บทที่ 2
ทฤษฎีและหลักการ

ในงานวิจัยปัจจุบันให้ความสนใจทางด้านสิ่งแวดล้อมเป็นสำคัญ ดังนั้นงานวิจัยหลายงานวิจัยได้นำธรรมชาติเข้ามาเป็นองประกอบหลักในการทำงานวิจัยให้มีโครงสร้าง เพิ่มประสิทธิภาพและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ตัวอย่างเช่น Peng Song และคณะ[9] การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติการตรวจวัดแก๊สของ $LaFeO_3$ ที่มีลักษณะเส้นใยที่เป็นโพรงจากเส้นใยธรรมชาติและทำการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 600 700 800 และ 900 ^{o}C พบว่า $LaFeO_3$ ที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะทางโครงสร้างและพื้นผิวเป็นเส้นใยยาวและเป็นโพรงตรงกลาง และยังมี L.J. Xie และคณะ [10] ได้ทำการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของ NiO ที่มีลักษณะเป็นท่อระดับไมโครจากเส้นใยธรรมชาติ พบว่า NiO มีลักษณะเป็นท่อมีรูพรุนและที่มีอนุภาคของ NiO ระดับนาโนขนาดประมาณ 13 nmที่เกาะตามเส้นใยธรรมชาติเป็นต้น

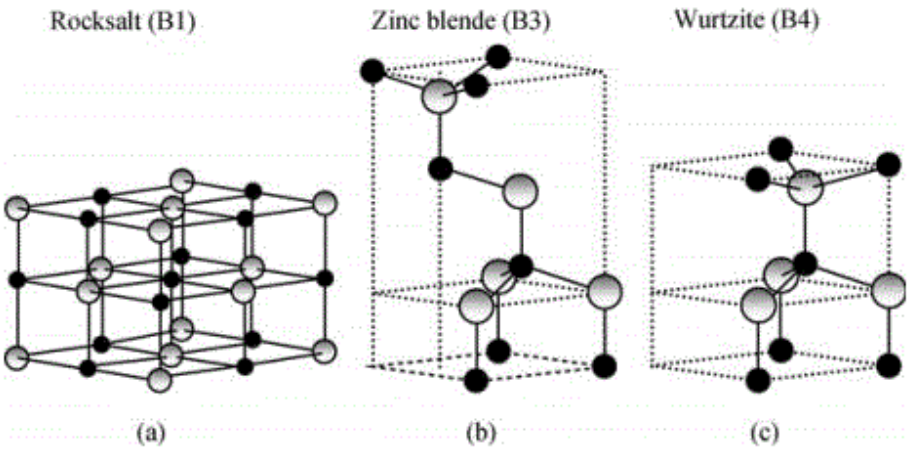
ในงานวิจัยครั้งนี้จึงสนใจการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) โครงสร้างนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเป็นแม่แบบ

2.1 สมบัติพื้นฐานซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์(Zinc Oxide: ZnO) เป็นสารกึ่งตัวนำช่องแถบตรง (driecd band gap) มีแถบพลังงาน 3.3 อิเล็กตรอนโวลต์ที่อุณหภูมิห้องและ 3.44 อิเล็กตรอนโวลต์ที่อุณหภูมิ 4 เคลวิน ซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวอร์ไซด์ (Hexagonal wurtzite) หรือคิวบิกซิงค์เบลน (Cubic Zinc Blende) หรือ ร็อกซอลต์(Cubic Rocksalt) [11] แสดงดังรูปที่ 2.1 โครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล เวอร์ไซด์ มีค่าคงที่ผลึก a=b=3.24 Å และ c= 5.20 Å มีค่ามวลยังผลพาหะ (carrier effective mass) ของอิเล็กตรอนกับโฮล คือ 0.24 m_o และ 0.59 m_o ตามลำดับ มีค่าความเร็วของการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน(Electron mobility) ที่ผลึกเดี่ยวซิงค์ออกไซด์ (ZnO single crystal) ระหว่าง 100 ถึง 200 cm^2/V และ มีค่าความเร็วของการเคลื่อนที่ของโฮล (hole mobility) ประมาณ 180 cm^2/V สมบัติอื่นๆ ของซิงค์ออกไซด์[11] แสดงดังตารางที่ 2.1 ซิงค์ออกไซด์จึงเป็นที่นิยมนำไปสร้างอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ตัวเปล่งแสงย่านสีน้ำเงิน (light emitting diodes , LED), ไดโอดเลเซอร์ (Laser diodes) และตัวตรวจวัดแสงย่านอัลตราไวโอเลต (ultraviolet photodetector) เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 สมบัติของซิงค์ออกไซด์

Property	
Molecular weight	81.37
Average atomic weight	40.69
Average atomic number	19
Enthalpy of thermal expansion(298K)(kJ/mol)	-350.5
Coefficient of thermal expansion	
along the c axis(1/K)	$2.9x10^{-6}$
across the c axis(1/K)	$4.8x10^{-6}$
Density($g/cm^{3)}$	5.6803
Melting point(K)	2248
Enthalpy of fusion (kJ/mol)	52.5
Specific heat at room temperture and constant	
pressure(J/g.K)	0.494
Debye temperture extrapolated to 0 K	416
Stetic dielectric constant	
along the c axis	8.75
across the c axis	7.8
Optical frequency magnitude	
along the c axis	3.75
across the c axis	3.7
Index of refraction(at the wavelength of 1400 nm)	2.01
ordinary indices (n_o)	1.984
extraordinary indices(n_e)	2.001



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ (a) Cubic Rocksalt (b) Cubic Zinc Blende และ(c) Hexagonal Wurtzite อนุภาคสีเทาเป็นซิงค์ออกไซด์และอนุภาคสีดำเป็นออกซิเจน

งานวิจัยนี้ได้ทำการการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของ ซิงค์ออกไซด์ โดยมีหลากหลายเทคนิคอาทิ การเจือสาร (doping) การทำแอลลอยด์ (alloying) และการทำโครงสร้างที่แตกต่างกัน เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการเพิ่มประสิทธิภาพโดยดารเปลี่ยนโครงสสร้างของซิงค์ออกไซด์ให้อยู่ในระดับนาโนเมตร ดังนั้นงานวิจัยจึงนำใยธรรมชาติ เช่น ใยจากฝ้าย มาเป็นแม่แบบเพื่อนำมาเป็นโครงสร้างให้กับซิงค์ออกไซด์ โดยทำการแช่เข้าไปในสารละลายซิงค์ ในงานวิจัยครั้งใช้สารตั้งต้นสองแบบ คือ ซิงค์คลอไรด์ ($ZnCl_2$)และซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท $(CH_3COO)_2Zn{\cdot}2H_2O$)

2.2 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง (Thin film deposition method)

วิธีการเคลือบฟิล์มบางสามารถทำได้ 2 วิธีใหญ่ๆ คือ วิธีทางเคมี (Chemical method) และ วิธีทางฟิสิกส์ (Physics method) โดยแต่ละวิธีเป็นการทำให้อะตอมหรือโมเลกุลของสารเคลือบไปก่อตัวเป็นฟิล์มบนฐานรองรับ ซึ่งวิธีทางเคมีเกี่ยวข้องกับการคายไอออน การสลายตัวของสารประกอบและปฏิกิริยาระหว่างก๊าซหรือของเหลวของฐานรองรับนั้น

2.2.1 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีทางเคมี (Chemical method)

1) การเคลือบฟิล์มบางแบบระเหยสารด้วยวิธีทางเคมี (Chemical vapor deposition: CVD)

เป็นวิธีเคลื่อนย้ายสารเคลือบในสภาวะก๊าซให้ไปจัดเรียงตัวในฐานรองรับและเป็นวิธีสำคัญสำหรับสารกึ่งตัวนำ โดยปกติสารเคลือบจะเป็นองค์ประกอบหนึ่งของสารประกอบซึ่งไปตกเคลือบบนผิวของฐานรองรับได้หลายปฏิกริยา มีความจำเป็นอย่าง

ยิ่งในการควบคุมอุณหภูมิ ลักษณะพิเศษของการเคลือบฟิล์มบางแบบระเหยสารด้วยวิธีทางเคมี คือ ใช้อุณหภูมิสูง เกิดกระบวนการอิพิแทกซีได้อัตราการตกเคลือบค่อนข้างสูง สารระเหยได้มีกรรมวิธีค่อนข้างยุ่งยาก และเนื่องจากก๊าซที่ใช้มีพิษร้ายแรง ดังนั้นระบบเครื่องมือจึงต้องมีความปลอดภัยสูง

2) อิเล็กโตรเพลตติง (Electroplating)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี เป็นการเคลือบผิวโลหะด้วยโลหะโดยสารเคลือบต้องอยู่ในสภาวะไอออนบวกในสารละลายอิเล็กโตรไลต์ ซึ่งไอออนบวกนี้จะเข้าไปรวมตัวกับประจุไฟฟ้าลบที่คาโทดและยึดติดที่คาโทดนั้น ดังนั้นคาโทดจึงเป็นวัสดุที่ถูกการเคลือบ

3) อิเล็กโตรไลท์เพลตติง (Electrolyte plating)

การเคลือบแบบไร้ไฟฟ้าเคมีเป็นการเคลือบผิวโลหะหรืออโลหะก็ได้ไม่ต้องใช้สนามไฟฟ้า กล่าวคือ สารเคมีบางชนิดก่อให้เกิดปฏิกริยาเป็นฟิล์มบางได้ โดยไม่มีสนามไฟฟ้าวิธีนี้มีความหลากหลายมาก แต่ก็ควบคุมได้ยาก ซึ่งเหมาะสำหรับเคลือบฟิล์มบางบนผิวอโลหะและบนผิวอโลหะ อะตอมหรือโมเลกุลค่อนข้างไปถึงได้ยากเมื่อใช้วิธีอื่น

2.2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีทางฟิสิกส์ (Physics vapor deposition: PVD)

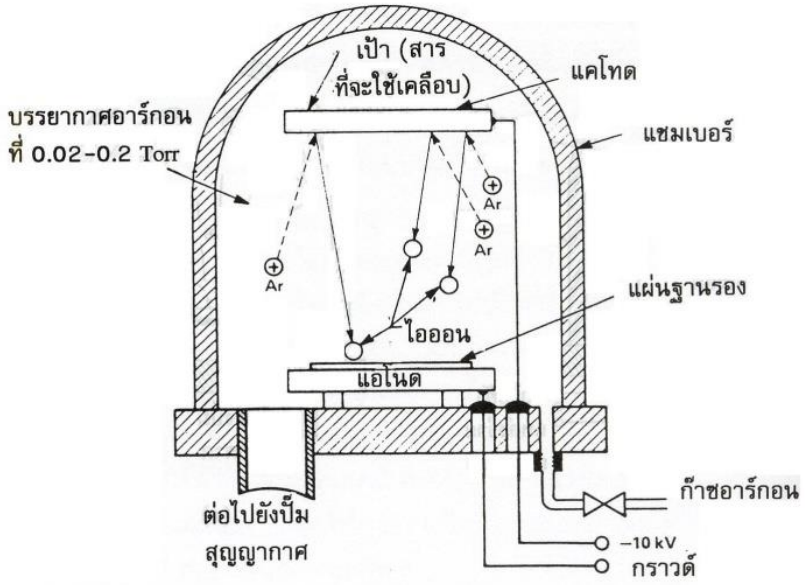
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีทางฟิสิกส์ใช้ได้ในวงกว้างกว่าและมีข้อจำกัดน้อยกว่าวิธีทางเคมี ไม่ว่าจะพิจารณาที่สารเคลือบหรือฐานรองรับการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีทางฟิสิกส์อาศัยหลักการทำให้อะตอมหลุดออกจากสารเคลือบแล้วเคลื่อนที่ไปยึดติดบนผิวของฐานรองรับและเพิ่มเป็นชั้นฟิล์มบางภายใต้ภาวะสุญญากาศ ซึ่งการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีทางฟิสิกส์ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ

1. สร้างสารเคลือบให้เป็นอะตอม โมเลกุล หรือ อนุภาคจากแหล่งกำเนิด
2. เคลื่อนย้ายสารเคลือบไปยังฐานรองรับ
3. ทำให้สารเคลือบควบแน่น และเกิดเพิ่มเป็นชั้นฟิล์มบาง

พลังงานพันธะระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับฐานรองรับและอุณหภูมิของฐานรองรับจะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ของสารเคลือบบนผิวของฐานรองรับนั้น การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีทางฟิสิกส์ประกอบด้วยวิธีหลัก 4 วิธี คือ วิธีสปัตเตอริงและวิธีระเหยสาร

1) วิธีสปัตเตอริง (Sputtering)

สปัตเตอริงเป็นเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางอีกชนิดหนึ่งซึ่งอาจเป็นโลหะ สารกึ่งตัวนำ หรือ ฉนวนก็ได้ ในระบบนี้แผ่นฐานรองจะวางอยู่บนแอโนดซึ่งมีอุปกรณ์ทำความร้อนอยู่ข้างใต้ เพื่อเพิ่มอุณหภูมิให้แก่ฐานรองรับในขณะเคลือบชั้นฟิล์มบาง (อุณหภูมิ 150 – 250 องศาเซลเซียส) และทางขั้วแคโทดจะมีเป้า ซึ่งเป็นวัสดุที่จะทำการเคลือบลงบนฐานรองรับที่วางอยู่ ทำการดูดอากาศออกจากแชมเบอร์จนได้ความดันที่ต้องการ (background pressure อยู่ในช่วง 10^{-5} – 10^{-6} Torr) จากนั้นจะทำการป้อนแรงดันค่าสูงให้ระหว่างขั้วแอโนดกับขั้วแคโทด และปรับความดันของก๊าซเฉื่อยที่จะเข้ามาในระบบให้มีขนาดตามต้องการ (อยู่ในช่วง 0.02 - 0.2 Torr) หลังจากนั้นก๊าซเฉื่อยจะแตกตัวเป็นไอออนอันเนื่องจากสนามไฟฟ้าค่าสูงที่ใช้ทำเป้า จึงทำให้อะตอมหรือกลุ่มอะตอมของวัสดุดังกล่าวหลุดออกจากผิวหน้าเป้ามาเคลือบลงบนฐานรองรับ



รูปที่ 2.2 ระบบเครื่องสปัตเตอริง

2) วิธีระเหยสาร (Evaporation)

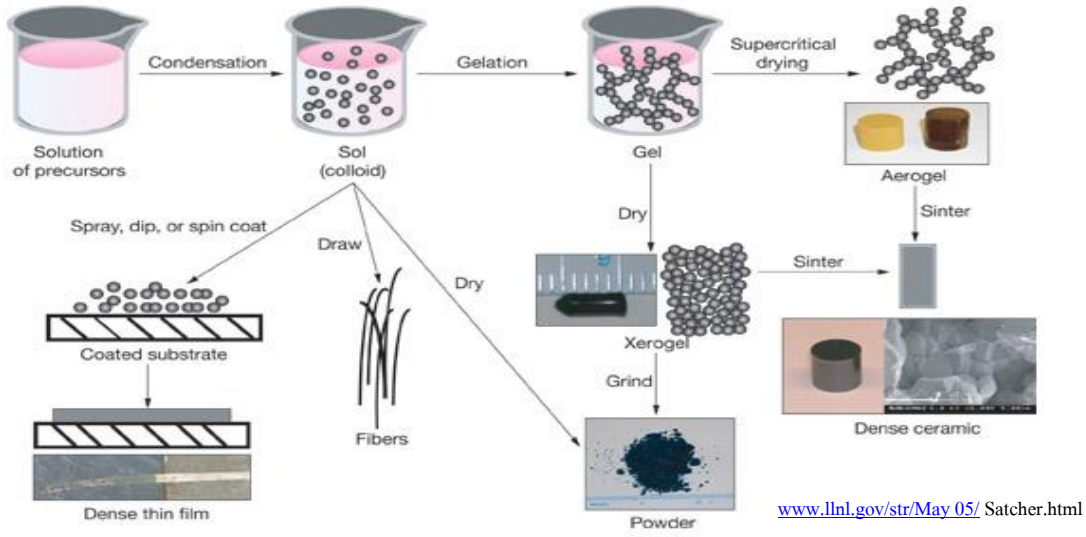
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยสารเป็นการทำให้สารเคลือบระเหยเป็นไอด้วยความร้อนในสุญญากาศ (ความดันประมาณ 10^{-6} mbar ซึ่ง 1 bar = 10^5 N/m^2) อุณหภูมิที่ใช้มักอยู่ในช่วง 200 - 600 องศาเซลเซียส การลดความดันกระทำโดยใช้เครื่องสูญอากาศออกจากห้องสุญญากาศอย่างสม่ำเสมอที่ผิวของฐานรองรับและเกิดขึ้นกับตำแหน่งและจัดเรียงฐานรองรับนั้น

3) วิธีระเหยสารด้วยอัลตราโซนิค (Ultrasonic Evaporation)

การใช้วิธีอัลตราโซนิคสั่นสารที่ต้องการจะเคลือบบนกระจกสไลด์เพื่อให้โมเลกุลของสารเกิดการแตกตัวทำให้ได้ฟิล์มบาง และใช้งานได้จริงแต่อาจจะต้องใช้เวลาในการเคลือบนาน หลักการทำงาน คือ Piezoelectric transducer ที่ถูกแช่ไว้ในสารจะทำการเปลี่ยนความถี่สูงทางไฟฟ้า (มากกว่าหนึ่งล้านครั้งต่อวินาที) ให้เป็นความถี่สูงเชิงกลและจะพยายามสั่นให้สารเคลือบเกิดการสั่นตามความถี่สูงไปด้วย ในขณะที่ทรานดิวเซอร์สั่นทางบวกก็จะทำให้เกิดความดันสูงผลักดันคลื่นให้พ้นผิวน้ำละอองขนาดเล็ก (โดยเฉลี่ย 1 ไมครอน) หลุดลอยออกมาอย่างรวดเร็วเป็นจำนวนมากจนเกิดเป็นไอขึ้นไปเคลือบบนฐานรองรับ

4) วิธีการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสารละลายโซลเจล (Sol – gel method)

การเตรียมสารละลายโซลเจลจะเป็นการเจือสารที่ต้องการและกวนให้เข้ากันโดยใช้เครื่องกวนสารพร้อมทั้งให้ความร้อนเพื่อที่จะทำให้สารแตกตัวและจับตัวกันเป็นสารตัวใหม่ที่ต้องการ ซึ่งวิธีสารละลายโซลเจลนี้มีขั้นตอนในการเตรียมสารที่ไม่ยุ่งยาก สามารถทำในระบบที่ไม่ใช้ระบบสุญญากาศได้ สามารถควบคุมปริมาณการเจือสารและใช้ต้นทุนต่ำเมื่อเตรียมสารเรียบร้อยจะมีเทคนิคที่นำสารที่เตรียมได้ไปเคลือบเป็นฟิล์มบางอาทิเช่น การหมุนเคลือบการจุ่มเคลือบ และการพ่นเคลือบ เป็นต้น แสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 วิธีการเตรียมสารละลายด้วยวิธีสารละลายโซลเจล

วิธีการเตรียมสารละลายด้วยวิธีสารละลายโซลเจล มีข้อดีดังนี้ ขั้นตอนในการเตรียมสารที่ไม่ยุ่งยาก สามารถทำในระบบที่ไม่ใช้ระบบสูญญากาศได้หรือเรียกอีกอย่างว่าระบบเปิด สามารถควบคุมปริมาณการเจือสารได้และใช้ต้นทุนต่ำ

2.3 เครื่องมือการเตรียมสารละลายซิงค์ออกไซด์

2.3.1 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด

เครื่องชั่งสารที่ใช้จะมีความละเอียดที่สามารถชั่งที่มีความละเอียดถึงทศนิยม 3 ตำแหน่งดังรูปที่ 2.4

รูปที่ 2.4 เครื่องชั่งสารแบบละเอียดทศนิยม 3 ตำแหน่ง

2.3.2 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Magnetic stirrer with hot plate)

หลักการทำงานของเครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน จะใช้ร่วมกับ ลูกกวนแม่เหล็ก(Magnetic bar) และมีปุ่มปรับระดับความร้อนและความเร็วรอบในการหมุนและวัดอุณหภูมิในรูปขององศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.5

รูปที่ 2.5 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน

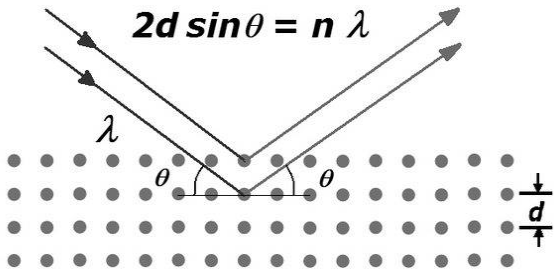
2.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.4.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X- ray Diffractrometer : XRD**)**

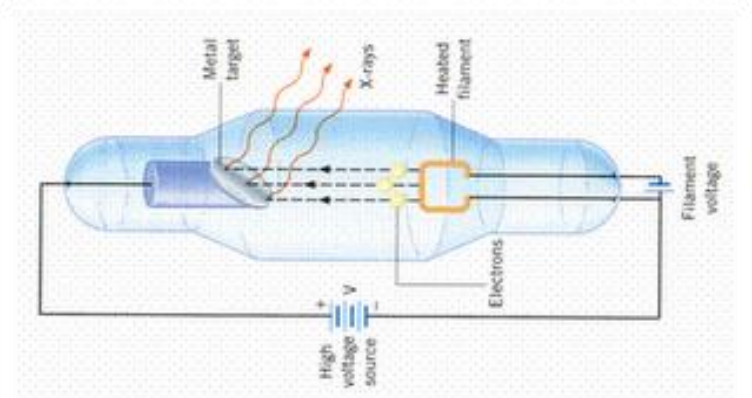
เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง(Non - destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวัฏภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ การจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน แต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก จะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ 2.1

$$2d \sin\theta = n\lambda \qquad (2.1)$$



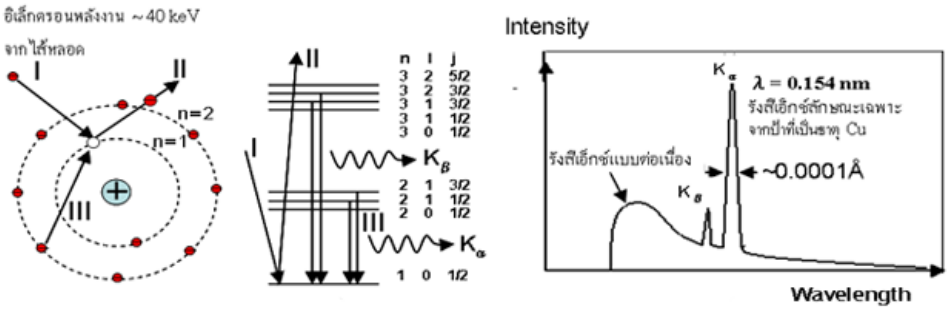
รูปที่ 2.6 กฎของ Bragg

ซึ่งการเกิดรังสีเอกซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศดังรูปที่ 2.7 (ก) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนท์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้เคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนท์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอกซ์ออกมาดังรูป2.7 (ข) รังสีเอกซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วยอุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอกซ์



http://www.neutron.rmutphysics.com/teaching-glossary/index.php?option=com_content&task=view&id=8624

(ก)



http://www.thps.org/oldweb/article/2501/3/article250103.html

(ข)

รูปที่ 2.7 (ก) และ(ข) การเกิดรังสีเอกซ์

สมการที่ (2.1) เรียกว่า กฎของแบรกก์ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ (h k l) ซึ่งค่า *hkl* เรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,… ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ (h k l) และค่าคงที่ของโครงผลึก (a, b, c, α, β ,γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ

ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิค (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ C$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \qquad (2.2)$$

จากสมการ (2.1) เมื่อ n = 1 แทนใส่ในสมการ (2.2) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกดังสมการ

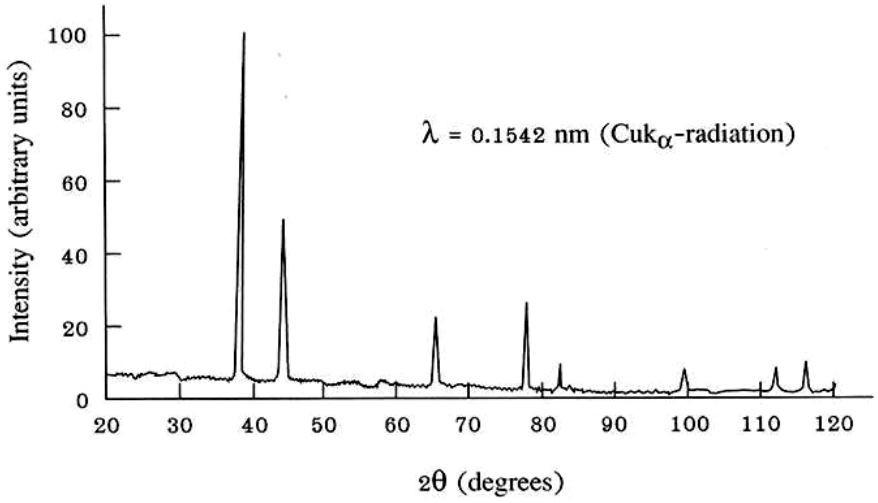
$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \qquad (2.3)$$

เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิช

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลที่กล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากสมการ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain size)

$$D = \frac{K\lambda_X}{\beta_{2\theta}\cos\theta} \qquad (2.4)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก $(0.89 \leq K \leq 0.94)$

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

$\beta_{2\theta}$ คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน

(Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)

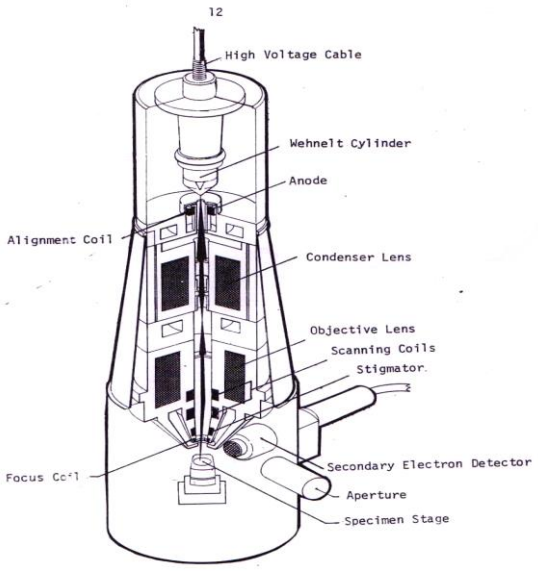
λ_X คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

2.4.2. การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

(Scanning Electron Microscope: SEM)

Scanning Electron Microscope เรียกโดยย่อว่า SEM หรือในภาษาไทยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายเช่นเดียวกับเครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) แต่มีความแตกต่างในรายละเอียดของกระบวนการในการสร้างภาพอย่างมาก เครื่อง SEM เครื่องแรกประดิษฐ์ขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1960 จากนั้น เครื่อง SEM ก็ค่อยๆกลายเป็นเครื่องมือที่นำไปประยุกต์ใช้แพร่หลายทั่วไป ทั้งในด้านวิทยาศาสตร์เทคโนโลยี การแพทย์ อุตสาหกรรม นิติวิทยาศาสตร์ โบราณคดี และอื่นๆอีกหลายด้าน ซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มขึ้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้ อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกขั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบแฟรม การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบแฟรม แล้วก็จะไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่ ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละแฟรม จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้อย่างแน่นอน โดยในภาพตัวอย่าง 1 แฟรม ตามเส้นตามแนวนอนจะประกอบด้วยจุด 1000 จุด และมีทั้งหมด 1000 เส้น ที่ผิวตัวอย่างที่อิเล็กตรอนตกใส่ จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบซึ่งคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุ ในที่นี้ถ้ากล่าวอย่างง่าย ๆ ว่าถ้าผิวตัวอย่างเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นหลุมลึกก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อย ซึ่งเราสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ตัวตรวจจับที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ สัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสมแล้วนำมาสร้างเป็นภาพ ถ้าเราใช้หลอดรังสีแคโทด (Cathod ray tube, CRT) เพื่อแสดง

ภาพ ในหลอดรังสีแคโทดจะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเล็กๆ แต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้องของเครื่อง SEM มาก กล่าวคือในเครื่อง SEM ลำอิเล็กตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร แต่ในจอภาพมีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตร เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของเครื่อง SEM ต่อ จอภาพจะพบว่าห่างกันถึง 20000 เท่า ทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดีซึ่งจะได้กล่าวต่อไป การสแกนในจอภาพจะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อม ๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้อง ขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนในจอภาพจะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจากตัวตรวจจับ รับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมาก เมื่อส่งลงบนจอภาพก็จะปรากฏเป็นจุดสว่าง ในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบาก็จะได้จุดที่มีความสว่างน้อยบนจอก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วย บนจอภาพ จะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบแฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา ถ้าบนจอภาพมีขนาดกว้างและยาวเป็น 20 เซนติเมตร และเรากำหนดการกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้อง ให้ 1 แฟรมมีพื้นที่ขนาด กว้างยาวเป็น 20 เซนติเมตรด้วยอัตราส่วนการขยายของภาพก็จะเป็น 1 เท่า แต่ถ้าเราให้การกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้องเป็นพื้นที่ 1 x 1 เซนติเมตร ก็จะขยายภาพเป็น 20 เท่า แต่ในความเป็นจริงขนาดของการสแกน 1 แฟรมในกล้องอาจควบคุมให้เล็กมากถึงระดับไมโครเมตรโดยที่การสแกนบนหน้าจอยังเท่าเดิม ดังนั้นการขยายจึงได้ถึงระดับหมื่นเท่าอิเล็กตรอนจาก Column ของเครื่อง SEM เราเรียกว่า Primary Electron เมื่อตกกระทบผิวตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายอย่างเกิดขึ้น แต่พอจะแบ่งเป็นกลุ่มได้สองกลุ่มคือ Inelastic scattering และ Elastic scattering ซึ่งมีส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM ดังรูปที่ 2.9



http://www.elecnet.chandra.ac.th/learn/courses/5513101/termwork/sem/pong/4.html

รูปที่ 2.9 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง SEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)

อยู่ด้านปลายบนสุดของ Column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากหม้อแปลงไฟฟ้าแรงสูง ซึ่งแปลงจาก 110 โวลต์ หรือ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูงคือระหว่าง 1-30 กิโลโวลต์ ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะTungsten ที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า Filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (Wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวยเมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 โวลต์ จะไปเข้ามาสู่ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงประจุอิเล็กตรอนก็จะกระจาย ออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน Column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (Anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ Electron gun ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนด คือ บริเวณสนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุ อิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง Electron gun ซึ่งมี filament และ Wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆด้านนอก Electron gun ทั้งนี้เพื่อปรับให้ Electron gun อยู่ในแนวตรงได้ ศูนย์กลางหรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน Columnใน SEM สมัยใหม่นอกจากจะมีปุ่มหรือสกรูที่ช่วยปรับ Electron gun ให้ได้ศูนย์แล้วยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่นขั้วบวก เพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของ สนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรกขดลวดดังกล่าวเรียกว่า Aligment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการโดยหมุนและปรับปุ่ม (Alignment knobs) บนแผงของ Console Unit เหตุที่ต้องปรับ Electron gun ก็เพื่อจะให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรง กระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวหรือเบี้ยวออกไปจากศูนย์กลางหากมีการบิดของลำแสงอิเล็กตรอนออกนอกทิศทางอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) บางส่วนจะถูกกั้นออกไปซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron)

2. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนพร้อมขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (Electronmagnic Lens & Scan coils)

เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นได้ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบ บนผิวตัวอย่างและจะใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณ รูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสเลนส์แต่ละชุดมี Aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาวทองเหลืองมีรูปขนาดต่างๆกัน (50 – 400 um)และสามารถ เปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ Aperture ดังกล่าวมักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ Aperture เหล่านั้น ทำหน้ามีกำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่สมมาตรAperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อน ที่ลำแสง

อิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษเรียกว่า Objective Aperture มีไว้เพื่อกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวย ขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุดและกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆบนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึกมากกว่าปกติขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กราดไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นส่วนหรืออุปกรณ์นี้เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าและยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ ให้เคลื่อนที่ไปในทิศทาง และเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

3. ช่องใส่ตัวอย่างของเครื่อง SEM (specimen chamber)

เป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้ายส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่างคือฐานวางตัวอย่างและปุ่มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่างๆเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อนไปมาภายในช่องตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทางฐานวางตัวอย่างที่ มีส่วนประกอบและคุณสมบัติเหล่านี้เรียกว่า Goniometer stage

4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & Scintillator)

เป็นแท่งแก้วใสมีปลายมลทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมและส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30-250 โวลท์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยา ระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

5. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging & Photographic devices)

ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอภาพ ก็พร้อมที่จะทำการบันทึกอุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสงและเครื่องขยายและเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอน ให้เป็นแสงไฟฟ้าการสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสงในลักษณะของแสงแสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (Photomultiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิดโฟตอน นี้ไป อิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่งอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพที่ติดตั้งไว้บน Consoleunit