

< 속 보 >

열간가압 소결법에 의한 $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 초전도체의 제조

하정수 · 한경섭 · 이준근

한국과학기술원 내화재료연구소

(1987년 11월 25일 접수)

Fabrication of $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ Superconductor by Hot-pressing

Jeong-Soo Ha, Kyong-Sop Han and June-Gun Lee

Refractory Materials Lab., KAIST

(Received November 25, 1987)

ABSTRACT

The high T_c $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ superconductor has recently gained widespread interest in the scientific community. The principal problems at the present time are how to densify this material and how to raise the critical current density. To date the majority of samples have had densities of 90% (of theoretical) or less. In this study we report that we obtained density of 96% by Hot-Pressing method.

1. 서 론

최근 Y-Ba-Cu계 산화물에서 임계온도 90K의 초전도성이 확인된 이후¹⁾, 많은 연구자들에 의해 초전도상은 $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ ($X \approx 2.1$)이며, 산소가 결핍된 orthorhombic perovskite 결정구조를 갖는다고 밝혀졌다²⁾³⁾. 그리고 산소분압 및 온도에 따른 orthorhombic ↔ tetragonal 상전이와 초전도성과의 상관관계도 이미 연구되었다.⁴⁾⁵⁾

그러나, 현재 이 산화물 초전도체는 이론밀도의 90% 이상으로 치밀하게 소결하기가 어렵고, 임계전류밀도가 너무 낮아 실제응용에 있어서 문제가 되고 있다.

본 연구는 $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 상에서 그 초전도 특성이 X값의 변화에 따라 가역적이라는 점을 이용하여, 산소결-후초전도체화 즉, 먼저 치밀화를 이룬 다음 열처리⁶⁾에 의해 초전도체화하는 방법을 선택하였다. 이에 의해 이론밀도의 96%에 달하는 $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 고온 초전도체를 얻을 수 있었다.

2. 실험방법

Y_2O_3 (순도 99.99%), $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ (> 97%), CuO (> 95%)의 혼합물을 12시간 전식 ball milling 후 질소분위기에서 850°C, 2시간 하소하였다. X선 회절분석결과 대부분 tetragonal $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 상으로 합성되었고 미량의 Y_2BaCuO_5 가 확인되었다(Fig.1). 하소된 분말을 직경 3cm의 흑연모듈드에 넣고 880°C, 2시간동안 350kg/cm²의 압력으로 질소분위기에서 열간가압소결한 후, 이를 다시 산소분위기에서 열처리(870°C, 5시간)와 제열처리(500°C, 5시간)하여 시편을 제조하였다.

3. 결과 및 고찰

밀도가 6.04 g/cm³로 이론밀도(6.31 g/cm³)의 96%이며 미세열마면 표면의 SEM 관찰 결과(Fig.2), 상당한 치밀화가 이루어졌음을 알 수 있다. Fig.3의 X선 회절분석은 산소열처리에 의해 tetragonal $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 상이 orthorhombic으로 상전이되었지만 약간의 tetra-

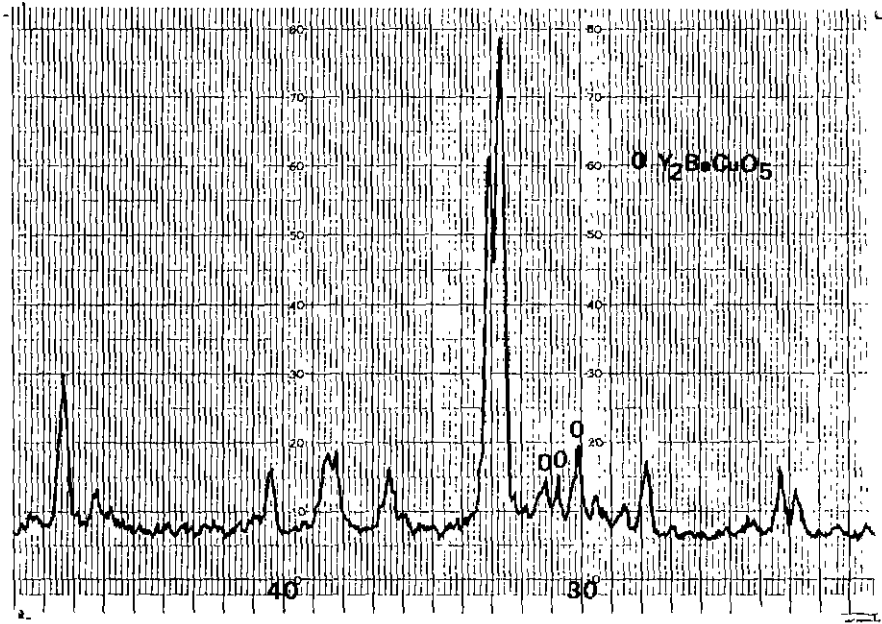


Fig. 1. X-ray diffraction pattern of calcined powder for $Y_2BaCu_3O_x$ superconductor.

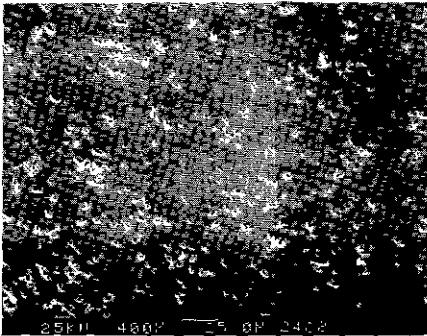


Fig. 2. Polished surface of $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ superconductor hot-pressed and annealed in O_2 .

gonal 상도 공존하고 있음을 보여준다. 이는 치밀하게 소결된 미세구조속으로 산소의 확산이 용이치 않음을 나타낸다. 또한 이차상인 Y_2BaCuO_5 의 양이 산소 열처리를 하지않은 시편보다 적음을 알 수 있다.

Fig.4의 파단면 SEM 사진은 산소열처리한 시편이 더욱 균일한(homogeneous) 미세구조를 가지고 있고 입자성장도 충분히 일어났음을 보여준다. 이는 Fig.5의 etching 된 미세구조의 관찰에 의해 더욱 분명한된다. Fig.6은 4-probe 방법으로 온도에 따른 저항을 측정한 결과이며 ($T_c^{R=0} = 83K$), 액체질소에서의 levitation을 통해 반자기성도 확인하였다. Indentation 방

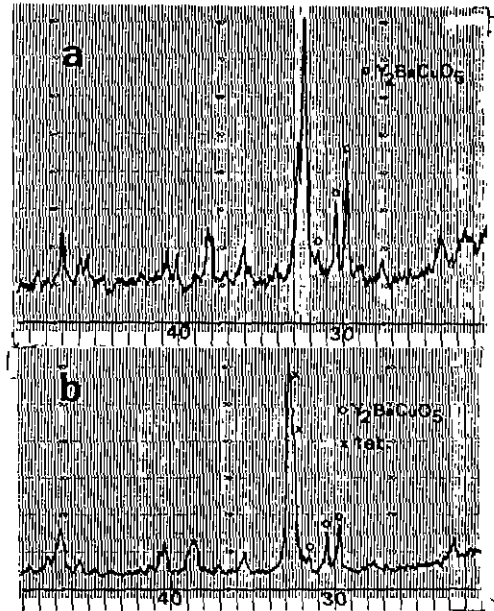


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of hot-pressed $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ superconductor; a) as-received, b) annealed in O_2 .

법⁶⁾에 의해 측정한 파피인성값은 $1.36 MPa m^{1/2}$ 이었다.

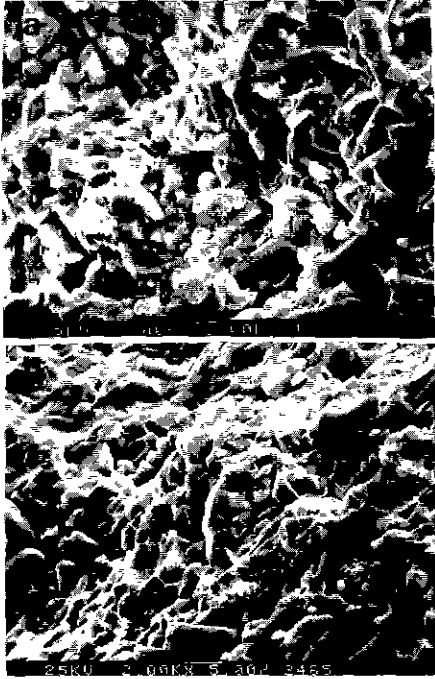


Fig. 4. Fracture surfaces of hot-pressed $Y_1Ba_2Cu_3O_x$; a) as-received, b) annealed in O_2 .

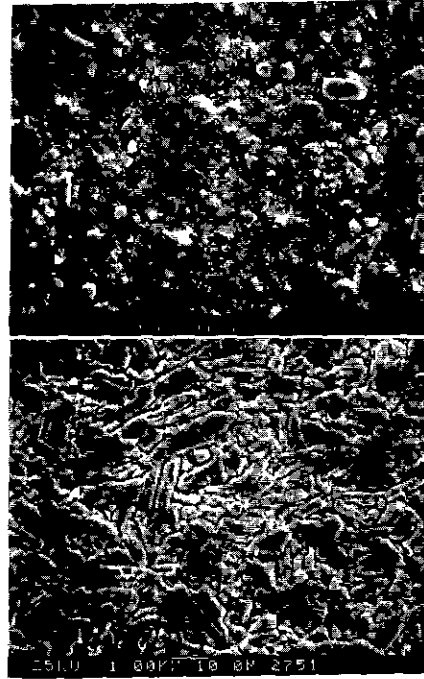


Fig. 5. Etched surfaces of hot-pressed $Y_1Ba_2Cu_3O_x$; a) as-received, b) annealed in O_2 .

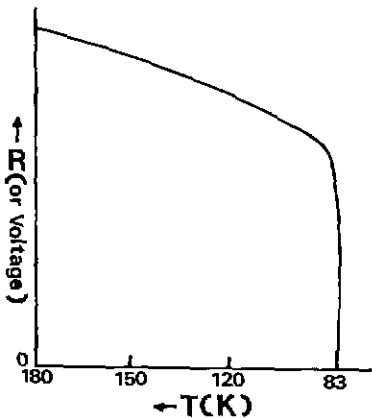


Fig. 6. Resistance versus temperature for $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ hot-pressed and annealed in O_2 .

REFERENCES

1. M. K. Wu, et al, Phys. Rev. Lett., 58, 908 (1987).
2. R. J. Cava, et al., "Bulk Superconductivity

- at 91K in Single Phase Oxygen-Deficient Perovskite $Ba_2YCu_3O_{9-\delta}$ ", *Phys. Rev. Lett.*, 58, 1676 (1987).
3. C. N. R. Rao, et. al., "Identification of the Phase Responsible for High Temperature Superconductivity in Y-Ba-Cu Oxides", *Nature*, 326, 856 (1987).
4. P. K. Gallagher, "Characterization of $Ba_2YCu_3O_x$ as a Function of Oxygen Partial Pressure Part I; Thermoanalytical Measurements", *Adv. Ceram. Mat.*, 2 (3B), 632-639 (1987).
5. H.M. O'Bryan and P.K. Gallagher, "Characterization of $Ba_2YCu_3O_x$ as a Function of Oxygen Partial Pressure; Part II Dependence of the O-T Transition on Oxygen Content", *Adv. Ceram. Mat.*, 2 (3B), 640-648 (1987).
6. B. R. Lawn and E. R. Fuller, "Equilibrium Penny like Crack in Indentation Fracture", *J. Mat. Sci.*, 10, 2016 (1975).