

LAB1: XRF AND XRD ANALYSIS

Mineral Processing Laboratory: 256335

Lab Assay

Element

Titration

AAS

ICP

1.1 XRF

Mineral

1.2 XRD

Petrography

Coal

Proximate, Ultimate

Heating value

การทดลองที่ 1.1

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในวัตถุด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence (XRF) แบบเคลื่อนที่



จากทฤษฎีจะตอมสู่การใช้งานเครื่อง Olympus Vanta อย่างมืออาชีพ

การวิเคราะห์ทางเคมีแบบไม่ทำลายตัวอย่าง | รวดเร็ว | แม่นยำ

เทคโนโลยี XRF คืออะไร?

X-ray Fluorescence (XRF) คือเทคโนโลยีการวิเคราะห์ทางเคมีที่ใช้รังสีเอกซ์เพื่อระบุองค์ประกอบของสารต่างๆ



วิเคราะห์ชนิดธาตุ

ระบุธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่าง
ได้ทันที



วิเคราะห์ปริมาณ

วัดความเข้มข้นของธาตุ
ได้อย่างแม่นยำ



ไม่ทำลายตัวอย่าง

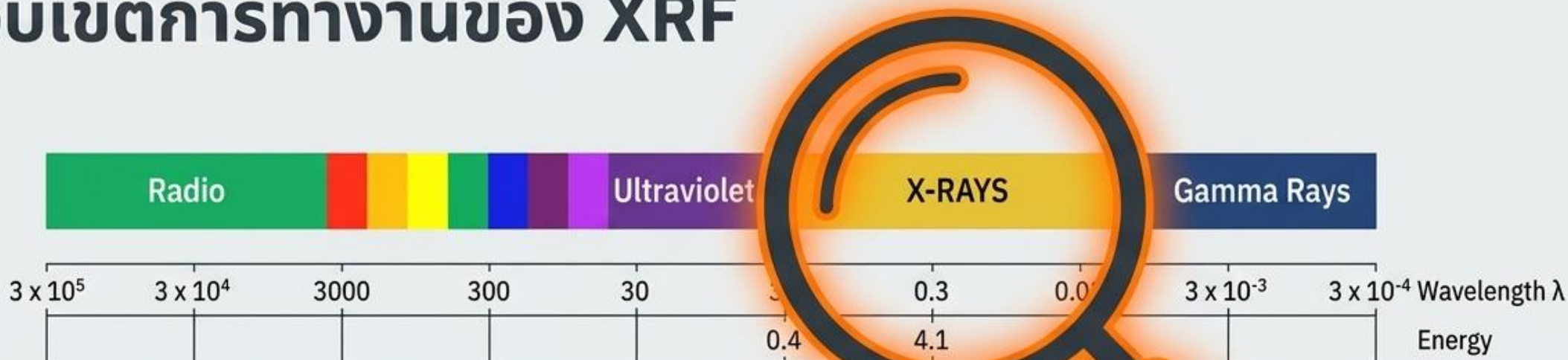
รักษาสภาพของแข็งและ
ของเหลวไว้ดังเดิม



รวดเร็วและแม่นยำ

ทราบผลการวิเคราะห์ได้
ทันทีในพื้นที่ปฏิบัติงาน

ขอบเขตการทำงานของ XRF



H

He

1Li

2Be

3B

4C

5N

6O

7F

8Ne

11Na

12Mg

13Al

14Si

15P

16S

17Cl

18Ar

19K

20Ca

21Sc

22Ti

23V

24Cr

25Mn

26Fe

27Co

28Ni

29Cu

30Zn

31Ga

32Ge

33As

34Se

35Br

36Kr

37Rb

38Sr

39Y

40Zr

41Nb

42Mo

43Tc

44Ru

45Rh

46Pd

47Ag

48Cd

49In

50Sn

51Sb

52Te

53I

54Xe

55Cs

56Ba

57La

58Ce

59Pr

60Nd

61Pm

62Sm

63Eu

64Gd

65Tb

66Dy

67Ho

68Er

69Tm

70Yb

71Lu

72Hf

73Ta

74W

75Re

76Os

77Ir

78Pt

79Au

80Hg

81Tl

82Pb

83Bi

84Po

85At

86Rn

ช่วงที่วิเคราะห์ได้:

เลขอะตอม 11 (Na) ถึง 92 (U)

Vanta วิเคราะห์ได้ตั้งแต่ Mg (เลขอะตอม 12)

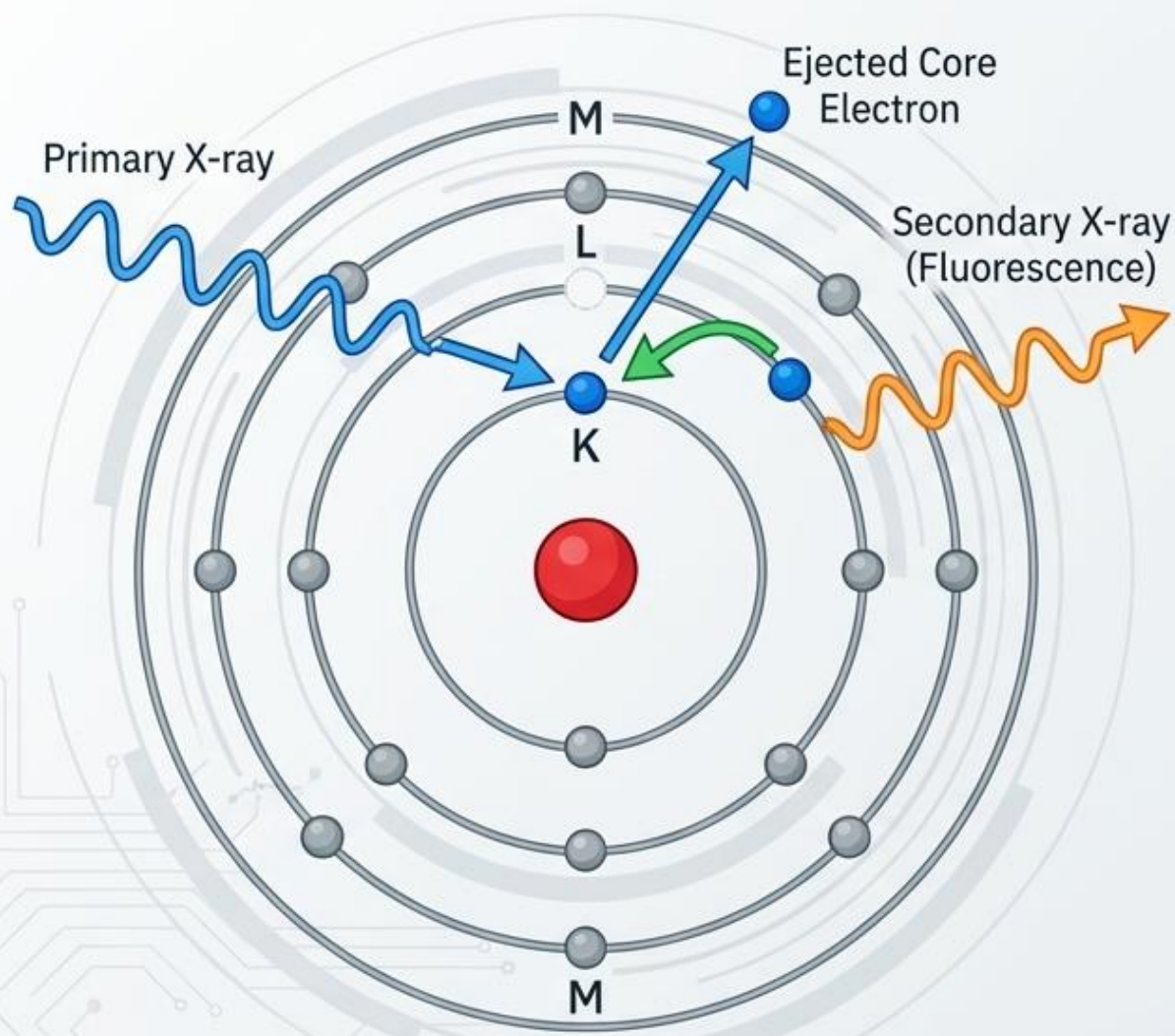
ไม่สามารถวิเคราะห์ได้:
ธาตุเบา เลขอะตอม < 11 (เช่น H, C, O)

Ce	Pr	Nd														
Th	Pa	U														

ทำไมธาตุเบาจึงวัดไม่ได้?

พลังงานรังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมามีค่าต่ำมาก
เครื่องตรวจจับต้องมีความไวสูงเป็นพิเศษ

หลักการทำงานของ XRF: ระดับอะตอม



1

การสร้างรังสีเอกซ์: ยิง Primary X-ray
พลังงานสูงไปที่ตัวอย่าง

2

การกระตุ้น: พลังงานชนกับอิเล็กตรอนวงใน
(ชั้น K) จนหลุดออกจากวงโคจร

3

การปล่อยรังสี: อิเล็กตรอนชั้นนอกเลื่อนลงมา
แทนที่ และปล่อย Secondary X-ray ออกมา

4

การตรวจจับ: เครื่องตรวจจับวัดค่าพลังงาน
และความเข้ม

5

การวิเคราะห์: ประมวลผลเปรียบเทียบกับค่า
มาตรฐานเพื่อระบุธาตุ

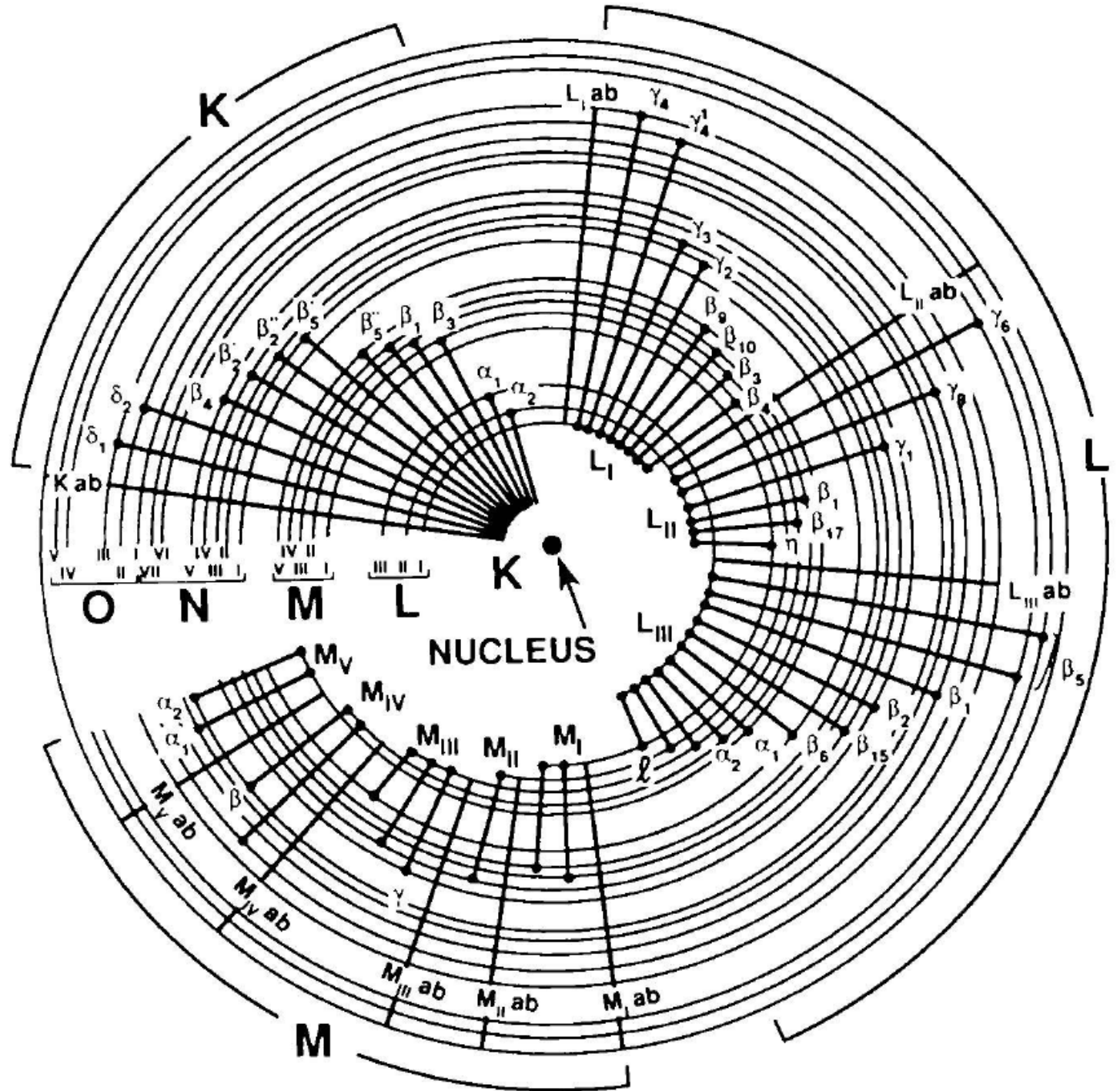
K α

- อิเล็กตรอนจากชั้น **L (n = 2)** ตกลงมาเติมช่องว่างในชั้น **K (n = 1)**
- การเปลี่ยนระดับพลังงาน: **L $\rightarrow$ K**

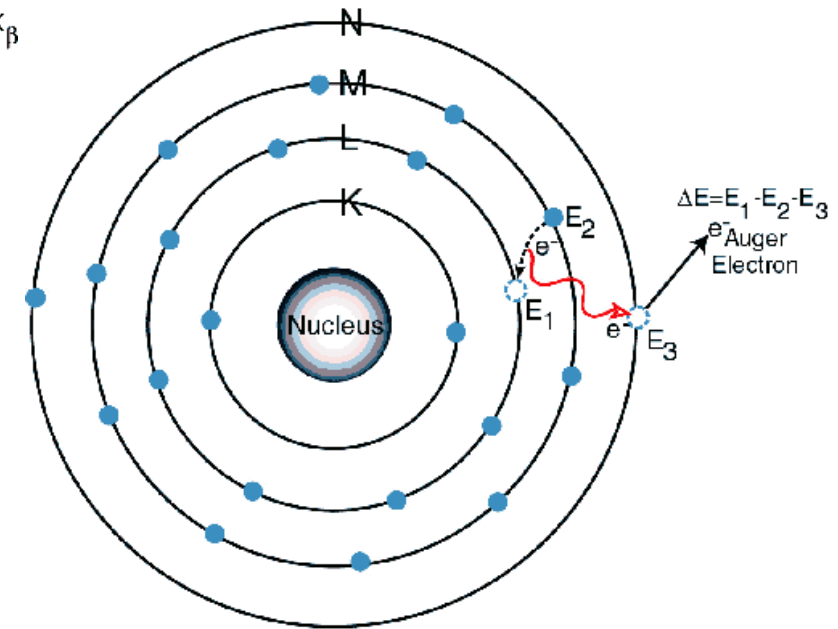
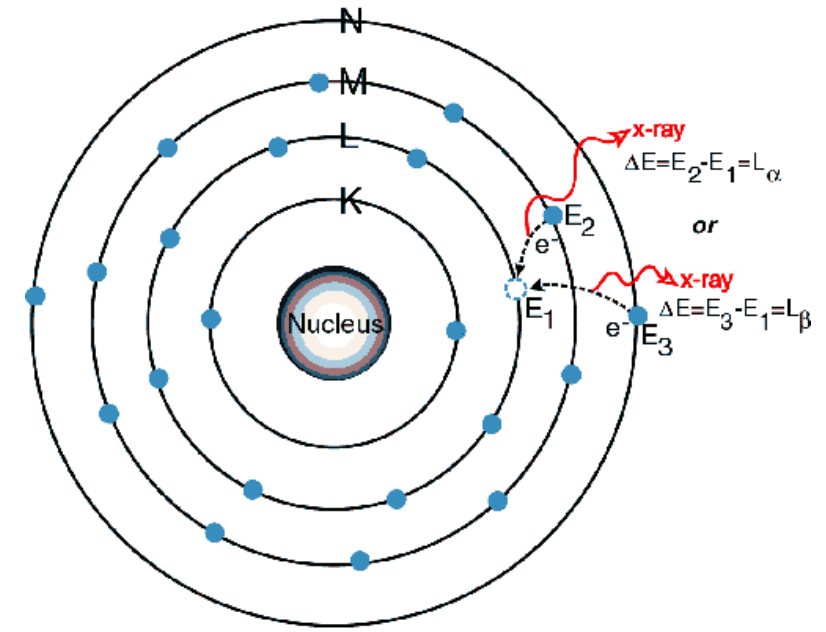
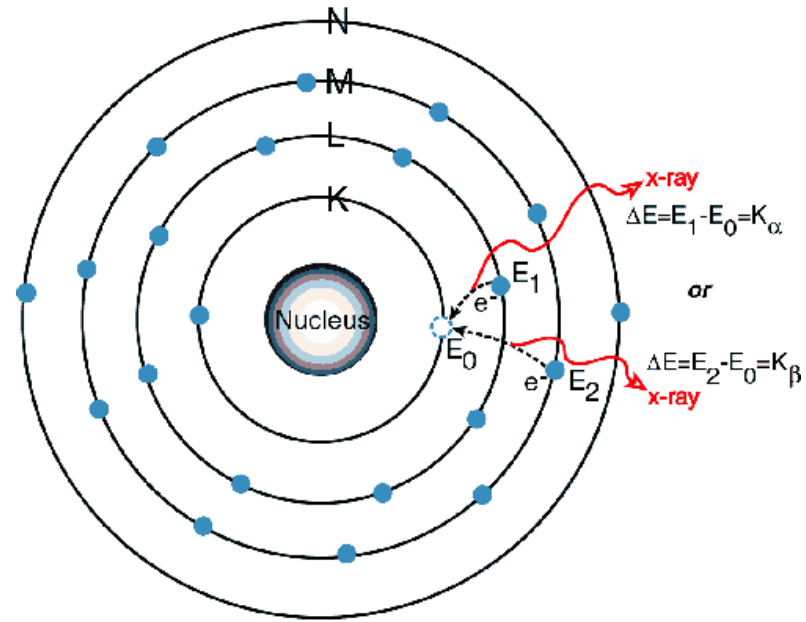
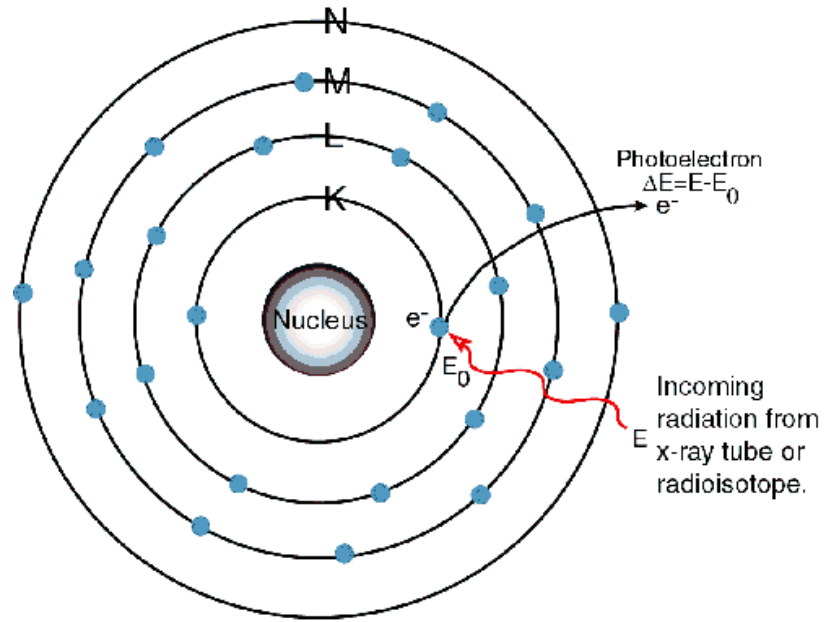
K β

