

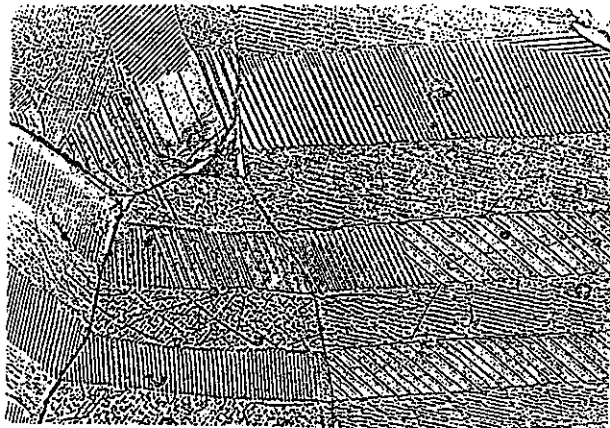
บทที่ 2 ทฤษฎี

2.1 เฟอโรโรอิเล็คทริก

สารเฟอโรโรอิเล็คทริก หมายถึง สารที่มีเฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมนแบบถาวรอยู่ในเนื้อสาร และเมื่อมีสนามไฟฟ้าเข้าไปในเนื้อสารก็จะทำให้เฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมนเหล่านั้นเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของสารเป็นอย่างมาก โดยเฉพาะค่าไดอิเล็กทริกของสารพวกนี้จะค่อนข้างสูง จึงสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการนำมาทำเป็นตัวเก็บประจุ (capacitor) ตัวอย่างของสารเฟอโรโรอิเล็คทริกตัวหนึ่งที่มีความสำคัญมากได้แก่ สารแบเรียมทิตาเนต [14]

2.2 เฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมน

เฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมน เป็นบริเวณที่มีลักษณะของการเรียงตัวกันของระนาบผลึกในทิศทางเดียวกัน ในหนึ่งเกรนอาจจะมีโดเมนเดียว หรือหลายๆ โดเมนก็ได้ การศึกษาโครงสร้างของเฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมน สามารถจะศึกษาได้อย่างชัดเจนโดยการใช้จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน ทั้งกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ,SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope ,TEM) จะทำให้เห็นโครงสร้างการจัดเรียงตัวของผลึกได้อย่างชัดเจน ดังแสดงรูป 2.1 [5]

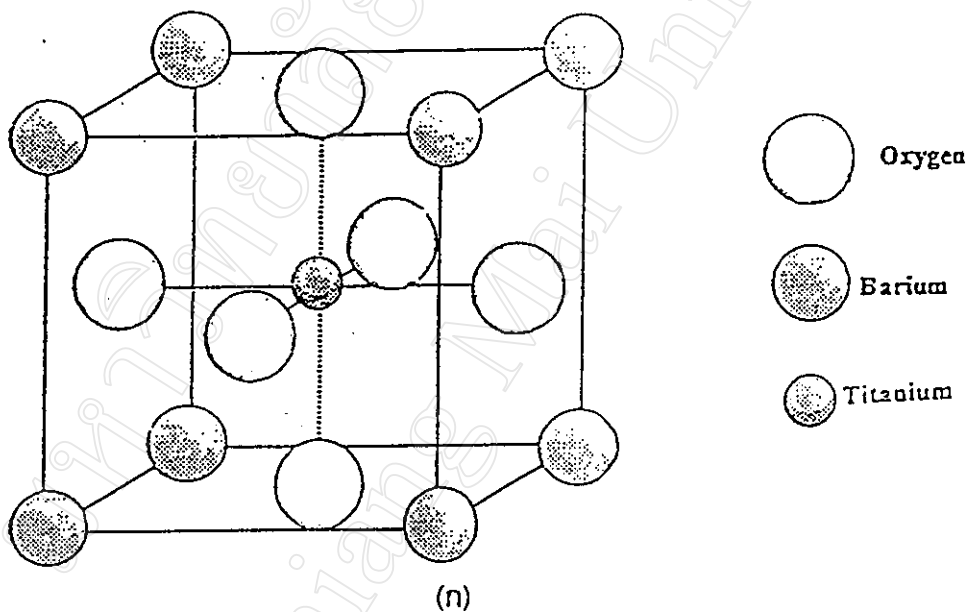


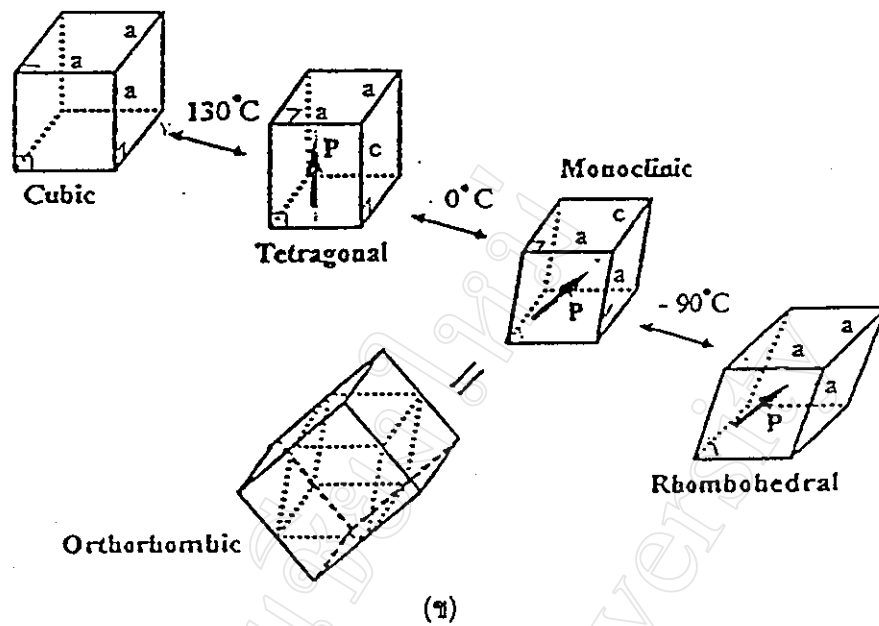
รูปที่ 2.1 โครงสร้างเฟอโรโรอิเล็คทริกโดเมนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [5]

2.3 สารแบเรียมติตาเนต

สารแบเรียมติตาเนตมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวแบบเพอร์รอสไกต์(perovskite)คือมีอะตอมทั้งหมด 3 ชนิดประกอบกัน ได้แก่ อะตอมของแบเรียม อะตอมของติตาเนียมและอะตอมของออกซิเจน โดยมีการจัดเรียงตัวของอะตอมติตาเนียมซึ่งมีขนาดเล็กที่สุด อยู่ตรงกลางอะตอมของแบเรียมที่มีขนาดใหญ่ที่สุดอยู่ที่มุมทั้งสี่และอะตอมของออกซิเจนอยู่ตรงกลางของทุกด้าน (face center) ดังแสดงในรูป 2.2 (ก) และ การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงในรูป 2.2 (ข) และตารางที่ 2.1 [1]

สำหรับตารางที่ 2.2 เป็นอุณหภูมิในการแคลไซน์สารแบเรียมติตาเนต ที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งจะได้สารแบเรียมติตาเนตที่มีโครงสร้างผลึกที่กัน [17]





รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของสารแบเรียมไดตาเนต [1]

(ก) โครงสร้างผลึกแบบเพอร์รอสไต์ของสารแบเรียมไดตาเนต

(ข) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของแบเรียมไดตาเนตที่อุณหภูมิต่างๆ

ตารางที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของแบเรียมไดตาเนตในช่วงอุณหภูมิต่างๆ [1]

ช่วงอุณหภูมิ (°C)	โครงสร้างผลึก
ต่ำกว่า -90	rhombohedral
-90 ถึง 0	monoclinic
0 - 130	tetragonal
สูงกว่า 130	cubic:

ตารางที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของแบเรียมไดตาเนตที่แคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ [13]

อุณหภูมิการแคลไซต์ (°C)	ชนิดโครงสร้างผลึก
700 - 800	cubic
900	cubic และ tetragonal
1000-1200	tetragonal

2.4 ทวิน

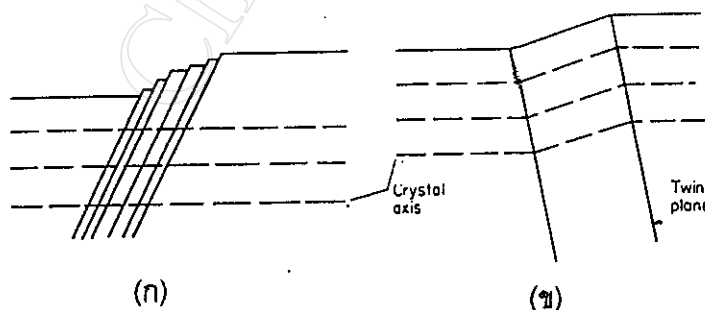
ทวิน หมายถึง บริเวณที่มีการปรับเปลี่ยนทิศทาง(orientation)ของผลึกโดย ผลึกที่เกิดการปรับเปลี่ยนทิศทางนั้นจะเกิดเป็นโครงสร้างเสมือนภาพสะท้อนในกระจกกับโครงสร้างผลึกที่เป็นเมตริกส์ ทำให้เกิดรอยต่อขึ้นมาเรียกว่า รอยต่อทวิน (twin boundary)

ทวินสามารถจะเกิดขึ้นได้ในหลายๆ ปัจจัยแต่ที่พบบ่อยมาก คือเกิดจากการโตของเกรนในขณะที่มีการอบเหนียว(annealing) เรียกว่า annealing twin และเกิดจากผลทางกล โดยเฉพาะแรงเฉือน (shear force) เรียกทวินที่เกิดขึ้นนี้ว่า mechanical twin หรือเกิดจากกลไกของอนุภาคที่ต้องการลดพลังงานที่มีอยู่ในอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ โดยอาศัยทฤษฎีทางโลหะวิทยา[16,18]

2.4.1 ทวินที่เกิดจากผลทางเชิงกล

ผลทางกลที่พบว่าจะทำให้เกิดทวินได้มากก็คือ แรงเฉือน กลไกดังกล่าวเกิดขึ้นโดยอะตอมที่เรียงตัวในโครงสร้างผลึกอย่างเป็นระเบียบเกิดการเคลื่อนที่เนื่องจากแรงเฉือนในทิศทางหนึ่ง ทำให้ไปดันให้อะตอมถัดไปเกิดการเลื่อนไปในทิศทางเดียวกันระยะทางของการเคลื่อนที่เพียงเล็กน้อยหรือจะเป็นสัดส่วน(fraction)ของระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม(d-spacing) และทำให้เกิดปรากฏการณ์ที่โครงสร้างผลึกที่เกิดการเลื่อนไปจะเป็นเสมือนภาพสะท้อนกับโครงสร้างเดิม ตามรูปที่ 2.4 [16]

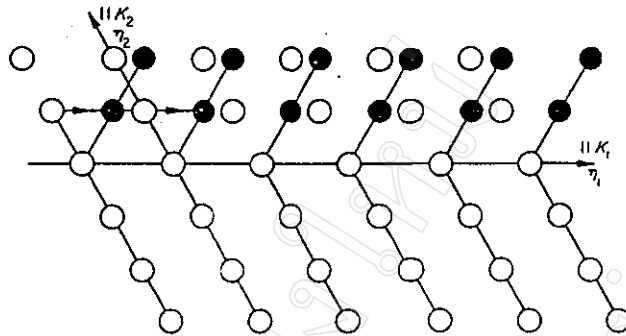
ทวินถือว่าเป็นรูปแบบของการผิดรูป(deformation)ชนิดหนึ่ง ซึ่งแตกต่างจากการผิดรูปที่เกิดจากการเลื่อน (slip) ตามรูปที่ 2.3 เพราะการเลื่อนเกิดจากการเคลื่อนที่ของระนาบของอะตอมในทิศทางที่สวนทางกันและระยะที่อะตอมเกิดการเคลื่อนที่จะมากกว่าระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม [18]



รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกที่เกิดการผิดรูป [16]

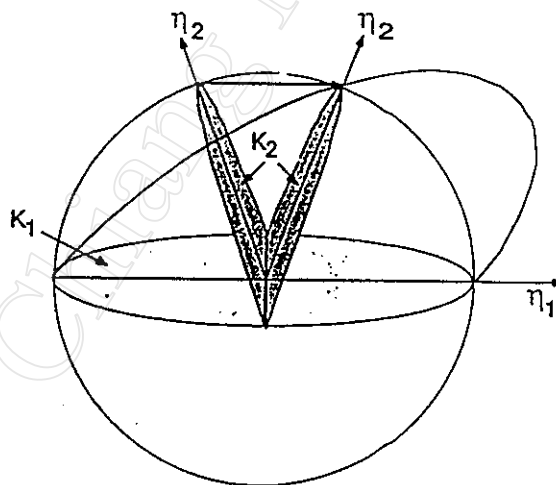
(ก) การผิดรูปแบบการเลื่อน

(ข) การผิดรูปที่เกิดจากทวิน

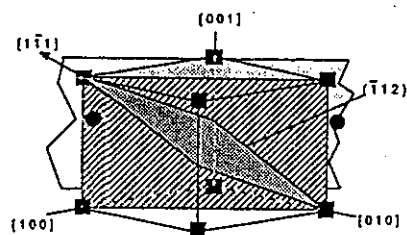


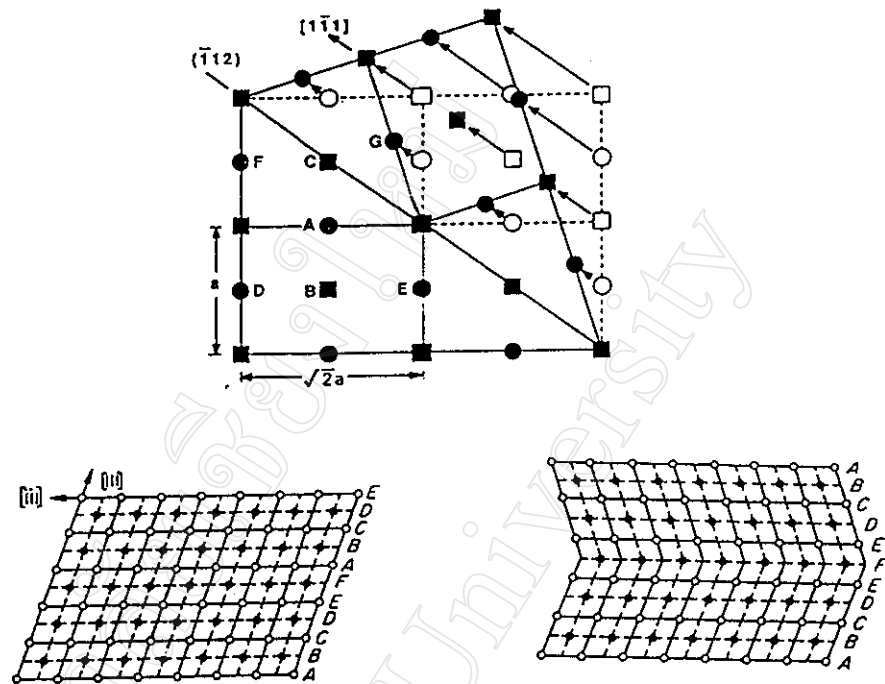
รูปที่ 2.4 การเคลื่อนที่ของอะตอมทำให้เกิด ทวิน [16,18]

การอธิบายการเกิดทวินในระนาบใดๆ ในโครงสร้างผลึกสามารถแสดงได้ด้วยรูปทางเรขาคณิต (geometry) ดังแสดงในรูปที่ 2.5 โดยใช้สัญลักษณ์ η แทน ทิศทางของระนาบ ที่เกิดทวิน และ K แทนระนาบของอะตอม ในการอธิบายทิศทางและ ระนาบที่เกิดทวินอาจจะใช้ทรงกลมแทนโครงสร้างการเรียงตัวของผลึกอย่างเป็นระเบียบ หรือมีสมมาตรแต่เมื่อเกิดการเลื่อนของระนาบอะตอม จะทำให้ทรงกลมเปลี่ยนเป็นวงรี โดยทิศ η_1 และ η_2 และระนาบ K_1 และ K_2 ในรูปที่ 2.4 สัมพันธ์กันดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 เรขาคณิตสัมพันธ์ของทวิน (geometry of twin) โดย K_1 แทน ระนาบที่เป็นรอยต่อของทวิน K_2 แทน ระนาบที่เกิดทวิน η_1 แทน ทิศทางของการเลื่อนของระนาบจากแรงเฉือน η_2 แทน ทิศทางของระนาบที่เกิดทวินที่เปลี่ยนไป [16,18]





รูปที่ 2.7 การเคลื่อนที่ของอะตอมในระนาบ(112) และทิศในการเคลื่อนที่ [111] ของโครงสร้างผลึกแบบ bcc [16]

2.4.2 ทวินเนื่องจากการอบเหนียว (annealing)

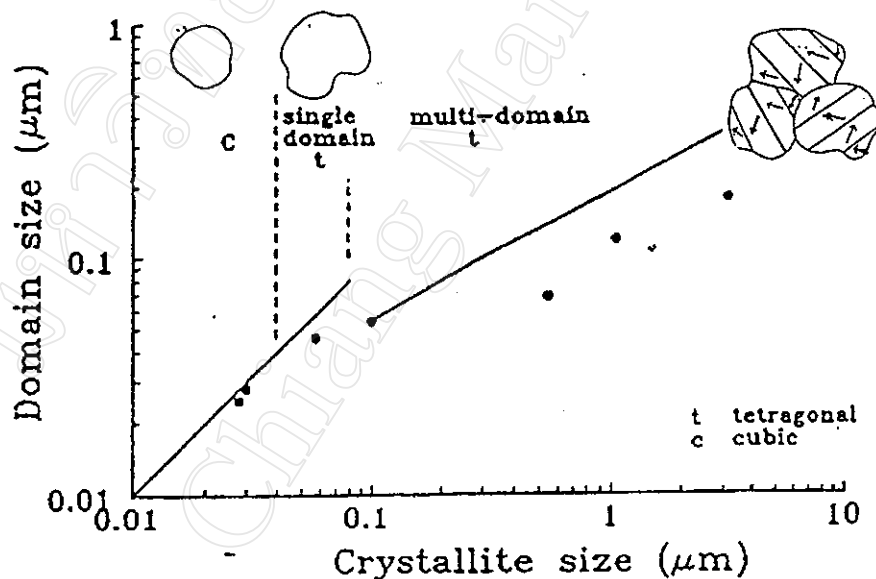
การอบเหนียว หรือการตกผลึกใหม่ (recrystallization) ซึ่งทำให้เกิดการโตของเกรน การโตของเกรน นี้เองที่ส่งผลต่อการเกิดทวินด้วยเหตุผล คือ เพื่อลดพลังงานของรอยต่อ (boundary) ที่จะเกิดขึ้นกับเกรน เพื่อช่วยในการเติบโตของเกรน (grain boundary mobility) และทวินที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นแผ่นขนาน ดังรูปที่ 2.8 [16]



รูปที่ 2.8 ทวินแบบแผ่นขนาน (lamellae twin) [15]

จากการศึกษาทวินในเซรามิกพบว่า โครงสร้างทวินที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์กับขนาดของอนุภาค และเฟอริโรอีเล็กทริกโดเมนดังรูปที่ 2.9 พบว่า ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของเฟอริโรอีเล็กทริกโดเมนกับขนาดของโครงสร้างผลึก แบ่งเป็นสองช่วง จากรูปที่ 2.9 ที่ขนาดของอนุภาคต่ำกว่า 0.1 ไมโครเมตร ความชัน(slope) ความสัมพันธ์จะเท่ากับหนึ่ง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอัตราการโตขึ้นของขนาดของโดเมนจะเท่ากับอัตราการโตขึ้นของขนาดของผลึก และเมื่อขนาดของผลึกมากกว่า 0.1 ไมโครเมตรพบว่า ความชันมีค่ามากกว่าหนึ่ง แสดงว่าอัตราการโตของผลึกมากกว่าอัตราการโตขึ้นของขนาดของโดเมน

สำหรับความสัมพันธ์ของขนาดของโครงสร้างผลึกพบว่า ผลึกที่มีขนาดเล็กจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก และไม่เกิดเฟอริโรอีเล็กทริกโดเมน และในผลึกที่มีขนาดใหญ่ขึ้นประมาณมากกว่า 0.05 ไมโครเมตร พบว่ามีเฟอริโรอีเล็กทริกโดเมน และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล และที่ขนาดของผลึกมากกว่า 0.1 ไมโครเมตร จะพบเฟอริโรอีเล็กทริกโดเมนจำนวนมาก และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล [17]



รูปที่ 2.9 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของผลึก และขนาดของโดเมน [17]

2.5 การเลี้ยวเบน (diffraction)

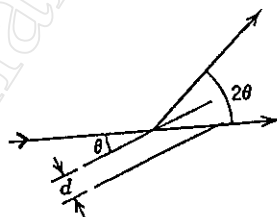
หมายถึงปรากฏการณ์ที่คลื่นเกิดการกระเจิงหรือเลี้ยวเบนด้วยมุมที่สอดคล้องกับสมการของแบรกก์ ทำให้เกิดการแทรกสอดกันขึ้น ซึ่งจะมีการแทรกสอดกันทั้งแบบหักล้าง และแบบเสริมกัน เกิดเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนขึ้นมา

2.5.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction)

หลักการโดยยิงรังสีเอ็กซ์เข้าไปในสารตัวอย่าง รังสีเอ็กซ์จะชนเข้ากับอะตอมของตัวอย่าง แล้วเกิดการกระเจิง ถ้ามุมกระเจิงสอดคล้องกับสมการของแบรกก์ ก็เกิดรูปแบบของการเลี้ยวเบนขึ้นมา

รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.1-100 แองสตรอม เมื่อรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับ ระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม (interplanar spacing) ของผลึก ดังนั้นเมื่อรังสีเอ็กซ์ชนกับอะตอมในผลึกทำให้เกิดปรากฏการณ์เลี้ยวเบน (diffraction) ได้ซึ่งก็อธิบายได้ด้วยสมการของแบรกก์ดังนี้ $n \lambda = 2d \sin \theta$

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นั้นเป็นหลักการที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและชนิดของโครงสร้างผลึกของสาร โดยใช้รังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นเดียว(monochromatic)และมีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะระหว่างอะตอมของผลึก ยิงเข้าไปในตัวอย่างที่มีลักษณะที่เป็นผงหรือเป็นแผ่น เมื่อรังสีเอ็กซ์ชนกับอะตอมในผลึกก็จะเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ปรากฏการณ์เลี้ยวเบนในผลึกของรังสีเอ็กซ์ ที่สอดคล้องกับสมการของแบรกก์ [7]

สมการของแบรกก์

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

n แทน ค่าคงที่ มีค่าเท่ากับ (1,2,3....)

λ แทน ค่าความยาวคลื่น ปกติมีหน่วยเป็นนาโนเมตร

d แทน ระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม (d-spacing)

θ แทน มุมที่รังสีตกกระทบ

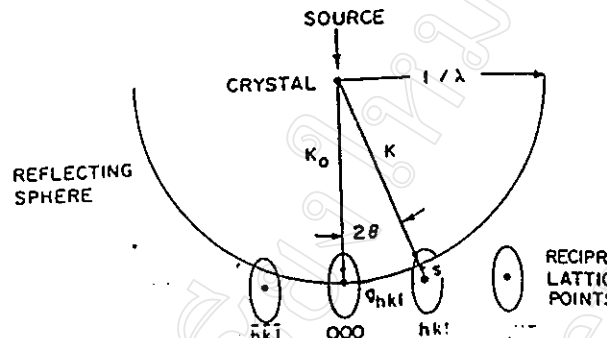
เครื่องมือที่ใช้ในการวัดการเลี้ยวเบนใช้ เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (diffractometer) เป็นเครื่องมือสำหรับหาความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาโดยใช้หัววัดรังสีเอ็กซ์ และใช้หลักการไอออไนเซชัน (ionization) ของก๊าซ โดยอะตอมจะเกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวกและลบและจะวิ่งไปยังขั้วตรงข้ามทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นมา กระแสไฟฟ้าจะไปควบคุมเส้นกราฟที่ได้จะแสดงความเข้มของพีค (peak) ณ ตำแหน่งต่างๆ

เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มีลักษณะที่สำคัญคือ ใช้หัววัดเคลื่อนที่ได้ การเคลื่อนที่ของหัววัด และสารตัวอย่างจะต้องสัมพันธ์กัน เพื่อให้มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบของสารตัวอย่างเท่ากับมุมสะท้อนจากสารตัวอย่างซึ่งเป็นครึ่งหนึ่งของมุมเลี้ยวเบน ความเร็วของหัววัดถูกควบคุมด้วยคอมพิวเตอร์ สำหรับมุมเลี้ยวเบนซึ่งอ่านได้จาก เครื่องนั้นเป็นมุม 2θ เมื่อความเข้มของรังสีเอ็กซ์เข้าหัววัดจะถูกขยายและส่งไปยังเครื่องบันทึกอัตโนมัติ

2.5.2 การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน (electron diffraction)

หลักการยิงอิเล็กตรอนเข้าไปในตัวอย่างที่บางมากๆ หรือมีความหนาอยู่ในช่วงของแองสตรอมถึงนาโนเมตร เกิดการกระเจิง และแทรกสอดของอิเล็กตรอนตามสมการของแบรกก์ ตำแหน่งที่เกิดการเลี้ยวเบน และแทรกสอดแบบเสริมกัน จะเป็นตำแหน่งที่ส่วนกลับของแลตทิซส่วนกลับ (reciprocal lattice) ตัดทรงกลมของอีวาลด์ (Ewald sphere) ดังรูปที่ 2.11

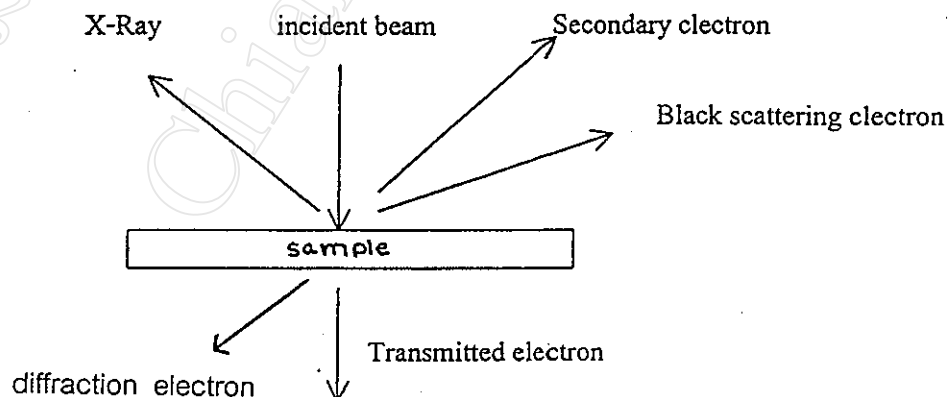
เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนอย่างหนึ่งคือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)



รูปที่ 2.11 การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน [6]

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน อิเล็กตรอนจำนวนมากถูกผลิตจากหลอดทั้งสแตน หรือแลนทานัมเฮกเซโบไรด์ ด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นๆ แล้วเร่งอนุภาคอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นด้วยศักย์ไฟฟ้าแรงสูง แล้วรวมอิเล็กตรอนให้เป็นลำ ด้วยเลนส์รวมอิเล็กตรอน (condenser lense) ซึ่งเป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า(electro magnetic lense) ทำให้ลำอิเล็กตรอนมีพลังงานมากพอที่จะทะลุผ่านตัวอย่างเกิดภาพ แล้วภาพจะถูกขยายด้วยเลนส์สร้างภาพ (objective lense) ซึ่งก็เป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าเช่นกัน ภาพที่ได้อาจจะมีการขยายได้ถึงล้านเท่า กล้อง TEM เป็นกล้องที่พัฒนามาจากกล้องจุลทรรศน์แสง (light microscope) แต่เปลี่ยนจากแสงเป็นลำอิเล็กตรอน อันตรกิริยาระหว่าง อิเล็กตรอนกับวัตถุเมื่อยังอิเล็กตรอนกระทบวัตถุแล้วจะเกิดปรากฏการณ์หลายอย่างดังรูปที่

2.12



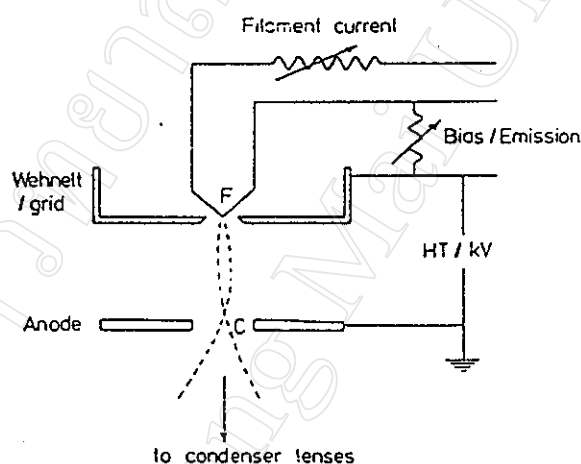
รูปที่ 2.12 อันตรกิริยาที่เกิดจากอิเล็กตรอนกระทบตัวอย่างวัตถุ [10]

ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นสามารถใช้ตัวจับวัดสัญญาณได้ ทำให้สามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และ เชิงปริมาณของสาร หรือโครงสร้างผลึกได้ ตัวอย่างต้องบางมาก และ พลังงานของลำอิเล็กตรอน ต้องสูงมาก เพื่อให้เกิดการทะลุทะลวงของอิเล็กตรอนได้ กล้อง TEM มีระบบที่ไม่ซับซ้อนมาก และมีความคล้ายคลึงกับหลักการของกล้องจุลทรรศน์แสง

ส่วนประกอบที่สำคัญของกล้อง TEM

1. ส่วนผลิตอิเล็กตรอน(electron gun)

การผลิตอิเล็กตรอนในกล้องTEMนิยมทำโดยการให้ความร้อนกับลวดทั้งสแตนหรือ แลนทานัมเฮกซะโบไรด์ เรียกการผลิตอิเล็กตรอนแบบนี้ว่า thermionic emission



รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบโดยทั่วไปของส่วนผลิตอิเล็กตรอน [10]

อนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกผลิตขึ้นจะถูกเร่งให้มีพลังงานค่าหนึ่ง โดยใช้ความต่างศักย์หลายร้อย kV และอิเล็กตรอนเหล่านั้นก็จะถูกดึงดูดด้วยขั้วบวก(anode) ผ่านช่องหรือรูขนาดเล็ก ทำให้อิเล็กตรอนทุกตัววิ่งผ่านจุดๆ หนึ่งซึ่งจะทำหน้าที่คล้ายๆ เป็นจุดกำเนิดของอิเล็กตรอน (virtual source) และ วิ่งตรงไปยังเลนส์รวมอิเล็กตรอน

เงื่อนไขในการควบคุมการผลิตอิเล็กตรอน

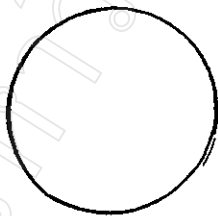
1. กระแสไฟฟ้าที่ให้กับหลอดโลหะ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับหลอดโลหะจะเป็นตัวควบคุมอุณหภูมิ และ จำนวนอิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยออกมา โดยอิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมาจากปลายของหลอดโลหะซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าบริเวณอื่น ทำให้ผลิตอิเล็กตรอนได้มาก และหลอดโลหะไม่ขาดง่าย ซึ่งจะเป็นบริเวณแคบๆ

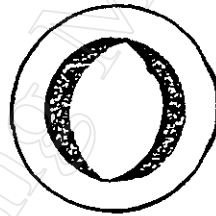
ทุกครั้งเมื่อมีการเปลี่ยนหลอดโลหะต้องปรับสภาพหลอดโลหะให้เหมาะสมต่อการใช้งาน

ขั้นตอนในการปรับสภาพหลอดโลหะ

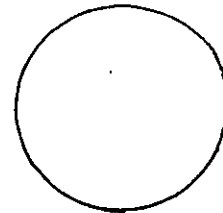
- เพิ่มกระแสไฟฟ้าให้หลอดโลหะจนเห็นลำอิเล็กตรอนเป็นวงกลมสว่างเต็มที่ (รูปที่ 2.9 ก)
- ลดกระแสไฟฟ้าลงจนเห็นเงาสีดำของหลอดโลหะ (รูปที่ 2.9 ข)
- ค่อยๆ เพิ่มกระแสจนเงาสีดำหายไปจนหมด แล้วลดกระแสลงเล็กน้อย (รูปที่ 2.9 ค)
- ภาวะดังกล่าวจะเรียกเป็นภาวะอิ่มตัว(saturated) ภาวะดังกล่าวเป็นภาวะที่จะได้ความเข้ม อิเล็กตรอนสูงที่สุด โดยรักษาอายุการใช้งานของหลอดโลหะ



(ก) เพิ่มกระแสให้หลอดโลหะเต็มที่



(ข) ลดกระแสไฟฟ้าหลอดโลหะ



(ค) เพิ่มกระแสไฟฟ้าให้เงาหลอดโลหะหายไปแล้วลดกระแสลงเล็กน้อย

รูปที่ 2.14 การปรับสภาพหลอดโลหะ [10]

2. wehnelt cap bias

gun bias เป็นตัวควบคุมกระแสไฟฟ้า ที่จะให้กับอิเล็กตรอน เพื่อให้อิเล็กตรอนมีพลังงานค่าหนึ่ง และยังเป็นตัวควบคุมขนาดของพื้นที่ช่วงแคบๆ ที่จะผลิตอิเล็กตรอน ซึ่งจะมีผลต่อความสามารถในความแยกชัด (resolution) ของกล้องด้วย

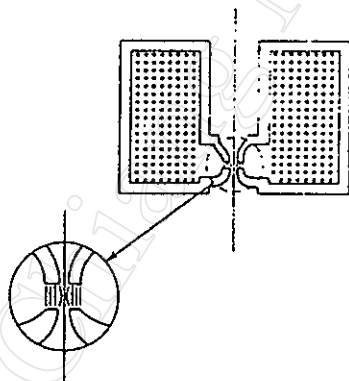
โดยทั่วไป gun bias จะเป็นตัวปรับเพิ่มหรือ ลด กระแสไฟฟ้าของอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถจะสังเกตได้จากความสว่างของลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะมีผลต่อการศึกษาตัวอย่างที่มีความหนาบางไม่เท่ากัน เช่น ตัวอย่างที่บางมาก ต้องลดกระแสลงถ้าไม่ลดลงก็จะเป็นการทำลายตัวอย่างได้ ในปัจจุบันได้ถูกควบคุมไปพร้อมกับ การปรับกระแสไฟฟ้าให้กับหลอดโลหะ

3. accelerating voltage (high tension)

เป็นการเร่งพลังงานให้กับอิเล็กตรอน ตั้งแต่ช่วง หลายร้อย kV ส่วนมากที่ใช้จะอยู่ในช่วง 100-300 kV การเลือกใช้ความต่างศักย์ขึ้นอยู่กับลักษณะของตัวอย่างที่ต้องการศึกษา เพราะการใช้ความต่างศักย์ที่มากเกินไปอาจจะทำให้เกิดการทำลายตัวอย่างได้

4. เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electron magnetic lense)

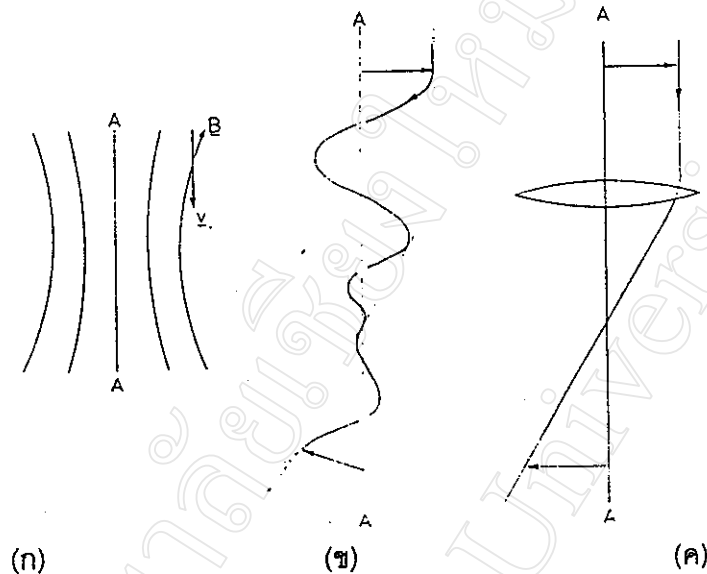
กล้อง TEM จะมีระบบเลนส์จำนวนตั้งแต่ 5-7 เลนส์ในการทำงาน เพื่อสร้างสนามแม่เหล็กไฟฟ้า (electron magnetic field) ที่มีสมมาตร รอบๆ แกนแสง (optic axis) ดังรูป 2.15



รูปที่ 2.15 ภาพเสมือนของเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า [10]

เมื่ออิเล็กตรอนวิ่งมาจากส่วนผลิต และเร่งอนุภาคแล้วจะตรงมายังสนามแม่เหล็กไฟฟ้าอยู่ อิเล็กตรอนวิ่งลงมาด้วยความเร็วค่าหนึ่ง (v) จะเกิดแรงที่มีค่าเท่ากับ $e (B \times v)$ ที่มีทิศทางที่ตั้งฉาก

กับความเร็ว และสนามแม่เหล็ก ตามทิศทางของความเร็ว และ สนามแม่เหล็กไฟฟ้า จะทำให้เกิดการหมุนเป็นเกลียวของอิเล็กตรอนรอบแกนแสง ดังรูป 2.16



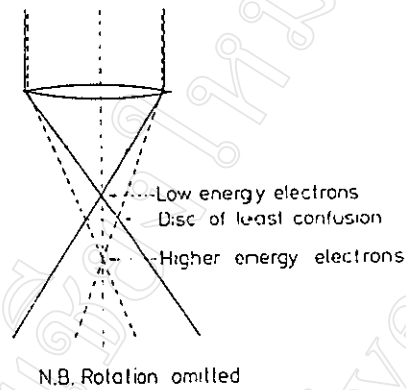
รูปที่ 2.16 ทิศทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนเมื่อวิ่งผ่านเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า [10]

- (ก) ทิศทางของอิเล็กตรอน แรงแม่เหล็กและสนามแม่เหล็ก
- (ข) ทิศทางของอิเล็กตรอนเมื่อผ่านสนามแม่เหล็กไฟฟ้า
- (ค) ทิศทางการวิ่งของอิเล็กตรอนที่ปรับแก้แล้วในกล้อง TEM

การปรับแก้ (calibrate) ความบกพร่องของเลนส์

1. chromatic aberration

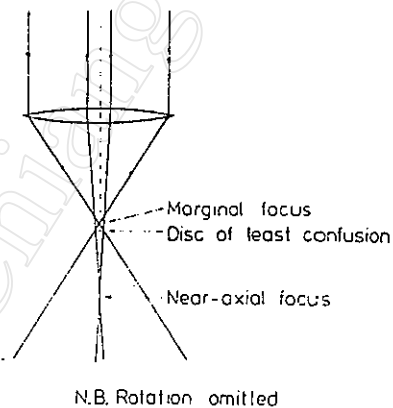
เกิดจากอิเล็กตรอนที่ผลิตออกมามีค่าพลังงาน และ ความยาวคลื่นไม่เท่ากัน ทำให้จุดโฟกัสต่างกันบนแกนแสง ซึ่งทำให้เกิดเป็น disc of confusion แทนที่จะเกิดเป็นจุดโฟกัส ทำให้ค่าความสามารถในการแยกชัดลดลง ดังนั้นจึงพยายามที่จะผลิตอิเล็กตรอนที่มีพลังงานค่าเดียว และ ความยาวคลื่นค่าเดียว ซึ่งเรียกว่า monochromatic เพื่อลดการเกิดข้อผิดพลาดดังกล่าว



รูปที่ 2.17 chromatic aberration ที่เกิดขึ้นกับเลนส์ [10]

2. spherical aberration

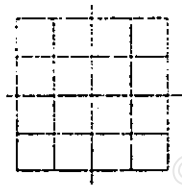
ความคลาดเคลื่อนนี้เกิดจาก ความเป็นทรงกลมของเลนส์ ทำให้ภาพที่ได้ไม่ชัดเจนแนวทางแก้ไข คือสร้างเลนส์ที่มีค่าดัชนีการหักเหที่ไม่เท่ากัน เพื่อให้ระยะการหักเหของอิเล็กตรอนแต่ละตัวตัดกันที่จุดเดียว



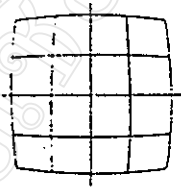
รูปที่ 2.18 spherical aberration ที่เกิดขึ้นในเลนส์ [10]

3. distortion และ astigmatism

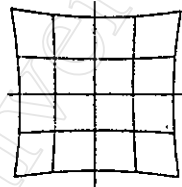
การผิดรูปที่ จะทำให้รูปร่างของภาพที่ได้นั้นเปลี่ยนแปลงไป เรียกปรากฏการณ์ที่ระบบเลนส์ ทำให้ เกิดการบิดเบี้ยวของภาพว่า astigmatism ซึ่งจะเกิดจากระบบเลนส์ที่ไม่มีสมมาตรรอบๆ แกน แสง ลักษณะของการผิดรูป ดังแสดงในรูป 2.19



(ก) square



(ข) barrel



(ค) pincushion

รูปที่ 2.19 distortion และ astigmatism ที่เกิดจากระบบเลนส์ที่ไม่สมมาตร [10]

2.6 การหาค่าคงที่ของกล้อง (camera constant , $L\lambda$)

1. นำกริท (grit) ทองแดง ซึ่งเคลือบด้วยพอลิเมอร์ คือ ฟอรัมวา (formvar) ไปเคลือบทองด้วยเครื่องเคลือบทองในสุญญากาศ (gold sputtering) ทองที่มาเกาะบนพอลิเมอร์ จะมีลักษณะเป็นเกรนขนาดเล็กจำนวนมาก

2. นำตัวอย่างในข้อ 1 ถ่ายภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน บันทึกค่า r ที่ค่า L ต่างๆ กัน

3. นำค่า r ไปหาค่า d -spacing จาก JCPDS Database ของทอง

4. แทนค่า r ลงไปในสมการ $L\lambda = rd$ เพื่อหาค่า $L\lambda$ ออกมา

ในการถ่ายภาพรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน แต่ละครั้งจะต้องกำหนดค่า ความต่างศักย์ที่ใช้ด้วยเสมอ เนื่องจากที่ความต่างศักย์ที่ต่างกันก็จะให้ค่า λ ที่แตกต่างกันตามสมการ

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (1)$$

λ แทน ความยาวคลื่น ปกติมีหน่วย แองสตรอม(Å)

h แทน ค่าคงที่ของพลังค์

mv แทน โมเมนตัมของอนุภาคอิเล็กตรอน

$$\frac{1}{2}mv^2 = Ve \quad (2)$$

$\frac{1}{2}mv^2$ แทน ความต่างศักย์ มีหน่วยเป็น โวลต์

e แทน ประจุของอิเล็กตรอน

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{(2meV)}} \text{ Å} \quad (3)$$

$$\lambda = \frac{12.236}{\sqrt{V}} \text{ Å} \quad (4)$$

เมื่อแทนค่าต่างๆ ลงไปในสมการ (4) ก็จะได้ λ ที่ kV ต่างๆ ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า kV และ λ

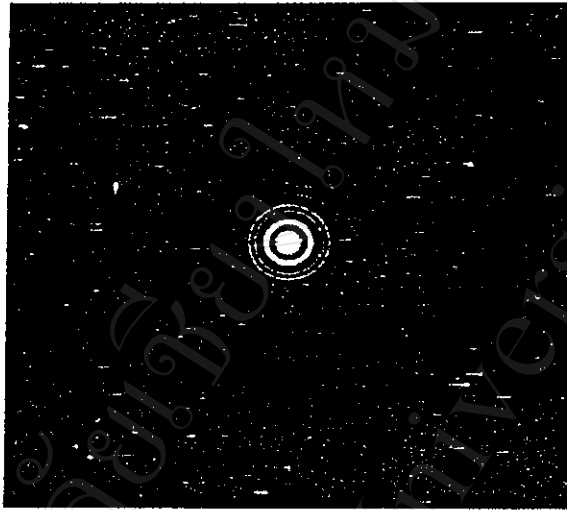
k V	40	60	80	100	200	500	1000
$\lambda \text{ \AA}$	0.0602	0.0487	0.0418	0.0370	0.0251	0.0142	0.0087

ตารางที่ 2.4 ค่าคงที่ของกล้องที่คำนวณได้ ณ ความต่างศักย์ที่ 100 k V และที่ค่า camera length (L) เป็นดังนี้

camera length (cm)	$L\lambda \text{ (\AA)}$
10	0.4129
15	0.6182
20	0.7670
30	1.1207
50	1.7982
60	2.1522
80	2.9500
100	3.7170
120	4.3893
150	5.5977
200	7.6697
250	8.0238

รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของทองที่ใช้ในการหาค่าคงที่ของกล้องที่ความต่างศักย์ 100 kV ที่ค่าความยาวกล้อง (L) ต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.22 - 2.31

โดยระนาบที่สมนัยกับแต่ละวง ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.27 ซึ่งรูปอื่นๆก็ทำนองเดียวกัน ซึ่งค่า d-spacing ของทองมีค่าดังนี้ d_1 เท่ากับ 2.36 d_2 เท่ากับ 2.04 และ d_3 เท่ากับ 1.23



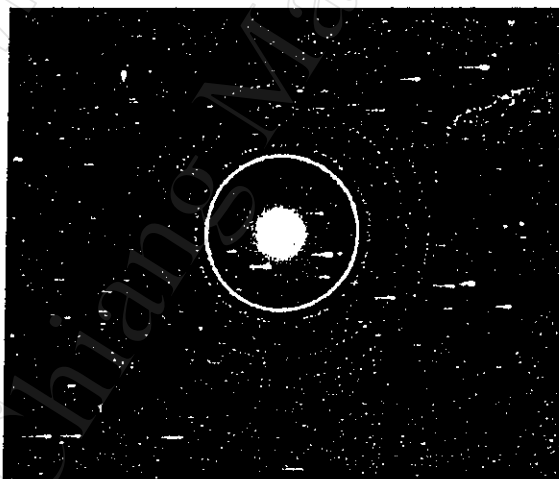
รูปที่ 2.20 ความยาวกล้อง 10 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



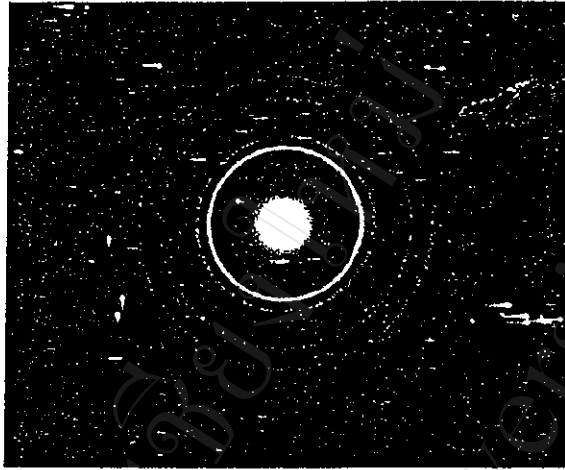
รูปที่ 2.21 ความยาวกล้อง 15 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



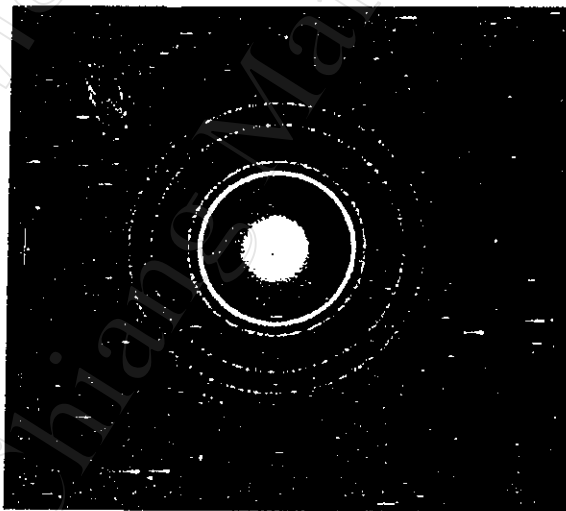
รูปที่ 2.22 ความยาวกล้อง 20 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



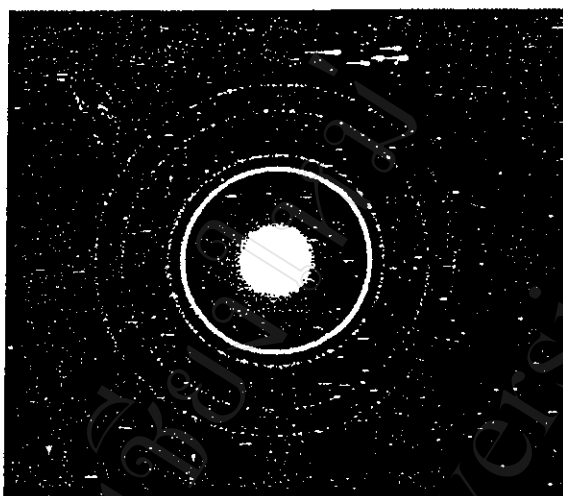
รูปที่ 2.23 ความยาวกล้อง 30 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



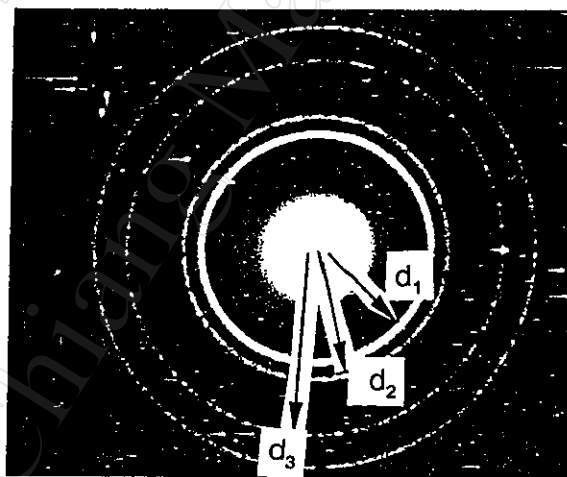
รูปที่ 2.24 ความยาวกล้อง 50 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



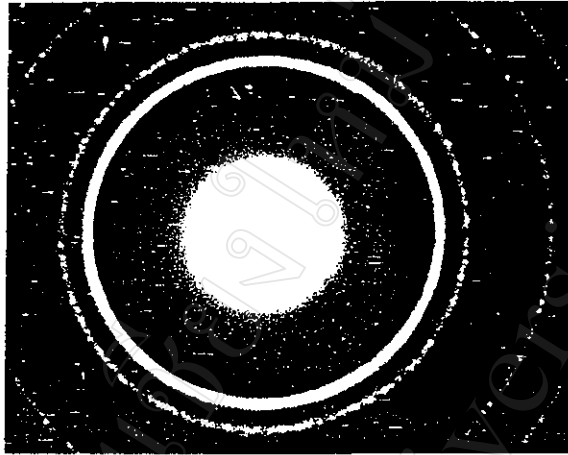
รูปที่ 2.25 ความยาวกล้อง 60 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



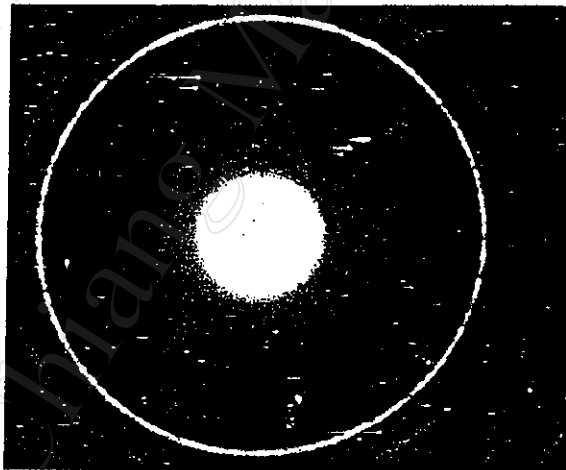
รูปที่ 2.26 ความยาวคลื่น 80 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



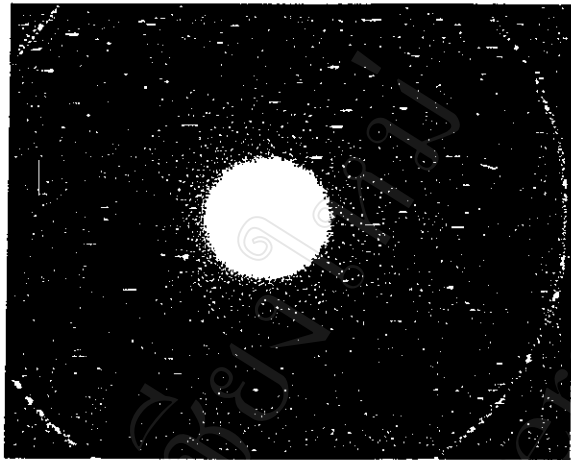
รูปที่ 2.27 ความยาวคลื่น 100 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



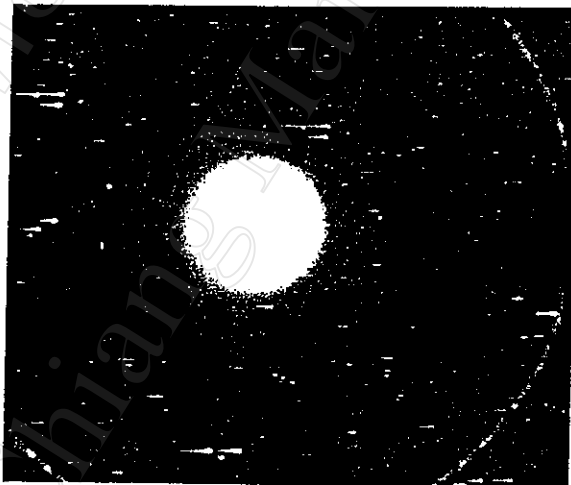
รูปที่ 2.28 ความยาวคลื่น 120 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



รูปที่ 2.29 ความยาวคลื่น 150 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



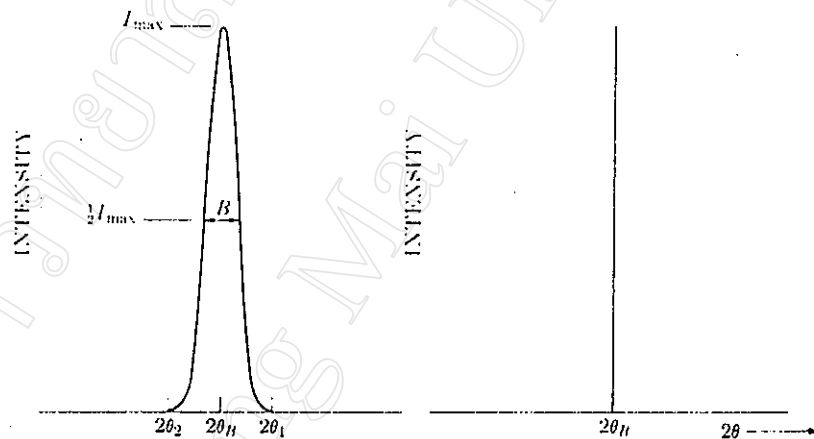
รูปที่ 2.30 ความยาวกล้อง 200 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV



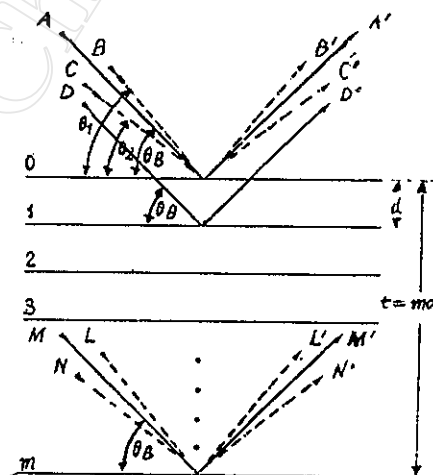
รูปที่ 2.31 ความยาวกล้อง 250 cm ค่าความต่างศักย์ 100 kV

2.8 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยเทคนิค XRD

การหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ใช้หลักการคือ ให้อัตราส่วนที่มีความหนา เป็น t เมื่อรังสีเอ็กซ์ถูกยิงเข้าไปในตัวอย่าง จะเกิดการกระเจิง ของรังสีในมุมต่างๆ ตามความหนา และจำนวนชั้นของระนาบของตัวอย่าง หากมุมที่กระเจิงสัมพันธ์กับสมการของแบรกก์ ก็จะมีค่าความเข้มสูงที่สุดและรังสีที่กระเจิงด้วยมุมที่มากกว่าหรือน้อยกว่ามุม 2θ ก็จะทำให้ความเข้มที่น้อยกว่า แต่จะไม่ใช่เป็นศูนย์ ความเข้มจะลดลงและเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องเป็นเส้นโค้ง (hypothetical) แต่จะไม่มีค่าเป็นศูนย์ จึงทำให้เกิดเป็นรูปพีค (peak) ของความเข้มขึ้นมาเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังรูป 2.32 และสัมพันธ์กับรูปการกระเจิงรูปที่ 2.3 [7]



รูปที่ 2.32 พีคที่เกิดขึ้นเนื่องจากผลของความหนาของตัวอย่าง [7]



รูปที่ 2.32 ผลของการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ที่สอดคล้องกับสมการของแบรกก์
ในระนาบของอะตอม [7]

จากรูปที่ 2.33 การกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ในตัวอย่างที่มีความหนา โดยให้ A และ M เป็น รังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบนระนาบแรกของตัวอย่างที่สอดคล้องกับมุม 2θ ของแบรกก์ และ A และ M เป็น รังสีที่กระเจิงสอดคล้องกับสมการของแบรกก์ ทำให้เกิดความเข้มของรังสีมากที่สุด สำหรับ รังสีอื่นๆ เป็นรังสีที่ตกกระทบบน และกระเจิงแบบ หักล้าง (out of phases) และ B คือ ระยะห่างระหว่าง $(2\theta_1 - 2\theta_2)$ โดย θ_1 เป็นมุมที่ตกกระทบบนที่กว้างที่สุด และ θ_2 เป็นมุมตกกระทบบนที่เล็กที่สุด และ θ_0 เป็นมุมตกกระทบบนที่สอดคล้องกับสมการของแบรกก์ [7]

การคำนวณหาค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ย ทำได้ดังนี้

จากสมการ

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

$$\text{เมื่อ } n = (\dots m-1, m, m+1, \dots)$$

จากรูปที่ 2.33 จะได้ว่า $t = m \cdot d$

และ

$$2t \sin \theta_1 = (m+1)\lambda \quad (2)$$

$$2t \sin \theta_2 = (m-1)\lambda \quad (3)$$

(2)-(3) จะได้

$$t(\sin \theta_1 - \sin \theta_2) = 2\lambda \quad (4)$$

$$2t \cos \frac{(\theta_1 + \theta_2)}{2} \sin \frac{(\theta_1 - \theta_2)}{2} = 2\lambda \quad (5)$$

เมื่อ θ มีค่าน้อยๆ จะได้ว่า $\sin \theta = \theta$

$$\text{ฉะนั้นจะได้ว่า } t \cos \frac{(\theta_1 + \theta_2)}{2} \frac{(\theta_1 - \theta_2)}{2} = \lambda \quad (6)$$

เมื่อ θ_1 และ θ_2 มีค่าใกล้เคียงกับ θ_0 จะได้ว่า

$$\text{จาก } B = (2\theta_1 - 2\theta_2) = (\theta_1 - \theta_2)$$

$$\text{แต่ } (\theta_1 + \theta_2) = 2\theta_0$$

จาก $B = (2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2$

$$2t \cos \frac{\theta_B}{2} (B) = \lambda$$

$$t B \cos \theta_B = \lambda$$

จะได้ $t = \frac{\lambda}{B \cos \theta_B}$

เมื่อ t แทน ความหนาของตัวอย่าง

B แทน ความกว้างของครึ่งหนึ่งของความสูงของพีค หน่วยเป็นเรเดียน

θ_1 แทน มุมตกกระทบที่มากกว่ามุม θ_B

θ_2 แทน มุมตกกระทบที่น้อยกว่ามุม θ_B

θ_B แทน มุมตกกระทบที่สมนัยกับสมการของแบรกก์

λ แทน ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ปกติมีหน่วยเป็น นาโนเมตร

2.8 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

1) เมื่อได้รูปแบบการเลี้ยวเบนแล้ว วัดระยะห่างระหว่างตำแหน่งสว่างต่างๆ จากตำแหน่งกลาง โดยวัดตำแหน่งๆ ต่างๆ จากฟิล์ม โดยแทนด้วยสัญลักษณ์เป็น (r) หรือถ้ารูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้เป็นวงกลม ก็ทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางเพื่อหารัศมี

2) นำค่า r ที่ได้ มาคำนวณหาค่า d โดยค่า $L\lambda$ ได้คำนวณไว้ในตารางที่ 2.4

$$\text{จากสมการ } L\lambda = rd$$

โดย L แทน ค่าความยาวกล้อง หน่วย เซนติเมตร (cm)

λ แทน ค่าความยาวคลื่น หน่วย นาโนเมตร (nm)

r แทน ระยะห่างระหว่างตำแหน่งสว่างจากตำแหน่งของ

transmitted beam หน่วยเป็นเซนติเมตร (cm)

d แทน ค่าระยะห่างระหว่างระนาบของ อะตอม หน่วย แองสตรอม (Å)

- 3) นำค่าระยะห่างระหว่างระนาบอะตอม ซึ่งเป็นระยะห่างระหว่างอะตอมเปรียบเทียบกับค่าที่มีในฐานข้อมูล JCPDS database
- 4) ตรวจสอบความสัมพันธ์เชิงเวกเตอร์
- 5) ตรวจสอบมุมระหว่างระนาบ hkl เช่น โครงสร้างผลึกแบบคิวบิก จะใช้สมการ

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}$$

โดย $h_1 k_1 l_1$ และ $h_2 k_2 l_2$ แทน ระนาบที่ 1 และ 2

$\cos \phi$ แทน ค่ามุมระหว่างสองระนาบ

- 6) หา zone axis และ ตรวจสอบความถูกต้องโดยใช้ weiss zone law
การหา zone axis จะอาศัยความสัมพันธ์ ดังนี้

$$u = k_1 l_2 - k_2 l_1$$

$$v = l_1 h_2 - l_2 h_1$$

$$w = h_1 k_2 - h_2 k_1$$

$$\begin{vmatrix} h_1 & k_1 & l_1 & h_1 & k_1 & l_1 \\ x & x & x & x & x & x \\ h_2 & k_2 & l_2 & h_2 & k_2 & l_2 \end{vmatrix}$$

weiss zone law

$$hu + kv + lw = 0$$

$$hu + kv + lw = N = \pm 1, \pm 2, \dots$$