บทที่ 5
สรุป และวิเคราะห์ผลการทดลอง

ในการทดลองปลูก whiskers(2223) ด้วยวิธี Conversion by Annealing in Powder (CAP) ซึ่งเป็นการเปลี่ยน phase ของสารตัวนำยวดยิ่งจาก phase 2212 ไปเป็น phase 2223 โดยการนำเอา whiskers(2212) ไป anneal ในผงของ $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_yO_x$(Pb = 0 และ 0.5) ที่อุณหภูมิ 855 °C นาน 120 ชั่วโมงในบรรยากาศ แล้วนำวิสเกอร์ที่เตรียมได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพดังผลการทดลองที่ได้กล่าวมาแล้วในบทที่ 4 จากการศึกษาดังกล่าวสามารถนำมาสรุปได้ดังนี้

5.1 ลักษณะ ขนาด และ พื้นผิวของ whiskers (2212)

ผลการศึกษาลักษณะและขนาดของ whiskers(2212) พบว่า whiskers(2212) ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารเคมีเริ่มต้น Bi : Sr : Ca : Cu เป็น 2 : 1.9 : 2.2 : 4 เผาที่อุณหภูมิ 860 – 865 °C นาน 120 ชั่วโมง ในบรรยากาศกาซออกซิเจนมีขนาด หนา 0.001-0.005 mm กว้าง 0.01-0.06 mm ยาว1-15 mm เมื่อนำมาดูด้วยกล้อง Scanning electron microscope (SEM) แล้วพบว่า ผิวหน้าของ whiskers เรียบ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลการทดลองของ Matsubara และคณะได้ผลดังในตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 แสดงการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับของ Matsubara

ขนาด	จากการทดลอง	Matsubara
หนา (mm)	0.001-0.005	0.001-0.010
กว้าง(mm)	0.01-0.06	0.01-0.05
ยาว (mm)	1-15	1-15

5.2 ลักษณะ ขนาด และ พื้นผิวของ whiskers (2223)

ผลการศึกษาลักษณะและขนาดของ whiskers (2223) ที่เตรียมได้ด้วยกล้อง Optical microscope และกล้อง Scanning electron microscope (SEM) พบว่า มีขนาด หนา 0.001-0.006 mm กว้าง 0.01-0.06 mm ยาว1-12 mm ผิวหน้าของ whiskers มีความขรุขระไม่เรียบ ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของอัตราการแพร่เข้าไปของ Ca, Cu และ Pb ในระหว่างการเปลี่ยน phase ของ whiskers นั้น

5.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของ whiskers

ผลการวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิของ whiskers ที่จากการเตรียมโดยใช้อัตราส่วนของ Pb ต่าง ๆ กัน ด้วยวิธี dc. four-point-probe พบว่า มีค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่ออุณหภูมิลดลง สำหรับ whiskers(2212) นั้นมีลักษณะเป็นมัลติเฟส และมีค่ามี $T_{c.}$ zero ประมาณ 80.9 K ซึ่งแสดงความเป็น สารตัวนำยวดยิ่ง BSCCO เฟส 2212 อย่างชัดเจน ส่วน whiskers(2223) ที่เตรียมโดยการแปรค่า Pb 0 กับ 0.5 นั้น พบว่า whiskers(2223) ทั้ง 2 กลุ่ม มีค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่ออุณหภูมิลดลง โดยมีลักษณะเป็น เฟสเดียว โดย whiskers(2223) ที่เติม Pb 0.5 เข้าไปนั้น จะมีค่า T_c สูงกว่า whiskers (2223) ที่ไม่ได้เติม Pb (Pb=0) เล็กน้อย (จากการทดลองพบว่าประมาณ 2 °C คือ 107.6 และ 105.2 ตามลำดับ) ซึ่งเป็นสิ่งที่ยืนยันได้ว่า การเติม Pb ลงไปนั้น ช่วยทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสของ whiskers จากเฟส 2212 ไปเป็น 2223 ได้ดีขึ้น เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลการทดลองของ Matsubara และคณะได้ผลดังในตารางที่ 5.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีแนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงในลักษณะที่คล้ายคลึงกัน โดยการเติม Pb เข้าไปนั้นจะช่วยเพิ่มค่า T_c ขึ้นอีกประมาณ 2-3 K

ตารางที่ 5.2 แสดงการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับของ Matsubara

เฟสของ Whiskers	จากการทดลอง	Matsubara
2212	80.9 K	75.0 K
2223 (Pb = 0.5)	107.6 K	110.0 K
2223 (Pb = 0)	105.2 K	107.0 K

5.4 ความหนาแน่นกระแสวิกฤต(J_c)ของwhiskers

ความหนาแน่นกระแสวิกฤตของ whiskers หาได้โดยใช้วิธี four-point-probe โดยพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ตกคร่อม (V_{23}) กับความหนาแน่นกระแส พบว่า

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ มีค่า J_c = 6,975 A /Cm^2 ที่ 78 K, 0 T

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ มีค่า J_c = 9,175 A /Cm^2 ที่ 78 K, 0 T

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_{0.5}O_x$ มีค่า J_c = 11,750 A /Cm^2 ที่ 78 K, 0 T

ซึ่งจากผลการทดลองของ Matsubara นั้นพบว่า J_c ของ 2212 เฟส จะประมาณ 1×10^4 A /Cm^2 ที่ 78 K, 0 T และ ของ 2223 เฟส จะประมาณ 7.3×10^4 A /Cm^2 ที่ 78 K,0 T

5.5 ผลการวิเคราะห์ XRD

จากการวิเคราะห์โดย X-ray Diffraction (XRD) พบว่า

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c = 30.07 Å

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_{0.5}O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c = 38.30 Å

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c = 37.96 Å

ซึ่งเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับค่า a, b และ c ที่ได้จากการวิเคราะห์ของ bulk แล้วจะพบว่าให้ผลการทดลองที่ใกล้เคียงกัน โดย

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c = 30.04 Å

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_{0.5}O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c < 37.60 Å

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ มีค่า a = b = 5.40 Å และ c = 37.60 Å

และเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลการทดลองของ Matsubara พบว่าแสดงระนาบ ที่ตรงกันดังนี้

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ แสดงระนาบ (008), (00<u>10</u>), (00<u>12</u>)

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_{0.5}O_x$ แสดงระนาบ (00<u>10</u>), (00<u>14</u>), (00<u>20</u>)

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ แสดงระนาบ (00<u>10</u>), (00<u>14</u>), (00<u>20</u>)

5.6 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาและทดลองปลูกวิสเกอร์ตัวนำยวดยิ่งของสาร $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_x$ (y=0 และ 0.5) โดยวิธี Conversion by Annealing in Powder (CAP method) นี้ สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

5.6.1 whiskers (2212) ที่เตรียมได้มีความยาว 1-15 mm, ความกว้าง 0.01-0.06 mm และหนา 0.001-0.005 mm ผิวหน้าเรียบ เมื่อนำมาวัดค่าความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิแล้วพบว่า whiskers ตัวอย่างที่เตรียมได้นั้น แสดงลักษณะมัลติเฟส โดยมีค่า $T_{c,\ zero}$ = 80.9 K และเมื่อนำมาทดสอบหาค่าความหนาแน่นกระแสวิกฤต พบว่า J_c = 6,975 A /Cm^2 ที่ 78 K

5.6.2 whiskers (2223) ที่เตรียมได้ ผิวหน้าขรุขระไม่เรียบ ใน whiskers ตัวอย่างทั้งสอง component เมื่อนำมาวัดค่าความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิแล้วพบว่า whiskers ตัวอย่างที่เตรียมได้นั้น แสดงลักษณะซิงเกอร์เฟส โดยมีค่า T_c = 107.6 K (โดยเฉลี่ย)สำหรับ Pb = 0.5 และมีค่า T_c = 105.2 K(โดยเฉลี่ย) สำหรับ Pb = 0 และเมื่อนำมาทดสอบหาค่าความหนาแน่นกระแสวิกฤต พบว่า J_c = 11,750 A /Cm^2 ที่ 78 K สำหรับ Pb = 0.5 และ J_c = 9,175 A /Cm^2 ที่ 78 K สำหรับ Pb = 0

5.6.3 จากการศึกษาจะเห็นได้ว่า ปริมาณของ Pb ที่เติมลงไปมีผลต่อการคุณสมบัติทางกายภาพของ whiskers โดย whiskers ที่ calcine ในผงสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6Pb_{0.5}O_x$ แสดงคุณสมบัติทางกายภาพที่ดีกว่า ที่ calcine ในผงสาร $Bi_2Sr_2Ca_4Cu_6O_x$ เหมือนดังที่เกิดในสารตัวนำยวดยิ่งที่เป็น bluk

5.6.4 จากการผลศึกษาการเปลี่ยนเฟสของ whiskers เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับข้อมูลของลักษณะโครงสร้างของสารตัวนำยวดยิ่ง $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic โดย $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ มี lattice parameters a = b = 5.40 Å และ c = 30.04 Å สำหรับ $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_{0.5}O_x$มี lattice parameters a = b = 5.40 Å และ c = 38.30 Å และ $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$มี lattice parameters a = b = 5.40 Å และ c = 37.96 Å ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีความแตกต่างกันเฉพาะในแกน c เท่านั้น เมื่อเราเปรียบเทียบกับลักษณะพื้นผิวแล้วจะเห็นได้ว่า ณ ผิวหน้าของ whiskers จะเกิดการเปลี่ยนแปลงโดย whiskers(2212) จะมีผิวเรียบ ส่วน whiskers(2223) จะมีผิวขุรขระ ซึ่งความขุรขระนี้น่าจะเป็นผลที่เกิดเนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของการแพร่ของ Ca, Cu และ Pb ในขณะที่เกิดการเปลี่ยนเฟสของสารตัวนำยวดยิ่ง ซึ่งถ้าเป็นเช่นนั้นก็แสดงให้เห็นว่า whiskers เกิดการยาวขึ้นตามแนวแกน b

5.7 ข้อเสนอแนะ

จากการทดลองปลูกวิสเกอร์สารตัวนำยวดยิ่งของ $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Pb_yO_x$(y=0 และ 0.5) ของผู้วิจัยในครั้งนี้มีข้อเสนอแนะดังต่อไปนี้

5.7.1 ในการเตรียม glassy plate นั้นจะต้องใช้อุณหภูมิไม่ต่ำกว่า 1,150 °C และทิ้งไว้ 30 นาที เนื่องจากว่า ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำกว่านั้นแล้ว ปริมาณ Al_2O_3 จะไม่พอทำให้ไม่สามารถปลูกวิสเกอร์ได้ อีกทั้งเวลาที่จะเทสารที่กำลัง melt ออกจาก alumina boat ลงบนแผ่นทองแดงและกดทับนั้น ต้องทำอย่างรวดเร็ว มิฉะนั้นสารจะแข็งตัวทำให้ glassy plate ที่ได้หนามากเกินไป ซึ่งจะไม่เหมาะสมต่อการเกิด whiskers

5.7.2 ก่อนที่จะเริ่มต้นการเตรียมวิสเกอร์ ควรจะมีการทำการ calibrate เตาเสียก่อน เพื่อให้แน่ใจว่า อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมวิสเกอร์เป็นอุณหภูมิเดียวกันกับที่เราต้องการหรือไม่ เนื่องจากว่า ในอุณหภูมิที่เหมาะสมกับการเกิดวิสเกอร์นั้นอยู่ในช่วงแคบ ๆ ใกล้จุด melt ก่อนที่จะเริ่มต้นการเตรียมวิสเกอร์

5.7.3 ในขั้นตอนการ flow O_2นั้นต้องควบคุมปริมาณ O_2 ที่ flow เข้าไปให้คงที่ที่ 150 ml/min และพยายามให้ท่อ O_2 วางตัวอยู่เหนือ alumina boat พอดี

5.7.4 การวัดอุณหภูมิวิกฤต (T_c)และความหนาแน่นกระแสวิกฤต(J_c) สิ่งสำคัญคือการติด contact ควรติด contact ให้ ค่าความต้านทานของขา 1-4 ไม่สูงไปกว่า 30 Ω และความต้านทานของขา 2-3 ไม่สูงกว่า 20 Ω