



## بررسی خواص ساختاری و مغناطیسی الیاف ابررسانای $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ ساخته شده به روش الکتروریسنگی

مرتضی زرگر شوستری<sup>\*</sup>، عبدالمحمد قلمبر دزفولی، فاطمه هاچم بچاری، یاسمن باقری

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

(دربافت مقاله: ۹۶/۱۲/۲، نسخه نهایی: ۹۷/۲/۳۱)

چکیده: در این پژوهش، الیاف ابررسانای  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$  (YBCO) به روش الکتروریسنگی تهیه شدند. نخست ترکیب عنصرسنجی YBCO از استاتهای باریم، ایتریم و مس همراه با غلظت‌های مختلف (٪۰.۵، ٪۰.۶، ٪۰.۷، ٪۰.۷/۵، ٪۰.۷/۲) تهیه شد. سپس برای تولید الیاف ترکیب پلیمری به دست آمده الکتروریسی شد و در آخر الیاف گرمادهی شدند. برای مشخص کردن گستره‌ی دنگلیس گرما وزن‌سنجی (TGA) انجام شد و همچنین برای مشخصه‌های ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، پراش پرتو X (XRD) و ویژگی‌های ابررسانایی مانند دمای گذار با اندازه‌گیری پذیرفتاری مغناطیسی ac بررسی گردید. نتایج نشان دادند که بهترین الیاف از نظر اندازه قطر و نبود نقص‌های دانه تسبیحی با غلظت پلیمر ٪۷/۵ وزنی نسبت به استاتهای دست آمده است. همچنین بهترین دمای گرمادهی برای ساخت الیاف ابررسانای  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ ،  $930^{\circ}\text{C}$  است. دمای گذار ابررسانایی برای این نمونه  $93/2\text{ K}$  به دست آمد.

واژه‌های کلیدی: الیاف؛ ابررسانای  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ ؛ الکتروریسنگی.

(رسانش، چسبندگی و دمای ذوب) امکان تولید نانوالیاف از اکسیدهای فلزی فراهم می‌گردد [۲]. در این روش، از یک مخلوط پیش ماده سرامیکی با یک پلیمر به عنوان ریسنده که معمولاً با فرآیند سل-ژل تولید شده است، استفاده می‌شود. الیاف کامپوزیتی الکتروریسیده شدهی به دست آمده، اغلب با گرمادهی در جو هوا، ترکیبات پلیمری خود را از دست می‌دهند و با پخت بیشتر، فراوردها به صورت الیاف سرامیکی ساخته می‌شوند [۳]. پس از کشف ابررساناهای با دمای گذار ( $T_c$ ) بالا توسط بدنبورز و مولر [۴] و نخستین آنها با  $\text{Tc} = ۷۷\text{ K}$  بیش از دمای ازت مایع ( $77\text{ K}$ ) یعنی ابررسانای  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$  (YBCO) [۵]، از جمله مواد سرامیکی که در دهه اخیر با روش الکتروریسنگی بررسی شده‌اند، ابررساناهای سرامیکی دما-بالا (HTSC) هستند [۶-۸]. یکی از موضوعات در

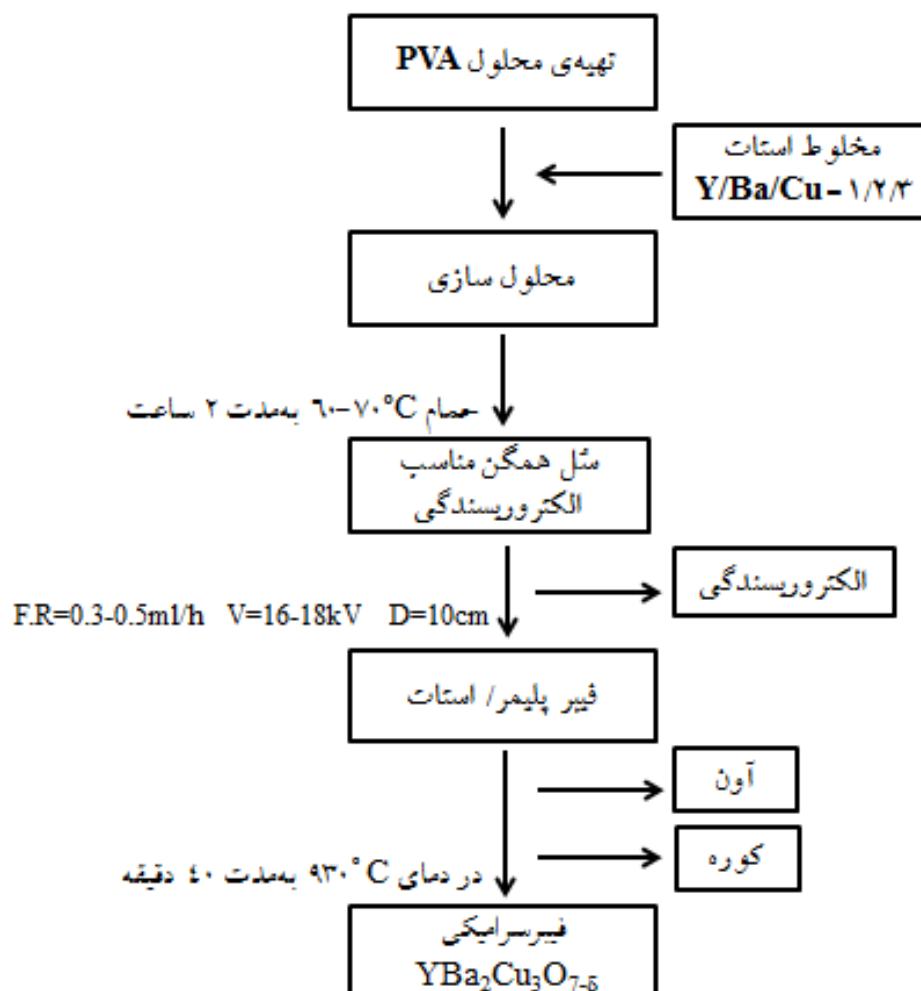
مقدمه در سال‌های اخیر، پژوهش پیرامون مواد نانوساختاری به علت کاربردهای فرآوانی که دارند، بیشتر مورد توجه قرار گرفته است. در این میان نانوساختارهای یک بعدی و سرامیکی مانند نانومیله‌ها، نانوسیم‌ها و نانوالیاف به دلیل استفاده از آنها در نانوابزارها، از اهمیت بیشتری برخوردارند. نانوالیاف را می‌توان با روش‌های متفاوتی مانند خود آرایی، جداسازی فازی، قالب گیری، کششی تولید کرد. یکی دیگر از روش‌های بسیار مناسب و کارآمد برای ساخت نانوالیاف سرامیکی، الکتروریسنگی است [۱]. در این روش، با استفاده از شرایط آزمایشگاهی (هندرسی دستگاه، رطوبت هوا و دما)، پارامترهای دستگاهی (پتانسیل اعمالی، غلظت محلول، فاصله‌ی نازل و صفحه‌ی جمع‌کننده و سرعت خروج محلول از سرنگ) و ویژگی‌های پلیمر و حلال

PW 1840 STA 503، پراش سنجپرتو X (XRD) مدل ac ساخت شرکت فیلیپس و دستگاه پذیرفتاری مغناطیسی مشخصه یابی شدند.

### روش‌های تجربی الیاف $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

در این روش به طور کلی طی ۳ مرحله ساخته شدند. ۱) تهیه‌ی یک سل مناسب از پیش ماده‌های غیر آلی و پلیمر، برای الکترورسنندگی ۲) الکترورسنندگی محلول توسط برای الکترورسنندگی و به دست آوردن الیاف مرکب از پلیمر و پیش ماده‌های غیرآلی و ۳) پخت الیاف به دست آمده در دمای مناسب [۳] (شکل ۱).

حوزه‌ی HTSC که بیشترین پژوهش‌ها پیرامون آن انجام شده، ابرسانای YBCO است، که به عنوان مثال میزان آلایش عناصر و افزودن نانوذرات بوده است [۱۱-۹]. ابرسانای  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  برتری‌های بسیاری در حوزه‌ی ابرساناهای سرامیکی دارد، از جمله YBCO را می‌توان به‌آسانی به صورت تک فاز ساخت و در میدان‌های مغناطیسی قوی نیز چگالی جریان بالایی دارد [۵]. در این پژوهش، ساخت الیاف  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  به روش الکترورسنندگی با محلول تهیه شده از استات‌های ایتریم، باریم، مس و پلی‌وینیل الکل (PVA) پخت شده توسط الگوی گرمادهی مشخص بررسی شده است. در اینجا از پلیمر پلی‌وینیل الکل استفاده شده است که در ساخت Leo 1455 VP مدل (SEM) ساخت کشور آلمان، دستگاه گرمایزن سنجی (TGA) مدل



شکل ۱ طرح‌وار کلی ساخت الیاف سرامیکی  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  به روش الکترورسنندگی.

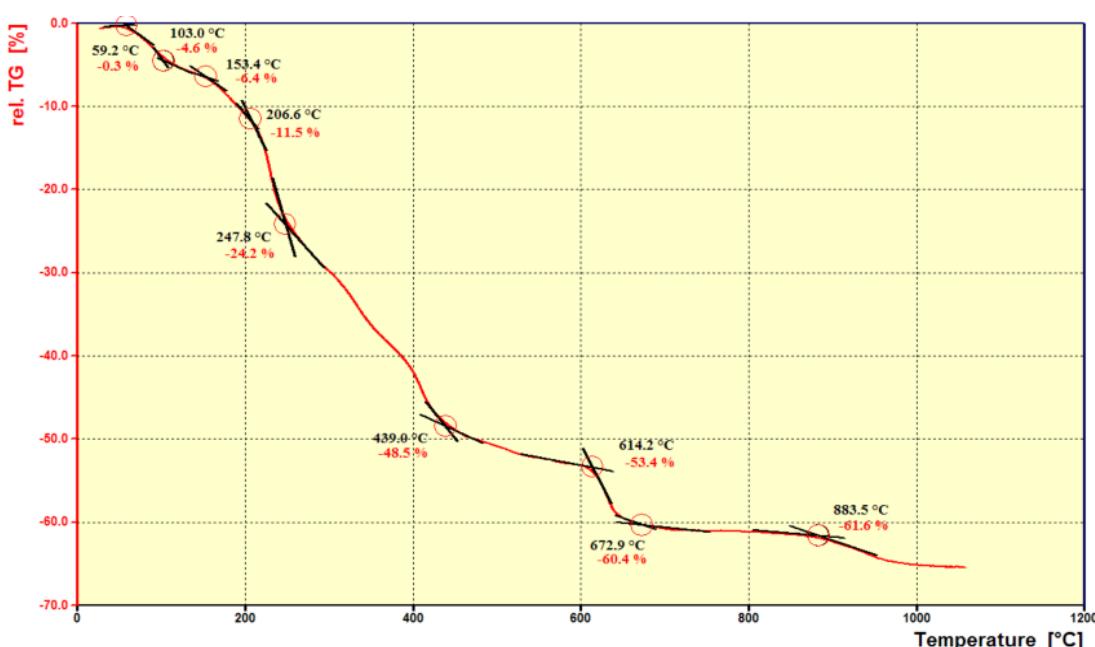
## بحث و بررسی

## بررسی گرما وزن سنجی

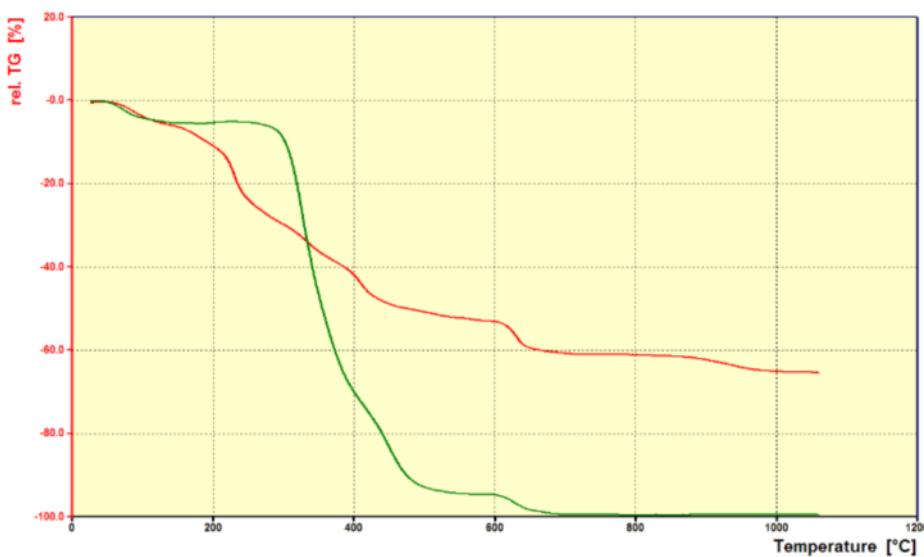
گرما وزن سنجی (TGA)، یک روش تجزیه و تحلیل گرمایی است که در آن رفتار ماده در یک برنامه‌ی دمایی کنترل شده به صورت تابعی از دما، اندازه‌گیری می‌شود. در مرحله‌ی گرمایی‌دهی الیاف پلیمری، قسمت پلیمر PVA و اسیدهای اضافه شده، باید به طور کامل از فراورده نهایی حذف شوند. بنابراین در این مرحله، دما باید به اندازه‌ی کافی بالا باشد تا این محلول پلیمری بر اثر گرما به طور کامل تبخیر شود. شکل ۲ نتایج TGA مقدار ۵ mg الیاف ترکیبی استات پلیمر ۷/۵٪ وزنی را نشان می‌دهد. چنان‌که مشاهده می‌شود، این منحنی را می‌توان به ۴ بخش تقسیم کرد: نخستین مرحله‌ی کاهش جرم که حدود ۲۴٪ است از دمای حدود ۱۰۰°C آغاز می‌شود و تا دمای ۲۴۷°C ادامه دارد. این مرحله در اصل مربوط به تبخیر سطحی آب موجود در الیاف ترکیبی است. کاهش جرم دوم در گستره‌ی دمایی ۲۴۷°C تا ۴۰°C رخ می‌دهد. در این مرحله نیز الیاف حدود ۲۴٪ از وزن خود را از دست می‌دهند. این مرحله اغلب ناشی از تجزیه‌ی گروههای عاملی استات (CH<sub>3</sub>COO) است. در واقع گروههای فراری مثل بخار ایفلزی Y، Ba و Cu به صورت ترکیبات فراری از CO<sub>2</sub> و CO خارج می‌شوند. از

واکنش Cu و O<sub>2</sub> در این گستره دمایی تشکیل می‌شود. در پایان این مرحله، BaCO<sub>3</sub> از واکنش Ba(OH)<sub>2</sub> و CO<sub>2</sub> که از تجزیه‌ی گرمایی یون‌های استات در دمای‌های کمتر تولید شده‌اند، تشکیل می‌شود [۱۳-۱۵، ۸، ۳]. کاهش جرم سوم که حدود ۱۲٪ است از دمای ۴۴۰°C آغاز می‌شود و تا دمای ۷۲۰°C ۷۲۰ ادامه دارد. چنان‌که دیده می‌شود از دمای ۷۲۰°C تا ۸۵۰°C وزن ماده تقریباً ثابت می‌ماند؛ در این گستره، تشکیل فاز YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> آغاز می‌شود. از دمای حدود ۸۵۰°C تا ۹۵۰°C کاهش وزن ناچیزی در حدود ۵٪ مشاهده می‌شود که ناشی از تجزیه‌ی BaCO<sub>3</sub> باقیمانده است. بنابراین پخت الیاف ابررسانا برای تشکیل فاز YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> باید در دمایی صورت گیرد که فاز YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> بالاترین خلوص را داشته باشد. سرانجام با توجه به شکل ۳، کاهش جرم کلی الیاف ترکیبی تا دمای ۹۳۰°C حدود ۶۲٪ است. بنابراین انتظار داریم که وزن فراورده نهایی الیاف پس از گرمادهی در دمای ۹۳۰°C، حدود ۳۸٪ وزن اولیه باشد.

