

## ساخت و بررسی ابررسانا گرم بر پایه بیسموت

حبیب حمیدی نژاد\*

گروه فیزیک، واحد قائم شهر، دانشگاه آزاد اسلامی، قائم شهر، ایران

محمد صالحی

گروه فیزیک، واحد قائم شهر، دانشگاه آزاد اسلامی، قائم شهر، ایران

### چکیده

در این مقاله علاوه بر توضیح چگونگی ساخت نمونه های ابررسانای گرم بر پایه بیسموت با فرمول عمومی  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$  ( $n = 1, 2, 3$ ) تاثیر پارامترهای مختلف سنتز همچون دما و زمان تکلیس، فشار لازم برای تهیه نمونه ها، همچنین دما و زمان کلوخه سازی در نمونه های مختلف را مورد بررسی قرار می دهیم. مطالعات XRD روی نمونه ها و اندازه گیری الکتریکی دمای بحرانی و پهنای گذار تائیدی بر حضور توام دو فاز ۲۲۱۲ و ۲۲۲۳ در نمونه ها می باشد که با تغییر پارامترهای ساخت می توان این نسبت را تغییر داد. ساخت نمونه ها در دانشگاه تبریز، اندازه گیری الکتریکی در دانشگاه صنعتی شریف و XRD در سازمان زمین شناسی غرب کشور انجام شد.

واژه های کلیدی: ابر رسانا، بیسموت، زمان تکلیس، کلوخه سازی

\* عنخده دار مکاتبات

مقدمه:

پس از کشف ابرسانایی، کوششهای فراوانی برای یافتن عناصر و ترکیبات ابرسانا با دمای بحرانی بالا انجام گرفت. در اواخر سال ۱۹۸۶ نمونه هایی از ابرسانا بر پایه  $La-Sr-Cu-O$  با دمای گذار  $40\text{K}$  تهیه گشت. پس از آن گذار بالاتر از  $80\text{K}$  در سیستم  $Y-Ba-Cu-O$  مشاهده شد<sup>(۱)</sup> و گزارشهایی درباره ابرسانای جدید در سیستمهای  $Bi-Sr-Ca-Cu-O$  با دمای گذار تا  $110\text{K}$  و در  $Tl-Ba-Ca-Cu-O$  با دمای گذار بالای  $120\text{K}$  انتشار یافت<sup>(۲)</sup>. در سیستمهای  $Bi-Sr-Ca-Cu-O$  همزمان دو فاز ابرسانا با دمای گذار بالا مشاهده می شود. فاز  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$  ( $2223$ ) و فاز  $Ba_2Sr_2Ca_1Cu_2O_8$  ( $2212$ ) که به ترتیب دارای دماهای گذار  $110\text{K}$  و  $85\text{K}$  می باشند<sup>(۳)</sup>. در  $2212$  لایه های دو تایی و در  $2223$  لایه های سه تایی اکسید مس وجود دارد. لایه های اکسید مس بیشتر دمای گذار را بالا می برد بنابراین با افزایش درصد فاز  $2223$  نسبت به  $2212$  نمونه هایی با دمای گذار بالاتر خواهیم داشت<sup>(۴)</sup>. ما در این کار، چند ترکیب بر پایه بیسموت دارای دمای بحرانی بالاتر از نقطه جوش نیتروژن مایع تهیه کرده و این دمای بحرانی را اندازه گرفته ایم. علاوه بر این با مطالعات XRD و اندازه گیری پارامترهای بلوری تاثیر عوامل ساخت برنسبت دو فاز را بررسی نموده ایم.

روش تهیه نمونه ها:

برای تهیه نمونه ها از روش واکنش حالت جامد استفاده شد. ابتدا پودر  $CaCo_3$ ،  $SrCo_3$ ،  $Bi_2O_3$  و  $CuO$  هر کدام با درجه خلوص  $99/99\%$  را تا دمای  $940^\circ\text{C}$  خشک نمودیم. پس از توزین پودرها با دقت  $0/1(\text{mg})$  در همان حالت خشک آنها را مخلوط کرده و سپس این مخلوط را با حضور ایزو پروپیل الکل - به عنوان چسباننده - با هاون آسیاب کردیم. استفاده از ایزو پروپیل الکل باعث می شود که مخلوط همگن تری از مواد اولیه فراهم شود و این مواد در حین واکنشهای حالت جامد، ذوب نشده و فرایندها در همان حالت جامد انجام شوند. هر چه مخلوط اولیه همگن تر باشد واکنش سریعتر به فاز ابرسانا می رسد. بعد از اینکه مخلوط به دست آمده خوب خشک شد، آن را دوباره می سائیم تا عمل اختلاط بهبود یابد. سپس مخلوط را تحت فشارهای  $1$  تا  $3$  تن بر سانتیمتر مربع به شکل قرصهایی به ضخامت  $1$  تا  $2$  میلی متر تبدیل می کنیم. قرصهای تهیه شده باید در چند مرحله تحت تاثیر عملیات حرارتی تکلیس و کلوخه سازی قرار گیرند.

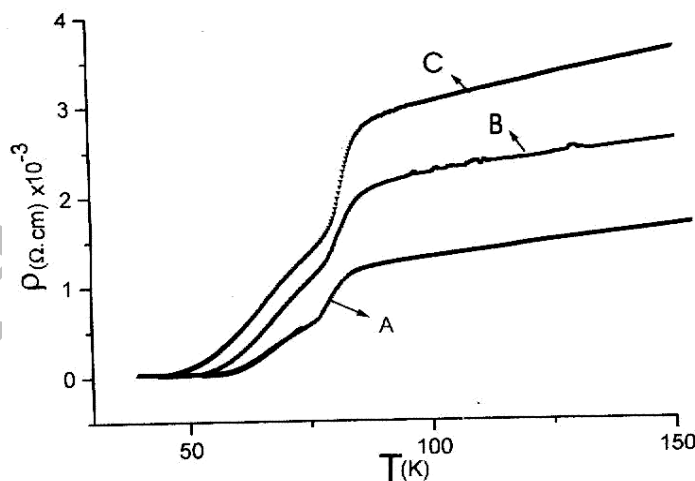
مرحله تکلیس توسط کوره الکتریکی با محفظه مکعبی در هوا با فشار یک اتمسفر انجام می شود. در این مرحله ابتدا دمای کوره را در هر ده دقیقه  $10$  درجه سانتی گراد بالا می بریم تا به  $300$  درجه سانتی گراد برسد، سپس در هر  $3$  دقیقه  $5$  درجه سانتی گراد دمای آن را افزایش می دهیم تا به دمای  $820-810$  درجه سانتی گراد برسد. تکلیس باعث انحلال گرمایی می شود، به طوری که ابتدا در دماهای پایین آب و در دماهای بالاتر

اکسیژن و گازهای  $CO_2$  از مواد خارج می شود. نمونه ها در دمای مورد نظرا از ۱۶ تا ۲۰ ساعت نگه داشته می شوند و بعد از این مدت دمای کوره را به همان ترتیبی که بالا بردیم، پایین می آوریم. مرحله کلوخه سازی مهمترین مرحله ساخت نمونه های ابررسانا است. در واقع در این مرحله است که فاز ابر رسانایی و سلولهای واحد ارتورمبیک ایجاد می شود. کلوخه سازی توده سرامیکی باعث می شود که خلل و فرج توده های سرامیکی حذف شود. در این مرحله ابتدا تراکم مکانیکی بین ذرات منجر به حرکت سطح دانه ها شده و بدون چروکیدگی و انقباض توده ها کانال هایی بین دانه ها ایجاد می شود که سبب خروج گازهای گیر افتاده در میان دانه ها می شود و در نهایت انقباض توده ها با نو آرایی ذرات و تشکیل سرامیک همراه است.

نتایج تجربی:

#### ۱- اندازه گیریهای الکتریکی

دمایی که در آن مقاومت ویژه الکتریکی یک ابررسانا صفر می شود دمای بحرانی ابررسانا نامیده می شود. برای اندازه گیری مقاومت ویژه الکتریکی بر حسب دما یعنی  $\rho(T)$  از روش چهار میله ای استفاده شد تا مقاومت سیمها حذف گردد. در این روش چهار اتصال برای اندازه گیری مقاومت ویژه لازم است و باید نمونه ها را به صورت مکعب مستطیل در آورد. به این منظور یک قطعه مکعب مستطیل از داخل قرصها برش دادیم. مقاومت الکتریکی کلیه نمونه ها با استفاده از جریانی در حد میلی آمپر اندازه گیری شد که نمودارهای مربوطه در شکل ۱ آورده شده اند.



