

ผลของขนาดลำอิเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ต่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน

Effects of Electron Probe Size in Scanning Electron Microscope on Quantitative Energy

Dispersive X-ray Analysis

มงคล กองทุ่งมน (Mongkol Kongtungmon)* ดร.มานิช นาคสาทา (Dr.Manoch Naksata)**

บทคัดย่อ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เป็นเครื่องมือสำคัญในการผลิตผลงานวิจัยในปัจจุบัน กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงานเพิ่มเติมสามารถที่จะให้ข้อมูลทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในงาน ในการวิจัยนี้ทำการทดสอบผลกระทบจากผลของขนาดลำอิเล็กตรอนที่เปลี่ยนไปจากการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ส่งผลกระทบต่อลักษณะของพีครังสีเอ็กซ์ลักษณะเฉพาะ และผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน โดยทำการศึกษาภายใต้ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV โดยแปรค่าขนาดลำอิเล็กตรอน 25 30 35 40 และ 45 ในการวิจัยนี้ใช้ทองเหลืองที่มี ทองแดง (Cu) และสังกะสี (Zn) เป็นวัสดุในการทำวิจัย ค่าความคลาดเคลื่อนที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยการเพิ่มขนาดลำอิเล็กตรอน จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงานต่อไป

ABSTRACT

Scanning electron microscopy (SEM) is an important research and production tool. SEM equip with an energy-dispersive X-ray spectrometer (EDS) can collect and qualitatively or quantitatively characterize element information about the bulk sample or its surface contaminant. In this work, electron probe size in SEM affecting characteristic x-ray peaks and quantitative energy dispersive x-ray (EDX) analysis were studied including accelerating voltage (20 kV), probe size 25, 30, 35, 40, 45. Investigation was performed on materials including pure element (Cu, Zn), a Cu-Zn alloy (brass). Errors in calculation of chemical composition compare with chemical analysis by ICP-OES, the confidential limit and the appropriate operating parameters for quantitative SEM-EDX analysis were discussed.

คำสำคัญ: กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด การวิเคราะห์เชิงปริมาณ การวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน ขนาดของลำอิเล็กตรอน

Key Words: Scanning electron microscope (SEM), Quantitative analysis, EDS, Probe size

* นักศึกษา หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์และฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

** อาจารย์ สาขาวิชาวัสดุศาสตร์และฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

บทนำ

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโตรเมตรีรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy dispersive x-ray spectrometry, EDS) ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีบทบาทสำคัญมากในการวิเคราะห์ธาตุในชิ้นงานด้านวิทยาศาสตร์ชีวภาพ วิทยาศาสตร์กายภาพ และอุตสาหกรรม ในระดับจุลภาค

Castaing (Castaing, 1951) ประมาณค่าความเข้มข้นของพีครังสีเอ็กซ์ลักษณะเฉพาะที่เกิดจากชิ้นงานจะเป็นอัตราส่วนแบบคร่าว ๆ กับสัดส่วนของมวลอะตอม เมื่อวัดอัตราส่วนของความเข้มข้นระหว่างชิ้นงานกับสารมาตรฐาน (อาจเป็นสารบริสุทธิ์หรือสารประกอบที่ทราบค่าความเข้มข้นที่แน่นอน) ก็จะได้อัตราส่วนคร่าว ๆ ของมวลหรืออัตราส่วนโดยมวลของธาตุที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง ซึ่งสมมติฐานดังกล่าวในปัจจุบันมักจะถูกนำมาใช้กับการวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์เชิงปริมาณ และถูกเรียกว่า “ค่าการประมาณแรกของ Castaing ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Castaing’s first approximation to quantitative analysis)” ซึ่งอยู่ในรูปสมการดังนี้

$$C_i/C_{(i)} = I_i/I_{(i)} = k_i \quad (1)$$

เมื่อ C_i และ I_i เป็นความเข้มข้น และความสูงของพีครังสีเอ็กซ์ของธาตุ i ตามลำดับ ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ความสูงของพีครังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นจากชิ้นงานจะถูกเทียบกับความสูงของพีครังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากสารมาตรฐาน $I_{(i)}$ และสัดส่วนความเข้มข้นระหว่างชิ้นงานกับสารมาตรฐาน $C_{(i)}$ คืออัตราส่วนระหว่างความสูงของพีครังสีเอ็กซ์ระหว่างชิ้นงานกับสารมาตรฐานจะเรียกว่า “k-ratio” (Goldstein, 2003)

ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเชิงปริมาณส่วนใหญ่แล้วการวัดค่าความเข้มข้นของพีค จากชิ้นงาน และสารมาตรฐานจำเป็นต้องมีค่าปรับแก้เนื่องจากความแตกต่างหลายประการเช่น ปริมาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ ความหนาแน่นของชิ้นงาน โอกาสการเกิดรังสีเอ็กซ์ การดูดกลืนและเรืองรังสีเอ็กซ์ซึ่งส่งผลต่อความ

เข้มข้นของพีค (Zhu, Wu, and Tafto, 2003) I_i และ $I_{(i)}$ จำเป็นต้องตรวจวัดคนละเวลาดังนั้น ต้องแน่ใจว่าสถานะของการวิเคราะห์ไม่เปลี่ยนแปลงระหว่างที่วัดชิ้นงาน และสารมาตรฐาน (Lifshin *et al.*, 1998) ซึ่งเป็นหน้าที่ของผู้ผลิตในการออกแบบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ให้กระแสอิเล็กตรอนคงที่เป็นเวลานานได้ มิฉะนั้นจะไม่สามารถใช้สมการข้างต้นในการคำนวณหาความเข้มข้นของธาตุในชิ้นงานได้ ปัจจัยที่ซับซ้อนส่วนมากเกิดขึ้นจากชิ้นงานที่ตรวจสอบไม่เหมือนกับสารมาตรฐานจึงต้องมี ปัจจัยตรวจแก้เนื่องจากผลของเลขอะตอม (atomic number, Z) การดูดกลืน (absorption, A) และการเรือง (fluorescence, F) หรือที่รู้จักกันทั่วไปว่า “ZAF factors” (Jones, 1992) (Newbury, 1998) อัตราส่วน k จะถูกนำไปคูณกับปัจจัยตรวจแก้เหล่านี้เพื่อคำนวณหาความเข้มข้น ดังนี้

$$C_i = k \times Z \times A \times F \quad (2)$$

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ติดตั้งตัววัด EDS จะรวมคอมพิวเตอร์ และโปรแกรมวิเคราะห์ธาตุเข้าด้วยกันเพื่อให้มีความคล่องตัวเพื่อที่จะวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณได้อย่างรวดเร็ว โปรแกรมวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุมีความก้าวหน้ามากขึ้นจนกระทั่งเป็นระบบอัตโนมัติโดยไม่มีการใช้สารมาตรฐาน (Newbury, 1998) อย่างไรก็ตามระบบอัตโนมัติมีข้อด้อยเพราะผู้ใช้งานไม่ทราบขั้นตอนที่โปรแกรมใช้ในการคำนวณและผลของตัวแปรต่าง ๆ ในกล้องที่มีต่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณ การวิเคราะห์ในหลายกรณีจึงไม่มีความน่าเชื่อถือ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาปัจจัยที่มีผลกระทบต่อความแม่นยำในการวิเคราะห์เชิงปริมาณรังสีเอ็กซ์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และหลักการคำนวณปัจจัยตรวจแก้จากหลักพื้นฐานเทียบกับค่าที่ได้จากการรายงานจากเครื่องมือวิเคราะห์และความเข้มข้นจริงของชิ้นงาน เพื่อให้ได้แนวทางในการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย EDS ให้มีความน่าเชื่อถือ

วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษาผลของขนาดลำอิเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่มีผลต่อความสูงพิก พื้นที่ได้พิก และผลของความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์เชิงปริมาณโลหะผสม
2. เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณในข้อ 1. กับการคำนวณทางทฤษฎีจากหลักพื้นฐาน และเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีโดยวิธี ICP-OES

วิธีการวิจัย

วัสดุและสารเคมี

วัสดุที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วยทองแดงบริสุทธิ์ (99.998%) สังกะสีบริสุทธิ์ (99.996%) จากบริษัท ผาแดงอินดัสทรี จำกัด (มหาชน) และทองเหลือง B-60-P03 จากบริษัท ยามาได-เอ็มเอส จำกัด ประเทศญี่ปุ่น

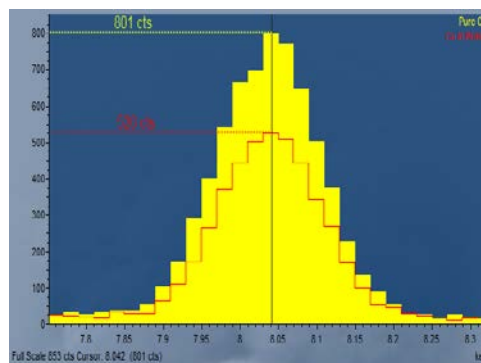
การวิเคราะห์องค์ประกอบเชิงปริมาณด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES

เนื่องจากทองเหลือง B-60-P03 ไม่ทราบองค์ประกอบทางเคมีที่แน่นอนจำเป็นต้องมีการหาองค์ประกอบทางเคมีของโลหะทองเหลืองด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES รุ่น Optima 7300DV จากบริษัท Perkin Elmer จำกัด ประเทศสหรัฐอเมริกา

การวิเคราะห์องค์ประกอบเชิงปริมาณด้วย SEM-EDS

ตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะถูกตัดให้มีขนาด 1 x 1 เซนติเมตรและขึ้นเรือน (mount) ขึ้นงานเพื่อให้ชิ้นงานอยู่ในระยะงาน (working distance) เดียวกันชัดเจน งดด้วยวิธีการเตรียมชิ้นงานทั่วไป และก่อนทำการวิเคราะห์ทุกครั้งต้องการมีชัดเจนงานก่อนเพื่อการจัดชั้นออกไซด์ที่อาจเกิดขึ้นบนผิวชิ้นงาน จากนั้นทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) รุ่น JSM 5910LV ที่ติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์แบบการกระจายพลังงาน (Oxford Instrument Analytical รุ่น 7274)

โดยใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ (INCA the microanalysis) วิเคราะห์ผลจากขนาดลำอิเล็กตรอนที่มีต่อลักษณะพิก K ของธาตุต่าง ๆ ในสเปกตรัม SEM-EDS โดยกำหนดให้ศักย์เร่งมีค่าเป็น 20 kV ทำการแปรขนาดลำอิเล็กตรอน 25 30 35 40 และ 45 เวลาประมวลผล 6 (ค่าของขนาดลำอิเล็กตรอนและค่าเวลาประมวลผลไม่มีหน่วยเนื่องจากเป็นค่าที่อ่านได้จากโปรแกรมสำเร็จรูป) ความสูงพิกและพื้นที่ใต้พิกอ่านได้จากโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ (INCA the microanalysis) ดังรูปที่ 1 จากนั้นคำนวณองค์ประกอบทางเคมีทางทฤษฎีจากหลักพื้นฐาน (ZAF) เปรียบเทียบความคลาดเคลื่อนกับค่าที่ได้จากการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES และผลที่ได้จากโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ (INCA the microanalysis)



รูปที่ 1 สเปกตรัมของ Zn K α จากสารมาตรฐานและชิ้นงานที่ทดสอบภายใต้ขนาดลำอิเล็กตรอน 40 kV ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV เวลาประมวลผล 6 ระยะงาน 10 มิลลิเมตร

ผลการวิจัย

ผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบเชิงปริมาณด้วยเทคนิคทางเคมี (ICP-OES)

ผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES ในชิ้นงานทองเหลืองพบว่า ปริมาณความเข้มข้นของทองแดงและสังกะสีในทองเหลืองมีค่าเท่ากับ 66.26% และ 33.74% ตามลำดับ

ในการวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาความแม่นยำในการหาองค์ประกอบทางเคมีของสังกะสีและทองแดงในโลหะผสมทองเหลืองเป็นหลักจึงไม่มีการวิเคราะห์หาองค์ประกอบย่อยอื่น ๆ ในชิ้นงานทดสอบ

ผลจากขนาดลำอิเล็กตรอนอิเล็กตรอน ที่มีต่อความสูงพีกและ พื้นที่ใต้พีก

เมื่อเพิ่มขนาดของลำอิเล็กตรอนจาก 25 เป็น 30 35 40 และ พบว่าปริมาณความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีกของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นตามขนาดลำอิเล็กตรอนที่มีขนาดเพิ่มขึ้น และมีความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนนเชียล (exponential) โดยเมื่อนำค่าของความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีก ไปเขียนกราฟเทียบกับขนาดลำอิเล็กตรอน ในรูปของ log scale พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรง ดังรูป รูปที่ 1 (ก) และ (ข)

ขนาดของลำอิเล็กตรอนที่ใหญ่ขึ้น ส่งผลให้มีปริมาณอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่ตกบนชิ้นงานหรือกระแสอิเล็กตรอน (i_p) เพิ่มขึ้น ไปกระตุ้นอะตอมให้ปลดปล่อยรังสีเอกซ์มากขึ้น ดังนั้นความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีกจึงเพิ่มขึ้นตามขนาดของลำอิเล็กตรอนด้วย Newbury (Newbury, 2004) ได้เสนอสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีกรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับขนาดลำอิเล็กตรอนไว้ดังนี้

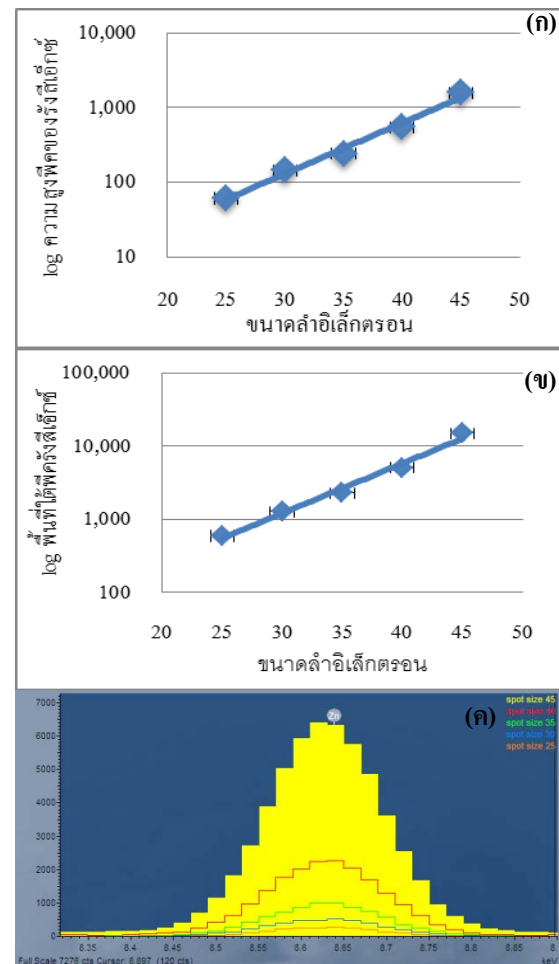
$$I_c = \frac{3\pi^2}{16} \beta \frac{d_p^{8/3}}{C_s^{2/3}} a(U-1)^n \quad (3)$$

ในกรณีนี้ทำการวัดความสูงพีกโดยเพิ่มขนาดลำอิเล็กตรอนจาก 25-45 ภายใต้ศักย์เร่งอิเล็กตรอน ระยะงานเดียวกัน ดังนั้นหากหาสัดส่วนระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอนที่เพิ่มขึ้นด้วยการแทนที่ขนาดลำอิเล็กตรอน (d_p) ในสมการ 3 ซึ่งในสภาวะที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเดียวกันค่าตัวแปรอื่นจะเป็นค่าคงที่ จะได้ว่า

$$\frac{I_{c40}}{I_{c35}} = \frac{d_{p40}^{8/3}}{d_{p35}^{8/3}} = \frac{(40)^{8/3}}{(35)^{8/3}} = 1.4277$$

จากผลการทดลองความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีกที่ขนาดลำอิเล็กตรอนเท่ากับ 40 มีค่า 548 และ 5078

ตามลำดับ ขนาดลำอิเล็กตรอน 35 มีค่า 244 และ 2275.8 ตามลำดับ สัดส่วนของความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีกมีค่าเท่ากับ 2.2459 และ 2.2313 ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้ไม่ใกล้เคียงกับทฤษฎีเนื่องจากการเพิ่มขึ้นของลำอิเล็กตรอนที่ใช้ในการทดลองนี้ไม่ได้เพิ่มขึ้นเป็นแบบเชิงเส้นจนทำให้ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอน (d_p) กับกระแสอิเล็กตรอน (i_p) ไม่แปรผันตรง จึงทำให้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอนต่อความสูงพีกรังสีเอกซ์มีการเพิ่มขึ้นแบบเอกซ์โพเนนเชียล ดังรูปที่ 2(ก) และ (ข)



รูปที่ 2 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอนต่อความสูงพีกที่มีความสัมพันธ์แบบ เอกซ์โพเนนเชียล **(ข)** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอนต่อพื้นที่ใต้พีกของ

Zn K_{α} ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV เวลาประมาณผล 6 ระยะงาน 10 มิลลิเมตร (ค) สเปกตรัมของ Zn K_{α} ภายใต้ขนาดลำอิเล็กตรอน 25 30 35 40 และ 45 ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV เวลาประมาณผล 6 ระยะงาน 10 มิลลิเมตร

ผลของ ขนาดลำอิเล็กตรอน ที่มีต่อความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

เมื่อเพิ่มขนาดลำอิเล็กตรอนจาก 25 เป็น 30 35 40 และ 45 ภายใต้ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV ระยะงาน 10 มิลลิเมตร เวลาประมาณผล 6 เมื่อหาความเข้มข้นสังกะสีในโลหะผสมทองเหลืองด้วยวิธี ZAF พบว่าขนาดลำอิเล็กตรอนเพิ่มขึ้นมีผลให้ความแม่นยำในการหาความเข้มข้นของสังกะสีในโลหะผสมทองเหลืองมีแนวโน้มลดลง ดังตาราง 1 แต่การเพิ่มขนาดลำอิเล็กตรอนจะไปเพิ่มผลกระทบกับชิ้นงานที่ไม่นำไฟฟ้าหรือนำไฟฟ้าได้น้อยทำให้เกิดการสะสมประจุ (charging) เนื่องจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิบนชิ้นงานไม่สามารถถ่ายเทออกไปได้ (Newbury, 2004) นอกจากนี้ยังอาจทำลายชิ้นงานได้ แต่การทดลองนี้ใช้ส่วนประกอบธาตุที่มีโลหะทองเหลืองที่ประกอบด้วยทองแดง (29) และสังกะสี (30) ที่สามารถนำไฟฟ้าได้เป็นอย่างดีจึงดังกล่าวจึงไม่ส่งผลกระทบ

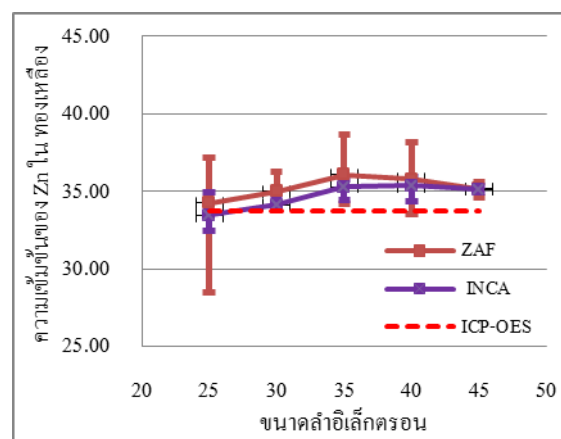
ผลจากการคำนวณองค์ประกอบทางเคมีด้วยทฤษฎีจากหลักพื้นฐานด้วยวิธี ZAF เปรียบเทียบกับองค์ประกอบทางเคมีที่ได้จากโปรแกรมการวิเคราะห์การกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์สำเร็จรูป (Oxford INCA microanalysis) พบว่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน 20 kV ขนาดลำอิเล็กตรอน 30-40 ค่าที่คำนวณได้จากวิธี ZAF มีค่าสูงกว่าค่าความเข้มข้นจริงและมีความแม่นยำน้อยกว่าผลที่ได้จากโปรแกรมสำเร็จรูป รูป 2 เหตุเป็นเช่นนี้เนื่องจากการวัดค่าความสูงพีคของโลหะสังกะสีบริสุทธิ์ที่ได้มีค่าน้อยกว่าที่ควร สาเหตุคาดว่าน่าจะเกิดจากการเกิดการสะสมคาร์บอนที่ผิวบริเวณที่ทำการวิเคราะห์ (carbon contamination) จากอิเล็กตรอนพลังงานสูง

ทำลายชิ้นงานโดยทั้งเป็นรอยไหม้ไว้บนชิ้นงาน ทำให้สัดส่วนความเข้มข้นที่ได้มีค่าสูงกว่าที่ควร วิธีแก้ไขต้องทำความสะอาดผิวชิ้นงานเพื่อลดการเกิดออกซิเดชันที่ผิวชิ้นงานจนเกิดชั้นโลหะออกไซด์เคลือบที่ผิว แต่ที่น่าสังเกตคือค่าความเข้มข้นจากโปรแกรมสำเร็จรูปมีค่าใกล้เคียงค่าความเข้มข้นจริงมากกว่า

แต่ที่น่าสังเกตคือผลที่ได้จากการคำนวณ ZAF มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันกับผลที่ได้จากโปรแกรมสำเร็จรูปจนมีค่าเท่ากันที่ขนาดลำอิเล็กตรอน 45 ดังตาราง 1

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยวิธีคำนวณจากหลักพื้นฐาน (ZAF) โปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณสำเร็จรูป (INCA) และการใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีโดยวิธี ICP-OES แสดงปริมาณความเข้มข้นของสังกะสีในโลหะผสมทองเหลือง

ขนาดลำอิเล็กตรอน	25	30	35	40	45
วิธีวิเคราะห์เชิงปริมาณ					
ZAF	34.24	34.98	36.05	35.78	35.13
INCA	33.44	34.13	35.29	35.34	35.13
ICP-OES	33.74				



รูปที่ 2 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดลำอิเล็กตรอนต่อความเข้มข้น Zn ในโลหะผสมทองเหลืองที่ได้จากการคำนวณแบบ ZAF ของ Zn K_{α} เปรียบเทียบกับผลจากโปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณสำเร็จรูป (INCA) และการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิคทางเคมีโดยวิธี ICP-OES

อภิปรายและสรุปผลการวิจัย

1. เมื่อเพิ่มขนาดของลำอิเล็กตรอนจาก 25 เป็น 30 35 40 และ 45 ปริมาณความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีกของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นจากชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นตามขนาดลำอิเล็กตรอนที่มีขนาดเพิ่มขึ้น และมีความสัมพันธ์แบบเอ็กซ์โพเนนเชียล (exponential) เมื่อนำค่าของความสูงพีกและพื้นที่ใต้พีก ไปเขียนกราฟเทียบกับขนาดลำอิเล็กตรอน ในรูปของ log scale พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรง

2. ขนาดลำอิเล็กตรอนเพิ่มขึ้นจะมีผลให้ความแม่นยำในการหาความเข้มข้นของสังกะสีในโลหะผสมทองเหลืองมีแนวโน้มลดลงและการเพิ่มขนาดอิเล็กตรอนจะไปเพิ่มผลกระทบกับชิ้นงานที่ไม่นำไฟฟ้าหรือนำไฟฟ้าได้น้อยทำให้เกิดการสะสมประจุ (charging) ดังนั้นขนาดลำอิเล็กตรอนที่เพิ่มขึ้นย่อมส่งผลเสียต่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณทั้งในแง่ของความแม่นยำขององค์ประกอบทางเคมีและอาจทำลายชิ้นงานที่ใช้ทดลอง สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงานสำหรับโลหะผสมทองเหลืองด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) รุ่น JSM 5910LV ที่ติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน (Oxford Instrument Analytical รุ่น 7274) โดยใช้โปรแกรมวิเคราะห์เชิงปริมาณ (INCA the microanalysis) คือการใช้ขนาดลำอิเล็กตรอน 25

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ สำหรับทุนสนับสนุนการวิจัย

ขอขอบคุณ ห้องปฏิบัติการวิจัยโลหะวิทยา ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ สำหรับความอนุเคราะห์สถานที่ในการทดลอง

ขอขอบคุณ ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สำหรับเครื่องมือในการวิเคราะห์จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารอ้างอิง

- Castaing, R. 1951. Application Of Electron Probe To Local Chemical And Crystallographic Analysis. University Of Paris.
- Goldstein, Joseph. 2003. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
- Jones, I, and Institute of Materials (London, England). 1992. Chemical Microanalysis : Using Electron Beams. London: The Institute of Materials.
- Lifshin, Eric, Necip Doganaksoy, Jane Sirois, and Raynald Gauvin. 1998. Statistical Considerations in Microanalysis by Energy-Dispersive Spectrometry. Microscopy and Microanalysis 4 (06): 598–604.
- Newbury, Dale E. 1998. Standardless Quantitative Electron-Excited X-ray Microanalysis by Energy-Dispersive Spectrometry: What Is Its Proper Role? Microscopy and Microanalysis 4 (06): 585–597.
- Newbury, Dale E. 2004. Assessing Charging Effects on Spectral Quality for X-ray Microanalysis in Low Voltage and Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy. Microscopy and Microanalysis 10 (06) (December 1).
- Zhu, Yimei, Lijun Wu, and J. Taftø. 2003. Accurate Measurements of Valence Electron Distribution and Interfacial Lattice Displacement Using Quantitative Electron Diffraction. Microscopy and Microanalysis 9 (5) (October): 442–456.