



สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)
Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)
เอกสารความรู้ (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-2025-058
ชื่อเรื่อง Title	คู่มือการใช้งานโปรแกรมเพื่อเก็บข้อมูล Total Reflection X-ray Fluorescence (TXRF)
ชื่อฝ่าย Department	ระบบลำเลียงแสง
วันที่เผยแพร่ Release date	2 ธันวาคม 2568
ระดับการเปิดเผยข้อมูล Level of Disclosure	<input type="checkbox"/> ข้อมูลในรายงานเป็นความลับ (Undisclosed)
	<input type="checkbox"/> เปิดเผยข้อมูลเฉพาะภายในฝ่ายหรือส่วนงาน (Information can be disclosed within department/section)
	<input checked="" type="checkbox"/> เปิดเผยข้อมูลได้สำหรับพนักงานของสถาบันฯ และอนุญาตให้บันทึกข้อมูลเข้าเป็นส่วนหนึ่งของระบบ 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	Total Reflection X-ray Fluorescence, TXRF), BL7.2W, Trace Element Analysis

รายชื่อผู้จัดทำรายงานหรือผู้ดำเนินโครงการ (Name)	ส่วนร่วมในการปฏิบัติงานในโครงการ Responsible tasks in the project
ดร. ชมกฤษ ช่างสิริฤทธิกุล	เขียน เรียบเรียง แก้ไขและจัดทำรายงาน
ดร. ชาตรี ไสยสมบัติ	ตรวจสอบ แก้ไข

ประวัติการแก้ไข/ปรับปรุง

แก้ไขครั้งที่	วันที่เผยแพร่	รายละเอียดการปรับปรุง
0	2 ธันวาคม 2568	จัดทำครั้งแรก

สารบัญ

เนื้อหา	หน้า
1. บทนำ	4
2. วัตถุประสงค์	6
3. ส่วนประกอบของระบบลำเลียงแสง 7.2 และปลายสถานีทดลอง	6
4. การทดลองหาค่ามุมวิกฤต (Critical angle) ของตัวอย่าง	9
5. การปรับระยะหัววัดสำหรับการทดลองให้เหมาะสม	14
6. การตรวจวัดและบันทึกผลของเทคนิค TXRF	18
7. การประมวลผลด้วยโปรแกรม PyMca	20
8. เอกสารอ้างอิง	21

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 1 แสดงอุปกรณ์ซึ่งประกอบและติดตั้ง ณ ปลายสถานีระบบลำเลียงแสงที่ 7.2W	7
รูปที่ 2 แสดง 6-axis motorized stage ในแนวแกน Translation	8
รูปที่ 3 หน้าต่างหลักและส่วนประกอบของโปรแกรม BL7.2W Sample Alignment	9
รูปที่ 4 กราฟแสดง Z1 scan และตำแหน่ง Half cut ของการสแกน	10
รูปที่ 5 กราฟแสดง Pitch scan และตำแหน่งมุม Pitch ของการสแกน	11
รูปที่ 6 กราฟแสดง Z1 scan และแสดงตำแหน่ง Half cut ของการสแกน	12
รูปที่ 7 กราฟแสดง Z2 scan และแสดงตำแหน่ง Half cut ของการสแกน	13
รูปที่ 8 กราฟแสดง Pitch scan และตำแหน่งมุม Pitch ของการสแกน	14
รูปที่ 9 แสดงโปรแกรม my main slim ในหน้า Desktop	15
รูปที่ 10 แสดงหน้าต่างหลักและส่วนประกอบของโปรแกรม my main slim	15
รูปที่ 11 แสดงมุมมองที่แสดงภาพการทดลอง TXRF	16
รูปที่ 12 แสดงโปรแกรมควบคุมการเคลื่อนที่ของหัววัดแบบหยาบ	16
รูปที่ 13 แสดงชุด motor controller (M12)	17
รูปที่ 14 แสดงการตั้งค่าลิมิตเพื่อจำกัดการเคลื่อนที่ของชุด motor controller (M12)	18
รูปที่ 15 แสดงสเปคตรัมจากการตรวจวัดเทคนิค TXRF ด้วยโปรแกรม Prospect	19

สารบัญตาราง

ตารางที่ 1 แสดง 6-axis motorized stage สำหรับเทคนิค TXRF	8
ตารางที่ 2 แสดงตัวอย่างพารามิเตอร์การทดลอง TXRF	20

1. บทนำ

การดำเนินงานทดสอบการใช้งานระบบลำเลียงแสง 7.2 Macromolecular Crystallography (BL7.2W: MX) ได้เริ่มเมื่อปลายปี พ.ศ. 2557 ซึ่ง BL7.2W: MX เป็นระบบลำเลียงแสงที่ออกแบบมาเพื่อใช้ประโยชน์แสงซินโครตรอนย่านรังสีเอกซ์พลังงานสูง สำหรับการศึกษาหาโครงสร้างสามมิติของโปรตีนและโมเลกุลอื่นที่เกี่ยวข้องในระดับอะตอม โดยอาศัยเทคนิค X-ray Crystallography ในปี พ.ศ. 2559 ชุดแม่เหล็ก 6.5 Tesla Superconducting wavelength shifter, SWLS ซึ่งเป็นแม่เหล็กแบบเหนี่ยวนำยิ่งยวด ได้นำมาใช้งานอย่างเต็มประสิทธิภาพ และมีการติดตั้ง commercial Double Crystal Monochromator (Kohzu; model TSR-2DCM)

ในปี พ.ศ. 2564 ทางสถานีทดลองได้เริ่มให้บริการเทคนิค X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) และ X-ray fluorescence (XRF) เนื่องจากความพร้อมของอุปกรณ์ DCM ระบบวัด Ion Chambers และ Si drift detector เพื่อปรับเทียบพลังงานโฟตอน จึงสามารถให้บริการเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์แบบส่องผ่าน (Transmission mode) และแบบ Fluorescence mode

ปี พ.ศ. 2566 ระบบลำเลียงแสงได้รายงานประสิทธิภาพของเทคนิค micro-XRF (Songsirithigul, et al. 2023) ซึ่งได้ติดตั้งที่ระบบลำเลียงแสง BL 7.2W แสงถูกโฟกัสที่ปลายสถานีทดลองด้วยเลนส์รังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นชนิดที่เรียกว่า polycapillary lens และตรวจวัดสัญญาณการเรืองรังสีเอกซ์ด้วย Si drift detector

ในปี พ.ศ. 2568 สถาบันฯ มีเป้าหมายพัฒนาเทคนิค Total Reflection X-ray Fluorescence (TXRF) ที่สถานีทดลองที่ 7.2W เพื่อให้พร้อมบริการ ซึ่งเทคนิค TXRF เป็นหมวดหมู่ย่อยในสเปกโทรสโกปีเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) จึงต้องติดตั้งหัววัดการเรืองรังสีเอกซ์ด้วย เนื่องจากพื้นที่สำหรับติดตั้งชุด TXRF มีความจำกัด ดังนั้นจึงออกแบบชุดจับยึดหัววัดให้สามารถเคลื่อนย้ายและจัดเก็บได้เมื่อใช้งานเสร็จสิ้น เพื่อประหยัดพื้นที่และเพิ่มความสะดวกในการใช้งาน

นอกจากนี้ได้ติดตั้ง 6-axis stage สำหรับการวาง sample carrier ซึ่งอาจเป็นชิ้นงานหรือสับสเตรทที่หยดตัวอย่าง เพื่อให้ได้พิกัดที่ถูกต้องเหมาะสมโดยมีความละเอียดและแม่นยำสูงในการปรับตำแหน่งและมุม งานพัฒนาเทคนิค TXRF นี้ได้รับงบประมาณสนับสนุนส่วนหนึ่งจากหน่วยบริหารและจัดการทุนด้านการพัฒนา

กำลังคน และทุนด้านการพัฒนาสถาบันอุดมศึกษา การวิจัยและการสร้างนวัตกรรม (บพค.) และมุ่งหวังให้บริการวิเคราะห์ที่สามารถตรวจสอบปริมาณสารในตัวอย่างในระดับหนึ่งในพันล้านส่วน (ppb)

การพัฒนาศักยภาพของการให้บริการเทคนิค TXRF ที่ระบบลำแสง BL7.2W อาศัยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์หรือ X-ray fluorescence (XRF) เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุที่อยู่ในตัวอย่าง โดยอาศัยความต่างของชั้นพลังงานของแต่ละธาตุ (ชั้น K, L, M, N,...) ดังนั้นเมื่อเรากระตุ้นอะตอมด้วยค่าพลังงานที่มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นใน เมื่ออิเล็กตรอนหลุดออกไปจึงทำให้เกิดที่ว่าง และเมื่ออิเล็กตรอนชั้นนอกลงมาแทนที่ อะตอมจะปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ ปรากฏการณ์ดังกล่าวเรียกว่าการเรืองรังสีเอกซ์

หลักการของเทคนิค TXRF ใช้มุมตกกระทบขนาดเล็กในช่วง $0.05-0.5^\circ$ ซึ่งเป็นมุมที่น้อยกว่ามุม critical ในการเก็บสัญญาณของตัวอย่าง เมื่อมุมตกกระทบน้อยกว่ามุมวิกฤต รังสีเอกซ์จะสามารถทะลุผ่านชั้นฟิล์มไปได้ (Aiginger, 1991) และประสิทธิภาพของ 6-Axis motorized stage ทำให้สามารถ alignment แบบ half cut และควบคุมมุมตกกระทบของรังสีเอกซ์ได้อย่างแม่นยำ ขนาดของลำแสงของรังสีเอกซ์ที่ยิงมุมเฉลบบนตัวอย่างสามารถปรับได้จาก Compact slits

เทคนิคนี้สามารถตรวจวัดหาปริมาณธาตุใช้เชิงปริมาณที่มี detection limits อยู่ในช่วงหนึ่งในพันล้านส่วน (Part per billion, ppb, ng/mL) เมื่อเทียบกับเทคนิค XRF ปกติจะสามารถตรวจวัดได้ในระดับหนึ่งในล้านส่วน (Part per million, ppm, $\mu\text{g/mL}$) (Yuying et al., 2001)

เทคนิค TXRF ประยุกต์ใช้ในงานปริมาณวิเคราะห์ที่ได้โดยลดปัจจัยอันเนื่องมาจาก matrix ของตัวอย่าง เนื่องจากโดยทั่วไปตัวอย่างบน sample carrier มีความบาง และมีการใช้ internal standard เดิมเข้าไปในตัวอย่าง โดยพลังงานไปกระตุ้นที่ระดับความลึกของ sample carrier ไม่ลึกมากในระดับ 100 อังสตรอม สัญญาณที่เกิดขึ้นเข้าสู่หัววัดได้เกือบทั้งหมดเนื่องจากรูปแบบการจัดวางหัววัดสามารถเข้าใกล้ตัวอย่างในระดับมิลลิเมตร ทำให้ส่งผลดีในการลดการดูดกลืนสัญญาณจากอากาศที่มีผลกระทบอย่างมากต่อการตรวจวัดธาตุเบา

การให้บริการเทคนิค TXRF แสงซินโครตรอนความถี่เดี่ยวซึ่งมีความเข้มสูงในย่านรังสีเอกซ์จากระบบลำแสง BL7.2W ถูกโฟกัสด้วย Focusing mirror ปริมาณฟลักซ์ของโฟตอนที่พลังงานต่างๆ ที่ปลดปล่อยออกมาจากSWLS ขนาด 6.4 Tesla ที่มีค่าฟลักซ์มากขึ้นตามค่าพลังงานโฟตอนที่มากขึ้นจนถึง 10keV ในช่วงพลังงานโฟตอนที่มากกว่า 10keV ที่พลังงานระหว่าง 10 ถึง 13 keV มีความเข้มแสงซึ่งผ่านการคัดเลือกพลังงานด้วย Double Crystal Monochromator ในช่วง $1\text{E}11$ (photons/s@100mA) (Songsiriritthigul, et al. 2023)

คู่มือการใช้งานโปรแกรมเพื่อเก็บข้อมูล TXRF นี้จึงได้ถูกจัดทำขึ้น เพื่อเป็นแนวทางสำหรับผู้ให้บริการสถานีทดลอง TXRF ที่ระบบลำเลียงแสง 7.2 เพื่อให้การใช้ประโยชน์ระบบลำเลียงแสงได้อย่างคุ้มค่าและมีประสิทธิภาพ เพื่อให้ผู้ให้บริการสามารถใช้อุปกรณ์การทดลอง ณ ปลายสถานีทดลอง ได้อย่างถูกต้องและปลอดภัย การเลือกพารามิเตอร์ในการเก็บข้อมูล และขั้นตอนการใช้โปรแกรมต่างๆ เพื่อให้ผู้ทำการทดลองมีความรู้ ความเข้าใจในหลักการ เครื่องมือที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง ขั้นตอนการตรวจวัดสัญญาณและบันทึกผลของเทคนิค TXRF เนื่องจากมีความสำคัญต่อคุณภาพของข้อมูลที่จะนำไปประมวลผลและวิเคราะห์ชนิดและความเข้มข้นของตัวอย่าง

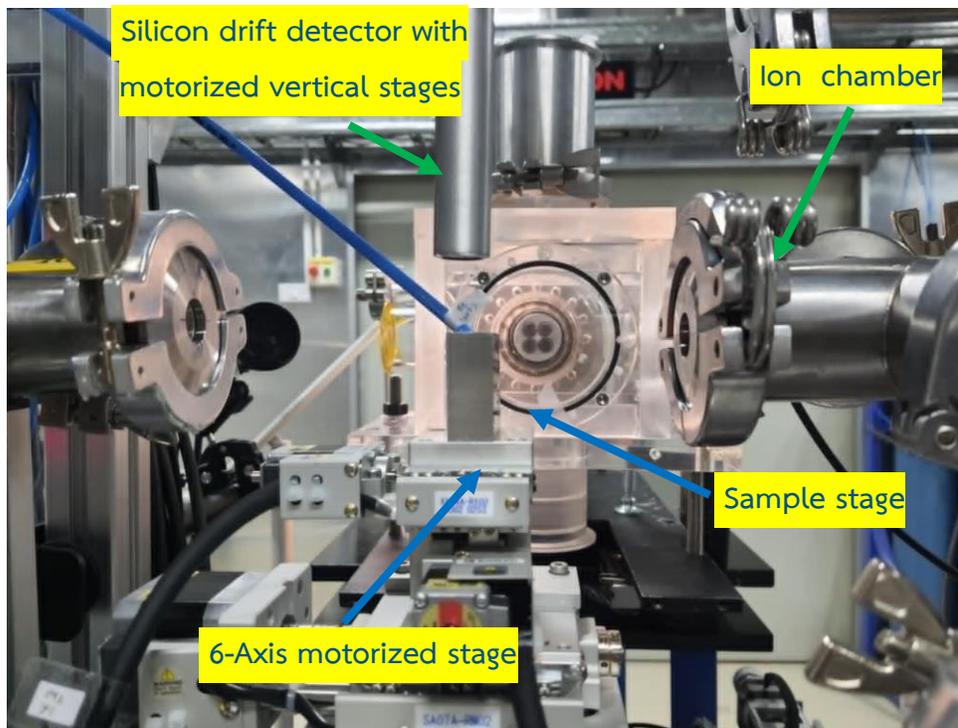
2. วัตถุประสงค์

- 2.1 เพื่ออธิบายขั้นตอนการทดลอง การใช้โปรแกรม และเลือกพารามิเตอร์ในการเก็บข้อมูล TXRF
- 2.2 เพื่อให้ผู้ทำการทดลองมีความรู้ ความเข้าใจ หลักการและเครื่องมือที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง TXRF

3. ส่วนประกอบของระบบลำเลียงแสง 7.2 และปลายสถานีทดลอง TXRF

แสงซินโครตรอนในย่านรังสีเอกซ์พลังงานสูงซึ่งผลิตจากอุปกรณ์แทรกซันิตแม่เหล็กแบบเหนี่ยวนำยิ่งยวด (6.5-Tesla Superconducting wavelength shifter, SWLS) ซึ่งติดตั้งอยู่ในวงกักเก็บอิเล็กตรอน (Storage ring) หลังจากแสงซินโครตรอนผ่านระบบลำเลียงแสงส่วนหน้าของ BL7.2W: MX (Front end, FE) แสงจะถูกปรับให้ขนานไปในทางเดียวกันโดยกระจกปรับขนาน (Collimating Mirror, CM) และเข้าสู่อุปกรณ์คัดเลือกพลังงาน (Double Crystal Monochromator, DCM) ทำให้แสงมีคุณสมบัติเป็น Monochromatic beam และผ่านกระจกปรับโฟกัส (Focusing Mirror, FM) ก่อนเข้าสู่ปลายสถานีทดลอง (End station) รูปที่ 1 แสดงส่วนประกอบของปลายสถานีทดลองสำหรับเทคนิค TXRF

โดยทั่วไปเทคนิค TXRF จะมีอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องคือ 1) Solid State Detector ได้แก่ Si drift detector (SDD) 2) Sample stage สำหรับวาง sample carrier 3) Ion chamber เป็นเครื่องวัดความเข้มแสงเอ็กซ์เรย์เพื่อทำ alignment sample stage 4) 6-Axis motorized stage สำหรับควบคุมแนวแกนการเคลื่อนที่ของมอเตอร์ต่างๆ เพื่อทำ alignment grazing stage ซึ่งประกอบด้วย การเคลื่อนที่แบบ translation จำนวน 4 แกน (X1, Z1, Y และ Z2) และ rotation อีก 2 แกน (Pitch และ Yaw) สถานะปัจจุบันมีอุปกรณ์ที่ติดตั้งปลายสถานีทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 1



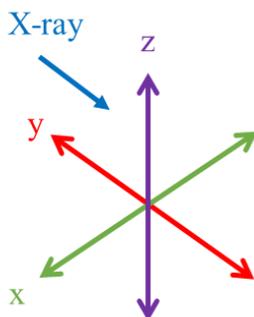
รูปที่ 1 แสดงอุปกรณ์ซึ่งประกอบและติดตั้ง ณ ปลายสถานีระบบลำเลียงแสงที่ 7.2W

รูปที่ 1 แสดง Solid State Detector, Sample stage, 6-Axis motorized stage และ Ion chamber สำหรับการทดลอง TXRF ซึ่งประกอบและติดตั้ง ณ ปลายสถานีระบบลำเลียงแสงที่ 7.2W นอกจากนี้สัญญาณจาก Ion chamber แล้วโปรแกรมสามารถอ่านค่าความเข้มแสงได้ทั้งจาก Photodiode ที่ติดตั้งหลังจาก Sample stage

ตารางที่ 1 แสดงรายละเอียดของ 6-axis motorized stage สำหรับเทคนิค TXRF ซึ่งประกอบและติดตั้ง ณ ปลายสถานีระบบลำเลียงแสงที่ 7.2W และแนวแกนการเคลื่อนที่ของมอเตอร์ต่างๆ สัมพันธ์กับการทำ Alignment sample stage

ตารางที่ 1 แสดง 6-axis motorized stage สำหรับเทคนิค TXRF

6-axis motorized stage	Role in TXRF
Z2	Thickness offset of carrier substrate
Y	Sample stage alignment
Pitch	Sample tilt
Yaw	-
X1	Translation for moving to another sample
Z1	Sample stage alignment



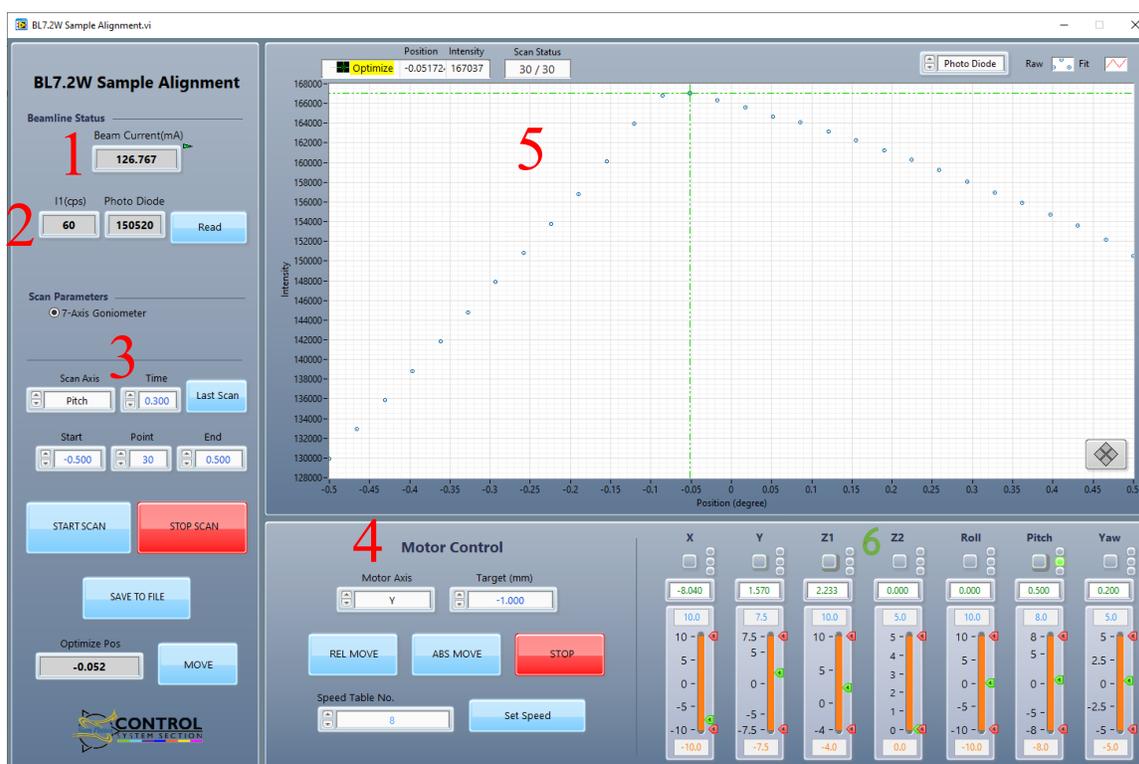
รูปที่ 2 แสดง 6-axis motorized stage ในแนวแกน Translation

ปลายทางที่ทดลองมีอุปกรณ์หลักคือ Sample stage สำหรับการขับเคลื่อนตัวอย่างด้วย 6-Axis motorized stage โดยอุปกรณ์หัววัดสัญญาณฟลูออเรสเซนซ์ Single element silicon drift detector, 1SDD (Vortex-EX, Hitachi High-Tech, Japan) ใช้ในการตรวจวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ออกจากตัวอย่างซึ่งจะเชื่อมต่อกับระบบคอมพิวเตอร์ และ Ion chamber เป็นเครื่องวัดความเข้มแสงเอ็กซ์เรย์เพื่อทำ alignment sample stage จะได้กล่าวถึงการควบคุมเครื่องมือและอุปกรณ์ในการเก็บข้อมูลสัญญาณฟลูออเรสเซนซ์และจะได้กล่าวรายละเอียดในขั้นตอนการทดลองและเก็บข้อมูล TXRF ต่อไป

4 การทดลองหาค่ามุมวิกฤต (Critical angle) ของตัวอย่าง

ใช้คีมคีบสับสเตรทแล้ววางบน Sample stage ซึ่งขับเคลื่อนตัวอย่างด้วยมอเตอร์ แล้วเปิดบีมเพื่อดูตัวอย่างให้ยึดติดบน Sample stage (ดังแสดงรายละเอียดอุปกรณ์ในรูปที่ 1)

การทดลองหาค่ามุมวิกฤต (Critical angle) ของตัวอย่างจำเป็นต้องทำขั้นตอน Sample stage alignment (ขั้นตอนที่ 4.1) ก่อน โดยการควบคุมมอเตอร์ในแนวแกน Translation และมุม Pitch ผ่านโปรแกรม BL7.2W Sample Alignment แสดงหน้าจอโปรแกรม ดังรูปที่ 3



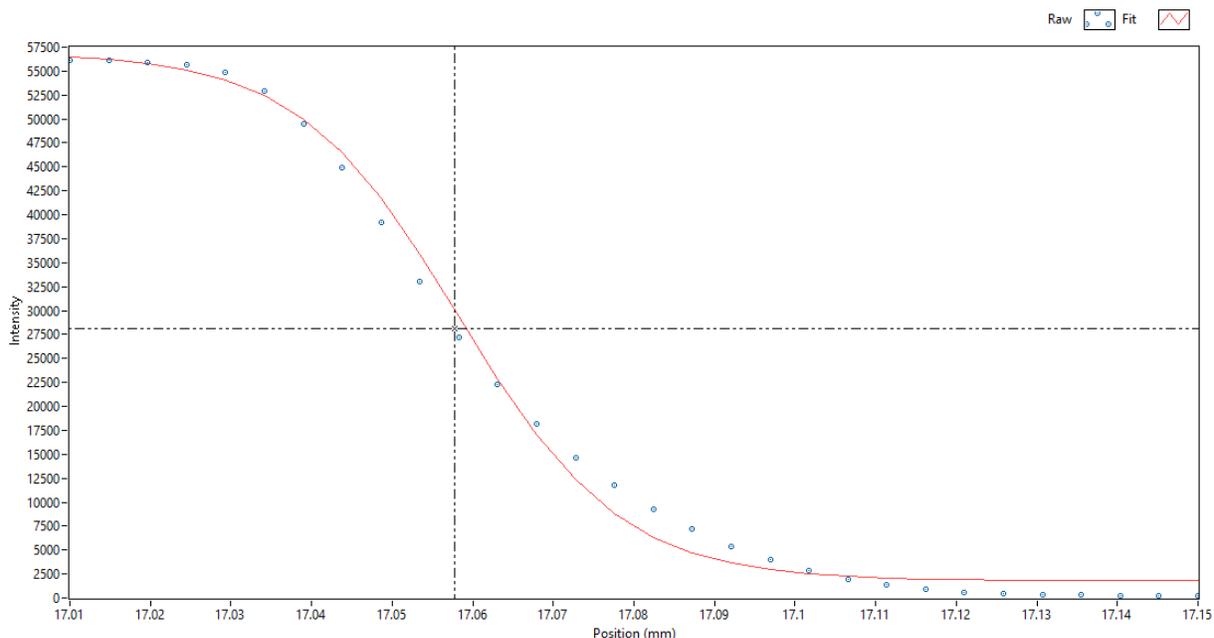
รูปที่ 3 หน้าต่างหลักและส่วนประกอบของโปรแกรม BL7.2W Sample Alignment ประกอบด้วย 1. Beam Current (mA) 2. ส่วนแสดงข้อมูลของสัญญาณค่าความเข้มแสงซึ่งวัดจาก Ion chamber (I1) 3. ส่วนแสดง Scan Parameters 4. ส่วนแสดง Motor Control 5. ส่วนแสดงผล ซึ่งจะแสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และตำแหน่งของมอเตอร์ 6. ส่วนแสดงตำแหน่งของมอเตอร์ทั้งหมด

ดังรูปที่ 3 ค่าสัญญาณที่อ่านมี 2 ชนิดได้แก่ ส่วนที่ 1 แสดงสถานะค่ากระแสของวงกักเก็บอิเล็กตรอน ส่วนที่ 2 แสดงค่ากระแสของ Ionization chamber

4.1 Sample Stage Alignment

การทำ Sample stage alignment ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก ได้แก่

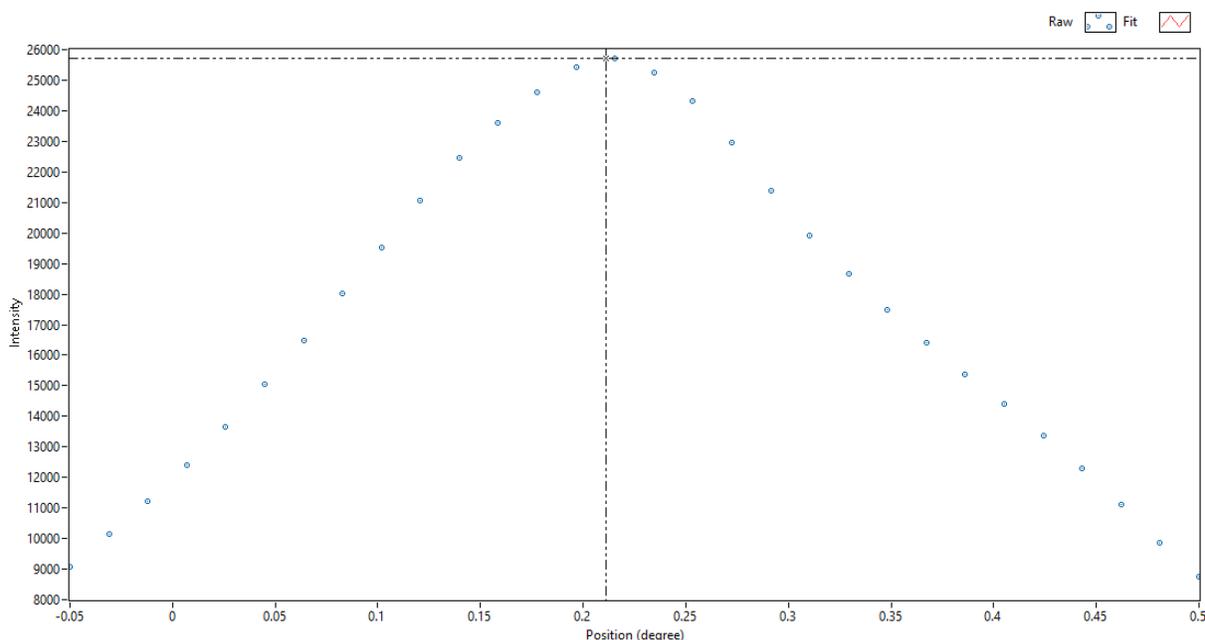
- 4.1.1 Height adjustment หรือ Z1 scan เป็นการปรับ Sample stage ในแนวทิศขึ้นและลง เพื่อให้ sample holder อยู่กึ่งกลางแสงในแนว vertical มากที่สุด โปรแกรมสามารถอ่านค่าความเข้มแสงได้ทั้งจาก Ion chamber ที่ติดตั้งหลังจาก Sample stage (ดังรูปที่ 1) เมื่อเสร็จสิ้นการสแกนของมอเตอร์ Z1 โปรแกรมจะเลือกตำแหน่ง optimize ให้ โดยตำแหน่ง optimize ควรเป็นตำแหน่งที่อ่านค่า intensity count อยู่ตรงกลางระหว่างค่าสูงสุดและต่ำสุด ดังรูปที่ 4 จุดตัดของเส้นสีดำแสดงตำแหน่ง Half cut ของการสแกน จะเป็น 17.058 มิลลิเมตร



รูปที่ 4 กราฟแสดง Z1 scan และตำแหน่ง Half cut ของการสแกน

4.1.2 Pitch adjustment หรือ Pitch scan เป็นการปรับมุมให้ผิวหน้าของ Sample stage ขนานกับแสงในแนว Horizontal มากที่สุด ขั้นตอนการทำ Pitch adjustment เลือกตำแหน่งมอเตอร์ เป็น Pitch เมื่อเสร็จสิ้นการสแกน โปรแกรมจะทำการเลือกตำแหน่งที่มีค่า intensity count มากที่สุด หากในขั้นตอนนี้ได้กราฟไม่สมมาตร จำเป็นต้องไปปรับมอเตอร์ Y (ควบคุมการเคลื่อนที่ในแนวแกนเดียวกับแนวแสงอ้างอิงรูปที่ 2) หากได้เส้นกราฟซึ่งด้านขวามีความชันลดเร็วกว่าด้านซ้าย ต้องปรับให้แกน Y มีทิศการเคลื่อนที่ไปทางทิศออกจากแนวแกนแสงเอกซ์เรย์ แต่หากได้เส้นกราฟซึ่งความชันด้านซ้ายมากกว่าด้านขวา ต้องปรับให้แกน Y มีทิศการเคลื่อนที่ไปทางเข้าหาแนวแกนแสงมากขึ้น (อ้างอิงจากรูปที่ 2 ซึ่งแสดง 6-Axis stage และแนวแกนการเคลื่อนที่ของมอเตอร์)

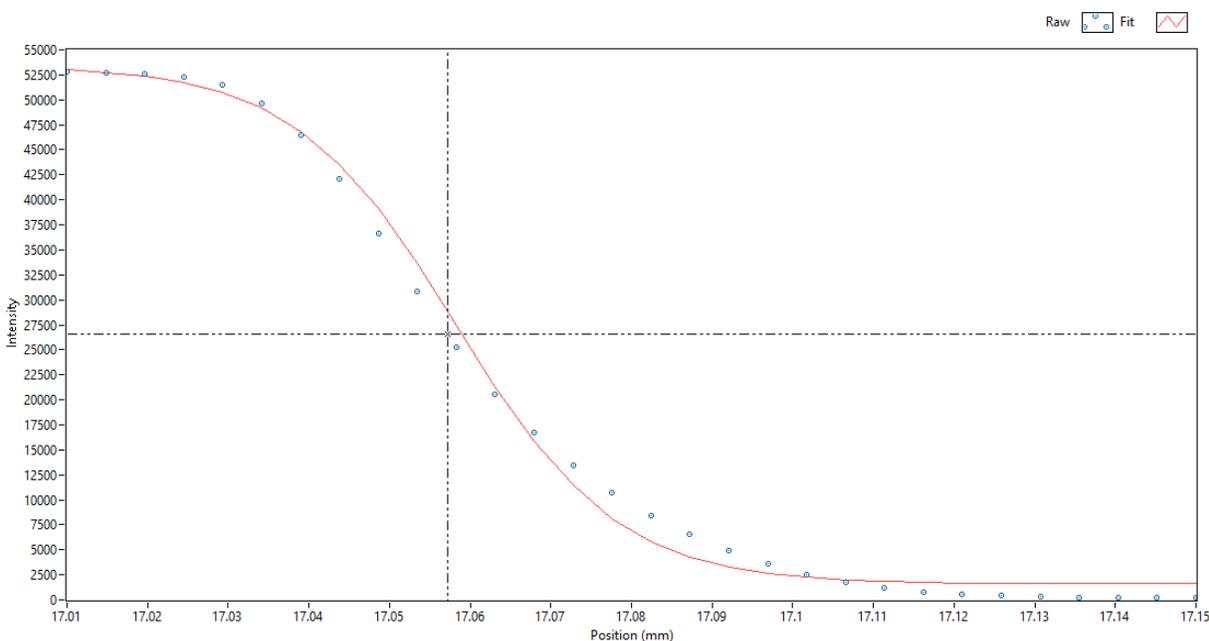
จากรูปที่ 5 กราฟแสดงผลการสแกน จุดตัดของเส้นสีดำแสดงตำแหน่งมุม Pitch ของการสแกน ดังนั้น Pitch stage หรือ θ_{zero} ซึ่งเท่ากับมุม 0.216 องศา



รูปที่ 5 กราฟแสดง Pitch scan และตำแหน่งมุม Pitch ของการสแกน

4.1.3 Height re-adjustment เป็นการทำให้ตำแหน่งที่ Sample stage ขนานกับแสง และอยู่กึ่งกลางแสงมากที่สุด ดังรูปที่ 6 ตำแหน่ง Height re-adjustment จะใกล้เคียงกับค่าเดิมที่ทำ Half cut ครั้งแรก

เมื่อทำ alignment stage เรียบร้อยแล้ว จึงนำตัวอย่างไปวางบน stage และชดเชยความหนาของ ตัวอย่างด้วยการปรับ Z2 และทำ Z2 scan เพื่อให้ได้ตำแหน่งที่ถูกต้องที่สุด



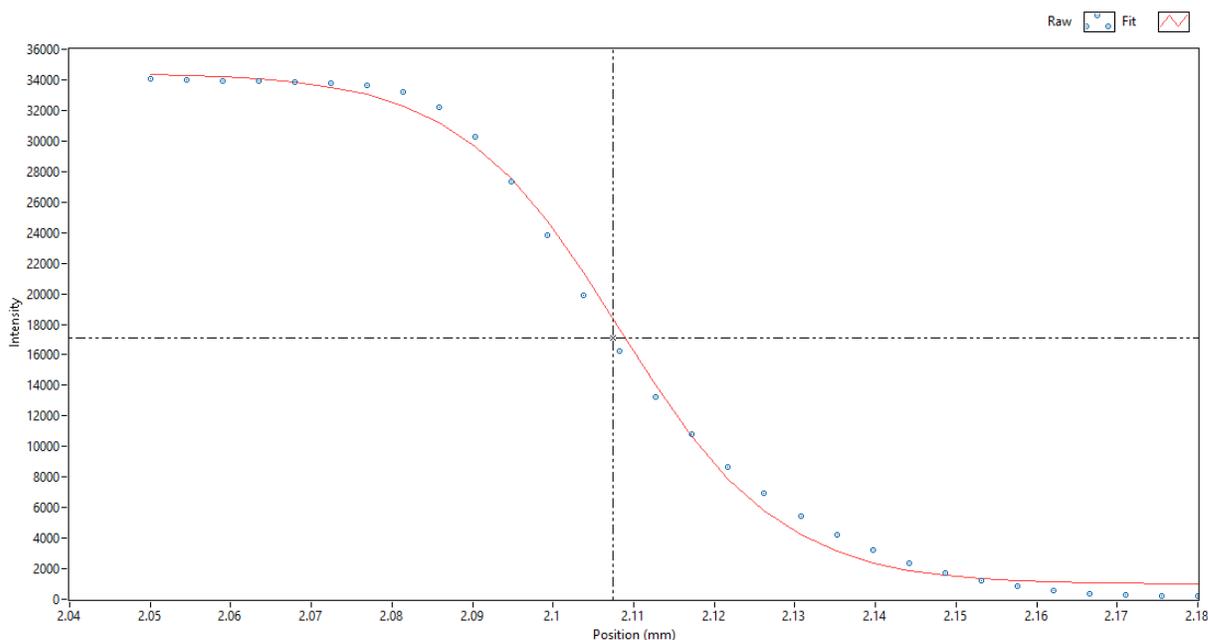
รูปที่ 6 กราฟแสดง Z1 scan และแสดงตำแหน่ง Half cut ของการสแกน

4.2 ค่ามุมวิกฤต (Critical angle) ของตัวอย่างบนสับสเตรท

รังสีเอกซ์จะสามารถทะลุผ่านชั้นฟิล์มของตัวอย่างไปได้ หากทำการทดลองในช่วงมุมตกกระทบน้อยๆ (Grazing incidence angle) ใก้ๆ มุมวิกฤต (Critical angle) โดยที่มุมแฉลบที่ตกกระทบต้องน้อยกว่ามุมวิกฤต ซึ่งสับสเตรทที่ใช้อาจเป็น Glassy carbon หรือ Silicon wafer ขั้นตอนการทำ alignment stage เมื่อวางตัว

อย่างบน Sample stage ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลักซึ่งคล้ายกับหัวข้อ 4.1.1 เพียงแต่ต้องทำการชดเชยความหนาของตัวอย่างโดยละเอียดด้วย Z2 scan และทำ Pitch scan เพื่อหามุมตกกระทบ เมื่อมุมตกกระทบน้อยกว่ามุมวิกฤต รังสีเอกซ์จะสามารถทะลุผ่านชั้นฟิล์มไปได้ (Aiginger, 1991)

4.2.1 Z2 scan เพื่อสแกนหาตำแหน่งหลังจากชดเชยความหนา โดยการเคลื่อนที่ของมอเตอร์ที่ควบคุมแกน Z2 (แนวตั้ง) ได้ผลดังรูปที่ 7 ทั้งนี้ได้ชดเชยความหนาของแผ่น Silicon wafer (มีความหนา 0.41 มิลลิเมตร) ตำแหน่งที่ optimize ของแกน Z2 จากค่า Half cut ของกราฟคือ 2.107 มิลลิเมตร ซึ่งค่า Z2 สำหรับ sample holder เปล่าคือ 2.53 มิลลิเมตร ค่า Half cut ของกราฟใกล้เคียงกับค่าคำนวณสำหรับการชดเชย (2.53-0.41 เท่ากับ 2.12 มิลลิเมตร)

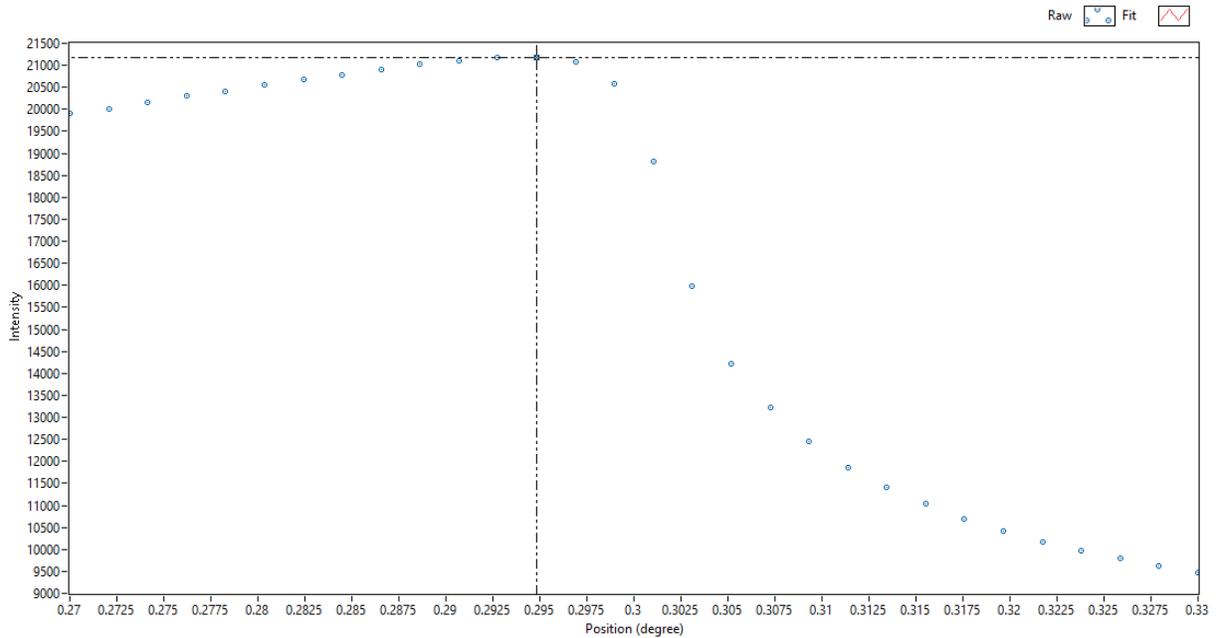


รูปที่ 7 กราฟแสดง Z2 scan และแสดงตำแหน่ง Half cut ของการสแกน

4.2.2 Pitch scan เลือกตำแหน่งมอเตอร์เป็น Pitch เพื่อสแกนมุมที่ค่าต่างๆ เมื่อเสร็จสิ้นการสแกนจะเลือกมุมตกกระทบจากตำแหน่งที่มีค่า intensity count มากที่สุด

จากกราฟรูปที่ 8 จากการสแกนเส้นกราฟแกนตั้งแสดงตำแหน่งของมุมที่ได้จากการสแกนที่จะเลือกเป็นมุมตกกระทบเพื่อยิงตัวอย่างจะได้ค่ามุมวิกฤตที่ 0.295 องศา ดังนั้นจึงกำหนดค่ามุมตกกระทบสำหรับการยิง

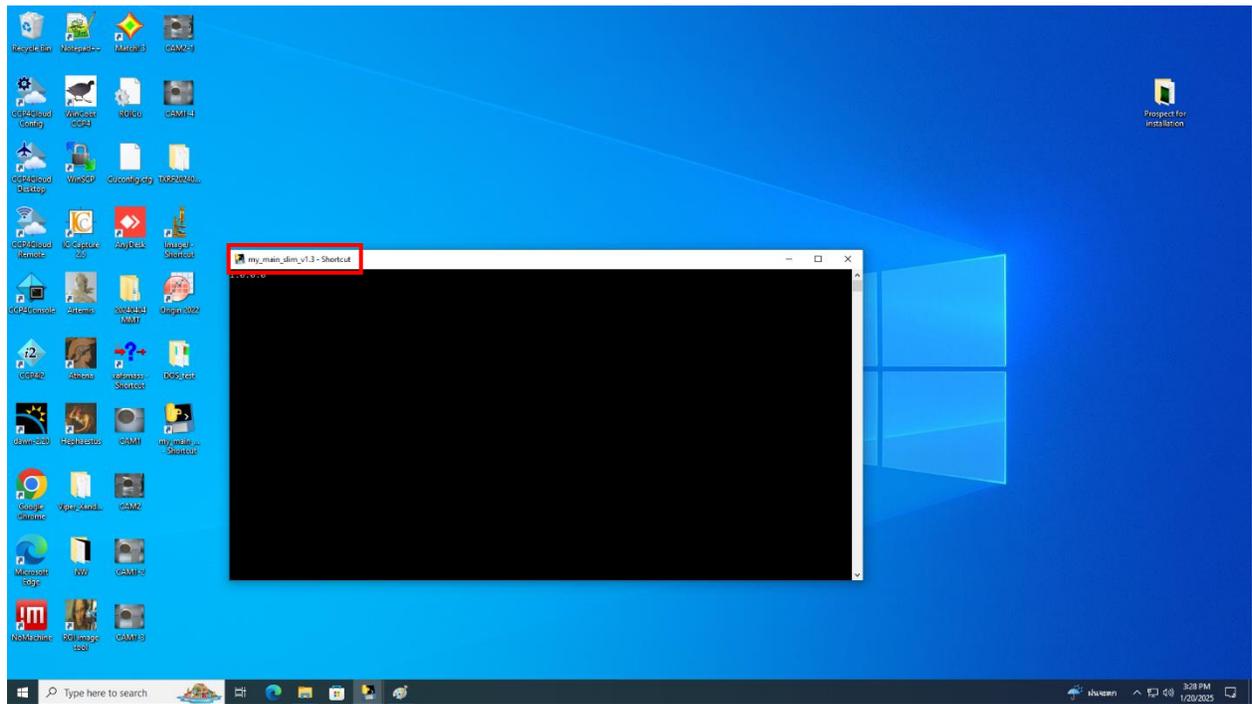
ตัวอย่างคือที่มุม 0.295 องศา คำนวณมุมตกกระทบจะได้ค่า 0.079 องศา ($0.295 - 0.216 = 0.079$) เมื่อเปรียบเทียบกับ Pitch stage หรือ θ_{zero} ซึ่งเท่ากับมุม 0.216 องศา



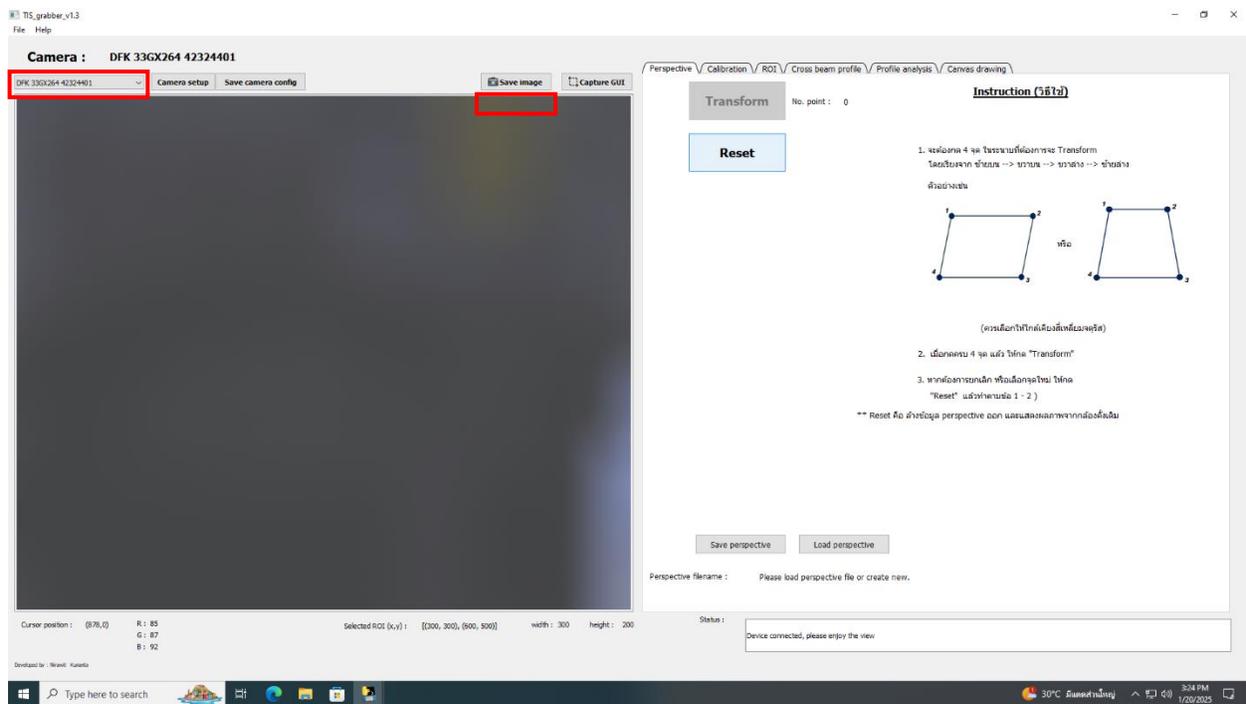
รูปที่ 8 กราฟแสดง Pitch scan และตำแหน่งมุม Pitch ของการสแกน

5 การปรับระยะหัววัดสำหรับการทดลองให้เหมาะสม

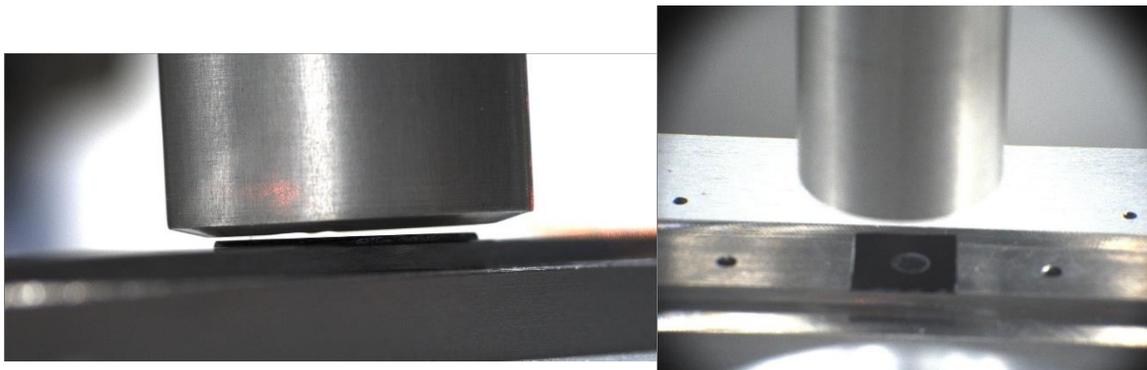
เลือกโปรแกรมเพื่อสังเกตตำแหน่งหัววัดและสับสเตรทและปรับเซทอัพการทดลองผ่านกล้อง กล้องทั้งด้านข้างและด้านบน โดยคลิกเลือกโปรแกรม my main slim ในหน้า Desktop (ดังแสดงในรูปที่ 9) จะมีหน้าต่างโปรแกรมที่เชื่อมต่อกับกล้องกำลังขยาย (ดังแสดงในรูปที่ 10) ขั้นตอนแรกให้คลิกเลือกกล้องจากตำแหน่งลูกศรข้างล่าง แล้วจึงเปิดกล้องทั้งสองควบคู่กันระหว่างทำการทดลอง สามารถบันทึกภาพจากมุมกล้องทั้งสองได้ที่เมนู Save image



รูปที่ 9 แสดงโปรแกรม my main slim ในหน้า Desktop



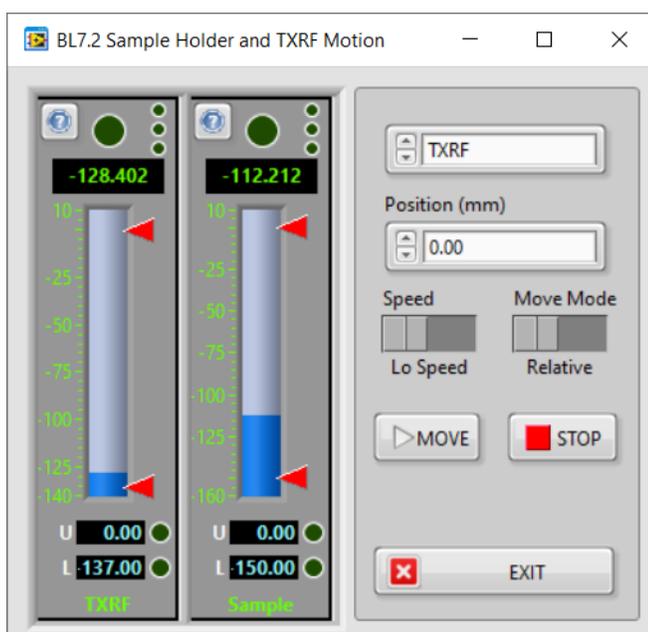
รูปที่ 10 แสดงหน้าต่างหลักและส่วนประกอบของโปรแกรม my main slim



รูปที่ 11 มุมกล้องที่แสดงภาพการทดลอง TXRF

จากรูปที่ 11 มุมกล้องที่แสดงทางซ้ายมือเป็นมุมมองจากกล้องด้านข้างแสดงระยะที่หัววัดเข้าใกล้ตัวอย่างมากที่สุด ส่วนภาพทางขวามือเป็นมุมมองจากกล้องที่อยู่ด้านบน ion chamber สามารถใช้เลื่อนตำแหน่งตัวอย่างที่ตรงกับตำแหน่งแสง

การเลื่อนตำแหน่งระยะหัววัดที่ต้องการห่างจากตัวอย่างด้วยมอเตอร์สำหรับการเคลื่อนที่แบบหยาบในแกน Z (แกนในแนวตั้ง) การควบคุมการเคลื่อนที่ของหัววัด Silicon drift detector แบบหยาบซึ่งมีระยะเคลื่อนที่ได้ประมาณ 140 มิลลิเมตรสำหรับการทดลอง TXRF ได้แสดงในโปรแกรมควบคุมดังรูปที่ 12

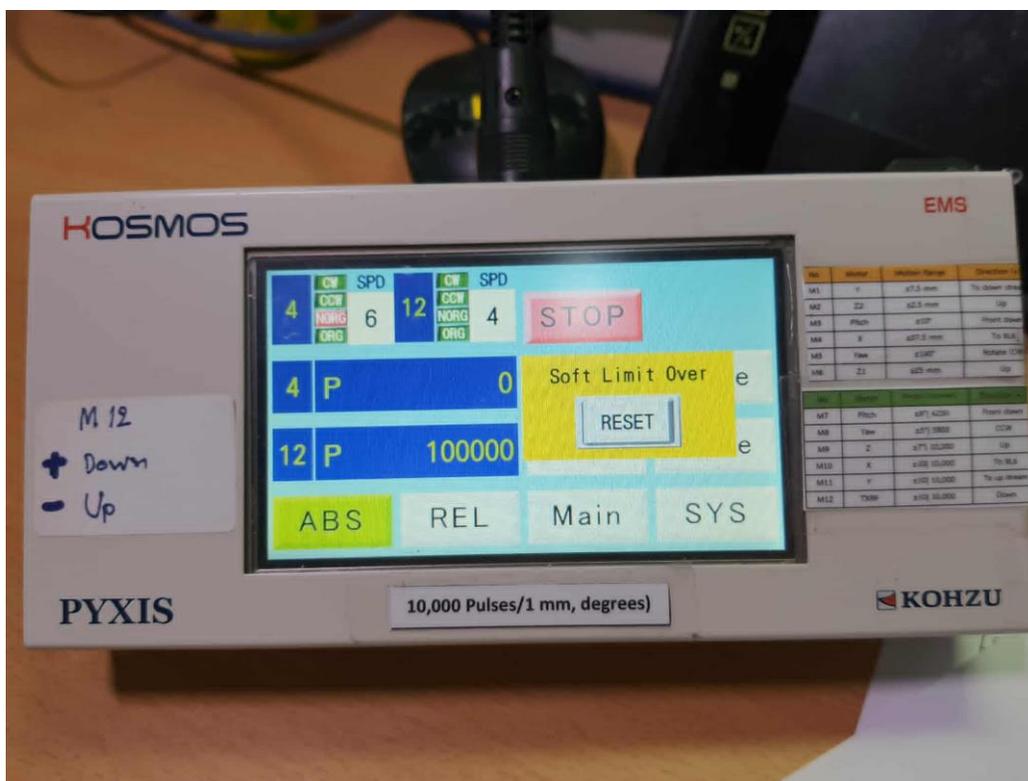


รูปที่ 12 แสดงโปรแกรมควบคุม Silicon drift detector สำหรับการทดลอง TXRF

นอกจากนี้สามารถควบคุมการเคลื่อนที่แบบละเอียดได้ด้วยการสั่งงานด้วยสัญญาณไฟฟ้าเป็นจำนวน pulse ไปยังอุปกรณ์ขับเคลื่อน (motor driver) ดังแสดงในรูปที่ 13

ความปลอดภัยของอุปกรณ์ก็เป็นเรื่องสำคัญเนื่องจากเป็นแนวแกนที่เคลื่อนที่เข้า-ออกของหัววัดและตัวอย่าง ระยะ Z จึงสอดคล้องกับระยะทางระหว่างปลายหัววัดและตัวอย่างที่ถูกยึดติดบน Sample stage ด้วยแรงบีบดูไว้ จึงต้องปรับค่าระยะ Z เพื่อไม่ให้หัววัดชนกับตัวอย่าง การเคลื่อนที่แบบละเอียดของ Silicon drift detector ถูกควบคุมการเคลื่อนที่ผ่านชุดควบคุมมอเตอร์หรือชุด motor controller (M12)

รูปที่ 13 แสดงชุด motor M12 ควบคุมการเคลื่อนที่ของหัววัดแบบละเอียด โดยหากเลื่อนหัววัดเข้าใกล้ที่ค่า +100,000 pulses (ลิมิตด้านบน) พบว่ามีระยะห่างจากผิวหน้าของสับสเตรทประมาณ 6 มิลลิเมตร (ความหนาของสับสเตรทประมาณ 4-5 มิลลิเมตร) จะมีสัญญาณหน้าจอแจ้งเตือนว่า Soft Limit Over จะเห็นได้ว่าการตั้งลิมิตด้านบนต้องมีความระมัดระวังเนื่องจากเป็นทิศที่หัววัดจะเคลื่อนที่ทิศแนวตั้งลงเพื่อเข้าใกล้สับสเตรท



รูปที่ 13 แสดงชุด motor controller (M12)

การตั้งค่าลิมิตโดยเข้าไปที่เมนูย่อย SYS No. 13, 14 และ 15 โดย SYS No. 13 เลข 1 จะกำหนดให้การตั้งลิมิตอยู่ในสถานะ Valid ซึ่งจะมีคำสั่งไปครอบคลุม SYS No. 14 (การตั้งลิมิตทางด้านบวก) และ 15 (การตั้งลิมิตทางด้านลบ) เพื่อจำกัดระยะเคลื่อนที่ของมอเตอร์ 12 ดังแสดงในรูปที่ 14 แสดงการตั้งค่าลิมิตเพื่อจำกัดการเคลื่อนที่ชุดมอเตอร์ 12 ซึ่งควบคุมการเคลื่อนที่ของหัววัดแบบละเอียดในแนวตั้ง



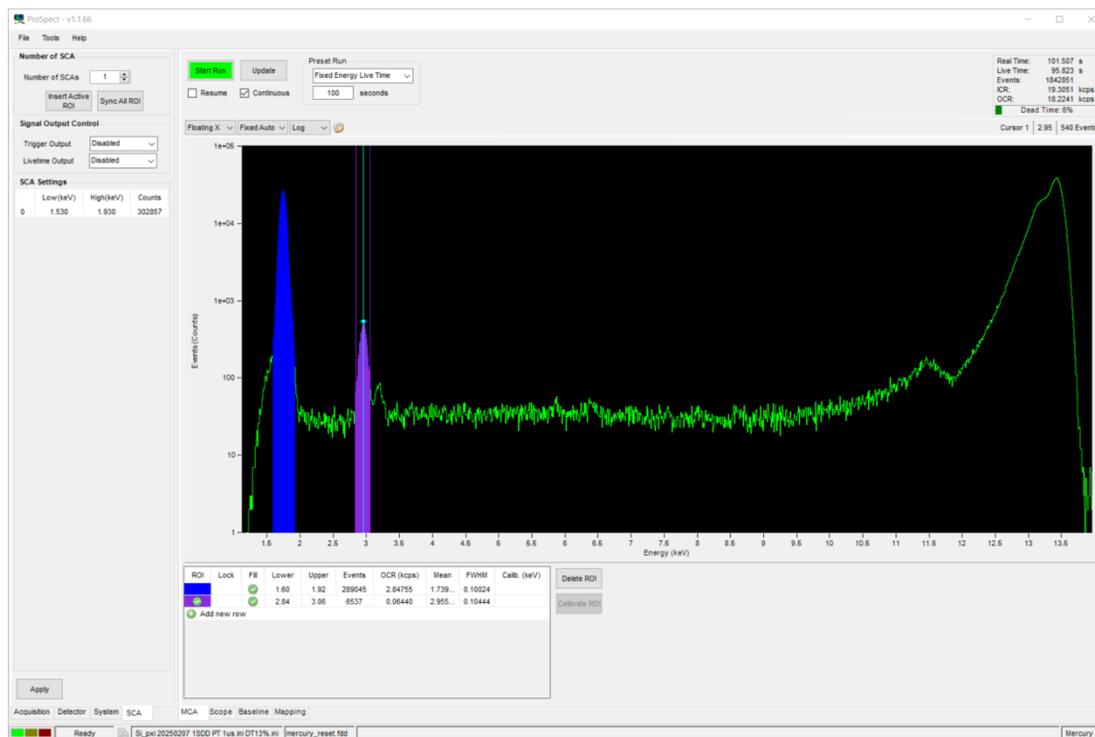
รูปที่ 14 แสดงการตั้งค่าลิมิตเพื่อจำกัดการเคลื่อนที่ของชุด motor controller (M12)

Local contact ต้องปรับเปลี่ยนค่าลิมิตนี้ถ้าจำเป็น เพราะในแต่ละรอบการให้บริการตำแหน่งแสงอาจจะเปลี่ยนไปตามการ alignment เพื่อความปลอดภัยของอุปกรณ์หัววัดและเพื่อปรับระยะห่างระหว่างหัววัดและหยดตัวอย่างเพื่อให้การทดลองมีประสิทธิภาพ

6 การตรวจวัดและบันทึกผลของเทคนิค TXRF

เครื่องตรวจวัดหรือหัววัด ได้แก่ Si drift detector (SDD) เป็นตัวตรวจจับที่ตอบสนองต่อรังสีเอกซ์ที่ถูกปล่อยออกมาจากตัวอย่างที่ถูกกระตุ้น ซึ่งควบคุมและสั่งงานด้วยโปรแกรม Prospect ในหน้า Desktop และแสดงผลหน้าจอเป็นสเปกตรัมโดยแกนตั้งเป็นสัญญาณของ Events หรือจำนวนโฟตอน (Counts) แกนนอนเป็น

ค่าพลังงาน (keV) แสดงดังรูปที่ 15 ซึ่งความเข้มของพิกในแกนตั้งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของธาตุในตัวอย่างและแกนนอนเป็นค่าพลังงานของการเรืองรังสีเอกซ์ ซึ่งจำเพาะเจาะจงตามค่าพลังงานของแต่ละธาตุ



รูปที่ 15 แสดงสเปกตรัมจากการวัดตรวจวัดเทคนิค TXRF ด้วยโปรแกรม Prospekt

ให้ผู้ทำการทดลองใส่ค่าระยะเวลาที่ต้องการฉายรังสีเอกซ์ลงในช่อง Fixed Energy Live Time และกดปุ่ม Apply หลังจากนั้นทดสอบโดยเปิดวาล์ว MBS จากนั้นจึงทำการฉาย X-ray beam ลงบนหยดตัวอย่าง หาตำแหน่งและระยะของหัววัดรังสีเอกซ์ที่ทำให้ได้สัญญาณของธาตุที่ต้องการศึกษาดีที่สุด เพื่อให้ได้สัญญาณของสเปกตรัมมีค่าสูงกว่า Background ทั้งนี้อาจต้องลองปรับลดค่า Peaking time โดยให้ได้ค่า %Dead time ไม่เกิน 15-20% หากปรับลดค่า peaking time ถึง 0.25 μ s แล้วค่า Dead time ยังมากไป ให้เลื่อนหัววัดรังสีเอกซ์ออกจากชั้นตัวอย่าง และหาระยะเวลาการฉายรังสีเอกซ์ลงบนหยดตัวอย่างที่เหมาะสม

นอกจากนี้ยังสามารถประเมิน Full Width at Half Maximum (FWHM) อย่างคร่าวๆ จากรูปที่ 15 หลังจากนั้นจึงบันทึกไฟล์ข้อมูลผลการทดลองของสถานีทดลองเป็นไฟล์นามสกุล .mca แล้วจึงนำไปประมวลผลด้วยโปรแกรม PyMca (Solé et al., 2007)

การบันทึกผลข้อมูลนั้นไฟล์จะถูกเก็บไว้ในระบบ Network Attached Storage (NAS) เมื่อการทดลองเสร็จสิ้นและต้องการถ่ายโอนข้อมูลให้เข้า Network ที่อยู่ IP: 10.1.11.204 จะปรากฏ folder ชื่อ mx และมี subfolder ชื่อ yyyyymmdd TXRF

เมื่อได้เงื่อนไขการทดลองที่ดีที่สุดสำหรับตัวอย่างแล้ว จึงเริ่มทำการทดลองเก็บข้อมูล และบันทึกค่าพารามิเตอร์การทดลอง ดังตัวอย่างแสดงในตารางที่ 2 ในการทดลองจำเป็นต้องกำหนดพารามิเตอร์การทดลองเดียวกันกับการวัดสารละลาย ICP multi-element standard solution (ซึ่งทำการทดลองเพื่อคำนวณ Relative sensitivity) พารามิเตอร์ที่ควรบันทึก เช่น พลังงานกระตุ้น ขนาดแสงที่ปรับในการยิงตัวอย่าง ชื่อตัวอย่าง ระยะเวลาที่ใช้ยิงตัวอย่าง ระยะหัววัดห่างจากตัวอย่าง และปริมาตรตัวอย่างที่ใช้หยดลงบนสับสเตรท

ตารางที่ 2 แสดงตัวอย่างพารามิเตอร์การทดลอง TXRF

Energy (keV)	13.5
Beam size (μm^2)	3,000 x 20 (H x V)
Concentration of 28 Element ICP Calibration Standard (ppm)	1
Fixed Energy Live Time (sec)	100
Sample to detector distance (mm)	8.0
Volume of droplet (microlitre)	2

7. การประมวลผลด้วยโปรแกรม PyMca

การใช้งานโปรแกรม PyMCA เบื้องต้นเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ผล X-ray fluorescence (XRF) สามารถดาวน์โหลดโปรแกรมและติดตั้งได้จากเว็บไซต์ <http://www.silx.org/doc/PyMca/dev/index.html> และ Solé et al., 2007 ขั้นตอนการประมวลผลประกอบด้วยการเปิดไฟล์ข้อมูลและการเฉลี่ยข้อมูล (Opening and

merging the data) การปรับเทียบค่าพลังงาน (Data calibration) การ fitting สเปกตรัมเพื่อระบุชนิดของธาตุที่ตรวจพบในสารตัวอย่างและพื้นที่ใต้พีค การประมวลผลจะได้ข้อมูลแสดงเป็นไฟล์ HTML การประมวลผลประกอบด้วยกราฟจากการ Fit ข้อมูล, ค่า Parameter และ Fit Peak Result โดยพื้นที่ใต้พีคจะใช้ในการคำนวณ Relative sensitivity เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นหรือปริมาณธาตุในสารตัวอย่าง

8. เอกสารอ้างอิง

- Aiginger, H. (1991). Historical development and principles of total reflection X-ray fluorescence analysis (TXRF). *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 46 (10), 1313-1321. DOI: 10.1016/0584-8547(91)80180-B.
- Solé, V. A., Papillon, E., Cotte, M., Walter, P., Susini, J., 2007. A multiplatform code for the analysis of energy-dispersive X-ray fluorescence spectra. *Spectrochim Acta Part B At Spectrosc.* 62, 63-68. DOI: 10.1016/j.sab.2006.12.002
- Songsiriritthigul, C., Chaiprapa, J., Mothong, N., Saiyasombat, C., Suphachiaraphan, S., Wongprachanukul, N., Phanak, M., Bumrungkoh, D., Songsiriritthigul, P. (2023). Performance of micro-beam X-ray absorption spectroscopy at beamline 7.2W of Synchrotron Light Research Institute. *Radiation Physics and Chemistry*. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2023.110768.
- Yuying, H., Yingrong, W., Limin, Z., Guangcheng, L., Wei, H., Lizhen, Y., Jiapei, C., Jiangfu, L., Tongcun, Z. & Enhua, C. (2001). Beijing synchrotron radiation total-reflection X-ray fluorescence analysis facility and its applications on trace element study of cells. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*. 56, 2057-2062. DOI: 10.1016/S0584-8547(01)00283-X.