



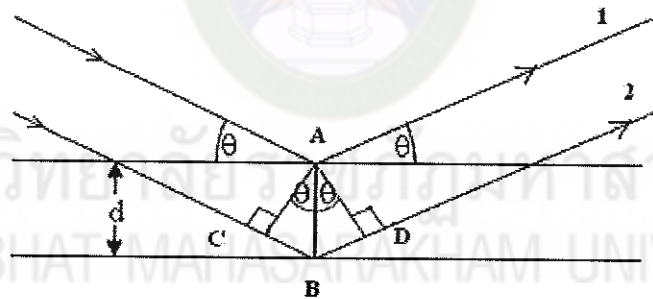
มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม  
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

## ภาคผนวก

### 1. การหาโครงสร้างผลึก โดยใช้เทคนิค Powder X-ray diffractometer

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายตัวอย่าง ที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบ อินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติ รวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น ผู้ผลิตได้พัฒนาเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในเทคนิคนี้ให้มีความสามารถมากยิ่งขึ้นและใช้งานได้ง่ายขึ้น ทำให้เอื้อประโยชน์สำหรับนักวิทยาศาสตร์ที่จะนำไปใช้ปรับปรุง พัฒนา หรือยกระดับการวิเคราะห์วิจัยหรือตรวจสอบในระดับสูงขึ้นไป

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการของ Bragg



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

เทคนิคนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบอินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติรวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น

XRD เป็นเทคนิคที่คอยเสริมเทคนิค spectroscopic อื่นๆ เช่น เทคนิคการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Fluorescence; XRF) โดยที่ XRF จะสามารถบอกได้ว่าวัสดุเหล่านั้นประกอบด้วยธาตุอะไรบ้าง ในขณะที่ XRD นั้นจะช่วยให้สามารถรู้ได้ว่าธาตุเหล่านั้นมี

องค์ประกอบเป็นอย่างไร เทคนิคที่ใช้หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นี้สามารถแบ่งได้เป็น 2 เทคนิคได้แก่

### 1. Single-Crystal Methods

โดยหลักแล้วเทคนิคนี้ใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างอะตอม (ความสมมาตร ตำแหน่ง ช่องว่าง เป็นต้น) ซึ่งวิธีการดั้งเดิมนั้น (Laue method) จะใช้ผลึกติดอยู่กับที่และทำการเปลี่ยนแปลงค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ เมื่อฉายลำรังสีให้ตกลงบนผลึกเดี่ยว จะทำการบันทึกผลการเลี้ยวเบนลงบนแผ่น Photographic plate ซึ่งใช้ในการบันทึกค่าความเข้มและตำแหน่งของรังสีที่เกิดการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันนั้นจะทำให้ผลึกเกิดการหมุนและอาศัยความก้าวหน้าของเทคโนโลยีของกล้องก้าวข้ามขีดจำกัดของการตรวจวัดปริมาณของรังสีที่เลี้ยวเบนจากวิธีการดั้งเดิม วิธีการนี้จะใช้รังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวแต่อาศัยการเปลี่ยนมุม  $\theta$  โดยการเคลื่อนที่ของผลึกซึ่งอยู่บนแท่นหมุน แล้วใช้ diffractometer และคอมพิวเตอร์ในการเก็บรวบรวมและจัดการข้อมูลซึ่งจะให้ผลที่มีความแม่นยำมากกว่า

### 2. Powder Methods

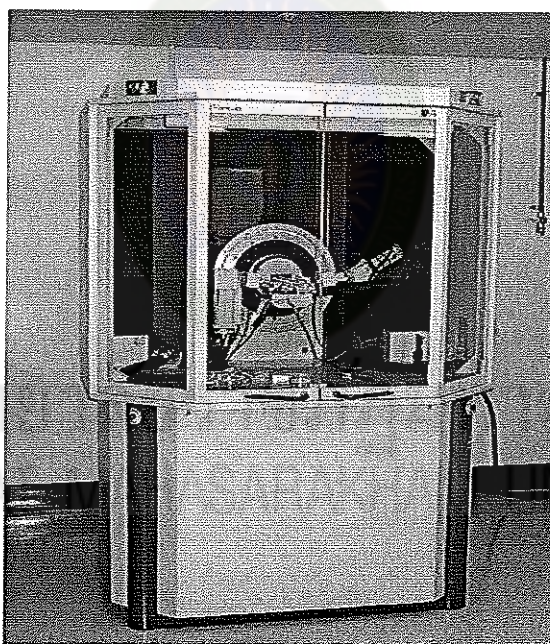
เบื้องต้นแล้ววิธีการนี้จะใช้ในการระบุแร่ธาตุ โดยจะใช้บอกร่องค์ประกอบและตรวจวัดความสัมพันธ์ของธาตุที่มีอยู่ในสารผสม เช่นเดียวกับ Single-Crystal Methods คือ แต่เดิมนั้นจะใช้เทคนิคของการถ่ายภาพในการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่า X-ray Powder Diffractometer และยังสามารถช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นในการเตรียมตัวอย่างผลึกแล้วไม่สามารถใช้วิธีการแรกในการตรวจวัดได้

#### X-ray Powder Diffractometer

แหล่งกำเนิดและเครื่องตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ในปัจจุบันนี้มีข้อจำกัดที่สามารถตรวจวัดได้เฉพาะความเข้มของโฟตอนที่เกิดการเลี้ยวเบนเท่านั้น ไม่รวมเฟสซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของข้อมูลรูปร่างที่แท้จริงของความหนาแน่นอิเล็กตรอน ซึ่งการทำงานร่วมกันของเครื่องมือกับคอมพิวเตอร์จะช่วยแก้ปัญหานี้ได้ นอกจากนี้จะสามารถแยกแยะธาตุต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่างแล้วนั้น X-ray Powder Diffractometer (XPRD) ถือเป็นวิธีการเดียวที่สามารถแยกแยะความแตกต่างของเฟสของอะตอมที่เป็นส่วนประกอบสำคัญในตัวอย่างได้ จึงเป็นเทคนิคที่ได้รับการยอมรับว่ามีประสิทธิภาพ

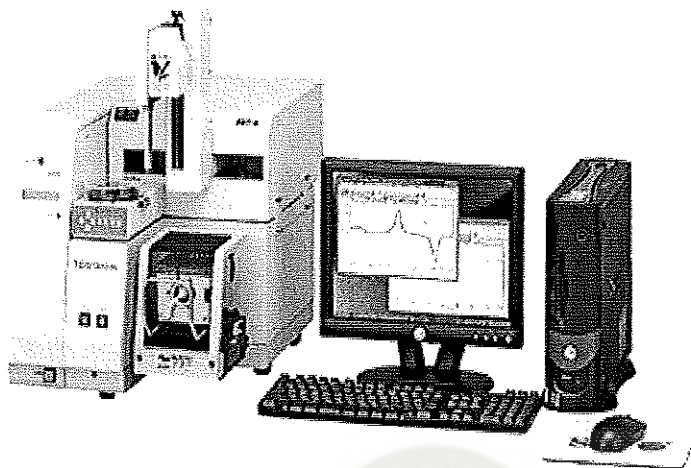
### การทำงานของ XRPD

เทคนิค X-ray Powder Diffraction นั้นจะใช้ลำรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวฉายลงบนตัวอย่างที่ถูกวางอยู่บนแท่นหมุนเป็นมุม  $q = 0-90^\circ$  รังสีที่เลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดแล้วบันทึกบน inked strip chart เครื่องตรวจวัดจะหมุนไปพร้อมๆ กับแท่นหมุนแต่จะหมุนเป็นมุม  $2q$  และ strip chart จะหมุนไปพร้อมกับแท่นหมุนและเครื่องตรวจวัดด้วยความเร็วคงที่ เพื่อบันทึกค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เครื่องตรวจวัดวัดได้ แล้วนำมาพล็อตกราฟ diffractogram ซึ่งประกอบด้วยพีคต่างๆ โดยที่พีคแต่ละพีคจะเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสอะตอมต่างๆ จากความสัมพันธ์ของสมการของ Bragg จะสามารถหาค่า  $d$  ของแต่ละพีคแล้วนำไปเปรียบเทียบกับมาตรฐานที่มีอยู่ เช่น JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) ก็จะสามารถหาปริมาณสัมพัทธ์ของเฟสที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้



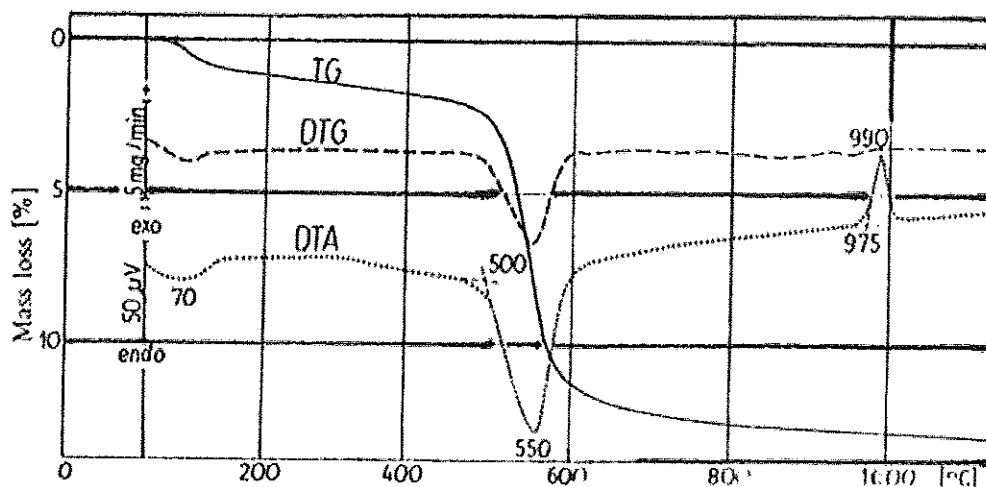
รูปที่ 14 เครื่อง X-ray Powder Diffraction

## 2. TG-DTG-DTA

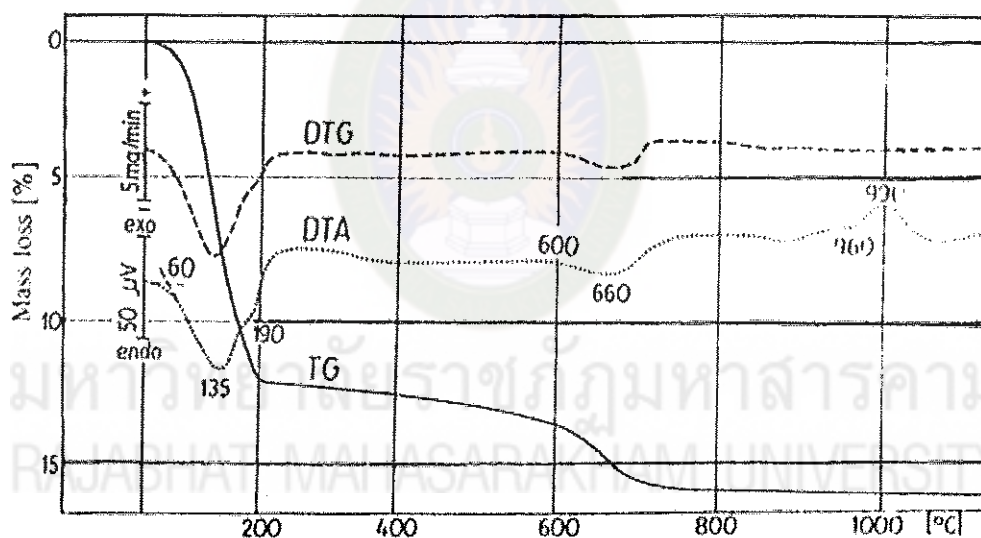


รูปที่ 15 เครื่อง TG-DTG-DTA

TG-DTG-DTA เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงความร้อน โดยวัดออกมาในรูปของ อุณหภูมิที่ต่างกันระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงในระหว่างให้ความร้อนอุณหภูมิของ ตัวอย่างจะเปลี่ยนแปลงในลักษณะการดูด (Endothermic) หรือการคายความร้อน (Exothermic) และเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายใน (Enthalpic transition) เช่นจากการเปลี่ยนเฟส การละลาย การเปลี่ยนแปลง โครงสร้างผลึก การเดือด การเผาไหม้ การระเหย การคายน้ำ การ แตกตัว กระบวนการ Oxidation Reduction และปฏิกิริยาเคมีต่างๆ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะ ถูกตรวจวัด โดยเปรียบเทียบค่าความแตกต่างของอุณหภูมิของตัวอย่างกับวัสดุอ้างอิง จากนั้น บันทึกเป็นกราฟความสัมพันธ์



รูปที่ 16 ผลวิเคราะห์แสดงค่าเป็นกราฟ DTA , TG , DTG ของดิน Kaolin



รูปที่ 17 ผลวิเคราะห์แสดงค่าเป็นกราฟ DTA, TG, DTG ของดิน Bentonite

จากรูปที่ 16 แสดงผลวิเคราะห์เป็นกราฟ DTA, TG, DTG ของดิน Kaolin Peak ที่อุณหภูมิ 70°C และ 550°C แสดงกระบวนการดูดความร้อน เนื่องจากความชื้นระเหยออกไป และสูญเสียน้ำใน โครงสร้างผลึก น้ำหนักที่หายไปสามารถนำมาคำนวณหาปริมาณแร่และปริมาณน้ำ เมื่อ โครงสร้างผลึกสูญเสียน้ำจะเปลี่ยนเป็น Metakaolinite และที่อุณหภูมิ 980°C เกิดกระบวนการคายความร้อนเนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลง โครงสร้างผลึก Spinel

รูปที่ 17 แสดงผลวิเคราะห์ของ Bentonite การสูญเสียน้ำที่อยู่ระหว่างชั้นจะปรากฏที่อุณหภูมิ 135°C และ 190°C การสูญเสียน้ำในโครงสร้างจะปรากฏที่อุณหภูมิ 500-730°C และกระบวนการคายความร้อนของการเกิดผลึก Spinel ที่อุณหภูมิ 990°C โดยค่า DTG คืออัตราการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิต่าง ๆ และTG คือน้ำหนักของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่าง ๆ



มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม  
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY