

คู่มือการศึกษาแร่และอัญมณีด้วย เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์



ภายใต้โครงการพัฒนาความเป็นเลิศ
ทางการวิเคราะห์แร่และอัญมณี
ด้วยเทคโนโลยีแสงซินโครตรอน

จัดทำโดย

ดร. แพร จิรวัดน์กุล

ดร.ชาตรี ไสยสมบัติ

นายเอกสิทธิ์ ศิริสุวงศ์

นายวัชรกร เศษวงษ์

คู่มือการศึกษาแร่และอัญมณี ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์

สิงหาคม 2561

ภายใต้โครงการพัฒนาความเป็นเลิศทางด้านการ
วิเคราะห์แร่และอัญมณีด้วยเทคโนโลยีแสงซินโครตรอน

จัดทำโดย ดร. แพร จิรวัฒน์กุล
ดร.ชาตรี ไสยสมบัติ
นายเอกสิทธิ์ ศิริสุรวงศ์
นายวัชรกร เศษวงษ์

คำนำ

คู่มือฉบับนี้เริ่มจากความคิดในการรวบรวมเอาประสบการณ์ตรงจากผู้มีส่วนร่วมในการวิเคราะห์การคุกกลืนรังสีเอกซ์ในตัวอย่างอัญมณี มาเรียบเรียงเพื่อเป็นตัวอย่างและแนวทางแก่ผู้เข้ามาใช้บริการวิเคราะห์อัญมณีที่สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) เริ่มตั้งแต่การเตรียมตัวอย่าง การติดตั้งตัวอย่าง การประเมินและเพิ่มคุณภาพสัญญาณ การวางแผนการวัด รวมไปถึงการจัดเก็บข้อมูลตัวอย่าง อัญมณีมีความพิเศษทั้งในด้านความเป็นผลึกที่อาจจะเกิดสัญญาณที่ไม่ต้องการเข้าสู่หัววัด และความเป็นผลึกนี้ส่งผลถึงสเปกตรัมที่แตกต่างกันเมื่อวัดคนละแกนแสงจึงจำเป็นต้องรู้การจัดวางตัวอย่างให้เหมาะสมโดยเฉพาะการเปรียบเทียบกับตัวอย่างอื่น และโดยส่วนใหญ่ธาตุที่ต้องการศึกษามีปริมาณน้อยทำให้ต้องมีการประเมินตัวอย่างและวางแผนการทดลองตั้งแต่ก่อนเข้ามาทำการทดลอง เพื่อใช้ช่วงเวลาที่ได้รับจัดสรรให้เกิดประโยชน์สูงสุด และตัวอย่างเดียวกันนั้นอาจจะต้องกลับมาวัดหลังทำการปรับปรุงคุณภาพแล้ว ทำให้การจัดเก็บข้อมูลโดยเฉพาะตำแหน่งรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนตัวอย่างมีความสำคัญมากเพื่อการเปรียบเทียบมีความถูกต้องแม่นยำสูงสุด

คู่มือฉบับนี้เหมาะสำหรับผู้ที่将会เข้ามาทำการใช้เทคนิคการคุกกลืนรังสีเอกซ์ในการวิเคราะห์อัญมณี รวมถึงตัวอย่างอื่นที่มีความเข้มข้นน้อย ในการทำความเข้าใจสิ่งที่จะเกิดขึ้นจริงในการเข้ามาใช้บริการแสง รวมถึงผู้ที่ให้บริการแสงประจำสถาบันวิจัยในการเตรียมความพร้อมเพื่อให้บริการและคำแนะนำ หวังเป็นอย่างยิ่งว่าคู่มือฉบับนี้สามารถให้ความรู้ ความเข้าใจและนำไปประยุกต์ใช้จริงได้ตามความมุ่งหวังของคณะผู้จัดทำที่ร่วมแบ่งปันประสบการณ์ตรง

ทางคณะผู้จัดทำขอขอบคุณความผิดพลาดที่เกิดขึ้น และพร้อมที่จะนำไปปรับปรุงในภายภาคหน้าต่อไป โดยมุ่งหวังจะทำการเพิ่มเติมข้อมูลให้สมบูรณ์มากขึ้นเพื่อให้คู่มือฉบับนี้เป็นฐานความรู้ที่ใช้งานได้จริง

สารบัญ

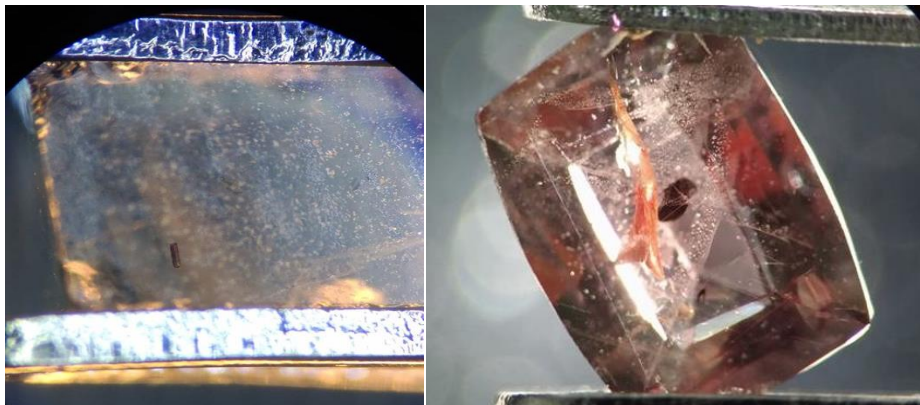
	หน้า
คำนำ	ก
สารบัญ	ข
เรื่องที่	
1. การเตรียมตัวอย่างอัญมณี	1
1.1 ชนิดของอัญมณี	1
1.2 การตั้งแกนแสงของอัญมณี	2
1.3 การตัด-ขัดผิวหน้าอัญมณี	4
1.4 การติดตั้งอัญมณีบนที่ติดตั้งตัวอย่าง	5
1.5 การเลือกขนาดลำแสง (Beam size)	6
1.6 การตรวจสอบตำแหน่งตัวอย่างเทียบกับลำแสง	6
1.7 การเลือกธาตุที่ต้องการวัด	7
2. การประเมินเวลาในการวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS	8
2.1 ตรวจสอบความเข้มของสัญญาณ (Count, Events and Dead-time Checking)	8
2.2 ตรวจสอบและประเมินสเปกตรัม (Spectrum Checking and Spectrum evaluation)	11
2.3 การปรับคุณภาพสเปกตรัม	19
2.4 การวางแผนการทดสอบตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS	24
3. การเก็บข้อมูลและจัดบันทึกข้อมูลในการทดสอบตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS	26
3.1 ถ่ายรูปตัวอย่าง	26
3.2 ปริ้นสกินหน้าจอและเก็บข้อมูลของแสง	28
3.3 การบันทึกข้อมูล	29
4. การวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีระหว่างการให้ความร้อนและแก๊ส	30
4.1 การติดตามการเปลี่ยนแปลงจากการให้ความร้อน	30
4.2 การติดตามการเปลี่ยนแปลงจากการให้แก๊ส	31
4.3 การติดตามการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืนแสงในช่วง UV-Vis NIR	32

1. การเตรียมตัวอย่างอัญมณี

การเตรียมตัวอย่างอัญมณี (Sample preparation) และการกำหนดภาวะในการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Absorption spectroscopy) เป็นขั้นตอนที่สำคัญที่มีผลต่อสเปกตรัมการดูดกลืนฯ ในการเตรียมตัวอย่างที่ดีนั้นจะทำให้ได้สเปกตรัมที่มีลายเส้นเรียบละเอียด เห็นส่วนโค้งงอของสเปกตรัมได้ชัดเจน แต่ในทางตรงกันข้าม จะได้สเปกตรัมที่ขรุขระมาก หรือเห็นส่วนโค้งงอไม่ชัดเจน ทำให้ยากต่อการนำไปแปลผล ดังนั้นเพื่อให้ได้สเปกตรัมที่ง่ายต่อการวิเคราะห์ในขั้นต่อไป ควรต้องคำนึงถึงปัจจัยหลายอย่างที่มีผลต่อสเปกตรัม ดังนี้

1.1 ชนิดของอัญมณี

ชนิดของอัญมณีจะถูกจำแนกได้เป็นสองกลุ่มตามการกำเนิด คือ กลุ่มอัญมณีที่มนุษย์สร้างขึ้นและกลุ่มอัญมณีธรรมชาติ ในกลุ่มอัญมณีธรรมชาตินั้นจะเกิดจากกระบวนการทางธรรมชาติที่ปราศจากการควบคุมจากมนุษย์โดยสิ้นเชิง ซึ่งอัญมณีธรรมชาตินั้นสามารถจำแนกออกได้อีก 2 ประเภท ได้แก่ อัญมณีธรรมชาติที่เป็นสารอินทรีย์ (Natural gem materials of organic origin) เช่น ปะการัง ไข่มุก อำพัน งาช้าง เปลือกหอย เป็นต้น และ อัญมณีธรรมชาติที่เป็นสารอนินทรีย์ (Natural gem materials of inorganic origin) เช่น เพชร ทับทิม ไพลิน มรกต หยก เป็นต้น (หนังสือ หลักการวิเคราะห์อัญมณี รศ.ดร.เสวีวัฒน์ สมินทร์ปัญญา) ซึ่งในแต่ละชั้นหรือในแต่ละพื้นที่เล็กๆของอัญมณีนั้นมีสมบัติที่แตกต่างกัน ดังแสดงในรูปภาพที่ 1.1



รูปที่ 1.1 แสดงภาพถ่ายที่พบแท่งผลึกแร่และสิ่งแปลกปลอมภายในเนื้ออัญมณี ด้วยกล้องจุลทรรศน์

ซึ่งมีสาเหตุมาจากปัจจัยหลายประการ เช่น ชนิดและความเข้มข้นของธาตุองค์ประกอบ สิ่งแปลกปลอม (Inclusion) เขตสี การกระจายของสี การแผด รอยแตก แนวแตกเรียบ เป็นต้น จึงทำให้อัญมณีธรรมชาติที่เป็นสารอนินทรีย์มีสมบัติที่แตกต่างกัน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่า อัญมณี

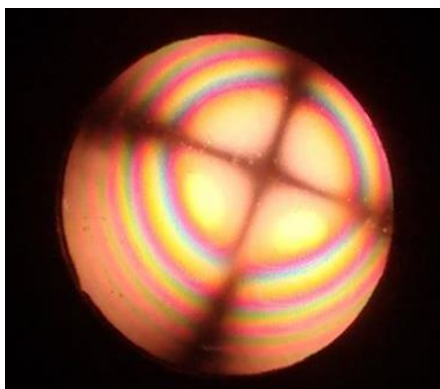
ธรรมชาติที่เป็นสารอนินทรีย์แต่ละชั้นจะมีเพียงหนึ่งเดียว ไม่สามารถใช้ชั้นอื่นทดแทนกันได้อย่างสมบูรณ์ และไม่สามารถทำขึ้นใหม่เพื่อทดแทนกันได้

1.2 การตั้งแกนแสงของอัญมณี

เป็นส่วนสำคัญในการได้สเปกตรัมที่ดีสามารถนำไปวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง เนื่องจากการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์นั้นจะเป็นการแปรผลโดยการเปรียบเทียบ เช่น การเปรียบเทียบก่อนและหลังการปรับปรุงสมบัติ การเปรียบเทียบแหล่งอัญมณี การเปรียบเทียบแนวแกนแสง เป็นต้น ถ้าหากไม่มีการกำหนดแกนแสงของตัวอย่างอัญมณี จะทำให้ได้สเปกตรัมของแต่ละตัวอย่างที่อาจแตกต่างกันซึ่งอาจจะเป็นผลจากแกนแสงได้ จึงยากที่จะนำไปแปรผลอย่างถูกต้อง ดังนั้นจะเป็นการง่ายต่อการเปรียบเทียบและการแปรผลที่ถูกต้อง จึงต้องมีการอ้างอิงแกนแสงตามระบบผลึก ดังแสดงในรูปที่ 1.2 และ 1.3 เพื่อใช้ในการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของอัญมณี



รูปที่ 1.2 ภาพการหาแกนแสงของอัญมณี โดยใช้เครื่องโพลาริสโคป (Polariscope)



รูปที่ 1.3 ภาพออปติกไซน์ (Optic sign) ของอัญมณีชนิดหักเหคู่ ยูนิแอกเซียล

การจำแนกชนิดของอัญมณีตามระบบผลึกไว้ดังนี้

1. ระบบสามแกนเท่าหรือระบบลูกบาศก์ (Isometric or Cubic system) ได้แก่ ฟลูออไรต์ กาลีน่า ไพไรต์ เพชร สิเนล แมกนีไทต์ การ์เน็ต เป็นต้น
2. ระบบสองแกนเท่า (Tetragonal system) ได้แก่ เซอร์คอน รูไทล์ แคลซิเทออร์ เป็นต้น
3. ระบบสามแกนราบ (Hexagonal system) ได้แก่ เบริล อะพาไทต์ ควอตซ์ เป็นต้น
4. ระบบตรีโกณัล (Trigonal system) ได้แก่ คอรัันดัม ควอตซ์ ทัวร์มาลีน แคลไซต์ เป็นต้น
5. ระบบสามแกนต่าง (Orthorhombic system) ได้แก่ กำมะถัน โทแพส แบไรต์ เป็นต้น
6. ระบบหนึ่งแกนเอียง (Monoclinic system) ได้แก่ ออร์โทเคลส ไพรอกซีน แอมฟิโบ
7. ระบบสามแกนเอียง (Triclinic system) ได้แก่ แอลไบต์ โรโดไนต์ แอซิไนต์ เป็นต้น

crystal system	axes	typical forms
cubic three equal axes at right angles.		
tetragonal three axes at right angles, one unequal.		
hexagonal three equal axes at 120 degrees, a fourth at right angles with sixfold symmetry.		
trigonal as hexagonal, but with threefold symmetry		
orthorhombic three unequal axes at right angles		
monoclinic two axes at right angles, a third not.		
triclinic three axes: none at right angles		

