

# Kapitel 5

## Proben

Unter den Hoch- $T_C$ -Supraleitern sind die Verbindungen  $\text{Hg}_{1-x}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$  in mehrfacher Hinsicht ausgezeichnet. Sie besitzen das höchste  $T_C$  aller bekannten Hoch- $T_C$ -Supraleiter und ihre CuO-Ebenen zeigen unter den Hoch- $T_C$ -Supraleitern die geringsten Verzerrungen [18]. Zugleich sind ihre Cu-NQR-Spektren mit einer spektralen Breite von einigen MHz extrem verbreitert. Eine Fluorinierung der Proben kann zu einer  $T_C$ -Erhöhung führen [30]. Wie Voruntersuchungen in der AG-Lüders an  $\text{HgBaCuO}$  Verbindungen zeigten, führt eine Fluorinierung in diesen Verbindungen zu einer Verbreiterung der Cu-NQR-Spektren. Um die Zusammenhänge zwischen den elektronischen Zuständen der CuO-Ebenen und der Übergangstemperatur zur Supraleitung zu studieren, sind daher unterschiedlich dotierte Verbindungen dieser Hoch- $T_C$ -Familie geeignete Systeme.

Die beiden untersuchten Proben,  $\text{Hg}_{0,8}\text{Cu}_{0,2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$  (Probe 1) und  $\text{Hg}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8\text{F}_\delta$  (Probe 2), wurden von K. A. Lokshin in der Arbeitsgruppe von E. V. Antipov an der Moscow State University präpariert. Die Präparation und Charakterisierung der Proben ist in [30] detailliert beschrieben. Es handelt sich bei den Proben um Pulverproben mit Durchmessern der Körner im Bereich von einigen  $\mu\text{m}$ .

Als Ausgangsmaterial diente ein Gemisch der Oxide HgO, BaO, Ca und CuO in der nominellen Stöchiometrie  $\text{Hg}_{1-x}\text{Cu}_x\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$  mit  $x = 0,2$  bis  $0,5$ . Der Anteil des zusätzlichen Kupfers vermindert bei der Präparation die enthaltenen Fremdphasen und erlaubt einen Gehalt von mindestens 95 % an Hg-1223 pro Probe [30]. Die Proben wurden nach der Präparation im Sauerstoffgehalt reduziert, und anschließend wieder gezielt mit Sauerstoffstoff (Probe1) bzw. Fluor (Probe2) bis zum optimalen  $T_C$  dotiert. Die Sauerstoff-reduzierten Proben zeigten dabei ein  $T_C$  im Bereich von 90 K bis 100 K. Nach der erneuten Dotierung zeigte die Probe 1 ein  $T_C = 134$  K und die Probe 2 ein  $T_C = 138$  K. Im Laufe der Zeit fand allerdings anscheinend eine Veränderung in der Probe 2 statt, so daß diese Probe nach einiger Zeit eine Übergangstemperatur von 134 K aufwies. Abb.5.1 und 5.2 zeigen die Realteile der AC-Suszeptibilität einige Zeit nach der Präparation. Beide Proben wiesen jetzt ein  $T_C$  von 134 K auf. Bemerkenswert ist, daß die Probe 2 nach einem Jahr keine Veränderungen mehr in der AC-Suszeptibilität zeigte, obwohl fluorinierte Proben

allgemein als instabil gelten.

Die Gitterparameter der Proben wurden mittels Neutronenstreuung bestimmt [30] und sind Tabelle 5.1 dargestellt. Aus den Ergebnissen der Neutronenstreuung folgt weiterhin, daß die Proben nur eine Verunreinigung von 1 % CaO, bezogen auf die Masse, enthalten [30]. In der F-dotierten Probe 2 ergibt sich ein signifikant kleinerer a-Parameter (Länge des a-Vektors der Einheitszelle) für optimale Dotierung im Vergleich zum a-Parameter der Probe 1. Dies wird als sicherer Hinweis gedeutet, daß das Fluor die Gitterplätze des Zusatzsauerstoffs eingenommen hat [30].

