



สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)  
Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)  
แบบลงทะเบียนเอกสารความรู้ (knowledge documents)

ประเภทเอกสาร

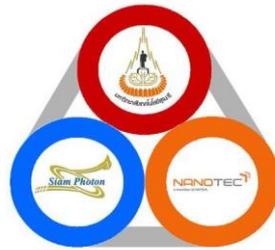
- TR: รายงานเชิงเทคนิค (TECHNICAL REPORT)  
 TN: รายงานเชิงเทคนิค (ฉบับย่อ) (TECHNICAL NOTE)  
 MN: คู่มือการดำเนินงาน (Operation Manual) / คู่มือการใช้งาน (Instruction Manual) /  
แผนปฏิบัติการ (Operation Plan)

หมายเลขเอกสาร(For QDS) KM Document No.	SLRI-MN-2024-050
ชื่อเรื่อง Title	คู่มือสถานีทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2
ชื่อฝ่าย Department	ฝ่ายระบบลำเลียงแสง
วันที่เผยแพร่ Release date	29 สิงหาคม 2567
ระดับการเปิดเผยข้อมูล Level of Disclosure	<input type="checkbox"/> ข้อมูลในรายงานเป็นความลับ (Undisclosed)
	<input type="checkbox"/> เปิดเผยข้อมูลเฉพาะภายในฝ่ายหรือส่วนงาน (Information can be disclosed within department/section)
	<input type="checkbox"/> เปิดเผยข้อมูลได้สำหรับพนักงานของสถาบันฯ และอนุญาตให้บันทึกข้อมูลเข้าเป็นส่วน หนึ่งของระบบ Knowledge Management ภายในสถาบันฯ (Information can be disclosed for SLRI staffs and can be part of SLRI's Knowledge Management System)
	<input checked="" type="checkbox"/> เปิดเผยข้อมูลได้เพื่อเป็นองค์ความรู้สาธารณะ เช่นเว็บไซต์ของสถาบันฯ (Information is available for public)
คำสำคัญ Keyword	Synchrotron, XAS, linear drive

รายชื่อผู้จัดทำรายงานหรือผู้ดำเนินโครงการ (Name)	ส่วนร่วมในการปฏิบัติงานในโครงการ Responsible tasks in the project
นายสมบุญทรัพย์ รอดพร	ปรับปรุงและแก้ไข
ดร.วันวิสา ลิ้มพิรัตน์	ควบคุม แก้ไข และตรวจรายงาน

คู่มือสถานีทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2  
X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) Station Manual

BL5.2 SUT-NANOTEC-SLRI XAS beamline  
สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)



คู่มือสถานีทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์

XAS Station Manual

สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)  
กระทรวงการอุดมศึกษา วิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม (อว.)

<http://www.slri.or.th>

Tel: +66-44-217-040

Fax: +66-44-217-047

## กิตติกรรมประกาศ

คู่มือสถานีทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 สำเร็จลุล่วงไปได้ ผู้เขียนขอขอบพระคุณความร่วมมือจากสามหน่วยงาน มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี – ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ – สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (มทส.- นาโนเทค-สช.) สำหรับการร่วมสร้างระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 และแหล่งข้อมูลวิชาการต่างๆทั้งในและต่างประเทศ นอกจากนี้ ผู้เขียนขอขอบคุณที่มนักวิทยาศาสตร์และวิศวกรของสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนที่ร่วมช่วยออกแบบและสร้างระบบลำเลียงแสงจนแล้วเสร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ผู้เขียนขอขอบคุณ ศ.ดร.ชูกิจ ลิมปิจำนงค์ ดร. สาโรช รุจิรวรรค์ รศ.ดร. รัตติกร ยี่มนิรัฐ ดร. วันทนา คล้ายสุบรรณ และทีมงานวิศวกรออกแบบ ติดตั้ง ที่ให้คำปรึกษา ให้ความรู้ และเป็นแบบอย่างเบื้องต้นจุดประกายให้ผู้เขียนสามารถเขียนหนังสือเล่มนี้ ขอขอบพระคุณ ดร. ชนาภา คงมาก และ ดร. ชมัญชุ์ สงศิริฤทธิกุล สำหรับการ Commissioning beamline และ beamline operation

ผู้เขียนขอขอบคุณ นายสมบูรณ์ทรัพย์ รอดพร นางสาวสมพิน มหาโคตร และนายเดชมงคล แก้วสุวรรณ นักวิจัยผู้ช่วย นายภาณุพงศ์ ภัคตะภา นางสาวสุนทรี ทองแสง นางสาวจินตหรา บัดขาสี นายชินวัฒน์ เอกวงษา นักศึกษาช่วยงาน ในการทำงานและอุทิศตนเพื่อระบบลำเลียงแสงมาโดยตลอด นอกจากนี้ ขอขอบคุณบุคคลอื่นๆที่เกี่ยวข้อง ที่มีส่วนในการสร้างและพัฒนาระบบลำเลียงแสงเพื่อประโยชน์ในงานวิจัย

อนึ่ง ผู้เขียนหวังว่า หนังสือเล่มนี้จะมีประโยชน์อยู่ไม่น้อย จึงขอมอบส่วนดีทั้งหมดนี้ ให้แก่บุคคลที่กล่าวมาข้างต้น ที่ได้ประสิทธิประสาทวิชาการรวมถึงประสบการณ์ต่างๆจนทำให้หนังสือเล่มนี้มีประโยชน์ต่อผู้ที่เกี่ยวข้องและผู้สนใจ ข้อผิดพลาดของหนังสือเล่มนี้ ผู้เขียนขอน้อมรับไว้แต่เพียงผู้เดียว ซึ่งผู้เขียนจะได้ทำการแก้ไขและปรับปรุงเนื้อหาให้เหมาะสมยิ่งขึ้นในโอกาสต่อไป

พินิจ กิจขุนทด

## คำนำ

เอกสารฉบับนี้จัดทำขึ้นโดยมีวัตถุประสงค์เพื่อประกอบความเข้าใจในการใช้งานระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 ซึ่งจัดสร้างภายใต้โครงการจัดตั้งสถานร่วมวิจัยระหว่าง มทส.-นาโนเทค-สช.(SUT-NANOTEC-SLRI) เพื่อการใช้แสงซินโครตรอนซึ่งเป็นสถานีทดลองเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy หรือ XAS) ณ สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน เนื้อหาประกอบด้วยข้อมูลทางเทคนิคของระบบลำเลียงแสงและสถานีทดลอง โดยคร่าวๆ ถึงการเตรียมระบบ และขั้นตอนการวัดสเปกตรัมแหล่งข้อมูลที่สำคัญบางส่วนได้ให้ไว้ในตอนท้ายของเอกสารฉบับนี้

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์สามารถวิเคราะห์สถานะทางเคมีและโครงสร้างอะตอมโดยรอบของธาตุที่สนใจศึกษาได้หลายชนิด คู่มือเล่มนี้จะให้ประโยชน์ข้อมูลพื้นฐานโดยทั่วไป เพื่อช่วยในการวางแผนการทดลองให้การใช้แสงมีประโยชน์กับผู้ใช้งานมากที่สุด

คณะผู้จัดทำ

พฤษภาคม 2564

## สารบัญ

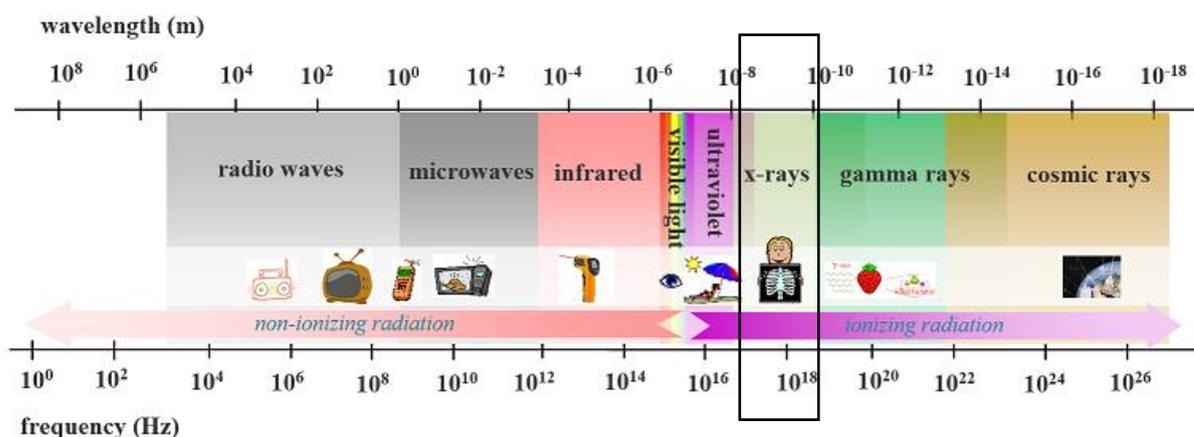
	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
คำนำ	ข
สารบัญ	ค
บทที่ 1 เทคนิค X-ray absorption spectroscopy.....	1
1.1 เอกซเรย์และสสาร (X-ray with matter) .....	1
1.2 ทฤษฎีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Theory of X-ray Absorption Spectroscopy) .....	2
1.3 ทฤษฎีของ XANES (Theory of X-ray Absorption Near Edge Structure) .....	4
1.4 ทฤษฎี EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure).....	6
บทที่ 2 ระบบลำแสงรังสีเอกซ์ สถานีทดลองที่ 5.2.....	9
2.2 การเตรียมระบบสำหรับวัดสสารตัวอย่าง .....	13
2.2.1 ตรวจสอบอุปกรณ์และระบบ .....	13
2.2.2 ตรวจสอบตำแหน่งแสงก่อนเข้าโมโนโครเมเตอร์ .....	13
2.2.3 การเตรียมระบบแก๊สของ Ionization Chamber และเทคนิคการแตกตัวของแก๊ส .....	15
2.2.4 คัดเลือกค่าพลังงานสำหรับธาตุที่ต้องการวัด .....	22
2.2.5 การปรับค่ากระแส (Maximize $I_0$ current) .....	22
2.2.6 การตรวจตำแหน่งแสงหลังผ่านการคัดเลือกพลังงาน (Burn Paper).....	26
2.2.7 การทำ Energy calibration ที่ค่าพลังงานสำหรับการทดลอง.....	27
2.3 การเตรียมตัวอย่าง.....	32
2.3.1 ผง (powder).....	32
2.3.2 ของเหลว (liquid).....	33
2.4 การใช้งานตู้ควบคุมการจ่ายแก๊ส.....	33
2.4.1 ส่วนตู้เก็บแก๊ส เป็นส่วนที่มีไว้สำหรับเก็บถังแก๊สชนิดต่างๆ เพื่อความปลอดภัย โดยจะประกอบด้วย 2 ตู้เก็บ.....	34
2.4.2 ส่วนระบบควบคุมการจ่ายแก๊ส.....	35
2.4.3 ตู้ควบคุมการไหล (Mass flow) .....	36
2.4.4 ระบบดูดควัน.....	37
2.4.5 ตู้ควบคุมพัดลมดูดอากาศและระบบควบคุมการจ่ายแก๊ส $H_2$ .....	38
2.4.6 ตู้คอนโทรลตู้ควบคุมการเปิด/ปิด พัดลมดูดควัน.....	38
2.4.7 ตู้ PLC ควบคุมการจ่ายและตรวจสอบการรั่วไหล $H_2$ .....	39
2.4.8 ชุดควบคุมการไหลของแก๊ส (Mass Flow Control).....	39

2.5	ขั้นตอนการดำเนินการ flow gas ข้อนำก่อนเริ่มการใช้งาน.....	40
2.5.1	ระบบการจ่ายแก๊ส H <sub>2</sub> .....	40
2.5.2	ระบบการจ่ายแก๊สเฉื่อย.....	41
2.5.3	สัญญาณและการแจ้งเตือน.....	42
2.6	การใช้งาน In-situ heating cell TM mode.....	43
2.6.1	ส่วนประกอบ In-situ cell.....	43
2.6.2	ขั้นตอนการตั้งค่าต่างๆในตัวควบคุม ( Operating Flow ).....	44
2.6.3	ตัวอย่างการ SET UP ในอุณหภูมิต่ำ.....	45
2.7	การใช้งานเครื่องมือวัดอิเล็กตรอน Total Electron Yield.....	51
2.7.1	หลักการที่เกี่ยวข้อง.....	51
2.7.2	ขั้นตอนการดำเนินงาน (Methods).....	53
2.7.3	ขั้นตอนการประกอบ.....	56
บทที่ 3	การวิเคราะห์ผล XAS เบื้องต้น.....	63
3.1	โครงสร้างไฟล์ข้อมูล.....	63
3.2	การวิเคราะห์ผลด้วยโปรแกรม Athena.....	65
3.2.1	Normalization data of XANES.....	65
3.2.2	Normalization data of EXAFS.....	71
3.3	การวิเคราะห์ผลด้วยโปรแกรม Artemis.....	72
ภาคผนวก ก	ตารางแสดง Absorption edge.....	60
ภาคผนวก ค	แผนภูมิสรุปกระบวนการใช้และวิเคราะห์ผลเทคนิค XAS.....	70
ภาคผนวก ง	ทีมงานผู้รับผิดชอบ ณ สถานีทดลองที่ 5.2 XAS.....	71
	เอกสารอ้างอิง.....	72

## บทที่ 1 เทคนิค X-ray absorption spectroscopy

### 1.1 เอกซเรย์และสสาร (X-ray with matter)

รังสีเอกซ์ค้นพบครั้งแรกโดยนักฟิสิกส์ชาวเยอรมันชื่อ วิลเฮม คอนราด เรินท์เกน (Wilhem Conrad Roentgen) ในปี ค.ศ. 1895 ณ มหาวิทยาลัยวูซบูร์ก (Wurzburg University) ค้นพบขณะทำการทดลองการดูดกลืนพลังงานของรังสีแคโทด (Absorption of cathode rays) เรินท์เกนได้เห็นว่าภายในหลอดสุญญากาศได้ผลิตรังสีชนิดหนึ่งออกมา เรียกว่า รังสีเอกซ์ (X-rays) ซึ่งทำให้กระดาษที่ถูกฉาบด้วยสาร Barium Platinocyanide เกิดการเรืองแสง

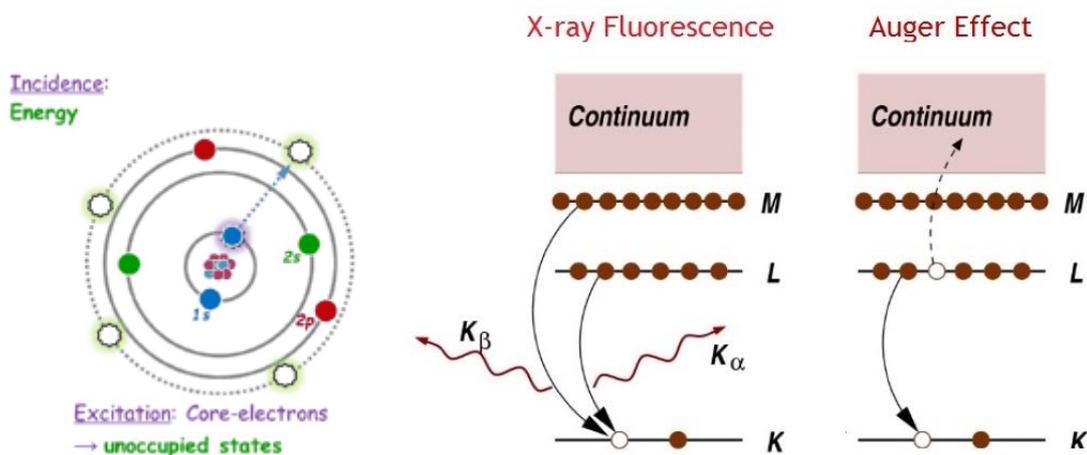


รูปที่ 1-1 คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านพลังงานต่างๆ เรียงลำดับความยาวคลื่นมากไปน้อย ในรูปเปรียบเทียบความยาวคลื่นของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดต่างๆกับขนาดวัตถุที่ใกล้เคียงกัน

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่งอยู่ระหว่างรังสีแกมมา (Gamma rays) และรังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet rays) ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า แสดงคุณสมบัติเป็นทั้งคลื่นและอนุภาค ซึ่งมีช่วงความยาวคลื่นที่สั้นมากตั้งแต่ 0.1 ถึง 10  $\Rightarrow$  ตรงกับขนาดอะตอมและโมเลกุลดังแสดงในรูปที่ 1-1 โดยรังสีเอกซ์ประกอบด้วยอนุภาคพื้นฐานที่เรียกว่าโฟตอน (photon) พลังงานโฟตอน ( $E$ ) สอดคล้องกับความยาวคลื่น ( $\lambda_{ph}$ ) ของรังสีเอกซ์ตามสมการที่ 1 โดยคุณสมบัติของรังสีเอกซ์คล้ายคลึงกับแสงสว่างธรรมดาเป็นส่วนใหญ่ แต่มีสมบัติพิเศษคือ มีอำนาจทะลุทะลวงผ่านวัตถุต่างๆได้มากบ้าง น้อยบ้าง ขึ้นอยู่กับความหนา และน้ำหนักอะตอมของวัตถุตัวกลาง นอกจากนี้ยังทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทั้งทางเคมี ทางชีวะ และอื่นๆอีกด้วย

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda_{ph}} \quad (1)$$

วัตถุส่วนมากสามารถดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ โดยมีผลตอบสนองที่แตกต่างกันบางวัตถุทำให้เกิดการสะท้อน การหักเห และการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้น ล้วนแล้วแต่เป็นผลมาจากอันตรกิริยาระหว่างโฟตอนกับอะตอมในวัตถุ สามารถแบ่งออกได้ 2 ชนิดคือ



รูปที่ 1-2 (ก) กลไกการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น (ข) กลไกการเกิดการเรืองแสงในย่านรังสีเอกซ์ (ค) กระบวนการเกิดการแผ่รังสีออเจอร์

อันตรกิริยาแบบกระเจิง (Scattering) แบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ

1. การกระเจิงแบบยืดหยุ่น (Elastic scattering) เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ก่อนเข้าและหลังกระเจิงจะเท่ากัน ประหนึ่งว่าอะตอมของสารไม่ได้ดูดซับพลังงานจากรังสีเอกซ์เข้าไป จึงไม่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของอิเล็กตรอนภายในอะตอม แต่ทำให้เกิดการสั่นสะเทือนของอิเล็กตรอน แล้วปลดปล่อยพลังงานที่มีความยาวคลื่นเท่ากันออกมาเรียกว่า X-ray scattered wave ทำให้เกิดคลื่นที่แทรกสอดกันทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก (X-rays diffraction)

2. การกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) เป็นการที่รังสีเอกซ์เกิดการสูญเสียพลังงานเมื่อผ่านวัตถุตัวกลาง นั่นคือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ก่อนและหลังกระเจิงไม่เท่ากัน โดยมีขนาดมากขึ้นหลังจากกระเจิง และเพิ่มตามขนาดของมุมกระเจิง

## 1.2 ทฤษฎีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Theory of X-ray Absorption Spectroscopy)

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy; XAS) เป็นเทคนิคที่ได้รับการยอมรับในวงการวิจัยทางแสงซินโครตรอนว่ามีความสำคัญอย่างยิ่งต่องานเคมีสังเคราะห์ในระดับอะตอม และเป็นเครื่องมือวิจัยถูกนำไปใช้ในหลายสาขาวิชา เช่น วัสดุศาสตร์ ชีววิทยา และวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม เทคนิค XAS อาศัยการศึกษาข้อมูลในสเปกตรัมที่เรียกว่า X-ray Absorption Fine Structure (XAFS) สามารถวัดได้จากการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของวัสดุหรือสารตัวอย่าง ถึงแม้ว่า XAFS จะตรวจสอบโครงสร้างรอบอะตอมได้ในระยะสั้น แต่ก็มีความไวสูงต่อสภาพแวดล้อมของอะตอมในระบบ เทคนิค XAS สามารถตรวจสอบรูปแบบเคมีของอะตอม (Chemical form) สถานะออกซิเดชัน (Oxidation state) และจำนวนอะตอมในบริเวณใกล้เคียง Neighboring (Coordination number) ได้

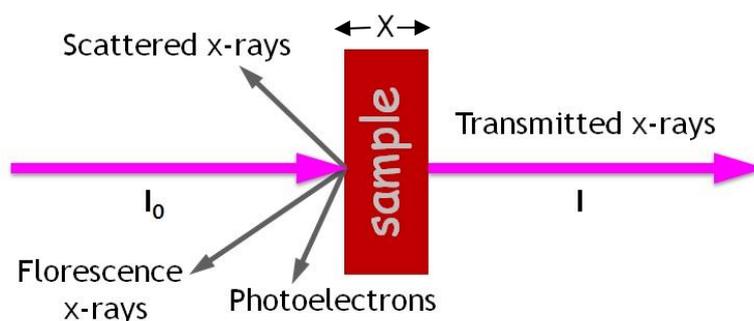
อย่างถูกต้อง นอกจากนี้ยังเป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายและสามารถตรวจสอบกับสารตัวอย่างในสภาพธรรมชาติได้

XAS เป็นเทคนิคการวิเคราะห์การดูดกลืนพลังงานแสงในย่านรังสีเอกซ์ โดยอาศัยการกระตุ้นอะตอมด้วยรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นเหมาะสมในตัวอย่าง เมื่ออะตอมของสารถูกกระตุ้น คลื่นพลังงานของสนามแม่เหล็กไฟฟ้าจะเกิดการแกว่งและเกิดปฏิกิริยากับพันธะของอิเล็กตรอนภายในอะตอม ส่งผลให้อิเล็กตรอนได้รับพลังงานกระตุ้น และย้ายตำแหน่งพร้อมๆกับการปลดปล่อยพลังงานในรูปแบบแสงออกมา

การวัดค่าการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง ซึ่งสามารถวัดได้จากความเข้มแสงที่ลดลงหลังจากการเดินทางของรังสีเอกซ์ผ่านตัวอย่าง โดยใช้เครื่องตรวจวัดความเข้มรังสีเอกซ์ (Ionization chamber) ความเข้มของรังสีเอกซ์ก่อน ( $I_0$ ) และหลังการดูดกลืน ( $I$ ) ซึ่งเป็นไปตามสมการ

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2)$$

โดยที่ตัวแปร  $\mu$  และ  $x$  คือสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์แบบเชิงเส้น (Linear absorption coefficient) ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของอะตอมที่ต้องการศึกษา และความหนาของตัวอย่าง



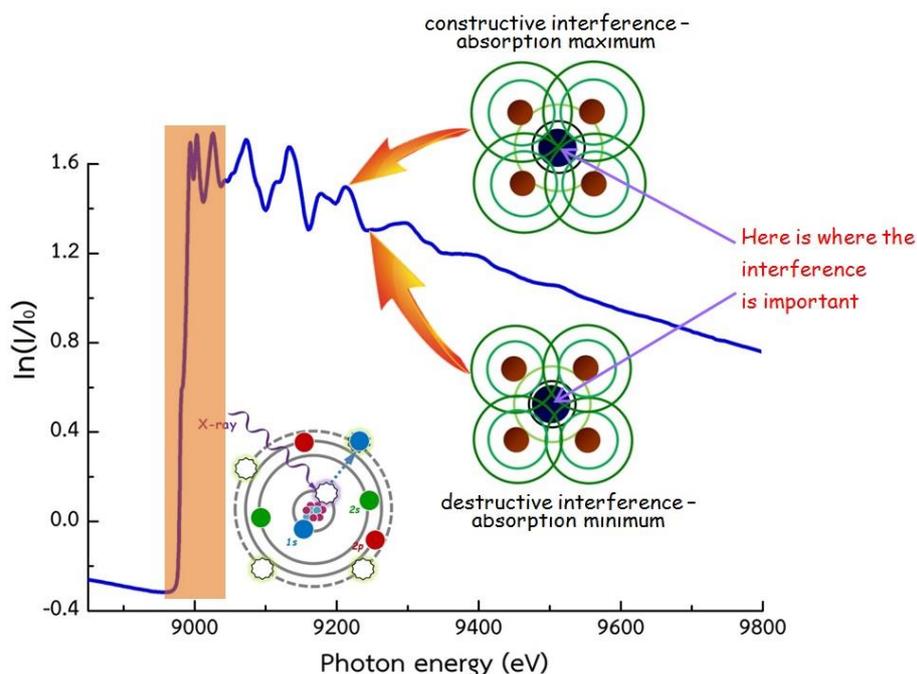
รูปที่ 1-3 กระบวนการเกิดการดูดกลืนพลังงานรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง เมื่อผ่านเครื่องโมโนโครมิเตอร์ เพื่อคัดกรองความถี่

เมื่ออิเล็กตรอนถูกพลังงานกระตุ้นที่มีค่าสูงมากพอจนทำให้อิเล็กตรอนหลุดจากอะตอม จนเกิด Photoelectron ทำให้เกิดโครงสร้างในสเปกตรัมการดูดกลืนพลังงานรังสีเอกซ์ ทำให้สามารถวิเคราะห์ข้อมูลและรายละเอียดของอะตอมได้ โดยที่พลังงานไอออไนเซชัน (Ionization energy:  $E_0$ ) มีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานพันธะ (Binding energy) ของอิเล็กตรอนในชั้น K, L, M.. ดังรูปที่ 1-2

สเปกตรัม XAS ประกอบด้วยโครงสร้างหลัก 2 ชนิด แสดงดังรูป 4 คือ

1. XANES (X-ray Absorption Near Edge Structure) พบสเปกตรัม XAS ตั้งแต่บริเวณขอบการดูดกลืนรังสีของอะตอมจนกระทั่งถึงบริเวณช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 50 eVเหนือขอบการดูดกลืนรังสีเอกซ์

2. EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) พบสเปกตรัม XAS ตั้งแต่บริเวณต่อจาก XANES เหนือขอบการดูดกลืนรังสีเอกซ์ จนถึงบริเวณช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 500 eV ถึง 1500 eV



รูปที่ 1-4 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์แสดงตำแหน่งของ XANES และ EXAFS โดยวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอม Co

### 1.3 ทฤษฎีของ XANES (Theory of X-ray Absorption Near Edge Structure)

XANES คือสเปกตรัมที่แสดงการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอม เกิดจากการย้ายระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในชั้นพลังงานลึก (Core electron) ที่ถูกกระตุ้นด้วยพลังงานโฟตอนของรังสีเอกซ์ ซึ่งสถานะพลังงานสุดท้ายของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นอาจเป็นสถานะพลังงานเชิงเดี่ยว หรือพลังงานต่อเนื่อง หรือรวมกันทั้งสองแบบก็ได้ สเปกตรัม XANES สัมพันธ์โดยตรงกับโครงสร้างพลังงานของอะตอม ซึ่งมีความเฉพาะเจาะจงกับสภาพแวดล้อมทางเคมีของอะตอม สามารถใช้วิเคราะห์ชนิดของอะตอมที่ศึกษา และแยกองค์ประกอบทางเคมีที่มีในสารตัวอย่าง เป็นต้น

เนื่องจากโครงสร้าง XANES มีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานกระตุ้นอิเล็กตรอนในชั้นพลังงานระดับลึก และค่าพลังงานโฟตอนของรังสีเอกซ์ โดยกำหนดให้  $k$  คือเลขคลื่นของรังสีเอกซ์ พบว่า Photoelectron มีเลขคลื่นเปลี่ยนไปตามค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ เป็นไปตามกฎอนุรักษ์พลังงาน จะสามารถหาเลขคลื่นที่เปลี่ยนแปลงได้จากสมการที่ 3

$$k = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} (E - E_0)} \quad (3)$$

เมื่อ  $E$  คือค่าพลังงานของโฟตอน และค่า  $E_0$  คือค่าพลังงานเริ่มต้น (threshold energy หรือ ionization energy) ซึ่งเป็นพลังงานน้อยที่สุดที่อิเล็กตรอนในชั้นพลังงานระดับลึกใช้เพื่อเปลี่ยนสถานะไปสู่ชั้นพลังงานที่ว่างเหนือระดับชั้นพลังงานเฟอร์มิ นอกจากนี้  $E_0$  ยังแสดงให้เห็นถึงขอบการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอม อะตอมของธาตุชนิดเดียวกันมีเลขออกซิเดชันแตกต่างกันหรือมีสภาพแวดล้อมต่างกัน

อาจมีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวต่างกันประมาณ 1 ถึง 15 eV ดังนั้น XANES จึงมีประโยชน์โดยตรงกับการบอกความแตกต่างของเลขออกซิเดชัน

### สเปกตรัม XANES แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ

**1. สเปกตรัมก่อนขอบการดูดกลืน (pre-edge)** จะเกิดขึ้นกับธาตุบางชนิด เช่น โลหะทรานซิชัน เนื่องจากอิเล็กตรอนในชั้น d ออพิทัลของโลหะทรานซิชันไม่เต็มออพิทัล จึงกระโดดข้ามเพื่อไปบรรจุในชั้นถัดไป ทำให้ d ออพิทัลของโลหะทรานซิชันมีชั้นพลังงานที่ว่างอยู่ ดังนั้นก่อนที่อิเล็กตรอนจะกระโดดไปที่ชั้นนอกสุด จึงสามารถกระโดดมาที่ชั้น d ออพิทัลได้ก่อนจึงเกิดการดูดกลืนเล็กน้อยก่อนที่จะถึงขอบการดูดกลืนหลัก pre-edge เกิดจากอิเล็กตรอนในชั้น s กระโดดมาที่ชั้น d ซึ่งเป็นไปตามกฎการเลือกถือว่าเป็นไปไม่ได้ (selection rule) เพราะอิเล็กตรอนชั้น s มีโมเมนตัมเชิงมุม  $l$  เท่ากับ 0 แต่ชั้น d มีโมเมนตัมเชิงมุมเท่ากับ 2 ทำให้ผลต่างของโมเมนตัมเท่ากับ 2 ซึ่งไม่สามารถเกิดการทรานซิชัน แต่ในกรณีของสารประกอบจะมีผลของพันธะมาเกี่ยวข้อง หากพิจารณาจากทฤษฎีของ Ligand ถ้าแคทไอออนมีพันธะกับแอนไอออนในลักษณะรูปทรงสี่หน้า (tetrahedral) หรือรูปทรงแปดหน้า (octahedral) d ออพิทัลของแคทไอออนจะเกิดการแยกออกเป็นสองสถานะ เรียกว่า  $e_g$  และ  $t_{2g}$  โดยที่  $e_g$  คือออพิทัล  $d_{z^2}$  กับ  $d_{x-y^2}$  และ  $t_{2g}$  คือออพิทัล  $d_{xy}$   $d_{yz}$  และ  $d_{zx}$  ซึ่งโดยทั่วไปแล้ว  $e_g$  มีพลังงานสูงกว่า  $t_{2g}$  นั่นจึงทำให้  $e_g$  ออพิทัลมีพลังงานสูงขึ้นแล้วคาบเกี่ยว (overlap) กับชั้น p ออพิทัล แล้วเกิดการผสมของชั้น p-d ออพิทัล ทำให้ชั้น s สามารถกระโดดขึ้นมาที่ชั้น d ออพิทัลที่ยังว่างได้ และยังพบว่าในกรณีของรูปทรงสี่หน้า d ออพิทัล จะแยกกันมากกว่ารูปทรงแปดหน้าและทำให้เกิดการผสมของ p-d ออพิทัลมากขึ้น ส่งผลให้ความน่าจะเป็นที่อิเล็กตรอนชั้น s ขึ้นมาที่ชั้น d ออพิทัลได้มากยิ่งขึ้น ทำให้เห็น pre-edge พีคของอะตอมกลางที่เป็นรูปทรงสี่หน้าจะสูงกว่า pre-edge ของรูปทรงแปดหน้า นอกจากนี้การที่อะตอมกลางเลื่อนออกจากศูนย์กลางของโครงสร้างผลึกยังส่งผลให้เกิดการแยกออกของชั้น d ออพิทัลมากขึ้นเช่นกัน ทำนองเดียวกันกับรูปทรงสี่หน้าทำให้สเปกตรัมของอะตอม ณ ศูนย์กลางของโครงสร้างมี pre-edge พีคสูงขึ้น

**2. ขอบการดูดกลืน (absorption edge)** คือ ค่าตัวแปรตามพลังงานยึดเหนี่ยวของนิวเคลียสกับอิเล็กตรอนชั้นในสุด โดยทั่วไปแล้ว สารประกอบจะมีพันธะอยู่สามแบบคือพันธะไอออนิก พันธะโคเวเลนต์ และพันธะโลหะ ซึ่งพันธะโลหะเป็นการเชื่อมต่อบริเวณระหว่างอะตอมที่เป็นโลหะด้วยกัน ทำให้อิเล็กตรอนวงนอกสุดเป็นศูนย์หรือเลขออกซิเดชันเป็น 0 ในขณะที่เดียวกันพันธะโคเวเลนต์เป็นการให้อิเล็กตรอนของอะตอมที่เกินมาให้กับอะตอมที่ขาด อิเล็กตรอนทำให้เลขออกซิเดชันของพันธะโคเวเลนต์มีค่าใกล้เคียงกับ 0 ด้วยเช่นกัน แต่ในพันธะไอออนิก ในกรณีของพันธะไอออนิกจะเป็นการแชร์อิเล็กตรอนร่วมกันจึงทำให้แต่ละอะตอมมีเลขออกซิเดชันที่แน่นอน ดังนั้นการที่อะตอมมีเลขออกซิเดชันไม่เป็นศูนย์ แสดงว่ามีอิเล็กตรอนเพิ่มเข้ามาในอะตอม ในกรณีที่เลขออกซิเดชันเป็นลบและมีอิเล็กตรอนวงนอกหายไปจากอะตอมในกรณีที่เป็นบวก เช่น 0 -2 หมายถึงมีอิเล็กตรอนเพิ่มเข้ามาสองตัวในธาตุ O และ Fe +3 หมายถึงมีอิเล็กตรอนวงนอกหายไป 3 ตัวในอะตอมของธาตุ Fe โดยการที่มีอิเล็กตรอนเพิ่มขึ้นหรือหายไปจากอะตอมกลางส่งผลให้ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของนิวเคลียสกับอิเล็กตรอนวงในสุดมีค่าเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนวงนอกสุดหายไปส่งผลให้ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นในสุดมีค่ามากขึ้นและถ้ามีอิเล็กตรอนเพิ่มมากขึ้นในชั้นวงนอกสุดส่งผลให้ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นในสุดมีค่าลดลง

ดังนั้นในสภาวะทดลองมีตัวอย่างที่ทราบค่าออกซิเดชันของอะตอมนั้นอยู่แล้ว ซึ่งเราสามารถนำมาเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่เรายังไม่ทราบค่าออกซิเดชัน เพื่อระบุเลขออกซิเดชันของอะตอมนั้นๆได้

**3. รูปร่างของสเปกตรัม (Feature of XANES spectra)** เน้นที่สเปกตรัมหลังขอบการดูดกลืน เพราะสเปกตรัมนี้เป็นผลมาจากการกระเจิงของคลื่นอิเล็กตรอนกับอะตอมรอบข้าง รูปร่างของสเปกตรัมเป็นผลมาจากการกระเจิงกับอะตอมรอบข้าง โดยเปรียบเทียบกับผลการทดลองด้วยกันหรืออาจสร้างโมเดลคำนวณเพื่อยืนยัน ทัวไปแล้วเทคนิคนี้มักใช้ระบุอะตอมว่าอะตอมที่เจอเข้ามาในตัวอย่างว่าเข้าไปอยู่ในอะตอมไหน และส่งผลต่อสมบัติของตัวอย่างนั้นๆอย่างไร

