

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



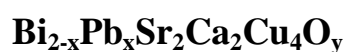
شماره پایان نامه: ۹۲۱۴۹۱۷۸

دانشگاه شهید چمران اهواز  
دانشکده علوم

پایان نامه کارشناسی ارشد رشته فیزیک  
گرایش حالت جامد تجربی

عنوان :

ساخت و مطالعه‌ی نانوذرات  $\text{PbO}$  و بررسی اثر آن‌ها بر ترکیب



اساتید راهنما:

دکتر سید ابراهیم موسوی قهفرخی

دکتر ایرج کاظمی نژاد

نگارنده :

ندا منحوش

مهر ماه ۱۳۹۲

باسمه تعالی

دانشگاه شهید چمران اهواز

دانشکده علوم

(نتیجه ارزشیابی پایان نامه ارشد)

پایان نامه خانم / آقای ..... دانشجوی رشته: ..... گرایش: .....

دانشکده ..... به شماره دانشجویی .....

با عنوان :

جهت اخذ مدرک : ..... در تاریخ : ..... توسط هیأت داوران مورد ارزشیابی قرار گرفت و با  
درجه ..... تصویب گردید.

امضاء	رتبه علمی	اعضای هیأت داوران :
.....	.....	استاد راهنما:.....
.....	.....	استاد مشاور : .....
.....	.....	استاد داور :.....
.....	.....	استاد داور :.....
.....	.....	نماینده تحصیلات تکمیلی :.....
.....	.....	مدیر گروه : .....
.....	.....	معاون پژوهشی و تحصیلات تکمیلی دانشکده : .....
.....	.....	مدیر تحصیلات تکمیلی دانشگاه : .....

تقدیم به

عزیزترین ما،

مادر

فرشته‌ای که در تمام سختی‌های راه، نور امید را در قلبم روشن نگه داشت.

پدر

فسته از تمام زحمات متمم‌شده در طول زندگی‌ام، به کسی که همیشه با ناسازگاریم سازگار شد و دم بر نیاورد.

برادر علی

همسفر مهربان زندگی که با هم آغاز کردیم، در کنار هم آموختیم و به امید هم به آینده چشم می‌دوزیم.

عزیزانی که وجودشان بزرگ‌ترین سرمایه‌ی زندگی من است

و در تمام صحنه‌های زندگی یار و یاور من بودند.

## تقدیر و سپاس

الهی! مردم شکر نعمت‌های تو کنند و من شکر بودن تو، چرا که نعمت بودن توست.

پس از حمد و ستایش خداوند متعال، بر خود لازم می‌دانم که از تمامی عزیزانی که در طی انجام این تحقیق از یاری و راهنمایی‌هایشان بهره‌مند گشته‌ام تشکر و قدردانی کرده و برای ایشان از درگاه پروردگار مهربان آرزوی سعادت و پیروزی نمایم.

از مادر و پدر عزیز و برادر مهربانم که همیشه مدیون خوبی‌هایشان خواهم بود، سپاسگزار و قدردان زحمات‌شان هستم. دریغ که زبان و توانم از بیان و جبران این همه ایثارشان قاصر است.

از زحمات اساتید بزرگوارم جناب آقای دکتر سید ابراهیم موسوی قهرقی و جناب آقای دکتر ایرج کاظمی‌نژاد که مسئولیت راهنمایی این پایان‌نامه را بر عهده داشتند و در تمامی مراحل تحقیق اینجانب را مرهون راهنمایی‌های عالمانشان قرار دادند، صمیمانه تشکر و قدردانی می‌نمایم.

از اساتید محترم آقایان دکتر مرتضی زرگر شوشتری و دکتر مهرزاد اشرف‌پور که زحمت داوری این پایان‌نامه را کشیدند، تشکر می‌نمایم.

و در نهایت، سپاس ویژه از تمامی دوستان خوبم که حضورشان دشواری‌ها را برایم شیرین ساخت...

