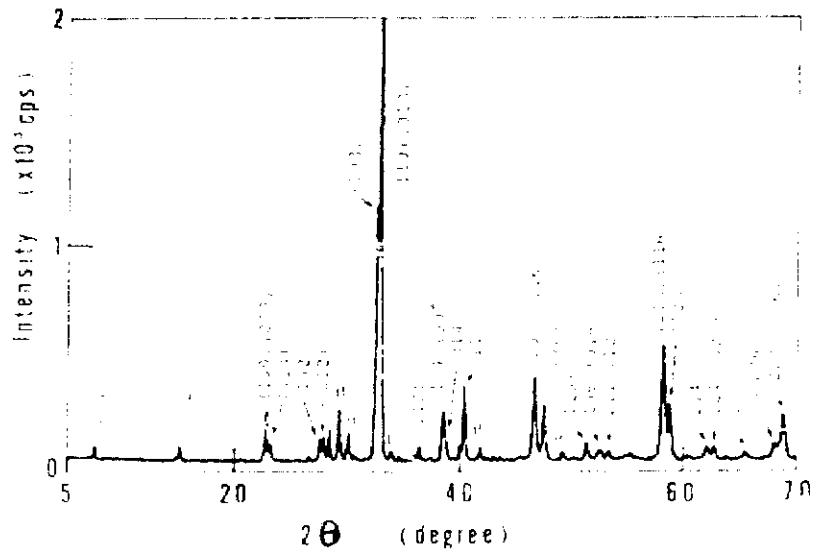
สมการ (3) นี้ใช้สำหรับวิเคราะห์ค่าคงตัวแลตติซของผลึกลูกบาศก์ทั้งแบบ bcc และ fcc โดยที่ก่อนอื่นจำเป็นต้องรู้ว่ามีระนาบใดในผลึกที่เป็นระนาบแบเรกซ์บ้าง เช่น ถ้าเป็นลูกบาศก์เชิงเดี่ยว รังสีเอ็กซ์สามารถเลี้ยวเบนได้โดยระนาบบางระนาบทุกระนาบถ้าเป็น bcc การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นได้โดยระนาบเท่านั้น ซึ่งได้แก่ระนาบที่มีผลรวมของ h, k, l เป็นเลขคู่

สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกว่าเป็นแบบใดที่ยู่ยากน้อยที่สุดคือการวิเคราะห์ว่าเป็นโครงสร้างผลึกแบบ bcc หรือ fcc สามารถวิเคราะห์ได้โดยการยกกำลังสองสมการ (3) แล้วจัดรูปสมการใหม่ได้

$$\sin^2 \theta = \frac{2(h^2 + k^2 + l^2)}{4a^2} \quad (4)$$

ตารางที่ 2.2 แสดงหลักการหาระนาบแบเรกซ์ในผลึกลูกบาศก์

ผลึกลูกบาศก์	เกิดการเลี้ยวเบน	ไม่เกิดการเลี้ยวเบน
bcc	$h + k + l =$ เลขคู่	$h + k + l =$ เลขคี่
fcc	(h,k,l) เป็นเลขคู่หมดหรือเป็นเลขคี่หมด	(h,k,l) ไม่เป็นเลขคู่หมดหรือไม่เป็นเลขคี่หมด

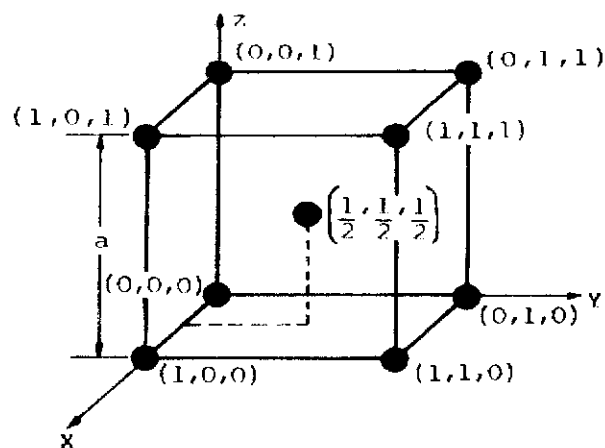


รูปที่ 2.5 แสดงตำแหน่งที่ความเข้มมีค่ามากเกิดจากการเลี้ยวเบนที่ระนาบต่างๆ

### 2.2.5 เซลล์หน่วยลูกบาศก์

#### 1. ตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วยลูกบาศก์

ตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วยลูกบาศก์ระบุด้วยพิกัด  $(x, y, z)$  ซึ่งอยู่ในพิกัดคาร์ทีเซียน (Cartesian coordinate) โดยให้ค่าคงตัวแลตติสหน่วยเท่ากับ 1 หน่วย ดังรูป 2.6 เป็นการระบุตำแหน่งอะตอมเซลล์หน่วย bcc ด้วยพิกัด 8 พิกัด



รูปที่ 2.6 แสดงตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วย bcc

## 2. ทิศทางในเซลล์หน่วยลูกบาศก์

การบอกทิศในแลตติส ระบุด้วยเวกเตอร์ทิศทาง (direction vector) ซึ่งแทนได้ด้วย  $\vec{r} = [uvw]$  โดยที่  $u, v$  และ  $w$  เป็นองค์ประกอบเวกเตอร์ในแกน  $x, y, z$  ตามลำดับและถูกทำให้เป็นจำนวนเต็มลงตัวน้อยที่สุด จากรูป 2.7  $\overline{OR}$  เริ่มจากจุดกำเนิดซึ่งมีพิกัด  $(0, 0, 0)$  ไปยังจุดปลายซึ่งมีพิกัด  $(1, 0, 0)$  ดังนั้น  $\overline{OR} = [100]$  ในทำนองเดียวกัน  $\overline{OS} = [110]$  และ  $\overline{OT} = [111]$  ในกรณีของ  $\overline{OM}$  มีจุดปลายของเวกเตอร์ทิศทางที่พิกัด  $(1, 1/2, 0)$  เนื่องจากองค์ประกอบเวกเตอร์ในแกน  $y$  ไม่เป็นจำนวนเต็ม จึงต้องคูณพิกัดด้วย 2 เป็น  $2(1, 1/2, 0)$  ดังนั้น  $\overline{OM} = [210]$  สำหรับเวกเตอร์ที่พิกัดเป็นลบ เช่น  $\overline{ON}$  มีพิกัดปลายที่  $(-1, -1, 0)$  จะเขียนว่า  $\overline{ON} = [110]$

เวกเตอร์ทิศทางใดๆ ที่ขนานกันจะระบุด้วย  $[u\ v\ w]$  ชุดเดียวกันและถ้ามีเวกเตอร์ทิศทางที่ไม่ซ้ำกันแต่ขนาดเท่ากัน เช่น  $[100], [010], [001], [010], [001], [100]$  สามารถเขียนเวกเตอร์ทิศทางของเวกเตอร์กลุ่มนี้โดยอาศัยวงเล็บ " $\langle \rangle$ " ดังนี้

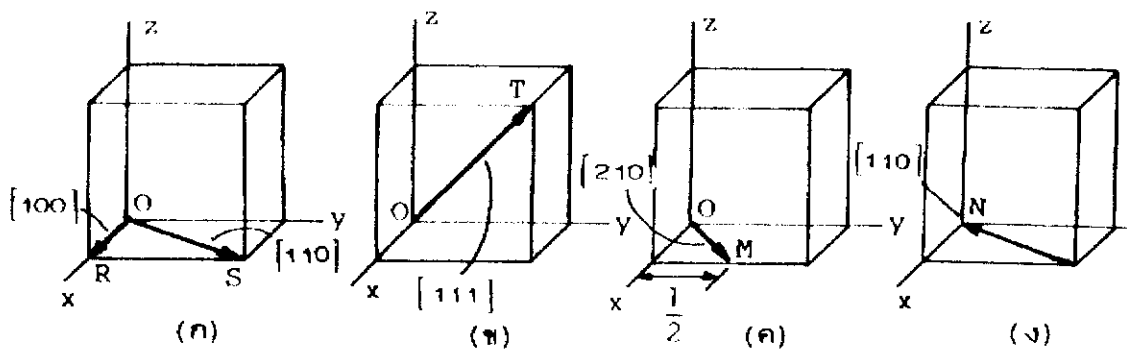
$$[100], [010], [001], [010], [001], [100] = \langle 100 \rangle$$

ทิศทางต่างๆ ในเซลล์หน่วยลูกบาศก์แบ่งเป็น 3 กลุ่ม

กลุ่มแรก  $\langle 100 \rangle$  หมายถึงเวกเตอร์ทิศทางบนด้านลูกบาศก์

กลุ่มที่สอง  $\langle 111 \rangle$  หมายถึงเวกเตอร์ทิศทางในแนวเส้นทแยงมุมลูกบาศก์

กลุ่มที่สาม  $\langle 110 \rangle$  หมายถึงเวกเตอร์ทิศทางในแนวเส้นทแยงมุมของแต่ละด้านของลูกบาศก์



รูปที่ 2.7 ตัวอย่างเวกเตอร์ทิศทางในเซลล์หน่วยลูกบาศก์

## 3. ครรชนีมิลเลอร์ของระนาบในเซลล์หน่วยลูกบาศก์

การเรียกชื่อระนาบต่างๆ ในผลึกเป็นไปได้ง่ายและมีระเบียบโดยการเรียกชื่อระนาบในผลึกลูกบาศก์ด้วย ครรชนีมิลเลอร์ (Miller indices)

เนื่องจากสมบัติทางเรขาคณิตของระนาบต่างๆ เป็นไปตามสมการ

$$(x/a) + (y/b) + (z/c) = 1$$

เมื่อ  $a$ ,  $b$  และ  $c$  คือจุดตัดแกนซึ่งหมายถึงตำแหน่งที่ระนาบตัดแกน  $x$ ,  $y$ ,  $z$  ตามลำดับ ซึ่งที่จุดตัดนี้ เป็นจุดที่มีอะตอมอยู่ 1 อะตอม

เมื่อกำหนดให้

$$h = 1/a, k = 1/b, l = 1/c$$

จะได้ว่า

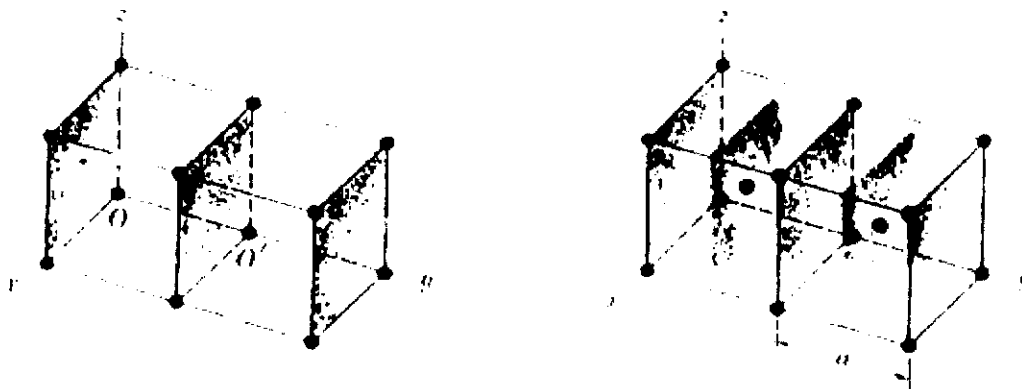
$$hx + ky + lz = 1$$

โดยที่  $h$ ,  $k$  และ  $l$  เป็นส่วนกลับ (reciprocal) ของระยะตัดแกน  $x$ ,  $y$  และ  $z$  ตามลำดับ ในที่นี้

(hkl) ก็คือ ครรชนิมิลเลอร์ ซึ่งมีขั้นตอนการหาครรชนิมิลเลอร์ดังต่อไปนี้

- (1) กำหนดระนาบที่ต้องการเรียกชื่อ โดยจะต้องไม่เป็นระนาบที่ผ่านจุด
- (2) อ่านค่าจุดตัดแกนบนแกนทั้ง 3 ได้ระยะตัดแกน 3 ค่า
- (3) หาส่วนกลับของระยะตัดแกนแต่ละค่าในข้อ (2)
- (4) หาตัวคูณร่วมน้อยของส่วนกลับที่ได้ในข้อ (3)
- (5) คูณส่วนกลับทุกค่าด้วยตัวคูณร่วมน้อยที่ได้ในข้อ (4) จะได้ตัวเลข 3 ค่าใส่ตัวเลขเหล่านี้ในวงเล็บ “( )” ก็จะได้ ครรชนิมิลเลอร์ตามต้องการ

จากรูป



รูปที่ 2.8 ระนาบที่ขนานกันในเซลล์หน่วยลูกบาศก์

ระนาบที่ขนานกันดังรูป 2.8 และระนาบที่สมมาตรกัน สามารถเขียนครรชนิมิลเลอร์ของกลุ่มระนาบ โดยใช้ “{ }”

ดังตัวอย่าง

$$(100), (010), (001), (\bar{1}00), (0\bar{1}0) = \{100\}$$

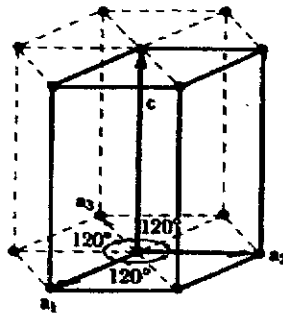
เมื่อพิจารณา โครงสร้างผลึกลูกบาศก์จะพบว่าระยะระหว่างระนาบที่ขนานกันมีความสัมพันธ์กับค่าคงตัวแลตติสของเซลล์หน่วยลูกบาศก์ และสมการ

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

โดยที่  $d_{hkl}$  คือ ระยะทางระหว่างระนาบที่ขนานกันที่อยู่ติดกัน ไป  
 A คือ ค่าคงตัวแลตติส  
 h, k, l คือ ครรชนนิมิลเลอร์ของระนาบที่กำลังพิจารณา

#### 4. ครรชนนิมิลเลอร์และทิศทางในเซลล์เอกซะโกนอล

ครรชนนิมิลเลอร์ที่ใช้เรียกชื่อระนาบต่างๆ ในเซลล์หน่วยเอกซะโกนอล (hcp) คือครรชนนิมิลเลอร์-บราวเวส์ (Miller-Bravais indices) จากรูปที่ 2.9 เซลล์หน่วย hcp ประกอบด้วยแกน 4 แกนคือแกน  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  และ  $c$  ถ้าให้  $h$ ,  $k$  และ  $l$  เป็นค่าที่ได้จากส่วนกลับของระยะที่ระนาบที่กำลังพิจารณาตัดแกน  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  และ  $c$  ตามลำดับ (hkl) ก็คือครรชนนิมิลเลอร์-บราวเวส์ ของระนาบนั้น



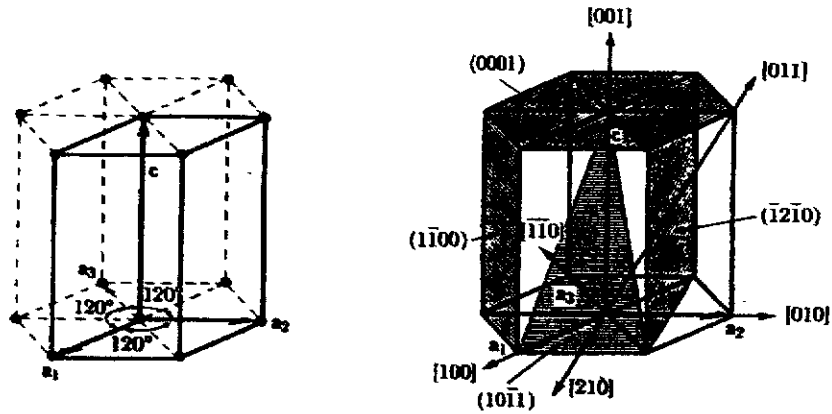
รูปที่ 2.9 แกน  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  และ  $c$  ของเซลล์หน่วย hcp

โครงสร้างของเซลล์หน่วย hcp ประกอบด้วยระนาบ 2 แบบ คือ

(1) ระนาบพื้นฐาน (basal plane) มี 2 ระนาบ คือ ฐานบนและระนาบฐานล่างแกน  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  เป็นแกนที่อยู่ในระนาบฐานทำมุม  $120^\circ$  ซึ่งกันและกัน ระยะตัดแกน  $a_1 = a_2 = a_3 = \infty$  แกนที่ 4 คือ แกน  $c$  เป็นแกนที่ตั้งฉากกับระนาบฐานทั้งสอง ซึ่งตัดแกน  $c$  ห่างกันเป็นระยะ 1 หน่วย ส่วนกลับของระยะตัดแกนทั้งสิ้น จึงเท่ากับ  $0, 0, 0, 1$  ตามลำดับ ดังนั้น ครรชนนิมิลเลอร์-บราวเวส์ของระนาบฐานก็คือ (0001)

(2) ระนาบปริซึม (prism plane) มี 6 ระนาบหรือหน้า ดังรูปที่ 2.10 ข. แต่ละหน้ามีระยะตัดแกนคนละชุด ตัวอย่างเช่น หน้า ABCD มี  $a_1 = +1$   $a_2 = \infty$   $a_3 = -1$  และ  $c = \infty$  ครรชนนิมิลเลอร์ -

บราวส์ของระนาบปริซึมหน้านี้จึงเป็น (1010) ในทำนองเดียวกันระนาบปริซึมหน้า ABEF ที่มีคระชนี (1100) หน้า DCGF มีคระชนี (0110) ระนาบปริซึมทุกระนาบในเซลล์หน่วยสามารถแทนได้ด้วยคระชนีเดียวกันคือ {1010}

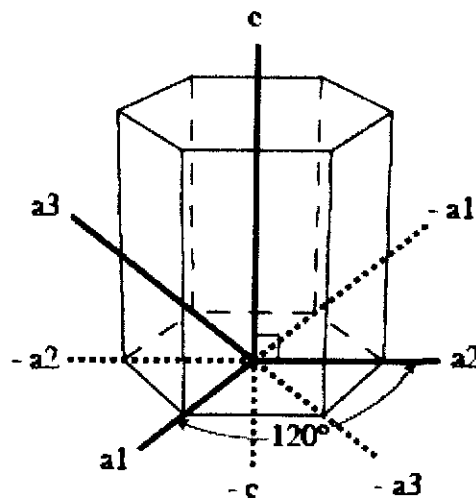


(ก)

(ข)

รูปที่ 2.10 แสดงเซลล์หน่วย hcp (ก) ระนาบฐาน (ข) ระนาบปริซึม

บางครั้งการเรียกชื่อระนาบในเซลล์หน่วย hcp อาจระบุด้วย (hkl) คืออาศัยเพียง h, k, l โดยที่  $h + k = -i$  แต่การระบุด้วย (hkil) เป็นที่นิยมน้อยกว่า (hkl) ซึ่งแสดงให้เห็นความสมมาตรในเซลล์หน่วย hcp ได้ชัดเจนกว่า สำหรับทิศทางในเซลล์หน่วย hcp ระบุด้วย [u v t w] เมื่อ u, v, t และ w เป็นองค์ประกอบเวกเตอร์ทิศทางที่สำคัญในเซลล์หน่วย hcp ดังรูปที่ 2.11

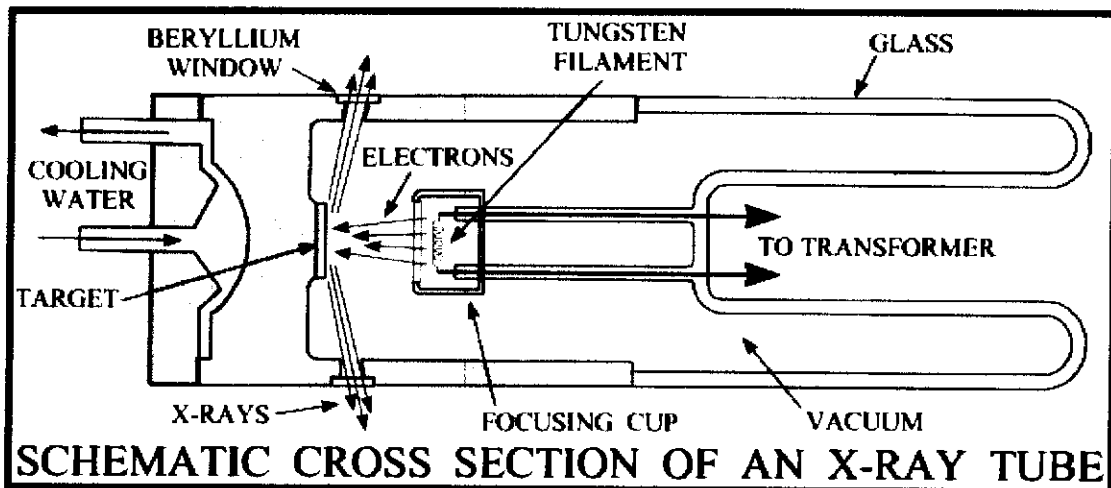


รูปที่ 2.11 เวกเตอร์ทิศทางที่สำคัญในเซลล์หน่วย hcp

## 2.3 การเกิดรังสีเอ็กซ์

### 2.3.1 หลักการเกิดสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์จากหลอดรังสีเอ็กซ์

รังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนสภาวะระดับพลังงานของอะตอมจากระดับพลังงานสูงไปสู่ระดับพลังงานต่ำ รังสีเอ็กซ์นี้อาจเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของสารกัมมันตรังสี (Isotope) หรือเกิดจากกลไกอิเล็กตรอนิกส์ที่มนุษย์ผลิตขึ้น กล่าวคือเมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (Excite) จะทำให้บริเวณวงโคจรอิเล็กตรอนของอะตอมนอกนิวเคลียสได้รับผลการกระตุ้นทำให้เกิดการเปลี่ยนจากสภาวะปกติ (ground state) ไปสู่สภาวะกระตุ้น (Excite state) และจะลดระดับพลังงานกลับเข้าสู่สภาวะปกติโดยมวลอะตอมไม่เปลี่ยนแปลง ในขณะที่กลับเข้าสู่สภาวะปกตินั้นจะเกิดการแทนที่ในที่ว่างจากชั้นอิเล็กตรอนวงนอกซึ่งมีพลังงานสูงเข้าแทนที่อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไปจากวงโคจรนั้น การแทนที่นี้จะเกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาจากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ถูกปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอ็กซ์” แต่ถ้าสภาวะรับการกระตุ้นให้อะตอมเปลี่ยนระดับพลังงานเกิดในนิวเคลียสการลดระดับพลังงานสู่สภาวะปกติบริเวณนิวเคลียสแล้วปลดปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมาจะเรียกว่า “รังสีแกมมา” จะเห็นว่ารังสีชนิดนี้มีคุณสมบัติเหมือนกันแต่แตกต่างกันที่แหล่งกำเนิดเท่านั้น



รูปที่ 2.12 หลอดรังสีเอ็กซ์

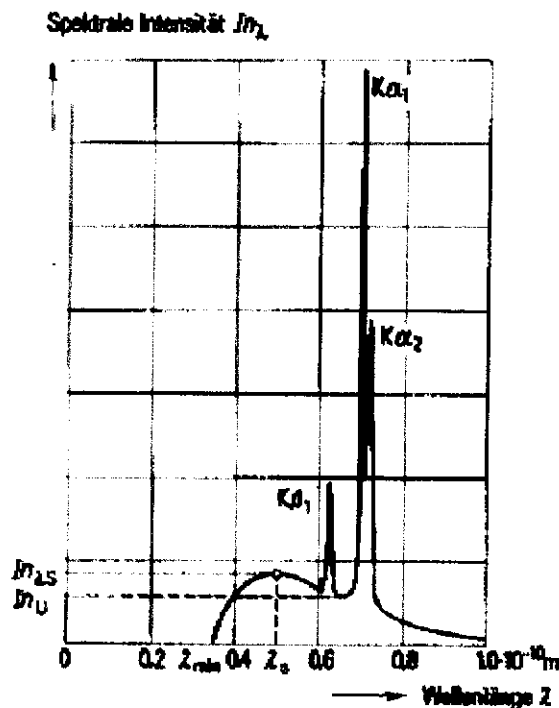
สำหรับรังสีเอ็กซ์ยังแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ตามกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนที่เกินจากอะตอมบริเวณชั้นโคจรอิเล็กตรอนคือ

1. รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (Continuous X - ray) มีลักษณะเป็นรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงค่าสูงสุดบางครั้งเรียกว่า “โพลีโครมาติก” (Poly chromatic) หรือรังสีขาว (White radiation) หรือ เบรมสตราลุง (Bremsstrahlung)
2. รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว (Characteristic X - ray) มีลักษณะเป็นรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอนจากวงโคจรของอะตอม

หลักการเกิดรังสีเอ็กซ์ทั้งสองชนิดมีดังนี้

1. รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง

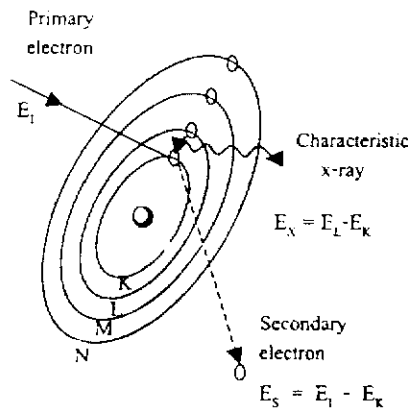
ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องนี้เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าสู่สนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตจะทำให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่และลดความเร็วลงพร้อมทั้งสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็ว และปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาจะเรียกการปลดปล่อยนี้ว่า “เบรมสตราลุง” (Bremsstrahlung หรือ Breaking radiation) ความเข้มของรังสีเอ็กซ์และความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์จะกระจายอย่างต่อเนื่อง รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องที่เกิดขึ้นขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของเลขอะตอม (atomic number) ที่นำมาทำเป้าของหลอดรังสีเอ็กซ์ (target x-ray tube)



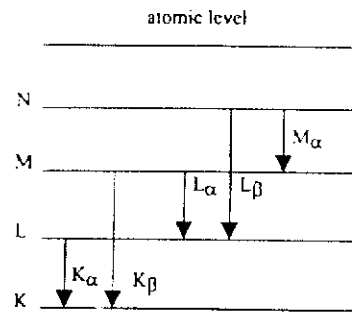
รูปที่ 2.13 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องที่ออกมาจากหลอดรังสีเอ็กซ์

2. รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว

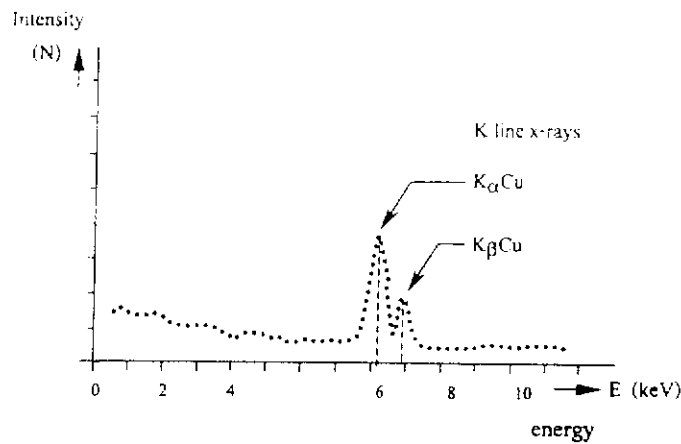
ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีชนิดนี้จะเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่น ๆ หรือโฟตอนพลังงานสูง (E) เคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K, L, M หรือ N เป็นต้น แล้วเกิดการถ่ายเทพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนในชั้นโคจรที่ได้รับพลังงานเพิ่มขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจร (binding energy,  $E_k$ ) จะทำให้หลุดออกจากวงโคจร ( $E_1 - E_k$ ) เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรนั้นทำให้อะตอมอยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาแทนที่ในวงโคจรชั้นที่ว่างและเกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนที่เกินออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ พลังงานส่วนที่เกินนี้จะมีพลังงานเท่ากับความแตกต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและชนิดของธาตุนั้นๆ และจะมีพลังงานเฉพาะค่า ดังนั้นรังสีเอ็กซ์ชนิดนี้เรียกว่า “รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว”



ก. อันตรกิริยาของอะตอม



ข. การเกิดรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ



ค. สเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของทองแดง

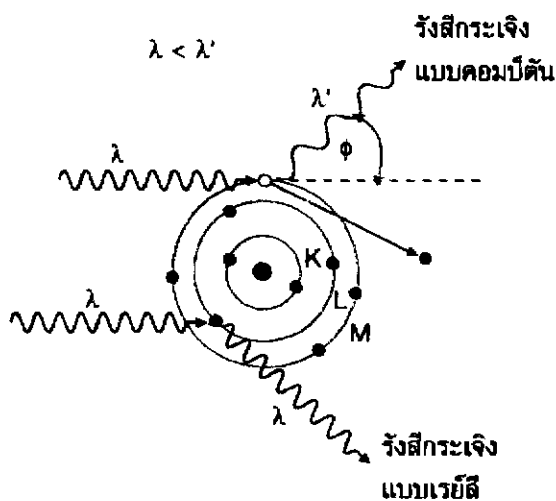
รูปที่ 2.14 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของทองแดง

2.3.2 คุณสมบัติของรังสีเอ็กซ์ (Properties of X - Rays)

รังสีเอ็กซ์มีคุณสมบัติคล้ายรังสีแกมมา ดังนั้นเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบกับสสารหรือวัตถุต่างๆ จะเกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การดูดกลืนของรังสีเอ็กซ์ (Absorption of X-rays) การสะท้อนหรือการกระเจิง (Scattering) และการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น รายละเอียดจะกล่าวต่อไป

1. การกระเจิงแบบโคฮีเรนต์และอินโคฮีเรนต์ (Coherent and Incoherent Scattering)

การกระเจิงจะเกิดขึ้นเมื่อโฟตอนรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนของธาตุที่เป็นเป้าโลหะ (target) ถ้าการชนไม่เกิดการสูญเสียพลังงานจะเรียกการชนแบบยืดหยุ่น (elastic collision) การกระเจิงที่เกิดขึ้นจากการชนครั้งนี้จะเป็นแบบโคฮีเรนต์ (Coherent or reyleigh scattering) โดยพลังงานทั้งหมดจะไม่มีเปลี่ยนแปลง นั่นคือรังสีที่เกิดจากการกระเจิงแบบโคฮีเรนต์จะมีค่าเท่ากับความยาวคลื่นของลำรังสีที่ตกกระทบ คลื่นของการกระเจิงนี้จะอธิบายโดยโฟตอนปฐมภูมิ (primary photon) ในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) เมื่อคลื่นเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนจะถูกออกซิซิลเลท (Oscillate) ด้วยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่เดียว โดยความเข้มของการกระเจิงจะขึ้นอยู่กับค่าเฉลี่ยของเลขอะตอมและพลังงานของรังสีที่ตกกระทบ ส่วนปรากฏการณ์ที่มีการสูญเสียพลังงานบางส่วนจากพลังงานที่ชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกซึ่งมีพลังงานยึดเหนี่ยวน้อยจะเรียกปรากฏการณ์แบบนี้ว่า อินโคฮีเรนต์ (Incoherent (Compton) scattering) การชนแบบนี้อิเล็กตรอนจะถูกสะท้อนกลับ (recoil) ภายใต้อิทธิพลของรังสีเอ็กซ์ ในส่วนที่อิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (recoil) เล็กน้อยนั้น จะทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานหรือทำให้ความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 2.15

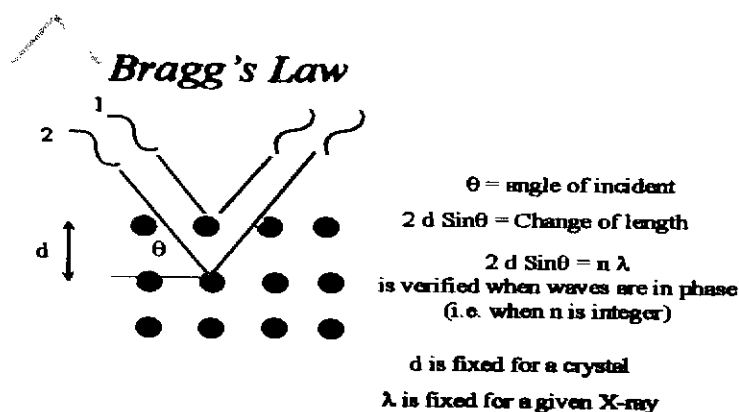


รูปที่ 2.15 แสดงการกระเจิงรังสีเอ็กซ์แบบเรย์ลีและแบบคอมป์ตัน

## 2. การแทรกสอดและการเลี้ยวเบน (Interference and diffraction)

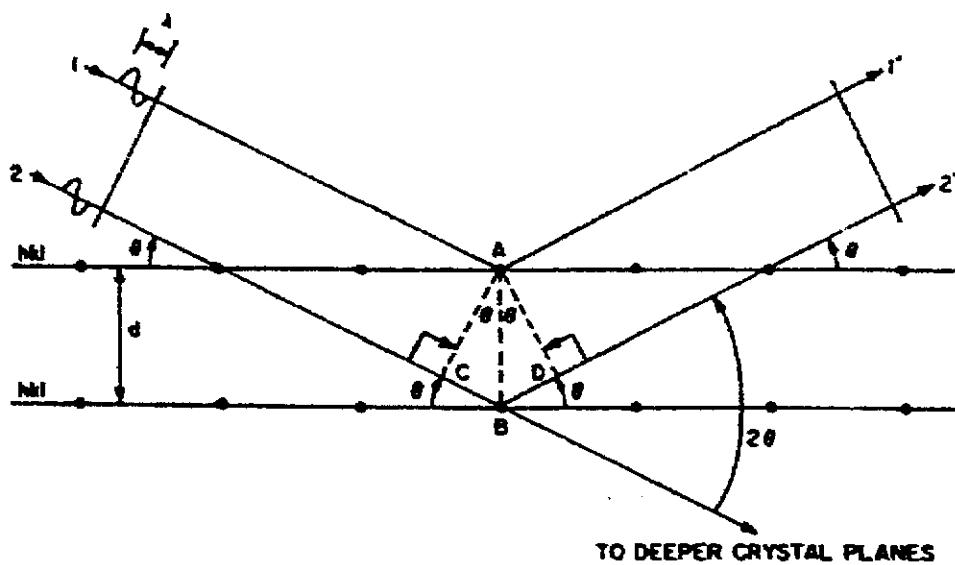
การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X - rays diffraction) เป็นการรวมกันของสองปรากฏการณ์คือการเกิดการกระเจิงแบบอาพันธ์ (Coherent scattering) และการแทรกสอด (Interference) ซึ่งถ้ามีคลื่นตั้งแต่สองชุดขึ้นไปเคลื่อนที่ผ่านตัวกลางเดียวกันจะเกิดการแทรกสอดกันกลายเป็นคลื่นรวม โดยที่เงื่อนไขในทางเรขาคณิตจะอธิบายปรากฏการณ์แทรกสอดนี้ว่าความยาวคลื่นจะเป็นเฟสที่แน่นอนถึงแม้ว่าจะมีคลื่นส่วนอื่นเพิ่มเข้าไปแต่ก็ยังแสดงให้เห็นถึงเฟสที่เกิดขึ้นได้อย่างชัดเจน ซึ่งจะทำให้ผลการเลี้ยวเบนเกิดสูงสุด

แบรกก์ (W.L.Bragg) ได้อธิบายการเกิดอันตรกิริยาระหว่างรังสีที่แสดงพฤติกรรมเป็นคลื่นกับผลึกนี้อย่างง่ายๆ คือผลึกประกอบด้วยโครงตาข่ายที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมในลักษณะที่เป็นกลุ่มของระนาบที่ขนานกันเมื่อรังสีของคลื่นตกกระทบก็จะตกกระทบบกลุ่มของระนาบที่ขนานกันภายในผลึกแต่ละระนาบสะท้อนรังสีตกกระทบบางส่วนออกมาในลักษณะระจกเงาที่ฉายสารสะท้อนแสงไว้ต่างๆ แนวรังสีสะท้อนจะพบได้เมื่อรังสีที่สะท้อนจากกลุ่มของระนาบที่ขนานกันแทรกสอดกันแบบเสริมสร้าง (Constructive interference) และถือว่าการกระเจิงของรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบเป็นแบบยืดหยุ่น (elastic) นั่นคือพลังงานของรังสีเอ็กซ์สะท้อนออกมาจะมีค่าเท่ากับพลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบ



รูปที่ 2.16 แสดงการเลี้ยวเบนผ่านระนาบของอะตอมตามกฎของแบรกก์ (W.L.Bragg)

พิจารณาระนาบของโครงตาข่ายที่ขนานกันและห่างกัน  $d$  และแนวรังสีตกกระทบบอยู่ในระนาบ ผลต่างระยะทางที่รังสีทั้งสองสะท้อนจากระนาบคู่ขนานที่อยู่ติดกันจะเท่ากับ  $2d\sin\theta$  เมื่อ  $\theta$  เป็นมุมตกกระทบบของรังสีที่เท่ากับแนวระนาบ



รูปที่ 2.17 แสดงการเลี้ยวเบนผ่านผลึก (crystals - Bragg) ของรังสี

การแทรกสอดแบบเสริมสร้างของรังสีสะท้อนจากระนาบคู่ขนานจะเกิดขึ้นเมื่อผลต่างของระยะทางมีค่าเป็นเลขจำนวนเต็ม  $n$  ของความยาวคลื่น พิจารณาดังรูป และเขียนความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$CB + BD = n\lambda$$

เมื่อ  $n = 0, 1, 2, 3, \dots$

$\theta =$  มุมที่ลำรังสีมาตกกระทบทำกับระนาบ

$$CB = AB\sin\theta$$

$$BD = AB\sin\theta$$

$$n\lambda = 2A\sin\theta$$

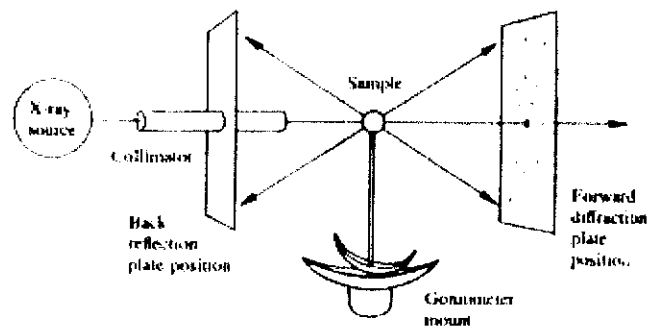
$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

สมการนี้คือกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งระยะห่างระหว่างระนาบคู่ขนาน  $d$  ขึ้นอยู่กับเลขดัชนีของระนาบ  $(hkl)$  และค่าคงที่โครงข่าย  $a$

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

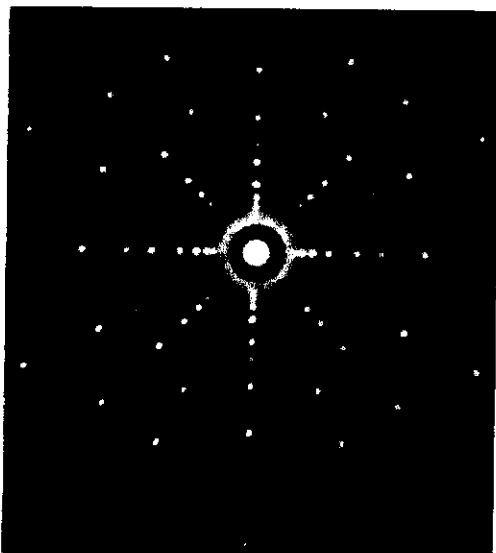
## เทคนิคของลาวี

ในเทคนิคของลาวี (Laue technique) นั้นฉายรังสีเอ็กซ์หรืออนุภาคนิวตรอนที่มีความยาวคลื่นหลายๆค่า (continuous wavelength) ไปยังผลึกเดี่ยว (single crystal) ที่ติดตั้งอยู่กับที่ โดยมีแหล่งกำเนิดที่ผลิตลำรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่น  $0.2\text{\AA} - 2\text{\AA}$  และขนาดของตัวอย่างไม่ควรใหญ่กว่า 1 มิลลิเมตร ผลึกนั้นจะเลือกปล่อยให้รังสีเลี้ยวเบนออกมาเฉพาะรังสีที่มีความยาวคลื่น  $\lambda$  ที่สะท้อนจากระนาบที่มีระยะห่าง  $d$  และมีมุมตกกระทบ  $\theta$  เป็นไปตามกฎของแบรกก์ เทคนิคลาวีสะดวกและรวดเร็วให้ข้อมูลเบื้องต้นเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก ได้แก่ การจัดตัวของผลึก (Crystal orientation) และสมมาตรของผลึก อีกทั้งยังใช้ศึกษาความไม่สมบูรณ์ของผลึก (imperfection) ได้อีกด้วย ซึ่งแสดงเครื่องมือดังรูป



รูปที่ 2.18 แสดงเครื่องมือการทดลองของลาวี

จากรูปเรียกว่า Laue flat plan camera ใช้ polychromatic x - ray ซึ่งรูปแบบของจุดที่เลี้ยวเบนออกมาจะแสดงเป็นรูปถ่ายได้ทั้งแบบตำแหน่ง forward และ back reflection ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของโครงสร้างและการหมุนของผลึกและตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์นั้นสามารถหมุนได้ทั้ง 3 แกน

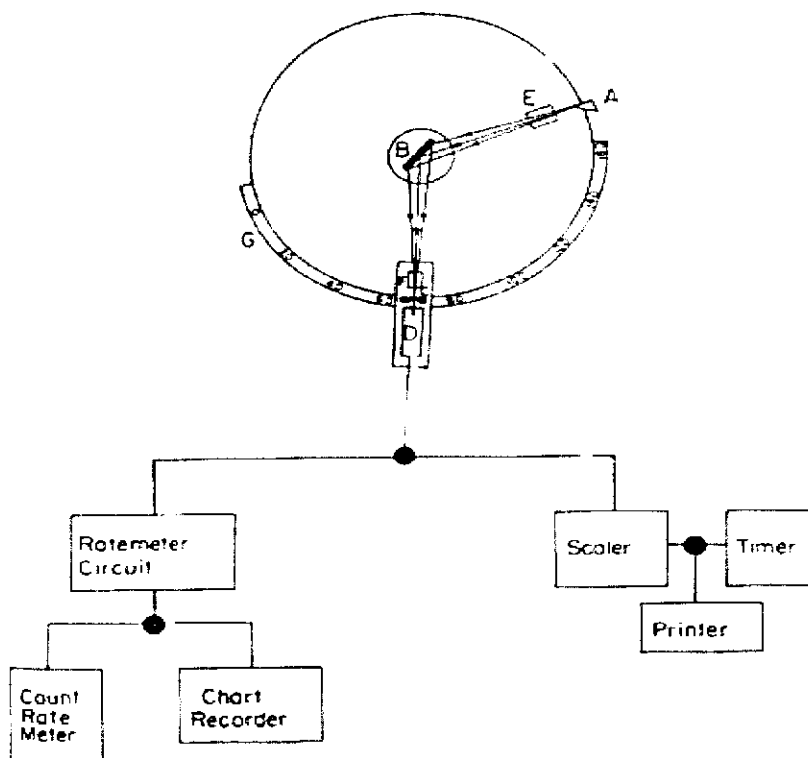


รูปที่ 2.19 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสี  
โดยเทคนิคของลาวี

### 2.3.3 หลักการทั่วไป (X - Ray Diffractometer)

ใช้ผลึกสารตัวอย่างที่ถูกบดให้ละเอียดเป็นผงหรือเม็ดผลึกเล็กมากๆ และนำไปใส่ใน sample holder ซึ่งรังสีเอ็กซ์ที่ใช้ในการทดลองจะเป็นรังสีที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว และเทคนิคผงผลึก (crystal) นี้ให้ข้อมูลของเซลล์ที่ละเอียดกว่า และการใช้ Powder diffraction นั้นจะใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกของสารและวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในสารที่ต้องการจะวิเคราะห์

### 2.3.4 ระบบเครื่องมือวัดของเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน สเปกโตรมิเตอร์



รูปที่ 2.20 แสดงส่วนประกอบของระบบเครื่องมือวัดของเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโตรมิเตอร์

รังสีเอ็กซ์จากสารตัวอย่างจะไปตกกระทบที่ผลึก (crystal) แล้วเลี้ยวเบน (diffraction) ออกมาจากผลึก (crystal) ของสารตัวอย่างโดยมีความยาวคลื่นเท่ากับรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบนไปตกกระทบยังหัววัดรังสี (Detector) หัววัดรังสีจะทำหน้าที่สแกนไปรับความยาวคลื่นที่ตำแหน่งมุมต่างๆ โดยที่หัววัดรังสีจะดูดกลืนโฟตอนรังสีเอ็กซ์และจะถูกเปลี่ยนไปเป็นสัญญาณพัลส์ของกระแสไฟฟ้า (electric current) ที่พรีแอมพลิไฟร์ (preamplifier) และแอมพลิไฟร์ (amplifier) ซึ่งมีความเข้มของรังสีแตกต่างกันขึ้นอยู่กับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของ

อะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ และสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ สารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกันสัญญาณพัลส์จะถูกส่งเข้าไปยังชุด pulse height selector เพื่อทำการเลือกความเข้มที่เหมาะสมส่งไปยัง ratemeter หรือ scaler ratmeter ซึ่งจะทำหน้าที่ในการสแกน และ scaler ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงสำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงาน

การติดตั้งและการวัดวิเคราะห์ระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงสำหรับเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ มีขั้นตอนในการดำเนินการศึกษาดังต่อไปนี้

1. ศึกษาหลักการของระบบเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ของ Bruker AXS Model D8 Discover
2. ศึกษารายละเอียดชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (HTK) รุ่น TC – Basic (Temperature Control Basic) พร้อมทำการติดตั้งชุดอุปกรณ์ HTK เข้ากับเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์
3. ศึกษาคุณสมบัติของวัสดุที่จะนำมาใช้เป็นสารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่าง
4. ศึกษาการปรับแต่ง (Alignment) และการปรับเทียบ (Calibration) ของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์และชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูงเมื่อเชื่อมต่อเข้ากับระบบเครื่อง
5. ศึกษาผลการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง

การทำงานของระบบการวัดและวิเคราะห์ของระบบนี้จะใช้โปรแกรมสำเร็จรูปควบคุมการทำงานของระบบ โดยมีรายละเอียดในแต่ละขั้นตอนดังนี้

#### 3.1 หลักการของระบบเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ Model D8 Discover

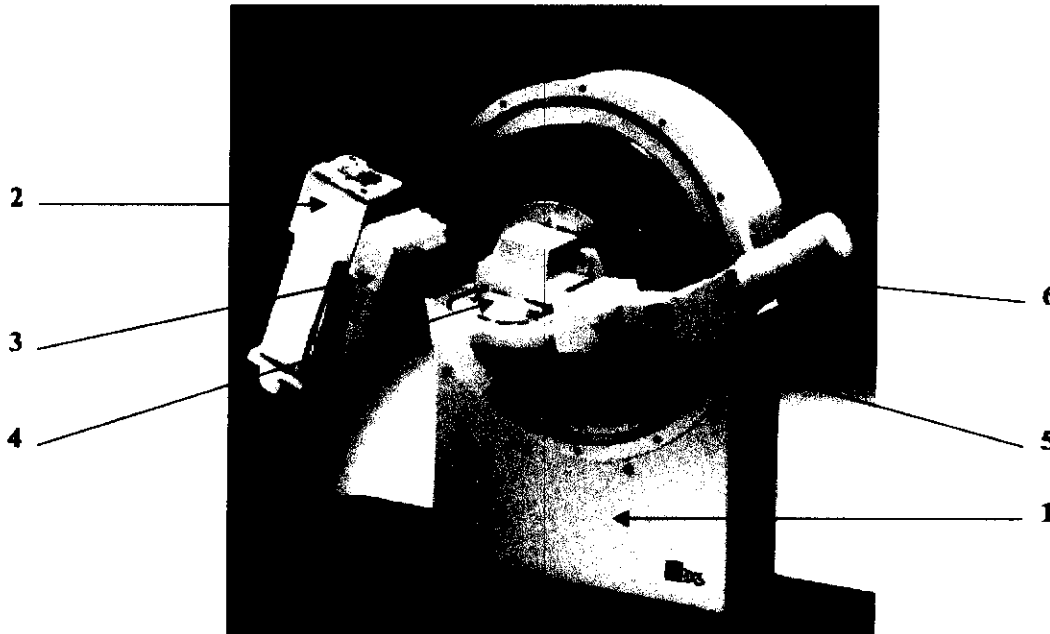
ระบบเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ Model D8 Discover จะเป็นระบบในการวัดและวิเคราะห์เพื่อหาการเปลี่ยนแปลงเฟส (phase analysis) แรงคั้น (stress) และพื้นผิว (Texture) ของสารตัวอย่าง ระบบนี้จะประกอบด้วยอุปกรณ์การทำงานพื้นฐานที่สำคัญ คือ

- Extended mask systems
- Primary and diffracted beam monochromators
- Sample carrier and center gauge
- Detector (Scintillation counter, position sensitive detector, Si(Li) Semiconductor)

