บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์ วิธีทดลอง

ทำการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ โดยวิธี self-flux แล้วนำผลึกที่ปลูกได้ไปถ่าย Laue photograph เพื่อตรวจสอบว่าผลึกที่ปลูกได้เป็นผลึกเชิงเดี่ยวหรือไม่ ศึกษาลักษณะและขนาดของผลึกด้วยกล้อง Optical microscope แล้วนำผลึกไปศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานกับอุณหภูมิในช่วง 78 - 300 เคลวิน วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของผลึก และศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction)

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแบ่งเป็นวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ และวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาผลึกที่เตรียมได้

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ ได้แก่ สารเคมี, เครื่องชั่ง, ครกบดสาร, เตาเผาสาร (furnance) และ alumina boat

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาผลึกที่เตรียมได้ ได้แก่ กล้อง Optical microscope อุปกรณ์สำหรับวัดความต้านทานของผลึกโดยแปรค่าอุณหภูมิ อุปกรณ์สำหรับวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของผลึก อุปกรณ์ในการศึกษาโครงสร้างของผลึก อุปกรณ์ในการถ่าย Laue photograph

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการเตรียมผลึก

3.1.1 เครื่องชั่งสาร

เครื่องชั่งสาร A & D company Limited, FX-40 CJ, JEWELRY BALANCE มีความละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม และชั่งได้มากที่สุด 41 กรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.1.2 ครกบดสาร

ครกบดสาร Retsoh ทำจาก brazilian agate ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.1.3 alumina boat และแผ่น alumina สำหรับปิด ดังแสดงในรูปที่ 3.1

รูปที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผลึก

หมายเลข 1 เครื่องชั่งสาร

หมายเลข 2 ครกบดสาร

หมายเลข 3 alumina boat

หมายเลข 4 ฝาสำหรับปิด alumina boat

3.1.4 เตาเผาสาร (Furnance)

เตาเผาสารรุ่น Eurotherm 903PC อุณหภูมิสูงสุด 1200 องศาเซลเซียส ของบริษัท CABOLITE Aston Lane, Hope Sheffield ประเทศอังกฤษ ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ดังแสดงในรูปที่ 3.2

รูปที่ 3.2 เตาผาสาร

3.1.5 สารเคมีที่ใช้

3.1.5.1 Bismuth oxide (Bi_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท JOHNSON MATTHEY England มวลโมเลกุล 465.96 กรัม

3.1.5.2 Strontium carbonate ($SrCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท ANDERSON PHYSICS LABORATORIES England มวลโมเลกุล 147.63 กรัม

3.1.5.3 Calcium carbonate ($CaCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท MERCK Germany มวลโมเลกุล 100.09 กรัม

3.1.5.4 Cupric oxide (CuO) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท JOHNSON MATTHEY England มวลโมเลกุล 79.55 กรัม

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

รูปที่ 3.3 แสดงสารเคมีที่ใช้

หมายเลข 1 คือ Bi_2O_3 หมายเลข 2 คือ $SrCO_3$

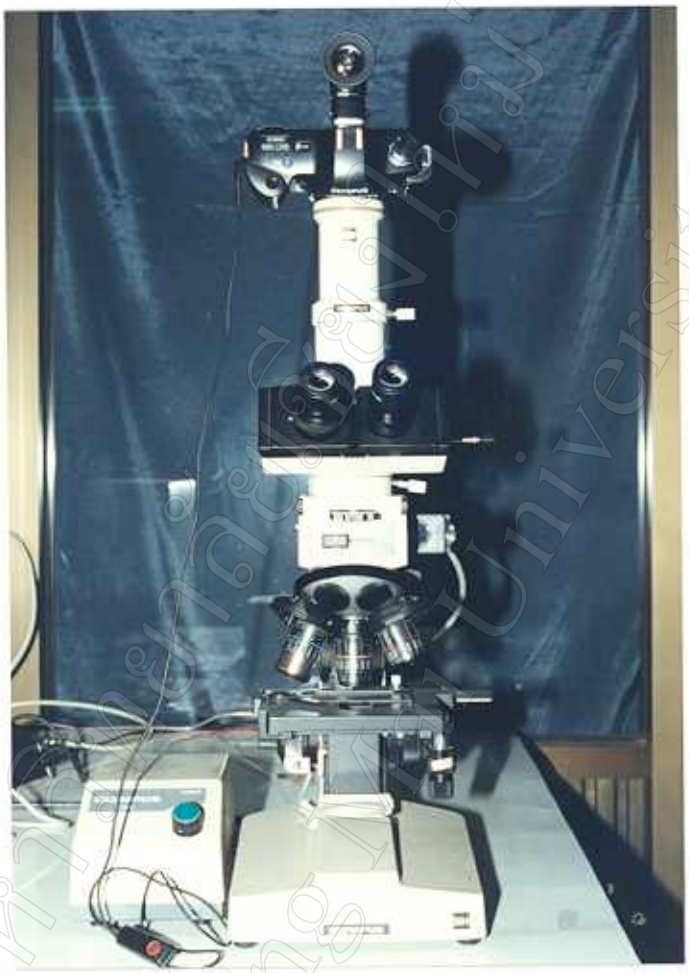
หมายเลข 3 คือ $CaCO_3$ หมายเลข 4 คือ CuO

3.2 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาผลึกที่เตรียมได้

3.2.1 กล้อง Optical microscope

กล้อง Optical microscope รุ่น BHM-122B/133B ของบริษัท Olympus Optical CO., Ltd. Japan ดังแสดงในรูปที่ 3.4

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University



รูปที่ 3.4 แสดงกล้อง Optical microscope

3.2.2 อุปกรณ์สำหรับวัดความต้านทานของผลึก ประกอบด้วย

3.2.2.1 Computer (486 DX-2 50 MHz) + RS-232 Card ของบริษัท VNC Computer ทำหน้าที่เก็บข้อมูลและประมวลผล

3.2.2.2 Constant current source ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกซูเปอร์คอนดักเตอร์ผลิตขึ้นเอง ทำหน้าที่เป็นแหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้าตรง จ่ายกระแสไฟฟ้าได้ 2 ค่า คือ 1 mA และ 10 mA

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

3.2.2.3 Fluke-45 Dual display Multimeter ของบริษัท John Fluke Mfg, Co., Inc., USA. ทำหน้าที่อ่านค่าแรงดันที่ส่งมาจาก Scanner แล้วส่งไปยังคอมพิวเตอร์เพื่อทำการประมวลผล

3.2.2.4 Scanner ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเอง ทำหน้าที่สลับช่องวัดค่าของแรงดันไฟฟ้าส่งมาจาก cold junction compensator, sample และความต้านทานมาตรฐาน

3.2.2.5 Digital Multimeter Model Mo-536 ของบริษัท SOAR Corporation, Japan, ทำหน้าที่อ่านค่าแรงดันไฟฟ้าที่ส่งมาจาก Scanner แล้วส่งไปยังคอมพิวเตอร์เพื่อทำการประมวลผล

3.2.2.6 Sample holder ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเอง ใช้สำหรับติด sample ที่ต้องการวัดค่าความต้านทาน เพื่อหย่อนลงในถังไนโตรเจนเหลว

3.2.2.7 Refference temperature, OMEGA, Cold junction compensator Type T ทำหน้าที่สร้างแรงดันไฟฟ้าที่เทียบเท่ากับอุณหภูมิอ้างอิง (0 องศาเซลเซียส)

รูปที่ 3.5 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดความต้านทานกับอุณหภูมิของผลึกตัวอย่าง

หมายเลข 1 sample holder หมายเลข 2 ภาชนะบรรจุไนโตรเจนเหลว

หมายเลข 3 constant current source หมายเลข 4 digital multimeter

หมายเลข 5 computer หมายเลข 6 Fluke 45 Dual display Multimeter

หมายเลข 7 cold junction compensator

3.2.3 อุปกรณ์สำหรับวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของผลึก ประกอบด้วย

3.2.3.1 System digital multimeter model 196 ของบริษัท Keithley ทำหน้าที่วัดแรงดันและแปลงสัญญาณแรงดันให้เป็นข้อมูลดิจิตอล แล้วส่งให้คอมพิวเตอร์ทำการประมวลผล

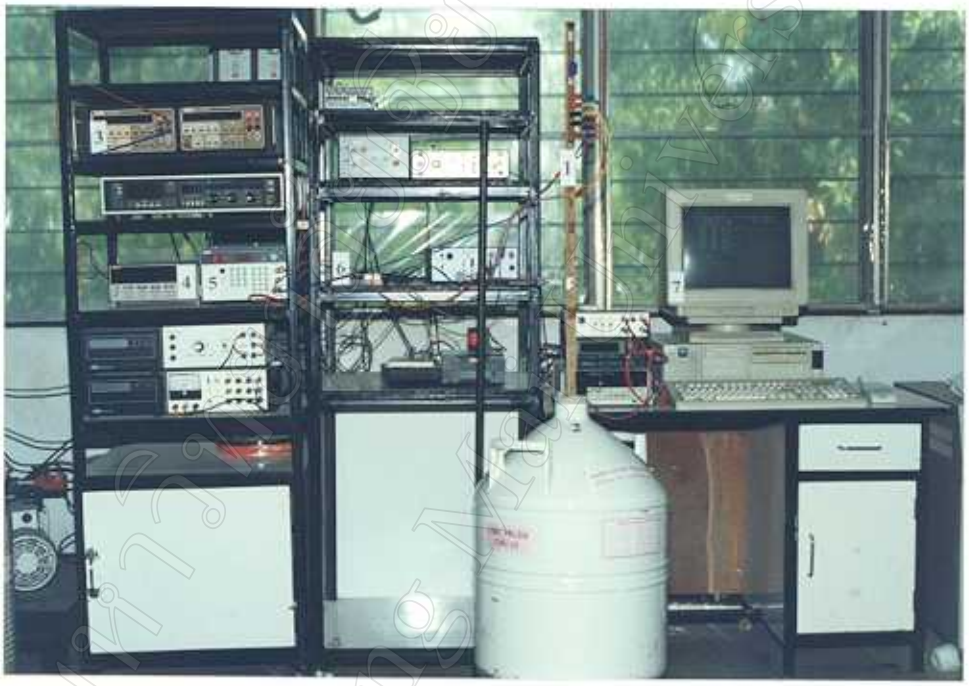
3.2.3.2 Switch System model 7001 & Nanovolt scanner card model 7168 ของบริษัท Keithley ทำหน้าที่สลับช่องวัดสัญญาณระหว่างกระแสที่ส่งมาจาก Standard Resister และแรงดัน V_{23} ที่ตกคร่อมขั้ว 2 และ 3 ของผลึกตัวอย่าง

3.2.3.3 Programmable direct current power supply model TSX 1820 P ของบริษัท Thurlbythundar Instrument ทำหน้าที่จ่ายกระแสเข้าขั้ว 1 และ 4 ของผลึกตัวอย่าง จ่ายกระแสได้ตั้งแต่ 0.01 แอมแปร์ ถึง 20.20 แอมแปร์

3.2.3.4 Standard Resister ของบริษัท Keithley ใช้ในการวัดกระแสที่ไหลในวงจร โดยจะวัดแรงดันที่ตกคร่อม Standard Resister แล้วคำนวณเป็นค่ากระแสตามสมการ [$I = V_{RStd} / R_{std}$] (R_{std} = 0.001 โอห์ม คลาดเคลื่อน 0.01 %)

3.2.3.5 Computer (486 DX-2 50 Mhz) + Card IEEE -488.2 ของบริษัท VNC ทำหน้าที่ควบคุมอุปกรณ์ต่าง ๆ เก็บข้อมูล และประมวลผล

3.2.3.6 Sample holder ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเอง ใช้สำหรับติด sample ที่ต้องการวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต เพื่อหย่อนลงในถังไนโตรเจนเหลว



รูปที่ 3.6 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของผลึกตัวอย่าง

หมายเลข 1 sample holder หมายเลข 2 ภาชนะบรรจุไนโตรเจนเหลว

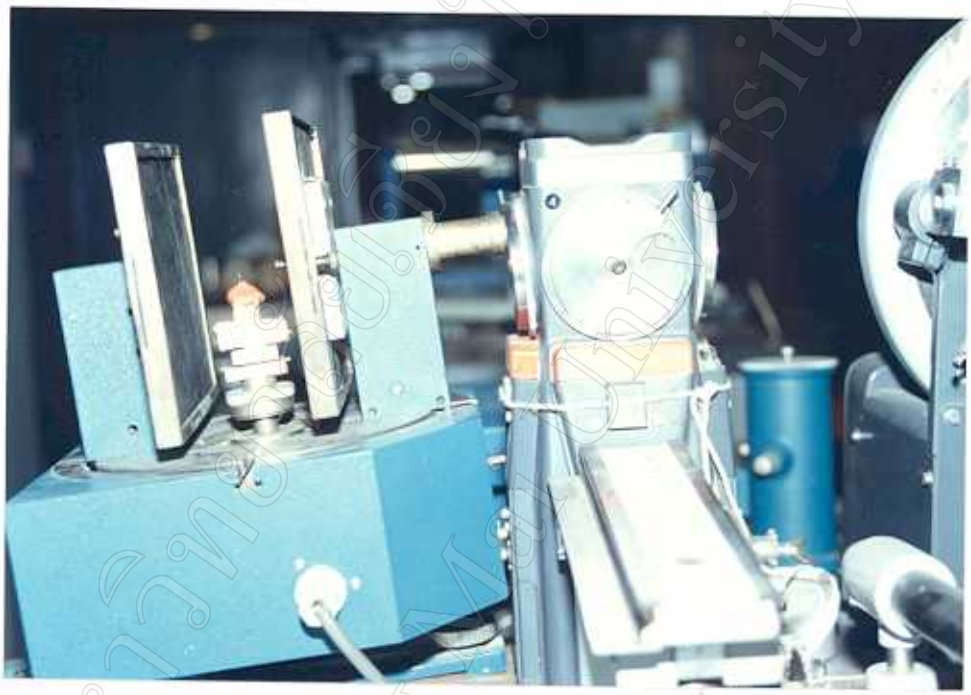
หมายเลข 3 digital multimeter หมายเลข 4 switch system

หมายเลข 5 programmable D.C. power supply

หมายเลข 6 standard resister หมายเลข 7 Computer

3.2.4 อุปกรณ์สำหรับถ่าย Laue photograph

เครื่องถ่าย Laue photograph, PHILIPS, PW 1130/00, เครื่องถ่าย Laue photograph ของห้องวิจัย TAKAGI LAB, Institute for Solid State Physics, University of Tokyo, Japan ประเทศญี่ปุ่น และห้องวิจัย Electro - ceramics & X-ray research laboratory ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องถ่าย Laue photograph

3.2.5 อุปกรณ์สำหรับศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เครื่อง X-ray powder diffraction, SIEMENS, D500/501, X-ray diffractometer เป็นของห้องวิจัย Electro - ceramics & X-ray research laboratory ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังแสดงในรูปที่ 3.8

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University

รูปที่ 3.8 แสดงเครื่อง X-ray Powder Diffraction

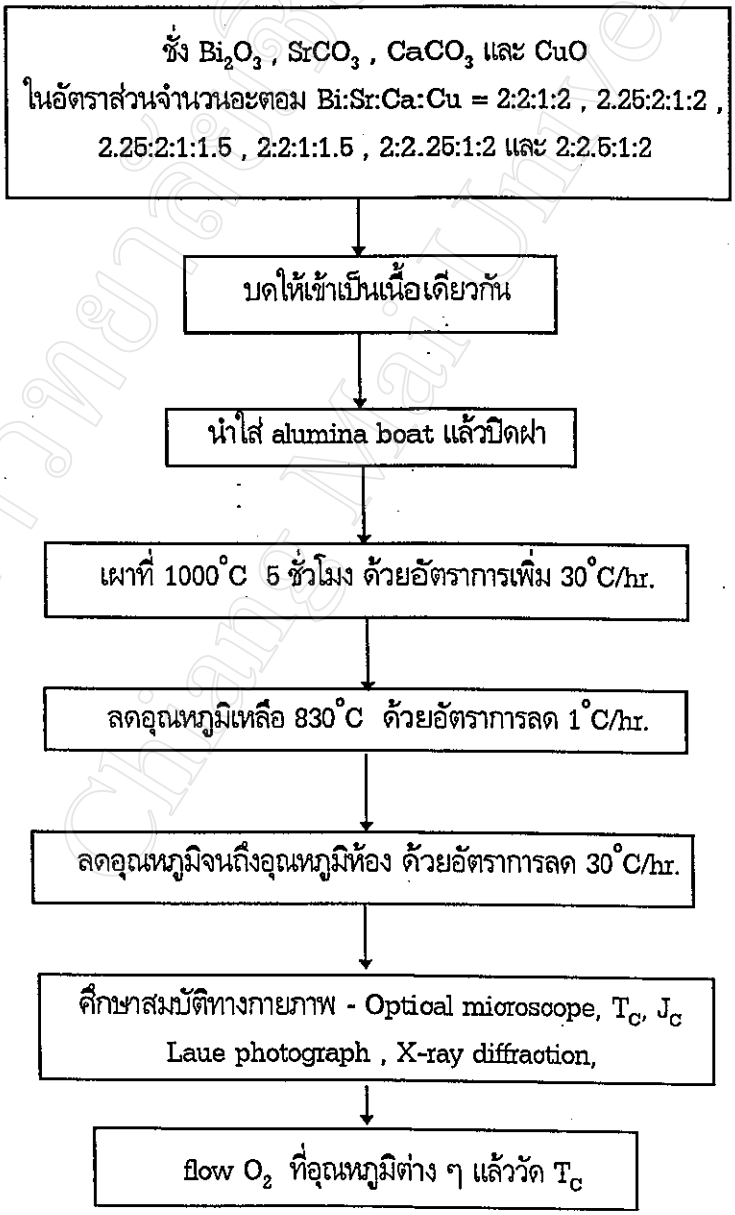
3.3 วิธีทดลอง

ในงานวิจัยนี้เริ่มต้นด้วยการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ โดยวิธี self-flux ใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้นต่าง ๆ กัน นำผลึกที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณะ และขนาดด้วยกล้อง optical microscope วัดความต้านทานไฟฟ้าโดยการแปรค่าอุณหภูมิด้วยวิธี dc. four point probe วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ตรวจสอบว่าผลึกที่ปลูกได้เป็นผลึกเชิงเดี่ยวหรือไม่ โดยถ่าย Laue photograph และศึกษาโครงสร้างของสารโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction)

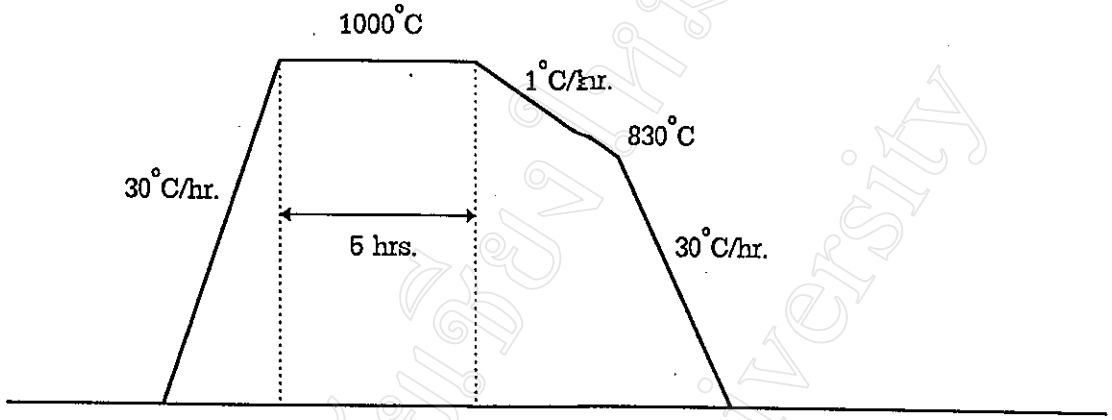
3.3.1 วิธีปลูกผลึกเชิงเดี่ยว $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$

(1) นำผงสารเคมี Bi_2O_3 , $SrCO_3$, $CaCO_3$ และ CuO ในอัตราส่วนจำนวนอะตอม Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 , 2.25:2:1:2 , 2.25:2:1:1.5 , 2:2:1:1.5 , 2:2.25:1:2 และ 2:2.5:1:2 มาบดให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วถ่ายใส่ alunima boat ปิดฝา นำสารไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 30 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิลงเหลือ 830 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการลดความร้อน 1 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง จากนั้นลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ด้วยอัตราการลดความร้อน 30 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง

(2) นำผลึกที่ได้ไปศึกษาลักษณะและขนาดด้วยกล้อง Optical microscope แล้วถ่ายภาพบันทึกไว้, ติด contact แล้ววัดค่าความต้านทานแปรตามอุณหภูมิ, วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c), ถ่าย Laue photograph เพื่อตรวจสอบว่าผลึกที่ปลูกได้เป็นผลึกเชิงเดี่ยวหรือไม่, นำผลึกบางส่วนบดให้ละเอียดแล้วนำไปหาโครงสร้างของสารโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์, เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในบรรยากาศของออกซิเจน แล้วติด contact วัดค่าความต้านทานแปรตามอุณหภูมิอีกครั้งหนึ่ง



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการปลูกผลึก $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$

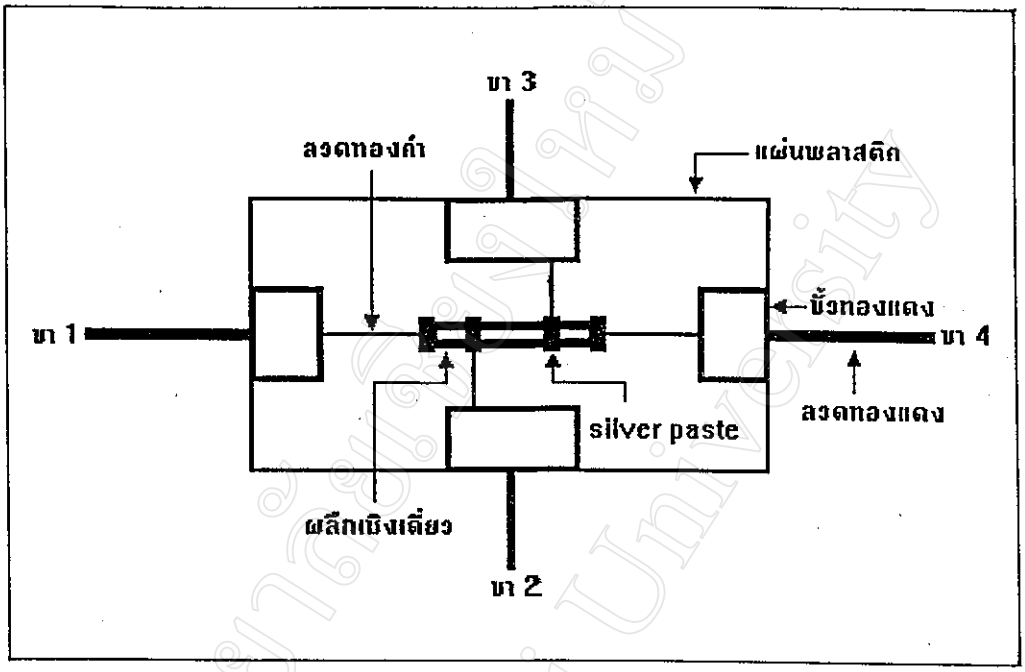


รูปที่ 3.10 แสดงอุณหภูมิของกรรมวิธีปลูกผลึกเชิงเดี่ยว $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$

3.3.2 วิธีหาความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของผลึก

ในการวัดค่าความต้านทานของผลึกเชิงเดี่ยวในช่วงอุณหภูมิ 78 - 300 เคลวิน สามารถทำได้โดยใช้วิธี dc. four-point-probe ใช้เทอร์โมคัปเปิล (thermocouple) เป็นตัววัดอุณหภูมิ และมีปลายสายไฟของ four-point-probe ต่อเข้ากับ sample holder แล้วนำไปต่อเข้ากับแหล่งจ่ายกระแสคงที่ (Constant current source) แล้วนำ sample holder ไปแช่ใน Liquid Nitrogen ขั้นตอนและวิธีการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของผลึกเชิงเดี่ยวมีดังนี้

(1) เลือกผลึกเชิงเดี่ยวที่มีความสมบูรณ์ไปทำจุดสัมผัส (ติด contact) โดยใช้ silver paste เป็นสารเชื่อมระหว่างผลึกเชิงเดี่ยวกับลวดทองคำ (เพื่อให้จุดสัมผัสแน่น นำผลึกเชิงเดี่ยวทาด้วย silver paste ที่ขั้วทั้งสี่ แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 10 - 15 นาที ก่อนที่จะนำผลึกเชิงเดี่ยวมาติดกับลวดทองคำ) ซึ่งจะต่อกับลวดทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.035 เซนติเมตร โดยใช้ตะกั่วบัดกรีเป็นตัวเชื่อมระหว่างลวดทั้งสองชนิด ดังแสดงในรูปที่ 3.11

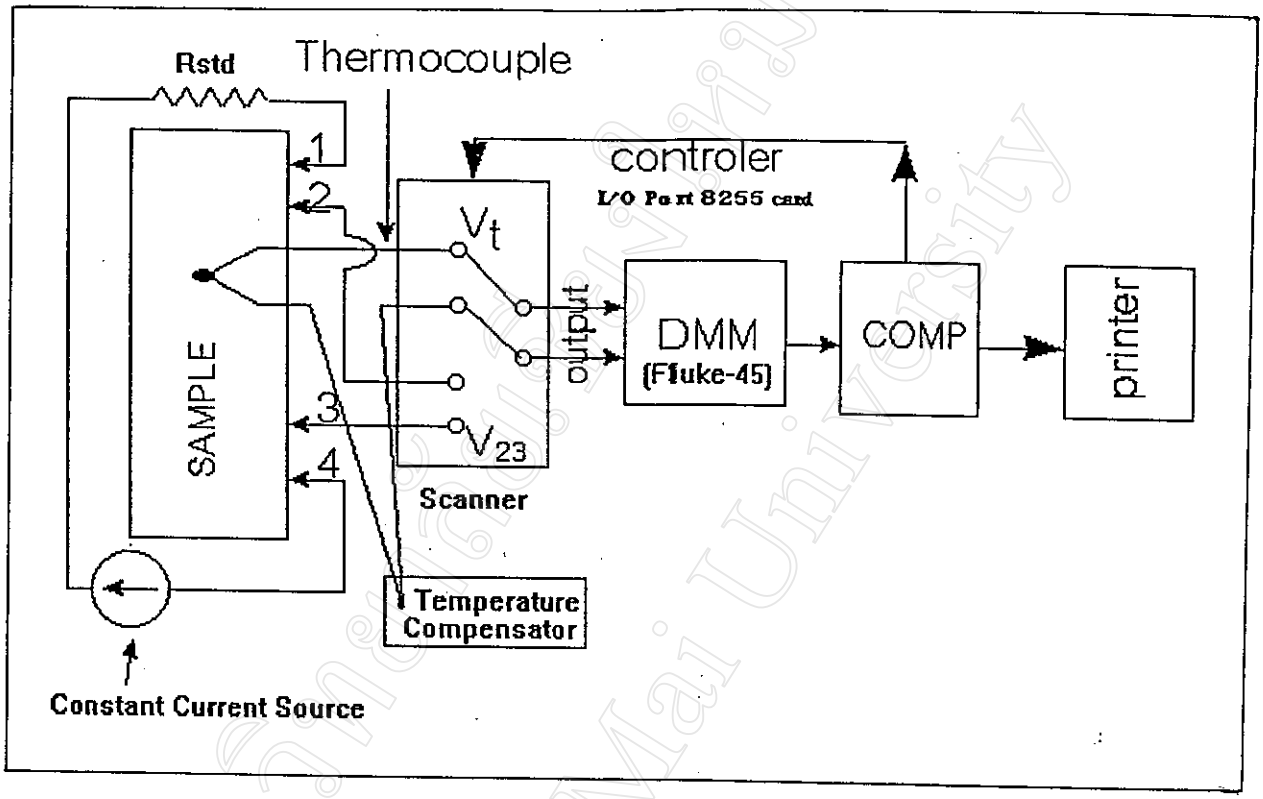


รูปที่ 3.11 แสดงการติด contact ผลึกเชิงเดี่ยว

(2) ต่อ dc. power supply เข้ากับ four-point-probe โดยการต่อเข้ากับขาด้านนอกทั้งสองขา (ขา 1 และขา 4) ส่วนด้านในวัดแรงดันที่ตกคร่อม (ขา 2 และขา 3) เมื่อผ่านกระแสเข้าไปในผลึกเชิงเดี่ยว

(3) ต่อสาย thermocouple ชนิด copper constantant เข้ากับ digital multimeter เพื่อวัดค่าแรงดันในหน่วยมิลลิโวลต์

