

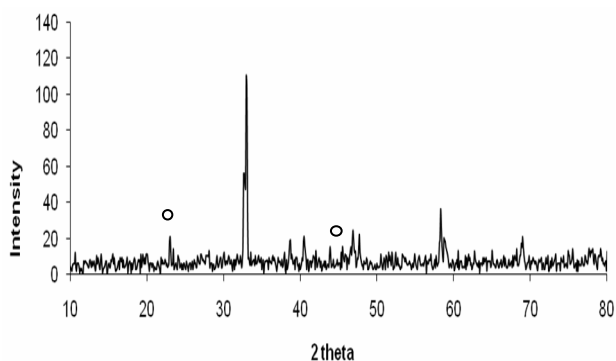
YBCO

MahboobehTayebtaher@yahoo.com :

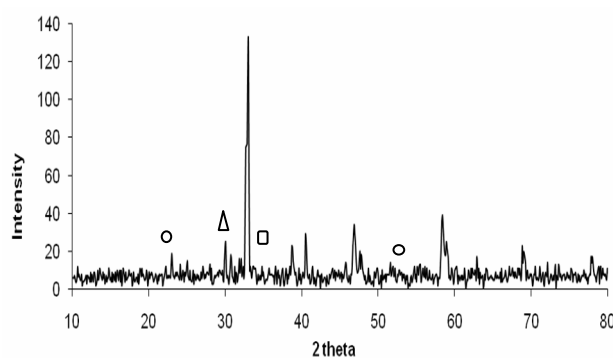


سیتریک، یک اسید سه ظرفیتی است که در محیط اسیدی، با ظرفیت یک شرکت می‌کند و یون‌های H_2Cit^- در محلول غالب می‌باشند. پیوند این یون با باریم بسیار ضعیف بوده و کمپلکسی با ثابت تشکیل پایین تولید می‌کند. در نتیجه مقدار زیادی یون‌های باریم در محلول، به صورت یون‌های آزاد وجود دارند که با تبخیر آب، رسوب نیترات باریم تشکیل می‌دهند. بنابراین برای از بین بردن رسوب pH محلول افزایش داده می‌شود [۴]. که در اثر آن یون‌های باریم کمپلکس‌های بسیار پایدارتری تشکیل می‌دهند و مقدار رسوب، کاهش می‌یابد. در تحقیق حاضر با استفاده از نیترات باریم، نیترات مس و نیترات ایتیریم نانو ذرات ابررسانای ایکو به روش ترکیبی سل-ژل،

روش واکنش حالت جامد برای ساخت ابررساناهای سرامیکی استفاده می‌شود. دو مشکل عمده، همگنی ضعیف و تخلخل بالای نمونه‌های کلوخه شده از معایب آن به شمار می‌رود [۱]. روش سل-ژل در جهت رفع این مشکلات، توجه زیادی را در ساخت ابررسانا به خود جلب کرده است. از مزایای این روش، کنترل خوب استوکیومتری مواد، تهیه محصولات با خلوص بالا و تهیه ذرات همگن‌تر با اندازه کمتر از میکرومتر است [۲]. در این روش از نمک‌های نیترات فلزات با خلوص بالا و یک اسید آلی معمولاً اسید سیتریک، به عنوان حلال استفاده می‌شود تا یون‌های NO_3^- حاصل از نیترات فلزات خارج شوند [۳]. اسید



شکل ۲. الگوی XRD نمونه برای سل با $\text{pH}=7$ ، که در دمای 88° درجه سانتیگراد پخت شده است.



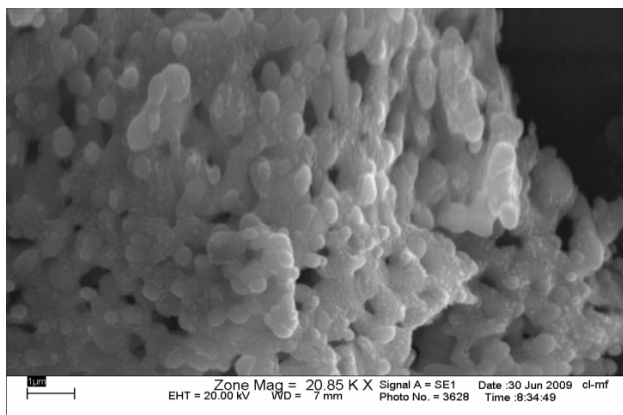
شکل ۱. الگوی XRD نمونه برای سل با $\text{pH}=5$ که در دمای 88° درجه سانتیگراد پخت شده است.

آسیاب شدند. نمونه‌ها برای مدت ۵ ساعت در دمای 88° درجه سانتیگراد حرارت دهی شد. سپس نمونه‌ها دوباره به طور جداگانه آسیاب شدند سپس به منظور بررسی اثر دمای پخت، پودر حاصل از نمونه تهیه شده با $\text{pH}=7$ به سه قسمت تقسیم شد و این نمونه‌ها در کوره با آهنگ یکسان 6° درجه در دقیقه به ترتیب به دماهای 80° ، 88° ، 95° رسانده شد و سپس نمونه‌ها در مدت زمان یکسان ۵ ساعت در دماهای مذکور حرارت دهی شدند. سپس نمونه‌ها در همان دما از کوره خارج شده و به طور جداگانه در هاون آسیاب شدند.

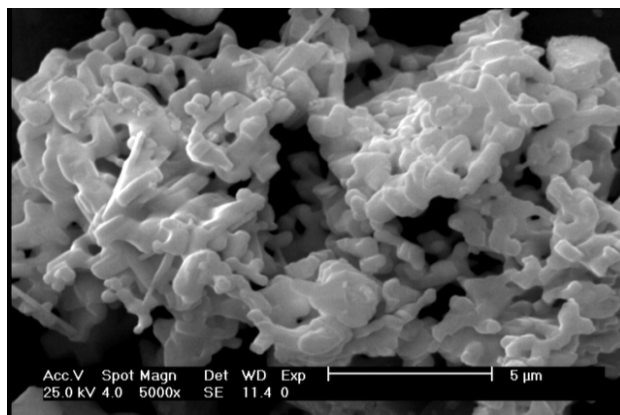
به منظور تعیین ساختار نمونه‌های به دست آمده از سل‌های با pH متفاوت، طیف پراش XRD این محصولات تهیه و مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۱، طیف پراش اشعه X، برای نمونه سنتز شده در دمای 88° درجه سانتیگراد با $\text{pH}=5$ و شکل ۲، طیف پراش اشعه X، برای نمونه سنتز شده در دمای 88° درجه سانتیگراد با $\text{pH}=7$ را نشان می‌دهند. در طیف پراش XRD نماد \circ معرف BaCO_3 ، نماد Δ معرف $\text{Y}(211)$ و نماد \square معرف Y_2O_3 می‌باشد. با مقایسه شکل‌های ۱ و ۲ با طیف استاندارد YBCO، ملاحظه می‌گردد که فاز ابررسانای ایبکو برای هر دو مقدار pH تشکیل شده ولی در آنها اثراتی از فازهای ناخالصی BaCO_3 ، $\text{Y}(211)$ و Y_2O_3 مشاهده می‌شود. برای نمونه با $\text{pH}=7$ فاز ابررسانای ایبکو با خلوص بیشتری تشکیل شده و در طیف

احتراقی ساخته شد. اثر تغییر pH در محلول نمک‌ها و اثر تغییر دمای پخت بر روی سل با $\text{pH}=7$ روی اندازه دانه‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و بررسی ترکیب نانو ذرات از طریق طیف اشعه X (XRD) بررسی شد.

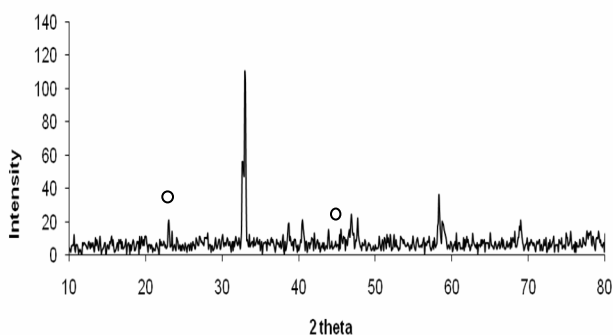
برای تهیه ابررسانای YBCO به روش ترکیبی سل - ژل احتراقی، از نمک‌های نیترات مس ۳، آب، نیترات ایتریوم ۶، آب، نیترات باریوم و اسید سیتریک به عنوان ماده‌های اولیه استفاده شد. پس از توزین دقیق مواد به مقدار مناسب، آنها به طور جداگانه در آب مقطر حل شدند و سپس با یکدیگر مخلوط شدند. مخلوط حاصل در یک ارلن دو دهانه ریخته شد و بر روی یک همزن مغناطیسی در حین هم خوردن تا 80° درجه سانتیگراد حرارت داده شد. پس از مدتی رسوب سفید نیترات باریوم در محلول آبی رنگ مشاهده شد، با اضافه کردن هیدروکسید آمونیوم pH محلول افزایش داده شد و به این طریق دو محلول یکی با $\text{pH}=5$ ، و دیگری با $\text{pH}=7$ تهیه شد. با افزایش pH میزان رسوب کاهش و رنگ آبی محلول تیره شد. با ادامه حرارت دهی محلول‌ها تا دمای 80° درجه سانتیگراد در حین هم خوردن، با تبخیر آب سل به ژل تبدیل شد. در این زمان دمای محلول تا 250° درجه سانتیگراد افزایش داده شد. ژل در اثر احتراق (سوختن خود به خودی) حجیم شد و پودر سیاه - قهوه‌ای به وجود آمد. نمونه‌ها در هاون، به طور جداگانه



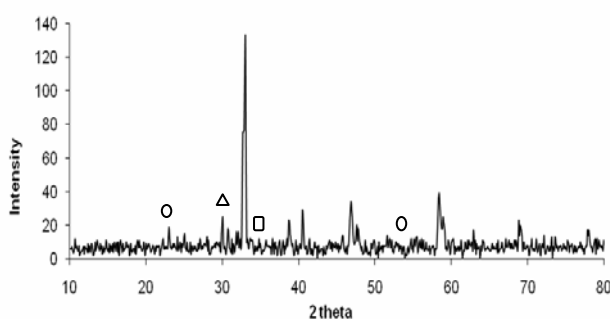
شکل ۴. تصویر SEM نانو ذرات ابررسانای ائیکو برای سل با $\text{pH}=5$ پخت شده در دمای 880°C سانتیگراد.



شکل ۳. تصویر SEM نانو ذرات ابررسانای ائیکو برای سل با $\text{pH}=5$ پخت شده در دمای 880°C سانتیگراد.



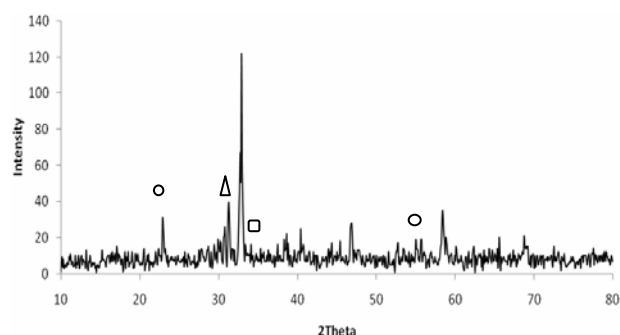
شکل ۶. الگوی XRD نمونه پخت شده در دمای 880°C سانتیگراد.



شکل ۵. الگوی XRD نمونه پخت شده در دمای 800°C سانتیگراد.

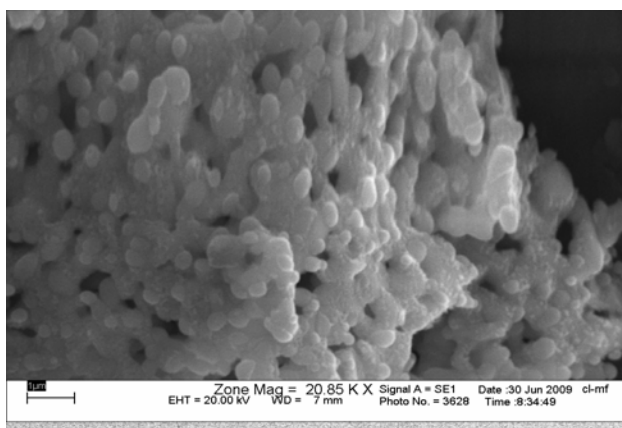
ساعت پخت شده است را نشان می‌دهد. با توجه به مقیاس داده شده روی تصاویر، اندازه میانگین ذرات پخت شده برای سل با $\text{pH}=5$ ، 500 نانومتر و برای سل با $\text{pH}=7$ ، 200 نانومتر اندازه‌گیری شد. نتایج نشان داد که pH سل می‌تواند در کنترل اندازه ذرات و دانه‌ای بودن آنها مؤثر باشد. به طوری که افزایش pH باعث کاهش اندازه ذرات و دانه‌ای‌تر شدن آنها می‌شود.

به منظورتعیین ساختار نمونه‌های به دست آمده از تغییر دمای پخت بر روی پودر حاصل از نمونه تهیه شده با $\text{pH}=7$ ، طیف پراش XRD این محصولات تهیه و مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۵، ۶ و ۷ به ترتیب طیف XRD نمونه‌های پخت شده در دمای 800°C ، 880°C و 950°C سانتیگراد به مدت زمان ۵ ساعت را نشان می‌دهند. ملاحظه می‌گردد که در تمام دماها فاز ائیکو تشکیل شده است. در نمونه پخت شده در دمای 800°C درجه سانتیگراد (شکل ۵)، اثراتی از فازهای ناخالصی BaCO_3

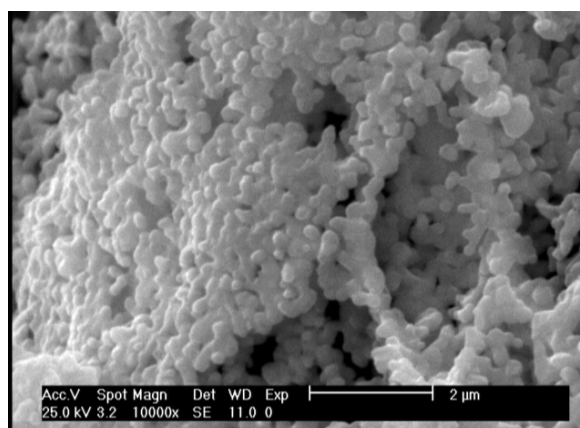


شکل ۷. الگوی XRD نمونه پخت شده در دمای 950°C سانتیگراد.

آن فقط ناخالصی کمی مربوط به BaCO_3 مشاهده می‌شود. با مقایسه شکل‌های ۱ و ۲، نمونه پخت شده در دمای 880°C درجه سانتیگراد با سل $\text{pH}=7$ با ناخالصی کمتر، مناسب‌تر برای بررسی اثرات حرارتی انتخاب شد. شکل ۳ و ۴ به ترتیب تصاویر SEM نانوذرات ابررسانای ائیکو برای سل با $\text{pH}=5$ و سل با $\text{pH}=7$ که در دمای 880°C سانتیگراد به مدت ۵



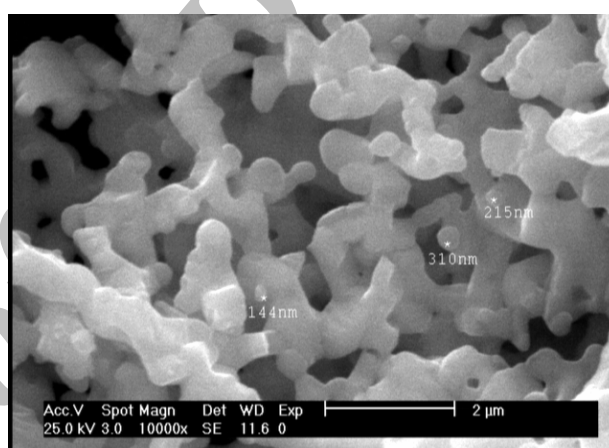
شکل ۹. تصویر SEM نمونه پخت شده در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد.



شکل ۸. تصویر SEM نمونه سنتز شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد.

داد که دمای پخت می‌تواند در کنترل اندازه ذرات و دانه‌ای بودن آنها مؤثر باشد. به طوری که کاهش دما باعث کاهش اندازه ذرات و دانه‌ای تر شدن آنها می‌شود.

در این تحقیق نانو ذرات ابررسانای ایبکو با اندازه متوسط ۱۰۰ نانومتر ساخته شد. نتایج به دست آمده مبنی بر این است که افزایش pH در خلوص فاز ابررسانای ایبکو و همچنین اندازه ذرات این ابررسانا مؤثر می‌باشد. با استفاده از بررسی‌های اشعه X و تصاویر SEM نمونه پخت شده در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد با pH=۷ دارای خلوص بهتری بوده و قله‌های مربوط به $Y(123)$ با شدت بیشتری مشاهده شد. اندازه ذرات این نمونه در حدود ۲۰۰ نانومتر اندازه‌گیری شد. همچنین نتایج به دست آمده برای بررسی اثر دمای پخت نشان می‌دهد که دمای پخت می‌تواند در اندازه نانو ذرات مؤثر باشد. با استفاده از بررسی‌های XRD و تصاویر SEM می‌توان نتیجه گرفت که نمونه پخت شده در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد خلوص بیشتری نسبت به دو نمونه سنتز شده در دمای ۸۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتیگراد داشته در حالی که نمونه پخت شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد دارای ذرات ریزتری با اندازه در حدود ۱۰۰ نانومتر می‌باشد. پس دمای پخت نیز پارامتری است که در کنترل اندازه ذرات ابررسانا می‌تواند نقش مؤثری داشته باشد.



شکل ۱۰. تصویر SEM نمونه پخت شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد.

در نمونه پخت شده در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد (شکل ۶) اثرات ناخالصی $BaCO_3$ در نمونه پخت شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد (شکل ۷) نیز اثرات فازهای ناخالصی $BaCO_3$ ، $Y(211)$ و Y_2O_3 مشاهده می‌شود. با مقایسه شکل‌های ۵، ۶ و ۷ خالص‌ترین نمونه، نمونه سنتز شده در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد می‌باشد.

شکل‌های ۸، ۹ و ۱۰ به ترتیب تصاویر SEM نانو ذرات ابررسانای ایبکو در دماهای ۸۰۰، ۸۸۰ و ۹۵۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهند. با توجه به مقیاس داده شده روی تصاویر، اندازه میانگین ذرات پخت شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، ۱۰۰ نانومتر، در دمای ۸۸۰ درجه سانتیگراد ۲۰۰ نانومتر و در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد ۴۰۰ نانومتر می‌باشد. نتایج نشان

3. X Li, V Agarwal, M Liu, W S Reesjr, *J. Mater. Res.* **5**, 11(2000)2393-2399.
4. M Ragabi, *Ph. D. Thesis*, University of Manchester (1990).
1. R S Liu, W N Wang, C T Chang and P T Wu, *J. Appl. Phys* (1989) L2155-L215.
2. H K. Lee, H C Kwon, I S Kim and J C Park, *J. Appl. Phys.* **63**, 2(1988) 568.

Archive of SID