บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์ วิธีทดลอง

การทดลองนี้ได้ทำการปลูก whiskers ของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ โดยวิธี Conversion by Annealing in Powder (CAP method) แล้วนำ whiskers ที่ได้ มาศึกษาลักษณะและขนาดของ whisker ด้วยกล้อง Optical microscope แล้วจึงนำไปวัดหาค่าอุณหภูมิวิกฤต (T_c) ,ความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) และตรวจสอบสภาพพื้นผิวของ whiskersที่ปลูกได้ และ X-ray หาองค์ประกอบของสารด้วยกล้อง Scanning Electron Microscope (SEM) ต่อไป

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแบ่งเป็นวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูก whiskers ของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ และวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา whiskers ที่เตรียมได้

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูก whiskers ของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ ได้แก่ สารเคมี, เครื่องชั่งสาร, ครกบดสาร, เตาเผาสาร, อุปกรณ์ quench,เครื่องอัดเม็ดสาร, เครื่องตัดแต่งเม็ดสาร และ alumina boat

วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา whiskers ที่เตรียมได้ ได้แก่ กล้องจุลทรรศน์, กล้อง Scanning Electron Microscope (SEM), อุปกรณ์สำหรับวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของwhiskers และอุปกรณ์วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการปลูก whiskers

3.1.1 สารเคมีที่ใช้

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

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

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

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

3.1.1.5 Lead Oxide (PbO) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท JOHNSON MATTHEY England มวลโมเลกุล 239.189 กรัม

รูปที่ 3.1 แสดงสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

หมายเลข 1 Bi_2O_3 หมายเลข 2 $SrCO_3$

หมายเลข 3 $CaCO_3$ หมายเลข 4 CuO หมายเลข 5 PbO

3.1.2 เครื่องชั่งสาร

เครื่องชั่งสาร A & D company Limited, FX-40 CJ, JEWELRY BALANCE มีความละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม และชั่งได้มากที่สุด 41 กรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.2

รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องชั่งสาร

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

3.1.3 ครกบดสาร และ Alumina boat

(1) ครกบดสาร Retsch ทำจาก Brazilian agete

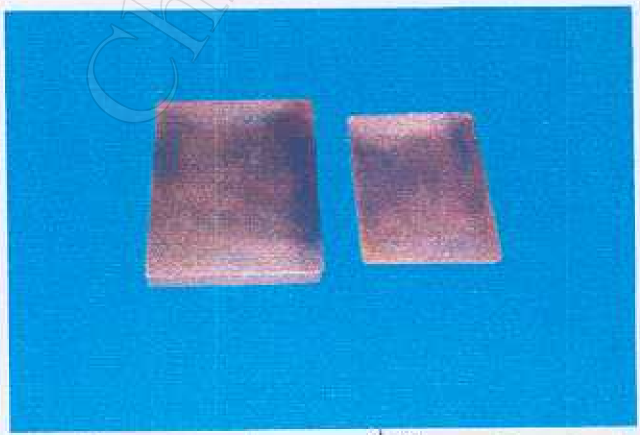
(2) Alumina boat เป็นภาชนะสำหรับใส่สารตัวอย่างในขั้นตอนหลอมเหลว (melt) Alumina boat ที่ใช้ในการทดลองสามารถทนความร้อนได้สูงถึง 1,500 °C ดังแสดงในรูปที่ 3.3

รูปที่ 3.3 แสดงครกบดสารและอุปกรณ์

หมายเลข 1 ช้อนตักสาร หมายเลข 2 ครกบดสาร หมายเลข 3 Alumina boat

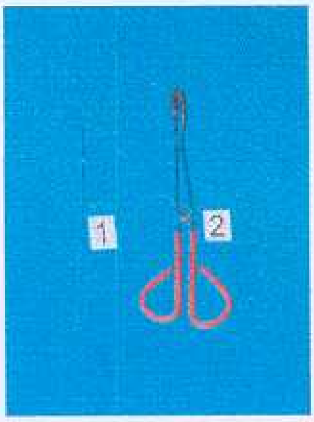
3.1.4 อุปกรณ์ quench สาร

ในการ quench มีอุปกรณ์ที่ใช้ดังนี้ คือ แผ่นทองแดง (Copper plate) มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้า 2 แผ่น. เหล็กขอเกี่ยว และคีมช่วยจับดังแสดงในรูปที่ 3.4 และ 3.5



รูปที่ 3.4 แสดงลักษณะของแผ่นทองแดงที่ใช้ในการ Quench สาร

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University



รูปที่ 3.5 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการหลอมเหลวสารตัวอย่าง และช่วยในการ quench สาร

หมายเลข 1 เหล็กขอเกี่ยว หมายเลข 2 คีมจับ

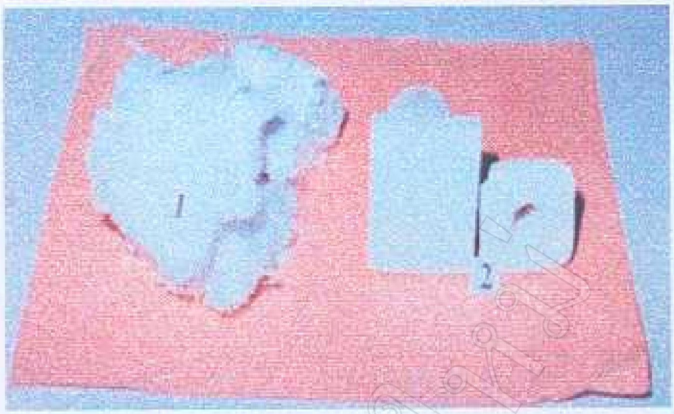
3.1.5 เตาเผาสาร (Furnance) และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

ผลิตขึ้นเองโดยห้องวิจัยเซรามิกส์ซูปเปอร์คอนดักเตอร์ มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ แต่ละด้านประกอบด้วยแผ่นโลหะ ขนาด 35 x 35 x 35 cm ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยมีส่วนประกอบต่าง ๆ ดังนี้

(1) ฉนวนความร้อน เป็นฉนวนเซรามิกส์ไฟเบอร์กาซ ทนอุณหภูมิ 1,700 °C ขณะทำการเผาใช้ฝาปิดท่อเซรามิกส์ เพื่อช่วยในการควบคุมความเสถียรของอุณหภูมิในเตา ดังแสดงรูปที่ 3.7

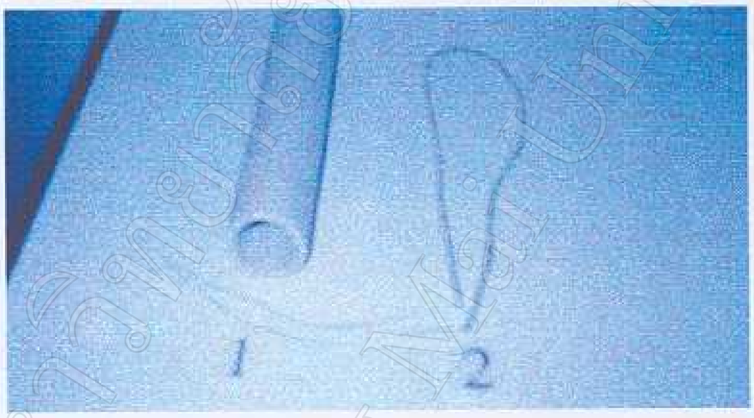
(2) ท่อเซรามิกส์ มีเส้นผ่าศูนย์กลางยาว 5 cm ยาว 34 cm หนา 3.5 mm และลวดนำความร้อน เป็นลวด electric resistance wire มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.65 cm ยาว 15 m ความต้านทาน 75 Ω แล้วนำไปขดให้อยู่ในลักษณะคล้ายสปริง แล้วนำมาพันรอบท่อเซรามิกส์ หลังจากนั้นจึงนำเอา ดินขาว(clay)มาเคลือบรอบเส้นลวด เพื่อช่วยลดความร้อนภายนอกของเส้นลวด ดังแสดงในรูปที่ 3.8

รูปที่ 3.6 แสดงลักษณะรูปร่างภายนอกและขนาดของเตาเผาสาร



รูปที่ 3.7 แสดงส่วนประกอบภายในของเตาเผาสาร

หมายเลข 1 ฉนวนกันความร้อน　　　　　หมายเลข 2 ฝาปิดปากท่อเซรามิกส์



รูปที่ 3.8 แสดงส่วนประกอบของไส้เตาเผาสาร

หมายเลข 1 ท่อเซรามิกส์ที่ใช้ทำไส้เตา　　　　　หมายเลข 2 ลวดความร้อนที่ขดเป็นสปริง

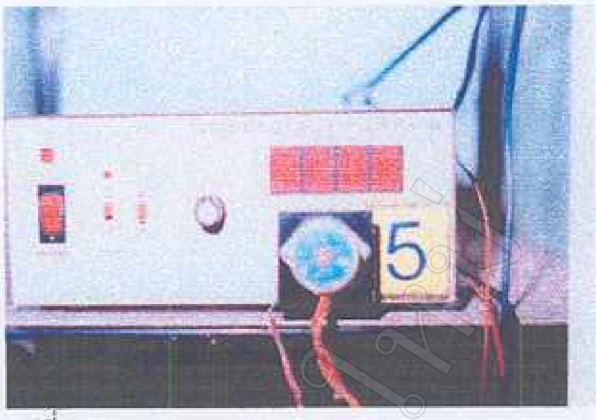
ในการควบคุมอุณหภูมิของเตาเผาสารจะใช้อุปกรณ์ดังต่อไปนี้

(1) Temperature Controller ซึ่งผลิตขึ้นเองโดยห้องวิจัยสารเซรามิกส์ซุปเปอร์คอนดักเตอร์ ใช้ในการควบคุมอัตราการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของอุณหภูมิภายในเตาเผา สามารถเพิ่มอุณหภูมิ 5-7 $^{\circ}$C/min และลดอุณหภูมิ 1-5 $^{\circ}$C/min ดังรูปที่ 3.9

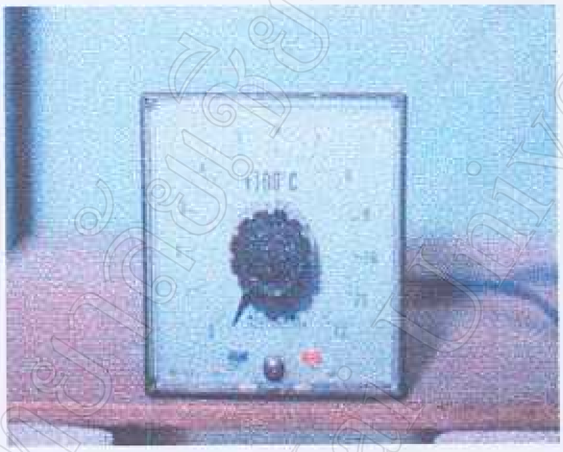
(2) Maxthermo Temperature Controller รุ่น MC-1101 ใช้สำหรับควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ในช่วง 0-1,200 $^{\circ}$C ดังรูปที่ 3.10

ส่วนประกอบของระบบเตาเผาสาร และวงจรที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิ มีรายละเอียดดังแสดงในรูปที่ 3.11

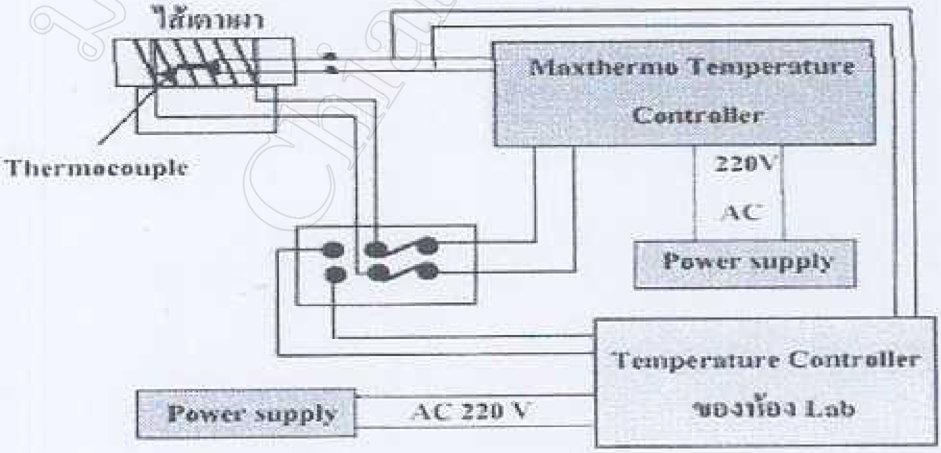
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University



รูปที่ 3.9 แสดง Temperature controller



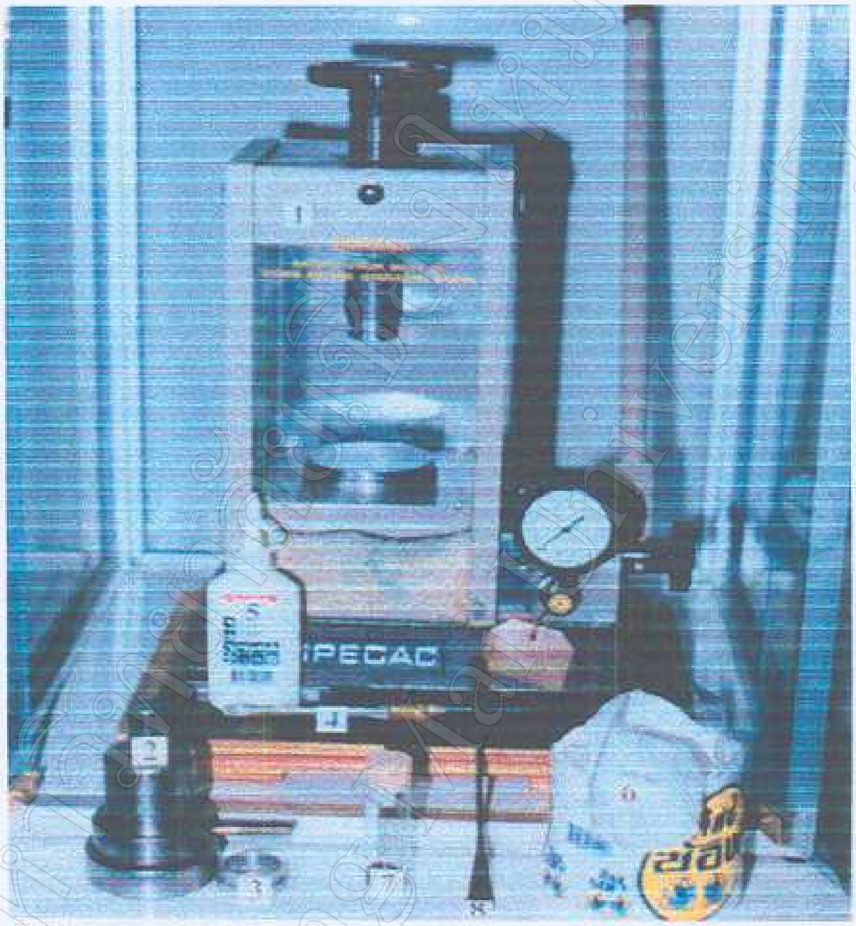
รูปที่ 3.10 แสดง Maxthermo temperature controller



รูปที่ 3.11 แสดงส่วนประกอบของระบบเตาเผาสารและวงจรที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิ

3.1.6 เครื่องอัดเม็ดสาร

เครื่องอัดเม็ดสารมีแรงดันในการอัดสารสูงสุด 25 ตัน ผลิตจากบริษัท SPECAC ประเทศอังกฤษ ดังรูปที่ 3.12

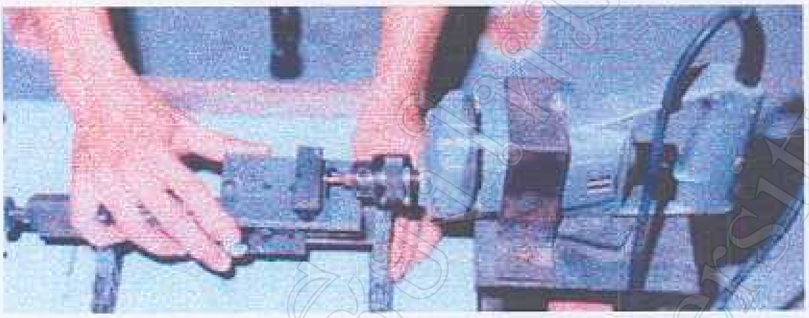


รูปที่ 3.12 แสดงอุปกรณ์สำหรับการขึ้นรูปสารเป็นเม็ด

หมายเลข 1 เครื่องอัดสาร
หมายเลข 2 แม่พิมพ์
หมายเลข 3 ฝาครอบช่วยในการนำสารออกจากเบ้า
หมายเลข 4 ช้อนตักสาร
หมายเลข 5 น้ำมันหล่อลื่น
หมายเลข 6 กระดาษทิชชู่
หมายเลข 7 ผงของสารตัวอย่าง

3.1.7 เครื่องตัดแต่งเม็ดสาร

เครื่องตัดแต่งเม็ดสารเป็นการประยุกต์จากสว่านไฟฟ้าซึ่งผลิตโดย บริษัท HITACHI ใช้ดอกสว่านแบบ Diamond Saw ที่สามารถตัด ขัด เม็ดสาร ผลิตโดยบริษัท คันท รี อาร์ เวสท์ ไทเป ประเทศไต้หวัน ดังรูปที่ 3.13

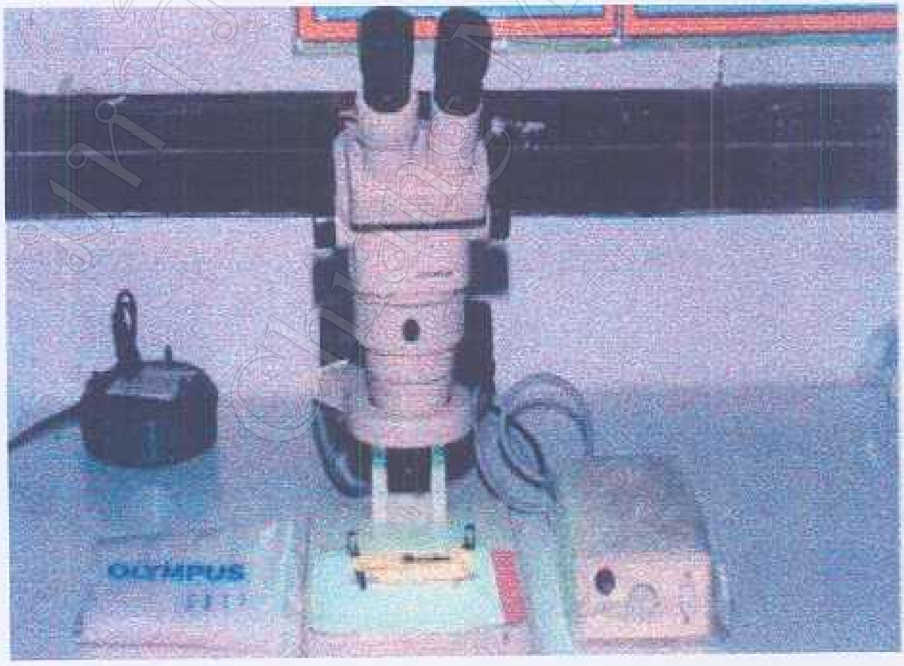


รูปที่ 3.13 แสดงเครื่องตัดแต่งเม็ดสาร

3.2 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบสภาพพื้นผิวของ whiskers

3.2.1 กล้องจุลทรรศน์

ใช้กล้องจุลทรรศน์จากบริษัท OLYMPUS รุ่น SZ-ST ในการตรวจสอบลักษณะการเกิดของ whiskers จาก alumina boat และใช้ในขั้นตอนการติด contact ดังแสดงในรูปที่ 3.14



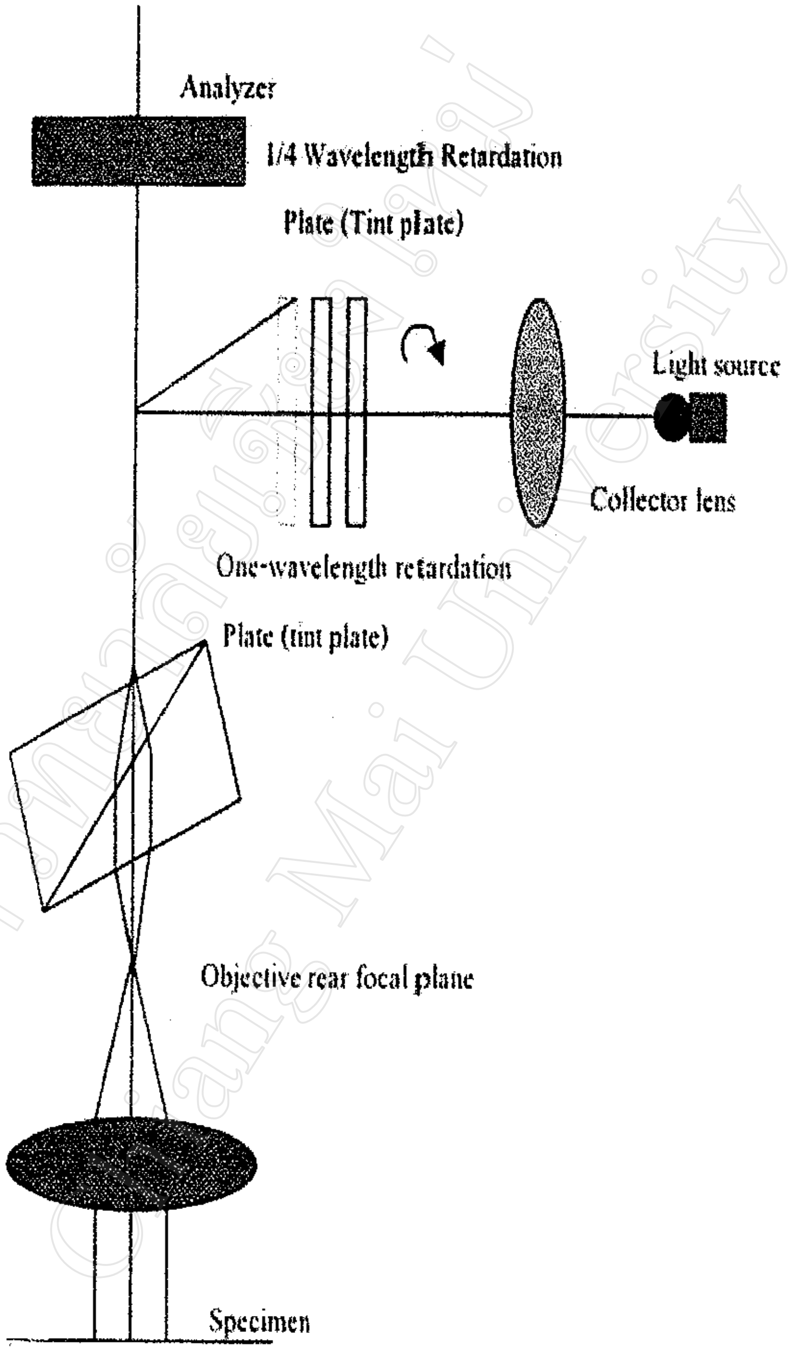
รูปที่ 3.14 แสดงกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดา กำลังขยาย 40 เท่า

3.2.2 กล้อง Optical microscope

กล้อง Optical microscope รุ่น BHM-112B/313B ของบริษัท Olympus Optical ประเทศญี่ปุ่น ใช้สำหรับดูสภาพพื้นผิวของ whiskers และถ่ายภาพบันทึกไว้โดยใช้กล้องถ่ายรูปที่ติดอยู่กับตัวกล้อง Optical microscope ดังแสดงในรูปที่ 3.15

รูปที่ 3.15 แสดงกล้อง Optical microscope กำลังขยาย 50, 100 และ 500 เท่า

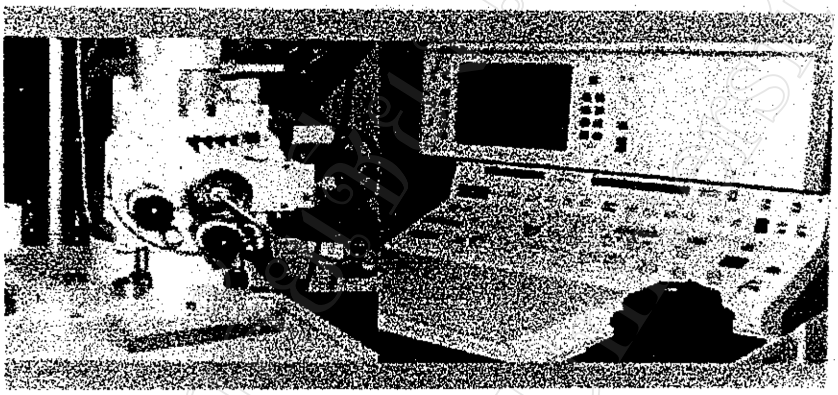
กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (light microscope) เป็นกล้องจุลทรรศน์แบบหนึ่งที่ใช้กันมานานและไม่ยุ่งยากในการใช้งาน ต้นกำเนิดของการเกิดภาพคือแหล่งกำเนิดแสงซึ่งเป็นดวงไฟธรรมดา ลำแสงจะเคลื่อนที่ผ่านระบบเลนส์แก้วภายในกล้อง การเปลี่ยนกำลังขยายและการปรับโฟกัสเป็นการปรับด้วยระบบทางกลทั้งหมด โดยทั่วไปกำลังขยายของกล้องจุลทรรศน์แบบนี้สูงไม่เกิน 2,000 เท่า สามารถมองภาพขยายของตัวอย่างได้โดยตรงจากกล้องจุลทรรศน์ แต่จะไม่เห็นรายละเอียดมากนัก เนื่องจากความยาวคลื่นของแสงที่ตกกระทบตัวอย่างยาวกว่าขนาดของรายละเอียดที่ต้องการศึกษา โดยหลักการทำงานได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.16



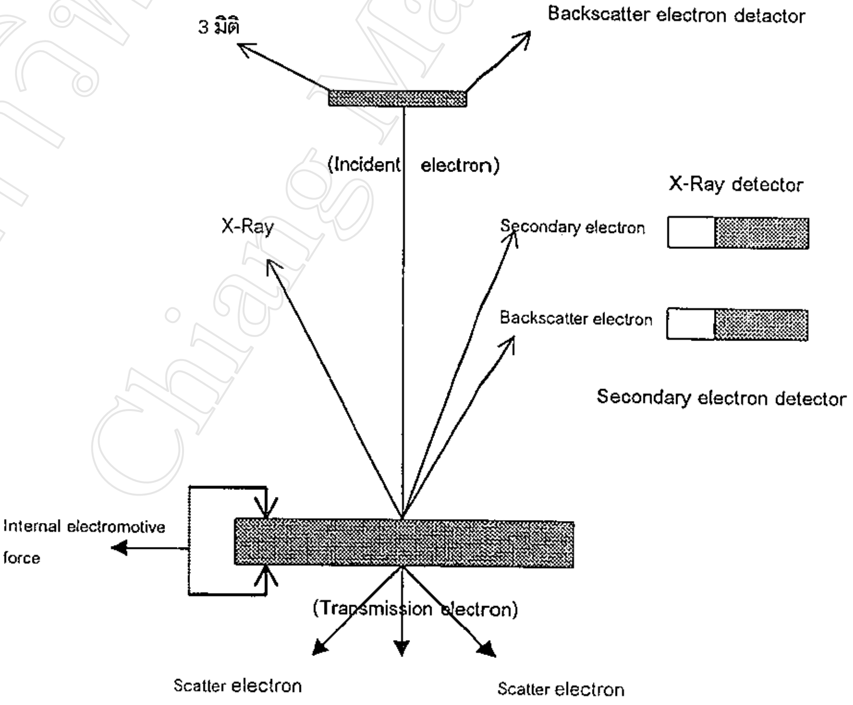
รูปที่ 3.16 แสดงไดอะแกรมการทำงานของกล้อง Optical microscope

3.2.3 กล้อง Scanning Electron Microscope

กล้อง Scanning Electron Microscope ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM-840A และเครื่อง coat (ทองแดง, ทองขาว และเงิน) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JFC-1100E ที่ศูนย์เครื่องวิจัยทางวิทยาศาสตร์การแพทย์ คณะแพทย์ศาสตร์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ specimen ที่มีขนาดเล็ก เพื่อศึกษาพื้นผิวหรือโครงสร้างภายนอกของ whiskers ในกำลังขยายสูง ๆ ดังรูป 3.17 และไดอะแกรมการทำงานดังรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.18 แสดงกล้อง Scanning Electron Microscope



รูปที่ 3.19 แสดงไดอะแกรมการทำงานของกล้อง Scanning Electron Microscope

เมื่อยิงลำอิเล็กตรอน (incident electron) ไปยังตัวอย่างก็จะเกิดอิเล็กตรอนมากมายหลายชนิด แล้วก็เลือกที่จะจับอิเล็กตรอน ในส่วนที่ต้องการมาใช้งานหรือเกิดเป็นภาพเพื่อการศึกษาต่อไป ในที่นี้ เครื่อง SEM รุ่น 840-A จะมี detector อยู่ 3 ตัว คือ

1. Secondary electron detector
2. Backscanning electron detector
3. X-Ray detector (Mode EDS)

ดังนั้น function ที่ SEM รุ่น 840-A จะใช้งานได้คือ

1. Secondary electron image (SEI)
2. Backscanning electron image (BEI)
   2.1 Topographic image (TOPO)
   2.2 Composition image (COMPO)
3. X-Ray image
   3.1 Analog (X-ray Analog) or (LSP line sean protile)
   3.2 X-ray (Digital) or (X-ray image)
4. EDX (The energy dispersive X-ray spectrometer)
   4.1 Qualitative
   4.2 Quantitative

3.2.4 อุปกรณ์สำหรับวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของ whiskers ประกอบด้วย

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

3.2.4.2 Constant current source ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกส์ซูเปอร์คอนดักเตอร์ผลิตขึ้นเอง ทำหน้าที่เป็นแหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้าตรง สามารถจ่ายกระแสได้ 2 ค่า คือ 1mA และ 10 mA ในที่นี้เลือกใช้กระแส 10 mA

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

3.2.4.4 Scanner ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกส์ซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเองทำหน้าที่สลับช่องวัดค่าของแรงดันไฟฟ้าส่งมาจาก cold junction compensator, sample และความต้านทานมาตรฐาน

3.2.4.5 Digital Multimeter Model Mc-536 ของบริษัท SOAR Corporation, Japan, ทำหน้าที่อ่านค่าแรงดันไฟฟ้าที่ส่งมาจาก Scanner แล้วส่งไปยังคอมพิวเตอร์เพื่อทำการประมวลผล

3.2.4.6 Sample holder ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกส์ซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเองใช้สำหรับติด sample ที่ต้องการวัดค่าความต้านทาน เพื่อหย่อนลงในถังไนโตรเจนเหลว

รูปที่ 3.20 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดความสัมพันธ์ระหว่าง ความต้านทานไฟฟ้า กับอุณหภูมิ ของ whiskers

หมายเลข 1 Computer
หมายเลข 2 Sample Holder และ ไนโตรเจนเหลว
หมายเลข 3 Power supply
หมายเลข 4 Sensitive Digital Voltmeter
หมายเลข 5 System DMM

3.2.5 อุปกรณ์สำหรับวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤติ (J_c) ของwhiskers ประกอบด้วย

3.2.5.1 System digital multimeter model 196 ของบริษัท Keithley ทำหน้าที่วัดแรงดันและแปลงสัญญาณแรงดันให้เป็นข้อมูลดิจิตอล แล้วส่งให้คอมพิวเตอร์ทำการประมวลผล

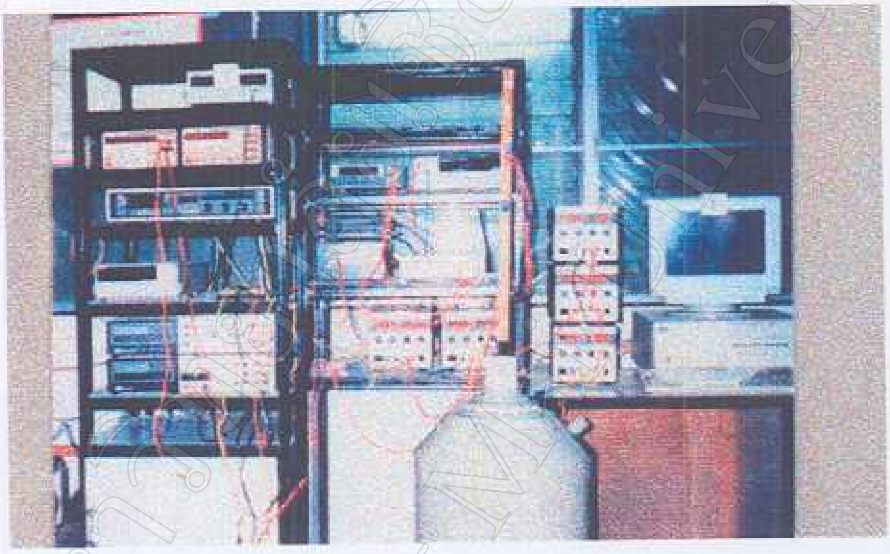
3.2.5.2 Switch System model 7001 & Nanovolt scanner card model 7168 ของบริษัท Keithley ทำหน้าที่สลับช่องวัดสัญญาณระหว่างกระแสที่ส่งมาจาก Standard Resister และแรงดัน V_{23} ที่ตกคร่อมขั้ว 2 และ 3 ของ whiskersตัวอย่าง

3.2.5.3 Programmable direct current power supply model TSX1820 P ของบริษัท Thurlbythunder Instrument ทำหน้าที่จ่ายกระแสเข้าขั้ว 1 และ 4 ของ whiskersตัวอย่าง จ่ายกระแสได้ตั้งแต่ 0.01 แอมแปร์ ถึง 20.20 แอมแปร์

3.2.5.4 Standard Resister ของบริษัท Keithley ใช้ในการวัดกระแสที่ไหลในวงจร โดยจะวัดแรงดันตกคร่อม Standard Resister (R_{std}) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.001 Ω แล้วคำนวณเป็นค่ากระแสตามสมการ ($I = \frac{V_{Rstd}}{R_{std}}$)

3.2.5.5 Computer (486 DX-2 50MHz) + card IEEE-488.2 ของบริษัท VNC ทำหน้าที่ควบคุมอุปกรณ์ต่าง ๆ เก็บข้อมูล และประมวลผล

3.2.5.6 Sample Holder ห้องปฏิบัติการวิจัยสารเซรามิกส์ซูเปอร์คอนดักเตอร์ ผลิตขึ้นเอง ใช้สำหรับติด sample ที่ต้องวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต เพื่อหย่อนลงในถังไนโตรเจนเหลว



รูปที่ 3.21 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers

หมายเลข 1 Computer
หมายเลข 2 Sample Holder และ ไนโตรเจนเหลว
หมายเลข 3 constant current source
หมายเลข 4 Digital multimeter
หมายเลข 5 Fluke 45 Dual Multimeter

3.3 วิธีทดลอง

ในการทดลองนี้เริ่มต้นด้วยการปลูก whiskers(2212) โดยวิธี melt-quench glassy plate ในบรรยากาศของ O_2 นำ whiskers ที่เตรียมได้ไปตรวจสอบการเกิดด้วยกล้องจุลทรรศน์ แล้วทำการวัดขนาดของ whiskers ด้วยกล้อง Optical microscope และวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ ด้วยวิธี dc. four-point-probe และ วัดความ

หนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) หลังจากนั้นทำการทดลองเปลี่ยนเฟสของ whiskers(2212) ไปเป็น whiskers(2223) โดยวิธี Conversion by Annealing in Powder (CAP method) ใช้อัตราส่วนของสาร Pb เริ่มต้น ที่แตกต่าง กัน นำ whiskers ที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณะและขนาดด้วยกล้อง Optical microscope วัดความต้านทานไฟฟ้าโดยการแปรค่าอุณหภูมิด้วยวิธี dc. four-point-probe วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ตรวจสอบพื้นผิวของ whiskersที่เตรียมได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM)

3.3.1 วิธีปลูก whiskers $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$ (2212)

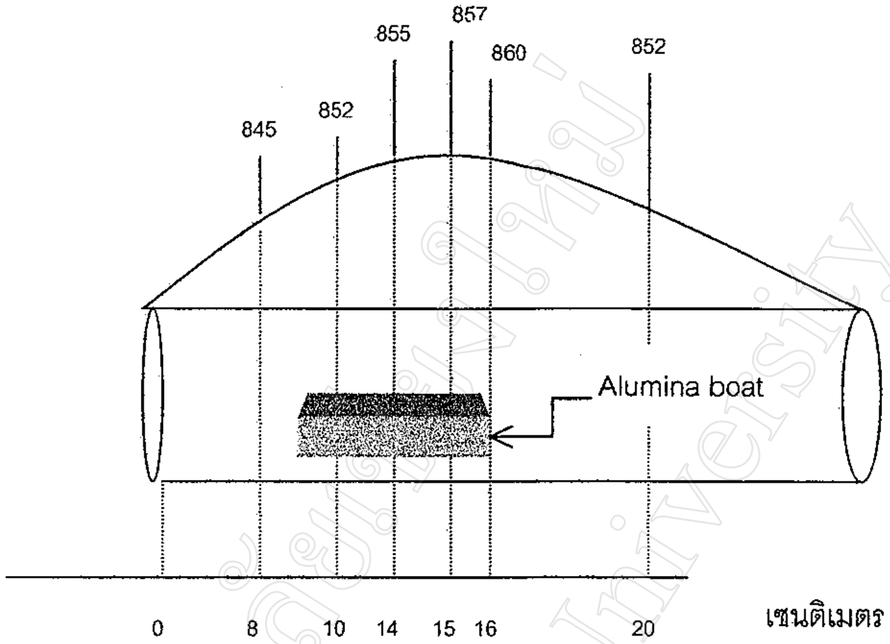
(1) นำผงสารเคมี Bi_2O_3, $SrCO_3$, $CaCo_3$, CuO ในอัตราส่วนอะตอม Bi:Sr:Ca:Cu = 2:1.9:2.2:4 มาบดให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

(2) นำสารที่ได้ใส่ลง alumina boat แล้วนำสารไปเผาที่อุณหภูมิ 1,150-1,200 °C เป็นเวลา 30 นาที

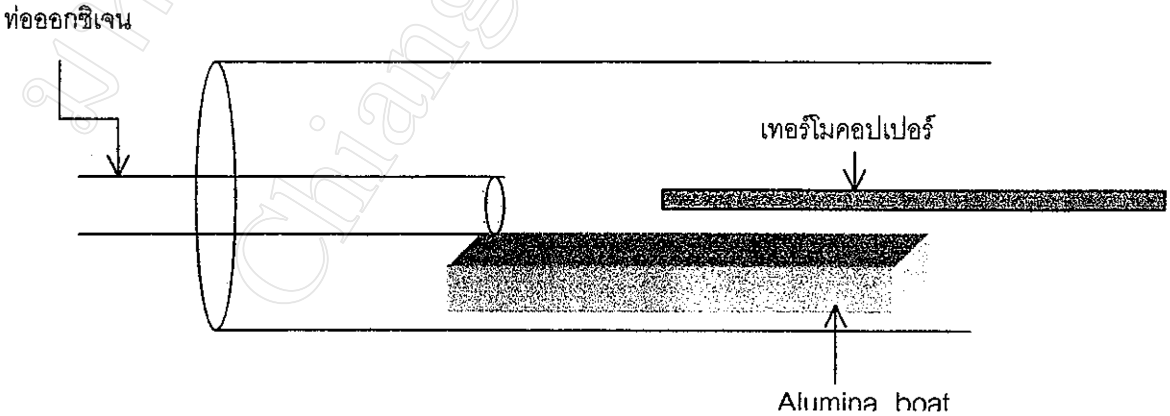
(3) ทำการ quench สารที่หลอมเหลว โดยเทสารลงบนแผ่นทองแดงที่เช็ดทำความสะอาดด้วย acetone แล้วใช้แผ่นทองแดงอีกแผ่นซึ่งมีน้ำหนักมากกว่า กดทับอย่างรวดเร็วจะได้แผ่น glassy plate ต่อมาจึงทำการหักเพื่อให้มีขนาดเล็ก ๆ

(4) นำ glassy plate ที่ทำให้มีขนาดเล็กแล้ว ใส่ลงใน alumina boat นำไปเข้าเตาเผาพร้อมต่อท่อส่งกาซออกซิเจนเข้าเตาเผารอไว้ด้วย หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิขึ้นจากอุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 5 °C / min จนถึงช่วงอุณหภูมิ 700 °C ทำการ set ตำแหน่งการวางท่อกาซออกซิเจน โดยพยายามให้ ท่อกาซออกซิเจนอยู่บริเวณเหนือ alumina boat เมื่อทำการ set ตำแหน่งท่อกาซแล้ว จึงเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปในอัตราเดิม จนไปถึง 865 °C แล้วใช้ maxthermo ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่พร้อมทั้งเปิดกาซออกซิเจน ในอัตราการไหล 150 ml / min เป็นเวลา 120 ชั่วโมง

(5) เมื่อครบกำหนด 120 ชั่วโมงแล้ว จึงปิด สวิตซ์เตา ปล่อยให้ สารที่เตรียมได้เย็นตัวลงในเตา หลังจากนั้น เราจะได้ whiskers ซึ่งเราจะนำ whiskers ที่ได้นี้ไปตรวจสอบการเกิดของ whiskers ด้วยกล้องจุลทรรศน์ ว่ามี whiskers เกิดขึ้นหรือไม่ แล้ววัดขนาดด้วยกล้อง Optical microscope แล้วจึงนำ whiskers ไปติด contact ด้วยวิธี dc. four-point-probe เพื่อวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ เพื่อตรวจสอบว่า whiskers ที่ได้เป็น whiskers(2212) หรือไม่ แล้ววัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers



รูปที่ 3.22 แสดงการ set อุณหภูมิเตา



รูปที่ 3.23 แสดงการ set ตำแหน่งการวาง ท่อกาซออกซิเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University

3.3.2 วิธีเตรียมผงของสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0)

(1) นำผงสารเคมี Bi_2O_3, $SrCO_3$, $CaCo_3$, CuO, PbO ในอัตราส่วนอะตอม Bi:Sr:Ca:Cu:Pb = 2:2:4:6:(0,0.5 ตามค่า y) มาบดให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

(2) นำสารใส่ใน alumina boat เพื่อนำไป calcine ภายในเตาเผาสารโดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องด้วยอัตราการเพิ่ม 5 °C / min จนถึง 820 °C ใช้ maxthermo ควบคุมให้อุณหภูมิคงที่ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 1 °C / min จนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วนำสารที่ได้มาบดให้เป็นผง

(3) นำผงที่ได้จากข้อ (2) แบ่งเป็น 10 ส่วน นำไปอัดเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ดสารด้วยความดัน 10 ตัน แล้วนำไปตัดให้พอดีกับ alumina boat

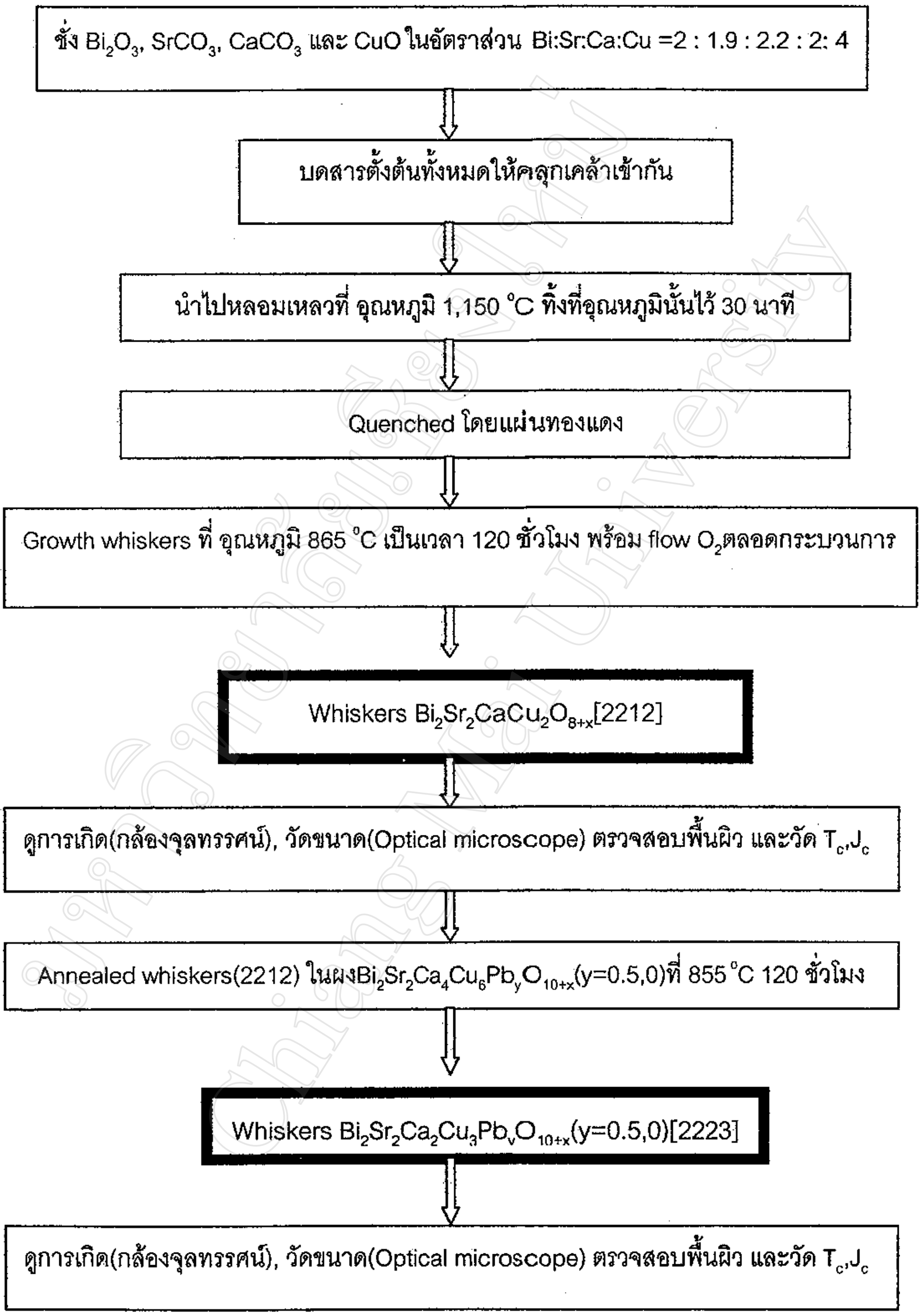
(4) นำเม็ดสารไป sinter ที่อุณหภูมิ 870 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น ทำให้สารมีความแข็งมากขึ้น จะได้เม็ดสารที่มีความแข็งมากพอไม่หลอมเหลว เมื่อนำไปใช้ในการ anneal

3.3.3 วิธีการปลูกwhiskers $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0) ด้วยวิธี CAP

(1) นำเม็ดสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0) ที่ได้จากข้อ(4) ในหัวข้อ 3.3.2 มาวางใน alumina boat เป็นชั้นที่ 1 เพื่อป้องกัน whiskers ทำปฏิกิริยากับ alumina boat โรยผงสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0 แล้วแต่ว่าขณะนั้น ต้องการเตรียมสารตัวไหน) เป็นชั้นที่ 2 นำ whiskers(2212) ที่ได้จากการเตรียมในหัวข้อ 3.3.1 วางลงบนผง โรยผงสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0 แล้วแต่ว่าขณะนั้น ต้องการเตรียมสารตัวไหน) ทับ whiskers เป็นชั้นที่ 3 แล้วทับด้วยเม็ดสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0) อีกเป็นชั้นบนสุด

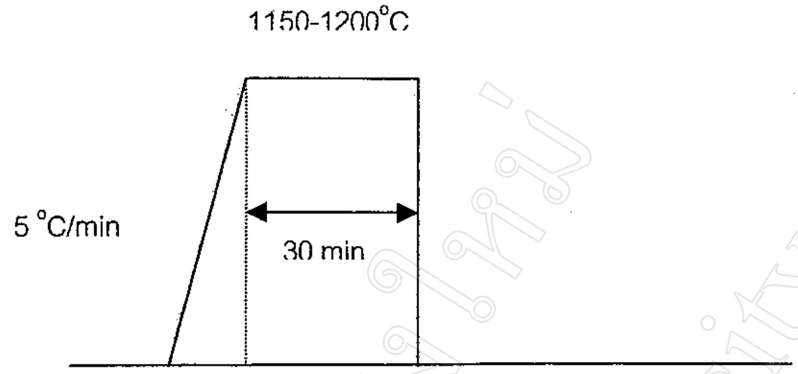
(2) นำไป anneal โดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C / min จนถึงช่วงอุณหภูมิ 855 °C ทำการ anneal เป็นเวลานาน 120 ชั่วโมง จากนั้นปิด สวิตช์ ปล่อยให้สารเย็นตัวลงในเตา จนถึงอุณหภูมิห้อง

(3) นำ whiskers ที่ได้นี้ไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ ว่ามี whiskers ที่ได้มีลักษณะและขนาดเท่าไร แล้วจึงนำ whiskers ไปติด contact ด้วยวิธี dc. four-point-probe เพื่อวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ และวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers

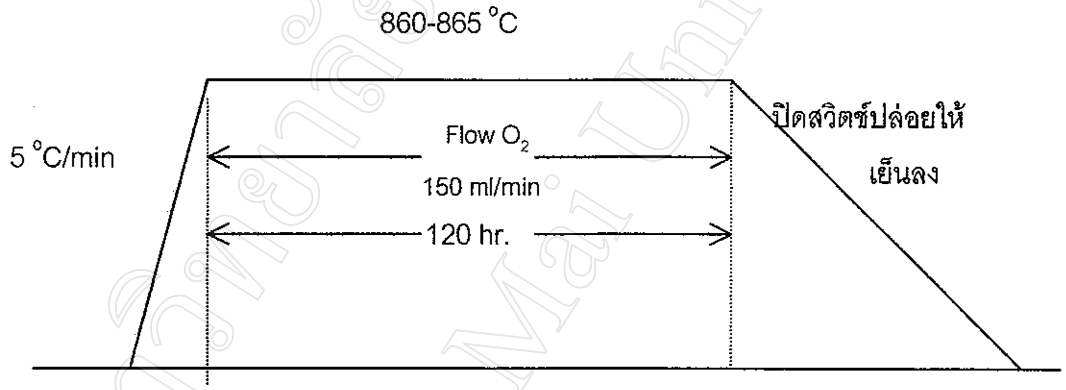


รูปที่ 3.24 แสดงขั้นตอนการปลูก whiskers (2223)

เงื่อนไขของการเผาสารของการปลูก whiskers $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$

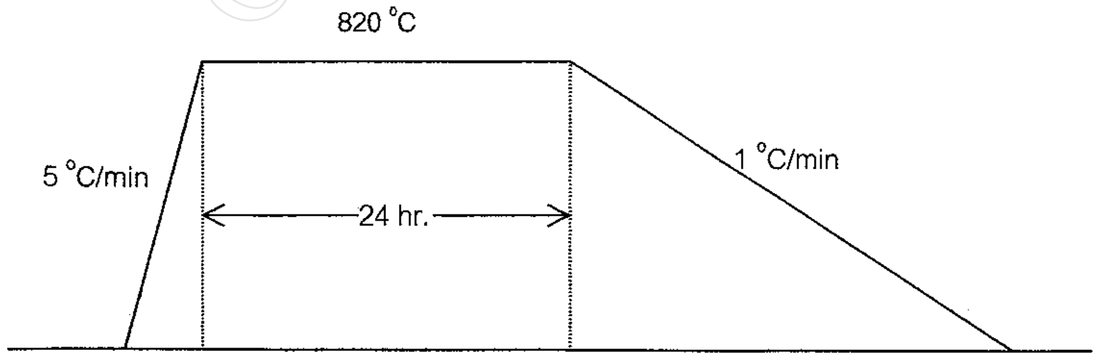


รูปที่ 3.25 เงื่อนไขการ quench สาร $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$ (2212)

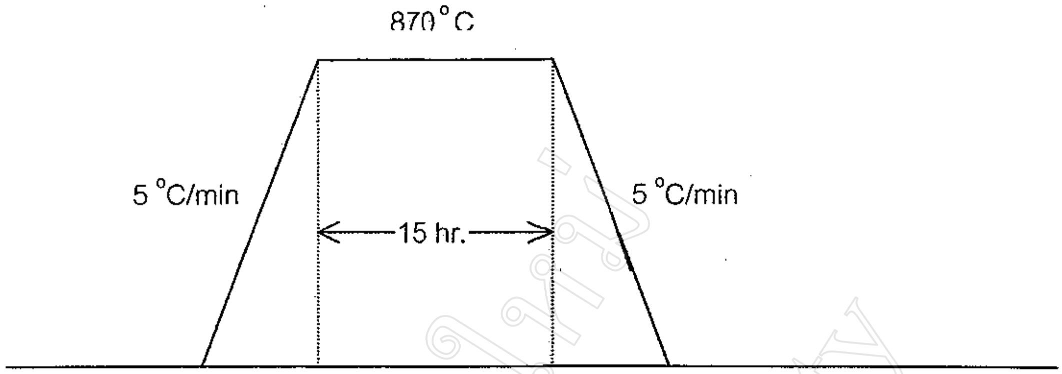


รูปที่ 3.26 เงื่อนไขการ growth whiskers $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$ (2212)

