

高溫超導體之製備

- 國立臺灣大學化學系，大學普通化學實驗，第十二版，國立臺灣大學出版中心：台北，民國九十七年。
- 版權所有，若需轉載請先徵得同意；疏漏之處，敬請指正。
- 臺大化學系普化教學組陳妍秀助教（2007.03.01）。

一、目的：學習固態化學反應方法及高溫超導體的製備及性質測定。

二、實驗技能：學習藥品秤量、研磨與壓片及高溫鍛燒等技能。

三、原理：

超導體處於超導臨界溫度（supercritical transition temperature, T_c ）以下時具有超導現象，而主要的超導現象為零電阻及反磁性(diamagnetism)。

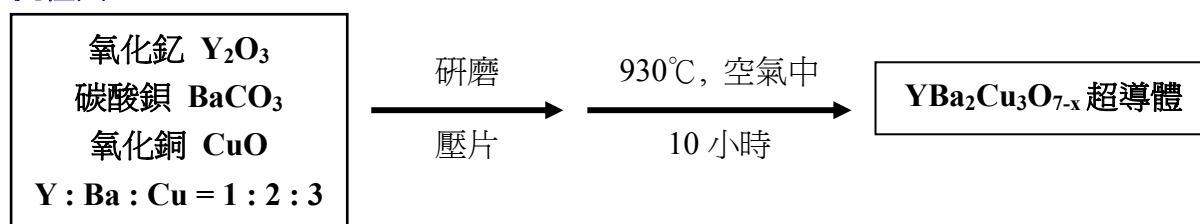
零電阻是指電流通時無阻力之現象，亦即產生永久電流(persistent current)。反磁性則是將超導體放入磁場中，會將其內部的磁場完全排除，即使其內部磁通量(magnetic flux)保持為零，此即所謂的麥斯納效應(Meissner effect)，也因此超導體具有磁浮現象。必須同時具備以上兩種特性，才可稱為超導體。

在本實驗，以氧化鈮、碳酸鋇及氧化銅為原料，經研磨與高溫鍛燒的方式製備 T_c 高於 77 K 之 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (簡稱 Y-123)超導體，從而學習固態化學反應方法與氧化物超導體之製備，並觀察超導體與液態氮中之磁浮現象。


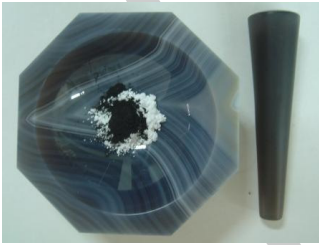

四、儀器與材料：塑膠藥匙、氧化鋁坩鍋、瑪瑙研鉢、塑膠鏟子、磁鐵(Nd-Fe-B)、壓片模具、高溫爐、壓片機、吹風機、棉花棒及棉花(清洗用)。

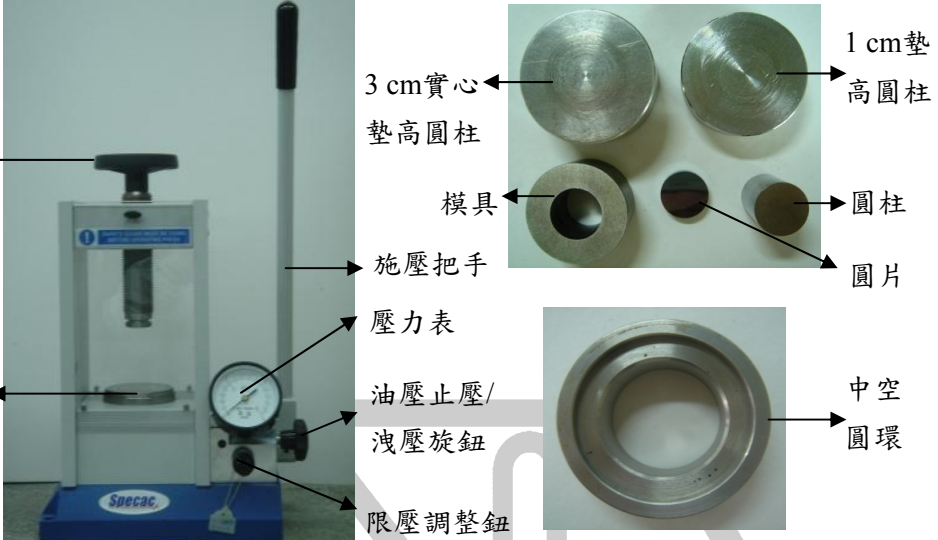


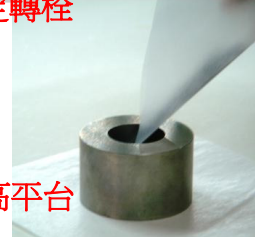


五、藥品：氧化鈮(yttrium oxide, Y_2O_3)、碳酸鋇(barium carbonate, $BaCO_3$)、氧化銅(copper(II) oxide, CuO)、液態氮(liquid nitrogen, $N_{2(l)}$)。

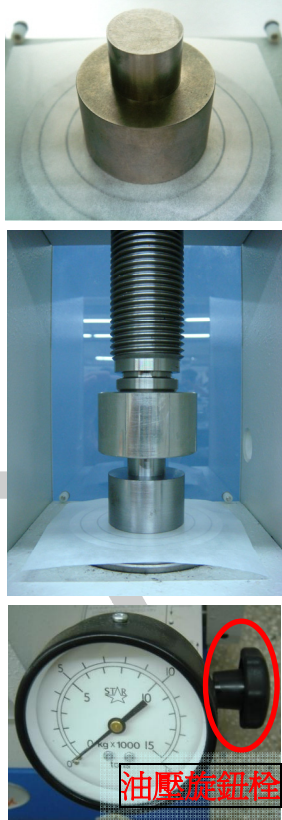

流程圖

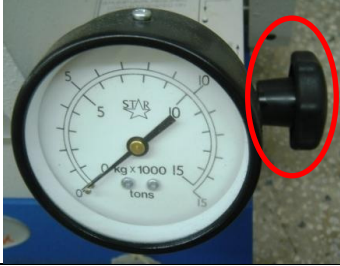
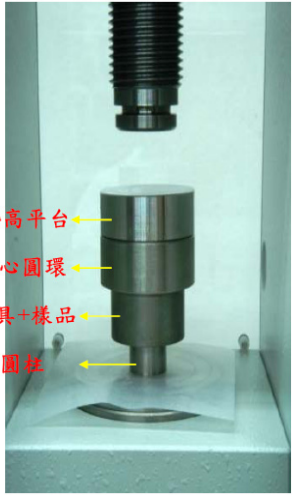

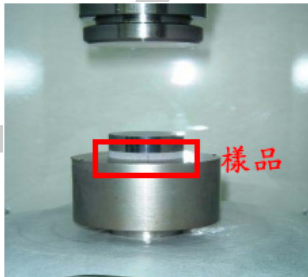



六、步驟：

步驟	示範圖片
(一) 取樣研磨	
<p>1 依化學計量比例 ($Y : Ba : Cu = 1 : 2 : 3$)，計算欲合成 0.004 莫耳之 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 高溫超導體所需原料：Y_2O_3、$BaCO_3$、CuO 之用量。</p> <p>註：取對藥品及取量正確很重要，為實驗成功的關鍵！</p>	
<p>2 以稱藥紙秤取 Y_2O_3、$BaCO_3$ 及 CuO，記錄精確重量後，將藥品置於瑪瑙研鉢中。</p> <p>註：瑪瑙研鉢價格昂貴，應小心拿持。本實驗之藥品與研磨後之粉末微細，操作時應戴口罩。</p>	
<p>3 以塑膠藥匙先將原料藥品混合均勻，再加以研磨，使粉體充分混合並研磨成細緻粉末（約需 10-15 分鐘）。</p> <p>註 1：需研磨至顏色均勻呈現灰色，看不到白色粉末為止。</p> <p>註 2：為避免金屬藥匙刮傷瑪瑙研鉢，應使用塑膠藥匙。瑪瑙研鉢使用後以清水及軟布洗淨，再用棉花球或紙巾擦乾。</p>	
(二) 壓片	
<p>1 將混合均勻之固體粉末以塑膠藥匙轉置於乾淨的稱藥紙上，再以模具及壓片機，施以 1 ton/cm^2 之壓力，將粉末壓製成直徑 2 cm 且厚度約為 0.3 cm 之圓錠狀樣品。</p>	

2	<p style="text-align: center;">壓片機與模具</p> 
3	<p>壓片裝置： 註：不同套模具，不可混用。</p> 
4	<p>下方墊一張稱藥紙，將圓片放入模具中，亮面朝上（光滑面朝向粉體）。</p> 
5	<p>研磨粉末倒進模具，左右搖震使粉末均勻。</p> 
6	<p>放進圓柱後，左右旋轉使粉末均勻。</p> 
	<p>模具/樣品</p> 

<p>7</p>	<p>模具放入油壓平台中央（依圓圈紋距判斷）。</p> <p>註：移動模具與稱藥紙時，應以手頂住模具底部，以免模具滑落。</p> <p>放上 3 cm 墊高平台，上方固定轉栓固定鎖緊。</p> <p>右下方 油壓旋鈕栓 順時鐘鎖緊。</p>	
<p>8</p>	<p>握住施壓把手，以一秒一次的速度前後推動，加壓至 1 ton/cm^2，停留一分鐘。</p> <p>注意：壓力不可過大，否則高溫鍛燒時，氣體逸散不易，導致成品破裂。</p>	

9	<p>油壓旋鈕逆時鐘轉半圈，使壓力下降至 0。</p> <p>註：洩壓時，逆時鐘旋轉半圈即可，以免旋鈕脫落，油外洩。</p>	
(三) 取片		
1	<p>取片裝置：</p> <p>將壓片後的模具倒放，並依序於其上放置空心圓環及墊高平台，轉動固定旋鈕將模具固定鎖緊。</p>	
2	<p>油壓旋鈕順時鐘鎖緊，手扶模具，施壓把手前後推動，使油壓平台向上昇頂出超導片（頂出時會有”喀拉”一聲）。</p>	
3	<p>頂出超導片後，油壓旋鈕逆時鐘轉半圈以洩壓；並鬆開上方固定旋鈕，將模具等取出。</p>	
4	<p>完成壓片之樣品。</p>	

5	<p>以塑膠鑷子小心地將圓片放至氧化鋁坩鍋蓋上。</p> <p>註：若壓片後觀察到粉末不均勻或圓錠樣品破裂，可重新研磨均勻再壓片一次。</p>	
(四) 高溫燒結		
1	<p>將圓錠狀樣品放入方形高溫爐，於 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之空氣中高溫加熱 10 小時（升、降溫速度均為 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{分鐘}$）。</p>	
(五) 磁浮測定		
1	<p>待降至室溫後，將所得之圓錠狀成品放在玻璃培養皿中或氧化鋁坩鍋中，倒入適量的液態氮，使產物冷卻到液氮溫度。</p> <p>以塑膠鑷子夾一鈰鐵硼小磁鐵放在圓錠片中央位置上方，觀察磁鐵的磁浮現象並量測磁浮高度。也可增加磁鐵數，測可磁浮數。</p> <p>註：使用液態氮應戴麻線手套，以免凍傷。</p>	
2	<p>以數位相機記錄超導體之磁浮現象，並設計製作超導體紀念品，作為實驗學習成果展示品。</p>	
3	<p>磁浮性量測後，使用吹風機將超導片吹乾，收存於夾鍊袋中。</p>	