



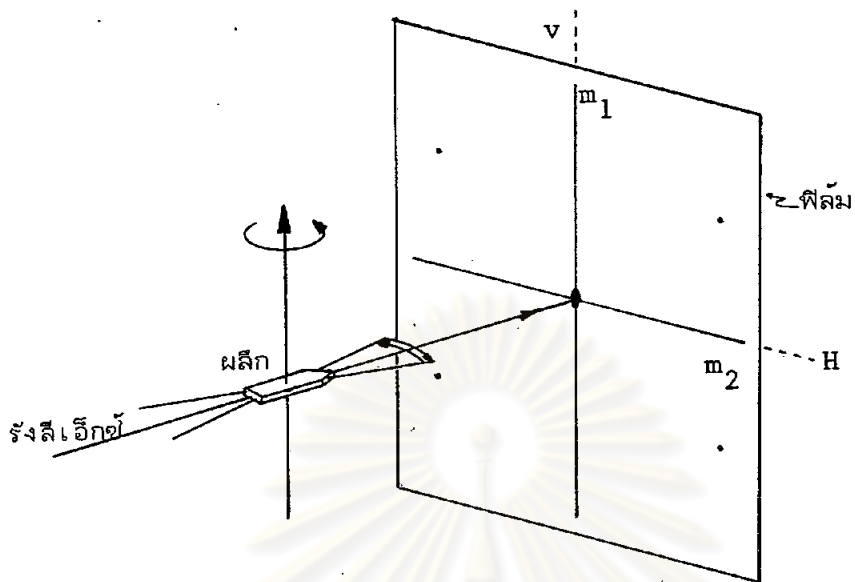
บทที่ 3

การถ่ายภาพผลึกด้วยวิธีพรีเซสชัน

ในการศึกษาวิจัยโครงสร้างของผลึกที่แล้ว ๆ มา ของหน่วยผลึกวิทยารังสีเอ็กซ์
แห่งนี้ การถ่ายภาพผลึกใช้วิธีผลึกหมุน วิธีไวซ์ซีนเบอร์ก และวิธีลาวเอ ทั้งนี้ในการถ่ายภาพ
ผลึกด้วยวิธีดังกล่าวข้างต้นก็เพียงพอในการวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกได้ แต่ในบางครั้งเพื่อความ
ละเอียดและความแน่นอนในการตรวจสอบหาสัมมาต และคำนวณมิติเซลล์จึงมีวิธีการถ่ายภาพผลึก
อีกแบบหนึ่งคือ วิธีพรีเซสชัน (precession method) เป็นวิธีการถ่ายภาพผลึกโดยให้
แกนผลึกเอียงทำมุมและพรีเซสรอบลำรังสีเอ็กซ์ตรง ด้วยมุมคงที่ค่าหนึ่ง ในการวิจัยหาโครงสร้าง
ผลึก $(C_6H_5)_2TiBrCl_{12}H_8N_2$ ได้ใช้วิธีการถ่ายภาพของผลึกโดยวิธีนี้เช่นกัน จุดประสงค์ใน
การเขียนบทนี้สิ่งเพื่อเป็นแนวทางเบื้องต้นแก่ผู้ที่สนใจ เพื่อใช้วิธีการถ่ายภาพผลึกแบบพรีเซสชัน
ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกอื่นต่อไป

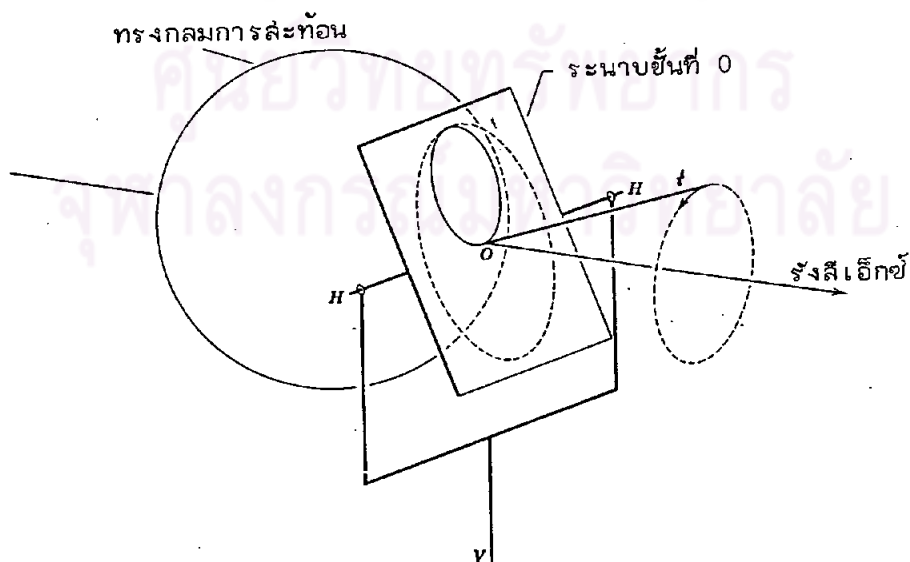
3.1 การพัฒนาวิธีถ่ายภาพแบบพรีเซสชัน

จากขอบเขตจำกัดของจุดสะท้อนที่ปรากฏบนฟิล์ม เนื่องจากการถ่ายภาพแบบผลึกหมุน
กลับไปกลับมา (oscillating-crystal method) ทำให้สัมมาตที่ปรากฏมีองค์สัมมาต
สูงที่สุดที่จะเกิดได้เพียง 2mm (Buerger, 1964) ดังรูปที่ 3.1 เพราะว่าสัมมาตของผลึก
ที่เกิดบนฟิล์มจากการถ่ายภาพแบบผลึกหมุนเกิดจากอิทธิพล 2 อย่างคือ สัมมาตของฟรีเดล
(Friedel symmetry) และสัมมาตของการเคลื่อนที่ (motion symmetry) ของผลึก
ซึ่งเป็นตัวกำหนดขอบเขตของพื้นที่แลททิซส่วนกลับ ที่จะตัดกับทรงกลมของการสะท้อน ในปี
ค.ศ. 1942 เอ็ม. เจ. เบอร์เกอร์ (M.J.Buerger) คิดค้นและพัฒนาวิธีการถ่ายภาพ
เพื่อให้ได้สัมมาตของผลึกออกมาครบดังที่เป็นอยู่จริง



รูปที่ 3.1 แสดงลุ่มมาตร 2 mm บนฟิล์มเนื่องจากการถ่ายภาพแบบผลึกหมุน

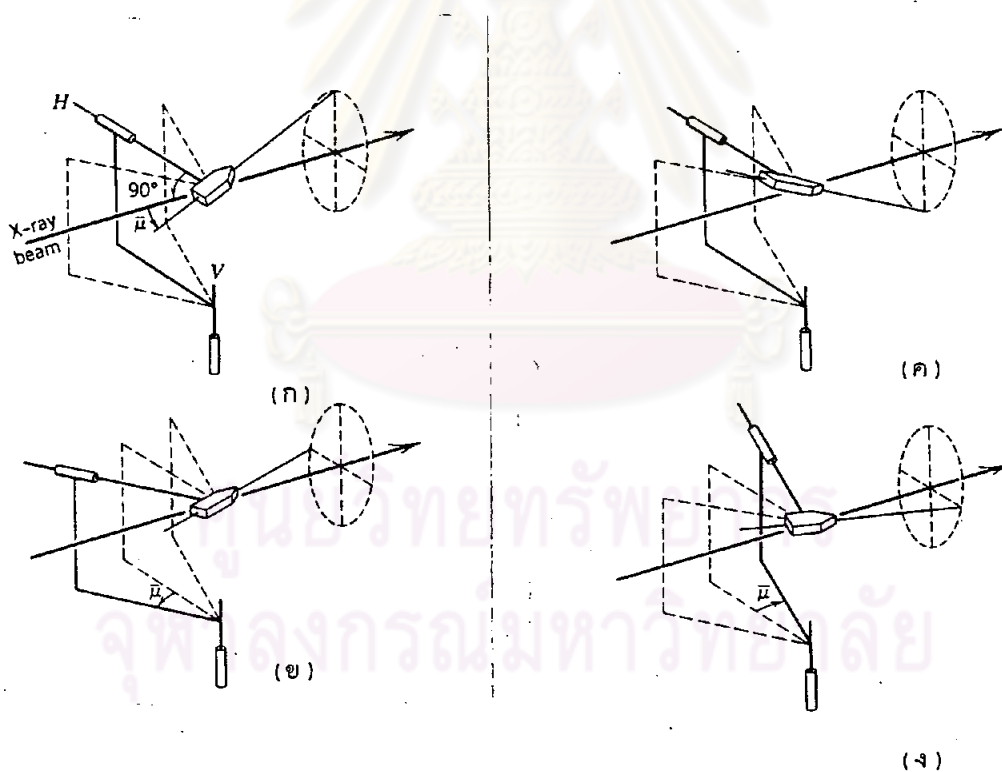
จากรูปที่ 3.2 แกน t ของผลึกเอียงทำมุม μ กับสํารังสีเอ็กซ์และผลึกหมุนทั้งในแนวตั้ง (v) และแนวนอน (H) ไปพร้อม ๆ กัน ผลจากการหมุนของผลึกทั้งในแนว V และ H จะทำให้แกน t ของผลึกพรีเซเล็คตรอบสํารังสีเอ็กซ์ วิธีการนี้เรียกว่า วิธีพรีเซเล็คชัน



รูปที่ 3.2 แสดงการหมุนของผลึกทั้งทางแกนนอน (H)และแกนตั้ง (V)

3.2 การเคลื่อนที่ของผลึกวิธีพรีเซลชัน

ดังได้กล่าวข้างต้นแล้วว่าการพรีเซลชันของแกนผลึกเกิดจากการหมุนของผลึกทั้งในแนวนอนและแนวตั้งพร้อมกัน ลักษณะการพรีเซลชันของผลึกแสดงได้ดังรูปที่ 3.3 โดยจากรูปพบว่า เมื่อให้ผลึกเอียงทำมุม μ กับลำรังสีเอ็กซ์ การหมุนของผลึกตามแนวนอน (H) จะส่งผลทำให้ระนาบในแนวตั้ง (V) หมุนตามไปด้วย ในทำนองเดียวกับการควบคุมให้ผลึกหมุนทางแนวตั้งก็ส่งผลให้ระนาบแนวนอนหมุนเช่นกัน ทั้งนี้เนื่องมาจากแกนในแนวตั้งและแนวนอนถูกยึดติดกัน เมื่อรวมการหมุนทั้งสองแนวพบว่าแกนของผลึกจะพรีเซลรอบลำรังสีเอ็กซ์เป็นรูปกรวย มีมุมกรวยเป็น 2μ แกนกรวยเป็นแกนร่วมกับลำรังสีเอ็กซ์

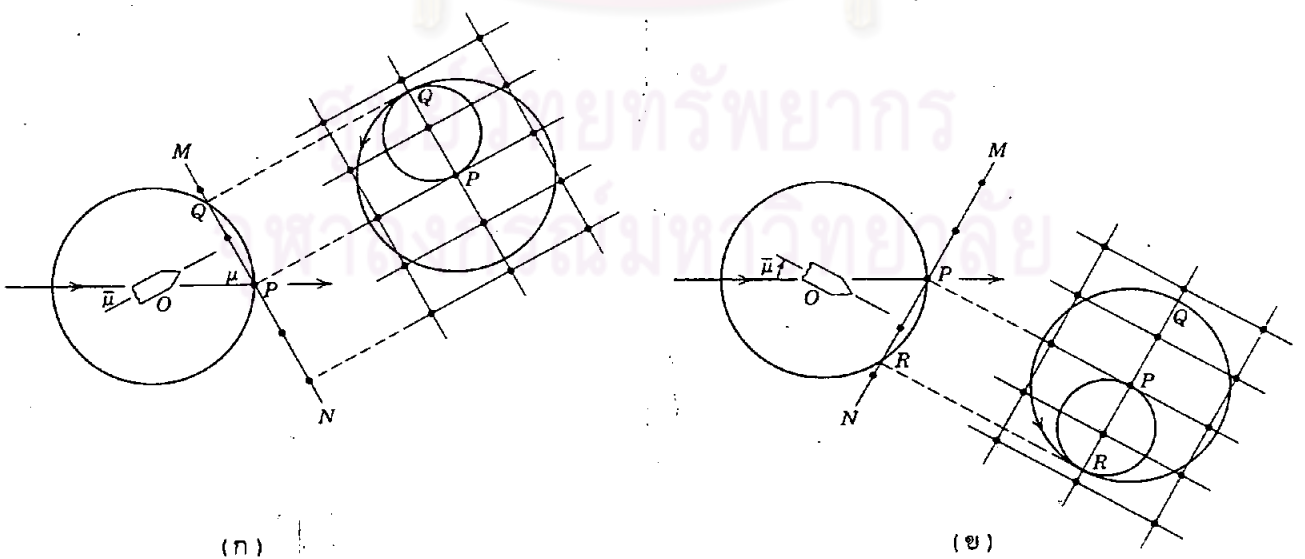


รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะการเคลื่อนที่แบบพรีเซลชันของผลึก

3.2.1 การเคลื่อนที่ของระนาบชั้นที่คู่ขนาน

การพิจารณาการเคลื่อนที่แบบพรีเซสชันของระนาบล้วนกลับซึ่งตั้งฉากกับแกนพรีเซสของผลึกนั้น ในกรณีที่สะดวกและเห็นชัดเจนที่สุดคือ การพรีเซสของระนาบชั้นที่คู่ขนานจากรูปที่ 3.4 (ก) และ (ข) MN คือระนาบล้วนกลับของชั้นที่คู่ขนาน P เป็นจุดศูนย์กลางของระนาบและเป็นจุดร่วมของจุดกำเนิดแลตทิซส่วนกลับ ระนาบ MN ทำมุมกับแนวสร้างรังสีเอ็กซ์ $90^\circ - \mu = \mu$ โดยมุม μ จะคงที่ในระหว่างที่แกนผลึกพรีเซส

