

내부확산법으로 제조한 Nb₃Sn선재의 미세조직 및 임계전류특성

김 상철*, 오 상수, 하 동우, 하 흥수, 류 강식, 권 해웅*

한국전기연구소 초전도응용연구사업팀.

부경대학교 재료공학과*

The Microstructure and Critical Current Property of Nb₃Sn wire

S. C. Kim*, S. S. Oh, D. W. Ha, H. S. Ha, K. S. Ryu, H. W. Kwon*

KERI, Applied Supercond. Lab

Pukyong National Univ. Dep. of Material Science and Tech.*

Abstract - In this study, the Nb₃Sn wire was tried to fabricate by internal tin process to investigate the relationship between the processing parameters in a cold working and the microstructure. The critical current densities of Nb₃Sn wires were evaluated in magnetic fields at 4.2 K. Nb₃Sn compound layer was found to be formed between Nb core and Cu-Sn. The Cu part in the wire transformed to Cu-Sn by the reaction with Sn and the Sn in the Cu-Sn part reacted with Nb.

1. 서 론

초전도체중에서 금속간 화합물계 초전도체는 합금계 초전도체에 비해 임계온도(T_c), 상부임계자장(H_{c2})이 높아서 고자장용으로 많이 응용되어지고 있다. 화합물계 초전도체중 Nb₃Sn이 특히 주목받고 있으며, 이러한 Nb₃Sn선재를 이용한 응용분야로는 고자장 마그네트, NMR, 핵융합용 토포막⁽¹⁾⁻⁽²⁾코일 등이 있다. Nb₃Sn선재 제조방법중 주류를 이루고 있는 브론즈(bronze)법은 극세다심선재를 용이하게 제조할 수 있는 이점이 있는 반면에 청동의 가공경화가 크기 때문에 최종형상에 도달하는데 까지 중간열처리 과정을 거쳐야하는 단점이 있다.

본 연구에서는 주석을 구리기지에 복합체의 일부로서 삽입하고 구리기지에서 주석의 용해도가 14wt%로 제한되어지는 브론즈법에 비해 Nb와 Sn의 양을 늘임으로써 Non-Cu영역에서 임계전류밀도(J_c)를 높일 수 있고 가공성이 우수한 내부확산법으로 Nb₃Sn 선재를 제조하였다.⁽³⁾

내부확산법으로 Nb₃Sn선재 제조시 Sn의 낮은 용점으로 인해 열간 가공이 불가능하기 때문에 복합체에서 냉간 가공만으로 금속학적 결합을 얻어야만 한다. 그래서 조립시 세척이 매우 중요하며 설계시 고려해야 할 인자는 선재직경, 동비, 필라멘트 직경, 필라멘트간 거리, 비구리 영역에서의 Nb의 체적비,

기지의 잔류주석의 양 등이 있다.⁽⁴⁾

본 연구는 KSTAR프로젝트의 일부로서 핵융합용 토포막 초전도 자석개발을 위한 Nb₃Sn초전도선재의 제조에 따른 가공성 및 미세조직을 평가하는데 그 목적이 있다.

2. 선재제조 및 실험방법

탈지와 산세척을 한 무산소동 기지에 직경이 10 mm ϕ 인 Nb봉재 5개를 삽입하여 조립한 후 진공을 뽑고 전자빔용접을 한 50 mm ϕ 의 빌렛을 만들고 15.8 mm ϕ 로 간접압출하였다. 길이가 100 mm인 15.8 mm ϕ Cu-Nb 복합재에 3 mm ϕ 의 구멍을 중앙에 뚫고 산세척을 한 후 주석을 삽입했다. 그림 1은 KERI-A선재의 제조과정을 그림 2는 조립공정을 개략적으로 도식화한 것이다.

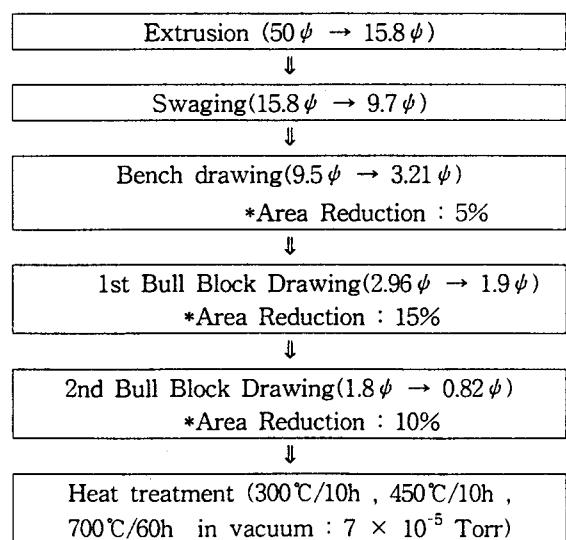


Fig 1. Flow chart of wire fabrication

외경이 22 mm 이고 내경이 18 mm 인 안정화동으로 쓰이는 구리튜브에 직경이 9 mm 인 주석봉을 중앙에 위치시키고 직경이 2 mm 인 Nb Sheet를 6층을 감아서 삽입하고 스웨이징과 인발공정을 거쳐서 1 mm 까지 가공하였으나 냉간가공중에 확산방지막이 얇아서 찢어지는 현상이 발생하였다.

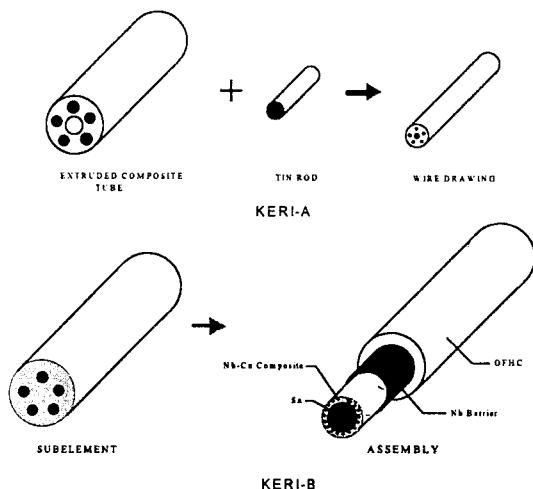


Fig. 2. Fabrication process of KERI-A and KERI-B

이 선재의 열처리는 $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 로 승온시킨 후 $660\text{ }^{\circ}\text{C}/240\text{ h}$ 로 실시하였고 이때의 진공도는 $2.5 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ 이였다. 오른나사방향의 나선형의 피치가 약 6° 인 흄을 가진 실린더 모양의 SUS306 맨드렐을 공기 중에서 열처리하여 산화피막을 형성시켜 절연을 시켰다. 선재를 맨드렐에 밀착되도록 장력을 주며 감고 선단부에 구리 캡을 씌워 열처리시 주석이 외부로 빠져나오지 못하게 하였다.

열처리가 끝난 맨드렐에 감겨진 소선을 그대로 샘플홀더에 장착하여 전압단자간 거리를 약 35 cm 로 하고 자장이 인가될 때 소선이 전자력에 의해 움직이는 것을 방지하기 위해서 선재가 감겨진 맨드렐위에 진공그리스를 발랐으며 선재의 열 전달이 용이하도록 그 양을 최소로 하였다. 그리고 헌치가 발생시 파전류에 의해 선재가 손상을 받는 것에 대비해서 센트를 양쪽 끝의 전류터미널에 달았다.

측정시 자장의 방향을 지면으로부터 위로 향하게 하였다. 이렇게 한 이유는 DC 자기장이 맨드렐의 축방향으로 가해지고 전류와 인가되는 자기장의 방

향을 맨드렐에 감겨진 시편의 안쪽으로 전자력이 작용하도록 하기 위해서였다.

미국 IGC에서 입수한 내부확산법으로 제조된 HP-1 Nb₃Sn선재를 비교연구를 위해 임계전류(Jc)를 측정하였다. 금속학적인 특성을 조사하기 위해 광학현미경과 SEM을 사용하여 선재의 조직을 관찰하였으며 EDS분석을 통해서 Nb₃Sn의 형성을 관찰하였다.

임계전류(Jc)는 4.2 K 에서 외부자장을 가변 시키면서 4단자법에 의해 측정하였으며 임계전류치의 기준은 $1\text{ }\mu\text{V/cm}$ 으로 하였고 임계전류밀도(Jc)는 IGC선재에서 임계전류치를 선재의 전체면적에서 안정화 구리부분을 뺀 Non-Cu영역의 면적을 나누어서 구하고 KERI-B선재에서는 임계전류치를 실제 형성된 초전도체의 면적으로 나누어서 구하였다.

3. 결과 및 고찰

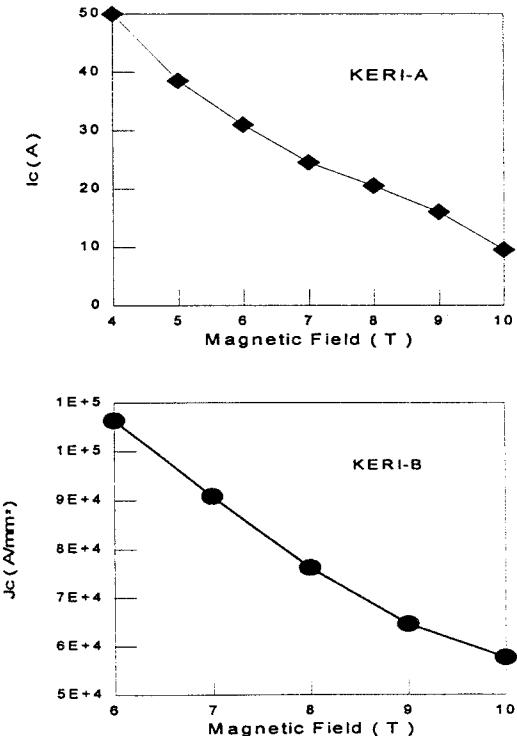


Fig. 3. Critical current of KERI-A and Critical current density of KERI-B wire

그림 3은 외부자장을 가변 시켰을 때 KERI-A선재의 임계전류값과 KERI-B선재에서 실제초전도체의 임계전류밀도를 나타낸 것이다. 그리고 외부자장강도가 커짐에 따라 임계전류값과 임계전류밀도값이 낮아지는 것을 알 수 있다. 이것은 외부자

장강도가 높아짐에 따라 pinning force가 약해지기 때문인 것으로 설명할 수 있다.

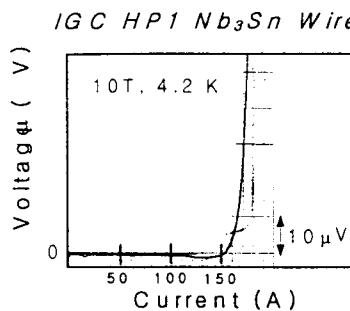


Fig. 4. V-I Chacteristic of HP-1 IGC wire

그림 4는 미국의 IGC사에서 제조한 HP-1 Nb₃Sn 선재를 KERI에서 열처리 후 임계전류를 측정한 선재의 V-I특성을 나타낸 것이다. 이 선재의 직경이 0.8 mmØ이고 동비가 1.5이며 임계전류는 10 T, 4.2 K에서 157 A, 비구리 영역에서 임계전류밀도는 780 A/mm²이였다.

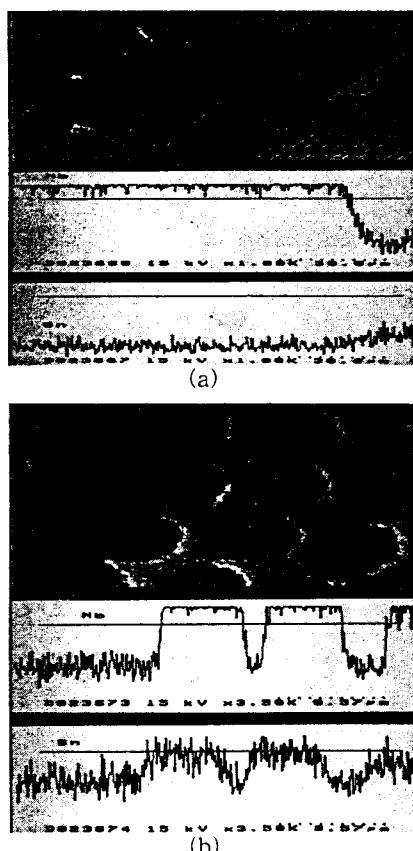


Fig. 5. SEM photograph and Line profile in the Nb and Cu interface of KERI-A and IGC wire

그림 5는 KERI-A와 IGC선재의 횡단면 SEM 사진 및 Nb와 Cu의 계면성분을 분석하기 위한 line profile을 나타내었다. Nb와 Cu의 계면에서 line이 완만하게 경사를 이루는 것으로 확산이 일어났음을 알 수 있으며 정량분석을 통하여 이것이 Nb₃Sn임을 확인하였다. 그림(a)에서 성분분석을 행하였을 때 Nb와 Cu의 계면에서 Nb의 양이 서서히 줄어들고 Sn의 양이 서서히 증가하는 것으로서 Nb와 Cu의 계면에서 Nb₃Sn상이 형성된 것으로 알 수 있다. 그러나 Sn이 Nb내에 분포하지 않아 Nb₃Sn반응층이 비교적 얇은 것을 알 수 있었다.

그림(b)에서는 Nb필라멘트에 Sn이 균일하게 분포하고 있어 대부분의 Nb가 Nb₃Sn으로 반응하였다는 것을 알 수 있었다.

4. 결 론

직경이 0.82 mmØ인 KERI-A선재에서 10 T, 4.2 K에서 9.5 A와 직경이 1 mmØ인 KERI-B선재에서 25 A의 임계전류값을 얻었다. 동비가 1.5이고 직경이 0.8 mmØ인 IGC선재에서 157 A의 Ic와 780 A/mm²의 Non-Cu Jc를 얻었다. IGC선재의 미세조직관찰에서 Nb필라멘트가 Nb₃Sn금속간 화합물로 바뀐 것을 확인할 수 있었다. KEBF-1선재에서는 필라멘트의 직경이 크고 Sn과 Nb의 확산거리가 커서 Nb₃Sn의 생성이 어려우며 이로 인해 임계전류값이 저하되는 것으로 사료된다.

(참 고 문 헌)

- [1] B. Turk et al : Magn. Vol. MAG-25 p.1473 (1989)
- [2] 류 경우, 류 강식, 오봉환, 오상수 “토카막 핵융합장치용 초전도 자석” Proceedings of KIEE. Vol. 45 No.7. Jul, 12, 1996
- [3] R. Hentges, K. R. Marken Jr., Y. Zhang : IEEE Trans. Appl. Supercond. , Paper LEC-7 (1994)
- [4] B. Jakob, G. Paszor, A. Cerri, F. Vanini : IEEE Trans. Magn. Vol. 32 p.2886 (1996)