

*Sprawozdanie z laboratorium inżynierii nowych
materiałów*

Temat:

**Badanie podstawowych właściwości nadprzewodnika
wysokotemperaturowego.**

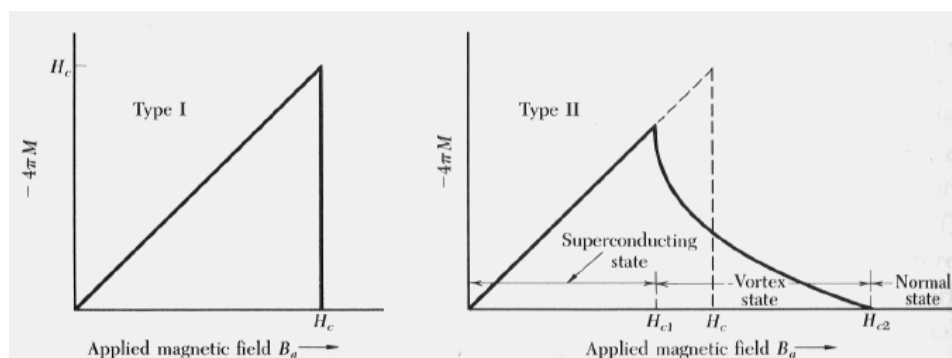
***Marcin Kowalski, Aleksandra Rekowska, Michał Rymś,
Michał Stobiecki, Grzegorz Sykuła
sem. VI***

Wydz. Fizyki Technicznej i Matematyki Stosowanej

I. Wstęp teoretyczny

1. Opis zjawiska.

Nadprzewodnictwo jest zjawiskiem zaniku oporu elektrycznego, obserwowanym w niektórych metalach (np. Pb, Zn, Al) i ich stopach (np. bizmutu ze złotem, węglików molibdenu i wolframu, azotku niobu) oraz w pewnych spiekach ceramicznych. Materiał, dla którego zachodzi zjawisko nadprzewodnictwa, nazywany jest nadprzewodnikiem. Ze względu na charakter przemiany fazowej towarzyszącej przejściu materiału ze stanu przewodzącego w nadprzewodzący wyróżnia się nadprzewodniki I lub II rodzaju. W nadprzewodnikach I rodzaju efekt zanikania pola magnetycznego (tzw. efekt Meissnera polegający na zanikaniu pola magnetycznego wewnątrz schłodzonego nadprzewodnika, który w warunkach normalnych, w polu magnetycznym zachowuje się jak idealny diamagnetyk) jest całkowity, natomiast w nadprzewodnikach II rodzaju istnieje pewna mała głębokość wnikania (zwana londonowską głębokością wnikania) pola magnetycznego w ich strukturę (rys.1). Możliwe jest także powstawanie tzw. Wortexów, czyli linii pola magnetycznego przenikających nadprzewodnik.



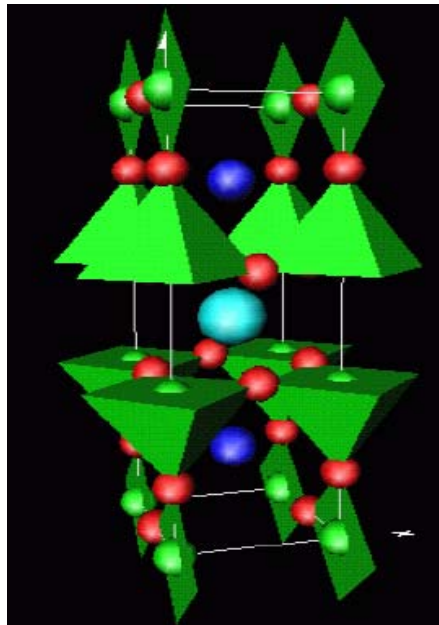
rys.1

Nadprzewodnictwo obserwowane jest w niskich temperaturach, mniejszych od pewnej, charakterystycznej dla danego materiału tzw. temperatury krytycznej T_c . Stan nadprzewodzący może zaniknąć po umieszczeniu nadprzewodnika w dostatecznie silnym polu magnetycznym, nawet gdy materiał znajduje się w temperaturze mniejszej od temperatury krytycznej. W nadprzewodniku popłynie wtedy prąd elektryczny. Zanikowi nadprzewodnictwa towarzyszy wydzielenie ciepła, mające w przypadku silnych elektromagnesów charakter eksplozji. W zamkniętym pierścieniu (lub cewce) wykonanej z nadprzewodnika można wytworzyć indukcyjnie niezanikający przepływ prądu elektrycznego.

