

YbBCO 초전도체의 결정 성장에 관한 연구 A Study on Crystal Structure Growth of YbBCO Superconductor

박정철*, 이영매**, 소대화***
(Park jung-cheul, Lee ying-mei, Soh dea-wha)

Abstract

In this paper, based on the research of high temperature YBCO superconductor, using the Yb instead of Y, with the YbBCO superconductor powder which was combined by means of conventional solid reaction, textured directional crystal was prepared by MCP method and the character was analyzed .

Mixing the starting elements and calcining at 890°C, 900°C, 910°C, single phase YbBCO, Yb₂BaCuO₅ and BaCuO₂ were certified. And from the powder which was calcined at 900°C the, sample which became texture-growth by MCP method was well oriented. The result of DTA measurement, the fusing point of YbBCO superconductor and it's critical current was measured to be 979°C, 87K respectively. The critical current density was obtained at the value of 700A/cm²(77K, 0H) calculated by Bean's Model using the measured hysteresis curve of VSM.

1. 서론

결정구조의 성장에는 단상의 결정구조 형성물질을 제작하는 것이 제일 중요하고, 또한 단상의 물질로 결정성장시키는데 적합한 파라미터인 용융온도, 결정체를 성장시키는 온도 범위, 결정체 성장속도(강온속도)찾아내는 것도 중요한 것이다^[1].

본 연구에서는 고상 반응법을 이용하여 단상의 YbBa₂Cu₃O_x가 다량 분포하는 화합물을 합성하기 위하여 1040°C의 고온에서 시편을 용융시키고 100°C~920°C의 온도 범위에서 2°C/h의 강온속도로 결정성장시켜 제작한 결정체의 특성을 분석하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 초전도체 YbBa₂Cu₃O_x는 각 원소의 비인 Yb : Ba : Cu = 1 : 2 : 3를 계산하여, 화합물 Yb₂BaCuO₅와 BaCuO₂를 각각 원소의 비 Yb : Ba

: Cu = 2 : 1 : 1와 Ba: Cu = 1 : 1로 계산하여, Yb₂O₃, BaCO₃, CuO를 각각의 몰비에 따라 전자 저울로 측정하여 마노유발에서 약 2시간 동안 충분히 혼합한 후 혼합된 시료를 알루미늄 도가니에 넣고, 전기로에서 합성한다. 먼저 880°C의 온도하에 24시간 1차 하소한다. 1차 하소가 끝난 시료를 로스팅 후 로에서 꺼내어 마노유발에서 약 1시간 동안 분쇄, 혼합하였다. 시료를 5ton/cm²의 압력을 가하여 직경 15mm, 높이 4mm인 펠렛형태로 만들어 각각의 온도(880°C, 890°C, 900°C, 910°C)에서 하소후, X-ray회절분석법으로 하소하여 얻어낸 물질의 성분을 분석하였다.

하소한 시편을 재분쇄하여 직경 15[mm], 높이 4[mm]인 펠렛형태의 시편으로 성형후, salama^[2] 등이 YBa₂Cu₃O_x 초전도체^[3]를 결정성장시킨 방법과 유사한 방법으로 알루미늄 기판 위에 놓고 전기로에서 그림 1과 같은 온도 프로그램으로 시편을 제작하였다. 또 결정성장의 방향성을 좋게 하기 위하여 단결정 SmBa₂Cu₃O_x를 종자결정(seed)으로 사용하여 결정성장시켰다^[4]. 제작된 YbBa₂Cu₃O₇ 시편을 사방정 결정구조를 갖는 초전도체 상으로 변화시켜 저항이 0인 초전도성을 나타내기 위하여 산소

* : 경원전문대학 전자과
** : 명지대학교 전자공학과
*** : 명지대학교 전자공학과

분위기 노에서 450°C 온도하에 100시간 동안 산소 흡착시켰다.

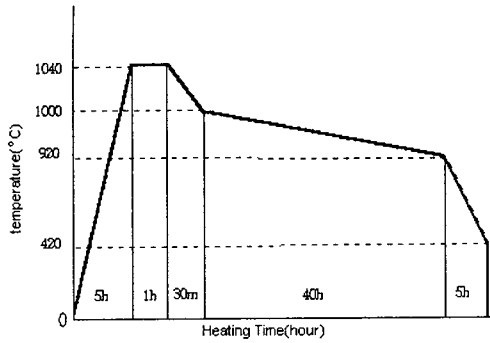


그림 1. 결정성장 온도 프로그램

Fig. 1. Thermal program of crystal structure growth

3.결과 및 검토

결정구조로 성장시키는 중요한 변수는 용융온도, 결정체를 성장시키는 온도 범위, 결정체 성장속도(강온속도)이다. 용융 처리 온도가 너무 높으면 시편중의 액상이 밖으로 흘러 나와 시편중의 Yb함량이 상대적으로 많아지고, 또한 온도를 하강시키는 과정에서 액상의 부족으로 결정화의 진행이 완전하지 못하여 결정구조를 형성하기 어렵다. 그러나 용융 처리 온도가 너무 낮으면 시편을 충분히 용융시키지 못하여 시편에 종자결정을 넣어도 결정체가 성장되지 않으므로 결정성장의 온도 프로그램에서 용융온도를 확실히 알기 위하여 차열분석기(DTA: differential thermal analyzer)로 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 의 용융점을 측정된 결과 979.78°C로 측정되었고, 그림 2에 나타내었다. 3가지 온도 조건 즉, 880°C, 890°C, 900°C인 안정된 온도하에서 각각 99시간씩 하소한다. 99시간 동안에 약12시간의 시간 간격으로 일곱번 꺼내어 골고루 섞어서 연마한 다음, 프레스 성형시켜 다시 로안에 넣는다. 이렇게 얻어낸 3가지 분말을 XRD측정한 결과를 그림 3에 나타냈다. 그림 3과 같이 880°C에서 샘플을 하소하였을 때 온도가 낮은 이유로 반응이 충분히 진행되지 못하여 $\text{Yb}_2\text{BaCuO}_5$ 과 BaCuO_2 의 함량이 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 보다 많이 존재하였고, 890°C와 900°C의 온도하에서는 거의 비슷한 XRD스펙트럼을 얻어냈고 211상이 비교적 많이 함유하고 있었다.

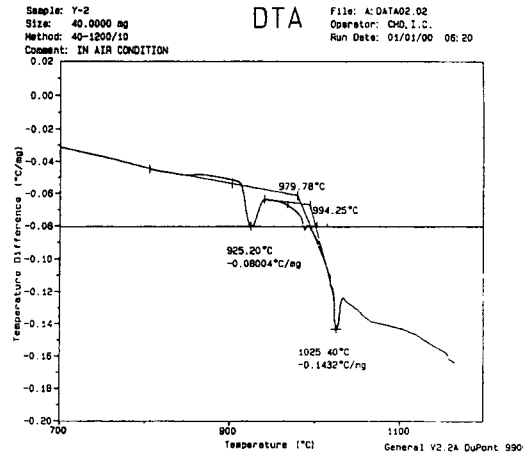


그림 2. 초전도체 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 에 대한 차열분석
Fig. 2. DTA analysis of $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ superconductor

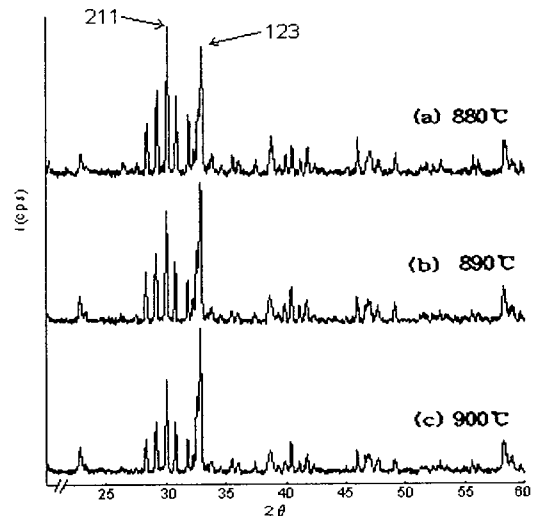


그림 3. 800°C(a), 890°C(b), 900°C(c)에서 99시간 하소한 샘플의 XRD분석
Fig. 3. XRD analysis of calcined samples at 800°C(a), 890°C(b), 900°C(c) for 99 hours

중간 화합물을 생성시키고 중간 화합물로부터 다시 얻으려는 화합물을 생성시키는 방법으로 하소 온도 900°C에서 총 50시간 이상 하소하는데 중간에 충분한 반응을 위하여 세번 로에서 꺼내어 재분쇄, 프레스 성형한 후 재차 하소한다. 이렇게 단계별 결합법으로 얻어낸 스펙트럼곡선은 그림 4와 같다.

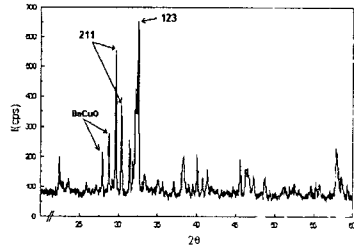


그림 4. 단계별 합성법에 의한 XRD 분석

Fig. 4. XRD analysis of multi-stage synthesized sample

900°C에서 99시간 하소시켜 얻어진 시편을 다시 연마, 성형한 후 그림 1의 온도 프로그램으로 MCP 법을 적용하여 결정성장시킨 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 시편을 분리면(a-b면)방향 및 분리면과 수직인 c축 방향으로 절단한 표면을 각각 그림 5와 그림 6에서와 같이 SEM으로 관찰하였다. 그림 7에서 본 a-b면은 비교적 평탄하고 기타의 상(주로 211상)의 분포가 균일하며, 면과 면의 구분이 확실히 나타났다. 그림 9은 c축 방향을 관측한 것으로 a-b면이 층층으로 쌓여 있는 모양으로 관찰되었다. 이 결과로부터 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 의 시편이 결정성장구조를 지닌 것으로 판단된다.

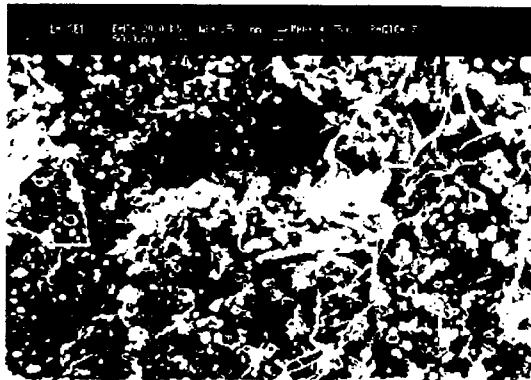


그림 5. a-b면에 대한 SEM사진

Fig. 5. SEM photograph

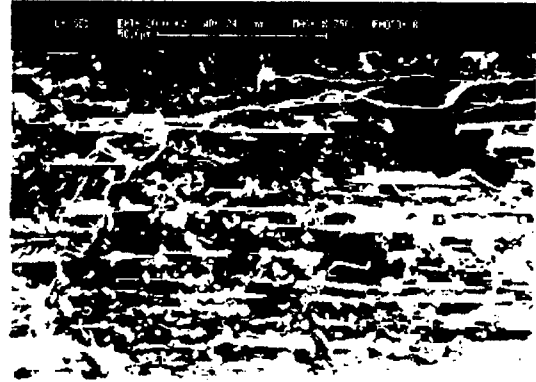


그림 6. c축에 대한 SEM 사진

Fig. 6. SEM photograph

그림 7은 종자결정을 첨가한 $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 초전도체에 대한 XRD 회절분석의 결과이며, 그림 8은 종자결정을 넣지 않고 제작한 시편의 XRD 회절분석 결과이다. 이들은 비교적 강한 결정구조를 나타냈다.

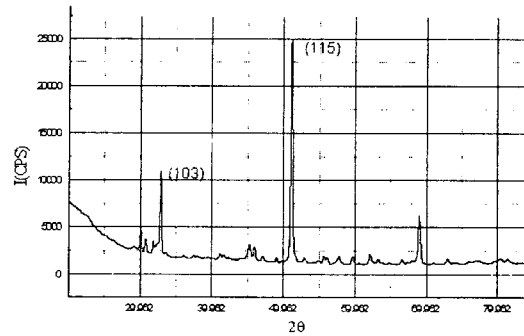


그림 7. seed를 첨가한 시편의 XRD 분석

Fig. 7. XRD analysis of the sample with seed crystal

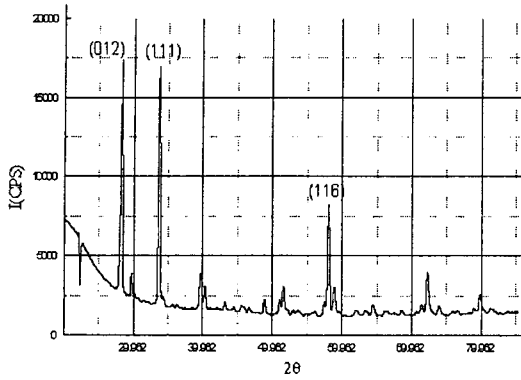


그림 8. seed를 첨가하지 않은 시편의 XRD 분석

Fig. 8. XRD analysis of the sample without seed crystal

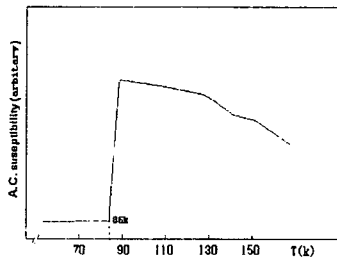


그림 9. YbBaCuO 초전도체의 임계온도(T_c)

Fig. 9. Critical temperature of YbBaCuO superconductor

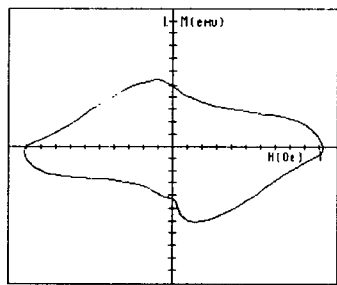


그림 10. 결정성장시킨 YbBaCuO 초전도체의 자화이력 곡선

Fig. 10. Hysteresis loop of textured YbBaCuO superconductor measured by VSM

4. 결론

- (1) 고상 반응법으로 단상의 YbBaCuO 화합물을 형성하기는 매우 어려웠으며, 890°C, 900°C에서 99시간 하소 혹은 단계별로 결합하여 비교적 많은 단상의 YbBaCuO를 함유한 화합물을 얻을수 있었다.
- (2) 결정성장의 온도프로그램은 최고의 온도를 1040°C에서 시편을 용융시키고 80°C(1000°C~920°C)의 온도 범위에서 2°C/h의 강온속도로 결정성장시켰다.
- (3) 시편은 구조상 매우 뚜렷한 일방향 결정성장 구조를 나타내었고, 임계온도 $T_c = 86K$ 이고, 임계전류밀도 $J_c = 770A/Cm^2$ 이다.

참고 문헌

- 1) 한국과학기술원: "고온초전도체기술개발, 고온초전도체 제조 및 응용기술 개발", 과학기술처 제3차년도 최종보고서, (1997. 4)
- 2) K.Sala4.ma, V.Selramanickam, eral, Appl. Phys. Lett, 54(1989)2352
- 3) S.Jin, T.H.Tiefel, eral, Appl. Phys, Let, 52(1988) 2074
- 4) 소대화, 변점국: " YbBaCuO초전도체 텍스처 조직 성장", 한국 전기전자 재료학회 춘계학술대회 논문집 (1997)
- 5) Ji Helin, Jin Xin, Fan Hongchang, Chinese Journal of Low Temperature Physics, Vol. 14, No. 1, Jan (1992)