บทที่ 3

วัสดุและวิธีการวิจัย

วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

สารแอมโมเนียมคลอไรด์ ที่มีความบริสุทธิ์ 99.8 เปอร์เซ็นต์ เป็นสารที่ได้มาจากบริษัท Merk ซึ่งเป็น extrapure ammonium chloride reinst มีส่วนประกอบดังนี้

1.	Gehalf (NH_4Cl)-(Ammonium chloride)	99.8 %
2.	pH-Wert (10 % ige Lösung 20°C)	4.5-6.0
3.	Sulfat (SO_4)	0.01 %
4.	Schwermetalle (als Pb)	0.0005 %
5.	Eisen (Fe)	0.002 %
6.	Barium (Ba)	0.002 %
7.	Calcium (Ca)	0.005 %
8.	Magnesium (Mg)	0.002 %
9.	Arsen (As)	0.002 %
10.	Glührückstand (als Sulfat)	0.05 %
11.	Trocknungsverlust	0.2 %

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เตาเผา (Furnace)
2. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (สร้างตามแบบของ Luis A., Boschi and Carlos A Pampillo)[6]
3. เธอร์โมคอปเปิล ชนิด คอปเปอร์-คอนแสตนแตน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4. สเกล แล้ม กัลวานอมิเตอร์ (Galvanometer)
5. มิลลิโวลต์ มิเตอร์
6. หลอดแก้วทนไฟ (Pyrex Glass tube) ขนาดความยาว 40 เซ็นติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 3.7 เซ็นติเมตร

การวิจัย

เนื่องจากการทำวิทยานิพนธ์เรื่องนี้ มีเครื่องมือบางชิ้นที่ได้ทำการสร้างขึ้นมาคือ

1. เตาเผา (Furnace) ขนาดอุณหภูมิ 1200 องศาเซ็ลเซียส
2. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ขนาด 4.5 กิโลวัตต์

เราจะได้อธิบายการสร้าง และการใช้เครื่องมือดังกล่าวเสียก่อน

เตาเผา (Furnace)

การศึกษาการปลูกผลึกเชิงเดี่ยว ด้วยวิธี Sublimation technique เป็นวิธีการหนึ่งของการปลูกผลึกจากไอ (The Growth from vapor) ดังได้กล่าวมาแล้วว่าหลักการคือเผาให้สารกลายเป็นไอ แล้วไอกวบแน่นกันเป็นผลึก ในบริเวณที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า บริเวณที่เผาสาร การทดลองทำการเผาสารในช่วงอุณหภูมิ 300-400 องศาเซ็ลเซียส วัสดุที่นำมาใช้ทำเตาเผานี้ จะต้องสามารถทนความร้อนได้ มากกว่า 400 องศาเซ็ลเซียส

สำหรับลวดความร้อน (Heater) ที่จะนำมาใช้ก็จะต้องใช้ได้ในช่วงอุณหภูมินี้ การทำเตาเผาที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้ ได้เลือกใช้ลวดความร้อนแบบนิโครม ซึ่งมีส่วน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ผสมของนิเกิล 80 เปอร์เซ็นต์กับโครเมี่ยม 20 เปอร์เซ็นต์ และมีขนาดกำลังไฟฟ้า 1000 วัตต์ ใช้กับไฟ 220 โวลต์

การที่เลือกใช้ลวดนิโครม เนื่องจากว่า

1. เป็นลวดความร้อนที่หาได้ง่าย ราคาถูก
2. เป็นลวดความร้อนที่มีจุดหลอมเหลว 1400 องศาเซ็ลเซียส ใช้ได้กับงานนี้พอดี
3. ให้ความร้อนสูงสุดถึง 1200 องศาเซ็ลเซียส

ในการสร้างเตาขึ้นครั้งแรก ได้ทดลองใช้สารอะลูมิเนี่ยมออกไซด์ (Aluminium oxide) 50 เปอร์เซ็นต์ ผสมกับคาโอลิน (kaoline) 50 เปอร์เซ็นต์ เพราะ

1. อลูมิเนี่ยม ออกไซด์ เป็นสารที่สามารถทนไฟได้สูง
2. คาโอลิน เป็นสารที่จับตัวกันได้ดี

แต่จากการทดลองทำเตาโดยใช้สารผสมดังกล่าว พบว่าไม่สามารถทำเตาได้ เนื่องจากเมื่อแห้งแล้ว สารผสมดังกล่าว ไม่สามารถรวมตัวกันได้ จะป่นเป็นผงได้ง่าย

ครั้งที่ 2 ได้สร้างเตาเผา โดยใช้ดินเหนียวทนไฟ ซึ่งได้มาจากโรงงานผลิตเครื่องปั้นดินเผาสังคโลก เชียงใหม่ ดินทนไฟดังกล่าวมีส่วนผสมดังนี้

1. Silicon	5 เปอร์เซ็นต์
2. Alumina	15 เปอร์เซ็นต์
3. ดินเหนียว	75 เปอร์เซ็นต์
4. อื่น ๆ	5 เปอร์เซ็นต์

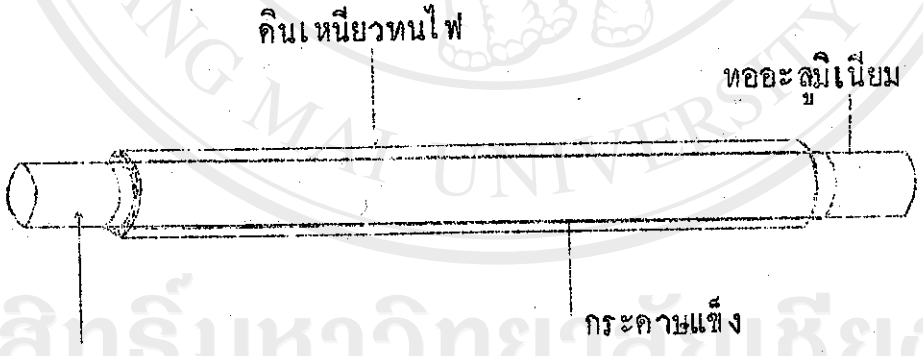
ดินเหนียวทนไฟดังกล่าว สามารถทนไฟได้ถึง 2100 องศาเซลเซียส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การสร้างเตาเผา

เตาเผาที่ต้องการมีลักษณะเป็นทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.5 เซ็นติเมตร ความยาวประมาณ 50 เซ็นติเมตร การพันลวดความร้อนกับเตา จะต้องให้มี Temperature gradient ($\frac{dT}{dX}$) โดยกำหนดให้ ส่วนตรงกลางเตามีอุณหภูมิสูงสุด และอุณหภูมิของปลายทั้ง 2 ข้างค่อย ๆ ลดลง ดังนั้นความหนาแน่นของลวดความร้อน (Heater) จะต้องแตกต่างกัน

วิธีการทำเตาเผา ใช้ท่ออลูมิเนียมที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.3 เซ็นติเมตรเป็นพิมพ์ พันด้วยกระดาษแข็ง รอบท่อดังกล่าวหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร โดยใช้กาวติดกระดาษ แต่ไม่ให้กระดาษกับท่อติดกัน เพื่อว่าเวลาดินเหนียวแห้งจะได้ไม่แตก และสามารถดึงท่ออลูมิเนียมออกมาได้ เมื่อพันกระดาษแข็งรอบท่อดีแล้ว จึงเอาดินเหนียวทนไฟดังได้กล่าวมาแล้ว ปั้นทับกระดาษให้มีความยาวประมาณ 50 เซ็นติเมตร และตกแต่งให้ดินเหนียวมีความหนา $\frac{3}{4}$ เซ็นติเมตร โดยสม่ำเสมอกันตลอด

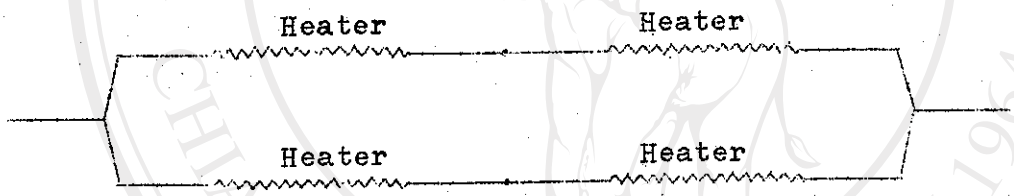


รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะการปั้นดินเหนียวกับกระดาษแข็งที่พันอยู่รอบท่ออลูมิเนียมที่ใช้เป็นพิมพ์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อตกแต่งผิวของดินเหนียวได้ดีแล้ว จึงแต่งผิวรอบนอกของดินให้เป็นร่อง ในลักษณะเป็นเกลียวไปรอบ ๆ เตารูปทรงกระบอก เพื่อใช้สำหรับพันลวดความร้อน ระยะแต่ละร่องห่างกับประมาณ 7 มิลลิเมตร เมื่อทำร่องเรียบร้อยแล้ว ก็เอาลวดความร้อนพันไปรอบ ๆ เตา ตามร่องที่ทำไว้เสร็จแล้วเอาดินเหนียวทนไฟฟอกทับลวดความร้อนอีกชั้นหนึ่ง ตกแต่งให้มีพื้นที่ภาคตัดขวางเป็นรูปสี่เหลี่ยมจตุรัส กว้างยาว 7.5 เซ็นติเมตร ปล่อยทิ้งไว้จนดินแห้งพอหมาด ๆ (อย่าให้แห้งเกินไปเนื่องจากดินจะแตก) ค่อย ๆ ดึงท่ออลูมิเนียมออก เนื่องจากท่อกับกระดาษไม่ติดกัน จะทำให้ถอดท่อออกมาได้โดยง่าย

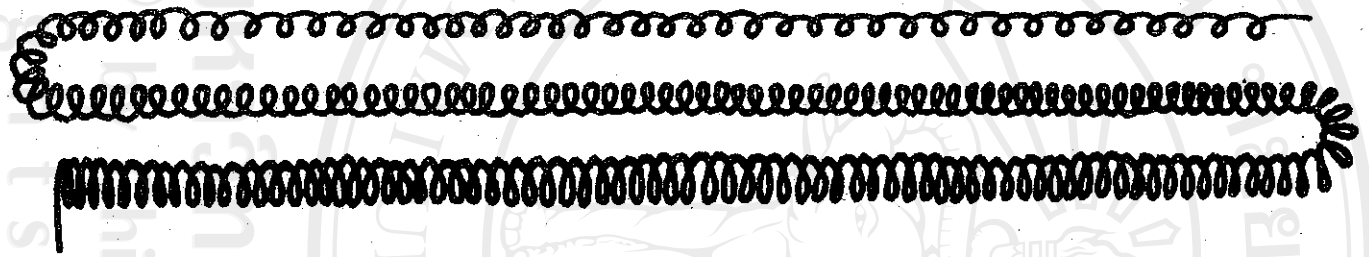
การพันลวดความร้อนเข้ากับเตาใช้ลวดความร้อนนิโครม (Nichrome) จำนวน 4 เส้นต่อกับดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะการต่อกันของลวดความร้อน 4 เส้นที่ใช้พันเข้ากับเตาเผา

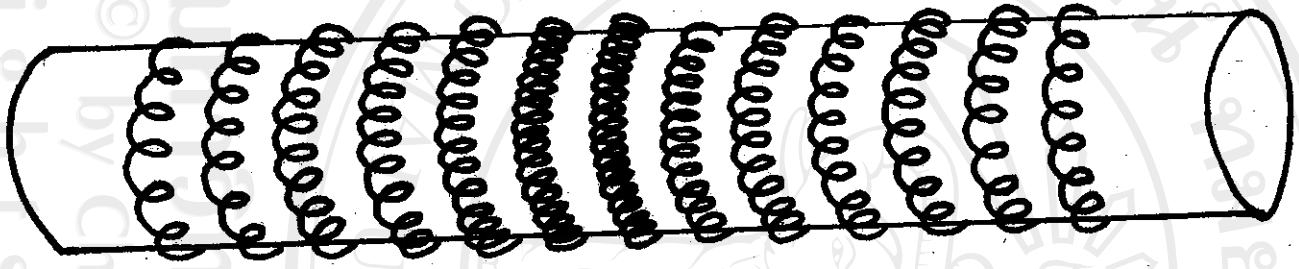
เนื่องจากต้องการให้เตามี Temperature gradient ($\frac{dT}{dX}$) คืออุณหภูมิของเตามีค่าเปลี่ยนแปลงไปตามความยาว โดยให้ส่วนตรงกลางของเตามีอุณหภูมิสูงสุด และอุณหภูมิตรงส่วนปลายของเตา มีค่าค่อย ๆ ลดลง ดังนั้นลวดความร้อนตรงส่วนกลางจะต้องหนาแน่นกว่าส่วนปลาย การพันกระทำในลักษณะที่ดึงลวดความร้อนออก ให้ความถี่ห่างของเกลี่ยวต่างกัน โดยที่ให้ส่วนที่จะเอาไปพันกับตรงกลางมีความถี่มากและค่อย ๆ ห่างออกไปตรงส่วนปลายของเตา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.3 ลักษณะการดึงลวดความร้อน ปลายด้านหนึ่งมีเกลียวของลวดลี่ปลายอีกด้านมีเกลียวของลวดห่างกันมาก

