สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)

Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)

แบบลงทะเบียนเอกสารความรู้ (knowledge documents)

ประเภทเอกสาร

- ☐ TR: รายงานเชิงเทคนิค (TECHNICAL REPORT)
- ☐ TN: รายงานเชิงเทคนิค (ฉบับย่อ) (TECHNICAL NOTE)
- ☑ MN: คู่มือการดำเนินงาน (Operation Manual) / คู่มือการใช้งาน (Instruction Manual) / แผนปฏิบัติการ (Operation Plan)

หมายเลขเอกสาร(For QDS) **KM Document No.**	SLRI-MN-2024-049
ชื่อเรื่อง **Title**	คู่มือการใช้งานระบบลำเลียงแสงที่ 2.2
ชื่อฝ่าย **Department**	ฝ่ายระบบลำเลียงแสง
วันที่เผยแพร่ **Release date**	19 สิงหาคม 2567
ระดับการเปิดเผยข้อมูล **Level of Disclosure**	☐ ข้อมูลในรายงานเป็นความลับ (Undisclosed)
	☐ เปิดเผยข้อมูลเฉพาะภายในฝ่ายหรือส่วนงาน (Information can be disclosed within department/section)
	☑ เปิดเผยข้อมูลได้สำหรับพนักงานของสถาบันฯ และอนุญาตให้บันทึกข้อมูลเข้าเป็นส่วนหนึ่งของระบบ Knowledge Management ภายในสถาบันฯ (Information can be disclosed for SLRI staffs and can be part of SLRI's Knowledge Management System)
	☑ เปิดเผยข้อมูลได้เพื่อเป็นองค์ความรู้สาธารณะ เช่นเว็บไซต์ของสถาบันฯ (Information is available for public)
คำสำคัญ **Keyword**	X-ray absorption spectroscopy, Time-resolve, Operando

รายชื่อผู้จัดทำรายงานหรือผู้ดำเนินโครงการ (Name)	**ส่วนร่วมในการปฏิบัติงานในโครงการ Responsible tasks in the project**
ดร. วันวิสา ลิ้มพิรัตน์	ปฏิบัติงาน ทบทวน แก้ไข และจัดทำรายงาน
ดร. ยิ่งยศ ภู่อาภรณ์	ปฏิบัติงาน แก้ไข และจัดทำรายงาน
ดร. กรองทอง กมลสรวงเกษม	ปฏิบัติงาน

นางวีรญา วงษ์เตปา	ปฏิบัติงาน
นายสุรเชษฐ์ รัตนสุพร	ปฏิบัติงาน
นางสาวสมพิน มหาโคตร	ปฏิบัติงาน และจัดทำรายงาน

คู่มือการใช้งานระบบลำเลียงแสงที่ 2.2

Time-Resolved X-ray Absorption Spectroscopy

(Bonn-SUT-SLRI)

ดร.วันวิสา ลิ้มพิรัตน์[1]

ดร. ยิ่งยศ ภู่อาภรณ์[2]

ดร. กรองทอง กมลสรวงเกษม[3]

นางวีรญา วงษ์เตปา[4]

นายสุรเชษฐ์ รัตนสุพร[4]

นางสาวสมพิน มหาโคตร[1]

[1]ส่วนสเปกโตสโกปีรังสีเอกซ์

[2]ส่วนวิจัยด้านพลังงาน ยานยนต์ไฟฟ้า และสิ่งแวดล้อม

[3]ส่วนสนับสนุนระบบลำเลียงแสง

[4]ส่วนระบบวัดและจัดการข้อมูล

สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)

19 สิงหาคม 2567

สารบัญ

หน้า

บทที่ 1 บทนำ 6

บทที่ 2 เทคนิคการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray absorption spectroscopy) 7

บทที่ 3 ระบบลำเลียงแสงและสถานีทดลอง Time-resolved XAS 10

บทที่ 4 ขั้นตอนการทดลองภายใต้สภาวะความร้อนและบรรยากาศ (in situ experiment) 13

1. การเตรียมตัวอย่างแบบอัดเม็ด 13

2. ขั้นตอนการใส่ตัวอย่างลง heating cell 15

3. การติดตั้ง heating cell เข้ากับสถานีทดลอง 17

4. การตั้งค่าระบบภายใต้สภาวะความร้อน 18

5. การบันทึกสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ 21

บทที่ 5 การประมวลผลการทดลองด้วยเทคนิค TRXAS 24

1. การเตรียมข้อมูลด้วยโปรแกรม Preprocessing data 24

2 การประมวลผลข้อมูลด้วยโปรแกรม Athena 25

เอกสารอ้างอิง 30

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 1 วิธีการวัดสเปกตรัม XAS ในแบบต่าง ๆ (1) แบบทะลุผ่าน (2) แบบเรืองแสง (3) แบบกระแสอิเล็กตรอน 8
รูปที่ 2 แสดงโครงสร้างสองส่วนของสเปกตรัม XAS 9
รูปที่ 3 ระบบลำเลียงแสง TRXAS 10
รูปที่ 4 Energy dispersive monochromator สำหรับระบบลำเลียงแสง TRXAS 11
รูปที่ 5 แสดง (ซ้าย) หน้าจอแสดงผลโปรแกรม beamline interlock สำหรับการเปิด-ปิดวาล์ว อุปกรณ์ต่างๆ ของระบบลำเลียงแสง โดยแสดงตำแหน่งและสถานะเปิด(สีเขียว) -ปิด(สีแดง) (ขวา) หน้าต่างโปรแกรม end station interlock สำหรับการเปิด-ปิดวาล์ว และ MBS ของ สถานีทดลอง 11
รูปที่ 6 โครงสร้างของ NMOS linear image sensor (www.hamamatsu.com)แสดงการทำการของผนังกั้นรังสีเมื่อมีการหมุนแขนของ EDM 12
รูปที่ 7 แสดง Heating cell สำหรับ in situ ที่สถานีทดลองที่ 2.2 TRXAS 13

บทที่ 1 บทนำ

โครงการสร้างระบบลำเลียงแสง Time-resolved XAS เป็นความร่วมมือทางวิชาการระหว่างมหาวิทยาลัยบอนน์ สหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมนี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี และสถาบันวิจัยแสงซินโคร- ตรอน (องค์การมหาชน) โดยมหาวิทยาลัยบอนน์ได้มอบเครื่องคัดแยกพลังงาน (Energy dispersive monochromotor, EDM) และ ชุดสถานีทดลอง (optical bench) เพื่อใช้ในการสร้างระบบลำเลียงแสงสำหรับศึกษาการดูดกลืนแสงของธาตุในย่านรังสีเอกซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS) แก่สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) เมื่อปลายปี 2552

การวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สำคัญในศึกษาสสารในระดับอะตอม เช่นการบอกชนิดและสภาพแวดล้อมของอะตอมซึ่งส่งผลต่อคุณสมบัติการทำปฏิกิริยาของสสาร หลักการของเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์คือการยิงรังสีเอกซ์ไปตกกระทบสารตัวอย่าง และวัดรังสีเอกซ์ที่ถูกดูดกลืนที่พลังงานต่างๆ ได้เป็นสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ซึ่งสามารถนำมาวิเคราะห์ชนิดและสภาพแวดล้อมของอะตอมในสารได้ BL2.2 เป็นระบบลำเลียงแสงที่มีอุปกรณ์คัดเลือกพลังงานรังสีเอกซ์แบบพิเศษ (EDM) ที่มีความสามารถในการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่หลายค่าพลังงานได้ในเวลาเดียวกัน ทำให้สามารถวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ภายในเวลาเป็นวินาทีหรือน้อยกว่าหนึ่งวินาที ด้วยคุณลักษณะเด่นของสถานีทดลอง TRXAS ซึ่งสามารถวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างได้อย่างรวดเร็วนั้น จึงเหมาะอย่างยิ่งในนำมาใช้สำหรับตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างของตัวอย่างภายใต้สภาวะแวดล้อมต่างๆ (*in-situ* measurement) เช่น ภายใต้สภาวะความร้อน ความดัน และบรรยากาศของแก๊สเป็นต้น โดยที่สถานีทดลองมีอุปกรณ์ติดตั้งสารตัวอย่างที่สามารถให้ความร้อน พร้อมทั้งปล่อยแก๊สผ่านสารตัวอย่างเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาขณะทำการวัดได้ การประยุกต์ใช้ที่สำคัญของระบบลำเลียงแสง TRXAS เช่นนำข้อมูลที่ตรวจวัดได้ไปพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยา เซลล์เชื้อเพลิง เซลล์พลังงานแสงอาทิตย์ และแบตเตอรี่เป็นต้น

บทที่ 2 เทคนิคการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray absorption spectroscopy)

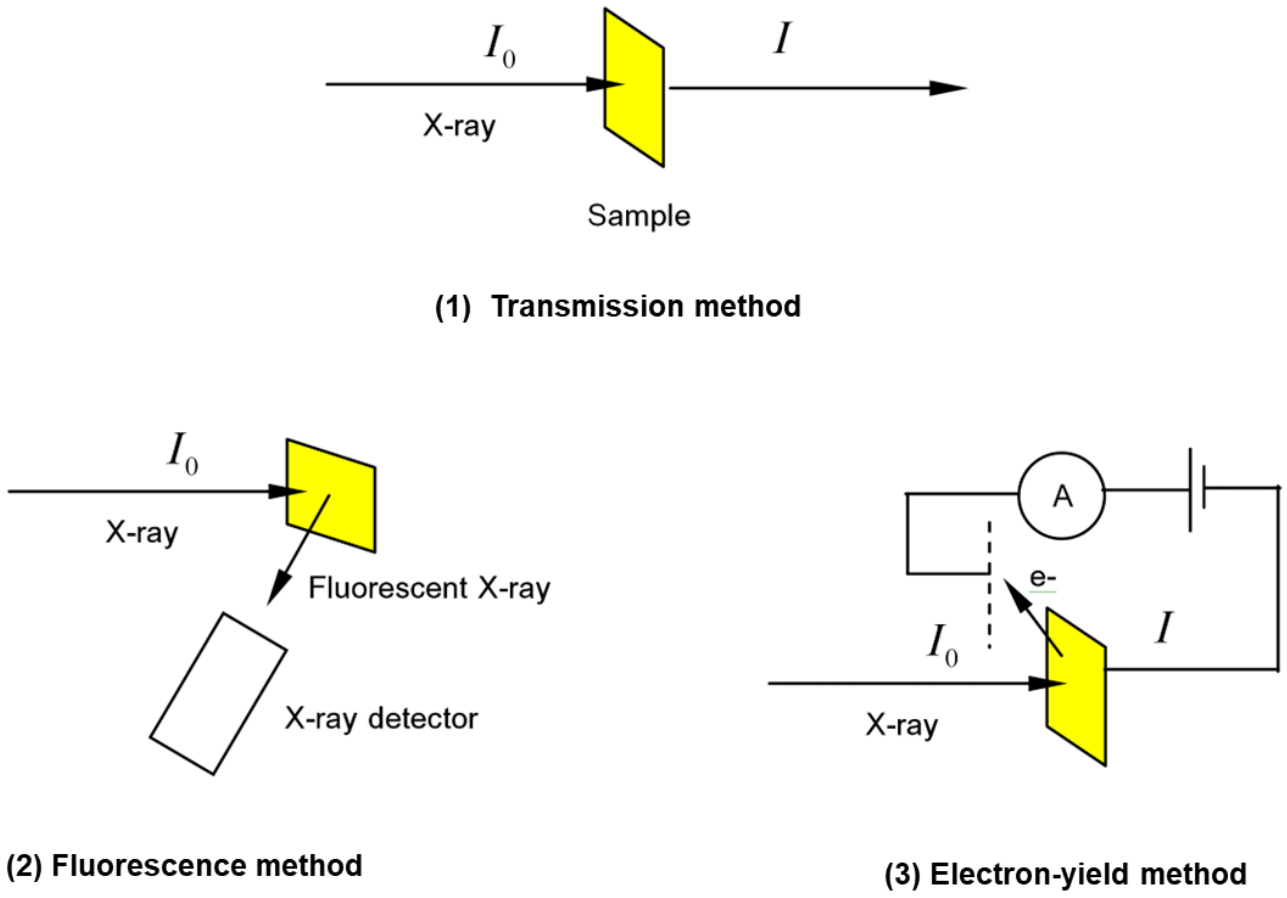
เทคนิคการทดลอง X-ray absorption spectroscopy (XAS) คือการทดลองและการศึกษาการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของอะตอมในสารตัวอย่างที่เป็นฟังก์ชันของพลังงานโฟตอน หรือพลังงานรังสีเอ็กซ์ โดยรังสีเอ็กซ์ที่ใช้สำหรับการทดลองต้องมีความยาวคลื่นเดี่ยวที่สามารถปรับค่าได้ และมีพลังงานโฟตอนอยู่ในช่วงพลังงานการดูดกลืนของอะตอม (พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในอะตอม) การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของอะตอมเกิดขึ้นจากการสลายตัวของโฟตอนโดยที่พลังงานของโฟตอนหนึ่งตัวจะถูกนำไปใช้ในการเปลี่ยนสถานะพลังงานของอิเล็กตรอนหนึ่งตัวในอะตอม เนื่องจากพลังงานโฟตอนของรังสีเอ็กซ์มีค่าใกล้เคียงกับพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้น K, L หรือ M ดังนั้นเมื่ออะตอมถูกกระตุ้น อิเล็กตรอนในชั้น K, L หรือ M จะสามารถกระโดดไปยังสถานะพลังงานที่สูงกว่า ทำให้เกิดสถานะว่างในชั้นพลังงานนั้น นอกจากนี้ขบวนการที่เกิดขึ้นหลังจากการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ คือการกลับคืนสู่สภาวะพื้นฐานของอะตอมนั้น จะทำให้เกิดการเรืองแสงและการปล่อยอิเล็กตรอนตัวอื่นๆ ในอะตอมออกมา

ดังนั้นในทางปฏิบัติเราสามารถวัดการเรืองแสงและการสูญเสียอิเล็กตรอนของอะตอมเพื่อศึกษาการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้เช่นเดียวกันกับการวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์ที่ถูกดูดกลืนไป โดยการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างในทางปฏิบัติสามารถกระทำได้ 3 วิธี คือ

1. การวัด XAS แบบทะลุผ่าน (Transmission mode, TM-mode)

2. การวัด XAS แบบเรืองแสง (Fluorescence mode, FL-mode)

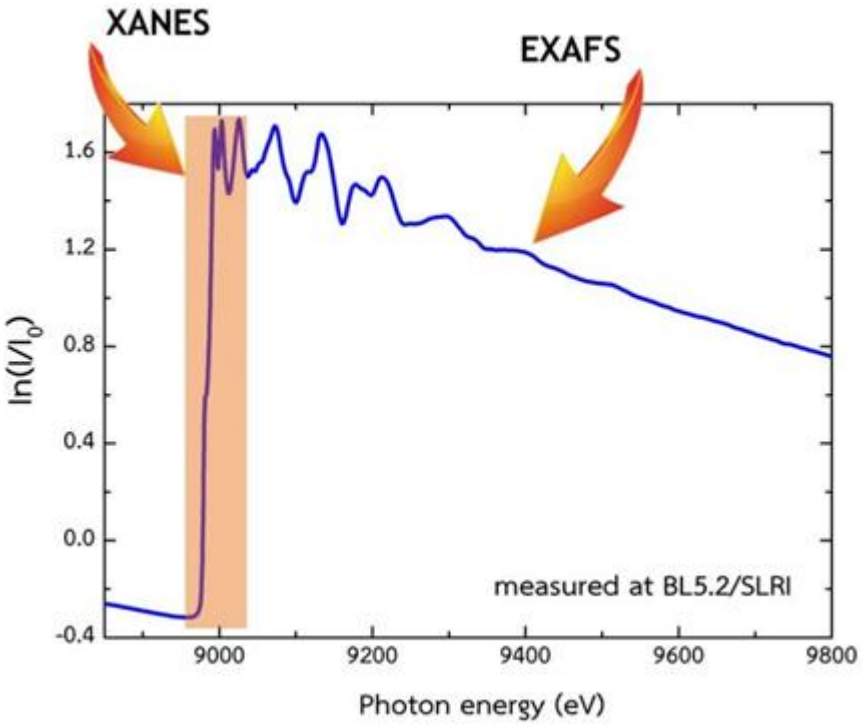
3. การวัด XAS แบบกระแสอิเล็กตรอน (Electron-yield mode, EY-mode)



รูปที่ 1 วิธีการวัดสเปกตรัม XAS ในแบบต่าง ๆ (1) แบบทะลุผ่าน (2) แบบเรืองแสง (3) แบบกระแสอิเล็กตรอน

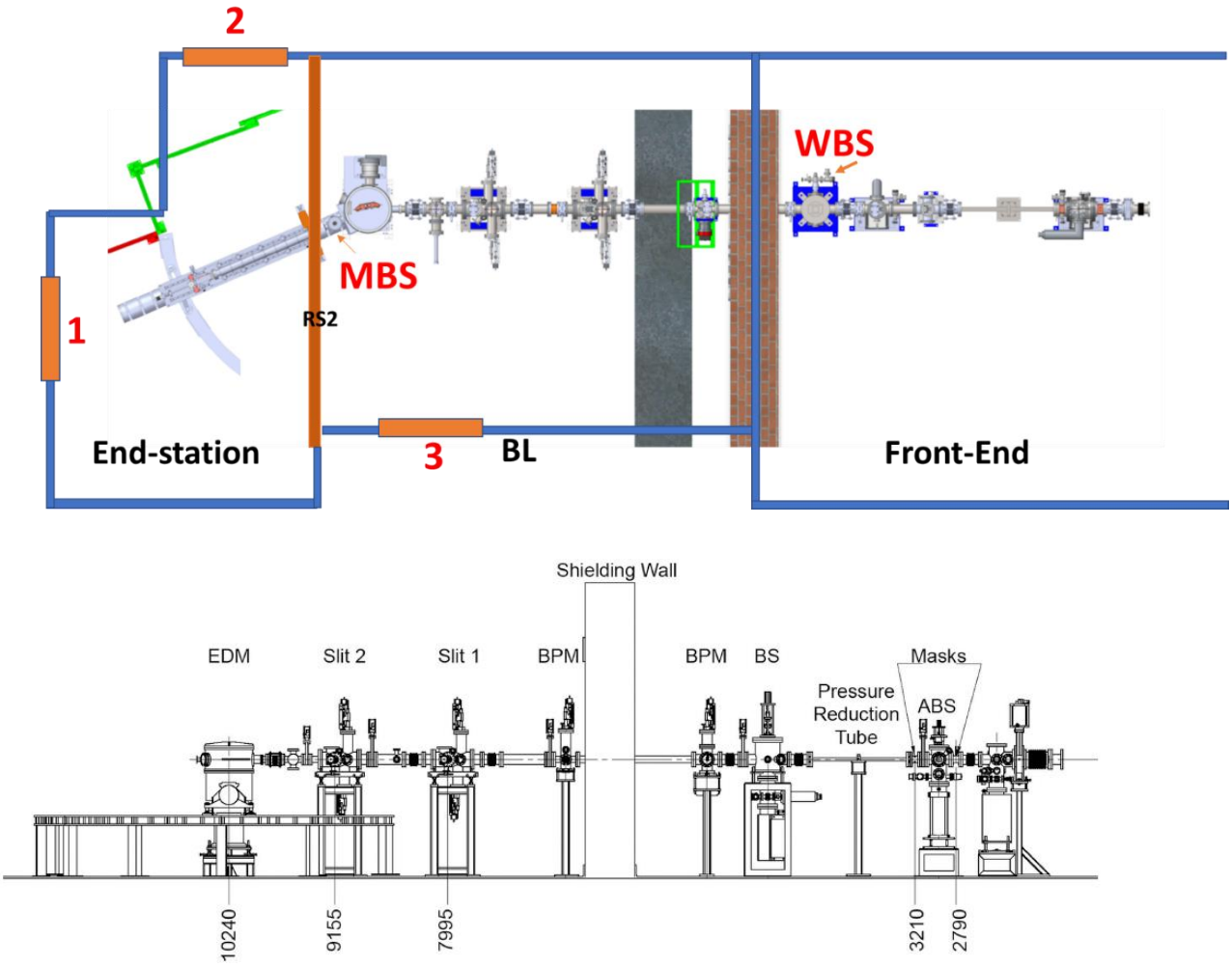
ซึ่งแต่ละวิธีการจะมีประสิทธิภาพและความเหมาะสมสำหรับสารตัวอย่างที่แตกต่างกันออกไป เช่น องค์ประกอบ ลักษณะทางกายภาพ ความเข้มข้นของอะตอม ความนำไฟฟ้าของสารตัวอย่าง ความหนาของชิ้นงาน เป็นต้นนอกจากนี้เทคนิค XAS นั้น เป็นเทคนิคการทดลองที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่องานวิเคราะห์โครงสร้างในระดับอะตอม เป็นเครื่องมือวิจัยที่สามารถนำไปประยุกต์ได้ในหลายสาขาวิชา เช่น วัสดุศาสตร์ ชีววิทยา วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม ฯลฯ โดยเทคนิค XAS นั้น อาศัยการศึกษาข้อมูลในสเปกตรัมที่เรียกว่า X-ray absorption fine structure (XAFS) ซึ่งประกอบด้วยโครงสร้างสองส่วนคือ X-ray absorption near edge structure (XANES) และ Extended X-ray absorption fine structure (EXAFS) ดังรูปที่ 2

