

**สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง**

**ไมโครเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน**



นาย พิไชยลักษณ์ ปัทมาภรณ์  
นางสาว นวกรณ์ ประสมเพชร

รฟ.  
พ 6558  
2549

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน.....**76650**  
วัน,เดือน,ปี.....- 3 S.ศ. 2550

b.....**11850113**  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์  
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานปีการศึกษา 2549 นี้ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Micro X-Ray Diffraction



Mr. Pichailux Pattamaporn  
Miss. Navaporn Prasompetch

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 2006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง

ไมโครอิเล็กทรอนิกส์แฟรกชัน

นักศึกษา

นาย พิไชยลักษณ์ ปัทมากรณ์

นางสาว นวกรณ์ ประสมเพชร

ภาควิชา

ฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์

สาขาวิชา

ฟิสิกส์ประยุกต์ – เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.สาหรัย เล็กชะอุ่ม

ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

(รองศาสตราจารย์วิชาญ เดชิตธีระ)

หัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	ไมโครเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน
นักศึกษา	นายพิไชยลักษณ์ ปัทมาภรณ์ นางสาวนวภรณ์ ประสมเพ็ชร
ภาควิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์-เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2549
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.สาหร่าย เล็กชะอุ่ม

### บทคัดย่อ

Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS มีขีดความสามารถของระบบจากการศึกษาด้วย การวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่าง 4 ตัวอย่าง คือ คอลันดัม ใช้เป็นสารตัวอย่างเปรียบเทียบมาตรฐานของระบบ โดยมีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.4\text{\AA}$  และค่า  $2\theta(^{\circ})$  ไม่เกิน  $\pm 0.4$  องศา สารตัวอย่าง แคลเซียมคาร์บอเนต กับ ทินออกไซด์ ใช้สำหรับการเปรียบเทียบระบบการวัดและวิเคราะห์กับระบบ X-Ray Diffractometer Model D8 Advance พบว่า แคลเซียมคาร์บอเนต จะเห็นพีกของสเปกตรัมชัดเจนทั้งสองระบบ โดยมีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.1\text{\AA}$  และค่า  $2\theta(^{\circ})$  ไม่เกิน  $0.2$  องศา ส่วน ทินออกไซด์ พบว่าระบบที่ศึกษาจะวัดพีกของสเปกตรัมขึ้นชัดเจน เนื่องจากมีตัวตรวจรับสัญญาณจะเป็นแบบพื้นที่ แต่ระบบ X-Ray Diffractometer นั้นไม่สามารถวัดและวิเคราะห์พีกของสเปกตรัมได้ เนื่องจากมีตัวตรวจรับสัญญาณเป็นแบบแนวเส้น สารตัวอย่างสุดท้ายคือ เทริอูมาท ใช้สำหรับการศึกษาการปรับตำแหน่งสารตัวอย่าง พบว่าเมื่อตำแหน่ง XYZ-Stage เปลี่ยนไปค่า  $d$  (Å) และค่า  $2\theta(^{\circ})$  ก็จะมีการเปลี่ยนแปลง โดยการเปลี่ยนแปลงนี้จะขึ้นอยู่กับลักษณะสารตัวอย่าง

<b>Special Project Title</b>	Micro X-Ray Diffraction
<b>Name</b>	Mr. Pichailux Pattamaporn Miss. Navaporn Prasompetch
<b>Department</b>	Applied Physics
<b>Program</b>	Applied Physics-Science and Industry Instrumentation
<b>Academic Year</b>	2006
<b>Special Project Advisor</b>	Asst. Sarai Lek-chaum

### ABSTRACT

The performance of Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS system was explored by using the system to measure and analyze 4 different sample. First, Corundum was used as. Calibrate sample of the system .The error values, which were happened in the system, in each miller index of  $d(\text{\AA})$  value not more than  $\pm 0.4$  degree . Calcium carbonate and Tin oxide were used as sample for calibrate with X-Ray Diffractometer Model D8 Advance . In the Calcium carbonate case, Peaks of the spectrum from bath system have been observed clearly. In this case, The error values in each miller index of  $d(\text{\AA})$  is not more than  $0.1\text{\AA}$  and the value of  $2\theta(^{\circ})$  is not more than  $0.2$  degree. In Tin oxide case, Peaks of the spectrum were also observed clearly, since the detector is the area type. However X-Ray Diffractometer couldn't be was to analyze the spectrum, because the detector is the line type. In the last case. Bath coin was used to study position adjust . Where been found that the  $d(\text{\AA})$  value and  $2\theta(^{\circ})$  value was changed with the position of the sample. This change is depending on sample characteristic

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบพระคุณ ผศ.สาทร่าย เล็กชะอุม อาจารย์ที่ปรึกษา ซึ่งเป็นผู้ให้แนวทาง คำแนะนำ และความคิดเห็น ตลอดจนตรวจแก้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้จนเรียบร้อย

ขอขอบคุณ พี่มัชฉิมา และพี่ๆทุกคนที่นิติวิทยาศาสตร์บริการ ที่ช่วยเหลือเพื่อข้อมูลที่ใช้ในการทำงานวิจัย และสถานที่ที่ใช้ในการทำวิจัย

ขอขอบคุณ พี่มานพ จากศูนย์เครื่องมือจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยสำหรับตัวอย่าง และ อุปกรณ์การวิเคราะห์ข้อมูล

ขอขอบคุณ พี่อ้อฟ จากบริษัท Bruker ที่ให้ข้อมูลและคำแนะนำที่ดีมากๆ

ขอขอบคุณ เพื่อนๆ ทุกคน ไม่ว่าจะเป็น โก้ ,เบิร์ต, โจ ฯลฯ ที่ให้คำแนะนำและกำลังใจที่ดี

ขอขอบคุณเพื่อนร่วมงานที่ทำทุกอย่างเพื่อให้งานวิจัยออกมาอย่างเรียบร้อยสมบูรณ์ที่สุด

และ ขอขอบคุณ ตัวเองที่สามารถ ทำงานวิจัยเล่มนี้ได้

สุดท้ายนี้ ผู้เขียนขอแสดงความกตัญญูต่อบิดา มารดา ผู้ซึ่งสนับสนุนทุกๆ ด้านตลอดมา ทั้งทุนทรัพย์ รวมถึงความรัก และที่สำคัญที่สุดคือกำลังใจ ขอขอบพระคุณอย่างสูง

ผู้จัดทำ

นาย พิไชยลักษณ์ ปัทมาภรณ์

นางสาว นวภรณ์ ประสมเพ็ชร

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินการ	3
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	5
2.1 รังสีเอกซ์	5
2.2 crystalline state	13
2.3 หลักการทั่วไป ( X-Ray Diffractometer )	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	28
3.1 ระบบของ XRD รุ่น D8 DISCOVER with GADDS/ BRUKER	28
3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง	37
3.3 การปรับเทียบมาตรฐาน	38
3.4 การปรับแต่งของชุดอุปกรณ์ Laser/Video Microscope	68
3.5 การวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างของระบบ	70
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	92
4.1 ปรับเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง	92
4.2 วัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่าง	103

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	146
5.1 สรุปผลการทดลอง	146
5.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง	147
5.3 ข้อเสนอแนะ	147
เอกสารอ้างอิง	148



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงหน่วยของผลึกต่างๆ	20
ตารางที่ 4.1 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎี และผลการวัดและวิเคราะห์ของ Corundum	103
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัด และวิเคราะห์ของ Calcium carbonate	114
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัด และวิเคราะห์ของ Tin oxide	125
ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัด และวิเคราะห์ของ Coin	135
ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัด และวิเคราะห์ของ Coin I	144
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าการเปรียบเทียบผลการวัดตัวอย่าง coin เมื่อมีการเปลี่ยนตำแหน่ง XYZ-Stage	144
ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบผลการวัดและวิเคราะห์ระหว่าง Micro X-Ray Diffraction กับ X-Ray Diffractionmeter Bruker AXS Model D8 Discover	145

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

## หน้า

รูปที่ 2.1	ลักษณะของหลอดรังสีเอกซ์ และวงจรถงหลอดรังสีเอกซ์	7
รูปที่ 2.2	แสดงสเปกตรัมของรังสีเอกซ์จากเป้าโมลิบดีนัม	8
รูปที่ 2.3	แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัว	10
รูปที่ 2.4	แสดงการย้ายวงโคจรของอิเล็กตรอนในอะตอม	10
รูปที่ 2.5	แสดงการกระเจิงรังสีเอกซ์แบบเรย์ลีและแบบคอมป์ตัน	11
รูปที่ 2.6	Bragg's Law	13
รูปที่ 2.7	การสร้างสเปกแทททิกสองมิติ สามารถขยายให้เป็นสามมิติได้	14
รูปที่ 2.8	ก.แสดงแกน x,y,z ความยาวของแต่ละแกน ( a, b, c ) และมุม $\alpha$ , $\beta$ และ $\gamma$ ในหนึ่งหน่วยเซลล์ ข.แสดงแลททิสลูกบาศก์แบบง่าย ๆ	15
รูปที่ 2.9	แสดงลักษณะโครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ BCC	16
รูปที่ 2.10	แสดงหน่วยเซลล์แบบ BCC	16
รูปที่ 2.11	แสดงลักษณะโครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ FCC	17
รูปที่ 2.12	แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ HCP	18
รูปที่ 2.13	แสดงลักษณะโครงสร้าง HCP	19
รูปที่ 2.14	แสดงหน่วยเซลล์แบบ HCP	19
รูปที่ 2.15	แสดงระบบผลึกต่างๆ	21
รูปที่ 2.16	(a) Set of planes with a different Miller indices. (b) Set of planes in Hexagonal system	22
รูปที่ 2.17	แสดงส่วนประกอบของระบบ XRD Bruker AXS Model D8 Discover	24
รูปที่ 2.18	แสดงการทำงานของส่วนดิฟแฟรคชันของระบบ XRD D8 Discover	26
รูปที่ 2.19	แสดงส่วนการตรวจวัด ( detector )	26

## สารบัญรูป ( ต่อ )

## หน้า

รูปที่ 3.1	แสดงระบบของ Micro X-Ray Diffraction	28
รูปที่ 3.2	แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของระบบ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS	29
รูปที่ 3.3	แสดงภาพรังสีเอกซ์ที่ผ่าน collimators	30
รูปที่ 3.4	แสดงหลักการของสมการแบรกก์ $2 d \sin \theta = n \lambda$	31
รูปที่ 3.5	แสดงภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากไมโครโพรบด้วยการวัดของ 2D-Detector	31
รูปที่ 3.6	แสดงภาพชุด โคนิโอมิเตอร์ (Goniometer)	32
รูปที่ 3.7	แสดงภาพ Sample Stage แบบ XYZ-Stage มีขนาด 50 x 50 x 50 มิลลิเมตร	33
รูปที่ 3.8	ชุดกล้องวิดีโอควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์ใช้ในการ Sample Alignment	33
รูปที่ 3.9	แสดงภาพ ระบบเลเซอร์	34
รูปที่ 3.10	แสดงภาพ กล้องวิดีโอ	34
รูปที่ 3.11	แสดงภาพ ตัวรับสัญญาณแบบ 2- Dimensional Detector, Hi-Star Area Detector	35
รูปที่ 3.12	แสดงภาพส่วนระบายความร้อนด้วยน้ำ	37
รูปที่ 3.13	แสดงการนำสารตัวอย่าง ไปยึดติดกับแป้น X YZ- Stage	38
รูปที่ 3.14 ก.	แสดงภาพ Fe foil	39
	ข. แสดงการวางตำแหน่งของ Fe foil บน XYZ-Stage	39
รูปที่ 3.15 ก.	อุปกรณ์ Diffusion	40
	ข. การวางอุปกรณ์	40
รูปที่ 3.16	แสดงการกำหนด reset interval=5 และ bar-graph hold time=3	42
รูปที่ 3.17	แสดงแถบพลังงานที่เกิดขึ้นในแกน X	43
รูปที่ 3.18	แสดงการแถบพลังงานในแกน Y	45
รูปที่ 3.19 ก.	แสดงการถอด pin hole ที่อยู่ด้านใน	47
	ข. แสดง pin hole ที่ถอดออกจากข้างใน collimator	47
รูปที่ 3.20	แสดงการวางตำแหน่ง Fe foil ให้เหมาะสม	48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป ( ต่อ )

## หน้า

รูปที่ 3.21 แสดงการตั้งค่า Sample to detector surface → 30 และเลือก Frame size = 1024	48
รูปที่ 3.22 แสดง Flood free เปลี่ยนเป็น Linear	51
รูปที่ 3.23 แสดงการเลือกเวลาในการวัด และ ค่าสูงสุดที่วัดได้	52
รูปที่ 3.24 แสดงภาพเสร็จขั้นตอนการ Flood free calibration	52
รูปที่ 3.25 แสดงภาพ การใช้โปรแกรม GADD	53
รูปที่ 3.26 แสดงภาพ การใช้โปรแกรม GADD Option for Collect scan Single Run	54
รูปที่ 3.27 แสดงภาพการใช้ วิดีโอ ในการหาค่าตำแหน่ง	55
รูปที่ 3.28 แสดงภาพ การถอด pin hole	57
รูปที่ 3.29 แสดงภาพการวางตำแหน่ง Fe foil ให้อยู่ตำแหน่งเหมาะสม	57
รูปที่ 3.30 แสดงภาพด้านหน้า GADD	58
รูปที่ 3.31 แสดงภาพหน้าแผ่นทองแดงมาวางประกบด้านหน้าของ GADD	59
รูปที่ 3.32 แสดงภาพ แผ่นทองแดงอยู่บน GADD	59
รูปที่ 3.33 แสดงภาพส่วนของ Spatial จะเปลี่ยนเป็น Linear	60
รูปที่ 3.34 แสดงการเลือกเวลาในการวัด และ ค่าสูงสุดที่วัดได้	61
รูปที่ 3.35 แสดงภาพที่เสร็จขั้นตอน Spatial Correction Calibration	62
รูปที่ 3.36 แสดงภาพ Collimator ที่มีขนาด 0.5mm	63
รูปที่ 3.37 แสดงภาพการวางตำแหน่ง Corundum	63
รูปที่ 3.38 แสดงภาพการปรับให้ตรงตำแหน่งกับ peak ของ Corundum	67
รูปที่ 3.39 แสดงภาพ เครื่องมือ control ปรับแต่งทิศทาง XYZ – Stage	69
รูปที่ 3.40 แสดงภาพของการทำ Sample Alignment ของ Video image of measured spot	70
รูปที่ 3.41 แสดงภาพการเปิดโปรแกรม Merge และเข้าไปหา file	71
รูปที่ 3.42 แสดงภาพหา File ของสารที่ต้องการ ต้องเป็นสกุล raw	71
รูปที่ 3.43 แสดงขั้นตอนหา File ได้แล้ว	72
รูปที่ 3.44 แสดงการ COPY File และเปลี่ยนสกุลตอนท้าย File เป็น m	72
รูปที่ 3.45 แสดงภาพขั้นตอนการ Integral	73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป ( ต่อ )

## หน้า

รูปที่ 3.46 แสดงการเปิดโปรแกรม eva	74
รูปที่ 3.47 แสดงการเข้าหา File โดยการกดปุ่ม Import	75
รูปที่ 3.48 แสดงภาพการเลือก File ของสาร โดยต้องมี .m.raw เท่านั้น	75
รูปที่ 3.49 แสดงภาพ Peak ที่ได้หลังจาก Integral แล้ว	76
รูปที่ 3.50 แสดงภาพโปรแกรมตั้งค่าหาค่า d(Å) โดยการกด View และไปที่ Setting	77
รูปที่ 3.51 แสดงภาพการตั้งค่าโดยไปที่ Sizes	78
รูปที่ 3.52 แสดงภาพ การแก้ จาก hkl=%5 เป็น A=%1 d: %2 และ I=%3	78
รูปที่ 3.53 แสดงภาพ การกดปุ่มที่ Toolbox	79
รูปที่ 3.54 แสดงภาพหลังจากกดปุ่ม Toolbox	79
รูปที่ 3.55 แสดงภาพ การกดปุ่มลูกศร (ภาพ 1 ) ลากลูกศรลงมายัง บนยอดPeak (ภาพ 2 )	80
รูปที่ 3.56 แสดงภาพการ Integral แล้ว	81
รูปที่ 3.57 แสดงการเข้าคำสั่ง Search/match	81
รูปที่ 3.58 แสดงการMark Peak เพื่อในการเลือกสาร	82
รูปที่ 3.59 แสดงภาพการ Search หาสารที่เหมือนกับสารตัวอย่าง	83
รูปที่ 3.60 แสดงภาพ การเลือกสารใน toolbox ที่มี Peak ที่ใกล้เคียงกับสารตัวอย่างที่วิเคราะห์	84
รูปที่ 3.61 แสดงภาพ ทำเครื่องหมายถูกหน้าสารที่มี Peak ที่ใกล้เคียงและ กดปุ่ม Scroll List Mode	85
รูปที่ 3.62 แสดงภาพเข้าโปรแกรม hkl-Gen	86
รูปที่ 3.63 แสดงภาพเลือกโครงสร้างอะตอมของสารว่าเป็นชนิดใด	87
รูปที่ 3.64 แสดงภาพเข้าคำสั่ง Get Cell	88
รูปที่ 3.65 แสดงภาพการเข้าคำสั่ง Append	89
รูปที่ 3.66 แสดงภาพการเข้าคำสั่ง Append To List	90
รูปที่ 3.67 แสดงภาพการหาค่าดัชนีมิลเลอร์ของสารตัวอย่าง	91
รูปที่ 4.1 แสดงภาพการใช้กล้องวิดีโอในการจับภาพสาร Corundum	94

ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X = 16.15mm, Y= 14.58mm, Z=27.047mm

รูปที่ 4.2 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	95
---	----

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป ( ต่อ )

	หน้า
รูปที่ 4.3 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	95
รูปที่ 4.4 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 35.5 – 54.4 )	96
รูปที่ 4.5 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.5 – 54.4 )	96
รูปที่ 4.6 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	97
รูปที่ 4.7 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	97
รูปที่ 4.8 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	98
รูปที่ 4.9 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	98
รูปที่ 4.10 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	99
รูปที่ 4.11 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	99
รูปที่ 4.12 แสดงภาพ $2\theta(^{\circ})$ $d(\text{Å})$ และ Intensity ของ Corundum ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate แล้ว	100
รูปที่ 4.13 แสดงภาพ Peak Corundum ที่มี ค่าดัชนี มิทเทอร์ กำกับในแต่ละ Peak	101
รูปที่ 4.14 แสดงภาพการใช้กล้องวีดิโอในการจับภาพสาร Calcium Carbonate ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X = 10.543mm, Y = 15.829mm, Z=22.765mm	105
รูปที่ 4.15 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	106
รูปที่ 4.16 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	106
รูปที่ 4.17 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	107
รูปที่ 4.18 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	107
รูปที่ 4.19 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	108
รูปที่ 4.20 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	108
รูปที่ 4.21 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	109
รูปที่ 4.22 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	109
รูปที่ 4.23 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	110
รูปที่ 4.24 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	110
รูปที่ 4.25 แสดงภาพ $2\theta(^{\circ})$ $d(\text{Å})$ และ Intensity ของ Calcium Carbonate ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate	111

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.26 แสดงภาพ Peak Calcium Carbonate ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak	112
รูปที่ 4.27 แสดงภาพนำตัวอย่าง Calcium Carbonate วัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD Bruker AXS Model D8 Discover	113
รูปที่ 4.28 แสดงภาพการใช้กล้องวิดีโอในการจับภาพสาร Tin Oxide ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X =16.20mm, Y= 13.719mm, Z=16.742mm	116
รูปที่ 4.29 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	117
รูปที่ 4.30 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	117
รูปที่ 4.31 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	118
รูปที่ 4.32 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	118
รูปที่ 4.33 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	119
รูปที่ 4.34 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	119
รูปที่ 4.35 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	120
รูปที่ 4.36 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	120
รูปที่ 4.37 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	121
รูปที่ 4.38 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	121
รูปที่ 4.39 แสดงภาพ $2\theta(^{\circ})$ d(Å) และ Intensity ของ Tin Oxide ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate แล้ว	122
รูปที่ 4.40 แสดงภาพ Peak Tin Oxide ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak	123
รูปที่ 4.41 แสดงภาพนำตัวอย่าง Tin oxide วัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD Bruker AXS Model D8 Discover	124
รูปที่ 4.42 แสดงภาพการใช้กล้องวิดีโอในการจับภาพสาร เหริชญาบาท ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X =9.877mm, Y= 9.873mm, Z=19.961mm	127
รูปที่ 4.43 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	128
รูปที่ 4.44 แสดง Peak เหริชญาบาท ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	128
รูปที่ 4.45 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	129

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.46 แสดง Peak เหริชญาบาทที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	129
รูปที่ 4.47 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	130
รูปที่ 4.48 แสดง Peak เหริชญาบาท ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	130
รูปที่ 4.49 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	131
รูปที่ 4.50 แสดง Peak เหริชญาบาท ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	131
รูปที่ 4.51 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	132
รูปที่ 4.52 แสดง Peak เหริชญาบาท ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	132
รูปที่ 4.53 แสดงภาพ $2\theta(^{\circ})$ $d(\text{\AA})$ และ Intensity ของเหริชญาบาท ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate แล้ว	133
รูปที่ 4.54 แสดงภาพ Peak เหริชญาบาท ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak	134
รูปที่ 4.55 แสดงภาพการใช้กล้องวีดิโอในการจับภาพสาร เหริชญาบาท ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X =8.924mm, Y= 9.873mm, Z=19.893mm	136
รูปที่ 4.56 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท 1 ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	137
รูปที่ 4.57 แสดง Peak เหริชญาบาท1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )	137
รูปที่ 4.58 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท 1 ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	138
รูปที่ 4.59 แสดง Peak เหริชญาบาท1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )	138
รูปที่ 4.60 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท 1 ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	139
รูปที่ 4.61 แสดง Peak เหริชญาบาท1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )	139
รูปที่ 4.62 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท 1 ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	140
รูปที่ 4.63 แสดง Peak เหริชญาบาท1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )	140
รูปที่ 4.64 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริชญาบาท 1 ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	141
รูปที่ 4.65 แสดง Peak เหริชญาบาท1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )	141
รูปที่ 4.66 แสดงภาพ $2\theta(^{\circ})$ $d(\text{\AA})$ และ Intensity ของ เหริชญาบาท1 ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate แล้ว	142
รูปที่ 4.67 แสดงภาพ Peak เหริชญาบาท1 ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak	143

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในวัสดุต่าง ๆ นั้นเทคนิคการวิเคราะห์ที่นิยมกันมาก คือ การวัดวิเคราะห์ด้วยหลักการ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ( X-Ray diffraction ) ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์นี้จึงนิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย ทั้งในด้าน การศึกษาและวิจัย โรงงานอุตสาหกรรม การตรวจสอบหลักฐานทางนิติวิทยาศาสตร์ เป็นต้น โดยทั่วไปแล้วเครื่องมือที่นิยมใช้กันเป็นส่วนมากในประเทศไทยคือเครื่องเอกซ์เรย์เพาเวอร์เคอร์ดิฟแฟรคโตรมิเตอร์ ( X-Ray Powder Diffractometer ) ซึ่งเครื่องมือนี้มีข้อจำกัดของวัสดุ หรือ ตัวอย่าง คือ ตัวอย่างที่จะทำการวัดและวิเคราะห์จะต้องเป็นผงละเอียด(Powder)และใช้ปริมาณไม่มากนัก ข้อจำกัดนี้จะไม่ค่อยมีผลต่อการใช้สำหรับการศึกษาหรือวิจัยหรือในวงการอุตสาหกรรมต่างๆแต่สำหรับงานในด้านคดีความต่างๆที่จำเป็นจะต้องใช้เทคนิคนี้วัดและวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อตรวจสอบหลักฐานทางนิติวิทยาศาสตร์นั้นมีความจำเป็นจะต้องใช้ตัวอย่างตามรูปแบบของคดีความเพราะเนื่องจากไม่สามารถทำลายหลักฐานของตัวอย่างที่เก็บมาพิสูจน์ได้ในข้อจำกัดของงานในการตรวจสอบหลักฐานทางนิติวิทยาศาสตร์นี้จึงมีการเลือกกระบวนหรือเครื่องมือที่เหมาะสมซึ่งเรียกเครื่องมือนี้ว่า

“ Micro X-Ray Diffraction “

อย่างไรก็ตามในการตรวจสอบหลักฐานทางด้านนิติวิทยาศาสตร์พบว่าตัวอย่างที่จะนำมาวัดและวิเคราะห์จะมีความแตกต่างและหลากหลายมากมายนักจึงทำให้นักวิเคราะห์หรือนักวิทยาศาสตร์ที่ทำงานทางด้านนี้มีการขาดความเชื่อมั่น ความรู้ และความชำนาญ ในการทำงานกับเครื่องมือนี้ ซึ่งจากที่กล่าวมาแล้วนั้นถ้าเป็นตัวอย่างสำหรับงานศึกษาและวิจัยการวัดและวิเคราะห์ก็จะอยู่ในวงที่จำกัดกว่าโดยจะหาความถูกต้องแม่นยำในการวิเคราะห์ค่อนข้างทำไม่ยากนัก ดังนั้นในการศึกษาโครงการพิเศษนี้มีความสนใจที่จะศึกษาถึงหลักการและระบบการวัดและวิเคราะห์ของเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของ บริษัท Bruker พร้อมกับแนวทางในการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อใช้เป็นคู่มือการวัดและวิเคราะห์ของเครื่องให้กับสถาบันนิติวิทยาศาสตร์บริการ แผนกกลุ่มตรวจสอบอาวุธปืนและวัตถุพยานทางฟิสิกส์

## 1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาระบบวัดและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
- 1.2.2 เพื่อศึกษาระบบการวัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Micro X-Ray Diffraction
- 1.2.3 เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบระบบการวัดและวิเคราะห์แบบ X-Ray Powder Diffraction กับแบบ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS

## 1.3. ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1. ศึกษาทฤษฎีและหลักการพื้นฐานของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์
- 1.3.2. ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่องมือ X-Ray Powder diffraction
- 1.3.3. ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่องมือ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของบริษัท Bruker
- 1.3.4. ศึกษาวิธีการวัดและวิเคราะห์ของระบบเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของบริษัท Bruker
- 1.3.5. ศึกษาการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่างของระบบเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของบริษัท Bruker
- 1.3.6. ศึกษาการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่างของระบบเครื่อง X-Ray Powder diffraction
- 1.3.7. เปรียบเทียบวิธีการวัดและวิเคราะห์ผลจากตัวอย่างระหว่างเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของบริษัท Bruker และ X-Ray Powder diffraction
- 1.3.8. สรุปผลการวิเคราะห์ของระบบการวัด

## 1.4. ระยะเวลาในการทำวิจัย

ช่วงเวลา	ขั้นตอนการดำเนินการ
เมษายน – มิถุนายน พ.ศ. 2549	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาทฤษฎีและหลักการพื้นฐานของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์</li> <li>- ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่องมือ X-Ray Powder diffraction</li> </ul>
กรกฎาคม – สิงหาคม พ.ศ. 2549	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่องมือ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS</li> </ul>
กันยายน – ตุลาคม พ.ศ. 2549	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาวิธีการวัดและวิเคราะห์ของระบบเครื่องมือ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS</li> </ul>
พฤศจิกายน – ธันวาคม พ.ศ. 2549	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ศึกษาการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่างของระบบเครื่องมือ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS</li> <li>- ศึกษาการวัดและวิเคราะห์ตัวอย่างของระบบเครื่องมือ X-Ray Powder diffraction</li> </ul>
มกราคม – กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2550	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เปรียบเทียบวิธีการวัดและวิเคราะห์ผลจากตัวอย่างระหว่างเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS และ X-Ray Powder diffraction</li> </ul>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.5. ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 มีความรู้ความเข้าใจของหลักสูตรที่เรียนมา มาประยุกต์ใช้กับระบบการวัดด้วยเครื่อง X-Ray Powder Diffractometer กับการปฏิบัติงานจริง
- 1.5.2 มีความรู้ความเข้าใจเป็นพื้นฐานในการปฏิบัติงานจากการใช้โปรแกรมการทำงานของระบบควบคุมการวัดและวิเคราะห์เครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS
- 1.5.3 เป็นแนวทางการใช้เครื่องมือ X-Ray Diffraction Model DISCOVER with GADD-2Detector เพื่อทำการวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่างสำหรับการพิสูจน์หลักฐาน ในทางฟิสิกส์
- 1.5.4 ทำให้มีความรู้เพิ่มเติมในการศึกษาค้นคว้าทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับเครื่องมือ X-Ray Diffraction

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เมื่อปี ค.ศ. 1895 W.C. Rontgen ได้ค้นพบรังสีเอ็กซ์ (X - Rays) ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1 - 100 อังสตรอม (Å) หรือ 0.01-10 nm รังสีเอ็กซ์จัดว่าเป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญที่นำมาใช้ในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์โดยอาศัยพฤติกรรมของแสงที่แสดงสมบัติเป็นได้ทั้งคลื่นและอนุภาค อย่างไรก็ตามการศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) หรือโครงสร้างของสารประกอบจะอาศัยรังสีเอ็กซ์แสดงคุณสมบัติเป็นคลื่นโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X - Ray diffraction) อนึ่งการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกลงบนผลึก (crystal) ของตัวอย่าง แล้วคลื่นเกิดการเสริมสร้างหรือหักล้างกัน โดยมีเงื่อนไขตามกฎของแบรกก์ (Bragg Law's)

เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-Ray diffractometer : XRD) เป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลายตัวอย่าง (Non - Destructive Analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก (crystallography) เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับตรวจสอบสมบัติของวัสดุดิบ และผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตขั้นตอนต่างๆ

ในการศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์แบบ XRD จำเป็นต้องมีพื้นฐานความรู้ความเข้าใจในหัวข้อต่างๆ ดังต่อไปนี้

#### 2.1 รังสีเอ็กซ์

ในปี ค.ศ. 1895 เรินท์เกน นักวิทยาศาสตร์ชาวเยอรมันกำลังทำการทดลองเกี่ยวกับรังสีแคโทดอยู่ในห้องที่มีดสนิท ในขณะที่ทำการทดลองนั้นเรินท์เกนได้สังเกตเห็นก้อนแร่เบเรียมแพลทินไอโซไซยาไนด์ ที่วางอยู่ไม่ห่างจากหลอดรังสีแคโทด ไม่มากนักเกิดการเรืองแสงขึ้น ปกติก้อนแร่จะเรืองแสงเมื่อถูกรังสีไวโอเลต แต่ในขณะที่นั้น ไม่มีแสงอุลตราไวโอเลตอยู่เลย เรินท์เกนจึง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปว่าจะต้องมีรังสีบางอย่างเกิดขึ้นที่หลอดรังสีแคโทด และเรียกชื่อรังสีนี้ว่า “รังสีเอกซ์” หลังจากนั้นต่อมาพบว่ารังสีเอกซ์มีคุณสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม มีอำนาจในการทะลุทะลวงสูงและไม่เบี่ยงเบนด้วยสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็ก

รังสีเอกซ์มีคุณสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีคุณสมบัติเป็นได้ทั้งคลื่นและอนุภาคแล้วแต่กรณี สำหรับคุณสมบัติที่เป็นอนุภาค จะเรียกว่า “โฟตอน” ดังนั้นบางครั้งจึงเรียกรังสีเอกซ์ว่า โฟตอนรังสีเอกซ์ ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงาน โฟตอนของรังสีเอกซ์กับความถี่สามารถหาได้จาก

$$E = hv \quad \dots \quad 2.1$$

เมื่อ

E : พลังงาน

h : Planck's constant ( $6.624 \times 10^{-34}$  Js)

v : ความถี่คลื่น หรือมีค่าเท่ากับ  $c / \lambda$

ดังนั้นจากสมการที่ 2.1 ถ้าแทนค่า v จะได้สมการความสัมพันธ์ของพลังงานและความยาว

คลื่น( $\lambda$ )

หรือ

$$E = hc / \lambda \quad \dots \quad 2.2$$

เมื่อ

c : ความเร็วแสง ( $3 \times 10^8$  m/s)

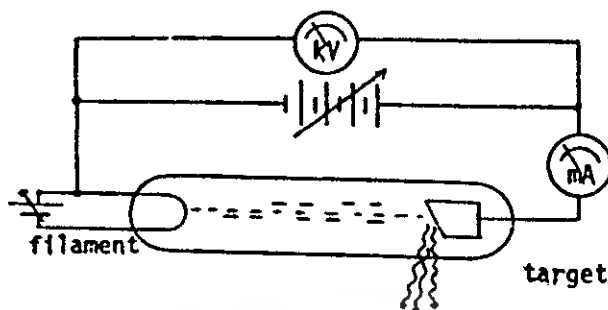
$\lambda$  : ความยาวคลื่น ( $\text{\AA}$  ;  $1 \text{\AA} = 10^{-10}$  m)

จากสมการที่ 2.2 เมื่อแทนค่าคงที่ (h c) และแปลงหน่วยความยาวคลื่นเป็นอังสตรอม พลังงานในหน่วยของกิโลอิเล็กตรอน โวลต์ สามารถเขียนความสัมพันธ์ของพลังงานและความยาวคลื่นได้ดังนี้

$$E = 12.4 / \lambda \quad \dots \quad 2.3$$

### 2.1.1 หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์

หลังจากเรินท์เกนค้นพบรังสีเอกซ์ที่เกิดจากหลอดรังสีแคโทดแล้ว ต่อมาคลูดิลด์ (Coolidge) ได้พัฒนาหลอดรังสีเอกซ์ขึ้นมาโดยอาศัยหลักการเร่งอิเล็กตรอนที่ปลดปล่อยจากไส้หลอดให้ชนเป้าภายในหลอดสูญญากาศด้วยไฟฟ้าศักดาสูง ทำให้เกิดการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องออกมาเรียกรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นนี้ว่ารังสีเอกซ์ต่อเนื่อง หรือ เบรมสตาอุทซ์ หลอดรังสีเอกซ์มีลักษณะ โครงสร้างของหลอดทั่วไปดังในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ลักษณะของหลอดรังสีเอกซ์ และวงจรของหลอดรังสีเอกซ์

### 2.1.1.1 ระบบควบคุมการกำเนิดรังสีเอกซ์

หลอดรังสีเอกซ์จะมีหลักการควบคุมการกำเนิดรังสีเอกซ์ โดยอาศัยกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ ประกอบด้วยองค์ประกอบที่สำคัญ 3 ส่วน คือ

- แหล่งจ่ายศักดาไฟฟ้าสำหรับต้นกำเนิดอิเล็กตรอนอิสระ (filament power supply)
- แหล่งจ่ายไฟฟ้าศักดาสูง (high voltage power supply) สำหรับเร่งการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนให้มีพลังงานสูงสู่เป้าหมายรังสีเอกซ์
- ระบบป้องกันความเสียหายแก่หลอดป้องกันรังสีเอกซ์ ได้แก่ ระบบป้องกันความร้อนสูงเกิน ระบบป้องกันศักดาไฟฟ้าของไส้หลอดเกิน เป็นต้น

### 2.1.1.2 การเกิดสเปกตรัมของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์เกิดจากการเปลี่ยนระดับพลังงานของอะตอมจากระดับพลังงานสูงไปสู่ระดับพลังงานต่ำ รังสีเอกซ์นี้อาจเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของสารกัมมันตรังสี หรือเกิดจากกลไกอิเล็กทรอนิกส์ที่มนุษย์ผลิตขึ้น กล่าวคือเมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น จะทำให้อิเล็กตรอนของอะตอมนอกนิวเคลียสได้รับผลการกระตุ้นทำให้เกิดการเปลี่ยนจากสภาวะปกติ ไปสู่สภาวะกระตุ้น และจะลดระดับพลังงานกลับเข้าสู่สภาวะปกติโดยการที่มวลอะตอมไม่มีการเปลี่ยนแปลง ในขณะที่กลับเข้าสู่สภาวะปกตินั้นจะเกิดการแทนที่ว่างจากอิเล็กตรอนวงนอกซึ่งมีพลังงานสูงเข้าแทนที่อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไปจากวงโคจรนั้น การแทนที่นี้จะเกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาจากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ถูกปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์” แต่ถ้าสภาวะรับการกระตุ้นให้อะตอมเปลี่ยนระดับพลังงานสู่สภาวะปกติบริเวณนิวเคลียสที่ปลดปล่อยคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

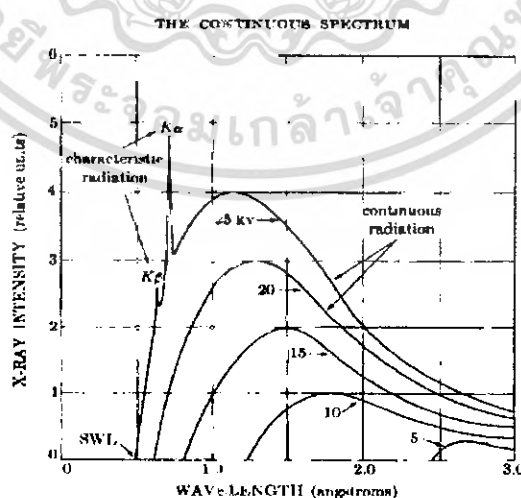
แม่เหล็กไฟฟ้าออกมาจะ เรียกว่า “รังสีแกมมา” ซึ่งจะเห็นได้ว่ารังสีเอกซ์และรังสีแกมมามีคุณสมบัติที่เหมือนกันแตกต่างกันตรงที่แหล่งกำเนิดเท่านั้น

ในทางปฏิบัติมักใช้วิธีการกระตุ้นหรือยิงด้วยอิเล็กตรอนหรือโฟตอนทำให้เกิดรังสีเอกซ์ ซึ่งสามารถแบ่งชนิดของรังสีเอกซ์ตามกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนที่เกินจากอะตอมบริเวณชั้น โครออิเล็กตรอนได้ 2 ชนิดคือ

ก. รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง ( Continuous X - Ray)

รังสีเอกซ์ต่อเนื่องมีลักษณะเป็นรังสีที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงค่าสูงสุด บางครั้งเรียกว่า “โพลี โคมาทิค(Polychromatic)” หรือ “รังสีขาว (White radiation)” หรือ “เบรมสตราลุงท์ (Bremsstrahlung or Breaking radiation)” ซึ่งปรากฏการณ์เกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องนี้ เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าสู่สนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตจะทำให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่และลดความเร็วลงพร้อมทั้งสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ซึ่งความเข้มและความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์จะกระจายอย่างต่อเนื่อง ดังรูปที่ 2.1 โดยรังสีเอกซ์ต่อเนื่องที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของเลขอะตอม (atomic number) ที่นำมาทำเป้าของหลอดรังสีเอกซ์ (target X – tube)

เมื่อวิเคราะห์รังสีที่มาจากเป้า จะพบว่า ประกอบไปด้วยรังสีที่มีความยาวคลื่นต่างๆ กัน และการผันแปรของความเข้มกับความยาวคลื่น ขึ้นอยู่กับชนิดของเป้าในหลอดรังสีเอกซ์ สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากเป้า โมลิบดีนัม (Molybdenum) แสดงดังภาพที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แสดงสเปกตรัมของรังสีเอกซ์จากเป้าโมลิบดีนัม

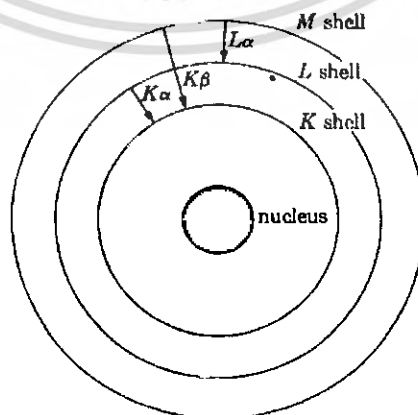
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ข. รังสีเอกซ์เฉพาะตัว(Characteristic X- Ray)

รังสีเอกซ์เฉพาะตัวมีลักษณะเป็นรังสีที่มีพลังงานเดียว ( monochromatic) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ซึ่งปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีชนิดนี้จะเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่นๆ หรือโฟตอนพลังงานสูง (E) เคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K,L,M และ N เป็นต้น แล้วเกิดการถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอนอิเล็กตรอนในชั้นโคจรเมื่อได้รับพลังงานเพิ่มขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรก็จะหลุดออกจากวงโคจร เกิดเป็นที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรนั้น ทำให้อะตอมอยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นและลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาแทนที่ในวงโคจรชั้นที่ว่างและเกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนที่เกินออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ พลังงานส่วนที่เกินนี้จะมีพลังงานเท่ากับความต่างของพลังงานยึดเหนี่ยว เฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและชนิดของธาตุนั้นๆ และจะมีพลังงานเฉพาะค่า คำนึงรังสีเอกซ์ชนิดนี้จึงเรียกว่า “รังสีเอกซ์เฉพาะตัว” (Characteristic X- Ray)



รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัว



รูปที่ 2.4 แสดงการย้ายวงโคจรของอิเล็กตรอนในอะตอม

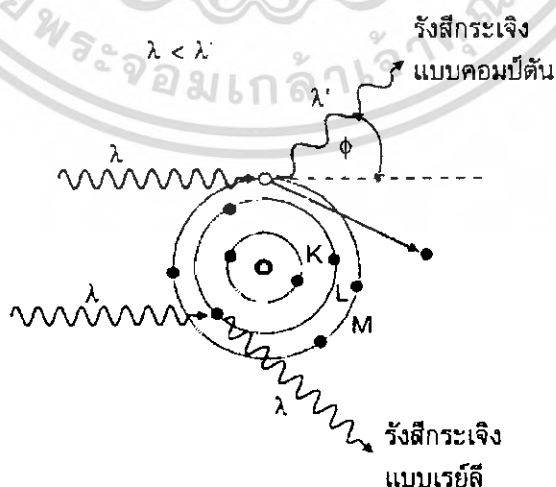
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.1.3 สมบัติของรังสีเอ็กซ์ (Properties of X - Rays)

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

#### ก. การกระเจิงแบบโคฮีเรนต์และอินโคฮีเรนต์ (Coherent and Incoherent Scattering)

การกระเจิงจะเกิดขึ้นเมื่อโฟตอนรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนของธาตุที่เป็นเป้าโลหะ (target) ถ้าการชนไม่เกิดการสูญเสียพลังงานจะเรียกการชนแบบยืดหยุ่น (elastic collision) การกระเจิงที่เกิดขึ้นจากการชนครั้งนี้จะเป็นแบบโคฮีเรนต์ (Coherent or reyleigh scattering) โดยพลังงานทั้งหมดจะไม่มีเปลี่ยนแปลง นั่นคือรังสีที่เกิดจากการกระเจิงแบบโคฮีเรนต์จะมีค่าเท่ากับความยาวคลื่นของลำรังสีที่ตกกระทบ คลื่นของการกระเจิงนี้จะอธิบายโดยโฟตอนปฐมภูมิ (primary photon) ในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) เมื่อคลื่นเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนจะถูกออสซิลเลท (Oscillate) ด้วยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่เดียว โดยความเข้มของการกระเจิงจะขึ้นอยู่กับค่าเฉลี่ยของเลขอะตอมและพลังงานของรังสีที่ตกกระทบ ส่วนปรากฏการณ์ที่มีการสูญเสียพลังงานบางส่วนของการชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกซึ่งมีพลังงานยึดเหนี่ยวน้อยจะเรียกปรากฏการณ์แบบนี้ว่า อินโคฮีเรนต์ (Incoherent (Compton) scattering) การชนแบบนี้อิเล็กตรอน จะถูกสะท้อนกลับ (recoil) ภายใต้อิทธิพลของแรงที่อิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (recoil) เล็กน้อยนั้น จะทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานหรือทำให้ความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.5 แสดงการกระเจิงรังสีเอ็กซ์แบบเรย์ลีและแบบคอมป์ตัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ข. การแทรกสอดและการเลี้ยวเบน (Interference and Diffraction)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X - Ray diffraction) เป็นการรวมกันของสองปรากฏการณ์ คือ การกระเจิงแบบโคฮีเรนต์ (Coherent scattering) และการแทรกสอด (Interference) ซึ่งถ้ามีคลื่นตั้งแต่สองชุดขึ้นไป เคลื่อนที่ผ่านตัวกลางเดียวกันจะเกิดการแทรกสอดกันกลายเป็นคลื่นรวม โดยที่เงื่อนไขในทางเรขาคณิตจะอธิบายปรากฏการณ์แทรกสอดนี้ว่า “ความยาวคลื่นที่มีเฟสที่แน่นอน” ถึงแม้ว่าจะมีคลื่นส่วนอื่นเพิ่มเข้าไปแต่ก็ยังแสดงให้เห็นถึงเฟสที่เกิดขึ้นได้อย่างชัดเจน ซึ่งจะทำให้ผลการเลี้ยวเบนเกิดสูงสุด

ในปีค.ศ. 1912 แบริก (W.L.Bragg) ได้ทำการยิงลำรังสีเอกซ์แคบๆกระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม  $\theta$  และได้อธิบายแนวคิดเพิ่มเติมว่า แนวรังสีสะท้อนจะพบได้เมื่อรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบที่ขนานกันมีการแทรกสอดแบบเสริมกัน และถือว่าการกระเจิงของรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบเป็นแบบยืดหยุ่น นั่นคือพลังงานของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมาจะมีค่าเท่ากับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ

การแทรกสอดแบบเสริมสร้างของรังสีสะท้อนจากระนาบคู่ขนานจะเกิดขึ้นเมื่อผลต่างของระยะทางมีค่าเป็นเลขจำนวนเต็ม  $n$  ของความยาวคลื่น พิจารณาดังรูป และเขียนความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$CB + BD = n \lambda$$

เมื่อ  $n = 0, 1, 2, 3, \dots$

$\theta =$  มุมที่ลำรังสีมาตกกระทบทำกับระนาบ

$$CB = AB \sin \theta$$

$$BD = AB \sin \theta$$

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

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

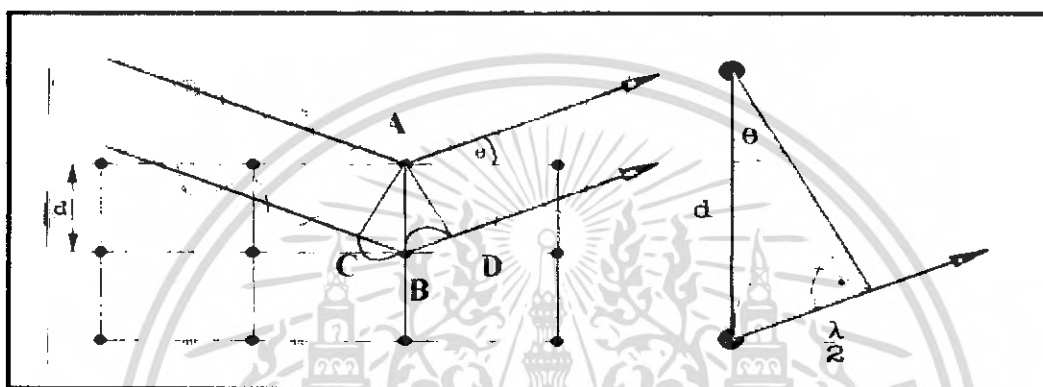
สมการนี้คือกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งระยะห่างระหว่างระนาบคู่ขนาน  $d$  ขึ้นอยู่กับเลขดัชนีของระนาบ  $(h k l)$  และค่าคงที่โครงข่าย  $a$

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ  $d$  : interplanar spacing ( $\text{\AA}$  ;  $1 \text{\AA} = 10^{-10} \text{ m}$ )  
 $\lambda$  : wavelength ( $\text{\AA}$ )  
 $\theta$  : angle between X-ray and crystal planes (degree)  
 $n$  : an integer

\*ค่ามุมที่วัดได้จากเครื่องเป็นมุม  $2\theta$  เนื่องจากเทียบกับรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ



รูปที่ 2.6 Bragg's Law

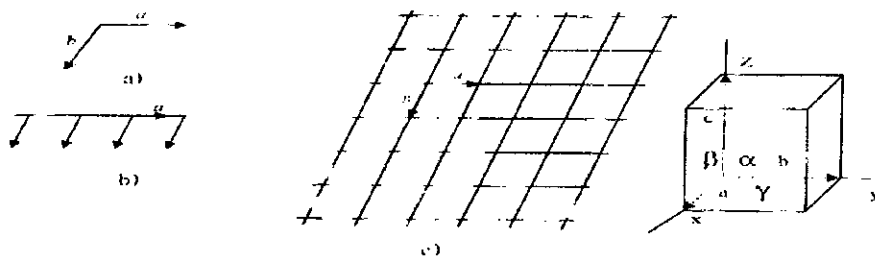
## 2.2 crystalline state

### 2.2.1 โครงสร้างผลึกและสเปซแลตทิซ (Crystal Structure And Space Lattice)

เมื่อโลหะแข็งตัวจะเป็นผลึกเล็ก ๆ รวมกันอยู่เป็นจำนวนมากเรียกว่า โพลีคริสตัลไลน์ (Polycrystalline) หรือเป็นหน่วยหนึ่งเซลล์ ซึ่งมีขนาดเล็กมาก โครงสร้างพื้นฐานภายในหน่วยเซลล์ ซึ่งมีอะตอมจัดเรียงตัวกันเป็นผลึก เรียกว่า โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) อะตอมภายในผลึกจัดเรียงตัวเป็นรูปทรงต่าง ๆ ใน 3 มิติ เรียกว่า คริสตัลแลตทิซ (Crystal Lattice) หรือสเปซแลตทิซ (Space Lattice) ซึ่งหมายถึงรูปทรงที่เกิดจากการเรียงตัวของตารางที่เป็นตาข่ายใน 3 มิติ ต่อเนื่องออกไป และในแต่ละจุดต่าง ๆ ก็มีสภาพแวดล้อมเหมือนกัน

โครงสร้างแบบผลึกก่อตัวกันขึ้นได้โดยอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมจะเกาะอยู่ ตามจุดต่าง ๆ เหล่านั้นและเรียงตัวตามลักษณะของตาข่ายเรียงซ้อนกัน โครงสร้างของอะตอมแบบสเปซแลตทิซใน 2 มิติเราสามารถกำหนดจุดแรกขึ้นแล้วลากเส้นเวกเตอร์ออกในทิศทางตั้งฉากกัน ดังรูป 2.7 หัวท้ายของเส้นเวกเตอร์ คือ จุด แลตทิซ เมื่อย้ายเวกเตอร์  $a$  ,  $b$  ไปยังจุดแลตทิซต่าง ๆ ตามแนวทางการย้าย จะได้ สเปซแลตทิซสองมิติ ดังรูป (c)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



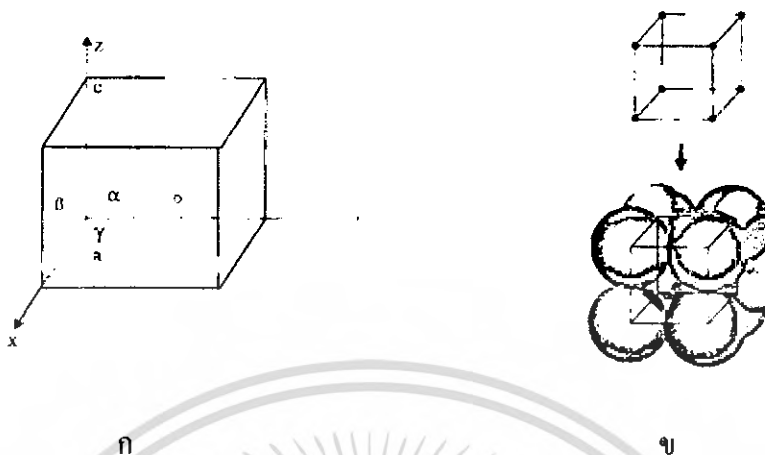
รูปที่ 2.7 การสร้างสเปซแลตทิซสองมิติ สามารถขยายให้เป็นสามมิติได้

โดยลากเส้นเวกเตอร์ที่ 3 คือ เวกเตอร์  $c$  ขึ้นมาจากจุดต่างระนาบกับเวกเตอร์  $a$  และ  $b$  สเปซแลตทิซสามมิติ มีเส้นเวกเตอร์  $a, b, c$  เป็นหน่วยเซลล์ลูกบาศก์ แต่ละหน่วยเซลล์จะสัมผัสกับจุดแลตทิซ 8 จุด (อะตอม) เพราะอยู่ 8 มุม และแต่ละมุมจะเฉลี่ยอะตอมกับหน่วยเซลล์อื่น ๆ รวมทั้งหมด 8 เซลล์ ถ้าขยายหน่วยเซลล์ออกไปจะเห็นลักษณะนี้ได้ชัดเจน หน่วยเซลล์ 8 หน่วย จะใช้อะตอมในแต่ละมุมรวมกัน ดังนั้นในหน่วยเซลล์จะครอบครองอะตอมแต่ละส่วนเพียง  $1/8$  หนึ่งหน่วยเซลล์มี 8 มุม จึงมีพลังอะตอมเท่ากับ  $1/8 \times 8 = 1$  อะตอม

