

Pb 가 첨가된 Bi-Sr-Ca-Cu-O 초전도체의 특성

박용필*, 신철기*, 왕고영*, 홍진용**, 이준용**

* 광운대학교 대학원 ** 광운대학교 교수

Properties of Pb-doped Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductors

Y.P.Park, C.G.Shin, G.Y.Hwang, J.W.Hong, J.U.Lee

Dep. of Electrical Eng., Kwang Woon Univ.

Abstract

The properties of Pb-doped Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductors prepared by solidstate reaction have been studied.

Zero resistance was attained at 103K for the sample sintered 845[°C] for 264hours and it was depended upon sintering conditions.

From XRD data low Tc phase and high Tc phase were observed and the volume fraction of high Tc phase increased with increase in sintering period.

The grain size increased with increase in sintering temperature and time.

1. 서론

1911년 초전도 현상이 발견된 이래 더욱 안정되고 실용 가능한 초전도체를 탐구하기 위해 세계 각국에서는 새로운 물질의 개발에 치열한 노력을 기울여 왔다. 이러한 결과로 산화물 고온 초전도체의 개발이 이루어졌고 두드러진 임계온도의 향상을 가져왔다. 특히 Bi 계 고온 초전도체는 종래 Y 계의 초전도체에 비해 높은 임계온도를 가지며 안정되어 있음이 보고되어 있다.

Bi 계 고온 초전도체는 소결조건이 까다롭고 고온상이 형성되는 소결조건을 규명하는 많은 의문점이 있음을 감안, 본 논문에서는 Pb 가 첨가된 Bi-Sr-Ca-Cu-O 계 초전도체의 소결조건을 변화시켜 미세구조 및 전기적 특성을 측정하여 최적 소결조건을 규명하고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 시편은 고상반응법을 적용, 통상적인 세라믹 제조공정을 거쳐 제작하였다.

고순도의 Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO 및 PbO 분말을 Bi:Pb:Sr:Ca:Cu=0.7:0.3:1:1:1.8의 비율로 혼합하여 810[°C] 에서 24시간 하소시켰으며 하소시킨 분말을 재분쇄하고 1[ton/cm²] 의 압력을 가하여 직경 20[mm] 두께 3[mm] 의 Pellet형으로 성형하였다.

성형된 Sample 을 835[°C] 에서 24, 192시간, 845[°C] 에서 24, 120, 192, 264 시간 씩 각각 소결하여 공기중에 급냉시켰다.

시편의 저항은 4단자법을 채택하여 측정하였으며, 미세구조 관찰에는 SEM 을, 결정구조의 분석을 위해 X 선 회절시험을 행하였고 Meissner 효과의 검증은 위해 영구 자석 위에서 부상실험을 행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

(1) XRD

그림1은 각 sample 에 대한 XRD 분석결과이다. 저온상과 고온상을 분리하여 표시하였으며 특히 저온 및 고온상의 생성소멸이 뚜렷한 2θ = 4.8° 및 2θ = 5.7°에 주목하여 비교하였다. 그림에서 알수있듯이 소결시간이 증가함에 따라 저온상이 사라지고 고온상이 나타남을 알수있으며, 고온 초전도체를 형성하는 데는 이 고온상의 기여가 추가되는 것으로 사료된다.

(2) SEM

사진1은 소결온도 및 시간변화에 따른 시편들의 사진을 나타낸 것으로 835[°C] 에서 소결한 시편과

845[°C] 에서 24시간 초결한 시편의 경우 입자성장이 잘 이루어지지않고 있으나 845[°C] 에서 120시간, 192시간, 264시간 초결한 시편들은 plate 형태의 입자가 성장했음을 알 수 있다.

(3) 임계온도

그림2는 835[°C] 에서 24시간, 192시간, 845[°C] 에서 24시간, 120시간, 192시간, 264시간 초결한 시편들의 전기저항을 측정한 결과이다.

835[°C] 에서 초결한 시편들은 임계온도 (T_c)가 액체질소 온도 이하에서 관측되었으며 845[°C] 에서 초결한 시편들은 임계온도가 각각 70K, 83K, 96K, 103K 에서 관측되었다.

Pb 를 첨가한 Bi 계 초전도체의 경우에는 장기간의 초결시간이 임계온도 향상에 필수적인 것으로 사료된다.

(4) Levitation

Meissner effect를 확인하기 위하여 영구자석 위에서 부상실험을 한 결과 835[°C] 에서 초결한 시편과 845[°C] 에서 24시간 초결한 시편을 제외한 시편들은 양호한 부상을 확인할 수 있었다.

4. 결론

Pb 를 첨가한 Bi 계 초전도체의 초결조건을 변화시켜 제 특성을 관찰한 결과

- 1) 초결온도는 845[°C] 가 가장 타당하다고 사료되며 초결시간의 증가에 따라 임계온도가 상승함을 확인하였다.
- 2) X선 회절시험결과 초결시간의 증가에 따라 저온상이 소멸되거나 고온상으로 전환함을 알 수 있었다.
- 3) SEM 사진의 분석결과 초결시간이 증가함에 따라 입자성장이 잘 이루어지고 있었으며 수 micron 의 Plate-like grain 으로 이루어져 있음을 확인할 수 있었다.
- 4) 845 [°C] 에서 120시간 이상 초결한 시편들에서는 Meissner effect를 확인할 수 있는 부상을 관찰할 수 있었다.

References

1. H.K.Onnes; Commun.Phys.Lab.Leiden, No.1196, 1911
2. J.G.Bednorz and K.A.Muller; Z.Phys.B64(1986)189
3. S.Uchida, H.Takagi, K.Kitazawa and S.Tanaka; J.J. Appl.Phys.26(1987)L1
4. M.K.Wu, J.R.Ashburn, C.J.Torng, P.H.Hor, R.J.Meng, L.Gao, Z.J.Haang, Y.Q.Wang and C.W.Chu; Phys.Rev.Lett. 58(1987)908
5. H.Maeda, y.Tanaka, M.Fukutomi and T.Asano; J.J. Appl.Phys. 27(1988)L209
6. Z.Z.Sheng and A.M.Herman; Nature 332(1988)55
7. Z.Z.Sheng and A.M.Herman; Nature 332(1988)138
8. M.Takada, K.Oda, H.Kitaguchi, Y.Miura, Y.Ikeda, Y.Miura, Y.Ikeda, Y.Tomi and H.H.Mazaki; J.J.Appl. Phys.27 (1988)L1041
9. U.Endo, S.Koyama and T.Kawai; J.J.Appl.Phys.27 (1988)L1476
10. H.Mazaki, M.Takano, J.Takada, K.Oda, H.Kitaguch, Y.Miura, Y.Ikeda, Y.Tomi and T.Kubozoe; J.J.Appl. Phys. 27(1988)L1639

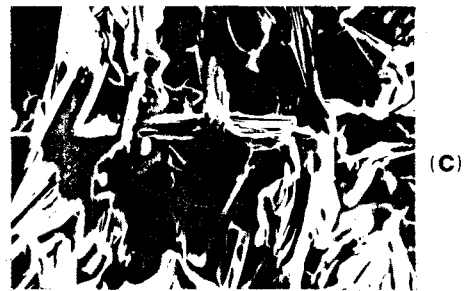
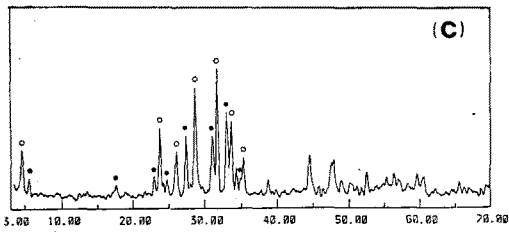
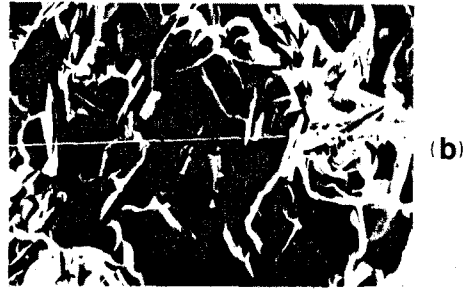
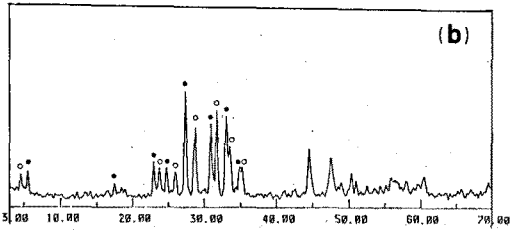
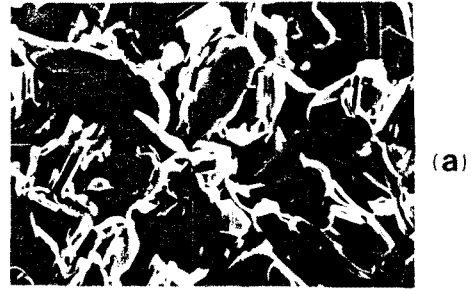
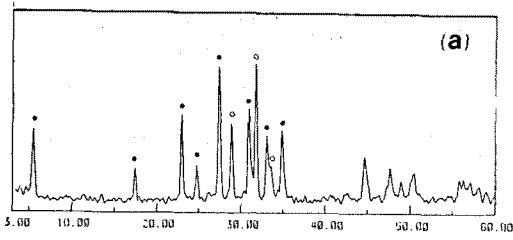


그림 1 소결시간 및 온도변화에 따른 XRD

- (a) 835 [°C], 192[h] (b) 845 [°C], 192[h]
 (c) 845 [°C], 264[h]

사진 1 소결시간 및 온도변화에 따른 SEM

- (a) 835 [°C], 192[h] (b) 845 [°C], 24[h]
 (c) 845 [°C], 264[h]

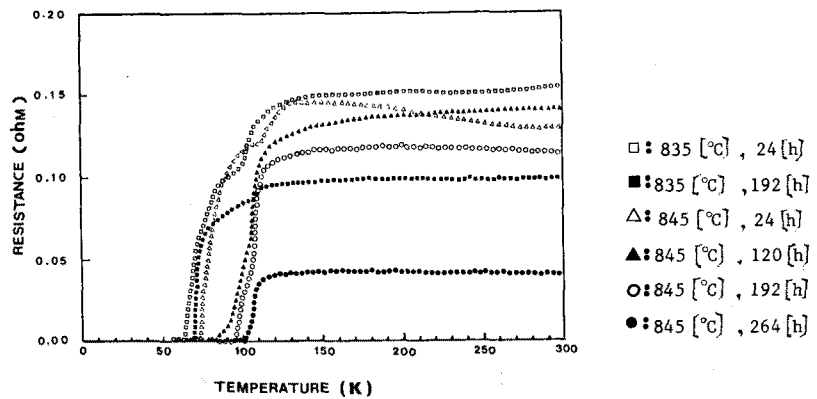


그림 2 소결조건 변화에 따른 임계온도 특성