สถานีทดลอง XAS ของระบบลำเลียงแสงที่ 2.2 (BL2.2) เป็นสถานีทดลองสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค XAS ซึ่งปัจจุบันประกอบด้วยระบบวัดสเปกตรัมแบบทะลุผ่านเท่านั้น



รูปที่ 2 แสดงโครงสร้างสองส่วนของสเปกตรัม XAS

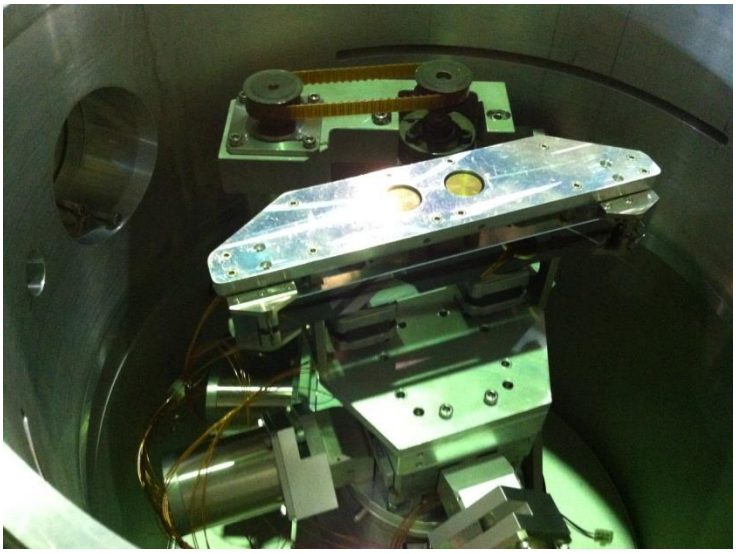
ระบบลำเลียงแสง TRXAS ถูกออกแบบและติดตั้งและประกอบเข้ากับ EDM และ 2θ arm ซึ่งได้รับมอบจากมหาวิทยาลัยบอนน์เพื่อใช้ประโยชน์แสงซินโครตรอนที่ผลิตได้จากแม่เหล็กสองขั้ว (dipole bending-magnet) ของวงกักเก็บอิเล็กตรอนขนาด 1.2 GeV เครื่องคัดแยกพลังงานดังกล่าวใช้งานร่วมกับผลึก Si(111) เพื่อนำรังสีเอกซ์ช่วง 5000-12000 eV มาใช้งาน ทำให้สามารถวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในระดับพลังงานชั้น K ของธาตุไทเทเนียม (Ti) ถึงระดับพลังงานชั้น L3 ของธาตุแพลตทินัม (Pt) ทั้งนี้ส่วนประกอบอื่นๆนอกเหนือจากอุปกรณ์ที่ได้รับมอบได้ถูกผลิตขึ้นภายในสถาบันฯ (ภาพที่ 3)



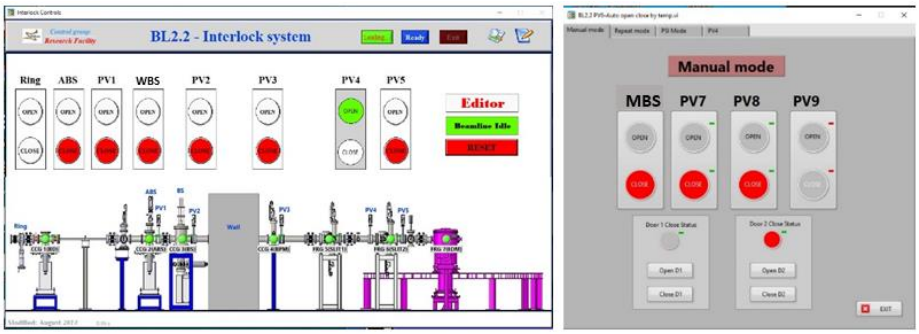
รูปที่ 3 ระบบลำเลียงแสง TRXAS

ระบบลำเลียงแสง TRXAS คัดแยกรังสีเอกซ์จากแสงซินโครตรอนด้วยผลึก Si(111) พื้นที่หน้าตัด 25 x 250 ตารางมิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร โดยติดตั้งอยู่บน crystal bender และ goniometer แบบสามแกนภายใน EDM ระนาบผลึกสามารถ

ปรับได้ 4 ลักษณะได้แก่ หมุนรอบแนวแกนเอกซ์ X Y Z และ เคลื่อนที่ขึ้น-ลง (รูปที่ 4) จุดศูนย์กลางของ EDM ถูกติดตั้งห่างจากแหล่งกำเนิดแสง 9.7 เมตร ทั้งนี้ระยะดังกล่าวถูกออกแบบเพื่อรักษาความเข้มของแสงให้มีค่ามากที่สุด



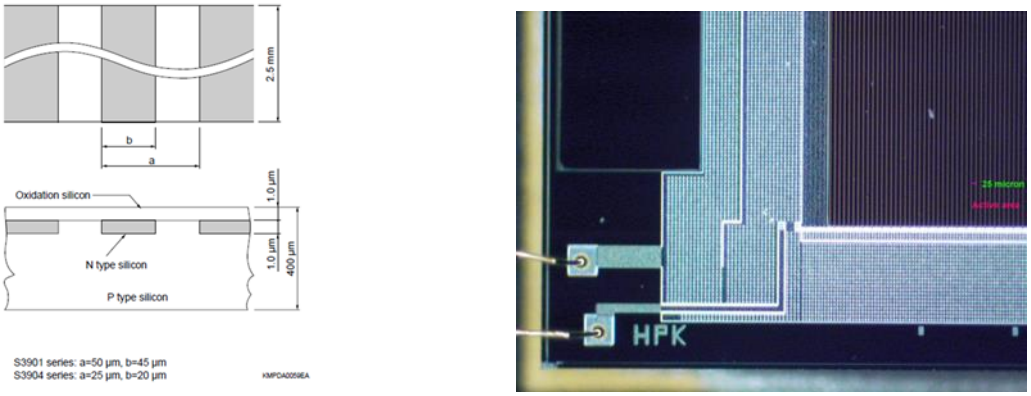
รูปที่ 4 Energy dispersive monochromator สำหรับระบบลำเลียงแสง TRXAS



รูปที่ 5 แสดง (ซ้าย) หน้าจอแสดงผลโปรแกรม beamline interlock สำหรับการเปิด-ปิดวาล์ว อุปกรณ์ต่างๆ ของระบบลำเลียงแสง โดยแสดงตำแหน่งและสถานะเปิด(สีเขียว) -ปิด(สีแดง) (ขวา) หน้าต่างโปรแกรม end station interlock สำหรับการเปิด-ปิดวาล์ว และ MBS ของ สถานีทดลอง

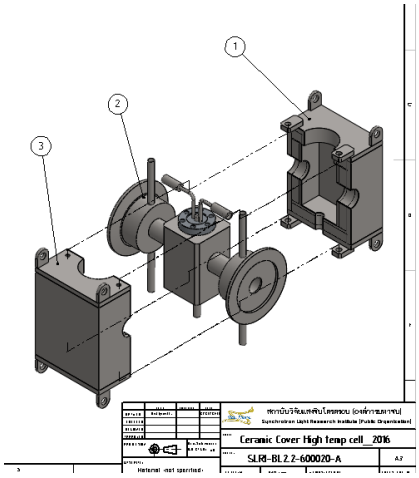
การตรวจวัดรังสีเอกซ์ซึ่งคัดแยกด้วย EDM สามารถทำได้โดยใช้อุปกรณ์ประเภท position sensitive detector (PSD) ซึ่งเป็นหัววัดเชิงแสง (photo detector) ที่สามารถบันทึกรังสีเอกซ์พร้อมกันทุกค่าพลังงาน ดังนั้นระยะเวลาที่ใช้สำหรับเก็บข้อมูลจึงขึ้นอยู่กับความเร็วของเซ็นเซอร์ โดยทั่วไปการติดตั้งการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์แบบ energy dispersive จะสามารถร่นระยะเวลาที่ใช้ในการบันทึกสเปกตรัมต่อหนึ่งสเปกตรัมลงเหลือต่ำกว่า 1 วินาที จากเดิมต้องใช้มากกว่า 5 นาที สำหรับการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ทั่วไป ในปัจจุบันหัววัดเชิงแสงมี 2 ลักษณะแยกตามการทำงานคือโฟโตคอนดักเตอร์

