



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-TR-2026-107
ชื่อเรื่อง Title	การพัฒนา Sample Holder และ In-situ Heating Cell และการศึกษาผลของความเข้มข้นอะตอมที่มีต่อคุณภาพสเปกตรัมในระบบวัด Electron Yield
ชื่อฝ่าย Department	ฝ่ายพัฒนาเทคโนโลยีเครื่องกำเนิดแสงสยาม 2
วันที่เผยแพร่ Release date	11 สิงหาคม 2569
ระดับการเปิดเผยข้อมูล Level of Disclosure	☐ ข้อมูลในรายงานเป็นความลับ (Undisclosed) ☐ เปิดเผยข้อมูลเฉพาะภายในฝ่ายหรือส่วนงาน (Information can be disclosed within department/section) ☒ เปิดเผยข้อมูลได้สำหรับพนักงานของสถาบันฯ และอนุญาตให้บันทึกข้อมูลเข้าเป็นส่วนหนึ่งของระบบ Knowledge Management ภายในสถาบันฯ (Information can be disclosed for SLRI staffs and can be part of SLRI's Knowledge Management System) ☒ เปิดเผยข้อมูลได้เพื่อเป็นองค์ความรู้สาธารณะ เช่น เว็บไซต์ของสถาบันฯ (Information is available for public)
คำสำคัญ Keyword	Electron yield, X-ray absorption, Mg K-edge

รายชื่อผู้จัดทำรายงานหรือผู้ดำเนินโครงการ (Name)	ส่วนร่วมในการปฏิบัติงานในโครงการ Responsible tasks in the project
นายเดชมงคล แก้วสุวรรณ	วางแผนการทดลอง/ทำการทดลอง และจัดทำรายงาน
นางสาวสมพิน มหาโคตร	วางแผนการทดลอง/ร่วมการทดลอง
นายเกียรติศักดิ์ ศรีโสม	ดำเนินการกระบวนการเคลือบ
นายศรัณยู ไชยช่วย	ออกแบบทางวิศวกรรม
นายปรีชา กุลธนสมบูรณ์	ประกอบส่วนอิเล็กทรอนิกส์
ดร.เพ็ญพิชชา อมรภัทรกิจ	ร่วมออกแบบทางวิศวกรรม
ดร.พัฒนพงศ์ จันท์พวง	ที่ปรึกษา
ดร.วันทนา คล้ายสุบรรณ์	ที่ปรึกษา

บทคัดย่อ

งานวิจัยฉบับนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาอุปกรณ์และยกระดับคุณภาพของสัญญาณสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy: XAS) ในโหมดตรวจวัดอิเล็กตรอน (Electron Yield: EY) ณ ระบบลำเลียงแสงที่ 8 โดยการดำเนินงานแบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลัก ได้แก่ (1) การพัฒนา Sample holder ด้วยการนำวัสดุ SUS304 มาเคลือบด้วยทองคำ (Au) ด้วยเทคนิคการระเหยด้วยความร้อน (Thermal evaporation) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการสัมผัสทางไฟฟ้า (2) การออกแบบและพัฒนาระบบ In-situ heating cell เพื่อสร้างสภาวะอุณหภูมิสูงสำหรับการทดลองภายใต้สุญญากาศ และ (3) การศึกษาขีดจำกัดด้านความเข้มข้นของอะตอมเป้าหมายที่เหมาะสมต่อการตรวจวัดในโหมด EY ผลการวิจัยพบว่า Sample holder ที่เคลือบด้วยทองคำสามารถเพิ่มคุณภาพสเปกตรัมให้เรียบเนียนขึ้นและยกระดับอัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-noise ratio: S/N) ได้ดีขึ้นถึง 5 เท่าเมื่อเปรียบเทียบกับ Sample holder แบบดั้งเดิม สำหรับการพัฒนา In-situ heating cell ระบบที่ปรับปรุงจากการใช้ Micro heater มาเป็น Heater rod สามารถทำอุณหภูมิที่ตำแหน่งตัวอย่างได้ถึง 470 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ การศึกษาขีดจำกัดความเข้มข้นของธาตุพบว่า สเปกตรัมจะมีคุณภาพที่ยอมรับได้และสามารถนำไปวิเคราะห์ต่อได้เมื่อตัวอย่างมีความเข้มข้นของธาตุที่สนใจตั้งแต่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก (30%wt) ขึ้นไป หากความเข้มข้นต่ำกว่าระดับดังกล่าวสัญญาณรบกวนจะสูงมากจนไม่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EY

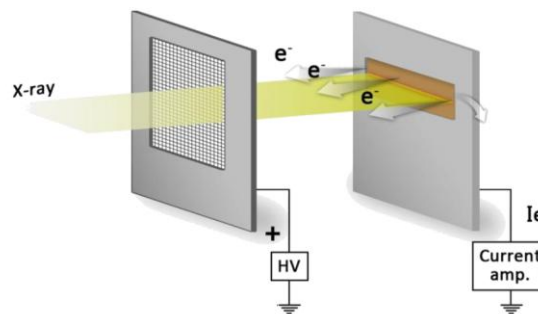
คำสำคัญ Keyword: Electron yield, X-ray absorption, Mg K-edge

1. บทนำ

เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy: XAS) เป็นเทคนิควัดค่าดูดกลืนพลังงานรังสีเอกซ์ของอะตอมในสารตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะดูดกลืนรังสีเอกซ์เมื่อพลังงานที่มากกระตุ้นอิเล็กตรอนให้เคลื่อนที่จากวงโคจรของอิเล็กตรอนในอะตอม ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของธาตุนั้น ๆ นอกจากการดูดกลืนแล้วยังมีกระบวนการอื่นที่เกิดขึ้นคือ การกลับคืนสู่สภาวะพื้นฐานของอะตอม ซึ่งจะทำให้เกิดการเรืองแสง และการปล่อยอิเล็กตรอนตัวอื่นๆ ในอะตอมออกมา ทำให้เราสามารถวัดการเรืองแสง และการสูญเสียอิเล็กตรอนของอะตอมได้อีกทางหนึ่ง ดังนั้นการวัดสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างเราสามารถทำได้ 3 วิธี คือการวัดแบบทะลุผ่าน (transmission: TM) การวัดแบบเรืองแสง (fluorescence yield: FLY) และการวัดแบบกระแสอิเล็กตรอน (electron yield: EY) แต่ละวิธีก็มีความเหมาะสมกับตัวอย่างที่แตกต่างกันออกไป

การวัดแบบ TM เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวัดมากกว่าร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และแสงสามารถทะลุผ่านตัวอย่างได้ การวัดแบบ FLY เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวัดน้อยกว่าร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก หรือตัวอย่างที่แสงไม่สามารถทะลุผ่าน ส่วนการวัดแบบ EY เหมาะสำหรับตัวอย่างที่นำไฟฟ้าและกึ่งนำไฟฟ้า ตัวอย่างที่ดูดกลืนรังสีเอกซ์ในช่วงพลังงานต่ำ เช่น โซเดียม (Na) แมกนีเซียม (Mg) และอลูมิเนียม (Al) และตัวอย่างที่ต้องการศึกษาข้อมูลบนพื้นผิว (ประมาณ 100 นาโนเมตร) แต่อย่างไรก็ตามการวัดแบบ EY กลับไม่ได้รับความนิยมมากนัก เนื่องจากการติดตั้งและการเชื่อมต่อสายไฟสำหรับการวัดนั้นค่อนข้างยุ่งยาก ดังนั้นทางระบบลำเลียงแสงที่ 8 ได้ออกแบบการติดตั้งการวัดแบบ EY ให้มีความสะดวกและง่ายต่อการวัดมากขึ้น

การติดตั้งวิธีวัดแบบ EY ของระบบลำเลียงแสงที่ 8 จะประกอบด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับแรงดันไฟฟ้าบวก เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบตัวอย่าง Auger อิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยออกมาจากตัวอย่างจะถูกดึงออก หลังจากนั้นทำการวัดกระแสระดับพิโคแอมป์ด้วยเครื่องขยายสัญญาณ (current amplifier) ดังรูป 1



รูปที่ 1 แผนภาพของเครื่องวัดแบบ EY

ในการวัดตัวอย่างใน Electron yield mode เรื่องของการ Electronic contact ถือเป็นเรื่องสำคัญมาก ๆ เนื่องจากหากระบบวัดมี Electronic contact ที่ดีจะส่งผลให้มีความต้านทานต่ำ ทำให้กระแสที่ไหลได้มากยิ่งขึ้น และจะส่งผลต่อคุณภาพของสเปกตรัม

ดังนั้นในรายงานนี้จะรายงานการพัฒนา Sample holder จากเดิมที่ใช้แบบ SUS304 ถูกพัฒนาเป็น SUS304 coated Au เพื่อปรับปรุงคุณภาพของ Electronic contact ของระบบวัด Electron yield mode นอกจากนี้ยัง ผนวกระบบลำเลียงแสงที่ 8 รวมทั้งนำเสนองานออกแบบ In-situ heating cell สำหรับการวัดแบบ Electron yield mode นอกจากนี้ยังได้ศึกษาความเข้มข้นอะตอมของธาตุที่สนใจภายในตัวอย่างที่สามารถวัดด้วย

โหมด Electron yield mode ได้ เพื่อเป็นฐานข้อมูลและพัฒนาคุณภาพของสเปกตรัมให้ดีขึ้น และสร้างเครื่องมือใหม่
สำหรับการศึกษาตัวอย่างภายใต้เงื่อนไขของอุณหภูมิ เพื่อสร้างกลุ่มผู้ใช้ประโยชน์ใหม่ ๆ

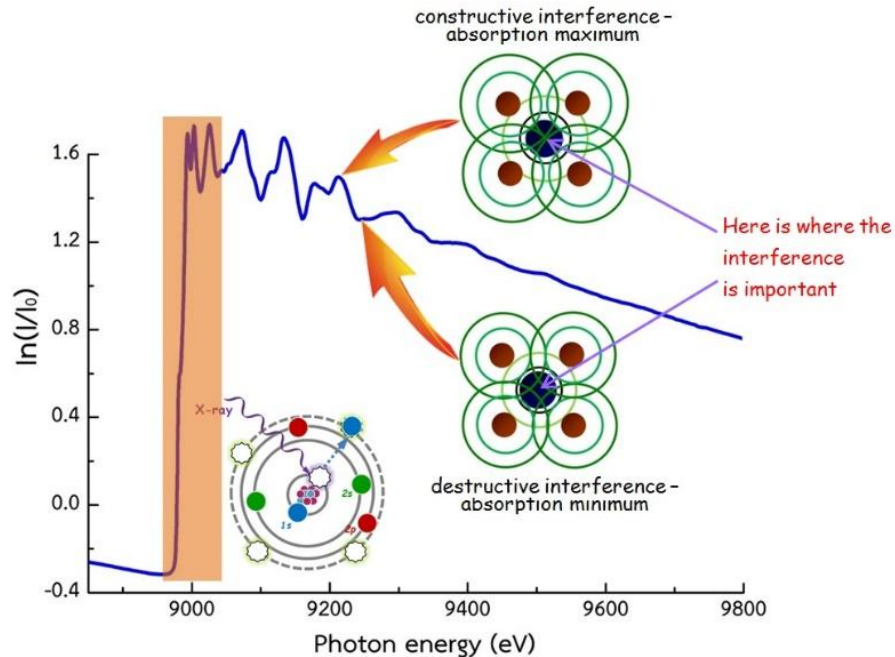
2. วัตถุประสงค์

- 2.1 เพื่อออกแบบและพัฒนา Sample holder สำหรับการวัด Electron yield mode ณ ระบบลำแสงที่ 8
ให้สามารถเพิ่มคุณภาพของสเปกตรัมได้ดีขึ้น
- 2.2 เพื่อออกแบบและพัฒนาระบบการวัด In-situ heating cell สำหรับ Electron yield mode
- 2.3 เพื่อศึกษาขีดจำกัดของปริมาณความเข้มข้นอะตอมของธาตุที่เราสนใจที่สามารถวัดได้ด้วย Electron yield
mode

3. แนวคิด/ทฤษฎี/หลักการ

3.1 การวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy: XAS)

X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) คือ เทคนิคการวิเคราะห์ขั้นสูงที่ใช้แสงซินโครตรอนในย่านรังสีเอกซ์ (X-ray) เพื่อศึกษาโครงสร้างระดับอะตอมและสถานะทางเคมีของธาตุที่สนใจในตัวอย่าง โดยไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive technique) เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทุกสถานะ ไม่ว่าจะเป็นของแข็ง ของเหลว หรือก๊าซ และมักใช้ในการศึกษาวัสดุศาสตร์ เคมีเชิงฟิสิกส์ สิ่งแวดล้อม และชีววิทยาหลักการการทำงานเมื่อฉายรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่อง (Continuous energy) ลงบนตัวอย่าง อะตอมของธาตุที่สนใจจะดูดกลืนพลังงานนั้น หากพลังงานของรังสีเอกซ์มีค่าเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรด้านใน (Core electron) อิเล็กตรอนนั้นจะหลุดออกจากอะตอม กลายเป็นโฟโตอิเล็กตรอน (Photoelectron) โฟโตอิเล็กตรอนนี้จะเคลื่อนที่ออกไปในรูปของคลื่น และเมื่อไปกระทบกับอะตอมข้างเคียง จะเกิดการกระเจิงกลับ (Backscattering) คลื่นที่กระเจิงกลับมาจะเกิดการแทรกสอดกับคลื่นเดิม (Constructive และ Destructive interference) ทำให้ค่าการดูดกลืนรังสีเอกซ์มีการสั่นขึ้นลง (Oscillation) ซึ่งสเปกตรัมที่ได้จะแฝงข้อมูลโครงสร้างรอบ ๆ อะตอมที่ดูดกลืนรังสีเอาไว้ องค์ประกอบของสเปกตรัม XAS แบ่งออกเป็น 2 ส่วนหลักตามช่วงพลังงานที่ใช้กระตุ้น ดังแสดงในรูปที่ 2



รูปที่ 2 โครงสร้างสเปกตรัมของเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์[12]

1) XANES (X-ray Absorption Near Edge Structure) ช่วงพลังงานตั้งแต่อนุภาคดูดกลืนรังสี (Pre-edge) ไปจนถึงพลังงานเหนือจุดดูดกลืนรังสีประมาณ 50 eV ข้อมูลที่ได้บอกสถานะออกซิเดชัน (Oxidation state), โครงสร้างทางเรขาคณิต (Geometry coordination) และความสมมาตรของโครงสร้างรอบอะตอมที่สนใจ สเปกตรัมในส่วนนี้จะมีลักษณะเฉพาะตัว (Fingerprint) สามารถนำไปเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเพื่อระบุชนิดของสารประกอบได้

2) EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) ช่วงพลังงานตั้งแต่ประมาณ 50 eV เหนือจุดดูดกลืนรังสี ไปจนถึง 1,000 eV หรือมากกว่า ข้อมูลที่ได้บอกระยะห่างระหว่างอะตอม (Bond length), ชนิดของอะตอมข้างเคียง (Neighboring atoms) และจำนวนอะตอมข้างเคียงที่ล้อมรอบ (Coordination number) โดยสเปกตรัมเกิดจากการแทรกสอดของโฟโตอิเล็กตรอนอย่างชัดเจน ใช้คำนวณหาโครงสร้างระดับอะตอมที่แม่นยำ

ข้อดีของเทคนิค XAS คือ การเจาะจงธาตุ (Element-specific) สามารถเลือกศึกษาเฉพาะธาตุที่สนใจได้โดยการปรับระดับพลังงานรังสีเอกซ์ให้ตรงกับธาตุนั้น ๆ (Tuning energy) ไม่ต้องจัดเรียงตัวเป็นผลึก ต่างจากเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) ที่ต้องใช้กับสารผลึก XAS สามารถวิเคราะห์สารอสัณฐาน (Amorphous) ของเหลว หรืออนุภาคนาโนได้วิเคราะห์ตัวอย่างปริมาณน้อยได้ มีความไว (Sensitivity) สูงมาก แม้ธาตุที่สนใจจะมีปริมาณเพียงเล็กน้อย (ppm level) ในตัวอย่างผสม

โดยทั่วไปแล้ว เทคนิค XAS สามารถวัดได้ 3 mode ด้วยกัน ได้แก่

1. การวัดแบบทะลุผ่าน (Transmission mode)
2. การวัดแบบการเรืองรังสีเอกซ์ (Fluorescence mode)
3. การวัดแบบกระแสอิเล็กตรอน (Electron mode)

การวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy: XAS) ด้วยโหมด Electron Yield (EY) เป็นเทคนิคที่อาศัยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากพื้นผิวของสารตัวอย่าง แทนที่จะวัดรังสีทะลุผ่าน (Transmission) หรือรังสีฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence) กระบวนการนี้ประกอบด้วย

- การดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Photoelectric Effect): โฟตอนชนอิเล็กตรอนชั้นวงใน (Core electron) ทำให้หลุดกลายเป็น โฟโตอิเล็กตรอน
- การคลายพลังงาน (Core-hole Relaxation): อะตอมเข้าสู่สถานะพื้นผ่านการปล่อยรังสีเอกซ์ (Fluorescence) หรือปล่อยอิเล็กตรอนตัวอื่น (Auger Effect)
- การเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Cascade): อิเล็กตรอนที่มีพลังงานจลน์สูงวิ่งชนอะตอมอื่น ๆ ทำให้เกิดกระแสอิเล็กตรอนทุติยภูมิจำนวนมาก

3.1.1 ความไวต่อพื้นผิว (Surface Sensitivity)

สิ่งที่ทำให้โหมด EY แตกต่างจากฟลูออเรสเซนซ์คือ Inelastic Mean Free Path ซึ่งคือระยะทางเฉลี่ยที่อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ในของแข็งก่อนจะสูญเสียพลังงาน อิเล็กตรอนส่วนใหญ่มีระยะทางนี้สั้นมาก (ประมาณ 1 - 10 นาโนเมตร) ส่งผลให้อิเล็กตรอนที่หลุดรอดออกมาจนถึงหัววัดได้นั้นมาจากบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง เท่านั้น โดยแบ่งโหมดการวัดหลักได้ 3 รูปแบบ คือ TEY (Total Electron Yield), PEY (Partial Electron Yield) และ AEY (Auger Electron Yield)

ปรากฏการณ์ที่ทำให้เทคนิค X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) ในโหมด Electron Yield (EY) มีความไวต่อพื้นผิว (Surface-sensitive) สูงมากนั้น มีหัวใจสำคัญอยู่ที่ Inelastic Mean Free Path (IMFP) หรือระยะทางเฉลี่ยที่อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ในของแข็งก่อนจะชนแบบสูญเสียพลังงาน เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบสารตัวอย่างและทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานลึก (Core electron) หลุดออกไป จะเกิดช่องว่าง (Core hole) ขึ้น อะตอมจะปรับตัวเข้าสู่สมดุลโดยการปล่อยอิเล็กตรอนในชั้นที่ตื้นกว่าลงมาแทนที่ และถ่ายเทพลังงานส่วนเกินให้แก่อิเล็กตรอนอีกตัวหนึ่งให้หลุดออกมา เรียกว่า Auger Electron ซึ่งอิเล็กตรอนตัวนี้จะมีพลังงานจลน์เฉพาะตัวและจะวิ่งชนอะตอมอื่น ๆ ในโครงสร้างของแข็ง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons) เป็นทอด ๆ

จากความสัมพันธ์ของ IMFP Universal Curve พบว่าที่ระดับพลังงานจลน์ช่วง 50 - 100 eV อิเล็กตรอนจะมีค่า IMFP ต่ำที่สุด (ไม่ถึง 1 นาโนเมตร) หมายความว่าอิเล็กตรอนในย่านพลังงานนี้แทบจะหลุดออกมาจากเนื้อสารชั้นในไม่ได้เลย สิ่งนี้ที่หัววัดตรวจจับได้จึงเป็นสัญญาณที่มาจากผิวหน้าสุดของวัสดุเท่านั้น การทำความเข้าใจช่วงพลังงานและระยะนี้มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อการพิจารณาเลือกสเปกของระบบตรวจวัด (Detector) และการออกแบบสถานีทดลอง (End-station) ให้เหมาะสมกับย่านพลังงานรังสีเอกซ์ที่ใช้งาน

3.1.1.1 Total Electron Yield (TEY)

หลักการคือการตรวจจับอิเล็กตรอนทั้งหมดที่หลุดออกมาจากพื้นผิวสารตัวอย่าง โดยไม่สนใจพลังงาน (มักใช้วิธีวัดกระแสจากสารตัวอย่าง หรือ Drain Current เพื่อชดเชยอิเล็กตรอนที่หายไป) ความลึกที่ตรวจจับได้ (Probing

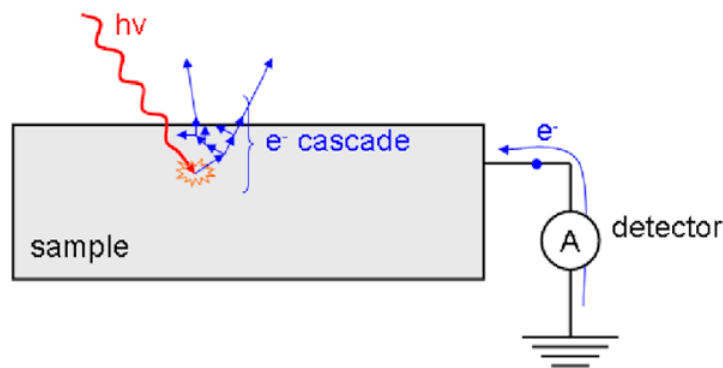
Depth): ประมาณ 2 - 5 นาโนเมตร จุดเด่นเป็นโหมดที่วัดง่ายและให้ Signal-to-noise ratio สูง แต่หากสารตัวอย่างเป็นฉนวนไฟฟ้า อาจเกิดปัญหาการสะสมประจุ (Charging effect) ทำให้สัญญาณผิดเพี้ยน

3.1.1.2 Partial Electron Yield (PEY)

หลักการคือใช้ตะแกรงไฟฟ้า (Retarding grid) สร้างศักย์ไฟฟ้าผลักลับ เพื่กรองเอาอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่มีพลังงานจลน์ต่ำ ๆ ทิ้งไป และวัดเฉพาะอิเล็กตรอนพลังงานสูง ความลึกที่ตรวจจับได้ (Probing Depth): ประมาณ 1 - 3 นาโนเมตร จุดเด่นช่วยลด Background noise จากอิเล็กตรอนพลังงานต่ำได้ดี ทำให้เห็น Edge jump ชัดเจนขึ้น

3.1.1.3 Auger Electron Yield (AEY)

หลักการใช้ Electron Energy Analyzer เพื่อกวาดรับเฉพาะ Auger electrons ของธาตุเป้าหมายโดยตรง ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนที่ไม่สูญเสียพลังงานระหว่างทางเลย ความลึกที่ตรวจจับได้ (Probing Depth): ตื้นที่สุด ประมาณ 1 - 2 นาโนเมตร จุดเด่น มีความไวต่อพื้นผิวสูงที่สุด (Surface-sensitive) แต่ปริมาณสัญญาณที่ได้จะต่ำมาก (Low count rate) จำเป็นต้องใช้เวลาสแกนนานขึ้น หรือต้องทำงานร่วมกับระบบบีมไลน์ที่มีฟลักซ์รังสีเอกซ์สูง



รูปที่ 3 หลักการเกิด Total Electron Yield[11]

3.1.2 ข้อพิจารณาทางวิศวกรรมในการทดลอง (Engineering & Beamline Considerations)

การออกแบบระบบและเตรียมความพร้อมที่ End-station สำหรับการวัดด้วยเทคนิค EY ต้องคำนึงถึง

- ระบบสุญญากาศ (Vacuum System): จำเป็นต้องอยู่ในสภาวะสุญญากาศสูง (High Vacuum) หรือสุญญากาศสูงยิ่งยวด (UHV) เพื่อป้องกันการกระเจิงของอิเล็กตรอน
- การนำไฟฟ้า (Sample Conductivity): เมื่ออิเล็กตรอนหลุดจากตัวอย่างที่เป็นฉนวน จะเกิดประจุบวกสะสมที่ผิว (Charging effect) ทำให้สัญญาณบิดเบี้ยว

3.1.3 เทคนิคการแก้ปัญหา Charging Effect

3.1.3.1 การปรับปรุงการนำไฟฟ้าของสารตัวอย่าง (Sample Preparation): ผสมผงตัวนำ เช่น กราไฟต์ คาร์บอนแบล็ค หรือผงเงิน แล้วนำไปอัดเม็ด หรือเตรียมตัวอย่างเป็นฟิล์มบางบนฐานรองที่นำไฟฟ้า

3.1.3.2 การใช้ตัวช่วยระบายประจุ: การเคลือบผิว (Surface Coating) ด้วยทองคำหรือคาร์บอนบาง ๆ หรือใช้ตะแกรงโลหะทาบบนผิวแล้วต่อสายกราวด์

3.1.3.3 การใช้อุปกรณ์ช่วย: ใช้ปืนอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ (Electron Flood Gun) เพื่อสะเทินประจุ หรือใช้ก๊าซซีเลียม (CEY) ในแคมเบอร์เพื่อให้เกิดไอออนช่วยนำกระแส

3.1.4 การเตรียมสารตัวอย่างด้วยผงกราไฟต์

การผสมกราไฟต์มีความสำคัญอย่างยิ่ง โดยเฉพาะในย่านรังสีเอกซ์พลังงานกึ่งแข็ง (Tender X-rays) เช่น การออกแบบสำหรับ Siam Photon Source II (SPS-II) ซึ่งกราไฟต์จะไม่รบกวนสัญญาณรังสีในย่านนี้ (1 - 5 keV) ข้อพิจารณาที่สำคัญมีดังนี้:

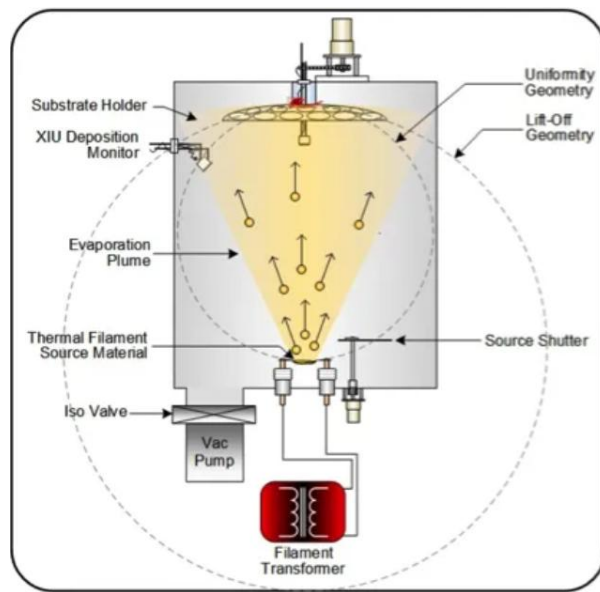
- สัดส่วน (Mixing Ratio): เริ่มต้นที่ สารตัวอย่าง : กราไฟต์ = 1:1 หากสัญญาณเตี้ยไปให้ลดกราไฟต์เป็น 2:1 หรือ 3:1 หากยังเกิด Charging ให้เพิ่มเป็น 1:2
- ความสม่ำเสมอ (Homogeneity): ต้องบดจนเป็นเนื้อเดียวกัน เพื่อให้กราไฟต์สร้างโครงข่ายการนำไฟฟ้า (Percolation network) ได้สมบูรณ์
- ความบริสุทธิ์ (Purity): ใช้เกรดวิเคราะห์ที่ไม่มีโลหะเจือปน เพื่อป้องกันสัญญาณแทรกซ้อนในสเปกตรัม
- ความเรียบของผิว (Surface Smoothness): การอัดเม็ดต้องใช้แม่พิมพ์ที่เรียบ ป้องกันไม่ให้ผิวขรุขระไปขัดขวางการหลุดของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ

3.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยด้วยความร้อน (Thermal Evaporation)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยด้วยความร้อน (Thermal Evaporation) เป็นหนึ่งในเทคนิคพื้นฐานและดั้งเดิมที่สุดในกลุ่มกระบวนการเคลือบไอทางกายภาพ หรือ Physical Vapor Deposition (PVD) โดยหลักการพื้นฐานของเทคนิคนี้คือการให้ความร้อนแก่วัสดุต้นทาง (Source Material) ที่บรรจุอยู่ในภาชนะทนความร้อน ภายในสภาวะห้องสุญญากาศระดับสูง (High Vacuum) จนกระทั่งวัสดุนั้นมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวและมีพลังงานเพียงพอที่จะทำลายพันธะระหว่างอะตอม ส่งผลให้เกิดการระเหยกลายเป็นไอ (Vapor)

เมื่อวัสดุกลายเป็นไอ อนุภาคไอของวัสดุ (ซึ่งอาจอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล) จะเดินทางเป็นเส้นตรงผ่านสุญญากาศไปตกกระทบและควบแน่น (Condensation) บนพื้นผิวของชิ้นงานหรือฐานรองรับ (Substrate) ที่จัดเตรียมไว้ ทำให้เกิดการเรียงตัวและก่อตัวสะสมเป็นชั้นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการนี้จำลองหลักการควบแน่นของไอน้ำตามธรรมชาติ แต่เกิดภายใต้การควบคุมสภาวะสุญญากาศและอุณหภูมิอย่างรัดกุม

กระบวนการ Thermal Evaporation ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายทั้งในระดับห้องปฏิบัติการวิจัยและอุตสาหกรรม เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถควบคุมได้ง่าย โครงสร้างของระบบไม่ซับซ้อน และใช้อุปกรณ์ที่มีต้นทุนต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิค PVD อื่นๆ เช่น Sputtering หรือ Electron-Beam (E-beam) Evaporation นอกจากนี้ อนุภาคที่ระเหยออกมายังมีพลังงานจลน์ในระดับที่ต่ำมาก (โดยเฉลี่ยประมาณ 0.1 - 0.5 eV) ซึ่งต่ำกว่าวิธี Sputtering อย่างมาก ส่งผลให้พื้นผิวของชิ้นงานไม่เกิดความเสียหายจากการถูกพุ่งชนด้วยอนุภาคพลังงานสูง ถือเป็นข้อได้เปรียบที่สำคัญเมื่อชิ้นงานเป็นวัสดุที่มีความอ่อนไหวต่อความร้อน โพลีเมอร์ หรืออุปกรณ์สารกึ่งตัวนำขนาดเล็ก



รูปที่ 4 ภาพจำลองเทคนิคการเคลือบด้วยเทคนิค Thermal Evaporation [13]

3.2.1 องค์ประกอบทางวิศวกรรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศ (System Hardware Components)

ระบบการเคลือบระเหยด้วยความร้อน (Thermal Evaporator System) ประกอบด้วยองค์ประกอบหลักทางวิศวกรรมที่ทำงานร่วมกันดังนี้:

- ระบบห้องสุญญากาศและปั๊มดูดอากาศ (Vacuum Chamber and Pumping System) ห้องสุญญากาศมักทำจากสแตนเลสสตีล (Stainless Steel) หรือกระจกทนความร้อนชนิดหนา การสร้างสุญญากาศจะอาศัยระบบปั๊มแบบสองระดับขั้น (Two-stage) เริ่มจากการใช้ Mechanical Pump (เช่น Rotary Vane Pump) เป็นปั๊มหยาบ (Roughing Pump) ดูดความดันจากระดับบรรยากาศลงมาถึงราว 10^{-3} Torr จากนั้นจะสลับไปใช้ High-Vacuum Pump (เช่น Diffusion Pump, Cryopump, หรือ Turbomolecular Pump) ดึงความดันลงลึกต่อไปถึง 10^{-6} Torr หรือต่ำกว่า

- แหล่งกำเนิดความร้อน (Evaporation Sources / Heaters) เนื่องจากการอาศัยหลักการต้านทานไฟฟ้า (Resistive Heating) วัสดุที่จะทำหน้าที่เป็นภาชนะและตัวให้ความร้อนจะต้องเป็นโลหะทนไฟ (Refractory metals) ที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าวัสดุที่ต้องการเคลือบอย่างมาก เช่น ทังสเตน (W), โมลิบดีนัม (Mo), หรือ แทนทาลัม (Ta) มีรูปแบบหลากหลาย ได้แก่:

- เรือ (Boats): แผ่นโลหะปั๊มขึ้นรูปเป็นหลุมตื้น เหมาะสำหรับวัสดุที่เมื่อหลอมเหลวแล้วมีการเปียก (Wetting) ติดกับเรือ
- ตะกร้าหรือขดลวด (Baskets / Filaments): ลวดทังสเตนดัดขดเป็นกรวย ใช้กับวัสดุที่มีรูปร่างเป็นก้อน เม็ด หรือลวด
- ถ้วยหลอม (Crucibles): ถ้วยทนความร้อนที่ทำจากเซรามิก (เช่น Alumina, Boron Nitride) หรือคาร์บอน (Graphite) ใช้แก้ปัญหาที่วัสดุเคลือบบางชนิดทำปฏิกิริยาทางโลหะวิทยากับเรือทังสเตนที่อุณหภูมิสูง

- ระบบวัดและควบคุมความหนาฟิล์ม (Thickness Monitor) มาตรฐานปัจจุบันนิยมใช้ Quartz Crystal Microbalance (QCM) ซึ่งเป็นอุปกรณ์เซนเซอร์ผลึกควอตซ์ ทำงานโดยอาศัยปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric effect) เมื่อมวลของไอวัสดุเกาะสะสมบนแผ่นผลึก ความหนาและมวลที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ความถี่เรโซแนนซ์ของผลึกสั่นสะเทือนลดลง การแปรผลความถี่ที่ลดลงอย่างแม่นยำทำให้สามารถมอนิเตอร์ความหนาฟิล์มแบบเรียลไทม์ได้ในระดับอังสตรอม (Angstrom)

3.2.3 ข้อดี ข้อจำกัด และการเปรียบเทียบเชิงวิศวกรรม (Advantages and Limitations)

- ข้อดี (Advantages)

1. ความเรียบง่ายเชิงวิศวกรรม: อุปกรณ์ แหล่งจ่ายไฟ (Power Supply) และระบบทั้งหมดมีความซับซ้อนน้อยกว่าเทคนิคอื่น การดูแลรักษาง่าย และต้นทุนอุปกรณ์ต่ำกว่า E-beam หรือ Magnetron Sputtering มาก
2. ความเสียหายของพื้นผิวต่ำ (Low Surface Damage): อนุภาคไอมีพลังงานจลน์ต่ำ (Thermal Energy 0.1 eV) เทียบกับอนุภาคที่เกิดจากพลาสมา (1-100 eV) ทำให้ชิ้นงานที่ไวต่อประจุหรือรังสีไม่เสื่อมสภาพ
3. อัตราการเคลือบ (Deposition Rate): สามารถปรับเพิ่มอัตราการเติบโตได้สูงมากสำหรับวัสดุที่มีจุดหลอมเหลวต่ำถึงปานกลาง

- ข้อจำกัด (Limitations)

1. ไม่เหมาะกับวัสดุจุดหลอมเหลวสูง (Refractory Materials): สารประเภทโลหะทนไฟ (เช่น W, Ta, Ti, Mo) หรือสารประกอบเซรามิกทนความร้อน ไม่สามารถระเหยด้วยวิธีนี้ได้ เพราะอุณหภูมิที่จำเป็นในการระเหยอาจจะเท่ากับหรือสูงกว่าจุดหลอมเหลวของภาชนะ (Boat/Crucible) เสียเอง
2. การแยกตัวของโลหะผสม (Alloy Fractionation): เมื่อต้องการเคลือบฟิล์มโลหะผสม เนื่องจากธาตุองค์ประกอบแต่ละตัวมีความดันไอ (Vapor Pressure) ไม่เท่ากัน ธาตุที่ระเหยง่ายจะหลุดออกมาก่อน ทำให้สัดส่วนของโลหะผสมในแผ่นฟิล์มมีความผิดเพี้ยน ไม่ตรงกับวัสดุก่อนตั้งต้น
3. ความสามารถในการปกคลุมพื้นผิวแบบซับซ้อนต่ำ (Poor Step Coverage): เนื่องจากหลักการเดินทางแบบเส้นตรงพุ่งเป้า (Line-of-sight) การเคลือบบนชิ้นงานที่มีร่องลึก ผังตั้งฉาก (Trenches) หรือมีความขรุขระสูง จะเกิดเงาบัง (Shadowing effect) ทำให้ฟิล์มตามขอบและร่องมีความบางหรือขาดตอน
4. ปริมาณวัสดุจำกัด: ภาชนะบรรจุ (Boat) สามารถรองรับมวลสารได้ในปริมาณที่จำกัด จึงเหมาะกับการเคลือบฟิล์มที่มีความหนาจำกัด และอาจต้องเติมวัสดุใหม่สำหรับรอบการผลิตถัดไป

3.2.4 การประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมและการวิจัยเชิงลึก

จากคุณสมบัติทางวิศวกรรมที่โดดเด่น เทคโนโลยีการเคลือบด้วย Thermal Evaporation จึงถูกนำไปใช้งานอย่างแพร่หลายในหลายสาขา ได้แก่:

- ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Microelectronics and Semiconductors):

ใช้ในการสร้างชั้นหน้าสัมผัสทางไฟฟ้า (Electrical contacts), แถบเชื่อมต่อวงจร (Interconnects), รวมถึงขั้วไฟฟ้า (Electrodes) บนทรานซิสเตอร์หรือแผ่นเวเฟอร์ โดยมักเคลือบโลหะสื่อนำไฟฟ้าอย่าง อะลูมิเนียม (Al), ทองคำ (Au) หรือ เงิน (Ag)

- พลังงานหมุนเวียน (Renewable Energy and Optoelectronics):

เป็นกระบวนการหัวใจสำคัญในการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar Cells) สำหรับการเคลือบ Grid lines เป็นขั้วรับกระแส หรือการสร้างชั้นแคโทดสำหรับอุปกรณ์ Organic Light Emitting Diodes (OLEDs) ซึ่งต้องการกระบวนการที่ไม่ทำลายชั้นสารอินทรีย์บางๆ ที่เคลือบไว้ก่อนหน้านี้

- ทัศนูปกรณ์เชิงแสง (Optical Coatings):

ประยุกต์ใช้ทำสเปกโทรสโกปี การเคลือบกระจกเงา (Reflective mirrors) ในกล้องโทรทรรศน์ การทำชั้นฟิล์มบางกันรอยและลดแสงสะท้อน (Anti-reflective coating) สำหรับเลนส์สายตาและเลนส์กล้องถ่ายภาพ

- เทคโนโลยีบรรจุภัณฑ์อัจฉริยะ (Smart Packaging):

ใช้สำหรับอุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์อาหารและยา (Food and Pharmaceutical Packaging) เช่น การเคลือบอะลูมิเนียมบนแผ่นฟิล์มโพลีเอสเตอร์ (PET) เพื่อทำเป็นบรรจุภัณฑ์ทึบแสงที่ช่วยป้องกันความชื้น ก๊าซออกซิเจน และรังสี UV ยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

4. วิธีการดำเนินงาน ผลลัพธ์ และอภิปรายผล

4.1 ออกแบบและพัฒนา Sample holder สำหรับการวัด Electron yield mode

4.1.1 วิธีการทดลอง

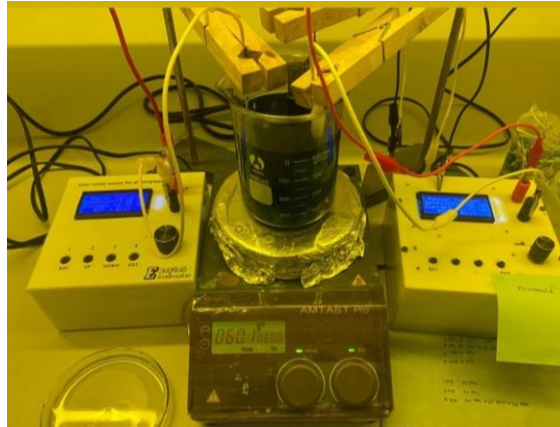
แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนได้ดังนี้

4.1.1.1) ขั้นตอนการเคลือบ Sample holder ด้วยทอง (Au) โดยเทคนิคการระเหยด้วยความร้อน (Thermal evaporation)

- ดำเนินการตัด Sample holder ที่ทำจากวัสดุ Stainless Steel 304 (SUS304) ขนาด 5 x 5 ตารางเซนติเมตร จากนั้นทำความสะอาดด้วยการแช่แอลกอฮอล์ และทำความสะอาดด้วยคลื่นความถี่สูงโดยเครื่อง Ultrasonic bath
- จากนั้นดำเนินการเตรียมพื้นผิวโลหะก่อนนำไปเคลือบ โดยใช้สารละลายกรดนิเกิลคลอไรด์เพื่อกำจัดชั้นออกไซด์และเคลือบนิเกิลบาง ๆ ช่วยให้ชั้นชุบติดไปยึดติดกับเนื้อโลหะได้แน่นหนาโดยเรียกกระบวนการนี้ว่า Wood's nickel strike โดยมีกระบวนการตามตารางที่ 1

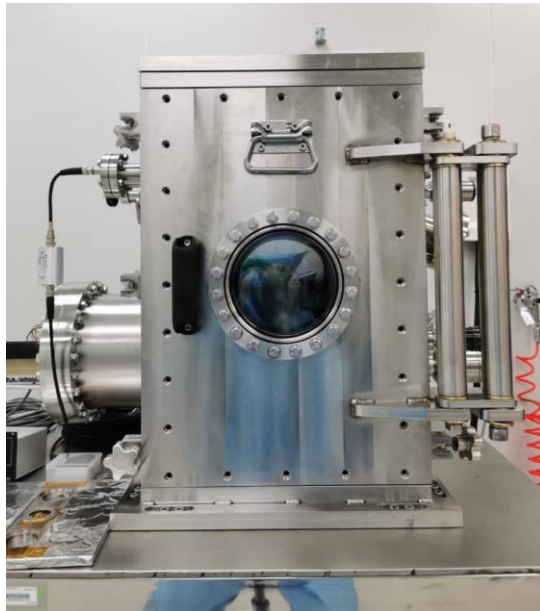
ตารางที่ 1 แสดงขั้นตอนการทำ Wood's nickel strike

Step	Description	Equipment	Program / Parameters	Remarks
1.1	Wire Connectors			
1.2	immerse RO water			Cleaning
1.3	wafer etching	Electroplating	work piece (+) Pt (-) in H ₂ SO ₄ 205 mL to RO water 1 L 23mA@10min	
1.4	Rinsing in RO water		~10 min	
1.5	removed metal oxide	Dip	HCl 1 mL + H ₂ SO ₄ 10 mL to RO water 1 L @1min	Cleaning
1.6	Rinsing in RO water		~10 min	Cleaning
1.7	Wood's nickel strike	Electroplating	work piece (-) Pt (+) in NiCl ₂ ·6H ₂ O 240g+HCl 125 mL to RO water 1 L 6mA@15min and 2mA@15min	
1.8	Rinsing in RO water		~10 min	Cleaning
1.9	Ni plating	Electroplating	work piece (-) Ni (+) in Ni plating solution 3 mA@15min and 5mA@~8 hr	
1.10	Rinsing in RO water		~10 min	
1.11	Dehydration	Oven	100°C @1 hr	Cleaning

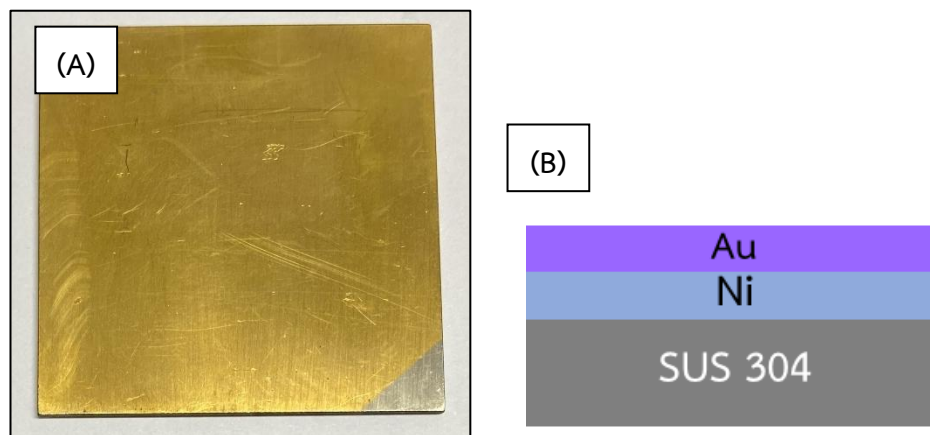


รูปที่ 5 กระบวนการ Ni Electroplating

- จากนั้นนำตัวอย่างมาทำการเคลือบด้วยทอง โดยเทคนิค Thermal evaporation โดยกำหนดความหนาของทองที่ประมาณ 200 ไมครอน



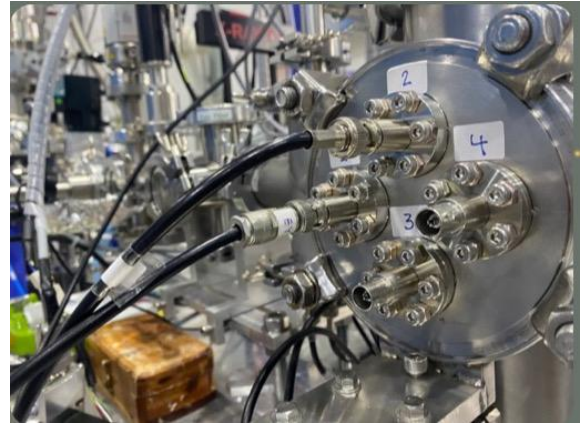
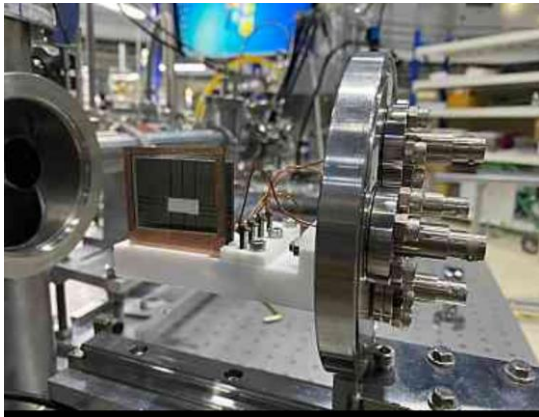
รูปที่ 6 กระบวนการเคลือบ Au บน SUS304 ด้วยเทคนิค Thermal evaporation



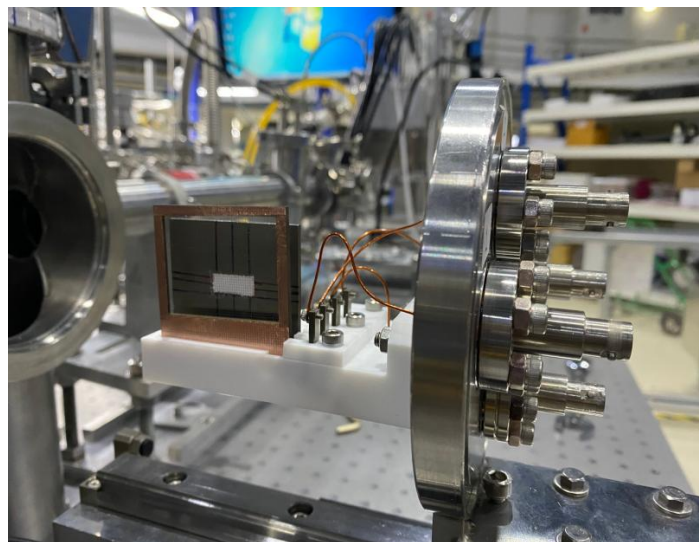
รูปที่ 7 Sample holder ที่ถูกเคลือบด้วยทอง (A) ภาพ Top view (B) ภาพจำลองภาคตัดขวางของ Sample holder

4.1.1.2) ขั้นตอนเตรียมระบบเพื่อวัดเทคนิค XAS Electron yield mode

- ดำเนินการเตรียมระบบวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ณ ระบบลำแสงที่ 8 สำหรับการวัดขอบการดูดกลืนของธาตุกำมะถัน (S K-edge) โดยใช้ผลึก Insb(111) คู่ที่ 1 โดยผลึกตัวที่ 2 ติดสูงขึ้นจากตำแหน่งปกติเป็นระยะ 15 มิลลิเมตร ($2^{\text{nd}} + 15 \text{ mm from home}$)
- เติมแก๊สไนโตรเจน (N_2) ปริมาณ 37 mbar และแก๊สฮีเลียม He ปริมาณ 963 mbar ใน Ionization chamber 0 (I_0 Chamber) จากนั้นดำเนินการเติมแก๊ส N_2 ปริมาณ 200 mbar และ He ปริมาณ 800 mbar ใน Ionization chamber 1 (I_1 Chamber)
- ดำเนินการเทียบวัด (Calibration) ตำแหน่งของสเปกตรัมพลังงานโฟตอนของเครื่องคัดเลือกพลังงานเดี่ยวด้วยผลึก (Double crystal monochromator: DCM) โดยใช้ผงกำมะถัน (S powder) ที่มีค่าสถานะออกซิเดชันเป็นศูนย์ โดยค่าขอบการดูดกลืน (Edge energy) อยู่ที่ 2472 eV
- จากนั้นดำเนินการหาตำแหน่งแสงที่ตกกระทบลงบนตัวอย่าง โดยใช้กระดาษไวต่อแสง (Burn paper) เพื่อระบุตำแหน่งของแสงที่ Sample holder ก่อนเริ่มวัด
- ทำการเซตระบบการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์โหมด Electron yield ดังรูปที่ 8 โดยใช้ตาข่ายชนิดทองแดง (Cu mesh)



รูปที่ 8 แสดงการเตรียมระบบ EY



รูปที่ 9 การติดตั้งอย่างบน EY cell

- ทำการเตรียมตัวอย่าง S โดยเจือจาง (dilute) 70%wt โดยผสมกับโบรอนไนไตร (Boron nitride) จากนั้นทำการวัด S powder โดยใช้พารามิเตอร์ดังต่อไปนี้

E_0 (eV): 2472

energy (eV) relative to E_0 : -100,-20,80,150

energy step (eV): 5,0.2,5

time step (s): 1,1,1

Bias volt: 0.3kV

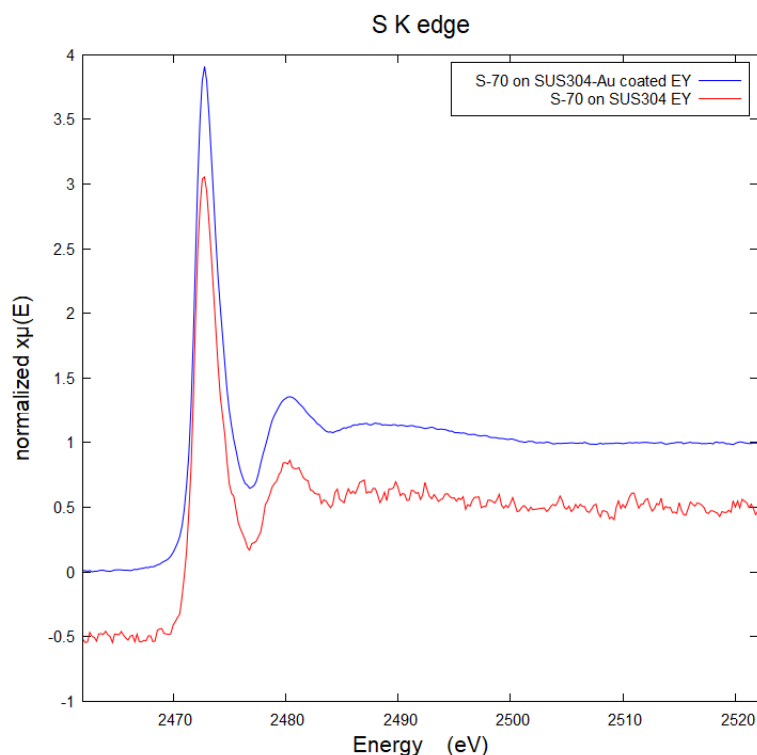
- Electron yield cell จะถูกปั๊มด้วย Dryscoll pump ให้มีความดันประมาณ 1 mbar ตลอดเวลาขณะทำการวัด

4.2.1 ผลการทดลอง

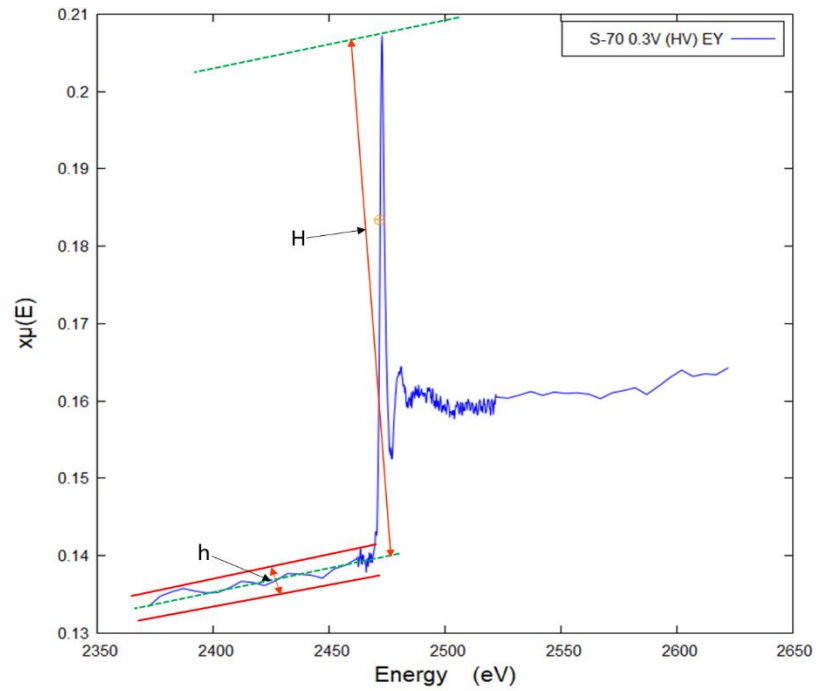
จากผลการทดลองพบว่าคุณภาพของสเปกตรัมจากการเตรียมตัวอย่างบน Sample holder แบบเดิม กับ แบบใหม่ (SUS304-Au coated) พบว่า ตัวอย่างที่เตรียมบน SUS304-Au coated นั้นเรียบ แทบไม่มี Noise มารบกวน เมื่อเทียบกับการเตรียมบน Sample holder แบบเดิม ดังแสดงรูปที่ 10

เมื่อทำการคำนวณค่า Signal to noise ratio (S/N) ตามสมการที่ 1 พบว่า ค่า S/N ของสเปกตรัมที่เตรียมบน Sample holder แบบเดิมนั้น มีค่าเท่ากับ 86.84 ในส่วนของ SUS304-Au coated sample holder นั้น มีค่า S/N 440.08 ดังแสดงตามตารางที่ 2 ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่า SUS304-Au coated sample holder นั้นมีค่า S/N ดีมากขึ้นถึง 5 เท่า โดยค่ากระแสอิเล็กตรอนที่ขึ้นมาทดแทนบนผิวตัวอย่าง (Ie) มีค่าเพิ่มขึ้นจากเดิม 4.43×10^4 เป็น 9.4×10^4 คิดเป็นเพิ่มขึ้น 2.12 เท่า

$$\text{Signal to noise ratio} = \frac{2H}{h} \quad (1)$$



รูปที่ 10 แสดงภาพเปรียบเทียบสเปกตรัม



รูปที่ 11 แสดงการหาค่า H และ h เพื่อคำนวณหา S/N

ตารางที่ 2 ผลการคำนวณหาค่า Signal to noise ratio

Sample	h	H	S/N
SUS304 Coated Au	0.0016	0.36	440.08
SUS304	0.0032	0.14	86.83

4.2 ออกแบบและพัฒนาระบบการวัด In-situ heating cell สำหรับ Electron yield mode

4.2.1 วิธีการทดลอง

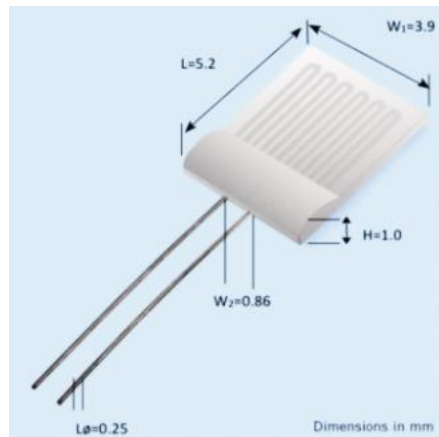
- **วัสดุอุปกรณ์และการออกแบบ heating cell สำหรับการวัดแบบ EY**

วัสดุอุปกรณ์และการออกแบบสำหรับงาน heating cell แบ่งออกเป็น 3 ส่วนด้วยกันคือ

- 1) วัสดุให้ความร้อน
- 2) แบบจำลองอุณหภูมิของ sample chamber
- 3) แบบ sample chamber และ heating sample holder

- **วัสดุให้ความร้อน**

วัสดุให้ความร้อนที่นำมาใช้ในระบบวัดแบบ EY ควรมีขนาดเล็ก ทำงานในสภาวะสุญญากาศ (10^{-1} torr) ได้ และสามารถใช้กับ electron yield (EY) cell ที่มีอยู่แล้ว ณ ระบบลำแสงที่ 8 ทำให้ micro heater เป็นหนึ่งในตัวเลือกต้น ๆ เนื่องจากมีขนาดเล็กกระทัดรัด ทำงานในสภาวะสุญญากาศได้ และสามารถใช้งานกับ EY cell ที่มีอยู่ในปัจจุบันได้ จึงเลือก platinum micro heater ที่มีขนาดกว้าง x ยาว x หนา คือ $5.2 \times 3.9 \times 1.0$ mm ดังแสดงในรูปที่ 12 เพราะมีขนาดเล็กและสามารถให้อุณหภูมิในช่วง -25 ถึง 850 องศาเซลเซียส ได้

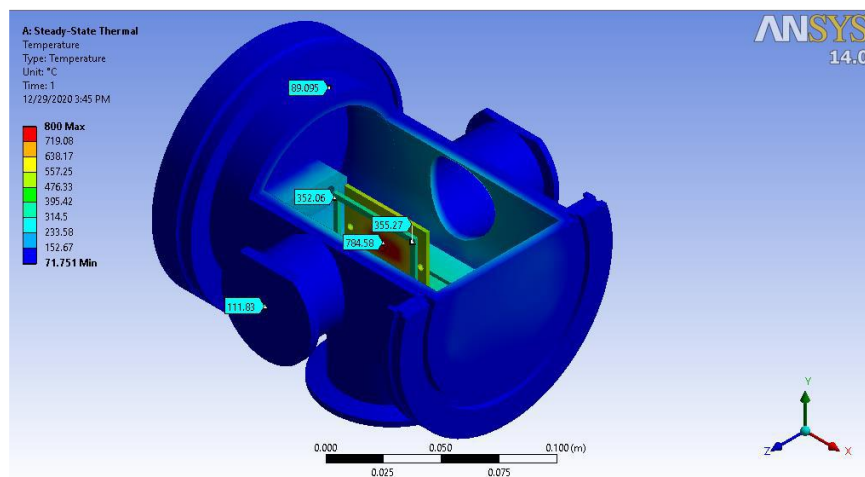


รูปที่ 12 Platinum micro heater[14]

- **แบบจำลองอุณหภูมิของ sample chamber สำหรับการวัดแบบ EY**

การจำลองอุณหภูมิของ sample chamber นั้นมีความสำคัญ เนื่องจาก Chamber นี้จะต่อเข้ากับ Ionization chamber ของสถานีทดลอง (I_0 chamber) ถ้าอุณหภูมิสูงไปจะทำให้ Polypropylene window ที่เชื่อมระหว่าง I_0 chamber กับ Sample chamber เกิดความเสียหาย และถ้า Sample chamber ร้อนเกินไปจะเป็นอันตรายต่ออุปกรณ์ข้างเคียง การจำลองอุณหภูมิของ Chamber ดังแสดงในรูปที่ 13 สามารถคำนวณได้ด้วยโปรแกรม Ansys โดยกำหนดอุณหภูมิสำหรับการทดลองสูงสุดที่ 800 องศาเซลเซียส ใส่ Micro heater ทั้งหมด 4 ตัว เพื่อให้เท่ากับขนาดของแสงที่วัดจริง และมีการบุผนัง Chamber ด้วย Ceramic fiber insulator จากการจำลองพบว่า อุณหภูมิช่วงรอยต่อระหว่าง Chamber และ I_0 chamber มีอุณหภูมิประมาณ 112 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าน้อยกว่า

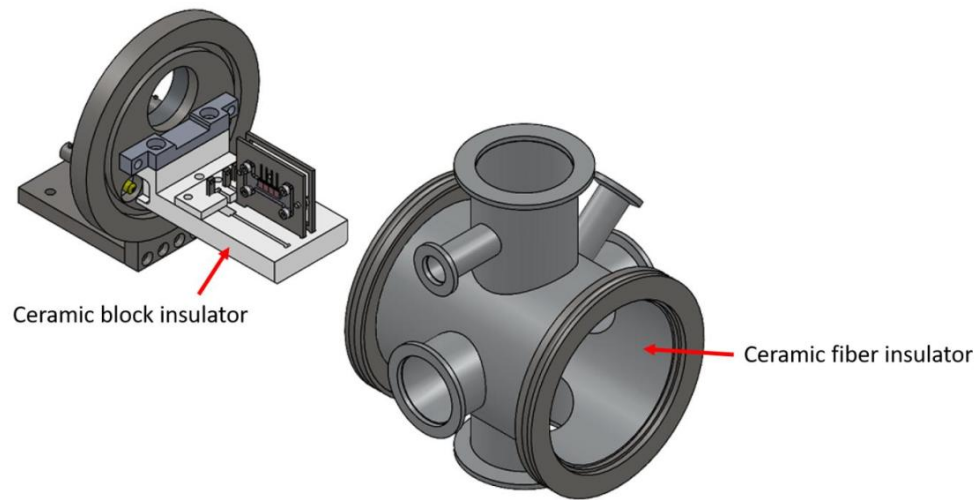
Melting temperature ของ polypropylene (160 องศาเซลเซียส) และผนังด้านนอกของ Chamber มีอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส



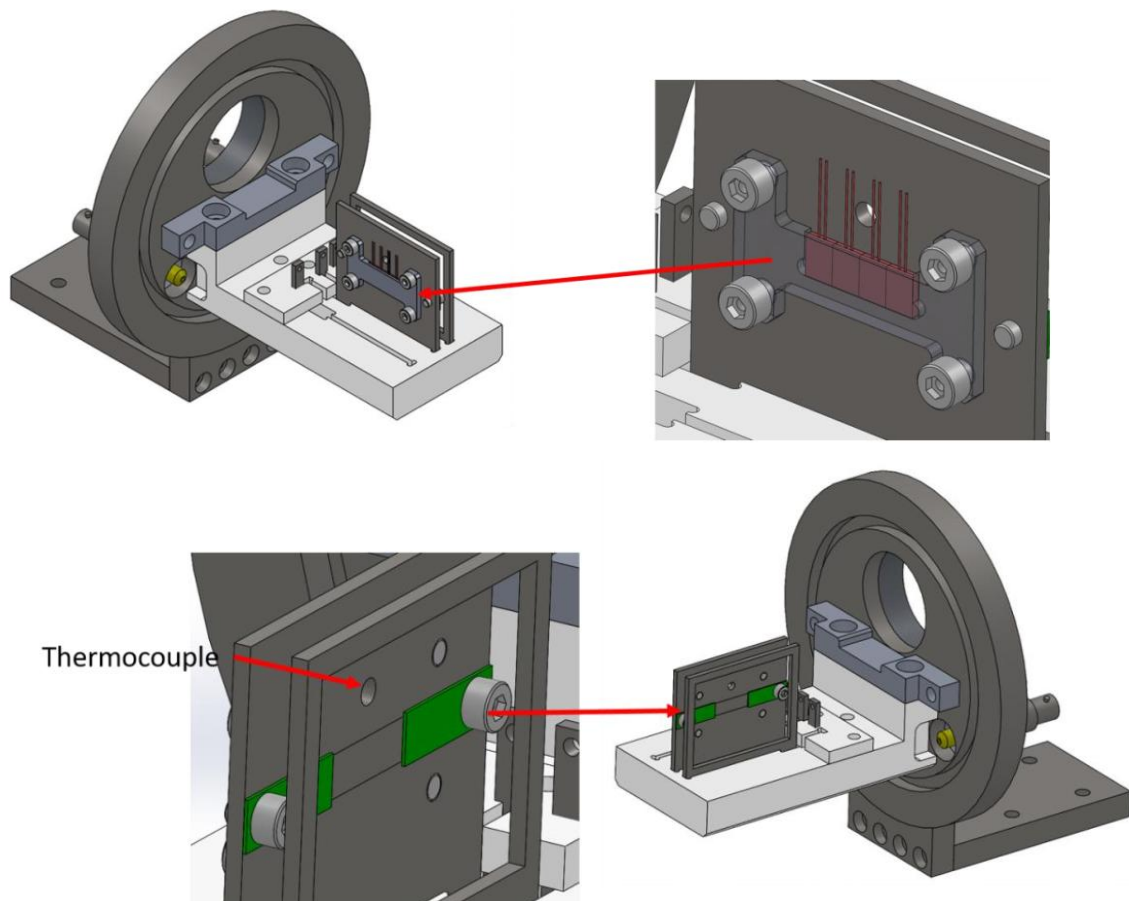
รูปที่ 13 แบบจำลองอุณหภูมิของ chamber

- **แบบ sample chamber และ heating sample holder สำหรับการวัดแบบ EY**

Sample chamber สำหรับการวัดแบบ EY นั้น ใช้ Sample chamber แบบเดียวกับที่ให้บริการอยู่ ณ ปัจจุบัน เพื่อให้การเปลี่ยนระบบการวัดทำได้ง่าย สะดวก และรวดเร็ว โดยผนังด้านใน Sample chamber บุด้วย Ceramic fiber insulator และ EY support ใช้วัสดุ Ceramic block insulator โดยฉนวนกันความร้อนทั้งคู่สามารถใช้งานได้ถึง 1400 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 14 ในส่วน Micro heater นั้น จะประกอบอยู่ด้านหลังของแผ่น Stainless steel ที่ทำหน้าที่เป็น sample holder ดังแสดงในรูปที่ 15 (A) โดยประกอบด้วย Micro heating ทั้งหมด 4 ตัว ($3.9 \text{ mm} \times 4 \text{ ตัว} = 15.6 \text{ mm}$) เพื่อให้ได้ความยาวเท่ากับขนาดแสงที่ใช้ในการทดลอง (15 mm) สำหรับด้านหน้าของแผ่น stainless steel นั้นจะมีตัวยึดจับชิ้นงานที่ต้องการตรวจวิเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 15 (B) ตัวยึดจับชิ้นงานนั้นสามารถปรับขนาดได้ตามตัวอย่างโดยการขันน็อต และสามารถตรวจสอบอุณหภูมิการวัดได้ด้วย thermocouple type K



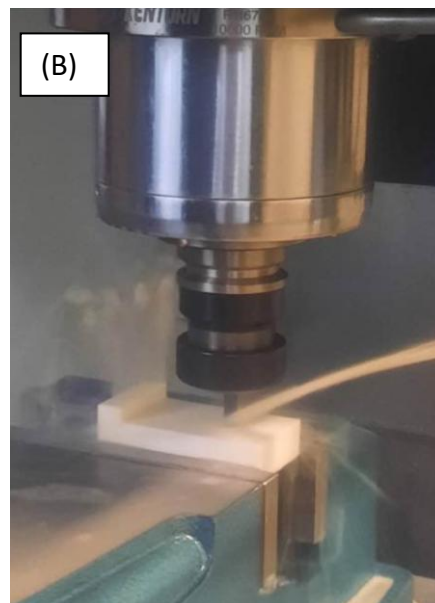
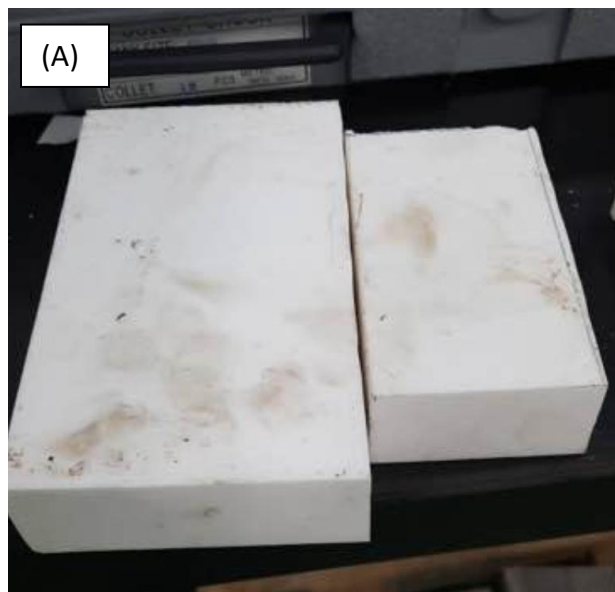
รูปที่ 14 แบบ heating cell chamber



รูปที่ 15 (A) heating cell ที่อยู่ด้านหลังของแผ่น stainless steel และ (B) ที่ยึดจัดตัวอย่างที่อยู่ด้านหน้าของแผ่น stainless steel

- การขึ้นรูปในส่วนของ Ceramic block insulator

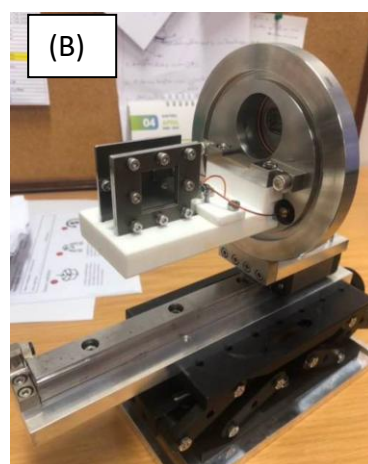
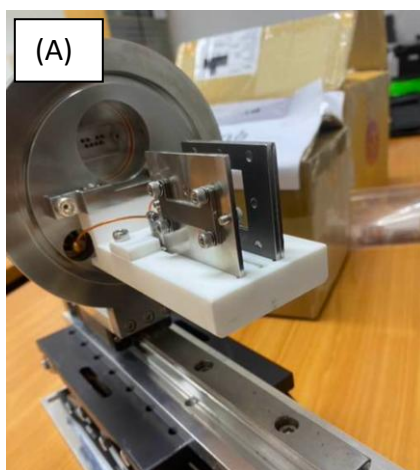
สำหรับ Ceramic block insulator จะต้องทำจาก Mechanical ceramic หรือ เซรามิกที่สามารถขึ้นรูปได้ โดยผู้พัฒนาได้เลือกใช้ Macro Ceramic ที่สามารถทนอุณหภูมิต่อเนื่องสูงถึง 800 องศาเซลเซียส และ ทนความร้อน ได้สูงสุด 1000 องศาเซลเซียส ดังแสดงรูปที่ 16 (A) และทำการขึ้นรูปโดยโรงเครื่องมือกล ดังแสดงรูปที่ 16 (B)



รูปที่ 16 (A) Mechanical Ceramic (B) การขึ้นรูป

- การประกอบ In-situ heating cell

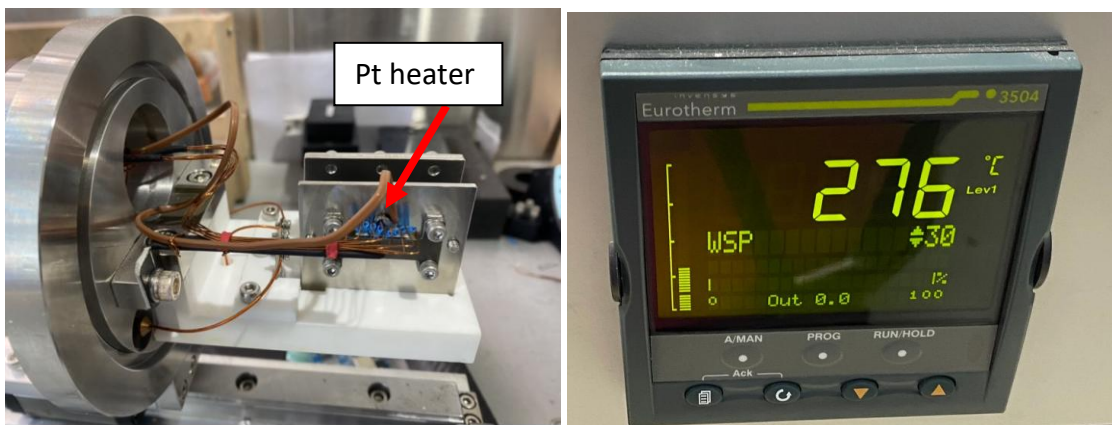
ดำเนินการประกอบดังแสดงรูปที่ 17



รูปที่ 17 In-situ heating cell หลังประกอบ (A) ด้านหลัง (B) ด้านหน้า

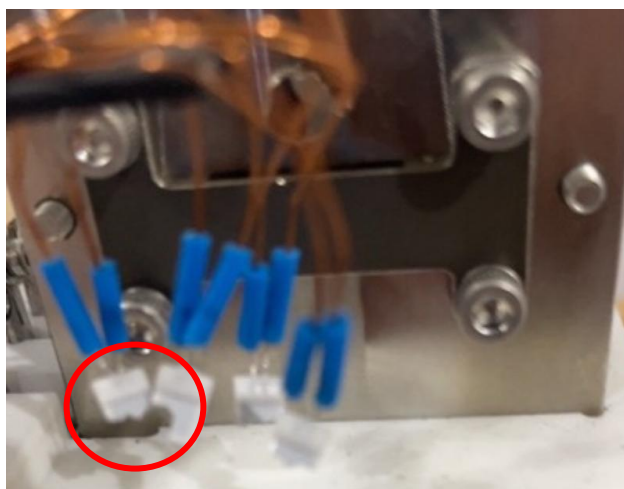
- การประกอบส่วน Electronic

ดำเนินการประกอบ Pt Micro heater เข้ากับ control โดยมีตัว Eurotherm temp control และดำเนินการทดสอบ



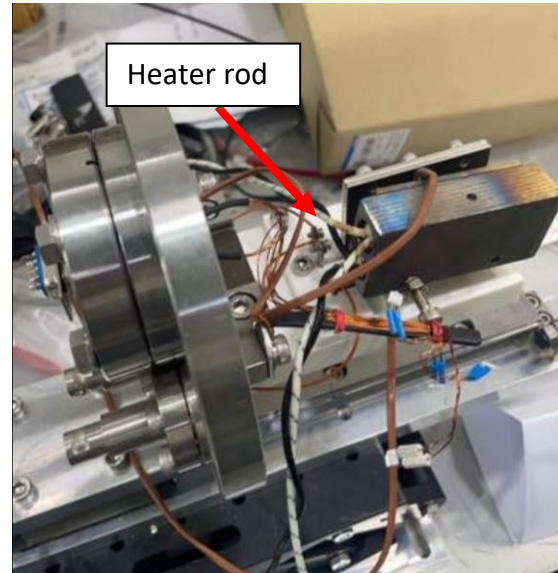
รูปที่ 18 In-heating cell หลังประกอบ Pt Heater และ Eurotherm temp control

ดำเนินการทดสอบ In-situ heating cell พบว่าสามารถทำอุณหภูมิได้สูงเพียงประมาณ 280 องศาเซลเซียส ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิที่ออกแบบไว้ จากการตรวจสอบพบว่า Pt Heater นั้นขาดและเสียหาย ดังแสดงรูปที่ 19 ทำให้ไม่สามารถจ่ายกระแสเพื่อเพิ่มอุณหภูมิได้



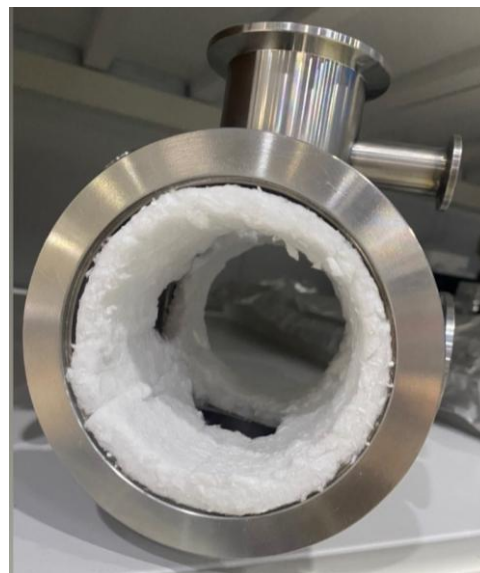
รูปที่ 19 Pt Heater เกิดการ Crack และขาด

จากการปรึกษาร่วมกับทีมงานจึงได้ตัดสินใจทำการปรับแบบ In-situ heating cell โดยการเปลี่ยน Heater เป็นแบบ Heater rod ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เพื่อให้สามารถทนการจ่ายกระแส และสามารถทำอุณหภูมิได้สูงตามที่ต้องการ



รูปที่ 20 Heater rod และ In-situ heating cell หลังปรับแบบ[15]

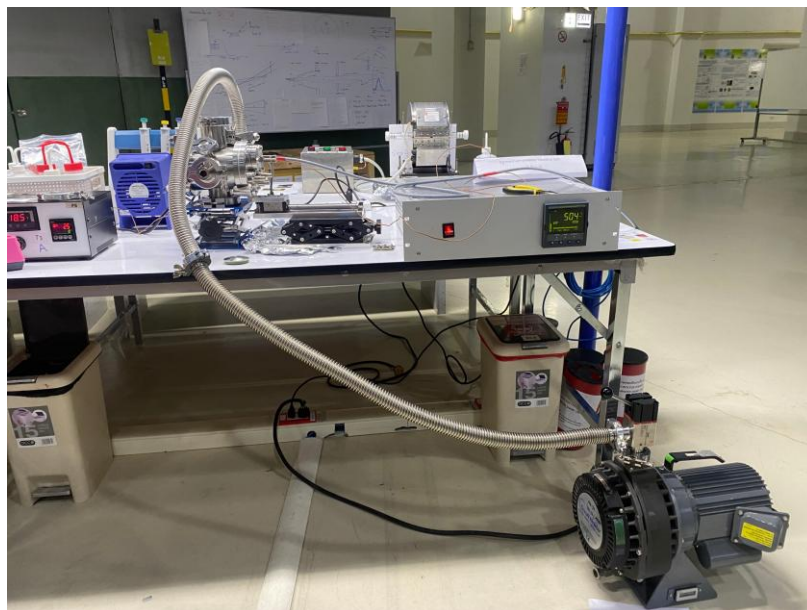
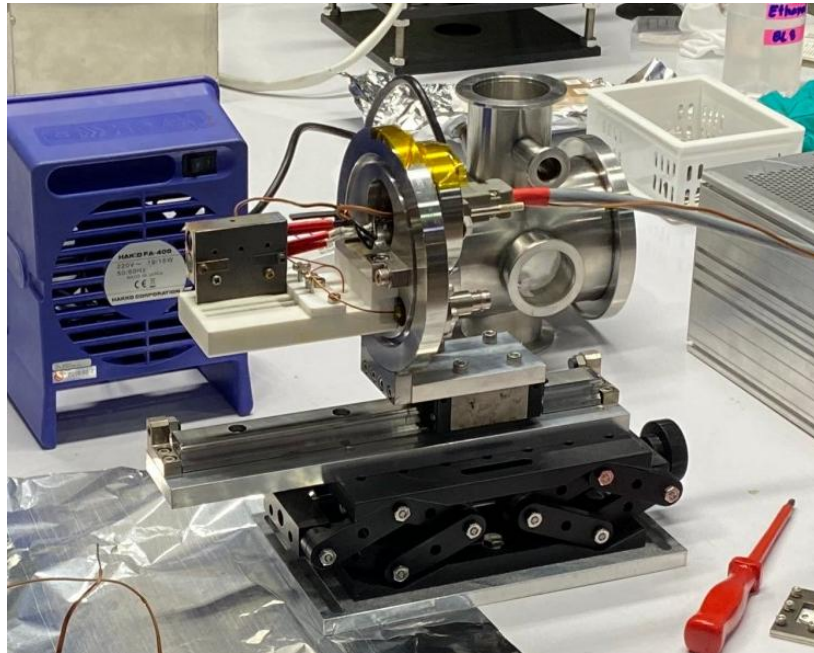
- การประกอบส่วนของ Ceramic fiber insulator



รูปที่ 21 การประกอบส่วน Ceramic fiber insulator ใน Chamber

- การประกอบลำทดสอบระบบ Vacuum ของ Electron yield

ดำเนินการประกอบส่วน In-situ heating cell กับ ส่วน Ceramic fiber insulator chamber และทำการต่อ Thermocouple ที่ตรงบริเวณตัวอย่าง เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิระหว่างอุณหภูมิที่จ่ายกับอุณหภูมิจริงที่ตำแหน่ง Sample จากนั้นต่อ In-situ heating cell เข้ากับ Dry scroll pump ดังแสดงรูปที่ 22 จากนั้นทำการปั๊ม ระบบแล้ว เพิ่มอุณหภูมิจากนั้นบันทึกข้อมูล



รูปที่ 23 แสดงการประกอบส่วน Vacuum เข้ากับ In-situ heating cell

4.2.2 ผลการทดสอบ

จากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิที่สามารถจ่ายได้อยู่ที่ประมาณ 550 องศาเซลเซียส แต่อุณหภูมิที่ตำแหน่งตัวอย่างนั้น อยู่ที่ประมาณ 470 องศาเซลเซียส ซึ่งยังไม่ถึงตามที่ Controller ได้จ่าย ซึ่งจะต้องดำเนินการปรับปรุงระบบของ Heater รวมถึงทำการ Temperature calibration ในลำดับต่อไป

นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อทำการทดสอบหลายครั้ง Heater rod นั้นขาด จึงจำเป็นต้องหา Heater rod ตัวใหม่
ที่มีความสามารถทำอุณหภูมิได้สูงขึ้น

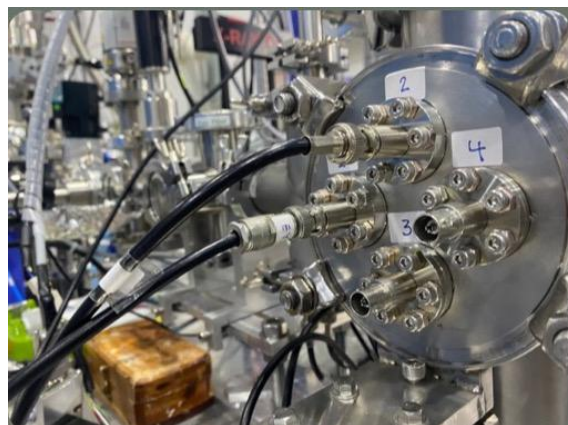
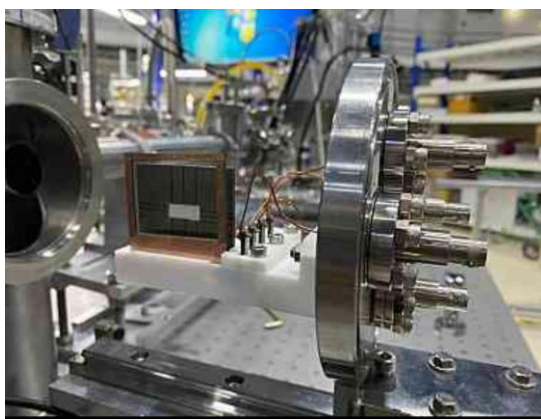


รูปที่ 24 อ่านค่า Temperature ที่ระบบจ่ายให้กับตัวอย่าง

4.3 ศึกษาขีดจำกัดของปริมาณความเข้มข้นอะตอมของธาตุที่เราสนใจที่สามารถวัดได้ด้วย Electron yield mode

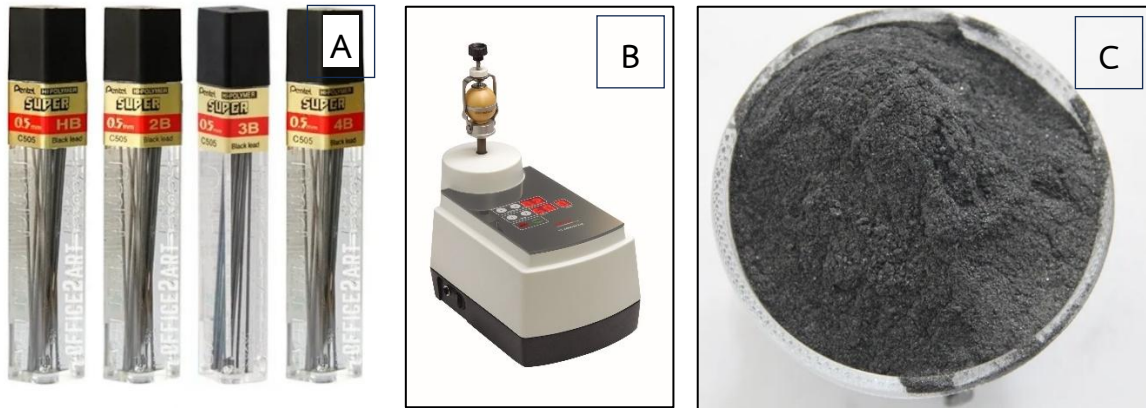
4.3.1 วิธีการทดลอง

- เซตระบบการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ณ ระบบลำเลียงแสงที่ 8 สำหรับการวัดขอบการดูดกลืนแมกนีเซียม ชั้น K (Mg K-edge) โดยใช้ผลึก Beryl ($10\bar{1}0$) สำหรับการคัดเลือกพลังงาน
- ดำเนินการเติมแก๊สไนโตรเจน (N_2) ปริมาณ 6 mbar และ แก๊สฮีเลียม (He) ปริมาณ 994 mbar ใน io chamber และ เติมแก๊ส N_2 ปริมาณ 31 mbar และ He ปริมาณ 969 mbar ใน I_1 chamber
- ดำเนินการเทียบวัดตำแหน่งสเปกตรัมของค่าพลังงานโฟตอนของเครื่อง DCM โดยใช้ Edge energy ของ Mg foil ที่มีสถานะเลขออกซิเดชันเป็นศูนย์ โดยมีค่าขอบการดูดกลืนอยู่ที่ 1303 eV
- จากนั้นดำเนินการระบุตำแหน่งแสง ณ ตำแหน่ง Sample holder โดยใช้กระดาษ Burn paper โดยระหว่างที่มีการ Burn paper นั้น EY chamber จะถูกทำให้เป็นระบบสุญญากาศ
- ทำการเซตระบบ EY cell ดังรูปที่ 25 โดยใช้ตาข่ายชนิดทองแดง (Cu)



รูปที่ 25 แสดงการเตรียมระบบ EY

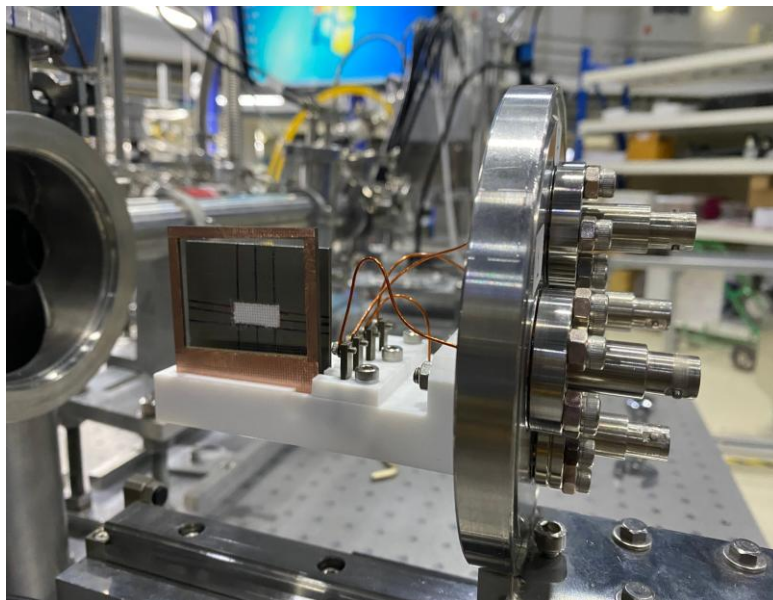
- ทำการเตรียมผง Graphite โดยการนำแกนดินสอมาบดโดยใช้ Mini ballmill เป็นเวลา 15 นาที



รูปที่ 26 (A) แขนดินสอยี่ห้อ Pentel ที่นำมาใช้เป็น graphite (B) เครื่อง Ballmill (C) ผง graphite ที่ได้

- ทำการเตรียมตัวอย่าง โดยจะทำการเจือจาง MgO กับ Graphite โดยใช้ความเข้มข้นของ Mg ดังต่อไปนี้
 - MgO(Mg100%wt)
 - MgO+Graphite(Mg50%wt)
 - MgO+Graphite(Mg30%wt)
 - MgO+Graphite(Mg10%wt)

จากนั้นทำการติดตัวอย่างลงใน Sample holder ของ EY และนำไปใส่ใน Cell ของ EY ดังรูปที่ 27



รูปที่ 27 การติดตัวอย่างบน EY cell

- ทำการวัดโดยใช้พารามิเตอร์ดังต่อไปนี้

E_0 (eV): 1303

energy (eV) relative to E_0 : -100,-15,70,150

energy step (eV): 5,0.2,5

time step (s): 1,1,1

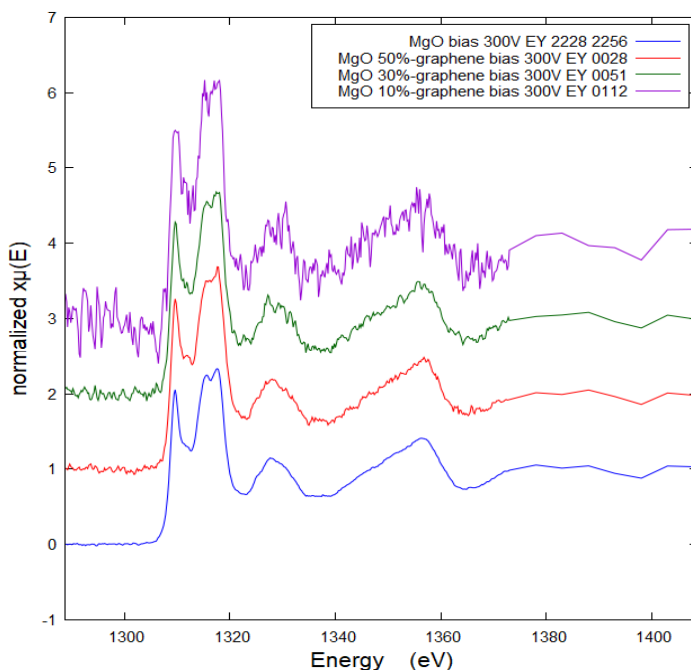
Volt Bias : 300V

- EY cell จะถูกปั๊มด้วย Dryscoll pump ให้มีความดันประมาณ 1 mbar ตลอดเวลาขณะทำการวัด

4. ผลการทดสอบ

จากผลการทดสอบพบว่าคุณภาพของสเปกตรัมนั้นแย่งลงเมื่อปริมาณความเข้มข้นของอะตอม Mg ลดน้อยลง โดยที่มีค่าอัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนอยู่ที่ 171.1, 58.96, -68, -146 สำหรับ 100%wt, 50%wt, 30%wt และ 10%wt ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 3 โดยจากรูปที่ 28 คุณภาพสเปกตรัมของตัวอย่างที่มีความเข้มข้นมากกว่า 30wt% นั้นยังถือว่ายอมรับได้ เพราะยังคงเห็นรายละเอียดของสเปกตรัม แต่ในกรณีของ Mg 10%wt นั้นคุณภาพแย่มาก มี Noise ค่อนข้างเยอะรายละเอียดสเปกตรัมหาย ดังแสดงในรูปที่ 28 ซึ่งควรจะเปลี่ยนไปวัดในโหมด Fluorescence มากกว่า

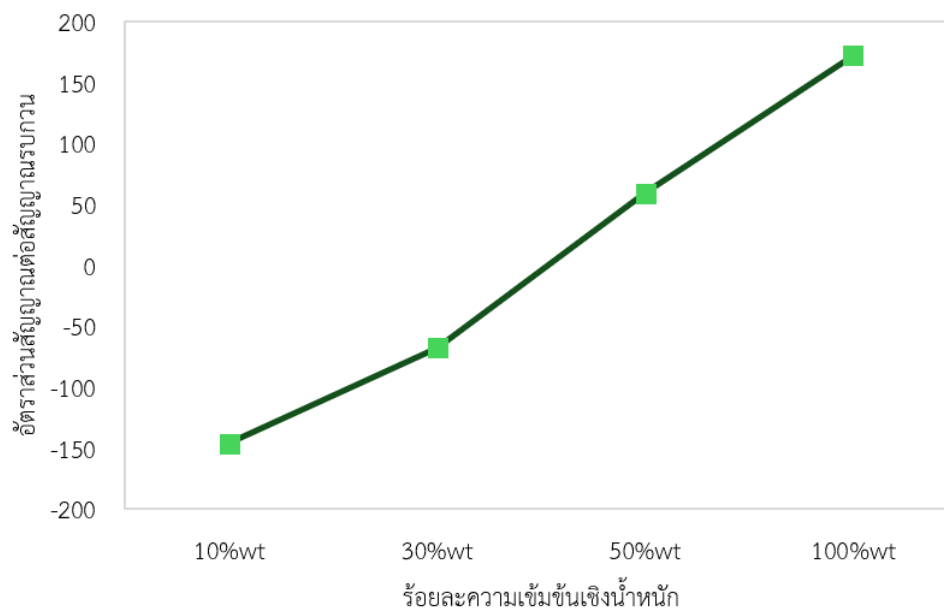
ดังนั้นในการพิจารณาเลือกโหมดในการวัดตัวอย่างว่าควรวัดใน EY หรือไม่ นอกจากพิจารณาการนำไฟฟ้าของตัวอย่างแล้ว ควรพิจารณาความเข้มข้นของอะตอมของธาตุที่เราสนใจด้วย โดยควรมีมากกว่า 30%wt ขึ้นไปจึงจะเหมาะในการวัดตัวอย่างในโหมด Electron yield ณ ระบบลำเลียงแสงที่ 8



รูปที่ 28 เปรียบเทียบสเปกตรัม Mg K-edge ที่มีความเข้มข้นของอะตอม Mg ต่างกัน

ตารางที่ 3 ผลการคำนวณหาค่า อัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน

Sample	h	H	S/N
MgO(Mg100%wt)	0.013	1.09	171.75
MgO+Graphite(Mg50%wt)	0.016	0.48	58.96
MgO+Graphite(Mg30%wt)	0.020	-0.68	-68.0
MgO+Graphite(Mg10%wt)	0.026	-1.86	-146.1



รูปที่ 29 เปรียบเทียบค่าอัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนของตัวอย่าง

6. สรุปผล

จากการดำเนินงานออกแบบ พัฒนา และทดสอบระบบการวัดในโหมด Electron Yield (EY) สามารถสรุปผลสัมฤทธิ์ในแต่ละส่วนได้ดังนี้

การพัฒนา Sample Holder: การเคลือบผิว Sample holder ชนิด SUS304 ด้วยทองคำ (Au) ที่ความหนาประมาณ 200 ไมครอน ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการสัมผัสทางไฟฟ้า (Electronic contact) ส่งผลให้การระบายประจุบนผิวตัวอย่างทำงานได้ดีเยี่ยมสเปกตรัมที่ได้รับมีความราบเรียบปราศจากสัญญาณรบกวน โดยมีค่า Signal-to-noise ratio (S/N) เพิ่มขึ้นจาก 86.84 (ใน SUS304 แบบเดิม) เป็น 440.08 หรือดีขึ้นประมาณ 5 เท่า และกระแสอิเล็กตรอนที่ทดแทนบนผิวตัวอย่างเพิ่มขึ้น 2.12 เท่า

การพัฒนา In-situ Heating Cell: การออกแบบ Chamber โดยใช้ Ceramic fiber insulator และ Ceramic block insulator สามารถกั้นความร้อนไม่ให้แผ่ไปยังส่วนอื่น ๆ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ แม้ในระยะแรกจะพบปัญหา Platinum micro heater เกิดการปริแตกและขาดเมื่อทำอุณหภูมิสูง แต่เมื่อมีการปรับแบบไปใช้ Heater rod ที่มีขนาดใหญ่และทนทานขึ้น ระบบสามารถจ่ายกระแสจนทำอุณหภูมิได้ประมาณ 550 องศาเซลเซียส โดยวัดอุณหภูมิที่ตำแหน่งตัวอย่างได้จริงที่ 470 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถใช้เป็นฐานในการสอบเทียบอุณหภูมิ (Temperature calibration) และปรับปรุงเพื่ออุณหภูมิที่สูงขึ้นต่อไป

การศึกษาขีดจำกัดความเข้มข้นของอะตอมในโหมด EY จากการทดสอบวัดขอบการดูดกลืนของแมกนีเซียม (Mg K-edge) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ (100%wt, 50%wt, 30%wt และ 10%wt) พบว่าคุณภาพของสเปกตรัมแปรผันตามระดับความเข้มข้น โดยเกณฑ์ขั้นต่ำที่ยอมรับได้คือร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก (30%wt) หากความเข้มข้นลดลงถึงระดับ 10%wt อัตราส่วนสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนจะติดลบ และมี Noise กลบรายละเอียดของสเปกตรัมจนสูญเสียข้อมูลสำคัญ ดังนั้น หากตัวอย่างมีความเข้มข้นน้อยกว่า 30%wt ผู้ใช้งานควรพิจารณาเปลี่ยนไปใช้โหมดการวัดแบบการเรืองรังสีเอกซ์ (Fluorescence mode) แทน

7. กลุ่มผู้ใช้ประโยชน์

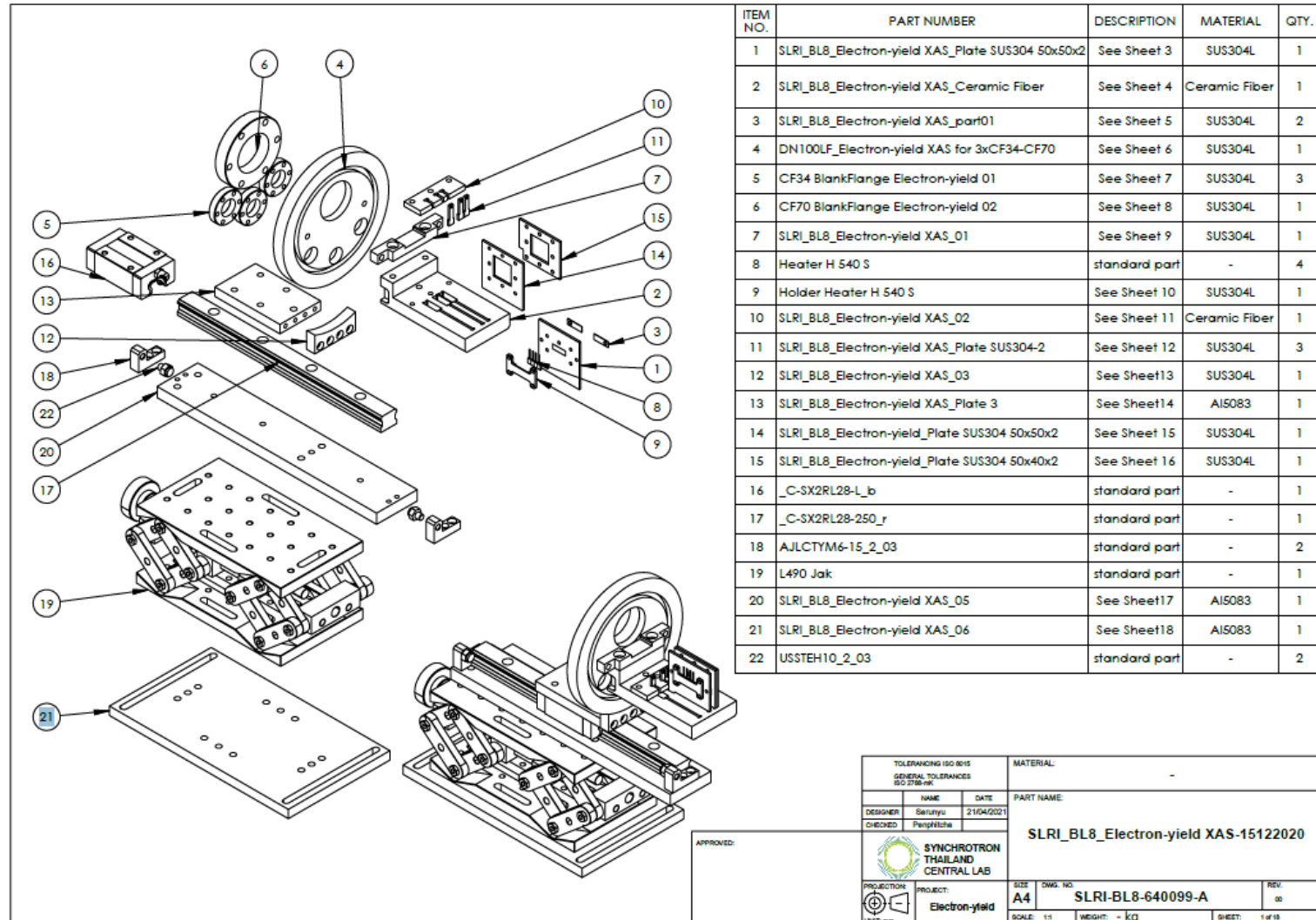
นักวิทยาศาสตร์ระบบลำเลียงแสง นักวิทยาศาสตร์ประจำห้องปฏิบัติการ ผู้ให้บริการแสงซินโครตรอน ของสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน

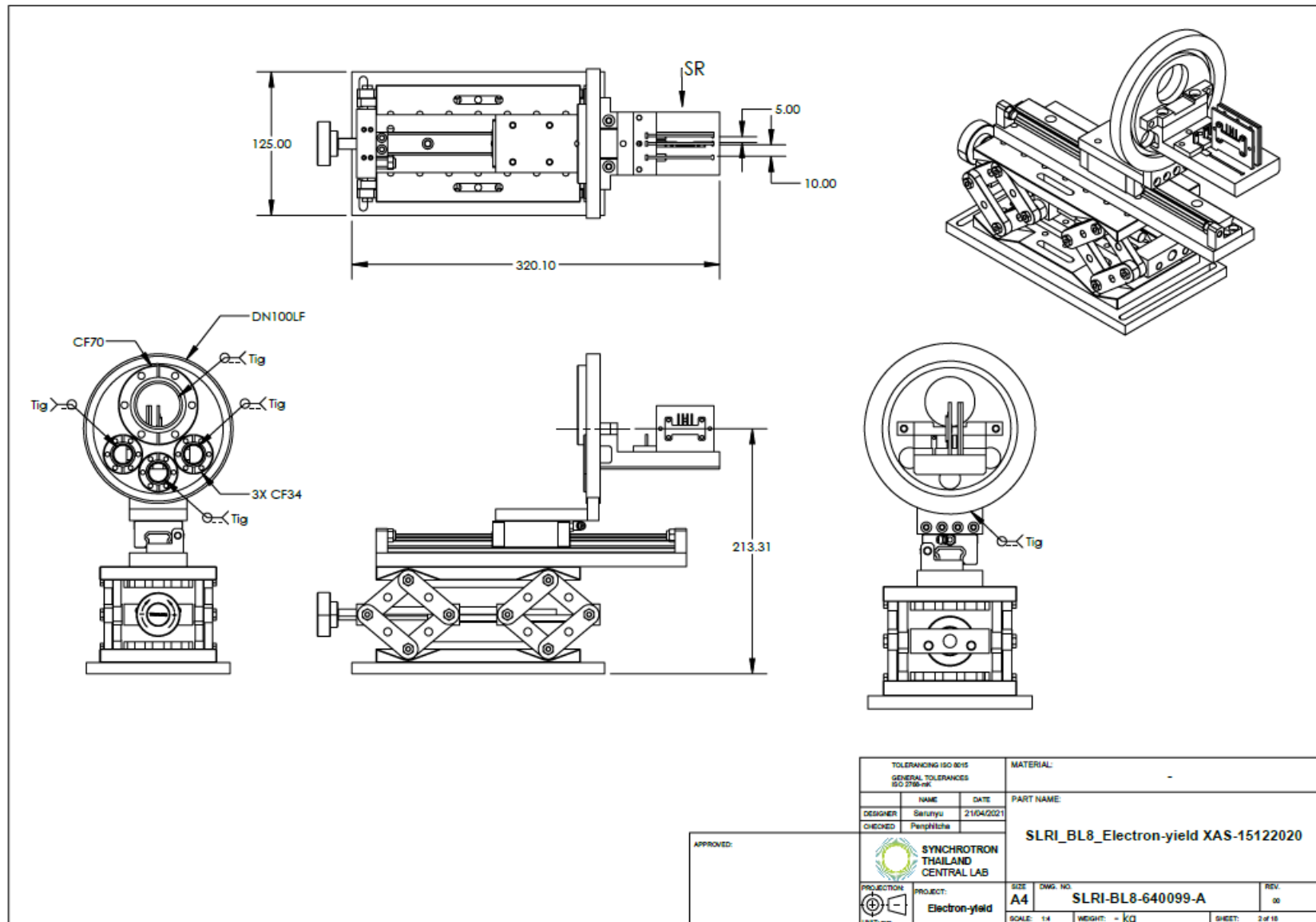
เอกสารอ้างอิง

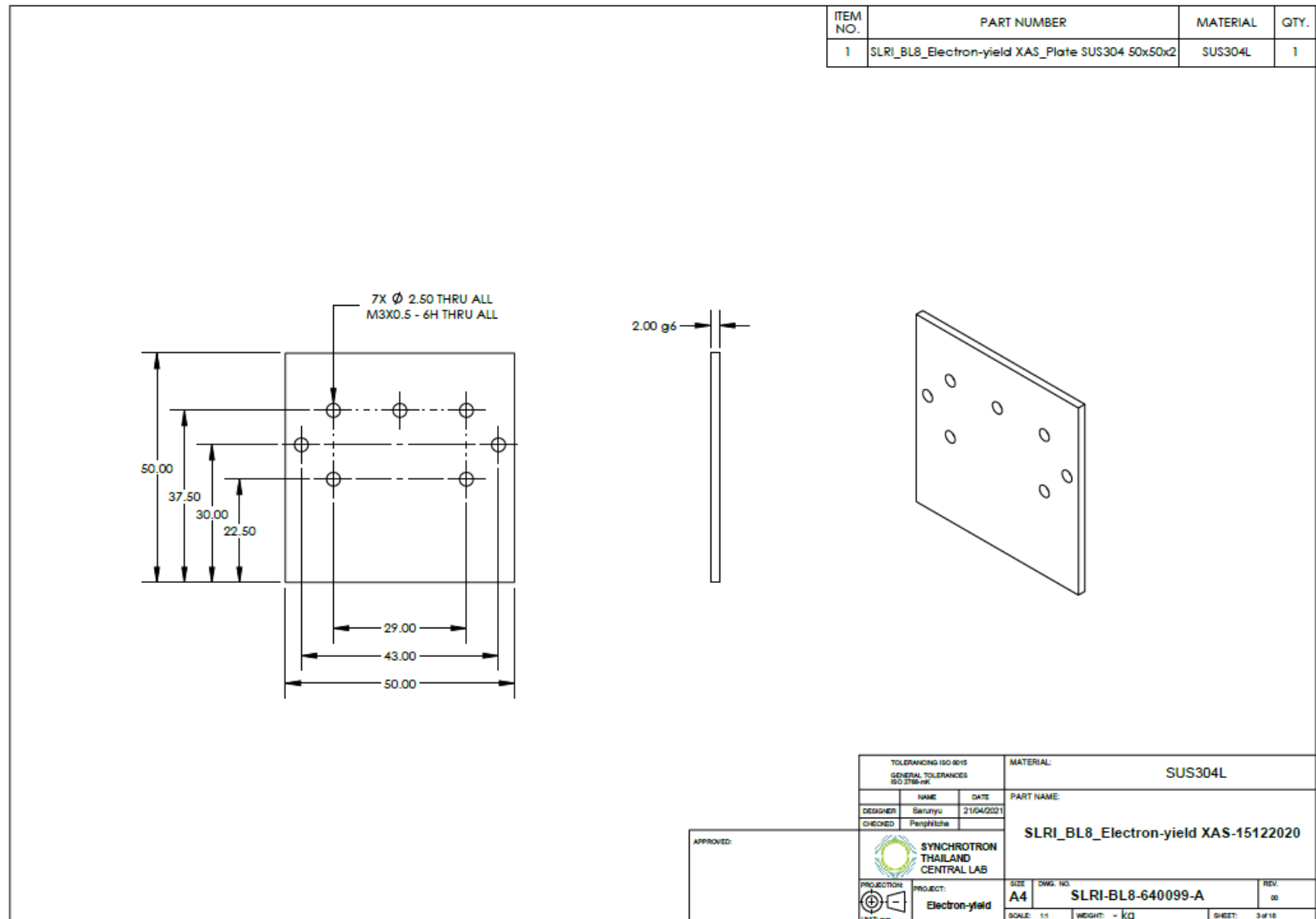
- [1] Stöhr, J. (1992). NEXAFS Spectroscopy. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [2] de Groot, F., & Kotani, A. (2008). Core Level Spectroscopy of Solids. CRC Press.
- [3] Hähner, G. (2006). Near Edge X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy as a Tool to Probe Electronic and Structural Properties of Thin Organic Films and Liquids. Chemical Reviews, 106(8), 3141-3169.
- [4] Henderson, G. S., de Groot, F. M. F., & Moulton, B. J. A. (2014). X-ray Absorption Near-Edge Structure (XANES) Spectroscopy. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 78(1), 75-138.
- [5]. Ohring, M. (2001). Materials Science of Thin Films: Deposition and Structure (2nd ed.). Academic Press.
- [6] Smith, D. L. (1995). Thin-Film Deposition: Principles and Practice. McGraw-Hill Education.
- [7] Mattox, D. M. (2010). Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing (2nd ed.). William Andrew Publishing.
- [8] Seshan, K. (2002). Handbook of Thin Film Deposition Processes and Techniques (2nd ed.). Noyes Publications.
- [9] Wasa, K., Kitabatake, M., & Hideaki, A. (2004). Thin Film Materials Technology: Sputtering of Compound Materials. William Andrew.
- [10] Glocker, D. A., & Shah, S. I. (1995). Handbook of Thin Film Process Technology. Institute of Physics Publishing.
- [11] Tardif, S. (2011). Nanocolonnes de GeMn: propriétés magnétiques et structurales à la lumière du synchrotron (Doctoral dissertation, Université de Grenoble).l
- [12] เดชมงคล. (2564, 19 มกราคม). ข้อมูลจากเทคนิค XAS บอกอะไร/ตัวอย่างงานวิจัย. สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน).<https://www.slri.or.th/th/beamline/bl8-xas.html?view=article&id=4590&catid=282>
- [13] Kurt J. Lesker Company. (n.d.). Thermal evaporation system [Diagram]. Retrieved August 10, 2026, from <https://www.lesker.com/>
- [14] ATC Semitec. (n.d.). YAGEO Nexensos H540S RTD Micro-heater. Retrieved August 10, 2026, from <https://atcsemitec.co.uk/product/h540s-micro-heater-atc-semitec/>
- [15] RS Components. (ม.ป.ป.). RS PRO Cartridge heater [Photograph]. สืบค้น 10 สิงหาคม 2569, จาก <https://uk.rs-online.com/>

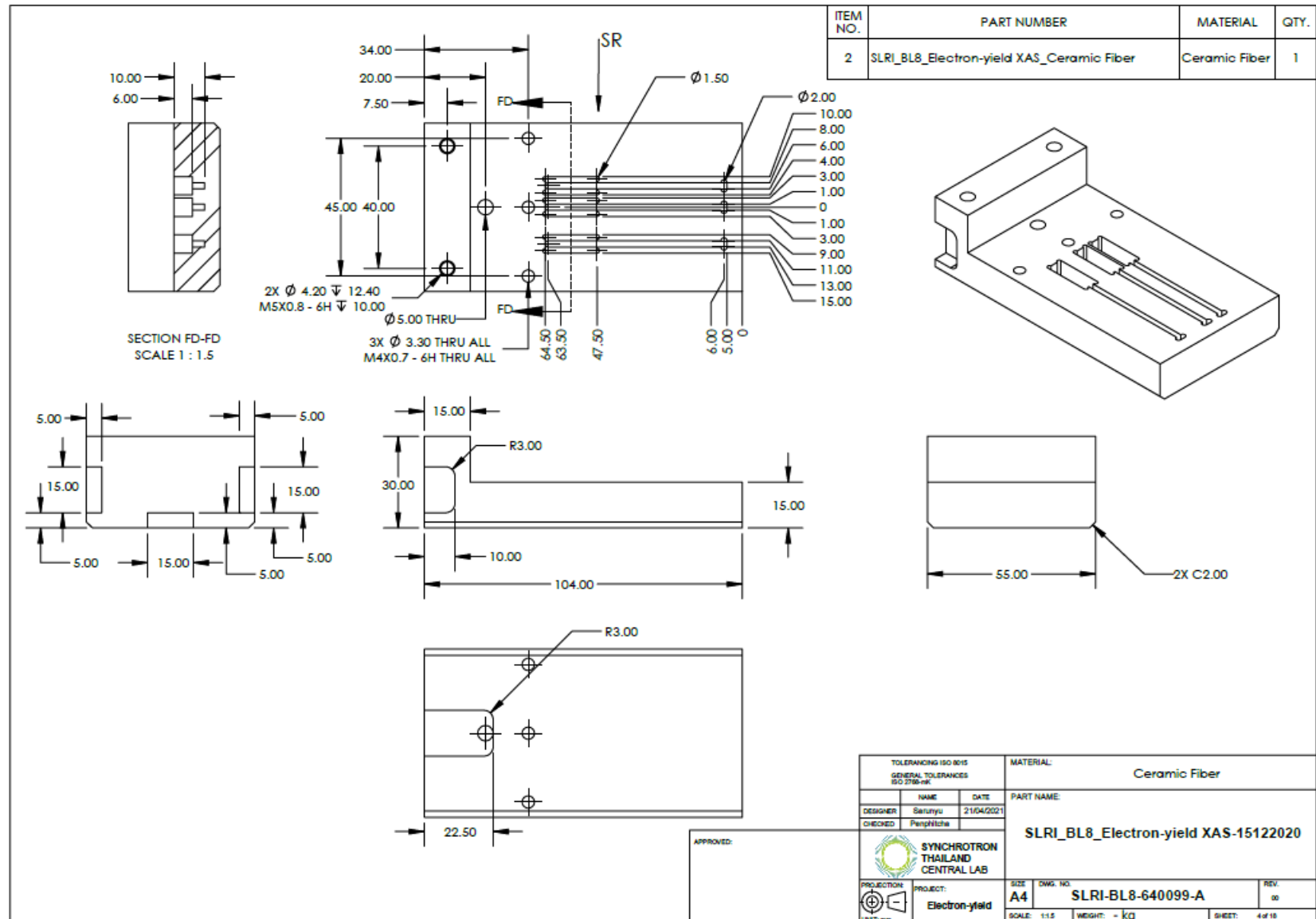
ภาพผนวก

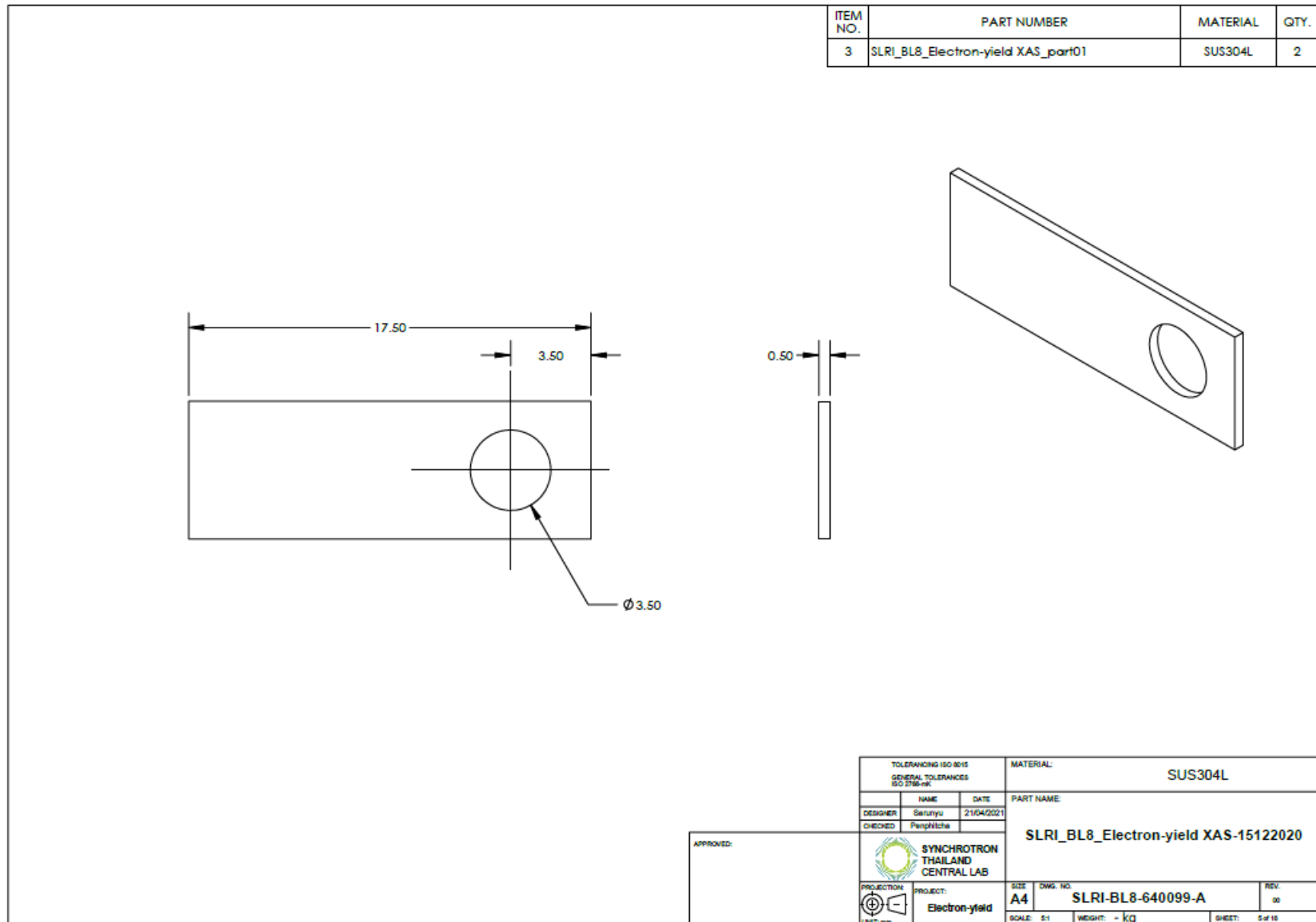
แบบทางวิศวกรรม

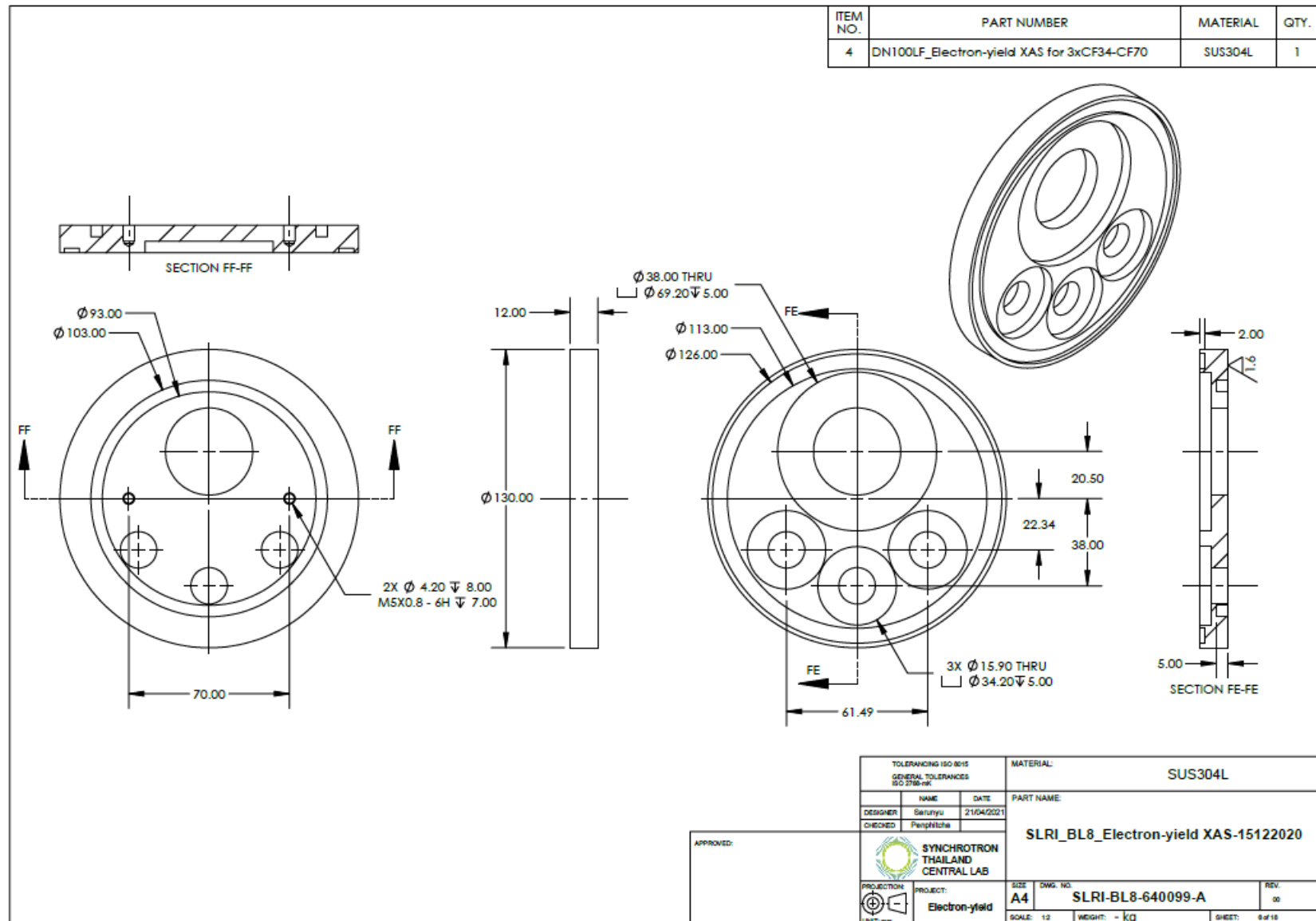


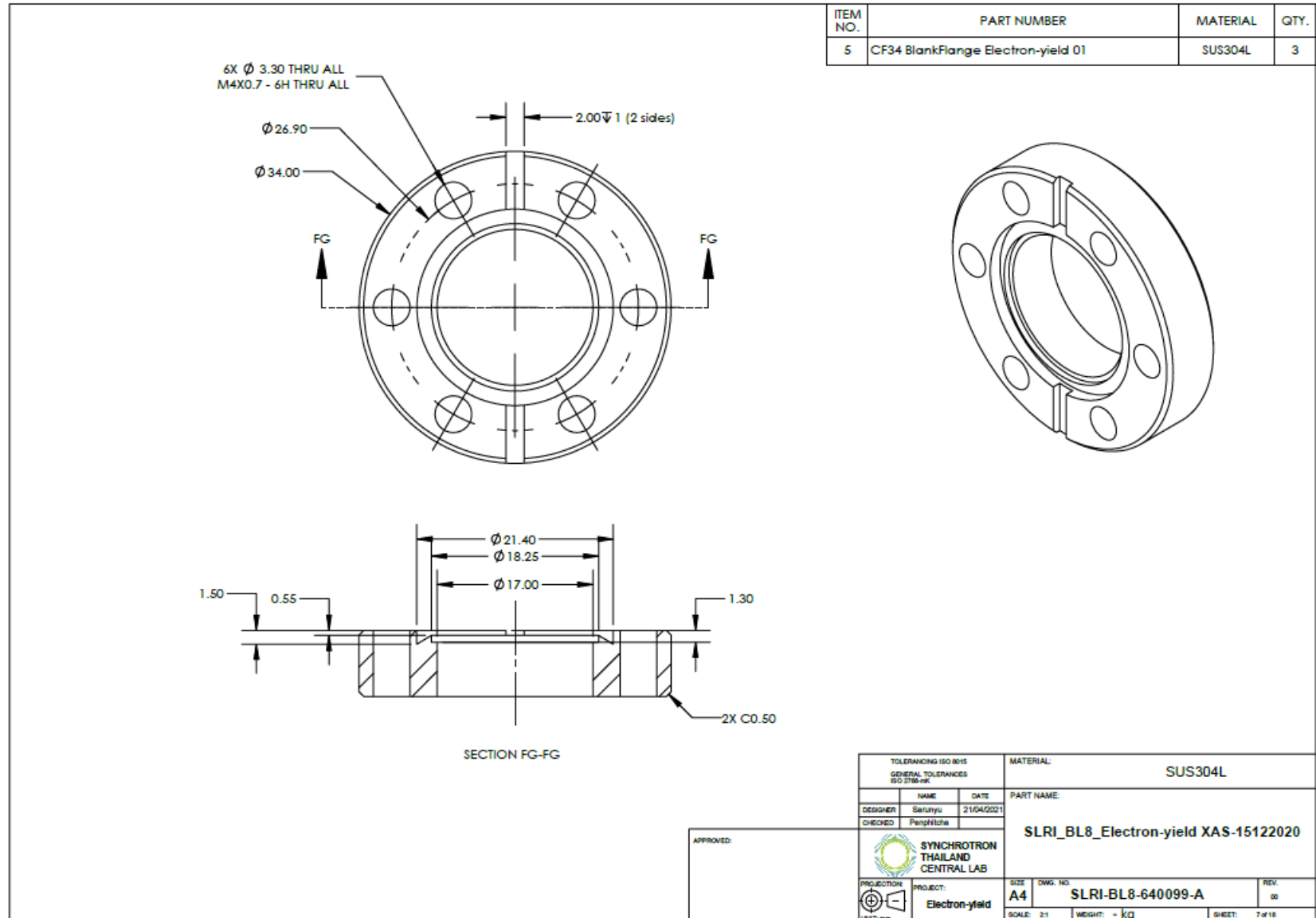


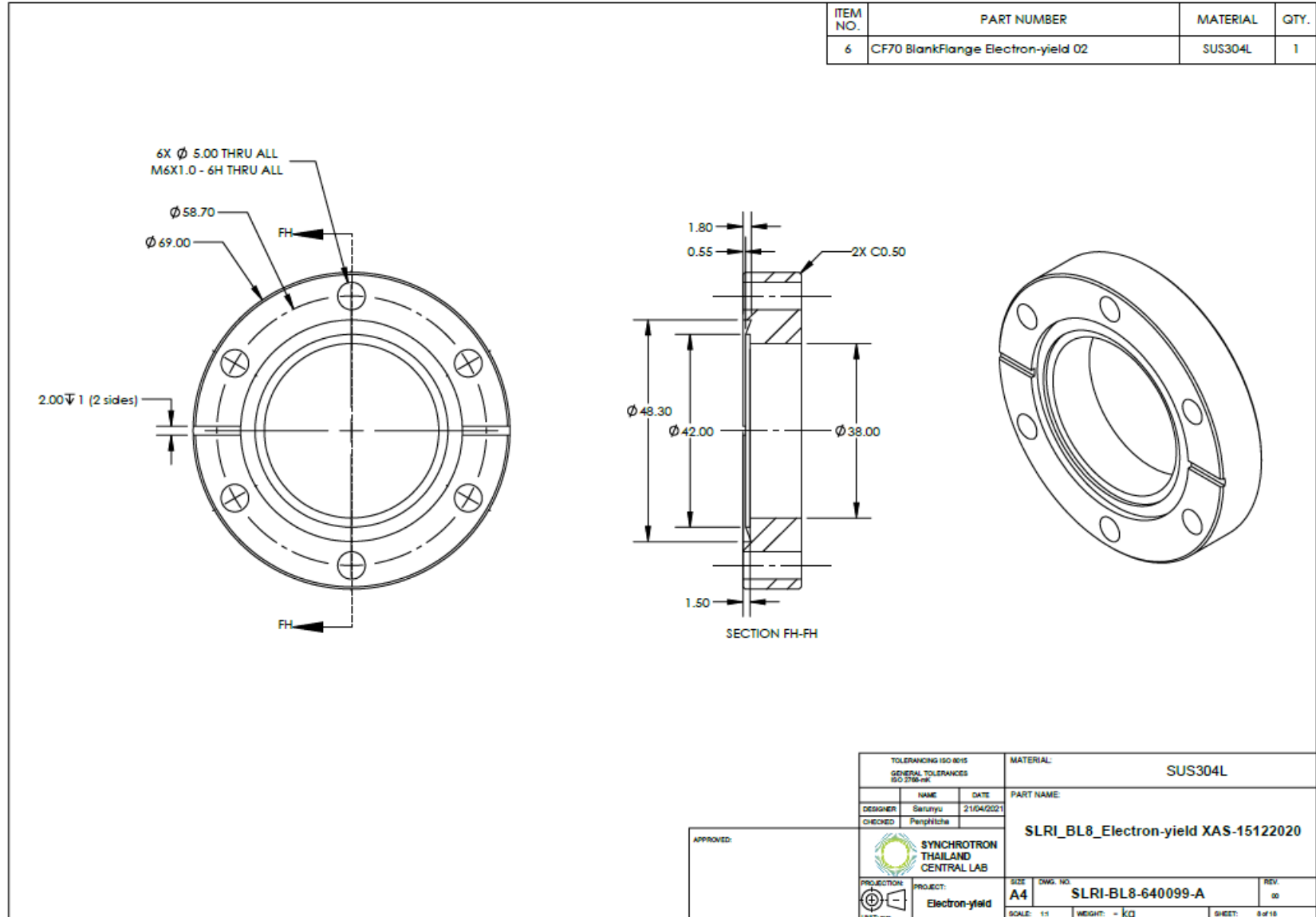




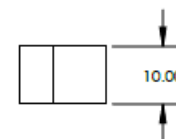
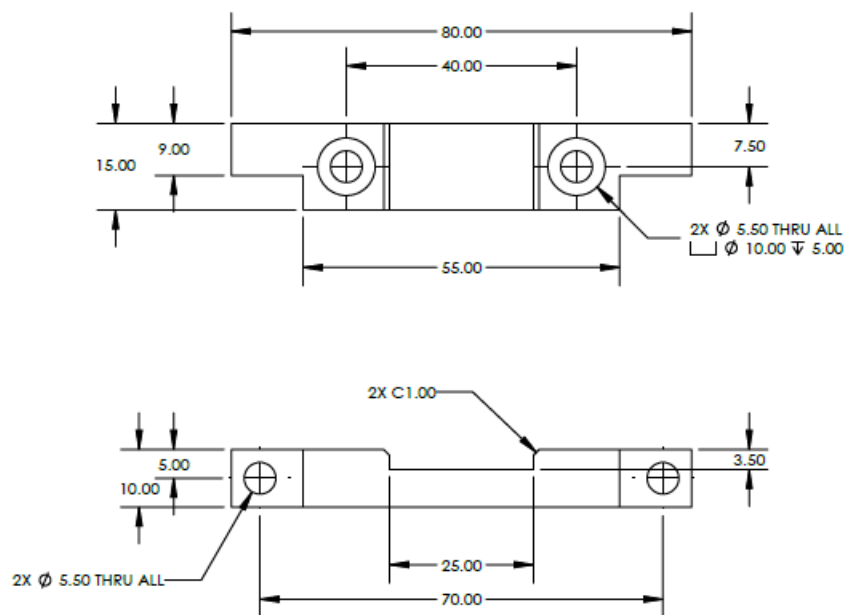
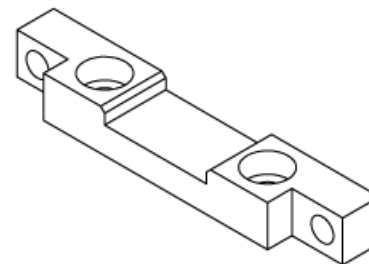








ITEM NO.	PART NUMBER	MATERIAL	QTY.
7	SLRI_BL8_Electron-yield XAS_01	SUS304L	1



TOLERANCING ISO 8015 GENERAL TOLERANCES ISO 2768-M		MATERIAL: SUS304L	
NAME: DATE:		PART NAME:	
DESIGNER: Serinyu 21/04/2021		SLRI_BL8_Electron-yield XAS-15122020	
CHECKED: Pengphichai			
 SYNCHROTRON THAILAND CENTRAL LAB			
 PROJECTION: FIRST ANGLE	PROJECT: Electron-yield	SIZE: A4 SCALE: 1:1	DWG. NO.: SLRI-BL8-640099-A WEIGHT: = kg
		REV: 00	SHEET: 0 of 10