### 2.2.2 ระบบโครงสร้างผลึกมาตรฐาน (Crystal Structure Systems)

โลหะส่วนใหญ่จะมีโครงสร้างผลึกที่ประกอบไปด้วย หน่วยเซลล์ (Unit Cell) เป็นจำนวนมาก ขนาดของแต่ละหน่วยเซลล์จะเล็กมากเช่นกัน การเกาะยึดเรียงตัวกันของหน่วยเซลล์จะต่อเนื่องกันไป ตามแนวระนาบของ แกนทั้งสามอย่างเป็นระบบ เป็นระเบียบ เป็นแบบเดียวกันโดยตลอด เพื่อความเข้าใจง่ายขึ้นเกี่ยวกับเรื่องระบบผลึกของสมมุติปัจจัย ที่เกี่ยวข้องดังนี้

ให้  $a, b, c$  เป็นระยะระหว่างอะตอมในแนวแกน  $x, y, z, \alpha, \beta, \gamma$  เป็นมุมระหว่างแกน  $y-z, z-x$  และ  $x-y$  ตามลำดับความยาว  $a, b$  และ  $c$  ซึ่งเป็นระยะห่างระหว่างอะตอม เรียกว่า สเปซแลตทิซ (Space Lattice) มีหน่วยเป็น แองสตรอม (Angstrom) ( $\text{\AA}$ )  $1 \text{\AA} = 10^{-8}$  มม. ค่าของ Space Lattice เรียกว่า แลตทิซ พารามิเตอร์ (Lattice Parameters) ดังรูป 2.8



รูปที่ 2.8 ก.แสดงแกน  $x, y, z$  ความยาวของแต่ละแกน ( $a, b, c$ ) และมุม  $\alpha, \beta$  และ  $\gamma$  ในหนึ่งหน่วยเซลล์ ข.แสดงแลตทิซลูกบาศก์แบบง่าย ๆ จะกลายเป็น โครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์แบบง่าย ๆ

สเปซแลตทิซหลายๆอันจะประกอบกันเป็น 1 หน่วยเซลล์ ในความเป็นไปได้หน่วยเซลล์ สามารถมีรูปแบบต่าง ๆ กัน ได้มากถึง 230 แบบ โดยจะจัดอยู่ใน 7 ระบบรูปแบบ และใน 7 ระบบ ดังกล่าวข้างอาจแบ่งออกเป็น 14 รูปแบบด้วยกัน

### 2.2.3 สเปซแลตทิซ (Space lattice)

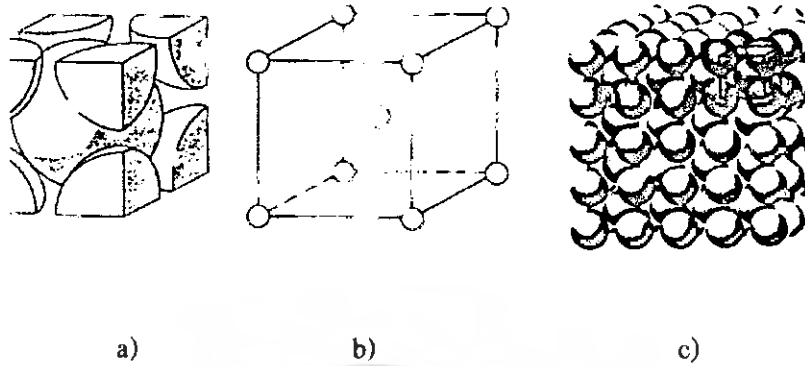
โหนดส่วนใหญ่ที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติจะมีลักษณะโครงสร้างอยู่ใน สเปซแลตทิซเพียง 3 แบบเท่านั้น คือ

1. Body Centered Cubic (BCC)
2. Face Centered Cubic (FCC)
3. Hexagonal Close – packed (HCP หรือ CPH)

#### 2.2.3.1 Body Centered Centered Cubic (BCC)

ลักษณะโครงสร้างของหน่วยเซลล์ ประกอบด้วยอะตอม 1 อะตอม อยู่ตรงศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ และแต่ละอะตอมรวมกัน 8 อะตอม อยู่ตรงมุมของหน่วยเซลล์ในลักษณะที่ทั้ง 8 อะตอม ดังกล่าวจะถูกใช้ร่วมกับหน่วยเซลล์อื่น ๆ ในระบบโครงสร้างโดยรวม โครงสร้างแบบ BCC จะมีพันธะการเกิดแรง โดยรวมเท่ากับ 2 อะตอม ดังรูปที่ 2.9 และรูปที่ 2.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะ โครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ BCC

a) แสดงหน่วยเซลล์ในลักษณะของแข็งทรงกลม

b) แสดงการเกิดหน่วยเซลล์

c) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก

(William D.Callister Jr, หน้า 33)



รูป ที่ 2.10 แสดงหน่วยเซลล์แบบ BCC

a) แสดงตำแหน่งอะตอม

b) หน่วยเซลล์ในลักษณะทรงกลมของแข็ง

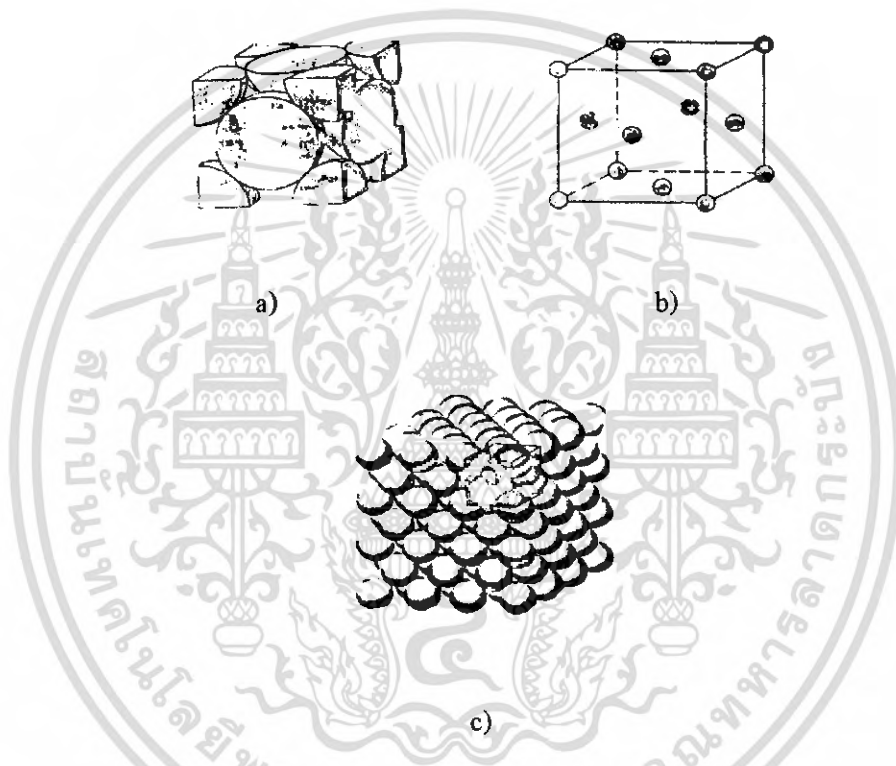
c) แสดงการแยกส่วนในหน่วยเซลล์

โครงสร้าง Body Centered Cubic (BCC) b พันธะการยึดเหนี่ยว : BCC = 2 อะตอม  
การคำนวณหาอะตอมใน 1 หน่วยเซลล์แบบ BCC จะเป็นดังนี้ ตัวอย่างชนิดของโลหะที่มี  
โครงสร้างแบบ BCC เช่น เหล็ก แอลฟา ( $\alpha$ -Fe) ที่อุณหภูมิห้อง วานาเดียม (V) โครเมียม (Cr)  
โมลิบดีนัม (Mo) และทังสเตน (W)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**2.2.3.2 Face Centered Cubic (FCC)**

ลักษณะ โครงสร้างของหน่วยเซลล์จะประกอบด้วยอะตอม อยู่ตรงมุมของหน่วยเซลล์ในลักษณะที่เข้าร่วมกับหน่วยเซลล์อื่น และอีก 6 อะตอม จะอยู่กึ่งกลางของผิวทั้งหกด้านของหน่วยเซลล์ ในลักษณะที่จะร่วมใช้กับอีก 1 หน่วยเซลล์ที่วางอยู่ติดกัน ในโครงสร้างแบบ FCC จะมีพันธะการเกิดแรงโคจรรวมเท่ากับ 4 อะตอม ดังรูป 2.11



รูปที่ 2.11 แสดงลักษณะ โครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ FCC

- a) แสดงหน่วยเซลล์ในลักษณะของแข็งทรงกลม
- b) แสดงการเกิดหน่วยเซลล์
- c) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก

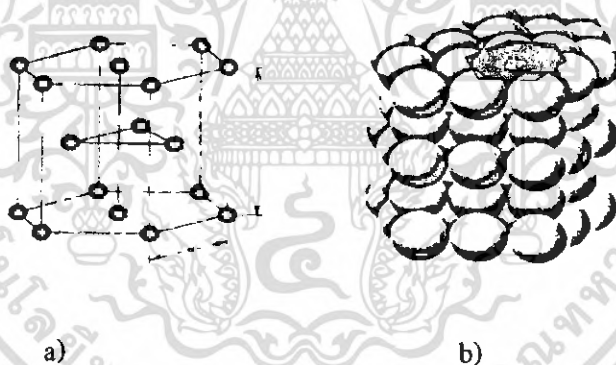
**76650**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้าง Face Centered Cubic (FCC) พันธะการยึดเหนี่ยว : FCC = 4 อะตอมตัวอย่างชนิดของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ FCC เช่น เหล็กแกมมา ( $\gamma$  - Iron) ในช่วงอุณหภูมิ 912 – 1,394 องศาเซลเซียส อะลูมิเนียม (Al) นิกเกิล (Ni) ทองแดง (Cu) เงิน (Ag) ทองคำขาว (Pt) และทอง (Au)

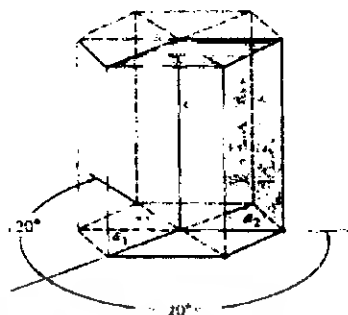
### 2.2.3.3 Hexagonal Close – Packed (HCP หรือ CPH)

ถึงแม้โลหะโดยทั่วไปจะมีระบบโครงสร้างหน่วยเซลล์เป็นแบบ Cubic ก็ตาม แต่ก็ยังมีโลหะที่ใช้งานโดยทั่วไปที่มีโครงสร้างผลึกในลักษณะที่รวมหน่วยเซลล์ เป็นแบบหกเหลี่ยม (Hexagonal) ลักษณะโครงสร้างผลึกในรูปแบบของ HCP ระนาบด้านบนและด้านล่างจะประกอบด้วย อะตอมตรงมุมหกเหลี่ยมด้านละ 6 อะตอม รวม 12 อะตอม อีก 2 อะตอม จะอยู่ที่กึ่งกลางของระนาบด้านบนและด้านล่าง และจะมีอีก 3 อะตอมอยู่ระหว่างระนาบด้านบนและด้านล่างในลักษณะระนาบ 3 เหลี่ยม ในโครงสร้างผลึกแบบ HCP จะมีพันธะการยึดเหนี่ยวทำกับ 6 อะตอม ดังแสดงในรูป 2.12 รูปที่ 2.13 และรูปที่ 2.14

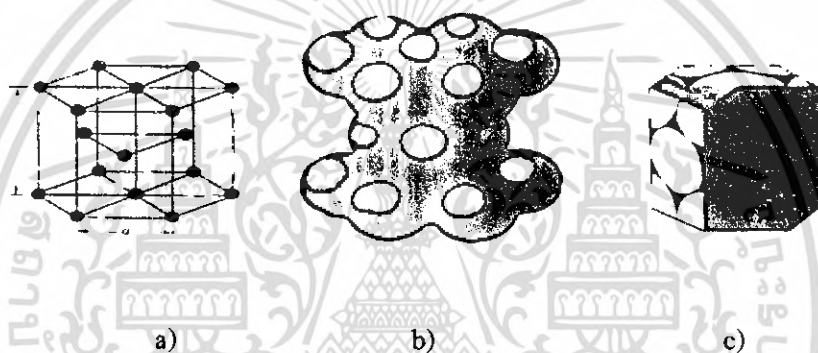


รูปที่ 2.12 แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ HCP

- a) แสดงลักษณะรูปทรงของหน่วยเซลล์ a และ c แสดงความสั้นและความยาวของรูปผลึก
- b) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก



รูปที่ 2.13 แสดงลักษณะ โครงสร้าง HCP



รูปที่ 2.14 แสดงหน่วยเซลล์แบบ HCP

- a) ตำแหน่งอะตอม
- b) หน่วยเซลล์ในลักษณะ ทรงกลมของแข็ง
- c) แสดงการแยกส่วนในหน่วยเซลล์

โครงสร้าง Hexagonal Close - Packed (HCP) พันธะการยึดเหนี่ยว HPC = 6 อะตอมการคำนวณหาพลังอะตอม (Atomic Force) ในระบบผลึกแบบ HCP จะเป็นดังนี้ ระบายบนและระบายล่าง จะมีระนาบละ 6 อะตอม ในสภาพที่ต้องใช้ร่วมกับผลึกอื่น ๆ ระบายละ 6 ผลึก

ตัวอย่างชนิดโลหะที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP เช่น เบอริเลียม (Be) แมกนีเซียม (Mg) ไททาเนียม (Ti) สังกะสี (Zn) และเซอร์โคเนียม (Zr)

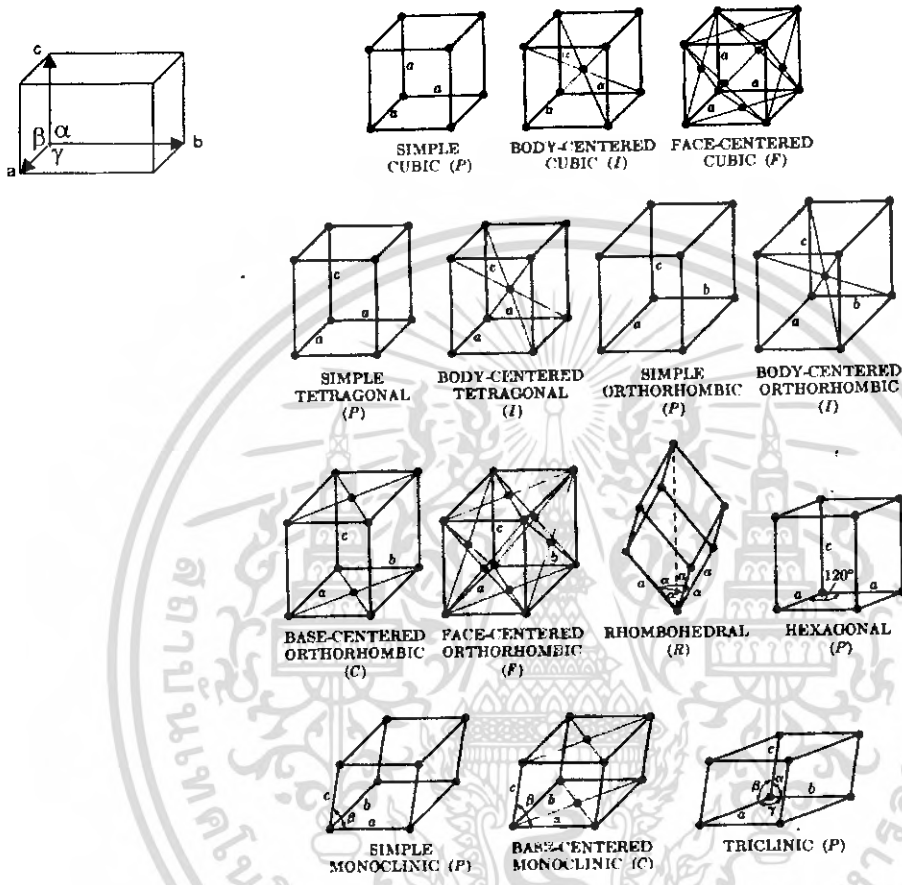
ในโครงสร้างแบบ BCC FCC และ HCP เหล่านี้ อาจมีการเปลี่ยนแปลงตัวเองได้ถ้าอุณหภูมิเปลี่ยนแปลง การที่โลหะหนึ่งโลหะใดรวมกับโลหะอื่นนั้นย่อมเป็นไปได้ ทั้งนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดของอะตอมและอุณหภูมิเป็นสำคัญ ถ้าอะตอมมีขนาดใกล้เคียงกันและมีโครงสร้างผลึกแบบเดียวกันอาจรวมกันได้ โลหะผสมที่เกิดขึ้นใหม่อาจมีโครงสร้างผลึกเหมือนเดิม หรือผิดไปจากเดิมก็ได้ แต่ถ้าเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อะตอมมีขนาดแตกต่างกันมากและมีโครงสร้างผลึกเป็นคณกะแบบ เป็นการยากที่รวมกันได้โลหะที่มีโครงสร้างแบบ (BCC Body Centered Cubic) เป็นโลหะที่ก้ำกั้ววัสดุค่อนข้างแข็งแรง มีค่าดัชนีความแข็งสูง สามารถรับแรงดึงได้ดี แต่จะไม่สามารถตีเป็นแผ่นหรือดึงเป็นเส้นไม่ได้ เช่น โครเมียม โครเมียม วานาเดียม และเหล็กแอลฟา เป็นต้นโลหะที่มีโครงสร้างแบบ (BCC Body Centered Cubic) เป็นโลหะที่มีเนื้อค่อนข้างอ่อนและมีความเหนียวมากกว่าแบบ BCC สามารถตีเป็นแผ่นหรือยึดเป็นเส้นได้ง่ายกว่า ตัวอย่างโลหะ เช่น อะลูมิเนียม นิกเกิล ทองแดง ทอง ตะกั่ว และเหล็กแกมมา ส่วนโลหะที่มีโครงสร้างแบบ HCP (Hexagonal Close - Packed) เมื่อนำมาตีเป็นแผ่นหรือยึดเป็นเส้นจะมีความแข็งแรงมากขึ้น เช่น สังกะสี แคดเมียม แมกนีเซียม เบอริลเนียม เป็นต้น

เซลล์หน่วยของผลึกต่างๆ สามารถจัดระบบได้ 7 ระบบดังนี้

ระบบผลึก	Lattice parameter	
Cubic	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Orthorhombic	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Monoclinic	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
Triclinic	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
Hexagonal	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
Rhombohedral	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$

ตารางที่ 2.1 แสดงหน่วยของผลึกต่างๆ



รูปที่ 2.15 แสดงระบบผลึกต่างๆ

2.2.3.4 Miller Indices

ในระบบการเรียกชื่อระนาบต่างๆ ในผลึก ให้อาศัยจุดตัดของระนาบนั้นกับแกน x, y, z แต่เนื่องจากบางระนาบที่ขนานกับแกน จะมีจุดตัดแกนนั้นเป็น  $\infty$  ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงการใช้  $\infty$  เราจึงใช้ส่วนกลับของจุดตัดแกนแทน โดยใช้สัญลักษณ์ (h k l) แทนระนาบใดๆ กำหนดให้

$$h = \frac{1}{a}, k = \frac{1}{b}, l = \frac{1}{c} \quad ; \quad (h k l)$$

เมื่อ a, b และ c แทนจุดตัดของระนาบนั้นกับแกน x, y และ z ตามลำดับ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

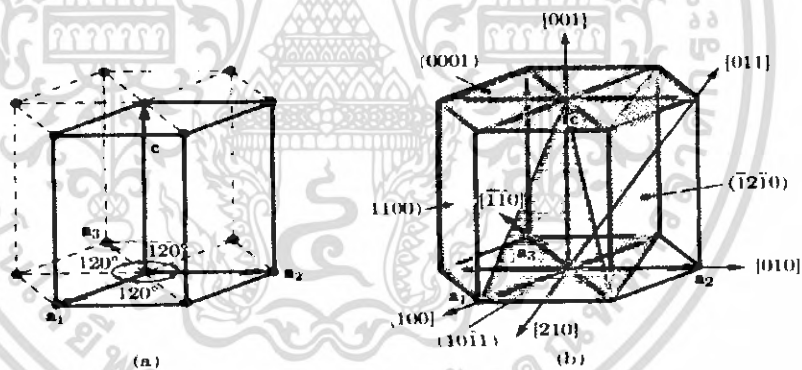
ถ้าจุดตัด a หรือ b หรือ c อยู่ในทิศทางลบ ค่า (h k l) ที่ได้จะติดลบด้วย เราจะทำเครื่องหมาย bar ไว้ข้างบนค่าที่ติดลบ เช่น (210), (2 $\bar{1}$ 0)

สำหรับระบบ Hexagonal จะมีการเรียกชื่อระนาบแตกต่างออกไปจาก Miller indices ทั้งนี้เพื่อความสมบูรณ์และสะดวกในการอ้างถึง เราจะใช้ Miller-Bravais indices โดยแทนด้วยส่วนกลับของจุดตัดระนาบกับ 4 แกน ใช้สัญลักษณ์ (h k i l) เช่น (0001), (1100), (1210)

กำหนดให้ 
$$h = \frac{1}{a_1}, \quad k = \frac{1}{a_2}, \quad i = \frac{1}{a_3}, \quad l = \frac{1}{c} \quad ; (h k i l)$$

โดยที่ 
$$h + k = -i$$

ตัวอย่างของระนาบที่เรียกโดย Miller indices และ Miller-Bravais indices แสดงในรูปที่ 2.16

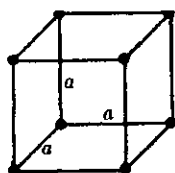


รูปที่ 2.16 a) Set of planes with a different Miller indices.  
 (b) Set of planes in Hexagonal system

ระยะห่างแต่ละระนาบ เรียกว่า *interplana spacing* หรือ *lattice distance (d)* สามารถคำนวณได้

จากสูตร 
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad \dots(2.4)$$

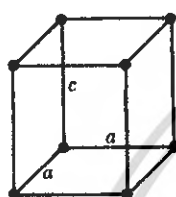
เช่น ระบบ cubic



SIMPLE  
CUBIC (P)

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \dots(2.5)$$

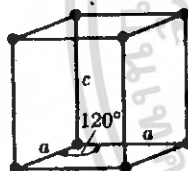
ระบบ tetragonal



SIMPLE  
TETRAGONAL  
(P)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad \dots(2.6)$$

ระบบ hexagonal



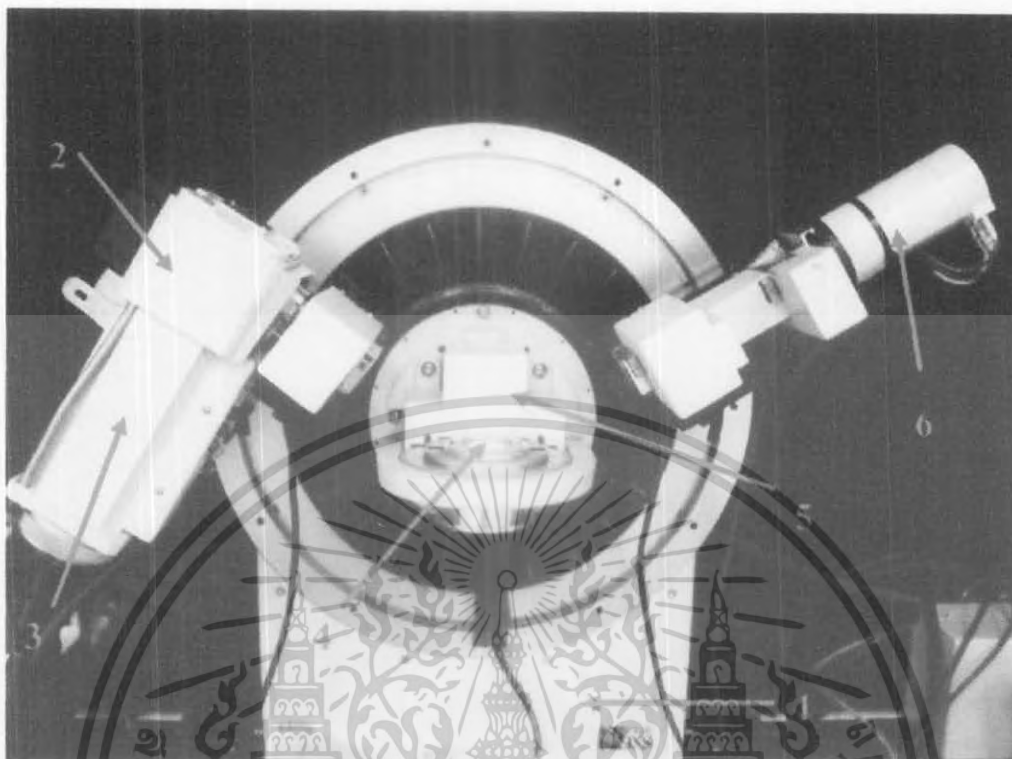
HEXAGONAL  
(P)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left[ \frac{k^2 + hk + l^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2} \quad \dots(2.7)$$

## 2.3 หลักการทั่วไป (X-Ray Diffractometer)

ใช้ผลึกสารตัวอย่างที่ถูกคดให้ละเอียดเป็นผงหรือเม็ดผลึกเล็กมากๆ และนำไปใส่ใน sample holder ซึ่งรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการทดลองจะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว และเทคนิคนี้ให้ข้อมูลของเซลล์ที่ละเอียดกว่า

ก. ระบบเครื่องมือวัดของเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน สเปกโตรมิเตอร์ ดังรูป 2.17



รูปที่ 2.17 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)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รังสีเอ็กซ์จากสารตัวอย่างจะไปตกกระทบที่ผลึก (crystal) แล้วเลี้ยวเบน (diffraction) ออกมาจากผลึกของสารตัวอย่างโดยมีความยาวคลื่นเท่ากับรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบรังสีเลี้ยวเบนไปตกกระทบยังหัววัดรังสี หัววัดรังสีจะทำหน้าที่สแกนไปปรับความยาวคลื่นที่ตำแหน่งมุมต่างๆ โดยที่หัววัดรังสีจะเคลื่อนโฟตอนรังสีเอ็กซ์และจะถูกเปลี่ยนไปเป็นสัญญาณพัลส์ของกระแสไฟฟ้า ที่พีเอ็มทีโฟลด์ และแอมป์ลิไฟท์ ซึ่งมีความเข้มของรังสีแตกต่างกันขึ้นอยู่กับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ และสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ สารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกันของสัญญาณพัลส์จะถูกส่งเข้าไปยังชุด pulse height selector เพื่อทำการเลือกความเข้มที่เหมาะสมส่งไปยัง ratemeter หรือ scaler ratemeter ซึ่งจะทำหน้าที่ในการสแกนและ scaler ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงสำหรับกาวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

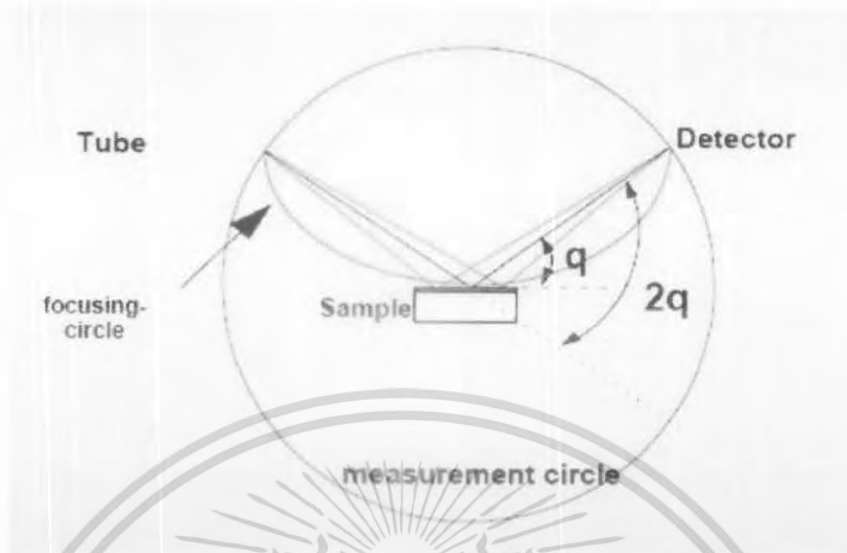
ส่วนประกอบที่สำคัญของระบบ แบ่งเป็น 3 ส่วน คือ

ส่วนที่ 1. ส่วนการกระตุ้น (excitation)

ส่วนการกระตุ้นของระบบนี้ คือ หลอดรังสีเอ็กซ์ (X-Ray tube) Model KF...4KE x – ray diffraction tube โดยมีรูปร่างโครงสร้างแบบหลอดในแนวตั้ง (tube stand) และหลอดทำด้วยเซรามิกส์ (ceramic tube type) เป้าโลหะ (target) ของหลอดรังสีเอ็กซ์ของระบบนี้ จะทำด้วยทองแดง (Cu) มีความยาวคลื่น ( $\lambda$ ) เท่ากับ 1.54060 อังสตรอม (Å) โดยลำรังสีเอ็กซ์ขนาด 40 ม.ม. จะผ่านตรงช่องทางออกหรือหน้าต่าง (window) ของหลอดตั้งรูปที่ 3.2 หลอดรังสีเอ็กซ์ของรุ่นนี้ จะถูกพัฒนาเป็นแบบ Universal Beam Concept ( UBC ) หรือ X – Ray tube + Gobel mirror หลอดรังสีเอ็กซ์ทำหน้าที่ผลิตลำรังสีเอ็กซ์ 2 ชนิดด้วยกัน คือ รังสีเอ็กซ์ทำหน้าที่ผลิตรังสีเอ็กซ์ 2 ชนิดด้วยกัน คือ รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (Continuous x ray) หรือเบรมสตราลุง (Bremsstrahlung) และรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว ความยาวคลื่นของ  $CuK\alpha 1$  (Characteristic x – ray) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยในขณะที่ระบบ D8 Discover แบบ Powder Diffractometer ทำงานหลอดรังสีเอ็กซ์นี้จะหมุนทำมุม 0 กับตำแหน่งวางตัวอย่าง

ส่วนที่ 2. ส่วนการเลี้ยวเบน (diffraction)

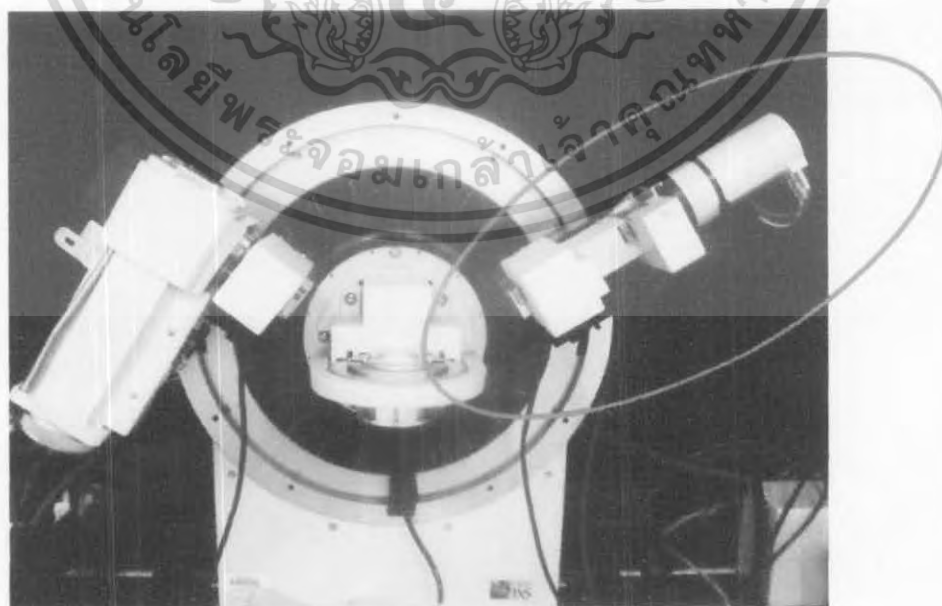
ส่วนดิฟแฟรคชันนี้จะทำหน้าที่ในการบิบบังคับลำแสงให้เป็นลำแสงขนานทั้งในกรณีตกกระทบเพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนในสารตัวอย่าง และลำแสงสะท้อนออกมาส่งตรงไปยังตัวตรวจวัด ดังแสดงการทำงานของส่วนดิฟแฟรคชันแบบ Bragg – Brentano Geometry ดังรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 แสดงการทำงานของส่วนคัพแฟร็กชันของระบบ XRD D8 Discover

### ส่วนที่ 3. ส่วนการตรวจจับ (detection)

ส่วนการตรวจจับจะทำหน้าที่ในคัพแฟร็กชันวัดค่ารังสีเอ็กซ์ทีเดียวนับมาจากสารตัวอย่างผ่านสลิต (slit system) ดีเทคเตอร์ที่ใช้กับ XRD Bruker AXS Model D8 Discover นี้เป็นชนิดซิลทิเลชัน ดีเทคเตอร์ (Scintillation counter) ดังรูป 2.19



รูปที่ 2.19 แสดงส่วนการตรวจจับ (detector)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตัวอย่างอุปกรณ์ต่างๆในตระกูล D -8

### D8 Family – Point detectors(0-D)

- Scintillation counter
- Proportional counter
- Si(Li) solid state detectors (Sol-x)
- Ge solid state detectors
- Silicon drift detectors
- Ionization chamber

### D8 Family – Linear Detector (1-D)

- MikroGap detector (VANTEC-1)
- Single wire proportional counter
- Linear CCD
- Micro-strip silicon detector
- Image plate detector (IP)
- Photographic film
- Compound silicon strip detector (LynxEye)

### D8 Family – Area detectors (2-D)

- Multi wire proportional counter (MWPC)
- MikroGrap detector
- CCD camera
- Image plate detector (IP)
- Photographic film
- Pixel detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 3

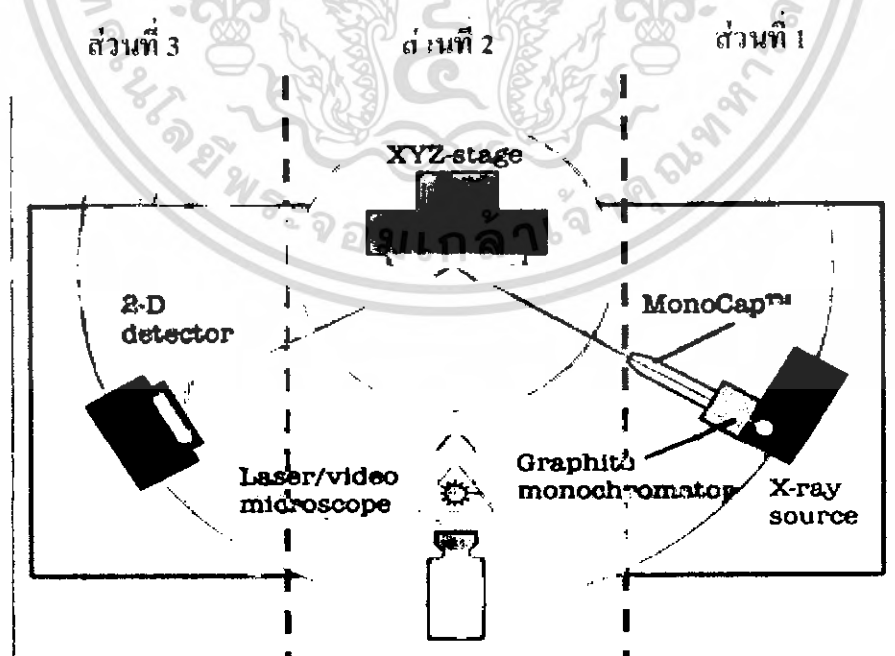
## วิธีดำเนินการวิจัย

การศึกษาระบบของ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS ของบริษัท Bruker มีขั้นตอนในการศึกษาดังต่อไปนี้

- 1) ศึกษาหลักการของระบบ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS
- 2) ศึกษาการเตรียมสารตัวอย่างหรือวัสดุที่ใช้กับระบบการวัดและวิเคราะห์ของระบบนี้
- 3) ศึกษาการปรับเทียบ (calibration) ของระบบนี้
- 4) ศึกษาการปรับแต่ง (alignment) ของชุดอุปกรณ์ Laser / Video Microscope กับการวัดสารตัวอย่างของระบบนี้
- 5) ศึกษาผลการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างของระบบนี้

หลักการทำงานของระบบการวัดและวิเคราะห์ของระบบนี้ จะเป็นการใช้โปรแกรมสำเร็จรูปควบคุมระบบการทำงานทั้งหมด โดยจะมีรายละเอียดในแต่ละขั้นตอนการศึกษาดังนี้

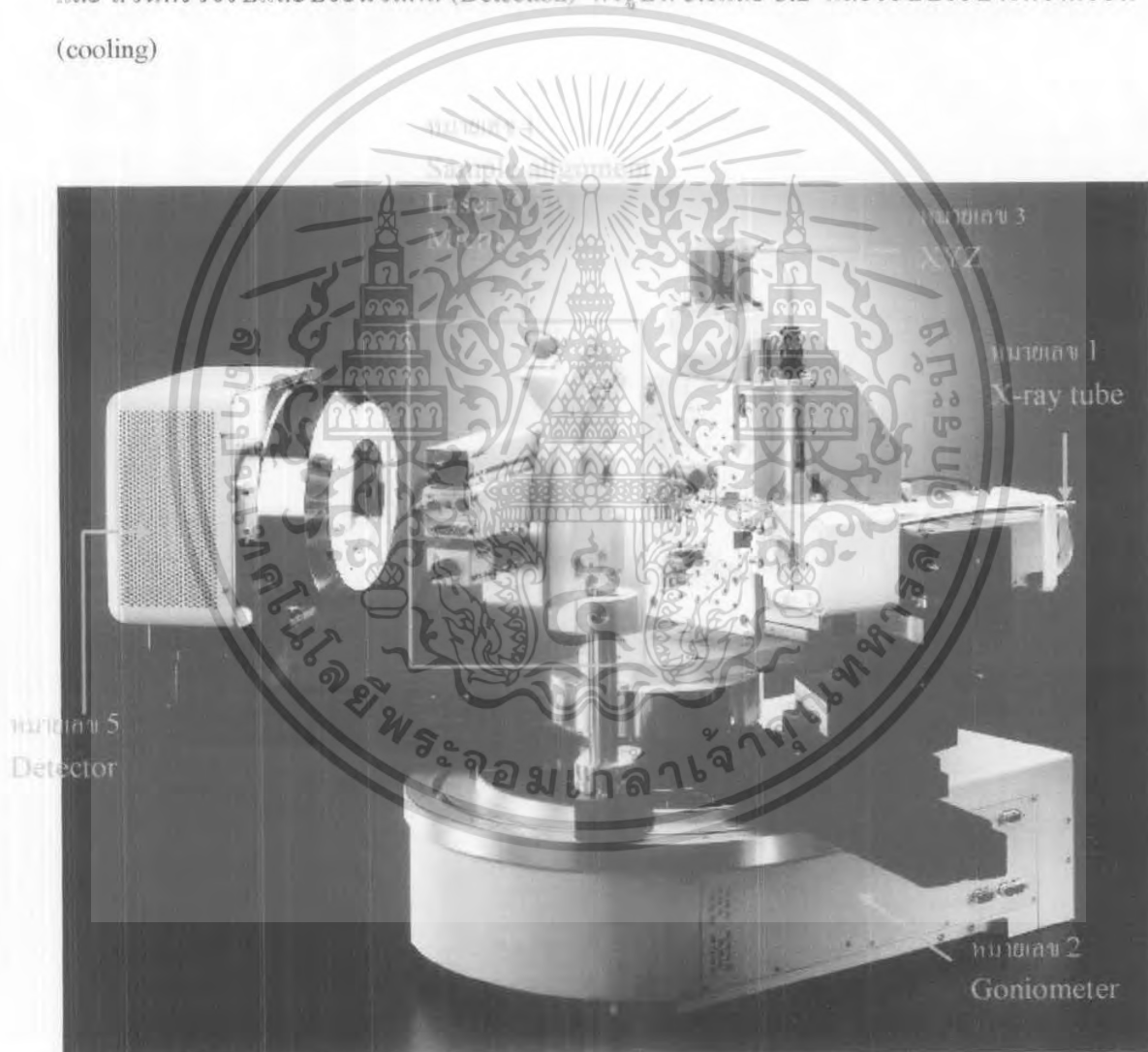
### 3.1 ระบบของ Micro X-Ray Diffraction Model D8 DISCOVER with GADDS/ BRUKER



รูปที่ 3.1 แสดงระบบของ Micro X-Ray Diffraction

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระบบของ Micro X-Ray Diffraction จะเป็นระบบในการวัดและวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบหรือโครงสร้างผลึก (crystal structure) ในสารตัวอย่าง โดยที่ระบบนี้มีความเด่นชัดของสารตัวอย่างที่วัดและวิเคราะห์นั้นมีขนาดใหญ่หรือเล็กจนเป็นผงละเอียดก็ได้ ซึ่งในจุดนี้ชุดอุปกรณ์ที่เป็นตัวกำหนดตำแหน่งในการวัดของสารตัวอย่างก็คือ Laser / Video Microscope (sample alignment) ดังนั้นในระบบที่กล่าวมานี้ถ้าจะจัดแบ่งระบบออกเป็นส่วนประกอบที่สำคัญจะประกอบด้วย 4 ส่วน คือ ส่วนการกระตุ้น (Excitation) ส่วนไมโครดิฟแฟรกชัน (Diffraction) และ ส่วนตรวจจับและประมวลผล (Detection) ดังรูปที่ 3.1 และ 3.2 และระบบระบายความร้อน (cooling)



รูปที่ 3.2 แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของระบบ Micro X-Ray Diffraction

Model D8 Discover with GADDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.1 ส่วนการกระตุ้น (Excitation)

ในส่วนการกระตุ้นนี้จะเป็นการผลิตรังสีเอกซ์จากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ซึ่งจะประกอบด้วยอุปกรณ์ดังนี้

#### ก. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-Ray Generator)

- สามารถให้กำลังไฟฟ้าสูงสุดได้ (Maximum continuous power): 3000 วัตต์
- ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงสุด (High Voltage): 20-60 กิโลโวลต์
- กระแสสูงสุด (Current): 5-80 มิลลิแอมป์
- มีความต้องการไฟฟ้าสูงสุด (Power required): 5.5 kVA (25 A max.)
- ความคลาดเคลื่อนสูงสุดของความต่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าของหลอด

รังสีเอกซ์ (Stability of tube high voltage and current):  $\leq 0.01\%$  with 10% variation of main supply

- มีระบบความปลอดภัยเพื่อป้องกันอันตรายจากรังสี
- มีระบบ Diagnostics ที่ทันสมัยหรือเตือนระบบการทำงานที่ผิดพลาด

#### ข. หลอดรังสีเอกซ์ (X-Ray Tube) (หมายเลข 1)

เป็นหลอดรังสีเอกซ์แบบเขวมนิลชนิดเป้าทองแดง (Cu-anode) ขนาด 2.2 kW

มี Focus dimensions:  $0.04 \times 1.2 \text{ mm}^2$  (one line focus)

และ  $0.4 \times 1.2 \text{ mm}^2$  (one square focus)

#### ค. คอลลิเมเตอร์ (collimators) : $50 \mu\text{m} - 800 \mu\text{m}$

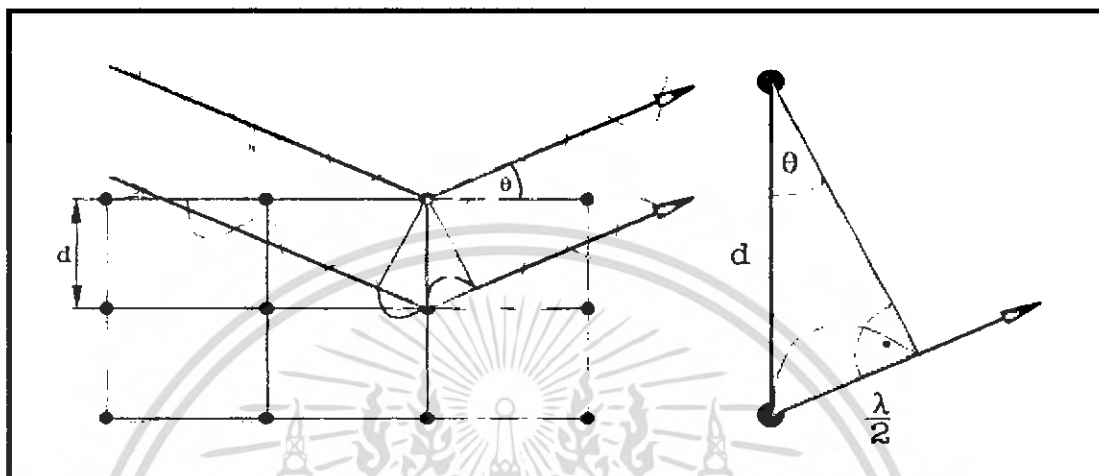


รูปที่ 3.3 แสดงภาพรังสีเอกซ์ที่ผ่าน collimators

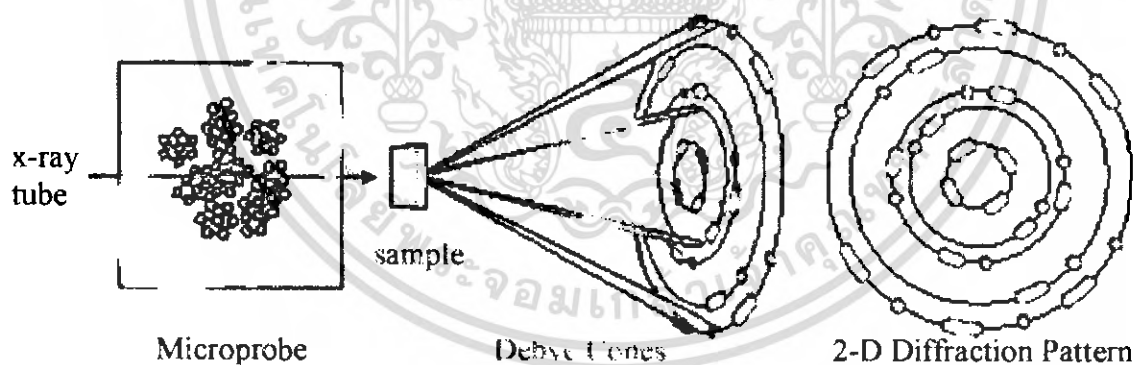
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.2 : ส่วนไมโครดิฟแฟรกชัน (Microdiffraction)

เป็นส่วนที่ออกแบบตามหลักการของสมการแบรกก์ดังรูปที่ 3.4 และรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.4 แสดงหลักการของสมการแบรกก์  $2 d \sin \theta = n \lambda$



รูปที่ 3.5 แสดงภาพการเกี่ยวเบนของรังสีเอกซ์จากไมโครโพรบด้วยการวัดของ 2D-Detector

ในส่วนไมโครดิฟแฟรกชันจะประกอบด้วยชุดโกนิโอมิเตอร์(Goniometer) ชุดที่ใส่ตัวอย่าง (Sample Stage) และชุดกตั้งวิธีโอควมคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์ใช้สำหรับการ Align Sample (Laser / Video Sample Alignment System) ในแต่ละชุดจะมีรายละเอียดดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก. ชุดโกนิโอมิเตอร์ (Goniometer) ดังรูปที่ 3.6

- คุณสมบัติโกนิโอมิเตอร์แบบแนวนอน (Horizontal) สำหรับ Theta/2Theta หรือ Theta/Theta geometry
- มี Track / Outer Circle 480 mm แบบ dove-tail สำหรับตัวรับสัญญาณ (Detector) ทำให้ตัวรับสัญญาณสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระจาก 20 mm. ถึง 300 mm. จากศูนย์กลางของ Goniometer
- มี Track/Stationary 390 mm



รูปที่ 3.6 แสดงภาพชุดโกนิโอมิเตอร์ (Goniometer)

ข. ที่ใส่ตัวอย่าง (Sample Stage) ดังรูปที่ 3.7

- เป็นแบบ XYZ- Stage มีขนาด 50 x 50 x 50 มิลลิเมตร
- สามารถทำ Mapping และวิเคราะห์ตัวอย่างขนาดใหญ่ได้
- มีค่าความเที่ยงตรง (Accuracy):  $\pm 2.5$  ไมโครเมตร
- มีค่าความแม่นยำ (Reproducibility): 5 ไมโครเมตร
- มีความเร็ว (Speed): 300 มิลลิเมตรต่อนาที
- สามารถใส่ตัวอย่างที่มีน้ำหนักได้ถึง 10 กิโลกรัม
- มีโมโนแคป (MonoCap) ที่สามารถนำแสงเอ็กซ์เรย์ให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลำแสงเล็กลงได้ถึง 1 mm. ทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างขนาดเล็ก ๆ ได้ถึง 1 mm.
- มีที่ใส่สารตัวอย่างสำหรับตัวอย่างผง Powder ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 49 mm. จำนวน 5 อัน
- มีที่ใส่สารตัวอย่างชนิด Silicon Zero Background สำหรับตัวอย่างผง ปริมาณน้อยน้อย จำนวน 2 อัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- มีที่ใส่สารตัวอย่างสำหรับตัวอย่างไฟเบอร์หรือตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นเส้นใย

จำนวน 3 อัน

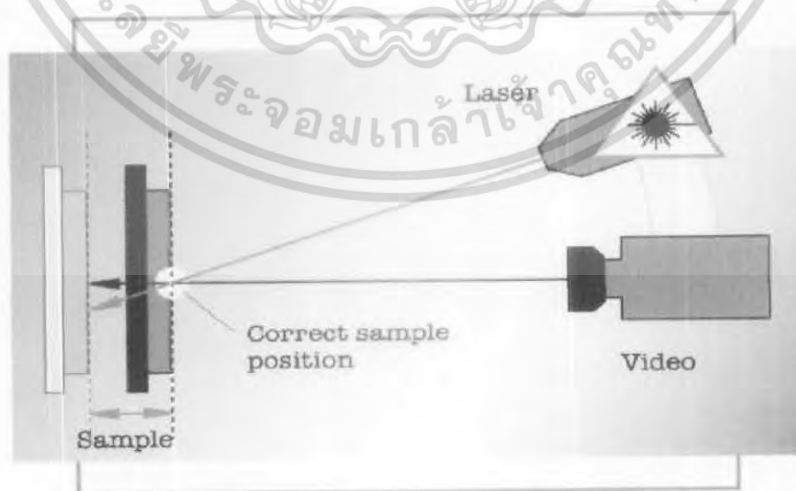
- มีที่ใส่สารตัวอย่างสำหรับตัวอย่างที่เป็นของเหลว โดยมี Capillary tube

จำนวน 500 อัน



รูปที่ 3.7 แสดงภาพ Sample Stage with XYZ Stage มีขนาด 50 x 50 x 50 มิลลิเมตร

- ก. ชุดกล้องวิดีโอควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์ใช้ในการ Align Sample (Laser/Video Sample Alignment System) ดังรูปที่ 3.8



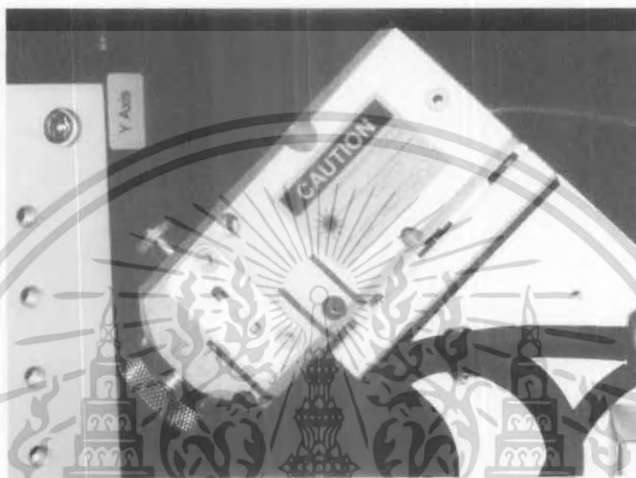
รูปที่ 3.8 ชุดกล้องวิดีโอควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์ใช้ในการ Sample Alignment

- 1) ระบบเลเซอร์ในการช่วยชี้ตำแหน่งของตัวอย่างได้อย่างถูกต้องแม่นยำและยัง

ช่วยในเรื่องการ Alignment ของระบบ ดังรูปที่ 3.9 ระบบเลเซอร์มีข้อมูลจำเพาะดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- มีกำลัง (power):  $< 1 \text{ mW}$
- มีขนาดลำแสง (beam size):  $< 20 \text{ ไมโครเมตร}$
- ใช้คอมพิวเตอร์ควบคุมระบบการปิดเปิด
- Two laser positions: normal,  $-22^\circ$  off normal



รูปที่ 3.9 แสดงภาพระบบเลเซอร์

2) ระบบการดูแลและการรับภาพของตัวอย่างด้วยกล้องวิดีโอและเลนส์ขยายที่ควบคุมการทำงานด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงภาพ กล้องวิดีโอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระบบกล้องวิดีโอมีข้อมูลจำเพาะดังนี้

- เลนส์ขนาด 10x : 10 ไมโครเมตร resolution, มีพื้นที่ในการใช้งาน 78 มิลลิเมตร
- มีระบบการขยาย (parfocal zoom) โดยการควบคุมด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ขนาด 1x ถึง 7x ได้อย่างต่อเนื่อง
- กล้องวิดีโอ (video camera): เป็นชนิดสี (color, NTSC)
- Two camera positions: normal, -22° off normal

### 3.1.3 ส่วนตรวจจับและประมวลผล (Detection)

ในส่วนนี้จะประกอบด้วยตัวรับสัญญาณและโปรแกรมสำหรับควบคุมเครื่องและประมวลผลข้อมูล ซึ่งมีรายละเอียดของข้อมูลดังต่อไปนี้

ก. ตัวรับสัญญาณ (Detector) ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แสดงภาพ ตัวรับสัญญาณแบบ 2-Dimensional Detector, Hi-Star Area Detector

- 1) ตัวรับสัญญาณ :แบบ 2-Dimensional Detector, Hi-Star Area Detector
- 2) ให้ข้อมูลและภาพได้ (Data and Imaging)
- 3) สามารถเลือก Pixel frames ที่ 1024 x 1024 หรือ 512 x 512 pixel frames
- 4) เป็นตัวรับสัญญาณแบบ 2-Dimensional detector system with multi-wire proportional counter มีกระจกโค้งทำจาก Beryllium ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 11.5 cm.

