



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

## การศึกษาทาง X - ray diffraction

การศึกษาวัตถุเซรามิกโดยใช้ X-ray diffraction เป็นการศึกษาที่ค่อนข้างจำเป็นและมีเหตุผลสำหรับการวิเคราะห์ ในงานเซรามิกนับตั้งแต่การวิเคราะห์วัตถุดิบตลอดจนส่วนผสมของดินปั้น เคลือบ (ก่อนเผา) และผลิตภัณฑ์หลังเผา ผลจากการศึกษา X-ray diffraction ทำให้ทราบว่าวัตถุเมื่อใช้แสง X-ray ตกกระทบ สามารถสะท้อนและกระจายลำแสงที่บอกลำแสงประกอบต่างๆ ในเนื้อวัตถุของลำแสงเหล่านั้นจะแสดงถึงการเป็นผลึกเฉพาะตัวที่ลำแสงสะท้อนได้ปรากฏเป็นลักษณะประจำตัวของผลึกนั้นๆ เช่นถ้าเป็นผลึก kaolinite แสงสะท้อน X-ray ที่จับได้จะบอกลักษณะประจำตัวของ kaolinite นั้น ทำนองเดียวกันถ้าผลึกเป็น Quartz ก็แสดงลักษณะประจำตัว X-ray diffraction เป็นควอท์ซ ทั้งนี้เมื่อวัตถุเหล่านั้นถูกกระตุ้นให้หมุนเป็นมุมต่างๆ ย่อมทำให้ลักษณะเฉพาะของแสงสะท้อนบ่งบอกหรือกระจัดตามลักษณะเฉพาะได้แน่นอน ลักษณะเช่นนี้จึงได้ถูกนำมาเป็นการศึกษา เพื่อการวิเคราะห์วัตถุเซรามิกส์ดังกล่าว

การสะท้อนแสงของ X-ray ที่กระทบในมุมหนึ่งๆ สามารถจับลำแสงสะท้อนด้วยอุปกรณ์ตัวจับ (detector) เมื่อลำแสงถูกต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้าสามารถเขียนออกมาเป็น peak ปรากฏอยู่ในแผ่นกระดาษ X-ray ( X-ray spectrum) ทำให้ผู้ศึกษาได้ตรวจสอบ X-ray peak ที่มุมต่างๆ ย่อมจะทำให้ทราบว่า เป็นผลึกของวัตถุใด ในการตรวจสอบ X-ray diffraction วัตถุหนึ่งอาจพบผลึกหลายชนิดอยู่ด้วยกัน เช่น การศึกษาดินในท้องถิ่นจาก X-ray diffraction สามารถบอกให้ทราบว่า ดินนั้นมีผลึกของ kaolin , หินฟันม้า , ควอท์ซ และ ไมก้า เป็นต้น ดังนั้น การศึกษา X -ray diffraction สามารถบอกให้ทราบว่าวัตถุชิ้นนี้มีผลึกอะไรเป็นองค์ประกอบ

การอ่าน X-ray peak ผู้ที่ชำนาญอาจจะตอบได้ทันที แต่ถ้าไม่ชำนาญสามารถติดตาม X-ray peak ที่มุมต่างๆ ของผลึกชนิดใดชนิดหนึ่งที่ได้รวบรวมในมาตรฐานหลายประเทศ เช่น A.S.T.M. (Amercan Society for Testing of Material )

แสง X-ray จะสามารถสะท้อนและกระจายตัวได้ดี เมื่อแสงตกกระทบลงบนผลึกของวัตถุนั้นๆ ถ้าวัตถุนั้นไม่มีผลึก (amorphus) แสง X-ray จะผ่านตลอดไม่มีการสะท้อนและไม่สามารถจับลำแสงสะท้อนให้ไปอ่านใน X-ray peak ได้ วัตถุดังกล่าวเช่น แก้ว หรือพวกคล้ายแก้ว (glassy material) เป็นต้น

### การศึกษาทาง X - ray fluorescence

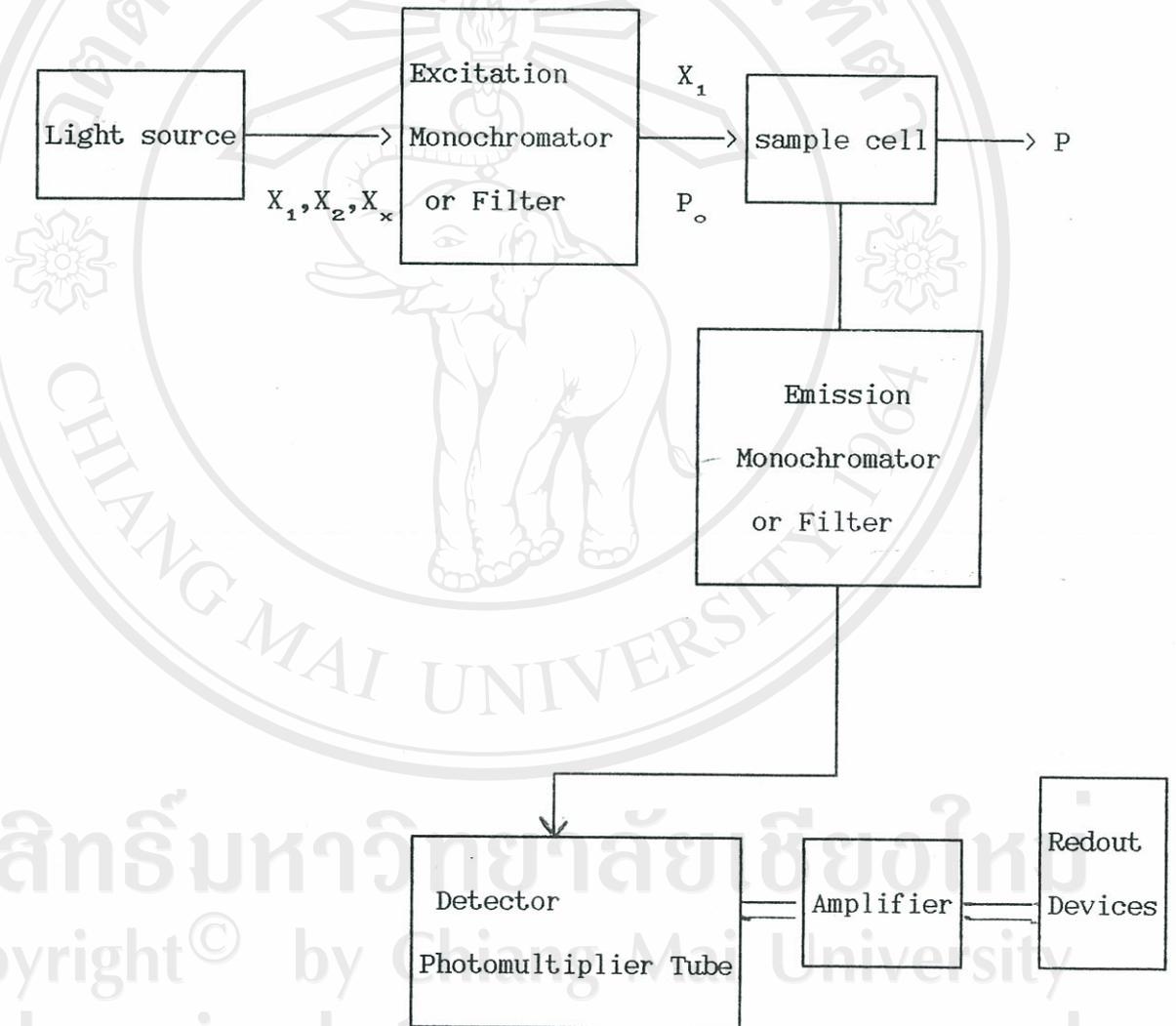
ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรสโกปีโตเมตรี เป็นการวัดความเข้ม (intensity) และการแจกแจงสเปกตรัม (spectral distribution) ของรังสีฟลูออเรสเซนซ์เพื่อใช้ในคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ฟลูออเรสเซนซ์อยู่ในรูปของ photoluminescence