และชุดอุปกรณ์เชื่อมต่อที่สามารถประยุกต์การวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่าง ดังนี้

- Texture
- Flux analysis
- Grazing incidence
- High and low temperature chambers

ระบบชุดอุปกรณ์การทำงานพื้นฐานที่กล่าวมาข้างต้นนั้น ถ้าจัดแบ่งเป็นส่วนประกอบที่สำคัญจะประกอบด้วย 3 ส่วน คือ ส่วนการกระตุ้น (Excitation) ส่วนดิฟแฟรกชัน (Diffraction) และส่วนการตรวจวัดและประมวลผล ดังแสดงระบบส่วนประกอบของเครื่องได้ดังรูปที่ 3.1



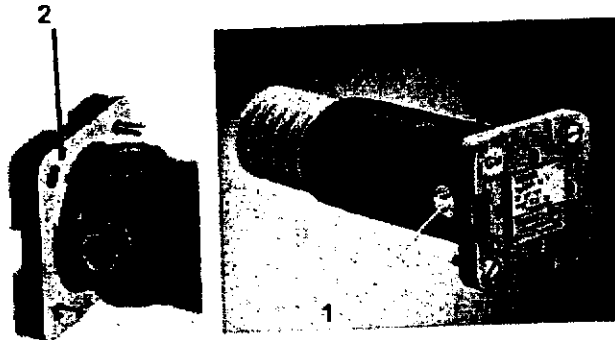
รูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบของระบบ XRD Bruker AXS Model D8 Discover

- หมายเลข 1 คือ Goniometer
- หมายเลข 2 คือ Tube stand
- หมายเลข 3 คือ Aperture slit system
- หมายเลข 4 คือ Sample carrier
- หมายเลข 5 คือ Detector slit system
- หมายเลข 6 คือ Detector (scintillation counter)

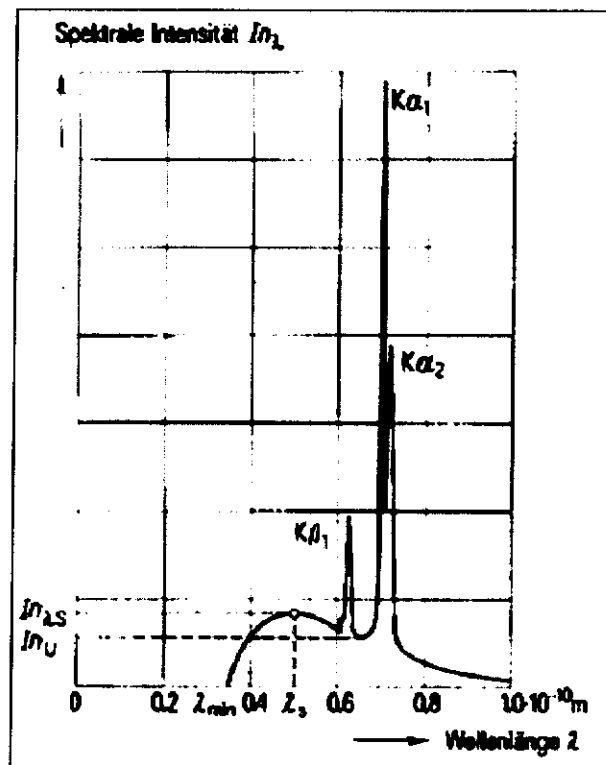
### 3.1.1 ส่วนการกระตุ้น (หมายเลข 2)

ส่วนการกระตุ้นของระบบนี้ คือ หลอดรังสีเอ็กซ์ (X-Ray tube) Model KF...4KE x-ray diffraction tube โดยมีรูปร่างโครงสร้างแบบหลอดในแนวตั้ง (tube stand) และหลอดทำด้วยเซรามิก (ceramic tube type) เป้าโลหะ (target) ของหลอดรังสีเอ็กซ์ของระบบนี้ จะทำด้วยทองแดง (Cu) มีค่าความยาวคลื่น ( $\lambda$ ) เท่ากับ 1.54060 อังสตรอม (Å) โดยลำรังสีเอ็กซ์ขนาด 40 ม.ม. จะผ่านตรงช่องทางออกหรือหน้าต่าง (window) ของหลอดดังรูปที่ 3.2 หลอดรังสีเอ็กซ์ของรุ่นนี้จะถูกพัฒนาเป็นแบบ Universal Beam Concept (UBC) หรือ X-Ray tube + GÖbel mirror หลอดรังสี

เอ็กซ์ทำหน้าทีผลิตลำรังสีเอ็กซ์ 2 ชนิดด้วยกัน คือ รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (Continuous x - ray) หรือเปรมสตาล์ลุง (Bremsstrahlung) และรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว ความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha_1$  (Characteristic x - ray) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยในขณะที่ระบบ D8 Discover แบบ Powder Diffractometer ทำงาน หลอดรังสีเอ็กซ์นี้จะหมุนทำมุม  $\theta$  กับตำแหน่งวางตัวอย่าง



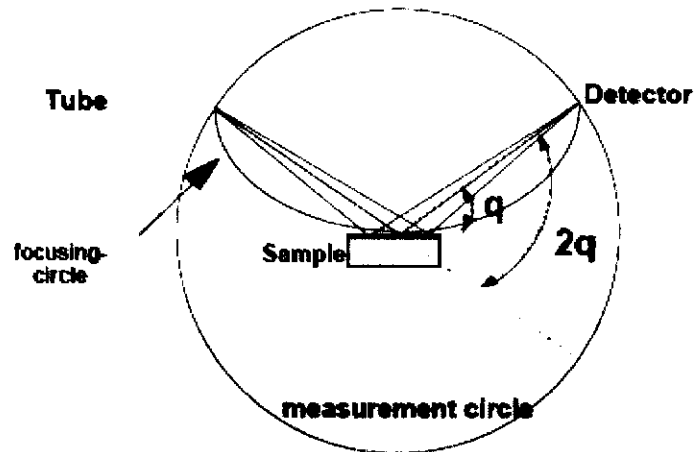
รูปที่ 3.2 แสดงหลอดรังสีเอ็กซ์ Model KF...4KE X-ray diffraction tube  
(ceramic tube type)



รูปที่ 3.3 แสดงสเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จากหลอดรังสีเอ็กซ์

### 3.1.2 ส่วนคิฟแฟรกชัน (หมายเลข 3 - 5)

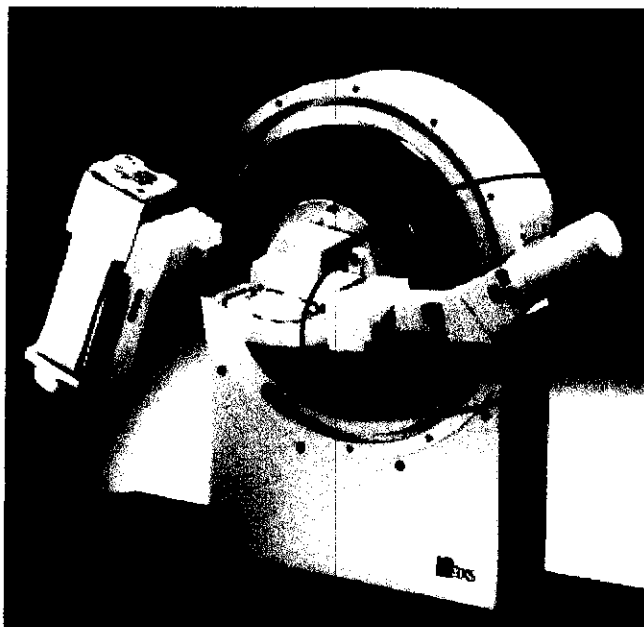
ส่วนคิฟแฟรกชันนี้จะทำหน้าที่ในการบีบบังคับลำแสงให้เป็นลำแสงขนานทั้งในกรณีตกกระทบเพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนในสารตัวอย่าง และลำแสงสะท้อนออกมาส่งตรงไปยังตัวตรวจวัด ดังแสดงการทำงานของส่วนคิฟแฟรกชันแบบ Bragg – Brentano Geometry ดังรูปที่ 3.4



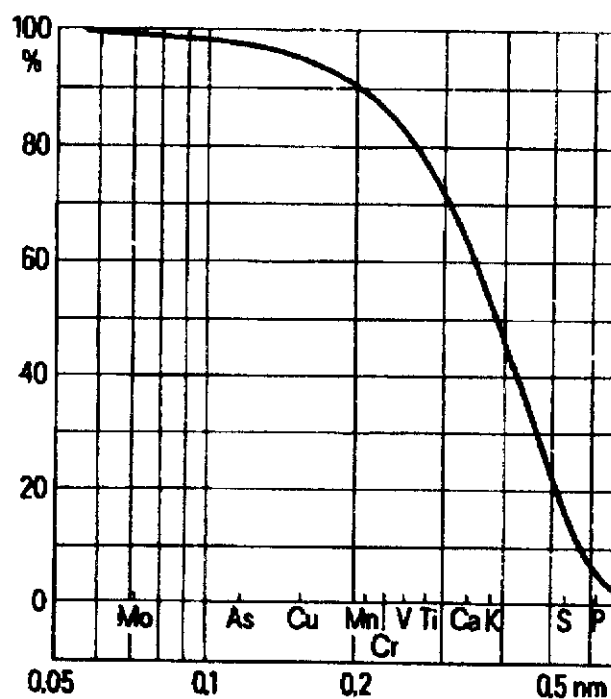
รูปที่ 3.4 แสดงการทำงานของส่วนคิฟแฟรกชันของระบบ XRD D8 Discover

### 3.1.3 ส่วนการตรวจวัด (Detector)

ส่วนการตรวจวัดนี้จะทำหน้าที่ในการตรวจวัดลำรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนมาจากสารตัวอย่างผ่านสลิต (slit system) ดีเทคเตอร์ที่ใช้กับ XRD Bruker AXS Model D8 Discover นี้เป็นชนิด ซิลทิลเลชัน ดีเทคเตอร์ (Scintillation counter)

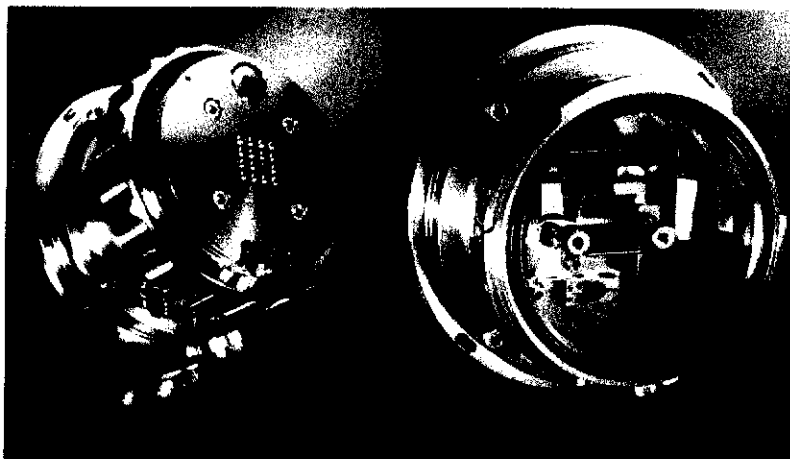


รูปที่ 3.5 แสดงส่วนการตรวจวัด (detector)



รูปที่ 3.6 แสดง Quantum yield of the scintillation counter

### 3.2 ศึกษารายละเอียดชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (HTK) รุ่น TC – Basic (Temperature Control Basic) พร้อมทำการติดตั้งชุดอุปกรณ์ HTK เข้ากับเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



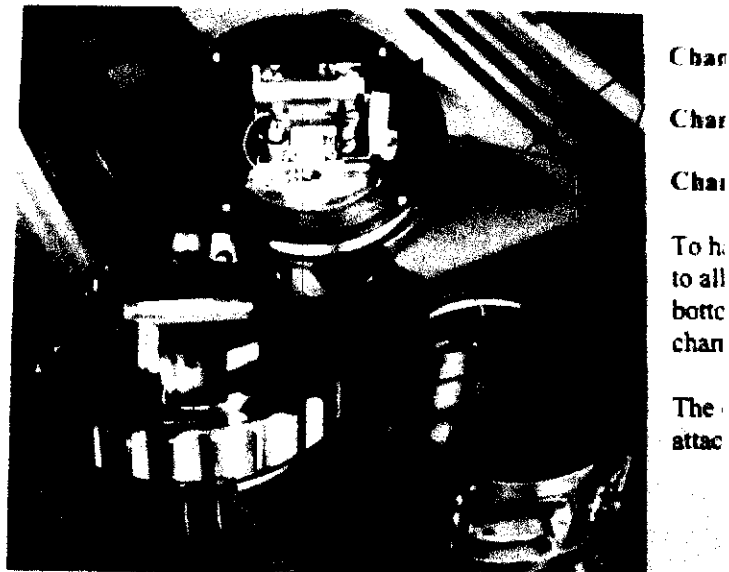
รูปที่ 3.7 แสดง TC – Basic (Temperature Control Basic)

#### 3.2.1 TC – Basic (Temperature Control Basic) สำหรับเอกซเรย์ ดิฟแฟรกชัน (x - ray diffraction)

การวิเคราะห์โครงสร้างชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (HTK) รุ่น TC – Basic (Temperature Control Basic) เป็นเครื่องมือที่มีความสำคัญในการศึกษาวิจัยและพัฒนาวัสดุ (materials research) และการวิเคราะห์สารตัวอย่าง (samples) ที่อุณหภูมิสูงและภายใต้เงื่อนไขสภาวะบรรยากาศที่แตกต่างกัน ปัจจุบันความต้องการในแต่ละการทดลองแตกต่างกันและมีความสำคัญเพิ่มมากขึ้นจึงมีการพัฒนาชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูง (HTK) ขึ้นเพื่อรองรับการพัฒนาในการศึกษาวิจัยและพัฒนาวัสดุ ในอนาคต

### 3.2.2 คุณสมบัติของ Temperature Chamber (TC-Basic)

Temperature Chamber ประกอบด้วย chamber bottom , chamber lid , chamber body



รูปที่ 3.8 แสดงส่วนประกอบของ TC-Basic (Temperature Control Basic) จากรูปหมายเลข 1 คือ Chamber lid หมายเลข 2 คือ Chamber body และหมายเลข 3 คือ Chamber bottom



Take out heater with thermocouple

รูปที่ 3.9 แสดงส่วนประกอบของ TC-Basic (Temperature Control Basic)

หมายเลข 1 คือ Direct heater (Ta / type S)      หมายเลข 3 คือ Spring - loaded piston unit  
 หมายเลข 2 คือ Fixation clamps      หมายเลข 4 คือ เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple)

### แผ่นความร้อน (Direct Heater)

- Ta - heaters สามารถใช้ในสภาวะ high vacuum หรือในสภาวะบรรยากาศก๊าซเฉื่อย และในอุณหภูมิสูงสุด 2000 องศาเซลเซียส

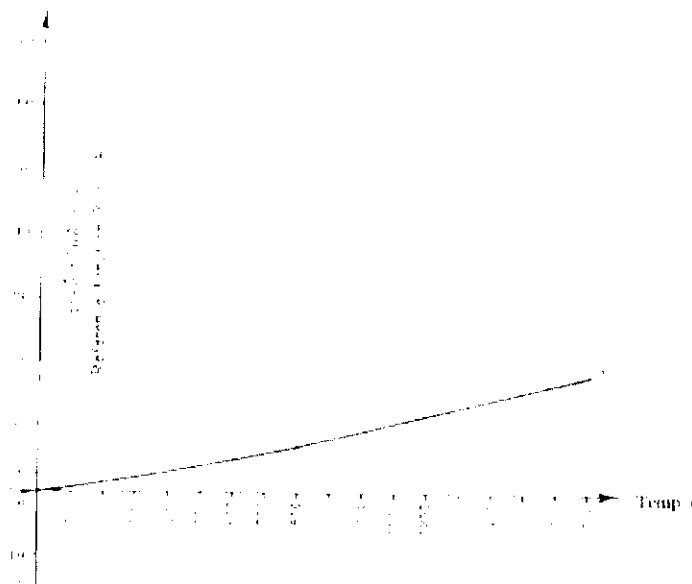
### เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple)

- Types S สามารถใช้ในสภาวะเงื่อนไขที่อุณหภูมิสูงถึง 1600 องศาเซลเซียส

### เทอร์โมคัปเปิล

เทอร์โมคัปเปิลที่ใช้เป็น Pt - RhPt 10% ซึ่งเป็นเทอร์โมคัปเปิลแบบ S โดยสายลวดทำจากแพลตินัม และสายลวดทำจากโลหะผสม 90% ของแพลตินัม + 10% ของโรเดียม สามารถวัดอุณหภูมิได้สูงถึง 1600 องศาเซลเซียส

โดยตามมาตรฐานสากลตาม ITPS 68 ระบุว่าสามารถใช้ในการสอบเทียบค่าและเปรียบเทียบเป็นค่ามาตรฐาน (calibration and comprision) ตั้งแต่จุดแข็งตัวของแอนติโมนี (630.74 องศาเซลเซียส) จนถึงจุดแข็งตัวของทอง (1064.43 องศาเซลเซียส) จากกราฟเป็นการแสดงคุณสมบัติของเทอร์โมคัปเปิลแบบ S



รูปที่ 3.10 กราฟคุณสมบัติของเทอร์โมคัปเปิลแบบ S

เทอร์โมคัปเปิลแบบ S นี้สามารถใช้งานในสภาวะที่เป็นการออกซิเดชันได้ (oxidizing) และเฉื่อย (innert) ได้ดีโดยสามารถทนอุณหภูมิได้ถึง 1600 องศาเซลเซียส แต่ไม่เหมาะสำหรับสภาวะงาน

ที่เป็นแบบ reducing, vacuum หรือสภาพงานที่มีไอของโลหะเช่น อาเซนิก ซัลเฟอร์ ฟอสฟอรัส ซึ่งจะทำให้มีอายุการใช้งานสั้นลง

#### ระบบน้ำหล่อเย็น (Cooling Water Supply)

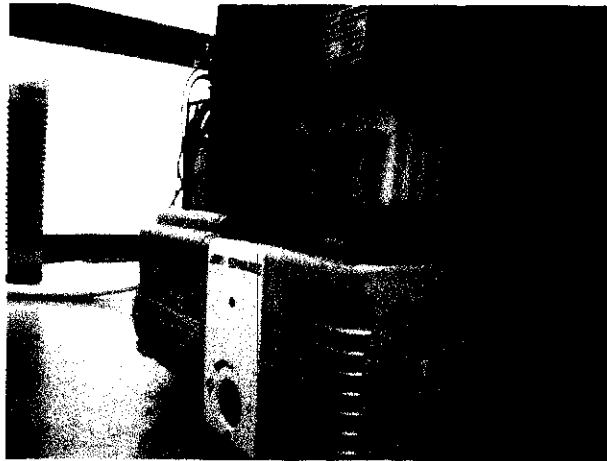
ระบบน้ำหล่อเย็นที่ใช้เป็นแบบระบบวงจรเดี่ยว (single water circuit) โดยทำการหล่อเย็นในส่วนฐาน (chamber bottom) โดยเฉพาะส่วนของแผ่นความร้อน แล้วถูกต่อเชื่อมไปยังส่วนด้านบนและส่วนของ (chamber lid) ตามลำดับ ระบบน้ำหล่อเย็นนี้จะแยกออกจากส่วนของน้ำหล่อเย็นของตัวหลอดรังสีเอ็กซ์แหล่งจ่ายน้ำมาจากเดียวกันโดยมีส่วนเชื่อมต่อทางด้านหลัง อุณหภูมิของน้ำ  $21 \pm 2$  องศาเซลเซียส

#### ระบบสุญญากาศ (Vacuum)

อุปกรณ์ที่ช่วยในการทำให้ระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง (High Temperature System) มีความเป็นสุญญากาศ ส่วนที่สำคัญคือเทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม (Tubomolecular Pump) และโรตารี ปั๊ม (Rotary Pump)



รูปที่ 3.11 แสดงเทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม (Tubomolecular Pump)



รูปที่ 3.12 แสดงโรตารีปั๊ม (Rotary Pump)

เทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม (Tubomolecular pump) ใช้เพื่อต้องการให้มีความเป็นสุญญากาศสูง (ultra – high vacuum) และรักษาสภาพความเป็นสุญญากาศนี้ไว้เทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊มและโรตารีปั๊ม จะทำงานร่วมกัน

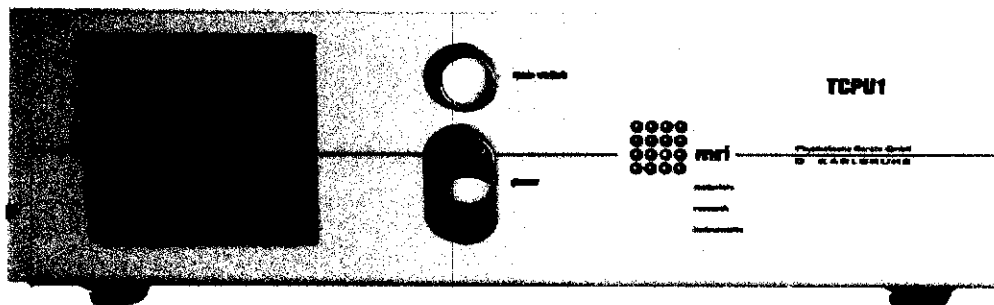
เทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม ให้ระดับความดันสุญญากาศประมาณ  $10^{-4}$  จนถึงระดับความเป็นสุญญากาศสูง ประมาณ  $10^{-10}$  ทอร์ (torr) โรตารีปั๊มให้ระดับความดันสุญญากาศประมาณ  $10^{-3}$  ทอร์

#### Specification

Materials	: High vacuum chamber - อะลูมิเนียม นิกเกิล (Aluminum nickel plated) Radiation shields - Stainless steel electropolished
หน้าต่าง (Window)	: กว้าง 12 ม.ม., 2 Theta = 164 องศา) – Kapton (optional Beryllium 0.5 mm)
ขนาด	: เส้นผ่าศูนย์กลางภายในของchamber -100 มิลลิเมตร
ปริมาตร	: 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร
น้ำหนัก	: 2.8 กิโลกรัม
ช่วงความดัน	: $10^{-6}$ mbar ถึง 3 bar
น้ำหล่อเย็น	: ประมาณ 0.8 - 1.0 ลิตร/นาที ที่ความดัน 4-6 bar ความดันสูงสุดที่ 6 bar

### TCPU1-Temperature Control and Power Unit

ควบคุมอุณหภูมิและจ่ายกำลังไฟฟ้าให้กับส่วนของ High Temperature System โดยส่วนนี้จะแยกไม่เกี่ยวกับส่วนของตัวระบบเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (x-ray diffraction) ควบคุมด้วยปุ่ม 6 ปุ่มทางด้านล่างของจอแสดงผลหรือสามารถสั่งการควบคุมผ่านทางคอมพิวเตอร์ RS-232 (RS-232 interface)



รูปที่ 3.13 แสดง TCPU1-Temperature Control and Power Unit

#### Specification

TCPU1/PU1

Mains : AC 45...63 Hz / 230 V-20%/+15% Max. 1100VA

Fuse(inside) : 10 AT

Output : max. 8.5 V / 100 A(AC)

สายเคเบิลนำหล่อเย็น(Cu-cables) 2x2.9 m (35 qmm cross section)

อุณหภูมิสถานะแวดล้อม : สูงสุด 40 องศาเซลเซียส

น้ำหล่อเย็น (Cooling water) : สูงสุด 25 องศาเซลเซียส , 3-5 bar , 0.8-1.0 l/min

### 3.3 ศึกษาคุณสมบัติของวัสดุที่จะนำมาใช้เป็นสารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่าง

#### 3.3.1 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อวัสดุ

##### แฟกเตอร์อุณหภูมิ (Temperature Factor)

การสั่นของอะตอมเนื่องจากผลของอุณหภูมิมิมีผลต่อรูปแบบของการเลี้ยวเบน 3 ประการหลัก ได้แก่

1. พิกัดตำแหน่งเนื่องจากหน่วยเซลล์เปลี่ยนขนาด ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบเปลี่ยนแปลง
2. ความเข้มรวมของพีก(integrated intensity) ลดลง โดยที่ความคมชัดไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก
3. เกิดสัญญาณพื้น(background) ซึ่งเป็นผลมาจาก การกระเจิงแบบแพร่อันเนื่องมาจากอุณหภูมิ (Temperature diffuse scattering)

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่างเพื่อให้การวัดที่แม่นยำได้จุดที่แน่นอนในย่านอุณหภูมิสูงที่มีการเปลี่ยนแปลง ในการทดลองสามารถทำได้ภายใต้สภาวะสูญญากาศและอุณหภูมิสูง และต้องคำนึงถึงว่าสารตัวอย่างที่เราใช้นั้นต้องไม่ทำปฏิกิริยากับแผ่นความร้อน ทำให้แผ่นความร้อนเสียหายหรือเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นสารชนิดใหม่ขึ้น สารตัวอย่างที่ใช้จะต้องมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

### 3.3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

1. สารตัวอย่างที่ใช้มีลักษณะเป็นผงละเอียด สารตัวอย่างที่มีลักษณะหยาบไม่ละเอียดควรทำการบดซ้ำให้ละเอียด เพื่อจะได้ฝึกการเลี้ยวเบนที่สมบูรณ์
2. นำสารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้ว โรยบนตัวแผ่นความร้อนแพททินัมปริมาณเล็กน้อยเกลี่ยให้เรียบเสมอกัน
3. หยอดเอทานอลหรืออะซิโตนลงบนสารตัวอย่าง

## 3.4 ศึกษาการปรับแต่ง (Alignment) และการปรับเทียบ (Calibration) ของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์และชุดอุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูงเมื่อเชื่อมต่อเข้ากับระบบเครื่อง

ในการเปลี่ยนลักษณะการวัด(mode) เช่น การวัดวิเคราะห์ด้วยเอ็กซ์เรย์ปอดิ (X-ray powder) ที่อุณหภูมิห้องเปลี่ยนเป็นการวัดโดยใช้การวัดที่อุณหภูมิสูง ต้องทำconfiguration คล้ายกับโปรแกรมเพื่อให้ตัวเครื่อง X-ray Diffraction รับรู้ว่ามีารติดตั้งอุปกรณ์อะไรบ้าง ตำแหน่งไหน เพื่อจะสามารถทำงานได้

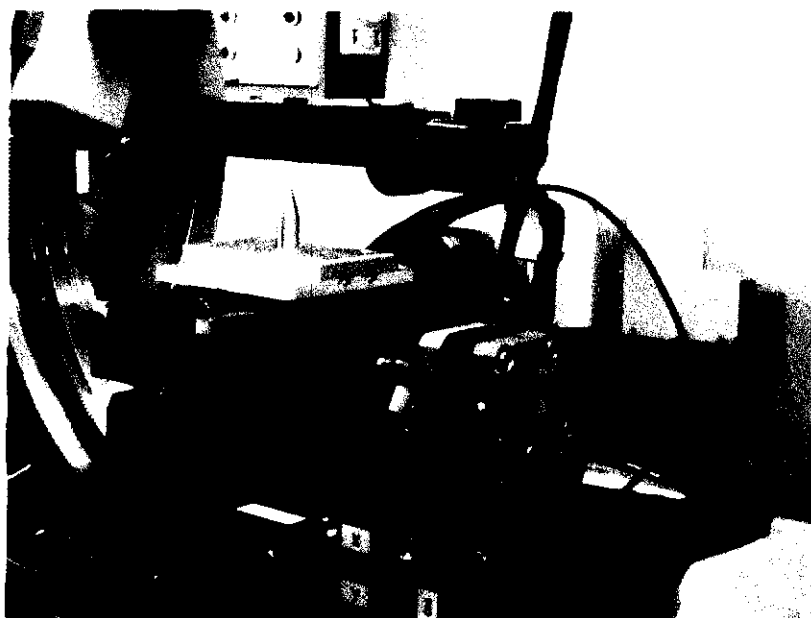
### 3.4.1 การปรับ (Alignment) ตำแหน่ง

ตัวโปรแกรม D8 tools - [Instrument-Status] เริ่มทำงานโดยการควบคุมส่วนรองรับสารตัวอย่าง (Sample carry) ให้เริ่มหาตำแหน่งเริ่มต้นจุดเริ่มทำงาน (Encoder mark) โดยตัวรองรับสารจะหมุนไปเป็นวงกลมตามเข็มนาฬิกา จากนั้นจะเลื่อนทางซ้ายขวาเมื่อได้ตำแหน่งจุดเริ่มทำงานหรือตำแหน่งศูนย์ยึดตำแหน่งด้วย สกรูจากนั้นทำการปรับละเอียดอีกครั้ง โดยการใช้กล้องซึ่งภายในมีสเกลสำหรับอ่านค่าโดยนำตัวกล้องยึดติดแขนของ โคนิโอมิเตอร์ส่องไปที่ตำแหน่งส่วนรองรับสารตัวอย่าง ซึ่งที่ส่วนรองรับสารตัวอย่างนั้นจะมีแท่งเหล็กปลายแหลมติดตั้งไว้ในตำแหน่งของสารตัวอย่าง ภายในกล้องจะมีสเกลบอกตำแหน่งระยะสเกล 1 : 200 มม. และมีไมโครมิเตอร์ติดตั้งอยู่สามารถปรับได้ การมองผ่านกล้องให้ปลายแหลมของแท่งเหล็กอยู่ที่ตำแหน่ง 0 หรือ 1 เพื่อสังเกตว่าเมื่อทำการเปลี่ยนมุมตำแหน่งของที่รองรับสารตัวอย่างไปแล้วตำแหน่งของสารตัวอย่างอยู่ที่ตำแหน่งเดิมหรือไม่โดยทำตามขั้นตอนดังนี้

1. วางแท่งเหล็กแหลมไว้ที่ตำแหน่งสารตัวอย่าง
2. มองผ่านกล้องปรับให้ปลายแหลมของแท่งเหล็กอยู่ที่ตำแหน่ง 0 หรือ 1 ในสเกลของกล้อง

3. ปรับมุมที่รองรับสารตัวอย่างเป็นมุมต่าง ๆ เช่น 10 , 45 , 90 , 0 สังเกตตำแหน่งของปลายแท่งเหล็กอยู่ที่ตำแหน่งเดิมหรือไม่ ถ้าไม่อยู่ที่ตำแหน่งเดิมต้องทำการปรับตำแหน่งหาจุดเริ่มต้นใหม่หรือปรับระยะ ความสูงของที่รองรับสารตัวอย่าง

ในการวัดวิเคราะห์สารตัวอย่างบางชนิดผู้ใช้ต้องการให้สารตัวอย่างหมุนเพื่อวัดแบบ 3 มิติ หรือวัดความเครียด (stress) แต่ถ้าเป็นการวัดแบบ Powder diffraction ธรรมดาไม่จำเป็นต้องทำให้สารตัวอย่างหมุนเป็นการวัดแบบ 2 มิติ



รูปที่ 3.14 แสดงการจัดวางตำแหน่งแท่งปลายแหลม และกล่องในการปรับ (Alignment) ลำรังสี

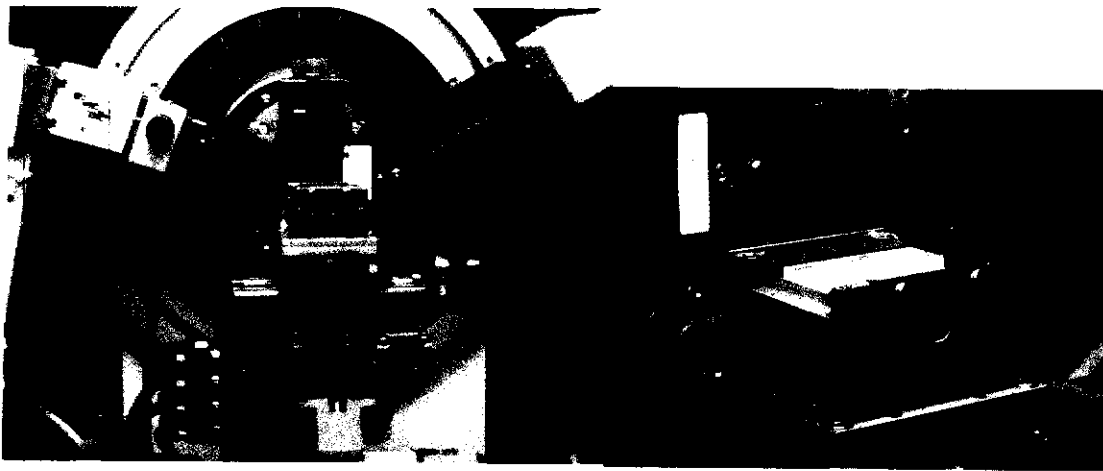
### 3.4.2 การปรับ (Alignment) ลำรังสี

ทำโดยการใช้กราสสลิต (Glass slit) กราสสลิต มีลักษณะเป็นกระจกแก้ว 2 แผ่นวางประกบกัน ให้ลำรังสีผ่านช่องของกราสสลิตนี้ไปยังดีเทคเตอร์ สังเกตรูปภาพที่ได้ สังเกตดูว่าพีกสูงสุดของกราฟอยู่ที่เลขศูนย์ในสเกลหรือไม่ ทำการปรับให้ตำแหน่งพีกอยู่ที่เลขศูนย์หรือใกล้เคียงมากที่สุด (รูปภาพที่ได้อาจจะดูไม่สวยงามเมื่อติดตั้งสลิต (Receiving slit) จะทำให้ได้รูปภาพที่สวยงามขึ้น) โดยทำตามขั้นตอนดังนี้

1. ปรับ Turb transition ไม่ใช้กราสสลิต (Glass slit) โดยการปรับหลอดรังสีเอ็กซ์ขึ้นลงให้ตำแหน่งหลอดรังสีเอ็กซ์กับดีเทคเตอร์อยู่ตรงกันและให้ลำรังสีออกมามากที่สุด สังเกตตำแหน่งพีกเป็นการวัดรังสีออกมาแบบกว้างวัดรังสีจากหลอดรังสีเอ็กซ์โดยตรง

2. ปรับ Turb Scan ใช้กราสสลิต เพื่อบีบลำรังสีให้แคบลงให้ลำรังสีผ่านช่องแคบระหว่างแผ่นกระจกแก้ว 2 แผ่นที่วางประกบกัน ลำรังสีเอ็กซ์จากหลอดรังสีเอ็กซ์ไปถึงดีเทคเตอร์ตรงตำแหน่งกันหรือไม่ สังเกตพีกสูงสุดของกราฟที่จอกอมพิวเตอร์อยู่ที่เลขศูนย์หรือใกล้เคียงมากที่สุด
3. Detector Scan โดยการติดตั้งสลิต (Receiving slit) เข้าไปสังเกตสูงสุดของกราฟที่จอกอมพิวเตอร์อยู่ที่เลขศูนย์หรือใกล้เคียงมากที่สุดจะได้รูปกราฟที่สวยงามขึ้น

ทำการปรับซ้ำตามขั้นตอนเพื่อความแม่นยำ ตำแหน่งของพีกของกราฟที่วัดได้และเป็นที่ยอมรับตามมาตรฐานควรมีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.004 องศา จากการปรับลำรังสีโดยใช้กราสสลิต เป็นการวัดลำรังสีเอ็กซ์โดยตรง รังสีที่ได้จะมีความเข้มรังสีสูงมากจากนั้นทำการทดลองวัดสารมาตรฐานเพื่อตรวจสอบความถูกต้องอีกครั้งโดยทำตามขั้นตอนข้างต้นแต่เปลี่ยนจากกราสสลิตเป็นสารมาตรฐานแทนสารมาตรฐานที่ใช้เช่น คอรันดัม ลำรังสีที่วัดเป็นรังสีที่ได้จากการเลี้ยวเบน (Diffraction) จากสารมาตรฐาน



รูปที่ 3.15 แสดงการใช้กราสสลิตในการปรับ (Alignment) ลำรังสี

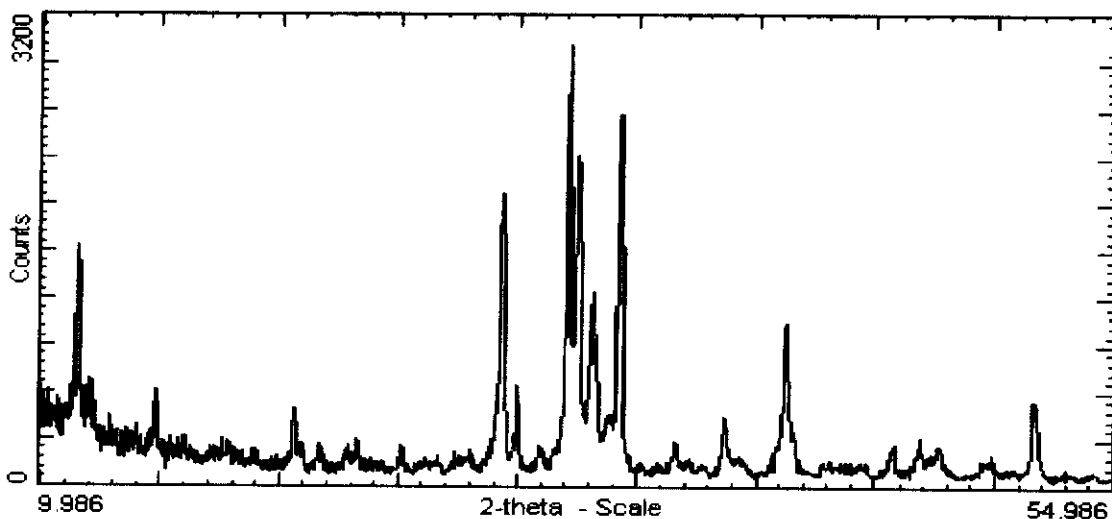
### 3.5 ศึกษาผลการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่ำ

#### 3.5.1 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เพาเตอร์ (X-Ray Powder Diffraction)

วิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกวิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมใช้กัน คือ การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เพาเตอร์ (X-ray powder diffraction) ซึ่งใช้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยวตกกระทบตัวอย่างที่บดเป็นผงละเอียด ทำให้ผลึกต่างๆ ของตัวอย่างมีการวางตัวแบบสุ่ม (random) ระบายต่างๆ ในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไประนาบใดที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาอย่างสอดคล้องกับกฎของแบรกก์เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) และมุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบเรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน จากนั้น

ความเข้ม (intensity) ของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆ จะถูกตรวจหาด้วยดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (diffractometer) และนำทั้งสองที่บันทึกไว้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างต่อไป กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้เรียกว่า ลวดลายการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ซึ่งจะไม่มีการซ้ำกันเลขสำหรับธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกัน

จากการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระนาบต่างๆ ในผลึก เมื่อโคที่รังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนแล้วแทรกสอดกันแบบเสริม ความเข้มรังสีเอ็กซ์ก็จะมีค่ามากซึ่งจะสังเกตได้จากยอด (peak) ในลวดลายการเลี้ยวเบน และยอดเหล่านี้ จะปรากฏที่มุมเลี้ยวเบนเดิมเสมอสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน



รูปที่ 3.16 ดิฟแฟร็กโตแกรมของเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กชัน

### 3.5.2 การวัดสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง

สารตัวอย่างที่ใช้มีลักษณะเป็นผงละเอียด สารตัวอย่างที่มีลักษณะหยาบไม่ละเอียดควรทำการบดขี้ให้ละเอียด สารตัวอย่างใช้ในปริมาณที่น้อยมากสามารถวัดสารตัวอย่างที่มีปริมาณเล็กน้อย หากหาหรือมีราคาแพง ได้ทำการทดลองวัดสารตัวอย่าง

1. อะลูมิเนียมออกไซด์ ( $Al_2O_3$ )
2. ซิลิคอนไดออกไซด์ ( $SiO_2$ )
3. แคลเซียมคาร์บอเนต ( $CaCO_3$ )
4. อินเดียมทินออกไซด์ (ITO)

ในการนำสารตัวอย่างมาวัดวิเคราะห์ควรจะศึกษาคุณสมบัติส่วนประกอบสารตัวอย่างพอสมควร เพื่อความสะดวก ไม่เสียเวลา และยังได้ผลการทดลองตามที่ต้องการ นอกจากนี้สารตัวอย่างบางชนิดอาจทำให้อุปกรณ์การวัดที่อุณหภูมิสูงและการวัดเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กชันเกิดความเสียหายได้

### 3.5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกสามารถนำข้อมูลที่ได้จากผลึกการเลี้ยวเบนมาวิเคราะห์ได้โดยตรงระยะระหว่างระนาบในผลึกมีความสัมพันธ์กับมุมเลี้ยวเบนที่อ่านจากผลึกการเลี้ยวเบน และสามารถหาค่าคงตัวแลตติสของผลึกจากค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d) เพื่อนำไปใช้ในการคำนวณรูปแบบโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้ เนื่องจากโครงการพิเศษต้องการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสโดยจะส่งผลถึงการอธิบายในเรื่องของการศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่อุณหภูมิสูง

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

การติดตั้งและการวิเคราะห์ผลของระบบการวัดอุณหภูมิสูงสำหรับระบบ X - Ray Diffractometer Bruker AXS Model D8 Discover มีการศึกษาระบบการวัดและวิเคราะห์ของ XRD และศึกษาพร้อมการติดตั้งอุปกรณ์ชุดการวัดที่อุณหภูมิสูง HTK และเตรียมตัวอย่างสารเพื่อใช้สำหรับการวัดและวิเคราะห์โดยมีขั้นตอนดังนี้

#### 4.1 การทดสอบการปรับเทียบมาตรฐานการวิเคราะห์ของระบบ XRD

การทดสอบการปรับเทียบมาตรฐานการวิเคราะห์ของระบบโดยใช้สารมาตรฐานที่มากับระบบ X - Ray Diffractometer Bruker AXS Model D8 Discover สารมาตรฐานนี้คือ Silicon Oxide :  $\text{SiO}_2$  (Quartz - alpha)

##### วิธีทดลอง

1) นำสารมาตรฐานคือ Silicon Oxide :  $\text{SiO}_2$  (Quartz - alpha) ซึ่งมีรูปโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) บดให้ละเอียดและเทลงบนภาชนะเตรียมตัวอย่าง

2) นำสารมาตรฐานที่เตรียมได้วางลงบนตำแหน่งวางตัวอย่างของระบบ XRD และทำการกำหนดค่าต่างๆ ของระบบ ดังต่อไปนี้

แรงดันไฟฟ้าสูง (H.V.) =	40	กิโลโวลต์
กระแสไฟฟ้า (mA) =	40	มิลลิแอมป์
มุมที่ใช้ในการวัด =	20 - 51	องศา
การตั้งสเตปในการวัด =	0.020	องศา
ความเร็วในการสแกน =	1	sec/step
Detector =	Scintillation	Detector
ความยาวคลื่นของ $\text{CuK}\alpha$ =	1.5406	Å

3) ทำการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างมาตรฐานเทียบกับผลของตัวอย่างสารมาตรฐานที่มาพร้อมกับระบบ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และบันทึกผลลงในตารางที่ 4.1

4) คำนวณหาค่า ( $2\theta$ ) ของสารมาตรฐาน Silicon Oxide :  $\text{SiO}_2$  (Quartz - alpha) ที่มากับระบบในทางทฤษฎี ดังต่อไปนี้

กำหนดค่าจาก Kern , A. , Eysel., Mineralogisch-Petrograp.Inst.univ.Heidelberg, Germany,

ICDD Grant - in - Aid (1993)

Sample Standard : Silicon oxide Quartz , syn ( $\alpha$ - SiO<sub>2</sub>)

Lattice : Hexagonal (hex)

S.G. : P3221(154)

Additional Pattern : To replace 00-033-1161

ความยาวคลื่นของ CuK $\alpha$  : 1.5406 Å

เลขดัชนีมิลเลอร์ของระบบ (hkl) : (100)

ค่าพารามิเตอร์แลตติส a = b = 4.91344 Å และ c = 5.40524 Å ที่ T = 23°C (Reference)

ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก d = 4.25499 Å

จากสมการการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก d คือ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.1)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1^2 + 0 + 0}{(4.91344)^2} \right) + 0$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1}{24.14189} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05523$$

$$d^2 = 18.10610$$

$$d = 4.25513 \text{ Å}$$

5) เมื่อได้ค่า d จากสมการที่ (4.1) แล้วนำมาคำนวณหาค่า 2 $\theta$  ที่วัดจากหัววัดรังสีของระบบวัด การคำนวณจะอาศัยสมการของแบรกก์ดังนี้

$$\text{จาก} \quad 2d\sin\theta = n\lambda \quad \text{เมื่อ } n = 1 \quad (4.2)$$

$$\sin\theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2 \times 4.25513} \right)$$

$$\theta = 10.42968^\circ$$

$$2\theta = 20.85936^\circ$$

6) จากสมการ (4.1) และ (4.2) คำนวณหาค่ามุม  $2\theta$  เมื่อติดตั้งระบบ XRD ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประมาณเดือน ตุลาคม 2549 โดยค่าพารามิเตอร์แลตติสมีค่า  $a = b = 4.91360 \text{ \AA} \pm 0.0001$  และ  $c = 5.40510 \text{ \AA} \pm 0.0001$  ที่อุณหภูมิห้อง  $T = 25^\circ\text{C}$  และเลขดัชนีมิลเลอร์  $(hkl) = (100)$

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1^2 + 0 + 0}{(4.91344)^2} \right) + 0$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1}{24.14189} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05523$$

$$d^2 = 18.10610$$

$$d = 4.25513 \text{ \AA}$$

และหาค่ามุม  $2\theta$  คือ

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2 \times 4.25513} \right)$$

$$\theta = 10.42968^\circ$$

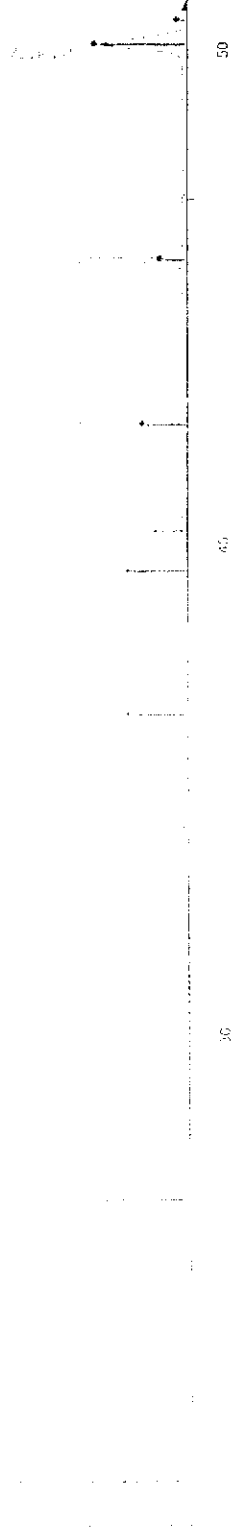
$$2\theta = 20.85936^\circ$$

7) ทำซ้ำในข้อ 4 ถึงข้อ 6 แต่เปลี่ยนค่าเลขดัชนีมิลเลอร์  $(hkl)$  เป็น  $(101)$ ,  $(110)$ ,  $(102)$ ,  $(111)$ ,  $(200)$ ,  $(201)$ ,  $(112)$  ตามลำดับและบันทึกผลลงในตารางที่ 4.1

8) เปรียบเทียบผลที่มากับระบบในทางทฤษฎีจากข้อ 4 ถึงข้อ 7 และผลการวัดวิเคราะห์ได้ในข้อ 3 ดังตารางที่ 4.1

**ผลการทดสอบ** ดังแสดงผลการเปรียบเทียบสารมาตรฐาน Silicon Oxide :  $\text{SiO}_2$  (Quartz - alpha) ดังตารางที่ 4.1 และผลการวัดและวิเคราะห์ดังรูปกราฟที่ 4.1

Standard: CuS167 4.9.11.1 Polycrystalline Silicon



2-Theta - Scale  
 Step: 0.020000 - Step time: 1 s - Temp: 25.0 C (Room) - Time Start:  
 2007/07/26 09:00:00 - End: 2007/07/26 09:00:00 - L: 0.0090 - S: 0.020000  
 (CuS167) - Quartz - alpha - beta - gamma - P3221 (154) - 3 - 11  
 a: 4.91370 - b: 4.91370 - c: 5.41479 - alpha: 90.000 - gamma: 120.000 - Primitive - P3221 (154) - 3 - 11

รูปที่ 4.1 แสดงผลการเปรียบเทียบมาตรฐาน Silicon Oxide : SiO<sub>2</sub> (Quartz - alpha)

ตารางที่ 4.1 แสดงการเปรียบเทียบผลการวัดและวิเคราะห์จากการปรับเทียบสารมาตรฐาน

Silicon Oxide : SiO<sub>2</sub> (Quartz - alpha) เป็นผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ความยาวคลื่นของ

