

발화합성법에 의한 $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}\text{-Ag}$ 초전도체의 제조

양설우, 신형식, *홍계원, *김찬중

전북대학교 화학공학과, *한국원자력연구소 초전도연구팀

서론

YBaCuO 계 초전도체의 전기적, 자기적특성 등을 향상시키기 위한 방법중의 하나로 균질하고 미세한 초전도 원료분말의 제조가 요구된다. 원료분말을 제조하는 방법으로 발화합성법, 냉동건조법, 고상반응법, 공침법 등이 있으며, 이중 발화합성법은 출발물질을 질산에 녹이는 화학적 혼합 방법으로 ball milling의 기계적방법으로 출발물질을 혼합하는 고상반응법보다 초전도 원료분말이 균일하고 미세하다. 또한 발화합성법은 공정도 간단하고 대량생산도 용이하며, 균일하고 미세한 분말의 특성으로 초전도상으로 전환이 빠른 장점을 갖고 있다. 본 연구는 발화합성법과 고상반응법으로 초전도 원료분말을 제조하여 초전도상의 생성속도와 전기·자기적특성을 조사하였다.

실험방법

본 실험에서 Y_2O_3 , BaCO_3 , CuO 및 Ag 를 출발물질로 사용하여 고상반응법과 발화합성법으로 $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}\text{-Ag}$ 의 초전도 원료분말을 각각 제조하였다. 고상반응법으로 제조한 원료분말은 유기용제인 아세톤에 초전도 출발물질인 Y_2O_3 , BaCO_3 , CuO 및 Ag 를 혼합하고 자르코니아 보울을 사용하여 20시간 ball milling하여 원료분말을 얻었다. 발화합성법은 먼저 각각의 출발물질을 양론비에 따라 0.1몰 청량하여 1N의 질산(HNO_3) 용액에 녹였다. 이때 원료분말이 살 녹을 수 있도록 magnet bar로 3-4시간 정도 교반하여 출발물질이 완전히 용해되도록 하였다. Cu의 영향으로 푸른색을 띤 이 용액을 chelation시키기 위해 양이온 함량에 따른 chelation 비로 구연산($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)을 추가하고, 암모니아수(NH_3OH)를 사용하여 pH7로 중화시켰다. 중화된 용액을 전조기에서 250°C, 4-5시간 동안 유지하면 발포가 일어나며 동시에 자연 발화하여 매우 낮은 밀도의 미세한 흑갈색의 분말이 얻어진다. 본 연구는 발화합성법과 고상반응법으로 제조한 초전도 원료분말을 850-900°C와 0.5-10시간의 조건에서 반응시켜 온도와 시간에 따른 생성속도를 조사했으며, 900°C에서 소결한 시료를 산소 열처리하여 전기·자기적특성을 알아보았다.

결과

제조된 원료분말이 초전도상으로 되는 생성속도를 X-ray 회절법을 통하여 계산한 결과 발화합성법이 고상반응법보다 빠른 것으로 나타났다. 전기저항 측정에서 각 시료는 $T_{\text{c},0}$ 가 88-91K로 나타났으며, 자화율 측정에서 발화합성분말로 제조한 시편이 고상반응분말로 제조한 시편보다 우수한 것으로 나타났다.