



การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับแบบ 3 มิติโดยใช้ลำไอออน 3D Electron Backscattered Diffraction by Using Focused Ion Beam

นาท เสาวดี¹

บทคัดย่อ

การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (electron backscattered diffraction, EBSD) เป็นเทคนิคการตรวจด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (electron microscopy) อย่างหนึ่งซึ่งใช้ในการศึกษาเกี่ยวกับผลึก (crystal) เกรน (grain) และขอบเกรน (grain boundaries) ในผลึกของแข็ง เทคนิคดังกล่าวสามารถใช้ในการวัดทิศการวางตัวของผลึก (crystal orientation) ในแต่ละเกรนได้และสามารถนำไปใช้ในการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างระดับไมโครของผลึกได้ การเก็บข้อมูลแผนภาพทิศการวางตัวของผลึกใน 2 มิติ (2D orientation map) ไม่สามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับความเอียงและโครงสร้างที่แท้จริงของเกรนและขอบเกรนได้ ดังนั้นในการศึกษาโครงสร้างอย่างละเอียดเฉพาะจุดจึงต้องการข้อมูลแบบ 3 มิติ การเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ ที่นิยมใช้ในปัจจุบันคือ การใช้ลำไอออนในการตัดชั้นระนาบของสารตัวอย่างที่ละเอียดและเก็บข้อมูล EBSD แบบ 2 มิติ ในแต่ละชั้นแล้วนำมาเรียงต่อกันเป็น 3 มิติ ประเด็นของสารตัวอย่างที่ต้องคำนึงถึงเมื่อต้องนำมาเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ ได้แก่ การนำไฟฟ้า ความซับซ้อนของโครงสร้างผลึก และความเสียหายบนผิวหน้าเมื่อมีการตัดด้วยลำไอออน

ABSTRACT

Electron backscattered diffraction (EBSD) is an electron microscopic technique used in investigating of specimen crystallographic grains and grain boundaries in solid crystalline. This technique is mainly used to measure crystal orientation of grains in a specimen. This information is used in analysis of microstructural properties of the crystalline. Two dimensional crystal orientation maps cannot provide information about grain boundaries inclination and true structure of grains and grain boundaries. In specific site analysis for deep detail, it needs 3D orientation map. Currently, a technique widely used in 3D-EBSD data collection is using focused ion beam (FIB) serial sectioning. In the technique, the specimen is milled by the FIB to create a new plane and 2D-EBSD data on each milled plane is collected. The data set is restacked to

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น อำเภอเมือง จังหวัดขอนแก่น 40002

reconstruct 3D-EBSD. Material issues to be considered in 3D-EBSD data collection are material's conductivity, complexity of crystal structure and surface damage due to FIB milling.

คำสำคัญ: การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ อีบีเอสดี อีบีเอสดี 3 มิติ ลำไอออน เอฟไอบี

Keywords: Electron backscattered diffraction, EBSD, 3D-EBSD, Focused ion beam, FIB

บทนำ

การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับหรือเรียกย่อว่า EBSD เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก โดยที่ระบบ EBSD จะเป็นส่วนขยายที่ติดตั้งในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (scanning electron microscope, SEM) รวบรวม (pattern) ของการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electrons) ออกมาจากผิวของสารตัวอย่างถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1928 โดย นิชิวกะและคิคุชิ (Nishikawa and Kikuchi., 1928) และผู้ที่อธิบายพลศาสตร์ของการเกิดร้วการแทรกสอดนี้ได้คือคิคุชิ ดังนั้นร้วการแทรกสอดนี้จึงมีชื่อเรียกว่า “ร้วคิคุชิ” (Kikuchi pattern) หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า ร้ว EBSD จากนั้นเทคนิค EBSD ได้ถูกพัฒนามาอย่างต่อเนื่อง ในปี ค.ศ. 1954 กลุ่มของอลัม (ALAM et al., 1954) เป็นกลุ่มแรกที่เริ่มนำเทคนิค EBSD มาวิเคราะห์ผลึกของสาร เช่น LiF, KI, NaCl, PbS₂ และเทคนิคนี้เริ่มใช้งานได้จริงในปี ค.ศ. 1992 เมื่อดิงลีย์และแรนเดิล (Dingley and Randle., 1992) ได้นำกล้องทีวีสำหรับแสงความเข้มต่ำ (low light level TV camera) มาใช้ในการบันทึกร้วคิคุชิ ปัจจุบันเริ่มมีการนำเทคนิค EBSD ไปใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกมากขึ้นและได้มีการพัฒนาการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ (3D-EBSD) สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างเฉพาะจุดอย่างละเอียด ในบทความนี้จะอธิบายส่วนประกอบของระบบ EBSD การเกิดร้วการแทรก

สอด EBSD การเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติโดยวิธีการใช้ลำไอออน (ion beam) ผลของการใช้ลำไอออนต่อคุณภาพของร้ว EBSD รวมถึงสิ่งที่ต้องพิจารณาเกี่ยวกับสารตัวอย่างที่จะนำมาเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ

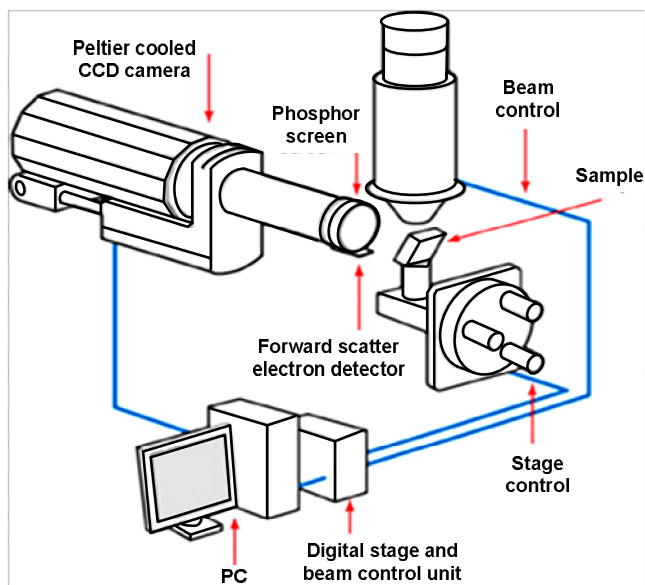
ส่วนประกอบของระบบ EBSD

รูปที่ 1 แสดงส่วนประกอบหลักของระบบ EBSD ที่ประกอบเพิ่มเติมเข้าไปในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่งโดยรายละเอียดของแต่ละส่วนมีดังนี้

- ที่ยึดตัวอย่าง (sample holder) จะเอียงประมาณ 70 องศา กับแนวระดับซึ่งเป็นมุมที่ทำให้เกิดความเข้มของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับไปสู่กล้องบันทึกภาพได้สูง และเพื่อให้อิเล็กตรอนที่สะท้อนจากผิวหน้าของสารตัวอย่างสะท้อนลงข้างล่างและไม่ไปรบกวนร้วการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกมาจากผิวของตัวอย่าง

- ลำอิเล็กตรอน (electron beam) เป็นลำอิเล็กตรอนอันเดียวกันกับที่ใช้ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง

- ฉากเรืองแสง (fluorescent screen) เป็นฉากโปรเจกต์ที่ฉาบไว้ด้วยฟอสฟอรัส (phosphorus) และติดไว้ที่หน้ากล้อง CCD (charge-coupled device) เพื่อให้เกิดการเรืองแสงเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบทำให้เกิดร้วการแทรกสอดของอิเล็กตรอน



รูปที่ 1 แผนภาพแสดงส่วนประกอบหลักของระบบ EBSD (ดัดแปลงจาก Oxford Instruments HKL and Carl Zeiss 3D EBSD on CrossBeam® manual)

- กล้อง CCD (CCD camera) ตรวจจับการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่เกิดบนฉากเรืองแสงจะถูกบันทึกด้วยกล้อง CCD ที่มีความไวแสงสูง ทั้งนี้เนื่องจากวิธีการแทรกสอดมีความเข้มแสงน้อยมาก

- ท่อติดตั้งสูญญากาศ (vacuum interface cylinder): เนื่องจากอุปกรณ์ทั้งหมดจะต้องติดตั้งเพิ่มเติมเข้ากับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง ดังนั้นกล้อง CCD จึงต้องติดตั้งไว้ในท่อสูญญากาศที่สามารถยืดออกและหดเข้าได้เพื่อไม่ให้กล้อง CCD ไปขวางการทำงานของชิ้นใช้งานอย่างอื่นในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง

- ระบบอิเล็กทรอนิกส์สำหรับควบคุม (electronic controller) การทำงานจะต้องมีระบบอิเล็กทรอนิกส์ควบคุมถ้าอิเล็กทรอนิกส์เคลื่อนที่ของแท่นวางตัวอย่าง (stage) และอื่น ๆ

- คอมพิวเตอร์ (computer): ข้อมูลภาพรั้วการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับจะถูกบันทึกและประมวลผลในคอมพิวเตอร์

หลักการเกิดริ้ว EBSD

หลักการเกิดรีว EBSD เริ่มจากเมื่อลำอิเล็กตรอนตกกระทบผิวสารตัวอย่างดังรูปที่ 1 อิเล็กตรอนบางส่วนจะสะท้อนที่ผิวและจะมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่แทรกซึม (penetrate) เข้าไปได้ผิวของสารตัวอย่างความลึกของอิเล็กตรอนที่แทรกซึมเข้าไปได้ผิวของสารตัวอย่างจะขึ้นกับพลังงานหรือศักย์ไฟฟ้าที่ใช้เร่งอิเล็กตรอน มุมตกกระทบของลำอิเล็กตรอนและความแข็ง (hardness) ของสารตัวอย่าง อิเล็กตรอนที่แทรกซึมเข้าไปได้ผิวบางส่วนจะถูกดูดกลืนไปและจะมีอิเล็กตรอนจำนวนหนึ่งที่สามารถกระเจิงกลับออกมาจากผิวของสารตัวอย่างได้ รูปที่ 2 แสดงการจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนโดยใช้โปรแกรมคาสีโน (Casino simulator) (Drouin., 2007) ของลำอิเล็กตรอน 20kV ตกกระทบผิวของ SrTiO_3 ด้วยมุม 70 องศา สีแดงคือทางเดินของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกมาจากผิว ส่วนสีน้ำเงินคืออิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืนไปในสารตัวอย่าง อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกมาจากฟลักที่ผิว

ของสารตัวอย่างด้วยมุมที่สอดคล้องกับเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg's condition) (สมการที่ (1)) จะเกิดการแทรกสอดทำให้เกิดริ้ว EBSD (สามารถอ่านเพิ่มเติมได้ที่ Wikipedia the free encyclopedia (2014), Bragg's law)

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

เมื่อ n คือ จำนวนเต็มใด ๆ

λ คือความยาวคลื่นอิเล็กตรอน

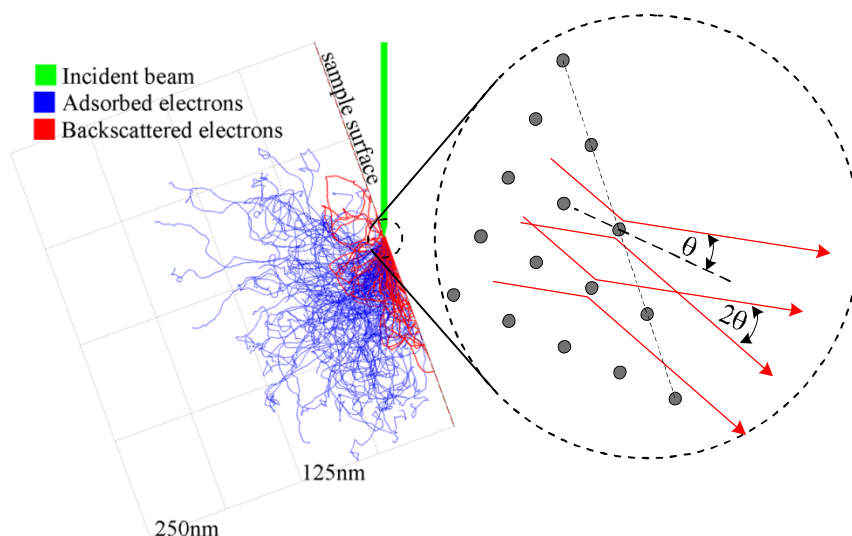
d คือระยะห่างระหว่างระนาบที่ทำให้เกิดการกระเจิงกลับของอิเล็กตรอน

θ เรียกว่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) ดังรูปที่ 2

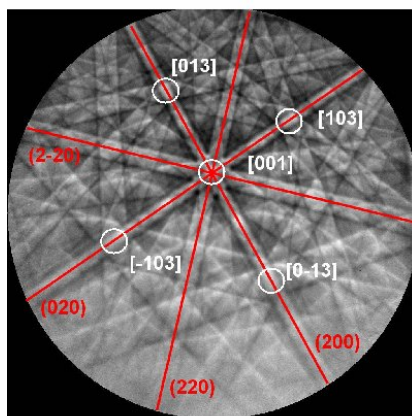
รูปที่ 3 คือตัวอย่างริ้วคิคุชิ หรือริ้ว EBSD ของผลึก Ni ลักษณะของริ้ว EBSD ที่ได้จะมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างของผลึก ณ จุดที่ลำอิเล็กตรอนตกกระทบผิวของสารตัวอย่าง โดยลักษณะของริ้ว EBSD มีความสัมพันธ์กับโครงสร้างผลึก ดังนี้

- แถบ (band) ในริ้วคิคุชิ เรียกว่า แถบคิคุชิ (Kikuchi band) แต่ละแถบเกิดจากการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับจากระนาบที่ต่างกัน นั่นคือ แถบคิคุชิ 1 แถบจะบอกถึงการมีอยู่ของระนาบ 1 ระนาบ ดังนั้นแถบคิคุชิจึงสามารถระบุดัชนี (index) ได้เหมือนดัชนีของระนาบดังเช่นตัวเลขสีแดงที่กำกับแถบแต่ละแถบในรูปที่ 3 เส้นตรงสีแดงในรูปที่ 3 คือแนวกลางของแต่ละแถบ

- ความกว้างของแถบคิคุชิ (Kikuchi band width) มีความสัมพันธ์กับระยะห่างระหว่างระนาบที่อิเล็กตรอนกระเจิงกลับออกมาและมาแทรกสอดเป็นแถบคิคุชินั้น ๆ เมื่อสามารถระบุดัชนีของแถบใดได้ก็จะสามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบนั้น ๆ ได้ ซึ่งจะสามารถนำไปคำนวณแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) ได้ต่อไป แต่ในการใช้งาน EBSD โดยทั่วไปยังไม่มีการใช้งานลักษณะนี้



รูปที่ 2 แผนภาพการจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนโดยใช้โปรแกรมคาสีโน (Casino simulator) (Drouin., 2007) ของลำอิเล็กตรอน 20 kV ตกกระทบผิวของ SrTiO_3 ด้วยมุม 70 องศา สีแดงคือทางเดินของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกมาจากผิว สีน้ำเงินคืออิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืน แผนภาพวงกลมใหญ่คือภาพขยายเพื่ออธิบายการเกิดริ้ว EBSD



รูปที่ 3 ตัวอย่างของรีเวิร์บ EBSD ของ Ni ตัวเลขสีแดง คือ ดัชนีของแถบและสีขาวคือดัชนีของแกนโซน (zone axes) (Oxford Instruments HKL and Carl Zeiss 3D EBSD on CrossBeam® manual)

- จุดตัดของแถบคิคูชิ คือ โปรเจกชันของแกนโซน (zone axes) ของผลึกบนฉากเรืองแสง ดังนั้นแต่ละจุดตัดจึงสามารถกำกับด้วยเลขดัชนีของแกนโซนได้ (ตัวเลขสีขาวในรูปที่ 3) ตำแหน่งของจุดบนรีเวิร์บการแทรกสอดจะบอกถึงทิศการวางตัวของผลึก ดังนั้นจุดตัดของแถบคิคูชิจึงสามารถใช้ในการวัดทิศการวางตัวของผลึก ณ ตำแหน่งที่ลำอิเล็กตรอนตกกระทบผิวของสารตัวอย่างได้ในปัจจุบันการวัดทิศการวางตัวของผลึกเป็นการใช้งานหลักของ EBSD ในการวิเคราะห์ผลึกของสาร

- จำนวนสมมาตรรอบจุดตัดในรีเวิร์บ EBSD มีความสัมพันธ์กับสมมาตรของผลึกที่กำลังศึกษา โดยทฤษฎีแล้วข้อมูลเหล่านี้สามารถนำไปใช้ในการจำแนกชนิดของผลึกได้แต่ผลึกหลายอย่างมีโครงสร้างผลึกคล้ายกันจึงให้จำนวนสมมาตรรอบจุดตัดเหมือนกันทำให้เป็นการยากที่จะจำแนกชนิดของผลึกจากรีเวิร์บ EBSD

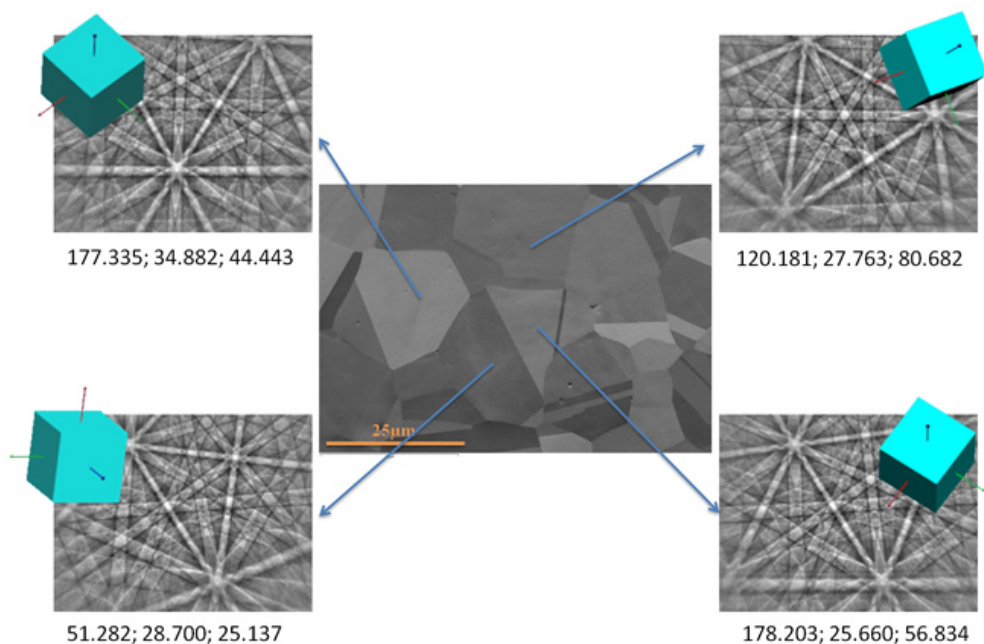
การวัดทิศการวางตัวของผลึก

ดังที่กล่าวมาแล้วรูปแบบการใช้งานหลักของ EBSD ในปัจจุบันคือ การวัดทิศการวางตัวของผลึกสำหรับผลึกที่ไม่ใช่ผลึกเดี่ยว (single crystal) ทิศการวางตัวของผลึกของแต่ละเกรนจะต่างกันไปทิศการ

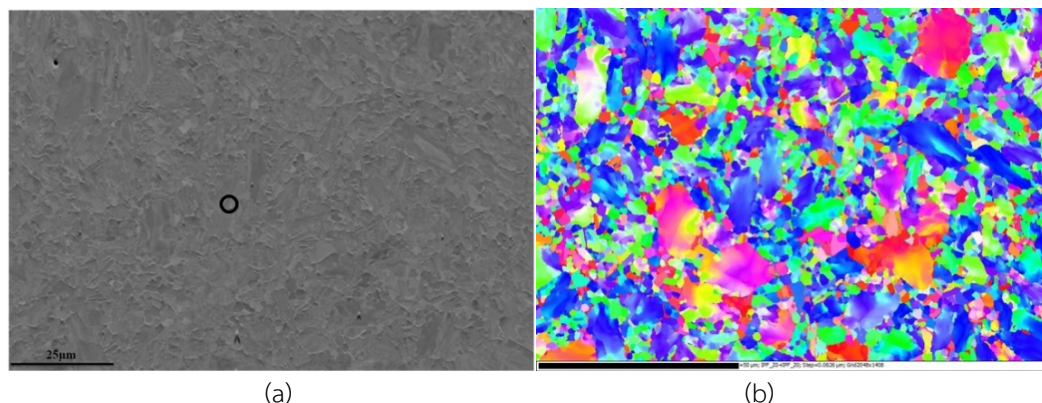
วางตัวของผลึกสามารถวัดได้จากตำแหน่งของแกนโซนบนรีเวิร์บคิคูชิ ผลึกชนิดเดียวจะมีให้รีเวิร์บคิคูชิแบบเดียวกันแต่ตำแหน่งของแกนโซนบนรีเวิร์บคิคูชิหรือจุดตัดของแถบจะเปลี่ยนไปตามทิศการวางตัวของผลึกเมื่อสแกนลำอิเล็กตรอนไปในบริเวณที่ต้องการวิเคราะห์แล้ววัดทิศการวางตัวของผลึกที่ละจุดจะทำให้ได้แผนภาพ 2 มิติของทิศการวางตัวของผลึก ข้อมูลทิศการวางตัวของผลึกของแต่ละเกรนจะสามารถนำมาวิเคราะห์ลักษณะและสมบัติต่าง ๆ ของผลึกได้เช่น รอยต่อระหว่างเกรน แนวโน้มของทิศการวางตัวของผลึก (texture) เป็นต้น การวิเคราะห์ทิศการวางตัวของผลึกสามารถแบ่งได้เป็น 3 ประเภทคือ วิเคราะห์เชิงจุด (point analysis) วิเคราะห์เชิงพื้นที่ (areal analysis) และวิเคราะห์เชิงปริมาตร (volumetric analysis) นั่นคือการวิเคราะห์ใน 1 2 และ 3 มิติตามลำดับ รูปที่ 4 แสดงตัวอย่างการวัดทิศการวางตัวของผลึกเฉพาะจุด รูปที่ 5(b) คือตัวอย่างการวัดทิศการวางตัวของผลึกเชิงพื้นที่หรือแผนภาพทิศการวางตัวของผลึก (crystal orientation map) โดยใช้ส่วนผสมของสีแดง เขียว และน้ำเงินแทนมุมการวางตัวของผลึกเทียบกับแกนอ้างอิง x y และ z ตามลำดับ และรูปที่ 6 คือตัวอย่างของการวัดทิศการวางตัวของผลึกเชิงปริมาตรการวิเคราะห์เชิงจุดใช้

สำหรับวัดทิศการวางตัวของผลึกเฉพาะเกรนที่สนใจ การวิเคราะห์เชิงพื้นที่ที่สามารถใช้สำหรับศึกษาเกรนและขอบเกรนใน 2 มิติหรือศึกษาแนวโน้มของทิศการวางตัวของผลึกในแต่ละบริเวณได้ ส่วนการวิเคราะห์เชิงปริมาตรเหมาะสำหรับการศึกษาเฉพาะบริเวณที่สนใจ

จะศึกษาอย่างละเอียดใน 3 มิติ ทั้งนี้เนื่องจากการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติต้องใช้เวลาและสิ้นเปลืองกระแสไฟฟ้ามากจึงไม่เหมาะสำหรับการเก็บข้อมูลในปริมาณใหญ่สำหรับการวิเคราะห์เชิงสถิติ



รูปที่ 4 การวัดทิศการวางตัวของผลึก SrTiO_3 แบบเป็นจุด (Oxford Instruments, 2013)



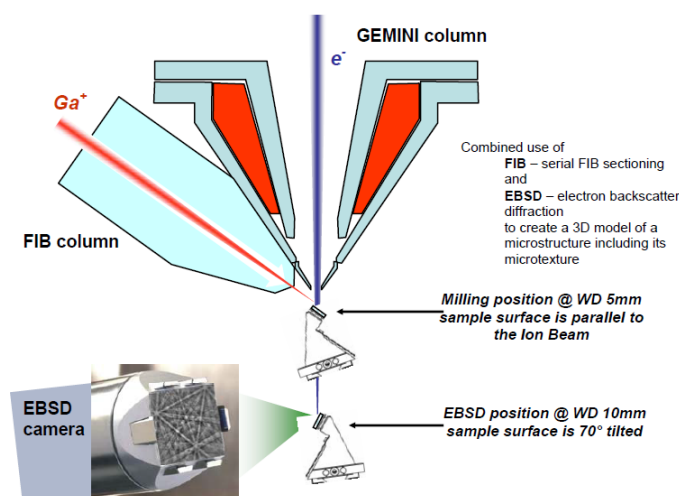
(a)

(b)

รูปที่ 5 ภาพถ่าย SEM ของสารตัวอย่าง Ti64 (a) และแผนภาพทิศการวางตัวของ Ti64 (b) โดยใช้ส่วนผสมของสีแดง เขียว น้ำเงิน แทนมุมของการวางตัวของผลึกเทียบกับแกน x y และ z ตามลำดับ (Oxford Instruments., 2013)



รูปที่ 6 แผนภาพ 3 มิติของทิศการวางตัว (3D orientation map) ของ Cu (Oxford Instruments., 2013)



รูปที่ 7 ระหว่างการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติสารตัวอย่างจะถูกเคลื่อนไประหว่างสองตำแหน่งคือ ตำแหน่ง EBSD เพื่อเก็บข้อมูล และตำแหน่ง FIB (focus ion beam) เพื่อตัดระนาบ (Oxford Instruments HKL and Carl Zeiss 3D EBSD on CrossBeam® manual).

EBSD ใน 3 มิติโดยใช้ลำไอออน

ในการวิเคราะห์ขอบเกรนใน 2 มิติสามารถวัดความต่างของทิศการวางตัวผลึกของ 2 เกรนที่เกิดรอยต่อนั้นได้ แต่ไม่สามารถวัดความเอียง ความโค้งหรือลักษณะโครงสร้างที่แท้จริงของรอยต่อนั้นได้ ข้อมูลเหล่านี้มีความสำคัญในการศึกษาการเปลี่ยนเฟส (phase transformation) การขยายตัวของเกรน (grain growth) และการแตกที่เกิดบนรอยต่อของเกรน

(Zaefferer et al., 2008) ข้อมูลเหล่านี้จะสามารถศึกษาได้จากข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ ปัจจุบันเทคนิคการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติกำลังมีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องในหลายกลุ่มวิจัย (Bastoset et al., 2008; Dillonet et al., 2011; Gholiniaet et al., 2010; Zaeffereret et al., 2008) การเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติสามารถทำได้ 2 วิธีคือ 1) เก็บข้อมูล EBSD ใน 2 มิติทีละระนาบแล้วตัดระนาบของตัวอย่าง

ออกทีละชั้น (serial sectioning method) และ 2) การฉายรังสีผ่านตัวอย่างหลายๆทิศทางแล้วคำนวณย้อนกลับเป็น 3D-EBSD เรียกว่าวิธี stereo projection method (Zaefferer et al., 2008). ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะวิธี serial sectioning method ในการเก็บข้อมูล 3D-EBSD โดยวิธี serial sectioning สามารถแบ่งขั้นตอนออกเป็น 2 ขั้นตอนหลัก คือ

1. การตัดระนาบ: การเก็บข้อมูล EBSD 3 มิติจะเป็นการเก็บข้อมูล 2 มิติหลายๆชั้น แล้วนำข้อมูลมาเรียงต่อกันคล้ายขนมชั้นจึงทำให้ได้ข้อมูล 3 มิติ ดังนั้นเมื่อบันทึกข้อมูล EBSD 2 มิติเสร็จ 1 ชั้นจะต้องตัดระนาบสารตัวอย่างออก 1 ชั้นเพื่อที่จะเก็บข้อมูลชั้นต่อไป ในการตัดระนาบสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การขัด (polishing) การกัดด้วยสารเคมี (chemical polishing) เป็นต้น แต่วิธีการเหล่านี้จะต้องนำสารตัวอย่างออกมาจากเครื่องอิเล็กตรอนไมโครสโคปจึงทำให้เกิดความยุ่งยากและใช้เวลานานในการเก็บข้อมูล ในปัจจุบันวิธีที่นิยมใช้คือการตัดระนาบด้วยลำไอออนโดยที่อุปกรณ์ลำไอออนจะต้องมีติดตั้งเพิ่มเติมในเครื่องอิเล็กตรอนไมโครสโคปด้วย ดังนั้นการใช้ลำไอออนจึงไม่จำเป็นต้องนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องอิเล็กตรอนไมโครสโคปจึงทำให้การเก็บข้อมูลเป็นได้อย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้ยังสามารถควบคุมความหนาของระนาบที่ตัดได้แม่นยำกว่าวิธีอื่น ๆ เนื่องจากลำไอออนที่ถูกควบคุมด้วยสนามแม่เหล็กสามารถขยับตำแหน่งได้ละเอียดถึงระดับที่เล็กกว่าไมโครเมตร

2. การบันทึกข้อมูล: การเก็บข้อมูล EBSD จะเก็บเป็นแผนภาพการวางตัวผลึกใน 2 มิติ โดยเก็บข้อมูลทีละชั้น โดยการสแกนลำอิเล็กตรอนไปที่ละจุดจนทั่วบริเวณที่ต้องการศึกษาระหว่างการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ ภายในเครื่องอิเล็กตรอนไมโครสโคปจะมีการย้ายตำแหน่งของสารตัวอย่างไปมาระหว่างสอง

ตำแหน่งคือ ตำแหน่ง EBSD เพื่อเก็บข้อมูลแผนภาพการวางตัวผลึกใน 2 มิติ และตำแหน่ง FIB (focused ion beam) สำหรับตัดระนาบดังรูปที่ 7 โดยกระบวนการเริ่มต้นจากการใช้ลำไอออน Ga^+ ตัดผิวเป็นบริเวณที่เรียบแล้วจึงเคลื่อนสารตัวอย่างไปที่ตำแหน่ง EBSD เพื่อเก็บข้อมูลแผนภาพการวางตัวผลึกใน 2 มิติ เมื่อเก็บข้อมูลเสร็จจึงเคลื่อนสารตัวอย่างกลับไปตำแหน่ง FIB เพื่อตัดระนาบต่อ ๆ ไป

ประเด็นของสารตัวอย่างที่ต้องพิจารณา

สารตัวอย่างที่นำมาเก็บข้อมูล 3D-EBSD จะต้องเป็นผลึกของแข็งซึ่งมีปัญหาที่อาจพบในการเก็บข้อมูล EBSD แบบ 3 มิติ มีดังนี้

- ความเสียหายของผิวหน้าเนื่องจากการตัดระนาบด้วยลำไอออน: เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปว่าโดยธรรมชาติแล้วลำไอออนสามารถสร้างความเสียหายกับโครงสร้างผลึกที่ผิวของระนาบที่ตัดได้ เมื่อใช้ลำไอออนตัดระนาบจะทำให้เกิดชั้นอสัณฐาน (amorphous) บาง ๆ บนผิวของผลึกทำให้ปริมาณของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกจากผิวลดลงส่งผลให้ความเข้มของรีว EBSD จางลงหรืออาจจะไม่ปรากฏเลย วิธีหนึ่งที่สามารถกำจัดชั้นอสัณฐานได้คือการขัดผิวด้วยลำไอออนพลังงานต่ำ (low-kV ion beam) หลังจากตัดระนาบด้วยลำไอออนพลังงานสูงซึ่งวิธีการนี้เป็นวิธีที่ใช้กันโดยทั่วไปในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transition electron microscope, TEM)

- การนำไฟฟ้าของสารตัวอย่าง: ผลึกที่ต้องการเก็บข้อมูล EBSD ที่เป็นฉนวนหรือนำไฟฟ้าได้น้อยจะต้องเคลือบด้วยสารที่นำไฟฟ้าก่อนเพื่อไม่ให้เกิดการสะสมประจุบนสารตัวอย่างประจุที่สะสมบนสารตัวอย่างจะเกิดแรงไฟฟ้ากับลำอิเล็กตรอนทำให้การควบคุมตำแหน่งของลำอิเล็กตรอนเกิดความผิดพลาดได้

อย่างไรก็ตามการเคลือบจะทำให้ความเข้มของรีว EBSD ลดลง ในการเก็บข้อมูล 3 มิติ ซึ่งมีการตัดระนาบออกทีละชั้น สารที่เคลือบเพื่อนำไฟฟ้าถูกตัดออกไปพร้อมกับการตัดระนาบแรก โดยหลักการแล้วผิวของชั้นที่ 2 เป็นต้นไปควรจะเกิดการสะสมประจุ แต่จากการเก็บข้อมูลจากหลายการทดลองเช่น 3D-EBSD ของ Nd_2O_3 doped alumina (Dillon and Rohrer, 2009), 3D-EBSD ของ YSZ (Dillon and Rohrer, 2009; Helmick et al., 2011) และ 3D-EBSD ของ LSM-YSZ (Dillon et al., 2011) พบว่า ถึงแม้ชั้นนำไฟฟ้าที่เคลือบจะถูกตัดออกไปพร้อมกับการตัดระนาบแรกแต่ผิวถัด ๆ ไปก็ไม่พบการสะสมประจุ ซึ่งมีข้อสันนิษฐาน (Dillon and Rohrer, 2009) ว่าสภาวะของสารที่เคลือบเพื่อนำไฟฟ้าที่ถูกตัดออกไปอาจจะกลับมาเกาะที่ผิวใหม่จึงช่วยระบายประจุออกจากผิวที่กำลังเก็บข้อมูลได้การใช้ลำอิเล็กตรอนพลังงานต่ำเป็นอีกหนึ่งวิธีในการลดการสะสมประจุในสารตัวอย่างที่นำไฟฟ้าได้น้อย แต่จะให้ความเข้มของรีว EBSD ต่ำและสัญญาณรบกวน (noise) สูง ซึ่งอาจต้องใช้เวลานานเพื่อเก็บภาพรีว EBSD หลายครั้งแล้วนำมาเฉลี่ยเพื่อลดสัญญาณรบกวน

- ความซับซ้อนและหลากหลายของผลึกเซรามิกส์ (ceramics): เซรามิกส์บางประเภทมีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกันแต่สามารถมีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันได้มากกว่า 1 แบบ ทำให้เกิดความยุ่งยากในการวิเคราะห์ด้วยวิธี EBSD เนื่องจากการหาทิศทางตัวของผลึกจำเป็นต้องทราบโครงสร้างของผลึกก่อนจึงวัดทิศทางตัวของผลึกได้

สรุป

การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับแบบ 3 มิติเป็นเทคนิคที่ใช้ในการเก็บข้อมูลทิศทางการวางตัวของผลึกใน 3 มิติ ซึ่งเหมาะสำหรับการศึกษา

ผลึกเฉพาะบริเวณที่ต้องการทราบรูปร่างที่แท้จริงของเกรนหรือขอบเกรนแต่ไม่เหมาะสำหรับการศึกษาเกรนหรือขอบเกรนในเชิงสถิติซึ่งต้องเก็บข้อมูลให้ครอบคลุมบริเวณที่กว้างเพื่อให้ได้จำนวนเกรนมากพอ ทั้งนี้เนื่องจากการเก็บข้อมูลการวางตัวของผลึกใน 3 มิติต้องใช้ทั้งทรัพยากร (กระแสไฟฟ้า) และเวลามากจึงมีข้อจำกัดเรื่องปริมาณของการเก็บข้อมูล วิธีการเก็บข้อมูลการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับแบบ 3 มิติที่นิยมใช้ในปัจจุบันนี้คือวิธีการใช้ลำไอออนตัดทีละระนาบแล้วเก็บข้อมูลแบบ 2 มิติทีละระนาบ จากนั้นจึงนำข้อมูลมาเรียงต่อกันเพื่อสร้างเป็นแผนภาพการวางตัวของผลึกใน 3 มิติ ทั้งนี้ก่อนทำการเก็บข้อมูลแผนภาพการวางตัวของผลึกใน 3 มิติ จะต้องพิจารณาสมบัติการนำไฟฟ้าของสารตัวอย่าง ระดับความเสียหายของผิวของสารตัวอย่างเมื่อถูกตัดโดยลำไอออนและความซับซ้อนของผลึกในสารตัวอย่างที่กำลังพิจารณาด้วย

เอกสารอ้างอิง

- Alam, M., Blackman, M. and Pashley, D. (1954). High-Angle Kikuchi Patterns. Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences 221-224.
- Bastos, A., Zaefferer, S. and Raabe, D. (2008). Three-dimensional EBSD study on the relationship between triple junctions and columnar grains in electrodeposited Co-Ni films. J. Microsc. 230: 487-498.
- Dillon, S.J. and Rohrer, G.S. (2009). Three-Dimensional FIB-OIM of Ceramic Materials. Applications of Texture Analysis. J. Wiley & Sons (Hoboken NJ). 117-124.

- Dingley, D.J. and Randle, V. (1992). Microtexture determination by electron backscatter diffraction. *J. Mater. Sci.* 27: 4545-4566.
- Drouin, D., Couture, A.R., Joly, D., Tastet, X., Aimez, V. and Gauvin, R. (2007). CASINO V2.42 - A fast and easy-to-use modeling tool for scanning electron microscopy and microanalysis users. *Scanning* 29: 92-101.
- Gholinia, A., Brough, I., Humphreys, J., McDonald, D. and Bate, P. (2010). An investigation of dynamic recrystallisation on Cu-Sn bronze using 3D EBSD. *Materials Science and Technology* 26: 685-690.
- Helmick, L., Dillon, S.J., Gerdes, K., Gemmen, R., Rohrer, G.S., Seetharaman, S. and Salvador, P.A. (2011) Crystallographic Characteristics of Grain Boundaries in Dense Yttria-Stabilized Zirconia RID A-9420-2008. *International Journal of Applied Ceramic Technology* 8: 1218-1228.
- Nishikawa, S. and Kikuchi, S. (1928). Diffraction of cathode rays by mica. *Nature* 121: 1019-1020.
- Oxford Instruments. (2013). EBSD, แหล่งข้อมูล: <http://www.ebsd.com/index.php>. ค้นเมื่อวันที่ 5 มีนาคม 2557.
- Wikipedia the free encyclopedia (2014). Bragg's law, แหล่งข้อมูล: http://en.wikipedia.org/wiki/Bragg's_law. ค้นเมื่อวันที่ 5 มีนาคม 2557.
- Zaefferer, S., Wright, S.I. and Raabe, D. (2008). Three-dimensional orientation microscopy in a focused ion beam-scanning electron microscope: A new dimension of microstructure characterization. *Metalurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science* 39A: 374-389.