เงื่อนไขการเผาผงของสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_x$ (y = 0.5 และ 0)

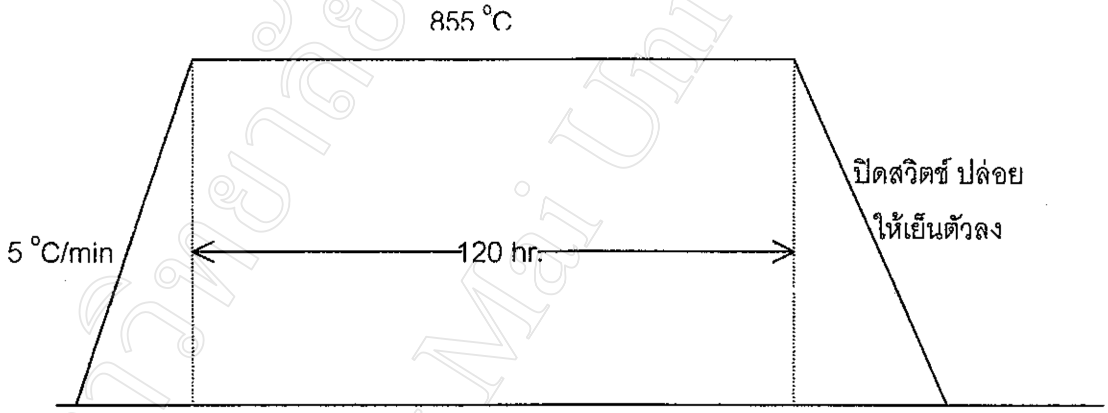


รูปที่ 3.27 เงื่อนไขการ calcine สาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_x$ (y = 0.5 และ 0)



รูปที่ 3.28 เงื่อนไขการเผาเม็ด(sintering) สาร $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0)

เงื่อนไขการเผาของการปลูก whiskers $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_{10+x}$ (y = 0.5 และ 0)



รูปที่ 3.29 เงื่อนไขการanneal whiskers(2212) ในผงสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_x$(y =0.5และ0)

3.3.4 วิธีตรวจสอบการเกิดของ whiskers

สามารถตรวจสอบการเกิดของ whiskers ด้วยกล้องจุลทรรศน์ รุ่น SZ-ST ของบริษัท OLYMPUS ประเทศญี่ปุ่น โดยมีขั้นตอนและวิธีการดังนี้

(1) นำ alumina boat ที่มี glassy plate ที่ผ่านการเผาในบรรยากาศของกาซออกซิเจนแล้ว มาวางบนแท่นดูของกล้องจุลทรรศน์

(2) ปรับระยะภาพ และกำลังขยายของกล้องจุลทรรศน์ โดยเลือกใช้กำลังขยาย 40 เท่าเพื่อให้เห็นขนาดของ whiskers ชัดเจนยิ่งขึ้น

(3) ประมาณความยาวของ whiskers เบื้องต้นได้จากสเกลในตัวกล้อง มี 100 ช่องเล็ก และเทียบกับกำลังขยาย ซึ่ง

กำลังขยาย 30 เท่า	1 ช่องเล็ก =	0.033 mm
กำลังขยาย 35 เท่า	1 ช่องเล็ก =	0.029 mm
กำลังขยาย 40 เท่า	1 ช่องเล็ก =	0.025 mm

3.3.5 วิธีตรวจสอบพื้นผิวของ whiskers

ตรวจสอบพื้นผิวของ whiskers ด้วยกล้อง Scanning Electron Microscope รุ่น 840-A บริษัท JEOL โดยมีขั้นตอนและวิธีการดังนี้

(1) นำ whiskers ที่ต้องการตรวจสอบพื้นผิวไปติด stub (ทองแดง) ด้วยแผ่นกาวทองแดง ใช้กล้องจุลทรรศน์ช่วยในการวาง whiskers บน stub

(2) นำ stub ที่มี whiskers ไป coat ทองขาว ด้วยเครื่อง ion sputtering device รุ่น JFC-1100 E บริษัท JEOL เป็นเวลา 10 นาที เพื่อทำให้ whiskers มีอิออน และนำไฟฟ้าได้ดีขึ้นเวลานำเข้าไปดูในเครื่อง SEM

(3) นำ stub ที่ coat ทองขาวเรียบร้อยแล้วไปเข้าเครื่อง SEM เพื่อตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของ whiskers และถ่ายภาพบันทึกไว้

3.3.6 วิธีวัดขนาดของ whiskers

วัดขนาดของ whiskers ที่ได้จากการทดลอง ด้วยกล้อง Optical microscope รุ่น BHM-112 B/313 B ของบริษัท OLYMPUS ประเทศญี่ปุ่น โดยมีขั้นตอนและวิธีทดลองดังนี้

(1) นำแผ่นสไลด์ที่จะใช้ล้างมาทำความสะอาดด้วยแอลกอฮอล์

(2) นำ whiskers ที่ต้องการวัดขนาดวางลงบนแผ่นสไลด์ แล้วนำไปวัดความกว้าง ความยาว และความหนา ของ whiskers ด้วยกล้อง Optical microscope แล้วถ่ายภาพบันทึกไว้ด้วยกล้องที่ติดกับตัวกล้อง Optical microscope โดยการวัดขนาดของ whiskers ทำได้ 2 กรณี คือ

1. วัดขนาดของ whiskers โดยตรงจากสเกลและเทียบกำลังขยายในตัวกล้อง Optical microscope ซึ่งมีสเกล 100 ช่องเล็ก และกำลังขยาย 50 เท่า, 100 เท่า และ 500 เท่า ตามลำดับ ซึ่ง

กำลังขยาย 50 เท่า	1 ช่องเล็ก	= 20 μm
กำลังขยาย 100 เท่า	1 ช่องเล็ก	= 10 μm
กำลังขยาย 500 เท่า	1 ช่องเล็ก	= 2 μm

2. วัดขนาดของ whiskers จากภาพที่ได้จากภาพที่ถ่ายด้วยกล้อง Optical microscope ตามกำลังขยายต่าง ๆ ดังนี้

กำลังขยาย 50 เท่า ขนาดภาพ 12.5 mm = 200 μm

กำลังขยาย 100 เท่า ขนาดภาพ 12 mm = 100 μm

กำลังขยาย 200 เท่า ขนาดภาพ 13 mm = 20 μm

3.3.7 วิธีการติด contact

ในการวิจัยครั้งนี้ จะทำการติด contact ของ whiskers ด้วยวิธี dc. four-point-probe เป็นวิธีที่อาศัยขั้วสัมผัสที่ผิวหน้า ของ whiskers 4 จุด โดยมีขั้นตอนและวิธีการดังนี้

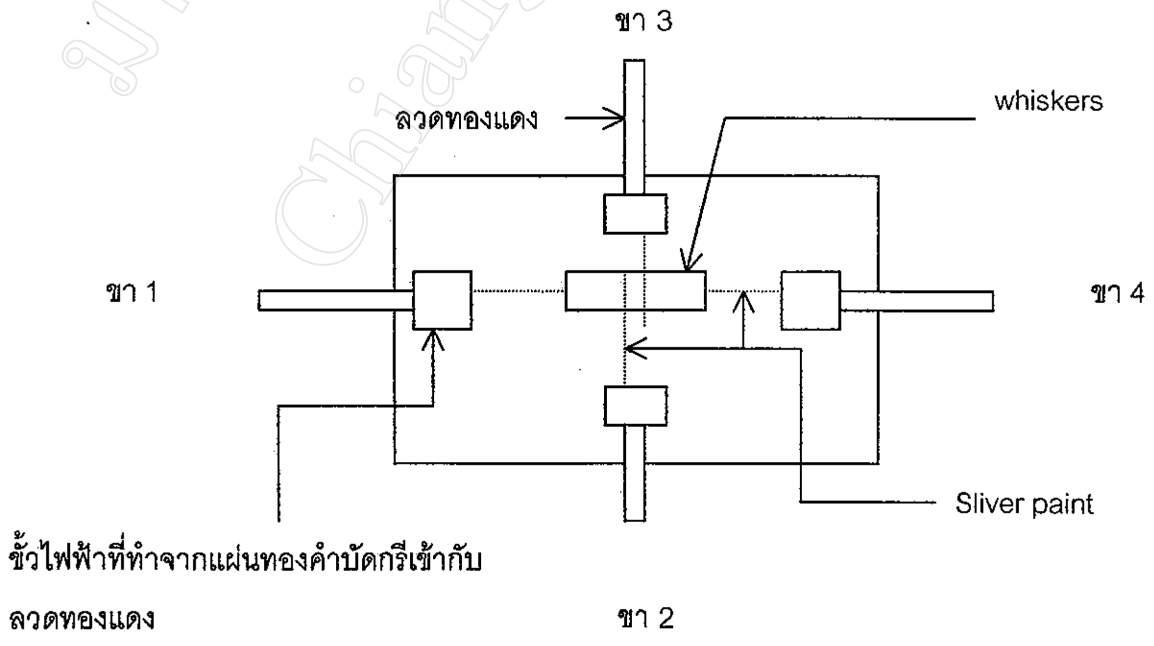
(1) เลือก whiskers ที่ได้จากการทดลองที่สมบูรณ์ (โดยพิจารณาจากความ uniform ของขนาดของ whiskers) นำมาตรวจสอบพื้นผิวและวัดขนาด แล้วนำมาเชื่อมเข้ากับ silver paint ให้อยู่ในลักษณะเป็นขา 4 ขา ดังรูปดังรูปที่ 3.30

(2) นำแผ่นสไลด์ที่ติด contact whiskers เรียบร้อยแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 10-15 นาที เพื่อให้ silver paint หลอมเข้ากับ whiskers

(3) ทำการเตรียมขั้วไฟฟ้า ซึ่งเป็นแผ่นทองคำเชื่อมติดกับลวดทองแดง

(4) นำ แผ่นสไลด์จากข้อ (2) มาวัดเพื่อตรวจสอบค่าความต้านทาน เลือกแผ่นที่ ค่าความต้านทานระหว่างขา 1-4 ที่มีค่าไม่สูงกว่า 30 Ω และค่าความต้านทานระหว่างขา 2-3 มีค่าไม่สูงกว่า 20 Ω

(5) นำแผ่นสไลด์ที่ได้จากข้อ (4) มาทำการติดขั้วไฟฟ้าที่ได้จากข้อ (3) โดยขั้วไฟฟ้าจากข้อ (3) จะถูกยึดติดกับแผ่นสไลด์ด้วยกาว Epoxic



รูปที่ 3.30 แสดงการติด contact

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

3.3.8 วิธีหาความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของ whiskers

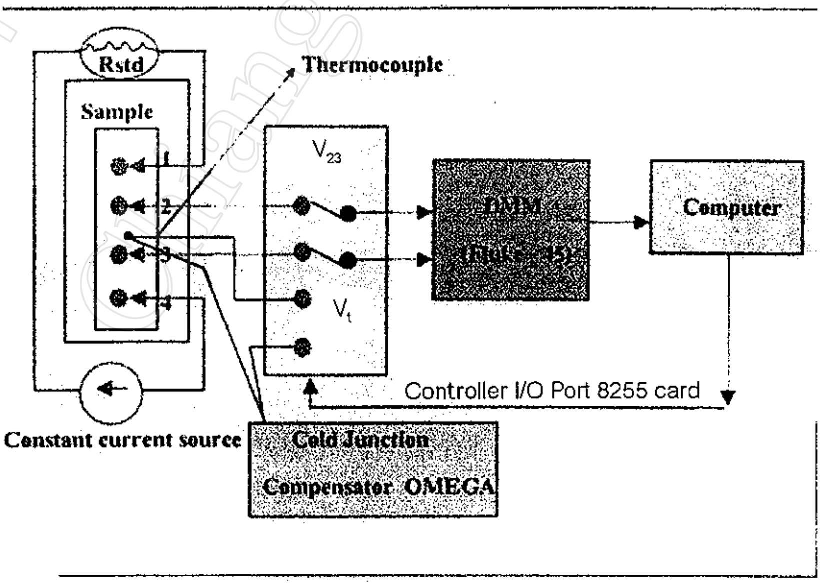
ในการวัดค่าความต้านทานของwhiskersในช่วงอุณหภูมิ 78-300 เคลวิน สามารถทำได้โดยใช้วิธี dc. four point probe ใช้ เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) เป็นตัววัดอุณหภูมิ และมีปลายสายไฟของ dc. four-point-probe ต่อเข้ากับ sample holder แล้วนำไปต่อเข้ากับแหล่งจ่ายกระแสคงที่ (Constant current source) แล้วนำ sample holder ไปแช่ในถัง Liquid Nitrogen ขั้นตอนและวิธีการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของ whiskers มีดังนี้

(1) ทำการเชื่อมแผ่นสไลด์ เข้ากับ Sample Holder แล้วเชื่อมระหว่างขั้วไฟฟ้า กับ ขาทั้ง 4 ด้วย silver paint

(2) ต่อ dc. Power supply เข้ากับ dc. four-point-probeโดยการต่อเข้ากับขาด้านนอกทั้งสองขา(ขา1 และ ขา4) ส่วนด้านในวัดแรงดันที่ตกคร่อม (ขา2 และ ขา3) เพื่อผ่านกระแสเข้าไปใน whiskers

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

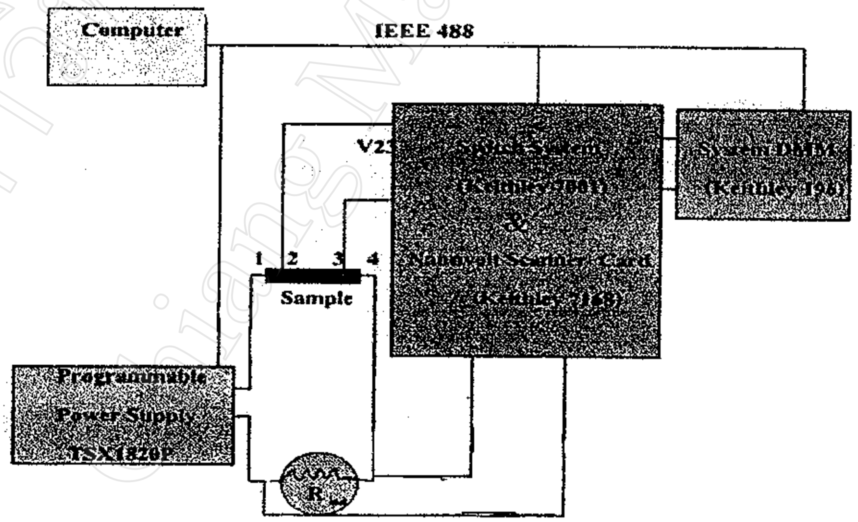
(4) ผ่านกระแสที่มีค่าคงที่ (10 mA) เข้าไปยัง dc. four-point-probe แล้วบันทึกค่าความต่างศักย์ที่วัดได้จากขา2 และขา3 แสดงอุณหภูมิขณะนั้นที่วัดได้จาก thermocouple โดยมี scanner เป็นตัวเลือกสัญญาณ DMM แล้วข้อมูลจะถูกส่งไปยังคอมพิวเตอร์ทางพอร์ตอนุกรม (RS-232) ดังแสดงในรูปที่ 3.31



รูปที่ 3.31 แสดงไดอะแกรมการทำงานของอุปกรณ์วัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของ whiskers

3.3.9 วิธีวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤต (J_c) ของwhiskers

การวัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของwhiskers ใช้วิธี dc. four-point-probe เช่นเดียวกับวิธีหาความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ เพียงแต่ต่างกันตรงที่ให้ผลึกแช่อยู่ในไนโตรเจนเหลว จนทำให้ whiskers มีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิจุดเดือดของไนโตรเจนเหลว คือประมาณ 78 K จากนั้นใช้แหล่งจ่ายกระแส Pulsed current จ่ายกระแสเข้าขา 1 และขา4 โดยโปรแกรมจะจ่ายกระแสขึ้นครั้งละ 0.01 แอมแปร์ จนกระทั่งสังเกตเห็นค่า V_{23} ไม่เท่ากับศูนย์ แล้วบันทึกค่าความต่างศักย์ของขา2 และขา3 (V_{23}) นำข้อมูลไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง V_{23} กับความหนาแน่นกระแสวิกฤตจะทำให้ค่าความหนาแน่นกระแสวิกฤต ตรงจุดที่ความหนาแน่นกระแสวิกฤตมากที่สุด ขณะที่ความต่างศักย์ยังคงเป็นศูนย์ ดังแสดงในรูปที่ 3.32 ทำซ้ำอีก 4-5 ครั้งเพื่อบันทึกผล เนื่องจากว่า ในการจ่ายกระแสแต่ละครั้งของโปรแกรม โดยเฉลี่ยแล้วจะจ่ายกระแสได้ 0.01 แอมแปร์ ± 0.0020 แอมแปร์ และเครื่องมือที่ใช้วัดสามารถอ่านได้ละเอียดถึง 0.0001 แอมแปร์ ดังนั้นเมื่อเราทำการวัดซ้ำอีกหลายรอบจะทำให้เรามีโอกาสได้ข้อมูลที่มีความละเอียดมากยิ่งขึ้น



รูปที่ 3.32 แสดงไดอะแกรมการทำงานของอุปกรณ์วัดความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers