



การศึกษาโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์

ร.พ.
ก๒๖๘ก
๒๕๓๗

นางสาวกรรณา สุจิโรจน์

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....
วัน,เดือน,ปี.....

b. 12๕19844

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา ๒๕๓๗

A Study of the Crystal Structure of Indium Tin Oxide

Miss Karuna Sujrot

**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the
Requirement for the Degree of Bachelor of Science
Department of Applied Physics
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
1994**

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์
โดย นางสาวกรรณา สุจิโรจน์
ภาควิชา ฟิสิกส์ประยุกต์
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ฐิตินัย แก้วแดง
ดร.ชัยสิงห์ ภูริกษ์เกียรติ
อ.งามนิตย์ วงษ์เจริญ
ดร.ทิพรัตน์ วงษ์เจริญ

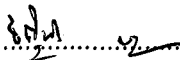
ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

อนุมัติให้นำโครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

(ดร.ปรีชา เทียนสมประสงค์)

หัวหน้าภาค

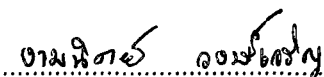
คณะกรรมการโครงการพิเศษ


.....
(ดร.ฐิตินัย แก้วแดง)

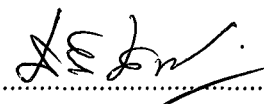
ประธานกรรมการ


.....
(ดร.ชัยสิงห์ ภูริกษ์เกียรติ)

กรรมการ


.....
(อ.งามนิตย์ วงษ์เจริญ)

กรรมการ


.....
(ผศ.ศิริศักดิ์ เตชะทวีกุล)

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

| | | |
|---------------------------|---|-------------------|
| หัวข้อโครงการพิเศษ | การศึกษาโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide : ITO) | |
| นักศึกษา | กรรณา | สุจิโรจน์ |
| อาจารย์ที่ปรึกษา | ดร.ฐิตินัย | แก้วแดง |
| | ดร.ชัยสิงห์ | ภูริภักดิ์เกียรติ |
| | อ. งามนิศย์ | วงษ์เจริญ |
| | ดร.ทิพรัตน์ | วงษ์เจริญ |
| ระดับการศึกษา | วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ | |
| ภาควิชา | ฟิสิกส์ประยุกต์ | |
| ปีการศึกษา | 1994 | |

บทคัดย่อ

เตรียมสารประกอบอินเดียมออกไซด์ (Indium Oxide : In_2O_3) ที่เติมสารเจือด้วยอะตอมของดีบุก (Tin) เข้าแทนที่อะตอมของอินเดียม (Indium) ด้วยวิธีการเผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 วันในรูปแบบของเซรามิกส์ ที่ปริมาณความเข้มข้นต่าง ๆ กันตั้งแต่ 0.3 ถึง 5 เปอร์เซ็นต์ โมล พบว่า สารตัวอย่างที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (cubic) และเมื่อปริมาณสารเจือเพิ่มขึ้นค่าคงที่โครงผลึก (a) จะเพิ่มขึ้นจาก 9.745 \AA เป็น 9.753 \AA นอกจากนี้การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าลดลงจาก $2.524 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ เป็น $0.008 \text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ และทุกสารตัวอย่างที่เตรียมได้เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type)

| | | |
|--------------------------------|--|-------------|
| Special Project Title | A Study of the Crystal Structure of Indium Tin Oxide . | |
| Name | Miss Karuna | Sujjrot |
| Special Project Asvisor | Dr. Thitinai | Gaewdang |
| | Dr. Chaisingh | Poo-Rakkiat |
| | Aj. Ngarnit | Wongjareon |
| | Dr. Tiparatana | Wongcharoen |
| Department | Applied Physics | |
| Academic Year | 1994 | |

Abstract

The preparation condition of Sn-doped In_2O_3 ceramic samples , with the Sn dopant concentration between 0.3 - 5 percent mole , by sintering at 1,100 °C for 4 days are reported. From the X-ray diffraction patterns , the single phase with cubic structure is confirmed on the all samples. The lattice parameter (a) rises from 9.745 Å to 9.753 Å with the increasing indium dopant content. Moreover, the electrical resistivity decreases from 2.524 $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}$ to 0.008 $\Omega\cdot\text{cm}$, and all of them are n-type semiconductor.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลงได้เนื่องจากบุคคลหลายท่าน จึงขอน้อมรับในพระคุณดังกล่าวด้วยความเคารพยิ่ง

ขอกราบขอบพระคุณท่านอาจารย์ ดร. จูตินัย แก้วแดง, ท่านอาจารย์ ดร. ชัยสิงห์ ภูริภักดิ์เกียรติ, ท่านอาจารย์ งามนิตย์ วงษ์เจริญ และท่านอาจารย์ ดร. ทิพรัตน์ วงษ์เจริญ ซึ่งเป็นผู้ที่ไม่ได้เป็นเฉพาะอาจารย์ที่ปรึกษาที่คอยกล่อมเกลาคำความรู้ทางด้านวิชาการให้แก่ศิษย์เท่านั้น แต่ทุกสิ่งทุกอย่างที่สำเร็จได้เกิดจากความเมตตาของทุก ๆ ท่าน ศิษย์ขอน้อมรับในพระคุณดังกล่าวอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณบิดา, มารดา และ พี่สาว ที่ได้ให้ความช่วยเหลือทั้งในการหาข้อมูลและคอยเป็นกำลังใจมาโดยตลอด

ขอกราบขอบพระคุณท่านอาจารย์ ผศ. ดร. อารีย์ วิเชียรฉาย และท่านอาจารย์ ผศ. อนุพงศ์ สรงประภา ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในด้านอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในโครงการพิเศษในครั้งนี้เสมอมา อีกทั้งขอกราบขอบพระคุณท่านอาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตลอดระยะเวลาในการศึกษาที่ผ่านมา

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ธวัชชัย ชาวประเสริฐ ที่อำนวยความสะดวกในการใช้สถานที่ และเครื่องมือภายในศูนย์ซ่อมสร้างเครื่องมือวิทยาศาสตร์ สจล.

ขอขอบพระคุณในความอนุเคราะห์จากอาจารย์ ประเสริฐ เขียวพิมพา ภาควิชาธรณี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้อำนวยความสะดวกและสอนวิธีในการใช้เครื่องดีฟแฟรกโตรมิเตอร์

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ น้อง ๆ นักศึกษาแห่งภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ สจล. ที่คอยให้กำลังใจและช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านด้วยดีตลอดมา

สุดท้ายนี้ ผู้เขียนขอขอบพระคุณผู้ที่มีพระคุณให้ความอนุเคราะห์ช่วยเหลือให้กำลังใจในทุกสิ่งทุกอย่าง ต่อผู้เขียนและโครงการพิเศษฉบับนี้ ณ โอกาสนี้ ผู้เขียนขออาราธนาคุณพระศรีรัตนตรัย และสิ่งศักดิ์สิทธิ์ทั้งหลายในสากลโลกดลบันดาลให้ทุก ๆ ท่าน ที่กล่าวมาข้างต้นประสบความสำเร็จต่อหน้าที่การงานและความสุขในชีวิตตลอดไป

กรุณา สุจิโรจน์

22 มีนาคม 2538

สารบัญ

| เนื้อหา | หน้า |
|--|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย | ก |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ | ข |
| กิตติกรรมประกาศ | ค |
| สารบัญ | ง |
| สารบัญตาราง | ช |
| สารบัญภาพ | ซ |
| | |
| บทที่ 1 บทนำ | 1 |
| | |
| บทที่ 2 โครงสร้างผลึก | 6 |
| 2.1 โครงสร้างผลึกแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (body center cubic structure) | 8 |
| 2.2 โครงสร้างผลึกแบบบิกซ์ไมท์ (bixbyte structure) | 9 |
| 2.3 โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (rutile structure) | 11 |
| | |
| บทที่ 3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ | 12 |
| 3.1 เครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ | 12 |
| 3.2 การหาค่าคงที่โครงสร้างผลึก | 15 |
| | |
| บทที่ 4 คุณสมบัติทางไฟฟ้า | 18 |
| 4.1 แผนภาพโครงสร้างแถบพลังงาน | 18 |
| 4.2 ทฤษฎีและหลักการวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้า โดยวิธีของวานเดอร์พาว | 20 |
| 4.3 การตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีขั้วความร้อน (hot probe method) | 25 |

| เนื้อหา | หน้า |
|---|------|
| บทที่ 5 การทดลอง | 27 |
| 5.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง | 27 |
| - อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร | |
| 5.1.1 สารเคมี | 27 |
| 5.1.2 อุปกรณ์ทางเคมี | 27 |
| 5.1.3 อุปกรณ์ในการเผาสาร | 27 |
| 5.1.4 อุปกรณ์ในการขัดเม็ด | 29 |
| 5.1.5 อุปกรณ์ที่ใช้ทำความสะอาด | 30 |
| 5.1.6 อุปกรณ์ในการเก็บเม็ดสาร | 30 |
| - อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบค่าคงที่ผลึก | |
| 5.1.7 เครื่องดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ | 31 |
| - อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบ | |
| 5.1.8 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาความหนาของเม็ดสาร | 31 |
| 5.1.9 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมสารเพื่อการตรวจสอบ | 31 |
| 5.1.10 อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบ | 32 |
| 5.2 การเตรียมสาร | 32 |
| 5.2.1 การหาปริมาณสารประกอบที่ใช้ในการเตรียมสาร | 32 |
| 5.2.2 การชั่งสาร | 34 |
| 5.2.3 การบดสาร | 34 |
| 5.2.4 การขัดเม็ด | 35 |
| 5.2.5 การเผาสาร | 35 |
| 5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ | 36 |
| 5.3.1 ขั้นตอนการหาค่าโครงสร้างผลึกของสาร โดยอาศัยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ | 36 |
| 5.3.2 การหาค่าโครงสร้างผลึกจากกฎของแบรกก์ | 37 |
| 5.4 การตรวจสอบสภาพด้านทานไฟฟ้าด้วยวิธีวานเดอร์พาว | 37 |
| 5.4.1 การหาความหนาของเม็ดสาร | 37 |
| 5.4.2 การเตรียมสารเพื่อการตรวจสอบ | 38 |
| 5.4.3 การตรวจสอบสาร | 39 |
| 5.4.4 การคำนวณหาค่าสภาพด้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า | 40 |

| เนื้อหา | หน้า |
|--|------|
| บทที่ 6 ผลการทดลอง | 44 |
| บทที่ 7 บทวิเคราะห์และบทสรุป | 54 |
| เอกสารอ้างอิง | 57 |
| ภาคผนวก | |
| 1. ภาคผนวก ก. ตารางธาตุ | 59 |
| 2. ภาคผนวก ข. เตาอุณหภูมิสูงที่ใช้ในโรงงาน | 60 |
| 3. ภาคผนวก ค. การพิสูจน์สมการการหาค่า ρ ด้วยเทคนิคของ วานเดอร์พาว | 65 |
| 4. ภาคผนวก ง. โปรแกรมที่ใช้ในการหาค่าความต้านทานจากความ สัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ที่วัดได้ | 72 |
| 5. ภาคผนวก จ. ตารางแสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ d จาก ASTM | 77 |
| 6. ภาคผนวก ฉ. ขั้นตอนการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ และกราฟแสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธี การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากสาร In_2O_3 และ SnO_2 | 80 |

สารบัญตาราง

| ตารางที่ | หน้า |
|---|------|
| ตารางที่ 2.1 แสดงลักษณะรูปแบบทั้ง 14 ของแลททิสของบราวเวสใน 3 มิติ | 7 |
| ตารางที่ 3.2 แสดงรายละเอียดแลททิสของบราวเวส | 7 |
| ตารางที่ 5.1 ปริมาณของสารเจือและสารตั้งต้น | 34 |
| ตารางที่ 6.1 ความหนาแน่นของสารหลังจากทำการเผา | 44 |
| ตารางที่ 6.2 ค่าความหนาของสารเป็นค่าเฉลี่ย | 44 |
| เนื่องจากสารมีความหนาไม่เท่ากันตลอดทั่วทั้งสาร | |
| ตารางที่ 6.3 ค่าสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า | 45 |
| ตารางที่ 6.4 ค่าคงที่โครงสร้างผลึก | 45 |
| ตารางธาตุ | 59 |
| ตารางแสดงผลการทดลองการหาค่าความต้านทานและ ค่าความถูกต้องของสารตัวอย่าง | 75 |
| ตารางแสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ d จาก ASTM | 77 |

สารบัญภาพ

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกแบบซิมเปิ้ลคิวบิก | 8 |
| รูปที่ 2.2 แสดงความแตกต่างของโครงสร้างผลึกแบบซิมเปิ้ลคิวบิก กับโครงสร้างแบบบอดีเซ็นเตอร์คิวบิก | 8 |
| รูปที่ 2.3 แสดงโครงสร้างบอดีเซ็นเตอร์คิวบิกแบบบิกไบท์ | 9 |
| รูปที่ 2.4 แสดงโครงสร้างของ CaF_2 ที่มีการขาดหายไปของอะตอม | 10 |
| รูปที่ 2.5 แสดงโครงสร้างผลึกแบบรูโทล์ | 11 |
| รูปที่ 3.1 แสดงหลักการทำงานของเครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ | 12 |
| รูปที่ 3.2 แสดงชุดการทำงานของเครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ | 13 |
| รูปที่ 3.3 แสดงรายละเอียดของอุปกรณ์ที่สำคัญในเครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ | 14 |
| รูปที่ 3.4 แสดงรายละเอียดของอุปกรณ์ที่สำคัญในเครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ | 14 |
| รูปที่ 3.5 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ | 15 |
| รูปที่ 4.1 แสดงแผนภาพแถบพลังงานของสารประกอบอินทรีย์ออกไซด์ที่ ไม่เติมสารเจือ | 18 |
| รูปที่ 4.2 แสดงแผนภาพโครงสร้างแถบพลังงานของสารประกอบ อินทรีย์ออกไซด์ที่มีการเติมสารเจือ และเป็นสารนอน-สตอยชิโอเมตริก | 19 |
| รูปที่ 4.3 แสดงตำแหน่งของจุดสัมผัสบนชั้นสารตัวอย่าง | 21 |
| รูปที่ 4.4 การวัดความต้านทานไฟฟ้า โดยวิธีของวานเดอร์พาว | 22 |
| รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $f(R_{AB,CD})$ กับอัตราส่วนของ $(R_{AB,CD}/R_{BC,DA})$ | 23 |
| รูปที่ 4.6 แสดงการตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีชี้วัดความร้อน | 26 |
| รูปที่ 5.1 อุปกรณ์ทางเคมี | 28 |
| รูปที่ 5.2 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง 1,100 °C และอุปกรณ์ที่ใช้ประกอบในการเผา | 28 |
| รูปที่ 5.3 เครื่องอัดเม็ด | 29 |
| รูปที่ 5.4 เครื่องอัดไฮดรอลิก | 30 |
| รูปที่ 5.5 เครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ | 31 |
| รูปที่ 5.6 อุปกรณ์ที่ใช้วัดหาความหนาของเม็ดสาร | 32 |
| รูปที่ 5.7 แสดงเม็ดสารที่พร้อมจะทำการทดสอบ | 39 |
| รูปที่ 5.8 แสดงวงจรที่ใช้ในการตรวจสอบหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า | 39 |

| รูปที่ | หน้าที่ |
|---|---------|
| แผนภาพที่ 1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสาร | 41 |
| แผนภาพที่ 2 แสดงขั้นตอนในการหาค่าโครงสร้างผลึก | 42 |
| แผนภาพที่ 3 แสดงขั้นตอนการหาค่าสภาพต้านทางไฟฟ้า | 43 |
| รูปที่ 6.1-6.6 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากสารตัวอย่าง ITO ที่ปริมาณสารเจือ 0.3-5 เปอร์เซ็นต์โมล | 46 |
| รูปที่ 6.7-6.10 แสดงความสัมพันธ์ของกระแสกับค่าความต่างศักย์ที่วัดได้เมื่อสารตัวอย่างคือ In_2O_3 และ ITO ที่ปริมาณสารเจือ 0.3-5 เปอร์เซ็นต์โมล | 52 |
| รูปที่ 7.1 แสดงสภาพการนำไฟฟ้ากับค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าที่ปริมาณของสารเจือ 0.3-5 เปอร์เซ็นต์โมล | 54 |
| รูปที่ ผ.1 แผนภาพการต่อแหล่งจ่ายพลังงานและส่วนควบคุมอุณหภูมิเข้ากับเตา | 63 |
| รูปที่ ผ.2 แสดงทิศทางไหลของกระแสจาก Source | 65 |
| รูปที่ ผ.3 แสดงกระแสไหลเข้าจุด p และออกที่จุด o ของผลึกรูป half plane ซึ่งมีความหนา b | 67 |
| รูปที่ ผ.4 แสดงการ tranfrom จาก (ก) เป็นรูป(ข) | 69 |

บทที่ 1

บทนำ

ความสำคัญและที่มาของโครงการ

ในปัจจุบันนักวิทยาศาสตร์ของห้องปฏิบัติการหลายแห่งทั่วโลกให้ความสนใจทดลองและศึกษาค้นคว้าเกี่ยวกับสารอินเดียมออกไซด์ ($\text{In}_2\text{O}_3: \text{IO}$) กันอย่างกว้างขวางทั้งนี้ก็เนื่องมาจากสารนี้มีความโปร่งแสงและคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี^[1,2] ซึ่งสามารถนำมาใช้ให้เกิดประโยชน์ในวงการอิเล็กทรอนิกส์ได้ เช่น การนำมาใช้เป็นส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์, กระจกสะท้อนความร้อน และ ขั้วไฟฟ้าโปร่งแสงอุปกรณ์แสดงผล (display devices) ^[1,2] ถึงแม้ว่า In_2O_3 ในเชิงอุดมคติที่เป็นผลึกสมบูรณ์จะเป็นฉนวน แต่ในความเป็นจริงแล้ว In_2O_3 จะมีการขาดหายไปของอะตอมออกซิเจน (oxygen vacancy) จึงมีผลทำให้ In_2O_3 กลายเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type) ที่มีสภาพนำไฟฟ้า (conductivity) ต่ำ^[1,3,4] ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงได้หาหนทางที่จะพัฒนาคุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารให้ดีขึ้น โดยนำมาทำการเจือด้วยสาร Sn แล้วผลปรากฏออกมาว่าคุณสมบัติของสารที่ออกมา ก็อยู่ในเกณฑ์ที่ดีกว่า In_2O_3 และเรียก IO ที่เติมสารเจือด้วย Sn ว่า "อินเดียมทินออกไซด์ : ITO"

ด้วยเหตุนี้จึงเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้เกิดแรงจูงใจในการที่จะเตรียมสารนี้ขึ้นมาเพื่อศึกษาและเกิดเป็นหัวข้อโครงการพิเศษนี้ขึ้นมา

ขอบเขตของโครงการ

ทำการเตรียมสาร ITO ด้วยปฏิกิริยาของของแข็ง (solid state reaction) โดยการเติมสารเจือ Sn เข้าไปใน In_2O_3 ที่บริสุทธิ์สูง (99.999 %) ในสัดส่วนโมลค่าต่าง ๆ แล้วนำไปทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตรมิเตอร์^[5,6] (X-ray diffractometer) เพื่อเป็นการตรวจสอบความเป็นเฟสเดียว (single phase) ของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ แล้วจึงนำไปวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าโดยใช้วิธีแวนเดอร์เพาว์^[7,8,9] เพื่อแสดงให้เห็นถึงสภาพการนำไฟฟ้าของสาร และนำสารที่เตรียมได้ไปทดสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีขั้วความร้อน^[10]

จากนั้นนำผลที่ได้จากการวิจัยมาทำการเปรียบเทียบระหว่าง IO ที่ไม่ได้ทำการเจือสารกับที่ทำการเจือสารในปริมาณต่าง ๆ ว่ามีความแตกต่างกันอย่างไร นำมาทำการสรุปและวิจารณ์ผลที่ได้จากโครงการว่าตรงกับข้อมูลที่ได้สืบค้นหรือไม่

ซึ่งที่กล่าวมาทั้งหมดสามารถจะสรุปเป็นขอบเขตของการวิจัยได้ดังนี้

1. เตรียม ITO โดยการเติมสารเจือ Sn เข้าไปใน In_2O_3 ในสัดส่วนโมลที่แตกต่างกันในช่วง 0.3 - 5 %
2. ตรวจสอบสมบัติทางผลึกวิทยา (crystallography) ของสารเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์
3. วัดสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity) ด้วยวิธีแวนเดอร์เพอร์ที่มีสี่หัววัด (Van der Pour four point probes)
4. ตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีหัวความร้อน (hot - probe method)
5. สรุปและวิเคราะห์ผลการศึกษาวิจัย

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของ ITO ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X - ray diffraction)
2. เพื่อตรวจสอบคุณภาพการนำไฟฟ้าของสารเมื่อมีการเจือสาร
3. เพื่อตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำด้วยวิธีหัวความร้อน
4. เพื่อเรียนรู้แนวทางและขั้นตอนการวิจัย
5. เพื่อเป็นพื้นฐานในการศึกษาและนำไปประยุกต์ใช้กับการเตรียมสารชนิดอื่นต่อไป
6. เพื่อสนับสนุนการศึกษาวิชาฟิสิกส์ของของแข็ง
7. เพื่อศึกษาการสร้างและใช้เครื่องมือในการตรวจสอบคุณสมบัติทางฟิสิกส์และอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้ในโรงงาน
8. เพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาค้นคว้าเทคโนโลยีสารกึ่งตัวนำ

แผนการดำเนินงาน

แบ่งออกเป็น 6 ขั้นตอนดังนี้

1. วางแผนการแบ่งเวลาของขั้นตอนในการทำวิจัย
2. นำเอกสารอ้างอิงที่ได้จากการสืบค้นมาใช้เป็นฐานข้อมูลในการทำวิจัย
3. ศึกษาอุปกรณ์ที่ต้องใช้ในงานวิจัย เช่น
 - 3.1. เตาอุณหภูมิสูง
 - 3.2. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์
 - 3.3 การตรวจสอบค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าจำเพาะของแวนเดอร์เพอร์
 - 3.4 การตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีชี้วัดความร้อน
4. ทำการเตรียมเซรามิกส์ดังต่อไปนี้
 - 4.1. อัดเม็ดสารตัวอย่างของ In_2O_3 บริสุทธิ์ เพื่อใช้เป็นตัวอย่างอ้างอิง
 - 4.2. อัดเม็ดสารตัวอย่างที่มีความบริสุทธิ์สูง 99.999 % พร้อมกับสารเจือ Sn เข้าไปด้วย ในปริมาณที่แตกต่างกัน 0.3 - 5 %
5. ทำการตรวจสอบคุณสมบัติของเซรามิกส์ที่ได้ดังต่อไปนี้
 - 5.1. ทำการตรวจสอบสมบัติทางผลึกวิทยา โดยใช้เครื่องเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ นำผลที่ได้มาวิเคราะห์และเปรียบเทียบกันระหว่างสาร In_2O_3 บริสุทธิ์ กับ สาร In_2O_3 ที่มีการเจือสาร Sn
 - 5.2. วัดสภาพต้านทานทางไฟฟ้าด้วยวิธีแวนเดอร์เพอร์ นำผลที่ได้มาวิเคราะห์และเปรียบเทียบกันระหว่างสาร In_2O_3 บริสุทธิ์ กับ สาร In_2O_3 ที่มีการเจือสาร Sn
 - 5.3 ตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีชี้วัดความร้อน
6. นำข้อมูลที่ได้มาทำการสรุปและเปรียบเทียบผล

ระยะเวลาในการดำเนินงานแต่ละขั้นตอน

| ขั้นตอนการดำเนินงาน | ระยะเวลาในการดำเนินงาน | | | | | | | | | |
|---------------------|------------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 1 | --- | ---> | | | | | | | | |
| 2 | --- | ---- | ----- | ----- | ----- | ----- | ----- | ----- | ----- | -----> |
| 3 | | | ----- | ----- | ----- | ----- | ---> | | | |
| 4 | | | | | ----- | ----- | ---> | | | |
| 5 | | | | | | | ----- | ----- | ---> | |
| 6 | | | | | | | ----- | ----- | ----- | -----> |

หมายเหตุ

ระยะเวลาการดำเนินงานเริ่มตั้งแต่เดือนมิถุนายน พ.ศ. 2537 ถึงเดือนมีนาคม 2538 รวมระยะเวลาในการศึกษาวิจัยและทดลองทั้งสิ้น 10 เดือน

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ประโยชน์ของการศึกษา ITO แบบเซรามิกส์

การศึกษา ITO ในปัจจุบันมีให้เห็น 3 รูปแบบคือ เซรามิกส์, ผลึก และ ฟิล์มบาง แต่ที่เลือกศึกษาในรูปแบบของเซรามิกส์นั้นเนื่องมาจากการศึกษาในรูปแบบนี้มีประโยชน์ในการนำมาใช้เป็นพื้นฐานในการกำหนดช่วงของตัวแปร (parameter) เช่น อุณหภูมิ, อัตราส่วนของสาร Sn/In ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สารที่มีคุณภาพดีที่สุดแล้วจึงนำค่าตัวแปรที่ได้เหล่านี้ไปใช้ในการเตรียม ITO ในรูปแบบของผลึกและฟิล์มซึ่งเตรียมได้ยากและใช้เวลานานกว่าการเตรียมแบบเซรามิกส์

2. ประโยชน์ต่อวงการอิเล็กทรอนิกส์^{1,2}

ปัจจุบัน ITO ได้นำมาประยุกต์ใช้ในการผลิตอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ทางแสง เช่น ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าของเซลล์แสงอาทิตย์, กระจกสะท้อนความร้อน

3. ประโยชน์ต่อผู้วิจัย

- 3.1. ช่วยในการศึกษาวิชาทางด้านสารกึ่งตัวนำและได้นำความรู้ที่ได้ศึกษามาใช้จริงในการวิเคราะห์สาร นอกจากนี้ทำให้ได้รู้จักกับ ITO มากขึ้น
- 3.2. ใช้เป็นพื้นฐานที่จะนำไปใช้ในการศึกษาสารตัวอื่น ๆ ต่อไป
- 3.3. สามารถใช้เครื่องมือในการตรวจสอบคุณสมบัติทางฟิสิกส์และอิเล็กทรอนิกส์ได้
- 3.4. เป็นแรงกระตุ้นทางการค้นคว้าวิจัยสารกึ่งตัวนำชนิดใหม่

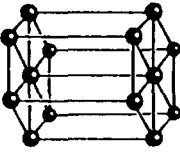
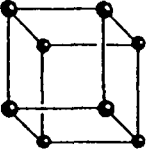
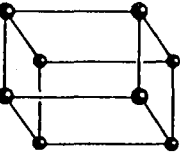
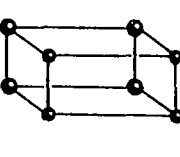
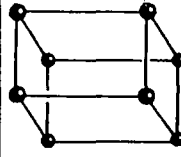
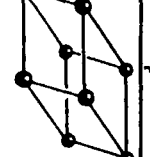
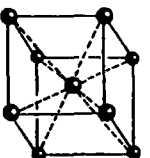
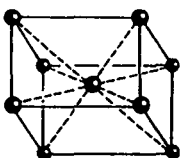
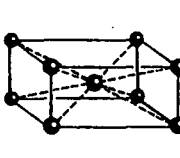
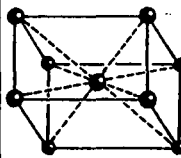
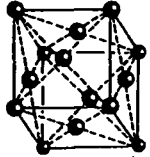
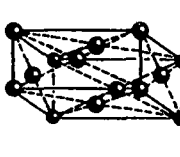
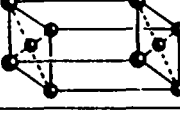