CuK<sub>α</sub> = 1.5406 Å ณ อุณหภูมิห้องของระบบ XRD

เลขคี่ มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐานของการวัดและวิเคราะห์				ค่าทางการวัดและวิเคราะห์ (T=25°C)	
	เยอรมันนี (T = 23°C)		*ประเทศไทย (T = 25°C)		a = b = 4.91370 Å c = 5.40470 Å	
	a = b = 4.91344 Å, c = 5.40524 Å		a = b = 4.9134 ± 0.0001 Å, c = 5.4051 ± 0.0001 Å			
	d (Å)	2θ (องศา)	d (Å)	2θ (องศา)	d (Å)	2θ (องศา)
(100)	4.25513	20.85952	4.25513	20.85952	4.25501	20.85994
(101)	3.34338	26.64124	3.34357	26.63889	3.34345	26.64015
(110)	2.45670	36.54660	2.45677	36.54540	2.45382	36.59104
(102)	2.28135	39.46752	2.28135	39.46753	2.28058	39.48154
(111)	2.23652	40.29278	2.23657	40.25500	2.23605	40.30156
(200)	2.12756	42.45352	2.12766	42.45106	2.12592	42.48753
(201)	1.97971	45.79702	1.97979	45.79453	1.97833	45.83057
(112)	1.81788	50.14188	1.81791	50.14061	1.81727	50.15923

\*หมายเหตุ : เป็นการติดตั้งระบบที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเมื่อเริ่มต้นประมาณ  
เดือนตุลาคม ข้อมูลการทดสอบ

## 4.2 การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับระบบ XRD

การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของระบบ XRD นั้น สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบได้แก่ อลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ควอทซ์ ( $\text{SiO}_2$ ) แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) และอินเดียมทินออกไซด์ (ITO)

การกำหนดค่าต่างๆ ของระบบการวัดเป็นดังนี้

แรงดันไฟฟ้าสูง (H.V.)	=	40	กิโลโวลต์
กระแสไฟฟ้า (mA)	=	40	มิลลิแอมป์
มุมที่ใช้ในการวัด	=	15 – 90	องศา
การตั้งสเตปในการวัด	=	0.020	องศา
ความเร็วในการสแกน	=	0.20	sec/step
หัววัดรังสี	=	Scintillation detector	

### 4.2.1 วิธีการทดสอบ

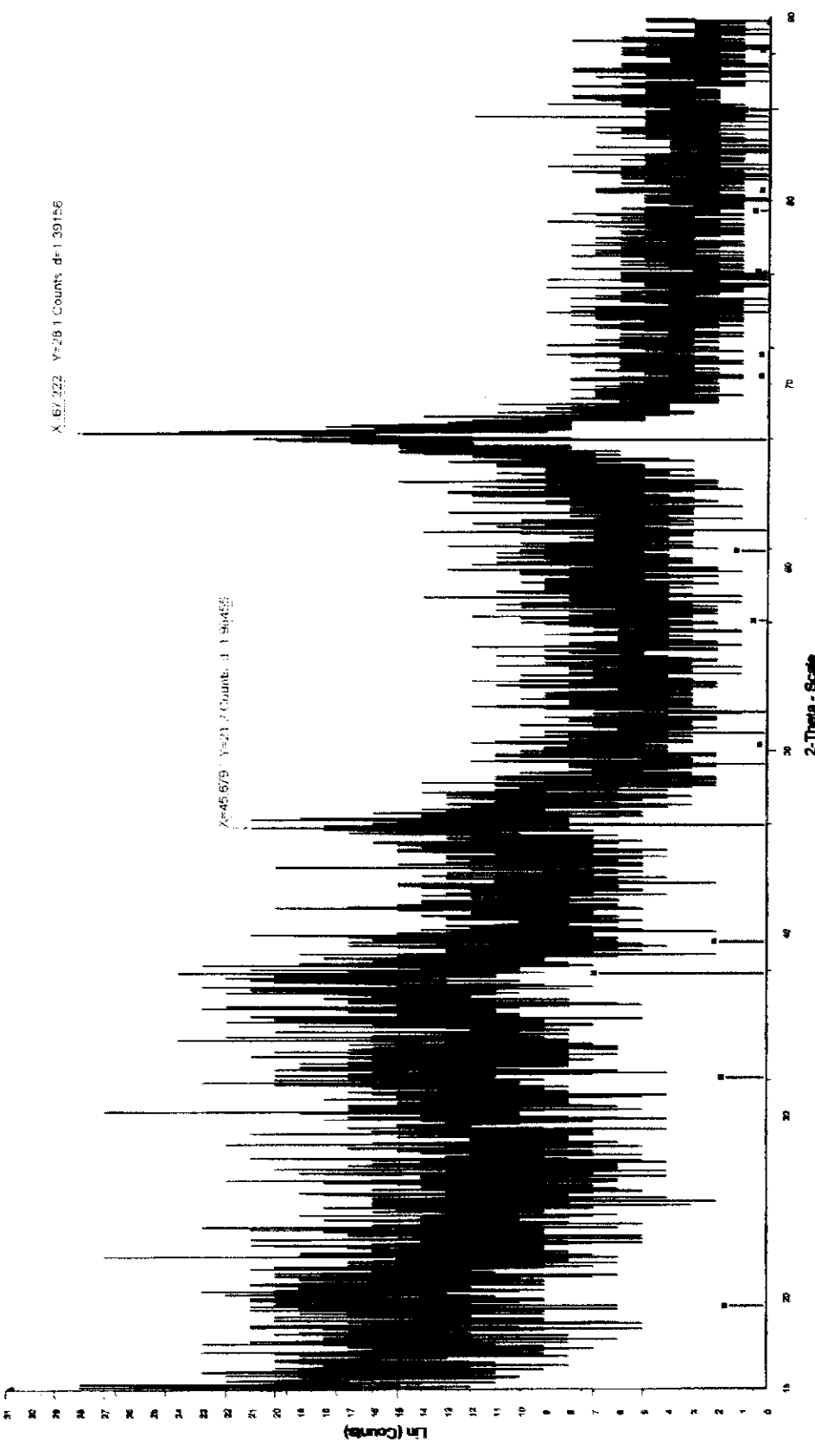
- นำตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบมาบดให้ละเอียดและเทลงบนภาชนะเตรียมตัวอย่าง
- นำตัวอย่างที่เตรียมได้วางบนตำแหน่งวางตัวอย่างของระบบ XRD แล้วทำการวัดวิเคราะห์ผลที่อุณหภูมิห้องโดยเริ่มจาก  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ ITO ตามลำดับ บันทึกผลการทดลองที่ได้พร้อมวิเคราะห์ผลดังรูปที่ 4.2 - 4.5

3) คำนวณหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามสมการ (4.1) และ (4.2) ของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ ITO ตามลำดับ บันทึกผลลงในตารางที่ 4.2

### 4.2.2 ผลการทดสอบ

- กราฟแสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่างแสดงดังต่อไปนี้

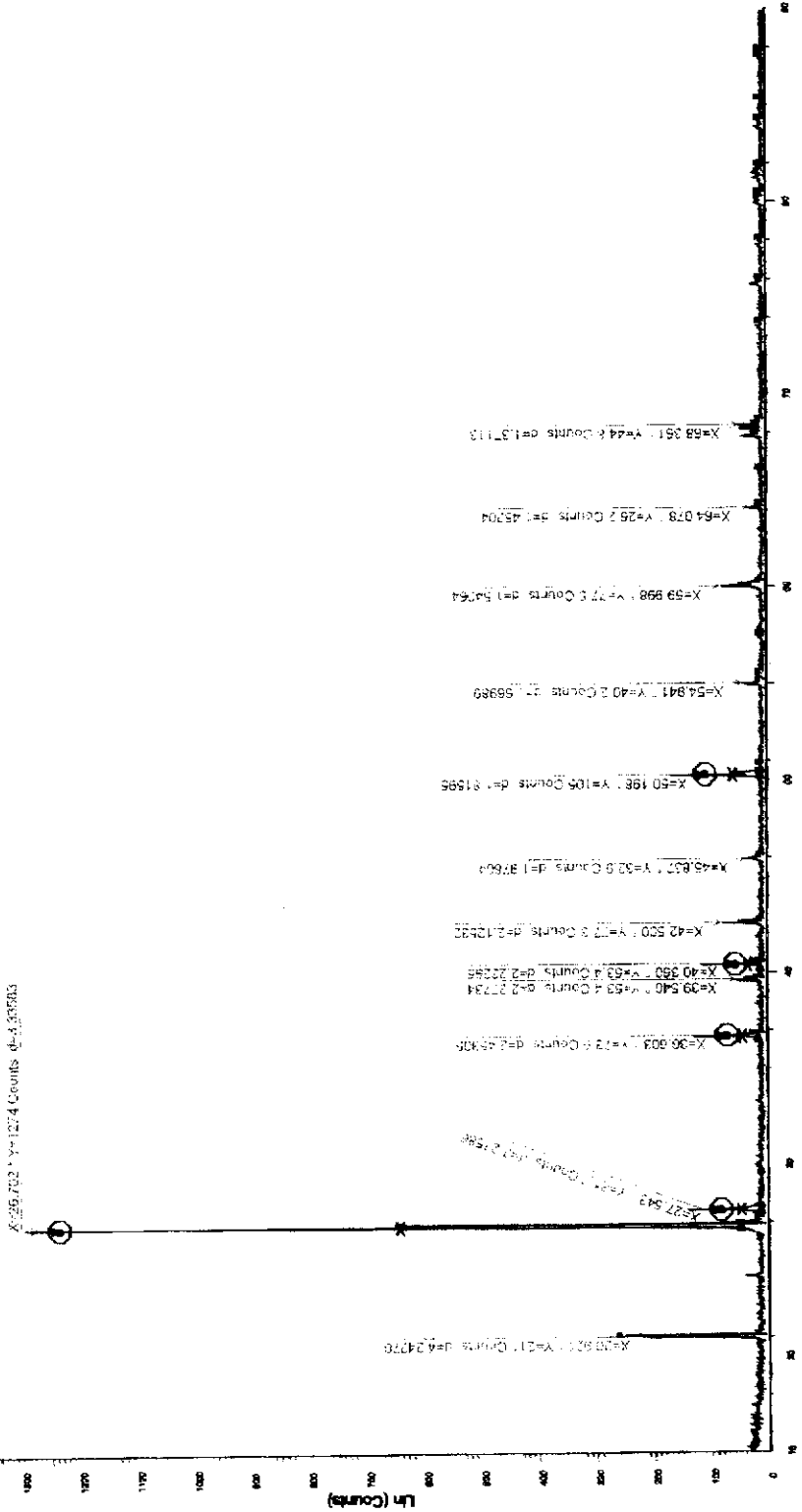
### ก. ตัวอย่าง Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Al2O3 - File: XD48\_0076\_02\_Al2O3.RAW - Type: 2ThTh locked - Start: 15.000 ° - End: 90.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 0.5 s - Temp.: 28. °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 15.000 ° - Theta: 7.500 ° - Phi: 0.00 ° - Al  
 Operators: Import  
 77-0368 (C) - Aluminum Oxide - (Al2O3)1.333 - Y: 90.00 % - d z by: 1. - Wt.: 1.5408 - Cubic - a: 7.90900 - b: 7.90900 - c: 7.90900 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 90.000 - Face-centred - Fd3m (227) - 8 - 494,163 - 1/6 PD

รูปที่ 4.2 แสดงผลการทดสอบตัวอย่าง Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

ข. ตัวอย่าง SiO<sub>2</sub>



BIC2 - File: XD49\_0076\_01 - BIC2.RAW - Type: 2Theta Indexed - Start: 15.000° - End: 90.000° - Step: 0.020° - Step time: 0.5 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 15.000° - Theta: 7.500° - Phi: 0.00° - Azim: 0°  
 1) BIC2 - Left Angle: 26.860° - Right Angle: 26.860° - Left Int.: 90.2 Cps - Right Int.: 90.2 Cps - Obs. Max: 26.716° - d (Obs. Max): 3.32682 - Max Int.: 2478 Cps - Net Height: 2308 Cps - FWHM: 0.070° - Chord Int.: 26.703°  
 2) BIC2 - Left Angle: 39.590° - Right Angle: 39.440° - Left Int.: 16.2 Cps - Right Int.: 16.2 Cps - Obs. Max: 30.197° - d (Obs. Max): 1.81698 - Max Int.: 209 Cps - Net Height: 163 Cps - FWHM: 0.072° - Chord Int.: 30.197°  
 3) BIC2 - Left Angle: 39.620° - Right Angle: 39.740° - Left Int.: 25.9 Cps - Right Int.: 25.9 Cps - Obs. Max: 38.692° - d (Obs. Max): 2.48878 - Max Int.: 138 Cps - Net Height: 111 Cps - FWHM: 0.048° - Chord Int.: 38.692°  
 4) BIC2 - Left Angle: 27.420° - Right Angle: 27.740° - Left Int.: 18.3 Cps - Right Int.: 18.3 Cps - Obs. Max: 27.830° - d (Obs. Max): 3.23736 - Max Int.: 160 Cps - Net Height: 141 Cps - FWHM: 0.183° - Chord Int.: 27.864°  
 5) BIC2 - Left Angle: 40.280° - Right Angle: 40.400° - Left Int.: 18.0 Cps - Right Int.: 17.9 Cps - Obs. Max: 40.360° - d (Obs. Max): 2.23348 - Max Int.: 107 Cps - Net Height: 96.7 Cps - FWHM: 0.083° - Chord Int.: 40.360°  
 Dimensions: Import  
 BIC2 - Y: 90.00 % - d x by: 1. - Vol: 1.5406 - Hexagonal - a: 4.89120 - b: 4.89120 - c: 6.36600 - alpha: 90.000 - gamma: 120.000 - Primitive - P3121 (162) - 3 - 111-632 - I#0 PDF 0.64 - I# 83-2486 (C) - Quartz, Spk -

รูปที่ 4.3 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง SiO<sub>2</sub>

ก. ตัวอย่าง CaCO<sub>3</sub>



CaCO - File: XD49\_0076\_09\_CaCO3.RAW - Type: 2TV(T) locked - Start: 15.000° - End: 90.000° - Step: 0.020° - Step time: 0.5 s - Temp: 25 °C (Room) - Time Stamped: 0 s - 2-Theta: 15.000° - Theta: 7.500° - Phi: 0.00° - Az

1) CaCO - Left Angle: 29.320° - Right Angle: 29.660° - Left Int.: 94.3 Cps - Right Int.: 94.3 Cps - Obs. Max: 29.419° - d (Obs. Max): 3.03367 - Min Int.: 1937 Cps - Net Height: 1443 Cps - FWHM: 0.051° - Chord Mid: 29.416

2) CaCO - Left Angle: 47.360° - Right Angle: 47.740° - Left Int.: 10.7 Cps - Right Int.: 10.7 Cps - Obs. Max: 47.512° - d (Obs. Max): 1.91216 - Max Int.: 192 Cps - Net Height: 181 Cps - FWHM: 0.054° - Chord Mid: 47.514°

3) CaCO - Left Angle: 46.460° - Right Angle: 46.800° - Left Int.: 24.5 Cps - Right Int.: 24.5 Cps - Obs. Max: 46.520° - d (Obs. Max): 1.87477 - Max Int.: 186 Cps - Net Height: 132 Cps - FWHM: 0.059° - Chord Mid: 46.519°

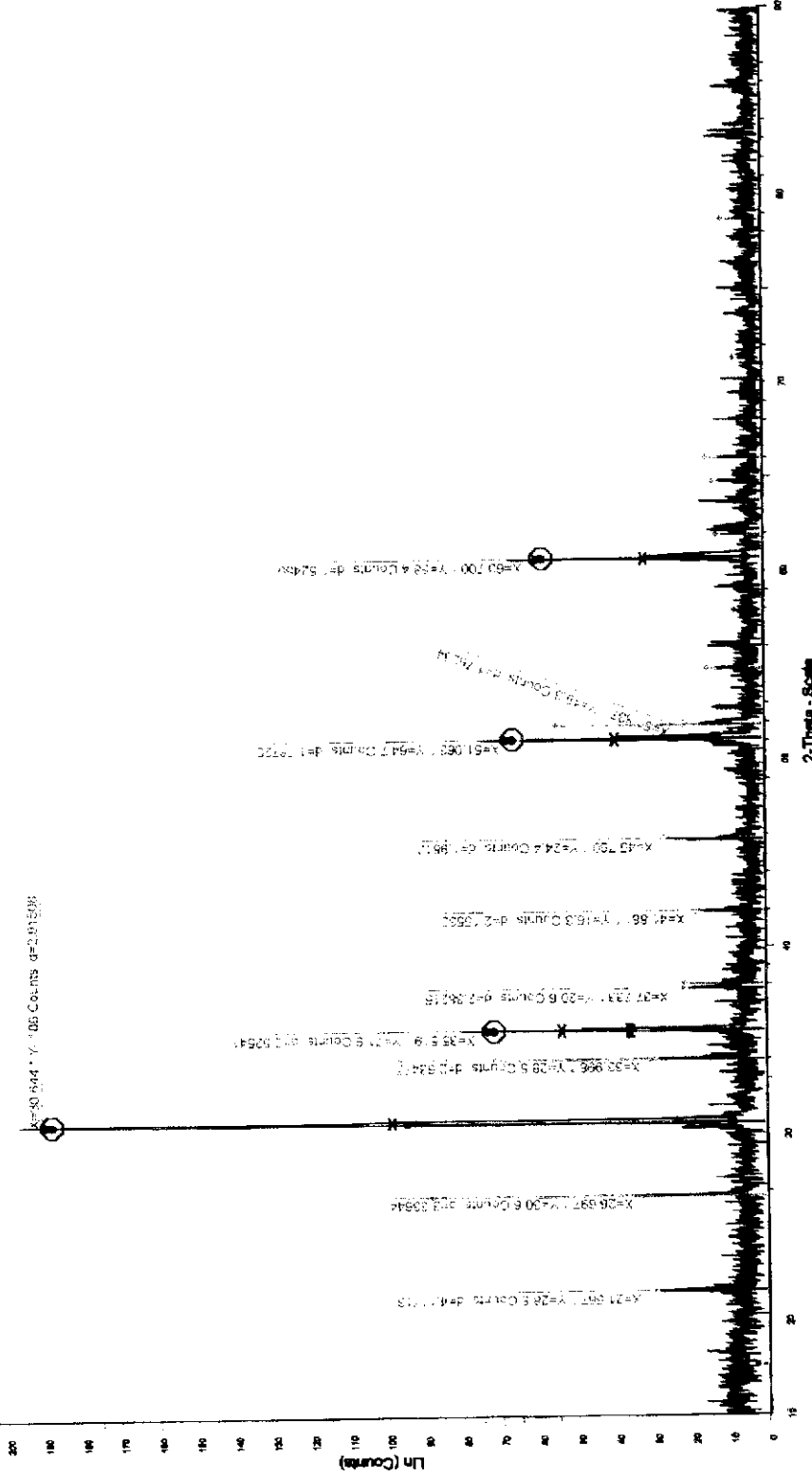
4) CaCO - Left Angle: 39.360° - Right Angle: 39.480° - Left Int.: 34.2 Cps - Right Int.: 34.2 Cps - Obs. Max: 39.422° - d (Obs. Max): 2.28380 - Max Int.: 114 Cps - Net Height: 79.9 Cps - FWHM: 0.064° - Chord Mid: 39.428°

Operations: import

99-0578 (C) - CaCO3 - Ca(CO3) - Y: 50.00 % - d x by: 1 - VL: 1.5408 - Horizontal (RH) - a 4.08870 - b 4.08870 - c 17.06280 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Printfile - R-3c (167) - 6 - 367.639 - file PDF 2.21

รูปที่ 4.4 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง CaCO<sub>3</sub>

### จ. ตัวอย่าง ITO



รูปที่ 4.5 แสดงผลการทดสอบของสารตัวอย่าง ITO

2) เปรียบเทียบผลการคำนวณค่า  $d$  และค่ามุม  $\theta$  กับผลการวัดและวิเคราะห์ค่า  $d$  และค่ามุม  $\theta$  ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง

สารตัวอย่าง	เลขคี่หึมิลเลอร์ (hkl)	ค่าคำนวณทางทฤษฎี		ค่าที่วัดและวิเคราะห์		ค่า % ความคลาดเคลื่อนของค่า $d(\text{Å})$
		$d (\text{Å})$	$\theta$ (องศา)	$d (\text{Å})$	$\theta$ (องศา)	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	(400)	1.97650	45.87540	1.98455	45.67900	-0.004073
	(440)	1.39760	66.89326	1.39156	67.22200	0.004323
$\text{SiO}_2$	(100)	4.25513	20.85952	4.24270	20.92100	0.002921
	(101)	3.34338	26.64124	3.33583	26.70200	0.002258
	(110)	2.45670	36.54660	2.45305	36.60300	0.001486
	(102)	2.28135	39.46752	2.27734	39.54000	0.001758
	(111)	2.23652	40.29278	2.23295	40.36000	0.001596
	(200)	2.12756	42.45352	2.12532	42.50000	0.001053
	(201)	1.97971	45.79702	1.97804	54.83700	0.000844
	(112)	1.81788	50.14188	1.81595	50.19800	0.001062
$\text{CaCO}_3$	(012)	3.85386	23.05988	3.85397	23.05900	-0.000029
	(104)	3.03463	29.40972	3.03327	29.42300	0.000448
	(110)	2.84210	31.45114	2.49292	35.99700	0.122860
	(113)	2.49439	35.97506	2.28420	39.41600	0.084265
	(202)	2.28414	39.41762	2.09358	43.17700	0.083427
	(024)	2.09395	43.16862	1.91271	47.49800	0.086554
	(116)	1.92689	47.12636	1.87473	48.52100	0.027070
ITO	(211)	4.13061	21.49604	4.17713	21.56670	-0.011262
	(222)	2.92078	30.58300	2.91508	30.64400	0.001952
	(400)	2.52950	35.45978	2.52541	35.51900	0.001617
	(332)	2.15716	41.84318	2.15530	41.88100	0.000862
	(431)	1.98430	45.68508	1.98121	45.76000	0.001557
	(440)	1.78863	51.01890	1.78720	51.06300	0.000799
	(622)	1.52534	60.66270	1.52450	60.70000	0.000551

### 4.3 การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับชุดอุปกรณ์ระบบการวัดอุณหภูมิสูง

การทดสอบการวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของชุดอุปกรณ์ระบบการวัดอุณหภูมิสูง สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบได้แก่ อลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ควอทซ์ ( $SiO_2$ ) แคลเซียมคาร์บอเนต ( $CaCO_3$ ) และอินเดียมทินออกไซด์ (ITO)

การกำหนดค่าต่างๆ ของระบบการวัดเป็นดังนี้

แรงดันไฟฟ้าสูง (H.V.)	=	40	กิโลโวลต์
กระแสไฟฟ้า (mA)	=	40	มิลลิแอมป์
มุมที่ใช้ในการวัด	=	15 – 90	องศา
การตั้งสเตปในการวัด	=	0.020	องศา
ความเร็วในการสแกน	=	0.20	sec/step
หัววัดรังสี	=		Scintillation detector

#### 4.3.1 วิธีการทดสอบ

- 1) เตรียมสารตัวอย่าง คือ  $Al_2O_3$  บดให้ละเอียด
- 2) หยดเอทานอล 2-3 หยดลงบนแผ่นทำความร้อน (Ta) จากนั้นนำสารตัวอย่าง  $Al_2O_3$  โรยลงไปบนบริเวณที่หยดเอทานอลแล้วทำการเกลี่ยให้เรียบ แล้วทำการวัดบันทึกผล
- 3) เตรียมสารตัวอย่าง คือ  $SiO_2$  บดให้ละเอียดทำซ้ำเหมือนในข้อ 2 และทำการวัดสารตัวอย่าง  $SiO_2$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ C$ ,  $300^\circ C$  และ  $514^\circ C$  ตามลำดับ ดังแสดงผลการวัดและวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.7-4.9
- 4) เตรียมสารตัวอย่าง คือ  $CaCO_3$  บดให้ละเอียดทำซ้ำเหมือนในข้อ 2 และทำการวัดสารตัวอย่าง  $CaCO_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ C$ ,  $300^\circ C$  และ  $900^\circ C$  ตามลำดับดังแสดงผลการวัดและวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.10-4.12
- 5) เตรียมสารตัวอย่าง คือ ITO บดให้ละเอียดทำซ้ำเหมือนในข้อ 2 และทำการวัดสารตัวอย่าง ITO ที่อุณหภูมิ  $30^\circ C$  และ  $700^\circ C$  ตามลำดับ ดังแสดงผลการวัดและวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.13-4.14
- 7) คำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) กับค่ามุม  $2\theta$  ในแต่ละอุณหภูมิของการวัดของสารตัวอย่าง ( $Al_2O_3$ ), ( $SiO_2$ ), ( $CaCO_3$ ), (ITO) ดังต่อไปนี้
  - ก)  $Al_2O_3$  : เป็นอสัณฐาน (Amorphous) ไม่สามารถมองเห็นเส้นสเปกตรัมได้ เนื่องจากสเปกตรัมของ  $Al_2O_3$  ต่ำกว่าสเปกตรัมของแทนทาลัม ที่ทำหน้าที่เป็นแผ่นนำความร้อน ทำให้ไม่สามารถมองเห็นเส้นสเปกตรัมของ  $Al_2O_3$  ได้

