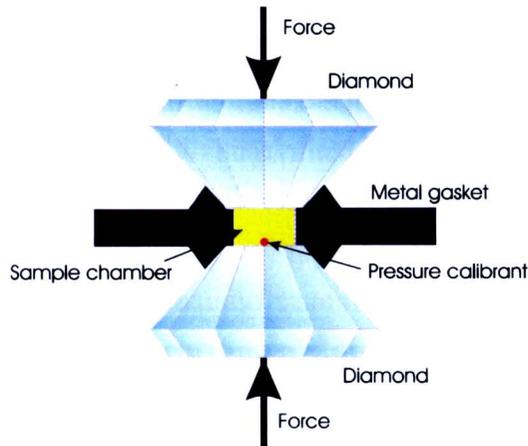


บทที่ 2 เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นและระเบียบวิธีวิจัย

ไดมอนด์แอนวิลเซลล์(Diamond Anvil Cell, DAC)

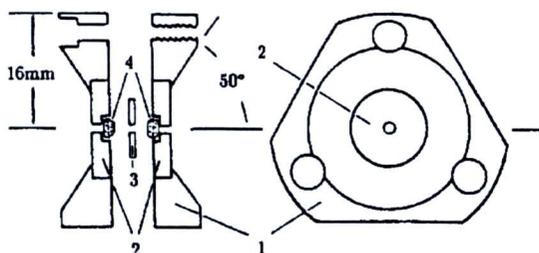
ปัจจุบันมี DAC หลากหลายรูปแบบและหลายชนิดเพื่อให้มีความเหมาะสมกับการใช้งานกับเทคนิคการวัดต่าง ๆ กัน แต่ทุก ๆ รูปแบบต่างก็มีพื้นฐานและหลักการทำงานเหมือนกันนั่นคือสารตัวอย่างจะถูกบรรจุลงในช่องเพิ่มความดันซึ่งถูกสร้างขึ้นโดยการเจาะแผ่นโลหะให้เป็นรูแล้ววางลงระหว่างเพชรที่มีผิวหน้าเรียบประกบกัน การเพิ่มความดันสามารถกระทำได้โดยการกดหน้าเพชรทั้งสองเข้าหากันนั่นเอง โดยปกติตัววัดความดันจะถูกบรรจุอยู่ในช่องเพิ่มความดันนี้รวมอยู่กับสารตัวอย่างและช่องว่างระหว่างเพชรนี้ก็จะถูกเติมให้เต็มด้วยตัวกลางส่งผ่านความดันซึ่งโดยปกติจะใช้ของเหลวที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างและตัววัดความดัน รูปที่ 1 แสดงส่วนประกอบสำคัญใน DAC พื้นฐาน สำหรับความแตกต่างใน DAC รูปแบบต่าง ๆ นั้นได้แก่กลไกการเพิ่มความดันและกลไกการวางตัวรวมทั้งการรองรับด้านหลังของเพชร Jayaraman ได้เขียนบทความเกี่ยวกับ DAC ชนิดต่าง ๆ ที่มีการออกแบบมาให้เหมาะสมกับการวัดปริมาณทางฟิสิกส์ต่าง ๆ กัน [9]



รูปที่ 1 ส่วนประกอบหลักของ Diamond Anvil Cell โดยมีวงแหวนรองรับการบรรจุตัวอย่าง
ตัวกลางส่งผ่านความดันและตัววัดความดัน

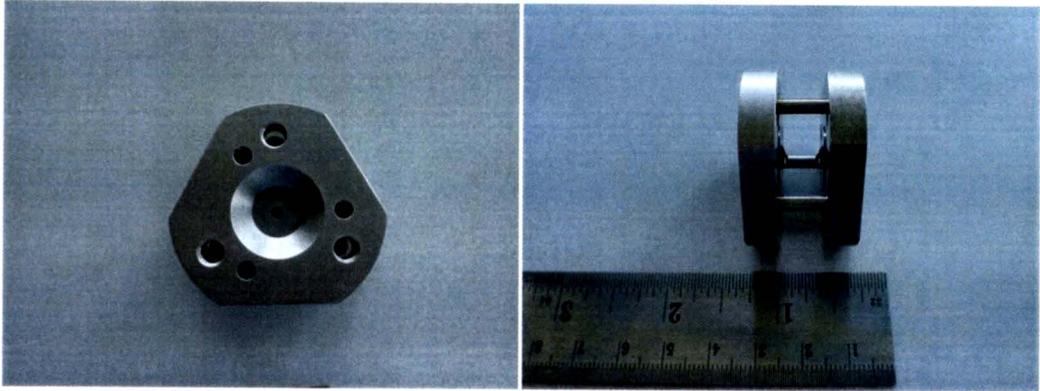
อุปกรณ์เพื่อการทดลองภายใต้ความดันโดย Diamond anvil cell ได้รับการพัฒนาขึ้นโดยอ้างอิงจากรูปแบบที่ออกแบบโดย Merrill และ Bassett [10] เราจึงนิยมเรียก DAC แบบนี้ว่า M-B DAC โดยที่ จะมีช่องเปิดเป็นแบบทรงกรวย ซึ่งทำให้การตรวจจับกรวยการเลี้ยวเบนจากผลึกผงสามารถทำได้เป็นมุมกว้าง DAC แบบนี้เดิมทีออกแบบมาเพื่อให้ใช้กับผลึกเดี่ยวแต่อย่างไรก็ตามสามารถนำมาปรับให้ใช้กับการทดลองการเลี้ยวเบนโดยผลึกผงได้โดยที่วงแหวนการเลี้ยวเบนของ

Debye-Scherrer สามารถถูกตรวจจับได้เต็มวงทำให้สามารถศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันและการวางตัวของผลึกผลสามารถศึกษาได้ รูปที่2 แสดงภาคตัดของและส่วนประกอบต่างๆของ M-B DAC



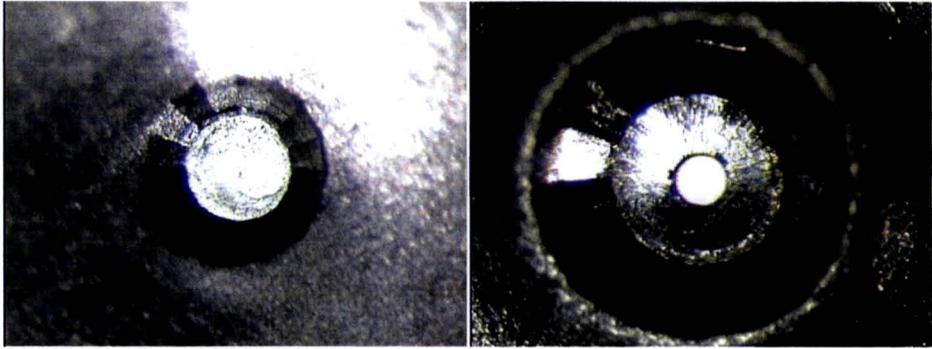
รูปที่2 แสดงโครงสร้างของ M-B DAC โดยที่ (1) โครงเหล็ก (2) แผ่นberyllium (3) วงแหวนโลหะ (4) เพชร [10]

เพชรถูกติดตั้งอยู่บนแผ่น beryllium (Be) ซึ่งมีความแข็งแรงเพียงพอที่จะรองรับแรงกดและมีความโปร่งแสงกับย่านรังสีเอกซ์ อย่างไรก็ตาม beryllium มีความเป็นพิษสูงทำให้ไม่สามารถขึ้นรูปได้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป แผ่นberylliumนี้มีช่องตรงกลางที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.8 มิลลิเมตรเพื่อให้สามารถทำการวัดทางแสงกับตัวอย่างได้ และเพื่อให้การวัดความดันโดยเทคนิคการเรืองแสงของทับทิมสามารถกระทำผ่านช่องนี้เช่นกัน แผ่นberyllium นี้ข้างหนึ่งถูกยึดติดอยู่กับตัวโครงเหล็ก ส่วนอีกข้างหนึ่งถูกยึดจับโดยนอตสามตัวเพื่อให้การวางตัวในแนวระนาบของผิวหน้าของเพชรสามารถปรับเปลี่ยนตำแหน่งได้ อย่างไรก็ตามใน M-B DAC นี้การวางตัวในแนวระนาบของ เพชรไม่สามารถปรับเปลี่ยนได้ การสร้างโครงเหล็กในขั้นตอนแรกจึงจำเป็นต้องคำนึงถึงข้อนี้และทำการจัดแต่งให้โครงมีความเรียบมากที่สุด สองส่วนของ M-B DAC นี้ถูกกำหนดให้วางตัวอย่างถูกต้องในการเคลื่อนเข้าหากันโดยเข็มสามอันที่ช่วยควบคุมให้การเคลื่อนเข้าหากันมีความคงตัวในแนวระดับเสมอ การเพิ่มความดันก็สามารถกระทำได้โดยการใช้นอตสามตัวที่อยู่มุมสามมุมของตัวโครงเหล็กในการผลักดันหน้าตัดของเพชรให้เคลื่อนตัวเข้าหากัน M-B DAC นี้มีมุมขาออกของโคนการเลี้ยวเบน 50° ซึ่งทำให้สามารถทำการตรวจจับวงแหวนการเลี้ยวเบนโดยผลึกผงหรือมุม 2θ ได้ถึง 50° หรือสำหรับผลึกเดี่ยวสามารถทำได้ถึง 100° สำหรับหน้าตัดเพชรขนาด 600 ไมโครเมตร ความดันสูงสุดสำหรับเครื่องมือนี้จะอยู่ที่ประมาณ 15-18 GPa และสำหรับหน้าตัดเพชรขนาดเล็กลงมาอีกคือประมาณ 300 ไมโครเมตร ความดันสูงสุดจะอยู่ที่ประมาณ 30 GPa รูปที่3 แสดง M-B DAC ที่ถูกสร้างขึ้นใช้



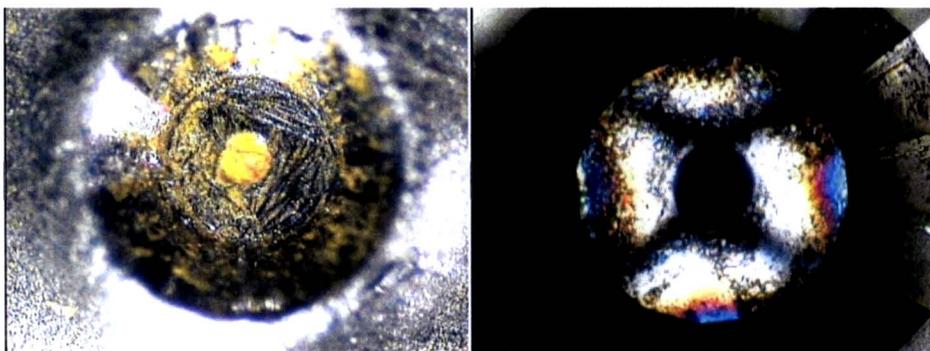
รูปที่3 แสดง M-B DAC ที่ถูกสร้างขึ้นเพื่อใช้ในประเทศ ซึ่งใช้เพชรขนาดหน้าตัด 300 ไมครอน

การนำวงแหวนมาใช้ใน DAC นี้มีความสำคัญอย่างมากในประวัติศาสตร์การพัฒนาของ DAC วงแหวนนี้รองรับการทำงานของ DAC ในหลายๆหน้าที่ ประการแรกวงแหวนนี้ทำหน้าที่เป็นช่องเก็บตัวอย่างไว้ระหว่างผิวหน้าตัดของเพชรเพื่อที่จะสร้างความดันสูงขึ้นภายในช่องนี้ และนอกจากนั้นแล้วภายนอกผิวหน้าตัดของเพชรนี้แผ่นโลหะที่นำมาใช้ทำวงแหวนนี้จะก่อรูปขึ้นเป็นวงล้อมรอบขอบเพชรเหมือนเข็มขัดเพื่อที่จะเสริมแรงดันได้เพื่อพยุงขอบเพชรไว้ให้สามารถทนต่อความดันสูงได้โดยไม่แตกหัก ถ้าหากปราศจากการพยุงนี้เพชรจะแตกหักที่ความดันไม่สูงมากนักเนื่องจากมีแรงต้านการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างไม่เพียงพอ โดยปกติแล้ววงแหวนนี้จะสร้างจากแผ่นโลหะแข็งที่มีความหนาประมาณ 250 ไมโครเมตร ซึ่งถูกนำมาทำการกัดโดย DAC ก่อนให้มีความหนาเหลือเพียง 40 -50 ไมโครเมตร โดยที่รอบๆรอยกัสนี้ผิวโลหะก็จะมีการก่อตัวเป็นวงช่วยเสริมหน้าตัดของเพชรดังรูปที่ 4 หลังจากนั้นแล้ว แผ่นโลหะนี้ก็จะถูกนำไปเจาะรูเพื่อใช้เป็นที่ใส่ตัวอย่างโดยเครื่องเจาะด้วยไฟฟ้า(Electrical Discharge Machine, EDM) ให้มีรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-200 ไมโครเมตร โดยเครื่องเจาะนี้ก็ได้รับการพัฒนาขึ้นจากโครงการวิจัยนี้ดังจะได้นำเสนอต่อไป ซึ่งทำให้การเจาะนี้สามารถทำได้ภายใต้กล้องจุลทรรศน์ทำให้มีความแม่นยำสูงเทียบเท่าเครื่องมือราคาแพงที่ต้องนำเข้าจากต่างประเทศ รูปที่ 4 แสดงรูปแผ่นโลหะที่ได้รับการกัดทับก่อนการเจาะรู และรูปแสดงวงแหวนที่เจาะและวางบนผิวหน้าตัดของเพชรแล้ว



รูปที่4 แสดงแผ่นโลหะที่ได้รับการกัดแล้วโดยเพชรขนาด 300 ไมโครเมตร (ซ้าย) และ วงแหวนที่พร้อมใช้งานหลังจากได้รับการเจาะโดยเครื่องเจาะด้วยไฟฟ้า(Micro-EDM)และวางบนผิวหน้าตัดเพชรแล้ว (ขวา)

เมื่อเตรียมวงแหวนนี้เสร็จแล้วและนำวงแหวนกลับมาวางบนตำแหน่งกึ่งกลางหน้าตัดของเพชร รูตรงกลางวงแหวนนี้ก็พร้อมที่จะใช้เป็นที่ใส่สารตัวอย่างและตัวกลางส่งผ่านความดัน และผลึกเดี่ยวขนาดเล็กของทับทิมเพื่อให้สามารถวัดความดันได้เมื่อเริ่มการทดลองดังเช่นในรูปที่ 4 หลังจากนั้นก็ทำการปิด DAC โดยการวางอีกข้างหนึ่งของ DAC ลงบนวงแหวน การเพิ่มความดันสามารถทำได้โดยการกดสองส่วนของ DAC เข้าหากันและความเครียดของผิวหน้าของเพชรสามารถสังเกตได้ผ่านกล้องจุลทรรศน์แบบโพลาไรซ์ ในระหว่างการเพิ่มความดันผู้ทดลองสามารถทำการเพิ่มความดันได้โดยการหมุนोटทั้งสามเข้าหากันทีละน้อยโดยต้องคำนึงถึงความขนานกันของผิวหน้าตัดเพชรด้วย เนื่องจากแรงเสียดทานระหว่างหน้าตัดเพชรและวงแหวนโลหะเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้ช่องใส่ตัวอย่าง (sample chamber) สามารถทนต่อความดันสูงได้



รูปที่5 แสดงวงแหวนที่ได้รับการบรรจุตัวอย่างแล้ว และ ทางขวามือแสดงรูปแบบความเครียดบนผิวหน้าของเพชรเมื่อมองผ่านกล้องจุลทรรศน์แบบโพลาไรซ์

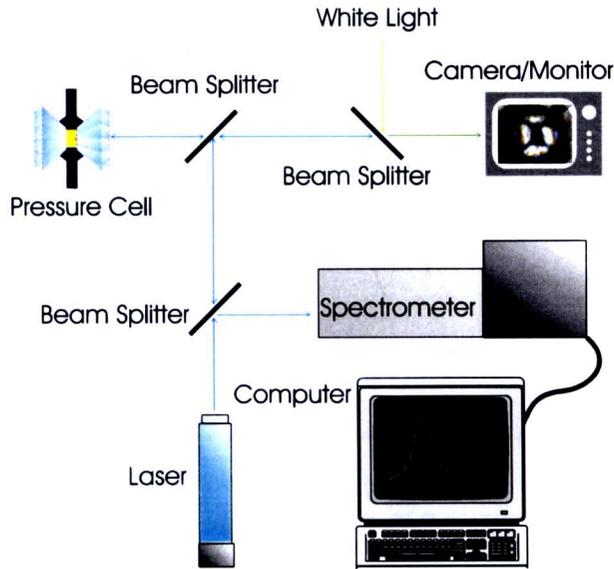
ในงานวิจัยนี้เทคนิคการสร้างความดันใช้ DAC ซึ่งมีช่องเปิดแบบเต็มกรวยโดยเลือกใช้เพชรที่มีขนาดหน้าตัด 200 และ 300 ไมโครเมตรตามลำดับ สารตัวอย่างถูกบรรจุอยู่พร้อมด้วยตัวกลางที่ใช้ส่งผ่านความดันซึ่งสมบัติที่สำคัญของตัวกลางนี้คือยังคงไม่เปลี่ยนสภาพเป็นของแข็งที่ความดันสูงและที่สำคัญคือไม่รบกวนเทคนิคที่ต้องการใช้ในการวัดปริมาณทางฟิสิกส์ที่ต้องการซึ่งในที่นี้คือการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงต้องเลือกตัวกลางส่งผ่านความดันที่ไม่เป็นผลึกที่ความดันสูงนั้นคือของเหลวที่ประกอบด้วยส่วนผสมของเมทานอลและเอทานอลในอัตราส่วน 4:1 สำหรับระบบการวัดความดันที่เลือกใช้ในการทดลองนี้คือเทคนิคการเรืองแสงของทับทิมดังจะได้กล่าวถึงรายละเอียดต่อไป

ระบบวัดความดันโดยเทคนิคการเรืองแสงของทับทิม

เทคนิคนี้มีข้อดีเหมาะสำหรับใช้ร่วมกับการศึกษาการเลี้ยวเบนของผลึกผงคือเนื่องจากทับทิมที่ใช้เป็นผลึกเดี่ยวที่มีขนาดเล็กมากและโดยธรรมชาติของทับทิมเป็นตัวสะท้อนรังสีเอกซ์ที่ไม่ได้อยู่แล้วทำให้แถบการเลี้ยวเบนที่วัดได้ไม่มีการเจือปนโดยแถบการเลี้ยวเบนของทับทิม ในเทคนิคนี้ทับทิมที่ถูกบรรจุไว้ร่วมกับสารตัวอย่างจะถูกทำให้เรืองแสงโดยเลเซอร์สีเขียวที่มีความยาวคลื่น 532 nm หรือแสงเลเซอร์สีฟ้ามีความยาวคลื่น 447 nm ซึ่งเส้นการเรืองแสงที่เกิดขึ้นมีสองเส้นประกอบด้วย R_1 และ R_2 ที่ความยาวคลื่น 692.7 นาโนเมตรและ 694.2 นาโนเมตรตามลำดับที่ความดันบรรยากาศปกติ ภายใต้ความดันสูงเส้นการเรืองแสงนี้จะมีการเปลี่ยนตำแหน่งไปที่ความยาวคลื่นสูงขึ้นอย่างเป็นเชิงเส้นในช่วง 0.0 – 2.2 GPa [11] และต่อมา Mao และคณะได้ทำการทดลองเพิ่มเติมเพื่อเพิ่มความแม่นยำในการวัดความดันและขยายช่วงของความสัมพันธ์เพื่อให้สามารถใช้เทคนิคนี้ได้ที่ความดันสูงขึ้น [12] และได้เสนอสมการ:

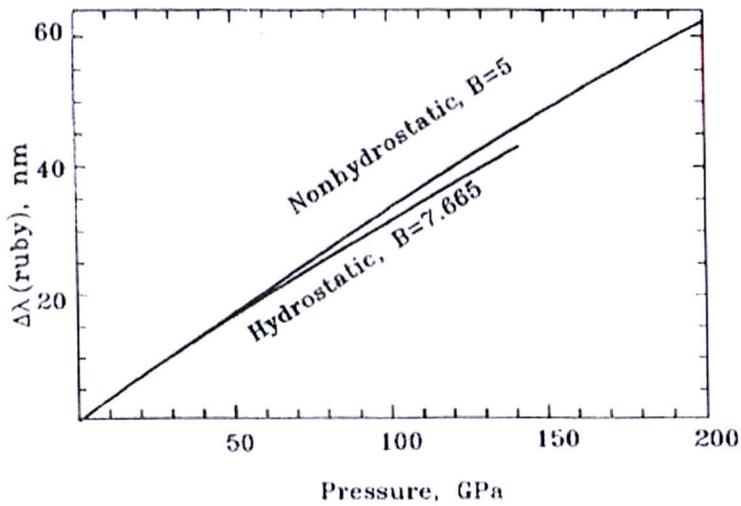
$$P = \frac{1904}{B} \left[\left(1 + \frac{\Delta\lambda}{694.24 \text{ nm}} \right)^B - 1 \right] \quad (1)$$

เมื่อ P คือความดันในหน่วย GPa และ $\Delta\lambda$ คือระยะที่เปลี่ยนไปของเส้นการเรืองแสง R_1 ที่เปลี่ยนความยาวคลื่นไปจากที่ความดันปกติที่ 694.2 นาโนเมตร โดยที่ B มีค่าเป็น 5.000 เมื่อการเพิ่มความดันเป็นแบบไม่อุทกสถิตยศาสตร์ (non-hydrostatics) และมีค่าเป็น 7.665 เมื่อการเพิ่มความดันเป็นแบบอุทกสถิตยศาสตร์ (hydrostatic) ซึ่งค่า B ดังกล่าวขึ้นอยู่กับสารส่งผ่านความดัน โดยในงานวิจัยนี้ใช้สารผสมระหว่างเมทานอลกับเอทานอลในอัตราส่วน 4:1 ซึ่งพบว่าการเพิ่มความดันเป็นแบบอุทกสถิตยศาสตร์ การจัดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองนี้ถูกแสดงในรูปที่ 5



รูปที่ 5 : แสดงแผนภาพระบบการวัดความดันโดยเทคนิคการเรืองแสงของทับทิมที่ใช้ในการวิจัยนี้

ระบบที่ใช้ใช้ลำแสงเลเซอร์จากแหล่งกำเนิดแบบ DPSS (Diode Pumped Solid State Laser) เป็นตัวกระตุ้นการเรืองแสง โดยลำแสงเลเซอร์นี้ถูกส่งผ่านระบบใยแก้วนำแสงแล้วถูกโฟกัสโดยเลนส์ให้ตกกระทบบน DAC ซึ่งมีทับทิมบรรจุอยู่ภายในทำให้เกิดการเรืองแสงขึ้น แสงที่เกิดจากการเรืองแสงนี้ก็จะถูกส่งย้อนกลับไปตามใยแก้วนำแสงและถูกแยกโดยตัวแยกให้เข้าสู่เครื่องสเปคโตรมิเตอร์ดังแสดงในแผนภาพ แสงที่ถูกตรวจจับโดยเครื่องสเปคโตรมิเตอร์นี้ประกอบด้วยแสงหลายความยาวคลื่นซึ่งต้องถูกแยกโดยเกรตติงภายในเครื่องสเปคโตรมิเตอร์อีกครั้งให้ตกกระทบบนแถวของ (Charge Couple Device, CCD) รับแสงซึ่งเป็นตัวตรวจจับความเข้มของแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆกันและข้อมูลที่ได้นี้ก็ถูกบันทึกลงบนเครื่องคอมพิวเตอร์เพื่อการคำนวณกลับให้เป็นค่าความดันต่อไปโดยใช้สมการที่ (1) อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้มีข้อเสียคือการวัดความดันไม่สามารถทำได้พร้อมกับการศึกษาแถบการเลี้ยวเบนจากรังสีเอกซ์ทำให้ค่าความดันที่ได้ อาจมีความคลาดเคลื่อนเล็กน้อยซึ่งค่าความคลาดเคลื่อนนี้สามารถทำให้ลดน้อยลงได้โดยการวัดค่าความดันสองครั้งคือก่อนและหลังการบันทึกแถบการเลี้ยวเบนแล้วทำการหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 6 : กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นของพีค R_1 ที่เลื่อนไปจากความดันบรรยากาศกับความดัน กรณีเส้นประเป็นการเพิ่มความดันเป็นแบบไม่อุทกสถิตยศาสตร์และกรณีเส้นทึบเป็นการเพิ่มความดันเป็นแบบอุทกสถิตยศาสตร์ [12]

ระบบแสงที่พัฒนาพร้อมทดลองแล้วนั้นใช้ระบบลำแสงของกล้องจุลทรรศน์กำลังขยายสูงเพื่อให้การจัดระยะและการปรับโฟกัสของแสงเลเซอร์บนแท็บทิมขนาด 5 ไมโครเมตรสามารถทำได้โดยสะดวกดังแสดงในรูปที่ 7 และรูปที่ 8



รูปที่ 7 : แสดงระบบการวัดความดันโดยเทคนิคการเรืองแสงของแท็บทิมที่พัฒนาขึ้นเพื่อใช้ในการวิจัย



รูปที่ 8 : แสดงระบบการลำเลียงแสงเลเซอร์ผ่านกล้องจุลทรรศน์กำลังขยายสูง



สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่..... 28. 0. 2555.....
เลขทะเบียน..... 216359.....
เลขเรียกหนังสือ.....

รูปที่ 8 : แสดงแสงเลเซอร์ที่โฟกัสผ่านกล้องจุลทรรศน์กำลังขยายสูงทำให้มีขนาดลำแสงที่มีขนาดเล็กและมีความเข้มสูงมากเพื่อให้สามารถส่องผ่านเพชรเข้าไปกระตุ้นทับทิมขนาดเล็กใน DAC ได้

ระบบการเจาะวงแหวนประเก็นโดยใช้ไฟฟ้า (Electrical Discharge Machine, EDM)

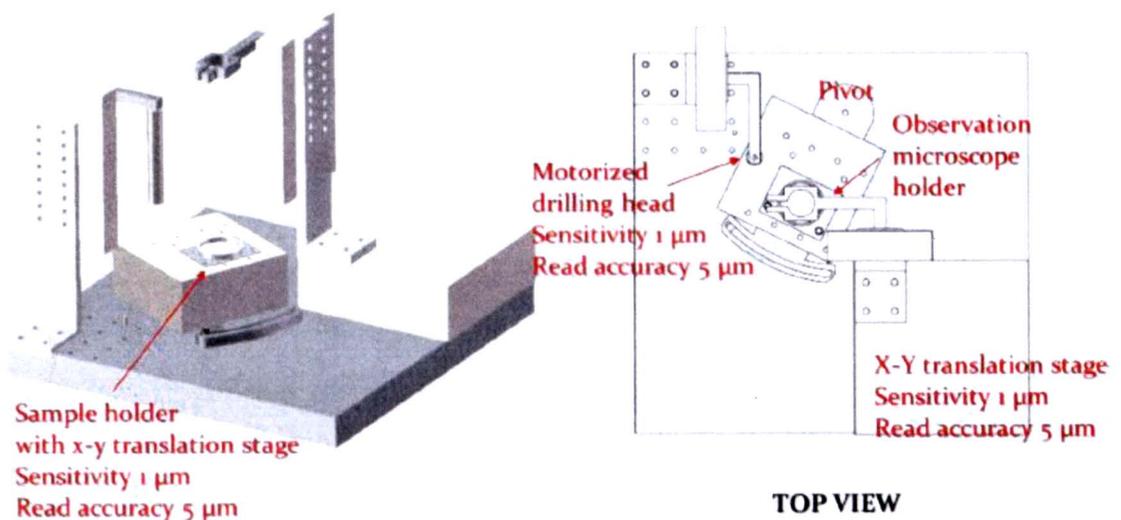
ในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างนั้นปัจจัยสำคัญที่สุดที่จะทำให้สามารถสร้างความดันได้สูงคือความเรียบและมีสมมาตรของช่องใส่ตัวอย่าง (Pressure Chamber) นั่นคือในกระบวนการเจาะแผ่นโลหะเพื่อสร้างวงแหวนประเก็นที่ใช้ใส่ตัวอย่างนั้นจำเป็นต้องมีความเรียบมากที่สุดเพื่อป้องกันไม่ให้วงแหวนเกิดการฉีกขาดได้ง่ายเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะความดันสูง ในอดีตที่ผ่านมานิยมใช้สว่านขนาดเล็กแบบไมโคร (Micro Driller) ในการเจาะแต่พบว่าในการใช้งานวงแหวนประเก็นที่เจาะด้วยสว่านขนาดเล็กนี้สามารถสร้างความดันได้ไม่เป็นที่น่าพอใจเนื่องจากสาเหตุหลายประการ

ประการแรกคือดอกสว่านที่ทำหน้าที่เจาะนั้นจำเป็นต้องเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูงเช่น ทังสเตนคาร์ไบด์ หรือมีการเคลือบอนุภาคของเพชรไว้ด้วย ทำให้มีราคาสูงมากและเนื่องจากเป็นส่วนที่ต้องสัมผัสกับแผ่นโลหะที่เจาะตลอดเวลาทำให้เป็นส่วนที่เกิดการสึกหรอและสิ้นเปลืองมากที่สุด อีกทั้งบริเวณผิวรอบๆ วงแหวนด้านในที่ได้รับการเจาะนั้นจะไม่เรียบอาจมีรอยแตกขนาดเล็ก

และขรุขระซึ่งอาจจะเป็นจุดเริ่มต้นที่จะพัฒนาไปเป็นรอยแตกและทำให้วงแหวนประเก็นฉีกขาดไม่สามารถทนต่อความดันสูงได้ในที่สุด

ประการที่สองคือในการเจาะด้วยหัวสว่านขนาดเล็กนั้นการประมาณขนาดและตำแหน่งของช่องที่เจาะสามารถทำได้แม่นยำในระดับหนึ่งเท่านั้นและการควบคุมขนาดสามารถได้โดยการเปลี่ยนขนาดของหัวเจาะเพียงอย่างเดียวไม่สามารถใช้ปัจจัยอื่น ๆ ในการควบคุมได้ทำให้ขนาดของช่องที่เจาะมีขนาดที่ไม่หลากหลายมาก รวมทั้งการวางตำแหน่งให้กึ่งกลางหน้าเพชรก็สามารถทำได้ไม่ดีนัก

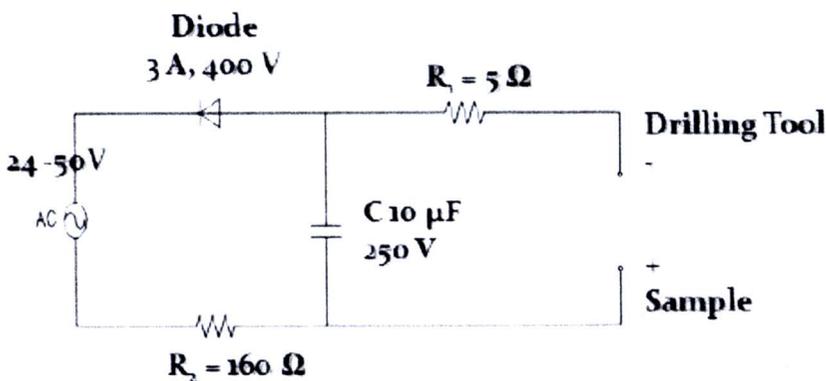
จากปัจจัยทั้งสองข้างต้นทำให้เกิดการพัฒนาเทคนิคเพื่อการเจาะช่องบนวงแหวนประเก็นโดยใช้ไฟฟ้าขึ้น โดยอาศัยหลักการเช่นเดียวกับเครื่องขึ้นรูปโดยใช้ไฟฟ้าขนาดใหญ่ที่เรียกว่าเครื่อง Electrical Discharge Machine หรือ EDM นั้นเองคุณสมบัติที่สำคัญของชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปโดยเครื่องนี้คือมีพื้นผิวเรียบเนื่องจากเกิดจากการกัดกร่อนโดยประจุไฟฟ้า (Spark Erode) เท่านั้นโดยที่ขั้วไฟฟ้า (Electrode) และชิ้นงานไม่ได้มีการสัมผัสกันโดยตรง เครื่อง EDM ที่พัฒนาขึ้นใช้หลักการสร้างประจุไฟฟ้าจำนวนมากบนแผ่นโลหะและใช้ลวดทังสเตนเป็นขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการเจาะให้เคลื่อนตัวเข้ามาใกล้แผ่นโลหะโดยมีการสร้างความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าและพื้นผิวที่ต้องการเจาะ เมื่อวัตถุทั้งสองเคลื่อนตัวเข้าใกล้กันมากจนถึงระยะหนึ่งจะเกิดการสปาร์คขึ้นและพื้นผิวโลหะก็จะค่อย ๆ ถูกกัดกร่อนออกไป ถ้าหากกระบวนการนี้เกิดขึ้นซ้ำ ๆ พื้นผิวโลหะนั้นก็就会被กัดกร่อนออกไปเป็นรูปทรงเช่นเดียวกับกับขั้วไฟฟ้าที่ใช้ นอกจากคุณภาพของพื้นผิวที่ถูกเจาะแล้วในกรณีนี้ช่องที่ต้องการเจาะควรจะอยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางหน้าเพชรพอดีเพื่อให้เกิดสมมาตรของแรงเสียดทานรอบ ๆ ช่องและทำให้สามารถทนความดันได้สูงขึ้นนั่นเอง การออกแบบระบบนี้จึงต้องคำนึงถึงความสามารถในการวางตำแหน่งของขั้วไฟฟ้างในตำแหน่งที่ต้องการได้อย่างแม่นยำในระดับที่มีความผิดพลาดไม่เกิน 5 ไมโครเมตร



รูปที่ 9 : ภาพแสดงระบบ EDM ที่ออกแบบขึ้น

หลักการที่สำคัญของเครื่องนี้คือการแบ่งชุดควบคุมการเลื่อนตำแหน่งออกเป็นสามชุด โดยชุดแรกเป็นชุดที่ใช้ควบคุมขั้วไฟฟ้าที่ทำหน้าที่เป็นหัวเจาะ โดยสามารถควบคุมได้ในทิศทางแนวตั้งเท่านั้น (แกน z) ชุดที่สองคือชุดที่ใช้ควบคุมตำแหน่งในแนวระนาบ (ระนาบ x-y) โดยชุดควบคุมทั้งสองทั้งชุดนี้ถูกติดตั้งบนรางเลื่อนที่มีความเที่ยงตรงสูงอีกชั้นหนึ่ง สำหรับชุดสุดท้ายใช้ในการควบคุมกล้องจุลทรรศน์ในแนวระนาบ และแกนตั้งเพื่อการปรับระยะโฟกัสด้วย สำหรับการใช้งานเครื่องเจาะนี้สามารถทำได้โดยปฏิบัติตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. วางวัสดุที่ต้องการเจาะบนแท่นตัวอย่างและใส่ของเหลวไดอิเล็กทริกให้ท่วมชิ้นงาน
2. เลื่อนชุดควบคุมที่สอง (ชุดที่ติดตั้งบนรางเลื่อนความเที่ยงตรงสูง) ไปใต้หัวเจาะและเริ่มทำการสปาร์ค 5-6 ครั้งเพื่อระบุตำแหน่งที่หัวเจาะจะสัมผัสกับชิ้นงานและระบายของเหลวไดอิเล็กทริกออก
3. เลื่อนชุดควบคุมที่สองโดยรางเลื่อนความเที่ยงตรงสูงให้ไปอยู่ใต้กล้องจุลทรรศน์โดยห้ามทำการปรับชุดควบคุมตำแหน่งในแนวระนาบ (ระนาบ x-y) เด็ดขาด
4. ใช้ชุดควบคุมที่สาม (ชุดควบคุมกล้อง) ในการปรับตำแหน่งของกล้องจุลทรรศน์ให้จุดกึ่งกลางของมุมมอง (Cross wire) ชอนทับกับรอยเจาะที่ได้ทำการระบุตำแหน่งไว้ในขั้นตอนที่ 2 เพื่อให้กล้องจุลทรรศน์มองไปยังตำแหน่งที่หัวเจาะจะทำการเจาะจริง
5. ใช้ชุดควบคุมที่สอง (ชุดที่ติดตั้งบนรางเลื่อนความเที่ยงตรงสูง) ในการปรับวัตถุที่ต้องการเจาะให้ตำแหน่งที่ต้องการเจาะอยู่บน Cross wire เมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอนนี้จึงแน่ใจได้ว่าตำแหน่งที่ต้องการเจาะจะอยู่ตรงกับตำแหน่งที่หัวเจาะจะทำการเจาะจริง
6. เลื่อนชุดควบคุมที่สองโดยรางเลื่อนความเที่ยงตรงสูงให้ไปอยู่ใต้หัวเจาะและใส่ของเหลวไดอิเล็กทริกให้ท่วมชิ้นงานพร้อมเริ่มทำการเจาะได้โดยการเลื่อนหัวเจาะขึ้นลงตามแนวตั้งเท่านั้น



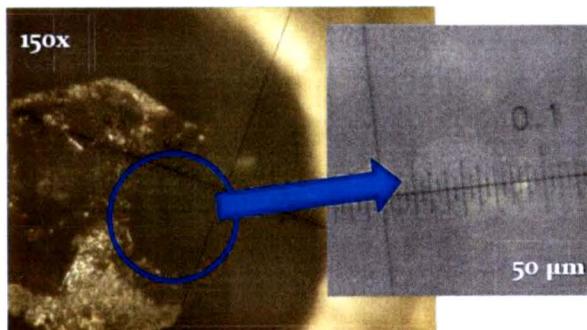
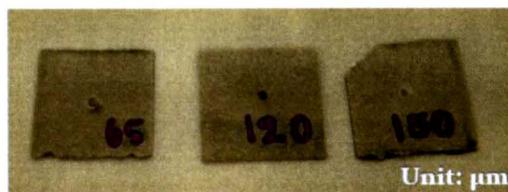
รูปที่ 10 : วงจรควบคุมความต่างศักย์และกระแสที่ในการเจาะ

สำหรับเทคนิคที่ใช้ในการควบคุมขนาดของรูที่ได้จากเครื่องเจาะ Micro-EDM ที่พัฒนาขึ้นนี้ นั้น นอกจากการเปลี่ยนแปลงขนาดของลวดทั้งสแตนที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าที่หัวเจาะแล้ว การเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้าสามารถทำให้ปริมาณการสปาร์คมากหรือน้อยได้ซึ่งส่งผลถึงขนาดและความเรียบของขอบรูที่ได้ด้วย



รูปที่ 11 : เครื่อง Micro-EDM ที่ได้รับการพัฒนาขึ้นใช้งาน

ผลการเจาะของเครื่อง Micro-EDM เป็นที่น่าพอใจมากโดยสามารถทำการเจาะได้อย่างเที่ยงตรงและแม่นยำรวมทั้งได้วงแหวนประเก็นที่มีคุณภาพสูงเหมาะสำหรับการใช้งาน นอกจากนี้แล้วเครื่องมือชุดนี้ยังได้ถูกนำไปสร้างรูเข็ม (Pinhole) สำหรับการใช้งานที่ระบบลำเลียงแสงที่แปดอีกด้วย



From microscope 150x

รูปที่ 12 : แสดงรูเข็มที่เจาะโดยเครื่อง Micro-EDM

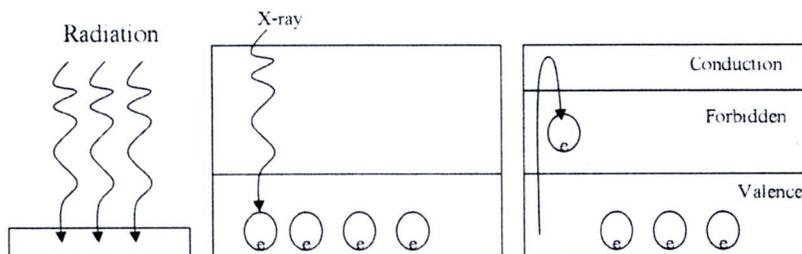
เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบกระจายมุม

ในการใช้งานรังสีเอกซ์เพื่อการศึกษาโครงสร้างของวัสดุนั้น เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบกระจายมุมเป็นเทคนิคที่มีการใช้งานมากที่สุด โดยกล่าวได้ว่ามีการใช้เทคนิคนี้มากกว่า 80% เลยทีเดียว อย่างไรก็ตามการใช้งานเทคนิคนี้ในเครื่องมือวัดที่เรียกว่า X-ray Diffractometer ส่วนมากเป็นแบบการใช้รังสีเอกซ์ในการยิงสะท้อนผิวหน้าของตัวอย่างหรือที่เรียกว่า Bragg-Brentano Geometry ซึ่งมีข้อจำกัดมากในการศึกษาวัสดุภายใต้สภาวะทางอุณหภูมิศาสตร์ต่างๆที่ไม่ใช่สภาวะปกติ ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงจำเป็นต้องพัฒนาระบบการศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบกระจายมุมโดยใช้รังสีเอกซ์แบบส่งผ่าน (Transmission Geometry) หรือที่นิยมเรียกว่า Debye-Scherrer Geometry เพื่อให้สามารถใช้งานร่วมกับ DAC ที่ได้พัฒนาขึ้นแล้วได้อย่างมีประสิทธิภาพ สำหรับอุปกรณ์ตรวจจับ (Detector) ที่เลือกใช้คืออิมเมจเพลตแบบธรรมดาซึ่งจะได้นำเสนอในหัวข้อต่อไป

อิมเมจเพลต

อิมเมจเพลต (Image Plate) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้บันทึกความเข้มของรังสีเอกซ์ซึ่งสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ โดยจะบันทึกข้อมูลเป็นสองมิติ มีสภาพไวสูง และสามารถบันทึกปริมาณรังสีได้ในช่วงกว้าง [13] ทำให้ข้อมูลที่บันทึกจากอิมเมจเพลตมีคุณภาพสูงและเหมาะสมกับการนำไปใช้วิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกของสาร ดังนั้นจึงนิยมใช้อิมเมจเพลตในการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม

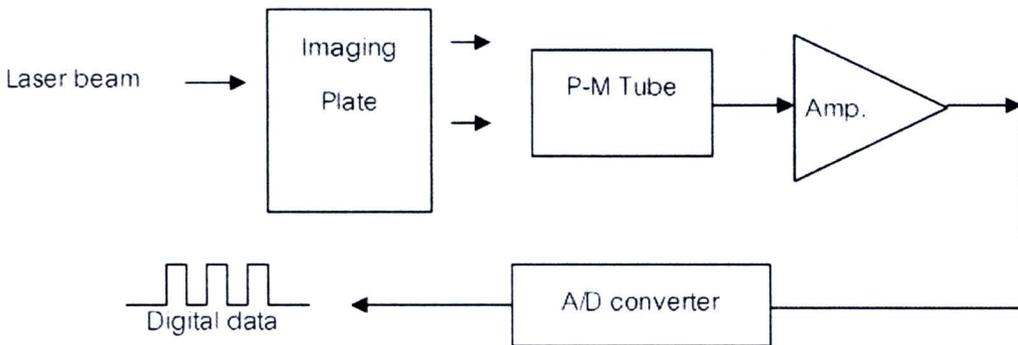
อิมเมจเพลตสร้างจากสารเรืองแสงจำพวก $BaFX:Eu^{+2}$ ($X=Cl, Br$) เคลือบอยู่บนสารโพลิเมอร์ เมื่oringเอกซ์ตกกระทบบนอิมเมจเพลต ผลึกของแบเรียมแฮไลด์ที่ถูกโด๊ป (doped) ด้วยยูโรเบียมจะแตกตัวให้อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนตรงตำแหน่งที่ได้รับรังสีเอกซ์ถูกกระตุ้นให้ข้ามจากแถบเวเลนซ์ (valence band) ขึ้นมาสู่แถบการนำ (conduction band) และถูกดักจับไว้ในแถบต้องห้าม (forbidden band) บริเวณที่เรียกว่า คัลเลอร์เซนเตอร์ (color center) [13] ดังแสดงในภาพด้านล่าง



รูปที่ 13 : รังสีเอกซ์ตกกระทบบนอิมเมจเพลตทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นให้ข้ามจากแถบเวเลนซ์ขึ้นมาสู่แถบการนำ และถูกดักจับไว้ในแถบต้องห้าม [14]

การที่อิเล็กตรอนถูกดักจับไว้ในแถบต้องห้ามนี้ เปรียบเสมือนการเก็บพลังงานไว้จนกว่าจะมีการกระตุ้นให้มีการคายพลังงานออกมาอีกครั้ง โดยที่จำนวนอิเล็กตรอนที่เก็บไว้จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนแต่ละจุด อิมเมจเพลตที่ได้รับรังสีเอกซ์แล้วนี้ จะเกิดการเรืองแสงได้เมื่อนำไปเข้าเครื่องสแกนอิมเมจเพลต (Image Plate Scanner) ที่มีเลเซอร์เป็นตัวกระตุ้นให้อิเล็กตรอนหลุดจากแถบต้องห้ามกลับสู่แถบเวเลนซ์ โดยจะปลดปล่อยพลังงานแสงที่มีความยาวคลื่นประมาณ 400 nm ออกมา โดยที่ความเข้มของแสงในแต่ละตำแหน่งที่ปล่อยออกมา นั้นจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบน [14]

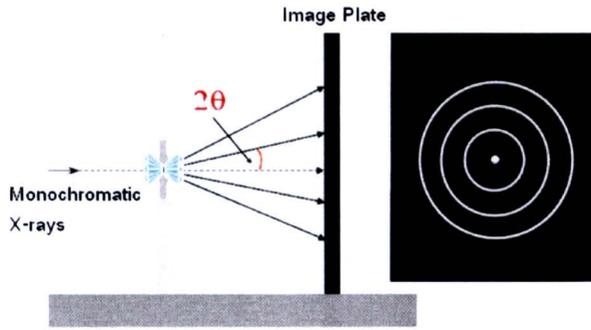
เครื่องสแกนอิมเมจเพลต มีหลักการทำงานเช่นเดียวกับเครื่องสแกนด้วยแสงเลเซอร์ (laser scanner) โดยใช้การกวาดลำแสงเลเซอร์ไปบนอิมเมจเพลตที่ละแถวจากบนลงล่าง ทำให้อิเล็กตรอนหลุดจากแถบต้องห้ามกลับสู่แถบเวเลนซ์แล้วคายพลังงานออกมาในรูปของแสง แสงเหล่านี้จะเข้าสู่หลอดมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) เพื่อเปลี่ยนจากแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้า จากนั้นส่งต่อสัญญาณไปยังภาคขยายสัญญาณอีกครั้ง สัญญาณที่ได้นี้เป็นสัญญาณแอนาล็อกซึ่งจะถูกแปลงเป็นสัญญาณดิจิตอลเพื่อส่งข้อมูลให้เครื่องคอมพิวเตอร์ประมวลผลเป็นภาพดิจิตอลต่อไป [14] ดังแสดงในรูปที่ 14



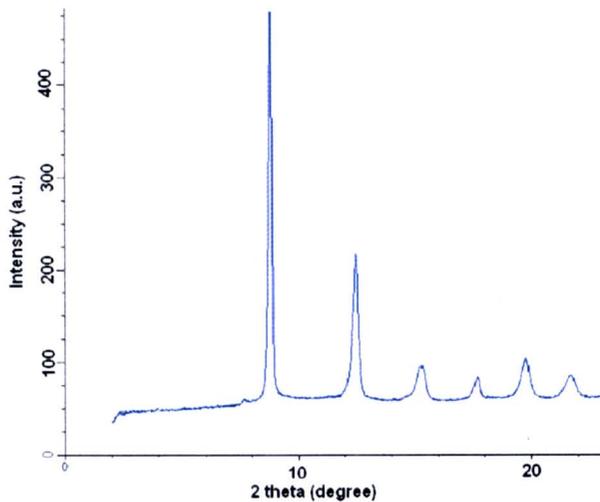
รูปที่ 14 : แผนผังการทำงานของเครื่องสแกนอิมเมจเพลต [14]

อิมเมจเพลตสามารถนำมาใช้บันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุมภายใต้ความดันสูงได้ โดยมีลักษณะการติดตั้งอุปกรณ์ดังแสดงในรูปที่ 15 และสามารถประมวลผลข้อมูลจากอิมเมจเพลตให้อยู่ในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมของแบร์ริกก็ได้ ดังแสดงในรูปที่ 16





รูปที่ 15 : การจัดวางอิมเมจเพลตเพื่อใช้บันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุมภายใต้ความดันสูง ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนจะมีลักษณะเป็นวงกลม เนื่องจากผลึกมีการเรียงตัวแบบสุ่ม [15]



รูปที่ 16 : ผลที่ได้จากการประมวลผลข้อมูลจากอิมเมจเพลตซึ่งอยู่ในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมของแบร์ริก

อย่างไรก็ตามการนำข้อมูลจากอิมเมจเพลตมาใช้จำเป็นต้องคำนึงถึงปัจจัยที่สำคัญหลายประการเนื่องจากอิมเมจเพลตที่ต้องการนำมาพัฒนานี้เป็นอิมเมจเพลตที่ออกแบบมาเพื่อใช้งานด้าน Radiography ความแม่นยำในการอ่านตำแหน่งจึงไม่ได้รับการสนใจมากนักในกระบวนการอ่านเพลต ดังนั้นในหัวข้อต่อไปจะเป็นการนำเสนอเทคนิคที่ได้พัฒนาขึ้นเพื่อให้ตำแหน่งและระยะทางที่อ่านได้จากอิมเมจเพลตมีค่าความผิดพลาดน้อยที่สุด โดยการประยุกต์ใช้เทคนิคนี้ทดแทนอิมเมจเพลตที่ออกแบบมาเพื่องานศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นั้นสามารถประหยัดงบประมาณได้มากกว่าสิบล้านบาทเมื่อเปรียบเทียบกับราคาตลาดในปัจจุบัน

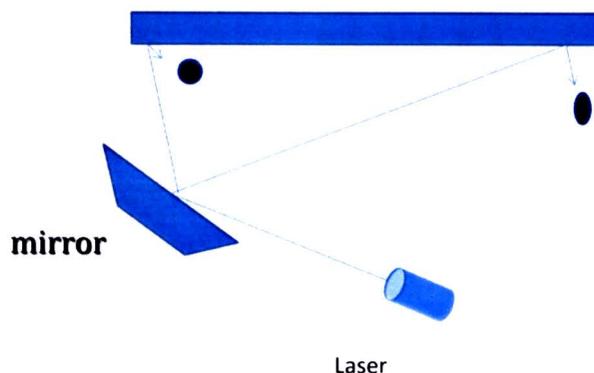
การปรับเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด

ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการอ่านภาพจากเครื่องอ่านอิมเมจเพลต เป็นปัญหาสำคัญประการหนึ่งซึ่งทำให้ข้อมูลที่ได้จากการอ่านอิมเมจเพลตมีลักษณะผิดเพี้ยนไป ส่งผลให้ข้อมูลที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกมีความผิดเพี้ยนตามไปด้วย การปรับแต่งเครื่องอ่านอิมเมจเพลตจึงมีความสำคัญมาก โดยทั่วไปแล้วปัญหาความผิดเพี้ยนจากการอ่านข้อมูลบนอิมเมจเพลตเกิดขึ้นเนื่องจาก 2 องค์ประกอบสำคัญ

- 1) ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ของเครื่องอ่านอิมเมจเพลตมีลักษณะไม่เป็นเส้นตรง
- 2) ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากลำแสงเลเซอร์ที่ทำการยิงเพื่ออ่านอิมเมจเพลตมีลักษณะผิดเพี้ยน

ความคลาดเคลื่อนเนื่องจากการตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ดังกล่าวสามารถแก้ปัญหาได้โดย ฉายคลื่นรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะสม่ำเสมอลงบนอิมเมจเพลต จากนั้นนำอิมเมจเพลตไปอ่านข้อมูลด้วยเครื่องอ่านอิมเมจ-เพลต เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ฉายลงบนอิมเมจเพลตมีลักษณะสม่ำเสมอ ดังนั้นทำให้เราทราบได้ว่าตำแหน่งใดบนอิมเมจเพลตที่มีลักษณะการอ่านค่าความเข้มเพิ่มขึ้นจากปกติซึ่งขั้นตอนนี้ทำโดยช่างเทคนิคในขั้นตอนการติดตั้งเท่านั้นและเนื่องจากความเพี้ยนนี้เกิดจากสมบัติของเส้นใยนำแสงภายในดังนั้นจึงไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนักตลอดอายุการใช้งานของเครื่องมือ

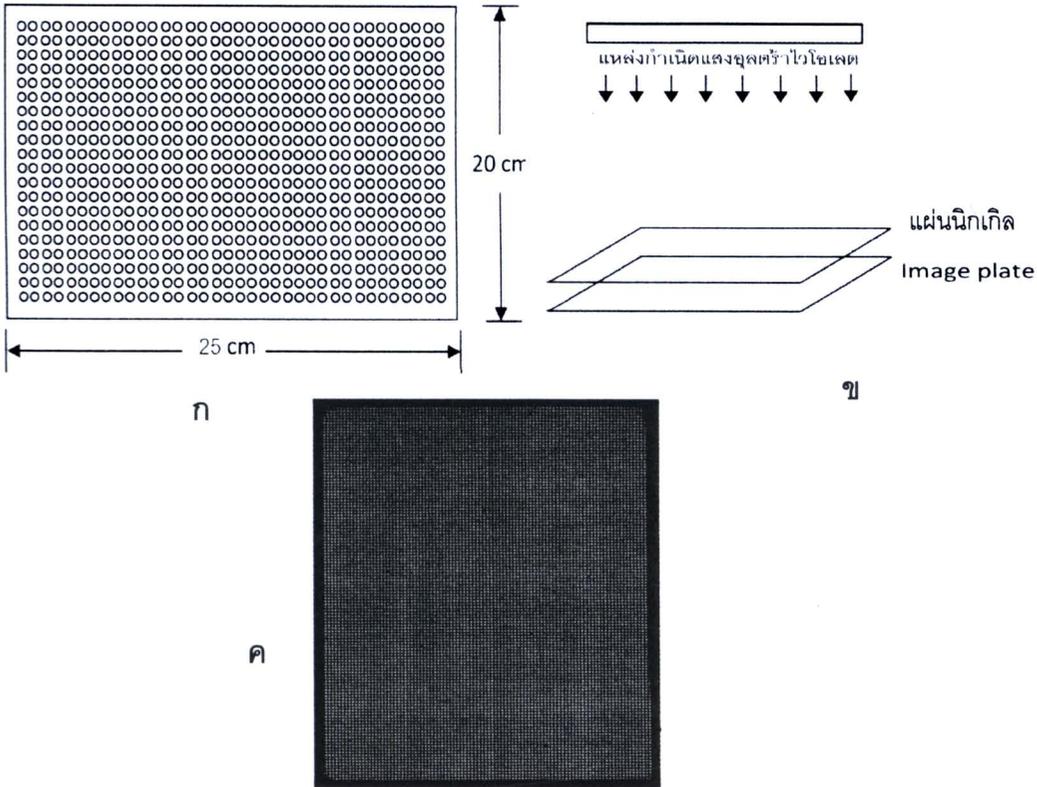
ในงานวิจัยครั้งนี้จะมุ่งเน้นไปที่การแก้ปัญหาความคลาดเคลื่อนของเครื่องอ่านอิมเมจเพลตแบบที่สองกล่าวคือ ในตัวเครื่องอ่านอิมเมจเพลตตรงส่วนที่ยิงเลเซอร์เพื่อทำการกระตุ้นอิเล็กตรอน ในสภาวะคัลเลอร์ เซนเตอร์ เพื่อให้อิเล็กตรอนกลับสู่ภาวะปกติและวัดปริมาณคลื่นรังสีเอกซ์ที่แผ่ออกมานั้นจะอยู่หนึ่ง ลำเลเซอร์จะเคลื่อนไปบนอิมเมจเพลตโดยใช้กระจกที่มีมอเตอร์เป็นตัวควบคุมแล้วทำการสะท้อนแสงเลเซอร์ลงบนอิมเมจเพลตดังรูปที่ 17



รูปที่ 17 : แสดงจุดของเลเซอร์ในแต่ละตำแหน่งบนอิมเมจเพลต

เนื่องจากอิมเมจเพลตมีลักษณะแบน และแหล่งกำเนิดเลเซอร์อยู่หนึ่ง เมื่อเลเซอร์ทำการกวาดภาพลงบนอิมเมจเพลตนั้น แต่ละตำแหน่งจะมีลักษณะของจุดเพี้ยนไปจากแหล่งกำเนิดที่เป็นวงกลม สาเหตุอีกประการหนึ่งเกิดขึ้นเนื่องจาก อัตราเร็วเชิงมุมของกระจกที่ทำการสะท้อนแสงเลเซอร์ลงบนอิมเมจเพลตมีค่าคงที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของอัตราเร็วในการสแกนของเลเซอร์มีค่าแปรปรวน สาเหตุทั้งสองประการนี้ส่งผลให้ขนาดและการแบ่งแยกของแต่ละพิกเซลมีค่าไม่แน่นอน

เนื่องจากข้อมูลเกี่ยวกับตำแหน่งไม่ได้ถูกเก็บค่าไว้ในไฟล์ภาพที่ได้จากเครื่องอ่าน โดยเครื่องอ่านจะบันทึกเฉพาะค่าความเข้มแสงของแต่ละพิกเซลเท่านั้นไม่ได้ระบุตำแหน่งของแต่ละจุดบนอิมเมจเพลตในรูปของพิกเซลจริงๆ นอกจากนี้ระยะห่างระหว่างพิกเซลก็ไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่จะต้องทำให้ตำแหน่งของพิกเซลมีค่ามาตรฐานเพื่อการอ่านข้อมูลจากอิมเมจเพลตจะได้ไม่ผิดพลาด โดยวิธีการดังกล่าวสามารถทำได้โดยวิธีการที่เรียกว่าการเทียบมาตรฐานโดยใช้กริด (Grid calibration)[16] ซึ่งทำได้โดยการวางแผ่นตะแกรงนิกเกิลบางลงบนแผ่นอิมเมจเพลต แล้วฉายรังสีอุลตราไวโอเล็ต ให้มีลักษณะขนานไปกับแนวรูของแผ่นนิกเกิล หรือตั้งฉากกับอิมเมจเพลตดังแสดงในรูปที่ 18 โดยพยายามให้รังสีตกกระทบบนอิมเมจเพลตอย่างสม่ำเสมอและทั่วถึง ขนาดของรูบนแผ่น นิกเกิลมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง $200 \mu\text{m}$ และอยู่ห่างกัน 1.997 mm รังสีบางส่วนจะถูกดูดกลืนโดยนิกเกิล และส่วนที่เหลือจะผ่านรูบนตะแกรงทำให้เกิดภาพของจุดที่เป็นระเบียบบนอิมเมจเพลตดังแสดงในรูปที่ 18 (ค) โดยเทคนิคนี้มีข้อเสียคือการวางแผ่นตะแกรงกริดให้เรียบเสมอกับอิมเมจเพลตนั้นยากมากที่จะทำได้สมบูรณ์แบบ ทำให้เสียเวลาในการวางแผ่นกริดและถึงแม้จะวางได้ก็ไม่สมบูรณ์นัก ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงได้พัฒนาเทคนิค Antigrid เพื่อให้สามารถทำการเปรียบเทียบได้โดยการใช้แผ่นกริดในขั้นตอนการสแกนแทนดังจะได้นำเสนอขั้นตอนต่อไปโดยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นนี้มีข้อจำกัดคือสามารถใช้ได้กับ เครื่องสแกนรุ่น Storm 820 เท่านั้น



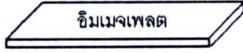
รูปที่ 18 : (ก)แสดงภาพจำลองของแผ่นนิกเกิล (ข) แสดงภาพการฉายรังสีผ่านแผ่นนิกเกิลเพื่อทำให้เกิดภาพจุดสม่ำเสมอ (ค) แสดงภาพจุดบนอิมเมจเพลตที่เกิดจากการฉายรังสีผ่านแผ่นนิกเกิล

การอ่านข้อมูลที่บันทึกจากอิมเมจเพลตในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Storm 820 และ Phosphor Imager 445SI เป็นเครื่องอ่านอิมเมจเพลต ซึ่งใช้เลเซอร์ไดโอดที่มีความยาวคลื่น 635 nm เป็นตัวกระตุ้นอิเล็กตรอนในสภาวะคัลเลอร์เซนต์อร์กลีบสู่สถานะปกติ การทำงานของเครื่อง Storm 820 และ Phosphor Imager 445SI จะถูกควบคุมด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยใช้โปรแกรม Scanner Control ในการกำหนดขนาดของพิกเซลและพื้นที่บนอิมเมจเพลตที่ต้องการอ่าน เมื่อเครื่องทำการอ่านข้อมูลบนอิมเมจเพลต เลเซอร์จะเลื่อนไปบนอิมเมจเพลตที่ละแถวจากบนลงล่าง ด้วยอัตราเร็วคงที่จนครบตามพื้นที่ที่กำหนด โดยไฟล์ภาพที่ได้จากเครื่องอ่านอิมเมจเพลตนั้น จะปรากฏเฉพาะค่าความเข้มแสงของแต่ละพิกเซลเท่านั้น ไม่ได้ระบุตำแหน่งของแต่ละจุดบนอิมเมจเพลตด้วย ดังนั้นจึงมีความจำเป็นต้องทำให้ตำแหน่งของพิกเซลเป็นค่ามาตรฐาน กล่าวคือ สามารถระบุตำแหน่งของแต่ละจุดบนอิมเมจเพลตได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ โดยใช้วิธีการที่เรียกว่า การปรับเทียบมาตรฐานโดยใช้ส่วนกลับของกริด (Antigrd calibration) [16] ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) ฉายรังสีอัลตราไวโอเลตตกกระทบบนอิมเมจเพลตซึ่งวางอยู่บนพื้นราบ โดยพยายามให้รังสีตกกระทบบนอิมเมจเพลตอย่างสม่ำเสมอในที่นี้อิมเมจเพลตจะบันทึกรังสีที่ตกกระทบบนไว้
- 2) นำแผ่นนิกเกิลซึ่งเจาะรูไว้อย่างเป็นระเบียบ (แต่ละรูมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 200 μm และอยู่ห่างกัน 1.997 mm) วางบนเครื่องสแกนและวางอิมเมจเพลตทับบนแผ่นนิกเกิล เนื่องจากอิมเมจเพลตมีน้ำหนักค่อนข้างมากจึงทำให้แผ่นนิกเกิลราบเรียบ
- 3) ใช้โปรแกรม Scanner Control สแกนภาพอิมเมจเพลตโดยกำหนดขนาดของพิกเซลเป็น 100 μm และกำหนดพื้นที่สแกนเป็นพื้นที่ทั้งหมดบนอิมเมจเพลต ภาพที่ได้สามารถอ่านได้ด้วยโปรแกรม EDIPUS [16] หรือ FIT2D [17] ซึ่งจะมีลักษณะเป็นจุดที่ชัดเจนและสม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 19 (ค) ทั้งสองโปรแกรมนี้อาศัยการทำงานคล้ายคลึงกันคือสามารถอ่านไฟล์ภาพแบบพิกเซลได้และสามารถทำการอินทิเกรตความเข้มได้เหมือนกัน โดยโปรแกรมทั้งสองนี้สามารถขอใช้ได้ฟรีและมีกลุ่มผู้ใช้งานมากในงานด้านนี้อยู่แล้วทำให้คณะผู้วิจัยไม่ต้องพัฒนาโปรแกรมเพื่อทำงานนี้อีก
- 4) ใช้โปรแกรม grid [16] คำนวณหาตำแหน่งของพิกเซลที่ถูกต้องโดยการพิดกับระยะห่างระหว่างจุดกริด โดยที่แต่ละจุดกริดจะอยู่ห่างกันเป็นระยะทาง 1.997 mm ผลที่ได้ดังปรากฏในรูปที่ 20 ซึ่งพบว่า ไม่มีตำแหน่งของพิกเซลใดเลยที่คลาดเคลื่อนมากกว่า 100 μm หรือ 1 พิกเซล แสดงว่าการปรับเทียบมาตรฐานโดยใช้กริดนี้ สามารถระบุตำแหน่งได้เป็นอย่างดี โดยผลที่ได้จากการปรับเทียบมาตรฐานนี้จะบันทึกเป็นไฟล์ที่ชื่อ position.cal สำหรับใช้ร่วมกับโปรแกรม EDIPUS ในการระบุตำแหน่งของพิกเซลบนอิมเมจเพลตต่อไป

โปรแกรม Grid นี้ทำการอ่านตำแหน่งที่มีความเข้มสูงที่สุดบนภาพอิมเมจเพลตที่สแกนได้ และทำการคำนวณหาตำแหน่งศูนย์กลางของจุดที่มีความเข้มสูงที่สุดถัดไปรอบๆ โดยการอ้างอิงจากค่าระยะทางและขนาดของแผ่นกริดที่เจาะไว้อย่างแม่นยำ หลังจากนั้นจึงทำการเปรียบเทียบเพื่อหาระยะที่ผิดเพี้ยนไปและเลือกจุดที่ยังมีความน่าเชื่อถือได้เพื่อใช้ในการรวมความเข้มของข้อมูลให้เป็นแบบหนึ่งมิติต่อไป ภาพแสดงผลของการทำ antigrid แสดงในรูปที่ 20 เนื่องจากการทำการปรับเทียบนี้อาจจำเป็นต้องทำเพียงครั้งเดียวในรอบ 2-3 ปี หรือเมื่อมีการเคลื่อนย้ายเครื่องมือ ดังนั้นในส่วนของผู้ใช้จึงไม่จำเป็นต้องสามารถใช้งานโปรแกรมที่เกี่ยวข้อง การพัฒนาจึงไม่มุ่งเน้นที่ ต้องอำนวยความสะดวกผู้ใช้โดยยังเป็นการสั่งงานโปรแกรมแบบ command line อยู่





(ก)

(ข)



(ค)

รูปที่ 19 : (ก) การฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ตบนอิมเมจเพลต (ข) ลักษณะของแผ่นนิกเกิล (ค) จุดกริดบนอิมเมจเพลตจากการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ตแล้ววางบนแผ่นนิกเกิล

```

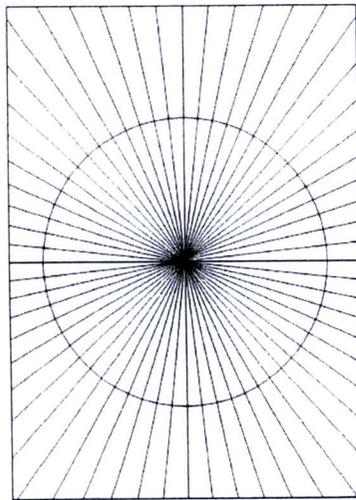
Fitting 11775 grid points
The plate offset has been added to the following X & Y
Pixel range in X : 146.97 2068.65
Pixel range in Y : 282.41 2702.94
Parameters for "position" will be written to "grid.par"
Fitting X values of grid points
RMS deviation = 14.22um          Max. deviation = 82.81um
Fitting Y values of grid points
RMS deviation = 11.66um          Max. deviation = 44.56um
Statistics for least-squares fit to grid points
11775 grid points more than 0 um from fitted position
8217 grid points more than 10 um from fitted position
3064 grid points more than 20 um from fitted position
45 grid points more than 50 um from fitted position
0 grid points more than 100 um from fitted position
0 grid points more than 200 um from fitted position
0 grid points more than 500 um from fitted position
0 grid points more than 1000 um from fitted position
  
```

รูปที่ 20 : ผลจากการคำนวณตำแหน่งของพิกเซลด้วยโปรแกรม antigrid

การแปลงข้อมูลจากอิมเมจเพลตให้เป็นข้อมูลหนึ่งมิติ

ข้อมูลที่ได้จากอิมเมจเพลตนั้นมีลักษณะเป็นข้อมูลสองมิติ แต่ในการหาโครงสร้างนั้นมีความจำเป็นต้องใช้ข้อมูลที่เป็นหนึ่งมิติ ดังนั้นจึงต้องทำการแปลงข้อมูลจากสองมิติให้เป็นหนึ่งมิติ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้โปรแกรม EDIPUS [16]

โดยปกติแล้ว อิมเมจเพลตไม่ได้วางตั้งฉากกับลำของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบอย่างแท้จริง ทำให้วงแหวนเดอริบาย เซอเรอร์ (Debye Scherrer ring) ที่ปรากฏบนอิมเมจเพลตมีลักษณะเป็นวงรี แทนที่จะเป็นวงกลม ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนไม่ถูกต้องตามความเป็นจริง สำหรับงานวิจัยนี้จะใช้โปรแกรม EDIPUS ในการปรับแต่งมุมเอียงของอิมเมจเพลต โดยการแบ่งข้อมูล (sector data) จากอิมเมจเพลตออกเป็น 60 ส่วน รอบจุดศูนย์กลาง ดังแสดงในภาพด้านล่าง



รูปที่ 21 : การแบ่งข้อมูลจากอิมเมจเพลตออกเป็น 60 ส่วน เพื่อแปลงข้อมูลให้เป็นหนึ่งมิติ

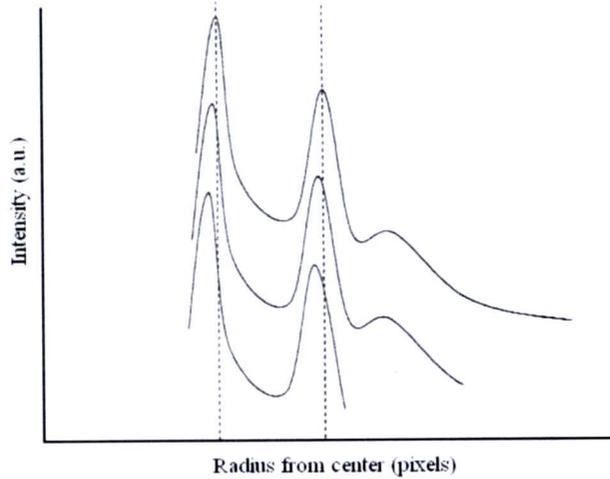
โดยปกติแล้วจุดศูนย์กลางดังกล่าวจะเป็นตำแหน่งกลางของลำรังสีเอกซ์ที่มาตกกระทบกับอิมเมจเพลตนั่นเอง ผลจากการแบ่งข้อมูลออกเป็น 60 ส่วน จะได้ข้อมูลที่มีลักษณะ 60 แบบในหนึ่งมิติ ถ้าอิมเมจเพลตไม่ได้ตั้งฉากกับลำของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ จะทำให้แถบการเลี้ยวเบนของข้อมูลทั้ง 60 แบบ ไม่อยู่ในตำแหน่งเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 22 จึงต้องทำการเฉลี่ยตำแหน่งของแถบการเลี้ยวเบนจากข้อมูลทั้ง 60 แบบ โดยการปรับมุมเอียงของอิมเมจเพลตจนกระทั่งได้คู่ของข้อมูลที่มีระยะทางจากตำแหน่งกลางของลำรังสีเอกซ์ตรงกัน ดังแสดงในรูปที่ 23ซึ่งสามารถหามุมเอียงของอิมเมจเพลตในแต่ละส่วนได้จากสมการ

$$R' = R_{\max} \cos \phi$$

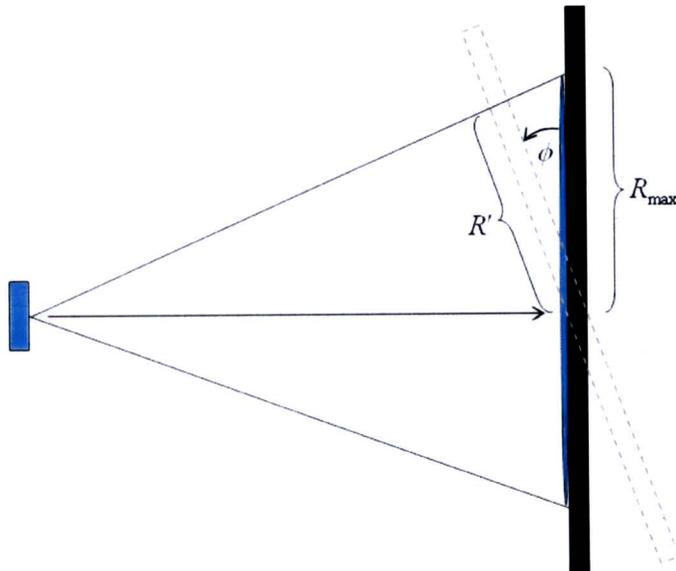
(3.2)

- โดยที่ R' คือ ค่าของข้อมูลที่ตำแหน่งนั้น
 R_{\max} คือ ค่าของข้อมูลที่มีค่ามากที่สุด
 ϕ คือ มุมเอียงของอิมเมจเพลต

เมื่อได้ค่ามุมเอียงของอิมเมจเพลตแต่ละส่วนแล้ว จะสามารถปรับแก้ข้อมูลแต่ละส่วนได้ ทำให้ได้ข้อมูลตำแหน่งที่ถูกต้อง สำหรับค่าความเข้มที่ระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีนั้น ได้จากการนำค่าความเข้มที่รัศมีเดียวกันมาเฉลี่ยกัน ผลจากการปรับแก้มุมเอียงนี้ จะได้ข้อมูลในหนึ่งมิติที่แสดงถึงความเข้มของแต่ละพิกเซลตามแนวรัศมี



รูปที่ 22 : กราฟระหว่างความเข้มและระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมี ซึ่งได้จากการรวมข้อมูลแต่ละส่วนบนอิมเมจเพลตในลักษณะหนึ่งมิติ

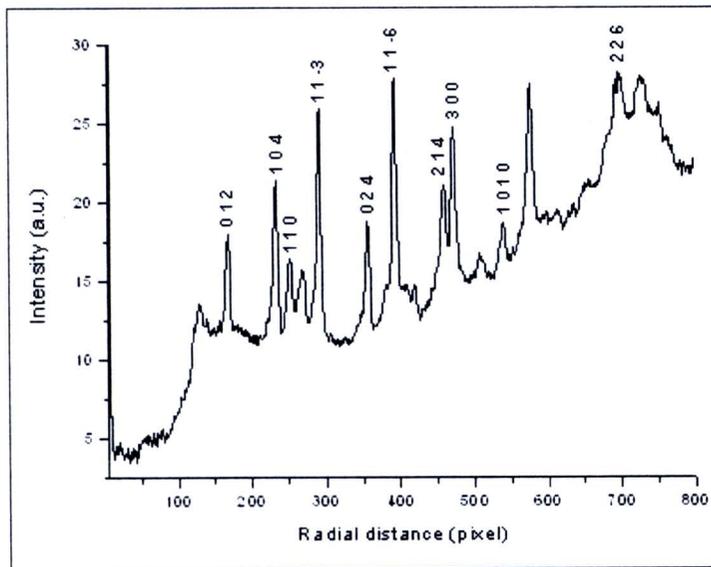


รูปที่ 23 : การปรับแต่งมุมเอียงของอิมเมจเพลตซึ่งไม่ได้ตั้งฉากกับรังสีเอกซ์ที่มาจากกระบอก

การเปรียบเทียบข้อมูลมาตรฐาน

ข้อมูลได้จากโปรแกรม EDIPUS นั้น เป็นข้อมูลหนึ่งมิติ ซึ่งอยู่ในรูปของความเข้มกับระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีซึ่งยังอยู่ในหน่วยของระยะทางซึ่งเป็นจำนวนพิกเซล ดังนั้นจึงมีความจำเป็นต้องแปลงข้อมูลดังกล่าวให้อยู่ในรูปของความเข้มกับมุม 2θ เพื่อนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกต่อไป

ในการแปลงข้อมูลในรูปของความเข้มกับระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีไปเป็นความเข้มกับมุม 2θ นั้น จะต้องรู้ว่ามุม 2θ มีความสัมพันธ์กับระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีอย่างไร ซึ่งจะได้จากการเปรียบเทียบข้อมูลมาตรฐาน (Data calibration) ในงานวิจัยนี้จะใช้ผงผลึกของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) เป็นสารมาตรฐาน ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบไตรโกนัล มีหมู่สมมาตรเป็น $R\bar{3}c$ และมีค่าคงที่แลตทิซ $a = b = 4.763 \text{ \AA}$ และ $c = 13.000 \text{ \AA}$ โดยทำการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของ Al_2O_3 ภายใต้ความดันบรรยากาศและอุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลาประมาณ 3 วัน โดยกำหนดระยะทางระหว่างสารมาตรฐานกับอิมเมจเพลตเท่ากับ 81 mm ผลปรากฏว่าได้ข้อมูลในรูปแบบของความเข้มกับระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมี ดังแสดงในภาพด้านล่างนี้



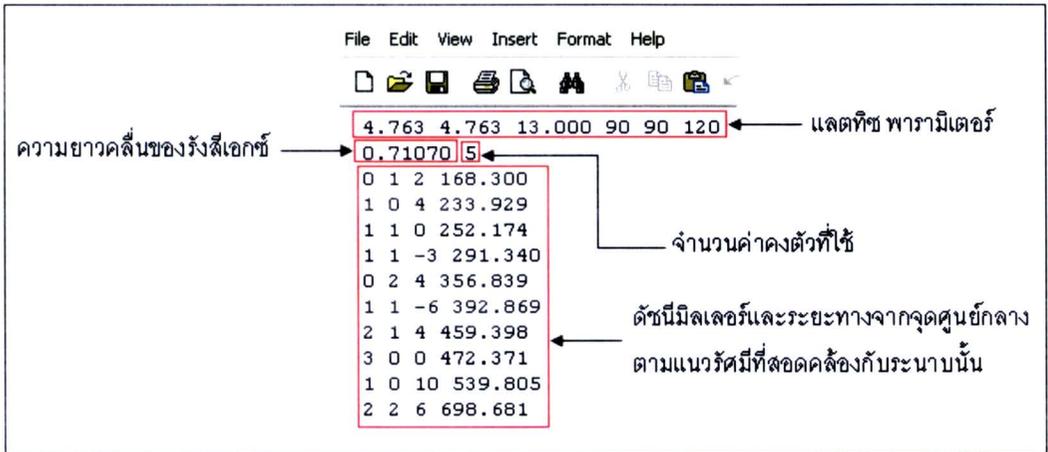
รูปที่ 24 : ข้อมูลระหว่างความเข้มกับระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีของสารมาตรฐาน (Al_2O_3) พร้อมทั้งระบุดัชนีมิลเลอร์

จากข้อมูลสามารถหาค่าตำแหน่งของแถบการเลี้ยวเบนได้โดยการฟิตฟังก์ชัน Pseudo-Voigt [18] ซึ่งตำแหน่งของแต่ละพีคที่ได้นี้เป็นระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีของวงแหวนเดอริบาย เซอเรอร์แต่ละวง สำหรับค่ามุม 2θ ของแต่ละพีคที่ได้จากการทดลองนั้น สามารถคำนวณหาได้จากสมการ

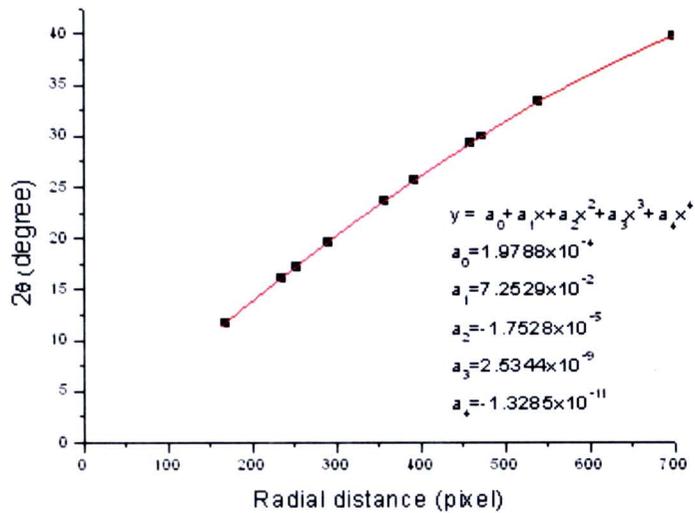
$$\theta = \sin^{-1} \left[\frac{\lambda}{2} \sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}} \right]$$



