块材YBaCuO的制备

块状的高温超导材料是在实验中相对容易制得的超导体。多年来，实验室中制备YBaCuO超导块材的方法也已经比较成熟。其中最根本的配料为将纯度为99.99%的Y_2O_3 、化学纯的$BaCO_3$ 及化学纯的氧化铜以Y：Ba：Cu = 1：2：3的摩尔比粉末充分混合并研磨，之后进行第一阶段焙烧，而后用油压机压片成形，再进行第二阶段焙烧得到超导样品。

实验目的：利用常压烧结的方法制备具有高温超导电性的 YBaCuO 材料，使制备的重复性加强，提高样品质量。

实验仪器：SK2-2-12 管式电阻炉、AI-708P(V6.5)程序型智能温度调节器、压片机、块状和圆片状模具、带流量计控制阀的氧气瓶 、铂铑 10-铂热电偶温度计、玛瑙研玻。

如图 1 所示：

图 1 SK2-2-12 管式电阻炉（右）、AI-708P(V6.5)程序型智能温度调节器（左）

实验步骤：

1、炉温定标

由以上的实验仪器图可知，温度调节器的电极连接在电阻炉的上方，而电极所测量的温度，即调节器上所显示的温度实际上与炉内样品烧制的管壁有一定距离的某处的温度，要想知道管内样品处的实际温度，就需要进行定标，并加以修正。定标前，不妨假设实测点与管内温度存在相对固定一个温度差，由于加热过程中其他条件不变，所以这个假设是合理的，

这也有助于制定实际定标的方法。

定标时，用铂铑 10-铂热电偶丝深入管内，在调节器上显示炉温稳定在某值时，分别测量管中央及两侧等距离的若干点的温度；选取多个温度，得到定标曲线。

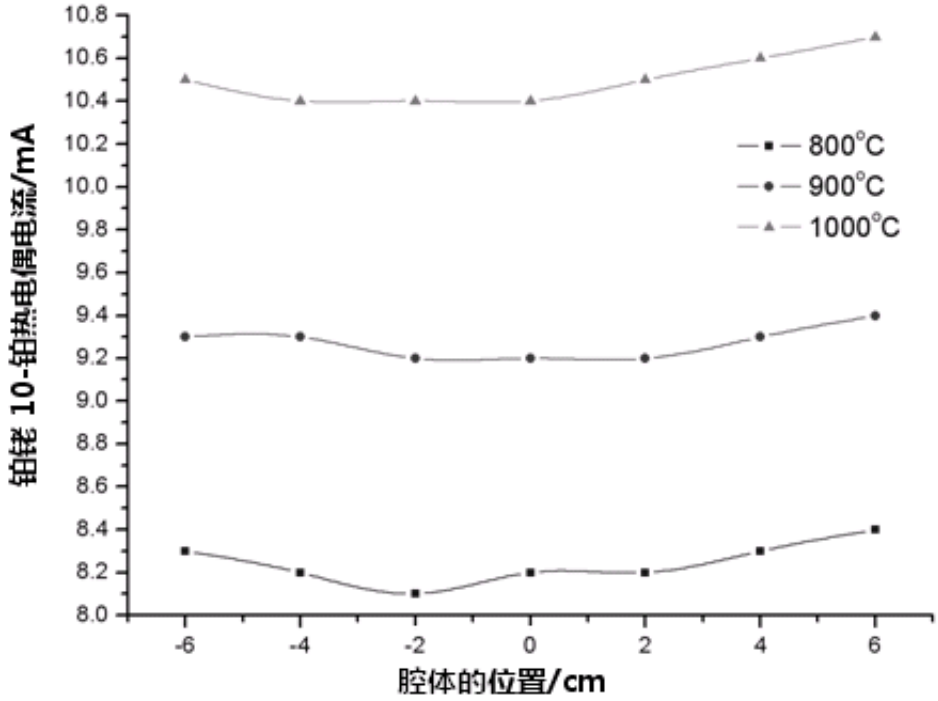

图 2 铂铑 10-铂测温与位置的关系图

根据定标的结果，管内温度比调节器显示器温度高出固定的 70～80 °C，另管中央的温度实际上与显示温度更为接近，因此在烧制应将样品尽量放在管中央，并在温度设定时考虑 80 °C 左右的校正值即可保证焙烧温度的控制。

2、样品配料与研磨

根据理论，配制摩尔比 Y:Ba:Cu=1:2:3 的粉末，根据实验室的烧制条件，一般一次性可焙烧的样品为 5 克，故经过计算，选取合适重量的 Y_2O_3 、$BaCO_3$ 2.64 和 CuO，配比完成后将粉末放入玛瑙研钵中充分研磨。

3、预焙烧

将充分混合后的样品粉末放入器皿后，置于炉管中央进行第一次焙烧，具

体的程序升温如下：

表 1 第一阶段升温程序，C 表示炉温温度（°C），T 表示焙烧时间（分）

C1	T1	C2	T2	C3	T3
24	60	750	300	750	-121*

*（-121 为调节器的程序语言，表示程序终止）

样品在 750 °C 的情况下维持 5 小时后，逐渐冷却至室温，而后进行下面的步骤。

4、压片

利用模具将经过一次焙烧的样品通过油压机（图 3）压片再进行下一阶段的焙烧。

图 3 油压机

操作方式十分简单，即将适量的样品，（一般情况下取约 1 克，这样一次配制的药品可制作 5 块样品），倒入模具的样品槽内，用模具舌部将样品压实后用压片机进行压制，一般在压力为 6～7 MPa 时，样品成较为致密的片材。在压片过程中，所需要特别注意的就是对模具的清洁，一方面是为避免在压片过程掺入杂质，另一方面，从实验技巧的角度出发，在每一次压片后，都必须对模具进行必要的清洁，因为在模具的舌部和样品

图 4 圆 片 模 具

图 5 块状模具

槽之间不可避免会存在一定缝隙，两者不可能完全重合，在压片过程中，少量的样品粉末会渗入这些缝隙，如果不及时清理，在下一次的压片过程中，样品粉末很有可能由于巨大的压力被压入到模具中去，因为样品的金属微粒成分的硬度大于模具材料的可能性是完全存在的，这样一来，模具受到了破坏，且将舌部和凹槽分离的工作变的异常难进行。

5、焙烧

将压制成片的样品置于刚玉棒上（图 6），送至炉中央，设定升温程序，开始焙烧。

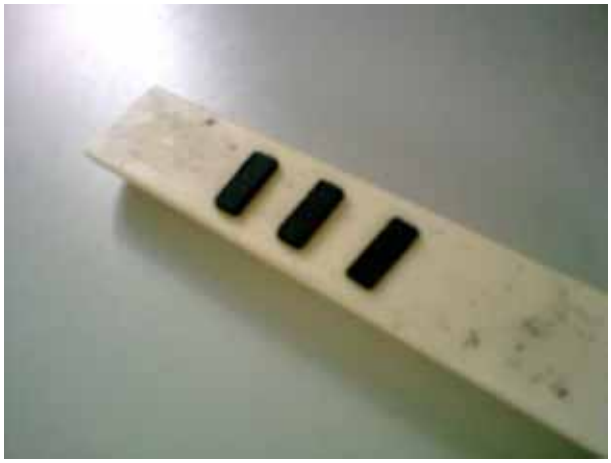

图 6 放在刚玉棒上的样品

表 2 第二阶段焙烧程序设定，C 表示炉温温度（°C），T 表示焙烧时间（分）

C1	T1	C2	T2	C3
24	60	840	1200	840
T3	C4	T4	C5	T5
60	650	60	650	-121

一般在升温时温度达到 400 °C 左右时，开始通入氧气，流量 0.8 L/Min，此时需要将管子两端与氧气管相连，并打开氧气阀。同样，在降温时温度接近 300 °C 时，可停止供氧。

可以说，烧制块材的过程中，温度和氧气流量及时机是值得反复尝试摸索的一项工艺。