ข)  $\text{SiO}_2$  : จะพิจารณาการหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิดังตารางที่ 4.3 Silicon oxide (Quartz-alpha) โครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอลโดยที่  $\alpha = \beta = 90^\circ$  และ  $\gamma = 120^\circ$

จากสมการการหาค่า  $d$  แบบเฮกซะโกนอล คือ

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

และสมการหาค่ามุม  $2\theta$  คือ

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

ตัวอย่างการหาค่าขนาดหน้าตาข่ายระหว่างระนาบของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = 4.91344 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.40524 \text{ \AA}$

ที่ระนาบ  $(hkl) = (100)$

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1^2 + 0 + 0}{(4.91344)^2} \right) + \frac{0}{(5.40524)^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05220$$

$$d^2 = 18.11590$$

ดังนั้น

$$d = 4.25628 \text{ \AA}$$

ตัวอย่างการหาค่าขนาดหน้าตาข่ายระหว่างระนาบของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = 4.92970 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.41510 \text{ \AA}$

ที่ระนาบ  $(hkl) = (100)$

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1^2 + 0 + 0}{(4.92970)^2} \right) + \frac{0}{(5.41510)^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05467$$

$$d^2 = 18.29157$$

ดังนั้น

$$d = 4.27686 \text{ \AA}$$

ตัวอย่างการหาคำนวณค่าระยะห่างระนาบของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $514^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = 4.96280 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.43600 \text{ \AA}$

ที่ระนาบ  $(hkl) = (100)$

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{1^2 + 0 + 0}{(4.96280)^2} \right) + \frac{0}{(5.43600)^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05400$$

$$d^2 = 18.51852$$

ดังนั้น  $d = 4.30332 \text{ \AA}$

ตัวอย่างการหาคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระนาบ (d-spacing) ที่ระนาบ (100) คือ  $4.25628 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2(4.25628)} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.18098)$$

$$\theta = 10.42685^\circ$$

$$2\theta = 20.85370^\circ$$

ตัวอย่างการหาคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระนาบ (d-spacing) ที่ระนาบ (100) =  $4.27686 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2(4.27686)} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.18011)$$

$$\theta = 10.37617^\circ$$

$$2\theta = 20.75234^\circ$$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{SiO}_2$  ที่อุณหภูมิ  $514^\circ\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ที่ระนาบ (100) =  $4.30332 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{\lambda}{2d}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{1.54060}{2(4.30332)}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.17900)$$

$$\theta = 10.31152^\circ$$

$$2\theta = 20.62301^\circ$$

ตารางที่ 4.3 แสดงการคำนวณค่า d และ  $2\theta$  ตามระนาบเลขดัชนีมิลเลอร์ของสารตัวอย่าง  $\text{SiO}_2$

ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$ ,  $514^\circ\text{C}$  เมื่อความยาวคลื่น ( $\lambda$ ) =  $1.5406 \text{ \AA}$

เลขดัชนี มิลเลอร์ (hkl)	T = 30 °c a = b = 4.91344 Å; c = 5.40524 Å		T = 300°c a = b = 4.92970 Å; c = 5.41510 Å		T = 514°c a = b = 4.96280 Å; c = 5.43600 Å	
	d (Å)	2θ (องศา)	d (Å)	2θ (องศา)	d (Å)	2θ (องศา)
(100)	4.25513	20.85952	4.27686	20.75234	4.30332	20.62301
(101)	3.34338	26.64124	3.35560	26.54234	3.37138	26.41520
(110)	2.45670	36.54660	2.46920	36.35478	2.48146	36.16909
(102)	2.28135	39.46752	2.28683	39.36650	2.29718	39.18400
(111)	2.23652	40.29278	2.24643	40.10731	2.25661	39.91853
(200)	2.12756	42.45352	2.13838	42.2282	2.14971	41.99534
(201)	1.97971	45.79702	1.98878	45.057569	1.99842	45.34398
(112)	1.81788	50.14188	1.82400	49.96103	1.83257	49.71211

ก)  $\text{CaCO}_3$  (Calcite) : การคำนวณหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามการเปลี่ยนอุณหภูมิดังตารางที่ 4.4 - เมื่ออุณหภูมิการวัดเท่ากับ  $30^\circ\text{C}$  และ  $300^\circ\text{C}$  โครงสร้างผลึกเป็นแบบ Rhombohedral

โดยที่  $\alpha = \beta = 90^\circ$  และ  $\gamma = 120^\circ$  การหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  คือ

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

และหาค่ามุม  $2\theta$  จาก

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = 4.98870 \text{ \AA}$  และ  $c = 17.05290 \text{ \AA}$

ระนาบ (hkl) = (012)

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{0+0+1^2}{(4.98870)^2} \right) + \frac{2^2}{(17.05290)^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.01376$$

$$d^2 = 14.85222$$

ดังนั้น

$$d = 3.85386 \text{ \AA}$$

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = 4.98000 \text{ \AA}$  และ  $c = 17.22400 \text{ \AA}$

ระนาบ (hkl) = (012)

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{0+0+1^2}{(4.98000)^2} \right) + \frac{2^2}{(17.22400)^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.06724$$

$$d^2 = 14.87210$$

ดังนั้น

$$d = 3.85644 \text{ \AA}$$

- เมื่ออุณหภูมิการวัดเท่ากับ  $900^{\circ}\text{C}$  มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ face-centered cubic โดยที่  $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$

การหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  คือ

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)$$

และหาค่ามุม  $2\theta$  จาก

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $900^{\circ}\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = c = 4.81200 \text{ \AA}$

ระนาบ (hkl) = (111)

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{1^2 + 1^2 + 1^2}{(4.81200)^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.12956$$

$$d^2 = 7.71843$$

ดังนั้น  $d = 2.77821 \text{ \AA}$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^{\circ}\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ที่ระนาบ (012) คือ  $3.85386 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2(3.85386)} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.19988)$$

$$\theta = 11.52994^{\circ}$$

$$2\theta = 23.05988^{\circ}$$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d - spacing) ที่ระนาบ (012) คือ  $3.85644 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{\lambda}{2d}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{1.54060}{2(3.85644)}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.19974)$$

$$\theta = 11.52176^\circ$$

$$2\theta = 23.04352^\circ$$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d - spacing) ที่ระนาบ (111) คือ  $2.77821 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{\lambda}{2d}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{1.54060}{2(2.77821)}\right)$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.27726)$$

$$\theta = 16.09674^\circ$$

$$2\theta = 32.19348^\circ$$

ตารางที่ 4.4 แสดงการคำนวณค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามระนาบดัชนีมิลเลอร์ของสารตัวอย่าง  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  และ  $900^\circ\text{C}$  เมื่อ  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$

เลขดัชนี มิลเลอร์ (hkl)	$T = 30^\circ\text{C}$ $a = b = 4.98870 \text{ \AA}$ , $c = 17.05290 \text{ \AA}$		$T = 300^\circ\text{C}$ $a = b = 4.98000 \text{ \AA}$ , $c = 17.22400 \text{ \AA}$		$T = 900^\circ\text{C}$ $a = b = c = 4.81200 \text{ \AA}$		
	$d (\text{ \AA})$	$2\theta$	$d (\text{ \AA})$	$2\theta$	(hkl)	$d (\text{ \AA})$	$2\theta$
(012)	3.85386	23.05988	3.85644	23.04352	(111)	2.77821	32.19348
(104)	3.03463	29.40972	3.04728	29.28416	(200)	2.40597	37.34520
(006)	2.84210	31.45114	2.87065	31.13102	(220)	1.70130	53.84308
(110)	2.49439	35.97506	2.48998	36.04134	(311)	1.45088	64.13528
(113)	2.28414	39.41762	2.28438	39.41274	(222)	1.38910	67.35670
(202)	2.09395	43.16862	2.09184	43.21422	(400)	1.20300	79.63138
(024)	1.92689	47.12636	1.92815	47.09384	(331)	1.10395	88.49672
(018)	1.91162	47.52670	1.92632	47.14136			
(116)	1.87475	48.52026	1.88098	48.34938			

ง) ITO : การคำนวณหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิดังตารางที่ 4.5 เมื่ออุณหภูมิการวัดเท่ากับ 30 และ 700 องศาเซลเซียส ซึ่ง ITO ประกอบด้วยสาร 2 ชนิดด้วยกัน ได้แก่

- Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ face - centered unit cell โดยที่  $\alpha = \beta = \lambda = 120^\circ$

- Tin Oxide ( $\text{SnO}_2$ ) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ Tetragonal โดยที่  $\alpha = \beta = \lambda = 90^\circ$   
การหาค่า  $d$  และ  $2\theta$  คือ

สมการการหาค่า  $d$  ของโครงสร้างผลึกแบบ Cubic (bcc) คือ

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)$$

สมการการหาค่า  $d$  ของโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal คือ

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

และหาค่ามุม  $2\theta$  จาก

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

ตัวอย่างการคำนวณค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ ITO ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = c = 10.11800 \text{ \AA}$

ระนาบ (hkl) = (211)

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{2^2 + 1^2 + 1^2}{(10.11800)^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05861$$

$$d^2 = 17.06193$$

ดังนั้น

$$d = 4.13061 \text{ \AA}$$

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ ITO ที่อุณหภูมิ 700°C

โดยมีค่าพารามิเตอร์แลตติส คือ  $a = b = c = 10.11800 \text{ \AA}$

ระนาบ (hkl) = (211)

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = \left( \frac{2^2 + 1^2 + 1^2}{(10.11800)^2} \right)$$

$$\frac{1}{d^2} = 0.05861$$

$$d^2 = 17.06193$$

ดังนั้น  $d = 4.13061 \text{ \AA}$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ ITO ที่อุณหภูมิ 30°C

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d - spacing) ที่ระนาบ (211) คือ  $4.13061 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2(4.13061)} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} (0.18649)$$

$$\theta = 10.74802^\circ$$

$$2\theta = 21.49604^\circ$$

ตัวอย่างการคำนวณค่ามุมการเลี้ยวเบนของ ITO ที่อุณหภูมิ 700°C

โดยค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์มีค่า  $1.54060 \text{ \AA}$  และมี  $n = 1$

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d - spacing) ที่ระนาบ (211) คือ  $4.13061 \text{ \AA}$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{1.54060}{2(4.13061)} \right)$$

$$\theta = \sin^{-1} (0.18649)$$

$$\theta = 10.74802^\circ$$

$$2\theta = 21.49604^\circ$$

ตารางที่ 4.5 แสดงการคำนวณค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามระนาบดัชนีมิลเลอร์ ของ Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $700^\circ\text{C}$  เมื่อความยาวคลื่น ( $\lambda$ ) =  $1.5406 \text{ \AA}$

เลขดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	T = $30^\circ\text{C}$ a = b = c = $10.11800 \text{ \AA}$		T = $700^\circ\text{C}$ a = b = c = $1011800 \text{ \AA}$	
	d ( $\text{\AA}$ )	2 $\theta$ (องศา)	d ( $\text{\AA}$ )	2 $\theta$ (องศา)
(211)	4.13061	21.49604	4.13061	21.49604
(222)	2.92078	30.58300	2.92078	30.58300
(400)	2.52950	35.45978	2.52950	35.45978
(332)	2.15716	41.84318	2.15716	41.84318
(431)	1.98430	45.68508	1.98430	45.68508
(440)	1.78863	51.01890	1.78863	51.01890
(622)	1.52534	60.66270	1.52534	60.66270

ตารางที่ 4.6 แสดงการคำนวณค่า  $d$  และ  $2\theta$  ตามระนาบดัชนีมิลเลอร์ ของ Cassiterite ( $\text{SnO}_2$ ) ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $700^\circ\text{C}$  เมื่อความยาวคลื่น ( $\lambda$ ) =  $1.5406 \text{ \AA}$

เลขดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	T = $30^\circ\text{C}$ a = b = c = $10.11800 \text{ \AA}$		T = $700^\circ\text{C}$ a = b = c = $1011800 \text{ \AA}$	
	d ( $\text{\AA}$ )	2 $\theta$ (องศา)	d ( $\text{\AA}$ )	2 $\theta$ (องศา)
(110)	26.58354	3.35050	26.58354	3.35050
(101)	33.86920	2.64452	33.86920	2.64452
(200)	37.94812	2.36910	37.94812	2.36910
(111)	38.9700	2.30922	38.9700	2.30922

8) ทำการคำนวณหาค่าปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไปโดยใช้ความสัมพันธ์ของสมการ

$$V = \sqrt{3/2}a^2c$$

ก. ตัวอย่าง  $Al_2O_3$  สเปกตรัมที่ได้ต่ำกว่าสเปกตรัมของแทนทาลัม ซึ่งเป็นแผ่นความร้อน จึงไม่สามารถวิเคราะห์ฟังก์ชันการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้

ข. ตัวอย่าง  $SiO_2$  ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบ Hexagonal

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $30^\circ C$

ปริมาตร ของควอทซ์ที่เป็นโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล

โดย  $a = 4.91344 \text{ \AA}$   $b = 4.91344 \text{ \AA}$   $c = 5.40524 \text{ \AA}$

จากสูตร

$$V = \sqrt{3/2}a^2c$$

$$V = \sqrt{3/2}(4.91344)^2(5.40524)$$

$$V = 113.01 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $300^\circ C$

ปริมาตร ของควอทซ์ที่เป็นโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล

โดย  $a = 4.92970 \text{ \AA}$   $b = 4.92970 \text{ \AA}$   $c = 5.42130 \text{ \AA}$

จากสูตร

$$V = \sqrt{3/2}a^2c$$

$$V = \sqrt{3/2}(4.92970)^2(5.4150)$$

$$V = 114.50 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $514^\circ C$

ปริมาตร ของควอทซ์ที่เป็นโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล

โดย  $a = 4.96280 \text{ \AA}$   $b = 4.96280 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.43600 \text{ \AA}$

จากสูตร

$$V = \sqrt{3/2}a^2c$$

$$V = \sqrt{3/2}(4.96280)^2(5.43600)$$

$$V = 115.95 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

ค. ตัวอย่าง  $\text{CaCO}_3$  มีโครงสร้างเป็นแบบรอมโบฮีดรอล เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นที่  $900^\circ\text{C}$  มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากรอมโบฮีดรอลเป็นลูกบาศก์เฟซเซ็นเตอร์

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

ปริมาตรของ  $\text{CaCO}_3$

โดย  $a = 4.98870 \text{ \AA}$   $b = 4.98870 \text{ \AA}$   $c = 17.05290 \text{ \AA}$

สูตรหาปริมาตร  $V = \sqrt{3/2}a^2c$

$$V = \sqrt{3/2}(4.98870)^2(17.05290)$$

$$V = 367.54 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$

โดย  $a = 4.98000 \text{ \AA}$   $b = 4.98000 \text{ \AA}$   $c = 17.22400 \text{ \AA}$

สูตรหาปริมาตร  $V = \sqrt{3/2}a^2c$

$$V = \sqrt{3/2}(4.98000)^2(17.22400)$$

$$V = 369.92 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$

ที่มีโครงสร้างแบบ ลูกบาศก์ FCC

โดย  $a = 4.81200 \text{ \AA}$   $b = 4.81200 \text{ \AA}$   $c = 4.81200 \text{ \AA}$

สูตรหาปริมาตร  $V = (4.81200)^3$

$$V = 111.43 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

ง. ตัวอย่าง ITO ซึ่งเป็นโครงผลึกแบบลูกบาศก์

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$

ค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = 10.11800 \text{ \AA}$   $b = 10.11800 \text{ \AA}$   $c = 10.11800 \text{ \AA}$

$$V = a \times b \times c$$

$$V = (10.11800)^3$$

$$V = 1035.819 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

หลังการทดสอบที่อุณหภูมิ 900°C

ค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = 10.11800 \text{ \AA}$   $b = 10.11800 \text{ \AA}$   $c = 10.11800 \text{ \AA}$

$$V = a \times b \times c$$

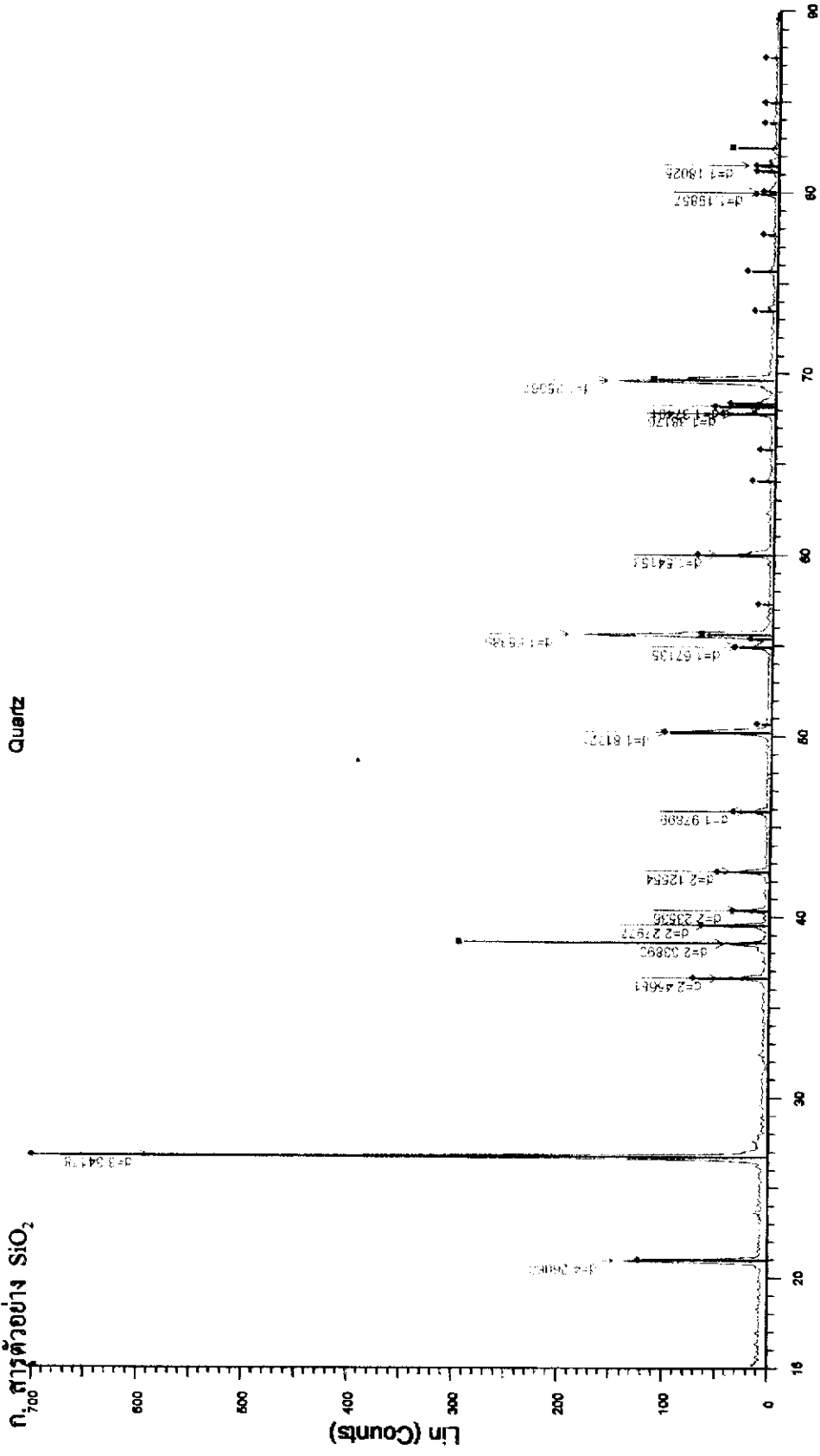
$$V = (10.11800)^3$$

$$V = 1035.819 \text{ ลูกบาศก์อังสตรอม}$$

#### 4.3.2 ผลการทดสอบ

- 1) แสดงผลการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่าง  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ ITO ดังรูปที่ 4.6 – 4.13
- 2) แสดงผลการเปรียบเทียบผลการวัดและวิเคราะห์และทางทฤษฎี ดังตารางที่ 4.7 - 4.10

Quartz

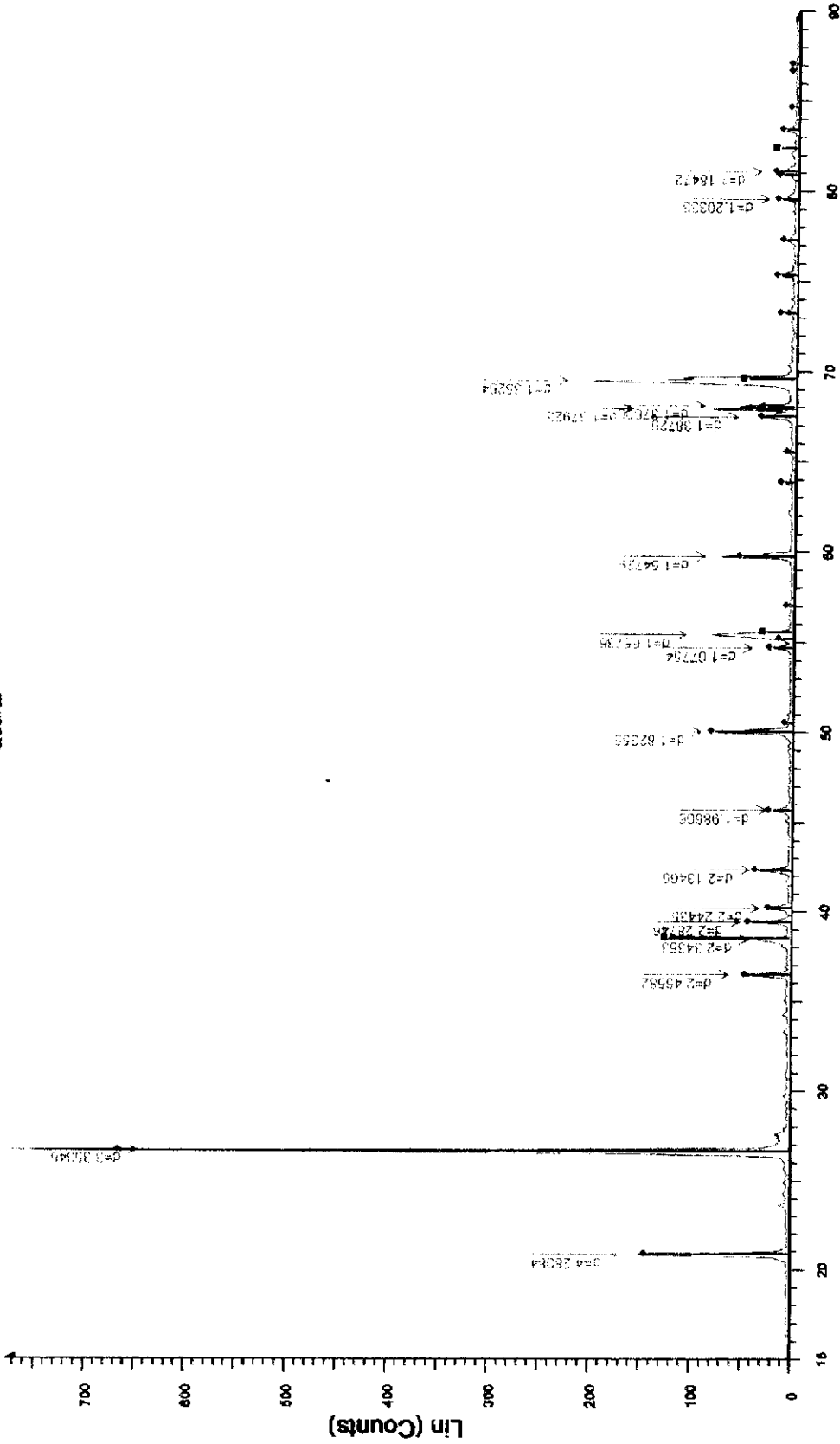


2-Theta - Scale

Quartz - File: 0031.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 30 °C - Time Started: 5 s - 2-Theta: 15.00000 ° - Theta: 7.50000 ° - Chi: 0.00  
 Operations: Smooth 0.100 | Import  
 00-046-1046 (?) - Quartz, syn - SiO2 - Y: 103.71 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a: 4.91344 - b: 4.91344 - c: 5.40524 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 120.000 - Primitive - P321 (154) - 3 - 113  
 00-004-0786 (?) - Tetrahedral - Ta - Y: 41.05 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a: 3.30660 - b: 3.30660 - c: 3.30660 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 - 38.1266 -

รูปที่ 4.6 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 30°C

Quartz

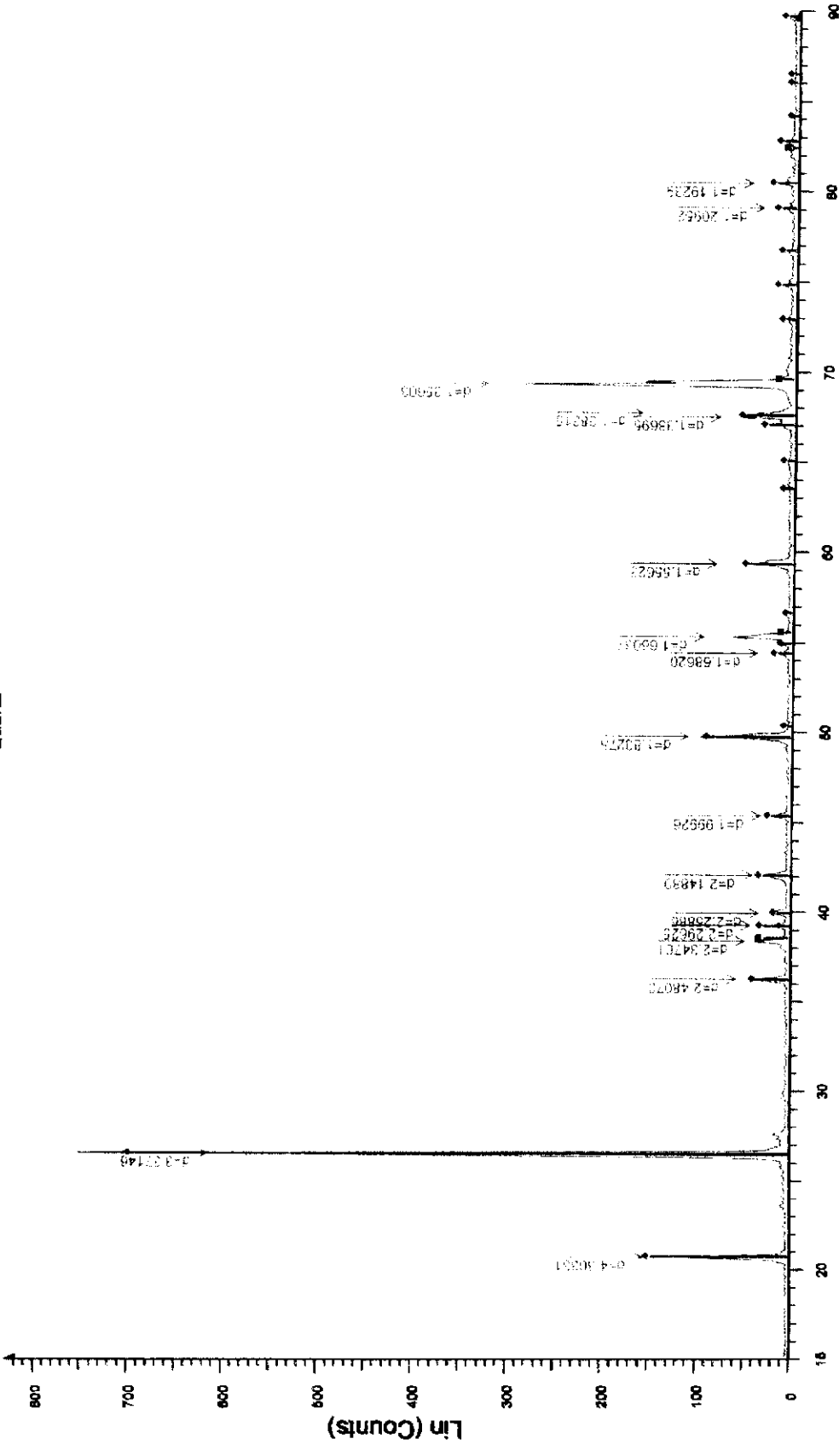


2-Theta - Scale

Quartz - File: 483402-300C.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 300 °C - Time Started: 10 s - 2-Theta: 15.00000 ° - Theta: 7.50000 °  
 Operations: Smooth 0.100 | Import  
 01-086-0636 (C) - Quartz alpha - SiO<sub>2</sub> - Y: 85.11 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.92870 - b 4.92870 - c 5.41510 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P321 (154)  
 00-004-0786 (\*) - Tantalum - Ta - Y: 16.37 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30560 - b 3.30560 - c 3.30560 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 -

รูปที่ 4.7 แสดงผลการทดสอบสสารตัวอย่าง SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 300°C

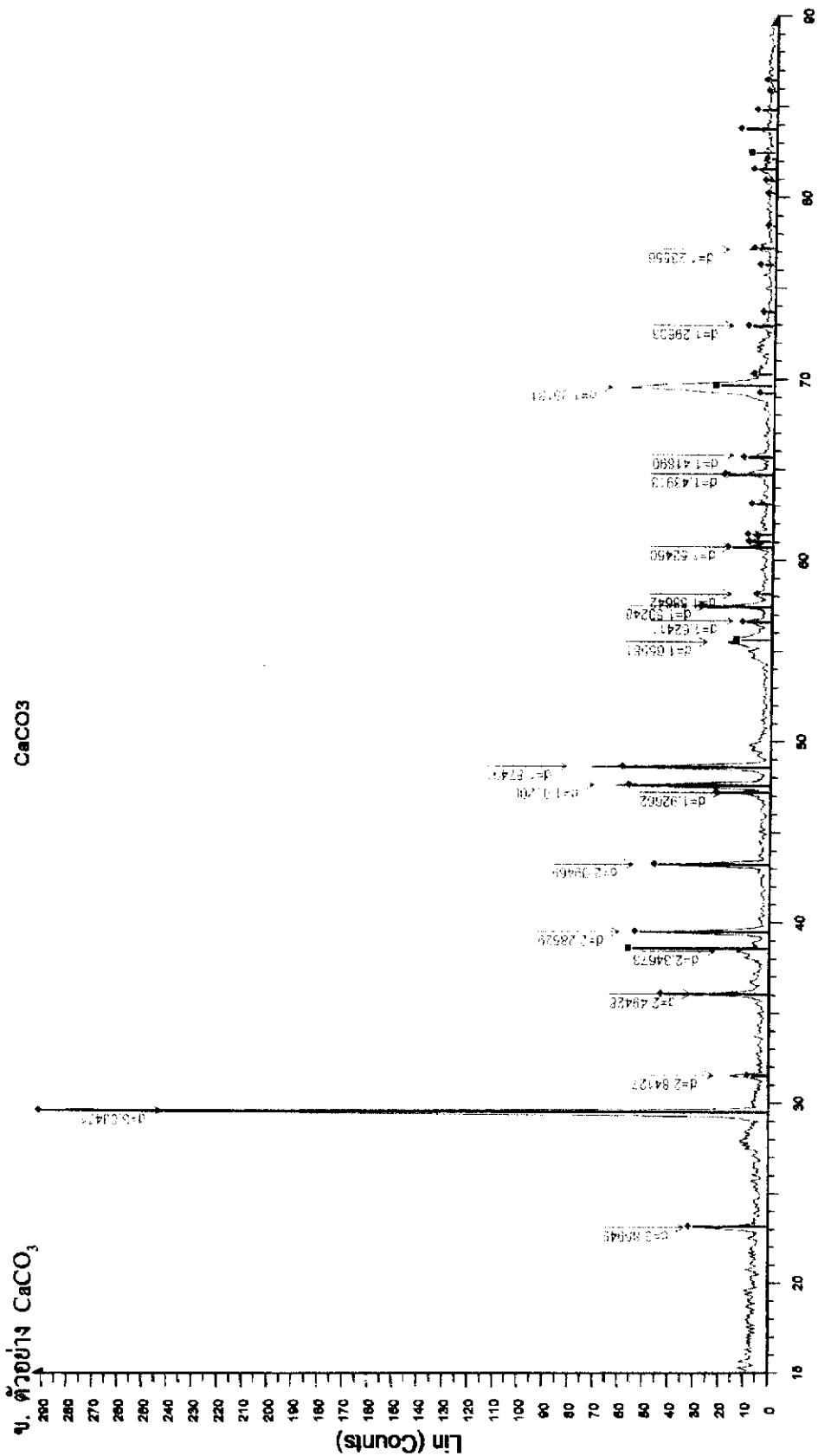
Quartz



2-Theta - Scale

Quartz - File: 493402-560C.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 514 °C - Time Started: 10 s - 2-Theta: 15.00000 ° - Theta: 7.5 °  
 Operations: Smooth 0.100 | Import  
 [01-069-8939 (C) - Quartz alpha - SiO2 - Y: 92.02 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.98280 - b 4.98280 - c 5.43600 - alpha 90.000 - beta 120.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3221 (154)]  
 [00-004-0766 (°) - Tridaxium - Ta - Y: 3.47 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30560 - b 3.30560 - c 3.30560 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (225) - 2 - 3]

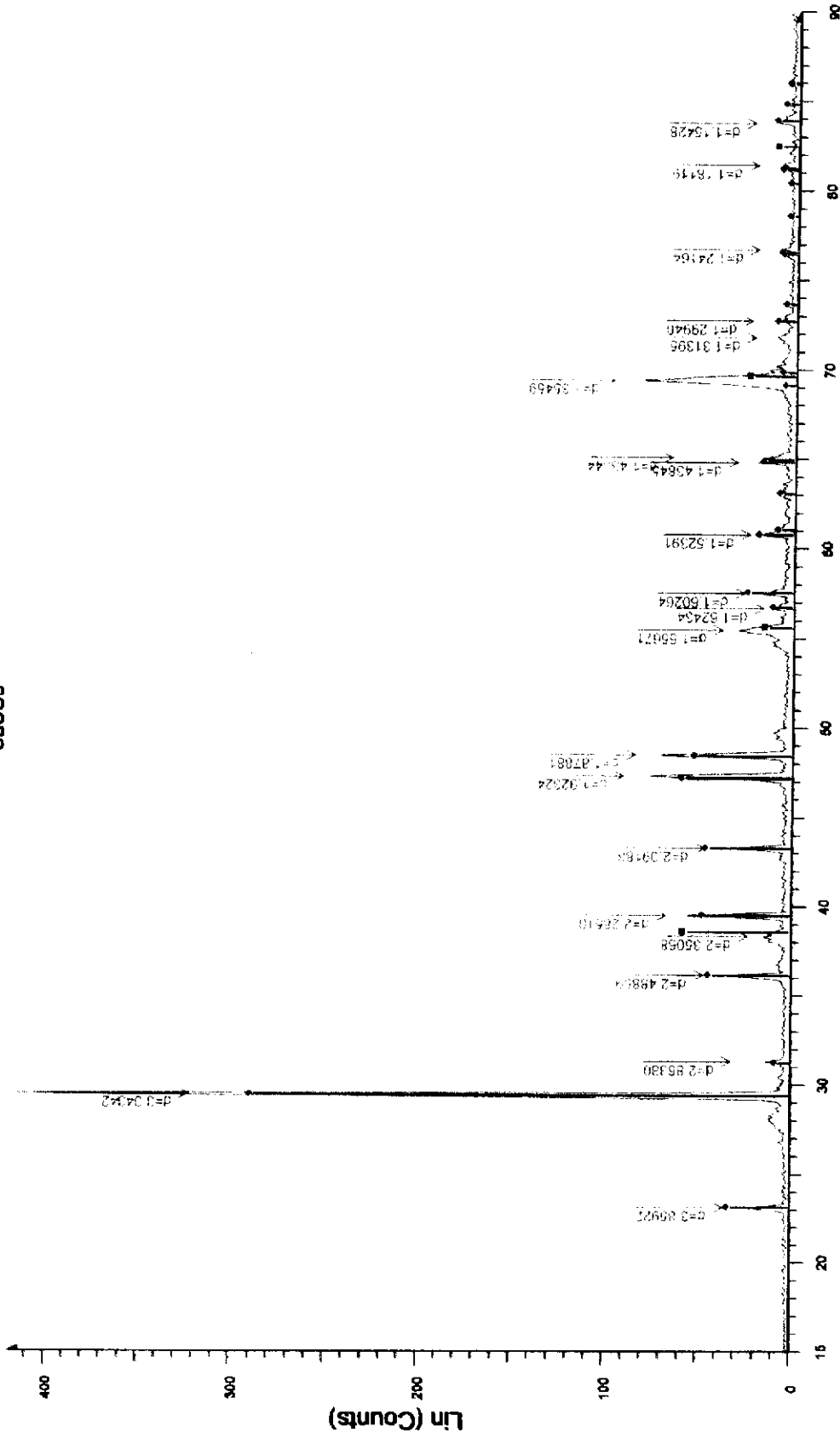
รูปที่ 4.8 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 514°C



File: 483402-CaCO3-Rt.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Time Started: 8 s - 2-Theta: 16.00000 ° - Theta  
 Operations: Smooth 0.100 | Import  
 [5] 01-063-0678 (A) - Calcite - Ca(CO<sub>3</sub>) - Y: 99.00 % - d x by: 1 - WL: 1.5406 - Rhombo.H.laves - a 4.98870 - b 4.98870 - c 17.05290 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (1  
 [1] 00-004-0768 (\*) - Tarrasium - Ta - Y: 19.22 % - d x by: 1 - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30660 - b 3.30660 - c 3.30660 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 -

รูปที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง CaCO<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 30°C

CaCO3

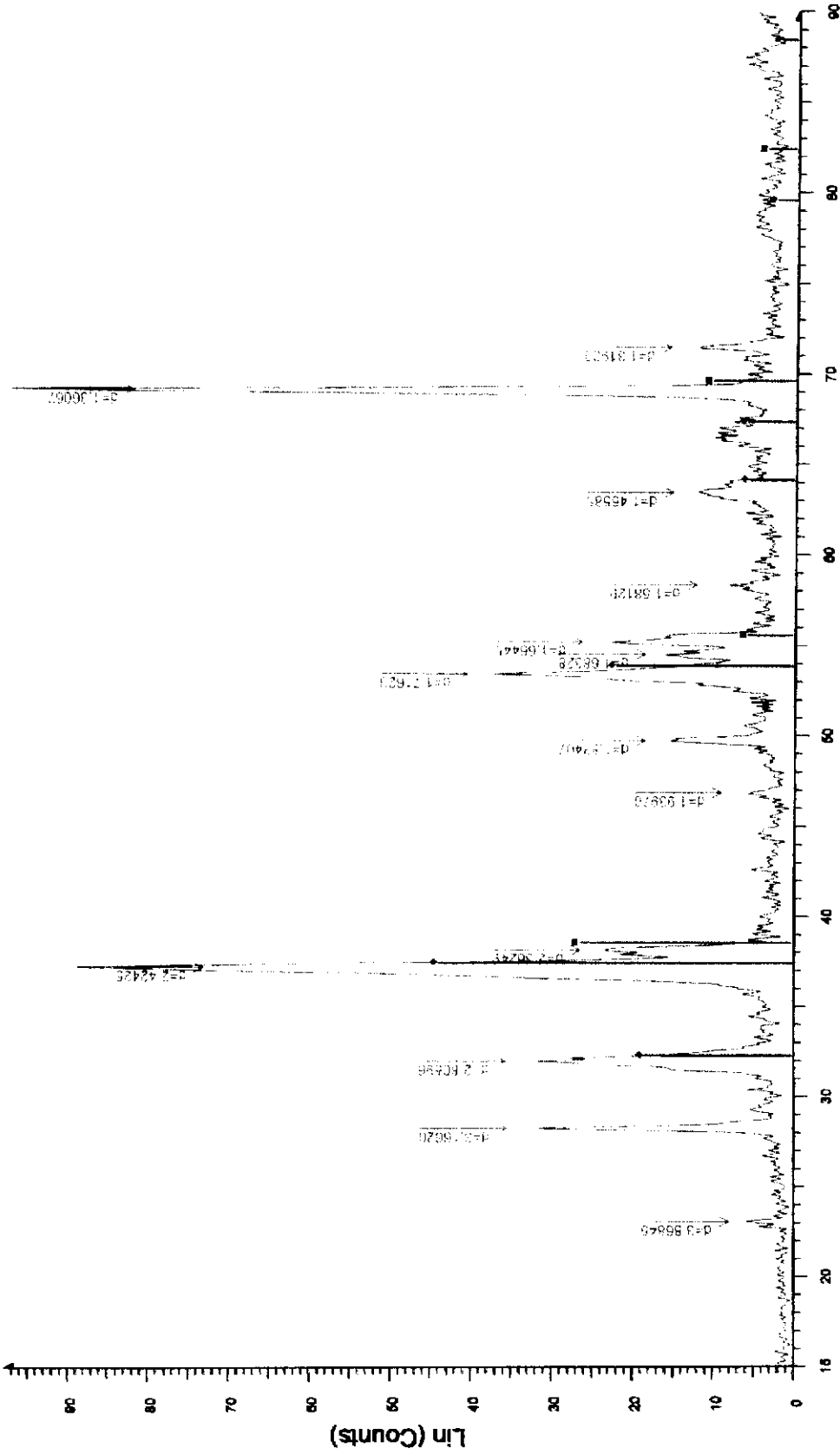


2-Theta - Scale

K:\CaCO3 - File 483402-CaCO3-300C.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 300 °C - Time Started: 9 s - 2-Theta: 15.00000 ° - T  
 Operations: Smooth 0.100 | Import  
 01-086-2340 (C) - Calcite - Ca(CO3) - Y: 68.43 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Rhombo.H.axes - a 4.98000 - b 4.98000 - c 17.22400 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (   
 00-004-0786 (\*) - Tantalum - Ta - Y: 12.90 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30580 - b 3.30580 - c 3.30580 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 -

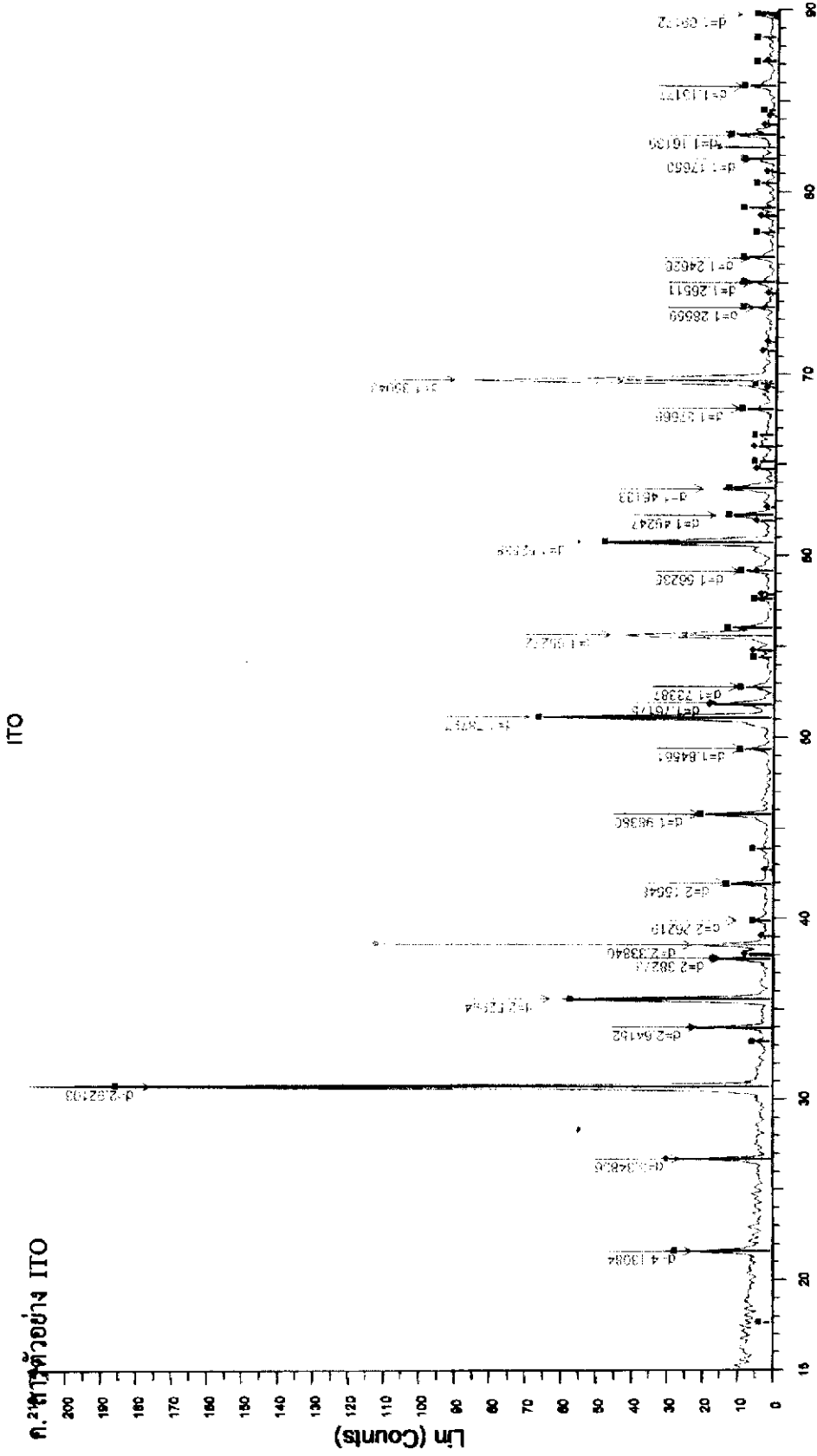
รูปที่ 4.10 แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง CaCO<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 300°C

CaCO3



CaCO3 - File: 483402-CaCO3-900C-OK.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 900 °C - Time Started: 7 s - 2-Theta: 15.00000  
 Operations: Smooth 0.100 | Smooth 0.100 | Import  
 01-077-2010 (A) - Lime - CaO - Y: 44.74 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 4.81200 - b 4.81200 - c 4.81200 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Face-centered - Fm-3m (225) - 4 - 11  
 100-004-0780 (\*) - Tantalum - Ta - Y: 28.85 % - d x by: 1. - WL: 1.5408 - Cubic - a 3.30560 - b 3.30560 - c 3.30560 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 -

รูปที่ 4.11 แสดงผลการทดสอบสสารตัวอย่าง CaCO<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 900°C

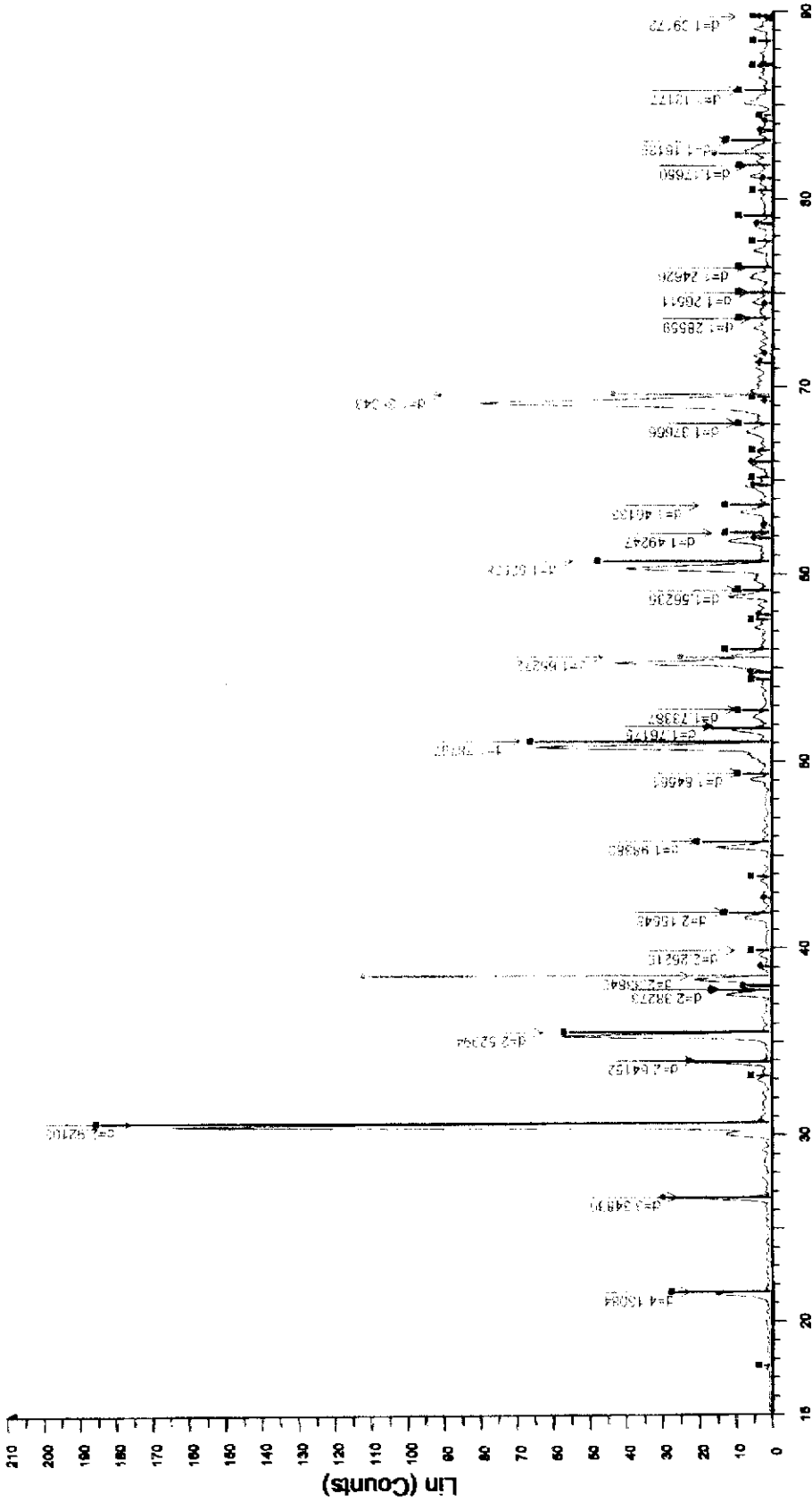


ITO - File: 493402-ITO-RU.raw - Type: 2ThVth locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 30 °C - Time Started: 9 s - 2-Theta: 15.00000 ° - Theta: 7.50000 ° - Chi Operations: Smooth 0.180 | Import

