

Technical report

Beamline 5.2 SUT-NANOTEC-SLRI XAS

Period : September 2018 – February 2019

By

Dr. Pinit Kidkhunthod

Dr. Suchinda Sattayaporn

Mr.Somboonsup Rodporn

Ms.Thanchaya Chubkhuntod

BL5.2 SUT-NANOTEC-SLRI XAS Beamline

Research Facility Department

Synchrotron Light Research Institute (Public Organization)

สารบัญ

เรื่อง

หน้า

การทดสอบ Spectral resolution รอบ 2561-2 สำหรับ XANES and EXAFS spectra (1)	1
การทดสอบ Spectral resolution รอบ 2561-2 สำหรับ XANES and EXAFS spectra (2)	9
Beamline 5.2 Maintenance	15
Beam Alignment.....	17
การตรวจสอบคุณภาพของสัญญาณ IO ก่อนหยุดและหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค (1)	23
รายงานความผิดปกติของสัญญาณ IO (2)	36
Flux influence on XAS spectra.....	39
การใช้ผลึก KTP เพื่อวัดธาตุ Aluminium	43
การเกิดปัญหา Pressure FLSM3 Error.....	48

การทดสอบ Spectral resolution รอบ 2561-2 สำหรับ XANES and EXAFS spectra (1)

วันที่ 04/10/2561

ทำการเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารมาตรฐาน 3 edge energies คือ Cu K-edge Ti K-edge และ S K-edge เพื่อคุณภาพของสเปกตรัม ดังนี้

1. คุณภาพสเปกตรัม (signal to noise ratio)
2. คุณภาพสเปกตรัม (k – space, R – space)

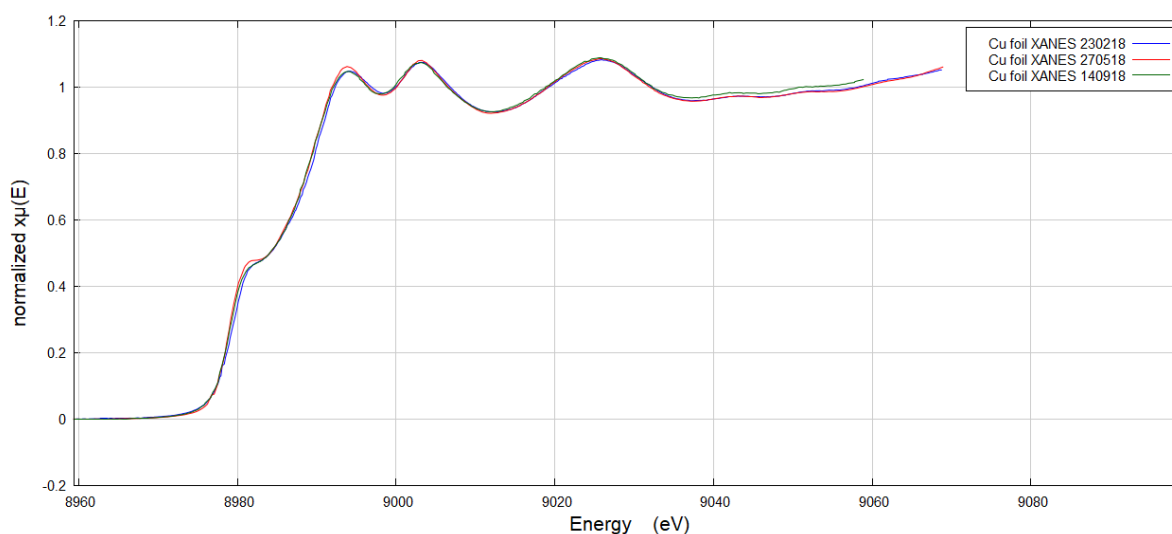
เนื่องจากการบำรุงรักษาเครื่องเร่งอนุภาคและได้มีการติดตั้งแม่เหล็กอุปกรณ์แทรกสำหรับระบบลำเลียงแสง BL5.1 เมื่อรอบปิดแสง (มิ.ย. – ก.ย. 61) ที่ผ่านมา โดยสเปกตรัมที่ได้จะนำมาเปรียบเทียบสเปกตรัมที่วัดก่อนการปิดบำรุงเครื่องเร่งอนุภาคในช่วงเวลาดังกล่าวดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ทดสอบระบบสำหรับธาตุการวัด XANES และ EXAFS ของธาตุต่างๆ

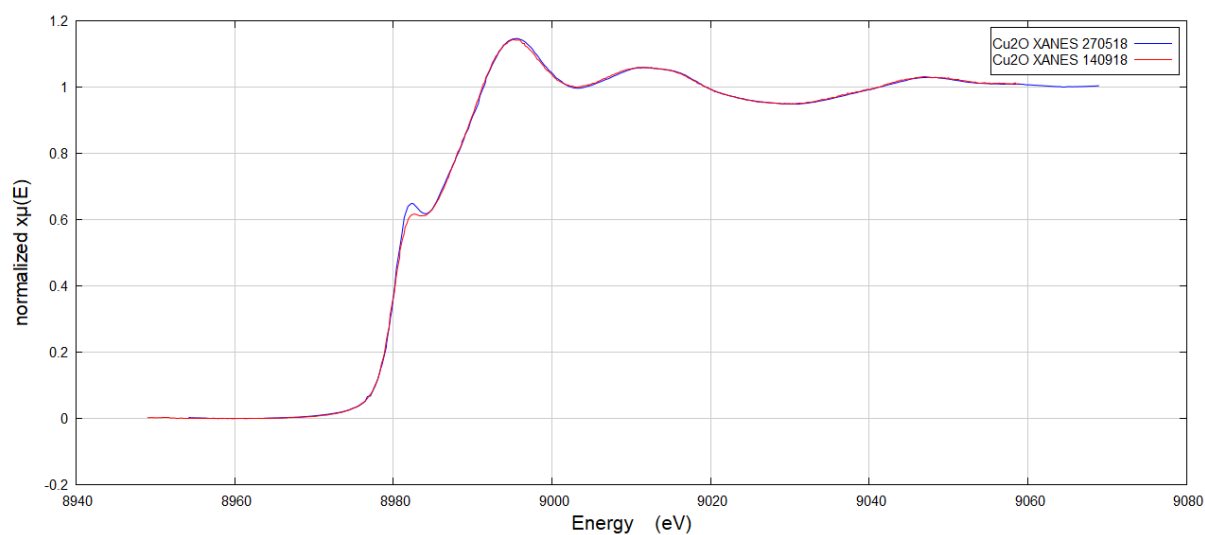
วันที่	ธาตุ	ผลึก	ตัวอย่าง
14/09/61	Cu K-edge	Ge(220)#02	Cu foil, Cu ₂ O และ CuO
15/09/61	Ti K-edge	Ge(220)#02	Ti foil, TiO ₂ rutile และ TiO ₂ anatase
15/09/61	S K-edge	InSb(111)#02	FeSO ₄ •7H ₂ O

1) Cu K-edge

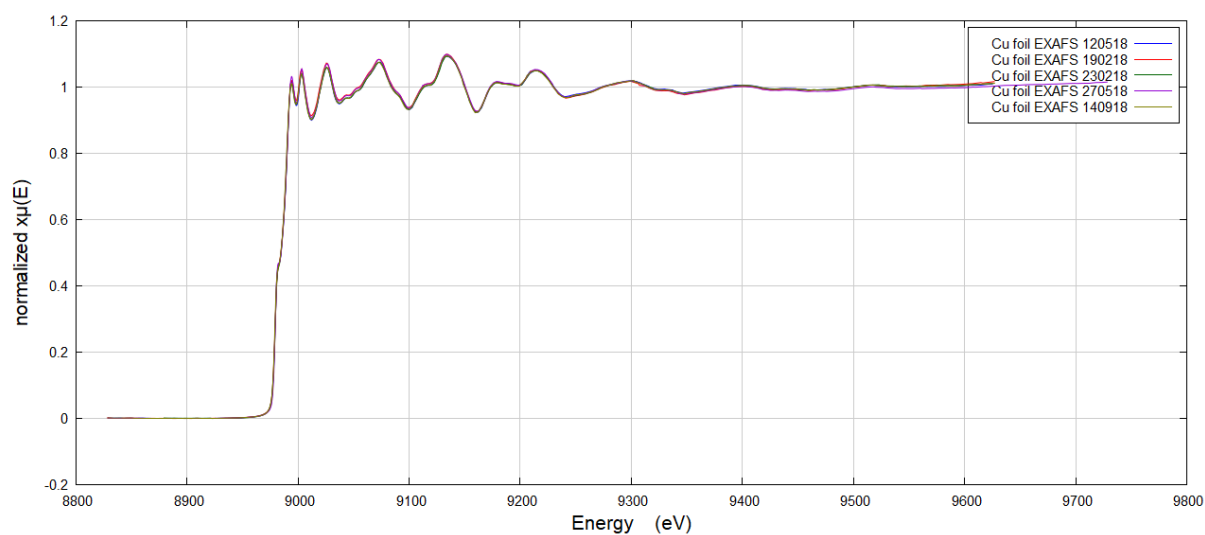
- 23/02/2018: Current = 1.18 nA, X-ray flux = 1.508×E08 photons/s
- 27/05/2018: Current = 3.86 nA, X-ray flux = 5.184×E08 photons/s
- 14/09/2018: Current = 2.33 nA, X-ray flux = 6.729×E08 photons/s



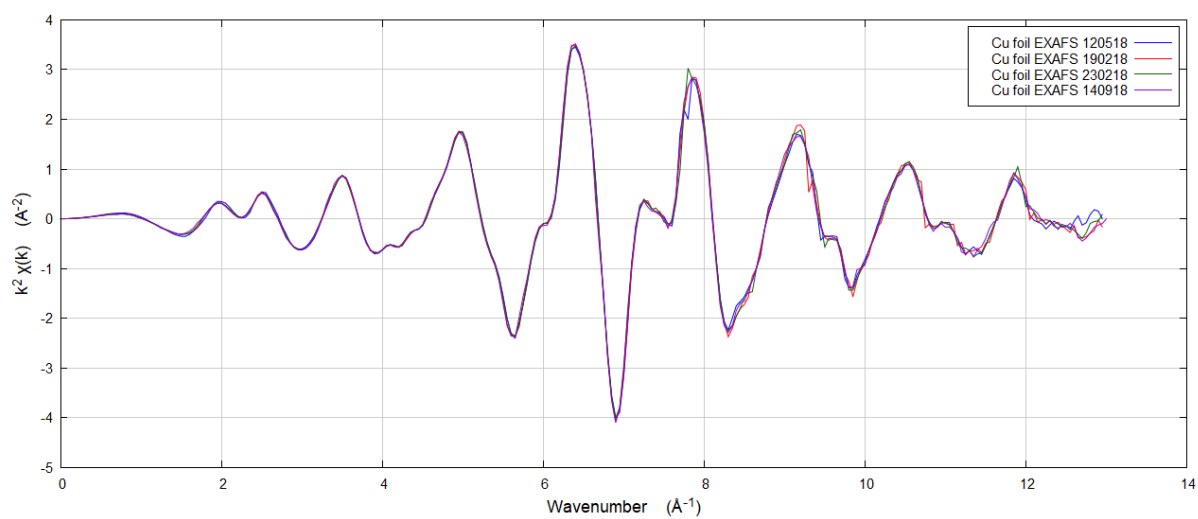
รูปที่ 1 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม XANES ที่ Cu K-edge ด้วย Cu foil



รูปที่ 2 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม XANES ที่ Cu K-edge ด้วยผง Cu_2O

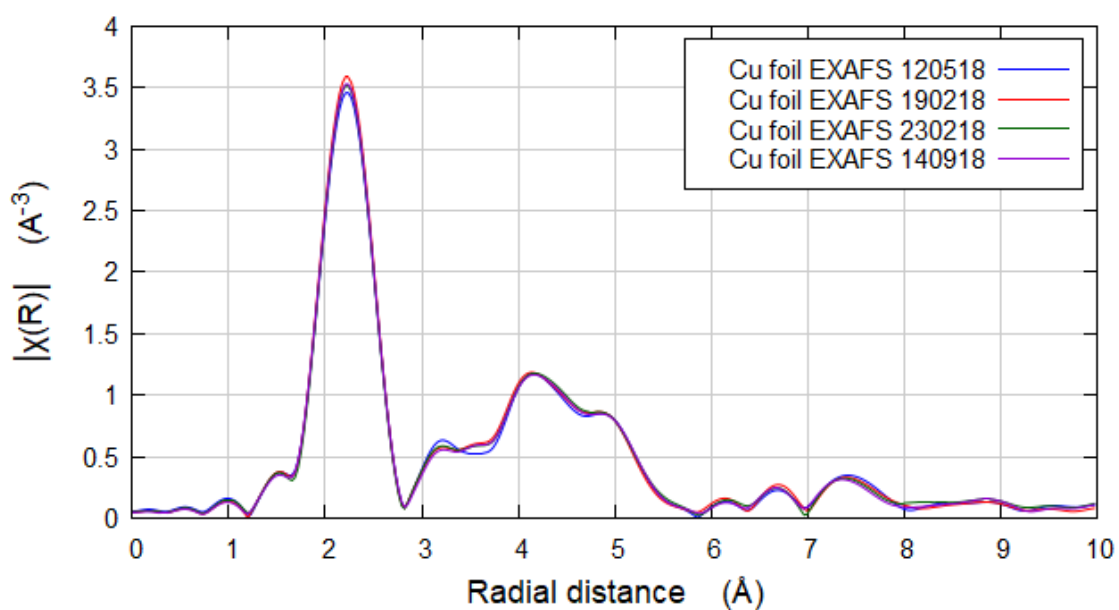


รูปที่ 3 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ Cu K-edge ด้วย Cu foil



รูปที่ 4 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ Cu K-edge ด้วย Cu foil ในลักษณะ Wavenumber ($\text{\AA}^{-1}$)

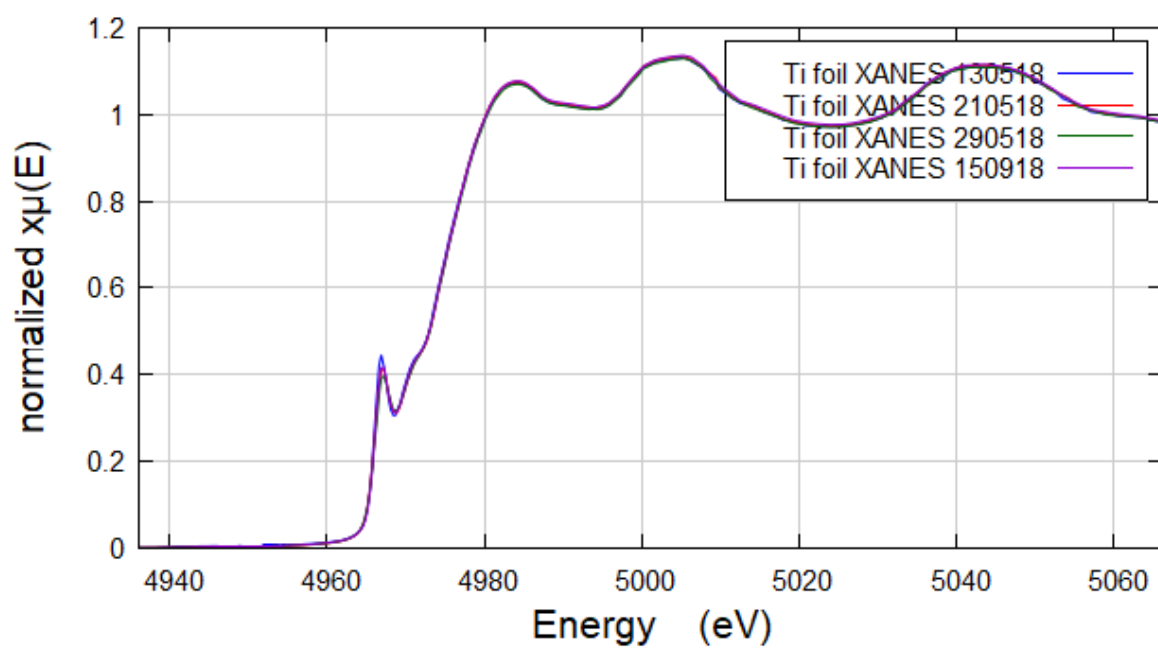
FT : k^3 -weight = $3-9.5 \text{ \AA}^{-1}$



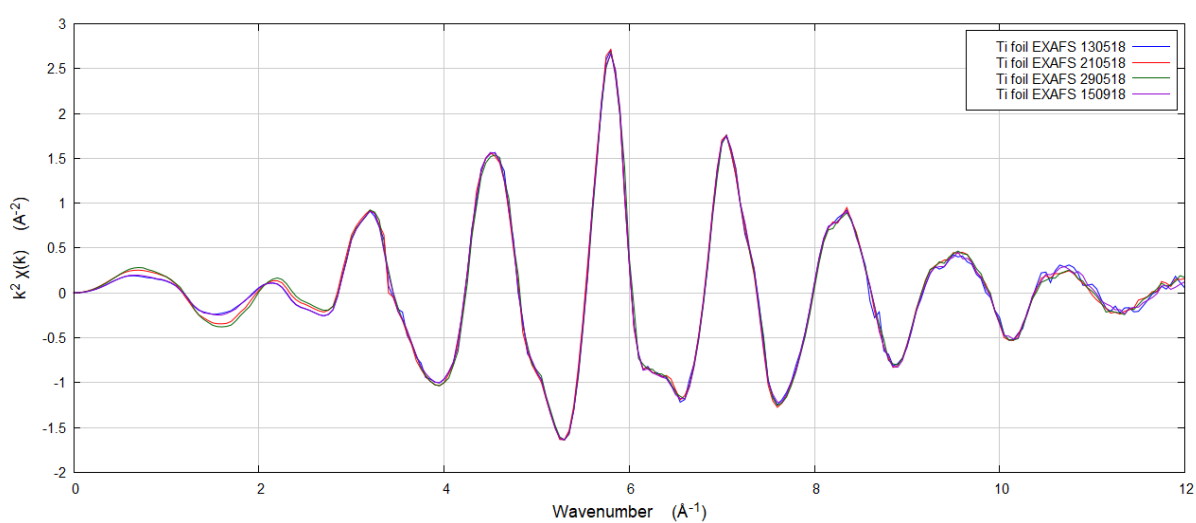
รูปที่ 5 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ Cu K-edge ด้วย Cu foil ในลักษณะ Radial distance

2) Ti K-edge

- 13/05/2018: Current = 27.84 nA, X-ray flux = 8.249×10^9 photons/s
- 21/05/2018: Current = 12.17 nA, X-ray flux = 3.036×10^9 photons/s
- 29/05/2018: Current = 11.98 nA, X-ray flux = 2.962×10^9 photons/s
- 15/09/2018: Current = 13.88 nA, X-ray flux = 3.646×10^9 photons/s