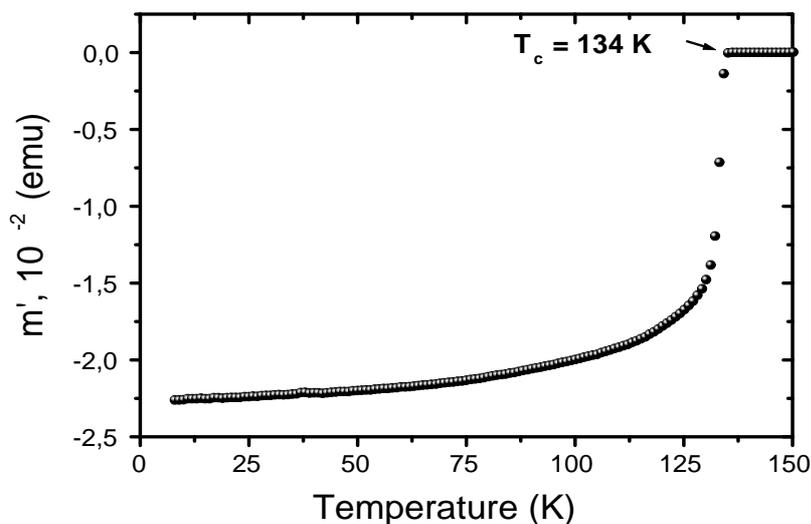


Abbildung 5.1: Realteil der AC-Suszeptibilität der Probe 1. Das  $T_c$  beträgt 134 K (Messung: I. Didschuns)

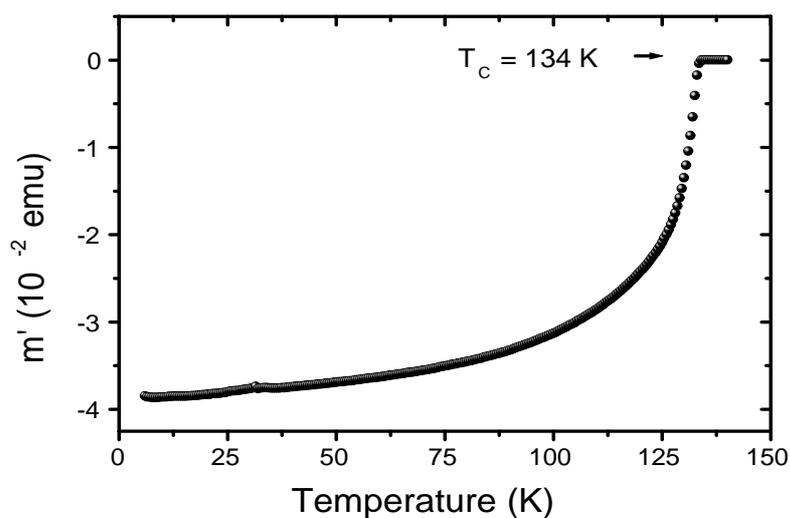


Abbildung 5.2: Realteil der AC-Suszeptibilität der Probe 2. Das  $T_c$  beträgt 134 K (Messung: I. Didschuns)

Probe	Ausgangsmaterial	a	c	T <sub>c</sub> /K
1	Hg <sub>0,8</sub> Cu <sub>0,2</sub> Ba <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	3,8524(4)	15,819(4)	134
2	Hg <sub>0,5</sub> Cu <sub>0,5</sub> Ba <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	3,8507(2)	15,755(1)	134

Tabelle 5.1: Gitterparameter bestimmt aus der Neutronenstreuung bei T = 7 K der Proben 1 und 2 [30].

Weiterhin zeigte sich eine Besetzung der Hg-Position im Gitter durch Cu in einem Verhältnis, das recht gut mit den Cu/Hg Anteilen in der Ausgangssubstanz übereinstimmt [30]. Für die Position des Zusatzsauerstoffs ergaben sich zwei Position analog der von Wagner gefundenen Besetzung der O5 Position (Abb. 5.3). Die Besetzung der O5 Position lag bei 10(1) % und zeigte sich unabhängig von den Cu/Hg Anteilen der Ausgangssubstanz [30].

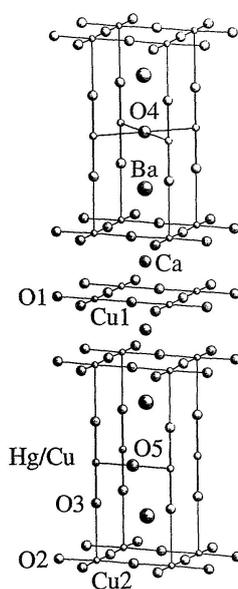


Abbildung 5.3: Kristallstruktur von Hg-1223 aus [18]. Die Einheitszelle besitzt eine tetragonale Struktur im gesamten Temperaturbereich.