

공침법에 의한 $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 분말의 제조
(Synthesis of $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Powders by Coprecipitation)

한양대학교 정민교*, 박병준, 이완재

1. 서론

$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 고온초전도체는 액체질소의 비등점(77K)이상의 임계온도(T_c)를 가지는 최초의 산화물 고온초전도체이다. 그리고 Yttrium의 일부를 Calcium으로 치환하고 산소량을 일정하게 유지하면 T_c 가 90K까지 상승된다. $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 제조는 일반적으로 고상법으로 합성하며 이는 각 원료분말을 혼합-성형-열처리-grinding을 수 회 반복한 후 하소하고 소결하는 방법이다. 이 방법은 불순물의 혼입, 불균일하고 조대한 입자의 생성, 불완전한 혼합으로 인한 타상의 출현으로 초전도 특성이 충분히 얻어지기 어렵다. 이러한 문제점들을 해결하기 위해 습식으로 금속 양이온들의 공침에 의한 분말 합성법을 사용하면 분말의 화학적 균질성과 미세화로 높은 밀도와 미세한 입자를 갖는 소결체를 얻을 수 있고, 하소 및 소결온도도 낮출 수 있다고 생각되었다. 본 연구에서는 각 성분의 Nitrate를 물에 녹인 용액을 Oxalic acid로 pH를 조절하여 침전시킨 공침법으로 분말을 제조하고 그 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

$Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, $Ba(NO_3)_2$ 그리고 $Cu(NO_3)_2 \cdot xH_2O$ 의 원료분말을 $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta} = 1-x : x : 2 : 3$ 의 양이온 몰비로 Deionized water에 녹인 뒤 묽은 질산으로 pH를 약 1.1로 조절한다. 그리고 나서 NH_4OH 를 사용해서 pH를 3.5로 맞춘 수산용액이 질산염용액에 첨가하여 금속양이온들과 반응시켜 수산염 침전물이 형성되게 한다. 그리고 나서 수산염 침전물을 여과지로 여과시킨 뒤 증발시키고, 진공오븐에서 100°C의 온도로 건조시켰다. 마지막으로 500~900°C의 온도범위에서 하소시켰다. 하소한 분말을 XRD로 단상의 분말이 얻어졌는가를 확인하고, 입도분석기, SEM으로 입자크기와 입자형상을 관찰하였다.

3. 참고문헌

1. I. Schildermans, M. Van Bael, E. Knaepen : Physica C 278 (1997) 55
2. A. Pandey, Y. S. Reddy, R. G. Sharma : J. Mater. Sci. 32 (1997) 3701
3. Takahiro Wada, Noburo Suzuki, : Jpn. J. Appl. Phys. 29 (1990) 915
4. Wolfgang Konig, Gerhard Gritzner : Physica C 202 (1992) 37