

ภาคผนวก (ก)
ทฤษฎีเกี่ยวกับเครื่องมือวิจัย

1. เครื่องเรียงรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

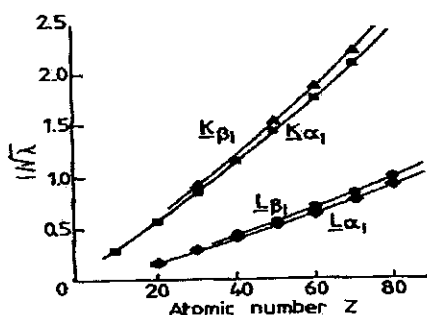
เครื่องเรียงรังสีเอกซ์เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ธาตุ ในเชิงคุณภาพสามารถวิเคราะห์ธาตุได้ตั้งแต่ Be ถึง U ส่วนในเชิงปริมาณสามารถวิเคราะห์ปริมาณของธาตุได้ต่ำสุดถึง หนึ่งในล้านส่วน (ppm)

หลักการของ Moseley ซึ่งสามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพของธาตุในตารางธาตุได้ ดังสมการ

$$\sqrt{\nu} = \sqrt{\frac{c}{\lambda}} = k(Z - \sigma) \quad (1)$$

เมื่อ k เป็นค่าคงที่ของอนุกรมรังสีเอกซ์ σ เป็นค่าคงที่ของ screening

ความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นเฉพาะของรังสีเอกซ์กับเลขอะตอมของธาตุ ดังภาพประกอบที่ 2.8 เมื่อเลขอะตอมเพิ่มขึ้นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์เฉพาะที่เรียงออกมามีค่าลดลง (พลังงานของโฟตอนเพิ่มขึ้น) ผลการเรียงรังสีเอกซ์เฉพาะธาตุมีค่าเพิ่มขึ้นตามเลขอะตอมของธาตุ

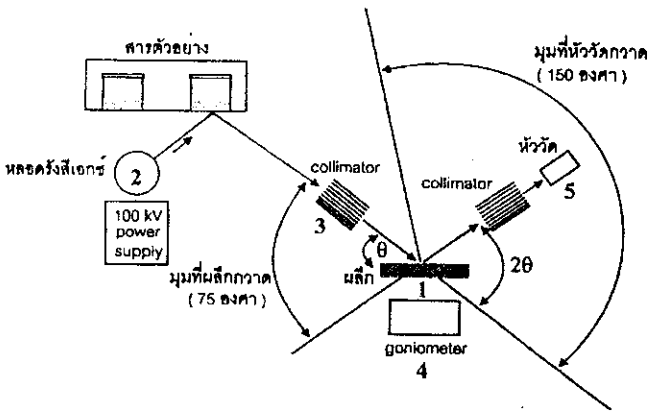


ภาพประกอบที่ 4 แสดงอนุกรมของรังสีเอกซ์สำหรับเส้นสเปกตรัม K และ L ที่ได้จากการทดลองของ Moseley (Grieken, 1993)

1.1 ส่วนประกอบของเครื่องรังสีเอกซ์

เครื่องรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น มีส่วนประกอบสำคัญดังนี้ 1) ฟลิก เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นซึ่งอยู่กึ่งกลางของเครื่อง 2) แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ 3) ตัวกรองรังสี และคอลลิเมเตอร์ (collimator) 4) โกนิโอมิเตอร์ (goniometer) 5) หัววัด

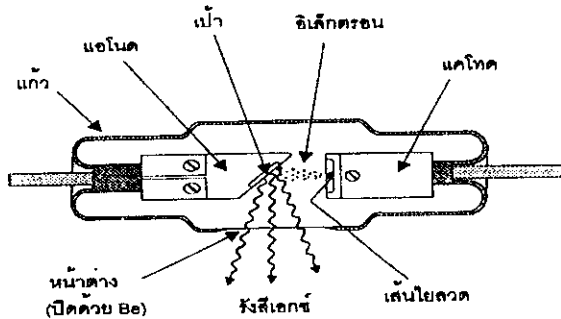
สัญญาณจากหัววัดจะส่งต่อไปยังวงจรอิเล็กทรอนิกส์เพื่อปรับรูปร่างของสัญญาณ แล้วส่งต่อไปยังคอมพิวเตอร์เพื่อประมวลผลข้อมูลด้วยซอฟต์แวร์



ภาพประกอบที่ 5 แสดงการทำงานของเครื่องรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (สัมพันธ์, 2535)

1.1.1 หลอดรังสีเอกซ์

การใช้รังสีเอกซ์ที่สามารถปรับเลือกค่าพลังงานได้ตามความต้องการจะเป็นแหล่งของพลังงานที่กระตุ้นสารตัวอย่างมีประสิทธิภาพมากและแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ที่สะดวกก็คือ หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ นั่นเอง หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์อาจมีหลายรูปแบบ แต่ส่วนใหญ่แล้วก็คล้ายกับหลอดที่ออกแบบโดย W.D.Coolidge ในปี ค.ศ.1913 ดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.10



ภาพประกอบที่ 6 ส่วนประกอบของหลอดรังสีเอกซ์แบบ Coolidge (สัมพันธ์, 2535)

หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์เป็นหลอดที่ภายในเป็นสุญญากาศ ภายในหลอดมีแคโทดและแอโนดต่อกับศักย์ไฟฟ้าสูง (high voltage) แคโทดจะมีศักย์ไฟฟ้าเป็นลบและมีเส้นใยลวด (filament) ซึ่งต่อกับศักย์ไฟฟ้าอีกชุดหนึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้าต่ำที่แอโนด(ของชุดศักย์ไฟฟ้าสูง) มีศักย์ไฟฟ้าเป็นบวกและเคลือบด้วยธาตุที่ใช้เป็น เป้า(target) ซึ่งจะเป็นแหล่งกำเนิดรังสีตามพลังงานที่ต้องการ เช่น อาจเป็น ทองแดง(Cu) โครเมียม(Cr) ทังสแตน(W) เป็นต้น ศักย์ไฟฟ้าระหว่างแคโทดกับแอโนดที่เป็นศักย์ไฟฟ้าสูงนี้ปกติมักอยู่ในช่วงระหว่าง 15-100 กิโลโวลต์ (kV) ส่วนศักย์ไฟฟ้าชุดที่ป้อนให้เส้นใยลวดที่แคโทดเป็นศักย์ไฟฟ้าต่ำประมาณ 6-14 โวลต์ สำหรับทำให้เส้นใยร้อนและปล่อยอิเล็กตรอนออกมาซึ่งจะถูกเร่งโดยศักย์ไฟฟ้าสูงเข้าหาแอโนด อิเล็กตรอนจะถูกเร่งนี้จะมีพลังงานจลน์ และในการเคลื่อนที่เข้าหาเป้าหรือแอโนดนั้นก็จะทำให้ชะลอความเร็วลงไปบ้างเนื่องจากเกิดผลกักันกับอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุที่เป็นเป้า และหลังจากนั้นจะเข้าไปชนกับเป้าทำให้เกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กตริก (photoelectric effect) ทั้งการชะลอความเร็วและการชนจนเกิดโฟโตอิเล็กตรอนจะทำให้เกิดรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องและรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุที่เป็นเป้า รังสีเอกซ์เหล่านี้ก็คือ รังสีเอกซ์ที่จะนำไปใช้ในการกระตุ้นสารตัวอย่างต่อไปนั่นเอง รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นนี้จะเดินทางออกจากหลอดทางด้านข้าง จุดที่กำหนดให้เป็นทางออกของรังสีเอกซ์นี้เรียกว่า หน้าต่าง(window) ซึ่งปิดผนึกด้วยวัสดุที่บางมากแต่ก็แข็งแรงสามารถทนต่อแรงดันบรรยากาศได้เพื่อรักษาความเป็นสุญญากาศภายในหลอด วัสดุที่ใช้ปิดผนึกนี้คือ แผ่น โลหะบางทำจากธาตุเบอริลเลียม(Be) สาเหตุที่ใช้ Be ปิดผนึกที่หน้าต่างนี้เพราะ Be เป็นธาตุที่เลขอะตอมต่ำทำให้ดูดกลืนรังสีได้น้อย

1.1.2 สเปกตรัมของหลอดรังสีเอกซ์

สเปกตรัมของรังสีเอกซ์มีสองส่วน ส่วนแรกคือสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (เบรมสตราลุง) ส่วนที่สองคือเส้นรังสีเอกซ์เฉพาะที่เกิดจากเป้าโลหะที่ใช้ทำแอโนด สักของสเปกตรัมขึ้นอยู่กับชนิดของเป้า เช่น เป้าทังสแตนมีเส้นเฉพาะ L ซึ่งปลดปล่อยรังสีเอกซ์ ประมาณ 24% และ เส้นเฉพาะ K จากเป้าทองแดง ซึ่งปลดปล่อยรังสีเอกซ์ประมาณ 60 % ที่ความต่างศักย์ของหลอด 45 กิโลโวลต์

ความเข้มของเส้นสเปกตรัมรังสีเอกซ์สามารถแสดงได้ดังสมการต่อไปนี้

$$N_\lambda \sim \frac{Z^r}{\lambda^2} \left(\frac{\lambda}{\lambda_0} - 1 \right) \quad \text{Kramer's law} \quad (2a)$$

$$N_\lambda \sim \frac{Z^r}{\lambda^2} \left(\frac{\lambda}{\lambda_0} - 1 \right)^m \quad \text{Burnett's result} \quad (2b)$$

เมื่อ λ_0 คือ ความยาวคลื่นต่ำสุดของรังสีเอกซ์ต่อเนื่อง r และ m เป็นค่าคงที่ของ nonintegral exponent ที่ได้จากการปรับค่าจากการทดลอง

นอกจากนี้ อัตราส่วนระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะกับรังสีเอกซ์ภูมิหลัง สามารถหาได้จากฟังก์ชันของศักย์ไฟฟ้าสูงสุดกับเลขอะตอม

$$\frac{N_{\text{char}}}{N_{\text{con}}} = \exp\left[0.5\left(\frac{U_0 - 1}{1.17U_0 + 3.2}\right)^2\right] \left(\frac{a}{b + Z^4} + d\right) \left(\frac{U_0 \cdot \ln U_0}{U_0 - 1} - 1\right) \quad (3)$$

U_0 เป็นอัตราส่วนของพลังงานอิเล็กตรอนเริ่มต้น E_0 กับพลังงานกระตุ้นวิกฤตของระดับชั้นพลังงาน E_q a , b และ d เป็นค่าคงที่จากการทดลอง

1.1.3 คอลลิเมเตอร์ (collimeter) และ หน้ากาก (mask)

การเรียงรังสีเอกซ์แบบการกระจายยาวคลื่น ความเข้มรังสีขึ้นอยู่กับรูปทรงของเครื่องซึ่งจะเป็นตัวบอกถึงการสร้างและออกแบบ โคนิโอมิเตอร์ และผลึกวิเคราะห์

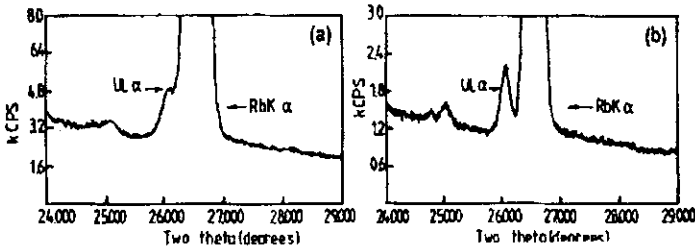
หน้ากาก ใช้ลดความเข้มของลำรังสีเรื่องด้านหน้าคอลลิเมเตอร์ และตัดรังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยหรือกระเจิงจากบริเวณที่มีพื้นที่มากกว่าของสารตัวอย่าง

ตำแหน่งของคอลลิเมเตอร์ 1) ระหว่างสารตัวอย่างกับผลึก 2) อยู่ระหว่างผลึกกับหัววัด 3) อยู่ระหว่างหัววัดสองตัวที่ทำงานเรียงตามกัน
คอลลิเมเตอร์ จะมีตำแหน่งซึ่งบอกด้วยมุมรับรังสี ดังสมการ

$$\alpha = \arctan \frac{a}{l} \quad (4)$$

เมื่อ a คือ ระยะห่างระหว่างไบพัต และ l คือ ความยาวของไบพัต มีการสูญเสียของอัตรา การนับรังสีเอกซ์อย่างมากเมื่อผ่านเข้าไปยังคอลลิเมเตอร์ ตัวอย่างเช่น การแผ่รังสีที่ 10 keV ผ่านเข้าไปในทีโซลเลอร์ คอลลิเมเตอร์ (soller collimeter) ขนาด 100×0.25 มิลลิเมตร การเคลื่อนย้ายลดลง

เหลือ 10^{-5} ดังนั้นจะต้องรวบรวมของค่าการแยกที่ดีกว่าและให้ความสว่างที่สูงกว่าในการวิเคราะห์ธาตุเบา โดยทั่วไปความกว้างสเปกตรัมที่เร่องออกนามีค่าความเข้มต่ำ ซึ่งค่าการแยกขึ้นอยู่กับเส้นสเปกตรัม ความเข้มรังสีของการแยก



ภาพประกอบที่ 7 แสดงสองสเปกตรัมของสารตัวอย่างชนิดเดียวกัน เกิดการซ้อนทับกันของเส้นสเปกตรัม a) กรณีไม่มีคอลลิเมเตอร์ b) กรณีมีคอลลิเมเตอร์ (Grieken, 1993)

