



**UNIVERSITÄT
BAYREUTH**

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Praktikum Anorganische Chemie III

Hochtemperatur-Supraleiter

Justus Friedrich
Studiengang: B.Sc. Chemie
4. Fachsemester

Matrikelnummer: 1956010
E-Mail: bt725206@myubt.de

13. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Einführung	1
1.2	Ziel des Versuchs	1
2	Durchführung	2
2.1	Synthese von $YBa_2Cu_3O_{6-7}$	2
2.2	Charakterisierung	2
3	Auswertung	3
3.1	Phasenanalyse	3
3.2	Sauerstoffgehalt	4
3.3	Meißner-Ochsenfeld-Experiment	6
3.4	Mittlere Oxidationsstufe von Cu	6
4	Zusammenfassung	7
5	Literaturverzeichnis	8

1 Einleitung

1.1 Einführung

Supraleiter sind in der heutigen Gesellschaft sehr relevant, vom Large Hadron Collider am Cern über NMR-Geräten bis zum MRT. In all diesen Geräten sind Supraleitende Stoffe verbaut, um ein starkes Magnetfeld zu erzeugen. Allerdings ist das mit einem hohen Energieaufwand verbunden, da in diesen in der Regel mit Supraleiter verbaut werden, die flüssiges Helium zur Kühlung benötigen. Es gibt allerdings auch Hochtemperatur-Supraleiter, die nur flüssigen Stickstoff zur Kühlung benötigen. Allerdings sind die meisten der Hochtemperatur-Supraleiter noch nicht Marktreif.¹

1.2 Ziel des Versuchs

In dem Versuch soll der Supraleiter $YBa_2Cu_3O_{6-7}$ hergestellt, wobei möglichst viel Sauerstoff eingelagert werden sollte. Anschließend soll die Struktur mittels eines Pulverdiffraktogramms untersucht werden, und als Nachweis des Supraleiters auf den Meißner-Ochsenfeld-Effekt untersucht werden.²

2 Durchführung

2.1 Synthese von $YBa_2Cu_3O_{6-7}$

Dieser Versuch wird durchgehend im Abzug durchgeführt, da Stickoxide entstehen können. 300.1 mg (1.33 mmol) Y_2O_5 wird mit 634.1 mg (7.971 mmol) CuO in ca. 7 mL konzentrierter HNO_3 . Diese Lösung wird bei ca. 90 °C auf einer Rührplatte stark eingeeengt. Daraufhin wird mit 30 mL Wasser verdünnt und mit 1.39 g (5.314 mmol) $Ba(NO_3)_2$ versetzt. Danach wird die Lösung wieder eingeeengt und mit 9 mL (160.9 mmol) Ethylenglykol und 4.5 g (23.42 mmol) Zitronensäure versetzt. Daraufhin wird die Lösung so lange eingeeengt, bis eine dickflüssige Lösung entstanden ist. Dabei kann es zum Aufschäumen und Stickoxid Bildung kommen. Nachdem die Lösung dickflüssig geworden ist, wird sie in einen Tiegel überführt und über einen Bunsenbrenner erhitzt. Dabei kann es wieder zum Überschäumen kommen. Wenn keine Dämpfe mehr entstehen wird noch für 10 weitere Minuten mit dem Bunsenbrenner erhitzt. Daraufhin wird das entsandende Pulver für 10 h bei 920 °C getempert. Danach wird eine Tablette gepresst und erneut für 8h für 920 °C getempert. Anschließend wird bei 450 °C für 8h in einer O_2 -angereicherten Atmosphäre getempert.²

2.2 Charakterisierung

Es wird ein kleines Stück der Tablette abgebrochen und davon ein Pulverdiffraktogramm aufgenommen. Die restliche Tablette wird mit flüssigen Stickstoff gekühlt und vorsichtig auf ein Magneten gegeben.