کاهش جرم در مرحله‌ی دوم در شکل ۳، تقریباً مشابه مرحله‌ی دوم منحنی TGA الیاف PVA خالص است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که این کاهش جرم بیشتر ناشی از تجزیه‌ی زنجیره‌های داخلی PVA است.



شکل ۲ نمودار گرمایزنوزن سنجی الیاف ترکیبی پلیمر/استات ۷/۵٪ وزنی

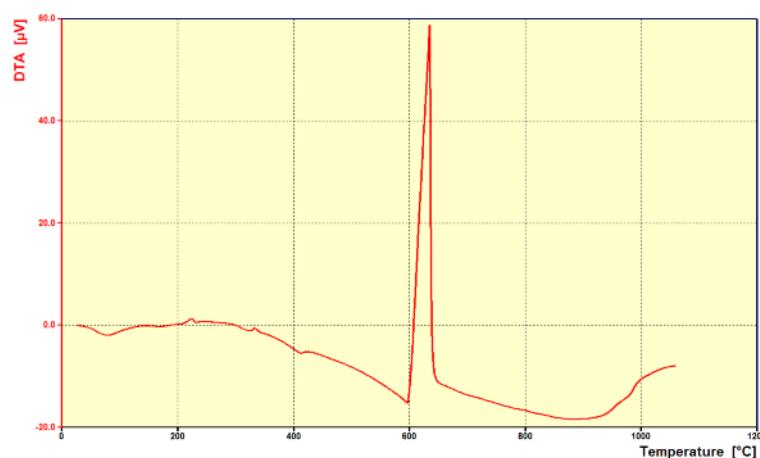


شکل ۳ نمودار گرما وزن‌سنجی الیاف ترکیبی پلیمر/استات و پلیمر خالص.

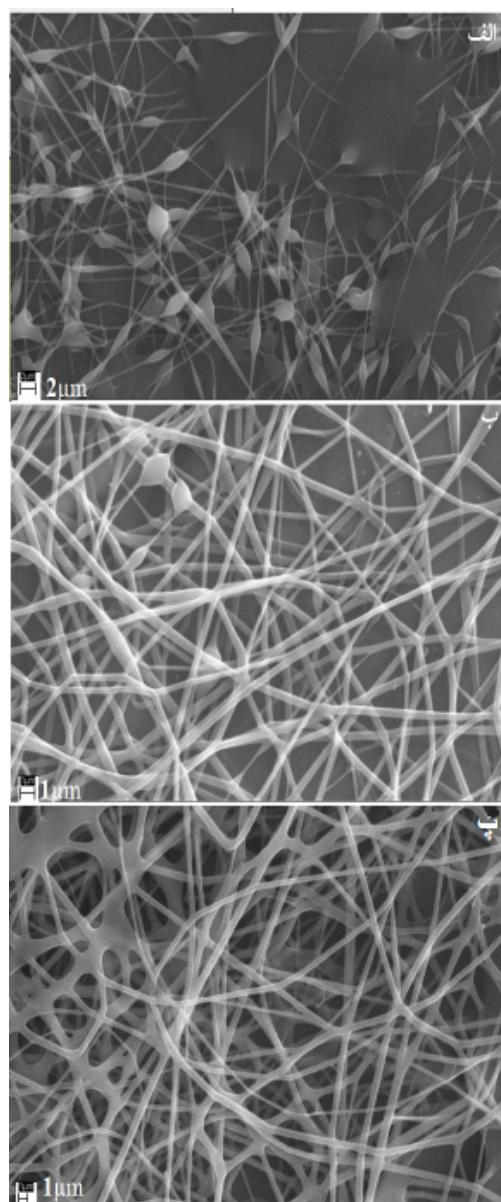
غلظت‌های کمتر از ۷/۲٪، الیاف به دست آمده دارای نواقص دانه تسبیحی هستند. وجود این نواقص از غلظت کم محلول پلیمر/استات ناشی می‌شود که با افزایش غلظت تا ۷/۲٪، این نواقص تقریباً از بین رفته‌اند. با توجه به تصویرهای SEM دیده می‌شود که با افزایش غلظت، قطر الیاف افزایش می‌یابد و در غلظت‌های بالاتر این روند با سرعت بیشتری ادامه می‌یابد. شکل ۶ نمودار میانگین قطر الیاف نسبت به غلظت محلول پلیمر/استات را نشان می‌دهد. این افزایش قطر در غلظت‌های بالاتر به دلیل افزایش چسبندگی است. افزایش غلظت محلول پلیمر/استات باعث افزایش چسبندگی محلول شده که این افزایش، سطح الیاف را نایکنواخت کرده و در نتیجه قطر الیاف افزایش یافته است. نایکنواختی الیاف از تصویرهای SEM قابل مشاهده است. در این پژوهش، بهترین غلظت برای الیاف تولید شده با ۷/۵٪ وزنی پلیمر PVA، به دست آمد. غلظت و نوع پلیمر نقش مهم و کلیدی در یکنواختی و قطر الیاف تولید شده می‌تواند داشته باشد. برای مثال، شکل ۷ تصاویر SEM الیاف تولید شده پلیمر/استات را با پلیمر پلی وینیل پیرولیدون (PVP) برای دو غلظت متفاوت نشان می‌دهد. به دلیل اینکه محلول‌های پلیمری با غلظت حدود ۷٪ در نسبت های بالاتر از استات/پلیمر PVA به حد اشباع می‌رسیدند، یعنی در دمای اتاق به سرعت تهنشین می‌شدند، بنابراین در این پژوهش فقط نسبت‌های ۱ و ۲ بررسی شدند. شکل ۸ تصویرهای SEM نانوالیاف پس از پخت در دمای ۹۳۰ °C با نسبت‌های ۱ و ۲ را نشان می‌دهد.

شکل ۴ نتایج گرماسنجی تفاضلی (DTA) الیاف ترکیبی پلیمر/استات را نشان می‌دهد. این منحنی دارای سه دره‌ی گرمایی پیرامون ۸۵، ۴۱۵ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد و سه قله‌ی گرمایی پیرامون ۲۱۰، ۳۲۰ و ۶۲۰ درجه سانتی‌گراد است. قله‌ی گرمایی در ۸۵ °C ناشی از تبخیر سطحی آب الیاف ترکیبی پلیمر/استات است و قله‌های گرمایی ضعیف پیرامون ۲۱۰ °C و ۳۲۰ °C را می‌توان به تشكیل ترکیباتی مانند  $\text{Ba(OH)}_2$  و  $\text{Cu}_2\text{O}$  از تجزیه‌ی گرمایی یون‌های استات ضمن بالا رفتن دما، نسبت داد. قله‌ی گرمایی پیرامون ۴۱۵ °C مربوط به تجزیه‌ی کامل گروه‌های عاملی استات باقیمانده است. قله‌ی گرمایی دیگری در ۶۰۰ °C دیده می‌شود که ناشی از خشک شدن کامل الیاف و از دست دادن رطوبت کامل درون الیاف است و قله‌ی بزرگ گرمایی موجود در ۶۲۰ °C نشان دهنده اکسایش پلیمر PVA است و بنا بر نتایج برآمده از XRD که در ادامه می‌آید، این قله مربوط به تبلور کامل فازهای  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ،  $\text{CuO}$  و  $\text{BaCO}_3$  در این دماست.

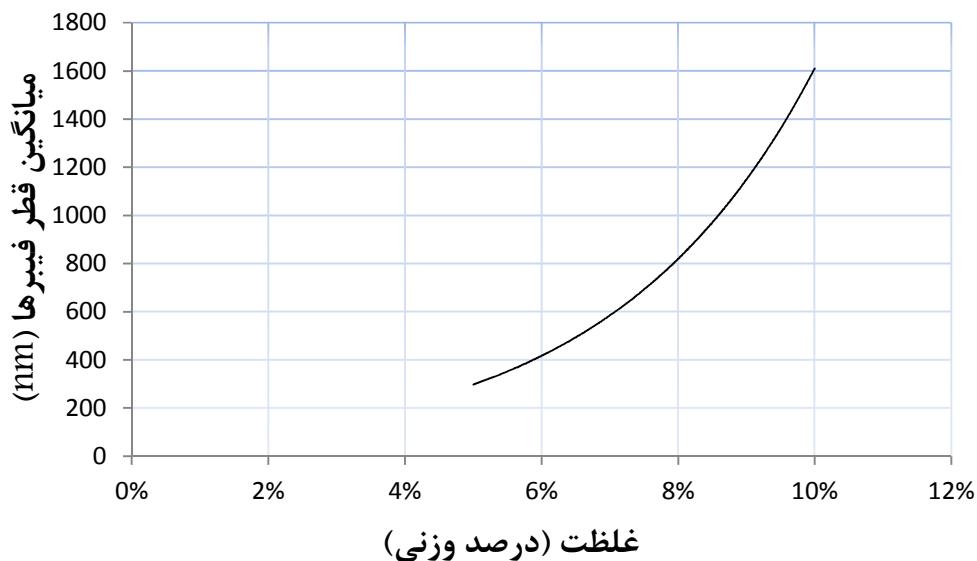
بررسی پارامتر غلظت محلول پلیمر/استات از مهم‌ترین عوامل موثر بر الکتروریسندگی غلظت محلول پلیمر/استات است. این پارامتر یکی از عوامل مهم در کنترل قطر و نواقص دانه تسبیحی در الیاف است. در این پژوهش، الیافی با غلظت ۷/۵٪، ۷/۲٪، ۷/۷٪، ۷/۶٪ و ۷/۵٪ وزنی با پلیمر PVA تولید شد. ریختار نمونه‌ها توسط تصویرهای SEM که در شکل ۵ آورده شده‌اند، بررسی شد. تصویرها نشان می‌دهند که در



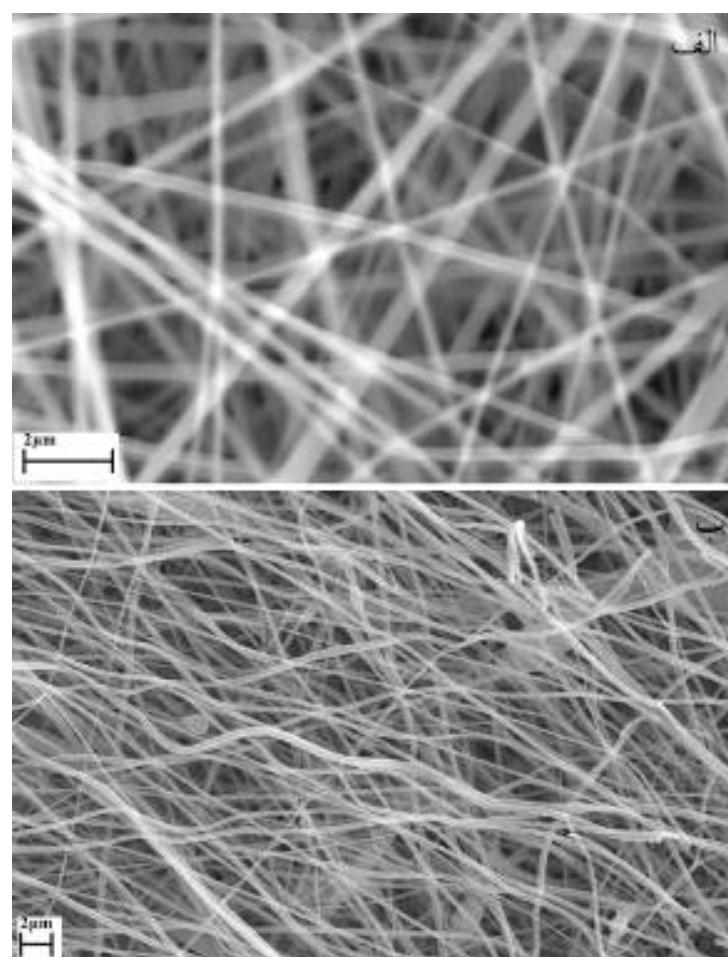
شکل ۴ منحنی DTA الیاف ترکیبی پلیمر/استات ۷/۵٪ وزنی.



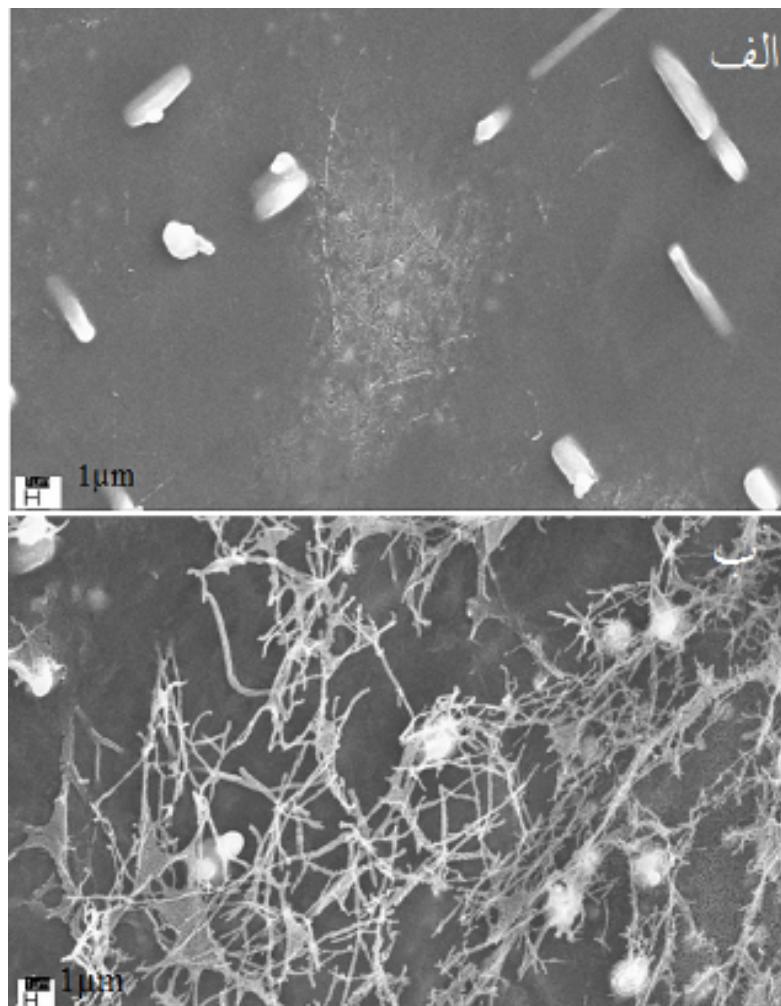
شکل ۵ تصویر SEM الیاف الکتروریسی شده با پلیمر PVA با غلظت (الف) ۵٪ وزنی ب) ۷٪ وزنی و ب) ۷/۵ درصد وزنی.



شکل ۶ نمودار میانگین قطر الیاف بر حسب غلاطت محلول پلیمر / استات.



شکل ۷ تصویر SEM الیاف الکتروریسی شده با پلیمر PVP با غلاطت (الف) ۸,۵٪ وزنی و (ب) ۱۰٪ وزنی.



شکل ۸ تصویر SEM نانوالیاف پس از پخت در دمای  $930^{\circ}\text{C}$  با نسبت استات به پلیمر (الف) ۱ و (ب) ۲.

پس از ساخت ابرسانای حجمی، الیاف الکتروریسیده با پلیمر PVA، به مدت ۱۲ ساعت درون کوره الکتریکی  $70^{\circ}\text{C}$  خشک شدند. سپس آن‌ها از روی ورقه‌ی آلومینیوم جدا شده و درون بوته‌ای از جنس کوارتز قرار داده و براساس برنامه‌ی شکل ۱۰ درون کوره پخت شدند. شکل ۱۱ تصویر نمونه را پیش و پس از پخت نشان می‌دهد. دیده می‌شود که حجم نمونه پس از پخت به مقدار قابل توجه‌ای کاهش یافته است.

با توجه به اهمیت دمای واکنش در تشکیل فاز ابرسانای YBCO، ابتدا اثر پخت نمونه‌ها در دماهای  $70^{\circ}\text{C}$ ،  $300^{\circ}\text{C}$ ،  $400^{\circ}\text{C}$ ،  $500^{\circ}\text{C}$ ،  $700^{\circ}\text{C}$ ،  $800^{\circ}\text{C}$  و  $930^{\circ}\text{C}$  استفاده از الگوی XRD که در شکل ۱۲ نشان داده شده است و تحلیل آنها توسط نرم افزار X'Pert بررسی شد. مشخص شد که بلافاصله پس از پخت تا دمای  $300^{\circ}\text{C}$  قله‌ی نیم بلورین PVA ناپدید و قله‌های مریبوط به فازهای  $\text{Cu}_2\text{O}$ ،  $\text{Cu}$  و

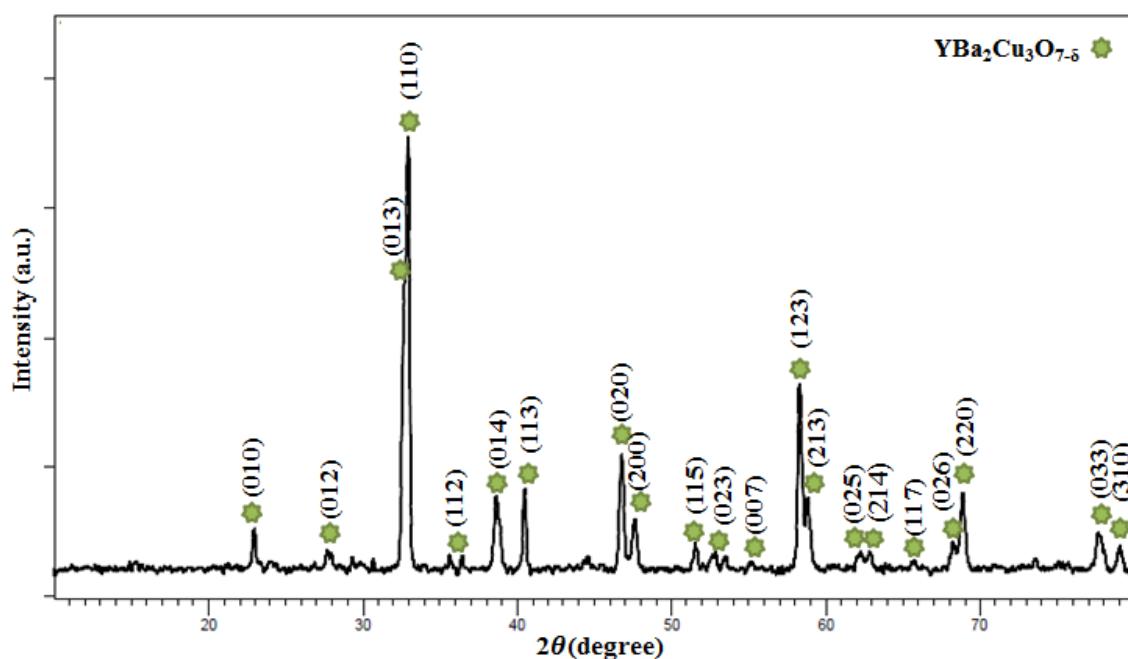
### گرمادهی الیاف

ابتدا نمونه ابرسانای حجمی از مخلوط پودرهای استات و پلیمر PVA ساخته شد. برای این منظور محلول پلیمر/استات که شامل  $1/5$  گرم مخلوط پلیمر/استات بود در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۲ ساعت درون کوره الکتریکی قرار داده شد. از فرآورده به دست آمده، قرصی تهیه شد. سپس نمونه در دمای  $930^{\circ}\text{C}$  در کوره مکعبی گرمادهی شد. در شکل ۹ الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه دیده می‌شود که همخوانی خوبی با کارت YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-8</sub> ۱۰۸۱-۱۸۷۵ JCPDS شمار به شمار ۱۰۸۱-۱۸۷۵ مربوط به دارد. برای مشاهده خاصیت ابرسانایی، آزمون اثر مایسner برای نمونه‌ی حجمی انجام شد که معلق بودن آهنربا بالای نمونه به خوبی نشان داده شد. ساخت نمونه حجمی به دلیل بررسی آزمون ابرسانایی محلول پلیمری پیش از الکتروریسندگی بوده است.

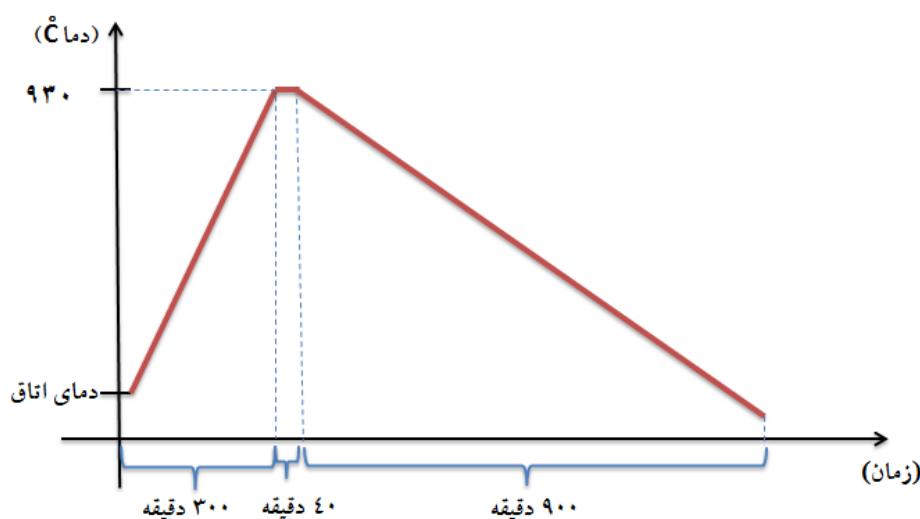
گرمادهی شده تا دمای  $930^{\circ}\text{C}$  با الگوی ثبت شده در کارت استاندارد به شماره ۱۸۷۵-۱۰۸۱، دیده می‌شود که ساختار  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  راستگوشی است. تک فاز بودن نمونه تأیید کننده‌ی مناسب بودن دمای پخت است. شکل ۱۳ الگوی پراش نمونه‌ی گرمادهی شده در دمای  $930^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. با استفاده از داده‌های الگوهای پراش بدست آمده و به کمک رابطه‌ی شر [۱۶] (معادله (۱)) می‌توان اندازه‌ی متوسط بلورک‌های YBCO را محاسبه کرد:

$$D = 0.9\lambda / \beta \cos\theta \quad (1)$$

در این دما مشاهده شد. در گستره دمایی  $300-500^{\circ}\text{C}$   $\text{Ba}(\text{OH})_2$  با واکنش با  $\text{CO}_2$ ، فاز  $\text{BaCO}_3$  را تشکیل می‌دهد. در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  همهی فازهای تشکیل شده در دمای کمتر به فازهای  $\text{CuO}$ ،  $\text{Y}_2\text{O}_3$  و  $\text{BaCO}_3$  تبدیل می‌شوند و تا دمای  $700^{\circ}\text{C}$  این فازها کاملاً متبلور می‌شوند. از دمای  $720^{\circ}\text{C}$  به بالا، تشکیل فاز YBCO آغاز می‌شود. بنابراین در الگوی پراش پرتوی ایکس در دمای  $800^{\circ}\text{C}$ ، قلهای مریبوط به فازهای  $\text{CuO}$ ،  $\text{Y}_2\text{O}_3$  و  $\text{BaCO}_3$  حذف می‌شوند. از مقایسه‌ی الگوی بدست آمده از الیاف



