

ปริมาณวิเคราะห์โดยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

QUANTITATIVE ANALYSIS BY X-RAY DIFFRACTION

สุธรรม ศรีหล่มลัก, อ่อนลมี กมลอินทร์, อิศารัตน์ เจริศแก้ว, กฤษดา ภูมิลี

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทคัดย่อ

เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้กันแพร่หลายที่สุดชนิดหนึ่งในงานวิเคราะห์ทางวัสดุศาสตร์ (material science) อย่างไรก็ตาม นักวิจัยส่วนใหญ่ในประเทศไทยไม่ค่อยนำเครื่องมือวิเคราะห์ชนิดนี้มาทำปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) การทดลองนี้เป็นการสาธิตการนำเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันมาทำปริมาณวิเคราะห์ ผลการทดลองแสดงว่าเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสามารถวิเคราะห์หาวัฏภาค (phases) ซึ่งเป็นส่วนผสมของสารที่ไม่รู้ (unknown) ได้ค่าถูกต้องแม่นยำใกล้เคียงกับความเป็นจริง การทดลองนี้จึงสามารถนำไปจัดทำเป็นปฏิบัติการในการเรียนการสอนเกี่ยวกับเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันในการเรียนการสอนระดับปริญญาตรีหรือปริญญาโทได้ ซึ่งจะทำให้เกิดการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ราคาแพงให้เกิดประโยชน์คุ้มค่ายิ่งขึ้น

Abstract

X-ray diffraction is one of the most general used tool in material science. However, few Thai researchers used X-ray diffraction to do quantitative analysis. This experiment demonstrates the way to use X-ray diffraction to do quantitative analysis. Result shown that X-ray diffraction can accurately analyze the phase compositions of unknown mixture. This experiment can be used to set up an experiment for an undergraduate or graduate student in X-ray diffraction laboratory class. This could result in worthier utilization of the expensive equipment.

บทนำ

เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุดชนิดหนึ่งในการวิเคราะห์ทางด้านวัสดุศาสตร์ อย่างไรก็ตามส่วนใหญ่แล้วจะถูกนำไปใช้สองอย่างคือ 1) ใช้ทำคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis) เพื่อตรวจสอบว่าวัสดุที่เราสนใจ (unknown) ประกอบด้วยธาตุอะไรบ้าง 2) ใช้วิเคราะห์รายละเอียดเกี่ยวกับเซลล์หน่วย (unit cell) ของผลึกที่เราสนใจว่ามีโครงสร้างผลึกแบบใด ขนาดเท่าใด ความจริงแล้วเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสามารถนำไปทำปริมาณวิเคราะห์เพื่อหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของธาตุต่าง ๆ ซึ่งเป็นองค์ประกอบของวัสดุ unknown แต่ไม่ค่อยมีการนำเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันไปใช้งานในทางนี้มากนัก เพราะนักวิจัยส่วนใหญ่คุ้นเคยกับการทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคอื่น เช่น เอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ หรือวิธีวิเคราะห์ทางเคมี แต่การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดังกล่าววิเคราะห์ได้เป็นธาตุเท่านั้นวิเคราะห์ธาตุไม่ได้ เช่นบอกได้แต่เพียงว่า unknown ประกอบด้วย Ti เท่าไร แต่บอกไม่ได้ว่า Ti ที่มีอยู่ใน unknown เป็น TiO_2 หรือ Ti_2O_3 แต่การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันบอกได้ และถ้าเป็น TiO_2 ยังบอกได้ด้วยว่าเป็น TiO_2 วัฏภาคใด Anatase หรือ Rutile การทดลองนี้มีจุดประสงค์ที่จะสาธิตการนำเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันไปทำปริมาณวิเคราะห์ ซึ่งจะนำไปใช้เป็นต้นแบบปฏิบัติการในการเรียนการสอนปฏิบัติการเกี่ยวกับเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสำหรับนักศึกษาระดับปริญญาตรีหรือปริญญาโทได้ ผลที่คาดว่าจะได้รับต่อมาคือทำให้มีการนำเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันไปใช้ประโยชน์มากขึ้นทำให้คุ้มกับค่าเครื่องที่มีราคาแพง

การทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันอาจจะทำได้ 3 วิธี [1-2]

1) ปริมาณวิเคราะห์เชิงโดยใช้สารมาตรฐาน (analysis without the use of a standard)

2) ปริมาณวิเคราะห์เชิงโดยใช้สารมาตรฐานภายใน (analysis using an internal standard)

3) ปริมาณวิเคราะห์เชิงโดยใช้สารมาตรฐานภายนอก (analysis using an external standard)

ปริมาณวิเคราะห์เชิงโดยไม่ใช้สารมาตรฐานเป็นวิธีที่ใช้วิเคราะห์ unknown ที่ประกอบด้วยผลึกที่มีองค์ประกอบเคมีเหมือนกันแต่มีวัฏภาคต่างกัน ตัวอย่างเช่นใช้วิเคราะห์ unknown ซึ่งประกอบด้วย TiO_2 ชนิดชนิดหนึ่งมีวัฏภาคเป็น Anatase อีกชนิดหนึ่งมีวัฏภาคเป็น Rutile ปริมาณวิเคราะห์จะทำให้ทราบว่า unknown ประกอบด้วย Anatase และ Rutile อย่างละกี่เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ข้อจำกัดของการวิเคราะห์แบบนี้คือ ใช้วิเคราะห์ unknown ที่มีสูตรเคมีเหมือนกันเท่านั้น [1-5]

ปริมาณวิเคราะห์โดยใช้สารมาตรฐานภายในเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ต้องใช้สารเคมีพิเศษตัวหนึ่งทำหน้าที่เป็นสารมาตรฐานภายในเติมลงไป unknown ที่จะทำการวิเคราะห์สารเคมีพิเศษตัวนี้ต้องมีสมบัติพิเศษหลายๆ อย่าง เช่น มีความเสถียรภาพสูง มีความบริสุทธิ์ และไม่ทำปฏิกิริยากับวัฏภาคที่จะทำการวิเคราะห์ ตัวอย่างสารเคมีที่นิยมใช้เป็นสารมาตรฐานภายใน เช่น Al_2O_3 และ Al

ปริมาณวิเคราะห์เชิงโดยใช้สารมาตรฐานภายนอกเป็นวิธีวิเคราะห์โดยผสมของผสมชุดใหม่ขึ้นมาชุดหนึ่งจากวัฏภาคของสารที่เราสนใจได้เป็น known samples หรือ knowns แล้วนำไปวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันเทียบกับของผสมที่ต้องการวิเคราะห์ (unknown) นำข้อมูลที่ได้ไปเขียนกราฟแล้วจะสามารถบอกได้ว่า unknown ประกอบด้วยวัฏภาคใดอย่างละกี่เปอร์เซ็นต์ การทดลองนี้จะสาธิตการทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันโดยใช้สารมาตรฐานภายนอก ผู้อ่านที่สนใจการทำปริมาณวิเคราะห์เชิงด้วยวิธีอื่นสามารถดูรายละเอียดได้ในเอกสารอ้างอิงที่ 1 และ 2

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

การทดลองนี้สาธิตการทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันโดยใช้สารมาตรฐานภายนอกเพื่อนำไปใช้เป็นต้นแบบการจัดการเรียนการสอนปฏิบัติการเกี่ยวกับเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสำหรับนักศึกษาระดับปริญญาตรีหรือปริญญาโท ซึ่งจะทำให้เกิดการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ราคาแพงให้เกิดประโยชน์คุ้มค่ายิ่งขึ้น

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

การทดลองนี้สาธิตการวิเคราะห์ของผสม unknown ซึ่งประกอบด้วย TiO_2 กับ $CaCO_3$ แรกสุดผู้ช่วยสอนจะนำ TiO_2 กับ $CaCO_3$ บริสุทธิ์มาผสมกันเป็น unknown ขึ้นมาหนึ่งสูตร เรียกว่า unknown ผู้ช่วยสอนไม่บอกนักศึกษาว່ว่า unknown ประกอบด้วย TiO_2 กับ $CaCO_3$ อย่างละเอียดแต่จะมอบหมายให้นักศึกษาใช้เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันวิเคราะห์ว่า unknown ประกอบด้วย TiO_2 กับ $CaCO_3$ อย่างละเอียดเมื่อได้รับ unknown นักศึกษาจะทำการวิเคราะห์โดยขั้นตอนต่อไปนี้

1) นำผง TiO_2 กับ $CaCO_3$ บริสุทธิ์จากห้องปฏิบัติการมา เรียกว่า pure TiO_2 และ pure $CaCO_3$ แบ่งตัวอย่างทั้งสองไป run เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันเพื่อดูตำแหน่งของ peaks ต่างๆ ของกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO_2 กับ pure $CaCO_3$ ภาพที่ 1 แสดงกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ของ TiO_2 กับ $CaCO_3$ ที่ทำเอกซเรย์ดิฟ แฟรกชันด้วยรังสีเอกซ์ CuK_{α} จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ Bruker Model 5005 โดยตั้ง step ละ 0.02° และ step time 0.2 วินาที

2) เปรียบเทียบกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO_2 กับ pure $CaCO_3$ เพื่อหา peak ตัวแทนของ TiO_2 กับ $CaCO_3$ อย่างละหนึ่ง peak โดยที่ peaks ตัวแทนที่ดีจะต้องมีสมบัติหลายอย่างเช่น เป็น peak ที่มี intensity สูงๆ และไม่ซ้อนทับกับ peak อื่น

นอกจากนี้ peaks ตัวแทนทั้งสองจะต้องเกิดอยู่ที่ 2θ ที่ไม่แตกต่างกันมาก โดยอาศัยหลักการข้างต้นจึงเลือก peak ที่ 2θ เท่ากับ 25.34° เป็นตัวแทนของ TiO_2 และ peak ที่ 2θ เท่ากับ 29.50° เป็นตัวแทนของ $CaCO_3$

3) นำผง TiO_2 กับ $CaCO_3$ บริสุทธิ์มาผสมกันเป็นของผสมที่รู้ส่วนผสม (knowns) หลายๆ สูตรตามตารางที่ I

4) นำ pure TiO_2 pure $CaCO_3$ knowns และ unknown ไปทำเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันในช่วง 2θ เท่ากับ 23° ถึง 31° ซึ่งครอบคลุม 2θ ของ peaks ซึ่งเป็นตัวแทนของ $CaCO_3$ และ TiO_2 หนึ่งเพื่อให้ได้ peak ตัวแทนที่ดีที่สุดการทำเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันเพื่อเก็บข้อมูลในข้อนี้จึงเอกซเรย์โดยตั้ง step 0.02° และ step time 2.0 วินาที ภาพที่ 2-8 แสดงกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO_2 pure $CaCO_3$ knowns และ unknown

5) หา intensity ของ peaks ตัวแทนของ TiO_2 และ $CaCO_3$ ในกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันใน pure TiO_2 pure $CaCO_3$ knowns และ unknown การหา intensity ของ peak อาจทำได้หลายวิธี [1-2] ในที่นี้จะใช้การหา intensity โดยของ peak โดยวัดความสูง และพื้นที่ใต้ peak เท่านั้น การหา intensity โดยวัดความสูงของ peak ทำได้โดยวัดความสูงจากจุดสูงสุดของ peak ถึง background ของกราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ดังแสดงในภาพที่ 4 ส่วนการหา intensity จากพื้นที่ใต้ peak ทำได้โดยวัดความกว้างและความสูงของ peak แล้วคำนวณพื้นที่หาได้ peak โดยสูตรพื้นที่สามเหลี่ยม ส่วนที่แรเงาในภาพที่ 5 แสดงพื้นที่ใต้ peak ตัวแทนของ TiO_2 และ $CaCO_3$ ตารางที่ II แสดงความสูง และพื้นที่ใต้ peak ตัวแทนของ TiO_2 และ $CaCO_3$ ใน pure TiO_2 pure $CaCO_3$ knowns และ unknown หนึ่งความสูงและพื้นที่ใต้ peak ที่วัดได้จริง ในภาพที่ 2-8 อาจจะไม่ตรงกับที่แสดงในตารางที่ II เพราะเวลานำบทความนี้ไปตีพิมพ์ผู้พิมพ์อาจจะย่อรูปให้มีขนาดเล็กลง

6) นำ intensity ที่หาโดยวิธีวัดความสูงของ peak จาก peak ตัวแทนของ TiO_2 ใน pure TiO_2 ไปหาร intensity ของ peak ที่หาโดยวิธีเดียวกันของ peak ตัวแทนของ TiO_2 ใน knowns และ unknown ได้ intensity ratio ของ TiO_2 ของ knowns และ unknown เทียบกับของ pure TiO_2 เขียนแทนด้วย $I_{TiO_2} / I_{pure TiO_2}$ ดังแสดงใน column ที่ 2 ของตารางที่ III ในทำนองเดียวกันนำ intensity ของ peak ซึ่งเป็นตัวแทนของ TiO_2 ที่หาโดยวิธีวัดพื้นที่ใต้ peak มาหา $I_{TiO_2} / I_{TiO_2 pure}$ ได้ผลดังแสดงใน column ที่ 3 ของตารางที่ III นำ $I_{TiO_2} / I_{pure TiO_2}$ กับ weight % ของ TiO_2 ของ known1 ถึง known4 ไปเขียนกราฟได้เป็นกราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO_2 ดังแสดงในภาพที่ 9 และ 10

7) ทำนองเดียวกันหา $I_{CaCO_3} / I_{pure CaCO_3}$ จาก intensity ของ peak ซึ่งเป็นตัวแทน $CaCO_3$ ของ knowns และ unknown เทียบกับ intensity ของ peak ตัวแทนของ $CaCO_3$ ใน pure $CaCO_3$ ได้ผลดังแสดงใน column ที่ 4 และ 5 ของตารางที่ III นำ $I_{CaCO_3} / I_{pure CaCO_3}$ หาจากความสูง และพื้นที่ใต้ peak ของ known1 ถึง known4 กับ weight % ของ $CaCO_3$ ไปเขียนกราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ $CaCO_3$ ได้ภาพที่ 11 และ 12

ผลการวิจัย

1) ภาพที่ 1 แสดงกราฟเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของ TiO_2 และ $CaCO_3$ จากรูปจะเห็นว่า peaks ที่เหมาะสมเป็น peak ตัวแทนของ TiO_2 คือ peak ที่ 2θ เท่ากับ 25.34° ส่วน peak ที่เหมาะสมเป็น peak ตัวแทนของ $CaCO_3$ คือ peak ที่ 2θ เท่ากับ 29.50°

2) ภาพที่ 2 ถึง 8 แสดงกราฟเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันช่วง 2θ เท่ากับ $23^\circ - 31^\circ$ ของ pure TiO_2 , pure $CaCO_3$ knowns และ unknown

3) ตารางที่ II แสดง intensity ของ peak ตัวแทนของ TiO_2 และ $CaCO_3$ จากกราฟเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของทั้ง known และ unknowns หาโดยวัดความสูง และพื้นที่ใต้ peaks หนึ่งความสูง และพื้นที่ใต้ peak ที่วัดได้จริงในภาพที่ 2-8 อาจจะไม่ตรงกับที่แสดงในตารางที่ II เพราะเวลานำบทความนี้ไปตีพิมพ์ผู้พิมพ์อาจจะย่อรูปให้มีขนาดเล็กลงอย่างไรก็ตามความสูง และพื้นที่ใต้ peak ในตารางที่ II จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับที่วัดจริงในภาพที่ 2-8

4) ตารางที่ III แสดง $I_{TiO_2} / I_{pure TiO_2}$ และ $I_{CaCO_3} / I_{pure CaCO_3}$ ของ knowns และ unknown หาโดยใช้ความสูง และพื้นที่ใต้ peak แทน intensity

