

บทที่ 4

วิธีการทดลองและผลการทดลอง

4.1 รายละเอียดการติด contact และการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า

การวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ซึ่งมีความไม่สมมาตรทางไฟฟ้า โดยการวัดค่าสภาพต้านทานในระนาบ CuO_2 , ρ_{ab} และค่าสภาพความต้านทานในแนวตั้งฉากกับระนาบ CuO_2 , ρ_c ด้วยวิธี four-point method โดยทำการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ที่มีค่า $x = 0.2, 0.3$ และ 0.35 ตามลำดับมีรายละเอียดของการวัดดังนี้

4.1.1 วิธีการวัดค่าสภาพความต้านทาน

การวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของผลึกเชิงเดี่ยวจะอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และรูปร่างของสารที่ทำการวัด ด้วยการตัดสารให้มีรูปร่างเป็นแท่งสี่เหลี่ยมผืนผ้า รวมทั้งมีทิศทางสัมพันธ์กับทิศของแนวโครงสร้างผลึกเชิงเดี่ยว Montgomery^[40] การหาค่าสภาพความต้านทานในทิศทางใดแล้วจะต้องจ่ายกระแสคงที่ในทิศทางนั้นจากนั้นวัดค่าความต่างศักย์ของสาร แล้วนำมาคำนวณหาค่าความต้านทานและจากค่าพื้นที่หน้าตัด(A) และความยาวของสาร(L) ที่วัดได้สามารถนำมาคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของสารได้จากความสัมพันธ์ดังสมการ

$$\rho_i = AR_i / L \quad (4.1)$$

โดย i - เป็นทิศทางโครงสร้างของผลึกที่ทำการวัด

ρ_i - ค่าสภาพความต้านทาน

R_i - ค่าความต้านทาน

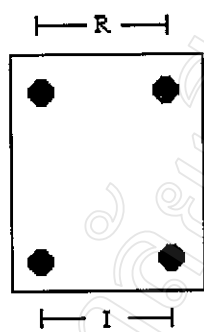
A - พื้นที่หน้าตัดของแท่งสาร

L - ความยาวระหว่างจุดที่ทำการวัด

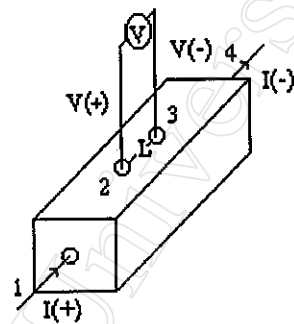
ในการทดลองได้ทำการวัดค่าความต้านทานของสารด้วยวิธี four-point method แล้วนำมาคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าโดยสมการที่ 4.1 จะได้ค่าสภาพต้านทานในระนาบ ab ρ_{ab} และในแนวตั้งฉากกับระนาบ ab ρ_c

$$\rho_{ab} = AR_{ab} / L \quad (4.2)$$

$$\rho_c = AR_c / L \quad (4.3)$$

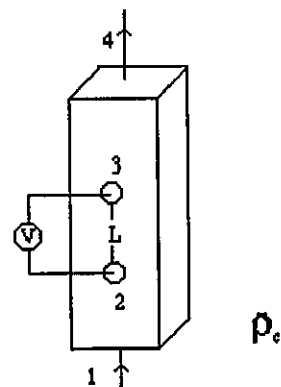
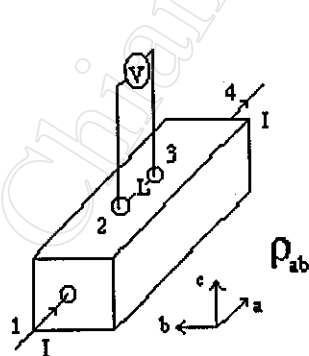


(ก)



(ข)

รูปที่ 4.1 (ก) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างทิศทางในการวัดค่าสภาพความต้านทานของ Montgomery (ข) แสดงการวัดแบบ four-point method



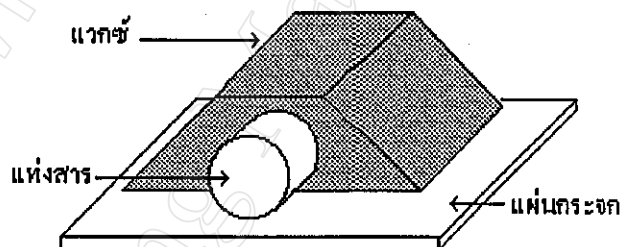
รูปที่ 4.2 แสดงทิศทางของผลึกและการวัดค่าสภาพความต้านทาน ρ_{ab} และ ρ_c

4.2 ขั้นตอนการติดตั้งสารและการติด Contact

4.2.1 ขั้นตอนการตัดสาร

นำผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่งยาวรูปทรงกระบอกมาวางบนกระจกสไลด์ที่เตรียมไว้ แล้วทำการยึดแท่งสารกับกระจกให้แน่นด้วยแวกซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.3 จากนั้นนำไปตัดโดยใช้ Diamond saw นำสารที่ทำการตัดเรียบร้อยแล้วมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800 – 1000 โดยพยายามขัดให้สารมีรูปร่างเป็นแท่งสี่เหลี่ยมผืนผ้ามากที่สุด หลังจากขัดสารได้ตามที่ต้องการแล้วนำไปวัดขนาดโดยใช้กล้อง Optical microscope และนำไปถ่ายรูปด้วยกล้อง Zoom stereo microscope

รูปที่ 4.3 แสดงการทำแวกซ์ลงบนแท่งสารที่ต้องการตัดซึ่งจะเป็นตัวยึดไม่ให้แท่งสารหลุดออกใน



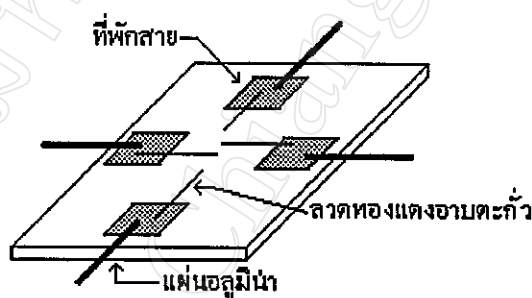
ขณะตัด

4.2.2 ขั้นตอนการติด Contact ของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$

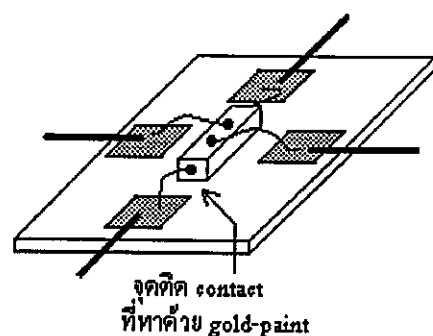
วิธีการในการติด contact ของผลึกเชิงเดี่ยวของสาร $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เพื่อลดปัญหาของ Ohmic contact ที่มักเกิดขึ้นให้น้อยลงมีวิธีการดังต่อไปนี้ คือ

1. ทำแท่งสารผลึกเชิงเดี่ยวของสารที่ขัดเรียบร้อยแล้วมาล้างให้สะอาดด้วยแอลกอฮอล์ โดยทำความสะอาดสาร
2. นำแท่งสารผลึกเชิงเดี่ยวของสารที่ได้มาแต้มเป็นจุดจำนวน 4 จุด ตามแบบ four-point method ด้วย gold paint โดยพยายามให้เกิดเป็นจุดที่เล็กที่สุด ที่ขา 2 และขา 3

3. นำสารที่ผ่านการทาด้วย gold paint เรียบร้อยแล้วนำมาวางที่ Alumina boat แล้วนำมาเข้าเตาอบ อบที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ซึ่งลักษณะของ gold paint ที่ทำไว้ที่ผ่านการอบเรียบร้อยแล้วจะมีลักษณะสะท้อนแสงเป็นประกาย และจะยึดแน่นกับเนื้อสาร ดังรูปที่ 4.18
4. นำสารมาวางลงบนแผ่นอลูมินาที่เตรียมเรียบร้อยแล้ว ดังรูป 4.4 (ก) ซึ่งที่แผ่นอลูมินา ซึ่งมีเส้นลวดทองแดงอยู่สองเส้นด้วยกัน โดยเส้นลวดที่อยู่ด้านในเป็นเส้นลวดทองแดงที่ฉาบด้วยตะกั่ว และเส้นที่สองด้านนอกเป็นเส้นลวดทองแดงอีกที่ต่อจากแผ่นอลูมินาออกมา ยังที่ปากสายของ Sample Holder ซึ่งจะเป็นเส้นที่มีขนาดใหญ่กว่า
5. ทำการวัดขนาดของแท่งสารและติด contact ผ่านกล้อง Optical microscope ใช้เข็ม ดัดเส้นลวดทองแดงที่ฉาบตะกั่วให้แนบกับจุดที่ทำด้วย Gold paint ให้ครบทั้ง 4 จุด โดยผลของความต้านทานที่เกิดขึ้นของแต่ละคู่ขาจะต้องไม่เกิน 1 โอห์ม แล้วนำ silver paint มาทาที่บ่ออีกครั้งหนึ่ง เพื่อให้เส้นลวดนั้นแนบชิดกับจุด Gold paint ดีขึ้น และช่วยยึดไม่ให้เส้นลวดนั้นหลุดออกง่าย (ทั้งนี้ silver paint ไม่ใช่ตัวที่ทำให้เส้นลวดแนบติดกับ จุดที่ทำ Gold paint) แสดงดังรูปที่ 4.4 (ข)



(ก)



(ข)

รูปที่ 4.4 (ก) แสดงแผ่นอลูมินาที่ติดลวดทองแดง

(ข) แสดงรูปแบบการติด Contact ของแท่งสารผลึกเชิงเดี่ยว

4.3 การ Setup เพื่อทำการวัดค่าสภาพความต้านทาน

ก่อนทำการเปิดโปรแกรมเพื่อทำการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของสารต้องมีการ setup ระบบสุญญากาศให้พร้อม แล้วจึงค่อยให้อุณหภูมิภายในระบบ closed cycle refrigerator ลดลง โดยทำการเปิดปั๊มสุญญากาศ โดยใช้ rotary pump และ diffusion pump ดังรายละเอียดของขั้นตอนการเปิดปั๊ม ดังนี้

4.3.1 ขั้นตอนการเปิดเครื่อง

1. นำสารตัวอย่างที่เตรียมไว้มาวางใน Sample Holder ทำการบัดกรีเข้ากับที่พักสายไฟ ที่ต่อจากสารตัวอย่างเข้ากับขั้วของ Sample Holder เช็คว่า contact หลังจากเช็ค contact ติดกันแน่นแล้ว ทำการปิดปิดฝาครอบเครื่อง Close Cycle Refrigerator
2. ทำการเปิดโรตารีปั๊มรอจนกระทั่งความดัน ที่ Pirani 1001 อ่านความดันได้ประมาณ 1.2×10^{-2} mbar. (ปกติจะใช้เวลาประมาณ 2 ชั่วโมง)
3. หลังจากนั้นทำการเสียบปลั๊กเปิด Diffusion Pump และเปิดระบบจ่ายน้ำเย็นไปพร้อมๆกัน ทั้งนี้เพื่อให้ความเย็นในระบบน้ำหล่อเย็น มีความเย็นได้ตามที่ต้องการ สังเกตที่ Diffusion Pump จะเริ่มร้อนขึ้นจึงเปิด Backing หมายเลข 3 ไปอีกด้านจนสุดแล้วดันคันโยกหมายเลข 4 ไปที่ ON เพื่อทำการดูดอากาศที่อยู่ภายในออกมา
4. รอจนกระทั่งความดันที่ Penning 1002 อ่านค่าความดันได้ที่ประมาณ 10^{-5} mbar. เช็กระบบจ่ายน้ำหล่อเย็นว่าให้ความเย็นเพียงพอหรือไม่ (แรงดันน้ำที่ใช้ขณะทำงาน ประมาณ 1.4 Kg/cm^3) แล้วจึงเสียบปลั๊กเปิดสวิทช์เครื่อง Controller 8001
5. ในขณะที่ทำการเปิดระบบจ่ายความเย็นด้วยฮีเลียมให้เปิดอุปกรณ์อ่านอุณหภูมิในระบบ คือ Lake Shore DRC-91C Controller เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิในระบบ โดยยังไม่ต้องเปิดโปรแกรมวัด
6. เมื่อความเย็นที่ Sample Holder มีค่าประมาณ 19 - 20 เคลวิน จนกระทั่งอุณหภูมิที่เครื่อง Closed Cycle refrigerator มีค่าประมาณ 11- 13 เคลวิน ให้ปล่อยให้อยู่ในช่วงอุณหภูมิต่ำที่สุดนี้ประมาณ $1 - 1\frac{1}{2}$ ชั่วโมง แล้วจึงเปิดโปรแกรมเพื่อทำการวัด

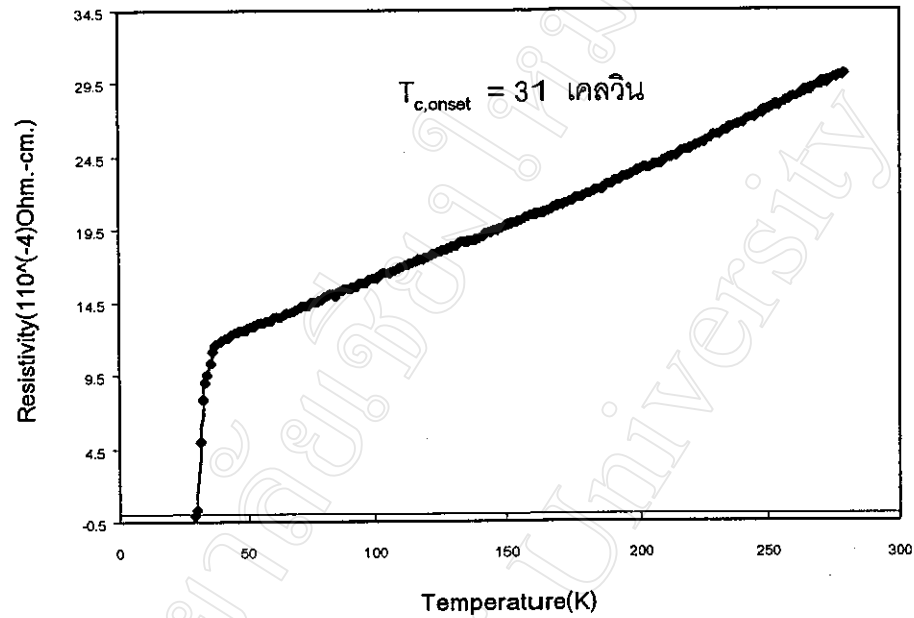
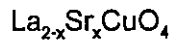
4.3.2 ขั้นตอนการวัด

1. เปิดสวิตช์ Scanner 705 , Digital multimeter 196 system Dmm และ Power supply เปิดโปรแกรม CCR_Tc จากอุปกรณ์สามารถวัดได้ครั้งละ 2 Sample ซึ่งโปรแกรมจะสอบถามว่าต้องการวัด 1 หรือ 2 Sample
2. หลังเลือกจำนวนสารที่จะวัดเรียบร้อยแล้ว โปรแกรมจะเรียกถาม ค่าความยาวระหว่างจุด contact ที่ขา 2 – 3 และพื้นที่หน้าตัดของสารนั้นๆ เพื่อนำมาคำนวณหาค่าสภาพความต้านทานของสาร ดังสมการที่ 4.1
3. หลังจากขั้นตอนในข้อที่ 2 เสร็จกด F2 และกำหนดชื่อไฟล์ และกระแส ที่จ่ายแก่สาร รวมทั้งจำนวนจุดที่จะวัดแล้วจึง Enter โปรแกรมจะทำงานการวัดและแสดงผลออกมาทางหน้าจอ โดยที่หน้าจอจะแสดงผลของจำนวนจุดที่วัดอยู่ ค่าสภาพความต้านทาน และ อุณหภูมิที่อ่านได้
4. การวัดค่าสภาพความต้านทานของสารจะปล่อยให้อุณหภูมิในระบบสุญญากาศสูงขึ้นโดยควบคุมการอัตราการขึ้นของอุณหภูมิด้วย Heater ที่ควบคุมผ่านโปรแกรม แล้วส่งงานไปยัง Lake Shore DRC-91C Controller เพื่อให้ Heater จ่ายความร้อนแก่ระบบ

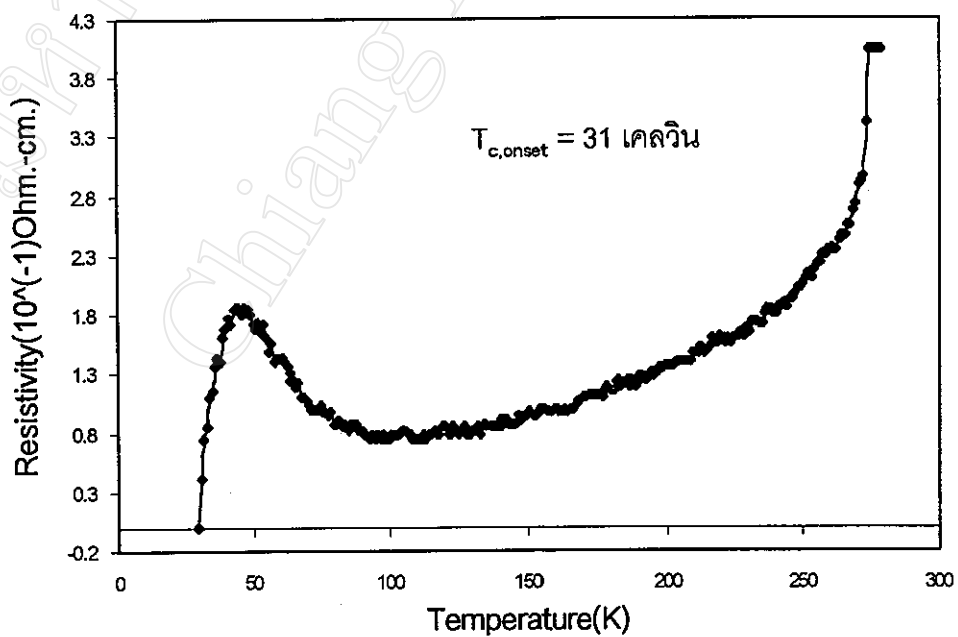
ตารางที่ 4.1 แสดงค่าสภาพความต้านทานของแต่ละค่าการได้ป Sr และผลที่ได้จากการวัด

$(La_{1-x}Sr_x)_2CuO_4$	X	T (K)	ρ_{ab} ($10^{-4} \Omega\text{-cm.}$)	ρ_c ($10^{-1} \Omega\text{-cm.}$)	$T_c(K)$	Reference
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	40	0.95	1.9		Hidaka et.al.(1989)
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	50	2.5	-	40	Preyer et.al.(1991)
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	290	5.0	-	40	Preyer et.al.(1991)
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	300	6.7	0.75		G.S. Boebinger et. Al.(1996)
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	300	4	-	39	Y.Nakamura et. Al. (1993)
$(La_{0.925}Sr_{0.075})_2CuO_4$	0.15	300	4	-	39.5	T.Kimura et. Al.(1993)
$(La_{0.96}Sr_{0.04})_2CuO_4$	0.08	300	1.5	2.4		T.Ito et. Al.(1991)
$(La_{0.96}Sr_{0.04})_2CuO_4$	0.08	40	4.74	-	29.7	T.Kimura et Al.(1993)
$(La_{0.96}Sr_{0.1})_2CuO_4$	0.20	40	0.96		30.4	T.Kimura et Al.(1993)
$(La_{0.9}Sr_{0.1})_2CuO_4$	0.20	300	4.9	0.8		T.Ito et. Al.(1991)
$(La_{0.9}Sr_{0.01})_2CuO_4$	0.20	50	2	0.7		T.Ito et. Al.(1991)
$(La_{0.83}Sr_{0.17})_2CuO_4$	0.34	300	2.2	0.24	-	T.Ito et. Al.(1991)
$(La_{0.83}Sr_{0.17})_2CuO_4$	0.34	50	0.5	0.1	-	T.Ito et. Al.(1991)
$(La_{0.89}Sr_{0.11})_2CuO_4$	0.22	180	2.75	0.25		G.S. Boebinger et. Al.(1996)
$(La_{0.89}Sr_{0.11})_2CuO_4$	0.22	40	0.9	-		G.S. Boebinger et. Al.(1996)
$(La_{0.875}Sr_{0.125})_2CuO_4$	0.25	50	-	0.1		N.E. Hussy et.al.
$(La_{0.875}Sr_{0.125})_2CuO_4$	0.25	300	-	0.35		N.E. Hussy et.al.
$(La_{0.86}Sr_{0.14})_2CuO_4$	0.28	300	2.3			T.Kimura et. Al.(1993)
$(La_{0.9}Sr_{0.1})_2CuO_4$	0.20	278	30.1	4.0	31	จากการทดลอง
$(La_{0.85}Sr_{0.15})_2CuO_4$	0.30	280	5.7	1.0		จากการทดลอง
$(La_{0.725}Sr_{0.175})_2CuO_4$	0.35	280	3.4	2.5	-	จากการทดลอง
$(La_{0.9}Sr_{0.1})_2CuO_4$	0.20	40	1.4	1.8	31	จากการทดลอง
$(La_{0.85}Sr_{0.15})_2CuO_4$	0.30	40	2.0	0.5		จากการทดลอง
$(La_{0.725}Sr_{0.175})_2CuO_4$	0.35	40	0.9	1.3	-	จากการทดลอง

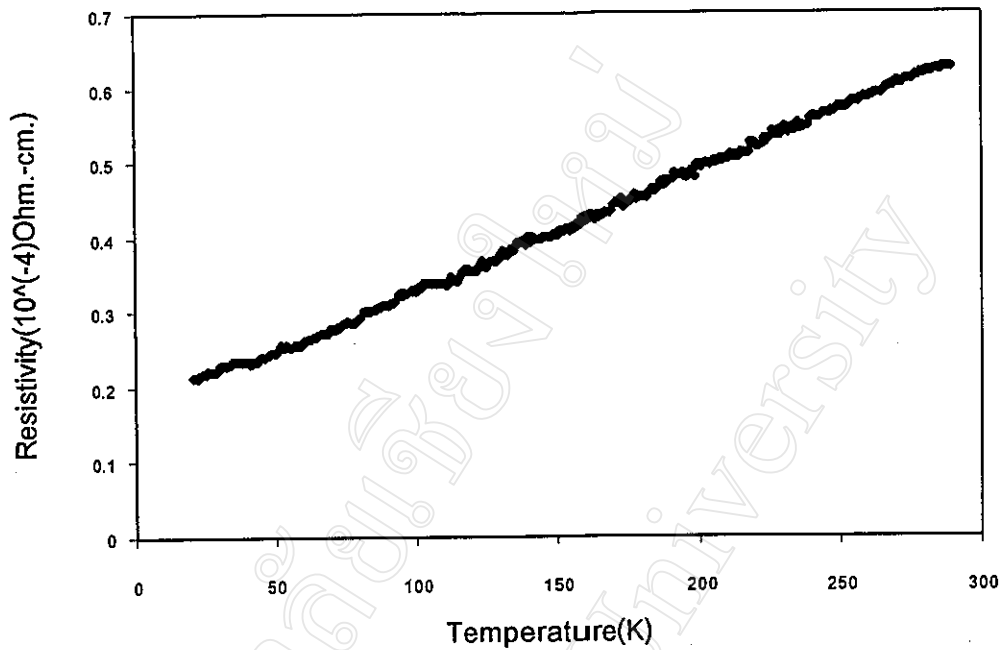
4.4 ผลการทดลองวัดค่าสภาพความต้านทานของสารตัวนำยิ่งยวดที่เป็นผลึกเชิงเดี่ยว



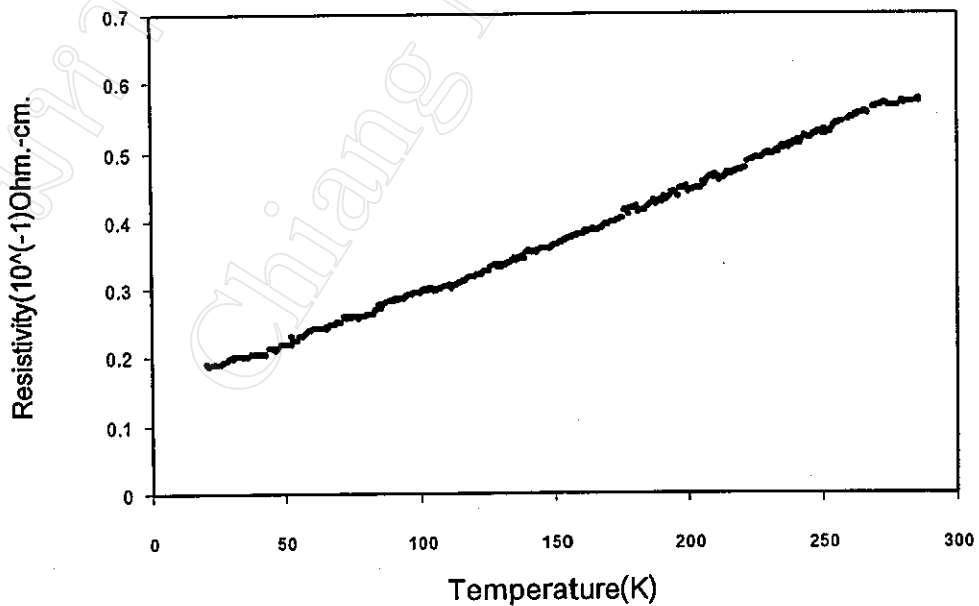
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_{ab} และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยิ่งยวด $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x=0.2$



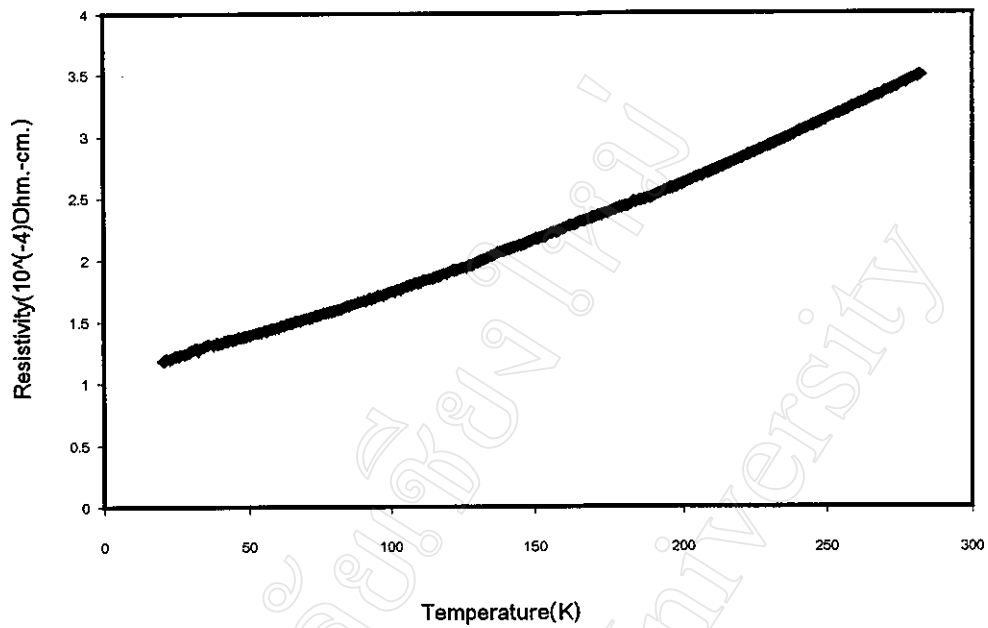
รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_c และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยิ่งยวด $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x=0.2$



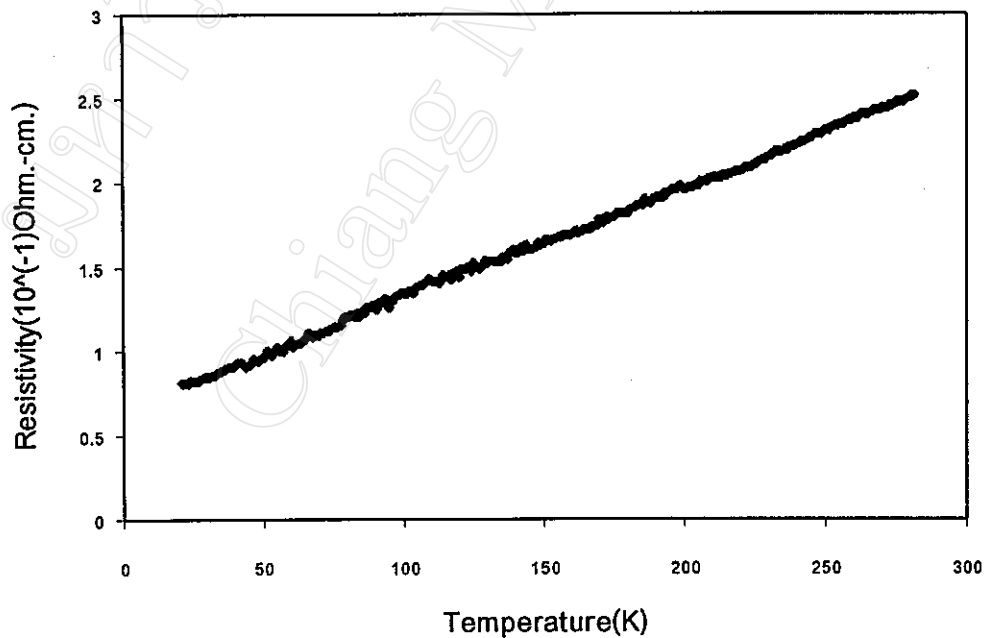
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_{ab} และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x = 0.3$



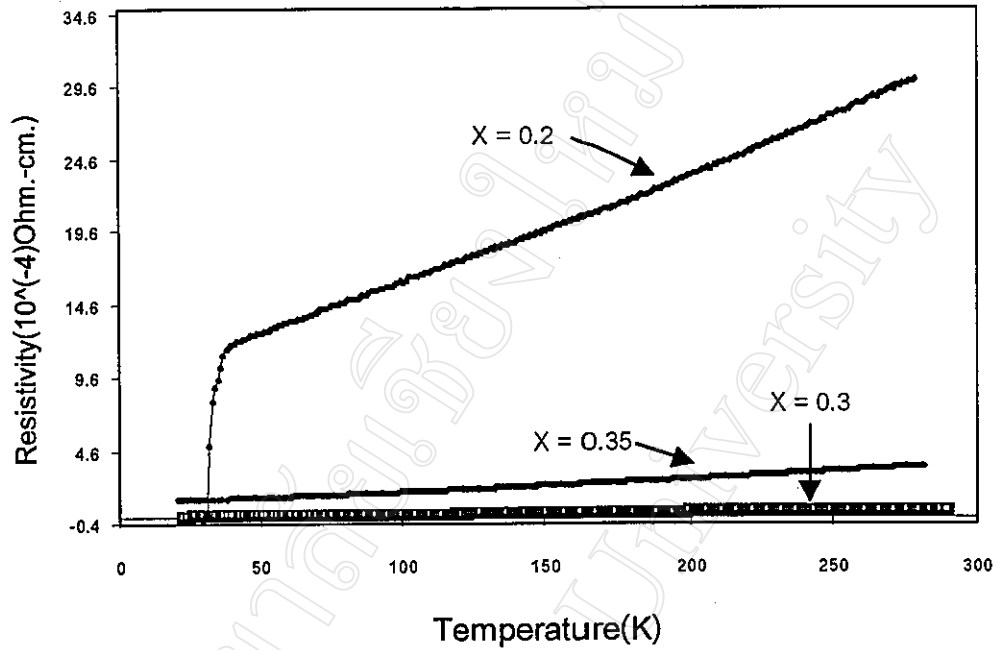
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_c และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x = 0.3$



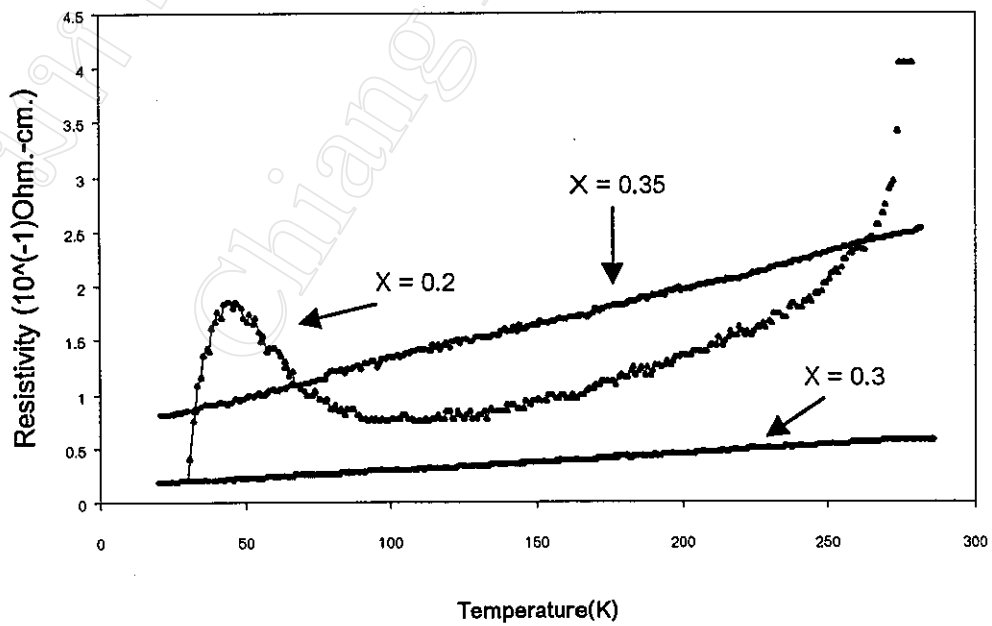
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_{ab} และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง เมื่อ $x = 0.35$



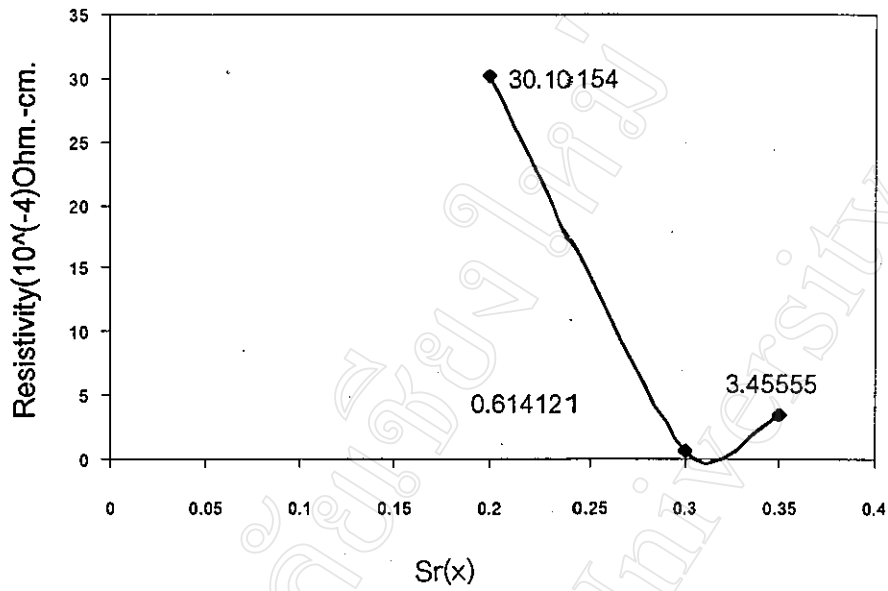
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_c และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง เมื่อ $x = 0.35$



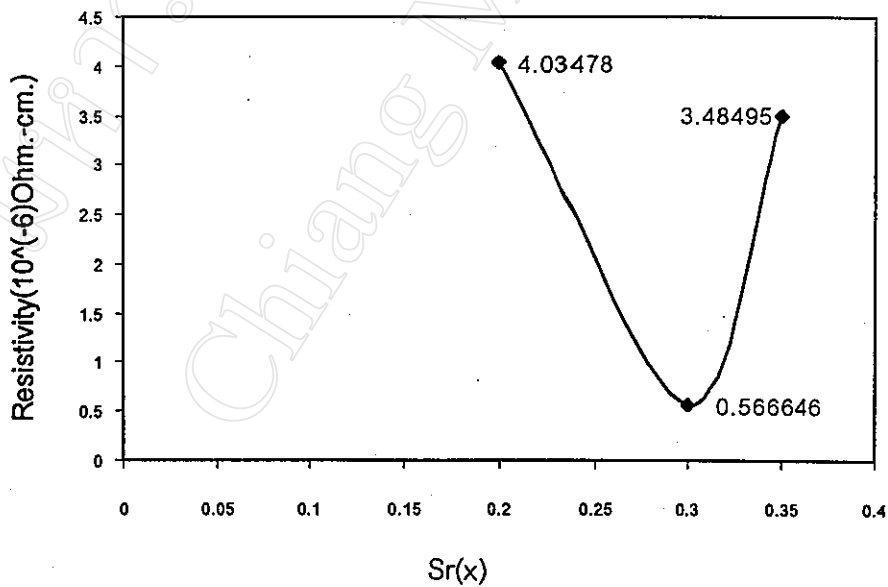
รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_{ab} และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำ ยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x=0.2$, $x=0.3$ และ $x=0.35$



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพต้านทาน ρ_c และอุณหภูมิของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ เมื่อ $x=0.2$, $x=0.3$ และ $x=0.35$



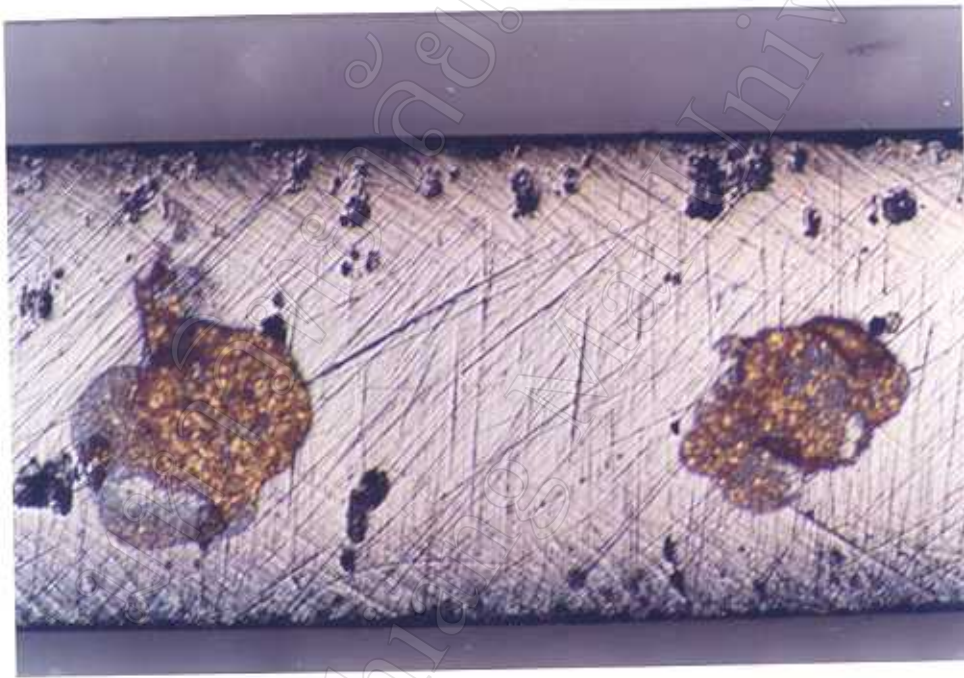
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มค่าสภาพต้านทาน ρ_{ab} และการเพิ่มของ Sr(x)