บทที่ 2 โครงสร้างผลึก

ผลึกเกิดจากการเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบ การเรียงตัวของอะตอมทางเรขาคณิตที่แตกต่างกันทำให้เกิดเป็นผลึกที่มีโครงสร้างที่แตกต่างกัน การเรียงตัวกันของอะตอมอย่างเป็นระเบียบนั้นเป็นสิ่งที่เป็นไปได้ในทางอุดมคติแต่ตามสภาพความเป็นจริงผลึกที่มีอยู่จริงในโลกนี้ไม่ได้เป็นผลึกที่สมบูรณ์แบบ มักจะมีข้อบกพร่องของโครงผลึกอยู่บ้าง เช่น เกิดเป็นช่องว่างของอะตอม เกิดมีอะตอมชนิดอื่นแทรกเข้าไปเป็นส่วนเกิน จากการมีข้อบกพร่องต่าง ๆ ของผลึกทำให้คุณสมบัติของของแข็งเหล่านั้นเปลี่ยนแปลงไปได้ และทำให้คุณสมบัติของสิ่งประดิษฐ์คลาดเคลื่อนได้ เช่น การยืดหยุ่นของโลหะเลวลง , ผลึกที่เคยโปร่งแสงอาจเปลี่ยนสีได้ , สภาพนำไฟฟ้าเปลี่ยนแปลง , การแพร่กระจายของอะตอมภายในวัสดุอาจดีขึ้น

สเปซแลตทิส (space lattice) หรือ แลตทิสของบราวเวยส (Bravais lattice) เป็นเพียงรูปแบบที่จินตนาการขึ้นมาอธิบายลักษณะการเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกไม่ใช่ตำแหน่งการจัดเรียงตัวของอะตอมต่าง ๆ จริง เป็นเพียงรูปทรงทางเรขาคณิตของจุดต่าง ๆ ในสเปซที่สร้างขึ้น เพื่อใช้อธิบายโครงสร้างทางผลึกเท่านั้น ดังนั้นจากการแบ่งกลุ่มของโครงสร้างทางผลึกโดย บราวเวยส (Bravais) นั้นได้แบ่งทั้งหมดออกเป็น 14 สเปซแลตทิส และจัดรวมเป็นระบบใหญ่ ๆ ได้ 7 ระบบ ดังตารางที่ 2.1[12] และตารางที่ 2.2[12]

ในโครงงานนี้จะกล่าวถึงโครงสร้างผลึกแบบบิกซ์ไบท์ (bixbyte) [11,12,13,14] ซึ่งเป็นหนึ่งในสเปซกรุป (space groups) ของบอดีเซ็นเตอร์คิวบิก (body center cubic) [12] เป็นสำคัญ เนื่องจากเป็นโครงสร้างผลึกของอินเดียมทินออกไซด์ ดังได้อธิบายไว้ในหัวข้อที่ 2.2 และ 2.1 ตามลำดับ นอกจากนี้ก็จะกล่าวถึงโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) ที่เรียกว่า โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (Rutile) [11,12,14] ด้วย เนื่องจากเป็นโครงสร้างผลึกของ ทินออกไซด์ ดังได้อธิบายไว้ในหัวข้อที่ 2.3 และสำหรับโครงสร้างผลึกในลักษณะอื่น ๆ จะขอไม่กล่าวถึง

ตารางที่ 2.1 ตารางแสดงลักษณะรูปแบบทั้ง 14 ของแลตทิซของบราวเวียส 3 มิติ

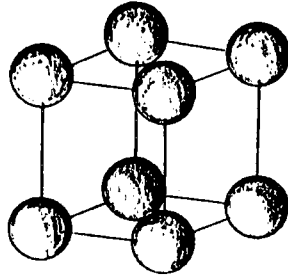
| CRYSTAL SYSTEM | | | | | | |
|--|---|---|---|---|---|---|
| Hexagonal | Trigonal | Cubic | Tetragonal | Orthorhombic | Monoclinic | Triclinic |
|  | |  |  |  |  |  |
| | |  |  |  |  | |
| | |  | |  | | |
| | | | |  | | |
| |  | | | | | |

ตารางที่ 2.2 ตารางแสดงรายละเอียดแลตทิซของบราวเวียส

| Crystal system | Lattice type | Conventional representation | Representative points |
|----------------|--------------|---|--|
| Triclinic | <i>P</i> | $a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma$ | (0, 0, 0) |
| Monoclinic | <i>P</i> | $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ | (0, 0, 0) |
| | <i>I</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| Orthorhombic | <i>P</i> | $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ | (0, 0, 0) |
| | <i>C</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, 0) |
| | <i>I</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| | <i>F</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, 0) ($\frac{1}{2}$, 0, $\frac{1}{2}$), (0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| Tetragonal | <i>P</i> | $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ | (0, 0, 0) |
| | <i>I</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| Cubic | <i>P</i> | $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ | (0, 0, 0) |
| | <i>F</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, 0) ($\frac{1}{2}$, 0, $\frac{1}{2}$), (0, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| | <i>I</i> | | (0, 0, 0), ($\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$) |
| Trigonal | <i>R</i> | $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma < 120^\circ \neq 90^\circ$ | (0, 0, 0) |
| Hexagonal | <i>P</i> | $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$ | (0, 0, 0) |

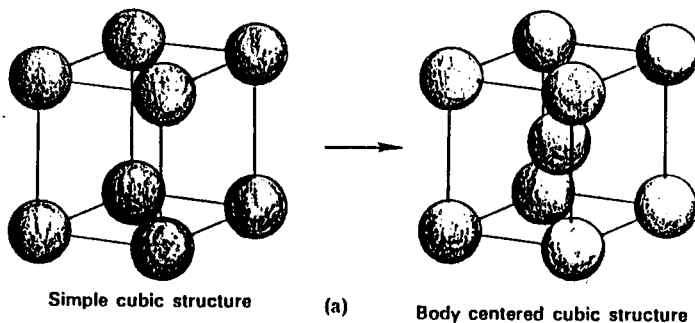
2.1. โครงสร้างผลึกแบบ body center cubic^[12]

โครงสร้างผลึกแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก จะมีรูปแบบมาจากโครงสร้างผลึกแบบซิมเปิลคิวบิก (simple cubic) โดยโครงสร้างผลึกของซิมเปิลคิวบิก ในหนึ่งหน่วยเซลล์ของคิวบิก (cubic unit cell) นั้นจะบรรจุอะตอมเดี่ยว ๆ อยู่ที่มุม ดังรูปที่ 2.1 โดยในหนึ่งหน่วยเซลล์ ของโครงสร้างผลึกแบบซิมเปิลคิวบิก นั้นจะประกอบด้วย 1 อะตอมเท่านั้น



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกแบบ ซิมเปิลคิวบิก^[12]

แต่สำหรับโครงสร้างผลึกแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก จะมีโครงสร้างผลึกแบบซิมเปิลคิวบิก แต่ที่จุดศูนย์กลางของทุก ๆ อะตอมที่อยู่ที่มุมจะมีอะตอมที่เป็นธาตุชนิดเดียวกันมาแทรกอยู่ กล่าวคือ ในหนึ่งหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึกแบบนี้จะประกอบด้วย 2 อะตอมโดยอะตอมหนึ่งอยู่ที่ $(0,0,0)$ และอีกอะตอมอยู่ที่ $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$ ซึ่งได้แสดงความแตกต่างของโครงสร้างผลึกแบบซิมเปิลคิวบิก กับโครงสร้างแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก ไว้ดังในรูปที่ 2.2

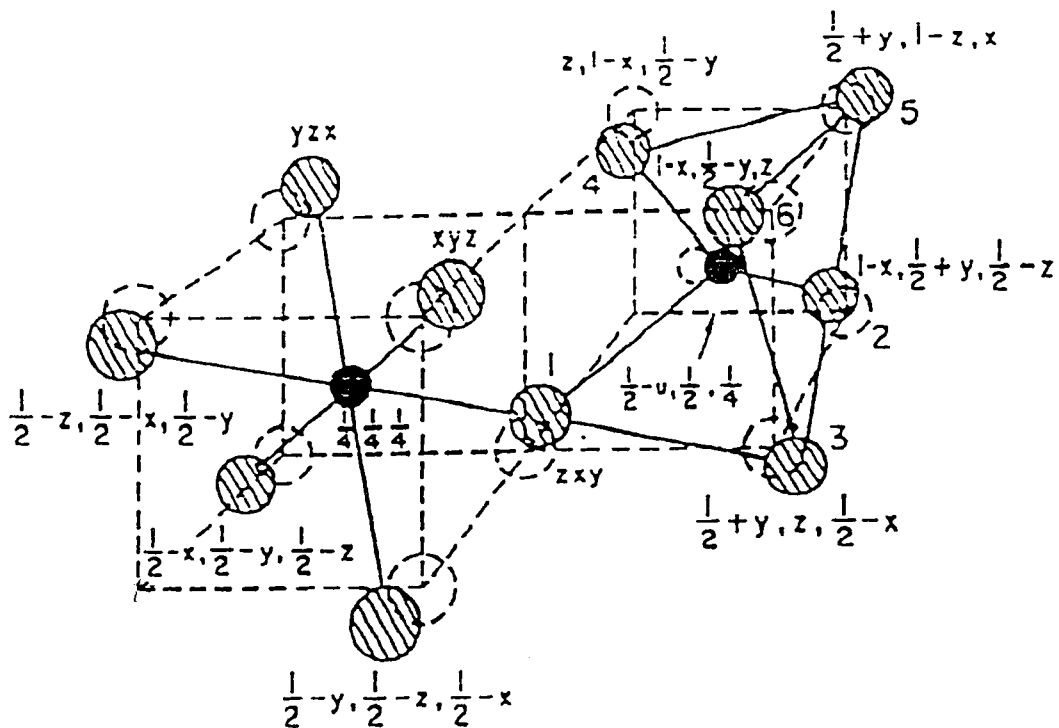


รูปที่ 2.2 แสดงความแตกต่างของโครงสร้างผลึกแบบ

ซิมเปิลคิวบิก กับ โครงสร้างแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก ^[12]

2.2. โครงสร้างผลึกแบบบิกซ์ไบท์^[11,12,13,14]

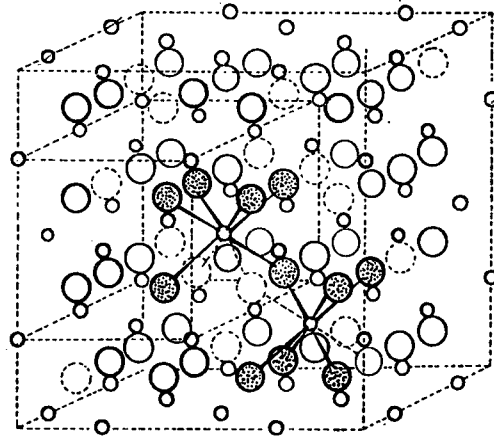
สารประกอบออกไซด์ In_2O_3 มีโครงสร้างผลึกแบบบิกซ์ไบท์ จัดอยู่ในตระกูลโลหะออกไซด์ (metallic sesquioxide) ที่มีโครงสร้างแบบซี-แรร์เอิร์ท (c - rare earth) มีสูตรทางเคมีว่า $\text{C} - \text{M}_2\text{O}_3$ (M คือ Ga, Tl, In เป็นต้น) อีออน M^{3+} และ O^{2-} ยึดเกาะกันด้วยพันธะโควาเลนต์กลายเป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบบอดีเซ็นเตอร์คิวบิก ดังรูปที่ 2.1 ซึ่งสามารถอธิบายโครงสร้างได้ดังนี้



รูปที่ 2.3 แสดงโครงสร้าง บอดีเซ็นเตอร์คิวบิกแบบบิกซ์ไบท์^[13]

พิจารณาโครงสร้างของ CaF_2 ดังรูปที่ 2.2 ถ้านำประจุลบออกเป็นจำนวน $1/4$ ของทั้งหมด (ตามอะตอมที่เป็นเส้นประ) และทำการจัดเรียงอะตอมใหม่อย่างซ้ำ ๆ จะได้โครงสร้างแบบซี-แรร์เอิร์ท ($\text{C} - \text{M}_2\text{O}_3$) ซึ่งโครงสร้างแบบนี้อะตอม M จะสร้างพันธะกับอะตอมออกซิเจน 6 พันธะ และอะตอมของออกซิเจนจะถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของ M อีก 4 พันธะ ส่วนการจัดเรียงพันธะทั้ง 6 นี้ จะผิดแปลกออกไปจากปกติ คือ แทนที่ในหนึ่งหน่วยเซลล์รูปบอดีเซ็นเตอร์คิวบิกจะมีอะตอมอยู่ครบที่มุมทั้งแปด แต่ในโครงสร้างแบบนี้จะมี 2 มุม ที่อะตอมขาดหายไป ซึ่งแบ่งเป็น 2 ลักษณะ คือ

1. อะตอม 2 อะตอม ขาดหายไปจากมุมของลูกแบบเฟสไดอะโกนอล (face diagonal) หมายถึงมุมที่อะตอมขาดหายไป 2 มุมนั้นจะอยู่ด้านเดียวกันและเป็นมุมตรงข้ามกัน
2. อะตอม 2 อะตอมขาดหายไปจากมุมของลูกบาศก์แบบบอดีไดอะโกนอล (body diagonal) หมายถึงมุมที่อะตอมขาดหายไป 2 มุมนั้นอยู่คนละด้านและเป็นมุมตรงข้ามกันและการขาดหายไปของอะตอมทั้ง 2 แบบแสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.4 แสดงโครงสร้างของ CaF_2 ที่มีการขาดหายไปของอะตอม [14]

การขาดหายไปของอะตอมทั้ง 2 กรณีนี้ทำให้ความยาวพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนทั้ง 6 พันธะแตกต่างกันไป เนื่องจากการขาดหายไปของแรงผลักทำให้อะตอมที่เหลือถูกดึงดูดด้วยแรงที่ต่างจากเดิม โดยในกรณีแรกจะให้ความยาวพันธะต่างกัน 3 กลุ่ม คือ

1. ความยาวพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนเท่ากับ 2.13 \AA มี 2 พันธะ
2. ความยาวพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนเท่ากับ 2.19 \AA มี 2 พันธะ
3. ความยาวพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนเท่ากับ 2.23 \AA มี 2 พันธะ

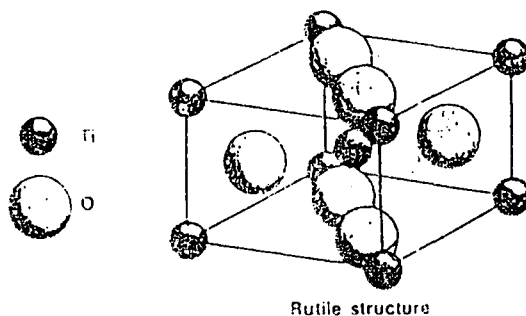
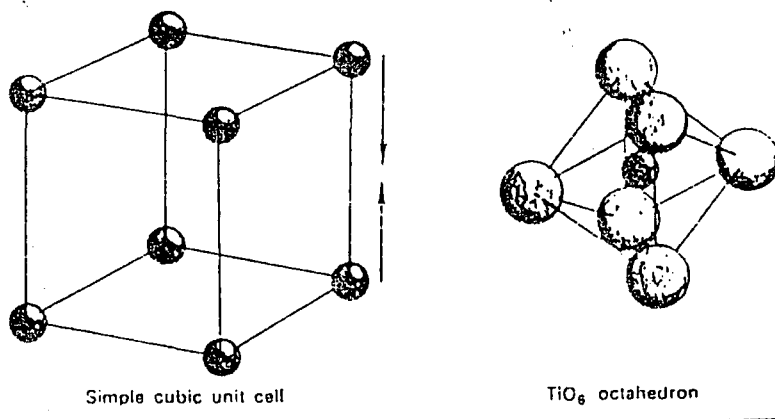
สำหรับกรณีที่ 2 ความยาวพันธะระหว่างอินเดียมกับออกซิเจนทั้ง 6 พันธะมีค่าเท่ากันหมดคือ 2.18 \AA ซึ่งเท่ากับค่าเฉลี่ยความยาวพันธะ 3 กลุ่มในกรณีแรก

2.3 โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (rutile structure) [11,12,14]

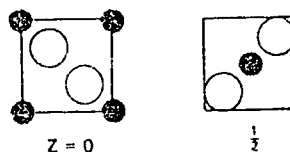
โครงสร้างแบบรูไทล์ (AO₂ โดยที่ A คือ Ti, Sn, Ge เป็นต้น) สามารถอธิบายได้ด้วยหน่วยเซลล์เตตระโกนอล (tetragonal) ที่มีอะตอม A อยู่ที่แต่ละมุมของเซลล์ และ A ที่เป็นอะตอมกลางจะสร้างพันธะกับออกซิเจน 6 อะตอมแบบออกตะฮีดรอล (octahedral) ที่บิดเบี้ยวอยู่ตรงกลางดังรูปที่ 2.4 สำหรับออกตะฮีดรอลดังกล่าว อิออนของ A แต่ละอิออนจะล้อมรอบด้วยอิออนของออกซิเจนใกล้ที่สุด 4 อิออน และอยู่ห่างออกไปอีก 2 อิออน อิออนของ A จะอยู่ในหน่วยเซลล์เตตระโกนอล ณ ตำแหน่ง 0,0,0 , $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ และอิออนของออกซิเจนอยู่ ณ ตำแหน่ง

$$x,x,0 ; \bar{x},\bar{x},0 ; \frac{1}{2}+x, \frac{1}{2}-x, \frac{1}{2} ; \frac{1}{2}-x, \frac{1}{2}+x, \frac{1}{2}$$

สารประกอบออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบรูไทล์นี้มีหลายสารประกอบ เช่น GeO₂, IrO₂, α -MnO₂, MoO₂, NbO₂, OsO₂, PbO₂, RuO₂, TiO₂, SiO₂ (HP), SnO₂, AlAsO₄ (HP), TeO₂, CrVO₄ เป็นต้น



Layer sequence -



รูปที่ 2.5 แสดงโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์

บทที่ 3

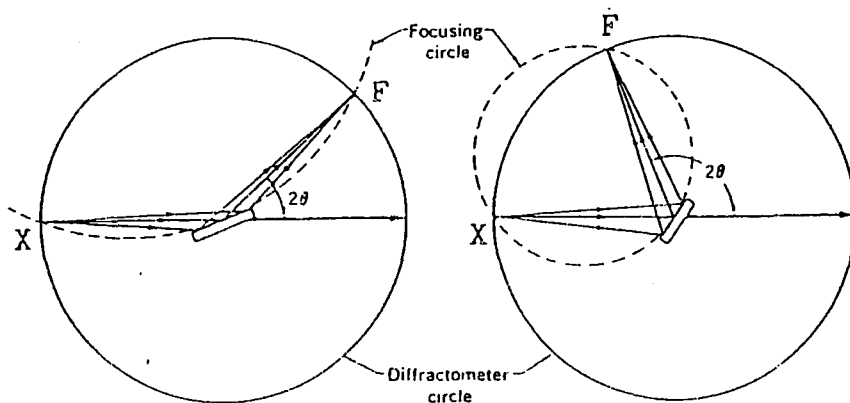
การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

ในการหาโครงสร้างผลึกนั้นสามารถหาได้หลายวิธี เช่น หาโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยผลึกผงในกล้องกีเนียร์-เฮกก์, การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยผลึกเดี่ยวในกล้องไวซ์เซนเบอร์เกอร์ เป็นต้น แต่ในโครงการพิเศษครั้งนี้จะทำการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยผลึกผงในเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ดังนั้นในหัวข้อนี้จะได้กล่าวถึง หลักการทำงาน , การทำงาน และส่วนประกอบที่สำคัญในเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ตลอดจนการคำนวณหาค่าคงที่โครงผลึก (lattice parameter) จากผลที่ได้มาจากเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

3.1. เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ [5,6]

- หลักการทำงาน

ในการหาค่าระยะห่างระนาบชั้นของผลึกด้วยเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ทำได้โดยการนำผลึกผงของสารตัวอย่างไว้ที่จุดศูนย์กลางของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (diffractometer circle) โดยมีแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (point source : X) ตกกระทบผงผลึกของสารตัวอย่าง โดยทำมุมตกกระทบกับระนาบของผงผลึกสารตัวอย่างเป็นมุม θ ทำให้รังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนไปในแนวทำมุม 2θ กับแนวของรังสีตกกระทบและไปรวมกันที่จุด ๆ หนึ่งซึ่งเรียกว่า จุดโฟกัส (focus : F) โดยที่ X และ F อยู่บนเส้นรอบวงของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์เพื่อทำให้ จุด X , Y และผลึกผงตัวอย่างอยู่บนเส้นรอบวงของวงกลมโฟกัส (focusing circle) เดียวกันดังรูปที่ 3.1



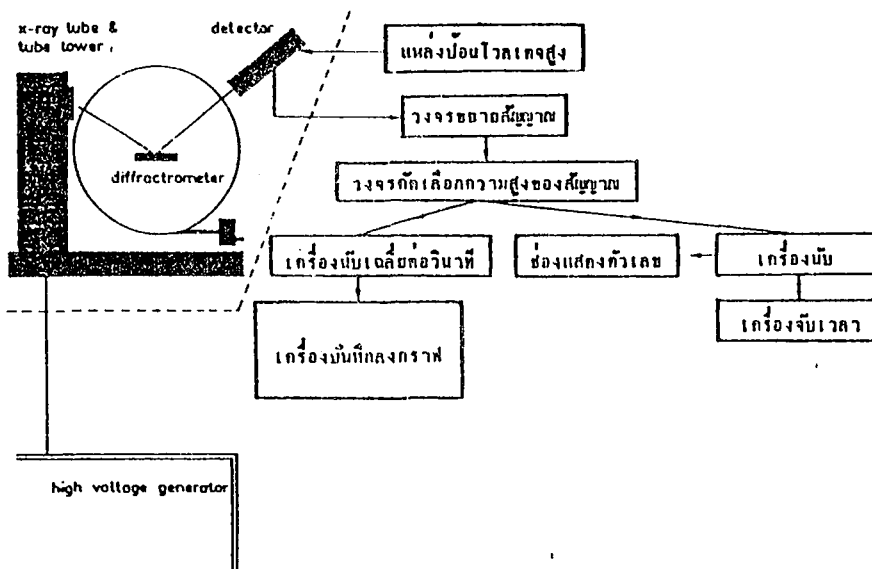
รูปที่ 3.1 แสดงหลักการทำงานของเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ [6]

-การทำงานของเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์

1. ตำแหน่งของตัวตรวจวัด (detector) จะอยู่ที่จุดโฟกัส

2. ในขณะที่แผ่นผงผลึกสารตัวอย่างซึ่งอยู่ที่จุดศูนย์กลางของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์หมุนไปจากเดิมเป็นมุม θ ตัวตรวจวัดจะต้องหมุนไปจากตำแหน่งเดิมตามแนวเส้นรอบวงของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์เป็นมุม 2θ และระยะห่างระหว่างจุดโฟกัสกับผลึกผงสารตัวอย่างที่จุดศูนย์กลางเป็นระยะคงที่เท่ากับรัศมีของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์เสมอ

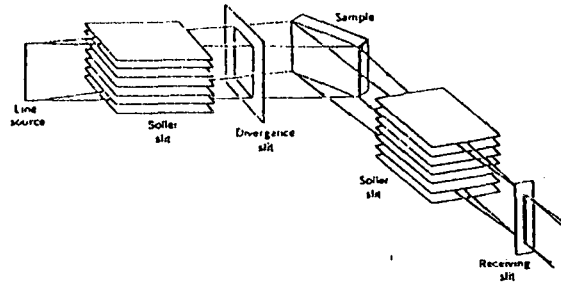
3. ตัวตรวจวัดจะทำการตรวจวัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์เดี่ยวเบนโดยเปลี่ยนโฟตอนของรังสีเอ็กซ์เป็นสัญญาณโวลเตจผ่านวงจรขยายสัญญาณ วงจรคัดเลือกความสูงของสัญญาณ แล้วเข้าเครื่องนับ (counter) และเครื่องจับเวลา (timer) เพื่อแสดงเป็นตัวเลขให้เห็น นอกจากนี้สัญญาณที่ออกจากวงจรคัดเลือกความสูงของสัญญาณ อาจจะเลือกให้ผ่านเข้าเครื่องนับเฉลี่ยต่อวินาที (rate meter) แล้วไปยังเครื่องบันทึกผลกราฟ (recorder) ก็ได้ดังรูปที่ 3.2



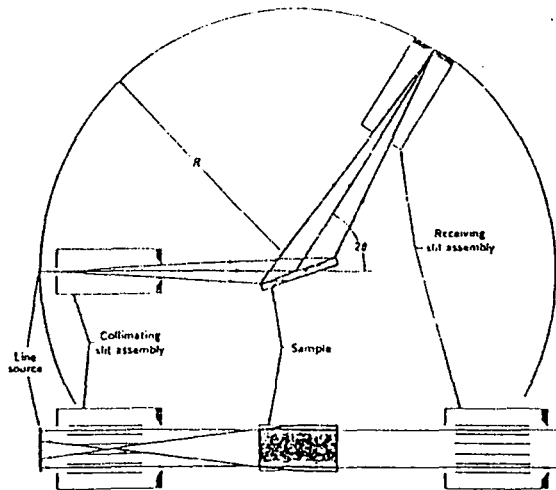
รูปที่ 3.2 แสดงชุดการทำงานของเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ [16]

-อุปกรณ์ที่สำคัญในเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์

เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์จะอาศัยหลักการดังกล่าวมาแล้วข้างต้นแต่เพื่อความถูกต้องและความละเอียดในการวัดเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์จึงต้องมีอุปกรณ์ต่าง ๆ เพิ่มขึ้นมาดังรูปที่ 3.3 และ 3.4



รูปที่ 3.3 แสดงรายละเอียดของอุปกรณ์ที่สำคัญในเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ [6]



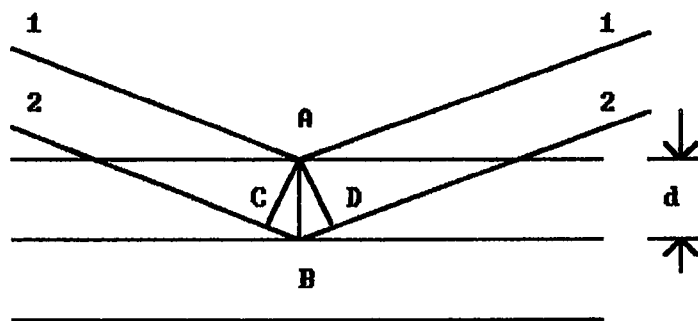
รูปที่ 3.4 แสดงรายละเอียดของอุปกรณ์ที่สำคัญในเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ [6]

จากรูปทั้งสองนั้นจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ที่เป็นเส้น (line source) ซึ่งให้รังสีที่เป็นแนวลู่ออก (diverge) ผ่านชุดช่องทำขนาน (collimating slit assembly) ภายในประกอบด้วยช่องโซลเลอร์ (soller slit) และช่องลู่ออก (divergence slit) ซึ่งชุดทำขนานนี้ทำหน้าที่ป้องกันมิให้รังสีเอ็กซ์ตกกระทบไปถูกส่วนอื่น ๆ ของเครื่องนอกจากสารตัวอย่างเท่านั้น และเมื่อรังสีเอ็กซ์ออกจากชุดช่องทำขนานรังสีเอ็กซ์ไปตกกระทบบนแผ่นผงผลึกสารตัวอย่างแล้วเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านเข้าสู่ชุดช่องตัวรับ (receiveing slit assembly) ที่ภายในประกอบด้วยช่องโซลเลอร์ทำให้มีรังสีลู่ออก (converge) ไปผ่านช่องรับ (receiving slit) ซึ่งชุดช่องตัวรับนี้ทำหน้าที่เหมือนกันชุดช่องทำขนานแต่รังสีเอ็กซ์จะไปตกที่ยังตัวตรวจวัดแทน สำหรับผลการทดลองที่ได้จากเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์ จะถูกบันทึกออกมาโดยเขียนกราฟระหว่างค่ามุม 2θ กับค่าจำนวนสัญญาณที่เครื่องนับเฉลี่ยนับได้ในเวลา 1 วินาที ที่มุม 2θ นั้น ๆ ซึ่งตัวตรวจวัดจะมีขีดความสามารถในการบันทึกข้อมูลโดยอุดมคติจากค่ามุมของแบรกก์ 2θ ในช่วงมุม 0^0 จนถึง 180^0

3.2. การหาค่าคงที่โครงผลึก [6]

-วิเคราะห์หาค่าระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก (d) จากกฎของแบรกก์

เนื่องจากรังสีเอ็กซ์มีความยาวคลื่นสั้นมาก จึงไม่แสดงการเลี้ยวเบนหรือแทรกสอดให้เห็นเมื่อผ่านเกรตติงธรรมดา ต่อมาแบรกก์ (Bragg) ให้รังสีเอ็กซ์สะท้อนจากผลึกและได้อธิบายลดทอนของการเลี้ยวเบนในผลึกว่า รังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบอะตอมในผลึกจะเกิดการกระเจิง และเปรียบเสมือนคลื่นสะท้อน จะรวมกันและเกิดการแทรกสอดเช่นเดียวกับคลื่นแสงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

พิจารณาลำรังสีเอ็กซ์ที่ฉายลงสู่อะตอมดังรูป ซึ่งมีระยะห่างระหว่างแถวอะตอม d ทำมุมตกกระทบ θ กับแนวอะตอม ลำรังสี 1 สะท้อนจากแถวแรก และลำรังสี 2 สะท้อนที่แถวถัดไป การแทรกสอดเสริมกันของลำรังสีทั้งสองจะเกิดขึ้นได้เฉพาะที่มุม θ เพียงบางมุมที่ทำให้ทางเกินของลำรังสีต่างกันเป็นจำนวนเต็มของความยาวคลื่น ($1\lambda, 2\lambda, \dots, n\lambda$) เท่านั้นแสดงว่า

$$CE + BD = n\lambda$$

แต่ $CB = BD = d \sin \theta$

ดังนั้น $2d \sin \theta = n\lambda$ (3.1)

ซึ่งเรียกว่า " กฎของแบรกก์ "

เมื่อ $n = 1, 2, 3, \dots$ แสดงลำดับการเสริมกัน

$\lambda =$ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ซึ่งเราสามารถกำหนดได้

ดังนั้นจากกฎของแบรกก์เราสามารถหาค่า d ได้เมื่อกำหนดให้ค่า $n = 1$ และค่า θ ได้มาจากมุมของการฉายแสงของเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์ และค่า d ที่คำนวณได้จากกฎของแบรกก์จะพบว่าในหลักการทางเคมีสารแต่ละชนิด จะมีลักษณะของรูปกราฟ และค่า d เฉพาะตัว ซึ่งสามารถเปรียบเทียบกับชุดของค่า d มาตรฐานได้ว่าสารที่ได้เตรียมขึ้นมานั้นมีความเพสเดียวหรือไม่

- การหาค่าคงที่โครงสร้างผลึก (a)

เมื่อได้ค่า d ซึ่งเป็นค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ซึ่งดูได้จาก ค่ายอดคลื่นในกราฟที่ได้มาจากการทดสอบด้วยเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์แล้ว ก็จะนำค่านี้มาทำการหาค่าคงที่โครงสร้างผลึก (a, b, c) ซึ่งเป็นค่าระยะห่างระหว่างอะตอมตามแนวแกนซึ่งจะคำนวณหาได้จากสมการ

$$d = \frac{a^2(1 + 2\cos^3 \alpha - 3\cos^2 \alpha)}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2 \alpha + 2(hk + kl + lh)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}} \quad (3.2)$$

เนื่องจากสารที่นำมาทดสอบในครั้งนี้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก ซึ่งก็หมายความว่าค่าคงที่โครงสร้างผลึก $a = b = c$ และ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ดังนั้นเมื่อนำค่าเหล่านี้เข้าไปแทนในสมการที่ 3.2 ก็จะสามารถหาค่าคงที่แลตทิซได้ตามสมการที่ 3.3

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.3)$$

-การหาค่าคงที่โครงผลึกที่แท้จริง (corrected lattice parameter)

ในการคำนวณหาค่าคงที่โครงผลึกเพื่อให้ได้ค่าที่แท้จริงทุก ๆ ครั้งจะต้องนำค่าที่ได้จากการวัดซิกอนพร้อมกับสารตัวอย่าง (d_{obs}) มาทำการลบออกด้วยค่าคงที่โครงผลึกมาตรฐานซึ่งก็คือ ซิกอน (d_{cal}) แล้วก็จะได้ผลลัพธ์ออกมาเป็นค่าความผิดพลาดของการหาค่าคงที่โครงผลึก (Δd) ในแต่ละครั้งของการตรวจสอบดังสมการที่ 3.4

$$d_{cal} - d_{obs} = \Delta d \quad (3.4)$$

และเมื่อได้ค่าความผิดพลาดของการหาค่าคงที่โครงผลึกแล้วเราก็จะนำค่าที่ได้นี้ไปหักออกจากค่าที่ได้จากการคำนวณก็จะได้ผลลัพธ์ออกมาเป็นค่าคงที่โครงผลึกที่แท้จริงดังสมการ 3.4

$$d_{cor} = d_{obs} - \Delta d \quad (3.4)$$

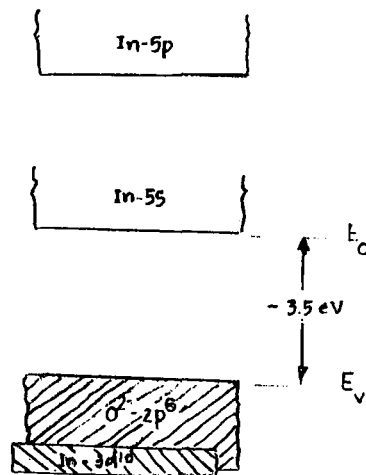
เหตุที่ต้องนำค่าที่ได้จากการคำนวณมาลบออกจากค่าความผิดพลาดของการหาค่าคงที่โครงผลึกในแต่ละครั้งนั้นก็เนื่องจาก ในการหาค่าคงที่โครงผลึกแต่ละครั้งอาจจะมีการเปลี่ยนแปลงของสภาพแวดล้อม เช่น การใส่สารตัวอย่างไม่ได้ใส่ที่ตำแหน่งเดิมทำให้รังสีเอ็กซ์นั้นมีการตกกระทบที่เปลี่ยนไป เป็นต้น ดังนั้นถ้าต้องการค่าคงที่โครงผลึกที่ถูกต้องแน่นอนมากขึ้นก็ต้องลบออกด้วยค่าความผิดพลาดเสมอ โดยในการหาค่า d_{obs} ทำได้โดยการนำซิกอนมาผสมใส่ในสารตัวอย่างด้วยในขณะที่ทำการตรวจสอบ หรือ นำซิกอนมาอบบาง ๆ บนผิวของสารตัวอย่าง

บทที่ 4 คุณสมบัติทางไฟฟ้า

4.1. แผนภาพโครงสร้างแถบพลังงาน^[2]

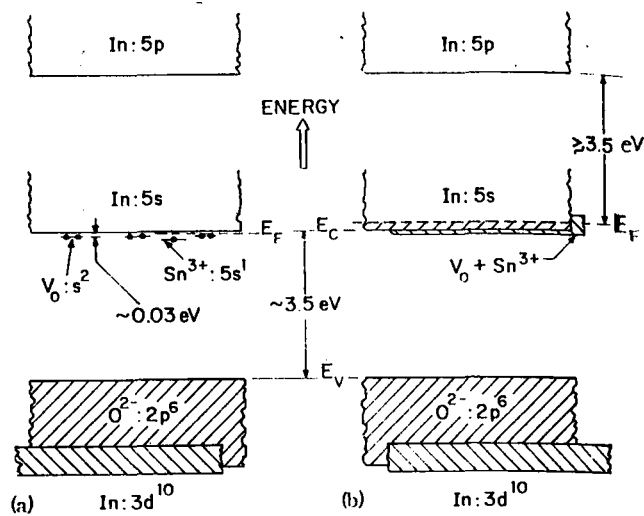
สำหรับคุณสมบัติทางไฟฟ้าของอินเดียมออกไซด์จะพิจารณาจากแผนภาพโครงสร้างแถบพลังงาน (band diagram) ดังนี้

1. สำหรับสารประกอบสโตยชิโอเมตริก (stoichiometric) หรือสารประกอบที่ไม่มีการเจือสารลงไป จะมีสมบัติเป็นฉนวนที่มีขอบล่างของแถบนำ (conduction band : CB) อยู่เหนือขอบบนของแถบวาเลนซ์ (valence band:VB) อย่างน้อยที่สุด 2.5 อิเล็กตรอนโวลต์ และอยู่ต่ำกว่าแถบความนำชั้นถัดขึ้นไปอย่างน้อยที่สุด 2.5 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยที่แถบนำจะเป็นระดับพลังงาน 5s ของอินเดียม แถบความนำชั้นถัดขึ้นไปคือระดับพลังงาน 5p ส่วนแถบวาเลนซ์เป็นระดับพลังงาน $2p^6$ ของออกซิเจน ภายในแถบวาเลนซ์นี้จะมีระดับพลังงาน $3d^{10}$ ของอินเดียมแทรกอยู่ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงแผนภาพแถบพลังงาน ของสารประกอบอินเดียมออกไซด์ที่ไม่เติมสารเจือ^[2]

2. สำหรับสารประกอบที่มีการเจือสารลงไป หรือสารประกอบนอน-สโตยชิโอเมตริก (nonstoichiometric) มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น การเจือสารจะทำให้เกิดแถบนำดีเจเนอเรท (degenerate conduction band) ที่มีความหนาแน่นของพาหะต่ำ อิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะเข้าไปอยู่ในแถบนำ จะมีส่วนน้อยมากที่ถูกกักไว้ที่ระดับพลังงานโลคอลลൈซ์ (localized state) ที่อยู่ต่ำกว่าแถบความนำ ซึ่งขึ้นอยู่กับปริมาณสารเจือด้วย ตัวอย่างเช่น การเจือดีบุกในอินเดียมออกไซด์ที่เป็นสารประกอบนอน-สโตยชิโอเมตริก ถ้าเจือสารลงไปปริมาณน้อย อิเล็กตรอนจะถูกกักไว้ที่โลคอลลิสเตด (localized state) ซึ่งเป็นระดับพลังงานของดีบุกและระดับพลังงานที่เกิดจากการขาดหายไปของอะตอมออกซิเจน แต่ถ้าเจือสารลงไปปริมาณมาก ระดับพลังงานของดีบุกและระดับพลังงานที่เกิดจากการขาดหายไปของอะตอมออกซิเจนจะรวมกันเป็นแถบ ที่เรียกว่าแถบนำดีเจเนอเรท ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แสดงแผนภาพโครงสร้างแถบพลังงานของสารประกอบอินเดียมออกไซด์ [2] ที่มีการเติมสารเจือ และเป็นสารนอน-สโตยชิโอเมตริก

4.2. ทฤษฎีและหลักการวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้าโดยวิธีของวานเดอร์พาว (L.J.Van der Pauw method)^[78]

การวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้า วานเดอร์พาวเป็นวิธีการวัดที่ดีวิธีหนึ่ง เพราะเป็นวิธีที่ไม่จำกัดรูปร่างของสารตัวอย่าง รูปร่างของสารที่ต้องการวัดจะมีรูปร่างลักษณะใดก็ได้ ขอแต่เพียงให้สามารถติดขั้วไฟฟ้าได้ ก็จะสามารถวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าได้ นอกจากนี้ข้อดีที่สำคัญอีกประการหนึ่งของวิธีนี้ก็คือ สามารถวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าบนสารตัวอย่างที่มีขนาดเล็กกว่าชนิด 4 ขั้วเชิงเส้น เพราะความกว้างของระยะขั้วไฟฟ้าสามารถปรับให้เล็กลงได้มากกว่าวิธีวัดแบบ 4 ขั้วไฟฟ้าเชิงเส้น และยังสามารถตรวจสอบได้ที่สารที่วัดนั้นมีคุณสมบัติสมมาตรทางไฟฟ้าหรือไม่ ด้วยเหตุที่วิธีการวัดความต้านทานไฟฟ้าแบบอื่น ๆ เช่น วิธีวัดแบบ 4 ขั้วไฟฟ้าเชิงเส้น หรือวิธีวัดแบบ 2 ขั้วไฟฟ้าจะมีข้อจำกัดด้วยรูปร่างและขนาดของสารตัวอย่างในการหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า ดังนั้นวานเดอร์พาวจึงได้พยายามพัฒนาวิธีการวัดของเขาเองโดยพยายามหาหลักทฤษฎีมาสนับสนุน ซึ่งเขาก็ได้ประสบผลสำเร็จเป็นอย่างมาก ดังจะเห็นได้จากในปัจจุบันนี้ในห้องปฏิบัติการชั้นนำทั่วโลกได้นำเอาวิธีการของวานเดอร์พาวมาใช้ และเป็นที่ยอมรับกันทั่วไป ส่วนวิธีการ 4 ขั้วไฟฟ้าเชิงเส้นนั้นก็ได้ละทิ้งไปเสียเลยทีเดียว ถึงแม้มีขีดจำกัดในขนาดของสารตัวอย่างก็ตาม แต่ในทางอุตสาหกรรมยังเป็นที่นิยมอยู่ เพราะ 4 ขั้วไฟฟ้าเชิงเส้นนั้นเป็นการวัดที่ได้ผลรวดเร็วมาก

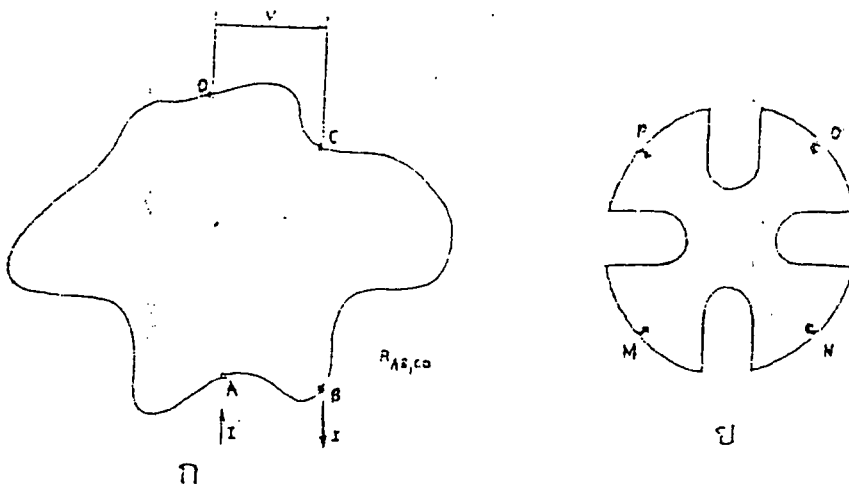
ในทางปฏิบัติจริง ๆ แล้ว วิธีการของวานเดอร์พาวเองก็มีขีดจำกัด เนื่องจากการวัดของเขาต้องการค่าที่แน่นอน และสามารถตรวจสอบหาลักษณะสมมาตรของโครงสร้างผลึกได้อีกด้วย ส่วนข้อจำกัดของวิธีของวานเดอร์พาวพอสรุปได้เป็นข้อ ๆ ดังนี้

1. ขั้วสัมผัสต้องมีคุณสมบัติที่ดี มิฉะนั้นจะทำให้เส้นความสม่ำเสมอของศักดาไฟฟ้าบิดเบี้ยวไป
2. ขั้วสัมผัสจะต้องอยู่ที่ขอบของสารกึ่งตัวนำเนื่องจากสมการที่ใช้ในการคำนวณค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามาจากสมมติฐานว่า สารตัวอย่างเป็นแผ่นเซมิ - อินฟินิท (Semi-Infinite) กล่าวคือคิดว่ามีกระแสไหลและค่าความต่างศักย์ที่วัดได้บนชิ้นสารตัวอย่างเสมือนอยู่ในแนวระนาบเดียวกัน
3. จุดสัมผัสต้องมีขนาดเล็กมาก เมื่อเทียบกับขนาดของเส้นรอบรูปของสารตัวอย่าง ทั้งนี้เพื่อให้สอดคล้องกับเหตุผลตามข้อ 1 และ 2

4. สารตัวอย่างต้องมีความหนาเท่ากันตลอด
5. เนื้อของสารตัวอย่างจะต้องสม่ำเสมอ ไม่มีรูพรุนหรือรอยแยกใด ๆ
6. ต้องไม่ออกแรงกดชั่วคราวสัมผัสมากเกินไปเพราะอาจทำให้ผิวหน้าของสารตัวอย่างเสียหาย

แต่กร้าว

7. ไม่ควรใช้กระแสไฟฟ้าที่มีค่าสูงมากเกินไปนัก เพื่อป้องกันไม่ให้สารกึ่งตัวนำร้อนขึ้น ซึ่งจะทำให้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าผิดไป นอกจากนี้โวลต์มิเตอร์ต้องมีค่าอิมพีแดนซ์สูงด้วย
8. รอยต่อระหว่างขั้วสัมผัสโลหะกับสารกึ่งตัวนำควรเป็นรอยต่อแบบโอห์มมิกที่ดี
9. การเพิ่มความยาวของเส้นรอบรูปของสารกึ่งตัวนำ จะช่วยลดความคลาดเคลื่อนของการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า เปรียบเทียบให้เห็นได้ ดังรูปที่ 4.3 (ก) และ (ข)

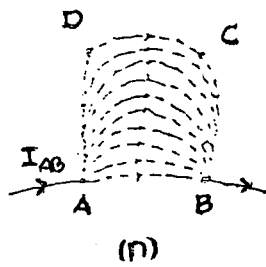


รูปที่ 4.3 (ก) แสดงตำแหน่งของจุดสัมผัสบนชิ้นสารตัวอย่าง

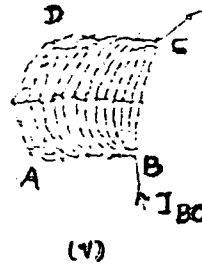
(ข) การเพิ่มความยาวของเส้นรอบรูปเพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการวัด⁽¹⁴⁾

ถ้าสารตัวอย่างมีคุณสมบัติอยู่ในข้อจำกัดดังกล่าวข้างต้นแล้ว สามารถคำนวณสภาพต้านทานไฟฟ้าได้ดังนี้

จากรูปที่ 4.3 (ก) กำหนดให้ $R_{AB,CD}$ คือความต้านทานไฟฟ้าที่ได้จากการวัดความต่างศักย์ไฟฟ้า $V_D - V_C$ ต่อหนึ่งหน่วยกระแสไหลผ่าน A และ B และ $R_{BC,DA}$ คือความต้านทานที่วัดได้จากความต่างศักย์ไฟฟ้า $V_A - V_D$ ต่อหนึ่งหน่วยกระแสไหลผ่าน B และ C ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.4 (ก) และ (ข) ตามลำดับ



$$R_{AB,CD} = \frac{V_D - V_C}{I_{AB}}$$



$$R_{BC,DA} = \frac{V_A - V_D}{I_{BC}}$$

รูปที่ 4.4 การวัดความต้านทานไฟฟ้า (ก) $R_{AB,CD}$ และ (ข) $R_{BC,DA}$
โดยวิธีของวานเดอร์พาว[19]

จากความสัมพันธ์ทั้งสองนี้ วานเดอร์พาวได้พยายามหาความสัมพันธ์ของค่าความต้านทานที่วัดได้ทั้งสองนี้ โดยอาศัยความสัมพันธ์ของแลมปาร์ด (Lampard) ซึ่งโบแคมป์ (Bouwkamp) เป็นผู้พิสูจน์ จะได้ความสัมพันธ์ว่า

$$\exp(-\pi R_{AB,CD} d/\rho) + \exp(-\pi R_{BC,DA} d/\rho) = 1 \quad (4.1)$$

เมื่อ ρ คือค่าความต้านทานทางไฟฟ้า

d คือความหนาของแผ่นสารตัวอย่าง

การพิสูจน์สมการจะแสดงให้เห็นในภาคผนวก ค.

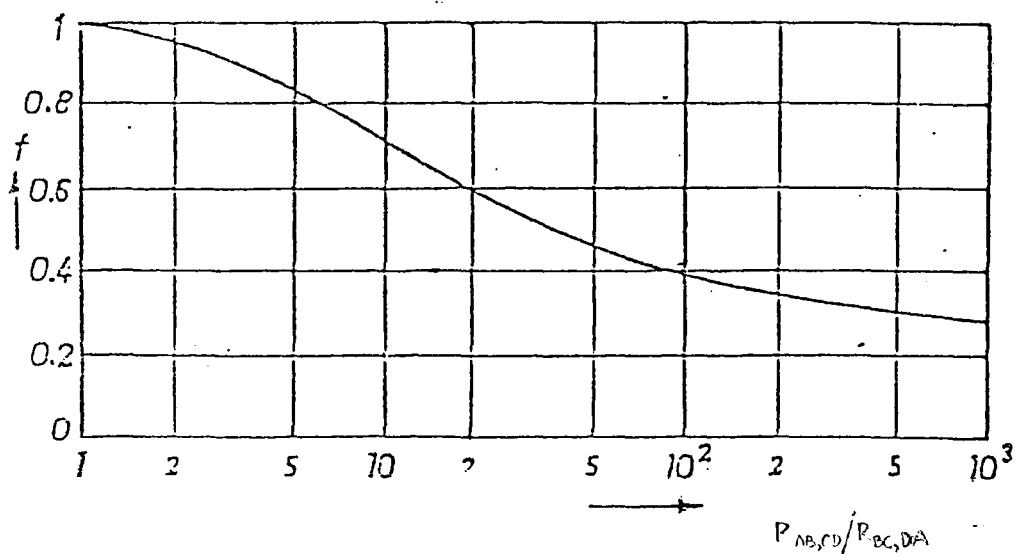
ในทางปฏิบัติแล้วไม่สะดวกในการแก้สมการเพื่อหาค่า ρ วานเดอร์พาวจึงได้จัดรูปแบบเสียใหม่ดังนี้

$$\rho = \frac{\pi W}{2 \ln 2} \left[\frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right] f \left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right) \quad (4.2)$$

เมื่อ $f (R_{AB,CD} / R_{BC,DA})$ เป็นฟังก์ชันอันหนึ่งที่วานเดอร์พาวได้พัฒนาขึ้น ในรูปที่เกี่ยวข้อง กับอัตราส่วนของ $R_{AB,CD} / R_{BC,DA}$ โดยมีความสัมพันธ์ทางคณิตศาสตร์คือ

$$\frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = f \operatorname{arccos} h \left\{ \frac{\exp(\ln 2 / f)}{2} \right\} \quad (4.3)$$

รูปที่ 4.5 แสดงกราฟของ f ที่เป็นฟังก์ชันของ $R_{AB,CD} / R_{BC,DA}$



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง $f (R_{AB,CD} / R_{BC,DA})$ [10]
กับอัตราส่วนของ $(R_{AB,CD} / R_{BC,DA})$

ตัวอย่างการคำนวณ

ในการวัดสารกึ่งตัวนำ GaAs ชนิดความต้านทานได้ค่า $R_{AB,CD} = 100$ โอห์ม ได้ค่า $R_{BC,DA} = 1$ โอห์ม และมีความหนาสม่ำเสมอ 1 มม. จงหาค่าสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า

วิธีทำ

$$f(100/1) = f(10^2)$$

พิจารณาจากกราฟรูปที่ จะได้ว่า $f = 0.4$

ดังนั้นสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า คือ

$$\begin{aligned} \rho &= (1 \times 10^{-1} \text{ cm}) (100/1) / 2 (0.4) \\ &= (101 / 2) \times 0.4 \times 10^{-1} \ \Omega \text{ cm} \\ &= 0.35 \ \Omega \text{ cm} \end{aligned}$$

ข้อผิดพลาดที่ควรระวังในการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า

ถึงแม้ว่าการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยกระแสตรง เป็นวิธีที่มาตรฐานมีความเชื่อถือสูง และเป็นที่ยอมรับกันทั่วไป แต่ก็มีข้อควรคำนึงถึงก่อนที่จะทำการวัดสารตัวอย่างชนิดต่าง ๆ ซึ่งพอจะสรุป ได้ดังนี้

1. การรั่วไหลของกระแส

กระแสรั่วไหลอาจจะเกิดขึ้นได้ทั้งที่บริเวณขอบ และบริเวณฐาน อันเกิดจากมีสิ่งสกปรกที่มีความต้านทานน้อยกว่าสารตัวอย่างมาเกาะติด ทำให้เกิดการลัดวงจร สักดาที่วัดได้น้อยกว่าความเป็นจริง จึงได้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าน้อยกว่าความเป็นจริงไปด้วย นอกจากนี้การเกิดกระแสรั่วไหล อาจะเกิดจากความผิดปกติทางผลึกภายในอีกด้วย

2. อุณหภูมิ

สารตัวอย่างแทบทุกชนิดจะมีสภาพต้านทานไฟฟ้าเป็นฟังก์ชันต่ออุณหภูมิทั้งสิ้น อาจจะมากหรือน้อยจะขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง เช่น โลหะมีผลกระทบต่ออุณหภูมิน้อยกว่าฉนวน หรือสารกึ่งตัวนำมีผลกระทบมาก ดังนั้นในการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าทุกครั้งควรจะมีการบันทึกอุณหภูมิขณะทำการวัดไว้ด้วยเสมอ หากนำมาวัดซ้ำ หรือตรวจสอบอีกครั้งควรจะมีการวัดที่อุณหภูมิเดียวกัน

3. แสง

ขณะทำการวัด ควรจะมีส่วนป้องกันแสงตกกระทบสารตัวอย่าง เพราะแสงเป็นพลังงานสามารถกระตุ้นให้เกิดพาหะอิสระเกิดขึ้นได้ ส่งผลทำให้เกิดแรงดันทางแสงร่วมกัน แรงดันไฟฟ้าที่ป้อนให้สารตัวอย่าง ทำให้วัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าผิดพลาดได้

4. ปรากฏการณ์ความร้อนไฟฟ้า

ปรากฏการณ์นี้จะหลีกเลี่ยงไม่ได้ สำหรับการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยกระแสตรง เกิดแรงดันขึ้นเนื่องจากมีความแตกต่างของอุณหภูมิในสารตัวอย่าง จะมีค่าน้อยสำหรับสาร ตัวอย่างจำพวกโลหะ แต่จะมีค่ามากสำหรับสารตัวอย่างที่เป็นฉนวน

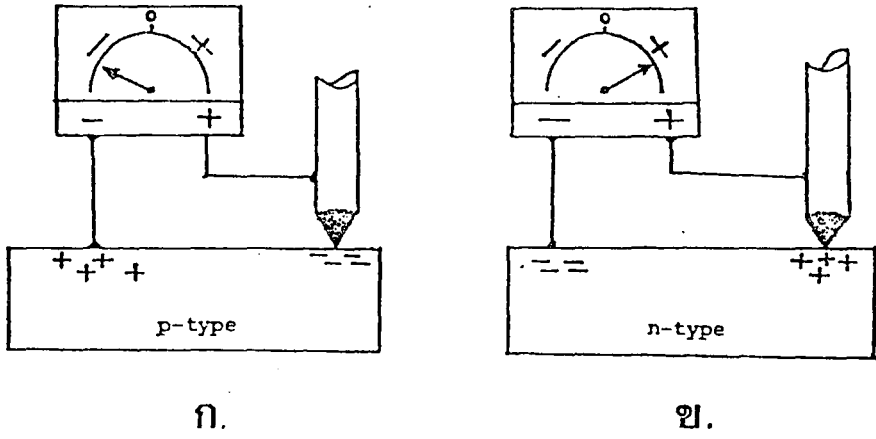
5. ผิดสัมผัสระหว่างโลหะกับสารตัวอย่าง

ข้อผิดพลาดชนิดนี้มักจะเกิดขึ้นกับสารตัวอย่างชนิดที่เป็นฉนวน หรือสารกึ่งตัวนำ มักจะมีแรงดันคร่อมที่เกิดขึ้นที่บริเวณข้อสัมผัส แรงดันนี้มักจะต้านการไหลของกระแสทำให้เกิดข้อผิดพลาดการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าขึ้น ดังนั้นควรจะมีการทดสอบ และเลือกชนิดโลหะที่ใช้มาเป็นข้อสัมผัสเสียก่อน ค่าที่ได้จึงจะเป็นที่ยอมรับ การทดสอบความต้านทานข้อสัมผัส มักจะพิจารณาค่าความต้านทานจำเพาะข้อสัมผัส

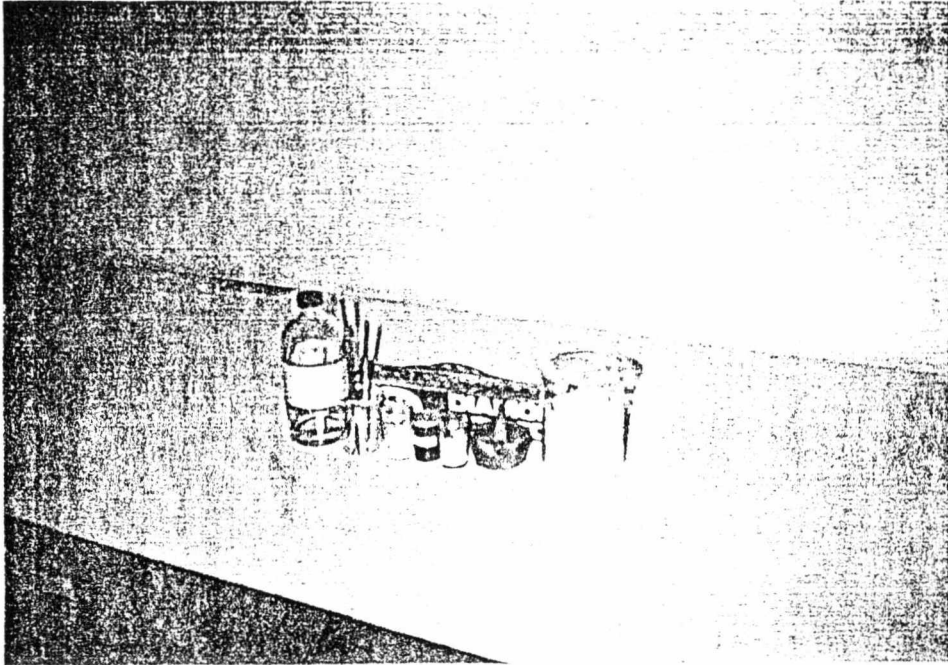
ข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นทั้งหมดนี้บางอย่างอาจหลีกเลี่ยงได้ บางอย่างก็หลีกเลี่ยงไม่ได้ ดังนั้นการวัดค่าความต้านทานจำเพาะของสารตัวอย่างจากหลักโดยทั่วไปแล้วควรจะวัดหลาย ๆ ครั้งที่เงื่อนไขเดียวกัน และวัดหลาย ๆ วิธี เพื่อให้ได้ค่าที่แน่นอนและเชื่อถือได้ และในการแสดงค่าความต้านทานจำเพาะของสารตัวอย่าง มักจะบอกคู่ไปกับค่าที่วัดได้ด้วยวิธีอะไร

4.3. การตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีขั้วความร้อน (hot-probe method)^[10]

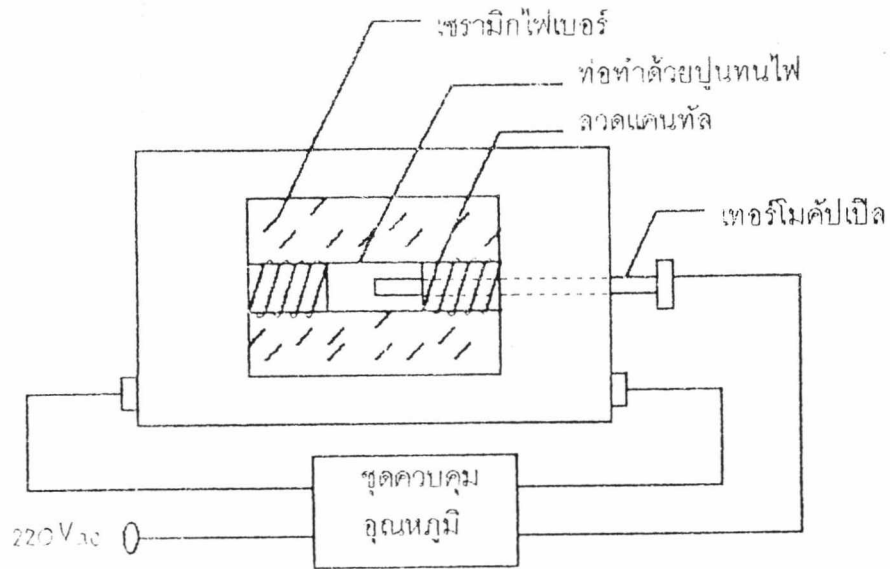
วิธีขั้วความร้อนนี้เป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็วในการตรวจสอบว่าผลึกสารกึ่งตัวนำที่เตรียมได้มีสมบัติเป็นชนิดเอ็นหรือชนิดพี ขั้นตอนในการปฏิบัติคือ นำชิ้นผลึกหรือก้อนผลึก (bulk crystal) ที่ต้องการตรวจสอบวางบนแผ่นโลหะอะลูมิเนียม นำขั้วลบของโวลต์มิเตอร์ต่อเข้ากับแผ่นโลหะ โยงสายไฟจากหัวแร้งเข้ากับขั้วบวกของโวลต์มิเตอร์ ถ้าเข็มของโวลต์มิเตอร์ชี้ไปทางบวกสารกึ่งตัวนำนั้นจะเป็นชนิดเอ็น อันเนื่องมาจากอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งเป็นพาหะข้างมากเมื่อได้รับพลังงานความร้อน จะแพร่กระจายไปยังขั้วลบของโวลต์มิเตอร์ที่เย็นกว่า จึงทำให้เข็มของโวลต์มิเตอร์ชี้ไปทางบวก แต่ถ้าสารกึ่งตัวนำเป็นชนิดพีเข็มของโวลต์มิเตอร์จะชี้ไปทางลบ เนื่องจากโฮลเป็นพาหะข้างมากจะแพร่กระจายไปยังขั้วลบซึ่งเย็นกว่า จึงทำให้เข็มโวลต์มิเตอร์ชี้ไปยังลบดังกล่าว ซึ่งแสดงให้เห็นดังรูปที่ 4.6 (ก) และ (ข)



รูปที่ 4.6 แสดงการตรวจสอบชนิดของสารกึ่งตัวนำโดยวิธีใช้หัวความร้อน[10]



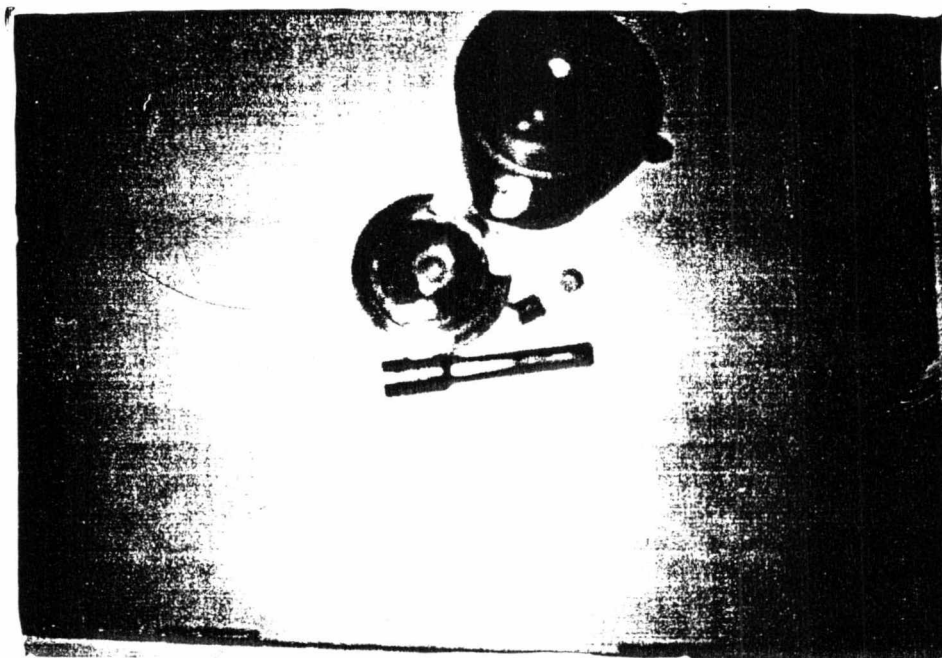
รูปที่ 5.1 อุปกรณ์ทางเคมี



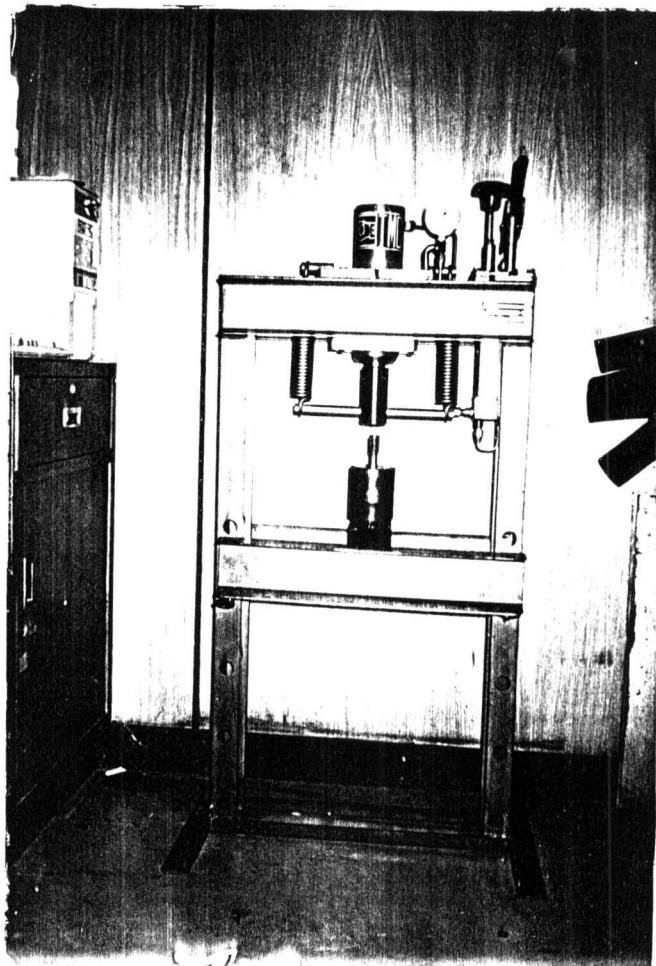
รูปที่ 5.2 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง 1,100 ° C
และ อุปกรณ์ที่ใช้ประกอบในการเผา

5.1.4 อุปกรณ์ในการอัดเม็ด

- เครื่องอัดเม็ด (die) ดังแสดงในรูปที่ 5.3
- เครื่องอัดไฮดรอลิก ดังแสดงในรูปที่ 5.4



รูปที่ 5.3 เครื่องอัดเม็ด



รูปที่ 5.4 เครื่องอัดไฮดรอลิก

5.1.5 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทำความสะอาด

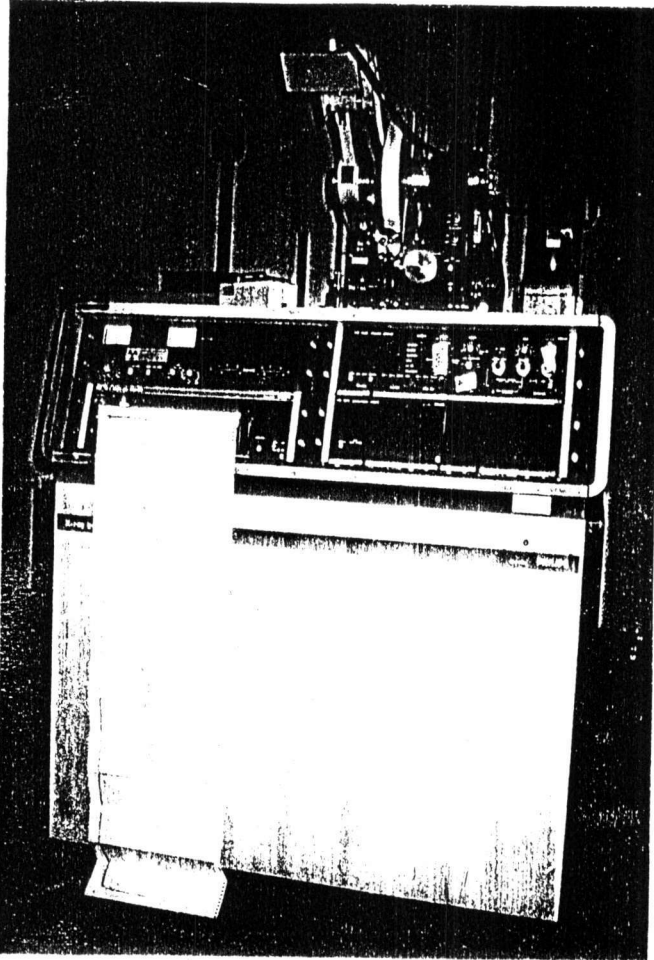
- แอลกอฮอล์
- ผงซักฟอก
- กรดไฮโดรคลอริก
- ปีกเกอร์
- กรดไนตริก
- สำลี, ผ้าสะอาด

5.1.6 อุปกรณ์ในการเก็บเม็ดสาร (pellet)

- กล้องใสเม็ดสาร
- ฟองน้ำ

- อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบค่าคงที่ผลึก (lattice constant)

5.1.7. เครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์ดังแสดงในรูปที่ 5.5



รูปที่ 5.5 เครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์

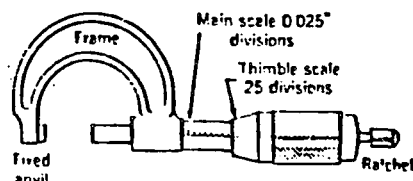
- อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบ : แบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่มดังนี้คือ

5.1.8 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาความหนาของเม็ดสาร แสดงดังรูปที่ 5.6

- ไมโครมิเตอร์ (micrometer)
- ขาตั้งไมโครมิเตอร์
- คีมคีบสาร

5.1.9 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมสารเพื่อตรวจสอบ

- เม็ดสารที่ต้องการตรวจสอบ
- แผ่น ฟรินท์
- ลวดทองแดง
- สก๊อตเทป 2 หน้า
- กาวเงิน
- หัวแร้ง
- คีมปากจิ้งจก
- อะซิโตน
- ตะกั่ว



รูปที่ 5.6 อุปกรณ์ที่ใช้วัดหาความหนาของเม็ดสาร

5.1.10 อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบ

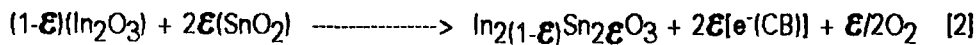
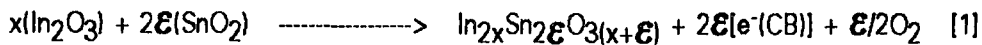
- Multi-meter - Amp-meter - ความต้านทานปรับค่าได้
- ถ่าน 1.5 โวลต์ - สารที่พร้อมตรวจสอบ - ปากคีบ

5.2. การเตรียมสาร

ขั้นตอนในการเตรียมเม็ดสาร (pellet) In_2O_3 และ In_2O_3 ที่เจือด้วย SnO_2 เพื่อนำไปตรวจสอบในรูปแบบที่เป็นเซรามิกส์ จะอาศัยหลักการคำนวณทางด้านเคมีในการคำนวณ และหลักปฏิกิริยาของของแข็ง (solid state reaction) ในการทำปฏิกิริยา ซึ่งในหัวข้อนี้จะกล่าวถึง อุปกรณ์การเตรียมสารและขั้นตอนในการเตรียมสารดังมีรายละเอียดดังต่อไปนี้คือ

5.2.1 การหาปริมาณสารประกอบที่ใช้ในการเตรียมสาร ขั้นตอนในการเตรียมสารนั้นจะอาศัยหลักการคำนวณทางด้านเคมี เพื่อหาปริมาณของ In_2O_3 กับ SnO_2 ในปริมาณที่แตกต่างกันเพื่อนำไปใช้ในการเตรียมสำหรับการตรวจสอบให้ได้สารปริมาณสุทธิ 1.5 กรัม ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการเคมีต่อไปนี้

- สำหรับ In_2O_3 เจือด้วย SnO_2 [4]



เมื่อ x คือ $1-\mathcal{E}$ และ \mathcal{E} คือ ปริมาณของสารเจือที่ต้องการเติมลงไปใน In_2O_3

(มวลโมเลกุล $\text{In} = 114.82$, $\text{Sn} = 118.69$, $\text{O} = 15.999$)

ตัวอย่างการคำนวณ

จากสมการที่ [2] จะได้ว่าถ้าต้องการเตรียมสาร $\text{In}_2(1-\mathcal{E})\text{Sn}_2\mathcal{E}\text{O}_3$: $\mathcal{E} = 0.05$ ให้ได้ปริมาณ 1.5 กรัม นำค่า $\mathcal{E} = 0.05$ แทนในมวลโมเลกุลของสารต่อไปนี้ (ซึ่งจะนำไปตามสมการที่ [2])

$$\text{น้ำหนักโมเลกุล : } (1-\mathcal{E})(\text{In}_2\text{O}_3) = (1-\mathcal{E}) \{ (2*114.82) + (3*15.999) \} \quad \text{g}$$

$$= (1-0.05) * (277.637) = 263.755 \quad \text{g}$$

$$2\mathcal{E}(\text{SnO}_2) = 2\mathcal{E} \{ 118.69 + (2*15.999) \} \quad \text{g}$$

$$= (2*0.05) * (150.688) = 15.0688 \quad \text{g}$$

$$\text{In}_2(1-\mathcal{E})\text{Sn}_2\mathcal{E}\text{O}_3 = (2(1-\mathcal{E}) * 114.82) + (2\mathcal{E} * 118.69) + (3 * 15.999) \quad \text{g}$$

$$= (2 * (1-0.05) * 114.82) + (2 * 0.05 * 118.69) + (47.997) \text{g}$$

$$= 278.024 \quad \text{g}$$

แล้วนำมาคำนวณตามสมการต่อไปนี้

ปริมาณของสารตั้งต้น = $\frac{\text{ปริมาณของสารตัวอย่างที่ต้องการเตรียม} * \text{มวลโมเลกุลของสารตั้งต้น}}{\text{ที่เป็นองค์ประกอบ}}$

ดังนั้นจะต้องใช้ $\text{In}_2\text{O}_3 = (1.5 * 263.755) / 278.024 = 1.3784 \quad \text{g}$

$$\text{SnO}_2 = (1.5 * 15.0688) / 278.024 = 0.0813 \quad \text{g}$$

จากตัวอย่างการคำนวณเราสามารถนำมาหาปริมาณของสารเจือที่แตกต่างกันได้ดังตารางที่ 5.1 ดังนี้

ตารางที่ 5.1 ปริมาณของสารเจือและสารตั้งต้น

| ปริมาณสารเจือ | In_2O_3 | SnO_2 |
|---------------|-------------------------|----------------|
| บริสุทธิ์ | 1.5000 | 0.0000 |
| 0.3% | 1.4954 | 0.0049 |
| 0.5% | 1.4923 | 0.0081 |
| 1.0% | 1.4846 | 0.0163 |
| 2.5% | 1.4615 | 0.0407 |
| 5.0% | 1.3784 | 0.0813 |

5.2.2. การซิงสาร

1. ทำความสะอาดอุปกรณ์ที่จะใช้ในการซิงสารโดยเช็ดด้วยแอลกอฮอล์
2. เปิดเครื่องซิงสาร และพับกระดาษฟรอยด์วางบนเครื่องซิง และ set เครื่องซิงให้มีน้ำหนักเป็นศูนย์
3. ซิงสารตัวอย่างแรกเพื่อเป็นสารอ้างอิง In_2O_3 จำนวน 1.5 กรัมแล้ว ห่อเก็บใส่กระดาษฟรอยด์ที่รองอยู่เก็บไว้
4. ทำตามขั้นตอนที่ 2
5. ซิงสารที่มีการเจือ โดยซิง ตามน้ำหนักที่ได้คำนวณไว้ในตารางที่ 5.1 โดยให้ซิงสารที่มีปริมาณน้อยก่อนแล้ว reset ให้มีน้ำหนักเครื่องซิงเป็นศูนย์ จึงซิงสารที่มีน้ำหนักมากกว่าตามต้องการ แล้วห่อเก็บไว้
6. ปิดเครื่องซิง ปลดปลั๊ก

5.2.3. การบดสาร

1. ทำความสะอาดครกบดสารโดยการนำผงชั๊กฟอกมาบดในครกแล้วล้างออกเช็ดให้แห้ง
2. นำครกมาวางลงบนกระดาษขาวและสะอาด
3. นำ In_2O_3 ที่ห่อเก็บไว้มาเทใส่ครกแล้วบดเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง
4. นำสารที่บดเสร็จแล้วเก็บไว้ในกระดาษฟรอยด์

5. ทำความสะอาดครกตามข้อ 1 เช็ดให้แห้ง และเปลี่ยนกระดาษรอง
6. บดสารตัวต่อ ๆ ไปทีละตัวที่ได้ขังไว้จากขั้นตอนการชั่งเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง เพื่อให้สารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
7. ทำตามขั้นตอนที่ 4 และ 5

5.2.4. การอัดเม็ด

1. ทำความสะอาดเครื่องอัดเม็ดด้วยแอลกอฮอล์
2. เท In_2O_3 ลงในเครื่องอัดเม็ดแล้วปิดให้เรียบร้อย
3. นำไปวางไว้บนเครื่องอัดไฮดรอลิกแล้วค่อย ๆ อัดให้แรงดันเพิ่มขึ้นช้า ๆ จนถึง 5 ตัน ทิ้งไว้ 1 นาที แล้วปล่อยแรงดันออก
4. นำสารออกมาทีละเม็ดใช้คีมคีบสารเก็บใส่กล่องที่เตรียมไว้แล้ว
5. ทำความสะอาดเครื่องอัดเม็ดแล้วเทสารตัวต่อไปทีละตัวลงไปอัดแล้วทำตามข้อ 3 และข้อ 4
6. ทำความสะอาดเครื่องอัดเม็ดแล้วเก็บ

5.2.5. การเผาสาร

1. นำเม็ด In_2O_3 มาใส่ลงในถ้วยคลุชชีเบล (crucible) ปิดฝาแล้วใส่เข้าไปบริเวณตรงกลางเตาอุณหภูมิสูง
2. เปิดเตาแล้วทำการเพิ่มอุณหภูมิ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ทุก ๆ 15 นาทีจนถึงอุณหภูมิ $1,100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ทิ้งไว้ 4 วัน
3. ค่อย ๆ ลดอุณหภูมิด้วยอัตราเท่าเดิมจนถึง $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ แล้วปิดเตาปล่อยให้เย็นลงจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง แล้วนำเม็ดสารที่ได้เก็บไว้เตรียมตรวจสอบ
4. นำสารที่ทำการเจือ SnO_2 วางเรียงลงในถ้วยคลุชชีเบล โดยโรยสาร ITO 5% ไว้ระหว่างสาร แล้วปิดฝา นำไปวางไว้บริเวณตรงกลางของเตา
5. ทำตามข้อ 2 และ 3

จากขั้นตอนที่กล่าวมาทั้งหมดสามารถสรุปเป็นขั้นตอนการเตรียมสารได้ดังไดอะแกรมที่ 1

5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

ในการหาโครงสร้างผลึกนั้นสามารถหาได้หลายวิธี เช่น หาโดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยผลึกผงในกล้องกีเนียร์-เฮกก์, การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยผลึกเดี่ยวในกล้องไวซ์เซนเบอร์ก เป็นต้น แต่ในโครงการพิเศษครั้งนี้จะใช้การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยผลึกผงในเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ โดยมีรายละเอียดทฤษฎีและหลักการในบทที่ 3 ดังนั้นในบทนี้จะขอกล่าวถึง การคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบ d และค่าดัชนีมิลเลอร์ จากผลที่ได้มาจากเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ และผลการทดสอบดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

5.3.1. ขั้นตอนการหาค่าโครงสร้างผลึกของสารโดยอาศัยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

ขั้นตอนการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสาร อินเดียมออกไซด์และอินเดียมทินออกไซด์ โดยอาศัยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

เมื่อสารตัวอย่างเป็นผง

1. นำสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ซึ่งมีลักษณะเป็นผง (powder) มาทำการบด แล้วจึงนำมาอัดลงบนร่องสี่เหลี่ยมที่ทำมาจากอลูมิเนียม
2. เมื่อได้แผ่นอลูมิเนียมที่อัดผงสารที่ต้องการแล้วนำไปทำการตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (ภาคผนวก จ.)
3. ในกรณีที่ต้องการคำนวณค่าคงที่โครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะต้องเติมสารมาตรฐานที่ทราบค่าคงที่โครงสร้างผลึกแล้วลงไปนในสารตัวอย่างด้วย เช่น ซิลิกอน เพื่อเป็นตัวอย่างสอบเทียบค่าความคลาดเคลื่อน

เมื่อสารตัวอย่างเป็นเม็ด

1. นำสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ซึ่งมีลักษณะเป็นเม็ด (pellet) มาทำการติดลงบนกระจกสไลด์ โดยใช้เทปกาว
2. เมื่อได้แผ่นอลูมิเนียมที่อัดผงสารที่ต้องการแล้ว นำไปทำการตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (ภาคผนวก จ.)
3. ในกรณีที่ต้องการคำนวณค่าคงที่โครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะต้องเติมสารมาตรฐานที่ทราบค่าคงที่โครงสร้างผลึกแล้วลงไปนในสารตัวอย่างด้วย เช่น ซิลิกอน เพื่อเป็นตัวอย่างสอบเทียบค่าความคลาดเคลื่อน

5.3.2 การหาค่าโครงผลึกจากกฎของแบรกก์

จากสมการของแบรกก์ (สมการที่ (3.1)) ซึ่งแสดงไว้ในบทที่ 3 เราจะนำมาหาค่าระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก (d) ได้ เมื่อกำหนดให้

$$n = 1, 2, 3, \dots \text{ แสดงลำดับการเสริมกัน และในโครงงานนี้ใช้ } n = 1$$

λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ซึ่งเราสามารถกำหนดได้ และในโครงงานนี้ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากเป้าที่เป็นธาตุโลหะคอปเปอร์ $\text{Cu}(\text{K}\alpha)$ มีค่าเท่ากับ 1.5405 \AA

นั่นคือ

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{1.5405}{2 \sin \theta}$$

ซึ่งกราฟที่ได้จากทดสอบแสดงดังกราฟที่ 6.1 ถึง กราฟที่ 6.6 จากการวิเคราะห์ค่าระยะห่างระหว่างระนาบการเลี้ยวเบนโดยใช้ซิลิกอนเป็นสารมาตรฐานเปรียบเทียบความคลาดเคลื่อนและวิธีกำลังสองน้อยที่สุด (least square method : ภาคผนวก ก.) ทำให้ได้ค่าคงที่โครงผลึกซึ่งแสดงไว้ดังตารางที่ 6.4

จากขั้นตอนในการตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟแฟรคโตรมิเตอร์ดังที่ได้กล่าวมาแล้วสามารถเขียนได้ดังไดอะแกรมที่ 2

5.4. การตรวจสอบสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธีวานเดอร์พาว

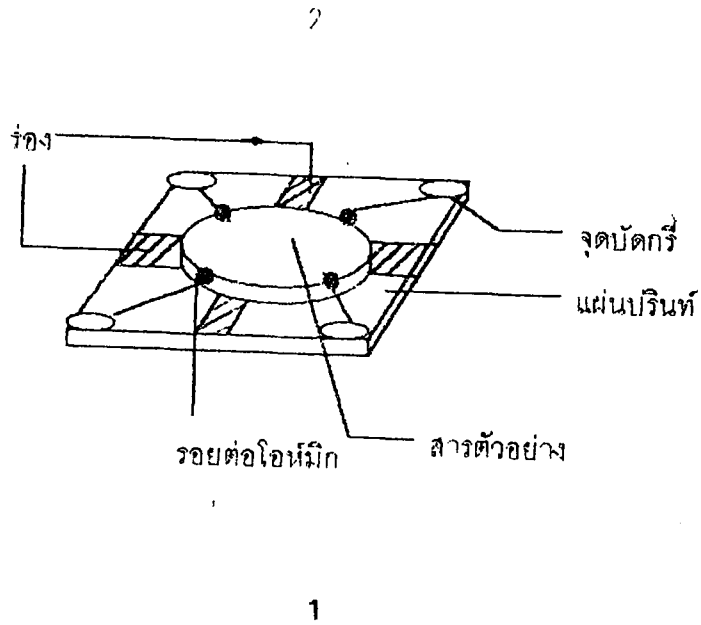
หลังจากตรวจสอบคุณสมบัติทางผลึกวิทยาแล้ว เราจะทราบว่าสารที่เตรียมไว้บริสุทธิ์หรือไม่ แต่ยังไม่ทราบถึงคุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารตัวอย่างแต่ละตัวที่ทำการเจือต่าง ๆ กันว่าเป็นเช่นใด ดังนั้นวิธีพื้นฐานแรกที่จะตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าคือ การวัดสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า ซึ่งมีอยู่หลายวิธีแต่ในการวิจัยครั้งนี้ได้เลือกใช้ การวัดสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าแบบวานเดอร์พาว เพราะมีคุณสมบัติที่เหมาะสมกับโครงงานนี้ เนื่องจากสารตัวอย่างมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน ซึ่งในบทนี้เราจะได้กล่าวถึงขั้นตอนและผลการทดลองดังมีรายละเอียดดังนี้

5.4.1. การหาความหนาของเม็ดสาร : ในการหาความหนาของเม็ดสารจะใช้ อุปกรณ์ในหัวข้อที่ 5.1.8 ดังมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. นำไมโครมิเตอร์มายึดไว้กับขาตั้ง
2. คีบเมตดสารใส่ไประหว่างช่องของไมโครมิเตอร์ และหนีบสารโดยการหมุนให้พอแน่นสังเกตได้จากเสียงกริกของเครื่องไมโครมิเตอร์
3. ทำตามข้อสองไปที่แต่ละมุมของเมตดสารประมาณ 4 มุมนำมาเขียนตารางและหาค่าเฉลี่ยได้ดังตารางที่ 6.2

5.4.2. การเตรียมสารเพื่อการตรวจสอบ : ในการเตรียมสารเพื่อใช้ในการตรวจสอบนั้นเราจะใช้อุปกรณ์ในหัวข้อที่ 5.1.9 มาใช้ในการเตรียม ขั้นนี้เป็นส่วนที่สำคัญมาก เพราะเป็นขั้นที่เตรียมทำรอยต่อแบบโอห์มิก ดังมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

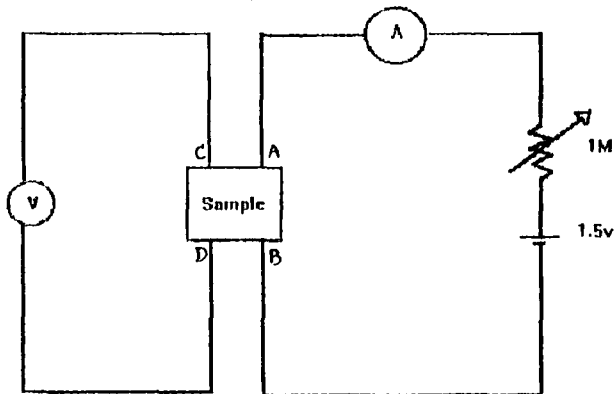
1. นำแผ่น print มาทำการเสาะร่องเป็นเครื่องหมายบอก (เพื่อมิให้แต่ละขั้วชัတ်กัน) แล้วทำความสะอาด
2. นำสก็อตเทป 2 หน้ามาติดระหว่างร่องของแผ่น print เท่านั้นเพื่อให้สารที่จะใช้ทดสอบยึดติดอยู่กับแผ่น print แล้วนำสารวางกดลงเล็กน้อยเพื่อให้ติดแผ่น print
3. นำลวดทองแดงมาตัดให้เหมาะสมเพื่อใช้ทำเป็นขั้วที่จะโยงออกมาจากเมตดสาร
4. นำปลายข้างหนึ่งของลวดทองแดงจุ่มกาวเงินมาแตะลงบนขอบของเมตดสาร ส่วนอีกข้างทำการบัดกรี แล้วทำเช่นนี้ให้ครบทั้ง 4 มุม โดยต้องแน่ใจว่า แต่ละจุดสมมาตรกันมากที่สุด
5. นำหัวแร้งมาให้ความร้อนกับลวดทองแดงส่วนที่ใกล้กับกาวเงิน เพื่อให้กาวเงินละลายและซึมลงไปยังเนื้อสาร
6. นำอะซิโตนมาหยดลงบนกาวเงินเพื่อช่วยในการทำให้กาวเงินติดลงบนเมตดสารมากขึ้น
7. ขยับแต่ละขั้วอย่างเบามือเพื่อให้แน่ใจว่ารอยต่อติดแน่นดีแล้ว ถ้าไม่ติดให้ทำตามขั้นที่ 5 และ 6 อีกครั้ง ซึ่งเมตดสารที่พร้อมจะทำการทดสอบแสดงดังรูปที่ 5.7



รูปที่ 5.7 แสดงเม็ดสารที่พร้อมจะทำการทดสอบ

5.4.3 การตรวจสอบสาร : ในการตรวจสอบสารนั้นเราจะใช้อุปกรณ์ในข้อที่

5.1.10 มาใช้ โดยนำอุปกรณ์ที่เตรียมไว้มาต่อวงจรดังรูปที่ 5.8

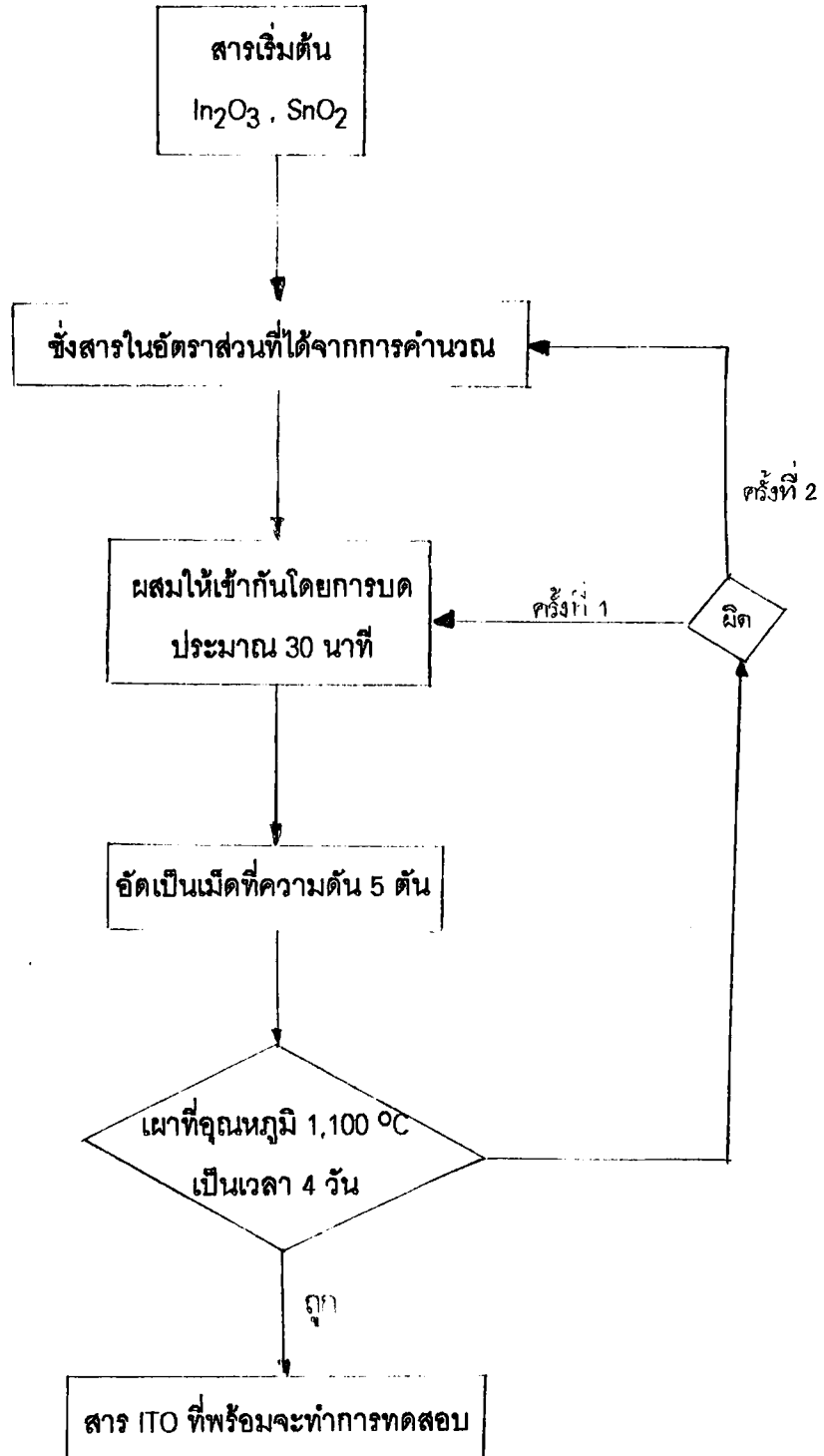


รูปที่ 5.8 แสดงวงจรที่ใช้ในการตรวจสอบหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า .

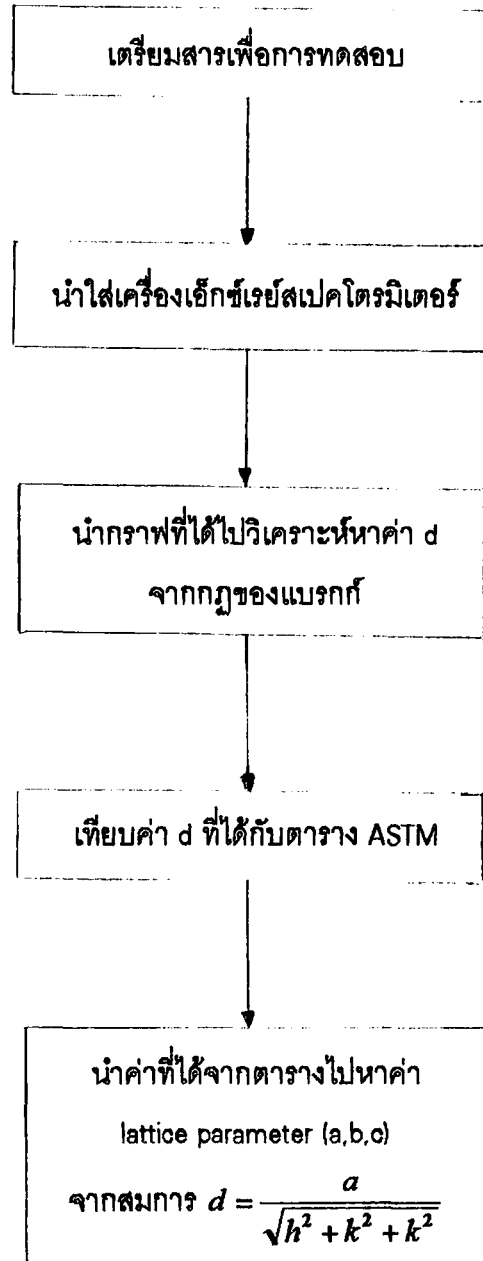
1. เมื่อต่อวงจรดังรูปแล้ว ให้ป้อนกระแสเข้าที่จุด A และออกที่ จุด B แล้ววัดความต่างศักย์ที่จุด C และ จุด D
2. ปรับค่าความต้านทานปรับค่าได้ เพื่อเป็นการกำหนดค่ากระแสที่ป้อนให้กับสารตัวอย่าง โดยดูค่ากระแสที่ป้อนให้กับสารตัวอย่างได้จากแอมป์มิเตอร์ และดูค่าความต่างศักย์ที่ได้จากการป้อนกระแสแต่ละครั้งได้จาก โวลต์มิเตอร์ (โดยหาค่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ให้ได้พอที่จะหาความต้านทานได้ ประมาณ 6 ค่า) บันทึกผล
3. ทำการเปลี่ยนจุดป้อนกระแสคือป้อนกระแสเข้าที่จุด B และออกที่จุด C และวัดความต่างศักย์ที่จุด D และจุด A
4. ทำตามข้อที่ 2

5.4.4 การคำนวณหาค่าสภาพต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า

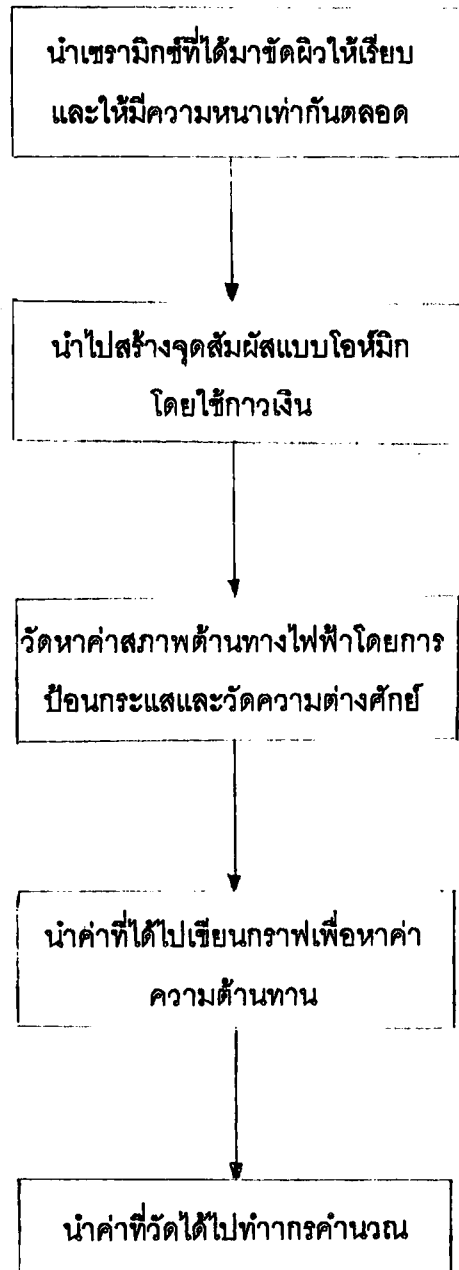
จากรูปที่ 5.8 สามารถนำไปสู่การหาค่าความต้านทานได้จากความสัมพันธ์ระหว่าง กระแส และ ความต่างศักย์ที่วัด และนำความสัมพันธ์นี้มาเขียนกราฟได้ ดังกราฟที่ 6.7 - 6.10 ซึ่งค่าความต้านทานที่ได้นี้ก็จะนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าสภาพต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าตามสมการที่ (4.2) ในบทที่ 4 ซึ่งผลการการคำนวณแสดงไว้ในตารางที่ 6.3



แผนภาพที่ 1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสาร



แผนภาพที่ 2 แสดงขั้นตอนในการหาค่าโครงสร้างผลึก



แผนภาพที่ 3 แสดงขั้นตอนการหาค่าสภาพต้านทางไฟฟ้า

บทที่ 6
ผลการทดลอง

ตารางที่ 6.1 ความหนาแน่นของสารหลังจากทำการเผา

| สาร | เส้นผ่านศูนย์กลาง (mm) | ความหนา (mm) | ปริมาตร (cm ³) | น้ำหนัก (g) | ความหนาแน่น (g/cm ³) |
|--------------------------------|------------------------|--------------|----------------------------|-------------|----------------------------------|
| In ₂ O ₃ | 10.436 mm | 2.2748 mm | 0.1946 | 1.4095 | 7.24 |
| ITO | 10.435 mm | 1.9575 mm | 0.1672 | 1.1783 | 7.05 |

ตารางที่ 6.2 ค่าความหนาของสารเป็นค่าเฉลี่ย เนื่องจากสารมีความหนาไม่เท่ากันตลอดทั่วทั้งสาร

| สาร | d ₁ (cm) | d ₂ (cm) | d ₃ (cm) | d ₄ (cm) | d _{เฉลี่ย} (cm) |
|--------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|--------------------------|
| In ₂ O ₃ | 22.78 | 22.58 | 23.04 | 22.59 | 22.748 |
| ITO : 1 | 15.53 | 14.70 | 16.44 | 15.15 | 15.455 |
| ITO : 2 | 17.14 | 22.20 | 21.64 | 19.78 | 20.190 |
| ITO : 3 | 19.60 | 19.46 | 19.96 | 19.28 | 19.575 |

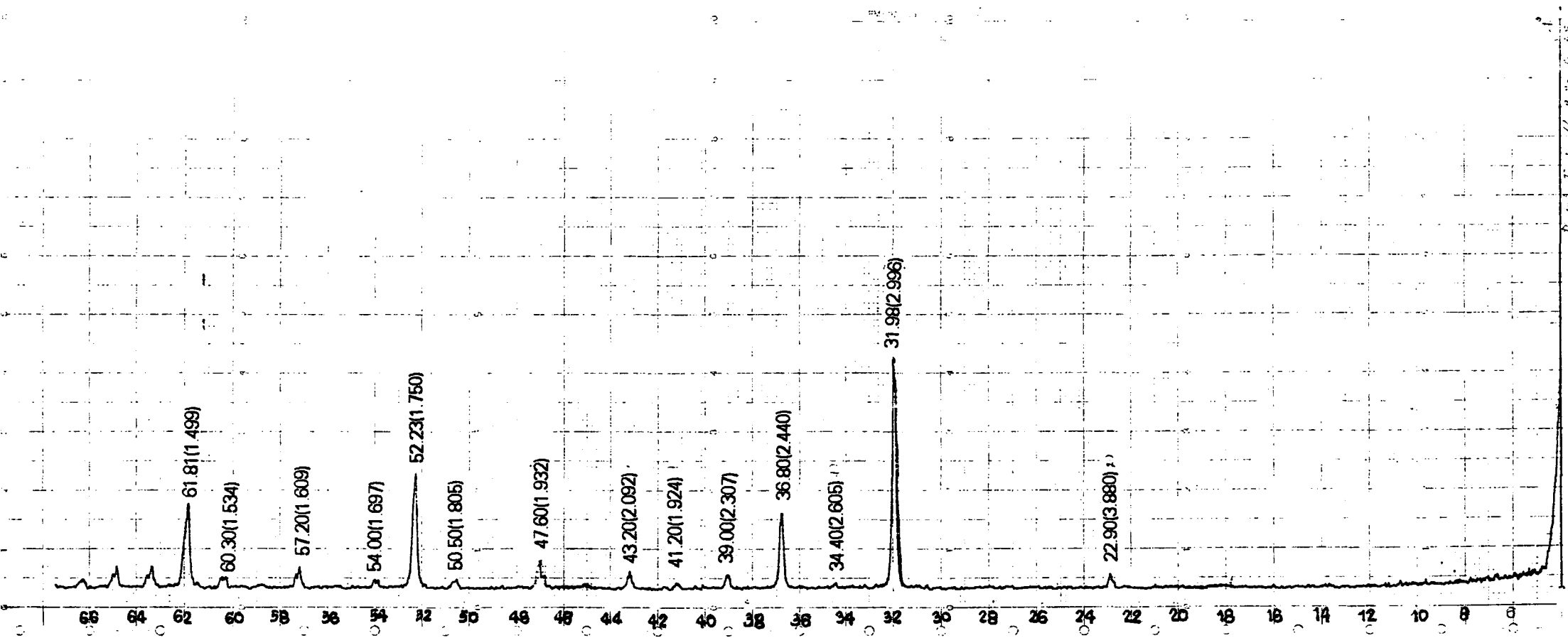
ตารางที่ 6.3 ค่าสภาพความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า ρ

$$\rho = \frac{\pi W}{2 \ln 2} \left[\frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right] f \left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right)$$

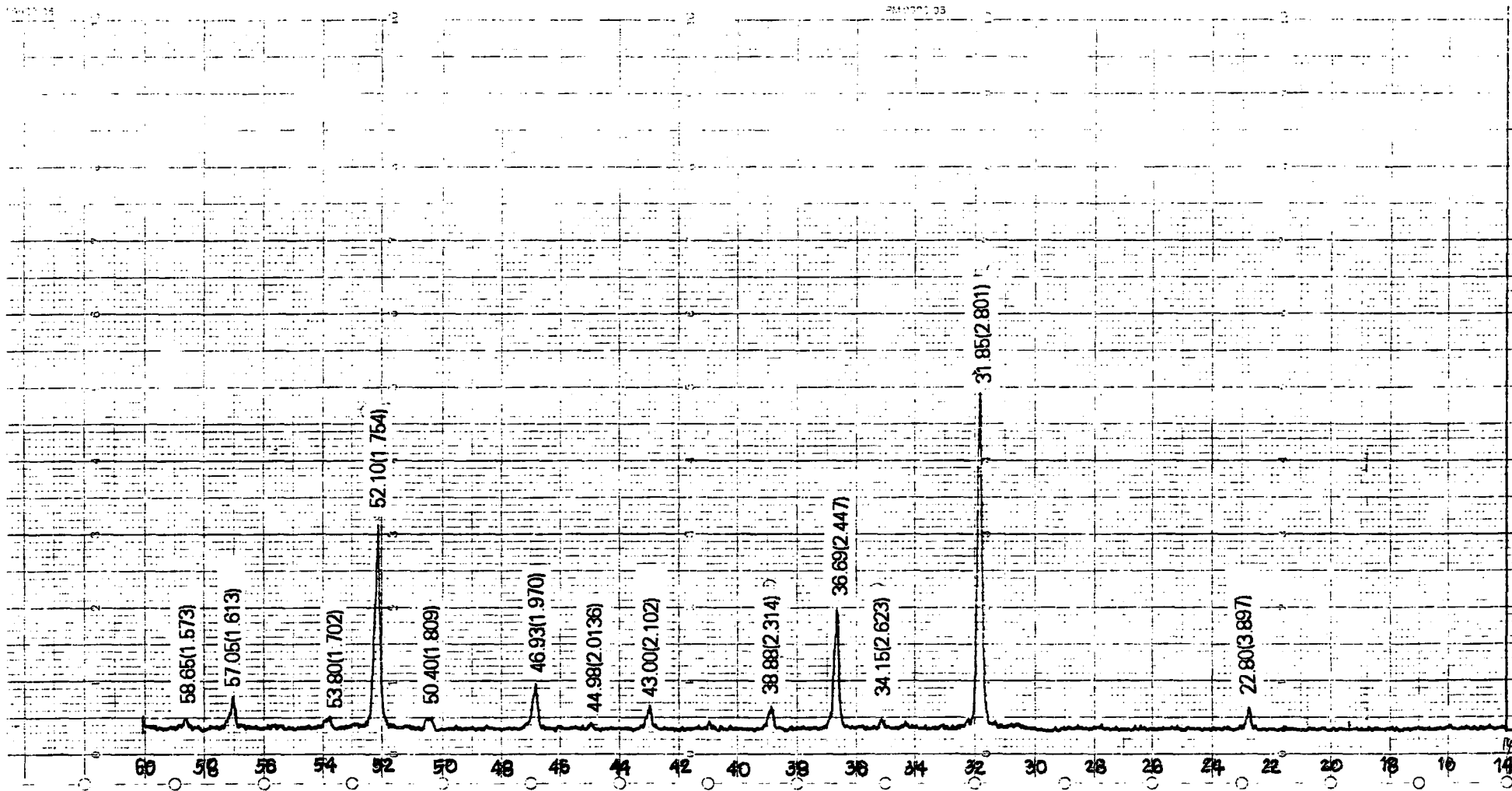
| สาร (%) | ความหนา (cm) | $R_{AB,CD}$ (Ω) | $R_{BC,DA}$ (Ω) | $R_{AB,CD} + R_{BC,DA}$ | $R_{AB,CD} / R_{BC,DA}$ | $f(R_{AB,CD} / R_{BC,DA})$ | ρ (Ω -cm) |
|-------------------------|--------------|--------------------------|--------------------------|-------------------------|-------------------------|----------------------------|------------------------|
| In_2O_3 | 0.227 | 2.01 k | 2.89 k | 4.90 k | 0.069 | 1.000 | 2.524k |
| ITO : 0.5 | 0.155 | 12.24 | 15.22 | 27.45 | 0.804 | 1.000 | 9.615 |
| ITO : 3 | 0.202 | 32.70 m | 32.95 m | 65.65 m | 0.992 | 1.000 | 0.030 |
| ITO : 5 | 0.196 | 12.90 m | 6.22 m | 19.12 m | 2.075 | 0.955 | 0.008 |

ตารางที่ 6.4 ค่าคงที่โครงผลึก

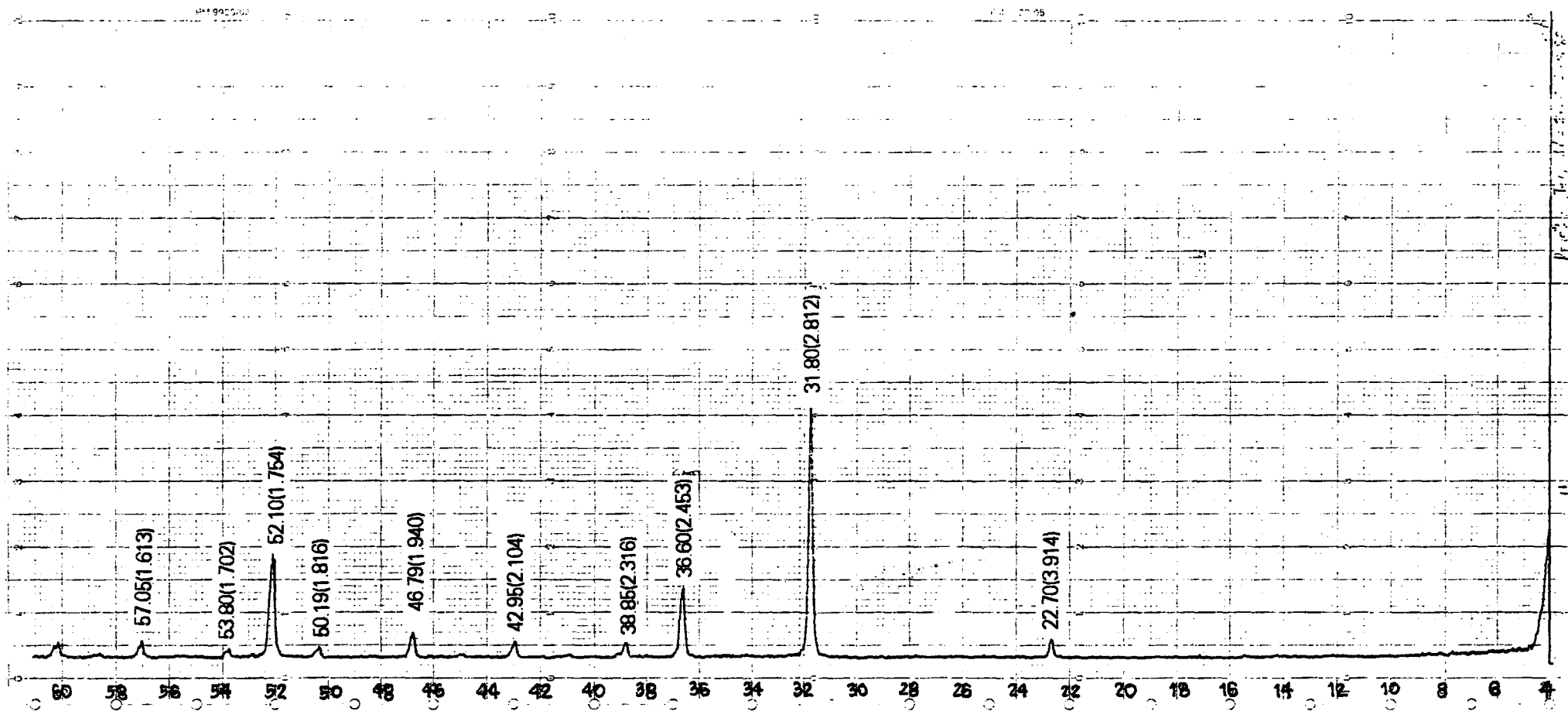
| สารตัวอย่าง | $a = b = c$ (\AA) |
|-------------------------|------------------------------|
| In_2O_3 | 9.745 |
| ITO : 0.3 % | 9.753 |
| ITO : 0.5 % | 9.784 |
| ITO : 1.0 % | 9.791 |
| ITO : 3.0 % | 9.812 |
| ITO : 5.0 % | 9.824 |