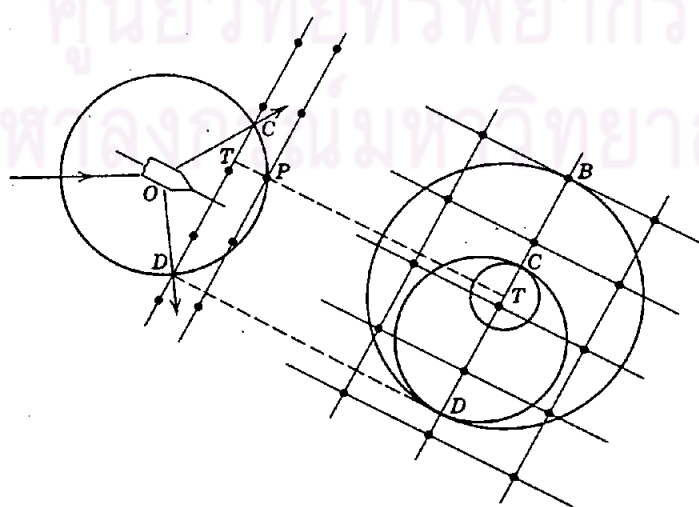
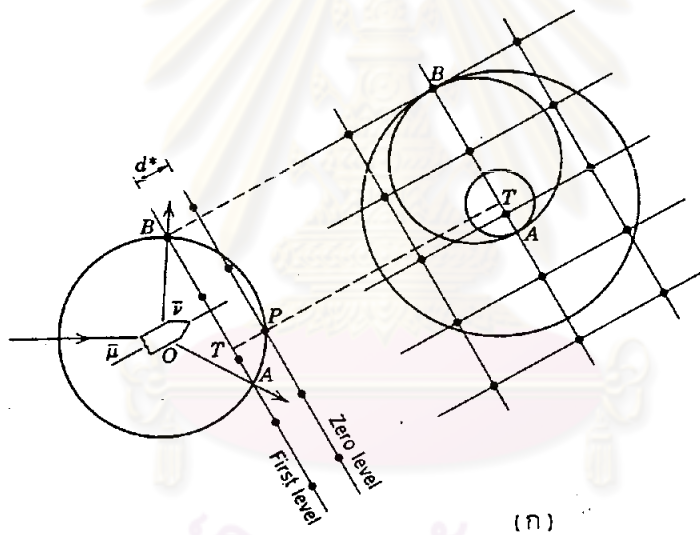
ระนาบแลตทิซส่วนกลับ จะตัดกับทรงกลมการสะท้อนเป็นวงกลมมีเส้นผ่าศูนย์กลางเป็น $PQ = PR$ ความยาวเส้นผ่าศูนย์กลางของวงกลมมีความสัมพันธ์กับมุมการพรีเซสและมุมนี้จะคงที่ตลอดเวลาในขณะที่แกนผลึกพรีเซส การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นเมื่อจุดแลตทิซส่วนกลับภายในวงกลม PQ และ PR ตัดกับผิวทรงกลมการสะท้อน วงกลม PQ และ PR จะหมุนรอบจุด P ดังนั้นบริเวณของจุดแลตทิซส่วนกลับของชั้นที่คู่ขนานที่เกิดการเลี้ยวเบนคือพื้นที่วงกลมซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางเป็น QR การพิจารณาทิศทางการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชั้นที่คู่ขนาน เริ่มจากจุด 0 ผ่านจุดแลตทิซที่ตัดกับทรงกลมการสะท้อน โดยทิศทางเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์อยู่บนบริเวณผิวของกรวย กรวยนี้จะมีกึ่งมุมกรวยเป็น μ และแกนกรวยเป็นแกนร่วมกับแกนการพรีเซสของผลึก



รูปที่ 3.4 แสดงการเคลื่อนที่ของระนาบล้วนกลับชั้นที่คู่ขนาน

3.2.2 การเคลื่อนที่ของระนาบชั้นที่ n

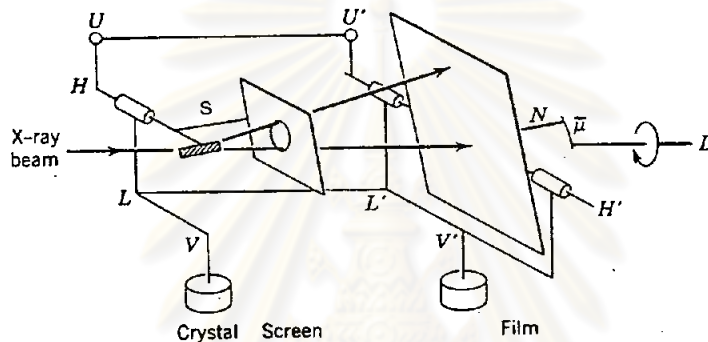
ระนาบล้วนกลับชั้นที่ n หมายถึงระนาบล้วนกลับของชั้นที่อยู่เหนือชั้นที่
 คู่ขนานคือตั้งแต่ชั้นที่ 1, 2, 3, ... n ในที่นี้จะพิจารณาการเคลื่อนที่เฉพาะชั้นที่ 1 เท่านั้น
 เพราะการเคลื่อนที่ของระนาบล้วนกลับชั้นที่ 2, 3... n เหมือนกับชั้นที่ 1 จากรูปที่ 3.5
 ระนาบแลททิสล้อนกลับชั้นที่ 1 ตัดทรงกลมการสะท้อนเป็นวงกลมมีเส้นผ่าศูนย์กลาง $AB = CD$
 ซึ่งการเคลื่อนที่นี้คล้ายกับการเคลื่อนที่ของระนาบชั้นที่คู่ขนาน แต่มีข้อแตกต่างกันตรงที่การเคลื่อนที่
 ของระนาบล้วนกลับชั้นที่ 1 มีพื้นที่เล็ก ๆ ตรงกลางมีรัศมี $TA = TC$ จะไม่ตัดกับทรงกลม
 การสะท้อน พื้นที่ตรงกลางนี้จะเพิ่มขึ้นเมื่อ d^* เพิ่มการสะท้อนของระนาบแลททิสล้อนกลับ
 ชั้นที่ 1 จะเกิดบนบริเวณผิวของกรวยซึ่งมีกึ่งมุมกรวยเป็น $\bar{\nu}$



รูปที่ 3.5 แสดงการเคลื่อนที่ของระนาบล้วนกลับชั้นที่ 1

3.3 กล้องพรูเชลซ์ซัน

เนื่องจากฟิล์มที่ได้จากการถ่ายภาพด้วยกล้องพรูเชลซ์ซันจะปรากฏลุ่มมาตรงที่เป็นอยู่จริง ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์มและผลึกมีการเคลื่อนที่อย่างสอดคล้องซึ่งกันและกัน เมื่อเทียบกับลำรังสีเอ็กซ์ หลักการทำงานของกล้องพรูเชลซ์ซันแสดงดังรูปที่ 3.6



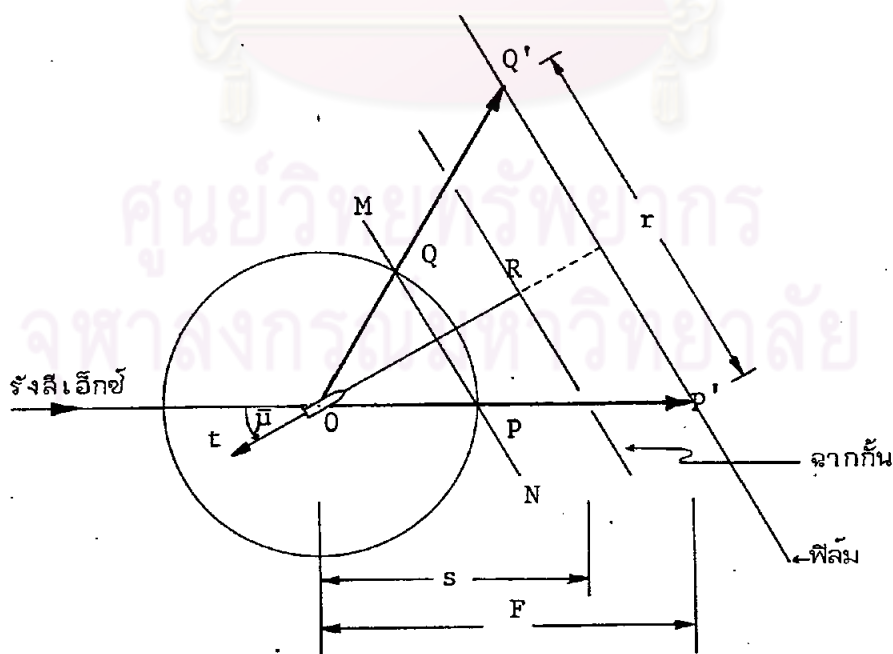
รูปที่ 3.6 แสดงหลักการทำงานของกล้องพรูเชลซ์ซัน

ผลึกและฟิล์มถูกยึดติดด้วยแขนตามแนวแกนตั้ง V และ V' ส่วนทางแกนนอนคือ H และ H' ตามลำดับ แขนที่ยึดผลึกและฟิล์มจะถูกยึดติดกันด้วยแขน LL' และ UU' มีผลทำให้เมื่อแขนยึดผลึกหรือฟิล์มส่วนใดส่วนหนึ่งเคลื่อนที่อีกส่วนหนึ่งของแขนจะเคลื่อนที่ตาม นั่นคือฟิล์มและผลึกจะมีการเคลื่อนที่แบบลุ่มนัยกัน แนว N เป็นแกนที่ตั้งฉากกับจุดศูนย์กลางของฟิล์ม และสามารถปรับให้เอียงทำมุมกับแนว D ซึ่งเป็นแนวเดียวกับลำรังสีเอ็กซ์ได้เป็นมุมต่าง ๆ (μ) ตั้งแต่ 0 ถึง 30 องศา ฟิล์มสามารถเลื่อนเข้าหาผลึกได้ในแนวแกน D ระหว่างผลึกกับฟิล์มจะมีฉากกันเพื่อเป็นตัวกับัง รังสีเอ็กซ์ที่เกิดการเลี้ยวเบนจากชั้นอื่นไปตกบนฟิล์ม ทั้งนี้เนื่องจากต้องการให้รังสีเอ็กซ์จากชั้นใดชั้นหนึ่งเท่านั้นปรากฏบนฟิล์ม เพราะวาทิศทางการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์อยู่บนผิวของกรวย ดังนั้นฉากกันซึ่งเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมจึงทำเป็นช่องวงแหวนเพื่อให้รังสีเอ็กซ์ผ่าน ฉากกันต้องมีการเคลื่อนที่สอดคล้องกับผลึกและฟิล์มดังนั้นจึงยึดฉากกันกับผลึกด้วยแขน S

เมื่อให้แกน D หมุน แนว N ซึ่งตั้งฉากกับฟิล์มจะพริเซลรอบลำรังสีเอ็กซ์เป็นมุม μ ทำให้ฟิล์มออสซิลเลทรอบแกน H' และ V' เป็นมุมคงที่ $90^\circ - \mu$ กับลำรังสีเอ็กซ์ เนื่องจากแกนของผลึกขนานกับแนว N ดังนั้นเมื่อ N พริเซลแกนผลึกจะพริเซลรอบลำรังสีเอ็กซ์ด้วยมุมที่เท่ากันกับ N พริเซล ระบายแลทกิสล์ส่วนกลับของชั้นที่ต้องการจะเกิดการเลี้ยวเบนผ่านช่องว่างแหวนของฉากกันไปตกบนฟิล์ม

3.4 ภาพถ่ายพริเซลชัน

การถ่ายภาพแบบพริเซลชันคล้ายกับการถ่ายภาพแบบไวซ์เอ็นเบอร์ก็คือ สามารถแยกถ่ายภาพได้ทีละชั้นของแลทกิสล์ส่วนกลับ ส่วนข้อแตกต่างกันตรงที่ภาพถ่ายที่ได้จากวิธีไวซ์เอ็นเบอร์จะเป็นภาพของแลทกิสล์ส่วนกลับต่างจากที่เป็นอยู่จริง ส่วนภาพถ่ายที่ได้จากวิธีพริเซลชันเป็นภาพของแลทกิสล์ส่วนกลับดังที่เป็นอยู่จริงโดยไม่บิดเบือน ซึ่งสะดวกในการพิจารณาสมมาตรของผลึก การถ่ายภาพแบบพริเซลชันแยกพิจารณาเป็น 2 แบบคือ การถ่ายภาพของระนาบชั้นที่ศูนย์และการถ่ายภาพของระนาบชั้นที่ n



รูปที่ 3.7 แสดงการถ่ายภาพของระนาบชั้นที่ศูนย์

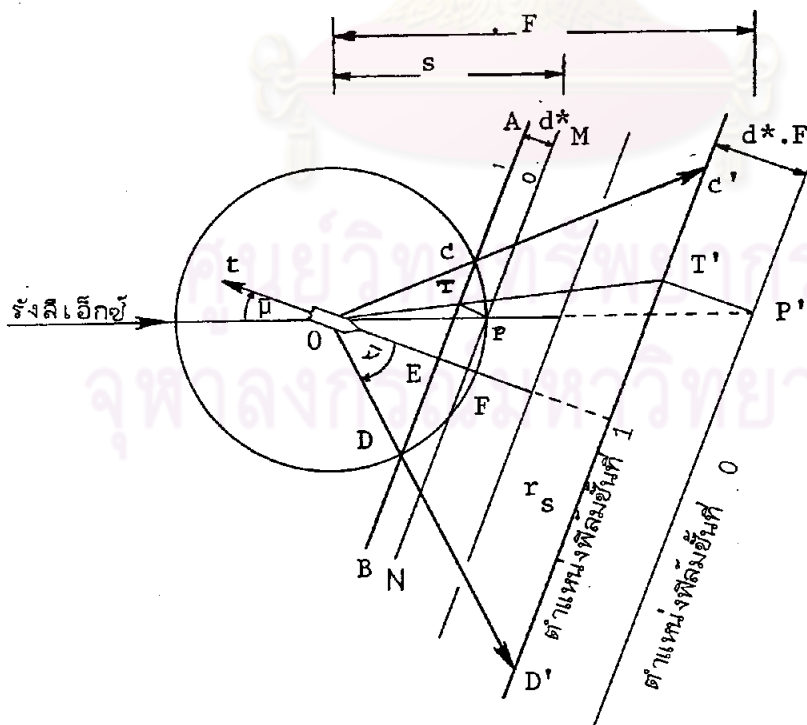
การถ่ายภาพรีเซลล์ของระนาบชั้นที่ 0 แสดงดังรูปที่ 3.7 MN คือระนาบ แลททิลส่วนกลับของชั้นที่ 0 ซึ่งตั้งฉากกับแกนพีเซลล์ t แกน t เอียงทำมุม μ กับลำรังสีเอ็กซ์ MN ตัดทรงกลมการสะท้อนที่จุด P และ Q ซึ่งจะไปปรากฏบนฟิล์มเป็นจุด P' และ Q' ตามลำดับ จากสามเหลี่ยมคล้าย OPQ กับ OP'Q' พบว่า

$$\frac{P'Q'}{PQ} = \frac{OP'}{OP} = F \tag{1}$$

$$P'Q' = F \cdot PQ \tag{2}$$

เมื่อ PQ คือระยะระหว่างจุดกำเนิดแลททิลส่วนกลับกับจุดที่ตัดทรงกลมการสะท้อน F คือระยะระหว่างผลึกกับฟิล์ม = 60 มิลลิเมตร

P'Q' เป็นระยะที่วัดได้จากฟิล์ม จาก (2) พบว่าระยะ P'Q' มีความยาวเป็น F เท่าของระยะระหว่างจุดแลททิลส่วนกลับ (PQ)



รูปที่ 3.8 แสดงการถ่ายภาพของระนาบชั้นที่ 1

ส่วนการถ่ายภาพแบบพริเชลชันของชั้นที่ n ในที่นี้จะกล่าวเฉพาะชั้นที่ 1 เท่านั้น แสดงดังรูปที่ 3.8 AB คือระนาบแลททิสส่วนกลับชั้นที่ 1 มีระยะห่างจากระนาบแลททิสส่วนกลับชั้นที่ 0 เป็น d^* เนื่องจากต้องการให้รังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนจากระนาบชั้นที่ 1 ผ่านช่องของฉากกันตกลบนฟิล์มพอดี จึงต้องเลื่อนฟิล์มเข้าหาผลึกเป็นระยะ $F \cdot d^*$ เมื่อแกน t ซึ่งเอียงทำมุมกับลำรังสีเอ็กซ์ μ พริเชล ระนาบ AB จะตัดทรงกลมการสะท้อนที่จุด C และ D รังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนจะตกบนฟิล์มเป็นจุด C' และ D' ตามลำดับ จากสามเหลี่ยมคล้าย OP'T' และ OPT พบว่า

$$\frac{OT'}{OT} = \frac{OP'}{OP} = F \quad (3)$$

และจากสามเหลี่ยมคล้าย OT'D' และ OTD ได้ว่า

$$\frac{T'D'}{TD} = \frac{OT'}{OT} \quad (4)$$

จากสมการ (3) และ (4) ได้

$$T'D' = F \cdot TD \quad (5)$$

นั่นคือระยะระหว่างจุดสะท้อนบนฟิล์ม ($T'D'$) ของระนาบชั้นที่ 1 เป็น F เท่าของระยะแลททิสส่วนกลับ (TD) เหมือนชั้นที่ 0 ในทำนองเดียวกันระนาบชั้นที่ n ก็ให้ผลเหมือนระนาบชั้นที่ 0 เนื่องจากได้ความสัมพันธ์ดังสมการ (2) และ (5) ดังนั้นจากภาพถ่ายพริเชลชันสามารถคำนวณมิติเซลล์ของผลึกได้ โดยจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

