

졸-겔 법으로 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 세라믹의 제조

김 현 택^o 강 형 부 김 봉 흠
한양대학교 전기공학과

Fabrication of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ceramic using the Sol-Gel process

Kim Hyun Taek^o Kang Hyung Boo Kim Bong Heup
Hanyang University Dep. of Electrical Engineering

ABSTRACT

This study presents a method of preparing $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ceramic and chlorine doping in it for the purpose of J_c enhancement using sol-gel process. Tetramethylammonium-hydroxide and potassium carbonate solution were added to the aqueous solution of Yttrium nitrate, Barium chloride and Copper nitrate for pH control as well as forming hydroxy-carbonate precipitation. Instead of Barium nitrate, Barium chloride was used for doping chloride impurities in the specimen. The resulted material showed good high T_c -superconductivity after calcination. T_c and J_c value are 92 K and $120.9 A/cm^2$ respectively.

1. 서 론

졸-겔 법에 의한 불순물의 첨가는, 첨가불순물들이 분자수준에 까지 혼합이 가능하므로, 첨가 효과가 우수해진다. 이번 실험에서는 졸-겔법으로 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 세라믹을 제조하는데, 출발물질로 질산이트륨, 염화바륨 및 질산구리를 사용하였다. 질산바륨 대신에 염화바륨을 쓴 것은 시료제조도중 미량의 염화불순물들이 생겨, 자연적으로 시료내에 첨가되도록 하기 위해서였다. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 속에

미량의 염화불순물들이 첨가되면, 초전도 그래인들이 커지고, 일방성이 생겨 임계 전류 밀도가 커진다는 연구보고가 있다.

이번 연구는 염소성분을 가진 물질을 출발물질로 하여 염화 불순물이 첨가된 시료를 제조하여 임계 전류 밀도를 높여 보자는데 그 목적이 있다.

2. 실 험

(1) 시료제작

$Y(NO_3)_2 \cdot 5H_2O$, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 와 $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ 를 Y:Ba:Cu = 1:2:3의 몰비가 되도록 무게를 달고 증류수에 용해시킨다. 이 혼합용액에 $(CH_3)_4NOH$ 와 K_2CO_3 의 용액을 pH 가 11.5 가 되도록 첨가한 후 모타교반기로 세게 교반시킨다. 맑은 청색용액속에 청색색의 침전이 생기는데, 여과를 거치면 청색색의 겔상태의 물질이 되며, 물과 에탄올로 잘 세척한 다음, 진공 건조기 속에서 $150^\circ C$ 로 하룻밤동안 건조시키면 옥갈색의 고체 덩어리가 된다. 이것을 공기중에서 $850^\circ C$ 로 16시간정도 하소하면 검정색 고체로 되는데, 이것을 잘 갈아서 가루로 만든 후 XRD 패턴을 조사하면 그림(1)과 같이 된다. 다시 이 옥색가루를 5 ton/cm²의 압력으로 1분동안 가압하여 펠렛 모양으로 성형한 후 산소 분위기속에서 16시간정도 소경시킨다. 포리싱을 거쳐 SEM사진을 찍으면, 그림(2)와 같이 된다. 그림(3)은 시료의 파단면 SEM사진이다.

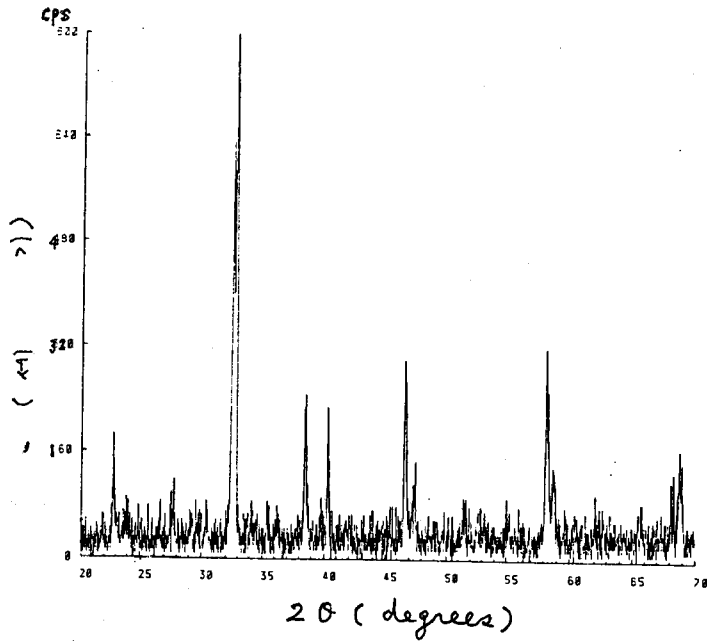


그림 (1) XRD 패턴



그림 (2) SEM 미세구조 (X3000)

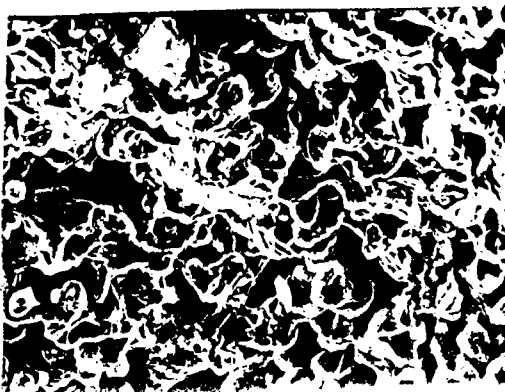


그림 (3) 파단면의 SEM 미세구조 (X1000)

(2) T_c 및 J_c 측정

T_c 와 J_c 는 4단자 법으로 측정하였다. 그림(4)와 (5)는 T_c 와 J_c 측정에 관한 그래프이다. T_c 는 92 K이고 J_c 는 $120.8 A/cm^2$ 이다.

(3) 자기 측정

자기측정은 액체질소온도에서 Vibrating sample magnetometer로 측정하였다. 그림(6)과 (7)은 M-H 곡선들이다. 최대 인가 자계가 각각 800 Oe.와 8 KOe.인 경우이다. Hc1은 60 Oe.정도이며, M-H 곡선은 '시료가 불완전 반자성을 나타내고 있음을 보여준다' 있다.

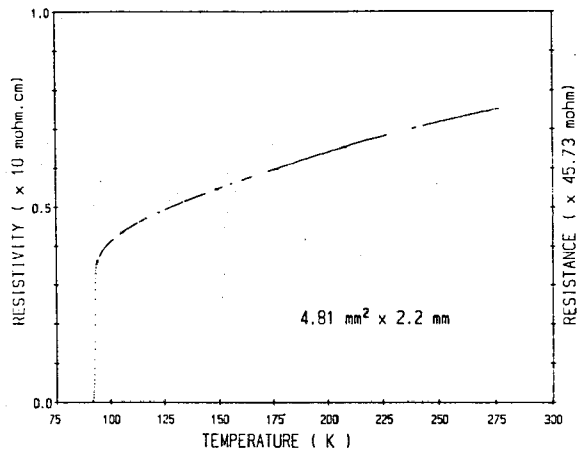


그림 (4) T_c 측정

3. 결 론

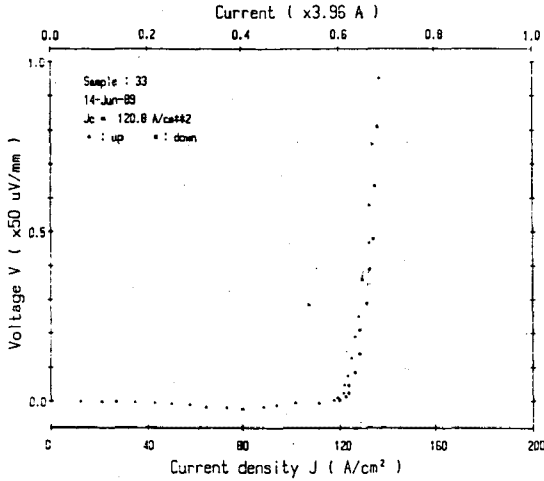


그림 (5) Jc 측정

△ Tc가 1.5K로 시료성분은 비교적 순수하다고 볼 수 있겠다. Jc가 120 A/cm² 정도로 높은 편은 아니다. 시료의 성분 분석 결과 염소성분이 너무나 적었다. 염소첨가에 의한 증분한 효과가 나타나지 않은 듯 하다. 앞으로 Jc를 높이기 위한 염화불소물의 최적 분방에 대한 연구와 염소 불소물이 Jc에 미치는 영향에 대한 메카니즘의 규명이 있어야 하겠다. M-H곡선의 분석 결과는 시료가 2종 초전체임을 보여주고 있다.

참고문헌

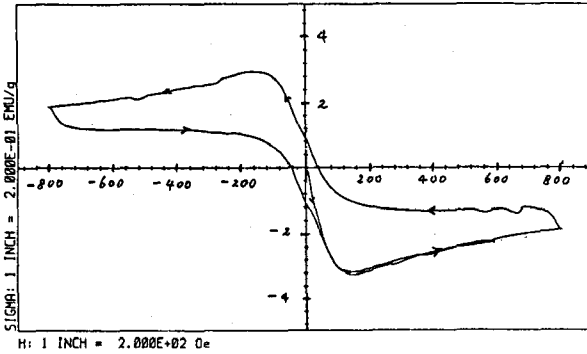


그림 (6) M-H 곡선

- (1) J, of Non-Crystalline Solids. 63(1984) 183-191.
- (2) Jap.J.of Appl.phy. Vol. 26. No.7. July(1987). L1159-L1160.
- (3) Advanced ceramic materials. Vol.2. No. 3B. Special Issue(1987) 337-342
- (4) Mat. Science and Eng. BL(1988): 29-36
- (5) Ceramic International, 4(1988) 229-237
- (6) J. Appl. phys. 63(8). 15. April (1988) 2725-2732.
- (7) Mat. Res. Bull. Vol. 23. (1988) 1273-1283.
- (8) Nippon. Serarmikkusu Kyokai-Gakujutsu-Ronbunshi. 96(4) (1988) 355-359.
- (9) Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 99(1988) 159-164
- (10) Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 121 (1988) 172-183.

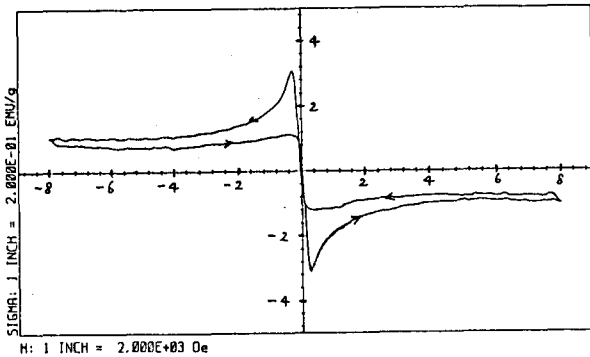


그림 (7) M-H 곡선