ذات‌مخوش

مهر ۱۳۹۲

## چکیده

نام خانوادگی: منحوش	نام: ندا	شماره دانشجویی: ۸۹۱۴۹۰۳
<b>عنوان پایان نامه:</b> ساخت و مطالعه‌ی نانوذرات PbO و بررسی اثر آن‌ها بر ترکیب $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_y$		
استاد/ اساتید راهنما: دکتر سید ابراهیم موسوی قهفرخی، دکتر ایرج کاظمی نژاد		
استاد/ اساتید مشاور:		
درجه تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: فیزیک	گرایش: جامد تجربی
دانشگاه: دانشگاه شهید چمران اهواز	دانشکده: علوم	گروه: فیزیک
<b>تاریخ فارغ التحصیلی:</b> تعداد صفحه:		
<b>کلید واژه ها:</b> نانو ذرات، اکسید سرب، میکروموج، ابررسانای پایه بیسموت، چگالی جریان بحرانی، دمای بحرانی.		
<p>در این پایان‌نامه، نانوذرات اکسید سرب (<math>\beta\text{-PbO}</math>) با استفاده از تابش میکروموج تهیه گردید. همچنین، تأثیر نسبت مولی مواد اولیه و مدت زمان تابش‌دهی میکروموج بر ریزساختار و ریخت‌شناسی نمونه‌ها با استفاده از XRD, TEM, SEM و طیف FT-IR مطالعه گردید. نانوذرات اکسید سرب تهیه شده با مدت زمان تابش‌دهی میکروموج ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات، ۱۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات و نسبت مولی اوره به نیترات سرب <math>n=5</math>، به‌عنوان نمونه‌ی بهینه جهت استفاده در آلیش ابررسانا به‌کار برده شد. نانوذرات PbO با مقادیر ۰/۶، ۰/۴، ۰/۲، ۰/۱۰، <math>x=0.10, 0.2, 0.4, 0.6</math> در ترکیب <math>\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_y</math>، به روش واکنش حالت جامد با زمان‌های پخت متفاوت ۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۵۰ ساعت آلیش داده شد. پس از تهیه‌ی نمونه‌ها و مشاهده‌ی اثر مایسنر، چگالی جریان بحرانی، دمای بحرانی، الگوی پراش پرتو ایکس و تصاویر SEM نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. اکثر نمونه‌های آلیش داده شده به‌جز نمونه‌ی بدون آلیش اثر مایسنر را در <math>77\text{ K}</math> به‌خوبی نشان دادند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌ها نشان می‌دهد که نمونه‌ی آلیش داده شده با نانوذرات اکسید سرب به مقدار <math>x=0.4</math> و زمان پخت ۶۰ ساعت از بیشترین چگالی جریان و دمای بحرانی برخوردار است. همچنین، بررسی‌ها نشان دادند که با افزایش زمان پخت، چگالی جریان بحرانی نمونه‌ها کاهش می‌یابد. در بررسی الگوی پراش مشاهده گردید که حجم سلول واحد نمونه‌ی آلیش داده شده نسبت به نمونه‌ی بدون آلیش افزایش یافته است که بیانگر جانشینی <math>\text{Pb}^{+2}</math> در جایگاه <math>\text{Bi}^{+3}</math> می‌باشد.</p>		

فهرست مطالب

فصل اول: مقدمه‌ای بر تابش میکروموج

۱-۱ فناوری نانو.....	۲
۲-۱ طیف الکترومغناطیس.....	۶
۳-۱ مبانی برهم‌کنش میکروموج با ماده.....	۷
۱-۳-۱ قطبش دوقطبی.....	۷
۲-۳-۱ هدایت یونی.....	۸
۳-۳-۱ خواص دی‌الکتریک.....	۹
۱-۳-۳-۱ زاویه‌ی اتلاف.....	۹
۲-۳-۳-۱ زمان واهلش.....	۱۰
۳-۳-۳-۱ اتلاف مغناطیسی.....	۱۱
۴-۱ اجزای دستگاه میکروموج.....	۱۲
۱-۴-۱ مگنترون.....	۱۳
۲-۴-۱ خطوط انتقال.....	۱۵
۳-۴-۱ انتشاردهنده.....	۱۵
۴-۴-۱ صفحه‌ی چرخان.....	۱۵
۵-۴-۱ محفظه‌ی دستگاه.....	۱۶
۱-۵-۴-۱ محفظه‌ی تک مد.....	۱۶
۲-۵-۴-۱ محفظه‌ی چند مد.....	۱۷
۵-۱ مقایسه‌ی گرمایش کلاسیک با میکروموج.....	۱۸
۱-۵-۱ گرمایش حجمی.....	۱۸
۲-۵-۱ گرمایش انتخابی.....	۱۹
۳-۵-۱ کنترل اندازه و شکل.....	۱۹

فصل دوم: مقدمه‌ای بر ابرسانایی

۲۲	تاریخچه	۱-۲
۲۴	مقاومت صفر	۲-۲
۲۶	دیا مغناطیس کامل و اثر مایسنر	۳-۲
۲۷	میدان مغناطیسی بحرانی	۴-۲
۲۸	ابرسانای نوع I و II	۵-۲
۳۰	جریان بحرانی	۶-۲
۳۱	حالت مخلوط	۷-۲
۳۳	ابرساناهای دمای بالا	۸-۲
۳۳	ساختار دانه‌ای	۱-۸-۲
۳۳	ساختار لایه‌ای ابرساناهای کوپراتی	۲-۸-۲
۳۶	ساختار بلوری ابرسانای پایه Bi	۹-۲
۳۷	فاز Bi-۲۲۰۱	۱-۹-۲
۳۷	فاز Bi-۲۲۱۲	۲-۹-۲
۳۸	فاز Bi-۲۲۲۳	۳-۹-۲
۴۰	نقش یون‌های مس در خاصیت ابرسانایی بر پایه‌ی Bi	۱۰-۲
۴۱	تاثیر آلایش سرب در ابرسانای پایه‌ی Bi	۱۱-۲

فصل سوم: ساخت و بررسی نانوذرات اکسید سرب

۴۵	مقدمه	
۴۵	اکسید سرب	۱-۳
۴۷	روش تهیه نانوذرات اکسید سرب	۲-۳
۵۰	سازوکار فرآیند واکنش‌ها	۱-۲-۳
۵۱	پارامترهای مورد بررسی در تهیه نانوذرات اکسید سرب با استفاده از میکروموج	۲-۲-۳



۳-۳	تعیین زمان تابش‌دهی بهینه برای تهیه نانو ذرات اکسید سرب.....	۵۲
۳-۳-۱	بررسی ساختار بلوری نمونه‌های هیدروکسی کربنات سرب و اکسید سرب در زمان‌های	
۳-۳-۱	تابش‌دهی مختلف.....	۵۲
۳-۳-۲	بررسی نتایج طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه.....	۵۵
۳-۳-۳	بررسی ریخت‌شناسی و اندازه‌ی میانگین ذرات اکسید سرب در زمان‌های تابش‌دهی	
۳-۳-۳	مختلف.....	۵۶
۳-۴	تعیین نسبت مولی بهینه‌ی اوره به نیترات سرب برای تهیه‌ی نانوذرات اکسید سرب.....	۵۸
۳-۴-۱	بررسی ساختار بلوری پودر هیدروکسی کربنات سرب و نانوذرات اکسید سرب با	
۳-۴-۱	نسبت‌های مولی مختلف.....	۵۹
۳-۴-۲	بررسی نتایج طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه.....	۶۱
۳-۴-۳	ریخت‌شناسی و اندازه‌ی میانگین نانوذرات اکسید سرب با نسبت‌های مولی مختلف.....	۶۲
۳-۴-۳	نتیجه‌گیری.....	۶۵
فصل چهارم: ساخت و بررسی ابررسانای پایه بیسموت آلایش داده‌شده با نانوذرات اکسید سرب		
۴-۱	مقدمه.....	۶۷
۴-۱-۱	مراحل ساخت ترکیب $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_y$ .....	۶۸
۴-۱-۱-۱	استوکیومتری و توزین پودرهای اولیه.....	۶۸
۴-۱-۱-۲	آماده سازی پودر اولیه.....	۶۹
۴-۱-۱-۳	عمل تکلیس.....	۷۰
۴-۱-۱-۴	آسیای مجدد و پرس کردن.....	۷۱
۴-۱-۱-۵	مرحله بازپخت.....	۷۱
۴-۱-۲	مشخصه‌یابی.....	۷۲
۴-۱-۲-۱	اثر مایسنر.....	۷۲
۴-۱-۲-۲	آنالیز حرارتی TGA/DTA.....	۷۲
۴-۱-۲-۳	اندازه‌گیری چگالی جریان بحرانی.....	۷۵

## فهرست

---

۸۶	.....۴-۲-۴ اندازه‌گیری دمای بحرانی $T_c$
۹۵	.....۴-۲-۵ بررسی الگوی پراش
۱۰۲	.....۴-۲-۶ بررسی تصاویر SEM
۱۰۶	.....۴-۲-۷ آنالیز EDX
۱۰۷	.....نتیجه‌گیری
۱۰۸	.....چشم‌انداز آینده
۱۰۹	.....منابع

## فهرست شکل‌ها

### فصل اول: مقدمه‌ای بر تابش میکروموج

- شکل ۱-۱: ناحیه فرکانسی میکروموج ..... ۶
- شکل ۲-۱: تأثیر مؤلفه‌ی میدان الکتریکی میکروموج بر جهت‌گیری ملکول‌های دوقطبی ..... ۸
- شکل ۳-۱: جهت‌گیری گونه‌های باردار در محلول، تحت تأثیر مؤلفه‌ی الکتریکی میکروموج ..... ۸
- شکل ۴-۱: برهم‌کنش میکروموج با مواد مختلف: الف) انعکاسی، ب) شفاف، ج) جاذب ..... ۱۱
- شکل ۵-۱: اجزای اصلی یک دستگاه میکروموج ..... ۱۲
- شکل ۶-۱: شمای داخلی یک مولد میکروموج؛ مگنترون ..... ۱۴
- شکل ۷-۱: شمای خارجی یک مولد میکروموج؛ مگنترون ..... ۱۴
- شکل ۸-۱: دستگاه میکروموج تک مد ..... ۱۶
- شکل ۹-۱: دستگاه میکروموج چند مد ..... ۱۷
- شکل ۱۰-۱: الف) گرم‌تر بودن دیواره و خود ظرف نسبت به محتویات درون آن در روش کلاسیک؛ حمام روغن، ب) شیب دمایی معکوس از درون به خارج ظرف و گرم‌تر بودن محتویات ظرف نسبت به خود آن در تابش میکروموج ..... ۱۸
- شکل ۱۱-۱: رفتار حرارتی پودر حاوی جاذب قوی و ضعیف میکروموج ..... ۱۹

### فصل دوم: مقدمه‌ای بر ابرسانایی

- شکل ۱-۲: سیر تکامل دمای گذار ابرسانایی ..... ۲۴
- شکل ۲-۲: مقایسه‌ی تغییرات مقاومت الکتریکی فلزات و ابرسانا با دما ..... ۲۶
- شکل ۳-۲: رفتار مغناطیسی یک ابرسانا و یک هادی کامل ..... ۲۷
- شکل ۴-۲: میدان مغناطیسی به صورت تابعی از دما ..... ۲۸
- شکل ۵-۲: منحنی مغناطش برای الف) ابرسانای نوع I، ب) ابرسانای نوع II ..... ۲۹
- شکل ۶-۲: حالت مخلوط در میدان مغناطیسی اعمال‌شده به شدت کمی بیشتر از  $H_{c1}$  ..... ۳۲
- شکل ۷-۲: نمایش تغییرات میدان مغناطیسی بحرانی با دما برای الف) ابرسانای نوع اول، ب) ابرسانای نوع دوم ..... ۳۲
- شکل ۸-۲: نمایش لایه‌ای ابرساناهای اکسیدی مس ..... ۳۴

- شکل ۲-۹: زیرلایه MO در لایه‌های پیوندی ابررسانای اکسیدی با پایه بیسوت ..... ۳۴
- شکل ۲-۱۰: ساختارهای بلوری  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$  ( $n=1,2,3$ ) ..... ۳۵
- شکل ۲-۱۱: ساختار سلول واحد پروسکایت ..... ۳۷
- شکل ۲-۱۲: ساختار دو بعدی سه فاز اصلی ابررسانای پایه بیسموت ..... ۳۹
- شکل ۲-۱۳: گذارهای ابررسانای تحت گرمادهی در فشار جزئی مختلف الف) نمونهی BPSCCO و ب) نمونهی BSCCO ..... ۴۲

### فصل سوم: ساخت و بررسی نانوذرات اکسید سرب

- شکل ۳-۱: ساختار اکسید سرب قرمز تتراگونال، الف) یک هرم مربعی، ب) چیدمان لایه‌ها ..... ۴۶
- شکل ۳-۲: نمایی از دستگاه میکروفر ..... ۴۸
- شکل ۳-۳: تصویری از دستگاه روتاری برای خشک کردن مواد تحت خلاء ..... ۴۸
- شکل ۳-۴: پودر هیدروکسی-کربنات سرب تهیه شده با استفاده از میکروموج ..... ۴۹
- شکل ۳-۵: پودر نانوذرات اکسید سرب به دست آمده پس از عملیات حرارت دهی پودر واسطه‌ی هیدروکسی-کربنات سرب ..... ۴۹
- شکل ۳-۶: مراحل تولید نانوذرات اکسید سرب با استفاده از میکروموج ..... ۵۰
- شکل ۳-۷: الگوی پراش پودرهای واسطه‌ی هیدروکسی-کربنات سرب تهیه شده با دوره‌های زمانی تابش دهی، الف) ۳ دقیقه ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه ۳۰۰ وات، ب) ۶ دقیقه ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه ۳۰۰ وات، ج) ۳ دقیقه ۶۰۰ وات و ۲۵ دقیقه ۳۰۰ وات ..... ۵۳
- شکل ۳-۸: طیف FT-IR الف) نانوذرات اکسید سرب با دوره‌ی زمانی تابش دهی ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۲۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات، ب) نانوذرات اکسید سرب با دوره‌ی زمانی تابش دهی ۶ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات، ج) نانوذرات اکسید سرب با دوره‌ی زمانی تابش دهی ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات، د) پودر واسطه‌ی هیدروکسی-کربنات سرب با دوره‌ی زمانی تابش دهی ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات ..... ۵۶
- شکل ۳-۹: تصاویر SEM نانو ذرات اکسید سرب پس از عملیات حرارت دهی پودرهای هیدروکسی-کربنات سرب تهیه شده با دوره‌ی زمانی تابش دهی میکروموج الف) ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵

- دقیقه با توان ۳۰۰ وات، ب) ۶ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه ۳۰۰ وات، ج) ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۲۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات. .... ۵۷
- شکل ۱۰-۳: الگوی پراش پودرهای هیدروکسی کربنات سرب تهیه شده با نسبت‌های مولی اوره به نیترات سرب الف)  $n=6$ ، ب)  $n=5$ ، ج)  $n=4$ ، د)  $n=3$  ..... ۵۹
- شکل ۱۱-۳: الگوی پراش پودرهای نانوذرات اکسید سرب تهیه شده با نسبت‌های مولی، الف)  $n=6$ ، ب)  $n=5$ ، ج)  $n=4$ ، د)  $n=3$  ..... ۶۰
- شکل ۱۲-۳: طیف FT-IR، الف) نانوذرات اکسید سرب با  $n=6$ ، ب) نانوذرات اکسید سرب با  $n=5$ ، ج) نانوذرات اکسید سرب با  $n=4$ ، د) نانوذرات اکسید سرب با  $n=3$ ، ه) پودر واسطه‌ی هیدروکسی کربنات سرب با  $n=5$  ..... ۶۱
- شکل ۱۳-۳: تصاویر SEM پودرهای اکسید سرب پس از عملیات حرارت‌دهی پودرهای هیدروکسی کربنات سرب تهیه شده با نسبت‌های مولی، الف)  $n=6$ ، ب)  $n=5$ ، ج)  $n=4$ ، د)  $n=3$  ..... ۶۳
- شکل ۱۴-۳: تصویر TEM نانوذرات اکسید سرب تهیه شده با نسبت مولی  $n=5$  و زمان تابش‌دهی ۳ دقیقه با توان ۶۰۰ وات و ۱۵ دقیقه با توان ۳۰۰ وات. .... ۶۴

#### فصل چهارم: ساخت و بررسی ابرسانای پایه بیسموت آلایش داده شده با نانوذرات اکسید سرب

- شکل ۱-۴: منحنی مرحله تکلیس. .... ۷۰
- شکل ۲-۴: منحنی مرحله بازپخت. .... ۷۱
- شکل ۳-۴: منحنی TGA پودرهای اولیه ابرسانای تهیه شده با مقدار آلایش  $X=0.2$  ..... ۷۳
- شکل ۴-۴: منحنی DTA پودرهای اولیه ابرسانای تهیه شده با مقدار آلایش  $X=0.2$  ..... ۷۳
- شکل ۵-۴: منحنی TGA پودرهای اولیه ابرسانای تهیه شده با مقدار آلایش  $X=0.4$  ..... ۷۴
- شکل ۶-۴: منحنی DTA پودرهای اولیه ابرسانای تهیه شده با مقدار آلایش  $X=0.4$  ..... ۷۴
- شکل ۷-۴: تصویر شماتیک مدار اندازه‌گیری چگالی جریان بحرانی. .... ۷۶
- شکل ۸-۴: نمودار V-I نمونه‌های با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت متفاوت. .... ۷۷
- شکل ۹-۴: نمودار V-I نمونه‌های با زمان پخت ۶۰ ساعت و مقدار نانوذرات اکسید سرب متفاوت. .... ۷۷
- شکل ۱۰-۴: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۹۰ ساعت. .... ۷۸
- شکل ۱۱-۴: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.2$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۷۹
- شکل ۱۲-۴: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۷۹

- شکل ۴-۱۳: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۸۰
- شکل ۴-۱۴: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۸۰
- شکل ۴-۱۵: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۸۱
- شکل ۴-۱۶: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۹۰ ساعت. .... ۸۱
- شکل ۴-۱۷: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۹۰ ساعت. .... ۸۲
- شکل ۴-۱۸: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. .... ۸۲
- شکل ۴-۱۹: نمودار V-J نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. .... ۸۳
- شکل ۴-۲۰: نمودار V-J نمونه‌های با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت متفاوت. .... ۸۳
- شکل ۴-۲۱: تصویر شماتیک مدار اندازه‌گیری دمای بحرانی. .... ۸۶
- شکل ۴-۲۲: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.2$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۸۷
- شکل ۴-۲۳: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۸۷
- شکل ۴-۲۴: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۸۸
- شکل ۴-۲۵: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.2$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۸۸
- شکل ۴-۲۶: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۸۹
- شکل ۴-۲۷: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۸۹
- شکل ۴-۲۸: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۹۰ ساعت. .... ۹۰
- شکل ۴-۲۹: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۹۰ ساعت. .... ۹۰
- شکل ۴-۳۰: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.2$  و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. .... ۹۱
- شکل ۴-۳۱: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. .... ۹۱
- شکل ۴-۳۲: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. .... ۹۲
- شکل ۴-۳۳: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ی با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان‌های پخت متفاوت. .... ۹۲
- شکل ۴-۳۴: نمودار  $\rho-T$  نمونه‌ها با مقدار متفاوت نانوذرات اکسید سرب و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۹۳
- شکل ۴-۳۵: الگوی پراش نمونه‌های با مقادیر نانوذرات اکسید سرب الف)  $0.2$ ، ب)  $0.4$  و ج)  $0.6$  و زمان پخت ۳۰ ساعت. .... ۹۶
- شکل ۴-۳۶: الگوی پراش نمونه‌های با مقادیر نانوذرات اکسید سرب الف)  $0.4$  و ب)  $0.6$  و زمان پخت ۶۰ ساعت. .... ۹۶

- شکل ۴-۳۷: الگوی پراش نمونه‌های با مقادیر نانوذرات اکسید سرب الف) ۰/۰، ب) ۰/۲، ج) ۰/۴ و د) ۰/۶ و زمان پخت ۹۰ ساعت. ۹۷.....
- شکل ۴-۳۸: الگوی پراش نمونه‌های با مقادیر نانوذرات اکسید سرب الف) ۰/۴ و ب) ۰/۶ و زمان پخت ۱۵۰ ساعت. ۹۷.....
- شکل ۴-۳۹: تصاویر SEM نمونه‌های با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.2$  و زمان پخت الف) ۳۰، ب) ۹۰ ساعت. ۱۰۲.....
- شکل ۴-۴۰: تصاویر SEM نمونه‌های با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.4$  و زمان پخت الف) ۳۰، ب) ۶۰، ج) ۹۰. ۱۰۳.....
- شکل ۴-۴۱: تصاویر SEM نمونه‌های با مقدار نانوذرات اکسید سرب  $X=0.6$  و زمان پخت الف) ۳۰، ب) ۶۰، ج) ۹۰ ساعت. ۱۰۴.....
- شکل ۴-۴۲: تصاویر SEM نمونه‌های با زمان پخت ۳۰ ساعت و مقدار نانوذرات اکسید سرب الف) ۰/۲، ب) ۰/۴، ج) ۰/۶. ۱۰۵.....
- شکل ۴-۴۳: آنالیز EDX نمونه‌ی آرایش داده شده با نانوذرات اکسید سرب به میزان  $X=0.4$  با زمان پخت ۶۰ ساعت. ۱۰۶.....

فهرست جدول‌ها

فصل سوم: ساخت و بررسی نانو ذرات اکسید سرب

- جدول ۱-۳: مشخصات اکسید سرب. ۴۶.....
- جدول ۲-۳: طرح واکنش‌های انجام‌شده برای بررسی تأثیر پارامترهای مختلف بر خواص نانوپودرهای اکسید سرب تهیه‌شده با استفاده از میکروموج. ۵۱.....
- جدول ۳-۳: دوره‌های زمانی تابش‌دهی میکروموج مورد بررسی برای تهیه‌ی پودر واسطه‌ی هیدروکسی کربنات سرب. ۵۲.....
- جدول ۴-۳: ثابت‌های شبکه و اندازه‌ی میانگین ریز بلورک‌های نانوذرات اکسید سرب تهیه‌شده در دوره‌های زمانی تابش‌دهی مختلف. ۵۵.....
- جدول ۵-۳: اندازه‌ی میانگین نانوذرات اکسید سرب تهیه‌شده در زمان‌های تابش‌دهی مختلف. ۵۷.....
- جدول ۶-۳: ثابت‌های شبکه و اندازه‌ی میانگین ریز بلورک‌های پودرهای اکسید سرب تهیه‌شده با نسبت‌های مولی اوره به نیترات سرب مختلف. ۶۱.....
- جدول ۷-۳: اندازه‌ی میانگین نانوذرات اکسید سرب تهیه‌شده با نسبت‌های مولی مختلف اوره به نیترات سرب. ۶۳.....

فصل چهارم: ساخت و بررسی ابررسانای پایه بیسموت آلایش داده‌شده با نانوذرات اکسید سرب

- جدول ۱-۴: جرم مولی مواد اولیه برای ساخت نمونه‌های ابررسانا. ۶۸.....
- جدول ۲-۴: جرم مواد اولیه. ۶۹.....
- جدول ۳-۴: مقادیر چگالی جریان بحرانی و مقاومت در دمای اتاق نمونه‌های تهیه‌شده با زمان پخت ۳۰ ساعت. ۸۴.....
- جدول ۴-۴: مقادیر چگالی جریان بحرانی و مقاومت در دمای اتاق نمونه‌های تهیه‌شده با زمان پخت ۶۰ ساعت. ۸۴.....
- جدول ۵-۴: مقادیر چگالی جریان بحرانی و مقاومت در دمای اتاق نمونه‌های تهیه‌شده با زمان پخت ۹۰ ساعت. ۸۴.....
- جدول ۶-۴: مقادیر چگالی جریان بحرانی و مقاومت در دمای اتاق نمونه‌های تهیه‌شده با زمان پخت ۱۵۰ ساعت. ۸۴.....



## فهرست

---

- جدول ۷-۴: مقادیر دمای بحرانی نمونه‌های تهیه‌شده در ۳۰ ساعت پخت. ۹۴.....
- جدول ۸-۴: مقادیر دمای بحرانی نمونه‌های تهیه‌شده در ۶۰ ساعت پخت. ۹۴.....
- جدول ۹-۴: مقادیر دمای بحرانی نمونه‌های تهیه‌شده در ۹۰ ساعت پخت. ۹۴.....
- جدول ۱۰-۴: مقادیر دمای بحرانی نمونه‌های تهیه‌شده در ۱۵۰ ساعت پخت. ۹۴.....
- جدول ۱۱-۴: درصد فازهای موجود در نمونه‌های با زمان پخت ۳۰ ساعت. ۹۸.....
- جدول ۱۲-۴: درصد فازهای موجود در نمونه‌های با زمان پخت ۶۰ ساعت. ۹۸.....
- جدول ۱۳-۴: درصد فازهای موجود در نمونه‌های با زمان پخت ۹۰ ساعت. ۹۹.....
- جدول ۱۴-۴: درصد فازهای موجود در نمونه‌های با زمان پخت ۱۵۰ ساعت پخت. ۹۹.....
- جدول ۱۵-۴: مقادیر ثابت شبکه‌ی نمونه‌های تهیه‌شده با زمان پخت ۹۰ ساعت. ۱۰۱.....

## پیشگفتار

ابرسانای پایه Bi با فرمول عمومی  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$  دارای سه فاز اصلی به ازای  $n=1, 2, 3$  می‌باشد. در میان این فازها، فاز Bi-۲۲۲۳ با دمای گذار بحرانی  $T_c \approx 110 \text{ K}$  به دلیل دمای گذار بالا بیشتر مورد توجه است. افزودن مقداری سرب به ابرسانای پایه بیسموت باعث تسریع تشکیل فاز Bi-۲۲۲۳ و بهبود رشد دانه‌ها می‌شود. از آنجا که تحقیقات گسترده‌ای بر روی آرایش ابرسانای پایه بیسموت با توده‌ی اکسید سرب انجام شده است، لذا در این پایان نامه تأثیر آرایش ابرسانای پایه بیسموت با نانوذرات اکسید سرب با درصدهای مختلف مورد بررسی قرار گرفت و نتایج به دست آمده با کارهای قبلی مقایسه گردید.

فصل اول این پایان نامه به مبانی تابش میکروموج و ساخت نانو مواد با استفاده از گرمایش میکروموج پرداخته شده است. در فصل دوم، مبانی ابرسانایی، به خصوص خواص و ساختار ابرسانای پایه بیسموت بیان شده است. در فصل سوم، ساخت نانوذرات اکسید سرب با استفاده از تابش میکروموج و بررسی عوامل مؤثر بر اندازه و خلوص نانو ذرات، از جمله نسبت مولی مواد اولیه و مدت زمان تابش دهی مورد بررسی قرار گرفته است. فصل چهارم این پایان نامه به ساخت ابرسانای پایه بیسموت به روش واکنش حالت جامد و آرایش آن با نانوذرات اکسید سرب تهیه شده، پرداخته است. در این فصل تأثیر مقدار آرایش (۰/۶، ۰/۴، ۰/۲ و ۰/۰) و مدت زمان بازپخت (۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۵۰ ساعت) بر خواص نمونه‌ها با استفاد از آنالیز حرارتی، چگالی جریان بحرانی، دمای بحرانی، بررسی الگوی پراش پرتو ایکس و تصاویر SEM مورد بررسی قرار گرفته است.

## فصل اول

# مقدمه ای بر تابش میکرو و موج

## ۱-۱ فناوری نانو

پیشوند نانو به معنای یک میلیاردم ( $10^{-9}$ ) است. بنابراین، نانوفناوری در حوزه‌هایی کار می‌کند که در آن‌ها ابعاد در محدوده‌ی نانومتر است. به عبارت دیگر، این فناوری با ساختارهای متنوعی از مواد کار دارد که ابعادی در محدوده‌ی یک میلیاردم متر دارند. با این‌که درباره‌ی نانوفناوری بسیار صحبت شده است، اما اجماع کمی درباره‌ی تعاریف مربوط به حوزه‌ی نانو وجود دارد. در گزارش‌های اخیر انجمن سلطنتی و آکادمی سلطنتی مهندسی در انگلستان، تعاریف نانوعلم و نانوفناوری صرف نظر از ابعادهای، به صورت زیر بیان شده است:

**نانوعلم.** مطالعه‌ی پدیده‌ها و دستکاری مواد در مقیاس اتمی و ملکولی که در این مقیاس کوچک، خصوصیت مواد با ویژگی‌هایشان در مقیاس بزرگ متفاوت است.

**نانوفناوری.** طراحی، شناسایی، تولید و کاربرد ساختارها، طرح‌ها و سامانه‌ها با استفاده از کنترل شکل و اندازه‌ی مواد در مقیاس نانو.

### پیشینه‌ی فناوری نانو

هر چند نانوفناوری نسبتاً جدید است، لیکن ابزارهای مفید و ساختارهایی با ابعاد نانومتر از دیرباز وجود داشته‌اند. در حقیقت، قدمت این علم به شروع حیات روی کره‌ی زمین برمی‌گردد. جانوران نرم‌تن صدف‌دار و حلزون‌ها، صدف‌های بسیار سختی را می‌سازند که دارای سطوح داخلی مشابه رنگین‌کمان‌اند. این صدف‌ها با آرایش کربنات کلسیم در واحدهای نانوساختاری بسیار محکم که به وسیله‌ی چسبی با ترکیب کربوهیدرات-پروتئین به یکدیگر متصل شده‌اند، این خصوصیت را به وجود می‌آورند. به دلیل ساختار نانومتری صدف‌ها، ترک‌هایی که بر روی سطح خارجی شروع می‌شوند، رشد نمی‌کنند. صدف‌ها یک دلیل تجربی و طبیعی بر این مطلب هستند که ساختارهای نانومتری می‌توانند بسیار محکم‌تر از ساختارهای عادی باشند.