

การเตรียมตัวอย่างทางวัสดุศาสตร์

สำหรับการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ดลฤดี โตเย็น

นักวิจัย

ฝ่ายเครื่องมือและวิจัยทางวิทยาศาสตร์

สถาบันวิจัยและพัฒนาแห่งมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

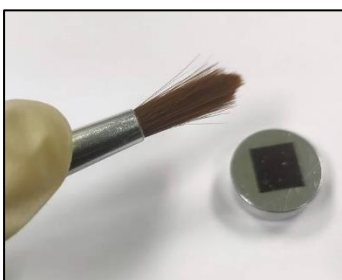
ในปัจจุบัน งานวิจัยและการพัฒนาทางด้านวัสดุศาสตร์ มีความจำเป็นที่จะต้องศึกษาและวิเคราะห์องค์ประกอบหรือโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งมีอิทธิพลโดยตรงต่อสมบัติของวัสดุนั้นๆ โดยเทคนิคทางกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) นับว่าเป็นเทคนิคที่สำคัญและได้รับความนิยม เนื่องจากเป็นเทคนิคที่ให้ข้อมูลพื้นฐานของโครงสร้าง พื้นผิว หรือรูปร่างของวัสดุอย่างชัดเจนที่ กำลังขยายสูง รวมไปถึงสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในบริเวณที่สนใจด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS) นอกเหนือไปจากนั้นการเตรียมตัวอย่างก่อนศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนๆ มีความสำคัญเป็นอย่างยิ่งเพื่อให้ได้ตัวอย่างที่มีคุณสมบัติที่ดีและสามารถศึกษาและบันทึกภาพภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้อย่างมีประสิทธิภาพ ซึ่งเตรียมตัวอย่างทางด้านวัสดุศาสตร์สามารถเตรียมได้ดังต่อไปนี้คือ

1. การเตรียมตัวอย่างให้แห้ง

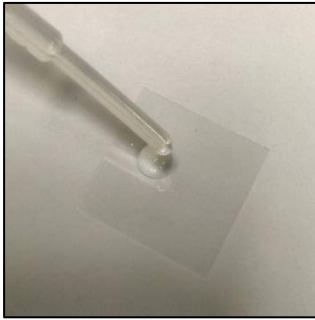
ก่อนที่จะศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) จำเป็นที่จะต้องลดความชื้นของตัวอย่างให้น้อยกว่า 6% เพื่อลดการสะสมประจุ (Charging effect) ที่ผิวของชิ้นงานซึ่งส่งผลโดยตรงต่อการบันทึกภาพ และต้องเก็บรักษาชิ้นงานในตู้ดูดความชื้น (Desiccator) หรือกล่องที่มีการบรรจุซิลิกาเจล (Silica gel) ก่อนที่จะนำชิ้นงานมาติดลงบนแท่นติดตัวอย่างต่อไป

2. การติดตัวอย่างบนแท่นติดตัวอย่าง

ตัวอย่างที่เป็นผง

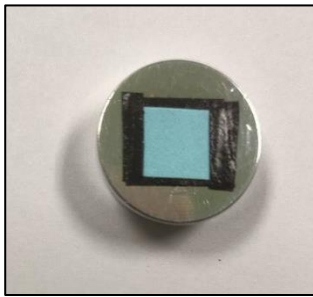


▪ วิธีโดยตรง ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นผงสามารถนำไปติดบนแท่นติดตัวอย่างได้โดยนำตัวอย่างที่เป็นผงกระจายอย่างสม่ำเสมอลงบนแท่นติดตัวอย่างที่มีเทปคาร์บอน (Carbon tape) เพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้า และใช้ที่เป่าลม (Blower) เป่าผงส่วนเกินออกเพื่อป้องกันการปนเปื้อนภายในกล้องจุลทรรศน์ฯ



- **วิธีเตรียมบนสารแขวนลอย** ในกรณีที่ตัวอย่างมีขนาดเล็กกว่า 10 ไมโครเมตร การเตรียมโดยวิธีการโดยตรงนั้นอาจทำให้ตัวอย่างมีการเกาะกลุ่มกัน ทำให้เกิดการเคลือบผิวไม่ทั่วถึงและเกิดการสะสมของประจุ ไม่ก่อเกิดสัญญาณเข้าสู่หัววัด ดังนั้นวิธีการแก้ปัญหาโดยการทำให้ผงตัวอย่างเป็นสารแขวนลอย โดยนำตัวอย่างไปกระจายตัวในตัวทำละลายที่เหมาะสมเช่น เมทานอล (Methanol) หรืออะซิโตน (Acetone) แล้วนำไปเขย่าในเครื่องปั่นเหวี่ยงชนิดความเร็วสูง (Ultrasonic) แล้วนำหลอดหยด ดูดสารละลายหยดลงบนกระจกขนาดเล็กทิ้งไว้ให้แห้ง หรือนำใส่ตู้ดูดความชื้นแล้วติดลงบนแท่นติดตัวอย่างต่อไป

ชิ้นตัวอย่างขนาดใหญ่



- ศึกษาบริเวณพื้นผิวของตัวอย่าง สามารถนำตัวอย่างที่ต้องการศึกษา ตัดให้มีขนาดเล็กกว่าแท่นติดตัวอย่างและสามารถติดลงบนเทปกาวคาร์บอนได้ทันที
- ศึกษาโครงสร้างภายใน, การกระจายตัวของสารตัวเติมในวัสดุเชิงประกอบ หรือพื้นที่หน้าตัดของตัวอย่าง ทำได้โดยนำชิ้นตัวอย่างจุ่มในไนโตรเจนเหลว (อุณหภูมิ = $-192\text{ }^{\circ}\text{C}$) ทำการหักตัวอย่างก่อนที่จะนำตัวอย่างมาติดบนแท่นตัวอย่างต่อไป

3. การฉาบผิวตัวอย่าง

การฉาบผิวตัวอย่างเพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้าที่สภาวะความสุญญากาศสูงและลดความเสียหายจากความร้อนของลำอิเล็กตรอนที่กระทบกับตัวอย่าง โดยโลหะที่นิยมนำมาใช้ในการฉาบผิวได้แก่ (Au) มีขนาด Gain size เท่ากับ 5-10 นาโนเมตร หรือแพลตตินัม (Pt) ที่มีขนาด Gain size เท่ากับ 2-3 นาโนเมตรสำหรับงานที่ต้องการความละเอียดและจำเป็นต้องใช้กำลังขยายสูง โดยการเคลือบผิวตัวอย่างนั้นไม่ควรมีความหนาหรือบางจนเกินไป โดยควรมีความหนาอยู่ที่ประมาณ 10 ถึง 20 นาโนเมตรเพราะอาจจะไม่เห็นรายละเอียดของตัวอย่างที่ต้องการศึกษา จากนั้นนำตัวอย่างเข้าศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดต่อไป

เอกสารอ้างอิง

วิทยากรณ์ กรองทอง. (2545). การเตรียมตัวอย่างชนิดผงสำหรับเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/210_67-69.pdf. วันที่สืบค้นข้อมูล 1 ตุลาคม 2563.

Amanda M. Schrand. (2005). Polymer Sample Preparation for Electron Microscopy. [Online]. Accessible from <https://www.cambridge.org/core/services/aop-cambridge-core/content/view/S143192760551064X>. Accessed 1 October 2020.