

综合物理实验 (MgB₂超导体的研究) (教案)

实验的目的要求:

1. 对于参与制备 MgB₂ 块材超导样品的学生, 学会用固态反应法制备 MgB₂ 块材超导样品并掌握其主要性能的测试。
2. 对于参与制备 MgB₂ 超导膜样品的学生, 学会用混合物理化学气相沉积法 (hybrid physical-chemical vapor deposition 简称为 HPCVD) 制备 MgB₂ 超导膜的方法, 制备出合格的膜, 并测量其基本超导性能。
3. 对于参加 MgB₂ 超导样品的学生都要学习了解样品的以下几个性能的测试: 反应超导转变温度的低温 R-T 曲线测量; 根据样品的抗磁性所反应的样品超导转变温度的 M-T 曲线测量; 可以确定样品在不同温度下的临界电流密度的 M-H 曲线; 反映样品结构的 X 光衍射图谱; 能够反映样品的表面形貌的扫描电镜图像 SEM 图等等。
4. 对于参与制备 MgB₂ 超导块材和膜样品的学生都要自己动手测量样品的 X 光衍射图谱; 学生自己动手用扫描电子显微镜观察样品并获取样品的 SEM 图; 对于美国进口的物理性能测量系统 (physical properties measurement system, 简称为 PPMS) 和磁性测量系统 (magnetism properties measurement system, 简称为 MPMS) 要求知道它们的使用初步知识。对于 PPMS 测量主要了解样品的制备, 要学习如何为样品粘接测量引线。对于 MPMS 设备要了解关于由 M-H 曲线计算样品的临界电流密度的基本道理。

教学内容:

(一) MgB₂ 块材超导样品的研究

- 1) 根据 MgB₂ 的分子式和实验要求的样品质量, 按名义成份配比称出所需质量的原料镁粉和硼粉。如果要进行掺杂方面的研究, 例如制备 Mg_{1-x}M_xB_{2-y}N_y (M 是部分替代 Mg 的掺杂元素; ; N 是部分替代硼的掺杂元素), 同时也要称出掺杂原料的相应质量。
- 2) 将称出的镁粉、硼粉和掺杂原料粉末放入玛瑙研钵中, 用研锤将它们经充分研磨达到均匀混合, 研磨至少进行 20 分钟。
- 3) 用可拆卸磨具将均匀混合的粉料用压片机压成长方形 MgB₂ 胚体样品。样品的厚度根据测量用的样品的要求决定。
- 4) 压片机使用时注意压力通常最高取为其最大压力值的 80%。例如我们实验室的压片机的量程是 30 吨, 通常使用时最大压力不宜超过 24 吨。
- 5) 使用磨具时要注意磨具芯要处于垂直状态, 绝对不能偏离垂直方向。否则会造成磨具因磨芯与其之间受力不匀致使磨具迸裂, 造成人身危险。为避免因故磨具迸裂造成危险, 在开始压形之前一定要先放下压机上的保护罩。之后再行压样品。
- 6) 如果对样品是进行真空条件下的烧结, 则必须首先将样品封入尺寸是长度是 20 厘米直径是 2 厘米的抽了真空的石英管中, 根据要求选择合适的温度进行烧结。样品封入抽了真空的石英管是请玻璃工师傅协助完成的。
- 7) 如果是进行惰性气体条件下的烧结, 则首先将样品放入长度是约一米, 直径是约 4 到 5 厘米的可抽真空的石英管中, 在室温下将烧结样品的石英管密封好, 用机械泵将之抽真空到粗真空 (几十 Pa 到 100Pa), 再充入惰性气体, 使石英管内的压强约为 90KPa。如果是流动惰性气体烧结, 石英管内气体压强可以达到 1 个大气压; 如果是静态惰性气体烧结, 则平衡气囊内的压强必须小于一个大气压。为保证样品烧结时, 样品处于电炉子的中央恒温区, 烧结电炉用可开启式电炉。
- 8) 气路内的气体稳定后, 设定烧结程序, 启动电炉对样品进行烧结。

- 9) 对烧结好的样品进行相关性能的测量。
- 10) 带样品到 X 光衍射实验室，学习 X 光机的使用，自己动手对样品进行一般测量。此时样品可以是片状的，但是被测表面必须是平的。如果要求出样品的晶格常数，则需取部分样品将之磨成粉末进行测量。试想一下，对于粉末样品可以用较大的力去压样品吗？为什么？
- 11) 带样品到电镜室用环境扫描电子显微镜观测样品的形貌像。观测时要获不同放大倍数的样品形貌像，以资对比讨论。如果是系列样品，则需取相同的放大倍数的形貌像图像，以资比较讨论。若欲获取样品断面的形貌像，应该用最新鲜的断面。
- 13) 用 MPMS 设备获取样品的 M-T 和 M-H 曲线。
- 14) PPMS 设备获取样品的 R-T 曲线。
- 15) 根据上述测量数据，决定是否对样品进行进一步的测量。

(二) MgB₂ 薄膜超导样品的研究

- 1) 熟悉 HPCVD 制备 MgB₂ 的实验装置，并能自己独立画出实验装置的原理图。同时还必须通过学习，熟悉具有毒性气体乙硼烷 (B₂H₆) 的基本性能和使用方法。
- 2) 在导师指导下，或在硕士生和博士生的指导下，通过 2 到 3 次的制膜过程的观摩，熟悉使用仪器的操作步骤，并将操作步骤用文字记载下来，以备自己独立操作时使用。
- 3) 在经老师考察允许后，学生方可以自己独立动手操作 HPCVD 设备。
- 4) 选择适当的衬底，用 HPCVD 设备独立制备 MgB₂ 超导膜。
- 5) 如果在金属衬底上生长 MgB₂ 超导膜，首先要对衬底进行处理和清洗。处理包括首先用适当型号的砂纸或砂布打磨样品表面，或则是对衬底表面进行抛光；其次用超声波清洗机清洗衬底表面；第三用丙酮清洗衬底，之后再用水乙醇清洗衬底。
- 6) 原料镁用镁条。先用钢锯条的锯背将镁条（直径是 6 毫米）上的氧化镁刮掉，再用大克丝钳从镁条上切下四小段镁条（每段长约 6-8 毫米）。
- 7) 将衬底放在样品台的中央处，再将镁条放在样品台的四个槽内。小心地将样品台放入反应室内。
- 8) 将样品室帽（连接有各种进气管路）通过螺纹连接器与反应室连接好。
- 9) 启动机械泵对系统抽真空到 100Pa 以下。
- 10) 启动交流感应电源对样品台加热至所需的温度，再接通乙硼烷气路，开始沉积 MgB₂ 超导膜。
- 11) 对制备好的膜进行基本物理性能测试。
- 12) 同（一）的 10) 到 15) 步骤对 MgB₂ 超导膜进行测量。

实验过程中可能涉及的问题：

1. MgB₂ 是一种什么样的超导材料，它与传统的低温超导材料，例如 NbTi, Nb₃Sn 有什么不同之处，有甚么相同之处？它与高温超导体有什么不同之处？学生通过自学和与教师或与研究声讨论加以明确。
2. MgB₂ 超导材料的应用前景。人们为什么认为 MgB₂ 这种超导材料能够在几年之内走向应用，这因为 MgB₂ 的相干长度大于氧化物高温超导材料的。
3. 如何提高 MgB₂ 超导材料的载流能力与上临界磁场 H_{c2}? — 掺碳及增加样品内部的缺陷。
4. 缺陷是怎么产生的？缺陷有几类？
5. MgB₂ 超导膜是如何形成的？为什么有的衬底上长膜容易有的衬底上长膜困难？

6. 镁是一种活性和高的金属材料。当有氢气和氧气共同存在的条件下,加热镁到 650℃时,氧是先和镁反应生成 MgO,而不是氧气和氢气先反应生成水。因此只要反应器中有微量的氧气存在,尽管有大量的氢气作为背景气体存在,生成的 MgB₂ 超导膜中会有微量的 MgO 作为杂相出现在膜中。
7. 如果相让镁与衬底处于不同温度,在实验装置基本不改变的条件下,你有什么办法?
8. 考虑一下,有哪些因素会影响 MgB₂ 超导膜的生长?
9. 纳米颗粒的尺寸范围是多大?
10. 纳米颗粒与普通颗粒在力学、热学、电磁学、表面活性和结构上的主要区别是什么?
11. 你能利用纳米材料的特点来解释用 HPCVD 法制备的不锈钢衬底 MgB₂ 超导膜在以 0.3 毫米的曲率半径弯折 180 度后,膜面仍然紧紧地粘在衬底表面不脱落,而且其超导电性可以保持不变?
- 12.

可进一步探索的问题:

1. 如果想测量 MgB₂ 的低温热导率,你应该如何准备样品?