

6. AUKŠTATEMPERATŪRIO SUPERLAIDININKO YBa₂Cu₃O_{7-x} SINTEZĖ IR TYRIMAS

Ivadas

Daugelis metalų, ataušintų arti skysto helio temperatūros (~ 4K), pereina į superlaidų būvį, t.y. netenka varžos. Superlaidumo reiškinys buvo užfiksuotas pirmiausia gyvsidabryje, 1911m. Onesui (H. K. Onnes) suskystinus helį. Vėliau buvo atrasta daug superlaidžių lydinių, kurių tarpe yra su krizine temperatūra (T_c), viršijančia 20K (pvz.: Nb₃AlGe - 20,7K, NbGe - 23,2K). 1986m. atrastas superlaidumas varį turinčiose oksidinėse sistemose, o 1987 m. pavyko susintetinti taip vadinamus aukštatempertūrinius superlaidininkus (ATS), kurių T_c

viršijo skysto azoto temperatūrą (77K):

YBa₂Cu₃O_{7-x} (YBCO) - 94K,

vėliau Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀ -

110K, Tl₂Ba₂Ca₂Cu₃O₁₀ -

126K ir kitus. Aukščiausios

krizinės temperatūros

nustatytos gyvsidabry

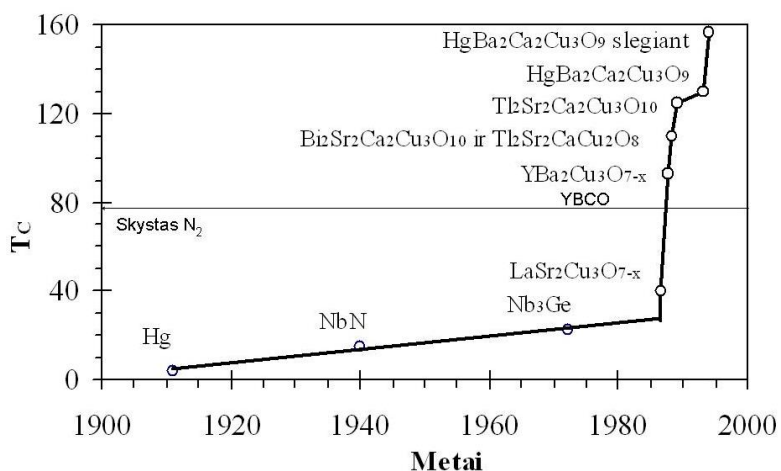
turinčiuose keraminiuose

superlaidininkuose (1 pav.).

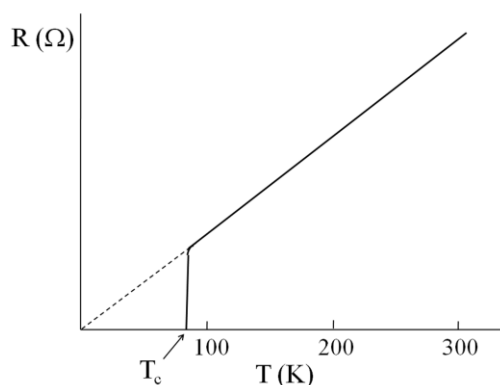
Šiuo metu šie superlaidininkai,

ypač YBCO, sintetunami

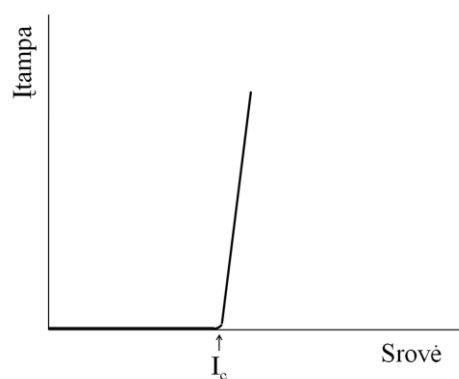
įvairiose formose: stambiagabaritinė keramika, plėvelės, monokristalai, viela, kompozitinės medžiagos. Jų panaudojimo galimybės didžiulės: energijos generavimo, perdavimo ir saugojimo technikoje; galingi elektromagnetai ir motorai; elektromagnetinių laukų ekranai; elektronikoje ir skaičiavimo technikoje, superlaidūs elementarių dalelių greitintuvai;



1 pav. Superlaidininkų krizinės temperatūros T_c augimas



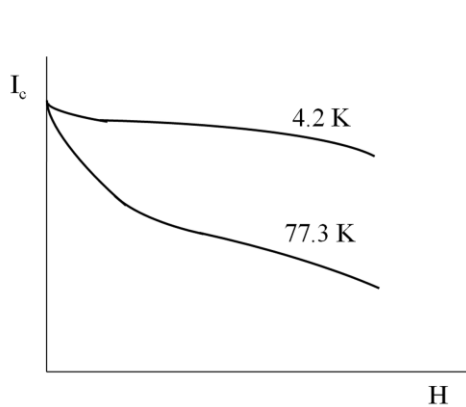
2 pav. Krizinė temperatūra T_c , kurioje medžiaga netenka varžos. Visas virsmo į superlaidų būvį plotis (ΔT_c) išreiškiamas kaip virsmo pradžios ir pabaigos temperatūrų skirtumas.



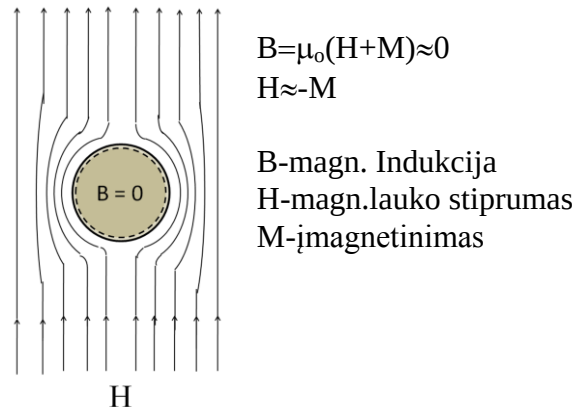
3 pav. Krizinė srovė (I_c), kuri suardo superlaidų būvį. Šiuo metu plonose plėvelėse pasiekiami dideli srovės tankiai ($>1 \text{ MA/cm}^2$, 77 K), msyvioje keramikoje mažesni ($\sim 10 \text{ kA/cm}^2$, 77 K).

medicinoje (superlaidūs tomografai), superaukšto dažnio technikoje (filtrai, rezonatoriai, perdavimo linijos) ir t.t..