#### 1.4 ทฤษฎี EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure)

ถัดจาก XANES เป็น EXAFS ที่เกิดจากอิเล็กตรอนในอะตอมถูกกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์ เกิดคลื่น Photoelectron กระจายออกมารอบอะตอม จากนั้นถูกกระเจิงโดยอะตอมข้างเคียง และสะท้อนกลับมาแทรกสอดกับ Photoelectron คลื่นใหม่ หรืออาจกล่าวได้ว่า EXAFS เป็นสเปกตรัมที่ได้จากการแทรกสอดกันระหว่าง Photoelectron นั้นเอง ทำให้เกิดการแทรกสอดแบบเสริมและหักล้างสลับกันไป กลายเป็นสัญญาณ EXAFS สามารถนิยามได้ดังสมการ

$$\chi = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\mu_0(E)} \quad (4)$$

เมื่อ  $\mu(E)$  และ  $\mu_0(E)$  คือสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างและ สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอมอิสระ (atomic background absorption)

โครงสร้างของ EXAFS สามารถเขียนในรูปฟังก์ชันไซน์ (sine) ของเลขคลื่น (k) และระยะห่างระหว่างอะตอมข้างเคียง (R) ดังสมการ

$$\chi(E) = \sum_f \frac{N_j f_j(k) e^{-2k^2 \sigma_j^2} e^{-2R_j/\lambda(k)}}{kR_j^2} \sin[2kR_j + \delta_j(k)] \quad (5)$$

เมื่อ  $\sigma^2$  คือ เดอบาย-วอร์เลอร์ แฟกเตอร์ (Debye-waller factor) เป็นค่าที่สัมพันธ์กับการสั่นของอะตอมที่มีพันธะร่วมกัน  $\lambda$  คือระยะทางเฉลี่ยของการชนกันของอะตอม (mean free path) ดังนั้นสามารถเขียนแอมพลิจูดของ EXAFS ได้

$$A_j(k) = S_0^2 \frac{N_j S_j(k, R_j) F_j(k, R_j)}{kR_j^2} e^{-2k^2 \sigma_j^2} e^{-2R_j/\lambda(k)} \quad (6)$$

เมื่อ  $S_0^2$  คือ แฟกเตอร์การลดทอนของแอมพลิจูด (Amplitude reduction term)

$\sigma^2$  คือ เดอบาย-วอร์เลอร์ แฟกเตอร์ (Debye-waller factor)

$F_j$  คือ ค่ายังผลของขนาดการกระเจิง (Effective EXAFS scattering amplitude)

$S_j$  คือ ค่าการสูญเสียรวมของอะตอมกลาง (Total loss factor)

$R_j$  คือ ระยะห่างระหว่างอะตอมกลางกับอะตอมรอบข้าง

เนื่อง EXAFS ได้จากการแทรกสอดของ photoelectron ที่ถูกกระเจิงโดยอะตอมรอบข้าง ดังนั้น EXAFS จึงเป็นสัญญาณความถี่รวม การวิเคราะห์ EXAFS จึงทำการแยกสัญญาณความถี่เหล่านั้นออกจากความถี่รวม โดยการแปลงแบบฟูเรียร์ (Fourier transform) นั่นคือ เป็นการแปลง EXAFS ที่อยู่ในฟังก์ชันของ  $k$  ให้อยู่ในฟังก์ชันของ  $R$  โดยพิจารณาจากค่า  $j = 1, 2, 3, \dots$  นอกจากนี้ยังต้องพิจารณาจากค่า  $N, R$  และ  $\sigma$  จากสมการที่ 5 และ 6 ที่สอดคล้องกับสเปกตรัมที่ได้จากการทดลอง ซึ่งกล่าวได้อีกอย่างหนึ่งว่าการเปลี่ยนแปลงฟูเรียร์เป็นการศึกษาสภาพแวดล้อมของอะตอม และสามารถวิเคราะห์โครงสร้างเชิงคุณภาพได้

สเปกตรัมของ  $\chi(k)$  ที่ได้จากการแยกออกจาก XAS จะถูกแปลงแบบฟูเรียร์ด้วยสมการที่ (7) โดยที่  $n$  คือเลขจำนวนเต็ม (0, 1, 2, ...) เป็นตัวคูณสำหรับขยายสัญญาณในช่วงปลายสเปกตรัม (weight factor)

$$\tilde{\chi}(R) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \int \chi(k) k^n e^{2ikR} dk \quad (7)$$

$\chi(k)$  ถูกนำไปพร้อมกราฟโดยแกน  $x$  แทนระยะห่างระหว่างอะตอม และแกน  $y$  แทน  $\chi(k)$  กราฟที่ได้แสดงถึงสภาพแวดล้อมของอะตอมที่ศึกษา ซึ่งวัดตามระยะทางจากอะตอมกลางหรืออะตอมที่ดูดกลืนรังสีเอกซ์ นั่นทำให้สามารถปรับเปลี่ยนพารามิเตอร์และวิเคราะห์ผลของตัวแปรที่มีต่อสเปกตรัม  $\chi(R)$  ได้ดังนี้

### 1. แฟกเตอร์การลดลงของแอมพลิจูด (Amplitude reduction term: $S_0^2$ )

$S_0^2$  คือ แฟกเตอร์การลดลงของแอมพลิจูด ซึ่งเกิดจากการผ่อนคลาย (Relaxation) ของอิเล็กตรอนในอะตอม (core hole) เมื่ออิเล็กตรอนวงในสุดถูกกระตุ้นขึ้นไปเปรียบเทียบกับสถานะของอิเล็กตรอนที่เหลือเมื่อไม่มีการกระตุ้นอิเล็กตรอนจากวงใน ซึ่งโดยทั่วไป  $S_0^2$  จะมีค่าคงที่และมีค่าระหว่าง

$$0.7 \leq S_0^2 \leq 1.0$$

อย่างไรก็ตาม  $S_0^2$  อาจหาได้จากค่ามาตรฐานของสารตัวอย่างที่มีโครงสร้างผลึกที่เป็นที่รู้จักกันโดยทั่วไป โดยใช้โปรแกรม Artemis จะถูกเรียกว่า “amp”

### 2. จำนวนอะตอมรอบข้าง (Coordination number: $N_j$ )

จำนวนอะตอมรอบข้าง สามารถหาได้จากโครงสร้างผลึกในโมเดลที่ต้องการทำ EXAFS fitting โดยโปรแกรม Artemis สามารถคำนวณจำนวนอะตอมรอบข้างในแต่ละ shell จากโมเดลโครงสร้างที่ input เข้าไป แต่  $N_j$  อาจจะได้เป็นจำนวนเต็มเสมอไป เพราะในกรณีของวัสดุอสัณฐานซึ่ง

เป็นวัสดุที่มีรูปร่างของโครงสร้างไม่แน่นอน ดังนั้นจำนวนอะตอมรอบข้างก็จะถูกคำนวณโดยเฉลี่ยจากแต่ละที่ของอะตอมกลางในวัสดุนั้น

### 3. แฟกเตอร์การสั่นของพันธะ (Debye-waller factor: $\sigma_j^2$ )

เดอว์บาย-วอร์เลอร์ แฟกเตอร์ คือค่าเฉลี่ยของการบิดเบี้ยวพันธะของอะตอมกลางกับอะตอมรอบข้าง โดยเป็นผลจากการสั่นของพันธะ ซึ่งแปรผันตามอุณหภูมิ และคำนวณได้จากสมการ

$$\sigma_j^2(T) = \frac{\hbar^2}{2k_B M_R \theta_E} \coth\left(\frac{\theta_E}{2T}\right) \quad (8)$$

เมื่อ  $k_B$  คือค่าคงที่ของโบลทซ์มันน์ (Boltzmann constant)

$M_R$  คือ มวลลดทอนของอะตอมทั้งหมดที่เกี่ยวข้องกับการกระเจิง

$\theta_E$  คืออุณหภูมิของไอน์สไตน์ (Einstein temperature)

โดยผลของการสั่นของพันธะที่อุณหภูมิห้อง เดอว์บาย-วอร์เลอร์ แฟกเตอร์ จะมีค่าอยู่ประมาณ 0.003 อย่างไรก็ตาม การบิดเบี้ยวของพันธะเกิดจากการเจืออะตอมที่มีขนาดอะตอมต่างกันเข้ามาในโครงสร้าง ทำให้  $\sigma_j^2$  มีค่าแตกต่างกันในแต่ละพันธะขึ้นอยู่กับชนิดของอะตอม โดยในโปรแกรม Artemis ถูกเรียกว่า “ss”

### 4. ระยะห่างของอะตอมรอบข้าง (Distance to neighboring atom: $R_j$ )

ระยะห่างระหว่างอะตอมรอบข้างเป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญมากที่นำไปสู่โครงสร้างของผลึกและผลของการที่ระยะห่างเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้ยังส่งผลไปถึงสมบัติของวัสดุอีกด้วย เช่น การที่ระยะห่างของออกซิเจนถูกเลื่อนไปจากโครงสร้าง Perovskite ส่งผลให้การนำความร้อนของวัสดุต่ำลง ในการ Fitting EXAFS เมื่อ input โมเดลโครงสร้าง ซึ่งโปรแกรม Artemis จะคำนวณระยะห่างของอะตอมรอบข้าง และเรียกค่านี้อีกว่า ค่ายังผล (R-effective:  $R_{eff}$ ) โดยที่ในโปรแกรม Artemis ถูกเรียกว่า “delr”

## บทที่ 2 ระบบลำเลียงแสง ณ สถานีทดลองที่ 5.2

ที่ระบบลำเลียงแสง BL5.2 ระบบลำเลียงแสง มทส. – นาโนเทค – สช. (BL5.2) ได้จัดสร้างภายใต้โครงการจัดตั้งสถานร่วมวิจัย มทส.-นาโนเทค-สช. โดยบุคลากรจากทั้งสามองค์กรจะสามารถใช้ประโยชน์จากแสงซินโครตรอนในการวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีร่วมกัน

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์สามารถวิเคราะห์สถานะทางเคมีและโครงสร้างอะตอมโดยรอบของธาตุที่สนใจศึกษาได้หลายชนิด ตั้งแต่ธาตุแมกนีเซียมขึ้นไป เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายสารตัวอย่างและสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิจัยด้านต่างๆ เช่น วัสดุศาสตร์ ชีววิทยา สิ่งแวดล้อม และโบราณคดี ซึ่งเทคนิคดังกล่าวสามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้งในสถานะของแข็งของเหลวและก๊าซ

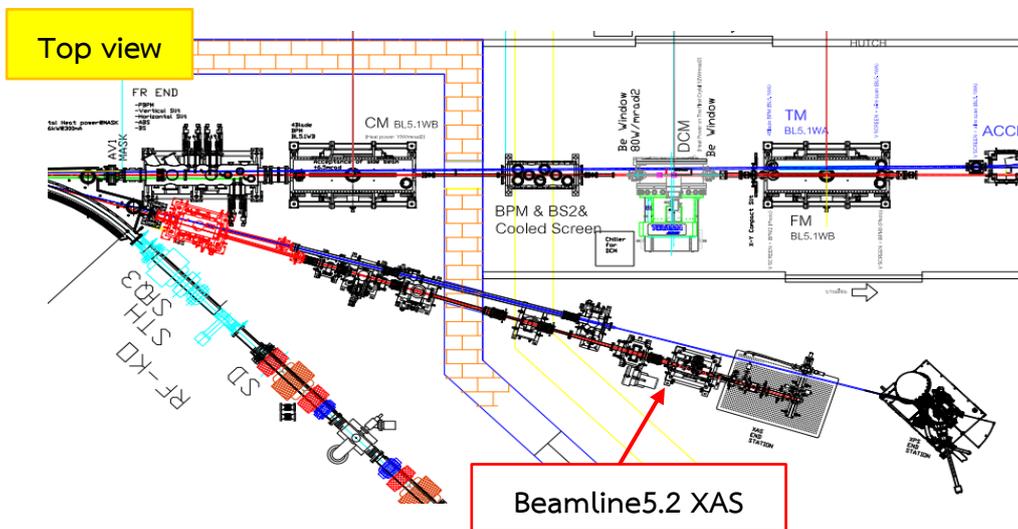
ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 เริ่มให้บริการตั้งแต่เดือนมีนาคม 2556 โดยสามารถให้บริการได้ในช่วงพลังงานแสงซินโครตรอนย่านรังสีเอกซ์ตั้งแต่ 1,810 – 13,000 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) โดยใช้อุปกรณ์คัดเลือกพลังงานแสงแบบผลึกคู่ (Double Crystal Monochromator หรือ DCM) ซึ่งเป็นอุปกรณ์สำคัญที่กำหนดคุณภาพของแสง ภายในโมโนโครเมเตอร์ได้มีการติดตั้ง slit ที่ปรับได้ในตำแหน่งก่อนลำแสงจะตกกระทบผลึกอันแรก ซึ่ง slit ดังกล่าวจะทำหน้าที่กำหนดความสามารถในการแยกแยะพลังงานโฟตอน

โมโนโครเมเตอร์ของระบบลำเลียงแสง BL5.2 ได้ถูกสร้างขึ้นตามแบบของ Lemmonier แห่งสถาบันฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบอนน์ ประเทศเยอรมนี ข้อมูลการดูดกลืนรังสีเอกซ์สามารถบ่งบอกถึงโครงสร้างของวัสดุตัวอย่างในระดับอะตอมได้

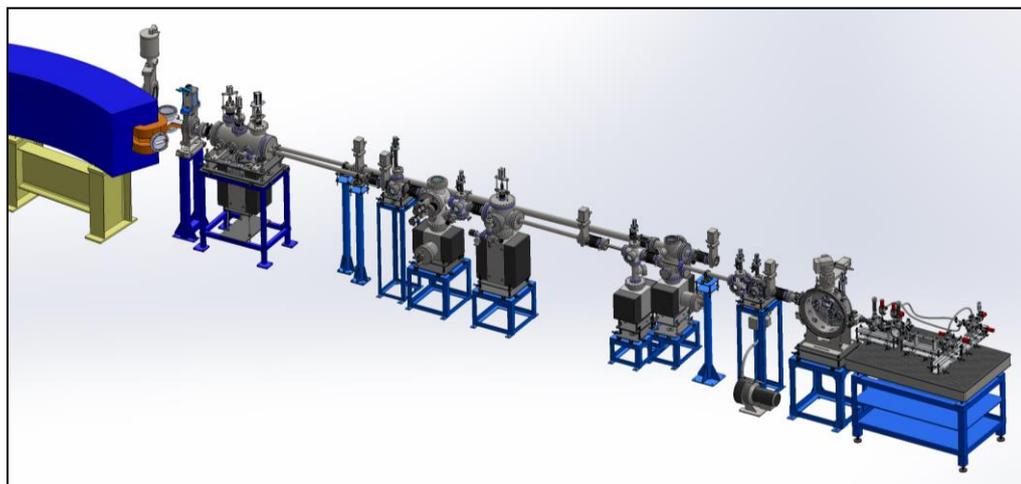
ข้อมูลทางเทคนิคของระบบลำเลียงแสง BL5.2 และสถานีทดลอง ณ ปัจจุบัน

ช่วงพลังงานแสงซินโครตรอน	1,810 eV-13,000 eV
ผลึกคัดเลือกพลังงานแสง	KTP(011), InSb(111) และ Ge(220)
ขนาดของลำแสงบนตัวอย่าง	13 mm (กว้าง) × 1 mm (สูง)
ความเข้มแสง	$10^8$ - $10^{10}$ photons/sec/100 mA
ความละเอียดของพลังงาน	$2 \times 10^{-4}$ ส่วนของค่าพลังงานแสง
เทคนิคการทดลอง XAS และระบบตรวจวัด	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Transmission mode: การวัดแบบทะลุผ่านโดยใช้ Ionization chambers</li> <li>2. Fluorescence mode: การวัดการเรืองแสงฟลูออเรสเซนซ์โดยใช้ 4-element silicon drift detector</li> <li>3. Total Electron Yield mode: การวัดปริมาณอิเล็กตรอนโดยใช้ electron collector ใน vacuum chamber</li> </ol>

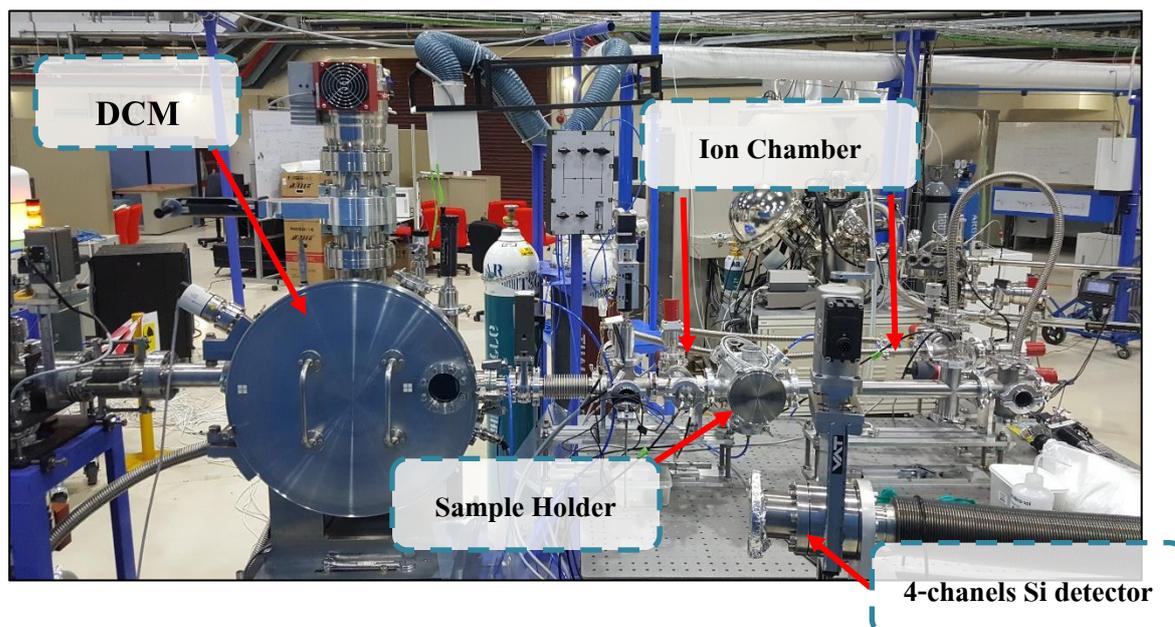
ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 ถูกออกแบบและสร้างขึ้นสำหรับการใช้ประโยชน์แสงซินโครตรอนที่ผลิตจากแม่เหล็กสองขั้ว BM5 ของวงแหวนกักเก็บ



รูปที่ 2-1 แผนผังของระบบลำเลียงแสง BL5.2 และสถานีที่ทดลอง X-ray Absorption Spectroscopy

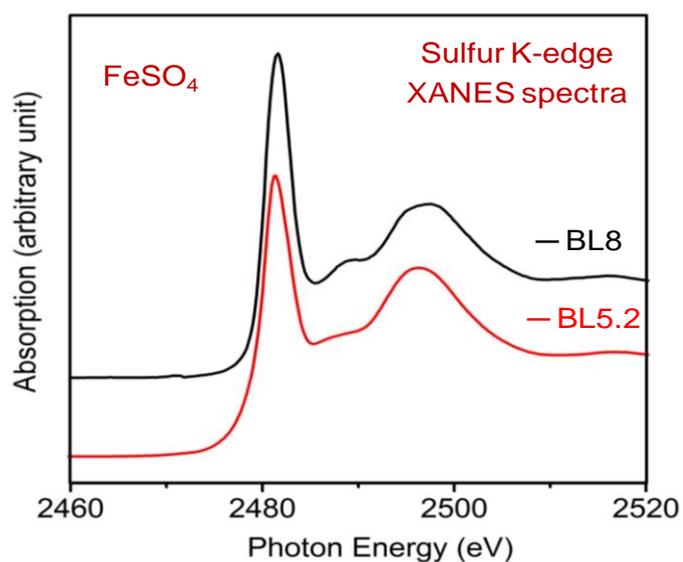


รูปที่ 2-2 แนวทางเดินแสงซินโครตรอนจากแม่เหล็กสองขั้ว ไปยังระบบลำเลียงแสงที่ 5.2

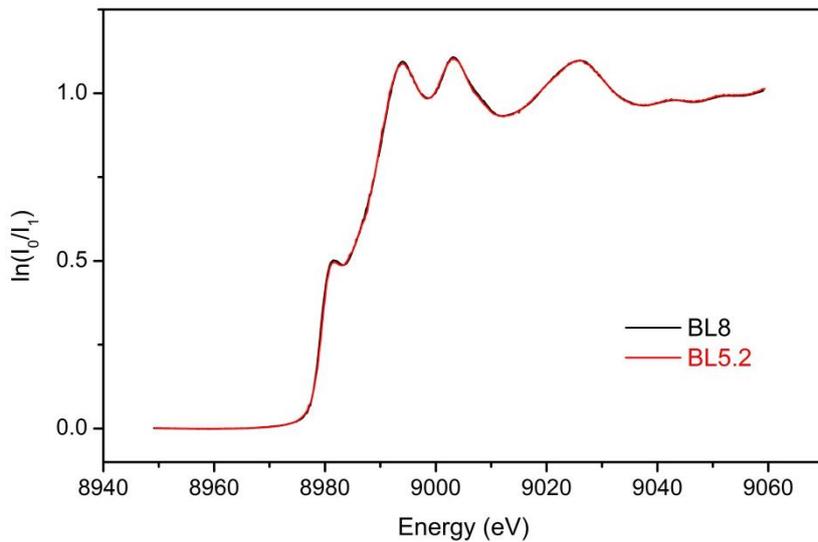


รูปที่ 2-3 ระบบลำเลียงแสงและสถานีทดลอง มทส. - นาโนเทค - สช.

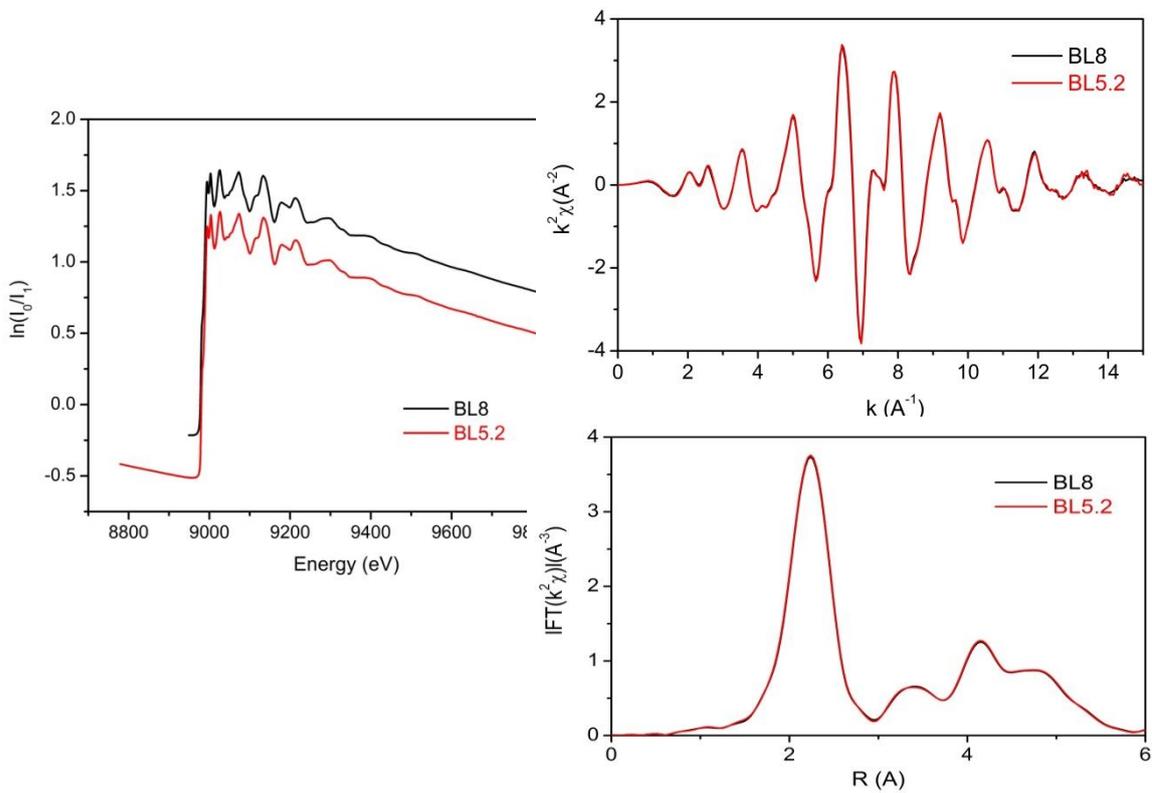
ผลการทดสอบระบบลำเลียงแสง มทส. - นาโนเทค - สช. และสถานีทดลองสำหรับเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 ได้ทำการติดตั้งและทดสอบความสามารถในการวัดสเปกตรัมทั้งย่านพลังงานต่ำ (S K-edge, ประมาณ 2472 eV) และพลังงานสูง (Cu K-edge, ประมาณ 8979 eV)



รูปที่ 2-4 เปรียบเทียบสเปกตรัม S K-edge XANES ของสารมาตรฐาน  $Fe_2SO_4$  วัดจาก BL5.2 และ BL8

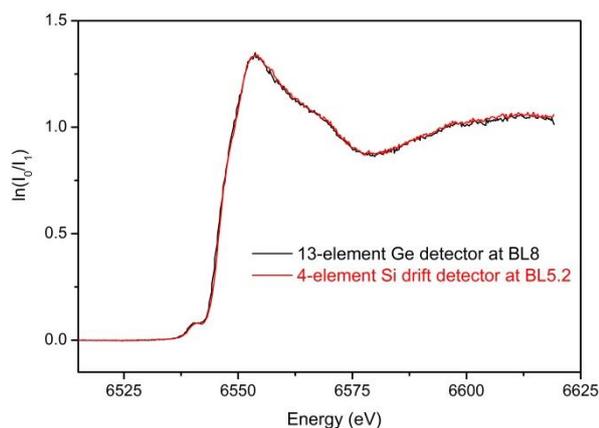


รูปที่ 2-5 เปรียบเทียบ Cu K-edge XANES ของสารมาตรฐาน Cu foil ที่วัดได้จาก BL5.2 และ BL8



รูปที่ 2-6 เปรียบเทียบ Cu K-edge EXAFS ของสารมาตรฐาน Cu foil ที่วัดได้จาก BL5.2 และ BL8

นอกจากนี้ยังได้มีการตรวจสอบระบบวัดแบบเรืองแสงของ 4-channel silicon drift detector ที่ BL5.2



รูปที่ 2-7 เปรียบเทียบสเปกตรัม Mn K-edge XANES ของสารตัวอย่างที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็น  $\text{SiO}_2$  และมี Mn เป็นองค์ประกอบเจือประมาณ 1.6%wt ที่วัดได้จาก BL5.2 และ BL8

## 2.2 การเตรียมระบบสำหรับวัดสารตัวอย่าง

ก่อนเริ่มการวัดตัวอย่าง หรือ เริ่มทำการทดลอง จะต้องมีการเตรียมระบบต่างๆ เพื่อให้ระบบของเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์นั้นเหมาะสมกับการวัดธาตุ หรือ ตัวอย่างนั้นๆ ซึ่งก็จะมีเตรียมที่แตกต่างกันไป เพื่อให้ได้ผลการทดลองที่ดีต่อผู้ที่มาเข้าใช้บริการ การเตรียมระบบจึงถือเป็นสิ่งสำคัญมาก โดยกระบวนการเตรียมระบบนั้นมีขั้นตอนค่อนข้างมีความซับซ้อน ต้องอาศัยความชำนาญ ดังนั้นในส่วนของการเตรียมระบบ จะมีนักวิจัยผู้ช่วย คอยให้ความช่วยเหลือและให้คำปรึกษาแก่ผู้เข้าใช้บริการ ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่่างมีดังต่อไปนี้

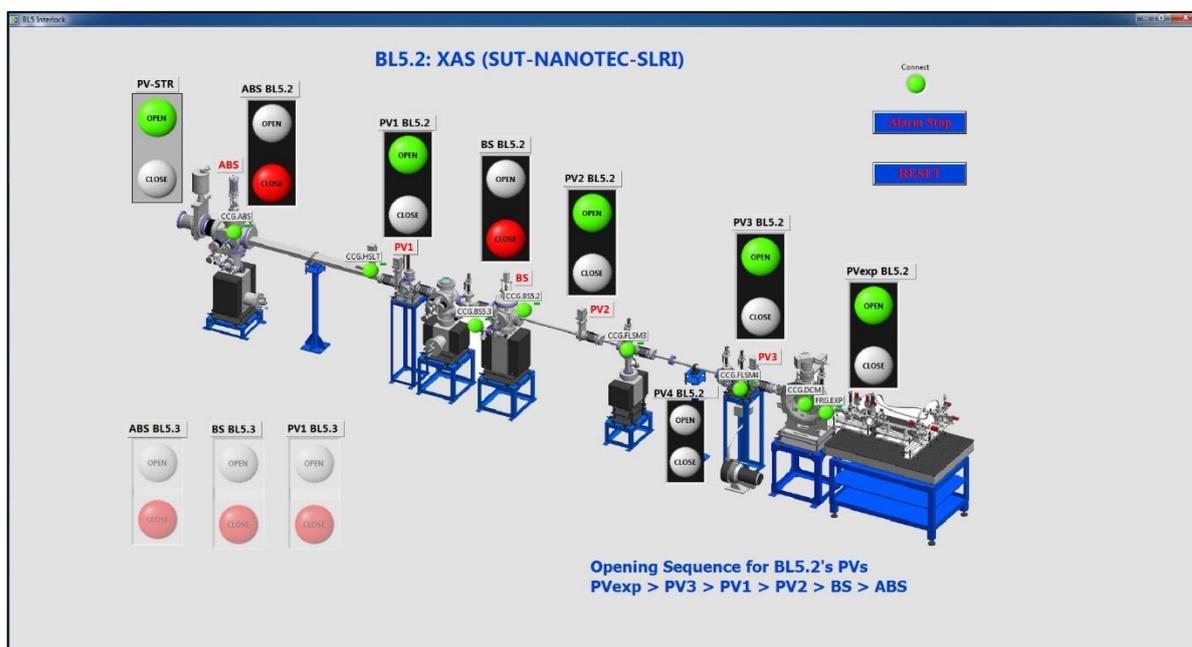
### 2.2.1 ตรวจสอบอุปกรณ์และระบบ

- สภาวะสุญญากาศของระบบลำเลียงแสงส่วนหน้า ที่อยู่ภายในกำแพงคอนกรีตของวงแหวนกักเก็บอิเล็กตรอน
- สภาวะสุญญากาศของส่วนหน้าของปลายสถานีทดลอง ต้องมีความดันให้ได้ประมาณ 1.5 mBar
- ตรวจสอบ Hand valve ข้างหลัง DCM chamber ต้องอยู่ในสภาวะเปิด เพื่อเตรียมเปิด Pneumatic Valves

### 2.2.2 ตรวจสอบตำแหน่งแสงก่อนเข้าโมโนโครเมเตอร์

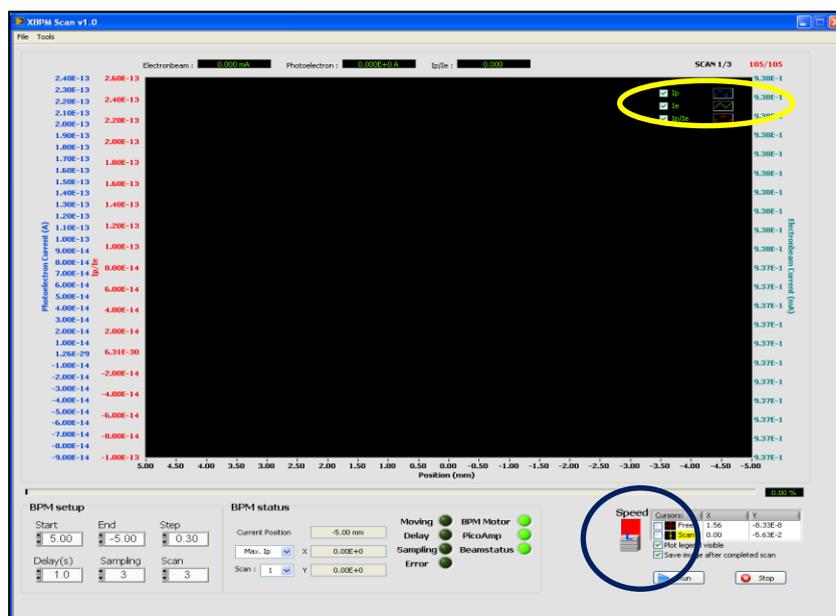
ในรอบการ stored beam ของรอบการใช้งานแสงนั้นๆ ต้องทำการตรวจสอบตำแหน่งแสงโดยการสแกน XBPM (X-ray beam position monitoring) หรือหากมีการ stored beam ใหม่หลังเหตุการณ์ beam dump ในสภาวะที่ไม่ปกติก็ต้องมีขั้นตอนการตรวจสอบตำแหน่งแสงก่อนเริ่มเตรียมระบบต่างๆ ของสถานีทดลองที่ผู้รับผิดชอบสถานีทดลองจะต้องตรวจสอบ

ขั้นตอนตรวจสอบตำแหน่งแสงโดยการสแกน XBPM เริ่มจากการ เปิด Pneumatic Valves จากด้านนอกมาด้านในกำแพง ตามลำดับดังนี้ PV3> PV1> PV2> BS> ABS



รูปที่ 2-8 Interlock System ของระบบลำเลียงแสง 5.2

เปิดโปรแกรมเพื่อสแกน XBPM (ดังรูปที่ 2.9) และเลือกพารามิเตอร์ดังนี้ ปรับค่า Start, End ของ XBPM ระหว่าง 5 to -5 mm, Step 0.3 mm, Delay 1 sec, Sampling 3, Scan 3 และ Motor speed: high จากนั้นกด Start โปรแกรมจะแสดงหน้าต่างต่างเพื่อให้ผู้ใช้ ตั้งชื่อไฟล์และเลือก folder ที่ save ไฟล์ โดยเลือกดังนี้ D:/XAS/data/ปีพ.ศ./วันที่/BL-M ชื่อไฟล์ : XBPM current XXXX (XXXX : เวลาที่เก็บข้อมูลและบันทึกข้อมูลลง log book) เมื่อเริ่มทำการสแกนแล้วให้เปลี่ยนลักษณะเส้นกราฟของ Ip ให้มีลักษณะเป็นเส้นลากต่อเนื่อง โปรแกรมจะสแกนไปทั้งหมด 3 ครั้ง เมื่อ สแกนเสร็จหน้าจอโปรแกรมจะแสดงหน้าต่างต่าง Scan completed คลิก Ok คลิก file เลือก open เพื่อเปิดไฟล์ที่สแกนเสร็จทั้งหมด 3 ไฟล์ และปรับค่าแกน X ให้ตรงค่า Start, End พร้อมปรีนบันทึกลงใน logbook



รูปที่ 2-9 โปรแกรม BPM Scan สำหรับสแกน XPM ของระบบลำแสง 5.2

เมื่อเสร็จ จึงปิดวาล์วทั้งหมดจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับ ABS>BS> PV2>PV1>PV3

## 2.2.3 การเตรียมระบบแก๊สของ Ionization Chamber และเทคนิคการแตกตัวของแก๊ส

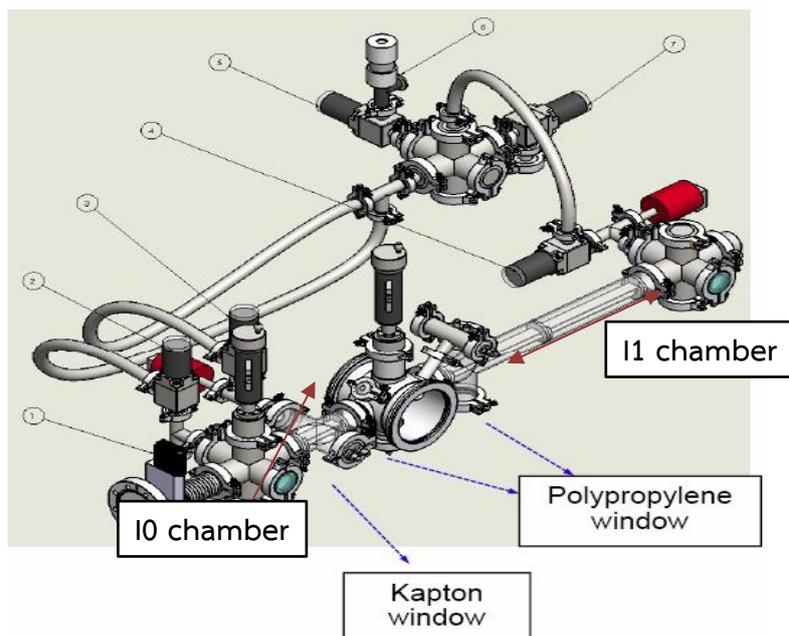
### 2.2.3.1 การเตรียมระบบแก๊สสำหรับ $I_0$ Chamber

ในการวัดด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ โดยอาศัยการแตกตัวของแก๊สเมื่อแสงที่พลังงานนั้นๆเคลื่อนที่ผ่าน เนื่องจากแต่ละธาตุนั้นมีค่าพลังงานที่แตกต่างกัน จึงทำให้แก๊สที่เหมาะสมในการแตกตัวแตกต่างกันไป ดังแสดงในตารางที่ 2.1 โดยสามารถเตรียมระบบแก๊สสำหรับค่าพลังงานต่างๆสำหรับการวัดสารตัวอย่างมีขั้นตอนดังนี้

1. วาล์วทั้งหมดจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ต้องอยู่ในสภาวะปิด ได้แก่ PV3> PV1> PV2> BS> ABS จากนั้นลดศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้ DC power supply (แหล่งจ่ายความดันกระแสตรง) เป็น 0 โวลต์ เพื่อลดความเสี่ยงต่อความเสียหายของอุปกรณ์ Current Amplifier

2. การปั๊มส่วนปลายสถานีทดลอง ซึ่งได้แสดงแผนผังตำแหน่งของวาล์วต่างๆ ดังรูป 4.1 ให้เปิดเฉพาะ Valve 7 (Dry scroll pump) จากนั้นเปิด Valve 2 (Valve ส่วนตำแหน่งส่วนหน้าสุดของปลายสถานีทดลอง) และ Valve 3 (สำหรับ Chamber  $I_0$ ) เพื่อทำการปั๊มแก๊สหรืออากาศใน Chamber  $I_0$  จนความดันภายในได้ประมาณช่วงของ 1-2.5 mBar แล้วปิด Valve 2

\*ข้อควรระวัง เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงความดันในระบบ ดังนั้นขณะเปิดวาล์ว 3 ให้เปิดช้าๆ ไม่เช่นนั้นการทำให้ PP window ที่คั่นส่วน Chamber  $I_0$  และ Sample Chamber แตกได้



รูปที่ 2-10 ตำแหน่ง hand valve (1), angle valve (2, 3, 4) และ vent valve (5, 6)

3. เติมชนิดของแก๊สความดันต่างๆ ตามความเหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวัดสเปกตรัม ดังตารางที่ 2.1 เข้าใน Chamber I<sub>0</sub> (Valve 3) โดยใช้ Valve 5 & 6 โดยเติมก๊าซใส่ที่ Valve 6 ปรับหยาบและ Valve 5 สำหรับปรับละเอียด เมื่อได้ความดันที่ต้องการสำหรับ Chamber I<sub>0</sub> ก็ให้ปิด Valve 3 Valve 5 และ Valve 6 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.1 การเตรียมความดันแก๊สสำหรับวัดธาตุต่างๆ

K-edge	L3 edge	M5 edge	10-cm long ion chamber (I0)	40-cm long ion chamber (I1)
Mg	As, Se		6 mbar N <sub>2</sub>	31 mbar N <sub>2</sub>
Al	Br, Kr	Ta, W	10 mbar N <sub>2</sub>	53 mbar N <sub>2</sub>
Si	Rb, Sr	Re, Os	16 mbar N <sub>2</sub>	85 mbar N <sub>2</sub>
P	Y, Zr	Ir, Pt, Au, Hg	24 mbar N <sub>2</sub>	132 mbar N <sub>2</sub>
S	Nb, Mo	Tl, Pb, Bi, Po	37 mbar N <sub>2</sub>	200 mbar N <sub>2</sub>
Cl	Tc, Ru	Po, At, Rn, Fr	54 mbar N <sub>2</sub>	296 mbar N <sub>2</sub>
Ar	Rh, Pd, Ag	Ra, Ac, Th, Pa	79 mbar N <sub>2</sub>	433 mbar N <sub>2</sub>
K	Cd, In	U	113 mbar N <sub>2</sub>	619 mbar N <sub>2</sub>
Ca	Sn, Sb, Te		160 mbar N <sub>2</sub>	872 mbar N <sub>2</sub>
Sc	I, Xe		11 mbar Ar	61 mbar Ar
Ti	Cs, Ba		15 mbar Ar	80 mbar Ar
V	La, Ce		19 mbar Ar	104 mbar Ar
Cr	Pr, Nd		24 mbar Ar	133 mbar Ar
Mn	Pm, Sm		31 mbar Ar	170 mbar Ar
Fe	Eu, Gd, Tb		39 mbar Ar	214 mbar Ar
Co	Dy, Ho		49 mbar Ar	269 mbar Ar
Ni	Er, Tm		61 mbar Ar	335 mbar Ar
Cu	Yb, Lu		76 mbar Ar	413 mbar Ar
Zn	Hf, Ta, W		93 mbar Ar	509 mbar Ar

แหล่งที่มา [http://www.slri.or.th/th/index.php?option=com\\_content&view=article&id=44&Itemid=93](http://www.slri.or.th/th/index.php?option=com_content&view=article&id=44&Itemid=93)

4. หลังจากเตรียมแก๊สได้ตามต้องการแล้ว ให้เปิด hand valve ข้างหลัง DCM chamber สังเกตความดันของ DCM chamber จากนั้นเปิด Pneumatic Valves จากด้านนอกมาด้านในกำแพงตามลำดับ PV3> PV1> PV2> BS> ABS

### 2.2.3.2 การเตรียมระบบแก๊สของ I<sub>1</sub> Chamber

เตรียมระบบแก๊สของ Ionization Chamber (I<sub>1</sub> chamber) สำหรับ Energy calibration ที่ค่าพลังงานสำหรับการทดลอง มีลำดับขั้นตอนเช่นเดียวกับการเตรียมแก๊สกับส่วน I<sub>0</sub> chamber ดังนี้

1. วาล์วทั้งหมดจากหน้าจอยคอมพิวเตอร์ ต้องอยู่ในสภาวะปิด ได้แก่ PV3> PV1> PV2> BS> ABS จากนั้นตรวจสอบให้สภาวะศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้ DC power supply (แหล่งจ่ายความดันกระแสตรง) เป็น 0

2. Hand valve ข้างหลัง DCM chamber จำเป็นต้องอยู่ในสภาวะปิด เพื่อป้องกันการรั่วไหลของแก๊ส หรือการแตกของ window การปั๊มส่วนปลายสถานีทดลอง โดยให้เปิดเฉพาะ Valve 4 (สำหรับ I<sub>1</sub> chamber) จากนั้นค่อยๆ เปิด Valve 7 (Dry scroll pump) โดยปั๊มอย่างน้อย 5 นาที หรือรอความดันให้ได้ประมาณช่วงของ 1-2.5 mBar แล้วปิด Valve 7

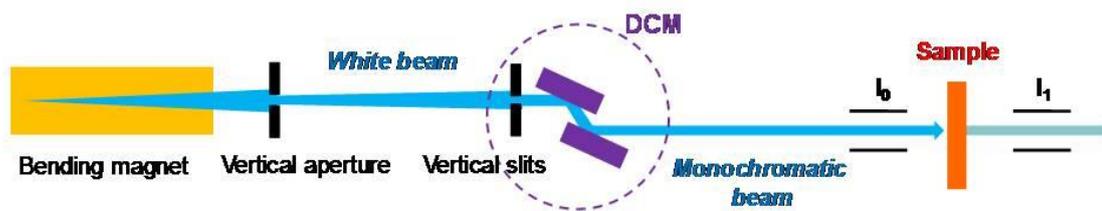
3. เติมแก๊สชนิดต่างๆ ตามความดันที่เหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวัดสเปกตรัมตามตารางที่ 2.1 เข้าใน I<sub>1</sub> chamber (Valve 4) โดยใช้ Valve 5 & 6 (สำหรับปรับหยาบและละเอียด) โดยใช้สายนำแก๊สใส่ที่ Valve 6 เริ่มจากเปิด Valve 5 ให้สุด แล้วจึงปรับละเอียดเมื่อจวนได้ความดันที่ต้องการ เมื่อได้ความดันที่ต้องการสำหรับ I<sub>1</sub> chamber ก็ให้ปิด Valve 5 และ Valve 4 ตามลำดับให้สนิท และตรวจสอบ Valve 6 ให้ปิดสนิทด้วย

### 2.2.3.3 เทคนิคการแตกตัวของแก๊ส (Ionization Chamber)

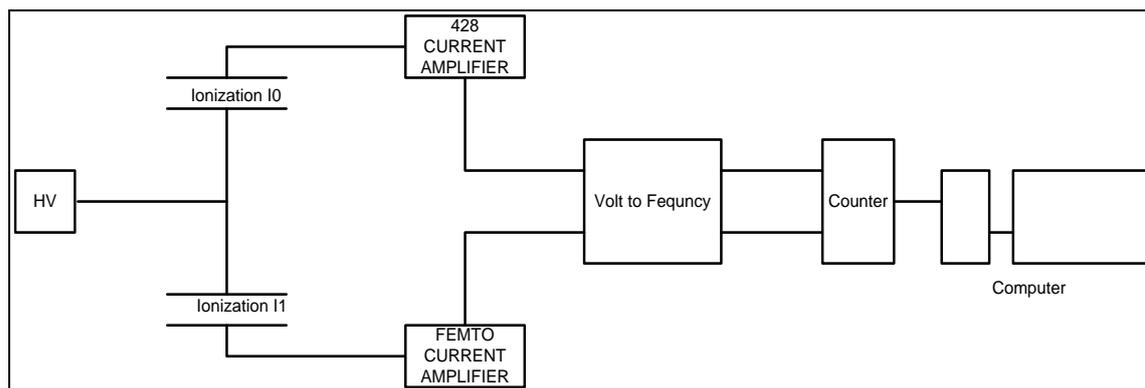
สถานีวิจัยที่ 5.2 เป็นสถานีที่ทำการทดลองเทคนิค X-ray Absorption Spectroscopy การทดลองด้วยเทคนิคนี้ จำเป็นต้องมีการวัดปริมาณความเข้มแสงก่อนและหลังผ่านตัวอย่าง เพื่อศึกษาการดูดกลืนรังสีของตัวอย่าง จึงมีการนำเอาเทคนิคการแตกตัวของแก๊สหรือ Ionization มาใช้ตรวจวัดค่ากระแสจากอิเล็กทรอนิกส์ที่หลุดจากการชนของพลังงาน (แสง) โดยติดตั้ง Ionization Chamber หน้าและหลังตัวอย่าง ดังรูปที่ 2.12 ค่ากระแสที่ได้มีค่าต่ำ (nA) เพื่อให้สามารถนำไปประมวลผลได้ จึงจำเป็นต้องมีอุปกรณ์ ดังนี้

1. เครื่อง Current Amplifier
2. เครื่องแปลงสัญญาณแรงดันเป็นความถี่
3. เครื่องนับความถี่

ดังรูปที่ 2-12 โดยจะแสดงรายละเอียดและการใช้งานของอุปกรณ์ในลำดับต่อไป



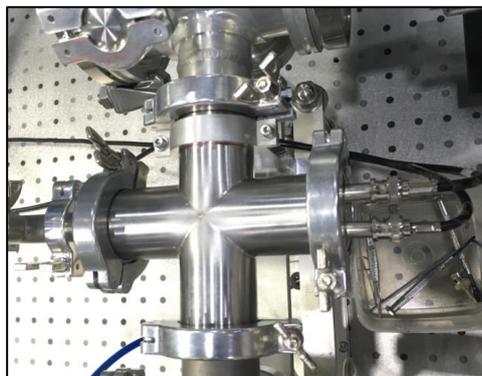
รูปที่ 2-11 แสดงตำแหน่ง Ionization Chamber  $I_0$ ,  $I_1$



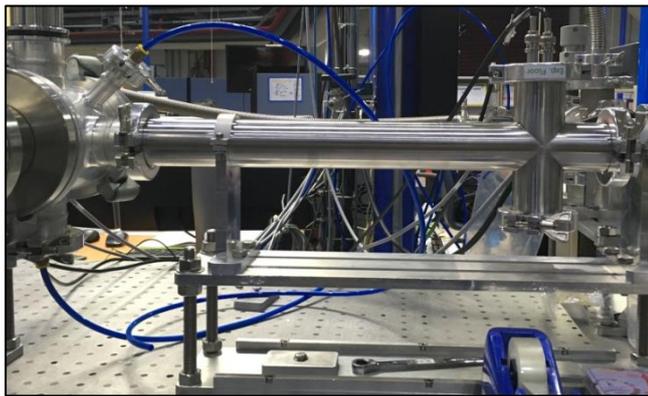
รูปที่ 2-12 แผนผังระบบการวัด  $I_0, I_1$

### Ionization Chamber $I_0, I_1$

$I_0$  ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงก่อนถึงตัวอย่าง และ  $I_1$  ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงหลังผ่านตัวอย่าง ทั้งสองห้องมีหลักการทำงานเหมือนกันต่างกันที่ความยาวของท่อและแผ่นเพลทภายใน ซึ่ง  $I_0$  ยาว 10 ซม. และ  $I_1$  ยาว 40 ซม. เพื่อให้เกิดการดูดกลืนของแก๊สภายในท่อ  $I_0$  10% และ  $I_1$  90% หลักการวัดคือ เต็มแก๊สในท่อตามที่คำนวณไว้ (ตารางที่ 2.1) ให้แสงผ่านมาชนกับอะตอมของแก๊สภายในท่อและแตกตัวเป็นประจุลบ และบวก หลังจากนั้นจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบไปยังแผ่น Plate ด้านหนึ่ง จะเกิดกระแสไฟฟ้าไหลเข้าที่ขั้วของแผ่น Plate อีกด้านหนึ่ง



รูปที่ 2-113 Ionization Chamber  $I_0$

รูปที่ 2-124 Ionization  $I_0$ 

### Current Amplifier

กระแสไฟฟ้าที่ไหลออกมาจากแผ่น Plate นั้นเป็นกระแสต่ำ (nA) จึงจำเป็นต้องมี Current Amplifier เพื่อขยายสัญญาณกระแสไฟฟ้า โดยที่สถานีวิจัยที่ 5.2 ได้ติดตั้ง Current Amplifier ยี่ห้อ KEITHLEY 428 และ ยี่ห้อ FEMTO DLPCA-200 สำหรับขยายสัญญาณ  $I_0$  และ  $I_1$  ให้ได้ค่ากระแสสูงขึ้น ( อัตราขยาย  $10^3 - 10^9$ ) และเปลี่ยนค่ากระแสให้เป็นค่าแรงดัน (-10 to 10 Volt) สำหรับต่อกับอุปกรณ์ Volt to Frequency (VTF) ต่อไป มีวิธีการใช้งานเบื้องต้น ดังนี้

1.) KEITHLEY 428 Current Amplifier เป็นเครื่องขยายสัญญาณกระแสไฟฟ้า มีหน้าจอแสดงสถานการณ์ทำงาน ปุ่มฟังก์ชันต่างๆ สามารถปรับค่าการทำงานได้หลากหลาย ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะฟังก์ชันที่ใช้งานที่ BL5.2 คือ ฟังก์ชันขยายสัญญาณ GAIN สามารถทำการติดตั้งและปรับค่าดังต่อไปนี้

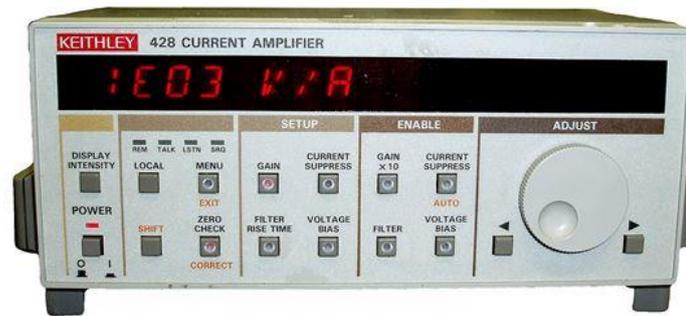
- ต่อสายสัญญาณกระแสจาก Ionization Chamber ที่ Input (BNC connector, nA) ของเครื่อง และ ต่อสายสัญญาณ output ที่ Output ( BNC connector,  $\pm V$ ) ได้สัญญาณแรงดันเป็นค่า +

- ต่อสาย Power และ กดปุ่ม Power เพื่อเริ่มการทำงานของเครื่อง

- กรณีไม่ได้เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ (ปรับมือ) ให้กดปุ่ม ZERO CHECK จนไฟดับ สามารถปรับอัตราขยาย หรือ GAIN ได้โดย หมุนปุ่ม Volume ทางขวา หรือ กดปุ่ม ► เพื่อเพิ่ม GAIN ( 3 – 9 ) และ กดปุ่ม ◀ เพื่อลด GAIN

- กรณีเชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ (ปรับโปรแกรม) ผ่าน GPIB (IEEE 488) เปิด 428 Current Amp รอนโปรแกรมแสดง GAIN 3 ปรับ GAIN ตามความเหมาะสม แล้วกดปุ่ม SET GAIN สังเกตที่ตัวเครื่องว่า GAIN ตรงตามที่ต้องการหรือไม่หากไม่ตรงให้ปิดเปิดโปรแกรมใหม่หรือปรึกษา Local Contac

\*หมายเหตุ ควรเริ่มปรับ GAIN 8 สำหรับ  $I_0$  และ  $I_1$



รูปที่ 2-15 KEITHLEY 428 Current Amplifier

2.) FEMTO DLPCA-200 มีลักษณะการทำงานคล้ายกับ KEITHLEY 428 Current Amplifier แต่มีรูปร่างหน้าตาค่อนข้างต่างกัน โดย FEMTO จะไม่มีจอแสดงสถานการณ์ทำงาน และใช้ปุ่มปรับแบบอนาล็อก มีฟังก์ชันน้อยกว่า ทำให้การใช้งานง่ายไม่ซับซ้อน

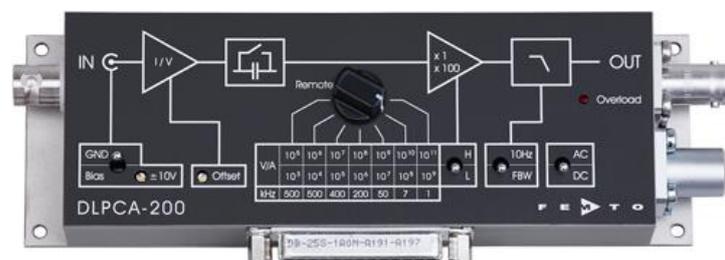
- ต่อสายสัญญาณกระแสจาก Ionization Chamber ที่ Input (BNC connector, nA) ของเครื่อง ต่อสายสัญญาณ output ที่ Output ( BNC connector,  $\pm V$ ) ได้สัญญาณแรงดันเป็น -

- ต่อสาย Power จากนั้น ปรับค่า GND ที่คั่นโยกแรกทางด้านซ้าย, ปรับค่า Offset ให้ได้สัญญาณ Background = 0

- ปรับค่า ช่วงการขยายสัญญาณเป็น L (สำหรับ BL5.2), ปรับค่า Low Pass Filer เป็น 10 Hz (กรองความถี่สูงออก), ปรับค่าไฟเป็น DC

- กรณีไม่เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ (ปรับมือ) ให้ปรับ GAIN โดยหมุนปุ่มตามค่าที่ต้องการในกรณีนี้ เลือกช่วงขยายสัญญาณเป็น L ให้อ่านค่า GAIN ในคอลัมน์ที่ 2 (  $10^3$   $10^4$   $10^5$   $10^6$   $10^7$   $10^8$   $10^9$  ) สังเกตไฟ แสดงสถานะ Overload ถ้าไฟสว่างค้างควรลด GAIN

- กรณีเชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ (ปรับโปรแกรม) ผ่าน DB25S กำลังอยู่ในช่วงพัฒนาโปรแกรมเพื่อรองรับการทำงานของอุปกรณ์



รูปที่ 2-136 Femto DLPCA-200

### 3.) 4 Ch Voltage to Frequency Converter NOVA N111VTF

เป็นอุปกรณ์สำหรับแปลงแรงดันไฟฟ้าให้อยู่ในรูปของความถี่ มีช่องสำหรับต่อสัญญาณทั้งหมด 4 ช่อง มีฟังก์ชันการใช้งานหลัก คือ 1. แหล่งจ่ายแรงดันอ้างอิงปรับค่าได้ 2. แหล่งจ่ายสัญญาณ

ความถี่ 1MHz 3. แปลงสัญญาณแรงดันเป็นความถี่ ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะฟังก์ชันที่ใช้ที่ BL5.2 คือ แปลงสัญญาณแรงดันเป็นความถี่ โดยสามารถติดตั้งและปรับค่าได้ดังนี้

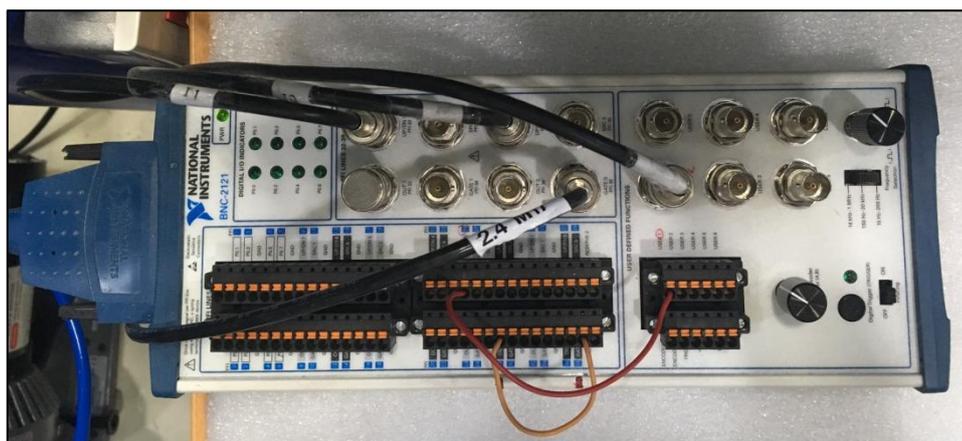
- ต่อ Power จากนั้น ปรับค่าแรงดัน Input ให้ตรงกับสัญญาณแรงดัน โดยเปิดฝาและโยกปุ่มบนแผงวงจรด้านหน้าเครื่องไปด้านหน้าตัวเครื่องสำหรับสัญญาณแรงดันบวก และโยกไปด้านหลังสำหรับแรงดันลบ

- ต่อสายสัญญาณแรงดัน  $I_0$  จาก Current Amp (KEITHLEY 428 / FEMTO) ที่ Input (IN)
- ต่อสายสัญญาณแรงดัน  $I_1$  จาก Current Amp (KEITHLEY 428 / FEMTO) ที่ Input (IN)
- ต่อสายสัญญาณ  $I_0$  Output ที่ OUT (Hz) ต่อสายสัญญาณ  $I_1$  Output ที่ OUT (Hz)
- ปรับค่าตัวคูณสัญญาณเป็น x1



รูปที่ 2-17 NOVA N111VTF

4). Counter BNC-2121 เป็นอุปกรณ์สำหรับนับสัญญาณความถี่ (Count / Sec) เพื่อส่งไปยังคอมพิวเตอร์ประมวลผลต่อไป ทำการติดตั้งและปรับค่าโดยหน่วยงานคอนโทรล



รูปที่ 2-18 BNC-2121

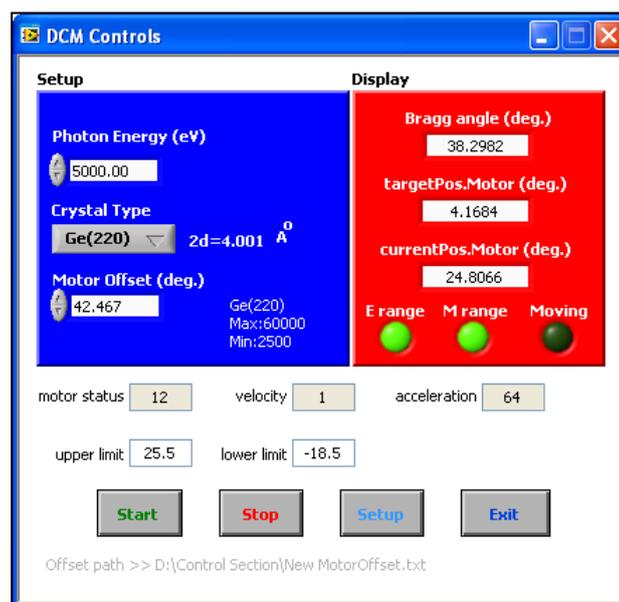
## 2.2.4 คัดเลือกค่าพลังงานสำหรับธาตุที่ต้องการวัด

ระบบคัดเลือกพลังงานแสงของระบบลำแสง เป็นแบบผลึกคู่ที่มีตำแหน่งขาออกของลำแสงครั้งที่ประกอบด้วยผลึก 2 ชั้น โดยผลึกแรกเป็นผลึกตำแหน่งข้างบนทำหน้าที่คัดเลือกพลังงานแสงและผลึกตำแหน่งล่างเป็นผลึกตัวที่สองทำหน้าที่สะท้อนแสงที่มุมเลี้ยวเบนของระนาบผลึก (Bragg angle) ทำให้ลำของรังสีเอกซ์ขาออกมีทิศทางขนานกับรังสีเอกซ์ขาเข้า ตำแหน่งของรังสีเอกซ์ขาออกจะต่ำกว่าตำแหน่งรังสีเอกซ์ขาเข้าประมาณ 3 เซนติเมตร

การคัดเลือกค่าพลังงานมีลำดับขั้นตอนดังนี้

1. เปิดโปรแกรม DCM control ดังรูปที่ 2-19 คลิกเลือกชนิดของคู่ผลึก (Crystal Type) ที่ใช้สำหรับคัดเลือกพลังงานธาตุที่ต้องการวัด

2. ใส่ค่าพลังงานของธาตุที่ต้องการวัด (Photon Energy (eV)) โปรแกรมจะคำนวณมุมแบรกก์และแสดงมุมของมอเตอร์ คลิก Start สังเกตไฟสีเขียว (Moving) บนหน้าจอโปรแกรมจะกระพริบ โปรแกรมแสดงมุมของมอเตอร์ ทั้งค่าป้อนและค่าปัจจุบัน

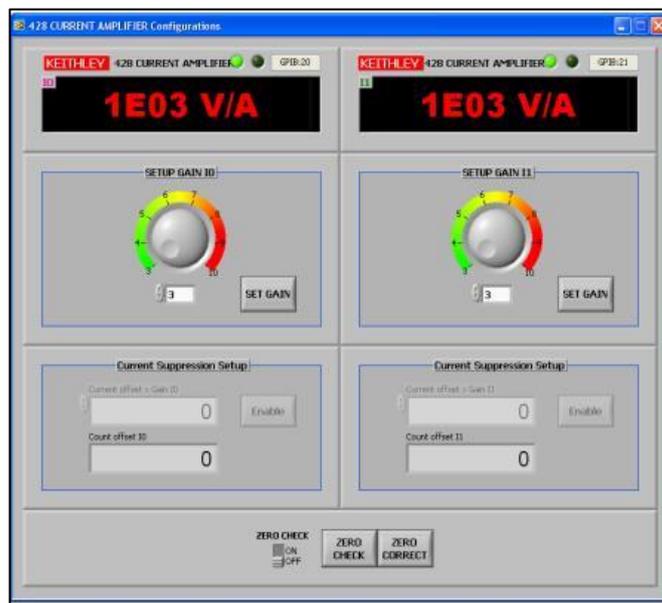


รูปที่ 2-19 โปรแกรม DCM Controls ของระบบลำแสง 5.2

## 2.2.5 การปรับค่ากระแส (Maximize $I_0$ current)

พลังงานแสงความถี่เดียวที่ได้ถูกคัดเลือกจาก DCM ได้จากการปรับผลึกตัวที่ 2 ให้ขนานกับตัวที่ 1 เพื่อให้ได้ค่าสัญญาณสูงสุดที่  $I_0$  ประกอบด้วยลำดับขั้นตอนดังนี้

1. ตรวจสอบว่าได้เปิดเครื่อง Current Amplifier แล้วเปิดโปรแกรม 428 Check Overload ซึ่งถูกปรับ Gain 3 ทั้งสองเครื่อง ( $I_0$  และ  $I_1$ ) ดังรูปที่ 2.20



รูปที่ 2-14 โปรแกรม 428 Check Overload ของระบบลำเลียงแสง 5.2

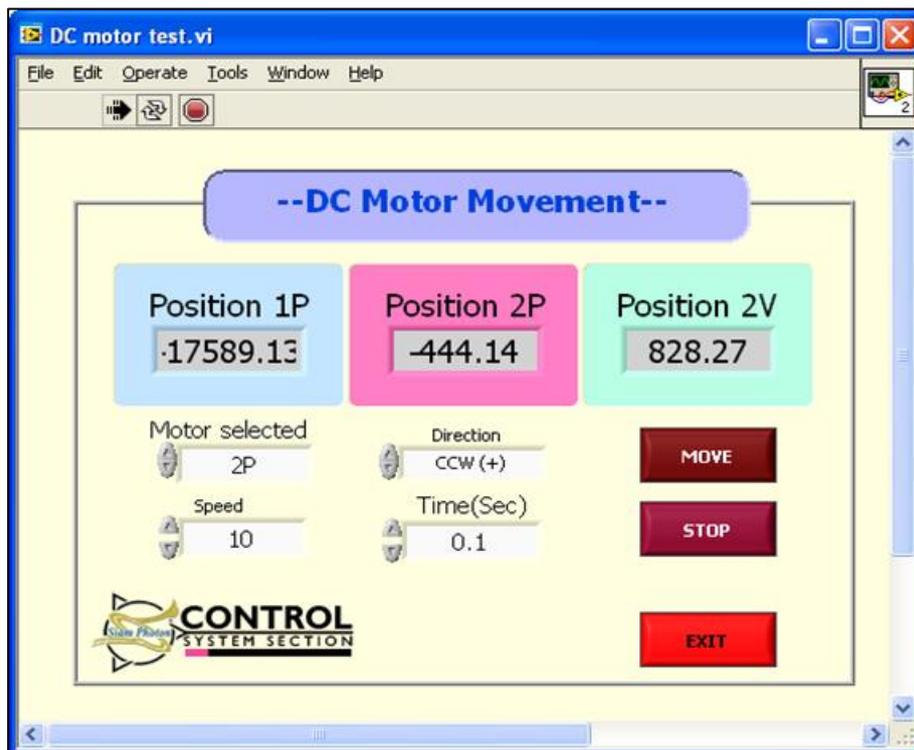
2. ค่อยๆ หมุนปุ่มสเกลเพื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าเป็น 300 โวลต์ เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้แก่ DC power supply (แหล่งจ่ายความดันกระแสตรง) จะทำให้แก๊สแตกตัวโดยอุปกรณ์แผ่นโลหะนำไฟฟ้าทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าบวกและลบ โดยอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ไปหาขั้วบวก กระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จะแปรผันตรงกับจำนวนอิเล็กตรอนที่เกิดจากการแตกตัวของแก๊ส ถ้าค่ากระแส  $I_0$  (และ  $I_1$ ) มากเกินไปจะทำให้เกิด Overload ได้ ซึ่งก่อให้เกิดความเสียหายร้ายแรงต่ออุปกรณ์ Current Amplifier

3.ปรับค่า Gain ของเครื่อง  $I_0$  โดยคลิกปุ่ม SET GAIN เพื่อขยายสัญญาณ ในการวัดค่ากระแส  $I_0$  เปิดโปรแกรมสำหรับการ Maximize  $I_0$  current ดังรูปที่ 2.21 ปรับ Gain ให้เหมาะสม แต่ต้องไม่ปรับให้  $I_0$  เกิน  $10^6$  เพราะจะทำให้เกิด Overload ได้ บันทึกค่าสัญญาณที่อ่านได้เริ่มต้น (counts/s) สำหรับคำนวณเริ่มต้น (2P & 2V)



รูปที่ 2-15 โปรแกรม Ionization Counter  $I_0$  สำหรับตรวจสอบสัญญาณการ Maximize  $I_0$  current ของระบบลำเลียงแสง 5.2

4. เปิดโปรแกรม Monochromator Controls ดังรูปที่ 2.22 ซึ่งเป็นโปรแกรมที่ควบคุมระนาบผลึก โดยการปรับให้ผลึกตัวที่ 2 ขนานกับตัวที่ 1 เพื่อให้ได้ค่าสัญญาณสูงสุดที่ Ionization Chamber บันทึกค่าสัญญาณที่อ่านได้หลังปรับค่าระนาบ ควรปรับค่า 2P ก่อนจึงปรับค่า 2V แล้วจึงปรับค่าระนาบ 2P อีกครั้งหนึ่ง (ค่าระนาบ 2P มีผลต่อตำแหน่งแสงสูง-ต่ำ ส่วน ค่าระนาบ 2V มีผลต่อตำแหน่งแสงซ้าย-ขวา)



รูปที่ 2-16 โปรแกรม Monochromator Controls

5. เปิดโปรแกรม BL5 Motor Control ดังรูปที่ 2.23 ปรับค่า DCM Screen Position เป็น 18 มิลลิเมตร เพื่อเลื่อนตำแหน่งของ Fluorescence Screen ลงมาในแนวเพื่อตรวจดูตำแหน่งและขนาดของแสง ซึ่งสามารถสังเกตได้ทั้งตำแหน่งแนว Vertical & Horizontal (สูง-ต่ำ & ขวา-ซ้าย) เราสามารถสังเกตตำแหน่งแสงผ่านทางกล้อง webcam ซึ่งจะต้องเปิดโปรแกรม AMCap ซึ่งอยู่ในโฟลเดอร์ programBL5 ตำแหน่งของ Screen chamber นั้นอยู่ที่ตำแหน่งหน้า  $I_0$  chamber ทำให้เราทราบว่า แสงที่ผ่านจากโมโนโครเมเตอร์นั้นมีลักษณะอย่างไร หรือ ผลึกทั้งสองนั้นได้ระนาบกันหรือไม่