Zjawisko nadprzewodnictwa posiada trzy zasadnicze bariery, którymi są: silne pole magnetyczne, wysoka temperatura oraz silne prądy, a przekroczenie przez dowolny z tych parametrów pewnej niewielkiej wartości krytycznej, prowadzi do zaniku nadprzewodnictwa.

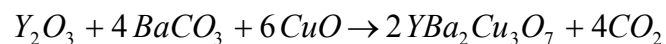
2. Wyrób nadprzewodnika typu YBCO.

Poniższy rysunek (rys.2) przedstawia strukturę przestrzenną badanego nadprzewodnika typu YBCO. Jest to najbardziej znany i najlepiej zbadany typ nadprzewodników wysokotemperaturowych.



rys.2

W celu wyprodukowania w warunkach laboratoryjnych nadprzewodnika wysokotemperaturowego o wzorze chemicznym $YBa_2Cu_3O_7$ posłużono się następującym wzorem chemicznym:



Pozwolił on na dobranie odpowiednich proporcji składników nadprzewodnika.

Sam **proces wytwarzania** próbki typu YBCO podzielono na **3 kolejne etapy**:

a) Etap pierwszy polegał na odmierzeniu wszystkich składników w następujących proporcjach:

- 0,686 g Y_2O_3
- 2,3984 g $BaCO_3$
- 1,45 g CuO

Następnie komponenty zostały dokładnie zmielone przy użyciu młynka ceramicznego. Powstały w ten sposób jednolity proszek umieszczono w specjalnej formie umożliwiającej równomierne ściskanie jej ścianek, a następnie formę tą poddano procesowi ściskania pod prasą hydrauliczną. Dzięki temu otrzymana w ten sposób próbka uzyskała trwały kształt prostopadłościenny. Zwieńczeniem pierwszego etapu wytwarzania nadprzewodnika było wypiekanie próbki w piecu w wysokiej temperaturze.

b) **Drugi etap** produkcji polegał na ponownym zmieleniu otrzymanej w procesie wypiekania próbki, ponownym umieszczeniu sproszkowanej substancji w formie, oraz ponownym ściśnięciu próbki pod prasą hydrauliczną. Na koniec otrzymana próbka trafiła ponownie do pieca, celem drugiego z kolei wypiekania w wysokiej temperaturze.

c) Ostatni, **trzeci etap** wytwarzania nadprzewodnika stanowiło ponowne zmielenie próbki w moździerzach ceramicznych do jednolitej optycznie konsystencji, a następnie odważenie określonych porcji, które miały posłużyć do uzyskania 3 płytek o ściśle określonych rozmiarach:

- 0,94 cm długości
- 0,48 cm szerokości
- 0,12 cm grubości

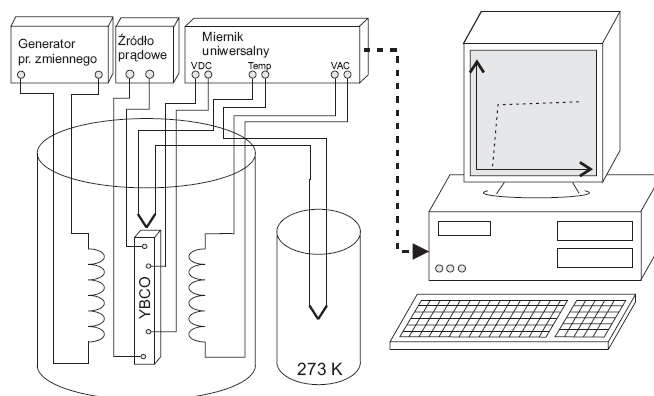
Odważone porcje proszku umieszczono w formie, którą następnie poddano procesowi ściskania w prasie hydraulicznej, nadając próbkom określony kształt prostopadłościenny. Ostatecznie próbki umieszczono w piecu, gdzie były wypiekane w obecności dużej zawartości tlenu.

Otrzymany w ten sposób nadprzewodnik poddano badaniu, w celu sprawdzenia jego właściwości.

II. Przebieg badania nadprzewodnika i opracowanie wyników.

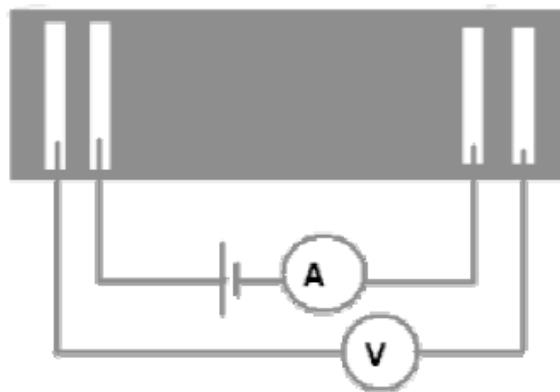
1. Badanie właściwości nadprzewodnika metodą czteropunktową i dwupunktową.

Badana próbka umieszczona została w kriostacie, pomiędzy dwoma cewkami: jedną zasilaną z generatora prądu zmiennego, a drugą – podłączoną do miernika uniwersalnego, rejestrującego dane z termopar (bezpośredniej i odniesienia umieszczonej w pojemniku z lodem). Druga cewka służyła do rejestracji pola magnetycznego, które przeniknęło przez badaną próbkę. Zmiany rejestrowane były na woltomierzu i przesyłane do urządzenia szczytującego w celu wizualizacji. Schemat stanowiska pomiarowego przedstawia poniższy rysunek (rys.3).



rys.3

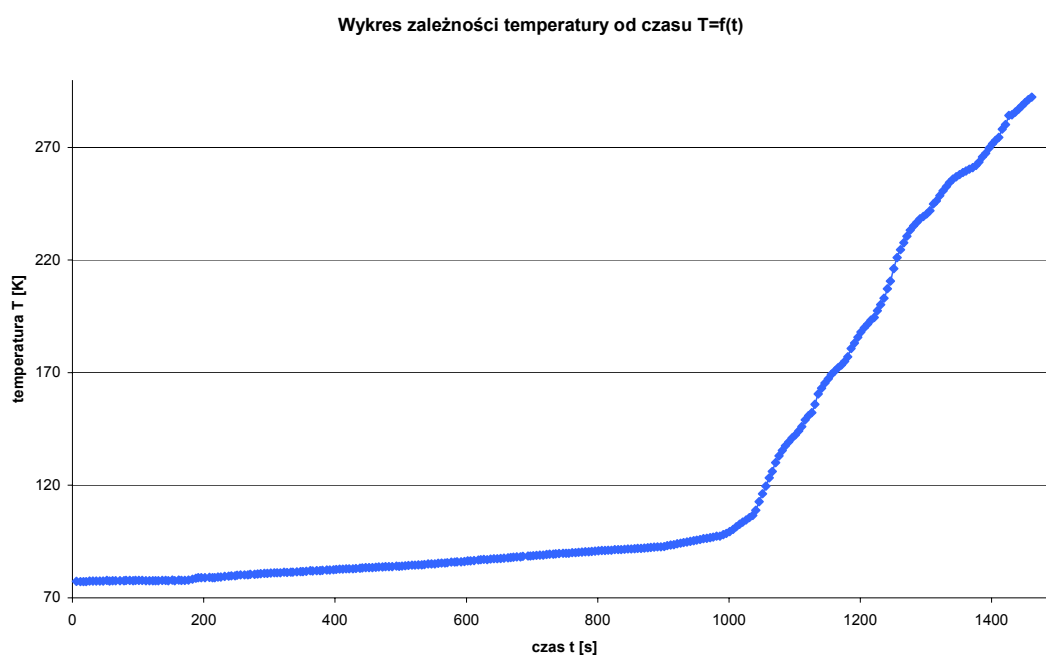
W celu uzyskania możliwie jak najniższej temperatury, badana próbka została zanurzona w naczyniu z ciekłym azotem. Ze względu na specyficzne warunki laboratoryjne pomiary przeprowadzono wyłącznie podczas ogrzewania próbki. W celu dokonania pomiarów wykorzystana została metoda czteropunktowa. W metodzie czteropunktowej wykorzystuje się układ zbudowany ze źródła prądu, woltomierza i amperomierza, połączonych w ten sposób, aby można było zmierzyć natężenie prądu płynącego przez badaną próbkę oraz spadek napięcia, jaki na niej występuje. Połączenie takie zapewnia dużą dokładność pomiarów, ze względu na pomijalnie mały wpływ oporu kabli na otrzymane wyniki. Schemat połączeń dla metody czteropunktowej przedstawiono na poniższym rysunku (rys.4).



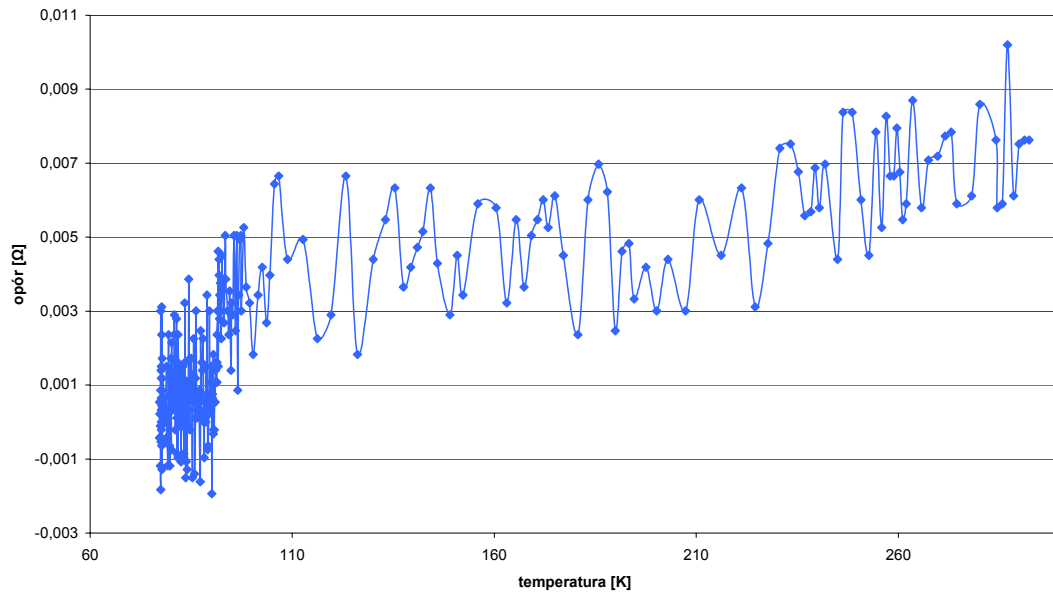
rys.4

2. Opracowanie wyników pomiarowych.

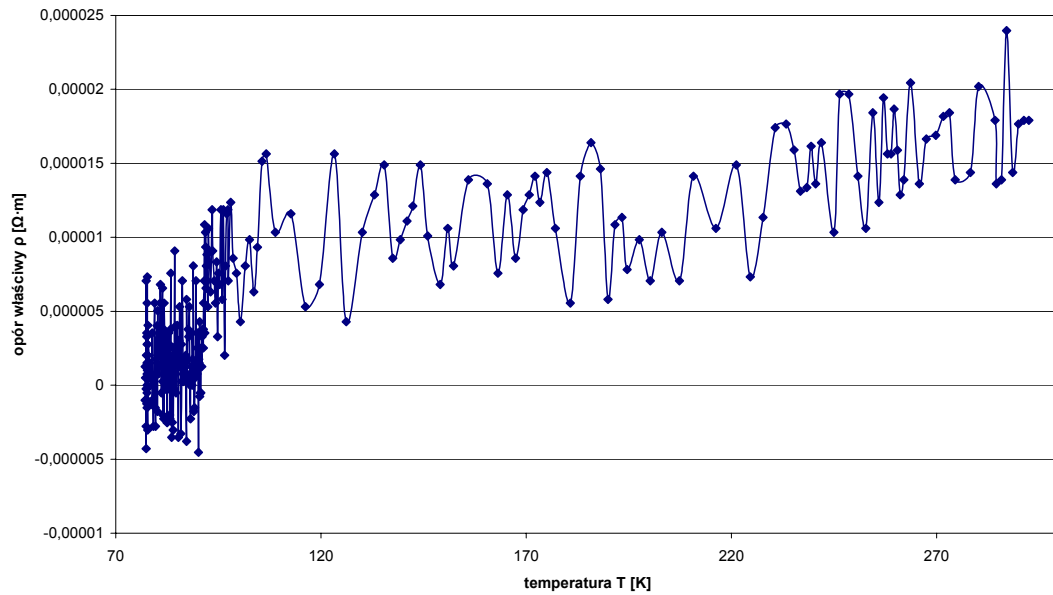
Wyniki pomiarów po obróbce, pozwoliły wykreślić zależności oporu elektrycznego oraz spadku napięcia na próbce od temperatury otoczenia. Na podstawie tych danych i zmierzonych czasu prowadzonego doświadczenia uzyskano, prezentowane poniżej, następujące wykresy:



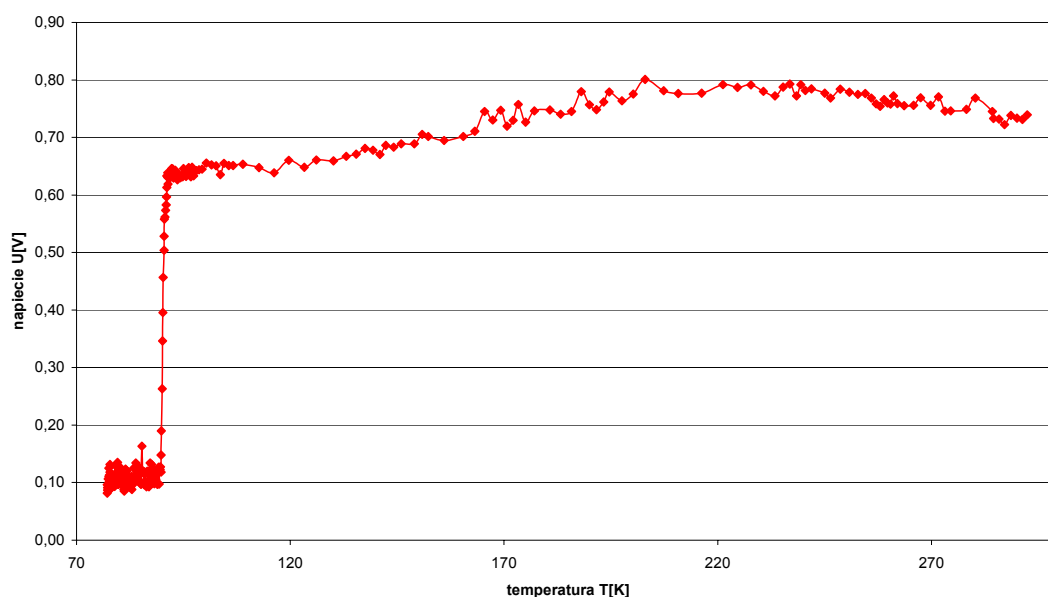
Wykres zależności oporu od temperatury



Wykres zależności oporu właściwego od temperatury

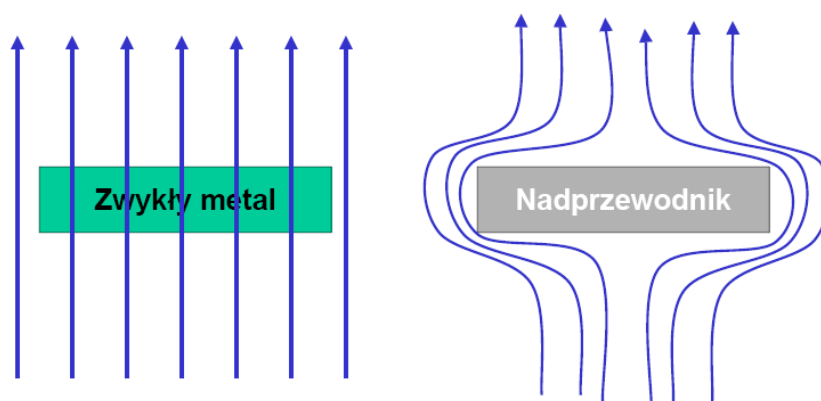


Wykres zależności napięcia od temperatury