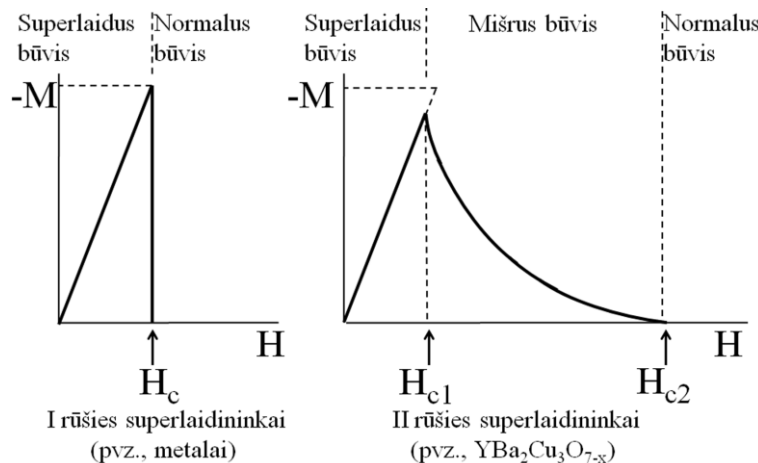
Skystas azotas žymiai pigesnis už skystą helį, todėl ATS platus pritaikymas tampa jau šių dienų realybe. Pagrindinės superlaidininkų charakteristikos, svarbios jų pritaikymui, yra pateiktos 2 - 6 pav.



4 pav. Krizinio srovės tankio priklausomybė nuo magnetinio lauko stiprumo.



5 pav. Idealus diamagnetizmas, t.y. magnetinio lauko jėgos linijos praktiškai visiškai išstumiamos iš medžiagos, esančios superlaidžiam būvyje, dėl ko pavyzdys levituoja magnetiniame lauke.



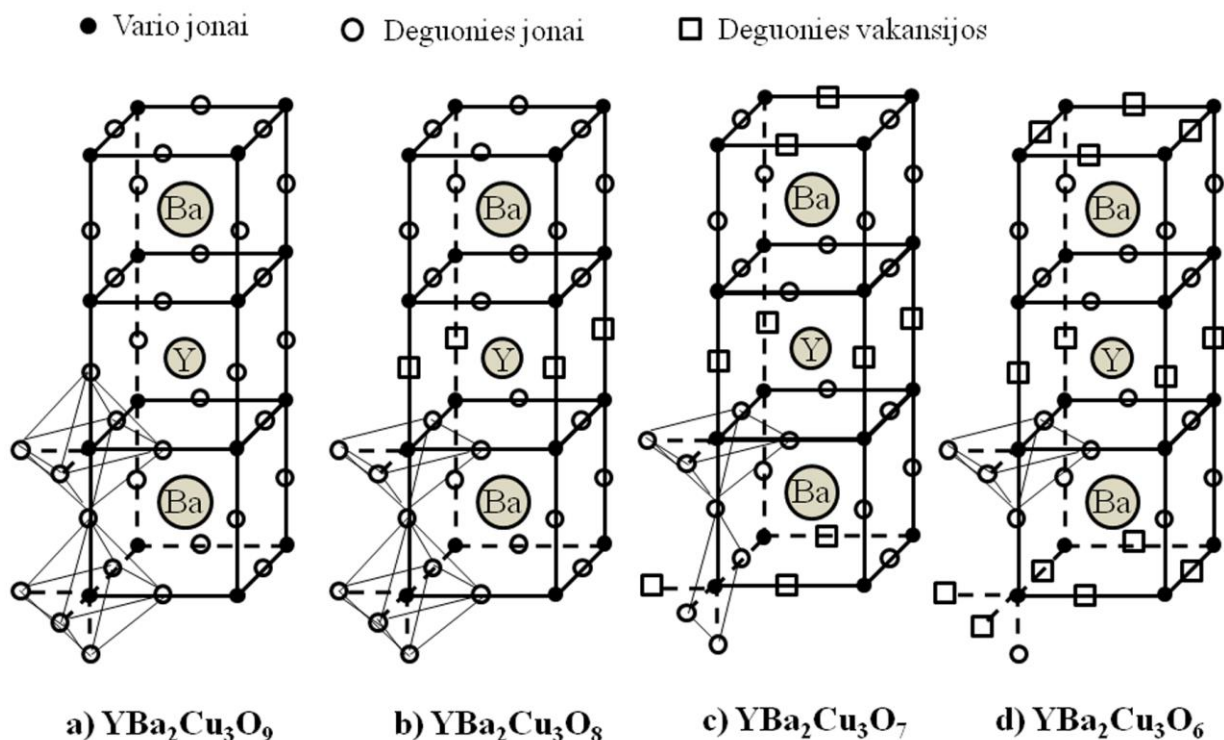
6 pav. Krizinis magnetinis laukas (H_c), kuris suardo superlaidų būvį

Minėti parametrai apsprendžia ATS kokybę. Jie labai priklauso nuo sintezės sąlygų ir būdo.

7 pav. pateikti $YBa_2Cu_3O_n$ perovskito tipo struktūrų elementarių gardelių variantai su įvairiu defektų (deguonies vakansijų) skaičiumi:

a) hipotetinio junginio $YBa_2Cu_3O_9$ perovskitinė struktūra be defektų. Visos deguonies jonų pozicijos užimtos. Deguonies stechiometinis koeficientas (deguonies jonų skaičius elementarioje gardelėje) gali būti paskaičiuotas: $4 \times 1/4 + 4 \times 1/4 + 4 \times 1/2 + 4 \times 1/4 + 4 \times 1/2 + 4 \times 1/4 + 4 \times 1/4 = 9$. Vario koordinacijos skaičius joje 6.

b) $YBa_2Cu_3O_8$ struktūra, kurioje visos keturios O^{2-} pozicijos Y plokštumoje yra vakansinės ($9 - 4 \times 1/4 = 8$ deguonies atomai elementarioje gardelėje). Tokia struktūra būtų



7 pav. Idealizuotos perovskito tipo $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_n$ struktūros

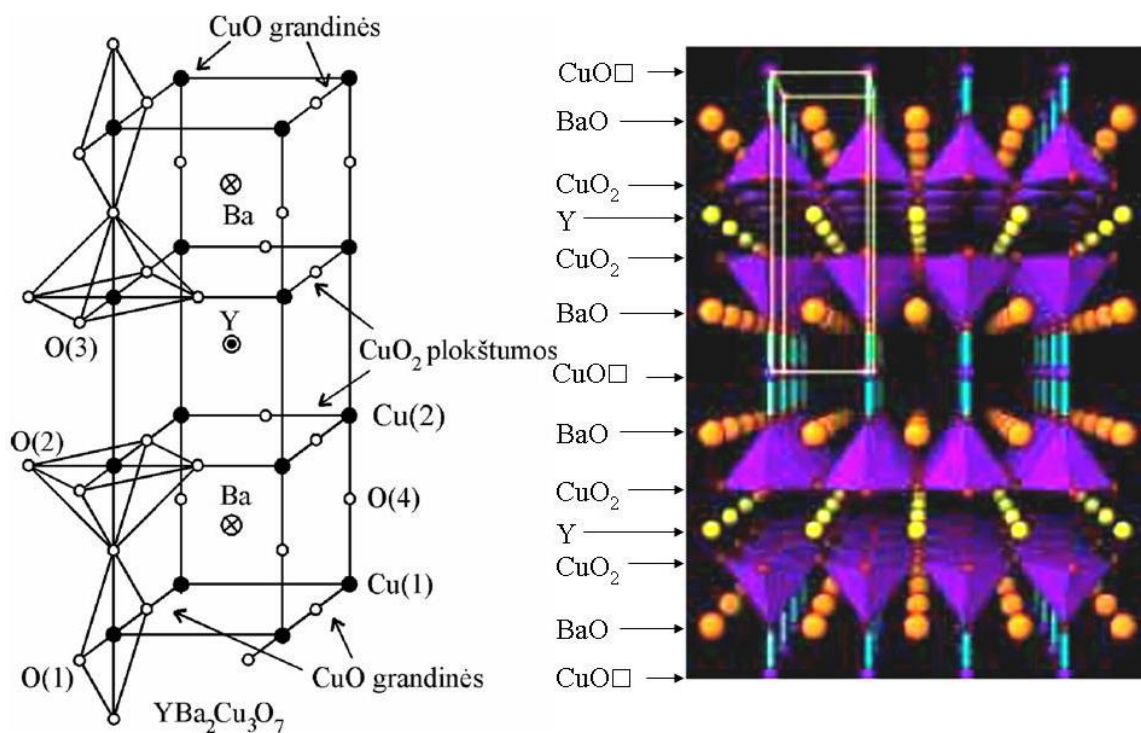
galima, jei visas Cu būtų Cu^{3+} būvyje ($\text{Y}^{3+}\text{Ba}^{2+}_2\text{Cu}^{3+}_3\text{O}^{2-}_8$ išlaikomas neutralumo principas). Šioje struktūroje dalis vario jonų turi koordinacijos skaičių 6, kita dalis 5.

c) $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ struktūra, kurioje vakansinėmis tampa ir po dvi O^{2-} pozicijas elementarios gardelės bazinėse plokštumose. Tokia formulė ir struktūra galima, kai trečdalis vario atomų yra $+3$, o du trečdaliai $+2$ oksidacijos būvyje, t.y. $\text{Y}^{3+}\text{Ba}^{2+}_2\text{Cu}^{2+}_2\text{Cu}^{3+}\text{O}^{2-}_7$. Būtent ši ortorombinė ($a \neq b \neq c$) struktūra, kurios ypatybės yra CuO_2 sudėties sluoksniai (Cu koord. skaičius 5) ir CuO sudėties grandinės (Cu koord. skaičius 4), pasižymi aukštatemperatūrinio superlaidumu. Realiame superlaidininke deguonies vakansijų yra šiek tiek daugiau, nes dalis deguonies pozicijų tampa vakantinėmis ir CuO grandinėse. Tad reali formulė yra $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (dažnai rašoma ir kaip $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$). Ortorombinė fazė ir superlaidumas išlieka, x -ui didėjant iki $\sim 0,6$ (T_C mažėja didėjant x), ir po to pereina į tetragoninę puslaidininkinę fazę ($a=b \neq c$). Optimalus superlaidumas gaunamas esant artimoms nuliui x reikšmėms, kurios pasiekiamos, gerai įsotinant susintetintą keramiką deguonimi.

d) $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ tetragonalinės ($a=b \neq c$) puslaidininkinės fazės struktūra, kurioje visos bazinių plokštumų O^{2-} pozicijos yra vakantinės. Šios fazės tikslesnė formulė (išlaikant neutralumo principą) gali būti užrašyta $\text{Y}^{3+}\text{Ba}^{2+}_2\text{Cu}^{2+}_2\text{Cu}^{1+}$.

Paveiksle 8 duota detalesnė superlaidininko $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ struktūra ir jos perspektyvinis vaizdas.

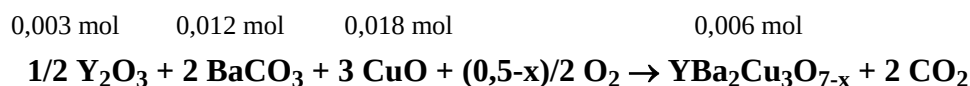
Šio darbo tikslas yra susintetinti, panaudojus keraminės sintezės būdą, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ir ištirti gautų pavyzdžių savybes. Krizinė temperatūra labai priklauso nuo deguonies kiekio medžiagoje, todėl turės būti nustatyta ir x reikšmė formulėje (jodometrinio titravimo būdu).



8 pav. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ struktūra. Kairėje – elementarioji ortorombinė gardelė, dešinėje – perspektyvinis $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ gardelės fragmento vaizdas. • -varis, o -deguonis, □ -deguonies vakansijos. Nedideli geltoni rutuliukai – Y^{3+} jonai, didesni oranžiniai – Ba^{2+} jonai, maži mėlyni – Cu jonai ir maži raudoni – O^{2-} jonai. Mėlynos piramidės vaizduoja vario jonus, koordinuotus penkiais oksido jonais.

Darbo eiga

1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ sintezė



Tiksliai atsveria 0,003 mol Y_2O_3 , 0,012 mol BaCO_3 ir 0,018 mol CuO , juos gerai sumaišo porcelianiniame grūstuvėlyje ir gerai sutrina (15-20 min) iki kuo smulkesnių miltelių. Miltelius su mažiausiais nuostoliais perkelia į tiksliai pasvertą porcelianinį tiglą. Pasveria tiglą su medžiaga ir stato į šaltą mufelinę krosnį. Visa tai reikia atlikti kuo greičiau, kad liktų kuo daugiau laiko kaitinimui. Krosnies termoreguliatoriui nustato užduotį 950°C , įjungia krosnį ir kaitina iki darbo pabaigos (ne mažiau 4 val., įskaitant įkaitimo laiką, kuris yra ~30-40 min.). Kaitinimo metu galima daryti kitą darbą. Išjungus krosnį, ją palieka aušti per naktį. Ryte išima tiglą iš krosnies. Jei dar šiltas, ataušina eksikatoriuje, pasveria ir pamatuoja suketėjusios masės varžą. Paskaičiuoja svorio sumažėjimą Δm , %. Medžiagą iškrato į grūstuvėlį ir gerai sutrina. Miltelius supila į buteliuką, gerai užkemša, užklijuoja etiketę (pavardė, data, medžiaga) ir padeda į eksikatorių.

Kitą savaitę iš miltelių presu suspaudžia dvi tabletes (13 mm diametro, 1,5 – 2,5 mm storio), naudojant apytikriai tą patį miltelių kiekį (po 0,75-0,8 g). Likusius miltelius palieka

analizei. Abi tabletes padeda ant nuvalyto ir tiksliai pasverto ZrO_2 padėkliuko arba įstato į pasvertą keraminį laivelį (klausti laboranto) ir vėl pasveria. Padėkliuką arba laivelį su tabletėmis įdeda į šaltą mufelinę krosnį. Įjungia krosnį (nustačius 950°C užduotį) ir kaitina iki darbo pabaigos. Per tą laiką atlieka paliktų miltelių jodometrinę analizę (žiūr. 2 skyrių). Išjungus krosnį, ją palieka aušti per naktį. Ryte tabletes išima iš krosnies. Jei jos dar šiltos, ataušina eksikatoriuje. Pasveria padėkliuką arba laivelį su tabletėmis, paskaičiuoja svorio sumažėjimą %. Išmatuoja tablečių (iš abiejų pusių) varžas. Pasveria tabletes kiekvieną atskirai, su slankmačiu išmatuoja jų diametrą ir storį ir paskaičiuoja tankį. Tabletes sudeda į atskirus buteliukus, juos užkemša, užklijuoja atitinkamas etiketes ir padeda į eksikatorių.

Trečią savaitę vieną tabletę (su didesne varža) gerai sutrina agatiniame grūstuvėlyje ir padaro miltelių jodometrinę analizę. Su kita tablete išmatuoja Rentgeno difraktogramą, po to atlieka levitacijos bandymą bei išmatuoja krizinę temperatūrą (žiūr. 3 skyrių). Tabletę pasilieka kitam laboratoriniam darbui (Pereinamųjų elementų junginių magnetinių savybių tyrimas).

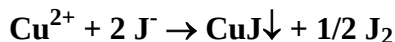
2. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ jodometrinė analizė

Jodometrine analize galima nustatyti $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{3+}$ santykį superlaidininke (vidutinį Cu oksidacijos laipsnį), tuo pačiu paskaičiuoti deguonies kiekį ($y=7-x$ reikšmę formulėje). Metodo principas toks:

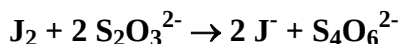
A. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ tikslus kiekis ištirpinamas praskiestoje HCl, kur Cu^{3+} redukuojasi iki Cu^{2+} :



Paveikus tirpalą KJ pertekliumi, Cu^{2+} redukuojamas iki CuJ:

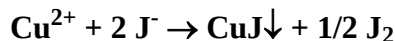
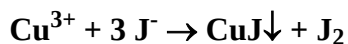


Išsiskyręs ekvivalentiškas J_2 kiekis nutitruojamas standartizuotu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tirpalu:



Čia vienas molis sunaudoto $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yra ekvivalentiškas vienam moliui Cu superlaidininke, t.y. sunaudotų $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ molekulių skaičius yra lygus bendram Cu molekulių skaičiui atsvertame tiriamame pavyzdyje.

B. Tada toks pats kiekis $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ištirpinamas HCl tirpale, turinčiame jodido perteklių. Šiuo atveju Cu^{3+} atskirai nuo Cu^{2+} oksiduoja J^- iki J_2 ir bendrai išsiskyrusio J_2 ir sunaudoto $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kiekis didesnis, negu pirmo titravimo metu:



Dviejuose titravimuose sunaudotų $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ molekulių skaičiaus skirtumas atitinka Cu^{3+} molekulių skaičiui, o pirmo titravimo metu - Cu^{2+} ir Cu^{3+} molekulių sumai.

Na₂S₂O₃ tirpalo standartizavimas ir superlaidininko titravimas (žiūr.8.pav.)

Į stiklinę pipetę įpila 10 ml standartinio Cu²⁺ tirpalo ir per vamzdelį pradeda leisti N₂ dujas (100 padalų dujų srautų regulatoriaus 4 kanalo rotametre). Trumpam nukelia dangtį ir supila 10 ml šviežiai paruošto tirpalo, turinčio ~ 1,5 g KJ, ir pradeda maišyti tirpalą magnetine maišykle. Titruoja su Na₂S₂O₃ tirpalu. Prieš ekvivalentinį tašką (likus 2 - 3 ml iki jo) prideda 3 - 5 lašus krakmolo tirpalo ir toliau titruoja, kol išnyksta mėlyna tirpalo spalva. Pakartoja titravimą. Jei gauna gana gerai sutampančius rezultatus, paskaičiuoja vidutinę Na₂S₂O₃ tirpalo molinę koncentraciją. Jei ne, titruoja trečią kartą.

A titravimas.

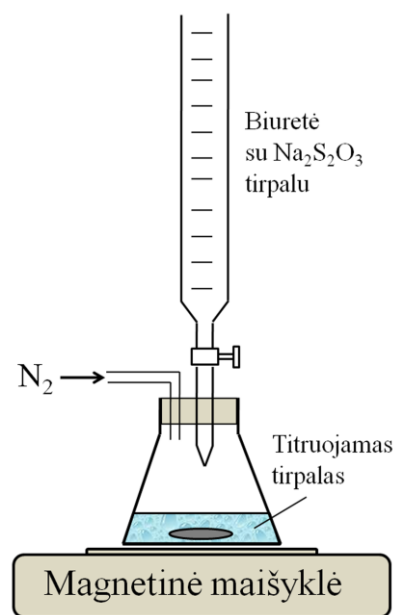
Iš aliuminio folijos padarytame laivelyje tiksliai atsveria ~ 150 mg YBa₂Cu₃O_{7-x} ir titravimo stiklinėje jį ištirpina 10 ml 1M HCl. Švelniai virina 1,5 - 2 min. pilnam Cu³⁺ suardymui. Tirpalą ataušina, stiklinėn įstato kamštį ir pradeda leisti N₂ dujas. Trumpam pakėlus kamštį, įmeta maišikliuką, greitai supila 10 ml šviežio tirpalo, turinčio ~1,5g KJ ir maišant titruoja Na₂S₂O₃ tirpalu.

B titravimas.

Kruopščiai pasveria naują porciją YBa₂Cu₃O_{7-x}. Geriau, jei abiejų porcijų svoriai sutampa, nors tai nebūtina. Į titravimo indą įpila 10 ml 1M HCl ir pradeda leisti azoto dujas. Atsveria ~ 1,5 g KJ, kurį supila į indą, trumpam pakėlus kamštį (pamaiso, kol ištirpsta). Į gautą tirpalą suberia, trumpam pakėlus kamštį, atsvertus superlaidininko miltelius ir pamaiso. Nešildant milteliai tirpsta sunkiai. Todėl silpnai pašildo ant plytutės, vis nukeliant ir pamaisant. Šildo tol, kol juodos nuosėdos išnyksta ir jas pakeičia šviesios CuJ nuosėdos (1 - 2 min., bet neperkaitinti, tirpalas neturi garuoti). Tada įpila, trumpam pakėlus kamštį, 10 ml distiliuoto vandens, įmeta maišikliuką, maišo 1,5 - 2 min. ir po to titruoja tiosulfato tirpalu. Inde visą laiką turi būti inertinė atmosfera.

A ir B titravimus atlieka po du kartus, Jei rezultatai žymiai skiriasi (daugiau, negu 0,2 ml), titruoja trečią kartą. Apskaičiuoja n⁺ ir y reikšmes formulėje YBa₂Cu₃ⁿ⁺O_y, kur n⁺ yra vidutinis vario oksidacijos laipsnis. Jei A ir B titravimuose medžiagos masės vienodos, tai pirmo titravimo metu sunaudotas tiosulfato tirpalo tūris (V₁) yra tiesiog proporcingas Cu³⁺ ir Cu²⁺ molių sumai, ΔV = V₂ - V₁ - Cu³⁺ molių skaičiui, o V₁ - ΔV - Cu²⁺ molių skaičiui (v). Tada

$$n^+ = \frac{3v_{\text{Cu}(3+)} + 2v_{\text{Cu}(2+)}}{v_{\text{Cu}(2+)} + v_{\text{Cu}(3+)}} = \frac{3\Delta V + 2(V_1 - \Delta V)}{V_1} = 2 + \frac{\Delta V}{V_1}$$



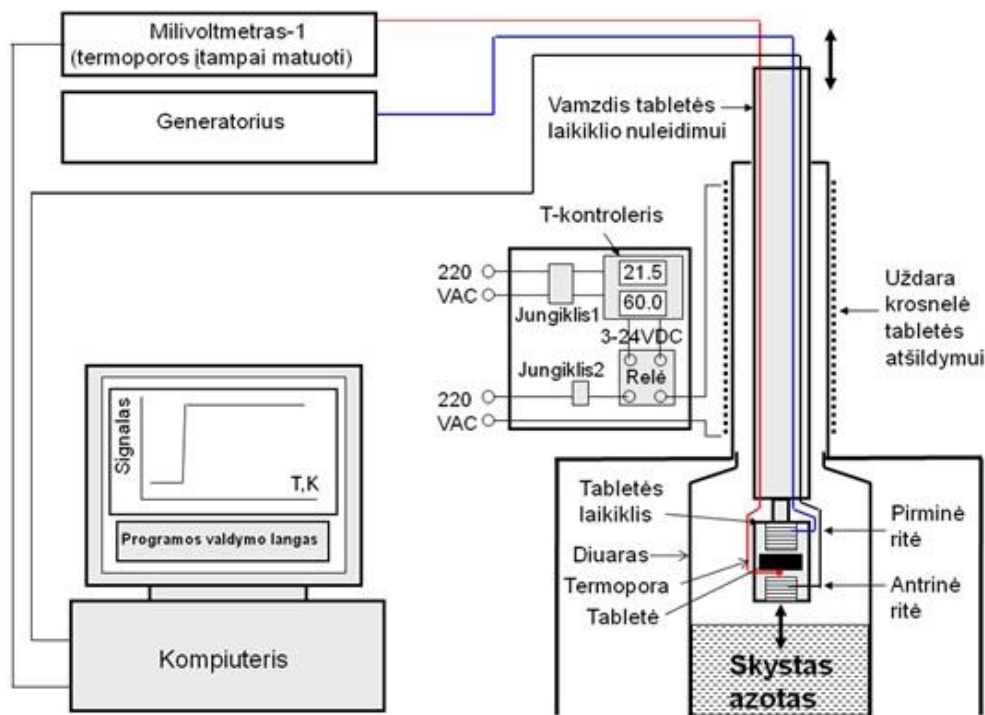
8 pav. Titravimo schema

Be to, iš A titravimo rezultatų paskaičiuoja bendrą vario molių skaičių milteliuose, palygina su teoriniu ir padaro išvadą apie superlaidininko grynumą. Apie superlaidininko grynumą galima spręsti ir iš masės pakitimų kaitinimo metu, juos palyginus su teoriniu.

3. YBa₂Cu₃O_{7-x} tablečių krizinės temperatūros nustatymas ir levitacijos reiškinių stebėjimas.

3.1. Matavimo principai ir įranga.

Krizinę temperatūrą galima nustatyti įvairiais būdais. Vienas iš dažniausiai naudojamų tiesioginių būdų yra pavyzdžio varžos priklausomybės nuo temperatūros matavimas keturių kontaktų metodu. Šiuo būdu eliminuojama kontaktinė varža ir matuojamas įtampos kritimas tik medžiagoje (tekant per ją srovei), kuris yra tiesiog proporcingas medžiagos varžai

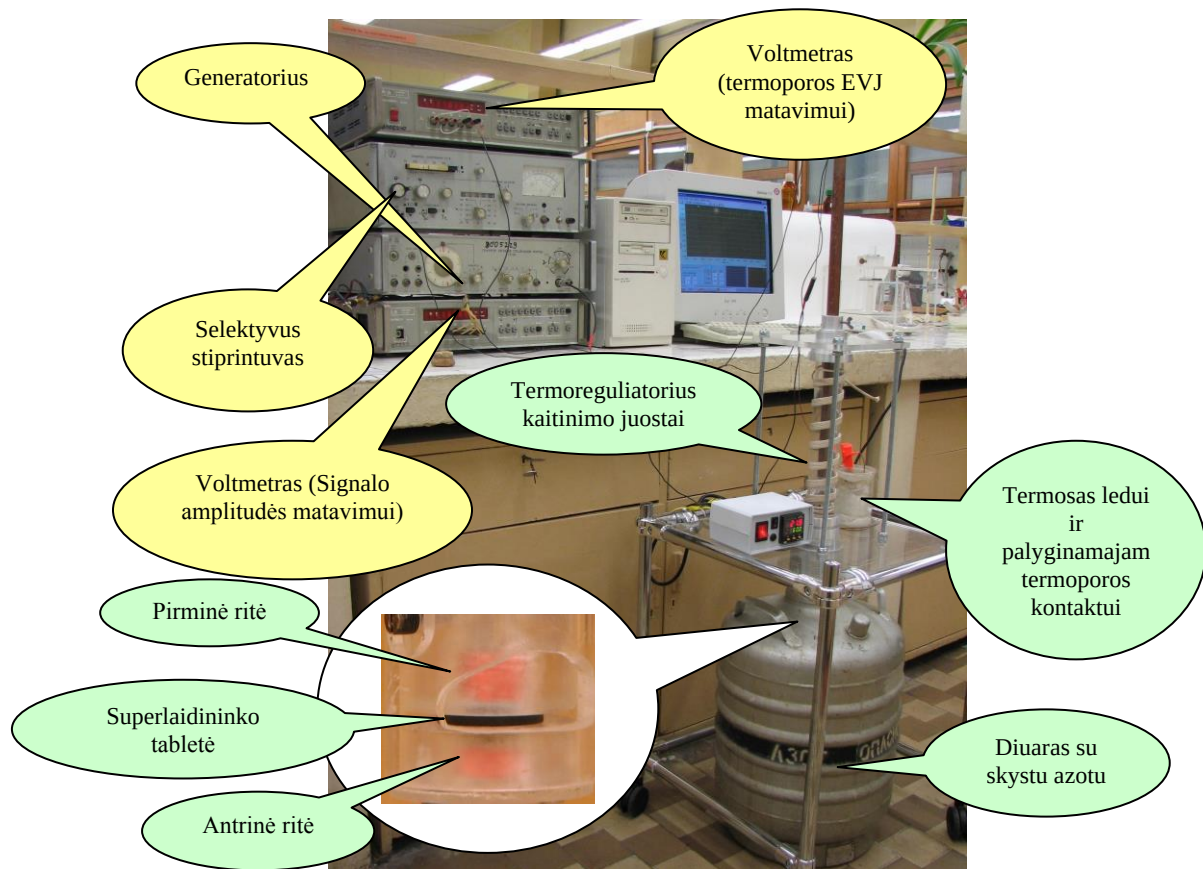


9 pav. Superlaidininko krizinės temperatūros matavimo schema

Šiame darbe bus naudojamas kitas T_c nustatymo metodas - iš magnetinio lauko ekranavimo matavimų. Matavimo schema ir bendras įrangos vaizdas duoti 9 ir 10 paveiksluose.