(photoconductor) ซึ่งทำงานโดยตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทาน และโฟโตไดโอด (photodiode) ที่บันทึกค่ากระแส โดยส่วนใหญ่ PSD จะสร้างจากซิลิกอนซึ่งมีค่าพลังงาน band gap เท่ากับ 1.1 eV ทำให้เซ็นเซอร์กลุ่มนี้สามารถตรวจวัดแสงที่มีพลังงานอยู่ในช่วงที่ตามองเห็นและสูงกว่า ซิลิกอนชนิด p-type (acceptor) และ n-type (donor) จะถูกนำมาประกอบกันเป็น p-n junction เพื่อสร้าง space charge region (รูปที่ 6)



รูปที่ 6 โครงสร้างของ NMOS linear image sensor (www.hamamatsu.com)

ปัจจุบันสถานีทดลอง TRXAS มีการพัฒนา Heating cell สามารถทำอุณหภูมิสูงถึง 700 ^{o}C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สประเภทต่างๆ โดยตัวอย่างจะเตรียมเป็นลักษณะแผ่นกลมบางและถูกติดตั้งตรงกลางและสามารถรับแสงสูง 2 มิลลิเมตร กว้าง 1 มิลลิเมตร



รูปที่ 7 แสดง Heating cell สำหรับ in situ ที่สถานีทดลองที่ 2.2 TRXAS

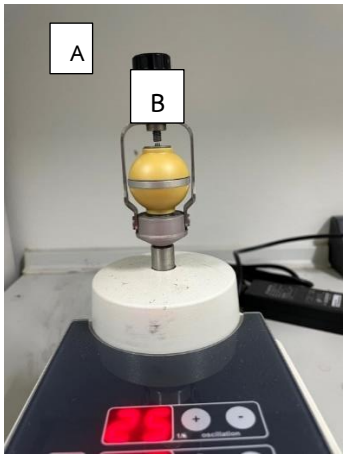
1. การเตรียมตัวอย่างแบบอัดเม็ด

<u>อุปกรณ์</u>

(1) ถ้วยบดและตัวลูกบด
(2) อุปกรณ์แท่นอัด ขนาด 5mm
(3) เครื่องบดสารตัวอย่าง
(4) เครื่องชั่งสาร
(5) ช้อนตักสารสแตนเลส
(6) กระดาษชั่งสาร
(7) เครื่องอัดสารตัวอย่าง
(8) Boron Nitride (BN)
(9) เอทานอล

1.1 ชั่งสารตัวอย่างและ BN ให้มีน้ำหนักรวมกันอยู่ในช่วง ± 20 mg เช่นทำการชั่งสารตัวอย่าง 3 mg ต้องชั่ง BN ± 15 mg นำสารตัวอย่างและ BN ลงในลูกบอลเขย่า **ข้อแนะนำ** ควรวางเม็ดลูกบดไว้ในถ้วยบดก่อนทำการเทสารลงเพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายและหกของสารออกนอกถ้วยบด

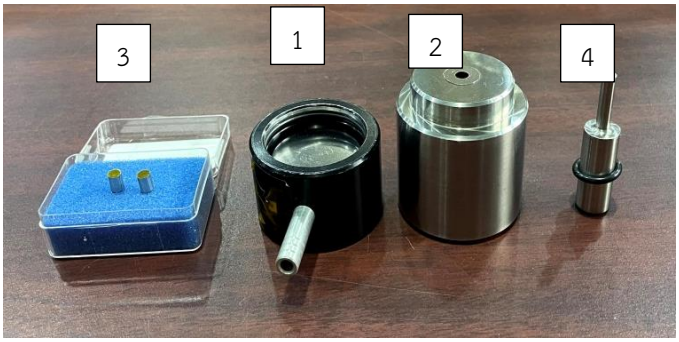
1.2 ผสมสารด้วยเครื่องบดสารตัวอย่าง โดยวางถ้วยบดใส่เข้าไปในระหว่าง Clamping Bracket ล็อคถ้วยบดด้วยแรงตึงมือบริเวณ A และ B เพื่อป้องกันลูกบอลเขย่าร่วงหลุดออกจากเครื่องบดสาร เนื่องจากใช้ความถี่ในการเขย่าสูงและใช้เวลาเขย่านาน กำหนดค่าความถี่ในการเขย่า 25 Hz ใช้เวลาเขย่า 15 นาที

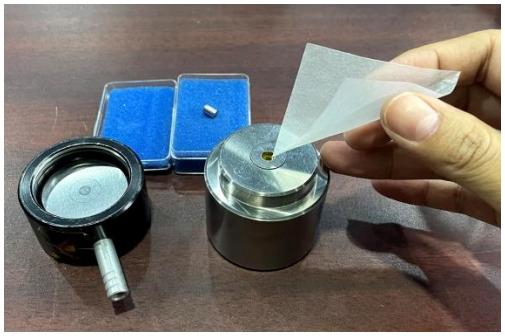


1.3 เมื่อครบเวลาแล้วปลดล็อคบริเวณ B และ A ทำการขูดสารที่ติดอยู่ตามขอบลูกบอลเขย่าด้วยช้อนตักสาร สแตนเลส

1.4 นำสารที่ขูดได้เทใส่ในอุปกรณ์แท่นอัดขนาด 5 mm ลำดับการวางชิ้นส่วนของแท่นอัดและสารตัวอย่างดังภาพ

ข้อแนะนำ ให้เทจากด้านล่างของแท่นอัด เนื่องจากระยะการเทสารถึงเม็ดอัดมีระยะสั้นกว่าเทสารจากด้านบน





1.5 จากนั้นนำแท่นอัดใส่ในเครื่องอัดสารเพื่ออัดสารให้เป็นเม็ด ใช้ความดันที่ 1 Ton ทิ้งไว้เป็นเวลา 45 วินาที

1.6 นำแท่นอัดออกจากเครื่องอัดสาร ถอดชิ้นส่วนแท่นออก **ข้อแนะนำ** ใช้แท่นเทฟล่อนที่เจาะรูตรงกลางขนาด 5 mm เป็นตัวรองรับแท่นอัดในขณะนำเม็ดตัวอย่างออกจากแท่นอัด เพื่อลดแรงกระแทกและช่วยไม่ให้เม็ดตัวอย่างกระเด็นหาย กรณีที่ออกแรงกดแล้วเม็ดตัวอย่างไม่หลุดออกจากแท่นอัด ให้นำแท่นเทฟล่อนและตัวแท่นอัดเข้าเครื่องอัดตัวอย่าง แล้วหมุนหัวด้านบนเพื่อใช้แทนแรงมือกด วิธีนี้ช่วยรักษาอุปกรณ์ชุดแท่นอัดไม่ให้บิดงอหรือเสียหายจากแรงกระแทก จะได้เม็ดตัวอย่างขนาด 5mm มีลักษณะกลม ไม่บิ่นขอบ ไม่แตก ไม่ร้าว **ข้อแนะนำ** ควรทดสอบคุณภาพสเปกตรัมของตัวอย่างที่เตรียมได้ก่อนติดตั้งใน heating cell (หัวข้อที่ 5)

ออกแรงกดด้านบน Plug เพียงเล็กน้อย

2. ขั้นตอนการใส่ตัวอย่างลง heating cell

2.1 ใส่ตัวอย่างที่ต้องการทดลองลงใน cell holder ใช้ไขควงปากแบนขันทำการล็อคตัวอย่างให้แน่น ทดสอบว่าตัวอย่างแน่นแล้วหรือไม่ โดยการเขย่า cell holder ขึ้นลง/ไปมา

2.2 นำ cell holder เข้า heating cell ใช้ Gasket DN16 เป็นตัวประสาน และใช้น็อตเบอร์ M4 จำนวน 6 ตัว ยึด cell holder เข้ากับ heating cell ตำแหน่งของตัวอย่างต้องอยู่กึ่งกลาง heating cell ตรวจสอบโดยใช้ไฟส่องเข้าภายในแล้วมองจากมุมบนของ heating cell

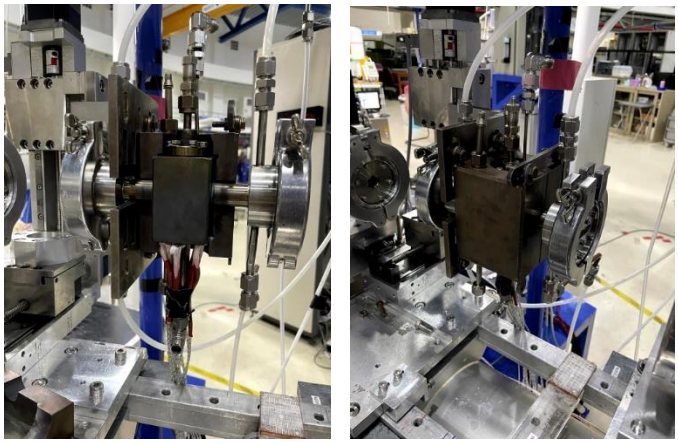
2.3 เมื่อล็อคเข้ากันแล้ว ทดสอบการรั่วของ heating cell โดยใช้ SNOOP ร่วมกับแก๊สไนโตรเจน หากทำการขันน็อตทั้ง 6 ตัวไม่แน่น จะเกิดฟองอากาศขณะทดสอบ ให้ทำการขันน็อตเข้าไปอีก จนกว่าการทดสอบจะไม่มีฟองอากาศ

2.4 หลังจากนั้นนำ heating cell ไปติดตั้งที่สถานีทดลอง

3. การติดตั้ง heating cell เข้ากับสถานีทดลอง

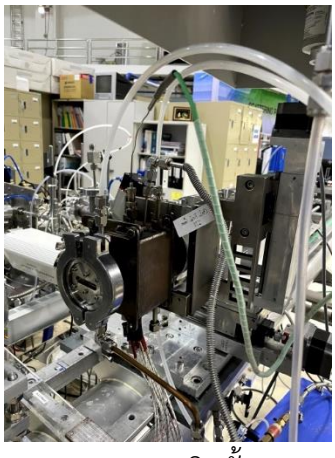
3.1 ที่ตัว heating cell จะมีช่องเสียบฮีทเตอร์หนวดจำนวน 6 แท่ง เสียบฮีทเตอร์หนวดลงตามรูให้แน่น แล้วพันด้วยเทปกาวผ้า เพื่อป้องกันไม่ให้ฮีทเตอร์หลุดจากเซลล์

3.2 หลังจากนั้นนำ heating cell ไปติดตั้งที่สถานีทดลอง โดยใช้ตัว cover cell ประกบ heating cell เพื่อให้ความร้อนในตัว heating cell คงที่และทำอุณหภูมิได้สูง



3.3 เสียบเทอร์โมคัพเปิลเข้าที่ heating cell ต่อสายน้ำเข้า สายน้ำออก เพื่อเป็นการหล่อเย็น heating cell

ข้อแนะนำ สังเกตสัญลักษณ์สายน้ำเข้าต่อกับสายน้ำเข้า สายน้ำออกต่อกับสายน้ำออก ไม่ควรต่อสลับสาย



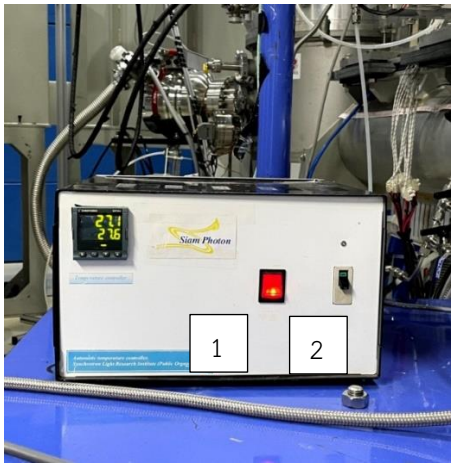
ข้อแนะนำก่อนเริ่มการทดลอง ตรวจสอบการติดตั้ง heating cell อีกครั้ง โดยตรวจสอบลักษณะการติดตั้ง การเสียบเทอร์โมคัพเปิล รวมทั้งการต่อสายแก๊สและสายน้ำหล่อเย็น

4. การตั้งค่าระบบภายใต้สภาวะความร้อน

ทำงานโดยกล่องควบคุมและโปรแกรม Temperature Controller กล่องควบคุมมีหน้าที่ควบคุมให้ฮีทเตอร์และเทอร์โมคัพเปิลทำงานตามคำสั่งจากโปรแกรม ในขณะเดียวกันการกำหนดขั้นตอนการให้ความร้อนทำได้โดยการตั้งค่าในโปรแกรม BL2.2 Temperature Controller ซึ่งเป็นโปรแกรมสำหรับตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการ กำหนดอัตราความร้อนและกำหนดระยะเวลาที่ต้องการคงค่าที่อุณหภูมินั้นๆ ซึ่งสามารถตั้งค่าได้ 999 ขั้นตอน

<u>ขั้นตอนการทำงาน</u>

4.1 เปิดสวิตซ์ที่กล่องควบคุมอุณหภูมิ (หมายเลข 1)



4.2 เปิดโปรแกรม BL2.2 High Stability Temperature Controller ซึ่งสามารถตั้งค่าการทดลองได้ 999 ขั้นตอน จะปรากฏหน้าต่าง ดังรูป

คำอธิบายการตั้งค่า

Num of Sequence	จำนวนขั้นตอนทั้งหมดในการทดลอง
Sequence	ลำดับที่ของขั้นตอน
Temp(Deg)	อุณหภูมิที่ต้องการ ณ ขั้นตอนนั้นๆ
Sprr(Unit/min)	อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ
Hold(min)	ระยะเวลาที่ต้องการคงค่าที่อุณหภูมินั้นๆ

4.3 เมื่อตั้งค่าโปรแกรมครบทุกขั้นตอนแล้ว Click Start โปรแกรม แล้วยกคัทเอาท์ที่กล่องควบคุม (หมายเลข 2) เป็นการเริ่มทำงานของการทดลองภายใต้สภาวะความร้อน

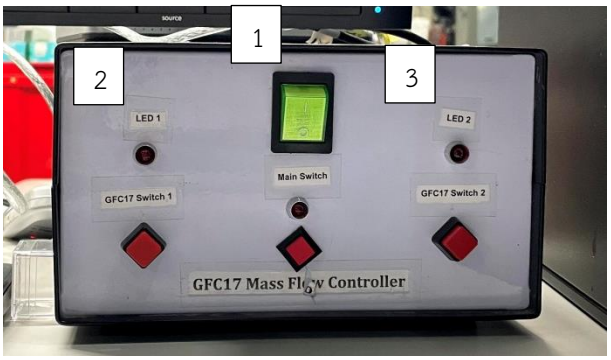
4.4 การปิดระบบ

เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นแล้ว กด Exit มุมล่างขวาของโปรแกรม แล้วปิดสวิตซ์ (หมายเลข 1) และดึงคัทเอาท์ลง (หมายเลข 2)

การตั้งค่าระบบภายใต้สภาวะแก๊ส มีแก๊สที่ให้บริการ ได้แก่ H_2, N_2, Ar, He, O_2, CO_2 และแก๊สติดไฟ ควบคุมอัตราการไหลของแก๊สได้โดยผ่านกล่องควบคุมและโปรแกรมควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส เพื่อป้องกันเหตุอันตรายจากการทดลองภายใต้สภาวะบรรยากาศใดๆ สถานีทดลองได้ทำการติดตั้ง Sensor เพื่อตรวจสอบแก๊สรั่วไว้ที่บริเวณวางถังแก๊สและบริเวณที่ทำการทดลอง

<u>ขั้นตอนการทำงาน</u>

(1) เปิดสวิตซ์กล่องควบคุมการไหลของแก๊ส (หมายเลข 1)



คำอธิบายสวิตซ์การทำงานของกล่องควบคุมการไหลของแก๊ส

หมายเลข 1 สำหรับเปิด/ปิดการทำงานของกล่องควบคุมการไหลของแก๊ส

หมายเลข 2 สำหรับเปิด/ปิดการทำงานของแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจน

หมายเลข 3 สำหรับเปิด/ปิดการทำงานของแก๊สไนโตรเจน, ฮีเลียม และอาร์กอน

(2) เปิดโปรแกรม Mass Flow Controls จะปรากฏหน้าต่าง ดังรูป

คำอธิบายโปรแกรม Mass Flow Controls

C1 สำหรับกำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจน

C2 สำหรับกำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน, ฮีเลียม และอาร์กอน

Flow Range กำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊ส ในช่วง 0-100 ml/min

สำหรับแก๊สไฮโดรเจน ให้กำหนดค่า Flow Range ในช่วง 0-25 ml/min เท่านั้น

Select Autual Gases เลือกแก๊สที่ต้องการใช้ในการทดลองนั้นๆ

Input Range กำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊สที่ต้องการ

หลังจากกำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊สที่ต้องการแล้ว ค่า K.factor และ Output Voltage จะขึ้นอัตโนมัติ

(3) เมื่อกำหนดค่าอัตราการไหลของแก๊สที่ต้องการแล้ว click SET เพื่อให้โปรแกรมเริ่มทำงาน

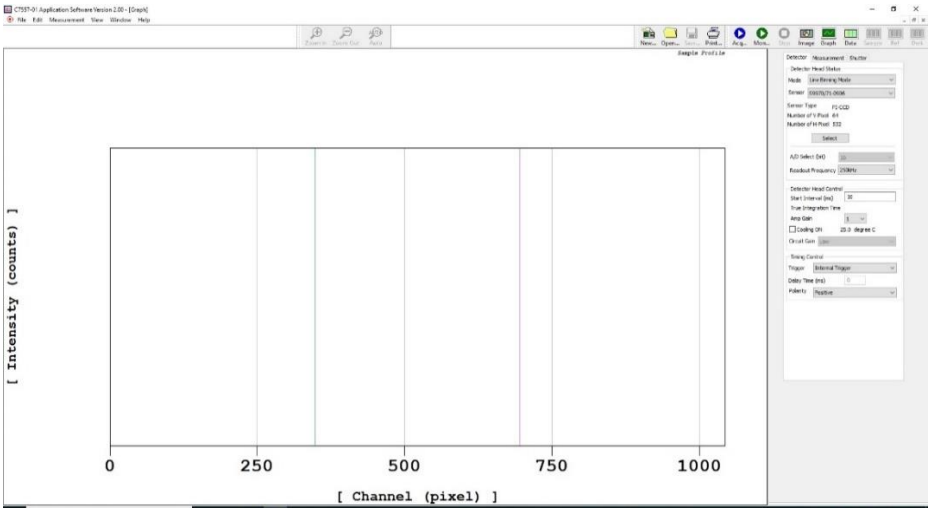
<u>การปิดระบบการทำงาน</u>

เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นแล้ว Click DISCONNECT จะมีหน้าต่าง Are you want to close GFC17 software? Click YES

สำหรับแก๊สมีเทน ควบคุมอัตราการไหลของแก๊สได้โดยวิธี Manual ที่ตัวเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊สโดยตรง โดยการกด ENT CURSOR จะกระพริบที่ตัวเลข เพิ่ม/ลดตัวเลขโดยกด ▲ เพื่อเพิ่มค่า ▼ เพื่อลดค่า เมื่อได้ค่าที่ต้องการแล้วกด ENT อีกครั้ง เป็นการเสร็จสิ้นการตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊ส

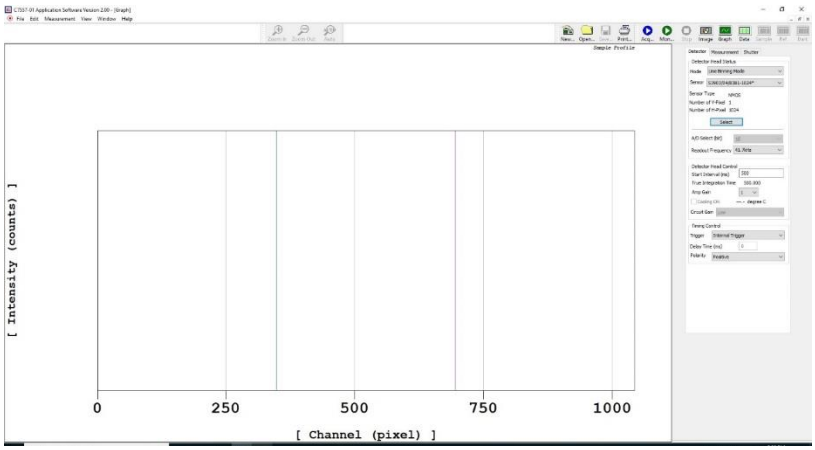
5. การบันทึกสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์

5.1 เปิดโปรแกรม C557-01APL ดังภาพ



5.2 บนหน้าต่าง Detector เลือก Detector Head Status เป็น s3903/04*8381-1024* > กด select > กด OK 5.3 > กำหนด data acquisition time เป็นมิลลิวินาทีที่ช่อง Start Interval (ms)

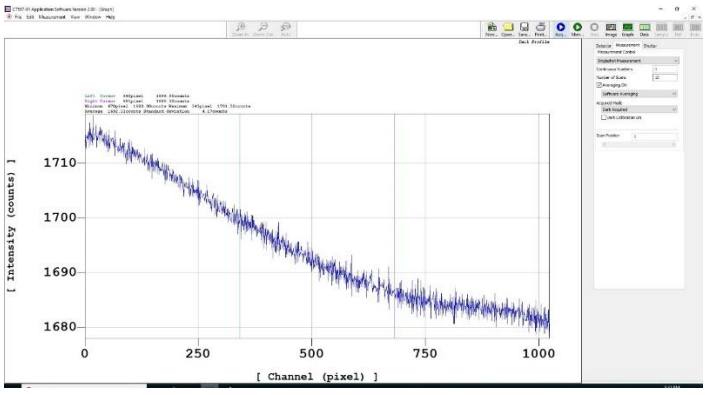
5.4 บนหน้าต่าง measurement เลือก measurement control เป็น Single shot measurement > ระบุสเปกตรัมที่ต้องการวัด (Number of) > คลิกเครื่องหมายหน้า averaging ON > และเลือก Software Averaging เพื่อให้เครื่องทำการเฉลี่ยสเปกตรัมให้เหลือเพียงสเปกตรัมเดียว ดังภาพ



5.5 ระบบการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่สถานีทดลอง TRXAS จะต้องแยกบันทึกสเปกตรัม I_0 และ I_1 โดย I0 เป็นการวัดแสงที่ไม่ผ่านตังอย่าง และ I1 เป็นการวัดแสงที่ผ่านตัวอย่าง โดนมีขั้นตอนดังนี้

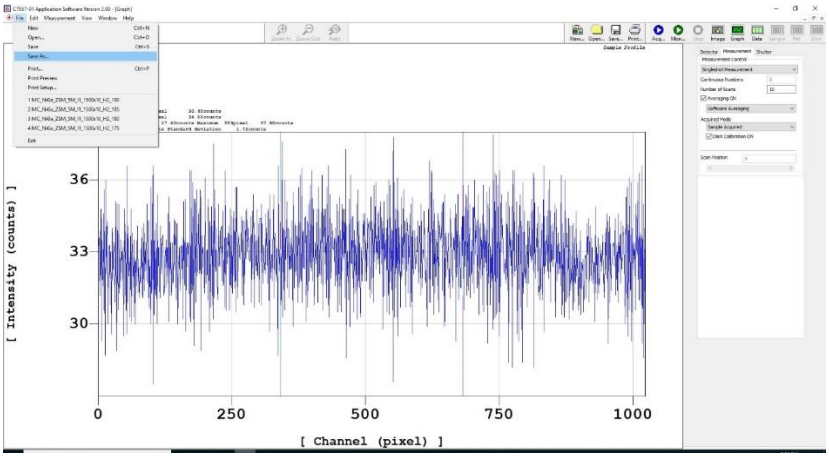
5.5.1 การวัดสเปกตรัม I_0

(1) ที่เมนู Acquired Mode เลือก Dark Acquired > กด Acq จะมีสเปกตรัมขึ้นทางขวามือ ดังรูป



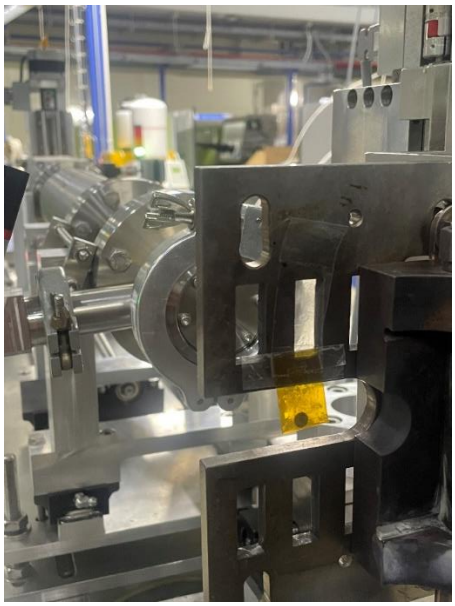
(2) เปิด MBS เพื่อลำเลียงรังสีเอกซ์มาที่สถานีทดลอง > ทำการวัด Sample Acquired > คลิก Dark Calibration ON > กด Acq.

(3) เมื่อวัดเสร็จแล้ว ปิด MBS > ทำการบันทึกสเปกตรัม I_0 โดยไปที่ File (1) > เลือก Save as > ใส่ชื่อไฟล์ > และเลือกชนิดของไฟล์เป็น .txt > กด save (4)



5.5.2 การวัดสเปกตรัม I_1

ติดตัวอย่างเข้ากับ Holder ดังรูปแล้วทำซ้ำขั้นตอนข้อ 5.2.1 การวัดตัวอย่างโดยยังไม่ใส่ตัวอย่างเข้าเซลล์ เพื่อทำการตรวจสอบว่าอัตราส่วนนั้นๆ ให้ค่า edge jump ที่เหมาะสมกับการทดลองหรือไม่



เมื่อได้สเปกตรัม I0 และ I1 แล้วก็จะเข้าสู่การประมวลผลต่อไป

บทที่ 5 การประมวลผลการทดลองด้วยเทคนิค TRXAS

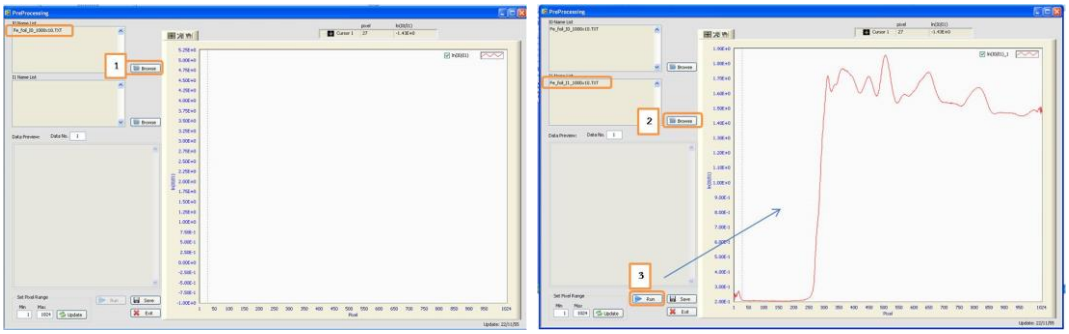
เทคนิค Time resolved X-ray Absorption Spectroscopy (TRXAS) สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน เป็นการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของธาตุ โดยใช้อุปกรณ์ประเภทเซ็นเซอร์รับภาพ (NMOS linear image sensor) ทำการบันทึกรังสีเอกซ์ที่เหลือจากการดูดกลืนทุกค่าพลังงานไปพร้อมๆกันทำให้สามารถร่นระยะเวลาที่ใช้ในการบันทึกสเปกตรัมต่อหนึ่งสเปกตรัมลงเหลือต่ำกว่า 100 มิลลิวินาที ดังนั้นสเปกตรัมที่ได้จาก TRXAS จึงจะประกอบด้วยสเปกตรัม I_0 คือการวัดแสงที่ไม่มีตัวอย่าง และ I_1 คือการวัดแสงที่มีตัวอย่าง เพื่อนำมาหาการดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่เป็นสัดส่วนของ $\ln(I_0/I_1)$ และขณะเดียวกันสเปกตรัมที่ได้จะเป็น pixel จึงต้องมีการแปลงค่าเป็นค่าพลังงานที่แท้จริง ดังนั้นหัวข้อนี้จะอธิบายรายละเอียดการประมวลผลข้อมูลที่ได้จากเทคนิค TRXAS โดยแบ่งออกเป็นสองส่วนซึ่งประกอบด้วยการเตรียมข้อมูลด้วยโปรแกรม Preprocessing data โดยเป็นการแปลงไฟล์ดิบให้สามารถเปิดด้วย Athena ได้ และ การประมวลผลข้อมูลด้วยโปรแกรม Athena โดยเป็นการแปลง pixel เป็น energy ดังนั้นสเปกตรัมที่ได้จะพร้อมที่จะถูกนำไปวิเคราะห์ในด้านต่างๆต่อๆไป

1. การเตรียมข้อมูลด้วยโปรแกรม Preprocessing data

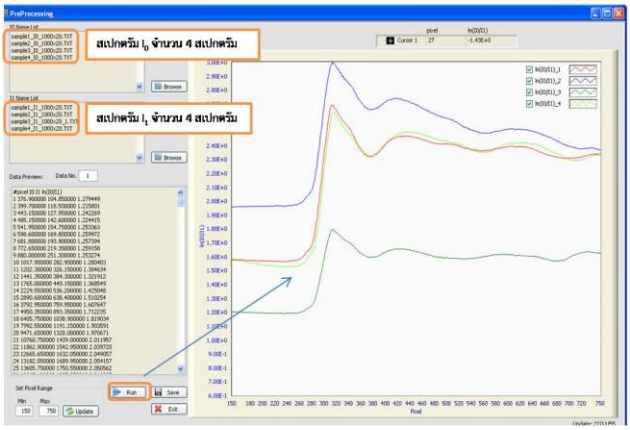
สเปกตรัมที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค Time resolved X-ray Absorption Spectroscopy (TRXAS) จะประกอบด้วย ไฟล์ I_0 และ I_1 แยกกันจึงทำให้ไม่สามารถเปิดดูข้อมูลด้วยโปรแกรม Athena ได้โดยตรง ดังนั้นจำเป็นต้องมีการเตรียมข้อมูล ด้วยโปรแกรม preprocessing data ก่อน โดยมีขั้นตอนดังนี้

1.1 เปิดโปรแกรม preprocessing data

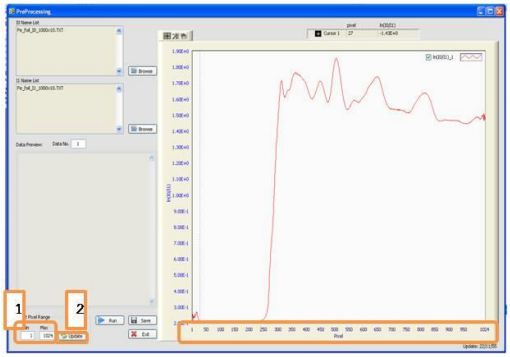
1.2 ทำการโหลดสเปกตรัม I_0 และ I_1 โดยกด Browse (1) จะได้ I_0 จะปรากฏทางซ้ายมือ และ Browse (2) จะได้ I_1 จะปรากฏทางซ้ายมือ และกด run (3) จะได้สเปกตรัมทางขวามือ ดังภาพ

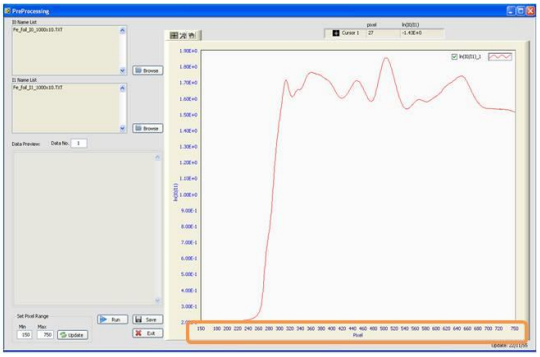


ในกรณีที่ต้องการโหลดหลายสเปกตรัมพร้อมกันต้องทำการโหลดจำนวน I_0 และ I_1 เท่าๆกันจึงจะสามารถปิดได้ ดังภาพ

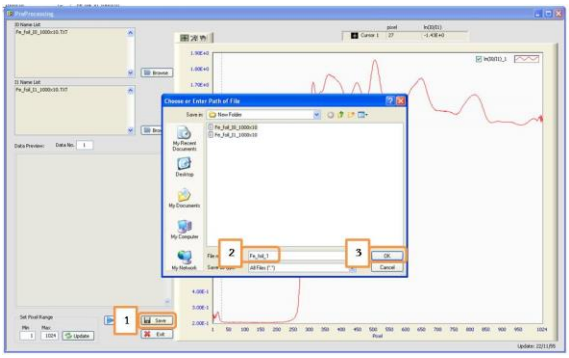


1.3 สามารถเลือกช่วงที่สเปกตรัมที่ต้องการได้โดยพิมพ์ค่า Min และ Max (1) และกด update (2) จะได้สเปกตรัมเฉพาะช่วงที่ต้องการออกมาทางขวามือดังภาพ



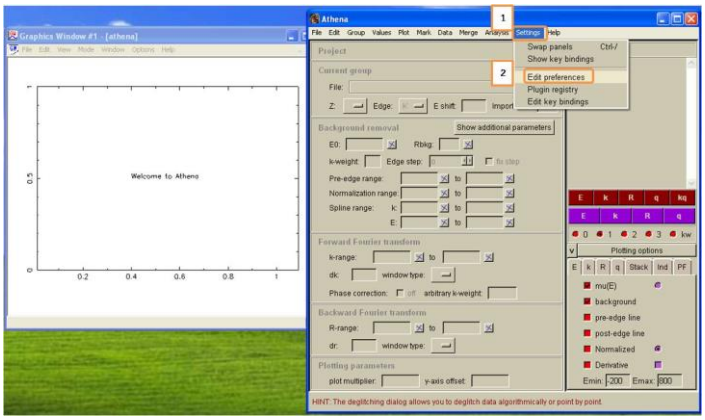


1.4 ทำการ save ข้อมูล โดยกด save (1) จะมีหน้าต่างเปิดขึ้นมาให้พิมพ์ชื่อไฟล์ที่ต้องการบันทึก (2) แล้วกด OK (3) สเปกตรัมที่ได้ก็จะพร้อมที่จะนำเข้าโปรแกรม Athena

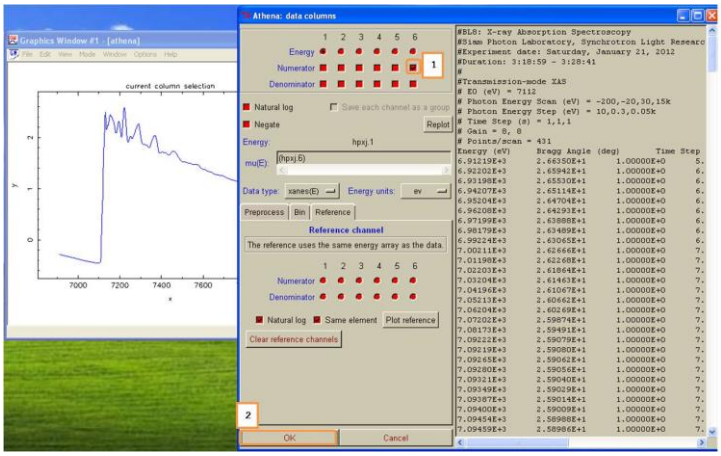


2 การประมวลผลข้อมูลด้วยโปรแกรม Athena

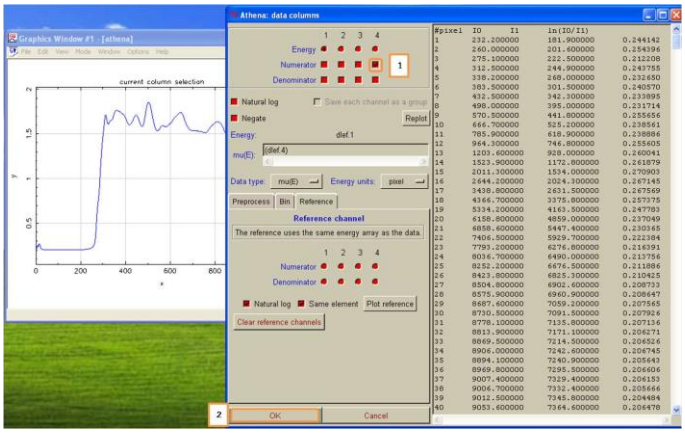
2.1 เปิดโปรแกรม Athena > ทำการตั้งค่าโปรแกรม Athena เพื่อรองรับข้อมูลจาก Preprocessing โดยไปที่ Setting (1) เลือก Edit preference (2) คลิกที่ pixel และ do_pixel_check (3) จากนั้นคลิกหน้า Value (4) แล้วทำการบันทึกโดยคลิกที่ save change for future sessions (5) และกลับสู่หน้าต่างหลักโดยคลิกที่ Return to the main windows (6) ดังภาพ



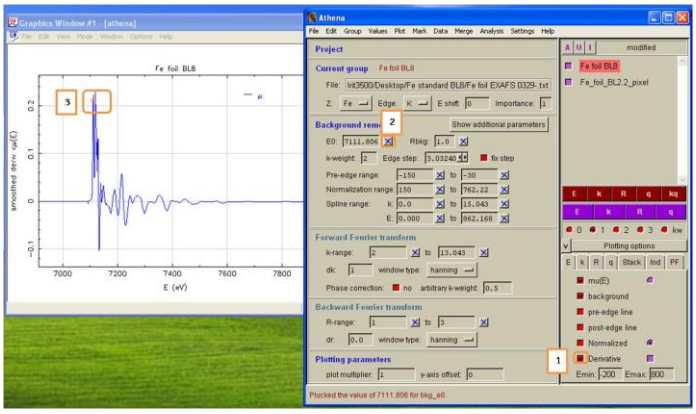
2.2 เปลี่ยน pixel ไปเป็น energy (eV) ได้โดยการเปรียบเทียบจากสเปกตรัมที่ได้จาก conventional XAS measurement โดยทำการโหลดสเปกตรัมมาตรฐาน เช่น Fe foil แล้วคลิก numerator ในคอลัมน์ที่ 6 (1) ดังภาพ แล้วคลิก OK (2)

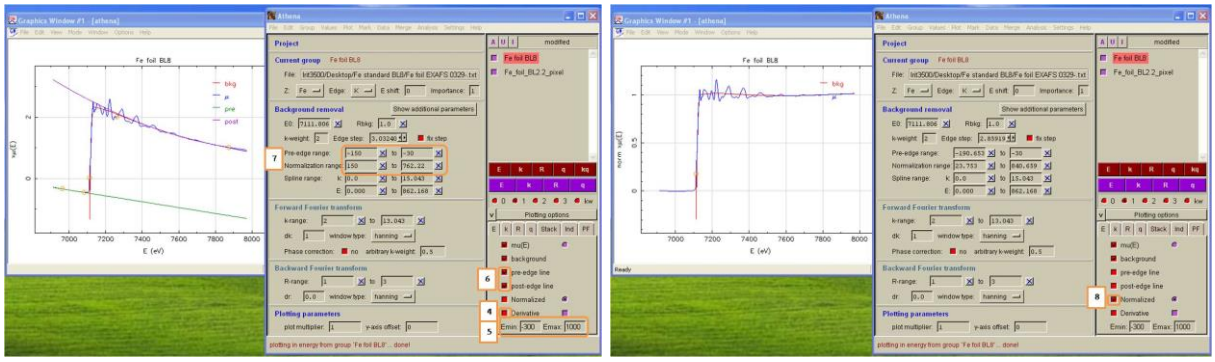


2.3 โหลดสเปกตรัมที่ได้มาจากการทดลองด้วยเทคนิค TRXAS ซึ่งผ่านการคำนวณด้วยโปรแกรม preprocessing แล้วคลิก numerator ที่ 4 (1) ดังภาพ แล้วคลิก OK (2)