รูปที่ 1.4

ระบบผลึกของสารผลึก และตัวอย่างรูปผลึกที่ตกผลึกในแต่ละระบบ

1.3 การตัด-ขัดผิวหน้าอัญมณี

เป็นการสร้างระนาบตั้งฉากกับแกนแสงที่เลือกใช้ในการวัดฯ โดยใช้เครื่องมือตัด-ขัดชิ้นงานสำหรับอัญมณีโดยเฉพาะ หรืออาจใช้เครื่องมือในห้องทดลองทางวิทยาศาสตร์ที่เหมาะสมก็ได้เช่นกัน ซึ่งมีข้อควรระวังอยู่บ้างในอัญมณีบางชนิดที่มีความเปราะบาง ในกรณีเช่นนี้ขอแนะนำให้เลือกระนาบที่เป็นไปได้ในการตัด-ขัดชิ้นงานเป็นลำดับความสำคัญแรก โดยให้ระนาบที่เป็นไปได้นั้นตั้งฉากกับแกนแสงใดใดที่มีก็ยอมได้ โดยขนาดของชิ้นงานที่เหมาะสมในการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์นั้นควรมีขนาดความกว้างของหน้าชิ้นงานที่ต้องการวัดไม่เกิน 10 มิลลิเมตร และขนาดของชิ้นงานที่วัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์แบบ In-situ ควรหนาไม่เกิน 3 มม. และมีขนาด ก*ย ในช่วง 5*3 มิลลิเมตร ถึง 10*15 มิลลิเมตร



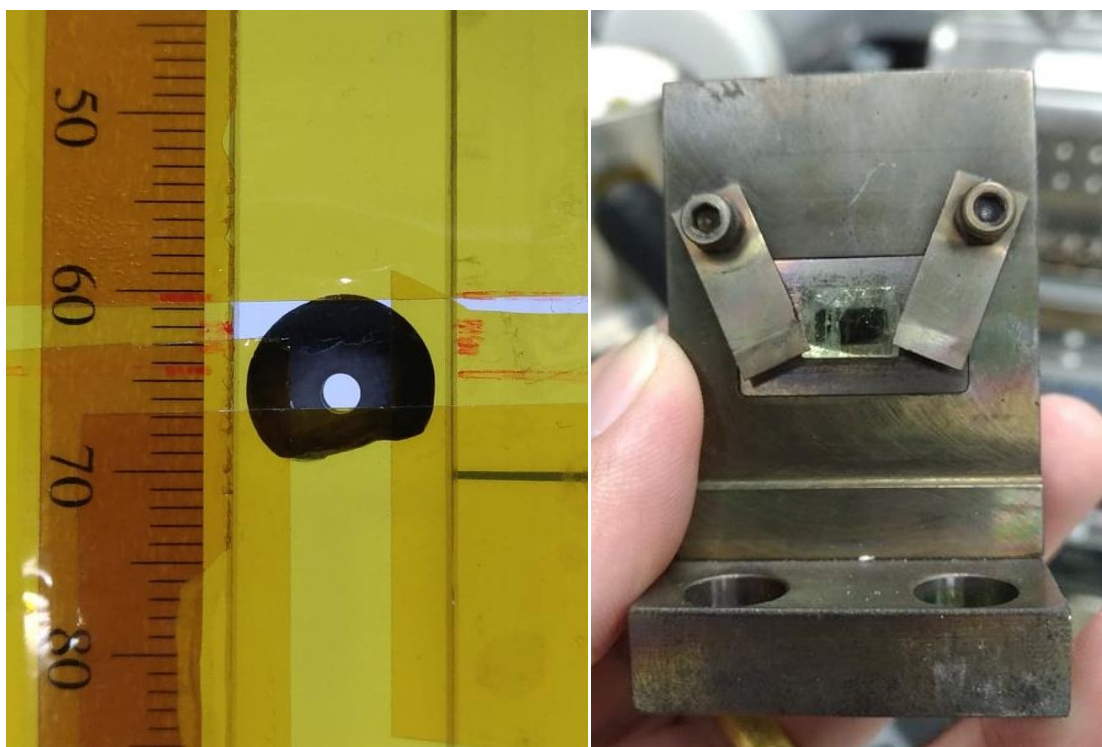
รูปที่ 1.5 ภาพอัญมณีที่ผ่านการตัด-ขัด

1.4 การติดตั้งอัญมณีบนที่ติดตั้งตัวอย่าง

เป็นขั้นตอนที่ต้องใช้ความระมัดระวัง โดยจะต้องเลือกใช้หน้าตัวอย่าง และพื้นที่ตัวอย่างที่ต้องการให้ตรงกับลำแสงฯ เพื่อให้ได้สเปกตรัมของพื้นที่ที่ต้องการ โดยการติดตั้งตัวอย่างอัญมณีบนที่ติดตั้งตัวอย่าง (Sample holder) จะถูกแบ่งออกเป็น 2 แบบ ตามลักษณะของที่ติดตั้งตัวอย่าง คือ แบบธรรมดา และแบบ In-situ ดังนี้

1.4.1 การติดตั้งตัวอย่างแบบธรรมดา จะใช้เทปกาวแคปตันในการยึดตัวอย่างเข้ากับที่ติดตั้งตัวอย่าง โดยเริ่มจากติดเทปกาวแคปตันบนที่ติดตั้งตัวอย่างฝั่งด้านหน้า ให้เทปกาวครอบคลุมช่วงขอบเขตที่กำหนด ดึงให้เทปกาวแคปตันตึงทุกมุม ติดหน้าตัวอย่างไปที่ด้านหลังของเทปกาวแคปตันโดยให้ตัวอย่างเรียงอยู่ในแนวกึ่งกลางแนวตั้งของช่องที่ติดตั้งตัวอย่าง ใช้มีดคัตเตอร์เจาะรูแคปตันส่วนที่ปิดหน้าตัวอย่างออกด้วยความระมัดระวัง ให้ขนาดของรูกว้างกว่าหรือเท่ากับขนาดของลำแสงฯ แต่ระวังไม่ให้ขนาดรูใหญ่กว่าขนาดตัวอย่าง การติดตั้งแบบนี้จะสามารถติดตั้งตัวอย่างได้ตั้งแต่ 1 ถึง 10 ชิ้น ขึ้นอยู่กับขนาดของตัวอย่าง และความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวัด ในบางกรณีที่พบธาตุที่ต้องการวัดมีความเข้มข้นต่ำจะมีการใช้กล่องอะคลิลิกเพื่อช่วยปิดกั้นสัญญาณรบกวนในการวัดฯ ในกรณีเช่นนี้จะติดตั้งตัวอย่างได้ไม่เกิน 2 ชิ้น

1.4.2 การติดตั้งตัวอย่างแบบ *In-situ* จะใช้แหวนโลหะทั้งสองฝั่งซ้ายขวาของที่ติดตั้งตัวอย่าง หนีบชิ้นตัวอย่างเอาไว้ให้แนบติดกับแท่นโลหะเพื่อการถ่ายเทความร้อนที่ดี ควบคุมระมัดระวังให้พื้นที่ที่ต้องการวัดฯ ตรงกับลำแสงและไม่ให้แหวนมาบังหรือโดนลำแสง การติดตั้งแบบนี้จะสามารถติดตั้งตัวอย่างได้ครั้งละ 1 ชิ้น



รูปที่ 1.6 การติดตั้งตัวอย่าง (ซ้าย) แบบธรรมดาและ (ขวา) แบบ *In-situ*

1.5 การเลือกขนาดลำแสง (Beam size)

ขนาดลำแสงที่ใช้ในการวัดฯมีความสำคัญต่อคุณภาพของสเปกตรัม โดยพื้นที่หน้าตัดของลำแสงที่ใหญ่กว่าจะช่วยให้ได้สเปกตรัมที่ดีกว่า แต่การเลือกใช้ขนาดลำแสงที่ใหญ่ที่สุดที่เป็นไปได้นั้น จะต้องพิจารณาจากขนาดของลำแสงเต็ม (Full beam) และขนาดหน้าตัดชิ้นงานที่ต้องการวัดฯ โดยกำหนดให้ขนาดกว้างและยาวของลำแสงที่ใหญ่ที่สุดที่เป็นไปได้ ต้องมีขนาดน้อยกว่าหรือเท่ากับหน้าตัดของตัวอย่างชิ้นที่เล็กที่สุด

1.6 การตรวจสอบตำแหน่งตัวอย่างเทียบกับลำแสง

ตำแหน่งของลำแสงจะต้องถูกปรับให้ตรงกับชิ้นตัวอย่างที่ต้องการวัดฯ เพื่อให้เป็นการวัดเฉพาะที่ชิ้นงานโดยไม่มีสัญญาณจากวัตถุอื่นเจือปน สามารถตรวจสอบตำแหน่งลำแสงได้โดยใช้แผ่น Burn paper และสามารถปรับแนวตั้งของลำแสง และชิ้นตัวอย่างให้ตรงกันได้ 2 วิธี ได้แก่ การปรับที่แผ่นตัดขอบลำแสง (Beam slit) และวิธีการที่สะดวกกว่าคือปรับจากแท่นตัวอย่าง



รูปที่ 1.7 แสดงขนาดลำแสงที่เหมาะสมกับตัวอย่าง และแสดงการวัดแนวลำแสงให้ตรงกับทุกชิ้นตัวอย่าง โดยใช้กระดาษ Burn paper

ข้อควรระวัง การตั้งที่ติดตั้งตัวอย่างบนแท่นตัวอย่าง ควรใช้ลูกน้ำช่วยในการตั้ง เพื่อป้องกันการเอียงของที่ติดตั้งตัวอย่าง

1.7 การเลือกธาตุที่ต้องการวัด

การเลือกธาตุที่ต้องการวัดๆ มีความสำคัญมากต่อความสำเร็จในการทดลอง โดยควรเลือกจากธาตุที่เป็นตัวแปรสำคัญและที่น่าสนใจอื่นๆในการทดลอง เลือกธาตุที่มีความเข้มข้นไม่ต่ำกว่า 50 ppm และเลือกธาตุจากความสามารถในการวัดของสถานีทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 1.8

Measurable elements

The periodic table is color-coded to show which elements are measurable at different stations. A legend indicates that green boxes represent the K-edge and blue boxes represent the L3-edge. The table includes element symbols, atomic numbers, and names. Elements are grouped by their measurable edges: K-edge (green) and L3-edge (blue). The L3-edge elements are further divided into groups 1-10 and 11-18. The Lanthanide and Actinide series are shown at the bottom.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VII	VIII	VIII	VIII	IB	IIB	IIIA	IVA	VA	VIA	VIIA	VIIIA
1 H Hydrogen 1.008	2 He Helium 4.003																
3 Li Lithium 6.941	4 Be Beryllium 9.012											5 B Boron 10.811	6 C Carbon 12.011	7 N Nitrogen 14.007	8 O Oxygen 15.999	9 F Fluorine 18.998	10 Ne Neon 20.180
11 Na Sodium 22.990	12 Mg Magnesium 24.305	13 Al Aluminum 26.982	14 Si Silicon 28.086	15 P Phosphorus 30.974	16 S Sulfur 32.066	17 Cl Chlorine 35.453	18 Ar Argon 39.948										
19 K Potassium 39.098	20 Ca Calcium 40.078	21 Sc Scandium 44.956	22 Ti Titanium 47.867	23 V Vanadium 50.942	24 Cr Chromium 51.996	25 Mn Manganese 54.938	26 Fe Iron 55.845	27 Co Cobalt 58.933	28 Ni Nickel 58.693	29 Cu Copper 63.546	30 Zn Zinc 65.38	31 Ga Gallium 69.723	32 Ge Germanium 72.631	33 As Arsenic 74.922	34 Se Selenium 78.971	35 Br Bromine 79.904	36 Kr Krypton 84.798
37 Rb Rubidium 84.468	38 Sr Strontium 87.62	39 Y Yttrium 88.906	40 Zr Zirconium 91.224	41 Nb Niobium 92.906	42 Mo Molybdenum 95.95	43 Tc Technetium 98.907	44 Ru Ruthenium 101.07	45 Rh Rhodium 102.906	46 Pd Palladium 106.42	47 Ag Silver 107.868	48 Cd Cadmium 112.414	49 In Indium 114.818	50 Sn Tin 118.711	51 Sb Antimony 121.760	52 Te Tellurium 127.6	53 I Iodine 126.904	54 Xe Xenon 131.294
55 Cs Cesium 132.905	56 Ba Barium 137.328	57-71 Lanthanide Series	72 Hf Hafnium 178.49	73 Ta Tantalum 180.948	74 W Tungsten 183.84	75 Re Rhenium 186.207	76 Os Osmium 190.23	77 Ir Iridium 192.217	78 Pt Platinum 195.085	79 Au Gold 196.967	80 Hg Mercury 200.592	81 Tl Thallium 204.383	82 Pb Lead 207.2	83 Bi Bismuth 208.980	84 Po Polonium [209]	85 At Astatine [210]	86 Rn Radon [222]
87 Fr Francium 223.020	88 Ra Radium 226.025	89-103 Actinide Series	104 Rf Rutherfordium [261]	105 Db Dubnium [262]	106 Sg Seaborgium [266]	107 Bh Bohrium [264]	108 Hs Hassium [269]	109 Mt Meitnerium [268]	110 Ds Darmstadtium [269]	111 Rg Roentgenium [272]	112 Cn Copernicium [277]	113 Uut Ununtrium [278]	114 Fl Flerovium [289]	115 Uup Ununpentium [289]	116 Lv Livermorium [293]	117 Uus Ununseptium [294]	118 Uuo Ununoctium [294]
		57 La Lanthanum 138.905	58 Ce Cerium 140.116	59 Pr Praseodymium 140.908	60 Nd Neodymium 144.243	61 Pm Promethium 144.913	62 Sm Samarium 150.36	63 Eu Europium 151.964	64 Gd Gadolinium 157.25	65 Tb Terbium 158.925	66 Dy Dysprosium 162.500	67 Ho Holmium 164.930	68 Er Erbium 167.259	69 Tm Thulium 168.934	70 Yb Ytterbium 173.055	71 Lu Lutetium 174.967	
		89 Ac Actinium 227.028	90 Th Thorium 232.038	91 Pa Protactinium 231.036	92 U Uranium 238.029	93 Np Neptunium 237.048	94 Pu Plutonium 244.064	95 Am Americium 243.061	96 Cm Curium 247.070	97 Bk Berkelium 247.070	98 Cf Californium 251.080	99 Es Einsteinium [254]	100 Fm Fermium 257.095	101 Md Mendelevium 258.1	102 No Nobelium 259.101	103 Lr Lawrencium [262]	

รูปที่ 1.8

แสดงธาตุที่สามารถวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้ในสถานีทดลอง BL1.1W

(<http://www.slri.or.th/th/index.php/experiment-station-bl1-1w.html>)

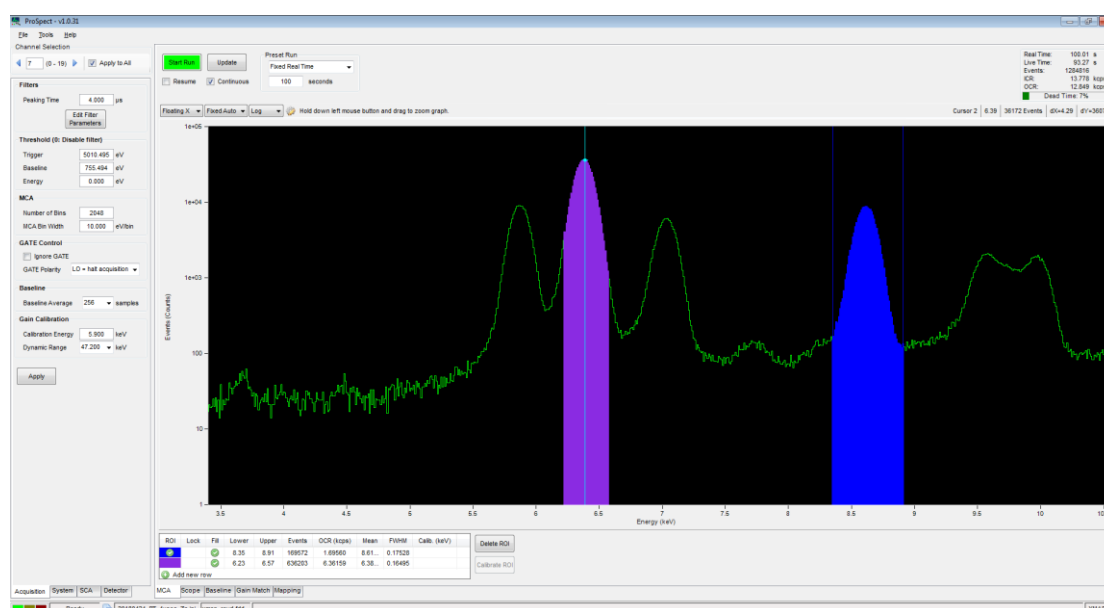
ชนิดของอัญมณีๆ การตั้งแกนแสงของอัญมณีๆ การตัด-ขัดผิวหน้าอัญมณีๆ การติดตั้งอัญมณีบนที่ติดตั้งตัวอย่าง การเลือกขนาดลำแสง การตรวจสอบตำแหน่งตัวอย่างเทียบกับลำแสง และ การเลือกธาตุที่ต้องการวัดๆ ล้วนเป็นปัจจัยสำคัญต่อผลการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ และจะเป็นประโยชน์ต่อผลการทดสอบของผู้ใช้บริการดังที่ได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น

2. การประเมินเวลาในการวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS

การวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีเพื่อศึกษาธาตุซึ่งอาจจะมีเข้มข้นต่ำหรือปริมาณน้อย (Trace element) ที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง เพื่อให้ผลการทดลองออกมาอย่างมีประสิทธิภาพและความคมชัดของสเปกตรัมออกมาอย่างมีคุณภาพ เราจึงต้องวิเคราะห์หาปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อผลการทดลอง เพื่อปรับแก้ให้มีสภาวะการทดลองที่เหมาะสมของแต่ละตัวอย่างการทดลอง โดยสามารถวิเคราะห์ได้ดังนี้

2.1 ตรวจสอบความเข้มของสัญญาณ (Count, Events and Dead-time Checking)

ตรวจสอบดูความเข้มของสัญญาณในตัวอย่างที่ส่งกลับมายังตัวตรวจวัด (Detectors) เพื่อวิเคราะห์เบื้องต้นว่าปริมาณธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มีมากน้อยเพียงใดในตัวอย่าง ด้วยโปรแกรม Prospect ผ่านการวัดแบบโหมดฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence mode)



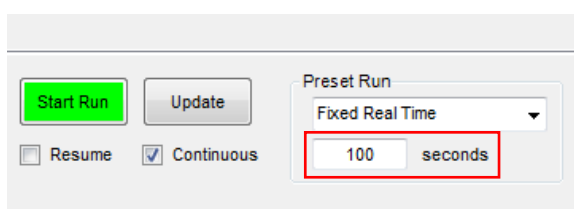
รูปที่ 2.1

โปรแกรม Prospect ใช้ในการสแกนตัวอย่างที่พลังงานต่างๆ เพื่อศึกษาค่า Intensity count ของตัวอย่างที่ได้จากการคายพลังงานของอะตอม เพื่อให้ได้ผลการทดลองในรูปแบบของการเรืองรังสีเอกซ์หรือ X-ray fluorescence (XRF); ตัวอย่าง Green tourmaline กระตุ้นที่พลังงาน 10.0 keV ในเวลา 100 Sec ตัวอย่างมีระยะห่างจาก Detectors เท่ากับ 85 mm.

Note: โหมดการวัด สามารถหาอ่านได้เพิ่มเติมที่ หน้าเว็บไซต์ BL1.1W: Multiple X-ray Techniques <http://www.slri.or.th/th/experiment-station-bl1-1w.html>

2.1.1 เคานต์และอีฟเวนท์ (Count and Events) คือความเข้มของสัญญาณที่ออกมาจากตัวอย่างแล้วส่งกลับมายังตัวตรวจวัด สามารถนับได้เป็นจำนวนนับหนึ่งจำนวนโดยขึ้นกับเวลาที่ให้รังสีเอกซ์สเรย์ (X-ray) กับตัวอย่าง เมื่อเทียบเทียบปริมาณธาตุที่ต้องการศึกษาเทียบกับเวลาที่ให้รังสีเอกซ์สเรย์ (X-ray) กับตัวอย่าง โดยปกติค่า Count และ Events ควรจะมีค่าใกล้เคียงกัน

- ถ้า Count และ Events สูงกว่า 1,000 count ในเวลา 1 sec แสดงถึงสัญญาณขอธาตุที่ต้องการศึกษามีปริมาณมากพอสมควร เหมาะสมที่จะทำการทดลองด้วยเทคนิค XAS
- ถ้า Count และ Events ต่ำกว่า 1,000 count ในเวลา 1 sec แสดงถึงสัญญาณขอธาตุที่ต้องการศึกษามีปริมาณต่ำและยังไม่เหมาะสม อาจจะต้องปรับแก้เพื่อให้ได้สัญญาณดีขึ้น คือ
 1. เปิดฝาครอบ Detector ในกรณีมีฝาครอบปิดอยู่
 2. การขยับ Detector ให้เข้าใกล้ตัวอย่างมากขึ้น ในกรณีที่ยังมีระยะห่างระหว่าง Detector กับตัวอย่าง
 3. กรณีเปิดฝาครอบและขยับ Detector แล้วพบว่าสัญญาณ Count และ Events ของตัวอย่างยังต่ำกว่า 1,000 count ในเวลา 1 sec เพื่อต้องการให้สัญญาณมีค่าเพิ่มขึ้นต้องใช้เวลาในการสแกนเพิ่มขึ้นมากกว่า 1 sec
 4. กรณีตัวอย่างไม่เนื้อเดียวกันทั้งหมด (Inhomogeneous) หรือมีสีต่างกันที่หน้าตัวอย่าง อาจจะต้องปรับตำแหน่งหรือบริเวณที่แสง X-ray โดนตัวอย่างไปยังบริเวณที่มีสีเข้มกว่าหรือบริเวณอื่นๆ เพื่อหาบริเวณที่มีปริมาณของ Element ที่ต้องการศึกษามากขึ้น ทำให้มีสัญญาณดีขึ้น ส่งผลให้ Count และ Events สูงขึ้นด้วยเช่นกัน



รูปที่ 2.2 ตำแหน่งปรับตั้งค่าเวลา ในการสแกนตัวอย่างของโปรแกรม Prospect

ROI	Lock	Fill	Lower	Upper	Events	OCR (kcps)	Mean	FWHM	Calib. (keV)	
			8.35	8.91	169572	1.69560	8.61...	0.17528		
			6.23	6.57	636203	6.36159	6.38...	0.16495		

MCA **Scope** Baseline Gain Match Mapping

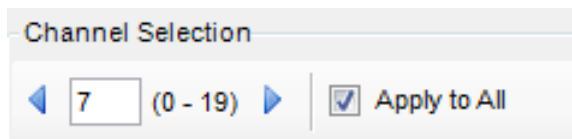
รูปที่ 2.3 ตำแหน่งแสดงค่า Count and Events จากการสแกนตัวอย่างของโปรแกรม Prospect

2.1.2 เดดไทม์ (Dead-time) คือความเข้มของสัญญาณที่ส่งออกมาจากตัวอย่างเพื่อเข้ามายัง Detector โดยสามารถนับได้เป็นเปอร์เซ็นต์ ค่า Dead-time ที่เหมาะสมไม่ควรเกิน 20 เปอร์เซ็นต์

- ถ้า Dead-time ต่ำกว่า 20 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงสัญญาณของธาตุที่ต้องการศึกษามีปริมาณเหมาะสมหรืออยู่ในตำแหน่งระยะห่างจาก Detector ที่เหมาะสมในการทดลองด้วยเทคนิค XAS
- ถ้า Dead-time สูงกว่า 20 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงสัญญาณของธาตุที่ต้องการศึกษามีปริมาณที่ไม่เหมาะสมหรืออยู่ในตำแหน่งระยะห่างจาก Detector ยังไม่เหมาะสม อาจจะต้องปรับแก้เพื่อให้ได้สัญญาณที่ดีขึ้น คือ
 1. ปิดฝาครอบ Detector ในกรณีที่ยังไม่มีฝาครอบปิดอยู่
 2. การขยับ Detector ให้เข้าใกล้หรือถอยห่างจากตัวอย่างมากขึ้นในกรณีที่ยังมีระยะห่างระหว่าง Detector กับตัวอย่าง
- ถ้า Dead-time มีค่าแตกต่างจากสารมาตรฐาน (Element standard) และกระดาษฟอยล์ (Foil) มาก สามารถทำการขยับขอบ ROI ตามความเหมาะสมให้มีค่าใกล้เคียงมากขึ้นได้ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูลที่มีตัวแปรการทดสอบที่ใกล้เคียงกัน

Real Time:	100.01 s
Live Time:	93.27 s
Events:	1284816
ICR:	13.778 kcps
OCR:	12.849 kcps
	Dead Time: 7%

รูปที่ 2.4 ตำแหน่งแสดงสัญญาณ Dead-time ของตัวอย่างของโปรแกรม Prospect



รูปที่ 2.5 ตำแหน่งเลือกช่องในการเช็คสัญญาณ Dead-time แต่ละช่องสัญญาณ (Channel)

เนื่องจากแต่ละช่อง detectors อาจจะได้รับสัญญาณได้ไม่เท่ากัน เพราะฉะนั้นควรเลือก Channel ที่มีความคมชัดของสัญญาณ (Peak shape), Cursor อยู่ตรง peak และขอบบนกับขอบล่างของ ROI ครอบคลุมทั้ง peak มากที่สุดของทุกๆ Channel ทำให้ FWHM ที่มีความสมบูรณ์เพื่อใช้เปรียบเทียบค่า Count, Events และ Dead-time กับตัวอย่างอื่นๆ ในการทดสอบ

2.2 ตรวจสอบและประเมินสเปกตรัม (Spectrum Checking and Spectrum evaluation)

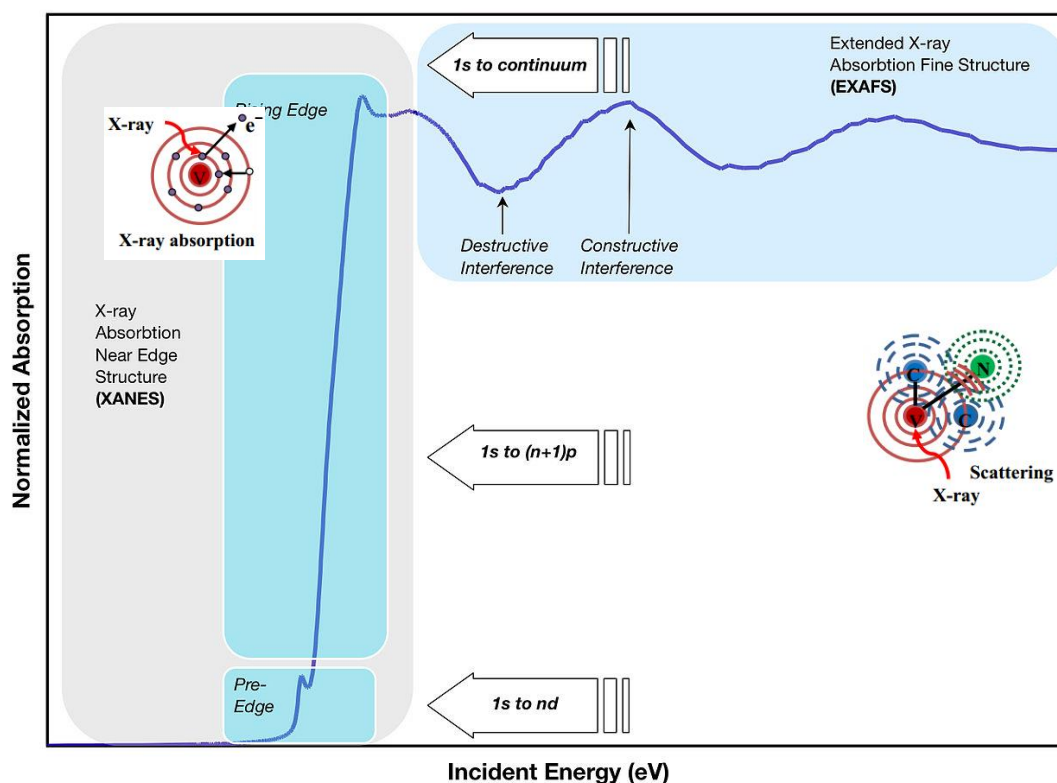
ตรวจสอบและประเมินผลสเปกตรัมของสัญญาณที่ส่งกลับมายังตัว Detectors เพื่อวิเคราะห์เบื้องต้นว่า ลักษณะของสเปกตรัมที่ปรากฏว่ามีคุณภาพมากน้อยเพียงใด ควรที่จะทำการสแกนซ้ำเป็นจำนวนเท่าไร เพื่อให้ได้สเปกตรัมหลังการรวม (Merge spectrum) ที่มีคุณภาพสูงที่สุดในระยะเวลาการทดลองที่เหมาะสม เพื่อเช็คสเปกตรัมแรกๆ ของ XAS ที่ได้จากการวัดด้วยโปรแกรม XASscan Macro โดยใช้โปรแกรมจัดการข้อมูลมาช่วยคือโปรแกรม Athena

2.2.1 ตรวจสอบสเปกตรัม (Spectrum Checking) ของตัวอย่างที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS เราสามารถแบ่งบริเวณการศึกษาออกเป็นสามช่วงหลัก (ดังแสดงในภาพด้านล่าง) โดยในแต่ละช่วงสามารถนำมาพิจารณาเพื่อทำการศึกษาคูณสมบัติต่างๆ ของตัวอย่างต่างกันไป

- **บริเวณก่อนการดูดกลืนแสง (Pre-edge)** ปรากฏในสเปกตรัมของสัญญาณ XAS ตั้งแต่เริ่มต้นของสัญญาณไปจนกระทั่งถึงช่วงก่อนขอบการดูดกลืนรังสีประมาณ 10 eV โครงสร้าง Pre-edge ที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากการเริ่มดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอิเล็กตรอนก่อนชั้นพลังงานระดับลึก (Core electron) ย้ายสถานะพลังงานไปยังสถานะที่ว่างอยู่ภายในอะตอม จากโครงสร้าง Pre-edge เราสามารถนำมาวิเคราะห์ได้หลายอย่างเช่น วิเคราะห์ความเป็น Oxidation state และ ligand fields ของตัวอย่าง
- **บริเวณการดูดกลืนแสง XANES (X-ray absorption near edge structure)** ปรากฏในสเปกตรัมของสัญญาณ XAS ตั้งแต่บริเวณใกล้ขอบการดูดกลืนรังสีของอะตอมจนถึงกระทั่งบริเวณช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 50 eV

เหนือขอบการดูดกลืน โครงสร้าง XANES ที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอิเล็กตรอนในชั้นพลังงานระดับลึก (Core electron) แล้วย้ายสถานะพลังงานไปยังสถานะที่ว่างอยู่ภายในอะตอม จากโครงสร้าง XANES เราสามารถนำมาวิเคราะห์ได้หลายอย่างเช่น วิเคราะห์ Oxidation state ของตัวอย่าง ชนิดเคมีของอะตอม และแยกแยะองค์ประกอบทางเคมีที่มีในสารตัวอย่าง เป็นต้น

● **บริเวณการดูดกลืนแสง EXAFS (Extended X-ray absorption fine structure)** ปรากฏในสเปกตรัมของสัญญาณ XAS ตั้งแต่บริเวณต่อจากโครงสร้าง XANES เหนือขอบการดูดกลืนรังสี ไปจนกระทั่งถึงบริเวณช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 500 eV ถึง 1,000 eV โครงสร้าง EXAFS เกิดขึ้นจากโฟโตอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยมาจากอะตอมในระหว่างการดูดกลืนนั้น ประพฤติตัวเป็นคลื่นไปชนกับอะตอมรอบข้างทำให้เกิดการกระเจิงและสะท้อนกลับมา แทรกสอดกับตัวเอง ดังนั้นจากโครงสร้าง EXAFS ทำให้เราสามารถวิเคราะห์โครงสร้างของอะตอม ความยาวพันธะ รูปแบบการจับตัวของโมเลกุลของสารที่สนใจ รวมถึงชนิดและจำนวนของอะตอมรอบข้างอะตอมที่สนใจได้

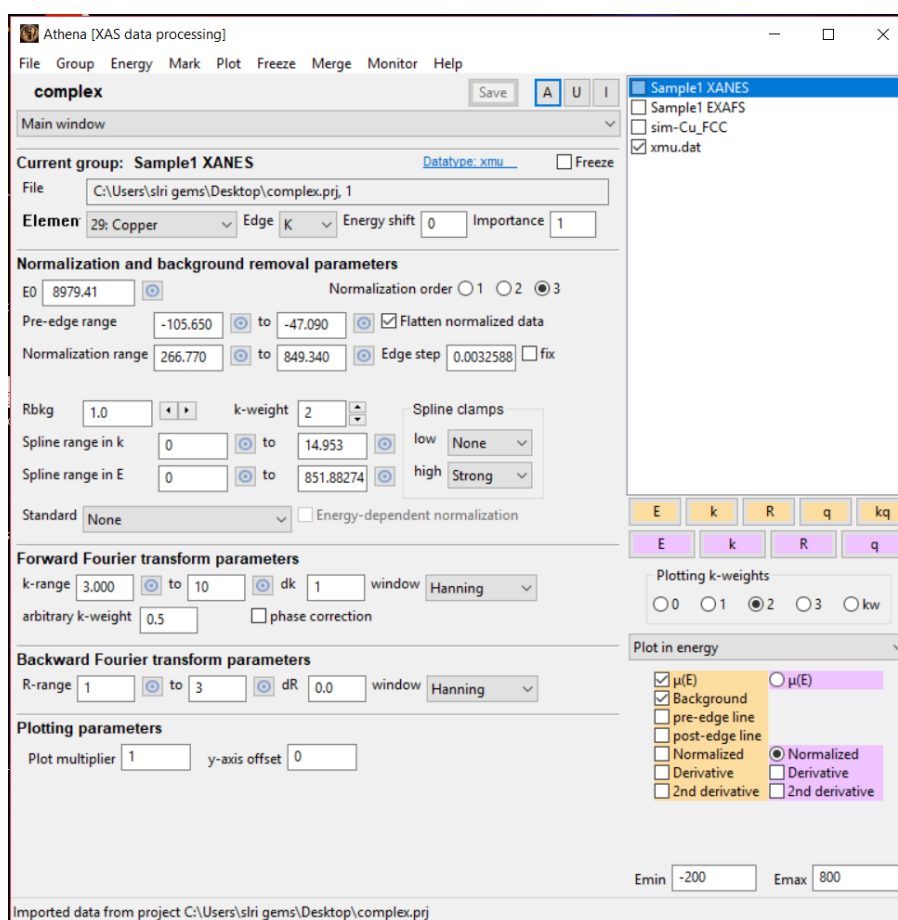


รูปที่ 2.6

XAS spectrum แสดงบริเวณการศึกษาที่แบ่งออกเป็นสามช่วงหลักของสเปกตรัม

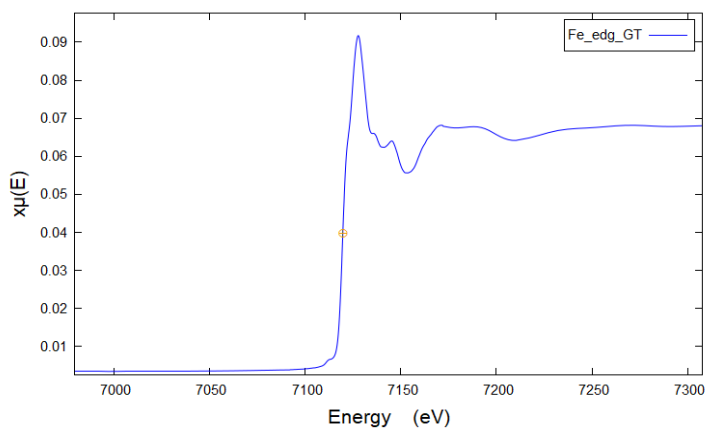
ในการศึกษาตัวอย่างแร่และอัญมณีจึงจำเป็นต้องมีเป้าหมายและวัตถุประสงค์ของการศึกษาก่อน เพื่อที่จะเลือกพิจารณาช่วงของการศึกษา XAS spectrum ให้ได้ผลการศึกษาหรือคุณสมบัติของ element ตรงตามที่เราต้องการ เนื่องจากเทคนิค XAS แต่ละช่วงบริเวณการดูดกลืนใช้เวลาในการทดสอบต่างกันและใช้เวลานานในช่วงการศึกษา EXAFS ของตัวอย่าง

2.2.2 ประเมินสเปกตรัม (Spectrum evaluation) ของตัวอย่างในโปรแกรม Athena เพื่อเปรียบเทียบว่าสเปกตรัมมีคุณภาพมากน้อยเพียงใด ควรจะใช้เวลาและจำนวนสแกนเท่าไรจึงจะเหมาะสมต่อการออกแบบทดลองในระยะเวลาที่กำหนดด้วยเทคนิค XAS และปรับแก้พารามิเตอร์ให้เหมาะสมในโปรแกรม XASscan Macro เพื่อให้การทดสอบของแต่ละตัวอย่างได้ XAS สเปกตรัมที่มีคุณภาพสูงสุด

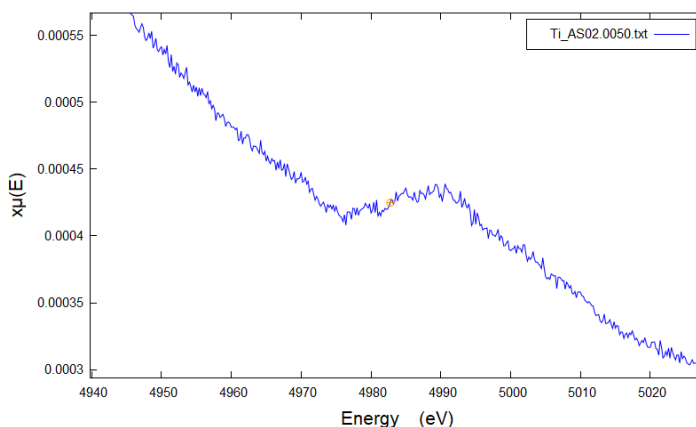


รูปที่ 2.7 โปรแกรม Athena (XAS data processing) ใช้ในการจัดการข้อมูลดิบ (Raw data) ของตัวอย่างที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS โดยโปรแกรม XASscan Macro

- ประเมินสเปกตรัมความสัมพันธ์พลังงานการดูดกลืน (Energy plotting) คือการประเมินสัญญาณโดยคร่าวๆ หนึ่งสแกนของ XAS สเปกตรัม โดยให้โปรแกรม **Athena** พล็อตกราฟเปกตรัมของแต่ละช่วงพลังงานการดูดกลืน (Energy, eV) กับพลังงานที่ถูกดูดกลืน (μ , E) เพื่อดูคุณภาพของเปกตรัมว่ามีคุณภาพเพียงพอหรือไม่ เพื่อปรับแก้พารามิเตอร์ที่ใช้สแกนให้เหมาะกับแต่ละตัวอย่าง นอกจากนี้ยังสามารถใช้ดูเพื่อเทียบเคียงเบื้องต้นของรูปร่างสเปกตรัม (Feature) และค่าพลังงานที่ขอบการดูดกลืน (E_0) ว่ามีลักษณะเหมือนหรือแตกต่างกับเปกตรัมในตัวอย่างอื่นๆ

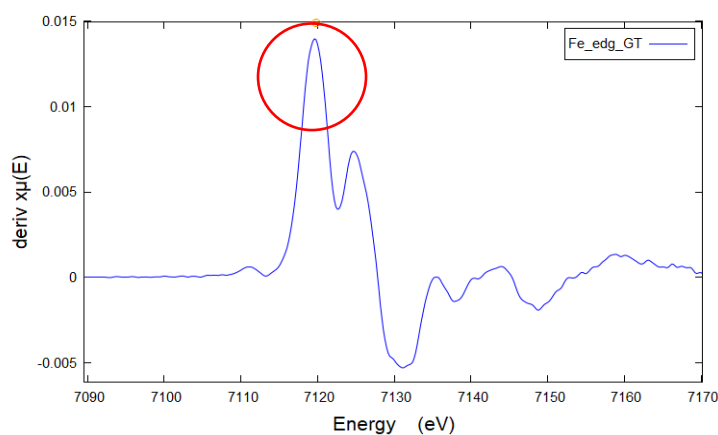


รูปที่ 2.8 ตัวอย่าง Spectrum ที่มีคุณภาพสูงของ Fe-XAS spectrum ในตัวอย่าง Green tourmaline

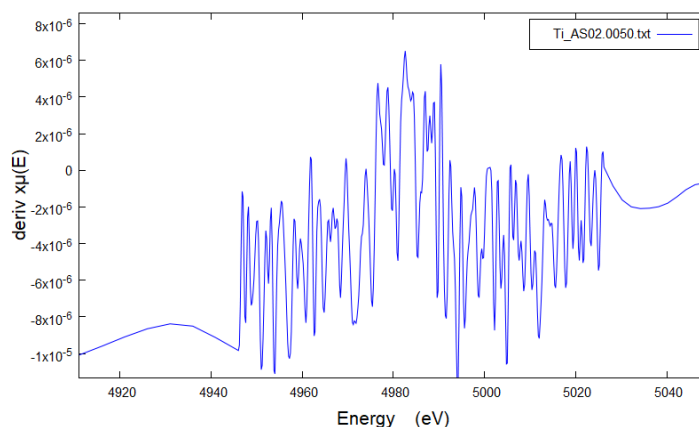


รูปที่ 2.9 ตัวอย่าง Spectrum ที่มีคุณภาพต่ำของ Ti-XAS spectrum ในตัวอย่าง Austria sapphire

- ประเมินสเปกตรัมความสัมพันธ์อนุพันธ์พลังงานการดูดกลืน (Derivative plotting) คือการประเมินสัญญาณโดยคร่าวๆ หนึ่งสแกนของ XAS สเปกตรัม โดยให้โปรแกรม Athena พล็อตกราฟเปกตรัมของแต่ละช่วงพลังงานการดูดกลืน (Energy, eV) กับค่าอนุพันธ์พลังงานที่ถูกดูดกลืน (derivative μ , E) เพื่อดูคุณภาพของเปกตรัมว่ามีคุณภาพเพียงพอหรือไม่ เพื่อปรับแก้พารามิเตอร์ที่ใช้สแกนให้เหมาะกับแต่ละตัวอย่าง นอกจากนี้ยังสามารถใช้ดูเพื่อเทียบเคียงเบื้องต้นของรูปร่างสเปกตรัม (Feature) และโดยเฉพาะอย่างยิ่งคือตำแหน่งค่าพลังงานที่ขอบการดูดกลืน (E_0) ว่ามีลักษณะเหมือนหรือแตกต่างกับเปกตรัมในตัวอย่างอื่นๆ



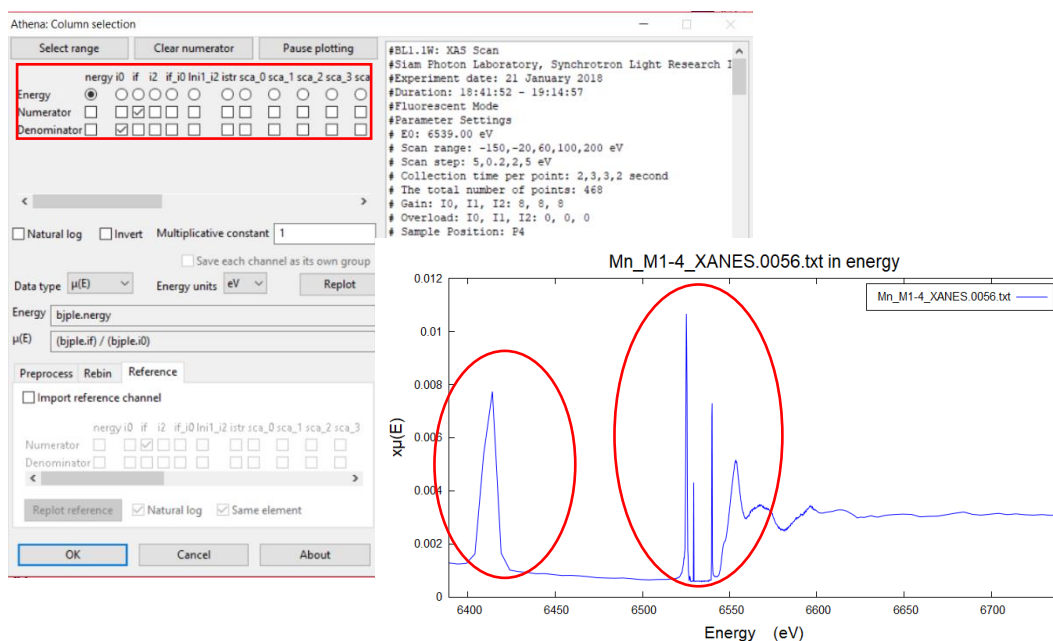
รูปที่ 2.10 ตัวอย่าง Spectrum ที่มีคุณภาพสูงของ Fe-XAS spectrum ในตัวอย่าง Green tourmaline



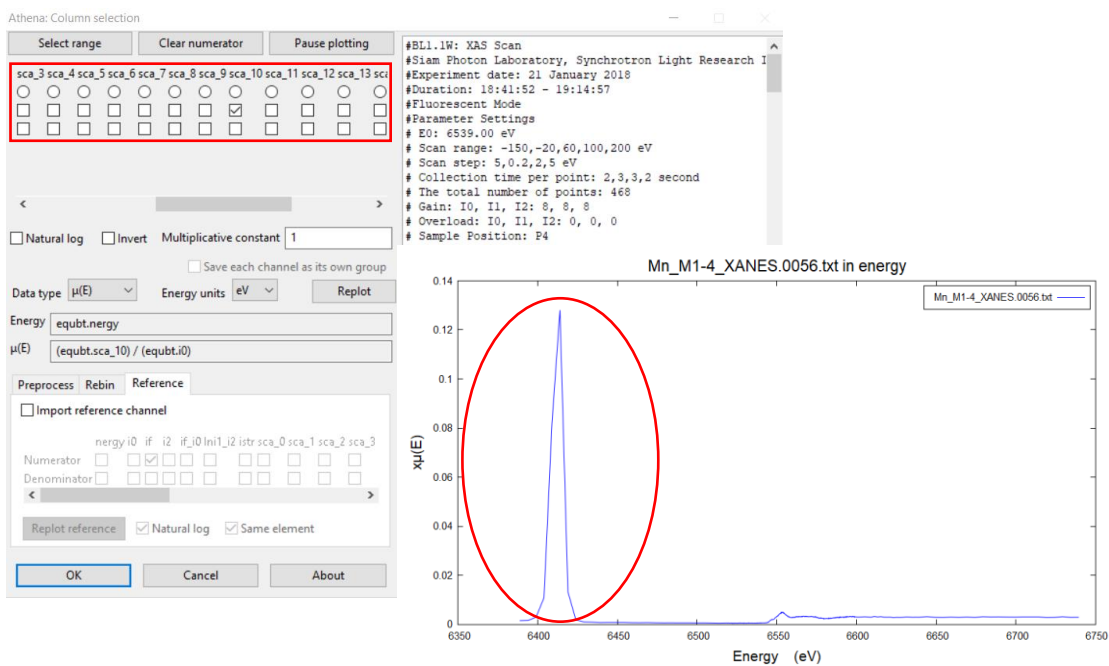
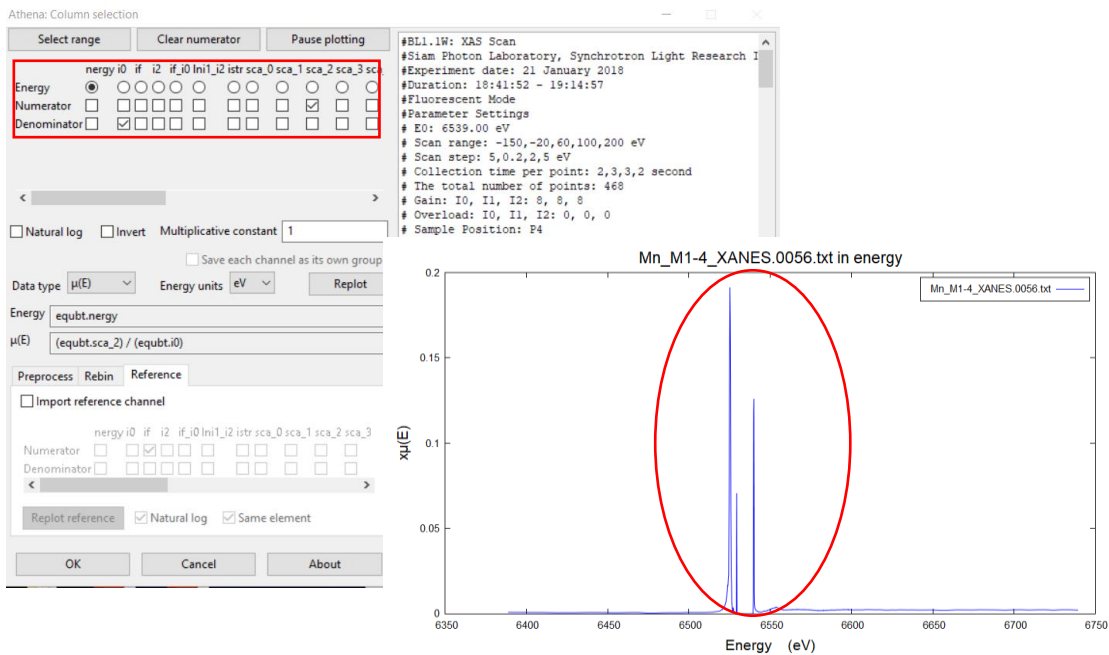
รูปที่ 2.11 ตัวอย่าง Spectrum ที่มีคุณภาพต่ำของ Ti-XAS spectrum ในตัวอย่าง Austria sapphire

- ประเมินสเปกตรัมแต่ละช่อง Detector กรณีเกิด glitch ในสเปกตรัม คือการเกิด glitch ในสเปกตรัมทำให้สัญญาณที่ได้ออกมาไม่มีคุณภาพ เนื่องจากบางช่องรับสัญญาณมีปัญหาในการรับสัญญาณจากตัวอย่างทดลอง โดยสเปกตรัมที่มีคุณภาพต่ำไม่ได้เกิดกับทุกช่องรับสัญญาณ ดังนั้นจึงต้องพิจารณาสเปกตรัมของแต่ละช่องรับสัญญาณเพื่อทำการดึง (Import) เพียงข้อมูลของสเปกตรัมที่ได้คุณภาพจากช่องรับสัญญาณที่ไม่มีปัญหาไปทำการวิเคราะห์ข้อมูลของตัวอย่างทดลอง เนื่องจาก BL1.1 W มี Detector ที่มีช่องรับสัญญาณที่ทำจาก Ge ถึง 19 ช่อง (CH0 ถึง CH18 ในโปรแกรม Athena) คือหนึ่งสแกนของ XAS สเปกตรัมจะรวมสัญญาณจาก 19 ช่องรับสัญญาณมารวมกันเป็นหนึ่งสเปกตรัม โดยสามารถตรวจสอบสัญญาณแต่ละช่องได้ด้วยโปรแกรม Athena ในขั้นตอน Import ข้อมูลเข้าโปรแกรม Athena ดังแสดงในตัวอย่างด้านล่าง

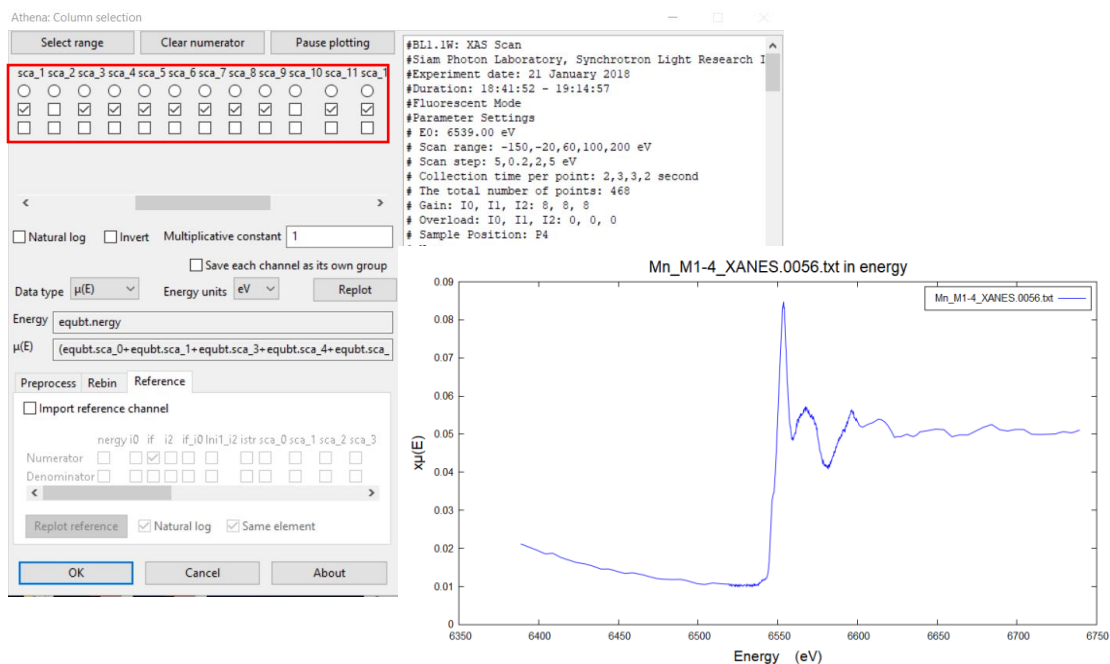
กรณีตัวอย่าง ผลสเปกตรัมจากการวัดตัวอย่าง Morganite โดยทำการตรวจสอบทีละช่องสัญญาณตั้งแต่ CH0 ถึง CH18 พบว่าที่ช่องสัญญาณที่ CH2 และ CH10 มีสเปกตรัมที่มีปัญหา (ดังแสดงในรูปด้านล่าง) จึงทำการ Import ข้อมูลจากการสแกนโดยไม่ Import ข้อมูล CH2 และ CH10 เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มีคุณภาพดีเท่านั้นไปทำการวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 2.12 ตัวอย่าง Spectrum ที่มี glitch ในตัวอย่าง Morganite ที่ Import ทุกช่องสัญญาณ



รูปที่ 2.13 ตัวอย่าง Spectrum ที่มี glitch ในช่องสัญญาณ 2 และ 10 (Sca_2, Sca_10)

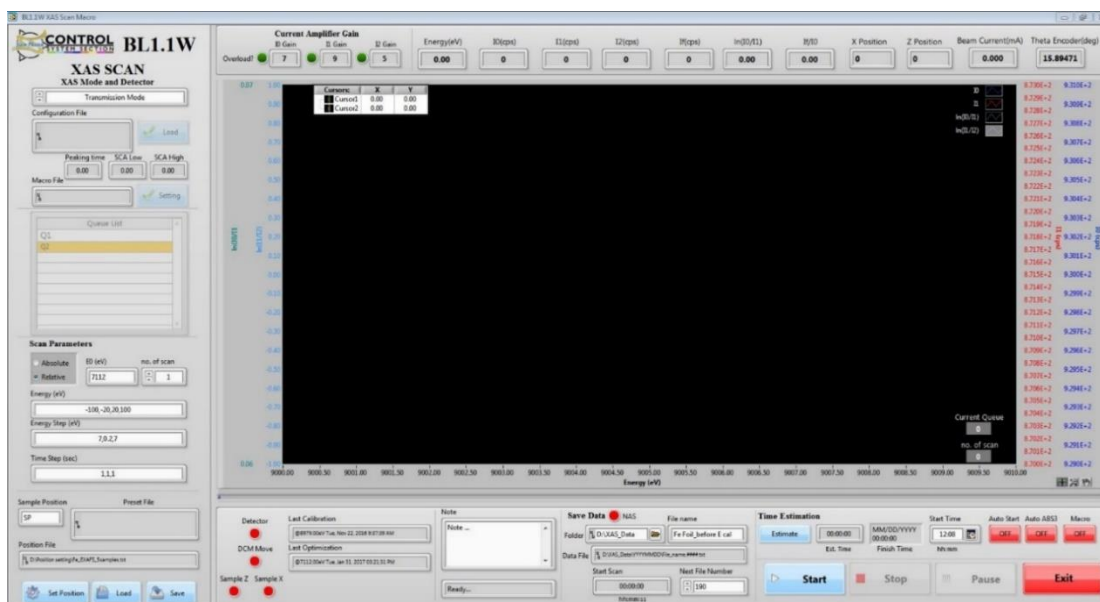


รูปที่ 2.14 ตัวอย่าง Spectrum ที่ไม่มี glitch และผลรวม Spectrum ของช่องสัญญาณอื่นๆ ที่ไม่มีปัญหา

2.3 การปรับคุณภาพสเปกตรัม

เนื่องด้วยตัวอย่างที่ใช้การทดสอบด้วยเทคนิค XAS อาจมีความเข้มข้นต่ำของธาตุองค์ประกอบที่เราต้องการศึกษา ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อคุณภาพของสัญญาณทำให้ลักษณะและรูปร่างของสเปกตรัมไม่มีความคมชัด เพื่อช่วยให้สเปกตรัมมีคุณภาพดีขึ้น เราจึงต้องประมาณเวลา (Estimate time) ที่ใช้ในการทดสอบเพื่อควบคุมระยะเวลาในการทดสอบ และปรับแก้พารามิเตอร์ (Parameter) ที่ส่งผลต่อคุณภาพสเปกตรัม

2.3.1 การตั้งค่า Parameter ที่จะใช้ในการสแกนตัวอย่างในช่อง Set parameters เพื่อทำการปรับแก้ให้ XAS สเปกตรัมมีคุณภาพสูงสุด สามารถเลือกใส่ค่า parameter เป็นแบบ Absolute คือใส่ค่าพลังงานจริงตามที่ต้องการจะวัดหรือแบบ Relative คือใส่ค่าช่วงพลังงานที่ต้องการจะวัดโดยเทียบจากพลังงาน EO เป็นหลักโดยที่ โดยสามารถทำการปรับแก้พารามิเตอร์ที่ใช้ในการสแกนตัวอย่างในโปรแกรม XASscan Macro



รูปที่ 2.15 โปรแกรม XASscan Macro ใช้ในการสแกนตัวอย่างที่พลังงานต่างๆ แล้วนำค่า Intensity count ก่อนถึงตัวอย่าง (I0) และ Intensity count ฟลูออเรสเซนซ์ของตัวอย่าง (If) ไปคำนวณค่าการดูดกลืนเพื่อให้ได้ผลการทดลองในรูปแบบของ XANES (X-ray absorption near edge structure) และ EXAFS (Extended X-ray absorption fine structure)

- ความหมายของ Parameter
 E0 คือค่าพลังงานที่ขอบการดูดกลืนของธาตุนั้นๆ
 Energy (eV) คือช่วงพลังงานที่ต้องการจะวัด
 Energy Step (eV) คือระยะห่างของพลังงานที่ต้องการวัดในแต่ละจุด
 Time Step (sec.) คือเวลาที่ใช้วัดในแต่ละจุด

Scan Parameters

☒ Absolute
☐ Relative

E0 (eV) 5000 Repeat 1

Energy (eV) E1, E2, E3, E4, E5, E6, E7

Energy Step (eV) s1, s2, s3, s4, s5, s6

Time Step (sec) t1, t2, t3, t4, t5, t6

Sample Position <0> Preset File

Position File D:\Macro File\Big holder.txt

[Set Position] [Load] [Save]

รูปที่ 2.16 ซอง Set parameters ที่สามารถปรับแก้ค่า Parameter ที่จะใช้ในการสแกนตัวอย่างได้

● ตัวอย่าง การตั้งค่า Parameter

กรณีเลือกแบบ Absolute

Energy (ev) : 6862, 7082, 7182, 7262

Energy Step (eV) : 5, 0.2, 5

Time Step (sec.) : 1, 3, 1

การตั้งค่าแบบนี้หมายความว่า จะเริ่มสแกนที่พลังงาน 6862eV จนถึง 7262eV ซึ่งจะแบ่งช่วงในการสแกนดังนี้

- ช่วง 6862-7082eV จะมีระยะห่างของพลังงานในการวัดจุดละ 5 eV และใช้เวลาในการวัดที่แต่ละพลังงาน 1 sec.
- ช่วง 7082-7182eV จะมีระยะห่างของพลังงานในการวัดจุดละ 0.2eV และใช้เวลาในการวัดที่แต่ละพลังงาน 3 sec.
- ช่วง 7182-7262eV จะมีระยะห่างของพลังงานในการวัดจุดละ 5eV และใช้เวลาในการวัดที่แต่ละพลังงาน 1 sec.

กรณีเลือกแบบ Relative

E0 : 7112

Energy (ev) : -150, -30, 70, 150

Energy Step (eV) : 5, 0.2, 5

Time Step (sec.) : 1, 3, 1

การตั้งค่าแบบนี้หมายความว่า จะเริ่มสแกนที่พลังงาน -150 eV ถึง 150 eV โดยเทียบกับพลังงาน E0 ตลอดทั้งสแกน นั่นคือ

- ที่พลังงาน -150 eV คือ $7112 - 150 = 6862$ eV
- ที่พลังงาน -30 eV คือ $7112 - 30 = 7082$ eV
- ที่พลังงาน 70 eV คือ $7112 + 70 = 7182$ eV
- ที่พลังงาน 150 eV คือ $7112 + 150 = 7262$ eV

- **การปรับแก้ค่า Parameter**

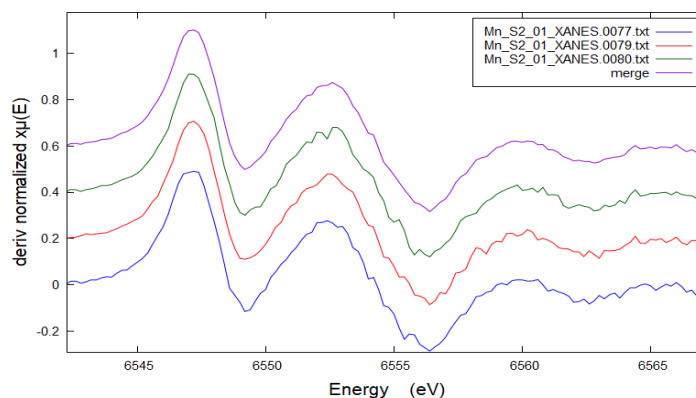
- E0 คือค่าพลังงานที่ขอบการดูดกลืนของธาตุนั้นๆ ประกติจะไม่ปรับแก้ แต่ต้องตรวจสอบว่าตรงกับค่าการดูดกลืนของธาตุนั้นๆ ที่ต้องการศึกษาในตัวอย่างจริงไหม

- Energy (eV) คือช่วงพลังงานที่ต้องการจะวัด ถ้าต้องการศึกษาสเปกตรัมให้ละเอียดยิ่งขึ้น สามารถแบ่งช่วงพลังงานที่ต้องการจะวัดออกเป็นหลายช่วงมากขึ้นได้ เพื่อที่จะใช้ให้กับ Energy Step และ Time Step ที่ต่าง โดยเฉพาะกรณีที่ต้องการศึกษาที่เฉพาะช่วงพลังงาน

- Energy Step (eV) คือระยะห่างของพลังงานที่ต้องการวัดในแต่ละจุด ถ้าต้องการให้สเปกตรัมมีละเอียดหรือคุณภาพมากขึ้น สามารถปรับแก้ให้ Energy Step ของแต่ละจุดลดลง เช่น จาก 5 eV ให้ลดลงเป็น 3 eV หรือ 1 eV จะให้สเปกตรัมที่มีความละเอียดเพิ่มขึ้น แต่จะทำให้ใช้เวลาในการทดสอบมากขึ้น เพราะ Energy Step ในการทดสอบมีช่วงแคบลง

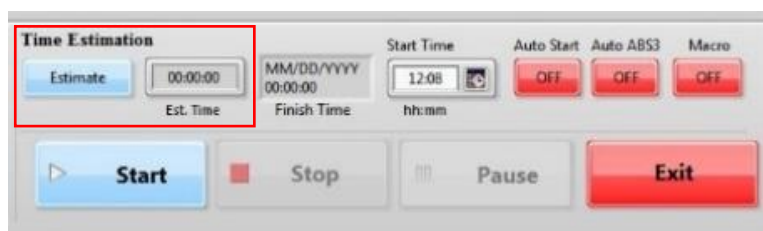
- Time Step (sec.) คือเวลาที่ใช้วัดในแต่ละจุด ถ้าต้องการให้สเปกตรัมมีละเอียดหรือคุณภาพมากขึ้น สามารถปรับแก้ให้ Time Step ของแต่ละจุดเพิ่มขึ้น เช่น 1 sec เพิ่มเป็น 3 sec จะให้สเปกตรัมที่มีความละเอียดและคมชัดมากขึ้น แต่จะทำให้ใช้เวลาในการทดสอบมากขึ้น เพราะ Time Step มีค่าสูงขึ้น คือใช้เวลานานขึ้นในแต่ละจุดการทดสอบ

- เมื่อทำการปรับแก้ค่า parameter แล้ว สเปกตรัมยังไม่ได้คุณภาพ เราสามารถทำการสแกนซ้ำ โดยเพิ่มจำนวนสแกนให้ได้หลายๆ สแกน ในช่อง Repeat เพื่อนำสเปกตรัมที่ได้มาทำการ Merge ให้ได้สเปกตรัมที่มีคุณภาพมากขึ้นได้อีกด้วย



รูปที่ 2.17 ภาพแสดงสเปกตรัมก่อนและหลังการ Merge ที่มีความราบเรียบของสเปกตรัมมากขึ้น

2.3.2 การประมาณเวลา (Estimate time) ที่จะใช้ในการสแกนตัวอย่าง สามารถคำนวณเวลาคร่าวๆ จากค่าพารามิเตอร์ที่ใส่เข้าไปในระบบ คือเป็นเวลาที่คำนวณจากความยาวช่วงพลังงานที่ต้องการจะวัดหารด้วย Energy Step และคูณด้วย Time Step ออกมาเป็นระยะเวลาโดยประมาณที่โปรแกรมใช้ในการสแกนตัวอย่างต่อหนึ่งสแกน ซึ่งจะเห็นได้ว่าเวลาขึ้นอยู่กับพารามิเตอร์ที่ใส่เข้าไปในระบบ เพราะฉะนั้นเวลาที่ใช้ในการสแกนแต่ละสเปกตรัมสามารถเพิ่มหรือลดให้เกิดความเหมาะสมแต่ละตัวอย่างได้ โดยทำการปรับแก้พารามิเตอร์ที่ใช้ในการสแกนตัวอย่างในโปรแกรม XASscan Macro แล้วกดที่ Estimate โปรแกรมจะคำนวณเวลาให้และแสดงในช่อง Est. Time นอกจากนี้โปรแกรมสามารถบวกระยะเวลาในการสแกนตัวอย่างกับเวลาปัจจุบันของเครื่องคอมพิวเตอร์ เพื่อบอกถึงเวลาที่การทดลองในแต่ละครั้ง จะเสร็จเมื่อไหร่ในช่อง Finish Time ได้อีกด้วย



รูปที่ 2.18 ช่องแสดง Estimate Time และ Finish Time ของโปรแกรม XASscan Macro

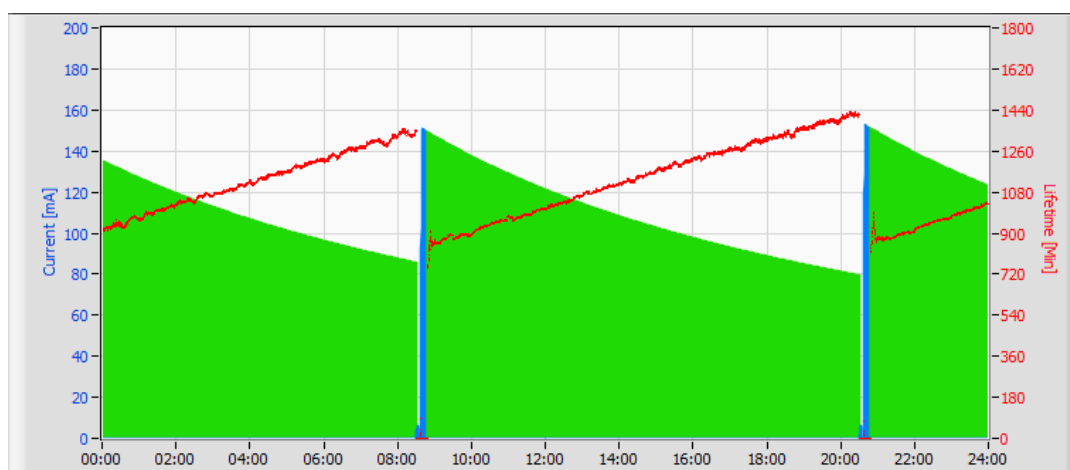
Note: การใช้โปรแกรม XASscan Macro สามารถหาอ่านได้เพิ่มเติมที่หน้าเว็บไซต์ BL1.1W: Multiple X-ray Techniques <http://www.slri.or.th/th/experiment-station-bl1-1w.html>

2.4 การวางแผนการทดสอบตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS

ระยะเวลาในการใช้สถานีทดลอง XAS ที่สถาบันวิจัยซินโครตรอนมีระยะเวลาจำกัด เนื่องจากทางสถาบันต้องจัดสรรให้นักวิจัยท่านอื่นๆ ที่มีความสนใจในการใช้เทคนิค XAS ดังนั้นจึงมีระยะเวลาจำกัดในการทดลองต่อหนึ่งโครงการหรืองานวิจัย ผู้ทดลองจึงต้องจัดสรรระยะเวลาที่มีอยู่อย่างจำกัดให้เกิดประโยชน์สูงสุดแก่งานวิจัยของท่าน การทดลองจึงต้องวางแผนในการเลือกใช้ตัวอย่างทดลองให้พอดีและเหมาะสมกับช่วงเวลา

2.4.1 ความเข้มกระแสของรังสีเอ็กซ์ (X-rays electron current) ที่

สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนมีระยะเวลาในการผลิตกระแส X-rays electron ออกเป็นสองช่วง ช่วงแรกคือ 09.00 น. - 20.00 น. และช่วงที่สองคือ 21.00 น. - 08.00 น. โดยในแต่ละช่วงจะมีการลดลงของกระแส X-rays electron จากกระแสเริ่มต้นหลังการผลิต คือ กระแสเริ่มต้นอาจจะอยู่ที่ประมาณ 160 - 180 mA และจะลดลงอย่างต่อเนื่องจนถึงประมาณ 90 - 80 mA ก่อนการผลิตครั้งใหม่ ดังนั้นจึงต้องมีการเลือกใช้ตัวอย่างให้เหมาะสมกับกระแส X-rays electron



รูปที่ 2.19 ภาพแสดงกระแส X-rays electron ของสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนใน 24 ชั่วโมง

- ต้นกระแส: X-rays electron current มีความเข้มสูง ควรเลือกตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำๆ มาใช้ก่อน เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มีคุณภาพและลดเวลาในการสแกนตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำ
- ปลายกระแส: X-rays electron current มีความเข้มลดลง ควรเลือกใช้ตัวอย่างที่ที่มีความเข้มข้นสูง หรือ Standard กับ Foil ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลต่างๆ โดยความเข้มข้นของตัวอย่างดูจาก การประเมินสเปกตรัมเบื้องต้น หรือค่า Count และ Evant ในโปรแกรม Prospeac

2.4.2 การใช้ Estimate time ประเมินเวลาการทดลอง เมื่อทราบถึงระยะเวลาในการสแกนตัวอย่างนั้นๆ แล้ว ควรเลือกช่วงการสแกนตัวอย่างให้เหมาะสมกับช่วงเวลาในการทดลอง ในบางกรณีผู้ทำการทดลองมาคนเดียว ทำความสามารถในการทำงานตลอดทั้งวันลดลงได้ ดังนั้นจึงต้องเลือกตัวอย่างให้เหมาะสมกับการทำงานของผู้ทำการทดลองเอง เพื่อให้เกิดการทำงานที่มีคุณภาพและไม่เกิดความผิดพลาดจากผู้ทำการทดลองเอง สามารถเลือกวางแผนการทดลองได้ตั้งนี้ โดยเวลาในการสแกนตัวอย่างดูจากค่า Estimate time ที่โปรแกรม XASscan Macro ประเมินคร่าวๆ ให้ได้ จากการตั้งค่า parameter ที่เหมาะสมของตัวอย่างในการทดลอง หัวข้อที่ 3.3.1

- ช่วงแรกของการผลิตกระแสคือเวลาช่วง 09.00 น. - 20.00 น. เป็นช่วงเวลาในตอนกลางวันและช่วงก่อนดึก ผู้ทำการทดลองควรเลือกตัวอย่างที่มีระยะเวลาในการสแกนที่สั้นและต้องการเปลี่ยนตัวอย่างบ่อยๆ ในช่วงนี้ได้ เพื่อลดระยะเวลาในการเปลี่ยนตัวอย่างในช่วงดึกและก่อนเช้า เช่นตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงและ standard ที่ต้องใช้ในการวิเคราะห์ผล
- ช่วงที่สองของการผลิตกระแสคือเวลาช่วง 21.00 น. - 08.00 น. เป็นช่วงเวลาในตอนดึกและช่วงก่อนเช้ามืด ผู้ทำการทดลองควรเลือกตัวอย่างที่มีระยะเวลาในการสแกนที่ยาวนานและไม่ต้องการเปลี่ยนตัวอย่างบ่อยๆ ในช่วงนี้ได้ เพื่อลดระยะเวลาในการเปลี่ยนตัวอย่างในช่วงนี้ เช่นตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำๆ ที่ต้องการเวลาในการสแกนมากๆ

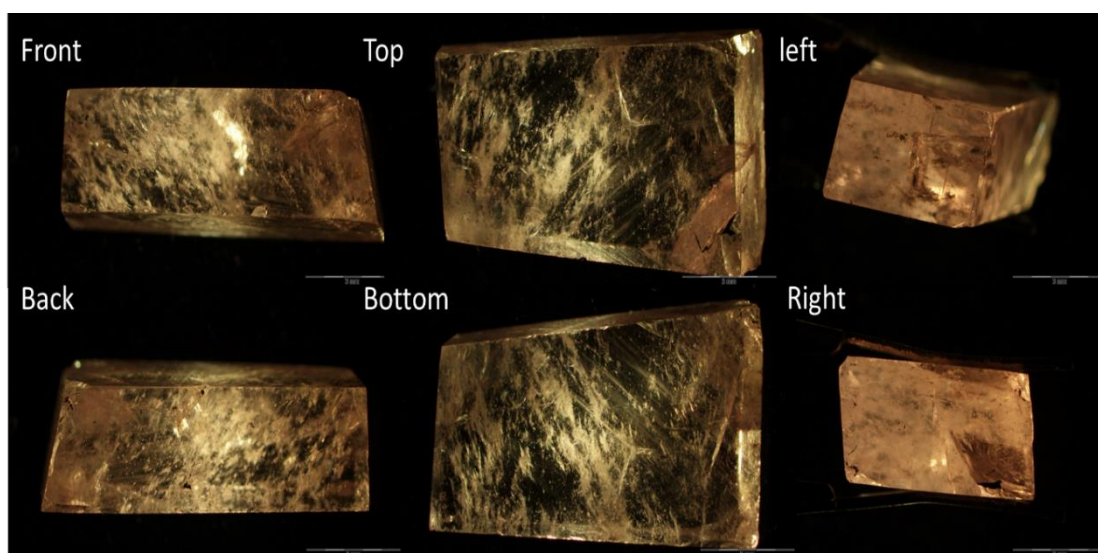
ข้อแนะนำ: ผู้ทำการทดลองควรมีผู้ช่วยมาด้วยเพื่อทำการทดลองที่สะดวกและง่ายขึ้น

3. การเก็บข้อมูลและจัดบันทึกข้อมูลในการทดสอบตัวอย่างแร่และอัญมณีด้วยเทคนิค XAS

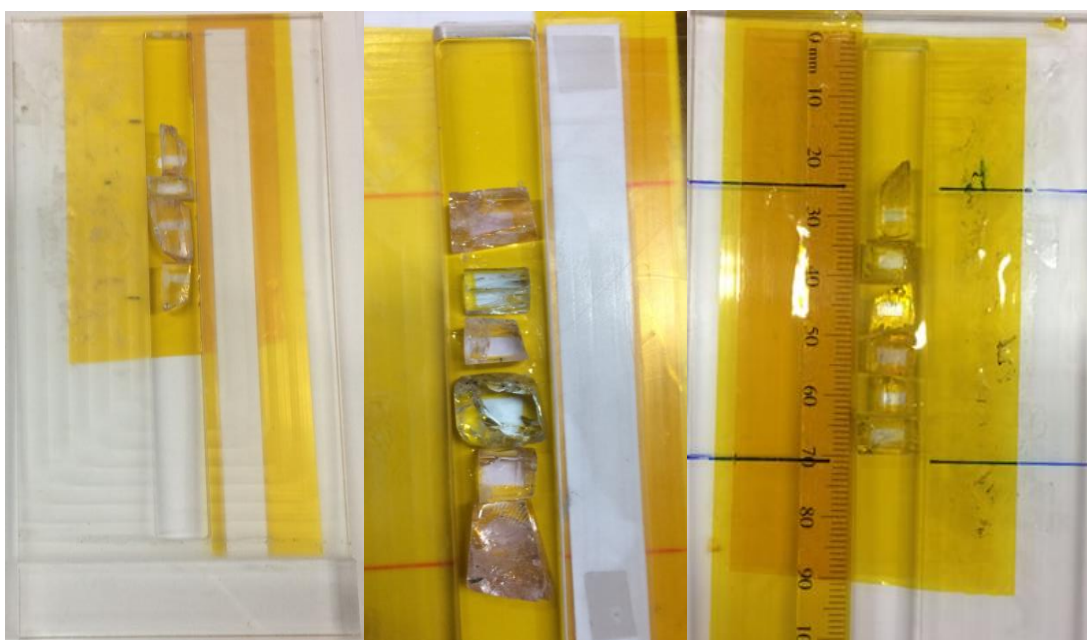
การเก็บข้อมูลและจัดบันทึกข้อมูลในการวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีเพื่อไว้ใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานก่อนและหลังการทดลอง เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการเขียนผลการทดลองและช่วยในการทบทวนความจำในขั้นตอนการทดสอบ ตัวอย่างแร่และอัญมณีควรมีข้อมูลเหล่านี้

3.1 ถ่ายรูปตัวอย่าง

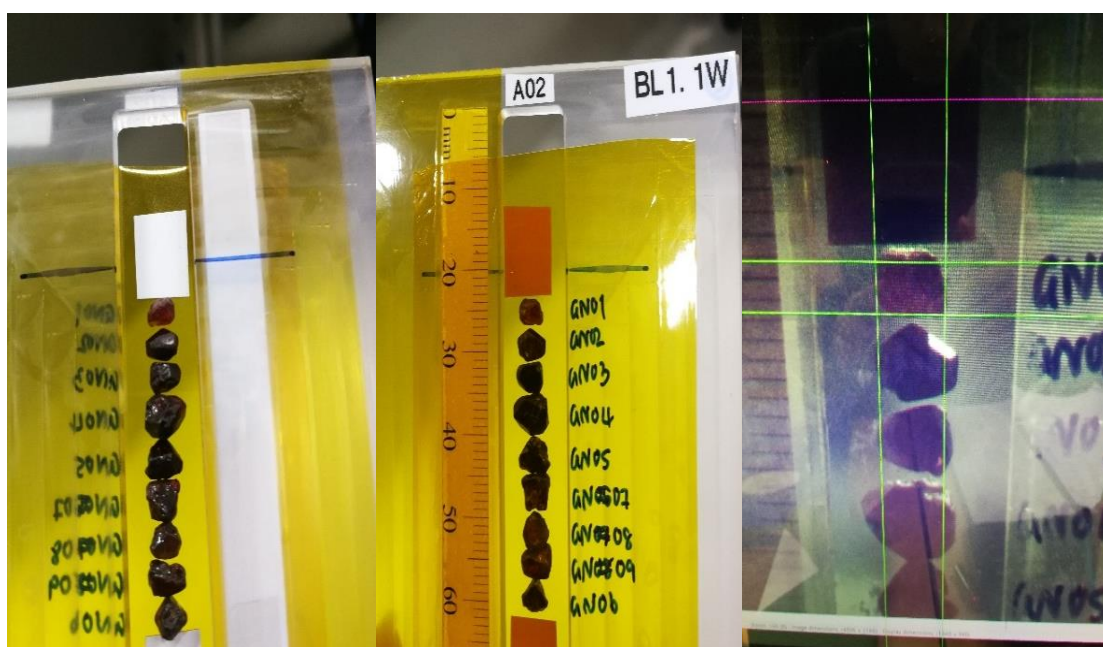
ก่อนที่จะนำตัวอย่างมาทดสอบด้วยเทคนิค XAS ควรทำการถ่ายภาพตัวอย่างให้ชัดเจน เช่นภาพถ่ายตัวอย่างที่มีลักษณะเป็น Block หรือ Cubic ควรมีภาพถ่ายให้ครบทุกด้าน เมื่อทำการติดตัวอย่างลงไป sample holder ทำให้ทราบว่าติดด้านไหนของตัวอย่างลงไปในการทดสอบ เมื่อกลับมาทำการทดสอบซ้ำจะได้ข้อมูลว่า ด้านใดของตัวอย่างที่ถูกทำการทดสอบไปรอบที่แล้ว เพื่อให้ผลการทดลองมีความถูกต้องมากที่สุด



รูปที่ 3.1 ภาพถ่ายของตัวอย่าง Morganite ในทุกๆด้าน ก่อนการทดสอบด้วย XAS technique



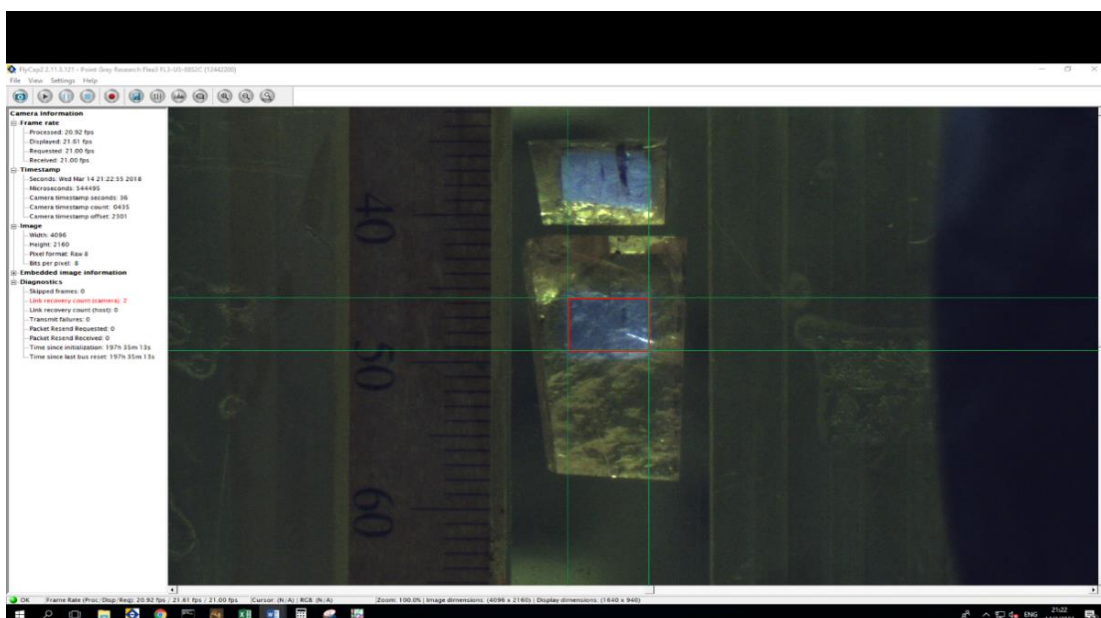
รูปที่ 3.2 ภาพถ่ายของตัวอย่าง Beryl ที่ติดลงไปใน sample holder ด้านหน้าและด้านหลัง



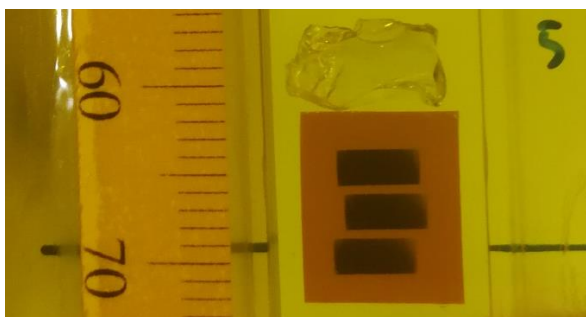
รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายตัวอย่าง Garnet ที่ติดลงไปใน sample holder ด้านหน้าและด้านหลัง

3.2 ปรีนสกินหน้าจอและเก็บข้อมูลของแสง

ก่อนทดสอบด้วย XAS technique จะมีการหาตำแหน่งและขนาดของแสง (X-rays) ที่โดนตัวอย่าง เมื่อตัวอย่างติดบน sample holder และวางที่ตำแหน่งที่พร้อมทดสอบในห้องทดสอบ BL1.1 ควรทำการเก็บข้อมูลของแสง เช่นรูปร่างที่ได้จากกระดาศเปิร์น รวมถึงการวัดขนาดของแสงจากกระดาศเปิร์น และทำการ ปรีนสกินหน้าจอของตำแหน่งแสงที่โดนตัวอย่าง และใส่กรอบของขนาดแสงให้เรียบร้อย เมื่อกลับมาทำการทดสอบซ้ำจะได้มีข้อมูลว่า ตำแหน่งใดของตัวอย่างที่ถูกทำการทดสอบไปรอบที่แล้ว เพื่อให้ผลการทดลองมีความถูกต้องมากที่สุด



รูปที่ 3.4 ภาพปรีนสกินหน้าจอของตัวอย่าง Morganite พร้อมใส่กรอบแสดงขนาดแสง



รูปที่ 3.5 ภาพรูปร่างและขนาดของแสง X-ray จากกระดาศเปิร์น ที่ผ่านการตัดแสงให้มีขนาดพอดีกับตัวอย่าง

3.3 การบันทึกข้อมูล

ข้อมูลสำคัญในการทดสอบด้วยเทคนิค XAS ควรจดบันทึกอย่างละเอียดลงในหนังสือจดบันทึกที่ทาง BL 1.1W จัดเตรียมไว้ให้ทุกครั้ง เพื่อใช้เป็นข้อมูลอ้างอิงในเปรียบเทียบสเปกตรัมของตัวอย่าง

ตารางจดบันทึก BL1.1W

XAS measurement Date: _____ Project No. _____

Time _____ Current _____ mA Sample @ CH9: _____ CH10: _____

Sample		E0 (eV)	
Config. file		Gas in I0/I1	
Present file			
File name		Repeat	
Note			

Det. position	FL detector filter	Max. dead time (%)
	☐ Al cover ☐ Plastic cover ☐ Al foil (___ layers)	

** In the case of detector position change

Time _____ Current _____ mA Sample @ CH9: _____ CH10: _____

Sample		E0 (eV)	
Config. file		Gas in I0/I1	
Present file			
File name		Repeat	
Note			

Det. position	FL detector filter	Max. dead time (%)
	☐ Al cover ☐ Plastic cover ☐ Al foil (___ layers)	

** In the case of detector position change

Time _____ Current _____ mA Sample @ CH9: _____ CH10: _____

Sample		E0 (eV)	
Config. file		Gas in I0/I1	
Present file			
File name		Repeat	
Note			

Det. position	FL detector filter	Max. dead time (%)
	☐ Al cover ☐ Plastic cover ☐ Al foil (___ layers)	

** In the case of detector position change

นอกจากนี้เรายังสามารถจด ค่า parameter ของแต่ละตัวอย่างลงไปช่อง Note รวมถึงค่า count และ channel ของ detector ที่มีปัญหาของการประเมินสัญญาณคร่าวๆ ในข้อ 2.1.1 และ 2.1.2

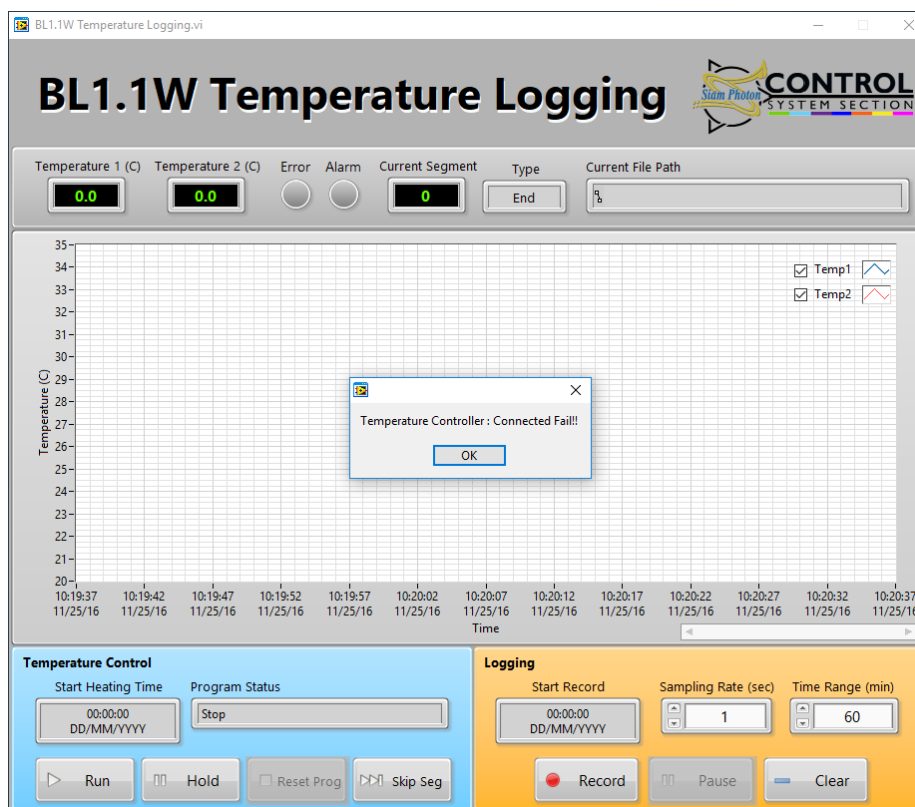
4. การวัดตัวอย่างแร่และอัญมณีระหว่างการให้ความร้อนและแก๊ส

ระบบ in-situ ใช้สำหรับการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสิ่งแวดล้อม ได้แก่ อุณหภูมิหรือแก๊ส ในขณะที่ทำการวัดตัวอย่างแร่และอัญมณี เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างในระดับอะตอม เมื่อได้รับอิทธิพลจากสิ่งแวดล้อมภายนอก

4.1 การติดตามการเปลี่ยนแปลงจากการให้ความร้อน

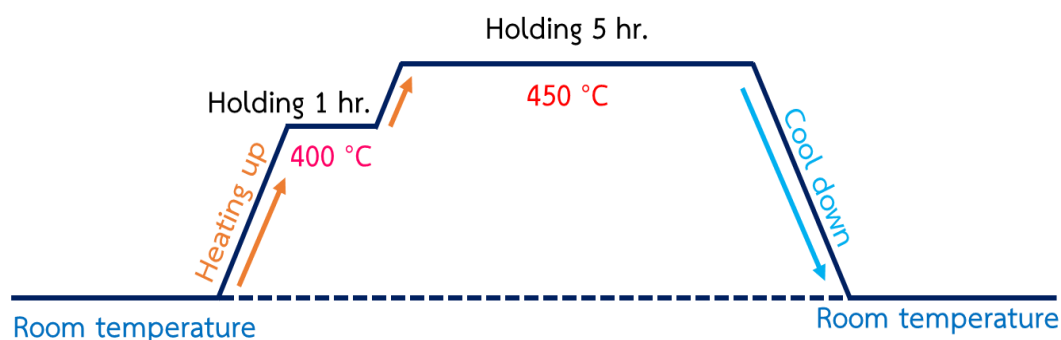
ตัวอย่างที่วัดในระบบ in-situ ต้องเป็นตัวอย่างที่ผ่านการสแกนจาก XAS spectrum จากโปรแกรม XAScan Macro มาแล้วบ้าง โดยผ่านขั้นตอนการตรวจสอบความเข้มข้นของสัญญาณประเมินสเปกตรัม และปรับคุณภาพสเปกตรัม ข้อ 2.2 ถึง 2.3 ทำให้ทราบถึง parameter ที่เหมาะสมเพื่อนำไปใช้สำหรับการทดลองแบบ in-situ

รูปที่ กก แสดงหน้าต่างโปรแกรม “BL1.1W Temperature Logging” เพื่อใช้ในการสั่งการ Octagon furnace ขณะที่ยังไม่มีการเปิดหรือเชื่อมต่อ Euroterm controller แบ่งเป็น 3 ส่วนหลัก คือ ส่วนแสดงสถานการณ์ทำงาน ส่วนควบคุมการให้อุณหภูมิและส่วนเก็บข้อมูลอุณหภูมิ สำหรับการตั้งค่ารูปแบบการให้ความร้อนและการจัดเก็บข้อมูลอุณหภูมิระหว่างการทดลองสามารถอ่านเพิ่มเติมจากคู่มือการใช้งาน Octagon furnace ที่มีอยู่ที่ BL1.1W



รูปที่ 4.1 แสดงหน้าต่าง interface ของโปรแกรม BL1.1W Temperature Logging

ตัวอย่างทดลองการศึกษการเปลี่ยนแปลง oxidation state ของ Aquamarine โดยการทดลองเริ่มจากการวัดสเปกตรัมที่อุณหภูมิห้องก่อนการให้ความร้อน และหลังการให้ความร้อนจนขึ้นไปถึง 400°C ทำการ holding อุณหภูมิไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อทำการวัด XAS ที่อุณหภูมิ 400°C เมื่อครบ 1 ชั่วโมงแล้ว ให้ความร้อนจนอุณหภูมิสูงขึ้นไปถึง 450°C ทำการ holding อุณหภูมิไปต่ออีก 5 ชั่วโมงเพื่อวัด XAS spectrum ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 ภาพแสดงแผนการทดสอบของ ตัวอย่าง Aquamarine ที่อุณหภูมิ 400°C และ 450°C ซึ่งทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงจาก Aquamarine สีเขียวเป็น Aquamarine สีฟ้า

ส่วนใหญ่เวลาที่ใช้ในการสแกนตัวอย่างในการทดลองแบบ in-situ จะใช้เวลาต่ำสุดในแต่ละอุณหภูมิซึ่งประมาณ 1 ชั่วโมงต่อช่วงอุณหภูมิ เมื่อทราบ parameter ที่เหมาะสมจากการประเมินในข้อ 2.3 ที่ผ่านมา โดยจำนวนสแกนต่อหนึ่งอุณหภูมิไม่ควรต่ำกว่า 2 สแกน หรือต้องเพียงพอต่อการนำไปวิเคราะห์ต่อไปการวางแผนการทดลองควรคำนึงถึงเวลา injection ในช่วงเช้าและเย็น โดยพยายามให้การเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ (Heating up และ Cool down ในรูปที่ 4.2) อยู่ในช่วงที่ทำการ injection เพื่อลดเวลาจากการรอให้เย็นที่สุด

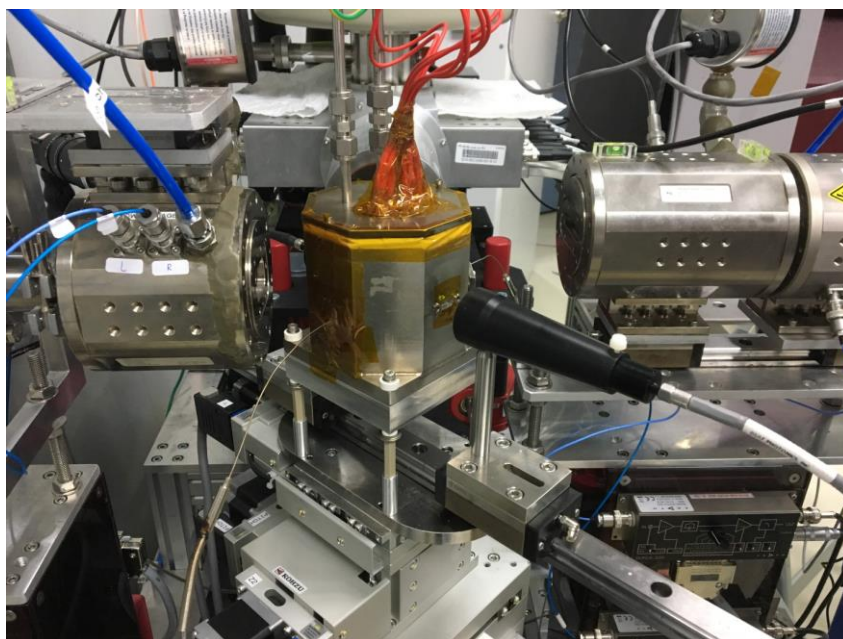
4.2 การติดตามการเปลี่ยนแปลงจากการให้แก๊ส

สำหรับการให้แก๊สตอนนี้ BL1.1W สามารถให้แก๊สไนโตรเจนหรืออาร์กอนเพื่ออยู่ในบรรยากาศแบบ reduction และถ้าไม่ใส่แก๊สใดๆ จะถือว่าเป็นให้ความร้อนแบบ oxidation โดยก่อนเริ่มทำการทดลองให้พยายามลดช่องเปิดที่แก๊สสามารถหลุดออกไปให้มากที่สุด เพื่อลดปริมาณการใช้แก๊สเช่นที่เห็นในรูปที่ 4.3 และก่อนเริ่มการทดลองต้องให้แก๊สที่อยู่ภายในเตาเป็นแก๊สที่ต้องการสามารถทำได้โดยส่งแก๊สเข้าไปในเตาอย่างน้อยครึ่งชั่วโมงก่อนทำการทดลอง ช่วงครึ่งชั่วโมงแรกควร

จะใช้ปริมาณแก๊สมากพอเพื่อเปลี่ยนบรรยากาศภายในเตาอย่างรวดเร็ว แล้วค่อยลดปริมาณแก๊สที่เข้าเตาเพื่อให้แก๊สที่ต้องการคงอยู่ภายในเตา ระหว่างการทดลองต้องทำการติดตามปริมาณแก๊สที่เหลืออยู่ในถังเก็บเพื่อให้เพียงพอต่อการทดลอง ระหว่างการลดอุณหภูมิเพื่อจะกลับเข้ามาที่อุณหภูมิห้องอาจจะใช้เวลานานหลังจากอุณหภูมิต่ำกว่า 200°C เราสามารถเพิ่มปริมาณแก๊สที่เข้าสู่เตาเพื่อช่วยเร่งระยะเวลาคอยให้สั้นลง

4.3 การติดตามการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืนแสงในช่วง UV-Vis NIR

ทางโครงการอัญมณี ฯ เตรียมระบบที่สามารถวัดการดูดกลืนแสงโดยใช้ UV-Vis NIR spectroscopy ในการติดตามการเปลี่ยนแปลงช่วงอัลตราไวโอเล็ตและที่ตามองเห็น (UV-Vis) และช่วงใกล้อินฟราเรด (NIR) ไปได้พร้อมกันได้ ในรูปแบบการส่องผ่าน โดยต้องติดตั้งระบบรองรับ UV-Vis NIR spectroscopy แบบ fiber optic ดังรูปที่ 4.3 สำหรับหน้าต่างที่เป็นช่องเปิดของ octagon furnace ที่เป็นทางเดินของแสงควรใช้ mica ที่มีการดูดกลืนช่วง UV น้อยกว่า kapton tape หลังจากติดตั้งเสร็จใช้โปรแกรม OceanView ในการสั่งงานเครื่อง spectrometer ประสิทธิภาพของเครื่องสามารถวัดได้เร็วระดับมิลลิวินาทีต่อหนึ่งสเปกตรัมและสามารถวัดต่อเนื่องได้ตามระยะเวลาที่กำหนด ต้องระวังไม่ให้เกิดการสั่นสะเทือนหรือเกิดการเคลื่อนย้ายทางเดินแสงระหว่างการวัด



รูปที่ 4.3

แสดงการติดตั้ง Octagon furnace และ UV-Vis NIR spectroscopy เพื่อสามารถติดตามการดูดกลืนแสงขณะให้อุณหภูมิไปพร้อมกับวัด XAS ด้วย