- 00-005-0416 (°) - Indium Oxide - In2O3 - Y: 87.56 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 10.11900 - b 10.11900 - c 10.11900 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Ia-3 (206) - 16 -
- 00-041-1445 (°) - Cassiterite, syn - SnO2 - Y: 13.36 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 4.73820 - b 4.73820 - c 3.16710 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P42/mnm (136) - 2 -
- 00-004-0786 (°) - Titanium - Ti - Y: 52.44 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30590 - b 3.30590 - c 3.30590 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (229) - 2 - 36.1268 -

**รูปที่ 4.12** แสดงผลการทดสอบสารตัวอย่าง ITO ที่อุณหภูมิ 30°C

ITO



2-Theta - Scale

ITO - File: 463402-ITO-700/raw - Type: ZTn/Th locked - Start: 15.00000 ° - End: 90.00000 ° - Step: 0.02000 ° - Step time: 0.2 s - Temp.: 700 °C - Time Started: 9 s - 2-Theta: 16.00000 ° - Theta: 7.50000 ° -  
 Operations: Smooth 0.150 | Impart  
 00-008-0419 (°) - Indium Oxide - In2O3 - Y: 117.85 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 10.11600 - b 10.11600 - c 10.11600 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Ia-3 (206) - 18  
 00-041-1445 (°) - Cassiterite, syn - SnO2 - Y: 17.08 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 4.73820 - b 4.73820 - c 3.18710 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P42/mmm (136) - 2  
 00-004-0769 (°) - Tantalum - Ta - Y: 66.97 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 3.30560 - b 3.30560 - c 3.30560 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - Im-3m (230) - 2 - 36,1266 -

รูปที่ 4.13 แสดงผลการทดสอบสสารตัวอย่าง ITO ที่อุณหภูมิ 700 °C

ตารางที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิ 30°C, 300°C และ 514°C

อุณหภูมิ	เลขคี่ มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐาน			ค่าทางการวัด			ค่า % ความคลาด เคลื่อนของ ค่า d
		d (Å)	2θ (องศา)	v	d (Å)	2θ (องศา)	v	
T = 30°C a=4.91344Å b=4.91344Å c=5.40524Å	(100)	4.25513	20.85952	113.01	4.26060	20.83227	113.01	-0.10150
	(101)	3.34338	26.64124		3.34175	26.65371		0.08133
	(110)	2.45670	36.54660		2.45681	36.54502		-0.00773
	(102)	2.28135	39.46752		2.27977	39.49612		0.86017
	(111)	2.23652	40.29278		2.23536	40.31458		0.05544
	(200)	2.12756	42.45352		2.12554	42.49567		0.09494
	(201)	1.97971	45.79702		1.97899	45.81425		0.03839
	(112)	1.81788	50.14188	1.81721	50.16111	0.03741		
T = 300°C a=4.92970Å b=4.92970Å c=5.41510Å	(100)	4.27686	20.75234	114.50	4.28084	20.73269	114.50	-0.09306
	(101)	3.35560	26.54234		3.35346	26.55920		0.06377
	(110)	2.46920	36.35478		2.46582	36.40677		0.13688
	(102)	2.28683	39.36650		2.28746	39.35790		-0.02755
	(111)	2.24643	40.10731		2.24435	40.14605		0.09259
	(200)	2.13838	42.22820		2.13465	42.30551		0.17443
	(201)	1.98878	45.57569		1.98606	45.64188		0.13677
	(112)	1.82400	49.96103	1.82365	49.97446	0.019189		
T = 514°C a=4.96280Å b=4.96280Å c=5.42130Å	(100)	4.30332	20.62301	115.95	4.30045	20.63712	115.95	0.06669
	(101)	3.37138	26.41520		3.37189	26.41135		-0.01513
	(110)	2.48146	36.16909		2.48077	36.17970		0.02781
	(102)	2.29718	39.18400		2.29302	39.25846		0.18109
	(111)	2.25661	39.91853		2.25768	39.89883		-0.04742
	(200)	2.14971	41.99534		2.14773	42.03561		0.09211
	(201)	1.99842	45.34398		1.99913	45.32688		-0.03553
	(112)	1.83257	49.71211	1.83310	49.69671	-0.02892		

ตารางที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  และ  $900^\circ\text{C}$

อุณหภูมิ	เลขคี่ มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐาน			ค่าทางการวัด			ค่า % ความคลาด เคลื่อนของ ค่า d
		d (Å)	2θ (องศา)	V	d (Å)	2θ (องศา)	V	
$T = 30^\circ\text{C}$ $a=4.98870\text{Å}$ $b=4.98870\text{Å}$ $c=17.05290\text{Å}$	(012)	3.85386	23.05988	367.54	3.85949	23.02550	367.54	-0.14609
	(104)	3.03463	29.40972		3.03471	29.40854		0.00800
	(006)	2.84210	31.45114		2.84127	31.46074		0.02920
	(110)	2.49439	35.97506		2.49428	35.97705		0.00441
	(113)	2.28414	39.41762		2.28529	39.39674		-0.05035
	(202)	2.09395	43.16862		2.09469	43.15245		-0.03534
	(024)	1.92689	47.12636		1.92662	47.13388		0.01401
	(018)	1.91162	47.52670		1.91200	47.51635		-0.01988
	(116)	1.87475	48.52026		1.87491	48.51600		-0.00853
$T = 300^\circ\text{C}$ $a=4.98000\text{Å}$ $b=4.98000\text{Å}$ $c=17.22400\text{Å}$	(012)	3.85644	23.04352	369.92	3.85922	23.02713	369.92	-0.07209
	(104)	3.04728	29.28416		3.04342	29.32247		0.00127
	(006)	2.87065	31.13102		2.86380	31.20696		0.23862
	(110)	2.48998	36.04134		2.48859	36.06212		0.05582
	(113)	2.28438	39.41274		2.28510	39.40025		-0.03152
	(202)	2.09184	43.21422		2.09188	43.21344		-0.001912
	(024)	1.92815	47.09384		-	-		-
	(018)	1.92632	47.14136		1.92324	47.22176		0.15989
	(116)	1.88098	48.34938		1.87881	48.40881		0.11537

ตารางที่ 4.8 (ต่อ) แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  และ  $900^\circ\text{C}$

อุณหภูมิ	เลขคี่ มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐาน			ค่าทางการวัด			ค่า % ความคลาด เคลื่อนของ ค่า d
		d (Å)	2θ (องศา)	V	d (Å)	2θ (องศา)	V	
T = 900°C a=4.81200Å b=4.81200Å c=4.81200Å	(111)	2.77821	32.19348	111.43	2.80596	31.86720	111.43	-0.99884
	(200)	2.40597	37.34520		2.42425	37.05359		-0.75978
	(220)	1.70130	53.84308		1.71623	53.33777		-0.87756
	(311)	1.45088	64.13528		1.46585	63.40326		-1.03179
	(222)	1.38910	67.35670		1.36067	68.95982		2.04665

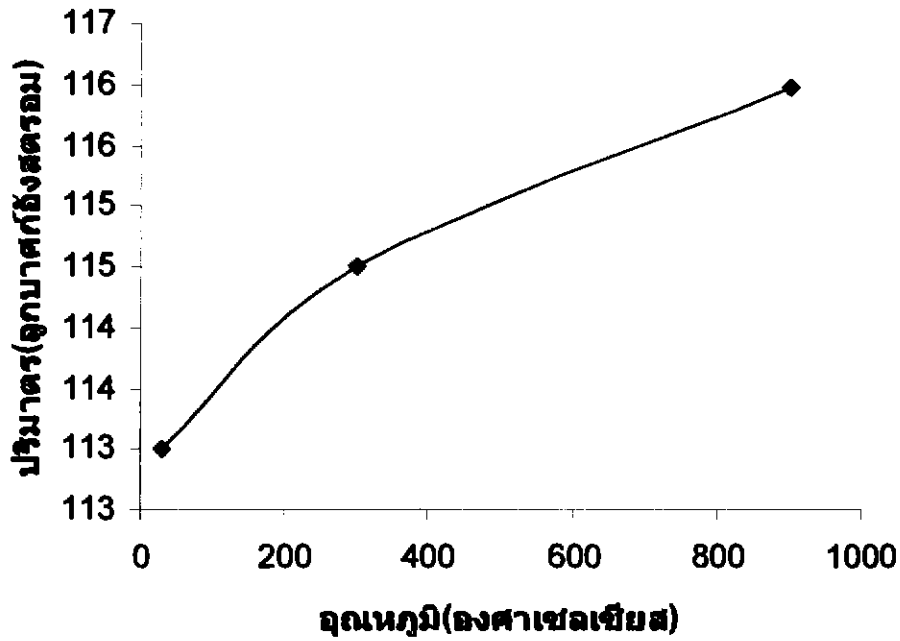
ตารางที่ 4.9 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของ Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $700^\circ\text{C}$

อุณหภูมิ	เลขดัชนี มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐาน			ค่าทางกรวัด			ค่า % ความคลาด เคลื่อนของ ค่า d
		d (Å)	2θ (องศา)	V	d (Å)	2θ (องศา)	V	
$T = 30^\circ\text{C}$ $a = b = c$ $= 10.11800 \text{ \AA}$	(211)	4.13061	21.49604	1035.819	4.13084	21.53225	1035.819	-0.005568
	(222)	2.92078	30.58300		2.92103	30.58430		-0.008559
	(400)	2.52950	35.45978		2.52994	35.50230		-0.017395
	(332)	2.15716	41.84318		2.15548	41.95200		0.077880
	(431)	1.98430	45.68508		1.98380	45.72100		0.025198
	(440)	1.78863	51.01890		1.78797	51.02113		0.036900
	(6220)	1.52534	60.66270		1.52538	60.50450		-0.002622
$T = 700^\circ\text{C}$ $a = b = c$ $= 10.11800 \text{ \AA}$	(211)	4.13061	21.49604	1035.819	4.13048	21.53225	1035.819	0.0000315
	(222)	2.92078	30.58300		2.92103	30.58430		-0.0000856
	(400)	2.52950	35.45978		2.52994	35.50230		-0.0001739
	(332)	2.15716	41.84318		2.15548	41.95200		0.0007788
	(431)	1.98430	45.68508		1.98380	45.72100		0.0002520
	(440)	1.78863	51.01890		1.78797	51.02113		0.0003690
	(622)	1.52534	60.66270		1.52538	60.50450		-0.0000262

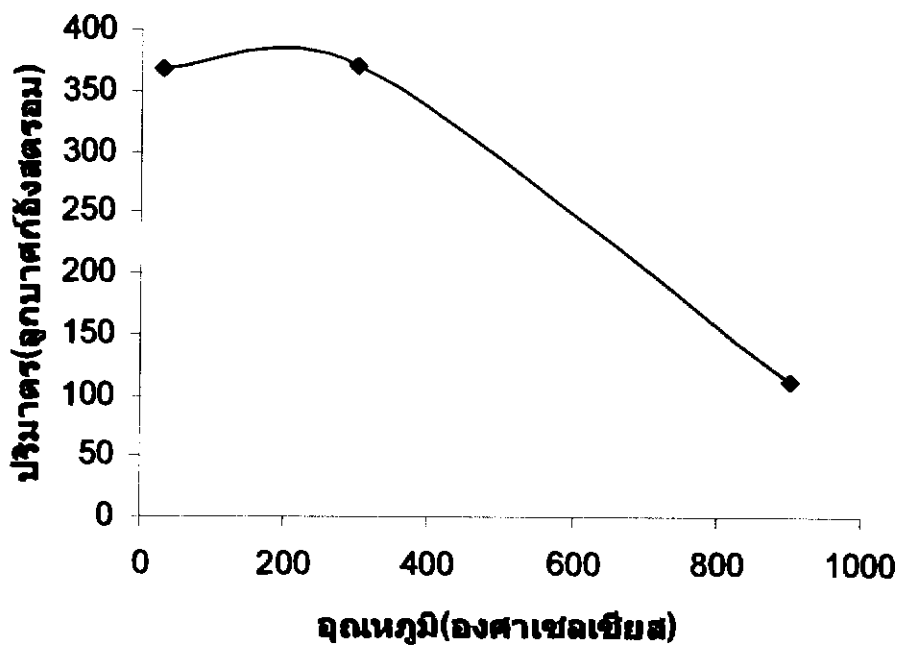
ตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของ Cassiterite ( $\text{SnO}_2$ ) ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $700^\circ\text{C}$

อุณหภูมิ	เลขดัชนี มิลเลอร์ (hkl)	ค่ามาตรฐาน			ค่าทางการวัด			ค่า % ความคลาด เคลื่อนของ ค่า d
		d (Å)	2θ (องศา)	V	d (Å)	2θ (องศา)	V	
T = $30^\circ\text{C}$ a=b=4.73820 Å c=3.18710 Å	(110)	3.35050	26.58354	71.55	3.34836	26.60035	71.55	0.0006387
	(101)	2.64452	33.86920		2.64152	33.90902		0.0011344
	(211)	1.76457	51.76666		1.76175	51.85535		0.0015981
T = $700^\circ\text{C}$ a=b=4.73820 Å c=3.18710	(110)	3.35050	26.58354	71.55	3.35799	26.52273	71.55	-0.0022355
	(101)	2.64452	33.86920		2.65012	33.79562		-0.0021176
	(211)	1.76457	51.76666		1.76829	51.64948		-0.0021082

9) แสดงผลการเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{CaCO}_3$  ดังรูปที่ 4.14 และ 4.15



รูปที่ 4.14 แสดงปริมาณของ  $\text{SiO}_2$  ที่เปลี่ยนแปลงไปกับอุณหภูมิ



รูปที่ 4.15 แสดงปริมาณของ  $\text{CaCO}_3$  ที่เปลี่ยนแปลงไปกับอุณหภูมิ

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

1. จากการเปรียบเทียบสารมาตรฐาน Silicon Oxide (Quartz – alpha) โดยใช้หลอดรังสีเอกซ์ที่มีเป้าเป็นทองแดง มีค่าความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha$  ด้วยเท่ากับ  $1.54060 \text{ \AA}$  พบว่าค่า  $d$  และค่า  $2\theta$  ที่วัดได้เมื่อเทียบกับฐานข้อมูลของระบบมีค่าความผิดพลาดที่ยอมรับได้

2. จากการเปรียบเทียบสารมาตรฐานของชุดอุปกรณ์ระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงโดยใช้สารมาตรฐาน Silicon Oxide (Quartz) เทียบกับฐานข้อมูลของระบบโดยการเปรียบเทียบตำแหน่งพีกสูงสุด 3 ตำแหน่งที่มีความเข้มสูง พบว่าตำแหน่งพีกมีค่าตรงกัน แสดงว่าระบบการวัดมีความถูกต้อง

3. ทำการวัดวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับเครื่อง XRD ที่อุณหภูมิห้องประมาณ  $25^{\circ}\text{C}$  โดยใช้สารตัวอย่าง 4 สาร ได้แก่  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ ITO ตามลำดับ พบว่า

-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  พบว่า  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เป็นอสัณฐาน (Amorphous) มีความเข้มสัญญาณต่ำประมาณ 21-30 count ไม่สามารถแยกพีกได้ชัดเจน

-  $\text{SiO}_2$  พบว่ามีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) มีค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = 4.89120 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.38800 \text{ \AA}$

-  $\text{CaCO}_3$  พบว่ามีโครงสร้างเป็นรอมโบฮีดรอล (Rhombohedral) มีค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = 4.98870 \text{ \AA}$  และ  $c = 17.05290 \text{ \AA}$

- ITO มีส่วนประกอบของ  $\text{In}_2\text{O}_3$  และ  $\text{SnO}_2$  มีโครงสร้างเป็น cubic และ Tetragonal โดย  $\text{In}_2\text{O}_3$  มีค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = c = 10.11800 \text{ \AA}$  และ  $\text{SnO}_2$  มีค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = 4.7382$  และ  $c = 3.1871 \text{ \AA}$

4. ทำการวัดวิเคราะห์ผลในเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างกับชุดอุปกรณ์ระบบการวัดที่อุณหภูมิสูง โดยมีสารตัวอย่าง 4 สาร ได้แก่  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ ITO ตามลำดับ ซึ่งจากผลการทดลอง

-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ทำการทดลองที่อุณหภูมิ  $30^{\circ}\text{C}$  พบว่า ไม่สามารถมองเห็นเส้นสเปกตรัมได้ เนื่องจากพีกของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  มีสัญญาณที่ต่ำกว่า background คือ สัญญาณของเทนนทาลัม ที่ทำหน้าที่เป็นแผ่นนำความร้อน

-  $\text{SiO}_2$  ทำการทดลองที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  และ  $514^\circ\text{C}$  พบว่า  $\text{SiO}_2$  มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal และเมื่ออุณหภูมิสูงจะสังเกตได้ว่า พารามิเตอร์แลตติส (a, b, c) มีค่าเพิ่มขึ้น คือ

ที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  มีค่า  $a = 4.91344 \text{ \AA}$ ,  $b = 4.91344 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.40524 \text{ \AA}$

ที่อุณหภูมิ  $300^\circ\text{C}$  มีค่า  $a = 4.92970 \text{ \AA}$ ,  $b = 4.92970 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.41510 \text{ \AA}$

ที่อุณหภูมิ  $514^\circ\text{C}$  มีค่า  $a = 4.96280 \text{ \AA}$ ,  $b = 4.96280 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.43600 \text{ \AA}$

เนื่องจากการได้รับความร้อนจากเทอร์โมคัปเปิล ทำให้เกิดการขยายตัวทางความร้อนจึงส่งผลให้พารามิเตอร์แลตติสมีการขยายตัวมากขึ้น และทำให้ระยะห่างกันมากขึ้น จะเห็นได้จากค่าระยะห่างระหว่างระนาบเพิ่มขึ้น และปริมาตรของผลึกที่  $30^\circ\text{C}$  มีค่าเท่ากับ 113.01 ลบ.อังสตรอม ที่  $300^\circ\text{C}$  มีค่าเท่ากับ 114.50 ลบ.อังสตรอม และที่  $514^\circ\text{C}$  มีค่าเท่ากับ 115.96 ลบ.อังสตรอม ที่ปริมาตรมีการเพิ่มขึ้นนี้เนื่องจากการขยายตัวทางความร้อนของ  $\text{SiO}_2$

-  $\text{CaCO}_3$  ทำการทดลองที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$  และ  $900^\circ\text{C}$  จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $300^\circ\text{C}$   $\text{CaCO}_3$  จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ Rhombohedral และที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$  โครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนเป็นแบบ cubic (fcc) เนื่องจากการเผา  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิสูงจะทำให้เกิด  $\text{CO}_2$  ซึ่งจะถูกระบบการวัดวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงดูดออกไป เนื่องจากภายในระบบการวัดนี้ต้องอยู่ในสถานะที่เป็นสุญญากาศ เหลือเพียง  $\text{CaO}$  แต่จากการทดลองนี้จะมีฟีกของ  $\text{CaCO}_3$  เหลืออยู่ด้วย ทั้งนี้อาจเป็นเพราะการเผาไหม้ของ  $\text{CaCO}_3$  ยังไม่สมบูรณ์พอที่จะทำให้  $\text{CO}_2$  เกิดและระเหยได้หมด ซึ่งในการเผาไหม้อาจจะต้องใช้เวลานานพอสมควร

- ITO ทำการทดลองที่อุณหภูมิ  $30^\circ\text{C}$  และ  $700^\circ\text{C}$  ซึ่ง ITO ประกอบด้วย  $\text{In}_2\text{O}_3$  ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ cubic (bcc) และ  $\text{SnO}_2$  ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal พบว่าเมื่อให้ความร้อนกับ ITO ที่อุณหภูมิสูง จะเกิดการเลื่อนเฟสไปเล็กน้อย และไม่พบการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง มีค่าระยะห่างระหว่างระนาบเพิ่มขึ้นแต่ไม่แตกต่างกันมากนัก และเมื่อให้ความร้อนแก่ ITO จะระเหยไปเกาะกับ Chamber ของชุดอุปกรณ์ High Temperature

## 5.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง

จากผลการทดลอง พบว่าค่า d และค่ามุม  $2\theta$  ของสารตัวอย่างที่เครื่องวัดได้เมื่อเปรียบเทียบกับ Reference ของเครื่อง XRD จะเห็นว่ามีค่าคลาดเคลื่อนไปบ้าง ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอุณหภูมิที่ใช้ในการวัดแตกต่างกัน ความชำนาญและประสบการณ์ของผู้ใช้เครื่อง

### 5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวัดวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง สารตัวอย่างนั้นต้องไม่ทำปฏิกิริยากับเอทานอลและแผ่นความร้อนแทนทาลัม
2. สารตัวอย่างที่สำหรับการวัดวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง จะต้องมีการศึกษาสัญญาณสูงกว่า background สัญญาณของแทนทาลัมซึ่งเป็นแผ่นความร้อนของระบบ
3. ในการติดตั้งระบบการวัดที่อุณหภูมิสูงจะมีความยุ่งยากซึ่งผู้ติดตั้งต้องมีความชำนาญพอสมควร
4. ในการติดตั้งเครื่อง XRD และระบบอื่นๆ ที่ใช้กับเครื่อง จะต้องมีการบันทึกประวัติการติดตั้งของระบบที่วิศวกรจากบริษัททั้งในประเทศและต่างประเทศมาติดตั้งและทดสอบในช่วงเริ่มต้น
5. ในการปรับแต่ง (alignment) และการปรับเทียบมาตรฐาน (calibrate) ทุกครั้งควรมีการบันทึกผลเก็บไว้เพื่อเป็นข้อมูลในการทำงาน และสามารถบอกประสิทธิภาพของเครื่อง XRD นั้นได้อีกด้วย
6. ระบบ XRD สามารถเพิ่มเข้าไปได้อีก 4 option คือ
  - High temperature
  - Powder diffraction
  - Stress , Texture
  - X - ray refractometer (สำหรับการวัดฟิล์มบาง)

### 5.4 ข้อจำกัด

1. การติดตั้งและ alignment ระบบ ยากและใช้เวลานาน จึงจะติดตั้งประมาณ 1- 2 ครั้งต่อปี
2. การเปลี่ยนระบบการวัดบ่อยครั้งจะทำให้อุปกรณ์มีความผิดพลาดในตำแหน่งและมุม
3. ไม่ใช่สารที่สามารถหึ่งกระจายได้เมื่อได้รับความร้อน

## เอกสารอ้างอิง

สัมพันธ์ วงศ์นาวา, 2547. เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโตรเมตรีแบบกระจายพลังงาน.  
พิมพ์ครั้งที่ 1 กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ดร. บัญชา ชนบุญสมบัติ, 2544. การศึกษาวัสดุ โดยเทคนิคคิฟแฟรกชัน.  
พิมพ์ครั้งที่ 1 กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี (ไทย - ญี่ปุ่น)

B.D. Cullity, 1978. Elements of X – RAY DIFFRACTION. Second Edition.

London: Addison – Wesley Publishing Company, Inc.

Encyclopedia of Composite Material and Component

JEOL, An introduction to X – ray powder diffractometry

[www.answer.com](http://www.answer.com)