1.2 การกระจายของธาตุ

ทั้งโฟตอนปฐมภูมิที่เกิดจากหลอดรังสีเอกซ์ และทุติยภูมิ หรือรังสีเรื่อที่ได้จากสารตัวอย่างสามารถทำให้มีความยาวคลื่นเดียวได้ การทำให้รังสีปฐมภูมิมีความยาวคลื่นเดียวเป็นสิ่งไม่จำเป็น แต่อาจเพิ่มประสิทธิภาพของการกระตุ้นสารตัวอย่างด้วยโฟตอนได้มากกว่า การทำความเข้าใจความยาวคลื่นเดียวอาจเปรียบเทียบกับที่แคบๆ ความกว้างของที่แคบจะสัมพันธ์กับการแยกสเปกตรัม อัตราส่วนของ $\Delta E/E$ เมื่อ ΔE แสดงถึงความกว้างของพลังงานเคลื่อนย้ายของแถบการแผ่รังสี และ E พลังงานของโฟตอนที่เคลื่อนย้าย เรียกว่า ค่าการแยกสเปกตรัมเดียวสัมพัทธ์ (relative spectral resolution of monochromatic) ΔE โดยทั่วไป จะแสดงด้วยค่า full width at half maximum : FWHM ของแถบเคลื่อนย้าย(ยอดกราฟของความเข้มรังสีเอกซ์กับพลังงาน) ส่วนกลับของค่าการแยกสเปกตรัม $E/\Delta E$ อาจเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า กำลังการแยก (resolving power) สามารถเขียนในรูปความยาวคลื่นได้ว่า $\Delta\lambda/\lambda$ ในทำนองเดียวกันสำหรับเครื่องเรื่อรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นค่าการกระจายเชิงมุม(ค่าการกระจายของแบรกก์) เป็นสิ่งสำคัญที่บอกการกระจายตัวของความยาวคลื่นของธาตุหาได้จากอนุพันธ์ของกฎของแบรกก์ เป็นดังสมการ

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{n}{2d\cos\theta} \quad (5)$$

การทำให้รังสีปฐมภูมิ มีความยาวคลื่นเดียว โดยใช้ตัวกรองหรือเป่าทุติยภูมิ ขอบเขตการดูดกลืนของธาตุที่เกิดขึ้นในการกรองควรจะต่ำกว่าความยาวคลื่นทั่วไป เพื่อลดปัญหาเป่าทุติยภูมิ ปลดปล่อยการเรืองรังสีเฉพาะ ทำให้เกิดรังสีภูมิหลังต่อเนื่อง

1.2.1 ผลึก

ระนาบผลึกที่ใช้กระจายความยาวคลื่นมีหลายระนาบ แต่ละระนาบมีค่า d ที่แตกต่างกัน ระยะห่างทำให้ค่าการแยกแตกต่างกันสำหรับรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียว ซึ่งสอดคล้องกับผลต่างของการแยกสำหรับความยาวคลื่น ค่าเพียงน้อยนี้สามารถคำนวณผลึก LiF ในความต่างของการปรับตัวได้ซึ่งบันทึกไว้ในตารางที่ 2.1 จากค่าการกระจายนี้สามารถคาดหมายว่าเส้น K_{α} ของแมงกานีสสามารถแยกออกจากกันได้กับโครเมียม K_{β} โดยใช้ LiF(220) ไม่ใช่ LiF(200) ค่าในตารางที่ 2.1 คำนวณจากผลึกจินตภาพและลำแสงขนาน สำหรับผลึกจริง

ตารางที่ 2.1 แสดงการกระจายของผลึกกับระนาบผลึกวิเคราะห์ค่าต่างๆ

ผลึก	$2d$ (Å)	การกระจาย
LiF(422)	1.652	-
LiF(420)	1.800	-
LiF(220)	2.848	0.5154
LiF(200)	4.027	0.2902

หมายเหตุ คำนวณจาก θ ของ Mn K_{α} (2.102 Å) และ $n=1$

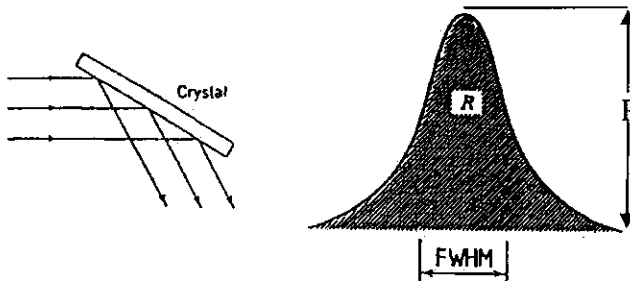
1.2.2 ค่าการแยก

การแยกของสเปกตรัมของผลึกมีค่าแกว่งอยู่ในช่วง $\Delta E/E = 10^{-2}$ การแยกสเปกตรัมด้วยผลึกจะดีกว่าอุปกรณ์กระจายสเปกตรัมแบบอื่น เช่น หัววัด ตัวกรองรังสี ซึ่งแตกต่างกับเครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานที่มีค่าการแยกต่ำกว่า ที่ความยาวคลื่นสั้นกว่า

1.2.3 ลวดลาย (mosaicity) และ การสะท้อน

ผลึกจริงมีความบกพร่องทุกชนิดและลวดลายในผลึกก็เป็นหนึ่งของความบกพร่องนั้น ลวดลายในผลึก ซึ่งเป็นบริเวณที่มีขนาดประมาณ 100 Å และมีทิศทางต่างไปจากระนาบบริเวณนั้น เล็กน้อย ทำให้ยอดกราฟเลี้ยวเบนกว้างขึ้น ผลของลวดลายทำให้การเลื่อนไปของมุมกว้างของยอดกราฟเลี้ยวเบน แต่ทำให้ความเข้มรังสีของยอดกราฟมีค่าเพิ่มขึ้น การกระจายของความเข้มของยอดกราฟรังสีเอกซ์เรียกว่า rocking curve ซึ่งวัดโดยใช้ชนิดสองผลึกในเครื่องเรอริงส์เอกซ์

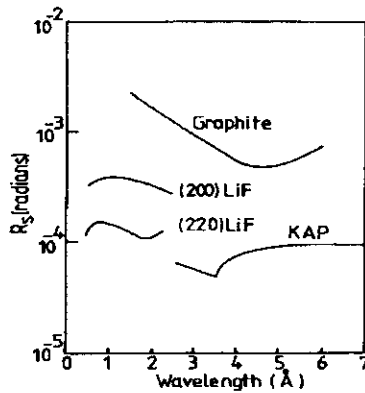
จากภาพประกอบที่ 2.12 ความสูงของยอดกราฟจากเครื่องเรอริงส์เอกซ์ จะสังเกตได้จากอำนาจการแยกจะแสดงถึงส่วนโค้งของความสูงของการแยกด้วยผลึกวิเคราะห์ ตัวประกอบของการกระเจิงของอะตอมและกลุ่มอะตอมของผลึกวิเคราะห์ WDM หาได้จากลวดลายของผลึกวิเคราะห์ แยกความแตกต่างระหว่างรังสีตกกระทบกับรังสีเลี้ยวเบน พื้นที่ใต้โค้งเป็นการรวมผลของการสะท้อน เมื่อทำกราฟให้เป็นบรรทัดฐาน(normalized) กับความเข้มรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ สัมประสิทธิ์การสะท้อนรวมขึ้นอยู่กับการลวดลายในผลึก สำหรับผลึก LiF มีข้อได้เปรียบที่ดี คือ มีสัมประสิทธิ์การดูดกลืนต่ำที่มีอยู่ในอะตอมของผลึก



ภาพประกอบที่ 8 แสดง rocking curve ที่ได้จากการใช้ผลึกเลี้ยวเบนจริง เมื่อความสูงของยอดกราฟคือสัมประสิทธิ์การเลี้ยวเบนและ R คือ ผลรวมของสัมประสิทธิ์ของการสะท้อน (Grieken, 1993)

1.24 ความมีเสถียรภาพ และ อุณหภูมิ

ผลึกโดยส่วนใหญ่มีเสถียรภาพ ยกเว้น ผลึกซิปซัม (โดยเฉพาะที่อุณหภูมิอากาศสูงๆ) PET มีแนวโน้มที่จะเปลี่ยนเฟส และง่ายต่อการถูกทำลายเมื่อใช้งานนานๆ อุณหภูมิในเครื่องเรียงรังสีเอกซ์ต้องปรับให้คงที่ (≤ 1 หรือ ≤ 0.01 °C ถ้ายอดกราฟเลื่อน) ซึ่งโครงผลึกของสารอินทรีย์สามารถทำลายได้เมื่ออุณหภูมิสูง สัมประสิทธิ์ขยายตัวเชิงความร้อนเป็นเรื่องที่สำคัญ เช่น PET เป็นข้อดีของผลึกในการขยายตัวเชิงความร้อน



ภาพประกอบที่ 9 แสดงสัมประสิทธิ์การสะท้อนรวมที่ใช้ห้วัดผลึกเดี่ยว แกรไฟต์ LiF(200), LiF(200) และ KAP (Grieken, 1993)

1.25 ช่วงของสเปกตรัม

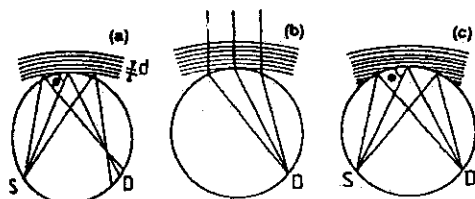
ใช้ประโยชน์ช่วงสเปกตรัมของผลึกยังมีข้อจำกัด ความยาวคลื่นสูงสุดของยอดกราฟกำหนดโดยกฎของแบรกก์ เมื่อพิจารณาเงื่อนไข $\sin\theta \leq 1$ และ $\lambda_{\max} \leq 2d$ แต่ในทางปฏิบัติโกนิโอมิเตอร์ความมุม 2θ จากมุมน้อยๆถึง 150° อย่างไรก็ตาม สำหรับมุม 2θ ที่สูงกว่าเกิดการกระจายที่มุมกว้างของยอดกราฟ ในทางตรงกันข้ามมุม 2θ ที่น้อยกว่า ส่วนหนึ่งของรังสีที่ปลดปล่อยจากสารตัวอย่างถูกรบกวน แต่ในผลึกวิเคราะห์ที่มีความยาวมาก ผิวหน้าของผลึกฉายไปบนระนาบตั้งฉากกับลำรังสีเอกซ์ ซึ่งอาจน้อยกว่าความกว้างของลำรังสีที่ออกมาจากคอลลิเมเตอร์ ดังนั้นค่า 2θ เป็นมิติของการวิเคราะห์เชิงมหภาคควรอยู่ในช่วงสเปกตรัมใช้งานของผลึก

สำหรับรังสีเอกซ์พลังงานต่ำระยะระหว่างระนาบผลึกจริงต่ำมากๆ สำหรับสาร บางชนิด เช่น เกลือของโลหะหนัก กับ กรดอินทรีย์ที่มีโซ่พันธะยาว สอดคล้องกับกฎการกระจายของโครงสร้างโซ่พันธะของสารอินทรีย์ที่มีการจัดเรียงตัว ยังมีเทคนิคที่เฉพาะอื่นๆ เช่น การใช้ผลึก

เทียม (quasi-crystals) แต่ละชั้นของผลึกเรียกว่าฟิล์ม Langmuir-Blodgett ปลายโซ่ไฮโดรฟอบิกที่อยู่ติดกับโซ่อื่นๆ และปลายของโลหะหนักที่ต่อกับอะตอมอื่นจากโมเลกุลที่อยู่ถัดไป นอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับความยาวของโซ่พันธะ โครงสร้างผลึกจำนวนมากมีระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม (2d สูงกว่า 156 Å ในกรณีของ lead melissate) ที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้น โครงสร้าง Langmuir-Blodgett มีสมบัติที่ไม่ดีหลายประการ เช่น อ่อนนิ่ม ไม่เสถียร จะต้องระมัดระวังอย่างมากในการใช้เป็นไฮโดรฟอบิกอย่างรุนแรงและมีการสะท้อนรังสีต่ำ บางอย่างเป็นสารที่เป็นพิษอย่างรุนแรง เช่น thallium adipate

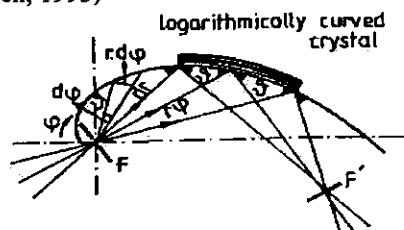
1.2.6 ความโค้งของผลึก

ไม่เพียงแต่ความแบนของผลึก แต่ผลึกกลมโค้งสามารถใช้ในระบบโกนิโอมิเตอร์ โดยรัศมี ความโค้งต้องเท่ากับเส้นผ่านศูนย์กลางของวงกลม Rowland และที่เวลาเดียวกับความโค้งแบบปกติ (Bragg arrange) เมื่อพิจารณาผลึกในรูปสามมิติ จุดโฟกัสที่ดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อจุดโฟกัสเล็กที่สุดในสารตัวอย่าง การรวมกันของรังสีเอกซ์จะรวมกันเป็นจุดเดียวที่หัววัด ในสถานการณ์ที่ความโค้งผลึกนำไปสู่การรวมกันของรังสีเอกซ์ซึ่งสัมพันธ์กับมุมขนาดใหญ่ของรังสีเอกซ์ที่บานออกกับจุดเล็กที่เกิดขึ้น ลำดับต่อมาคอลลิเมเตอร์ซึ่งโดยปกติจะอยู่ระหว่างสารตัวอย่างกับผลึกและผลึกกับหัววัดจะต้องแทนที่ด้วยสลิตหรือที่ จุดโฟกัสที่เกิดขึ้นทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์สูงขึ้น ความโค้งของผลึกที่ใช้ประโยชน์พร้อมกันในเครื่องมือ และการจัดที่เหมาะสมเป็นตัวเลือกสำหรับแต่ละความยาวคลื่น (ธาตุ) ในเครื่องมือ



ภาพประกอบที่ 10 แสดงความโค้งของผลึก แบบ a) Johann b) Cauchois c) Johansson S.

(Grieken, 1993)



ภาพประกอบที่ 11 แสดงจุดโฟกัสของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนผ่านส่วนโค้งของผลึก (Grieken, 1993)

1.3 มัลติเลเยอร์

ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเรืองรังสีเอกซ์ ในกรณีรังสีเอกซ์พลังงานต่ำเป็นหนึ่งในปัญหาหลักของผลึกที่ผลิตรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียว ถึงแม้ว่าจุดของการมองเบื้องต้นจะสมมติว่าภูมิหลังของเครื่องเรืองรังสีเอกซ์ไม่มีผลต่อข้อจำกัดนี้ กฎของ Moseley จะเป็นกฎที่ใช้สำหรับวิเคราะห์เชิงคุณภาพของธาตุ และสมการของ Shiraiwa และ Fujino จะครอบคลุมการวิเคราะห์เชิงปริมาณ แต่ก็ไม่สามารถแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นจากการดูดกลืนและการวัดที่ไม่ดีระหว่างการเคลื่อนย้ายความยาวคลื่นกว้างได้ ความไม่พอเพียงของการอุปกรณ์กระจายเป็นปัญหาอย่างหนึ่งที่มีความสำคัญมาก แนวคิดมัลติเลเยอร์ที่สังเคราะห์ในระดับจุลภาค (layer synthetic microstructure: LSM) การแทรกสอดของกระจกหลายชั้น (multilayer interference mirrors: MIM)

สองวิธีการในทางอุดมคติที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ในส่วนของรังสีเอกซ์พลังงานต่ำสามารถทำได้ดังนี้ 1) พิจารณาผลที่เกิดขึ้นจากสมการของแบรกก์ 2) แสดงให้เห็นว่าผลึกใดต้องมีความยาวมากกว่าระยะทางในผลึก

1.3.1 ธรรมชาติของวัสดุ

การสังเคราะห์ผลึกหลายชั้น(multilayer) เป็นสิ่งที่จำเป็นขึ้นกับวัสดุสามประเภท อันดับแรก จะต้องมีฐานรอง เช่น ความเรียบหรือส่วนโค้งของชั้นซิลิกา พื้นผิวจะขัดให้เรียบสนิท เป็นเงื่อนไขที่สำคัญมากเพราะว่า ความขรุขระที่ผิวซึ่งเป็นการเปลี่ยนชั้นการฉาย ซึ่งความถูกต้องเฉพาะตัวเมื่อหนึ่งในชั้นประกอบด้วยวัสดุตั้งฐาน ตัวอย่างเช่น คาร์บอน สองจะต้องใช้วัสดุที่มีราคาถูกและการขัดที่เรียบสนิท ซิลิกอนแผ่นใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์จุลภาคและแก้ว หรือ ซิลิกาหลอมที่มีการกระเจิงทางแสงต่ำ

โลหะหนัก(Hf, Pb, W, Mo, Pt, Ir, Rh, และ Os) และธาตุเบาหรือสารประกอบ (Mg, Si, SiO₂ และ C) อาจใช้วัสดุอีกตัวเลือกหนึ่งที่มีความหนาแน่นทางแสงสูงและต่ำ ทางบริษัท โอเวนนิค (Ovanic synthetic company) ได้สังเคราะห์โครงสร้างหลายชั้นของ MoB₄C สำหรับวิเคราะห์ B และ Be ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนต่ำ เป็นตัวเลือกสำหรับธาตุที่ดูดกลืนเส้นสเปกตรัมพลังงานในชั้น K จะใช้ตัวบรอนและคาร์บอนสำหรับหลายชั้นของที่ค่า d สูงกว่า 50 Å และ Be หรือ C สำหรับค่า d สูงกว่า 120 Å

1.3.2 ความเรียบ

ปัจจัยที่สำคัญมากอย่างประการหนึ่ง คือ เริ่มจากฐานรองไปจนถึงชั้นที่อยู่บนสุด บริเวณที่ขรุขระทั้งหมด ชั้นที่ไม่เรียบ จะเกิดการก่อกวนระหว่างชั้น หรือ ความบกพร่องที่เกิดจากการเคลื่อนที่เชิงความร้อนของผลึกเดี่ยวเบน การสังเคราะห์ ความขรุขระสามารถเกิดได้หลายปัจจัย ในบางกรณีผลึกมีแนวโน้มนเรียบ นอกไปจากนี้อาจเกิดจากการเกิดขึ้นเองในผลึก การใช้วัสดุตั้งฐานที่บางชั้นเรียบ

1.3.3 การสะท้อนและความหนาของมัลติเลเยอร์

ในผลึกกระจายคลื่นทั่วไป การสะท้อนจะมีค่าต่ำในช่วงรังสีเอกซ์พลังงานต่ำ สามารถปรับปรุงการสะท้อนในมัลติเลเยอร์ที่เกิดขึ้นในหนึ่งชั้นของผลึกที่มุมตกกระทบปกติ ค่าสัมประสิทธิ์การสะท้อนอยู่ในระดับ 10^{-4} แต่อย่างไรก็ตามค่าสัมประสิทธิ์เป็นสัดส่วนกับกำลังสองของสนามไฟฟ้า นั่นคือ ค่าจะอยู่ระดับ 10^{-2} ของแอมพิจูดสัมประสิทธิ์การสะท้อน ดังนั้นมัลติเลเยอร์ที่ประกอบด้วย 100 มุมเดี่ยวของชั้นเกือบจะมีค่าการสะท้อนสูงสุด โครงสร้างเชิงการค้ำที่ผลิตโดยบริษัท Ovonic ประกอบด้วยมัลติเลเยอร์ 200 ชั้น ซึ่งเป็นผลจากการคำนวณของ Rosenbluth ที่เกี่ยวข้องกับจำนวนชั้นซึ่งจำเป็นจะต้อง “อิมิตัว” ของการสะท้อน

1.3.4 คุณภาพของชั้นและขอบเขต

โครงสร้างหลายชั้นของผลึก แสดงให้เห็นว่ารูปทรงทางเลขาคณิต ความเรียบของชั้นหรือจะต้องควบคุมความโค้งรูปร่าง โดยปราศจากความบกพร่องเป็นสิ่งที่จำเป็นต่อการแสดงสมบัติทางแสงของผลึกเดี่ยวเบน ซึ่งง่ายต่อการประมาณผลของการสะท้อน สามารถอธิบายโดยใช้กฎเดอบาย-วอลเลอร์ ผลของพารามิเตอร์ความไม่เรียบ σ_{H} รวมทั้งความคลาดเคลื่อนที่เกิดจากความหนา และความบกพร่องที่ขอบ เดอบาย-วอลเลอร์ มีลักษณะเป็นเกาส์เซียน สามารถอธิบายโดยการลดรูปของการสะท้อนของแอมพิจูดที่ได้ขอบได้ดังนี้

$$DW = \exp\left[-2\left(\frac{2\pi \sigma \cos\alpha}{\lambda}\right)^2\right] \quad (6)$$

เมื่อ σ เป็นความกว้างของชั้นเคลื่อนย้ายเรียบ และ α คือ มุมการเคลื่อนที่ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า วัดจากการเคลื่อนย้ายปกติถึงตัวกลางกับดัชนีหักเหหนึ่งถึงดัชนีหักเหอื่นๆ

จะเห็นได้ว่าผลึกเดี่ยวเบนแต่ละชนิด ทำให้ช่วงการวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน ตัวอย่างเช่น ผลึกวิเคราะห์เชิงการค้าของ Philip ดังตัวอย่างต่อไปนี้

PX1	$2d = 50 \text{ \AA}$	fluorine to silicon
PX2	$2d = 120 \text{ \AA}$	carbon to fluorine
PX3	$2d = 200 \text{ \AA}$	boron and possibly for beryllium

และจากบริษัท Ovanic synthetic material company

OV $2d = 40 \text{ \AA}$ fluorine to silicon

การเปลี่ยนค่าผลึกหลายชั้น $2d$ ทุกๆ 20 \AA

OV-140B $2d = 140 \text{ \AA}$ carbon to oxygen

ในทำนองเดียวกัน ถ้าอยู่ในโครงสร้างของ MoB_4C

OV-H2d = 244 \AA beryllium to boron

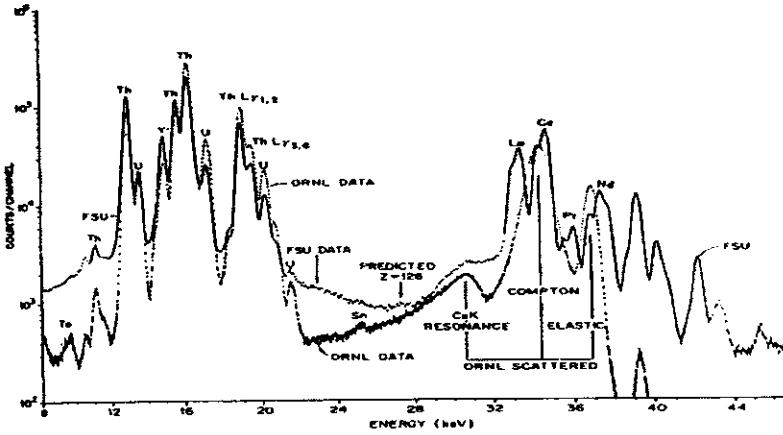
ค่าการแยกสเปกตรัมสัมพัทธ์ของอุปกรณ์กระจายมักจะอธิบายในรูป $\Delta E/E$ หรือ $\Delta\lambda/\lambda$ ซึ่งเป็นพื้นฐานของการเลือกใช้ XRF ตัวอย่างเชิงการค้าค่าการแยกสเปกตรัมสัมพัทธ์ เปลี่ยนจาก 2.5 % ถึงมากกว่า 10% ระหว่างการผ่านจากโครงสร้างกับ $2d = 40 \text{ \AA}$ จนถึง $2d = 244 \text{ \AA}$ ตามลำดับ และสำหรับโครงสร้างกับ $2d = 75 \text{ \AA}$ เปลี่ยนจาก 2.5 ถึง 4 % ในช่วงความยาวคลื่น 7-75 \AA

1.3.5 การแยกสเปกตรัม

ภาพประกอบที่ ความกว้างของ bandpass ΔE (แสดงค่า FWHM ที่เป็นไปได้) เป็นกราฟระหว่างพลังงานของการแผ่รังสี E กับค่าการแยกสเปกตรัมสัมพัทธ์ $\Delta E/E$ เรียกว่า เส้นการแยกเส้นเหล่านี้ในสองบริเวณ ให้ค่าการแยกแตกต่างกัน ค่าการกระจายจริงของอุปกรณ์มีค่าแตกต่างกันอย่างมาก กับพารามิเตอร์ $\Delta E/E$ ที่แปรค่าเกือบเท่ากับ 1 กับระบบ $\Delta E/E$ [ผลึก Ge(111) และสองหรือสามผลึกของเครื่องมือ]

ช่วงของการแยกอาจไม่เพียงพอถ้าเส้นสเปกตรัมรังสีเอกซ์อยู่ชิดกันมากๆ ในพื้นที่หนาแน่นของสเปกตรัมจะต้องแยกออกจากกัน (ตัวอย่างเช่น เส้นของ L ของ ทอง ทอลเลียม โปรท บิสมัท ทองคำขาว และเซเลเนียมในช่วงพลังงาน 10-14 keV) กลุ่มอื่นของกราฟแสดงความกว้าง

สเปกตรัมของเส้น K_{α_1} และ L_{α_1} และระยะห่างของสเปกตรัมระหว่างเส้น K_{α_1} และ K_{α_2} การแยกของเส้นเหล่านี้แสดงถึงศักยภาพสูงของเครื่องมือ



ภาพประกอบที่ 12 แสดงการแยกสเปกตรัมของธาตุ (Grieken, 1993)

1.3.6 โคนิโอมิเตอร์

โคนิโอมิเตอร์เป็นอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นง่ายเป็นกลไกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากภาพประกอบที่ 2.9 สารตัวอย่างจะอยู่ด้านหลังของหลอดรังสีเอกซ์ ตัวอย่างมีการหมุนรอบแกน 30 ครั้งต่อนาที ผลึกวิเคราะห์อยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และหมุนรอบแกนตั้งฉากกับระนาบของการกวาดไปของโคนิโอมิเตอร์ และผ่านไปยังระนาบผลึก หัววัดเคลื่อนที่ตามรอบของการเลี้ยวเบน ซึ่งรองรับด้วยแขนของโคนิโอมิเตอร์ เป็นไปตามตามเงื่อนไขแบเรกก์ การหมุนของผลึกเป็นมุม θ และหัววัดเคลื่อนที่เป็น 2θ ซึ่งสอดคล้องกับมุมตกกระทบและการเลี้ยวเบน

การหมุนผลึกและหัววัดควบคุมด้วยกลไกเชิงกลเกียร์ ด้วยอัตราส่วน 1:2 เครื่องมือโดยส่วนใหญ่จะใช้การหมุนเชิงกล เครื่องมือที่ใช้หมุนจะใช้แยกกับคอมพิวเตอร์ควบคุม แขนของโคนิโอมิเตอร์ที่ควบคุมสองหัววัดขึ้นลงสลับกัน วัดสัญญาณในช่วงพลังงานต่ำ (ประมาณ 5 keV) สองหน้าต่างปล่อยโฟตอนพลังงานสูงเคลื่อนที่ผ่านไปยังหัวแปลงแสงวับ (scintillation detector)

การเรืองพลังงานต่ำส่วนใหญ่จะอยู่ในอากาศ การเรือง K_{α} ในทองแดงบริสุทธิ์ (รัศมีประมาณ 2 นิ้ว) หรือ เหล็กและโครเมียม (กับตัวกรองอะลูมิเนียม) จากสารตัวอย่างสแตนเลส (วัดด้วย Philip 1410 โดยใช้การกระตุ้นจากโครเมียม ที่ 45 keV และ 6 mA) ให้ค่าการนับ 67,800, 33,200 และ 2,660 cps ในสุญญากาศ และ 48,000, 16,800 และ 890 cps ในอากาศ ลดลงเนื่องจาก

การดูดกลืนของโฟตอน สามารถควบคุมได้ด้วยการควบคุมบรรยากาศ (สุญญากาศหรือฮีเลียม) ซึ่งทำคู่มือเครื่องมือและหัววัดแปลงแสงไว้ให้อยู่ในสุญญากาศ

1.3.7 หัววัด

หัววัดมีสามชนิดในเครื่องเรืองรังสีเอกซ์ คือ หัววัดชนิดก๊าซ(gas ionization) หัววัดชนิดแปลงแสง(scintillation) หัววัดชนิดสารกึ่งตัวนำ(solid state semiconductor) หัววัดชนิดก๊าซประกอบไปด้วยสองขั้วอิเล็กโทรดที่ปลายของแอดโนดมีขั้วไฟฟ้าแบบเส้นลวด ซึ่งอยู่กึ่งกลางของโลหะทรงกระบอกในหลอดแคโทด และผ่านก๊าซอาร์กอน(90 %) และมีเทน(10%) ร่วมกับก๊าซ P10 เมื่อรังสีเอกซ์เฉพาะที่เกิดจากธาตุในสารตัวอย่างเคลื่อนที่ผ่านมาถึงหน้าต่างในหลอดรูปทรงกระบอกแล้วแล้วชนกับก๊าซภายในหลอด ทำให้ก๊าซแตกตัวเป็นไอออน แล้วเกิดเป็นอิเล็กตรอนอิสระเคลื่อนที่ภายในหลอด เกิดเป็นค่ากระแสไฟฟ้าที่เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ หัววัดเหล่านี้จะใช้ในกรณีความยาวคลื่นยาว(พลังงานรังสีเอกซ์ต่ำ) ใช้สำหรับธาตุที่มีเลขอะตอมน้อยกว่า 27

หัววัดชนิดแปลงแสงประกอบด้วย โซเดียมไอโอไดดที่เติมสารเจือผลึกทาลเลียม(Tl) ซึ่งอยู่ด้านหน้าของหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) รังสีเอกซ์จากหลอดสารตัวอย่างชนกับผลึกโซเดียมไอโอไดด พลังงานโฟตอนของรังสีเอกซ์เข้าชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมของโซเดียมไอโอไดดทำให้เกิดโฟโตอิเล็กตรอน จำนวนของโฟโตอิเล็กตรอนเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ หัววัดชนิดนี้ใช้สำหรับรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูง (ความยาวคลื่นสั้น) สำหรับธาตุที่มีเลขอะตอมมากกว่า 25 หัววัดชนิดนี้สามารถวัดธาตุในช่วงเลขอะตอม $25 < Z < 35$

หัววัดชนิดสารกึ่งตัวนำ ใช้ลิเทียมแพร่ผ่านสารกึ่งตัวนำซิลิกอน(Si(Li)) เมื่อรังสีเอกซ์ชนกับหัววัด Si(Li) ซึ่งขึ้นอยู่กับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เข้าชนหัววัด สัญญาณไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับ พลังงานรังสีเอกซ์ ความเข้มข้นของธาตุ หัววัดและตัวขยายสัญญาณเบื้องต้น (preamplifier) หล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลว เพื่อลดกระแสรบกวน(current noise) รายละเอียดจะได้กล่าวในหัวข้อ 3.1

2. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

ในส่วนนี้เป็นกล่าวถึงการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและการวิเคราะห์เชิงปริมาณ การประยุกต์ใช้เครื่องเรืองรังสีเอกซ์สามารถทำได้ง่าย เป็นเทคนิคที่ง่ายต่อการวิเคราะห์สเปกตรัมซึ่งอยู่ในรูปของเส้น K_{α} และ L_{α} ในกรณีที่สงสัยมีการซ้อนทับกัน ของเส้น K_{β} หรือ เส้น L หรือ M สามารถตรวจสอบเพื่อยืนยันผลทั้งตรงและไม่ตรงของเส้นที่เกิดขึ้นได้ การวิเคราะห์เชิงปริมาณสามารถวิเคราะห์ได้ดีในความเข้มข้นต่ำๆ ความสัมพันธ์ของ I กับ ρ ความเข้มรังสีเอกซ์กับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ค่อนข้างเป็นเส้นตรง ส่วนการวิเคราะห์สารที่ปริมาณสูงค่อนข้างยากในการวิเคราะห์เกิดปัญหากับเมทริกซ์ของสาร และความคลาดเคลื่อนของกราฟจะเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน

2.1 รังสีกัมมันต์

รังสีกัมมันต์ของ WDXRF มาจากสามแหล่ง 1) การกระเจิงแบบอาน์สันและไม่อาน์สันของแผ่รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิด 2) การแผ่รังสีเฉพาะของสารอื่นตอนเริ่มต้น (วัสดุในฝาครอบ ด้วยที่ใช้วิเคราะห์ คอลลิเมเตอร์) 3) สัญญาณรบกวนของหัววัด

การกระเจิงจากด้วยที่ใช้วิเคราะห์สามารถลดลงได้ด้วยหน้าฉากซึ่งอยู่ด้านหน้าของคอลลิเมเตอร์ จะได้ผลดีเมื่อตัวอย่างที่วิเคราะห์มีปริมาณน้อย รังสีจากหน้าฉากสามารถลดลงพื้นที่ไม่ให้แผ่รังสีได้ การกระเจิงในลำดับสูงจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความยาวคลื่น คลื่นสั้นที่เกิดขึ้นสามารถลดลงได้ด้วยการใช้แผ่นกรองรังสี

2.2 สเปกโตรเมตรีเชิงคุณภาพ

นอกจากจำนวนของเส้นสเปกตรัมของรังสีเอกซ์จะมีน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นสเปกตรัมที่ปลดปล่อยสเปกตรัมในช่วงอัลตราไวโอเล็ต และ แสงที่มองเห็นได้ การซ้อนทับของเส้นสเปกตรัมรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น เช่น ที่เส้น เพลเลเดียม และ ซีเซียม (อนุกรม K ประมาณ 22 keV และประมาณ 28 keV) และส่วนท้ายของเส้น L ของ ยูเรเนียม และ ทอเรียม ที่พบ ในทำนองเดียวกันเส้น M ของธาตุที่มีเลขอะตอม 110 และ 126 ความผิดพลาดเหล่านี้ต้องทำการวิจัยต่อไป ในซอฟต์แวร์แบบใหม่ของเครื่องมือ การประมวลผลของธาตุได้จากฐานข้อมูลของซอฟต์แวร์ในตัวเครื่องแสดงเป็นกราฟระหว่างแกนความเข้มรังสีหรือกำลังสองหรือสเกลลอการิทึม ส่วนแกน

นอนจะแสดงในรูปมุม 2θ และบ่งชี้ที่ขั้วออกกราฟเป็นชื่อธาตุและหรือความยาวคลื่น เส้นสเปกตรัมที่เขียนในแกน 2θ หรือค่าที่เหมาะสม ถ้ารวมกฎของแบรกก์และมอสเลย์ ซึ่งสัมพันธ์กับเลขอะตอมของธาตุกับมุม θ ที่หาได้ เป็นดังสมการ

$$Z = \sqrt{\frac{m}{k^2 d \sin^2 \theta}} + \sigma \quad (7)$$

Z เป็นสัดส่วนผกผันกับรากที่สองของ $\sin^2 \theta$ ความเร็วของการกวาดบนจอคอมพิวเตอร์เป็นตามสมการดังกล่าว มันเหมาะสำหรับสมความเร็วในการกวาดซึ่งให้ค่าการขยายสูงในกรณีค่า Z ต่ำ และระยะห่างระหว่างเส้นยาว

2.3 การประยุกต์ด้านการวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยเฉพาะ

ความพิเศษบางประการ และความไม่ธรรมดาของการใช้งาน ซึ่งแสดงให้เห็นถึงศักยภาพที่เกิดขึ้นในทางปฏิบัติ การกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียวจะพิจารณาในรูปการทำวิเคราะห์เชิงปริมาณของข้อมูลสเปกตรัม แต่ในกรณีนี้เป็นเพียงการเกิดแบบสุ่มในเครื่อง WDXRF โดยทั่วไปจะใช้การกระตุ้นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์ ซึ่งเกิดเป็นเส้นสเปกตรัมเฉพาะเพิ่มขึ้นบนสเปกตรัมต่อเนื่อง ด้วยเหตุผลนี้จึงไม่มีการพิสูจน์ให้ชัดเจนตามหลักฟิสิกส์และในขณะเดียวกันจะต้องรวบรวมวิธีการต่างๆ ที่ค้นพบได้ให้มากที่สุด ในทางตรงข้าม การรวบรวมการพิสูจน์ความถูกต้องโดยวิธีการของ Lachance-Trail เป็นสมการหาค่าแก้ไขในกรณีการกระตุ้นรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียวได้รายงานโดย Kuczumow ในสูตรเริ่มต้น เป็นดังสมการ

$$W_i = R_i \left(1 + \sum_{j \neq i} \alpha_{ij} W_j \right) \quad (8)$$

α_{ij} เป็นค่าคงที่ ดังสมการ

$$\alpha_{ij} = \frac{\mu_{j\psi_1}(E) + \mu_{j\psi_2}(E_i) - \mu_{i\psi_1}(E) - \mu_{i\psi_2}(E_i)}{\mu_{i\psi_1}(E) + \mu_{i\psi_2}(E_i)} \quad (9)$$

เมื่อ μ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวล ซึ่งวัดจากพลังงานโฟตอนปฐมภูมิหรือโฟตอนทุติยภูมิที่มีพลังงาน E และ E_i ตามลำดับ ψ_1 คือ มุมตกกระทบหรือ ψ_2 คือ มุมค่าเริ่มต้น ซึ่งพิสูจน์

ด้วยการอธิบายอย่างสมเหตุสมผลด้วยเงื่อนไขขอบเขต: รั้งสี่เอกซ์ความยาวคลื่นเดียวในสถานะกระตุ้นและหายไปอย่างมาก ในเงื่อนไขอื่นๆที่ α ไม่งงที่ในการทดลอง

Kuczumow และ Holland ได้อธิบายการเปลี่ยนแปลงใน α ที่เพิ่มขึ้น (รั้งสี่เอกซ์กระตุ้นความยาวคลื่นเดียว) เป็นดังสมการ

$$W_i = R_i \left(1 + \sum_{j \neq i, k} \alpha_{ij} W_j + \Delta \alpha_{ik} W_k \right) \quad (10)$$

$$\Delta \alpha_{ik} = \frac{\mu_{k\psi_2}(E_i) - \mu_{r\psi_2}(E_i)}{\mu_{i\psi_1}(E) - \mu_{i\psi_2}(E_i)} \quad (11)$$

ในพจน์ของ $\mu_{k\psi_2}(E)$ ถูกแทนที่ด้วย $\mu'_{k\psi_2}(E)$ ใน(2.80) ซึ่งขึ้นกับเงื่อนไขการกระตุ้นพลังงาน E และ องค์ประกอบของสารตัวอย่าง พจน์ใหม่มีข้อได้เปรียบอย่างมากโดยเริ่มต้นจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่าง เป็นไปได้ว่าได้รับมาจากสมการของ Lachance-Trail ซึ่งผลในอันดับที่สาม สามารถแสดงดังสมการ

$$W_i = R \left[\left(1 + \sum_{j \neq i, k} \alpha_{ij} W_j \right) + \sum_{j \neq i, k} \alpha_{ij} W_j + R_j \beta_{jk} W_k \right] \quad (12)$$

กรณีที่น่าสนใจถัดไป ซึ่งประกอบด้วยวิธีการวิเคราะห์การกระเจิงของการแผ่รังสีในแหล่งกำเนิดรั้งสี่เอกซ์ สามารถอธิบายพื้นฐานของการกระเจิงแบบออปชั่น ดังสมการ

$$W_i = R_i^{\text{coh}} + \sum_{j \neq i} (R_i^{\text{coh}} \alpha_{ij}^{\text{coh}} + \beta_{ij}^{\text{coh}}) W_j \quad (13)$$

โดยที่

$$\alpha_{ij}^{\text{coh}} = \frac{\mu_{j\psi_1}(E_0) + \mu_{j\psi_2}(E_0) - \mu_{i\psi_1}(E_0) - \mu_{i\psi_2}(E_0)}{\mu_{i\psi_1}(E_0) + \mu_{i\psi_2}(E_0)} \quad (14)$$

และ

$$\beta_{ij}^{\text{coh}} = \frac{\sigma_j^{\text{coh}}(E_0)}{\sigma_i^{\text{coh}}(E_0)} \quad (15)$$

ผลของ R_i^{coh} จากการเปรียบเทียบของเส้นการกระเจิงแบบอาพันธ์จากสารตัวอย่างและจากธาตุบริสุทธิ์ตัวที่ i , และ σ^{coh} คือ สัมประสิทธิ์การกระเจิงเชิงมวลแบบอาพันธ์ สำหรับการกระเจิงแบบคอมพัตตัน สามารถอธิบายดังสมการ

$$W_i = R_i^{\text{com}} + \sum_{j \neq i} (R_i^{\text{com}} \alpha_{ij}^{\text{com}} - \beta_{ij}^{\text{com}}) W_j \quad (16)$$

โดยที่

$$\alpha_{ij}^{\text{com}} = \frac{\mu_{j\psi_1}(E_0) + \mu_{j\psi_2}(E_{\text{com}}) - \mu_{i\psi_1}(E_0) - \mu_{i\psi_1}(E_{\text{com}})}{\mu_{i\psi_1}(E_0) + \mu_{i\psi_2}(E_{\text{com}})} \quad (17)$$

และ

$$\beta_{ij}^{\text{com}} = \frac{\sigma_j^{\text{com}}(E_0)}{\sigma_i^{\text{com}}(E_0)} \quad (18)$$

R_{ij}^{com} คือ อัตราส่วนของยอดกราฟคอมพัตตันของสารตัวอย่างกับของธาตุบริสุทธิ์ สมการ (2.85) และ (2.88) อาจเรียกว่า สมการ Lachance-Trail สำหรับการกระเจิงที่เกิดขึ้นทั่วไป สมการเหล่านี้มีความว่องไวน้อยกว่าขึ้นกับชนิดขององค์ประกอบและเปลี่ยนแปลงในส่วนประกอบทางอะตอมสำหรับการแผ่รังสีเรื่อง ข้อได้เปรียบในการวิเคราะห์สารตัวอย่างนี้มีการใช้งานอย่างกว้างขวางกรณีที่มีองค์ประกอบของธาตุหลากหลาย

เมื่อสารตัวอย่างไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ค่า α ที่ได้ขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคที่กระจายตัวในสารตัวอย่างหรือความหนาของชั้นสำหรับการสะสมของชั้นที่มีองค์ประกอบของธาตุแตกต่างกัน เมื่อการกระจายตัวของรัศมีอนุภาค r ในเมทริกซ์ของธาตุอื่นๆ สมการของ Lachance-Trail สามารถแสดงดังสมการ

$$W_i = R_i \left(1 + \sum_{j \neq i} \alpha_{ij}(r) W_j \right) \quad (19)$$

α_{ij} จะเปลี่ยนไปตามสมการ

$$\alpha_{ij}(r) = \frac{\mu_{j\psi_1}(E_0) + \mu_{j\psi_2}(E_{i,r}) - \mu_{i\psi_1}(E_0) - \mu_{i\psi_2}(E_i)}{\mu_{i\psi_1}(E_0) + \mu_{i\psi_1}(E_i)} \quad (20)$$

นอกจากนี้ เมื่อการเปลี่ยนแปลงของ α เป็นการเปลี่ยนรูปของกลุ่มพื้นฐาน ซึ่งสัมพันธ์ดังสมการ

$$b = [\mu_j(E_{i,r}) - \mu_j(E_{i,\lim})](r - r_{\lim}) \quad (21)$$

ซึ่งสามารถแสดงค่า $\alpha(r)$ ในรูป

$$a = [\alpha_{ij}(r) - \alpha_{ij,\lim}](r - r_{\min}) \quad (22)$$

สมการเหล่านี้ไม่มีการใช้อย่างเป็นสากล เพราะสมการเหล่านี้จะต้องมีองค์ประกอบของสารตัวอย่างที่คงที่ของสองเฟสและอนุภาคเป็นรูปทรงกลม สมการที่ (22) มีความเป็นไปได้ที่ใช้กระบวนการในกรณีของรังสีเอกซ์หลายความยาวคลื่น

2.4 ข้อจำกัดของการวัด

ข้อจำกัดของห้ววัด คือ บริเวณที่มีความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่จะวัดได้ สามารถแสดงด้วยการวิเคราะห์ปริมาณนัยสำคัญทางสถิติ ข้อจำกัดของการวัดอาจแสดงด้วยความเข้มข้น C_L หรือ ปริมาณ q_L แล้วหาค่าอย่างน้อยที่สุดที่ได้จากการวัด (x_L) x อ่าน ได้จากเครื่องมือ

แบบจำลองที่ง่ายที่สุดที่เริ่มจากกราฟเปรียบเทียบ อ่านค่า x กับความเข้มข้น c เป็นสมการเส้นตรงดังนี้

$$x = mc + i \quad (23)$$

เมื่อ m เป็นความชันหรือค่าความไว (sensitivity) ของการวิเคราะห์ และ i คือค่าจุดตัดค่าภูมิหลัง x_B หาได้จากค่า $c = 0$ ทุกการวัดต้องมีค่าคลาดเคลื่อน และ x_B เป็นค่าเฉลี่ยที่กึ่งกลางของจุดที่สมมาตรของกราฟการกระจาย เมื่อการกระจายตัวเป็นการกระจายตัวที่ปกติหรือเกาส์เซียนสามารถบอกได้ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน σ หรือ s ถ้าจำนวนของประชากรที่สังเกตเป็นค่าคงที่ (หรือน้อย)

$$s_B^2 = \frac{\sum_{j=1}^n (X_{Bj} - \bar{X}_B)^2}{n - 1} \quad (24)$$

เมื่อพิจารณารวมกับภูมิหลัง ตำแหน่งของการวัดกับค่า x อาจแสดงด้วยค่า x_B ในรูปของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$X_L = \bar{X}_B + ks_B \quad (25)$$

ความเข้มข้นที่ได้

$$C_L = \frac{(X_L - \bar{X}_B)}{m} \quad (26)$$

หรือแทนค่าจะได้

$$C_L = \frac{ks_B}{m} \quad (27)$$

เมื่อค่า k เป็นตัวประกอบที่ขึ้นอยู่กับค่าระดับความมั่นใจ สำหรับค่า $k=3$ ค่าที่ได้จาก IUPAC และค่าอื่นๆสำหรับ x_L หรือ c_L ระดับความมั่นใจคำนวณได้ 99.86% ซึ่งแสดงได้จากพื้นที่ใต้กราฟ α มีค่า 0.0013 สำหรับค่าความคลาดเคลื่อนจากกราฟการกระจายปกติ $x_L \geq x_B + 3s_B$ มีค่า 0.13%

ผลต่างของค่าสำหรับ c_L ได้จากส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าเฉลี่ย s_B หรือส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานทั้งหมด s_p หรือส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD)

$$\bar{s}_B = \frac{s_B}{\sqrt{n_B}} \quad (28)$$

$$s_p = \sqrt{\frac{s_B^2}{n_s} + \frac{s_B^2}{n_B}} \quad (29)$$

$$RSD = \frac{s_B}{X_B} \quad (30)$$

เมื่อ n_s เป็นจำนวนสารตัวอย่างและ n_B เป็นจำนวนของภูมิภาค ในกรณีของ k แทนที่ด้วยค่า k อื่นที่คำนวณจาก การกระจายแบบ t (Student's distribution)

$$C_L = \frac{kRSDX_B}{m} \quad (31)$$

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน s สำหรับค่าการนับโฟตอนที่ปลดปล่อยแบบสมบรูณ์อย่างสุ่มในช่วงเวลา t ซึ่งหาได้ค่าเฉลี่ยของจำนวนการนับที่เหมาะสม N จากสมการ

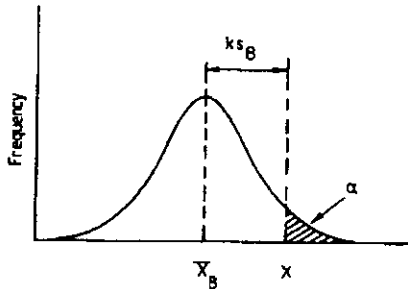
$$s_N = \sqrt{N} \quad (32)$$

สำหรับส่วนเบี่ยงเบนที่มีค่าน้อย เราอาจแสดงค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ได้ดังนี้

$$RSD = \frac{\sqrt{N}}{N} = \frac{RSD}{\sqrt{N}} = \frac{100}{\sqrt{N}} \quad (33)$$

ข้อจำกัดของการคำนวณ ถ้า $k=3$ สามารถแสดงเป็นฟังก์ชันของความเข้ม $R=N/t$ เมื่อ t เป็นเวลาการนับสำหรับหน่วยความเข้มข้นสัมพันธ์กับค่า $m = \text{cps}/\%$

$$C_L = \frac{3\sqrt{R_B/t_B}}{m} \quad (34)$$



ภาพประกอบที่ 13 แสดงความน่าจะเป็นของผลค่าเบี่ยงเบนที่เป็นบวกที่มากกว่าค่า k , จากค่าความน่าจะเป็นที่พบมากที่สุด \bar{x}_B และค่าที่เท่ากับ α (Grieken, 1993)

2.5 ข้อจำกัดของเครื่องเรืองรังสีเอกซ์

2.5.1 ข้อจำกัดของการประยุกต์

ทุกธาตุจากบอโรน (หรือ แบริลเลียม) ที่สามารถตรวจวัด หรือวิเคราะห์เชิงปริมาณ กรณีธาตุที่มีเลขอะตอมสูง หรือ ความยาวคลื่นต่ำ เป็นปัญหาของค่าการแยกสเปกตรัม อาจจะเป็นปัญหาสำคัญของการวิเคราะห์ แต่ไม่ค่อยพบบ่อยสำหรับการประยุกต์ในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ เพราะการปลดปล่อยพลังงานของตัวอย่างมีสัมประสิทธิ์ภาพต่ำ ดังนั้นค่าความลึกวิกฤต ความลึกวิกฤตมีความหนา d_{crit} ของชั้นระยะห่างระหว่างระนาบผลึกทั้งสองถึงพื้นผิว จาก 99% ของความเข้มรังสีเอกซ์ที่ส่งไปยังหัววัด ความลึกวิกฤตกับความเข้มรังสีเอกซ์ สัมพันธ์เป็นดังสมการ

$$d_{\text{crit}} = \frac{\ln(1 - \frac{I_t}{I_\infty})}{-\bar{\mu}\rho} \quad (35)$$

เมื่อ I_t เป็นความเข้มรังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยจากชั้นบาง และ I_∞ เป็นความเข้มรังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยที่ความหนาแน่น สำหรับความคลื่นยาว ค่า $\mu\rho$ มีค่ามาก ดังนั้นค่า d_{crit} มีค่าน้อย

2.5.2 ซีดจำกัดของความเที่ยงตรงและความแม่นยำ

ในการวิเคราะห์ต้องมีความคลาดเคลื่อน ชั้นที่โอบอยู่รอบนอก และ ความสุ่ม ความคลาดเคลื่อนของระบบ เมื่อทำการวัดระหว่างค่าจริงกับค่าที่วัดได้ เมื่อวิเคราะห์ปริมาณน้อยๆ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างก็จะเกิดความเคลื่อนที่เหมือนกับเทคนิคอื่นๆ ความคลาดเคลื่อนแบบสุ่มสามารถคำนวณด้วยวิธีการทางสถิติ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสามารถคำนวณได้ดังนี้

$$s_s = \sqrt{\frac{\sum (C'_i - C_i)^2}{n - p}} \quad (36)$$

เมื่อ C_i เป็นสัดส่วนของน้ำหนักจริง และ C'_i เป็นผลที่ได้ p เป็นจำนวนของพารามิเตอร์ที่ใช้ในการปรับเทียบกราฟ ถ้า $p = 2$ เป็นเส้นตรง $p = 3$ เป็นพาราโบลา ถ้าความเข้มข้น C_i หนึ่งในสารตัวอย่างที่แตกต่างกันอย่างจาก C'_i C_i เป็นวงนอกของความน่าจะเป็นของ $P\%$ ขึ้นอยู่กับความไม่เท่ากัน ($F \text{ test}$)(s_1 / s_2)² > F_p การประยุกต์ $F \text{ test}$ ในการทดสอบจริงจะใช้สถิติที่มีนัยสำคัญแตกต่างกัน ระหว่างส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานกับผลที่ปราศจากข้อข้องใจ

2.5.3 microheterogeneity

Heterogeneity เป็นกรณีหนึ่งของการสารตัวอย่าง อะไรที่เราเรียกว่า heterogeneity คือ ความจุ (หรือ พื้นที่ผิว) ซึ่งเป็นสมบัติทางกายภาพ ของแข็งที่ละลายในสารประกอบหรือธาตุซึ่งละลายไม่สมบูรณ์ที่ละลายในผลขององค์ประกอบของเฟสหลายเฟส เรียกว่า “คีกรี” heterogeneity ประกอบอยู่ในเฟสที่แยกออกได้อย่างดีในขนาดของเฟสที่ขึ้นอยู่กับสมบัติของการละลาย (เรื่อง อุณหภูมิ, กลไกการทดลอง) ไม่ใช่เรื่องง่ายที่จะชำนาญและยากที่จะบอกจำนวน มันเป็นเรื่องที่สำคัญ สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเรืองรังสีเอกซ์ ตัวอย่างเช่น ดินุกและตะกั่วในโลหะบัดกรี ซิลิเกตที่

หลอมเป็นเม็ด ซิลิกอนในโลหะผสม SiAl จากรายงานที่ทราบรายงานโดย Claisse ในปี ค.ศ. 1957 ที่รายงานว่าพบ FeS ในเมทริกซ์ของกำมะถัน ซึ่งเป็นการเรียนแบบอนุภาคทรงกลมของเหล็กในเมทริกซ์ของโครเมียมซึ่งมีขนาดอนุภาค $1 \mu\text{m}$ ซึ่งความคลาดเคลื่อนความเข้มรังสีเอกซ์สัมพัทธ์ของ $\text{Fe K}\alpha$ ที่ 6% (ในระดับ $c_{\text{Fe}} = 0.5$) ซึ่งสารมีลักษณะที่สมบูรณ์ในสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน ผลของการพิสูจน์จากผลการทดลองบนโลหะผสมของ Al-Si, Al-Mo และ Al-Zn ซึ่งเป็นการยากในทางทฤษฎีแต่ต้องอาศัยการฝึกฝนบ่อยๆ

2.5.4 ขั้นตอนวิธีที่ถูกต้อง

การประยุกต์ด้วยวิธีการที่ถูกต้องจะต้องทำให้สารตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกันที่สมบูรณ์ จะเกิดความผิดพลาดในการวิเคราะห์เมื่อวัดปริมาณสารที่มีความเข้มข้นที่สูงมาก แนวคิดในการวิเคราะห์เชิงปริมาณสามารถเกิดความคลาดเคลื่อนได้ มีการเปรียบเทียบวิธีการทั้งค่าที่ได้จากการทดลอง ผลที่ได้จากการทดลองเป็นค่าที่ดีโดยเริ่มจากความเข้มรังสีสัมพัทธ์มาคำนวณจากโปรแกรมพื้นฐาน(ไม่นับค่าความคลาดเคลื่อนและไม่มีค่าความคลาดเคลื่อนขององค์ประกอบของสารมาตรฐาน)

2.5.5 ข้อจำกัดของเลขอะตอมสูงๆ

เครื่องมือเชิงพาณิชย์และหน้าต่างของรังสีเอกซ์จะเปิดโอกาสให้สามารถใช้ที่ความต่างศักย์สูงกว่า 100 kV ได้ เช่น กรณีเส้น K ของบิสมีท ถ้าใช้ทั้งสแตนเป็นเป้า อย่างไรก็ตามเส้นรังสีเอกซ์เฉพาะเป็นเพียงเส้นรองของเส้นที่เกิดขึ้นจากการปลดปล่อยความเข้มรังสี ซึ่งล้อมรอบด้วยเส้นรังสีเอกซ์ต่อเนื่อง ซึ่งค่ามากที่สุดอยู่ที่ 50 kV ดังนั้น เพียงธาตุที่ดูดกลืนที่ในชั้น K มีค่าสัมประสิทธิ์การกระตุ้มต่ำ (Eu, Z=63, และธาตุที่ต่ำกว่า)

จากการอธิบายในหัวข้อ โคนิโอมิเตอร์จะเห็นได้ว่ามุมที่เหมาะสมคือมุม 2θ อยู่ระหว่าง 15 ถึง 70° ที่สูงกว่า 2θ การกระจายของมุมไม่เพียงพอ ที่มุมต่ำ 2θ ความเข้มรังสีเอกซ์ที่เรื่องมีค่าต่ำ ตัวอย่างเช่น ใช้ผลึกวิเคราะห์ $\text{LiF}(210)$ มีค่าระยะห่างระหว่างระนาบขนาน $2d=1.802 \text{ \AA}$ ใช้ประโยชน์ในการวัดที่มุม 10.0° ซึ่งตรงกับพลังงานโฟตอน 39.6 keV (Sm, Z=62 ในอันดับแรก ของสเปกตรัม)

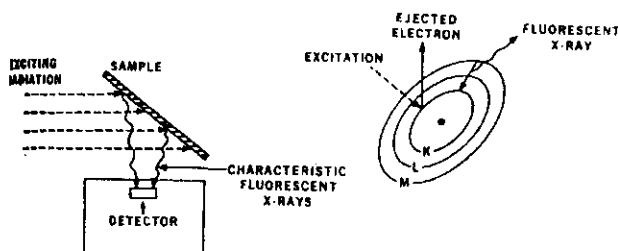
เมื่อธาตุที่วิเคราะห์มีเลขอะตอมสูง หัววัดที่ใช้วัดมีค่าการแยกสเปกตรัมต่ำ เช่นกรณี หัววัด Si-Li พลังงานของโฟตอนที่วัดได้มีค่า 17 keV ถ้าธาตุที่ใช้วิเคราะห์มีเลขอะตอมสูงพลังงานของ

รังสีเอกซ์ที่เรีองออกมามีค่ามาก เกินกว่าค่าพลังงานที่หัววัดอ่านได้ ทำให้เครื่องเรีองรังสีเอกซ์ไม่สามารถวิเคราะห์ธาตุได้

ช่วงความกว้างของความต่างศักย์ของแหล่งป้อนสัญญาณ ไม่ควรวางงานถ้าปราศจากการป้องกันที่ดี กลายเป็นอุปสรรค เพราะทำให้เกิดความไม่อาพันธ์ของรังสี ตัวอย่างเช่น การดูครึ่งสีในชั้น K ของ Mo ที่มีพลังงาน 20 keV ดังนั้น แต่ละหลอดรังสีเอกซ์ที่มีเส้นเฉพาะสูงกว่า 20 keV และการทำงานที่ศักย์ไฟฟ้าสูงกว่าสองเท่าของความต่างศักย์ 20 kV เป็นสิ่งที่ค่อนข้างดีสำหรับการกระตุ้นของเป่าโลหะ Mo เพราะว่าการกระตุ้นจำเป็นต้องใช้ศักย์ไฟฟ้าสูงเพื่อให้เกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องปริมาณมากพอ ถ้าสามารถควบคุมให้สัมพันธ์การดูดกลืนเชิงมวลของโฟโตอิเล็กตรอนที่ได้รับการกระตุ้น โดยการรวมสัมพันธ์เชิงมวลของคอมพ์ตันและความอาพันธ์ของการกระเจิงเอาไว้ได้ (เป็นการวัดจากยอดกราฟถึงอัตราภูมิหลัง) ได้ค่าเท่ากับ 76 และ 18 สำหรับการกระตุ้นด้วยศักย์ไฟฟ้า 40 kV และ 100 kV ตามลำดับ

3. เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน

หลักการของเครื่องรังสีเอกซ์คือ การวัดรังสีเฉพาะที่เรีองออกมาจากสารตัวอย่าง ที่ได้จากการกระตุ้นอิเล็กตรอนในชั้นของธาตุ แล้วทำให้เกิดที่ขึ้น อิเล็กตรอนในชั้นอื่นลดระดับพลังงานลงมาแทนที่ สุดท้ายเกิดเป็นรังสีเอกซ์เฉพาะของแต่ละธาตุ เครื่องเรีองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นมีข้อแตกต่างกับเครื่องเรีองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน(EDXRF) ใช้หัววัดพลังงานโดยรวมรวมไอออนในสารตัวกลางที่ใช้วัดเดิม โดยใช้หัววัดก๊าซ แต่เนื่องจากกำลังการแยกของหัววัดก๊าซไม่ดีเลยเปลี่ยนมาใช้หัววัดไดโอดสารกึ่งตัวนำ ส่วนเครื่องเรีองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นได้เพิ่มอุปกรณ์บางอย่างเข้าไปเพื่อให้กำลังการแยกของเครื่องมือดีขึ้น ได้แก่ ผลึกเลี้ยวเบน และคอลลิเมเตอร์



ภาพประกอบที่ 14 แสดงหลักการวัดพื้นฐานในการวิเคราะห์ธาตุ และกระตุ้นจากหลอดรังสีเอกซ์ที่ทำให้เกิดที่ว่างขึ้นในชั้นพลังงานชั้นของอิเล็กตรอนที่อยู่ในสารตัวอย่าง (Grieken, 1993)

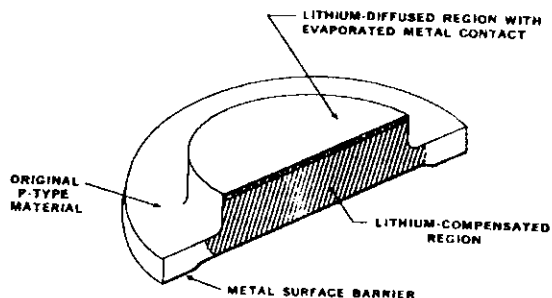
3.1 หัววัดชนิดสารกึ่งตัวนำที่ใช้วัสดุประเภทวัสดุรังสีเอกซ์

เมื่อรังสีเอกซ์เฉพาะที่เกิดจากการกระตุ้นรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ เคลื่อนที่เข้าสู่หัววัด พลังงานของโฟตอนที่พุ่งชนหัววัดต้องมีพลังงานเพียงพอที่จะเอาชนะพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมของธาตุ โดยส่วนใหญ่พลังงานของโฟตอนมีค่าพลังงานสูงในช่วง 10-100 keV หรืออาจสูงถึงระดับ MeV ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ถูกละลายเป็นโฟโตอิเล็กตรอน และสัญญาณไฟฟ้า (โวลต์) ที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงพลังงานรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหัววัด

3.1.1 การประดิษฐ์หัววัด

หัววัดของเครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานใช้หัววัดไดโอดสารกึ่งตัวนำ ซึ่งเป็นแบบ Si(Li)[lithium-drifted silicon] ซึ่งมีสมบัติของธาตุฐานเหมือนกับหัววัดเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์ HPGe หัววัดมีลักษณะเป็นทรงกระบอกเล็กๆ ซึ่งภายในบรรจุสารกึ่งตัวนำที่มีประจุพาหะ p^+ และ n^+ สัมผัสอยู่กับผิวโลหะ ก้อนสารมีลักษณะเฉพาะของความเข้มข้นต่ำมากของพาหะประจุอิสระ การลดลงของพาหะเกิดจากการใช้วัสดุที่บริสุทธิ์สูง ในกรณีของหัววัด HPGe การเคลื่อนที่ของประจุพาหะชนิดพีของซิลิกอนกับตัวให้ของลิเทียมเป็นกรณีเดียวกับหัววัด Si(Li) ขนาดของไดโอดมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2-3 เซนติเมตร ความหนา 3-5 มิลลิเมตร สำหรับกรณีของ Si(Li) และ 5-10 มิลลิเมตรสำหรับ Ge

บริเวณที่มีการเติมลิเทียม (ทำให้ Si เป็นชนิดพาหะ n^+) ที่แพร่สัมผัสกับผิวหน้าของโลหะ (จะเคลือบด้วย เงิน) ซึ่งให้ p^+ ที่ผิวสัมผัสแบบเรกติไฟ (rectifying contact) เมื่อไดโอดอยู่ในสภาวะไบแอสกลับ ทำให้ประจุภายในถูกดึงออกไปด้วยสนามไฟฟ้าทำให้เกิดเป็นแถบปลอดพาหะ (depletion region) เมื่อโฟตอนกระทบกับบริเวณปลอดพาหะของไดโอด ทำให้อิเล็กตรอนในแถบปลอดพาหะหลุดออกจากวงโคจรของอะตอม กลายเป็นที่ว่างที่เรียกว่า โฮล อิเล็กตรอนที่หลุดออกไป กลายเป็นโฟโตอิเล็กตรอน การชนของโฟตอนหลายๆ ครั้ง ทำพาหะมีปริมาณมากขึ้น จำนวนพาหะที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของโฟตอนที่เข้าชนหัววัด



ภาพประกอบที่ 15 แสดงภาคตัดขวางของหัววัด Si(Li) (Grickcn, 1993)

3.1.2 การแยกเชิงพลังงาน

ค่าการแยกเชิงพลังงานของหัววัดสารกึ่งตัวนำ เป็นตัวกำหนดศักยภาพของระบบในการแยกรังสีเอกซ์เฉพาะจากหลายๆ ธาตุออกจากสารตัวอย่าง โดยทั่วไปจะวัดจาก FWHM ของความสูงของพีคส์ ซึ่งวัดจากรังสีเอกซ์ของพลังงานค่าเดียว ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของแต่ละค่าพลังงาน

การปลดปล่อยความกว้างของเส้นรังสีเอกซ์ สามารถกำหนดความสามารถของการแยกพลังงานของเครื่องมือตามชนิดของหัววัดรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นฟังก์ชันอยู่กับปัจจัยสององค์ประกอบหนึ่งขึ้นอยู่กับสมบัติของหัววัดแต่ละตัว ไม่ขึ้นอยู่กับวงจรอิเล็กทรอนิกส์ที่ควบคุมการทำงานของหัววัด ค่า FWHM ของเส้นสเปกตรัมรังสีเอกซ์ (ΔE_{total}) ซึ่งอธิบายด้วยการหมุนวนของการกระจายจากหัววัดตัวหนึ่ง (ΔE_{det}) รวมทั้งขีดจำกัดของกลไกอิเล็กทรอนิกส์ (ΔE_{elec})

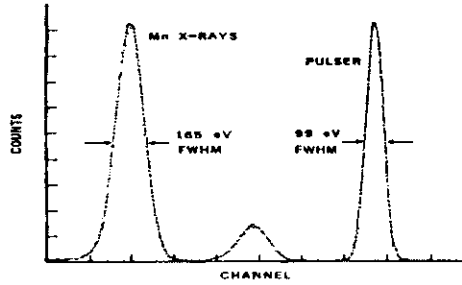
$$(\Delta E_{total})^2 = (\Delta E_{det})^2 + (\Delta E_{elec})^2 \quad (37)$$

ค่าการแยกของหัววัด (ΔE_{det}) คำนวณได้จากด้วยสถิติของประจุมิอิสระที่เกิดจากแถบปลดปล่อยพาหะของไดโอด จำนวนคู่อิเล็กตรอน-โฮล ที่ได้จากการตกกระทบของโฟตอน สามารถคำนวณพลังงานของโฟตอนทั้งหมดด้วยพลังงานเฉลี่ยของหนึ่งคู่อิเล็กตรอน-โฮล ด้วยวิธีการทางสถิติของ Poisson ซึ่งขึ้นอยู่กับความผันแปรของรากที่สองของจำนวนการกระจายของหัววัดที่ตำแหน่ง FWHM สามารถอธิบายในรูปตัวประกอบฟาโน (Fano factor) เป็นดังสมการ

$$(\Delta E_{\text{det}})^2 = (2.35)^2 E \varepsilon F \quad (38)$$

เมื่อ ε เป็นพลังงานเฉลี่ยในการเกิดของคู่อิเล็กตรอน-โฮล E คือ พลังงานของโฟตอน F คือ ตัวประกอบฟาโน E/ε เป็นจำนวนคู่อิเล็กตรอน-โฮล การแยกของสัญญาณรบกวน อิเล็กทรอนิกส์ เป็นผลแบบสุ่มที่เกิดจากความร้อนทำให้กระแสไฟฟ้าเกิดขึ้นที่หัววัดแต่ละตัว

(ΔE_{elec})



ภาพประกอบที่ 16 แสดงสัญญาณเส้นสเปกตรัมของ Mo K ที่ได้จากหัววัด Si(Li)

(Gricken, 1993)

3.1.3 ประสิทธิภาพของหัววัด

จุดเด่นที่สำคัญของสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำคือการมีประสิทธิภาพสมบูรณ์ของการตรวจจับการเรืองรังสีเอกซ์เฉพาะ และการวัดพลังงานขึ้นอยู่กับผลของการเพิ่มประสิทธิภาพของการดูดกลืน โฟโตอิเล็กทริกของวัสดุสารกึ่งตัวนำในช่วงพลังงานรังสีเอกซ์ และการเพิ่มขนาดของมุมตันของเครื่องเรืองรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์เป็นจุดของแหล่งกำเนิด ประสิทธิภาพรวม (E_{tot}) สามารถอธิบายในมุมตันของหัววัดและสารตัวอย่างได้ดังนี้

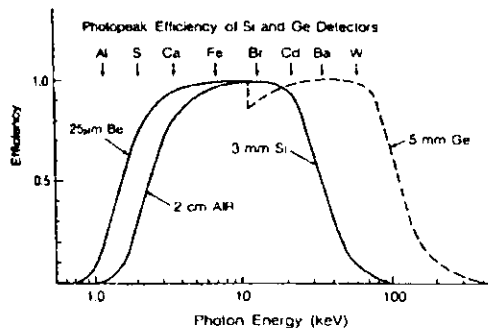
$$E_{\text{tot}} = \frac{\Omega \varepsilon(E)}{4\pi} \quad (39)$$

เมื่อ Ω เป็นค่ามุมตันรวม และ $\varepsilon(E)$ เป็นพลังงานโฟตอนไม่ขึ้นประสิทธิภาพของหัววัด มุมตันกำหนดโดยพื้นที่ของหัววัดที่สัมผัสกับโฟตอนรังสีเอกซ์ และระยะห่างระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัด ขึ้นอยู่กับการออกแบบของระบบเครื่องมือ เช่น ในหัววัดชนิด Si(Li) มีพื้นที่ 30-80 ตารางเซนติเมตรและหัววัดชนิด HPGe มีพื้นที่ 80-320 ตารางเซนติเมตร การเพิ่มมุมตันทำให้หัววัดสามารถสัมผัสกับโฟตอนรังสีเอกซ์ได้มากขึ้นทำให้ประสิทธิภาพของหัววัดดีขึ้น

ประสิทธิภาพโดยดั้งเดิม (intrinsic) ของสารกึ่งตัวนำสามารถเขียนอยู่ในรูปแบบง่าย โดยพิจารณาความน่าจะเป็นของโฟตอนที่เข้าชนหัววัด สมมติว่าความน่าจะเป็นของการดูดกลืนโฟโตอิเล็กทริกเกิดขึ้นในบริเวณสัญญาณ เป็นดังสมการ

$$\epsilon(E) = e^{-\mu x} (1 - e^{-\sigma d}) \quad (40)$$

เมื่อ ϵ เป็นความหนาของบริเวณชั้นดูดกลืนระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัด $\mu = \mu(E)$ เป็นสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของชั้นดูดกลืน d ความหนาของหัววัด และ $\sigma = \sigma(E)$ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลของโฟโตอิเล็กทริกสำหรับวัสดุที่ใช้ทำหัววัด ดังภาพประกอบที่ 2.14 แสดงกราฟของสมการที่ 40 สำหรับกรณีของ Si(Li) ที่ความหนา 3 มิลลิเมตร และ HPGe ที่ความหนา 5 มิลลิเมตร มีประสิทธิภาพต่ำที่พลังงานต่ำ ถูกกำหนดโดยการดูดกลืนของหน้าต่าง Be ที่ความหนา 25 ไมครอน ระยะห่าง 2 เซนติเมตร ระหว่างสารตัวอย่างกับหัววัดในอากาศ พลังงานของเส้นสเปกตรัมรังสีเอกซ์เฉพาะที่ปลดปล่อยในชั้น K ที่ได้จากหลายๆธาตุมีลักษณะคล้ายกัน หัววัด Ge ที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้งานในช่วงพลังงานโฟตอนที่สูงกว่า Si เพราะว่ามีเลขอะตอมที่สูงกว่าและมีภาคตัดขวางของโฟโตอิเล็กทริกที่สูงกว่า



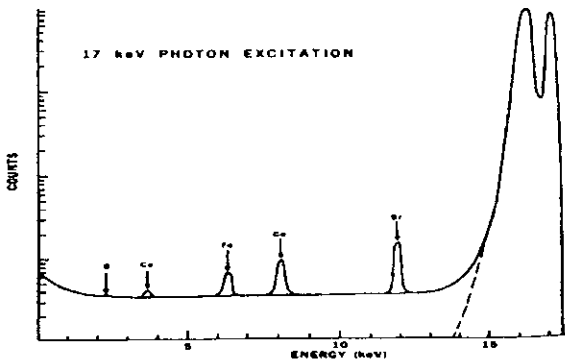
ภาพประกอบที่ 17 แสดงกราฟที่ได้จากการคำนวณสัมประสิทธิ์ในตัวของยอดกราฟโฟตอนที่ได้จากหัววัด Si และ Ge ที่กับพลังงานตกกระทบของโฟตอน (Gricken, 1993)

3.1.4 การตรวจวัดรังสีกัมมันต์

ถึงแม้สัญญาณโฟโตอิเล็กทริกที่เกิดขึ้นในเครื่องเรอรังสีเอกซ์จะไม่ค่อยมีผลต่างประสิทธิภาพน้อย แต่กลับเป็นปัญหาอย่างมาก ในการวิเคราะห์สเปกตรัมกัมมันต์ของรังสีได้

เมื่อโฟตอนได้รับกระตุ้นแล้วเหนี่ยวนำให้เกิดการเรืองรังสี ยังคงเป็นข้อถกเถียงถึงกระบวนการของโฟตอนตกกระทบแล้วเกิดการกระเจิงจากสารตัวอย่างไปยังหัววัดซึ่งมีค่าการมีค่าการสูญเสียพลังงานน้อยมาก ผลที่เกิดขึ้นนี้เป็นผลโดยเฉพาะที่เกิดกับการวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อยในจำนวนของเมทริกซ์อะตอม ซึ่งเป็นผลของการกระเจิงที่มีมาก เมื่อเปรียบเทียบกับจำนวนอะตอมที่เกิดการเรืองรังสี ในกรณีนี้เป็นลักษณะเฉพาะของขดกราฟสเปกตรัมที่การกระเจิงผสมกัน ทั้งแบบการกระจายอาพันธ์(coherent) และแบบการกระจายไม่อาพันธ์ (incoherent) ผลที่ไม่สมบูรณ์ของการรวบรวมประจุที่สะสมในเหตุการณ์นี้ทำให้เกิดผลสืบเนื่องของพลังงานที่ต่ำของเส้นสเปกตรัมนี้คือภูมิหลังที่เกิดขึ้นระหว่างรอยต่อของการวัดที่พลังงานต่ำของการเรืองรังสีเอกซ์

การศึกษาการออกแบบเพื่อลดแหล่งกำเนิดที่ต่อเนื่องของภูมิหลัง เป็นหลักการพื้นฐานของรังสีเอกซ์และค่าการสูญเสียพลังงานของอิเล็กตรอน ที่มีนัยสำคัญของรังสีภูมิหลังมากกว่าจากการสะสมของประจุที่ไม่สมบูรณ์ในบริเวณตรวจวัดสัญญาณของหัววัด ซึ่งโดยทั่วไปจะปรากฏขดกราฟการกระจายที่ชัดเจนเกิดขึ้น นี่คือการรบกวนการของอุปกรณ์หัววัดที่สามารถทำงานในบริเวณของการสะสมประจุอิสระที่เกิดจากแถบปลอดพาหะ ที่สามารถขัดขวางผลของการไม่อาพันธ์ในการป้อนสนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ขอบภายนอก การลดผลที่เกิดขึ้นจะทำที่ภายนอกของคอลลิเมเตอร์เพื่อป้องกันการการแผ่รังสีตกกระทบจากอันตรกิริยาภายนอกของอุปกรณ์หรือชุดอิเล็กทรอนิกส์ภายในคอลลิเมเตอร์ โดยการใช้วงเวียนป้องกัน (guard-ring structure)



ภาพประกอบที่ 18 แสดงสเปกตรัมที่ได้จากจำนวนที่ 17 keV ที่ได้จากการกระตุ้นเมทริกซ์ของคาร์บอน (Gricken, 1993)

3.1.5 สมรรถนะของอัตราการนับ

ข้อจำกัดของอัตราการนับที่อยู่ในหัววัดสารกึ่งตัวนำ มีสมบัติที่ไม่อาพันธ์ซึ่งสอดคล้องกับเวลาของสัญญาณพัลส์สุดท้ายจำเป็นต้องมีเครือข่ายทางอิเล็กทรอนิกส์ที่คมชัด เกิดขึ้นเมื่อสัญญาณพัลส์แบบสุ่มตกกระทบระบบหัววัด

ถึงแม้ว่าอัตราการนับเฉลี่ยที่เกิดจากระบบเกิดขึ้นได้ดีที่ความถี่ต่ำ ซึ่งเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงความกว้างสัญญาณพัลส์ τ_p เกี่ยวข้องกับหลักสถิติที่บ่งบอกให้ทราบการกระจายที่พร้อมกันในช่วงหนึ่งเวลา ยังคงมีความน่าจะเป็นที่สองสัญญาณพัลส์เคลื่อนมาถึงหัววัดพร้อมกันในเวลาเดียวกัน

กลุ่มของความน่าจะเป็นที่สังเกตจากฟังก์ชันของลักษณะเวลาขาขึ้น τ_p ซึ่งเกี่ยวข้องเวลารวมตัวพาหะ (dead time) ของระบบ ความน่าจะเป็นเหล่านี้ไม่ขึ้นกับรายละเอียดของชนิดเฉพาะกลุ่มที่ยกเว้นจากวงจร จำนวนของกลุ่มการทดลองสามารถกำจัดออกจากสเปกตรัมซึ่งมีผลลัพธ์ที่ประมาณจากกรณีการกระจายแบบสุ่มรวม สำหรับกลุ่มของเหตุการณ์ (N_0) ของความน่าจะเป็น P ที่เกิดขึ้นในเวลาเฉพาะ τ_p มีโอกาสเป็น

$$P = N_0 e^{-N_0 \tau_p} \quad (41)$$

เราสามารถทราบสัดส่วนของเหตุการณ์ของการเคลื่อนย้ายไปยังระบบ อัตรารับเข้าสำหรับอัตราส่งออกมีค่ามากที่สุดซึ่งแสดงการขึ้นของเวลา อัตราส่งออกมีค่าลดลงด้วยตัวคูณ $1/c$ มันเป็นการเน้นถึงพฤติกรรมทั่วไปของการเข้ามาของสถิติแบบสุ่ม และการวัดเวลานันต์ ตัวอย่างเช่นสำหรับพัลส์ของยอดกราฟของเวลา $10 \mu s$ แต่ต้องใช้เวลารวมของพาหะที่เท่ากับ $20 \mu s$ และอัตราส่งออกมากที่สุดเท่ากับ 18.4 kHz แต่กลับหมดไปเมื่อการแยกทางอิเล็กทรอนิกส์ใช้เวลาเพียง $2 \mu s$

3.2 การประยุกต์เครื่องเรอริงส์เอกซ์

3.2.1 การวิเคราะห์ในรูปเหลว

สารตัวอย่างที่อยู่ในรูปของเหลวมีลักษณะของธาตุเป็นเนื้อเดียวกันที่วิเคราะห์ด้วย XRF สำหรับวิธีการทางอุตสาหกรรม จะใช้การไหลผ่านของสารละลายในรูปความเข้มข้นเฉพาะธาตุในระบบปิด สามารถวิเคราะห์ปริมาณน้อยๆ และส่วนประกอบรองของธาตุที่มีเลขอะตอมมากกว่า 14

ในน้ำมันเครื่อง น้ำมันเบนซิน หรือสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย ถ้าหนึ่งหรือมากกว่าเส้นรังสีเอกซ์เฉพาะจากส่วนประกอบหลักหรือรองไม่สมบูรณ์อย่างเด่นชัดในสเปกตรัมรังสีเอกซ์ ชีดจำกัดในการตรวจวัดปริมาณสารอยู่ในช่วง 1-10 $\mu\text{g/g}$

จะต้องมีความว่องไวที่เพียงพอ หรือ ถ้าหากไม่สามารถใช้วิธีการตรวจสอบธาตุในของเหลวได้โดยตรง จะใช้วิธีการลดความเข้มข้นของเมทริกซ์ให้เจือจาง หรืออาจใช้วิธี 1) ระเหยสารตัวอย่าง 2) การตกตะกอนของธาตุไว้บนชั้นบางของฐานรอง 3) การคัดแยกของอนุภาคประจุ ลบ-บวกด้วยตัวกรองไอออน 4) การเตรียมในรูปฟิล์มบาง

3.2.2 การวิเคราะห์ในรูปแข็ง

การวิเคราะห์ในรูปของแข็งสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของ ธาตุหลัก ธาตุรอง หรือ สารเจือปน เช่น โลหะ โลหะผสม เหล็กกล้า ตัวเร่งปฏิกิริยา สารเคมีเชิงซ้อน ชีดจำกัดของเครื่องมือกำหนดโดยสารกึ่งตัวนำที่ใช้ทำหัววัด การประยุกต์ XRF สามารถใช้งานได้กว้างหลายธาตุในตะกอน ดิน ทราช แร่ธาตุ ซีเมนต์ สินแร่ หรือแม้แต่ซีดีจากพืช ซึ่งขึ้นอยู่กับเทคนิคของการเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ ความแม่นยำของการวิเคราะห์ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของธาตุหลัก (Na-Fe) การบดสารตัวอย่างเป็นผงเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างปกติ หรืออาจใช้การหลอมสารตัวอย่างแล้วผสมกับลิเทียมเมทาโบเรท-เคตระโบเรท จะอยู่ในผลึกที่เป็นแก้วมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งใช้สำหรับธาตุที่มีเลขอะตอมต่ำๆ การวัดจะกระทำในสุญญากาศ หลอดรังสีเอกซ์จะทำงานที่ความต่างศักย์ 10 kV วิเคราะห์จากธาตุ Na ถึง Fe ในรูปผลึกแก้ว ช่วงของปริมาณธาตุที่น้อยที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้อยู่ในช่วง 4-10 $\mu\text{g/g}$

เนื้อเยื่อ ส่วนของพืช หรือส่วนของสิ่งมีชีวิตที่แห้งโดยทั่วไปจะใช้การบดเป็นผงก่อนวิเคราะห์ ในบางกรณีที่ปริมาณของสารตัวอย่างน้อยอาจใช้วิธีกระจายสารตัวอย่างให้มีลักษณะบางๆบนฐานรอง และการใช้หลักการวัดความเข้มรังสีเอกซ์ของการแผ่รังสีที่ได้จากการกระเจิงแบบคอมพ์ตันแบบไม่ยืดหยุ่นในการวัดมวลของสารตัวอย่างในแนวเส้นทางของรังสี สำหรับความแน่นอนสามารถกำหนดได้ในช่วงกว้างของปริมาณธาตุน้อยๆ การบดสารตัวอย่างเป็นผงแล้วอัดในภาชนะ ความว่องไวของความเข้มข้นของธาตุที่สามารถตรวจวัดได้อยู่ในช่วง 0.5-10 ppm และเลขอะตอมของธาตุที่วิเคราะห์ต้องสูงกว่า 20 ใช้การนับในช่วงเวลา 10 นาทีหรือน้อยกว่า ใช้หลอดรังสีเอกซ์พลังงานต่ำของ Mo จำนวนธาตุทั้งหมด 22 ธาตุ ที่วัดในหน่วยแสง เมื่ออัตราการนับรังสีเอกซ์ทางสถิติไม่มีข้อจำกัดของการวัด ผลที่ได้ของสารตัวอย่างทางชีววิทยาหลายชนิดมีความแน่นอน ± 10 เปอร์เซ็นต์

ชั้นฟิล์มหลายชั้น การฉาบผิว ฟิล์มบางที่ฉาบบนฐานรอง ที่วิเคราะห์โดยตรง โดยทั่วไป ส่องในสิ่งของวิธีการสามารถวัดเลขอะตอมของธาตุในสารตัวอย่างได้ต่ำกว่าเลขอะตอมที่น้อยกว่า 10 และถ้าวิเคราะห์ตัวอย่างในสุญญากาศหรือบรรยากาศซีเลียม การใช้เครื่องเรืองรังสีเอกซ์ที่ W เป็นเป้า (แอกโนด) ชนิดฟิล์มการปล่อยรังสีเอกซ์ และ สามเป้าทุติยภูมิ จะให้ความว่องไวของ วิเคราะห์สูงขึ้น เมื่อพ่นตัวอย่างในรูปของไอหรือหมอกแล้วกรองมวลของสารตัวอย่างให้มีความหนาแน่นน้อยกว่า 1 mg/cm^2 สารตัวอย่างที่วิเคราะห์ในบรรยากาศซีเลียม ดังแสดงในตารางที่ 2.2 ที่ แสดงขีดจำกัดของการวัดสำหรับ 34 ธาตุ ในระบบ

ตารางที่ 2.2 แสดงขีดจำกัดของปริมาณธาตุที่เตรียมในรูปฟิล์มบาง

Elements	MDL(ng/cm^2)	Elements	MDL(ng/cm^2)
Al	130	Se	2
Si	45	Br	2
S	15	Rb	3
Cl	13	Sr	3
K	6	Hg	7
Ca	5	Pb	8
Ti	30	Zr	8
V	20	Mo	5
Cr	16	Ag	5
Mn	12	Cd	6
Fe	12	In	6
Ni	5	Sn	8
Cu	6	Sb	8
Zn	5	Te	10
Ga	4	I	13
Ge	3	Cs	24
As	4	Ba	40

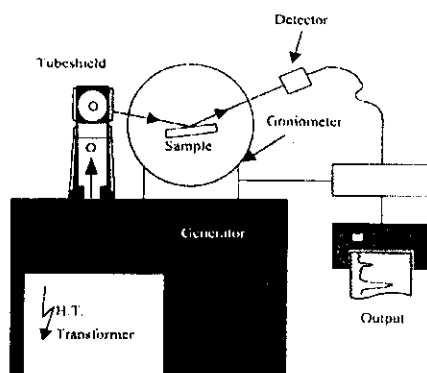
หมายเหตุ ใช้ความต่างศักย์ของหลอดรังสีเอกซ์: 50, 60, 70 (kV)

ใช้เป้าทุติยภูมิ: Ti, Mo, Sm

ทำการวัดค่าสามครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ยในชนิดฟิล์มการปล่อยรังสีเอกซ์

3.3 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

โดยเริ่มจากหม้อแปลงกระแสไฟฟ้าแรงดันสูง(high-tension transformer) ทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขั้วแคโทดทำให้ไส้ร้อนขึ้น อิเล็กตรอนไปจับกันหนาแน่นบริเวณไส้ ดังนั้นค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดเพิ่มสูงขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้า ที่ขั้วแอโนด มีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาผ่านหน้าต่างที่ทำด้วยเบอริลเลียม หลอดรังสีเอกซ์มีหลายชนิด เรียกชื่อตามชนิดของโลหะที่ใช้ทำแอโนด เช่น Mo,W,Cr,Cu,Co,Ag และ Fe ซึ่งจะให้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นต่างๆ กัน ดังนั้นจึงควรเลือกใช้ชนิดของโลหะให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ แต่โดยทั่วไปมักนิยมใช้ Cu ซึ่งให้ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.542 อังสตรอม จะมีทั้ง K_{α} และ K_{β} สำหรับการวิเคราะห์นี้มีความจำเป็นต้องใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียว (monochromatic x-ray) ดังนั้นจึงต้องใช้แผ่นกรองบีตาเพื่อกำจัด K_{β} เพื่อให้เหลือเพียง K_{α} อย่างเดียว การเลือกแผ่นกรองบีตาควรเลือกแผ่นกรองให้เหมาะสมชนิดของหลอดรังสีเอกซ์ โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับมวล(mass absorption coefficient) จากนั้นรังสีเอกซ์ K_{α} จะถูกบีบให้เป็นลำแคบๆ โดยไดเวอร์เจนสลิต ลำของรังสีเอกซ์ที่ผ่านไดเวอร์เจนสลิตจะตกกระทบลงบนตัวอย่างซึ่งติดไว้กับแกนของโกนิโอมิเตอร์ รังสีที่สะท้อนกลับจากตัวอย่างจะเคลื่อนที่ผ่านไปยังสลิตตัวรับและเข้าไปยังหน่วยรับสัญญาณเพื่อแปลงสัญญาณและประมวลผลออกมาในรูปแบบของการเลี้ยวเบน(diffractogram)



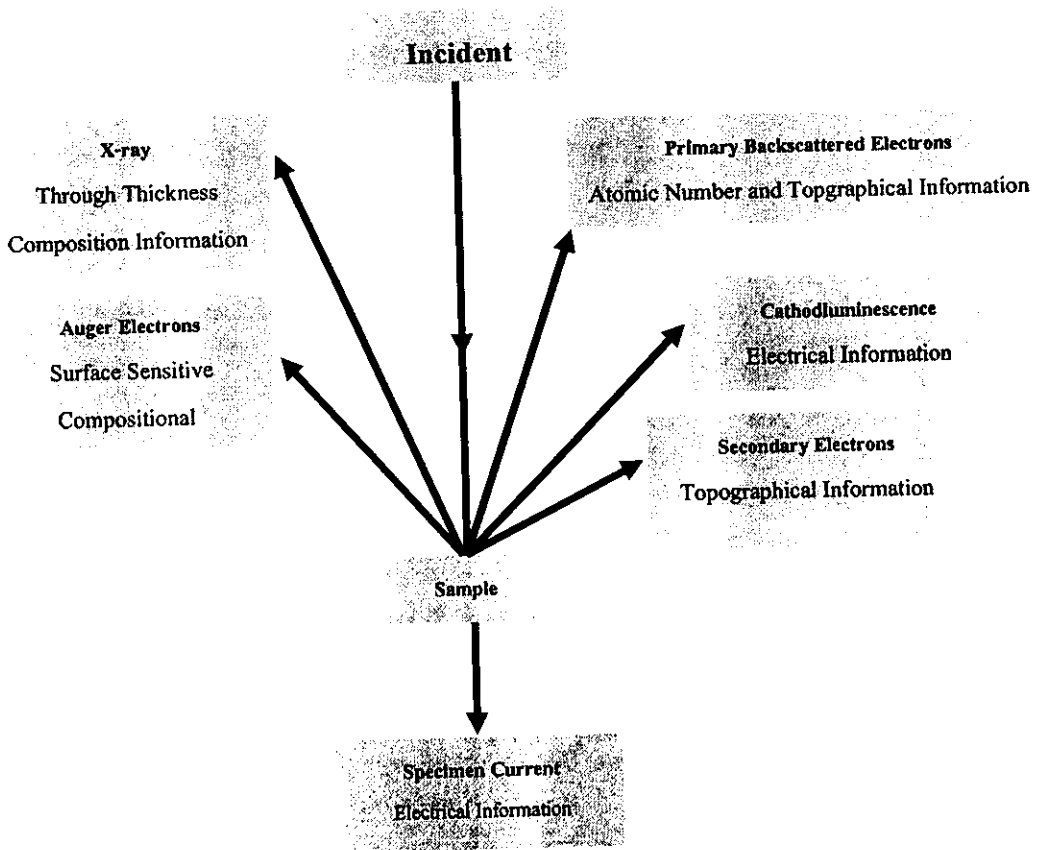
ภาพประกอบที่ 19 แสดงแผนผังการทำงานของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์
(วีระศักดิ์, 2543)

3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เกิดจากการคิดค้นเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการมองเห็นวัตถุของกล้องจุลทรรศน์ให้สามารถแจ่มจางรายละเอียดของภาพได้ชัดเจนมากขึ้นกว่าเดิม โดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอนที่มีช่วงความยาวคลื่นสั้นกว่าความยาวคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้ามาทดแทนเลนส์กระจก และมีตัวตรวจวัดที่จะจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่าง จากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่าง จากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณปรากฏบนจอรับภาพต่อไป ผลที่ได้คือ ภาพที่ได้คือ ภาพของวัตถุหรือตัวอย่างที่มีกำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่า ถึงระดับ 100,000 เท่า (กล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาสามารถทำกำลังขยายได้เต็มที่ไม่เกิน 3,000 เท่า) และสามารถแจ่มจางรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร ในขณะที่กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงสว่างธรรมดามีกำลังแยกแยะใช้ดูวัตถุเล็กสุดเพียง 0.2 ไมครอน

3.4.1 ทฤษฎีและหลักการเบื้องต้น

อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลต์ หรือมากกว่า) จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่ด้านล่างโดยแผ่นอนโนด ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่บีบอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มเข็มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่ด้านล่างผ่านเลนส์ใกล้วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทาง การเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบบนพื้นผิวตัวอย่าง การควบคุมนี้สามารถกำหนดได้โดยผ่านชุดควบคุม ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวสารตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุหรือสารตัวอย่างและจะเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน ชนิดต่างๆ ออกมาซึ่งแสดงดังภาพประกอบที่ 20



ภาพประกอบที่ 20 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง (วีระศักดิ์, 2543)