5) ภาพที่ 9 แสดงกราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO_2 หาโดยใช้ความสูงของ peak แทน intensity เส้นในรูปคือเส้นแนวโน้ม (trend line) เป็นเส้นตัวแทนของกราฟมาตรฐานหาโดยใช้คำสั่ง Add trend line ใน Microsoft Excel สมการในรูปคือสมการตัวแทนของเส้นกราฟมาตรฐาน จะเห็นว่าสมการแทนกราฟมาตรฐานคือ $y = 0.0094x + 0.0871$ จัดรูปสมการใหม่ได้ $x = (y - 0.0871) \div 0.0094$ แทนค่า $I_{TiO_2} / I_{pure TiO_2}$ ของ unknown หาจากความสูงของ peak ซึ่งเท่ากับ 0.3935 (ดูตารางที่ III) ลงไปใน y ของสมการแล้วคำนวณ x ได้ $x = (0.3935 - 0.0871) \div 0.0094 = 32.60\%$ แสดงว่าการทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity ได้ผลว่า unknown ประกอบด้วย TiO_2 เท่ากับ 32.60 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักดังแสดงในตารางที่ IV

6) ภาพที่ 10 แสดงกราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO_2 หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak แทน intensity จากภาพจะเห็นว่าสมการตัวแทนกราฟคือ $y = 0.0101x + 0.0107$ จัดรูปสมการใหม่ได้ $x = (y - 0.0107) \div 0.0101$ แทนค่า $I_{TiO_2} / I_{pure TiO_2}$ ของ unknown หาจากพื้นที่ใต้ peak ซึ่งเท่ากับ 0.3330 (ดูตารางที่ III) เข้าไปใน y จะได้ $x = (0.3330$

- 0.0107) ÷ 0.0101 = 31.91% แสดงว่าการทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity ได้ผลว่า unknown ประกอบด้วย TiO_2 31.91 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักดังแสดงในตารางที่ IV

7) ภาพที่ 11 และ 12 แสดงกราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์ CaCO_3 หาโดยใช้ความสูง และพื้นที่ใต้ peaks เป็น intensity ตามลำดับ จะเห็นว่าการกราฟมาตรฐานเป็นเส้นโค้งทำให้สมการตัวแทนของกราฟจึงเป็นสมการยกกำลัง จึงไม่สะดวกในการแทนค่า $I_{\text{CaCO}_3} / I_{\text{pure CaCO}_3}$ ของ unknown เข้าไปใน y ของสมการแล้วหาค่า x เป็นเปอร์เซ็นต์ของ CaCO_3 ดังนั้นจึงเขียนกราฟมาตรฐานแบบใหม่โดยสลับให้ $I_{\text{CaCO}_3} / I_{\text{pure CaCO}_3}$ เป็นแกน x และให้ weight % ของ CaCO_3 เป็นแกน y ของกราฟ ได้ภาพที่ 13 และ 14 สมการในกราฟเป็นสมการตัวแทนกราฟ

8) ภาพที่ 13 เป็นกราฟมาตรฐานมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์ CaCO_3 หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity แทนค่า $I_{\text{CaCO}_3} / I_{\text{pure CaCO}_3}$ หากจากความสูงของ peak ของ unknown ซึ่งเท่ากับ 0.7667 เข้าไปใน x ของสมการตัวแทนของกราฟจะได้ว่า $y = -107.72(0.7667)^2 + 223.76(0.7667) - 35.975 = 72.26\%$ แสดงว่าการทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity ได้ผลว่า unknown ประกอบด้วย CaCO_3 72.26 เปอร์เซ็นต์ดังแสดงในตารางที่ IV

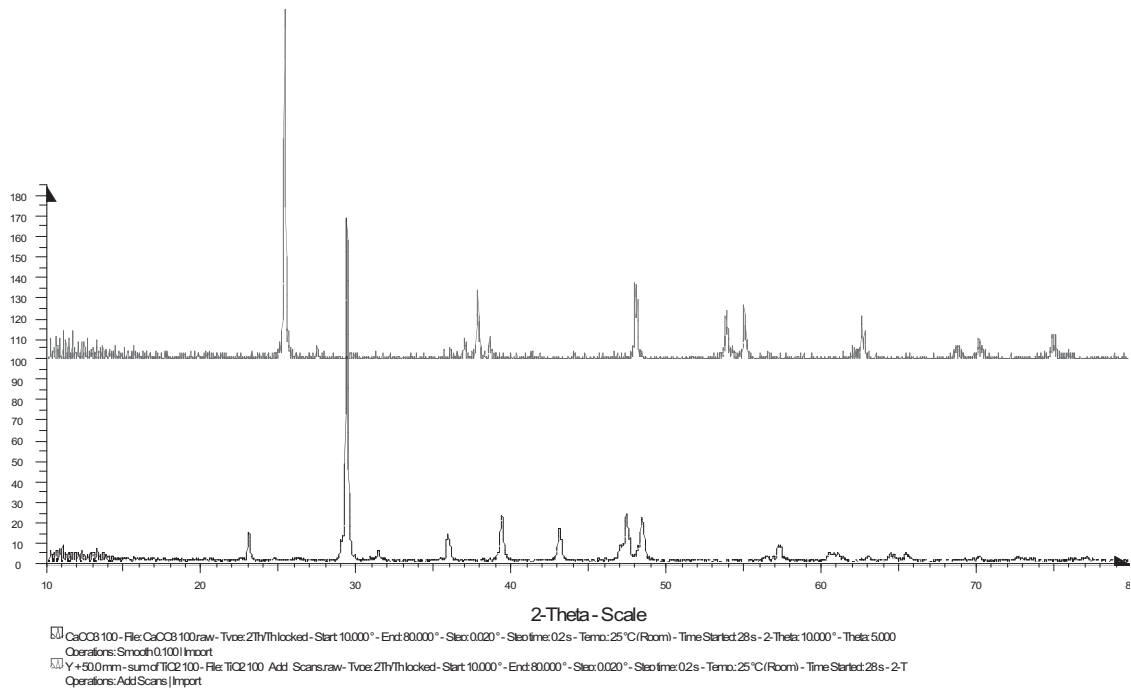
9) ภาพที่ 14 เป็นกราฟมาตรฐานมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์ CaCO_3 หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity แทนค่า $I_{\text{CaCO}_3} / I_{\text{pure CaCO}_3}$ หากจากพื้นที่ใต้ peak ของ unknown ซึ่งเท่ากับ 0.7156 เข้าไปใน x ของสมการตัวแทนกราฟจะได้ว่า $y = -103.57(0.7156)^2 + 211.55(0.7156) - 27.073 = 71.28\%$ แสดงว่าการทำปริมาณวิเคราะห์โดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity ได้ผลว่า unknown ประกอบด้วย CaCO_3

71.28 เปอร์เซ็นต์ดังแสดงในตารางที่ IV

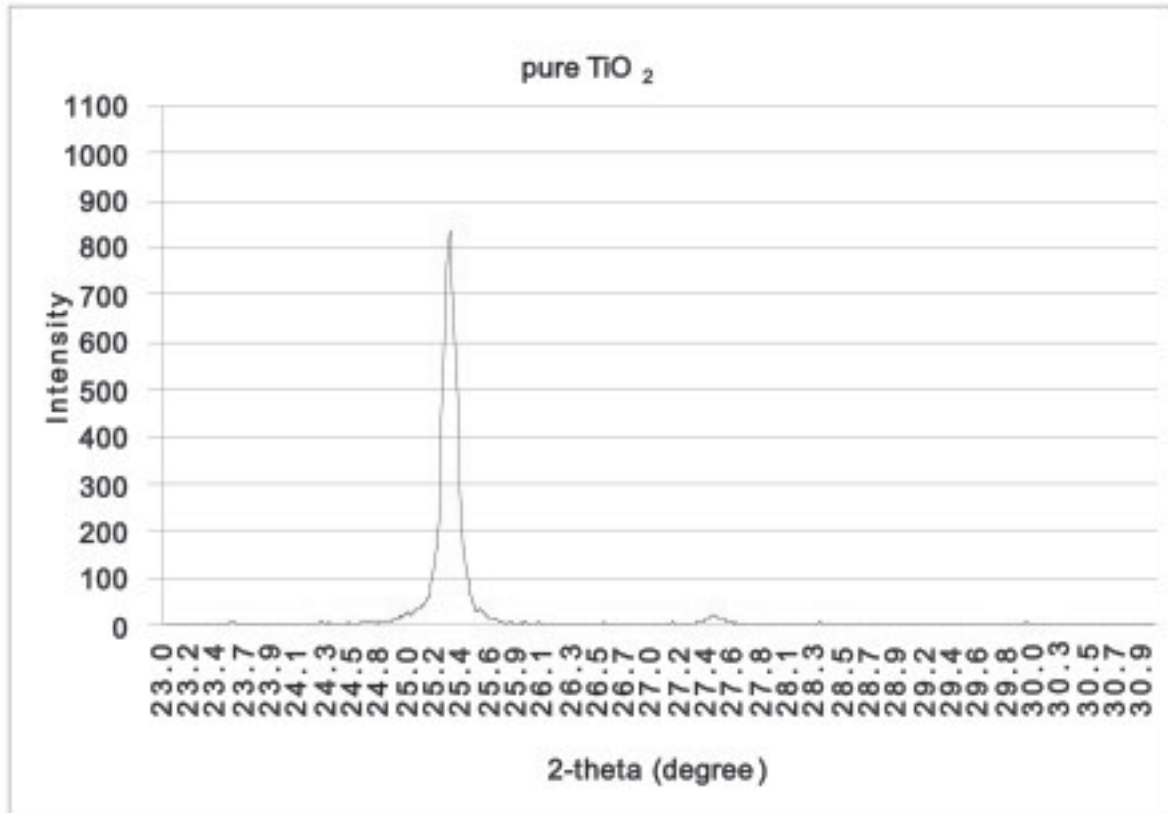
10) เมื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO_2 และ CaCO_3 ใน unknown ที่หาได้ในตารางที่ IV กับเปอร์เซ็นต์ของ TiO_2 และ CaCO_3 ในส่วนผสมของ unknown ที่ผู้ช่วยสอนผสมขึ้นมาจะเห็นว่า เปอร์เซ็นต์ของ TiO_2 และ CaCO_3 ที่หาได้มีความถูกต้องใกล้เคียงความจริงพอสมควร เพราะผู้ช่วยสอนเฉลยว่า unknown ประกอบด้วย TiO_2 และ CaCO_3 30 และ 70 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ หนึ่งเปอร์เซ็นต์ของ TiO_2 และ CaCO_3 ที่หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity มีความถูกต้องกว่าที่หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity เล็กน้อย เพราะตามทฤษฎีแล้วความพื้นที่ของ peak จะเป็นตัวแทน intensity ที่ดีกว่าความสูงของ peak [3] หนึ่งหากต้องการให้ผลวิเคราะห์มีความถูกต้องยิ่งขึ้นจะต้องใช้วิธี step scanning ในการหา intensity ของ peak ตัวแทน [2]

สรุปและอภิปรายผลการวิจัย

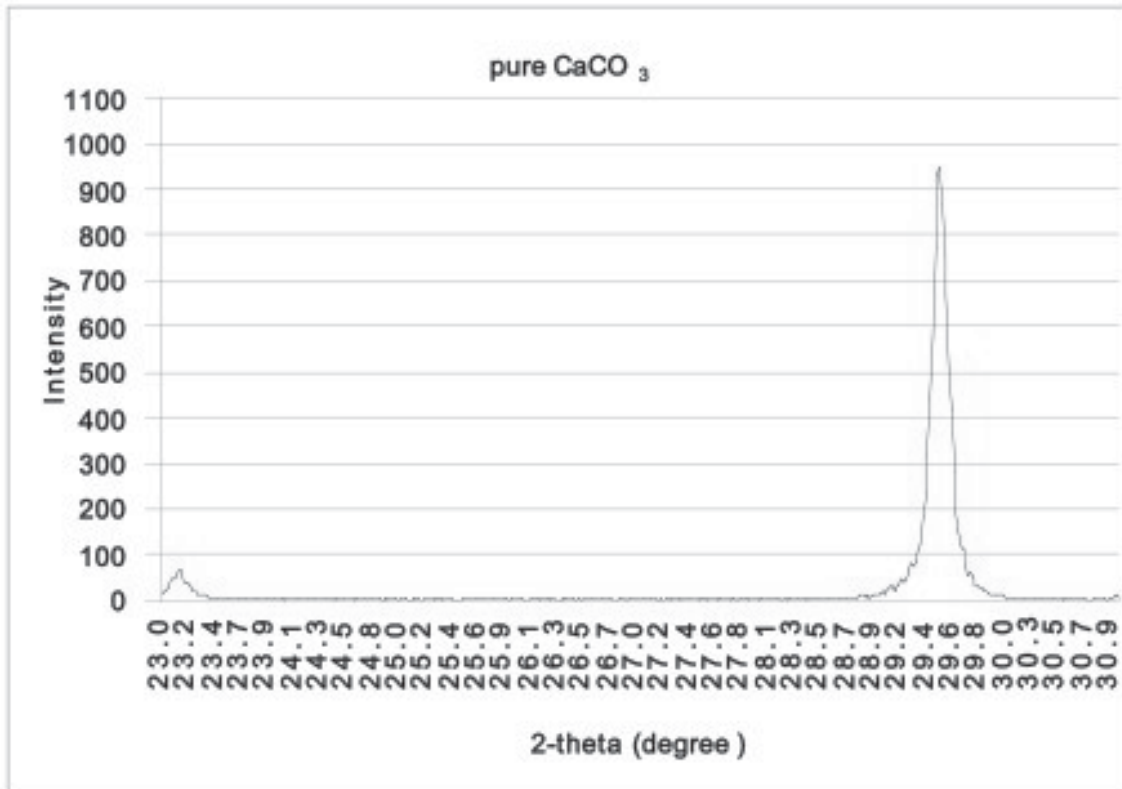
จากผลการทดลองจะเห็นว่าเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสามารถทำปริมาณวิเคราะห์ได้แม่นยำถูกต้องพอสมควร เพราะเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของวัสดุภาคที่เป็นส่วนผสมของ unknown ที่หาได้ มีความใกล้เคียงกับเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักที่เตรียมขึ้นมา การใช้พื้นที่ใต้ peak เป็นตัวแทนของ intensity ให้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องกว่าการใช้ความสูงของ peak เป็นตัวแทนของ intensity เล็กน้อย น่าจะนำการทดลองนี้ไปเป็นต้นแบบสำหรับทำการเรียนการสอนปฏิบัติการเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันให้นักศึกษาระดับปริญญาตรีหรือปริญญาโทได้ ซึ่งจะทำให้มีการใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ราคาแพงให้เกิดประโยชน์คุ้มค่ายิ่งขึ้น



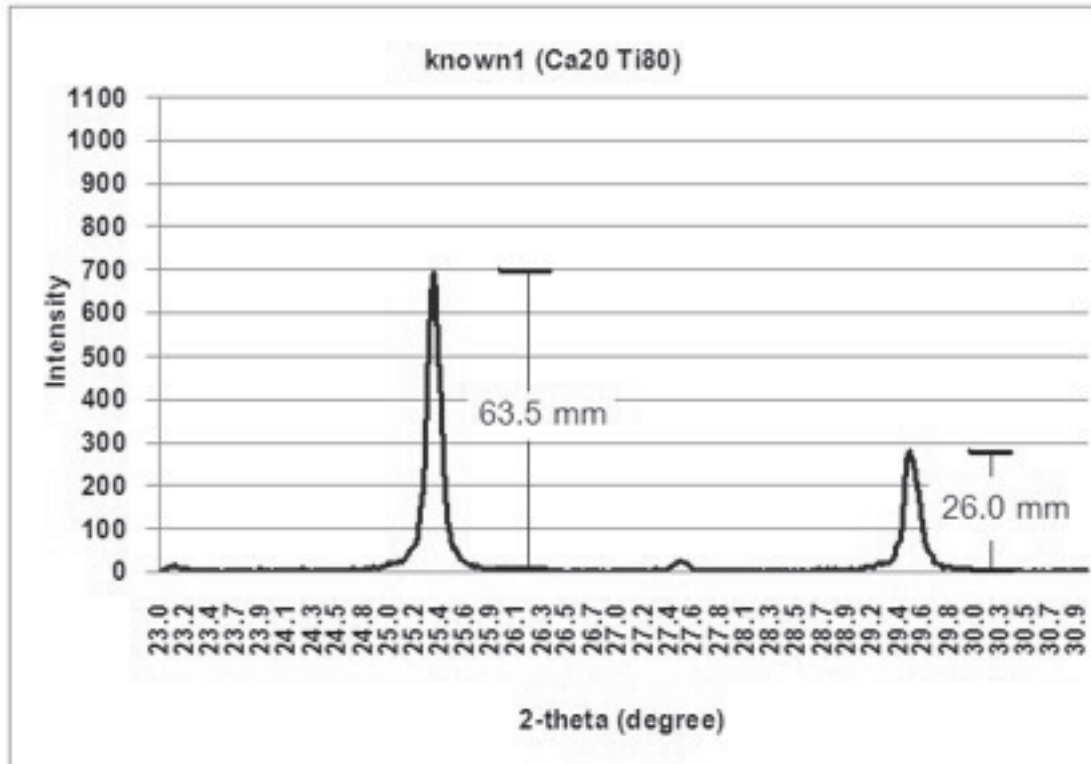
ภาพที่ 1 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันช่วง 2θ เท่ากับ 10° ถึง 80° ของ TiO_2 (เส้นบน) กับของ CaCO_3 (เส้นล่าง)



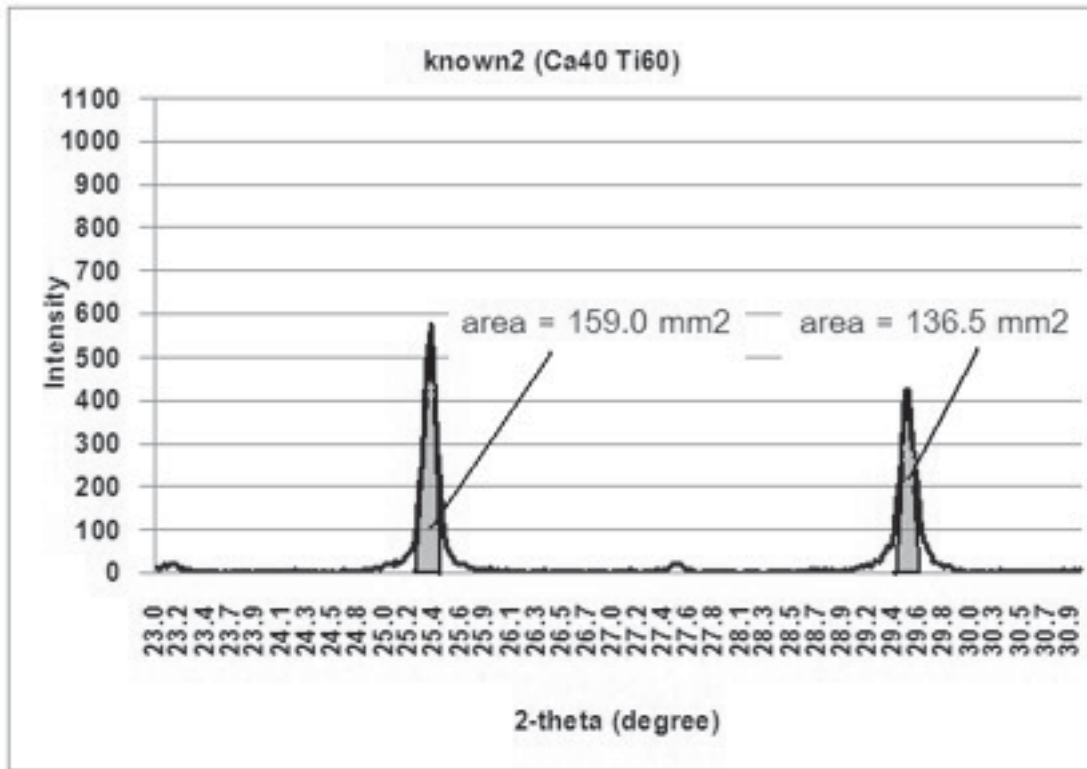
ภาพที่ 2 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO_2



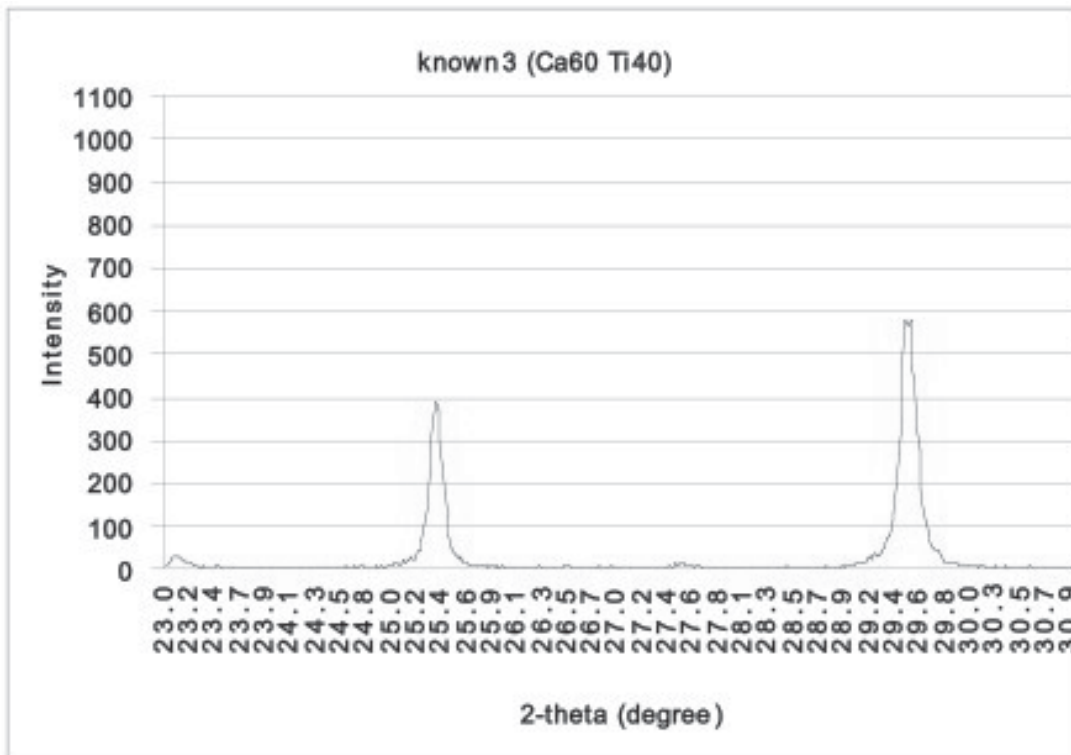
ภาพที่ 3 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ pure CaCO_3



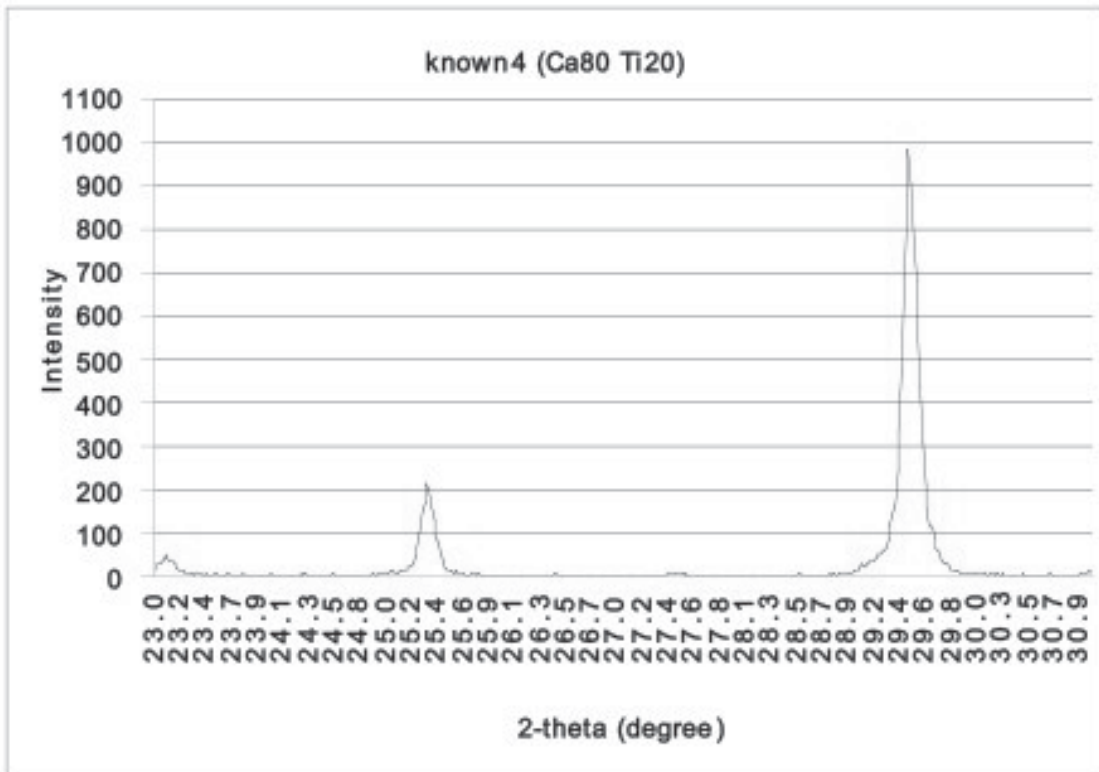
ภาพที่ 4 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ known1 ผสมขึ้นจาก CaCO_3 20% กับ TiO_2 80% intensity ของ peaks ตัวแทนของ TiO_2 และ CaCO_3 หาจากความสูงของ peak เท่ากับ 63.5 และ 26.0 มม. ตามลำดับ



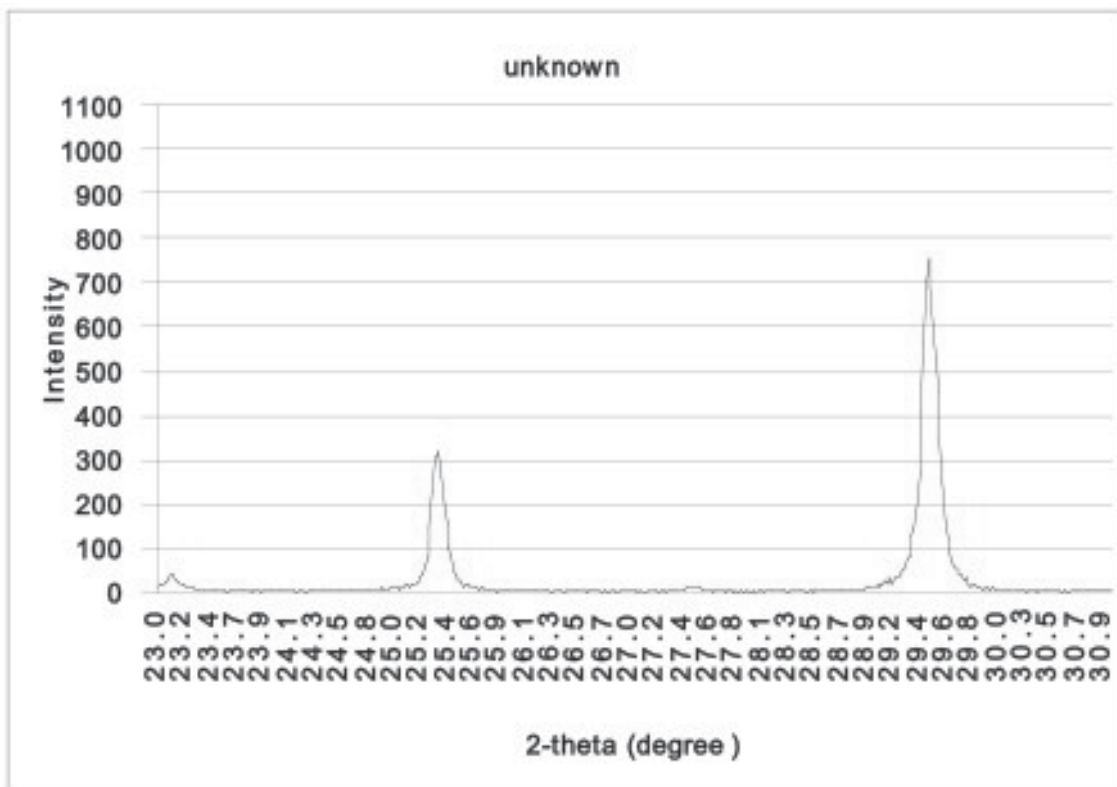
ภาพที่ 5 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรคชั่นของ known2 ผสมขึ้นจาก CaCO_3 40% กับ TiO_2 60% intensity ของ peaks ตัวแทนของ ของ TiO_2 และ CaCO_3 หากจากพื้นที่ใต้ peak คือส่วนที่แรงงามีค่าเท่ากับ 159.0 มม.² และ 136.5 มม.² ตามลำดับ



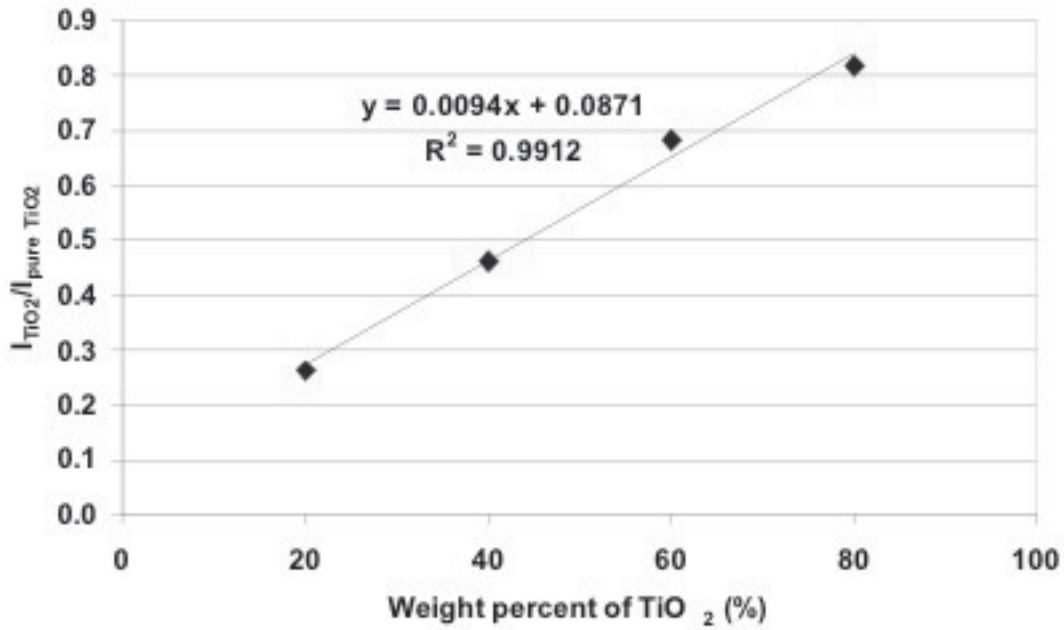
ภาพที่ 6 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรคชั่นของ known3 ผสมขึ้นจาก CaCO_3 60% กับ TiO_2 40%



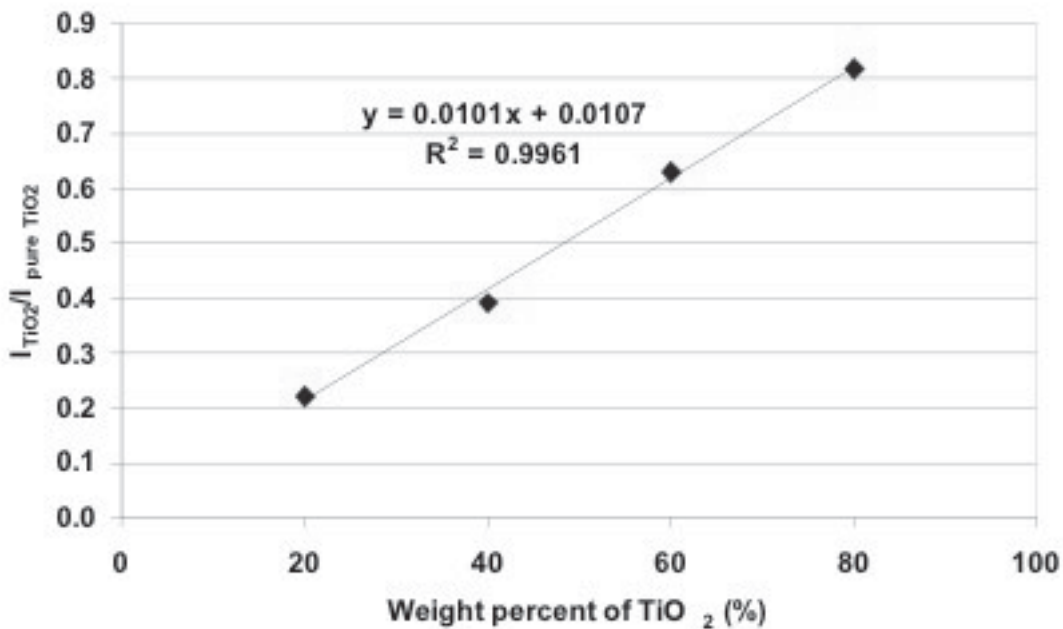
ภาพที่ 7 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรคชั่นของ known4 ผสมขึ้นจาก CaCO_3 80% กับ TiO_2 20%



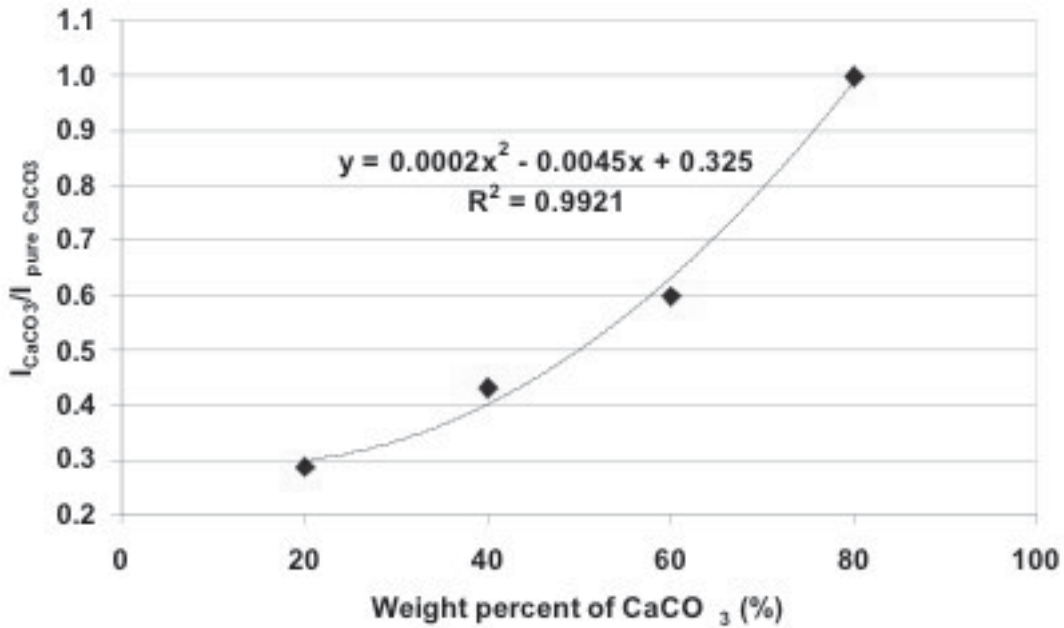
ภาพที่ 8 กราฟเอกซเรย์ดิฟแฟรคชั่นของ unknown



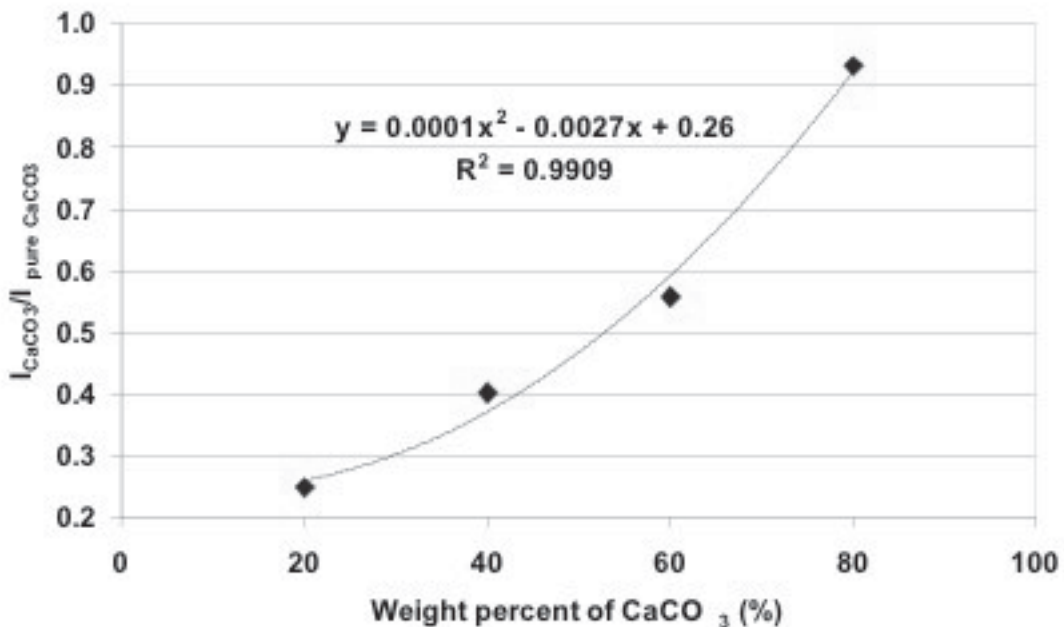
ภาพที่ 9 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO₂ หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity เส้นตรงในกราฟ คือ เส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม



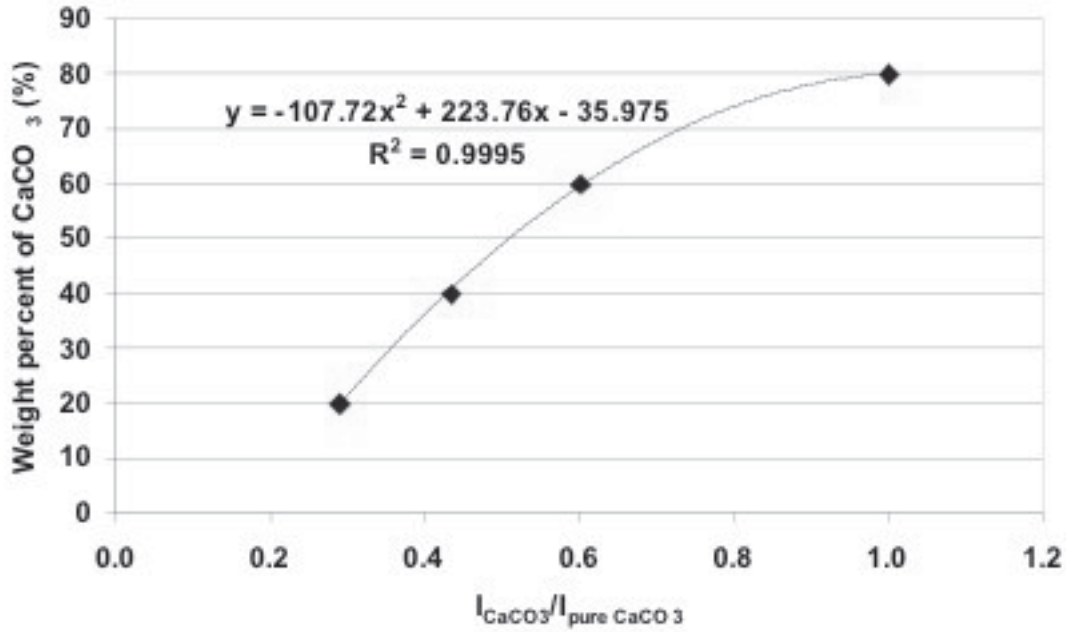
ภาพที่ 10 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ TiO₂ หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity เส้นตรงในกราฟ คือ เส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม



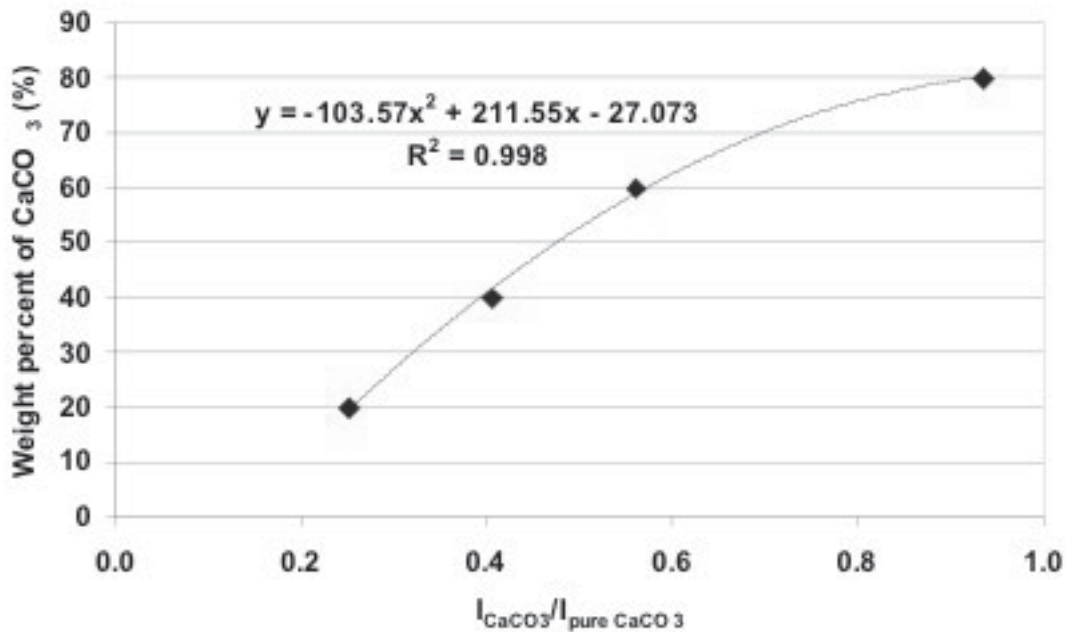
ภาพที่ 11 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ CaCO₃ หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity เส้นโค้งในกราฟ คือ เส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม



ภาพที่ 12 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ CaCO₃ หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity เส้นโค้งในกราฟ คือเส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม



ภาพที่ 13 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ $CaCO_3$ แบบใหม่ หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity เส้นโค้งในกราฟ คือ เส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม



ภาพที่ 14 กราฟมาตรฐานสำหรับหาเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ $CaCO_3$ แบบใหม่ หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity เส้นโค้งในกราฟ คือ เส้นแนวโน้มเป็นตัวแทนของจุดในกราฟและสมการในกราฟเป็นสมการที่เป็นตัวแทนของเส้นแนวโน้ม

ตารางที่ I เปรอ์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ pure TiO₂ pure CaCO₃ และ knowns สูตรต่างๆ

	Weight % of CaCO ₃	Weight % of TiO ₂
pure TiO ₂	0%	100%
known1	20%	80%
known2	40%	60%
known3	60%	40%
known4	80%	20%
pure CaCO ₃	100%	0%

ตารางที่ II Intensity ของ peak ตัวแทนของ TiO₂ และ CaCO₃ จากกราฟเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO₂ pure CaCO₃ knowns และ unknown หาโดยวัดความสูงและพื้นที่ใต้ peaks

	Intensity ของ peak ตัวแทนของ TiO ₂		Intensity ของ peak ตัวแทนของ CaCO ₃	
	หาจากความสูง (มม.)	หาจากพื้นที่ (มม.) ²	หาจากความสูง(มม.)	หาจากพื้นที่ (มม.) ²
pure TiO ₂	77.5	251.88	0.0	0.00
known1	63.5	206.38	26.0	84.50
known2	53.0	159.00	39.0	136.5
known3	36.0	99.00	54.0	189.00
known4	20.5	56.38	90.0	315.00
pure CaCO ₃	0.0	0.00	90.0	337.50
unknown	30.5	83.88	69.0	241.50

ตารางที่ III $I_{TiO_2}/I_{pure TiO_2}$ และ $I_{CaCO_3}/I_{pure CaCO_3}$ ของ peak ตัวแทนของ TiO_2 และ $CaCO_3$ จากกราฟเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของ pure TiO_2 pure $CaCO_3$ knowns และ unknown หาโดยวัดความสูงและพื้นที่ใต้ peaks

	ของ peak ตัวแทนของ TiO_2		ของ peak ตัวแทนของ $CaCO_3$	
	หาจากความสูง (มม.)	หาจากพื้นที่ (มม.) ²	หาจากความสูง (มม.)	หาจากพื้นที่ (มม.) ²
pure TiO_2	1.0000	1.0000	0.0000	0.0000
known1	0.8194	0.8194	0.2889	0.2504
known2	0.6839	0.6313	0.4333	0.4044
known3	0.4645	0.3931	0.6000	0.5600
known4	0.2645	0.2238	1.0000	0.9333
pure $CaCO_3$	0.0000	0.0000	1.0000	1.0000
unknown	0.3935	0.3330	0.7667	0.7156

ตารางที่ IV เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (Wt%) ของ TiO_2 และ $CaCO_3$ ใน unknown ที่เตรียมขึ้นมาและที่หาได้โดยใช้เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันโดยการใช้ความสูงและพื้นที่ใต้ peak แทน intensity

	Wt% ที่ผู้ช่วยสอนเตรียมขึ้นมาในการทดลองนี้		Wt% ที่หาโดยใช้ความสูงของ peak เป็น intensity		Wt% ที่หาโดยใช้พื้นที่ใต้ peak เป็น intensity	
	TiO_2	$CaCO_3$	TiO_2	$CaCO_3$	TiO_2	$CaCO_3$
unknown	30.00%	70.00%	32.60%	72.26%	31.91%	71.28%

เอกสารอ้างอิง

- [1] Whiston, C. (1991). X-ray Methods. Singapore, John Wiley & Sons, Inc.
- [2] สุธรรม ศรีหล่มลัก. (2543). เอกสารประกอบการสอนวิชา 526306 Ceramic Characterization เรื่อง X-ray diffraction. สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก, สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี, นครราชสีมา.
- [3] Cullity, B. D. (1978). Elements of X-ray Diffraction. 2nd Edition. Philippines, Addison-Wesley Publishing.
- [4] Jenkins, R. and Snyder R. L. (1996). Introduction to X-ray Powder Diffractometry. New York, John Wiley & Sons, Inc.
- [5] Warren, B. E. (1990). X-ray Diffraction. New York, Dover Publications, Inc.