

열간정수압소결(HIP)시킨 고온초전도체의 조직과 특성

Microstructure and Properties of High Tc Superconductor fabricated by Hot Isostatic Pressing.

송진태*
아기하마료소

한양대학교 재료공학과
일본지치부세멘트회사

Jin-Tae Song*
Ryozo Akihama

Dept. of Materials Eng., Hanyang Univ.
Chichibu Cement Co. Ltd., Japan.

1. 서론

열간정수압소결(HIP)은 금속 및 세라믹 분말의 치밀하고 균질한 소결체를 얻는데 대단히 유용한 방법이며 종래의 소결체는 물론 핵연료 가공 및 내열세라믹분말응용에 있어 그 유효가 널리 인식되어 앞으로 세계적인 보급이 기대되고 있는 새로운 기술이다. 한편 21세기 과학기술의 총아로서 최근에 전세계를 흥분시키고 있는 고온초전도 재료의 금후의 실용화에 있어, 가장 중요한 특성인 임계전류밀도(Jc)는 초전도소결체의 치밀한 조직과 칩합조직에 크게 좌우될 것이 예상되고 있다. 본연구는 치밀한 조직의 고온초전도체를 목표로 YBCO 소결체를 열간정수압압축 즉 고온에서 전방향으로 부터 균일한 고압력을 동시에 가하여 YBCO 초전도체의 특성을 조직과 관계시켜 조사하였다.

2. 실험방법

고순도의 Y₂O₃, BaCO₃, CuO 의 원료를 Y : Ba : Cu = 1 : 2 : 3 의 비로, 평량하여 유발에 넣어 혼합시켰다. 유발에의한 분말의 균일한 분산혼합에는 한계가 있으므로

900°C 에서 2회 calcine 시켜 이들을 여러번 분쇄, 혼합시킨후 1 - 2 톤의 압력으로 성형시켰다. 성형체는 HIP 에 앞서 산소분위기의 910⁰ - 970°C 에서 각각 24시간 소결시켰으며 소결후의 냉각속도는 50°C / 시간 이었다. HIP 은 이들 소결체를 압분위기의 1200 기압에서 770°C 와 880°C 에서 각각 30분간 소결시켰다. 결정구조는 X 선회절, 조직은 광학, 주사전자현미경(SEM), 및 편광현미경으로 관찰하고 전기저항과 임계전류밀도는 4단자법을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 검토

시료제작에 있어, 공기중에서 소결한 일부의 시료는 원료분말의 CuO 와 BaCO₃ 가 미반응의 상태로 남아 초전도상과 혼재하여 있으며 X 선회절로서 알수 있었으며 이에대하여 산소분위기 하에서 소결한 시료는 그림1과 같이 YBa₂Cu₃O_{7-x} 의 단일상으로 되어 있음을 확인할 수 있었다. 그러나 소결체의 조직은 많은 기공을 가졌다. HIP 을 시킨 시료는 다소 조직의 치밀화를 가져왔으나 기공은 여전히 많았으며 특히 970°C, 960°C 의 고온에서 소

결시켜 HIP 시킨 소결체에 있어서는 입계에 제2상이 존재함을 볼 수 있었다. 이들은 편정반응이 국부적으로 일어나 생성되는 (211) 상이라 여기어진다.

이에대하여 880°C 에서 HIP 시킨 시료에 있어서는 그림 2 와 같이 조직의 치밀화가 현저히 일어났으며 이때의 임계온도 (T_c)는 90K 에서 0 저항을 보였다. 또 HIP을 하지않은 소결체의 J_c 가 $0.7 A/cm^2$ 인데 대하여 77K 에서 $27 A/cm^2$ 의 J_c 의 값을 가졌다.

뿐만아니라 그림 3 에서 볼 수 있는 바와 같이 고온의 J_c 를 갖는 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 초전도체의 특징이라 볼 수 있는 우수한 쌍정 (Twin) 구조를 관찰할 수 있었다.

이에 대하여 다른 시료에서는 뚜렷한 쌍정 구조를 관찰할 수 없었으며 이러한 결과는 880°C 에서 HIP 시킨 시료의 T_c 와 J_c 가 가장 좋았던 것과 합치하는 것이라 사려된다. 다만 T_c 가 너무나 낮은 것은 전술한 바와 같이 출발소결체의 소결밀도가 너무 낮은 것에 기인하리라 믿으며 따라서 출발소결체의 소결밀도를 충분히 높이면 HIP 의 효과는 더욱 커져 J_c 는 보다 개선되리라 확신된다.

ABSTRACT

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ oxide superconductors were fabricated by the hot isostatic pressing (HIP). It was shown that their structures were orthorhombic and consisted of a single (123) phase. While as-sintered compacts had many pores, they were remarkably reduced by HIPing. The on-set and off set temperature of (123) compound sintered at 950°C in oxygen and HIPing at 880°C were the highest and it showed 0 resistance at 90°K. The critical current density (J_c) of the above superconductor was $27 A/cm^2$ and it also showed a number of twin structures, which are typical of high T_c superconductor. It seemed that the low current density may be due to the many pores of starting-sintered compacts.

참고 문헌

- 1) J.K. Tien, B.C. Hendrix and T. Abe : High-Temperature Superconductors 11, MRS (1988) Page 73
- 2) K.E. Easterling : Hot Isostatic Pressing of Metallic and Ceramic Powders
- 3) K. Uematsu, K. Itakura and T. Miyashita Analysis of Hot Isostatic Pressing
- 4) Proceedings of The Second Symposium of New Superconducting Materials Forum (July, 1987), The Society of Non-Traditional Technology, Tokyo, Japan

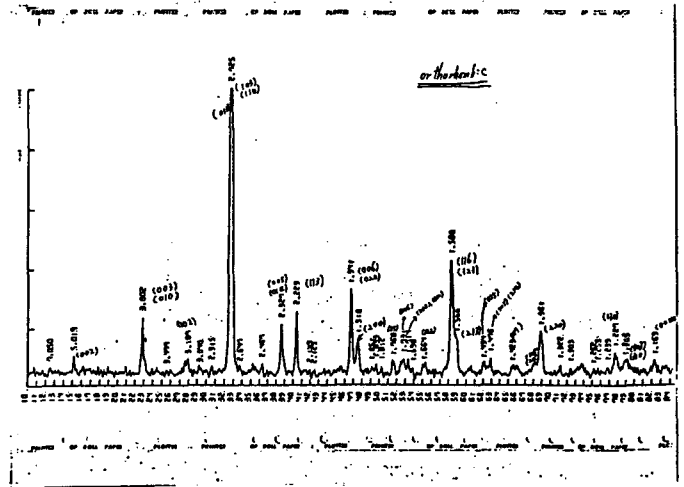


Figure 1. X-ray diffraction pattern of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ showing the orthorhombic structure

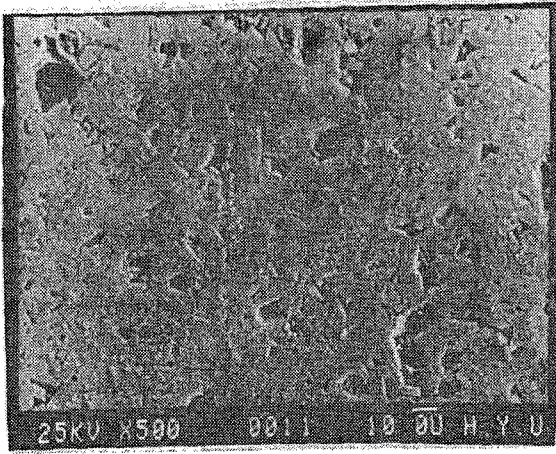


Figure 2. The SEM photograph of a compact sintered in oxygen and HIPing at 880°C.



Figure 3. The microstructure of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductor sintered in oxygen and HIPing at 880°C observed with polarized beams.