



4.1 การหาค่าความหนาแน่นของสารประกอบไตรฮาฟเนียมฟอสไฟด์

ผลึกของสารประกอบ ไตรฮาฟเนียมฟอสไฟด์ที่รับมาจากมหาวิทยาลัยอุพษาลา แห่งประเทศสวีเดน โดยทั่วไปมีลักษณะเป็นก้อนและมีขนาดพอสมควร การหาค่าความหนาแน่นจึงอาจทำได้ โดยใช้วิธีแทนที่น้ำเพื่อหาปริมาตร และใช้สูตร

$$D = \frac{M}{V} \quad (4.1)$$

คำนวณหาค่าความหนาแน่นได้ โดยที่ D คือความหนาแน่น M คือมวล และ V คือปริมาตร ของผลึก

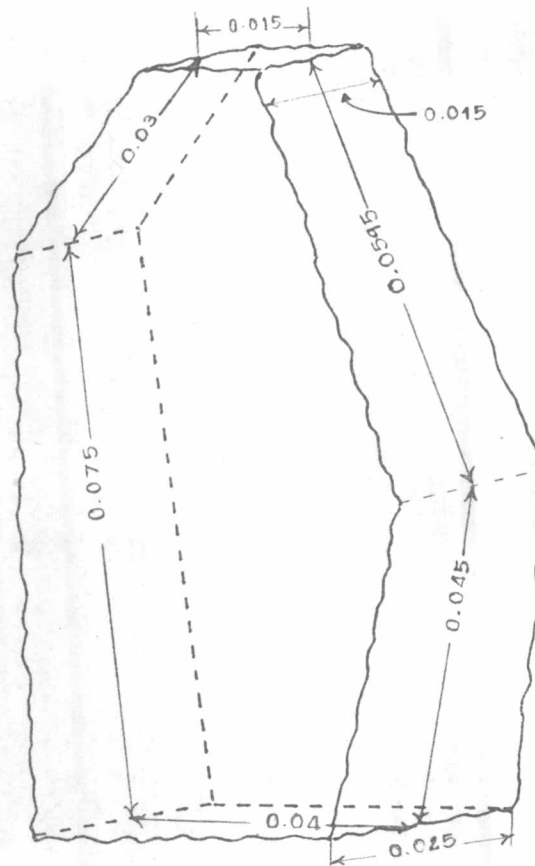
ขณะที่ทำการทดลอง อุณหภูมิห้องมีค่าประมาณ 29 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมิระดับนี้ค่าความหนาแน่นของน้ำจะมีค่าประมาณ 1 กรัมต่อมิลลิลิตร จากการชั่งก้อนผลึกด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้า ได้ค่า M เท่ากับ 0.517 กรัม และเมื่อนำมวลนี้ไปแทนที่น้ำในขวดที่ใช้สำหรับหาค่าความถ่วงจำเพาะ ขนาด 5 มิลลิลิตร ได้ค่า V เท่ากับ 0.042 มิลลิลิตร ดังนั้นค่าความหนาแน่นของผลึกของสารประกอบไตรฮาฟเนียมฟอสไฟด์มีค่าเท่ากับ

$$D = \frac{0.517}{0.042} = 12.31 \text{ กรัม/มิลลิลิตร}$$

4.2 เลือกผลึกเดี่ยวและตัดตั้งผลึก

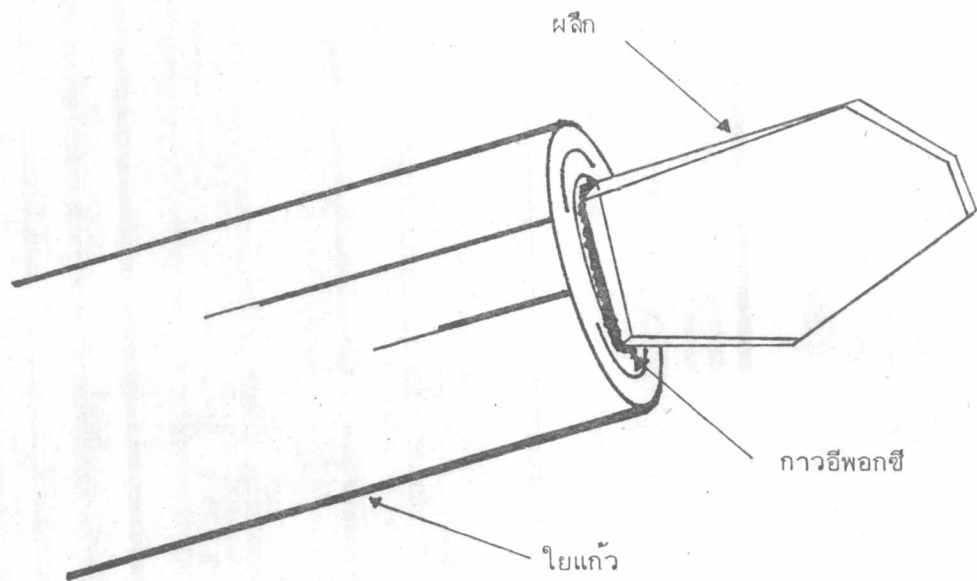
4.2.1 เลือกผลึกเดี่ยว การเลือกผลึกเดี่ยวเพื่อนำไปถ่ายภาพแบบออสซีเลชันหรือแบบผลึกหมุน และแบบไวซ์เซนเบอร์ก ทำโดยนำก้อนผลึกมาทุบให้ละเอียดพอสมควร แล้วนำมา

เลือก ซึ่งวิธีเลือกนี้ จะดูจากลักษณะภายนอก โดยมองผ่านกล้องจุลทรรศน์ชนิดขยาย 20 เท่า
 ผลึกเดี่ยวที่ถูกเลือกนำมาใช้ ในการวิจัยครั้งนี้ มีรูปร่างและขนาดดังรูป 4-1



รูป 4-1 แสดงรูปร่างและขนาดของผลึกเดี่ยว (เป็นมิลลิเมตร) ที่ถูกเลือกนำมาใช้
 ในการวิจัยครั้งนี้

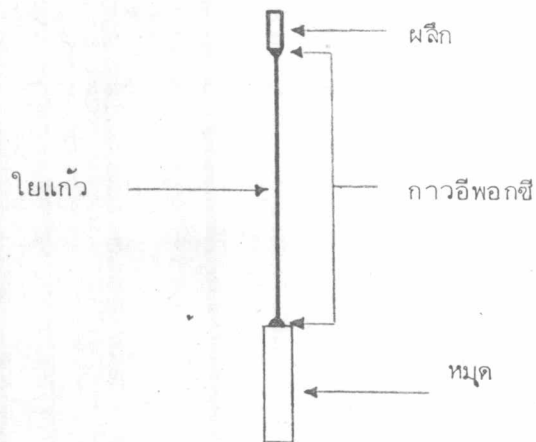
4.2.2 การติดตั้งผลึก การถ่ายภาพของผลึกเดี่ยวแบบต่าง ๆ ผลึกจะต้องหมุนไป
 ได้รอบ ๆ ขณะอบรังสีเอ็กซ์ ดังนั้นจึงนำผลึกมาติดกับปลายของใยแก้ว ด้วยกาวอีพอกซี
 (epoxy) ความยาวของใยแก้วประมาณ 1.5 เซนติเมตร การติดตั้งผลึกที่ดัดนั้น ด้านยาว
 ของผลึกควรขนานกับใยแก้ว รูป 4-2 แสดงผลึกเดี่ยวที่ติดติดกับปลายของใยแก้ว ส่วนปลาย