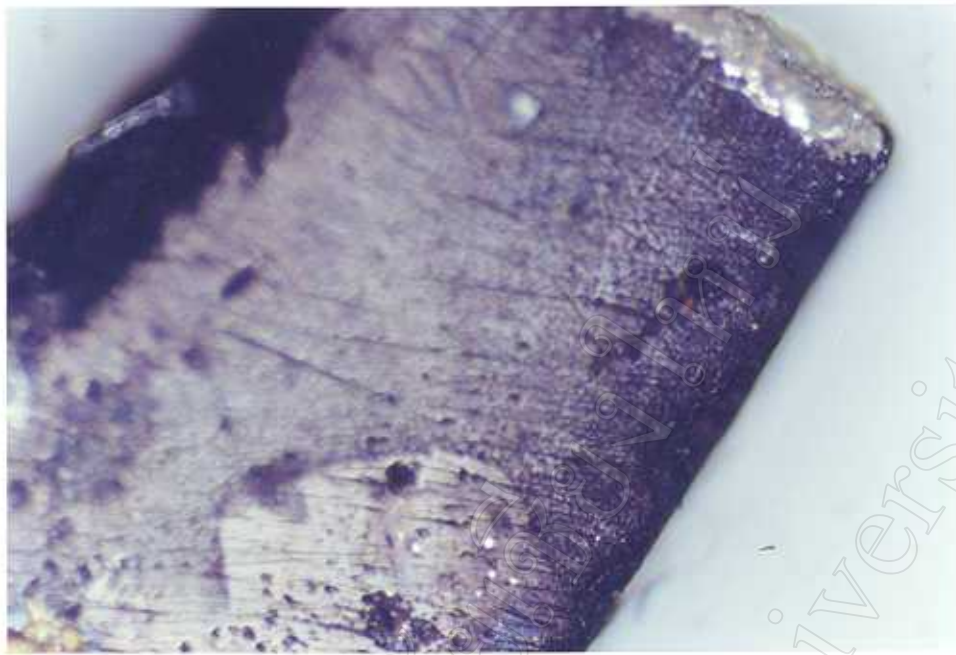
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มค่าสภาพต้านทานในแนวตั้งฉากกับระนาบ Cu-O, ρ_c และการเพิ่มของ Sr(x)

4.5 ภาพถ่ายของลักษณะพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยวที่ถ่ายด้วยกล้อง Optical microscope

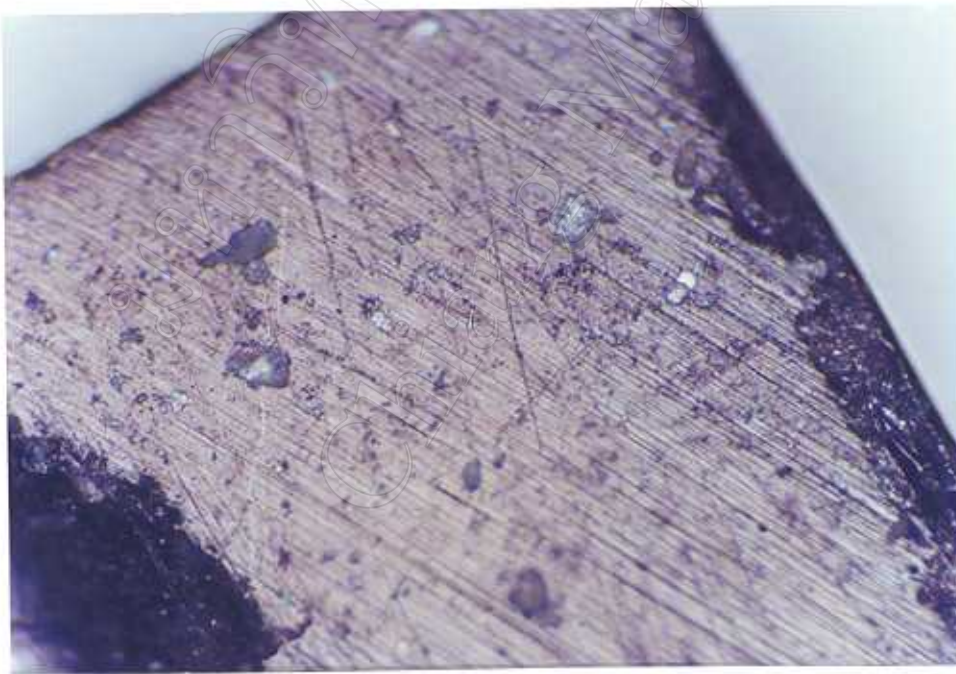
ในการทดลองได้ทำการถ่ายภาพลักษณะพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยวของสารตัวนำยวดยิ่ง $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ที่ปริมาณของ $x = 0.2, 0.3$ และ 0.35 ซึ่งลักษณะพื้นผิวของสารดังกล่าวแสดงไว้ในรูปที่ 4.15 - 4.17 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้ทำการถ่ายภาพลักษณะความมันวาวของ gold paint ที่ผ่านการอบด้วยความร้อนที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที มีลักษณะดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.15 แสดงลักษณะพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยว $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ที่การได้ $x=0.2$ กำลังขยาย 100 เท่า



รูปที่ 4.16 แสดงลักษณะพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยว $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ที่การได้ไป $x=0.3$ กำลังขยาย 100 เท่า



รูปที่ 4.17 แสดงลักษณะพื้นผิวของผลึกเชิงเดี่ยว $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ที่การได้ไป $x=0.35$ กำลังขยาย 100 เท่า



รูปที่ 4.18 แสดงลักษณะพื้นผิวและความมันวาวของ gold paint เมื่อผ่านความร้อนที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที