

Bi계 고온초전도체에서 하소분말입자미세화와 2223상 생성량
(Micronization of Calcined Powder and Formation of 2223 Phase
in Bi-system High- T_c Superconductor)

한양대학교 주 광 철*, 이 완 재

1. 서 론 : 고온초전도체의 실용화에 있어서 가장 큰 문제점은 임계온도와 임계전류밀도가 낮다는 것이다. Bi계 초전도재료의 경우, T_c 는 낮으나 J_c 가 높고, 2223상이 High T_c 를 나타내고 있어 실용화 연구가 활발히 진행되고 있다. 본 연구는 입자미세화로 소결온도를 낮추고 시간을 단축시킬 수 있다고 생각되어 유기산염 열분해법에 의하여 제조된 하소분말의 미세화와 Bi계 2223상 생성량과의 관계를 조사검토하였다.

2. 실험방법 : Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO 의 분말을 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 의 화학량론이 되도록 칭량하여 유기산염 열분해법으로 합성하였다. 합성된 precursor를 유성 ball mill로 1, 2, 3시간 동안 분쇄한 후, 각각 750°C 에서 8시간 동안 하소시켰다. 또 각각의 하소 후 유성 ball mill로 1, 2, 3시간 동안 분쇄시켰다. 열분해 및 하소 후, 분쇄한 분말은 Laser 입도분석기에 의하여 입도측정을 하고, 입도형상을 SEM으로 관찰하였다. 하소 분말은 XRD로 새로운상의 생성을 유성 ball mill시간과의 관계로 조사하였다. 성형은 $3\text{ton}/\text{cm}^2$ 의 성형압으로 $5\text{mm}(\text{W}) \times 22\text{mm}(\text{L}) \times 1\text{mm}(\text{T})$ 의 성형체를 얻었다. 소결은 860°C 에서 2223상의 출현을 조사하기 위하여 20시간 간격으로 3회 대기중에서 하였다. 소결 후 냉각은 600°C 까지 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 로 하고, 그 후는 노냉을 했다. 이들 시편을 XRD로 2223상의 형성을 소결시간과의 관계로 조사하고, 하소 후 분말의 입도와 소결시간에 따른 2223상의 생성결과를 비교하였다. 총 60시간 소결한 시편에 대하여 4단자법으로 T_c 를 측정하고, 입도와 비교분석하였다.

3. 결과 및 고찰 : 열분해시킨 후 유성 ball mill한 분말의 평균입도는 분쇄시간(1, 2, 3시간)에 따라 각각 352nm , 301.1nm , 294.2nm 이었으며, 하소 후 유성 ball mill한 분말의 평균입도는 시간(1, 2, 3시간)에 따라 각각 490.2nm , 458nm , 460.5nm 이었다. 유자막에서 분쇄한 분말은 열분해 및 하소 후 분쇄한 분말 모두 평균입도가 약 660nm 인 불규칙한 형상의 분말이 얻어졌다. SEM사진으로 부터 유자막에서 분쇄한 분말보다 유성 ball mill한 분말이 보다 미세하고 균등한 입자형상을 가지고 있으며, 유성 ball mill시간에 따라 입자는 미세해지고 형상도 점점 균등해지는 것을 알 수 있었다. 60시간 소결한 시편에서 유성 ball mill시간이 길어짐에 따라 High T_c 상이 증가하였고, 3시간 유성 ball mill한 경우 입자성장이 방향성을 나타내었다.

4. 결 론 : 유기산염 열분해법으로 합성한 후 유성 ball mill하여 제조한 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 조성의 합성분말을 하소, 성형, 소결한 후 초전도 특성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 유성 ball mill한 후 제조한 합성분말의 조성은 균일하였다. 2) 유성 ball mill시간이 길어질수록 소결체의 입자성장이 현저하였다. 3) 유성 ball mill시간이 길어질수록 High T_c 상이 증가하였다.

5. 참고문헌

- 1) T. Asaka, Y. Okazawa, and K. Tachikawa : J. Japan Inst. Metal, 56 (1992) L715
- 2) 田中, 縮田, 南井 : 粉體および粉末冶金, 第40卷(1993)第12號 pp.1200-1207