

## 柠檬酸盐热解法制备 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 超导体

陈春华 彭定坤 孟广耀 陈兆甲

(中国科技大学材料科学与工程系, 物理系, 合肥 230026)

关键词: 高 Tc 氧化物超导体 柠檬酸盐热解法 超微粉末

获得优质的原料粉是制备高性能的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  高 Tc 材料的关键。我们在实验中采用柠檬酸盐热解法制粉工艺<sup>(1)</sup>, 得到了性能较其他方法好的超微粉料和超导体材料。

### 实验过程

按摩尔比  $\text{Y}:\text{Ba}:\text{Cu}=1:2:3$  称取  $\text{Y}_2\text{O}_3(5\text{N})$ 、 $\text{BaCO}_3(\text{A.R.})$  和  $\text{CuO}(\text{A.R.})$ 。先将  $\text{Y}_2\text{O}_3$  放入大烧杯中, 加适量 65%~68% 的  $\text{HNO}_3$ , 加热使之反应溶解为无色透明溶液; 再加入  $\text{CuO}$  和蒸馏水, 溶解为蓝色溶液; 加  $\text{HNO}_3$  和蒸馏水, 倒入  $\text{BaCO}_3$ , 加热至溶液透明。再加进与金属原子总数比 1:1 的柠檬酸, 不断搅拌使之溶解。以分析纯的氨水调节 pH 到 6-7, 得到蓝黑色透明溶液。将该溶液在电炉上加热沸腾, 接近蒸干时溶液不断鼓泡, 成为胶状溶液。最后发生剧烈自燃, 形成“蜂巢”状产物; 轻轻捣碎后即得极细的暗褐色超微粉。粉料经油压机压片成形后, 在  $930^\circ\text{C}$  烧结 10 小时, 再降至  $550^\circ\text{C}$  退火 8 小时, 降至室温后得到  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  烧结体材料。

### 粒度、结构和性能测试

制得的微粉经无水乙醇分散后用日立 H-800 高分辨透射电镜测定粒度, 得到如图 1 的结果。照片显示出粉料为一些粒度约 60nm 晶形不明显的晶粒组成, 属于超微粉范畴。图 2 则是



图1 粉料的 TEM 照片

Fig.1 TEM picture of powder (x150,000)

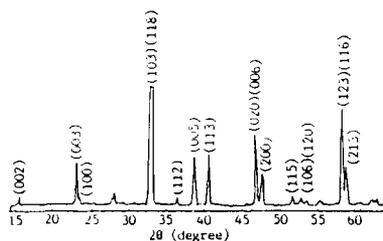


图2 高温处理后柠檬酸盐热解法粉末的 XRD 图谱

Fig.2 X-ray diffraction pattern of the powder treated at  $945^\circ\text{C}$

未经压片的柠檬酸盐热解法粉末在  $945^\circ\text{C}$  处理数小时, 再降至  $550^\circ\text{C}$  处理 8 小时后降至室温所得黑色粉末之 XRD 谱 (测试条件为 Cu 靶, 管压 40kV, 管流 100mA)。指标化的峰对应于  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , 可见所得粉末几乎为单一的 123 相。这说明柠檬酸盐热解法制得的原料粉十分微细而组成均匀, 否则不可能得到单相性如此之好的粉末。图 3 是不同压片压力样品的电阻温度特性, 它是通过标准四端子法测得的。可见压片压力不同的样品  $T_c$  差别极小, 而且其归一化电阻  $R/R(273\text{K})$  几乎是重合的。我们还用压痕法测定了一柠檬酸盐热解法烧结体样品的断裂韧性, 结果为  $1.655\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。这个数值比文献报道值<sup>[2,3]</sup> ( $1.2\text{--}1.3\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ) 高。

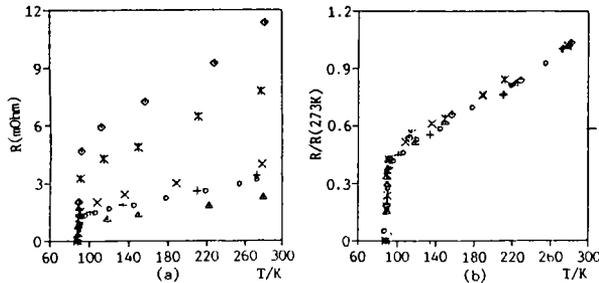


图3 不同压力样品的 R-T 特性

Fig.3 R-T relation of samples with different pressures

## 结 论

柠檬酸盐热解法对于制备性能良好的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  超导体具有显著的优点。

## 参 考 文 献

- (1) Blank, D.H.A. et al., *Physica*, 145B, 222 (1987).
- (2) Cook, R.F., Dinger, T.R., Clark, D.R., *Appl. Phys. Lett.*, 51, 454 (1987).
- (3) Cook, R.F., Shaw, T.M., Duncombe, P.R., *Adv. Ceram. Mater.*, 2(38), 329 (1987).

## PREPARATION OF $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ SUPERCONDUCTOR BY CITRATE PYROLYSIS METHOD

Chen Chunhua Peng Dingkun Meng Guangyao Chen Zhaojia

(University of Science and Technology of China, Hefei, 230026)

This brief paper reports the preparation process of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductor by citrate pyrolysis method. Ultrafine powder of mixed oxides with grain size less than  $0.1\mu\text{m}$  was achieved. X-ray diffraction analysis, R-T relation and toughness of sintered samples were also measured.

**Keywords:** high-Tc oxide superconductor citrate pyrolysis method ultrafine powder