

Synthesis and characterization of $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$ polycrystalline samples

Huiwon Kim, Minsik Kong, Minjae Kim, Seohee Kim, and Jong Mok Ok*

Department of Physics, Pusan National University, Busan 46241, Korea

(Received 18 December 2023; revised or reviewed 28 December 2023; accepted 29 December 2023)

Abstract

Lee, Kim, et al. reported in July 2023 that a modified lead apatite material, $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$ ($0.9 < x < 1.1$), exhibited superconductivity at room temperature and atmospheric pressure [1, 2]. However, their X-ray diffraction data clearly showed the presence of impurity phases, including Cu_2S , raising uncertainty about the sample quality. Subsequent studies have been conducted; however, different samples exhibited various physical properties. To verify the recipe for the sample growth process, we synthesized samples following the methodology outlined in the reference [1, 2]. An analysis of the structure and physical properties of the synthesized sample reaffirms the critical importance of high-quality sample growth.

Keywords: room temperature superconductivity, LK-99, synthesis

1. INTRODUCTION

상온·상압 초전도체는 효율적인 전력 전송부터 미래의 교통 시스템까지 전력 시스템을 송두리째 뒤바꿀 수 있는 잠재력을 가지고 있다. 초전도 현상이 처음 발견된 이후 [3] 100여년간의 지속적인 연구가 진행되고 있으나, 상온·상압 초전도성은 여전히 과학계의 오래된 난제이자 꿈으로 남아있다. 최근 여러 연구에서 상온 근처의 고온 초전도성을 보일 수 있다는 후보물질들이 제안되었으나, 실제로 과학적 검증을 거쳐 인정받은 물질은 극히 제한적이다.

2023년 7월 22일에 한국 연구진들에 의해서 LK-99라고 불리는 $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6$ ($0.9 < x < 1.1$) (이하 PCPO)가 상온·상압 초전도성을 보인다는 논문이 arXiv¹에 게시되었다 [1, 2]. arXiv에 게시된 논문에서는 LK-99 시료에서 급격한 저항 변화를 동반하는 상전이를 발견하였다고 보고하였다. 더불어 상온에서 시료가 자석 위로 부양하는 현상을 관측하여 상온·상압에서 초전도의 가능성을 제시하였다. arXiv 원논문이 발표된 이후, 전세계적으로 다수의 연구팀이 LK-99의 상온·상압 초전도성을 재현하기 위해서 후속 연구들을 진행하였으나 대부분의 연구 결과에서 초전도성을 확인할 수 없었다 [4-13].

후속 연구를 통해 얻어진 시료들은 arXiv에 게시된 원논문에서 공개한 시료 제조방법을 따라 시료를 합성했음에도 불구하고, 반도체 [4-8] 혹은 부도체 [9-11] 특성을 보이는 반자성체임이 확인되었다. 이는 시료 제조 과정에서의 작은 차이가 큰 특성의 변화로 나타남을 의미하며, 원논문에서 보고된 400 K 근처의 상전이가 시료 합성과정에서 형성되는 불순물에서 기인한 것일 수 있다는 가능성을 시사한다. 미국 University of Illinois Urbana-Champaign의 Prashant K. Jain 교수는 LK-99의 약 400 K에서 급격한 저항 변화가 원

논문에서도 확인되었던 Cu_2S 불순물의 1차 구조 상전이(first-order structure transition) 온도인 108.4 °C (~380 K)의 저항 변화와 일치함을 주장하였다 [14]. 실제로 독일 막스 플랑크 연구소의 B. Keimer 교수팀은 Cu_2S 불순물이 없는 PCPO 단결정 시료를 합성하였으며, 부도체 특성을 보임을 실험적으로 확인하였다 [9].

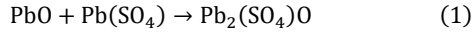
본 연구에서는 arXiv 원논문에서 보고된 시료 제조 방법을 이용하여 PCPO 시료를 합성하고, 400 K 근방에서의 급격한 저항 변화의 재현성을 확인하고자 하였다. 더 나아가 불순물이 포함되지 않은 순수한 PCPO 시료 합성 가능성을 확인하기 위한 연구를 수행하였다. 첫번째 실험에서는 원논문의 PCPO 제조 방법을 이용하여 시료를 합성하고, X선 회절 분석 및 전기저항 측정을 통해 제작된 시료의 구조 및 온도에 따른 저항 특성을 분석하였다. 시료에서 다양한 불순물이 관측되었으며, 시료의 저항변화 특성은 불순물 상에서 기인할 수 있는 가능성을 확인하였다. 또한, 합성과정에서 생성된 불순물은 전구체에 포함된 황에서 기인하는 것으로 이해되었다. 두번째 실험에서는 원논문의 시료 제조방법과 차별되는 다른 종류의 전구체를 활용하여 PCPO상을 합성하고자 하였다. 기존 합성방법에서 불순물 생성에 크게 기여하는 황을 사용하지 않는 방법을 시도하여 고순도의 PCPO상을 합성하고자 하였다. 하지만 사용된 전구체의 높은 화학적 안정성과 휘발성으로 인하여 화학반응이 진행되지 않았음을 실험적으로 확인하였다. 본 연구에서 수행한 두 가지 실험은 순도 높은 PCPO상을 얻기 위해서는 반응성을 높이면서 불순물 생성을 최소화할 수 있는 적절한 전구체를 사용하는 합성법 개발이 필요함을 시사한다.

2. EXPERIMENTAL

2.1. 원논문 제조법을 활용한 재현성 확인

* Corresponding author: okjongmok@pusan.ac.kr

본 실험에서는 원논문에서 소개된 시료 제조법을 재현하기 위하여 $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 및 Cu_3P 전구체를 합성하고, 합성된 전구체를 활용하여 최종적으로 PCPO 시료를 제조하고자 하였다. 두 종류의 전구체는 각각 식(1)과 식(2)에 기술된 반응을 이용하여 합성되었다.



$\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 전구체를 합성하기 위해서 PbO 와 $\text{Pb}(\text{SO}_4)$ 파우더를 물 비율에 맞춰 계량한 뒤 30분간 막사발을 이용하여 균일하게 섞었다. 이후 5 MPa의 압력을 5분간 가해 펠렛(pellet) 형태로 성형하였으며 알루미늄 도가니에 담은 이후 전기로에서 725 °C에서 24시간동안 소결하였다.

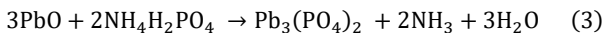


Cu_3P 의 전구체의 경우 구리가 산화될 우려가 있어 석영관에 10^{-3} torr의 진공으로 실링한 후 전기로에서 550 °C에서 48시간 동안 소결하였다.

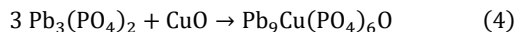
제작된 $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 와 Cu_3P 를 분쇄하여 5대 6 몰 비율로 섞은 다음 5 MPa의 압력을 5분간 가해 펠렛 형태로 성형한 이후 석영관에 10^{-3} torr의 진공으로 실링하였으며, 전기로에서 925 °C에서 12시간 동안 소결하였다. 제작된 펠렛 형태의 시료를 두 조각(S1 및 S2)으로 분리하여 120 K ~ 430 K 범위에서 전기적 특성을 조사한 후 분쇄하여 X선 회절 분석을 진행하였다. 이를 위해 부산대학교 신물질 양자현상 통합해석 연구지원센터의 X-선 회절장치(D8 DISCOVER, Miniflex), 저온 냉동기(TeslatronPT), 그리고 Microprobe Station(Nextron) 장비가 활용되었다.

2.2. 불순물 형성 억제를 위한 제조법 개발 노력

본 실험에서는 황으로 인한 불순물 형성을 억제하기 위하여 황이 포함되지 않은 전구체인 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 를 이용하여 고상 반응을 진행하였다. 본 실험에서 사용된 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 전구체는 식(3)의 반응으로 합성되었다 [15].



$\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 전구체 합성을 위해서 각 파우더를 물 비율에 맞춰 30분간 균일하게 섞었다. 이후 알루미늄 도가니에 담은 다음 300 °C에서 24시간동안 전기로에서 소결하였다. 이후 화학 양론적으로 최종 PCPO의 물질이 나올 수 있도록 식(4)와 같이 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 의 양을 3:1의 몰 비율에 맞춰 균일하게 섞었다. 이러한 화학반응을 이용할 수 있다면 화학 양론적으로 정확한 합성이 가능하여 불순물 형성을 억제할 수 있을 것으로 예상된다.



이후 준비된 파우더를 아래의 3가지 합성 조건에서 소결하였다.

1. 알루미늄 도가니, 600 °C, 10시간
2. 알루미늄 도가니, 800 °C, 10시간
3. 백금 도가니, 800 °C, 10시간

더불어, CuO 의 비율을 달리하여 합성을 진행하였다. 구리의 비율 제어는 시료의 특성 및 초전도성의 발현과 밀접하게 연관되어 있다고 이해되고 있어 매우 중요하다 [16-19]. 전구체인 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 의 비율을 납과 구리의 비가 9:1, 7:3, 5:5가 될 수 있도록 몰 비율을 맞춰서 30분간 막사발에서 섞었다. 이후 백금 도가니에 담은 다음

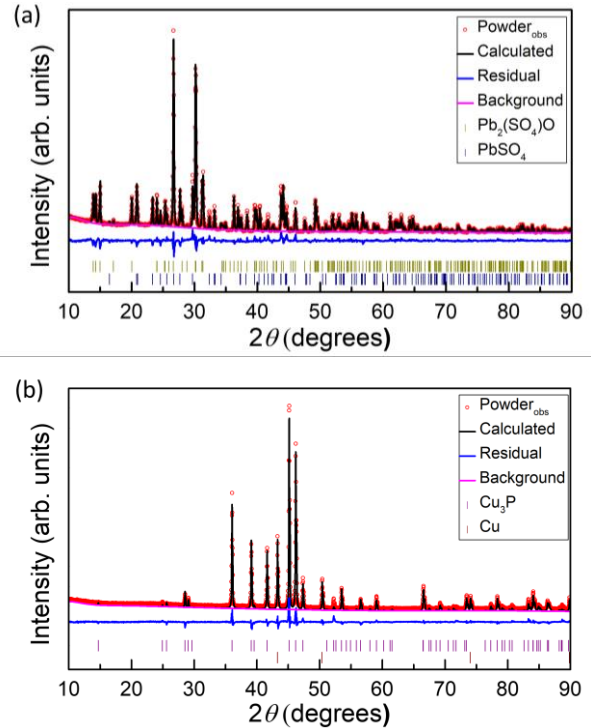


Fig. 1. (a) X-ray diffraction (XRD) pattern of $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ precursor. (b) XRD result of Cu_3P precursor.

800 °C에서 10시간 소결하였다. 이후 제작된 시료들을 분쇄하여 X선 회절 분석을 진행하였다.

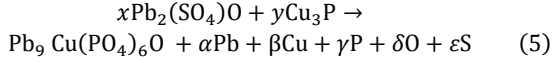
3. RESULT AND DISCUSSION

3.1. 원논문 제조법을 활용한 재현성 확인

Figure 1은 $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 및 Cu_3P 전구체의 X선 회절 분석 결과이다. $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 전구체는 성공적으로 잘 합성되었으나, 반응하지 않은 극소량의 PbSO_4 상도 확인되었다. Cu_3P 전구체 합성 결과에서는 Cu_3P 상 외에 반응되지 않은 구리가 포함되어 있음을 확인할 수 있었다. Cu_3P 전구체 합성에서 구리 불순물의 존재는 여러 후속 연구에서도 확인된 바 있다 [11, 12]. 본 결과는 원논문에서 제안한 전구체 제조 방법은 고품질 전구체 합성에 효율적이지 않다는 것을 의미한다.

Figure 2는 준비된 전구체를 반응시켜 최종적으로 합성된 PCPO 시료에 대한 X선 회절 분석 및 전기저항 실험 결과를 보여준다. X선 회절을 이용한 분석 결과, S1과 S2 시료 모두에서 PCPO상이 성공적으로 형성되었음을 확인하였다(Fig. 2(a)&(b)). 하지만 동시에 $\text{Pb}_4\text{P}_2\text{SO}_{12}$, Cu_2S , $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$, PbO 와 같은 여러 종류의 불순물 상이 형성됨을 확인하였다. 또한, S1과 S2가 같은 펠렛에서 얻어졌음에도 불구하고 시료별로 관측되는 불순물의 종류 및 비율이 다르다. 이러한 불순물 형성은 원문을 비롯한 여러 후속 연구에서도 보고되고 있다 [10, 13]. 본 결과는 원논문에서 제안된 방법이 고품질 PCPO 합성에 효과적이지 않음을 의미하여, PCPO 시료의 고유 물질성에 대한 이해를 위해서는 효과적인 합성법 개발의 필요성을 시사한다.

관측된 불순물 형성은 PCPO상 형성에 필요한 각 원소들의 비율이 $Pb_2(SO_4)O$ 와 Cu_3P 전구체를 통해 정확히 제공될 수 없음에 기인한다. PCPO상 합성 반응을 식(5)와 같이 쓸 수 있다.



하지만 표1에서 정리된 것과 같이 두 전구체의 비율을 조절하더라도 화학 양론적으로 정확한 화학반응을 유도하기 힘들다. 특히, $Pb_2(SO_4)O$ 전구체의 황과 Cu_3P 의 구리는 PCPO상 형성 관여하는 비율이 낮아 많은 양이 불순물로 존재할 가능성이 있다.

Rietveld refinement를 통해 격자상수를 계산한 결과 S1의 경우 $a = 9.834 \text{ \AA}$, $b = 9.834 \text{ \AA}$, $c = 7.3705 \text{ \AA}$ 로 추정할 수 있었다. S2의 경우 격자상수가 각각 $a = 9.820 \text{ \AA}$, $b = 9.820 \text{ \AA}$, $c = 7.356 \text{ \AA}$ 로 추정할 수 있었다. 이러한 결과는 구리가 도핑되지 않은 모체화합물(parent compound)인 $Pb_{10}(PO_4)_6O$ 와 비교하여 각각 1.37%, 1.91%의 미세한 부피 감소가 나타났음을 의미한다. arXiv 원논문에서 보고된 PCPO 시료의 경우 0.48%의 부피감소가 있었으며, 이러한 부피 감소는 납 이온 자리에 구리 이온이 치환될 때 나타나는 것으로 이해되었다[1, 2]. 본 연구에서 확보된 시료는 원논문에서 언급된 부피 감소보다 3~4배가량 더 큰 폭으로 줄어듦을 확인할 수 있으며, 이는 구리 도핑을 미세하게 조절하는 것이 현재로서는 어려움을 의미한다.

온도에 따른 저항의 변화를 관측한 결과, S1과 S2 두 시료 모두에서 160 K 및 360–380 K 근처에서 유의미한 저항 변화를 관측하였다(Fig. 2(c)&(d)). 하지만 관측된 저항 변화가 초전도체에서 기대되는 형태가 아니다. S1과 S2에서 공통적으로 $Pb_4P_2SO_{12}$, $Pb_3(PO_4)_2$, 그리고 Cu_2S 불순물 상이 관측되므로 이 물질들에 의해 급격한 저항 변화가 관측됨을 예측할 수 있다. 360–380 K 사이의 저항 변화는 선행 연구에서 언급한 1차 구조 상전이 온도인 108.4°C (~380 K) [4–12]와 근접하여, 이는 360~380 K 사이의 저항 변화의 경우 Cu_2S 의 불순물에서 비롯되었다고 해석할 수 있다. 160 K의 저항 변화의 원인을 특정하기 위해서는 저온에서의 구조분석과 같은 추가적인 연구가 필요할 것으로 판단된다.

요약하면, 원논문에서 제시한 시료 합성 방법은 불순물 형성을 초래하여 고순도의 PCPO시료를 효과적으로 확보하기 어렵다. 본 연구에서 합성된 시료 역시 다양한 불순물을 함유하고 있어, 관측된 저항의 특이적인 변화 양상을 정확하게

TABLE 1

FORMATION OF IMPURITIES WITH DIFFERENT RATIOS BETWEEN PRECURSORS.

전구체 비율 $xPb_2(SO_4)O + yCu_3P$		합성 결과물에서 예상되는 원소 비율 $Pb_9 Cu(PO_4)_6O + \alpha Pb + \beta Cu + \gamma P + \delta O + \varepsilon S$				
x	Y	α	β	γ	δ	ε
5	6	1	17	0	0	5
5	7	1	20	1	0	5
6	6	3	17	0	5	6
7	6	5	17	0	10	7

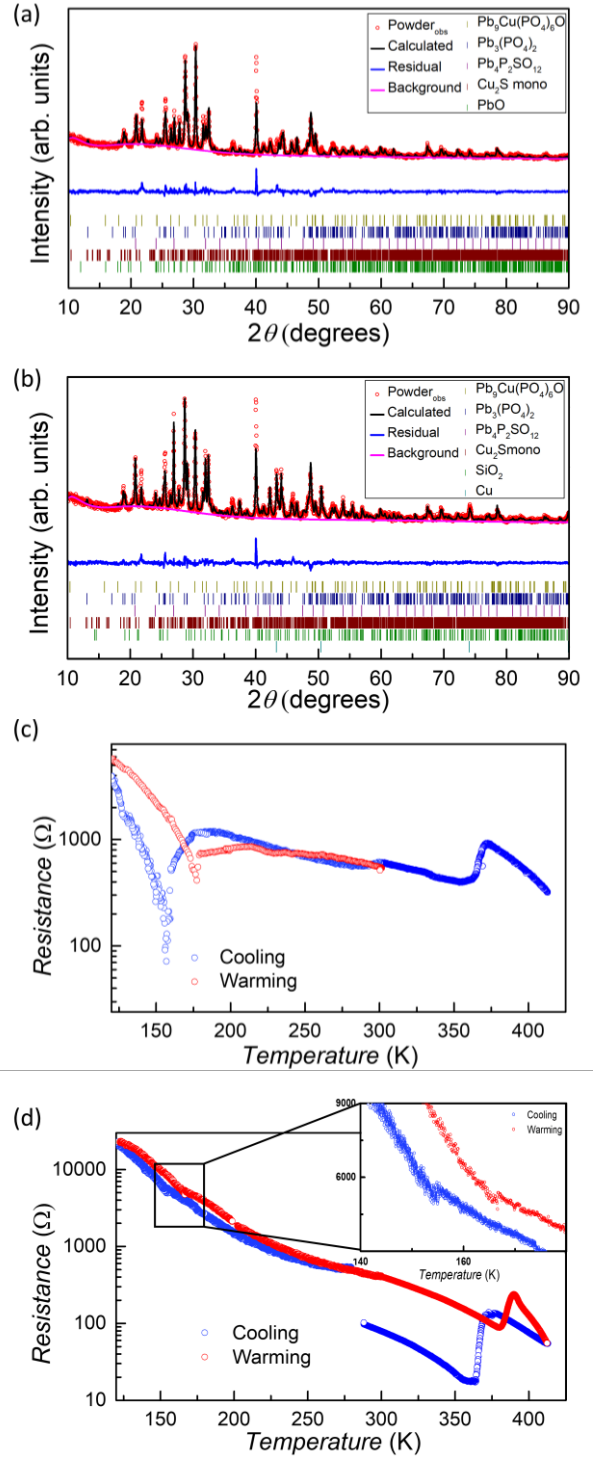


Fig. 2. (a) XRD pattern of S1 sample (b) XRD pattern of S2 sample (c-d) Temperature dependence of electrical resistance of S1 sample (c) and S2 sample (d).

이해하기 어렵다. 특히, 160 K에서의 저항 변화의 원인을 명확히 파악하기 위해선 기존의 합성 방법이 아닌 새로운 합성 방법의 개발이 필요하다. 또한 격자상수와 부피 감소의 결과는 구리 이온의 치환에 의한 것으로 해석되며, 이는 PCPO의 물리적 특성에 연관이 있으리라 여겨진다. 더 나아가 구리 이온의 치환 양을 조절할 수 있다면 시료의 물성에 대한 좀 더 정확한 이해를 얻을 수 있을 것으로 기대한다.

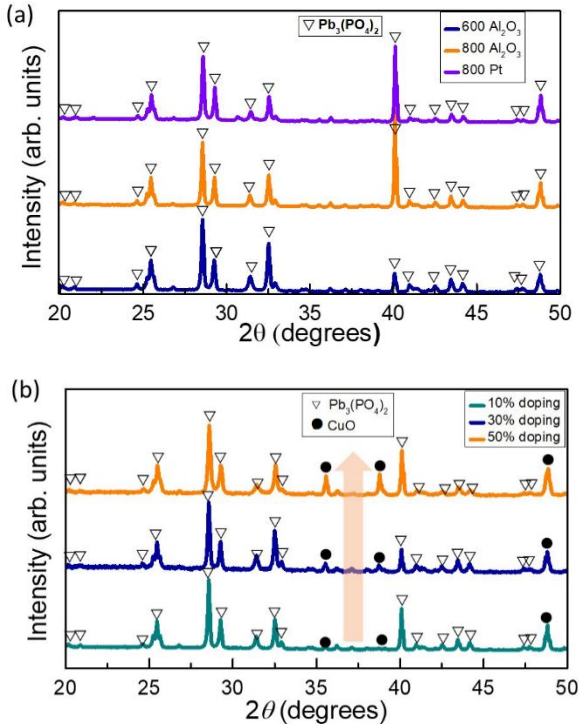


Fig. 3. (a) XRD patterns of samples synthesized under various conditions using $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ and CuO precursors. (b) XRD patterns of samples with excess CuO .

3.2. 불순물 형성 억제를 위한 제조법 개발 노력

본 실험에서는 불순물 형성 억제를 위하여 정확한 반응을 이끌어 낼 수 있는 전구체를 활용하여 합성을 시도하였다. $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 전구체를 활용하면 식(4)와 같이 화학양론적으로 정확한 반응을 유도할 수 있을 것으로 기대된다. $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 전구체의 양을 3:1의 몰 비율에 맞춰 균일하게 섞은 후 합성 환경(도가니 종류, 합성온도)을 변화시키면서 합성을 진행하였다. Fig. 3. 는 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 전구체를 이용하여 합성한 시료들의 X선 회절 분석 결과이다. X선 회절분석 결과, 합성된 시료에서는 전구체인 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 만이 검출되었다. 이 결과는 합성이 효과적으로 이뤄지지 않았음을 의미한다. 특히, CuO 전구체가 X선 회절 실험에서 검출되지 않았으며, 이는 고온에서 강한 휘발성을 가지는 CuO 의 특성과 밀접한 관련이 있다고 판단된다 [20]. 따라서, CuO 의 휘발성을 고려하여 CuO 의 양을 증가시켜 합성을 진행하였다 (Fig. 3(b)). CuO 의 양을 증가시킬수록 CuO 가 검출되기 시작하였으나, 여전히 두 전구체가 반응하지 않고 남아있는 것으로 확인되었다. 두 전구체의 반응성을 높이기 위해서는 1000 °C 이상의 고온 환경이 필요할 것으로 판단되어 추가적인 실험을 수행하였으나, CuO 의 휘발성 역시 강해져 물질 합성이 효과적으로 이뤄지지 않았다. 이러한 문제를 효과적으로 해결하기 위해서는 내압 도가니를 활용한 고압 환경에서의 합성이 필요할 것이라 판단된다.

$\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 의 반응이 효과적으로 일어나지 않은 이유를 설명하기 위해서는 CuO 의 고온에서 강한 휘발성 외에도 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 전구체 물질의 화학적 안정성이 고려되어야 한다. The Open Quantum Material Database(OQMD)에 따르면 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 와 CuO 의 형성에너지(formation energy)는

각각 -2.182 eV/atom과 -0.832 eV/atom으로 예측된다 [21]. 합성하고자 PCPO의 모체화합물인 $\text{Pb}_{10}(\text{PO}_4)_6$ 의 형성에너지가 -2.158 eV/atom [21]임을 고려하면 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 전구체는 안정적인 물질로 PCPO상형성을 유도할 수 있는 효과적인 전구체가 아니라는 것을 의미한다. 이는 본 연구에서 $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 전구체가 반응하지 않고 남아있는 결과를 잘 설명한다. 반면, arXiv 원논문에서 사용한 $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ 및 Cu_3P 전구체의 형성에너지는 각각 -1.695 eV/atom와 -0.125 eV/atom으로 PCPO 상 형성에 효과적인 것으로 판단된다. 하지만, 화학 양론적으로 정확한 합성 반응을 기대할 수 없어, 앞선 실험과 여러 후속 연구결과에서 관측된 것과 여러 불순물 형성을 제어하기 어렵다. 이러한 결과는 반응성을 높이면서 동시에 화학 양론적으로 정확한 반응을 이끌 수 있는 적절한 전구체 개발이 필요함을 시사한다.

4. SUMMARY

본 연구에서는 PCPO 물질에서 보고된 초전도성을 실험적으로 확인하기 위하여 arXiv 원논문에서 보고된 시료 제조 방법을 이용하여 PCPO 시료를 합성하였다. X선 회절 분석을 통해 PCPO상이 성공적으로 합성됨을 확인하였으나, 많은 불순물상이 함께 형성되는 것 역시 관측하였다. 전기저항 측정을 통해 360~380 K 및 ~160 K 온도 근처에서 저항 변화를 관측하였으며, 이는 합성과정에서 형성된 불순물 상과 밀접한 관련이 있는 것으로 추측된다. 이러한 실험 결과는 고순도의 PCPO 시료 제조의 필요성을 시사하고 있어, 화학양론적으로 정확한 화학 반응을 통해 불순물 형성을 최소화할 수 있는 전구체를 활용한 합성을 추가적으로 진행하였다. 하지만 활용된 전구체의 높은 안정성과 고온에서의 강한 휘발성으로 인하여 PCPO상 합성이 효과적으로 이뤄지지 않았다. PCPO상의 물성을 정확히 측정하고 이해하기 위해서는 고순도의 PCPO시료 제작이 필요하며, 이를 위해서는 반응성을 높이면서 불순물 생성을 최소화할 수 있는 적절한 전구체 개발이 필요할 것으로 판단된다.

ACKNOWLEDGMENT

This research was supported by BrainLink program funded by the Ministry of Science and ICT through the National Research Foundation of Korea(2022H1D3A3A01077468) and Korea Basic Science Institute (National research Facilities and Equipment Center) grant funded by the Ministry of Education(2021R1A6C101A429).

REFERENCES

- [1] S. Lee, J. H. Kim, and Y. W. Kwon, "The First Room-Temperature Ambient-Pressure Superconductor," arXiv:2307.12008.
- [2] S. Lee, J. Kim, H. T. Kim, S. Im, S. An, and K. H. Auh, "Superconductor $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$ showing levitation at room temperature and atmospheric pressure and mechanism," arXiv:2307.12037.
- [3] H. K. Onnes, "Further experiments with liquid helium. C. On the change of electric resistance of pure metals at very low temperatures

- etc. IV. The resistance of pure mercury at helium temperatures” in *Through Measurement to Knowledge: The Selected Papers of Heike Kamerlingh Onnes 1853–1926*, K. Gavroglu and Y. Goudaroulis, Dordrecht: Springer Netherlands, 1991, pp. 261-263
- [4] Z. Lei, C. W. Lin, I. N. Chen, C. T. Chou, and L. M. Wang, “The characteristics of LK-99 by Cu_2S removal using ammonia solution: A diamagnetic semiconductor,” arXiv:2309.17445.
- [5] K. Guo, Y. Li, and S. Jia, “Ferromagnetic half levitation of LK-99-like synthetic samples,” *SCI CHINA PHYS MECH*, vol. 66, pp. 107411, 2023.
- [6] H. Wu, L. Yang, J. Yu, G. Zhang, B. Xiao, and H. Chang, “Observation of abnormal resistance-temperature behavior along with diamagnetic transition in $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$ -based composite,” arXiv:2308.05001.
- [7] S. Zhu, W. Wu, Z. Li, and J. Luo, “First-order transition in LK-99 containing Cu_2S ,” *Matter*, vol. 6, pp. 4401-4407, 2023
- [8] I. Timokhin, C. Chen, Q. Yang, and A. Mishchenko, “Synthesis and characterisation of LK-99,” arXiv:2308.03823.
- [9] P. Puphal, M. Y. P. Akbar, M. Hepting, E. Goering, M. Isobe, A. A. Nugroho, and B. Keimer, “Single crystal synthesis, structure, and magnetism of $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$,” *APL Mater.*, vol. 11, pp. 101128, 2023.
- [10] P. Wang, X. Liu, J. Ge, C. Ji, H. Ji, Y. Liu, Y. Ai, G. Ma, S. Qi, and J. Wang, “Ferromagnetic and insulating behavior in both half magnetic levitation and non-levitation LK-99 like samples,” *Quantum Front*, vol. 2, pp. 1-7, 2023.
- [11] H. Singh, A. Gautam, M. Singh, P. Saha, P. Kumar, P. Das, M. Lamba, K. Yadav, P. K. Mishra, S. Patnaik, and A. Ganguli, “On the experimental evidence for possible superconductivity in LK99,” arXiv:2308.06589.
- [12] K. Kumar, N. K. Karn, and V. P. S. Awana, “Synthesis of possible room temperature superconductor LK-99: $\text{Pb}_9\text{Cu}(\text{PO}_4)_6\text{O}$,” *Supercond Sci Technol*, vol. 36, pp. 10LT02, 2023.
- [13] Q. Hou, W. Wei, X. Zhou, Y. Sun, and Z. Shi, “Observation of zero resistance above 100 K in $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$,” arXiv:2308.01192.
- [14] P. K. Jain, “Superionic Phase Transition of Copper (I) Sulfide and Its Implication for Purported Superconductivity of LK-99,” *J. Phys. Chem. C*, vol. 127, pp. 18253-18255, 2023.
- [15] L. H. Brixner, P. E. Bierstedt, W. F. Jaep, and J. R. Barkley, “ α - $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ — A pure ferroelastic,” *Mater. Res. Bull.*, vol. 8, pp. 497-503, 1973.
- [16] J. Lai, J. Li, P. Liu, Y. Sun, and X. Q. Chen, “First-principles study on the electronic structure of $\text{Pb}_{10-x}\text{Cu}_x(\text{PO}_4)_6\text{O}$ ($x = 0, 1$),” *J Mater Sci Technol*, vol. 171, pp. 66-70, 2024.
- [17] S. Yang, G. Liu, and Y. Zhong, “Ab initio investigations on the electronic properties and stability of Cu-substituted lead apatite (LK-99) family with different doping concentrations ($x = 0, 1, 2$),” *Mater. Today Commun.*, vol. 37, pp. 107379, 2023.
- [18] R. Kurlito, S. Lany, D. Pashov, S. Acharya, M. van Schilfgaarde, and D. S. Dessau, “Pb-apatite framework as a generator of novel flat-band CuO based physics, including possible room temperature superconductivity,” arXiv:2308.00698.
- [19] O. Tavakol and T. Scaffidi, “Minimal model for the flat bands in copper-substituted lead phosphate apatite,” arXiv:2308.01315.
- [20] J. Zhao, H. Zhao, and Z. Zhu, “Influence of sintering conditions and CuO loss on dielectric properties of $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramics,” *Mater. Res. Bull.*, vol. 113, pp. 97-101, 2019.
- [21] The Open Quantum Materials Database, <https://oqmd.org/materials/> (accessed: December 2023)