3 Auswertung

3.1 Phasenanalyse

Es wird zunächst über eine XRD-Messung die Phasen bestimmt, die im Supraleiter vorliegen. Das XRD wird in Abbildung 1 dargestellt.

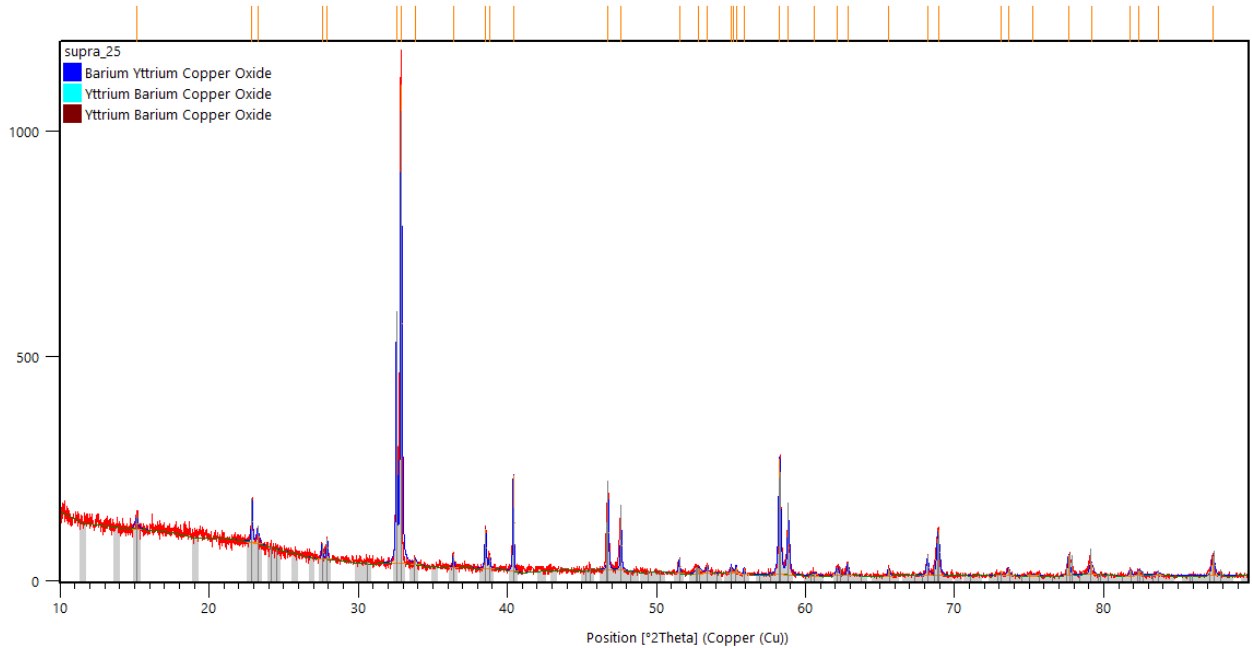


Abbildung 1: Dargestellt sind die gemessenen Reflexe der hergestellten Probe $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Zum Vergleich sind die Referenzreflexe von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.54}$ (Referenzcode 01-078-1974) mit angegeben.

Der hergestellte Supraleiter ist Phasenrein. *HighScore Plus* ist sich nur unsicher, wie viel Sauerstoff eingelagert ist. Dabei sind die vorgefundenen Oxidationsgraden in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Zeigt die gefundenen Oxidationsgraden mit Referenzcodes, *HighScore Plus* Score und Elementarzellen-Volumen.

Oxidationsgrad	Referenzcode	Score	Elementarzellen-Volumen
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.50}$	01-082-1603	43	173.855
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.54}$	01-078-1974	78	172.95
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.8}$	01-080-0491	75	173.16
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.84}$	01-080-05071	32	174.10
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.948}$	01-080-1969	60	172.38

Da bei den Oxidationsgrad $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.54}$ die höchste Übereinstimmung vorliegt, wird der Zellparameter mit diesem verglichen. Dies wird in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Zeigt die Theoretische und Festgestellte Einheitszelle von den hergestellten $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (Referenzcode 01-078-1974). Die Verfeinerung wurde mithilfe des Programmes HighScore Plus durchgeführt.

	Theoretische Elementarzelle	Festgestellte Elementarzelle (Standardabweichung)
a[Å]	3.8172	3.818(1)
b[Å]	3.8822	3.882(1)
c[Å]	11.6707	11.673(4)
α [°]	90	90
β [°]	90	90
γ [°]	90	90
Volumen[Å ³]	172.95	173.04
Chi Square	5.33177 · 10 ⁻⁶	
Snyder's FOM	16.9768	

Die festgestellten Werte zeigen eine gute Übereinstimmung mit denen aus der Referenz. Anschließend wird die genaue Sauerstoffsättigung im Supraleiter bestimmt. Die Auftragung ist in der Abbildung 2 abgebildet.

3.2 Sauerstoffgehalt

Die in der Tabelle 3 Referenzen werden nun nach deren Elementarzellengröße gegen Sauerstoffgehalt aufgetragen.

Tabelle 3: Zeigt die Referenz-Oxidationsgraden mit Referenzcodes und deren Elementarzellenvolumen.

Oxidationsgrad	Referenzcode	Elementarzellen-Volumen
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.00}$	01-080-0264	176.90
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.26}$	01-078-2137	175.44
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.50}$	01-082-1603	173.855
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.54}$	01-078-1974	172.95
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.8}$	01-080-0491	173.16
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.84}$	01-080-0507	174.10
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.91}$	01-080-0279	171.93
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.948}$	01-080-1969	172.38

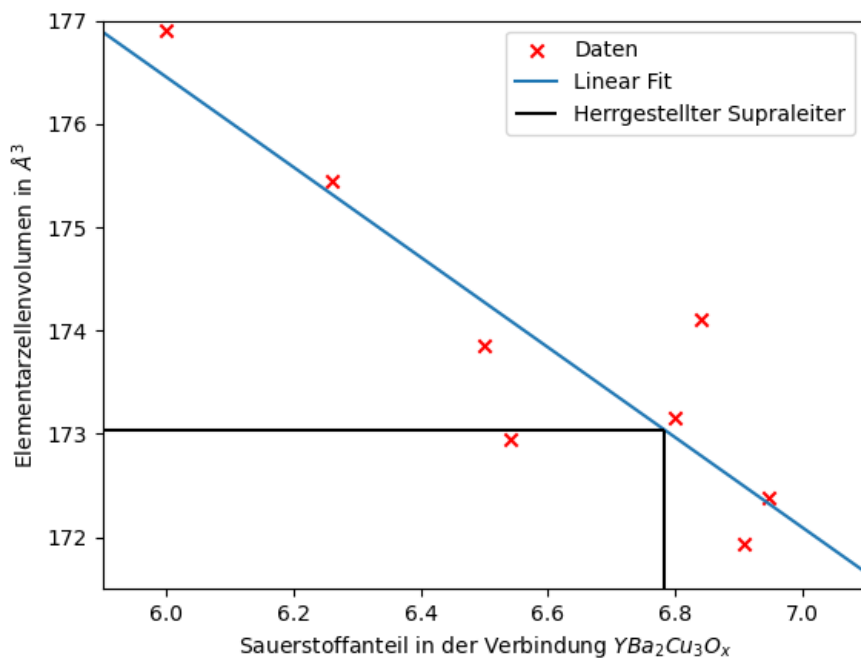


Abbildung 2: Zeigt das Elementarzellenvolumen gegen den Sauerstoffgehalt mit einen Linearen Fit und den hergestellten $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

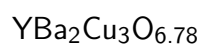
Anschließend wurde eine lineare Regression durchgeführt. Die daraus resultierende Geradengleichung lautet:

$$y = m \cdot x + b \quad (1)$$

Dabei entspricht die Steigung $m = -4.3556$, x ist der Sauerstoffanteil, y das Elementarzellenvolumen und der y -Achsenabschnitt b beträgt $b = 202.5849$. Aus der Geradengleichung und den bestimmten Elementarzellvolumina lässt sich der Sauerstoffanteil bestimmen. Hierzu wird die Gleichung 1 entsprechend umgeformt:

$$\frac{y - b}{m} = x \quad (2)$$

Aus der Gleichung 2 folgt, dass der Sauerstoffanteil des Supraleiters 6.78 ist. Somit ist der hergestellte Supraleiter der Chemischen Formel:



3.3 Meißner-Ochsenfeld-Experiment

Der Supraleiter wurde mit flüssigem Stickstoff gekühlt und anschließend auf einen Magneten gelegt. Dabei wurde beobachtet, dass der Supraleiter über dem Magneten schwebt. Dieses Phänomen ist in Abbildung 3 dargestellt. Aus dem Experiment lässt sich schließen, dass die Sprungtemperatur über



Abbildung 3: Zeigt den hergestellten Supraleiter, wie er über einen Magneten schwebt.

77 K liegt. Dies stimmt mit der Erwartung überein, da der hergestellte Supraleiter die Zusammensetzung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.78}$ besitzt. Supraleitende Eigenschaften sind bei dieser Verbindung bis zu einer Sauerstoffzusammensetzung von etwa $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.65}$ bei Temperaturen über 77 K bekannt.²

3.4 Mittlere Oxidationsstufe von Cu

Es soll die mittlere Oxidationsstufe von Kupfer in der Verbindung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bestimmt werden. Die berechneten mittleren Oxidationsstufen sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

Tabelle 4: Zeigt die mittlere Oxidationsstufe von Cu in der Verbindung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Verbindung	Mittlere Oxidationsstufe
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.0}$	1.66
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.5}$	2.00
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.9}$	2.26
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.0}$	2.33

Die dafür notwendige Berechnung basiert auf der Annahme, dass Yttrium die Oxidationszahl +3, Barium +2 und Sauerstoff -2 besitzt.³ Die mittlere Oxidationsstufe von Kupfer ergibt sich aus der Ladungsbilanz der Verbindung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Die entsprechende Berechnung ist in Gleichung (3) dargestellt.

$$\frac{\text{Y}^{3+} + 2 \cdot \text{Ba}^{2+} + (7 - \delta) \cdot \text{O}^{2-}}{3} = \text{Cu}^{x+} \quad (3)$$

4 Zusammenfassung

Im Experiment wurde erfolgreich der Supraleiter $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ synthetisiert. Über den Meißner-Ochsenfeld-Effekt konnte nachgewiesen werden, dass die Sprungtemperatur über 77 K liegt. Der Versuch war somit erfolgreich. Anschließend wurde eine Phasenanalyse durchgeführt, bei der keine Fremdphasen nachgewiesen wurden.

Zur weiteren Charakterisierung des Materials wurde der Sauerstoffgehalt bestimmt. Das Ergebnis ergab einen Sauerstoffgehalt von 6.78, woraus sich die chemische Zusammensetzung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.78}$ ergibt.

5 Literaturverzeichnis

Literatur

- (1) Buckel, W.; Kleiner, R., *Supraleitung: Grundlagen und Anwendungen*, 7., aktualisierte und erw. Aufl.; Lehrbuch Physik; Wiley-VCH: Weinheim, 2013.
- (2) Breu, J.; Senker, J., *Praktikum Präparative Anorganische Chemie*, 2025, S. 39–46.
- (3) Riedel, E., *Anorganische Chemie*, 6. Aufl. Reprint 2020; De Gruyter: Berlin und Boston, 2004, S. 726.