และมี integrated preamplifier circuit

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

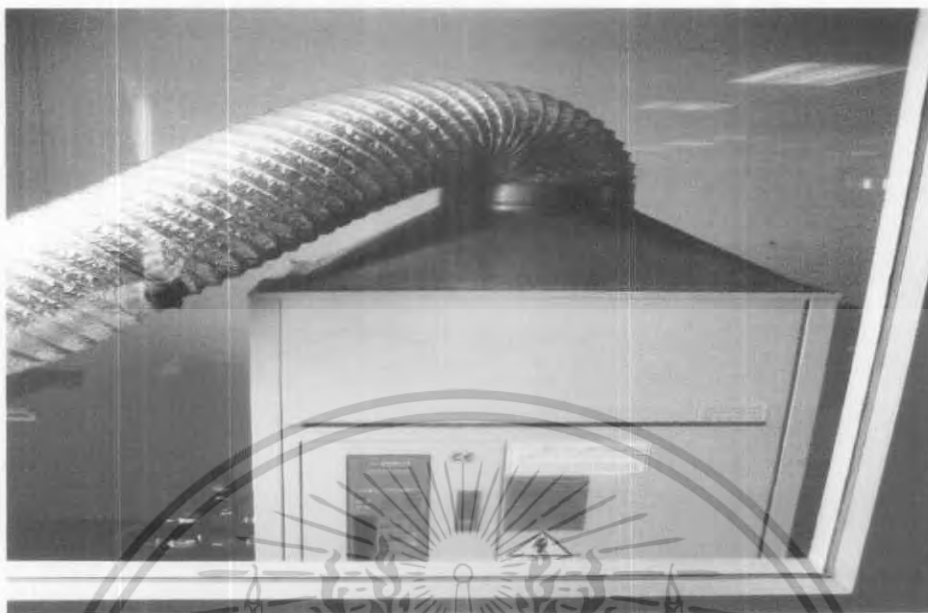
- 5) มี Fiducial plate สำหรับการ Calibration
- 6) True photon counter
- 7) ระยะเวลาในการวัด (Measuring range, 2theta):  $65^{\circ}$  at 6 cm detector distance  
 $18^{\circ}$  at 30 cm detector distance
- 8) ค่าความถูกต้อง (Resolution, 2theta):  $0.20^{\circ}$  at 6 cm (512 x 512)  
 $0.10^{\circ}$  at 6 cm (1024x1024)  
 $0.04^{\circ}$  at 30 cm (512x512)  
 $0.02^{\circ}$  at 30 cm (1024x1024)

#### ข. โปรแกรมสำหรับควบคุมเครื่องและประมวลผลข้อมูล

- 1) GADDS Software (General Area Detector Diffraction Solutions) ทำงานภายใต้โปรแกรม Window – base ที่สามารถทำการวิเคราะห์เก็บข้อมูลแบบ real-time และแสดงผล
- 2) Software Diffrac<sup>Plus</sup> Evaluation ทำงานภายใต้โปรแกรม Window – base ที่สามารถทำได้ดังนี้ การประมวลผลได้ Background subtraction, Data smoothing, Overlay, 3D, Presentation, Text labels, File conversion and etc.
- 3) เป็นโปรแกรมที่ใช้ควบคุมการทำงานของโกนิโอมิเตอร์ สามารถตั้งพิมพ์ข้อมูลออกทางเครื่องพิมพ์ได้
- 4) เป็นโปรแกรมที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างในเชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis)
- 5) มี Search / Match Software สำหรับช่วยในการค้นหาเทียบกับฐานข้อมูลที่มีอยู่และเป็นแบบ Complete digitized diffraction patterns, after background subtraction
- 6) มี PDF II database from JCPDS supplied on CD สำหรับช่วยในการสืบหาข้อมูลให้รวดเร็วและสะดวกต่อผู้ใช้งาน
- 7) มี Stabilizer สำหรับเครื่อง X-Ray และมี UPS สำหรับชุดคอมพิวเตอร์

#### 3.1.4 ระบบระบายความร้อน (Cooling)

เป็นระบบระบายความร้อนแบบกายนอกค้ำด้วยน้ำ (External closed Water Cooling System) ดังรูปที่ 3.12 ใช้สำหรับหล่อเย็นเครื่องกำเนิดพลังงาน (X-Ray generator) และหลอดรังสีเอกซ์ (X-Ray Tube)



รูปที่ 3.12 แสดงภาพส่งนระบยความร้อนด้วยน้ำ

### 3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง (Sample preparation)

#### ก. วิธีการเตรียมสารตัวอย่าง

- สารตัวอย่างที่จะใช้เป็นวัสดุอะไรก็ได้ที่มีโครงสร้างเป็นลักษณะโครงสร้างผลึก
- สารตัวอย่างที่จะวัดมีน้ำหนักได้ถึง 10 มิลลิกรัม
- ถ้าจะวิเคราะห์ตัวอย่างขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 mm. จะต้องใช้โมโนแคป (MonoCap) เพื่อให้แสงเอ็กซ์เรย์มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางแสงเล็ดลอดได้ถึง 1 mm.
- สารตัวอย่างชนิดผง (Powder) จะเตรียมลงในที่ใส่สารตัวอย่าง ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 49 mm.

- สำหรับตัวอย่างผงปริมาณที่มีปริมาณน้อยๆ ต้องใช้ที่ใส่สารตัวอย่างชนิด Silicon Zero Background

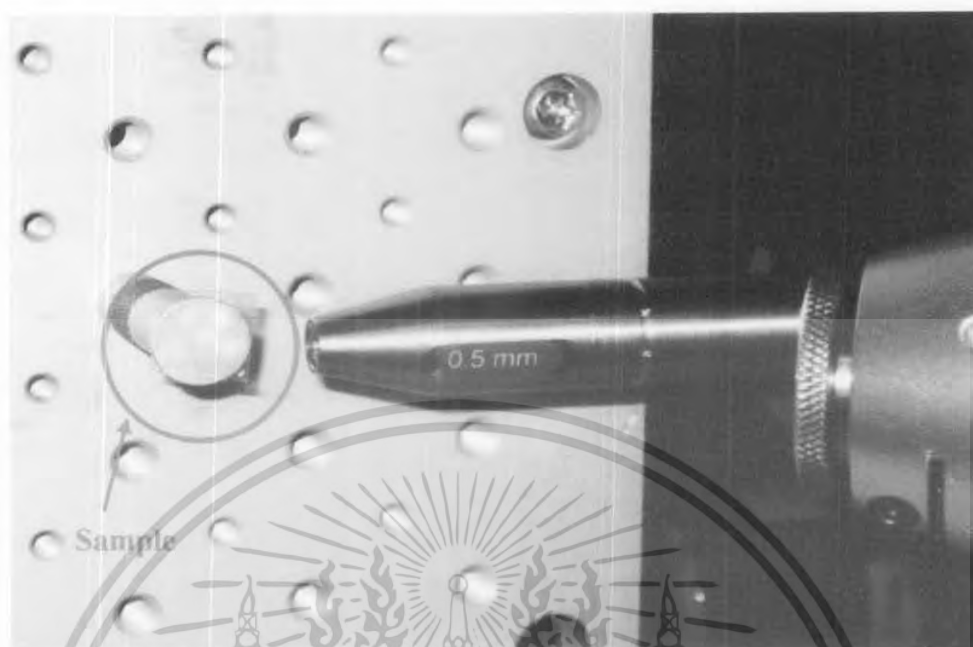
- ตัวอย่างไฟเบอร์หรือตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นเส้นใย ต้องใช้ที่ใส่สารตัวอย่างสำหรับตัวอย่างไฟเบอร์หรือตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นเส้นใย

- สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว จะใช้ Capillary tube ใส่ตัวอย่างที่เป็นของเหลว

#### ข. การวัดสารตัวอย่าง

นำสารตัวอย่างไปยึดติดกับแป้น XYZ- Stage ดังรูปที่ 3.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 แสดงการนำการตั้งอย่าง ไปยึดติดกับเป็น XYZ- Stage

### 3.3 การปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration)

การทำกรปรับเทียบมาตรฐานของระบบ Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS นั้นมีวิธีการดำเนินการ 3 วิธีคือ วิธีการเลือกตำแหน่ง Detector GADD วิธีการตรวจสอบ GADD high voltage และวิธีการปรับเทียบมาตรฐานของระบบการทำงานโดยจะกล่าวรายละเอียดของแต่ละวิธีได้ดังนี้คือ

#### 3.3.1 : การเลือกตำแหน่ง Detector GADD

Detector GADD สามารถเลือกตำแหน่งบนแกน ได้หลายตำแหน่ง และที่นิยมใช้สำหรับการปรับเทียบมาตรฐานของระบบ คือ

ระยะตำแหน่ง 15 cm สำหรับ low resolution

และระยะตำแหน่ง 30 cm สำหรับ high resolution

ดังนั้นในการปรับเทียบมาตรฐานในแต่ละระยะนั้นจะสามารถใช้ได้เฉพาะระยะที่มีการปรับเทียบมาตรฐานไว้เท่านั้น ซึ่งวิธีการการปรับเทียบมาตรฐานสำหรับการศึกษาในครั้งนี้จะเลือกปฏิบัติที่ระยะของตำแหน่ง 30 cm สำหรับ high resolution

ข้อควรระวัง ก่อนที่จะทำการเลื่อน Detector GADD ไปที่ตำแหน่งใดๆนั้น ทุกครั้งจะต้องทำการปิด Detector bias ไปที่ตำแหน่ง OFF ก่อน เมื่อเลื่อนเสร็จแล้วให้ปิด Detector bias ไปที่ตำแหน่ง ON เช่นเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

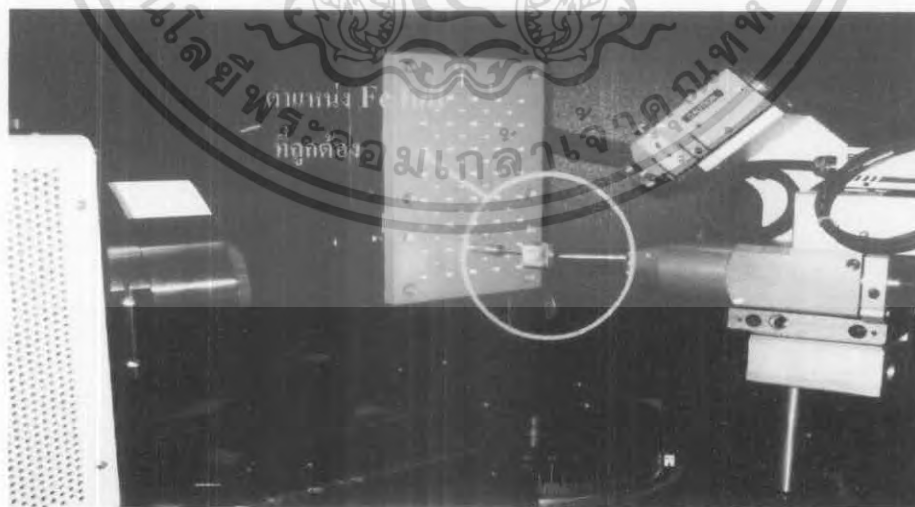
### 3.3.2 : วิธีการตรวจสอบ GADD high voltage

เพื่อผลที่ถูกต้องควรตรวจสอบ GADD high voltage ก่อนการทำ Flood free และ Spatial correction ทุกครั้ง ซึ่งสามารถทำได้ดังนี้

- เตรียม Fe foil ให้อยู่ที่ตำแหน่งตัวอย่างที่ถูกต้อง โดยจะต้องเคลื่อนให้อยู่ที่จุดศูนย์กลางของ goniometer
- ใช้คำสั่ง / Collect/ Goniometer/ เพื่อควบคุมการเคลื่อนของ Omega และ 2-Theta ไปที่ 50 degree และ 50 degree
- ใช้คำสั่ง / Collect/ Detector/ Fe bias เพื่อกำหนดให้ Detector bias เป็น Fe bias



ก. แสดงภาพ Fe foil



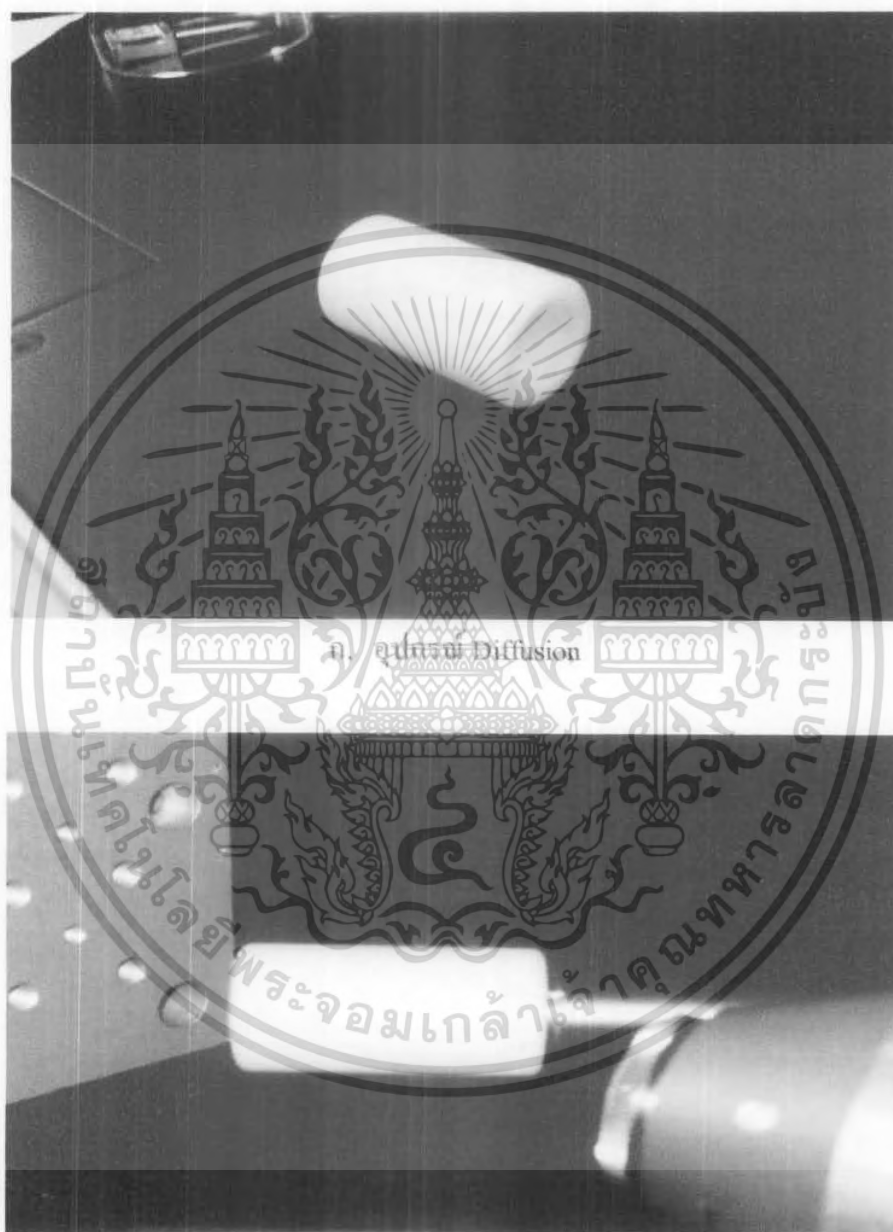
ข. แสดงการวางตำแหน่งของ Fe foil บน XYZ -Stage

รูปที่ 3.14 ก. และ ข. แสดงภาพ การวาง Fe foil ให้อยู่ในตำแหน่ง

เพื่อทำการตรวจสอบ GADD high voltage

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

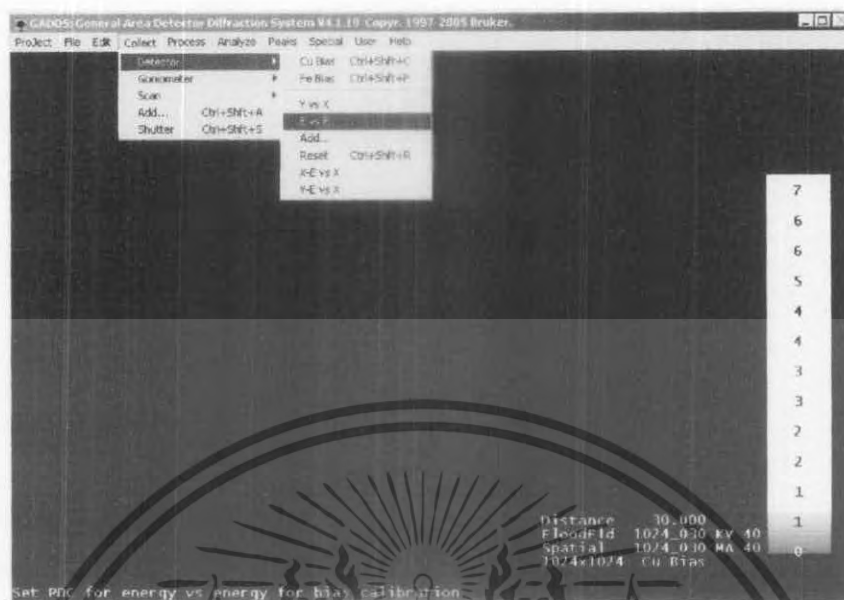
- หรือสามารถให้อุปกรณ์ Diffusion วงครอบ collimator แทนการใช้ Fe foil ได้ แต่ให้ที่  $\Omega=15$  และ  $2\text{-}\Theta=30$  และกำหนดให้ detector bias เป็น Cu bias



ข. การวางอุปกรณ์

รูปที่ 3.15 ก. และ ข. แสดงภาพการวาง Diffusion ครอบ collimator ให้อยู่ในตำแหน่ง เพื่อทำการตรวจสอบ GADD high voltage

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



- เลือกคำสั่ง / Collect/ detector/ E-E เพื่อคุณภาพพลังงาน



- เลือกคำสั่ง / Collect/ detector/ X-E vs X แล้วเลือกคำสั่ง / Collect/ detector/ add โดยกำหนดให้ reset interval=5 และ bar-graph hold time=3 ดังรูป 3.16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Detector Control

Maximum seconds 120

Pre-clear

Test pattern

Maximum counts 10000000

Max display counts 5

Realtme display

Reset interval 0

Open & close shutter

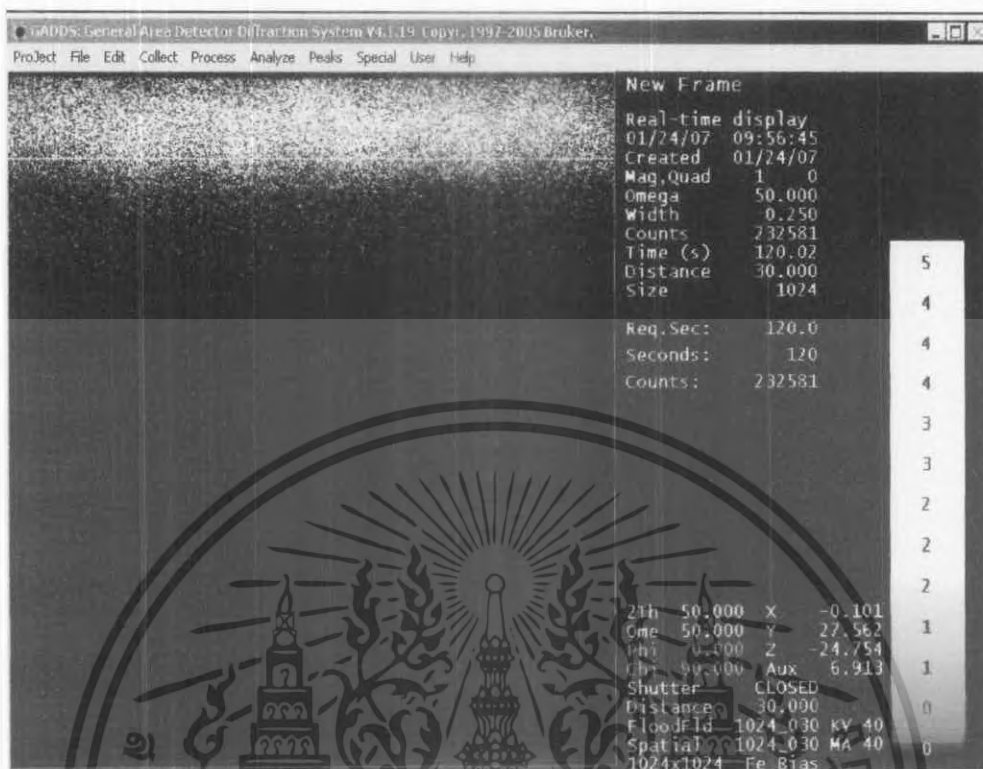
Use Attenuator

Bar-graph hold time 3

OK Cancel

รูปที่ 3.16 แสดงการกำหนด reset interval=5 และ bar-graph hold time=3

- โปรแกรมจะใช้เวลาในการวัด 5 วินาที จากนั้นจะแสดงภาพแถบของจุด กับเส้นอ้างอิง โดยที่เส้นทั้งสองควรที่จะทับกันพอดี ถ้าแถบเส้นจุดอยู่สูงกว่าเส้นอ้างอิง ให้ลด high voltage ของ GADD ลงโดยหมุนทวนเข็มนาฬิกา แล้วทำการวัดอีกครั้ง ถ้าเส้นทั้งสองยังไม่ทับกันให้ทำการปรับอีกครั้ง

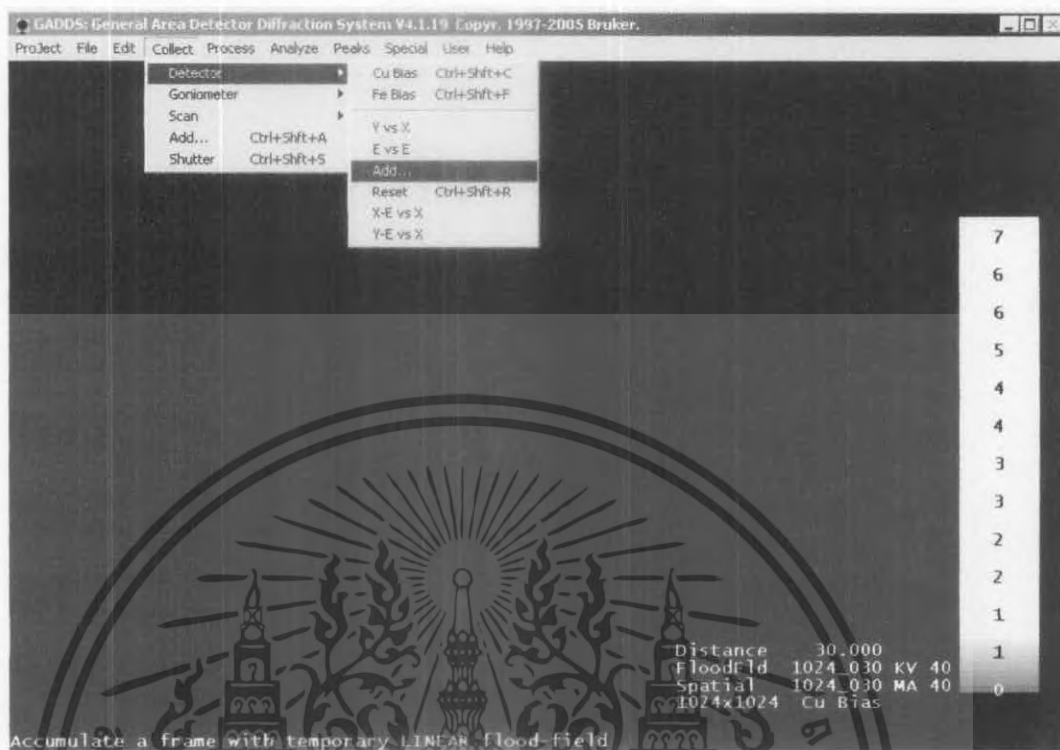


รูปที่ 3.17 หดงอของพลังงานที่เกิดขึ้นในแกน X



- เลือกคำสั่ง / Collect/ detector/ Y-E vs X

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



- เลือกคำสั่ง / Collect/ detector/ add โดยกำหนดให้ reset interval=5 และ bar-graph hold time=3 ตั้งเช่นเดียวกับขั้นตอนก่อนหน้า ซึ่งหลังจากได้ปรับค่า GADDS high voltage จากขั้นตอน X-E vs X แล้วนั้น ในขั้นตอนนี้เห็นทั้งสองควรถะทับกันเช่นกัน ดังรูปที่ 3.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.18 แสดงการแถบพลังงานในแกน Y

### 3.3.3 : วิธีการปรับเทียบมาตรฐานของระบบการทำงาน

วิธีการปรับเทียบมาตรฐานของระบบการทำงานเครื่อง Micro X-Ray Diffraction Model D8 Discover with GADDS โดยก่อนที่จะทำการปรับเทียบมาตรฐานนั้น เครื่องจะต้องผ่านขั้นตอนการปรับแต่ง ( Alignment ) มาแล้วโดยผู้ชำนาญการและยังอยู่ในสภาพพร้อมให้ทำการปรับเทียบมาตรฐาน ขั้นตอนในการปรับเทียบมาตรฐานมี 4 ขั้นตอนคือ

- Flood free calibration
- Spatial calibration
- Beam calibration
- Standard check

โดยในแต่ละขั้นตอนจะมีวิธีการดำเนินการดังนี้

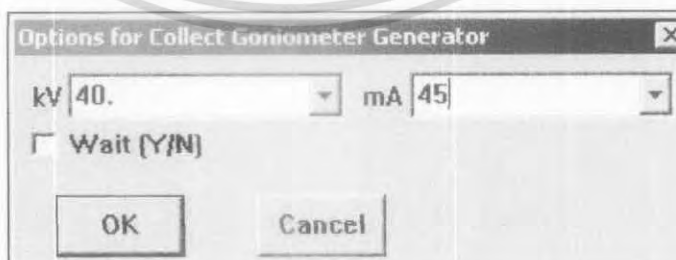
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ก. Flood free calibration

การทำ Flood free calibration มีความจำเป็นเนื่องจาก เส้นรับสัญญาณของ detector GADD มีความสามารถรับสัญญาณได้ไม่เท่ากัน ดังนั้นเมื่อมีการปรับเทียบมาตรฐานแบบ Flood free calibration แล้วจะทำให้สัญญาณที่ได้รับมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity)

ขั้นตอนมีดังนี้

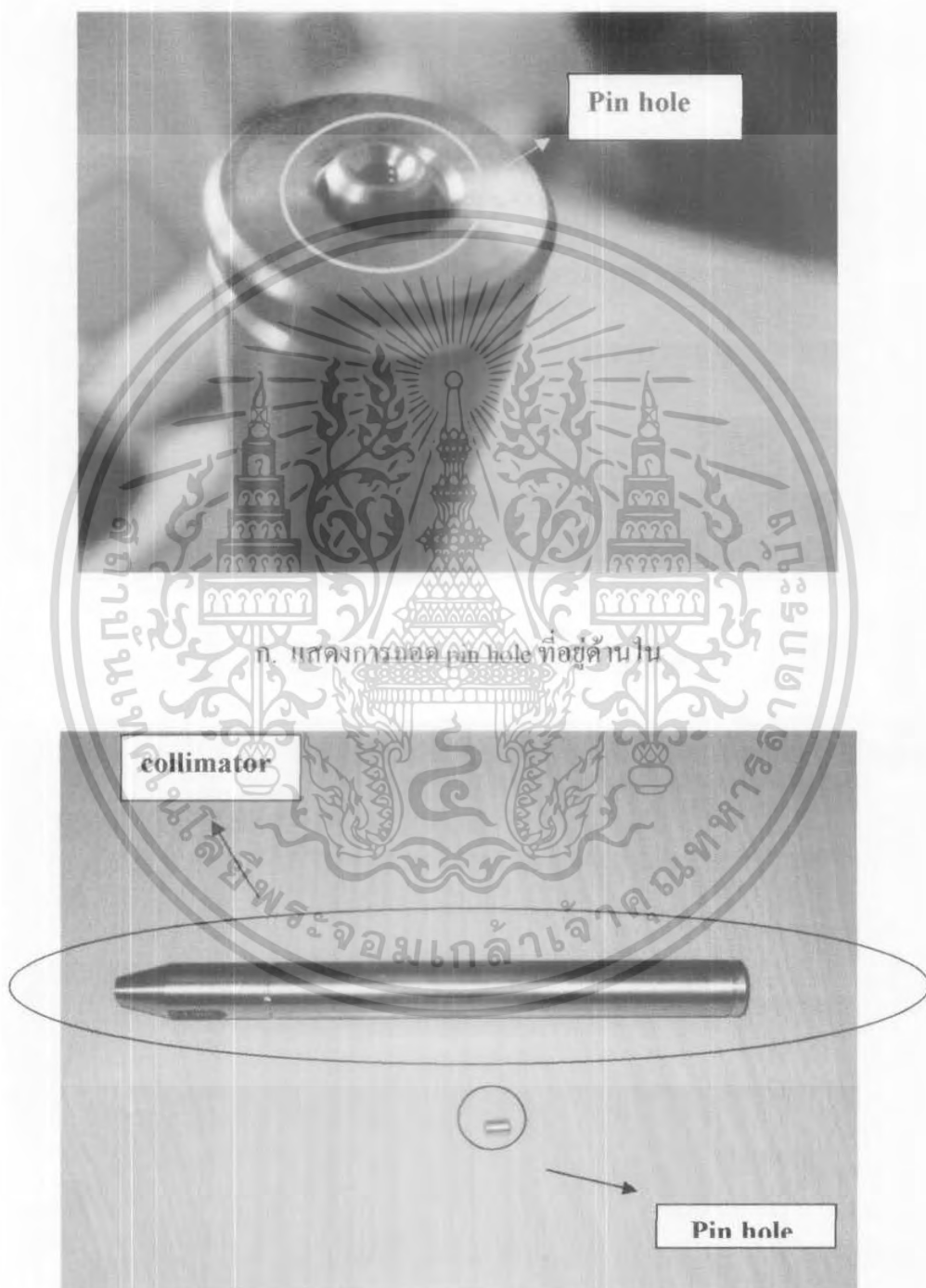
- เริ่มต้นใช้งานโปรแกรม GADD และ Video



- พลังงานของ X-ray generator = 40kV 45mA สามารถตั้งค่าได้จากคำสั่ง GADD/ Collect/ Goniometer/ Generator/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ใช้ 0.5 mm collimator โดยถอด pin hole ด้านที่ต่อกับ X-Ray tube ออก เพื่อให้ได้ intensities ที่สูงขึ้น ดังรูปที่ 3.19

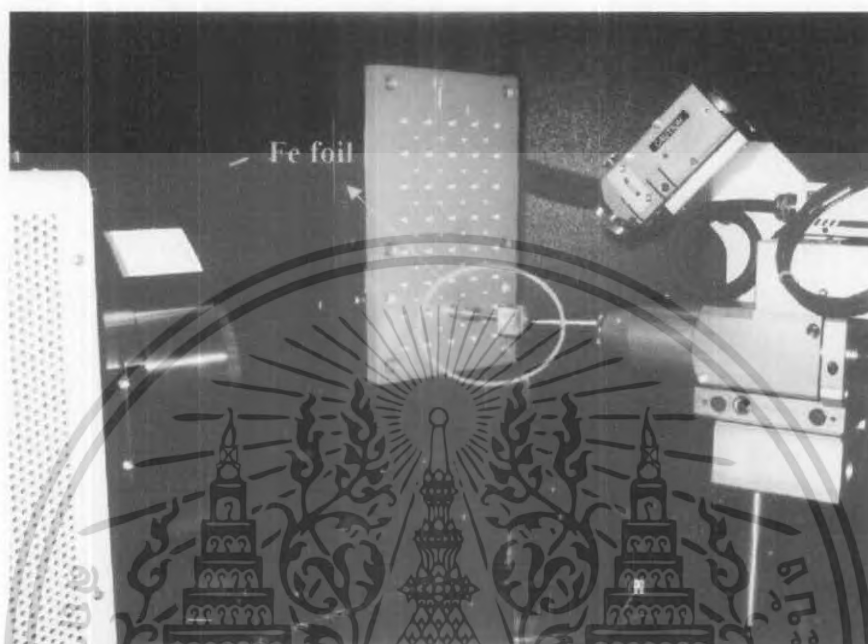


ข. แสดง pin hole ที่ถอดออกจากข้างใน collimator

รูปที่ 3.19 ก. และ ข. แสดงตำแหน่งและการถอด pin hole ออกจาก collimator

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ใช้ตัวอย่าง Fe foil และปรับตำแหน่งของตัวอย่างให้อยู่ตรงกลางของ goniometer โดยอาจจะใช้หลอดไฟช่วยฉายตัวอย่างเพื่อให้เห็นตำแหน่ง laser ได้ดียิ่งขึ้น ดังรูปที่ 3.20



รูปที่ 3.20 แสดงการวางตำแหน่ง Fe foil ให้เหมาะสม



รูปที่ 3.21 แสดงการตั้งค่า Sample to detector surface = 30 และเลือก Frame size = 1024

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

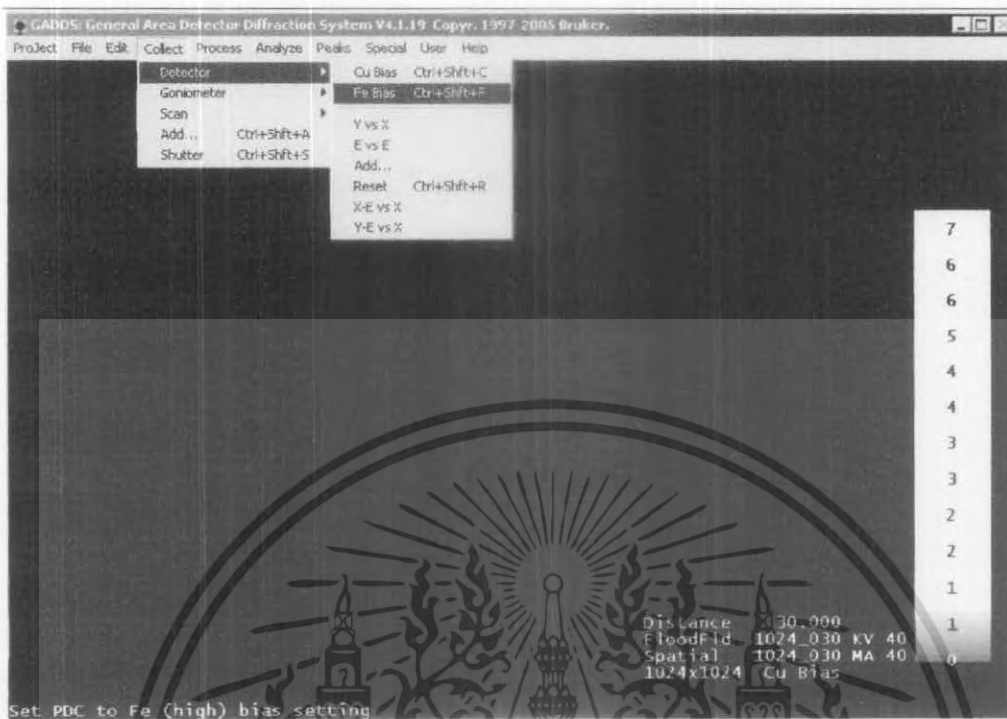


- เลือกค่าตั้งจากโปรแกรม GADD / Edit Configure / user setting โดยที่ตั้งค่า Sample to detector surface = 30 และเลือก Frame size = 1024 ดังรูป 3.21

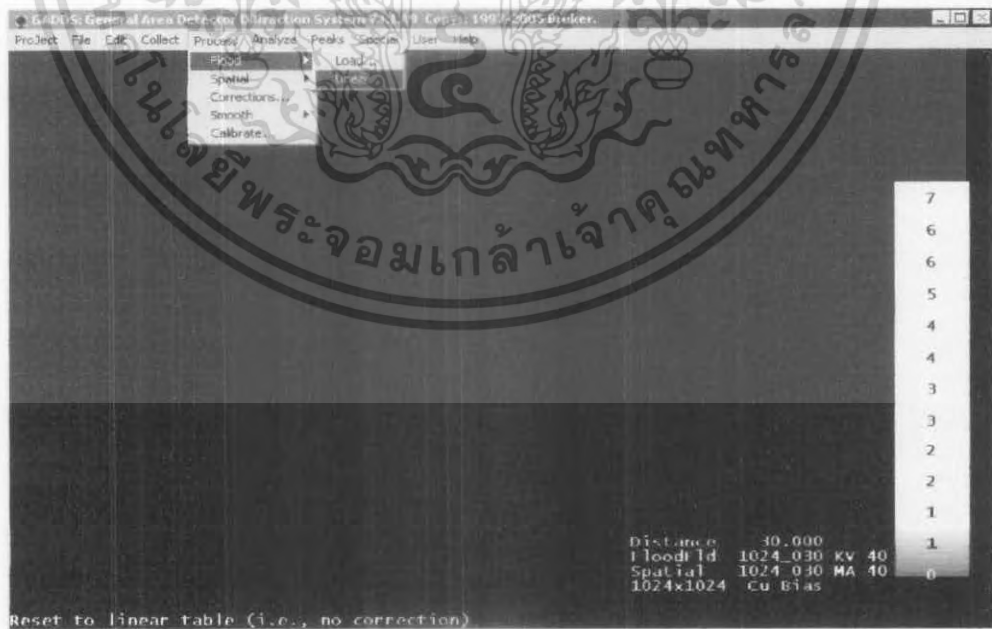


- เลื่อนตำแหน่งของ Omega และ 2-Theta ไปที่ตำแหน่ง 50 degree เพื่อให้ Fe foil และ GADD ขนานกัน ได้ที่ / Correct/ Goniometer/ Drive

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



- เลือก detector bias = Fe bias ที่ / Collect / Detector / Fe bias
- เลือก / Spatial / Level 3 เพื่อ ห้ามตัวเลข / หมวดคำสั่งตามขั้น



- เลือก / Process / Flood / Linear เพื่อทำให้ส่วนของ Flood free เปลี่ยนเป็น Linear

### ตั้งรูปที่ 3.22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.22 แสดง Flood free เปลี่ยนเป็น Linear

- เลือก / Process/ Flood/ New (เลือกเวลาในการวัด = 1200.00sec, intensities สูงสุดที่ให้วัดสะสมได้ = 40,000,000counts, กำหนดให้ open and close shutter โดยอาจจะปรับเพิ่มเวลาเพื่อให้ได้ accumulate counts ประมาณ 20,000,000counts ดังรูปที่ 3.23 เมื่อทำเสร็จจะได้ดังรูปที่ 3.24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.23 แสดงการเลือกผลรวมในการวัด และ ค่าสูงสุดที่วัดได้



รูปที่ 3.24 แสดงภาพเสร็จขั้นตอนการ Flood free calibration

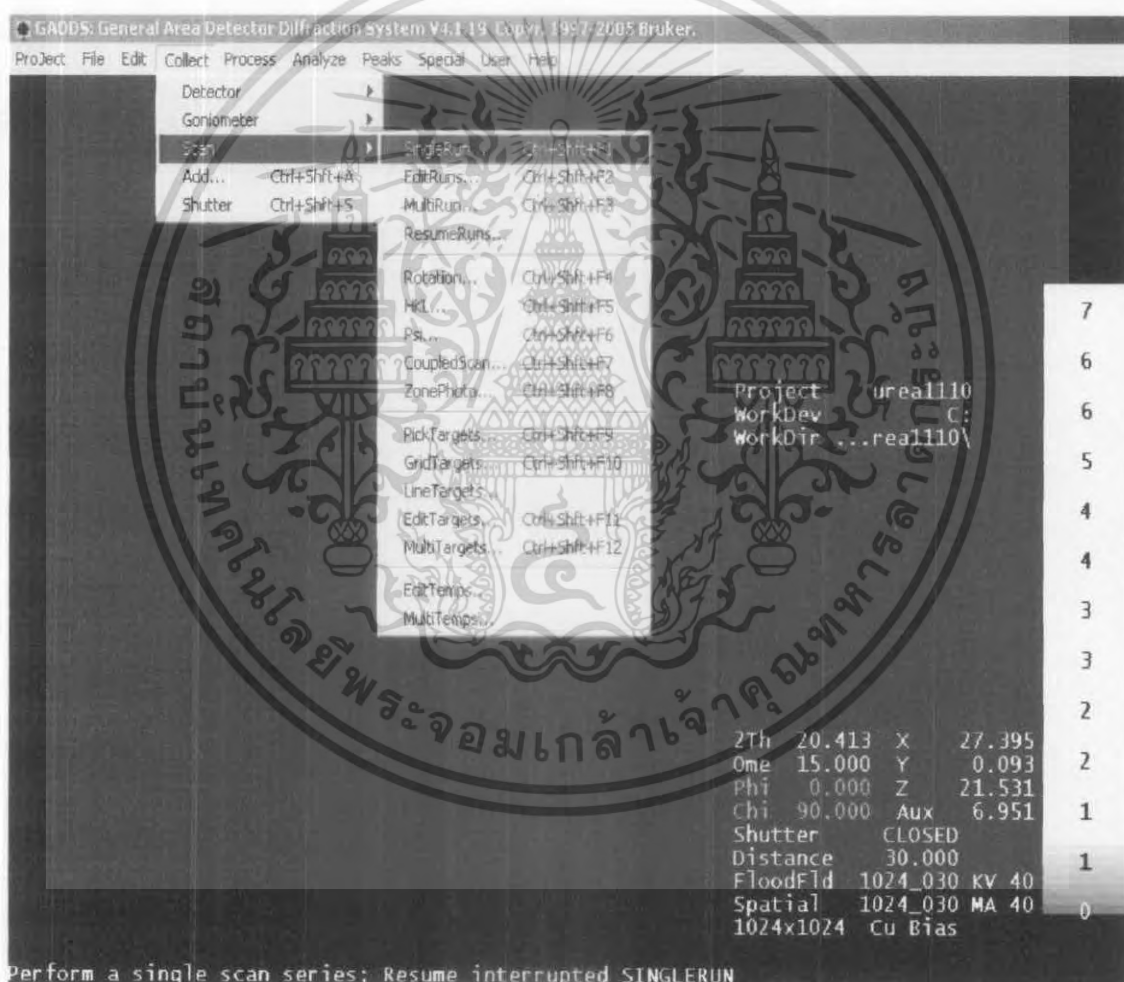
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ข. Spatial Correction Calibration

การทำ Spatial Correction เพื่อปรับผิวหน้าของ GADD ที่กว้าง ซึ่งทำให้เกิดมีส่วนโค้ง เป็นผิวหน้าที่เรียบและตรง ขั้นตอนในการทำ Spatial Correction นั้นจะต้องทำต่อจากการทำ Flood free ซึ่งจะใช้ขั้นตอนหลายๆขั้นตอนที่เหมือนกันดังนี้

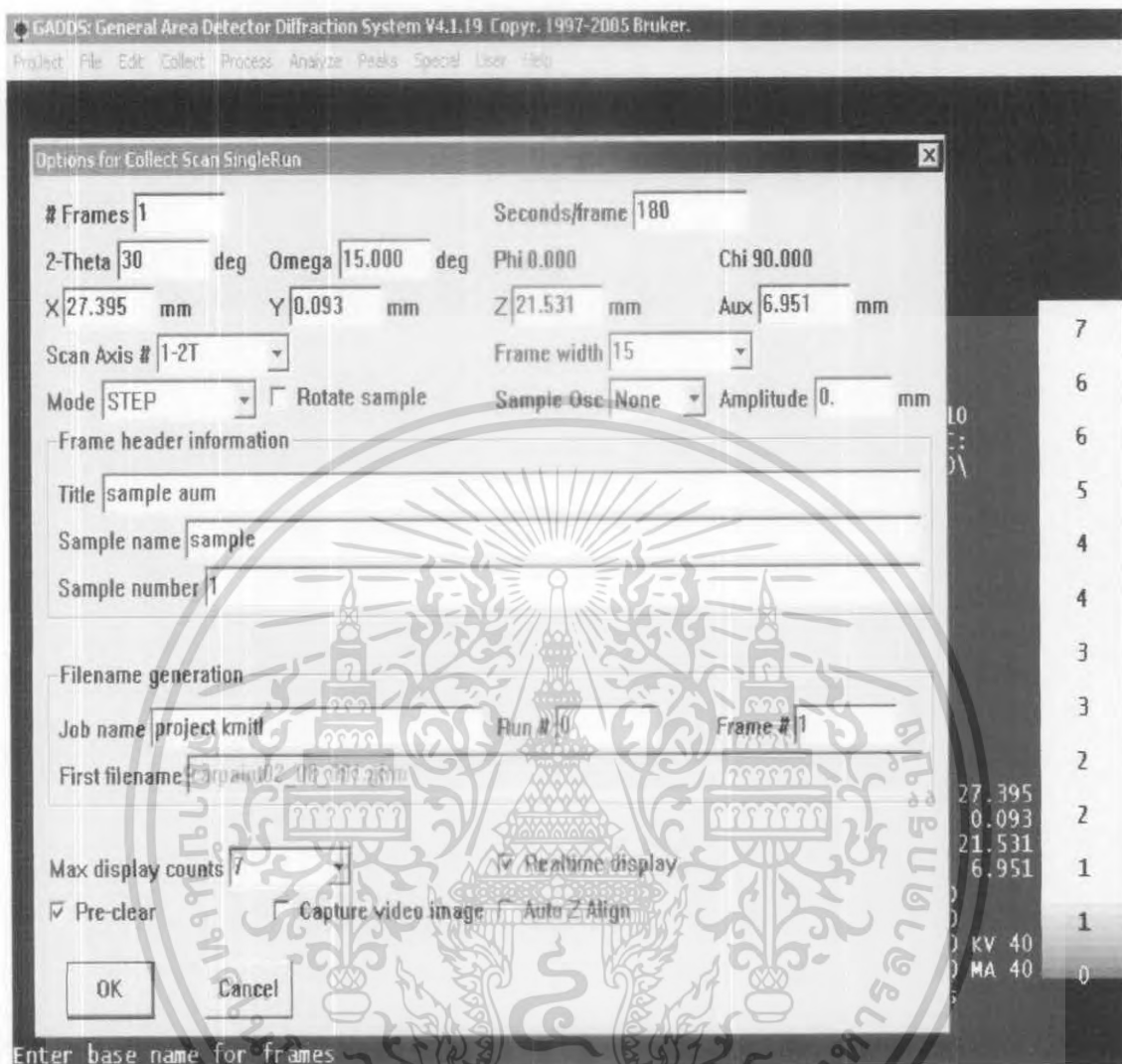
ขั้นตอนมีดังนี้

- เริ่มต้นใช้งานโปรแกรม GADD ดังรูปที่ 3.25 และรูปที่ 3.26 ส่วนการใช้ Video ในการหาตำแหน่ง



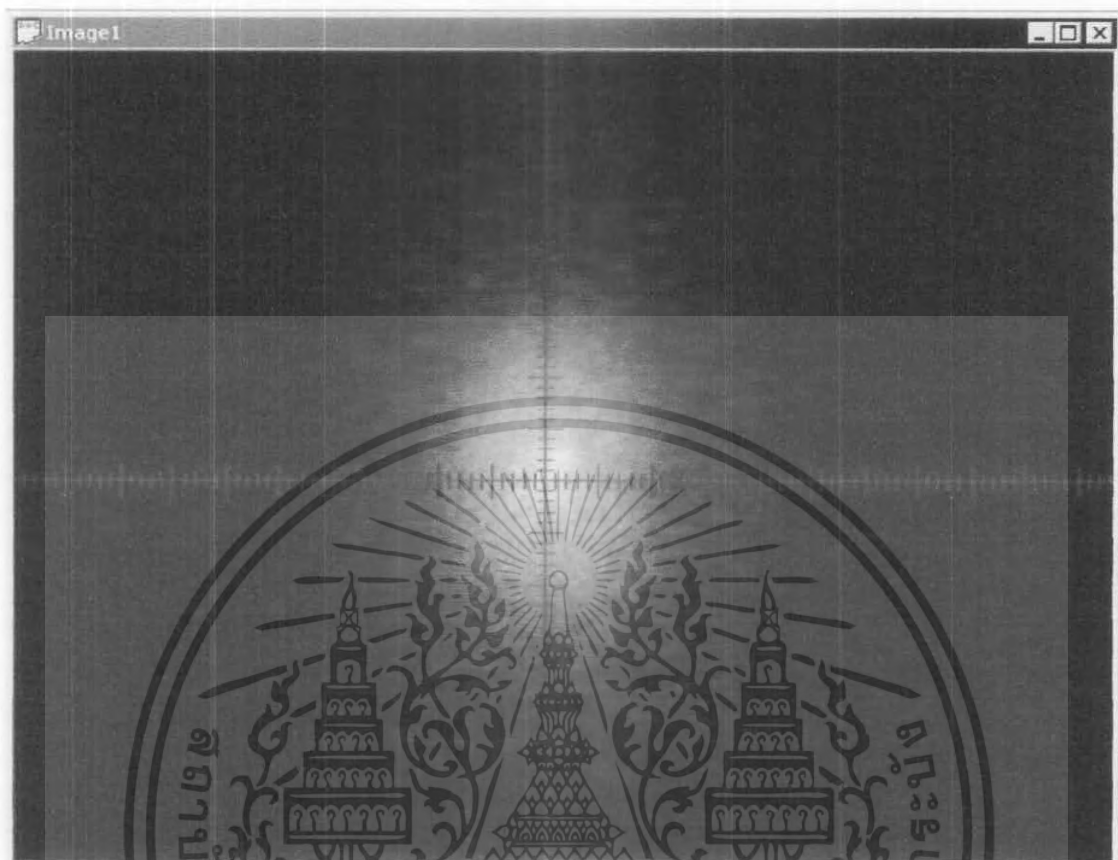
รูปที่ 3.25 แสดงภาพ การใช้โปรแกรม GADD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



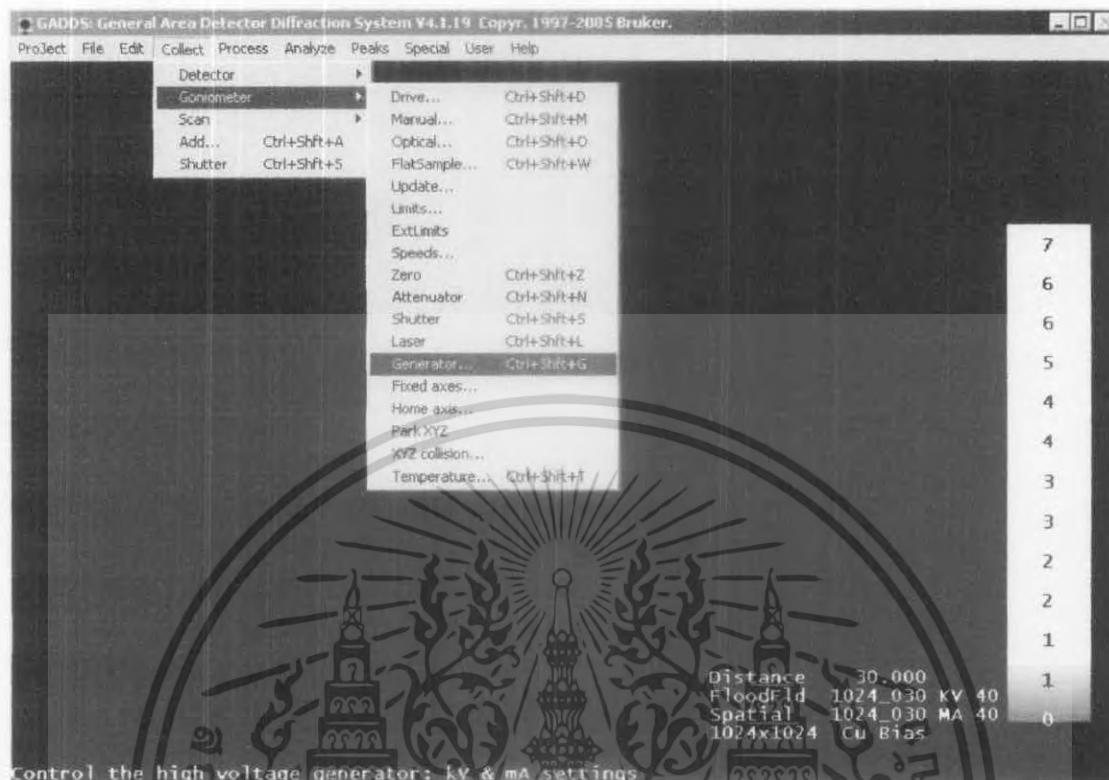
รูปที่ 3.26 แสดงภาพ การใช้โปรแกรม GADD  
Option for Collect scan Single Run

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.27 แสดงภาพการใช้วิดีโอ ในการหาตำแหน่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



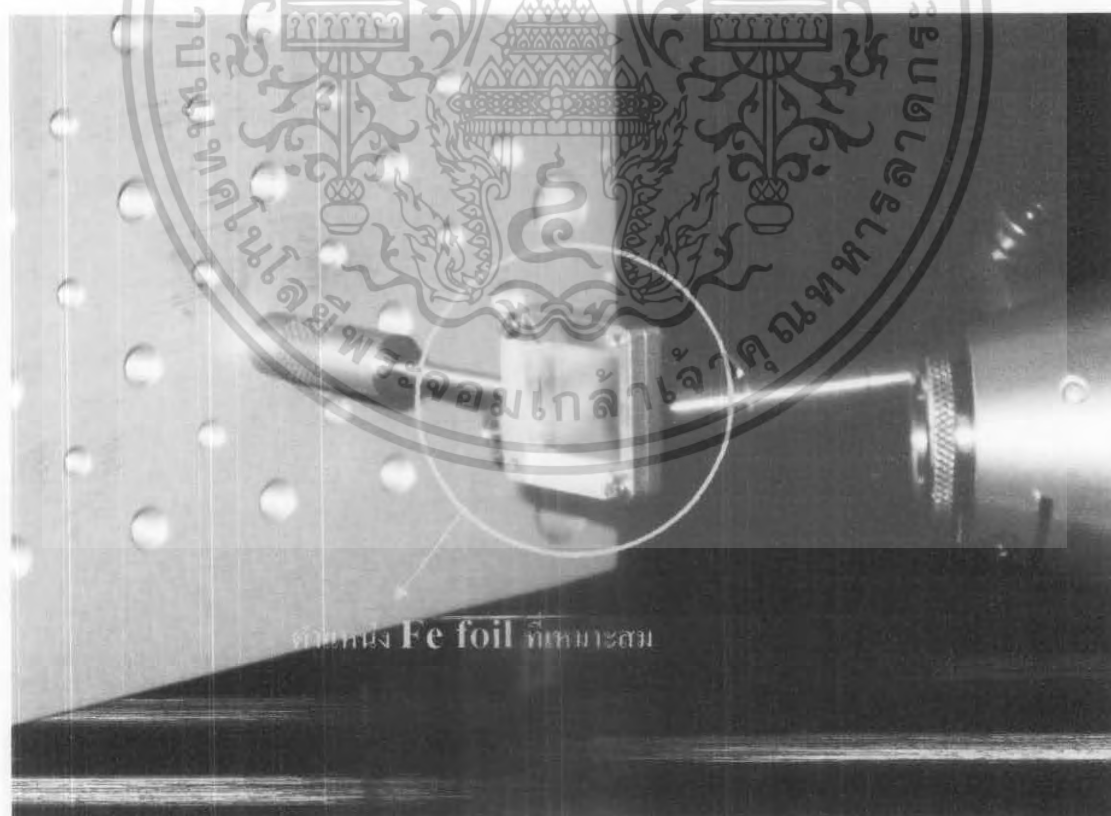
- พลังงานของ X-Ray generator = 40kV 45mA ตั้งค่าได้จาก GADD/ Collect/ Generator/
- ใช้ 0.5mm collimator โดยกอด pin hole ด้านที่ต่อกับ X-Ray tube ออก เพื่อให้ได้ความเข้มแสงที่สูงขึ้น ดังรูปที่ 3.28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.28 แสดงภาพ การถอด pin hole

- ใช้ตัวอย่าง Fe foil และปรับตำแหน่งของตัวอย่างให้อยู่ตรงกลางของ goniometer โดยอาจจะใช้หลอดไฟช่วยนำตัวอย่างเพื่อให้เห็นตำแหน่ง laser ได้ดียิ่งขึ้น ดังรูปที่ 3.29



รูปที่ 3.29 แสดงภาพการวางตำแหน่ง Fe foil ให้อยู่ตำแหน่งเหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เลือกคำสั่งจากโปรแกรม GADD / Edit/ Configure/ user setting โดยที่ตั้งค่า Sample to detector surface = 30 และเลือก Frame size = 1024

- เลื่อนตำแหน่งของ Omega และ 2-Theta ไปที่ตำแหน่ง 50 degree เพื่อให้ Fe foil และ GADD ขนานกัน

- เลือก detector bias = Fe bias จาก / Collect/ Detector/ Fe bias

- เลือก / Spatial/ Level 3 เพื่อให้มีตัวเลือกใช้หมวดคำสั่งที่มากขึ้น

ส่วนขั้นตอนที่แตกต่างกันมีดังนี้

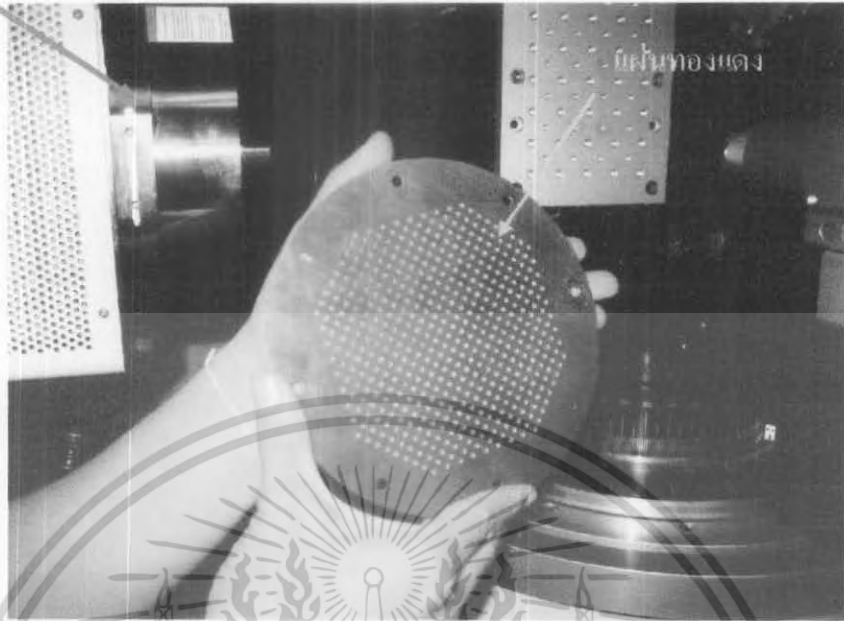
- ใส่แผ่นทองแดงที่มีรู และใส่สอดเข้ากับด้านหน้าของ GADD ใช้รูดอย่างน้อย 4 ตัว  
วิธีการทำเป็นขั้นตอนดังรูปที่ 3.30 ดังรูปที่ 3.31 และ ดังรูปที่ 3.32



รูปที่ 3.30 แสดงภาพด้านหน้า GADD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

GADD

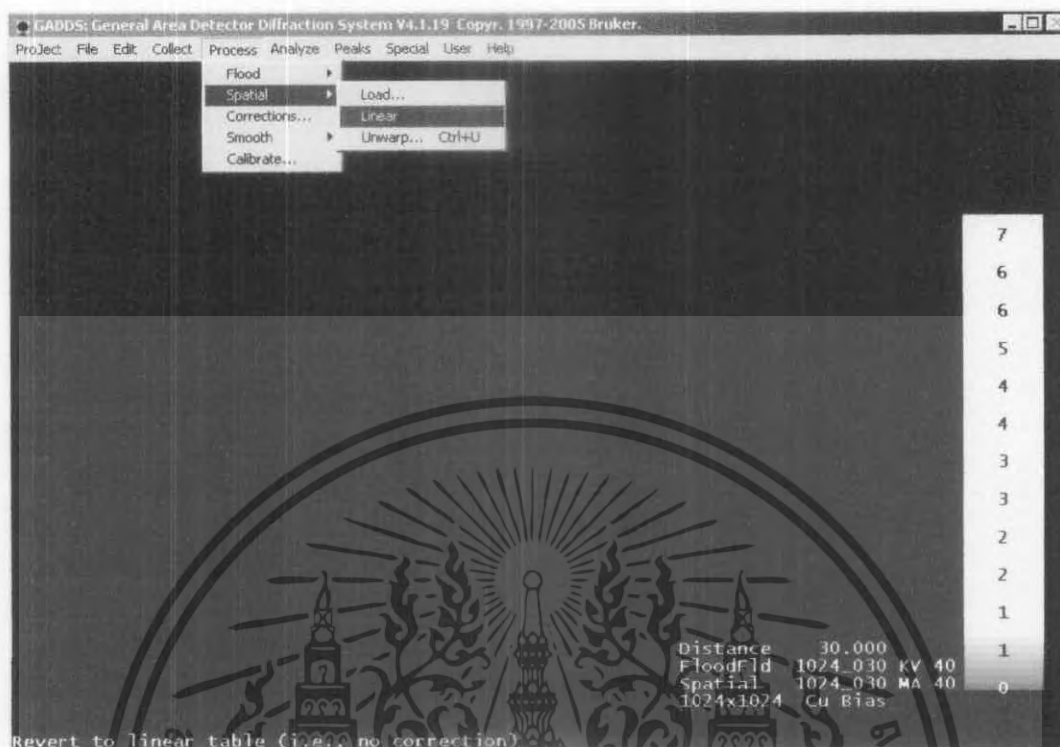


รูปที่ 3.31 แสดงภาพหน้าแผ่นทองแดงวางประกบด้านหน้าของ GADD



รูปที่ 3.32 แสดงภาพ แผ่นทองแดงอยู่บน GADD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



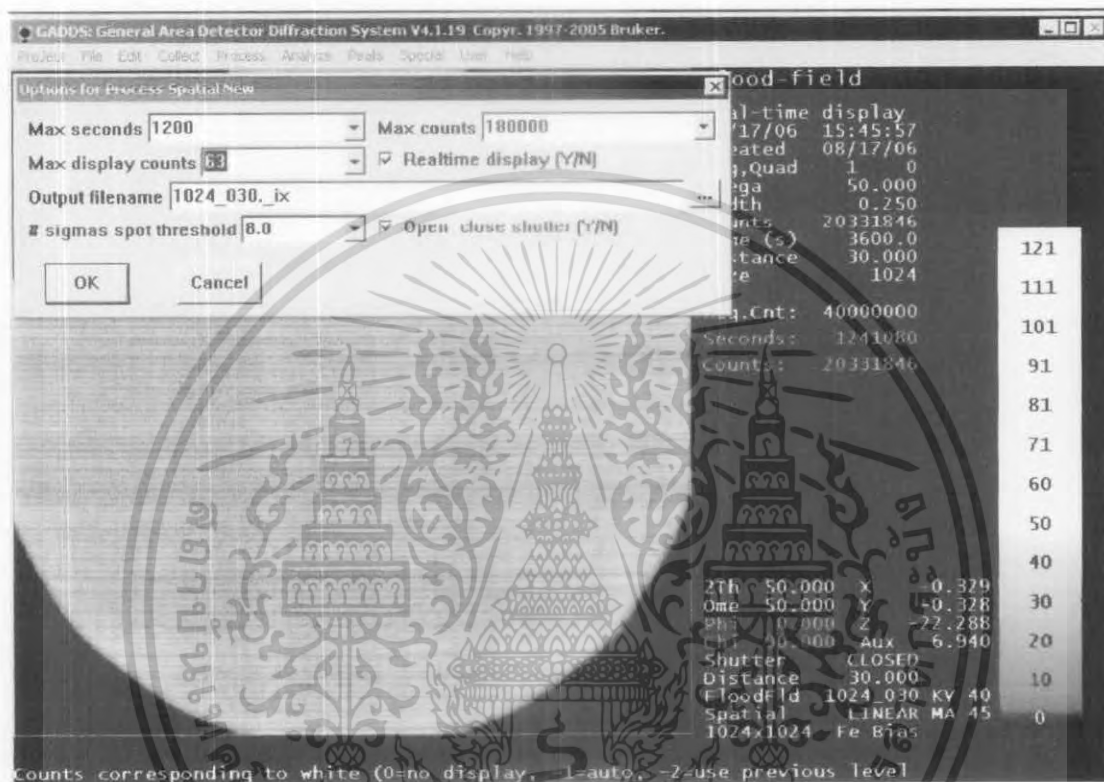
- เลือก / Process/ Spatial/ Linear จะเห็นภาพโปรแกรม GADD ในส่วนของ Spatial จะเปลี่ยนเป็น Linear ดังแสดงผลในรูปที่ 3.33



รูปที่ 3.33 แสดงภาพส่วนของ Spatial จะเปลี่ยนเป็น Linear

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

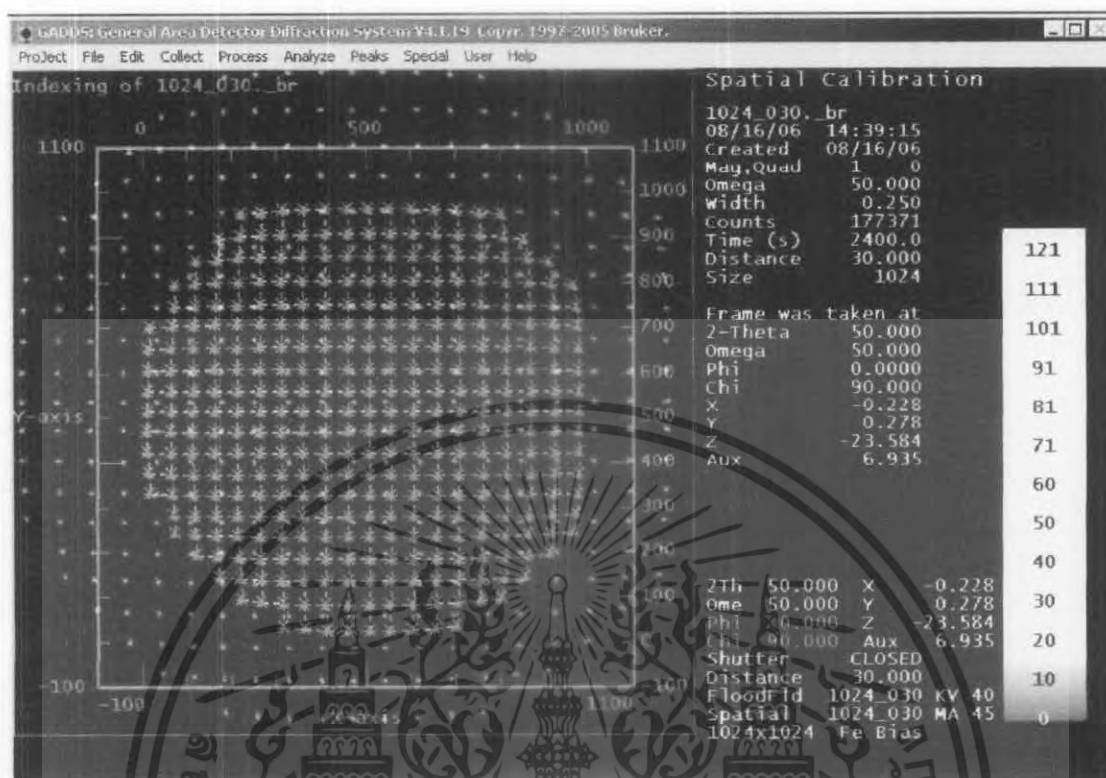
- เลือก / Process/ Spatial/ New เลือกเวลาในการวัด = 1200.00sec, intensities สูงสุดที่ให้วัดสะสมได้ = 180,000 counts โดยอาจจะปรับเพิ่มเวลาเพื่อให้ได้ accumulate counts ประมาณ 140,000counts ดังรูปที่ 3.34



รูปที่ 3.34 แสดงการเลือกเวลาในการวัด และ ค่าสูงสุดที่วัดได้

-เมื่อทำตามขั้นตอนของวิธีการ Spatial Correction Calibration เสร็จแล้วจะได้ดังรูป 3.35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



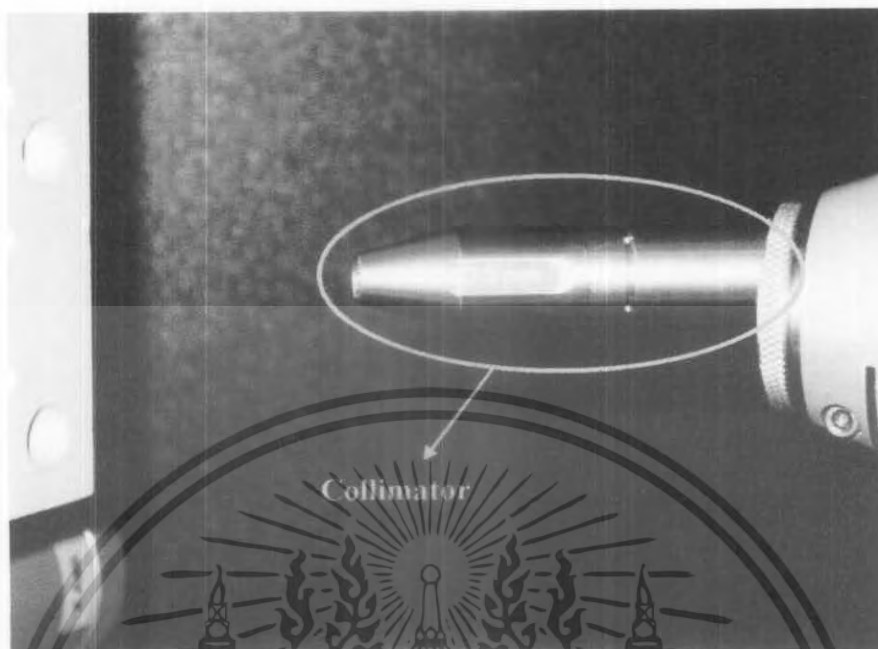
รูปที่ 3.35 แสดงภาพที่เตรียมพร้อม Spatial Correction Calibration

#### ก. Beam alignment

การทำ Beam alignment เพื่อปรับให้ตำแหน่งของ GADD ตรงตำแหน่งตรงกึ่งกลางของลำรังสี ซึ่งน่าจะอยู่ที่ประมาณ ระยะ 30 cm. และ ที่ตำแหน่ง X=510 และ Y=510 บนคอนมิตติ้ง

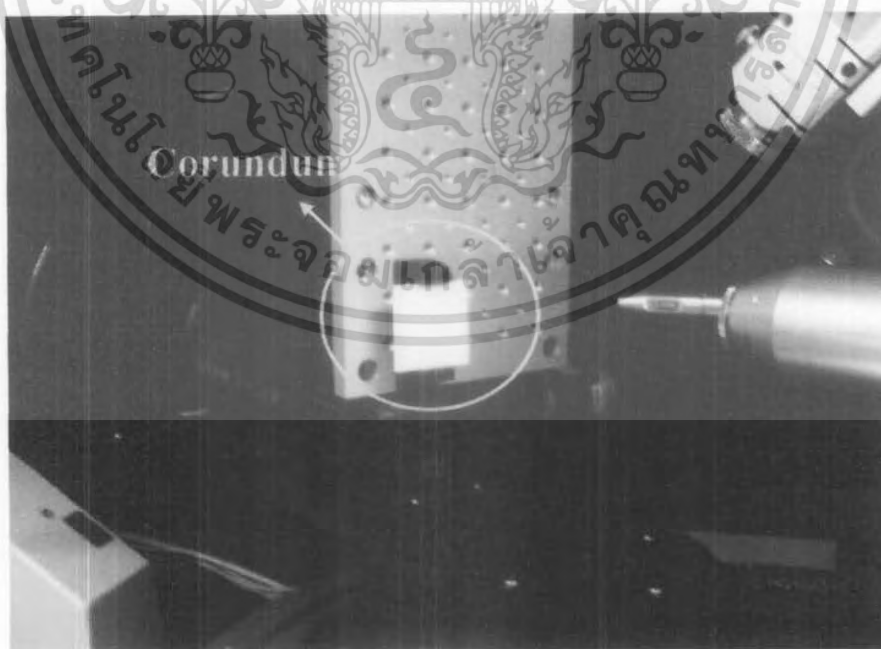
- ติดตั้ง Collimator ที่ต้องการ ซึ่งในที่นี้จะใช้ขนาด 0.5 mm ดังรูปที่ 3.36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



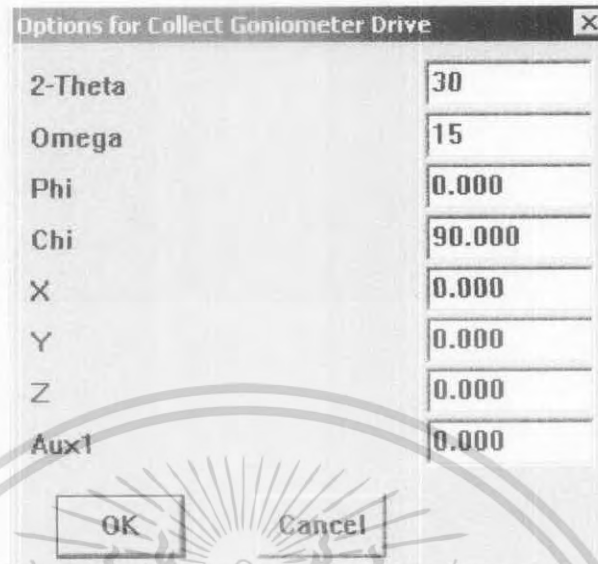
รูปที่ 3.36 แสดงภาพ Collimator ที่มีขนาด 0.5mm

- วางตัวอย่าง Corundum standard บนกระดานที่อยู่ตรงกลางของ goniometer ดังรูปที่ 3.37

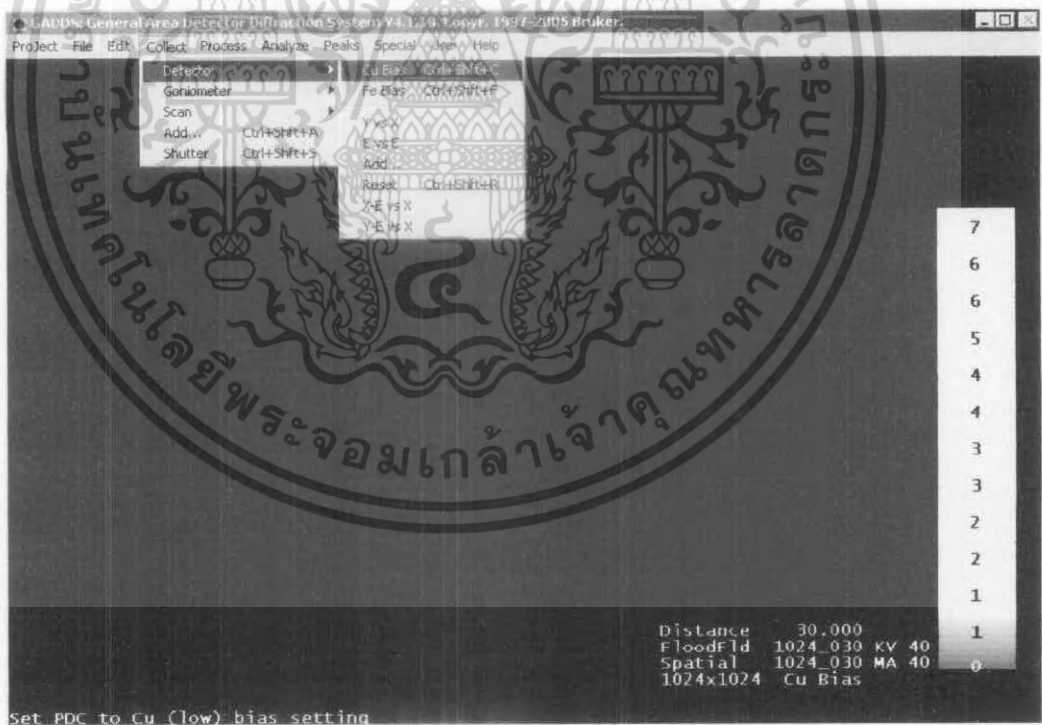


รูปที่ 3.37 แสดงภาพการวางตำแหน่ง Corundum

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

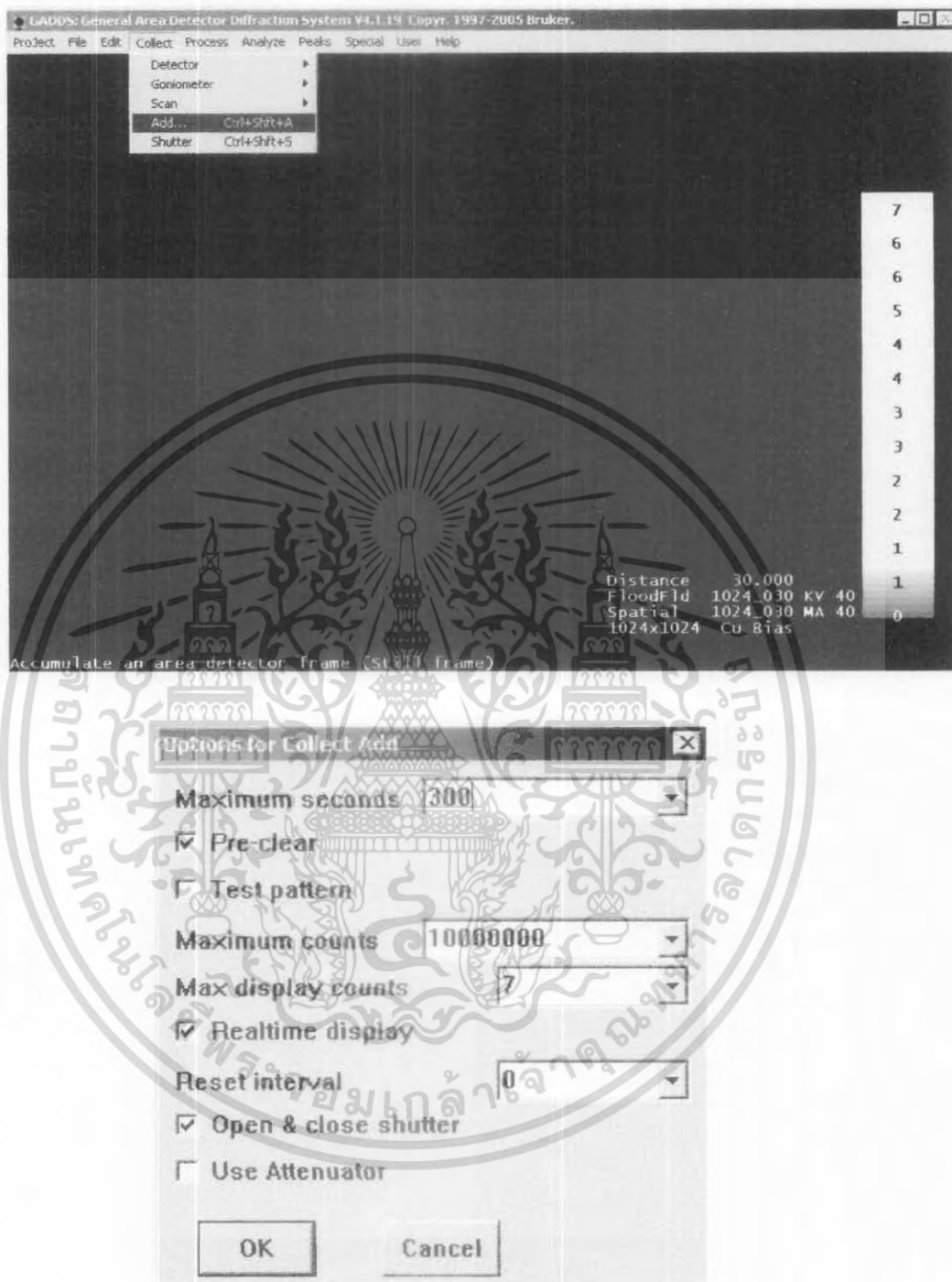


- เลื่อนตำแหน่งของ Omega และ 2-Theta ไปที่ 15 และ 30 ตามลำดับ



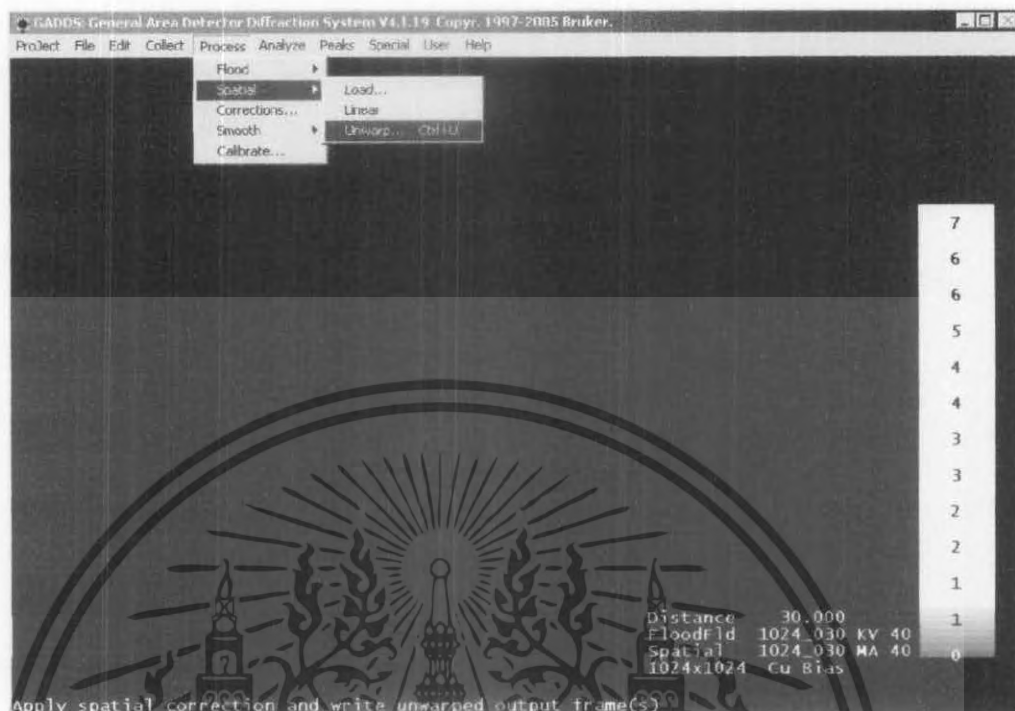
- เลือกคำสั่ง / Collect/ Detector/ Cu bias

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



- วัดตัวอย่าง โดยใช้คำสั่ง / Collect/ Add เลือกเวลาในการวัดเท่ากับ 300sec

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



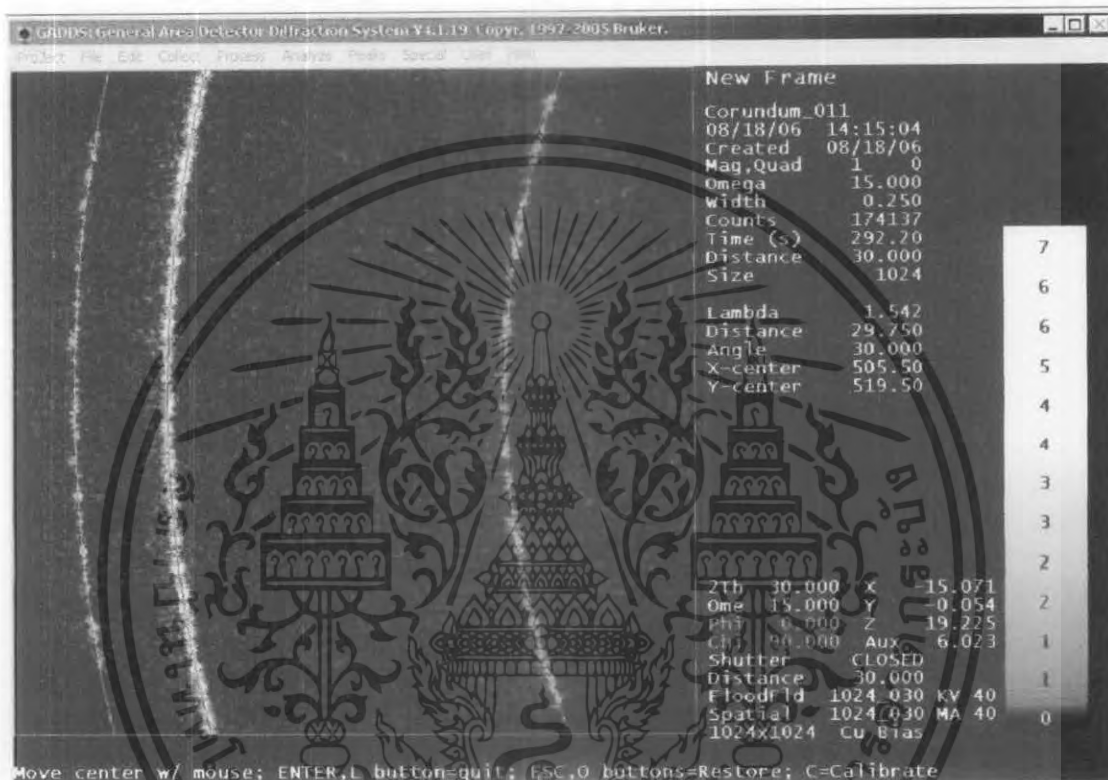
- เลือกคำสั่ง / Process/ Spatial/ Unwap



- เลือกคำสั่ง / Process/ Calibrate แล้วปรับให้ตรงตำแหน่งกับ peak ของ Corundum ที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดขึ้นโดยใช้ เป็นลูกศรขึ้น ลง เพื่อปรับ GADD distance และเพื่อปรับตำแหน่ง X และ Y axis ของ GADD ซึ่ง สามารถกดแป้นพิมพ์ตัวอักษร C เพื่อเปลี่ยน ไปมาระหว่างทั้งสองแบบ ดังรูปที่ 3.38



รูปที่ 3.38 แสดงภาพการปรับให้ตรงตำแหน่งกับ peak ของ Corundum

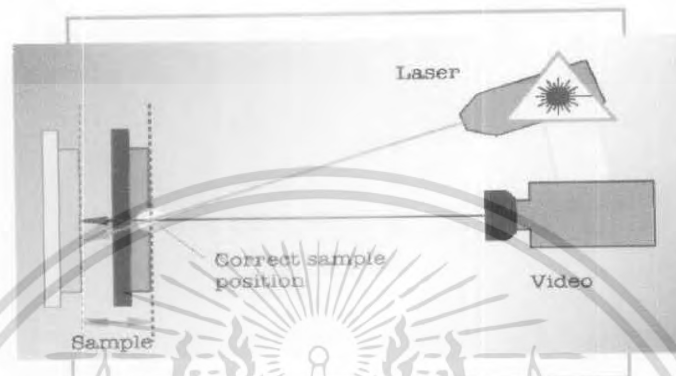
### ง. Standard Check

กำหนดอุปกรณ์ และเงื่อนไขตามแบบที่ต้องการวัดจริงเช่น ใช้กำลังของ X-Ray generator = 40kV 40mA ใช้ 0.5mm collimator เป็นต้น แล้ววัด Corundum standard ตามมุมมองต่างๆ เปรียบเทียบกับค่า error ที่ยอมรับได้ตามตาราง โดยสามารถกำหนดค่าองศาได้ดังนี้

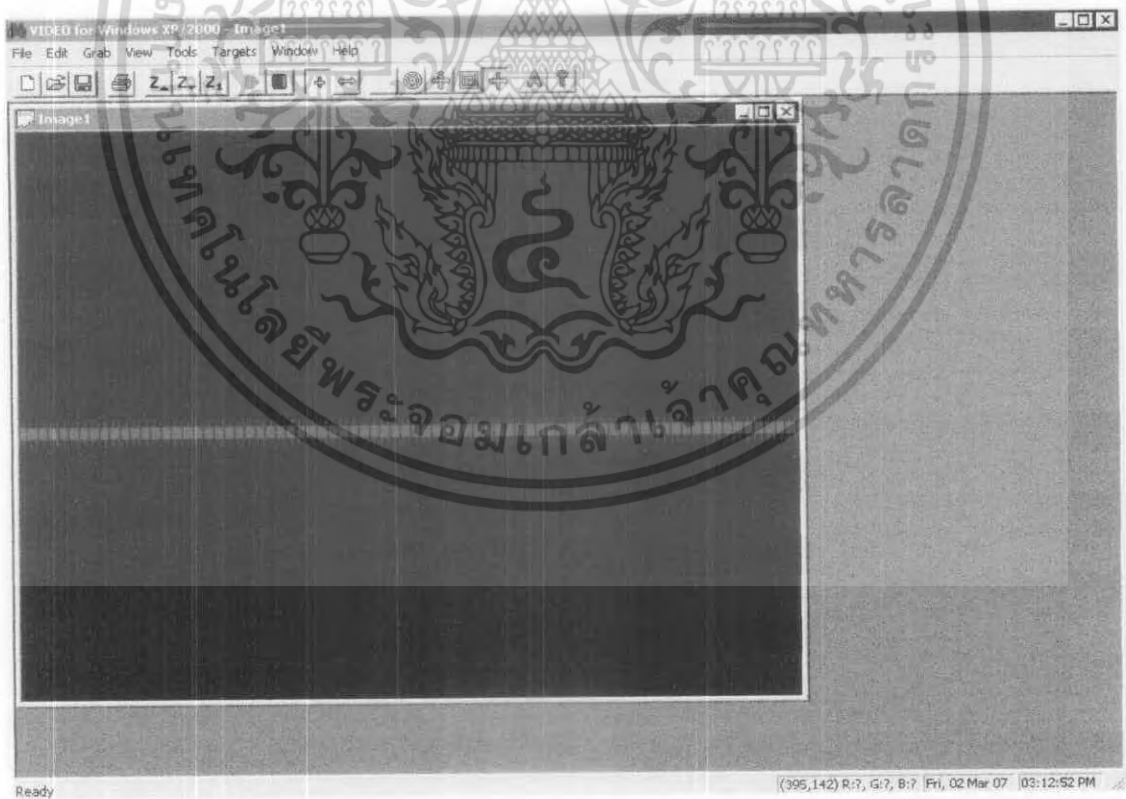
- วัดที่ Omega=15 และ 2-Theta=30 ใช้คำสั่ง add และตามด้วย unwrap แล้ว integrate
- วัดที่ Omega=22.5 และ 2-Theta=45 ใช้คำสั่ง add และตามด้วย unwrap แล้ว integrate
- วัดที่ Omega=32 และ 2-Theta=64 ใช้คำสั่ง add และตามด้วย unwrap แล้ว integrate
- แล้วใช้โปรแกรม Eva วิเคราะห์ผล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4 การปรับแต่ง (alignment) ของชุดอุปกรณ์ Laser / Video Microscope กับการวัด สารตัวอย่างของระบบนี้

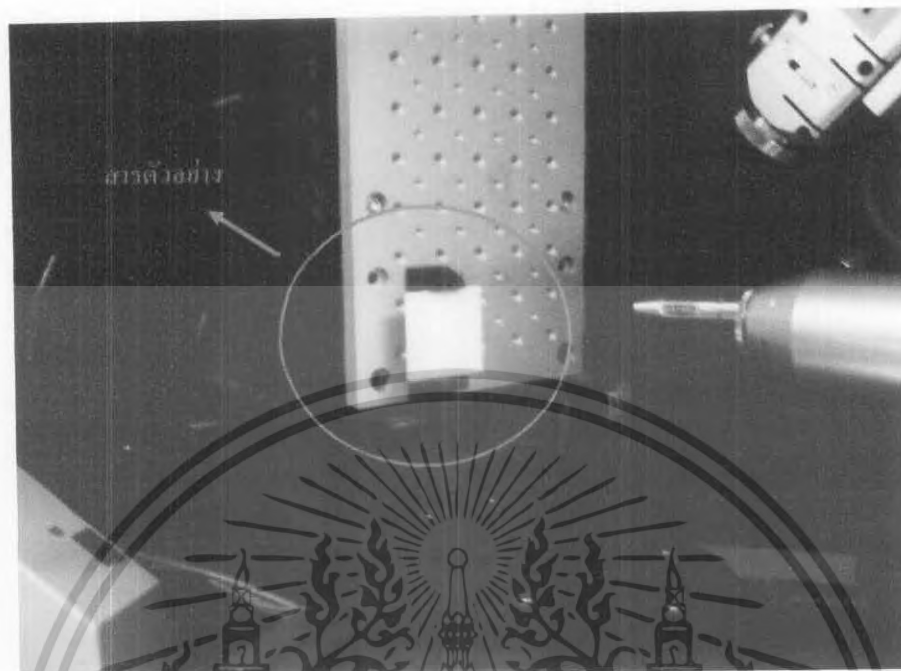


#### วิธีการปรับแต่ง ของชุดอุปกรณ์ Laser / Video Microscope



#### 1) เปิด โปรแกรม Video ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ขึ้นมา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



2) วางสารตัวอย่างบน XYZ-Stage

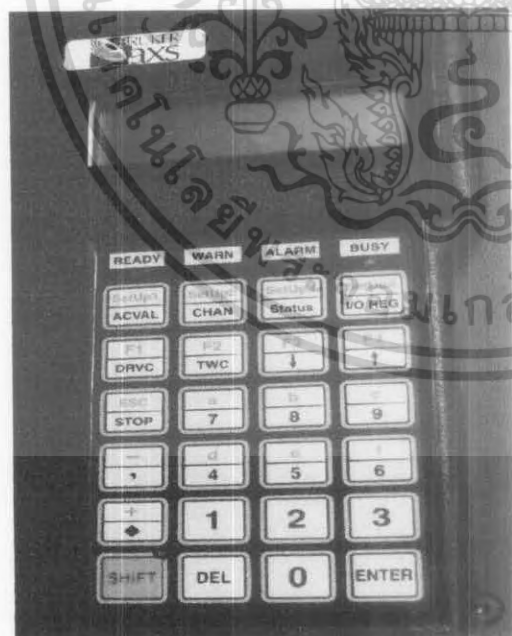
3) ปรับแต่งทิศทางของสารตัวอย่างโดยการกดปุ่มดังนี้

ปุ่มเลข 5 ในทิศทางแกน X

ปุ่มเลข 6 ในทิศทางแกน Y

ปุ่มเลข 7 ในทิศทางแกน Z

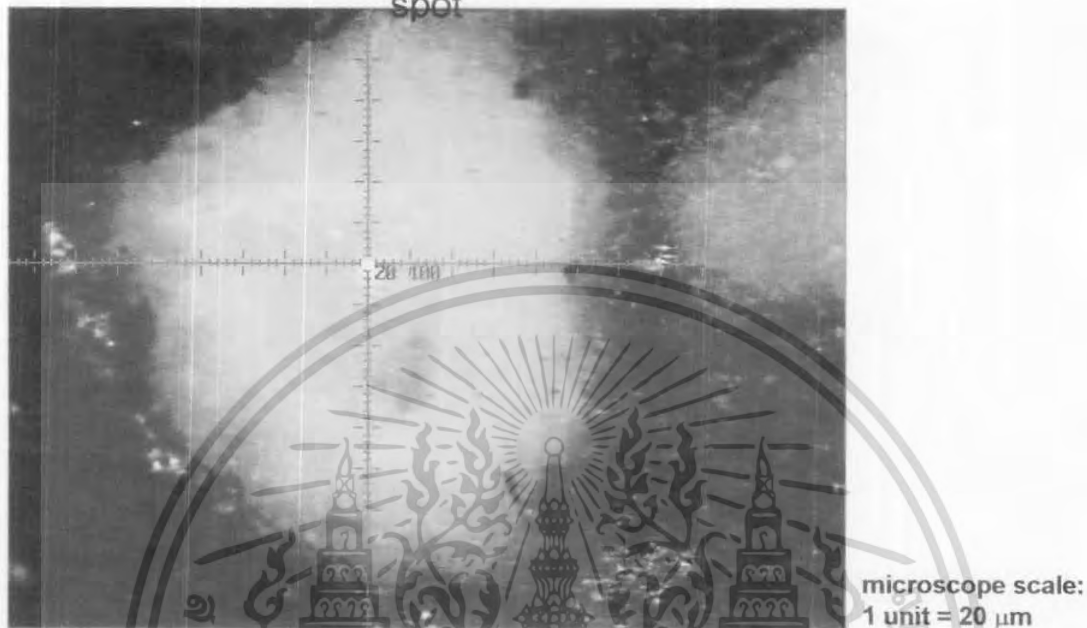
ปุ่มเลข 8 ในตารางขยาย



รูปที่ 3.39 แสดงภาพ เครื่องมือ control ปรับแต่งทิศทาง XYZ - Stage

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

video image of measured spot



รูปที่ 3.40 แสดงภาพของการทำ Sample Alignment ของ Video image of measured spot

### 3.5 การวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างของระบบ

การศึกษาการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่างของระบบนี้จะนำสารตัวอย่างที่มาศึกษาอยู่ด้วยกัน 4 ตัวอย่าง คือ Corundum ( $Al_2O_3$ ; standard check) Calcium Carbonate ( $CaCO_3$ ) Tin Oxide ( $SnO_2$ ) และเหรียญบาท (Coin one) โดยในแต่ละตัวอย่างจะมีขั้นตอนในการดำเนินการดังนี้

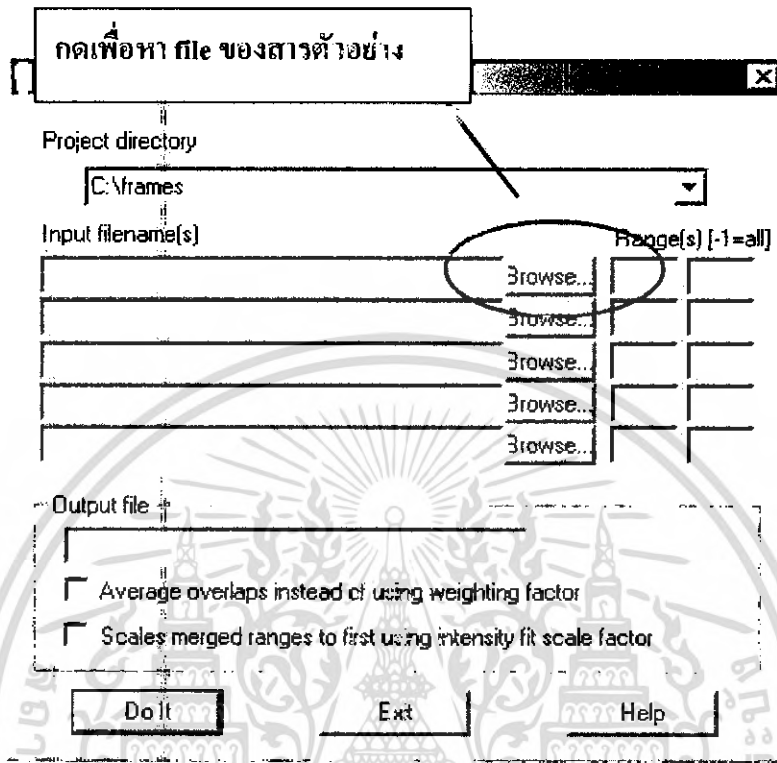
#### 3.5.1 วิธีการ Alignment Sample

#### 3.5.2 วิธีการวัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่าง

- 1) การวัดและเก็บข้อมูลในรูปแบบก่อนการ Integral แบบเป็น Step ( ช่วงมุม )
- 2) การนำข้อมูลก่อนการ Integral มาทำการ Integral ของสเปกตรัมด้วยโปรแกรม Merge

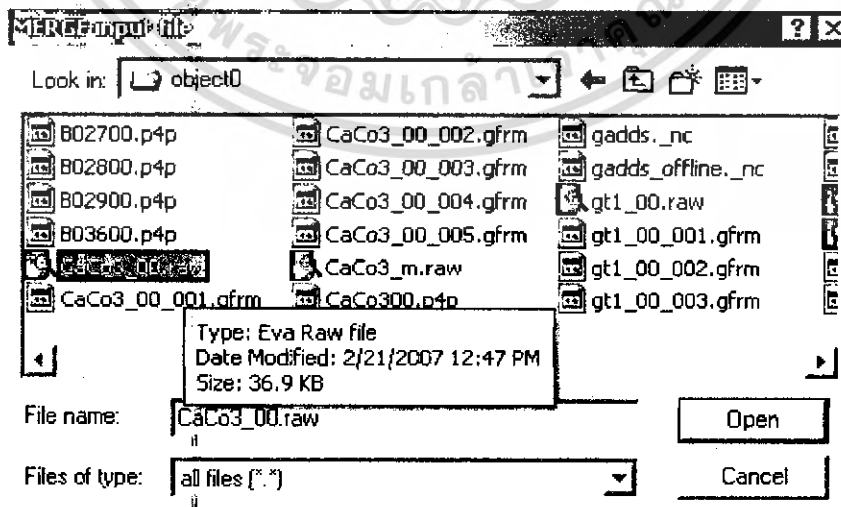
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.1) เมื่อเข้าโปรแกรม Merge แล้วจะปรากฏหน้าต่างดังรูป 3.41



รูปที่ 3.41 แสดงภาพการเปิดโปรแกรม Merge และเข้าไปหา file

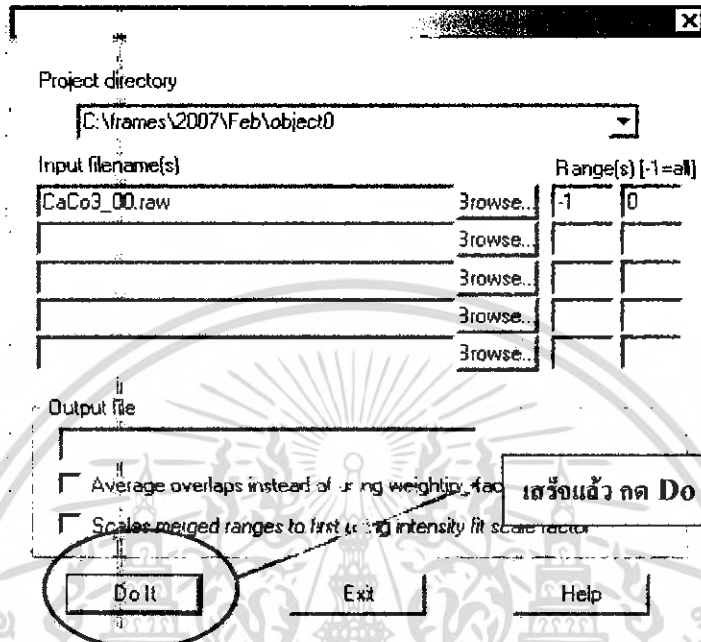
## 2.2) หา File ของสารที่มีสกุล raw ดังรูป 3.42



รูปที่ 3.42 แสดงภาพหา File ของสารที่ต้องการ ต้องเป็นสกุล raw

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

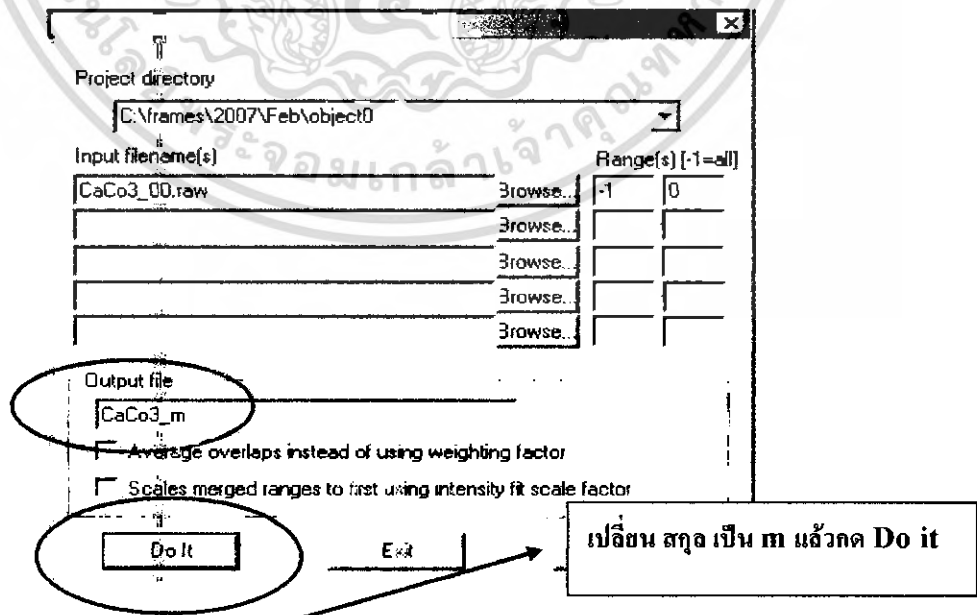
### 2.3) เมื่อ ได้ File สกฤต raw แล้ว กด Do it ดังรูป 3.43



รูปที่ 3.43 แสดงขั้นตอนหา File ได้แล้ว

### 2.4) หลังจากนั้น COPY File ที่เป็นสกฤต raw มาและเพิ่ม \_m ที่ท้าย File

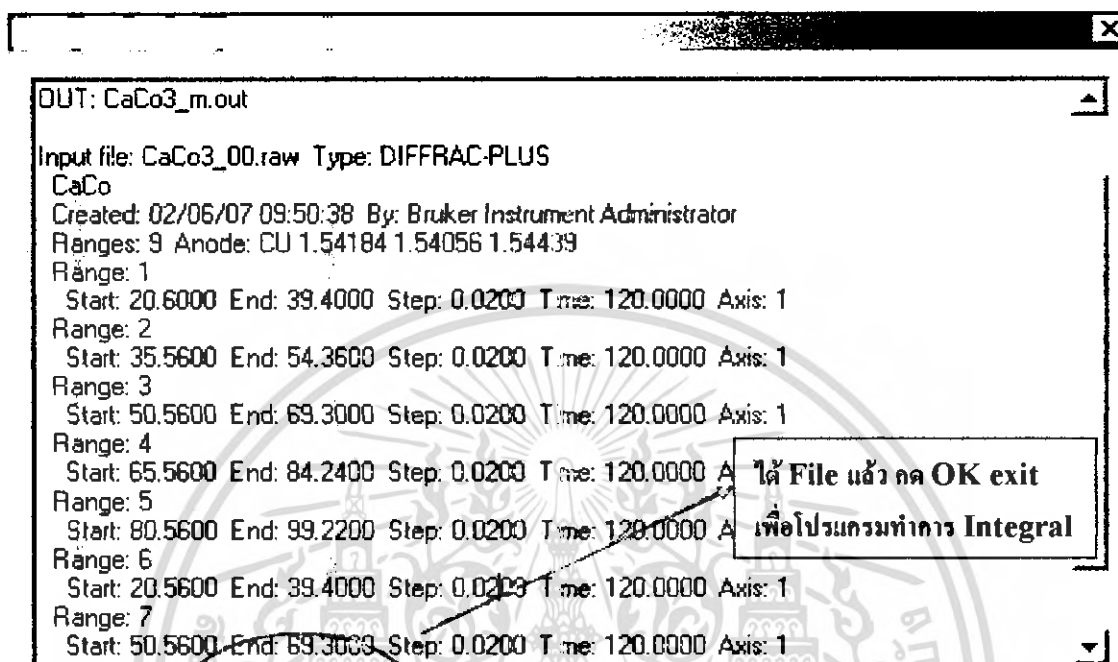
ดังรูป 3.44



รูปที่ 3.44 แสดงการ COPY File และเปลี่ยนสกฤตตอนท้าย File เป็น m

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

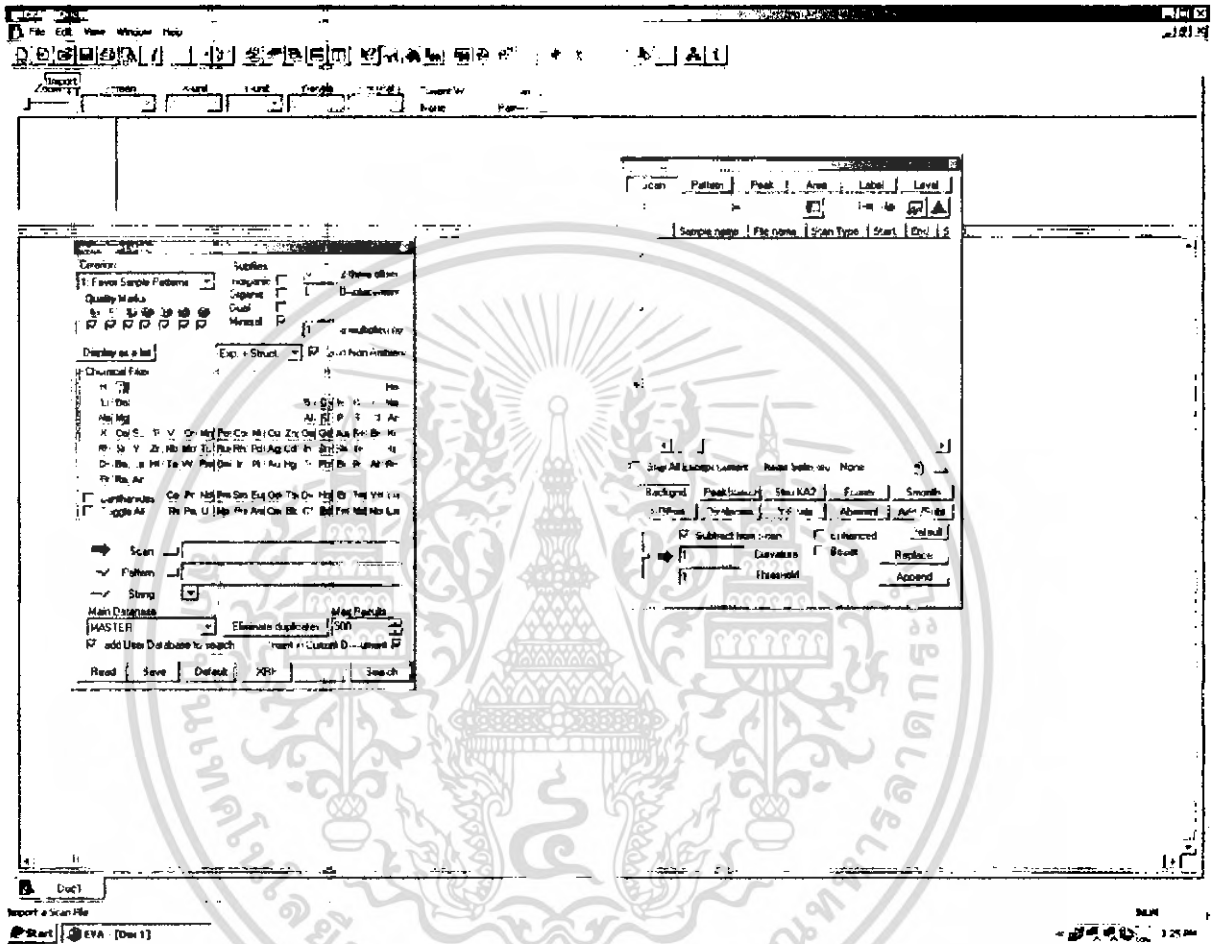
## 2.5) จะได้น้ำต่างดังรูป 3.45 เพื่อทำการ Integral



รูปที่ 3.45 แสดงภาพขั้นตอนการ Integral

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

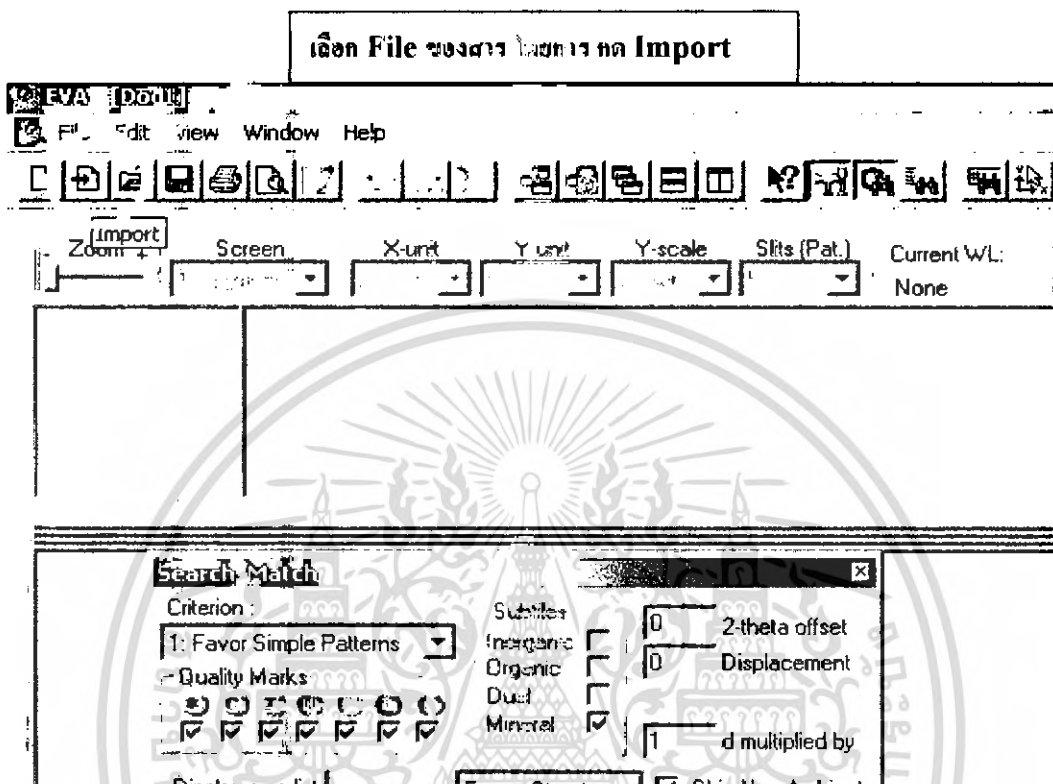
หลังจากทำการ Integar1 แล้ว ต้องไปเปิดโปรแกรม eva เพื่อดู Peak ของสเปกตรัม  
3.1) เปิดโปรแกรม eva ขึ้นมา ดังรูป 3.46



รูปที่ 3.46 แสดงการเปิดโปรแกรม eva

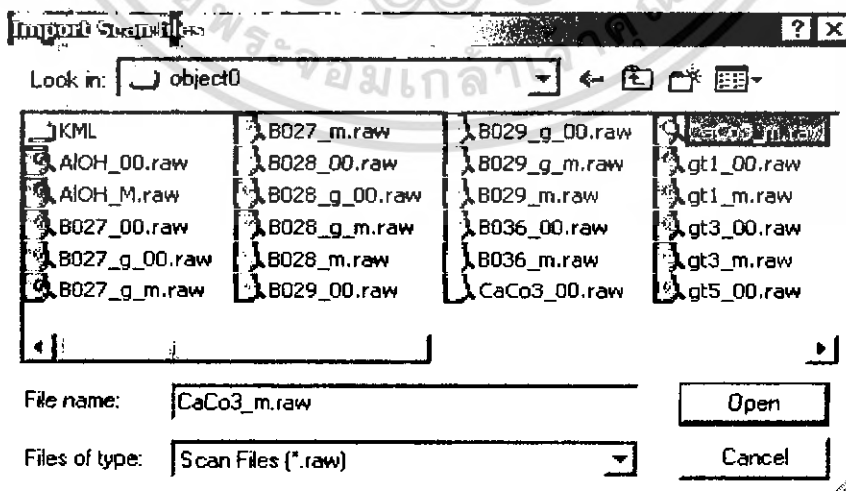
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2) เข้าไปที่ Import เพื่อหา File สารตัวอย่าง ดังรูป 3.47



รูปที่ 3.47 แสดงการเข้าหา File โดยการกดปุ่ม Import

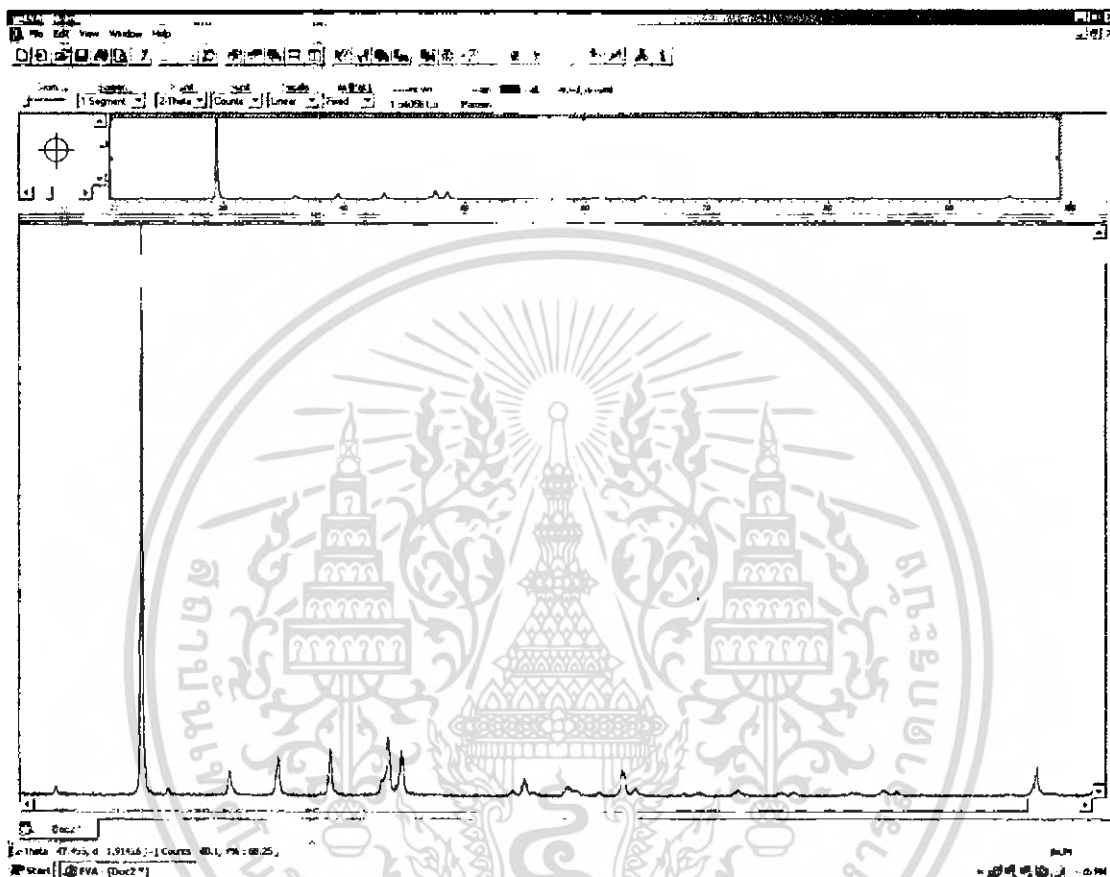
### 3.3) เข้าไปหา File ที่มีสกุล \*.raw ดังรูป 3.48



รูปที่ 3.48 แสดงภาพการเลือก File ของสาร โดยต้องมี \*.raw เท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4) จะได้ Peak ของสารที่หลังจาก Integral แล้ว ดังรูป 3.49

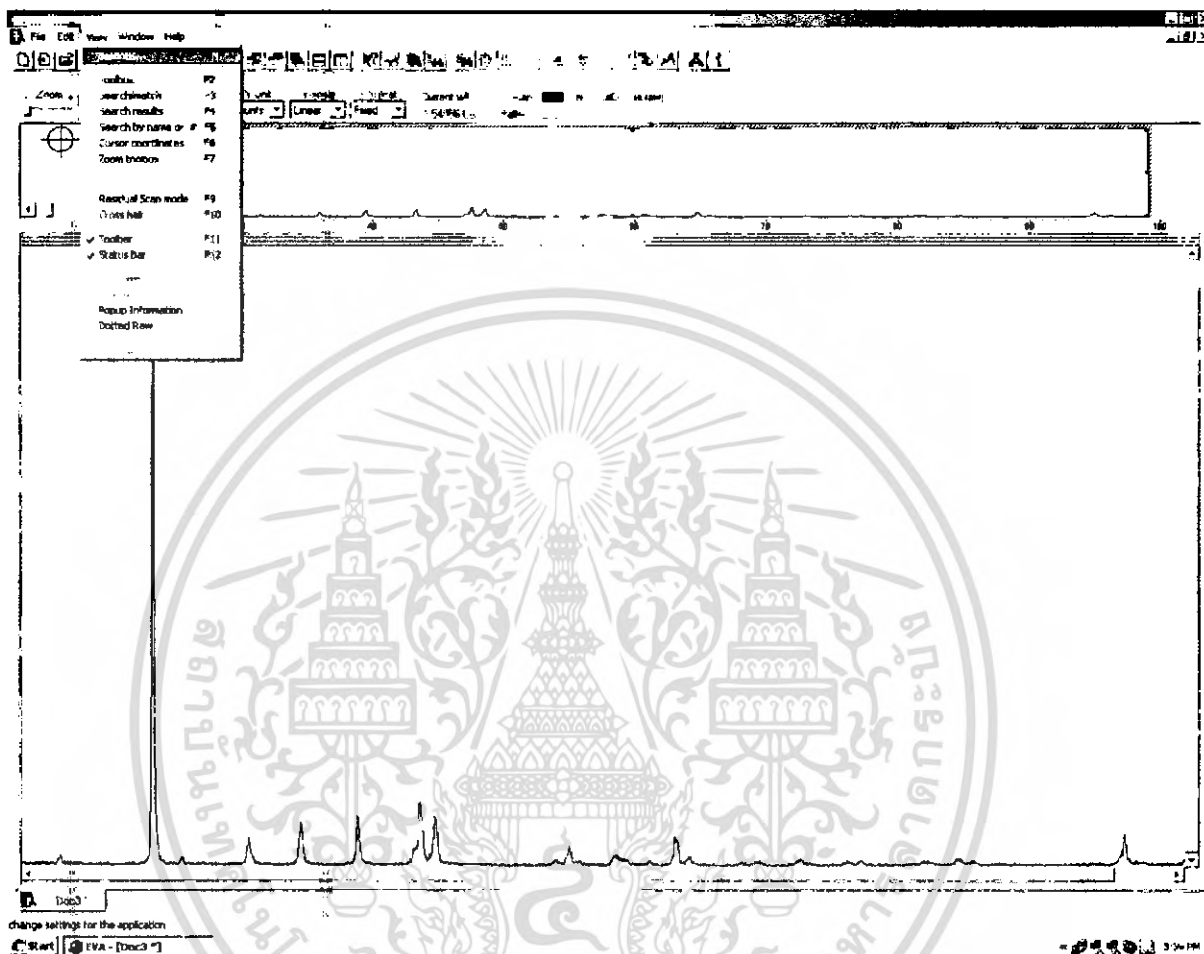


รูปที่ 3.49 แสดงภาพ Peak ที่ได้หลังจาก Integral แล้ว

4) ข้อมูลที่ได้หลังจากการทำ Integral ของสเปกตรัมนำมาวิเคราะห์หาค่า  $d(\text{Å})$  ด้วยโปรแกรม GADD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

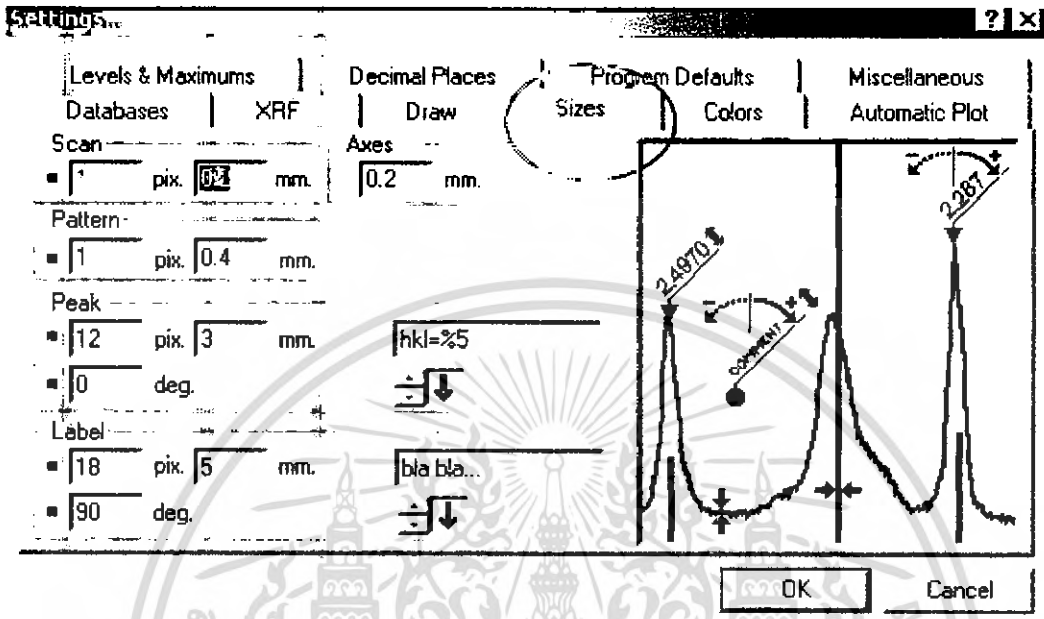
#### 4.1) เข้าไปที่ View และ Setting เพื่อไปตั้งค่าหา d(Å) ดังรูป 3.50



รูปที่ 3.50 แสดงภาพโปรแกรมตั้งค่าหาค่า d(Å) โดยการกด View และไปที่ Setting

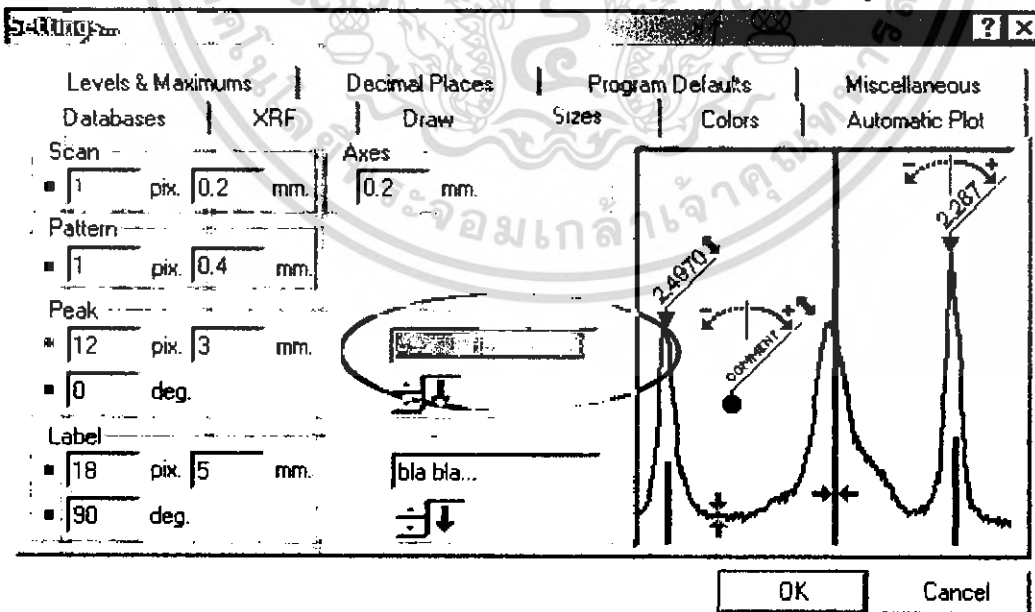
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4.2) เข้าไปที่ Sizes ดังรูป 3.51



รูปที่ 3.51 แสดงภาพการตั้งค่าโดยไปที่ Sizes

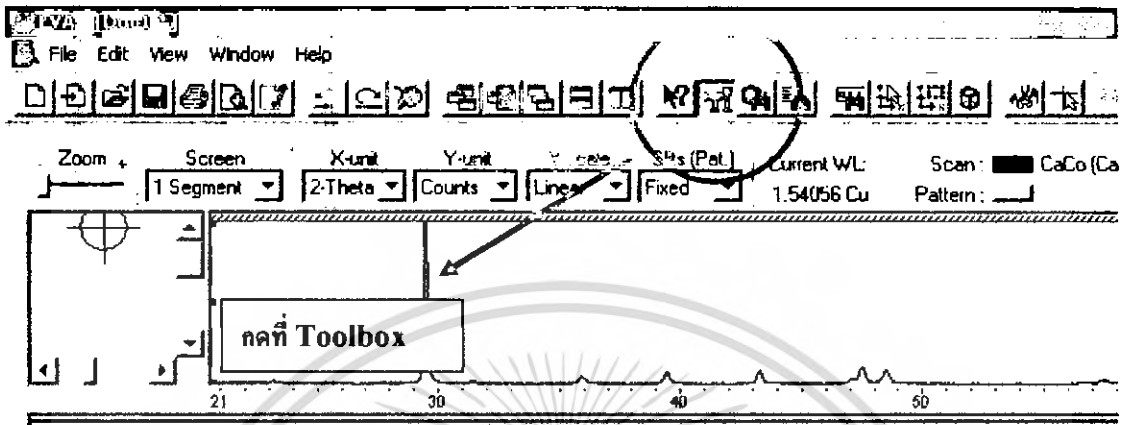
## 4.3) ไปแก้ที่ Peak ให้เปลี่ยนเป็น A=%1 d=%2 และ I=%3 ดังรูป 3.52



รูปที่ 3.52 แสดงภาพ การแก้ จาก h k l=%5 เป็น A=%1 d=%2 และ I=%3

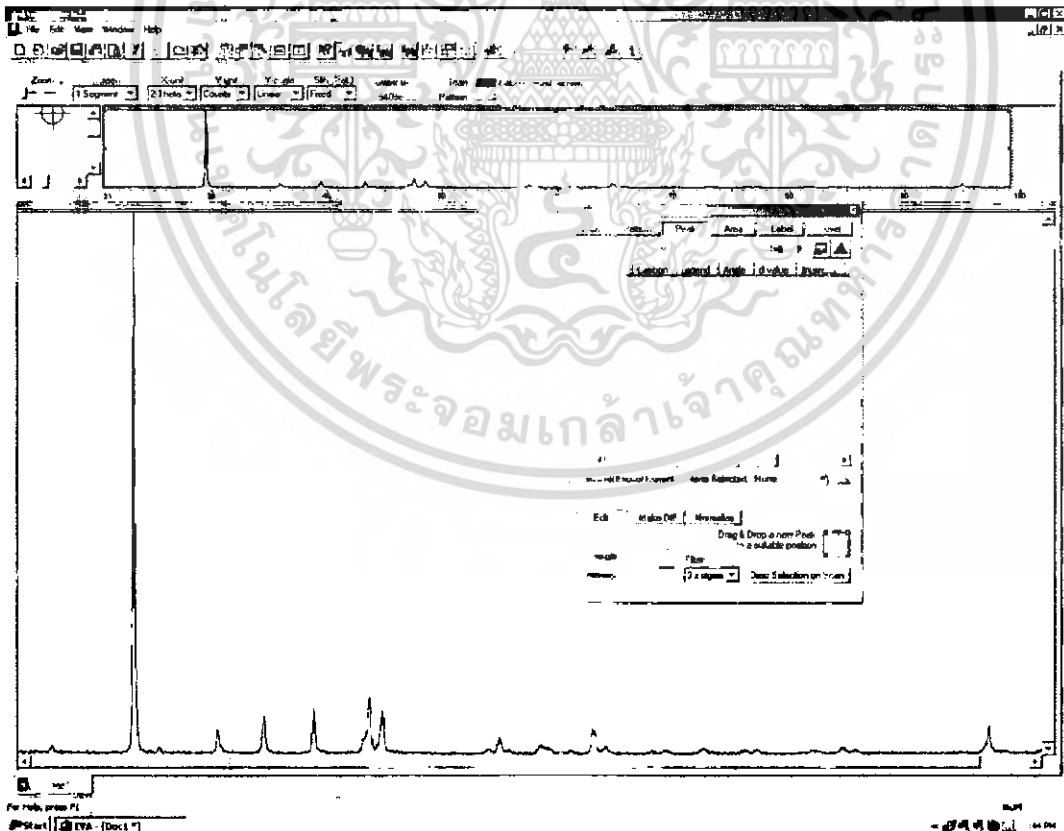
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.4) เปิดคำสั่ง Toolbox ดังรูป 3.53



รูปที่ 3.53 แสดงภาพ การกดปุ่มที่ Toolbox

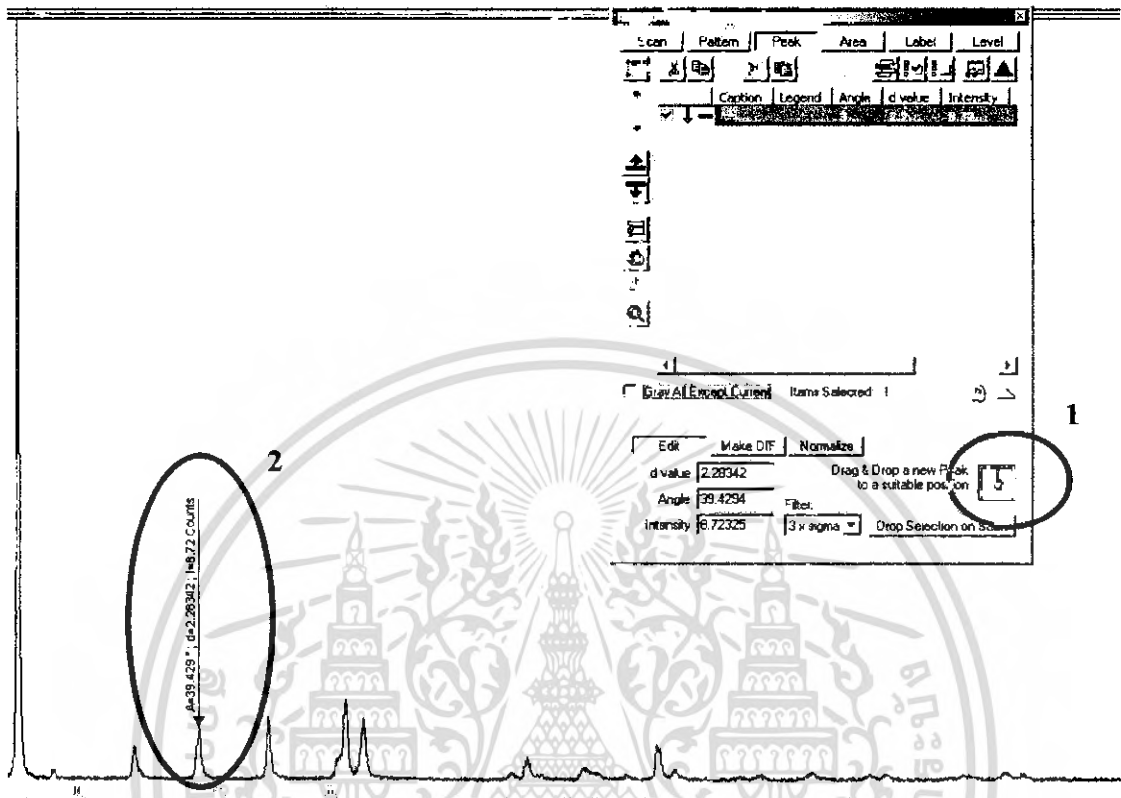
#### 4.5) จะได้นหน้าต่าง Toolbox ขึ้นมา ดังรูป 3.54



รูปที่ 3.54 แสดงภาพหลังจากกดปุ่ม Toolbox

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.6) ไปที่ Peak และเลือก ลูกศร ตากลูกศรมายัง ยอด Peak ดังรูป 3.55

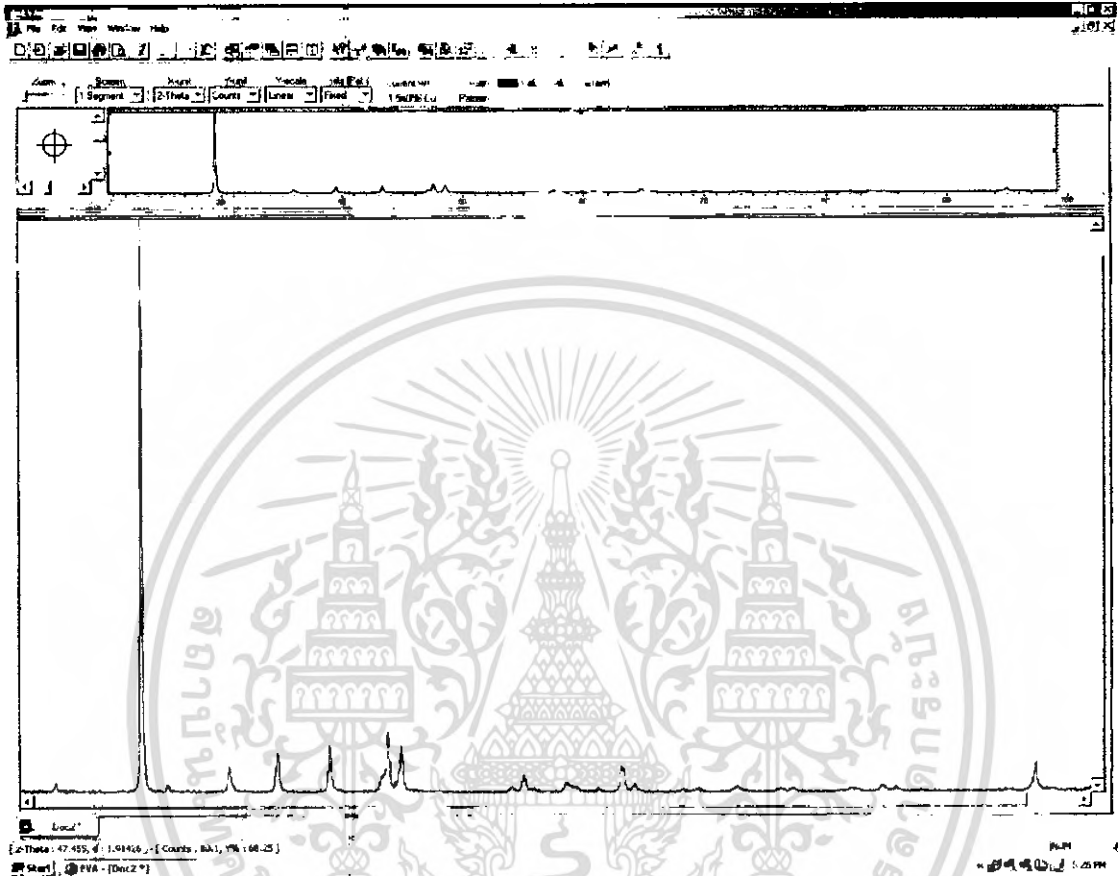


รูปที่ 3.55 แสดงภาพ การกดปุ่มลูกศร (ภาพ 1) ตากลูกศรลงมายัง ยอด Peak (ภาพ 2)

5) นำข้อมูลที่ได้จากข้อ 2) นำมาวิเคราะห์หาค่าดัชนีมิลเลอร์ (h k l) ด้วยโปรแกรม GADD

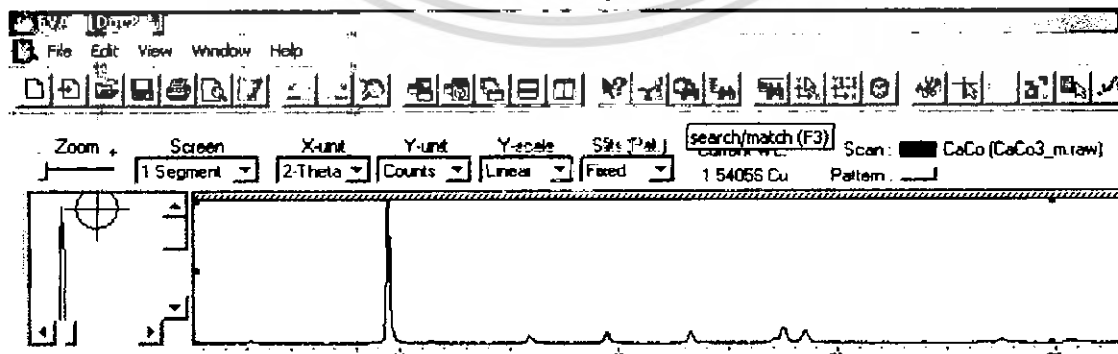
5.1) เปิดโปรแกรม eva และ หา File ของสาร ทำเหมือนขั้นตอนที่ 3.46-3.49 จะได้

ดังรูป 3.56



รูปที่ 3.56 แสดงภาพการ Integral แล้ว

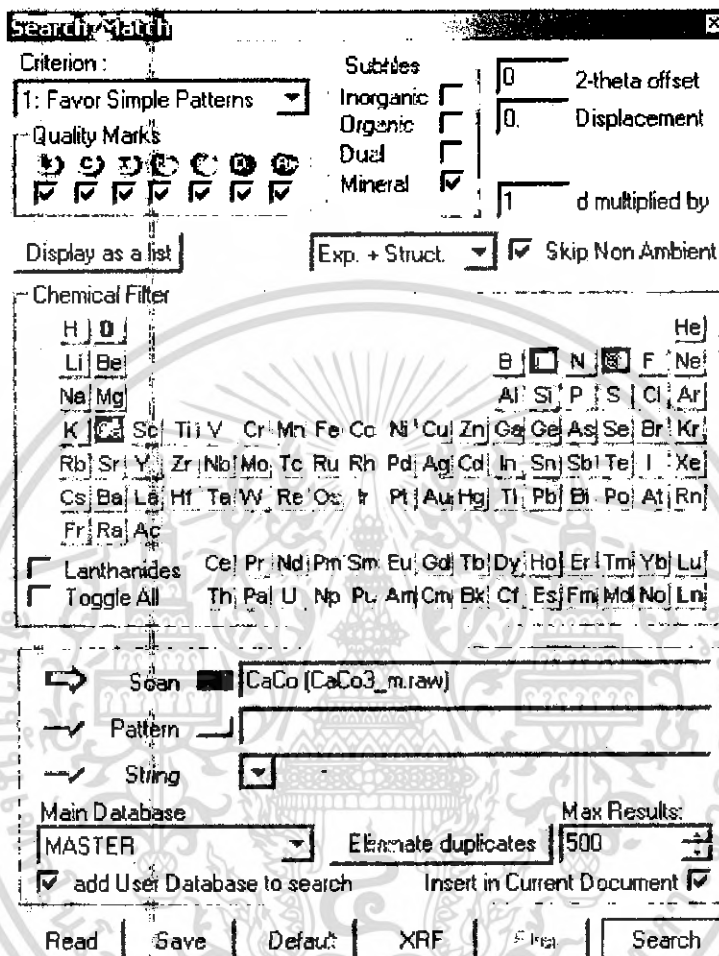
5.2) เข้าไปที่คำสั่ง search/match ดังรูป 3.57



รูปที่ 3.57 แสดงการเข้าคำสั่ง Search/match

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

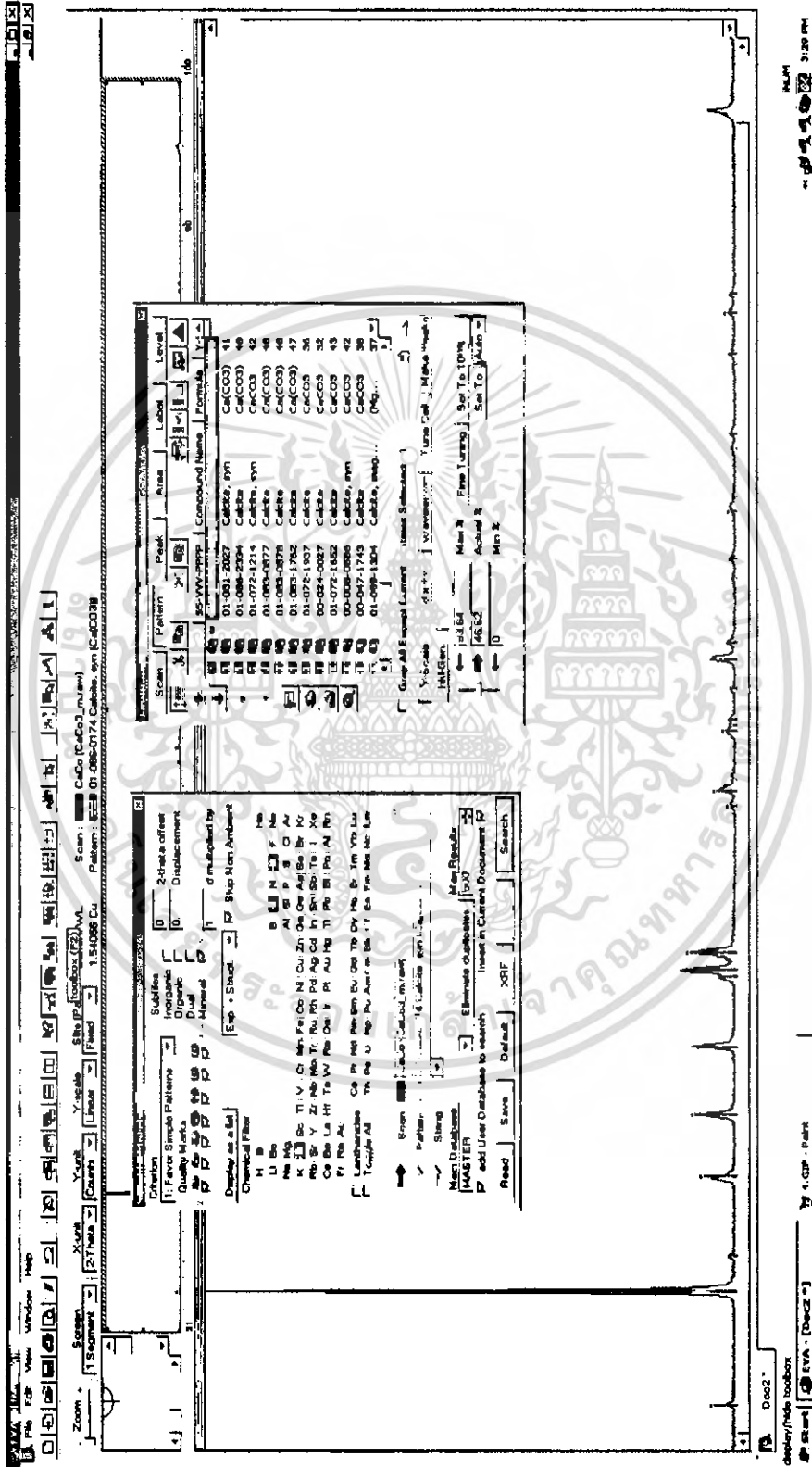
## 5.3) Mark สารที่ต้องการ โดยเลือกให้เป็นสีเขียว ดังรูป 5.58



รูปที่ 3.58 แสดงการMark Peak เพื่อในการเลือกสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

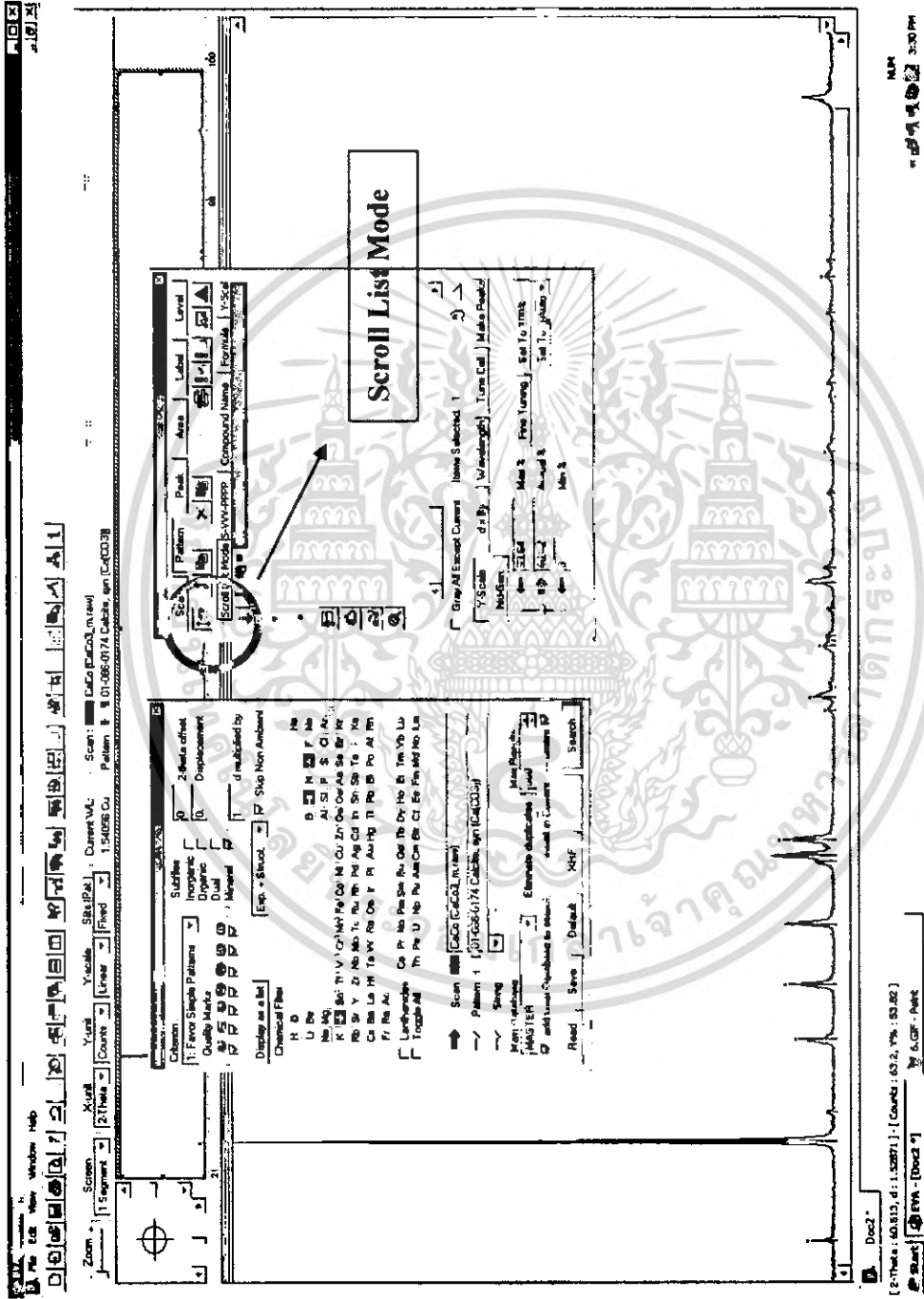
5.4) เล็ก Peak ที่ใกล้เคียงกับ Peak สารตัวอย่างดังรูป 3.59



รูปที่ 3.59 แสดงภาพการ Search หาสารที่เหมือนกับสารตัวอย่าง

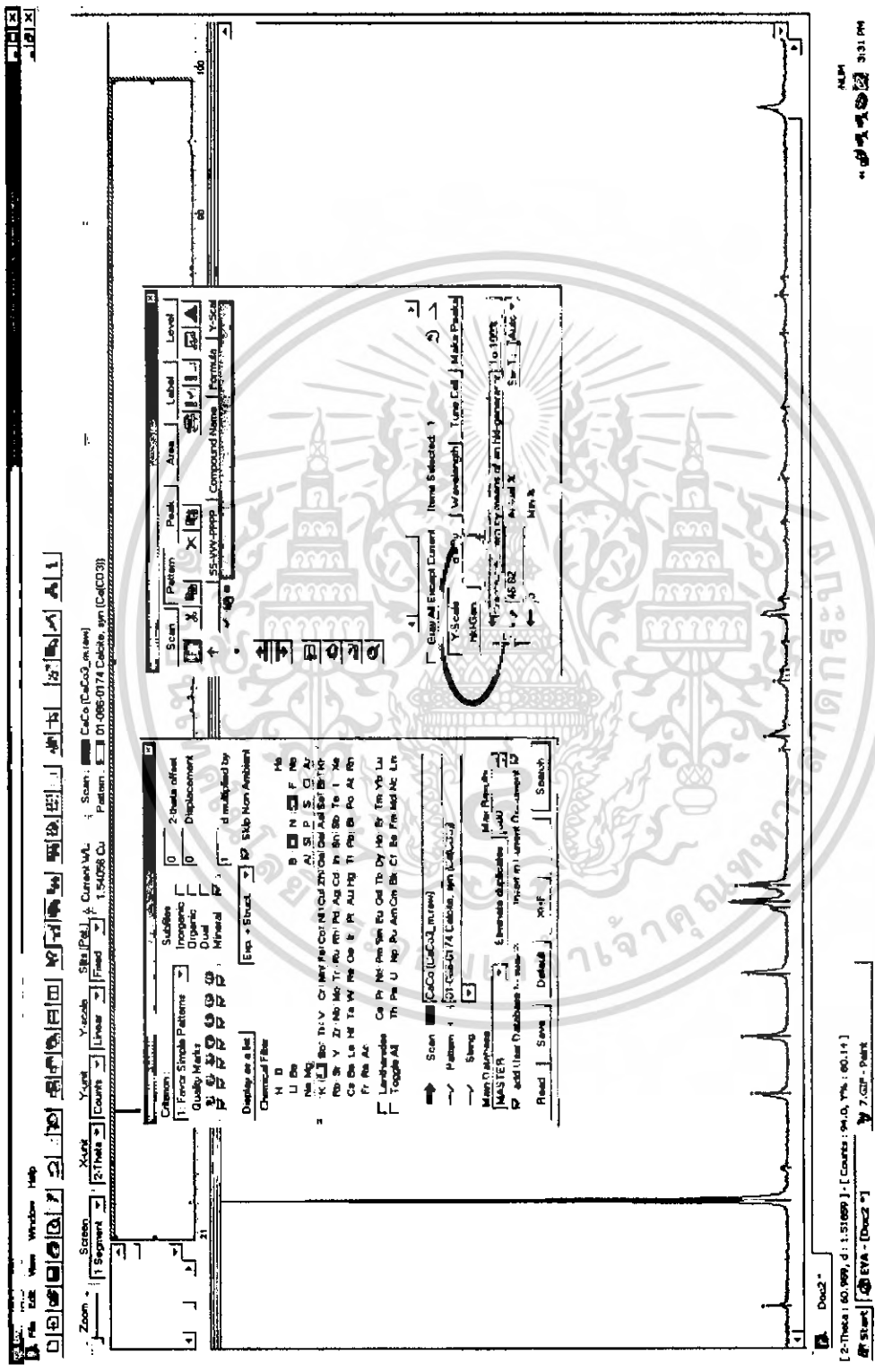
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้





รูปที่ 3.61 แสดงภาพ ทำเครื่องหมายถูกหน้าสารที่มี Peak ที่ใกล้เคียงและ กดปุ่ม Scroll List Mode

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

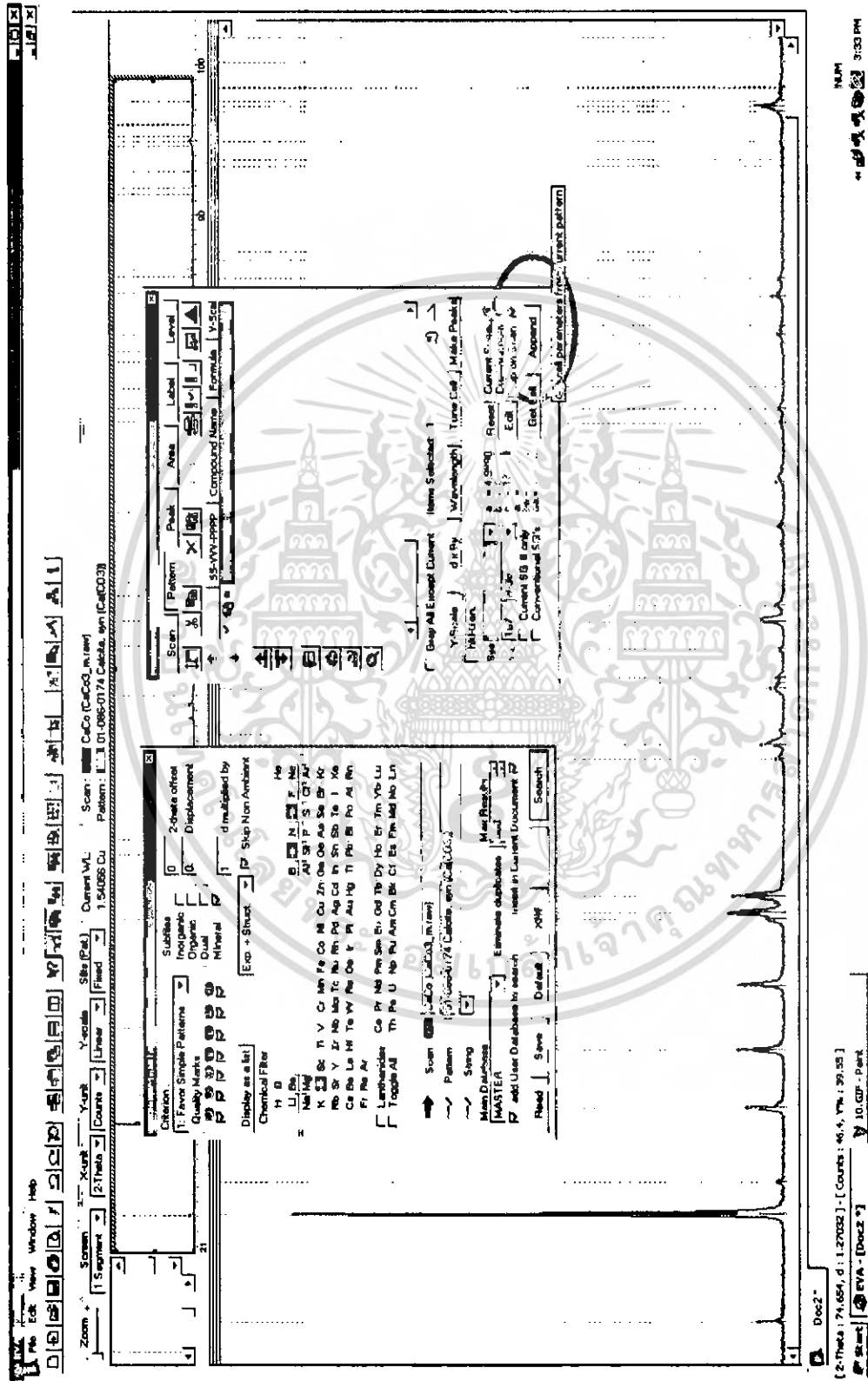


รูปที่ 3.62 แสดงภาพเข้าโปรแกรม h k I-Gen

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

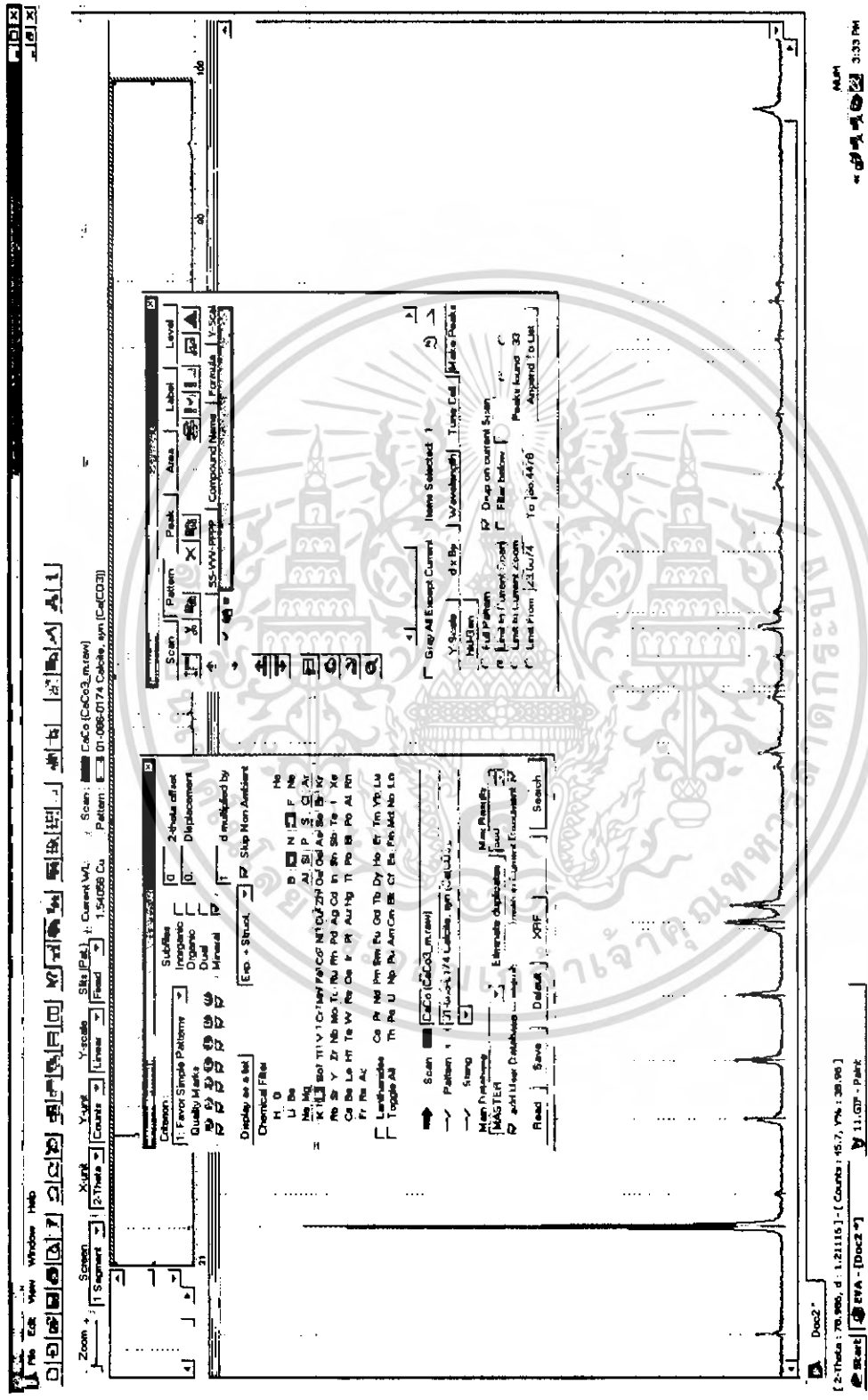






รูปที่ 3.65 แสดงภาพการเข้าถึง Append

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.66 แสดงภาพการเข้ากำลัง Append To List

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

ในการศึกษาจะทำการวัดและวิเคราะห์ผลสารตัวอย่าง 4 ตัวอย่าง คือ Corundum Calcium carbonate , Tin oxide และเหรียญบาท (Coin) ตามขั้นตอนดังนี้

#### 4.1 ปรับเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง Corundum

##### วิธีการทดลอง

- 1) ใส่ตัวอย่าง Corundum ลงในอุปกรณ์ที่เตรียมสารแบบ Silicon Zero Background
- 2) นำไปติดตั้งตำแหน่งการวัดที่ XYZ-Stage
- 3) ทำวิธีการ Alignment sample บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.1
- 4) ทำการวัดตัวอย่าง Corundum โดยมีการกำหนดมุมการวัดดังนี้
  - มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.2
  - มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.4
  - มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.6
  - มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.8
  - มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.10
- 5) จากผลการวัดในข้อ 4) นำมาทำการวิเคราะห์ผลได้ดังนี้
  - ก. นำสเปกตรัมที่วัดได้มาทำการ Integral เพื่อให้สเปกตรัมมีความเด่นชัดยิ่งขึ้น โดยมีการกำหนดมุมที่ทำดังนี้
    - มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.3
    - มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.5
    - มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.7
    - มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.9
    - มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.11
  - ข. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า d ของสเปกตรัม Corundum ที่ผ่านการ Integral โดยใช้โปรแกรมดังบทที่ 3 หัวข้อ 3.4 และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.12

## รูปที่ 4.12 (เหมือนรูปในหัวข้อที่ 3.5 )

ค. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า (h k l) ในแต่ละพีก (peak) ของสเปกตรัม Corundum ที่ผ่านการ Integral โดยใช้โปรแกรมดังบทที่ 3 หัวข้อ 3.5 และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.13

ง. นำค่า (h k l) ในแต่ละพีกมาคำนวณตามสมการ (4.1) และ (4.2) ดังรายละเอียด บันทึกผลการคำนวณลงในตารางที่ 4.1

Sample Standard : Corundum

Lattice : Rhombohedral

ความยาวคลื่นของ CuK $\alpha$  : 1.5406 Å

เลขดัชนีมิลเลอร์ของระบบ (h k l) : (012) (104) (110) (006) (113) (024) (116) (122)

ค่าพารามิเตอร์แลตติส a = b = 4.75870 Å และ c = 12.99290 Å

โดยที่  $\alpha = \beta = 90^\circ$  และ  $\gamma = 120^\circ$

จากสมการการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก d และมุม  $2\theta$  คือ

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

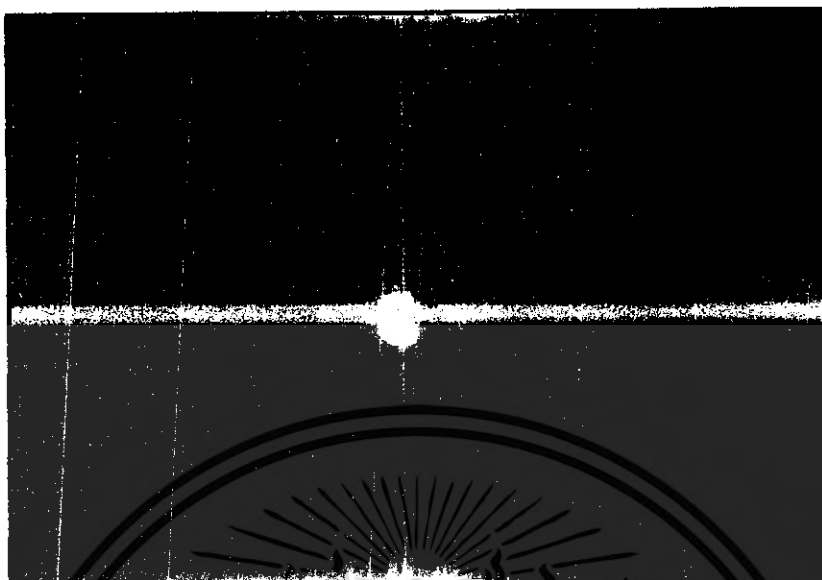
และหาค่ามุม  $\theta$  จากสมการ

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

จ. คำนวณหาค่าผิดพลาดที่เกิดจากการวัดของระบบกับค่าที่ได้จากการคำนวณตามทฤษฎี บันทึกผลลงในตารางที่ 4.1

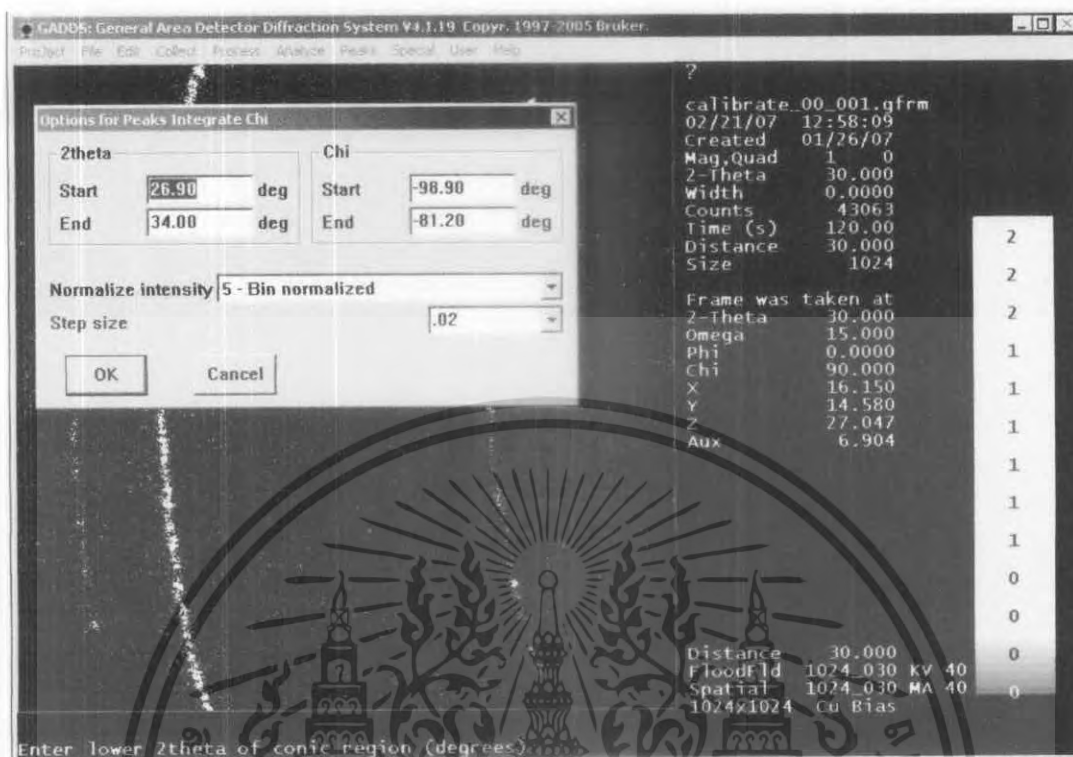
ผลการทดลอง : แสดงผลการเปรียบเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง Corundum

ดังรูปที่ 4.1-4.13 และตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงภาพการใช้กล้องวิดีโอในการจับภาพสาร Corundum  
ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X = 16.15mm, Y= 14.58mm, Z=27.047mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

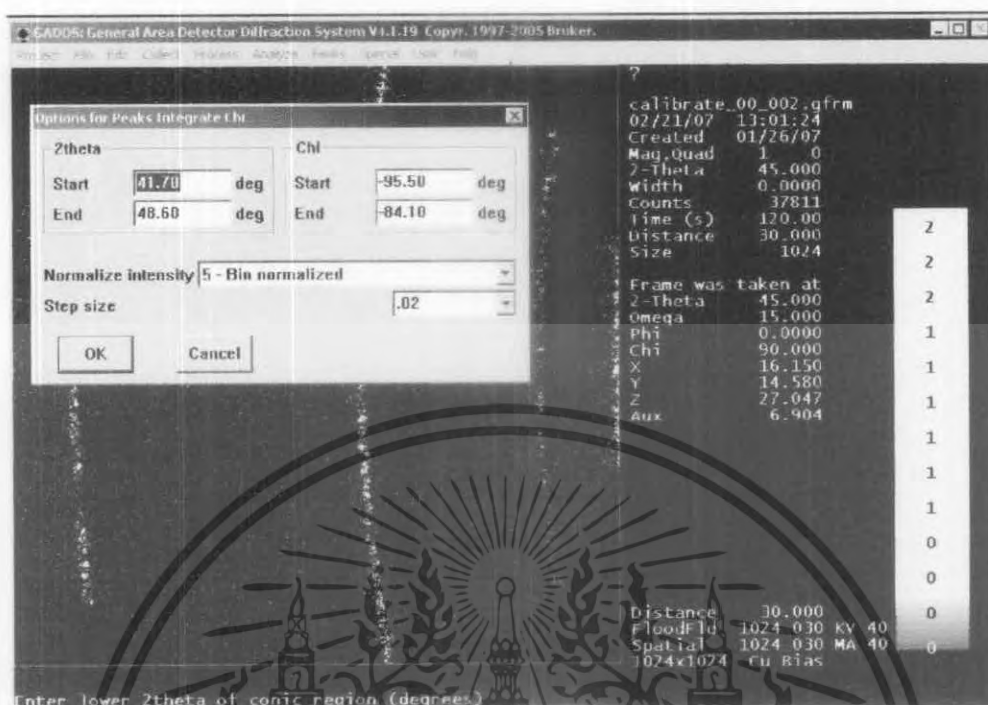


รูปที่ 4.2 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum (มุมระหว่าง 20.4 – 39.4)

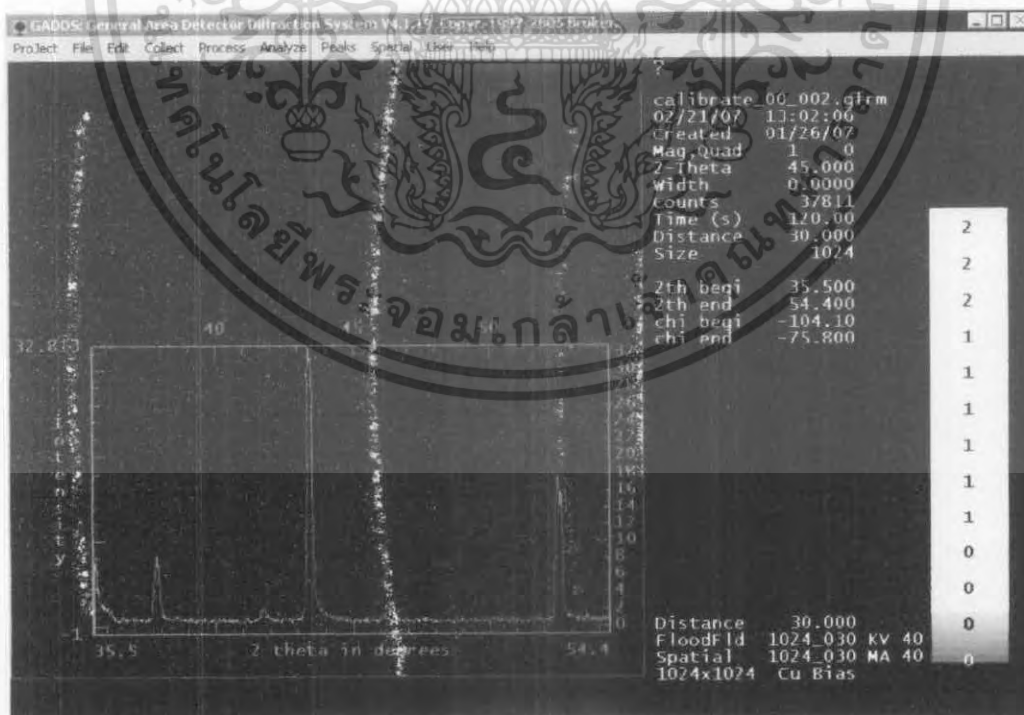


รูปที่ 4.3 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 20.4 – 39.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สแกนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum ( มุมระหว่าง 35.5 – 54.4 )



รูปที่ 4.5 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.5 – 54.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

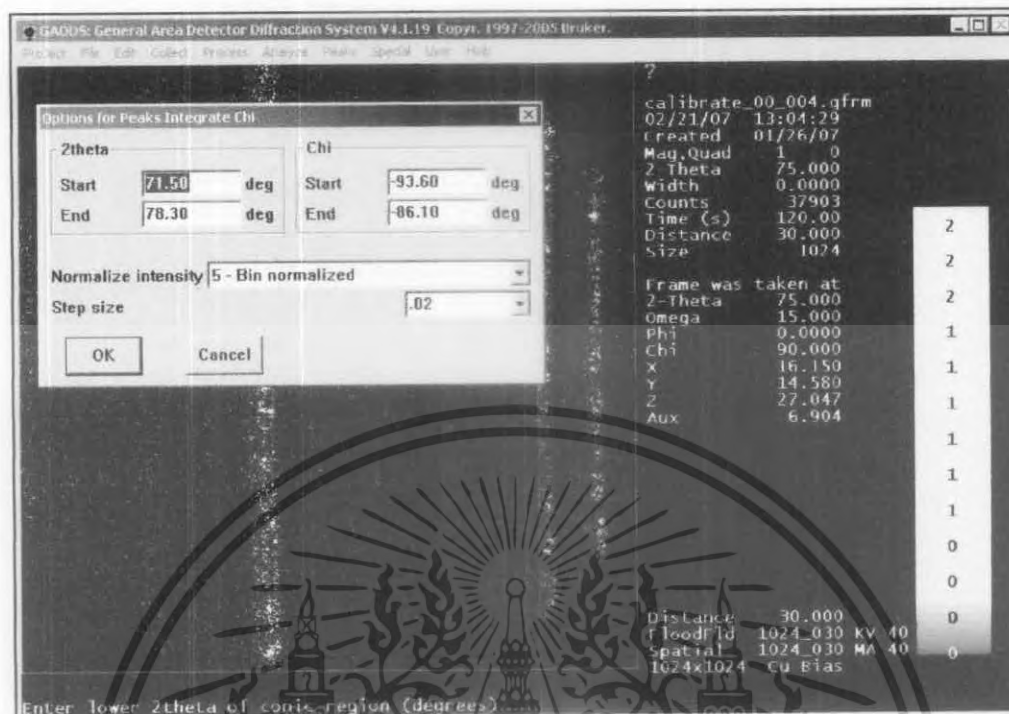


รูปที่ 4.6 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

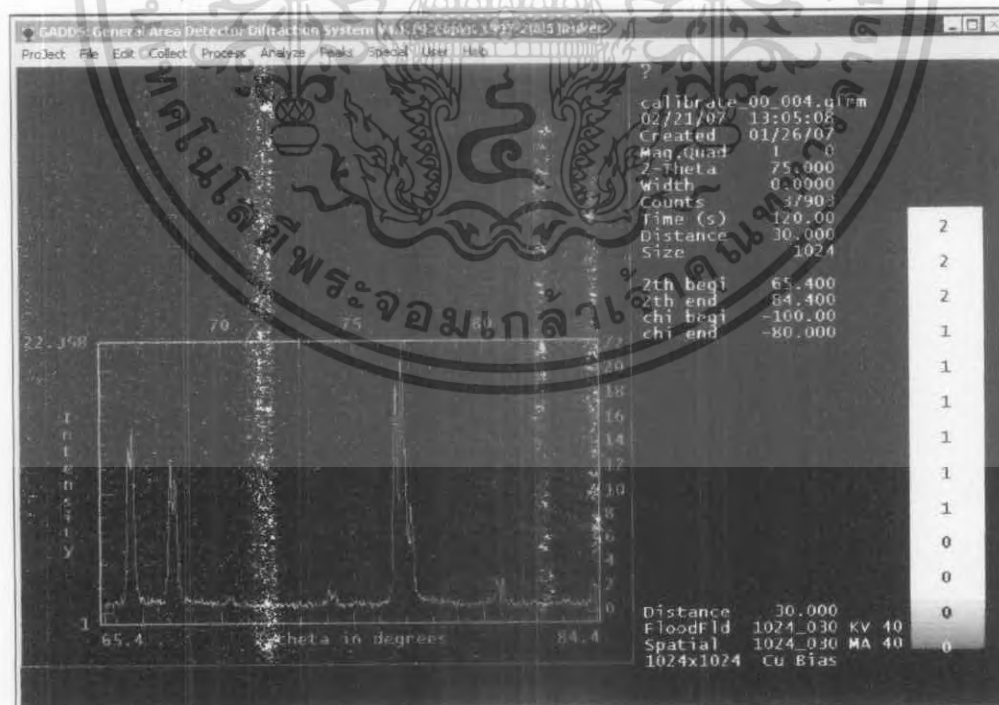


รูปที่ 4.7 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

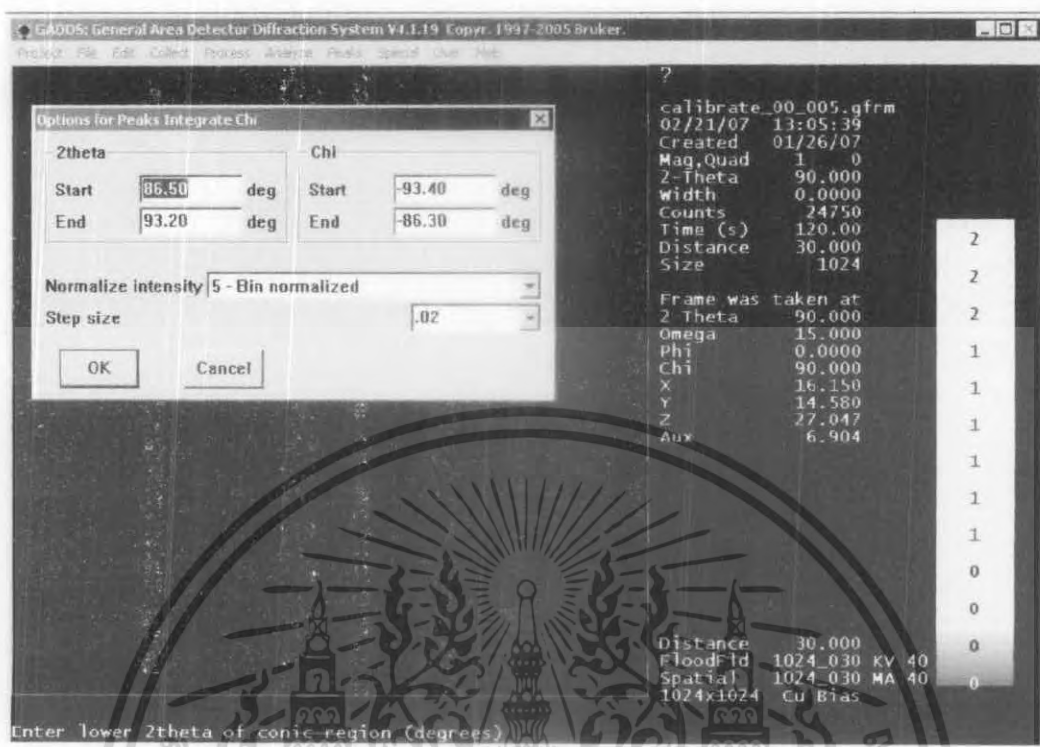


รูปที่ 4.8 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4)

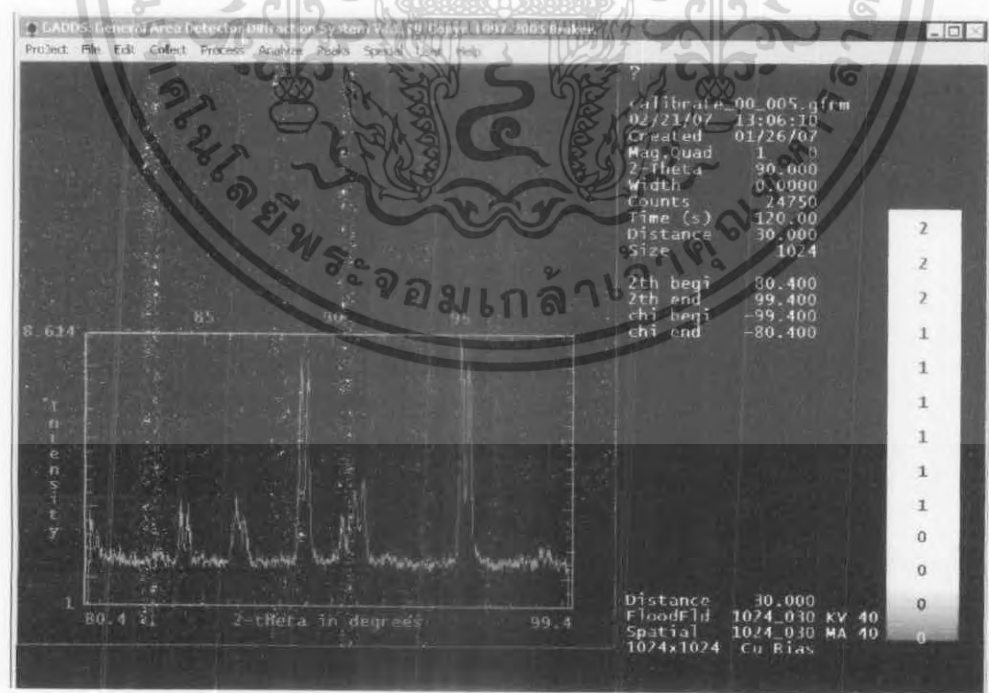


รูปที่ 4.9 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Corundum (มุมระหว่าง 80.4- 99.4 )



รูปที่ 4.11 แสดง Peak Corundum ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4- 99.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Corundum

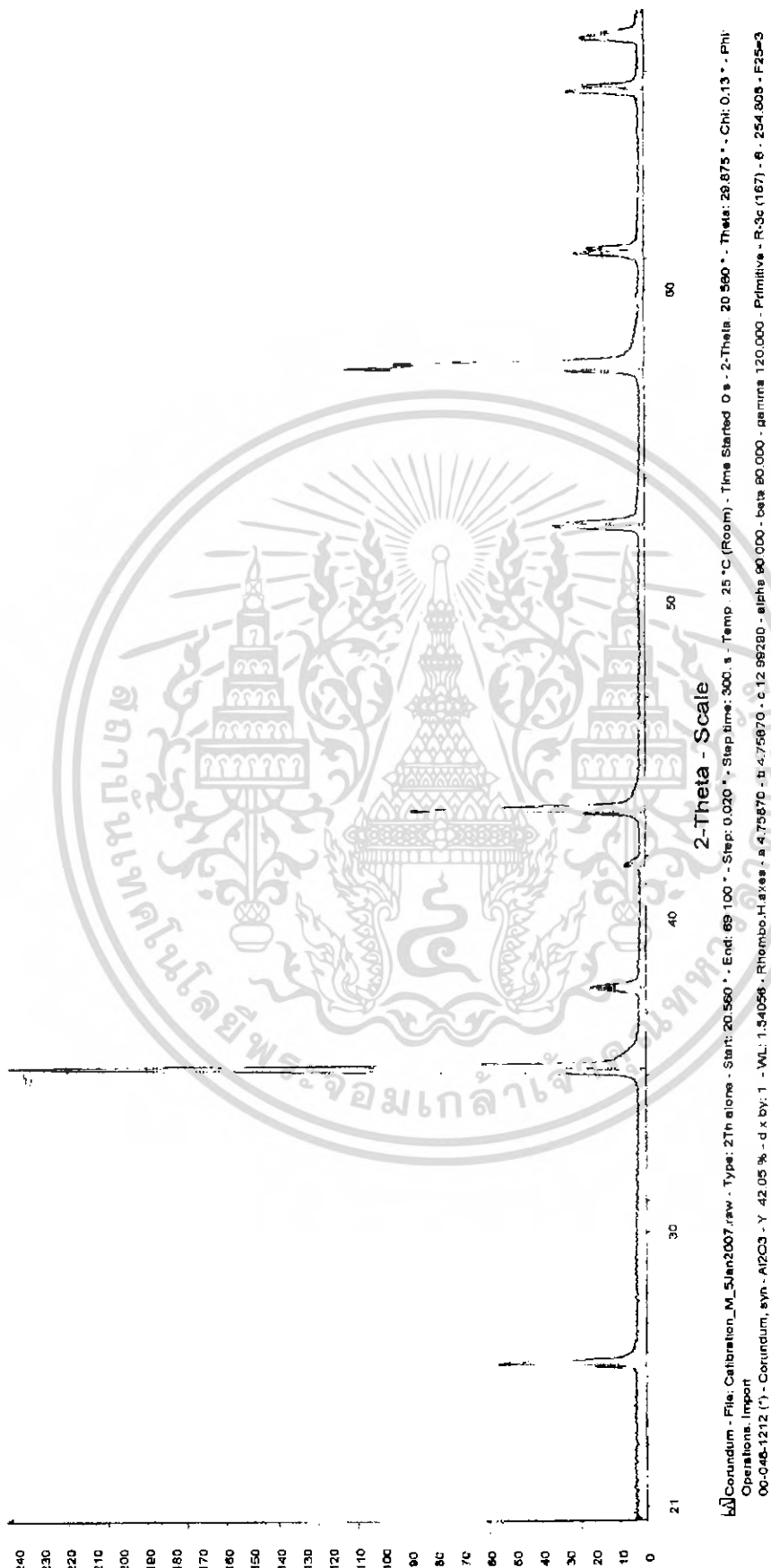


Corundum - File: Calibration\_M\_SJan2007 raw - Type: 2Theta - Start: 20.500 ° - End: 69.100 ° - Step: 0.020 ° - Slit: 0.15 ° - Phi: 0.13 ° - Phi-Operations: Import  
 00-046-1212 (1) - Corundum, svn - A1203 - Y: 42.05 % - d x by: 1 - WL: 1.54056 - Rhombo H Axes - a: 4.75870 - b: 4.75870 - c: 12.98290 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 254.808 - F25=3

รูปที่ 4.12 แสดงภาพ  $2\theta$  (Å) และ Intensity ของ Corundum ที่สมบูรณห์ตั้งจาก Integrate แล้ว

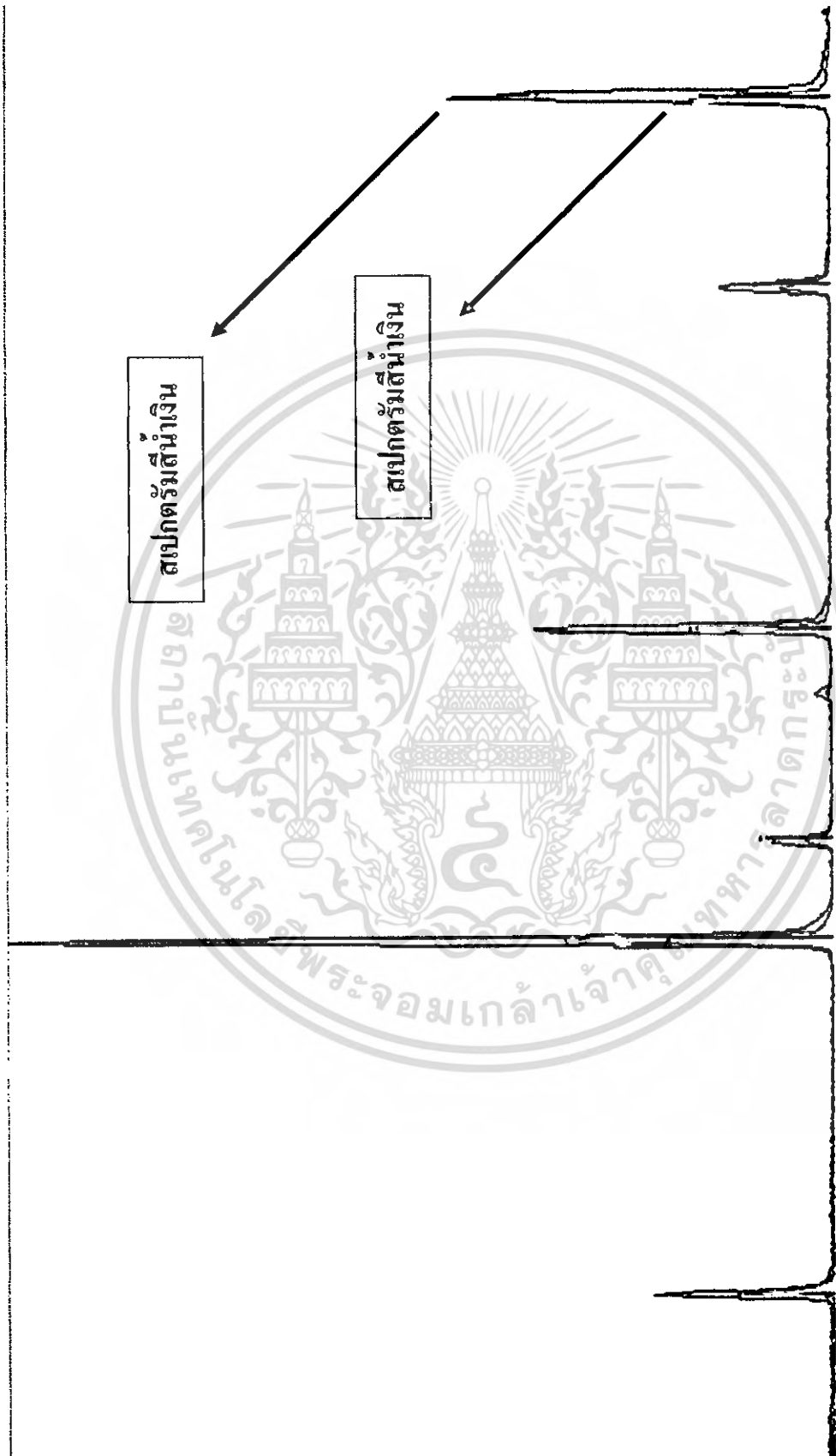
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งาน (สงวน) ภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Corundum



รูปที่ 4.13 แสดงภาพ Peak Corundum ที่มีค่าดัชนี มิกเคลอร์ กำกับในแต่ละ Peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (sunon) การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพแสดง Peak Corundum ที่ใช้ Collimator ขนาดต่างกัน โดยสเปกตรัมสีน้ำเงินใช้ขนาด 0.05mm และสเปกตรัมสีด้าใช้ขนาด 0.5mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์  
ของ Corundum

ดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	การคำนวณทางทฤษฎี		การวัดและวิเคราะห์ของระบบ		ค่าผิดพลาด	
	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)
(012)	3.47999	25.577	3.46719	25.672	0.36780	-0.371
(104)	2.55108	35.149	2.54811	35.191	0.11642	-0.119
(110)	2.37935	37.779	2.37678	37.82	0.10800	-0.108
(006)	2.16548	41.675	2.16162	41.752	0.17825	-0.184
(113)	2.08537	43.355	2.07955	43.482	0.27900	-0.292
(024)	1.73999	52.553	1.73963	52.563	0.02060	-0.019
(116)	1.601510	57.499	1.59903	57.595	0.15480	-0.166
(122)	1.51471	61.134	1.51292	61.212	0.11820	-0.127

#### 4.2 วัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่าง Calcium Carbonate , Tin oxide และเหรียญบาท (Coin)

##### 4.2.1 วัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่าง Calcium Carbonate

- 1) ใส่วัตถุตัวอย่าง Calcium Carbonate ลงในอุปกรณ์ที่เตรียมสารแบบ Silicon Zero

##### Background

- 2) นำไปติดตั้งตำแหน่งการวัดที่ XYZ-Stage
- 3) ทำวิธีการ Alignment sample บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.14
- 4) ทำการวัดตัวอย่าง Calcium Carbonate โดยมีการกำหนดมุมการวัดดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.15

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.17

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.19

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.21

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.23

- 5) จากผลการวัดในข้อ 4) นำมาทำการวิเคราะห์ผลได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก. นำสเปกตรัมที่วัดได้มาทำการ Integral เพื่อให้สเปกตรัมมีความเด่นชัดยิ่งขึ้น โดยมี การกำหนดมุมที่ทำดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกลงผลดังรูปที่ 4.16

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกลงผลดังรูปที่ 4.18

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกลงผลดังรูปที่ 4.20

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกลงผลดังรูปที่ 4.22

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกลงผลดังรูปที่ 4.24

ข. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $d(\text{Å})$  ของสเปกตรัม Calcium Carbonate ที่ผ่านการ Integral และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.25

ค. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีก (peak) ของสเปกตรัม Calcium Carbonate ที่ผ่านการ Integral บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.26

ง. นำค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีกมาคำนวณตามสมการ (4.3) และ (4.4) ดังรายละเอียด บันทึกผลการคำนวณลงในตารางที่ 4.2

Sample Standard : Calcium carbonate

Lattice : Rhombohedral

ความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha$  : 1.5406 Å

เลขดัชนีมิลเลอร์ของระบบ  $(hkl)$  : (012) (104) (006) (110) (113) (202) (018)  
(116) (122)

ค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = 4.98870 \text{ Å}$  และ  $c = 17.0529 \text{ Å}$

โดยที่  $\alpha = \beta = 90^\circ$  และ  $\gamma = 120^\circ$

จากสมการการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก  $d$  และมุม  $2\theta$  คือ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left[ \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2} \quad \text{-----(4.3)}$$

และหาค่ามุม  $\theta$  จากสมการ

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right) \quad \text{-----(4.4)}$$

จ. คำนวณหาค่าผิดพลาดที่เกิดจากการวัดของระบบกับค่าที่ได้จากการคำนวณตาม ทฤษฎีบันทึกผลลงในตารางที่ 4.2

ผลการทดลอง : แสดงผลการปรับเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง Calcium Carbonate  
 ดังรูปที่ 4.14-4.26 และตารางที่ 4.2



รูปที่ 4.14 แสดงภาพการใช้กล้องวัดโคในกรรจับภาพสาร Calcium Carbonate  
 ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X = 10.543mm, Y= 15.829mm, Z=22.765mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )



รูปที่ 4.16 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



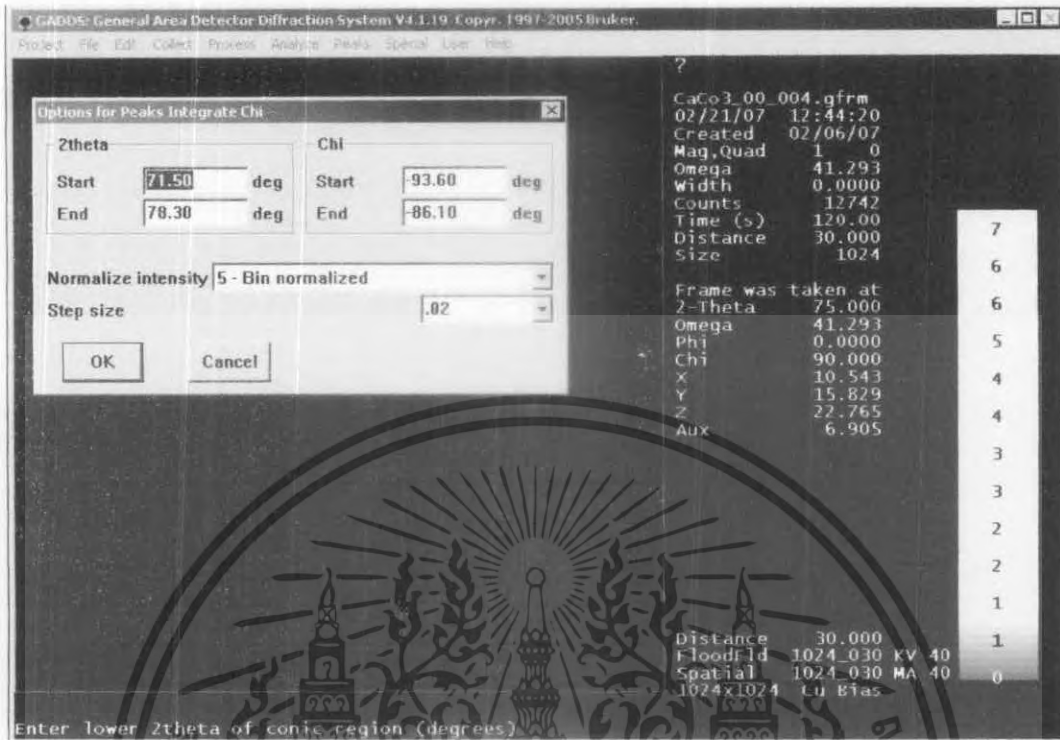


รูปที่ 4.19 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

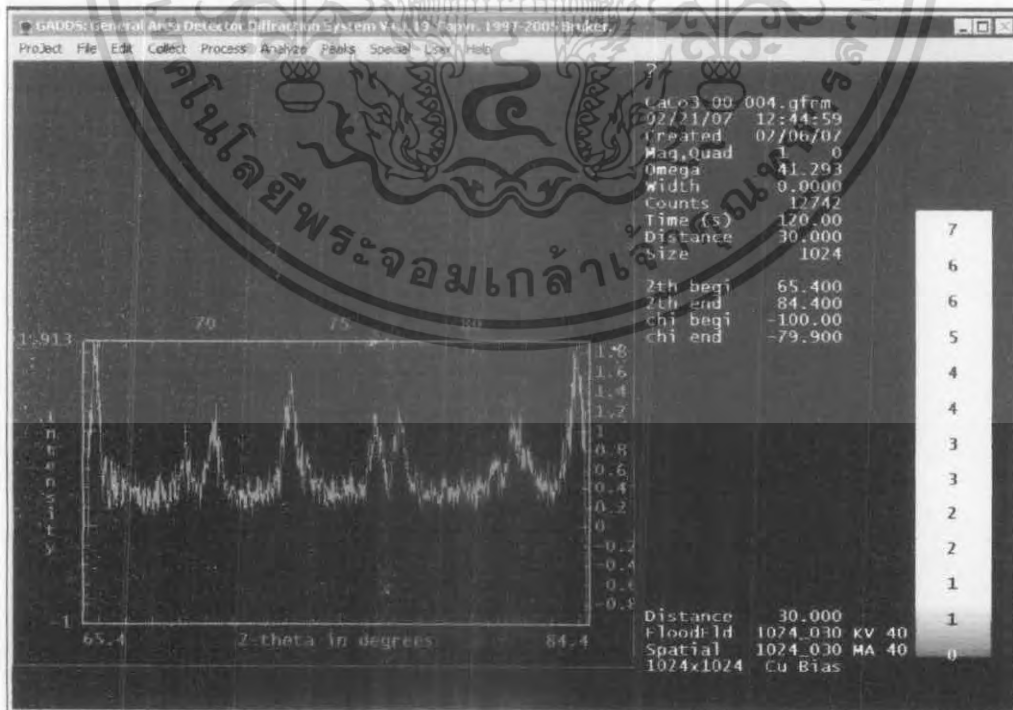


รูปที่ 4.20 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

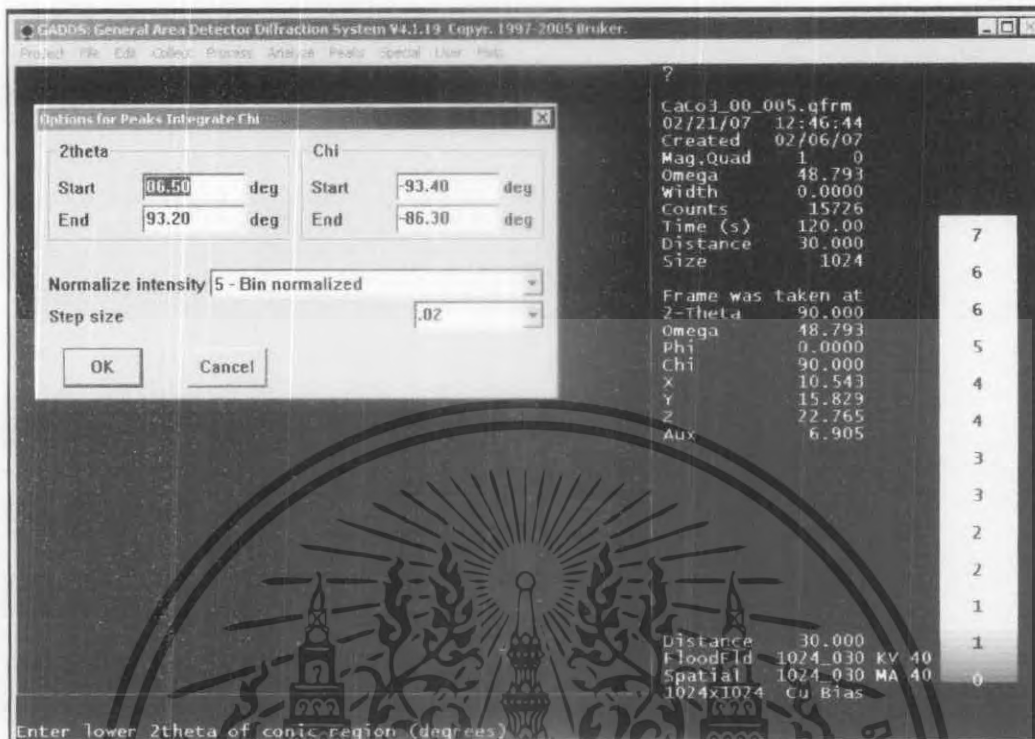
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.21 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )



รูปที่ 4.22 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 ) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ สงวนลิขสิทธิ์ สำหรับการเรียนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.23 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Calcium Carbonate (มุมระหว่าง 80.4 – 99.4)



รูปที่ 4.24 แสดง Peak Calcium Carbonate ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 80.4 – 99.4) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญูาที่เนาไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# CaCo



CaCo - File: CaCo3\_m.raw - Type: 2Th alone - Start: 20.800 ° - End: 99.220 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 120. s - Temp: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 20.800 ° - Thetr: 15.000 ° - Chi: 3.83 ° - Phi: 442.02 ° - X: 10.5  
 Operations: Import  
 01-086-01174 (A) - Calcite, syn - Ca(CO3) - Y: 46.82 % - d x by: 1 - WL: 1.54056 - Rhombo.H.axes - a: 4.68800 - b: 4.95800 - c: 17.06800 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 120.000 Primitive - R-3c (167) - G - 367.761 - Ifc Pl

รูปที่ 4.25 แสดงภาพ 2θ(°) d(Å) และ Intensity ของ Calcium Carbonate ที่คำนวณหลังจาก Integrate แล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# CaCo



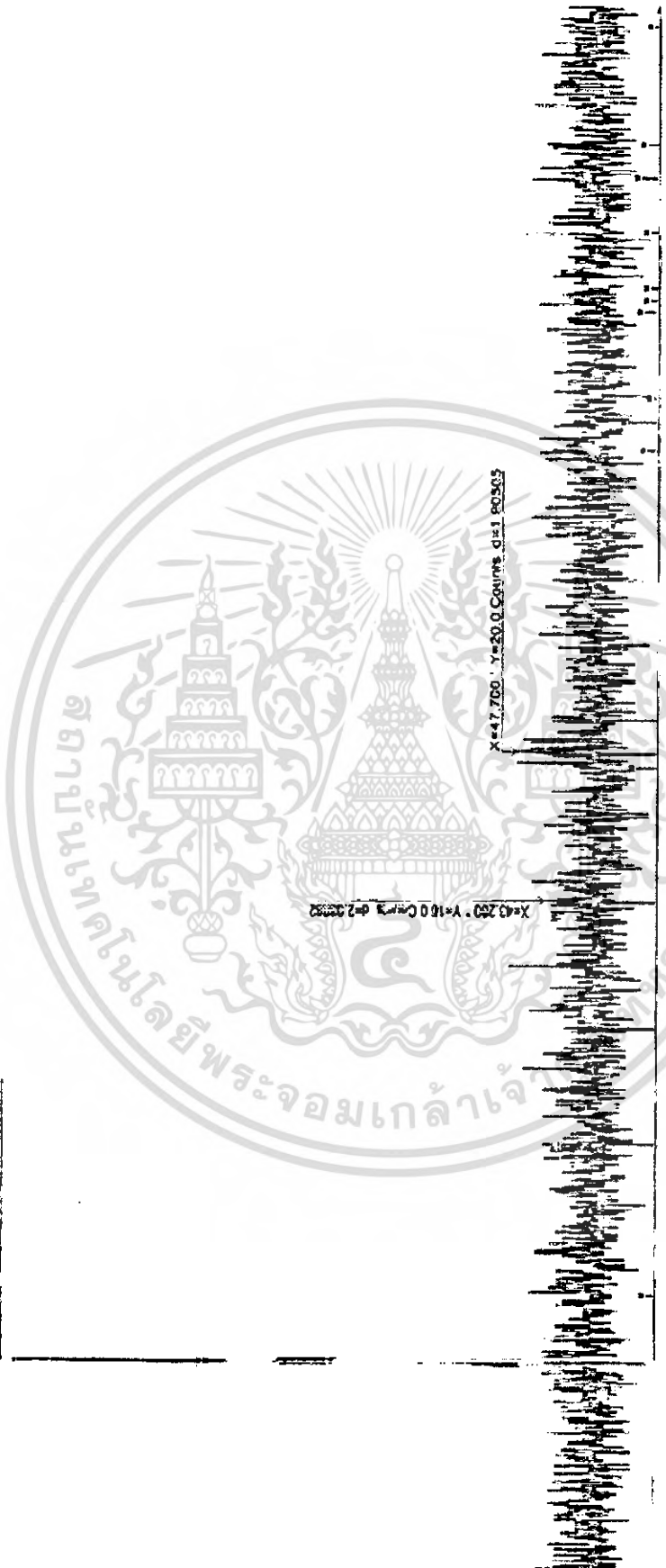
CaCo - File: CaCo3\_m.raw - Type: 2Th alone - Start: 20.800 ° - End: 99.220 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 120. s - Temp.: 25 °C (Room) - Tims Started: 0 s - 2-Theta: 20.600 ° - Theta: 15.000 ° - Chi: 3.85 ° - Phi: 442.02  
Operations: Import  
I-01-086-0174 (A) - Calcite. syn - Ca(CO3) - Y: 48.82 % - d x by: 1 - WL: 1.54056 - Rhombo. H.axes - a 4.98800 - b 4.98800 - c 17.06800 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (197) - 8 - 367.7

รูปที่ 4.26 แสดงภาพ Peak Calcium Carbonate ที่มี ค่าดัชนี มิดเลอว์ กำกับในแต่ละ Peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (students) การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# CaCO<sub>3</sub>

X=20.460 Y=92.0 Counts d=1.02950



File: XDS\_0118\_03\_CaCO3.RAW Type: 2Theta Indexed - Start: 20.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 1 s - Temp: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2 - Theta: 20.000 ° - Phi: 0.00 ° - Chi: 0.00 °  
Unit (IC) - Calcium Carbonate - CaCO<sub>3</sub> - Y: 50.00 % - d x by: 1. - VL: 1.5406 - Hexagonal (R<sub>h</sub>) - a: 3.8032 - b: 4.98032 - c: 17.01869 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 120.000 - Primitive - R-3c (1671) - 6 - 365.571 - IIC  
2-Theta - Scale

รูปที่ 4.27 แสดงภาพนำตัวอย่าง Calcium Carbonate วัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD Bruker AXS Model D8 Discover

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากทางบริษัทฯ หากมีข้อสงสัยหรือต้องการข้อมูลเพิ่มเติม กรุณาติดต่อฝ่ายบริการลูกค้า โทร. 02-010-1111 หรือ 02-010-1112

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์  
ของ Calcium Carbonate

ดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	การคำนวณทางทฤษฎี		การวัดและวิเคราะห์ของระบบ		ค่าผิดพลาด	
	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)
(012)	3.85386	23.059	3.83300	23.186	0.54127	-0.551
(104)	3.03463	29.409	3.03252	29.429	0.06953	-0.068
(006)	2.84210	31.451	2.84065	31.467	0.05101	-0.050
(110)	2.49439	35.975	2.50194	35.862	-0.30267	0.314
(113)	2.28414	39.417	2.28342	39.429	0.03152	-0.030
(202)	2.09395	43.168	2.08716	43.315	0.32426	-0.340
(018)	1.91162	47.526	1.91185	47.519	-0.01203	0.014
(116)	1.87475	48.520	1.87175	48.602	0.16002	-0.169
(122)	1.60379	57.409	1.59933	57.583	0.27809	-0.303

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.2 วัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่าง Tin oxide

- 1) ใส่ตัวอย่าง Tin oxide ลงในอุปกรณ์ที่เตรียมสารแบบ Silicon Zero Background
- 2) นำไปติดตั้งตำแหน่งการวัดที่ XYZ-Stage
- 3) ทำวิธีการ Alignment sample บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.28
- 4) ทำการวัดตัวอย่าง Tin oxide โดยมีการกำหนดมุมการวัดดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.29

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.31

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.33

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.35

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.37

- 5) จากผลการวัดในข้อ 4) นำมาทำการวิเคราะห์ผลได้ดังนี้

ก. นำสเปกตรัมที่วัดได้มาทำการ Integral เพื่อทำให้สเปกตรัมมีความเด่นชัดยิ่งขึ้นโดยมีการกำหนดมุมที่ทำดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.30

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.32

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.34

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.36

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกผลดังรูปที่ 4.38

ข. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $d(\text{\AA})$  ของสเปกตรัม Tin oxide ที่ผ่านการ Integral บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.39

ค. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีก (peak) ของสเปกตรัม Tin oxide ที่ผ่านการ Integral และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.40

ง. นำค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีกมาคำนวณตามสมการ (4.5) และ (4.6) ดังรายละเอียด บันทึกผลการคำนวณลงในตารางที่ 4.3

Sample Standard : Tin oxide

Lattice : Tetragonal

ความยาวคลื่นของ  $\text{CuK}\alpha$  : 1.5406  $\text{\AA}$

เลขดัชนีมิลเลอร์ของระบบ  $(hkl)$  : (110) (101) (200) (211) (220) (310) (301)

ค่าพารามิเตอร์แลตติส  $a = b = 4.7380 \text{\AA}$  และ  $c = 3.1870 \text{\AA}$

โดยที่  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก  $d$  และมุม  $2\theta$  คือ

$$\frac{1}{d^2} = \left[ \frac{h^2 + k^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2} \quad \text{-----(4.5)}$$

และหาค่ามุม  $\theta$  จากสมการ

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d} \right) \quad \text{-----(4.6)}$$

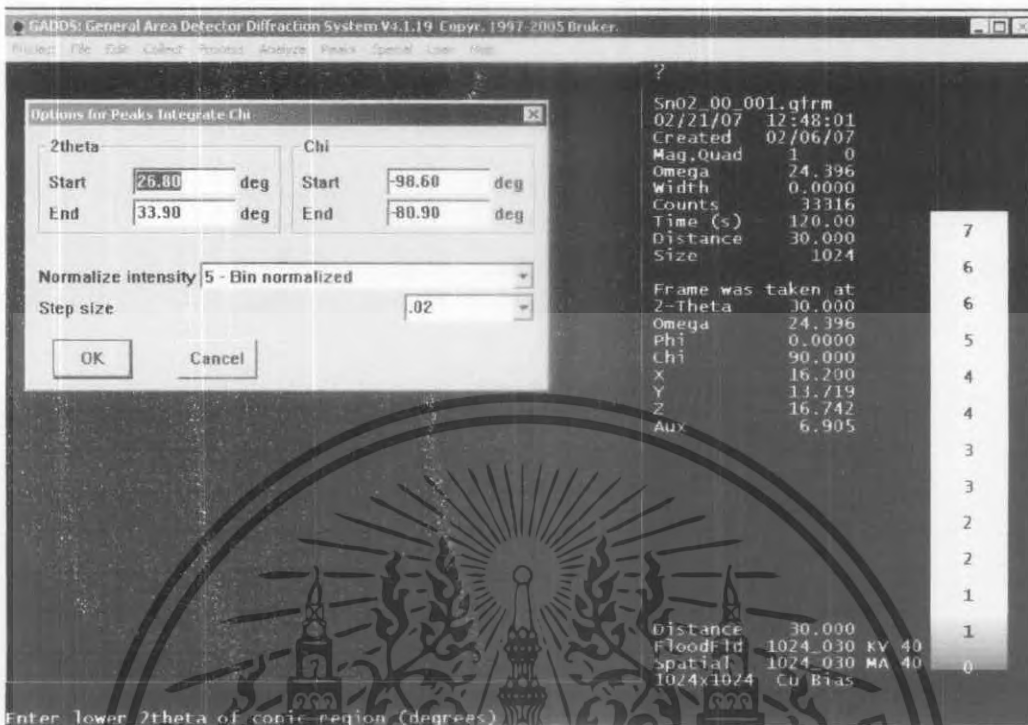
จ. คำนวณหาค่าผิดพลาดที่เกิดจากการวัดของระบบกับค่าที่ได้จากการคำนวณตาม ทฤษฎีบนที่ตกลงในตารางที่ 4.3

ผลการทดลอง : แสดงผลการปรับเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง Tin Oxide  
ดังรูปที่ 4.28-4.40 (และตารางที่ 4.3)

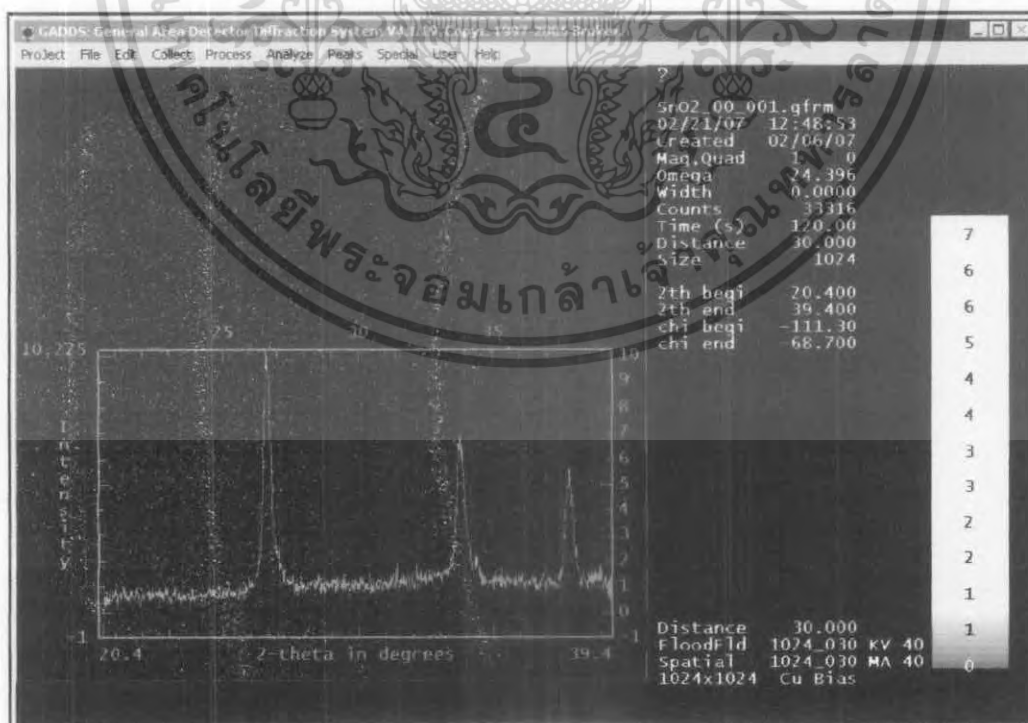


รูปที่ 4.28 แสดงภาพการใช้กล้องวิดีโอในการจับภาพสาร Tin Oxide  
ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้ X =16.20mm, Y= 13.719mm, Z=16.742mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

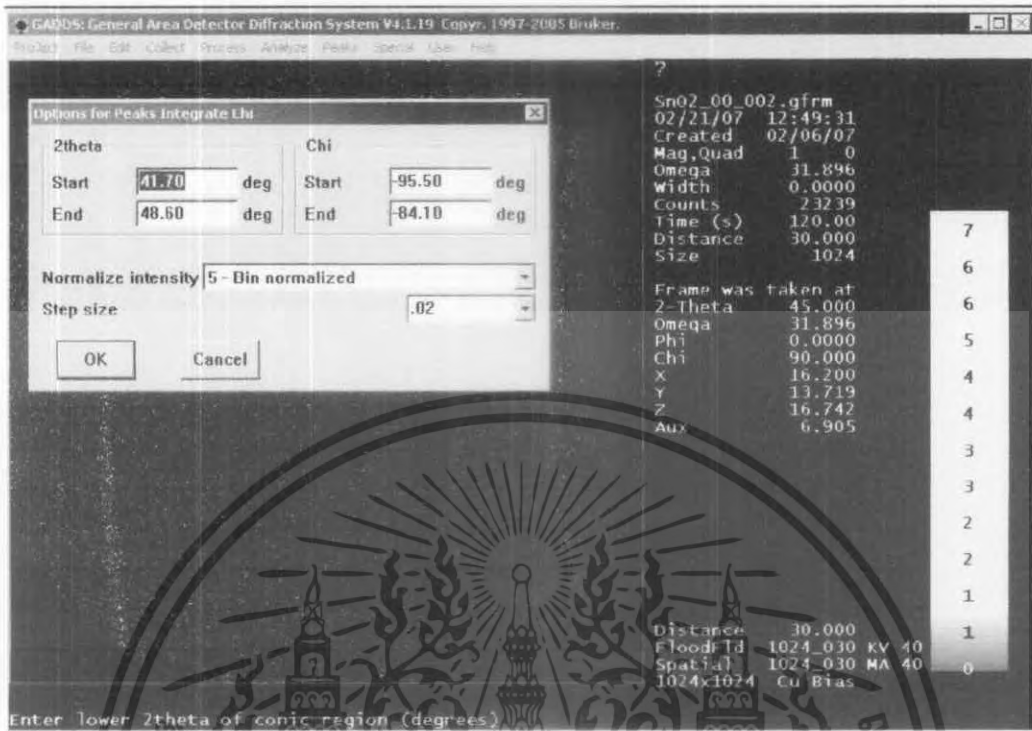


รูปที่ 4.29 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide (มุมระหว่าง 20.4– 39.4 )

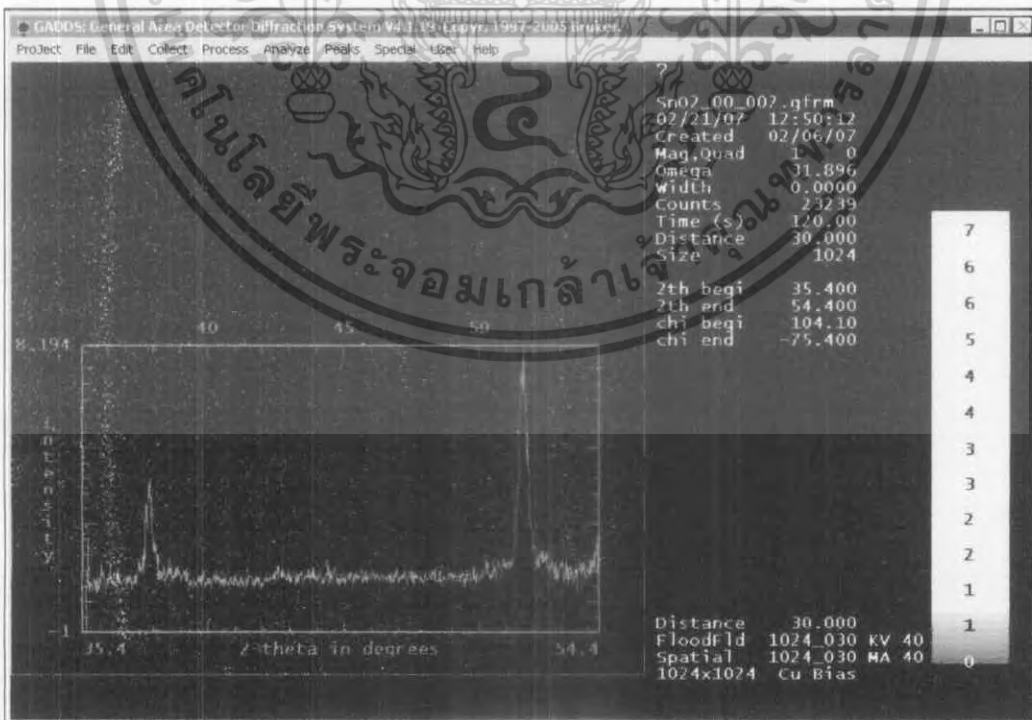


รูปที่ 4.30 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4– 39.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

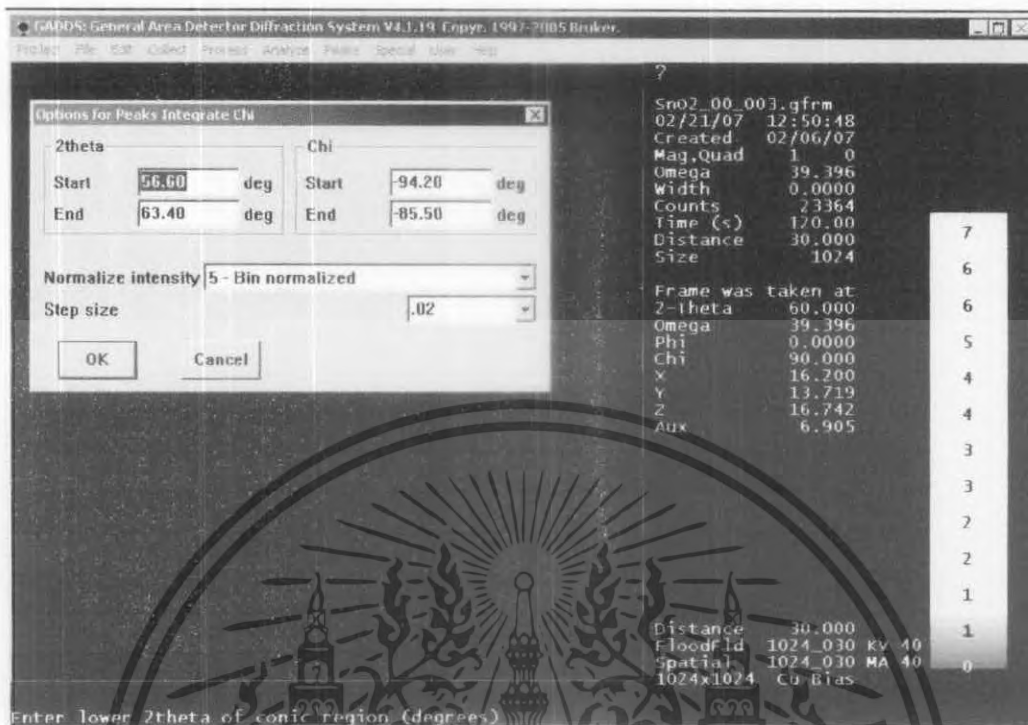


รูปที่ 4.31 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide (มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )

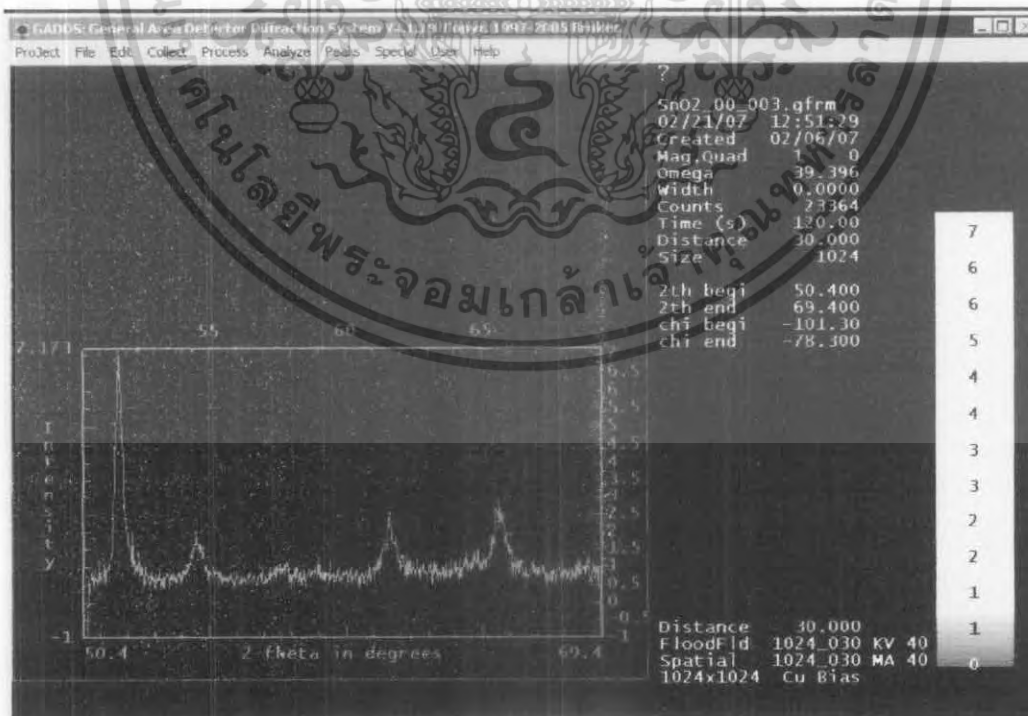


รูปที่ 4.32 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 35.4 – 54.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สวอนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

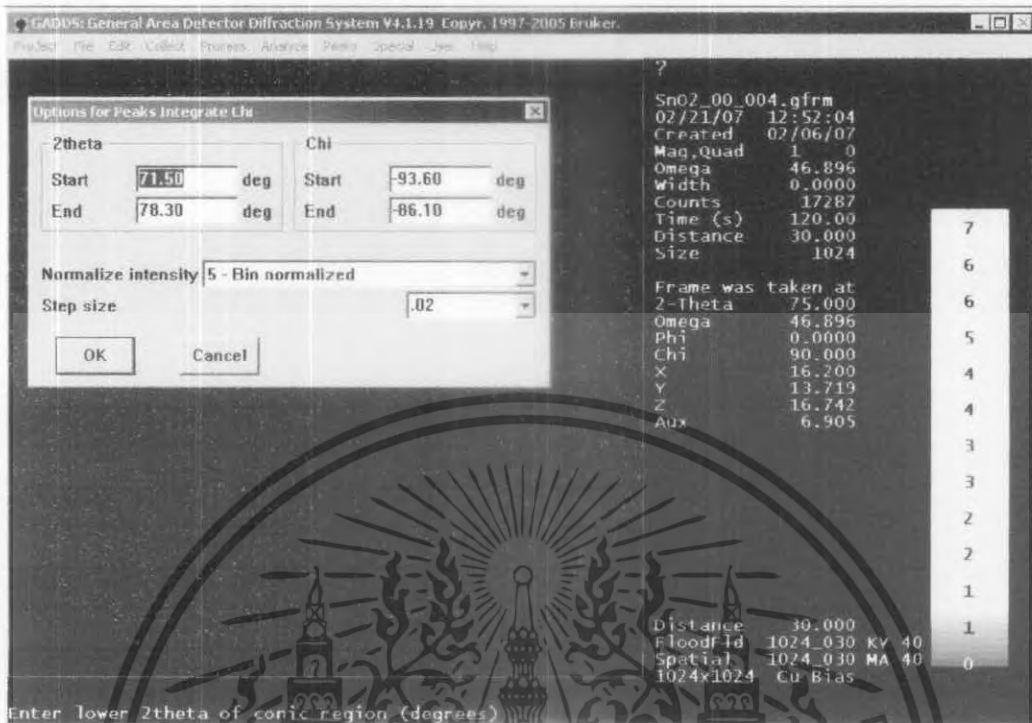


รูปที่ 4.33 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

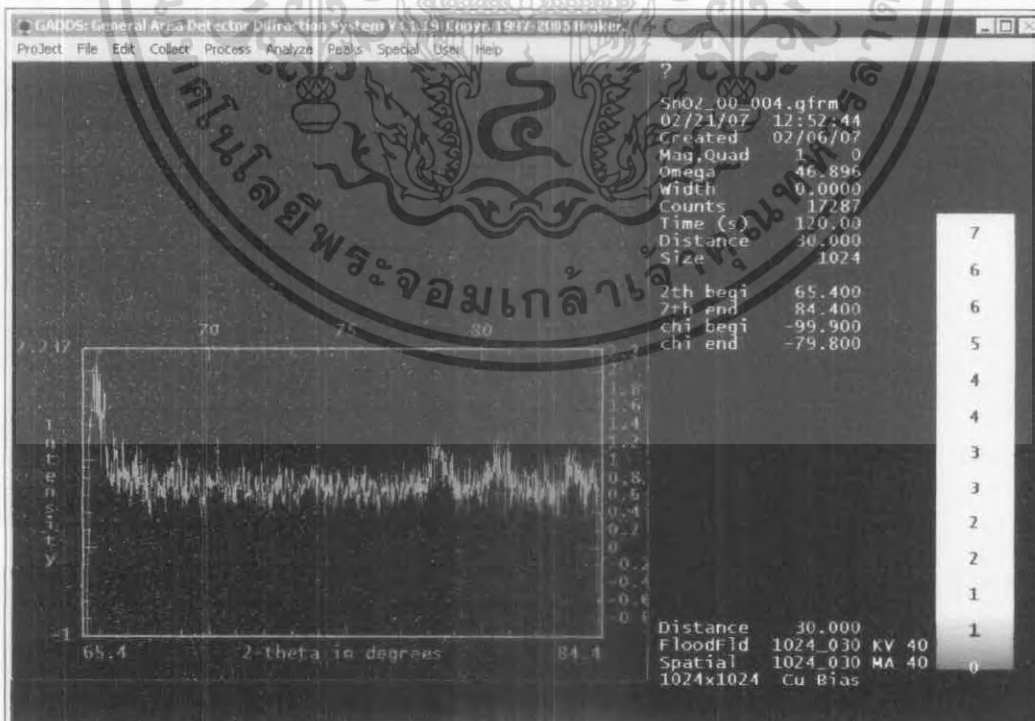


รูปที่ 4.34 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.35 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4)

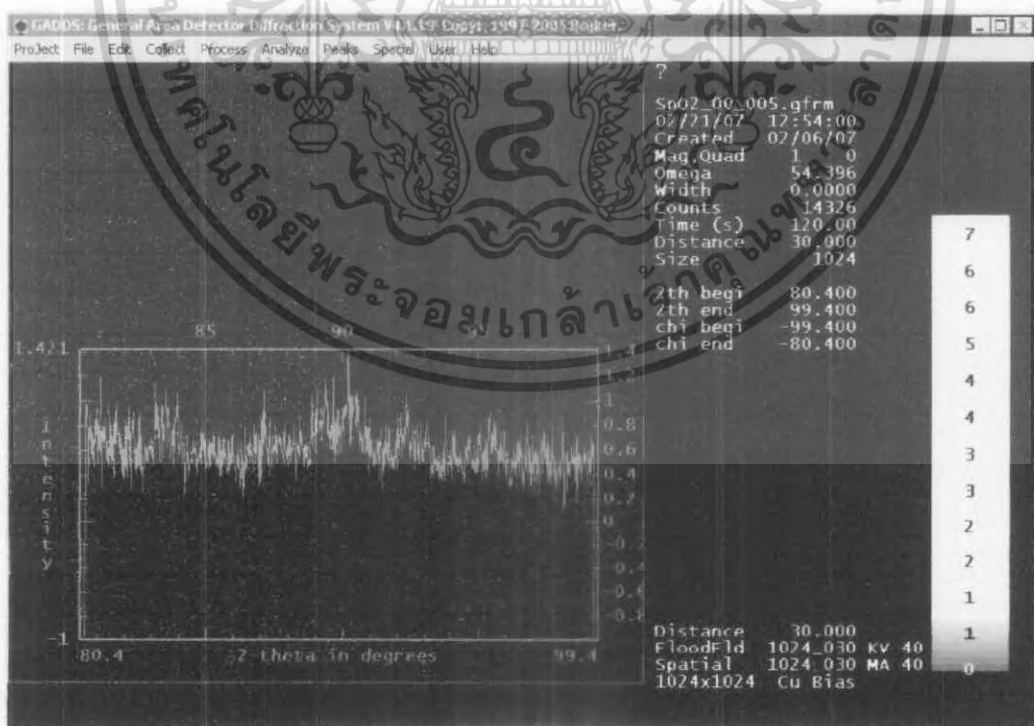


รูปที่ 4.36 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

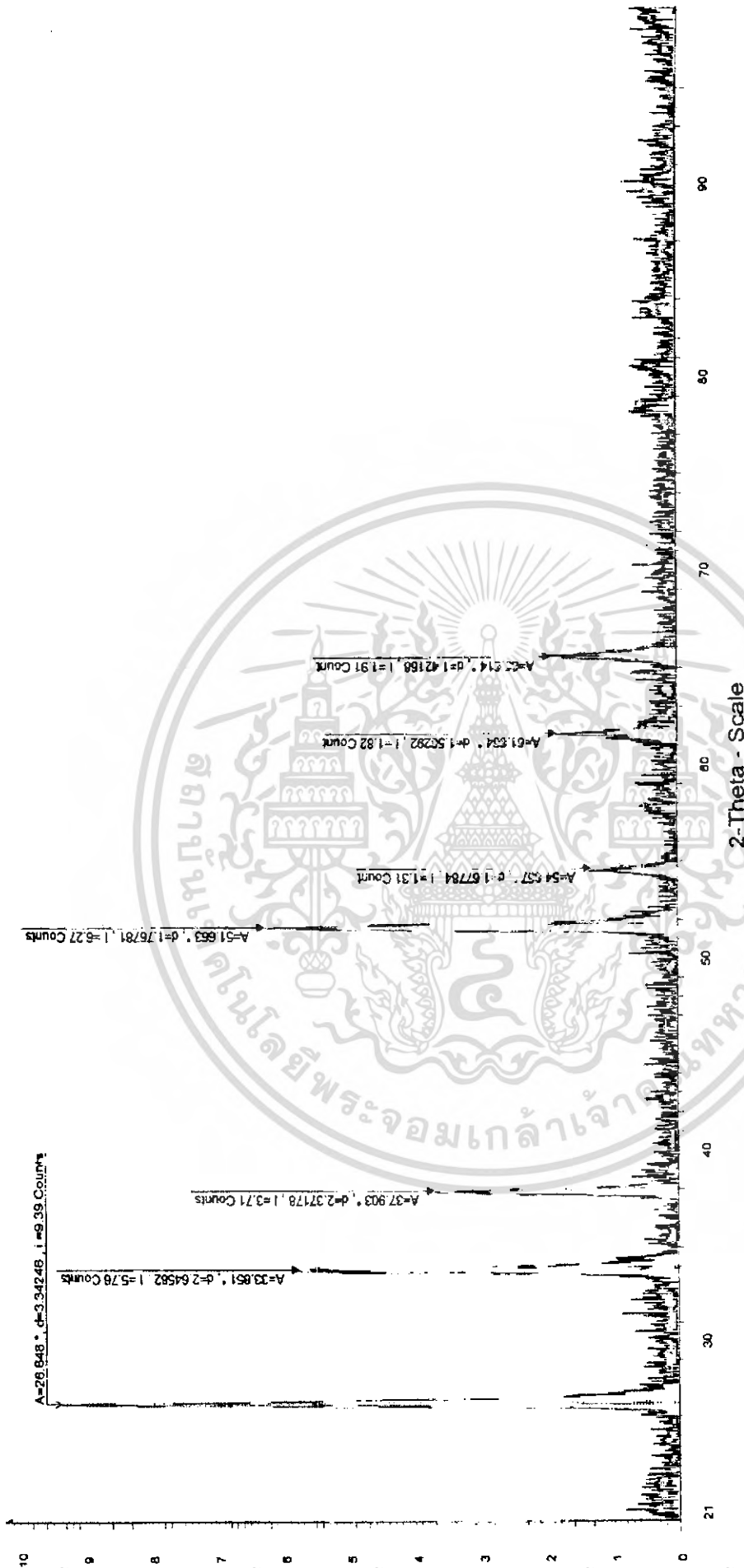


รูปที่ 4.37 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ Tin Oxide ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )



รูปที่ 4.38 แสดง Peak Tin Oxide ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



TIO2 - File: SnO2.m; raw - Type: 2Th aligns - Start: 20.800 ° - End: 99.220 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 120. s - Temp: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 20.600 ° - Theta: 44.950 ° - Chi: 9.45 ° - Phi: 449.57 ° - X: 16.2 mir  
 Operations: Background 0.174, 0.300 | Import  
 C1-070-4175 (C) - Cassiterite - SnO<sub>2</sub> (C) - Y: 61.61 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Tetragonal - a: 4.73800 - b: 4.73800 - c: 3.18700 - alpha: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 90.000 - Primitive - P42/mnm (136) - Z: 71.5438 - I/c: P42/mnm

รูปที่ 4.39 แสดงภาพ  $2\theta(\text{°})$  d(A) และ Intensity ของ Tin Oxide ที่คำนวณห้ได้จาก Integrate แล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (snuno) ma เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

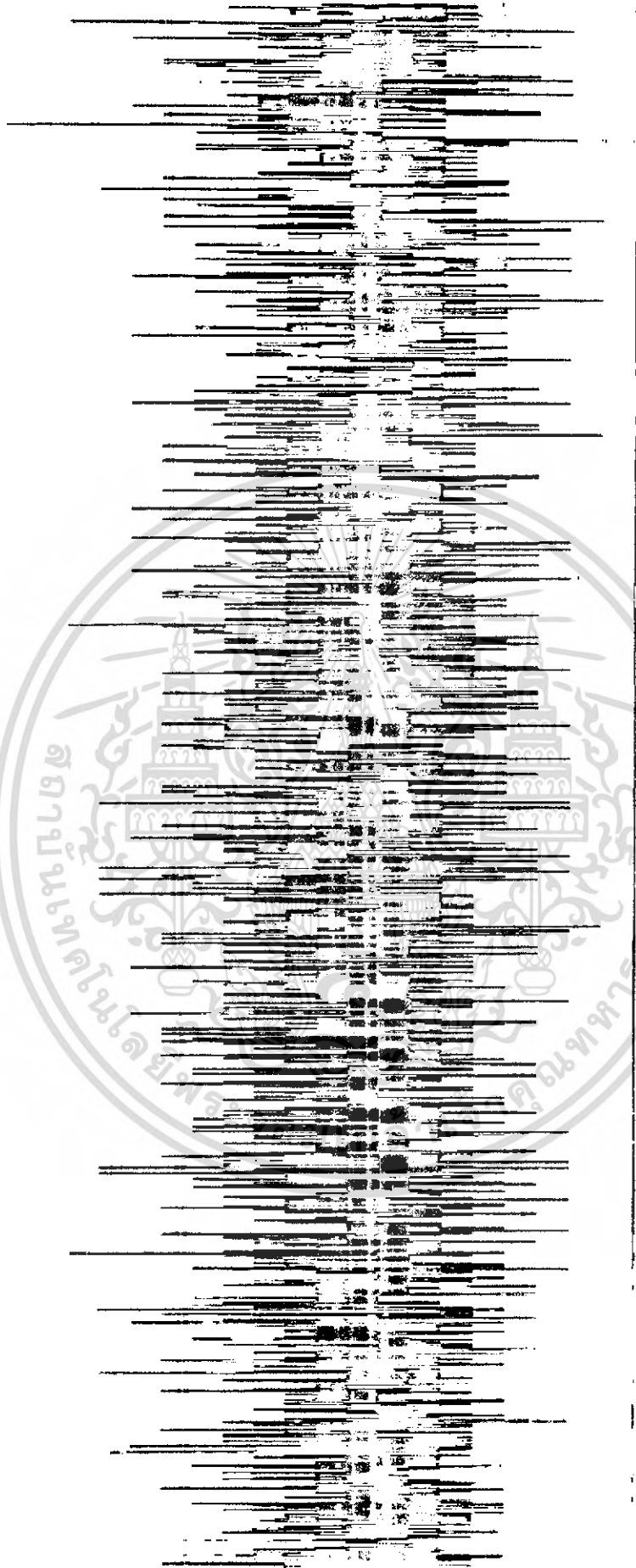


TIO2 - File: SnO2\_m.raw - Type: 2Th alone - Start: 20.600 ° - End: 99.250 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 120. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 20.600 ° - Theta: 44.950 ° - Chi: 9.45 ° - Phi: 449.67 °  
 Operations: Background 0.174,0.300 | Import  
 In: 01-070-4175 (C1) - Cassiterite - SnO.912O2 - Y: 81.91 % - d x by 1. - VL: 1 54056 - Tetragonal - a 4.73800 - b 4.73800 - c 3.18700 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P42/mmm (136) - 2 - 71.543

รูปที่ 4.40 แสดงภาพ Peak Tin Oxide ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (snunova) เท่านั้น เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# SnO2



File: XD50\_0116\_04\_SnO2 RAW - Type: ZINTEK locked Start: 20.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 1 s - Temp: 25. °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 20.000 ° - Theta: 10.000 ° - Phi: 0.00 ° - Au  
2-Theta - Scale  
Counts

รูปที่ 4.41 แสดงภาพนำตัวอย่าง Tin oxide วัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD Bruker AXS Model D8 Discover

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์ของ Tin oxide

ดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	การคำนวณทางทฤษฎี		การวัดและวิเคราะห์ของระบบ		ค่าผิดพลาด	
	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)
(110)	3.35207	26.585	3.34246	26.648	0.23310	-0.236
(101)	2.64442	33.870	2.64582	33.851	-0.05290	0.056
(200)	2.36900	37.950	2.37178	37.903	-0.11730	0.124
(211)	1.76450	51.768	1.76781	51.663	-0.18750	0.202
(220)	1.67513	54.754	1.67784	54.657	-0.16177	0.177
(310)	1.49828	61.844	1.50292	61.664	-0.30968	0.344
(301)	1.41510	65.959	1.42168	65.614	-0.46498	0.523

#### 4.2.3 วัดและวิเคราะห์ผลตัวอย่างเหรียญบาท (Coin)

1) ใส่ตัวอย่าง Coin ลงในอุปกรณ์ที่เตรียมสารแบบ Silicon Zero Background

2) นำไปติดตั้งตำแหน่งการวัดที่ XYZ-Stage

3) ทำวิธีการ Alignment sample บนที่กผลดทรงดังรูปที่ 4.42

4) ทำการวัดตัวอย่าง Coin โดยมีการกำหนดมุมการวัดดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.43

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.45

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.47

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.49

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.51

5) จากผลการวัดในข้อ 4) นำมาทำการวิเคราะห์ผลได้ดังนี้

ก. นำสเปกตรัมที่วัดได้มาทำการ Integral เพื่อทำให้สเปกตรัมมีความเด่นชัดยิ่งขึ้น

โดยมีการกำหนดมุมที่ทำดังนี้

มุมระหว่าง 20.4 - 39.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.44

มุมระหว่าง 35.5 - 54.4 บนที่กผลดรูปที่ 4.46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มุมระหว่าง 50.4 - 69.4 บันทึกลงรูปที่ 4.48

มุมระหว่าง 65.4 - 84.4 บันทึกลงรูปที่ 4.50

มุมระหว่าง 84.4 - 99.4 บันทึกลงรูปที่ 4.52

ข. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $d(\text{Å})$  ของสเปกตรัม Coin ที่ผ่านการ Integral และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.53

ค. จากนั้นทำการวิเคราะห์ค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีค (peak) ของสเปกตรัม Coin ที่ผ่านการ Integral และบันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.54

ง. นำค่า  $(hkl)$  ในแต่ละพีคมาคำนวณตามสมการ (4.7) และ (4.8) ดังรายละเอียด บันทึกผลการคำนวณลงในตารางที่ 4.4

Sample Standard	:	Coin	
Lattice	:	Cubic	
ความยาวคลื่นของ $\text{CuK}\alpha$	:	1.5406 Å	
เลขดัชนีมิลเลอร์ของระบบ $(hkl)$	:	(111) (200) (220) (311) (222)	
ค่าพารามิเตอร์แลตติส $a = b = c$	:	3.5960 Å	
โดยที่ $\alpha = \beta = \gamma$	:	$90^\circ$	----- (4.7)

จากสมการการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก  $d$  และมุม  $2\theta$  คือ

$$\frac{1}{d^2} = \left[ \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right] \quad \text{----- (4.8)}$$

และหาค่ามุม  $\theta$  จากสมการ

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

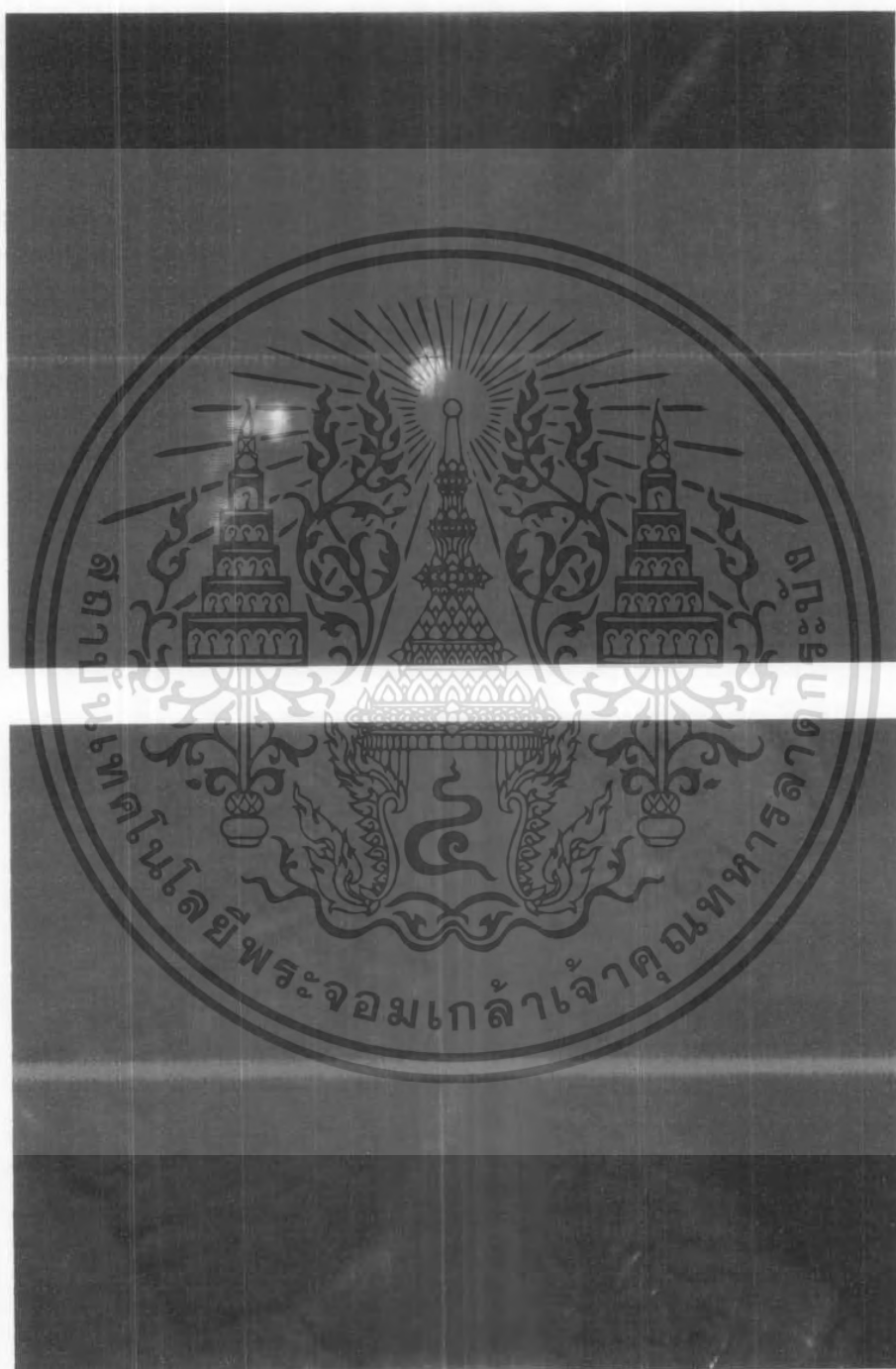
จ. คำนวณหาค่าผิดพลาดที่เกิดจากการวัดของระบบกับค่าที่ได้จากการคำนวณตามทฤษฎี บันทึกผลลงในตารางที่ 4.4

ฉ. ทำซ้ำในข้อ ก.- ค. แต่เปลี่ยนตำแหน่ง Alignment sample เป็นดังรูปที่ 4.55 - 4.67

6) นำตัวอย่าง Calcium Carbonate, Tin oxide วัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD Bruker AXS Model D8 Discover บันทึกผลการทดลองดังรูปที่ 4.27 และ 4.41

7) นำผลการวัดและวิเคราะห์จากข้อ 6) มาเปรียบเทียบกับค่าวัดและวิเคราะห์ด้วย เครื่อง Micro X-Ray Diffractometer Model D8 Discover with GADDS บันทึกผลลงในตารางที่ 4.5

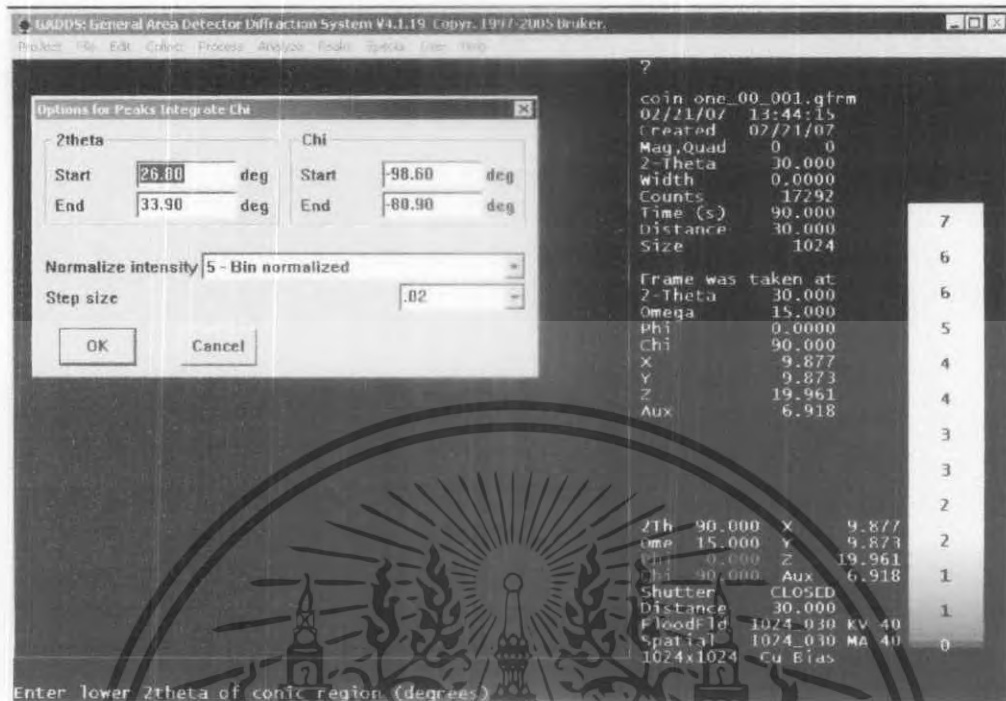
**ผลการทดลอง :** แสดงผลการเปรียบเทียบสารมาตรฐานตัวอย่าง Coin  
ตั้งรูปที่ 4.42-4.67 และตารางที่ 4.4



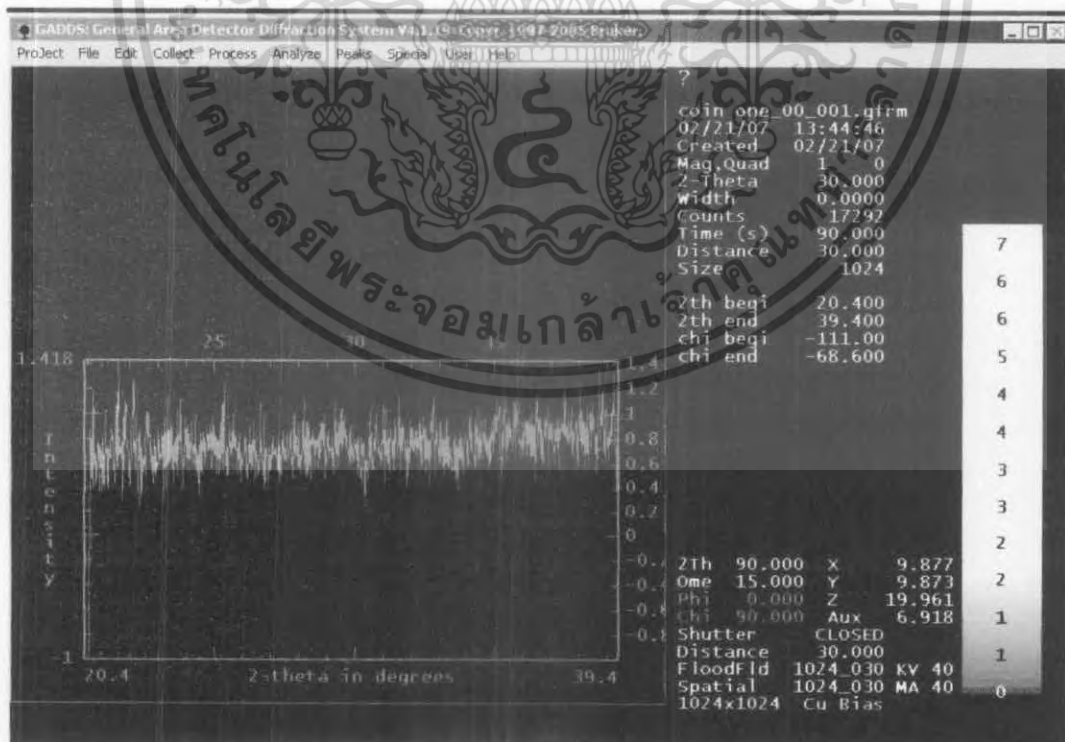
รูปที่ 4.42 แสดงภาพการใช้กล้องวีดิโอในการจับภาพสาร เหริชญาท

ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้  $X = 9.877\text{mm}$ ,  $Y = 9.873\text{mm}$ ,  $Z = 19.961\text{mm}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.43 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหรียญบาท (มุมระหว่าง 20.4 – 39.4)



รูปที่ 4.44 แสดง Peak เหรียญบาท ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 20.4 – 39.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

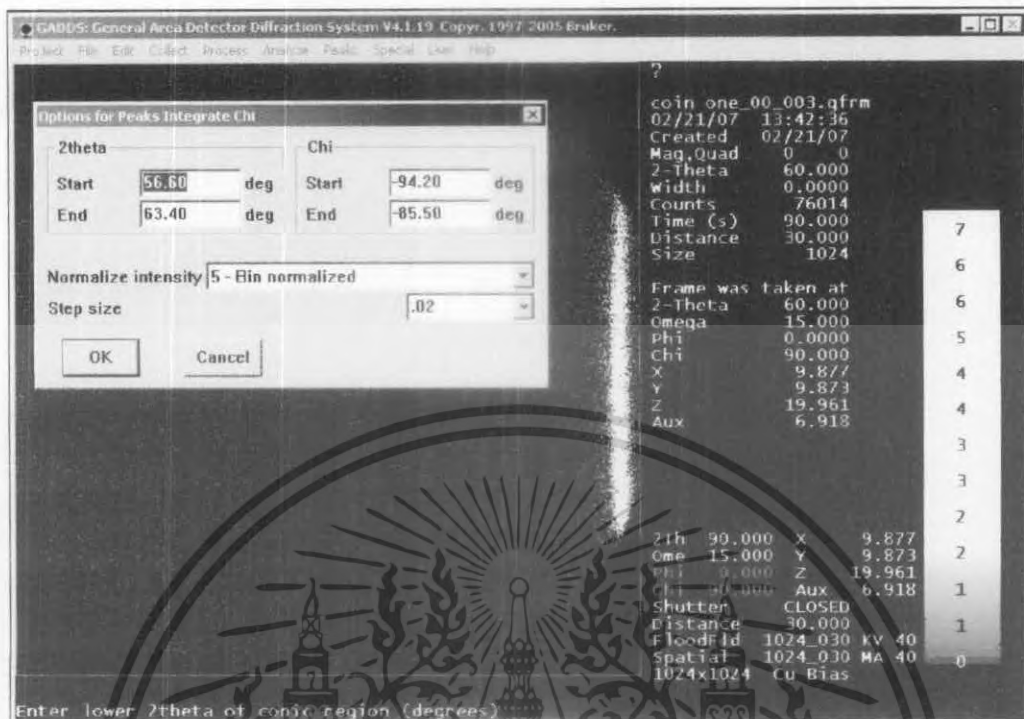


รูปที่ 4.45 แสดงภาพก่อนการ Integrate (มุมระหว่าง 35.4 – 54.4)



รูปที่ 4.46 แสดง Peak เจริญบาทที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 35.4 – 54.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

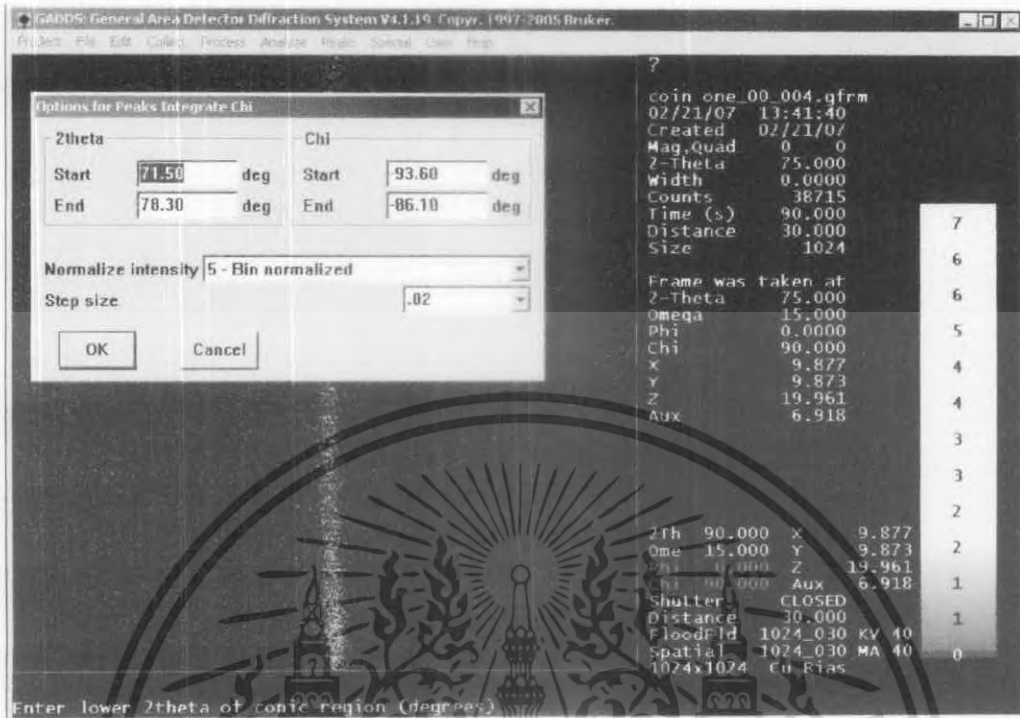


รูปที่ 4.47 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เหริยูปาท (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

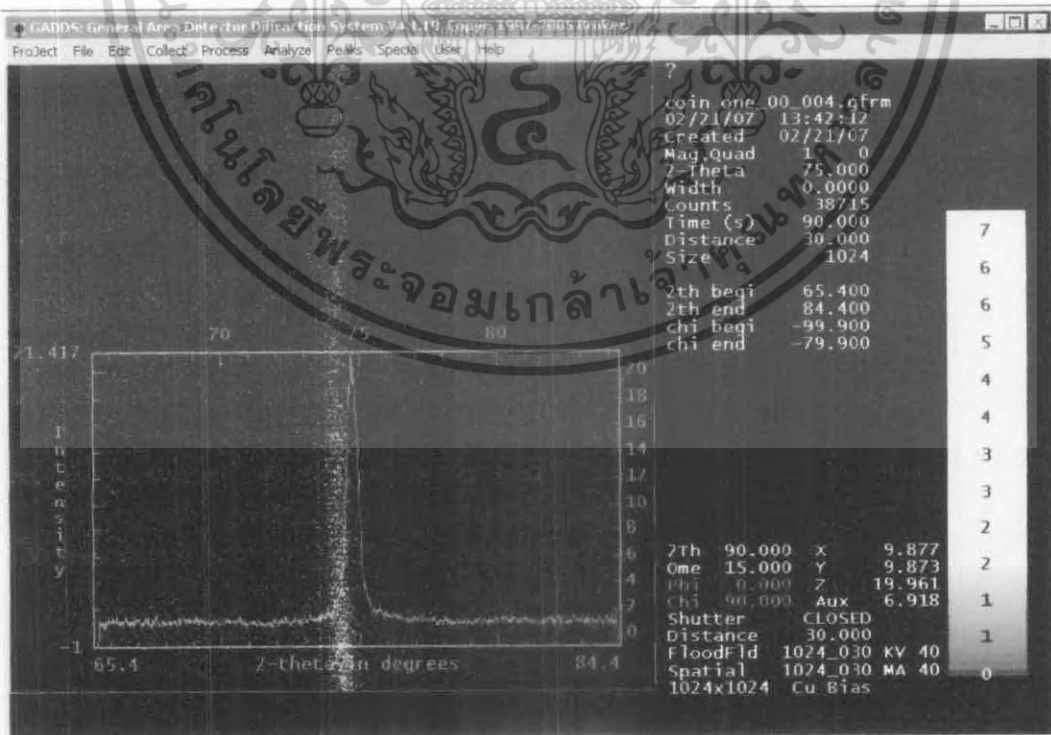


รูปที่ 4.48 แสดง Peak เหริยูปาท ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



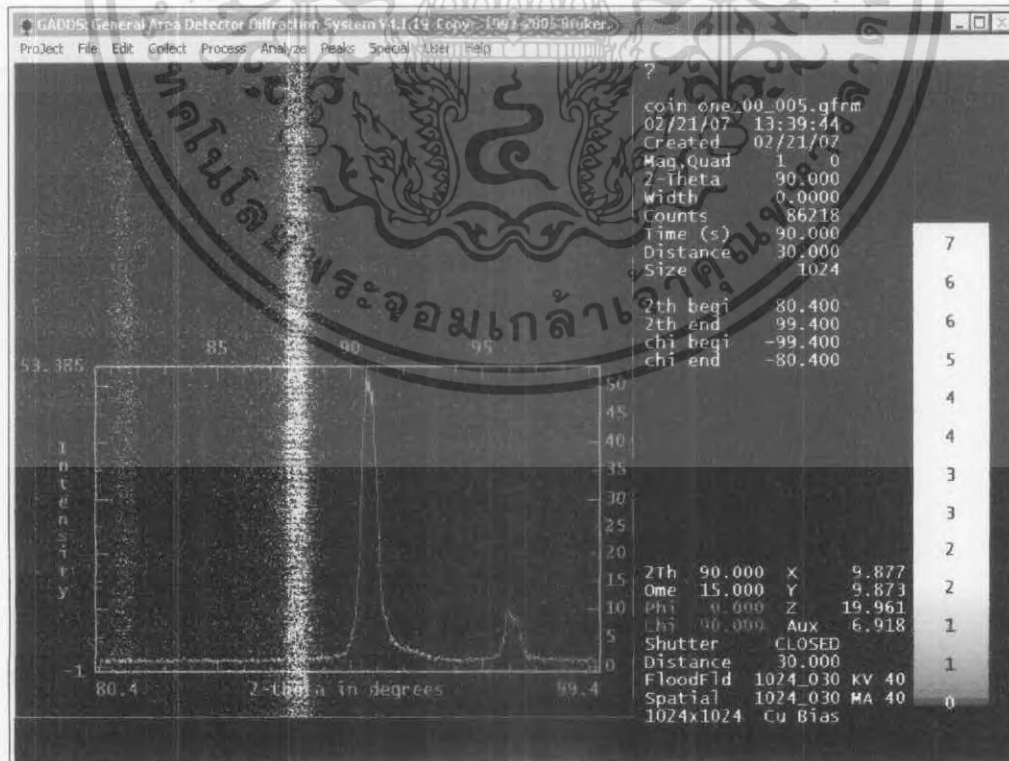
รูปที่ 4.49 แสดงภาพก่อนการ Integrate บน 1-เหรียญบาท (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4)



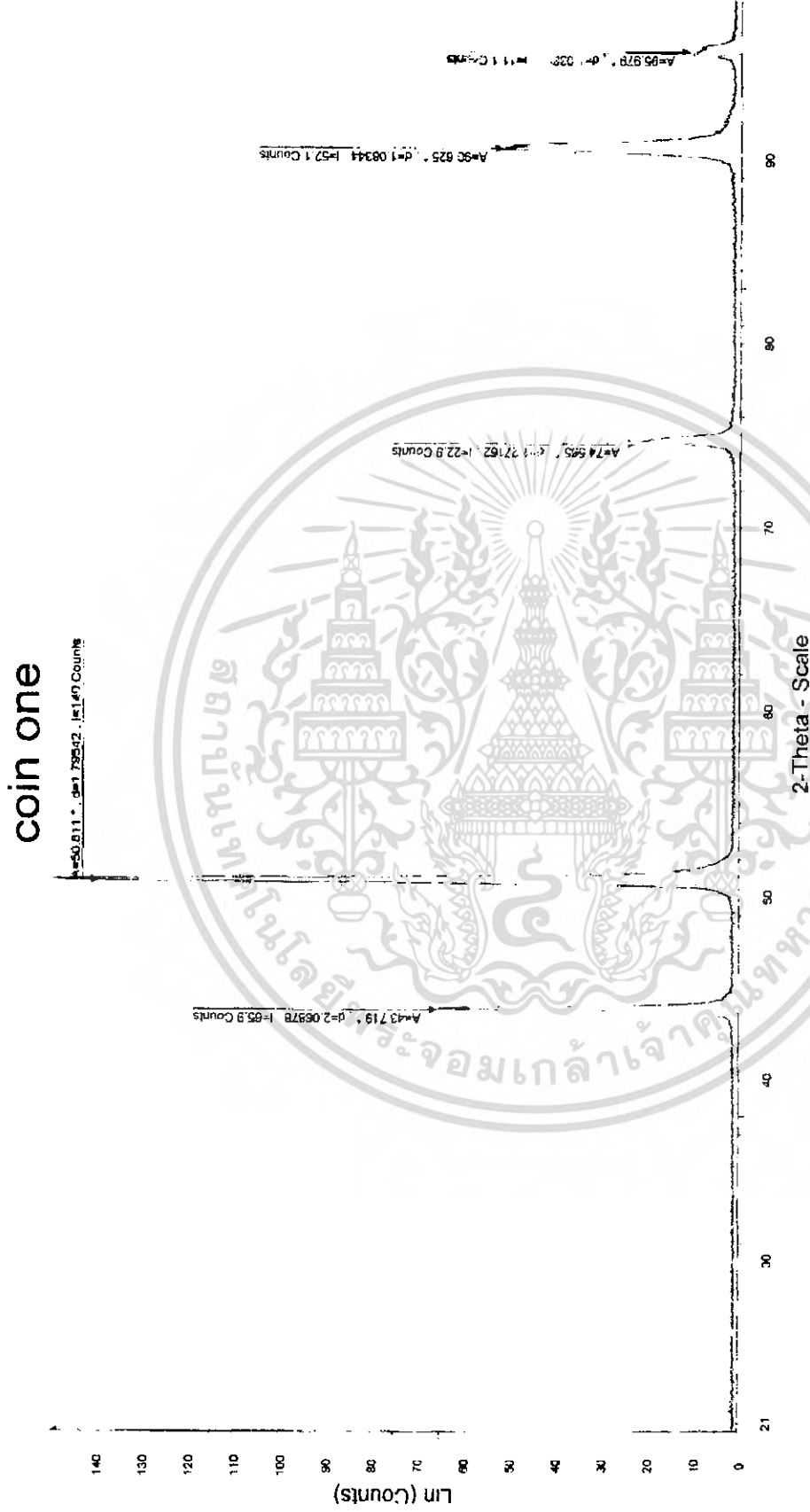
รูปที่ 4.50 แสดง Peak เหรียญบาท ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.51 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ เพรียมูบาท (มุมระหว่าง 80.4 – 99.4)



รูปที่ 4.52 แสดง Peak เพรียมูบาท ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 80.4 – 99.4) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับว่าผูกพันไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

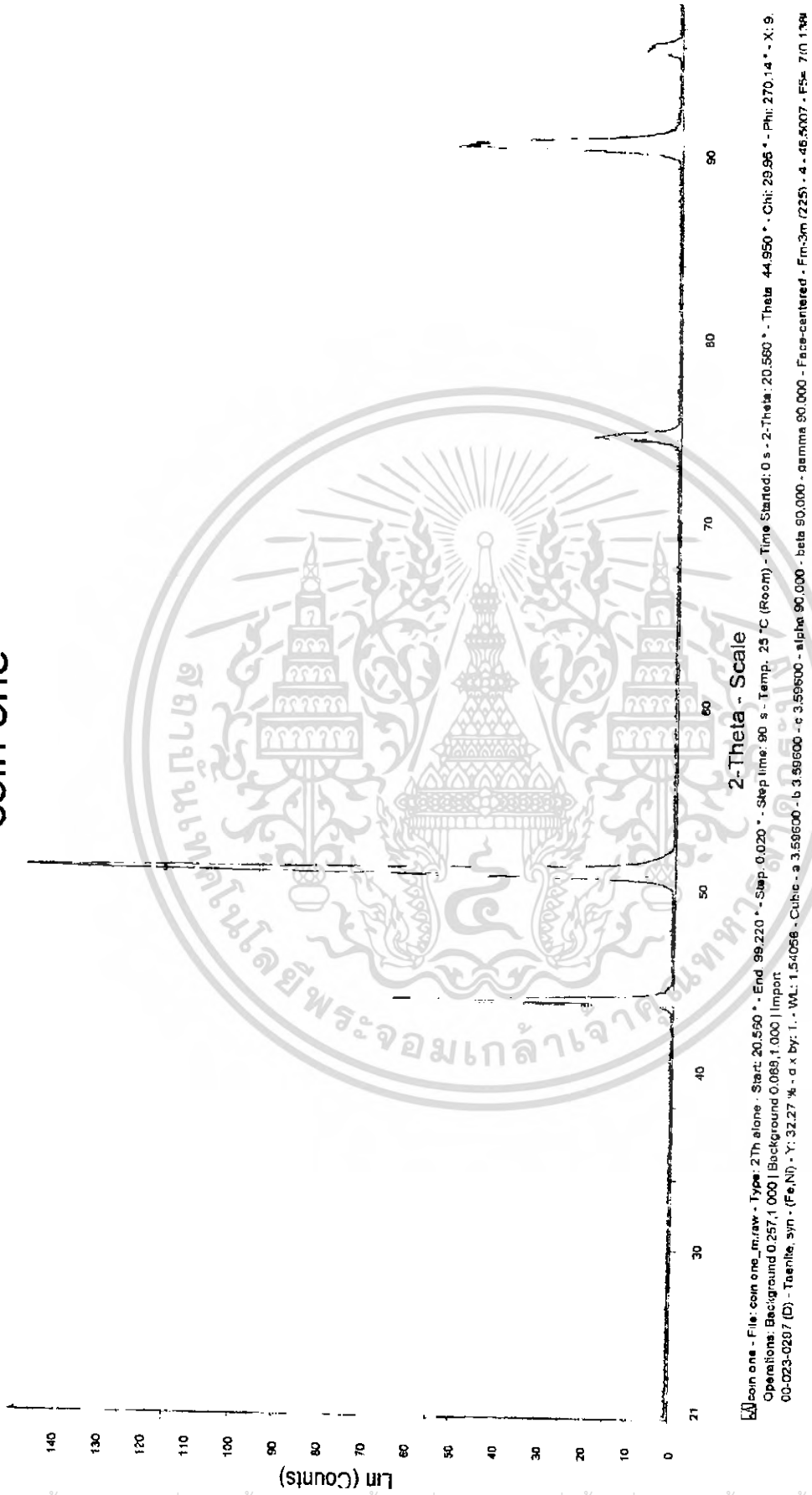


coin one - File: coin one\_m\_rev\_Type: 2Th s10ms - Start: 20.560° - End: 99.220° - Step: 0.020° - Step time: 90 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Spent: 0 s - 2-Theta: 20.590° - Theta: 44.950° - Chi: 29.95° - Phi: 270.14° - X: θ  
 Operations: import  
 00-023-0287 (D) - Taenite. sgr. - (Fe-Ni) - Y: 33.74% - d x by: 1 - WL: 1.54056 - CuKα - a: 3.59600 - b: 3.59600 - c: 3.59600 - gamma: 90.000 - beta: 90.000 - gamma: 90.000 - Face-centred - Fm-3m (225) - 4 - 46.5007 - F5= 7(0,138)

รูปที่ 4.53 แสดงภาพ  $2\theta(\circ)$  d(Å) และ Intensity ของเหรียญบาท ที่สมบูรณ์หลังจาก Integrate แล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

coin one



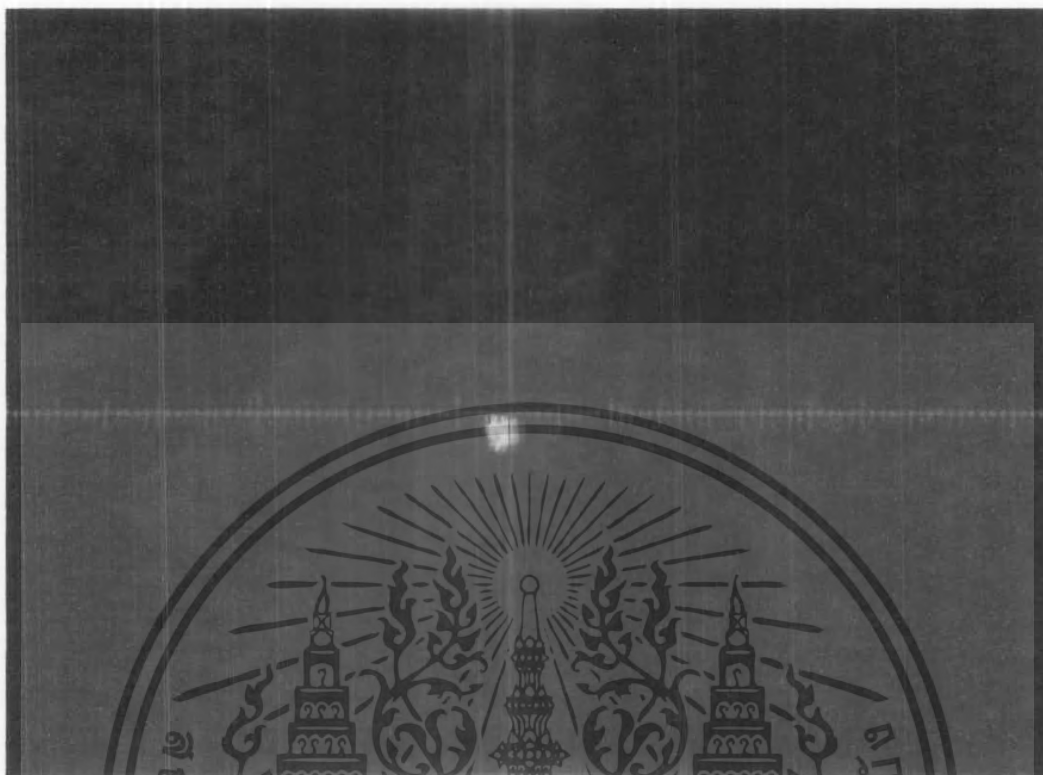
รูปที่ 4.54 แสดงภาพ Peak เที่ยงคุณภาพ ที่มี ค่าดัชนี มิลเลอร์ ก็ากับในแต่ละ Peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์  
ของ Coin

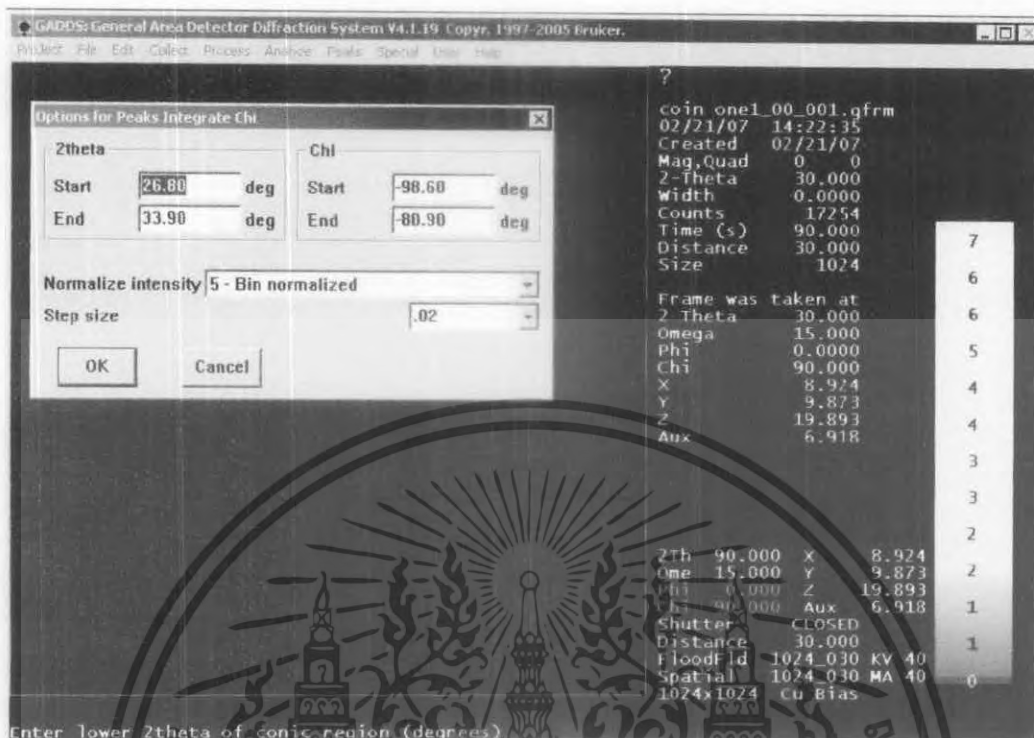
ค่าดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	Intensity (count/s)	การคำนวณทางทฤษฎี		การวัดและวิเคราะห์ ของระบบ		ค่าผิดพลาด	
		d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)
(111)	65.9	2.07615	43.557	2.06878	43.719	0.35498	-0.372
(200)	140	1.79800	50.734	1.79542	50.811	0.14349	-0.152
(220)	22.9	1.27137	74.584	1.27162	74.565	-0.01966	0.025
(311)	52.1	1.08423	90.544	1.08344	90.625	0.07286	-0.089
(222)	11.1	1.03807	95.812	1.03669	95.979	0.13293	-0.174

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

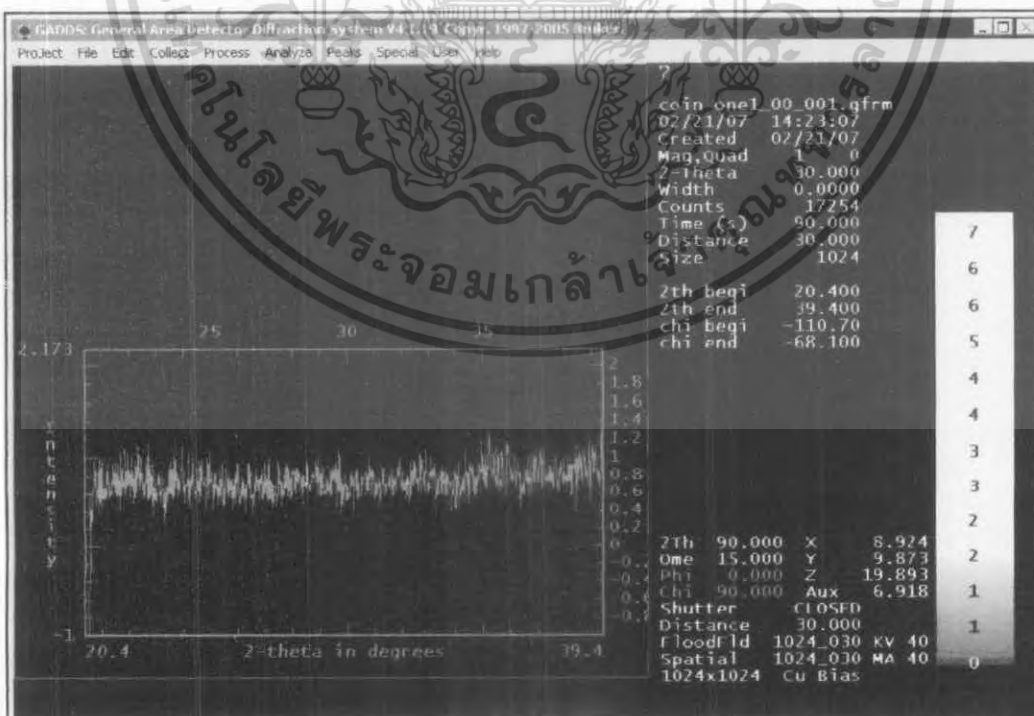


รูปที่ 4.55 แสดงภาพการใช้กล้องวัดใจในการจับภาพสาร เทริยณูบาท 1  
ในตำแหน่ง XYZ-Stage ดังนี้  $X=8.924\text{mm}$ ,  $Y=9.873\text{mm}$ ,  $Z=19.893\text{mm}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



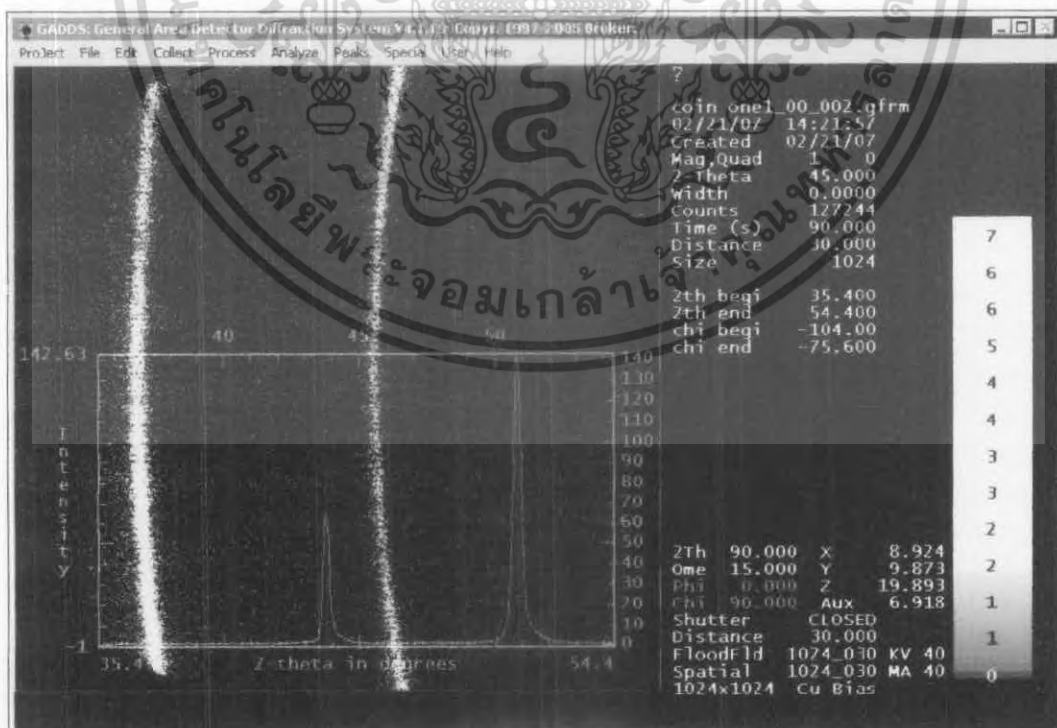
รูปที่ 4.56 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของทวีคูณบาท 1 (มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )



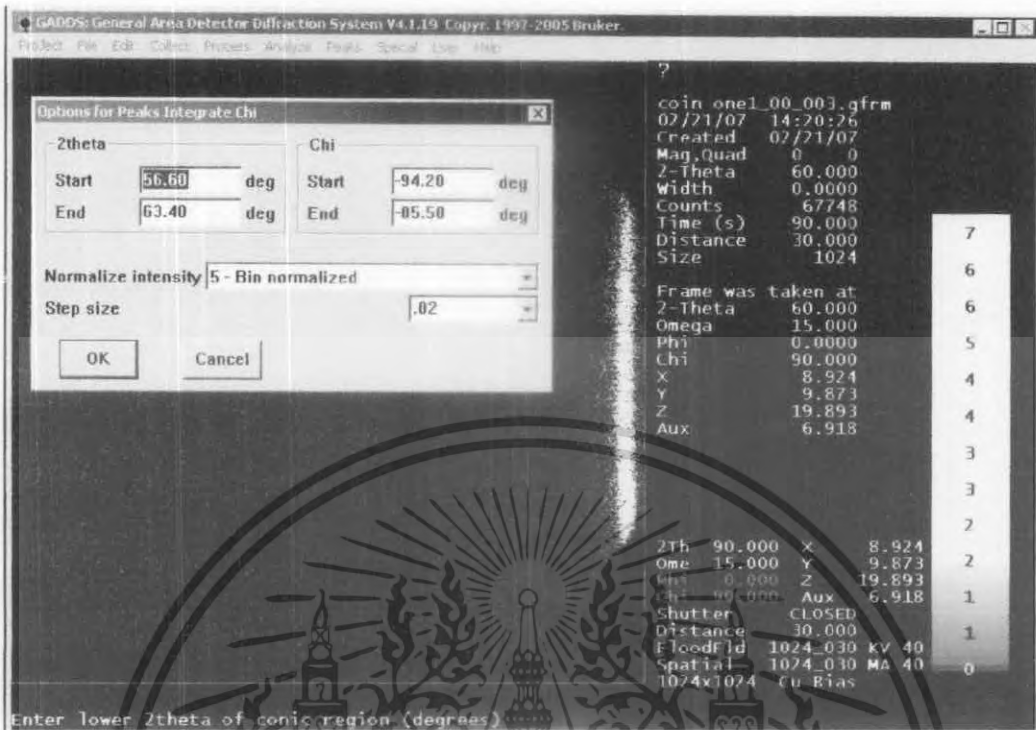
รูปที่ 4.57 แสดง Peak ทวีคูณบาท 1 ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 20.4 – 39.4 )  
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



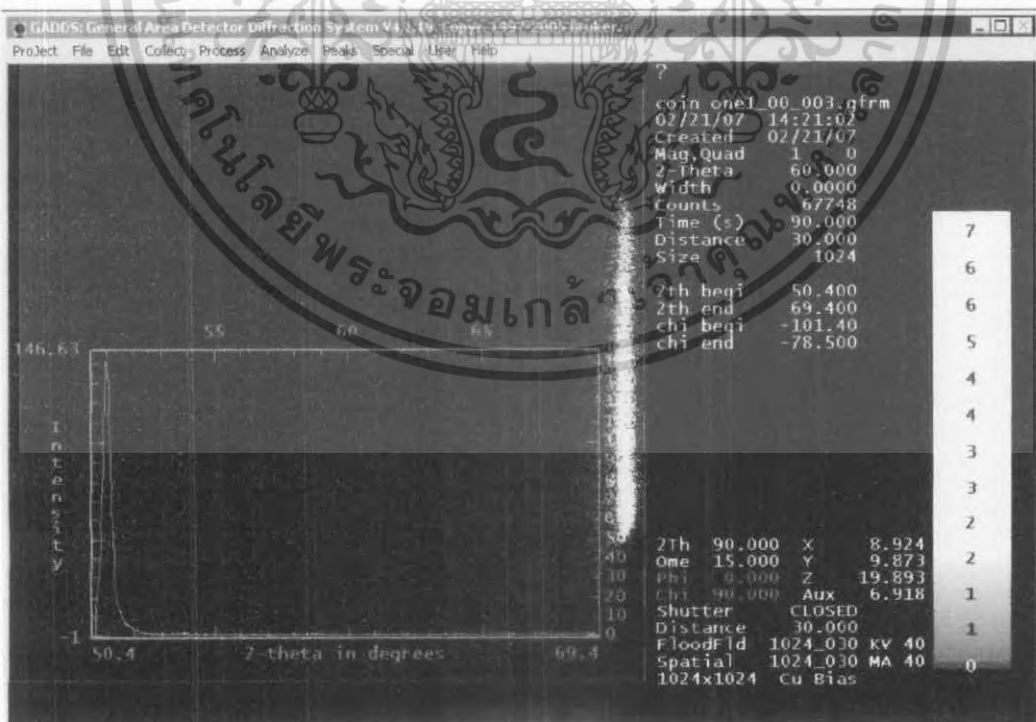
รูปที่ 4.58 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ 1- หรือ 2-Theta (มุมระหว่าง 35.4 – 54.4)



รูปที่ 4.59 แสดง Peak 1- หรือ 2-Theta ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 35.4 – 54.4) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

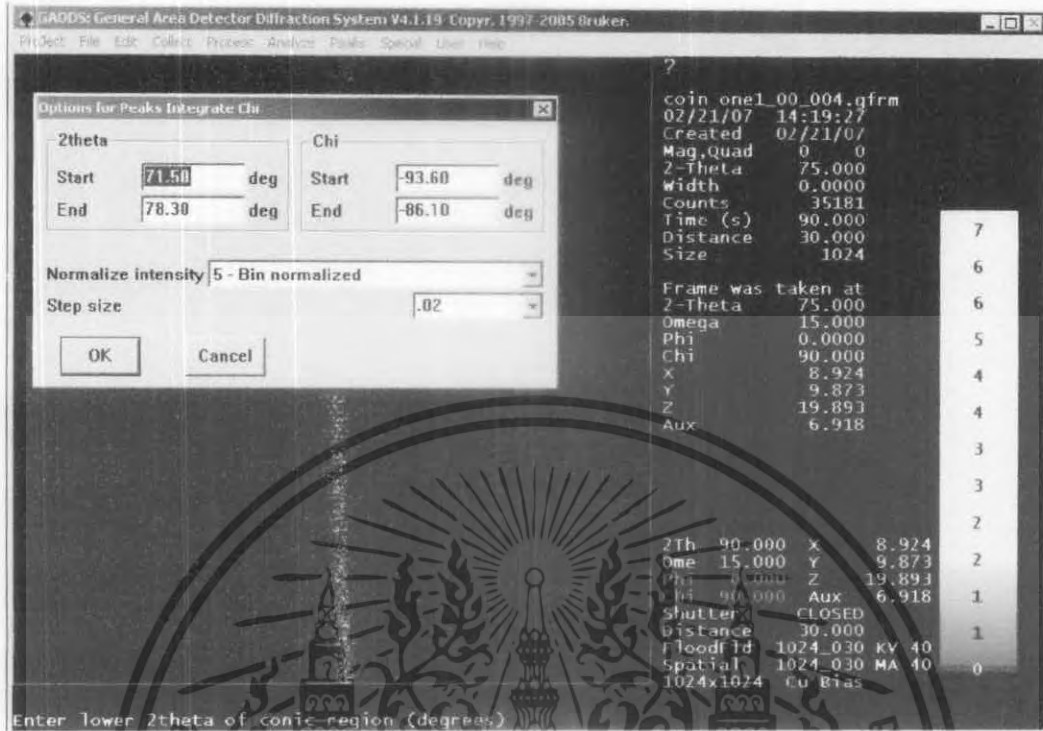


รูปที่ 4.60 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ 1 (มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )

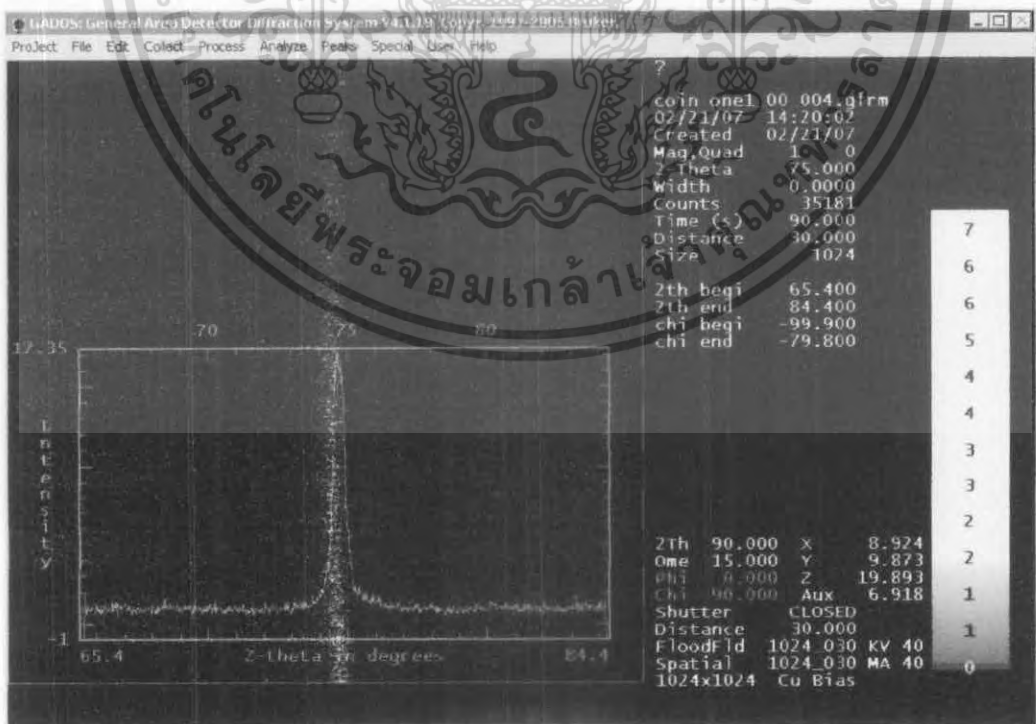


รูปที่ 4.61 แสดง Peak เหริชญาบทา ที่เกิดในการ Integrate ( มุมระหว่าง 50.4 – 69.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



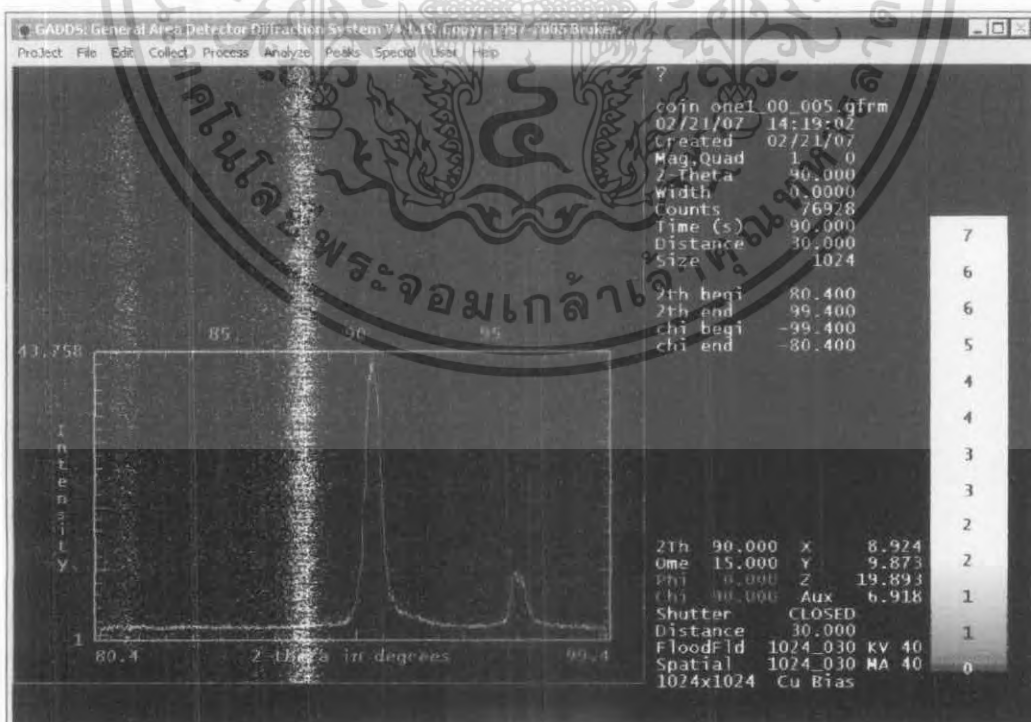
รูปที่ 4.62 แสดงภาพก่อนการ Integrate ของ พีริซมูบัท 1 (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )



รูปที่ 4.63 แสดง Peak พีริซมูบัท 1 ที่เกิดในการ Integrate (มุมระหว่าง 65.4 – 84.4 )  
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



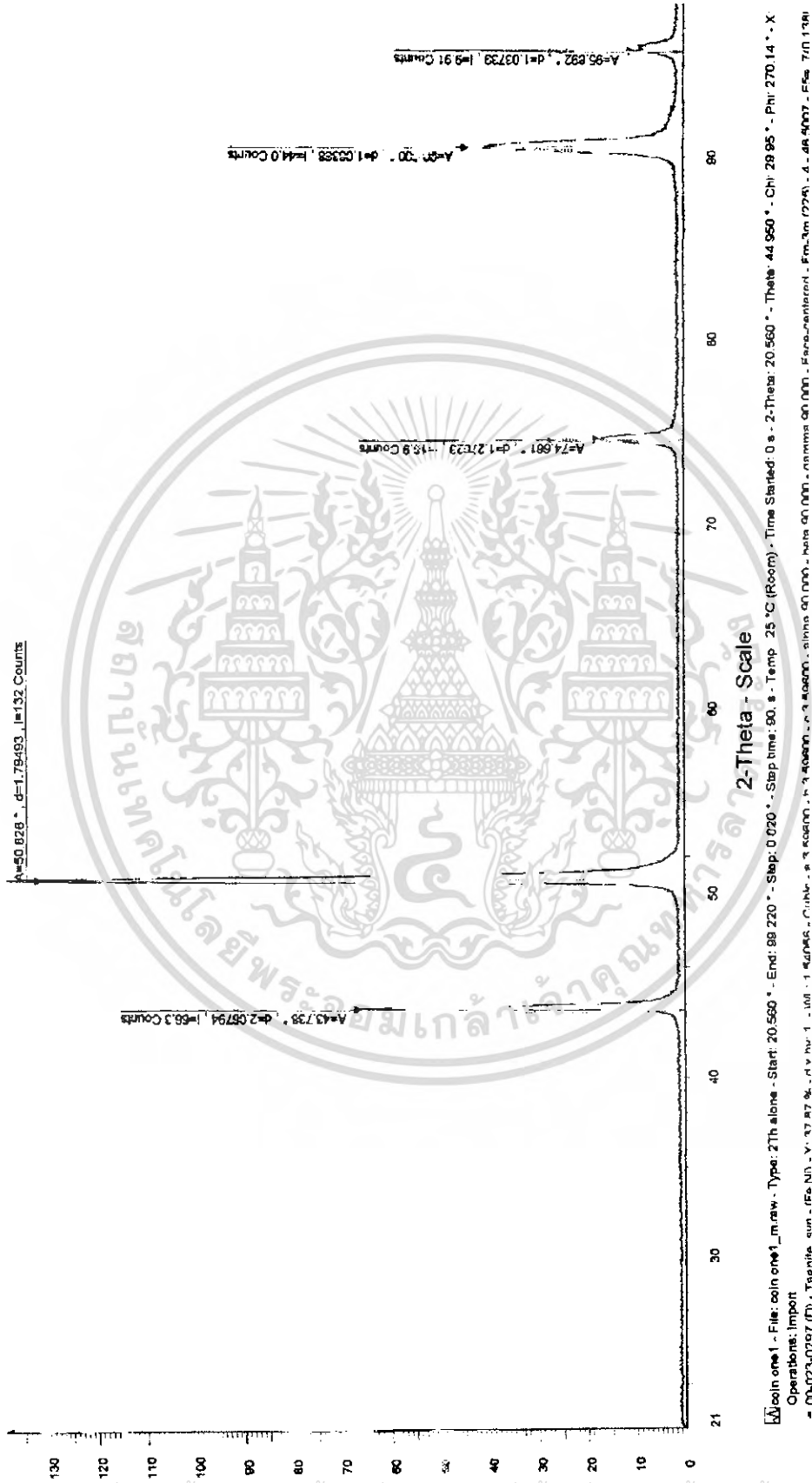
รูปที่ 4.64 แสดงภาพก่อนการ Integrate บน 1 เหม็ชญาบาท 6 ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )



รูปที่ 4.65 แสดง Peak เหม็ชญาบาท 1 ที่เกิดการ Integrate ( มุมระหว่าง 80.4 – 99.4 )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

coin one1



รูปที่ 4.66 แสดงภาพ  $2\theta$  (°) d(Å) และ Intensity ของ เครื่องอุปทานที่สามบูรณะหลังจาก Integrate แล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

coin one1



รูปที่ 4.67 แสดงภาพ Peak หรือรูปแบบ ที่มี ค่าดัชนี มิดเลอร์ กำกับในแต่ละ Peak

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใด ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการเปรียบเทียบระหว่างผลการคำนวณทางทฤษฎีและผลการวัดและวิเคราะห์  
ของ Coin I

ค่าดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	Intensity (count/s)	การคำนวณทางทฤษฎี		การวัดและวิเคราะห์ ของระบบ		ค่าผิดพลาด	
		d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)	d(Å)	2θ(°)
(111)	66.3	2.07615	43.557	2.06794	43.738	0.39544	-0.416
(200)	132	1.79800	50.734	1.79493	50.826	0.17074	-0.181
(220)	16.9	1.27137	74.584	1.27023	74.661	0.08967	-0.103
(311)	44	1.08423	90.544	1.08368	90.6	0.05073	-0.062
(222)	9.91	1.03807	95.812	1.03739	95.892	0.06550	-0.083

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าการเปรียบเทียบผลการวัดตัวอย่าง coin เมื่อมีการเปลี่ยนตำแหน่ง XYZ-Stage

ค่าดัชนี มิลเลอร์ (hkl)	ตำแหน่ง X = 9.877mm, Y = 9.873mm, Z = 19.961mm			ตำแหน่ง X = 8.924mm, Y = 9.873mm, Z = 19.893mm			ค่าผิดพลาด	
	d(Å)	2θ(°)	Intensity (count/s)	d(Å)	2θ(°)	Intensity (count/s)	d(Å)	2θ(°)
(111)	2.06878	43.719	65.9	2.06794	43.738	66.3	0.040603	0.043459
(200)	1.79542	50.811	140	1.79493	50.826	132	0.027291	0.029521
(220)	1.27162	74.565	22.9	1.27023	74.661	16.9	0.109309	0.128746
(311)	1.08344	90.625	52.1	1.08368	90.6	44	0.022151	0.027586
(222)	1.03669	95.979	11.1	1.03739	95.892	9.91	0.067522	0.090644

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบผลการวัดและวิเคราะห์ระหว่าง Micro X-Ray Diffraction กับ X-Ray Diffractometer Bruker AXS Model D8 Discover

สารตัวอย่าง	ค่าดัชนีมิลเลอร์ (hkl)	Micro X-Ray Diffraction			X-Ray Diffractometer		
		d(Å)	2θ(°)	Intensity (count/s)	d(Å)	2θ(°)	Intensity (count/s)
CaCO <sub>3</sub>	(012)	3.83300	23.186	3.14	3.80545	23.180	17
	(104)	3.03252	29.429	103	3.02953	29.460	92
	(006)	2.84065	31.467	2.27	2.75868	31.46	11
	(110)	2.50194	35.862	5.93	2.46536	35.84	15
	(113)	2.28342	39.429	7.15	2.19563	39.38	12
	(202)	2.08716	43.315	10.5	2.08882	43.280	16
	(018)	1.91185	47.519	12.9	1.90505	47.7	20
	(116)	1.87175	48.602	8.89	1.80767	48.72	15
	(122)	1.59933	57.583	4.18	1.58985	57.56	12
SnO <sub>2</sub>	(110)	3.34246	26.648	9.39		26.66	15
	(101)	2.64582	33.851	5.76		33.88	13
	(200)	2.37178	37.903	3.71		37.88	15
	(211)	1.76781	51.663	6.27		51.64	15
	(220)	1.67784	54.657	1.31		54.66	12
	(310)	1.50292	61.664	1.82		61.56	13
	(301)	1.42168	65.614	1.91		65.54	14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการวัดและวิเคราะห์สารตัวอย่าง 4 ตัวอย่าง คือ Corundum Calcium Carbonate Tin oxide และเหรียญบาท สรุปผลการทดลองได้เป็นดังนี้

1) สารตัวอย่าง Corundum ใช้สำหรับการเปรียบเทียบมาตรฐานของระบบการวัดและวิเคราะห์ ซึ่งผลการเปรียบเทียบระหว่างค่าของการวัดและวิเคราะห์กับการคำนวณ ดังตารางที่ 4.1 จะเห็นว่า มีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.4\text{\AA}$  และค่า  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) ไม่เกิน  $\pm 0.4$  องศา ส่วนการเปรียบเทียบความเข้มแสง ( Intensity ) ระหว่างการปรับเทียบมาตรฐาน หลังจากการปรับแต่ง ( Alignment ) ของวิศวกรต่างประเทศผู้ชำนาญการกับการปรับเทียบมาตรฐานของผู้ทำโครงการพิเศษ จะเป็นดังนี้

ผู้ทำการเปรียบเทียบมาตรฐาน	Collimator (mm)	ดัชนีมิลเลอร์ ( hkl )	$2\theta$ ( $^{\circ}$ )	$d$ (Å)	Intensity ( count/s )
วิศวกรต่างประเทศ	0.05	012	35.180	2.54888	79
โครงการพิเศษ	0.5	012	35.180	2.54888	242

ซึ่งจะพบว่าความเข้มแสงจะต่างกันอย่างเด่นชัดเมื่อเลือกใช้นาขนาดของ Collimator

2) สารตัวอย่าง Calcium Carbonate กับ Tin oxide ใช้สำหรับการเปรียบเทียบระบบ การวัดและวิเคราะห์ระหว่าง Micro X-Ray Diffraction Model D8 with GADDS กับ X-Ray Diffractometer Model D8 Advance จะพบว่าสารตัวอย่าง Calcium Carbonate ที่ทำการวัดและวิเคราะห์ด้วย Micro X-Ray Diffraction จากการเปรียบเทียบระหว่างค่าของการวัดและวิเคราะห์กับการคำนวณ ดังตารางที่ 4.2 พบว่ามีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $\pm 0.55\text{\AA}$  และค่า  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) ไม่เกิน  $\pm 0.55$  องศา ส่วน Tin oxide ดังตารางที่ 4.3 พบว่ามีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $\pm 0.5\text{\AA}$  และค่า  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) ไม่เกิน  $\pm 0.55$  องศา

ส่วนการเปรียบเทียบระหว่างระบบดังตารางที่ 4.7 จะพบว่าที่ค่าแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของสารตัวอย่าง Calcium carbonate จะมีผลการแตกต่างการวัดและวิเคราะห์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.1\text{\AA}$

และค่ามุม  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) ไม่เกิน  $0.2$  องศา และสารตัวอย่าง Tin oxide จะพบว่าระบบ Micro X-Ray เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Diffraction จะสามารถวัดและวิเคราะห์ฟีกของสเปกตรัมที่เกิดขึ้นได้อย่างชัดเจนส่วนระบบ X-Ray Diffractometer ไม่สามารถวัดและวิเคราะห์สเปกตรัมของระบบได้ ที่เป็นเช่นนี้ก็เพราะระบบ การวัดแบบ Micro X-Ray Diffraction จะมีส่วนตัวตรวจรับสัญญาณจะเป็นแบบพื้นที่ ( Area Detector ) จึงทำให้การวัดสารตัวอย่างที่ให้ความเข้มแสงน้อยมากระบบนี้ก็จะสามารถรับสัญญาณมาวิเคราะห์ผลได้ แต่ในระบบ X-Ray Diffractometer นั้น การตรวจรับสัญญาณจะเป็นแบบแนวเส้น ( Line Detector ) จึงทำให้สารตัวอย่างที่ให้ความเข้มแสงน้อยมากระบบนี้จึงไม่สามารถตรวจรับสัญญาณมาวิเคราะห์ผลได้

3) สารตัวอย่างเหรียญบาท ( coin ) ใช้สำหรับการศึกษาการปรับแต่งตำแหน่งสารตัวอย่าง ( Sample Alignment ) จากการเปรียบเทียบระหว่างค่าของการวัดและวิเคราะห์กับค่าที่คำนวณดังตารางที่ 4.5 พบว่ามีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นในแต่ละดัชนีมิลเลอร์ของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.4\text{\AA}$  และค่า  $2\theta(^{\circ})$  ไม่เกิน  $-0.5$  องศา ส่วนการปรับแต่งดังตารางที่ 4.6 จะพบว่ามีค่าผิดพลาดเกิดขึ้นของค่า  $d$  (Å) ไม่เกิน  $0.15\text{\AA}$  และ  $2\theta(^{\circ})$  ไม่เกิน  $0.15$  องศา

## 5.2 วิจัยผลการทดลอง

จากผลการทดลองจะเห็นว่าสารตัวอย่างทั้ง 4 สารที่นำมาทดสอบระบบการวัดและวิเคราะห์นั้นจะเห็นว่า เป็นสารตัวอย่างมาตรฐานที่เลือกนำมาใช้ ซึ่งจะเห็นว่าในการศึกษานี้ชี้ให้เห็นชัดเจนว่า ในแต่ละสารตัวอย่างจะมีค่าผิดพลาดที่เกิดขึ้น ระหว่างค่า  $d$  (Å) และ  $2\theta(^{\circ})$  นั้น แตกต่างกันตามลักษณะตัวอย่างของสาร แต่ในส่วนหนึ่งในการปฏิบัติที่ควรจะพิจารณาคือ การตรวจวิเคราะห์ฟีกที่เกิดขึ้นจากการวัดเนื่องจากถ้าทำการกำหนดตำแหน่งฟีกของ  $2\theta(^{\circ})$  ลงไปก่อนที่จะทำการคำนวณค่าทางทฤษฎี โอกาสที่เกิดค่าความผิดพลาดในการวิเคราะห์ก็จะมีค่าสูงขึ้น

## 5.3 ข้อเสนอแนะ

การที่จะนำสารตัวอย่างไปวัดนั้น ควรที่จะนำที่มีความบริสุทธิ์ที่เพียงพอ จึงจะทำให้ได้ค่าสเปกตรัมที่ดีและก่อนที่จะทำการวัดสารตัวอย่างเราต้องรู้ให้ชัดว่าเครื่องมือที่จะนำสารตรวจสอบนี้มีความแม่นยำมากน้อยแค่ไหน เพราะถ้าเครื่องมือไม่มีประสิทธิภาพที่ดีผลที่ได้ออกมาจะมีค่าที่ได้บิดเบือนไปตามความเป็นจริง และที่สำคัญที่สุด ผู้ที่ทำการทดลองต้องมีใจรักกับงานประเภทนี้ เพราะ ในบางครั้งเมื่อวัด ไปแล้วค่าที่ออกมาจะไม่ตรงกับความเป็นจริงเนื่องจาก ความละเอียดของผู้ทำการทดลอง

ทั้งหมดที่กล่าวมานี้ทั้ง 3 ปัจจัยใหญ่ๆเหล่านี้มีผลอย่างมากกับค่าที่ออกมา เมื่อในปีหนึ่งปัจจัยไม่มีค่าที่แน่นอนแล้ว ผลที่ออกมาจะไม่ตรงกับความเป็นจริงด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, first edition, Addison-Wesley Publish Company, Inc., Reading, Massachusetts, 1956
- E.W. Nuffield, X-ray Diffraction Methods, John Wiley & Son, Inc., New York, 1966
- R. Jenkins and J.L. de Vies, An Introduction to X-ray Powder Diffractometry, N.V. Philips Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Holland
- หนังสือคู่มือ Micro X-Ray Diffraction ของ บริษัท Bruker ประเทศไทย
- [www.google.com](http://www.google.com)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้