

บทที่ 5

สรุปและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ได้ทำการทดลองปลูกผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง Bi-Sr-Ca-Cu-O โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น 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 โดยวิธี self-flux แล้วนำผลึกเชิงเดี่ยวไปศึกษาสมบัติทางกายภาพดังผลการทดลองได้กล่าวโดยละเอียดแล้วในบทที่ 4 จากการศึกษาดังกล่าวสามารถนำมาสรุปได้ดังนี้

5.1 ลักษณะและขนาดของผลึกเชิงเดี่ยว

ผลการศึกษาลักษณะและขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้ด้วยกล้อง Optical microscope พบว่าผลึกเชิงเดี่ยวมีสีดำเป็นมันวาว มีลักษณะเป็นแท่งสี่เหลี่ยมผืนผ้า พื้นผิวค่อนข้างเรียบ ขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:2 มีขนาดใหญ่ที่สุดคือ 14.38 มม. x 0.5 มม. x 0.05 มม. รองลงมาคือผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 มีขนาด 10.63 มม. x 0.63 มม. x 0.125 มม., Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2.5:1:2 มีขนาด 4.2 มม. x 0.4 มม. x 0.125 มม., Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 มีขนาด 4 มม. x 0.32 มม. x 0.025 มม. Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2.25:1:2 มีขนาด 3.3 มม. x 0.5 มม. x 0.025 มม. และ Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:1.5 มีขนาด 2.13 มม. x 1 มม. x 0.025 มม. ตามลำดับ เปรียบเทียบกับผลการทดลองของ S. Kishida และคณะ⁽¹⁹⁾ นักวิจัยชาวญี่ปุ่น ซึ่งผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 มีขนาด 6 มม. x 2 มม., Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:2 มีขนาด 5 มม. x 2 มม., Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 มีขนาด 5 มม. x 2 มม. และ Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:1.5 มีขนาด 4 มม. x 2 มม. ดังแสดงในตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 เปรียบเทียบขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้จากงานวิจัยนี้กับงานวิจัยของ S. Kishida และคณะ

อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu	ขนาดของผลึกเชิงเดี่ยว	
	งานวิจัยนี้ (มม. x มม. x มม.)	S. Kishida และคณะ (มม. x มม.)
2:2:1:2	10.63 x 0.63 x 0.125	6 x 2
2.25:2:1:2	14.38 x 0.5 x 0.05	5 x 2
2.25:2:1:1.5	4 x 0.32 x 0.025	5 x 2
2:2:1:1.5	2.13 x 1 x 0.025	4 x 2
2:2.25:1:2	3.3 x 0.53 x 0.025	
2:2.5:1:2	4.2 x 0.4 x 0.125	

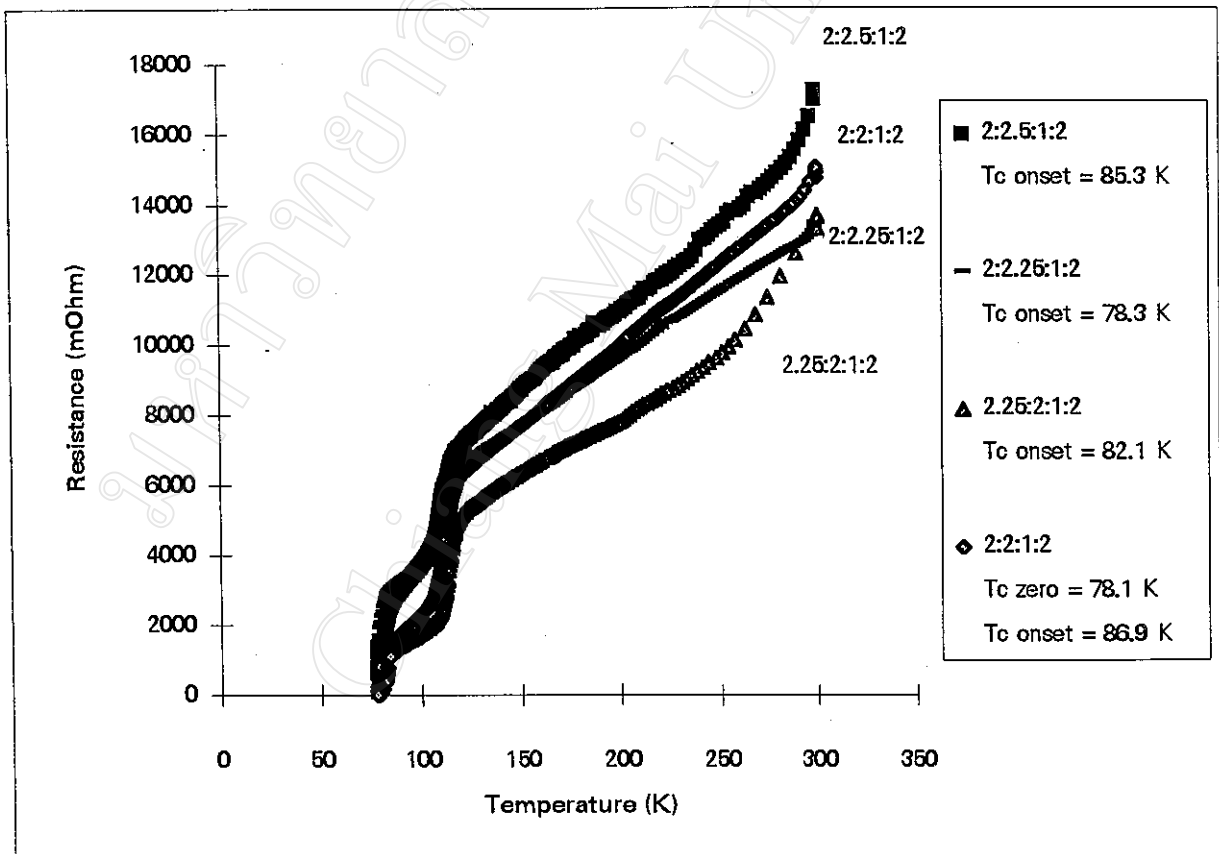
5.2 ความต้านทานไฟฟ้า

ผลการวัดความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้โดยใช้สารเคมีเริ่มต้นต่าง ๆ กัน พบว่าผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 T_C zero ที่ 82.5 เคลวิน และ T_C onset ที่ 88.3 เคลวิน, Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:1.5 มี T_C zero ที่ 82.2 เคลวิน และ T_C onset 91.1 เคลวิน, Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 มี T_C zero ที่ 78.1 เคลวิน และ T_C onset ที่ 86.9 เคลวิน, Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2.5:1:2 มี T_C onset ที่ 85.3 เคลวิน แต่ไม่พบ T_C zero , Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:2 มี T_C onset ที่ 82.4 เคลวิน แต่ไม่พบ T_C zero และ Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2.5:1:2 มี T_C onset ที่ 78.3 เคลวิน และไม่พบ T_C zero เปรียบเทียบกับผลการทดลองของ S. Kishida และคณะ⁽¹⁹⁾ นักวิจัยชาวญี่ปุ่น ซึ่งผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 มี T_C zero ที่ 87 เคลวิน, Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:1.5 มี T_C zero ที่ 87 เคลวิน, Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 มี T_C zero ที่ 80 เคลวิน และ Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:2 มี T_C zero ที่ 83 เคลวิน ดังแสดงในตารางที่ 5.2

ตารางที่ 5.2 เปรียบเทียบอุณหภูมิวิกฤตของผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้จากงานวิจัยนี้กับงานวิจัยของ S. Kishida และคณะ

อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu	งานวิจัยนี้		งานวิจัยของ S. Kishida และคณะ
	T_C onset (K)	T_C zero (K)	T_C zero (K)
2:2:1:2	86.9	78.1	80
2.25:2:1:2	82.4	-	83
2.25:2:1:1.5	88.3	82.5	87
2:2:1:1.5	91.1	82.2	87
2:2.25:1:2	78.3	-	
2:2.5:1:2	85.3	-	

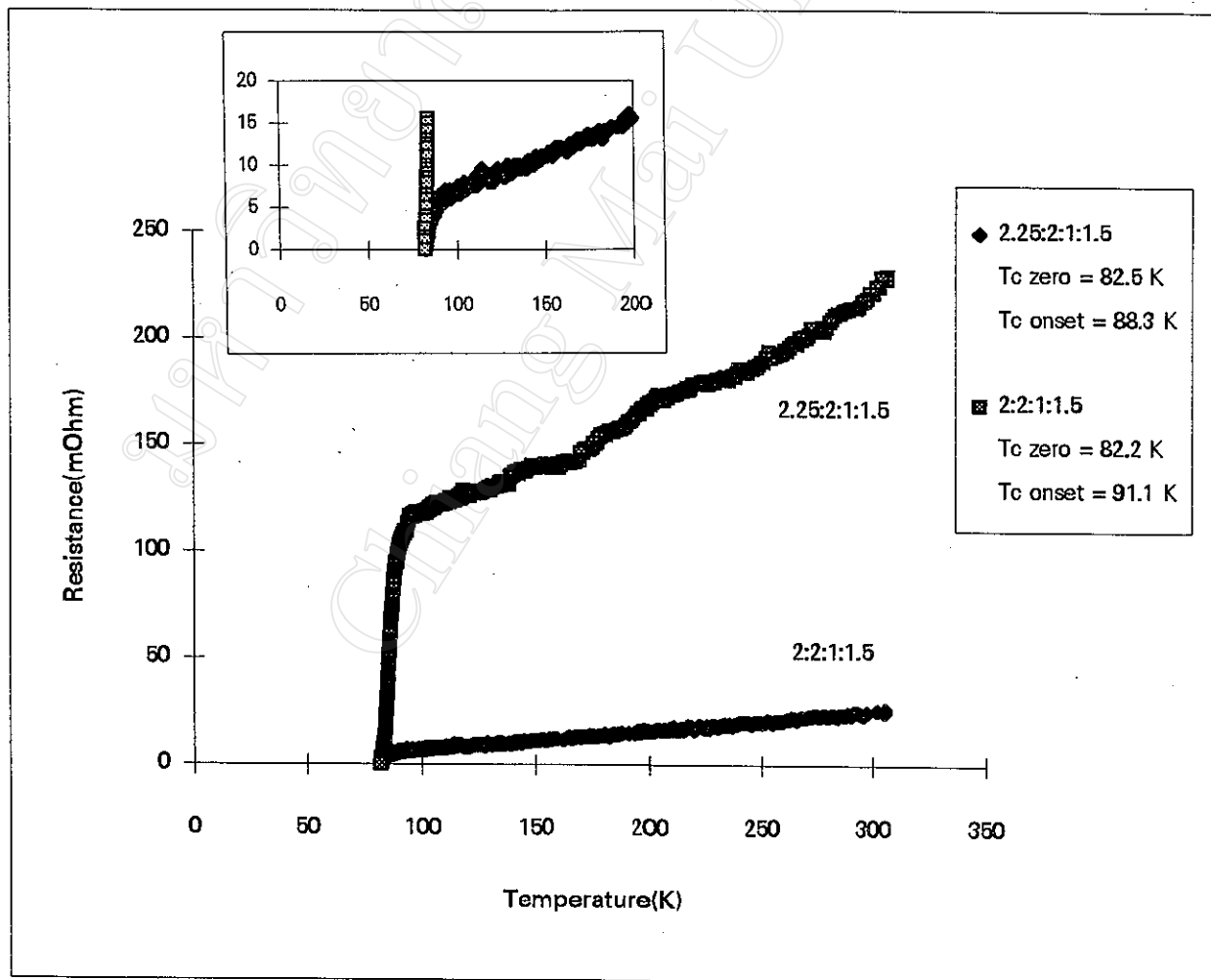
นอกจากนี้จากผลการวัดความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวยังพบว่า ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi:Sr:Ca:Cu} = 2:2:1:2$, $2.25:2:1:2$, $2:2.25:1:2$ และ $2:2.5:1:2$ ดังแสดงในรูปที่ 5.1 ในสถานะปกติ (normal state) ผลึกเชิงเดี่ยวแสดงลักษณะการแปรผันของความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิเหมือนกับในโลหะทั่ว ๆ ไป จากการศึกษาคือของ S. Martin และคณะ⁽²⁷⁾ พบว่าเป็นการวัดความต้านทานไฟฟ้าในแนวระนาบ ab (ขนานกับระนาบ Cu-O) นอกจากนี้เมื่อพิจารณาการลดลงอย่างรวดเร็วของความต้านทานที่บริเวณอุณหภูมิประมาณ 115 เคลวิน และ 85 เคลวิน อาจจะกล่าวได้ว่าภายในผลึกเชิงเดี่ยวการนำเวดียงประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟส คือ เฟส 2223 (เฟส 110 เคลวิน) และ เฟส 2212 (เฟส 80 เคลวิน) ซึ่งเป็นที่ทราบกันว่าการเตรียมสารตัวนำเวดียงในตระกูล Bi-Sr-Ca-Cu-O มักมีเฟสที่เราไม่ต้องการปะปนมาด้วยเสมอ



รูปที่ 5.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi:Sr:Ca:Cu} = 2:2:1:2$, $2.25:2:1:2$, $2:2.25:1:2$ และ $2:2.5:1:2$

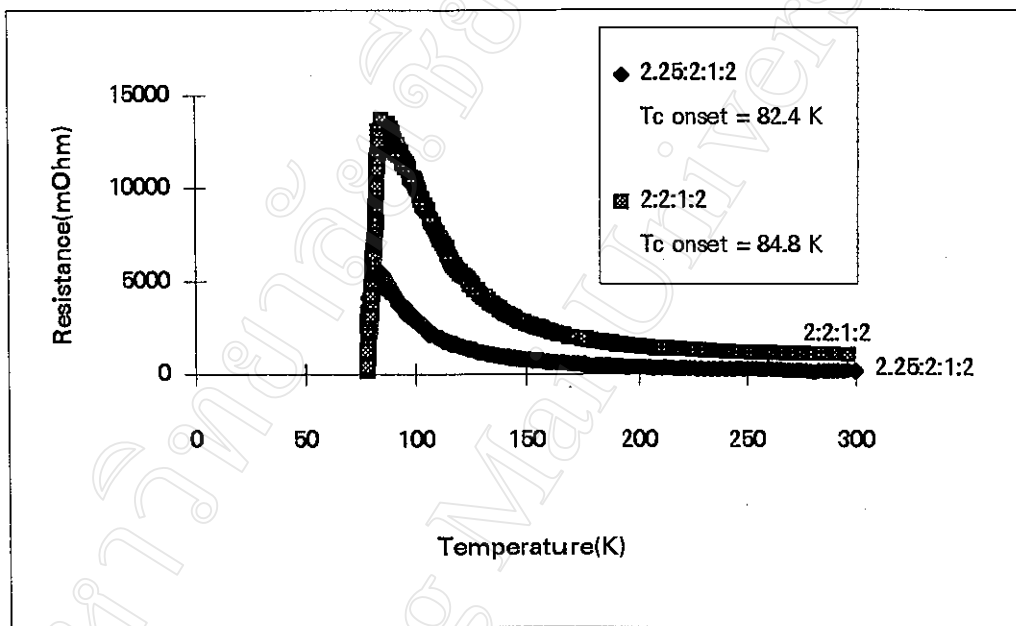
ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 และ 2:2:1:1.5 ดังแสดงในรูปที่ 5.2 ในสถานะปกติผลึกเชิงเดี่ยวแสดงลักษณะการแปรผันของความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิเหมือนกับในโลหะ นอกจากนี้เมื่อพิจารณาการลดลงอย่างรวดเร็วของความต้านทานที่บริเวณอุณหภูมิประมาณ 90 เคลวิน และอุณหภูมิกวักกวดซึ่งมีค่าต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากงานวิจัยของ S. Kishida และคณะ (ตารางที่ 5.2) ซึ่งเป็นผลมาจากการมีเฟส 2201 ปะปนอยู่ด้วย ทำให้อาจจะกล่าวได้ว่าภายในผลึกเชิงเดี่ยวการนำเวดียงประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟส คือ เฟส 2212 (เฟส 80 เคลวิน) และเฟส 2201 (เฟส 10 เคลวิน)

และยังพบอีกว่าในผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 และ 2.25:2:1:2 ดังแสดงในรูปที่ 5.3 ในสถานะปกติผลึกเชิงเดี่ยวแสดงลักษณะการแปรผันของความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิเหมือนกับในสารกึ่งตัวนำ จากการศึกษาของ S. Martin และคณะ⁽²⁷⁾ พบว่า



รูปที่ 5.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 และ 2:2:1:1.5

เป็นการวัดความต้านทานไฟฟ้าในแนวแกน c (ตั้งฉากกับระนาบ Cu-O) นอกจากนี้เมื่อพิจารณาการลดลงอย่างรวดเร็วของความต้านทานที่บริเวณอุณหภูมิ 83 เคลวิน และไม่สามารถหาค่าอุณหภูมิวิกฤตได้ เนื่องจากมีเฟส 2201 ปะปนอยู่ด้วย ทำให้อาจจะกล่าวได้ว่าภายในผลึกเชิงเดี่ยวการนำเวดยิ่งประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟส คือ เฟส 2212 (เฟส 80 เคลวิน) และเฟส 2201 (เฟส 10 เคลวิน)



รูปที่ 5.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 และ 2.25:2:1:2

ผลการวัดความต้านทานโดยแปรค่าอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:2 ก่อนนำไปเผาในบรรยากาศของออกซิเจน พบว่าในสถานะปกติผลึกเชิงเดี่ยวแสดงลักษณะการแปรผันของความต้านทานกับอุณหภูมิเหมือนกับในสารกึ่งตัวนำ และมี T_c onset ที่ 82.8 เคลวิน [รูป 4.15 (a)] หลังจากนั้นนำผลึกเชิงเดี่ยวไปเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, และ 800 องศาเซลเซียสในบรรยากาศออกซิเจน แล้วนำมาวัดความต้านทานโดยแปรค่าอุณหภูมิ หลังจากการเผาในแต่ละครั้งพบว่าผลที่ได้มีลักษณะเหมือนกันคือ แสดงลักษณะการแปรผันของความต้านทานกับอุณหภูมิเหมือนกับในสารกึ่งตัวนำ โดยไม่พบ T_c onset [รูปที่ 4.15 (b),(c),(d),(e) และ (f)] แสดงว่าการนำผลึกเชิงเดี่ยวไปเผาที่อุณหภูมิดังกล่าวทำให้ผลึกเชิงเดี่ยวมีสภาพการนำเวดยิ่งลดลงหรือเปลี่ยนจากสารตัวนำเวดยิ่งเป็นสารกึ่งตัวนำ

5.3 ความหนาแน่นกระแสวิกฤต

สามารถหาความหนาแน่นกระแสวิกฤตของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2.25:2:1:1.5 และ 2:2:1:1.5 มีค่าเท่ากับ 22.044 และ 22.171 แอมแปร์/เซนติเมตร² ตามลำดับ โดยทั่วไปแล้วค่ากระแสวิกฤตนั้นขึ้นกับช่วงเวลาของการทำ heat - treatment เป็นอย่างมาก ได้มีรายงานว่าค่ากระแสวิกฤตของสารระบบ Bi-Sr-Ca-Cu-O อาจมีค่าได้สูงถึง 10^4 A/cm²

สำหรับสารตัวนำยวดยิ่งที่มีระนาบ Cu-O จะมีข้อจำกัดของกระแสวิกฤตอยู่ 2 องค์ประกอบใหญ่ คือ intergranular losses ที่รู้จักกันในชื่อ weak - link problem ซึ่งมีสาเหตุจากผลของบริเวณขอบของเกรน (grain boundaries) ต่อกระแสวิกฤต การสูญเสียลักษณะนี้จะมีให้เห็นมากในผลึกที่ไม่เป็นผลึกเชิงเดี่ยว (polycrystalline samples) องค์ประกอบที่สองจะเกี่ยวข้องกับ intragranular losses โดยเฉพาะอย่างยิ่งการสูญเสียที่เกี่ยวข้องกับการเคลื่อนไหวของ vortices

5.4 ความเป็นผลึกเชิงเดี่ยว

ทำการตรวจสอบผลึกที่ปลูกได้ว่าเป็นผลึกเชิงเดี่ยวหรือไม่ โดยการถ่าย Laue photograph จากผลการทดลองถ่าย Laue photograph ของผลึกของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2.5:1:2 ในรูปที่ 4.17 และ 2:2:1:1.5 ในรูปที่ 4.18 จะเห็นว่าผลของฟิล์มที่ออกมาจุดที่ปรากฏบนฟิล์มมีความเป็นระเบียบ จุดต่าง ๆ เรียงกันในลักษณะของภาพถ่ายของรังสีเอ็กซ์ของผลึกเชิงเดี่ยวทั่วไป จากจุดที่เป็นระเบียบเหล่านี้แสดงว่าผลึกที่เตรียมได้เป็นผลึกเชิงเดี่ยวแน่นอน

5.5 การวิเคราะห์ผลการศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ในการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นั้น ความคลาดเคลื่อนของค่า lattice parameter a, b และ c จะขึ้นกับความคลาดเคลื่อนของค่ามุม 2θ ที่ได้จากการวิเคราะห์จาก diffraction pattern ความคลาดเคลื่อนหลักของค่ามุม 2θ มีอยู่ 2 ประการคือ ความละเอียดของสเกลซึ่งมีความคลาดเคลื่อนของมุม 2θ ($\Delta 2\theta$) และลักษณะของ peak ที่แสดงจุดยอดไม่ชัดเจน ทำให้ค่าความคลาดเคลื่อนของแต่ละ peak มีค่าแตกต่างกันไป แต่เนื่องจาก peak ที่มีมุม 2θ มีค่าน้อยแสดงจุดยอดชัดเจน และ peak ที่มีมุม 2θ มีค่ามาก แสดงจุดยอดไม่ชัดเจน ทำให้ประมาณค่าความคลาดเคลื่อนของ 2θ ได้เป็น 0.3 เปอร์เซ็นต์ ทำให้ค่าความคลาดเคลื่อนของค่า d-spacing (Δd) ที่คำนวณจากสมการ (2.20)

มีความคลาดเคลื่อนประมาณ 4% และในการวิเคราะห์หาค่า lattice parameter a, b และ c จะใช้ข้อมูลของ d-spacing และ Miller indices (hkl) จำนวนประมาณ 16 ข้อมูล จะสามารถประมาณได้ว่าค่าความคลาดเคลื่อนจะมีค่าประมาณ 1%

ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้ถูกนำไปหาโครงสร้างของผลึกโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าโครงสร้างของผลึกเป็นดังตารางที่ 5.3

ตารางที่ 5.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก

อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu	โครงสร้างของสาร	lattice parameter (Å)		
		a	b	c
2:2:1:2	orthorhombic	5.40	5.49	31.05
2.25:2:1:2	orthorhombic	5.39	5.45	30.88
2.25:2:1:1.5	orthorhombic	5.54	5.42	30.91
2:2:1:1.5	orthorhombic	5.44	5.48	31.01
2:2.25:1:2	orthorhombic	5.48	5.47	31.06
2:2.5:1:2	orthorhombic	5.51	5.54	31.30

และจากการเปรียบเทียบ XRD pattern ของผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้จากการทดลองนี้กับ ASTM card ของสาร $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$, $\text{Bi}_{1.9}\text{Pb}_{0.13}\text{Sr}_{1.98}\text{Ca}_{1.98}\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ และ $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$ พบว่าผลึกเชิงเดี่ยวแสดงเฟส 2212 เป็นเฟสหลัก และบางส่วนประกอบด้วยเฟส 2201 พิจารณาได้จาก peak ของ XRD pattern ที่แสดงเครื่องหมาย x ซึ่งมีค่า d-spacing ประมาณ 4.1 Å ในรูปที่ 4.19 - 4.24 และเฟส 2223 พิจารณาได้จาก peak ของ XRD pattern ที่แสดงเครื่องหมาย o ซึ่งมีค่า d-spacing ประมาณ 2.3 Å ในรูปที่ 4.19 - 4.24

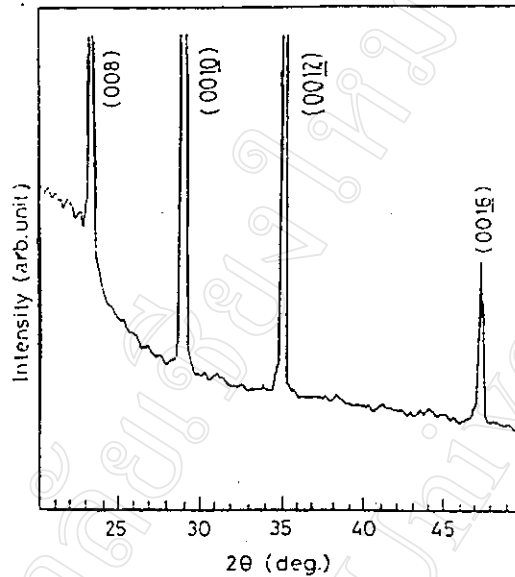
5.6 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาและทดลองเตรียมผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ โดยวิธี self-flux โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้นต่าง ๆ กัน และจากผลการทดลองทำให้ทราบว่าในงานวิจัยนี้ สามารถเตรียมผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้นต่าง ๆ กันได้ ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

5.6.1 ความสมบูรณ์และความบริสุทธิ์ของผลึกเชิงเดี่ยว

ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้นั้นมีความสมบูรณ์และความบริสุทธิ์ไม่สูงนัก พิจารณาได้จาก

1. การศึกษาพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยวด้วยกล้อง Optical microscope พบว่ามีหลุมเล็ก ๆ เกิดขึ้นบนผิวของผลึก ทำให้ผิวของผลึกไม่เรียบตลอด
2. การศึกษาขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวด้วยกล้อง Optical microscope พบว่าขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2.25:2:1:2$ มีขนาดใหญ่ที่สุดคือ $14.38 \text{ มม.} \times 0.5 \text{ มม.} \times 0.05 \text{ มม.}$ ขณะที่ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2.25:2:1:1.5$, $2:2:1:1.5$, $2:2.25:1:2$ และ $2:2.5:1:2$ มีขนาดเล็กเมื่อเทียบกับขนาดของผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้จากการวิจัยของ S. Kishida และคณะ⁽¹⁹⁾ (ตารางที่ 5.1)
3. การวัดความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้โดยใช้อัตราส่วนสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2:2:1:2$, $2.25:2:1:2$, $2:2.25:1:2$ และ $2:2.5:1:2$ ผลึกเชิงเดี่ยวประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟสคือ เฟส 2223 (เฟส 110 เคลวิน) และเฟส 2212 (เฟส 80 เคลวิน) (รูปที่ 5.1), $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2.25:2:1:1.5$ และ $2:2:1:1.5$ (รูปที่ 5.2) และ $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2:2:1:2$ และ $2.25:2:1:2$ (รูปที่ 5.3) ผลึกเชิงเดี่ยวประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟส คือ เฟส 2212 (เฟส 80 เคลวิน) และเฟส 2201 (เฟส 10 เคลวิน)
4. X-ray diffraction pattern ของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้ (รูปที่ 4.17 - 4.22) จะมีความซับซ้อนและจำนวน peak มากกว่า X-ray diffraction pattern ที่ได้จากงานวิจัยของ S. Kishida และคณะ⁽²¹⁾ (รูปที่ 5.4) และจากการเปรียบเทียบกับ ASTM card ของสารในตระกูล Bi-Sr-Ca-Cu-O ทำให้ทราบว่าผลึกเชิงเดี่ยวมีเฟส 2212 เป็นเฟสหลัก และบางส่วนยังแสดงเฟส 2201 และ 2223 อีกด้วย



รูปที่ 5.4 X-ray diffraction pattern ของผลึกเชิงเดี่ยว $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ซึ่งทำการวิจัยโดย S. Kishida และคณะ⁽¹⁹⁾

คาดว่ามีความเสี่ยงจากความไม่คงที่ของอุณหภูมิภายในเตาขณะปลูกผลึก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วงการลดอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง ตั้งแต่อุณหภูมิ 1000 - 830 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่มีการเกิดนิวเคลียส และเกิดการเจริญเติบโตของผลึก นอกจากนี้ ความไม่บริสุทธิ์ของภาชนะที่ใช้ใส่สารขณะเผาคือ alumina boat และ สิ่งเจือปนที่อาจปะปนเข้ามาภายในระบบขณะทำการเตรียมสาร เช่น การซังสาร การบดสาร เป็นต้น ทำให้การเกิดนิวเคลียสไม่เสถียร และการเจริญเติบโตของผลึกเกิดความไม่ต่อเนื่อง ทำให้ผลึกที่ได้มีพื้นผิวไม่เรียบตลอด, มีขนาดเล็ก และไม่บริสุทธิ์

5.6.2 การนำเวดจ์ของผลึกเชิงเดี่ยว

จากการวัดความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวพบว่าผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 2:2:1:2, 2.25:2:1:2, 2.25:2:1:1.5$ และ $2:2:1:1.5$ (รูปที่ 5.2 และ 5.3) ผลึกเชิงเดี่ยวมีการนำเวดจ์อย่างน้อย 2 เฟส คือ เฟส 80 เคลวิน (เฟส 2212) และเฟส 10 เคลวิน (เฟส 2201) พิจารณาได้จากการลดลงอย่างรวดเร็วของ

ความต้านทานที่บริเวณอุณหภูมิประมาณ 85 เคลวิน และมีอุณหภูมิวิกฤตต่ำ ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2, 2.25:2:1:2, 2:2.25:1:2 และ 2:2.5:1:2 ผลึกเชิงเดี่ยวประกอบด้วยอย่างน้อย 2 เฟสคือ เฟส 110 เคลวิน (เฟส 2223) และ เฟส 80 เคลวิน (เฟส 2212) (รูปที่ 5.1) พิจารณาได้จากการลดลงอย่างรวดเร็วของความต้านทานที่บริเวณอุณหภูมิประมาณ 115 เคลวิน และ 85 เคลวิน คาดว่าอาจมีสาเหตุมาจากความไม่คงที่ของอุณหภูมิภายในเตาขณะปลูกผลึกโดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วงการลดอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง ตั้งแต่ 1000 - 830 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่มีการเกิดนิวเคลียสและเกิดการเจริญเติบโตของผลึก ผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้มีอุณหภูมิวิกฤต (T_c , zero) ประมาณ 78.1 - 82.5 เคลวิน ซึ่งมีค่าน้อยกว่าอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้จากการวิจัยของ S. Kishida และคณะ⁽¹⁹⁾ ซึ่งมีอุณหภูมิวิกฤตประมาณ 80 - 87 เคลวิน (ตารางที่ 5.2) มีสาเหตุมาจากผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้มีเฟส 2201 ซึ่งมีอุณหภูมิวิกฤตประมาณ 10 เคลวิน ประกอบอยู่ ด้วยทำให้อุณหภูมิวิกฤตผลึกเชิงเดี่ยวมีค่าน้อยลง

นอกจากนี้ยังพบว่าการนำยวดยิ่งของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้มี 2 ลักษณะคือ ลักษณะหนึ่งนั้นในสถานะปกติ (normal state) ค่าความต้านทานลดลงเมื่ออุณหภูมิลดลง ซึ่งเหมือนกับ ความต้านทานของโลหะ (metallic temperature dependence) (รูปที่ 5.1 และ 5.2) ซึ่งสภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ) กับอุณหภูมิ (T) เป็นไปตามรูปที่ 5.5 ซึ่งแสดงว่าที่อุณหภูมิ 100 - 300 เคลวิน ค่า ρ เป็นสัดส่วนโดยตรงกับอุณหภูมินั้นเองคือ

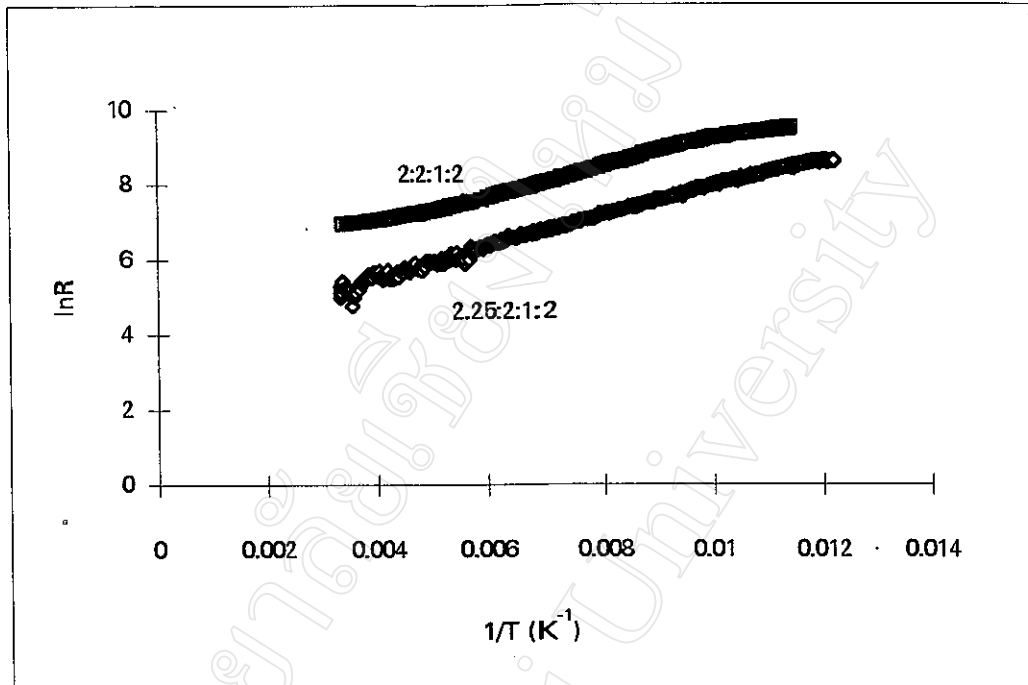
$$\rho \propto T \quad (5.1)$$

ซึ่งอีกลักษณะหนึ่งนั้นในสถานะปกติ ความต้านทานจะเพิ่มขึ้นแบบเอ็กซ์โปเนนเชียล เมื่ออุณหภูมิลดลง (รูปที่ 5.3) พิจารณาได้จากกราฟในรูปที่ 5.6 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln R$ กับ $1/T$ เหมือนกับความต้านทานของสารกึ่งตัวนำ ซึ่งสภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ) กับอุณหภูมิ (T) เป็นไปตามสมการ (5.2)

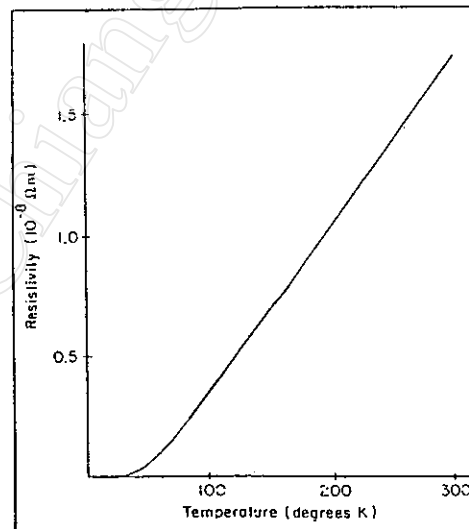
$$\rho = \rho_0 Te^{E/2k_B T} \quad (5.2)$$

E คือ พลังงาน

k_B คือ ค่าคงที่ของโบลต์ซมันน์ (Boltzmann constant)

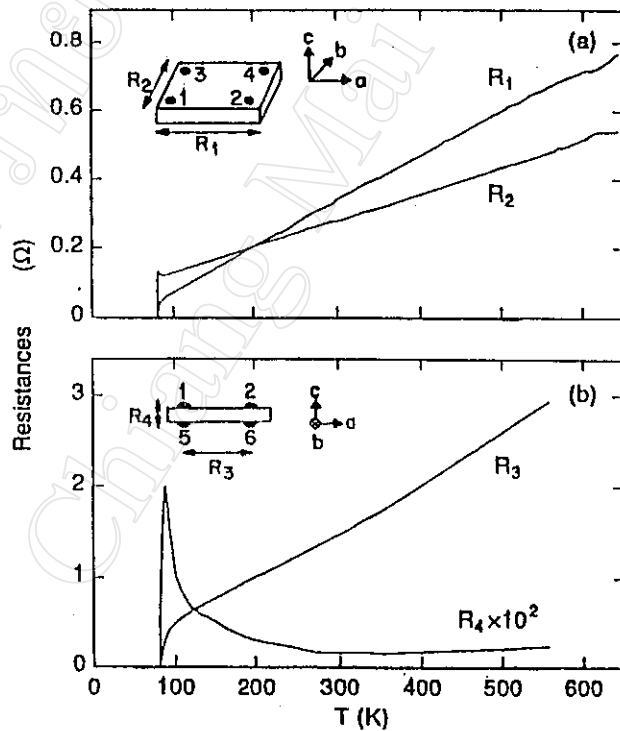


รูปที่ 5.5 กราฟแสดงแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln R$ กับ T ของผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi:Sr:Ca:Cu = 2:2:1:2 และ 2.25:2:1:2



รูปที่ 5.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ρ กับ T สำหรับทองแดง (ข้อมูลจาก G. K. White and S. B. Woods Phil. Trans. Roy. Soc. (London) Ser A 251, 273(1959))

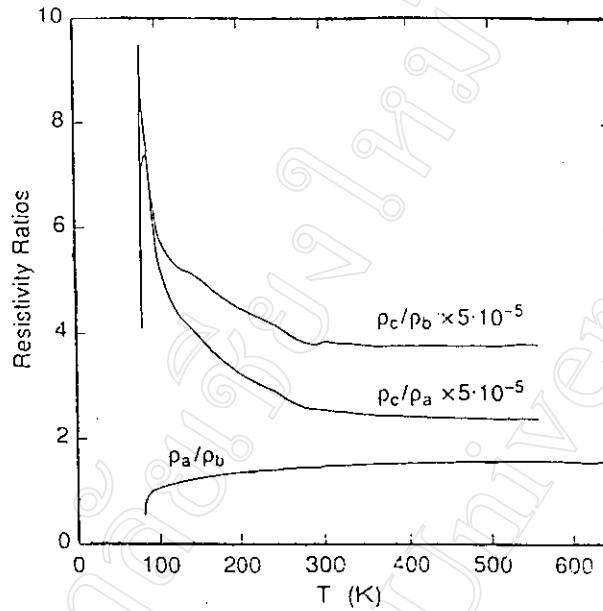
จากการศึกษาของ S. Martin และคณะ⁽²⁷⁾ (รูปที่ 5.7) พบว่าในสถานะปกติค่าความต้านทานลดลงเมื่ออุณหภูมิลดลง เป็นการวัดความต้านทานของผลึกเชิงเดี่ยวในแนวระนาบ ab (ขนานกับระนาบ Cu-O) และค่าความต้านทานเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิลดลงเป็นการวัดความต้านทานของผลึกเชิงเดี่ยวในแนวแกน c (ตั้งฉากกับระนาบ Cu-O) ซึ่งเป็นการแสดงสมบัติ anisotropic ของความต้านทานของผลึกเชิงเดี่ยวนั่นเอง ซึ่งที่ transition temperature สภาพต้านทานในแนวแกน c (ρ_c) มีค่ามากกว่าสภาพต้านทานในแนวแกน a (ρ_a) เท่ากับ 1.5×10^5 เท่า และสภาพต้านทานในระนาบ ab ก็แสดงสมบัติ anisotropic ด้วยอัตราส่วนระหว่างสภาพต้านทานในแนวแกน a (ρ_a) กับสภาพต้านทานในแนวแกน b (ρ_b) ประมาณ 1.7 เท่า (รูปที่ 5.8) สามารถอธิบายได้ว่าการนำไฟฟ้าในระนาบ ab เป็นการนำไฟฟ้าซึ่งอยู่ในแนวเดียวกับระนาบ Cu-O ทำให้มีสภาพต้านทานเกิดขึ้นน้อย ส่วนการนำไฟฟ้าในแกน c มีสภาพต้านทานไฟฟ้ามากเพราะเป็นการนำไฟฟ้าในแนวที่ระนาบ Cu-O แยกห่างออกจากกันมากนั่นเอง



รูปที่ 5.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยว

$\text{Bi}_2\text{Sr}_{2.2}\text{Ca}_{0.8}\text{Cu}_2\text{O}_8$ ซึ่งทำการวิจัยโดย S. Martin และคณะ⁽²⁷⁾

- (a) ความต้านทานตามแนวแกน a และ b
- (b) ความต้านทานตามแนวแกน a และ c



รูปที่ 5.8 กราฟแสดงอัตราส่วนของสภาพต้านทานในแนวแกนต่าง ๆ โดยที่ $\rho_c/\rho_b \approx 1.7$, ρ_c/ρ_a และ $\rho_c/\rho_b = 10^5$

5.7 ข้อเสนอนี้

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ โดยวิธี self-flux โดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้นต่าง ๆ กัน แล้วนำผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพ จากผลการทดลองทำให้เราทราบว่าผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์และความสมบูรณ์ไม่สูงนัก เราอาจจะแก้ไขด้วยการใช้ภาชนะสำหรับใส่สารในการเผาที่มีความบริสุทธิ์สูงมาก และระมัดระวังสิ่งเจือปนที่จะเข้ามาภายในระบบขณะทำการเตรียมผลึก เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่จะเข้ามาทำให้การเกิดนิวคลีโอซันไม่เสถียร และการเจริญเติบโตไม่ต่อเนื่อง หรืออาจจะเปลี่ยนเงื่อนไขในการเผาโดยการเพิ่มระยะเวลาในการหลอมเหลวให้มากขึ้น หรือเพิ่มระยะเวลาในการเจริญเติบโตของผลึกให้มากขึ้น นอกจากนี้เราอาจจะเพิ่มอุณหภูมิวิกฤตของผลึกเชิงเดี่ยวโดยการทดลองเติมตะกั่วปริมาณต่าง ๆ ในขั้นตอนการเตรียม จากผลการทดลองผลึกเชิงเดี่ยวที่เตรียมได้มีเฟส 2223 (เฟส 110 เคลวิน) ปะปนด้วย และเพื่อที่จะเข้าใจสารตัวนำยวดยิ่งในระบบ Bi-Sr-Ca-Cu-O ให้มากขึ้น ควรทำการทดลองเตรียมผลึกเชิงเดี่ยวในเฟส 2223 แล้วนำผลึกเชิงเดี่ยวที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพต่อไป