

Effect of Sn on the growth of 123 phase in $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-s}$ system

임대호, 송명엽 : 전북대학교

이희균, 원동연, 홍계원 : 한국원자력연구소

1. 서론

산화물 초전도체의 발견 이래 Y-Ba-Cu-O 초전도체의 임계전류밀도를 응용할 수 있는 수준으로 향상시키기 위한 많은 노력이 있어왔고, 제조공정들이 개발되었다. 최근에 Murakami 등은 MPMG법으로 제조한 123 bulk 시편에서 77 K, 1 T에서 10^4 A/cm² 이상의 Jc값을 얻었다고 보고했다. 그 결과에 의하면 123상내에 미세 분산된 211입자들에 의한 flux pinning 효과로 인하여 재료의 임계전류밀도가 향상된다고 하였기 때문에 Y-Ba-Cu-O계에서 211입자가 임계전류밀도와 미세조직에 미치는 영향에 대한 많은 연구가 수행되고 있다. 최근까지 진행된 211입자 크기 영향에 대한 여러 연구에서 BaSnO₃, CeO₂, Rh, pt의 첨가가 211입자의 크기를 감소시키고 Jc값을 증가시키는 효과가 있다고 하였다. 그러나 이들 첨가원소가 123상의 생성 및 성장에 미치는 영향에 대해서는 아직 크게 연구한 바가 없었다.

본 연구에서는 123계에 Sn을 첨가함으로써 Sn이 123상 성장에 미치는 효과를 관찰하고자 하였다.

2. 실험방법

순도가 99.9%인 Y₂O₃, BaCO₃, CuO, SnO₂ 원료분말을 Y₁Ba₂Cu₃O_{7-s} 및 Y₁Ba₂Cu₃Sn_{0.1}O_{7-s} 조성으로 잘 섞은 후 930℃에서 24시간동안 2회 하소하였다. 각 하소 분말을 1 ton/cm²의 일축압력으로 직경이 15mm이고 두께가 3mm인 원판모양으로 성형하였다. 그리고 본 실험의 목적인 Sn이 123상 성장에 미치는 효과를 관찰하기 위하여 위의 두 가지 조성의 성형체를 만들고 두 성형체를 포개어 여러 종류의 couple 시편을 만들었다. 이 couple 시편을 1100℃에서 24시간 또는 48시간 유지하고 60℃/min으로 970℃까지 급냉하여 1시간동안 유지한 다음 상온으로 공냉하였다. 모든 시편은 시편내로의 산소 확산을 위하여 450℃에서 48시간동안 열처리 하였다. 준용융 과정중의 123상의 성장을 관찰하기 위하여 123+Sn성형체 중앙에 123성형체를 매몰시킨 couple 시편을 냉간 정수압(CIP)방법으로 제조한 후 준용융 열처리를 통해 시편을 준비하여 미세구조를 관찰하였다.

미세조직 관찰에는 편광 광학현미경과 주사전자현미경(SEM)을 사용하였고 각 상의 조성을 EPMA로 분석하였다. 일방향 성장 결정립이 123+Sn 성형체로부터 Sn이 첨가되지 않은 123성형체로 성장되어간 couple시편의 계면(interface)을 주로 관찰하였다.

3. 실험결과

1100℃에서 24시간동안 유지한 123+Sn 성형체와 Sn이 첨가되지 않은 123성형체의 모든 couple 시편에서 123상은 123+Sn 성형체의 표면에서부터 생성되어 성장한 grain이 123성형체 내부로 성장해간 것으로 관찰되었다. 1100℃에서 48시간동안 유지한 couple 시편에서는 Ba과 Sn이 다른 원소와 반응을 일으킨 Y-Ba-Sn의 새로운 막대모양의 결정립이 관찰되는데 그 결정립은 Sn 첨가 성형체 부위와 두 성형체의 계면 주위에서만 관찰되었다. 123+Sn 분말로 Sn이 첨가되지 않은 123성형체를 둘러싸고 준용융법으로 제조한 초전도체의 미세조직에서는 Sn이 첨가되지 않은 123성형체를 둘러싼 123+Sn 성형체로부터 123상이 생성되어 시편의 중앙에 놓인 123성형체로 성장하였음이 관찰되었으며 123+Sn 성형체와 Sn이 첨가되지 않은 123성형체의 계면(interface)에서는 BaSnO₃결정이 편석된 것이 많이 관찰되었다.

4. 결론

123계에서 123상의 성장에 미치는 Sn의 효과를 관찰하기 위하여 Sn 첨가 성형체와 Sn이 첨가되지 않은 123성형체의 couple 시편을 만들었다. 1100℃에서 24시간 유지한 후 970℃에서 1시간 유지한 시편에서는 Sn 첨가 성형체의 표면에서부터 123상이 먼저 생성되어 Sn이 첨가되지 않은 123성형체 내부쪽으로 성장하였다. 1100℃에서 48시간 유지한 후 970℃에서 1시간 유지한 시편에서는 123상이 관찰되지 않으며 Y-Ba-Sn으로 구성된 결정립이 관찰되었다.