

## YbBaCuO 초전도체의 텍스처 조직 성장

### Preparation of Textured Growth YbBaCuO Superconductor

소대화 명지대학교 공대 전자공학과  
번점국 동북대학교 공대 전자공학과 중국

Soh Deawha Dept. of Electronics Eng., Myongji University in Korea  
Fan Zhanguo Dept. of Electronics Eng., Northeastern University in China

#### ABSTRACT

In this paper,  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  superconductor was sintered by means of conventional solid reaction and the textured  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  was prepared by the Melted-Condensed Process in which  $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  crystal was used as seed crystal to introduce the  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  crystal growth. The texture of  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  was examined by X-ray diffraction, and the fracture of  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  sample was observed by SEM, which proved the sample was well oriented. After oxygen absorption of the textured  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  sample, its critical temperature was measured to be 86K.

#### 1. 서론

최근 물리학 및 반도체 관련분야에서 고온초전도체의 초전도 특성개선 및 물리적 특성과 전기적 특성 등에 대한 연구개발에 관심이 모아지고 있으며,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 계의 초전도체의 성공으로 실용화에 적합한 초전도체의 개발과 이에 따른 응용분야에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.

또한  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 계보다 용융점이 비교적 낮은  $\text{ReBaCuO}$  (Re=희토류원소)계도 90K 근처에서 저항이 0인 초전도성을 띄고 있다는 것이 여러문헌을 통하여 보고되었다.<sup>[1,2,3]</sup>  $\text{ReBaCuO}$  (Re=희토류원소)계는 Bi계의 초전도체와 같이 Ag관속에서 선재 혹은 테이프 형태로 만들 수 있을 것으로 기대된다.

본 논문에서는 용융성장법을 이용한  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 계의 제작과정 및 방법을 소개하고  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 계와 비교하여  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 계의 결정 성장온도, 성장속도, 결정구조 및 초전도성의 개선 및 방향에 중점을 두었다.

#### 2 실험

##### 2.1 시편제작

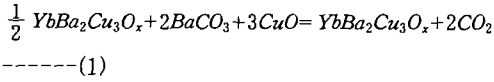
본 연구에서 이용된 원료의 순도 및 생산지를 표1에 나타내었다.

표 1. 순도 및 재료

Material	Purity(%)	Company
$\text{Yb}_2\text{O}_3$	99% 이상	中國 九江有色 금속공장
$\text{BaCO}_2$	99% 이상	Junsei Chemical Co
$\text{CuO}$	98% 이상	Aldrich, USA.

시료분말을 몰비에 따라 Yb : Ba : Cu = 1 : 2 : 3가 되도록 정확히 측량한 후 마너유발에서 1시간 이상 혼합한다.

$\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 의 합성 반응식은 식(1)과 같다.



혼합된 시료를 전기로에서 880℃, 24시간 동안 하소 시킨다. 하소된 분말을 마네투유발을 사용하여 미세하게 분쇄한 후 전기로에 넣어 900℃에서 24시간 동안 2차 하소시킨다. 이 분말을 재분쇄한 후 직경 15[mm], 높이 5[mm]인 펠렛형태의 시편으로 찍어낸다.<sup>[4]</sup> 그 다음, salama등이 YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> 초전도체를 제작하는 과정에서 사용한 방법과 유사한 방법으로 성형된 시편을 알루미늄 기판 위에 놓고 전기로에 넣어 그림 1과 같은 온도 프로그램으로 제작하였다. 제작된 시편의 결정구조 및 화학적 성분을 분석하기 위하여 SEM 및 X-ray회절분석, EDX를 사용하여 조사하였다.

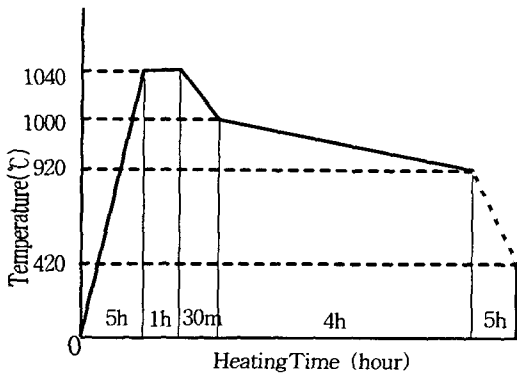


그림 1 결정구조 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>를 성장시키는 온도 프로그램

제작된 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> 시편을 사방정 결정구조를 갖는 초전도체 상으로 변화시켜 저항이 0인 성질을 나타내기 위하여 유동하는 산소 분위기를 전기로에서 400℃, 100시간 동안 산소 흡착시켰다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 제작 방법 및 조건 설정

MCP(용융-응고)법으로 성장시킨 시편의 결정구조 확인은 경험에 의하여 시편의 외부로부터 초보적으로 판단할수 있다. 결정구조로 성장시키는

중요한 변수는 최고 용융온도, 결정체를 성장시키는 온도 범위, 결정체 성장속도(강온속도)이다. 용융 처리 온도가 너무 높으면 시편중의 액상이 밖으로 흘러 나와 샘플중의 Yb 함량이 상대적으로 많아지고, 또한 온도를 하강 시키는 과정에서 액상의 부족으로 결정화의 진행이 완전하지 못하여 결정구조를 형성하기 어렵다. 그러나 용융처리가 너무 낮으면 샘플을 충분히 용융시키지 못하여 샘플에 seed를 넣어도 결정체가 성장되지 않는다. 본 실험 과정에서 차열분석기를 이용하여 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>의 용융점을 측정된 결과를 그림 2에 나타냈으며 참고문헌<sup>[5]</sup>과 같이 979.78℃로 측정되었다. 이 결과에서 Yb계의 용융온도는 Y계에 비하여 30℃ 낮다는 것이 관찰되었고, Yb계의 특성으로부터 결정체 성장 온도의 변화범위가 비교적 넓은 것을 관측하였다. 즉 Y계에서는 적정성장온도의 범위가 50℃인데 비하여 YbBCO의 적정 성장온도 범위는 비교적 넓은 80℃로 확인 되었다. Yb계의 결정체 성장속도(강온속도)는 1-2℃/h가 제일 적합하였으며, 3℃/h와 4℃/h의 속도로 결정체를 성장시킨 결과 모두 좋지 않았다.

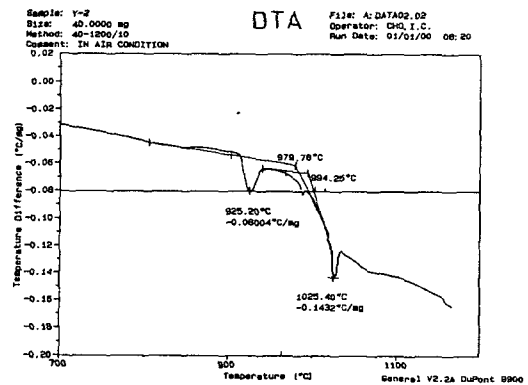


그림 2 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> 시편의 차열분석

#### 3.2 초전도체의 결정구조 관찰

결정구조를 지닌 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> 시편을 분리면(a-b면)방향 및 분리면과 수직인 c축방향으로 각각 절단하였다. 그림 3(a)에서 a-b면은 비교적 평탄하고 기타 잡상(211상)의 분포가 균일하며, 면과 면의 구분이 확실히 나타났다. 그림 3(b)는 c축 방향

을 관측한 사진으로 a-b면이 한층한층 쌓여 있는 모양으로 관찰되었다. 이 결과로 부터  $\text{YbBa}_2\text{-Cu}_3\text{O}_x$ 의 시편이 결정성장구조를 지닌 것으로 판단된다.

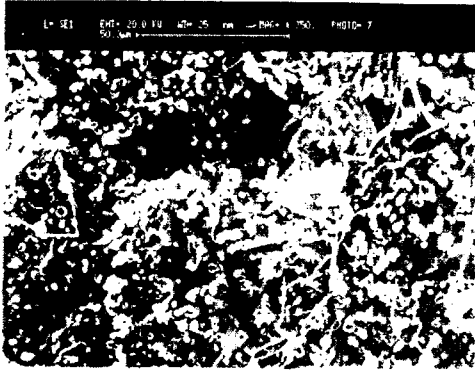


그림 3(a) a-b면에 대한 SEM사진

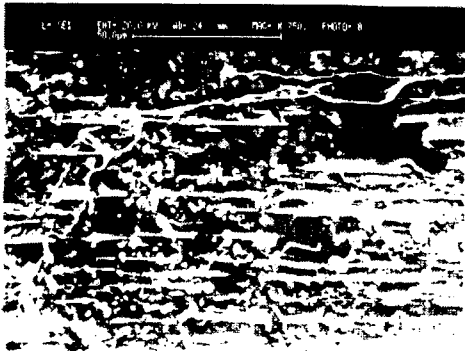


그림 3(b) c축에 대한 SEM 사진

시편의 분리면(a-b면)에서 123상 즉, 그림 3(a)에서 흑색부분을 EDS(Energy Dispersin X-ray Spectrometer)로 성분을 분석한 결과를 그림 4 및 표 2에 나타냈다.

표 2. 성분분석

원소	원자%	중량%	오차
Yb	16.69	26.47	±0.80
Ba	37.01	46.57	±0.48
Cu	46.30	26.96	±0.50

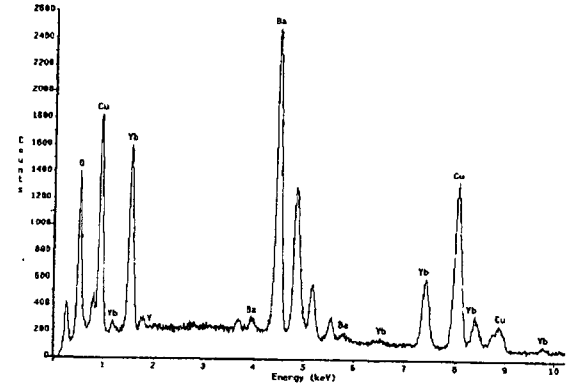


그림 4 123상에 대한 EDS 분석  
(SEM에서 흑색부분)

이 결과에서 원자의 백분율 분석은  $\text{YbBa}_{2.22}\text{-Cu}_{2.77}\text{O}_x$ 로 나타났고 화학적 성분비는 1 : 2 : 3에 접근하지만  $\text{CuO}$ 의 손실이 비교적 크고, 분해되지 않는  $\text{BaCO}_3$ 가 존재함을 알 수 있다. 그림 5와 및 표 3은 그림 3(a)에서 백색부분의 성분을 분석한 결과이다.

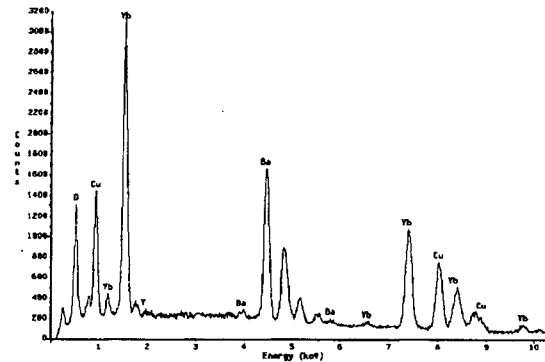


그림 5 211상에 대한 EDS 분석  
(SEM에서 백색부분)

표 3 성분분석

원소	원자%	중량%	오차
Yb	38.17	51.32	±0.96
Ba	31.66	33.99	0.46
Cu	30.16	14.89	0.48

표3에서 원자의 백분을 분석으로  $Yb_{1.27}Ba_{1.05}Cu_1O_x$ 로 얻었으며, 이 분자식으로부터 백색을 띠는 여러 상중에서  $Yb_2BaCuO_5$ 가 주요성분으로 차지하고, 그 외에도  $Yb_{123}$ 상 및 기타상이 존재함을 알 수 있다. 흑색부분과 백색부분에 대한 분석결과, CuO의 함량이 모두 낮았으며, 그 해결 방법은 첫째  $YbBa_2Cu_3O_x$  분말의 단상성을 높이고 둘째는 시편의 밀반침으로 사용한  $Al_2O_3$ 의 순도를 높여 줄 필요가 있다고 사료된다.

### 3.3 시편의 X-ray 회절분석

그림 6(a)는 seed를 첨가한  $YbBa_2Cu_3O_x$  초전도체에 대한 X-ray 회절분석의 결과이며, 그림6(b)는 seed를 넣지않고 제작한 시편의 결과이다. 이들은 비교적 강한 결정구조를 나타내지만 제작과정에서 조건에 대한 요구가 엄격하고 또 결정구조의 성장방향이 결정되지 못하고 제멋대로 성장한 결과이다. 그림6(c)는 용융-응고하여 성장시켰지만 결정구조를 얻지 못한 결과이다.

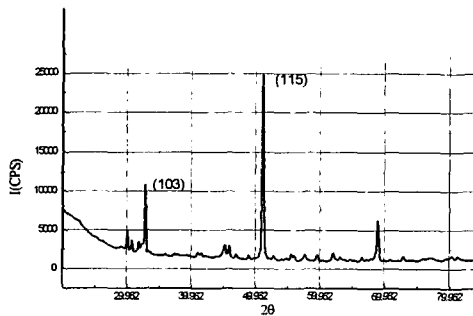


그림 6 (a) seed를 첨가한 시편의 X-ray 회절분석

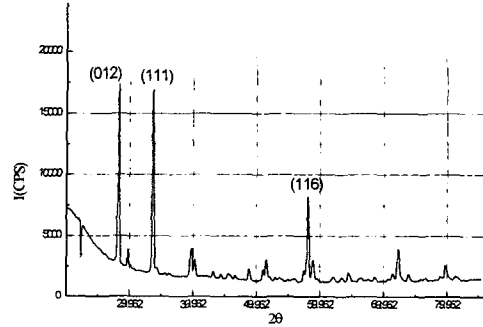


그림 6 (b) seed를 첨가하지 않은 시편의 X-ray 회절분석

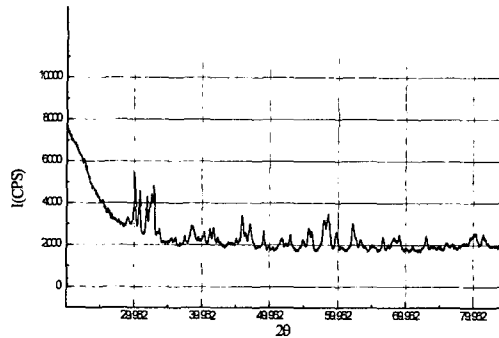


그림 6 (c) 결정구조를 갖지못한 시편의 X-ray 회절분석

그림 7은 산소를 흡착시킨 시편의 초전도체 임계온도를 교류 자화율로 측정된 결과로 86K의 우수한 결과를 얻었다.

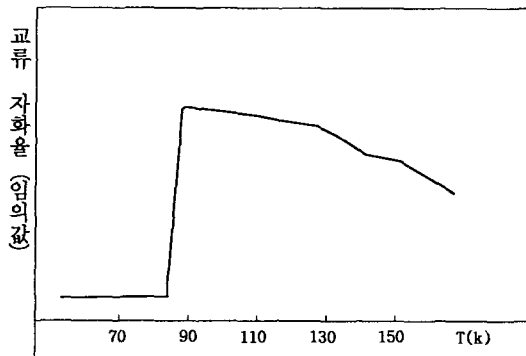


그림7.  $YbBaCuO$  초전도체의 임계온도( $T_c$ )

#### 4. 결론

본 연구에서 결정성장온도, 성장속도를 조절하여 YbBaCuO의 제조방법을 실험한 결과 YBaCuO보다 우수한 결과를 얻을 수 있었다.

1. MCP(용융-응고)법으로 양호한 결정성장 구조를 지닌 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>시편을 제작하였다.
2. YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>가 액상으로 나타나기 시작할 때의 온도 및 제조에 필요한 적정 용융 온도는 YBaCuO 계보다 30℃ 낮은 결과를 얻었다.
3. YBaCuO 초전도체의 결정성장 온도범위는 일반적으로 50℃이며 YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> 초전도체는 80℃로 비교적 넓은 범위로 관찰되었다.
4. YbBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>의 초전도체 임계온도는 86K 임을 확인하였다.

#### 참고문헌

1. M.K.Wu, J.R.Ashboun,etd, Phys.Rev. Let,58 (1987)908
2. P.H.Hor, R.L.Meng,etal, Phys.Rev. Let,58(1987) 1891
3. S.Tsutumi, M.Hikita,etal, Jpn.J.Appl.Phys.26 (1897)L856
4. K.Salama,V. Selramanickamer.al, Appl.Phys. Lett, 54, (1989) 2352
5. T. Meigman, P.J. mcGinn and C. Varanasi, Supercond.sci.Technol.10 (1997)109