

액상침투법으로 제조된  $YBa_2Cu_3O_x$  초전도체의 미세조직에 관한 연구  
(Influence of Processing Parameters on the 211 Distribution of  $YBa_2Cu_3O_x$   
Prepared by Melt Infiltration Process)

한국과학기술원 : 지영아, 강석중

한국원자력연구소 : 김찬중, 홍계원

### I. 서론

지금까지 123 초전도체의 물성을 실제로 응용이 가능한 수준까지 향상시키기 위한 많은 연구가 있어 왔다. 그중에서 Bulk 초전도체를 제조하는 방법으로는 slow cooling이나 undercooling 등을 포함하는 melt processing으로 총칭되는 방법이 가장 효과적인 것으로 알려졌다. 이 melt processing으로 제조한 초전도체는 응용이 가능한 수준의 높은 임계전류밀도를 가지지만 제조공정에 소요되는 시간이 너무 길고 wire fabrication에 직접 적용이 어렵다는 단점을 가지고 있다. 하지만 본 연구에서 사용한 melt infiltration process는 저온에서 melt를 형성하여 등은 열처리를 통해 123를 합성하므로 상대적으로 짧은 시간에 반응을 완료할수 있으며 wire fabrication에 적용이 용이하다. 그러나 이 방법은 공정 변수가 그 미세조직에 미치는 영향 등이 제대로 밝혀져 있지 않으므로 향상된 물성을 얻기 위해서는 그 상호관계에 대한 연구가 선행되어야 한다. 따라서 본 연구에서는 211 입자크기와 액상조성 등이 123의 미세조직, 특히 211의 분포에 어떤 영향을 미치는지를 고찰하였다.

### II. 실험 방법

Melt infiltration process로 123를 합성하기 위해 211 분말과 액상분말을 따로 제조하였다. 211 분말은 고상반응법을 통해 합성하였다. 하소한 직후에 입자는  $3-5\mu m$ 의 크기를 가지며 입자크기의 영향을 보기 위해 이 분말을  $1\mu m$ 와 submicron의 크기로 분쇄하였다. 이 분말을 압축성형한 후 소결하여 기공률이 매우 큰 소결체를 만들었다. 열처리시에 액상은 이 기공을 통하여 infiltration 되어 211과 반응하게 된다. 액상분말 역시 고상합성법을 통해 합성하였으며 액상 조성의 영향을 보기 위해 Ba:Cu의 비율을 3:4.5, 3:4.9, 3:5, 3:5.15의 4가지로 다르게 하였다. 여기서 3:5는 211과 반응하여 123를 만드는 stoichiometric 조성이고 3:4.9와 3:4.5는 Ba이 많은 조성이며 3:5.15는 Cu가 많은 조성이다. 이 액상분말로 211 소결체를 둘러싸서 액상만이 녹는 온도에서 열처리하면 액상이 211 소결체 내부로 infiltration되면서 123 상을 형성한다. 이렇게 제조된 123의 미세조직을 통해 211의 분포가 어떻게 달라지는지를 관찰하였다.

### III. 실험 결과

다음 표는 각 공정변수와 211 분포와의 관계를 요약한 것이다. 211 분말의 크기는 large, medium, small로 표시하였으며 이는 각각 as-calcined 분말과 attrition milling을 통하여 얻은  $1\mu m$ , submicron 크기의 분말을 사용하였음을 의미한다. 또 4.5, 4.9, 5.0, 5.15는 각각 액상분말의 조성을 의미하며 L, P, R은 211의 분포가 선형분포(Linear), 면형분포(Planar), pattern없이 random(R)하게 분포함을 표시한 것이다.

	4.5	4.9	5.0	5.15
large	R	R	R	R
medium	L	P	P	P
small	P	L	L	LP

이 결과는 211의 크기가 작아질수록 선형 pattern이 주로 나타남을 의미하며 이는 211이 deficient한 123계에서 선형 pattern이 나타나는 사실과 일치하는 결과이다. 또한 액상조성이 Ba-rich 쪽으로 갈수록 선형 pattern이 나타나는 경향이 있는데 이 경향은 small-4.5의 경우엔 어긋나는 결과를 보인다. 이는 액상조성 자체의 영향보다 액상조성 변화로 인한 점도변화 등의 간접적인 영향이 더 강해서 일어난 현상으로 판단된다. 이러한 pattern의 형태변화와 형성 여부는 초전도체의 물성에 영향을 줄수 있으므로 공정 변수와의 관계를 밝히고 이의 형성을 조절하는 일이 필수적이다.