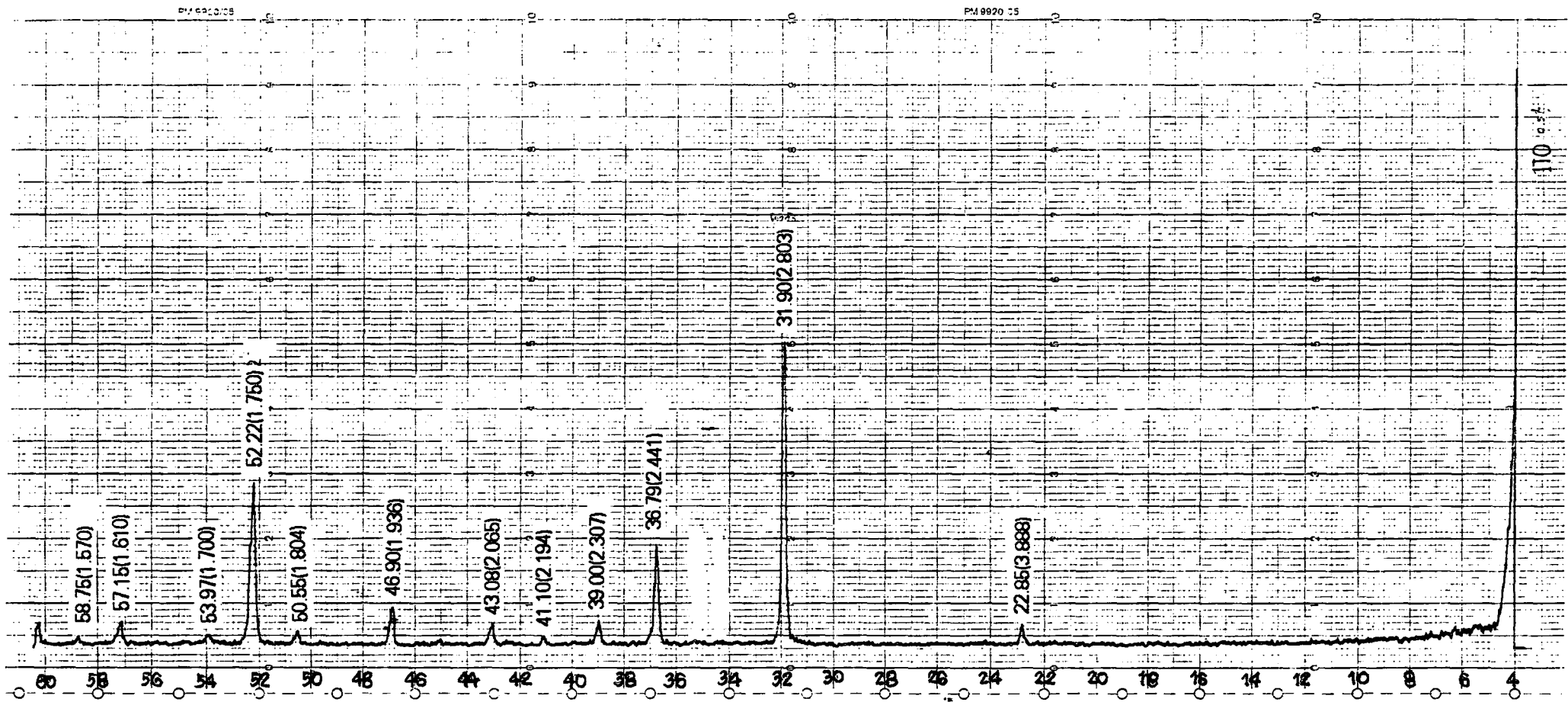
รูปที่ 6.1 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ สารตัวอย่าง In₂O₃ ที่บริสุทธิ์



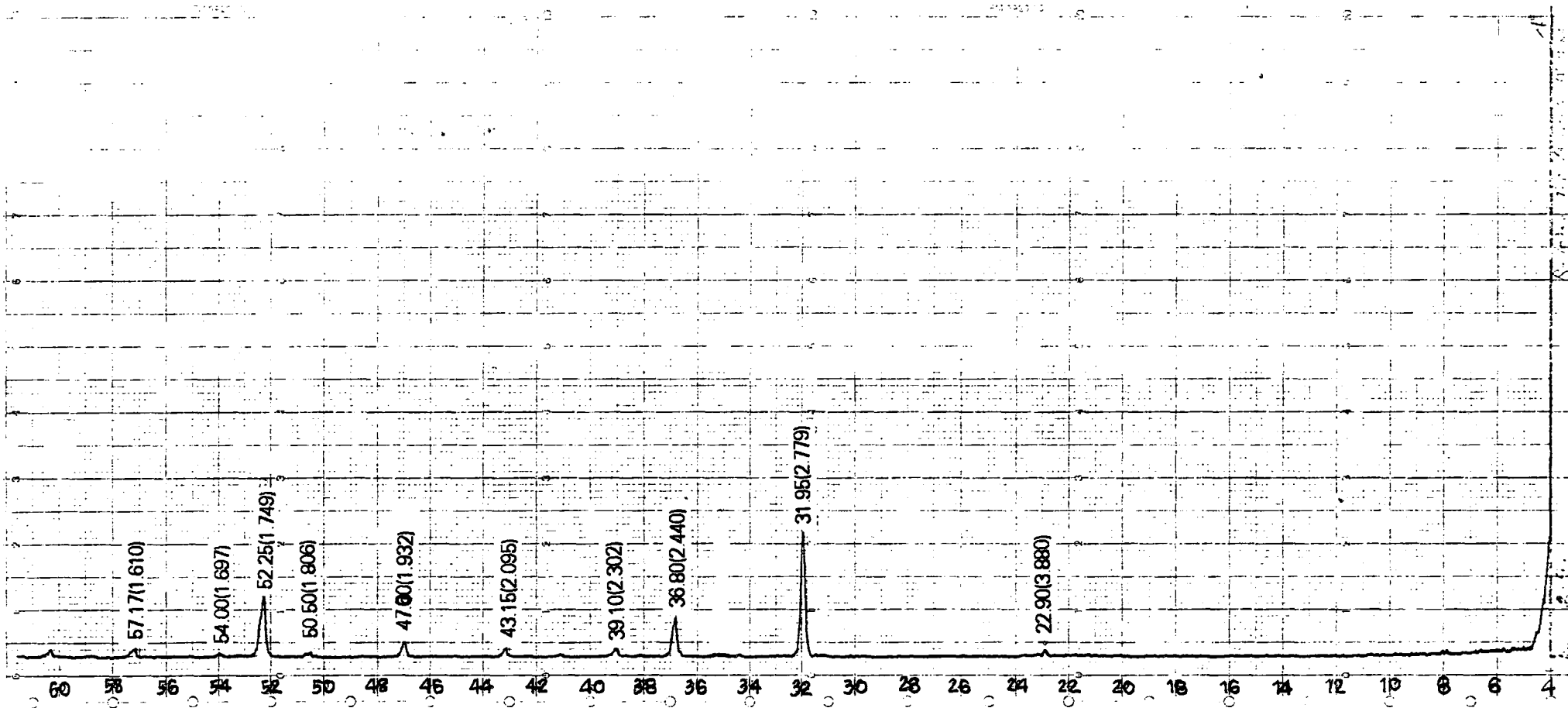
รูปที่ 6.2 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สารตัวอย่าง ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 0.3 เปอร์เซ็นต์โมล



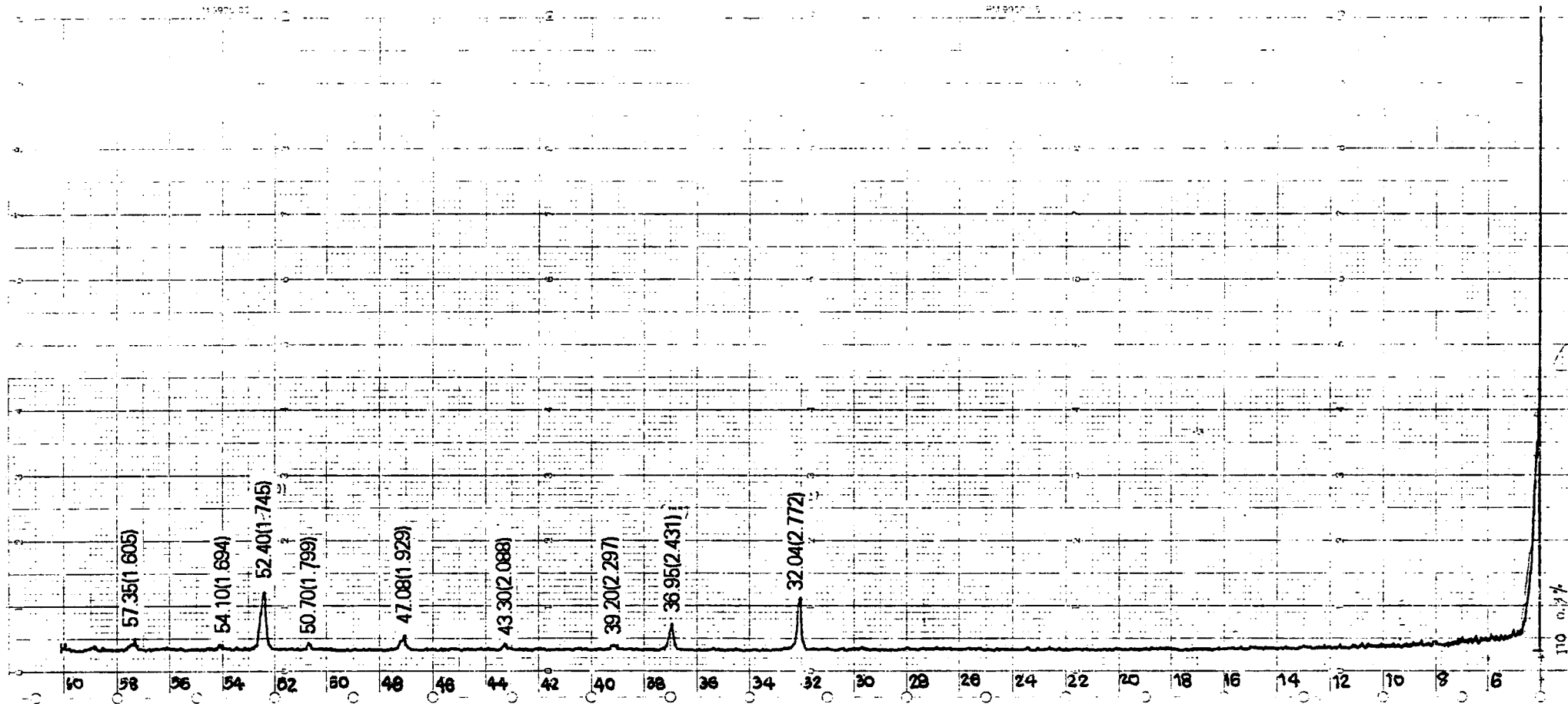
รูปที่ 6.3 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สารตัวอย่าง ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 0.5 เปอร์เซ็นต์โมล



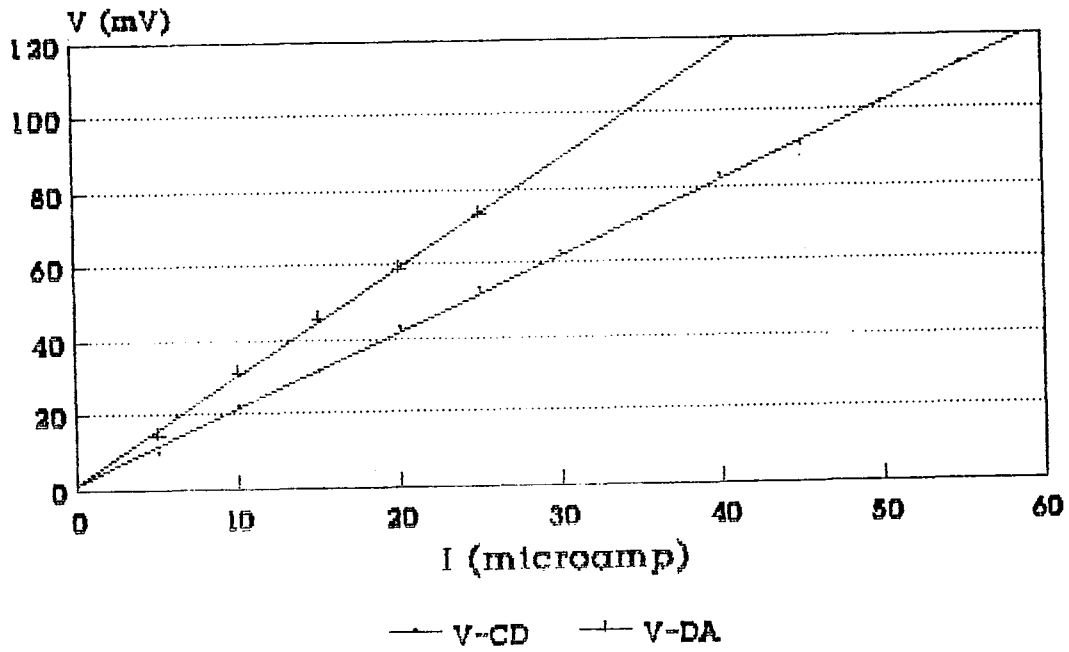
รูปที่ 6.4 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
 สารตัวอย่าง ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 1.0 เปอร์เซ็นต์โมล



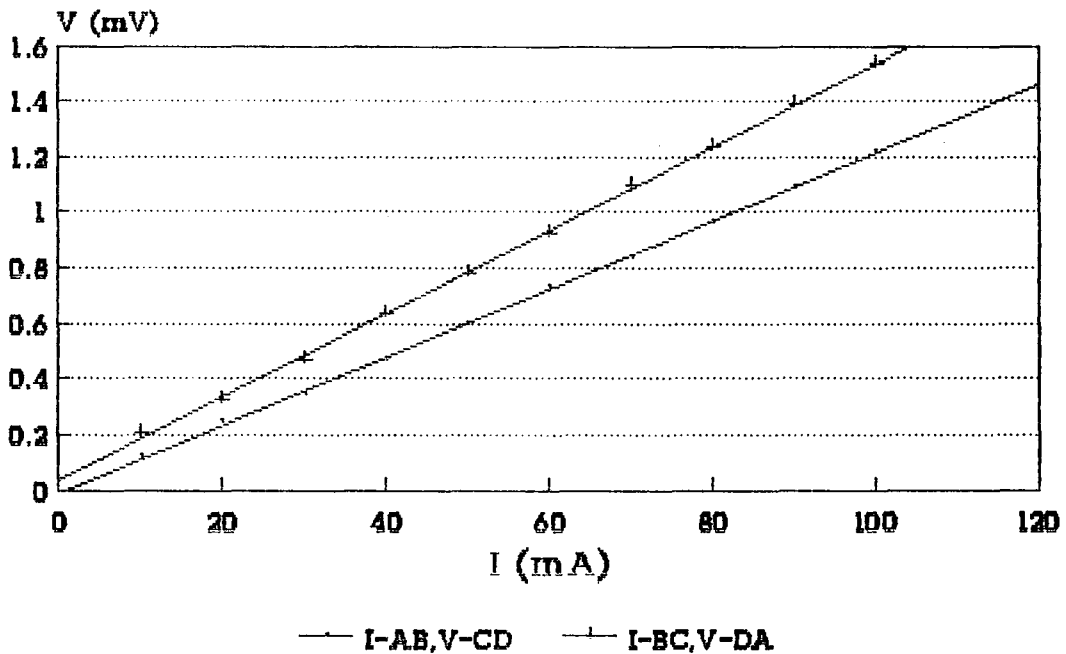
รูปที่ 6.5 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สารตัวอย่าง ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 3.0 เปอร์เซ็นต์โมล



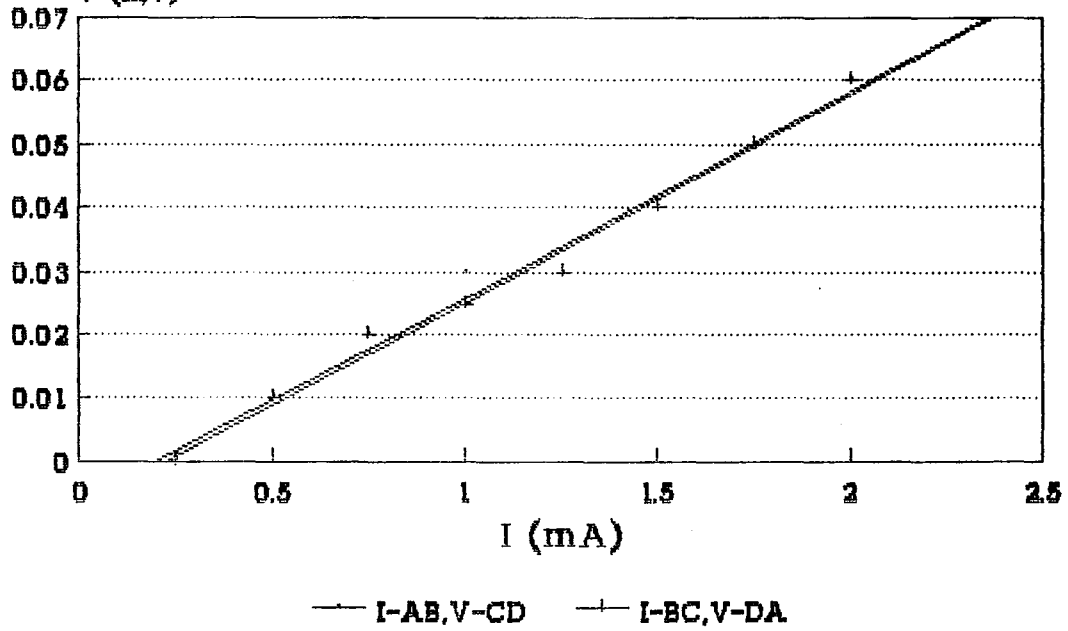
รูปที่ 6.6 แสดงผลการทดสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
 สารตัวอย่าง ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 5.0 เปอร์เซ็นต์โมล



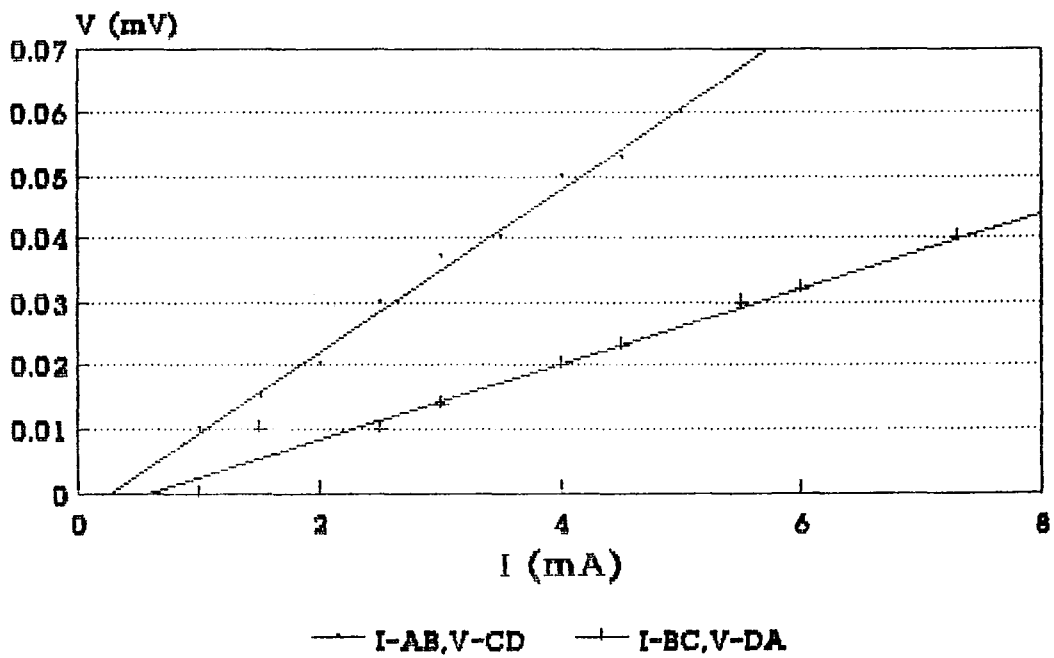
รูปที่ 6.7 แสดงความสัมพันธ์ของกระแสกับค่าความต่างศักย์ที่วัดได้
เมื่อสารตัวอย่างคือ In_2O_3



รูปที่ 6.8 แสดงความสัมพันธ์ของกระแสกับค่าความต่างศักย์ที่วัดได้
เมื่อสารตัวอย่างคือ ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 0.5 %



รูปที่ 6.9 แสดงความสัมพันธ์ของกระแสกับค่าความต่างศักย์ที่วัดได้
เมื่อสารตัวอย่างคือ ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 3 %

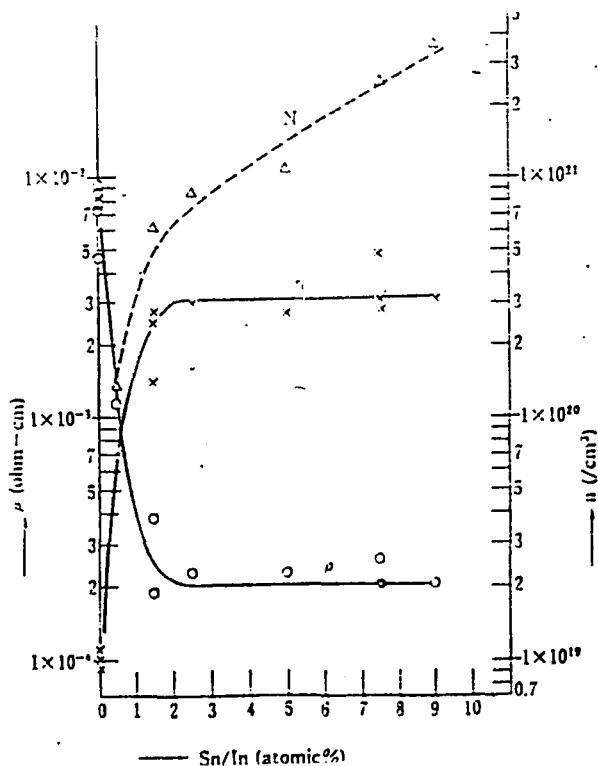


รูปที่ 6.10 แสดงความสัมพันธ์ของกระแสกับค่าความต่างศักย์ที่วัดได้
เมื่อสารตัวอย่างคือ ITO ที่มีปริมาณของสารเจือ 5 %

บทที่ 7 บทวิเคราะห์และบทสรุป

จากการศึกษาขบวนการเตรียมสารประกอบอินเดียมออกไซด์ที่ทำการเติมสารเจือ คือ ดีบุกเข้าไปแทนที่อะตอมของอินเดียมในปริมาณ 0.3-5 เปอร์เซ็นต์ต่อโมล ซึ่งมีสูตรโมเลกุลของสารประกอบที่ได้คือ $\text{In}_{(1-x)}\text{Sn}_x\text{O}_3$ โดยเตรียมขึ้นในรูปแบบของเซรามิกส์ และวัดคุณสมบัติทางผลึก พบว่า สารประกอบ $\text{In}_{(1-x)}\text{Sn}_x\text{O}_3$ มีโครงสร้างแบบบิกซ์ไบท์ มีค่าคงที่ของแลตทิสเฉลี่ย $a = 9.7929 \text{ \AA}$ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับอินเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ที่มีค่าคงที่ของแลตทิส $a = 9.745 \text{ \AA}$ พบว่าได้ค่าใกล้เคียงกัน จากนั้นจึงนำสารประกอบที่ได้ไปวัดสภาพต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าและตรวจสอบชนิดการนำไฟฟ้าโดยวิธีชั่วคราวความร้อน พบว่า สารประกอบที่ได้มีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น

จากตารางที่ 6.4 พบว่าค่าคงที่โครงสร้างผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารเจือเพิ่มขึ้นเนื่องจากรัศมีอะตอมของ Sn มีขนาดใหญ่กว่า In ($\text{Sn} = 0.91 \text{ \AA}$, $\text{In} = 0.81 \text{ \AA}$) และค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อปริมาณสารเจือมีปริมาณเพิ่มขึ้น คือเมื่อเติมสารเจือลงในอินเดียมออกไซด์เพิ่มมากขึ้นจะทำให้สภาพการนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นด้วย ซึ่งจากผลของการวิจัยสามารถเปรียบเทียบกับการศึกษาเกี่ยวกับค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้า IO บริสุทธิ์ และที่เติมสารเจือ Sn ในรูปแบบของผลึก และเซรามิกส์ ของ S.J. Wen และผู้ร่วมงานได้ เนื่องมาจากงานวิจัยในครั้งนี้ได้ใช้อัตราส่วนความเข้มข้นของสารเจือของ S.J Wen เป็นหลัก พบว่า มีลักษณะเหมือนกัน นอกจากนี้จากการศึกษาของยาซูโอะ คานาอิ Yasuo Kanai เป็นการช่วยยืนยันที่ดีว่า การนำสาร IO มาเติมสารเจือ Sn ให้เป็น ITO นั้นมีผลทำให้สภาพการนำไฟฟ้าของ IO ดีขึ้น ซึ่งแสดงไว้ในกราฟที่ 1 [3]



จากกราฟการวิจัยของ ยาซุโอะ คานาอิ สามารถอธิบายได้ดังนี้คือ

- 1. ปริมาณการเจือสาร Sn/In เท่ากับ 0% จะได้ค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าสูงสุด
- 2. ปริมาณการเจือสาร Sn/In ตั้งแต่ 0.1 - 2 % มีผลทำให้ค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าลดลงอย่างรวดเร็ว
- 3. ปริมาณการเจือสาร Sn/In ตั้งแต่ 2 - 9 % มีผลทำให้ค่าสภาพต้านทางไฟฟ้ามีค่าลดลงขึ้นน้อยมาก
- 4. ถ้าปริมาณสารเจือมากกว่านี้ (10 %ขึ้นไป) จะไม่เกิดเป็นสาร ITO

จากผลการทดลองนี้ก็สามารถอธิบายได้ว่าถ้าปริมาณของสารเจือมากกว่า 2 % จะมีผลทำให้ค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าลดลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เนื่องมาจากค่าสภาพต้านทางไฟฟ้าไม่ได้แปรตามปริมาณของสารเจือ แต่จะแปรผกผันกับค่าความคล่องตัวของพาหะ กล่าวคือ ถ้าในกรณีที่มีการทำปฏิกิริยาของสารเจือกับสารตั้งต้นยังไม่สมบูรณ์พอ คือ อิเล็กตรอนจะถูกกระเจิง (scattering) โดยกลุ่มของสารเจือที่ยังไม่ไอออไนซ์ (nonionized cluster) ซึ่งปรากฏการณ์นี้มีผลต่อความคล่องตัวของพาหะ (μ) และสภาพต้านทางไฟฟ้าซึ่งดูได้จากสมการ

$$\rho = \frac{1}{q\mu n}$$

จากการทดลองพบปัญหาบางประการที่อาจทำให้เกิดความไม่สมบูรณ์ของผลการทดลองคือ สารตัวอย่างก่อนที่จะนำมาใช้วัดสภาพต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้า ได้ผ่านการทดสอบด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ทำให้สารตัวอย่างเกิดการแตกร้าวขึ้นเนื่องมาจากการแกะสารตัวอย่างออกจากฐานรองที่ติดสก็อตเทป และจำเป็นต้องใช้สารที่แตกร้าวนั้นมาทำการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าจำเพาะ เพราะเป็นการทำให้แน่ใจว่าสารที่นำมาทำการวัดสภาพต้านทางไฟฟ้านั้นเป็นฟ้านั้นเป็นสาร ITO นอกจากนี้ในการวัดหาค่าสภาพต้านทางไฟฟ้านี้สารตัวอย่างต้องมีความหนาเท่ากันตลอดทั่วทั้งสารตัวอย่าง จึงจำเป็นที่จะต้องขีดผิวหน้าของสารตัวอย่าง ทำให้สารมีขนาดเล็กและบางลง

ข้อเสนอแนะ

จากปัญหาสารตัวอย่างของ ITO ที่เตรียมได้ค่อนข้างเปราะ อันเกิดมาจากปฏิกิริยาของของแข็งยังเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ดีพอ ดังนั้นในโอกาสต่อไปควรเพิ่มอุณหภูมิของการเผาสารให้สูงขึ้นกว่าเดิมหรือไม่ก็เติมสาร CuO เข้าไปใน ITO เพื่อช่วงเร่งปฏิกิริยาของของแข็งอันอาจจะส่งผลให้สารตัวอย่างมีความแข็งแรงมากขึ้น ซึ่งที่เคยมีผลช่วยให้เซรามิกส์ของ SnO₂ แข็งขึ้น และลดอุณหภูมิของการเผาลงได้อีกด้วย นอกจากนี้ในการลดและการเพิ่มอุณหภูมินั้นควร จะมีความสม่ำเสมอมากที่สุดโดยใช้วงจรถวล [18]

เอกสารอ้างอิง

1. Kanai, Y "Electrical Properties of Indium Tin Oxide Single Crystals " Jap.J.Appl.Phys. 23(1).(1984) : L12-L14

2. Fan, C.C and Goodenough B. " X-ray photoemissive spectroscopy studies of Sn-doped Indium Oxide Films " J.App.Phys.48(8).(1997) : 3524 - 3531

3. Wen S.J. , Couturier G. , Chaminade J.P. , Marquestaut E. , Claverie J. and Hagenmuller P. " Electrical properties of pure In_2O_3 and Sn doped In_2O_3 single crystals and ceramics " j. solid stat.Chem. (1992) : 50 - 65

4. Wen S.J. , Couturier G. , Campet G. , Portier J. , Claverie J. , " Transport properties of copper doped Indium oxide and Indium tin oxide ceramic " Phys.Stat.solid (a) (1992) : 70 - 84

5. Warren, B.E. in X-ray diffraction , pp 15 - 21 , Addison-Wesley Publishing Co., 1969.

6. ชุมน ช่างประยรร " การศึกษาโครงสร้างของผลึกสารกึ่งตัวนำแบบซาลโคไพไรท์ของ AgGaTe_2 , AgInSe_2 , AgInTe_2 , และ CuInTe_2 โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ " วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, ภาควิชาฟิสิกส์, บัณฑิตวิทยาลัย, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย / ๓-๗

7. JCPDS, " Select Powder Diffraction Data for Materials and Alloys " International Center for diffraction data, 1978

8. Van der Pauw , L.J. " A method of measuring specific resistivity and Hall effect of Discs of Arbitrary shape " Phillips Res.Repts. 13(1).(1958) : 1 - 9

9. มนัส แซ่ด่าน " การศึกษาปรากฏการณ์ฮอลล์ในสารกึ่งตัวนำโดยเทคนิคของแวนเดอร์พาว์ด " วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต , ภาควิชาฟิสิกส์ , บัณฑิตวิทยาลัย , จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย , 2526

10. จูตินัย แก้วแดง "การเตรียมและการศึกษาสมบัติของสารกึ่งตัวนำคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ (CuInSe) " วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต , ภาควิชาฟิสิกส์ , บัณฑิตวิทยาลัย , จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย , 2530
11. Marezio,M. " Refinement of the crystal of In_2O_3 at two wavelengths " *Acta Cryst.* 20 (1966) : 723 - 727
12. Galasso,F.S. in *Structure and Properties of Inorganic solids* 1 st ed.,pp 26-27 ,Pergamon Press,London,1970
13. Wen,S.J. "Etude Des Proprietes Electroniques De Semiconducteurs A Base De In_2O_3 " Doct. thesis , Bordeaux University, France , 1992.
14. Suchet,J.P. in *Crystal Chemistry and Semiconduction in Transition Metal Binary Compound*, pp 236 - 237 , Academic Press , New York , 1971
15. Nath,P. and Bunahah,R.F. " Preparation of In_2O_3 and tin doped In_2O_3 films by a novel activated reactive evaporation technique " *Thin solid films* 69 (1980) : 63 - 68
16. พนิดา ถนอมว่า " การสร้างเตาโซนเดี่ยวในแนวตั้งสำหรับปลูกผลึกอินเดียมทินออกไซด์ " โครงการพิเศษปริญญาบัณฑิต ,ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ,คณะวิทยาศาสตร์ ,สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง , 2538

ภาคผนวก

Transition Elements—d

Insert Gases

| Group | | IA | IIA | IIIB | IVB | VB | VIB | VII B | VIII | IX | X | XI | XII | IIIA | IVA | VA | VIA | VIIA | 0 | | | |
|-----------------------------------|---------------|---------------------------|---------------------------|--|-------------------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|--------------------------------|---------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------|
| Principle quantum number (Period) | Valence shell | s ¹ | s ² | d ¹ s ² f ⁰ | d ² s ² | (d ¹ s ²) ¹ | (d ² s ²) ¹ | (d ³ s ²) ¹ | (d ⁴ s ²) ¹ | (d ⁵ s ²) ¹ | (d ⁶ s ²) ¹ | (d ⁷ s ²) ¹ | (d ⁸ s ²) ¹ | s ¹ d ¹⁰ | s ² | s ² p ¹ | s ² p ² | s ² p ³ | s ² p ⁴ | s ² p ⁵ | s ² p ⁶ | |
| n=1 | 1s | 1 H 1.008 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 2 He 4.003 |
| n=2 | 2s2p | 3 Li 6.94 | 4 Be 9.01 | | | | | | | | | | | | | | 5 B 10.81 | 6 C 12.01 | 7 N 14.01 | 8 O 15.999 | 9 F 18.99 | 10 Ne 20.18 |
| n=3 | 3s3p | 11 Na 22.99 | 12 Mg 24.31 | | | | | | | | | | | | | | 13 Al 26.98 | 14 Si 28.09 | 15 P 30.97 | 16 S 32.06 | 17 Cl 35.45 | 18 Ar 39.95 |
| n=4 | 4s3d4p | 19 K 39.10 | 20 Ca 40.08 | 21 Sc 44.96 | 22 Ti 47.90 | 23 V 50.94 | 24 Cr 51.996 | 25 Mn 54.94 | 26 Fe 55.85 | 27 Co 58.93 | 28 Ni 58.71 | 29 Cu 63.54 | 30 Zn 65.37 | 31 Ga 69.72 | 32 Ge 72.59 | 33 As 74.92 | 34 Se 78.96 | 35 Br 79.91 | 36 Kr 83.80 | | | |
| n=5 | 5s4d5p | 37 Rb 85.47 | 38 Sr 87.62 | 39 Y 88.91 | 40 Zr 91.22 | 41 Nb 92.91 | 42 Mo 95.94 | 43 Tc 99 | 44 Ru 101.07 | 45 Rh 102.91 | 46 Pd 106.4 | 47 Ag 107.87 | 48 Cd 112.40 | 49 In 114.82 | 50 Sn 118.69 | 51 Sb 121.75 | 52 Te 127.60 | 53 I 126.90 | 54 Xe 131.30 | | | |
| n=6 | 6s4f 5d 6p | 55 Cs 132.91 | 56 Ba 137.34 | 57* La 138.91 | 72* Hf 178.49 | 73 Ta 180.95 | 74 W 183.85 | 75 Re 186.2 | 76 Os 190.2 | 77 Ir 192.2 | 78 Pt 195.09 | 79 Au 196.97 | 80 Hg 200.59 | 81 Tl 204.37 | 82 Pb 207.19 | 83 Bi 208.98 | 84 Po | 85 At | 86 Rn | | | |
| n=7 | 7s 5f 6d 7p | 87 Fr | 88 Ra 226 | 89†† Ac | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

Inner Transition Elements—f

| | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| *Lanthanide Series | 58 Ce 140.12 | 59 Pr 140.91 | 60 Nd 144.24 | 61 Pm 145 | 62 Sm 150.35 | 63 Eu 151.96 | 64 Gd 157.25 | 65 Tb 158.92 | 66 Dy 162.50 | 67 Ho 164.93 | 68 Er 167.26 | 69 Tm 168.93 | 70 Yb 173.04 | 71 Lu 174.97 |
| †Actinide Series | 90 Th 232.04 | 91 Pa | 92 U 238.03 | 93 Np | 94 Pu | 95 Am | 96 Cm | 97 Bk | 98 Cf | 99 Es | 100 Fm | 101 Md | 102 No | 103 Lr |

† Variable valence shells

ตารางธาตุ

ภาคผนวก ข.

1. เตานิวแนวตั้ง

วัสดุที่ใช้ทำเตา

1. ขดลวดความร้อน สาเหตุที่เลือกใช้ขดลวดนำความร้อนเป็นตัวที่ให้ความร้อนเนื่องจากสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ง่าย อุณหภูมิมีความสม่ำเสมอ มีเสถียรภาพสูง ราคาเหมาะสมกับประสิทธิภาพ และไม่มีมลภาวะในขณะที่ทำการทดลอง

เลือกใช้ขดลวดโลหะประเภท แคนทัลลัลลอยด์เกรด A1 ซึ่งสามารถทนอุณหภูมิได้สูงถึง 1375°C โดยเลือกชนิดที่เป็นเส้นลวดมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.2 cm และมีความยาวประมาณ 18 m

2. ปูนทนไฟ ชนิดที่มีชื่อทางการค้าว่า MARTAR 30 HM และ คอนกรีตทนไฟ CAST 15 มีลักษณะเป็นผงปูนต้องผสมน้ำในอัตราส่วนที่เหมาะสมก่อนนำไปใช้งาน

3. ฉนวนกันความร้อน ใช้เซรามิกส์ไฟเบอร์ ซึ่งเซรามิกส์ที่มีขายตามท้องตลาดมีอยู่ 2 ชนิด คือ ชนิดเป็นก้อนเหมือนสำลี และ ชนิดที่เป็นแผ่น เลือกใช้ชนิดที่เป็นก้อนเหมือนสำลีเพราะมีราคาถูกกว่า

4. ท่อ PVC , แผ่นสังกะสี และ แผ่นพลาสติก ใช้เป็นแบบในการหล่อเตา

5. แผ่นอลูมิเนียม ทำกล่องเตา

6. ลวดตาข่าย ช่วยให้เตามีความแข็งแรงยิ่งขึ้น

วิธีและขั้นตอนในการสร้างเตา จะแยกออกเป็นส่วน ๆ ดังนี้ คือ

1.1 ท่อเตา: ทำการหล่อขึ้นเองโดยใช้ปูนทนไฟ มีขั้นตอนดังนี้ คือ

1. ใช้ท่อ PVC เป็นแบบในการหล่อโดยนำท่อ PVC ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 7.8 cm. มาผ่าครึ่งตามแนวทรงกระบอกโดยตลอด เพื่อง่ายแก่การถอดแบบ

2. นำแผ่นไม้ขนาด $3 \times 80 \times 0.4 \text{ cm}$ 2 แผ่น มาวางระหว่างรอยผ่าให้เสมอกับผิวนอกของท่อ (เพื่อชดเชยส่วนที่สูญเสียไปในการผ่าครึ่ง) แล้วใช้แผ่นเหล็กชั้นน็อต ยึดแผ่นไม้ทั้งสองไม่ให้เคลื่อนเข้ามาหากัน

3. นำแผ่นสังกะสีและแผ่นพลาสติกมาพันรอบท่อ แล้วยึดให้แน่น (แต่สามารถถอดออกได้ในภายหลัง) โดยพันแผ่นสังกะสีก่อนแล้วจึงพันแผ่นพลาสติก

4. ทาน้ำมันให้ทั่วแผ่นพลาสติกก่อนพันขดลวด เพื่อไม่ให้ปูนติดกับแผ่นพลาสติก

5. พันขดลวดนำความร้อนไปรอบ ๆ ท่อ โดยมีระยะห่างระหว่างรอบประมาณ 0.6 cm. เป็นระยะตามแนวแกนทรงกระบอกประมาณ 50 cm. พันให้แน่นและขดลวดแต่ละรอบต้องไม่สัมผัสกันเพราะจะทำให้เกิดการลัดวงจรเมื่อจ่ายพลังงานให้กับเตา แล้วเหล็กลวดไว้ที่ปลายท่อเตาทั้งสองพอสมควรเพื่อนำมาต่อกับส่วนจ่ายพลังงานภายนอกหลังจากที่บรรจุท่อเตาลงกล่องแล้ว

6. นำปูนมาผสมกับน้ำตามอัตราส่วนที่กำหนดให้ คือ ปูนทนไฟ(MORTAR 30 HM) 50 kg ต่อ น้ำ 3-4 ลิตร โดยปริมาณน้ำที่เหมาะสมนั้น สังเกตได้จากบริเวณผิวหน้าจะมีน้ำเอิ้ม จากนั้นนำปูนที่ผสมได้ที่แล้วไปโบกรอบขดลวดที่พันไว้ ไม่ต้องหนามาก

7. รอให้ปูนหมาด ๆ แล้วจึงพันลวดตาข่ายรอบปูนที่โบกทับขดลวด เพื่อให้ท่อมีความแข็งแรง ไม่หักง่าย

8. โบกปูนทับอีก 1 ชั้น พยายามไล่ฟองอากาศออกให้หมด

9. ทำซ้ำข้อ 1.6 และ 1.7 อีก 1 ครั้ง เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของท่อเตา

10. เมื่อปูนแห้งแล้ว จึงเอาพิมพ์ภายในออก

11. นำท่อเตาที่แห้งแล้วไปบ่ม โดยการแช่น้ำเป็นเวลา 2-3 สัปดาห์ เพื่อให้ปูนมีความแกร่งมากขึ้น ไม่แตกร้าวง่าย

1.2 ส่วนอื่น ๆ ของเตา

ฝาเตา : หล่อปูนให้มีขนาด $40 \times 40 \times 2.5$ cm.³ เว้นช่องตรงกลางขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 12 cm. (ให้ท่อเตาสอดได้) และบริเวณใกล้เคียง สำหรับชั้นน็อตยึดกับกล่อง

กล่อง : ใช้แผ่นอลูมิเนียมมาพับ ให้มีขนาด $40 \times 40 \times 52$ cm.³

ประกอบส่วนต่าง ๆ ลงกล่อง โดยบรรจุเซรามิคส์ไฟเบอร์ลงในบริเวณที่ว่างภายในกล่องให้แน่นพอสมควร เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนขณะใช้งาน

ก่อนที่จะนำเตาไปใช้งาน จะต้องเริ่มจ่ายไฟให้แก่เตาน้อย ๆ เป็นระยะเวลาช่วงหนึ่งก่อน เพื่อไล่น้ำในท่อเตาออกช้า ๆ เป็นการป้องกันไม่ให้ปูนแตกร้าวในภายหลัง

1.3 การคำนวณค่ากำลังไฟฟ้าที่ใช้ป้อนแก่ขดลวดความร้อน

เมื่ออุณหภูมิสูงมาก ๆ สิ่งหนึ่งที่ต้องเกิดขึ้นคือ การขยายตัวของขดลวดนำความร้อน ดังนั้นอุณหภูมิสูงสุดที่ขดลวดสามารถทนได้ จึงเป็นตัวกำหนดขอบเขตของพื้นผิวของขดลวด เพราะฉะนั้นในการออกแบบจะต้องคำนึงถึงจุดนี้ เมื่อใช้ขดลวดกับเตาอุณหภูมิสูงมาก ๆ ขนาดของขดลวดจึงต้องไม่ใหญ่เกินไป หรืออาจกล่าวได้ว่า ขนาดของขดลวดจะแปรผันกับอุณหภูมิของเตา ซึ่งความสัมพันธ์นี้ไม่สามารถแสดงได้แจ่มชัดในทุก ๆ กรณี แต่จะทำให้เราสามารถกำหนดขนาดของขดลวด โดยจะสามารถทำให้ประโยชน์ได้มากที่สุด และไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง ปัจจัยสำคัญที่ต้องคำนึงถึงอีกอย่างก็คือ ที่อุณหภูมิสูง ๆ ความแข็งแรงของขดลวดนำความร้อนจะลดลง

วิธีคำนวณค่ากำลังไฟฟ้า

ลวด kanthal A1 ขนาด 0.2 cm. ความยาว 17.8 m. พันรอบเตาที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 8 cm. เป็นจำนวน 63 รอบ โดยมีระยะระหว่างรอบ 0.6 cm. เป็นระยะตามแนวแกนทรงกระบอก 50 cm.

จากตาราง ค่าความต้านทานต่อหน่วยความยาวของขดลวดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.2 cm. ที่ $20^{\circ}\text{C} = 0.462 \text{ W/m}$

ดังนั้น ค่าความต้านทานรวมของขดลวด $= 0.46 \times 17.81 = 8.22 \text{ W}$

จากคู่มือการเลือกขนาดของขดลวด kanthal สามารถหากระแสที่จะรับขดลวดได้จาก

$$\text{cm}^2 / \text{W} = I^2 C_t / p \quad (5.1)$$

โดยที่ I = กระแส

C_t = temperature factor

p = surface load ; W/cm^2

จากตาราง Temperature Factor ที่ 1200°C : $C_t = 1.04$

จากกราฟแสดงค่ากำลังต่อหน่วยพื้นที่ของลวด kanthal A1 ที่ 1200°C : $p = 1.1 \text{ W/cm}^2$

cm^2/W ที่ 20°C ของเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.2 cm. = 136

แทนค่าในสมการ; จะได้

$$I^2 = (cm^2/W)(p/C_p)$$

$$= (136)(1.1/1.04)$$

$$= 143.85 \text{ A}^2$$

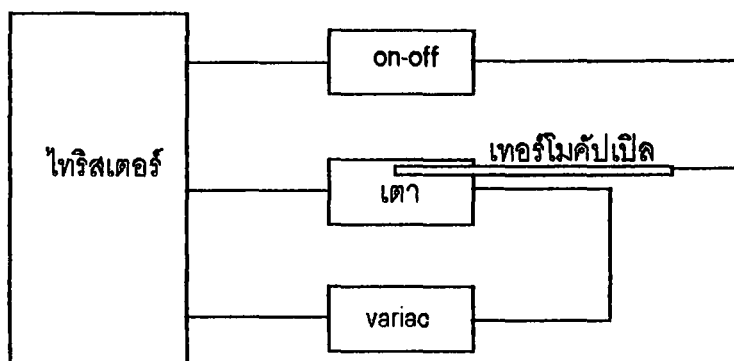
$$I = 12 \text{ A}$$

$$P = I^2 R = 143.85 \times 8.22 = 1.18 \text{ kW}$$

$$V = IR = 12 \times 8.22 = 98.75 \text{ V}$$

2 แหล่งจ่ายพลังงานและส่วนควบคุมอุณหภูมิ

เริ่มจากการศึกษาค้นคว้าข้อมูลเกี่ยวกับชนิดของระบบควบคุมอุณหภูมิ และแหล่งจ่ายไฟที่เหมาะสมกับการใช้งาน โดยเลือกใช้ตัวควบคุมชนิด on-off แบบอัตโนมัติ ที่ทำงานร่วมกับไทรสเตอร์ มาต่อเข้ากับเตาและแหล่งจ่ายไฟ คือ variac ดังรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 แผนภาพการต่อแหล่งจ่ายพลังงานและส่วนควบคุมอุณหภูมิเข้ากับเตา

เหตุที่เลือกใช้ตัวควบคุมชนิด on-off เพราะในการใช้งานต้องการให้มีการเปลี่ยนแปลงเอาท์พุทแบบค่อยเป็นค่อยไปซึ่งทำงานร่วมกับไทรสเตอร์ คือ ไทรสเตอร์จะค่อย ๆ ลดกระแสลงจนกระทั่งไทรสเตอร์หยุดทำงาน และถ้าจะให้ไทรสเตอร์ทำงานอีกครั้งหนึ่งก็จะค่อย ๆ เพิ่มกระแสขึ้น จึงไม่เกิดผลเสียแก่ชุดลวดเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว และอายุการใช้งานของเตาก็จะเพิ่มขึ้น

การทำงาน

เมื่อจ่ายไฟเข้าไปให้กับขดลวดความร้อนภายในเตา เทอร์โมคัปเปิลจะวัดอุณหภูมิ แล้วส่งค่าที่วัดได้ไปเปรียบเทียบกับค่าที่ตั้งไว้ที่ตัวควบคุมอุณหภูมิ จากนั้นตัวควบคุมอุณหภูมิจะส่งค่าเอาท์พุทไปควบคุมการทำงานของไทรสเตอร์ โดย

ถ้าอุณหภูมิที่วัดได้ น้อยกว่า อุณหภูมิที่ตั้งไว้มาก เอาท์พุทที่ออกมาจากตัวควบคุมจะทำให้ไทรสเตอร์อยู่ในสถานะนำกระแสได้มาก (on state) จึงมีไฟป้อนเข้าขดลวดต่อไป

- ถ้าอุณหภูมิที่วัดได้ ใกล้เคียงกับ อุณหภูมิที่ตั้งไว้ เอาท์พุทที่ออกมาจากตัวควบคุมจะทำให้ไทรสเตอร์ นำกระแสได้น้อยลง จึงเป็นการลดแรงดันที่ป้อนให้กับขดลวด

- ถ้าอุณหภูมิที่วัดได้ มากกว่า อุณหภูมิที่ตั้งไว้มาก เอาท์พุทที่ออกมาจากตัวควบคุมจะทำให้ไทรสเตอร์อยู่ในสถานะไม่นำกระแส (off state) จึงไม่มีไฟป้อนเข้าขดลวด

ภาคผนวก ค.

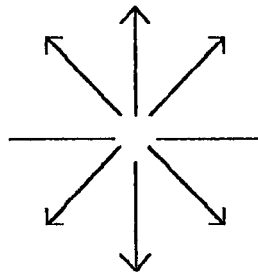
การพิสูจน์สมการการหาค่า ρ ด้วยเทคนิคของวานเดอร์พาว

เราสามารถหาค่า ρ โดยเทคนิคของวานเดอร์พาว ได้จากสมการ

$$\exp\left(\frac{-\pi R_{AB,CD} b}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi R_{BC,DA} b}{\rho}\right) = 1 \quad (A)$$

ในภาคผนวกนี้เราจะพิสูจน์ให้เห็นว่าสมการ (A) ถูกต้อง และสามารถใช้กับผลึกรูปร่างอย่างใดก็ได้

เราจะพิจารณาในกรณีผลึกเป็นแผ่นเรียบบาง ๆ ขนาดใหญ่ มีกระแสไฟฟ้าไหลออกมาจากจุดหนึ่ง (Source) บนระนาบ (plane) ของผลึกดังรูป



รูปที่ ๘.๖ แสดงทิศทางไหลของกระแสจาก Source

สมการแมกซ์เวลล์ (Maxwell 's equation) จะได้ว่า

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = \vec{\nabla} \cdot \vec{E} = \rho = 0 \quad (1)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = 0 \quad (2)$$

ได้ว่า

$$\vec{E} = -\vec{\nabla} V \quad (3)$$

แทน (3) ใน (1)

$$\bar{\nabla} \cdot (-\bar{\nabla}V) = 0$$

ได้

$$\nabla^2 V = 0 \quad (4)$$

และ

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} = -\sigma \bar{\nabla}V \quad (5)$$

จาก cylindrical coordinate

$$\nabla^2 V = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial V}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 V}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 V}{\partial z^2} = 0 \quad (6)$$

$$\bar{\nabla}V = \hat{r} \frac{\partial V}{\partial r} + \hat{\theta} \frac{\partial V}{\partial \theta} + \hat{z} \frac{\partial V}{\partial z} = -\frac{\vec{j}}{\sigma} \quad (7)$$

จาก (7) เราได้ $V \neq V(z)$ และ $V \neq V(\theta)$ จาก เพราะ \vec{j} มีแต่ทิศของ r

จาก (7)

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial V}{\partial r} \right) = 0$$

ได้

$$r \frac{\partial V}{\partial r} = C \quad (8)$$

$$V = C \ln r$$

พิจารณาระแสไฟฟ้าไหลจากจุดกำเนิด (Source) ของแผ่นผลึกหนา b และ ให้กระแสส่วนครึ่งบนเท่ากับ I

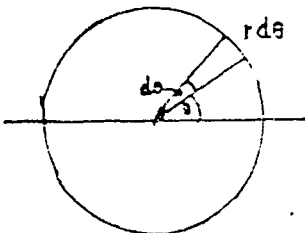
จาก (5) และ (8)

$$j = -\sigma \frac{C}{r} \hat{r}$$

$$2I = \int_0^{2\pi} -\sigma \frac{C}{r} \cdot r d\theta \cdot b$$

$$2I = -\sigma ab \cdot 2\pi \quad (9)$$

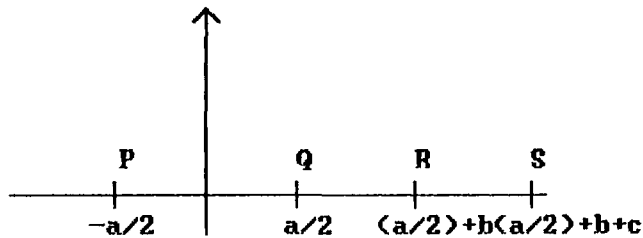
$$C = -\frac{I\rho}{\pi b} \quad (10)$$



แทน (10) ลงใน (8) ได้

$$V = -\frac{I\rho}{\pi b} \ln r$$

ถ้ามีกระแสเข้าจุด P และออกที่จุด Q ของผลึกรูป half plane ซึ่งมีความหนา b ดังรูป



รูปที่ ๗.๓ แสดงกระแสไหลเข้าจุด P และออกจากจุด Q เท่ากับ I

จะได้

$$V = -\frac{I\rho}{\pi b} \ln\left(r + \frac{a}{2}\right) + \frac{I\rho}{\pi b} \ln\left(r - \frac{a}{2}\right) \quad (11)$$

$$V = \frac{I\rho}{\pi b} \ln\left(\frac{r - \frac{a}{2}}{r + \frac{a}{2}}\right)$$

ดังนั้น

$$V_R = \frac{I\rho}{\pi b} \ln \frac{b}{a+b} \quad \left(r = \frac{a}{2} + b\right) \quad (12)$$

$$V_S = \frac{I\rho}{\pi b} \ln \frac{b+c}{a+b+c} \quad \left(r = \frac{a}{2} + b + c\right) \quad (13)$$

$$V_S - V_R = \frac{I\rho}{\pi b} \ln \frac{(b+c)(a+b)}{b(a+b+c)} \quad (14)$$

จาก

$$R_{PQ,RS} = \frac{V_S - V_R}{I_{PQ}} \quad (14)$$

$$R_{PQ,RS} = \frac{\rho}{\pi b} \ln \frac{(a+b)(b+c)}{b(a+b+c)} \quad (15)$$

ในทำนองเดียวกัน

$$R_{QR,SP} = \frac{\rho}{\pi b} \ln \frac{(a+b)(b+c)}{ca} \quad (16)$$

จาก (15)

$$\exp\left(\frac{-\pi b R_{PQ,RS}}{\rho}\right) = \frac{b(a+b+c)}{(a+b)(b+c)} \quad (17)$$

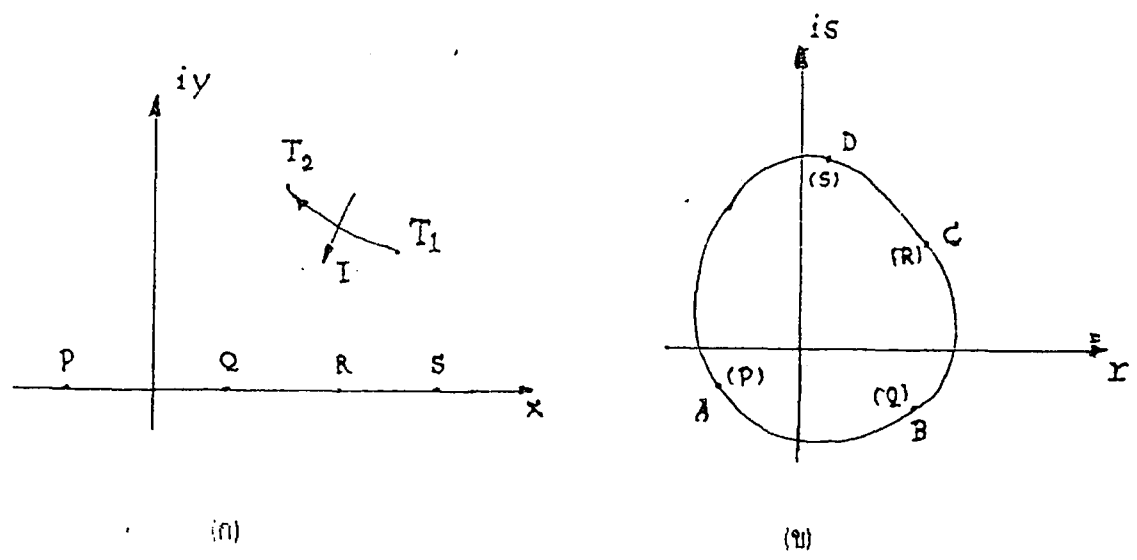
จาก (16)

$$\exp\left(\frac{-\pi b R_{QR,SP}}{\rho}\right) = \frac{ca}{(a+b)(b+c)} \quad (18)$$

(17)+(18)

$$\exp\left(\frac{-\pi b R_{PQ,RS}}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi b R_{QR,SP}}{\rho}\right) = \frac{ca + b(a+b+c)}{(a+b)(b+c)}$$

$$\exp\left(\frac{-\pi b R_{PQ,RS}}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi b R_{QR,SP}}{\rho}\right) = 1 \quad (19)$$



รูปที่ ๔. แสดงการ transform จากรูป (ก) เป็นรูป (ข)

ในกรณีที่ผลึกไม่ใช่แผ่นแบนใหญ่ที่มีขอบตรงดังรูป (ก) แต่เป็นแผ่นลักษณะดังรูป (ข)

ถ้าเราทราบ $V(x,y)$ ให้เป็น $V'(R,S)$ ซึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้าที่จุดต่างๆ ของผลึกในรูป (ข) ได้ตามต้องการ

ขอให้พิจารณาระนาบเชิงซ้อน (x,y) เราอาจเขียนศักย์ไฟฟ้าเชิงซ้อน

$$\phi(z) = V(x, y) + v(x, y)i \tag{20}$$

โดย $\phi(z)$ เป็น analytic function ซึ่งมี $V(x,y)$ เป็นศักย์ไฟฟ้าที่จุดต่างๆ V และ v มีความสัมพันธ์ดังสมการ

$$\frac{\partial V}{\partial x} = \frac{\partial v}{\partial y} \quad \frac{\partial V}{\partial y} = -\frac{\partial v}{\partial x} \tag{21}$$

เราอาจพิสูจน์ได้ว่าแท้จริงเส้นโค้ง $v(x,y)$ คงที่ ก็คือทางเดินของกระแสในแผ่นผลึกนั่นเอง จากสมการข้างบนเราอาจหา $v(x,y)$ ได้จาก $V(x,y)$ ได้

พิจารณาจุด T_1 และ T_2 ในระนาบ x,y อาจพิสูจน์ได้ว่ากระแสที่ไหลผ่านแนว $T_1 T_2$ จากขวาไปซ้ายอาจเขียนได้เป็น

$$I_{T_1 T_2} = \frac{d^2}{\rho T_1} \int \left(-\frac{\partial v}{\partial x} dx + \frac{\partial v}{\partial y} dy \right) \quad (22)$$

โดยอาศัยสมการ (21) เราได้ว่า

$$\begin{aligned} I_{T_1 T_2} &= \frac{d^2}{\rho T_1} \int \left(-\frac{\partial v}{\partial x} dx + \frac{\partial v}{\partial y} dy \right) = \frac{d^2}{\rho T_1} \int dv \\ &= \frac{d^2}{\rho} [v(T_2) - v(T_1)] \end{aligned}$$

หรือ

$$\frac{\rho I_{T_1 T_2}}{d} = v(T_2) - v(T_1) \quad (23)$$

จากรูป (ก) ถ้าเราพิจารณาค่า v ตามแนวแกน x จาก $-\infty$ จนถึง $+\infty$ ทางซ้ายของจุด P ค่า v จะคงที่ แต่เมื่อผ่านจุด P ค่า v จะเพิ่มขึ้น $|\rho|/d$ และมีค่าคงที่ไปจนถึงจุด Q ซึ่งเมื่อผ่านจุดนี้ ค่า v จะลดลงเท่ากับ $|\rho|/d$ ทั้งนี้เพราะมีกระแส I เข้าและออกจากผลึกที่จุด P และจุด Q นั้นเอง

ตามทฤษฎีโดยอาศัย analytic function

$$t(z) = r(x, y) + s(x, y)i$$

เราอาจ transform เส้น $y=0$ ที่ขอบของผลึกในระนาบเชิงซ้อน x,y ให้กลายเป็นขอบของผลึกในระนาบ r,s (รูป ข) ในการนี้จุด P, Q, R, S จะกลายเป็น A, B, C, D และศักย์ไฟฟ้าเชิงซ้อน $\phi(z) = V(x, y) + iv(x, y)$ จะถูก transform กลายเป็น $\phi(z(t)) = V'(r, s) + iv'(r, s)$ ซึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้าเชิงซ้อนของผลึกในรูป (ข) ตามต้องการ

ถ้าเราพิจารณา v' ตามขอบของผลึกในทิศทวนเข็มนาฬิกา ค่าของ v' ตอนแรกจะคงที่ แต่เมื่อผ่านจุด A จะเพิ่มขึ้น $|\rho|/d$ และเมื่อผ่านจุด B จะลดลง $|\rho|/d$ เช่นในกรณีก่อน ในทำนองเดียวกันถ้ากระแส I' เข้าสู่ผลึกที่จุด A และออกจากผลึกที่จุด B เราอาจเลือกให้ $I'|\rho|/d' = |\rho|/d$ โดย ρ' และ d' เป็นสภาพต้านทานไฟฟ้าและความหนาของผลึกในระนาบ r, s ซึ่งจะได้ว่าความต่างศักย์ $V_D - V_C$ จะเท่ากับ $V_S - V_R$

เปรียบเทียบกับสมการข้างต้น (14) จะเห็นได้ว่าปริมาณ $(d/|\rho|)R_{AB,CD}$ ไม่เปลี่ยนแปลงโดย transformation นี้ ซึ่งเช่นเดียวกับสมการ $(d/|\rho|)R_{AB,CD}$ ดังนั้นสมการ (A) จะใช้ได้สำหรับผลึกรูปร่างดังในรูป (ข) หรือผลึกที่มีรูปร่างทุกชนิด

ภาคผนวก ง.
 โปรแกรมที่ใช้ในการหาค่าความต้านทานจาก
 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ที่วัดได้

```

program least_square;
uses crt;
var  sx,sy,sx2,sxy,sx3,sx4,sx2y,a,a0,a1,a2,c0,c1 : real;
    s,x,y,f:array [1..15] of real;
    ch,choice:char;
    i,n :integer;

procedure ins;
begin
  write('Enter number of point : ');readln(n);
  for i := 1 to n do
  begin
    write('          x['',i,''] : ');readln(x[i]);
    write('          f['',i,''] or y['',i,''] : ');readln(y[i]);
  end;
end;

procedure xy;
begin
  clrscr;
  write('x[i]          ');
  for i := 1 to n do write(x[i]:4:2,' ');
  writeln;
  write('y[i]          ');
  for i := 1 to n do write(y[i]:4:2,' ');
  writeln;
end;

procedure error;
begin
  writeln;
  writeln('          x[i]          y[i]          f(x[i])');
  for i:=1 to n do writeln(x[i],' ',y[i],' ',f[i],' ',y[i]-f[i]);
  write('Press ENTER to continue.....');
  readln;
end;

procedure linear;
begin
  xy;
  writeln;
  writeln('-----LEAST SQUARE : LINEAR-----');
  sx:=0;sy:=0;sx2:=0;sxy:=0;
  for i:= 1 to n do
  begin
    sx:=sx+x[i];
    sy:=sy+y[i];
    sx2:=sx2+(x[i]*x[i]);
    sxy:=sxy+(x[i]*y[i]);
  end;
  a0:=((sy*sx2)-(sx*sxy))/((n*sx2)-(sx*sx));
  a1:=((n*sxy)-(sx*sy))/((n*sx2)-(sx*sx));

```

```

writeln;
writeln('a0 is ',a0);writeln('a1 is ',a1);
if a0< 0 then writeln('Equation is F(x) = ',a1,' x ',a0) else
writeln('Equation is F(x) = ',a1,' x + ',a0);
for i:=1 to n do f[i]:=(a1*x[i])+a0;
error;
end;

procedure poly;
begin
  xy;
  writeln;
  writeln('-----LEAST SQUARE : POLYNOMIAL [ DEGREE 2 ]-----');
  sx:=0;sx2:=0;sx3:=0;sx4:=0;sxy:=0;sx2y:=0;sy:=0;
  for i:= 1 to n do
  begin
    sx:=sx+x[i];
    sy:=sy+y[i];
    sx2:=sx2+(x[i]*x[i]);
    sx3:=sx3+(x[i]*x[i]*x[i]);
    sx4:=sx4+(x[i]*x[i]*x[i]*x[i]);
    sxy:=sxy+(x[i]*y[i]);
    sx2y:=sx2y+(x[i]*x[i]*y[i]);
  end;
  a:=(n*sx2*sx4)+(sx*sx3*sx2)-(sx2*sx2*sx2)-(n*sx3*sx3);
  a0:=((sy*sx2*sx4)+(sx*sx3*sx2y)-(sx2y*sx2*sx2)-(sx3*sx3*sy))/a;
  a1:=((n*sxy*sx4)+(sy*sx3*sx2)-(sx2*sxy*sx2)-(sx2y*sx3*n))/a;
  a2:=((n*sx2*sx2y)+(sx*sxy*sx2)-(sx2*sx2*sy)-(sx3*sxy*n))/a;
  writeln;
  writeln('a0 is ',a0);writeln('a1 is ',a1);writeln('a2 is ',a2);
  if a1<0 then
  writeln('Equation is F(x) = ',a0,a1,' x + ',a2,' x^2');
  if a2<0 then
  writeln('Equation is F(x) = ',a0,' + ',a1,' x ',a2,' x^2');
  if (a1<0) and (a2<0) then
  writeln('Equation is F(x) = ',a0,' ',a1,' x ',a2,' x^2');
  if (a1>0) and (a2>0) then
  begin
    writeln('Equation is ');
    writeln('F(x) = ',a0,' + ',a1,' x + ',a2,' x^2');
  end;
  for i:= 1 to n do f[i]:=a0+(a1*x[i])+(a2*(x[i]*x[i]));
  error;
end;

procedure expo;
begin
  xy;
  writeln;
  writeln('-----LEAST SQUARE : EXPONENTIAL-----');
  for i:=1 to n do s[i]:= ln(y[i]);
  sx:=0;sy:=0;sx2:=0;sxy:=0;
  for i:= 1 to n do
  begin
    sx:=sx+x[i];
    sy:=sy+s[i];
    sx2:=sx2+(x[i]*x[i]);
    sxy:=sxy+(x[i]*s[i]);
  end;
  c0:=((sy*sx2)-(sx*sxy))/((n*sx2)-(sx*sx));
  c1:=((n*sxy)-(sx*sy))/((n*sx2)-(sx*sx));

```

```

a0:=exp(c0);
a1:=c1;
writeln;
writeln('a0 is ',a0);writeln('a1 is ',a1);
writeln('Equation is F(x) = ',a0,'exp[',a1,'x]');
for i:= 1 to n do f[i]:=a0*exp(a1*x[i]);
error;
end;

procedure menu;
begin
  repeat
    writeln('WHICH TYPE OF LEAST SQUARE DO YOU WANT TO USE TO INTERPOL');
    writeln('1. Linear');
    writeln('2. Polynomial');
    writeln('3. Exponential');
    writeln('4. Exit');
    repeat
      write('Choose one which you want : ');readln(ch);
    until (ch='1') or (ch='2') or (ch='3') or (ch='4');
    case ch of
      '1': linear;
      '2': poly;
      '3': expo;
    end;
  until ch = '4';
end;

{-----main-----}
begin
  repeat
    clrscr;
    ins;
    menu;
    repeat
      write('Are you sure?(Y/N)');choice:=upcase(readkey);
    until (choice='Y') or (choice='N');
  until choice='Y';
end.

```

ตารางแสดงผลการทดลองการหาค่าความต้านทานและค่าความถูกต้องของสารตัวอย่าง

In₂O₃

| I _{ab} (mA) | V _{cd} (mV) | I _{bc} (mA) | V _{da} (mV) | R _{ab,cd} (ohm-cm) | R _{bc,da} (ohm-cm) | Correlation factor | |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| | | | | | | I _{ab} & V _{cd} | I _{bc} & V _{da} |
| 5 | 9.48 | 5 | 14.62 | 2.01k | 2.89k | 0.999578748 | 0.99923283 |
| 10 | 21.21 | 10 | 30.96 | | | | |
| 15 | 30.74 | 15 | 45.52 | | | | |
| 20 | 42.33 | 20 | 58.64 | | | | |
| 25 | 53.07 | 25 | 72.87 | | | | |
| 30 | 62.37 | | | | | | |
| 35 | 70.86 | | | | | | |
| 40 | 82.44 | | | | | | |
| 45 | 90.96 | | | | | | |
| 50 | 101.18 | | | | | | |
| 55 | 111.97 | | | | | | |

In₂O₃ : Sn 0.5%

| I _{ab} (mA) | V _{cd} (mV) | I _{bc} (mA) | V _{da} (mV) | R _{ab,cd} (ohm-cm) | R _{bc,da} (ohm-cm) | Correlation factor | |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| | | | | | | I _{ab} & V _{cd} | I _{bc} & V _{da} |
| 10 | 0.12 | 10 | 0.21 | 12.236 | 15.216 | 0.999772214 | 0.999391418 |
| 20 | 0.24 | 20 | 0.33 | | | | |
| 30 | 0.35 | 30 | 0.47 | | | | |
| 40 | 0.47 | 40 | 0.64 | | | | |
| 50 | 0.60 | 50 | 0.78 | | | | |
| 60 | 0.73 | 60 | 0.93 | | | | |
| 70 | 0.84 | 70 | 1.10 | | | | |
| 80 | 0.97 | 80 | 1.24 | | | | |

In_2O_3 : Sn 3%

| I _{ab} (mA) | V _{cd} (mV) | I _{bc} (mA) | V _{da} (mV) | R _{ab,cd} (ohm-cm) | R _{bc,da} (ohm-cm) | Correlation factor | |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| | | | | | | I _{ab} & V _{cd} | I _{bc} & V _{da} |
| 0.25 | 0.00 | 0.25 | 0.00 | 32.70m | 32.95m | 0.991460134 | 0.994871626 |
| 0.5 | 0.01 | 0.5 | 0.01 | | | | |
| 0.75 | 0.02 | 0.75 | 0.02 | | | | |
| 1 | 0.03 | 1 | 0.25 | | | | |
| 1.25 | 0.03 | 1.25 | 0.03 | | | | |
| 1.5 | 0.04 | 1.5 | 0.04 | | | | |
| 1.75 | 0.05 | 1.75 | 0.05 | | | | |
| 2 | 0.06 | 2 | 0.06 | | | | |

In_2O_3 : Sn 5%

| I _{ab} (mA) | V _{cd} (mV) | I _{bc} (mA) | V _{da} (mV) | R _{ab,cd} (ohm-cm) | R _{bc,da} (ohm-cm) | Correlation factor | |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| | | | | | | I _{ab} & V _{cd} | I _{bc} & V _{da} |
| 1.00 | 0.01 | 2.50 | 0.01 | 12.90m | 6.22m | 0.986606332 | 0.989099529 |
| 1.50 | 0.15 | 3.00 | 0.14 | | | | |
| 2.00 | 0.02 | 4.00 | 0.02 | | | | |
| 2.50 | 0.03 | 4.50 | 0.02 | | | | |
| 3.00 | 0.04 | 5.00 | 0.03 | | | | |
| 3.50 | 0.04 | 5.50 | 0.03 | | | | |
| 4.00 | 0.05 | 6.00 | 0.40 | | | | |
| 4.50 | 0.05 | | | | | | |

ภาคผนวก จ.

ตารางแสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ d จาก ASTM

 $(\text{In}_2\text{O}_3)80B$

| | | | | |
|---------------|------|------|------|------|
| $d\text{\AA}$ | 2.92 | 1.79 | 2.53 | 4.12 |
| $1/l_0$ | 100 | 35 | 30 | 14 |

System : Cubic

 $a_0 = 10.118$ $b_0 = 10.118$ $c_0 = 10.118$

Color : Pale yellow

| $d\text{\AA}$ | $1/l_0$ | hkl | $d\text{\AA}$ | $1/l_0$ | hkl |
|---------------|---------|---------|---------------|---------|-----|
| 4.13 | 14 | 211 | 1.403 | 2 | 640 |
| 2.921 | 100 | 222 | 1.377 | 4 | 721 |
| 2.704 | 2 | 321 | 1.352 | 2 | 642 |
| 2.529 | 30 | 400 | 1.285 | 4 | 732 |
| 2.385 | 8 | 411 | 1.265 | 4 | 800 |
| 2.262 | 2 | 420 | 1.246 | 4 | 811 |
| 2.157 | 6 | 332 | 1.227 | 2 | 820 |
| 2.066 | 2 | 422 | 1.209 | 4 | 653 |
| 1.984 | 10 | 431 | 1.192 | 2 | 822 |
| 1.848 | 4 | 521 | 1.1762 | 4 | 831 |
| 1.788 | 35 | 440 | 1.1606 | 6 | 662 |
| 1.735 | 4 | 530,433 | 1.1456 | <1 | 752 |
| 1.686 | 2 | 600 | 1.1312 | 4 | 840 |
| 1.641 | 6 | 611 | 1.1173 | 2 | 833 |
| 1.600 | 2 | 620 | 1.1040 | 2 | 842 |
| 1.561 | 4 | 541 | 1.0911 | 2 | 921 |
| 1.525 | 25 | 622 | 1.0786 | <1 | 664 |
| 1.492 | 6 | 631 | 1.0665 | 2 | 851 |
| 1.460 | 6 | 444 | 1.0436 | 2 | 932 |
| 1.431 | 2 | 543 | 1.0327 | 4 | 844 |

(SnO)₁₆O

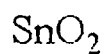
| | | | | |
|---------------|------|------|------|------|
| $d\text{\AA}$ | 3.12 | 1.86 | 2.78 | 5.56 |
| l/l_0 | 100 | 60 | 40 | 10 |

System : Orthorhombic

$$a_0 = 5.00 \quad b_0 = 5.72 \quad c_0 = 11.2$$

$$D_x = 5.63$$

| $d\text{\AA}$ | l/l_0 | hkl | $d\text{\AA}$ | l/l_0 | hkl |
|---------------|---------|-----|---------------|---------|---------|
| 5.56 | 10 | 002 | 1.662 | 20 | 116 |
| 3.71 | 10 | 102 | 1.610 | 20 | 133 |
| 3.58 | 30 | 111 | 1.540 | 30 | 312 |
| 3.12 | 100 | 112 | 1.429 | 40 | 040 |
| 2.86 | 20 | 020 | 1.393 | 20 | 008,042 |
| 2.78 | 40 | 004 | 1.342 | 10 | 043 |
| 2.50 | 30 | 200 | 1.251 | 20 | 400 |
| 2.25 | 20 | 023 | 1.239 | 20 | - |
| 1.994 | 10 | 024 | 1.213 | 20 | - |
| 1.888 | 20 | 220 | 1.183 | 20 | - |
| 1.857 | 60 | 204 | 1.141 | 30 | - |
| 1.773 | 40 | 130 | 1.095 | 30 | - |
| 1.681 | 30 | 223 | 1.028 | 10 | - |



| | | | | |
|-----------------|------|------|------|------|
| $d \text{ \AA}$ | 3.35 | 2.64 | 1.77 | 3.35 |
| l/l_0 | 100 | 80 | 65 | 100 |

System : Tetragonal

$$a_0 = 4.738 \text{ \AA} \quad c_0 = 3.188 \text{ \AA}$$

$$D_x = 6.995$$

Color : white

| $d \text{ \AA}$ | l/l_0 | hkl | $d \text{ \AA}$ | l/l_0 | hkl |
|-----------------|---------|-----|-----------------|---------|-----|
| 3.35 | 100 | 110 | 1.081 | 8 | 411 |
| 2.646 | 30 | 101 | 1.059 | 4 | 420 |
| 2.369 | 25 | 200 | 1.036 | 4 | 103 |
| 2.309 | 6 | 111 | 0.9505 | 8 | 402 |
| 2.120 | 2 | 210 | 0.9291 | 4 | 510 |
| 1.765 | 65 | 211 | 0.9143 | 4 | 332 |
| 1.675 | 18 | 220 | 0.9081 | 8 | 501 |
| 1.593 | 8 | 002 | 0.8819 | 8 | 422 |
| 1.498 | 14 | 310 | 0.8814 | 6 | 303 |
| 1.439 | 18 | 112 | 0.8480 | 6 | 521 |
| 1.415 | 16 | 301 | 0.8375 | 2 | 440 |
| 1.322 | 8 | 202 | 0.8261 | 4 | 323 |
| 1.215 | 12 | 321 | 0.8125 | 2 | 530 |
| 1.184 | 4 | 400 | 0.8026 | 6 | 512 |
| 1.155 | 8 | 222 | | | |
| 1.117 | 4 | 330 | | | |
| 1.092 | 8 | 312 | | | |

ภาคผนวก จ.

ขั้นตอนการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์

วิธีการเปิดเครื่อง XRD (x-ray diffractometer)

1. ยก out out ที่กำแพงด้านหลังเครื่องขึ้นทั้งสองตัว (จาก off เป็น on)
2. ดูน้ำในถังเครื่องทำน้ำเย็นซึ่งตั้งอยู่นอกห้อง ปกติระดับน้ำในถังจะพอดีกับขั้วบนทูนส์เหลือง ถ้าระดับน้ำลดลงให้เติมน้ำกลั่นให้ระดับพอดีกับขั้วบนทูนส์เหลือง แล้วปิดฝาดังน้ำให้สนิท
3. กดปุ่ม High voltage เมอร์ | เครื่อง XRD และเครื่องทำน้ำเย็นจะทำงานพร้อมกัน (ไฟที่ปุ่ม power บนเครื่อง XRD ที่แผงขวามือล่างซ้ายสุด และที่แผงซ้ายมือล่างซ้ายสุด จะติด)
4. กดปุ่ม High voltage เมอร์ | แล้วปล่อยมือช้า ๆ ไฟ x-ray on จะติด รอเวลาประมาณ 5 นาที เพื่อให้น้ำเย็น (เช็คอุณหภูมิที่มิเตอร์บนเครื่องทำน้ำเย็นตรง water from apparatus 1 และ water from apparatus 2 ไม่ควรสูงเกิน 22 °C และแรงดันของน้ำที่มิเตอร์ water pressure ควรอยู่ระหว่าง 2.5 - 4 bars)
5. กดปุ่ม control ตรง stop (แผงขวามือ) ไฟ start จะติด ตัวเลขที่แผงหน้าปัด PW 1390 channel control จะเป็น 0
6. เอาตัวอย่าง (specimen) ใส่พร้อมปิดฝา chamber holder ให้สนิท
8. เพิ่ม mA ขึ้นไปที่ละขั้นจนถึง 30 (ไม่ควรเกิน 30) Max. เมื่อ kV*mA ไม่มากกว่า 2,000
9. กด shutter ที่แผงซ้ายปุ่มบน และที่แผงซ้ายปุ่มล่าง เบอร์ 4 หมายเลข 1 กดพร้อมกัน ไฟที่ shutter open จะติด (เป็นการนำ x-ray เข้าสู่ chamber)
10. scan peak ดูว่า out of scale หรือไม่ก่อน scan จะต้องปลดคัลลิกซ์ก่อนทุกครั้ง (คัลลิกซ์หรือตัวล๊อคเอียงไปทางขวาเสมอ ขณะหันหน้าเข้าหาเครื่อง)
11. เมื่อ scan แล้ว out of scale ให้ปรับ range เช่น จาก 10^2 เป็น $10^2 * 2$ หรือจาก 10^3 เป็น $10^3 * 2$ หรือ $10^3 * 4$ เป็นต้น
12. check ปากกา PM 8203 single pen recorder ว่าอยู่ตรงเส้นกราฟหรือไม่ โดยกดปุ่ม recorder แผงขวามือที่ CAL ถ้าไม่ตรงให้ปรับแต่งที่ปุ่ม chart drive ด้านซ้ายมือแผงซ้ายสุด
13. ตั้งมุม 2θ ที่ต้องการโดยปรับปากกา PM 8203 single pen recorder และปรับ detector ให้มุม 2θ ตรงกัน และอยู่บนเส้นกราฟเดียวกัน

14. สั่งให้เครื่องทำงาน (run) โดยมีมือซ้ายจับที่ปุ่ม chart drive อยู่ด้านขวาของกระดาษกราฟ ผลักจาก EXT มาที่ INT มือขวาจับที่คัตซ์ผลักจากขวามาซ้ายทำพร้อมกัน (เพื่อให้ detector และกระดาษกราฟทำงานพร้อมกัน)

15. check การทำงานของ PM 8203 single pen recorder & detector ว่าเดินพร้อมกันหรือไม่ ถ้าช้า หรือเร็วต่างกันให้ปรับที่ปุ่ม chart drive ด้านซ้ายมือ แฉงซ้ายมือให้ทั้งสองจุดทำงานพร้อมกันมิฉะนั้นจะ error

16. เมื่อเครื่องทำงานแล้วผลการตรวจสอบที่ได้สำหรับสารแต่ละชนิดจะมีลักษณะเป็นกราฟเฉพาะตัว ซึ่งในแต่ละรูปกราฟจะให้ค่ายอดคลื่นหลายค่าที่แสดงว่าระนาบการสะท้อนของผลึก (d) หลายค่าด้วย โดยคำนวณจากสมการของแบรกก์ ตามหัวข้อ 4.2.1

17. นำค่า d ที่คำนวณได้จากยอดคลื่นต่าง ๆ จากกราฟของสารแต่ละชนิดไปทำการเปรียบเทียบกับชุดของค่า d มาตรฐาน ASTM (American Society for Testing Material) ถ้าได้ค่า d ที่สอดคล้องกับค่า d มาตรฐาน ก็ทำให้สามารถทราบได้ว่าสารที่ได้นั้นเป็นสารที่ต้องการหรือไม่

18. ถ้าหากค่า d ที่ได้ไม่สอดคล้องกับชุดของค่า d มาตรฐานก็แสดงว่าสารที่เตรียมนั้นไม่ถูก จึงต้องทำการเตรียมชิ้นใหม่

วิธีเปลี่ยนตัวอย่าง

1. กด shutter แฉงล่างซ้ายเบอร์ 4 หมายเลข 0 ไฟ shutter open จะปิด (ปิด x-ray)
2. เปิดฝา chamber holder ออก (หมุนทวนเข็มนาฬิกาครึ่งรอบเบา ๆ แล้วดึงฝาออก)
3. เอาตัวอย่าง (specimen) ที่ run แล้วออก เอาตัวอย่าง (specimen) ใหม่ใส่เข้าไปแทนที่
4. ปิดฝา chamber holder เบา ๆ เวลาปิดใส่เฟือง lock ให้ตรงร่อง อย่าฝืน ไม่ต้องออกแรงมาก
5. เปิด x-ray โดยกด shutter ที่แฉงซ้ายปุ่มบน และกด shutter ที่แฉงซ้ายปุ่มล่างเบอร์ 4 หมายเลข 1 พร้อมกันไฟที่ขั้วรังสีตรง shutter open จะติด เป็นการนำ x-ray เข้าสู่ chamber
6. ตั้งมุม 2θ ที่ต้องการโดยปรับปากกา PM 8203 single pen recorder และปรับ detector ให้มุม 2θ ตรงกัน และอยู่บนเส้นกราฟเดียวกัน
7. สั่งให้เครื่องทำงาน (run) มือซ้ายจับปุ่ม chart drive แฉงซ้ายผลักจากซ้ายไปขวา (จาก EXT ไป INT) มือขวาจับคัตซ์ (คั่น lock) ผลักจากขวามาซ้าย ทำพร้อมกัน

วิธีปิดเครื่อง XRD

1. ปิด x-ray (กด shutter แผงล่างซ้ายเบอร์ 4 หมายเลข 0 ไฟที่ shutter open จะดับ)

ปลดคัลซ์และ chart drive ขวามือ

2. ลด mA ทวนเข็มนาฬิกาช้า ๆ ลงต่ำสุด
3. ลด kV ทวนเข็มนาฬิกาช้า ๆ ลงต่ำสุด
4. ยกปากกา PM 8203 single pen recorder ขึ้น ใส่ปลอกปิดกันหมึกแห้ง
5. scan detector กลับมาอยู่ที่ 2θ 9 องศา
6. รอ 5 นาที high voltage และปุ่ม main หมายเลข 0 เครื่องจะดับ
7. เอาตัวอย่าง (specimen) ออก
8. ดึง cut out ที่กำแพงด้านหลังเครื่องลงทั้ง 2 ตัว (อยู่ที่ off)