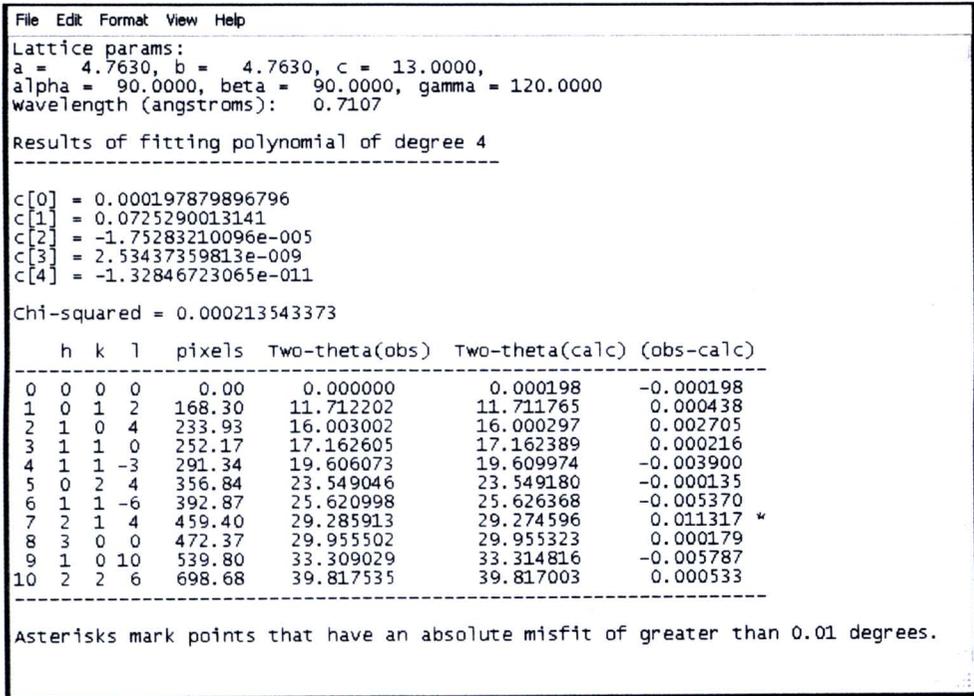
โดยที่ระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีและค่ามุม 2θ ที่ได้นี้ สามารถหาความสัมพันธ์ได้โดยการปัดข้อมูลด้วยฟังก์ชันพหุนามดีกรี 3 หรือ 4 ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้โปรแกรมที่ชื่อว่า Calib ซึ่งพัฒนาขึ้นเองเพื่อแปลงระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีไปเป็นค่ามุม 2θ ตามวิธีการดังกล่าวแล้ว สำหรับการใช้งานโปรแกรม Calib นั้น จะต้องใส่ข้อมูล แลตทิซ พารามิเตอร์ ความยาวคลื่น จำนวนค่าคงตัวที่ใช้ในการปัดข้อมูล ดัชนีมีลเลอร์และระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีในหน่วยพิกเซลที่สอดคล้องกับระนาบนั้น ดังแสดงในรูปที่ 25 จากการประมวลผลด้วยโปรแกรม Calib สามารถเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีและค่ามุม 2θ ได้ดังแสดงในรูปที่ 25 และผลของการแปลงข้อมูลแสดงดังรูปที่ 27



รูปที่ 25 : หน้าต่างของข้อมูลที่ใช้กับโปรแกรม Calib ในการแปลงระยะทางไปเป็นค่ามุม 2θ

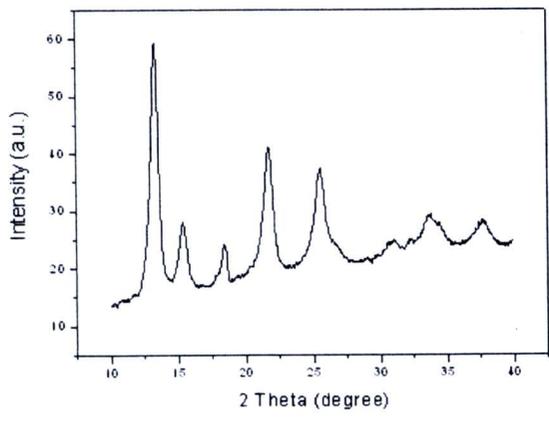


รูปที่ 26 : ความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางจากจุดศูนย์กลางตามแนวรัศมีและค่ามุม 2θ



รูปที่ 27 : ผลที่ได้จากการประมวลผลด้วยโปรแกรม Calib โดยที่เครื่องหมาย * แสดงถึง พีคที่มีผลต่างมากกว่า 0.01 องศา

จากรูปที่ 27 จะเห็นได้ว่า ค่ามุม 2θ จากการทดลองคลาดเคลื่อนไปจากค่าที่คำนวณจากทฤษฎีมากที่สุดเท่ากับ 0.011317° โดยทั่วไปแล้วถ้าค่ามุมที่ได้จากการทดลองมีค่าประมาณ 0.01° จัดว่ามีการแยกชัด (resolution) ที่ดี ดังนั้นผลที่ได้จากการปรับเทียบมาตรฐานในงานวิจัยนี้ถือได้ว่ามีความแม่นยำค่อนข้างสูงโดยผลของการปรับเทียบมาตรฐานนี้จะได้ข้อมูลในรูปของความเข้มและค่ามุม 2θ ดังตัวอย่างที่แสดงไว้ในรูปที่ 28 ซึ่งจะนำไปใช้ในการหาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างต่อไป



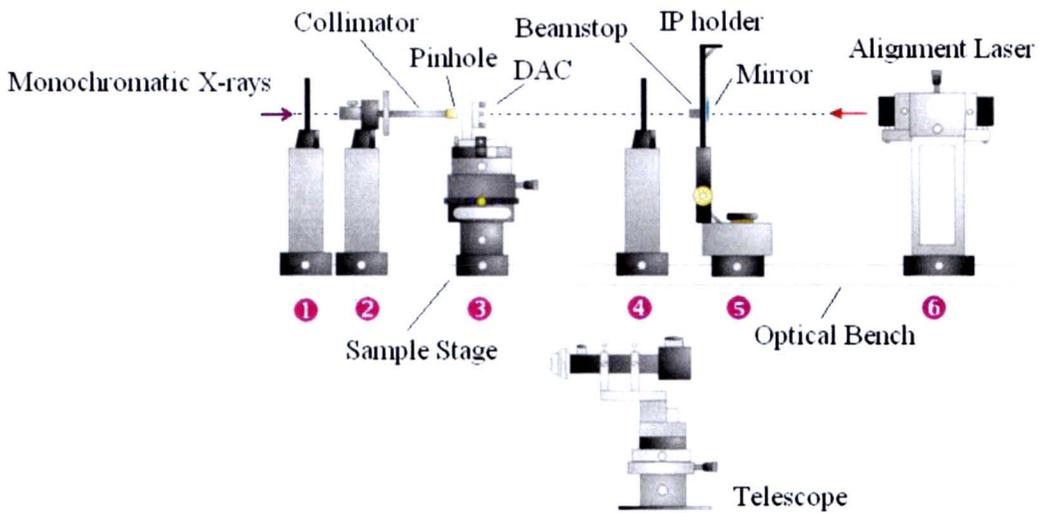
รูปที่ 28 : รูปแบบการเลี้ยวเบนของ CeO_2 ภายใต้ความดัน 8.6 GPa และอุณหภูมิห้องซึ่งได้จากการปรับเทียบข้อมูลกับสารมาตรฐาน Al_2O_3

ระบบการวัดแถบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากผลึกผง

นอกจากอิมเมจเพลตที่ถือว่าเป็นหัวใจสำคัญของระบบการทดลองที่พัฒนาขึ้นแล้วนั้น สิ่งที่ขาดไม่ได้คือชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการวางตัวอย่างและสามารถทำให้รังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบนจากตัวอย่างตกกระทบไปยังอิมเมจเพลตได้ เนื่องจากตัวอย่างที่ใช้มีขนาดเล็กมากรวมทั้งขนาดของลำรังสีเอกซ์ก็มีขนาดไม่ใหญ่กว่าตัวอย่างมากนักเมื่อผ่านรูเข็มขนาด 100 ไมโครเมตร ดังนั้นอุปกรณ์ชุดดังกล่าวจึงจำเป็นต้องมีความละเอียดสูงมากคณะผู้วิจัยจึงได้พัฒนาอุปกรณ์ขึ้นโดยเทคนิคที่ใช้นี้ได้รับการพัฒนาจากต้นแบบโดยกลุ่มวิจัยจาก University of Edinburgh [19] ซึ่งหัวหน้าโครงการวิจัยมีส่วนร่วมในการออกแบบและจัดสร้างอย่างใกล้ชิดระหว่างศึกษาอยู่ในระดับปริญญาเอก โดยการจัดวางตัวอย่างใช้วิธีการทางแสงเพื่อช่วยให้สามารถจัดวางตัวอย่างบนรังสีเอกซ์ได้อย่างแม่นยำและไม่มีการปนเปื้อนของแถบการเลี้ยวเบนจากส่วนอื่นๆที่ไม่ต้องการในแถบการเลี้ยวเบนที่ดูกันทันที โดยเทคนิคนี้ได้รับการพัฒนาเพิ่มเติมให้การทดลองสามารถทำได้อย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง การจัดวางตัวอย่างนี้DACจะถูกติดตั้งบนฐานที่จัดทำขึ้นพิเศษโดยฐานนี้สามารถเลื่อนตำแหน่งได้ทั้งสามแกน กล้องโทรทรรศน์จะถูกนำไปใช้ในการโฟกัสบนตัวอย่างหลังจากนั้นDACก็จะถูกแทนที่ด้วยกระดาษไวแสงซึ่งติดตั้งบนฐานอีกอันที่สามารถปรับตำแหน่งได้เช่นกันทำให้การปรับโฟกัสสามารถทำได้โดยไม่ต้องมีการปรับตำแหน่งกล้องโทรทรรศน์ หลังจากนั้นกระดาษไวแสงนี้ก็จะถูกยิงโดยรังสีเอกซ์เป็นเวลา 5 นาทีทำให้เห็นจุดสีเข้มที่เกิดจากรังสีเอกซ์ กล้องโทรทรรศน์ก็จะถูกปรับให้ตำแหน่งกึ่งกลางอยู่ที่จุดนี้ ดังนั้นกล้องก็จะอยู่ในตำแหน่งของรังสีเอกซ์ จากนั้นกระดาษไวแสงก็จะถูกนำออกไปและDACก็จะถูกนำกลับเข้ามาวางยังตำแหน่งเดิม โดยในครั้งนี้ฐานของDACจะทำหน้าที่ปรับเปลี่ยนตำแหน่งให้อยู่ที่กึ่งกลางของกล้องอีกครั้ง เพียงเท่านี้ตัวอย่างก็จะถูกจัดวางในตำแหน่งของรังสีเอกซ์อย่างแม่นยำ โดยกล้องโทรทรรศน์นี้จะถูกนำออกไปจากรางแสงระหว่างที่มีการทดลอง

วิธีการปรับแนวการวางอุปกรณ์

ในการทดลองนั้น มีความจำเป็นต้องจัดให้รังสีเอกซ์ตกกระทบกับสารตัวอย่างที่บรรจุอยู่ในDACในแนวตั้งฉากกับระนาบของแผ่นโลหะ และแนวของรังสีเอกซ์ก็ต้องตั้งฉากกับระนาบของอิมเมจเพลตด้วย เพื่อให้ได้แถบการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นเป็นวงกลมโดยสมบูรณ์ ดังนั้นการจัดแนววางอุปกรณ์ให้ตรงและตั้งฉากกับแนวที่รังสีเอกซ์ผ่านจึงมีความสำคัญมาก รูปที่ 29 แสดงแผนภาพการจัดวางอุปกรณ์ทั้งหมดบนรางแสง



รูปที่ 29 : แผนภาพการจัดวางอุปกรณ์สำหรับการปรับแนวอุปกรณ์

เทคนิคการใช้แสงเลเซอร์ช่วยในการจัดวางอุปกรณ์สามารถช่วยให้การทดลองดำเนินไปได้
อย่างรวดเร็วและต่อเนื่องโดยมีรายละเอียดขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1) ฉายรังสีเอกซ์ตกกระทบบนกระจกเว้าแสงในตำแหน่งที่ 4
- 2) ฉายรังสีเอกซ์ตกกระทบบนกระจกเว้าแสงในตำแหน่งที่ 1
- 3) ใช้เข็มขนาดเล็กเจาะรูบนกระจกเว้าแสงตรงตำแหน่งกลางของรอยดำ ณ ตำแหน่งที่ 1 และ 4 ตามลำดับ ซึ่งรูบนกระจกที่เจาะนี้จะเป็นตัวแทนของตำแหน่งที่ลำของรังสีเอกซ์ผ่าน
- 4) นำเลเซอร์มาติดตั้ง ณ ตำแหน่งที่ 6 แล้วปรับแนวของเลเซอร์ จนกระทั่งลำของเลเซอร์สามารถส่องผ่านรูบนกระจกทั้งสองตำแหน่งได้ดีที่สุด แสดงว่าลำของเลเซอร์เป็นตัวแทนของลำรังสีเอกซ์
- 5) นำตัวทำขนาน (collimator) มาติดตั้ง ณ ตำแหน่งที่ 2 แล้วปรับแนวของตัวทำขนาน จนกระทั่งลำของเลเซอร์ผ่านรูบนกระจกในตำแหน่งที่ 1 ได้มากที่สุด
- 6) นำแผ่นทังสเตนที่เจาะรู (pinhole) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง $100\ \mu\text{m}$ มาสวมเข้าที่ปลายของตัวทำขนาน แล้วปรับแนวของตัวทำขนานจนกระทั่งลำของเลเซอร์ผ่านรูบนกระจกในตำแหน่งที่ 1 ได้มากที่สุด แสดงว่าลำของรังสีเอกซ์จะผ่านตัวทำขนานในลักษณะเดียวกันกับลำของเลเซอร์
- 7) นำอุปกรณ์ ณ ตำแหน่งที่ 4 และ 1 ออก แล้วนำฐานวางสารตัวอย่าง (sample stage) มาวาง ณ ตำแหน่งที่ 3 ติดกระจกเงารอบบนระนาบแนวตั้งด้านหลังของที่ยึดจับไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ แล้วปรับความเอียงและระนาบของที่ยึดจับไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ จนกระทั่งลำของเลเซอร์สะท้อนกลับในแนวเดิม แสดงว่าขณะนี้ลำของรังสีเอกซ์จะตั้งฉากกับระนาบแนวตั้งของที่ยึดจับไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ จากนั้นนำกระจกออก

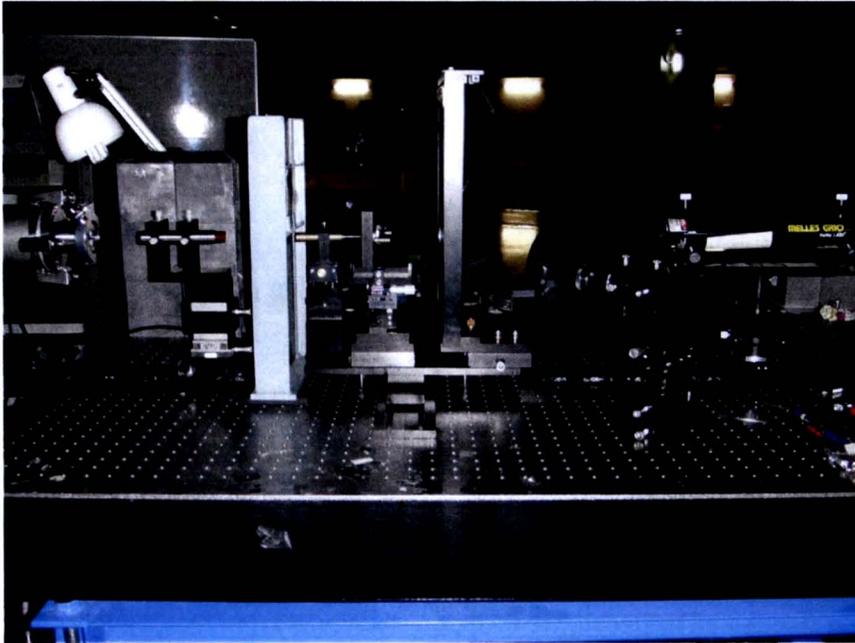


- 8) นำกระดาษไวแสงติดกับที่ยึดจับไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ โดยให้ตำแหน่งของกระดาษอยู่ ณ ตำแหน่งเดียวกันกับตำแหน่งของสารตัวอย่าง
- 9) ฉายรังสีเอกซ์ไปยังกระดาษไวแสงในตำแหน่งที่ 3 ผลที่ได้จะปรากฏเป็นจุดสีดำบนกระดาษ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 μm
- 10) นำกล้องเทเลสโคปมาติดตั้งยังตำแหน่งที่ 4 ติดกระจกเงาราบบนระนาบแนวตั้งด้านหลังของกล้องเทเลสโคป แล้วปรับความเอียงและระนาบของกล้องเทเลสโคป จนกระทั่งลำของเลเซอร์สะท้อนกลับในแนวเดิม แสดงว่าขณะนี้ลำของรังสีเอกซ์จะตั้งฉากกับระนาบแนวตั้งของกล้องเทเลสโคป จากนั้นนำกระจกออก
- 11) ปรับเลื่อนตำแหน่งของกล้องเทเลสโคปจนกระทั่งสังเกตเห็นจุดศูนย์กลางของจุดสีดำตรงกับตำแหน่งกลางของสเกล แสดงว่าตำแหน่งกลางของสเกลเป็นตัวแทนของตำแหน่งกลางของลำรังสีเอกซ์
- 12) นำไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ มาติดตั้งยังตำแหน่งที่ 3 แล้วมองผ่านกล้องเทเลสโคป ปรับระดับแนวตั้งและแนวนอนที่ฐานวางไดมอนด์ แอนวิล เซลล์ จนกระทั่งสังเกตเห็นตำแหน่งกลางของสเกลอยู่ตรงกลางของรูที่บรรจุสารตัวอย่างพอดี แสดงว่าตำแหน่งกลางของลำรังสีเอกซ์จะผ่านตำแหน่งกลางของสารตัวอย่างพอดี (ข้อควรระวัง : ตำแหน่งของสารตัวอย่างต้องตรงกับตำแหน่งของจุดสีดำบนกระดาษ)
- 13) นำอิมเมจเพลตพร้อมที่ยึดจับอิมเมจเพลต (IP holder) มาวางยังตำแหน่งที่ 5 ติดกระจกเงาราบบนด้านหลังของกล้องอิมเมจเพลต ปรับความเอียงและระนาบของที่ยึดจับอิมเมจเพลต จนกระทั่งลำของเลเซอร์สะท้อนกลับในแนวเดิม แสดงว่าขณะนี้ลำของรังสีเอกซ์จะตั้งฉากกับระนาบของอิมเมจเพลต

เมื่อทำตามขั้นตอนนี้ก็มั่นใจได้ว่าระบบพร้อมใช้งานได้ อุปกรณ์ทั้งหมดที่พัฒนาขึ้นพร้อมใช้งานได้แล้วแสดงในรูปที่ 30 โดยรายละเอียดและการใช้งานอุปกรณ์แต่ละชิ้นได้กล่าวไปแล้วในการจัดเรียงอุปกรณ์และจะได้กล่าวโดยละเอียดอีกครั้งในส่วนที่เกี่ยวกับการใช้เครื่องมือเพื่อการเก็บข้อมูล



รูปที่ 30 : ส่วนประกอบต่างๆของระบบที่พัฒนาขึ้น



รูปที่ 31 : แสดงการจัดเรียงอุปกรณ์บนรางแสงเมื่อใช้งานในการเก็บข้อมูลจริง

การหาโครงสร้างผลึกของสาร

ข้อมูลที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุมจะอยู่ในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมของแบร์ริก ซึ่งสามารถนำมาระบุได้ว่าเป็นโครงสร้างแบบใด

มุมของแบร์ริกที่ได้จากการทดลองจะนำไปใช้ในการหาแลตทิซพารามิเตอร์ โดยที่ระยะห่างระหว่างระนาบ ค่าคงที่แลตทิซ และดัชนีมิลเลอร์ ในโครงสร้างนั้น ๆ จะมีความสัมพันธ์กันโดยจะขึ้นอยู่กับรูปทรงทางเรขาคณิตของระบบแลตทิซของบราวส์ (Bravais lattice) เช่น โครงสร้างลูกบาศก์ (cubic structure) สามารถเขียนความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างระหว่างระนาบ ค่าคงที่แลตทิซ และดัชนีมิลเลอร์ ได้ดังนี้

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

ในทางปฏิบัตินิยมใช้โปรแกรมในการระบุโครงสร้าง ทำให้สามารถระบุโครงสร้างได้ง่ายและรวดเร็วขึ้น สำหรับงานวิจัยนี้ใช้โปรแกรม DICVOL04 ในการระบุโครงสร้างเป็นเบื้องต้น [20] ซึ่งโปรแกรมดังกล่าวพัฒนาโดยโบลูทิวฟและเลาเออร์ (A.Bolutif and D.Louer) จากมหาวิทยาลัยเรเนส (University of Rennes) ประเทศฝรั่งเศส

ส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดลองนั้น จะนำไปใช้ในการหาตำแหน่งของอะตอม โดยที่ความเข้มของรังสีเอกซ์จากแต่ละระนาบ (I_{hkl}) มีความสัมพันธ์กับแฟคเตอร์โครงสร้าง (structure factor, F_{hkl}) กล่าวคือ $I_{hkl} \propto |F_{hkl}|^2$ และแฟคเตอร์โครงสร้างเขียนได้เป็น [18]

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \exp 2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)$$

เมื่อ f_j คือ แฟคเตอร์การกระเจิงของอะตอม j (atomic scattering factor) ซึ่งขึ้นอยู่กับเลขอะตอม

x_j, y_j, z_j คือ ตำแหน่งของอะตอม j ในพิกัด (x, y, z)

ในการบอกโครงสร้างที่สมบูรณ์นั้น จำเป็นต้องรู้ตำแหน่งที่แน่นอนของอะตอม ซึ่งสามารถหาได้จากความหนาแน่นอิเล็กตรอน (electron density, $\rho(x, y, z)$) [18] ดังสมการ

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \sum_{h_{\min}}^{h_{\max}} \sum_{k_{\min}}^{k_{\max}} \sum_{l_{\min}}^{l_{\max}} |F_{hkl}| \cos[2\pi(hx + ky + lz) - \alpha_{hkl}]$$

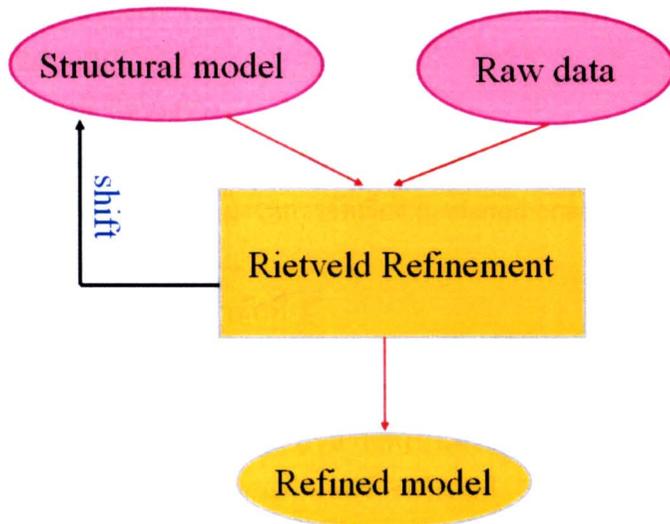
เมื่อ α_{hkl} คือ มุมเฟสของระนาบ (hkl)

เมื่อพิจารณาสมการที่ 2.6 พบว่าปริมาณที่ไม่ทราบค่าคือ มุมเฟส แต่สามารถแก้ค่าหามุมเฟสได้ด้วยวิธีการสุ่มทางสถิติ โดยการอ้างอิงกับผลการทดลอง [18]

การปรับตัวแปรโครงสร้างของริทเวลด์

ถึงแม้ว่าจะทราบความหนาแน่นอิเล็กตรอนแล้วก็ตาม แต่ผลที่ได้จากการคำนวณยังมีความแตกต่างกับผลการทดลอง อันเนื่องมาจากปัจจัยที่ส่งผลต่อความเข้มของรังสีเอกซ์ ได้แก่ อุณหภูมิของสารตัวอย่าง โพลาริเซชันของรังสีเอกซ์ การดูดกลืนรังสีเอกซ์ ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่าง การจัดเรียงตัวของผลึกไม่เป็นแบบสุ่ม ฯลฯ ซึ่งปริมาณต่าง ๆ เหล่านี้จะถูกรวมอยู่ในแฟคเตอร์ค่าตรวจแก้ (Correction factor) [18] ดังนั้นจึงมีความจำเป็นต้องทำการปรับค่าปริมาณดังกล่าวรวมทั้งตำแหน่งอะตอมเพื่อให้ได้ผลการคำนวณที่สอดคล้องกับผลการทดลอง

การปรับตัวแปรโครงสร้างของริทเวลด์ เป็นวิธีการปรับตัวแปรโครงสร้างที่นำรูปแบบการเลี้ยวเบนทั้งหมดมาใช้ในการปรับตัวแปรโครงสร้าง ทำให้ผลที่ได้มีประสิทธิภาพสูง วิธีการดังกล่าวนี้พัฒนาขึ้นโดยริทเวลด์ (H.M. Rietveld) ในปี ค.ศ.1969 [21] โดยมีหลักการดังแสดงในรูปภาพด้านล่าง



รูปที่ 32 : หลักการปรับตัวแปรโครงสร้างของริทเวลด์ [21]

การปรับตัวแปรโครงสร้างของริทเวลด์ ใช้การจำลองโครงสร้างที่เป็นไปได้ ซึ่งหาได้จากผลการทดลองและการวิเคราะห์ที่กล่าวมาแล้วในเบื้องต้น โดยนำโครงสร้างที่จำลองขึ้นมาทำการปรับพารามิเตอร์ต่าง ๆ และเปรียบเทียบกับผลการทดลองที่เป็นความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุมของแบร็กก์ด้วยวิธีกำลังสองน้อยสุด (least-square method) [21] โดยพิจารณาความน่าเชื่อถือจากค่า χ^2 ดังนี้

$$\chi^2 = \sum_i w_i (Y_{oi} - Y_{ci})^2$$

โดยที่ Y_{oi} คือ ความเข้มจากการทดลอง ที่มุมของแบร็กก์ ลำดับที่ i
 Y_{ci} คือ ความเข้มจากการคำนวณ ที่มุมของแบร็กก์ ลำดับที่ i
 w_i คือ ค่าน้ำหนักทางสถิติ ลำดับที่ i โดยมีค่าเป็น $1/Y_{oi}$

ค่า χ^2 จะเป็นตัวบ่งชี้ว่าโครงสร้างที่จำลองขึ้นนั้น มีความสอดคล้องกับผลการทดลองมากน้อยเพียงเท่าใด ซึ่งถ้าค่า χ^2 มีค่าน้อย โครงสร้างที่จำลองขึ้นจะมีความสอดคล้องกับผลการทดลองมาก โดยที่การปรับตัวแปรโครงสร้างดังกล่าวเป็นการปรับให้ความเข้มจากการคำนวณเข้าใกล้ค่าความเข้มจากการทดลองแบบลำดับต่อลำดับ ซึ่งความเข้มที่ได้จากการคำนวณมีความสัมพันธ์กับแฟคเตอร์ต่าง ๆ ดังนี้ [18,21]

$$Y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \varphi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + Y_{bi}$$

โดยที่ s คือ แฟคเตอร์สเกล
 K คือ ดัชนีมิลเลอร์ ที่ (hkl) ใด ๆ

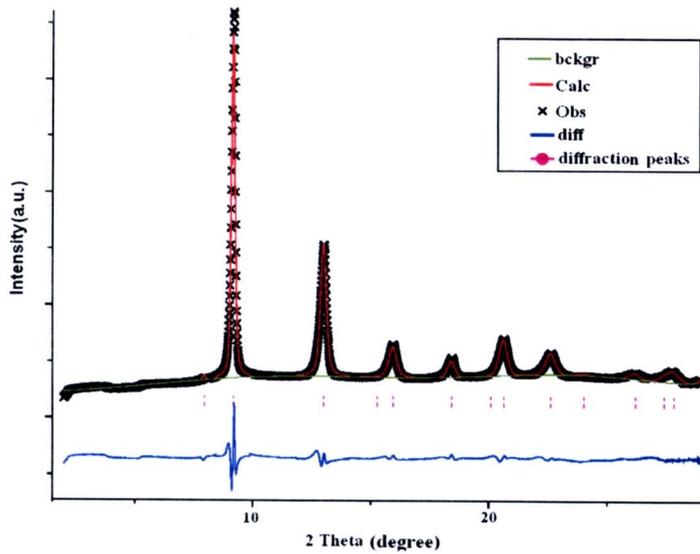
- φ คือ ฟังก์ชันของโพรไฟล์การสะท้อนที่ระนาบ K ซึ่งเป็นฟังก์ชันของ $2\theta_i - 2\theta_K$
- F_K คือ แฟคเตอร์โครงสร้าง
- L_K คือ แฟคเตอร์ของโลเร็นตซ์ (Lorentz function)
- P_K คือ ฟังก์ชันความโน้มเอียงในการจัดเรียง (preferred orientation function)
- A คือ แฟคเตอร์การดูดกลืน
- Y_{bi} คือ ความเข้มพื้นหลัง ลำดับที่ i

แฟคเตอร์ต่าง ๆ ที่แสดงในข้างต้น เป็นปริมาณที่ต้องได้รับการปรับค่า เพื่อให้ผลจากการคำนวณสอดคล้องกับผลการทดลอง ซึ่งปริมาณที่เป็นตัวบ่งบอกว่าผลการปรับตัวแปรโครงสร้างมีความน่าเชื่อถือหรือไม่นั้น คือ แฟคเตอร์อะกรีเมนต์ (agreement factor) ซึ่งพิจารณาจาก 2 ปริมาณ ได้แก่ แฟคเตอร์ของโพรไฟล์ (profile factor, R_p) และแฟคเตอร์ของโพรไฟล์แบบถ่วงน้ำหนัก (weighted profile factor, R_{wp}) โดยปกติแล้วค่า $R_{wp} > R_p$ โดยแฟคเตอร์ทั้งสองแสดงดังสมการต่อไปนี้

$$R_p = \frac{\sum_i^n |Y_{oi} - Y_{ci}|}{\sum_i^n Y_{oi}} \times 100\%$$

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum_i^n w_i |Y_{oi} - Y_{ci}|^2}{\sum_i^n w_i Y_{oi}} \right]^{\frac{1}{2}} \times 100\%$$

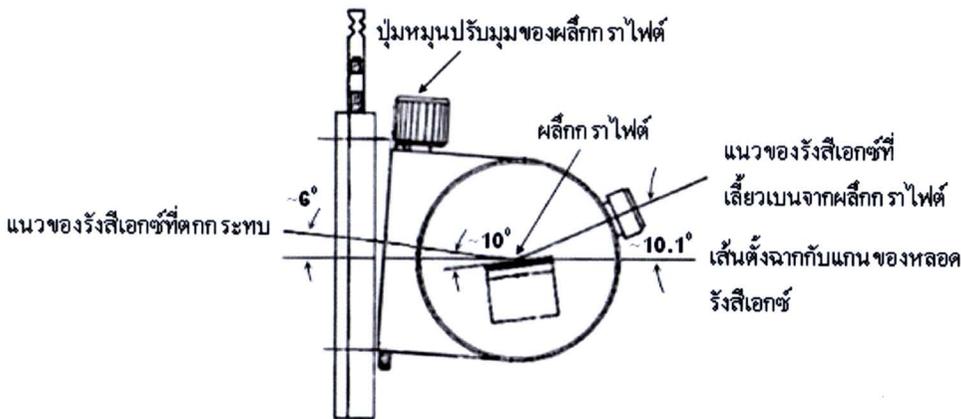
แต่เนื่องจากลำดับของความเข้มที่แบ่งตามมุมของแบร็กก์ที่ใช้พิจารณา มีจำนวนค่อนข้างมาก ซึ่งในทางปฏิบัติแบ่งออกเป็นชั้นละ 0.02° ดังนั้น วิธีการปรับตัวแปรโครงสร้างของริทเวลด์จึงเหมาะกับการคำนวณด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ ในงานวิจัยนี้ได้ใช้โปรแกรม GSAS (Generalized Structure Analysis System) [22] ซึ่งพัฒนาขึ้นโดยลาร์สันและวอน ดรีลี (Larson and Von Dreele) จากห้องปฏิบัติการลอส อลามอส (Los Alamos Laboratory) ประเทศสหรัฐอเมริกา ซึ่งเป็นโปรแกรมที่สามารถประมวลผลการปรับตัวแปรโครงสร้างออกมาในเชิงกราฟิกและเชิงปริมาณ ทำให้สะดวกต่อการใช้งานโปรแกรม ในการประมวลผลเชิงกราฟิกด้วยโปรแกรม GSAS ทำให้ผู้ใช้สามารถสังเกตแถบความแตกต่างของค่าจากการทดลองและการคำนวณซึ่งจะเป็นข้อมูลที่ช่วยให้ผู้ใช้สามารถปรับตัวแปรโครงสร้างได้ง่ายขึ้น โดยถ้าแถบดังกล่าวมีลักษณะเรียบ สามารถบ่งบอกได้ว่าโครงสร้างจากการคำนวณมีความสอดคล้องกับผลจากการทดลองดังแสดงในรูปที่ 33



รูปที่ 33 : ผลเชิงกราฟิกจากการคำนวณด้วยโปรแกรม GSAS

การคัดเลือกความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดแบบหลอด

ในงานวิจัยนี้ต้องการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม ดังนั้นรังสีเอกซ์ที่ใช้ต้องมีความยาวคลื่นค่าเดียว (monochromatic) ในที่นี้ใช้รังสีเอกซ์จากหลอดโมลิบดีนัมซึ่งให้รังสีเอกซ์หลายค่าความยาวคลื่น ซึ่งปรากฏว่า รังสีเอกซ์ K_{α} มีความเข้มสูงสุดจึงเหมาะสมกับการนำไปใช้งาน ดังนั้นจึงเลือกใช้รังสีเอกซ์ K_{α} ซึ่งมีความยาวคลื่นเฉลี่ย 0.71075 \AA

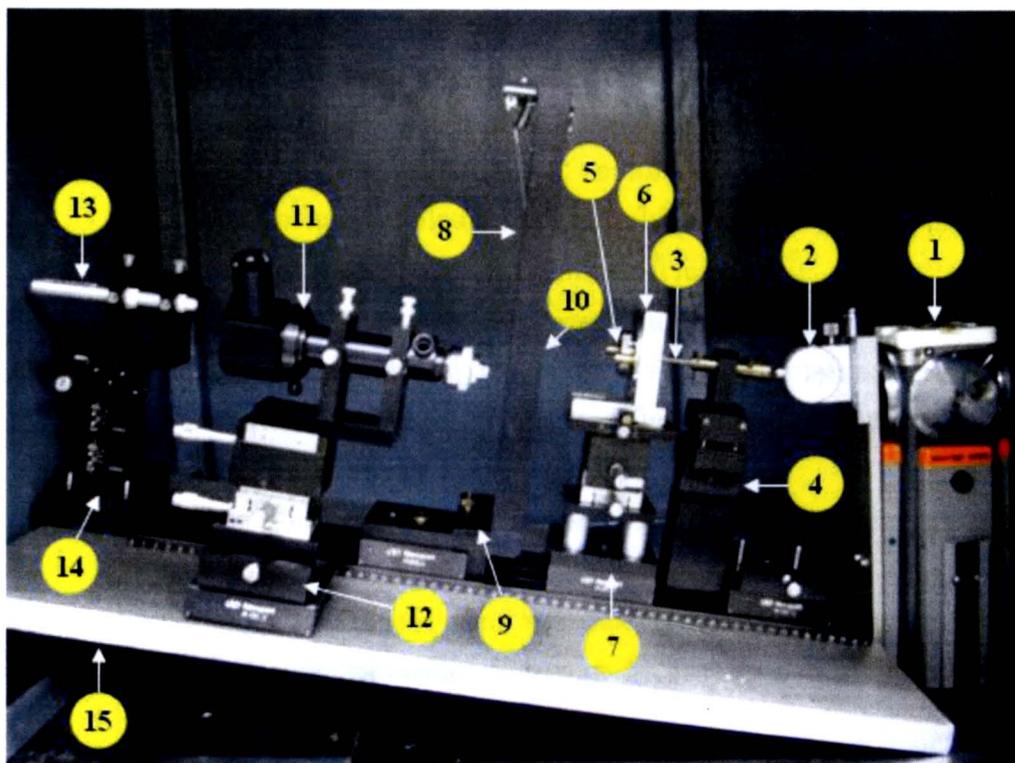


รูปที่ 34 : แผนภาพการติดตั้งผลึกกราฟไฟต์เพื่อคัดเลือกความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์โดยรังสีเอกซ์ที่ผ่านออกมาจะมีความยาวคลื่น 0.7107 \AA และเอียงทำมุมประมาณ 10.1° กับแนวระดับ สำหรับการคัดเลือกความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์นั้นทำได้โดยการจัดแนวของรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผลึกที่รู้ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d_{hkl}) ซึ่งในที่นี้ใช้ผลึกกราฟไฟต์ที่มีค่า $d_{002} = 3.357 \text{ \AA}$ แล้วทำการหมุนผลึกให้มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์เป็นไปตามกฎของแบร็กก์ จากการคำนวณโดยใช้ $\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$ และ $d = 3.357 \text{ \AA}$ พบว่า มุมของแบร็กก์ (θ) มีค่าประมาณ 6.1° แต่เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ออกมาจากช่องเปิดนั้นเอียงทำมุมประมาณ 6° เทียบกับเส้นตั้งฉากกับแกน

ของหลอดรังสีเอกซ์ และผลึกหลังการติดตั้งจะเอียงประมาณ 10° เทียบกับเส้นตั้งฉากกับแกนของหลอดรังสีเอกซ์ ดังนั้นจึงต้องหมุนผลึกให้ระนาบเอียงทำมุมประมาณ 10° เทียบกับเส้นตั้งฉากกับแกนของหลอดรังสีเอกซ์ ส่งผลทำให้แนวของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนจากผลึกกราฟิตทำมุมประมาณ 10.1° เทียบกับเส้นตั้งฉากกับแกนของหลอดรังสีเอกซ์ (หรือแนวระดับ) ดังแสดงในรูปที่ 34

การจัดวางอุปกรณ์สำหรับการทดลอง

เนื่องจากในกรณีนี้การใช้งานรังสีเอกซ์ที่ได้จากตัวทำแสงเอกรงค์ (monochromator) มีทิศทางเอียงทำมุมประมาณ 10° กับแนวระดับ ดังนั้นจึงต้องติดตั้งพื้นเอียงทำมุม 10° กับแนวระดับ เพื่อยกระดับของฐานวางอุปกรณ์ให้ขนานกับแนวของรังสีเอกซ์ ซึ่งในที่นี้ใช้อลูมิเนียมอัลลอยด์ ความหนาประมาณ 2 เซนติเมตรทำเป็นพื้นเอียง โดยยึดรางแสง (Optical bench) ไว้กับพื้นเอียงด้วยน็อตเพื่อให้สามารถปรับมุมได้ ในการจัดแนววางอุปกรณ์นั้นจะใช้รอยดำที่ปรากฏบนกระดาษไวแสงเมื่อได้รับรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับที่ออกแบบไว้สำหรับระบบลำแสงที่อยู่ในแนวระนาบทุกประการ ซึ่งหลังจากการปรับแนววางอุปกรณ์เรียบร้อยแล้ว การจัดวางอุปกรณ์สำหรับการทดลองเพื่อหาโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม จะมีลักษณะดังแสดงไว้ในรูปที่ 35



รูปที่ 35 : การจัดวางอุปกรณ์สำหรับการทดลองเพื่อหาโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุม



ในการทดลองใช้แหล่งกำเนิดแบบหลอดนี้ได้ดำเนินการวิจัยที่ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์สภาวะ
รุนแรง อากาศมหามกุฏ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
สำหรับอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังปรากฏในรูปที่ 36 มีลักษณะการใช้งานดังนี้

- 1) หลอดโมลิบดีนัม (Mo) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ โดยใช้ความต่างศักย์ 45 kV และ กระแสไฟฟ้า 35 mA รังสีเอกซ์ที่แผ่ออกมาจากหลอดโมลิบดีนัมนี้จะมีหลายค่าความยาวคลื่น (Polychromatic)
- 2) ตัวทำแสงเอกรงค์ เป็นผลึกกราไฟต์ (d_{002}) ใช้คัดเลือกความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ค่าที่ต้องการ ซึ่งในที่นี้จะคัดเลือกเฉพาะความยาวคลื่น 0.7107 Å เท่านั้น ดังรายละเอียดที่ได้กล่าวไว้แล้ว
- 3) ตัวทำขนาน (Collimator) ทำจากทังสเตน คาร์ไบด์ มีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอก ความยาว 10 cm มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1 mm ที่ปลายของตัวทำขนานมีแผ่นทังสเตนรูเข็ม (Pinhole) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 100 μm สวมอยู่ ซึ่งทำให้ลำของรังสีเอกซ์ที่ผ่านออกไปมีขนาดเล็กลง ลดการกระจายของลำรังสีเอกซ์
- 4) ฐานยึดจับตัวทำขนาน เป็นอุปกรณ์สำหรับยึดจับตัวทำขนาน ซึ่งสามารถปรับระดับได้โดยอุปกรณ์ชุดนี้ปัจจุบันติดตั้งระบบมอเตอร์ควบคุมระยะไกลเพิ่มขึ้นแล้วเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานที่ระบบลำแสงได้อย่างปลอดภัย
- 5) DAC เป็นอุปกรณ์สำหรับเพิ่มความดันให้กับผลึกของสารตัวอย่าง
- 6) ตัวยึดจับ DAC ทำจากอะลูมิเนียม สามารถถอดตำแหน่งของ DAC ได้อย่างคงที่และเมื่อมีการเคลื่อนย้าย DAC ออกมาเพื่อทำการวัดความดันก็สามารถวางกลับลงในตำแหน่งใกล้เคียงเดิมได้เพื่อให้สามารถทำการทดลองต่อได้อย่างรวดเร็วโดยไม่ต้องจัดระยะเทียบกับกระตาสไวแสงทุกครั้ง
- 7) ฐานวางสารตัวอย่าง (Sample stage) เป็นอุปกรณ์สำหรับวางตัวยึดจับ DAC สามารถปรับเลื่อนตำแหน่งได้สองทิศทางที่ตั้งฉากกับทิศทางของรังสีเอกซ์
- 8) อิมเมจเพลต มีขนาด 20 x 25 cm เป็นอุปกรณ์สำหรับบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
- 9) ตัวยึดจับอิมเมจเพลต (IP holder) เป็นอุปกรณ์สำหรับยึดจับอิมเมจเพลต สามารถปรับความเอียงของระนาบอิมเมจเพลตได้
- 10) ตัวหยุดลำแสง (Beam stop) ทำจากแผ่นตะกั่ว ความหนาประมาณ 2.7 mm ใช้สำหรับกั้นลำของรังสีเอกซ์ที่ส่งผ่านสารตัวอย่างออกมาโดยไม่มีการเลี้ยวเบน (Direct beam)
- 11) กล้องเทเลสโคป เป็นอุปกรณ์สำหรับระบุตำแหน่งกลางของสารตัวอย่าง ใช้ในการปรับแนววางอุปกรณ์

- 12) ฐานยึดจับกล่องเทเลสโคป เป็นอุปกรณ์ยึดจับกล่องเทเลสโคป สามารถปรับเลื่อนตำแหน่งได้สามทิศทาง
- 13) เลเซอร์ เป็นเลเซอร์ไดโอดกำลังต่ำ เพื่อใช้ในการปรับแนววางอุปกรณ์เท่านั้น
- 14) ฐานยึดจับเลเซอร์ เป็นอุปกรณ์ยึดจับเลเซอร์ สามารถปรับเลื่อนตำแหน่งได้สองทิศทางและสามารถปรับมุมเอียงได้
- 15) พื้นเอียงทำจากอลูมิเนียมอัลลอยด์ ใช้สำหรับวางอุปกรณ์ให้อยู่ในแนวขนานกับลำของรังสีเอกซ์

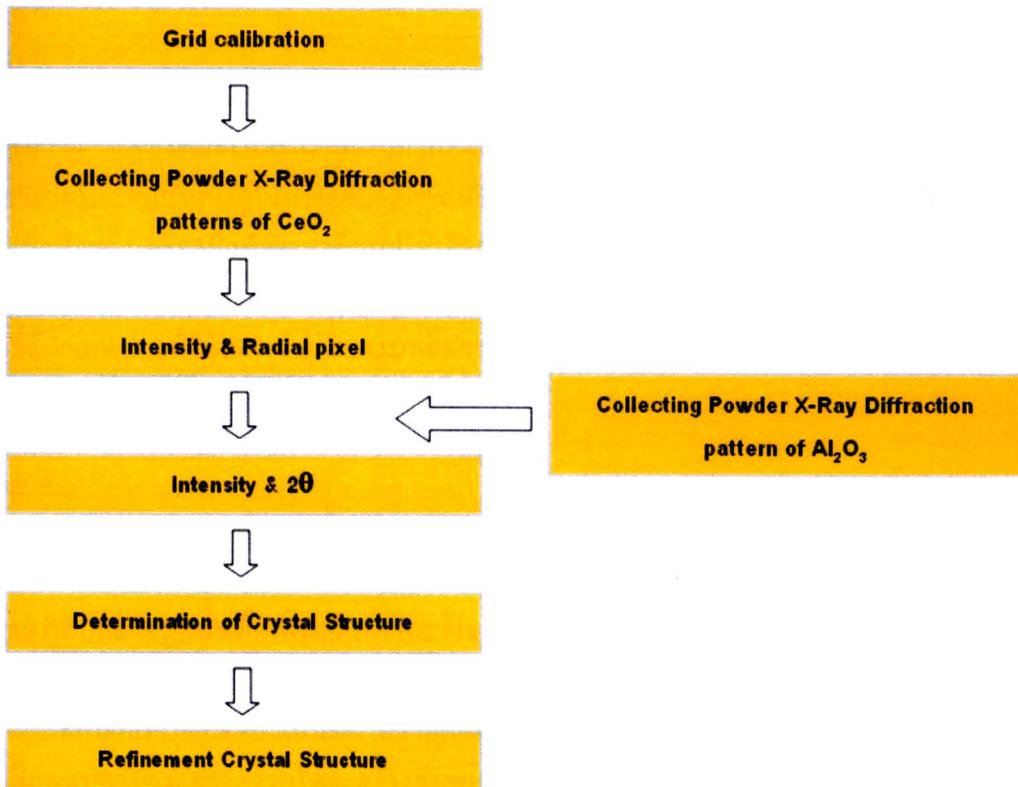
จะเห็นได้ว่าอุปกรณ์ที่พัฒนาขึ้นนั้นนอกจากจะสามารถเคลื่อนย้ายได้โดยรวดเร็วและมีน้ำหนักไม่มากนักแล้วยังสามารถใช้งานได้ในกรณีที่รังสีเอกซ์ยังมาทางด้านซ้ายและขวา ทำให้ระบบที่พัฒนาขึ้นนี้มีความคล่องตัวสามารถทำการทดลองได้จากรูปแบบการติดตั้งที่เปลี่ยนแปลงไปซึ่งเป็นประโยชน์ในการใช้งานในอนาคต

ขั้นตอนการทดลองหาโครงสร้างผลึก

ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ชนิดกระจายมุมภายใต้ความดันสูงและอุณหภูมิห้อง โดยใช้อิมเมจเพลตบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ระยะทางห่างจากสารตัวอย่างคงที่คือ 81 mm ในการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนนั้น จะใช้เวลาประมาณ 3 วันต่อการทดลองหนึ่งครั้ง สำหรับการวัดความดันได้ใช้เทคนิคการเรืองแสงของผลึกทับทิมโดยจะทำการวัดความดันก่อนและหลังการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนแล้วคิดเป็นความดันเฉลี่ย ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนภายใต้ความดันบรรยากาศและอุณหภูมิห้องนั้นได้ส่งสารตัวอย่างไปบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับขั้นตอนการทดลองหลังจากบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนแล้วนั้น มีดังนี้

- 1) นำอิมเมจเพลตไปอ่านด้วยเครื่อง Storm 820 จะได้ไฟล์ข้อมูล *.gel แล้วลบอิมเมจเพลตทุกครั้งหลังการอ่าน ด้วยเครื่องลบอิมเมจเพลต
- 2) ทำการแปลงข้อมูลจากสองมิติให้เป็นหนึ่งมิติ และปรับเทียบข้อมูลดังกล่าวกับสารมาตรฐาน Al_2O_3 โดยใช้โปรแกรม EDIPUS เพื่อแปลงข้อมูลให้อยู่ในรูปของความเข้มและค่ามุม 2θ ด้วยวิธีการที่ได้กล่าวไว้แล้ว
- 3) ทำการระบุตำแหน่งของแถบการเลี้ยวเบน แล้วใช้โปรแกรม DICVOL04 [20] หาโครงสร้างของผลึกสารตัวอย่างในเบื้องต้น
- 4) ใช้โปรแกรม UNITCELL [23] หาค่าคงที่แลตทิซและขนาดของเซลล์หน่วย
- 5) ใช้โปรแกรม GSAS [22] ปรับแก้โครงสร้างให้มีความถูกต้อง

โดยสามารถสรุปขั้นตอนการทดลองเป็นแผนภาพดังแสดงในรูปที่ 36



รูปที่ 36 : แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองหาโครงสร้างผลึกในงานวิจัยนี้