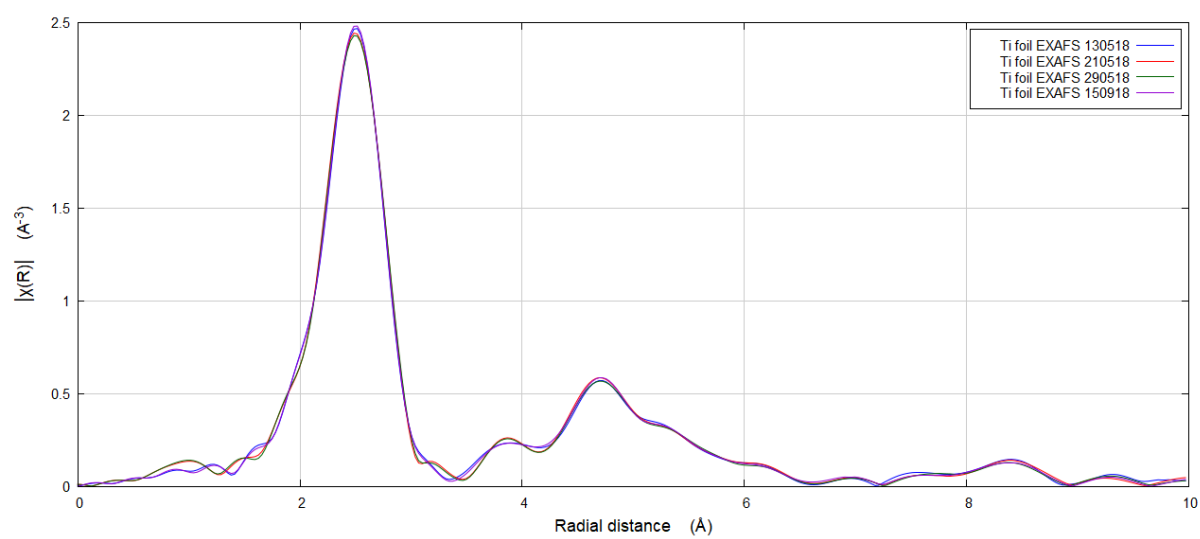


รูปที่ 6 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม XANES ที่ Ti K-edge ด้วย Ti foil



รูปที่ 7 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ Ti K-edge ด้วย Ti foil ในลักษณะ Wavenumber ($\text{\AA}^{-1}$)

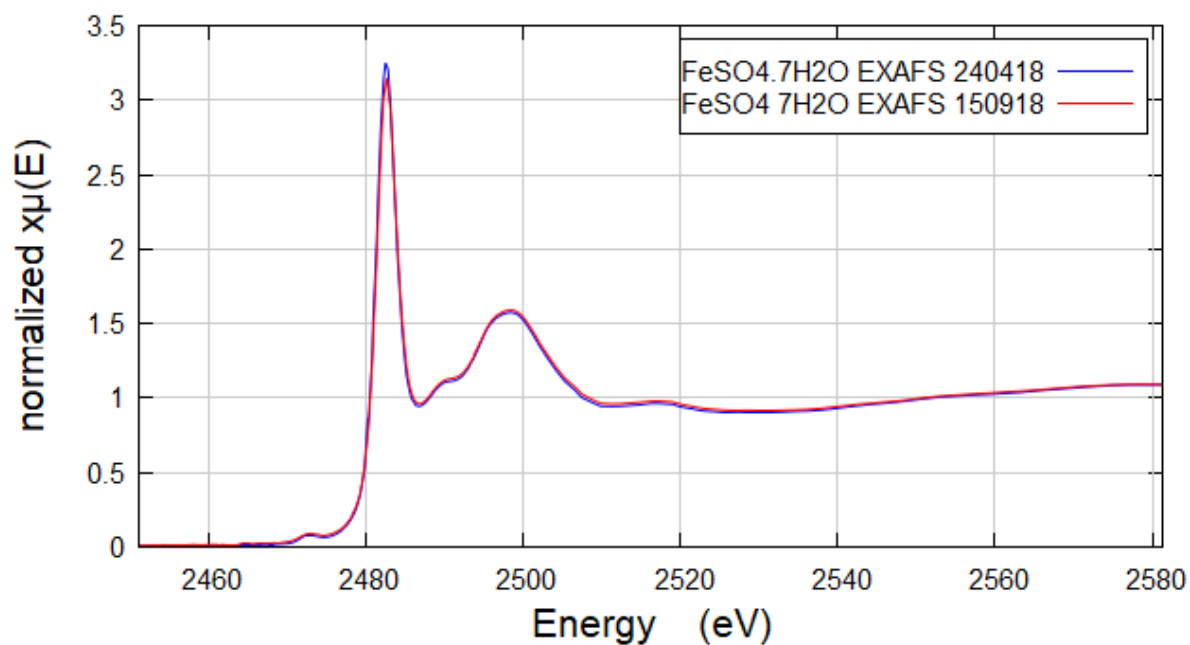
FT : k^3 -weight = $3-9.5 \text{ \AA}^{-1}$



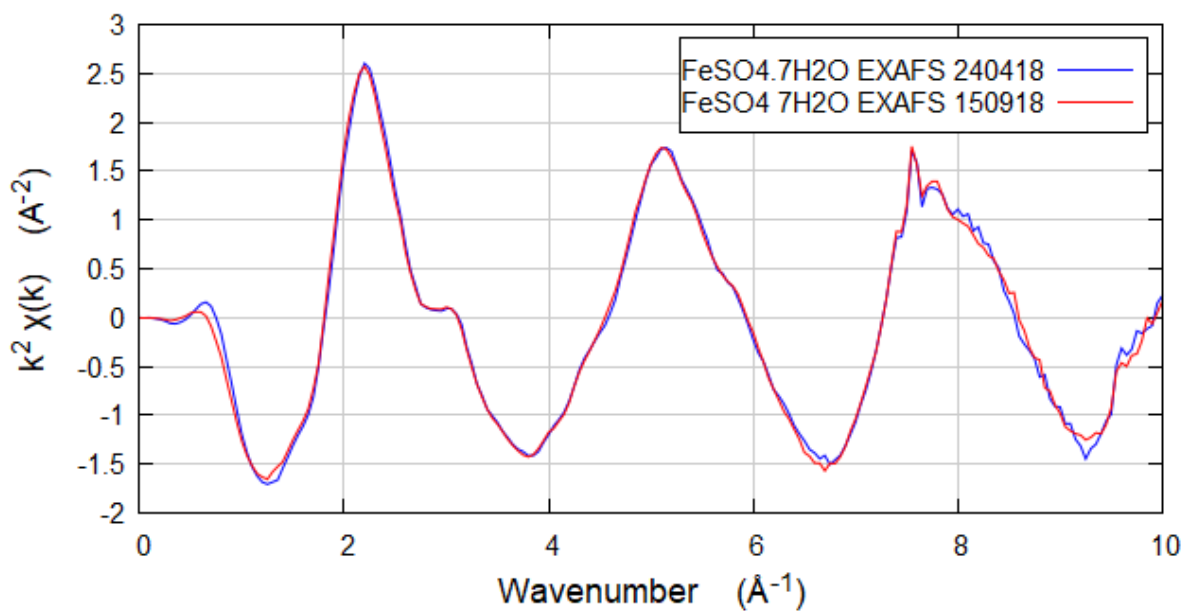
รูปที่ 8 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ Ti K-edge ด้วย Ti foil ในลักษณะ Radial distance

3) S K-edge

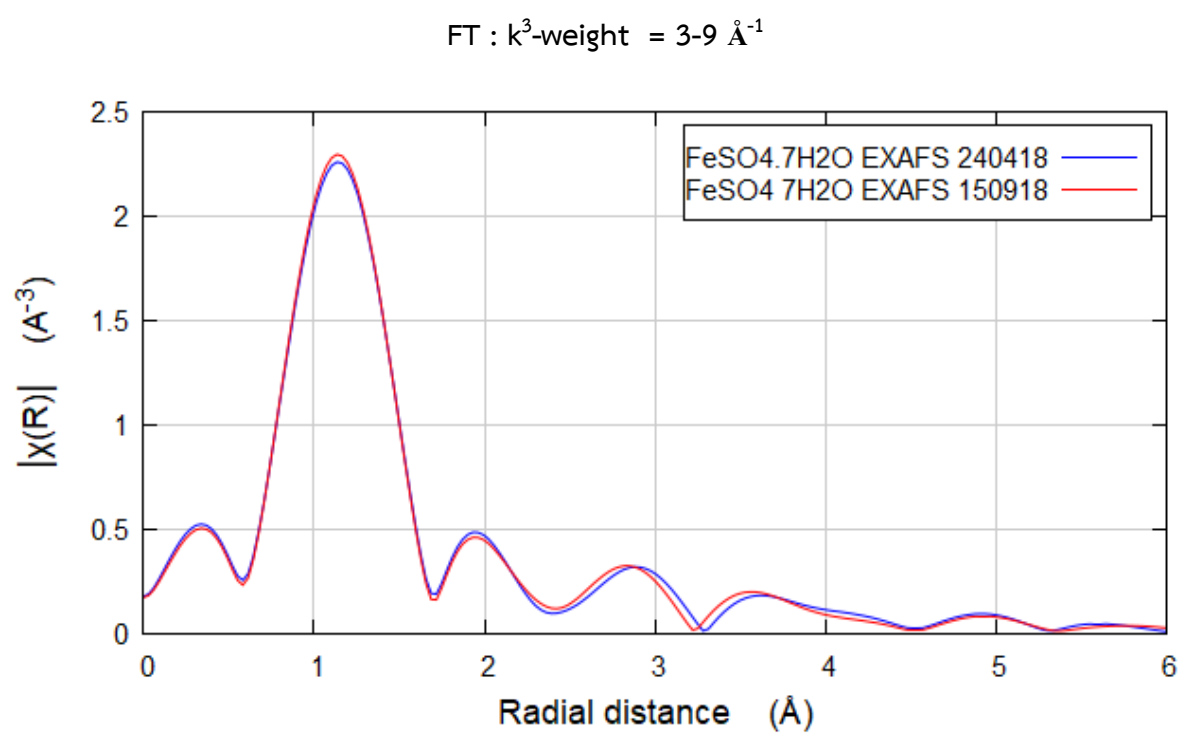
- 24/04/2018: Current = 21.3 nA, X-ray flux = 1.452×10^{10} photons/s
- 15/09/2018: Current = 36.1 nA, X-ray flux = 4.359×10^{10} photons/s



รูปที่ 9 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม XANES ที่ S K-edge ด้วยผง $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 10 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ S K-edge ด้วยผง $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ในลักษณะ Wavenumber ($\text{\AA}^{-1}$)



รูปที่ 11 เปรียบเทียบการวัดสเปกตรัม EXAFS ที่ S K-edge ด้วยผง $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ในลักษณะของ Radial distance

การทดสอบ Spectral resolution รอบ 2561-2 สำหรับ XANES and EXAFS spectra (2)

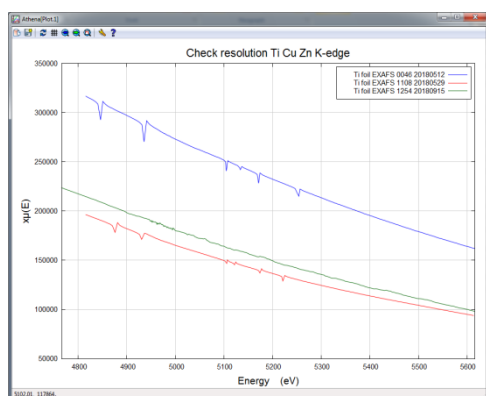
วันที่ 27/10/2561

ทำการเปรียบเทียบสเปกตรัมของ สารมาตรฐาน 3 edge energies คือ Ti K-edge Cu K-edge และ Zn K-edge เพื่อดูคุณภาพของสเปกตรัม ดังนี้

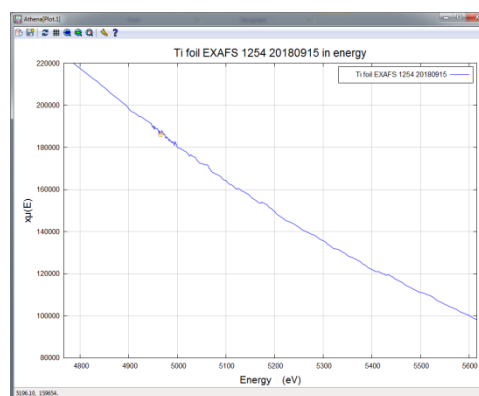
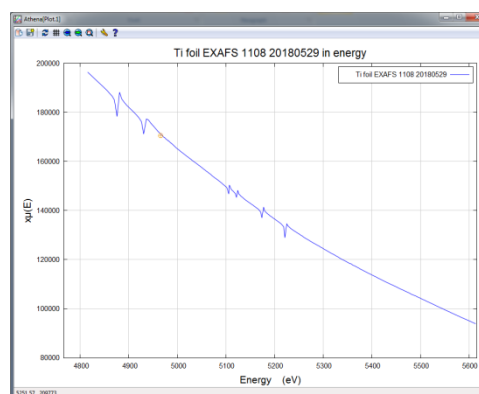
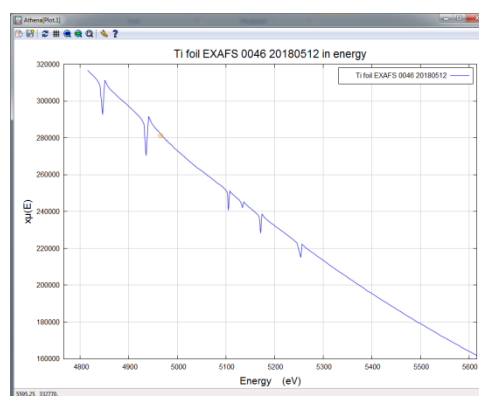
3. ค่า I0 และ ความผิดพร่องของผลึก
4. คุณภาพสเปกตรัม (signal to noise ratio)
5. คุณภาพสเปกตรัม (k – space, R – space)

เนื่องจากการติดตั้ง แม่เหล็กอุปกรณ์แทรกบริเวณ BL5.1 เมื่อรอบปิดแสง (มิ.ย. – ก.ย. 61) ที่ผ่านมา หลังจากเปิดแสง แล้วพบว่า ค่า I0 ที่วัดได้นั้นมีคุณภาพแย่ง หลังจากเปรียบเทียบกับค่า I0 ก่อนมีการติดตั้งแม่เหล็กอุปกรณ์ สังเกตได้จากค่า I0 และค่าสเปกตรัม โดยปัญหาที่พบอาจเกิดจากการติดตั้งที่ไม่ได้ระนาบ คุณภาพแสงที่เปลี่ยนไป ผลึกอาจสกปรก หรือตำแหน่งแสงที่เปลี่ยนไปเล็กน้อย จึงต้องการทดสอบการติดตั้งและการปรับระนาบของผลึกเพื่อให้แน่ใจว่าปัญหาดังกล่าวไม่ได้เกิดจากผู้ปฏิบัติงาน และได้หาสาเหตุต่อไป

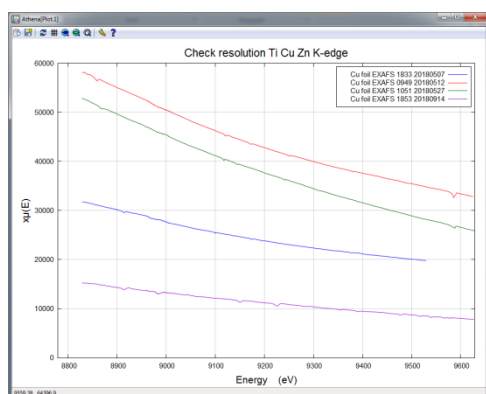
ตารางที่ 2 I_0 spectra เมื่อวัด XAS ด้วยธาตุ Ti K-edge



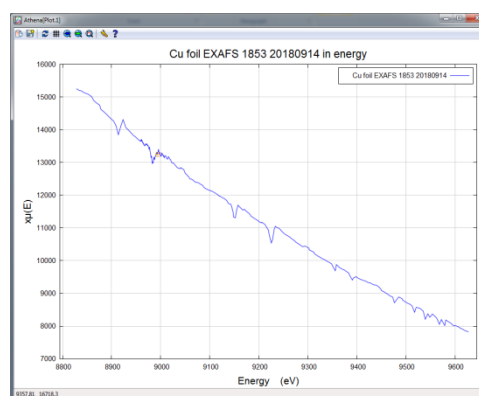
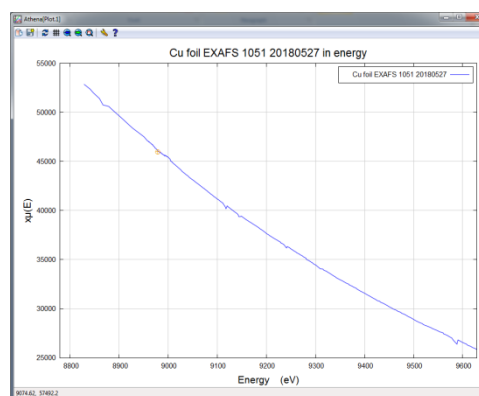
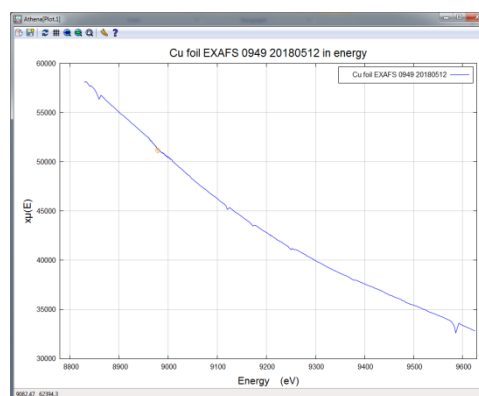
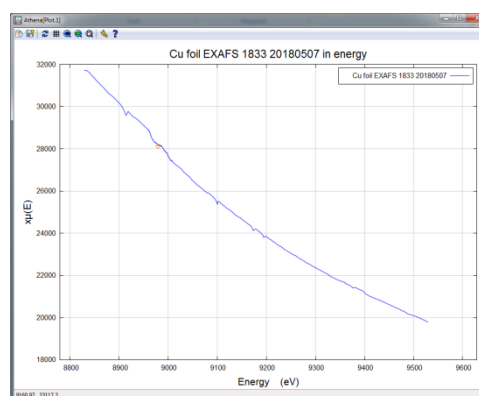
I_0 Ti K-edge



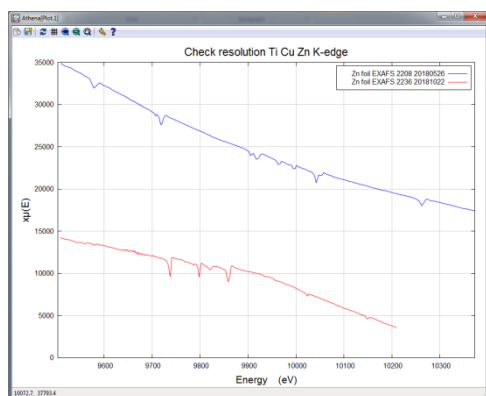
ตารางที่ 3 I_0 spectra เมื่อวัด XAS ด้วยธาตุ Cu K - edge



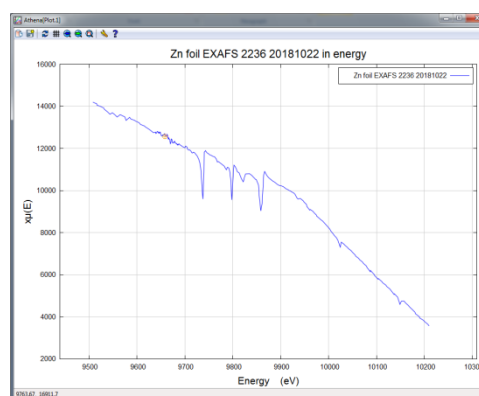
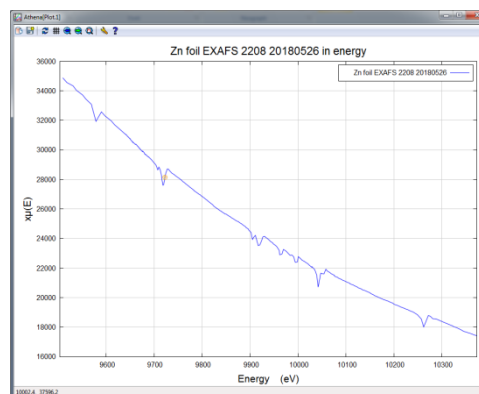
10 Cu K-edge



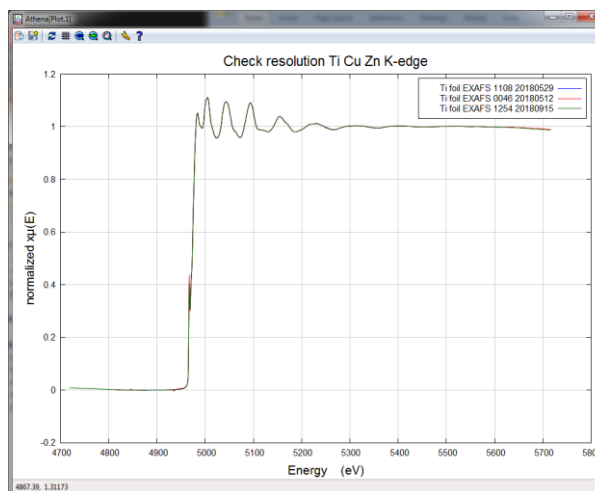
ตารางที่ 4 I_0 spectra เมื่อวัด XAS ด้วยธาตุ Zn K - edge



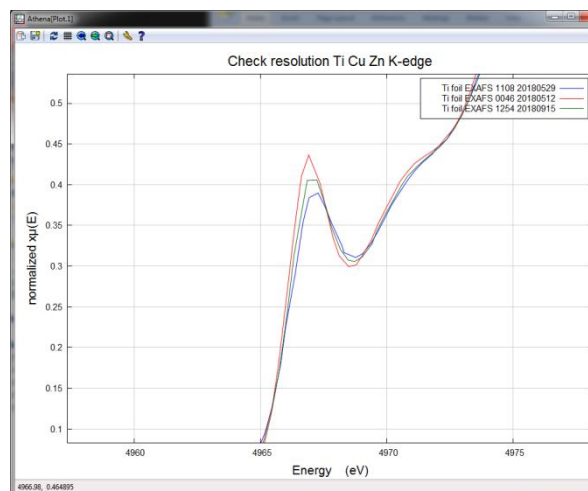
I_0 Zn K-edge



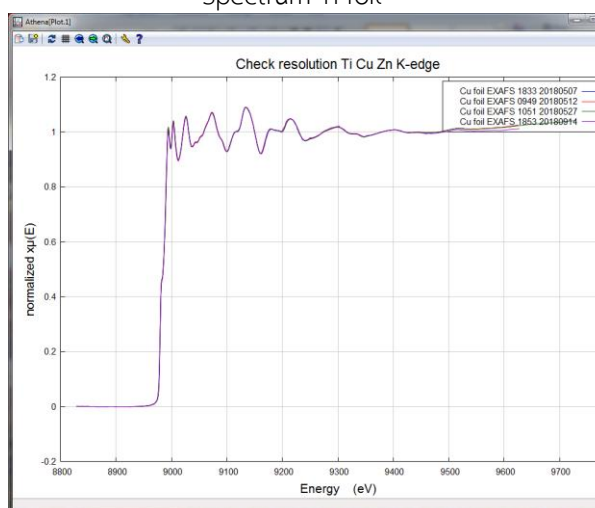
ตารางที่ 5 XANES และ EXAFS spectra เมื่อวัดด้วยธาตุ Ti, Cu, Zn (K-edge)



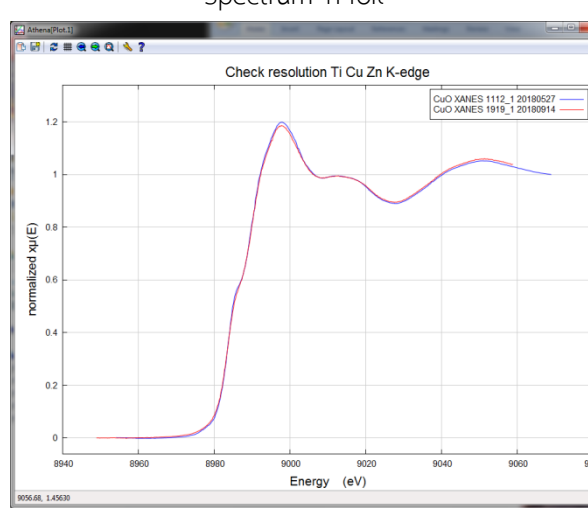
Spectrum Ti foil



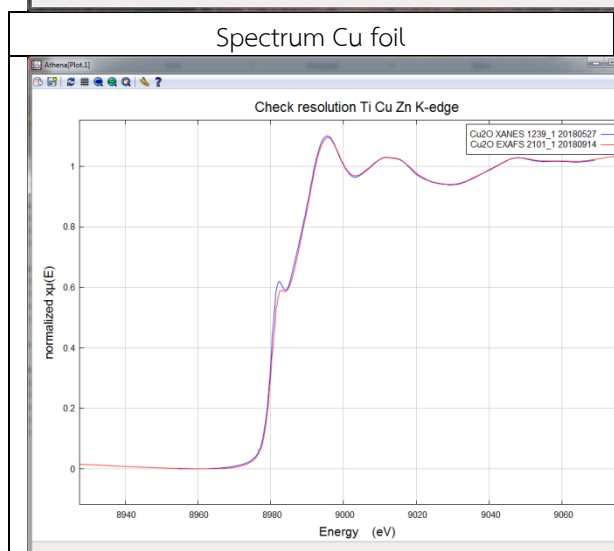
Spectrum Ti foil



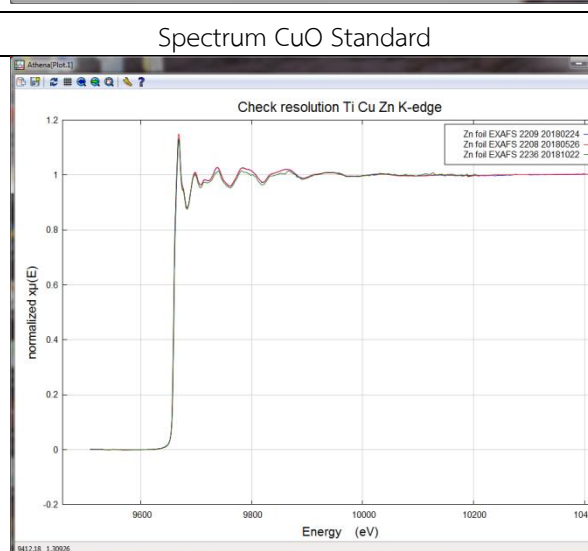
Spectrum Cu foil



Spectrum CuO Standard

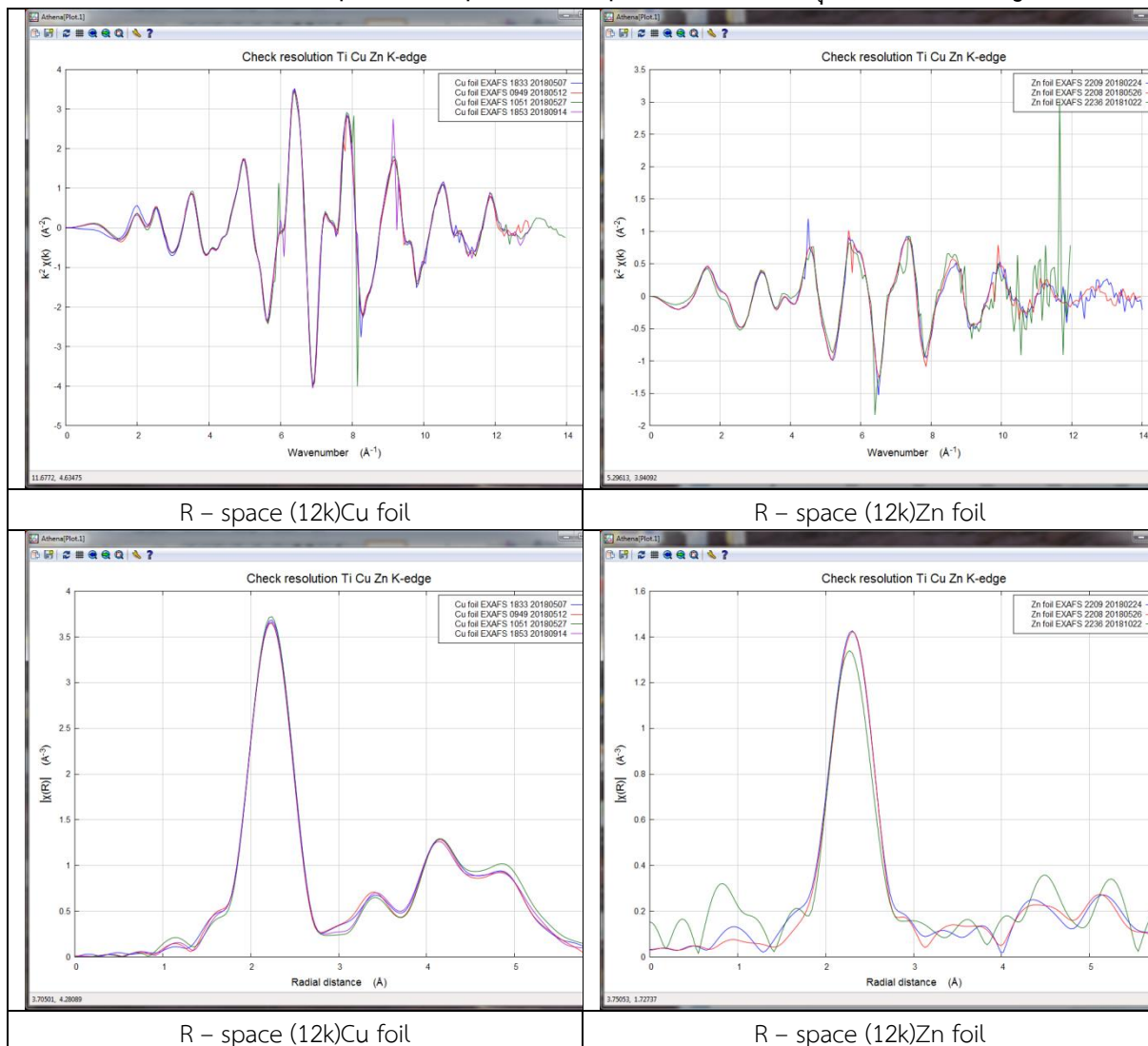


Spectrum Cu₂O Standard



Spectrum Zn foil

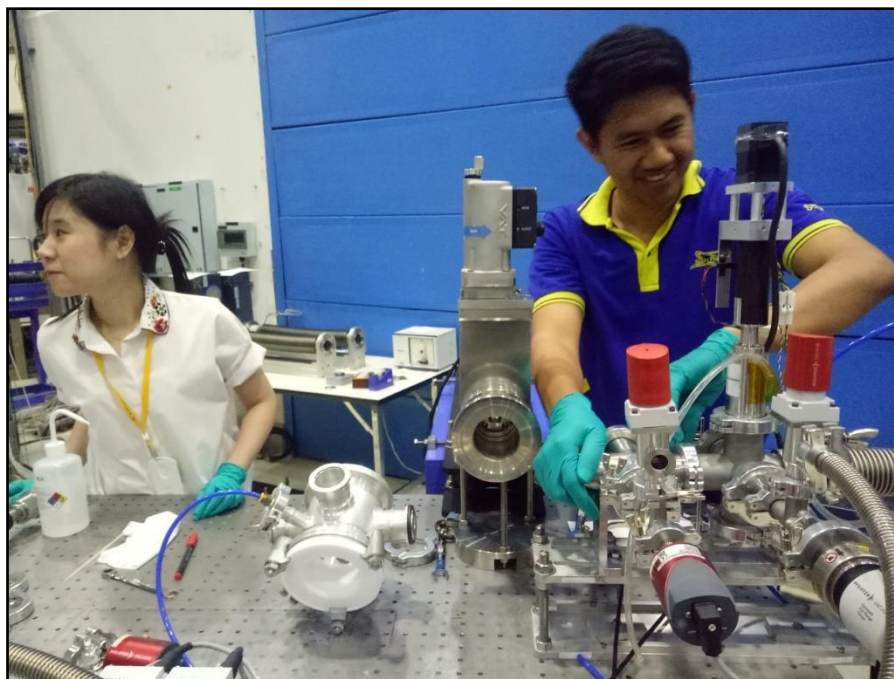
ตารางที่ 6 XANES และ EXAFS spectra (K-space และ R-space) เมื่อวัดด้วยธาตุ Ti, Cu, Zn (K-edge)



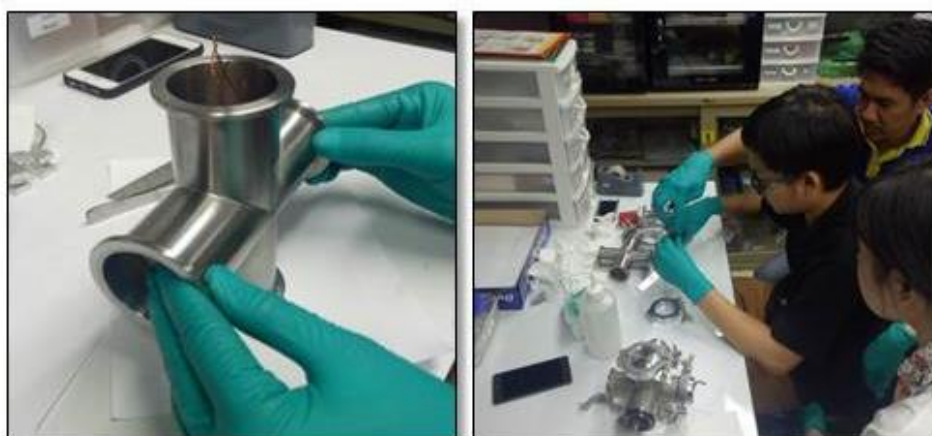
Beamline5.2 Maintenance

วันที่ 22 /11/2561

บำรุงรักษาและซ่อมแซมอุปกรณ์วัดเทคนิค XAS ประจำรอบการให้บริการแสง โดยเริ่มจากการถอด End Station ออกมาทำความสะอาดสำหรับส่วนชิ้นงาน I_0 Chamber , I_1 Chamber , ท่อที่ใช้ต่อกับ Dry Scroll Pump และตรวจสอบสภาพอุปกรณ์ทั้งหมดเพื่อทำการซ่อมแซมต่อไป



รูปที่ 12 การถอด End station เพื่อทำความสะอาด



รูปที่ 13 การถอดชิ้นส่วน I_0 Chamber เพื่อตรวจสอบความเรียบร้อยและทำความสะอาด



รูปที่ 14 เปลี่ยนเส้นลวดทองแดงที่เชื่อมต่อกับแผ่น Plate ภายในส่วน I₁ Chamber

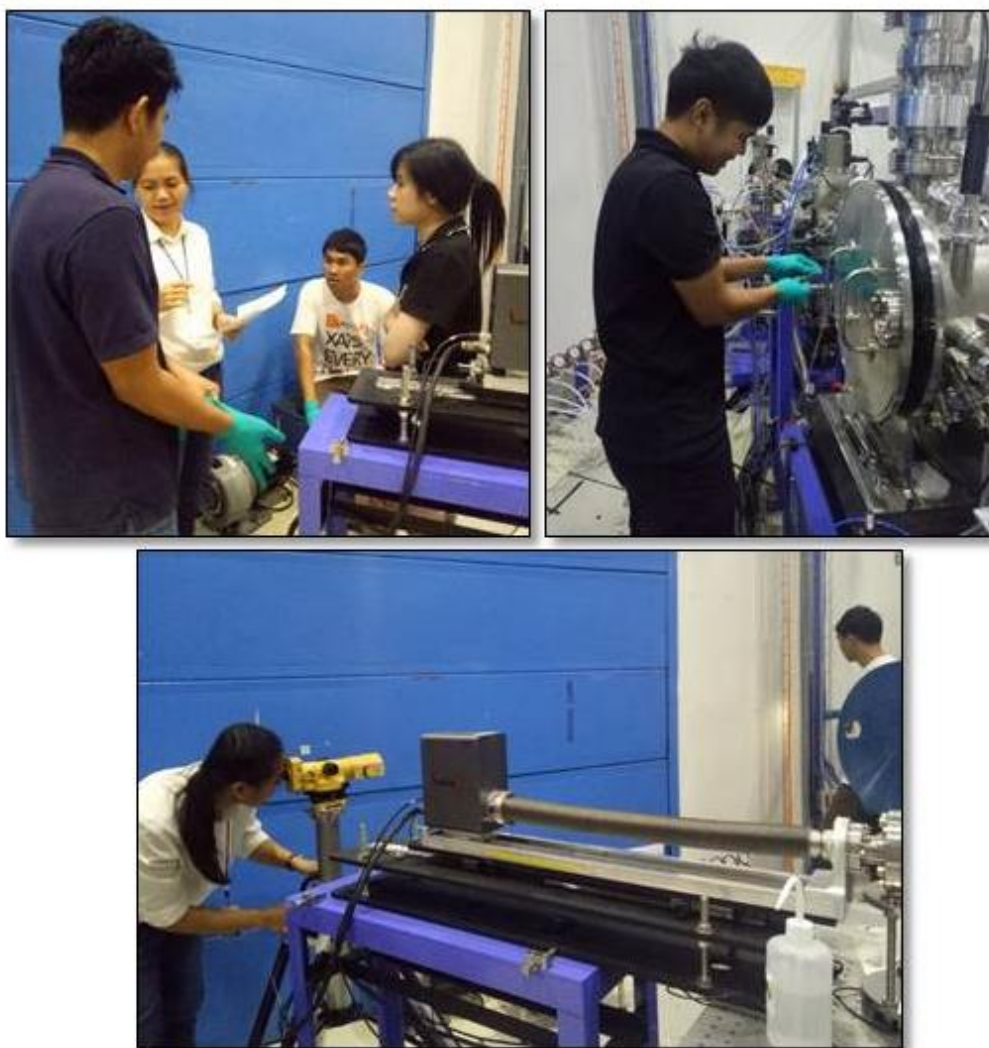


รูปที่ 15 ชิ้นส่วน PP Film ที่ติดอยู่ในท่อของอุปกรณ์ Dry Scroll Pump

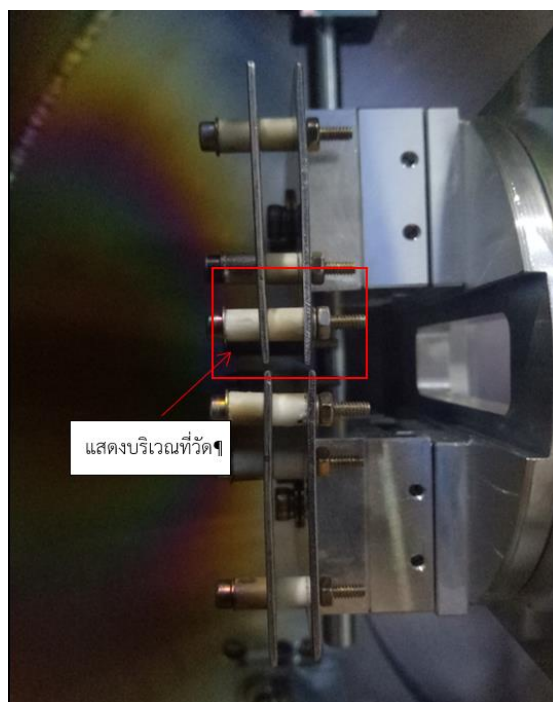
Beam Alignment

วันที่ 23/11/2561

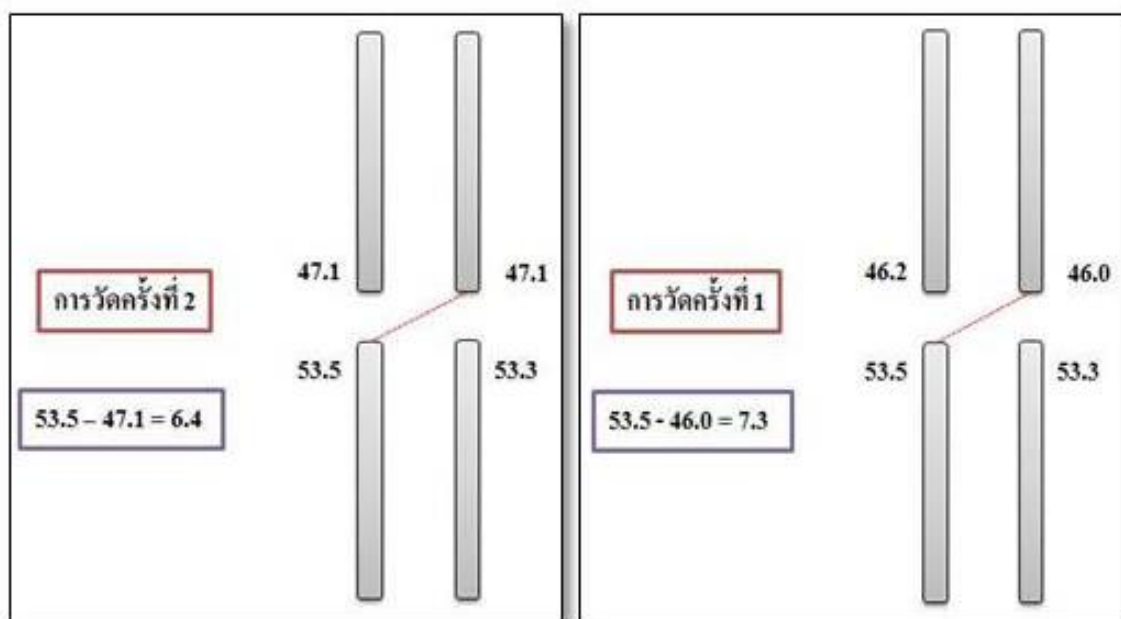
เพื่อเป็นการเช็คตำแหน่งแสงและแนวทางเดินแสงที่เดินทางมายัง end station ของ BL5.2 จึงได้ทำการเปิด DCM เพื่อเช็คระยะ Vertical Aperture และการ Burn Paper ที่จุดต่างๆภายใน DCM เพื่อเช็คตำแหน่งการตกของแสง อีกทั้งเพื่อเช็คการทำงานของ DCM motor ว่ายังคงปกติหรือไม่



รูปที่ 16 การเช็คอุปกรณ์สำหรับวัดตำแหน่งและเปิด DCM เพื่อวัดระยะของ V-Slit



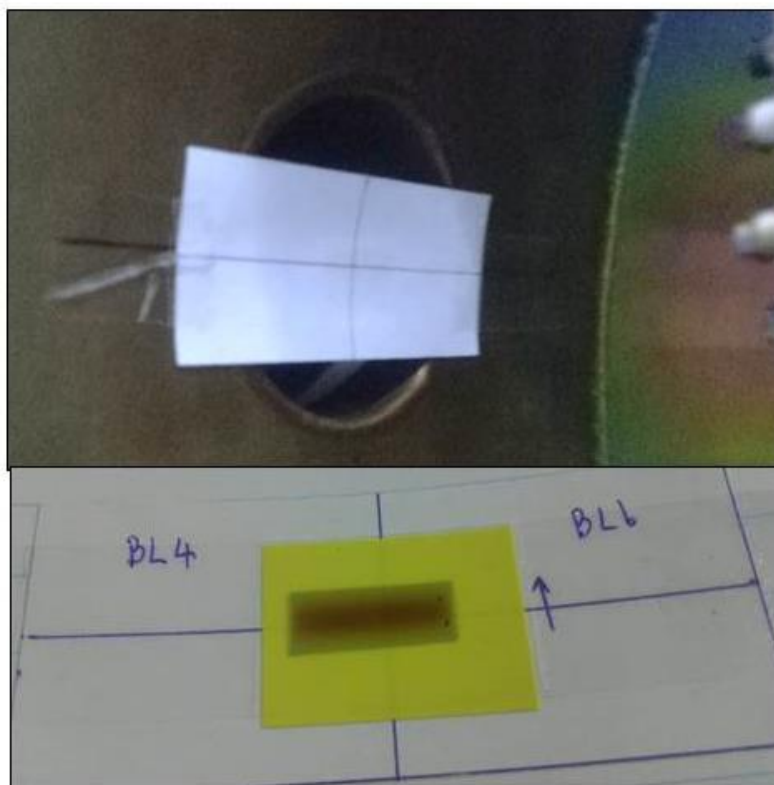
รูปที่ 17 แสดงลักษณะของ V-Slit ภายใน DCM ที่ต้องการวัด



รูปที่ 18 แสดงค่าที่ได้จากการวัดระยะของ V-Slit

การ Burn paper ที่จุดต่างๆภายใน DCM

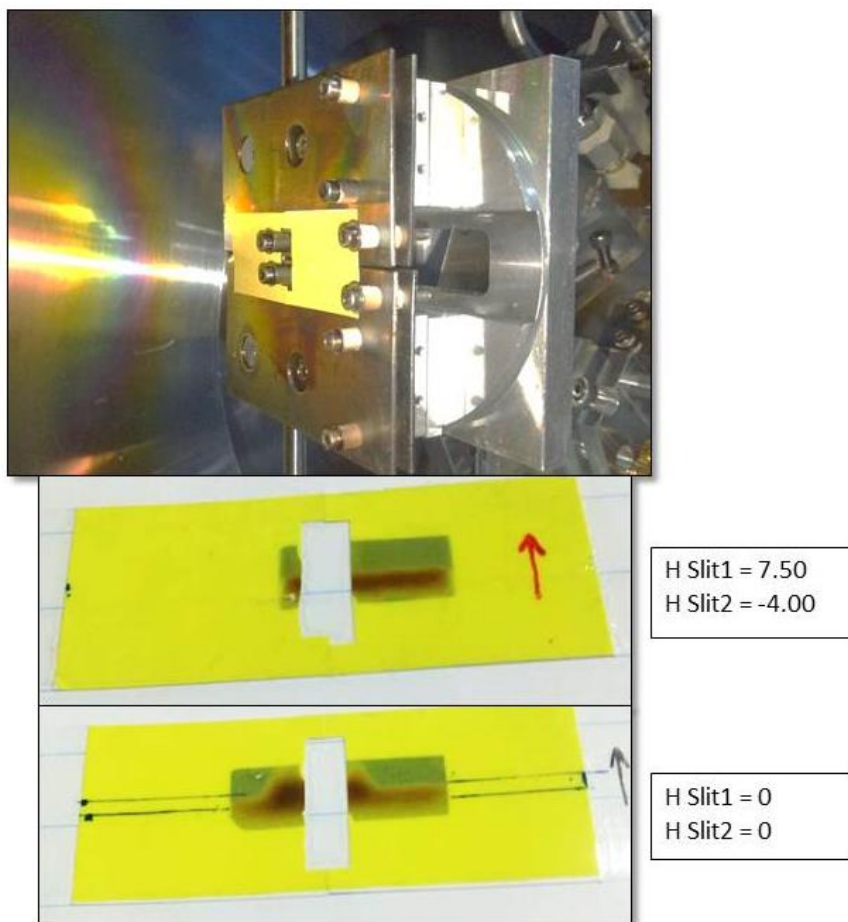
- Burn paper at entrance DCM for 15 sec. @87.41 mA



รูปที่ 19 แสดงตำแหน่งการ Burn paper บริเวณทางเข้า DCM ด้วยกระดาษที่ใช้สำหรับแสงขาวเป็นเวลา 15 วินาที

ใช้ Burn paper ที่ใช้กับ White beam เพื่อ Burn แสงบริเวณทางเข้า DCM ทั้งหมด 5 ครั้ง โดยแต่ละครั้งใช้เวลา 3 วินาที เนื่องจากการ Burn paper ใน DCM จะเกิดการเผาไหม้ทำให้ Out gas ส่งผลให้เกิดสัญญาณ Alarm จึงจำเป็นต้องแบ่งการ Burn paper ออกเป็น 5 ครั้ง

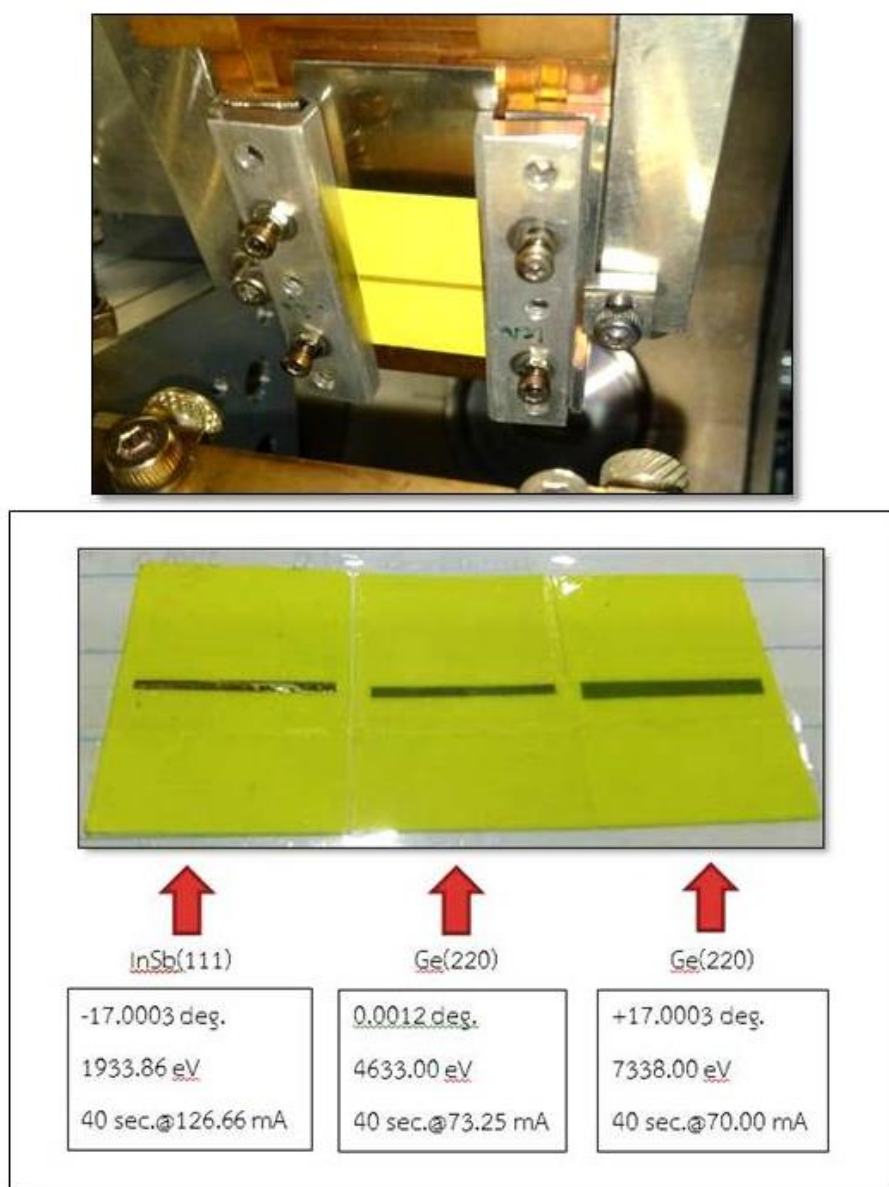
- Burn paper at slit of DCM for 15 sec. @82.76 mA



รูปที่ 20 แสดงตำแหน่งการ Burn paper บริเวณ Slit ใน DCM ด้วยกระดาศที่ใช้สำหรับแสงขาวเป็นเวลา 15 วินาที

จากรูป 20 แสดงลักษณะการ Burn paper บริเวณทางเข้าของ Slit ที่ใช้ตัดแสงก่อนถึง Crystal โดยใช้กระดาศที่ใช้สำหรับแสงขาวโดยเฉพาะจำนวน 2 แผ่น และตัดให้มีลักษณะเว้าจากนั้นนำมาต่อเข้าด้วยกัน ใช้เวลาในการ Burn 15 วินาที H-Slit คือการใช้ Slit ตัดแสงในแนว Horizontal และ Burn ครั้งแรกใช้พารามิเตอร์ ดังนี้ H-Slit 1=7.50, H-Slit 2=-4.00 จากรูปจะเห็นว่าแสงไม่ตกลงบริเวณกึ่งกลางของกระดาศ จึงทดลองเปลี่ยนค่าพารามิเตอร์ดังนี้ H-Slit 1=0, H-Slit 2=0 พบว่าแสงตกลงกึ่งกลางของกระดาศพอดี ทั้งนี้เมื่อทำให้แสงอยู่บริเวณกึ่งกลางจะส่งผลให้เกิดความแม่นยำในการเตรียมระบบเพื่อให้บริการแสงแก่ User

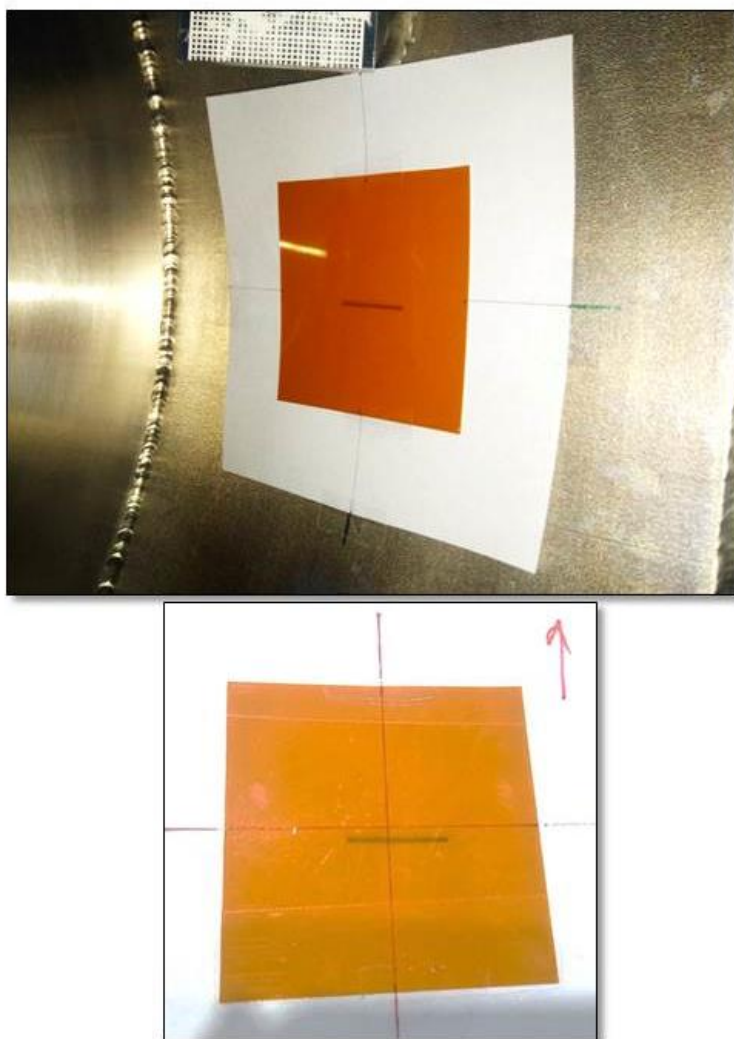
- Burn paper at 1st X'tal with Dummy



รูปที่ 21 แสดงตำแหน่งการ Burn paper บริเวณ Crystal ด้วยกระดาดที่ใช้สำหรับแสงขาวเป็นเวลา 15 วินาที

จากรูป 21 แสดงการ Burn paper บริเวณ Crystal โดยการใช้ กระดาดที่ใช้สำหรับแสงขาวติดลงบน Dummy จากนั้นใช้โปรแกรม DCM Control เพื่อคัดเลือกพลังงานและ Burn paper เป็นเวลา 15 วินาที โดยปกติแล้วจะทำการ Burn paper เพื่อดูลักษณะและรูปร่างของแสงทั้งหมด 5 Position แต่การทดสอบครั้งนี้เห็นว่า เมื่อ Burn paper ทั้ง 3 Position แล้ว ลักษณะและรูปร่างของแสงค่อนข้างสมบูรณ์ จึงเพียงพอต่อการทดสอบในครั้งนี้

- Burn paper at exit DCM for 3 mins. @102.53 mA



รูปที่ 22 แสดงตำแหน่งการ Burn paper บริเวณทางออกของแสงด้วยกระดาษที่ใช้สำหรับ X-ray เป็นเวลา 15 วินาที

จากรูปที่ 22 แสดงการ Burn paper บริเวณทางออกของ DCM ด้วยกระดาษที่ใช้สำหรับ X-ray เป็นเวลา 15 วินาที เพื่อตรวจสอบลักษณะและรูปร่างของแสง

การตรวจสอบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ก่อนหยุดและหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค (1)

- ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค 1 มกราคม 2561-31 พฤษภาคม 2561
- ช่วงหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค 1 กันยายน 2561-31 ธันวาคม 2561

จากการให้บริการแสงแก่ User ในเดือนตุลาคม 2561 เกิดความผิดปกติของสัญญาณ I_0 ในระหว่างการทดลอง จึงดำเนินการตรวจสอบคุณภาพสัญญาณ I_0 ตั้งแต่ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาคไปจนถึงหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค โดยนำข้อมูลสัญญาณ I_0 จากสารมาตรฐานดังตารางที่ 7 มาเปรียบเทียบกับ

ตารางที่ 7 แสดงชนิดของสารมาตรฐานที่นำมาใช้ในการตรวจสอบคุณภาพสัญญาณ I_0

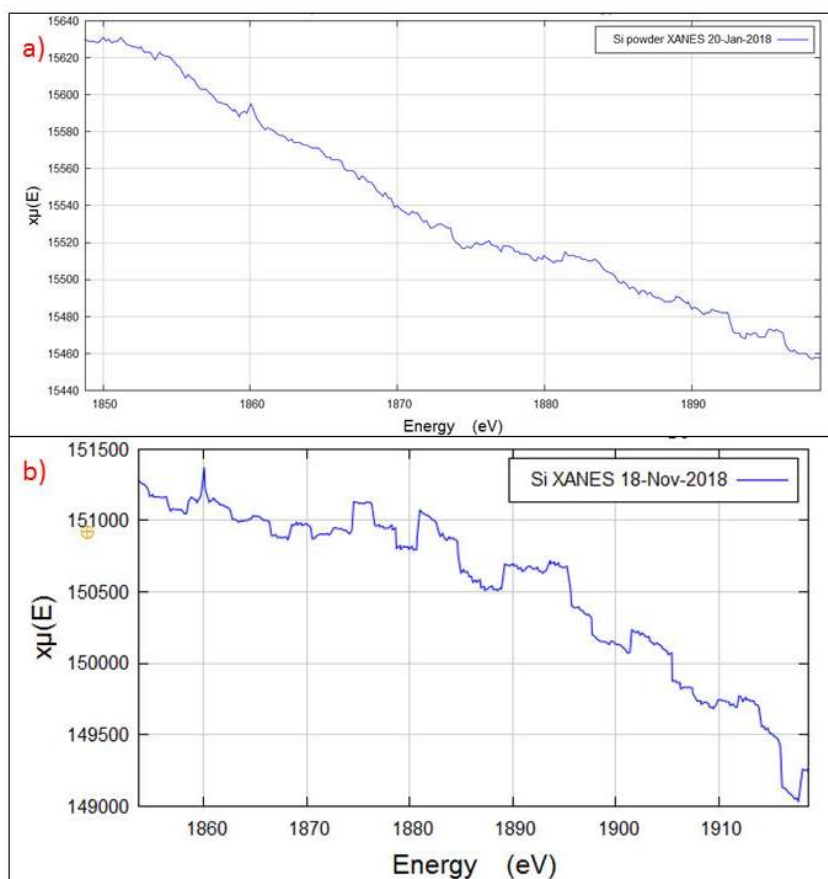
Element	Edge	Energy (eV)
Si	K	1839
S	K	2472
Cl	K	2822
Ti	K	4966
V	K	5465
Cr	K	5989
Mn	K	6539
Fe	K	7112
Co	K	7709
Ni	K	8333
Cu	K	8979
Zn	K	9659

ผลการทดสอบ :

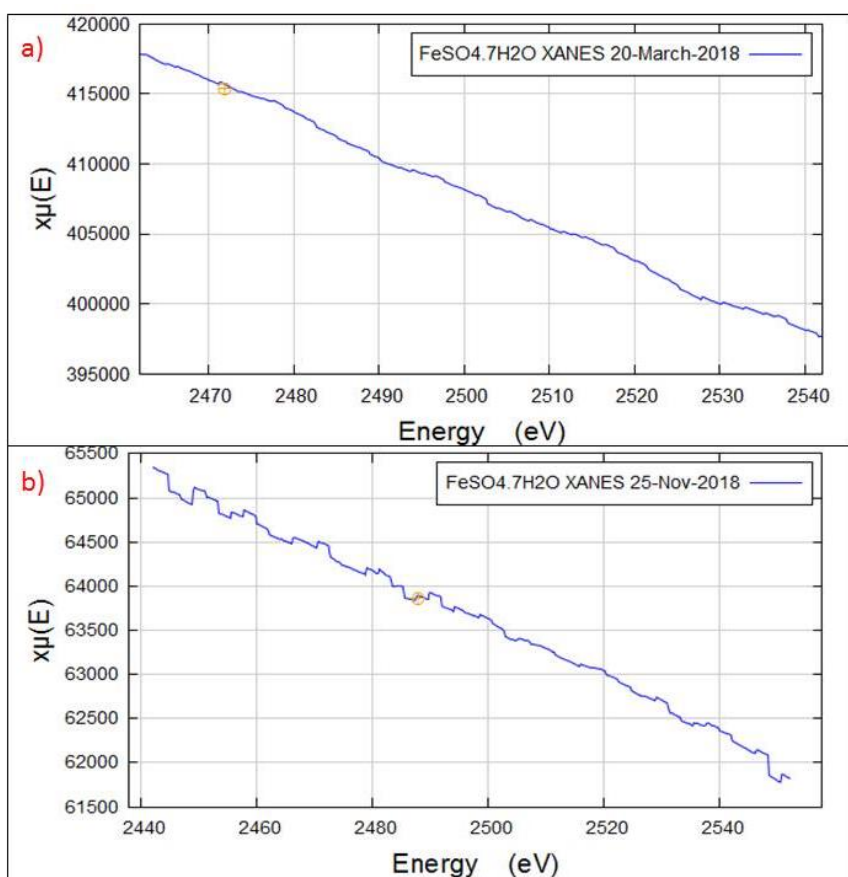
โดยทั่วไปแล้วสัญญาณ I_0 จะมีลักษณะเส้นที่ค่อนข้างเรียบ ซึ่งจากการตรวจสอบสัญญาณ I_0 ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค 1 มกราคม 2561-31 พฤษภาคม 2561 และช่วงหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค 1 กันยายน 2561-31 ธันวาคม 2561 นั้น พบว่า ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาคสัญญาณ I_0 มีลักษณะเส้นที่ค่อนข้างเรียบเมื่อเทียบกับสัญญาณ I_0 ในช่วงหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค ดังรูปที่ 1-12 แต่มีสารมาตรฐานบางตัวที่คุณภาพสัญญาณ I_0 เปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อย และสารมาตรฐานบางตัวที่คุณภาพสัญญาณ I_0 เปลี่ยนแปลงไปอย่างเห็นได้ชัดโดยแบ่งเป็น 2 กลุ่มดังนี้

กลุ่มที่ 1

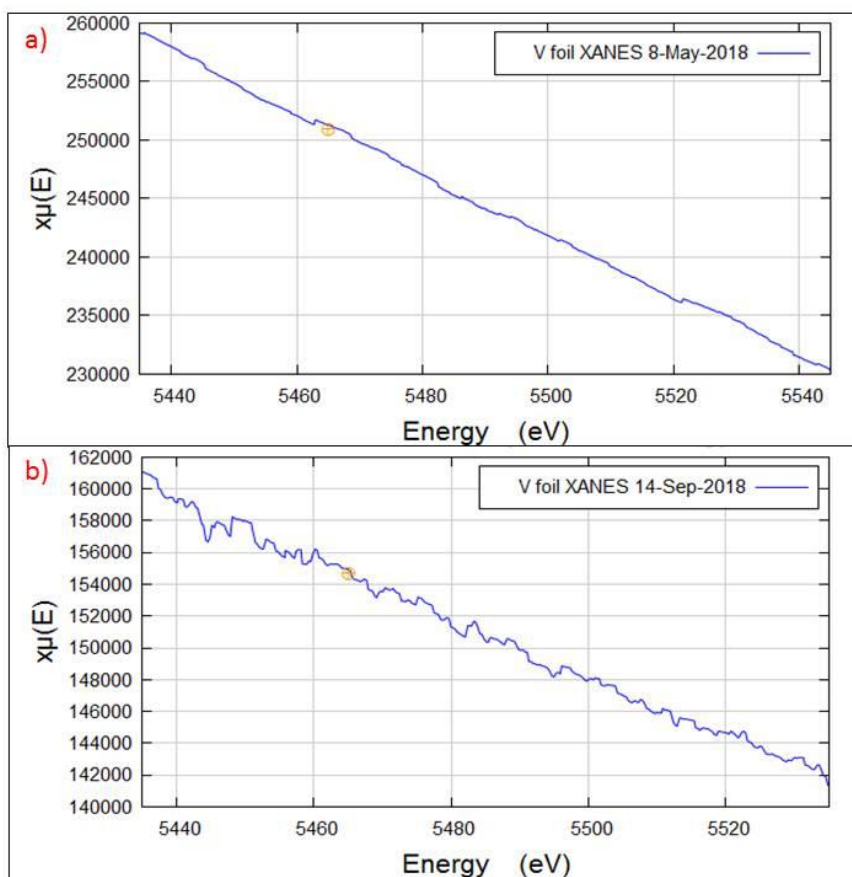
กลุ่มสารมาตรฐานที่มีคุณภาพสัญญาณ I_0 ในช่วงก่อนหยุดและหลังหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาคที่มีความแตกต่างกัน ดังรูปที่ 23 - รูปที่ 32



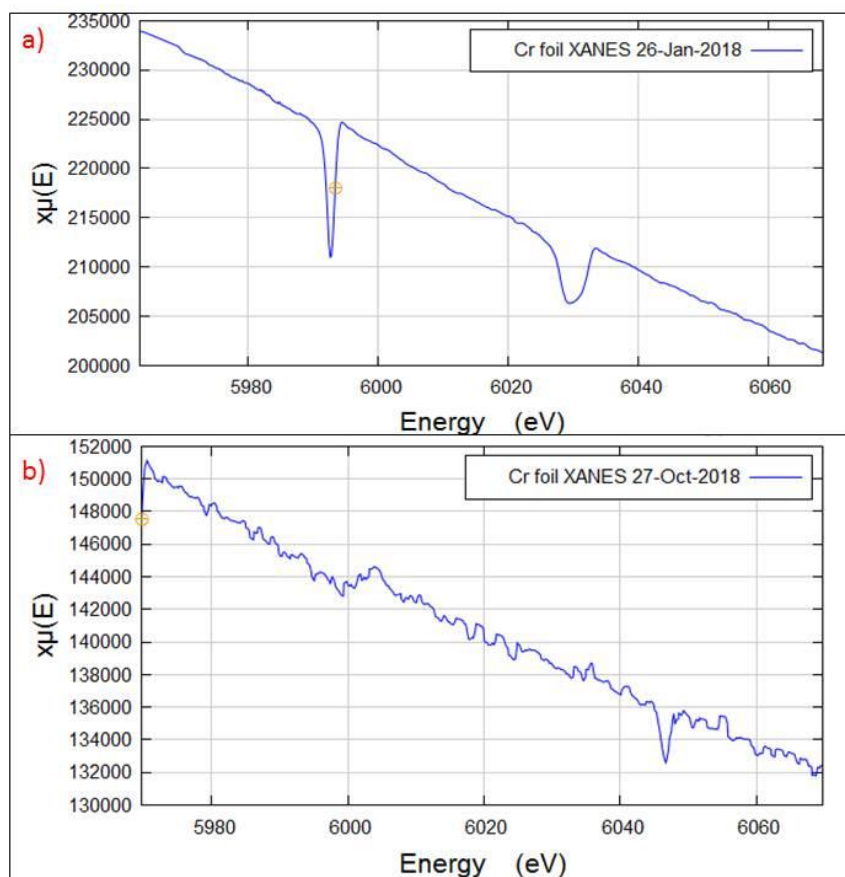
รูปที่ 23 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Si K-edge โดยใช้ Si powder ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



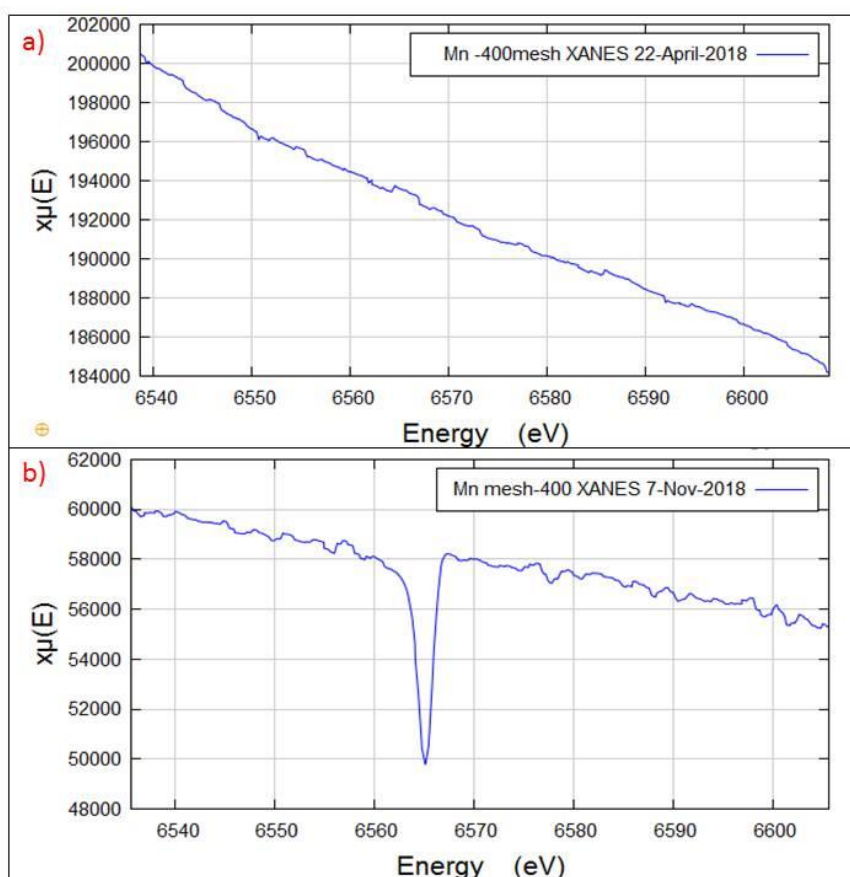
รูปที่ 24 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ S K-edge โดยใช้ FeSO₄·7H₂O ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



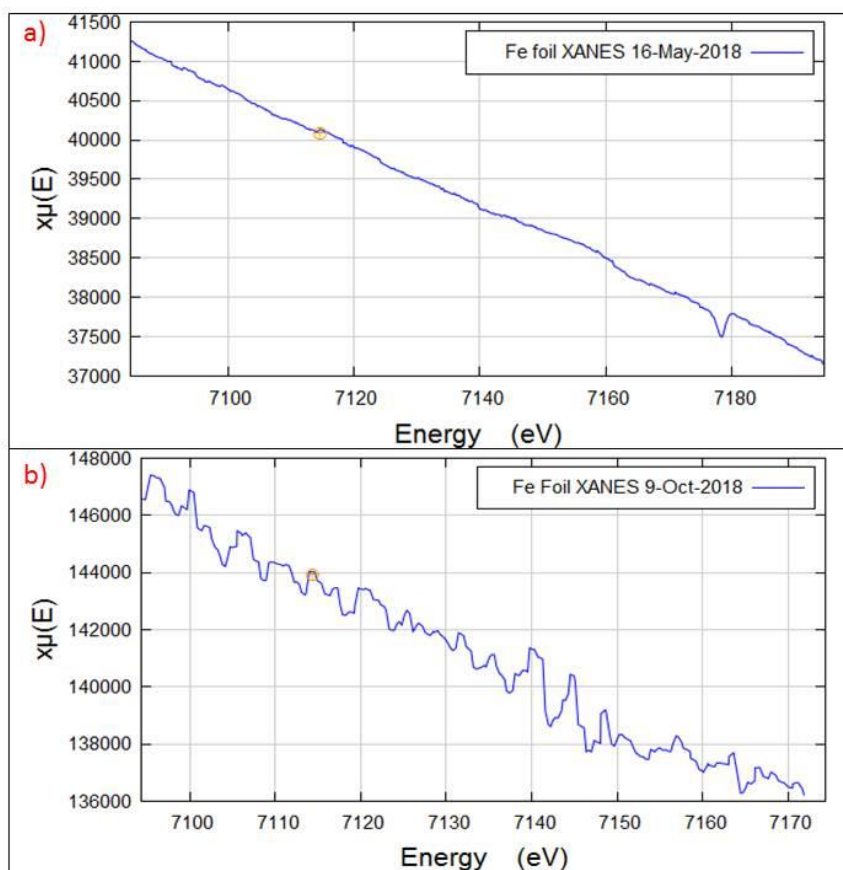
รูปที่ 25 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ V K-edge โดยใช้ V foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



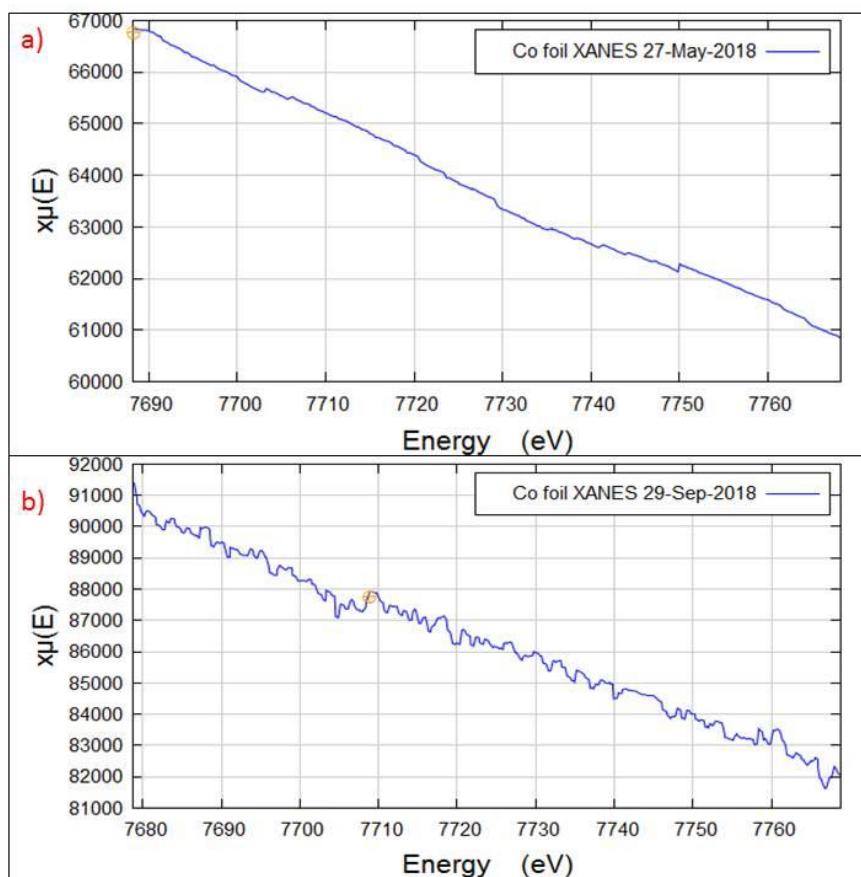
รูปที่ 26 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Cr K-edge โดยใช้ Cr foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



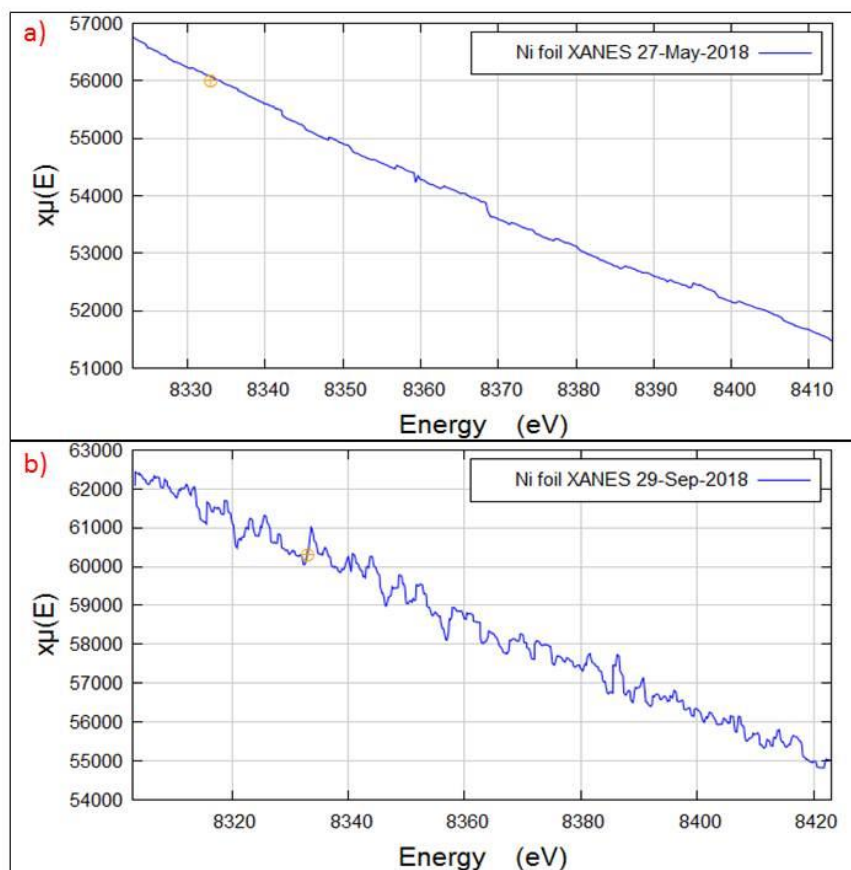
รูปที่ 27 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Mn K-edge โดยใช้ Mn foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



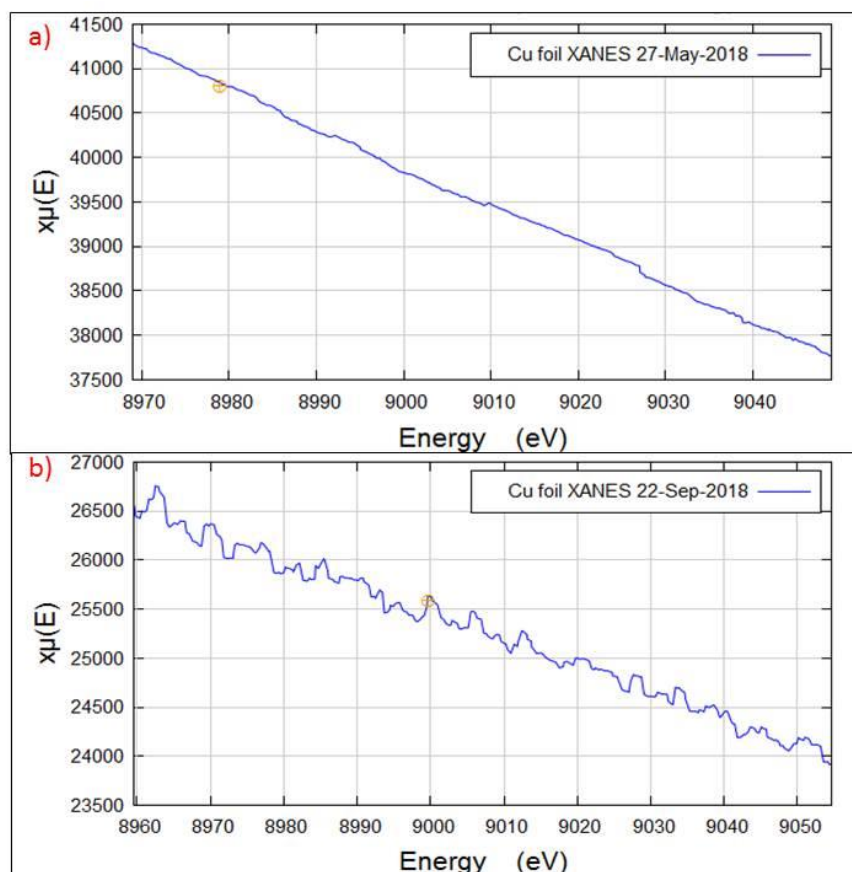
รูปที่ 28 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Fe K-edge โดยใช้ Fe foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



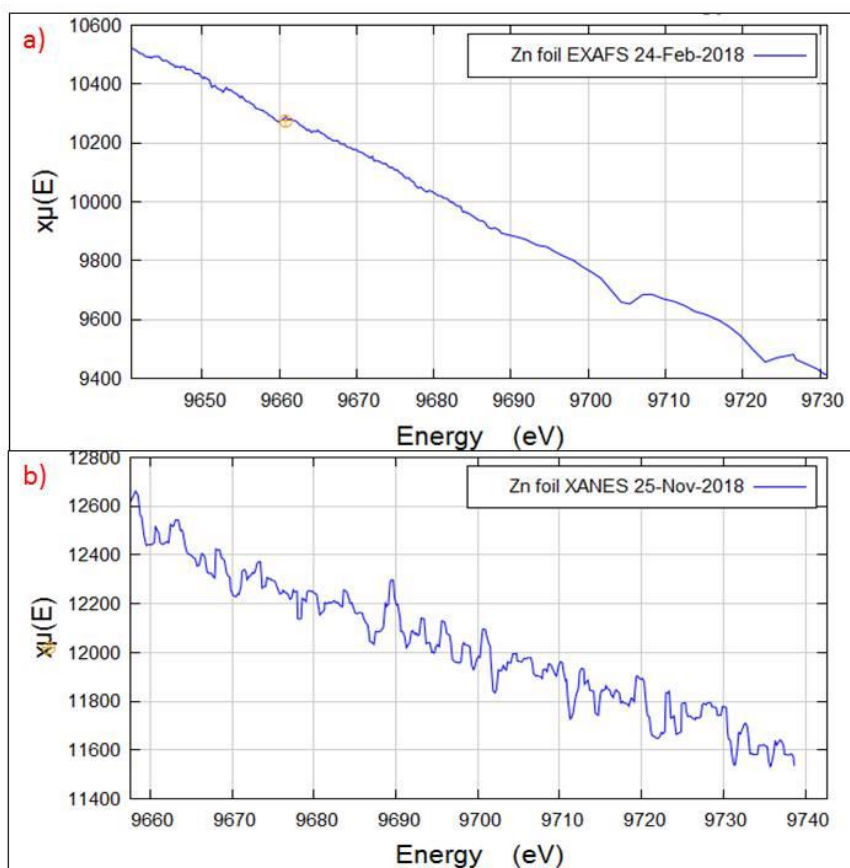
รูปที่ 29 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Co K-edge โดยใช้ Co foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



รูปที่ 30 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Ni K-edge โดยใช้ Ni foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องอ a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



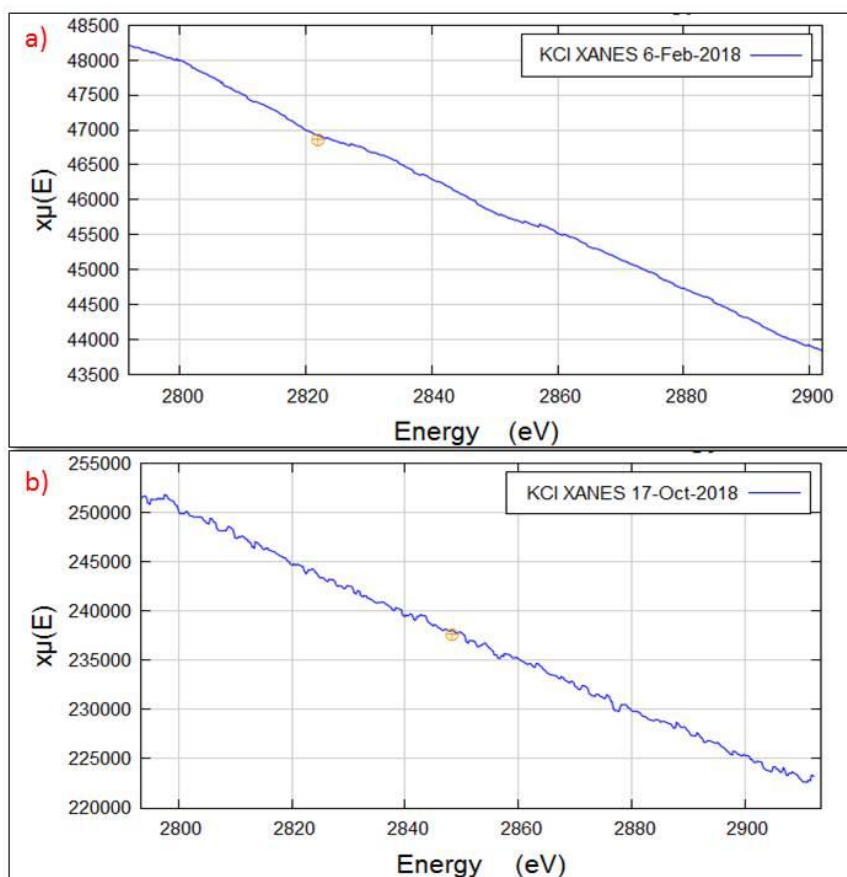
รูปที่ 31 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Cu K-edge โดยใช้ Cu foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



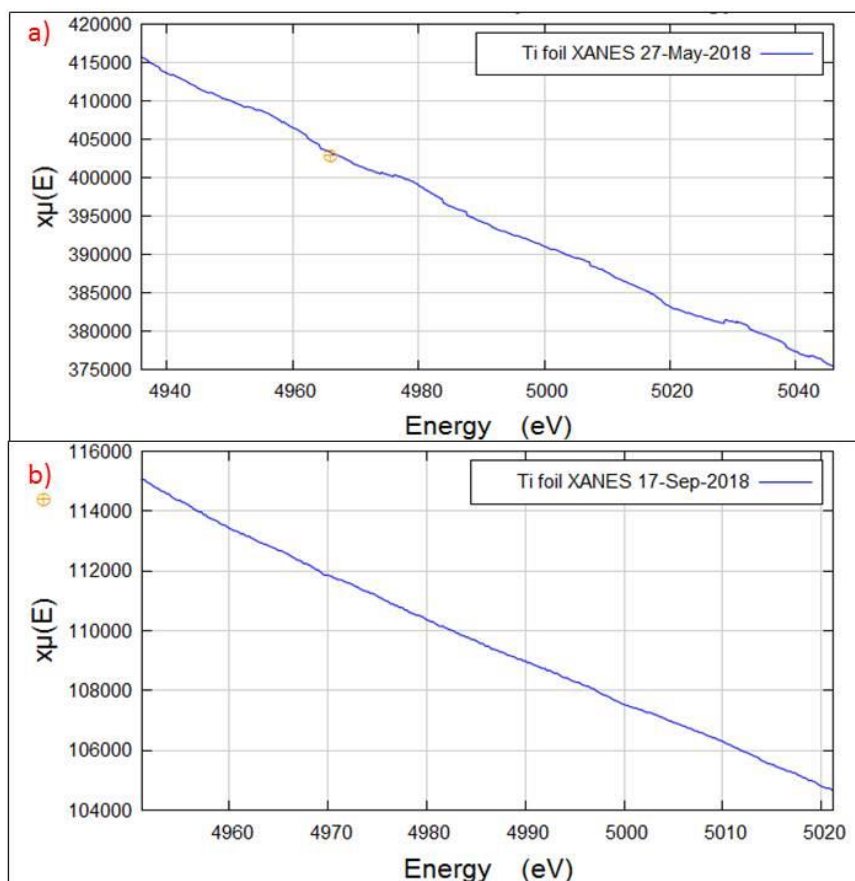
รูปที่ 32 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Zn K-edge โดยใช้ Zn foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)

กลุ่มที่ 2

กลุ่มสารมาตรฐานที่มีคุณภาพสัญญาณ I_0 ในช่วงก่อนหยุด และหลังหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาคที่มีความแตกต่างกันเล็กน้อย ดังรูปที่ 33 และ รูปที่ 34



รูปที่ 33 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Cl K-edge โดยใช้ KCl foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)



รูปที่ 34 แสดงการเปรียบเทียบคุณภาพของสัญญาณ I_0 ของ Ti K-edge โดยใช้ Ti foil ช่วงก่อนหยุดเดินเครื่องเร่งอนุภาค a) และหลังเดินเครื่องเร่งอนุภาค b)

จากรูปที่แสดงข้างต้น เกิดความผิดปกติของสัญญาณ I_0 หลังเดินเครื่องเร่งอนุภาคซึ่งตรวจพบสัญญาณ ดังตัวอย่าง การคำนวณต่อไปนี้

ใช้ Energy step= 0.2 eV

Loop = 2 eV

Time step = 0.2 eV/sec

$$\text{Loop time} = \frac{2.5\text{eV}}{0.2\text{sec}} = 12.5 \text{ sec}$$

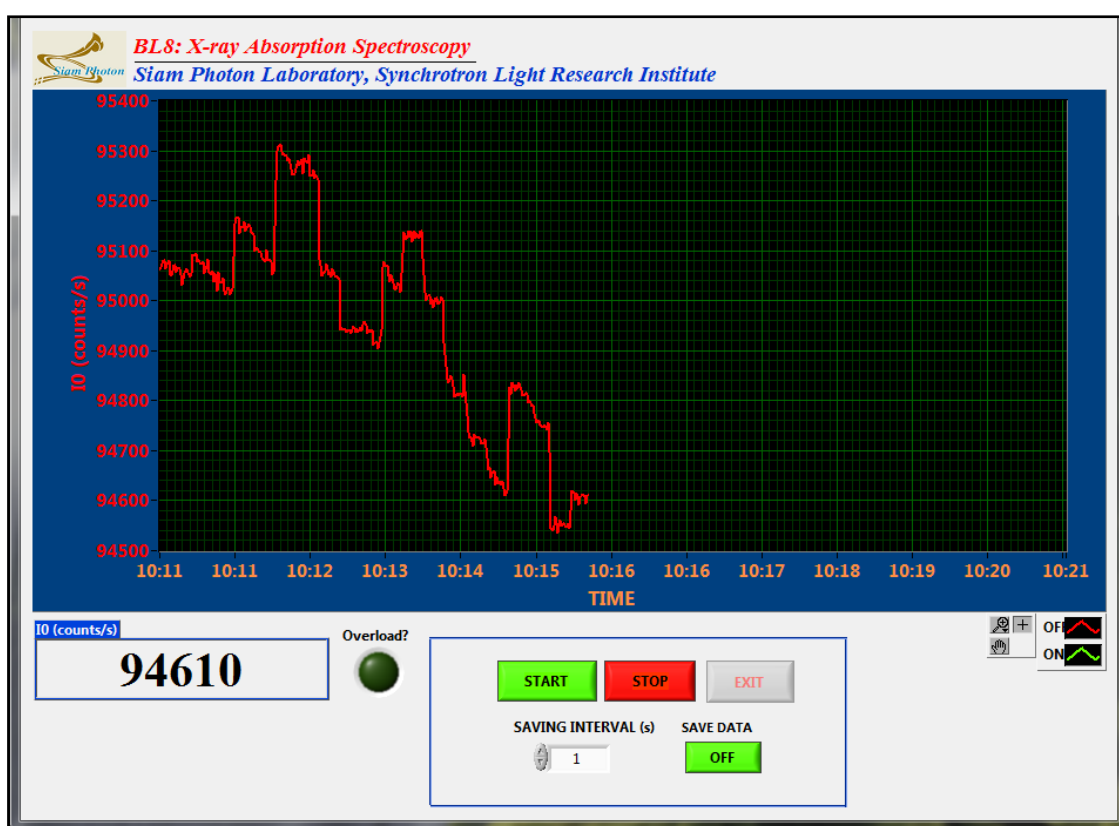
ดังนั้นสัญญาณรบกวนที่พบมีความถี่ คาบ 12.5 sec

การเกิดความผิดปกติของคุณภาพสัญญาณ I_0 นี้ อาจเกิดจากการติดตั้งอุปกรณ์บางอย่างหรือเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์ บางอย่างของฝ่ายเครื่องเร่งอนุภาค จึงได้แจ้ง ดร.ฐาปกรณ์ ภู่อำพงษ์ รักษาการหัวหน้าส่วนพลศาสตร์และอุปกรณ์ลำอนุภาค เพื่อตรวจสอบความผิดปกติและหาแนวทางแก้ไขต่อไป

รายงานความผิดปกติของสัญญาณ I0 (2)

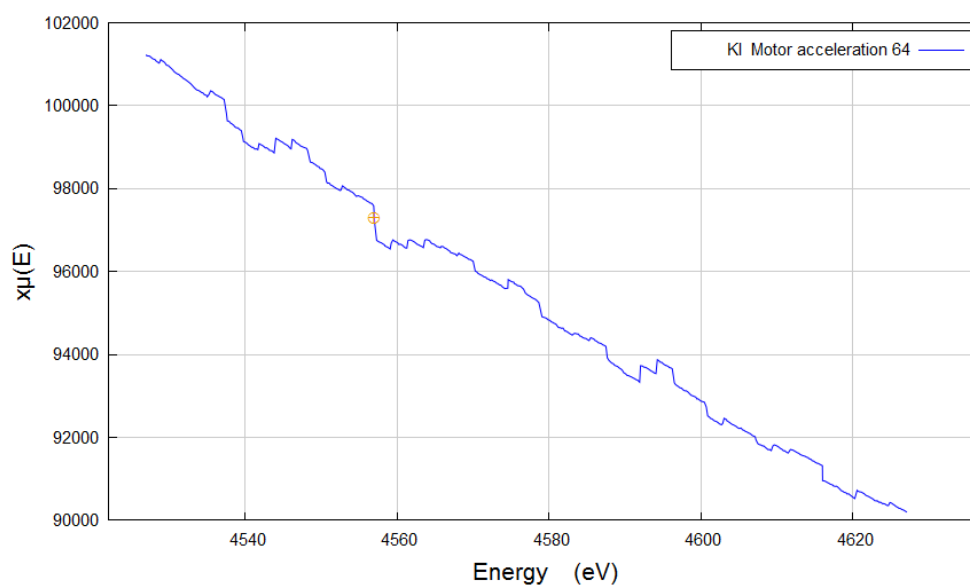
วันที่ 24/12/2561

- เช็ค I_0 ของธาตุ Iodine ที่พลังงาน 4557 eV โดยใช้ผลึก Si(111) เติมแก๊ส Ar ใน Chamber I_0 : 11 mbar Gain 8 ด้วยโปรแกรม Counter I_0
- ใช้ Standard powders KI วัดสเปกตรัม XANES (TM Mode) โดยใช้พารามิเตอร์ดังต่อไปนี้
E0 : 4557 eV, E : -30,70 Step : 0.2 Time : 1 s, Motor acceleration : 64
- ตรวจพบสัญญาณรบกวนที่ความถี่ 1 Hz (คาบ 10 s) ดังแสดงในรูป 35



รูปที่ 35 ค่ากระแส I_0 สูงสุด ของแก๊สที่ความดัน 11 mbar ที่ Motor acceleration : 64, Orbit correction : 15s

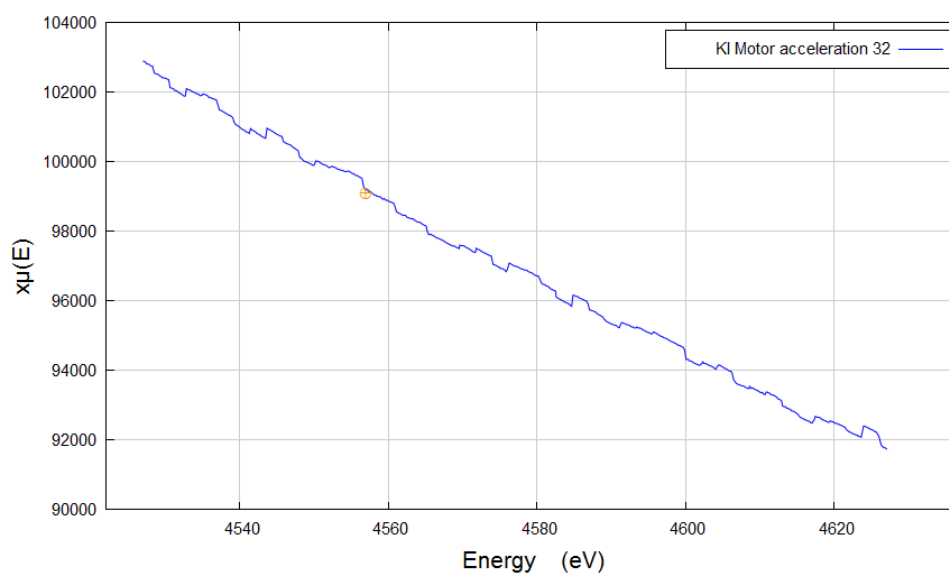
- พล็อตค่ากระแส I_0 สูงสุดด้วยโปรแกรม XAS scan โดยมีค่าแอมพลิจูดของ $X\mu(E) = 2,126$ ดังแสดงในรูป



รูปที่ 36 ค่ากระแส I_0 สูงสุด ของแก๊สที่ความดัน mbar ที่ Motor acceleration : 64, Orbit correction : 15s

เช็คตำแหน่งมอเตอร์

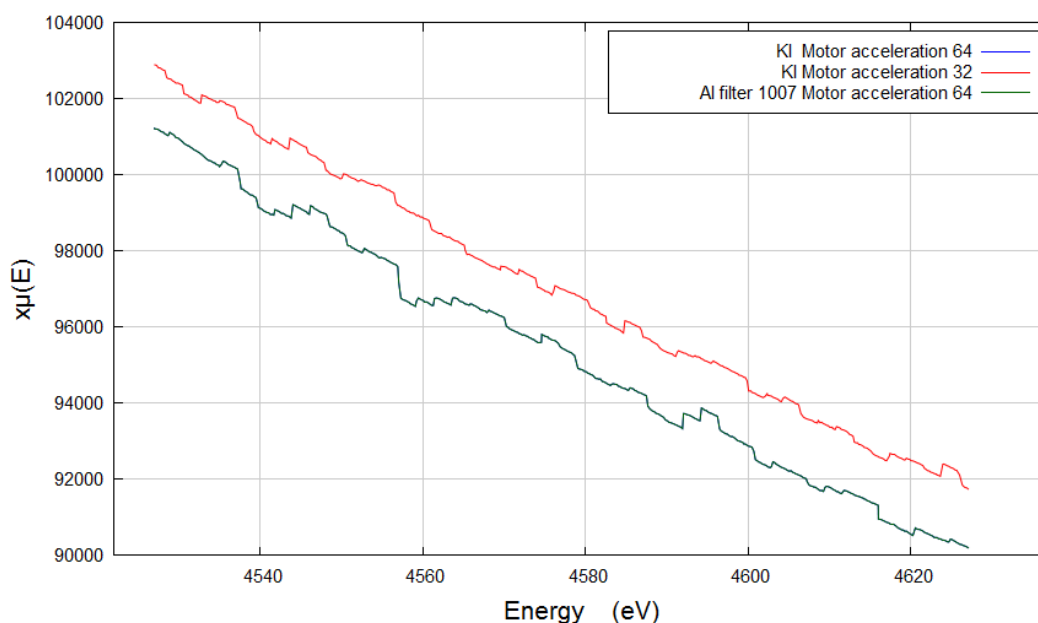
- ทดสอบเปลี่ยนค่า Motor acceleration : 32 โดยพล็อตค่ากระแส I_0 สูงสุดด้วยโปรแกรม XAS scan โดยมีค่าแอมพลิฟายด์ของ $X\mu(E) = 1,966$ ดังแสดงในรูป 37



รูปที่ 37 ค่ากระแส I_0 สูงสุดของแก๊สที่ความดัน 11 mbar ที่ Motor acceleration : 32, Orbit correction : 15s

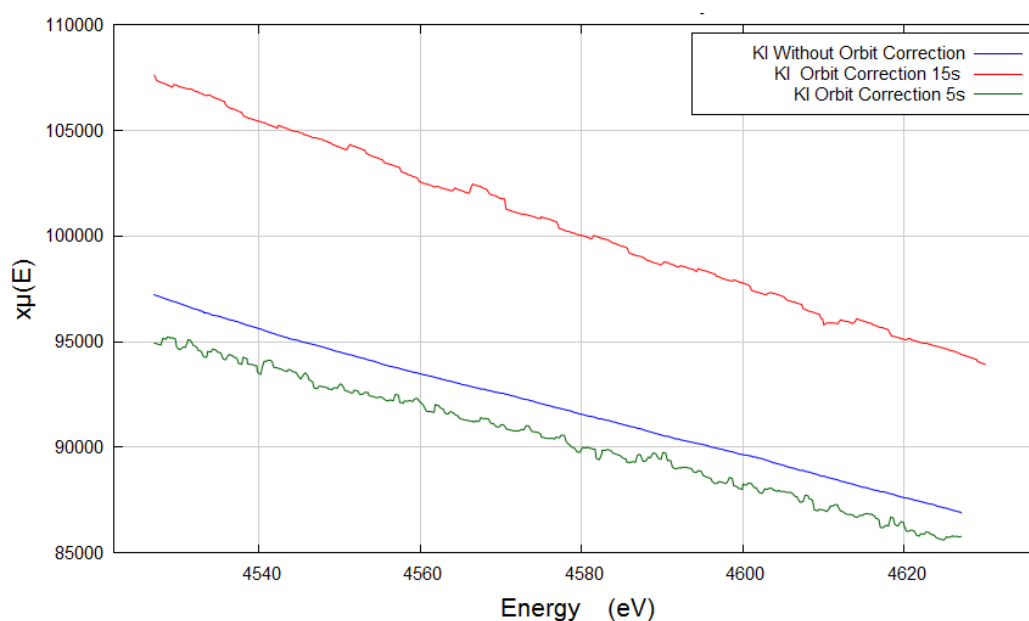
- ทดลองหาสาเหตุของสัญญาณรบกวนที่ความถี่ดังกล่าว โดยเริ่มจากทดสอบระบบมอเตอร์
- Scan I_0 spectra ของธาตุ Iodine และ Background (Al filter) โดยใช้ค่าพารามิเตอร์เดิมและเช็คค่า Motor acceleration เป็น 64 และ 32 สำหรับธาตุ Iodine และ 64 สำหรับ Background

- ผล I_0 spectra (รูป 38) แสดงให้เห็นว่ามีสัญญาณรบกวนความถี่ต่ำ แม้ว่าจะลดค่า Motor acceleration ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการทำงานของมอเตอร์ปกติ



รูปที่ 38 เปรียบเทียบระหว่าง Motor acceleration : 64 และ Motor acceleration : 32, Orbit correction : 15s

เมื่อเช็คการทำงานของมอเตอร์ ซึ่งปรากฏว่าการทำงานปกติ จึงแจ้งเจ้าหน้าที่เครื่องเร่งเพื่อทดลองเปลี่ยนค่า Orbit Correction ซึ่งปกติใช้ 15s จึงเปลี่ยนเป็น 5s และ ไม่ใช้ค่า Orbit Correction เลย ดังรูป 39



รูปที่ 39 แสดงค่ากระแสสูงสุด I_0 ของ Standard powder KI ที่ทดสอบปรับ Orbit Correction

- จาก (รูป 39) แสดงให้เห็นว่า KI Without Orbit Correction ทำให้ค่าสัญญาณ I_0 เรียบที่สุด

Flux influence on XAS spectra

วันที่ 20/01/2562

เพื่อทดสอบอิทธิพลของ X-ray flux ต่อคุณภาพของ XAS spectra

ได้ทำการทดลอง Maximize I_0 Current เพื่อวัด Cu K-edge โดยที่เดิมแก๊สที่ $I_0 = 76$ mbar Ar และ $I_1 = 413$ mbar Ar เพื่อ Maximize I_0 Current ให้ได้สูงที่สุด ผลที่ได้มีดังต่อไปนี้

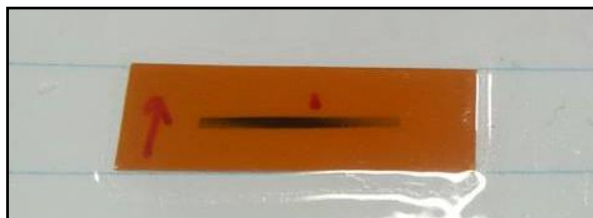
ครั้งที่ 1 $I_{avg} = 2.62$ nA



รูปที่ 40 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0 Current

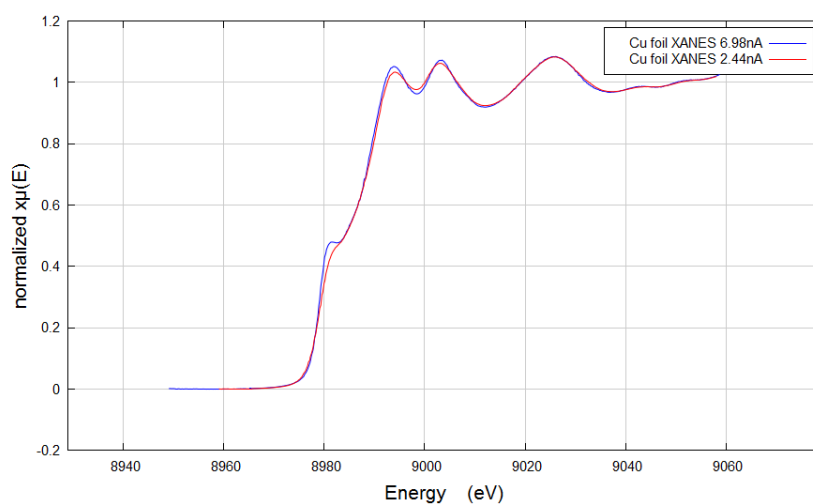
จากรูป 40 สังเกตว่าจากรอยไหม้มีลักษณะที่บิดเบี้ยว และประกอบกับ Maximize I_0 Current ที่ได้มีค่าน้อย จึงทำการเปิด DCM เพื่อขยับผลึกและ Maximize I_0 Current ใหม่อีกครั้ง

ครั้งที่ 2 $I_{avg} = 2.44$ nA

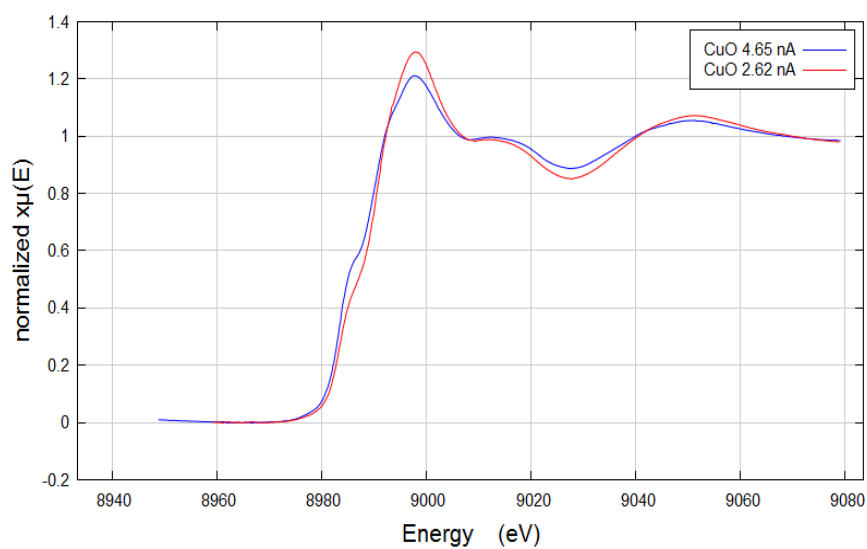


รูปที่ 41 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0 Current

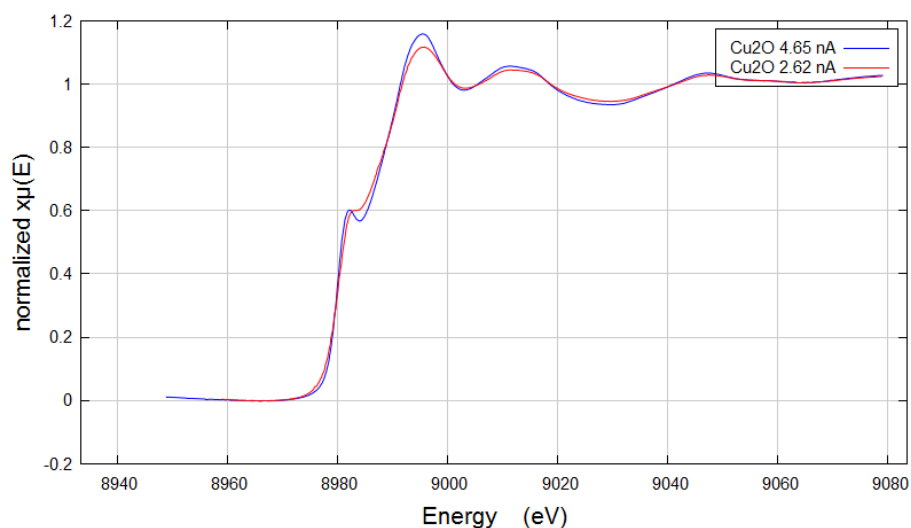
จากนั้นจึงวัด Cu K-edge ด้วย Cu Foil, CuO และ Cu₂O แบบ XANES (TM mode) และได้นำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลเก่าที่เคย Maximize I_0 Current ไว้ได้ค่าที่ค่อนข้างสูง ดังนี้



รูปที่ 42 เปรียบเทียบการวัด Cu K-edge ด้วย Cu Foil แบบ XANES โดยที่ I_{avg} มีค่าต่างกัน



รูปที่ 43 เปรียบเทียบการวัด Cu K-edge ด้วย CuO แบบ XANES โดยที่ I_{avg} มีค่าต่างกัน



รูปที่ 44 เปรียบเทียบการวัด Cu K-edge ด้วย Cu₂O แบบ XANES โดยที่ I_{avg} มีค่าต่างกัน

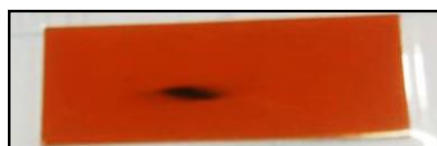
จากรูป 42, 43 และ 44 สังเกตได้ว่า การวัด Cu K-edge ด้วย Cu foil, CuO และ Cu₂O ที่มีค่า I_{avg} ที่ต่างกันนั้น มีผลต่อสเปกตรัมที่เกิดขึ้น โดยที่ถ้า Maximize I_0 current ได้ค่าที่สูง จะทำให้สามารถเห็น Feature บริเวณ Edge ได้ชัดกว่า จากนั้นจึงทดลองขยับผลึกและ Maximize I_0 Current เพื่อที่จะให้ได้ค่า I_{avg} ที่สูงขึ้นกว่าเดิม ผลเป็นดังนี้

ครั้งที่ 3 $I_{avg} = 1.94$ nA



รูปที่ 45 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0 Current

ครั้งที่ 4 $I_{avg} = 1.44$ nA



รูปที่ 46 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0

ครั้งที่ 5

$$I_{avg} = 1.73 \text{ nA}$$



รูปที่ 47 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0 Current

ครั้งที่ 6

$$I_{avg} = 1.91 \text{ nA}$$



รูปที่ 48 การ Burn paper ที่ Sample holder (TM Mode) เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize I_0 Current

การทดสอบใช้ผลึก KTP เพื่อวัดธาตุ Aluminium

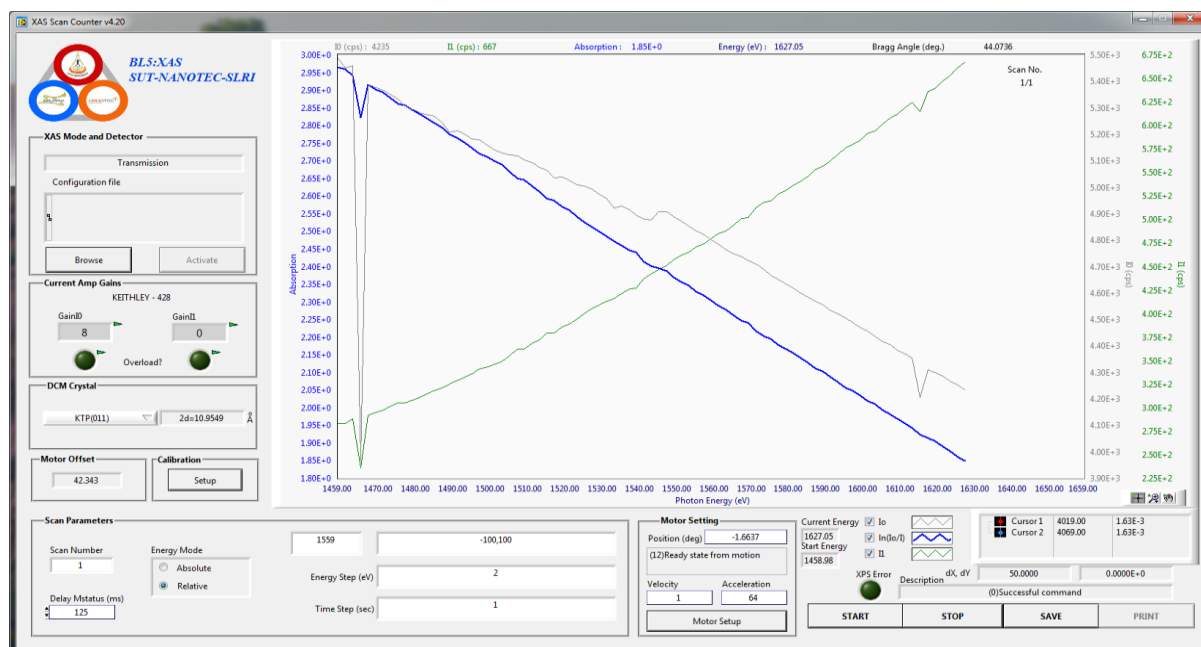
7-8 มกราคม 2562

เวลา 10.02 น. ของวันที่ 7 มกราคม 2562 เปลี่ยนผลึกเป็น KTP(011) เพื่อทำการวัดธาตุ Al K-Edge (Aluminium, 1559 eV) เติมแก๊ส $I_0 = 10$ mbarN₂, $I_1 = 53$ mbarN₂ และทำการ Max I_0 ได้ค่าดังนี้ $I_0 = 5011$ c/s, Gain = 8, $I_{ring} = 120.37$ mA, $I_{avg} = 0.42$ nA หลังจากนั้นทำการ Burn paper ที่ Sample holder เป็นเวลา 3 วินาที ดังรูปที่ 49



รูปที่ 49 การ Burn paper เป็นเวลา 3 นาทีหลังจากการ Maximize

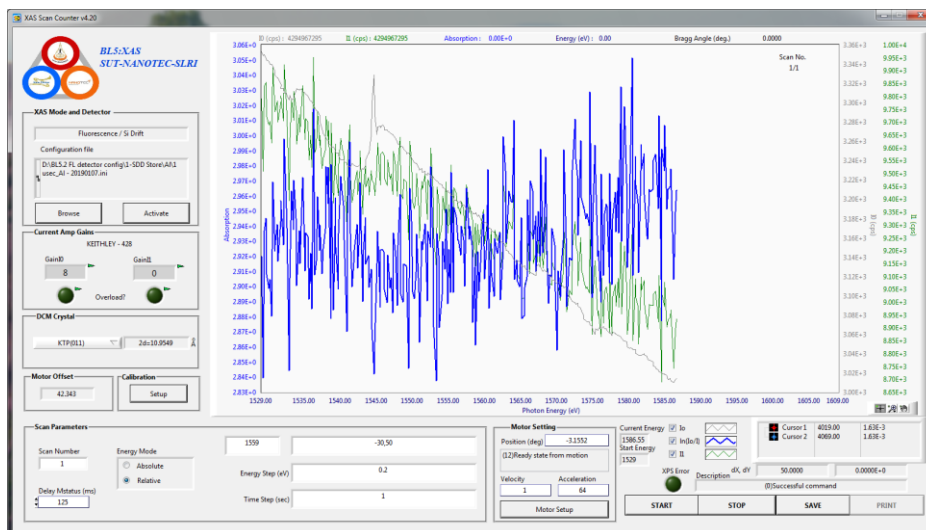
จากนั้นจึงใช้ Al Foil เพื่อทำ Calibration โดยใช้พารามิเตอร์ ดังนี้ E: -100,100 Step: 2 Time: 1 (Flow He gas) ด้วย จากผลการทดลองไม่พบสัญญาณตามค่าพลังงานของ Al เลย ดังรูป 50



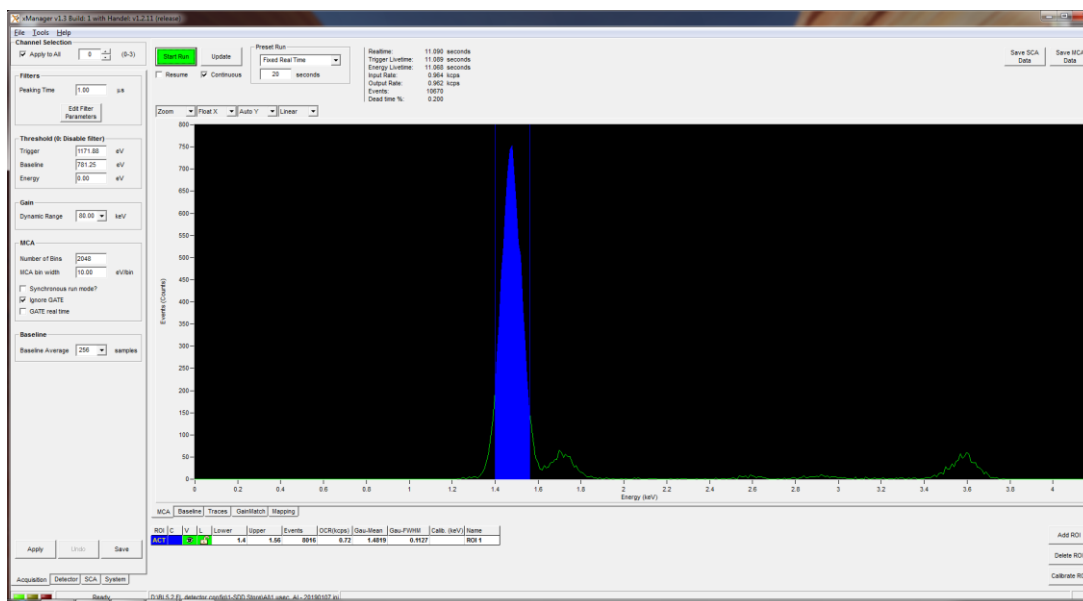
รูปที่ 50 แสดงโปรแกรม XAS Scan ที่วัด Al K-edge ด้วย Al Foil

หลังจากนั้น จึงใช้โปรแกรม X-manager เพื่อสร้าง Configuration file ของ Al K-edge ขึ้นมา ดังรูป 51 โดยใช้ Al 6 um X 4 เป็นตัว Calibration และให้ระยะ SDD 20 cm.

ใช้โปรแกรม XAS Scan โดยใช้ Al 6 um X 4 ด้วย XANES FL Mode และใช้พารามิเตอร์ ดังนี้ E: -30,50 Step: 0.2 Time: 1 (Flow He gas) ดังรูป 51 สังเกตว่ามีสัญญาณรบกวนค่อนข้างมาก จนไม่สามารถระบุได้ว่าเจอ Al K-edge หรือไม่

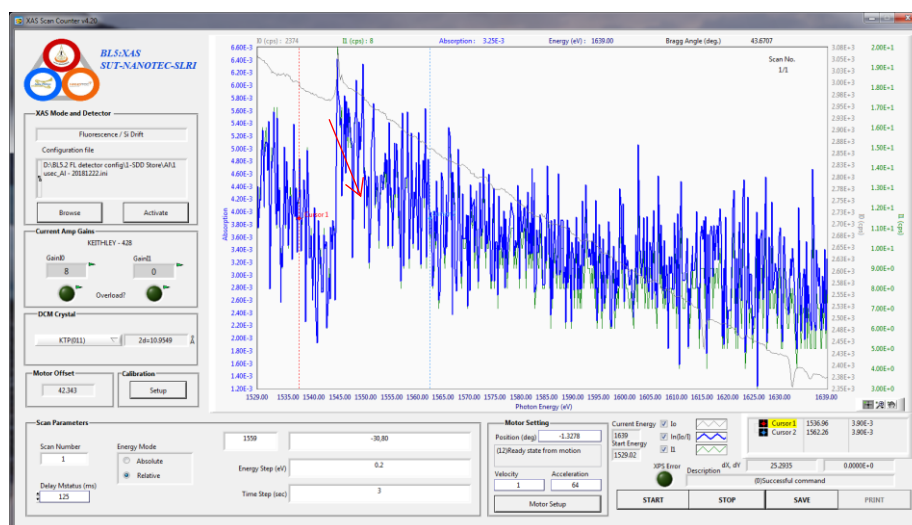


และทดลองเปลี่ยนไปวัด Al_2O_3 ดังรูป 53

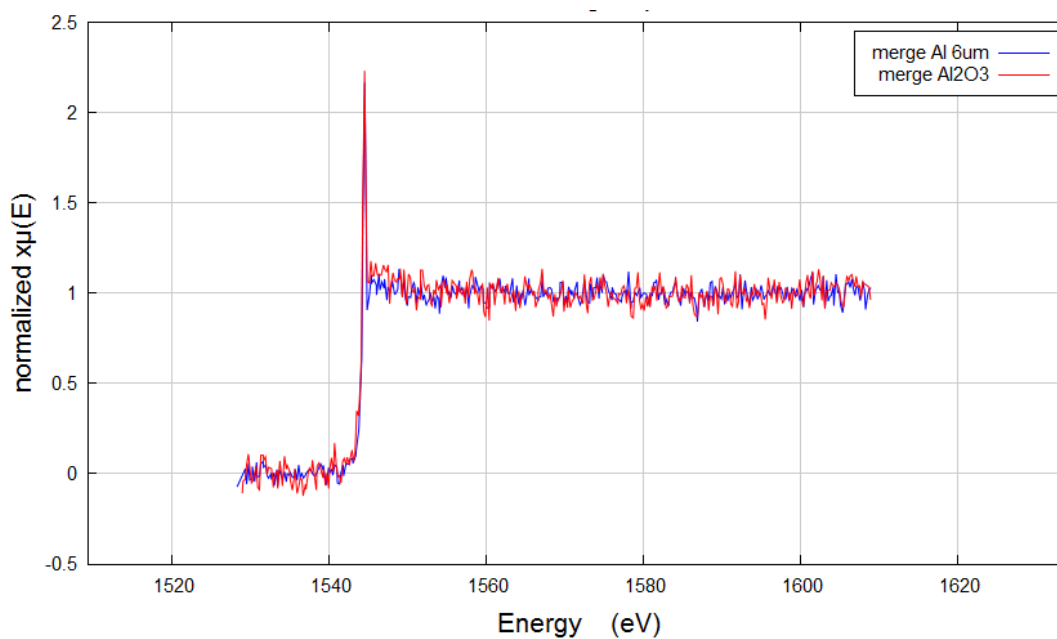


รูปที่ 53 แสดงโปรแกรม X-manager ที่ใช้ Al_2O_3 เพื่อสร้าง configuration file

ใช้โปรแกรม XAS Scan โดยใช้ Al_2O_3 ด้วย XANES FL Mode และใช้ฟารามิเตอร์ ดังนี้ E: -30,50 Step: 0.2 Time: 1 (Flow He gas) ดังรูป 54 สังเกตว่ามีสัญญาณรบกวนค่อนข้างมาก แต่ถ้าสังเกตดีๆจะพบว่ามี Edge เกิดขึ้น (ลูกศรสีแดง)



รูปที่ 54 แสดงโปรแกรม XAS Scan ที่วัด Al K-edge ด้วย Al_2O_3



รูปที่ 55 แสดงสเปกตรัมของ Al 6um และ Al_2O_3 ที่วัดแบบ XANES ด้วย FL Mode

จากนั้นทำการเปิด DCM เพื่อขยับผลึก เนื่องจากต้องการ Maximize I_0 ให้ได้มากที่สุด โดยขยับผลึก KTP (011) ทั้งหมด 55 ครั้ง ดังแสดงในตาราง 1

ตารางที่ 8 แสดงข้อมูลการ Maximize I_0

Time	Element	Energy(eV)	$I_0(\text{c/s})$	Gain	$I_{\text{ring}}(\text{mA})$	$I_{\text{avg}}(\text{nA})$
17.09	Al	1559	2145	8	73.34	0.29
19.09	Al	1559	1239	8	69.92	0.18
21.30	Al	1559	2430	8	129.20	0.19
22.20	Al	1559	2630	8	118.16	0.22
23.32	Al	1559	1815	8	104.57	0.17
10.12	Al	1559	3746	8	114.99	0.33
13.55	Al	1559	5504	8	93.15	0.59

จากตาราง 8 ที่เวลา 13.55 น. Maximize I_0 ได้ 0.59 nA ทำการ Burn paper ที่ Sample holder เป็นเวลา 5 นาที ดังรูป 56



รูปที่ 56 การ Burn paper เป็นเวลา 5 นาทีหลังจากการ Maximize I_0

ใช้โปรแกรม XAS Scan โดยใช้ Al_2O_3 ด้วย XANES FL Mode เพื่อลองทำ Calibration ผลปรากฏว่าไม่สามารถทำได้ ดังแสดงในรูป 57



รูปที่ 57 แสดงโปรแกรม XAS Scan ที่วัด Al K-edge ด้วย Al_2O_3

ใช้โปรแกรม XAS Scan โดยใช้ Al_2O_3 ด้วย XANES FL Mode และใช้พารามิเตอร์ ดังนี้ E: -100,1000 Step: 1 Time: 1 (Flow He gas) ดังรูป 58 สังเกตว่า บริเวณที่ลูกศรสีแดงนั้น น่าจะเกิดจาก Effect ที่มาจากผลึก KTP(011) ดังนั้นสรุปได้ว่า ไม่สามารถวัด Al K-edge (1599 eV) ด้วยผลึก KTP(011) ได้ จากการทดลองครั้งนี้



รูปที่ 58 แสดงโปรแกรม XAS Scan ที่วัด Al K-edge ด้วย Al_2O_3

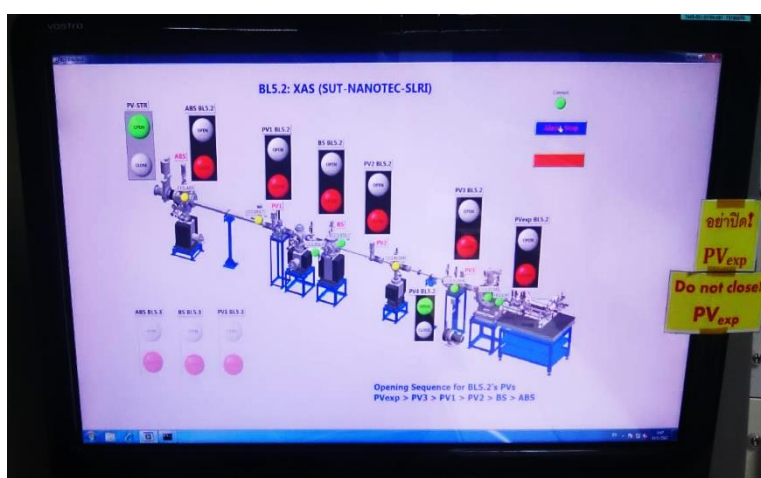
การเกิดปัญหา Pressure FLSM3 Error

วันที่ 9 – 10 มกราคม 2562

วันที่ 9 มกราคม 2562 เวลา 00.51 น. ได้รับแจ้งจากนายชินวัฒน์ เอกวงษา ซึ่งเป็นผู้ใช้ Beam time ว่าในขณะที่ทำการทดลองอยู่นั้น Alarm ดังขึ้น ความดันที่ FLSM3 เพิ่มขึ้นเกินระดับปกติ (10^{-9}) และมีข้อความแสดง Error E006 ดังแสดงในรูปภาพที่ 59 ทำให้วาล์วทุกตัวปิดลงโดยระบบอัตโนมัติดังแสดงในรูปภาพที่ 60 จึงไม่สามารถดำเนินการทดลองต่อไปได้ ดร. พินิจ กิจขุนทด ผู้จัดการระบบลำเลียงแสง รับทราบและให้หยุดปฏิบัติการทดลอง



รูปที่ 59 ความดันในส่วน FLSM3 สูงขึ้น เนื่องจากการทำงานไม่ปกติของ ion pump



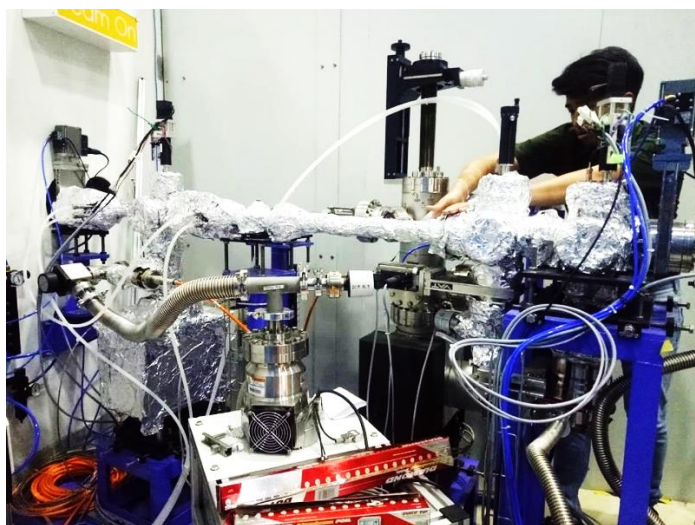
รูปที่ 60 ระบบ interlock ทำงานอัตโนมัติ โดยปิดวาล์วทุกตัวในระบบลำเลียงแสง 5.2

08.15 น. ดร.พินิจ กิจขุนทดติดต่อประสานงานกับ ดร.พัฒน์ โพธิ์ทองคำ และทีมวิศวกรนำโดยนายเกริกฤทธิ์ สิทธิศาสตร์ เข้ามาตรวจสอบระบบความดันที่ระบบลำเลียงแสง 5.2 ส่วนหน้า DCM ร่วมกับ ดร.สุจินดา สัตยาพร นักวิทยาศาสตร์ระบบลำเลียงแสง และนางสาวอัญญา ชุบขุนทด เบื้องต้นพบว่าวาล์วของ Dry scroll pump ที่มีหน้าที่ช่วยถ่ายเทความร้อนจาก Ion pump ถูกปิดลงอย่างไม่ทราบสาเหตุ ส่งผลกระทบต่อเนื่องให้ Turbomolecular pump และ Ion pump หยุดทำงาน จึงทำให้ไม่สามารถใช้งานระบบลำเลียงแสงได้ จากนั้นทีมงานวิศวกรเปิดวาล์ว Dry scroll pump ดังรูปภาพที่ 61 เพื่อทดสอบการทำงานร่วมกันของ pump ทั้งสามตัวในส่วนระบบ XBPM



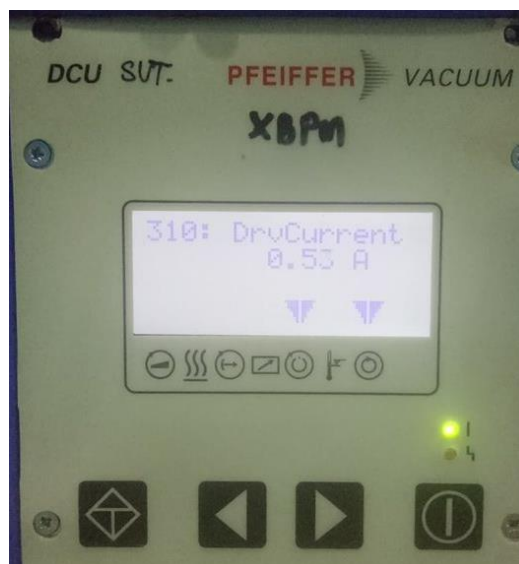
รูปที่ 61 Dry scroll pump ที่ต่อกับ Turbo molecular pump ส่วนระบบ XBPM

โดยนางสาวธัญญชยา ชุบขุนทดได้จดบันทึกค่าความดันทุกๆ 20 นาที พบว่าค่าความดันค่อยๆ เพิ่มขึ้นจาก 5.7×10^{-6} mbar เป็น 1.1×10^{-5} mbar ไม่ลดระดับไปที่ค่าความดันปกติในการปฏิบัติงาน (10^{-8}) ทีมงานวิศวกรจึงปิด ion pump และเตรียมอุปกรณ์สำหรับอบเพื่อไล่โมเลกุลในอากาศออกจาก absorber ของ ion pump ส่งผลให้สถานีวิจัย 5.2 ต้องยกเลิกการให้บริการแก่ user เพื่อทำการซ่อมระบบ ion pump ให้กลับมาใช้งานได้ตามปกติ



รูปที่ 62 การอบ ion pump และระบบท่อข้างเคียง

ดังแสดงในรูปภาพที่ 62 การอบ ion pump ทำได้โดยการเสียบปลั๊กไฟที่ติดกับตัว pump ระบบให้ความร้อนจะทำงานอัตโนมัติและทีมงานวิศวกรได้นำระบบปั๊มเคลื่อนที่ (Dry scroll pump และ Turbo molecular pump) มาต่อเสริมอีกด้วย 15.00 น. ทีมงานวิศวกรเปิด ion pump และให้เปิดทิ้งไว้ข้ามคืนเพื่อให้ระบบใช้งานได้ ก่อนเปิดให้บริการแก่ผู้ใช้แสงตามปกติวันที่ 10 มกราคม 2562 เวลา 08.30 ความดันส่วน XBPM กลับสู่สภาวะปกติดังแสดงในรูปภาพที่ 63



รูปที่ 63 ความดันส่วน XBPM หลังจากทีทีมวิศวกรซ่อมแซม ion pump



รูปที่ 64 ติดตั้ง clamp lock ที่วาล์วของ Dry scroll pump

หลังจากนั้นได้มีการสำรวจอุปกรณ์อื่นๆ ติดตั้ง clamp lock เพื่อป้องกันการปิดวาล์ว และเมื่อตรวจสอบกล้องวงจรปิด พบว่า กล้องที่ติดตั้งโดยฝ่าย safety ไม่สามารถมองเห็นบีมไลน์ 5.2 ได้ ศ. น.ท. ดร.สรารุณี สุจิตจร จึงให้ดำเนินการติดตั้งกล้องเพิ่ม เพื่อให้สามารถตรวจสอบสถานะของบีมไลน์ทุกบีมได้อย่างทั่วถึง