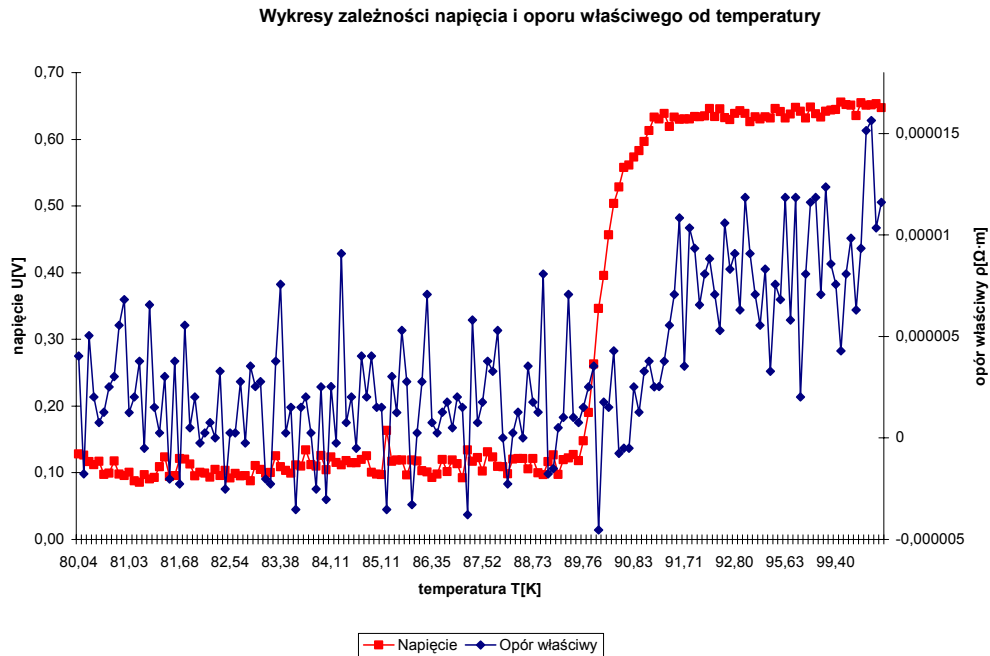
Ostatnie dwa wykresy zależności napięcia i oporu właściwego od temperatury wyraźnie pokazują (zwłaszcza wykres napięcia) charakterystyczne właściwości badanej próbki nadprzewodnikowej.

Powszechnie wiadomo, że każdy przewodnik częściowo ekranuje zmienne pola magnetyczne poprzez generację prądów wirowych. W doskonałym przewodniku ekranowanie jest idealne. W przypadku nadprzewodnika jest nieco inaczej. Przy obniżaniu temperatury próbki poniżej granicy T_c staje się ona idealnym diamagnetykiem. Temperatura musi być niższa od T_c , ponieważ potrzebna jest energia na przejście fazowe do stanu diamagnetycznego. Nadprzewodniki nie wpuszczają także stałego pola magnetycznego do swojego wnętrza. Związany z tym jest wspomniany we wstępie efekt Meissnera (rys.5).

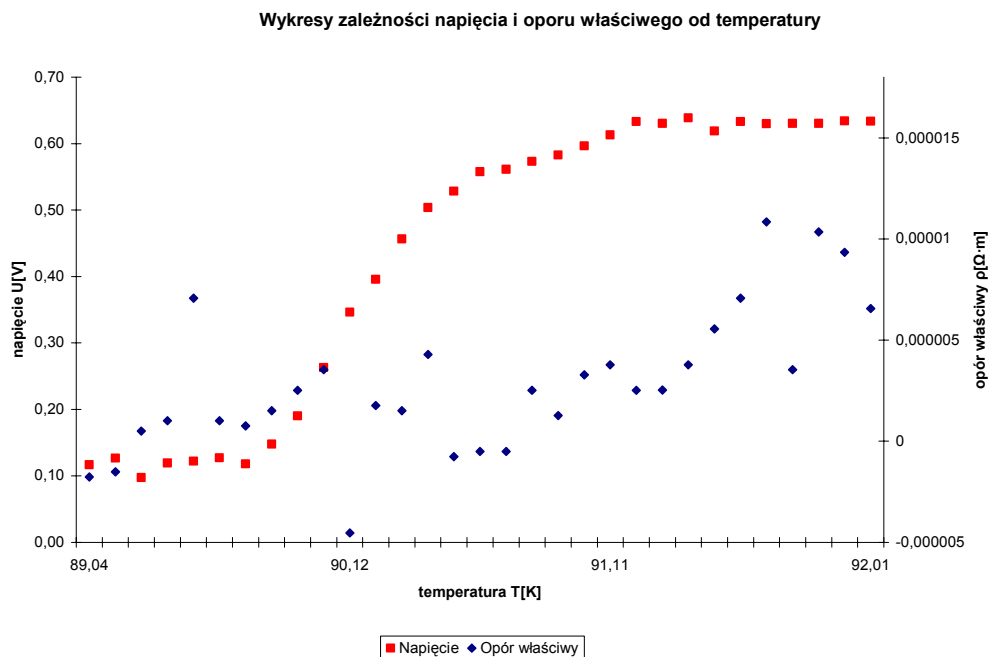


rys.5

Na wykresie zależności napięcia od temperatury zaobserwować można wyraźny, nagły spadek napięcia indukowanego w cewce wtórnej. Zjawisko to związane jest bezpośrednio z przejściem nadprzewodnika w stan diamagnetyzmu. Poniższy wykres jest połączeniem dwóch najważniejszych zależności badanych w tym doświadczeniu.

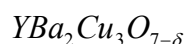


Temperaturę krytyczną T_c określić możemy powiększając interesujący nas fragment powyższego wykresu. Wprowadzając linię trendu i znajdując jej punkt przegięcia, którego współrzędna temperaturowa stanowi połowę przedziału T_0 otrzymujemy poszukiwaną wartość T_c . Zostało to uczynione na poniższym rysunku.



Wyznaczona w powyższy sposób temperatura krytyczna wynosi $T_c = 90,45 K$ i dość dobrze pokrywa się z pomiarami laboratoryjnymi, które wskazują $T_c = 92 K$. Pomimo dużych zakłóceń w pomiarze oporu właściwego, również i w tym wypadku wyznaczyć możemy granicę przejścia nadprzewodnika z jednego stanu w drugi. Jest ona nieco przesunięta w kierunku wyższych temperatur i ustala się na poziomie $T_c = 91,33 K$.

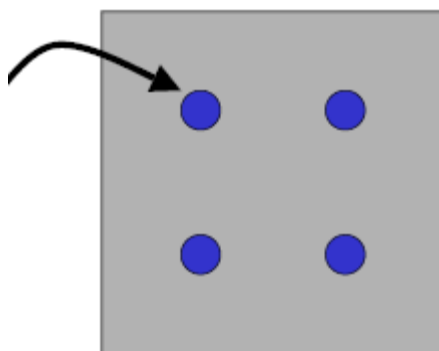
Przesunięcie obu wykresów względem siebie spowodowane jest strukturą badanego nadprzewodnika, a zwłaszcza obecnością różnej zawartości tlenu w badanej próbce oraz defektami powstałymi podczas procesu wytwórczego (np. niedokładne zmielenie, zanieczyszczenia). Otrzymany nadprzewodnik powinno się właściwie opisywać bardziej szczegółowym wzorem:



gdzie: δ – ilość atomów tlenu przypadająca na mol substancji

W konsekwencji różnej zawartości tlenu w całkowitej objętości badanej próbki oraz różnego rodzaju defektami, badany nadprzewodnik wykazuje charakter dwufazowy. Obecność dwóch faz jest szczególnie widoczna na wykresie zależności napięcia od temperatury, gdzie obserwujemy początkowo reakcję pierwszej fazy (początkowy spadek napięcia), a dopiero potem reakcję drugiej fazy (dalszy spadek napięcia, aż do wartości minimalnej). Towarzyszący przemianom fazowym spadek oporu właściwego, przesunięty o pewną wartość również świadczy o dwufazowym charakterze próbki. Wystarczy bowiem aby zaledwie część badanego nadprzewodnika zaczęła nadprzewodzić, aby opór całej próbki wyniósł zero, podczas gdy na wykresie napięciowym ekranowanie wciąż jeszcze pozostanie duże. Takie właśnie zachowanie obserwujemy na połączonych wykresach napięcia i oporu właściwego od temperatury.

Badany nadprzewodnik zachowuje się zatem, jak na poniższym rysunku (rys.6). W temperaturze poniżej $92K$ następuje powstawanie „korytarzy” nadprzewodzących, które stopniowo zaczynają dominować w strukturze nadprzewodnika i cała próbka zaczyna nadprzewodzić.

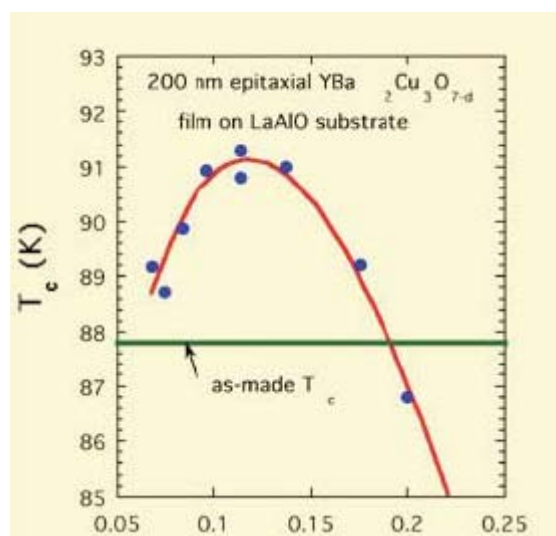


rys.6

III. Podsumowanie wyników i wnioski końcowe.

Przeprowadzone w powyższym doświadczeniu badania próbki laboratoryjnej typu YBCO potwierdziło jej własności nadprzewodnikowe, zarówno w postaci spadków oporu w niskich temperaturach (poniżej $T_c = 91,33\text{ K}$), jak i wzrostu ekranowania w danym zakresie temperatur. Zależności te można bezpośrednio odczytać ze wspólnego wykresu zależności napięcia i wyliczonego oporu właściwego w funkcji temperatury.

Dodatkowo wnioskować można, że temperatura przejścia silnie zależy od stechiometrycznej ilości tlenu w badanej próbce. Przy nieodpowiedniej zawartości tego pierwiastka próbka może stracić swe własności nadprzewodzące (rys.7).



rys.7