شکل ۱: منحنی های دمای گذار

همانطور که در شکل ۱ دیده می شود مقاومت ویژه شروع گذار، دمای گذار و پهنای گذار نمونه ها متفاوت می باشد که به روند ساخت نمونه ها مربوط است. مشخصه های ساخت و پارامترهای اندازه گیری شده در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱- مشخصه های ساخت

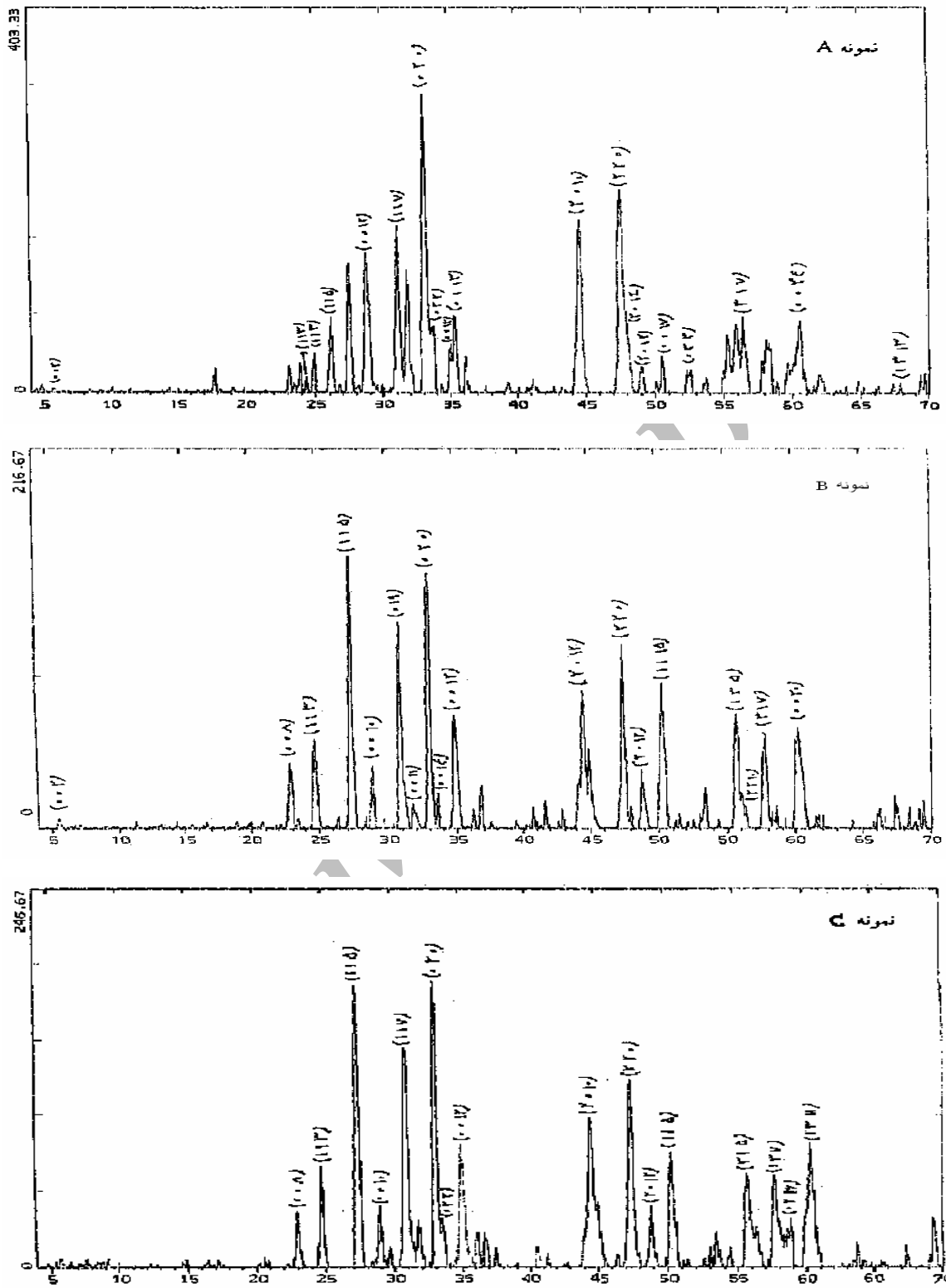
نمونه	دمای تکلیس	زمان تکلیس	فشار	دمای کلوخه سازی	زمان کلوخه سازی	دمای شروع گذار	پهنای گذار
A	۸۲۰	۱۸	۲	۸۵۵	۷۲	۳۵/۸۷	۵۳/۳۱
B	۸۱۰	۱۶	۳	۸۳۰	۸۵	۳۹/۸۹	۴۹/۳۷
C	۸۱۵	۳۰/۱۸	۱	۸۴۵	۶۵	۳۳/۹۰	۶۱/۴۴

## ۲- بررسی نقشه های پراش پرتو

شناسایی قله های مربوط به هر فاز، با استفاده از مقادیر **d** داده شده مربوط به شاخصهای میلر و همچنین زاویه  $2\theta$  به دست آمده از نقشه های پراش، انجام می شود. هیچ یک از قله های مربوط به مواد اولیه در طیف پرتو **X** نمونه های ساخته شده وجود ندارد. بررسی نقشه پراش در مورد فازهای **L** و **H** نشان می دهد که نسبت **H** به **L** تحت شرایط مختلف سنتز متغیر است. نقشه پراش نمونه های **A**، **B** و **C** نشان می دهد نسبت فاز **H** به **L** در نمونه **C** بیشتر از **B** و در نمونه **B** بیشتر از **A** است که منحنی مقاومت ویژه الکتریکی بر حسب دمای این نمونه ها (شکل ۱) نیز این مطلب را تایید می کند. ابعاد سلول واحد در هر دو فاز محاسبه گردیده و میانگین آنها در جدول زیر گزارش شده است.

جدول ۲- ابعاد سلول واحد

		A	B	C
فاز	a	۳۷۶/۵	۳۸۹/۵	۴۱۱/۵
H	b	۴۱۶/۵	۴۱۸/۵	۴۱۶/۵
	c	۱۸۴/۳۷	۲۹۶/۳۷	۸۳۲/۳۷
فاز	a	۳۹۳/۵	۴۲۵/۵	۴۳۲/۵
L	b	۴۰۲/۵	۳۹۸/۵	۴۱۱/۵
	c	۷۷۵/۳۰	۸۸۳/۳۰	۶۹۰/۳۰



شکل ۲- نقشه های پراش نمونه های A و B و C

## نتیجه گیری

- ۱- از بررسی منحنی های دمای گذار (شکل ۱) در می یابیم که مقاومت ویژه حالت رسانش، نرمال فلزی بوده و تا دمای شروع گذار به طور خطی با دما کاهش می یابد.
- ۲- دمای کلوخه سازی باید در یک بازه مشخص باشد. زیرا در دمای کمتر از آن ترکیب مواد به خوبی انجام نمی شود و دمای بیشتر از آن سبب ذوب شدن مواد و عدم واکنش در حالت جامد خواهد شد. با توجه به جدول ۱ افزایش دمای کلوخه سازی سبب کاهش پهنای گذار نمونه شده اما کاهش زمان کلوخه سازی به کمتر از ۷۲ ساعت پهنای گذار را افزایش می دهد.
- ۳- با افزایش فشار و زمان تکلیس می توان نسبت فاز  $H$  به  $L$  را افزایش داد و ابررسانایی، با دمای بحرانی بالاتر به دست آورد.

## سپاسگزاری

از سرکار خانم دکترینوشین برادران برای کمک در تهیه نمونه ها و آقای دکتر محمد اخوان جهت اندازه گیری مقاومت الکتریکی نمونه ها تشکر می کنیم.

## Reference:

- 1- Ku, H., Tai, M. and Hsu, S., *Condensed Matter Physics*, **27**, 145 (1988)
- 2- Lio, H., Duo, S., Kviz, M., Ton, N. and Sorrel, C., *Phys. Rev. B*, 5266 (1989)
- 3- Lin, E. and Person, M., *Supercond Sci Technol*, 198, (1988)
- 4- Xi, Z., Ji, C. and Zhou, L., *Solid State Commun*, **72**, 1015 (1989)