YBCO 분말의 현탁용매에 따른 EPD전착막의 표면 현상

소대화* · 전용우** · 최성재***
*명지대학교 · **성덕대학 · ***경원전문대학

Surface Morphology of EPD Films with Variable Suspension Solutions of YBCO Superconductor Powder

Soh Deawha*, Jeon Yongwoo**, Choi Sungjai***
*Myongji University, **Sungduk College, ***Kyungwon College
E-mail : dwhsoh@mju.ac.kr

요 약

전기영동전착법을 이용한 초전도 후막선재의 제작은 제작 장치와 공정이 간단하고 두께제어 및 다양한 형태의 초전도 막과 선재 제작이 가능한 경제적 효율성과 기술적 장점을 가지고 있다. 따라서 초전도 후막의 특성향상을 위하여 전착공정 과정에서 입자의 치밀성 및 배향성 향상을 위한 최적화 방안과, 건조 및 열처리 과정에서 발생되는 크랙 및 기공현상과 같은 문제점을 극복 할 수 있는 균일한 후막 표면 확보에 관한 비교 분석 연구를 수행하였다. 전기영동전착법에 의한 초전도후막 제작을 위한 조건 중 현탁용매 조건에 대한 최적화를 구현함으로써 전착 불균일성에 따른 초전도 특성 저하요인인 후막표면의 기공과 크랙현상을 최소화 하였다. 전기영동 전착법에 의한 초전도 후막의 특성을 향상시키기 위한 제작 방법으로 각 용매별에 따른 안정화된 제작 조건을 구현하였다.

키워드
임계전류밀도, 현탁용매, YBCO, PEG

Ⅰ. 서 론

초전도 후막제작에서 임계온도와 임계자장의 값은 물질고유의 특성 값으로써 현재 제작에 사용되고 있는 초전도재료의 특성상 그 값이 크게 변하지 않으나 임계전류밀도는 초전도 제작 과정 중의 형성모양과 열처리 과정 중에 나타나는 입계의 형태, 밀도 및 결정 정도의 차이로 값이 크게 변화하기 때문에 임계전류밀도 값의 크기는 제조 과정의 영향을 많이 받게 되는 요소이다[1,2].

본 논문에서 YBCO 초전도 분말을 이용한 초전도 후막선재제작 기술로 전기영동전착법을 이용하여 초전도 후막을 제작하였으며, 후막의 전착특성을 결정짓는 인자 중 현탁용매에 따른 전착특성에 관하여 연구하였다[3,4]. 현탁용매의 각 조건에 따른 전착후막의 표면특성과 최적화 방안[5], 건조 및 열처리 과정에서의 크랙 및 기공현상과 같은 문제점을 극복할 수 있는 균일한 표면의 확보에 관한 연구를 수행하였으며 전기영동전착 초전도 막 제작공정 중 현탁용매의 최적화에 대한 방안을 제시하고 그 응용 및 활용방법을 제안하였다[6].

Ⅱ. 실 험

전기영동전착용 현탁용매는 전기영동전착 공정의 특성상 알콜계열의 현탁용매를 사용하였으며 99% 이상의 순도를 갖는 아세톤, 에탄올, 이소부탄올, 이소프로판올, 이소부탄올-이소프로판올 혼합용매를 사용하였다. 각각의 현탁용매에서 제작된 전착 후막의 밀도, 균일성, 고착 특성을 분석하여 전착 막 제작을 위한 최적 현탁용매 조건을 비교분석하였으며 현탁용매에 따른 적용 가능성과 그 응용성을 확보하였다.

현탁분말로는 YBCO 분말을 사용하였으며 출발물질을 제작하기 위하여 초전도체 Y1Ba2Cu3O7-x의 각 원소의 몰 비에 따라 Y : Ba : Cu = 1 : 2 : 3으로 혼합한 시료를 6시간 동안 1차 하소하였다. 1차 하소가 끝난 시료를 5 ton/㎠의 압력으로 직경 10 ㎜, 높이 4 ㎜인 펠렛 형태로 성형한 후, 24

시간 2차 하소를 하였다.

2차 하소가 끝난 펠렛 형태의 시료를 평균 4 ㎛의 입자 크기로 재 분쇄한 후 전착분말로 사용하였다.

YBCO 초전도 후막선재 제조용 현탁액을 형성하기 위해 25 ㎖의 용매에 YBCO 초전도 분말 0.25 g을 전착조에 넣어 혼합하고 Ag 모재와 양극(+) 사이의 거리는 1 ㎝로 고정시켰다. 전착전압은 DC 100 ~450 V/㎝, 전착 시간은 30~300 Sec로 조건을 설정하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 용매에서의 YBCO분말의 특성

각각의 용매내에서 출발물질인 YBCO분말의 초전도 특성변화 여부를 가 나타나는지를 확인 하기 위하여 먼저 제조된 YBCO 샘플을 X-선 회절 분석을 하였다. 그림 1은 본 실험에서 사용된 YBCO 분말의 X-선 회절 분석결과로 2θ=32.9°에서 최대피크가 관찰되었으며 초전도상인 Y123상을 나타내고 있는 것으로 초전도체 후막재작용 분말로 적합함을 확인하였다.

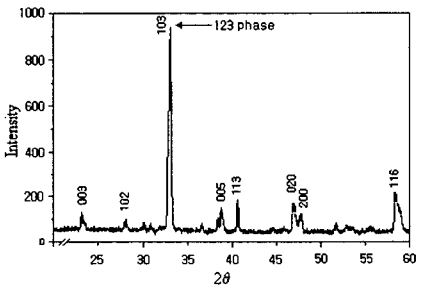

그림 1. 현탁전 YBCO 분말의 X-선 회절 분석

제조된 YBCO 후막과 펠렛 형태의 벌크 시편을 동일 조건에서 열처리(930℃, 24 시간)를 수행하여 비교, 분석하기 위한 벌크 시편의 X-선 회절 분석 결과로써, 하소 과정이 끝난 YBCO 분말을 사용하여 펠렛 형태로 시편을 제작하였고, 소결 처리를 한 후 시편을 분말 형태로 재 분쇄하여 측정한 결과, 벌크 시편은 그림 1과 같은 스펙트럼으로 측정되었다.

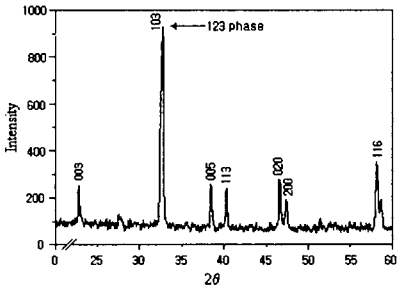

그림 2. YBCO 후막의 X-선 회절 분석

그림 2는 각 용매내에 현탁 후 분석된 YBCO 분말의 X-선 회절 분석 결과로서, 현탁액 내의 YBCO 분말이 현탁 되기 전인 그림 1의 YBCO 분말 XRD패턴과 거의 같은 결과를 나타냈으며 전착 공정 후 Ag모재에 전착된 YBCO 후막이 123상을 선명하게 나타난 것이 관찰되었다.

이상의 결과들로부터 제작된 시편들은 표준 값을 기준으로 모두 유사한 패턴결과를 보여주고 있다. 즉 현탁되기 전, 현탁 후 그리고 전착후의 열처리 전 각각의 YBCO샘플에서 동일한 결과가 측정되었으므로, YBCO 초전도 물질로써 이상이 없음을 확인하였다. 단 전착 후 열처리공정이 이루어졌다면 열처리온도 및 가스분위기 등 공정에 따른 특성이 변하게 됨으로 열처리 후의 샘플은 측정하지 않았다.

2. 첨가제 PEG의 기본특성 고찰

PEG는 분자량 크기에 따라 세라믹 분야에 응화작용, 지속적 안정제, 휘발 억제제, 임시 접합제로써 응용이 가능하다.

분체를 형성할 때 첨가된 결합제의 대부분은 유기물질로써 500℃ 전후의 열처리를 통하여 모두 소멸됨으로 PEG영향에 따른 전착후막의 특성에는 지장을 주지 않는다. 따라서 PEG를 첨가함으로써 열처리 시 발생되는 크랙발생을 억제할 수 있는 특성을 갖는다. 또한 상온에서 전기영동전착용 현탁용매로 사용하는 아세톤, 에탄올, 이소프로판올, 이소부탄올에 쉽게 용해되며 YBCO계의 초전도성을 저해하는 흡습성을 고려하여 수산화물(OH) 수의 크기가 작은 중합도를 갖는 PEG을 선택하여 첨가제로 사용하였다.

3. 현탁 용매별 전착후막 표면 특성

제작된 전착후막의 균일한 표면 상태확보는 후막의 초전도 특성을 좌우하는 매우 중요한 인자로 작용한다. 따라서 균일하고 치밀한 표면을 유지하는 후막을 얻기 위한 방법으로 먼저 용매 종류에 따른 후막표면 현상들을 관찰하기 위하여 Ag기선 위에 전착시간은 30초~240, 인가전압의 은 DC 200 V/㎝로 고정하여 전착 후 소결 처리하였다.

후막의 표면특성을 향상시키기 위하여 첨가제는 PEG를 첨가하였으며 각각의 용매별로 가장 우수한 샘플을 선택하여 비교분석하였다.

표 2-3은 본 연구에서 선택적으로 사용된 각 용매의 물리적 특성을 나타냈다.

표 2-3 현탁용매의 물리적 특징(25℃)

특성 / 용매	증발속도 nBuAc=1	전기전도율 (A/㎝)	점도 (cP)	비유전율	비중
에탄올	1.610	1.35×10^{-9}	1.078	24.3	0.791
이소프로판올	1.440	3.5×10^{-6}	2.32	20.1	0.785
이소부탄올	0.620	8×10^{-8}	4.703*	17.7	0.802
아세톤	5.59	5×10^{-9}	0.316	20.7	0.792

가. 각 용매조건에 따른 후막 표면 특성

아세톤 용매를 현탁용매로 사용한 경우25 ㎖의 용매에 1%PEG 8 vol.% 첨가하여 제작된 후막의 표면 특성이 가장 우수하게 나타났다. 또한 PEG의 분자량 변화에 따른 표면 특성으로는 분자량이 1000인 경우가 가장 양호한 표면 특성을 나타냄을 확인하였다.

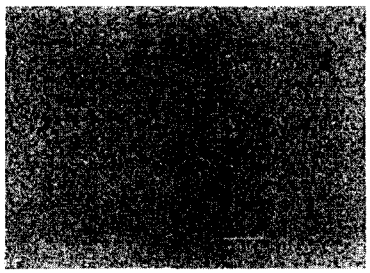

그림 3. 아세톤 현탁용매에서 전착된 후막 표면

그림 3은 분자량 100인 1%PEG를 8 vol.%첨가한 아세톤 용매에서 전착된 후막의 표면사진이다. 아세톤 현탁용액에 PEG를 첨가하여 후막을 제작함으로써 순수한 아세톤 현탁용액에서 제작된 후막 표면에서 발생되는 기공과 크랙현상을 현저하게 감소시킬 수 있었으며 임계전류밀도 또한 향상시킬 수 있었다.

그림 4는 에탄올을 현탁용매로 선정하여 제작한 전착 막의 표면 SEM 사진으로 분자량 600인 PEG 8 vol.%를 첨가하고 200 V/㎝, 240초의 조건하에서 양호한 후막을 얻을 수 있었다. 그러나 PEG(600)을 사용하여 제작한 전착 막은 아세톤과 동일한 전착조건에서 충분한 두께의 전착이 이루어지지 않았고, 200 V/㎝에서 240초의 전착조건으로 수행했을 때에도 약 10 ㎛의 얇은 전착막이 형성되었다

이소프로판올을 현탁용매로 사용한 경우 YBCO 분말의 전기영동전착은 원활하게 이루어졌지만 상대적으로 높은 제타전위로 인하여 비교적 빠른 영동속도로 전착되는 현상을 보였으며 이로 인하여 균일하지 못한 후막표면의 특성을 보이고 있다.

그림 4. 에탄올 현탁용매에서 전착된 후막 표면

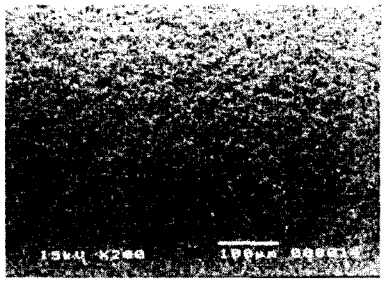

그림 5. 이소프로판올 현탁용매에서 전착된 후막 표면

이소프로판올 현탁용매에 PEG를 첨가했을 경우, YBCO 초전도체 입자들에 대한 PEG의 강한 응집효과로 인하여 부유상태에 있는 분산입자들이 쉽게 갈아 앉기 때문에 전착후막의 두께 감소와 표면 균일성에 영향을 미치는 것으로 판단된다.

그림 6. 이소부탄올 용액에서 전착된 후막 표면

이소부탄올을 현탁용매로 사용하여 200 V/㎝ 전착전압으로는 전착이 원활하지 못하여 300 V/㎝, 전착시간 120 초로 하여 전착하였으며 후막 표면은 그림 6과 같다. 표면은 비교적 고른 분포를 나타냈고, 크랙 또한 적었으며 두께는 25 ㎛로 형성되었다.

그러나 200 V/㎝에서 60초 동안 전착했을 경우 거의 전착이 되지 않았음을 확인할 수 있었다. 이는 이소부탄올 용매의 점성이 본 논문에서 사용한 다른 알코올계 용매에 비해 가장 크기 때문에 전기영동작용에 의한 것이라기보다 대부분 용매의 점성에 의하여 얇은 막을 형성한 것으로 볼 수 있다. 또한 전착조건에 변화를 주어 두꺼운 막으로 전착되었을 때는 이소부탄올 용매의 높은 밀도와 점성으로 전착된 YBCO 분말들을 흘러내리게 하는 특성을 보이고 있다.

이소부탄올 현탁용매 중에 부유된 입자는 비교적 안정된 분산상태를 유지하지만 이소부탄올의 유전율이 비교적 작고 점도가 매우 크기 때문에 전기영동전착을 위한 현탁용매로 적합하지 않음을 확인 하였다.

Ⅳ. 결 론

전기영동전착법에 의한 초전도후막 제작을 위한 조건중 현탁용매 조건에 대한 안정화된 제작 조건을 구현함으로써 전착 불균일성에 따른 초전도 특성 저하요인인 후막표면의 기공과 크랙현상을 최소화하였다.

따라서 본 연구의 결과로부터 YBCO 초전도체 후막 제작용 현탁용매로 아세톤이 가장 적합함을 확인하였고, YBCO 초전도 후막의 막 상태 및 표면 특성을 크게 개선시킬 수 있는 정형화된 조건을 적용시킴으로써 YBCO 후막의 전기적 특성을 보다 향상시킬 수 있을 것으로 사료된다.

참고문헌

[1] 소대화, 이영매, 임병재, 전용우, 코로보바 나탈리아, "폴리머를 첨가한 현탁용매에 따른 초전도 후막의 표면특성", 한국전기전자재료학회 추계학술대회논문집, Vol. 13, No. 1, p. 503, 2000.

[2] 소대화, 전용우, "보조전계를 이용한 전기영동 초전도 막의 제작" 한국전기전자재료학회지, 16권, 2호, p 157, 2003

[3] 소대화, 이영매, 임병재, 전용우, 코로보바 나탈리아, "폴리머를 첨가한 현탁용매에 따른 초전도 후막의 표면특성", 한국전기전자재료학회 추계학술대회논문집, Vol. 13, No. 1, p. 503, 2000

[4] Soh Deawha, et al., Preparation of Super-con- ducting YBCO Thick Film by Electro-ph- oresis, Physica C, Elsivier, 2000

[5] Soh Deawha, et al., High Temperature Superconducting Thick Films by use of EPD Method(II), Eurasian Chem-Tech. J., 2003

[6] 소대화, 박정철, 이영매, 추순남, "후막전착 YBCO 초전도선재 제조연구(Ⅰ)", 한국전기전자재료학회지, 12권, 10호, p. 937, 1999