

บทที่ 3

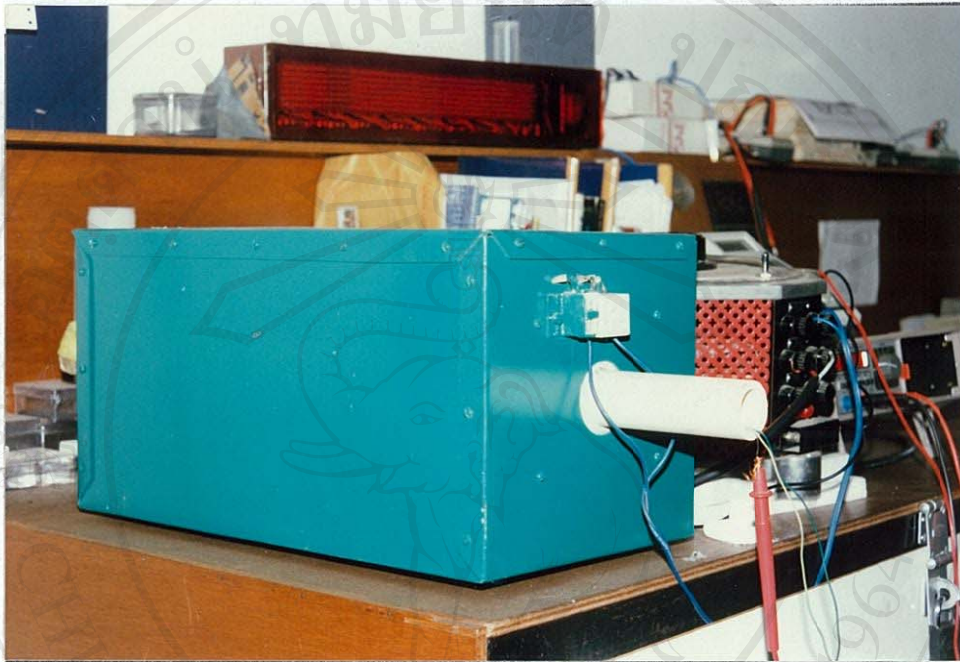
วัสดุอุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1. ธาตุคอปเปอร์ (Cu) บริสุทธิ์ 99.99%
2. ธาตุอินเดียม (In) บริสุทธิ์ 99.99%
3. ธาตุซีลีเนียม (Se) บริสุทธิ์ 99.99%
4. ธาตุซิลิกอน (Si) บริสุทธิ์ 99.99%
5. หลอดแก้วควอทซ์
6. น้ำกลั่น
7. ฟิล์มเอกซเรย์ Kodak
8. น้ำยาล้างฟิล์ม

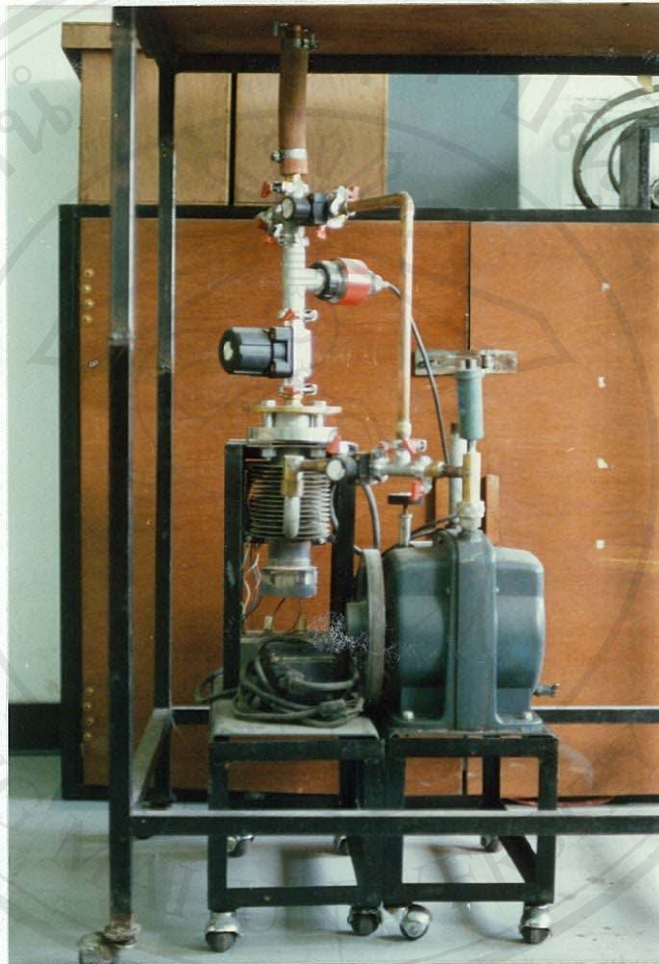
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เต้าหลอมสารทำจากลวดความร้อน Kanthal พันรอบท่อมูลโลที่คอร์ ให้กำลัง 846.15 วัตต์
2. เครื่อง Apple compatible ใช้ควบคุมอุณหภูมิ
3. เครื่องปั๊มสุญญากาศ
4. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ท่อ JEOL
5. กล้องถ่ายภาพ Debye Scherrer
6. เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล-อลูเมล

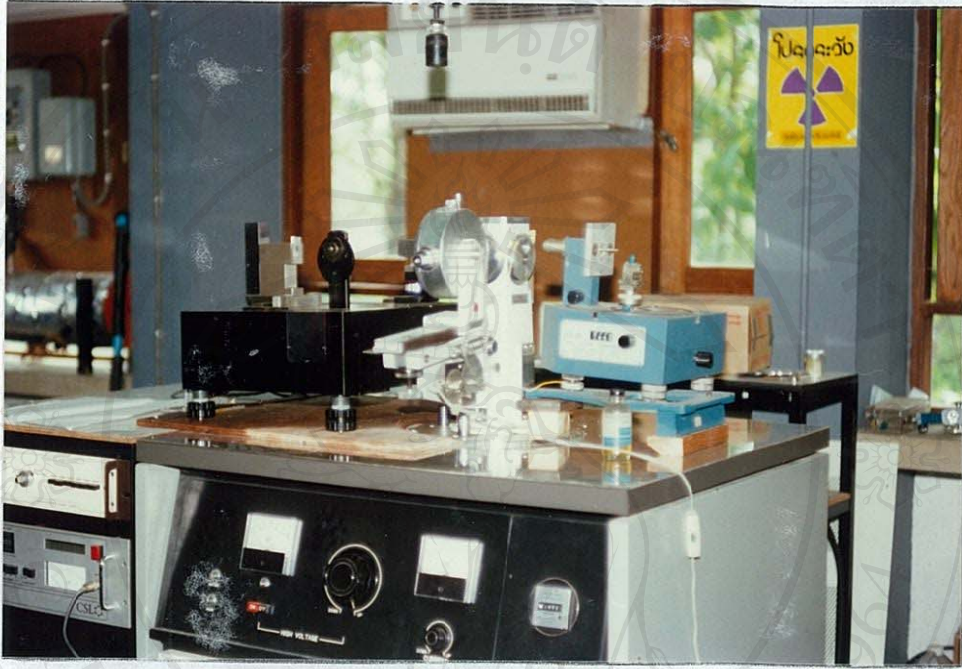


รูปที่ 3.1 เต้าพอสาร์ที่ใช้ในการทดลอง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องปั๊มสุญญากาศ
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.3 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ชนิด JEOL

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.4 กล้องถ่ายภาพแบบ Debye Scherrer

- หมายเลข 1 ที่ใส่ specimen อยู่ตรงกลางกล้อง
 2 Collimator ทางเข้ารังสีเอกซ์
 3 Fluorescen screen สำหรับดู specimen
 4 แกนติดกับมอเตอร์เพื่อหมุน specimen

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved



รูปที่ 3.5 แสดงการตั้ง specimen และแกนหมุนปรับการถ่ายภาพ Laue
1 ที่ตั้ง Specimen
2 फिल्मถ่ายภาพ Back Reflection

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.6 เครื่อง X-ray diffractometer

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 การทดลอง

การเตรียมผลึก $CuInSe_2$ ในครั้งนี้ ใช้วิธีการหลอมภายใต้ความดันต่ำและอุณหภูมิสูงถึง $1150^{\circ}C$ เราจึงใช้หลอดแก้วควอทซ์บรรจุสารซึ่งหลอดแก้วควอทซ์สามารถทนอุณหภูมิได้สูงถึง $1600^{\circ}C$ ในการเตรียมผลึกนั้น ก่อนอื่นเรานำหลอดแก้วควอทซ์ที่จะใส่สาร ซึ่งเป็นหลอดที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 ซม. ยาวประมาณ 15 ซม. มาบิดปลายด้านหนึ่งเสียก่อน ด้วยแก๊สอะเซททีลีน (C_2H_2) กับออกซิเจน (O_2) จากนั้นเราก็นำหลอดไปล้างให้สะอาดตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

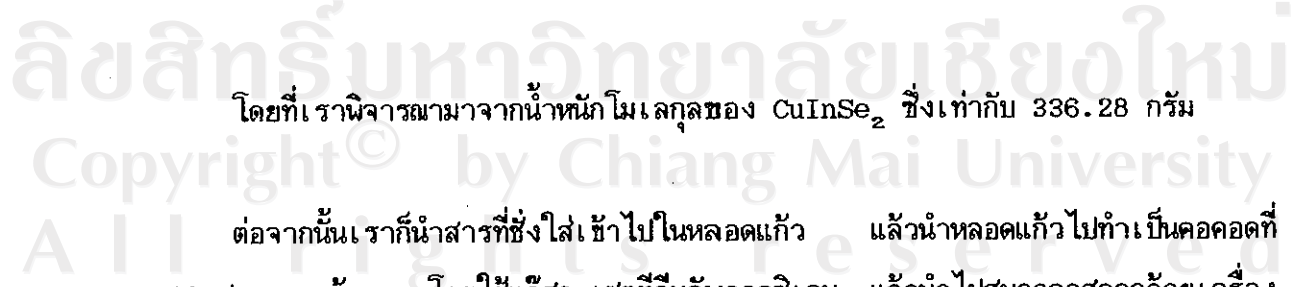
1. ล้างด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF)
2. ล้างกรดออกด้วยน้ำกลั่น
3. แฉ่หลอดแก้วควอทซ์ในกรดโครมิก 1 คืน
4. แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น ให้สะอาดแล้วทำให้แห้ง

หลังจากที่เราเตรียมหลอดใส่สารได้แล้ว เราก็มารวบรวมสารที่ใช้ในการทดลอง สำหรับการทดลองครั้งนี้ เราใช้สารทั้งหมดใส่ในหลอดแก้วเท่ากับ 15.000 กรัม โดยที่น้ำหนักของสารแต่ละชนิดนั้น เราพิจารณาจากคุณสมบัติของสาร ดังนี้

ชนิดของสาร	Cu	In	Se
น้ำหนักอะตอม (กรัม)	63.54	114.82	78.96
จุดหลอมเหลว ($^{\circ}C$)	1083	156.2	217
สาร 15 กรัม จะประกอบด้วย	2.8342	5.1216	7.044

โดยที่เราพิจารณามาจากน้ำหนักโมเลกุลของ $CuInSe_2$ ซึ่งเท่ากับ 336.28 กรัม

ต่อจากนั้นเราก็นำสารที่ซึ่งใส่เข้าไปในหลอดแก้ว แล้วนำหลอดแก้วไปทำเป็นคอขวดที่ระยะ 10 ซม. จากกันหลอดโดยใช้แก๊สอะเซททีลีนกับออกซิเจน แล้วนำไปสู่อากาศออกด้วยเครื่องปั๊มสุญญากาศ จนความดันเหลือประมาณ 10^{-5} ทอร์ ทำการปิดหลอดตรงบริเวณคอขวดที่ทำไว้ แล้วไปใส่ในหลอดแก้วที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 ซม. สู่อากาศออกเหมือนเดิม จากนั้นก็ปิดหลอดแก้ว



เราก็จะได้สารอยู่ในหลอดแก้ว 2 ชั้น เพื่อป้องกันการแตก โดยที่มีสารอยู่ประมาณเศษหนึ่งส่วนสามของความยาวของหลอดแก้ว นำหลอดแก้วไปใส่ในเตาตามแนวนอน โดยใช้อิฐทนไฟทำเป็นฐานเพื่อให้หลอดสารตัวอย่างนี้วางอยู่ตรงกลางเตา แล้วเปิดปากเตาทั้งสองข้างด้วยอิฐทนไฟ เริ่มต้นด้วยการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปจนถึง 1150°C ใช้เวลา 12 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้คงที่ เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วจึงลดอุณหภูมิอย่างช้า ๆ ประมาณวันละ 30 องศา ใช้เวลา 15 วัน จนถึงอุณหภูมิประมาณ 600°C จึงปิดเตาปล่อยให้เย็นตัวอีกประมาณ 2 วัน แล้วจึงนำผลึกออกจากเตา จะสังเกตเห็นว่า ผลึกที่ได้เป็นก้อนแข็งสีดำ หน้าบนเป็นแผ่นเรียบ เมื่อทุบหลอดแก้วออก ผลึกจะมีก้อนแข็งบางส่วนแตกออกมา จากนั้นจึงนำผลึกที่ได้ไปวิเคราะห์หาโครงสร้างทาง X-ray ต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved