

超导临界温度实验.预习报告

唐延宇, PB22030853, 20250405

实验背景

超导现象的发现始于1911年昂尼斯在液氮温区(4.2K)观测到汞的零电阻特性。此后近75年间, 超导材料研究长期局限于低温区($< 23\text{ K}$)。1986年Bednorz和Müller在La-Ba-Cu-O体系中突破30K, 次年朱经武团队发现Y-Ba-Cu-O体系达到90K, 首次实现液氮温区(77K)超导, 极大推动了超导应用研究。本实验测量的 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 属于第二代高温超导材料, 其临界温度突破液氮温区, 具有重要工程应用价值。

近年来, 超导临界温度的研究取得了显著进展。实验上, 通过材料合成与高压技术, 新型化合物被发现在较高温度下实现超导现象。部分研究表明, 铜氧化物和铁基超导体中的电子相互作用与晶体结构密切相关, 这为理解和调控超导转变提供了重要线索。同时, 传统的BCS理论在描述常规超导体方面取得成功, 推动了对非常规超导机制的探讨。近年来, 在高压条件下, 氢化物等新型材料显示出超高的临界温度, 给室温超导的实现带来了新的希望。此外, 多尺度计算和先进谱学技术的应用, 使得对超导转变的微观机制有了更深入的认识。这些成果不仅为超导临界温度的提升奠定了理论和实验基础, 也为未来新型超导材料的开发提供了有力支持。

实验目的

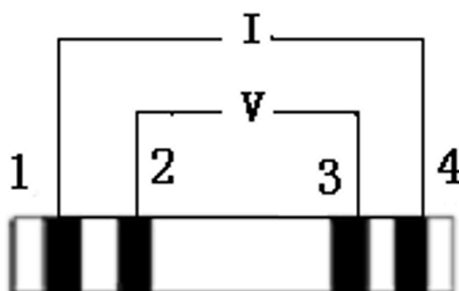
本实验的目的即为掌握四引线法精确测量电阻的技术原理与操作方法, 并通过观测高温超导材料相变过程中电阻突变现象, 理解超导态-正常态转变特性。

实验原理

超导特性与临界温度

超导材料在临界温度(T_c)下发生电阻突降为零的相变现象。本实验测量 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 氧化物超导材料, 其 T_c 约90K。相变过程中, 电阻变化曲线呈现陡峭转变特征, 零电阻温度(T_{c0})与起始转变温度需通过电阻-温度曲线确定。

四引线法测量原理



针对mΩ级微小电阻测量需求：

- 电流引线(1-4端)与电压引线(2-3端)独立
- 采用正反向电流消除乱真电动势：

$$R = \frac{V_1 - V_2}{2I}$$

- 消除引线电阻影响, 测量精度达 $10^{-6}\Omega$

温度测量与控制

- 铜-康铜热电偶: 灵敏度 $16\mu\text{V/K}$ (77-100K), $22-29\mu\text{V/K}$ (120-180K)
- 参考点固定于液氮温度(77K)
- 电加热控温系统: 通过调节直流电源功率实现温度渐变

实验装置

1. 真空恒温器: 多层防辐射屏结构, 预抽真空至 10^{-4}mmHg
2. 样品架: 铜制恒温块, 镀银电极超导样品通过低温胶固定
3. 数据采集系统: 计算机自动记录热电偶电动势与样品电阻值
4. 液氮杜瓦: 维持基础低温环境

实验步骤

1. 样品预处理
 - 砂纸打磨电极接触面
 - 真空镀银形成电极
 - 焊接四根磷青铜引线
2. 热电偶安装
 - 焊接点直径 $<0.5\text{mm}$
 - 参考端固定于真空室法兰
 - 测量端贴合恒温块
3. 真空密封
 - 使用铜密封圈保证气密性
 - 预抽真空后浸入液氮
4. 数据测量
 - 以 $0.5-1\text{K/min}$ 速率升温
 - 同步记录温度-电阻数据
 - 重点监测90K附近转变区

注意事项

1. 热接触控制

- 样品与恒温块间涂导热脂
- 确保温度传感器与样品热平衡

2. 测量参数优化

- 激励电流选择: 典型值10-100mA
- 电压测量灵敏度: 1 μ V分辨率

3. 操作规范

- 液氮操作佩戴防护装备
- 真空系统检漏测试
- 异常升温立即切断加热电源

超导临界温度测量

唐延宇* PB22030853

2025 年 4 月 28 日

摘要

本实验采用四引线法测量了 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 超导材料的电阻随温度变化的关系, 由于可能的实验系统误差, 我们并未观测到明显的相变现象。通过对电阻-温度曲线的分析, 我们可以粗略确定超导材料的临界温度 (T_c), 并探讨超导态与正常态之间的转变特性。实验结果表明, 四引线法在低温超导材料研究中具有高精度和可靠性, 为进一步研究超导材料的性质提供了重要基础。

关键词: 超导材料; 临界温度; 四引线法; 电阻测量

1 引言

1.1 实验背景

超导现象的发现始于 1911 年昂尼斯在液氦温区 (4.2K) 观测到汞的零电阻特性。此后近 75 年间, 超导材料研究长期局限于低温区 ($< 23\text{K}$)。1986 年 Bednorz 和 Müller 在 La-Ba-Cu-O 体系中突破 30K, 次年朱经武团队发现 Y-Ba-Cu-O 体系达到 90K, 首次实现液氮温区 (77K) 超导, 极大推动了超导应用研究。本实验测量的 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 属于第二代高温超导材料, 其临界温度突破液氮温区, 具有重要工程应用价值。

近年来, 超导临界温度的研究取得了显著进展。实验上, 通过材料合成与高压技术, 新型化合物被发现在较高温度下实现超导现象。部分研究表明, 铜氧化物和铁基超导体中的电子相互作用与晶体结构密切相关, 这为理解和调控超导转变提供了重要线索。同时, 传统的 BCS 理论在描述常规超导体方面取得成功, 推动了对非常规超导机制的探讨。近年来, 在高压条件下, 氢化物等新型材料显示出超高的临界温度, 给室温超导的实现带来了新的希望。此外, 多尺度计算和先进谱学技术的应用, 使得对超导转变的微观机制有了更深入的认识。这些成果不仅为超导临界温度的提升奠定了理论和实验基础, 也为未来新型超导材料的开发提供了有力支持。

1.2 实验目的

本实验的目的即为掌握四引线法精确测量电阻的技术原理与操作方法, 并通过观测高温超导材料相变过程中电阻突变现象, 理解超导态-正常态转变特性。

2 实验原理

2.1 超导特性与临界温度

超导材料在临界温度 (T_c) 下发生电阻突降为零的相变现象。本实验测量 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 氧化物超导材料, 其 T_c 约 90K。相变过程中, 电阻变化曲线呈现陡峭转变特征, 零电阻温度 (T_{c0}) 与起始转变温度需通过电阻-温度曲线确定。

*近代物理系, 19942431972, yanyutang@mail.ustc.edu.cn

2.2 四引线法测量原理

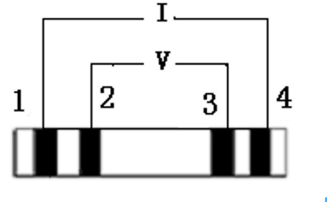


图 1: 四引线法测量原理图

为了满足测量 $\text{m}\Omega$ 级微小电阻的高精度需求, 本实验采用四引线法进行电阻测量:

- 四引线法通过将电流引线 (1-4 端) 与电压引线 (2-3 端) 完全分离的方式, 有效避免了引线电阻对测量结果的干扰, 测量原理如图 1 所示。
- 在测量过程中, 我们采用正反向电流交替通入的方法, 有效消除了系统中存在的乱真电动势影响, 电阻值可通过以下公式精确计算:

$$R = \frac{V_1 - V_2}{2I} \quad (1)$$

其中 V_1 和 V_2 分别是正反向电流下的电压读数, I 为通入的测量电流。

- 通过这种测量方法, 我们成功消除了引线电阻带来的系统误差, 满足超导相变研究的高精度要求。

2.3 温度测量与控制

为确保实验中温度测量的准确性和可控性, 我们采用了以下技术方案:

- 实验中使用的铜-康铜热电偶具有优异的低温响应特性, 其灵敏度在 77-100K 温区达到 $16\mu\text{V/K}$, 在 120-180K 温区可达 $22-29\mu\text{V/K}$, 能够满足超导相变区域的高精度温度测量需求。
- 为确保温度测量的基准稳定, 我们将热电偶的参考点固定在液氮温度 (77K) 环境下, 通过这种方式建立了可靠的温度测量基准点。
- 实验过程中的温度控制通过精密的电加热控温系统实现, 该系统可以通过调节直流电源的输出功率, 实现样品温度的线性渐变, 为观测超导相变过程提供稳定可控的温度环境。

3 实验装置与步骤

3.1 实验装置

1. 真空恒温器: 多层防辐射屏结构, 预抽真空至 10^{-4} mmHg
2. 样品架: 铜制恒温块, 镀银电极超导样品通过低温胶固定
3. 数据采集系统: 计算机自动记录热电偶电动势与样品电阻值
4. 液氮杜瓦: 维持基础低温环境

3.2 实验步骤

1. 样品预处理

- (a) 首先使用细砂纸小心地打磨超导样品的电极接触面, 确保表面平整无氧化层。
- (b) 随后将样品置于真空室内进行镀银处理, 形成良好的低电阻电极接触区域。
- (c) 在镀银电极上精确焊接四根磷青铜引线, 确保引线连接牢固且电阻接触稳定。

2. 热电偶安装

- (a) 我们制作了直径小于 0.5 毫米的热电偶焊接点, 以确保温度测量的灵敏度与准确性。
- (b) 热电偶的参考端被牢固地固定于真空室的法兰上, 维持在恒定温度环境下。
- (c) 测量端则被仔细贴合于铜制恒温块表面, 与样品保持良好的热接触, 实现准确的温度监测。

3. 真空密封

- (a) 为确保实验系统的气密性, 我们在真空室接口处安装了高质量的钎金属密封圈。
- (b) 系统完成密封后, 我们先用机械泵预抽真空至所需压强, 然后将整个装置缓慢浸入液氮杜瓦中降温。

4. 数据测量

- (a) 在实验过程中, 我们通过精确控制电加热功率, 使系统以 0.5-1K/分钟的恒定速率均匀升温。
- (b) 升温的同时, 记录热电偶电动势与样品电阻值 (实为电压与电流值), 建立完整的温度-电阻数据曲线。
- (c) 当温度接近 90K 的超导转变区域时, 我们降低升温速率并提高采样频率, 重点监测电阻突变现象, 确保捕捉到精确的临界温度特征。

4 数据处理与分析

根据实验中测得的数据, 我们绘制出了电阻-温度变化曲线, 其中电阻是根据四端接法下消除乱真电动势的公式

$$R = \frac{V_1 - V_2}{2I}$$

计算得到的, 结果如图2所示。

从图中可以看出, 在 $T = 90\text{ K}$ 和 $T = 92\text{ K}$ 时, 电阻均发生了幅度较大的跳变, 表明样品可能发生了相变, 因此转变温度可估算为

$$T_c = \frac{90 + 92}{2} = 91\text{ K}.$$

然而, 从图中我们可以发现, 在 $T > 95\text{ K}$ 后, 电阻再次出现了剧烈下降, 这与我们的理论相悖。对此, 实验者认为可能的原因主要为: 实验中, 控温系统对放置样品的圆形样品台进行加热或冷却, 测量温度的对象也只是样品台, 因此, 由于实验涉及的温度区间普遍较低, 存在样品台材料导热较慢或不均匀的可能, 导致了测量的不准确性。此外, 实验中电子学仪器本身的故障或噪声也可能导致了这一现象。

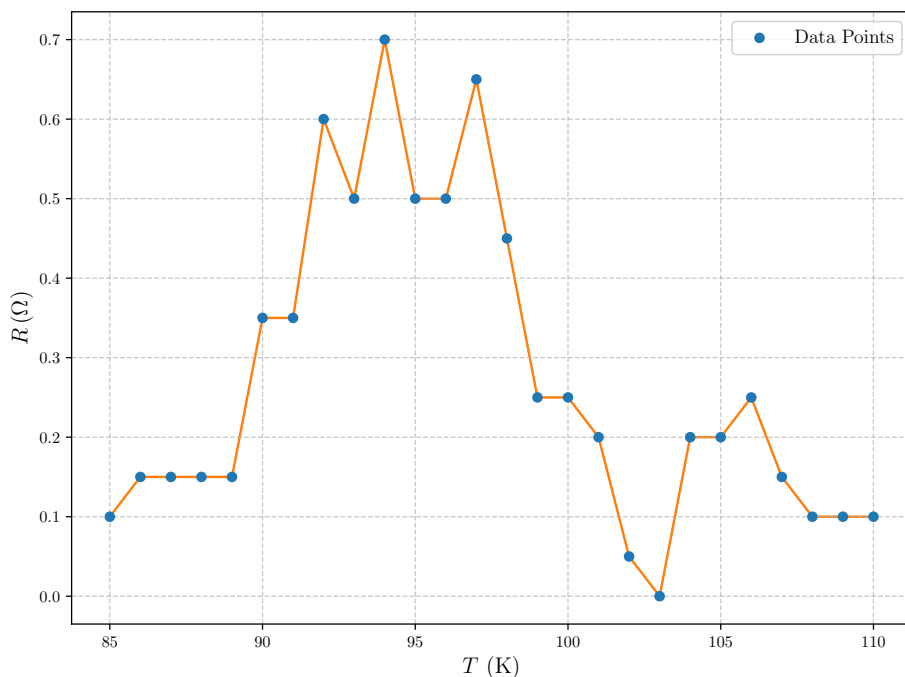


图 2: 实验所得电阻-温度变化曲线

5 实验讨论（思考题）

1. 低温测量装置为何要抽真空，如果真空度不好会出现什么情况？

低温装置抽真空的主要目的为隔绝热量传递。真空环境中几乎没有气体分子，热传递速率很低，可以减少外界温度带来的干扰。同时，真空环境也能够防止水蒸气在低温环境下冷凝，对样品造成污染。此外，真空环境也可以降低某些干扰性化学反应发生的概率，并降低气体分子运动的热效应带来的电子学噪声。如果真空度不好，可能导致热泄漏，从而无法维持原有低温，也可能发生水蒸气冷凝带来的样品表面破坏，或仪器噪声增加，从而影响实验精度。

2. 测量超导样品为何要采用四引线接法？是否还有其它的更好的接法？

四引线法通过将电流引线与电压引线完全分离，使得电压测量回路电流极小，避免了引线电阻和接触电阻对测量结果的干扰。超导样品在超导态电阻极低，需要通过这种方法测得较为精确的低电阻值。

除四引线法外，还可以使用 Van der Pauw 法或交流测量法进行测量。其中，Van der Pauw 法适用于任意形状的样品，能够有效消除样品几何形状对测量结果的影响，但需要样品均匀且厚度一致；交流测量法则通过施加交流电流来避免直流电流引起的热效应和电动势干扰，适用于高频测量，可配合锁相放大器以进一步提升信噪比。

3. 解释电阻公式的物理内容

此公式可理解为施加正、反向电流测量电阻后，取二者平均值，其中的负号是为了抵消反向电流带来的电动势符号改变。通过这一操作，共模的热噪声或其他噪声均可被显著压低，乃至消除，因为共模噪声不会随电流方向改变而发生变化。

参考文献

- [1] 中国科学技术大学物理实验教学中心. 超导临界温度测量. 实验讲义.