

Nd-계 산화물고온초전도체의 합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향

김경수, 김수영

최근 새로운 산화물초전도체의 하나인 Nd-계 초전도체에 대한 연구가 활발히 벌어지고 있다.[1, 2]

Nd-계 초전도체는 Y-계 초전도체에서 Y를 Nd로 바꾸어놓은 초전도체이며 Y-계와는 합성방법에서 일련의 차이점들을 가지고 있다.

우리는 Nd-계 산화물고온초전도체합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향을 연구하였다.

Nd-계 초전도체($\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$)는 다음과 같은 방법으로 합성하였다.

먼저 Nd_2O_3 (99%), BaCO_3 (99.9%), CuO (99.9%)을 물질량비가 Nd : Ba : Cu=1 : 2 : 3이 되도록 혼합분쇄하여 원기둥모양으로 성형한 후 표와 같은 소결조건에서 3차에 걸쳐 열처리하였다.

표. 소결조건			
차수	1	2	3
온도/°C	900	920	940
유지시간/h	5	5	5
랭각조건	로랭각	로랭각	로랭각

3차소결후 얻어진 시편에 대기압정도의 산소를 흘리면서 500°C 까지 급격히 가열하고 500°C 에서 30min동안 유지한 다음 500°C 로부터 400°C 까지 1°C/min속도로 랭각시킨 후 400°C 에서 5h동안 유지하고 로랭각시켰다.

3차소결된 시편과 그것을 산소소둔한 시편의 X선회절도형은 그림 1과 같다.

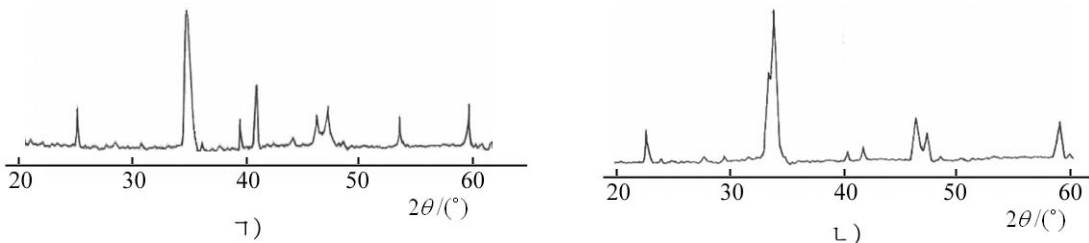


그림 1. 3차소결한 시편(가)과 3차소결하고 산소소둔한 시편(나)의 X선회절도형

그림 1의 가)에서 보는바와 같이 $2\theta=23^\circ, 33^\circ, 39^\circ, 40.5^\circ, 46^\circ, 47^\circ, 58.5^\circ$ 근방에서 X선회절봉우리들이 나타나는데 이것은 얻어진 Nd-계 소결시편의 결정구조가 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ 의 구조와 같다는것을 보여준다. 또한 산소소둔한 시편의 X선회절도형(나)에서 보는바와 같이 산소소둔을 진행하면 Nd-계 소결시편이 Y-계 산화물초전도체와 같이 정방상으로부터 직방상으로 넘어간다. 그리고 $2\theta=46^\circ$ 근방에 나타나는 X선회절봉우리에서 (200)과 (020)회절선이 뚜렷이 분리된다.

한편 얻어진 Nd-계 소결시편의 R-T특성을 보면 온도가 감소하는데 따라 전기저항은 증가하며 온도를 계속 낮추면 액체질소온도근방에서 전기저항이 감소하기 시작한다.

희토류계 산화물초전도체와 Nd-계 산화물초전도체의 림계온도가 차이나게 되는것은 다

음과 같이 해석할수 있다.

희토류계 산화물초전도체에서 대다수 희토류원소들은 Ba와 이온반경이 차이나므로 Ba와 치환되지 않고 Y-계의 Y자리에 들어가지만 Nd는 Ba와 이온반경이 거의 같으므로 치환되어 소결때 $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_y$ 이 형성되고 결국 림계온도가 낮아지게 된다.

따라서 림계온도를 높이자면 Nd가 Ba와 치환되는것을 막아야 하며 그렇게 하자면 정확한 반응용온도와 분위기기체를 선정하여야 한다.

1 040~1 090°C 사이에서 온도를 5°C 간격으로 변화시키면서 얻어진 Nd-계 소결시편의 녹음과정을 보았는데 1 060°C에서 소결시편의 결면이 완전히 녹는것을 확인할수 있었다.

우리는 반응용온도를 1 060°C로 정하고 그림 2와 같이 시간에 따라 온도를 변화시키면서 반응용성장방법으로 Nd-계 초전도체시편을 제작하였다.

한편 Nd-계 초전도체의 특성에 미치는 분위기기체의 영향을 보기 위하여 로안에 N_2 과 He를 각각 대기압 상태로 유지하고 같은 방법으로 Nd-계 초전도체를 제작하였다.

N_2 의 분위기를 리용한 경우 1 060°C 이상에서 시편이 완전히 녹아 흘러내렸고 1 055°C에서 처리된 시편은 검은색바탕에 약간 녹색을 띠었으며 초전도체로는 합성되지 못하였다. 이것은 질소가 Nd-계 초전도체시편과 반응하여 질화물을 형성하기때문이라고 볼수 있다.

따라서 Nd-계 초전도체시편을 반응용성장시킬 때 분위기기체로는 He를 리용하였다.

He분위기에서 반응용성장시킨 시편의 산소소둔은 산소분위기압력을 0.6MPa로 고정시킨 로안에서 시편의 온도를 600°C까지 급격히 가열하고 600°C로부터 350°C까지 6°C/min으로 낮춘 다음 방온도까지 로랭각시키는 방법으로 진행하였다.

얻어진 시편의 R-T곡선은 표준4탐침법으로 결정하였으며 로안의 온도는 크로멜-알루멜열전대로 측정하였다.

He분위기에서 합성한 시편을 산소소둔한 경우와 소둔하지 않은 경우 시편의 R-T곡선은 그림 3, 반응용성장시키고 산소소둔한 시편의 X선회절도형은 그림 4와 같다.

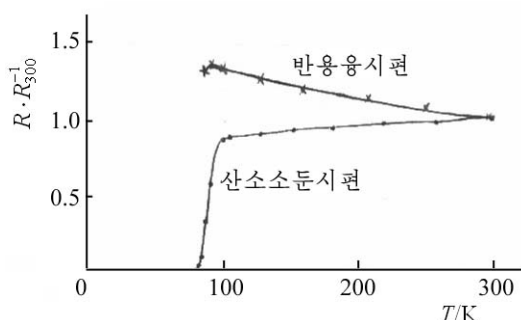


그림 3. 시편의 R-T곡선

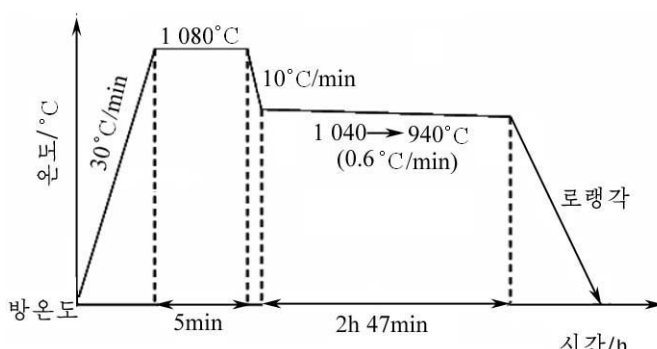


그림 2. 반응용성장을 위한 시간에 따르는 온도변화

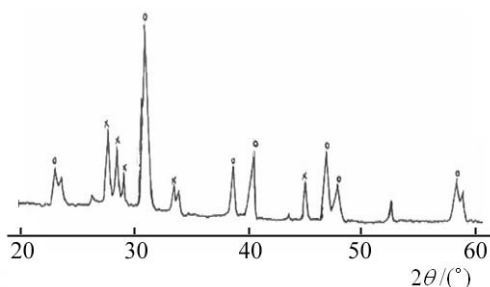


그림 4. 초전도시편의 X선회절곡선

○-초전도상, ×-비초전도상

그림 3에서 보는바와 같이 반응용성장시킨 시편은 방온도로부터 온도를 감소시킬 때 전기저항이 점차 증가하다가 액체질소온도근방에서 약간 감소하였다. 그러나 산소소둔을 진행한 시편은 방온도로부터 온도를 감소시킬 때 전기저항은 감소하였으며 95K에서부터 전기저항이 급격히 감소하기 시작하여 85K에서 령으로 되었다. 이 시편에서는 마이스너효과도 관측되었다.

한편 반응용성장시키고 산소소둔한 시편의 X선회절도형에서는 초전도상과 함께 (422)상도 관측되었다.

맺 는 말

- 1) Nd-계 초전도체를 합성할 때 공기속에서는 $\text{Nd}_{1-x}\text{Ba}_x\text{Cu}_3\text{O}_7$ 으로 합성된다.
- 2) Nd-계 산화물고온초전도체를 합성할 때 불활성기체(He)를 분위기로 리용하여 Nd와 Ba의 치환을 억제할수 있다.
- 3) 산소소둔은 직방-정방상변환온도근방에서 진행하여야 하며 산소분위기압력을 높일수록 산소소둔시간을 줄일수 있다.

참 고 문 헌

- [1] K. Lida et al.; IEEE Transaction on Applied Superconductivity, 2, 1, 3529, 2007.
- [2] H. Wu et al.; IEEE Transaction on Applied Superconductivity, 9, 2, 2211, 2005.

주체103(2014)년 8월 5일 원고접수

Influence of Some Factors on the Synthesis of Nd-High Tc Oxide Superconductor

Kim Kyong Su, Kim Su Yong

We have studied the influence of some factors on the synthesis of Nd-high Tc oxide superconductor. Some factors, such as temperature, environment, partial pressure of oxygen, are very important ones in the synthesis of Nd-high Tc oxide superconductor. Its Tc is 85K.

Key word: Nd-high Tc oxide superconductor