ในการถ่ายภาพพริเชลชันของชั้นที่ n ต้องมีการเลื่อนฟิล์มเข้าหาผลึกเป็นระยะ nd^*F ดังนั้นในการพิจารณาเลือกชุดของระยะระหว่างฉากกันกับผลึก (S) รัศมีของฉากกัน (r_s) และมุมการพริเชลของแกนผลึก ($\bar{\nu}$) ให้เหมาะสมมีความสัมพันธ์ของระยะและมุมเหล่านี้คือ จากรูปที่ 3.8

$$\frac{S}{r_s} = \cot \bar{\nu} \quad (6)$$

$$\cos \bar{\nu} = \frac{OE}{OD} = OF - d^* \quad (7)$$

d^* คือ ระยะระหว่างระนาบส่วนกลับซึ่งตั้งฉากกับแกนพริเชล



แต่ $OF = OP \cos \bar{\mu}$

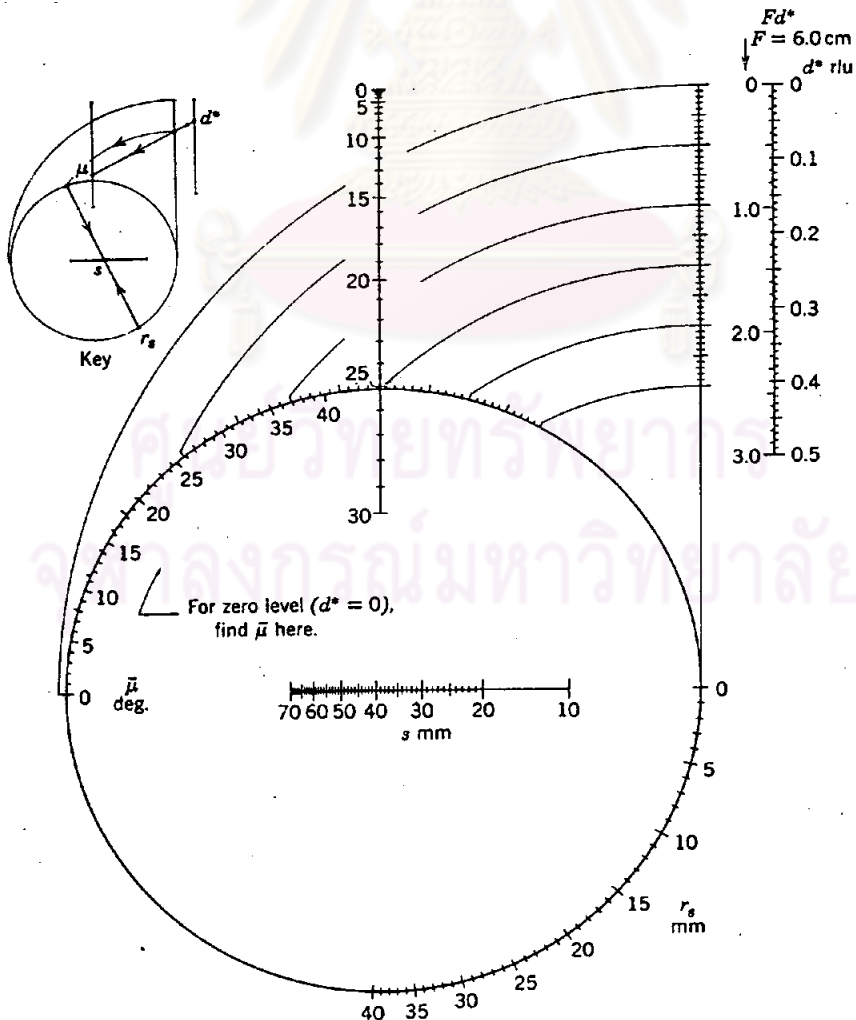
หรือ $OF = \cos \bar{\mu}$, $OP = 1 \text{ r.l.u.}$

นั่นคือ $\cos \bar{\nu} = \cos \bar{\mu} - d^*$ (8)

จากสมการ (6) และ (8) ได้ว่า

$$s = r_s \cot \cos^{-1} (\cos \bar{\mu} - d^*) \quad (9)$$

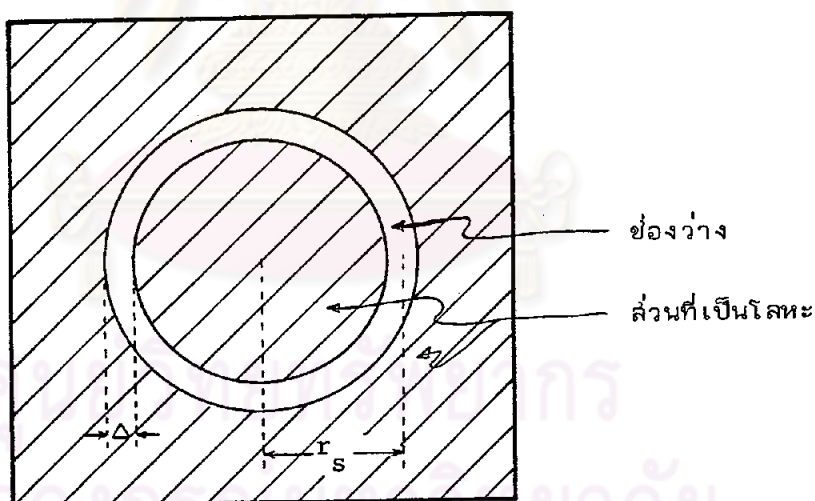
ดังนั้นในการถ่ายภาพรีเซชันแต่ละขั้นของระนาบแลททิซส่วนกลับต้องเลือกค่า s , r_s และ $\bar{\mu}$ ที่เหมาะสมกับระยะ nd^* ได้ตั้งสมการ (9) แต่เพื่อความสะดวกในการเลือกค่าเหล่านี้ อีวานส์, ทิลดอนและอาดัมส์ (Evans, Tildon and Adams) ได้สร้างภาพซึ่งเรียกว่า โนโมแกรม (nomogram) ดังรูปที่ 3.9 (Nuffield, 1966)



รูปที่ 3.9 แสดงรูปโนโมแกรมสำหรับเลือกค่า s , r_s , $\bar{\mu}$ เมื่อทราบ nd^*

ในการถ่ายภาพด้วยกล้องพรีเซล์ชันของระนาบแลททิซชั้นที่ n มีข้อควรพิจารณาดังนี้

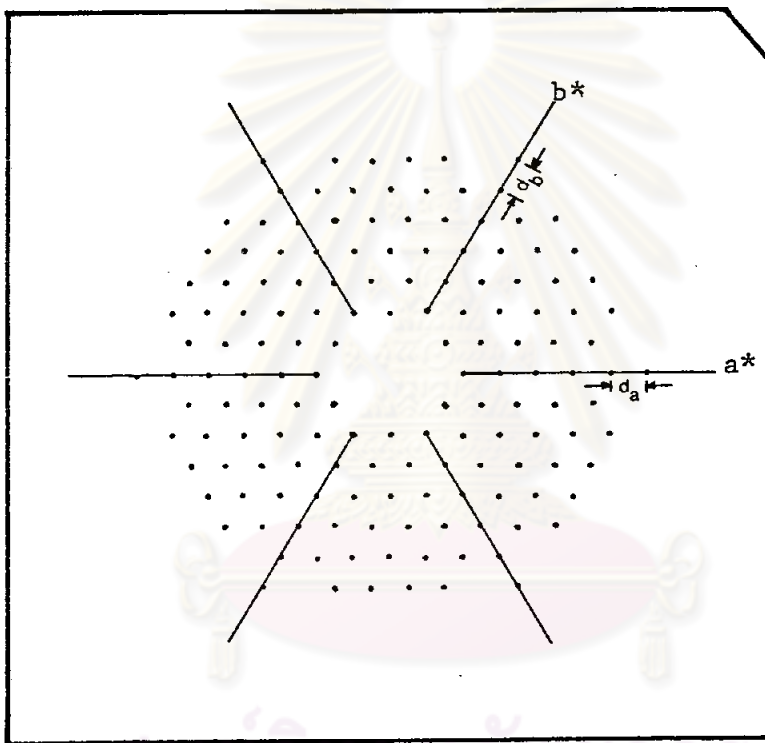
1. ระยะเคลื่อนที่ของฟิล์มจากตำแหน่งของระนาบชั้นที่ 0 ไปยังชั้นที่ n คือระยะ nd^*F เมื่อ F ของกล้องในการวัดครั้งนี้เป็น 60 มิลลิเมตร
2. มุมการพร่าล่งของแกนผลึกคือ $\bar{\mu}$ มีค่าตั้งแต่ 0 ถึง 30 องศา
3. รัศมีของฉากกัน r_s มี 6 ขนาดด้วยกันคือ 5, 10, 15, 20, 25 และ 30 มิลลิเมตร และขนาดของช่องวงแหวน (Δ) ของฉากกันมี 3 ขนาดคือ 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร ฉากกันมีลักษณะดังรูปที่ 3.10
4. ระยะระหว่างผลึกกับฉากกัน (s) คำนวณได้จากสมการ (9) หรือหาได้จากรูปที่ 3.9 เมื่อทราบค่า r_s , $\bar{\mu}$ และ nd^*



รูปที่ 3.10 แสดงรูปร่างของฉากกันรังสีเอ็กซ์

3.5 การคำนวณมิติเซลล์

ภาพถ่ายของระนาบแลตทิซส่วนกลับชั้นที่ 0 มีลักษณะดังรูปที่ 3.11 เมื่อใช้ c เป็นแกนปริเซล์ผลที่ได้คือระนาบของ a^*b^* จากภาพถ่ายสามารถวัดระยะของจุดแลตทิซ คำนวณขนาดของมิติเซลล์ a และ b ได้



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะภาพถ่ายปริเซล์ชั้นของระนาบชั้นที่ 0

จากสมการ (2) พบว่า

$$PQ = \frac{P'Q'}{F} \quad (10)$$

เมื่อ PQ คือ a^* , b^* หรือ c^* และ $P'Q'$ คือระยะที่วัดได้บนฟิล์ม

ในกรณีที่ผลึกเป็นระบบเอ็กแซกโกนัล พบว่า $a = b \neq c$, $\alpha = \beta = 90^\circ$,
 $\gamma = 120^\circ$ และ

$$a^* = \lambda/a \sin\gamma \quad (11.1)$$

$$b^* = \lambda/b \sin\gamma \quad (11.2)$$

$$c^* = \lambda/c \quad (11.3)$$

จากสมการ (10) และ (11) ได้ว่า

$$a = \lambda F/d_a \sin\gamma \quad (12.1)$$

$$b = \lambda F/d_b \sin\gamma \quad (12.2)$$

$$\text{และ } c = \lambda F/d_c \quad (12.3)$$

เมื่อ a , b และ c คือ ขนาดมิติเซลล์ตามแกน a , b และ c ตามลำดับ

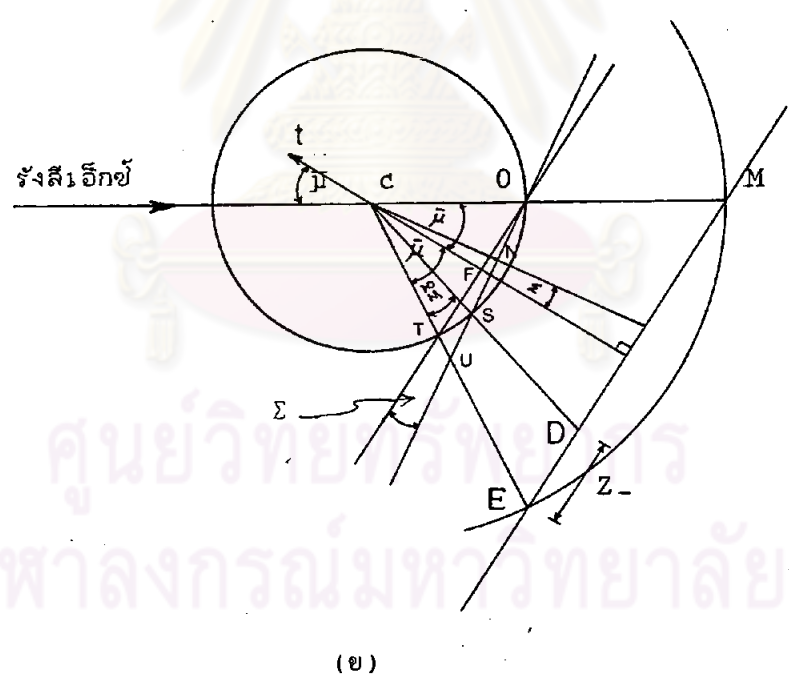
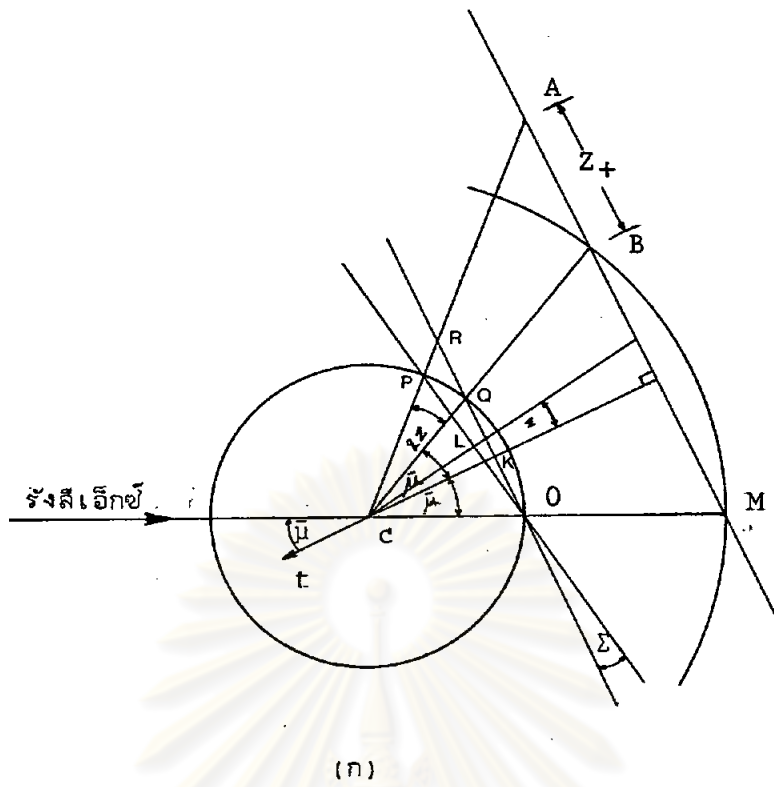
F คือ 60 มิลลิเมตร

d_a , d_b , d_c คือ ระยะระหว่างจุดสะท้อนที่วัดได้บนฟิล์มตามแกน

a^* , b^* และ c^* ตามลำดับ

3.6 การปรับแกนของผลึก

ในการถ่ายภาพด้วยกล้องไวซ์เชินเบอร์เกอร์ ไม่ว่าจะเป็นการถ่ายภาพด้วยวิธีผลึกหมุน หรือวิธีไวซ์เชินเบอร์เกอร์ก่อนอื่นต้องปรับแกนผลึกให้ตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ แต่ในการปรับแกนของผลึกก่อนการถ่ายภาพด้วยวิธีเฟรเซิลชัน ต้องปรับให้แกนของผลึกขนานกับลำรังสีเอ็กซ์เมื่อมุม μ เป็นศูนย์



รูปที่ 3.12 แสดงระนาบส่วนกลับที่ยังไม่ได้ปรับแก้ตัดกับทรงกลมการสะท้อน
 (ก) ระนาบส่วนกลับตัดด้านบนของทรงกลมการสะท้อน
 (ข) ระนาบส่วนกลับตัดด้านล่างของทรงกลมการสะท้อน

พิจารณารูปที่ 3.12 (ก) t เป็นแกนพรีเซลของผลึกซึ่งเป็นแนวเดียวกับ CK จุด Q เป็นจุดอยู่บนระนาบชั้นที่ 0 ซึ่งตัดทรงกลมการสะท้อน ปรากฏบนฟิล์มเป็นจุด B ถ้าแกนผลึกปรับเรียบร้อยแล้วแกนพรีเซลต้องเป็นแนว CL ซึ่งจุด P ตัดทรงกลมการสะท้อนตกบนฟิล์มเป็นจุด A นั่นคือระยะบนฟิล์มที่ผิดไปคือ Z_+

สามเหลี่ยมคล้าย CQR และ CBA พบว่า $CQ = 1 \text{ r.l.u.}$,
 $CB = F = 60$ มิลลิเมตร

$$\hat{RCQ} = 2\epsilon, \quad \hat{CQK} = 90^\circ - \bar{\mu}$$

$$\hat{CQR} = 90^\circ + \bar{\mu}, \quad \hat{CRQ} = 90^\circ - 2\epsilon - \bar{\mu}$$

และ $\hat{CAB} = 90^\circ - 2\epsilon - \bar{\mu}$

จากกฎของ sine ของสามเหลี่ยม CAB

$$Z_+ / \sin 2\epsilon = F / \sin (90^\circ - 2\epsilon - \bar{\mu})$$

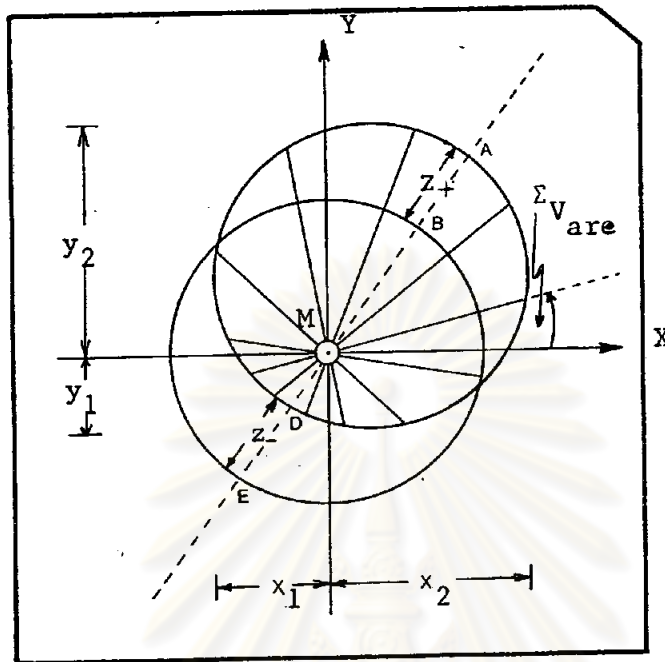
$$Z_+ = F \sin 2\epsilon / \cos (2\epsilon + \bar{\mu}) \quad (13)$$

รูปที่ 3.12 (ข) แกนพรีเซลของผลึกคือแนว CF T เป็นจุดของระนาบส่วนกลับชั้นที่ 0 ซึ่งตัดทรงกลมการสะท้อน ปรากฏเป็นจุด E บนฟิล์ม เช่นเดียวกับรูปที่ 3.12 (ก) ถ้าปรับแกนผลึกถูกต้องแล้วแกนพรีเซลต้องเป็นแนว CN จากสามเหลี่ยม CTF และ CED หาก $CT = 1 \text{ r.l.u.}$ และ $CE = 60$ มิลลิเมตร $\hat{ECD} = 2\epsilon$, $\hat{CTF} = 90^\circ - \bar{\mu}$, $\hat{CED} = 90^\circ - \bar{\mu}$ ดังนั้น $\hat{CDE} = 90^\circ - 2\epsilon + \bar{\mu}$

จากกฎของ sine ของสามเหลี่ยม CDE ได้ว่า

$$Z_- / \sin 2\epsilon = F / \sin (90^\circ - 2\epsilon + \bar{\mu})$$

$$Z_- = F \sin 2\epsilon / \cos (2\epsilon - \bar{\mu}) \quad (14)$$



รูปที่ 3.13 แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้ในขณะที่ปรับแกนพริชช้อยของผลึก

ระยะ MA และ MD วัดได้จากฟิล์มดังรูปที่ 3.13 และ

$$MA - MD = MB + BA - (ME - DE) = Z_+ + Z_- \quad (15)$$

แทนค่า Z_+ และ Z_- ในสมการ (15) ได้ว่า

$$MA - MD = F \sin 2\Sigma \left\{ \frac{1}{\cos(2\Sigma + \bar{\mu})} + \frac{1}{\cos(2\Sigma - \bar{\mu})} \right\} \quad (16)$$

หากพิจารณาในกรณีที่ $\bar{\mu}$ และ Σ มีค่าน้อย ๆ

$$MA - MD = 4F\Sigma$$

$$\Sigma = \frac{MA - MD}{4F} \quad \text{เรเดียน}$$

$$\text{หรือ} \quad \Sigma = \frac{MA - MD}{4F} \times \frac{360}{2\pi} \quad \text{องศา} \quad (17)$$

แยกพิจารณา Σ ออกเป็น 2 แขนงดังรูปที่ 3.13 ได้

$$\Sigma_{\text{dial}} = (y_2 - y_1) \times \frac{3}{4f} \quad (18)$$

$$\Sigma_{\text{h arc}} = (x_2 - x_1) \times \frac{3}{4f} \quad (19)$$

และ ส่วน $\Sigma_{\text{V are}}$ วัดได้จากภาพถ่ายโดยตรง การปรับ Σ_{dial} , $\Sigma_{\text{h arc}}$ และ $\Sigma_{\text{V are}}$ แสดงดังรูปที่ 3.14

ในทางปฏิบัติการปรับแกนพริเชลล์ของผลึกชั้นแรกให้ $\bar{\mu} = 0$ องศา อ่านค่าบน V dial ดังรูปที่ 3.14 จากนั้นตั้งให้มุม $\bar{\mu} = 10$ องศา ไม่ต้องใส่ตัวกรองรังสีเอ็กซ์ และจากนั้น ตั้งฟิล์มไว้ที่ตำแหน่งของระนาบชั้นที่ 0 คือ $F = 60$ มิลลิเมตร ทำการถ่ายภาพ โดยใช้เวลาประมาณ 30 นาที นำฟิล์มมาล้างและทำการวัดและแก้ค่า Σ_{dial} , $\Sigma_{\text{h arc}}$ และ $\Sigma_{\text{V are}}$ เพื่อปรับแกนพริเชลล์ของผลึก กระทำเช่นนี้จนกระทั่งวงกลมที่ปรากฏบนภาพถ่าย มีจุดศูนย์กลางอยู่ที่กึ่งกลางของตัวหยุดรังสีเอ็กซ์ (beam stop) คือจุด M ดังรูปที่ 3.13 สำหรับความยาวรัศมีของวงกลม (r) บนฟิล์มในการถ่ายภาพเพื่อปรับแกนพริเชลล์ผลึกพบว่า

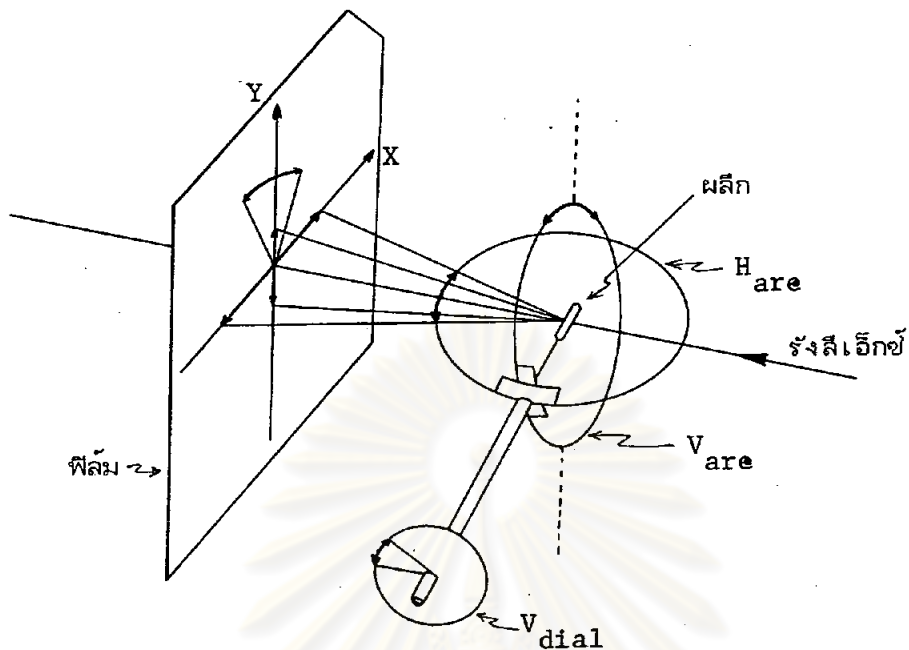
$$r = 2F \sin \bar{\mu} \quad (20)$$

ค่า r จะขึ้นกับมุมของการพริเชลล์ ($\bar{\mu}$) เท่านั้น เนื่องจาก F เป็นค่าคงที่

เพื่อความสะดวกในการปรับแกนพริเชลล์ของผลึกให้ถูกต้องและใช้เวลาสั้นพบว่าในกรณีผลึกเป็นระบบที่มีแกนจริงและแกนส่วนกลับอยู่ในระนาบเดียวกัน เช่น ระบบทริโกนัล เป็นต้น หลังจากถ่ายภาพผลึกด้วยวิธีผลึกหมุนเสร็จแล้ว ถ้านำผลึกนี้มาถ่ายภาพเพื่อมาปรับแกนพริเชลล์ของผลึก พบว่าจากภาพถ่ายที่ได้จะแก้เฉพาะค่า Σ_{dial} เท่านั้น

3.7 ขีดจำกัดของกล้องพริเชลล์ซิน

จากได้กล่าวแล้วว่า เนื่องจากขีดจำกัดของการถ่ายภาพแบบผลึกหมุน จึงได้มีการคิดค้นประดิษฐ์กล้องพริเชลล์ซินขึ้น แต่ทั้งนี้กล้องพริเชลล์ซินก็ยังมีข้อจำกัดในการถ่ายภาพเช่นกัน ข้อดีข้อเสียของกล้องพริเชลล์ซิน อาจกล่าวได้ดังนี้



รูปที่ 3.14 แสดงลักษณะการปรับแกนพริเซลล์ของผลึกของ H_{are} , V_{are} และ V_{dial}

ข้อดีของการถ่ายภาพผลึกด้วยกล้องพริเซลล์

1. ภาพถ่ายของแสงทึบส่วนกลับที่ได้เป็นภาพปรากฏตั้งที่เป็นอยู่จริง ทำให้การพิจารณาสัมมาตรกระทำได้ง่าย
2. การคำนวณค่ามิติเซลล์ของผลึกจากภาพถ่ายพริเซลล์นั้นกระทำได้สะดวกและเป็นค่าที่มีความถูกต้องมากกว่าค่าที่ได้จากคำนวณจากภาพถ่ายผลึกหมุนและไวซ์เซ็นเบอร์ก (Nuffield, 1966)
3. หลังจากการถ่ายภาพผลึกด้วยวิธีไวซ์เซ็นเบอร์กเรียบร้อยแล้ว ถ้าต้องการทราบสัมมาตรของแกนที่เหลือสามารถนำผลึกมาถ่ายภาพด้วยวิธีพริเซลล์ได้ทันทีไม่จำเป็นต้องติดตั้ง (mount) ผลึกใหม่กล่าวคือ ถ้าใช้ c เป็นแกนหมุนในการถ่ายภาพผลึกด้วยวิธีไวซ์เซ็นเบอร์ก จะได้ระนาบของชั้น h_k0, h_k1, \dots เมื่อนำผลึกนี้มาถ่ายด้วยวิธีพริเซลล์สามารถเลือก a เป็นแกนพริเซลล์โดยจะได้ระนาบของชั้น okl, ikl, \dots หรือถ้าเลือก b เป็นแกนพริเซลล์ จะได้ระนาบของชั้น hol, hil, \dots นั่นคือติดตั้งแกนผลึกครั้งเดียวสามารถทราบสัมมาตรของแกนทั้ง 3 ได้

ส่วนข้อเสียหรือขีดจำกัดของการถ่ายภาพด้วยวิธีนี้พิจารณาได้คือ

จากรูปที่ 3.7 สามเหลี่ยมคล้าย OPQ กับ OP'Q' พบว่า

$$\frac{P'Q'}{PQ} = \frac{OP'}{OP} \quad (21)$$

เมื่อ $OP = 1 \text{ r.l.u}$ และ $OP' = 60 \text{ มิลลิเมตร}$ ดังนั้น

$$PQ = \frac{1}{60} P'Q' \quad (22)$$

PQ คือระยะของแสงที่ส่วนกลับจากจุดกำเนิดไปยังตำแหน่งของจุดที่อยู่บนผิวของทรงกลมของการสะท้อน

และเนื่องจากความยาวจากจุดกลางถึงขอบฟิล์มเป็น 60 มิลลิเมตร นั่นคือ P'Q' มีค่าสูงสุดเป็น 60 มิลลิเมตร

$$\text{เพราะฉะนั้น } PQ_{\max} = \frac{1}{60} \times 60 = 1 \quad (23)$$

ขีดจำกัดของการถ่ายภาพพร็เซลล์ซ์นัยข้อ 1 คือ PQ มีค่าสูงสุดเป็น 1 เท่านั้น

ขีดจำกัดข้อที่ 2 เป็นข้อจำกัดของวิธีการคือ การถ่ายภาพด้วยวิธีพร็เซลล์ซ์นัยของระนาบ ส่วนกลับชั้นที่ n จะเกิดย่านบอด (blind region) ดังรูปที่ 3.5

จากรูปที่ 3.7 ได้ว่า

$$\sin \bar{\mu} = \frac{1}{2} PQ/OP$$

$$\text{หรือ } \sin \bar{\mu} = \frac{1}{2} PQ \quad (24)$$

แทนค่า PQ_{\max} จากสมการ (23) ลงใน PQ ของสมการ (24) ได้

$$\sin \bar{\mu}_{\max} = \frac{1}{2} = \sin 30^\circ$$

$$\text{นั่นคือ } \bar{\mu}_{\max} = 30^\circ$$

ขีดจำกัดข้อที่ 3 เป็นขีดจำกัดทางการประดิษฐ์เครื่องมือ คือมุมสูงสุดของการ
ปรับเข้ลของแกนผลึกของกล้องปรับเข้ลซึ่งใช้ในการวัดครั้งนี้เป็น 30°

เนื่องจากกล้องการถ่ายภาพผลึกแต่ละชนิดย่อมมีขีดจำกัดหรือข้อเสียด้วยกัน เพื่อแก้ไข
จุดบกพร่องเหล่านี้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกใด ๆ สิ่งจำเป็นต้องถ่ายภาพผลึกด้วยกล้องหลาย ๆ
แบบ แล้วนำผลหรือภาพถ่ายที่ได้มารวมกันวิเคราะห์ห้เพื่อหาโครงสร้างผลึก



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย