

เสาวณีรัตน์พานิช¹, วิจิตร รัตนพานิช¹ และ สายสุนีย์ เหลือวงเรืองรัตน์²

S. Rattanaphani¹, Vichir Rattanaphani¹, S. Liawrungrath²

¹School of Chemistry, Institute of Science, Suranaree University of Technology, Nakhonrachasima, Thailand.

²Department of Chemistry, Water Research Center (WRC), Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50202, Thailand

บทคัดย่อ: ได้ทำการศึกษาการปรับปรุง สมบัติความนำยวดยิ่งของสารตัวนำยวดยิ่งระบบบิสมัท Bi-2223 โดยใช้วิธีเตรียมทางเคมีแบบเปียก วิธีนี้เป็นการเตรียมสารตัวนำยวดยิ่ง Bi-2223 โดยวิธีซอล-เจล ในสารตัวกลาง กรดอะซิติก-แอมโมเนีย และมีการแทนที่บางส่วนของ Bi ด้วย Pb เพื่อให้ได้สารตัวนำยวดยิ่งที่มีสูตรทั่วไปเป็น $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ หลังจากการเผาผงที่ 800°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และการเผาเม็ดที่ 850°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และที่ 845°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ตามด้วยการลดอุณหภูมิอย่างช้า ๆ จนถึงอุณหภูมิห้อง ได้ทำการศึกษาสมบัติความนำยวดยิ่งของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมขึ้นโดยอาศัยการวัดค่าอุณหภูมิวิกฤตและปรากฏการณ์ของสารนั้น ๆ พบว่าสารตัวนำยวดยิ่งที่มีสูตร $\text{Bi}_{1.5}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ให้ค่าอุณหภูมิวิกฤตสูงที่สุดที่อุณหภูมิ 108.5 K และแสดงให้เห็นปรากฏการณ์ ไมสเนอร์ที่แรงที่สุด ได้ทำการวิเคราะห์ทางองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมขึ้นอีกด้วย

Abstract: Improvement of the superconductivity of the superconductor of the bismuth system Bi-2223 was investigated by using wet chemical method. The method involved preparation of the superconductor, Bi-2223 by sol-gel method in an acetic acid-ammonia medium and particle substitution of Bi with varying mole of Pb to obtain the superconductors with the general formula of $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$. After calcined at 800°C for 5 hours and sintering at 850°C for 24 hours and 845°C for 48 hours followed by slowly decreasing in temperature to room temperature the prepared superconductors were cooled to room temperature, then superconducting properties were characterized by measurement of their T_c values and Meissner's effect. It was evident that the superconductor with the formula $\text{Bi}_{1.5}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ provided the highest T_c value at 108.5 K and the most prominent Meissner's effect. Analysis of the chemical constituents of the prepared superconductors were also presented.

Methodology: Superconductors Bi-2223 and $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ were prepared using $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}$, $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ as starting materials, the starting materials were accurately weighed to make the desire mole ratio of Bi:Pb:Sr:Ca:Cu = 2-X:X:2:2:3 (where X=0, 0.2,...,n mole) $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ was dissolved in 30 ml acetic acid $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dissolved in 30 ml water and the rest compounds were rinses in 30 ml 28% ammonia solution. The samples mixed well with stirring until sol was obtained subsequently the pH were adjusted to 5.5 and the gel was obtained were calcined at 800°C for 5 hours and 845°C for 48 hrs followed by decreasing the temperature gradually until the temperature reduced to room temperature. The superconducting properties of the prepared samples were characterized by their T_c values and the Meissner's effect.

Result, Discussion and Conclusion: The improvement in the superconductivity of the prepared super conductor, Bi-223 could be achieved by means of sol-gel method in an acetic acid-ammonia solution. The enhancement in the superconductivity of the proposed superconductor by the recommended method might be due to the more uniformity of the distribution of the mixed oxide resulting in the single phase. Partial substitution of the mixed oxide resulting in the single phase. Partial substitution of Bi with various moles (0.02-0.7 moles) of Pb showed that the superconductor $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ($x = 0.5$) exhibited the highest T_c of 108.5 K and the strongest Meissner's effect. Results were demonstrated in Table 1.

Table 1. Mole ration of the composition optimum heat treatment and superconducting properties of the superconductors prepared by sol-gel method.

Sample code	Mole ratio Bi:Pb:Sr:Ca:Cu	Temp($^\circ\text{C}$) and time (hr) for heat treatment			Meissner's effect	T_c onset (K)	T_c (K)
		Calcining	Sintering				
			Step 1	Step 2			
1	2 : 0 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Week	88.5	81.3
2	1.8 : 0.2 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Strong	116.7	105.9
3	1.7 : 0.2 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Strong	117.1	106.5
4	1.6 : 0.4 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Week	121.4	104.3
5	1.5 : 0.5 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Strong	120.3	108.5
6	1.4 : 0.6 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Nd	Nd	Nd
7	1.3 : 0.7 : 2 : 2 : 3	800 $^\circ\text{C}$ for 5 hrs	850 $^\circ\text{C}$ /24 hrs	845 $^\circ\text{C}$ /48 hrs	Nd	Nd	Nd

Nd = not detected

References: (1) L.F. Admaiai, M. Ruwet, P. Grange and P. Delmon, *J. mat. Sci.*, **32**(1997)2745-2752.

(2) N.V. Desai, L.A. Ekal, D.D. Shivagan and S.H. Pawar, *Indian Academy of Sciences*, **23**(2000)51-54

Keyword: Sol-gel method, Superconductivity, Br 2223 , Pb substitution