

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของสารตัวนำยวดยิ่ง



ชื่อผู้เขียน นางสาวกศวัต สุขอนันต์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เสาวณีย์	รัตน์พานี่	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร.นิกร	มังกรทอง	กรรมการ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายสุรีย์	เหลียวเรืองรัตน์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมสารตัวนำยวดยิ่งระบบ Bi-Ca-Sr-Cu-O โดยวิธีปฏิบัติของแข็งและวิธีตกตะกอนร่วมกัน สำหรับการเตรียมสารโดยวิธีปฏิบัติของแข็งเป็นการนำสารตั้งต้น Bi_2O_3 , CaCO_3 , SrCO_3 และ CuO มาบดผสมกันแล้วทำการเผาผงสารผสมที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอัดเป็นเม็ดแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 879°C 25-30 นาที และที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 4-8 วัน และเผาที่อุณหภูมิ 860°C อีกเป็นเวลา 2 วัน แล้วทำให้สารเย็นลงอย่างรวดเร็วในไนโตรเจนเหลว ส่วนการเตรียมสารโดยวิธีตกตะกอนร่วมกันนั้นได้เตรียมสารตั้งต้นในรูปของสารละลายไนเตรตของบิสมีท์ แคลเซียม สทรอนเซียม และทองแดงโดยใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวตกตะกอน แล้วทำการตกตะกอนที่ pH 2 ซึ่งเป็น pH ที่เหมาะสมในการตกตะกอนร่วมกันของสาร นำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 550°C 12 ชั่วโมง เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 830°C ก่อนแล้วจึงทำการลดอุณหภูมิลงจนถึง 800°C เผาที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จาก

นั้นนำมาอัดเป็นเม็ดแล้วนำไปเผาในช่วงอุณหภูมิ 850–870 °C ที่เวลาต่าง ๆ ขึ้นอยู่กับสารที่เตรียมแล้วทำให้สารเย็นลงอย่างรวดเร็วในไนโตรเจนเหลว

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธีไปหาอุณหภูมิวิกฤตโดยวิธี Four-Point-Probe พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งมี T_c zero 86 K ส่วนสารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยวิธีตกตะกอนร่วมกัน มี T_c zero 88 K จากการศึกษาโครงสร้างของสารโดยใช้วิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งมีค่าพารามิเตอร์แลตทิซ $a = 5.41 \text{ \AA}$ $b = 27.23 \text{ \AA}$ $c = 30.95 \text{ \AA}$ ส่วนสารตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมกันมีค่าพารามิเตอร์แลตทิซ $a = 5.31 \text{ \AA}$ $b = 28.25 \text{ \AA}$ $c = 30.52 \text{ \AA}$ แสดงว่าสารที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบออร์โทโรมบิกเพอรอฟสไกต์

เมื่อนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุโดยหาปริมาณของบิสมัทด้วยวิธี Gravimetry แคลเซียม สหرونเซียม และทองแดง ด้วยวิธี Atomic Absorption Spectroscopy พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งมีอัตราส่วนอะตอมของธาตุต่าง ๆ เป็น $\text{Bi}_{1.92} \text{Ca}_{1.00} \text{Sr}_{1.58} \text{Cu}_{1.83}$ ส่วนสารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยวิธีตกตะกอนร่วมกันมีอัตราส่วนอะตอมของธาตุต่าง ๆ เป็น $\text{Bi}_{2.10} \text{Ca}_{1.00} \text{Sr}_{1.90} \text{Cu}_{1.90}$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Preparation and Characterization of $\text{Bi}_2\text{CaSr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{9-x}$
Superconductor

Author Miss Pakavadee Sukanan

M.S. Chemistry

Examining Committee :

Assist. Prof. Dr. Saowanee Rattanaphanee Chairman

Assoc. Prof. Dr. Nikorn Mangkorntong Member

Assist. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath Member

Abstract

Samples of Bi-Ca-Sr-Cu-O were prepared by two methods, namely solid-state reaction and coprecipitation. In the solid-state reaction method, Bi_2O_3 , CaCO_3 , SrCO_3 and CuO were mixed and ground together thoroughly, then calcined at 800°C for 12 hours and later pressed into pellets. Each pellet sample was sintered at 879°C for 25-30 minutes then at 850°C for 4-8 days, and finally at 860°C for 2 days. The sintered sample was quenched rapidly in liquid nitrogen. Preparation by the coprecipitation method was carried out using nitrate solutions of bismuth, calcium, strontium and copper as starting materials

with oxalic acid added as a precipitant. The most suitable pH for coprecipitation was 2. The precipitate was calcined at 550°C for 12 hours and heated to a temperature of 830°C. The temperature was then adjusted to 800°C and heating continued for a further 12 hours. Each pellet sample obtained by this method sintered at various temperatures ranging from 850- 870°C for different times depending upon the sample. Rapid quenching of the sample was carried out using liquid nitrogen.

The T_c zero for both types of samples, solid-state reaction and coprecipitation, were determined by a Four-Point-Probe technique and found to be 86 K and 88 K respectively. X-ray powder diffraction showed the lattice parameters to be $a = 5.41 \text{ \AA}$ $b = 27.23 \text{ \AA}$ $c = 30.95 \text{ \AA}$ for the solid-state reaction sample and $a = 5.31 \text{ \AA}$ $b = 28.25 \text{ \AA}$ $c = 30.52 \text{ \AA}$ for the coprecipitation sample. From these parameters, it is considered that the crystal structures of the samples are all orthorhombic perovskite.

Bismuth contents were determined by a gravimetric method, while those of calcium, strontium and copper were determined by atomic absorption spectroscopy. The results indicated a composition of $\text{Bi}_{1.92} \text{Ca}_{1.00} \text{Sr}_{1.58} \text{Cu}_{1.83}$ for the solid-state reaction samples and $\text{Bi}_{2.10} \text{Ca}_{1.00} \text{Sr}_{1.90} \text{Cu}_{1.90}$ for those from coprecipitation.