หลักการ เมื่อปล่อยแสงที่เกิดจากอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นโดยแสงอุลตราไวโอเลตหรือวีลิวีเปิล ส่วนของพลังงานที่ถูกดูดกลืนจะส่งออกไป ขณะที่ส่วนที่เหลือจะเปลี่ยนไปเป็นความร้อน โดยการชนกันของโมเลกุลที่ถูกกระตุ้น (กับโมเลกุลของตัวทำละลาย) ตามกลไกของการปล่อยแสง photoluminescence สามารถปรากฏในสองรูป ในฟลูออเรสเซนซ์อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นไปยัง singlet state ในทันทีที่จะกลับลงสู่พลังงานที่ต่ำกว่า (allowed transitions ที่ spin ของ excited electron ไม่ชนกับ spin ของ unexcited pair ในทั้งสอง states) ขณะที่การแผ่รังสีแบบ phosphorescence เกิดจาก forbidden และบางทีก็เกิดซ้ำ เกิด transition ระหว่าง excited triplet state (parallel spins) และสถานะพื้น (ground state)

โมเลกุลทั้งหลายเมื่อได้รับพลังงานโดยการดูดกลืนแสงแบบคว้นตัมที่ไม่ต่อเนื่องกันก็จะเปลี่ยนระดับพลังงานจากระดับพลังงานต่ำไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้น

ฟลูออเรสเซนซ์จะเกิดขึ้นในสารอินทรีย์ต่อเมื่อสารนั้นถูกดูดกลืนแสงอัลตราไวโอเล็ตหรือแสงที่ความยาวคลื่นที่ไม่สั้นเกินไป

เครื่องมือที่ใช้วัดความเข้มข้นของฟลูออเรสเซนซ์ มีส่วนประกอบสำคัญดังรูป . ผ. 1



รูป ผ 1 Block diagram แสดงถึงส่วนประกอบของ fluorimeter หรือ spectro fluorimeter

### ข้อดีของฟลูออเรสเซนซ์

เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่สำคัญวิธีหนึ่งเพราะมีความไวดี และ selective หรือจำเพาะต่อการวิเคราะห์ สามารถวัดความเข้มข้นได้ต่ำมากถึงระดับ ppb และมีความไวมากกว่าวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีประมาณ 1000 เท่า การที่มีความไวดีเพราะฟลูออเรสเซนซ์วัดโดยตรง ซึ่งสามารถจะเพิ่มหรือลดความเข้มข้นโดยเปลี่ยนแปลงพลังงานการแผ่รังสีกระตุ้น (Exciting radiant energy)

ฟลูออเรสเซนซ์เป็นวิธีวิเคราะห์เฉพาะสายด้วยเหตุผล 2 ประการคือ

- (1) สารที่ศึกษาฟลูออเรสเซนซ์ได้จำเป็นต้องดูดกลืนแสงได้ แต่สารที่ดูดกลืนแสงได้ไม่จำเป็นต้อง emit เสมอไป ความยาวคลื่นที่ดูดกลืน หรือ emit แสงจะเป็นตัวบ่งลักษณะสาร
- (2) ในฟลูออริเมตริกเทคนิคใช้ถึงสองความยาวคลื่น ในขณะที่สเปกโตรโฟโตเมตรีใช้เพียงความยาวคลื่นเดียว

ความแตกต่างระหว่าง excitation และ emission peak จะอยู่ในช่วง 10 - 280 นาโนเมตร เท่านั้น

ข้อจำกัดของฟลูออเรสเซนซ์ ขึ้นอยู่กับสิ่งแวดล้อม เช่น อุณหภูมิ pH และ ionic strength

ความเข้มของแสงอุลตราไวโอเล็ตที่ใช้กระตุ้นสารนั้นอาจจะมีผลทำให้สารเกิดการสลายตัวทำให้ฟลูออเรสเซนซ์มีความเข้มข้นน้อยลง

### วิธีการแก้ไข

- (1) ควรใช้ความยาวคลื่นที่ยาวในการดูดกลืนเป็นตัวกระตุ้นสาร
- (2) วัดฟลูออเรสเซนซ์ทันทีที่เริ่มกระตุ้น ไม่ใช่ปล่อยให้ถูกแสงนานๆ
- (3) ควรเก็บสารที่เป็นมาตรฐาน เช่น quinine sulfate ไม่ให้ถูกแสงอุลตราไวโอเล็ตโดยเก็บไว้ในขวดดำ