- อิเล็กตรอนจากชั้น **M (n = 3)** ตกลงมาเติมช่องว่างในชั้น **K (n = 1)**
- การเปลี่ยนระดับพลังงาน: **M $\rightarrow$ K**

เนื่องจากระดับพลังงานของชั้น M สูงกว่าชั้น L การเปลี่ยนจาก **M $\rightarrow$ K** จึงปลดปล่อยพลังงานมากกว่า



X-Ray Fluorescence Process Example: Titanium Atom (Ti=22)



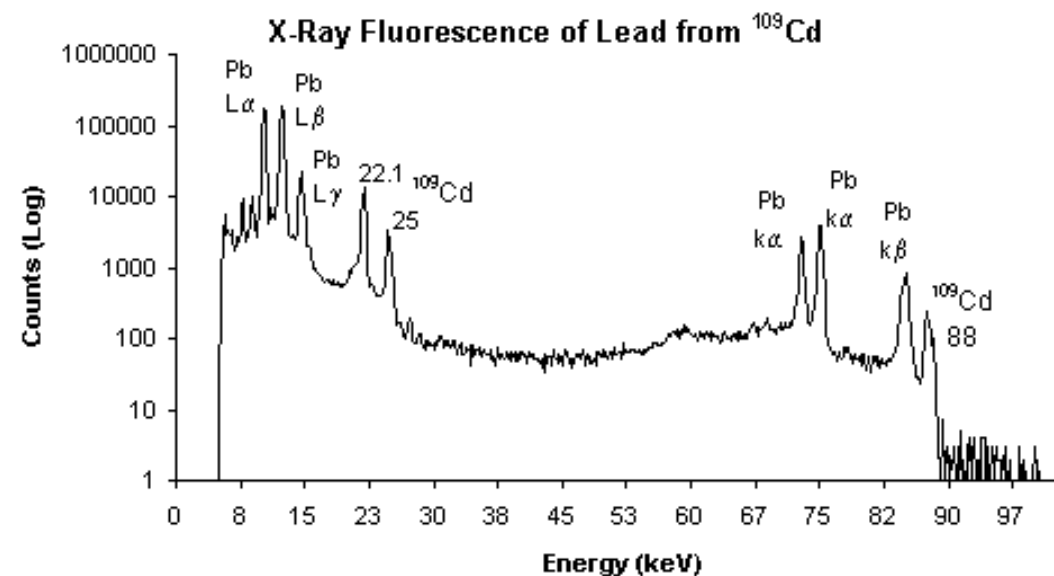
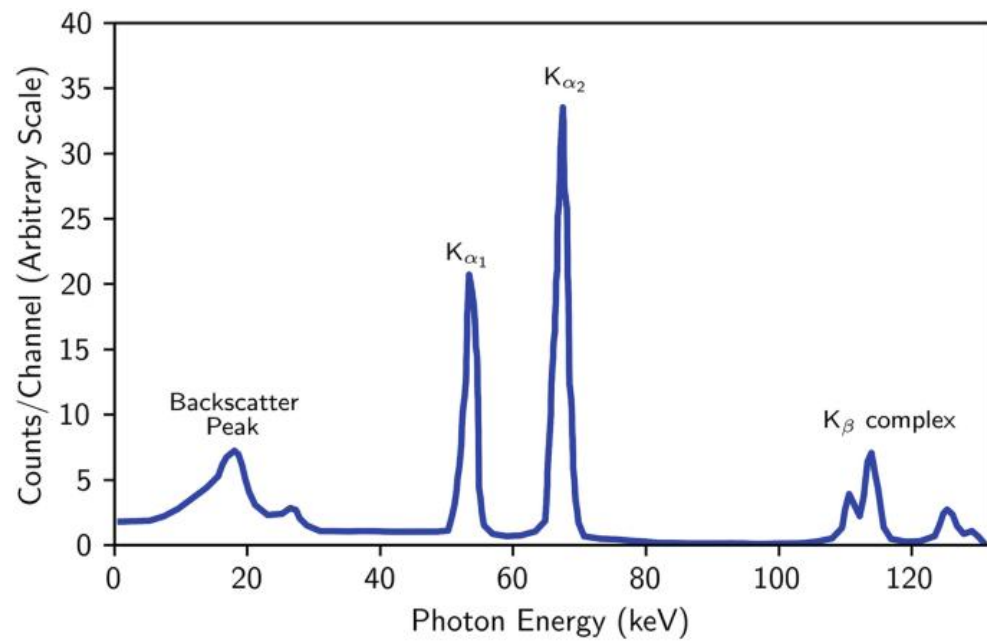
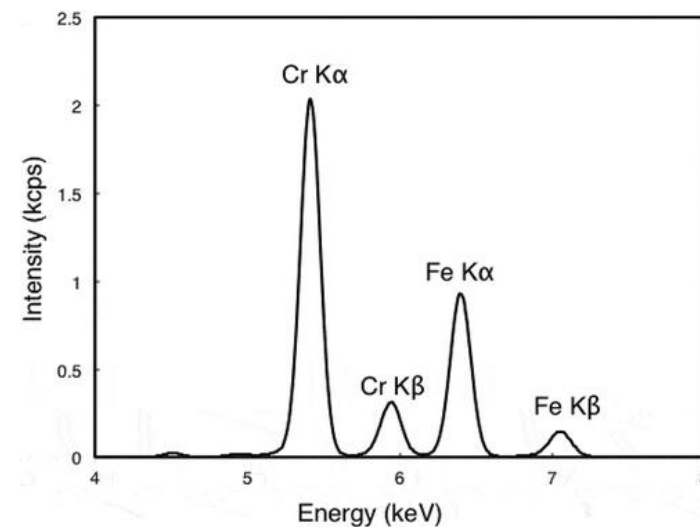
X-Ray Data Booklet Table 1-2. Photon energies, in electron volts, of principal K-, L-, and M-shell emission lines.

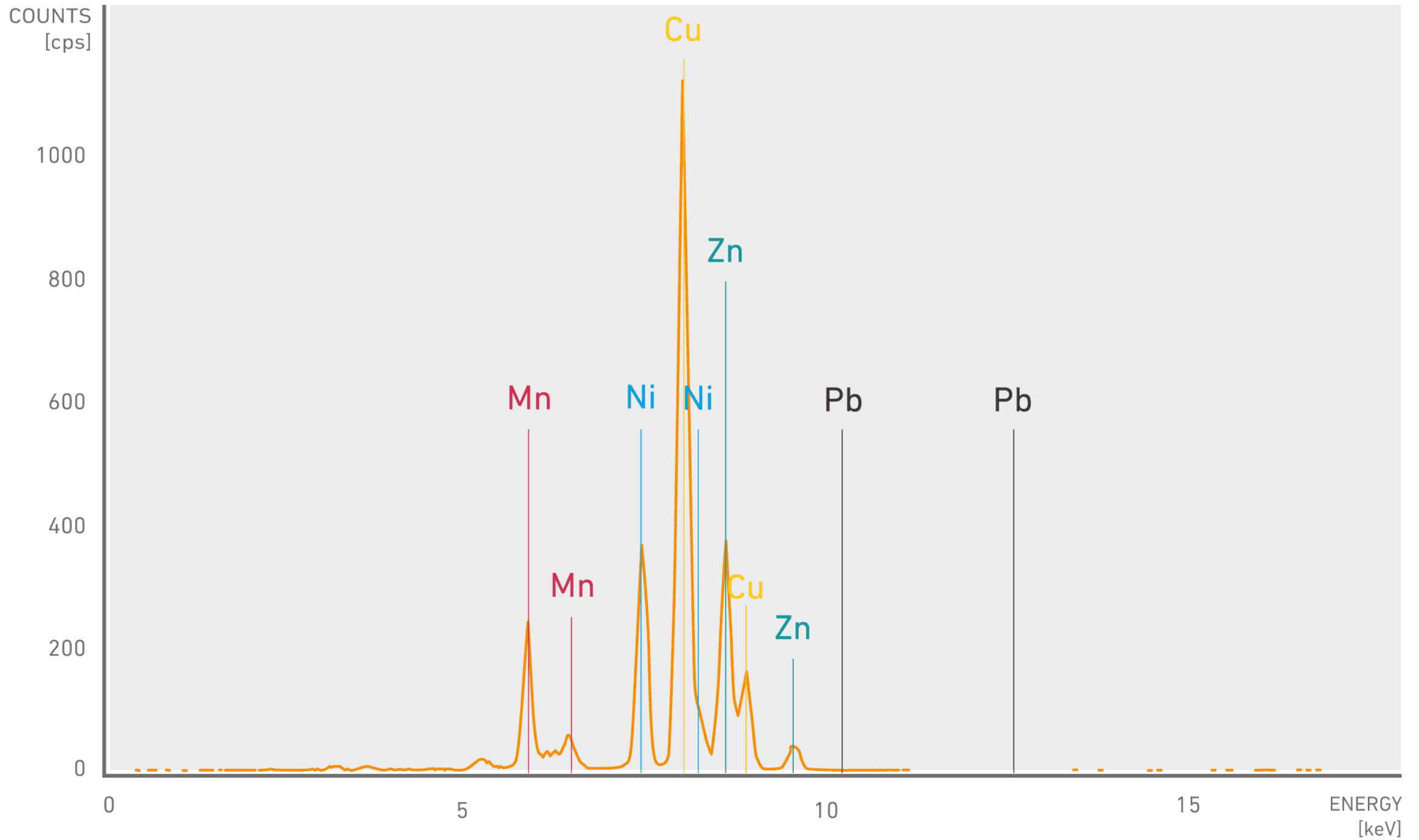
Element	K α_1	K α_2	K β_1	L α_1	L α_2	L β_1	L β_2	L γ_1	M α_1
3 Li	54.3								
4 Be	108.5								
5 B	183.3								
6 C	277								
7 N	392.4								
8 O	524.9								
9 F	676.8								
10 Ne	848.6	848.6							
11 Na	1,040.98	1,040.98	1,071.1						
12 Mg	1,253.60	1,253.60	1,302.2						
13 Al	1,486.70	1,486.27	1,557.45						
14 Si	1,739.98	1,739.38	1,835.94						
15 P	2,013.7	2,012.7	2,139.1						
16 S	2,307.84	2,306.64	2,464.04						
17 Cl	2,622.39	2,620.78	2,815.6						
18 Ar	2,957.70	2,955.63	3,190.5						
19 K	3,313.8	3,311.1	3,589.6						
20 Ca	3,691.68	3,688.09	4,012.7	341.3	341.3	344.9			
21 Sc	4,090.6	4,086.1	4,460.5	395.4	395.4	399.6			

ค่ามาตรฐาน (ตัวอย่างอ้างอิง)

ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis) ของเครื่อง XRF แต่ละธาตุจะมีตำแหน่งพีค (Peak) ของพลังงานที่เฉพาะเจาะจง ตัวอย่างเช่น:

ธาตุ (Element)	เลขอะตอม (Z)	K α (keV)	K α Wavelength (Å)	K β (keV)	K β Wavelength (Å)
Ti (ไทเทเนียม)	22	4.51	2.748	4.93	2.514
Cr (โครเมียม)	24	5.41	2.290	5.95	2.085
Fe (เหล็ก)	26	6.40	1.936	7.06	1.756
Cu (ทองแดง)	29	8.05	1.541	8.91	1.392

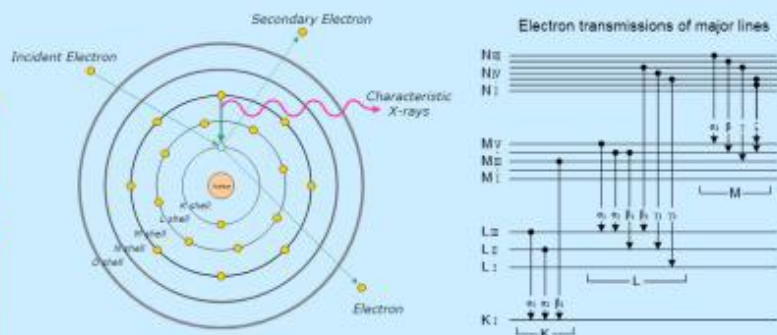




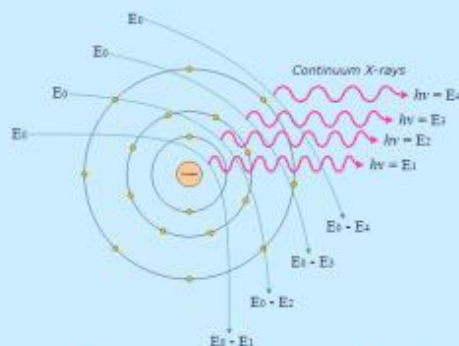
Energy table for EDS analysis

<http://www.jeol.com/>

Characteristic X-rays



Continuum X-rays



The electrons generated by the electron gun are accelerated and irradiate the sample. The electron has a kinetic energy proportional to the accelerating voltage. The kinetic energy dissipated within the sample generates characteristic signals from the specimen. The characteristic X-rays are the information used for EDS analysis.

If the incident electrons have sufficient acceleration and then have enough energy to strike an electron from the inner shell of the atom, it'll make an electron hole. An electron from the outer shell will fill up the hole and then, some characteristic X-rays will be emitted. The characteristic X-rays have different energy for each element, and the intensity will be proportional to the element concentration.

The continuous X-rays are emitted when the primary electrons are decelerated by the strong electric field existing close to atomic nucleus. The continuous X-rays have the energy of the kinetic energy lost during the deceleration. It will be observed as EDS spectrum background.

Helium
2 He
4.00
0.12

Hydrogen
1 H
1.01
0.08

Lithium
3 Li
6.94
0.53

Beryllium
4 Be
9.01
1.85
K α 0.110

Sodium
11 Na
22.99
0.97
K α 1.041

Magnesium
12 Mg
24.31
1.74
K α 1.253

Potassium
19 K
39.10
0.87
K α 3.312

Calcium
20 Ca
40.08
1.55
K α 3.690

Scandium
21 Sc
44.96
2.99
K α 4.088
L α 0.395

Titanium
22 Ti
47.88
4.5
K α 4.508
L α 0.452

Vanadium
23 V
50.94
5.87
K α 4.949
L α 0.511

Chromium
24 Cr
52.00
7.14
K α 5.411
L α 0.573

Manganese
25 Mn
54.94
7.3
K α 5.894
L α 0.637

Iron
26 Fe
55.85
7.86
K α 6.398
L α 0.705

Cobalt
27 Co
58.93
8.71
K α 6.924
L α 0.776

Nickel
28 Ni
58.70
8.8
K α 7.471
L α 0.851

Copper
29 Cu
63.55
9.32
K α 8.040
L α 0.930

Zinc
30 Zn
65.38
9.59
K α 8.630
L α 1.012

Gallium
31 Ga
69.72
9.72
K α 9.241
L α 1.098

Germanium
32 Ge
72.59
9.46
K α 9.874
L α 1.188

Arsenic
33 As
74.92
9.73
K α 10.530
L α 1.282

Selenium
34 Se
78.96
9.48
K α 11.207
L α 1.379

Bromine
35 Br
79.90
9.42
K α 11.907
L α 1.480

Krypton
36 Kr
83.80
9.4
K α 12.631
L α 1.586

Rubidium
37 Rb
85.47
1.53
K α 13.373
L α 1.694

Strontium
38 Sr
87.62
2.60
K α 14.140
L α 1.806

Yttrium
39 Y
88.91
4.48
K α 14.931
L α 1.922

Zirconium
40 Zr
91.22
4.44
K α 15.744
L α 2.042

Niobium
41 Nb
92.91
4.4
K α 16.581
L α 2.166

Molybdenum
42 Mo
95.94
4.91
K α 17.441
L α 2.293

Technetium
43 Tc
(97)
101.07
4.97
K α 18.325
L α 2.424

Ruthenium
44 Ru
101.07
4.97
K α 19.233
L α 2.558

Rhodium
45 Rh
102.91
4.97
K α 20.918
L α 2.696

Palladium
46 Pd
106.4
4.97
K α 21.488
L α 2.838

Silver
47 Ag
107.87
4.97
K α 22.163
L α 2.984

Cadmium
48 Cd
112.41
4.97
K α 23.140
L α 3.133

Indium
49 In
114.82
4.97
K α 23.866
L α 3.368

Tin
50 Sn
118.71
4.97
K α 24.474
L α 3.443

Antimony
51 Sb
121.76
4.97
K α 25.181
L α 3.604

Tellurium
52 Te
127.60
4.97
K α 26.044
L α 3.769

Iodine
53 I
126.91
4.94
K α 26.446
L α 3.937

Xenon
54 Xe
131.30
4.97
K α 27.440
L α 4.109

Cesium
55 Cs
132.91
4.97
K α 28.486
L α 4.286

Barium
56 Ba
137.34
4.97
K α 29.465
L α 4.465

Lanthanoid
57-71

Hafnium
72 Hf
178.49
13.3
K α 7.898
M α 1.644

Tantalum
73 Ta
180.95
10.6
K α 8.145
M α 1.709

Tungsten
74 W
183.85
19.3
K α 8.396
M α 1.774

Rhenium
75 Re
186.21
20.53
K α 8.651
M α 1.842

Osmium
76 Os
190.2
22.5
K α 8.910
M α 1.914

Iridium
77 Ir
192.22
22.42
K α 9.174
M α 1.977

Platinum
78 Pt
195.09
21.37
K α 9.441
M α 2.048

Gold
79 Au
196.97
18.98
K α 9.712
M α 2.120

Mercury
80 Hg
200.59
14.19
K α 9.987
M α 2.195

Thallium
81 Tl
204.37
11.86
K α 10.267
M α 2.267

Lead
82 Pb
207.2
11.34
K α 10.550
M α 2.342

Bismuth
83 Bi
208.98
9.78
K α 10.837
M α 2.419

Polonium
84 Po
(209)
209
K α 11.129

Astatine
85 At
(210)
210
K α 11.425

Radon
86 Rn
(222)
222
K α 11.725

Francium
87 Fr
(223)
223
K α 12.029

Radium
88 Ra
226.03
5
K α 12.340

Actinoid
89-103

Lanthanum
57 La
138.91
6.17
K α 4.650
M α 0.833

Cerium
58 Ce
140.12
6.66
K α 4.839
M α 0.883

Praseodymium
59 Pr
140.91
6.77
K α 5.033
M α 0.929

Neodymium
60 Nd
144.24
7.02
K α 5.229
M α 0.978

Promethium
61 Pm
(145)
145
K α 5.432

Samarium
62 Sm
150.4
7.54
K α 5.635
M α 1.081

Europium
63 Eu
151.96
7.52
K α 5.845
M α 1.131

Gadolinium
64 Gd
157.25
7.90
K α 6.056
M α 1.185

Terbium
65 Tb
158.93
8.25
K α 6.272
M α 1.240

Dysprosium
66 Dy
162.50
8.56
K α 6.494
M α 1.293

Holmium
67 Ho
164.93
8.80
K α 6.719
M α 1.347

Erbium
68 Er
167.26
9.06
K α 6.947
M α 1.405

Thulium
69 Tm
168.93
9.32
K α 7.179
M α 1.462

Ytterbium
70 Yb
173.04
9.66
K α 7.414
M α 1.521

Lutetium
71 Lu
174.97
9.84
K α 7.654
M α 1.581

Information from specimen

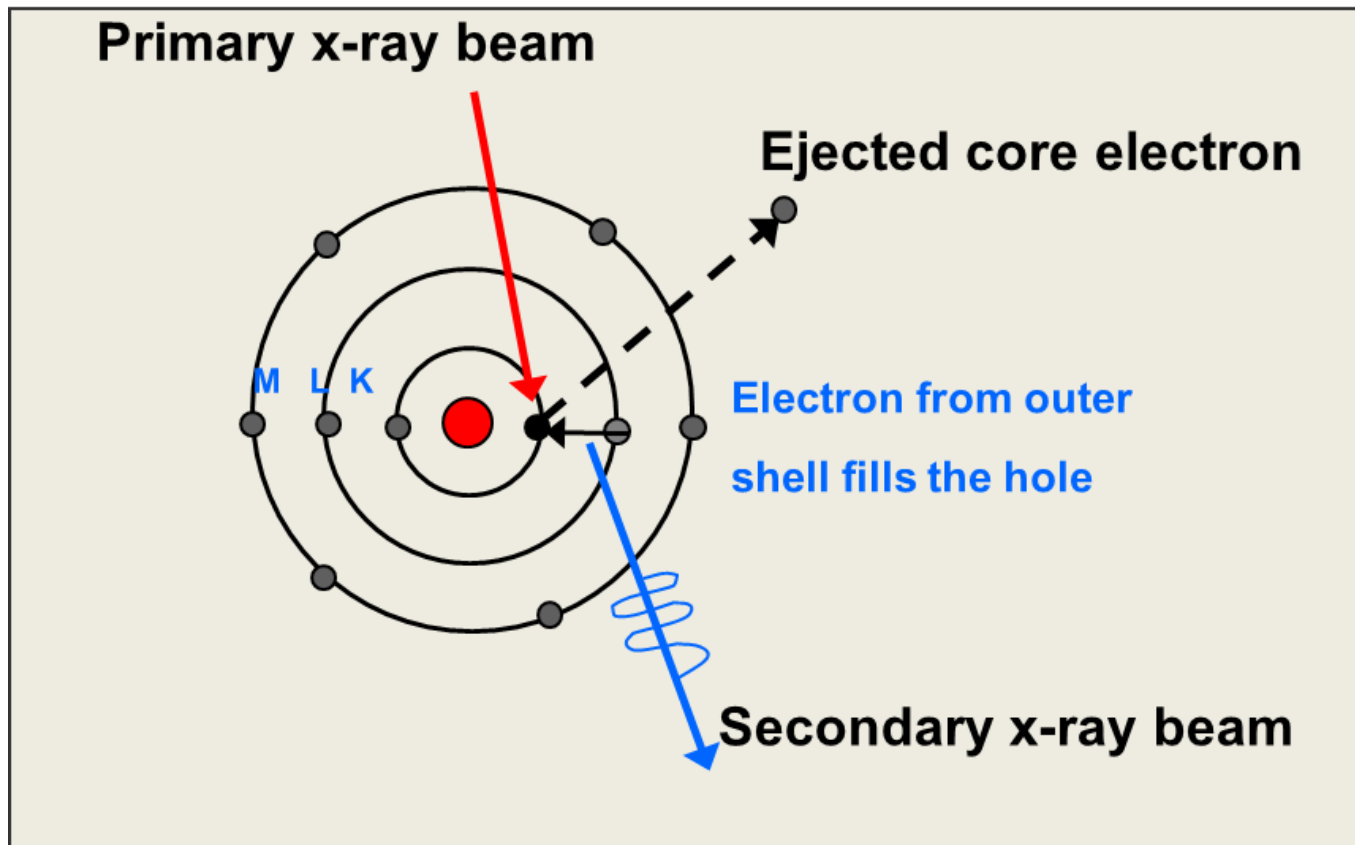
Number: 79
Atomic mass: 196.97
Density (kg/m³): 19.3
Name: Gold
Symbol: Au
Characteristic X-ray (keV): 9.712 (K α), 2.120 (L α)

Actinium 89 Ac (227) 227 K α 12.650	Thorium 90 Th 232.04 11.00 K α 12.967 M α 2.991	Protactinium 91 Pa 231.04 19.7 K α 13.288 M α 3.077	Uranium 92 U 238.03 19.7 K α 13.612 M α 3.164	Neptunium 93 Np 237.05 19.7 K α 13.942 M α 3.260	Plutonium 94 Pu (244) 244 K α 14.276 M α 3.348	Americium 95 Am (243) 243 K α 14.615 M α 3.437	Curium 96 Cm (247) 247 K α 14.953 M α 3.539	Berkelium 97 Bk (247) 247 K α 15.304 M α 3.634	Californium 98 Cf (251) 251 K α 15.652 M α 3.731	Einsteinium 99 Es (254) 254 K α 16.000 M α 3.828	Fermium 100 Fm (257) 257 K α 16.348 M α 3.925	Mendelevium 101 Md (258) 258 K α 16.696 M α 4.022	Nobelium 102 No (259) 259 K α 17.044 M α 4.119	Lawrencium 103 Lr (260) 260 K α 17.392 M α 4.216
---	---	---	---	--	--	--	---	--	--	--	---	---	--	--

Generation depth and space resolution

Analytical area

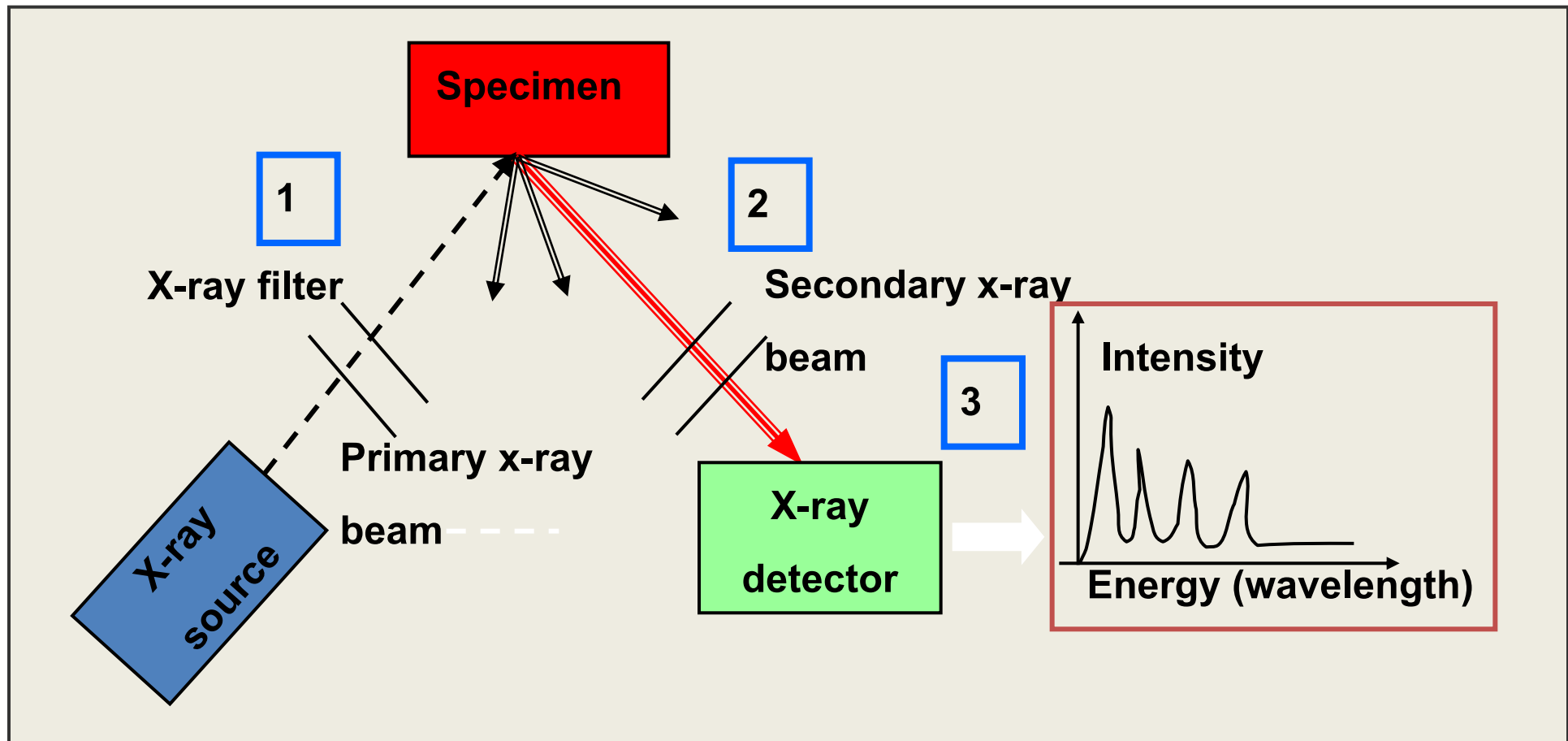
- เมื่อวัสดุได้รับการกระตุ้นจาก X-rays ที่มีพลังงานสูงมากพอที่จะกระตุ้นให้ Electron (ชั้น K) หลุดออกมาจากวงโคจร
- อิเลคตรอนจากชั้นวงนอกเลื่อนลงมาเติมช่องว่าง โดยอิเล็กตรอนชั้นนอกจะมีการปล่อยพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูปของ Secondary X-ray



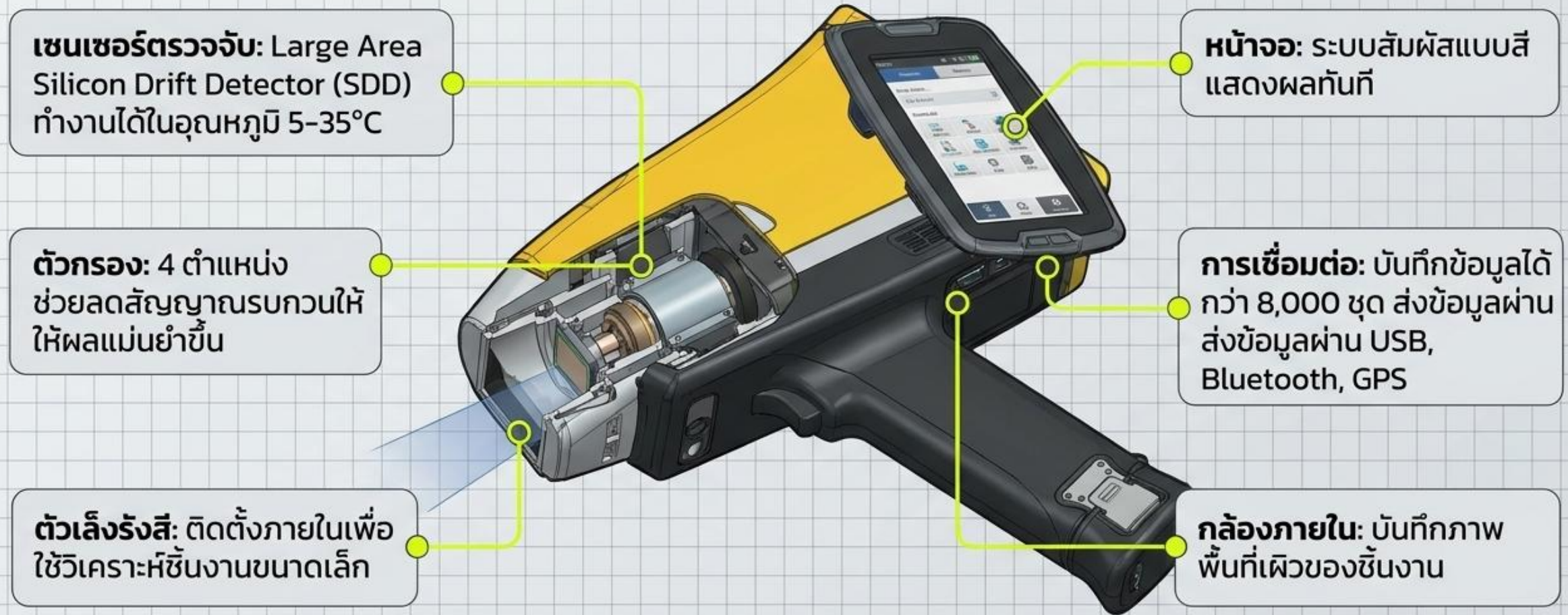
<https://www.youtube.com/watch?v=Tol7cfHijeU>

<https://www.youtube.com/watch?v=93bTw8Xcc8M>

- ยิง X-ray ที่มีพลังงานเพียงพอไปกระตุ้นชิ้นงานโดยตรง
- Secondary X-ray ถูกปล่อยออกมาจากชิ้นงานไปสู่ X-ray Detector
- X-ray Detector จะวัด ค่า Energy Wavelength ของ K_{α} และ K_{β} เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน



กายวิภาคของเครื่อง Olympus Vanta



การเลือกโหมดการทำงาน

โหมด	ลักษณะวัสดุ	จุดประสงค์หลัก	ตัวอย่างการใช้งาน
 Geochem	ดิน หิน และแร่ธาตุ	วิเคราะห์แร่ธาตุทั่วไป	การสำรวจแร่ทางธรณีวิทยา
 Soil	ดินและสิ่งแวดล้อม	ตรวจสอบคุณภาพดินและ การปนเปื้อน	ตรวจหาโลหะหนัก (Pb, As, Zn, Hg) เพื่อการเกษตร
 AlloyPlus	โลหะผสมหลากหลายชนิด	ระบุและจัดประเภทโลหะผสม	ควบคุมคุณภาพอุตสาหกรรม, รีไซเคิล
 Precious Metals	โลหะมีค่า (Au, Ag, Pt)	ตรวจสอบความบริสุทธิ์	ตรวจสอบเครื่องประดับ, สกัดทองคำ

เจาะลึกโหมดรรณวิทยา: Geochem vs Geochem PM

Geochem (โหมดทั่วไป)	Geochem PM (โหมดเชิงลึก)
✓ เป้าหมาย: เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ทั่วไปที่มีความแม่นยำสูง ✓ การตั้งค่า: การตั้งค่าเหมาะสมสำหรับการใช้งานแร่ธาตุทั่วไป ✓ การใช้งาน: วิเคราะห์ธรณีเคมีพื้นฐาน	✓ เป้าหมาย: ต้องการความละเอียดและแม่นยำสูงเป็นพิเศษ สำหรับความเข้มข้นต่ำ ✓ การตั้งค่า: การปรับเทียบพิเศษสำหรับการวัดค่าที่ละเอียดอ่อนมาก ✓ การใช้งาน: ตัวอย่างที่ซับซ้อนและการวิเคราะห์เชิงลึก

เลือก PM เมื่อตัวอย่างซับซ้อน หรือต้องการหาธาตุที่มีความเข้มข้นต่ำมาก

เจาะลึกโหมดโลหะ: AlloyPlus vs Precious Metals

AlloyPlus (โลหะอุตสาหกรรม)	Precious Metals (โลหะมีค่า)
✓ กลุ่มเป้าหมาย: เหล็กกล้า, สแตนเลส, ทองเหลือง, อลูมิเนียม ✓ ฐานข้อมูล: มีฐานข้อมูลโลหะผสมที่หลากหลายและอัปเดตสม่ำเสมอ ✓ การใช้งาน: การผลิต, รีไซเคิล, ควบคุมคุณภาพ	✓ กลุ่มเป้าหมาย: ทองคำ (Au), เงิน (Ag), แพลทินัม (Pt), พัลลาเดียม (Pd) ✓ ฐานข้อมูล: การตั้งค่าปรับเทียบเฉพาะสำหรับโลหะมีค่าความบริสุทธิ์สูง ✓ การใช้งาน: ตรวจสอบเครื่องประดับ, เหรียญ, บอกริมาณทองคำในรูปแบบกะรัต

Geochem REE

ลักษณะการใช้งาน

- การวิเคราะห์ธาตุหายาก (REE): ออกแบบมาเฉพาะสำหรับการวิเคราะห์ธาตุหายาก
- ความแม่นยำสูง: มีการปรับแต่งพิเศษเพื่อให้สามารถตรวจวัดธาตุหายากที่มีความเข้มข้นต่ำได้อย่างแม่นยำ
- การวิเคราะห์เฉพาะทาง: เหมาะสำหรับการสำรวจและการวิเคราะห์แร่ธาตุหายากในตัวอย่างธรณีวิทยา

คุณสมบัติเด่น

- การตรวจวัดธาตุหายาก: มีความสามารถในการตรวจวัดและวิเคราะห์ธาตุหายากอย่างแม่นยำ
- การปรับเทียบเฉพาะทาง: มีการปรับเทียบเครื่องมือและการตั้งค่าที่ละเอียดอ่อนสำหรับการวิเคราะห์ธาตุหายาก
- การใช้งานเฉพาะด้าน: เหมาะสำหรับนักวิจัยและผู้เชี่ยวชาญที่ต้องการวิเคราะห์ธาตุหายากในตัวอย่างธรณีวิทยา

Beam 1: 50.0 kV

Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Rb,
Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Ba, La, Ce,
Pr, Nd, Ta, W, Hg, Pb, Bi, LE

Beam 2: 10.0 kV

Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Ti, Mn

กฎเหล็กของ XRF: การวิเคราะห์เฉพาะระดับผิวหน้า



แผนผังการเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างดิบ

วิธีการ Fusion
(หลอมเป็นแก้ว)



หลอมด้วยเครื่อง

ความเป็นเนื้อเดียวกันสูงสุด
เหมาะสมที่สุดสำหรับการสร้าง
Calibration curve

วิธีการบดและอัดเม็ด
(Pressed Pellet)



บดละเอียด (50 ไมครอน)
-> ใช้สารช่วยยึดเกาะ -> อัดด้วยเครื่อง

ผิวหน้าเรียบเนียนสม่ำเสมอ
ลดความคลาดเคลื่อน

วิธีการบดเป็นผง
(Loose Powder)



บดละเอียดใส่ถ้วยพลาสติก

รวดเร็ว แต่อาจมีความคลาด
เคลื่อนจากช่องว่างอากาศ

บทพิสูจน์: หินก้อน (Lump) VS ผงละเอียด (Powder)



ตัวอย่างแร่แบบก้อน (Lump)

ลักษณะ: พื้นผิวขรุขระ,
องค์ประกอบแร่กระจายตัวไม่สม่ำเสมอ



ผลลัพธ์ XRF:
ค่าแปรปรวนสูง
(S.D. สูง)



ตัวอย่างแร่แบบผงอัดเม็ด (Pellet)

ลักษณะ: อนุภาคขนาด 50 ไมครอน,
พื้นผิวเรียบเนียนเป็นเนื้อเดียวกัน



ผลลัพธ์ XRF:
ค่านิ่งและแม่นยำสูง
(S.D. ต่ำ)

สรุป: การลดขนาดอนุภาคและเพิ่มพื้นที่ผิวคือหัวใจของความแม่นยำ

การประยุกต์ใช้งานจริงในภาคสนาม



การสำรวจแร่ธาตุ

วิเคราะห์เชิงปริมาณของดินและหินแบบเรียลไทม์เพื่อปรับแผนการขุดเจาะทันที



ควบคุมเกรดแร่

ลดการส่งเหมืองไปห้องแล็บ ประหยัดเวลาและต้นทุนด้วยการคัดกรองหน้างาน



ตรวจสอบสิ่งแวดล้อม

ระบุโลหะหนักและสารปนเปื้อนในพื้นที่อุตสาหกรรมอย่างรวดเร็ว



การวิจัยทางวิชาการ

สนับสนุนงานวิจัยและการสอนด้านธรณีวิทยาด้วยข้อมูลที่รวดเร็ว

โปรโตคอลความปลอดภัยด้านรังสี

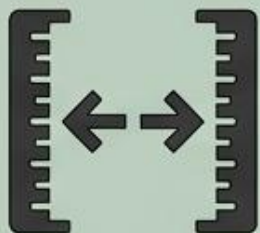
สิ่งที่ต้องทำ (DO)



ผ่านการฝึกอบรมก่อน
ใช้งานเสมอ



สวมอุปกรณ์ป้องกัน (PPE)
เช่น เสื้อกาวน์และถุงมือกันรังสี



รักษาระยะห่างที่ปลอดภัย
จากแหล่งกำเนิดรังสี

ข้อห้ามเด็ดขาด (DON'T)



ห้ามเปิดฝาคครอบ หรือส่วน
ป้องกันรังสีขณะเครื่อง
ทำงานเด็ดขาด



ห้ามให้ผู้ไม่มีส่วนเกี่ยวข้อง
เข้าใกล้พื้นที่ทดสอบ



หากเกิดเหตุฉุกเฉิน
ให้ปิดเครื่องทันที

การทดลอง

วัตถุประสงค์

- เพื่อให้สามารถใช้เครื่อง XRF แบบพกพาวิเคราะห์ปริมาณธาตุในตัวอย่างแร่ได้
- เพื่อให้สามารถเปรียบเทียบความแปรปรวนของผลวิเคราะห์ XRF ในตัวอย่างแร่แบบก้อนและแบบผงได้

ขั้นตอนการทดลอง

- เลือกตัวอย่างแร่ (1 ชนิด) แบบก้อนและแบบผง
- ใช้เครื่อง XRF วิเคราะห์ตัวอย่างหินแบบก้อนและแบบผง
อย่างละ 3 ครั้ง

เครื่องมือ

- Portable XRF: Olympus Vanta



Sample	No.	Element Conc. (%)				
		A: Si	B: Al	C: Ca	D:	E:
Lump	1	41.5	20.5	9.5		
	2	42.8	18.8	8.8		
	3	42.3	19.3	9.3		
Average						
S.D.						
Powder	1					
	2					
	3					
Average						
S.D.						

Periodic Table of the Elements

1 IA 1A	2 IIA 2A	Atomic Number Symbol Name Atomic Mass																18 VIIIA 8A
1 H Hydrogen 1.008		13 IIIA 3A	14 IVA 4A	15 VA 5A	16 VIA 6A	17 VIIA 7A	18 VIIIA 8A											2 He Helium 4.003
3 Li Lithium 6.941	4 Be Beryllium 9.012							5 B Boron 10.811	6 C Carbon 12.011	7 N Nitrogen 14.007	8 O Oxygen 15.999	9 F Fluorine 18.998	10 Ne Neon 20.180					
11 Na Sodium 22.990	12 Mg Magnesium 24.305							13 Al Aluminum 26.982	14 Si Silicon 28.086	15 P Phosphorus 30.974	16 S Sulfur 32.066	17 Cl Chlorine 35.453	18 Ar Argon 39.948					
19 K Potassium 39.098	20 Ca Calcium 40.078	21 Sc Scandium 44.956	22 Ti Titanium 47.88	23 V Vanadium 50.942	24 Cr Chromium 51.996	25 Mn Manganese 54.938	26 Fe Iron 55.933	27 Co Cobalt 58.933	28 Ni Nickel 58.693	29 Cu Copper 63.546	30 Zn Zinc 65.39	31 Ga Gallium 69.732	32 Ge Germanium 72.61	33 As Arsenic 74.922	34 Se Selenium 78.972	35 Br Bromine 79.904	36 Kr Krypton 84.80	
37 Rb Rubidium 84.468	38 Sr Strontium 87.62	39 Y Yttrium 88.906	40 Zr Zirconium 91.224	41 Nb Niobium 92.906	42 Mo Molybdenum 95.95	43 Tc Technetium 98.907	44 Ru Ruthenium 101.07	45 Rh Rhodium 102.906	46 Pd Palladium 106.42	47 Ag Silver 107.868	48 Cd Cadmium 112.411	49 In Indium 114.818	50 Sn Tin 118.71	51 Sb Antimony 121.760	52 Te Tellurium 127.6	53 I Iodine 126.904	54 Xe Xenon 131.29	
55 Cs Cesium 132.905	56 Ba Barium 137.327	57-71	72 Hf Hafnium 178.49	73 Ta Tantalum 180.948	74 W Tungsten 183.85	75 Re Rhenium 186.207	76 Os Osmium 190.23	77 Ir Iridium 192.22	78 Pt Platinum 195.08	79 Au Gold 196.967	80 Hg Mercury 200.59	81 Tl Thallium 204.383	82 Pb Lead 207.2	83 Bi Bismuth 208.980	84 Po Polonium [208.982]	85 At Astatine 209.987	86 Rn Radon 222.018	
87 Fr Francium 223.020	88 Ra Radium 226.025	89-103	104 Rf Rutherfordium [261]	105 Db Dubnium [262]	106 Sg Seaborgium [266]	107 Bh Bohrium [264]	108 Hs Hassium [269]	109 Mt Meitnerium [268]	110 Ds Darmstadtium [269]	111 Rg Roentgenium [272]	112 Cn Copernicium [277]	113 Uut Ununtrium unknown	114 Fl Flerovium [289]	115 Uup Ununpentium unknown	116 Lv Livermorium [298]	117 Uus Ununseptium unknown	118 Uuo Ununoctium unknown	

Lanthanide Series	57 La Lanthanum 138.906	58 Ce Cerium 140.115	59 Pr Praseodymium 140.908	60 Nd Neodymium 144.24	61 Pm Promethium 144.913	62 Sm Samarium 150.36	63 Eu Europium 151.966	64 Gd Gadolinium 157.25	65 Tb Terbium 158.925	66 Dy Dysprosium 162.50	67 Ho Holmium 164.930	68 Er Erbium 167.26	69 Tm Thulium 168.934	70 Yb Ytterbium 173.04	71 Lu Lutetium 174.967
	89 Ac Actinium 227.028	90 Th Thorium 232.038	91 Pa Protactinium 231.036	92 U Uranium 238.029	93 Np Neptunium 237.048	94 Pu Plutonium 244.064	95 Am Americium 243.061	96 Cm Curium 247.070	97 Bk Berkelium 247.070	98 Cf Californium 251.080	99 Es Einsteinium [254]	100 Fm Fermium 257.095	101 Md Mendelevium 258.1	102 No Nobelium 259.101	103 Lr Lawrencium [262]

Alkali Metal	Alkaline Earth	Transition Metal	Basic Metal	Semimetal	Nonmetal	Halogen	Noble Gas	Lanthanide	Actinide
--------------	----------------	------------------	-------------	-----------	----------	---------	-----------	------------	----------

การคำนวณปริมาณสารประกอบ (Compound Calculation)

$$\text{SiO}_2 = \frac{\text{มวลอะตอม SiO}_2}{\text{มวลอะตอม Si}} \times \text{Si}$$

Si : ผลวิเคราะห์ XRF

Atomic Number
Symbol
Name
Atomic Mass

13 IIIA 3A	14 IVA 4A	15 VA 5A	16 VIA 6A
5 B Boron 10.811	6 C Carbon 12.011	7 N Nitrogen 14.007	8 O Oxygen 15.999
13 Al Aluminum 26.982	14 Si Silicon 28.086	15 P Phosphorus 30.974	16 S Sulfur 32.066

- *** ปริมาณสารประกอบที่คำนวณได้เป็นค่าที่สมมติว่าธาตุที่นำมาคำนวณ (Si) อยู่ในรูปสารประกอบที่คำนวณ (SiO₂) เพียงรูปแบบเดียวไม่มีรูปแบบอื่นปนในตัวอย่งที่นำมาวิเคราะห์
- *** ไม่ควรนำค่าที่ได้จากการคำนวณปริมาณสารประกอบนี้ไปอ้างอิงในงานวิจัย

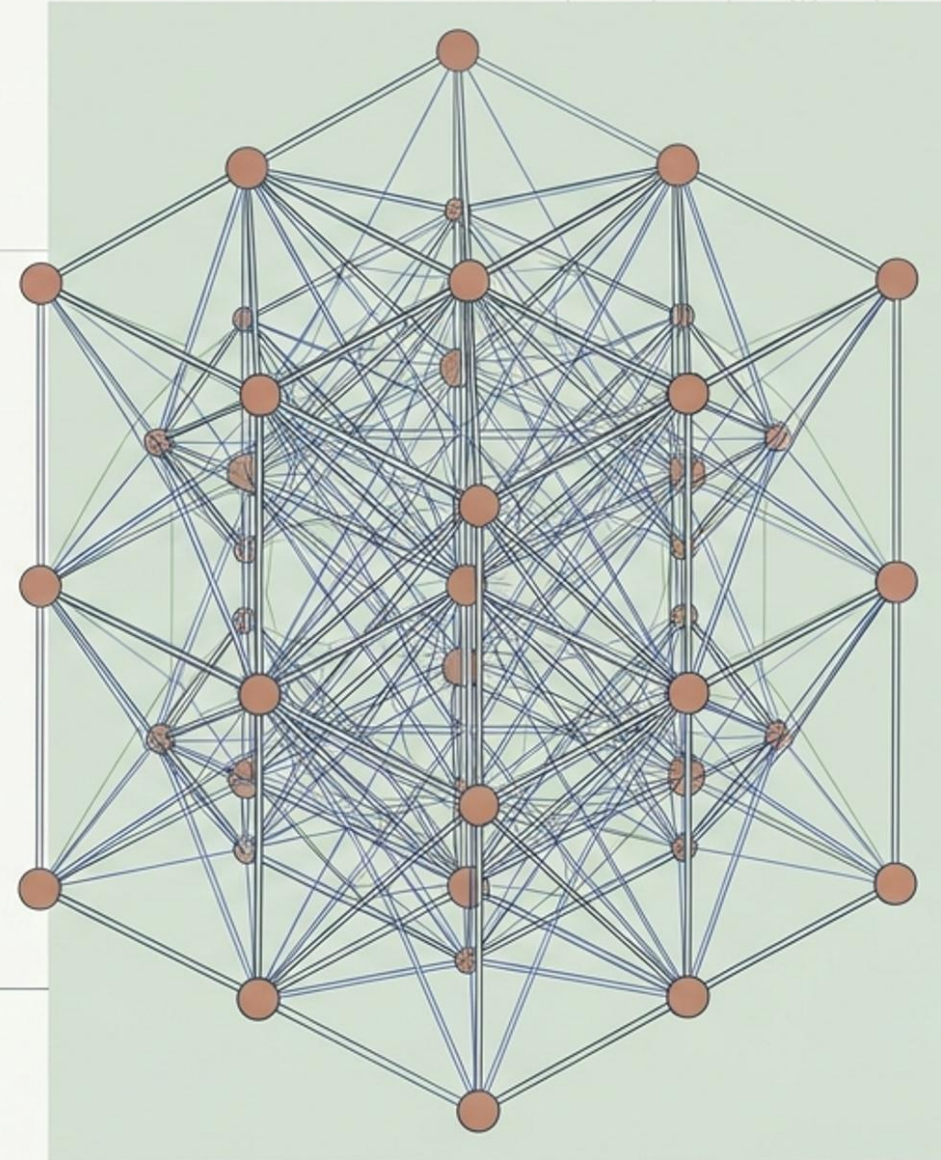
การทดลองที่ 1.2

การวิเคราะห์ชนิดของแร่
หรือสารประกอบด้วย
เครื่อง *X-Ray*
Diffraction Analysis
(*XRD*) แบบเคลื่อนที่

[Non-destructive Analysis]

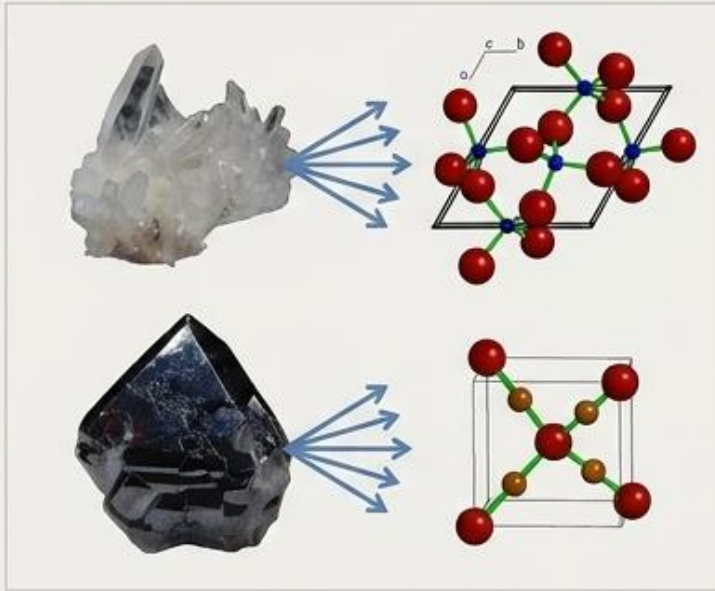
[Phase Identification]

[Crystallography]

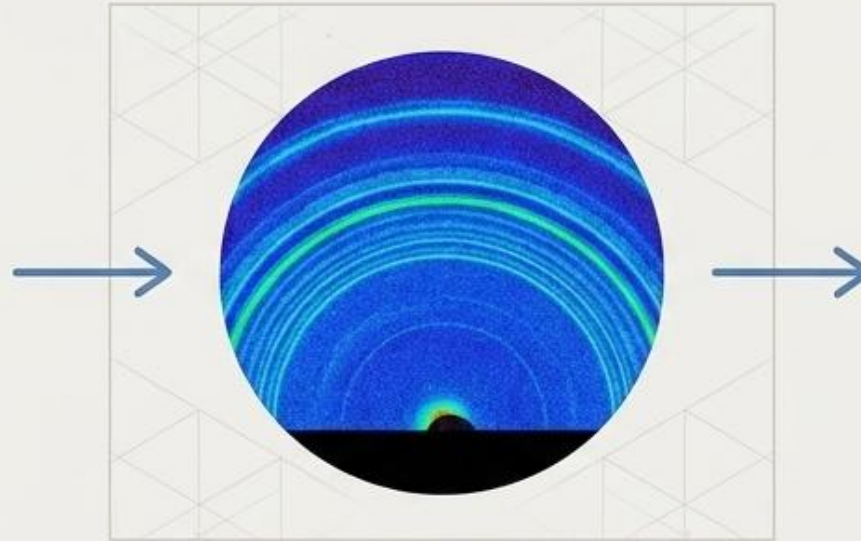


ลายนิ้วมือของสสาร (The Material DNA)

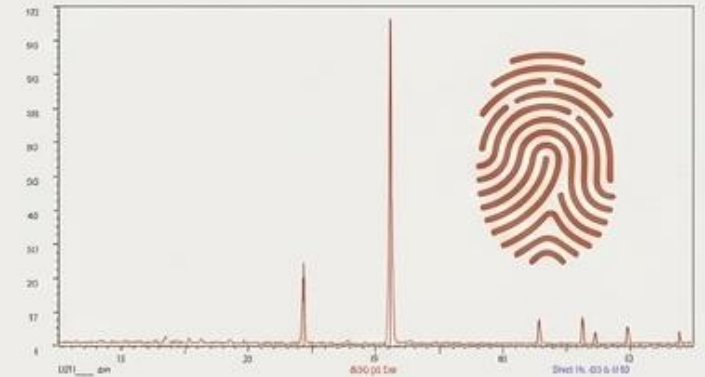
วัสดุทดสอบ + รังสีเอกซ์



การเลี้ยวเบนผ่านโครงสร้างผลึก



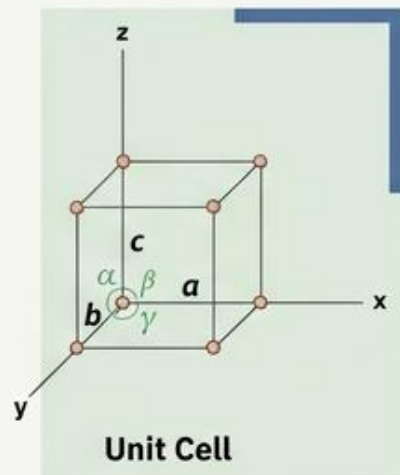
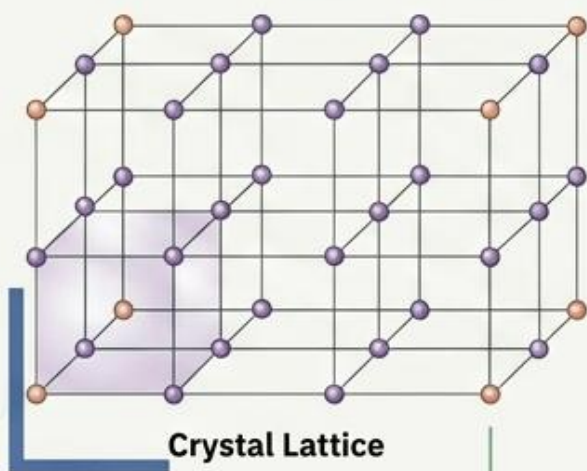
รูปแบบกราฟเฉพาะตัว (Diffractogram)
= ลายนิ้วมือเพื่อระบุตัวตน



ความสามารถหลักของเครื่อง XRD:

- วิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive analysis)
- ระบุชนิดของแร่และสารประกอบ (Phase Identification)
- วิเคราะห์ปริมาณสัดส่วนของแร่ธาตุ (Phase Quantitative)

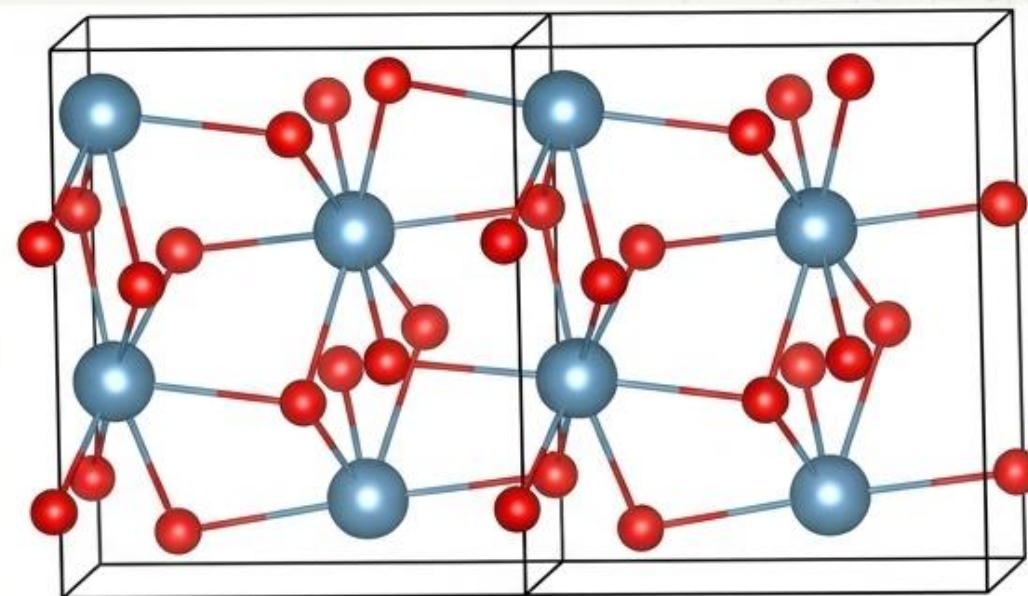
ภาคทฤษฎี: โครงสร้างพื้นฐาน



Unit Cell: หน่วยเซลล์ย่อยที่สุดที่กำหนดรูปร่างและมุม

Crystal Lattice: การเรียงตัวของหน่วยเซลล์ซ้ำๆ กันในรูปแบบ 3 มิติ

ภาคปฏิบัติ: ตัวอย่างแท้จริง



Pyrite (FeS_2):

โครงสร้างทรงลูกบาศก์ที่สมมาตร

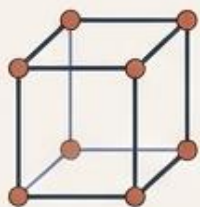
Corundum (Al_2O_3):

โครงสร้างผลึกที่ซับซ้อน นำไปสู่สมบัติทางกายภาพที่แตกต่าง

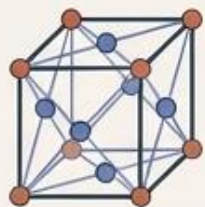
เมทริกซ์ระบบผลึกทั้ง 7 (The 7 Crystal Systems)

สารประกอบที่เป็นผลึกในธรรมชาติ ถูกจำแนกตามความยาวของแกนผลึก (a , b , c) และมุมระหว่างแกน ก่อให้เกิดโครงสร้างพื้นฐาน 7 ระบบ และขยายผลเป็น 14 รูปแบบ (Bravais lattices)

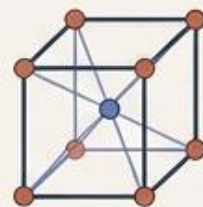
Cubic



Simple Cubic



Face-centered Cubic

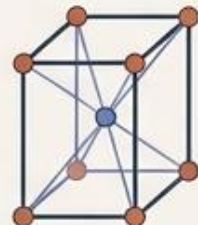


Body-centered Cubic

Tetragonal

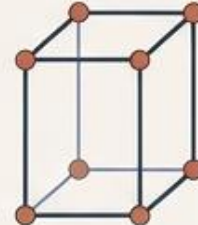


Simple Tetragonal

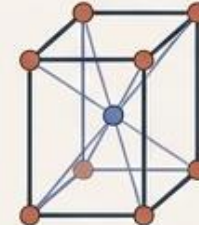


Body-centered Tetragonal

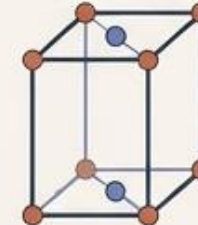
Orthorhombic



Simple Orthorhombic



Body-centered Orthorhombic

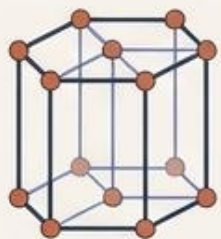


Base-centered Orthorhombic



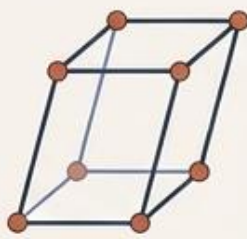
Face-centered Orthorhombic

Hexagonal

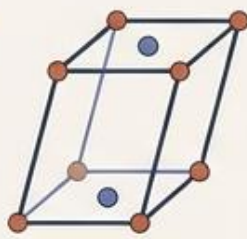


Hexagonal

Monoclinic

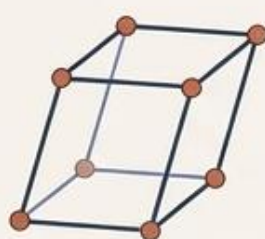


Simple Monoclinic



Base-centered Monoclinic

Triclinic



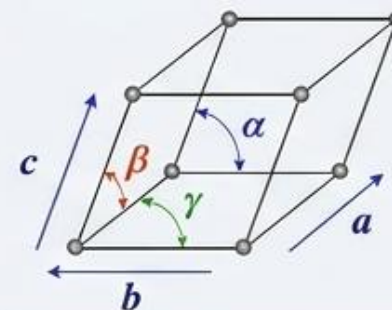
Triclinic

Rhombohedral

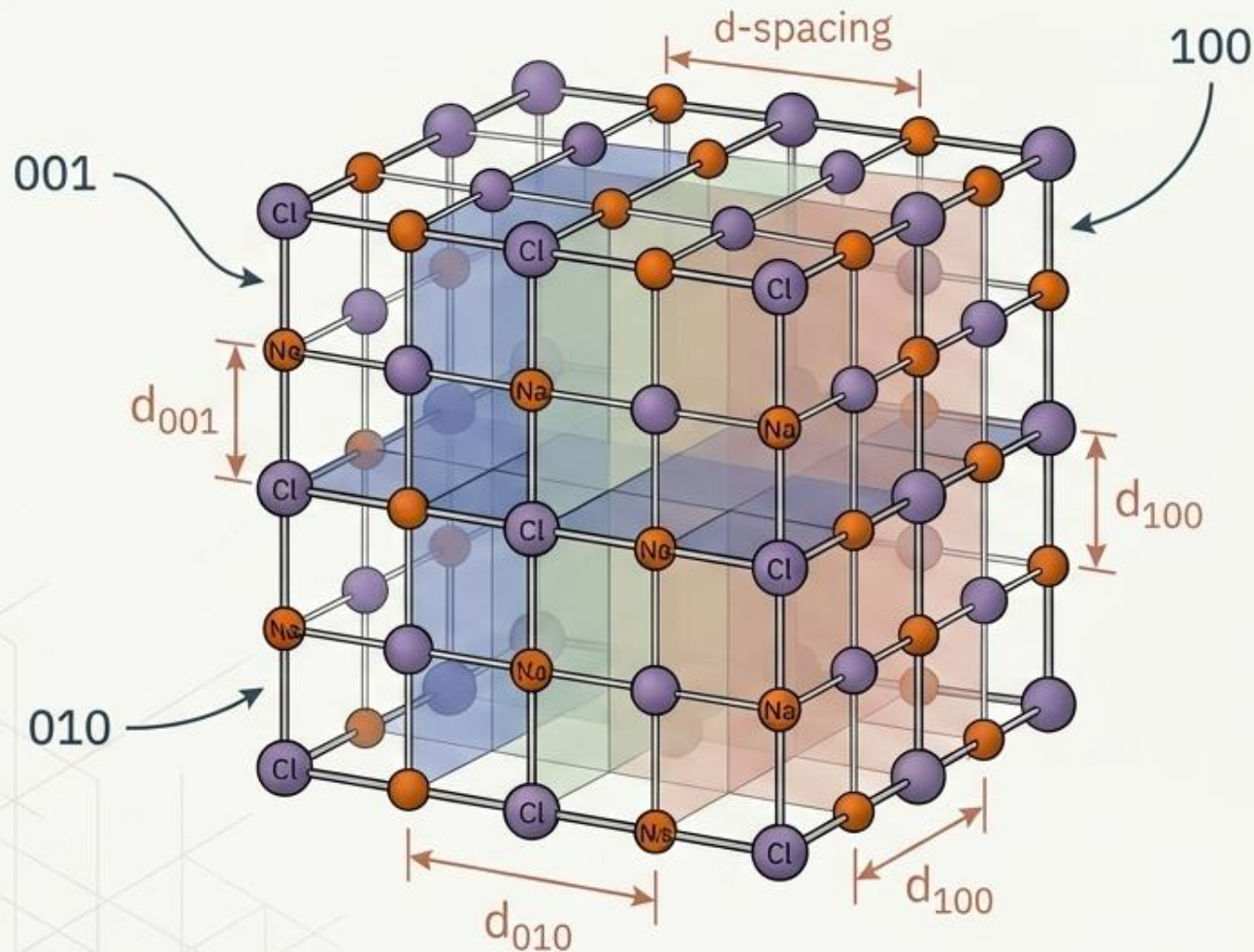


Rhombohedral

ตัวแปรเชิงเรขาคณิต (Geometric Variables)



พิกัดระนาบและระยะห่าง D-Spacing



Explanation Panel

Miller Indices (H, K, L):

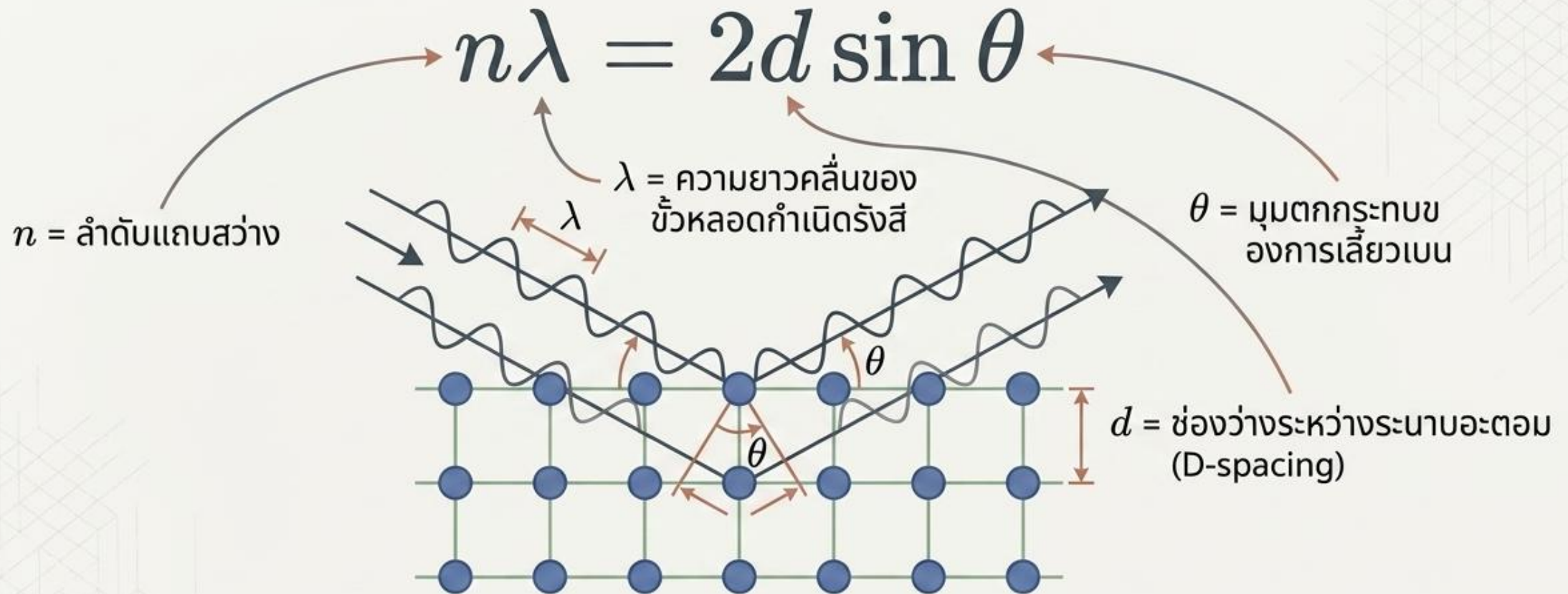
สัญลักษณ์ตัวเลขที่ใช้ระบุทิศทางและลักษณะของระนาบภายใน Lattice

D-Spacing (The Golden Key):

ระยะห่างตั้งฉากระหว่างระนาบที่ขนานกัน

Insight: ค่า D-spacing คือ 'ตัวแปรลับ' ที่ซ่อนอยู่ในโครงสร้างแร่ ซึ่งเราจะใช้รังสีเอกซ์ในการค้นหาเพื่อระบุตัวตนของแร่

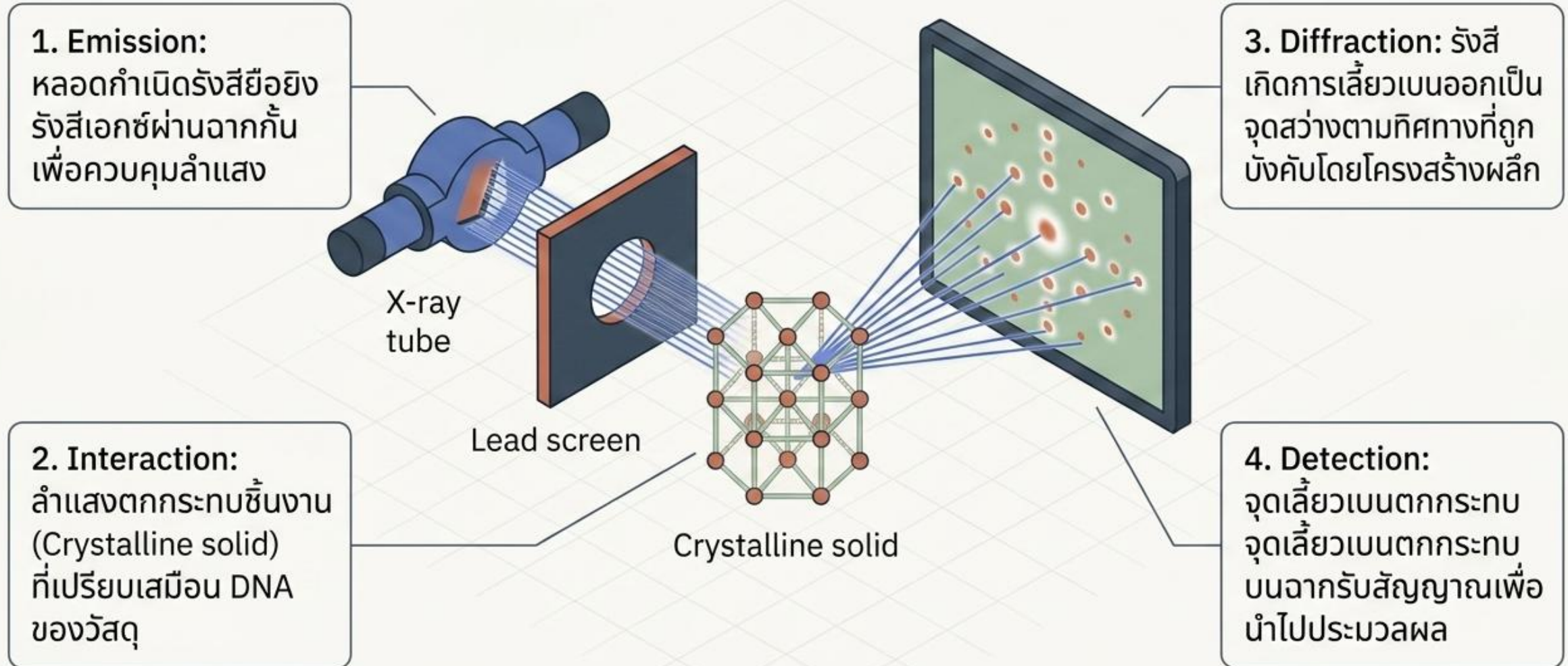
ถอดรหัสสมการของ Bragg (Demystifying Bragg's Law)



Core Takeaway Panel

หลักการสำคัญ: เราทราบค่า λ จากเครื่อง และเครื่องทำการวัดมุม θ ทำให้เราสามารถคำนวณย้อนกลับผ่านสมการนี้ เพื่อหาค่า D-spacing ที่แท้จริงของวัสดุได้

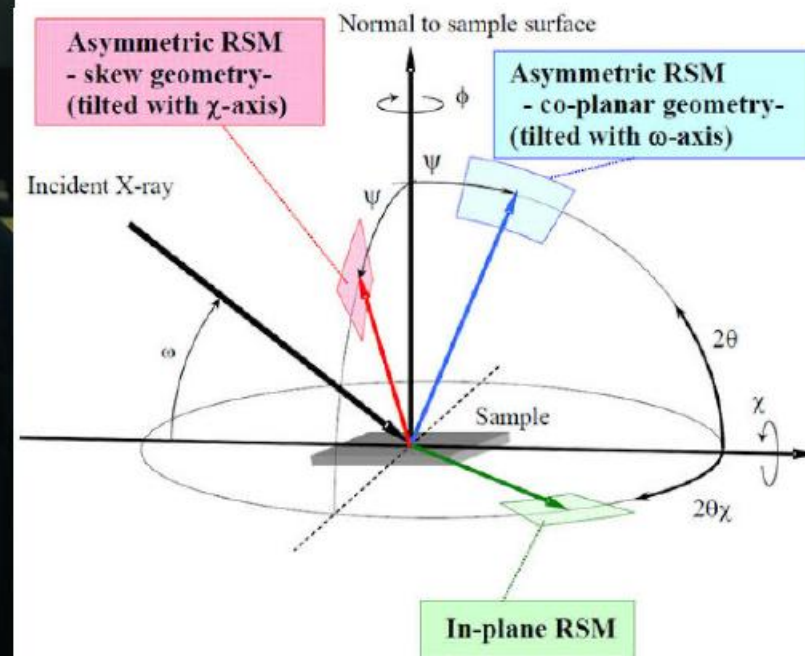
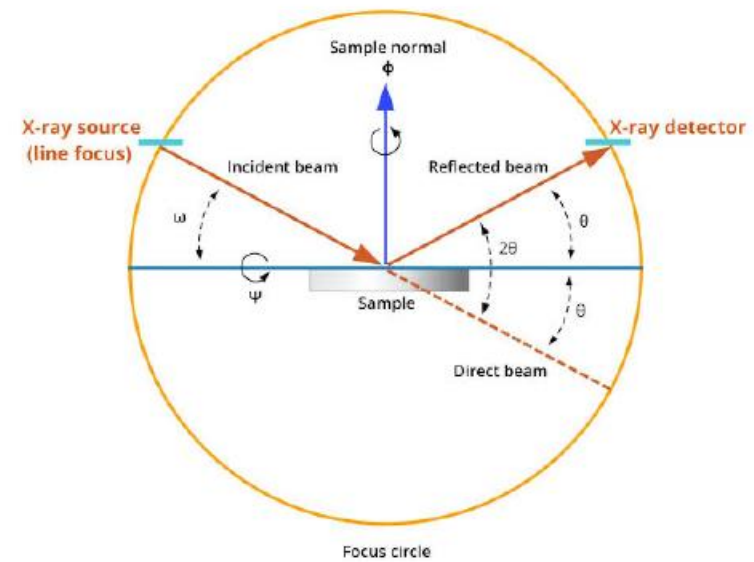
กลไกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (The XRD Mechanism)



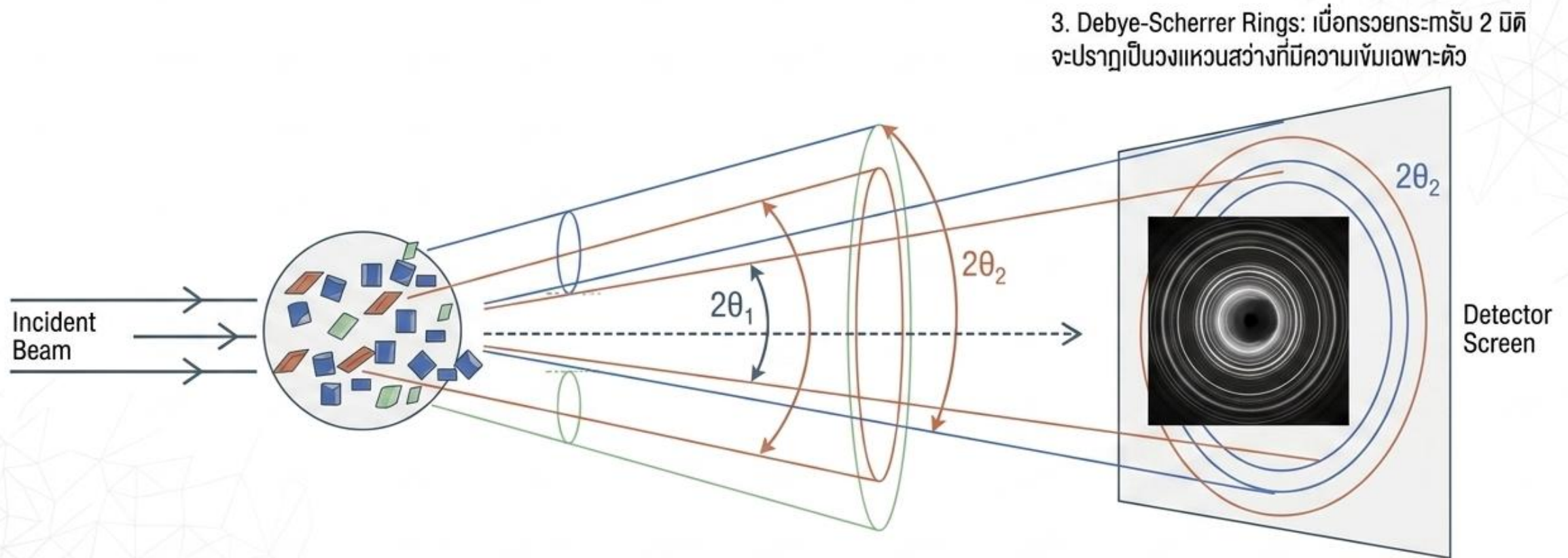
Powder XRD Geometry



POWDER X-RAY DIFFRACTION GEOMETRY



ปรากฏการณ์การรบกวนเลี้ยวเบนแสงแหวน (Debye-Scherrer Method)



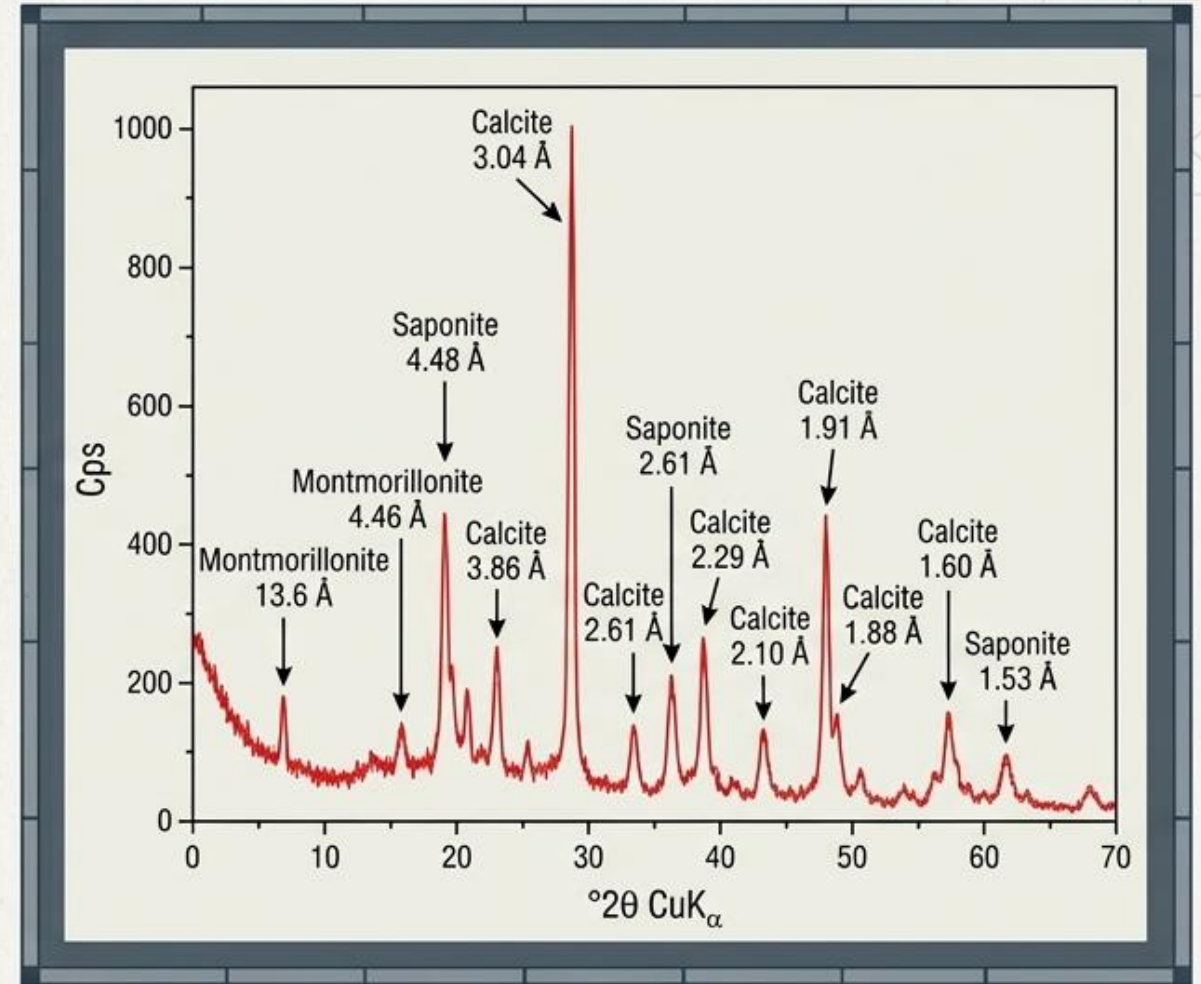
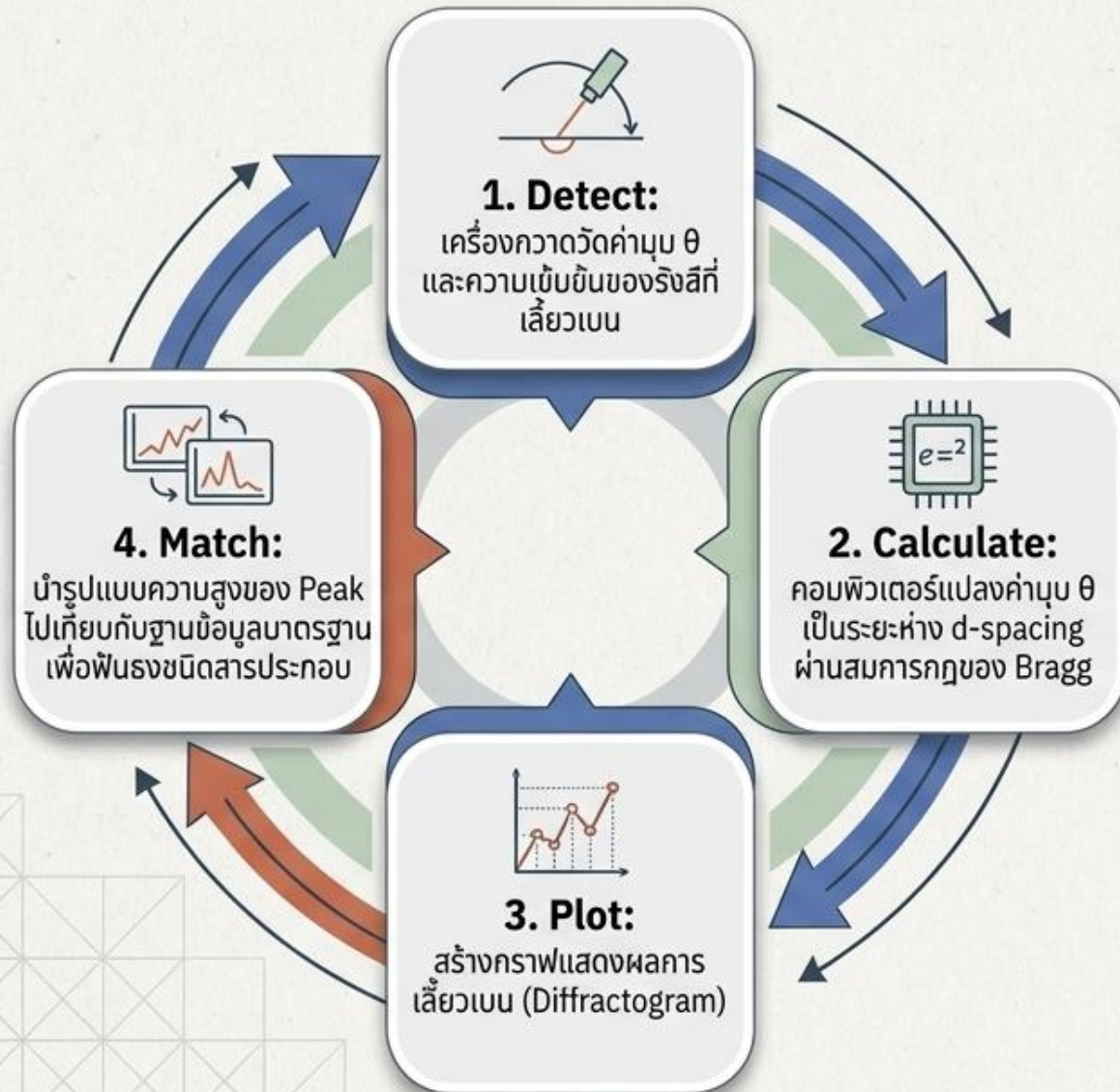
1. The Incident:
รังสีพุ่งชนผลึกตัวอย่างแบบสุ่มทิศทาง

2. Diffraction Cones:
รังสีเลี้ยวเบนออกมากระจายเป็นรูปกรวย
3 มิติ ตามพิสัยกระนาบ

3. Debye-Scherrer Rings:
เมื่อกรวยกระทบฉากรับภาพ 2 มิติ จะปรากฏ
เป็นวงแหวนสว่างที่มีความเข้มเฉพาะตัว

การเปลี่ยนรูปจากรังสีเชิงเส้นสู่รูปแบบวงแหวน 2 มิติ

จุดเชื่อมโยง: จากมุมมองการระบุหน่วย (The Synthesis)



ปฏวัตข้อจำกัดด้วย Portable XRD (When the Lab Moves with You)

ระบบห้องปฏิบัติการแบบดั้งเดิม



COMPACT XRD AERIS



FS-XRD EMPYREAN

ข้อจำกัด: ต้องนำตัวอย่างกลับมาที่ห้องแล็บ, ใช้เวลาเตรียมการสูง, ไม่สามารถวิเคราะห์หงานได้ทันที

Portable XRD ภาคสนาม



จุดเด่น: เปลี่ยนข้อจำกัดด้านพื้นที่ สามารถตัดสินใจและวิเคราะห์แร่ธาตุหงานได้อย่างรวดเร็วและแม่นยำในทุกสภาพแวดล้อม

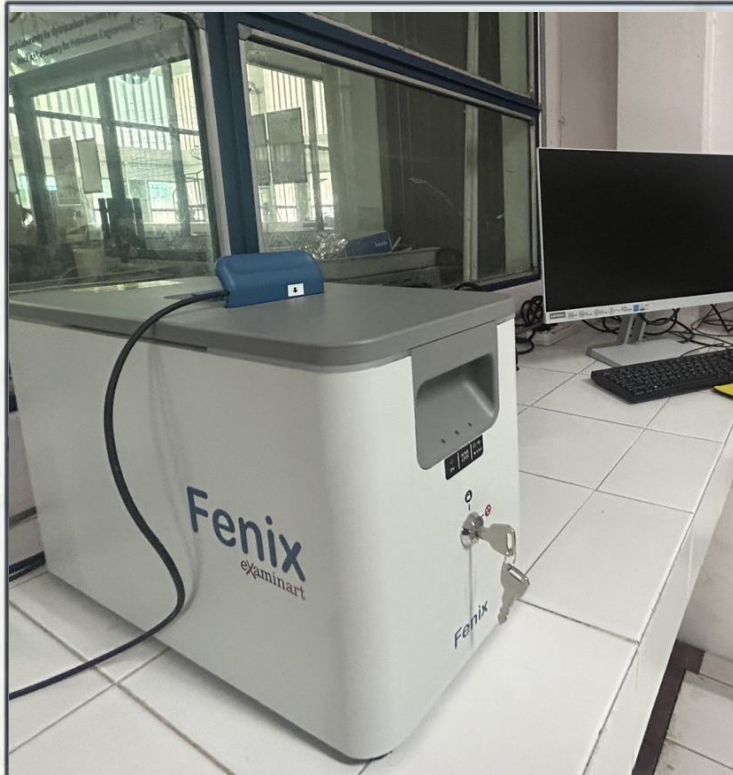
ตารางวิเคราะห์เชิงลึก: การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเหมืองแร่ (Diagnostic Matrix)

อุตสาหกรรม (Industry)	สิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ (Target Phase)	ผลลัพธ์จากการวิเคราะห์ (Efficiency Impact)
เหมืองแร่เหล็ก (Iron Ore)	Quartz, Hematite, Magnetite	สร้างรายงานสรุปปริมาณองค์ประกอบได้อย่างรวดเร็ว แม้แร่บางชนิดจะขาดหายไปในตัวอย่าง
ถ่านหิน (Coal)	ปริมาณแคลไซต์ (Calcite / CaCO3)	ลดผลกระทบทางเคมีที่ทำให้ประสิทธิภาพของเชื้อเพลิงลดลงในโรงไฟฟ้า
โพแทช (Potash)	Sylvite, Halite, Langbeinite	ระบุชนิดแบบกึ่งปริมาณ (Semiquantitative) เพื่อปรับแต่งกระบวนการผลิตน้ำเหมือง
ปูนซีเมนต์ (Limestone)	Dolomite, Alpha-quartz	ตรวจวัดปริมาณ Dolomite ในช่วง 0.50 - 9.0% ได้อย่างแม่นยำ (ความคลาดเคลื่อนเพียง 0.02%)

ปฏิบัติการ 1.2: การวิเคราะห์แร่ภาคสนามด้วย Fenix

เครื่องมือหลัก:

Portable XRD รุ่น Fenix
Examinart



วัตถุประสงค์การปฏิบัติการ:

- เพื่อเรียนรู้การวิเคราะห์ชนิดแร่ในหินและตัวอย่างแร่บริสุทธิ์ด้วยเครื่องมือแบบเคลื่อนที่
- เพื่อให้สามารถระบุชนิดของแร่หรือสารประกอบที่เป็นผลึก (Phase Identification) ในเบื้องต้นได้ด้วยตนเอง

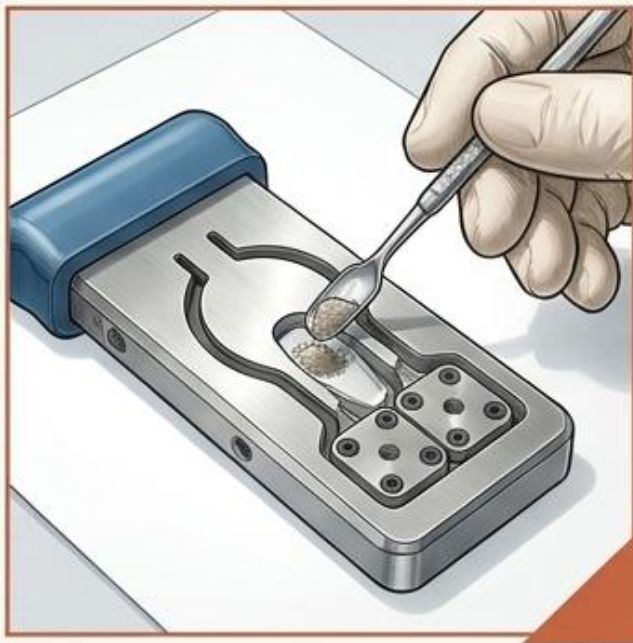
ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง (Sample Preparation & Workflow)

1. Particle Sizing



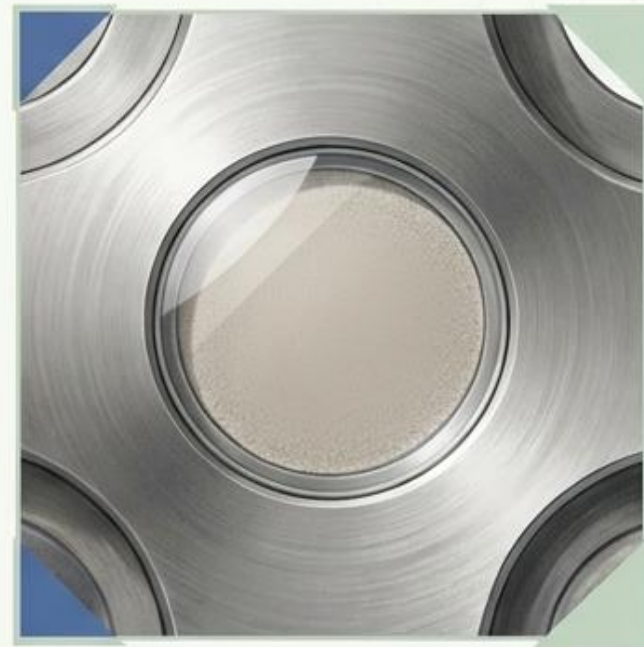
เตรียมตัวอย่างแร่แบบผงให้มีความละเอียด
ขนาด -100 mesh เพื่อลดความคลาดเคลื่อน
ของการเกิดการเลี้ยวเบนแบบสุ่ม

2. Sample Loading



ตักตัวอย่างบรรจุลงใน Sample Holder
ขนาดเล็กอย่างระมัดระวัง

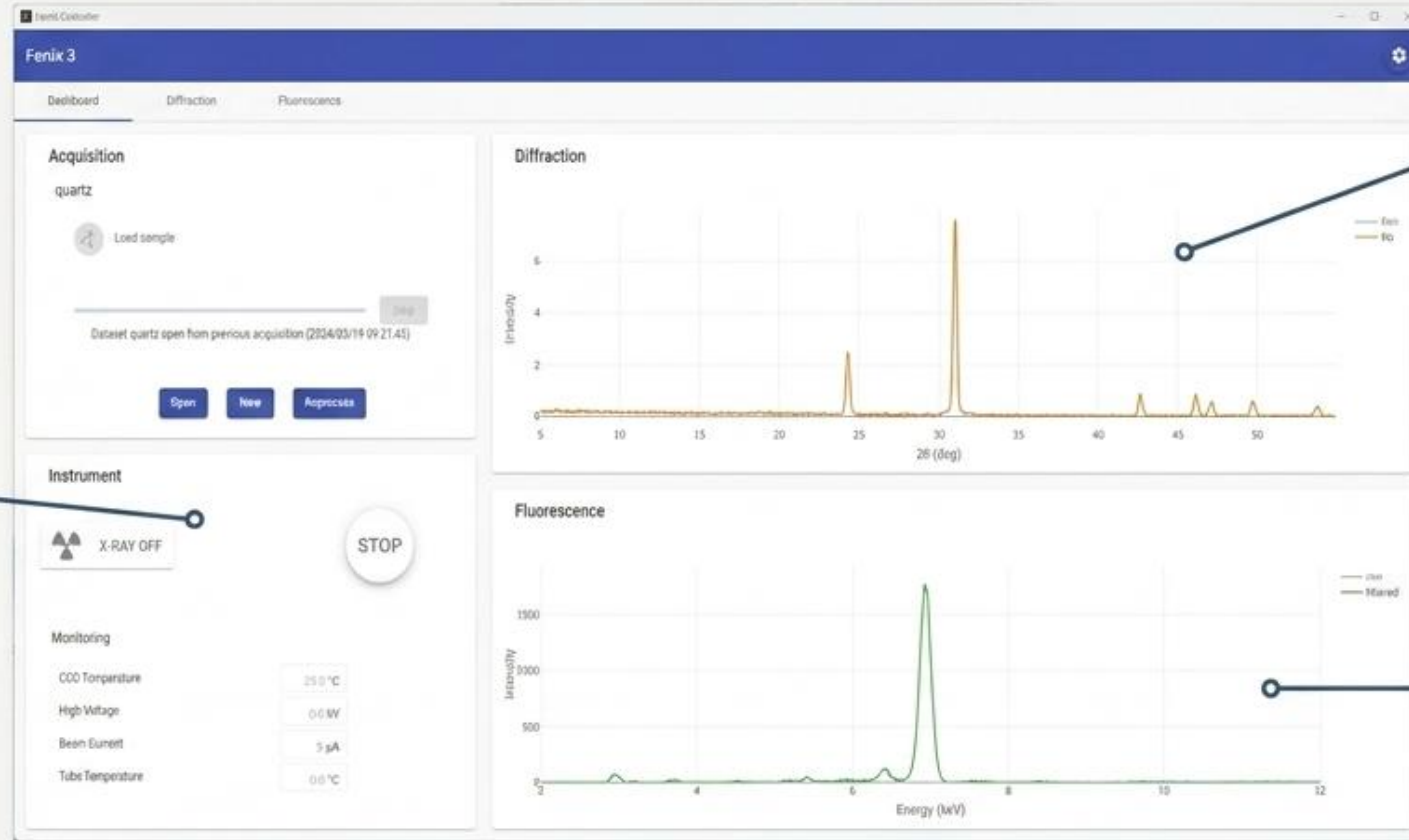
3. Compaction



เกลี่ยและกดตัวอย่างให้เรียบสนิทเป็นระนาบ
เดียวกันในช่องกระจกใสของภาควิเคราะห์
เพื่อให้รังสีตกกระทบได้สม่ำเสมอ

แผงควบคุมการวิเคราะห์ (Data Acquisition Dashboard)

ใช้เวลาวิเคราะห์ตัวอย่าง 15 นาที เครื่องจะเริ่มประมวลผลข้อมูลแบบ Real-time



Control Panel:

แผงควบคุมการรับข้อมูล
แสดงสถานะหลอดรังสี
เอกซ (X-Ray ON/OFF),
อุณหภูมิ CCD,
และกระแสไฟ

Diffraction Window:

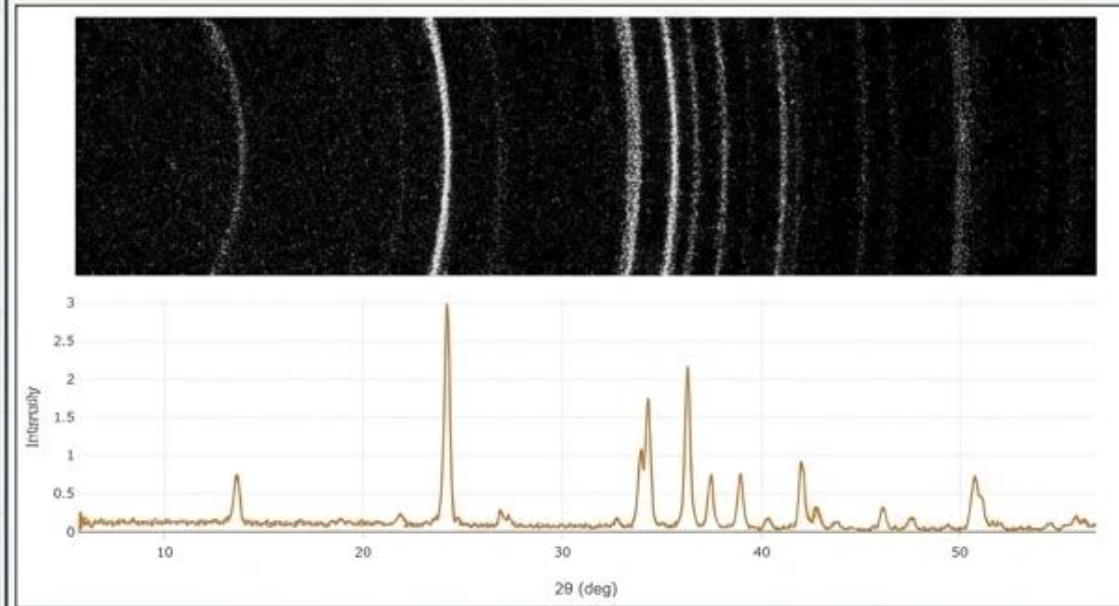
กราฟ Diffractogram
แสดงพีคมุม 2θ เทียบ
กับความเข้ม ยอด
แหลมคือร่องรอยของ
โครงสร้างผลึก

Fluorescence Window:

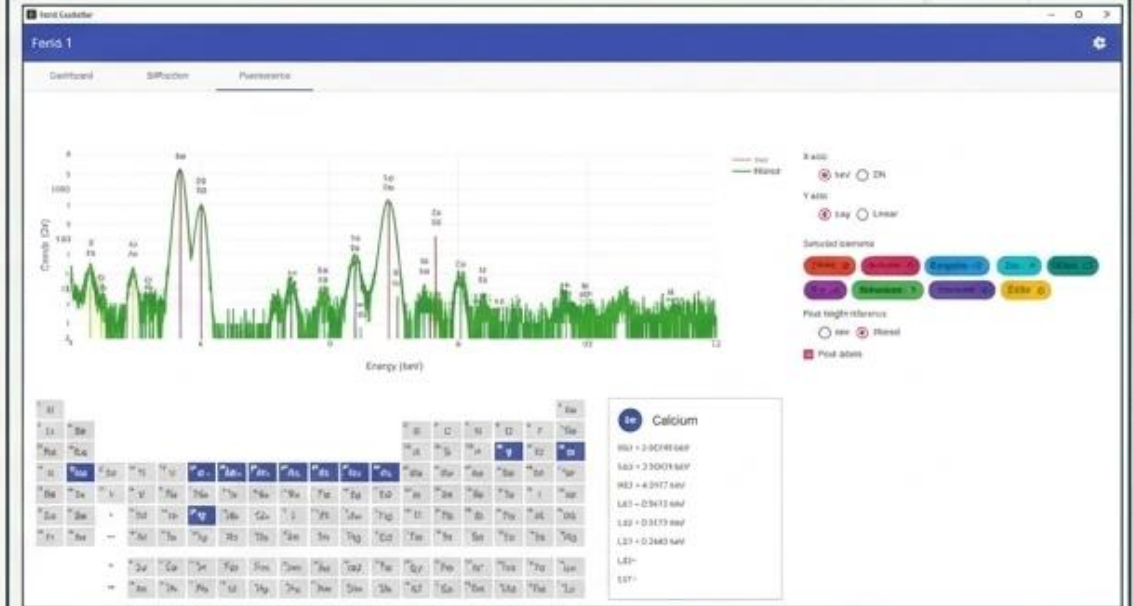
กราฟแสดงสเปกตรัมพลัง
งาน (Energy keV) ใช้
ตรวจวัดองค์ประกอบธาตุ
ทางเคมีควบคู่กัน

การแปลผลลัพท์และบทสรุป (Phase Matching & Conclusion)

Raw Data & Diffraction Pattern



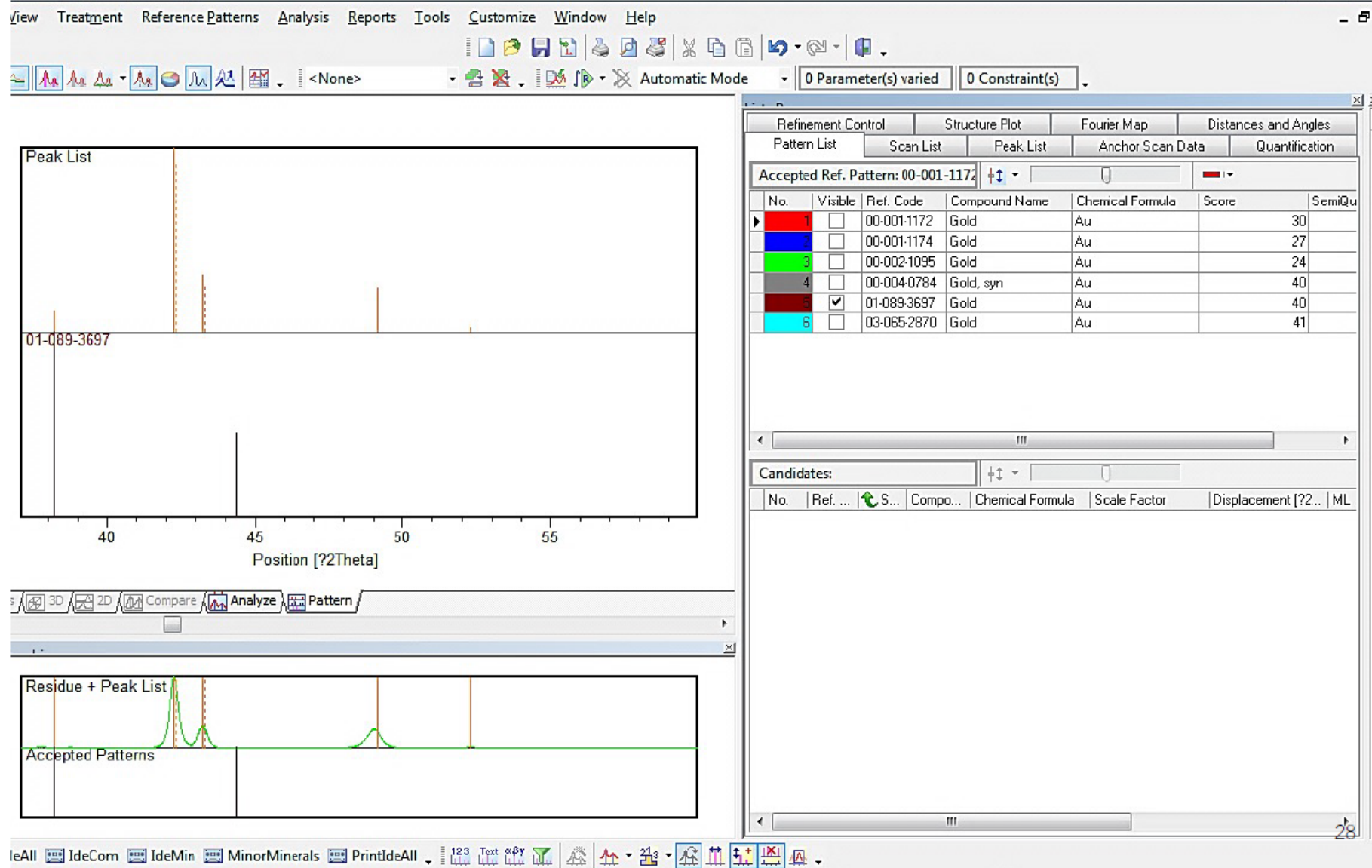
Final Identification & Matching



Core Conclusion Panel

- รูปแบบ Peak ที่ได้ถูกนำมาเทียบกับ ‘ลายนิ้วมือมาตรฐาน’ ในฐานข้อมูล
- เครื่องสามารถสรุปและแยกแยะชนิดของสารประกอบได้อย่างแม่นยำ

Final Takeaway: Portable XRD ไม่เพียงแต่ย่อขนาดห้องปฏิบัติการ แต่ยังขยายขอบเขตความเข้าใจโครงสร้างลึกของโลกลงไปถึงระดับอะตอม... ไม่ว่าคุณจะทำปฏิกิริยาอยู่ที่ใดบนโลก

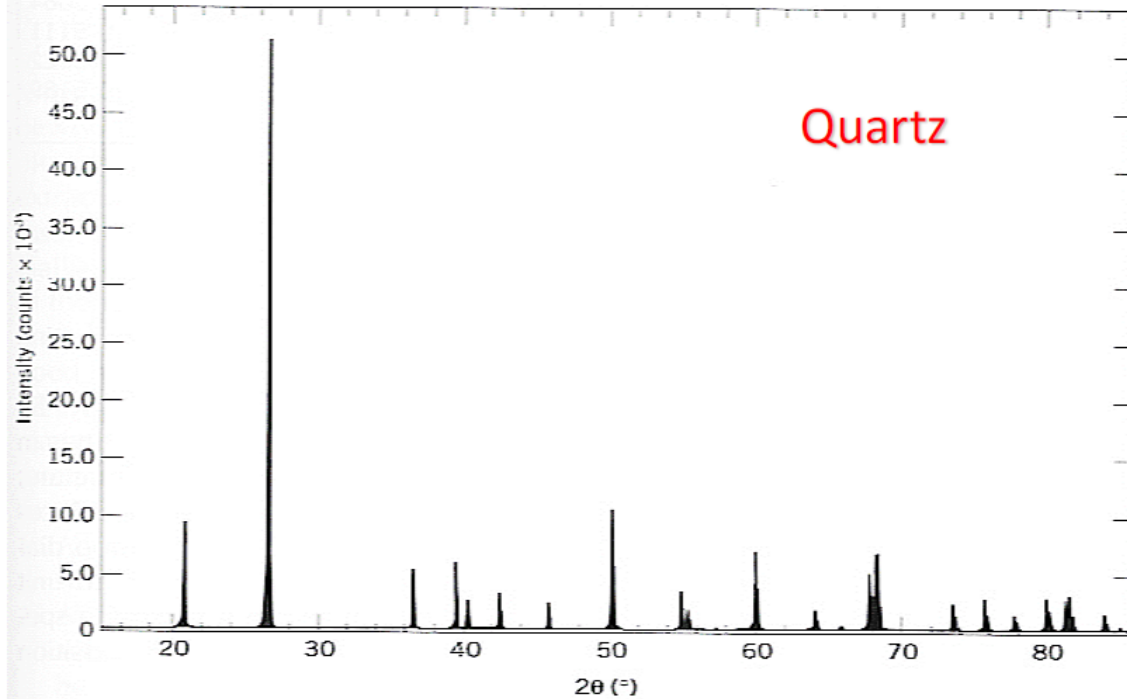


$$2d \sin\theta = n\lambda \quad \theta = \arcsin (n\lambda / 2d)$$

$$\lambda(\text{Cu}) = 1.54\text{\AA}$$

$$d - \text{Qtz } \{101\} = 3.342$$

$$\theta = 13.32^\circ ; 2\theta = 26.64^\circ$$



PDF#33-1161 (Deleted Card): QM = Star (+); d = Diffractionometer, I = Diffractometer

PDF Card

Quartz, syn
SiO2

Radiation = CuKα1
Calibration = Internal (Si)
Ref = Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 18 61 (1981)

Lambda = 1.540598
d-Cutoff =

Filter =
I/Ic (RIR) = 3.6

Hexagonal—(Unknown), P3221(154)
Cell = 4.9134 × 5.4053
Density (c) = 2.649 Density (m) = 2.656 Mwt = 60.08 Vol = 113.01
Ref = Ibid.

Z = 3 mp =
Pearson = hP9 (O2 Si)
F(30) = 76.8 (0.126,31)

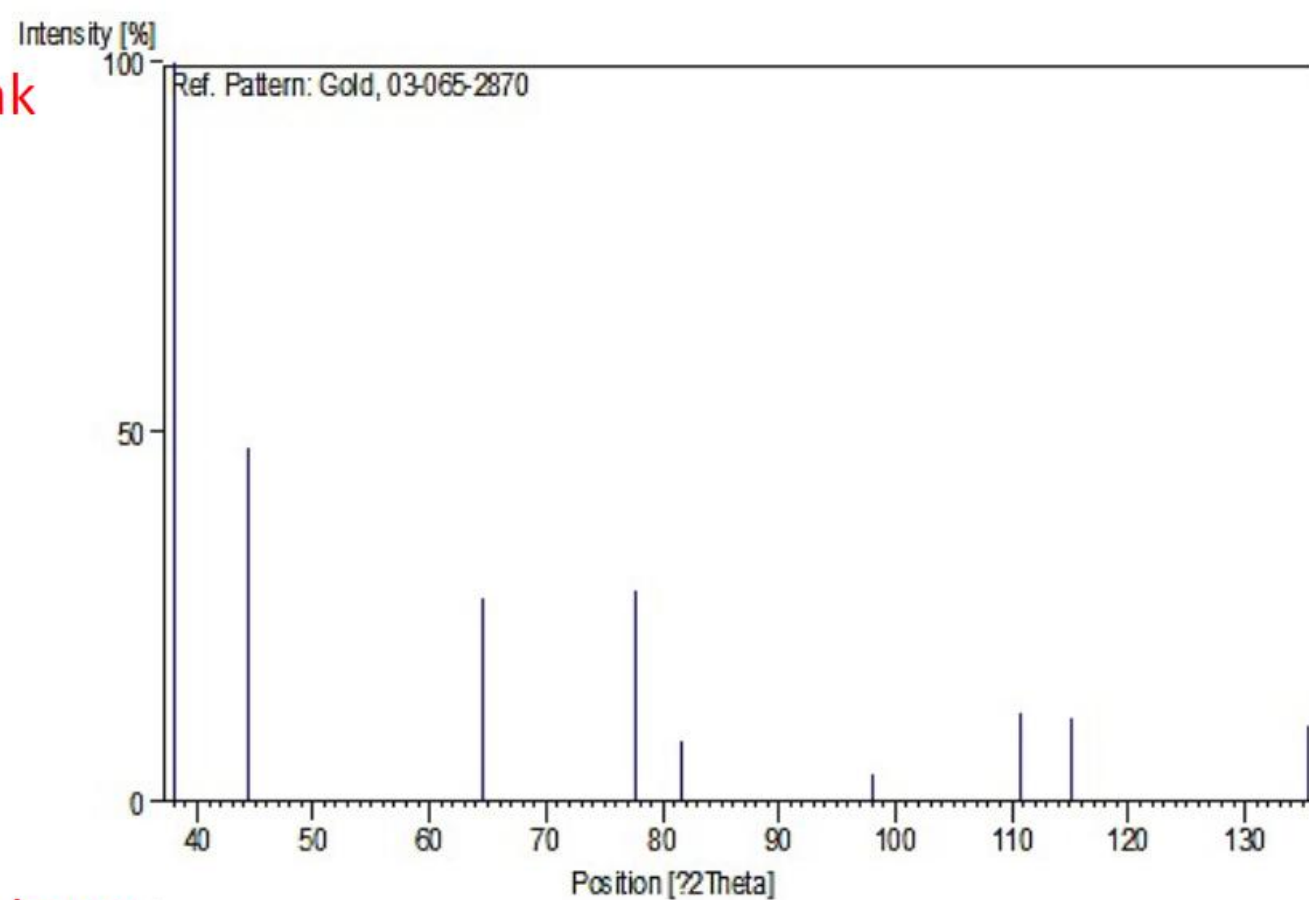
NOTE: Sample from the Glass Section at NBS, Gaithersburg, MD, USA, ground single-crystals of optical quality. To replace 5-490 and validated by calculated pattern. Plus 6 additional reflections to 0.9089. Pattern taken at 25 C. Pattern reviewed by Holzer, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns. Deleted by 46-1045, higher F#N, more complete, LRB 1/95.
Color: Colorless

Strong Line: 3.34/X 4.26/2 1.82/1 1.54/1 2.46/1 2.28/1 1.37/1 1.38/1 2.13/1 2.24/1
39 Lines, Wavelength to Compute Theta = 1.54056A (Cu), 1%-Type = (Unknown)

#	d(A)	I(f)	h	k	l	2-Theta	Theta	1/(2d)	#	d(A)	I(f)	h	k	l	2-Theta	Theta	1/(2d)
1	4.2570	22.0	1	0	0	20.850	10.425	0.1175	21	1.2285	1.0	2	2	0	77.660	38.830	0.4070
2	3.3420	100.0	1	0	1	26.651	13.326	0.1495	22	1.1999	2.0	2	1	3	79.875	39.938	0.4167
3	2.4570	8.0	1	1	0	36.541	18.271	0.2035	23	1.1978	1.0	2	2	1	80.044	40.022	0.4174
4	2.2820	8.0	1	0	2	39.455	19.727	0.2191	24	1.1843	3.0	1	1	4	81.145	40.572	0.4222
5	2.2370	4.0	1	1	1	40.283	20.141	0.2235	25	1.1804	3.0	3	1	0	81.470	40.735	0.4236
6	2.1270	6.0	2	0	0	42.464	21.232	0.2351	26	1.1532	1.0	3	1	1	83.818	41.909	0.4336
7	1.9792	4.0	2	0	1	45.808	22.904	0.2526	27	1.1405	1.0	2	0	4	84.969	42.484	0.4384
8	1.8179	14.0	1	1	2	50.139	25.070	0.2750	28	1.1143	1.0	3	0	3	87.461	43.731	0.4487
9	1.8021	1.0	0	0	3	50.610	25.305	0.2775	29	1.0813	2.0	3	1	2	90.855	45.428	0.4624
10	1.6719	4.0	2	0	2	54.867	27.434	0.2991	30	1.0635	1.0	4	0	0	92.819	46.410	0.4701
11	1.6591	2.0	1	0	3	55.327	27.663	0.3014	31	1.0476	1.0	1	0	5	94.662	47.331	0.4773
12	1.6082	1.0	2	1	0	57.236	28.618	0.3109	32	1.0438	1.0	4	0	1	95.115	47.558	0.4790
13	1.5418	9.0	2	1	1	59.947	29.973	0.3243	33	1.0347	1.0	2	1	4	96.223	48.112	0.4832
14	1.4536	1.0	1	1	3	63.999	32.000	0.3440	34	1.0150	1.0	2	2	3	98.734	49.367	0.4926
15	1.4189	1.0	2	0	0	65.759	32.879	0.3524	35	0.9898	1.0	4	0	2	102.195	51.098	0.5052
16	1.3820	6.0	1	1	2	67.748	33.874	0.3618	36	0.9873	1.0	3	1	3	102.556	51.278	0.5064
17	1.3752	7.0	2	0	3	68.128	34.064	0.3636	37	0.9783	1.0	3	0	4	103.880	51.940	0.5111
18	1.3718	8.0	3	0	1	68.321	34.160	0.3645	38	0.9762	1.0	3	2	0	104.195	52.098	0.5122
19	1.2880	2.0	1	0	4	73.460	36.730	0.3882	39	0.9636	1.0	2	0	5	106.141	53.071	0.5189
20	1.2558	2.0	3	0	2	75.668	37.834	0.3982									

XRD Peak

Au



XRD data base

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2.35478	38.188	100.0
2	2	0	0	2.03930	44.386	48.0
3	2	2	0	1.44200	64.578	27.4
4	3	1	1	1.22974	77.569	28.5
5	2	2	2	1.17739	81.725	8.2
6	4	0	0	1.01965	98.130	3.6
7	3	3	1	0.93569	110.821	11.9
8	4	2	0	0.91200	115.263	11.4
9	4	2	2	0.83254	135.409	10.3