

Structure Studies of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}/Ag$ by XRD and SEM

Zargar Shoushtari, M. and Amini Ghanavati, S.

Faculty of Science, Department of Physics

University of Shahid Chamran (Ahwaz)

Key Words : $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Superconductor, Silver, XRD and SEM

Abstract: The $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) superconductor ceramic has low critical current density (J_c) because of weak links between its grains. There have been a lot of efforts to increase J_c . One of the methods to increase J_c is to dope YBCO with other materials such as silver (Ag). In this paper, the effect of adding silver to YBCO with the weight ratio of 0%, 10%, 15%, 20% and 30% on its microstructure have been investigated. The X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) diagrams of samples have been obtained and studied. The study of XRD patterns shows that Ag is appears as a separate phase in the samples and the position of YBCO peaks do not considerable changes. The study of SEM of samples reveals that the Ag added to YBCO does not present in its microstructure and does not change the lattice constants of YBCO by considerable amount, and also the Ag grains remain among YBCO grains and provide the better intergranular contact. The percentage of silver for optimizing the physical properties of YBCO superconductores is almost 20.

پژوهشی

بررسی ساختار $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}/Ag$ با XRD و SEM

مرتضی زرگر شوشتری و سعید امینی قنواتی

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران، اهواز

چکیده: ابررسانای سرامیکی $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (ایبکو) به دلیل اتصال‌های ضعیف بین دانه‌های، دارای چگالی جریان بحرانی (J_c) کم است. برای افزایش J_c تحقیقات بسیاری صورت گرفته است. یکی از روش‌های افزایش آن آلائیدن ایبکو به مواد دیگر از جمله نقره است. در این مقاله آثار افزایش نقره با نسبت‌های وزنی ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۳۰ درصد به ایبکو بر ریزساختار آن بررسی شده است. مطالعه الگوهای پراش پرتو X نمونه‌ها، قله‌های نقره را در فازی جداگانه نشان می‌دهند و موقعیت قله‌های ایبکو تغییر قابل ملاحظه‌ای نمی‌کنند. همچنین تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهند که دانه‌های فلزی نقره در میان دانه‌های ایبکو قرار می‌گیرند. از نتایج به دست آمده چنین استنباط می‌شود که هر چند نقره در ریزساختار ابررسانای ایبکو وارد نشده است اما باعث رشد دانه‌های آن می‌شود. از سوی دیگر قرار گرفتن دانه‌های نقره بین دانه‌های ایبکو باعث بهبود اتصال آنها می‌شود. درصد نقره برای بهینه کردن خواص فیزیکی ابررسانای ایبکو حدود ۲۰٪ به دست آمده است.

واژه‌های کلیدی: ابررسانای $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ، نقره، XRD و SEM

مقدمه

چند ماه پس از کشف ابررساناهای دمای بالا توسط بدنورز و مولر [۱]، ووه و همکارانش [۲] موفق به کشف ابررسانندگی در سیستم Y-Ba-Cu-O (YBCO یا ایبکو) با دمای گذار در حدود ۹۰ K شدند. چگالی جریان بحرانی یکی از پارامترهای اساسی

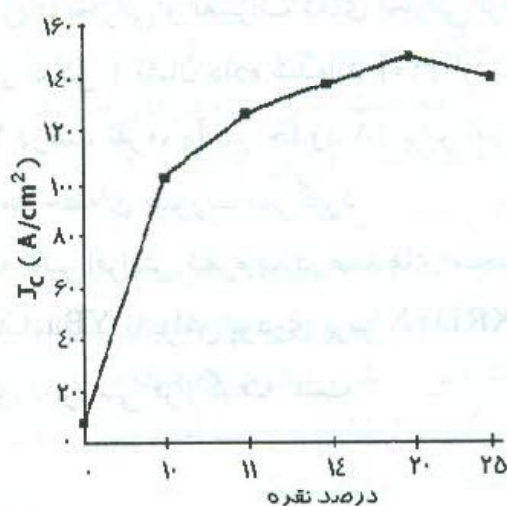
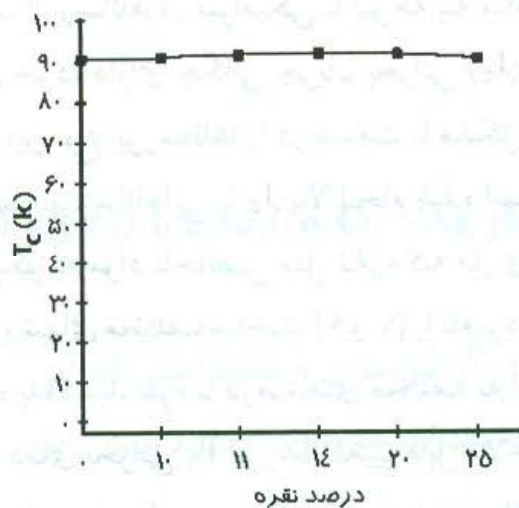
ابرساناها می‌باشد. ابرساناهای سرامیکی با توجه به ماهیت دانه‌ای و اتصال‌های ضعیف بین دانه‌ای خود، دارای چگالی جریان بحرانی (J_c) پایین می‌باشند [۳]. پایین بودن J_c استفاده از این نوع ابرساناها را در صنعت با مشکل مواجه می‌سازد. تحقیقات بسیاری برای ساخت ابرساناهایی با J_c بالا انجام شده است. از جمله این پژوهشها می‌توان آلایدن ایبکو به مواد ناخالصی مثل نقره که دارای رسانندگی بسیار خوبی هستند [۴ و ۵] و روشهای مختلف ساخت [۶ و ۷] را نام برد.

افزودن نقره یا اکسید نقره با درصدهای مختلف به ابرسانای $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ نشان داده است که دمای بحرانی T_c ابرسانا تغییر قابل ملاحظه‌ای نمی‌کند ولی چگالی جریان بحرانی و خواص مغناطیسی و مکانیکی آن تحت تاثیر قرار می‌گیرند [۸ تا ۱۱]. تغییرات چگالی جریان بحرانی و تغییرات دمای بحرانی برحسب درصد نقره افزوده به ابرسانای ایبکو در شکل ۱ نشان داده شده‌اند [۱۰]. از شکل ۱ پیداست که با آلايش ایبکو به حدود ۲۰ درصد نقره، J_c در حدود ۱۸ برابر افزایش می‌یابد ولی در دمای بحرانی تغییر قابل ملاحظه‌ای صورت نمی‌گیرد.

در این مقاله تاثیر افزایش نقره با درصدهای مختلف بر ساختار ابرسانای سرامیکی $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ با پراش پودری پرتو X (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفته است.

روش ساخت نمونه‌ها

برای ساخت نمونه‌ها از پودرهای Ag_2O ، Y_2O_3 ، BaO ، CuO و Ag_2O با خلوص بالا ساخت MERCK و از روش واکنش حالت جامد استفاده شده است. نخست مقادیر استوکیومتری لازم برای تهیه ابرسانای $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ را از پودر اکسیدهای ایتريم، مس و باریم با ترازوی الکترونیکی با حساسیت ۰/۱ میلی گرم برداشته و با مقدار لازم از پودر اکسید نقره با توجه به درصد وزنی مورد نیاز برای آلايش نمونه‌های مختلف مخلوط و آسیاب کردیم. با استفاده از قالب استوانه‌ای شکل، از پودرهای حاصل قرص‌هایی به قطر حدود ۱۴/۵ میلی متر با فشار 230 kg/cm^2 ساخته شد. قرص‌ها را در کوره الکتريکی قابل برنامه‌ریزی مدل ۱۴۰۰ RHF ساخت CARBOLIT قرار داده و آهنگ افزایش و کاهش دما را به قرار زیر انجام دادیم: از دمای اتاق تا ۹۰۰ درجه



شکل ۱ تغییرات دمای بحرانی (بالا) و تغییرات چگالی جریان بحرانی (پایین)

برحسب درصد نقره افزوده به ابررسانای ایپکو.

سانتیگراد با آهنگ $7/5^\circ\text{C}/\text{min}$ دمای کوره افزایش یافته و در 90°C به مدت ده ساعت ثابت نگه داشته شد. سپس کوره با آهنگ آرام $0/7^\circ\text{C}/\text{min}$ تا دمای اتاق سرد شد.

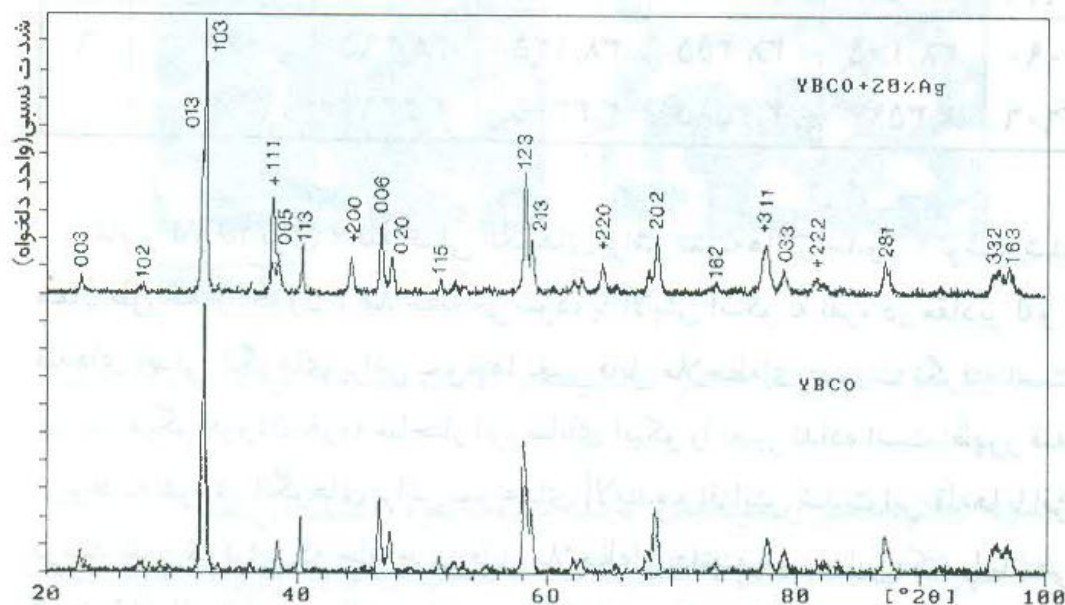
اندازه‌گیری‌ها و نتایج

آنچه در اولین نگاه به نمونه‌های ساخته شده مشاهده شد تفاوت رنگ آنها بود. با افزایش درصد ناخالصی نقره نمونه‌ها، نقره‌ای‌تر به نظر می‌رسیدند، به طوری که برای

ایکو خالص، نمونه سیاه رنگ و برای ایکو با ۳۰ درصد آلیش، نقره‌ای رنگ بود. برای مشاهده اثر مایسنر، نمونه مورد نظر را در نیتروژن مایع که دمای آن ۷۷ کلوین است قرار داده و پس از بیرون آوردن آن از مایع، آهنربای کوچکی بر روی آن قرار دادیم که به صورت معلق تا زمانی که نمونه گرم می‌شد باقی ماند. تمام نمونه‌ها اثر مایسنر را نشان دادند و بهترین اثر در نمونه ۲۰ درصد آلییده مشاهده شد و برای نمونه ۳۰ درصد این اثر نسبت به سایر نمونه‌ها تضعیف شده بود. این نتیجه با نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری پذیرفتاری مغناطیسی نمونه‌ها سازگار است [۱۱].

با افزایش درصد نقره استحکام نمونه‌ها افزایش یافته به طوری که در نمونه ۳۰٪ شکستن با ضربه چکش یا برش با اژه امکان‌پذیر بود.

از آنجا که الگوهای XRD هر جسم به ساختار آن بستگی دارند، برای بررسی اثر افزایش نقره بر ساختار ابررسانای ایکو از دستگاه پراش سنج پودری پرتو X مدل PW ۱۸۴۰ ساخت PHILIPS با آند مس استفاده شد. الگوهای پراش پرتو X نمونه‌های ابررسانای ایکو خالص و ۲۰ درصد نقره در شکل ۲ نشان داده شده‌اند.



شکل ۲ الگوهای پراش پرتو X پودر ایکو خالص و ایکو با ۲۰٪ نقره.

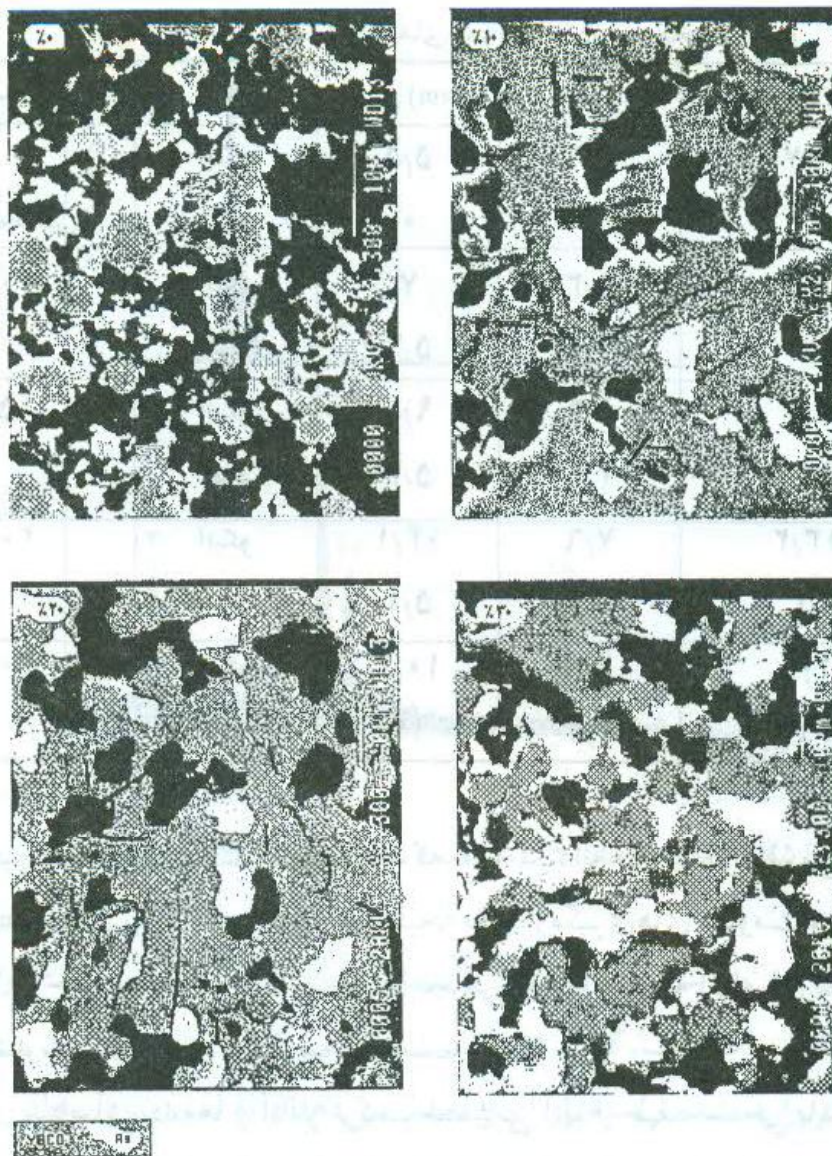
علامت‌های + بازتابهای نقره را نشان می‌دهند.

جدول ۱ مقادير d و 2θ برای ۶ قله الگوی پراش نمونه‌ها

نمونه با درصد نقره					مقادير 2θ (deg.) و d (Å)	قله
۳۰	۲۰	۱۵	۱۰	۰ (نمونه خالص)		
۳۲/۸۵۵	۳۲/۷۷۰	۳۲/۶۹۰	۳۲/۶۷۰	۳۲/۹۰۰	2θ	۱
۲/۷۲۳۷	۲/۷۳۰۶	۲/۷۳۷۱	۲/۷۳۸۷	۲/۷۲۰۱	d	
۵۸/۱۸۰	۵۸/۱۹۵	۵۷/۱۷۰	۵۸/۱۱۵	۵۸/۱۸۵	2θ	۲
۱/۵۸۴۳	۱/۵۸۴۰	۱/۵۸۴۶	۱/۵۸۶۰	۱/۵۸۴۲	d	
۴۶/۷۰۵	۴۶/۶۲۵	۴۶/۶۹۰	۴۶/۶۸۵	۴۶/۶۱۵	2θ	۳
۱/۹۴۳۳	۱/۹۴۶۴	۱/۹۴۳۸	۱/۹۴۴۰	۱/۹۴۶۸	d	
۴۰/۳۱۰	۴۰/۳۷۰	۴۰/۲۳۰	۴۰/۳۱۰	۴۰/۳۲۵	2θ	۴
۲/۲۳۵۵	۲/۲۳۲۴	۲/۲۳۵۰	۲/۲۳۵۵	۲/۲۳۴۷	d	
۶۸/۹۰۵	۶۸/۸۱۰	۶۸/۸۵۰	۶۸/۷۹۵	۶۸/۸۳۵	2θ	۵
۱/۳۶۱۶	۱/۳۶۳۲	۱/۳۶۲۵	۱/۳۶۳۵	۱/۳۶۲۸	d	
۳۸/۰۹۰	۳۸/۱۰۵	۳۸/۴۵۵	۳۸/۱۲۵	۳۸/۴۹۵	2θ	۶
۲/۳۶۰۶	۲/۳۵۹۷	۲/۳۵۸۵	۲/۳۳۷۵	۲/۳۳۶۷	d	

مقادير d و 2θ برای ۶ قله اصلی الگوهای پراش نمونه‌ها در جدول ۱ نوشته شده‌اند. همان طور که از جدول ۱ ملاحظه می‌شود، با آرایش ایبکو به نقره در مقادير d و 2θ قله‌های اصلی الگوهای پراش نمونه‌ها تغيير قابل ملاحظه‌ای صورت نگرفته است. به عبارت دیگر افزودن نقره، ساختار ابررسانای ایبکو را تغيير نداده است. ظهور قله‌های مربوط به نقره در الگوهای پراش نمونه‌های آلايیده و افزایش شدت این قله‌ها با افزایش درصد نقره بدون این که جابه‌جایی قابل ملاحظه‌ای داشته باشند، این نکته را بیان می‌کند که نقره اضافه شده در ساختار ابررسانای ایبکو شرکت نکرده است و به عنوان فاز جداگانه‌ای در نمونه ظاهر می‌شود.

برای مشخص شدن محل استقرار نقره در نمونه‌های تهیه شده و چگونگی رشد دانه‌های ایبکو از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. شکل ۳ عکس‌های



شکل ۳ تصاویر نمونه ۰٪ (ایبکو خالص) و نمونه‌های آلییده شده ۱۰٪ و ۲۰٪ و ۳۰٪ به نقره

SEM نمونه ایبکو خالص و نمونه‌های آلییده شده به نقره را نشان می‌دهد. همان طور که از عکس‌های SEM پیداست دانه‌های ایبکو با افزودن نقره رشد می‌کنند. وجود نقره در فرایند کلوخه‌سازی، سطوح دانه‌های ایبکو را تمیز می‌کند و باعث بهبود رشد دانه‌ها هنگام ذوب جزیی می‌شود [۵ و ۱۲]. نتایج به دست آمده نشان داد که بیشترین رشد برای دانه‌های ایبکو با آلیش حدود ۲۰ درصد به دست می‌آید. جدول ۲ ابعاد دانه‌های ایبکو و نقره را با درصدهای مختلف آلیش نشان می‌دهد.

جدول ۲ مشخصات دانه‌های نمونه‌ها با درصد مختلف نقره

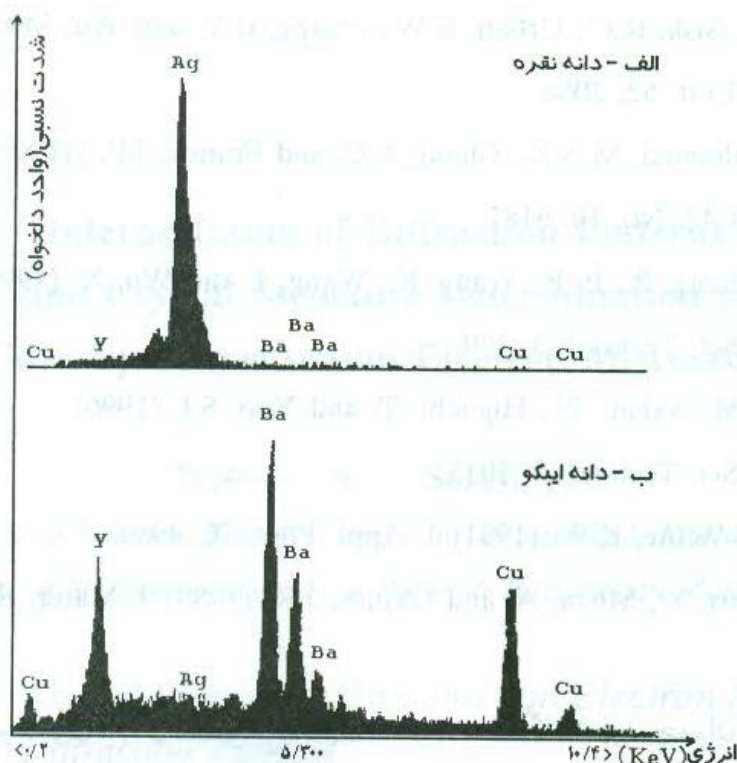
درصد نقره	دانه	طول (μm)	عرض (μm)	مساحت (μm^2)
۰	ایبکو	۵/۵	۴/۶	۲۶/۷
(نمونه خالص)	نقره	۰	۰	۰
۱۰	ایبکو	۷	۵/۳	۳۸/۵
	نقره	۵/۶	۲/۸	۱۷
۱۵	ایبکو	۹/۵	۵/۶	۵۸/۷
	نقره	۵/۴	۲/۹	۱۶
۲۰	ایبکو	۱۴/۱	۷/۶	۱۱۳/۲
	نقره	۵/۱	۳	۱۵
۳۰	ایبکو	۱۰/۳	۴/۸	۵۲/۳
	نقره	۱۲	۳/۷	۴۶

همچنین عکس‌های SEM نشان دادند که نقره بین دانه‌های ایبکو قرار می‌گیرد و باعث بهبود اتصال‌های بین آنها می‌شود. این نتیجه با اندازه‌گیری‌های مقاومت ویژه الکتریکی نمونه‌ها در حالت عادی و چگالی جریان بحرانی که مقدار بهینه آنها برای نمونه با آلیش ۲۰ درصد به دست آمده است سازگار است [۱۰].

برای شناسایی دانه‌ها و آنالیز ترکیب شیمیایی آنها از طیف سنجی پاشندگی انرژی EDS استفاده شد. شکل ۴ نمودارهای EDS دانه نقره که بین دانه‌های ایبکو قرار دارد و دانه‌های ایبکو را نشان می‌دهد.

همان‌طور که از الگوهای پراش نتیجه گرفته شد، نقره وارد ساختار دانه‌های ایبکو نشده و به صورت فازی جداگانه (دانه‌های مجزا) در نمونه ظاهر می‌شود. این مطلب را نمودارهای EDS مورد تأیید قرار می‌دهند.

بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و میکروسکوپ نوری و الگوهای پراش پرتو X وجود موادی غیر از ایبکو و نقره مثل فاز ۲۱۱ ایبکو را به مقدار کم در بعضی از نمونه‌های تهیه شده نشان می‌دهد. با توجه به نتایج به دست آمده از الگوهای XRD، تصاویر SEM و نمودارهای EDS، نتیجه گرفته می‌شود که در نمونه‌های تهیه



شکل ۴ نمودارهای EDS (الف) دانه نقره و (ب) دانه ایبکو

شده، با افزایش نقره تا حدود ۲۰ درصد دانه‌های ایبکو بزرگتر می‌شوند و افزودن نقره بیش از این مقدار باعث جلوگیری از رشد دانه‌ها می‌گردد. همچنین نقره در درون دانه‌های ایبکو وارد نشده و ساختار آن را تغییر نمی‌دهد و به صورت دانه‌هایی بین آنها قرار می‌گیرد.

مراجع

1. Bednorz, J.G. and Muller, K.A. (1986) Z. Phys. B 64, 189.
2. Wu, M.K., Ashburn, J.R., Torng, C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z.J., Wang, Y.Q., and Chu, C.W. (1987) Phys. Rev. Lett. 58, 908.
3. Ekin, J.W., Braginski, A.I., Panson, A.J., Janocko, M.A., Capone, D.W., Zaluzec, N.J., Flandermeyer, B., deLima, O.F., Hang, M., Kwo, J. and Liou, S.H. (1987) J. Appl. Phys. 62, 4821.

4. Peters, P.N., Sisk, R.C., Urban, E.W., Huang, C.Y. and Wu, M.k. (1988)
Appl. Phys. Lett. 52, 2066.
5. Jung, J., Mohamed, M.A.K., Chang, S.C. and Franck, J.P. (1990)
Phys. Rev. B 42, No. 10, 6181.
6. Zhou, L., Zhang, P., Ji, P., Wang, K., Wang, J. and Wu, X. (1990)
Supercond. Sci. Technol. 3, 409.
7. Murakami, M., Sakai, N., Higuchi, T. and Yoo, S.I. (1996)
Supercond. Sci. Technol. 9, 1015.
8. Yeh, F. and White, K.W. (1991) J. Appl. Phys. 70, 4989.
9. Song, Y., Cao, Y., Misra, A. and Gaines, J.R. (1989) J. Mater. Res. Vol.4,
No. 4, 802.
- ۱۰) زرگر شوشتری، م، و منیعی، ع، مجله علوم، دانشگاه شهید چمران، ۱۳۷۷، ۴، ۷۵
- ۱۱) سپهری، س، و زرگر شوشتری، م، مجله پژوهش فیزیک ایران، ۱۳۷۷، ۵، ۲۹۹
12. Deslandes, F., Raveau, B., Dubots, P. and Legat, D. (1989) Solid state
commun. 71, 407.