รูป 4-2 แสดงผลึกเดี่ยวที่ติดกับปลายของใยแก้ว

ของใยแก้วอีกทางหนึ่ง จะต่อเข้ากับหมุดด้วยกาวอีพอกซี หมุดนี้เป็นชิ้นส่วนตรงยอดของหัวโกนไฟ

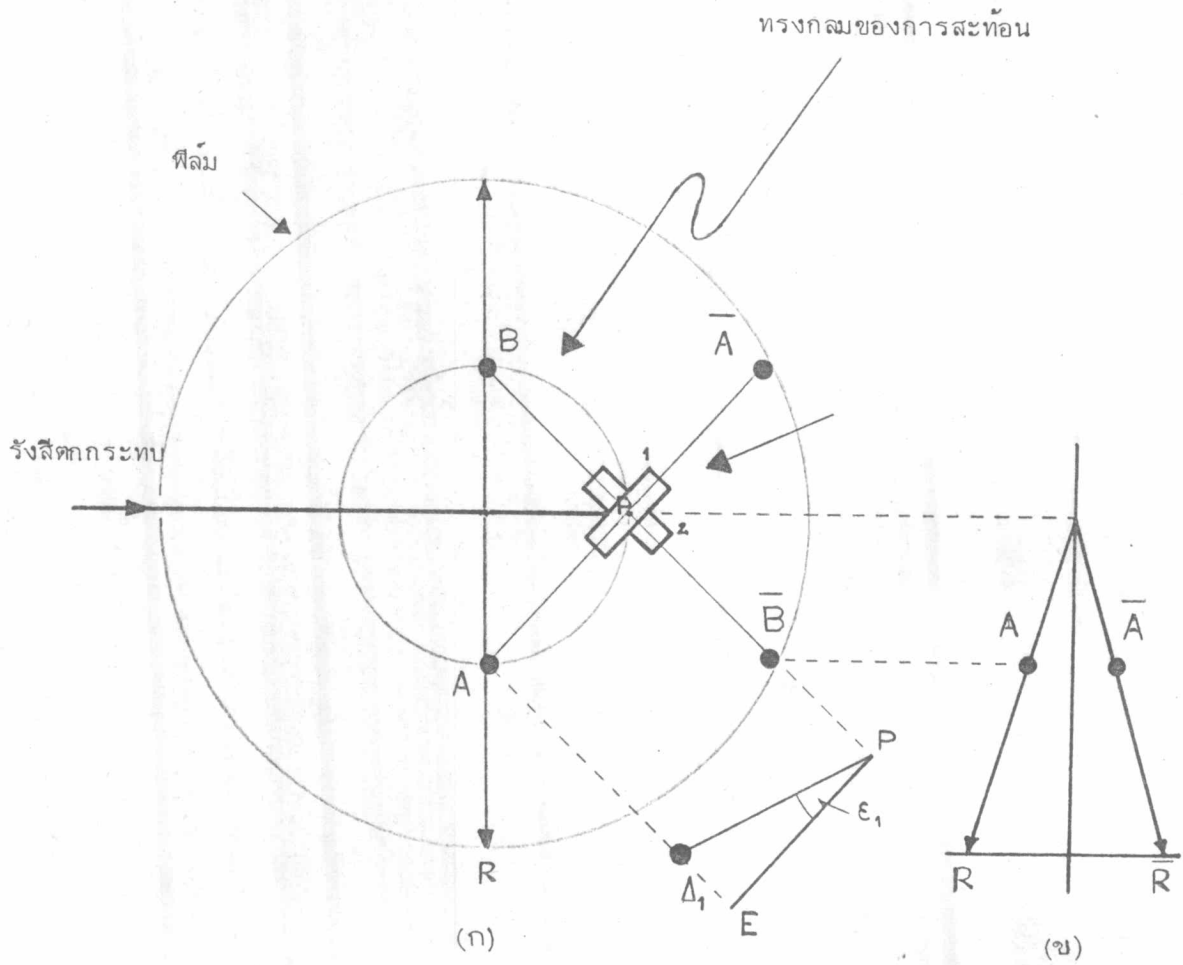
มิเตอร์ (goniometer head) ขณะที่ผลึกอาบรังสีเอ็กซ์ จะจัดให้แกนของใยแก้วหมุนตามความต้องการ หรือจัดให้ผลึกหมุนนั่นเอง รูป 4-3 แสดงการติดตั้งผลึก



รูป 4-3 แสดงการติดตั้งผลึกที่สมบูรณ์

4.3 การปรับแกน

การถ่ายภาพของผลึกเดี่ยวแบบต่าง ๆ เริ่มแรกแกนหมุนของผลึกจะต้องตั้งฉากกับลำของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ แต่โดยทั่วไปผลึกที่ติดตั้งเรียบร้อยแล้ว แกนหมุนจะยังไม่ตั้งฉากกับลำของรังสีเอ็กซ์ ดังนั้นจึงต้องมีการปรับแกนหมุนของผลึกให้ตั้งฉากกับลำของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ วิธีการปรับแกนที่สะดวกและได้ผลดี⁽⁸⁾ คือการถ่ายภาพออสซิลเลชันโดยให้อาร์คทั้งสองของหัวโกนิโอมิเตอร์ ทำมุม 45 องศากับลำรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ (arcs set in the 45° position) ดังรูป 4-4



รูป 4-4 (ก) แสดงตำแหน่งของอาร์คทั้งสอง

(ข) แสดงจุดสะท้อน R และ \bar{R} บนฟิล์ม โดยที่จุดสะท้อนทั้งสองสมนัยกับจุดแลททิซส่วนกลับ A และ \bar{A} ตามลำดับ จุด R และ \bar{R} นี้ อยู่ห่างจากกึ่งกลางฟิล์ม เป็น ระยะ 45 มิลลิเมตร

รูป 4-4 เมื่อแกนหมุนของผลึกตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบ จะได้ว่าระนาบศูนย์สูตร (equatorial plane) ของทรงกลมการสะท้อน (ระนาบ ABP) จะเป็นระนาบบนกระดาน ดังรูป 4-4 (ก) แต่ถ้าแกนหมุนไม่ตั้งฉากกับลำรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบ จะทำให้ระนาบ ABP บิดไป จุด A และจุด B จะเปลี่ยนตำแหน่งไปจากเดิม ซึ่งจะไม่อยู่บนกระดาน กำหนดให้ Δ_1 คือค่าการขจัด (displacement) ของจุด A และสำหรับค่าความผิดพลาด Δ_1 นี้จะต้องแก้ไขที่อาร์ค 1

โพมุมที่ผิดพลาดของอาร์ค 1 มีค่าเท่ากับ ϵ_1 จะได้ว่า

$$\Delta_1 \approx PE \cdot \epsilon_1$$

โดยที่ค่า ϵ_1 เป็นเรเดียน และเนื่องจากรัศมีของทรงกลมการสะท้อนมีค่าเท่ากับ 1 r.l.u.

$$(1 \text{ r.l.u.} = \frac{1}{\lambda})$$

$$\Delta_1 \approx \sqrt{2} \epsilon_1$$

เมื่อพิจารณาจุดสะท้อน R บนฟิล์ม ซึ่งสมนัยกับจุด A กำหนดให้ x_1 คือระยะที่จุด R อยู่ห่างเส้นเลเยอร์ที่ศูนย์ ซึ่งค่า x_1 นี้จะเขียนได้ ในทำนองเดียวกันว่า

$$x_1 = \sqrt{2r} \epsilon_1$$

โดยที่ r คือรัศมีของฟิล์ม (ซึ่งกลองไวซ์เซนเบอร์กแบบเอ็นราฟ-โนเนียส มีค่า r เท่ากับ $\frac{90}{\pi}$ มิลลิเมตร) เมื่อแทนค่า r และเปลี่ยนค่า ϵ_1 เป็นองศา จะได้

$$\epsilon_1 = \sqrt{2} x_1 \quad (4-2)$$

จากสมการ (4-2) จะเห็นว่าค่า ϵ_1 ขึ้นอยู่กับค่า x_1 โดยตรง ดังนั้นการวัดค่า x_1 ควรจะวัดให้ละเอียดที่สุด สำหรับวิธีที่ใช้ได้ดี คือการถ่ายภาพแบบออสซิลเลชันสองครั้ง (double oscillations) บนฟิล์มเดียวกันโดยให้ผลึกหมุนในช่วง ± 10 องศา ที่มุมสองมุมซึ่งต่างกันอยู่

180 องศาเช่นมุมแรกคือ 95 องศา อีกมุมหนึ่งก็จะเป็น 275 องศา เวลาที่อาบรังสีเอ็กซ์ควรมากกว่ากันอยู่ประมาณ 3-4 เท่า เพื่อจะได้เห็นความแตกต่างของความเข้มของจุดสะท้อนบนฟิล์มได้ชัดเจน

ตัวอย่างในรูป 4-4 (ข) ที่มุม 95 องศา ให้จุด A อยู่ที่ผิวของทรงกลมการสะท้อน และทำให้เกิดจุดสะท้อน R บนฟิล์ม และเมื่อหมุนผลึกไปอีก 180 องศา คือที่มุม 275 องศา จุด \bar{A} จะทำให้เกิดจุดสะท้อน \bar{R} บนฟิล์ม เช่นเดียวกัน ระยะจากจุด R ถึง \bar{R} ซึ่งวัดได้บนฟิล์มจะมีค่าเท่ากับ $2X_1$

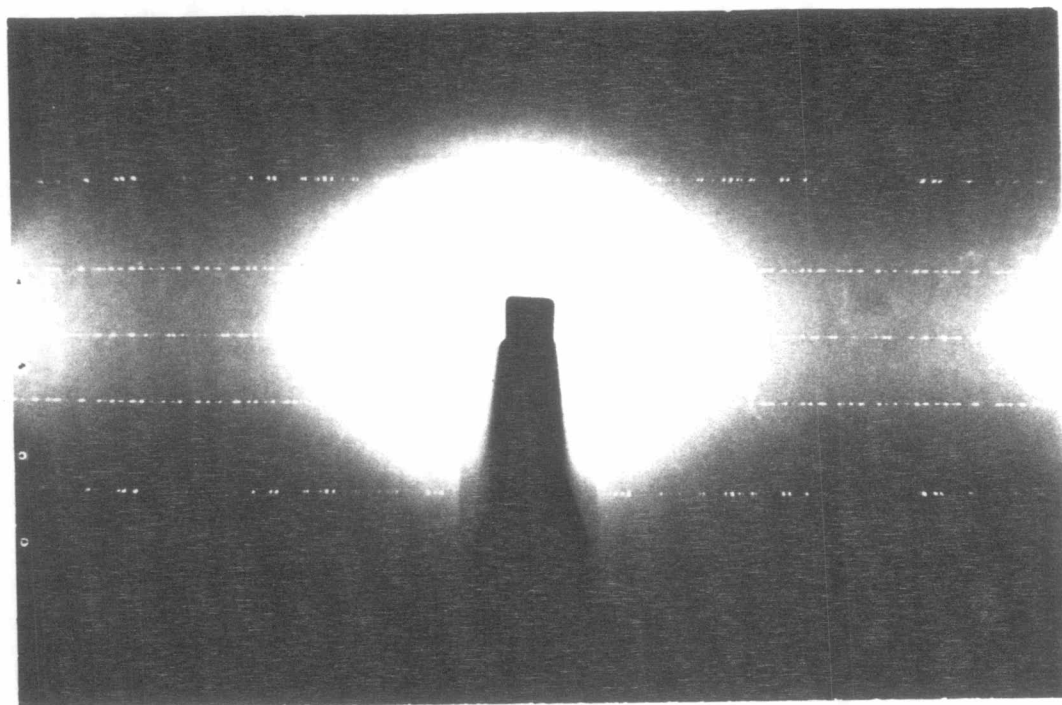
ในทำนองเดียวกันการแก้มุมบนอาร์ค 2 จะได้ว่า

$$\epsilon_2 = \sqrt{2} X_2 \quad (4-3)$$

เมื่อ ϵ_2 คือมุมที่ผิดพลาดของอาร์ค 2 และ X_2 คือค่าการขจัดของจุดสะท้อนที่สมนัยกับจุด B

4.4 การถ่ายภาพแบบออสซิลเลชัน

หลังจากที่ปรับแกนหมุนของผลึก (แกน c) ให้ตั้งฉากกับลำของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบได้เรียบร้อยแล้ว ก็จะเริ่มถ่ายภาพแบบต่าง ๆ เพื่อเก็บข้อมูล ภาพถ่ายแบบแรก คือภาพถ่ายแบบออสซิลเลชัน การถ่ายภาพแบบออสซิลเลชันนี้ ใช้กล้องไวซ์เซนเบอร์จัทแบบเอ็นราฟ-โนเนียส และรังสีเอ็กซ์ของเป้าทองแดงชนิด K_α ขณะอาบรังสีเอ็กซ์ ให้ผลึกหมุนกลับไปกลับมาในช่วง ± 110 องศา โดยที่ฟิล์มอยู่กับที่ รูป 4-5 แสดงภาพถ่ายแบบออสซิลเลชันที่ถ่ายได้



รูปที่ 4-5 แสดงภาพถ่ายแบบออสซิลเลชันของผลึก HF_3P โดยใช้รังสีเอกซ์ชนิด CuK_α ที่ 34 kV, 20 mA เวลาที่อาบรังสี 12 ชั่วโมง

ในตาราง 4-1 เป็นการคำนวณค่า c ซึ่งเป็นมิติของเซลล์ตามแกนหมุน และผลที่ได้คือ c มีค่าเท่ากับ $5.292 \pm 0.001 \text{ \AA}$ สำหรับค่า c นี้ถือว่าเป็นค่าโดยประมาณ โดยที่ค่าอย่างละเอียดจะหาได้จากวิธีผลึกผง (powder method) ในภายหลัง

ตาราง 4-1 แสดงการหาค่า c

l	$2y_l$	y_l	$\tan v = Y_l/R$	$\sin v$	$\lambda/\sin v = c/l$	$c (\text{\AA})$
1	17.45	8.725	0.305	0.291	5.293	5.293
2	41.1	20.55	0.717	0.583	2.646	5.291
						$\bar{c} = 5.292$

4.5 การถ่ายภาพแบบไวซ์เซนเบอร์ก

จุดประสงค์ของการถ่ายภาพแบบไวซ์เซนเบอร์ก มีอยู่ 3 ประการ คือประการแรกเพื่อหาค่ามิติของเซลล์ที่ยังไม่ทราบ คือ a , b และมุม γ^* ประการที่สองเพื่อตรวจสอบหมู่สมมาตรของผลึก และประการสุดท้ายเพื่อเก็บข้อมูลความเข้มของจุดสะท้อน (hkl) ต่าง ๆ บนฟิล์ม ซึ่งการที่จะสามารถวัดความเข้มของทุกจุดสะท้อนบนฟิล์ม ได้นั้น ต้องใช้เทคนิคฟิล์มซ้อน ทำโดยใช้ฟิล์มเป็นชุด ๆ ละ 3 แผ่น และใช้เวลาถ่ายของฟิล์มแต่ละชุดแตกต่างกันออกไป ดังแสดงไว้ในตาราง 4-2 การถ่ายภาพเลเยอร์ที่ 3 ใช้แผ่นเหล็กเป็นตัวกัน ระหว่างฟิล์มที่ซ้อนกัน แทนแผ่นเงิน (ฟิล์ม) เพื่อประหยัดฟิล์มและ เวลาในการวัดความเข้มของจุดสะท้อน

ตาราง 4-2 แสดงเวลาที่ใช้ถ่ายและชนิดของแผ่นกัน ระหว่างฟิล์ม ของฟิล์มแต่ละชุด

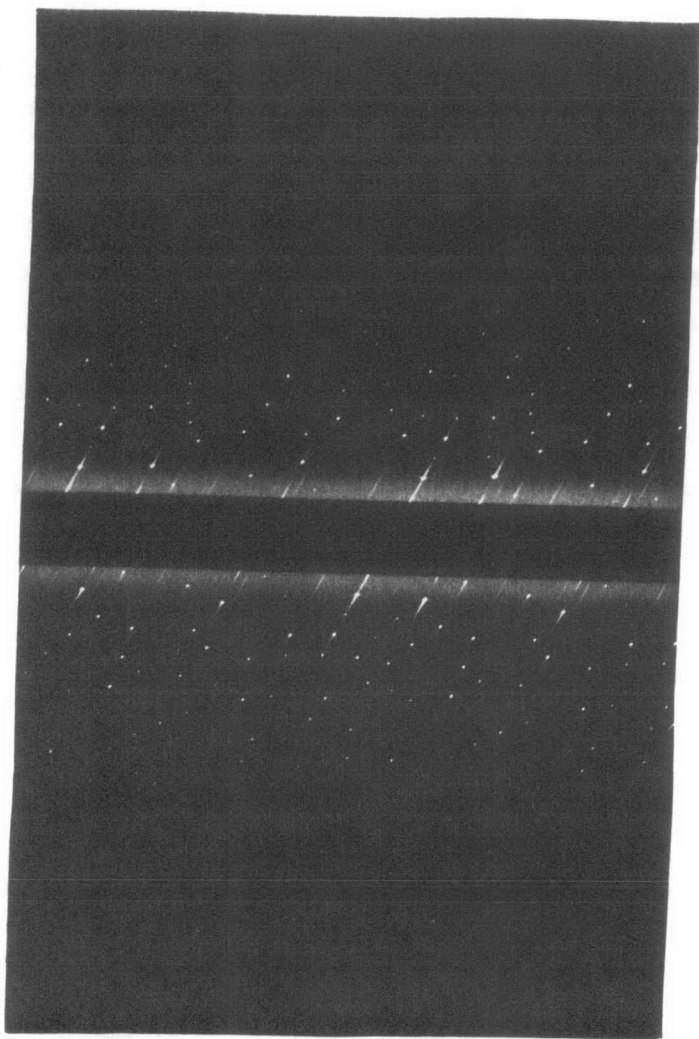
เลย์เออร์ที่	เวลาที่ใช้ถ่าย (ชม.)			จำนวนชุด	ชนิดของแผ่น กัน ระหว่างฟิล์ม
	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3		
0	200	40	8	3	Ag
1	200	40	8	3	Ag
2	80	16	-	2	Ag
3	80	-	-	1	Fe

การถ่ายภาพไวซ์เซนเบอร์กนี้ ใช้กล้องไวซ์เซนเบอร์กแบบเอ็นราฟ-โนเนียส และรังสีเอ็กซ์ของเป้าโมลิบดีนัมชนิด K_{α} ที่ 50 kV, 20 mA ขณะอบรังสี ให้ผลึกหมุนกลับไปกลับมาในช่วง ± 110 องศา และฟิล์มจะเคลื่อนที่อยู่ในช่วง ± 55 มิลลิเมตร ตาราง 4-3 แสดงค่ามุมอัคริอินคลิเนชัน, μ_g และ S_g สำหรับการถ่ายภาพแบบไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์ที่ 1, 2 และ 3 โดยคำนวณค่าได้จากสมการ (2-15) และ (2-16) ตามลำดับ ซึ่งรัศมีของที่กันเลย์เออร์ไลน์, r_s มีค่าเท่ากับ $\frac{51}{2}$ มิลลิเมตร

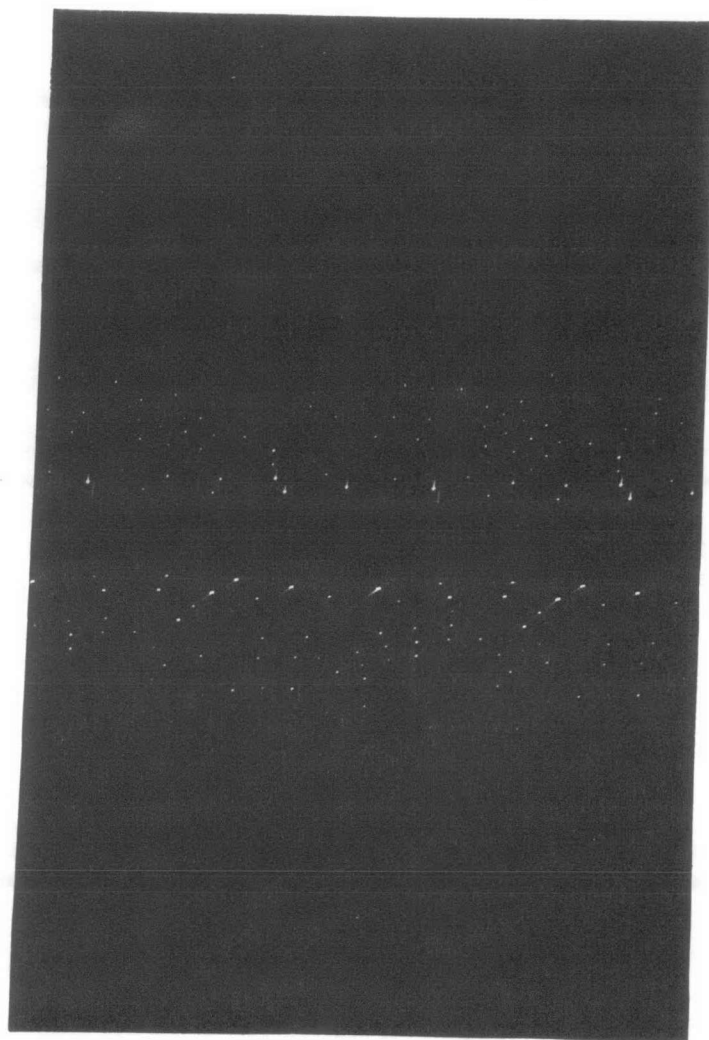
ตาราง 4-3 แสดงค่า μ_{ℓ} และ S_{ℓ}

เลขเออร์ที่	μ_{ℓ} (องศา)	S_{ℓ} (ม.ม.)
1	8.38	3.76
2	16.95	7.77
3	25.93	12.40

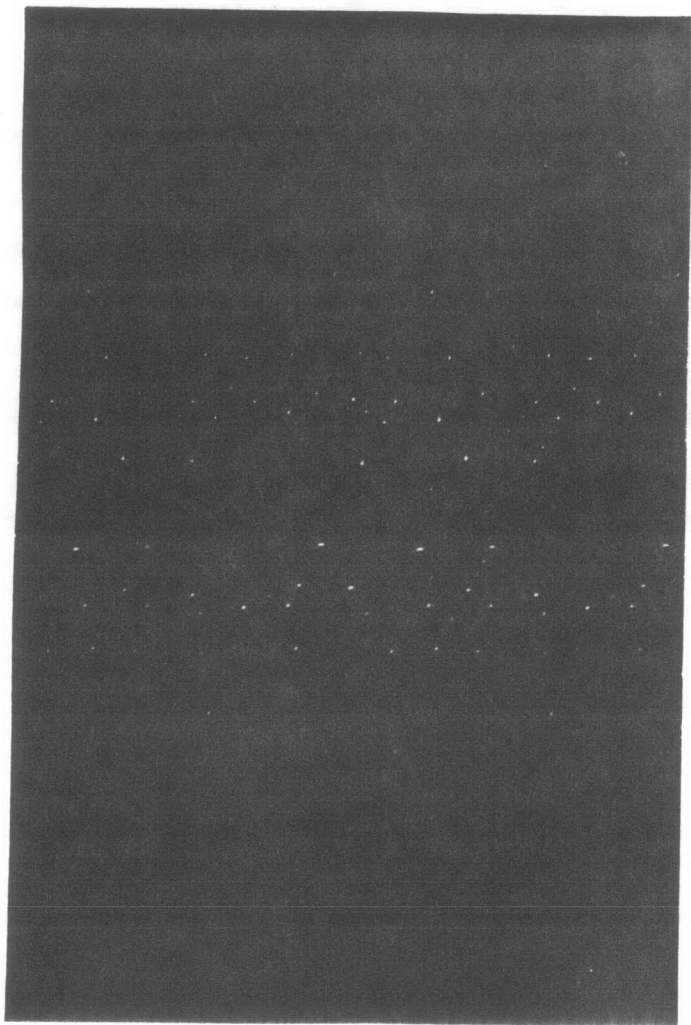
ภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์กทั้งสี่เลขเออร์ ได้แสดงไว้ ดังรูป 4-6 (ก), 4-6 (ข), 4-6 (ค) และ 4-6 (ง) ตามลำดับ



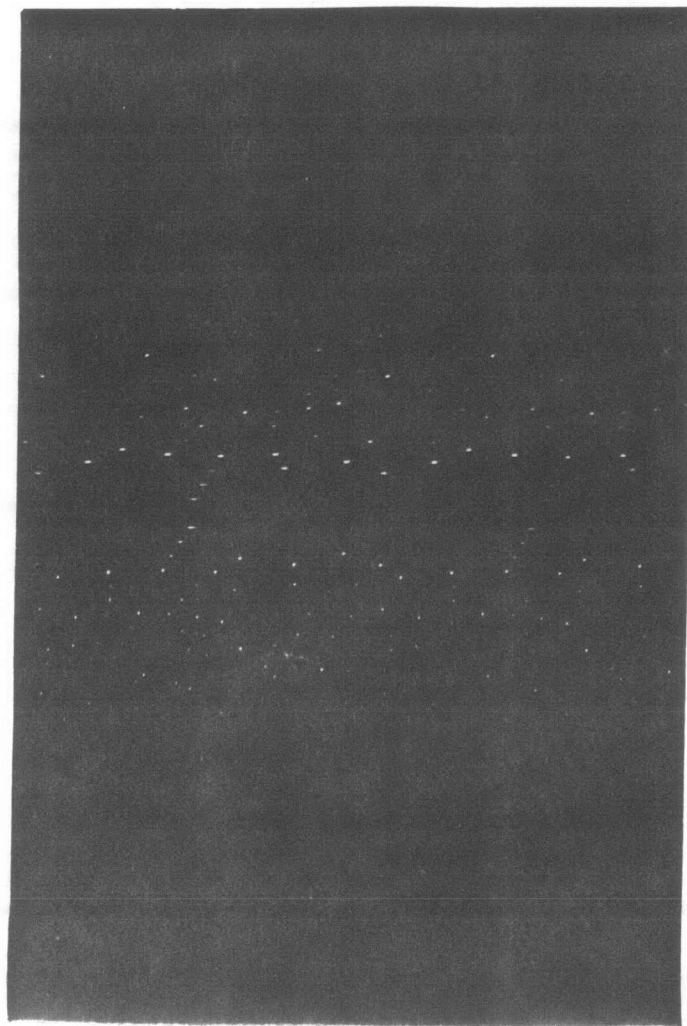
รูป 4-6(ก) แสดงภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์
ที่ศูนย์ ของผลึก HF_3P (200 ซม.)



รูป 4-6 (ข) แสดงภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์
ที่ 1 ของผลึก HF_3P (200 ซม.)



รูป 4-6 (ค) แสดงภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์
ที่ 2 ของผลึก HF_3P (80 ซม.)



รูป 4-6 (ง) แสดงภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์
ที่ 3 ของผลึก HF_3P (80 ซม.)

4.6 การหาค่ามิติของเซลล์ a , b และมุม γ^*

จากภาพไวซ์เซนเบอร์กเลย์เออร์ที่ศูนย์ จะได้อ่า $2y_h$ และ $2y_k$ ซึ่งจะนำไปใช้คำนวณหาค่า a และ b ได้ โดยคำนวณค่าได้จากสมการ (2-21) และ (2-22) ตามลำดับ ตาราง 4-4 เป็นการคำนวณค่า a และผลที่ได้ คือ a มีค่าเท่ากับ $10.667 \pm 0.015 \text{ \AA}$

ตาราง 4-4 แสดงการคำนวณหาค่า a

h	$2y_h$ (ม.ม.)	$a = \frac{h}{2 \sin y_h} (\text{\AA})$
4	15.30	10.682
10	38.95	10.663
12	47.20	10.656
16	64.45	10.667
		$\bar{a} = 10.667$

สำหรับค่า b ก็จะทำโดยวิธีเดียวกัน และปรากฏว่าค่า b มีค่าเท่ากับค่า a

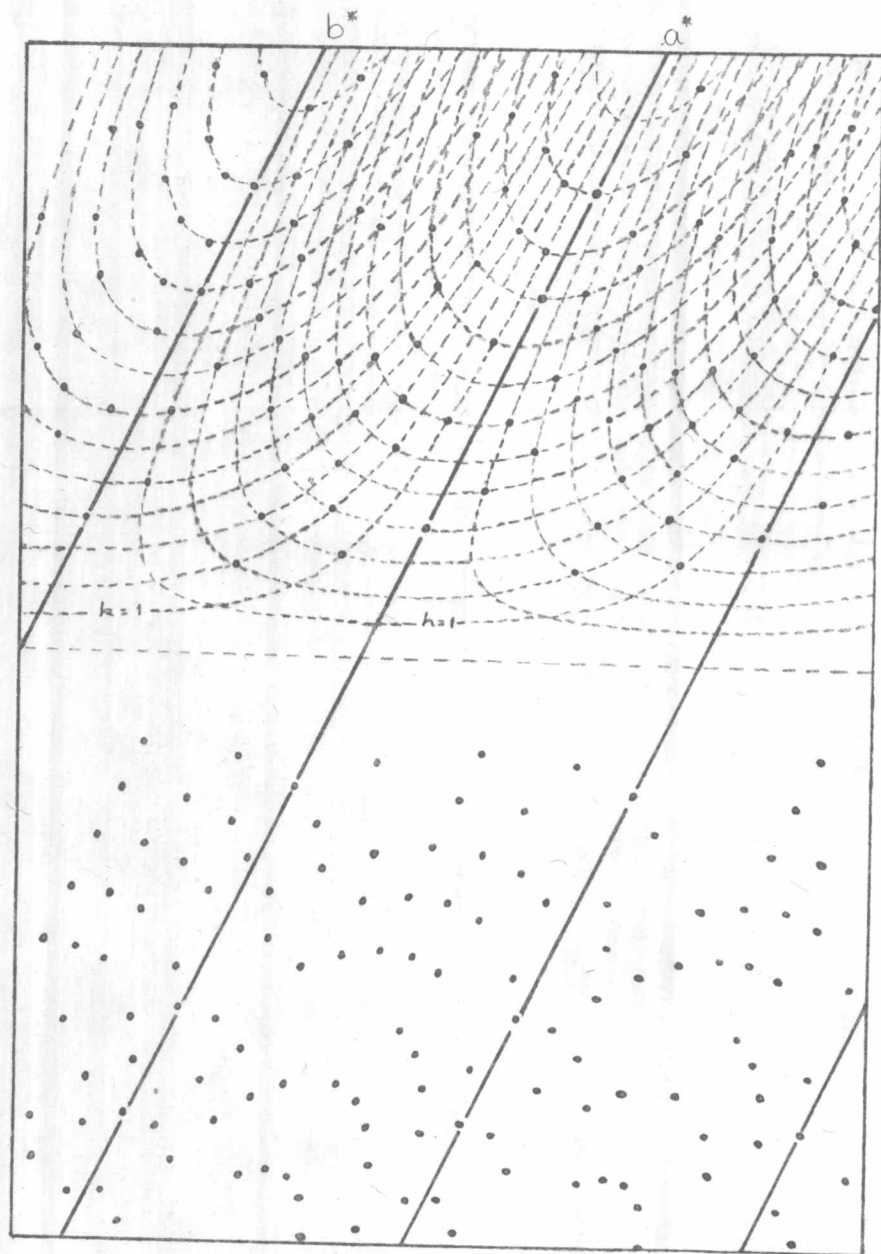
ระยะระหว่างแกน a^* ถึงแกน b^* บนภาพถ่ายไวซ์เซนเบอร์กทุกเลย์เออร์ มีค่าเท่ากับ 45 มิลลิเมตร นั่นคือมุม γ^* มีค่าเท่ากับ 90 องศาหรือมุม γ มีค่าเท่ากับ 90 องศา นั่นเอง

จากค่าทั้งหมดที่ทำได้ ปรากฏว่า $a = b \neq c$ และมุม $\gamma = 90$ องศา จึงสรุปได้ว่าผลึกไตรฮาฟเนียมฟอสไฟต์ จัดอยู่ในระบบเทตราโกนอล (tetragonal) ซึ่งมีคุณสมบัติว่า

$$a = b \neq c \text{ และ } \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

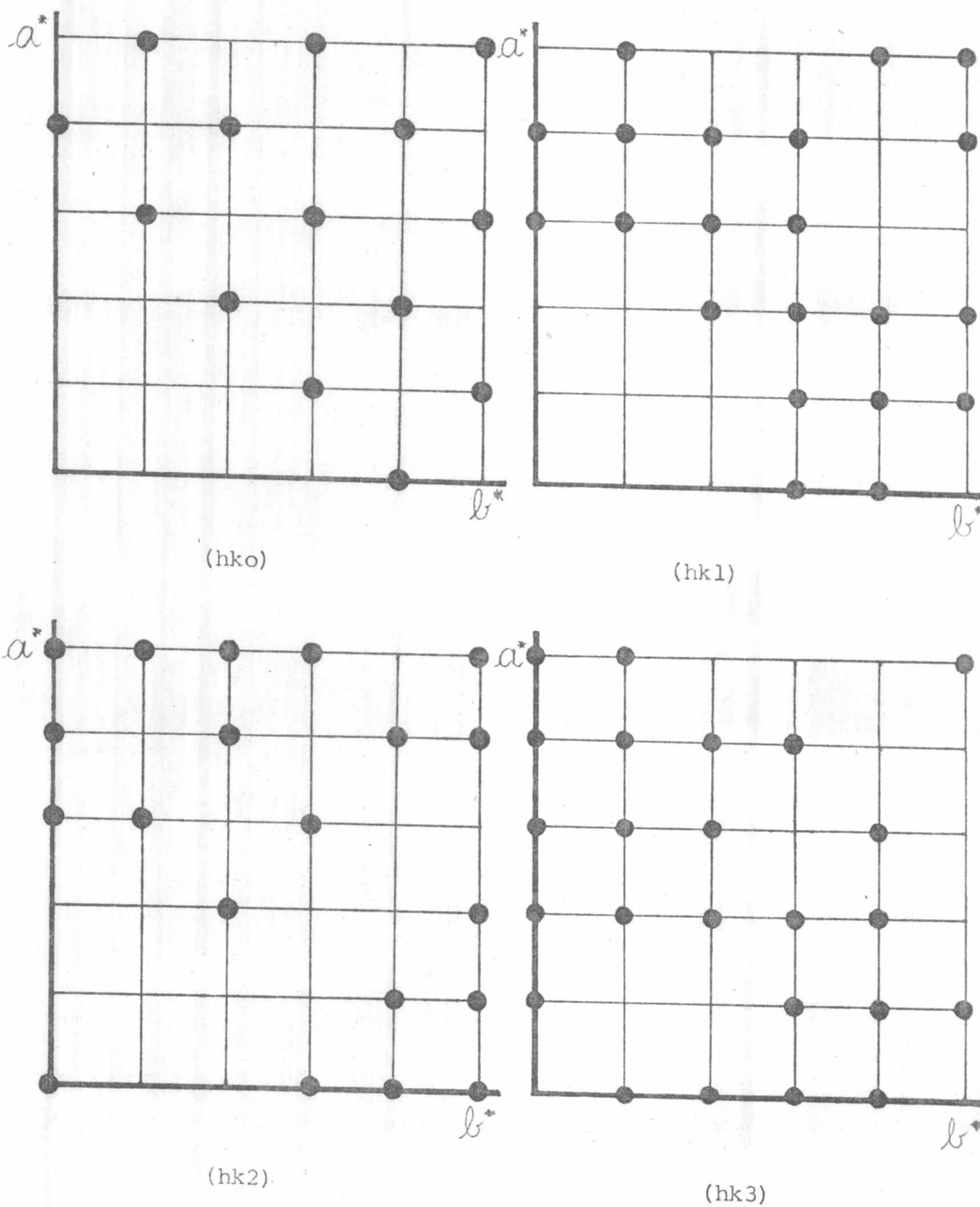
4.7 การตรวจสอบหมู่สมมาตร

การตรวจสอบหมู่สมมาตรทำได้โดยหาเงื่อนไขของการเกิดจุดสะท้อน แล้วนำไปเปรียบเทียบกับค่าใน International Table Vol. I ดังนั้นเริ่มแรกจะต้องกำหนดค่าดัชนี (hkl) ของจุดสะท้อนแต่ละจุดก่อน วิธีกำหนดค่าดัชนีที่สะดวกและรวดเร็ว ทำได้โดยการลากเส้น h และเส้น k ต่าง ๆ ลงบนภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์ก ในการลากเส้น h และเส้น k นี้ จะอาศัยแผนภาพไวซ์เซนเบอร์ก (Weissenberg chart) และลากผ่านจุดสะท้อน หรือจุดสะท้อนทุกจุด จะอยู่ตรงจุดตัดของเส้น h และเส้น k ต่าง ๆ นั้นเอง ดังรูป 4-7 ซึ่งเป็นรูปที่ลอกมาจากภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์ก เลย์เออร์ที่ศูนย์ ($l = 0$) จากรูป 4-7 จะสามารถกำหนดค่าดัชนีของจุดสะท้อน เลย์เออร์ที่ศูนย์ ได้ตามต้องการ และโดยวิธีเดียวกันนี้ จะสามารถกำหนดค่าดัชนีของจุดสะท้อน เลย์เออร์อื่น ๆ ได้ด้วย



รูป 4-7 แสดงเส้น h และ เส้น k ที่ลากตามแผนภาพไวซ์เซนเบอร์ก บนรูปที่
 ลอกมาจากภาพถ่ายแบบไวซ์เซนเบอร์ก เลย์เออร์ที่ศูนย์ ของผลึก Hf_3P
 ซึ่งถ่ายโดยใช้รังสีเอ็กซ์ชนิด CuK_α

จากวิธีการกำหนดค่าดัชนีของจุดสะท้อนดังกล่าว ทำให้ทราบค่าดัชนีของจุดสะท้อนต่าง ๆ และเมื่อนำค่าดัชนีที่ได้นี้ มาเขียนแลตทิสส่วนกลับ จะได้ดังรูป 4-8



รูป 4-8 แสดงแลตทิสส่วนกลับของผลึก Hf_3P โดยแยกออกเป็นเลย์เออร์ต่าง ๆ

และจากการที่ทราบค่าดัชนีของจุดสะท้อนนี้ จะนำไปสู่เงื่อนไขของการเกิดจุดสะท้อน ซึ่งเงื่อนไขต่าง ๆ ของการเกิดจุดสะท้อน ได้แสดงไว้ในตาราง 4-5 จากเงื่อนไขที่ได้ ทำให้ทราบว่าหมู่สมมาตรของผลึกไตรฮาฟเนียมฟอสไฟต์ คือ $F4_2/n$

ตาราง 4-5 แสดงเงื่อนไขต่าง ๆ ของการเกิดจุดสะท้อน ของผลึก Hf_3P

ชนิดของ จุดสะท้อน	เงื่อนไขของการ เกิดจุดสะท้อน	ชนิดขององค์ สมมาตร
hkl	ไม่มีเงื่อนไข	P
hko	$h + k = 2n$	$n \perp c$
ool	$l = 2n$	$4_2 // c$

4.8 การวัดความเข้มของจุดสะท้อนต่าง ๆ บนฟิล์ม

การวัดความเข้มมีอยู่ 2 วิธีด้วยกัน คือวิธีแรก วัดด้วยตา โดยเปรียบเทียบความเข้มของจุดสะท้อนบนฟิล์ม กับความเข้มมาตรฐานที่สร้างขึ้น อีกวิธีหนึ่ง วัดรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนเนื่องจากผลึก โดยตรง ซึ่งวัดด้วยเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (diffractometer) ดังนั้นวิธีนี้ไม่ต้องใช้ฟิล์มมารับรังสีเอ็กซ์ สำหรับค่าความเข้มที่วัดได้จากทั้งสองวิธีนี้ เป็นค่าความเข้มสัมพัทธ์

ในการวิจัยนี้ ใช้วิธีวัดความเข้มแบบแรก ซึ่งสร้างความเข้มมาตรฐานขึ้นเอง โดยเลือกจุดสะท้อนที่มีความเข้มค่อนข้างสูง และมีลักษณะรูปร่างแทนจุดอื่นได้มากที่สุด มาตรฐานจุด (ข้อควรระวัง จุดที่ถูกเลือกนี้จะต้องไม่มีความเข้มของจุดอื่นเข้ามาเกี่ยวข้อง) จุดที่ถูกเลือก คือจุด (420) จากนั้น จะถ่ายภาพของจุดสะท้อนนี้ ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน เรียงจากมากที่สุดจนถึงน้อยสุด ซึ่งมีค่า

เวลาสัมพัทธ์ดังนี้ คือ 388, 324, 270, 224, 187, 156, 130, 108, 90, 75, 63, 52, 44, 36, 30, 25, 21, 18, 15, 12 และ 10

เนื่องจากใช้เทคนิคฟิล์มซ้อนในการเก็บข้อมูลความเข้ม ดังนั้นค่าความเข้มของจุดบางจุดอาจวัดได้หลายค่า ค่าความเข้มที่ดี คือค่าความเข้มเฉลี่ย การเฉลี่ยทำโดยการยกระดับความเข้มที่ใช้เวลาถ่ายน้อยกว่าขึ้นมาอยู่ระดับเดียวกันก่อน แล้วจึงค่อยเฉลี่ย จะได้ความเข้มของจุดสะท้อนแต่ละจุดตามต้องการ

แต่ค่าความเข้มที่วัดได้นี้เป็นความเข้มของรังสีเอ็กซ์ชนิด K_{α_1} และ K_{α_2} โดยที่ K_{α_1} จะมีความเข้มประมาณ 2 เท่าของความเข้ม K_{α_2} ที่มี θ สูง ๆ K_{α_2} จะแยกออกจาก K_{α_1} เนื่องจากความยาวคลื่นของ K_{α_2} มากกว่า K_{α_1} ซึ่งมีผลทำให้ที่ θ สูง ๆ ค่าความเข้มที่วัดได้มีค่าน้อยกว่าค่าที่เป็นจริง จึงมีการแก้ไขโดยใช้แฟคเตอร์ f_{α} คูณกับค่าความเข้มที่ θ สูง ๆ เหล่านี้

ค่า f_{α} นี้จะมีค่าตั้งแต่ 1 ถึง 1.5 โดยที่ตรงค่า ξ_1 ซึ่ง K_{α_2} เริ่มแยกออกจาก K_{α_1} ค่า f_{α} เท่ากับ 1 และตรงค่า ξ_2 ซึ่ง K_{α_2} แยกออกจาก K_{α_1} โดยเด็ดขาด ค่า f_{α} เท่ากับ 1.5 ในกรณีของจุดสะท้อนที่มีค่า ξ อยู่ระหว่าง ξ_1 กับ ξ_2 จะกำหนดให้ มีค่า f_{α} ตามนี้ คือ

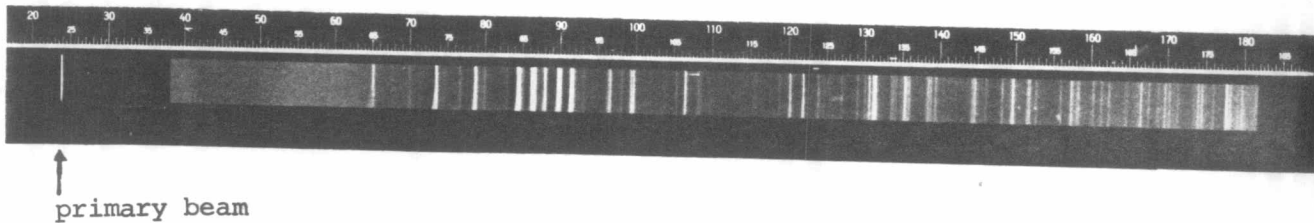
$$f_{\alpha} = m\xi + C \quad (4-4)$$

สมการ (4-4) นี้เป็นสมการเส้นตรง ซึ่ง m คือความชัน (slope) และ C คือค่าคงที่ สำหรับจุดสะท้อนที่มีค่า ξ น้อยกว่า ξ_1 และมากกว่า ξ_2 จะมีค่า f_{α} เท่ากับ 1 และ 1.5 ตามลำดับ ค่าความเข้มที่คูณกับค่าแฟคเตอร์ f_{α} นี้ จะเป็นค่าความเข้มที่นำไปใช้ในการคำนวณหาโครงสร้างต่อไป

4.9 การถ่ายภาพผลึกผง

การถ่ายภาพผลึกผงโดยทั่วไป มีจุดประสงค์เพื่อหาชนิดของสารประกอบ และหาค่ามิติของเซลล์อย่างละเอียด สำหรับในที่นี้ มีจุดประสงค์เพื่อหาค่ามิติของเซลล์อย่างละเอียดเพียงอย่างเดียว

วิธีการถ่ายภาพผลึกผง ทำโดยนำผลึกบางส่วนมาบดให้ละเอียดจนเป็นผง ผสมกับผงซิลิกอนชนิดบริสุทธิ์ 99.9% ประมาณ $\frac{1}{3}$ ของสารตัวอย่าง แล้วนำไปอบรังสีเอ็กซ์ จากเป้าทองแดง ชนิด K_{α} ที่ 34 kV, 20 mA สำหรับกล้องที่ใช้ถ่ายภาพเป็นกล้องแบบ Guinier-Hägg XDC-700 ภายในกล้อง มีผลึกโมนโครมิเตอร์ (crystal monochromator) ซึ่งจะเป็นตัวแยกเอาเฉพาะรังสีเอ็กซ์ชนิด K_{α_1} เท่านั้นมาใช้ รูป 4-9 แสดงภาพถ่ายผลึกผงที่ถ่ายได้



รูป 4-9 แสดงภาพถ่ายผลึกผงของ HF_3P ใช้เวลาอบรังสี $1\frac{1}{2}$ ชั่วโมง

รูป 4-9 เส้นแรกเกิดจากรังสีเอ็กซ์ที่ไม่มีการเลี้ยวเบน (primary beam) ส่วนเส้นอื่นนั้นเกิดจากรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนโดยผลึกผงทั้งสิ้น ตำแหน่งของเส้นแรก (S_0) ที่วัดได้จากสเกลในรูป มีค่าเท่ากับ 23.92 มิลลิเมตร และตำแหน่งของเส้นอื่น (S) ได้แสดงไว้ในตาราง 4-6 สำหรับค่าที่ขีดเส้นใต้ ในตาราง คือตำแหน่งของเส้นที่เกิดจากรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนเนื่องจากผลึกผงซิลิกอน ค่า S ที่ได้จากภาพถ่ายผลึกผงนี้ จะนำไปใช้ปรับค่ามิติของ

เซลล์ เพื่อให้ได้ค่ามิติของเซลล์อย่างละเอียดต่อไป

ตาราง 4-6 แสดงค่า S (ในค่าของ S-S₀) ของเส้นต่าง ๆ ในรูป 4-10

S-S ₀	hkl	sin ² θ ₀	sin ² *θ _c	S-S ₀	hkl	sin ² θ ₀	sin ² *θ _c
41.16	220	0.04177	0.04171	109.64		0.27126	
41.31	201	0.04207	0.04204	109.91	602	0.27246	0.27245
42.08	310	0.05215	0.05214	110.28	403	0.27410	0.27410
<u>49.65</u>		0.06037		110.84	701	0.27660	0.27668
52.82	301	0.06813	0.06811	111.43		2.27924	
54.86	311	0.07335	0.07333	112.03		0.28194	
56.08		0.07656		114.54	622	0.29329	0.29331
58.61	400	0.08342	0.08343	114.87	423	0.29479	0.29495
59.09	002	0.08475	0.08474	115.45	721	0.29743	0.29753
60.60		0.08900		<u>120.75</u>		0.32191	
62.31		0.09392		124.35		0.33883	
62.73	112	0.09515	0.09517	125.78		0.34561	
64.06		0.09908		127.71	801	0.35481	0.35489
65.81		0.10432		127.97		0.35605	
66.81	202	0.10559	0.10560	132.08	821	0.37584	0.37575
67.58	411	0.10983	0.10983	<u>133.40</u>		0.38224	
69.26		0.11513		134.40	732	0.38710	0.38716
72.49		0.12562		136.36		0.39667	
72.76		0.12652		137.41	831	0.40181	0.40182
74.32	302	0.13174	0.13167	138.40		0.40696	
75.46		0.13562		142.65	414	0.42761	0.42761
75.81		0.13682		143.70	334	0.43281	0.43282
81.45	511	0.15674	0.15675	145.81	424	0.44328	0.44325
<u>82.59</u>		0.16090		146.38		0.44611	
94.93		0.20864		147.46		0.45149	
96.28	611	0.21414	0.21411	150.08		0.46454	
<u>98.02</u>		0.22131		150.58		0.46704	
105.18	442	0.25168	0.25169	152.02		0.47423	
106.15	631	0.25590	0.25582	<u>153.74</u>		0.48282	
106.78		0.25865		154.23		0.48527	
107.31		0.26097		155.78		0.49302	
107.55	532	0.26203	0.26202				

* ค่า sin²θ_c ได้จากการคำนวณหาค่ามิติเซลล์อย่างละเอียด ในบทที่ 5

เมื่อเสร็จสิ้นการทดลอง จะได้ข้อมูลต่าง ๆ ที่จะนำไปคำนวณหาโครงสร้างของผลึก
ต่อไป ซึ่งข้อมูลทั้งหมดที่ได้มีดังนี้ คือมิติของเซลล์อย่างหยาบ หมู่สมมาตร ค่าความเข้มสัมพัทธ์
ของจุดสะท้อนต่าง ๆ และค่า S ที่วัดได้จากภาพถ่ายผลึกผง