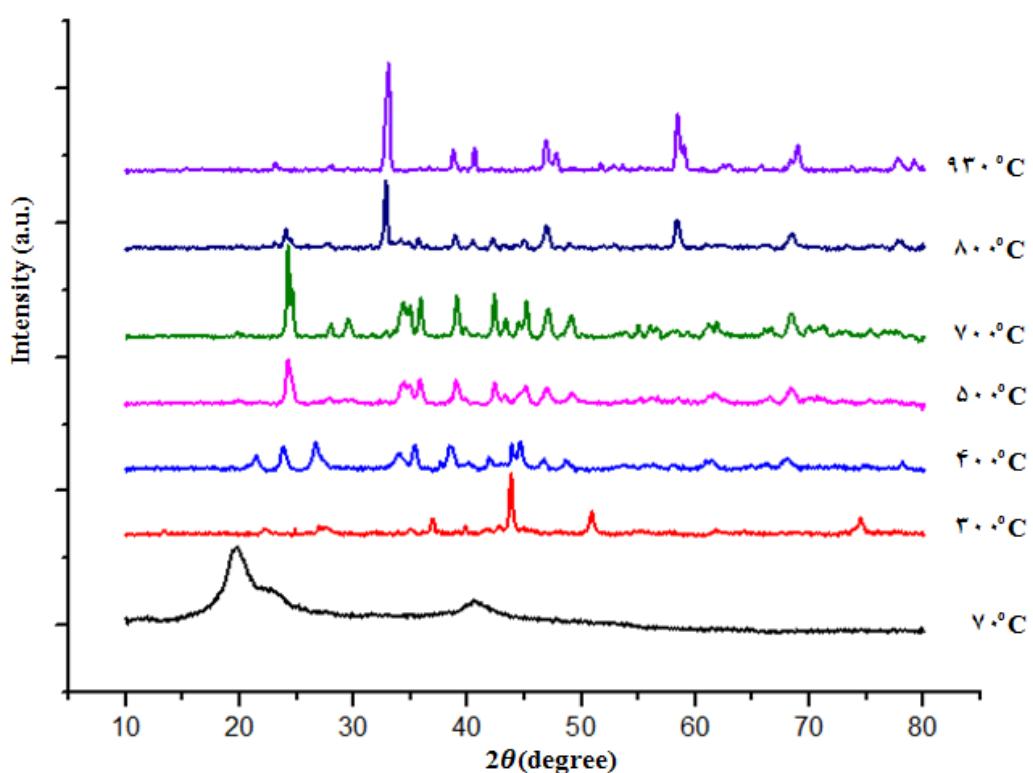
شکل ۹ الگوی پراش پرتوی ایکس مریبوط به نمونه‌ی حجمی تولید شده در دمای  $930^{\circ}\text{C}$ .



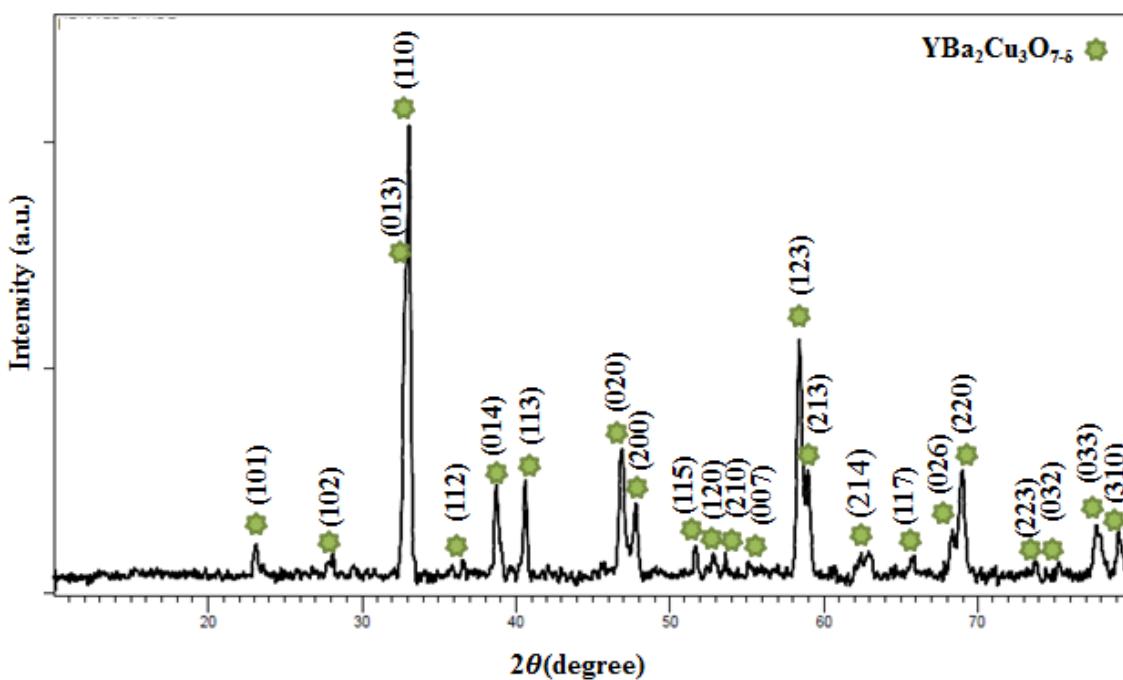
شکل ۱۰ نمودار گرمادهی الیاف YBCO.



شکل ۱۱ تصویر نمونه، (الف) پیش و (ب) پس از پخت در دمای  $930^{\circ}\text{C}$



شکل ۱۲ الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به الیاف تولید شده در دماهای مختلف.



شکل ۱۳ الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به الیاف تولید شده در دمای ۹۳۰°C.

های شبکه نمونه‌ها با استفاده از داده‌های بدست آمده از الگوی پراش پرتوی ایکس در جدول ۱ آورده شده است. نتایج نشان می‌دهند که متوسط اندازه بلوک‌ها در نمونه حجمی بزرگتر از الیاف است.

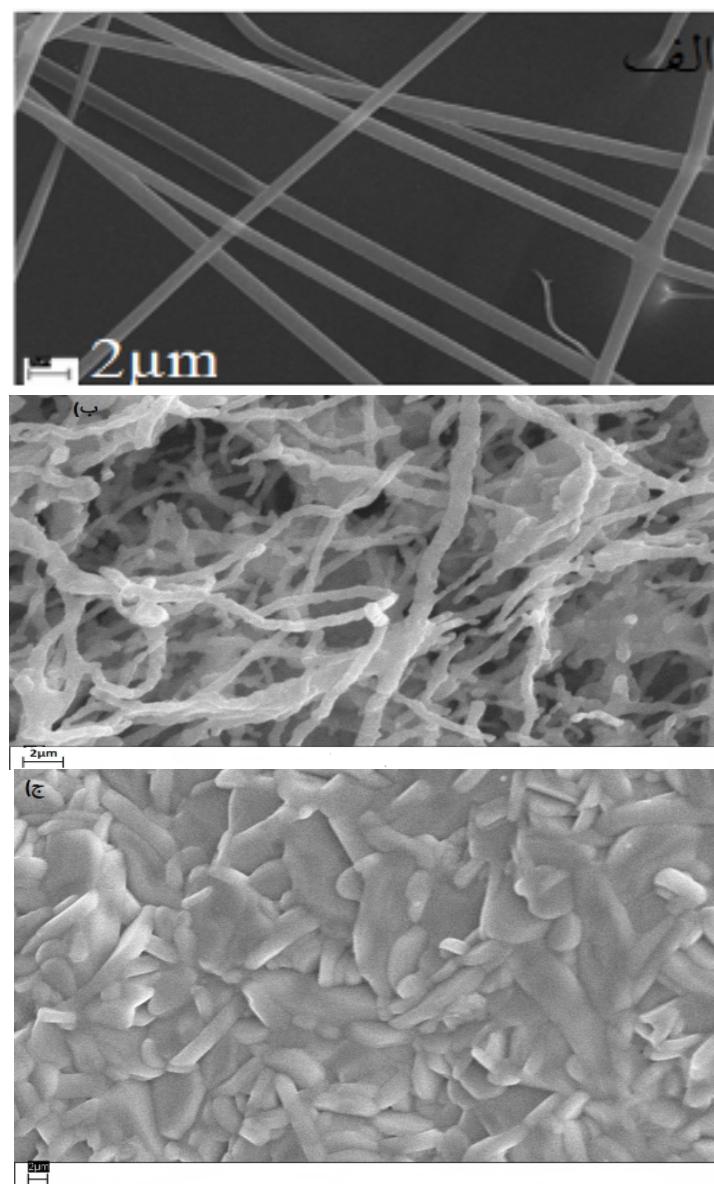
#### پذیرفتاری مغناطیسی ac الیاف ابررسانا

