

나노분말을 원료로 사용하여 용융공정으로 제조한 YBCO 초전도의 초전도 특성

Superconducting properties of melt-processed YBCO superconductors using nanopowder

한국원자력연구소, 김찬중*, 홍계원

1. 서론

원료분말을 성형하여 일정온도에서 유지 가열하는 고상소결법으로 제조된 고온초전도체는 임계전류밀도 (J_c)가 낮다. 이는 결정입계가 약하게 결합되어 있고, 초전도전류 흐름이 결정방위에 따라 다르기 때문이다[1]. 반면, 용융공정으로 제조한 Y-계 초전도체는 결정립들이 특정결정방위로 잘 배열되고 통전량이 적은 고각입계의 생성이 억제되므로 소결시편에 비해 상대적으로 J_c 가 높다[2]. J_c 는 초전도체의 미세조직과 밀접한 관계가 있다. 균일한 미세조직을 얻으려면 원료로 미세분말을 사용하는 것이 좋다. 본 연구에서는 Y-계의 초전도체의 미세조직을 균일화하고자, 어트리션 밀링으로 미분쇄한 분말을 사용하여 용융공정으로 YBCO 초전도체를 제조하였다. 원료분말입도에 따른 초전도체의 미세조직을 분석하고 임계전류밀도를 측정하였다.

2. 실험방법

99.9 % 순도의 Y_2O_3 , $BaCO_3$ 와 CuO 분말을 조성이 $Y_{1.8}Ba_{2.4}Cu_{3.4}O_y$ (이하 Y1.8로 표기)이 되도록 정량한 후, 에틸알콜을 용매로 10 시간 불 밀링한 다음, 공기 중에서 건조하였다. 건조된 분말은 알루미늄 도가니에 넣어서 공기중 880 °C에서 50 시간 하소하였다. 하소분말은 다시 중량비로 1% CeO_2 (99.9% 순도, -325 mesh, CERAC Incorp.)분말과 혼합하였다. Y1.8과 CeO_2 분말혼합체를 지르코니아 용기에 넣어 지르코니아 불(직경 5mm)를 사용해서 0.5-5시간 어트리션 밀링한 후 공기 중에서 건조하였다. 회전속도는 700 RPM이었으며 용매로 에틸 알콜을 사용하였다. 어트리션 밀링한 분말로 만든 성형체를 전기로에서 1050 °C까지 1 시간에 가열한 다음, 이 온도에서 1 시간 유지한 후, 40 °C/h로 1010 °C까지 냉각시켰다. 다시 970 °C 까지 1 °C/h로 서냉한 다음, 100 °C/h 속도로 실온까지 냉각하였다. 용융 열처리 공정이 끝난 시편을 다시 산소분위기의 관상로에서 50 °C/h 속도로 600 °C로 가열한 다음 20 시간 유지, 500 °C로 냉각시켜서 20 시간 유지한 후, 다시 400 °C로 냉각시켜서 400 시간 유지한 다음 로냉하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 (a) 1 시간, (b) 5 시간 어트리션 밀링한 분말의 투과전자 현미경 사진이다. 분말 (a)의 경우에는 수백 nm의 커다란 결정편들과 수십 nm 크기의 작은 결정편들이 관찰된다. 이는 하소 시 생성된 커다란 결정입자들 일부가 어트리션 밀링에 의해 수십 nm 크기의 미세분말로 분쇄되었기 때문이다. 분말 (b)의 미세조직도 분말 (a)와 유사하나, 커다란 결정편들이 적고 대신 수십 nm 크기의 미세한 결정편들의 부피분율이 상대적으로 높다. 다수의 분말입자들이 어트리션 밀링에 의해 미분쇄 되지만 5 시간 어트리션 밀링한 분말에서도 여전히 수백 nm 크기의 결정편들이 포함된다.

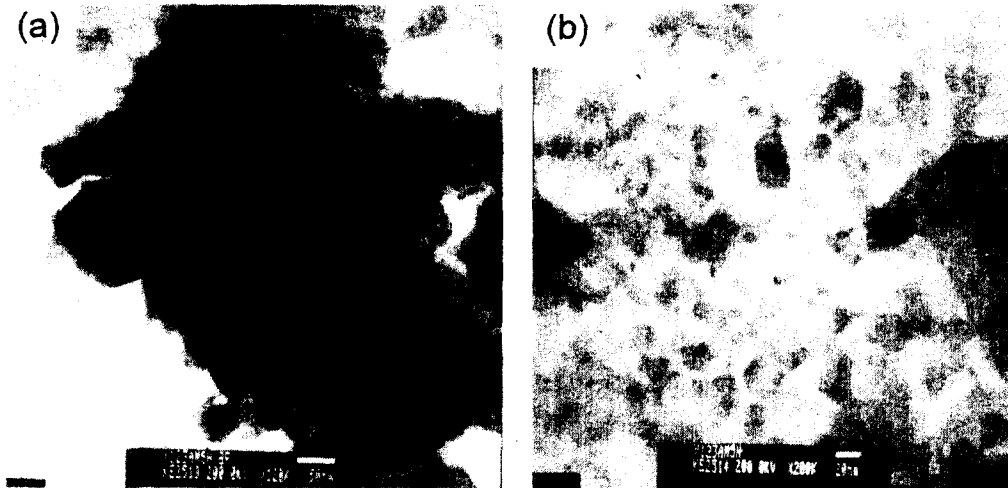


Fig. 1. Transmission electron images of powders attrition-milled for (a) 1 h and (b) 5 h.

본 실험에서는 두 가지 출발분말, 하소한 Y1.8 분말 성형체와 하소 후 1 wt.% CeO₂ 를 첨가하여 1 시간 어트리션 밀링한 Y1.8 성형체를 용융열처리한 시료에 대해 자화율 (magnetization measurement)를 77 K, 0-2 T의 자장범위에서 측정하였다. 이 두 시료들에 대한 J_c를 Bean 모델 ($J_c = 20(\Delta M)/[a(1-a/3b)]$)을 사용하여 계산하였다. 측정시편의 치수는 각각 4.5 x 3.05 x 1.0 and 3.7 x 3.3 x 0.65 (a x b x t unit : mm)이었다. 위 수식으로 계산된 각 시편의 J_c는 어트리션 밀링한 분말을 사용한 시료가 하소한 Y1.8 분말을 사용한 경우의 약 2 배가 된다. 어트리션 밀링한 분말로 제조한 시편은 77 K 1 T에서 1.1×10^4 A/cm², 2 T에서 0.56×10^4 A/cm²의 J_c를 갖는 반면, 하소만 한 분말을 사용한 시료는 같은 온도 1, 2 T의 자장에서 2.0×10^4 A/cm²와 1.16×10^4 A/cm²의 J_c를 보인다.

4. 결론

YBCO 초전도체의 물성에 미치는 초기 분말입도의 영향을 알고자 원료분말을 어트리션 밀링으로 미분쇄하였다. 미분쇄 분말과 분쇄하지 않은 분말을 각각 성형한 후 균열이 감소한 향상된 미세조직을 얻을 수 있었고, 이로 인해 초전도체의 임계전류밀도가 증가한 것으로 판단된다.

참고문헌

1. A.R. Bishop, R.L. Martin, K.A. Muller and Z. Tesanovic, Z. Phys. B76 17 (1989).
2. S. Jin and C.W. Chu, "Processing and properties of high-T_c superconductors," Chap 11 (World Scientific Publishing Co.) 1993.