Tabletė įdedama į specialų laikiklį tarp dviejų ričių : pirminės- sužadinto ir antrinės - detektoriaus. Leidžiant per pirminę ritę kintamą srovę, joje generuojamas kintamas magnetinis laukas. Kol tabletė yra normaliame būvyje, magnetinis laukas praeina per ją ir indukuoja kintamą srovę antrinėje ritėje. Kai auštanti virš skysto azoto tabletė pereina į superlaidų būvį, ji tampa idealiu diamagnetiku ir visiškai ekranuoja magnetinį lauką. Tada antrinėje ritėje elektrinis signalas turi išnykti. Kadangi dalis magnetinio lauko linijų apeina

tabletę, antrinės ritės signalas realiai visiškai neišnyksta, tačiau jis lieka žymiai mažesnis. Aušinant tabletę (ją artinant prie skysto azoto paviršiaus), vario-konstantano termoporos



10 pav. Superlaidininko krizinės temperatūros matavimo įrangos bendras vaizdas.

pagalba nustatoma perėjimo iš normalaus metalinio būvio į superlaidų būvį temperatūra, t.y. temperatūra, prie kurios elektrinis signalas antrinėje ritėje staiga žymiai sumažėja. Praktiškai matavimas čia bus atliekamas priešinga - šildymo kryptimi. T.y., laikiklis su ritėmis ir tabletė pamerkiamas į skystą azotą, po to iškeliamas virš azoto ir leidžiama jam lėtai atšilti, matuojant antrinės ritės signalą ir temperatūrą. Šiuo atveju, atšilus tabletei iki krizinės temperatūros, ji iš superlaidaus būvio pereina į normalų, o antrinės ritės signalas staigiai padidėja.

Pirminės ritės sužadinimui naudojamas kintamos srovės generatorius. Antrinės ritės signalas nuskaitytas kompiuteriu, kompiuteris atlieka signalo Furje transformaciją į dažnumo erdvę ir naudojamo signalo dažnio taške nustato signalo amplitudę. Termopora, kurios sulydytas galas (matavimo kontaktas) atremtas į tabletę, o antri galai (palyginamasis kontaktas) pamerkti į indą su tirpstančiu ledu, prijungiama prie kito tikslaus voltmetro. Jo duomenys taip pat perduodami į kompiuterį. Matavimo programa nuskaitytą termoporos termoelektrovaros jėgą perskaičiuoja į temperatūrą pagal šiai termoporai charakteringą temperatūros/EVJ priklausomybės polinomą. Programa duomenis išveda į grafinį langą,

kuriame matome brėžiamą grafinę priklausomybę tarp antrinės rites signalo (y-ašis) ir temperatūros (x-ašis).

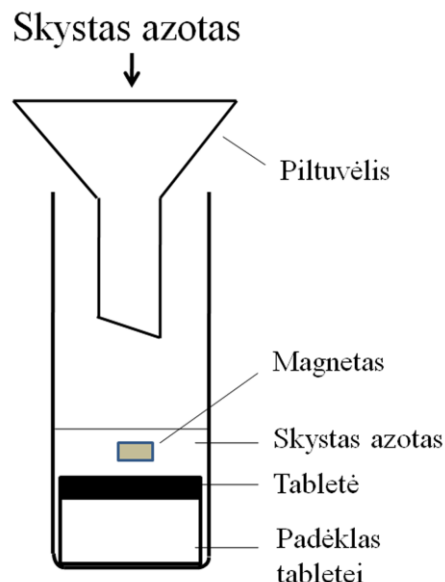
Detalus krizinės temperatūros matavimo aprašymas duotas priede.

3.2. Levitacijos reiškinių stebėjimas ir apytikris krizinės temperatūros nustatymas

-Surenka 11 pav. parodytą sistemą.

-Įmeta tabletę, po to mažą neodimio magnetuką (jis turi gulėti ant tabletės paviršiaus apytikriai jos viduryje).

- Samteliu pasemia iš diuaro skysto azoto ir jį pila (per piltuvėlį) į mėgintuvėlį ant tabletės tol, kol po intensyvaus garavimo periodo mėgintuvėlyje liks skysto azoto sluoksnis. Jei tabletė yra superlaidi skysto azoto temperatūroje, jai atšalus magnetukas pakils ir levituos tol, kol visas skystas azotas išgaruos ir atšilusi tabletė grįš į normalų būvį (magnetukas nukris ant tabletės). Apytikriai įvertina levitacijos aukštį (mm). Jeigu magnetukas nepakyla virš tabletės, jinais nėra superlaidi skysto azoto temperatūroje.



11 pav. Levitacijos bandymo įrangos schema

Galutinius darbo rezultatus pateikia lentelės formoje:

Medž. forma	Δm^* po kaitinimo, %	R, Ω	Tabletės masė(g), storis(mm)	d g/cm^3	Jodometr. titravimas: m(g), V_1 ir V_2 (ml)	Formulė $YBa_2Cu_3^{n+}O_y$	T_C, Δ T_C , K	Levi- tacijos aukštis, mm
Milt. po I kaitin.	+	+			+	+		
Tabletė	+	+	+	+	+	+		
Tabletė	+	+	+	+			+	+

* Palyginti su paskaičiuotu teoriniu masės pokyčiu ir padaryti išvadą apie gautos medžiagos grynumą.

Esant galimybei, išmatuojama gauto superlaidininko rentgeno difraktograma ir atliekant fazinę analizę įvertinamas medžiagos grynumas. Nurodomos rastos priemaišinės fazės.

4. Klausimų temos darbo gynimui

Svarbiausios superlaidininkų savybės ir pritaikymo sritys.

Termoporos, veikimo principas, svarbiausios charakteristikos. Kiti temperatūros davikliai.

Žemos temperatūros, jų gavimas ir matavimas. Suskystintos dujos laboratorijoje.

Keraminės sintezės metodai.

5. Literatūra

1. D.C. Harris, M.E. Hills, T.A. Hewston. Preparation, iodometric analysis, and classroom demonstration of superconductivity in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, J.Chem.Educ., 1987, V. 64, N 10, p.847.

2. A. Phinyocheep, M. Tang J. Determination of the hole concentration (copper valency) in the high T_c superconductors, J. Chem.Educ., 1994, V.71, N 5, p.A115.

3. ЖБХО им. Г. И. Менделеева, 1989, Т. 34, No 4.

4. G.Brauer. Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, 1975, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart (6 tomų vertimas į rusų kalbą, 1985, Mir, Maskva).

5. A.R.West. Solid State Chemistry and its Applications, 1984, John Wiley and Sons, Chichester-Singapore (2 tomų vertimas į rusų kalbą, 1988, Mir, Maskva).

Pastabos

-Grūstuvėlius ir tiglius po naudojimo plauna karšta koncentruota HCl (traukos spintoje).

-Neužmiršti laikinai sustabdyti dujinio azoto srautą tarp titravimų, o pabaigoj užsukti balioną. Rotametro viršutinė rankenėlė skirta tiksliam srauto reguliavimui (ją prisukant srautas didėja), o apatinė- srautui visiškai uždaryti (prisukant) ar atidaryti (atsukant).

-Atsargiai elgtis su skystu azotu (užsipylus jis skaudžiai nudegins odą).

-Užbaigus darbą, tabletę įdedama į uždaromą buteliuką ar biuksiuką, užklijuojama etiketė, kurioje nurodoma pavardė, metai, tabletės varža, T_c (K), formulė su nustatyta tikslia y-o reikšme. Indelis su tablete paliekamas eksikatoriuje.

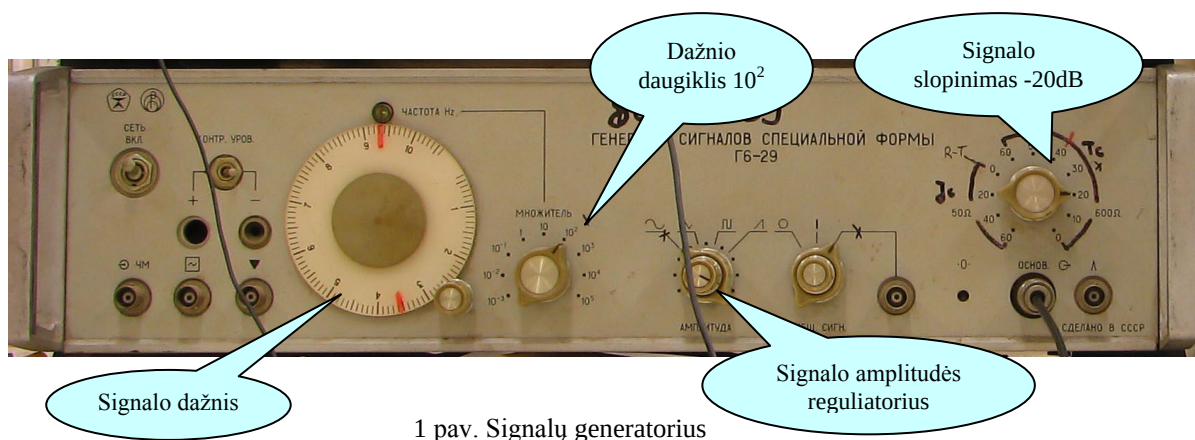
Priedas

Detalus superlaidininko krizinės temperatūros T_c nustatymo iš magnetinio lauko ekranavimo matavimų aprašymas.

1. Matavimo įrangos paruošimas

(konsultuotis su laborantu ar dėstytoju)

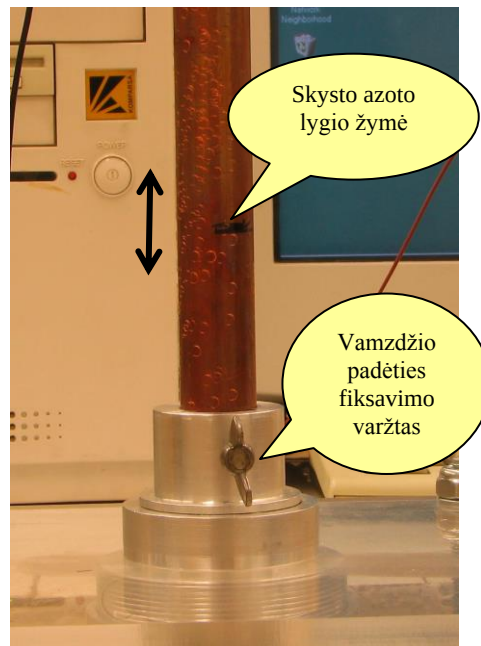
- Įjungiamą matavimo aparatūrą: signalų generatorius, voltmetrai, kompiuteris.
- Paleidžiama matavimo programa. Kompiuterio ekrane atidaromas TC matavimo programos langas (ekrane turėtų būti nuoroda – „Shortcut to TC v.5.1“, programos versija gali būti ir kita). Programa paleidžiama veikti. Tam su pelyte reikia spustelti programos paleidimo klavišą , kuris yra lango viršuje kairėje, žemiau meniu punkto „Edit“. Šalia paleidimo klavišo turi užsižiebtį programos vykdymo indikatorius .
- Kompiuteryje paleidžiamas duomenų surinkimas. Tam su pele nuspaudžiamas programos lango apačioje kairėje esantis klavišas „Start“. Matavimo programa savo pagrindiniame lange pradeda brėžti antrinės ritės signalo priklausomybės nuo temperatūros grafiką.
- Pirminės ritės sužadinimui naudojamas kintamos srovės generatoriaus generuojamas 800Hz dažnio signalas. Toks generatoriaus dažnis gaunamas, nustatant „signalų dažnio“ rankenėlę ties 9.4 ir „dažnio daugiklį“ – 10^2 (duotam prietaisui tai atitinka 800Hz dažnio signalą). Rankenėlė „signalų slopinimas“ turėtų būti padėtyje – 20dB, „signalų amplitudė“ pasukama pagal laikrodžio rodyklę iki galo. (1 pav).



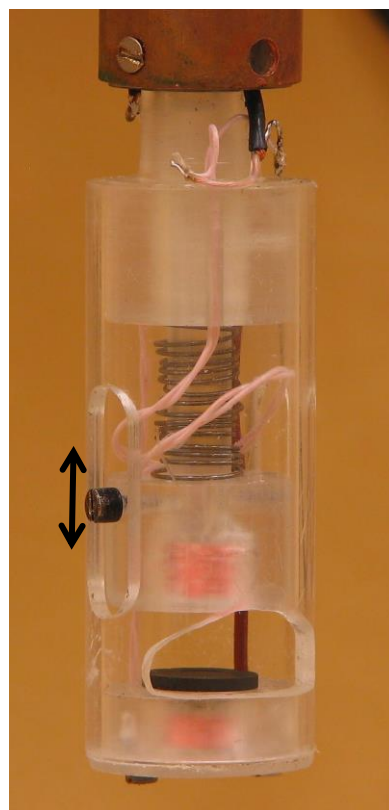
Paderinant minėtas rankenėles, pasiekama, kad grafike antrinės ritės amplitudė būtų maksimali.

2. Tc matavimo eiga

- Į termosą pridedama ledo ir įtvirtinamas palyginamasis termoporos kontaktas.
- Atlaisvinus vamzdžio padėties fiksavimo varžtą ir stumiant vamzdį į apačią (3 pav.), laikiklis su ritėmis nuleidžiamas į padėtį, kurioje būtų patogiu į jį įdėti tabletę. Fiksavimo varžtas vėl priveržiamas. Pakėlus viršutinę ritę, pro langelį pincetu tarp ričių įstatoma tabletė (4 paveikslas), ritė nuleidžiama ant tabletės.
- Keliant vamzdį, ričių laikiklis su tablete pakeliamas tiek, kad įeitų į kvarcinį vamzdį. Apačioje įstatomas Diuaro indas su skystu azotu taip, kad indo anga užsidengtų kvarcinio vamzdžio apačioje esančia metaline detale.
- Laikiklis su tablete nuleidžiamas į Diuaro indą iki tokios padėties, kad laikiklis būtų kiek aukščiau (~2-4 cm) skysto azoto paviršiaus (ant laikiklio vamzdžio turėtų būti pažymėta žymė - skysto azoto paviršiaus padėtis, žr. 3 paveikslą). Šioje padėtyje laikiklis įtvirtinamas ir palaukiama, kol temperatūra nukris iki $\leq 100\text{K}$. (Pastaba: negalima laikiklį panardinti į skystą azotą, kol jis neataušo iki $\leq 100\text{K}$, nes dėl didelio staigaus temperatūros pokyčio laikiklis gali sutrūkinėti).
- Laikiklis palengva leidžiamas žemyn tol, kol pasieks skysto azoto paviršių (programos temperatūros-laiko grafiko lange matosi, kaip temperatūra staigiai krenta iki $\sim 77\text{K}$). Flamasterio brūkšneliu ant laikiklio vamzdžio pažymima nauja žymė, rodanti Diuaro inde esančio skysto azoto lygį. Tada laikiklis įleidžiamas giliau (~5 cm) į skystą azotą ir įtvirtinamas. Iš antrinės ritės signalo žymaus sumažėjimo galima spręsti, kad tabletė perėjo į superlaidų būvį. Jei reikia, kompiuterio programos lange pakoreguojama temperatūros parodymai, kad sutaptų su skysto azoto temperatūra (77.3 K). Tai padarome, keičiant korekcijos koeficientą. Laikiklis laikomas pamerktas skystame azote 1-2 minutes.
- Orientuojantis pagal užbrėžtą skysto azoto lygio žymę, tabletės laikiklis nedaug iškeliamas virš skysto azoto (~5 cm) ir fiksuojamas toje



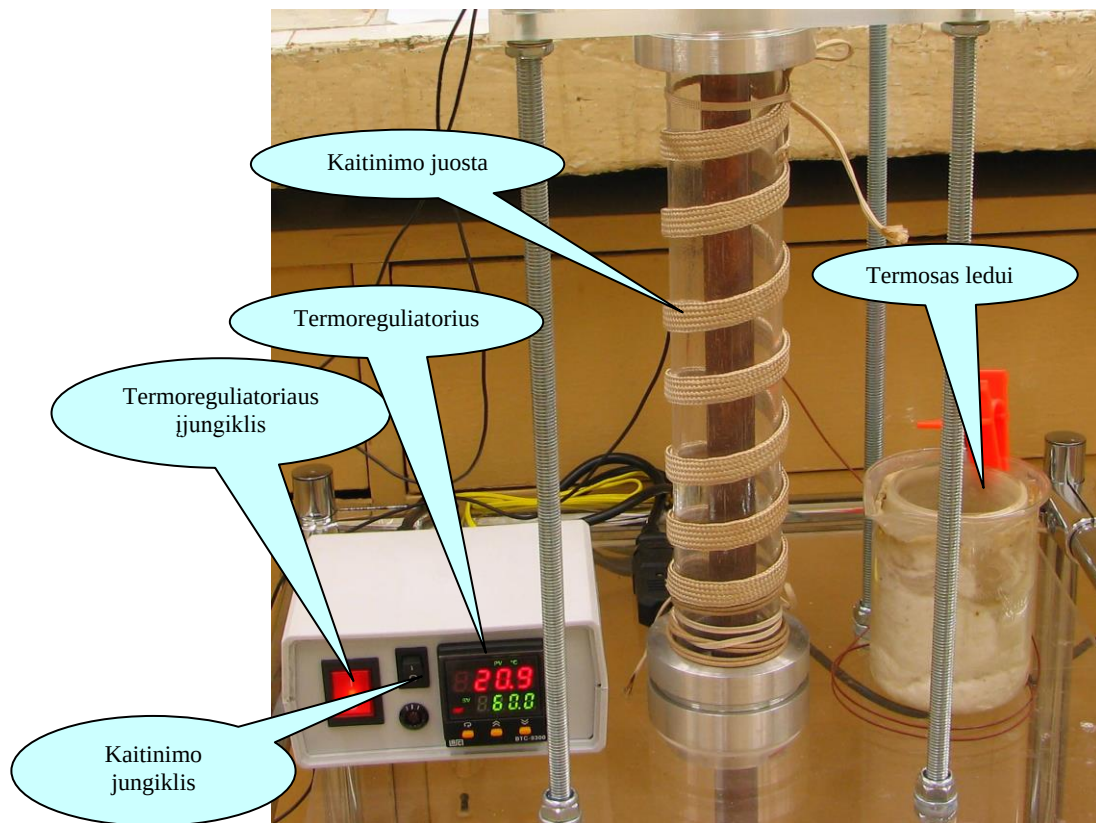
3 pav. Laikiklio nuleidimo ir pakėlimo įtaisas.



4 pav. Laikiklis su ritėmis ir superlaidininko tablete.

padėtyje. Programos lange anuliuojami nebereikalingi grafiko duomenys (spaudžiamas klavišas „Clear“) ir pradedami brėžti nauji grafikai.

- Leidžiama tabletei lėtai atšilti, ekrane sekant programos brėžiamus grafikus. Matavimo metu temperatūros kilimo greitis virsmo metu neturėtų viršyti $1^{\circ}/\text{min}$. Temperatūrai kylant per greitai, gaunamos padidintos krizinės temperatūros reikšmės. Jei temperatūra kyla per greitai ar per lėtai, atitinkamai nedaug nuleidžiame ar pakeliame tabletės laikiklį skysto azoto lygio atžvilgiu. Krizinė temperatūra T_c nustatoma kaip grįžimo iš superlaidaus į normalų būvį temperatūra (antrinės ritės signalas staiga padidėja). Palaukiama, kol temperatūra pasieks $\sim 100\text{K}$. Tada matavimo programa kompiuteryje sustabdoma klavišu „Stop“ ir matavimo duomenys išsaugomi kaip Excel failas. Duomenų išsaugojimui, spaudžiame lango apačioje esantį klavišą „Save“. Atsidariusiame naujame lange klavišu  pasirenkama direktorija ir failo vardas (D/Work/Duomenys direktorija, failo vardas–studento pavardė). Uždarius pasirinkimo langą, būtinai nuspaudžiamas žemiau esantis klavišas . Patikriname, ar tikrai duomenys išsaugoti nurodytoje direktorijoje.
- Laikiklis visiškai ištraukiamas iš Diuaro indo į kvarcinį vamzdį (apytikriai iki vidurio) ir atšildomas iki $\sim 10-15^{\circ}\text{C}$ (laikiklio temperatūra matoma programos lange). Laikiklio atšildymo pagreitinimui įjungiamas kvarcinio vamzdžio šildymas kaitinimo juosta (valdymo blokelyje nuspaudžiami termoregulatoriaus ir kaitinimo jungikliai, 5 pav). Laikikliui atšilus, šildymas išjungiamas. Ištraukiamas Diuaro indas, nuleidžiamas laikiklis, iš laikiklio išimama tabletė.



5 pav. Kvarcinio vamzdžio šildymo sistema.

- Kompiuterio ekrane gauta krizinės temperatūros matavimo kreivė parodoma laborantui ar dėstytojui. Tada galima ištrinti grafikus iš programos langų, paspaudus klavišą "Clear".
- Išsaugotas duomenų failas su matavimo duomenimis nusikopijuojamas į diskelį, atsidaromas su Excel arba Origin programa, padaromas T_c matavimo grafikas, atspausdinamas, duodamas pasirašyti dėstytojui ar laborantui. Šitas pasirašytas grafikas turi būti įtrauktas į darbo aprašymą kaip "originalus" grafikas.