

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญตาราง	ญ
สารบัญภาพ	ฎ
รายการอักษรย่อ	ตม
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ประวัติของสารตัวนำวดยิ่ง	2
1.2 สมบัติของสารตัวนำวดยิ่ง	6
1.2.1 ความต้านทานไฟฟ้า	6
1.2.2 ความจุความร้อนจำเพาะ	6
1.2.3 ปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก	6
1.2.4 สภาพการนำความร้อน	6
1.2.5 ปรากฏการณ์ไมส์เนอร์	6
1.2.6 การเกิดกระแสไหลวนตลอดเวลา	7
1.3 การจำแนกสารตัวนำวดยิ่ง	7
1.4 ทฤษฎีที่ใช้อธิบายปรากฏการณ์ทางไฟฟ้าของสารตัวนำวดยิ่ง	7
1.5 การเตรียมสารตัวนำวดยิ่ง	8
1.6 เทคนิคการวิเคราะห์สารตัวนำวดยิ่ง	10
1.6.1 การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว บิสมัท และทองแดงด้วยเทคนิค โวลแทมเมทรี (Voltammetry)	10
1.6.2 การวิเคราะห์ปริมาณ ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดงในสารตัวนำวดยิ่งโดยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตเมทรี (Atomic absorption spectrophotometry)	14

	หน้า
1.6.3 การวิเคราะห์โครงสร้างของสารตัวนำยวดยิ่ง โดย การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X – Ray diffraction)	17
1.6.4 วิเคราะห์คุณภาพของสารตัวนำยวดยิ่ง โดยวิธีอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตเมทรี (Infrared Spectrophotometry)	18
1.6.5 เครื่องฟูริเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT – IR)	19
1.7 วัตถุประสงค์ของการทำวิจัย	21
บทที่ 2 การทดลอง	
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	22
2.2 สารเคมี	24
2.3 การเตรียมสารตัวนำยวดยิ่งโดยวิธีระเหยแห้ง (Evaporation to dryness) ระบบบิสมาท	24
2.3.1 การระเหยแห้ง	25
2.3.2 กระบวนการ Heat treatment	25
2.4 การศึกษาสมบัติเฉพาะของสารตัวนำยวดยิ่ง	27
2.4.1 การทดสอบปรากฏการณ์ไมสเนอร์ (Meissner effect)	27
2.4.2 การวัดความต้านทานเพื่อหาอุณหภูมิวิกฤตของสารตัวนำยวดยิ่ง ที่เตรียมได้ โดยวิธี Four-point probe	27
2.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมขึ้น	28
2.5.1 การเตรียม stock solution ของสารละลายตัวอย่าง	28
2.5.2 การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ในสารตัวนำยวดยิ่งโดยเทคนิค อะตอมมิกแอบซอร์พ ชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	28
2.5.3 การวิเคราะห์หาปริมาณ ตะกั่ว บิสมาท และ ทองแดง ใน สารตัวนำยวดยิ่ง โดยเทคนิคสทริปปิงโวลแทมเมทรี	28
2.5.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตัวอย่างโดยเทคนิค ฟูริเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectrometry ; FT-IR)	30

	หน้า
2.5.5 การศึกษาโครงสร้างของสารตัวอย่างโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray diffraction)	31
บทที่ 3 ผลการทดลอง	
3.1 ผลการเตรียมและผลการวัดคุณสมบัติของสารตัวนำยิ่งยวดที่ได้	32
3.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของสารตัวนำยิ่งยวดที่เตรียมได้	37
3.2.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	37
3.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดงโดยเทคนิค โวลแทมเมทรีด้วยโหมดดิฟเฟอร์เรนเชียลพัลส์แอนโนดิกสทริปปิง โวลแทมเมทรี	40
3.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของสารตัวนำยิ่งยวดด้วยเทคนิค	59
3.2.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตัวอย่างโดยเทคนิค ฟูรีเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี	64
บทที่ 4 วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง	
4.1 วิจารณ์ผลการทดลอง	69
4.1.1 การเตรียมสารละลายและการระเหยแห้ง	69
4.1.2 การเผาผง	69
4.1.3 การเผาเม็ด	70
4.1.4 การทดสอบปรากฏการณ์ไมส์เนอร์และวัดค่าอุณหภูมิวิกฤต ของสารตัวนำยิ่งยวด	70
4.1.5 การศึกษาปริมาณตะกั่วที่เติมลงไปแทนที่บิสมัทในสารตัวนำ ยิ่งยวดระบบ Bi-Ca-Sr-Cu อัตราส่วน 2 : 2 : 2 : 3	71
4.1.6 การวิเคราะห์ ธาตุ ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวนำยิ่งยวดที่เตรียมขึ้นโดยเทคนิค อะตอมมิกแอบซอร์ปชัน สเปกโทรโฟโตเมทรี	74
4.1.7 การวิเคราะห์ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง ที่เป็นองค์ประกอบ ในสารตัวนำยิ่งยวดที่เตรียมขึ้นโดยเทคนิคสทริปปิงโวลแทมเมทรี	75

	หน้า
4.1.8 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมขึ้น โดยเทคนิค ฟลูออโรทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี	78
4.1.9 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมขึ้น โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	80
4.2 สรุปผลการทดลอง	81
4.3 ข้อเสนอแนะ	81
เอกสารอ้างอิง	84
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก	
ก1. การเตรียม Stock solution ของสารตั้งต้นในการเตรียมสารตัวนำยวดยิ่ง	89
ก2. การเตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะ Pb, Ca, Sr, และ Cu 50 ml จากสารละลายมาตรฐาน 1000 ppm เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน	90
ก3. Conditions ของ Atomic Absorption Spectrophotometer	90
ภาคผนวก ข	
ข1. ผังการเตรียมสารตัวนำยวดยิ่งโดยวิธี Evaporation to dryness	91
ประวัติผู้เขียน	92

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 ประวัติการค้นพบสารตัวนำยวดยิ่งและอุณหภูมิวิกฤต (Critical temperature)	3
1.2 การเตรียมสารตัวนำยวดยิ่งวิธีต่างๆ	9
2.1 รายละเอียดของสารเคมีต่างๆ	24
2.2 อัตราส่วนต่างๆของสารตัวนำยวดยิ่งระบบ Bi-Pb-Ca-Sr-Cu	25
3.1 ปฏิกิริยาการหนีไมสเนอร์และผลการวัดความต้านทานหาอุณหภูมิวิกฤต โดยวิธี Four-point probe	33
3.2 ค่าการดูดกลืนแสง และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ซึ่งวัดโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พ ชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	37
3.3 เปอร์เซ็นต์การกลับคืนของ ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ในสารตัวอย่างมาตรฐาน และความแม่นยำของเครื่องมือ ซึ่งวัดโดยวิธี อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	38
3.4 ค่าการดูดกลืนแสง และปริมาณเป็นกรัมของ ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดง ใน 0.1000 กรัม สารละลายสารตัวนำยวดยิ่ง 14 ตัวอย่าง ซึ่งวัดโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	39
3.5 ผลการวิเคราะห์หาค่าจำนวนโมลของ ตะกั่ว แคลเซียม สทรอนเซียม และ ทองแดงที่เป็นองค์ประกอบหลักใน 0.1000 กรัม ของตัวอย่างสารตัวนำ ยวดยิ่ง 14 ตัวอย่าง ซึ่งวัดโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี	40
3.6 เปอร์เซ็นต์การกลับคืนและความแม่นยำของเครื่องมือในการวิเคราะห์ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง ในสารตัวอย่างมาตรฐาน โดยวิธีสทริปปิงโวลแทมเมทรี	46
3.7 ผลการวัดกระแสไฟฟ้าของตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง ในสารละลายสาร ตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมได้ 14 ตัวอย่าง โดยวิธีสทริปปิงโวลแทมเมทรี	47
3.8 ความเข้มข้นและจำนวนโมลของ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง ในสาร ละลายตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมได้ 14 ตัวอย่าง โดยวิธีสทริปปิงโวลแทมเมทรี	52

ตาราง	หน้า
3.9 ข้อมูล Bragg's angle (2θ), d-spacing และ Miller indices ของสารตัวนำยวดยิ่ง Bi-Pb-Ca-Sr-Cu-O อัตราส่วน 1.8:0.2:2:2:3 โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	59
3.10 Wave number ; ν และ Peak identify ของสารตัวอย่าง ซึ่งวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยเทคนิคฟูริเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี	64
4.1 ผลของอัตราส่วนของ Bi : Pb ที่มีผลต่อค่า T_c ในสารตัวนำยวดยิ่งระบบ Bi-Ca-Sr-Cu ที่มีอัตราส่วนโดยโมลเป็น 2223 เปรียบเทียบกับผลการทำปัญหาพิเศษของเสนีย์ในระดับปริญญาตรี 2450 ซึ่งเตรียมสารโดยวิธีระเหยแห้งและการค้นคว้าอิสระเชิงวิทยานิพนธ์ปี 2543 ของภัทรารักษ์ จันทวรรณชาติ ⁴² ซึ่งเตรียมสารโดยวิธีซอล-เจล โดยใช้เตาเผาสารและเครื่องมือวัดความต้านทานเพื่อหาอุณหภูมิวิกฤตเครื่องเดียวกัน	72
4.2 เปรียบเทียบวิธีเตรียมและค่าอุณหภูมิวิกฤตในสารตัวนำยวดยิ่งที่พบในรายงานที่ผ่านมาและที่ได้เตรียมขึ้นในงานวิจัย	73
4.3 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โลหะที่เป็นองค์ประกอบใน 0.1000 กรัม สารตัวนำยวดยิ่งระบบบิสมาทที่เตรียมได้โดยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี (AAS) และเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมทรี (DPASV)	78

สารบัญภาพ

รูป	หน้า
1.1 ปฏิกิริยาการเกิดไมสเนอร์ (ก) และ การเกิดกระแสไหลวนตลอดเวลา (ข)	2
1.2 การเกิด Resonance ระหว่างอะตอมทองแดงในสารตัวนำยวดยิ่งอุณหภูมิวิกฤตสูง	8
1.3 โพลาริแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้า ที่ให้เข้าไปเทียบกับ SCE (Reference electrode)	10
1.4 ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (ก) และดิฟเฟอเรนเชียลโพลาริแกรม (ข)	12
1.5 สหรีปิงโวลแทมโมแกรม ของ ตะกั่ว บิสมีท์ และทองแดง	14
1.6 เบอร์เนอร์ และ ฟรีนุมาติกเนบิวไลเซอร์	16
1.7 Block diagram ของเครื่องอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์	19
1.8 Single beam fourier transform infrared spectrophotometer	20
2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือต่างๆ	23
2.2 กราฟแสดงการเผาผงสาร (calcine)	26
2.3 กราฟแสดงการเผาเม็ดสาร (sinter)	26
2.4 Four-point probe	28
3.1 ปฏิกิริยาการเกิดไมสเนอร์	32
3.2 กราฟแสดงผลการวัดอุณหภูมิวิกฤตของสารตัวอย่างอัตราส่วนที่ 1-6	34
3.3 กราฟแสดงผลการวัดอุณหภูมิวิกฤตของสารตัวอย่างอัตราส่วนที่ 7-12	35
3.4 กราฟแสดงผลการวัดอุณหภูมิวิกฤตของสารตัวอย่างอัตราส่วนที่ 13-16	36
3.5 Standard calibration curve ของ Pb (ก), Ca (ข), Sr (ค) และ Cu (ง)	38
3.6 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างมาตรฐานของ ตะกั่ว บิสมีท์ และ ทองแดง	41
3.7 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 1	41
3.8 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 2	42
3.9 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 3	42
3.10 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 4	42
3.11 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 5	43
3.12 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 6	43

รูป	หน้า
3.13 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 7	43
3.14 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 8	44
3.15 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 9	44
3.16 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 10	44
3.17 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 11	45
3.18 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 12	45
3.19 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 13	45
3.20 โวลแทมโมแกรมของสารตัวอย่างที่ 14	46
3.21 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 1-3	53
3.22 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 4-6	54
3.23 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 7-9	55
3.24 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 10-11	56
3.25 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 12-14	57
3.26 กราฟมาตรฐานของ ทองแดง บิสมัท และ ตะกั่ว ของสารตัวอย่างที่ 14	58
3.27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่างที่ของสารตัวอย่างที่ 1-4	60
3.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่างที่ของสารตัวอย่างที่ 5-8	61
3.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่างที่ของสารตัวอย่างที่ 9-12	62
3.30 รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่างที่ของสารตัวอย่างที่ 13-14	63
3.31 IR peak ของสารตัวอย่างที่ 1-4	65
3.32 IR peak ของสารตัวอย่างที่ 5-8	66
3.33 IR peak ของสารตัวอย่างที่ 9-12	67
3.34 IR peak ของสารตัวอย่างที่ 13-14	68
4.1 พิกัดศักย์ไฟฟ้าครึ่งคลื่น ของ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง กรณีที่ใช้ 1 M KNO_3 หรือ 1 M HNO_3 เป็นอิเล็กโทรไลต์ช่วย	77
4.2 พิกัดศักย์ไฟฟ้าครึ่งคลื่น ของ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง กรณีที่ใช้ 1 M NaOAc Buffer pH 4.6 เป็นอิเล็กโทรไลต์ช่วยและใช้ ความสูงของพัลส์ 50 mV	77

รูป	หน้า
4.3 พิกัดกึ่งไฟฟ้าครึ่งคลื่น ของ ตะกั่ว บิสมัท และ ทองแดง กรณีที่ใช้ 1 M NaOAc Buffer pH 4.6 เป็นอิเล็กโทรไลต์ช่วยและใช้ ความสูงของพัลส์ 20 mV	77
4.4 IR พิกที่ได้จากการวัด PbO	79
4.5 IR พิกที่ได้จากการวัด CaO	80

รายการอักษรย่อ

atm	บรรยากาศ
A°	องศาตรอม
A	แอมแปร์
°C	องศาเซลเซียส
eV	อิเล็กตรอนโวลต์
g	กรัม
hrs	ชั่วโมง
K	เคลวิน
ml	มิลลิลิตร
mV	มิลลิโวลต์
mS	มิลลิวินาที
nA	นาโนแอมป์
mΩ	มิลลิโอห์ม
μ	ไมโครลิตร
T _c	อุณหภูมิวิกฤต
tons/cm ²	ตันต่อตารางเซนติเมตร
DPASV	Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry
HMDE	Hanging mercury drop Electrode
U.meas	Measurement voltage
t.pulse	Pulse time
U.ampl	Pulse amplitude
AAS	Atomic Absorption Spectrophotometry
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometry
XRD	X-ray Diffraction Spectrophotometry
ppm	Part per million
ppb	Part per billion