

REBa₂Cu₃O_{7-x}(RE=Nd, Gd, Dy)초전도체의 열처리에 따른 상변태 (Phase Transformation of REBa₂Cu₃O_{7-x} Superconductor (RE=Nd, Gd, Dy) during Heat-treatment)

오용택, 김명순, 성태현*, 한상철*, 한영희*, 정연호*, 신동찬
조선대학교, *한국전력연구원

1. 서론

회토류계 (RE-123)초전도체는 Y-123계와 같은 결정구조를 가지며 공기 중에서 넓은 상안정 영역과 낮은 산소분압에서 stoichiometry를 만족하는 초전도체를 얻기 쉽다. 그러나 낮은 산소분압에서 제조할 경우 성장계면에서 산소확산의 문제로 인한 큰 단결정 제조가 어렵다. 따라서 REBa₂Cu₃O_{7-x}(RE=Nd, Gd, Dy)계의 기초연구로서 연속냉각과정과 등온열처리 과정에 따른 상태도에 대한 검토가 필요하다. 산화물 특히 다성분계나 비정질계에 있어서는 화합물의 석출이나 준안정상에서 안정상으로 변태는 확산에 지배하기 때문에 조성이나 온도뿐만 아니라 냉각속도 및 시간에 의해서도 나타나는 상이 변화한다. 따라서 본 연구에서는 REBa₂Cu₃O_{7-x}(RE=Nd, Gd, Dy)계 냉각속도를 고려한 연속냉각에 따른 변태와 시간을 고려한 등온열처리에 다른 상태도에 대하여 검토하였다.

2. 실험방법

초전도 재료의 합성은 R₂O:BaO:CuO=1:2:3 (R=Nd, Gd, Dy)의 몰비가 되도록 정량한 후 혼합과 건조과정을 걸쳐 제조된 분말을 880°C에서 3회 하소하였다. 이 분말의 용융온도를 결정하기 위하여 열분석을 행하였다. DTA분석 결과 3개의 흡열피크가 관찰되었으며 900°C이하에서 관찰된 흡수피크 I은 Ba-Cu-O, R-Ba-Cu-O (R=Nd, Gd, Dy)의 고상반응에 의한 흡열피크이고 T>900°C 이상의 영역에서 관찰된 II 흡열피크는 R-123상의 생성과 BaCO₃중 잔존하고 있는 CO₂의 분해에 의한 피크이고 III 흡열피크는 R-123상의 용융에 의한 흡열피크이다. 따라서 R-123의 용융온도는 흡열피크 III이상의 온도에서 용융할 수 있을 것으로 생각된다. 열처리 조건으로서는 연속냉각법과 등온열처리법을 사용하여 초전도체를 제조하였다. 제조된 초전도체 시료는 X선회절, 광학현미경(OM)과 전자현미경(FE-SEM: S-4700) 및 EDX로 결정상의 상분석 및 미세조직관찰을 행하였다.

3. 결론 및 고찰

REBa₂Cu₃O_{7-x} (RE=Nd, Gd, Dy)계의 냉각속도와 등온열처리 과정에 대한 상변태를 고찰하여 상태도를 제안하고, RE-123, RE-211, BC (Ba₂Cu₃O₅) 및 CuO의 석출조건을 표시한다. 냉각속도의 변화에 따라 이상이 거의 없고, 균일한 RE-123결정 내에 RE-211의 균일한 분포를 갖는 초전도체 시료의 제조는 0.001°C/s의 냉각속도가 필요하다. 등온열처리 시간을 10⁵s 동안 열처리하였을 때 RE-123 (Nd, Gd, Dy)의 단일상의 영역은 1050°C, 1000°C, 950°C에서 각각 나타났으며, 그 이상의 온도에서는 RE-123상 내에 RE-211상이 존재하였으며, 용융온도에서 약 50°C이하에서부터 RE-123, RE-211, BC (Ba₂Cu₃O₅), CuO상이 존재하는 것이 확인되었다. 대기 중에서 RE-123계를 등온열처리에 의해서 제조된 시편의 대자율은 Nd<Gd<Dy 순으로 나타났다.