รูปที่ 2-17 โปรแกรม BL5 Motor Control Main ซึ่งควบคุมส่วน Optical Beamline ของระบบลำเลียงแสงที่ 5.2 แสดงตำแหน่ง XBPM2 และ DCM Screen Position

### 2.2.6 การตรวจตำแหน่งแสงหลังผ่านการคัดเลือกพลังงาน (Burn Paper)

การสังเกตตำแหน่งและขนาดแสงที่ Sample chamber และ End flange การหาตำแหน่งแสงที่ถูกต้องชัดเจน ทำได้โดยการให้แสงความถี่เดียวฉายไปยังกระดาษที่ไวต่อพลังงานแสงย่านเอกซเรย์ เรียกขั้นตอนนี้ว่าการ Burn paper ซึ่งมีลำดับขั้นตอนดังนี้

1. ปรับลดค่า Gain ของเครื่อง  $I_0$  และ  $I_1$  ลดศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้ DC power supply (แหล่งจ่ายความดันกระแสตรง) เป็น 0 โวลต์

2. ปิดวาล์วสองตัวจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ ABS>BS ตัดกระดาษไวแสงดังกล่าวให้มีขนาดเหมาะสมกับขนาดของ sample chamber กรณีพลังงานที่ใช้ทดลองต่ำกว่า 5000 eV ต้องต่อสายนำแก๊สฮีเลียมต่อเข้ากับ sample chamber เพื่อลดการดูดกลืนแสงโดยโมเลกุลอากาศ แต่กรณีพลังงานสูงกว่า 5000 eV ไม่ต้องใช้แก๊สฮีเลียม

3. เปิดวาล์วสองตัวจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ BS>ABS เพื่อเปิดแสงให้มากระทบลงบนกระดาษไวแสง โดยระยะเวลาที่ให้แสงฉายไปยังกระดาษขึ้นอยู่กับค่าสัญญาณสูงสุดอ่านได้หลังปรับระบบผลึก ซึ่งขึ้นกับความเข้มรังสีเอกซ์ช่วงพลังงานที่คัดเลือกด้วย โดยทั่วไปมักใช้เวลาประมาณ 5-10 นาที

4. เมื่อครบเวลาที่เหมาะสมแล้ว ปิดวาล์วทั้งหมดจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ ABS>BS> PV2>PV1>PV3

5. เขียนตำแหน่งแสงในแนว Horizontal & Vertical บน Sample holder ให้ชัดเจน ในการวัดสเปกตรัมให้ติดสารมาตรฐาน หรือสารตัวอย่างบนตำแหน่ง Sample holder ตามตำแหน่งที่ได้เขียนไว้

\*\*\*หากพิจารณาว่าตำแหน่งแสงมาครบปกติจากการจัดตำแหน่งอุปกรณ์ในสถานีทดลองตรงกับทางเดินแสงดีแล้ว ให้ทำการทดลองเช่นเดียวกันโดยติดกระดาษไวแสงในส่วน end flange ซึ่งมีลำดับขั้นตอนต่อจากขั้นตอนของส่วน Sample chamber คือปิด hand valve ข้างหลัง DCM chamber และมีลำดับขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

6. ถอด end flange ออกจากปลาย  $I_1$  chamber (สามารถถอดออกได้เพราะการทดลองก่อนหน้านี้ก็มีความดันส่วน  $I_1$  chamber เป็นความดันบรรยากาศ) ตัดกระดาษให้มีขนาดเหมาะสมและติดกระดาษโดยสังเกตแนวแกน ก่อนประกอบ end flange ยึดติดกับ  $I_1$

7. ป้อนส่วนปลายสถานีทดลอง ตามแผนผังตำแหน่งของวาล์วต่างๆ ตามหัวข้อ 2.1.3.2 โดยให้เปิดเฉพาะ Valve 4 (สำหรับ  $I_1$  chamber) จากนั้นค่อยๆ เปิด Valve 7 (Dry scroll pump) โดยป้อนอย่างน้อย 5 นาที หรือรอความดันให้ได้ประมาณช่วงของ 1-2.5 mBar แล้วปิด Valve ทั้งสอง

8. เปิด hand valve แล้วจึงเปิดวาล์วทุกตัวจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ PV3> PV1> PV2> BS> ABS

9. หลังจากครบระยะเวลาที่เหมาะสมในการฉายแสงความถี่เดียวไปยังกระดาษ ให้ปิดวาล์วทั้งหมดจากหน้าจอคอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ ABS>BS> PV2>PV1>PV3

## 2.2.7 การทำ Energy calibration ที่ค่าพลังงานสำหรับการทดลอง

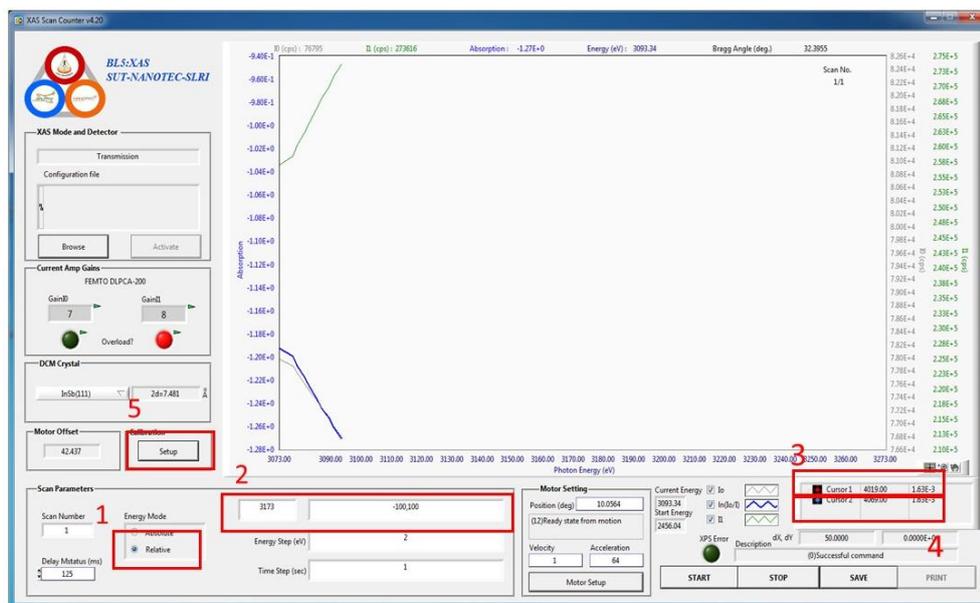
การปรับเทียบค่าพลังงาน (Energy calibration) สามารถใช้สารมาตรฐาน ได้แก่ metal foil หรือ สารประกอบออกไซด์ของธาตุนั้น โดยการทำให้ Energy calibration นั้นแบ่งเป็น 2 แบบคือ แบบ Transmission mode และ Fluorescence mode มีลำดับขั้นตอนดังนี้

### 2.2.7.1 การทำ Energy Calibration สำหรับ Transmission mode

1.เปิด Pneumatic Valves จากด้านนอกมาด้านในกำแพง ตามลำดับดังนี้ PV3> PV1> PV2> BS> ABS จากนั้นปรับค่า Gain ของเครื่อง  $I_0$  และ  $I_1$  ไว้ที่ค่า 3 และเพิ่มศักย์ไฟฟ้าเป็น 300 โวลต์

2.ปรับค่า Gain ของเครื่อง  $I_0$  และ  $I_1$  ซึ่งอาจลองใช้ค่า 8

3.เปิดโปรแกรม XAS SCAN Counter Ver 401 ดังรูป 2.24 สามารถเลือกโหมดในการวัดคือ Transmission mode / Fluorescence mode / Lytle Fluorescence mode / Si drift การทดลองส่วนใหญ่มักทำ Energy calibration ด้วยโหมด Transmission โดยกด OK



รูปที่ 2.24 โปรแกรม XAS SCAN Counter Ver. 401

4. จากนั้นคลิกเลือก Crystal ที่ใช้ โดยจะเริ่มทำการสแกน หา Edge/Peak อย่างคร่าวๆ ก่อนโดยเลือกโหมด Scan Parameters แบบ Relative (บริเวณหมายเลข 1) ใส่ค่าพลังงานของธาตุที่เราต้องการวัดลงช่อง  $E_0$  และใส่ค่าพารามิเตอร์ (บริเวณหมายเลข 2) ดังนี้

$$E = -50, 50 \text{ หรือ } -100, 100$$

$$\text{Energy Step} = 2$$

$$\text{Time Step} = 1$$

แล้วจึง คลิก START โปรแกรมจะค่อยๆ เคลื่อนมอเตอร์ เพื่อทำการสแกนสเปกตรัมช่วงพลังงานที่เราตั้งไว้

5. เมื่อโปรแกรมสแกนเสร็จเรียบร้อย จะแสดงหน้าต่าง "Scan completed" ให้คลิก OK

6. จากนั้นคลิกขวาตรง Cursor1 (สีแดง) (บริเวณหมายเลข 3) เลือก Bring to Center เลื่อน Cursor1 ไปก่อน Edge/Peak Energy ค่าที่อ่านได้เป็นพลังงานเริ่มต้นสำหรับการสแกนสารมาตรฐาน

7.คลิกขวาตรง Cursor2 (สีน้ำเงิน) (บริเวณหมายเลข 4) เลือก Bring to Center เลื่อน Cursor2 ไปหลัง Edge/Peak Energy ค่าที่อ่านได้เป็นพลังงานสุดท้ายสำหรับการสแกนสารมาตรฐาน

8. เปลี่ยนโหมดการสแกนเป็นแบบ Absolute แล้วใส่ค่าพลังงานที่อ่านได้จาก Cursor1 (สีแดง) และ Cursor2 (สีน้ำเงิน) บริเวณหมายเลข 3 เช่น สมมติ Cursor1 อ่านได้ 7002 และ Cursor2 อ่านได้ 7333 ให้ใส่พารามิเตอร์ดังนี้

$$E = 7002, 7333$$

$$\text{Energy Step} = 0.2$$

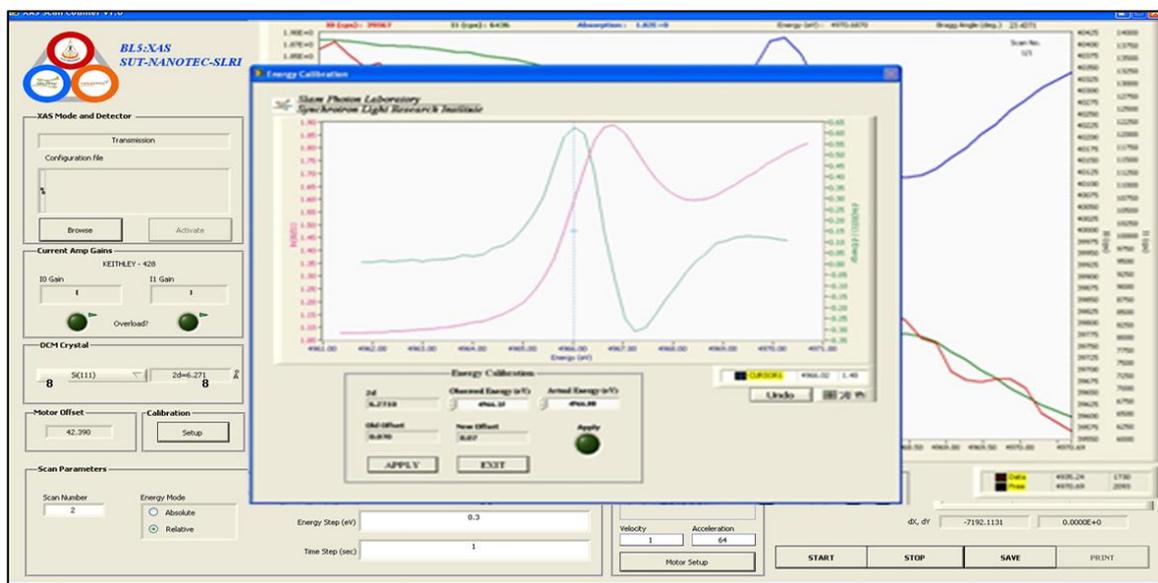
$$\text{Time Step} = 1$$

แล้วจึง คลิก START จะสังเกตเห็นว่าเราจะใช้ Energy step และ Time step ที่ละเอียดขึ้น เนื่องจากเราต้องการวัดละเอียดในช่วง Edge energy ของธาตุนั้นๆ นั่นเอง

9. จากนั้น คลิก Set up (บริเวณหมายเลข 5) โปรแกรมจะแสดงหน้าต่างคำถาม "Do you want to calibrate using metal?" ซึ่งให้เราเลือกสารมาตรฐานที่เรานำมา Calibrate

- กรณีใช้สารมาตรฐานเป็น Metal foil เราจะใช้ Edge energy ในการ Calibrate ที่ โดยคลิก Setup จากโหมด Calibration จะขึ้นข้อความ “Do you want to calibrate using metal?” ให้คลิกเลือก YES จะขึ้นโปรแกรมดังรูปที่ 2.25 คลิกขวาตรง Cursor1 (สีน้ำเงิน) เลือก Bring to Center เลื่อน Cursor1 ไปที่ Edge energy ซึ่งตรงกับค่าความชันที่สูงที่สุด (เป็นกราฟพลอตค่า derivative ของ absorption ต่อค่า energy) ใส่ค่าพลังงานที่อ่านได้ ลงในช่อง Observed Energy (eV) และใส่ค่าพลังงาน Edge energy ที่ Actual Energy (eV) หลังจากบันทึกข้อมูลแล้วให้คลิก APPLY แล้วจึงบันทึกค่า New Motor Offset

- กรณีที่ใช้สารประกอบออกไซด์ในการ Calibrate เราจะใช้พีคของสเปกตรัมในการ Calibrate โดยคลิก Setup จากโหมด Calibration จะขึ้นข้อความ “Do you want to calibrate using metal?” ให้คลิกเลือก NO ให้ใช้ค่า Peak energy ต้องเอา Cursor ไปวางไว้ที่ Peak ของ Spectrum แล้วจึงป้อนค่าพลังงานที่อ่านได้ ลงในช่อง Observed Energy (eV) และใส่ค่าพลังงาน Peak energy ที่ Actual Energy (eV) หลังจากบันทึกข้อมูลแล้วให้คลิก APPLY แล้วจึงบันทึกค่า New Motor Offset



รูปที่ 2-25 โปรแกรม XAS SCAN Counter Ver. 401 และการทำ Energy Calibration

10. เมื่อทำการ Calibrate เรียบร้อยแล้ว ให้สแกนสเปกตรัม ในโหมด Relative ของสารมาตรฐานซ้ำอีกครั้ง เพื่อตรวจสอบว่า Edge/Peak Energy ตรงตามค่า Actual Energy โดยวัด สเปกตรัม XANES พารามิเตอร์ดังนี้ E=-30,80 Energy step=0.2 Time step=1 จากนั้น กด Start และบันทึกสเปกตรัมลง folder วันที่ทำการทดลอง

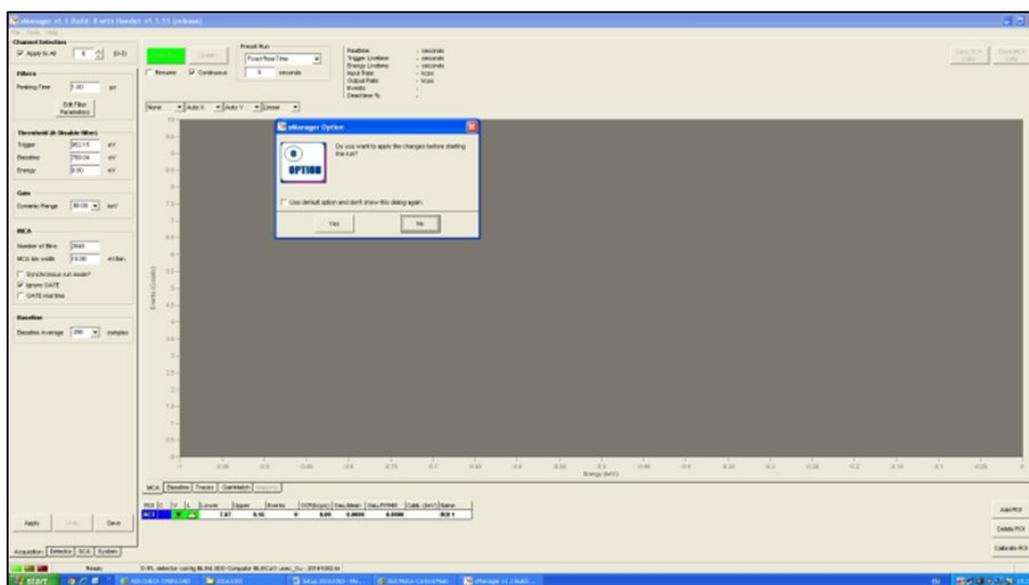
11. เมื่อทักข้อมูลทุกอย่างเรียบร้อยแล้วให้ปิดวาล์วจากหน้าจอกอมพิวเตอร์ ตามลำดับดังนี้ ABS>BS แล้วจึงนำสารมาตรฐานออกจาก Sample chamber เพื่อเตรียมติดสารตัวอย่างที่ต้องการวัดสเปกตรัม

### 2.2.7.2 การ Calibration detector FL mode

สำหรับการ calibration detector FL-mode จะทำหลังจากที่เราได้ทำการ Calibrate ในส่วน ของ Transmission เสร็จแล้ว เราจะต้องมา Calibrate ในส่วนของ detector สำหรับการวัดแบบ Fluorescence mode เพื่อให้ detector แต่ละ Chanel นั้นรับค่าสัญญาณตรงกันรวมถึงตรงค่าตาม ทฤษฎี โดยมีวิธีดังต่อไปนี้

1. เปิดโปรแกรม DCM control จากนั้นทำการปรับค่าพลังงานจากค่า Edge energy ที่เราสนใจ จะวัดบวกเพิ่มขึ้น 200 eV (ถ้าต้องการวัด Fe K-edge ซึ่งปกติแล้วมีค่าเท่ากับ 7112 eV เราจึงต้องทำการ ปรับเป็น 7312 eV) จากนั้นกด start เพื่อเคลื่อนไปมอเตอร์ที่มุมพลังงานนั้น เมื่อเสร็จเรียบร้อย จึงทำการ ปิดโปรแกรม

2.เปิดโปรแกรม X-manager หลังจากนั้นทำการกด RUN โปรแกรมจะถามว่าเราจะประยุกต์ใช้ หรือไม่ให้เราเลือกตอบ No ตามรูปที่ 2-18



รูปที่ 2-18 โปรแกรม X-manager หลังจากการสั่งกด Run

3. หลังจากนั้นโปรแกรมจะทำการวัดสัญญาณ FL ออกมา ซึ่งแกน x จะมีลักษณะกว้างถึง 20 keV ให้คลิกขวา Default mode เลือก Zoom เพื่อที่เราจะได้สังเกตเห็น Peak ที่มีลักษณะที่ง่ายต่อการ calibrate จากนั้นทำการเลือกที่ Auto Y กดปุ่ม start run อีกรอบ จากนั้นคลิกขวาอีกครั้งเลือก place cursor 1 แล้วคลิกเมาส์วางซ้าย เลื่อนตำแหน่ง cursor เส้นสีขาว ไปตรงกลางพีคที่ดูสมมาตร จากนั้นคลิกขวาเลือก auto ROI



6. เมื่อทำการ calibrate เสร็จก็กลับมาหน้า MCA ปรับ cursor ใหม่ให้อยู่สมมาตร center ---> แล้วคลิกขวา auto ROI ใหม่ ---> แล้วกดเช็ค star run ใหม่ ก็จะได้ค่า Gau-Mean และค่า window ใหม่ที่มันถูกต้อง (Gau-Mean คือค่าที่มันตรงกับทฤษฎีที่เราใส่ emission line FL ที่ธาตุแต่ละตัว (เพราะการ GainMatch ก็เหมือน calibrate ใน TM มันก็จะมีการ shift ไปพลังงานที่ถูกต้อง)

7. การ save config file ให้คลิกถูกที่ Ignore gate ออก และปรับ Preset Run เป็น None จากนั้นทำการ save โดยเลือกโฟลเดอร์ให้ตรงกับธาตุที่เราทำการ calibrate

### 2.3 การเตรียมตัวอย่าง

ระบบลำแสงที่ 5.2 สามารถวัดตัวอย่างที่อยู่ในรูปของแข็ง ผง หรือของเหลวได้ โดยตัวอย่างจะถูกติดตั้งบนตัวจับยึดตัวอย่าง (sample holder)

#### 2.3.1 ผง (powder)

สำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (หรือเป็นของแข็งที่สามารถบดได้) ให้บดตัวอย่างแล้วชั่งสารตัวอย่างตามปริมาณที่เหมาะสมโดยสังเกตจากค่า edge jump ควรมีค่าอยู่ในช่วง 0.7-1.3 (อาจคำนวณจากโปรแกรม Optmass ซึ่งได้ติดตั้งโปรแกรมไว้ที่คอมพิวเตอร์ของระบบลำแสง) โดยทาสารตัวอย่างลงบนด้านเทพ Kapton ซึ่งติดยึดอยู่กับเฟรม ทาสารตัวอย่างโดยใช้พู่กันที่สะอาดเกลี่ยให้มีความหนาสม่ำเสมอ และปิดทับด้วย Kapton tape อีกรอบ ดังรูปที่ 2.28

-เฟรมตัวอย่างสำหรับการวัดแบบทะลุผ่าน มีช่องบรรจุตัวอย่างขนาด 17 มิลลิเมตร x 4 มิลลิเมตร

-เฟรมตัวอย่างสำหรับการวัดแบบเรืองแสง มีช่องบรรจุตัวอย่างขนาด 20 มิลลิเมตร x 4 มิลลิเมตร



รูปที่ 2-21 ตัวอย่างผงที่ทำเกลี่ยลงบนด้านเทพ Kapton แล้วจึงประกบติดด้วย Kapton อีกทีหนึ่ง

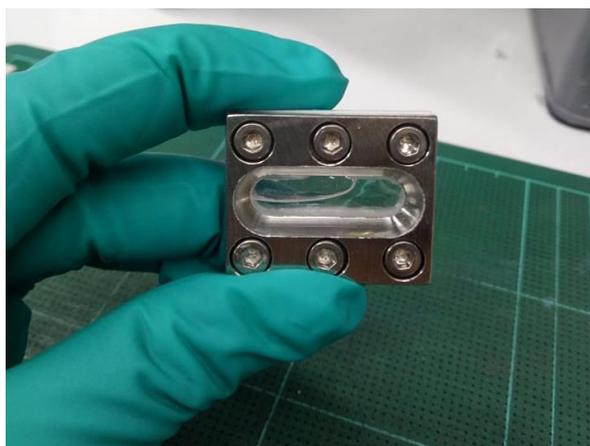
วิธีการเตรียมอีกแบบ อาจใช้พู่กันป้ายสารตัวอย่างบนแผ่น polypropylene film โดยใช้กาวสมระหว่าง Canada balsam และ toluene แล้วพับแผ่นฟิล์มเพื่อทบชั้นของสารตัวอย่างให้มีปริมาณสารเหมาะสม

### 2.3.2 ของเหลว (liquid)

สำหรับตัวอย่างที่เป็นของเหลว ให้บรรจุตัวอย่างในเซลล์ของเหลว (liquid cell) และนำ liquid cell ติดตั้งบน sample holder

ลักษณะของ liquid cell เป็นแผ่น superlene ซึ่งประกบปิดด้วย Kapton tape หรือ PP film มีช่องสำหรับโหลดตัวอย่างลงด้วยเครื่องดูดสารละลาย auto pipette

โดย liquid cell มีช่องบรรจุตัวอย่างขนาด 20 มิลลิเมตร x 5 มิลลิเมตร มีขนาดความลึก 0.3, 0.6 และ 0.9 มิลลิเมตร จึงมีปริมาตรบรรจุสารละลายประมาณ 30, 60 และ 90 ไมโครลิตร ตามลำดับ



รูปที่ 2-22 ภาพถ่ายของ liquid cell

### 2.4 การใช้งานตู้ควบคุมการจ่ายแก๊ส

ระบบจ่ายแก๊สที่ติดตั้งที่สถานีทดลองที่ 5.2 นี้ จัดสร้างขึ้นเพื่อรองรับการจ่ายแก๊สกับ In-situ heating cell แก๊สที่จ่ายได้ประกอบด้วย  $H_2$ ,  $N_2$ ,  $Ar$ ,  $O_2$ ,  $CO_2$  และ  $He$  ควบคุมอัตราการจ่ายแก๊สด้วย Mass Flow (0-100 mL/min) ระบบประกอบไปด้วย 6 ส่วนหลัก ดังนี้



รูปที่ 2-23 สถานที่ตั้งตู้เก็บแก๊ส

2.4.1 ส่วนตู้เก็บแก๊ส เป็นส่วนที่มีไว้สำหรับเก็บถังแก๊สชนิดต่างๆ เพื่อความปลอดภัย โดยจะประกอบด้วย 2 ตู้เก็บ

1. ตู้เก็บแก๊ส  $H_2$  ภายในประกอบด้วยถังบรรจุแก๊ส  $H_2$  ขนาด 3.4 ลิตร และถังบรรจุแก๊ส  $N_2$  สำหรับการไล่แก๊สออกซิเจนในท่อส่งหรือไล่แก๊สไฮโดรเจนออกจากท่อส่งเมื่อเกิดเหตุฉุกเฉิน



รูปที่ 2-24 ตู้เก็บแก๊สไฮโดรเจน

2. ตู้เก็บแก๊สเฉื่อย ภายในตู้นี้ จะประกอบไปด้วย  $N_2$ ,  $O_2$ , Ar,  $CO_2$  และ He ภายในบรรจุถังบรรจุแก๊สดังกล่าวไว้อย่างละ 1 ถัง



รูปที่ 2-25 ตู้เก็บแก๊สเฉื่อย

## 2.4.2 ส่วนระบบควบคุมการจ่ายแก๊ส

เป็นส่วนที่คอยช่วยในการควบคุม การจ่ายแก๊สต่างๆ ไปยังส่วนสถานีทดลอง โดยจะประกอบไปด้วย 3 ส่วนหลักๆ คือ

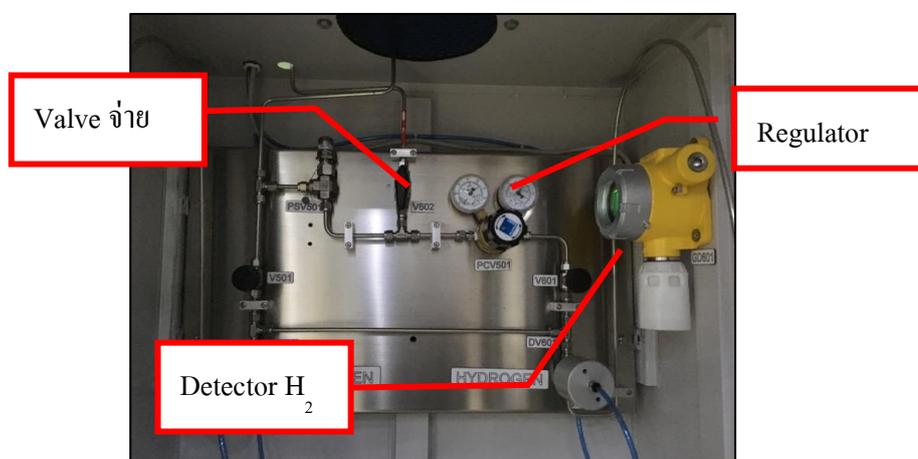
1. วาล์วควบคุมการจ่ายแก๊ส  $H_2$  ในส่วนของ  $H_2$  นั้นจะมีอุปกรณ์การจ่ายหลัก คือ

1.1 Regulator : ใช้สำหรับอ่านค่าความดันภายในถัง  $H_2$

1.2 Valve จ่าย : ใช้ในการจ่ายแก๊สไปยังจุดใช้งาน

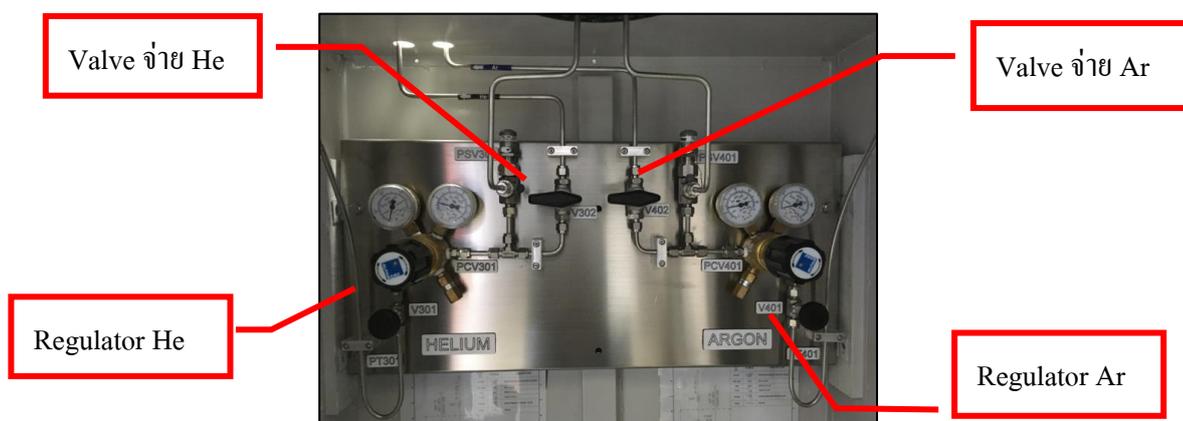
1.3 Detector  $H_2$  : สำหรับตรวจจับการรั่วของแก๊ส  $H_2$

ดังแสดงในรูปที่ 2-33



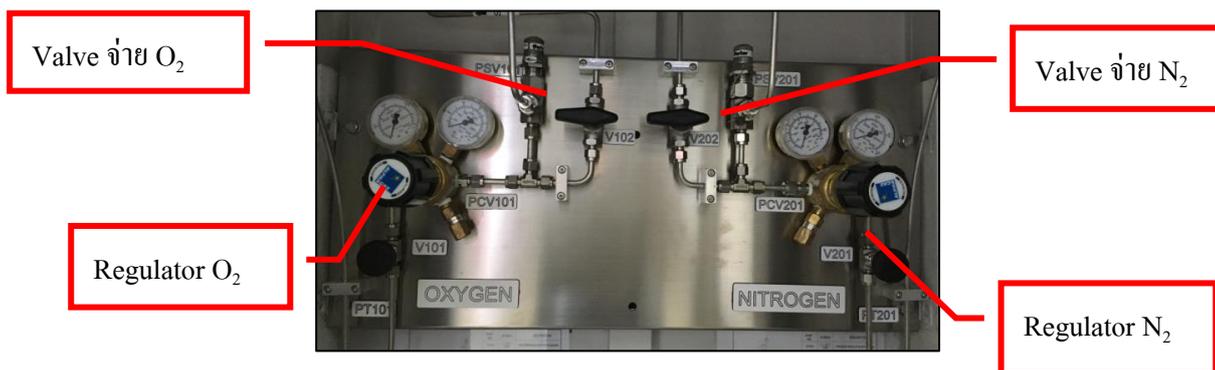
รูปที่ 2-26 อุปกรณ์จ่ายแก๊ส  $H_2$

2. วาล์วควบคุมการจ่าย He และ Ar มีอุปกรณ์จ่ายแยกเป็น 2 ชุด คือ 1. Valve จ่าย และ 2. Regulator



รูปที่ 2-27 อุปกรณ์จ่ายแก๊ส He และ Ar

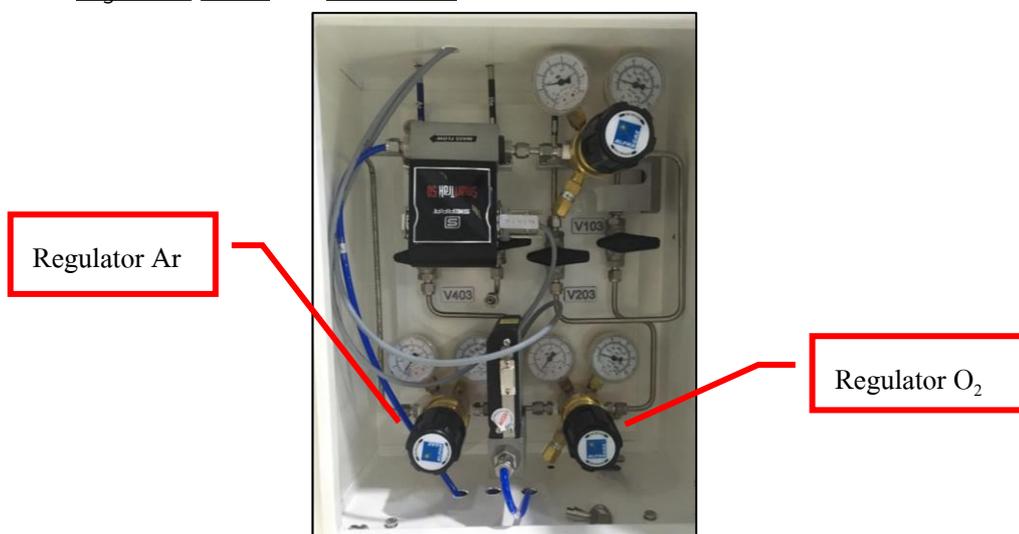
3. วาล์วควบคุมการจ่าย  $O_2$  และ  $N_2$  มีอุปกรณ์จ่ายแยกเป็น 2 ชุด คือ 1. Valve จ่าย และ 2. Regulator



รูปที่ 2-28 อุปกรณ์จ่ายแก๊ส  $O_2$  และ  $N_2$

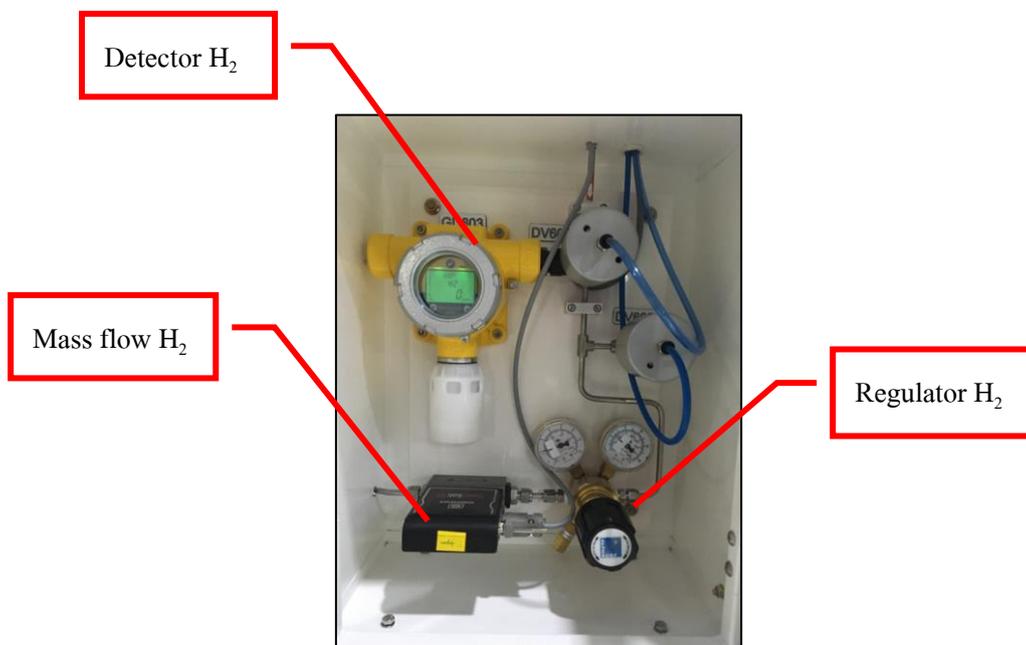
### 2.4.3 ตู้ควบคุมการไหล (Mass flow)

2.4.3.1 ตู้ที่1(POU1) สำหรับควบคุมการไหลของแก๊สเฉื่อย ( $He$   $Ar$   $O_2$   $N_2$ ) ภายในกล่อง ประกอบด้วย regulator valve และ mass flow



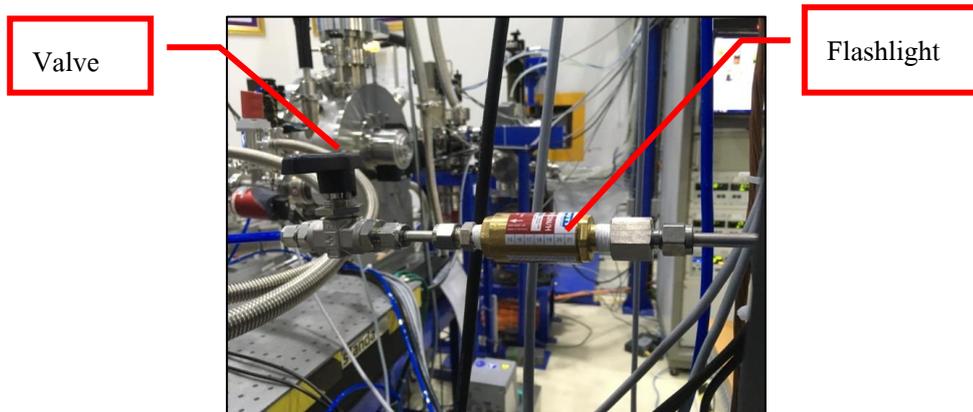
รูปที่ 2-29 อุปกรณ์ภายในตู้จ่ายแก๊สเฉื่อย

2.4.3.2 ตู้ที่2(POU2) สำหรับแก๊ส  $H_2$  ประกอบด้วย regulator valve mass flow และ Detector  $H_2$



รูปที่ 2-30 อุปกรณ์ภายในตู้จ่ายแก๊ส H<sub>2</sub>

2.4.3.3 วาล์วจ่ายแก๊สเข้า In-situ Heating cell เป็นวาล์วจ่ายตัวสุดท้ายก่อนถึง In-situ Heating cell ประกอบด้วย flashlight (กันไฟย้อน) และ Valve



รูปที่ 2-31 วาล์วและกันไฟย้อน

#### 2.4.4 ระบบดูดควัน

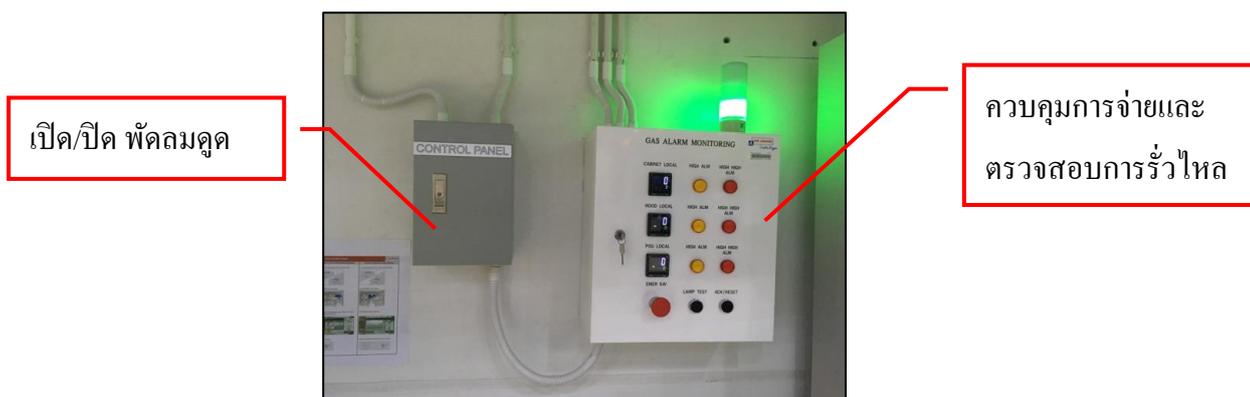
ระบบดูดควันมีไว้สำหรับดูดแก๊สที่เหลือใช้หรือดูดแก๊สที่รั่วไหล ระบายออกไปยังนอกอาคาร เพื่อลดความอันตรายจากการติดไฟของแก๊สหรือการแทนที่อากาศทำให้ผู้ใช้งานขาดอากาศหายใจ ท่อดูดควัน ถูกติดตั้งไว้ 3 จุด คือ จุดที่ทำกรทดลองและจุดเก็บแก๊สทั้งสองตู้



รูปที่ 2-32 ท่อดูดควันบริเวณจุดทำการทดลอง

#### 2.4.5 ตู้ควบคุมพัดลมดูดอากาศและระบบควบคุมการจ่ายแก๊ส $H_2$

ในขณะที่ทำการจ่ายแก๊สทุกชนิดจำเป็นต้องมีการดูดควันเพื่อระบายแก๊สที่เหลื๋อใช้ไม่ให้เกิดการฟุ้งกระจายหรือสะสมบริเวณจุดที่ทำการทดลอง สำหรับแก๊ส  $H_2$  การใช้งานนั้นจะถูกควบคุมด้วยระบบ PLC ที่มีการควบคุมลำดับการทำงานของการทำงานของการจ่ายเพื่อความปลอดภัย และมีการสอบการรั่วไหลของ  $H_2$

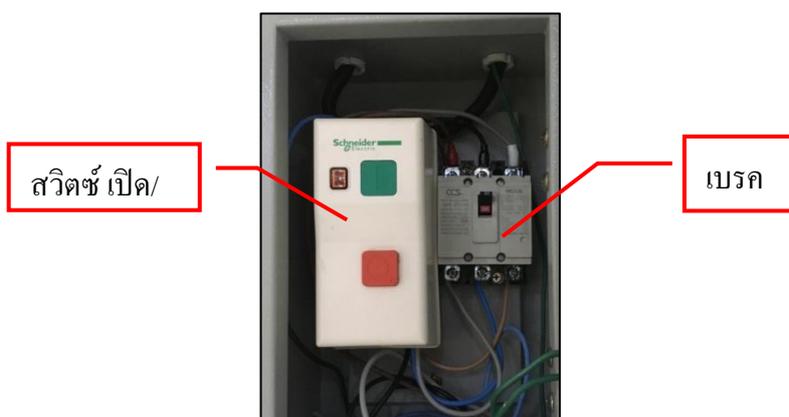


เปิด/ปิด พัดลมดูด

ควบคุมการจ่ายและ  
ตรวจสอบการรั่วไหล

รูปที่ 2-33 ตู้ควบคุมพัดลมดูดอากาศและระบบควบคุมการจ่ายแก๊ส  $H_2$

#### 2.4.6 ตู้คอนโทรลตู้ควบคุมการเปิด/ปิด พัดลมดูดควัน



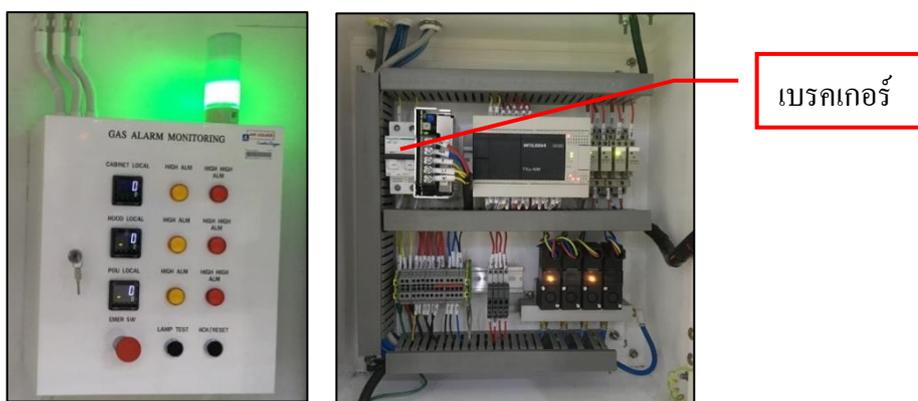
สวิตช์ เปิด/

เบรก

รูปที่ 2-34 สวิตช์ควบคุมพัดลมดูดควัน

### 2.4.7 ตู้ PLC ควบคุมการจ่ายและตรวจสอบการรั่วไหล H<sub>2</sub>

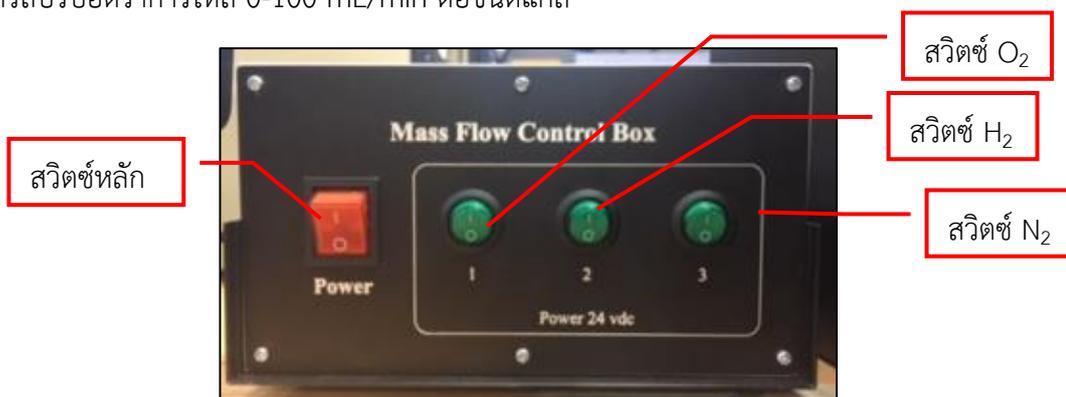
1. สัญญาณไฟทาวเวอร์ (ด้านบนของกล่อง)
2. ปุ่มฉุกเฉิน
3. ปุ่ม Test สัญญาณไฟและอร่าม
4. ปุ่ม Reset
5. หน้าจอแสดงปริมาณการรั่วไหลของ H<sub>2</sub> ที่ตรวจพบ ที่ตำแหน่งต่างๆ ตู้เก็บ จุดจ่าย (POU2) และจุดที่ทำการทดลอง
6. สัญญาณไฟเหลืองแดง แสดงระดับที่ตรวจพบการรั่วไหลของ H<sub>2</sub>  
เหลือง 10%LEL  
แดง 20%LEL



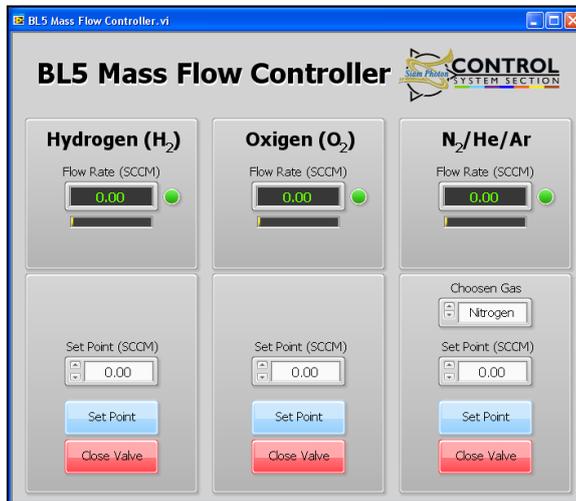
รูปที่ 2-35 ตู้ PLC

### 2.4.8 ชุดควบคุมการไหลของแก๊ส (Mass Flow Control)

อุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊สประกอบด้วย 1. Mass flow 2. กล่องจ่ายไฟ 3. โปรแกรม สามารถปรับอัตราการไหล 0-100 mL/min ต่อชนิดแก๊ส



รูปที่ 2-36 กล่องจ่ายไฟ Mass flow



รูปที่ 2-37 โปรแกรม Mass Flow Controller

## 2.5 ขั้นตอนการดำเนินการ flow gas ข้อแนะนำก่อนเริ่มการใช้งาน

- ตรวจสอบปริมาณของแก๊สที่ต้องการใช้งาน (ถ้าต้องการใช้แก๊ส H<sub>2</sub> ให้ตรวจสอบแก๊ส N<sub>2</sub> สำหรับล้างท่อด้วย)
- ตรวจสอบความพร้อมของตู้ควบคุม
- ตรวจสอบว่ามีแรงดันลมจ่าย (ระบบควบคุมมีการเปิด/ปิดด้วยแรงดันลม)

เมื่อระบบพร้อมแล้วเริ่มรันระบบจ่ายโดยมีขั้นตอนดังนี้

แบ่งการทำงานออกเป็น 2 ระบบ คือ

ขณะมีการใช้งานแก๊สทุกชนิดจะต้องเปิดพัดลมดูดควันทุกครั้ง และต้องแจ้งผู้ควบคุมหรือผู้รับผิดชอบก่อนเริ่มใช้งานทุกครั้ง ขั้นตอนการทำงานนี้เป็นเพียงขั้นตอนเบื้องต้นใช้สำหรับระบบอยู่ในสถานะพร้อมใช้เท่านั้น หากปฏิบัติตามคำแนะนำนี้แล้วระบบไม่ทำงานหรือทำงานผิดปกติ ต้องหยุดทำการทดลองและรีบแจ้งผู้ควบคุมให้เร็วที่สุด แบ่งการใช้งานออกเป็น 2 กรณี คือ

### 2.5.1 ระบบการจ่ายแก๊ส H<sub>2</sub>

1. เปิดพัดลมดูดควัน เปิดเบรกเกอร์และกดสวิทช์สีเขียวเพื่อเปิดพัดลมดูดควัน สังเกตการณ์ทำงานจากแรงลมในตู้เก็บแก๊ส H<sub>2</sub>

2. เปิดเบรกเกอร์กล่อง PLC หรือ ปิด 10 วินาที แล้วเปิด เพื่อเป็นการเริ่มทำงานระบบ

รูปที่ 2-35 ตู้ PLC

3. เปิดวาล์วหัวถัง H<sub>2</sub> และ N<sub>2</sub> เปิดวาล์วจ่าย (รูปที่ 2-33)

4. กดปุ่ม Rest ค้างประมาณ 15 วินาที สังเกตเสียง (รีเลย์เริ่มทำงาน) ระบบจะทำการเปิด N<sub>2</sub> เพื่อล้างท่อส่งแก๊ส H<sub>2</sub> (จะมีเสียงแก๊สดัง) หลังจากนั้นระบบจะเปิดแก๊ส H<sub>2</sub> พร้อมใช้งาน (สังเกตจากเสียงแก๊ส N<sub>2</sub> ที่ล้างท่อเงียบลง)

5. เปิดวาล์วจ่ายตัวสุดท้าย ก่อนเข้า In Situ Heating Cell (รูปที่ 2-39) เปิดสวิตช์ไฟหลักและสวิตช์จ่ายไฟ Mass flow รูปที่ 2-44

6. เปิดโปรแกรม Mass Flow Controller ปรับค่าอัตราการไหล (0-100 mL/min) หากไม่ทราบค่าอัตราการไหล ควรปรึกษาผู้ควบคุมการทำการปรับ รูปที่ 2-45

**\*\*\*ข้อคำแนะนำ** ควรจ่ายแก๊สผ่านระบบก่อนเริ่มการทำการทดลองอย่างน้อย 5 นาที

7. การหยุดจ่ายแก๊ส ทำได้โดย กด Close ป้อนค่า 0 แล้วกด Set จากนั้นให้ปิดวาล์วหัวถัง H<sub>2</sub>

8. กดปุ่ม Reset ค้าง 15 วินาที เพื่อใช้ N<sub>2</sub> ล้างท่อส่ง ปิดวาล์วหัวถัง N<sub>2</sub>

9. ปิดวาล์วจ่าย รูปที่ 2-33 และ ปิดพัดลมดูดควัน

**\*\*\*ข้อแนะนำ** การหยุดจ่ายแบบฉุกเฉิน กดปุ่ม Emergency stop ระบบจะหยุดการจ่ายแก๊ส H<sub>2</sub> ทันที แล้วทำการล้างท่อด้วยแก๊ส N<sub>2</sub> พร้อมทั้ง มีสัญญาณไฟสีแดงกระพริบ

## 2.5.2 ระบบการจ่ายแก๊สเฉื่อย

1. ปิดพัดลมดูดควัน เปิดเบรกเกอร์และกดสวิตช์สีเขียวเพื่อเปิดพัดลมดูดควัน สังเกตการณ์ทำงานจากแรงลมในตู้เก็บแก๊ซ H<sub>2</sub> รูปที่ 2.42 จากนั้นเปิดวาล์วหัวถัง He Ar N<sub>2</sub> หรือ O<sub>2</sub>

2. เปิดวาล์วจ่าย รูปที่ 2-34, 2-35 โดยไม่จำเป็นต้องปรับค่าแรงดันแก๊ส (Regulator) ปล่อย POU1เนื่องจากมี Mass flow เพียง 2 ตัว สำหรับ O<sub>2</sub> 1 ตัว และอีกตัวสำหรับ Ar N<sub>2</sub> และ He ดังนั้นการจ่ายแก๊ส O<sub>2</sub> สามารถใช้ Mass flow ควบคุมการไหลได้ทันที แต่สำหรับ แก๊ส อื่นๆ จำเป็นจะต้องใช้ร่วมกัน คือ สลับใช้งานในแก๊สที่ต้องการ

3. เมื่อทำการสลับ Mass flow ให้ตรงตามชนิดแก๊สที่ต้องการแล้ว ให้เปิดวาล์วแก๊สนั้น ผิดพลาด! ไม่พบแหล่งการอ้างอิงเพื่อให้แก๊สพร้อมจ่ายไปยัง Mass flow

4. เปิดสวิตช์ไฟหลักและสวิตช์จ่ายไฟ Mass flow ตามชนิดแก๊สที่ต้องการ

5. เปิดโปรแกรม Mass Flow Controller เลือกชนิดแก๊สและปรับค่าอัตราการไหลของ (0-100 mL/min) หากไม่ทราบค่าอัตราการไหล ควรปรึกษาผู้ควบคุมการทำการปรับรูปที่ 2-37 โปรแกรม Mass Flow Controller

**ข้อคำแนะนำ** ควรจ่ายแก๊สผ่านระบบก่อนเริ่มการทำการทดลองอย่างน้อย 5 นาที

## 2.5.3 สัญญาณและการแจ้งเตือน

## สัญญาณเตือน (ไฟและเสียง)

สัญญาณเตือน	สาเหตุ	วิธีแก้
1. สัญญาณไฟทาวเวอร์สีเขียว	ระบบปกติหรือพร้อมใช้งาน	-
2. สัญญาณไฟทาวเวอร์สีเหลือง	ระบบตรวจเจอการรั่วไหล H <sub>2</sub> ระดับ 1	ตรวจสอบหาจุดที่รั่วไหลจากตำแหน่งอุปกรณ์ตรวจพบ
3. สัญญาณไฟทาวเวอร์แดง + อร่าม	ระบบตรวจเจอการรั่วไหล H <sub>2</sub> ระดับ 2	กดปุ่ม Reset ค้าง 3 วินาทีเพื่อหยุดอร่าม แล้วตรวจสอบหาจุดที่รั่วไหลจากตำแหน่งอุปกรณ์ตรวจพบ

## ระดับการแจ้งเตือน

ระดับการแจ้งเตือน	การรั่วไหล H <sub>2</sub> (% LEL)
ระดับ1	10
ระดับ2	20

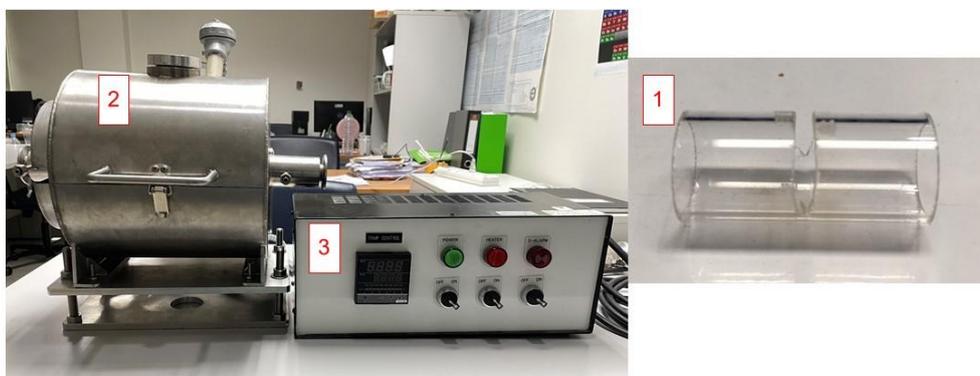
\*\*\*\*หากมีข้อสงสัยสามารถติดต่อผู้ควบคุมได้ที่สถานีวิจัยที่ 5.2

## 2.6 การใช้งาน In-situ heating cell TM mode

### ข้อมูลทั่วไป

1. ใช้สำหรับการวัดแบบ Transmission mode
2. ใช้วัดตัวอย่างที่ต้องการศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่อุณหภูมิต่างๆ
3. สามารถ heat temperature ได้ตั้งแต่ อุณหภูมิห้อง - 1000 °C
4. สามารถวัดในกรณีที่ต้องการ heat ขึ้นต่อเนื่อง ให้คงอุณหภูมิที่ต้องการได้และในหลายช่วงอุณหภูมิ
5. สามารถ flow gas ได้

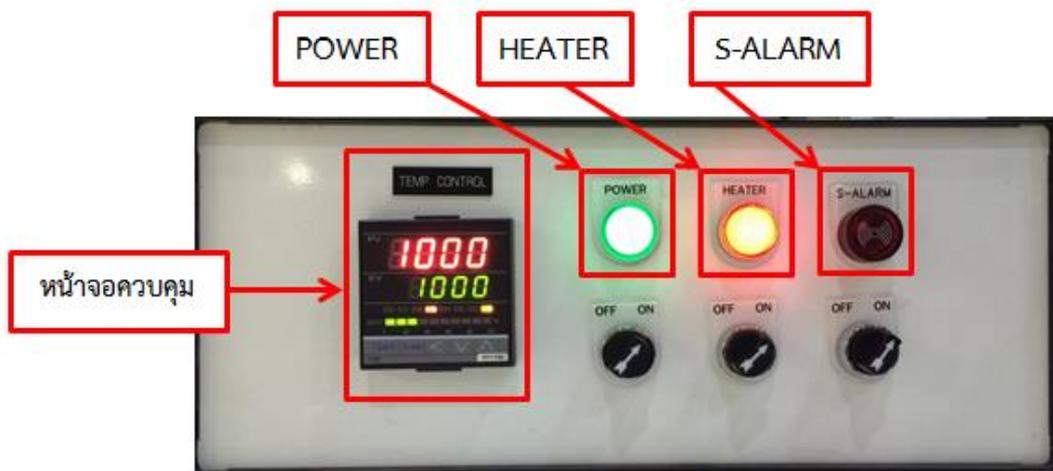
### 2.6.1 ส่วนประกอบ In-situ cell



รูปที่ 2-38 ส่วนประกอบ In-situ cell

1. Sample Holder : ใช้สำหรับติดตัวอย่างในการวัด
2. เตา : ใช้สำหรับเผาตัวอย่าง
3. Controller : ใช้สำหรับควบคุมการทำงานของเตา

ส่วนกล่องควบคุม



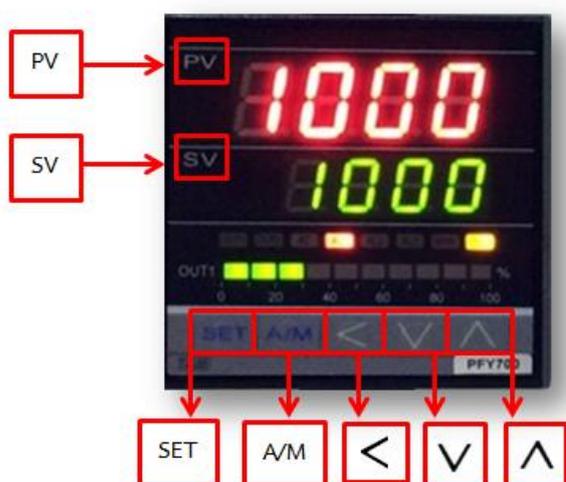
รูปที่ 2-39 กล่องควบคุม

POWER : สวิตช์ เปิด/ปิด จอควบคุม

HEATER : สวิตช์ เปิด/ปิด จ่ายความร้อน

S-ALASM : สัญญาณเตือนเมื่อเกิดปัญหาของเตา

หน้าจอบควบคุม



PV : ค่าอุณหภูมิจริงที่วัดได้จากระบบ หรือ ค่าอินพุท

SV : ค่าที่อุณหภูมิต้องการตั้งหรือค่าเป้าหมายในการควบคุม

SET : ปุ่มใช้สำหรับเลือก LEVEL การตั้งค่าต่างๆและใช้กดยืนยันการเปลี่ยนแปลงค่า

A/M : ปุ่มเลือกโหมดการทำงานระหว่าง Automatic กับ Manuall

- Automatic : เปอร์เซ็นต์เอาท์พุทจะเปลี่ยนแปลงตามการคำนวณของตัวควบคุม

- Manually : เปอร์เซ็นต์เอาท์พุทสามารถเปลี่ยนแปลงได้ตามความต้องการของผู้ใช้

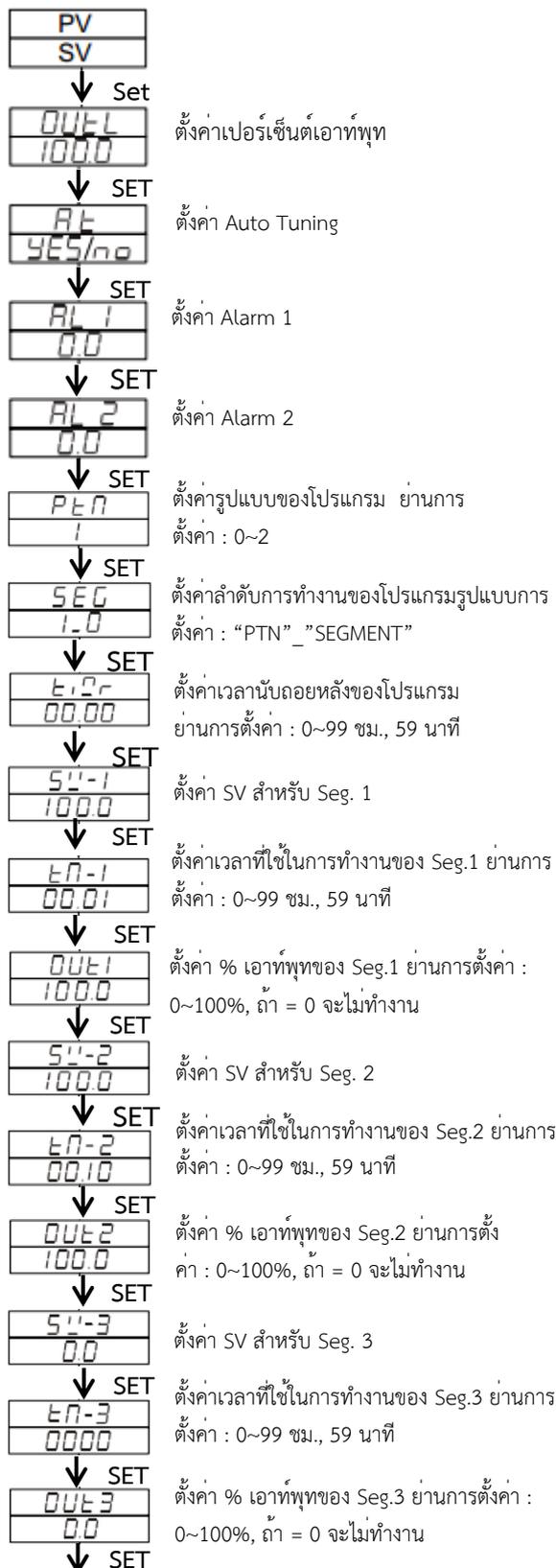
< : ปุ่มใช้สำหรับเลือกหลักของตัวเลขที่ต้องการเปลี่ยนแปลงค่าในส่วนของ SV

v : ปุ่มใช้สำหรับลดค่าตัวเลข

^ : ปุ่มใช้สำหรับเพิ่มค่าตัวเลข

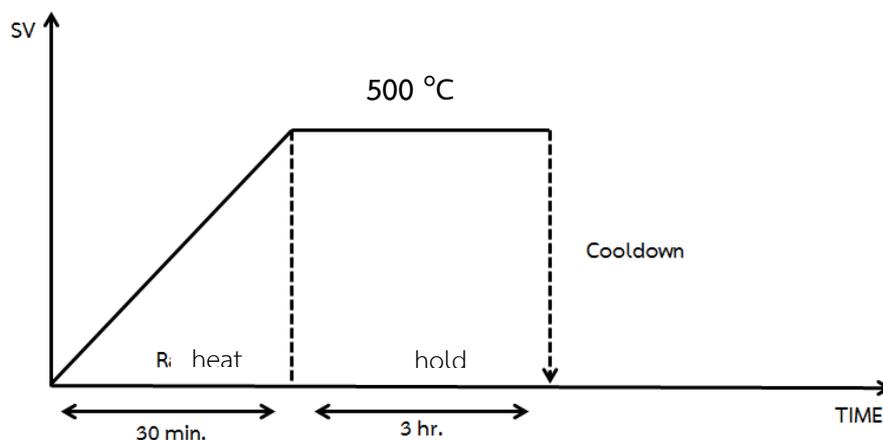
2.6.2 ขั้นต รูปที่ 2-40 หน้าจอบควบคุม ม ( Op ระดับ 1 สำหรับผู้ใช้งาน ( Level 1, User Level )

แสดงค่า PV ตั้งค่า SV



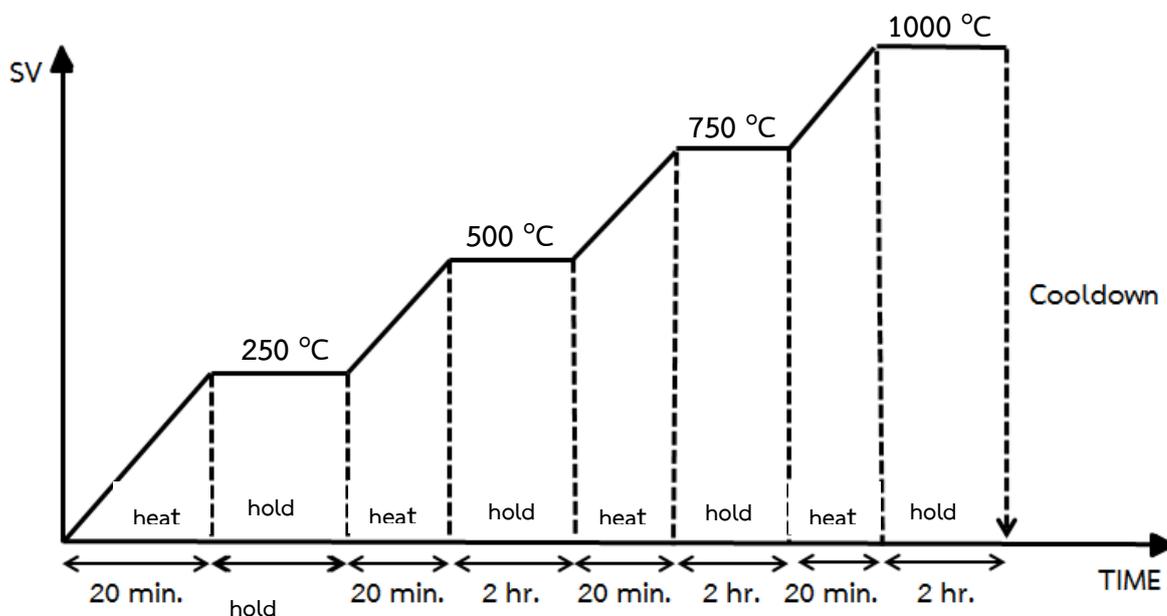
**2.6.3 ตัวอย่างการ SET UP ในอุณหภูมิ**  
**ตัวอย่างการ SET UP ในอุณหภูมิช่วงเดียว**

การวัดตัวอย่างที่อุณหภูมิ 500 °C เริ่มจากอุณหภูมิห้อง ~ 25 °C ใช้เวลาในการให้ความร้อน 30 นาที เมื่ออุณหภูมิถึง 500 °C โดยใช้ Rate ~ 16 °C / min เฝ้าตัวอย่างเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นอุณหภูมิลดลงสู่อุณหภูมิห้อง ~ 30 °C



ตัวอย่างการ SET UP ในอุณหภูมิหลายช่วง

การวัดตัวอย่างที่อุณหภูมิ 250, 500, 750 และ 1000 °C โดยเริ่มจากอุณหภูมิห้อง ~ 25 °C ใช้เวลาในการให้ความร้อนแต่ละอุณหภูมิเป็นเวลา 20 นาที โดยใช้ Rate ~ 11 °C / min เฝ้าตัวอย่างแต่ละอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อสิ้นสุดที่อุณหภูมิ 1000 °C จากนั้นอุณหภูมิลดลงสู่อุณหภูมิห้อง ~ 30 °C



\*\*\* การหา Rate อุณหภูมิ

$$(\text{อุณหภูมิที่ต้องการ} - \text{อุณหภูมิห้อง}) / \text{เวลาที่ใช้} = \text{อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ}$$

ตัวอย่างขั้นตอนการตั้งค่าหน้าจอบคุม

- กด set 1 ครั้ง หน้าจอจะปรากฏดังนี้



OUTL : เอาท์พุทต่ำสุด อยู่ในช่วง 0 – 100 % ถ้า OUTL = 0  
แสดงว่าไม่มีเอาท์พุทออก

- กด set ครั้งที่ 2 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



AT : แสดงสถานการณ์ทำงานของฟังก์ชัน Auto Tuning

- กด set ครั้งที่ 3 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



AL 1 : แสดงสถานการณ์ทำงานของ Alarm 1

- กด set ครั้งที่ 4 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



AL 2 : แสดงสถานการณ์ทำงานของ Alarm 2

- กด set ครั้งที่ 5 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



PTN : กลุ่มโปรแกรมที่ประกอบไปด้วย Segment ซึ่งมีอยู่ 8 Segment ต่อ 1 Pattern ซึ่ง PTN = 1 ทำงานใน Pattern 1 มี 8 Segment, PTN = 2 ทำงานใน Pattern 2 มี 8 Segment และ PTN = 0 ทำงานรวมกันใน Pattern 1 และ 2 รวมกันมี 16 Segment

- กด set ครั้งที่ 6 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



โปรแกรมการแสดงผล แสดง : ("pattern"\_"segment")

- กด set ครั้งที่ 7 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



Timer : จอแสดงผลจับเวลาของโปรแกรม  
ขณะโปรแกรมแต่ละช่วงกำลังทำงานในช่วง: 0 ~ 99 ชั่วโมง 59 นาที

- กด Set ครั้งที่ 8 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



SV\_1 ( Set Volume 1 ) : ตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการเผาตัวอย่าง เช่น 200, 500, 1000 เป็นต้น

- กด Set ครั้งที่ 9 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



TM\_1 ( Timer 1 ) : ตั้งเวลาสำหรับ Seg.1 ช่วง: 0 ~ 99 ชั่วโมง 59 ตั้งค่าเวลาในช่วงอุณหภูมิที่ขึ้นไปถึงอุณหภูมิที่ต้องการ เช่น ต้องการอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ในเวลาประมาณ 30 นาที เป็นต้น กด Set เพื่อยืนยัน

- กด Set ครั้งที่ 10 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



OUT 1 : เอาท์พุท สำหรับ Seg.1 Set ให้เป็น 100

- กด Set ครั้งที่ 11 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



SV\_2 : ตั้งค่าเวลาที่เราเผาในช่วงแรก เพื่อเผาตัวอย่างอยู่ที่อุณหภูมิที่ต้องการ กด set เพื่อยืนยัน

- กด Set ครั้งที่ 12 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



TM\_2 : ตั้งค่าเวลาในการเผาแช่ตัวอย่าง กด Set เพื่อยืนยัน

- กด Set ครั้งที่ 13 หน้าจอจะปรากฏดังนี้



OUT 2 : เอาท์พุท Set ให้เป็น 100

- จากนั้นกด Set ต่อไปเรื่อยๆ หน้าจอจะปรากฏ : SV\_3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ตั้งค่าทุกอย่างให้เป็น 0
- กด  $\wedge$  ค้างไว้ เพื่อ RUN

\*\*\* หมายเหตุ

- ต้องการหยุดการใช้งานของเตา ขณะที่เตากำลังทำงานอยู่ กด Set และกด  $\vee$  พร้อมกัน แล้ว ค้างไว้ประมาณ 3 วินาที ตัวหน้าจอบควบคุมของเตาจะอยู่ในหน้านี้ ส่วนของ SV จะเป็น 0 คือ ตัวเตาหยุดการทำงานแล้ว



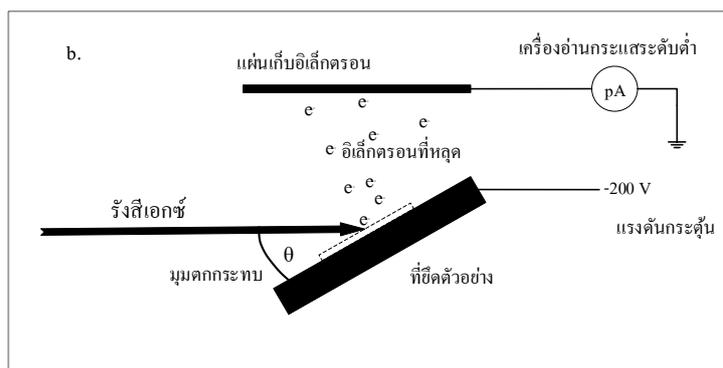
- ต้องการเชื่อม โปรแกรม 1 และ 2 เข้าด้วยกัน เพื่อให้เป็น 16 ดังนี้
  1. ตั้งค่าโปรแกรม 1 ให้ครบ 8 step
  2. ตั้งค่าโปรแกรม 2 ต่อจากโปรแกรม 1 จนถึงอุณหภูมิที่เราต้องการ

3. จากนั้นตั้งค่าโปรแกรมให้เป็น โปรแกรม 0 เพื่อให้โปรแกรม 1 และ 2 เชื่อมเข้าด้วยกันเพื่อให้เป็น 16 step

## 2.7 การใช้งานเครื่องมือวัดอิเล็กตรอน Total Electron Yield

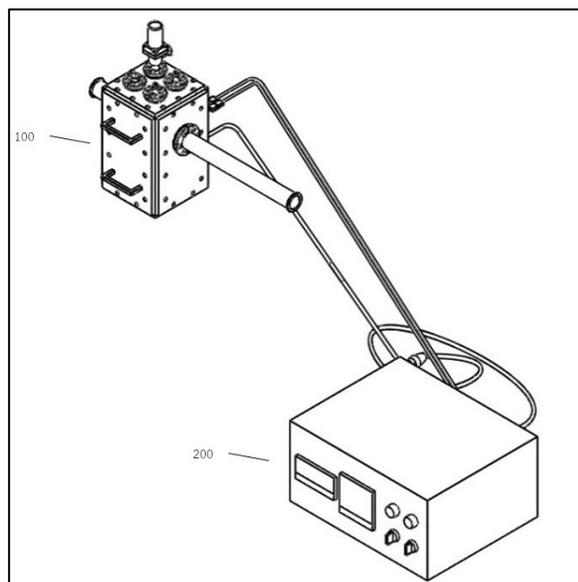
### 2.7.1 หลักการที่เกี่ยวข้อง

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray absorption spectroscopy หรือ XAS) เป็นเทคนิคการที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้งในสถานะของแข็ง ของเหลว และก๊าซ โดยสามารถระบุสถานะทางเคมีและโครงสร้างระดับอะตอมของธาตุที่สนใจในสารตัวอย่างศึกษาได้อย่างแม่นยำ ในปัจจุบันเทคนิคนี้ยิมนนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิจัยทางด้าน วัสดุศาสตร์ วัสดุนาโน ชีววิทยา สิ่งแวดล้อม พลังงาน ไปจนถึงโบราณคดี เป็นต้น สำหรับการทดลองด้วยเทคนิคการดูดกลืนด้วยรังสีเอกซ์มีอยู่ 3 แบบ คือการวัดแบบทะลุผ่าน (transmission) การวัดสัญญาณเรืองรังสี (fluorescence) และการวัดสัญญาณอิเล็กตรอน (total electron yield หรือ TEY) อย่างไรก็ตามเทคนิคการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ของสารแต่ละชนิดต่างมีข้อจำกัดและความแตกต่างกันตามปริมาณชนิดและความเข้มข้นของธาตุที่สนใจ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ของธาตุเบาที่มีเลขอะตอมน้อยๆ เช่น อะลูมิเนียมและแมกนีเซียม หรือแม้กระทั่งสารที่จำเป็นที่จะต้องวิเคราะห์โครงสร้างเฉพาะบริเวณพื้นผิวเท่านั้นซึ่งจะมีความเข้มข้นที่ต่ำมากๆ ดังนั้นเราจึงมีความจำเป็นที่จะต้องพัฒนาระบบการวัดขึ้นไปจากเดิม นั่นคือต้องวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์จากสัญญาณอิเล็กตรอนทั้งหมดที่เกิดขึ้นในระบบโดยหลักการของเทคนิคนี้ เริ่มจากการยิงรังสีเอกซ์ไปตกกระทบที่พื้นผิวของสารตัวอย่างเพื่อกระตุ้นการเกิดอิเล็กตรอน จากนั้นอิเล็กตรอนในสารตัวอย่างเกิดการย้ายพลังงานไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้นกว่าเดิมหรือบางกรณีอาจหลุดออกจากอะตอมไปเลย ทำให้เกิดสถานะที่ว่างในชั้นพลังงานที่สูงกว่า (core hole) ส่งผลให้อิเล็กตรอนในชั้นอื่นที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่า ต้องคายพลังงานพร้อมกับย้ายมาอยู่ในสถานะที่ว่างนี้แต่เนื่องจากผลต่างของระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนมีค่าต่างกัน ทำให้จำเป็นต้องการคายพลังงานส่วนเกินออกมา ซึ่งพลังงานส่วนเกินที่คายออกมานี้จะเรียกว่า ออเจอร์อิเล็กตรอน (Auger electron) โดยสามารถวัดเป็นค่ากระแสสัญญาณได้ และค่าพลังงานที่ปล่อยออกมานี้จะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะของแต่ละธาตุ ทำให้มีความแม่นยำในการวิเคราะห์ผล



รูปที่ 2-40 หลักการทำงานของ TEY

นอกจากนี้ชุดอุปกรณ์การวัดสัญญาณอิเล็กตรอน (total electron yield หรือ TEY) ยังสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการทดลองทั้งแบบปกติ (ex-situ experiment) และการทดลองแบบสภาวะจริง (in-situ XAS measurement) ได้ การทดลองเพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในระดับอะตอมของสารที่ขึ้นกับอุณหภูมิด้วยเทคนิค *in-situ* XAS



รูปที่ 2-41 (100) กล่องสุญญากาศสำหรับติดตั้งเครื่องเก็บสัญญาณอิเล็กตรอน

(200) กล่องควบคุมอุณหภูมิให้กับตัวอย่างที่ติดตั้งภายในกล่องสุญญากาศ

## 2.7.2 ขั้นตอนการดำเนินงาน (Methods)

ส่วนประกอบ อุปกรณ์ และเครื่องมือ TEY ชุดนี้เป็นชุดที่สร้างขึ้นสำหรับบีมไลน์ 5.2 ขนาดและอุปกรณ์ต่างๆ จึงสามารถใช้ร่วมกับอุปกรณ์เดิมได้ เพราะฉะนั้น จะกล่าวถึงเฉพาะอุปกรณ์ที่เพิ่มเติมเพื่อให้ผู้ใช้ได้รู้จักและเข้าใจการทำงานของแต่ละส่วนประกอบ โดยมีส่วนประกอบที่สำคัญดังนี้

### 1. กล่องสุญญากาศ

การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนไปยังแผ่นกักเก็บอิเล็กตรอนนั้น ไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านอากาศได้ จึงจำเป็นต้องใช้กล่องสุญญากาศ กล่องสุญญากาศทรงสี่เหลี่ยมทำจากวัสดุอะลูมิเนียม สามารถถอดฝาด้านข้างได้ทั้งหมด ฝาด้านข้างจะยึดติดกับโครงสร้างกล่องด้วยน็อต โดยมี O-ring ทำหน้าอุดรอยรั่ว (รูปที่ 3 )

### 2. กล่องควบคุมอุณหภูมิตัวอย่าง

ทำหน้าที่จ่ายกระแสให้กับขดลวดในเตาที่ติดตั้งไว้ในกล่องสุญญากาศ เพื่อควบคุมอุณหภูมิตัวอย่าง

### 3. ชุดกักเก็บอิเล็กตรอน

ประกอบด้วย แผ่นเก็บอิเล็กตรอนทำจาก ทองคำ และฐานวางตัวอย่างทำจากสแตนเลสตีล

### 4. 428 Amplifier

อิเล็กตรอนที่ได้จากแผ่นกักเก็บอิเล็กตรอนนั้น มีขนาดเล็กมาก(นาโนแอมป์) จำเป็นต้องมีเครื่องขยายสัญญาณ เพื่อให้อุปกรณ์ต่างๆ สามารถอ่านค่าได้

### 5. มิเตอร์วัดความดัน

เพื่อให้ทราบค่าความดันภายในกล่องสุญญากาศว่ามีค่าเหมาะสมกับการเริ่มใช้งานกล่องประมาณ  $10^{-1}$  mbar

### 6. เครื่องจ่ายความต่างศักย์ไฟฟ้า

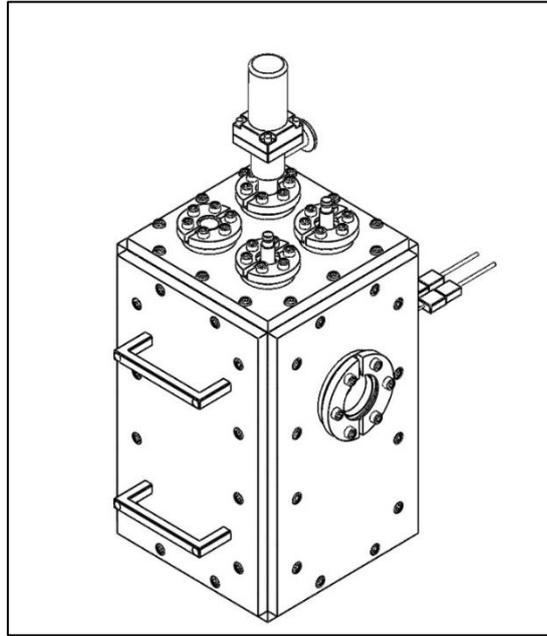
จ่ายศักย์ไฟฟ้า 0 – 500 โวลต์ ไปที่ตัวอย่างเพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการไหลของอิเล็กตรอนในรูปของกระแส

### 7. เตา

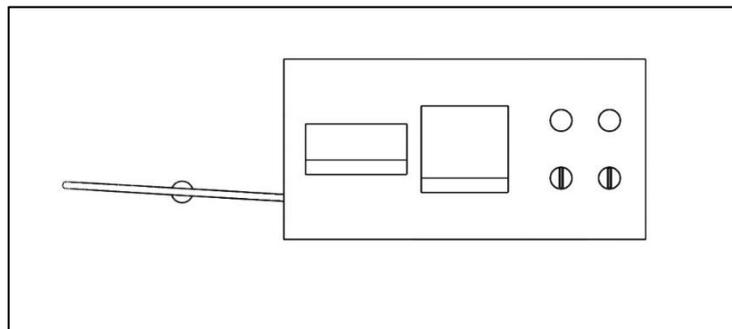
เป็นเตาไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิติดตั้งยึดติดกับที่วางตัวอย่างสำหรับให้ความร้อนตัวอย่าง

### 8. ชุดฐานปรับมุมและความสูง

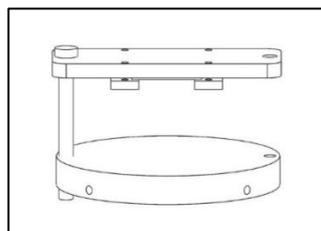
ตำแหน่งของตัวอย่างที่ต้องอยู่ในแนวแสงและสามารถปรับมุมตกกระทบของแสงบนตัวอย่างได้



รูปที่ 2- 38 กล่องสุญญากาศ



รูปที่ 2- 39 กล่องควบคุมอุณหภูมิ



รูปที่ 2- 40 ชุดกักเก็บอิเล็กตรอน



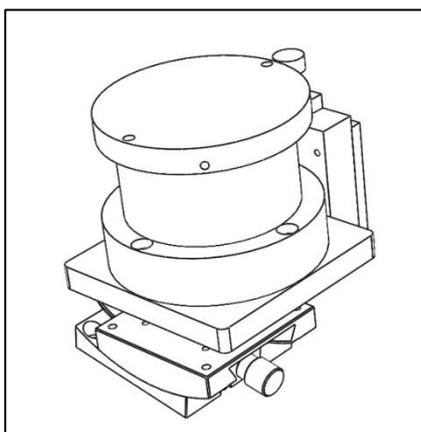
รูปที่ 2- 41 428 Amplifier



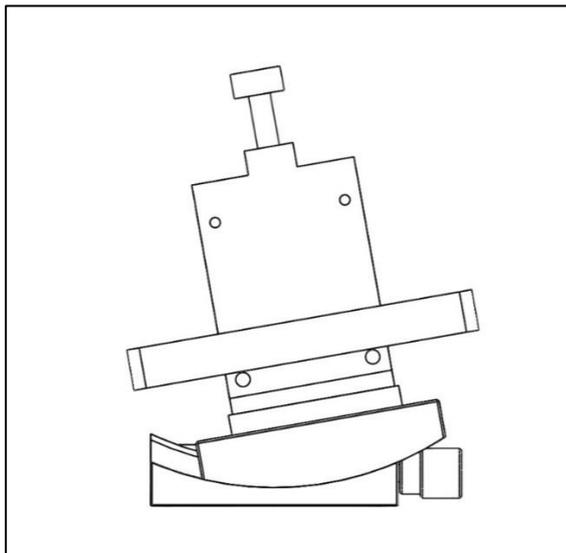
รูปที่ 2- 42 อุปกรณ์วัดความดัน



รูปที่ 2- 43 เครื่องจ่ายศักย์ไฟฟ้า(HV)



รูปที่ 2- 44 เต้า

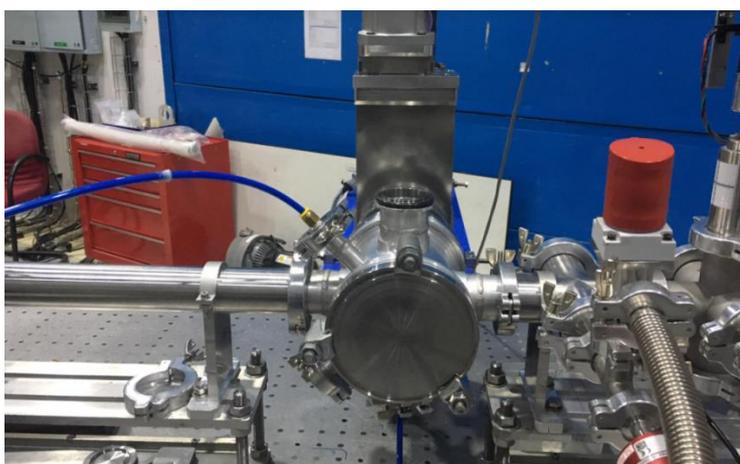


รูปที่ 2- 45 ชุดฐานปรับมุมและความสูง

### 2.7.3 ขั้นตอนการประกอบ

การติดตั้งอุปกรณ์วัด TEY เข้ากับระบบ XAS ของบีมไลน์ 5.2 เครื่องมือวัด TEY ถูกติดตั้งแทนที่ Sample Chamber เดิม และต่อเข้ากับระบบปั๊มสุญญากาศของระบบเดิม ซึ่งสามารถต่อเข้าได้โดยไม่ต้องทำการปรับปรุงหรือดัดแปลงระบบเดิม มีขั้นตอนการติดตั้งดังนี้

1. ถอด Sample Chamber ออก



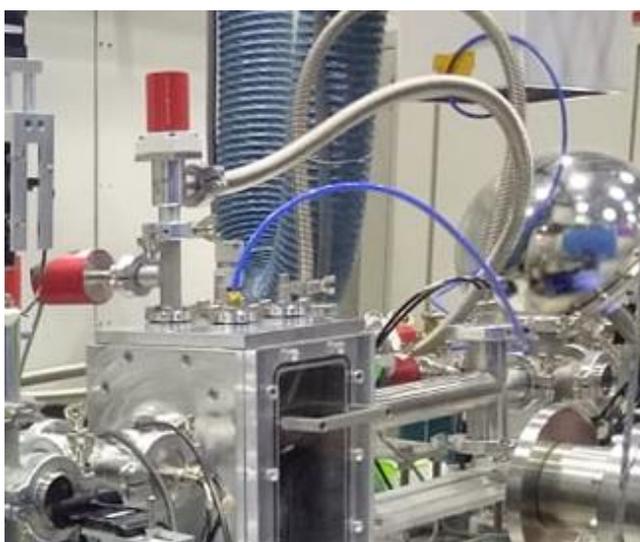
รูปที่ 2- 46 Sample Chamber

2. ประกอบกล่องสุญญากาศเข้าแทนที่ Sample Chamber



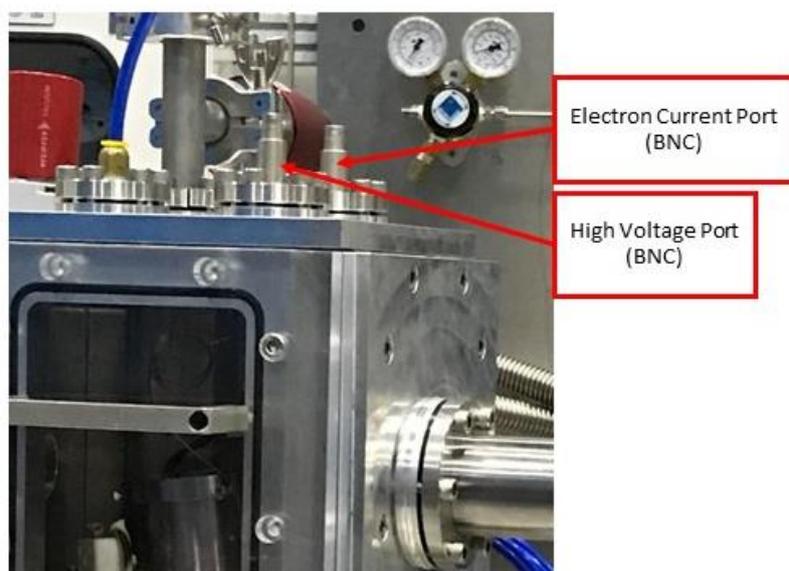
รูปที่ 2- 47 กล้องสุญญากาศที่ติดตั้งเข้ากับระบบลำเลียงแสง

3. ต่อระบบปั๊มสุญญากาศของกล้องสุญญากาศเข้ากับระบบเดิม
4. ติดตั้งอุปกรณ์วัดความดันที่หน้าแปลนด้านบนของกล้องสุญญากาศ



รูปที่ 2- 48 แสดงการต่อปั๊มและอุปกรณ์วัดความดัน

5. ต่อสายสัญญาณเล็กทรอนิกส์(ช่องเสียบด้านบน BNC )ไปยัง 428 current Amplifier
6. ต่อสายความต่างศักย์(HV) (ช่องเสียบด้านบน BNC)



รูปที่ 2- 49 ตำแหน่งของช่องเสียบสาย Electron current และ H.V.

### การปรับแนวแสง

เนื่องจากมีการเลือกปรับมุมที่แสง X-ray ตกบนตัวอย่างและตัวอย่างอาจมีความหนาไม่เท่ากัน การหาจุดตกของแสงบนที่ติดตัวอย่างหรือบนตัวอย่างจึงมีความจำเป็น ซึ่งสามารถทำได้โดยการปรับระดับฐานของที่ติดตัวอย่างให้ได้จุดตกกระทบของแสงบนที่ติดตัวอย่างหรือบนตัวอย่างตามตำแหน่งที่ต้องการ ดังนี้

1. ติดกระดาษเบิร์นบนที่วางตัวอย่าง ดังรูปแล้วเปิดแสง X-ray ให้เบิร์นกระดาษเพื่อให้ทราบตำแหน่งที่แสงตกกระทบ หากไม่ตรงตำแหน่งที่ต้องการให้ทำการปรับ ฐานในแนวตั้ง ปรับหยาดด้วย นี้อตฐาน ทั้ง 4 ตัวด้านล่างของที่วางตัวอย่าง และปรับละเอียดด้วย Linear screw จนได้ตำแหน่งที่ต้องการ



รูปที่ 2- 50 การเบิร์นเปเปอร์บนที่วางตัวอย่าง.

2. ติดตัวอย่าง สามารถทำได้ 3 แบบ คือ แบบตัวอย่างอัดเม็ด แบบผง หรือแบบเป็นชิ้นงาน หากตัวอย่างมีความหนามาก จำเป็นจะต้องเบิร์นกระดาษเบิร์นที่ติดทับตัวอย่าง เพื่อให้ได้ตำแหน่งที่ถูกต้องการยึดตัวอย่างกับที่ติดตัวอย่าง สามารถเลือกใช้เทปกาวที่นำไฟฟ้าได้ 2 แบบ คือ คาร์บอนเทป และ คอปเปอร์เทป ดังรูป



รูปที่ 2- 51 การติดตัวอย่างแบบอัดเม็ดด้วยคาร์บอนเทปบนที่วางตัวอย่าง

3. เมื่อติดตัวอย่างบนที่ติดตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว ต่อไปจะทำสุญญากาศภายในห้องสุญญากาศ ทำได้ดังนี้
- ทำการเปิด Screw pump
  - ปิดวาล์วเพื่อทำการปั๊มอากาศในห้องสุญญากาศออก
  - สังเกตความดันภายในห้องสุญญากาศจากหน้าจอแสดงผลความดัน ( $\approx 10^{-1}$  mbar)

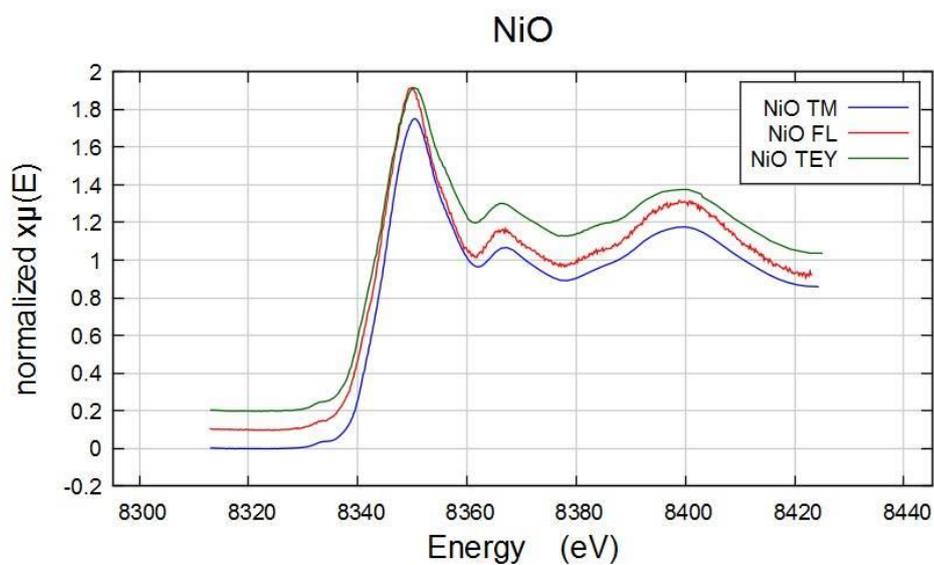
การวัดสเปกตรัมหรือค่าการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ สามารถทำได้โดยการนำเอาสัญญาณความเข้มก่อนโดนตัวอย่าง (I<sub>0</sub>) นำมาหารกับค่ากระแสอิเล็กตรอนที่ได้จากชุดกักเก็บอิเล็กตรอนนำมาพล็อตเป็นสเปกตรัม มีขั้นตอนดังนี้

1. จ่ายค่าความต่างศักย์ให้กับตัวอย่างด้วย H.V. power supply โดยสามารถปรับค่าได้ 0 – 500 โวลต์
2. เปิดแสง X-ray ฉายตัวอย่าง
3. เพิ่มค่าการขยายสัญญาณ Gain ( $\approx 8$ )
4. เปิดโปรแกรม XAS scan >>> Fluorescence TEY >>> ปรับค่าพารามิเตอร์ สำหรับวัด EXAFS เหมือน โหมด TM และ FL

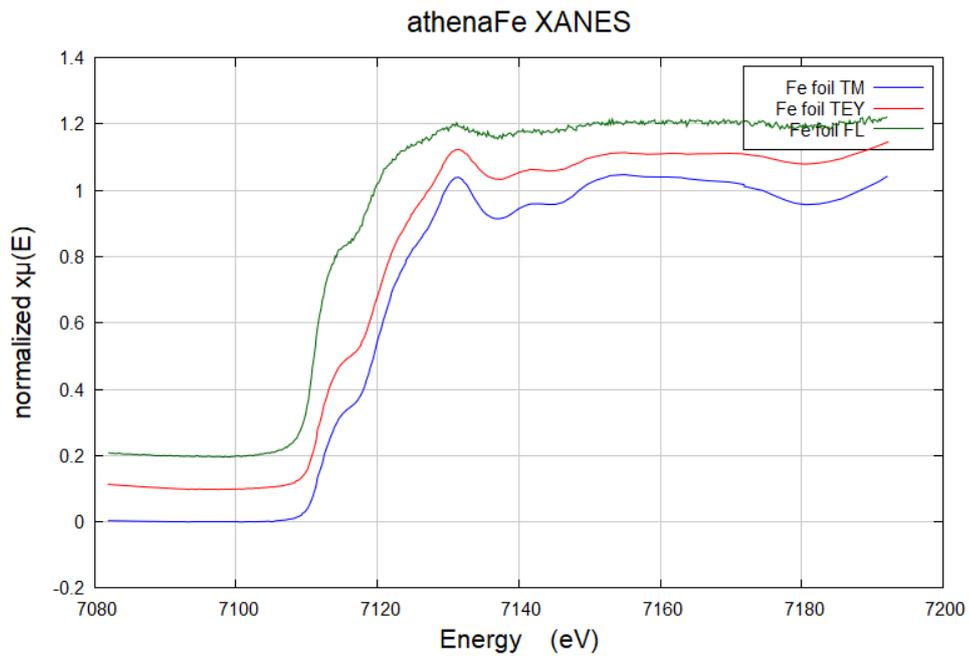
	XANES	EXAFS
Energy	-30,80	-150,-20,30,14k
Step	0.2	5,0.3,0.05k
Time/step	1	1,1,1

### ผลการวัดสเปกตรัม

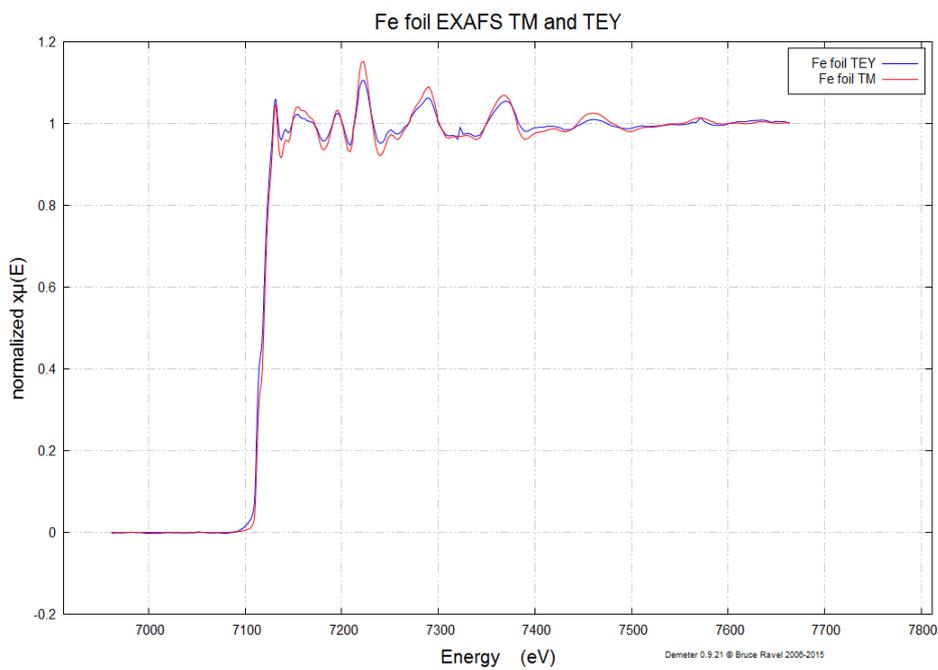
เมื่อนำผลสเปกตรัมที่ได้จากการวัดด้วยโหมด TEY มาเปรียบเทียบกับโหมด TM และโหมด FL พบว่า สเปกตรัมที่ได้จากการวัดด้วยโหมด TEY มีความถูกต้อง และมีคุณภาพของสเปกตรัมเทียบได้กับโหมด TM คือ สเปกตรัมมีความเรียบกว่าสเปกตรัมที่วัดด้วยโหมด FL และมีความเรียบเทียบเท่ากับการวัดด้วยโหมด TM



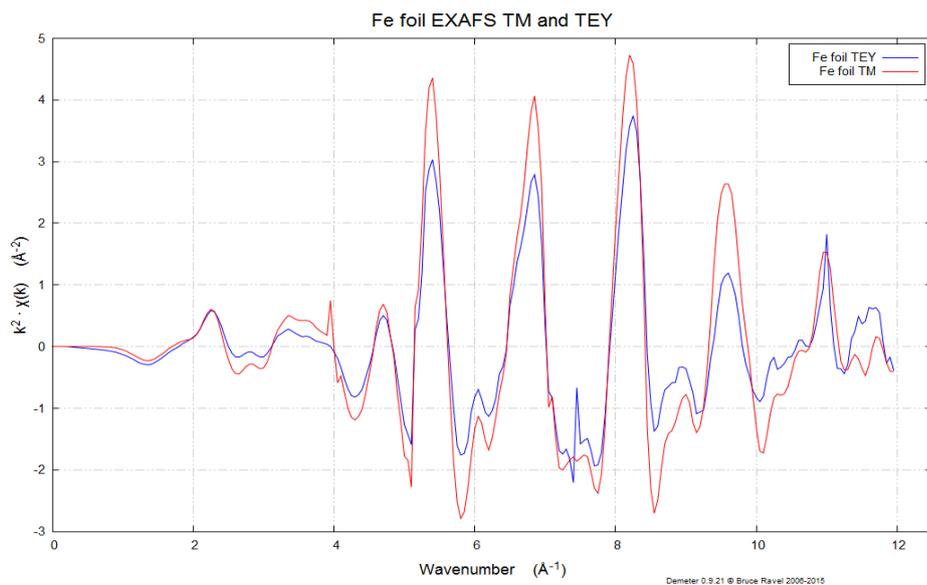
รูปที่ 2- 52เปรียบเทียบสเปกตรัมที่ได้จากการวัดในโหมด TEY, TM และ FL ของสาร NiO



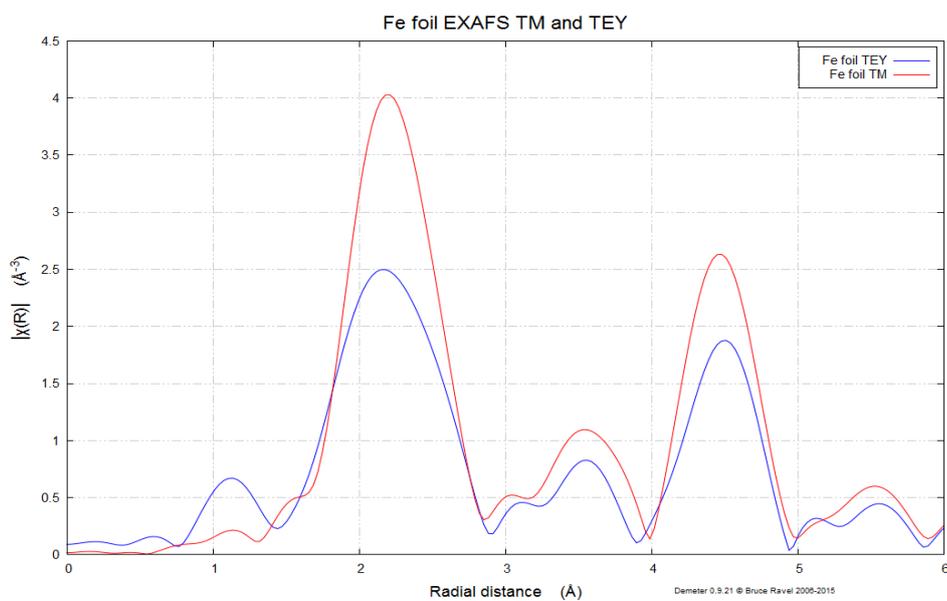
รูปที่ 2- 53 เปรียบเทียบสเปกตรัม XANES ที่ได้จากการวัดในโหมด TEY, TM และ FL ของสาร Fe foil



รูปที่ 2- 54 เปรียบเทียบสเปกตรัม EXAFS ที่ได้จากการวัดในโหมด TEY และ TM ของสาร Fe foil\*



รูปที่ 2- 55 เปรียบเทียบสเปกตรัม  $k$ -space ที่ได้จากการวัดในโหมด TEY และ TM ของสาร Fe foil\*



รูปที่ 2- 56 เปรียบเทียบสเปกตรัม  $R$ -space ที่ได้จากการวัดในโหมด TEM และ TM ของสาร Fe foil\*

\*อยู่ในระหว่างการทดสอบการป้อนค่าความต่างศักย์ให้กับ sample และ collector ที่เหมาะสมกับคุณภาพสเปกตรัม EXAFS

## บทที่ 3 การวิเคราะห์ผล XAS เบื้องต้น

### 3.1 โครงสร้างไฟล์ข้อมูล

เราสามารถเปิดดูไฟล์ข้อมูลดิบได้จากจุดที่เราเลือกบันทึกของมูล โดยการเลือกเปิดไฟล์โดยใช้โปรแกรม NOTEPAD โดยคู่มือนี้จะทำการนำข้อมูลของ FeO มาเป็นตัวอย่างประกอบในการอธิบาย

```

Fe foil XANES 2318 - Notepad
File Edit Format View Help
#BL5: X-ray Absorption Spectroscopy
#Siam Photon Laboratory, Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)
#Experiment date: Thursday, January 21, 2016
#Duration: 23:04:46 - 23:18:00
#
#Transmission-mode XAS
# E0 (eV) = 7112
# Photon Energy Scan (eV) = -30,80
# Photon Energy Step (eV) = 0.2
# Time Step (s) = 1
# Gain = 8, 8
# Points/scan = 552
Energy (eV)    Bragg Angle (deg)    Time Step (s)    I0 (counts)    I1 (counts)    ln(I0/I1)
7.08204E+3    2.59479E+1    1.00000E+0    1.28895E+5    1.37734E+5    -6.63262E-2
7.08222E+3    2.59472E+1    1.00000E+0    1.28871E+5    1.37751E+5    -6.66358E-2
7.08240E+3    2.59465E+1    1.00000E+0    1.28859E+5    1.37749E+5    -6.67144E-2
7.08265E+3    2.59455E+1    1.00000E+0    1.28849E+5    1.37757E+5    -6.68501E-2
7.08285E+3    2.59447E+1    1.00000E+0    1.28831E+5    1.37764E+5    -6.70406E-2
7.08301E+3    2.59441E+1    1.00000E+0    1.28790E+5    1.37758E+5    -6.73154E-2
7.08326E+3    2.59431E+1    1.00000E+0    1.28782E+5    1.37741E+5    -6.72541E-2
7.08341E+3    2.59425E+1    1.00000E+0    1.28800E+5    1.37775E+5    -6.73611E-2
7.08364E+3    2.59416E+1    1.00000E+0    1.28772E+5    1.37778E+5    -6.76003E-2
7.08379E+3    2.59410E+1    1.00000E+0    1.28764E+5    1.37758E+5    -6.75173E-2
7.08405E+3    2.59400E+1    1.00000E+0    1.28739E+5    1.37763E+5    -6.77477E-2
7.08420E+3    2.59394E+1    1.00000E+0    1.28701E+5    1.37741E+5    -6.78832E-2
7.08445E+3    2.59384E+1    1.00000E+0    1.28712E+5    1.37760E+5    -6.79357E-2
7.08461E+3    2.59378E+1    1.00000E+0    1.28646E+5    1.37716E+5    -6.81291E-2
7.08486E+3    2.59368E+1    1.00000E+0    1.28635E+5    1.37696E+5    -6.80694E-2
7.08504E+3    2.59361E+1    1.00000E+0    1.28581E+5    1.37674E+5    -6.83295E-2
7.08522E+3    2.59354E+1    1.00000E+0    1.28586E+5    1.37639E+5    -6.80364E-2
7.08540E+3    2.59347E+1    1.00000E+0    1.28567E+5    1.37638E+5    -6.81769E-2
7.08565E+3    2.59337E+1    1.00000E+0    1.28524E+5    1.37621E+5    -6.83879E-2
7.08580E+3    2.59331E+1    1.00000E+0    1.28488E+5    1.37622E+5    -6.86753E-2

```

รูปที่ 3-57 ไฟล์ข้อมูลโดยโปรแกรม NOTEPAD

ข้อมูลใน notepad อธิบายรายละเอียดต่างๆเริ่มตั้งแต่สถานีการทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์ระบบลำแสงที่ 5.2 สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน วันเวลาที่ทำการทดลอง ระยะเวลาที่ทำการทดลองของตัวอย่างนั้นๆ โหมดในการทดลองซึ่งเราจะเห็นได้ผิดพลาด! ไม่พบแหล่งการอ้างอิง ได้ทำการทดลองโดยใช้ Transmission mode และในลำดับถัดไปจะเป็นตัวแปรตามๆ ที่เราเลือกใช้ในการทดลองซึ่งจะอธิบายดังต่อไปนี้

- $E_0$  คือ ค่าพลังงานขอบการดูดกลืนของชั้นที่เราเลือก โดยในตัวอย่างนี้ได้เลือกที่ค่าพลังงาน 7112 eV ซึ่งเป็นค่าพลังงานขอบการดูดกลืนชั้น K ของ Fe
- Photon energy scan คือ ช่วงค่าพลังงานที่ทำการสแกนโดยได้กำหนด -30,80 ซึ่งหมายความว่าได้เริ่มวัดก่อนค่าพลังงาน 7112 ไปด้านหน้า 30 eV และด้านหลัง 80 eV
- Photon energy step คือ ความละเอียดของการสแกน
- Time step คือ ช่วงเวลาที่ใช้ในการชั่งของ step
- Gain คือ ค่าที่ได้เลือกสำหรับขยายสัญญาณ I0 และ I1 ตามลำดับ

- Points/scan คือ จำนวนในการสแกนทั้งหมด

ถัดจากนั้นจะเป็นข้อมูลที่ได้จากการวัด โดยในกรณีที่เป็กรวัดแบบ Transmission mode จะมีหัวข้อมูลเป็น 6 คอลัมน์ ดังแสดงในผิตพลาต! ไม่พบแหล่งอ้างอิงโดยเรียงลำดับได้ดังนี้

- พลังงานในการกระตุ้น (eV)
- Bragg angle (deg)
- ระยะเวลาในการนับวัด (s)
- ค่านับวัดใน Ionization Chamber 0 (counts)
- ค่านับวัดใน Ionization Chamber 1 (counts)
- Absorption

ในส่วนของการวัดแบบ Fluorescence mode จะมี 10 คอลัมน์ ประกอบด้วย

- พลังงานในการกระตุ้น (eV)
- Bragg angle (deg)
- ระยะเวลาในการนับวัด (s)
- ค่านับวัดใน Ionization Chamber 0 (counts)
- SCA avg คือค่าสัญญาณเฉลี่ยที่ได้จากการวัดตัวอย่าง ทั้ง 4 Chanel
- SCA\_0 คือ ค่าสัญญาณ Chanel 0
- SCA\_1 คือ ค่าสัญญาณ Chanel 1
- SCA\_2 คือ ค่าสัญญาณ Chanel 2
- SCA\_3 คือ ค่าสัญญาณ Chanel 3

ดังแสดงรูปที่ 3.62

```

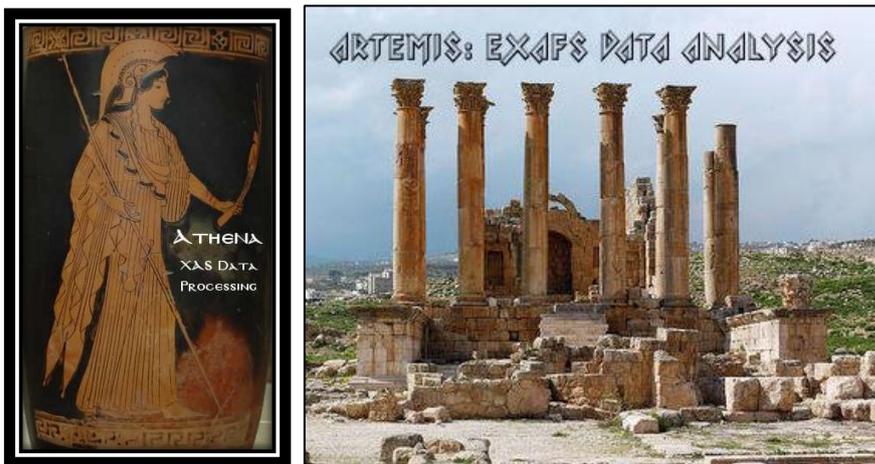
FeO XANES FL 1857_1 - Notepad
File Edit Format View Help
#BLS: X-ray Absorption Spectroscopy
#Siam Photon Laboratory, Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)
#Experiment date: Friday, March 25, 2016
#Duration: 18:33:45 - 18:56:15
#
#Fluorescence-mode XAS / Si Drift
# E0 (eV) = 7112
# Photon Energy Scan (eV) = -20,90
# Photon Energy Step (eV) = 0.2
# Time Step (s) = 2
# Gain = 8, 0
# Points/scan = 552
Energy (eV) Bragg Angle (deg) Time Step (s) I0 (counts) SCA_avg (counts) SCA_avg/I0 SCA_0 (counts) SCA_1 (counts) SCA_2 (counts) SCA_3 (c
7.09200E+3 2.59088E+1 2.0000E+0 6.36890E+4 1.07076E+2 1.68123E-3 1.10016E+2 1.16018E+2 1.49959E+2 9.5193
7.09223E+3 2.59079E+1 2.0000E+0 6.36470E+4 9.80071E+1 1.53985E-3 8.80061E+1 1.06007E+2 1.26567E+2 1.0000
7.09241E+3 2.59072E+1 2.0000E+0 6.36040E+4 9.05056E+1 1.42296E-3 1.06008E+2 8.20070E+1 1.52782E+2 8.3501
7.09261E+3 2.59064E+1 2.0000E+0 6.35620E+4 1.04339E+2 1.64154E-3 1.13007E+2 9.18060E+1 1.42157E+2 1.0820
7.09279E+3 2.59057E+1 2.0000E+0 6.35260E+4 1.02000E+2 1.60564E-3 9.50066E+1 9.73656E+1 1.67478E+2 1.1362
7.09302E+3 2.59048E+1 2.0000E+0 6.34960E+4 1.10637E+2 1.74242E-3 1.06104E+2 1.12797E+2 1.44694E+2 1.1301
7.09320E+3 2.59041E+1 2.0000E+0 6.34670E+4 1.12814E+2 1.77753E-3 1.17009E+2 1.05220E+2 1.57259E+2 1.1621
7.09345E+3 2.59031E+1 2.0000E+0 6.34320E+4 1.14626E+2 1.80706E-3 1.14010E+2 1.12443E+2 1.46603E+2 1.1742
7.09360E+3 2.59025E+1 2.0000E+0 6.34030E+4 1.05889E+2 1.67010E-3 9.10070E+1 1.01006E+2 1.69743E+2 1.2565
7.09383E+3 2.59016E+1 2.0000E+0 6.33870E+4 1.06675E+2 1.68292E-3 1.06009E+2 1.05008E+2 1.60533E+2 1.0901
7.09401E+3 2.59009E+1 2.0000E+0 6.33730E+4 1.07606E+2 1.69798E-3 1.08008E+2 9.78019E+1 1.31015E+2 1.1700
7.09422E+3 2.59001E+1 2.0000E+0 6.33580E+4 1.13819E+2 1.79644E-3 1.19007E+2 1.06800E+2 1.65255E+2 1.1565
7.09439E+3 2.58994E+1 2.0000E+0 6.33350E+4 1.11609E+2 1.76220E-3 9.90057E+1 1.17803E+2 1.53336E+2 1.1801
7.09460E+3 2.58986E+1 2.0000E+0 6.33010E+4 1.10587E+2 1.74701E-3 9.90257E+1 1.22725E+2 1.57015E+2 1.1001
7.09480E+3 2.58978E+1 2.0000E+0 6.32780E+4 1.28349E+2 2.02834E-3 1.23011E+2 1.23023E+2 1.34543E+2 1.3901
7.09503E+3 2.58969E+1 2.0000E+0 6.32600E+4 1.14343E+2 1.80750E-3 1.15009E+2 1.24011E+2 1.80845E+2 1.0400
7.09521E+3 2.58962E+1 2.0000E+0 6.32470E+4 1.16374E+2 1.84000E-3 1.26463E+2 1.08007E+2 1.46038E+2 1.1465
7.09542E+3 2.58954E+1 2.0000E+0 6.32210E+4 1.20989E+2 1.91374E-3 1.09009E+2 1.35152E+2 1.48847E+2 1.1844
7.09559E+3 2.58947E+1 2.0000E+0 6.32120E+4 1.18677E+2 1.87744E-3 1.22010E+2 1.26011E+2 1.88662E+2 1.0800
7.09585E+3 2.58937E+1 2.0000E+0 6.31980E+4 1.23054E+2 1.94712E-3 1.31489E+2 1.12440E+2 1.76941E+2 1.2523
7.09600E+3 2.58931E+1 2.0000E+0 6.31690E+4 1.15342E+2 1.82592E-3 1.23008E+2 1.14009E+2 1.91129E+2 1.0900
7.09621E+3 2.58923E+1 2.0000E+0 6.31320E+4 1.32182E+2 2.09374E-3 1.37012E+2 1.12019E+2 1.72765E+2 1.4751
7.09646E+3 2.58913E+1 2.0000E+0 6.31140E+4 1.30103E+2 2.06140E-3 1.24012E+2 1.26248E+2 1.86060E+2 1.4004
7.09659E+3 2.58908E+1 2.0000E+0 6.30930E+4 1.28918E+2 2.04330E-3 1.33010E+2 1.12008E+2 1.88997E+2 1.4173
7.09679E+3 2.58900E+1 2.0000E+0 6.30730E+4 1.16809E+2 1.85196E-3 1.13405E+2 1.17010E+2 1.60768E+2 1.2001
7.09700E+3 2.58892E+1 2.0000E+0 6.30560E+4 1.34095E+2 2.12660E-3 1.50012E+2 1.35263E+2 2.14303E+2 1.1701
7.09720E+3 2.58884E+1 2.0000E+0 6.30380E+4 1.32346E+2 2.09947E-3 1.31009E+2 1.18017E+2 1.88003E+2 1.4801
7.09743E+3 2.58875E+1 2.0000E+0 6.30320E+4 1.40527E+2 2.22946E-3 1.26011E+2 1.51545E+2 1.92525E+2 1.4401
7.09761E+3 2.58868E+1 2.0000E+0 6.30580E+4 1.39592E+2 2.21371E-3 1.41490E+2 1.27258E+2 1.86982E+2 1.5002
7.09781E+3 2.58860E+1 2.0000E+0 6.30380E+4 1.32833E+2 2.10719E-3 1.44012E+2 1.24011E+2 1.75874E+2 1.3047
7.09799E+3 2.58853E+1 2.0000E+0 6.30120E+4 1.43041E+2 2.27006E-3 1.57099E+2 1.29010E+2 2.05752E+2 1.4301
7.09822E+3 2.58845E+1 2.0000E+0 6.30820E+4 1.36095E+2 2.04487E-3 1.33605E+2 1.34011E+2 1.70505E+2 1.3401

```

รูปที่3- 58ไฟล์ข้อมูลโดยโปรแกรม NOTEPAD ใน Fluorescence mode

### 3.2 การวิเคราะห์ผลด้วยโปรแกรม Athena

ในการวิเคราะห์ผลข้อมูลเราสามารถจะใช้โปรแกรม Athena ดังแสดงในรูปที่ 3-63 โดยสามารถของโปรแกรมได้ที่บีมไลน์ 5.2 โปรแกรมนี้ใช้เพื่ออ่านข้อมูลที่ได้จากการทดลอง โดยที่เราต้องทำข้อมูลให้อยู่ในสภาพปกติ (Normalized) เพื่อที่จะได้นำข้อมูลไปวิเคราะห์ต่อไป

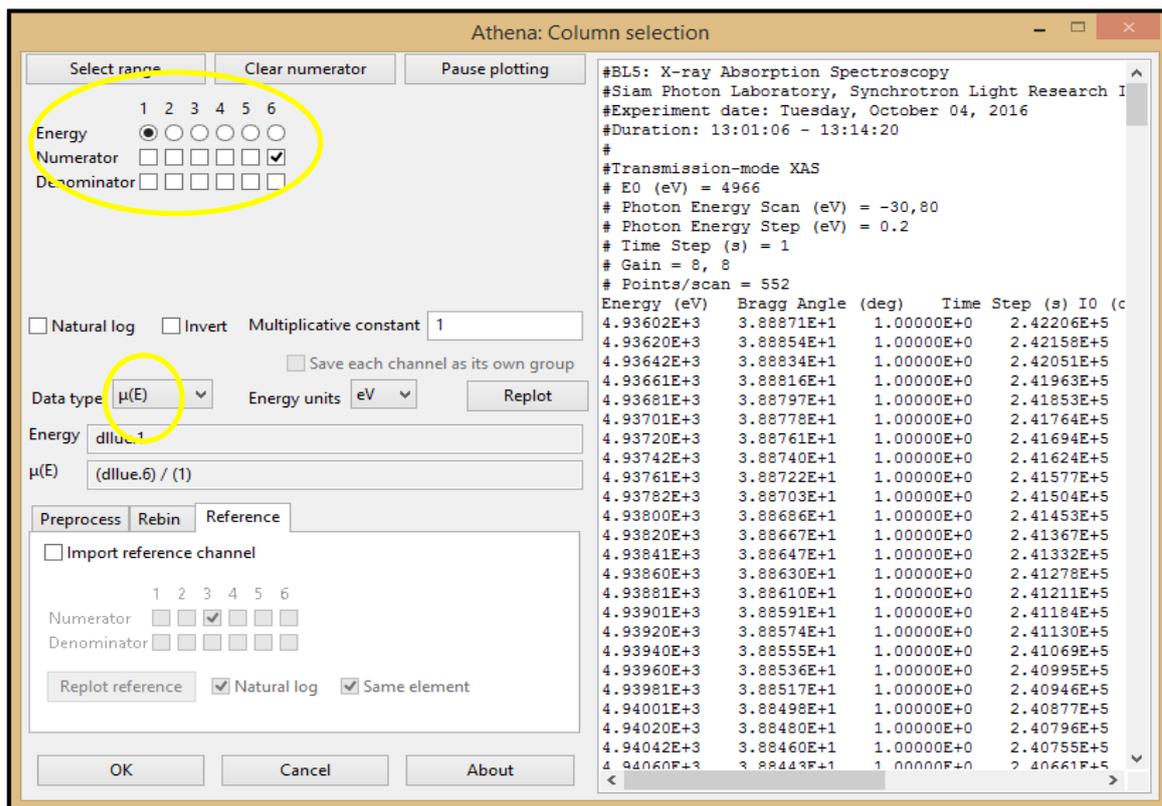


รูปที่3- 59โปรแกรม ATHENA และด้านขวา ARTEMIS เวอร์ชัน 0.9.24

#### 3.2.1 Normalization data of XANES

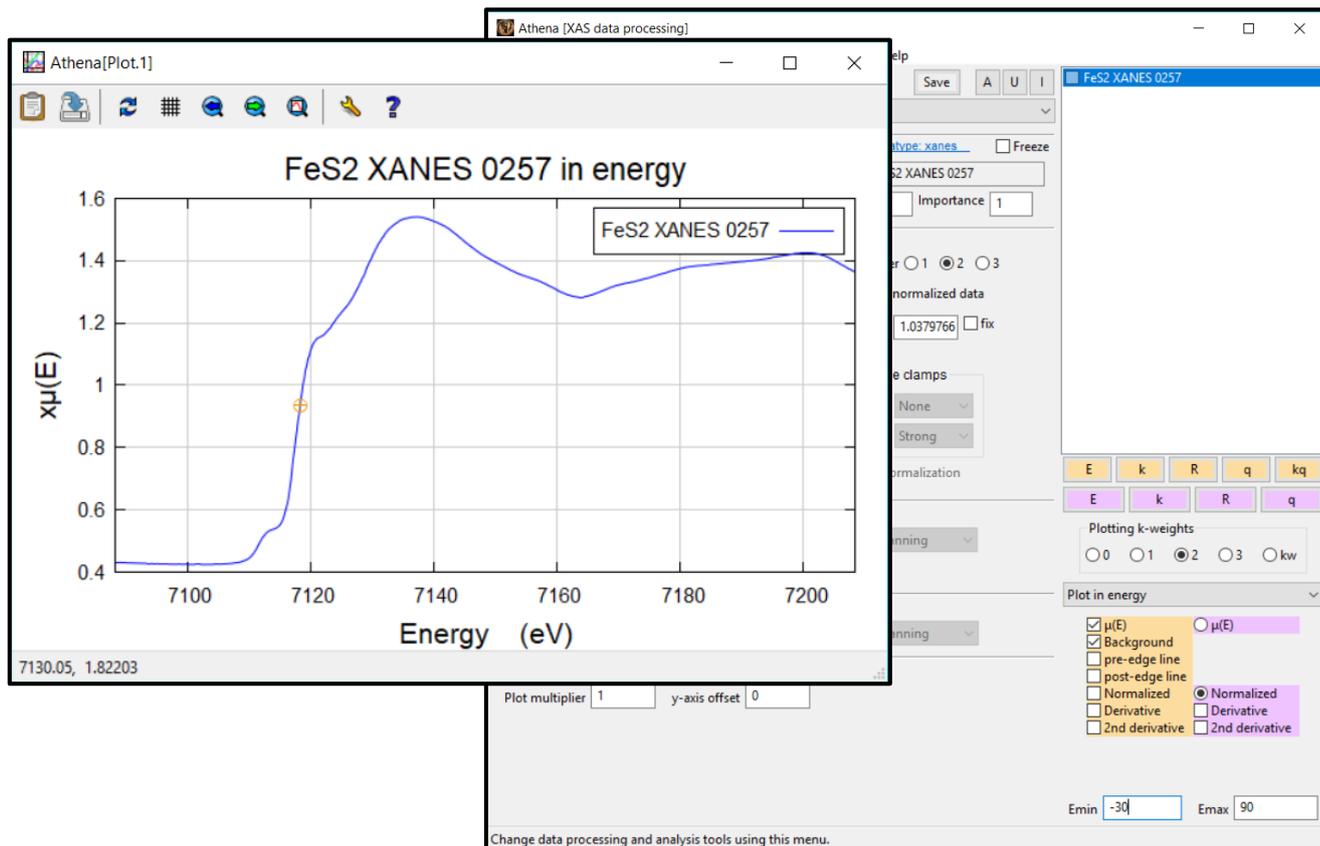
การที่จะนำข้อมูลมาวิเคราะห์นั้น ข้อมูลจะต้องทำให้อยู่ในสภาพปกติก่อน เพื่อความถูกต้องในการวิเคราะห์ข้อมูลที่มากขึ้น ซึ่งในการทดลองจริงนั้นได้มีทำการวัดสารตัวอย่างหลายสแกนเพื่อ



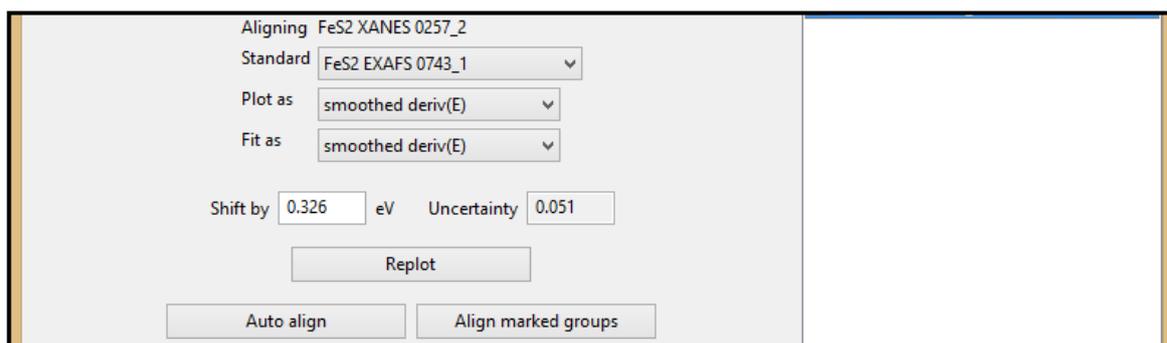


รูปที่ 3- 61 การเลือกข้อมูลเพื่อนำไปแสดงผลใน ATHENA

เมื่อทำการเลือกข้อมูลเสร็จแล้วโปรแกรมจะแสดงผลดังรูปที่ 3.66 จากนั้นให้คลิกที่ main window และเลือกคำว่า Align data โดยเลือกสแกนที่ 1 เป็น Standard และสแกนตัวถัดไปเป็นตัว Aligning จากนั้นคลิกที่คำว่า Auto align ดังในรูปที่ 3.67

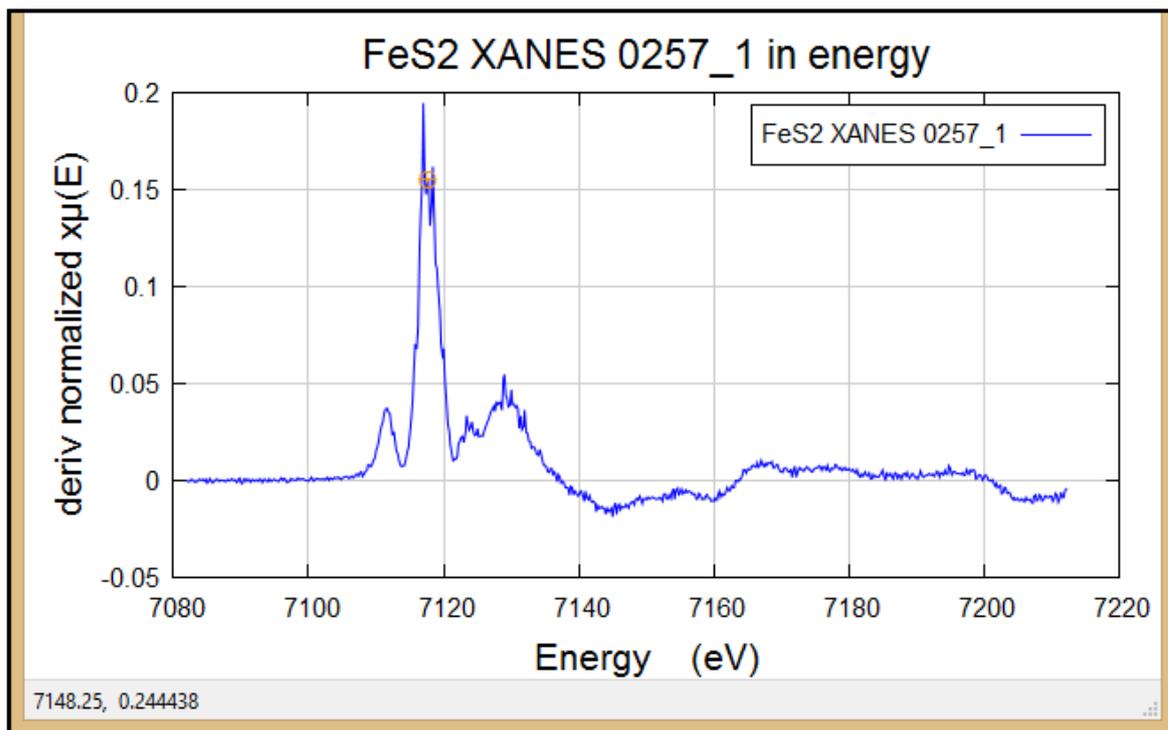


รูปที่3- 62แสดงกราฟและหน้าต่างคำสั่งในโปรแกรม ATHENA



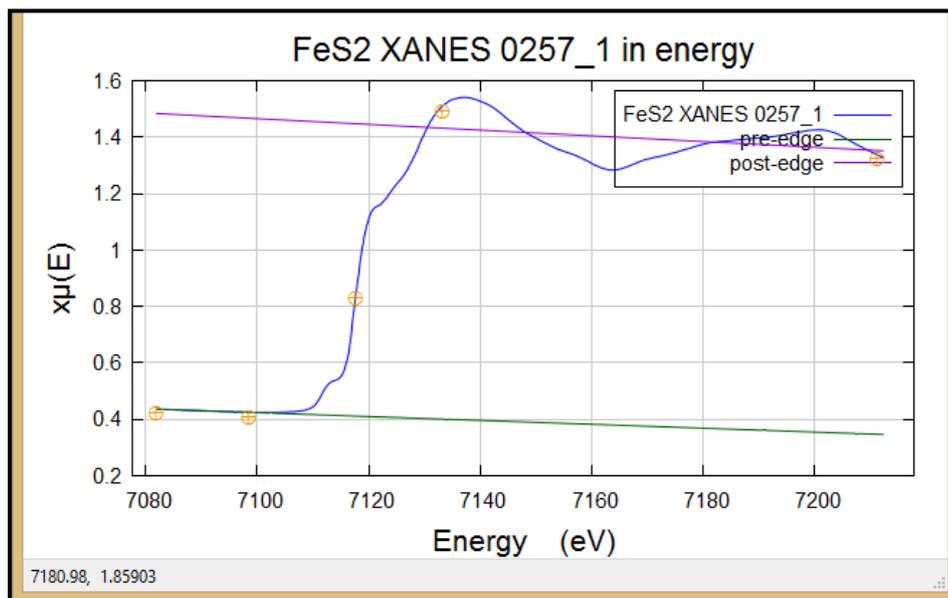
รูปที่3-63Align data

เมื่อทำการ Align data ข้อมูลเสร็จเรียบร้อยแล้วให้กลับไป Main window จากนั้นจะทำการเลือก  $E_0$  ซึ่งโปรแกรมอาจจะมีความคาดเคลื่อนเราจึงควรเลือกด้วยตัวเอง โดยเปลี่ยนค่ากราฟให้กลายเป็น Derivative ดังในฉีดพลาด! ไม่พบแหล่งอ้างอิง วงกลมสีแดงหมายเลข 3 จากนั้นทำการเลือกจุดที่เหมาะสมดังในรูปที่ 3.68

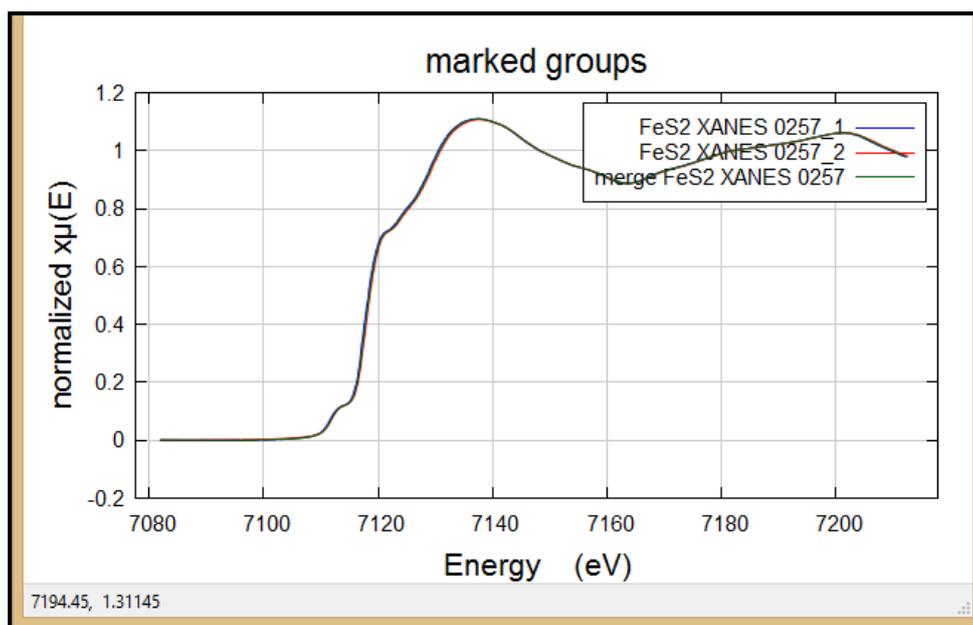


รูปที่3- 64การเลือกค่า  $E_0$

เมื่อทำการเลือกค่า  $E_0$  เรียบร้อยแล้วนั้นให้ปรับวงกลมสีแดงหมายเลข 3 ดังในচিত্রพลาด! ไม่พบแหล่งการอ้างอิง ให้เป็น pre-edge line และ post-edge line ในการปรับเส้น pre และ post edge นั้นมีความสำคัญเป็นอย่างมากนั้นการนำข้อมูลไปวิเคราะห์ผล ซึ่งต้องใช้ประสบการณ์ในการเลือกจุดที่เหมาะสม โดย pre-edge line นั้นให้ทำการปรับให้เส้นทับกับเส้นก่อนการเกิดขอบการดูดกลืนให้มากที่สุดซึ่งแสดงใน คิตพลาด! ไม่พบแหล่งการอ้างอิง และในส่วนของ post-edge นั้นพยายามปรับให้เส้นผ่านการออสมิลเลตด้านหลังจาก  $E_0$  มากที่สุด เมื่อทำการปรับเรียบร้อยแล้วก็สามารถเลือกข้อมูลให้อยู่ในกราฟของ Normalized ได้ จากนั้นให้ทำการปรับดังที่ได้กล่าวมานี้ในทุกๆสแกน เมื่อทำการปรับเรียบร้อยแล้วให้ทำการ mark ทุกสแกนเข้าด้วยกันและทำการ Merge  $\mu(E)$  ซึ่งโปรแกรมจะทำการเฉลี่ยข้อมูลทุกสแกนเข้าด้วยกัน ซึ่งจะสามารถทำให้เรามีข้อมูลที่ถูกต้องและแม่นยำมากขึ้นดังแสดงดัง ดังรูปที่ 3-70 จากนั้นก็ทำการบันทึกข้อมูลโดยบันทึกเป็น Project file

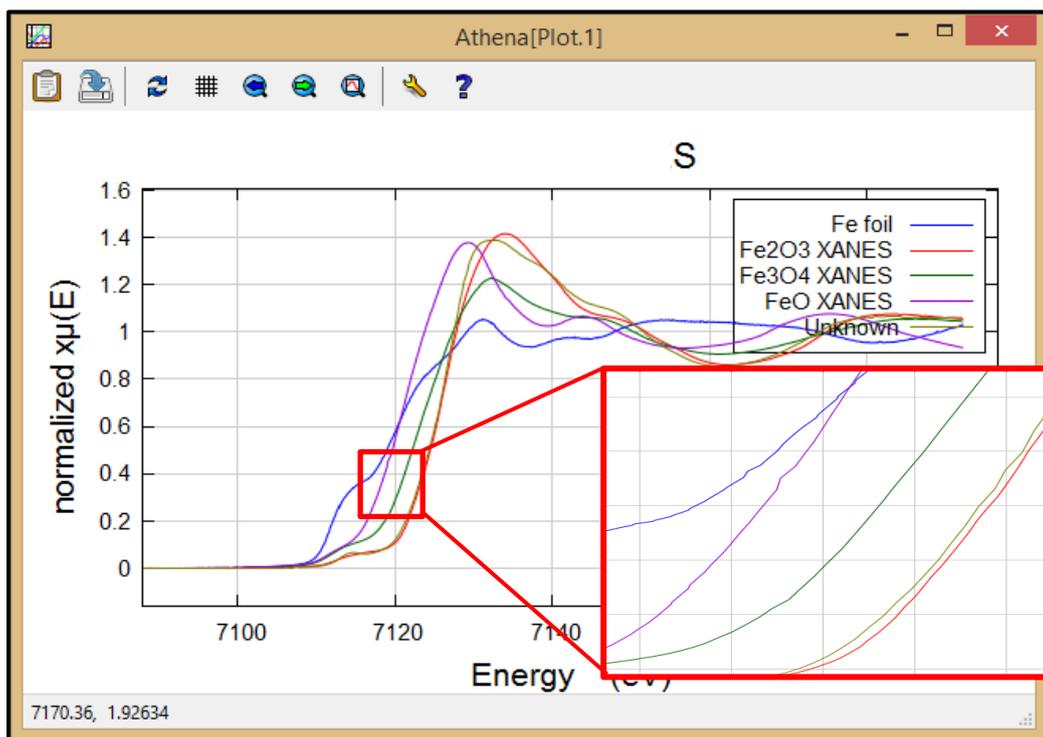


รูปที่ 3- 65 การปรับค่า pre และ post-edge line



รูปที่ 3- 66 การเฉลี่ยสแกนเข้าด้วยกันเพื่อความแม่นยำของสเปกตรัม

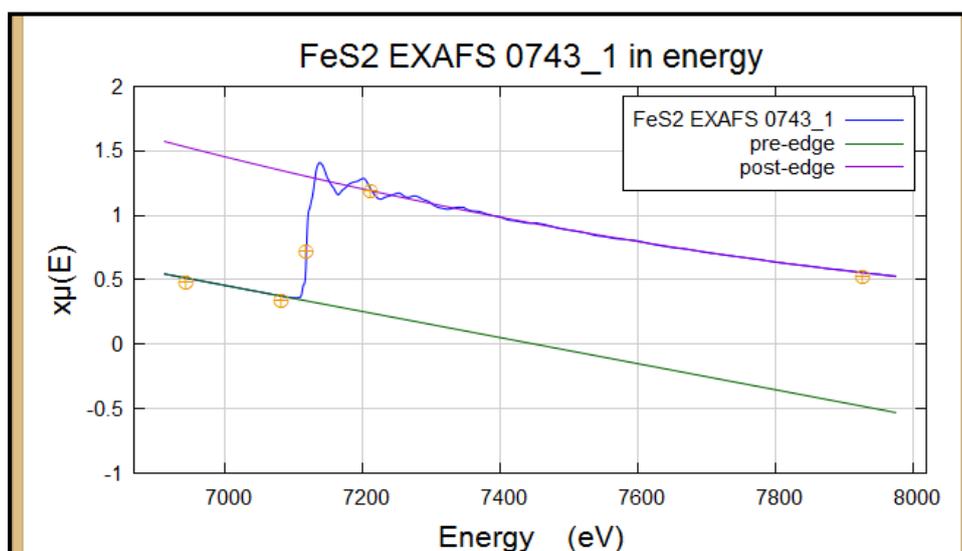
การวิเคราะห์เลขออกซิเดชันนั้น สามารถทำได้โดยการเพิ่มเรามีสารมาตรฐานที่เรารู้เลขออกซิเดชันแน่ชัด และทำการเปรียบเทียบกับ edge Energy ของตัวอย่างที่เราต้องการทราบซึ่งจะแสดงรูปที่ 3-71



รูปที่3- 67 การหาเลขออกซิเดชันของสารตัวอย่าง

### 3.2.2 Normalization data of EXAFS

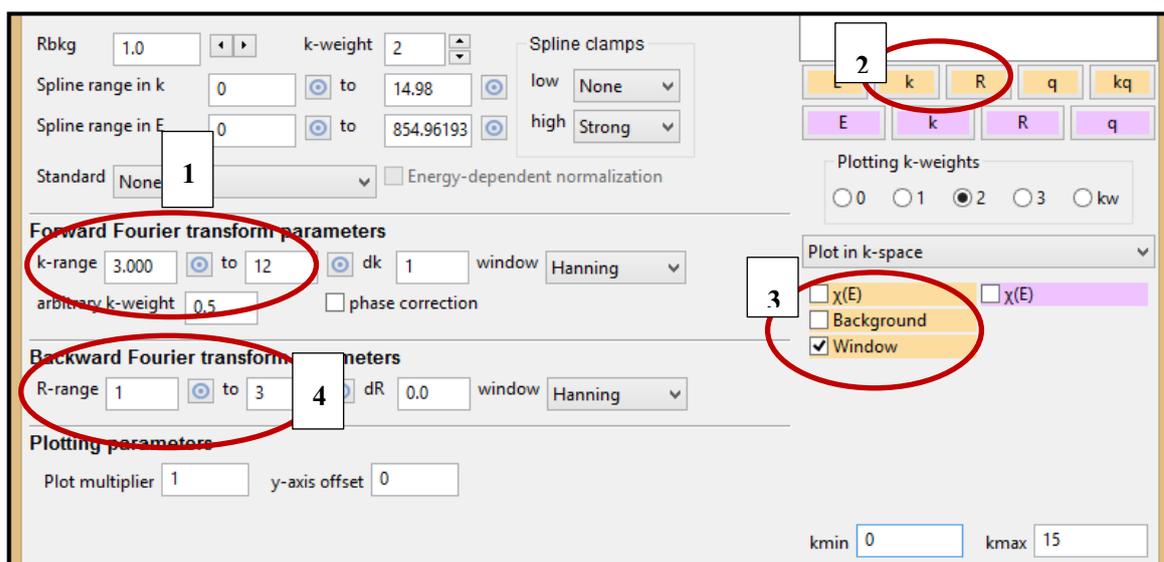
การทำสภาพปกติข้อมูลของ EXAFS นั้นทำเช่นเดียวกันกับของ XANES แต่เราต้องเลือกช่วงข้อมูลที่ถูกต้องในการทำ ซึ่งโดยปกติแล้วช่วงพลังงานจะอยู่ในช่วง -200 ถึง 900 eV จากขอบการดูดกลืนพลังงาน ซึ่งรูปที่ 3-72 แสดงการเลือกค่า  $E_0$  และการปรับเส้น pre และ post edge



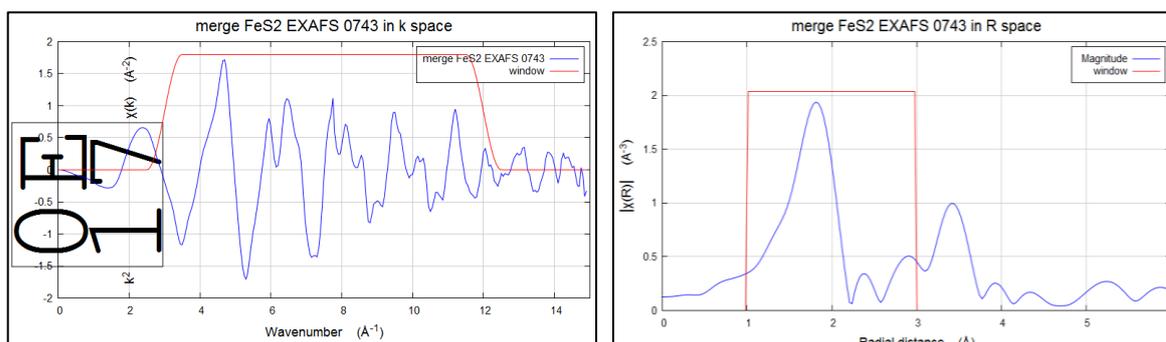
รูปที่3- 68 การทำข้อมูล EXAFS ให้อยู่ในสภาพปกติ

เมื่อทำการเลือกค่า  $E_0$  และการปรับเส้น pre และ post edge เสร็จเรียบร้อยแล้วก็ทำการ Mergeสเปกตรัมเข้าด้วยกันเช่นเดียวกับของ XANES จากนั้นให้ทำการตรวจสอบสเปกตรัมโดยการแปลงเป็น ค่า k-space ดังแสดงในรูปที่ 3-73 ตำแหน่งที่ 1 จากนั้นเลือกช่วงค่า k-range ตำแหน่งที่ 2 และเลือกช่วงค่า k-range ที่เหมาะสม ซึ่งไม่ควรต่ำกว่า 8 k จากนั้นสร้างหน้าต่างโดยการเลือกที่ตำแหน่งที่ 3 คลิกที่เมนู window ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3-74

การแปลงข้อมูลให้อยู่ในรูป R-space สามารถทำได้โดยการคลิก R ดังตำแหน่งที่ 2 ในผิดพลาด! ไม่พบแหล่งอ้างอิง โปรแกรมจะคำนวณเองโดยใช้ Fourier transform และเลือกปรับช่วงค่า R-range และสร้างหน้าต่าง เช่นเดียวกับ k-space จากนั้นบันทึกข้อมูลเป็น Project file



รูปที่3- 69ตำแหน่ง k-space และ R-space



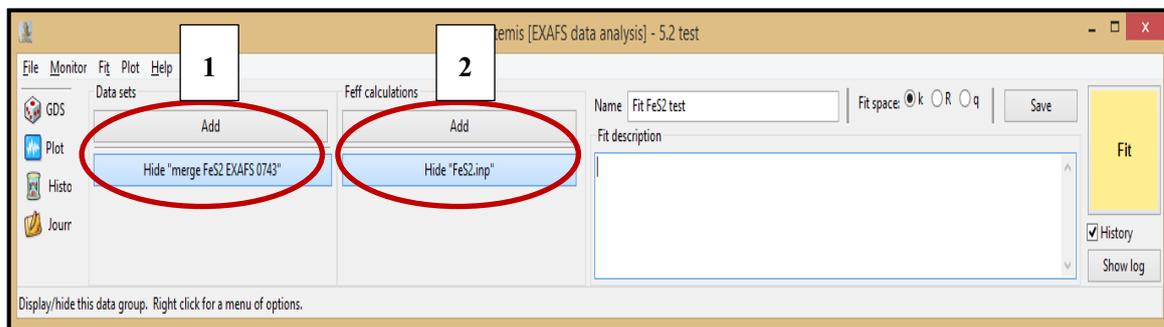
รูปที่3- 70การแปลงข้อมูลให้อยู่ในรูป k-space และ R-space

### 3.3 การวิเคราะห์ผลด้วยโปรแกรม Artemis

Artemis เป็นโปรแกรมในการ fit ข้อมูลจาก EXAFS spectrum ซึ่งเป็นการจำลอง local structure ขึ้นมาโดยการกำหนดพารามิเตอร์ต่างๆ มีค่าที่ควรจะเป็นตามทฤษฎี เมื่อเราสามารถ fit ข้อมูล

ได้ค่าที่ถูกต้องและรับได้ตามมาตรฐานสากล เราก็สามารถยืนยันผลการทดลองได้ว่าสารตัวอย่างนั้นมีโครงสร้างตามแบบจำลองที่เรา fit

การ fit ข้อมูล EXAFS มีความยุ่งยากซับซ้อนและต้องใช้ประสบการณ์ในการ fit ในคู่มือนี้จะอธิบายข้อมูลต่างๆที่จำเป็นในโปรแกรม Artemis และแสดงการ fit FeS<sub>2</sub> EXAFS ของ Fe K edge ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3-75

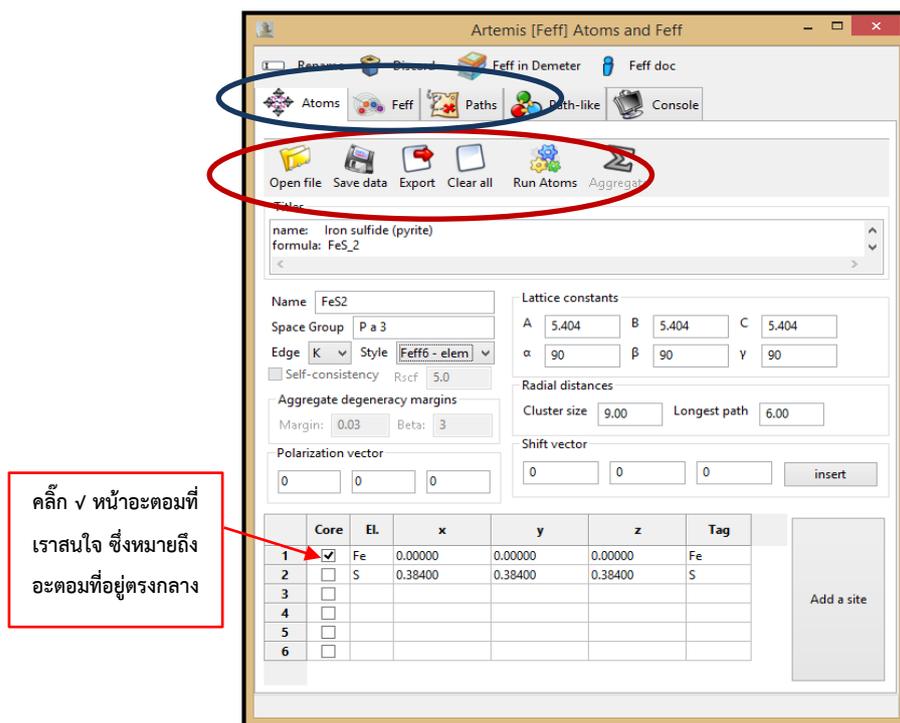


รูปที่ 3- 71 พารามิเตอร์ต่างๆในโปรแกรม Artemis

โปรแกรม Artemis จะมีส่วนประกอบ 2 ส่วนหลักๆด้วยกัน

1. Data sets เป็นส่วนข้อมูลที่ได้มาจากโปรแกรม Athena ซึ่งเราต้องทำข้อมูล EXAFS ให้อยู่ในสภาพปกติก่อนดังได้อธิบายในหัวข้อที่ 3.2.2 ซึ่งต้องเปิดไฟล์สกุล .prj ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3-75 ตำแหน่งที่ 1

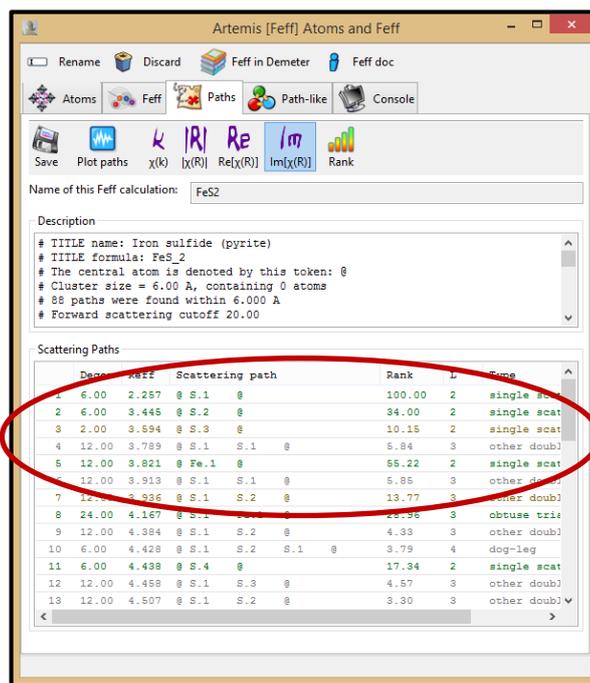
2. Feff calculations เป็นส่วนของโมเดลที่ผู้ทำการทดลองคิดแบบจำลองขึ้นมาเพื่อ fit กับ Data sets เราสามารถดาวน์โหลดแบบจำลองมาตรฐานได้จากเว็บไซต์ material project โปรแกรมจะสามารถอ่านไฟล์สกุล .inp ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3-75 ตำแหน่งที่ 2



รูปที่3- 72โปรแกรม Atom and Feff และพารามิเตอร์ต่างๆ

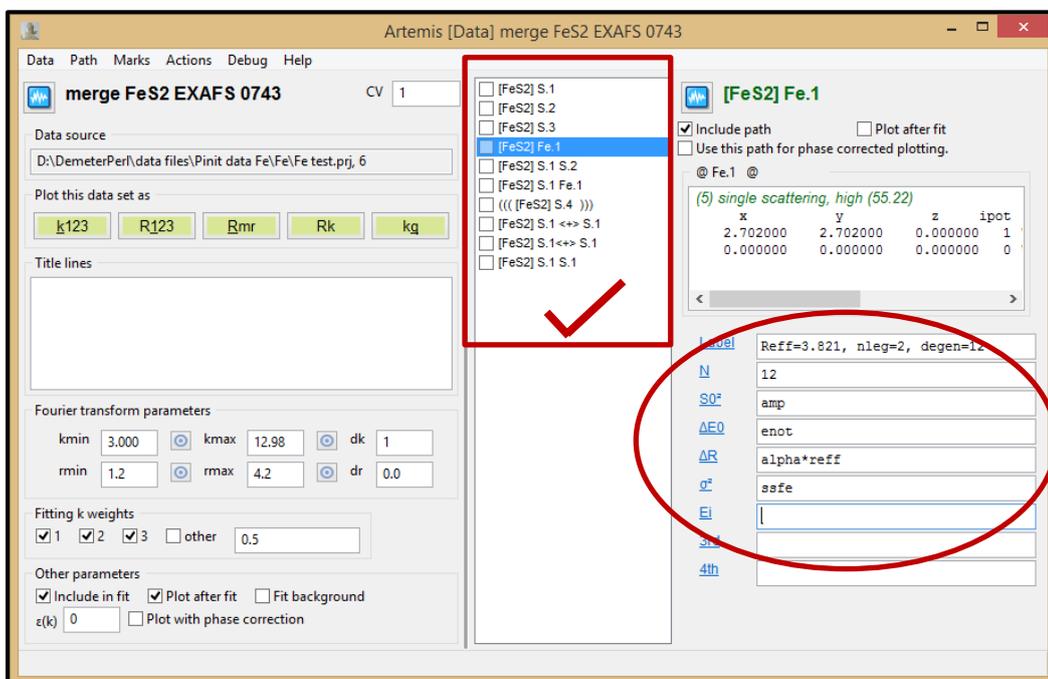
เมื่อทำการเพิ่มไฟล์ข้อมูลของ Feff calculations เรียบร้อยแล้วเราก็จะได้หน้าต่างใหม่ซึ่งเราเรียกว่า Atom and Feff ตรวจสอบพารามิเตอร์ต่างๆได้ในหน้าต่าง Atoms และสามารถนำข้อมูลออกมาเพื่อปรับแก้ไขตามทฤษฎีโดยคลิกที่คำว่า Export แสดงในวงกลมสีแดงดังรูปที่ 3-76 เลือก Feff 8 สามารถเปิดแก้ไขด้วยโปรแกรม Notepad หากไม่ได้ปรับแก้ไขให้คลิกที่ Run Atoms

หลังจากทำการ Run Atoms เรียบร้อยแล้ว ให้เปลี่ยนเมนูหลักไปที่ Feff ตั้งวงกลมสีน้ำเงินดังรูปที่ 3-76 หากไม่ได้ทำการปรับค่าอะไรจาก Atoms ก็ให้ทำการ Run Feff แต่หากมีการปรับพารามิเตอร์และ Export ข้อมูลออกไปให้เราทำการเรียกไฟล์นั้นมาโดย Open file จากนั้นทำการ Run Feff เมื่อเสร็จเรียบร้อยแล้วนั้นเราจะได้ Scattering Paths ของอิเล็กตรอนดังแสดงในวงกลมสีแดงดังรูปที่ 3-77 ซึ่งจะมีคำอธิบายอยู่ด้านหลัง Path นั้น และมีค่า Rank ซึ่งแสดงถึงโอกาสที่จะเกิดขึ้นเมื่อเทียบกับ Single Scattering ของ S ที่อยู่ใกล้ Fe ที่สุดโดยโปรแกรมเรียกว่า S.1 ซึ่งมีค่า Rank 100



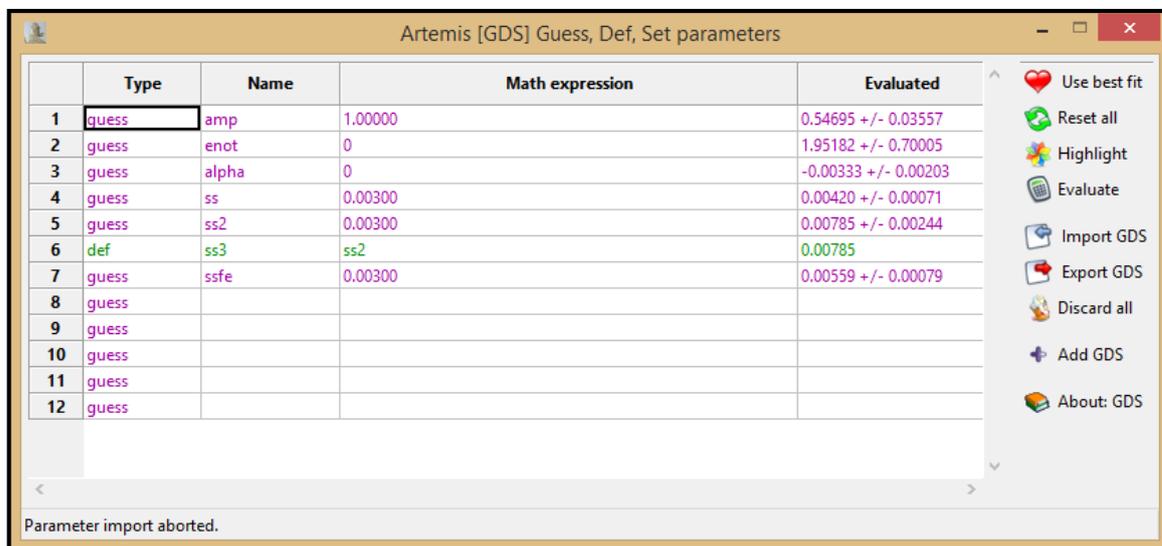
รูปที่3- 73เมื่อทำการ Run Atoms และ Feff จะแสดง Paths ต่างๆ

การเลือก Paths เพื่อใช้ในการ fit EXAFS ควรเลือก Paths ที่มีค่า Rank สูงๆสามารถทำได้โดยการคลิกที่ Path นั้นแล้วทำการลากไปวางในส่วนของหน้าต่าง Data sets ดังแสดงในพื้นที่สี่เหลี่ยมดังรูปที่ 3-78 เมื่อเลือก Paths เสร็จเรียบร้อยให้ทำการสร้างตัวแปรที่วงกลมสีแดง โดยค่าตัวแปรควรจะเป็นไปตามทฤษฎีดังที่ได้กล่าวไปในบทที่ 1.4 และต้องสอดคล้องกับช่วงค่า k และ R ด้านซ้ายมือ



รูปที่3- 74การเลือก Scattering Paths และกำหนดค่าพารามิเตอร์

เมื่อทำการสร้างพารามิเตอร์เสร็จเรียบร้อยแล้ว ให้ทำการ guess ตัวแปรโดยหน้าต่างจะอยู่ข้างโปรแกรมหลักข้างๆกับ Data sets คลิกที่ GDS จากนั้นทำการ guess ตัวแปรที่ทำการตั้งค่าในแต่ละ Path จากนั้นทำการ fit ซึ่งจะอยู่ทางขวามือของหน้าต่างหลัก

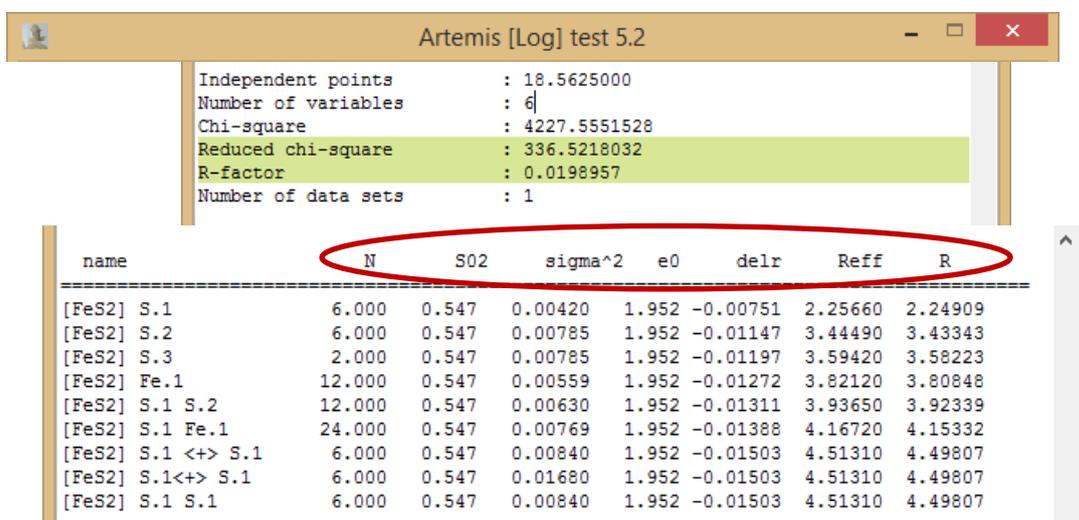


	Type	Name	Math expression	Evaluated
1	guess	amp	1.00000	0.54695 +/- 0.03557
2	guess	enot	0	1.95182 +/- 0.70005
3	guess	alpha	0	-0.00333 +/- 0.00203
4	guess	ss	0.00300	0.00420 +/- 0.00071
5	guess	ss2	0.00300	0.00785 +/- 0.00244
6	def	ss3	ss2	0.00785
7	guess	ssfe	0.00300	0.00559 +/- 0.00079
8	guess			
9	guess			
10	guess			
11	guess			
12	guess			

Parameter import aborted.

รูปที่3- 75การ guess ตัวแปรต่างๆ

เมื่อ fit สำเร็จแล้วโปรแกรมจะแสดงหน้าต่างรูปที่ 3-80

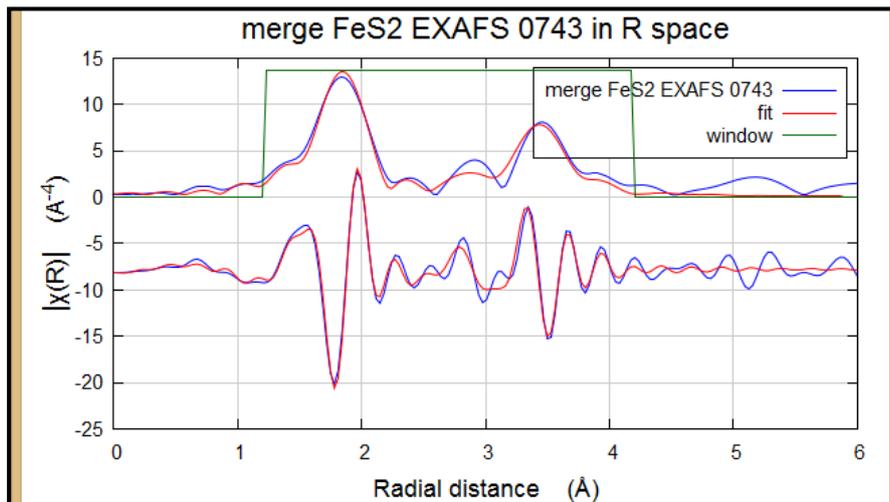


Independent points : 18.5625000  
 Number of variables : 6  
 Chi-square : 4227.5551528  
 Reduced chi-square : 336.5218032  
 R-factor : 0.0198957  
 Number of data sets : 1

name	N	S02	sigma^2	e0	delr	Reff	R
[FeS2] S.1	6.000	0.547	0.00420	1.952	-0.00751	2.25660	2.24909
[FeS2] S.2	6.000	0.547	0.00785	1.952	-0.01147	3.44490	3.43343
[FeS2] S.3	2.000	0.547	0.00785	1.952	-0.01197	3.59420	3.58223
[FeS2] Fe.1	12.000	0.547	0.00559	1.952	-0.01272	3.82120	3.80848
[FeS2] S.1 S.2	12.000	0.547	0.00630	1.952	-0.01311	3.93650	3.92339
[FeS2] S.1 Fe.1	24.000	0.547	0.00769	1.952	-0.01388	4.16720	4.15332
[FeS2] S.1 <+> S.1	6.000	0.547	0.00840	1.952	-0.01503	4.51310	4.49807
[FeS2] S.1<+> S.1	6.000	0.547	0.01680	1.952	-0.01503	4.51310	4.49807
[FeS2] S.1 S.1	6.000	0.547	0.00840	1.952	-0.01503	4.51310	4.49807

รูปที่3- 76ค่าตัวแปรต่างๆเมื่อทำการ fit สำเร็จ

โดยค่า R-factor ที่ยอมรับได้ตามมาตรฐานนั้นควรมีค่าน้อยกว่า 0.03 ซึ่งจากตัวอย่างจะเห็นได้ว่ามีค่าประมาณ 0.02 ซึ่งสามารถรับได้ และค่า Reduced chi-square ยังมีค่าน้อยจะทำให้ข้อมูลมีความถูกต้องมากขึ้น และตัวแปรที่สำคัญใช้ในการตีพิมพ์งานวิจัยแสดงดังวงกลมสีแดงของรูปที่ 3-80



รูปที่ 3- 77 การ fit  $\text{FeS}_2$  EXAFS ด้วยโปรแกรม Artemis

## ภาคผนวก ก

ตารางธาตุแสดง absorption edge ที่สามารถวัดได้ที่ BL5.2

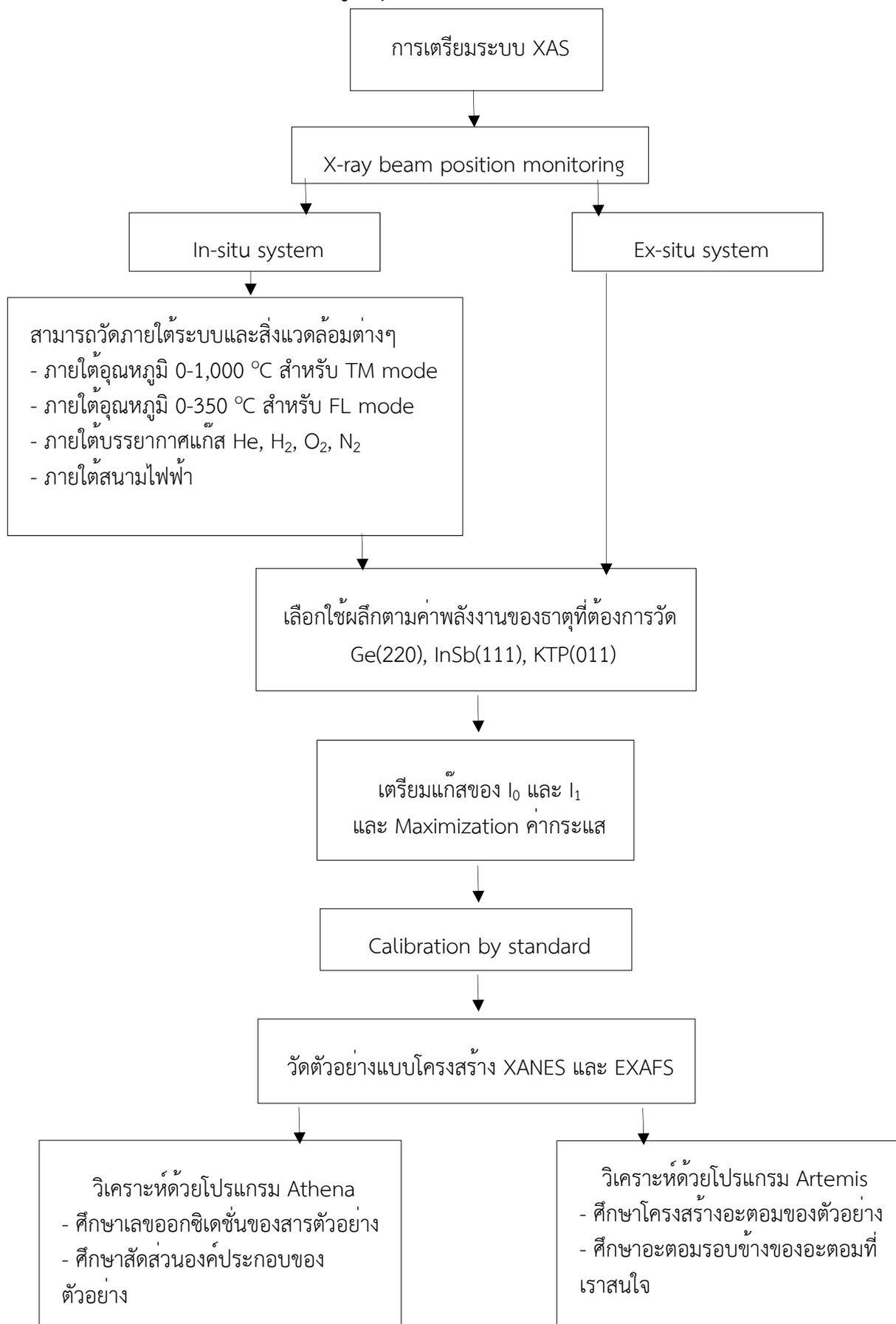
Atomic Number		Edge Energy		Symbol	
15	2146			P	

1	H																	2	He																
3	Li	4	Be																	5	B	6	C	7	N	8	O	9	F	10	Ne				
11	Na	12	Mg																	13	Al	14	Si	15	P	16	S	17	Cl	18	Ar				
19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr
37	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr	41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru	45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd	49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te	53	I	54	Xe
55	Cs	56	Ba	57	La	72	Hf	73	Ta	74	W	75	Re	76	Os	77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg	81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po	85	At	86	Rn
87	Fr	88	Ra	89	Ac	104	Rf	105	Ha	106	Sg	107	Bh	108	Hs	109	Mt																		
Lanthanides				58	Ce	59	Pr	60	Nd	61	Pm	62	Sm	63	Eu	64	Gd	65	Tb	66	Dy	67	Ho	68	Er	69	Tm	70	Yb	71	Lu				
Actinides				90	Th	91	Pa	92	U	93	Np	94	Pu	95	Am	96	Cm	97	Bk	98	Cf	99	Es	100	Fm	101	Md	102	No	103	Lr				

จากตารางในภาคผนวก ก แสดงให้เห็นถึงชั้นของขอบการดูดกลืนพลังงานของธาตุต่างๆ ที่สามารถวัดได้ที่ระบบลำแสงที่ 5.2 ในการวัด EXAFS เราควรตรวจสอบถึงค่าขอบการดูดกลืนของธาตุอื่นๆ เพราะอาจมีขอบการดูดกลืนของพลังงานชั้นอื่นๆของธาตุที่เราไม่ได้สนใจ เกิดขึ้นด้านหลังขอบการดูดกลืนพลังงานของตัวที่เราสนใจ ซึ่งจะทำให้เราไม่สามารถนำข้อมูลไปวิเคราะห์ผลได้

ภาคผนวก ค แผนภูมิสรุปกระบวนการใช้และวิเคราะห์ผลเทคนิค XAS



## ภาคผนวก ง

## ทีมงานระบบลำเลียงแสง 5.2 SUT-NANOTEC-SLRI



ดร.พินิจ กิจขุนทด  
ผู้จัดการระบบลำเลียงแสงที่ 5.2



ดร.วราภรณ์ ตัณฑนุช  
นักวิทยาศาสตร์ระบบลำเลียงแสง



นายสมบูรณ์ทรัพย์ รอดพร  
นักวิทยาศาสตร์ประจำห้องปฏิบัติการ



นางสาวธัญญา ชูขุนทด  
นักวิทยาศาสตร์ประจำห้องปฏิบัติการ



นายปิยพร ทางดี  
นักศึกษาทุนผู้ช่วยวิจัย



นางสาววิภากร ฤทธิสุทธิ  
นักศึกษาทุนผู้ช่วยวิจัย



นายชาญวิชญ์ พาอาจ  
นักศึกษาทุนผู้ช่วยวิจัย

### เอกสารอ้างอิง

1. B. Ravel, M. Newville, ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT, *J. Synchrotron. Radiat.* 12(2005)537-541.
2. M. Newville, EXAFS analysis using FEFF and FEFFIT, *J. synchrotron. Radiat.* 8(2001)96-100.
3. A. Thompson et al., X-ray Data Booklet (Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California Berkeley, 2001)
4. International Table for X-ray Crystallography, Vol. LLL Physical and Chemical tables (The International Union of Crystallography, Kynoch Press, Birmingham, 1968)
5. D.C. Koningsberger and R. Prins (Ed), Chemical Analysis, Vol. 92: X-ray Absorption: Principles, Applications Techniques of EXAFS, SEXAFS and XANES (John Wiley & Sons, New York, 1988).
6. J. J. Rehr and R. C. Albers, Theoretical Approaches to X-ray Absorption Fine Structure, *Reviews of Modern Physics* (2000) 72, 621-654.
7. J. Als-Nielsen and D. McMorrow, Elements of Modern X-ray Physics (John Wiley & Sons, New York, 2001).
8. S. George, Workshop on X-ray Absorption Spectroscopy, National Synchrotron Research center, Thailand, 2-6 May 2005 (CD handouts).
9. J. Kawai, Absorption Techniques in X-ray spectrometry, *Encyclopedia of Analytical Chemistry* [R. A. Meyers (Ed.), John Wiley & Sons, Chichester, 2000], pp. 13288-13315.