برای بررسی ویژگی‌های مغناطیسی الیاف ابررسانا، پذیرفتاری مغناطیسی ac آنها اندازه‌گیری شد. در شکل ۱۵ تغییرات مؤلفه‌ی حقیقی  $\chi'$  و موهومی  $\chi''$  پذیرفتاری مغناطیسی ac بر حسب دمای نمونه نشان داده است. قسمت حقیقی منحنی پذیرفتاری اطلاعاتی پیرامون رفتار دیا مغناطیسی نمونه را نشان می‌دهد و قسمت موهومی منحنی نشان دهنده‌ی چگونگی جفت‌شدگی دانه‌های ابررساناست. چنان‌که دیده می‌شود منحنی  $\chi''$  بر حسب دما دو مرحله‌ای است که مشخصه ابررسانای سرامیکی با گذار دمای بالا و بازتاب کننده‌ی دماهای گذار درون دانه‌ای ( $T_c$ ) و گذار بین دانه‌ای ( $T_{c2}$ ) است. مرحله‌ی اول گذار درون دانه‌ای که با افت اولیه همراه است و مرحله‌ی دوم گذار بین دانه‌ای است که با کاهش بیشتر دما روی می‌دهد. دلیل این امر وجود اختلاف زیاد در میدان مغناطیسی بحرانی بین دانه‌ها و درون دانه است. میدان بحرانی بین دانه‌ای بسیار کوچکتر از میدان خود دانه‌هاست و بنابراین

در این رابطه  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$  طول موج پرتوی ایکس،  $\beta$  پهنه‌ای قله در نیم شدت بیشینه بر حسب رادیان و  $\theta$  زاویه قله پراش است. با استفاده از داده‌های بدست آمده از الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌ی گرمادهی شده در دمای ۹۳۰ °C، اندازه متوسط بلوک‌ها  $50 \text{ nm}$  و ثابت‌های شبکه‌ی راستگوشی نمونه یکه برابر با  $a = 3,812 \text{ \AA}$ ,  $b = 3,880 \text{ \AA}$ ,  $c = 11,640 \text{ \AA}$  است. برای بررسی ریزساختار و ریخت‌شناسی الیاف در مرحله‌های مختلف تشکیل ابررسانای YBCO، تصاویر SEM بررسی شدند (شکل ۱۴). شکل الف ۱۴ نشان می‌دهد که الیاف ترکیبی استات/پلیمر پیش از پخت جهت‌گیری خاصی ندارند و دارای سطح صاف و یکنواختی هستند که ناشی از وجود پلیمر در آنها است. میانگین قطر آنها  $768 \text{ nm}$  است. در شکل ب ۱۴ دیده می‌شود که الیاف در اثر پخت تا دمای  $800^\circ\text{C}$  منقبض شده و قطر آنها کاهش یافته است (میانگین  $207 \text{ nm}$ ). این کاهش ناشی از تجزیه گرمایی ترکیبات PVA و استات‌هاست. چنان‌که دیده می‌شود در شکل ۱۴ پ پس از پخت الیاف تا دمای  $930^\circ\text{C}$ ، قطر آنها تا چند میکرون افزایش یافته است. این افزایش می‌تواند ناشی از بزرگ شدن تدریجی بلورهای ابررسانای YBCO از دمای  $800^\circ\text{C}$  به  $930^\circ\text{C}$  باشد. متوسط اندازه بلوک‌ها و ثابت-

مرحله‌ای مؤلفه حقیقی  $\chi'$  در منحنی مشتق آن بر حسب دما (شکل ۱۶) نمایان نر است. چنان که دیده می‌شود، نمودار دارای دو قله در دماهای  $T_{c,j} = 86.4\text{K}$  و  $T_c = 93.2\text{K}$  است. قله با دمای بالاتر ( $T_c$ ) نشان دهنده‌ی گذار ابررسانایی درون دانه‌ها است و قله‌ی با دمای پایین‌تر ( $T_{c,j}$ ) مربوط به‌زوج‌شدن بین دانه‌ای (گذار الیاف  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) است. دمای  $T_c$  به دست آمده هم‌خوانی خوبی با کار دیگران [۱] و همچنین برای مقدار به‌دست آمده با نمونه‌های حجمی YBCO دارد.

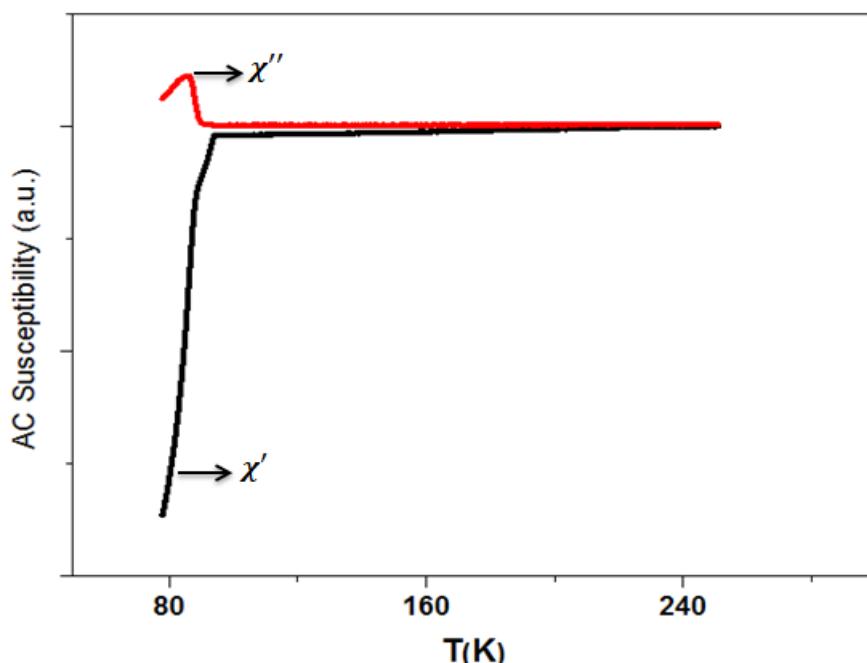
شار مغناطیسی ابتدا به قسمت بین دانه‌ها نفوذ می‌کند، یعنی در دماهای بالا و درست زیر دمای  $T_p$  ابتدا دانه‌های درون نمونه ابررسانا می‌شوند و با کاهش بیشتر دما، ارتباط‌های بین دانه‌ای برقرار شده و نمونه تقریباً حالت دیامغناطیس کامل پیدا می‌کند. در قسمت موهومی پذیرفتاری نیز قله‌ای در دمای  $T_p=85/6\text{K}$  دیده می‌شود که نشان دهنده‌ی اتلاف انرژی در نمونه است. این قله زمانی شکل می‌گیرد که میدان به‌کل نمونه نفوذ کرده باشد. هر چه این قله باریک‌تر و تیزتر باشد، اتلاف در ابررسانا کمتر و اتصال‌های بین دانه‌ای بهتر است. گذار دو



