고상반응법으로 합성한 분말로부터 $\text{Gd}_{1.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ 벌크 초전도체의 제조

김용주*** · 박승연**** · 유병윤* · 박순동* · 김찬중*†

*한국원자력연구원 중성자과학연구부, **충남대학교 전기공학과, ***성균관대학교 신소재공학부

Fabrication of $\text{Gd}_{1.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ Bulk Superconductors from the Powder Synthesized by a Solid-State Reaction Method

Yong Ju Kim***, Seung Yeon Park****, Byung Youn You*,
Soon-Dong Park* and Chan-Joong Kim*†

*Neutron Science Division, Korea Atomic Energy Research Institute, Daejeon 305-353, Korea

**Department of Electrical Engineering, Chungnam University, Daejeon 305-764, Korea

***Schools of Advanced Materials Science and Engineering, Sungkyunkwan University, Suwon 440-746, Korea

(2013년 5월 3일 접수: 2013년 6월 5일 최종수정: 2013년 6월 5일 채택)

Abstract $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ (Gd123) powders were synthesized by the solid-state reaction method using Gd_2O_3 (99.9% purity), BaCO_3 (99.75%) and CuO (99.9%) powders. The synthesized Gd123 powder and the Gd123 powder with Gd_2O_3 addition ($\text{Gd}_{1.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ (Gd1.5)) were used as raw powders for the fabrication of Gd123 bulk superconductors. The Gd123 and Gd1.5 bulk superconductors were fabricated by sintering or a top-seeded melt growth (TSMG) process. The superconducting transition temperature ($T_{c,\text{onset}}$) of the sintered Gd123 was 93 K and the transition width was as large as 20 K. The $T_{c,\text{onset}}$ of the TSMG processed Gd123 was 82 K and the transition width was also as large as 12 K. The critical current density (J_c) at 77 K and 0 T of the sintered Gd123 and TSMG processed Gd123 were as low as a few hundreds A/cm^2 . The addition of 0.25 mole Gd_2O_3 and 1 wt.% CeO_2 to Gd123 enhanced the T_c , J_c and magnetic flux density (H) of the TSMG processed Gd123 sample owing to the formation of the superconducting phase with high flux pinning capability. The T_c of the TSMG processed Gd1.5 was 92 K and the transition width was 1 K. The J_{cs} at 77 K (0 T and 2 T) were $3.2 \times 10^4 \text{ A}/\text{cm}^2$ and $2.5 \times 10^4 \text{ A}/\text{cm}^2$, respectively. The H at 77 K of the TSMG-processed Gd1.5 was 1.96 kG, which is 54% of the applied magnetic field (3.45 kG).

Key words Gd123 , powder synthesis, top seeding, Gd_2O_3 addition, superconducting properties.

1. 서 론

희토류계 고온 산화물 초전도체는 초전도 온도가 액체 질소 온도(77 K)보다 높기 때문에¹⁾ 냉매로 고가의 액체 헬륨을 사용하지 않아도 된다. 산화물 초전도체는 저장 제로를 이용하는 고효율 전력응용, 영구자석과 초전도체 간의 마이스너 반발력을 이용한 플라이휠 무접점 베어링, 자기부상 운송과 같은 자기부상 응용, 초전도체 내부에 자력을 포획시켜 영구자석으로 만들어 사용하는 초전도 벌크자석과 자기분리기 등에 활용된다.²⁻⁴⁾

희토류 산화물 초전도체 중에 가장 널리 사용되는 물질은 이트륨을 원료로 사용하는 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ 이다.¹⁾ 이트륨 산화물 초전도체는 초전도 온도가 91 K이고, 전류밀도가 높고, 합성이 쉽다. 산화물 초전도체를 구성하는 원소 중에 이트륨과 같은 희토류 원소는 초전도 전류 흐름에 직접적으로 관여하지 않는다. 구리와 산소 결합에서 초전도 전류가 흐르고 희토류는 결정구조를 만들어 주는 역할을 한다. 따라서 희토류 원소인 이트륨을 네오디뮴(Nd)이나 사마륨(Sm), 가돌리늄(Gd)과 같은 다른 희토류 원소로 대체할 수 있다.⁵⁾ 특히 가돌리늄계 초전도체

†Corresponding author

E-Mail : cjkim2@kaeri.re.kr (C. -J. Kim, KAERI)