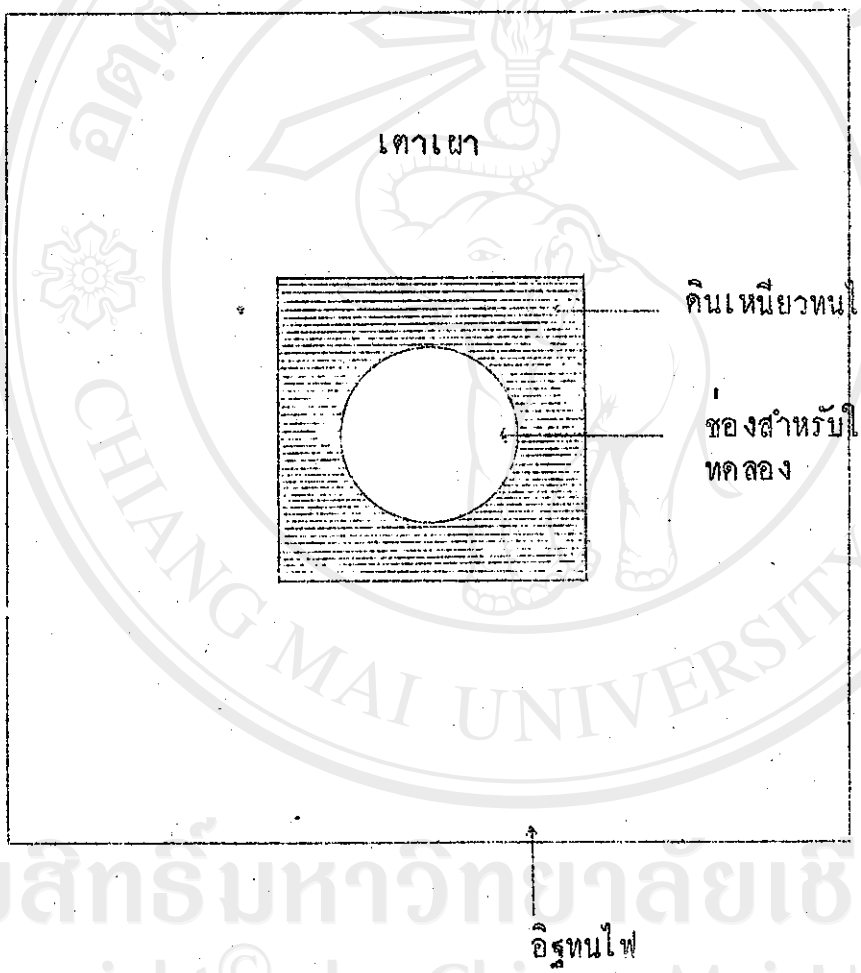
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.4 แสดงการพันลวดความร้อน เข้ากับเตาที่ปั้นจากดินเหนียวทนไฟ โดยที่ส่วนกลางของเตา เกลี่ยวของลวดความร้อนถี่กันมาก ส่วนตรงปลาย ๆ มีความถี่ของลวดความร้อนน้อย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อพันลวดความร้อนเข้ากับเตาเสร็จแล้ว ใช้ดินเหนี่ยวทนไฟทับลวดความร้อนอีกชั้นหนึ่งตกแต่งให้มีลักษณะเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส จากนั้นเอาเตาที่ได้ไปวางไว้ภายในอิฐทนไฟอีกชั้นหนึ่ง เพื่อให้อิฐเป็นฉนวนความร้อนที่จะสูญเสียออกไปจากเตา ต้องปล่อยให้ดินแห้งสนิทดีประมาณ 1 อาทิตย์ จึงปล่อยกระแสไฟเข้าลวดความร้อน ปล่อยทิ้งไว้จนดินเหนี่ยวสุกดินเหนี่ยวจะกลายเป็นสีแดง มีลักษณะแข็งเป็นเตาที่พร้อมจะใช้งานได้แล้ว

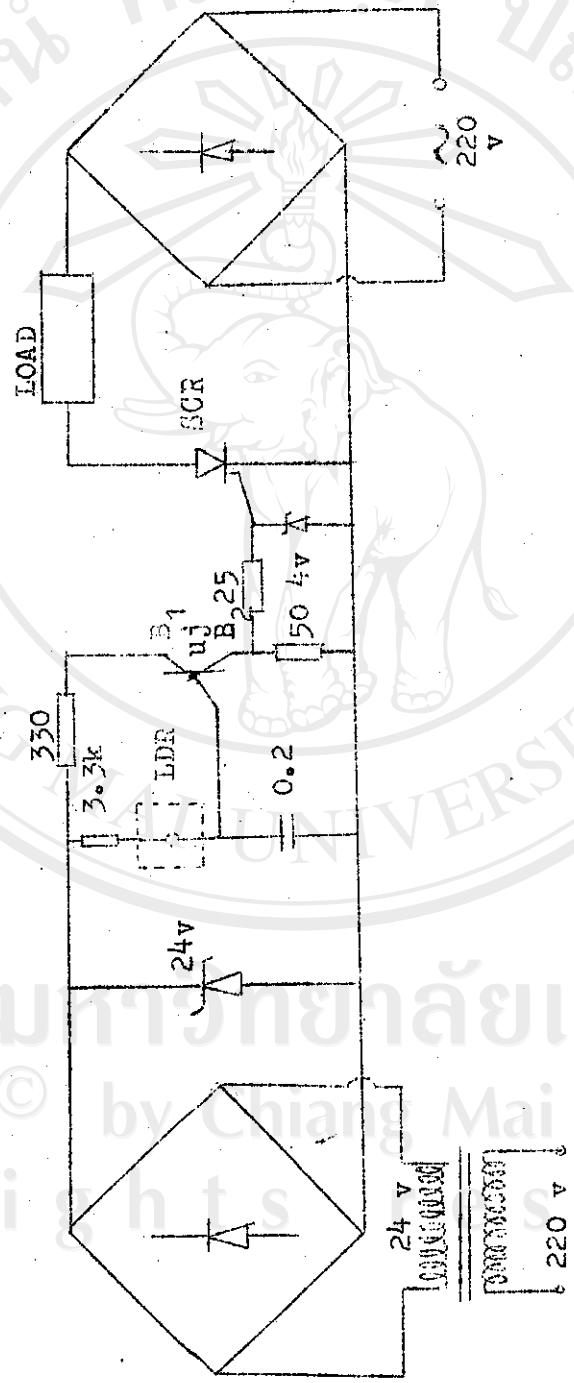


รูปที่ 3.5 ลักษณะของเตาตามภาคตัดขวาง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Controller)

เครื่องควบคุมอุณหภูมิที่สร้างขึ้น ได้สร้างตามแบบของ Luis A.Zoschi และ Carlos A.Pampillo[6] ดังวงจรในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 วงจรอิเล็คโทรนิคส์ SCR ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วงจรควบคุมอุณหภูมิมีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ

1. Bridge rectifier 2 ชุด
2. Power zener diode ขนาด 24 โวลต์
3. RC detector circuit
4. SCR (Silicon controlled rectifier)
5. Unijunction transistor
6. LDR (Light dependent resistor)

ในการควบคุมอุณหภูมิต้องใช้วงจรนี้ควบคู่กับเธอร์โมคอปเปิล สเกลแล้มกัลวานอมิเตอร์ (Scale lamp galvanometor) ลักษณะของเครื่องควบคุมอุณหภูมิภายนอก แสดงในรูปที่ 3.7

รูปที่ 3.7 ลักษณะภายนอกของเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

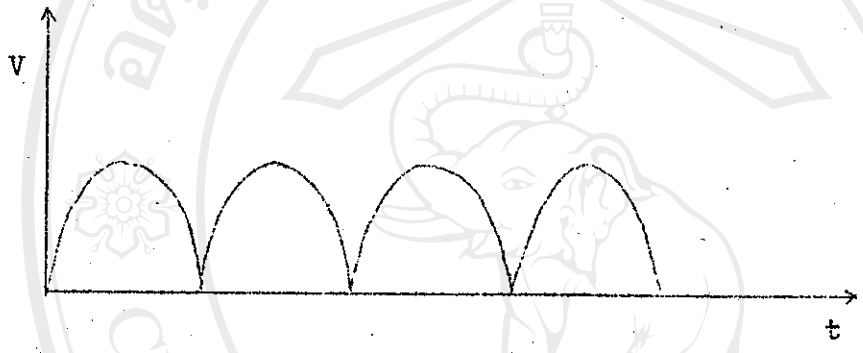
ในการปลูกผลึก อุณหภูมิที่ใช้ทดลองจะต้องคงที่ เครื่องควบคุมอุณหภูมิเครื่องนี้สามารถเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิได้อย่างรวดเร็ว เมื่ออุณหภูมิของเตามีค่าเพิ่มขึ้นมากกว่าอุณหภูมิที่เครื่องกำลังควบคุมอยู่ เพียงเล็กน้อย เครื่องควบคุมจะลดอุณหภูมิของเตาลงมายังค่าที่คุมอยู่ได้ทันที หรือถ้าอุณหภูมิของเตาเผาลดลง เครื่องมือจะจ่ายกระแสไฟให้มากขึ้น เป็นผลให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงจะเป็นไปอย่างรวดเร็ว เป็นผลให้การเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้ามีเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ทำให้อุณหภูมิในเตาเผาเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยหรือเกือบคงที่

การทำงานของเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

วงจรเครื่องควบคุมอุณหภูมิตามรูปที่ 3.6 แบ่งการทำงานได้เป็นสองส่วน คือส่วนที่หนึ่งเป็นวงจร oscillator ซึ่งเป็นส่วนที่ใช้ควบคุมการทำงานของ SCR โดยอัตโนมัติ ส่วนที่สองสำหรับจ่ายกระแสไฟฟ้าไปยังลวดความร้อน (Load) การจ่ายกระแสไฟขึ้นอยู่กับการทำงานของ SCR การทำงานของ SCR ถูกควบคุมโดยวงจร ออสซิลเลเตอร์ (Oscillator) ซึ่งความถี่ของการออสซิลเลท ถูกควบคุมโดย LDR โดยอาศัยหลักการที่ว่าความร้อนของเตาเผา ซึ่งวัดได้โดยใช้ เธอร์โมคอปเปิล (Thermocouple) จะมีแรงเคลื่อนไฟฟ้า ซึ่งวัดได้โดยใช้ Scale lamp galvanometer แสงจาก Scale lamp จะไปควบคุมความต้านทานของ LDR ถ้า LDR ได้แสงน้อยความต้านทานเพิ่มขึ้น ความถี่ของการออสซิลเลท จะน้อยลงทำให้ SCR ทำงานช้าลงด้วย เป็นผลให้กระแสผ่าน SCR น้อยลง ทำให้อุณหภูมิลดลงด้วย ในทำนองเดียวกันถ้า LDR ได้รับแสงจาก Scale lamp เพิ่มขึ้น SCR จะมีกระแสผ่านมากขึ้น กระแสที่ผ่าน SCR นี้เป็นกระแสตรงที่ผ่านการแปลงจากวงจรบริดจ์ กระแสที่แปลงแล้วจะผ่านลวดความร้อน (Load) กระแสจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับขนาดของลวดความร้อนด้วย ถ้า LDR มีคสนิทกระแสที่ผ่าน SCR และผ่านลวดความร้อนจะเป็นศูนย์ นั่นคือเครื่องควบคุมจะหยุดทำงาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การทำงานของวงจร oscillator ใช้กระแสไฟจากเม็นไลน์ 220 โวลต์ผ่านหม้อแปลงไฟเป็น 24 โวลต์ (หม้อแปลงขนาด 24 VA) จากนั้นจะผ่านวงจรบริดจ์เรคติไฟเออร์ เพื่อเปลี่ยนเป็นกระแสตรง ซึ่งจะจ่ายไปยังวงจรออสซิเลเตอร์ โดยมีซีนเนอร์ไดโอดขนาด 24 โวลต์ทำหน้าที่คุมโวลเตจให้คงที่ลักษณะของโวลเตจที่คร่อมระหว่างขั้วทั้งสองของซีนเนอร์ ไดโอดเป็นดังนี้



รูปที่ 3.8 การเปลี่ยนแปลงของโวลเตจที่คร่อมซีนเนอร์ไดโอด

กระแสไฟที่ผ่านการแปลงเป็นกระแสตรง จะถูกจ่ายไปยังวงจรออสซิเลเตอร์ ซึ่งประกอบไปด้วยยูนิจังชั่นทรานซิสเตอร์และ RC ดีเทคเตอร์ ส่วนของ RC ดีเทคเตอร์ประกอบด้วยความต้านทาน 3.3 กิโลโอห์ม ตัวความต้านทาน LDR (light dependent resistor) ซึ่งเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของวงจรนี้ และตัวคอนเด็นเซอร์ (condencen) LDR มีค่าความต้านทานประมาณ 75 โอห์ม ในแสงสว่างเต็มที่ของดวงไฟขนาด 2 โวลต์ (ประมาณ 1000 ลักซ์) และมีความต้านทานประมาณ 10 เมกกะโอห์มในที่มืด ดังนั้น RC ดีเทคเตอร์อันนี้จะมีค่าไทม์คอนแสต้นเปลี่ยนแปลงได้ขึ้นกับว่าตัว LDR จะถูกจัดไว้ในที่มืดหรือที่สว่างของดวงไฟ (ในการทดลองใช้ความสว่างจากดวงไฟของเสกลแล้มกัลวานอมิเตอร์)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เวลาที่ใช้ในการชาจร์คอนเด็นเซอร์ เป็นไปตามสมการ

$$v_c = v_t (1-e^{-t/RC})$$

เมื่อ v_c เป็นความต่างศักดิ์ไฟฟ้าคร่อมตัวคอนเด็นเซอร์

v_t เป็นความต่างศักดิ์คร่อมวงจรทั้งหมด

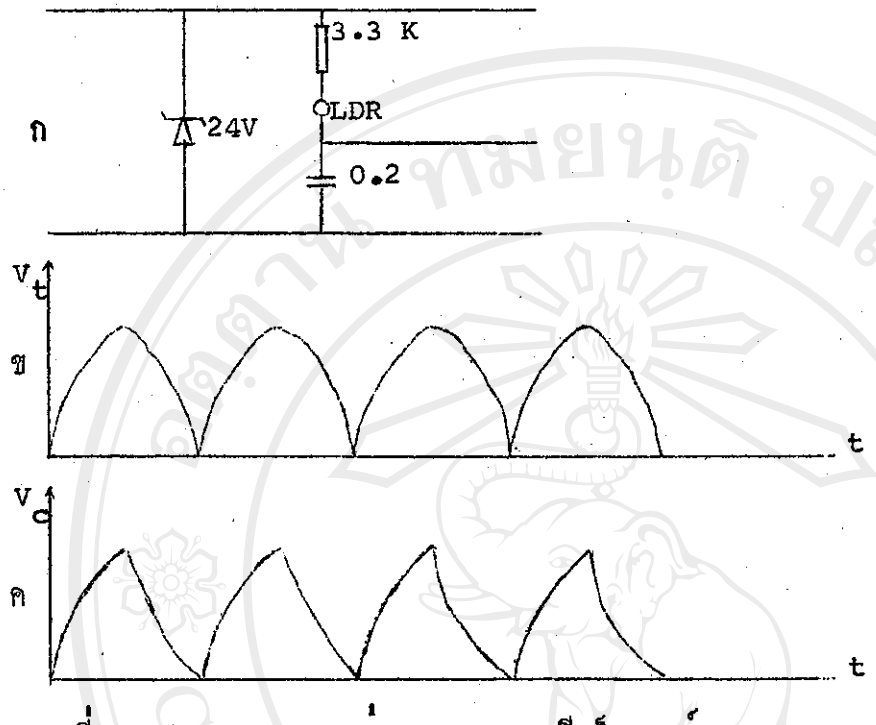
R เป็นความต้านทานรวมของ LDR กับตัวความต้านทาน 3.3 กิโลโอห์ม

t เป็นเวลาที่ใช้ประจุคอนเด็นเซอร์

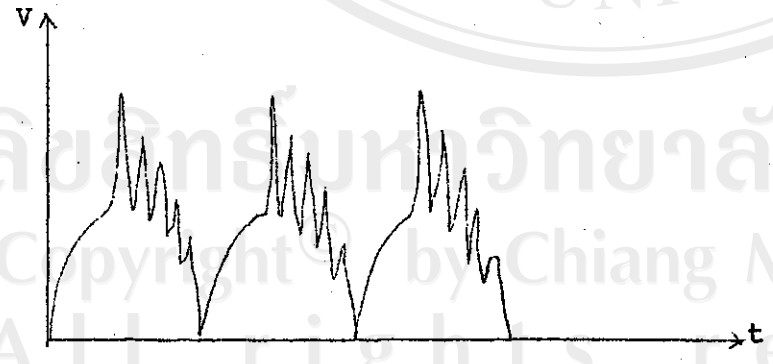
นั้นคือการออสซิเลท ของวงจรออสซิเลเตอร์ จะขึ้นอยู่กับค่าของ RC (R แทนด้วย LDR) ถ้าความต้านทานมากความถี่ของการออสซิเลทจะลดลง ในทำนองเดียวกันถ้าความต้านทานของ LDR มีค่าลดลง ความถี่ของการออสซิเลทจะมากขึ้น การประจุและคายประจุของคอนเด็นเซอร์ (charge and discharge) พิจารณาในรูปที่ 3.9

ขณะที่โวลเตจคร่อม RC ค่อย ๆ เพิ่มขึ้น คอนเด็นเซอร์จะถูกประจุจนกระทั่งมีค่าความต่างศักดิ์ไฟฟ้าสูงพอที่จะทำให้ยูนิจั้งชั่น ทรานซิสเตอร์ทำงาน เมื่อทรานซิสเตอร์ทำงาน คอนเด็นเซอร์จะคายประจุ (discharge) ผ่านไปยังอิมิทเทอร์ของยูนิจั้งชั่นทรานซิสเตอร์ คอนเด็นเซอร์จะคายประจุจนกระทั่งความต่างศักดิ์ไฟฟ้าของ v_c ลดลงถึงจุดที่ทรานซิสเตอร์ไม่ทำงาน วงจรจะหยุดออสซิเลท นั้นแสดงว่าความถี่ของการออสซิเลท จะขึ้นอยู่กับความถี่ของการประจุและการคายประจุของคอนเด็นเซอร์ แต่เนื่องจากลักษณะของไฟที่เข้าวงจรเป็นพัลส์ แบบฟูลเวฟ (full wave) การออสซิเลทจะเกิดขึ้นเป็นแห่ง ๆ ตามพัลส์ ดังแสดงในรูปที่ 3.10

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



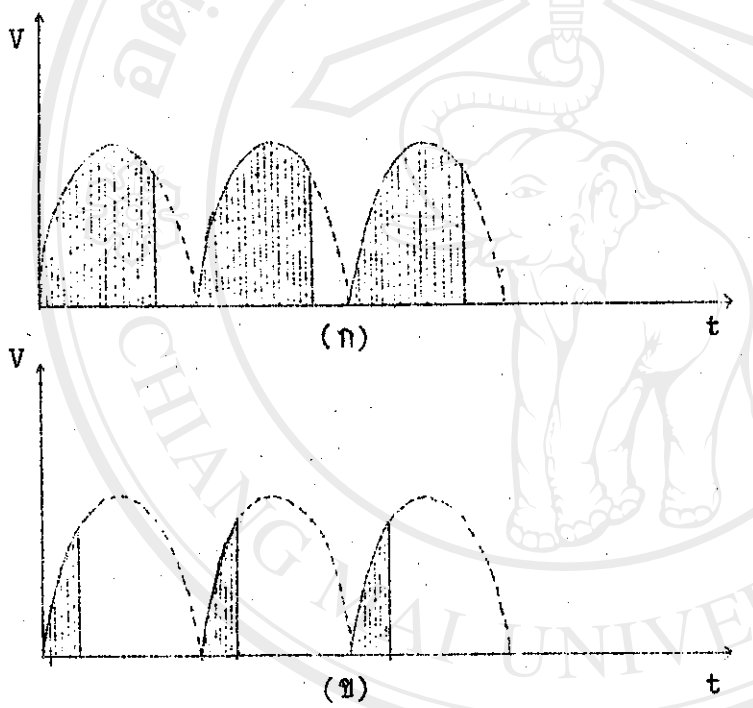
รูปที่ 3.9 (ก) แสดงส่วนของ RC ดีเท็คเทอร์
(ข) แสดงการเปลี่ยนแปลงของโวลเต็จที่คร่อม RC ทั้งหมด
(ค) แสดงการเปลี่ยนแปลงของโวลเตจที่คร่อม C



รูปที่ 3.10 แสดงลักษณะของพัลส์ จากวงจรออสซิเลเตอร์ซึ่งไปกระตุ้นที่เกทของ SCR ทำให้ SCR นำกระแสไฟ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

พิจารณาตัว SCR ซึ่งทำหน้าที่เป็นสวิสท์ สำหรับปิดเปิดวงจรที่จะจ่ายกระแสไฟฟ้าไปยังลวดความร้อน SCR จะทำงานเมื่อมีศักย์ไฟฟ้าที่เกทสูงพอ ซึ่งศักย์ไฟฟ้าได้มาจากความสูงของพัลส์ ของออสซิเลเตอร์นั้นเอง กระแสไฟที่ผ่าน SCR เป็นกระแสที่ได้จากไฟ 220 โวลต์ โดยผ่านวงจรบริดจ์เรคติไฟเออร์ เพื่อให้ SCR ทำงานได้ในทางเดียว ลักษณะพัลส์ที่ผ่าน SCR หรือลวดความร้อนจะเป็นไปในลักษณะ พูลเวฟ เมื่อทำงานเต็มที่ แต่ถ้าควบคุมด้วย SCR จะทำให้มีกระแสผ่านเป็นบางส่วน ของพัลส์เท่านั้น ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11

ถ้าความถี่ของการออสซิเลทมีค่าสูง จะเห็นพื้นที่ส่วนที่ทำงานของพลส์มีค่ามาก รูป 3.11 (ก) ถ้าความถี่ต่ำพื้นที่น้อยรูป 3.11 (ข)

จากการทดลองพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ผ่าน SCR มีค่าสูงสุด 5 แอมแปร์ ซึ่งจะได้อุณหภูมิสูงสุด 1100 องศาเซ็ลเซียส และเครื่องมือนี้สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

อุณหภูมิห้องถึงค่าสูงสุดในการทดลองที่อุณหภูมิสูง ๆ นั้น มักจะมีปัญหาเกี่ยวกับการระบายความร้อนของ SCR ถ้า SCR ร้อนมาก (ไม่เกิน 50 องศาเซลเซียส) SCR จะไม่ควบคุมกระแส ในช่วงอุณหภูมิที่ทำงานได้ดีที่สุดนั้น ประมาณ 300-500 องศาเซลเซียส แต่ถ้ามีระบบระบายความร้อนดี จะสามารถควบคุมที่อุณหภูมิสูง ๆ กว่านี้ได้

การใช้เครื่องมือในการทดลอง

ในตอนนี้จะได้อธิบายถึงการจัดเครื่องมือสำหรับการทดลองและการควบคุมอุณหภูมิของเตาโดยวงจรควบคุมในการควบคุมอุณหภูมิของเตาจัดเครื่องมือตามรูปที่ 3.12 โดยทำการจัดดังนี้คือ

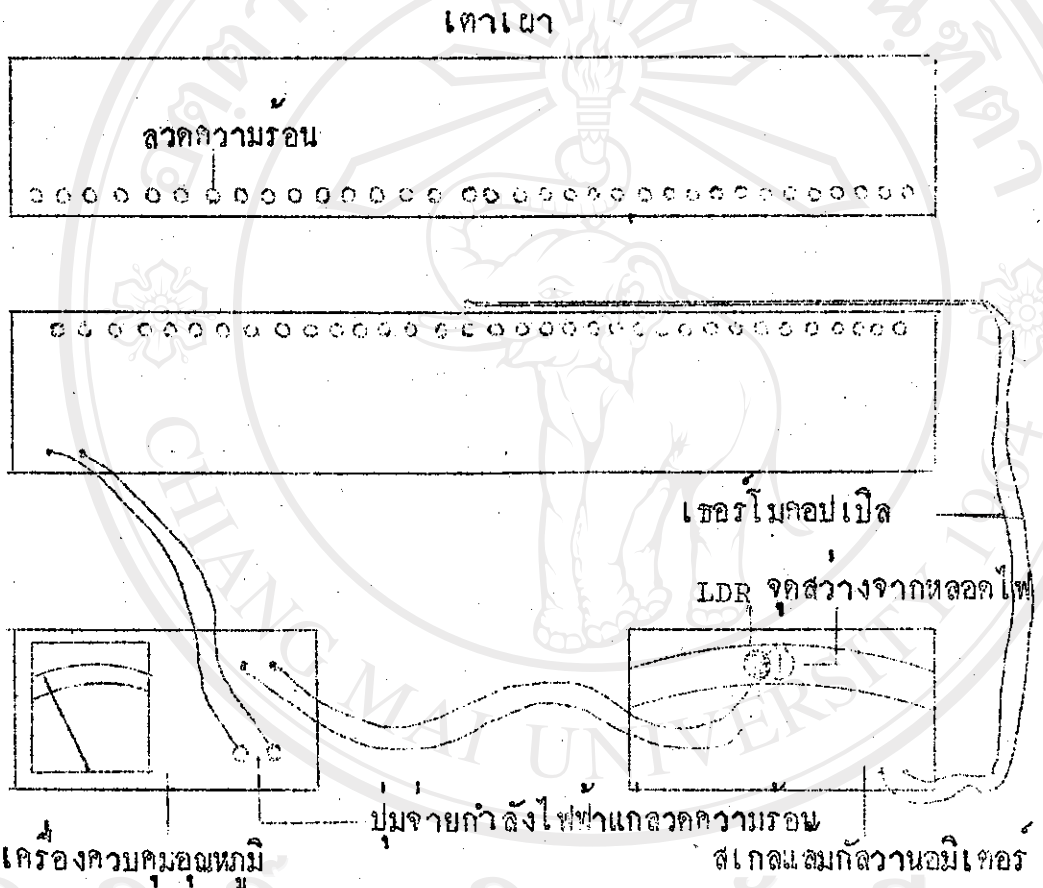
ต่อสายไฟจากปุ่มจ่ายกำลังไฟฟ้า ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิไปยังขั้วทั้ง 2 ข้างของลวดความร้อนของเตา (Furnace) ใส่เธอร์โมคอปเปิล เข้าไปในเตาให้ส่วนปลายสุดของเธอร์โมคอปเปิล อยู่ประมาณตรงส่วนกลาง ๆ ของเตา ปลายอีกด้านหนึ่งของเธอร์โมคอปเปิล ต่อเข้ากับปุ่มอินพุท ของสเกลแล้ม กัลวานอมิเตอร์ จากเครื่องควบคุมอุณหภูมิต่อสายของ LDR เอา LDR โยงไปยังหน้าปัดของสเกลแล้มกัลวานอมิเตอร์

สำหรับสเกลแล้มกัลวานอมิเตอร์นั้น เมื่อเปิดสวิสช์จะปรากฏมีจุดสว่างเป็นวงกลมเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซ็นติเมตร ขึ้นบนหน้าปัด ซึ่งมีขีดแบ่งสเกลเอาไว้เรียบร้อย จุดสว่างนี้จะมีขีดในแนวดิ่งอยู่ตรงกลางจะทำหน้าที่เป็นเข็มชี้แสดงปริมาณของอินพุทโวลเตจ ถ้าปล่อยอินพุตโวลเตจเข้าสเกลแล้มกัลวานอมิเตอร์ จุดสว่างจะแบบไปมากหรือน้อย แล้วแต่ปริมาณโวลเต็จที่ให้เข้าไป

สำหรับเธอร์โมคอปเปิล ซึ่งเป็นตัววัดอุณหภูมิ เมื่อเราเอาปลายด้านหนึ่งของเธอร์โมคอปเปิลจ่อเข้ากับความร้อน จะทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าขึ้นระหว่างปลายทั้ง 2 ของเธอร์โมคอปเปิล ซึ่งทำด้วยโลหะคนิดต่างกัน นั้นคือทำให้เกิดโวลเทจขึ้นระหว่างปลายทั้งสองของลวดเธอร์โมคอปเปิล ค่าปริมาณโวลเต็จจะมากหรือน้อย ขึ้นกับปริมาณความร้อนตรง

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ปลายอีกด้านหนึ่ง ซึ่งกำลังจ่ออยู่ที่จุดที่กำลังวัดอุณหภูมิ ถ้าตรงจุดนั้นร้อนมากโวลเต็จที่ออกมาของเธอร์โมคอปเปิลก็จะมาก



รูปที่ 3.12 แสดงการจัดเครื่องมือในการควบคุมอุณหภูมิของเตา เพื่อใช้ในการทดลอง

ดังนั้นถ้าต่อปลายอีกด้านหนึ่งเข้ามิลลิโวลต์มิเตอร์ ก็จะสามารถทราบปริมาณโวลเต็จที่ออกมาได้ จากค่าโวลเต็จอันนี้ เอาไปเทียบกับตารางมาตรฐาน ก็สามารถทราบอุณหภูมิของจุดในขณะที่เราวัดนั้นได้ ในการทดลองจริงได้ใช้กัลวานอมิเตอร์

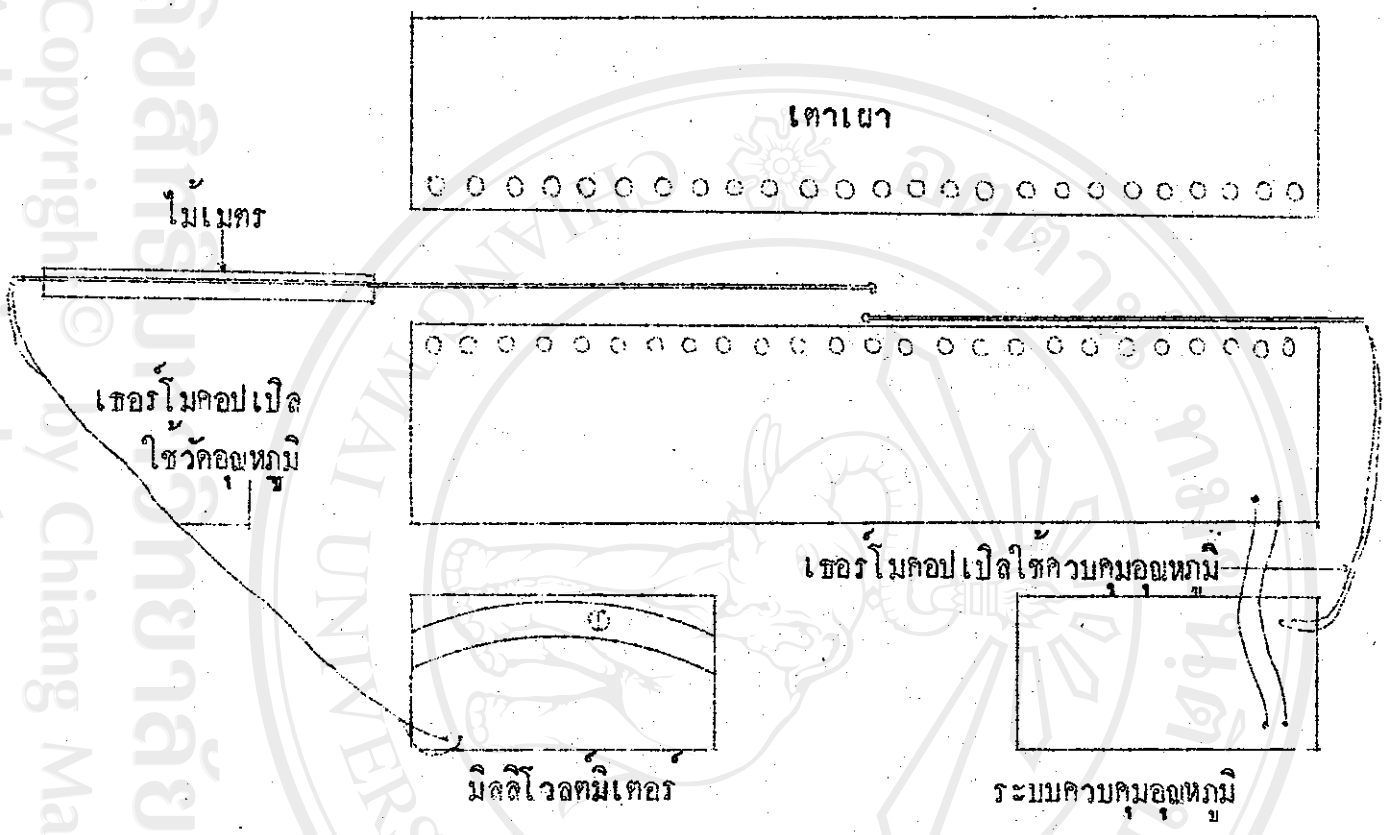
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

แบบสเกลแล้วที่ได้แบ่งสเกลอ่านค่าได้เป็นมิลลิโวลเต้จวัดโวลเต้จของเธอร์โมคอปเปิล

ในการจัดเครื่องมือในการทดลองที่สมบูรณ์จริง ๆ เราจัดดังรูปที่ 3.13 การเริ่มควบคุมอุณหภูมิกระทำดังนี้

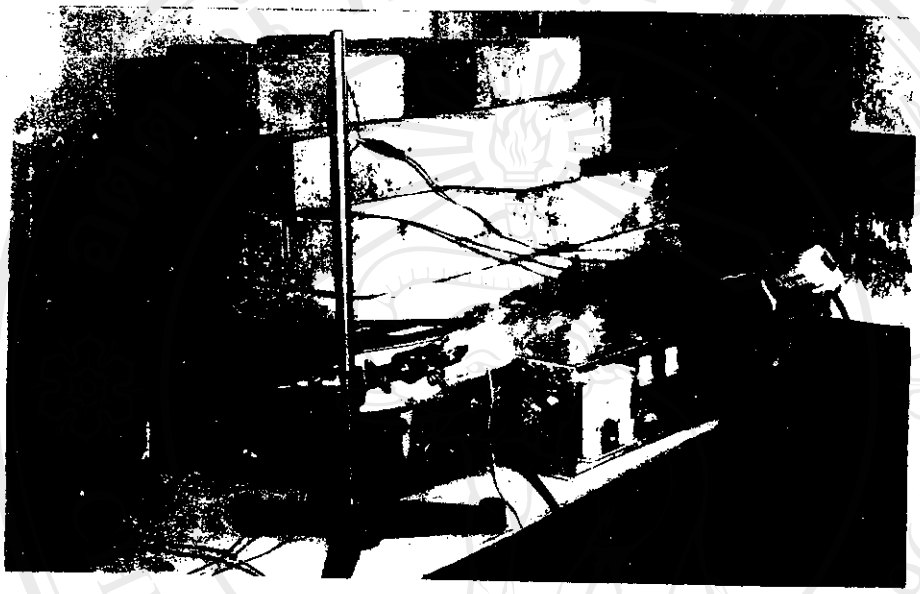
จัดเครื่องมือดังรูปที่ 3.13 โดยจัดระบบควบคุมอัตโนมัติตามรูปที่ 3.12 คือ มีเธอร์โมคอปเปิล 2 เส้นเส้นหนึ่งใช้สำหรับวัดอุณหภูมิ อีกเส้นหนึ่งใช้สำหรับควบคุมอุณหภูมิของเตา วาง LDR ให้รับแสงเต็มที่เปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิ เนื่องจากขณะนี้ LDR ได้รับแสงเต็มที่ ทำให้เครื่องควบคุมอุณหภูมิอยู่ในภาวะ จ่ายกำลังไฟฟ้าให้แก่ลวดความร้อนของเตาเต็มที่ ปล่อยให้อุณหภูมิของเตาค่อย ๆ เพิ่มขึ้นจนถึงค่าอุณหภูมิที่เราต้องการควบคุม โดยดูค่าโวลเต้จ จากมิลลิโวลต์มิเตอร์ ซึ่งเราต้องเทียบค่าจากตารางเป็นค่าอุณหภูมิที่เราต้องการไว้ก่อนแล้ว จากนั้นจึงเอา LDR จ่อไว้บนหน้าปัดของกัลวานอมิเตอร์ตรงจุดสว่างตามรูปที่ 3.12 ในขณะนี้เครื่องจะจ่ายกำลังไฟฟ้าขนาดหนึ่งให้แก่เตา สังเกตุกระแสได้จากมิเตอร์ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ซึ่งจะอ่านค่ากระแสไฟได้เป็นแอมแปร์ขณะนี้เครื่องอาจจะควบคุมอุณหภูมิยังไม่ตรงกับค่าของอุณหภูมิตามต้องการโดยสังเกตุจากโวลต์มิเตอร์ว่าค่าโวลเต้จตรงกับค่าที่เทียบไว้จากตารางหรือไม่ พยายามจัด LDR บนหน้าปัดของกัลวานอมิเตอร์ จนได้ค่าอุณหภูมิของเตาตามต้องการ เมื่อเราได้ปรับเครื่องมือต่าง ๆ เหล่านี้ให้ทำงานคือควบคุมอุณหภูมิตามที่เราต้องการแล้ว เตาจะมีอุณหภูมิคงที่อยู่ตรงจุดนั้น ค่าผิดพลาดของอุณหภูมิของเตาอยู่ในช่วง ±5 องศาเซลเซียส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.13 แสดงการจัดเครื่องมือเพื่อใช้ศึกษา Temperature gradient ของเตา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.14 รูปถ่ายแสดงลักษณะการจัดเครื่องมือ เพื่อหาลักษณะเฉพาะของเตาและการทดลองปลูกผลึก ประกอบด้วยเครื่องควบคุมอุณหภูมิ มิลลิโวลต์มิเตอร์ เธอร์โมคอปเปิล

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การศึกษาลักษณะเฉพาะของเตา

การศึกษาลักษณะเฉพาะของเตาเป็นการวัดอุณหภูมิภายในเตาตรงจุดต่าง ๆ แล้วนำค่าที่ได้มาเขียนกราฟของอุณหภูมิกับระยะทางภายในเตา จากลักษณะของกราฟที่ได้เราก็สามารถทราบว่าเตาที่เราสร้างขึ้นมานั้นมี Temperature gradiant ($\frac{dT}{dX}$) เป็นอย่างไร

การวัดอุณหภูมิ เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของเตาจัดเครื่องมือตามรูปที่ 3.13, 3.14 ต่อระบบควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติเข้ากับเตาตามที่ได้อธิบายมาแล้วในตอนก่อน จากนั้นเอาไม้เมตร พร้อมกับที่จับ จัดไม้เมตรให้อยู่ในแนวนอนขนานกับเตาให้ปลายด้านหนึ่งของไม้เมตรชี้เข้าหาเตา ปลายของไม้เมตรอยู่ห่างจากเตาเท่าไรก็ได้ ระดับของไม้เมตร อยู่ตรงระดับของเตาที่เราต้องการวัดอุณหภูมิใส่เธอร์โมคอปเปิล เข้าไปให้ปลายที่ใช้วัดอยู่ตรงระยะ (27 ซม.จากปลายด้านหนึ่งของเตา) ตรงกลางเตาปลายอีกด้านต่อเข้ามิลลิโวลต์มิเตอร์ เปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ปรับให้ควบคุมอุณหภูมิของเตาโดยให้ส่วนกลางของเตาซึ่งเป็นส่วนที่มีอุณหภูมิสูงสุด มีอุณหภูมิระดับหนึ่ง ปล่อยเครื่องให้ทำงานอยู่ระยะหนึ่ง เพื่อว่าให้ส่วนต่าง ๆ ของเตามีอุณหภูมิอยู่ในภาวะคงตัว (Steady State) จากนั้นจึงทำการวัดอุณหภูมิของเตาตรงส่วนต่าง ๆ โดยเริ่มวัดจากตรงส่วนกลางของเตาออกมา ค่อย ๆ ดึงเธอร์โมคอปเปิลออกมาที่ละ 1 เซ็นติเมตร แต่ละครั้งที่ดึงออกจดค่ามิลลิโวลต์ เมื่อทำการวัดจนสุดออกจากปลายด้านหนึ่งแล้วก็ไปวัดอีกด้านหนึ่งโดยทำทำนองเดียวกันคือใส่เธอร์โมคอปเปิล เข้าเตาตรงจุดกลางตำแหน่งเดียวกันกับตอนแรกค่อย ๆ ดึงเธอร์โมคอปเปิลออกครั้งละ 1 เซ็นติเมตรอย่างเดิม เมื่อทำการวัดค่าเป็นมิลลิโวลต์แล้วนำค่าที่ได้ไปเทียบกับตารางมาตรฐานแปลงเป็นค่าอุณหภูมิเป็นองศาเซ็ลเซียส

การวัดระยะทางภายในเตา กำหนดให้ปลายด้านหนึ่งของเตาเป็นปลายด้านที่มีระยะทางเป็น 0 ระยะต่อไปภายในเตา ก็เป็นระยะที่เทียบกับปลายด้านนี้ของเตาจนไปสุดปลายอีกด้านหนึ่งซึ่งเป็นระยะ 53 เซ็นติเมตร

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

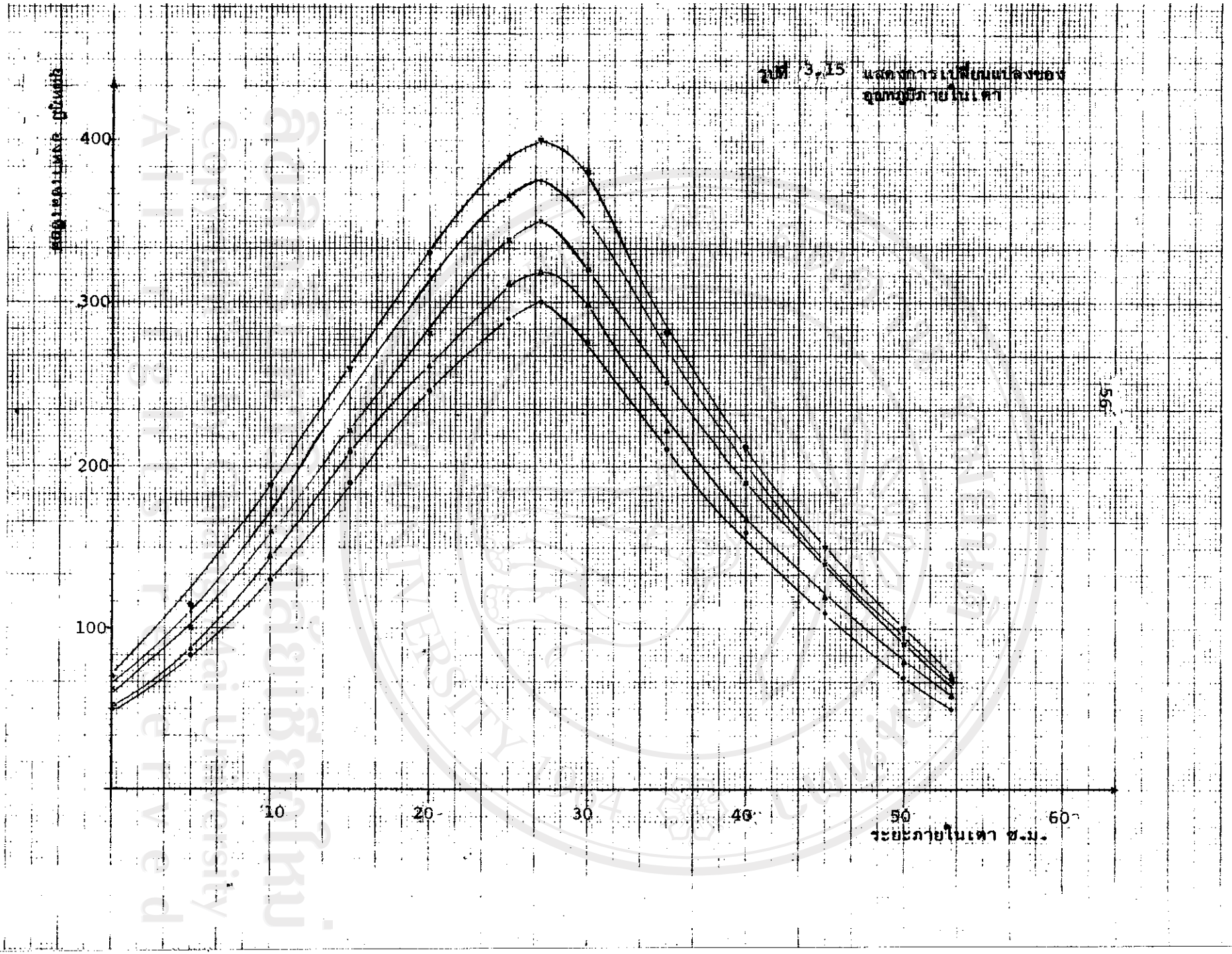
ผลการทดลองหาลักษณะเฉพาะของเตา

จากการทดลองวัดอุณหภูมิของเตาที่ระยะต่าง ๆ ที่อุณหภูมิสูงสุดต่าง ๆ กันดังตารางในการทดลอง (ดูตารางที่ 1-5 ในภาคผนวก) ได้ทำการวัดเมื่อเตามีอุณหภูมิสูงสุดที่ 300, 325, 350, 375, และ 400 องศาเซ็นเซียส เมื่อนำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟของอุณหภูมิกับระยะทางภายในเตา ดังรูปที่ 3.15 เตามีอุณหภูมิสูงสุดที่ระยะ 27 เซ็นติเมตร หรือที่ระยะประมาณตรงส่วนกลาง ๆ เตา

ผลที่ได้จากการทดลอง ณ.อุณหภูมิต่าง ๆ ปรากฏว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ลักษณะการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของเตาในแต่ละส่วนไม่เท่ากัน กล่าวคือตรงส่วนกลางของเตาจะมีการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิมากกว่าส่วนปลายทั้ง 2 ข้างของเตา ดังนั้นจะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิของเตามากขึ้นค่า temperature gradient ในแต่ละจุดของเตาจะมากขึ้น

เมื่อค่าอุณหภูมิภายในเตามีลักษณะการเปลี่ยนแปลงเป็นแบบนี้ การทดลองปลูกผลึกในแต่ละครั้ง จึงจำเป็นจะต้องหาค่าของ temperature gradient ตรงอุณหภูมิที่จะทำกับการทดลองนั้น ๆ ทุกครั้ง และอีกประการหนึ่งการทดลองจะต้องกระทำภายในห้องที่ปิดมิดชิด ไม่ให้มีการถ่ายเทของอากาศภายในห้องทดลองนั้นมากนัก เนื่องจากถ้าอากาศถ่ายเทมาก จะไปมีผลต่ออุณหภูมิภายในเตาด้วย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 3.15 แสดงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิภายในเตา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

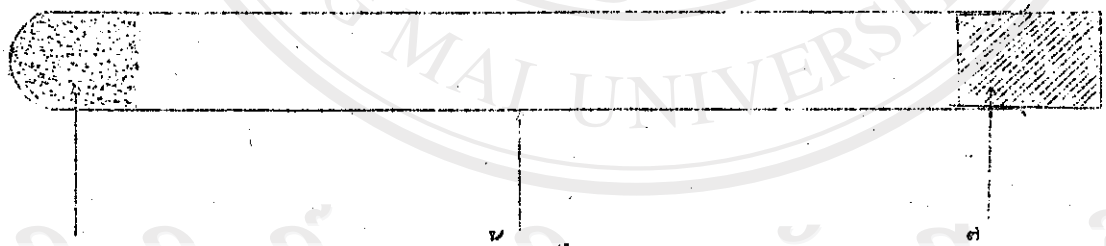
การทดลองปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของแอมโมเนียมคลอไรด์

การปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของแอมโมเนียมคลอไรด์ ใช้สารแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีความบริสุทธิ์ถึง 99.8% และมีส่วนประกอบของสารอื่น ๆ บ้าง ดังได้กล่าวมาแล้ว

การทดลอง

นำหลอดแก้วทนไฟ(Pyrex Glasstube) ขนาดความยาว 40 เซ็นติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3.7 เซ็นติเมตร ด้านหนึ่งของหลอดแก้วปิด ล้างด้วยน้ำกลั่นให้สะอาดแล้วอบให้แห้ง

ชั่งสารแอมโมเนียมคลอไรด์ ที่จะใช้ประมาณ 10 กรัม ใส่ลงในหลอดแก้วทนไฟ โดยให้สารแอมโมเนียมคลอไรด์ อยู่ตรงส่วนกันด้านปิดของหลอดแก้ว ปิดปลายอีกด้านด้วยจุกไม้ก๊อกให้แน่น



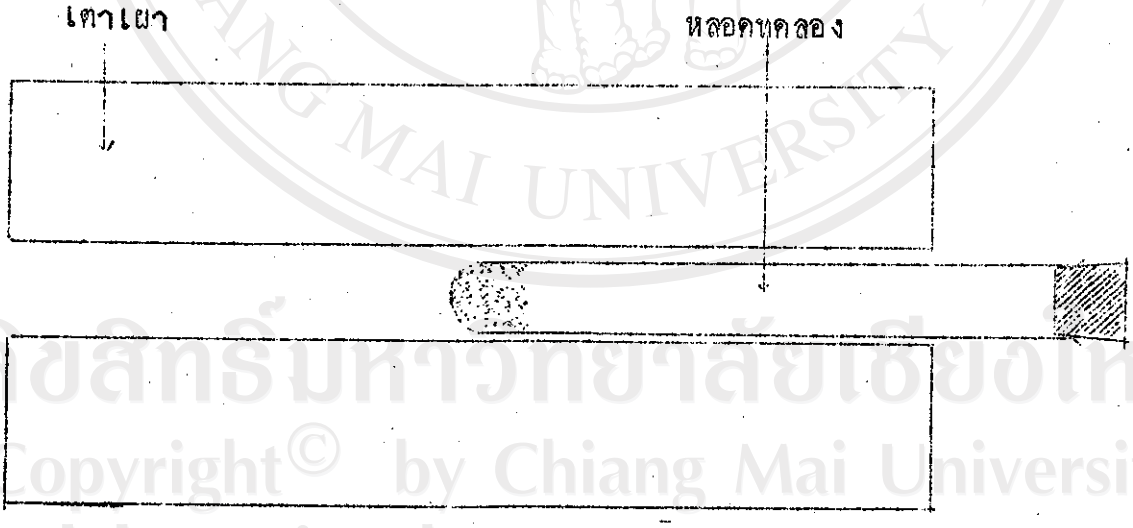
รูปที่ 3.16 แสดงการใส่สารในหลอดแก้ว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ปล่อยกระแสไฟเข้าลวดความร้อนของเตาเต็มที่ ใช้เธอร์โมคอปเปิลวัดอุณหภูมิตรงจุดที่มีอุณหภูมิสูงสุดของเตา เมื่อตรงจุดนั้นมีอุณหภูมิสูงขึ้นถึงค่าที่ต้องการ ควบคุมอุณหภูมิของเตาไว้ ตรงค่าอุณหภูมินั้น โดยเครื่องควบคุม (อ่านวิธีการควบคุมอุณหภูมิของเตาในบทการใช้เครื่องมือ)

เปิดเครื่องปล่อยทิ้งไว้ประมาณ 3-4 ชั่งโมง เพื่อให้ความร้อนภายในเตาอยู่ในภาวะคงที่ (Steady state) เมื่อเตาอยู่ในภาวะคงที่ สังเกตดูได้จากเข็มวัดค่ากระแสไฟของเครื่องควบคุมอุณหภูมิ จะมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ถ้าความร้อนของเตายังไม่ถึงค่าคงที่ เข็มวัดกระแสไฟของเตาจะเปลี่ยนแปลงมาก

เมื่อความร้อนภายในเตาอยู่ในภาวะคงที่แล้วเอาหลอดแก้วที่เตรียมไว้สอดปลายด้านปิดเข้าเตา โดยให้ส่วนที่มีสาร NH_4Cl อยู่ตรงส่วนที่มีอุณหภูมิสูงสุดของเตา อบสารไว้ประมาณ 24 ชั่งโมง จากนั้นจึงปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ปล่อยเตาทิ้งไว้ให้เย็นตัวลง จนอุณหภูมิภายในเตาเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้วจึงเอาหลอดแก้วออกจากเตา



รูปที่ 3.17 ลักษณะการวางหลอดแก้วทดลองภายในเตาเผา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ทำการทดลองตามวิธีดังกล่าวข้างต้น 5 ครั้งที่อุณหภูมิสูงสุดของเตาประมาณ 300°C, 325°C, 350°C, 375°C, 400°C ตามลำดับ (ดังแสดงในกราฟรูปที่ 3.15) ในการทดลองแต่ละครั้งจะเกิดผลึกรูปต่าง ๆ กัน เกาะติดกับผนังของหลอดแก้วทนไฟ เมื่อเอาหลอดแก้วทนไฟที่มีผลึกเกาะติดอยู่ออกจากเตาแล้ว นำมาวัดระยะทางว่าผลึกรูปไหนเกิดที่ระยะทางภายในเตาเท่าไร เพื่อที่จะได้หราบว่าผลึกรูปไหนเกิดที่อุณหภูมิเท่าไร

-เอาผลึกในแต่ละหลอด ออกจากหลอดทดลองนำมาเก็บไว้แยกตามรูปร่างของผลึก

-นำผลึกที่ได้ไปถ่ายด้วยรังสีเอกซ์ โดยใช้วิธีของ Laue แบบ Back reflection

-นำผลึกที่ได้ของแต่ละหลอดทดลองไปบดเป็นผง เพื่อตรวจสอบดูความบริสุทธิ์ของผลึก การตรวจสอบทำโดยการถ่ายรังสีเอกซ์ของผงที่บดในกล้องแบบ Debye Scherrer

-นำฟิลม์รังสีเอกซ์ที่ได้จากการถ่ายแบบ Back reflection ไปอ่านดูว่าผลึกที่ได้เป็น Single Crystal หรือเปล่า และนำฟิลม์จากวิธีของ Debye-Scherrerไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผลึก

<u>การตรวจสอบสารแอมโมเนียมคลอไรด์ด้วยรังสีเอ็กซ์</u>

การตรวจสอบนี้เพื่อความแน่ใจว่าสารที่เรานำมาทำการทดลองเป็นสารแอมโมเนียมคลอไรด์จริง ๆ

การตรวจสอบสารแอมโมเนียมคลอไรด์ นำผลึกมาบดให้เป็นผงที่ละเอียด เนื่องจากสารแอมโมเนียมคลอไรด์ ดูดความชื้นและละลายน้ำได้ดีจึงมีความลำบากเล็กน้อยในการบด เพียงโดนละอองน้ำเล็กน้อยก็ทำให้มันละลายได้ ดังนั้นเมื่อบดผลึกแอมโมเนียมคลอไรด์ แล้วถ้ามีความชื้นควรเอาไปอบด้วยความร้อนจากแสงของหลอดไฟ Incandescent lamp

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ขนาด 60 W สัก 2-3 นาที เพราะถ้าขึ้นจะใส่ในหลอดคาปิลารี่ไม่ได้ เนื่องจากผงสารจะเกาะติดกัน เสร็จแล้วนำผงผลึกที่แห้งสนิทดีแล้วไปใส่ในหลอดคาปิลารี่ ลักษณะของหลอดคาปิลารี่เป็นหลอดใส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.5 มิลลิเมตร ปลายด้านหนึ่งปิด ปลายด้านหนึ่งทำเป็นกะเปาะเปิด เพื่อใช้สำหรับใส่สาร เอาผงผลึกแอมโมเนียมคลอไรด์ใส่ลงในหลอดทางด้านกะเปาะ แล้วค่อย ๆ เคาะให้ผงสารตกลงไปอยู่ตรงก้นของหลอดคาปิลารี่ ค่อย ๆ เคาะจนกระทั่งผงผลึกเข้าไปอยู่จนแน่นพอเพียง เสร็จแล้วตัดหลอดคาปิลารี่ที่มีสารแอมโมเนียมคลอไรด์ อยู่จนแน่นนี้ออกมายาวประมาณ 1 เซ็นติเมตร โดยการใช้ไฟลนตรงหลอด หลอดจะขาดและปิดปลายด้านที่ถูกลนเอง เนื่องจากมันจะละลายเข้าติดกัน จากนั้นจึงนำเอาสารตัวอย่างที่เตรียมเรียบร้อยแล้วไปปักลงในกล้องถ่ายรังสีเอกซ์ แบบ Debye Scherrer ปรับให้หลอดคาปิลารี่อยู่ในแนวดิ่งตรง และอยู่ตรงกลางของกล้อง การปรับมองผ่านกล้องขยายไปยังหลอด ตรงที่ปักของกล้องสามารถหมุนได้ มีปุ่มสำหรับปรับให้หลอดอยู่ตรงกลางโดยเฉพาะ เมื่อปักหลอดคาปิลารี่ที่มีผงแอมโมเนียมคลอไรด์อยู่ภายในอย่างหนาแน่นนั้นดีแล้ว เอากล้องไปใส่ฟิล์ม จัดการปิดกล้อง แล้วเอากล้องไปใส่ตรงช่องหน้าต่างของเครื่องถ่ายรังสีเอกซ์ ถ่ายภาพของสารจากรังสีเอกซ์ออกมา การถ่ายใช้เวลา 2-3 ชั่วโมง สำหรับในการทดลองนี้ใช้เครื่องถ่ายรังสีเอกซ์ ที่มี copper เป็นเป้า (target) และใช้ Ni เป็นฟิลเตอร์

เมื่อถ่ายภาพของผลึกด้วยรังสีเอกซ์เรียบร้อยแล้ว นำฟิล์มที่ได้ไปล้างนำฟิล์มที่ได้ไปวัดระยะของลายเส้นที่ปรากฏบนฟิล์ม ด้วยไม้บรรทัดที่วัดอ่านค่าละเอียดได้ $\frac{1}{1000}$ เซ็นติเมตร เมื่อวัดระยะของลายเส้นบนฟิล์มแล้ว นำไปคำนวณหาค่ามุมของการสะท้อนของรังสีเอกซ์ เมื่อเราทราบแล้วว่าลายเส้นต่าง ๆ เกิดการสะท้อนมาจาก lattice plane ของผลึกด้วยมุมเท่าไร ก็นำค่ามุมที่ได้ไปคำนวณหาว่ามุมนั้นสะท้อนมาจาก lattice plane อะไรโดยการคำนวณหาค่า Miller indices การคำนวณหาค่า Miller indices ได้แสดงไว้ในตารางที่ 6 และ 7 ในภาคผนวก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การคำนวณหาค่า Miller index ของ lattice plane

เมื่อเราทราบระยะต่าง ๆ ของลายเส้นจากการวัดแล้ว เอาค่าที่ได้มาคำนวณหาค่ามุมจากสูตร

$$\theta = \frac{S}{4R} \qquad \ldots\ldots\ldots(1)$$

เมื่อ S คือระยะห่างของลายเส้นที่สะท้อนมาจาก plane เดียวกัน

R คือรัศมีของแผ่นฟิลม์ที่วางเป็นรูปทรงกระบอกรอบ ๆ สารตัวอย่าง หรือก็คือรัศมีของกล้อง ในการทดลองนี้ใช้กล้องที่มีรัศมี 5.73 เซนติเมตร หรือเท่ากับ $\frac{1}{10}$ เรเดียส เมื่อทราบค่า θ มุมของการสะท้อนของรังสีเอกซ์จาก plane ของผลึกแล้ว นำค่า θ ที่ได้ไปคำนวณหาค่า miller index ตามวิธีการดังต่อไปนี้

จากสูตร

$$n\lambda = 2d \sin\theta \qquad \ldots\ldots\ldots(2)$$

ดังนั้นจะได้ว่า $\sin^2\theta = (\frac{n\lambda}{2d})^2$

$$= A^2(\frac{1}{d_{hkl}})^2 \qquad \ldots\ldots\ldots(3)$$

สำหรับผลึกที่เป็นรูป Cubic form จะได้ว่า $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}$

เมื่อ a คือค่า lattice constance

$$\sin^2\theta = A(h^2+k^2+l^2) = AN$$

เมื่อ

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2}$$

จากสูตรต่าง ๆ เหล่านี้จะเห็นว่าเมื่อเรานำค่า θ ที่ได้ไปคำนวณหาค่า $\sin^2$ มันจะมีค่าเท่ากับ AN หรือคือค่าของ $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ เป็นตัวเลขคงที่อันหนึ่ง คูณอยู่กับเลขจำนวนเต็ม N (ดูตามตารางที่ 6, 7 ในภาคผนวก) พยายามนำค่า $\sin^2\theta$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

มาแยกหาตัวเฟคเตอร์ร่วมตัวนี้โดยการลอง ซึ่งการทำต้องใช้เวลาในการลอง เมื่อเราทราบตัวเฟคเตอร์ร่วม เราก็ทราบค่า N ซึ่งเป็นเลขจำนวนเต็ม

ค่าเลขจำนวนเต็ม N นี้จะมีค่าตามลักษณะของผลึก ดังต่อไปนี้คือ(20)

1. ถ้าลักษณะพื้นฐานของผลึกเป็น Simple cubic ค่า

N = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, ...

2. ถ้าลักษณะพื้นฐานของผลึกเป็น b.c.c ค่า

N = 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, ...

3. ถ้าลักษณะพื้นฐานของผลึกเป็น f.c.c. ค่า

N = 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20, ...

เมื่อเราสามารถคำนวณหาค่า N ได้แล้ว จากสูตรที่ (4) เราทราบว่า

$$N = (h^2+k^2+l^2)$$

นำค่า N ที่ได้มาคำนวณหาค่า h,k,l,โดยการพยายาม แยกตัวเลขจำนวนเต็มนั้นออกดูยกกำลัง 2 ของแต่ละตัว แล้วนำมารวมกัน ถ้าได้เท่ากับค่า N ค่า Miller index ก็คือค่าตัวนั้น แสดงให้เห็นว่าลายเส้นที่สะท้อนออกมานั้นมาจาก plane hkl ดังที่คำนวณได้

เช่นถ้าค่า N = 2

จะได้ว่า $= (h^2+k^2+l^2) = (1^2+1^2+0^2)$

ดังนั้น plane ที่สอดคล้องกับค่า N = 2 มีค่า hkl = 110

ถ้า N = 3

$= (h^2+k^2+l^2) = (1^2+1^2+1^2)$

plane ที่สอดคล้องกับ N = 3 มีค่า hkl = 111

จากค่า Miller index ที่ได้เรานำไปเปรียบเทียบกับบัตรรายการของสาร เราก็ทราบได้ว่าสารนั้น ๆ เป็นอะไร

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เนื่องจากทราบว่าสารแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ทำการตะ วจเป็นสารที่มี unit cell เป็นแบบ cubic ดังนั้นในที่นี้จึงขอกล่าวเฉพาะการหาลักษณะของผลึกแบบ cubic form เท่านั้น

ผลการตรวจสอบสารที่นำมาทดลอง

จากการคำนวณหาค่าเฟคเตอร์รวมของค่า $\sin^2\theta$ ได้ผลว่า N มีค่าดังนี้คือ N = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 24, 25 สอดคล้องกับ plane hkl, (100), (110), (111), (200), (210), (211), (211), (220), (300), (310), (410), (330), (411), (331), (420), (421), (332), (422), (430)

ซึ่งตรงกับลักษณะของ plane ของการสะท้อนของสารแอมโมเนียมคลอไรด์ ดังได้กล่าวแล้วจากบทของทฤษฎี (บทที่ 2) และจากค่า N ที่ได้ ทำให้ทราบว่าสารแอมโมเนียมคลอไรด์ มี unit cell แบบ simple cubic

จากการคำนวณหาค่า lattice constance a ของแต่ละ plane แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยได้ค่า a ~ 3.875 ± .016 อังสตรอม

แสดงว่าสารที่เรานำมาปลูกผลึกครั้งนี้เป็นสารแอมโมเนียมคลอไรด์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การตรวจสอบผลึกเชิงเดี่ยว

การตรวจสอบว่าผลึกของแอมโมเนียมคลอไรด์ ที่ได้ปลูกขึ้นเป็นผลึกเชิงเดี่ยวหรือไม่ การตรวจสอบใช้วิธีการถ่ายรังสีเอกซ์ตามวิธีของ Laue แบบ Back reflection การถ่ายภาพใช้ฟิลม์ เป็นแผ่นขนาด 3 คูณ 5 นิ้ว ใส่ไว้ในตลับฟิลม์ที่ทำเป็นแผ่นราบมีที่ปิดแผ่นฟิลม์ไว้เพื่อไม่ให้โดยแสงสว่าง เจาะรูตรงกลาง เพื่อให้รังสีเอกซ์ผ่านไปตกลงบนผลึกและรังสีเอกซ์จะสะท้อนจากผลึกมาตกลงบนแผ่นฟิลม์ตามลักษณะของระนาบของผลึกที่สะท้อนรังสีเอกซ์ ผลึกที่ถ่ายรังสีเอกซ์จะต้องมีที่จับผลึกที่ทำเป็นพิเศษ สามารถหมุนได้รอบตัว เพื่อประโยชน์ในการปรับทิศทางของผลึก ให้หันหน้าของผลึกด้านที่ต้องการถ่ายรังสีเอกซ์เข้าหารังสีเอกซ์ได้อย่างถูกต้องและแน่นอน ที่จับผลึกกับตลับฟิลม์จะต้องมีที่วางที่คงที่แน่นอน และสามารถปรับระยะทางเข้าหากันหรือออกห่างกันได้ เพื่อประโยชน์ในการปรับระยะทางระหว่างฟิลม์กับผลึก โดยทั่ว ๆ ไปในการถ่ายภาพรังสีเอกซ์ของผลึกแบบนี้ใช้ระยะห่างระหว่างผลึกและฟิลม์เท่ากับ 3 หรือ 5 เซ็นติเมตร การจัดระยะระหว่างฟิลม์และผลึกให้ใกล้มีประโยชน์ 2 ประการคือ

1. จะช่วยลดระยะเวลาในการถ่ายรังสีเอกซ์ลง เนื่องจากถ้าระยะใกล้ความเข้มของรังสีที่ตกก็มากขึ้น ทำให้ช่วยลดเวลาลงได้

2. ทำให้จำนวนจุดที่ปรากฏบนฟิลม์มีจำนวนมากขึ้น

การถ่ายรังสีเอกซ์โดยวิธีนี้ เป็นการยากมากที่จะวัดระยะห่าง - ระหว่างแผ่นฟิลม์และผลึกได้อย่างถูกต้อง เพราะว่าแผ่นฟิลม์อยู่ภายในตลับที่ไม่ได้อัดแน่น ดังนั้นจึงทำให้ระยะที่วัดได้จากภายนอกของตลับกับผลึกไม่ถูกต้อง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การทดลองตรวจสอบผลึกเชิงเดี่ยว

1. เอาฟิล์มขนาด 3 คูณ 5 นิ้ว ใส่ในตลับฟิล์มในห้องมืด ที่มีลักษณะดังรูป 3.18 (ลักษณะของตลับฟิล์ม ทำด้วยแผ่นพลาสติกสีดำ แผ่นด้านหลังทำเป็นเกาะสี่เหลี่ยมขนาดเท่าฟิล์มนูนขึ้นมา ด้านหน้าทำเป็นกรอบสี่เหลี่ยมที่ครอบลงบนเกาะได้พอดี ตรงกลางเจาะเป็นรู สำหรับใส่ collimator ด้านหลังสุดเป็นแท่งทองแดงมีที่สำหรับจับกับหน้าต่างของเครื่องถ่ายรังสีเอกซ์ได้พอดี)

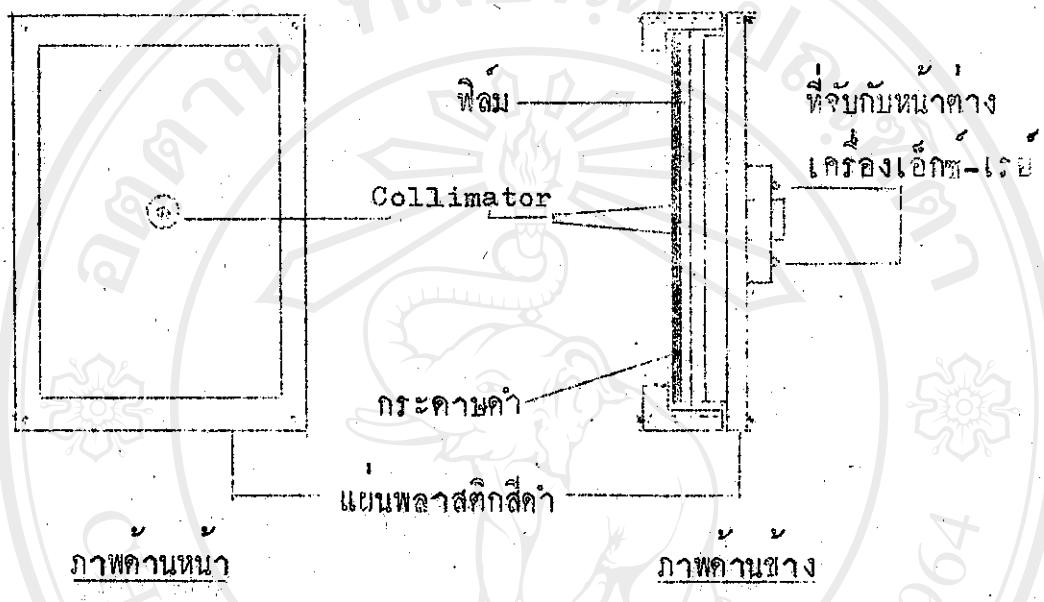
การใส่ฟิล์มรังสีเอกซ์ เอาฟิล์มรังสีเอกซ์ขนาด 3 คูณ 5 นิ้ว เจาะรูตรงกลางตัดมุมด้านหนึ่งของฟิล์มออกเล็กน้อย วางฟิล์มลงบนเกาะโดยให้รูกลางฟิล์มตรงกับช่องใส่ collimator และให้มุมด้านที่ตัดออก อยู่ทางด้านบนขวาของตลับฟิล์มทั้งนี้เพื่อประโยชน์ในการตีความหมายฟิล์ม คือ จะได้ทราบว่าส่วนไหนของรังสีสะท้อนมาจากส่วนใดของผลึก โดยเรายึดเอามุมที่ตัดเป็นหลัก เมื่อจัดแผ่นฟิล์มดีแล้ว เอากระดาษดำปิดทับแผ่นฟิล์มไว้อีกชั้นหนึ่ง เพื่อกันฟิล์มโดนแสงสว่างจากภายนอก เอากรอบสี่เหลี่ยมกดทับกระดาษและฟิล์มไว้ ใช้สกรูยึดแผ่นพลาสติกด้านหลังกับกรอบด้านหน้าไว้ให้แน่นทั้ง 4 มุม แล้วเอา collimator ใส่ไว้ตรงช่องใส่ collimator

2. เอาตลับฟิล์มติดเข้ากับหน้าต่างของเครื่องถ่ายรังสีเอกซ์

3. เอาผลึกที่ต้องการถ่ายปักลงบนที่จับทำขึ้นมาลักษณะดังรูปที่ 3.19 แล้วปรับระยะระหว่างผลึกกับแผ่นฟิล์มให้เท่ากับ 3 เซ็นติเมตร

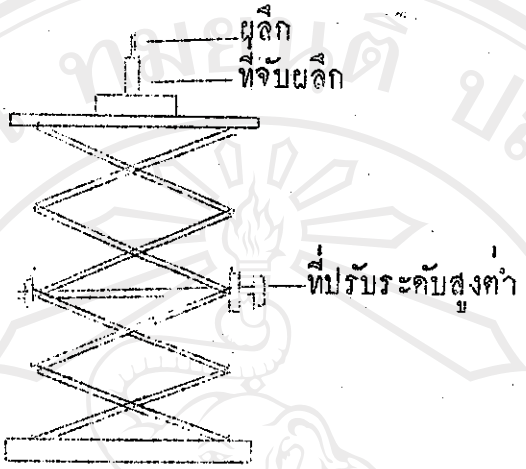
เมื่อได้จัดระยะและหันหน้าผลึกด้านที่ต้องการถ่ายตรงกับ collimator ของเครื่องถ่ายรังสีเอกซ์ดีแล้ว ก็จัดการเปิดเครื่องรังสีเอกซ์ใช้เวลาถ่ายรังสี 3 ชั่วโมง ในการถ่ายผลึกเชิงเดี่ยวนี้ ใช้เครื่องถ่ายรังสีเอกซ์เครื่องเดียวกับที่ใช้ถ่ายรังสีเอกซ์โดยวิธี Debye Scherrer แต่ในการทดลองนี้ได้เอาฟิลเตอร์ออกเพราะว่าการถ่ายรังสีเอกซ์ของผลึกเชิงเดี่ยวแบบนี้เราต้องการ white radiation

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

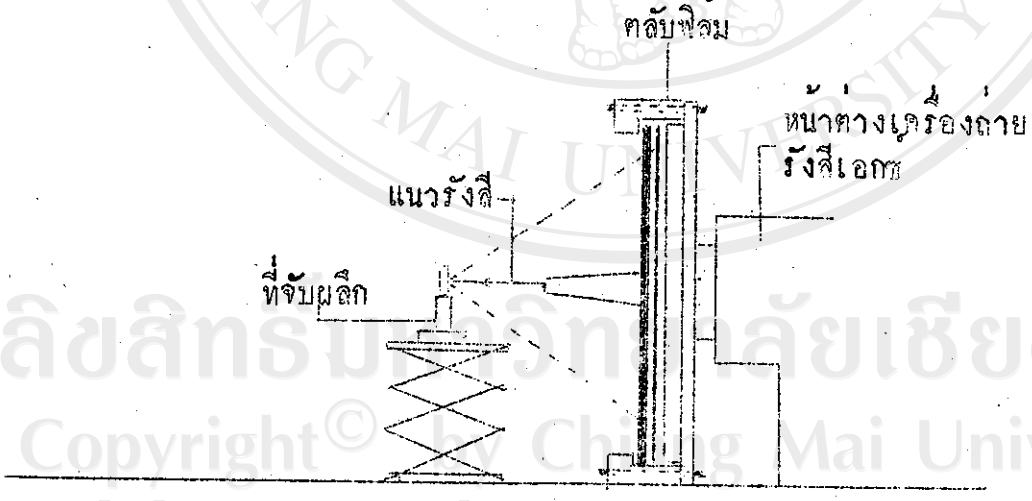


รูปที่ 3.18 แสดงตลับฟิล์ม

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.19 แสดงที่จับผลึก



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.20 แสดงการจัดผลึกหน้าแผ่นตลับฟิล์ม

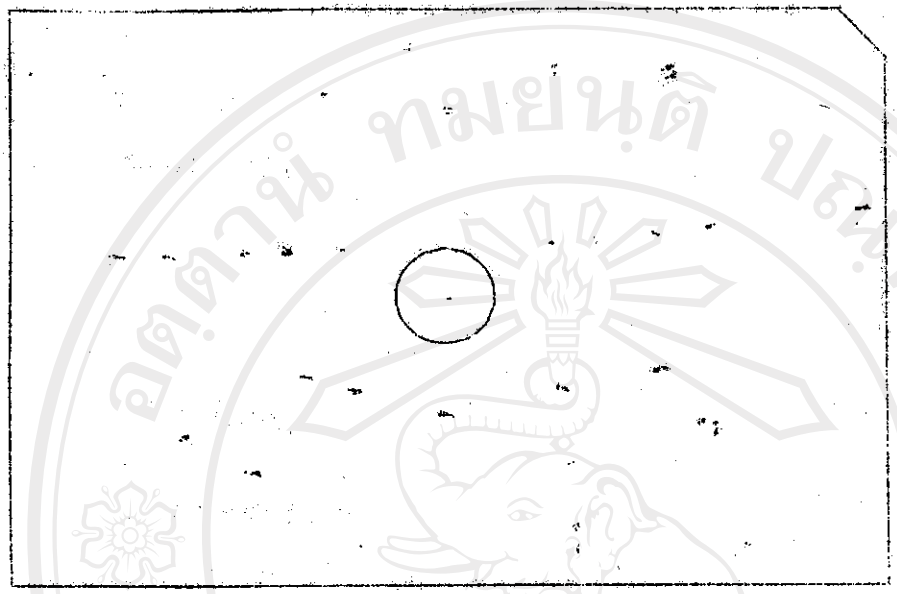
ผลการตรวจผลึก

ผลของการถ่ายรังสีเอกซ์ของผลึกดังแสดงในภาพวาดที่ลอกมาตามฟิล์มที่ได้จุดต่าง ๆ ตรงกับจุดที่เกิดบนแผ่นฟิล์ม (รูปที่ 3.21)

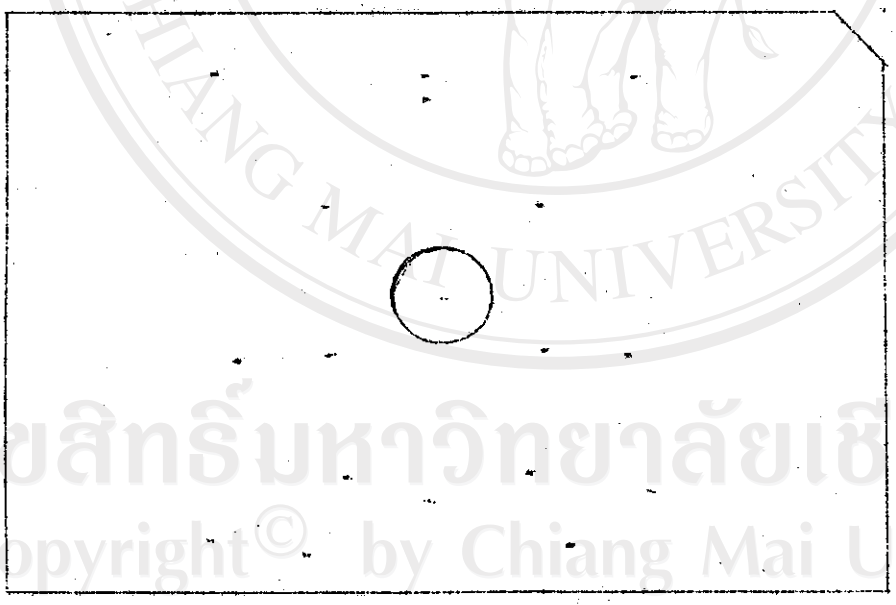
ดังได้กล่าวมาแล้วว่า การทดลองครั้งนี้ เนื่องจากไม่สามารถจัดหน้าของ plane ให้เข้าหารังสีเอกซ์ได้อย่างเหมาะเจาะ จึงทำให้ไม่สามารถที่จะตีความหมายของจุดที่เกิดบนแผ่นฟิล์มโดยละเอียดได้ แต่เนื่องจากผลึกของสารแอมโมเนียมคลอไรด์มี unit cell แบบ cubic และผลึกทุกรูปที่นำมาถ่ายไม่ว่าจะเป็นผลึกรูปลูกบาศก์หรือเด็นไดร์ทชนิดรูป เข็มหรือก้างปลา การถ่ายรังสีได้เอาหน้าด้านที่แบนราบที่เห็นชัดที่สุด เข้าหารังสีเอกซ์ซึ่งอาจจะไม่ตรงนัก หน้าดังกล่าวของผลึก อาจไม่อยู่ในแนวตั้งฉากกับรังสีเอกซ์ที่พุ่งเข้ามา แต่ก็ยังพอประมาณ ($\pm$10) ทิศทางของหน้าผลึกด้านเข้าหารังสีเป็น (100) ซึ่งจะเห็นได้ว่าผลของฟิล์มที่ออกมาจุดที่ปรากฏบนฟิล์มมีความเป็นระเบียบจุดต่าง ๆ เรียงกันในลักษณะของภาพถ่ายรังสีเอกซ์ของผลึกเชิงเดี่ยวทั่ว ๆ ไป จากจุดที่เป็นระเบียบเหล่านี้ แสดงว่าผลึกเป็นแบบเชิงเดี่ยวแน่นอน

ถ้าผลึกที่นำมาถ่ายเป็นผลึกเชิงซ้อนแล้ว บนแผ่นฟิล์มจะต้องไม่เป็นจุด แต่จะเป็น arc หรือวงกลม อันเนื่องมาจากการเรียงตัวของของผลึกที่ไม่เป็นระเบียบกันตลอดทั่วทั้งก้อนผลึก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

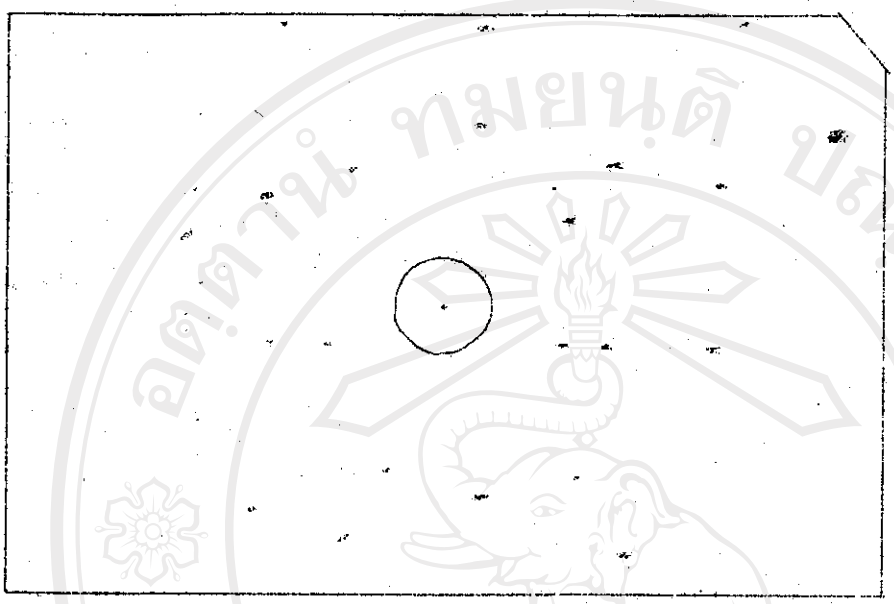


(ก)

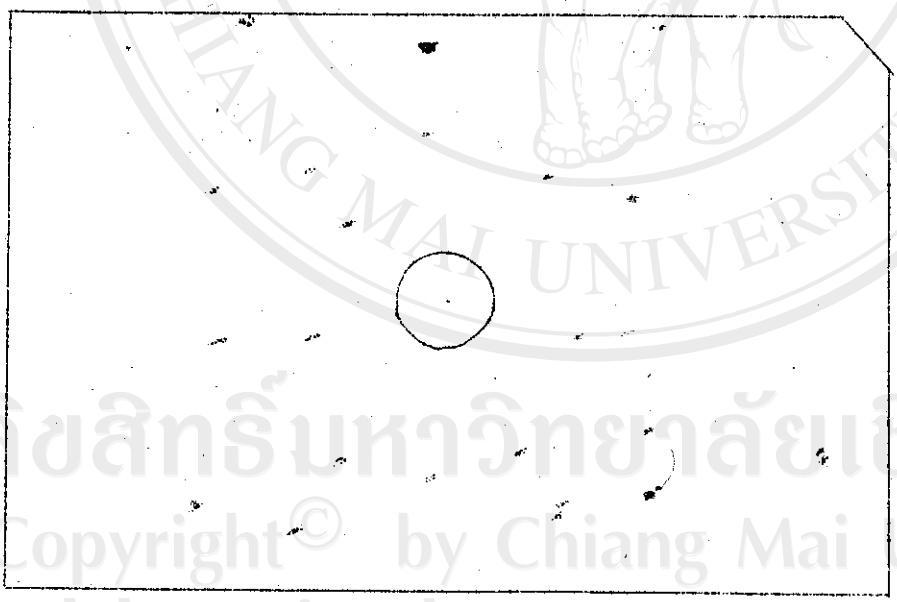


(ข)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



(ค)



(ง)

รูปที่ 3.21 ภาพลอกจากฟิลม์รังสีเอกซ์ ก. ถ่ายจากผลึกรูปลูกบาศก์ ข. ถ่ายจากผลึกรูปเด็นไดรท์ชนิดเข็ม ค. ถ่ายจากผลึกเด็นไดรท์ชนิดเข็มและเป็นพุ่มโดยถ่ายจากส่วนของรูปเข็ม ง. ถ่ายจากผลึกเด็นไดรท์ชนิดก้างปลา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved