

미세 균열 제거를 위한 2층 구조 초전도 전착 막의 제작

소 대화* · 전용우** · 박정철***

*명지대학교 · **성덕대학 · ***경원전문학

Preparation of Double Layered Superconductor Films for Micro-crack Removal by EPD

Soh Deawha,* Jeon Yongwoo**, Park Jeongcheul***

*Myongji University, **Sungduk College, ***Kyungwon College

E-mail : dwshoh@mju.ac.kr

요 약

초전도후막의 제작방법으로 전기영동전착법을 균일하고 치밀한 전착후막을 얻을 수 있는 공정기술로 2층 구조 또는 다층구조의 후막제조기술과 2중 전착기술을 개발 적용하였다. 전기영동전착법을 통한 YBCO초전도 후막제작공정에서 전착 시 발생하는 균열현상과 기공의 발생을 2중 전착을 통하여 최소화 시킬 수 있었으며 Ag보호막을 통한 외부의 물리적 변화에 따른 안정성을 확보하였다. 전기영동전착후막 표면안정화 기술 개선과 확보를 통하여 초전도 후막의 전기적 특성을 향상시킬 수 있을 것으로 판단되며 초전도 후막의 특성을 향상시킬 수 있는 여러 파라미터 중 후막표면의 미세균열현상과 기공현상을 억제할 수 있는 기술로 2중 전착 및 다층구조의 공정기술을 적용하여 기존의 공정에 비하여 매우 향상된 후막을 얻을 수 있었다.

키워드

전기영동전착, 임계전류밀도, YBCO

I. 서 론

초전도선재는 초전도기술의 전력 및 산업응용에 있어서 가장 중요한 핵심 소재로서 일반적으로 사용목적과 초전도체의 종류에 따라 가공방법이 크게 달라진다. 전기영동전착법에 의한 선재 제조기술은 비교적 간단한 장치를 사용하여, 다양한 크기의 형상 기판에서 균일하고 치밀한 전착 후막을 얻을 수 있으며, 공정 제어가 용이하다[1,2].

전기영동전착법은 콜로이드상태 혹은 그에 가까운 입자(2~4[μ m])가 분산매체 중 분산 현탁된 상태로 있을 때, 전극을 연결하여 도전시킴에 따라 전하를 띤 입자가 전극에 석출하는 원리로부터 행해진다[3, 4]. 전기영동전착법의 장점으로는 다음과 같다.

- (1) 재료의 사용효율이 높다.
- (2) 균일하고 치밀한 막을 얻을 수 있다.

(3) 전착을 위한 조건을 쉽게 제어함으로써 원하는 두께를 갖는 피막을 제작할 수 있다.

(4) 저온 프로세스이며 제작 장치가 간단하다.

(5) 큰 면적의 제품 제작을 위한 장치의 확대가 용이하다.

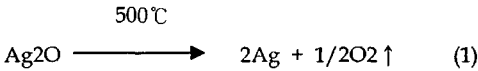
본 논문에서는 위에서 언급한 전기영동전착법의 장점을 초전도 선재제작에 적용하여 단층구조 시 단점으로 발생하는 미세크랙 현상을 최소화시키고 표면의 균일성을 유지할 수 있는 다층 전착공정을 개발 적용하였다.

II. 실험방법

가. 4-1 기판 제작

본 실험에서 사용한 기판은 알루미늄(Al_2O_3) 기판은 전기적 성질을 띠지 않는 절연체이므로 Ag를 도포 하여 전극으로 사용하였다.

먼저 순도 99[%]인 산화은(Ag₂O) 분말을 기판 위에 정착시키기 위하여 송진(turpentine) 기름과 혼합하여 알루미늄 기판의 표면에 고루 도포 하였다. 그리고 상온에서 건조과정을 거친 다음 기판 위의 송진 기름 제거와 산화은을 Ag와 산소로 분해하기 위하여 전기로에서 500[°C], 2시간 동안 열처리를 하였다. Ag₂O의 분해반응식은 식(1)과 같다.



열처리가 끝난 후, 기판에 Ag의 안정된 정착성과 치밀성 및 균일성을 위하여 900[°C]에서 2시간 동안 2차 열처리를 하였다.

2차 열처리가 끝난 후, 알루미늄 기판에 YBCO 분말의 정착조건 향상을 위해 듀얼 유닛 그라인드 폴리셔(dual unit grind polisher)를 사용하여 표면의 산화 막을 제거하고 표면연마를 통하여 면의 균일성을 유지하도록 하였다.

나. YBCO 후막 제작

Ag가 도포된 알루미늄 기판을 (-)전극으로 사용하였다. (+)전극으로는 기판의 크기가 일반 선재와 달리 표면적을 갖기 때문에 균일한 전계의 분포를 위하여 1×1[mm] 눈의 크기를 갖는 스테인레스 강철 망(stainless steel mesh)을 사용하였다. 스테인레스 선의 직경은 1[mm]이며, 스테인레스 강철 망과 기판의 거리는 10[mm]로 제작하였다[5].

그림 1에 개략적인 실험장치의 모습을 나타내었다.

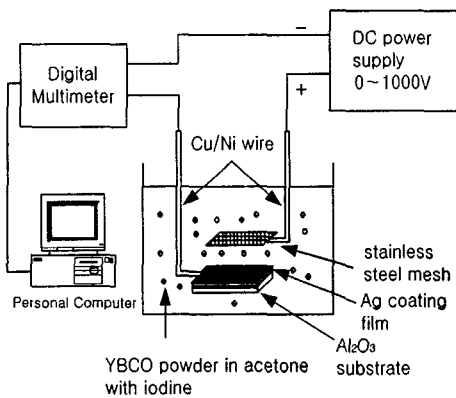


그림 1. 전기영동 후막전착 장치의 개략도

DC 전압(100[V]~500[V])을 인가하여 YBCO 초전도분말을 정착시킨 후 상온에서 건조시킨 후 800[°C]에서 예열처리를 하였다. 초전도체 표면에

Ag보호막 형성을 위하여 Ag₂O를 다시 전착시킨 후 600[°C]에서 6시간 열처리를 한 후, 930[°C]에서 24시간 소결처리를 하였다. 소결처리가 끝난 시편을 산소를 흡착시키기 위하여 400~500[°C]에서 72시간 동안 산소흡착처리를 하였다.

다. YBCO 초전도 전착후막 선재제작 방법

초전도 선재제작 방법공정 중 전계인가는 DC전압을 100[V]에서 450[V]까지 일정간격으로 가변서 인가하여 평균 4초전도체 분말을 전착시킨 후, 800[°C]에서 6시간 동안 열처리하였다.

시편 표면 위에 2차 전착을 위하여 Ag₂O를 전착시킨 후 열처리하여 Ag막을 만들었다. 930[°C], 24시간 동안 소결처리 하여 단층의 YBCO 초전도 선재를 제작하였고, 단층 선재 위에 초전도체 분말을 전착시켜 800[°C]에서 6시간 동안 열처리하였다. 마지막단계로 시편 표면의 보호를 위하여 2차로 Ag₂O를 전착시킨 후, 600[°C]에서 2시간 열처리 과정을 거쳐, 930[°C], 24시간 동안 소결 처리함으로써 이중구조를 갖는 초전도체 선재를 제작하였다. 그림 2에서는 YBCO 초전도 선재제작 순서도를 나타냈고 그림 3에서는 소결온도 프로그램을 나타냈다

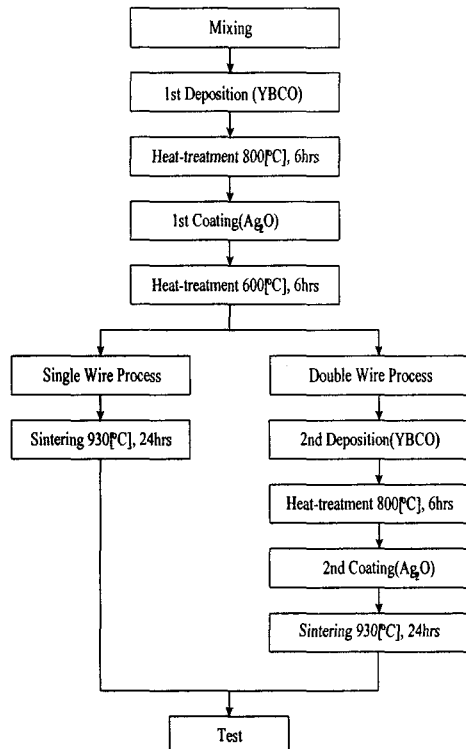


그림 2. YBCO 초전도 선재 제작의 순서도

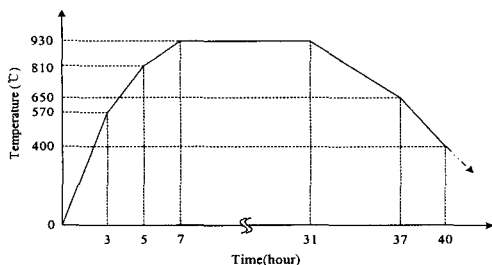


그림 3. YBCO 후막 및 선재시편의 열처리 온도 프로그래프

III. 결과 및 고찰

전착된 초전도 후막의 표면 현상들을 관찰하기 위하여 금속기선 위에 전착시간과 인가전압의 전착조건을 각각 30초와 100[V]로 고정시키고 1차 전착 후 소결한 경우와 동일조건에서 1차 전착 막 위에 다시 2차 전착하여 소결한 선재의 표면현상을 SEM 사진을 통하여 분석, 관찰하였다.

그림 4는 100[V]에서 30초 동안 전착시킨 선재의 표면을 SEM으로 관찰한 사진이다. 전착된 선재의 표면에 기공이 생성되는 현상과 건조과정에서 후막표면에 미세 크랙이 발생되는 불균일한 표면 현상을 확인할 수 있다.

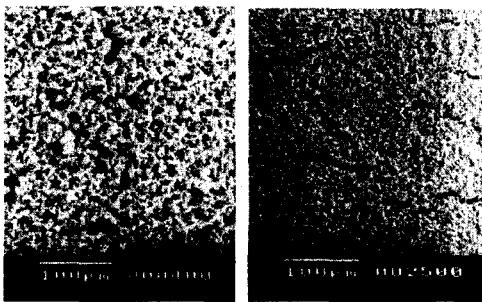
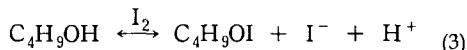
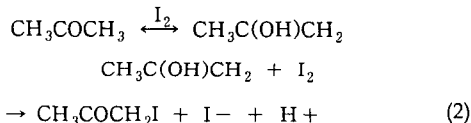


그림 4. 1차 전착 후막의 표면 SEM 사진

1차 전착시편표면에서 나타나는 기공은 화학반응작용으로 식 2, 3과 같이 전착 시 현탁액 내의 일부 용제가 분해 되면서 H₂ 기체를 방출시킴으로써 기포가 형성되고 이로 인하여 표면에 기공이 형성되는 것으로 판단된다.



미세 크랙현상은 20[μm]이하의 얇은 전착 두께와 건조과정에서 입자간의 응집현상으로 미세 크랙을 발생시키는 것으로 판단된다. 즉 1차 전착공정만으로는 크랙을 최소화 하는데 어려움이 있음을 확인할 수 있었다. 그림 5는 그림 4의 선재시편 위에 같은 방법으로 2차 전착시켜 얻은 시편의 표면 SEM 사진이다. 즉 그림 4의 제작조건과 동일한 방법으로 1차 전착 후막시편을 제작 건조하였으며 1차 전착과 동일한 조건으로 2차 전착 하여 얻은 샘플로 그림 4에서 볼 수 있던 미세한 크랙들은 현저하게 감소함을 확인할 수 있다. 이는 2차 전착 시 분말 입자들이 1차 전착 때 발생된 크랙과 기공 사이에 채워짐으로써 기공과 크랙을 최소화 한 효과를 유발한 것으로 판단된다.

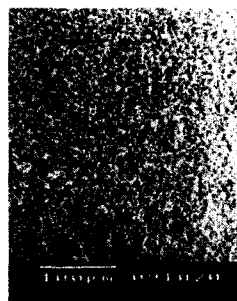


그림 5. 2차 전착 후막의 표면 SEM 사진

그림 6은 1차 전착된 샘플을 일정부분만 2차 전착한 후 그 경계면을 현미경으로 관찰한 그림으로 1차 전착 부분에 대하여 2차 전착을 수행하여 얻은 부분의 표면에서 상대적으로 균일하고 치밀한 표면을 볼 수 있다. 1차전착과 2차전착시 전계분포의 차이로 인해 와 2차 전착 조건에서의 전착분말 입자의 크기는 1차 전착에 비하여 상대적으로 작은 분말입자가 전착된다. 결과적으로 1차 전착 후 발생되는 미세 기공 및 균열현상의 결함을 이중 전착을 통하여 연결, 봉입 시켜줌으로서 전기영동전착공정을 보완하였으며 초전도 전기적 특성인 임계전류밀도를 향상시킬 수 있을 것으로 사료된다.

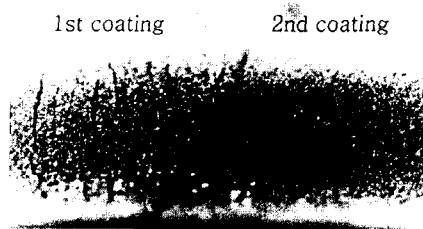


그림 6. 1차/2차 이중전착 막 경계표면 사진

전기영동전착 공정 후 발생하는 후막의 표면 손상이나 습기로부터 표면을 보호하고 약 연접을 제거하기 위하여 시편 위에 같은 Ag₂O막을 YBCO 후막위에 전착시켰다.

Ag₂O를 열처리하여 환원시키면 금속 Ag 보호막을 얻을 수 있으며, 직경 0.8[mm]의 Ag선 위에 약 30[μ m] 두께의 YBCO 분말을 전착시킨 바깥 층에 Ag 보호막을 입힌 시편을 절단하여 얻은 단면과 측면 사진을 그림 7에 나타냈다. YBCO 전착 막은 Ag 선 위에 일정한 두께로 형성되었고, Ag 보호막도 일정한 두께로 전착이 된 것을 선재 시편의 단면구조와 측면 구조로 확인 할 수 있었다. 2층 구조의 단면 및 측면 구조에서 외측 YBCO층의 두께는 40.8[μ m]이며, 내측의 YBCO 층의 두께는 38.6[μ m]로 측정되었다. 내, 외측의 YBCO입자 밀도가 크게 개선되어 나타났으며, 전착상태가 양호하였다. 또한 Ag₂O층 두께가 균일하게 전착되었음을 확인할 수 있었다.

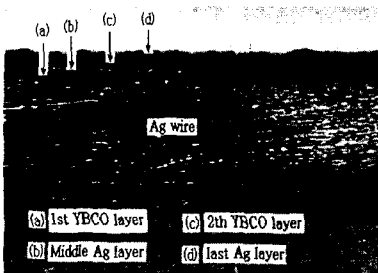
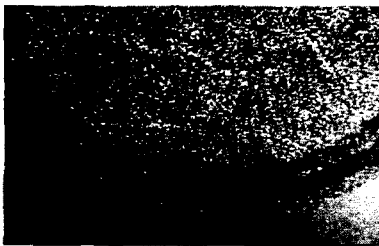


그림 7. 2층구조 YBCO 전착 선재시편의 단면 및 측면구조

전기영동전착법을 통한 YBCO 초전도 후막제작 공정에서 전착 시 발생하는 균열현상과 기공의 발생을 2중 전착을 통하여 최소화 시킬 수 있었으며

Ag보호막을 통한 외부의 물리적 변화에 따른 안정성을 확보하였다. 전기영동전착후막 표면안정화 기술 개선과 확보를 통하여 초전도 후막의 전기적 특성을 향상시킬 수 있을 것으로 판단된다.

IV. 결 론

전기영동전착법을 이용한 선재 및 막의 제조 공정에서 초전도 특성을 향상시킬 수 있는 중요인자로 인가전압, 현탁액조성, 전착밀도 등 상호 복합적요인이 있으나 후막의 균일한 전착과 밀도가 높은 전착상태를 유지시키는 것이 무엇보다 중요하다.

따라서 초전도 후막의 특성을 향상시킬 수 있는 여러 파라미터 중 후막표면의 미세균열현상과 기공현상을 억제할 수 있는 기술로 2중 전착 및 다층 구조의 공정기술을 적용하여 기존의 공정에 비하여 매우 향상된 후막을 얻을 수 있었다.

전기영동전착법을 통한 후막의 제조공정에 본 기술을 적용함으로써 초전도 특성개선 및 향상에 기여할 수 있을 것으로 판단된다.

참고문헌

- [1] D. W. Soh, Y. Q. Shan, Y. M. Li, J. C. Park, and Y. J. Cho, "Preparation of superconducting YBCO thick film by electrophoresis", Physica C, Vol. 337, No. 1-4, p. 44, 2000
- [2] 소대화, 전용우, "PEG 첨가에 의한 YBCO 전착후막의 특성향상" KIEEME, Vol. 16. No.12, p 1125, 2003
- [3] D. W. Soh, J. C. Park, N. Korobova, and Y. M. Li, "Influence of additives and control of cracking on superconducting wire by electrophoresis", ICEIC2000, p. 588, 2000
- [4] Nobuyuki KOURA, Takeyo TSUKAMOTO, Hiromasa SHOJI and Touru Hotta ; "Preparation of Various Oxide Films by Electroplating Method : A study of the Mechanism" Appl. Phys. Vol. 34. p. 1643, 1995.
- [5] 소대화, "전기영동법에 의한 YBCO 고온초전도체 후막제조", 산업기술연구소논문집, 제18집, p. 600, 1999.