© Materials Research Society of Korea, All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

는 초전도 온도(93 K)가 이트륨계 초전도체 보다 높고, 자기장에 대한 플럭스 피닝(Flux pinning) 특성이 탁월하기 때문에 고자장에서의 응용에 유리하다.⁶⁾

초전도체는 전자가 쌍을 이루어 움직이는 간섭길이(Coherency length; 전자들이 쿠퍼(Cooper)쌍을 이룰 수 있는 길이)가 길어야 전류를 많이 운송할 수 있는데, 불행하게도 고온 산화물 초전도체는 이 거리가 짧다.⁷⁾ 또한 산화물 초전도체는 결정입계들이 약하게 결합하고 있어 결정입계에 비초전도 계재물들이 위치하면 전류가 잘 흐르지 않는다.⁸⁾

고온 산화물 벌크 초전도체는 분말을 원료로 사용하여 고상소결이나 용융 열처리 공정으로 제조된다. 분말을 가압 성형하여 일정 온도에서 열처리하는 소결공정으로 제조된 초전도체는 판상입자들이 무질서하게 성장한 미세구조를 가진다.^{9,10)} 고온 산화물 초전도체의 임계전류밀도를 높이려면 결정입계를 없애거나 결정들을 일방향으로 배열시켜 주어야 한다. 이를 위해 초전도 분말을 부분적으로 녹여서 서서히 냉각시키거나, 열처리 전이나 중간에 초전도 분말 성형체위에 종자를 올려 놓고 열처리하는 공정들이 개발되었다.^{11,12)} 자기장하에서의 전류밀도를 높이려면 초전도 결정내부에 나노 크기의 결합이나 계재물을 인위적으로 주입시켜 주어야 하며, 이는 원료 분말의 조성을 제어하거나 초전도체 내부에 미세한 비초전도 물질을 첨가함으로써 해결할 수 있다.^{13,14)}

본 연구에서는 원료조성에 대한 초전도 특성을 알고자 고상반응법으로 $GdBa_2Cu_3O_{7-y}$ (Gd123) 초전도 분말을 제조하였다. 제조된 Gd123분말을 원료로 사용하여 소결법과 종자결정성장법(Top-seeded melt growth process, TSMG)으로 다결정 또는 일방향 성장형 초전도 벌크시편을 제작하였다. 두 공정으로 제조한 시편에 대해 미세조직, 초전도 온도, 전류밀도와 자기 포획자력을 측정하였다. 또한 초전도체의 플럭스 피닝 특성을 높이고자 Gd123분말에 Gd_2O_3 을 첨가하여 초전도 벌크체를 만들어 초전도 특성에 미치는 첨가물의 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

Gd123 분말을 제조하고자 원료분말로 Gd_2O_3 (99.9 % 순도)와 $BaCO_3$ (99.75 % 순도), CuO 분말(99.9 % 순도)을 사용하였다. 화학조성이 양이온 비로 Gd:Ba:Cu = 1:2:3 이 되도록 1/2 몰의 Gd_2O_3 , 2몰의 $BaCO_3$ 과 3 몰의 CuO 분말을 칭량한 다음, 건식 혼합기를 사용하여 1 시간 동안 혼합하였다. 혼합한 분말을 알루미늄(Al_2O_3) 도가니에 넣어 박스형 열처리로의 중앙에 위치시킨 후, 공기 중 $880^\circ C - 930^\circ C$ 에서 하소하였다. 고온에서는 상 생성이 쉽지만 조성 불균일에 의해 시료의 일부에서 원치 않는

액상생성과 이로 인한 과도한 입자성장의 가능성이 있기 때문에 낮은 온도에서부터 온도를 단계적으로 올리면서 하소를 실시하였다. 단일상의 Gd123가 합성될 때까지 4 차례 분쇄와 하소를 반복하였으며, 각 하소 단계에서 생성된 상을 확인하고자 분말을 채취하여 X-선 회절검사를 실시하였다. 초전도 벌크체의 제조에는 두 종류의 분말을 사용하였는데, 하나는 하소공정으로 합성된 Gd123 분말이고, 다른 하나는 종자결정성장 Gd123 시편내부에 Gd_2BaCuO_5 (Gd211) 입자들이 생성되도록 Gd123 (1 몰) 분말에 Gd_2O_3 (0.25 몰)를 첨가한 분말이었다. 후자의 경우 Gd211 입자를 미세화하고자 Gd211 성장 억제물질인 CeO_2 ¹⁵⁾를 1 wt.% 첨가하였다. Gd_2O_3 이 첨가된 분말의 최종 조성은($GdBa_2Cu_3O_{7-y} + 0.25 Gd_2O_3$ ($Gd_{1.5}Ba_2Cu_3O_{7-y}$, 이하 Gd1.5))이다.

Gd123이나 Gd1.5 분말을 직경 20 mm 또는 30 mm 실린더형 몰드에 넣고 일축 가압법으로 압력을 가하여 성형체를 만들었다. 일축 가압한 성형체의 밀도를 높이고자 성형체를 비닐로 코팅한 다음, 수조에서 냉간 정수압으로 가압하였다. 고상소결을 위해 성형체를 알루미늄판 위에 올려 놓고, 공기 중에서 $200^\circ C/h$ 속도로 $900^\circ C - 950^\circ C$ 까지 가열한 후 10 시간 유지한 후 냉각하였다. 일방향 성장된 초전도 벌크시편을 제조하고자 Gd123와 결정구조는 동일하고 용융점이 높은 Nd123 단결정 종자를 성형체의 상부면 중앙에 올려 놓고 열처리하였다. 종자를 올린 Gd123나 Gd1.5 성형체를 박스로의 중앙에 위치시킨 후, 공기 중에서 Fig. 1의 열처리 조건에 따라서 초전도상이 부분 용융되는 온도로 올린 다음, 다시 포정반응온도 이하로 서서히 냉각시켜 종자 위치에서 초전도 결정이 성장하도록 하였다. 열처리가 종료된 다음, 초전도 상인 사방정 구조로의 상전이¹⁶⁾를 위해 제조된 시편들을 관상로에 넣어 산소를 흘려 주면서 $400^\circ C - 500^\circ C$ 온도에서 50-200시간 유지하였다.

시편의 초전도 온도(T_c)와 임계전류밀도(J_c)를 알고자 SQUID magnetometer를 사용하여 온도에 따른 자화율과 77 K에서의 인가자장에 대한 자화율을 측정하였다. T_c 는 자화율이 마이너스가 되는 온도를 기준으로 하였고, J_c

Fig. 1. Heating profiles for a top-seeded melt growth process.

는 인가자장 5 T까지 측정된 M - H 곡선에 대해 Bean 모델¹⁷⁾을 적용하여 구하였다. 초전도체의 자기부상력과 포획자력은 자력냉각법이나 무자력냉각법으로 77 K까지 냉각시킨 시편에 대해 Nd-B-Fe영구자석(직경 30 mm, 표면 자력 3.45 kG)을 사용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2는 하소 온도에 대한 X-선 회절패턴이다. 각 하소온도에 대한 Gd123 상의 생성은 $2\theta = 32^\circ$ 부근에서 관찰되는 Gd123 상의 주 회절선의 증가와 24° 부근에서 관찰되는 BaCO_3 회절상 회절강도의 감소로 알 수 있다. 하소 온도를 880°C 에서 930°C 까지 단계적으로 올릴 경우 Gd123 상 생성이 촉진됨을 알 수 있다. 4-5 차례의 하소와 분쇄 과정 후에 단상의 Gd123 분말을 얻을 수 있었다.

Fig. 3은 (a) 합성한 Gd123 분말을 원료로 사용하여 만든 성형체를 950°C 에서 10 시간 소결한 시편, (b) 같은 원료를 사용하여 TSMG 공정으로 제조한 Gd123과 (c) 합성한 원료에 Gd_2O_3 를 첨가하여 TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5의 사진이다. Fig. 3(a)에서 보는 바와 같이 시편 (a)는 소결 열처리에 의한 치밀화로 인해 성형체의 직경이 소결 전 20 mm에서 소결 후에 18.4 mm로 줄었다. 시편 (b)는 시편 상부 중앙부 종자가 위치한 지역이 움푹 꺼져 있으며 하부직경(19 mm)이 상부직경(18 mm)보다 상대적으로 크다. 이는 (b) 시편의 경우 부분 용융상태에서 시편의 구조를 이루는 고상 Gd211 입자의 파괴분율이 작아서 시편의 부분 용융 시 중력에 의해 액상이 하부로 많이 이동했기 때문이다. 반면, 시편 (c)는 Gd_2O_3 첨가에 의해 상대적으로 많은 Gd211 고상 입자들이 생성되어 성형체의 골격(Skeleton)이 견고해졌기 때

Fig. 2. XRD patterns for the powders synthesized using a powder reaction method at various temperatures.

Fig. 3. Photos of (a) sintered Gd123, and TSMG processed (b) Gd123 and (c) Gd1.5 using Nd123 seeds.

문에 상부직경과 하부직경간의 차이가 적다(평균 17.4 mm, 편차 5 %). TSMG 공정으로 제조한 Gd123에서는 결정이 자라지 않은 경우가 종종 있었으며, 결정이 성장하더라도 시편의 일부에 한정된 경우가 많았다(Fig. 3(d) 참조). 이는 초전도 결정의 핵 생성/성장에 필요한 물질(Gd) 함량이 적어 핵 생성이 원활하지 않았기 때문이다. 반면에, 시편 (c)에서는 Nd123 종자에서 수 mm 크기의 결정과 다른 위치에서 성장한 결정들이 시편 전 영역에서 관찰된다(Fig. 3(c)).

TSMG 공정 시 Gd123과 Gd1.5 조성의 시편에서 일어나는 상의 분해와 결정성장반응은 식 (1)과 식 (2)로 설명이 가능하다.

여기에서 s , l , g , c 와 p 는 각각 고체, 액체, 기체, 결정과 입자를 의미한다. 고상소결의 과정은 원료분말인 Gd123 상의 상변화나 상분해를 포함하지 않고 단지 치밀화만 일어난다. 반면에 TSMG 공정에는 식 (1)에서와 같이 원료분말인 Gd123 상의 액상과 고상인 Gd211으로

Fig. 4. Optical polarized micrographs of (a) sintered Gd123, and TSMG processed (b) Gd123 and (c) Gd1.5. “P”, “C”, “Liq.” denote a pore, crack and liquid phase, respectively. The crystallographic orientations (c-axis and a/b axis) of samples (a) and (b) were marked by arrows.

의 분해와 냉각과정 중 Gd123 결정성장을 포함한다. Gd_2O_3 가 첨가된 경우는 식 (2)과 같이 Gd123 상이 Gd211과 액상으로 분해될 때 Gd_2O_3 와 액상이 반응해서 Gd211 입자들을 생성하기 때문에 Gd123 조성보다 상대적으로 많은 Gd211 입자를 포함하게 된다.

Fig. 4는 (a) 소결체 Gd123, TSMG 공정으로 제조한

Fig. 5. Magnetic moment-temperature curves of the sintered Gd123, TSMG processed Gd123 and Gd1.5.

(b) Gd123와 (c) Gd1.5 시편의 단면 미세조직 사진이다. 소결시편의 조직에서는 불규칙하게 성장한 판상의 초전도 결정들과 기공들, 상전이 응력에 의해 생성된 균열이 관찰된다. 초전도 결정은 크기가 수 십 μm 크기이며 결정방위 중의 c 축이 얇은 형태로 다른 희토류 산화물 초전도체의 미세조직^{9,10}과 유사하다. TSMG 공정으로 제조한 Gd123 결정 내부에는 미처 분해되지 못한 채 결정내부에 포획된 수십 μm 크기의 Gd211 입자들과 고온에서 미반응한 액상($Ba_3Cu_5O_8$)이 냉각 시에 고상으로 분해된 상들(주로 CuO와 $BaCuO_2$)이 관찰된다(Fig. 4(b)). 또한 Gd123의 기지에 산소분위기에서 열처리 시에 발생하는 정방정-사방정 상전이 응력에 의한 쌍정들(Twins)이 관찰된다. 이 쌍정들은 Gd123의 a-b 면에서의 산소 규칙배열(ordering)에 따른 응력을 해소하기 위해 {110}의 결정면에서 발달되는 것으로 알려져 있다.¹⁸ 가돌리늄이 많은 조성인 Gd1.5에서는 Gd123 시편보다 상대적으로 많은 Gd211 입자들이 관찰된다. 이 입자들은 Gd123 시편에서 관찰된 입자들보다 미세하다(Fig. 4(c)). 이는 Gd_2O_3 첨가로 인해 식 (2)에 의해 부가적인 Gd211 입자들이 만들어지고, CeO_2 의 Gd211 입자성장 억제 효과¹⁵에 의해 Gd211 입자성장이 억제되었기 때문이다.

Fig. 5는 소결체 Gd123, TSMG 공정으로 제조한 Gd123와 Gd1.5의 온도에 대한 자화를 곡선이다. 소결체 Gd123의 T_c 는 93 K이고, 전이폭은 20 K로 매우 크다. TSMG 공정으로 제조한 Gd123의 T_c 는 82 K이고, 전이폭은 12 K이다. 반면에 TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5의 경우 T_c 가 92 K이고 전이폭은 1 K로 매우 작다. Gd123의 초전도 전이온도와 전이폭은 초전도체의 산소함량과 화학조성에 의해 결정된다.^{16,19} 본 연구에서는 모든 시편에 대해 산소 분위기에서 충분히 열처리를 해 주었지만 소결체와 TSMG 공정으로 제조한 Gd123는 T_c 가 낮고 전이

폭이 컸다. 초전도체의 초전도 온도에 미치는 인가인 산소함량과 초전도체의 조성 두 가지 인자를 고려할 때, 다결정 소결체는 결정입계가 많아 산소확산에 문제는 없을 것으로 추정한다. 이 경우는 산소부족보다는 $\text{RE}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ (RE: rare-earth elements)에서 자주 관찰되는 가돌리움의 일부가 바륨위치에 치환된 $\text{Gd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ 상의 생성^{19,20)}이 초전도 특성의 감소 원인으로 추정된다. TSMG 공정으로 제조한 Gd123 시편에는 수 mm 이상의 거대 결정이 성장했고, 결정입계 거의 없기 때문에 시편내부로의 산소확산에 문제가 있을 수 있다. 반면에 Gd_2O_3 가 첨가된 Gd1.5는 초전도 온도가 92 K로 높았고, 전이폭이 1 K로 매우 작았다. 이는 Fig. 4(c)의 미세조직에서 관찰한 바와 같이 Gd_2O_3 첨가에 의해 결정 내부에 미세한 Gd211 입자들이 다수 분포하고, 이에 따른 Gd123/Gd211 계면의 존재가 산소확산을 촉진하였기 때문으로 추정된다. 또한 Gd_2O_3 첨가로 인해 Gd211상 생성과 이로 인한 부차적인 바륨을 포함한 Ba-Cu-O 액상의 생성이 초전도 온도가 낮은 $\text{Gd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ 상 생성을 억제하였을 것으로 판단된다.

Fig. 6은 소결체 Gd123와 TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5의 자장-자화율 결과에 Bean 모델¹⁷⁾을 적용하여 얻은 77 K에서 J_c -B 곡선이다. 소결체 Gd123의 77 K, 0 T에서의 J_c 는 수백 A/cm^2 이고, 자장이 0.5 T가 되면 J_c 는 제로가 된다. TSMG 공정 Gd1.5의 J_c 는 0 T에서 $3.2 \times 10^4 \text{ A}/\text{cm}^2$ 로 매우 높고, 자장이 인가되면 자장 증가에 따라 J_c 가 증가하는 비정상 거동인 피크효과(Peak effect)²¹⁾가 관찰된다. 비정상 곡선에서 최대 J_c 는 2 T에서 $2.5 \times 10^4 \text{ A}/\text{cm}^2$ 이다. TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5의 전류밀도가 높은 이유는 초전도결정이 전류밀도가 최대가 되는 a-b 면으로 성장하였고, 초전도 온도가 높고, 시편의 미세조직이 매우 균질하기 때문이다. 또한 초전도 결정

Fig. 6. Critical current density-magnetic field (J_c -B) curves at 77 K of the sintered Gd123 and TSMG-processed G1.5.

내부에 미세한 분산된 Gd211 입자들의 자기장 속박효과도 J_c 향상에 기여하였을 것으로 여겨진다.

Fig. 7은 (a) 무자력냉각과 (b) 자력냉각법으로 액체질소 온도로 냉각한 시편의 힘-거리(F - d) 곡선이다. 사용한 시편은 TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5(직경이 26 mm)이었다. 무자력 냉각법으로 냉각시킨 시편에 영구자석을 접근시켰을 거리에 따라 반발력(F_{rep})이 증가한다. 영구자석과 시편간의 거리 $d=1 \text{ mm}$ 에서 $F_{rep}=55 \text{ N}$ 이다. 이 반발력은 영구자석에 대한 초전도체의 마이스너 반발력에 기인한다. 다시 영구자석을 시편에서 멀리하면 히스테리시스 특성을 보인다. $d=1-2 \text{ mm}$ 에서의 인력($F_{Attr}=2-3 \text{ N}$)은 초전도 내부로 들어가 포획된 영구자석의 자력에 기인한다. 초전도체 위에 영구자석을 올려 놓고 냉각시킬 경우, 영구자석의 자력이 시편 내부에 포획된 상태에서 시편이 냉각되기 때문에 이 때의 F - d 곡선은 Fig. 7(a)의 무자력냉각시편의 F - d 곡선과는 상이하다. 초전도체 내에 포획된 자력과 영구자석의 자력이 반응하여 초전도체와 영구자석이 밀착되어 있을 시 인력(F_{Attr})은 5 N

Fig. 7. Force-distance curves (F - d) of the TSMG-processed G1.5: (a) zero-field cooled and (b) field-cooled.

이며 영구자석을 시편으로부터 멀리할 시 인력성분이 증가하여 $d=5\text{ mm}$ 에서 최대값 13 N 이 된다. 영구자석을 $d=50\text{ mm}$ 까지 한 후 다시 시편에 접근시키면 마이스너 효과에 의한 반발력이 증가하며 최대 반발력은 $d=1\text{ mm}$ 에서 22 N 이 된다. 이 값은 무자력냉각시편의 최대 반발력인 55 N 의 50% 로, 이는 자력냉각한 시편 내부에 포획된 인력성분의 자력이 반발력과 상쇄되기 때문이다. 영구자석을 초전도체에 밀착시켰다 다시 멀리할 경우 처음과는 다른 새로운 형태의 $F-d$ 곡선이 만들어 진다. 이는 영구자석을 초전도체에 접근시키면 영구자석과의 인가자력에 의해 초전도 내부에서 새로운 형태의 자기장이 생기기 때문이다. 두 번째 $F-d$ 곡선에서 최대 F_{Attr} 는 5 N 으로, 초기 자력냉각 시의 12 N 에 비해 상대적으로 낮다.

Fig. 8은 자력냉각법으로 액체질소 온도로 냉각한 TSMG 공정으로 제조한 Gd1.5의 자기밀도곡선이다. Fig. 8(a)는 자력냉각에 사용된 직경 26 mm 크기의 Gd1.5의 상부 표면 사진으로, 종자위치에서 결정이 잘 성장된 모습을 보

여 준다. Fig. 8(b)는 직경 30 mm , 표면자력 3.45 kG 인 Nd-B-Fe 영구자석을 사용하여 77 K 로 자력냉각한 시편의 자력밀도분포를 시편의 상부와 측면에서 본 그림이다. Gd1.5 시편의 자기분포곡선은 동심형 형태의 자기밀도분포를 보이며, 중앙에서 포획자력이 1.96 kG 로 인가자장의 54% 이다. 미세균열이나 약결합한 결정입계의 의해 나타나는 자기분포의 불연속 곡선은 관찰되지 않는다. 동심형 형의 자기분포곡선은 다 수의 결정입계를 포함하는 다결정형 자기분포 곡선인 Fig. 8(c)와 비교된다.

4. 결 론

Gd123 분말을 분말합성법으로 제조하여 초전도 벌크 시편 제조의 원료로 사용하였다. Gd123 분말을 사용하여 소결법으로 다결정 시편을 제조한 경우 초전도 온도는 93 K 으로 높았지만 전이폭은 20 K 로 매우 컸다. 또한 Gd123 분말을 사용하여 TSMG 공정으로 Gd123 시편을

Fig. 8. (a) Top surface view and (b) trapped magnetic field (H) contour of the TSMG processed Gd1.5 field-cooled at 77 K and (c) H contour of multi-grain sample containing weakly coupled grain boundaries.

제조한 경우 초전도 온도는 82 K이고 전이폭은 12 K이었다. 초전도 전이폭이 큰 이유는 생성된 초전도상이 균일하지 않기 때문이다. 두 시편의 경우 초전도 온도가 낮고 전이폭이 크기 때문에 전류밀도, 자기부상력, 자기 포획밀도가 매우 작았다. 반면 $Gd_{1.23}$ 분말에 Gd_2O_3 분말을 첨가하여 $Gd_{2.11}$ 상이 초전도 결정에 포함되도록 하고, CeO_2 를 첨가하여 $Gd_{2.11}$ 입자를 미세하게 초전도 상 내부에 분산시킬 경우 초전도 온도는 92 K, 전이폭은 1 K, 임계전류밀도는 77 K, 0 T에서 $3.2 \times 10^4 A/cm^2$ 이었으며, 인가자장 1-2 T 구간에서 자장 증가 시에 전류밀도가 증가하는 비정상 피크 효과가 관찰되었다. 이 시편의 77 K에서의 자기부상력과 포획자력을 측정할 결과 최대 부상력 55 N(무자력냉각), 최대인력 15 N(자력냉각), 자기밀도는 1.96 kG이었다. Gd_2O_3 와 CeO_2 의 첨가로 초전도 특성을 저하시키는 $Gd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-y}$ 상생성이 억제되고 $Gd_{2.11}$ 미세화에 따라 플럭스 피닝이 촉진된 것으로 사료된다.

감사의 글

본 연구는 교육과학기술부의 원자력연구개발 프로그램과 한국원자력연구원의 창의사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

References

1. M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Thorng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Q. Wang and C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.*, **58**, 908 (1987).
2. K. Matsunaga, M. Tomita, N. Yamachi, K. Iida, J. Yoshioka and M. Murakami, *Supercond. Sci. Technol.*, **15**, 842 (2002).
3. K. Nagashima, T. Higuchi, J. Sok, S.I. Yoo, H. Fujimoto and M. Murakami, *Cryogenics*, **37**, 577 (1997).
4. H. Hayashi, K. Tsutsumi, N. Saho, N. Nishizima and K. Asano, *Physica C*, **392-396**, 745 (2003).
5. M. Murakami, N. Sakai, T. Higuchi and S. I. Yoo, *Supercond. Sci. Technol.*, **9**, 1015 (1996).
6. D. A. Cardwell and N. Hari Babu, *Physica C*, **445-448**, 1 (2006).
7. T. Haugan, P. N. Barnes, R. Wheeler, F. Meisenkothen and M. Sumption, *Nature*, **430**, 867 (2004).
8. H. Salamati, A. Babaei-Brojeny and M. Safa, *Supercond. Sci. Technol.*, **14**, 816 (2001).
9. C. J. Kim, H. G. Lee, I. H. Kuk, I. S. Chang, C. S. Rim, P. S. Han and D. Y. Won, *J. Mater. Sci.*, **25**, 2165 (1990).
10. M. W. Shin, A. I. Kingon, T. M. Hare and C. C. Koch, *Mater. Lett.*, **15**, 13 (1992).
11. Y. A. Jee, C. -J. Kim, T. -H. Sung and G. -W. Hong, *Supercond. Sci. Technol.*, **13**, 195 (2000).
12. C. -J. Kim, H. -J. Kim, J. -H. Joo, G. -W. Hong, S. -C. Han, Y. -H. Han, T. -H. Sung and S. -J. Kim, *Physica C*, **336**, 233 (2000).
13. C. -J. Kim and G. -W. Hong, *Supercond. Sci. Technol.*, **12**, R27 (1999).
14. M. Murakami, *Mod. Phys. Lett., B*, **4**, 163 (1990).
15. C. -J. Kim, K. -B. Kim, I. -H. Kuk, G. -W. Hong, Y. -S. Lee and H. -S. Park, *Supercond. Sci. Technol.*, **10**, 947 (1997).
16. K. Kishio, J. Shimoyama, T. Hasegawa, K. Kitazawa and K. Fueki, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **26**, L1228 (1987).
17. C. P. Bean, *Rev. Mod. Phys.*, **36**, 446 (1964).
18. J. H. Lee, X. Zhang and H. Wang, *J. Appl. Phys.*, **109**, 083510 (2011).
19. K. Zhang, B. Dabrowski, C. U. Segre, D. G. Hinks, Ivan K Schuller, J. D. Jorgensen and M. Slaski, *J. Phys. C: Solid State Phys.*, **20**, L935 (1987).
20. S. I. Yoo, N. Sakai, H. Taguchi and M. Murakami, *Appl. Phys. Lett.*, **65** 633 (1994).
21. X. S. Ling, J. I. Budnick and B. W. Veal, *Physica C*, **282-287**, 2191 (1997).