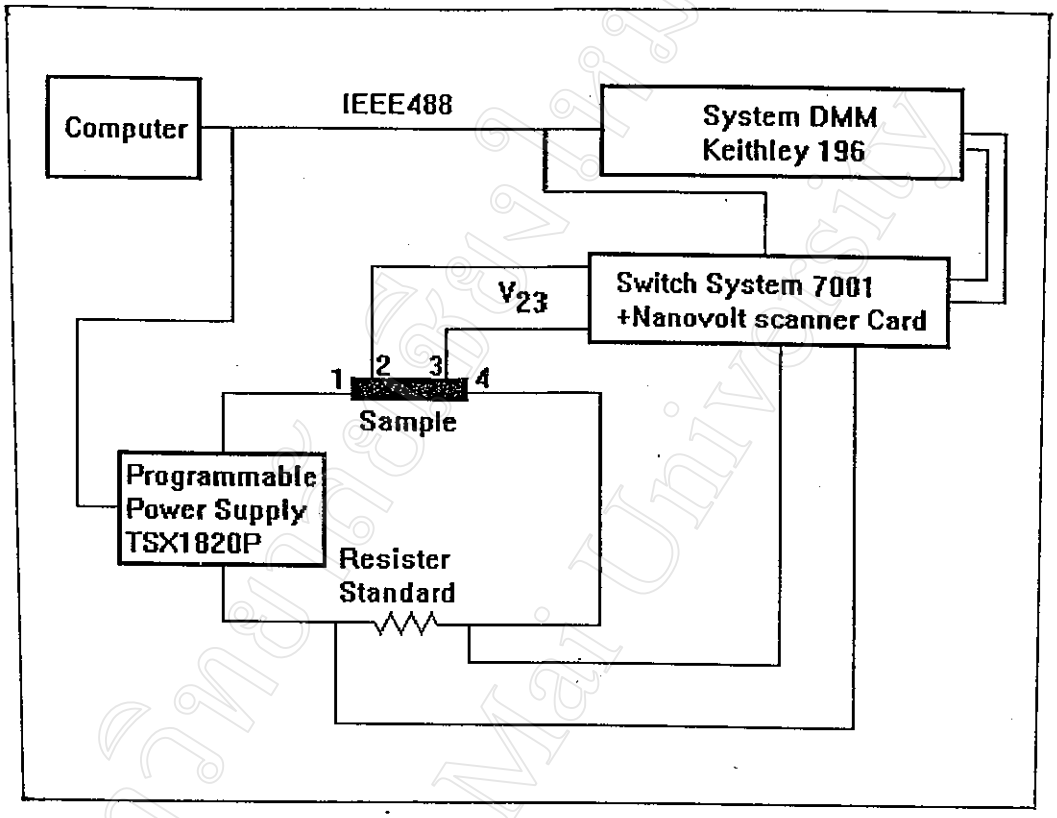
(4) ผ่านกระแสที่มีค่าคงที่ (1 mA) เข้าไปยัง four-point-probe แล้วบันทึกความต่างศักย์ที่วัดได้จากขา 2 และขา 3 แสดงอุณหภูมิขณะนั้นที่วัดได้จาก thermocouple โดยมี scanner เป็นตัวเลือกสัญญาณ DMM แล้วข้อมูลจะถูกส่งไปยังคอมพิวเตอร์ผ่านทางพอร์ตอนุกรม (RS-232) ดังแสดงในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 แสดงไดอะแกรมการทำงานของอุปกรณ์การวัดความต้านทานกับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยว

3.3.3 วิธีวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของผลึก

การวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของผลึก ใช้วิธี four-point-probe เช่นเดียวกับวิธีหาความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ เพียงแต่ต่างกันตรงที่ให้ผลึกแช่อยู่ในไนโตรเจนเหลว จนทำให้ผลึกมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิจุดเดือดของไนโตรเจนเหลว คือประมาณ 78 K จากนั้นใช้แหล่งจ่ายกระแส Pulsed current จ่ายกระแสเข้าขา 1 และขา 4 โดยปรับกระแสขึ้นเรื่อย ๆ จาก 0.01 แอมแปร์ จนกระทั่งถึงประมาณ 20 แอมแปร์ แล้วบันทึกค่าความต่างศักย์ของขา 2 และขา 3 (V_{23}) นำข้อมูลไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง V_{23} กับความหนาแน่นกระแสวิกฤตจะทำให้ค่าความหนาแน่นกระแสวิกฤต ตรงจุดที่ความหนาแน่นกระแสมากที่สุด ขณะที่ความต่างศักย์ยังคงเป็นศูนย์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 แสดงไดอะแกรมการทำงานของอุปกรณ์การวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของผลึกเชิงเดี่ยว