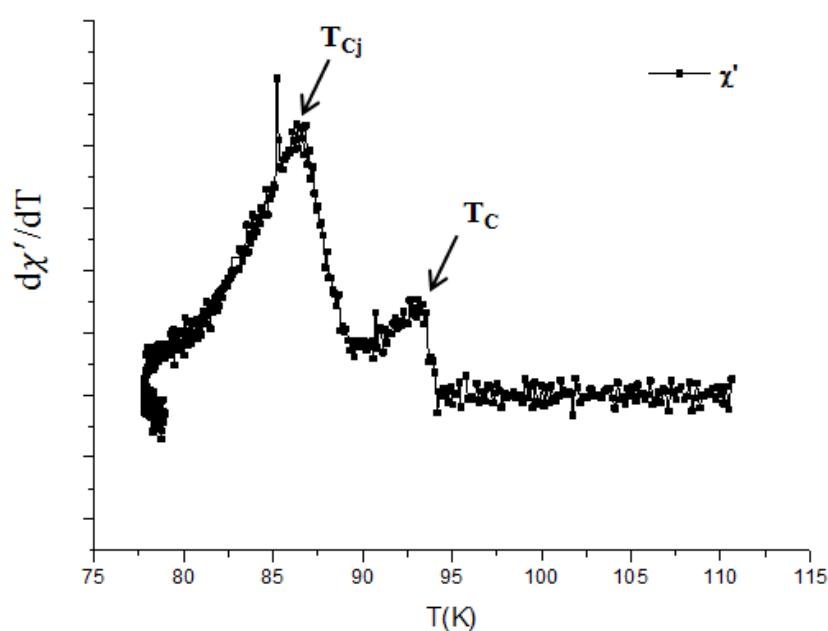
شکل ۱۴ تصویرهای SEM الیاف پس از (الف) الکتروریسنندگی، (ب) پخت در دمای  $800^{\circ}\text{C}$  و (پ) پخت در دمای  $930^{\circ}\text{C}$

جدول ۱ اندازه متوسط بلورک‌ها و ثابت‌های شبکه نمونه حجمی و الیاف پخت شده در دمای  $930^{\circ}\text{C}$ .

نمونه	$a(\text{\AA})$	$b(\text{\AA})$	$c(\text{\AA})$	حجم یاخته یکه ( $\text{\AA}^3$ )	متوسط اندازه‌ی بلورک‌ها (nm)
فیبر	۳,۸۱۴	۳,۸۰	۱۱,۶۴۰	۱۷۲,۱۵۲	۵۰
حجمی	۳,۸۱۴	۳,۸۴	۱۱,۶۲۸	۱۷۲,۲۵۴	۵۶



شکل ۱۵ منحنی پذیرفتاری مغناطیسی ac الیاف ابرسانا.



شکل ۱۶ مشتق قسمت حقیقی پذیرفتاری مغناطیسی نسبت به دما.

*Technique for Producing Ceramic Nanofibers and Nanotubes”, J. Am. Ceram. Soc., 89 (2006) 1861–1869.*

[4] Bednorz J. G., Muller K. A., “*Possible high  $T_c$  Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System*”, Z. Phys. B 64 (1986) 189-193.

[5] Wu M. K, Ashburn JR., Tornig C.J., Hor P.H., Mend R.L., Gao L., Huang Z. J., Wan Y. Q., Chu C. W., “*Superconductivity at 93K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure*”, Phys. Rev. Lett., 58 (1987) 908-910.

[6] Cu X. M. I, Lyoo W. S., Son W. K., Park D. H., Choy J. H., Lee T. S., Park W. H., “*Fabrication of  $Yba_2Cu_3O7-\delta$  superconducting nanofibres by electrospinning*”, Supercond. Sci. and Technol. (2006) 1264-1268.

[7] Greenberg Y., Lumelsky Y., Silverstein M. S., Zussman E., “*YBCO nanofibers synthesized by electrospinning a solution of poly (acrylic acid) and metal nitrates*”, J Mater Sci, (2008) 43:1664–1668

[8] Shen Z. J., Wang Y., Chen W., Fei L., Li K., Chan H. L. W., Bing L., “*Electrospinning preparation and high-temperature superconductivity of  $Yba_2Cu_3O_{7-x}$  nanotubes*”, J Mater Sci 48 (2013) 3985–3990.

[9] Yazdaniyan S., Tajabor N., Behdani M., “*The synthesis of  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  nanocrystallites via mechanochemical alloying & study transition temperature of  $xMnO_2 + (1-x) YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  compounds*”, Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy 19 (2011) 219-226.

[10] Khoshnevisan B., Farbod M., “*Study of Potassium content and its role in doped superconductor  $YBa_{2-x}K_xCu_yO_{6+x}$  with Rietveld analysis of XRD patterns*”, Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy 17 (2009) 103-108.

[11] Amirabadizade A., Arabi H., Komeili M., Hoseinzade S., Momeni larimi Z., “*Influences of  $Gd_2O_3$ nanoparticle additions on the microstructure and superconductivity of YBCO*”, Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy 21 (2014) 757-764.

[12] WU H., PAN W., LIN D., LI H., “*Electrospinning of ceramic nanofibers: Fabrication, assembly and applications*”, Journal of Advanced Ceramics 1 (2012) 2-23.

### برداشت

نتایج بررسی الیاف  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  ساخته شده در این پژوهش نشان داد که:

۱- الیاف تولید شده در PVA با غلظت‌های ۰.۵٪ و ۰.۷٪ وزنی دارای نواقع دانه تسبیحی هستند و در غلظت حدود بیش از ۰.۷٪ این نواقع از بین می‌روند. با افزایش غلظت پلیمر PVA، قطر الیاف افزایش می‌یابد و در غلظت‌های بالاتر روند افزایش بیشتر است. بهترین الیاف از نظر اندازه‌ی قطر و نبود نواقع دانه‌تسبیحی با غلظت ۰.۵٪ به دست آمد.

۲- با گرمادهی الیاف در دمای ۹۳۰ °C، نمونه‌ی  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  تکفار با ساختار راستگوشی است. اندازه‌ی بلورک‌های الیاف با افزایش دمای پخت از ۸۰۰ °C تا ۹۳۰ °C به طور قابل توجه‌ی افزایش می‌یابد که این نشان دهنده‌ی بلوری شدن بیشتر نمونه با افزایش دماست. اندازه‌ی بلورک‌ها در نمونه‌ی حجمی  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  بزرگ‌تر از نمونه‌ی الیافی آن است. به دلیل تشکیل ساختار بلوری ابررسانا، اندازه‌ی الیاف اولیه، پس از گرمادهی در دمای ۹۳۰ °C بزرگ‌تر شده و تبدیل به میکروالیاف ابررسانا شدند؛ یعنی متوسط قطر آنها از حدود ۶۷۰ nm به ۷  $\mu$ m افزایش پیدا کرد.

۳- نمونه‌های  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  ساخته شده هم در حالت حجمی و هم در حالت الیافی بهم تنیده، اثر مایسner را در دمای ازت مایع به خوبی نشان دادند.

۴- الیاف ابررسانا دارای گذار درون‌دانه‌ای و بین‌دانه‌ای هستند. گذار درون‌دانه‌ای در دمای K ۹۳/۲ و گذار الیاف در دمای K ۸۶/۴ صورت گرفته است.

### قدرتانی

نویسنده‌گان از حمایت مالی دانشگاه شهید چمران اهواز از این کار پژوهشی کمال تشکر را دارند.

### مراجع

- [1] Edgar A. D., Nicholas G. R., Pedro A. Q., Meisel M. W, Juan C. N., “*Electrospinning of superconducting YBCO nanowires*”, Supercond. Sci. Technol., 28 (2015) 1-7.
- [2] Wan F. ko, Y., “*Introduction to Nanofiber Material*”, Cambridge University Press, United Kingdom (2014) 45-55.
- [3] Li D., McCann J. T., Xia Y., Marquez M., “*Electrospinning: A Simple and Versatile*

*Superconductive Nanofibers by Electrospinning*", Current Nanoscience, (2010) Volume 6, Number 4.

[16] Scherrer P., "Bestimmung der Grösse und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgensrahlen [Translated English title: Determination of the size and internal structure of colloidal particles using X-rays]. Nachr Ges Wiss Goettingen", Math-Phys Kl. 1918 (1918) 98-100.

[13] Alikhanzadeh-Arani S., Salavati-Niasari M., Almasi Kashi M., "Influence of the utilized precursors on the morphology and properties of  $Yba_2Cu_3O_{7-y}$  superconducting nanostructures", Physica C 388, (2013) 30-34.

[14] Kozuka H., Umeda T., Jin J., Monde T., Sakka S., "Application of Sol-Gel Processing to Preparation of High Temperature Superconducting Materials", Bulletin of the Institute for Chemical Research, Kyoto University 66 (2), (1988) 80-92.

[15] Ibrahim U. Ozturk K., Levent Aksu M., Gokmese Faruk M., "Fabrication and Characterization of Boron Supported YBCO