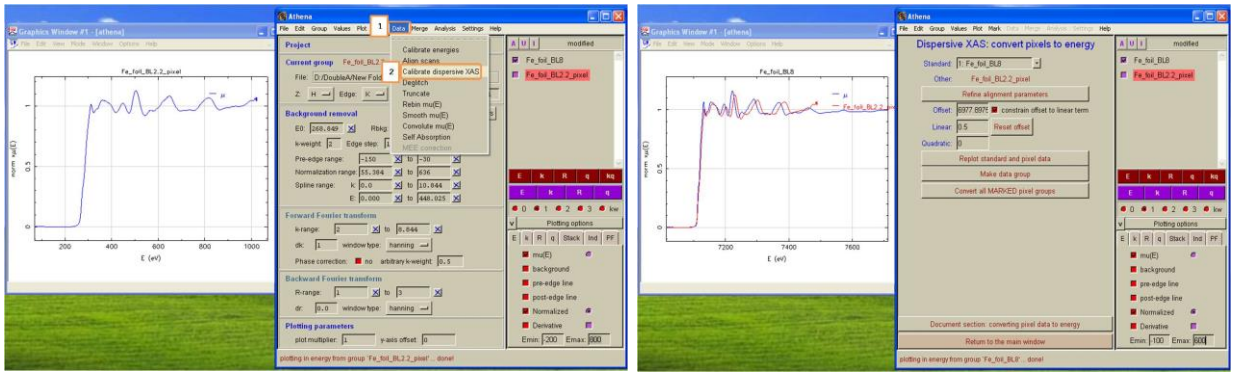


2.4 ทำการปรับค่า E_0 โดยคลิกหน้า Derivative (1) สเปกตรัมซ้ายมือจะเปลี่ยนเป็นกราฟอนุพันธ์ลำดับที่หนึ่ง และคลิกเครื่องหมาย X (2) หลัง E0 แล้วไปคลิกที่ค่าที่สูงที่สุดในภาพ (3) ค่า E0 จะเปลี่ยนเป็นค่าที่เลือกไว้ หลังจากนั้นคลิกเครื่องหมายหน้า Derivative (4) ออกเพื่อเปลี่ยนให้เป็นสเปกตรัมปกติ ปรับค่า E_{min} และ E_{max} (5) ให้คลอบคลุมสเปกตรัม คลิกหน้า pre-edge line และ post-edge line (6) จะเห็นได้ว่ามีเส้น pre และ post ขึ้นที่กราฟทางซ้ายมือ ทำการปรับเส้นของ pre ได้โดยการปรับ Pre-edge range และปรับเส้น post ได้จาก Normalization range (7) พยายามปรับให้เส้น pre และ post ให้คลอบคลุมทั้งสเปกตรัมโดยสามารถดูสเปกตรัมที่ปรับค่าได้เมื่อคลิกที่ Normalized (8) ดังภาพ กระบวนการนี้เรียกว่า Normalization ทำการปรับค่า E0 และ normalization สเปกตรัมที่ได้จาก conventional XAS และ TRXAS

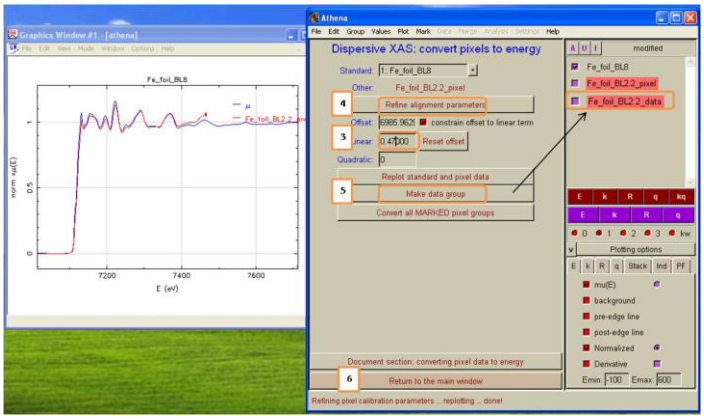




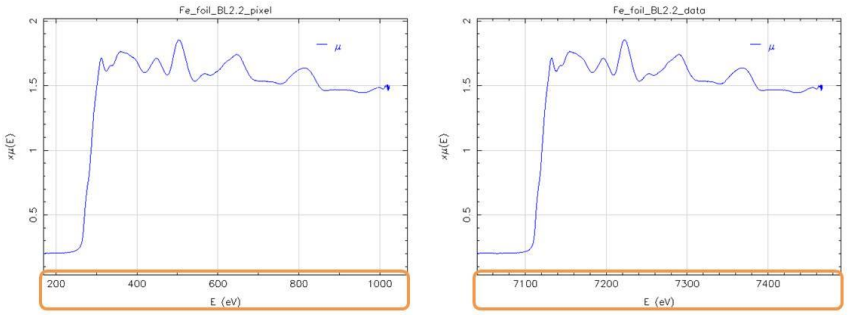
2.5 นำสเปกตรัมที่ได้จาก TRXAS เปรียบเทียบกับ BL8 โดยคลิกที่ Data (1) เลือก Calibrate dispersive XAS (2) จะได้ตามภาพด้านล่างซึ่งจะเห็นว่าสเปกตรัมไม่ซ้อนทับกัน



ดังนั้นจึงต้องมีการปรับค่า linear (3) แล้วคลิก refine alignment parameter (4) ทำ (3) และ (4) ซ้ำๆจนกระทั้งได้สเปกตรัมที่ซ้อนทับกัน แล้วคลิก Make data group (5) จะได้สเปกตรัมใหม่ขึ้นมาทางขวามือ ในกรณีที่มีหลายสเปกตรัมสามารถทำได้โดยปรับค่าทั้งหมดได้ โดยคลิกที่ Convert all MARKED pixel groups เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนกานคลิก Return to main window (6)

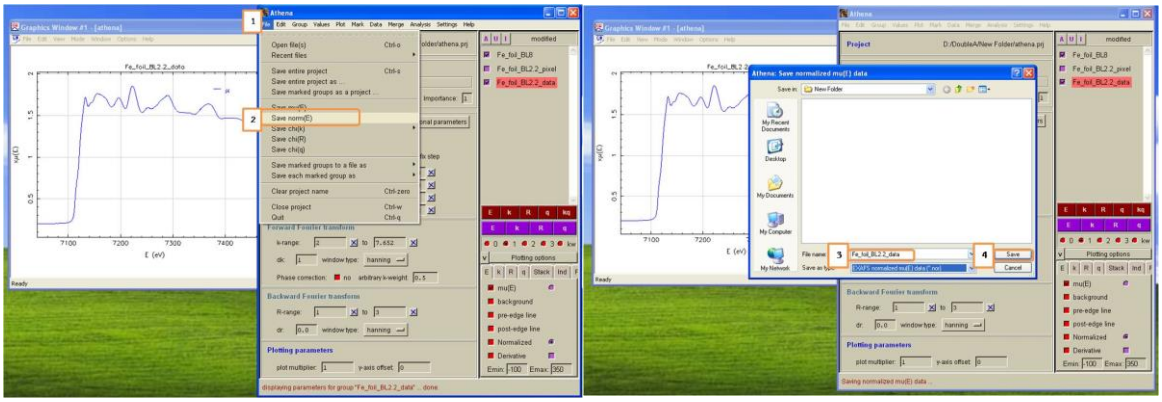


เมื่อปรับเสร็จเรียบร้อยจะเห็นได้ว่าแกน X ของสเปกตรัมเดิมเป็น pixel เป็นค่า energy ที่ถูกต้อง



ก่อนปรับ หลังปรับ

2.6 ทำการ export ข้อมูลเพื่อนำไปเปิดใช้กับโปรแกรมอื่นๆเช่น origin, excel, ... โดยไปที่ File (1) เลือก Save norm (2) จะมีอีกหน้าต่างเปิดขึ้นมาทำการพิมพ์ชื่อไฟล์ที่ต้องการจะบันทึก (3) และ save (4) เท่านี้ไฟล์ก็พร้อมที่จะเปิดจากโปรแกรมต่างๆได้


1
2
3
4
Save norm(E)
Athena: Save normalized mu(E) data

เอกสารอ้างอิง

[1] Klysubun, W. et.al. (2009), เทคนิคการทดลอง X-ray Absorption Spectroscopy ณ ห้องปฏิบัติการแสงสยาม, สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)

[2] http://www.rsc.org/ej/JM/2006/b515565g/b515565g-f2.gif

[3] Kidkhunthod, P. (2012), The Structure of Rare-earth Gallate and Aluminate glasses determined by Neutron and X-ray diffraction and Spectroscopy, Ph.D. thesis, University of Bristol

[4] Dartyge, E., Depautex, C., Dubuisson, J. M., Fontaine, A., Jucha, A., Leboucher, P. & Tourillon, G. (1986). Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A, 246, 452-460.

[5] Couves, J. W., Thomas, J. M., Catlow, C. R. A., Greaves, G. N., Baker, G. & Dent, A. J. (1990). J. Phys. Chem. 94, 6517-6519.

[6] Meneses, C. T., Flores, W. H., Sotero, A. P., Tamura, E., Garcia, F. & Sasaki, J. M. (2006). J. Synchrotron Rad. 13, 468-470.

[7] Y. Poo-arporn, P. Chirawatkul, W. Saengsui, S. Chotiwan, S. Kityakarn, S. Klinkhieo, J. Hormes and P. Songsiriritthigul, Journal of Synchrotron Radiation 19 (2012), P. 937-943.